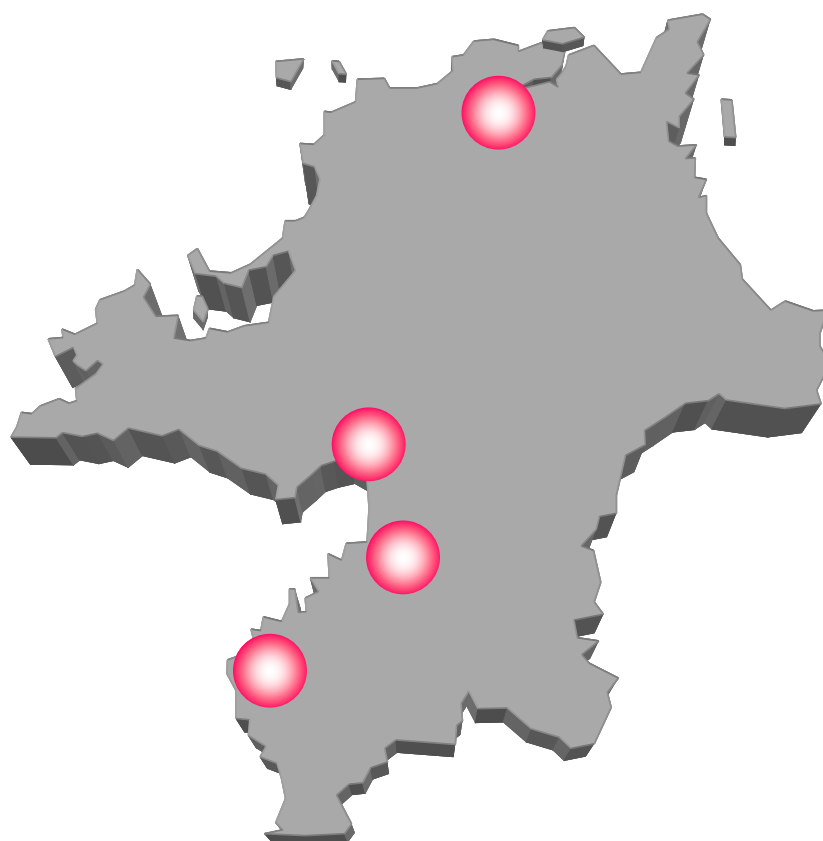


No.23 (2013)

# 研究報告



福岡県工業技術センター

◆◆研究報告◆◆

大気圧プラズマ処理したポリオレフィンのポリマーブレンドへの応用	1
田村 貞明, 泊 有佐, 藤田 祐史, 大崎 徹郎, 泉田 博志, 佐野 洋一, 古賀 啓子	
粉体用大気圧プラズマ処理による機能剤の改質	4
田村 貞明, 泊 有佐, 藤田 祐史, 大崎 徹郎, 古賀 啓子	
自動車用軽量フロアカーペットのための高機能防音材及びその製造技術の開発	7
田村 貞明, 泊 有佐, 藤田 祐史, 大崎 徹郎, 江藤 朋弘, 古賀 新一	
バイオ医薬品・治療研究のための新規の完全合成培養液の開発	10
古賀 慎太郎, 垣下 愛, 石川 智之, チャニダー ピヤサバン, 金沢 英一, 楠本 賢一	
書見台使用時の座位姿勢:成人と児童の比較研究	14
友延 憲幸, 河原 雅典	
薄板を積層接着した板材の強度向上に関する検討 —炭素繊維による補強について—	17
朝倉 良平, 竹内 和敏, 岡村 博幸	
家具・建材等から発生する代替VOC評価技術の開発(第2報)	20
古賀 賢一	
人工柾目模様による木材の高付加価値化(第4報) —加熱条件とマスキングが加熱圧縮木材の形状固定に与える影響—	24
楠本 幸裕, 朝倉 良平, 竹内 和敏	
針葉樹家具部材の寸法安定性向上に関する開発	27
岡村 博幸, 朝倉 良平, 竹内 和敏	
マグネシウム合金への高耐食性化成処理技術の開発	31
古賀 弘毅, 宅野 千秋, 御船 隆, 大和 洋吉	
錫めっき廃棄物のリサイクルに関する調査	35
古賀 弘毅, 御船 隆裕, 吉玉 和生	
高窒素ステンレス鋼のスポット溶接部の耐食性	39
島田 雅博, 中野 光一	
細穴放電加工技術による小径深穴高速加工技術の開発と金型加工技術への適用	42
在川 功一	
サーボプレス活用技術の調査研究	46
小田 太, 竹下 朋春, 堀之内 大樹	

新型レーンボンドの最適形状設計及び加熱特性に関する研究	49
高宮 義弘, 吉村 賢二, 山本 圭一郎, 吉永 憲市, 江頭 隆善	
矩形流路を有する超音速二流体ノズルの開発	52
周善寺 清隆	
LED 照明における光学設計技術の開発	56
西村 圭一, 古賀 文隆	

◆◆学協会誌掲載論文の概要◆◆

気孔制御による揚水性・耐凍害性を有するレンガの開発	59
阪本 尚孝, 親川 夢子, 田中 浩, 中野 辰博	
薬剤耐性菌を対象とした薬剤感受性試験におけるWST-8発色法とCLSI微量液体希釈法の適用性比較	61
塚谷 忠之, 末永 光, 志賀 匡宣, 野口 克也, 石山 宗孝, 江副 公俊, 松本 清	

# 研究報告



# 大気圧プラズマ処理したポリオレフィンのポリマーブレンドへの応用

田村 貞明\*1 泊 有佐\*1 藤田 祐史\*1 大崎 徹郎\*1 泉田 博志\*2 佐野 洋一\*3 古賀 啓子\*3

## Application of Atmospheric-pressure Plasma-treated Polyolefin to Polymer Blend

Sadaaki Tamura, Arisa Tomari, Yuji Fujita, Tetsuro Osaki, Hiroshi Izumida, Yoichi Sano and Keiko Koga

大気圧プラズマ処理法は、ポリオレフィン粉体表面にドライプロセスで簡便にアミノ基を高濃度で導入することが可能である。アミノ基の高い反応性のため、アミノ基を導入したポリオレフィンは、ポリアミドや熱可塑性ポリウレタンとの熔融ブレンドにおいてグラフトポリマーを生成し、これが2相の界面を安定化させ、相溶性を向上させる。そのため大気圧プラズマ処理によるアミノ基を導入したポリオレフィンを使用すれば、ポリアミドや熱可塑性ポリウレタンの性能を維持しつつブレンドが可能であり、耐加水分解性の向上、成形性の改善による生産性のアップやコストダウンが期待される。

### 1 はじめに

温暖化による夏の暑さ対策、省エネルギー対策として、冷感のある繊維や冷感マット等の需要が高まっている。その材料として冷感特性のあるポリアミド共重合体や熱可塑性ポリウレタンが使用されるが、高価なため、これに安価なポリオレフィンをブレンドすることで、性能を維持したまま価格を下げるのが工業的に望まれている。しかし、ポリオレフィンは安価であるが高機能樹脂と上手く相溶しないことから、簡便なドライプロセスで置換基を導入できる大気圧プラズマ処理を施したポリオレフィンを用いてポリマーブレンドを行い、冷感性や力学特性について評価した。

### 2 実験方法

大気圧プラズマ処理を行うポリオレフィンとして、粉末での入手が可能な日本ポリエチレン（株）製の直鎖状低密度ポリエチレン（以下PEと略す）を用いた。

高機能樹脂としては、冷感マット用原料として使用されているARKEMA社製のポリエーテルブロックアミド共重合体（以下PEBAXと略す）を用いた。

PEへの大気圧プラズマ処理は、粉体用大気圧プラズマ処理装置（図1）を用いて九州産業大学にて行われた<sup>1)</sup>。プラズマ処理は大気圧下、ヘリウムと窒素の混合ガス中で出力200W、10分間の条件で行われた。官能基導入の確認は同大学総合機器センターのX線光電子分光法（XPS）による表面分析で行った。断面の観察

は、同センターの走査型電子顕微鏡（日本電子（株）製JSM6060）にて行われた。

PEとPEBAXのポリマーブレンドは押出性試験機（（株）東洋精機製作所製ラボプラストミル）を用い、Tダイによってフィルム成形を行った。

成形フィルムの冷感評価は精密迅速熱物性測定装置KES-F7（カトーテック（株）製サーモラボII型）を用いて接触冷温感（ $q_{max}$ 値）で評価した。

力学特性については、成形フィルムをダンベル状に打ち抜いた後、万能試験機オートグラフ（（株）島津製作所製AG-5 k NX）を用いて引張試験を行い、JIS法<sup>2)</sup>に基づいて、弾性率、最大点応力、最大点ひずみ及び降伏点応力で評価した。

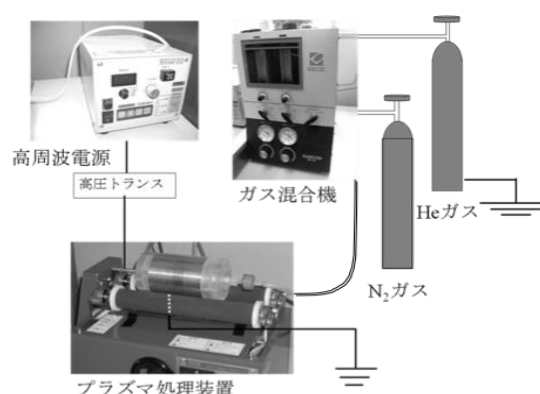


図1 粉体用大気圧プラズマ処理装置

### 3 結果と考察

#### 3-1 成形性

プラズマ処理PE及び未処理PEを0%から20%刻みで100%までPEBAXに配合し、各6水準のフィルム成形を行

\*1 化学繊維研究所  
\*2 室町ケミカル株式会社  
\*3 九州産業大学

った。その結果、いずれの配合率でも良好に均一な厚みのフィルム成形が可能であった。

### 3-2 冷感特性

成形したフィルムの $q_{max}$ 値を図2に示す。 $q_{max}$ は人間が物に触れた瞬間に感じる冷たさ（温かさ）を示し、大きいほど冷たく感じることを示す。その結果、PEBAX単体よりもプラズマ処理PEの配合により冷感特性向上の傾向が見られた。またプラズマ未処理PEではプラズマ処理に比べて冷感特性は低かった。プラズマ処理、未処理ともに配合量60%のところで $q_{max}$ が低下しているのは、フィルムが膜厚方向に層をなしているため（図3）、層と層の間に空気層が入ることにより、熱伝導が低下するためと考えられ、正確な値が得られていないと考えられる。

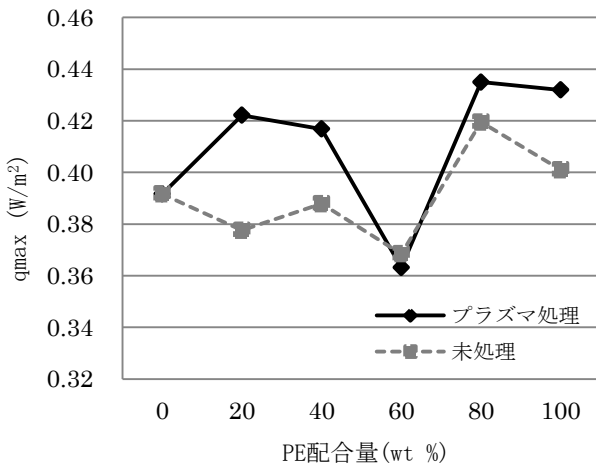


図2 接触冷感値

層状に剥離が発生

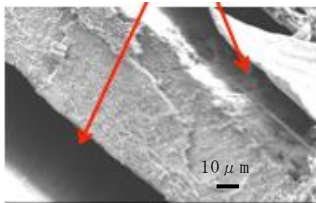


図3 配合量60%フィルムの断面（未処理）

電子顕微鏡観察画像

### 3-3 力学特性

万能試験機による引張試験結果について、弾性率を図4、最大点応力を図5、最大点ひずみを図6、降伏点応力を図7に示す。

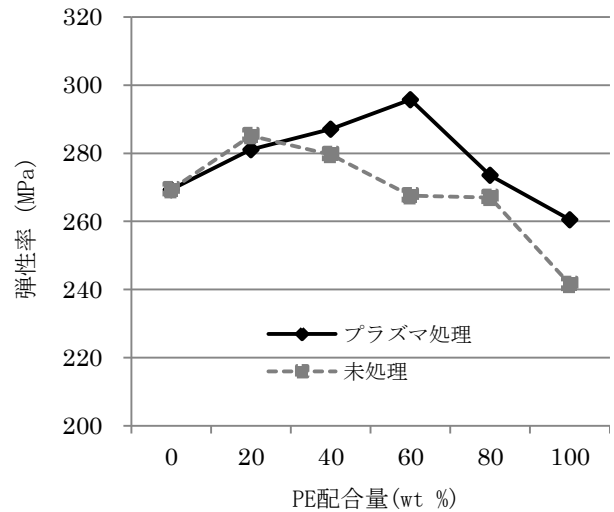


図4 ブレンドフィルムの弾性率

弾性率は、PE配合なしのPEBAXのみでは約270MPaであったが、プラズマ処理PEとブレンドにより、最大約300MPaまで向上した。またプラズマ処理PE添加の場合、その配合量60%まで向上が見られ80%以上では低下した。未処理PE添加では配合量20%が最も弾性率が大きく、40%以上では徐々に低下が見られ、60%以上のブレンドでPEBAX単体の弾性率を下回った（図4）。

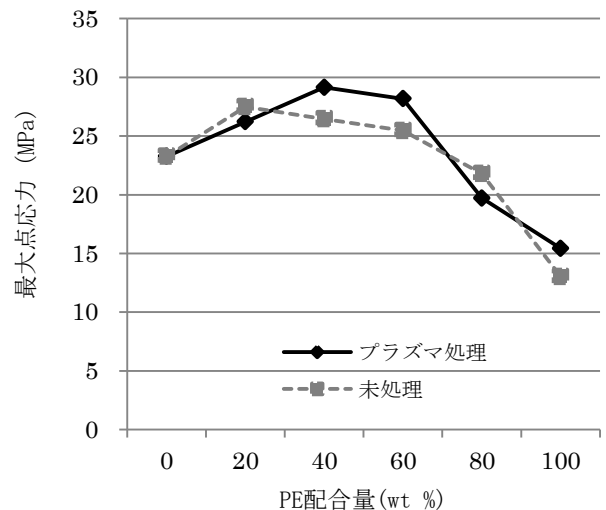


図5 ブレンドフィルムの最大点応力

最大点応力は、PEBAXのみでは約23MPaであり、PE配合でプラズマ処理、未処理ともに60%までは無配合よりも向上したが、80%以上配合では、PEBAX単体よりも性能が低下した（図5）。

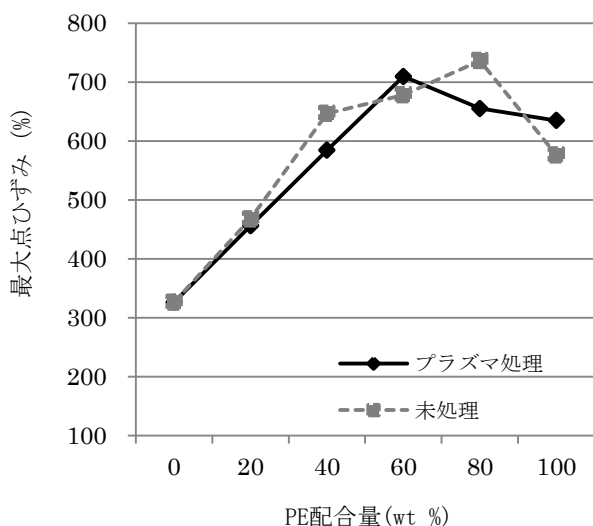


図6 ブレンドフィルムの最大点ひずみ

最大点ひずみは、PEBAX単体では約330%であるが、PEの配合量によっては700%超と2倍以上の性能向上が見られた (図6)。

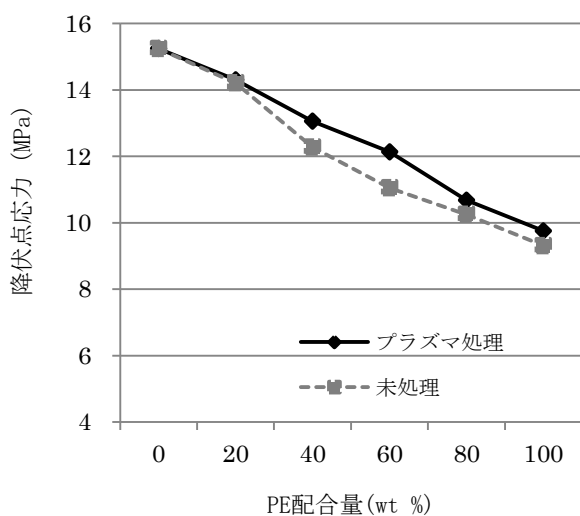


図7 ブレンドフィルムの降伏点応力

降伏点は、PEBAX単体で約15MPaだが、PEの配合量が増えるにつれて漸減し、PEのみでは約10MPaとなった (図7)。

#### 4 まとめ

今回、成形したポリマーブレンドフィルムの相溶性及びグラフト共重合体生成の確認は九州産業大学において、それぞれ電子顕微鏡観察及び溶媒抽出によって行われている。今回のブレンドフィルムはPE配合量が40%以下のところでは、PEBAXの海にPEの島が分散して

いる海島状態が観察された。また溶媒抽出の結果では、プラズマ処理PEとのブレンドフィルムにプラズマ未処理PEでは見られない残渣が確認され、グラフト共重合体の存在が確認された。

また耐久性という観点から、ブレンドフィルムの耐加水分解性について、温水に浸漬後の引張試験で評価を行い、プラズマ処理PEの方がプラズマ未処理PEに比べて、劣化具合が小さいことを確認した。

#### 謝辞

本報告は財団法人福岡県産業・科学技術振興財団のIST研究FS事業で実施した事業の一部である。

#### 5 参考文献

- 1) 特許5089521 「粉体のプラズマ処理方法」
- 2) JIS K 7127 プラスチック—引張特性の試験方法—

# 粉体用大気圧プラズマ処理による機能剤の改質

田村 貞明\*<sup>1</sup> 泊 有佐\*<sup>1</sup> 藤田 祐史\*<sup>1</sup> 大崎 徹郎\*<sup>1</sup> 古賀 啓子\*<sup>2</sup>

## Modification of Additive Agent by Atmospheric-pressure Plasma Processing for Powder

Sadaaki Tamura, Arisa Tomari, Yuji Fujita, Tetsuro Osaki and Keiko Koga

繊維・高分子の機能は、基材の性質のみならず添加される機能剤の特性に大きく依存している。機能剤は目的とする性能はもとより、基材との相溶性や基材中での分散性が良いことが重要であり、そのために立体構造や極性電荷を改質する必要がある。一般的に機能剤の改質は、湿式と乾式のどちらかで行われるが、湿式では溶媒や後処理が必要であるなど手間がかかる。そこで本研究では、ドライプロセスで簡便に化学的な改質が可能であるという特長を持つ粉体用大気圧プラズマ処理を用いて機能剤の改質を図り、分散性、機能性について検討した。

### 1 はじめに

高分子材料は、軽量性や易成形性などの長所を有するが、燃焼性や耐久性などの短所も併せ持っている。そこで短所を補完するためや、さらに新たな機能を付与させ多機能化や高付加価値化を図るために難燃剤、耐光剤及び抗菌剤といった種々の高機能化剤が開発され添加されている。機能剤を高分子に配合する場合に重要となるのは、高分子中での安定な分散・固定であり、不安定な場合には徐々に機能剤が移動して高分子表面に析出するブリードアウト、ブルーミングといった現象が生じ機能や外観が低下する。ブリードアウトが発生する場合、さらにブリードアウト抑制剤を追加することで解決できることもあるが、添加剤の総量が増加することによって、その他の性能が低下する恐れがある。そこで、不安定な機能剤自体を改良するために立体構造や極性電荷を再設計する必要があり、湿式や乾式処理によって改質が図られている<sup>1)</sup>。湿式では溶媒を用いるため環境負荷が大きく、廃液処理や精製のための後処理が必要となるなど、工程が多数煩雑となる。本報では、九州産業大学の技術シーズである粉体用大気圧プラズマ処理装置を用いた、乾式で簡便な機能剤の改質及びその機能剤の分散性、機能性について報告する。

### 2 実験方法

機能剤へのプラズマ処理は、九州産業大学オリジナルの同軸回転型放電容器を用いた粉体用処理装置<sup>2)</sup>を用いて行った(図1)。プラズマ処理条件は大気圧下、

ヘリウムと窒素の混合ガス中で出力100~300W、5~10分間の条件で行った。官能基導入の確認は、同大学のX線光電子分光装置(ESCA-3400, (株)島津製作所)を用いて酸素/炭素比及び窒素/炭素比を求め評価した。機能剤の高分子への添加は、混合液のキャストフィルム化の他、混練性押出性試験機(ラボプラストミル, (株)東洋精機製作所)のミキサによる混練によって行った。分散性はJIS K 7136プラスチック-透明材料のヘーズの求め方によって紫外可視分光光度計((株)島津製作所製UV-2400PC)を用いて曇り度を測定し評価した。燃焼性はJIS K 7201に基づいて燃焼性試験機(ON-1, スガ試験機(株))による限界酸素指数法により評価した。

材料は機能剤として、大八化学工業(株)製の芳香族縮合リン酸エステル難燃剤PX-200(以下難燃剤①と略す)、(株)アデカ製のリン酸塩系難燃剤アデカスタブFP2200(以下難燃剤②と略す)の2種類の難燃剤を用いた。

主材である高分子は、熱可塑性ポリウレタンエラストマー(エラストラン<sup>®</sup>1190ATR, BASFジャパン(株), 以下TPUと略す)を用いた。

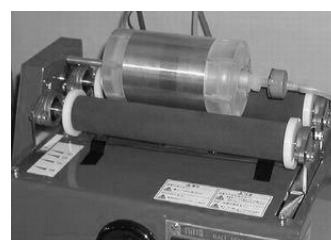


図1 粉体用大気圧プラズマ処理装置

\*1 化学繊維研究所

\*2 九州産業大学

### 3 結果

#### 3-1 官能基の導入

難燃剤①のプラズマ処理条件と分析結果を表1に示す。出力150W, 処理時間10分で、酸素量と窒素量の増加が確認できたが、200Wで処理を行うと放電容器の温度上昇により難燃剤の溶解が確認された。

表1 難燃剤①へのプラズマ処理条件と結果

処理条件		分析結果	
出力	時間	O/C	N/C
未処理 (Blank)		0.257	0
100 W	5 min	0.276	0
100 W	10 min	0.228	0.0046
150 W	10 min	0.279	0.0077
200 W	5 min	処理中にサンプル溶解	

難燃剤②のプラズマ処理結果を表2に示す。難燃剤②は耐熱温度が高いため、300W, 5分までのプラズマ処理が可能であり、300W, 5分の処理では炭素に対しての酸素量は1.4倍、窒素量は約1.7倍の増加が見られ、プラズマ処理によって官能基が導入されていることが確認できた (図2はX線光電子分光分析スペクトル)。

表2 難燃剤②へのプラズマ処理条件と結果

処理条件		分析結果	
出力	時間	O/C	N/C
未処理 (Blank)		0.972	0.454
100 W	5 min	1.013	0.468
200 W	5 min	1.247	0.603
300 W	5 min	1.389	0.766

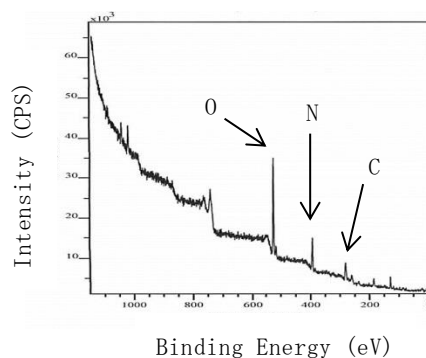


図2 X線光電子分光分析スペクトル

#### 3-2 高分子への配合

難燃剤①は有機溶媒に溶解するため、TPUに対し10重量部数配合してキャストフィルム化し、厚み約0.2 mmの均一なシートを得た。

難燃剤②は溶媒に不要であったため、ミキサによる溶融混練とプレスにより難燃剤配合量25重量部で約0.3mmの厚みのシートを得た。

#### 3-3 分散性評価

難燃剤①配合フィルムの曇り度試験結果を図3に示す。TPU単体及び難燃剤配合TPUは、フィルム化直後は無色透明であり曇り度は0に近いが、プラズマ未処理難燃剤配合フィルムでは成形後10日程度で表面にブリードアウト現象が発生し曇り度が上昇した。それに対し、プラズマ処理した難燃剤①では20日後まで曇り度が上昇せず分散性が向上していることが確認できた。

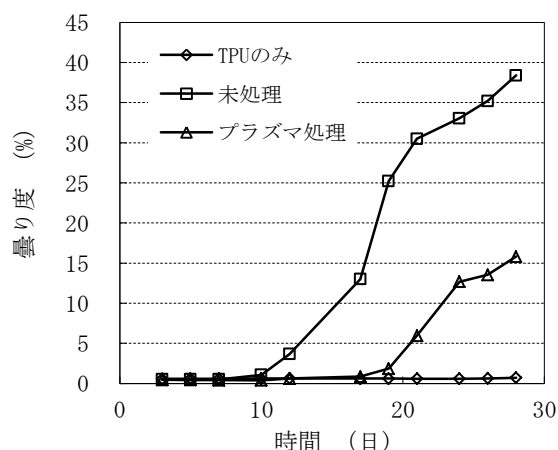


図3 フィルム曇り度の経時変化

フィルム作成後26日目のフィルム外観を図4に示す。白い部分がブリードアウト部分であり未処理ではほぼ全面にブリードアウトが見られるが、プラズマ処理した難燃剤①では部分的に透明な部分が残っていること

がわかる。

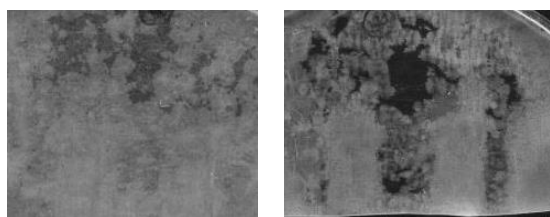


図4 26日後のブリードアウト外観  
(左：未処理，右：プラズマ処理)

### 3-4 機能性評価

難燃剤としての性能が維持できているか確認するために酸素指数法による燃焼性試験を行った。その結果を表3に示す。酸素指数とは、材料が燃焼を持続するのに必要な最低酸素濃度(容量%)と定義され、その数値が大きいほど難燃性が高い。

試験の結果、TPU単体では酸素指数23に対して、未処理の難燃剤①，難燃剤②ともに酸素指数は26を示した。プラズマ処理の難燃剤においても同様に酸素指数は26であった。分散性向上を目的として難燃剤にプラズマ処理をしても燃焼性は維持できており，官能基導入が性能低下をおこさないと分かった。

表3 燃焼試験結果

試験サンプル	酸素指数
ブランク (TPUのみ)	23
難燃剤① 未処理 10部	26
難燃剤① プラズマ処理 10部	26
難燃剤② 未処理 25部	26
難燃剤② プラズマ処理 25部	26

## 4 考察

今回の結果から，相溶化剤を使用しなくても機能性添加剤に官能基を付与することで，機能性を低減させ

ることなく，分散性を向上できることが判明した。

さらに，今回実験で配合した難燃剤の配合量は，実際に使用する条件よりも過剰量であるため，最終的には未処理と同程度の曇り度まで析出が起こったが，低濃度範囲ではさらに析出抑制効果が向上すると考えられる。

粉体用プラズマ処理における課題として，放電容器の温度上昇が生じ低融点の材料を高出力で処理できない点と，適度な粒径の粉末の準備が必要である点が挙げられる。

温度上昇の問題は，装置の改良で対応可能であり，すでに九州産業大学で冷却機構を備えた装置の改良に取り組んでおり，改良型装置の試作が行われている。粒径については，あまり大きすぎると処理される表面積が小さくなるため全体としての処理効果が薄まり，一方，小さすぎるとガスとともにフィルターを通過し容器外に漏れるため，現在の処理条件では，0.2～0.5 mm程度の粒子を用いることが効率的であることが判明した。

雰囲気ガスを窒素から酸素や二酸化炭素といった他の気体にすることや，反応容器中に官能基源となる固体を投入することによって，窒素官能基以外にも様々な官能基を導入することも可能であり，改質の方向性が決まっていれば容易に目的の置換基を導入可能と考えられる。

また，難燃剤だけでなく，現在市場に出ている多くの機能剤について，分散性等の課題を解決したい場合，機能剤に大気圧プラズマ処理を行うことで，新たな添加剤を使用せずに課題解決できることが示唆される。

## 5 参考文献

- 1) 松尾誠，筏義人編：高分子表面の基礎と応用，化学同人，pp. 31 (1986)
- 2) 特許第5089521号「粉体のプラズマ処理方法」

# 自動車用軽量フロアカーペットのための高機能防音材 及びその製造技術の開発

田村 貞明\*1 泊 有佐\*1 藤田 祐史\*1 大崎 徹郎\*1 江藤 朋弘\*2 古賀 新一\*2

## Development of High Functional Insulator for Automotive Floor Carpets

Sadaaki Tamura, Arisa Tomari, Yuji Fujita, Tetsuro Osaki, Tomohiro Eto and Shinichi Koga

自動車用フロアカーペットは主に不織布で構成され、吸音や遮音といった防音機能を有している。自動車部品はどれもメーカーから軽量化が求められているが、一般に防音性能は材料が重いほど効果が大きいが、そこで防音性能を維持したままでの軽量化が課題となっている。自動車用フロアカーペットは、これまで均一構造の不織布が基材として用いられてきたが、今回株式会社フコクにより複合多層化による新たなフロアカーペット用不織布基材が試作されたため、工業技術センターでは開発構造体の基本物性と断熱性能の評価を行った。

### 1 はじめに

自動車での走行中に室内に侵入する音域は、低音域（63Hz～250Hz）と中高音域（1,000Hz～2,000Hz）にピークを示す特性を持つ。自動車の防音性能は、車外から侵入する音を遮断するための“遮音性能”と、車内の音の響きを和らげるための“吸音性能”の二つがあり、低音域には遮音、中高音域には吸音という手法で、侵入音への対策を講じる。

自動車メーカーのM社は、次世代自動車のスペックとして「従来比で重量 30%低下」を目標としており、すべての自動車部材に対して一律 30%低下を求めている。このため、フロアカーペット（図 1）も、防音性能を維持させたままでの軽量化 30%以上という条件を達成したものでなければ次世代自動車への採用は難しい。工業技術センターでは、複合多層化により 30%の質量低減を目指して試作開発されたフロアカーペット素材について、基本物性と断熱性能の評価を行った。



図 1 自動車用フロアカーペット外観

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 評価項目

基本物性は（株）フコクから指定のあった4項目（含水率、加熱減量、耐熱性及び燃焼性）である。それぞれの試験方法（メーカー規格値）は以下の通りである。含水率は105℃1時間処理での重量減少率（10%以下）によって評価を行った。加熱減量は、160℃2時間処理での重量減少率（15%以下）によって評価を行った。耐熱性は140℃1時間処理後に、目視による異常の確認を行った。燃焼性は、FMVSSに準じて実施した（燃焼速度100mm/min以下）。

自動車用フロアカーペットは断熱性能も要求されるため、熱伝導率の評価も行った。熱伝導率は、機械電子研究所の熱伝導率測定装置（NETZSCH 社製 HFM436）を用いて温度差20℃で評価を行った。

#### 2-2 評価材料

試験材料はいずれも2枚の不織布を貼り合わせたものを基材としている。開発品は、その基材の中間または表面に防音性能向上を狙ったフィルムを配置した構造を有する。リサイクル不織布使用品4種（No.1～4）、フィルムサンドイッチ構造品4種（No.5～8）、フィルム表面配置品4種（No.9～12）、発泡ポリエチレンフィルム使用品3種（No.12～15）の計15サンプルを用いた（表1）。

また、中間層または表面層に用いたフィルムは、スパンボンド（ポリエステル系）、ポリ塩化ビニル（PVC）、ポリエチレン（PE）及び発泡PEの4種類を使用した。

\*1 化学繊維研究所

\*2 株式会社フコク

表1 試験サンプル（組成）

No	挿入フィルム	挿入位置	ベース不織布（目付）
1	なし	—	・0反毛(1,000g/m <sup>2</sup> ) ・2層(600g/m <sup>2</sup> )
2	スパンボンド	中間	・0反毛(1,000g/m <sup>2</sup> ) ・2層(600g/m <sup>2</sup> )
3	なし	—	・S反毛(1,000g/m <sup>2</sup> ) ・2層(600g/m <sup>2</sup> )
4	スパンボンド	中間	・S反毛(1,000g/m <sup>2</sup> ) ・2層(600g/m <sup>2</sup> )
5	スパンボンド	中間	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(350g/m <sup>2</sup> )
6	PVC 0.15mm厚	中間	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(350g/m <sup>2</sup> )
7	PVC 0.30mm厚	中間	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(350g/m <sup>2</sup> )
8	PE 0.03mm厚	中間	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(350g/m <sup>2</sup> )
9	スパンボンド	表面	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(350g/m <sup>2</sup> )
10	PVC 0.15mm厚	表面	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(350g/m <sup>2</sup> )
11	PVC 0.30mm厚	表面	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(350g/m <sup>2</sup> )
12	PE 0.03mm厚	表面	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(350g/m <sup>2</sup> )
13	なし	—	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(500g/m <sup>2</sup> )
14	PE 0.03mm厚	中間	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(500g/m <sup>2</sup> )
15	発泡PE 0.1mm厚	中間	・白不織布(500g/m <sup>2</sup> ) ・白不織布(500g/m <sup>2</sup> )

### 3 結果と考察

含水率、加熱減量及び耐熱性の結果を表2に示す。含水率はリサイクル不織布使用品（No.1～No.4）では1%程度であり、ポリエステル（PET）使用の白不織布ベースであるNo.5以降は0.1%程度であった。リサイ

クル不織布は化学繊維に比べて吸水率の高い天然繊維（公定水分率：綿 8.5%，毛 15%，ポリエステル 0.4%）を一定量含んでいるため含水率が上がっているが、自動車メーカー規格値は10%以下であるため全てのサンプルで問題はなかった。水以外の揮発成分の減量を表す加熱減量試験については、ポリ塩化ビニル（PVC）を使用したサンプルで1～2%と他のサンプルより高めの結果であり、可塑剤の揮発が考えられるが、メーカー規格値である15%を大きく下回っており問題ないことが分かった。耐熱性に関しては、発煙などの問題はなかったが、熱で不織布のバインダー成分が融解して厚みが増加するほか、PVCが熱により収縮変形、黄変する現象が見られた。

表2 試験結果（含水率、加熱減量、耐熱性）

No	含水率 (%)	加熱減量 (%)	耐熱性
1	1.40	1.88	異常なし
2	1.32	1.77	
3	0.88	1.16	
4	0.96	1.23	
5	0.076	0.059	発煙なし 厚み増加あり PVC 使用品については収縮変形あり (No. 6, 7, 8, 10, 11, 12)
6	0.081	0.540	
7	0.093	0.904	
8	0.083	0.092	
9	0.134	0.130	
10	0.160	1.857	
11	0.155	2.418	
12	0.124	0.171	
13	0.159	2.059	
14	0.146	1.667	
15	0.105	0.942	
規格値	10%以下	15%以下	



燃焼性，熱伝導率の結果を表3に示す。燃焼性は，天然繊維を一定量含有しているリサイクル不織布使用品（No.1～No.4）でゆっくりと燃焼が継続したが，燃焼速度は規格値の100mm/minを大きく下回っており仕様を満足している。白不織布ベースのサンプル（No.5以降）についても，点火用のバーナーが作動している時間（15秒間）だけ炎の周辺にあるサンプルが熔融するのみで，燃焼の継続は見られず仕様を満足している。熱伝導率は，いずれのサンプルも0.034～0.037程度で大きな差は見られなかった。断熱性能は，フィルム使用の有無や使用位置に関わらず，住宅用断熱材とほぼ同等の水準を示しており，フィルムを挿入又は積層しても問題ないと考えられる。

表3 試験結果（燃焼性，熱伝導率）

No	燃焼性 (mm/min)	熱伝導率 (W/m/K)
1	15.1	0.0351
2	16.5	0.0353
3	14.9	0.0348
4	14.2	0.0347
5	0	0.0349
6	0	0.0354
7	0	0.0361
8	0	0.0362
9	0	0.0368
10	0	0.0364
11	0	0.0367
12	0	0.0367
13	0	0.0372
14	0	0.0371
15	0	0.0368
規格 値	100以下	参考値 住宅用グラスウール 断熱材 0.040程度

#### 4 まとめ

今回評価を行ったフィルムと不織布の複合化による開発品について，事業全体の成果として以下の成果が確認された。

- 1) フィルムを不織布と複合化することで，遮音性や吸音性を向上させることが可能となった。
- 2) フィルムと不織布の位置関係と不織布を選択することで，ある程度音響性能が制御可能となった。
- 3) 本事業で導入された多重構造体製造装置によって，フィルム・不織布遮音構造体の連続生産の基本的条件の確認ができた。
- 4) 部分最適配置構造体によって，遮音性能や吸音性を維持しつつコスト低減が実現可能となった。
- 5) 部分最適配置構造体によって，防音性能を維持しつつ自動車メーカーの要求仕様である質量低減が実現可能となった。

#### 謝辞

本研究は平成23年度第3次補正予算戦略的基盤技術高度化支援事業（経済産業省）による助成を受け実施した。

# バイオ医薬品・治療研究のための新規の完全合成培養液の開発

古賀 慎太郎\*1 垣下 愛\*2 石川 智之\*1 チャニダー ピヤサパン\*2 金沢 英一\*1 楠本 賢一\*1

## Development of Chemically Defined Medium for Biopharmaceuticals and Therapeutic Research

Shintaro Koga, Ai Kakishita, Tomoyuki Ishikawa, Chanida Piyassapan, Eiichi Kanazawa and Ken-ichi Kusumoto

バイオ医薬品市場が拡大する中、抗体医薬やワクチンなどの組換えタンパク質を製造するための細胞培養技術が注目を集めている。細胞培養は、バイオ医薬品・創薬の主要な基盤技術である。例えば、抗体医薬品は、主に哺乳動物細胞を利用した培養技術によって開発・製造されている。完全合成培養液とは、細胞の栄養要求性を理解して、すべて明らかな因子によって化学的に定義された培養液である。現在、バイオ医薬品・創薬分野において、病気誘発リスクのある動植物由来成分を含まない無血清培養液の重要性が増している。本研究では、バイオ医薬品開発に利用されているハムスターCHO細胞およびヒトHEK-293細胞に対して、効率よく遺伝子導入及び組換えタンパク質生産を可能にする新たな完全合成培養液の開発を行った。

### 1 はじめに

医薬品市場は、ここ10年間で約2.5倍の規模に成長し、売上上位10品目中5品目がバイオ医薬品である。国内バイオ市場は、2012年も引き続き成長し、その市場拡大に、抗体医薬や組換えワクチンを含むバイオ医薬品が大きく貢献している。抗体医薬などのタンパク質製剤は、細胞培養を利用した応用製品である。2012年の遺伝子組換え応用製品は、約1兆7,675億円の国内市場規模となった<sup>1)</sup>。細胞培養は、バイオ医薬品の開発や製造プロセスの主要な基盤技術である。例えば、抗体医薬品は、主にハムスターCHO細胞を用いる細胞培養技術と遺伝子組換え技術によって生産されている。抗体医薬品開発の主要技術は、機能分子の探索、抗原同定、組織分布、疾患特定、ヒト抗体作製、工業生産プロセスである。近年、抗体創薬において、ヒトHEK-293細胞(293細胞)を用いた一過性遺伝子発現による短期間で簡便な抗体生産プロセスの重要性が増している。CHO細胞を用いた組換えタンパク質の高生産株獲得および高生産システムに関連する細胞培養技術が、安定供給やコスト削減に大きく貢献する。細胞を培養するためには、細胞の栄養要求性の理解を深め、細胞を生存・増殖・機能させることができる培養液が必要である。

培養液は細胞培養の主要な基盤である。一般的な細胞種に利用されている基本培養液は、塩類、アミノ酸、糖、ビタミンなどの栄養素を含み、生存・増殖維持に血清などの添加因子が必要な培地である。無血清培養液とは、細胞の成長や機能維持に必要な組織・臓器由来の成分因子を加え、特定の細胞種に対して高い性能が得られる培地である。一方、バイオ医薬品の開発を目的に使用される培養液は、動物成分などリスクのある因子を含まず、常に一定の製品性能が得られ、高い安全性を備えた培地である。それらには、動物由来成分不含であり、大豆や綿などの植物由来の加水分解物を含む培養液(ADCF培地)や、すべての因子が化学的に定義された完全合成培養液(CD培地)がある。

完全合成培養液とは、細胞の栄養要求性を理解し、すべて明らかな因子によって、細胞を生存・増殖・機能させることができる培地である。しかしながら、細胞が要求する因子をすべて明らかにして培養液を定義することは困難である。そこで近年では、安全性を高めた医薬品製造用の植物性ペプトンを使用して、完全合成培養液の性能を向上・補足する培地が汎用されている。現在、一般的に使用されている動植物成分や劇毒物を含む無血清培養液は、病気を誘発する危険因子の混入リスクを伴い、バイオ医薬品・創薬において適しているとはいえない。本研究では、医薬品・創薬において利用されるCHO細胞および293細胞に対して、効率

\*1 生物食品研究所

\*2 (株)久留米リサーチ・パーク

よく遺伝子導入及び組換えタンパク質生産を可能にする新たな完全合成培養液の開発を行った。

## 2 実験方法

### 2-1 細胞株と細胞培養

本研究で使用した細胞株は、CHO細胞の系統としてCHO-S細胞、CHO-DG44、CHO-DXB11（またはDUKX/DUK-XB11）、293細胞の系統として293-F細胞であり、順にFreeStyle CHO培地、CD DG44培地、DMEM-10%FBS培地、FreeStyle 293培地で培養した。

### 2-2 完全合成培養液の調製法

超純水に塩類、アミノ酸、糖、ビタミンなどを加え、組成因子が完全に溶解するまで、室温で2~3時間攪拌した。培養液は、pHを水酸化ナトリウムにより7.2~7.4に調整後、0.22  $\mu$ mのフィルターにより滅菌した。

### 2-3 細胞増殖率の測定法

CHO細胞や293細胞は、6-well plateを用いて、細胞密度  $5 \times 10^4$  cells/ml、培養容量3 mlで培養した。細胞増殖率は各培養日で細胞数を測定した。細胞生存率はトリパンブルー染色により評価した。

### 2-4 遺伝子導入効率・タンパク質生産量の測定法

CHO細胞や293細胞は、6-well plateを用いて、細胞密度  $2 \times 10^5$  cells/ml、培養容量3 mlで培養して、リポフェクション法（アステック社のNeoFection-CHO試薬、NeoFection-293試薬）により、蛍光タンパク質（GFP）および顆粒球単球コロニー刺激因子（GM-CSF）の遺伝子を細胞内に導入した。遺伝子導入効率は、培養1日目にGFPを指標にしてフローサイトメトリー法により、タンパク質生産量は、培養5日目にヒトGM-CSFに対するELISA法により測定した。

### 2-5 血清培養から完全合成培養液への馴化方法

CHO-DXB11細胞を用いて、まずDMEM-10%FBS培地と完全合成培養液を1:1で調製し培養を行った。次に血清培地と完全合成培養液を1:4に、さらに1:19、最終的に血清非依存的な条件下で培養して馴化させた。

## 3 結果と考察

### 3-1 CHO細胞に対する細胞増殖効果

まず、CHO細胞が生存・増殖に必要なすべての組成因子を明らかにするために、バイオ医薬開発に利用されている浮遊CHO-S細胞を用いて細胞増殖試験を行った。塩類やアミノ酸、糖、ビタミン、組換えインスリ

ンなどの培地成分について、各因子が及ぼす直接的な増殖効果、さらに濃度バランスによる複合的な増殖効果を比較調査した。培地組成の最適化のために、得られた試験データを基に組成の再設計を行うというフィードバックプロセスを繰り返すことにより、最終的に高い増殖効果を持つ完全合成培養液を開発した。得られた完全合成培養液（CD170S; **C**hemically **D**efined medium, code number **170** for CHO-S cells）について、ライフテクノロジー社の無血清培地FreeStyle CHO expression mediumを指標にして性能評価を行った（図1）。

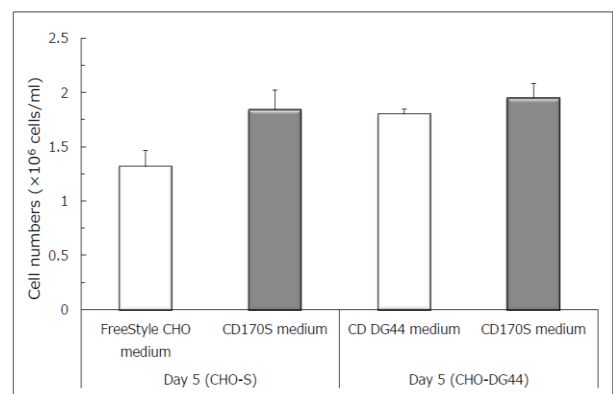


図1 CHO細胞に対する細胞増殖効果

市販培養液（FreeStyle CHOおよびCD DG44）と開発した完全合成培養液（CD170S）による比較試験。縦軸；細胞密度，□；市販培養液，■；完全合成培養液（CD170S），左；CHO-S細胞の細胞増殖効果，右；CHO-DG44細胞の増殖効果を示す。

CHO-S細胞において、CD170S培地での培養は、FreeStyle CHO培地と比較して、約1.4倍の増殖効果を示した。この結果は、CD170S培地がCHO-S細胞の要求する栄養因子を十分に満たしていることを示唆している。またCD170S培地は、3カ月間のCHO-S細胞の生存・増殖を妨げることなく継代培養が可能であった。さらに、CHO-S細胞の亜種にあたるCHO-DG44細胞に対して、CD170S培地を用いた増殖試験を試みた（図1）。CHO-DG44細胞の培養には、CD170S培地にヒポキサンチンとチミジンを適量添加した。CD170S培地での培養は、ライフテクノロジー社のCD DG44培地と比較して、ほぼ同等の性能（約1.1倍の細胞増殖効果）を示した。これらの結果は、CD170S培地がCHO-S細胞だけでなく、CHO-DG44細胞の培養にも適応できることを示唆してい

る。CD170S培地の培地組成は、CHO細胞の生存・増殖に必要な因子と濃度バランスを持つと考えられる。

### 3-2 293細胞に対する細胞増殖効果

次に、293細胞が生存・増殖するための培地組成を明らかにするために、バイオ医薬開発に利用される浮遊293-F細胞に対して増殖試験を行った。CHO細胞の場合と同様に、塩類やアミノ酸などの因子の直接的効果と複合的効果を比較調査した。開発した完全合成培養液（CD151F; Chemically Defined medium, code number 151 for 293-F cells）について、ライフテックノロジー社の無血清培地FreeStyle 293 expression mediumを指標に性能を評価した（図2）。

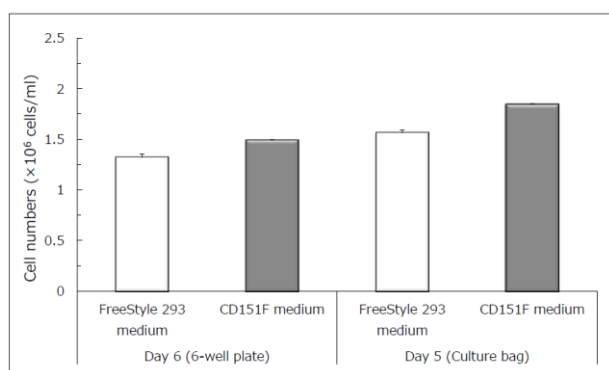


図2 293-F細胞に対する細胞増殖効果

市販培養液（FreeStyle 293）と完全合成培養液（CD151F）による比較試験。縦軸；細胞密度，□；市販培養液，■；完全合成培養液（CD151F），左；6-well plate（3 ml）における293-F細胞の増殖効果，右；Culture bag（60 ml）における増殖効果を示す。

293-F細胞において、CD151F培地での培養は、FreeStyle 293培地と比較して、6-well plateを用いた試験では約1.1倍、Culture bagを用いた試験では約1.2倍の増殖効果を示した。これらの結果は、CD151F培地が293-F細胞の要求する栄養因子を十分に満たしていることを示唆している。またCD151F培地は、293-F細胞の継代培養においても生存・増殖を維持できた。CD151F培地の培地組成は、293-F細胞が生存し増殖するために必要な栄養因子で構成されているものと推測できる。

### 3-3 CHO細胞と293細胞に対する遺伝子導入効果

まず、CHO-S細胞や293-F細胞に対しての増殖試験と同様に、培養液に含まれる組成因子の遺伝子導入への

影響を比較調査した。遺伝子導入効果は、GFPを指標にしてフローサイトメトリー法により評価した。組成因子の中には、CHO-S細胞および293-F細胞に対して、遺伝子導入を明らかに阻害するものがあり、ヘパリンや植物性ペプトンと同様に、一部の組成因子が負に影響していた。得られた試験データを基に、これらの因子を除去または低濃度への設計変更を試み、新たな培養液の開発を行った。その結果、CHO-S細胞に対する遺伝子導入効率は約90%まで、293-F細胞に対する遺伝子導入効率は約98%まで高めることができた。細胞増殖だけでなく遺伝子導入効果においても優れた性能を発揮することが知られているライフテックノロジー社のFreeStyle CHO培地やFreeStyle 293培地と比較して、本研究のCD170S培地やCD151F培地は、同等以上の遺伝子導入効果を有していた。

組換えタンパク質の医薬製造プロセスにおいて、細胞培養に血清や毒劇物を用いることは、病気を誘発する危険因子の混入リスクを伴うために適さない。さらに、組換えタンパク質の高生産細胞株の獲得や一過性遺伝子発現による短期間生産においても、リスク成分を含まない培養液を選択することが好ましい。現在、CHO細胞や293細胞に対する無血清培養液が提案・販売されているが、残念ながら、これらほとんどの市販培養液は、細胞株獲得や一過性発現の際に必要な遺伝子導入を妨げることが知られている。細胞の浮遊状態の維持や凝集防止のために使用されるヘパリンが、リポフェクション法やポリアミン法などによる遺伝子導入を阻害しているようである。また、完全合成培養液の性能を向上させるために使用する医薬品製造用の植物性ペプトンも、濃度依存的に遺伝子導入を妨げるという結果を得ている。さらに、バイオ医薬・創薬で必要な遺伝子導入操作には、リポフェクション法とポリアミン法が用いられており、ポリエチレンジアミンを用いたポリアミン法は安価な面で優れているが、リポフェクション法と比べて、細胞が組換えタンパク質生産をスタートするまでに2倍以上の時間が必要である。本研究においても、293-F細胞に対するポリアミン法では、遺伝子導入後の培養1日目には遺伝子発現がほとんど開始されず、組換えタンパク質の生産もみられなかった。一方、リポフェクション法では、遺伝子導入後の培養1日目からタンパク質生産が開始可能であった。

### 3-4 CHO細胞と293細胞に対するタンパク質生産効果

バイオ医薬品として注目されるGM-CSFタンパク質を用いて、リポフェクション法による培養液の組換えタンパク質生産能を評価した。CHO-S細胞におけるGM-CSF生産量は、培養5日目で約12 mg/Lであり、FreeStyle CHO培地と比べ約1.9倍の高い生産量であった。293-F細胞におけるGM-CSF生産量は、培養5日目で約48 mg/Lであり、FreeStyle 293培地と比べ約1.8倍の高いものであった。これらの結果から、開発した完全合成培養液が、市販培地と比較して、高い生産性能を有することが示された。また、293-F細胞の生産能力がCHO-S細胞のものより優れている結果は、重要性が増している一過性発現による短期間・簡便な組換えタンパク質生産プロセスにおいて、293-F細胞を用いるメリットを示唆している。

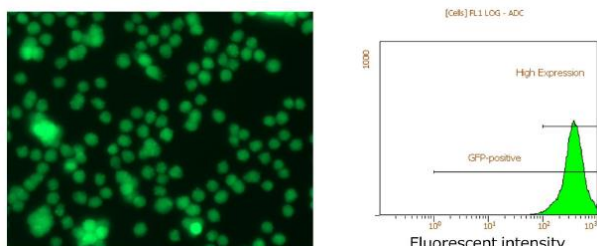


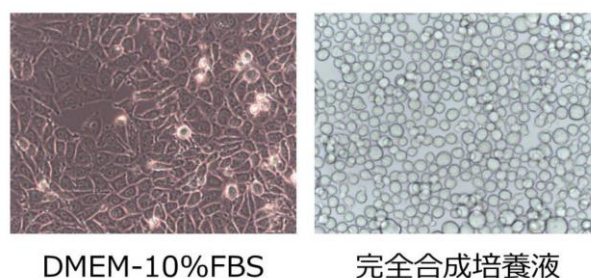
図3 完全合成培養液中での安定的な遺伝子発現

完全合成培養液中でのGFP安定発現CHO-S細胞の長期培養（1年間）。左はGFP安定発現CHO-S細胞の蛍光写真。右図はフローサイトメーターのヒストグラム、縦軸は細胞カウント数、横軸は蛍光強度を示す。

工業生産においては、CHO細胞に導入した組換えタンパク質の安定的な発現維持が、製品の安定供給やコスト面で非常に重要である。安定的な生産は、培養液の性能に大きく依存することが知られている。そこで、開発した完全合成培養液が組換えタンパク質の安定発現を長期に維持できるかを確認するために、GFPを恒常的に発現するCHO-S細胞を用いて1年間の継続培養を行い、GFP発現量の減少の有無を蛍光顕微鏡およびフローサイトメーターにより評価した（図3）。本研究の完全合成培養液による長期培養において、GFPを指標にした発現量の減少は全く観察されなかった。これより、本研究で見出した培地組成は、タンパク質の安定発現において十分な性能を発揮できることが示された。

### 3-5 CHO細胞の血清培養から完全合成培養液への馴化

CHO細胞は、血清を加えたDMEMのような基本培地中においても培養される。これまで血清から得ていた代謝経路を急激に遮断することは、細胞にとって大きなストレスになることが知られている。本研究では、血清培養下にあるCHO-DXB11細胞を用いて、血清依存的な細胞を完全合成培養液に移行できるか試みた。徐々に血清濃度を下げる馴化作業を経て、細胞の代謝を血清依存的から非依存的なものに変えた（図4）。本培養液は、血清培養で維持されているCHO細胞を血清非依存的な培養下に馴化させることができた。



DMEM-10%FBS

完全合成培養液

図4 CHO-DXB11細胞の完全合成培養液への馴化

左；血清培養下での明視野写真。右；完全合成培養液で馴化されたCHO-DXB11細胞の明視野写真。

## 4 まとめ

本研究では、CHO細胞や293細胞の栄養要求性の理解を深め、生存・増殖・機能させることができ、創薬で必要な遺伝子導入操作を妨げない各々の培地組成を見出した。今後、抗体医薬などのタンパク質製剤の開発で利用されるCHO-S細胞や293-F細胞用の完全合成培養液の製品化に向けた取り組みを実施する計画である。

さらに本研究で得られた培地組成に関わる基礎データは、医薬開発分野、例えば、組換えワクチンや再生医療、免疫細胞療法などにおいて要求される細胞種に対する完全合成培養液の開発に応用できると期待される。

## 5 参考文献

- 1) 日経バイオ年鑑2013, 研究開発と市場・産業動向, pp. 13-19, 日経BP社 (2012)



# 書見台使用時の座位姿勢:成人と児童の比較研究

友延 憲幸\*1 河原 雅典\*2

## Comparison of Sitting Posture between Adults and Children on use of reading stand

Noriyuki Tomonobu and Masanori Kawahara

一般的に書見台を使用して行う筆記作業や学習は、無理のない良い姿勢に導くことが知られている。そこで、本研究では実際に書見台を使用して本の内容を書写する座位姿勢を成人と児童を被験者として評価した。成人の場合は全て身体的に負担の少ない無理のない良い姿勢となったが、児童の姿勢は様々であった。この結果は姿勢教育の有無や上半身を支える力の違いによるものと考えられ、姿勢教育を受けていない、あるいは体格が小さい児童は机の上に身体を預ける姿勢が多かった。机の上に身体を預ける姿勢は筆記具を持たない側の手から肘までを机の上に密着させる体勢であったことから、これを回避することにより無理のない姿勢に導くことができると考えられる。回避する手段は自在性のあるアームレストの使用や、左手を適切に置く場所を与える道具の使用が考えられる。

### 1 はじめに

児童が集中して机に向かって学習できる時間は20分間と言われている<sup>1)</sup>。学習への集中力は姿勢が影響しており、極端な前屈みや踏ん返り返る姿勢は集中力不足の原因となる<sup>2)</sup>。特に現代の児童は昔の児童よりも体力が低下しており上述したような姿勢を取りがちなため姿勢が悪いとされている<sup>3)</sup>。本研究では学習時の児童の姿勢を良くすることで集中力を伸ばすために、一般的に筆記作業や学習において無理のない良い姿勢に導くことが知られている書見台の効果を検討した。姿勢の評価は実際に書見台を使用して本の内容を書写する座位姿勢を身体の矢状面方向から計測した。被験者は成人と小学校に通う児童とし、特に児童が書見台を使用した際の座位姿勢に着目して評価を行った。

### 2 方法

#### 2-1 実験条件

##### 2-1-1 成人を被験者とした実験

成人の被験者は、男性3名(35~40歳)、女性3名(46~48歳)の計6名である。実験は机上面に手前からノート、その奥に書見台に載せた本を配置し本の内容を書写する(条件①)。さらに比較対象として机上面に並列にノートと本を配置した際の書写を行った(条件②)。条件①では、図1のようにノートと本の角度を変えて8条件行った(図中の表記は、ノートの

角度-本の角度、の順とする)。

書写は平仮名の内容を縦書きし時間は3分間とした。

##### 2-1-2 児童を被験者とした実験

児童の被験者は、男性2名(6歳と9歳)、女性3名(7歳2名と10歳)の計5名である。成人と同様に条件①、②ともに行ったが、条件①に関してはノートの角度は10°、本の角度は好みの角度として1条件のみ行った。書写は既に習った漢字と平仮名を含む内容を縦書きし12×12マス(144字)の用紙を全て埋めるまで行った。

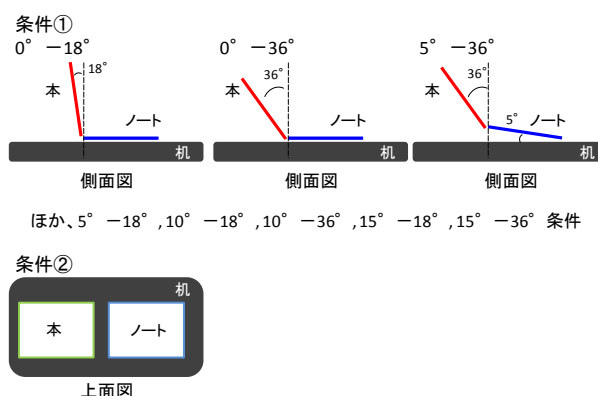


図1 ノートと本の配置条件

##### 2-2 姿勢の測定について

成人、児童を被験者とした実験では、姿勢の測定に関して身体の矢状面方向から市販のビデオカメラにより撮影し、Frame - DIAS4 system ((株) DKH 社製) に6Hzのサンプリングデータとして取り込み、頭

\*1 インテリア研究所

\*2 富山大学

頂点，肩峰点，転子点の動きを計測する。さらに，それぞれの測定点を結び，体幹角度[肩峰点-転子点-水平軸(X)]，及び頭部角度[頭頂点-肩峰点-水平軸(X)]を求めた(図2)。

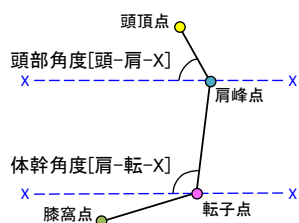


図2 姿勢の測定条件

### 3 結果と考察

#### 3-1 成人を被験者とした結果と考察

結果の一例を図3, 4に示す。条件①(ノートの角度10°-本の角度18°, 36°)の姿勢は条件②の姿勢

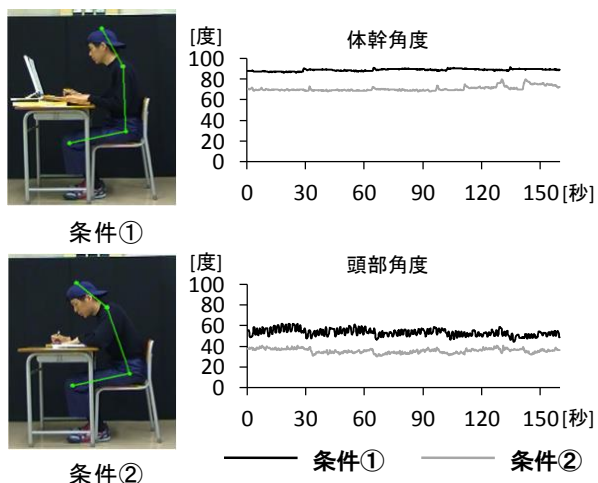


図3 成人被験者の姿勢角度  
(条件①: 10° -18°)

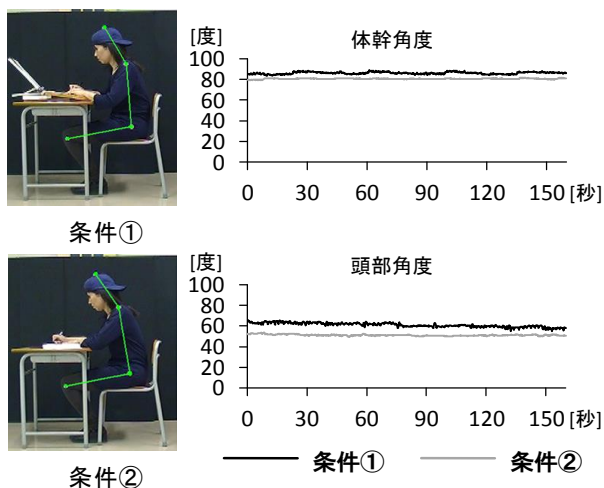


図4 成人被験者の姿勢角度  
(条件①: 10° -36°)

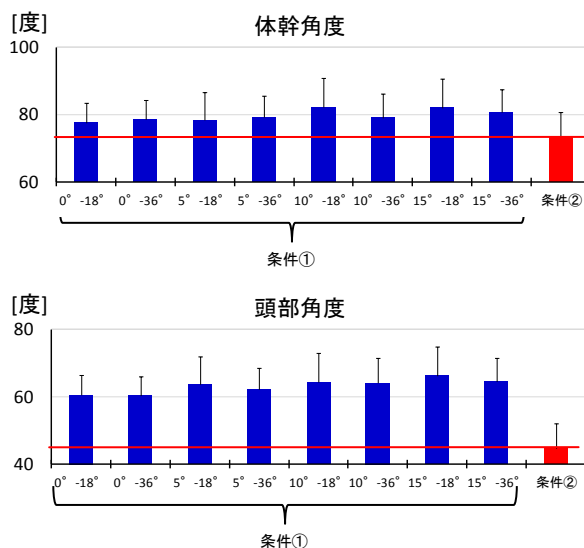


図5 成人被験者の姿勢平均角度と標準偏差

よりも体幹角度，頭部角度はともに大きくなった。これは全ての被験者に共通した結果となっている。参考として全ての被験者の体幹角度，頭部角度の平均値と標準偏差を図5に示す。条件①において，ノートと本の角度を変えて行ったが，これらの条件間には大きな差は見られなかった。以上の結果から，成人の場合は書見台を使用することにより頸部や腰部等に負担の少ない無理のない姿勢で書写を行えることが分かった。これは，書見台に載せた本への視線が高くなることで上半身が起きて，ノートに記載する際の姿勢にも反映されたことが要因として考えられる。

#### 3-2 児童を被験者とした結果と考察

成人と同様に条件①により無理のない姿勢となった例を図6に，条件①，②ともに負担の大きな悪い姿勢となった例を図7に示す。無理のない姿勢となった被験者は2名(9歳男性，7歳女性)，悪い姿勢となった被験者は3名(6歳男性，7,10歳女性)となり様々であった。これは姿勢教育の有無や上半身を支える力の発達の違いが背景にあると考えられ，姿勢教育を受けていない，あるいは体格が小さい児童は書見台を使用しても机の上に上半身をあずける姿勢をとっていた。机の上に上半身をあずける姿勢は筆記具を持たない側の手から肘まで机の上に密着させる体勢であり，これを回避することにより無理のない姿勢に導くことができると考える。成人のように書見台の使用により無理のない姿勢に導くためには，ハード面では自在性のあるアームレストや，筆記具を持たない側の手を適切に置く場所を与える道具を併用することが有効と考えられる。

<http://benesse.jp/blog/20091208/p313.html>

- 2) 日本経済新聞「あしたスコープ (『姿勢悪い子増加』小学校75%)」, (2010.5.31[夕刊])
- 3) 大賀英史, 小山修: POSTURE, vol. 28, pp. 32-36 (2006)

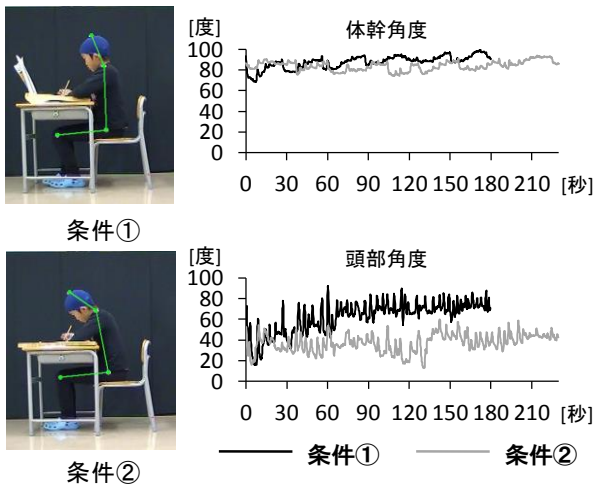


図6 児童被験者の姿勢角度 (1)

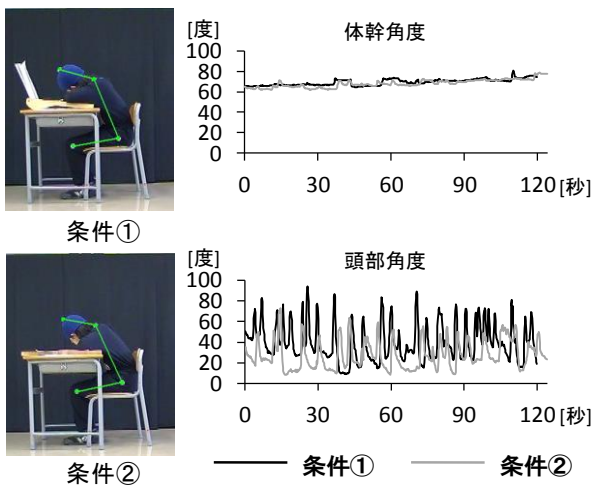


図7 児童被験者の姿勢角度 (2)

#### 4 まとめ

書見台の使用が無理のない良い姿勢に導くことについて、成人は全ての被験者で効果が認められたが、一部の児童においてはその効果が認められなかった。その理由としては、筆記具を持たない側の手の机上への置き方による影響が大きいと考えられる。学習を始めたばかりの児童には無理のない良い姿勢に導く書見台のような道具の活用も必要である。しかし、それと並行して姿勢に関する教育や上半身を支える体力をつけることも重要であることが示唆された研究結果であった。

#### 5 参考文献

- 1) Benesse教育情報サイト「学習机と学習習慣・集中力との相関とは」



# 薄板を積層接着した板材の強度向上に関する検討 —炭素繊維による補強について—

朝倉 良平\*1 竹内 和敏\*1 岡村 博幸\*1

## Study on Improving Strength of Board Obtained by Laminating Ply Wood - Reinforcement Method Using Carbon Fiber Sheet -

Ryohei Asakura, Kazutoshi Takeuchi and Hiroyuki Okamura

薄板状の木質材料を複数積層接着した板材について、薄板間に引っ張り強度に優れた炭素繊維シートを挿入、接着した場合の強度の向上を検証した。具体的には、厚さ1.6mmのシナ材曲げ合板の表面材の繊維方向が平行になるように3, 5, 7層積層、曲げ合板の間に平織りの炭素繊維シートを1層挿入し、熱圧することで板材を作製した。比較試料として、炭素繊維を挿入しないで同数積層、接着した板材を作製し、それらの強度を比較した。

それらの試験片の3点曲げ試験を行った結果、シナ材曲げ合板の積層数が3層の時、炭素繊維を挿入しても、曲げ強さの向上はみられなかった。しかしながら、シナ材曲げ合板を5, 7層積層した板材では、炭素繊維を挿入した板材の方が、炭素繊維を挿入していない板材より、曲げ強さが約2割大きくなった。

### 1 はじめに

1-3mm程度に加工した板状の無垢材や同程度の厚さの合板に接着剤を塗布し、複数の材料同士を貼り合わせ、3次元形状の型で成型した面材が、椅子の背板や座面に使われている<sup>1)</sup>。椅子の部材に使われる材料は、一般に剛性があり、且つ強度の高い木材が使われ、軟質な木材は用いられない。スギなどの軟質な木材を使う場合には、何らかの手段を用いて強度を向上させることが必要である。

一方、炭素繊維は、金属に比べ軽量にもかかわらず、高弾性で引っ張り強度に優れているという特性から、橋脚の補強材や航空機の主要素材に使われており、今後も自動車の素材として期待されている材料である。

そこで、本テーマでは軟質な木材の強度向上を最終目的として、その第一段階で合板を用いて、これを積層接着した試験片と接着層に炭素繊維を挿入した試験片を作製し、強度（曲げ強さ）を比較検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 板状材料の作製

炭素繊維挿入の効果の検証は、一定方向に柔軟な特徴を有する材料を積層接着して、炭素繊維挿入したものとしていない板材の強度を比較することが適当であると考えた。そこで、材料には、厚さ1.6mmのシナ材

曲げ合板（25cm×25cm）を用いた。使用したシナ材曲げ合板は、3枚の単板を繊維方向が直交するように積層、接着した構造で、図1に示すように表裏の両表面材の繊維方向が①に対して、②のように曲がりやすい特徴を有している。

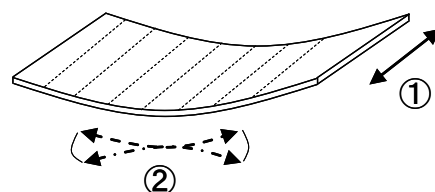


図1 シナ材曲げ合板

本実験に使用した炭素繊維シートは、図2に示すように平織りの織物になっており、あらかじめエポキシ樹脂が含浸されたプリプレグを使用した。

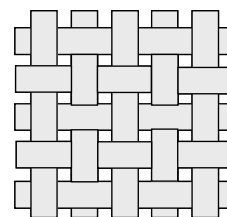


図2 平織りの炭素繊維シート

\*1 インテリア研究所

本テーマでは、炭素繊維シート挿入の効果について、図3に示す3点曲げ試験で曲げ強さを測定することにより検証を行った。一般に3点曲げ試験では、材料の厚さ方向の中立軸より上側では圧縮応力が生じるのに対し、下側では引っ張り応力が作用する。そこで、炭素繊維シートは引っ張り強さに優れていることから、シナ材曲げ合板と積層した際の炭素繊維シートの挿入位置は、中立軸より下側に配置する方が良いと仮定した。

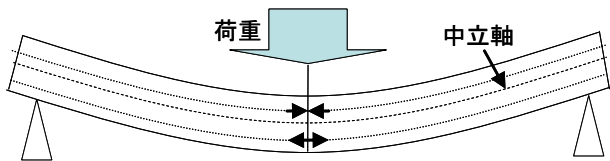


図3 3点曲げ試験（正面から）

図4にシナ材曲げ合板の積層数が3層の場合の炭素繊維シート挿入位置を示す。

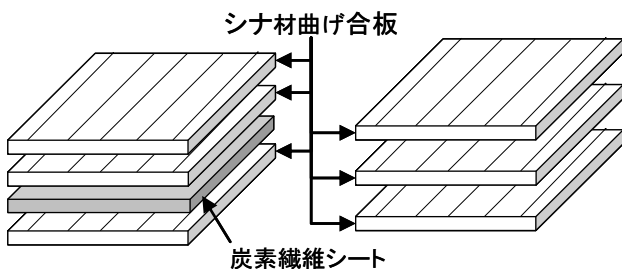


図4 シナ材曲げ合板の積層数が3層の場合の炭素繊維シート挿入位置（模式図）

図5にシナ材曲げ合板の積層数が5, 7層の場合の炭素繊維シート挿入位置を示す。

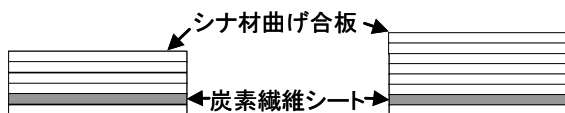


図5 シナ材曲げ合板の積層数が5, 7層の場合の炭素繊維シートの挿入位置（断面の模式図）

シナ材曲げ合板や炭素繊維シートとの接着には水性高分子イソシアネート系接着剤を用いた。熱圧条件を表1に示す。

表1 熱圧条件

ホットプレス温度	100℃
圧力	10 kgf /cm <sup>2</sup>
圧縮時間	30分

## 2-2 3点曲げ試験による曲げ強さ測定

図6に3点曲げ試験の模式図を示す。曲げ試験の試験片の幅は30mmとし、シナ材曲げ合板の表面材の繊維方向と同じ向きにした。曲げ試験のスペンは、厚さの14倍、荷重速度は5mm/minとした。曲げ強さは、JIS Z 2101-2009 「木材の試験方法 15 曲げ試験」を参考にして算出した。

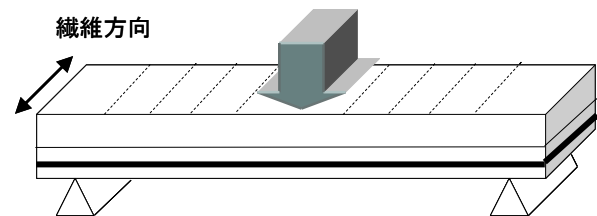


図6 3点曲げ試験

## 3 結果

### 3-1 曲げ強さ

シナ材曲げ合板の積層数が3-7層の場合の炭素シート挿入の有無による曲げ強さの比較を表2に示す。

表2 シナ材曲げ合板の積層数と炭素繊維シートの有無による曲げ強さへの影響

積層数	厚さ (mm)	曲げ強さ (MPa)	
		炭素繊維シート	炭素繊維シートなし
3	5.2	51.4±2.5	51.0±1.6
5	8.6	53.4±0.2	45.5±3.4
7	12.0	56.7±1.0	46.3±4.9

※ N=3 曲げ強さは平均値、±標準偏差

なお、炭素繊維シート挿入の有無による材料厚の大きな違いは見られなかった。

積層数が3層のとき、炭素繊維シートを挿入した板材の曲げ強さは51.4MPaで、炭素繊維シートを挿入していない板材の曲げ強さ51.0MPaと大きな違いはみられなかった。積層数が5層では、炭素繊維シートを挿

入した板材の曲げ強さが53.4MPaであるのに対し、炭素繊維シートを挿入していない板材の曲げ強さ45.5MPaで、曲げ強さに大きな違いがみられた。さらに積層数が7層では、炭素繊維シートを挿入していない板材の曲げ強さは46.3MPaで、5層の場合と同等の強さであった。一方、炭素繊維シートを挿入した場合は、板材の曲げ強さは56.7Mpaとなり、シートを挿入したことによって、5層の板材（53.4MPa）よりもさらに曲げ強さが増加していることが確認できた。

#### 4 まとめ

シナ材曲げ合板の積層数が3層では、炭素繊維挿入による曲げ強さの向上はみられなかったが、積層数が増えると曲げ強さは、向上することが示された。

今後、炭素繊維の挿入数を増やすことによる強度の変化について、更に検討を進める必要がある。

#### 5 参考文献

- 1) Dung Ngo & Eric Pfeiffer : BENT PLY The Art of Plywood Furniture, pp.112-159 (2003)

# 家具・建材等から発生する代替VOC評価技術の開発(第2報)

古賀 賢一\*1

## Research for the Evaluation of the Substitution VOCs which Diffuse from Furniture, Building Materials, etc

Ken'ichi Koga

家具・建材等から発生するTolueneやXylene等のVOC（揮発性有機化合物）は規制が進み減少しているが、新たな異臭・健康被害の原因として代替VOC（規制対象VOCに代わり検出されるようになった評価対象外のVOC）成分が問題視されている。本研究では最も問題の原因になりやすい塗装に着目し、これから放散する代替VOCを評価した。その結果、検出頻度の高い69成分を定量可能とし、既存の42成分（内、規制8成分）と合わせ合計111成分に対応可能となった。

### 1 はじめに

過去10年間で国、業界団体等において家具・建材等からのVOC放散を低減する為、種々の規制・対策が行われてきた。その結果、規制されたVOCは低減されたが、代替のVOC成分が新たなシックハウス原因物質として注目されるようになった。この問題に対応する為、前年度<sup>1)</sup>より、規制対象外で未評価の代替VOCに対応すべく研究開発を実施している

代替VOCへの対応として、厚労省においても2012年の9月よりシックハウスの規制強化を図る為の検討会が開催されるようになった<sup>2)</sup>。

本研究は、前年度同様に地場企業製品で用いられる塗装の代替VOCを調査し、代替VOCを評価可能とする事と、企業への技術指導等に活用する為、代替VOCに関する知見を獲得することを目的とした。これにより、2013年以降に進められていくシックハウス規制強化に対し速やかに対応し、また企業や関係団体へ情報提供を行う事が可能となる。

### 2 研究, 実験方法

研究に使用した試験体は、前年度と同様に地場企業に協力を依頼しガラスか金属の板に塗装したものである。塗装・養生等の条件は製品の塗装の場合と可能な限り同様とした。

更に評価可能となった代替VOCと既存のVOCの放散性を評価する為、VOC付加法<sup>3)</sup>による放散性測定も実施した。これは各VOCを10 $\mu$ g含む混合標準液100 $\mu$ lを2.5

mm厚のMDF（ミディアムデンシティファイバーボード）材の裏面から添加する手法である（図1）。またMDFの効果が無い対照として、前記の混合標準液をガラス製シャーレの上に添加し測定する事も行った。

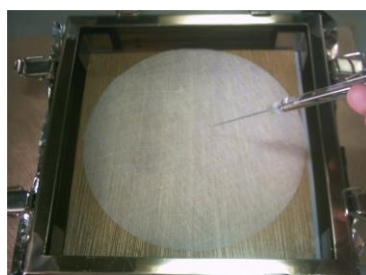


図1 VOC付加法による試験体作製

VOC評価はJIS A1901:2009 小形チャンバー法（図2）、及びJIS A1902-3:2006 塗料の試験条件に準じて実施した。



図2 小形チャンバー法による測定

試験条件は、試料負荷率2.2 $\text{m}^3/\text{m}^3$ で養生開始から7日後（試験体設置から6日後）までを標準測定期間とし、放散性測定は試験体設置後21日までとした。所定の経過時間毎にアルデヒド・ケトン類をDNPH捕集管に100, その他VOC類はTenax-TA捕集管に3.20を捕集した。

\*1 インテリア研究所

アルデヒド・ケトン類は逆相HPLC（SHIMADZU LC-10A）の360nm吸光度測定を行い、Wako製16Aldehydes-DNPH Mixture Standard Solutionを用い定性定量した。VOC類は加熱脱着GC-MS（PerkinElmer TurboMatrix TD・SHIMADZU GC-2010/GCMS-QP2010）のSCANmode測定を行い、関東化学製 室内環境測定用 VOCs混合標準溶液（45種混合）を用い定性定量し、未知成分はMass pattern Matchingの後、標準物質を使用した定性定量を行った。

### 3 結果と考察

#### 3-1 評価可能となった代替VOC

測定の対象物質を追加し、解析パラメーターの調整を行った結果、前年度分と合わせて定量評価可能となった代替VOCは表1の通りである。

表1 評価可能となった代替VOC

種別	成分名(異性体は区別せず表記)
エステル	Acetic acid 2-methylpropyl ester・ 2-Pentanol acetate・1-Methoxy-2-propyl acetate・ Isobutyl methacrylate・3-Methoxy-1-butyl acetate・ 2-Methyl-2-propenoic acid butyl ester・ 3-Ethoxy-propanoic acid ethyl ester・ Ethylene glycol diacetate・Dimethyl adipate・ 2-Hydroxyethyl methacrylate・Dimethyl succinate・ 2-Butoxyethyl acetate・Dimethyl glutarate・ Ethylene glycol monobutyl ether acetate・ Diethylene glycol monobutyl ether acetate・Texanol
芳香族	Benzaldehyde・Tolualdehyde・Tetramethyl benzene・ 2,5-Dimethylbenzaldehyde・Ethyl toluene・Phenol・ Benzyl alcohol・Acetophenone・2-Phenyl-2-propanol・ Acetic acid phenylmethyl ester・ Naphthalene・2-Phenoxyethanol・Benzothiazole・ Methylnaphthalene・1-Phenyl-1-pentanone・ Butylated hydroxytoluene・Benzophenone
アルデヒド	Acrolein・Propionaldehyde・Butanal・2-Butenal・ Pentanal・2-Pentenal・Hexanal・2-Hexenal・Heptanal・ 2-Heptenal・Octanal・2-Octenal・2-Nonenal・ 2-Decenal・Undecanal・2-Undecenal・Dodecanal・ Furfural・5-Methyl-2-furaldehyde
アルコール	2-Methyl-1-propanol・1-Methoxy-2-propanol・ 1-Pentanol・Ethylene glycol monobutyl ether・ 2-Ethyl-1-hexanol・2-Phenyl-2-propanol・ Diethylene glycol monobutyl ether・alpha-Terpineol
その他	Cyclohexane・1,4-Dioxane・Methylcyclohexane・ 2,4-Pentanedione・Cyclohexanone・ 2,6-Dimethyl-4-heptanone・beta-Pinene・Indane・Indene

表1では判別可能な異性体を含む69成分を大まかな種別毎に分けて表記した。これに既存のVOC42成分（内、規制8成分）と合わせ、合計111成分に対応可能となった。

代替VOCの中で最も種類が多かったのはエステルである。エステルは比較的溶解性の良い溶剤であり、MSDS等によると規制芳香族成分より毒性は少ないと考

えられている為、その代替品として各種溶剤・添加剤・機械洗浄剤として使用頻度が高いようである。代替VOCの中では前年度報告の通り1-Methoxy-2-propyl acetateと3-Methoxy-1-butyl acetateが主であり、既存のEthyl acetateやButyl acetateよりも高濃度が長期間持続する傾向がみられる。これらは眼・皮膚への刺激性があるとされており注意が必要である。

その他、芳香族も種類が多く、中でも規制対象であるTolueneやXyleneから派生するTetramethyl benzeneやEthyl tolueneが多く例で検出された。これらは化学的特性がTolueneやXyleneと似通っており、有害性もほぼ同等と考えられる。またBenzyl alcoholや2-Phenyl-2-propanolやAcetic acid phenylmethyl esterや2-Phenoxyethanol等、他の溶剤の一部をベンゼン環で置き換えたものもかなりの頻度で検出される。これらはTolueneやXyleneの規制を避けつつ、溶剤の性能を保持する為に使用されているのではないかと想像される。

アルデヒドも多くの種類が検出される。多くは前報の通り<sup>1)</sup> オイル塗装で見られるものであるが、Hexanalはそれ以外の塗装でも高濃度検出される例が多い。アルデヒドはMSDSによると眼・皮膚への刺激性があり有害性が懸念されるが、特に不飽和アルデヒドは遺伝性疾患の恐れのある有害性記述があるものが多く、健康被害に注意すべきと考える。

アルコールも種類は多く検出されるが、加熱脱着GC-MSでのピーク分離が悪い、又はMSでの検出感度が悪いの、何れかの理由で定量評価できなかったものが多々ある。ピーク分離に関しては低級のPoly etherを含むもの、MSでの検出感度に関しては高級のPoly etherを含むものが定量できなかった。これも同様にMSDSでは眼・皮膚への刺激性が言及されている。

その他、定量評価できなかったものとしては、カルボン酸・メタクリレート・アミン等があった。

#### 3-2 評価した塗装試験体の代替VOC

図3に試験体設置6日後での着色ウレタン上塗塗装のGC-MSクロマトグラムを示す。図3において□が既存VOC、■が代替VOC、|||が定量評価できなかったVOCである。また数値はチャンパー内VOC濃度で10µg/m<sup>3</sup>以上のものである（以降、表記は共通）。図3では既存VOCより代替VOCの方が多種かつ高濃度で放散する近年のVOCの傾向がよく表れている。しかしながらその濃

度は①の1-Methoxy-2-propyl acetateの190以外は比較的 low, 今回可能となった定量評価結果からは健康被害の可能性は低いと考えられる。

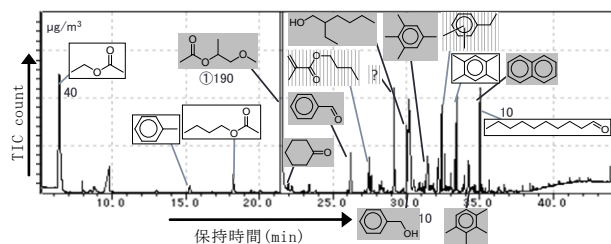


図3 着色ウレタン上塗塗装のGC-MSクロマトグラム

図4は試験体設置6日後でのウレタン上塗・中塗塗装のGC-MSクロマトグラムである。図4において定量評価不能成分は省略した。図3と同種の塗装であるが、VOCはかなり異なる部分がある。特に中塗は多成分・高濃度であり、基材との密着性と研磨性を付与する為にこれらの添加剤が使用されている事がうかがえる。

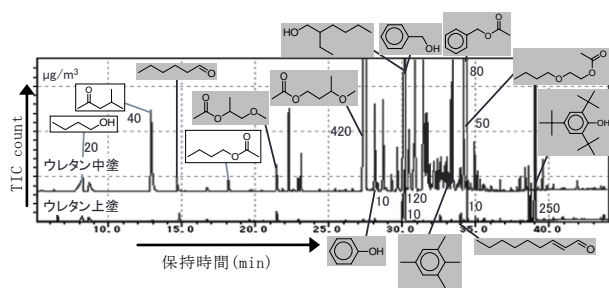


図4 ウレタン上塗・中塗塗装のGC-MSクロマトグラム

図5は試験体設置6日後でのオイル塗装の各クロマトグラムである。オイル塗料の主原料であり単体でも塗料となる亜麻仁油と、これを空気下で加熱酸化重合して硬化性を高めたボイル油の例を挙げた。

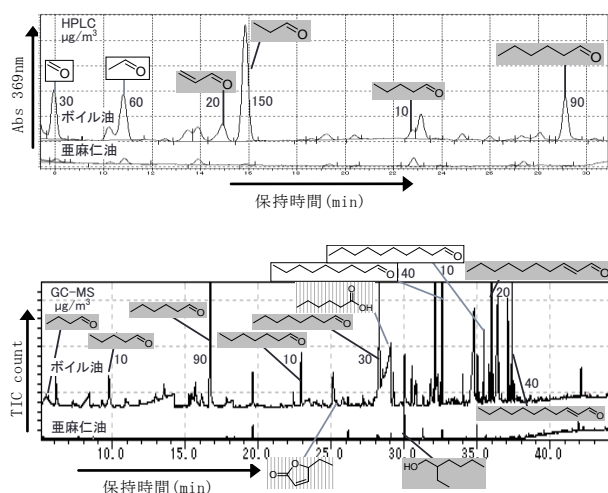


図5 オイル塗装の各クロマトグラム

前報では、オイル塗装からの各種アルデヒド生成の要因として、図6の成分中ω-3脂肪酸等の空気酸化による機構を推測した<sup>1)</sup>。しかし図5でω-3脂肪酸を多量含む亜麻仁油でアルデヒド生成が殆ど無く、これを酸化重合したボイル油ではアルデヒド生成が顕著であることから、図7のように酸化工程を経た成分が塗装後速やかに分解する事がアルデヒド生成要因であると考えられる。

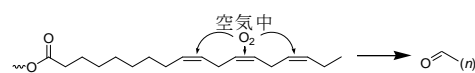


図6 オイル塗装からのアルデヒド生成機構1

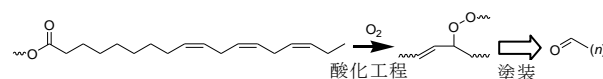


図7 オイル塗装からのアルデヒド生成機構2

3-1に記述の通りアルデヒドは有害性が懸念される成分である。オイル塗装の安全性を確保する為、これらアルデヒドの放散低減化が望まれる。

図8は試験体設置6日後での住宅リフォーム用シリコン系塗装のGC-MSクロマトグラムである。

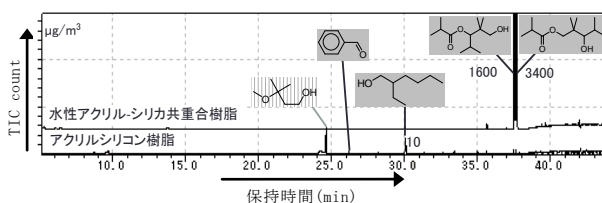


図8 シリコン系塗装のGC-MSクロマトグラム

図8において水性アクリル-シリカ共重合樹脂塗装は床の防滑コーティング用途のもので、水性塗料によく使用されるTexanol(濃度1600と3400の異性体混合物)が高濃度で検出されている。Texanolは厚労省のシックハウス検討会でも議題に挙がっている成分であり、今後注視する必要がある。またアクリルシリコン樹脂は窓ガラスの遮熱用コーティング用途のもので、アルコールを僅かに検出したのみであった。

### 3-3 代替VOCの放散性

代替VOCと既存VOCの放散性測定結果を図9に示す。グラフ①はガラスシャーレ上からの放散、②はMDF材からの放散である。対象成分の数が多く個別表記は困難であるので、既存VOC・代替VOC・(既存・代替VOCの内)アルデヒドの3つに分けて表記した。

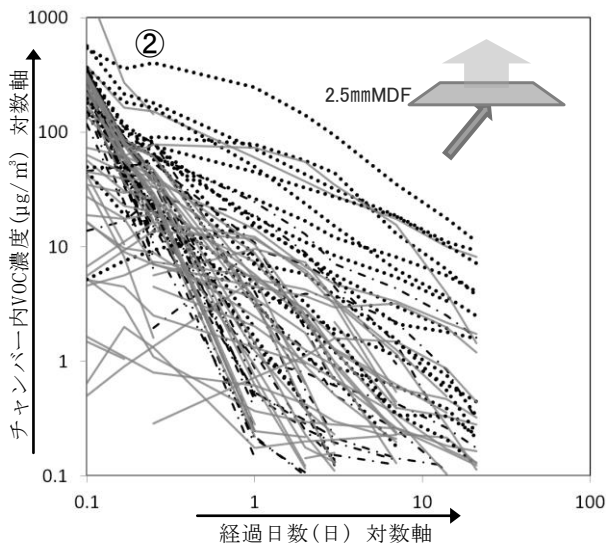
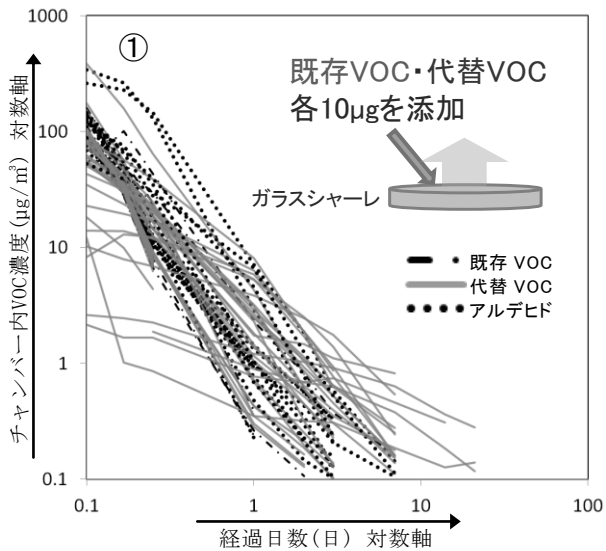


図9 代替VOC・既存VOCの放散性測定結果

図9①のガラスシャード上からの放散の測定結果は単純に各VOCの蒸発速度を示しており、塗装後初期のVOCの放散現象を反映していると考えられる。それに対し図9②のMDF材からの放散の測定結果は、各VOCとMDF材中木材由来成分との親和性等が影響していると考えられ、家具・建材の木製基材に浸透していたVOCが塗装後日数経過して放散する現象を反映していると考えられる。

表2に各経過日数でのVOC放散が継続している成分数を示す。なお継続の判断は、検出下限の $0.1\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以上の成分とした。

図9及び表2より既存VOCに比べ代替VOCの方が、放散が継続する事が分かる。既存VOCでは比較的揮発性が高く溶解性の高い芳香族が多いのに対し、代替VOCでは芳香族の規制の為、より分子量が大きいエステルや

アルコールを使用して溶解性を増す傾向があり、その結果、揮発性の低い成分が増えている。

表2 VOC放散の継続性

継続成分数		経過日数				
		6時間	1日	3日	7日	21日
シャード	既存	37	5	1	1	0
	代替	49	31	26	17	3
	アルデヒド	20	17	14	3	0
MDF	既存	36	23	14	9	4
	代替	43	36	30	23	13
	アルデヒド	18	19	17	17	13

またMDF材からの放散で代替VOCとアルデヒドが長期継続することも特徴的である。これはMDFの木材成分とアルデヒドや代替VOC中のエステル及びアルコールの親和性が高く、初期の高濃度揮発が抑制されて残存VOCが長期間放散する為と考えられる。

#### 4 まとめ

本研究により、近年の家具・建材等の塗装から発生する特徴的な代替VOC成分及び、その定量評価と放散性の傾向について検討が可能となった。

代替VOCは概して規制VOCよりも有害性は低いが、高濃度放散が長期間継続しやすい傾向がある。これは代替VOCの健康被害を想定する上で非常に重要な知見である。

今後は2013年以降のシックハウスの規制強化に速やかに対応すると共に、代替VOCによる異臭・健康被害を軽減化する為の研究開発を進める予定である。

#### 5 参考文献

- 古賀賢一：福岡県工業技術センター研究報告，No. 22，pp. 28-31 (2012)
- 厚生労働省 シックハウス（室内空気汚染）問題に関する検討会  
<http://www.mhlw.go.jp/stf/shingi/2r9852000000ax9a.html#shingi24>
- 古賀賢一，脇坂政幸：福岡県工業技術センター研究報告，No. 16，pp. 43-46 (2006)



# 人工杻目模様による木材の高付加価値化(第4報) —加熱条件とマスキングが加熱圧縮木材の形状固定に与える影響—

楠本 幸裕\*1 朝倉 良平\*1 竹内 和敏\*1

## Heightening the Added Value of Wood by the Artificial Figured Grain - Effect of heat conditions and masking on fixation of heat-stabilized compressed wood -

Yukihiko Kusumoto, Ryohei Asakura and Kazutoshi Takeuchi

本研究では、板目、柾目等の一般的な模様の板材に対し、希少価値の高い天然の杻目のような模様を人工的に付与することで、意匠性向上による木材の高付加価値化を目指した。本研究ではこれを人工杻目と呼ぶ。これまでに実施した研究で、人工杻目模様を施した面の表層部分を選択的に圧縮し平滑にする手法を確立した。その後、圧縮平滑化した表層部分の吸湿による回復が課題となり、これを抑制する手法として圧縮時の加熱条件とウレタン樹脂塗装を検討した結果、一定の効果を確立した。今回はより高い抑制効果を得るために、圧縮時の加熱条件の拡充や細分化、非圧縮面(未塗装)へのマスキング処理の有無等、条件を増加して試料を作製し再び回復実験を行った。その結果、加熱条件以上に未塗装の非圧縮面からの吸湿が大きく影響していることが判明した。

### 1 はじめに

樹木から切り出された板材は、その模様により大きく板目、柾目、杻目の3種類に分類される。その中で杻目は、その独特な模様と限られた樹種からしか採取できない希少性から、高級材料として大変珍重されている<sup>1-2)</sup>。しかしながら近年の木材資源の枯渇に伴い、杻目板材の入手は次第に困難になっている。このような背景を受け本研究では、板目や柾目の板材に加工を施し、人工的に杻目模様を付与し高付加価値化した「人工杻目板材」を得ることを目的とした。

本研究ではこれまでに、人工杻目模様を施した面の表層部分を、選択的に圧縮し平滑にする手法を確立した。その後、圧縮平滑化した表層部分の吸湿による回復が課題となり、これを抑制する手法として圧縮時の加熱条件とウレタン樹脂塗装を検討した結果、一定の効果を確立している<sup>3-5)</sup>。そこで今回は吸湿による回復に対するより高い抑制効果を獲得するために、圧縮時における加熱条件の拡充や細分化、非圧縮面(未塗装)へのマスキング処理の有無等、条件を増加して再び回復実験を行った。

なお人工杻目板材の詳細な製造工程や表層部への選択的な圧縮手法、切削パターンと人工杻目模様に関連については、既報<sup>3-5)</sup>で詳細に記しているため本報では省略する。

### 2 実験方法

#### 2-1 試料の作製

##### 2-1-1 作製手順

実験試料として、繊維方向200mm×接線方向100mm×厚さ24mmのスギ板目材を用いた。まず木表側の表面に部分切削を施し(図1参照)人工杻目模様を付与した。切削には半径14mmのボールエンドミルを使用し、部分切削により生じる凹凸の高低差は最大で1mmとした。次に凹凸の平滑化のために加熱圧縮処理(加熱条件は、2-1-2項に記載)を行い、塗装前の下地処理としてベルトサンダーを用いて表面の素地研磨(#180→#240→#320→#400)を行った後、中塗り(スプレー)、乾燥、塗膜研磨(#400・手研磨)、上塗り(スプレー)、乾燥の順でウレタン樹脂塗装を施した。その後試料を接線方向で2等分に切断し、それぞれ回復実験用、比較用とした。回復実験用の試料にはアルミテープによってマスキング処理(2-1-3項参照)を施した。



図1 部分切削後(圧縮前)の試料



## 2-1-2 圧縮時の加熱条件

人工杻目模様を付与するために部分切削を施した表面は凹凸形状となるため、平滑化の工程が必要となる。本研究では平板ホットプレスを用いて熱を加えながら圧縮し平滑化を行っている。その工程の概要を図2に示す。既報<sup>5)</sup>で実施した回復試験で作製した試料の加熱条件は、加熱温度120℃、加熱時間10分であった。一方、井上ら<sup>6)</sup>によれば圧縮時の加熱によって得られる形状固定の効果は、温度が高く加熱時間が長いほど高い。そこで今回はより高い温度、より長い時間での加熱条件で処理し、表1に示す10条件で試料を作製した。作製個数は各条件で3個とし、それぞれ2-1-3項に従い個別にマスキング処理を行った。

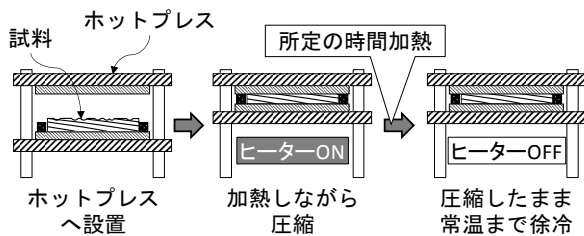


図2 圧縮工程の概要

表1 圧縮時の加熱条件

加熱温度	120℃	150℃	180℃	210℃	220℃
加熱時間	10分, 60分				
作製個数	3個				

## 2-1-3 マスキング処理

作製した試料には、人工杻目面（木表面）、木口面、木端面、木裏面の4種類の面が存在し（図3参照）、そのうち塗装を施したのは人工杻目面のみである。今回の回復実験では吸湿による影響を検証するため、マスキング処理の条件が異なる3種類の試料を作製した。表1の各条件当たり3個作製した試料のうち、アルミテープによるマスキング処理を全ての未塗装面に施した試料を1種類と、一部の面には施さず露出させた試料を2種類それぞれ作製した。図3にその詳細を示す。

## 2-2 回復実験

まず養生期間として23℃・50%RHの環境に2時間さらした後、40℃・95%RHで16時間、23℃・50%RHで8時間を1サイクルとする工程を2サイクル繰り返した。

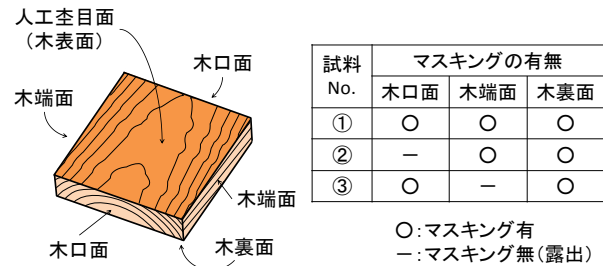


図3 試料の各面の名称、及びマスキング処理の条件

## 2-3 検証方法

回復実験による試料の回復の有無の検証方法として、触感による検証、表面粗さ計による検証、の2種類の方法を用いた。

### 2-3-1 触感による検証方法

触感による検証では、回復実験に使用した試料と比較用として保存していた試料について、人工杻目面を直接手で触って、回復の有無を検証した。

### 2-3-2 表面粗さ計による検証方法

表面粗さ計による検証では、回復実験用の試料に対し、接触式表面粗さ計（サーフコム1400-3DA-12、（株）東京精密）を用いて、実験の前後における人工杻目面の表面形状を測定し、比較検証した。

なお測定は試料の中央に描いた繊維方向に対する垂直線で行い、その長さは50mmとした。

## 3 結果と考察

### 3-1 触感による検証結果

触感による検証の結果を表2に示す。圧縮時の加熱条件よりもマスキング処理の有無の影響が大きいことを示唆する傾向が現れた。未塗装面を全てマスキングした試料No. ①は全ての加熱条件で回復が認められなかったのに対し、木口面を露出させた試料No. ②は全ての加熱条件で明らかな回復が生じていた。一方で木端面を露出させた試料No. ③では一部の試料で回復が生じたが、その程度は様々であり、加熱条件との相関は確認できなかった。

表2 触感による検証結果一覧

加熱温度	120℃		150℃		180℃		210℃		220℃	
	10分	60分	10分	60分	10分	60分	10分	60分	10分	60分
試料 No.	①	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	②	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	③	×	×	×	○	○	×	×	○	○

○:回復なし, ×:回復あり

### 3-2 表面粗さ計による検証結果

接触式表面粗さ計による試料の表面形状の測定結果の一部を図4~7に示す。グラフのスケールは、縦±45.0μm、横50.0mmである。これらからもマスクング処理の有無や部位が、回復実験による回復に大きく影響していることが分かった。また木端面よりも木口面を露出させた試料の方が、より多く回復していることが数値的に確認された。

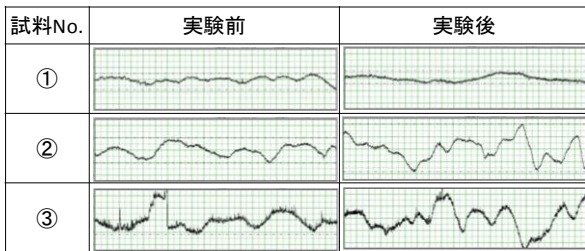


図4 表面粗さ計による測定結果 (150℃・10分)

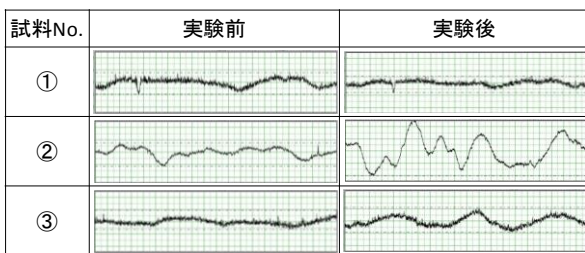


図5 表面粗さ計による測定結果 (150℃・60分)

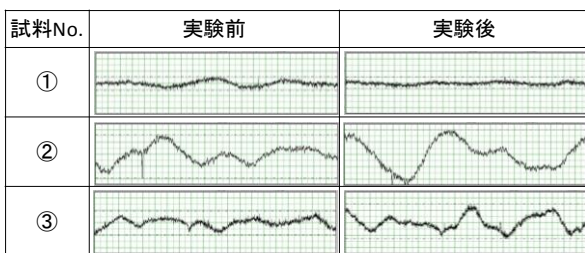


図6 表面粗さ計による測定結果 (210℃・10分)

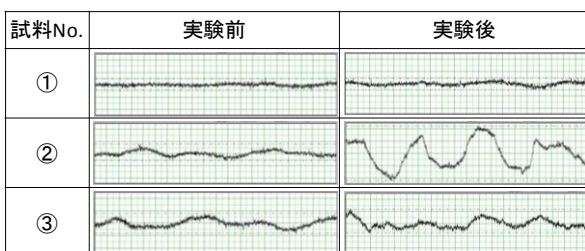


図7 表面粗さ計による測定結果 (220℃・60分)

### 3-3 考察

今回の回復実験では、圧縮時の加熱による形状固定の効果に着目し、これまでより加熱条件を拡充・細分化して試料を作製、加熱条件と形状固定効果の傾向を見出すことが目的であった。しかしながら行った回復実験により、加熱条件よりもマスクング処理の有無に強い傾向が現れる結果となった。木材の水分の吸放出性能は面によって異なり、今回の実験で用いたスギの場合、木口面は板目面に比べ3~4倍程度高い<sup>7)</sup>。今回の実験結果で現れた傾向はこのような木材の特性に起因するものと考えられる。

### 4 まとめ

これまでの研究で、人工空目模様を付与するために圧縮された表層部の、吸湿による回復を抑制する手段としてウレタン樹脂塗装による効果を確認していたが、今回はより高い抑制効果を獲得するために、圧縮時における加熱条件の拡充や細分化、非圧縮面（未塗装）へのマスクング処理の有無等、条件を増加して試料を作製し、回復実験を行うことでその効果を検証した。その結果、未塗装面における吸湿が、回復に大きく影響していることが判明した。

### 5 参考文献

- 1) 足立匡広 他：木のデザイン図鑑 (2001)
- 2) 日本木材学会：木質の物理 (2007)
- 3) 楠本幸裕 他：福岡県工業技術センター研究報告, No. 21, pp. 46-48 (2011)
- 4) 楠本幸裕 他：福岡県工業技術センター研究報告, No. 21, pp. 49-50 (2011)
- 5) 朝倉良平 他：福岡県工業技術センター研究報告, No. 22, pp. 35-37 (2012)
- 6) 井上雅文 他：木材研究・資料, 第27号, pp. 31-40 (1991)
- 7) 大畑敬 他：島根県産業技術センター研究報告, 第48号, pp. 16-19 (2012)

# 針葉樹家具部材の寸法安定性向上に関する開発

岡村 博幸\*1 朝倉 良平\*1 竹内 和敏\*1

## Dimensional Stabilization of Softwood for Furniture Materials

Hiroyuki Okamura, Ryohei Asakura and Kazutoshi Takeuchi

針葉樹家具部材の寸法安定性および表面の硬さの向上を図るため、針葉樹を糖類で含浸処理する方法について検討した。ラクチトールおよびトレハロースを針葉樹のスギ材に減圧加圧法で含浸し、寸法安定性および表面の硬さに関する基礎的な知見を得た。ラクチトール処理スギ材は一定の寸法安定性の向上が見られたが硬さの向上は見られなかった。一方、トレハロース処理スギ材は硬さの向上は見られたが、寸法安定性の向上についてはラクチトール処理スギ材に比べ小さかった。処理条件についてはさらなる検討が必要である。

### 1 はじめに

スギ材を家具や内装材として利用する場合、未処理のままでは寸法安定性が低く反り易いことおよび他の樹種に比べ軟らかく傷が付き易いこと等が問題となっている<sup>1-2)</sup>。そのような理由から、圧密処理技術が開発、実用化されているが、この技術は特殊な装置が必要である上、曲面をもった部材の加工には不向きである<sup>2)</sup>。その他に、塗装処理および樹脂含浸処理等が行われているが、これらの処理ではVOC類などの化学物質の放出などが懸念されること、また材料の素材感を減じてしまうことが問題となってしまう。

一方、考古学において、水浸した脆弱な遺物の保存方法として、ラクチトールを用いた糖アルコール含浸処理法が開発されている<sup>3-4)</sup>。これは保存対象をラクチトール溶液に浸漬し、段階的に濃度を高くし、再結晶をさせることで形状を保持する方法である。近年では、材料コストの低下等の理由により、ラクチトールに替わりトレハロース処理法が開発されている<sup>5)</sup>。これらの糖アルコールや糖を用いた保存方法の特徴は、無毒であること、腐食性がないこと、通常の湿度のもとでは吸湿性がわずかであること、および木材への浸透性が高いことなどである。また更に、保存対象の色彩も損なわないとされている。このような特徴は、家具部材の処理方法としても可能性があると考えられる。

そこで本研究では、このような糖類を用いた処理方法が、針葉樹家具部材などの室内材の処理方法として利用できるかを検討するため、針葉樹であるスギ材に糖類を含浸処理し、寸法安定性および表面硬さなどの

測定を実施した。処理薬剤としては、遺跡の保存処理で利用されているラクチトールおよびトレハロースを用いた(図1, 2)。また、処理対象が遺物のような脆弱な材ではなく、比較的強度がある一般的な製材であるので、浸漬法ではなく減圧加圧法による処理を検討した。

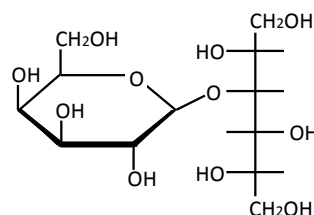


図1 ラクチトール

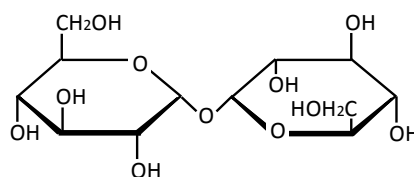


図2 トレハロース

### 2 実験方法

#### 2-1 供試材料

九州産スギの辺材部分を用い、15 (L) × 30 (T) × 15 (R) mmを切り出し、含浸処理に供した。硬さおよび耐摩耗性試験については、100×100mmの板目材を含浸処理に供した。

#### 2-2 糖類の含浸処理

ラクチトール(物産フードケミカル(株))およびトレハロース((株)林原)は食品添加物製品を用い、

\*1 インテリア研究所

それぞれ50, 35, 20wt%水溶液を調製した。作製した水溶液に試験片を浸漬後、-90kPaで1時間減圧、0.7MPaで1時間加压処理を行った。試験片を取り出し、結晶化させるため、ラクチトール処理（以下、La処理）スギ材は70℃の乾燥器中で1週間、トレハロース処理（以下、Tr処理）スギ材は40℃、80%RHの恒温恒湿器中で1週間静置した。評価ではさらに20℃、65%RHの恒温恒湿器中で24時間養生したものをを用いた。

### 2-3 バルキング効果の測定

糖類が細胞壁内に定着しているかを確認するため、処理試験片の乾燥状態における膨張率（バルキング効果）を見た。スギ材の試験片を103±2℃の乾燥器中で恒量まで乾燥し、2-2の方法で含浸処理および結晶化した後、103±2℃の乾燥器中で恒量まで乾燥し全乾状態とした。その際、処理前および全乾状態で重量および寸法を測定した。コントロールとして、103±2℃の乾燥器中で恒量まで乾燥した試験片を飽水処理した。その際、処理前後に重量および寸法を測定した。

### 2-4 DSC分析

ラクチトールは分子の水和状態で、無水物、一、二および三水和物の結晶構造を形成する。糖アルコール法では、強度が強く湿気に最も安定した二水和物の結晶を形成することが必要である<sup>3)</sup>。そこで、含浸処理時の結晶状態を観察するため、2-2の方法で含浸処理、結晶化した試験片について、柁目面の表面から厚さ2mmの切片を切り出した。この切片を細分化し、示差走査熱量測定装置（DSC6220, SII製）を用いて結晶を同定した。トレハロースも、無水物と二水和物の結晶構造を形成することから、同装置を用いて同定を行った。DSC測定条件は、糖類の結晶分析を行った文献を参考にした<sup>7-8)</sup>。

### 2-5 吸湿率および寸法安定性の評価

吸湿率および寸法安定性を見るため、吸湿条件として20℃、90%RHの恒温恒湿器中に試験片を48時間静置し、重量および寸法を測定した。その後、60℃の減圧乾燥器中で乾燥し重量および寸法を測定した。これらの値から、吸湿率（重量増加率）、および寸法安定性の指標である抗膨潤能（ASE）を求めた。ASE（%）は次式により求めた。

$$ASE (\%) = (\beta_c - \beta_t) / \beta_c \times 100$$

ここで $\beta_c$ は未処理材の膨潤率、 $\beta_t$ は処理材の膨潤率である。

## 2-6 表面硬さおよび耐摩耗性試験

処理スギ材の表面硬さを評価するため、ブリネル硬さ試験と耐摩耗性試験を実施した。ブリネル硬さ<sup>6)</sup>は、スギ材の軟質な部分である早材部において測定した。耐摩耗性試験は摩耗試験機（(株)東洋精機、TS型）を用いて試験を実施した。試験片面上に加わる総重量は、ゴム製円板の重量を含め500gとした。

## 3 結果及び考察

### 3-1 乾燥条件

La処理スギ材のDSC分析結果を図3に示す。La処理スギ材は74-89℃にブロードなピークを示した。文献によると、ラクチトール無水物および3種類の水和物はそれぞれ特徴的なDSC曲線を示すことが解っており、一水和物は97℃、二水和物は73℃にピークトップを示す<sup>7)</sup>。La処理スギ材のピークは74-89℃であり二水和物のものに近かった。しかしこのピークはブロードであることから、一水和物が混在するなど結晶化が適切でない可能性が考えられた。含浸処理に用いたラクチトールは95℃付近にピークトップがあり、一水和物であると確認された。一方、未処理スギ材は本分析条件ではピークが現れず、分析への影響は小さいことが推測できた。糖アルコール法では湿気に安定な二水和物の結晶を形成させる必要があるが、本研究では安定な結晶形成に適切な乾燥条件を見出すことができなかった。

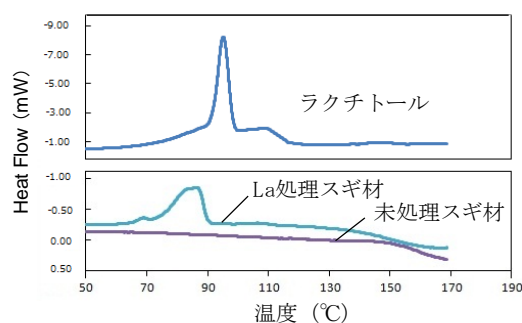


図3 La処理スギ材のDSC曲線

Tr処理スギ材のDSC分析結果を図4に示す。Tr処理スギ材は104℃付近にピークトップを示した。トレハロースについても無水物および二水和物でそれぞれ特徴的なDSC曲線を示すことが解っており、二水和物は100-110℃にピークを示す<sup>8)</sup>。これによるとTr処理ス

ギ材のピークは二水和物のものに近く、二水和物の結晶が形成されていると推測できた。また、含浸処理に用いたトレハロースは、二水和物であることが確認された。未処理スギ材は本分析条件ではピークを持たず、分析への影響は小さいと推測できた。本研究における乾燥条件では二水和物の結晶が形成されていることが確認された。

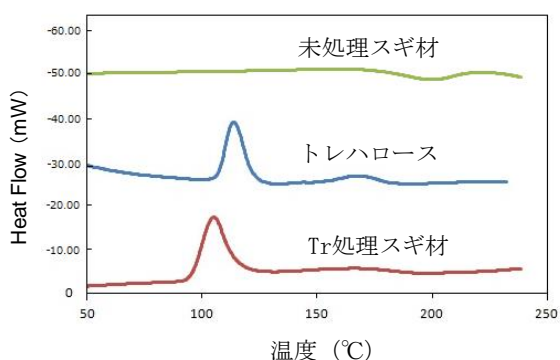


図4 Tr処理スギ材のDSC曲線

### 3-2 バルキングの効果

全乾状態における膨張率を図5に示す。La および Tr 処理材において、バルキング効果が確認された。処理液の濃度が高い程バルキング効果も高い傾向にあり、La 処理では接線方向で2.4-2.9%、半径方向で1.4-1.9%の膨張率であった。Tr 処理では、接線方向で2.6-2.8%、半径方向で1.4-1.6%の膨張率であった。一方、飽水処理を実施したコントロール（未処理スギ材）において、膨張率が接線方向で7.6%、半径方向で3.7%であったことから、両糖の含浸処理では細胞壁内の糖の残存量を向上させる余地がうかがえた。

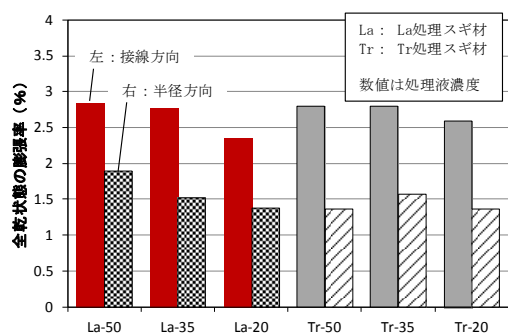


図5 全乾状態の膨張率

### 3-3 吸湿量および寸法安定性の向上効果

吸湿率（重量増加率）と処理濃度の関係を図6に示す。

La 処理スギ材はコントロール（未処理スギ）より吸湿率が高く、ラクチール自体が吸湿したと考えられたが、液濃度による違いは確認できなかった。Tr 処理スギ材はコントロールに比べ吸湿率が低く、液濃度が高い程吸湿率が低いことが解った。また、試験後の外観については Tr 処理材に顕著な変化は見られなかったが、La 処理材では濡れ色に変化し溶脱が疑われた。

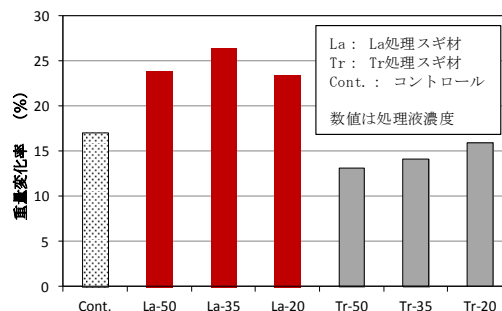


図6 吸湿率（重量増加率）と処理濃度の関係

含浸処理による寸法安定性向上の効果を表1に示す。ASE 値は値が大きい程、寸法安定性処理の効果が大きいことを示す。La 処理スギ材は Tr 処理スギ材よりも ASE 値が高く、寸法安定性がより高いことが解った。Tr 処理スギ材は前述のとおり La 処理スギ材に比べ吸湿性が低かったため、より寸法変化の抑制効果が高いと考えられたが、逆の結果となった。Tr 処理スギ材については半径方向での寸法安定性が低く、50 および 35 wt%処理では膨潤率がコントロールと同等もしくは微増したため、ASE 値が算出できなかった。また、

表1 含浸処理による寸法安定性向上の効果

	液濃度 (%)	方向	ASE (抗膨潤)
La処理スギ材	50	接線	30.0
		半径	30.4
	35	接線	25.0
		半径	22.6
	20	接線	15.4
		半径	10.8
Tr処理スギ材	50	接線	28.6
		半径	—
	35	接線	19.6
		半径	—
	20	接線	14.3
		半径	6.4



両処理ともに、他の寸法安定化処理技術と比べ低い ASE 値となった。

### 3-4 硬さおよび耐摩耗性

含浸処理がブリネル硬さに与える影響を図7に示す。Tr 処理スギ材において、硬さ向上の効果が確認されたが、La 処理スギ材においては硬さ向上が確認できなかった。不十分な結晶化が硬度の減少の原因となったと推測された。

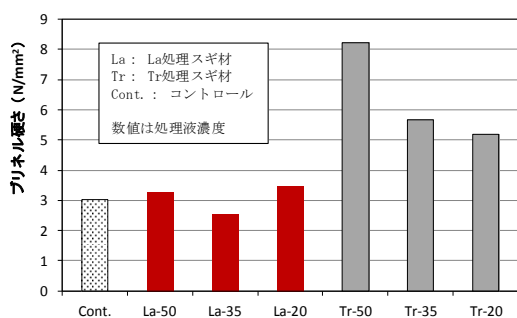


図7 含浸処理がブリネル硬さに与える影響

耐摩耗性試験の結果を図8, 9に示す。La 処理スギ材はコントロール（未処理スギ）と比較して、摩耗減量が同等もしくは大きくなった。La 処理により、耐摩耗性の向上は確認できなかった。

Tr 処理スギ材はコントロールと比較して、摩耗減量が小さくなる傾向が見られ、Tr 処理により耐摩耗性の向上が確認できた。これは前述のブリネル硬さの向上が耐摩耗性の向上にも影響していると推察された。

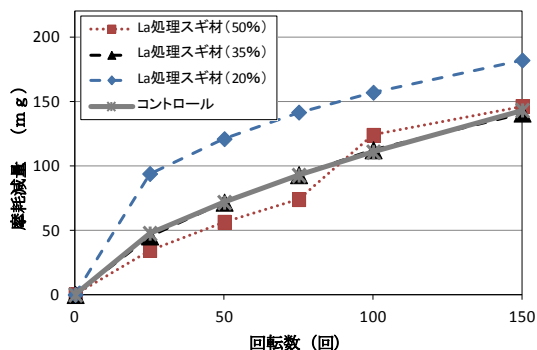


図8 含浸処理が摩耗減量に与える影響 (La処理)

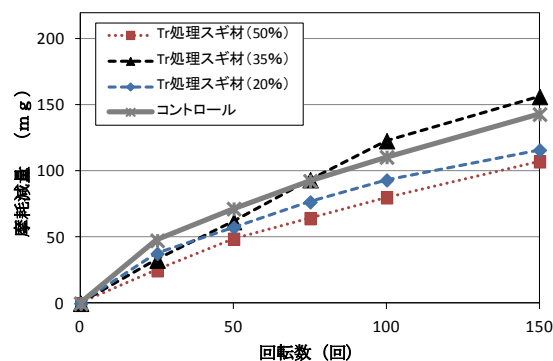


図9 含浸処理が摩耗減量に与える影響 (Tr処理)

## 4 まとめ

La および Tr 処理スギ材について硬さおよび寸法安定性などの基礎的な知見が得られた。Tr 処理により硬さおよび耐摩耗性の向上効果が見られたが、両糖類の処理による寸法安定性の向上効果は比較的小さかった。課題解決のために処理条件についてさらなる検討が必要である。

## 5 参考文献

- 1) 一般財団法人大川インテリア振興センター：木材産業等連携支援事業 地域木材産業等連携支援事業（文化用品等市場開拓型）実績報告書（2013）
- 2) 竹内和敏，刈谷臣吾：福岡県工業技術センター研究報告，No. 22，pp. 42-45（2012）
- 3) 沢田正昭，今津節生，他：遺物の保存と調査（2003）
- 4) 今津節生：奈良県立橿原考古学研究所研究成果，第1冊，（1999）
- 5) 今津節生：水浸木製文物の保存科学的研究－中国江蘇省泗水王陵出土文物保存に関する共同研究－（2009）
- 6) JIS Z2101 2009 木材の試験方法
- 7) H. Halttunen, M. Hurttta, I. Pitkänen and J. Nurmi : Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 81, pp. 285-290 (2005)
- 8) Attilio Cesa`ro, Ornella De Giacomo, Fabiana Sussich : Food Chemistry, Vol. 106, pp. 1318-1328 (2008)

# マグネシウム合金への高耐食性化成処理技術の開発

古賀 弘毅\*1 宅野 千秋\*2 御船 隆\*3 大和 洋吉\*3

## Development of Chemical Conversion Treatment Technology with High Corrosion Resistance for Magnesium Alloy

Hiroki Koga, Chiaki Takuno, Takashi Mifune and Yokichi Yamato

マグネシウム合金への高耐食性を有する化成処理技術の開発について検討を行った。本研究では、リン酸をベース主成分とし、添加成分としてストロンチウム等を加えた化成処理剤と、これを用いた化成処理技術を開発した。本技術により得られた化成処理皮膜は、マグネシウムおよびストロンチウムのリン酸塩を主骨格とし、平滑で欠陥の少ない皮膜であることが確認された。AZ91 マグネシウム試験片に本処理を実施し、中性塩水噴霧試験を実施したところ 96 時間でも腐食を生じず優れた耐食性を示した。

### 1 はじめに

近年、地球温暖化に対する危機意識が急速に高まる中で、自動車業界では二酸化炭素削減を目指す燃費向上の取り組みが盛んに行われている<sup>1)</sup>。車体軽量化は燃費向上に極めて有効な方策であり、自動車メーカーでは軽量部材の活用が進められている<sup>2-5)</sup>。マグネシウム合金は実用金属中で最も軽量かつ比強度も高いことから、自動車用部材への活用が期待されているが、腐食に対する懸念から一部の部品への採用に留まっている<sup>6)</sup>。マグネシウム合金の本格的な活用のためには、耐食性の向上が重要であると考えられる。

本研究では、マグネシウム合金への表面処理技術の中で、コスト的に安価で普及が見込まれる化成処理について検討した。クロムを使用しない環境対応型とし、自動車部材で普及している亜鉛めっきクロメート品相当の耐食性能を目標とした。達成目標を表1に示す。

表1 開発技術の達成目標

	試験項目	目標値
化成処理	塩水噴霧試験	48時間発錆なし 96時間腐食面積5%以下
	電気伝導性	表面抵抗1Ω以下
化成処理 + 塗装	塗装密着性	基盤目試験 剥離なし
	耐水試験	沸騰水浸漬1時間 膨れ無し 40℃温水浸漬120時間 膨れ無し
	塩水噴霧試験	クロスカット1000時間剥離なし

また、化成処理とともに、下地調整として重要な前処理工程についても検討したので、その結果を報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 供試材

マグネシウム協会製の AZ91 標準試験片をエメリー紙で 2000 番 (#2000 研磨) まで研磨して使用した。

#### 2-2 供試材への表面処理

最も多く流通しているマグネシウム製品はダイキャスト品であり、金属表面が油や離型剤で汚染されている。このためマグネシウム合金への化成処理では、一般に素地調整として化成処理の前に「脱脂→酸洗→スマット除去」が行われる。「脱脂」は油汚れの除去、「酸洗」は表面から深さ方向にめり込んだ離型剤などを素地ごと溶解除去することを目的としており、「スマット除去」は酸洗時に表面に残留する金属間化合物を除去するために行われる。基本的な処理フローを図1に示す。本研究においても基本的な工程はこれに準じて行い、各工程の処理剤組成ならびに処理条件について検討した。それぞれの処理は処理液に一定時間浸漬することにより行った。

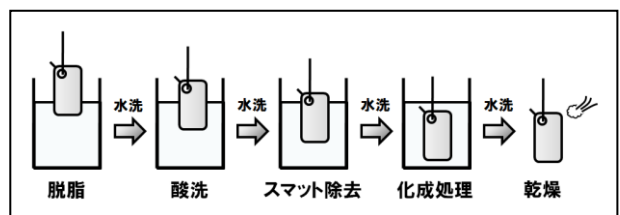


図1 表面処理の基本フロー図

\*1 機械電子研究所

\*2 ケイアンドエムテクノロジー(株)

\*3 (株)正信

## 2-3 表面状態の観察

表面処理状態の違いを評価するため、走査型電子顕微鏡（ERA8800 型，エリオニクス製）による観察を行った。表面形状の観察には表面粗さ計（SJ-500 型，ミットヨ製）および走査プローブ顕微鏡（SPM-9600 型，島津製作所製）を使用した。

## 2-4 耐食性試験

化成処理品の耐食性試験は，中性塩水噴霧試験（JIS Z2371）を採用し，塩水噴霧試験機（STP-120 型，スガ試験機製）を使用した。なお，市販されている化成処理剤により処理した試験片を比較材とした。試験条件を表 2 にまとめる。腐食の定量評価にはレイティングナンバー法を利用した。レイティングナンバー法とは，腐食試験における目視評価法のひとつで，腐食ゼロが RN=10，腐食面積率 50%で RN=0 となる。

表 2 中性塩水噴霧試験条件

項目	条件
試験槽温度	35℃
噴霧溶液の塩濃度	50g±5g/l
噴霧液の pH	6.5
試験時間	96 時間

## 2-5 塗膜密着性試験

化成処理品に対する塗装密着性を評価するため，基盤目試験（JIS K5600-5-6）を実施した。クロスカットはセラミックスナイフを使用し，鉄分などがマグネシウム素地に付着しないよう注意した。塗装はアクリルウレタン系のものを約 10 μm の厚みで塗布し，160℃で焼き付けた。

## 2-6 塗膜耐久試験

化成処理品に対する塗装密着の耐久性について評価するため，化成処理後，塗装を施したものについて塩水噴霧試験を行った。試験条件は表 2 に準じたが，塗装試験片については塗膜にクロスカットを入れ，試験時間を 1000 時間に延長して実施した。

## 2-7 電気伝導性試験

電子機器筐体等への適用性を評価するため，化成処理品の表面抵抗を測定した。測定機器には抵抗率計（MCP-T360 型，三菱化学アナリテック製）を用いた。

## 3 結果および考察

### 3-1 前処理条件の検討

#### 3-1-1 化学的前処理の現状

実用的なマグネシウム合金である AZ91 は金属組織が不均質であり， $\alpha$ -Mg 固溶体や  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 化合物相など複数の相が存在する。このため酸洗工程において金属組織間で電位差が生じ，アルミニウム含有率が低い  $\alpha$ -Mg 固溶体が優先的に溶解し， $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 化合物相などがスマットとして表面に残留する。スマットは次の工程で強アルカリの脱スマット液に浸漬することで除去できるが，酸洗工程で生じた不均一な溶解により表面は粗化される。前処理工程における表面粗化を図 2 に模式的に示す。#2000 研磨によりヘアライン加工した AZ91 試験片を，一般的な有機酸による処理で化学的前処理した後の表面粗度を計測した結果を表 3 に示す。いずれの処理も表面を大きく粗化させていることがわかる。表面粗さは化成処理時の皮膜欠陥の原因となり，耐食性を悪化させるため，改善が必要である。

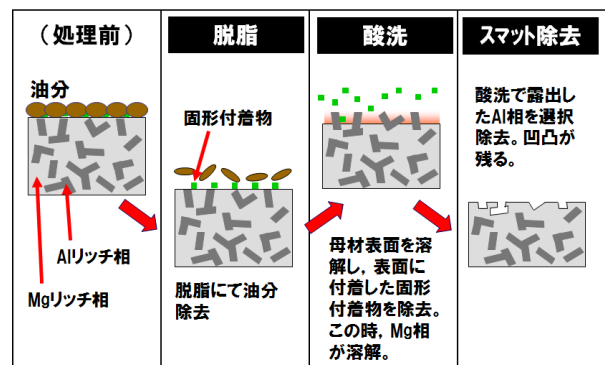


図2 化学的前処理による表面粗化のイメージ

表 3 酸洗処理後の表面粗さ

処理方法	表面粗さ (Ra, μm)
#2000 研磨品 (前処理なし)	0.09
脱脂のみ	0.08
従来法1	0.86
従来法2	0.50
従来法3	0.59

#### 3-1-2 新規前処理技術の検討

一般的な前処理工程において，強アルカリ性である脱脂およびスマット除去の工程では激しい粗化は起こりにくいため，酸洗時に  $\alpha$ -Mg 固溶体の溶解をある程度抑制し， $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 化合物相の溶解を促すことのできる酸洗液の組成を検討した。フッ化物はマグネシウムと反応して安定なフッ化マグネシウムを形成することが知られており，マグネシウムリッチな  $\alpha$ -Mg 固溶



体の溶解を抑制できる。一方、アルミニウムは溶解するためスマットの発生を抑える効果が期待できる。リン酸はpH調整機能のほか、リン酸自身がマグネシウムと不溶性塩を形成することから、ソフトな酸洗条件とするために効果があると考えられる。図3に今回、新たに開発した酸洗液を用いてマグネシウム合金を研磨した試料表面のSEM像を示す。参考に比較した有機酸系の処理面も併せて示す。有機酸系に比べて開発酸洗処理では比較的平滑な表面が得られている。また、開発酸洗処理品表面の元素分布を図4に示すが、#2000研磨後、脱脂後では顕著だったマグネシウムとアルミニウムの分布のばらつきが、処理後はほぼ均一になっていることが明らかとなった。さらに、開発酸洗処理により前処理したAZ91試験片の表面粗度を測定した結果を表4に示す。開発酸洗処理では#2000研磨品と同等の表面粗度であり、外観上も大きな差が認められなかった。このことから、本処理は表面状態を損なわない化学的前処理方法として大変有効であると考えられる。

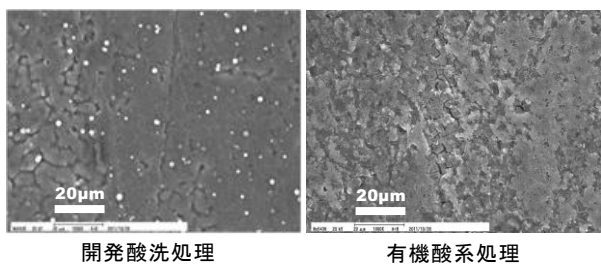


図3 酸洗処理後の試料表面のSEM像

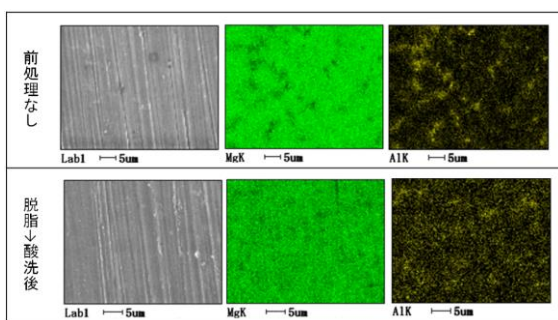


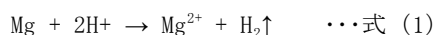
図4 酸洗処理前後の試料表面の元素マッピング像

表4 開発酸洗処理後の表面粗さ

処理方法	表面粗さ (Ra, µm)
#2000研磨品 (前処理なし)	0.09
開発酸洗 1min	0.08
開発酸洗 2min	0.08
開発酸洗 3min	0.09

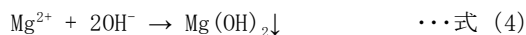
### 3-2 新規化成処理剤の開発

本研究では、リン酸塩形成反応を主体とした化成処理方法を検討した。添加材としてストロンチウム等を添加し、反応メカニズムにも工夫を加えた。先行技術等<sup>7)</sup>では、酸性化成処理剤によるマグネシウム素地の溶解と、それに伴い溶出するマグネシウムイオンが化成処理剤中のリン酸と反応し、基材表面に不溶性のリン酸塩を形成する。すなわち下式のとおり示される。これにカルシウムやマンガンなどの添加成分を加え、式(3)に見られるような複合塩の形成を図っている。



しかしながら、この方法はマグネシウム溶解時に水素発生を伴うため、水素気泡の発生箇所が皮膜形成不十分となり欠陥となる。この欠陥が耐食性を低下させる原因となる。

本研究では、前処理におけるスマット除去工程において、マグネシウム表面に水酸化マグネシウムの皮膜が形成されることを利用し、水酸化物とリン酸を反応させることにより水素発生を伴わない化成処理膜の形成技術を開発した。すなわち下式の反応となる。



さらに、式(5)で示されるリン酸の中和により pHが上昇し、添加成分のリン酸塩が析出して皮膜に取り込まれる。開発した化成処理では添加成分にストロンチウムなどを添加しており、下式の工程において皮膜に取り込まれると考えられる。



以上により、水素発生を伴わない緻密な皮膜形成が可能となる。本技術により得られる化成処理膜表面を観察した結果を図5に示す。従来品と比較して表面が滑らかであり、かつ欠陥が少ないことがわかった。

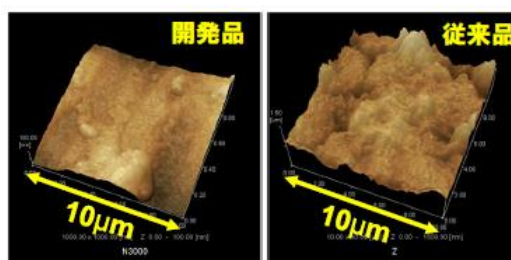


図5 開発した化成処理品の走査プローブ顕微鏡観察結果

### 3-3 耐食性について

化成皮膜の耐食性評価結果を表5に示す。市販品では24時間経過後より腐食の発生が始まり、96時間に至るまで確実に腐食が広がっていく様子が確認された。一方、開発品は96時間の試験で腐食の発生がなく、優れた耐食性を有していることが分かった。

表5 開発化成処理品の塩水噴霧試験結果

	24時間後	48時間後	72時間後	96時間後
開発品	10	10	10	10
市販品	9.5	9.3	9	7

### 3-4 塗装密着性について

AZ91標準試験片に鏡面研磨ならびにヘアライン加工を施した試料について、開発した表面処理を行ったのち塗装し、基盤目試験法により塗装密着性について評価した。試験結果を図6に示す。いずれも剥離がなく良好な密着性を示した。



下地仕上げ方法	鏡面	ヘアライン(#320)
外観		
評価	剥離なし	剥離なし

図6 塗装密着性試験結果

### 3-5 塗装耐久性について

密着性試験と同様に製作した塗装品にクロスカットを入れた後、塩水噴霧試験により塗装耐久性について評価した。96時間の塩水噴霧試験を実施したところ、鏡面研磨品ではクロスカット下部に最大2mmの剥離が観察された。一方、ヘアライン加工品については剥離は起こらず優れた密着性を示した。このことから鏡面研磨品ではヘアライン加工品に対して塗装密着性がやや劣ることが示唆された。

### 3-6 電気伝導性付与について

本開発品は高い耐食性を示すことから欠陥が少なく、高い絶縁性を示している。家電製品筐体への表面処理では、電磁波シールド性を要求されるため、化成処理後の試料表面に界面活性剤をコートすることにより表面抵抗値を下げることを検討した。カチオン性界面活性剤には、臭化ヘキサデシルトリメチルアンモニウム

(CTAB)を採用した。化成処理後のCTABのコートの有無による表面抵抗の変化を表6に示す。CTABコートが表面抵抗を下げることに効果があり、目標であった表面抵抗1Ω以下を達成した。

表6 界面活性剤コートによる導電性付与効果

導電性付与	表面抵抗/Ω			
	測定回数			平均
	1	2	3	
なし	∞	∞	∞	∞
あり	0.49	0.29	0.30	0.36

## 4 まとめ

マグネシウム合金AZ91への化成処理技術について検討し、クロムを用いない高耐食性の化成処理方法を開発した。得られた化成処理品は以下の性能を有した。

- ・96時間の塩水噴霧試験に耐え、高い耐食性を示した。
- ・化成皮膜は高い電位抵抗を示したが、界面活性剤をコートすることで電気伝導性を付与することができた。
- ・塗装密着性は基盤目試験で優れた性能を示した。
- ・塗装品の耐水性について、沸騰水に1時間および40℃温水に120時間の浸漬試験をおこなったところ、それぞれ膨れ等の不具合は発生しなかった。
- ・塗装後のクロスカット試験片について塩水噴霧試験を行ったところ、下地をヘアライン加工したものでは良好な耐食性を示したが、鏡面研磨したものではクロスカット部の一部に塗装の剥離を生じた。

## 謝辞

本研究は、財団法人福岡県産業・科学技術振興財団の補助により実施したものであり、ここに謝意を表す。

## 5 参考文献

- 1) 環境レポート2012, 日本自動車工業会, pp.3-14 (2009)
- 2) 千葉晃司: 素形材, Vol.50(6), pp.16-23 (2009)
- 3) 寺澤勇 他: Material stage, Vol.12(3), pp.11-16 (2012)
- 4) 櫻井健夫: 神戸製鋼技報, Vol.57(2), pp.45-50 (2007)
- 5) 尾崎智道 他: IHI技報, Vol.501, pp.50-54 (2011)
- 6) 角谷英剛 他: 日本金属学会誌, Vol.72, No.6, pp.420-426 (2008)
- 7) 難波信次: 日本パーライジング技報, No.21, pp.52-56 (2009)

# 錫めっき廃棄物のリサイクルに関する調査

古賀 弘毅\*1 御船 隆裕\*2 吉玉 和生\*2

## Feasibility Study on Recycling of Tin Plating Waste

Hiroki Koga, Takahiro mifune and Kazuo Yoshitama

通常、廃棄処分されている錫めっき廃棄物について、九州地域のめっき業者に対して排出実態に関する調査を実施し、その種類、発生量ならびに発生事業者の分布を把握した。その結果、錫めっき廃棄物は、めっき後水洗排水や治具剥離槽など発生源の特定が容易であり、高濃度な錫を含有した固体廃棄物を生じているケースが多いことが明らかとなった。廃水系廃棄物では、めっき後水洗排水や治具剥離廃水などに高濃度に錫を含有するものが存在した。廃水中の錫の分離回収では、中和沈殿法により水酸化物として回収する方法を検討し、pH=5~9で錫回収率が100%となった。また、塩化マグネシウムと高分子凝集剤を添加することで飛躍的に沈降速度が向上した。

### 1 はじめに

錫はハンダ、プリント基板やリードフレームなどのめっきなど幅広い分野で使用されており、今後も需要は伸びると推測されている<sup>1)</sup>。九州はシリコンアイランドと言われるように半導体産業の集積が高く<sup>2)</sup>、大量の錫めっき製品の製造がおこなわれているため、錫を含んだ廃棄物も多く排出していると考えられる。一方、錫は高価な金属であるにもかかわらず、めっき排水などに含まれるものは総合排水設備等により排水処理され、回収されることなく廃棄処分されている。これはすでにリサイクルが進んでいる他のベースメタル（アルミニウムや銅など）と比較して発生量が少ない上<sup>1)</sup>、金やパラジウムなどの貴金属ほどは価値がなく、設備投資してまで錫を回収するメリットが認識されなかったためと考えられる。また、錫が排水中で二価や四価のイオンとして存在するため技術的に処理困難であること、金属スズの製錬を行う業者が国内に少なく、電極屑などの一部を除き、めっき廃棄物を取り扱う業者が皆無であったことが原因として考えられる。

本研究では、九州地域のめっき業者に対して排出実態に関する調査を実施し、その種類、発生量ならびに発生事業者の分布を調査した。また、錫めっき廃棄物を製錬原料として受け入れる製錬業者を探索し、受け入れ条件等について確認した。さらに、廃液に含まれる錫の回収方法について、系統分離—中和沈殿法の適用の可能性を検討した。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 めっき事業者へのアンケート調査

九州における錫めっき廃棄物の発生状況と廃棄物の種類（形態：汚泥または廃水など）、廃棄物の処理状況などを明らかにするため、九州めっき工業組合の会員39社を対象にアンケートを実施した。アンケートは平成23年2月1日から2月28日の間で行った。

#### 2-2 めっき廃棄物の組成分析

固体廃棄物の分析は、主に蛍光X線分析法（装置：RIX3001型、リガク製）により行った。なお、汚泥については強熱減量法を併用した。めっき廃水の分析は金属成分のみをICP発光分光分析法（装置：ULTIMA2C型、堀場製作所製）により行った。

#### 2-3 廃液中錫の回収に関する検討

めっき液中での錫イオンは、酸性浴では二価、アルカリ浴では四価で存在するとされる<sup>3)</sup>。今回の調査ではほとんどのめっき浴が酸性浴であったため、酸性浴からのめっき廃水を検討対象とした。酸性浴での錫イオンの形態は二価と推測され、二価の錫イオンはpH調整により容易に水酸化物として沈殿する。このことから、酸性浴の水洗排水をターゲットとして、系統分離により不純物の混入を防ぎ、中和沈殿法により錫を回収する方法を検討した。

#### 2-4 非鉄製錬原料としての回収条件調査

錫めっきを扱う国内の製錬業者ならびにリサイクル業者三者に対し、錫廃棄物の受け入れ状況や禁忌成分などの受け入れ制限項目などについて調査した。

\*1 機械電子研究所

\*2 九州めっき工業組合

### 3 結果および考察

#### 3-1 錫めっき廃棄物に関するアンケート結果

アンケートの集約結果を表1に示す。回答のあった34社のうち、錫めっきを行う事業者は15社であった。錫めっきを扱う事業者のスラッジ処理コストは大小バラつきがあるが、1トン当たり平均3万4千円であった。錫めっき廃棄物を有価資源としてリサイクルしている企業は2社あった。この2社は錫めっきの規模が大きく大量の錫廃棄物を排出している。ここでリサイクルされている廃棄物は、高濃度の錫を回収しやすい治具剥離槽の沈降汚泥に由来するものである。めっき後の水洗排水などに含まれる錫は、基本的に総合排水処理されており、金属汚泥として廃棄処分されていると考えられる。このため、リサイクルは錫廃棄物の一部にとどまっている。なお、将来、錫廃棄物のリサイクルを希望する企業は上記2社を含めて11社であることがわかった。

表1 錫めっき廃棄物のアンケート調査結果

項目	内容
回答数	34社/39社
錫めっき実施企業	15社
15社のスラッジ廃棄コスト	平均：3万4千円/トン
リサイクル実施企業	2社
将来のリサイクル希望企業	9社
錫使用量(年間)	0.1~16.3トン
錫めっき浴の種類	酸性浴：15社、アルカリ浴：1社
治具剥離槽設置企業	7社
サンプル提供企業	8社

#### 3-2 錫めっき廃棄物の発生状況

錫めっき事業者を訪問し、錫廃棄物の発生箇所について調査した。一般的な錫めっきラインの工程図を図1に示す。主な錫めっき廃棄物は①~⑤の箇所が発生する。特徴を表2、外観を図2にまとめる。現在、ほとんどの排水が低コストな無害化処理を達成するために①総合排水に集められており、分別されることなく一括処理される。ここで生ずるスラッジは低品位であり、廃棄処理されている。一方、個々の錫廃棄物発生源を見ると、②めっき槽沈降汚泥、③回収槽廃液、④めっき後水洗排水、⑤治具剥離槽関連などがあり、いずれも他の成分の混入が少ないことが予想された。



図1 一般的な錫めっきライン概略図

表2 錫めっき廃棄物の分類

発生場所	形状・量
①総合排水	汚泥、発生量大(月数トン~)
②めっき槽	汚泥、発生量小(月数kg~)
③回収槽	廃液、発生量大(月数トン~)
④第一水洗	廃液、発生量大(月数十トン~)
⑤治具剥離槽	汚泥、発生量大(月数百kg~)

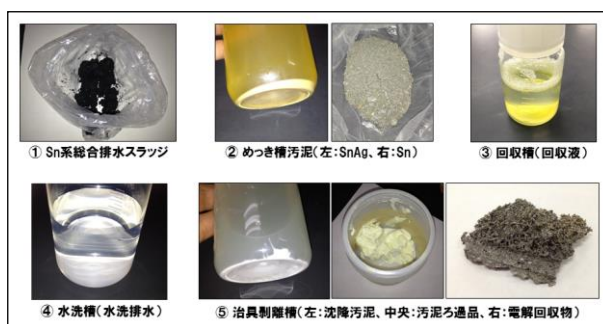


図2 錫めっき廃棄物の外観

#### 3-3 錫めっき廃棄物の分析結果

めっき事業者から提供を受けた錫廃棄物サンプルの組成を分析した結果を表3、表4に示す。分析結果から、固体廃棄物は錫濃度の高いものが多く、比較的不純物の混入も少なかった。②④⑤の沈降汚泥については固液分離のみで回収可能であった。治具剥離液電析物は、治具剥離により剥離液中に溶出した錫を電析させたものであり、基本的に金属であることから、錫純度が極めて高い。これらもリサイクルの有望な廃棄物であると考えられる。

一方、廃液では③⑤で1000ppm以上の高濃度の錫を含有する廃液が生じており、これらを中和沈殿処理することにより高濃度の錫スラッジを得ることができると考えられる。これらの廃液は定期的に液を交換する際に生じており、廃液処理量が把握しやすく、含まれる錫量についても計算しやすい。また、④のめっき後の水洗排水中にも数百ppmと高濃度に錫を含んでいるものがあつた。水洗排水は常にオーバーフローしており、一般的には1分間当たり数リットルの流量で流れ

ている。このため一日当たりの排水量は極めて多く、流速を50/min、操業時間を12時間とすると、一日3,6000発生していることになる。このことから、④は③⑤よりも錫濃度は低い、錫回収設備により錫を回収したとすると、年間の錫回収量は③⑤を上回ることが予想される。これらを低コストで効率良く回収することができれば、リサイクル原料として極めて有望であると考えられる。

### 3-4 錫めっき廃液からの中和沈殿法による錫回収

錫めっき水洗排水からの中和沈殿による錫回収について検討した。まず、中和沈殿における最適 pH の探索のため、廃液の pH と上澄み液中の錫イオン濃度の関係を ICP 発光分光分析法で測定し評価した。試験液には、塩化錫(Ⅱ)を純水に溶解した模擬めっき液と、実際の硫酸浴めっき液(実めっき液)を、それぞれ錫濃度 1000mg/l、初期 pH=1 に調製して用いた。水酸化

ナトリウム溶液を滴下して pH を変化させ、上澄み液中の錫濃度を測定した結果を図 3 に示す。錫イオンは pH4~10 で比較的良好に沈殿分離し、特に pH=5~9 ではほぼ全量が沈殿した。模擬めっき液、実めっき液とも挙動に差はなく、実めっき液に含まれる添加剤の影響は確認されなかった。回収された錫沈殿物は X 線回折による分析の結果、水酸化錫であることを確認した。

次に、水酸化錫の沈降速度向上についても検討した。沈降速度は中和後の廃水から沈降粒子を分離回収する際に回収装置のサイズ設計において大きな影響を与える。沈降速度が速いほどコンパクトな装置設計が可能となる。様々な条件を検討した結果、図 4 に示すように pH=5 に調整した廃水について、沈殿助剤として塩化マグネシウム、凝集剤としてアニオン系高分子凝集剤を添加することで、沈殿粒子の沈降速度を大きく向上させることができた。

表 3 錫めっき廃棄物(固形物)の組成分析結果

種別	企業名	SnO <sub>2</sub>	Ag <sub>2</sub> O	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Others
① Sn 系総合排水スラッジ	A 社	16.2	-	13.7	36.0	5.8	28.3
	B 社	12.9	-	34.4	14.1	4.5	34.1
② めっき槽 沈降汚泥	C 社	64.1	-	11.5	1.5	3.8	19.1
	D 社	97.0(Sn)	-	2.3(Ca)	0.1(Fe)	0.4(Si)	0.2
④ 水洗槽汚泥	C 社	60.3	-	10.8	0.9	3.3	24.7
⑤ 治具剥離槽 沈降汚泥	E 社	97.6	-	0.1	-	0.1	2.2
	F 社	71.8	0.2	-	0.3	0.2	27.5
⑤ 治具剥離槽 電解析出物	B 社	93.4(Sn)	-	-	-	0.2(Si)	6.4
	E 社	80.7(Sn)	-	-	10.0(Fe)	0.1(Si)	9.2

※単位:質量%, ( )は金属としての算出結果

表 4 錫めっき廃棄物(廃液)の組成分析結果

種別	企業名	めっき浴	めっき方法	Sn (ppm)	Ag(ppm)	Sn 予想回収量 (kg/年)
③ 回収槽 回収液	B 社	酸性 SiBi	外装	3,005	-	360.6 (※1)
④ 水洗槽 水洗排水	A 社	酸性 Sn	外装	419.9	-	453.5 (※2)
	C 社	酸性 Sn	吊り	22.8	-	24.6 (※2)
	C 社	アルカリ Sn	吊り	611.0	-	659.9 (※2)
	D 社	酸性 Sn	フープ	40.8	-	44.1 (※2)
	E 社	酸性 Sn	パレル	779.9	-	842.3 (※2)
	F 社	酸性 Sn	吊り	31.9	-	34.4 (※2)
	G 社	酸性 SnAg	吊り	0.4	1.1	0.5 (※2)
⑤ 治具剥離槽 剥離液	D 社	酸性 SnAg	外装	2756.5	245.4	330.8 (※1)
	H 社	酸性 SnAg	外装	1387.8	59.2	166.5 (※1)

回収量予測に関する仮定(※1:回収槽容量 200L, 1日2回建替, ※2:毎分 50 発生)



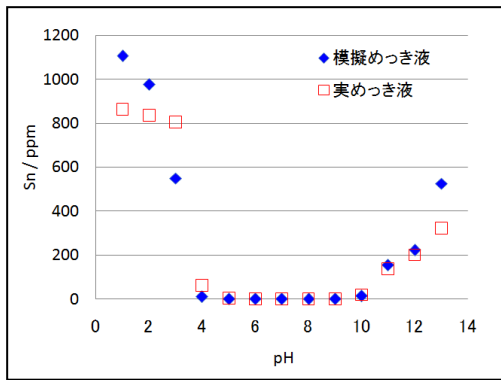


図3 pHと液中錫濃度の関係

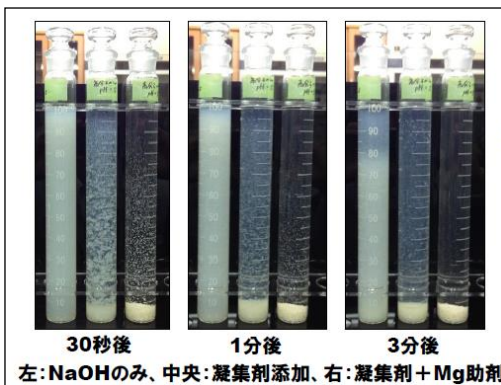


図4 沈殿条件の違いと沈降速度の関係

### 3-5 非鉄製錬原料としての回収条件調査結果

国内の錫製錬業者2社とリサイクル業者1社について、錫めっき廃棄物の受け入れ状況を調査した。調査結果を表5に示す。錫めっきの汚泥についてはX社のみ対応可能であった。錫は原子量が大きいため組成比率で大きな割合を占めやすく、単独廃棄物の場合、比較的高濃度になりやすい。X社の場合、錫濃度がドライベースで50%以上である必要があるが、めっき工場から排出される固形状の錫廃棄物の多くがリサイクル対象となる可能性がある。

表5 錫廃棄物の受け入れ先調査結果

業者名	X社	Y社	Z社
主な錫回収物	錫ドロス 錫滓 錫汚泥, 他	錫ドロス 錫滓	錫ダスト
自社製錬能力	あり	あり	あり
引取条件			
・対象	有価物のみ	有価物・産廃	有価物・産廃
・錫品位	50%以上	指定なし	50%以上
・禁忌成分	Cu, Pb, Zn, 他	Cl, B, P, 他	指定なし
・小口対応	可	不可	不可
めっきスラッジ対応	○	×	×

## 4 まとめ

めっき事業者における錫めっき廃棄物の発生状況および廃棄物受け入れ先について調査した。めっき事業者では、錫を高品位に含んだ廃棄物が多く排出されていた。特に治具剥離工程では、汚泥や剥離液廃液に多くの錫を含有し、条件を整えれば十分有価資源となる可能性があることがわかった。水洗排水等に含まれる錫は、排水の系統分離と中和沈殿を組み合わせることで効果的に回収できる可能性があることがわかった。

## 謝辞

本研究の一部は、財団法人福岡県環境保全公社の支援により実施したものであり、ここに謝意を表す。

## 5 参考文献

- 1) 鉱物資源マテリアルフロー2012, pp. 29-37, 独立行政法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構 (2012)
- 2) 山崎朗 他: 半導体クラスターへのシナリオ, 西日本新聞社 (2001)
- 3) 実用めっき, 日本めっき技術研究会編, 槇書房, pp. 318-323 (1978)

# 高窒素ステンレス鋼のスポット溶接部の耐食性

島田 雅博\*1 中野 光一\*2

## Corrosion Resistance of Spot Welded Joint in High Nitrogen Stainless Steel

Masahiro Shimada and Kouichi Nakano

オーステナイト系ステンレス鋼はレアメタルに指定されているニッケルを8%以上含んでおり、省資源化を図るためニッケルに代わる安価な元素の検討が急務とされている。近年、ニッケルの代替元素として窒素が注目され、窒素を固溶させた高窒素ステンレス鋼の開発が行われている。高窒素ステンレス鋼を用いた様々な溶接の研究が行われているが、スポット溶接に関する報告は少ない。著者らは、これまで高窒素ステンレス鋼同士をスポット溶接にて接合し、得られた継手の強度を従来のオーステナイト系ステンレス鋼の場合と比較した結果、同等の強度が得られることを確認した。本研究では、溶接部の結晶粒界の耐食性について調査を行い、熱影響部においても従来のオーステナイト系ステンレス鋼と同等の耐食性を有することが確認できた。

### 1 はじめに

家庭用品や化学プラント設備等に幅広く用いられるオーステナイト系ステンレス鋼はニッケルを8%以上含んでいる。ニッケルは高価なレアメタルとして指定されているため、ニッケルに代わる安価な元素の検討が行われ、オーステナイト安定化元素の窒素が注目された。国内外で窒素を鋼に固溶させる研究が行われ、高窒素ステンレス鋼が開発されている。高窒素ステンレス鋼の活用のため、様々な溶接の研究が行われているが<sup>1-4)</sup>、短時間で溶接可能なスポット溶接に関する報告は少ない。そこで、筆者らはスポット溶接機を用いて高窒素ステンレス鋼の薄板試料を溶接し、その継手性能を従来のオーステナイト系ステンレス鋼と比較しながら検討評価している。これまでの研究から、高窒素ステンレス鋼溶接部の強度は従来のステンレス鋼の強度と同等なことが確認されたが<sup>5)</sup>、ステンレス鋼の重要な特性である耐食性については未確認であった。溶接部では鋭敏化による粒界腐食が起きやすいことから、溶接部の結晶粒界の状況を確認するため、JISに規定されているしゅう酸エッチングを行い、耐食性を評価した結果を報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 供試材料・試験片

本研究で用いた高窒素ステンレス鋼用の供試母材は

SUS304N2 (Lot No. 5T8521) を用いた。供試母材の化学成分を表1に示す<sup>6)</sup>。窒素含有率の規格値は0.15~0.30wt%であり、供試母材の窒素含有率は0.20wt%である。高窒素ステンレス鋼と比較評価するために用いたオーステナイト系ステンレス鋼はSUS304とした。供試母材の化学成分を表2に示す。

SUS304N2の供試母材は板厚が9mmであるため、これを機械加工により1mmに仕上げ、試験片として用いた。SUS304N2、SUS304の試験片の寸法は厚さ1mm、幅25mmの一定で、長さは50mm以上とした。

#### 2-2 スポット溶接装置・溶接条件

実験に用いた汎用型スポット溶接機は、日立製作所製の単相交流式定置型スポット溶接機(型式:SP-AH, F115269604)で、電極材は、パナソニック溶接システム製(型式:チップホルダ REU01603, R型電極チップ RET01601)を使用した。

スポット溶接条件は、強度試験で良好な結果が得られた電極加圧力3920N(固定)、通電時間0.33s(20サイクル)(固定)、溶接電流7000, 8000及び9000A(3条件)を組み合わせた3パターンに、通電時間1s(60サイクル)を加え、通電時間2条件、電極加圧力1条件、溶接電流3条件を組み合わせた6パターンで溶接を行った。

#### 2-3 スポット溶接部のマクロ・ミクロ観察

溶接した試験片の断面を#2000までSiC耐水研磨紙で研磨した後、1~0.06 $\mu$ mのアルミナ粉末を用いたパフ研磨により鏡面に仕上げた。エッチングは塩酸と硝酸を3:1に混合した溶液を用いて行った。マクロ観察は

\*1 機械電子研究所

\*2 九州工業大学

表1 高窒素ステンレス鋼 SUS304N2 の化学成分

		Chemical Composition (wt%)								
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	Nb
規格値	Max.	0.08	1.00	2.50	0.045	0.030	10.50	20.00	0.30	0.15
	Min.						7.50	18.00	0.15	
測定値		0.06	0.77	1.91	0.028	0.000	7.80	18.49	0.20	0.10

表2 オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の化学成分

		Chemical Composition (wt%)								
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	Nb
規格値	Max.	0.08	1.00	2.00	0.045	0.030	10.50	20.00		
	Min.						8.00	18.00		
測定値		0.07	0.46	0.84	0.028	0.007	8.04	18.06		

日本光学製実体顕微鏡（型式：SM2-10）を用いて行った。また、日本電子製EPMA（型式：JXA-8200）による面分析を行った。調査する成分元素は窒素、鉄、クロム、ニッケルとした。

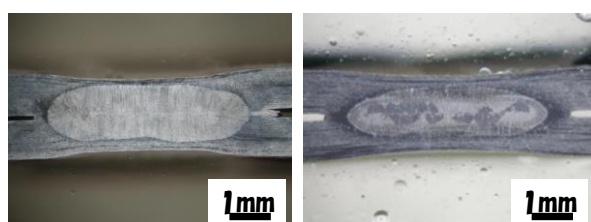
#### 2-4 しゅう酸エッチング方法

溶接した試験片の表面をくぼみが無くなるまで削った後、SiC耐水研磨紙・アルミナ粉末により鏡面に仕上げた。エッチング面積が1.5cm<sup>2</sup>または2cm<sup>2</sup>になるようにマスキングを行った後、JIS G 0571（2003）「ステンレス鋼のしゅう酸エッチング試験方法」<sup>7)</sup>に則って、エッチング面を陽極として10%しゅう酸試験溶液中に入れ、エッチング面積1cm<sup>2</sup>当たりの電流を1Aに調整して90sエッチングした。

### 3 実験結果と考察

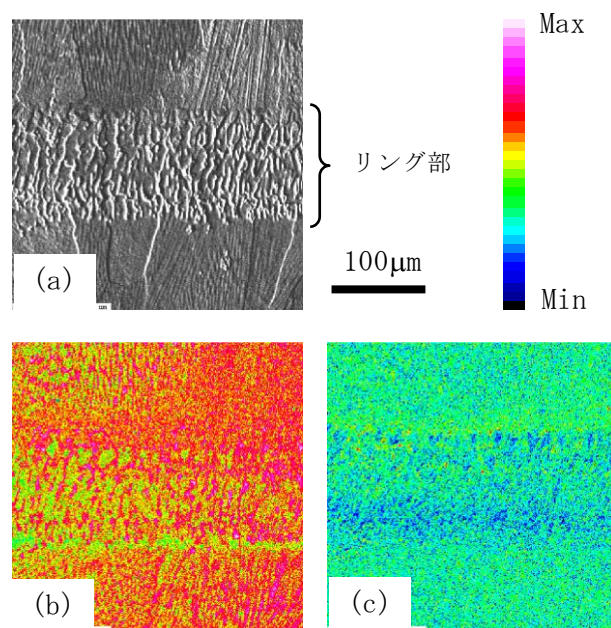
#### 3-1 断面マクロ・ミクロ観察結果

溶接電流7000A、通電時間0.33s、1sのマクロ組織を図1に示す。通電時間0.33s、1s共に、溶接電流が増加するにつれて、ナゲット径は増加していった。通電時間1sでは、通電時間0.33sでみられなかったリング模様が溶融部外周で確認された。リング模様を詳細に観察するため、EPMAの面分析を行った。溶接電流9000A、



(a) 0.33s (b) 1s

図1 溶接後の断面マクロ組織



(a)SEM画像、(b)クロム、(c)窒素

図2 溶融部のEPMA面分析結果

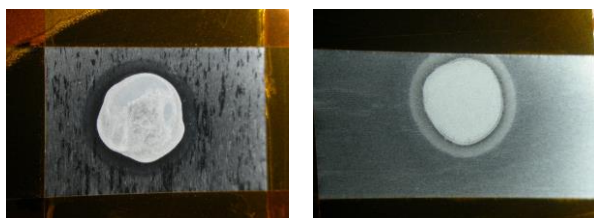
通電時間1sの結果を図2に示す。溶融部の一部でクロムと窒素の濃度が低下していることがわかる。スポット溶接では通電時間が長くなるにつれて、溶融部の成長が鈍くなり、溶融部周辺の固相接合部のみ成長していく。この時、溶融部外周部では通電中であるにもかかわらず凝固を生じ、溶接部断面にリング模様を生じる。リング模様を生ずる溶接は引張強さが低下するという報告があり<sup>8)</sup>、通電時間1sの条件は使用に適さないと言える。ステンレス鋼中の窒素溶解度はクロム濃度とともに増加すること、またステンレス鋼を加熱した場合、オーステナイト相と液相の間のフェライト相で窒素溶解度低下することが報告されている<sup>9)</sup>。リング模様ではクロム濃度の低下と、通電中の凝固による



冷却速度の低下により一部フェライト相が晶出したことにより、窒素が接合界面付近の熔融部やオーステナイト相である熱影響部に移動したと考えられる。

### 3-2 しゅう酸エッチング結果

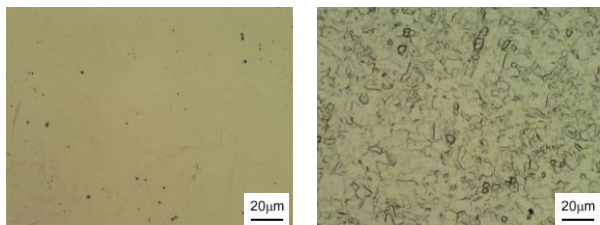
溶接電流9000A，通電時間1sのSUS304とSUS304N2のエッチング後の外観と熱影響部の組織を図3に示す。エッチング外観の白い箇所はしゅう酸により腐食した部分である。熔融部ではSUS304N2，SUS304ともに白く腐食されたが，熱影響部ではSUS304では白く腐食し，SUS304N2ではほとんど腐食が確認されなかった。この傾向は通電時間0.33sの場合も同様だった。熔融部のエッチング組織を結晶粒界の状態を示すエッチング組織の分類判定を行った結果，SUS304N2，SUS304ともに，完全に溝で囲まれた結晶粒がある溝状組織が確認されたが，図4に示す熱影響部では異なる組織が確認された。図4のSUS304N2では結晶粒界に溝のない段状組織が観察されたが，SUS304では結晶粒界に部分的に溝がある，混合組織と浅いピットが確認された。この傾向は通電時間0.33sの場合も同様だった。熱影響部の組織の違いについて，SUS304N2ではEPMAで確認されたように熔融部の一部の窒素が熱影響部に移動したため，窒素がない鋼種と比べて耐食性が低下しないものと考えられる。



(a) SUS304N2

(b) SUS304

図3 しゅう酸エッチング後の外観



(a) SUS304N2

(b) SUS304

図4 しゅう酸エッチング後の熱影響部組織

## 4 まとめ

スポット溶接機を用いて高窒素ステンレス鋼の薄板

試料を溶接し，その耐食性を従来のオーステナイト系ステンレス鋼と比較しながら検討評価した結果，以下のことがわかった。

- 1) 通電時間を0.33sから1sに延長することにより，溶接部断面にリング模様が観察された。リング模様を生ずる溶接は引張強さが著しく低下するため，通電時間0.33sと通電時間1sを比較した場合，通電時間0.33sが適切である。
- 2) SUS304N2のリング模様をEPMAで観察したところ，窒素濃度に変化があった。リング模様の箇所では窒素が液相，オーステナイト相に移動したと考えられる。
- 3) SUS304N2とSUS304の熱影響部についてエッチング組織に違いが確認された。SUS304N2では熔融部の一部の窒素が熱影響部に移動したため，耐食性が低下せず，実用利用において有利であることが確認できた。

## 5 参考文献

- 1) 小川真，平岡和雄，片田康行，相良雅之，志賀千晃：溶接学会論文集，第20巻，第1号，pp.96-105 (2001)
- 2) 小川真，平岡和雄，片田康行，相良雅之，塚本進，志賀千晃：溶接学会論文集，第20巻，第1号，pp.106-113 (2001)
- 3) 中野光一，安西敏雄，西尾一政，梶原健一：西日本腐蝕防蝕研究会 ((社)表面技術協会九州支部，(社)腐食防食協会九州支部)，Vol.49，No.3，pp.18-19 (2009)
- 4) 中野光一，安西敏雄，山口富子，西尾一政：溶接学会九州支部講演論文集，第7号，pp.41-44 (2010)
- 5) 島田雅博，中野光一：福岡県工業技術センター研究報告第22号，pp.49-52 (2012)
- 6) 中野光一，島田雅博：高田技報，Vol.22，pp.4-9 (2012)
- 7) JISハンドブック 鉄鋼 I，日本規格協会編，pp.761-762 (2006)
- 8) 中村孝 他：抵抗溶接 (溶接全書8)，pp.21-22，産報出版 (1979)
- 9) H.Feichtinger：2<sup>nd</sup> Int. Conf. on High Nitrogen Steels，HNS 90，pp.298-302 (1990)

# 細穴放電加工技術による小径深穴高速加工技術の開発と 金型加工技術への適用

在川 功一<sup>\*1</sup>

## Development of the deep hole high-speed processing technology by thin hole electrical discharge machining technology, and application on die machining technology

Kouichi Zaikawa

細穴放電加工技術は、チタン合金やステンレス鋼といった難削材の穴あけ加工やワイヤ放電加工のイニシャルホール加工に用いられており、高速穴加工が可能であることが特徴として挙げられる。本研究ではこの技術を応用し、切削加工では困難な直径 2mm、深さ 300mm 以上となる、アスペクト比 150 を超える小径深穴の加工方法を開発することに成功した。また、本技術を金型加工技術に適用すべく、大型金型での成形時に必要な冷却管やガス抜き穴加工への適用を試みた。その結果、県内金型製造企業において従来熟練工の手作業で行われていた大型金型のガス抜き穴加工に関して、機械化・自動化を達成し、金型納期の短縮や製造コストの削減、さらに熟練工の高付加価値作業へのシフトを実現した。

### 1 はじめに

金型、タービンブレード等の冷却管に代表されるように、高アスペクト比を有する小径深穴加工のニーズは非常に高い。しかし、直径2mm以下、アスペクト比100を超える穴加工に関しては、切削加工においては工具の振れ回りや工具折損の可能性が非常に高く、自動化・機械化が困難である。

金型加工において、これら自動化・機械化が困難な穴加工や磨き加工に関しては、手作業での加工が一般的であるが、極めて高度な熟練技術が必要<sup>1)</sup>であり、熟練作業者に依存しなければならない。熟練作業者が抱える問題点としては、高齢化や不安定な姿勢による健康面への負担などが挙げられ、これら熟練作業の機械化・自動化への取り組みが急務となっている。

本研究では、細穴放電加工技術を応用し、これまで自動加工が困難であった、直径2mm、深さ300mm以上となるアスペクト比150を超える小径深穴加工の実現を目標とし、金型加工技術への適用を目指した。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 細穴放電加工技術の概要

本研究では、細穴放電加工技術を用いて高アスペクト比の穴あけを実現した。細穴放電加工の原理模式図を図1に示す。放電加工の基本的な原理は被加工物と

工具電極を絶縁性の液の中に入れ、それぞれを数 $\mu$ mの距離に近付けることにより絶縁を破壊し、放電を発生させる。このことにより放電点では数千 $^{\circ}$ C以上の高温にさらされるため、被加工物は蒸発、熔融を繰り返しながら少しずつ除去される。そのため、切削加工では難削材とされるチタン合金やステンレス鋼といった材料も容易に加工可能であることが特徴として挙げられる。さらに、細穴放電加工では、中空のパイプ電極を用い、加工液を高圧で噴射しながら加工を行う。このことにより、加工点で発生した加工屑（スラッジ）が外部に排出されやすいため、高速穴加工が可能であることが特徴である。

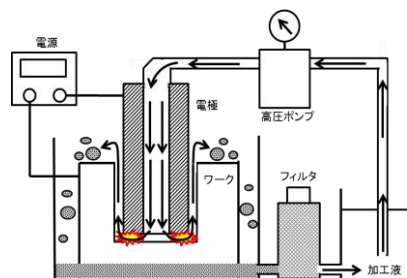


図1 細穴放電加工技術の原理模式図

#### 2-2 深さ50mm加工実験

加工速度、電極消耗率等を確認するため、被削材として金型材 S45C (厚さ 50mm) を用い、細穴放電加工を行った。表 1 に加工条件を示す。電極材には、黄銅、純銅 (リン脱酸銅)、銅タングステンのパイプ電極

<sup>\*1</sup> 機械電子研究所

(電極径いずれも 1.8mm) を用意し、高速加工に最適な電極材料を調査した。

表 1 深さ 50mm 加工実験条件

被削材	S45C
サイズ[mm]	50×50×50
電極材料	黄銅, 純銅(リン脱酸銅), 銅タングステン
電極径[mm]	φ 1.8(外径)×0.6(内径)
電極長[mm]	300
放電電流[A]	43.0
コンデンサ容量[μF]	0.47~4.47
パルス幅[μs]	2.0~19.0
D・F	50%
極性	工具電極(+)

### 2-3 300mm深さ加工実験

深さ50mm加工実験で得られた最適条件をもとに、金型材S45C厚さ300mmに対して加工を行い、加工速度と電極消耗率の検証を行った。表2に実験条件を示す。

表 2 深さ 300mm 加工実験条件

被削材	S45C
サイズ[mm]	50×50×300
電極材料	黄銅
電極径[mm]	φ 1.8(外径)×0.6(内径)
電極長[mm]	500
放電電流[A]	43.0
コンデンサ容量[μF]	3.67
パルス幅[μs]	2.0
D・F	50%
極性	工具電極(+)

## 3 結果と考察

### 3-1 深さ50mm加工実験結果

図2, 3にコンデンサ容量別およびパルス幅別の加工速度と電極消耗率の関係を示す。コンデンサ容量が3.67μF以上である場合およびパルス幅が2.0μsに、各電極材料で加工速度が最大となることが確認できた。これらの結果から各電極材料において20回のテスト加工を行い、最適電極材料を決定した。図4に電極材料

別の平均加工速度、電極消耗率を示す。電極材料に黄銅を用いた場合、最大加工速度32.4mm/min、電極消耗率32.9%という最大加工速度が得られたため、最適電極材料とした。表3に得られた最適加工条件を示す。

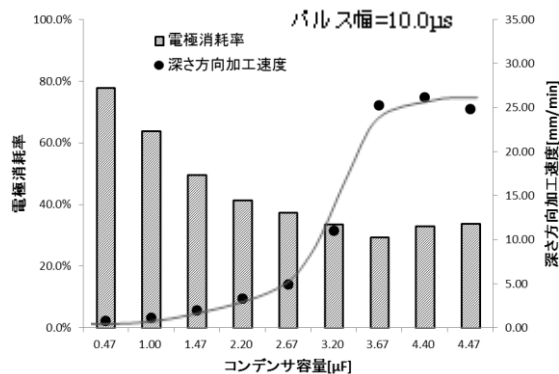


図2 コンデンサ容量別加工結果

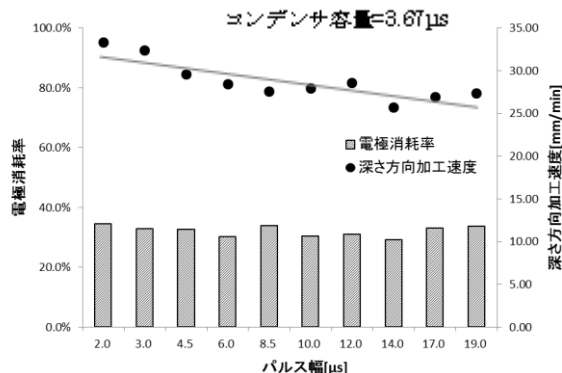


図3 パルス幅別加工結果

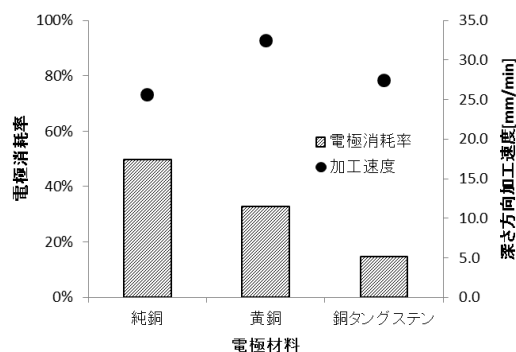


図4 電極材料別加工結果

表 3 最適加工条件

放電電流[A]	43.0
コンデンサ容量[μF]	3.67
パルス幅[μs]	2.0
電極材料	黄銅

### 3-2 深さ300mm加工実験結果

得られた最適加工条件をもとに、厚さ 300mm の金型材 S45C に対して加工を行ったところ、写真 1 に示すように貫通穴加工が可能であることが確認された。このときに得られた加工穴の顕微鏡写真を写真 2 に示す。各穴の直径を測定した結果、入口側 2.04mm、出口側 1.98mm であった。加工速度と電極消耗率を調べたところ、図 5 に示すように最高加工速度 23.5mm/min（最小電極消耗率 25.5%）となり、高アスペクト比を有する穴加工に関して、自動化可能なことが分かった。

この結果から、金型加工技術への適用に関して検討を行い、熟練工の手作業で行われている加工に関して、機械化・自動化を行うべく、調査を行った。

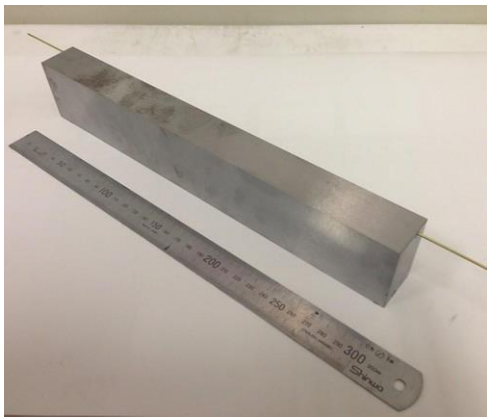
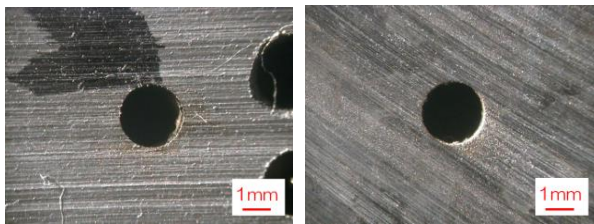


写真1 直径2mm、深さ300mm貫通穴



(a) 入口側 (b) 出口側

写真2 貫通穴の外観

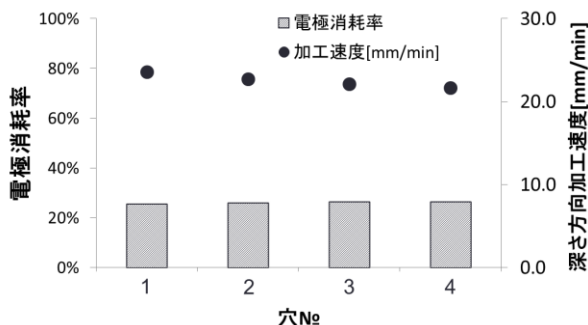


図5 深さ300mm加工における電極消耗率，加工速度

### 3-3 最大穴深さ340mmを有する金型への加工結果

金型加工技術への応用展開を調査したところ、県内金型企業において、成形時に発生するガスを外部へ排出するためのガス抜き穴加工を行っている事例があったため、この企業に対し、本研究で得られた成果を適用することを試みた。加工を行う金型の材料は炭素鋼 鋳鋼 SC410 であり、穴径は 2mm (公差±0.2mm)、加工深さは最小 260mm から最大 340mm である。この穴加工は熟練工の手作業 (平均加工速度 10mm/min) で行われており、過酷な労働環境からの脱却が急務であった。

図 6 にこの金型へ加工を行った場合の加工速度および電極消耗率の関係を示す。結果、手作業での加工速度の 4 倍以上となる、最高加工速度 43.5mm/min (電極消耗率 11.8%) を達成することができ、厚さ 300mm の S45C 材で得られた実験結果と比較して、加工速度および電極消耗率が大幅に向上することに成功した。これは、加工液供給を行うポンプの大容量化、高圧化を行ったとともに、電源の大電流化を行ったためと考えられる。

以上より、当初の目標であった直径2mm、深さ300mm、アスペクト比150を超える穴加工の機械化・自動化に関して、県内金型企業において本技術の実用化に成功した。

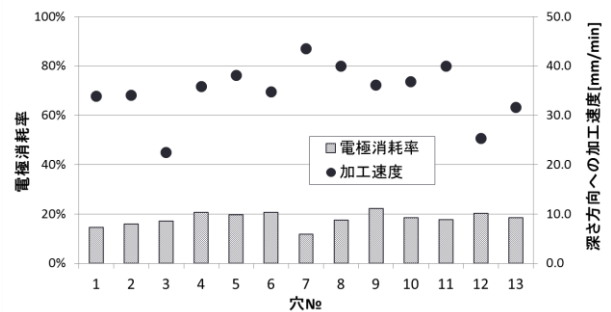


図6 金型への加工結果

## 4 まとめ

本研究では、細穴放電加工技術を用いて金型材S45C に対し、直径2mm、深さ300mm、アスペクト比150となる小径深穴加工技術を開発した。また、県内金型製造企業において本加工技術を適用し、直径2mm、深さ最大340mmとなる小径深穴加工を実現することができた。

これにより、従来手作業で行われていた穴加工に対して、機械化・自動化を達成し、金型製造の短納期化ならびに熟練工の高付加価値作業へのシフトを実現で

きる。

## 謝辞

本研究の一部は財団法人久留米地域産業技術振興基金の可能性調査事業（平成22年度）により実施したものであり，ここに謝意を表す。

## 5 参考文献

- 1) 三好隆志：熟練技能の技術化・コンピューター化，計測自動制御学会誌，Vol. 37，pp. 459-464 No. 7（1998）

# サーボプレス活用技術の調査研究

小田 太\*1 竹下 朋春\*1 堀之内 大樹\*2

## Research and Study of the Technology to Use Servo Press

Futoshi Oda, Tomoharu Takeshita and Hiroki Horinouchi

サーボプレスとは、サーボモータの駆動により、加工中の速度、圧力、位置、多段押し等の制御を可能としたプレス機械である。加工に最適なモーション（加速、減速、停止）を自由に設定できる特徴を持ち、これらのメリットを活用した技術開発が進み、サーボプレスの活用が市場で拡大している。そこで、本研究では、サーボプレスの機能と活用技術を調査するとともにスプリングバック（材料を曲げ加工したときに若干元に戻る現象）の抑制に対するサーボプレスの有効性を確認するために可能性試験を行った。

### 1 はじめに

県内プレス企業において、サーボプレスの普及が進み始めているが、サーボプレスの特徴を十分に活かした活用方法がまだ確立されていないため、サーボプレスの活用技術が望まれている。サーボプレスの特徴である加工速度の加速、減速、停止等の詳細な制御機能を有効に活用することで、高精度化、低コスト化、短納期化、新規受注等が実現可能であるかを調査する。

また、サーボプレスとCAEを用いて、加工条件がスプリングバックに与える影響を明らかにする。

### 2 研究. 実験方法

#### 2-1 板成形解析

板成形解析JSTAMPを用いて、スプリングバック解析を行った。下死点位置の設定を調整し、スプリングバック角度の予測とバラツキ幅の予測を行った。

#### 2-2 サーボプレスによるプレス成形

サーボプレスで11種類のスライドモーションにてプレス成形（曲げ加工）を行い、スプリングバック角度を測定した。スライドモーションによるスプリングバックの抑制効果を確認した。

### 3 結果と考察

#### 3-1 板成形解析結果

バラツキの主な原因として、成形材料（SUS301）の板厚のバラツキ（ $\pm 0.012\text{mm}$ ）と、プレス機の下死点位置精度（従来プレス機 $0.04\sim 0.05\text{mm}$ 、サーボプレス

$0\sim 0.01\text{mm}$ ）がある。板厚とプレス機の位置精度により、プレス機が下死点に達した際に、金型と成形材料との間にスキが発生する事がある。下死点時にスキがあると、金型形状通りに正確に成形できない。また、成形時に加圧が甘くなる。その為、スプリングバック量が変化し、それがバラツキとなる。サーボプレスを利用すると、従来プレス機よりも位置精度が高い為、従来よりもバラツキ幅が減少される。

そこで、CAEを用いてサーボプレスを利用した場合のスプリングバック角度とバラツキ幅の予測をするために、下死点位置の設定を変えて解析を行った。図1は下死点位置を変えたスプリングバック予測の解析結果とサーボプレスにて成形された実製品のスプリングバック角度との比較である。

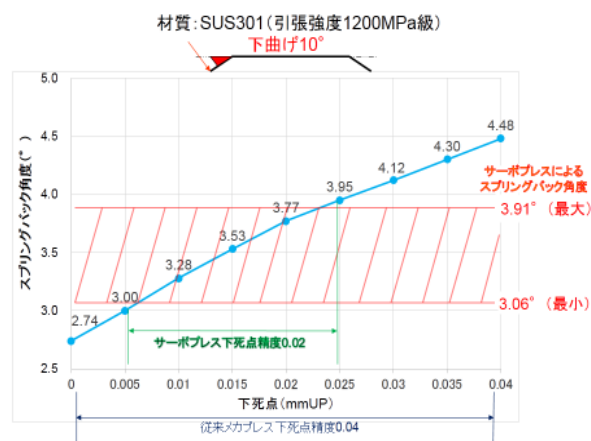


図1 下死点位置を変えたスプリングバック解析結果

サーボプレスにて成形された実製品のスプリングバック量は最大 $3.91^\circ$ 、最小で $3.06^\circ$ であり、バラツキ幅は $0.85^\circ$ である。これに対し、CAEによる解析結果

\*1 機械電子研究所

\*2 (株)高山プレス製作所



では、下死点が0.025mm上がった位置の時にスプリングバック量は3.95°、0.005mm上がった位置の時に3.00°となった。これは、成形材料の板厚のバラツキと、サーボプレスの下死点精度を考慮すると、サーボプレスによる成形時の金型と成形材料とのスキは最大0.02mmとなる。解析上では板厚のバラツキは考慮できない為、このスキを下死点位置の設定だけで再現すると差は最大0.02mmであり、サーボプレスを用いて成形した実製品のスプリングバック角度のバラツキ幅と近い結果が得られた。下死点位置を調整する事で、より精度良くスプリングバック角度の予測ができる事がわかった。

### 3-2 サーボプレスによるプレス成形結果

サーボプレスを用いて、プレスのスライドモーションによるスプリングバックの抑制効果を検証した。表1は、今回用いた多段押し（下死点1～3回）、下死点停止（0.1s～0.5s）、多段（下死点2回）+停止（0.1s～0.3s）の11種類のスライドモーションの一覧である。

表1 今回用いた11種類のスライドモーション

No.	プレススライドモーション
1	モーション制御なし (下死点1回、停止0s)
2	下死点2回
3	下死点3回
4	下死点1回+下死点停止0.1s
5	下死点1回+下死点停止0.2s
6	下死点1回+下死点停止0.3s
7	下死点1回+下死点停止0.4s
8	下死点1回+下死点停止0.5s
9	下死点2回+下死点停止0.1s
10	下死点2回+下死点停止0.2s
11	下死点2回+下死点停止0.3s

それぞれのスライドモーションにて試験した結果は以下の図の通りである。横軸はそれぞれの条件、縦軸はスプリングバック角度となっている。図2は多段押し

し、図3は下死点停止、図4は多段+停止によるスプリングバックの抑制効果である。図2より、下死点の回数を増やすとスプリングバックが抑制される事がわかった。また図3より、下死点で停止させるとスプリングバックが抑制されるが、0.2秒以上停止させても抑制効果に大差がない事がわかった。さらに図4より、下死点2回+停止をさせると、より効果がある事がわかった。

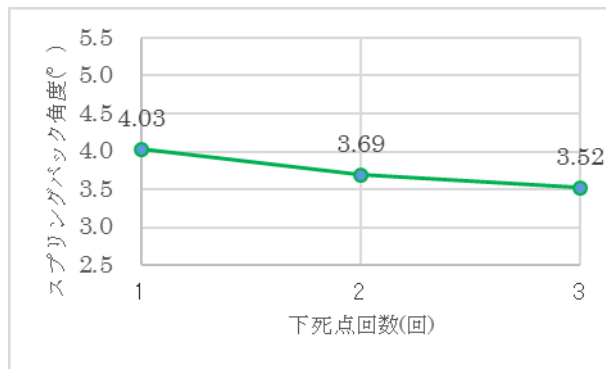


図2 多段押しによるスプリングバック抑制効果

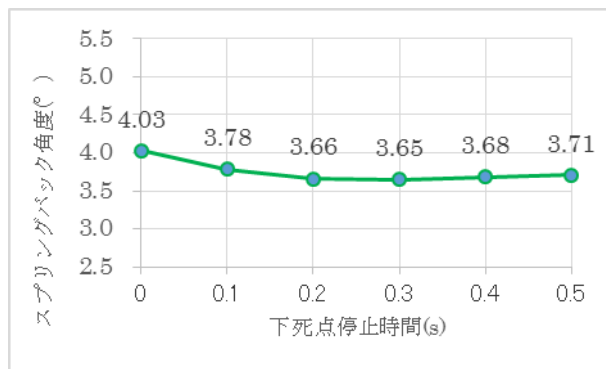


図3 下死点停止時間によるスプリングバック抑制効果

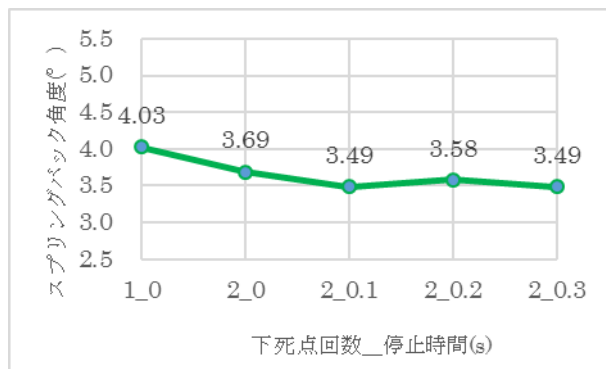


図4 多段押し+下死点停止時間によるスプリングバック抑制効果



11種類のスライドモーションにて試打した結果を図5にまとめる。図中のグラフ①、⑨は表1の条件番号であり、サーボプレスのスライドの動きをグラフにしたものである。図より、スプリングバックの抑制には、多段（下死点2回）+停止0.1sのスライドモーションが最適である事がわかった。また、下死点停止時間による差はほぼ無いという結果が得られた。

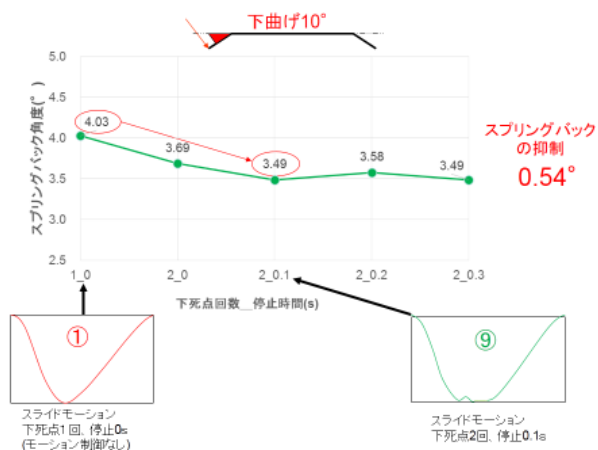


図5 サーボプレス試打の最適結果

以上の事から、CAEによる解析を活用することでバラツキ幅の予測ができる事がわかった。これにより、従来プレス機で加工した場合、バラツキを公差内に収めることができない製品について、サーボプレスを利用することで、公差内に収めることが可能か、事前に予測し、判断することができる。また、サーボプレスの使用時には、ある程度決まったスライドモーション（下死点停止0.3s）を使用していた。製品寸法のスプリングバック量が予測よりも大きく、製品が公差から外れている場合には、金型の角度修正を行っており、0.5°程度の微調整に関しても、金型の角度修正や高さ調整、プレス機の下死点位置の再調整等に対応していた。これまで製品の寸法調整の為にスライドモーションの変更はしていなかったが、今回の試験において、スライドモーションを変える事で0.5°の抑制が確認できた事から、0.5°程度の微調整はスライドモーションの変更で行える事がわかった。

#### 4 まとめ

現在プレス企業の製造現場においては、サーボプレスの台数が少なく負荷が高いため、高強度材料であっても、まず従来プレス機にて加工を行っている。回数

を重ねる事で初めてバラツキが大きく、製品が公差内におさまらない事が明らかとなり、サーボプレスを使用した加工に変更していた。しかし、今回の結果から、解析を活用する事でプレス機選択の判断ができることが確認された。

また、今回は曲げのスプリングバックの抑制に対して最適なスライドモーションを導き出したが、今後は、異なる製品形状や成形法によって、それぞれ最適なスライドモーションを見つけていく事が重要である。これにより、さらなるトライ&エラーの削減、製品の安定化が期待される。

# 新型レールボンドの最適形状設計及び加熱特性に関する研究

高宮 義弘\*1 吉村 賢二\*1 山本 圭一朗\*1 吉永 憲市\*2 江頭 隆善\*2

## Research on Optimal Shape Design of New Rail Bond and Heating Characteristic

Yoshihiro Takamiya, Kenji Yoshimura, Keiichiro Yamamoto, Kenichi Yoshinaga and Takayoshi Egashira

鉄道用レールボンドは、溶接、ロウ接等によりレールに直接接続され、電車駆動電流回路及び信号システムを構成する重要部品である。レールボンドは、列車通過時に発生する強烈な振動により剥離や端子破壊を受けるため、耐久性が課題とされてきた。これまで著者らは、比較的低耐久とされているロウ接式レールボンドについて、振動試験や構造解析による形状設計、ロウ接時のバーナー加熱条件から耐久性向上を図ってきた。本研究では、施工が困難とされる頭部用レールボンドについての最適形状設計及びロウ接時のバーナー加熱時間の基準化を行った。研究の結果、頭部用レールボンドの幅を縮小しても耐久性に問題無いことを確認した。またロウ接時の最適な加熱温度及び加熱時間を明らかにした。

### 1 はじめに

鉄道用レールボンドは、レールとレールの継ぎ目部分に接続され、駆動電流回路及び信号システムを構成する重要部品となっている。しかし、レールボンドは列車通過時に発生する強烈な振動により剥離や端子破壊を受けるため、常にその耐久性が課題となっている。この耐久性に最も影響するレールボンドの接続方式には、溶接式、穴開け式及び低温ロウ接式がある。これらの中、溶接式は国内3割の鉄道区間で採用されているが、高温での施工となるためレールに熱影響が発生する。穴あけ式はレール本体の加工が必要となるため、採用区間が少ない。低温ロウ接式は、国内7割の鉄道区間で採用されているが、耐久性が低いとされている。またこれまで低温ロウ接式によるレールボンド端子の取り付けは、端子部が舟形の鋳型になっており、そこにはんだ材を充填してレールと接続する手法を採っていた。対して（株）昭和テックスは、HP工法という技術を開発し、従来の低温ロウ接式による耐久性の2.5倍以上の向上に成功している<sup>1)</sup>。さらに著者らは、HP工法でも目標の耐久が困難だった導電線の太い直流用レールボンドの端子部について実験と解析による最適設計、ロウ接時のバーナー加熱特性を明らかにし、従来のHP工法よりさらに3倍以上耐久性が高い新型レールボンドを開発している。

本研究では新型レールボンドの設計思想を、取付面積が狭いため施工不良の危険のあるレール頭部用の端子に採用し、製造上の限界とされる端子幅を-3mm短縮した時の耐久性について、実験と解析で確認した。またレールボンド端子の加熱不足や過加熱によるロウ接不良を無くすため、レールの最適な加熱温度・時間の検討、外気温に左右されるレール初期温度が加熱時間に及ぼす影響の検討及びはんだの組織観察による検討を行った。

### 2 実験、解析方法

#### 2-1 頭部用端子の幅縮小

図1は（株）昭和テックスが所有する耐振動耐久試験装置を示す。レールの頭部、腹部を含む任意の位置にレールボンド端子を接続し、端部から70mmのレール

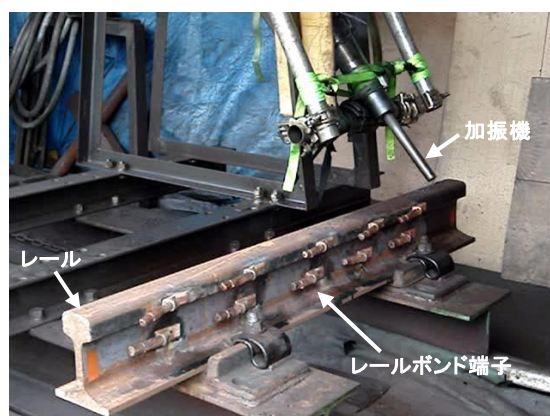


図1 耐振動耐久試験装置

\*1 機械電子研究所

\*2 株式会社昭和テックス

頭部を加振機で打撃することで接続部に振動を与えている。加振機は0.45MPaの圧縮空気を供給するエンジンコンプレッサーにより駆動し、加振周期約20Hz、目標打撃数 $2 \times 10^6$ 回（=28時間 $\div 2 \times 10^6$ 回/20Hz/3600秒）となっている。上記試験は（財）鉄道総合技術研究所の推奨のする試験であり、目標打撃数 $2 \times 10^6$ 回（28時間）は特に振動が強い線路区間1年間の耐久に相当する。

図2は解析ソフト（ANSYS）で確認した際に使用した解析モデルを示す。耐振動耐久試験が、弾性域内にて一定荷重の振動を与えていることから、解析は線形静解析（弾性域内で時間を考慮しない）とした。全体モデルは実験における加振部と加振部最寄りの頭部用レールボンド端子とし、荷重条件は実験同等の加振部に静荷重、拘束条件はレール裏面を完全固定とした。レールボンド端子モデルは、(b-1) 旧型端子幅21mm、(b-2) 新型端子幅21mm（新型レールボンド端子で採用したかしめ部を5mm短縮したモデル）、(b-3) 新型端子幅18mm（(b-2)の端子幅を-3mm短縮したモデル）の3ケースで行った。解析結果より、レールボンド端子裏面（接合部）の相当応力分布と最大相当応力値を各ケースで比較した。

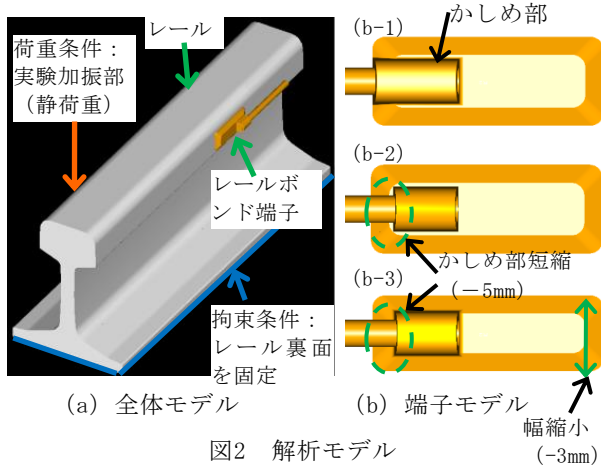


図2 解析モデル

(旧型端子幅21mm (b-1), 新型端子幅21mm (b-2), 新型端子幅18mm (b-3))

## 2-2 加熱時間の基準化

図3はレールボンド端子の加熱試験の状況を示す。K型シース熱電対（ $\phi 1$ mm）を加熱側の逆側からレールボンド端子接続部の深さ2mm位置まで差し込んだ状態でバーナーによるロウ接を行い、レール部の温度変化を測定した。パラメータは、レールボンド端子取付

位置（頭部・腹部）、形状の異なる直流用・交流用の各レールボンド端子、季節毎の外気温変化を考慮したレール初期温度-10, 30, 60 $^{\circ}$ C、使用するはんだの融点 216 $^{\circ}$ C以下は加熱不足とし、レール加熱温度 250, 300, 350, 400 $^{\circ}$ Cとした。

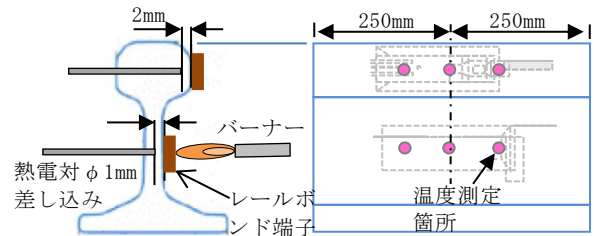
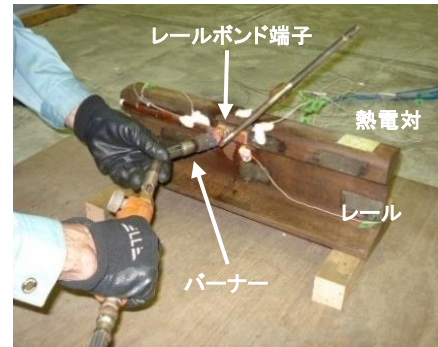
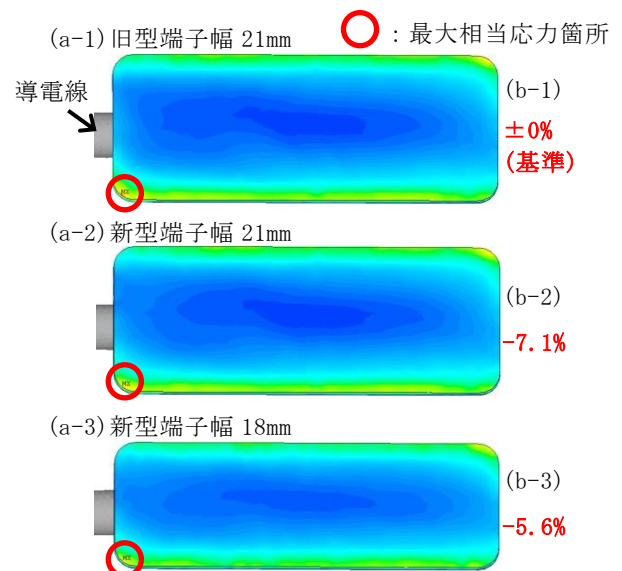


図3 レールボンド端子の加熱試験の状況

## 3 結果と考察

### 3-1 頭部用端子の幅縮小

図4は解析ソフト（ANSYS）で計算した解析結果を



(a) 相当応力分布 (b) 最大相当応力値の変化率  
変化率=

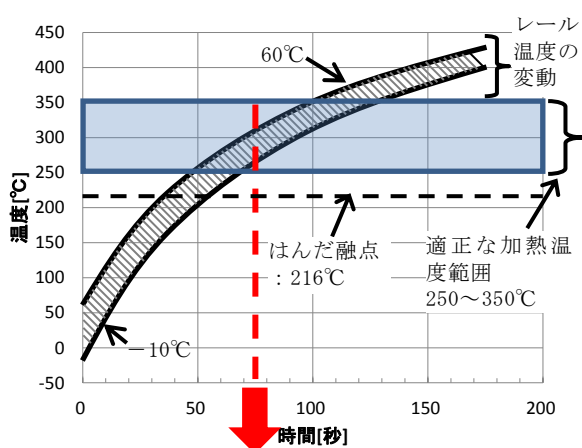
$$\frac{\text{新型端子幅 21 (or 18) mm の最大応力値} - \text{旧型端子幅 21mm の最大応力値}}{\text{旧型端子幅 21mm の最大応力値}} \times 100 \quad (1)$$

図4 解析結果

示す。最大相当応力を示す箇所は全ケースとも導電線かしめ部の下部角となり、明確な違いは見られなかった。(a-3) 新型端子幅18mmは(a-2) 新型端子幅21mmに比べ1.5%の応力増となったが、旧型端子幅21mmと比べた場合、5.6%の応力減となった。この解析結果を受け、確認試験を行ったところ目標の端子幅-3mmの短縮は問題無い結果となった。

### 3-2 加熱時間の基準化

図5はレールボンドの加熱特性を示す。レールボンド端子の取付位置、形状による温度変化の差は見られなかった。耐振動耐久試験の結果、加熱温度が250～350℃では目標の耐振動性が発揮できること、また、加熱温度が400℃以上では耐振動性が著しく低下（要求値に対し-90%）することがわかった。以上のことよりレール初期温度-10～60℃、加熱温度250～350℃の範囲で目標の耐振動性を発揮する適切な加熱時間が、75秒であることを明らかにした。



適切な加熱時間 75秒  
(レール初期温度：-10～60℃の範囲)  
図5 レールボンドの加熱特性

図6は加熱温度によるはんだ組織を示す。図より、加熱温度が上昇するに伴い、析出層が成長していることがわかる。耐振動性が著しく低下した加熱温度400℃では、はんだとレールとの境界に析出層が多く見られる結果となった。図7は加熱温度400℃時の成分マッピングを示す。図より、脆いCu-Sn系合金層を確認することができた。

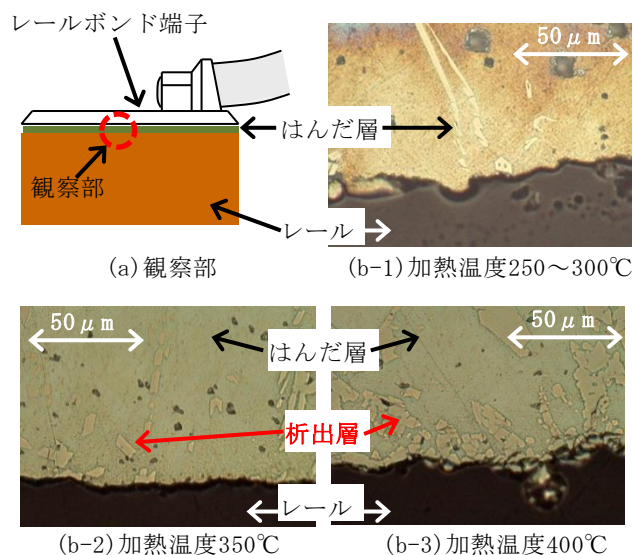


図6 加熱温度によるはんだ組織 (b:倍率500倍)

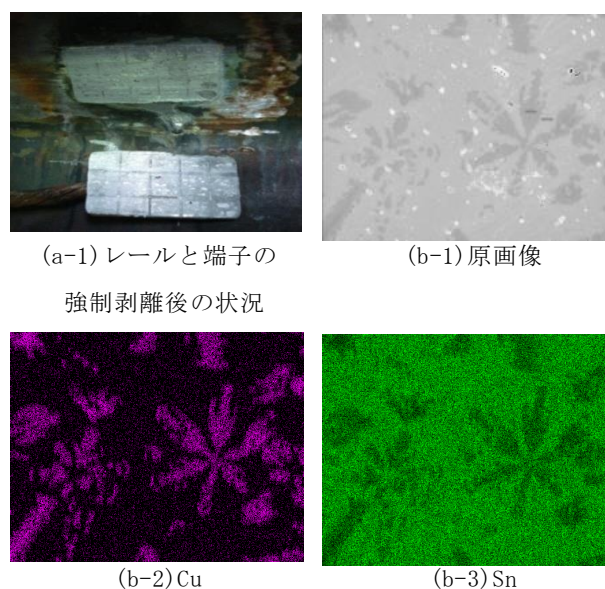


図7 加熱温度400℃時の成分マッピング

### 4 まとめ

- 1) 頭部用端子の幅を-3mm短縮しても耐振動耐久性に問題無いことを解析と実験で確認した。
- 2) ロウ接時の適正な加熱温度範囲が250～350℃であること、レール初期温度-10～60℃の範囲での最適な加熱時間が75秒であることを明らかにした。

### 5 参考文献

- 1) 株式会社昭和テックス：ST式HP軌道ボンド  
<http://www.showatecs.co.jp/>



# 矩形流路を有する超音速二流体ノズルの開発

周善寺 清隆\*1

## Development of Rectangular Two-fluid Supersonic Nozzle

Kiyotaka Shuzenji

大面積処理が可能なマイクロアイスジェットを実現することを目的として、矩形流路を有する超音速二流体ノズルの噴霧特性を位相レーザドップラ粒子分析計により調べ、洗浄性能を評価した。噴霧分析の結果より、アスペクト比7、スロート高さ1.7mmの矩形ノズルを用いた場合、ノズル出口において400m/s以上の高速度領域を10mmの幅で得ることができた。また、高速度領域の範囲内においてアルミ基板に付着した有機染料の除去が可能であった。

### 1 はじめに

半導体やガラス基板、精密機械部品の製造プロセスにおいて洗浄工程は重要性を増しており、半導体ではパターニングの微細化に伴って、サブミクロン以下の粒子状汚染物質を除去することができ、かつ環境問題に配慮した低環境負荷対応の洗浄技術が必要とされている。こうした中で、薬液を使用しない物理洗浄として、純水を用いた気液二流体ノズルが開発され、従来のメガソニックスクラバや高圧ウォータージェットを上回る洗浄性能を有することが確認されている。洗浄媒体を圧縮空気で加速する二流体ノズルの洗浄性能は噴霧速度に依存するため、付着力が大きい微小な粒子を除去するためには、噴射速度をできるだけ大きくすることが望ましく、噴射速度を超音速まで高めた洗浄ノズルも開発されている<sup>1)</sup>。一方で、洗浄メディアとして氷に着目した研究開発も実施されており、液体窒素を使用して-100℃以下に冷却した容器の中に、スプレーノズルから数十ミクロンの微細な水滴を噴霧し、熱交換させて氷粒子を作り、噴射用気体により加速して噴射するアイスプラスト洗浄装置が開発され、優れた洗浄能力が確認されている<sup>2)</sup>。しかし現状では、液体窒素を使用することにより設備コスト、ランニングコストが高くなることから使用される工程は限定されている。

著者らは圧縮空気と水を超音速ノズルに供給することで、球形かつミクロンサイズの微小な氷粒子および過冷却水滴を超音速で噴射するマイクロアイスジェット洗浄ノズルを開発した<sup>3)</sup>。本開発技術は、洗浄メディアを超音速で噴射することから従来の洗浄技術に比

較して洗浄性能が高いこと、また凍結度が制御できるため基板へのダメージが低いこと、液体窒素を使用しないため低ランニングコストであることといった特長を有しており、ナノ粒子の洗浄や微細なパリの除去、有機膜の剥離などの用途で実用されている。しかし一方で、洗浄可能なスポット径が3~4mm程度と小さく、微小部品の洗浄には好適であったが、大面積処理を必要とする用途への利用が進んでいなかった。そこで本研究では、処理面積に応じた設計変更が容易な矩形流路断面を有する幅広の超音速二流体ノズルを開発し、ノズル出口断面における速度分布について調べたので、ここに報告する。矩形流路の場合、幅広側の長さを洗浄対象にあわせて適宜変更することで、所望のノズルを提供可能である。

### 2 実験方法

#### 2-1 ノズル設計

特性曲線法<sup>4)</sup>を用いてノズルの輪郭形状を決定した。特性曲線法の境界条件として、ノズルスロート部の遷音速流れを求める必要があり、本解析では級数解<sup>5)</sup>を用いて得た。二次元流れの運動方程式について特性曲線座標を用いて表すと、

$$\begin{aligned}\frac{\partial}{\partial \eta}(v-\theta) &= 0 \\ \frac{\partial}{\partial \xi}(v+\theta) &= 0\end{aligned}\quad (1)$$

ここで、 $v$  はプラントルマイヤー角、 $\theta$  は流れ角である。図1に既知の点1および点2から、未知の点3を得る典型的な網目要素を示す。このような特性曲線の網を構築することで流れ場を求めることができる。未知の点3を求める式は、式(1)から式(2)のように表され、式(3)に示されるように $v$  はマッハ数の

\*1 機械電子研究所

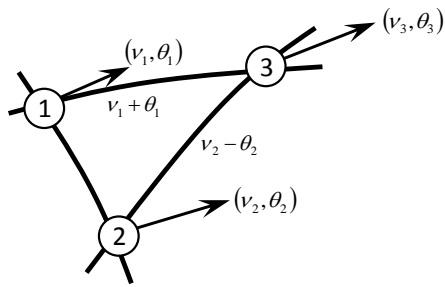


図1 特性曲線の網

$$v_3 = \frac{1}{2}(v_1 + v_2) - \frac{1}{2}(\theta_1 - \theta_2) \quad (2)$$

$$\theta_3 = \frac{1}{2}(v_1 - v_2) - \frac{1}{2}(\theta_1 + \theta_2)$$

$$v(M) = \int \frac{\sqrt{M^2 - 1}}{1 + (\gamma - 1)M^2/2} \frac{dM}{M} \quad (3)$$

関数であるため、点3のマッハ数を求めることができる。また全温  $T_0$ 、音速  $V_s$ 、マッハ数  $M$ 、流れ角  $\theta$ 、比熱比  $\gamma$ 、ガス定数  $R$  から静温  $T$ 、流速  $V$ 、 $V_x$ 、 $V_y$  が求まる (4)。以上より、ノズル内流れ場を求め、輪郭形状を決定した。

$$T = \frac{T_0}{1 + (\gamma - 1)M^2/2}$$

$$V_s = \sqrt{\gamma RT}$$

$$V = MV_s \quad (4)$$

$$V_x = V \cos \theta$$

$$V_y = V \sin \theta$$

## 2-2 実験装置

図2に矩形超音速二流体ノズルの出口における粒径および速度を計測するための実験装置を示した。コンプレッサにより圧縮された空気は、冷凍式エアドライヤにより除湿されタンクに貯気される。圧縮空気の供給圧力は減圧弁により設定圧力に調整され、バルブを開放することにより圧縮空気はノズルに導入される。位相レーザドップラ粒子分析計には高濃度対応 HiDencePDAシステム (Dantec社製) を使用した。本分析計では、粒径と二方向速度の同時計測が可能であり、測定体積が非常に小さいため空間分解能が高い。また、測定対象が水滴、氷粒子、いずれであっても、球状の粒子であれば計測することが可能である。光源として DPSSレーザを使用した。高精度の三軸トラバース装置によりPDAの光学系を移動させることで、粒径や速度

の空間分布を調べた。

矩形超音速二流体ノズルにおける圧縮空気の流路は、コンバージェント部、スロート部、ダイバージェント部から構成されており、ラバルノズル形状となっている。ノズルに供給される圧縮空気の供給圧力は、一般的なコンプレッサの常用圧力の範囲を考慮して0.6MPaに設定し、ノズル内部で圧縮空気が適切に断熱膨張するように、特性曲線法を用いて設計した。ノズルの材質は氷の壁面への付着を防止し、断熱効果に優れているテフロン樹脂を用いた。

矩形ノズルにおいては、流路のアスペクト比  $\phi$  を可能な限り大きくすることが望ましいため、スロート部の面積を一定として、スロート部の縦横寸法、つまりアスペクト比をパラメータとして表1に示す3種類のノズルを製作した。ノズルの流れ方向をX、流路の横方向(幅広側)をY、縦方向をZと定義した。図3に製作した矩形ノズルの外観写真を示した。スロートの面積は20mm<sup>2</sup>とし、供給圧力が0.6MPaにおいて空気消費量は約1.5m<sup>3</sup>である。スロートから出口までの長さは従来ノズルと同様に150mmとした。実験に使用する水は蒸留水であり、孔径0.2  $\mu$ mのメンブレンフィルタを通過させた後、マスフロコントローラにより設定流量に調整され、スロート部に設置された3本のニードルから供給される。水の供給流量は30mL/minとした。また、圧縮空気と水の供給温度は温度調整器によりそれぞれ25°Cに調整した。

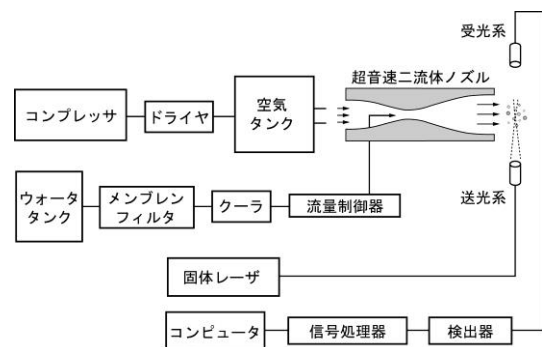


図2 実験装置

表1 試作ノズルのアスペクト比  $\phi$  とスロート寸法

$\phi$ (-)	Y (mm)	Z (mm)
5	10.0	2.0
7	12.0	1.7
10	14.0	1.4

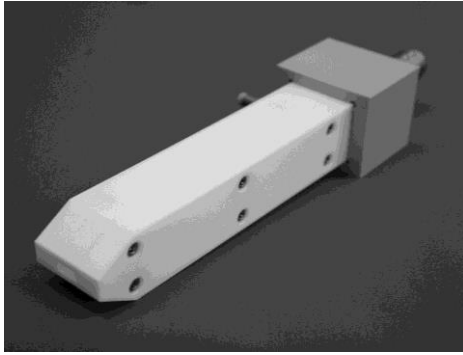


図3 ノズル外観写真

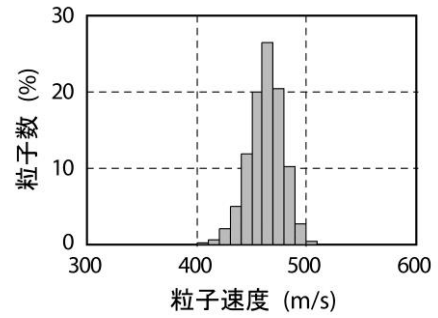


図5 中心における速度ヒストグラム ( $\phi = 7$ )

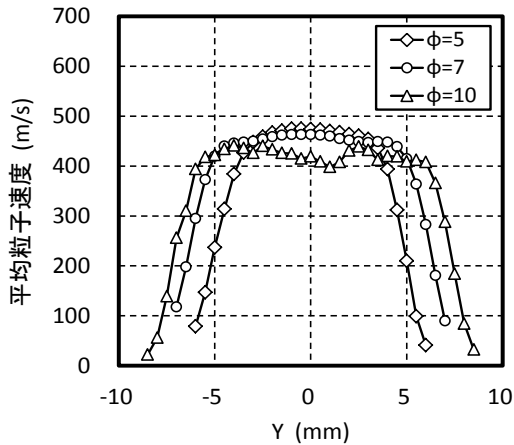


図4 アスペクト比 $\phi$ によるY方向速度分布

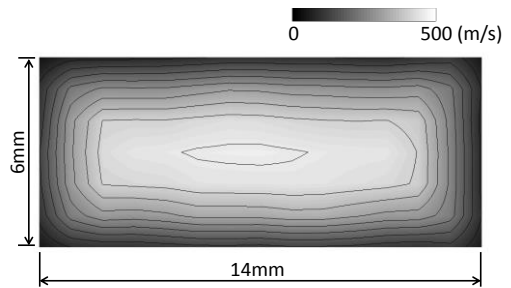


図6 YZ速度コンタ ( $\phi = 7$ )

### 3 結果と考察

#### 3-1 噴霧分析

アスペクト比が異なる矩形超音速二流体ノズル（表1）を用いて、ノズル出口から下流10mmのY方向の速度分布を計測した結果について図4に示した。図より、アスペクト比 $\phi$ を大きくすることで、400m/s以上の高速度領域がY方向に広がっており、その幅は $\phi=7$ のノズルにおいては約10.4mmであった。一方、 $\phi=10$ においては、速度が中心近傍において低下しており、他のアスペクト比のノズルと比較して速度が不均一であった。これは、アスペクト比を大きくしたことでスロート部の高さが1.4mmと狭くなり、壁面に付着した氷晶が付着・剥離を繰り返すことで、速度に不安定な変動が生じたものである。図5にアスペクト比7のノズルの出口中心 ( $Y=0, Z=0$ ) における速度ヒストグラムを示した。図より、粒子速度は400~500m/sの範囲にあり非常にシャープな分布となっており、平均速度は約460m/sであった。

著者らは円形の超音速二流体ノズルにおいても、ノズル形状や作動条件によって、同様の速度低下が生じ

ることを確認している。したがって、本実験条件下ではスロート部高さ1.7mm ( $\phi=7$ ) の矩形ノズルを用いることで、高速度領域が広くかつ安定な作動が可能であることがわかった。図6にアスペクト比 ( $\phi=7$ ) の矩形ノズルを用いた場合におけるノズル出口下流10mmのYZ面速度コンタを示した比較した。図よりノズル内流路を矩形断面とすることで、壁面近傍の境界層領域を除き、ノズル出口においてY方向に均一な速度を得ることができた。

矩形ノズル ( $\phi=7$ ) の出口から下流10mmのY方向の粒径分布を計測した結果について図7に示した。図中縦軸に示される平均粒径は算術平均粒径 ( $D_{10}$ ) であり、長さ平均粒径とも称される。図より、壁面近傍の領域において粒径は小さく、中心近傍に3箇所のピークがあった。これらのピークがある場所は、水を供給しているニードルを配置している位置と概ね一致している。本ノズルでは、ニードルを流路に均等に配置することで、水滴の分布が中心や壁面近傍に偏ることを防止し、均一化を図っている。図8にアスペクト比7のノズルの出口中心 ( $Y=0, Z=0$ ) における粒径ヒストグラムを示した。図より、最も大きい粒子で20 $\mu\text{m}$ 程度であり、概ね10 $\mu\text{m}$ 以下の微小な粒子にて構成されており、平均粒径は5.5 $\mu\text{m}$ であった。



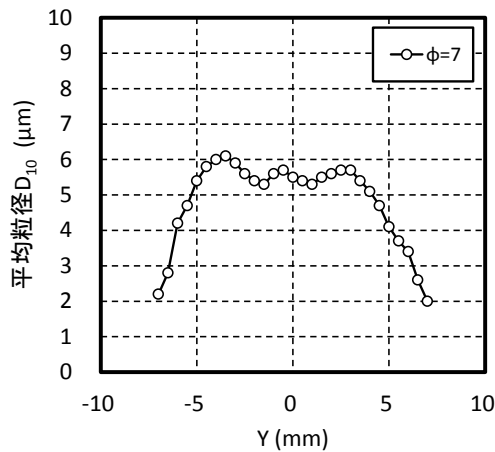


図7 Y方向の粒径分布 ( $\phi=7$ )

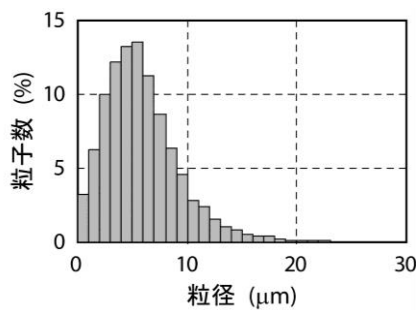


図8 中心における粒径ヒストグラム ( $\phi=7$ )

### 3-2 洗浄性能

矩形超音速二流体ノズルの洗浄性能を評価するために、アルミ基板上に有機染料をコートし、乾燥させてテストワークを作成した。テストワークを固定したステージを1mm/sの一定速度で移動させて試験を実施した。試験にはアスペクト比7の矩形ノズルを用い、作動条件は噴霧特性を計測した条件と同一とした。図9に洗浄後のテストワークの写真を示した。図より、噴射を行った範囲において有機染料が完全に除去されていることがわかる。除去幅は約11.5mmであり、噴霧速度が400m/s以上の領域の広さとほぼ一致している。本洗浄試験により、開発した矩形超音速二流体ノズルは、従来の円形ノズルと同様の洗浄性能を有していることがわかった。矩形ノズルでは本研究により得られた流路形状を基本として、処理幅の要求に応じて適宜設計変更を行うことで、大面積処理に対応することが可能である。

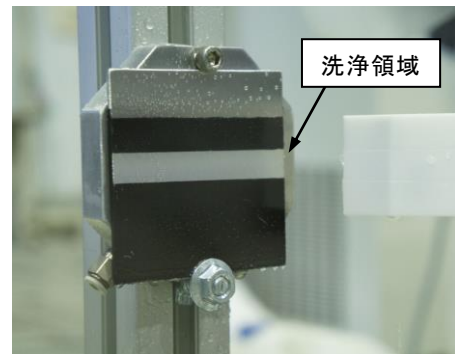


図9 矩形ノズルによる有機膜の除去 ( $\phi=7$ )

### 4 まとめ

本研究では、大面積処理が可能なマイクロアイスジェットを実現することを目的として、矩形流路を有する超音速二流体ノズルの噴霧特性を位相レーザドップラ粒子分析計により調べ、洗浄性能を評価した。噴霧分析の結果から、アスペクト比7、スロート高さ1.7mmの矩形ノズルを用いた場合、ノズル出口において400m/s以上の高速度領域を幅10mmの長さで得ることができた。また、洗浄試験の結果からアルミ基板に付着させた有機染料の除去が可能であり、従来の円形ノズルと同様の洗浄効果が得られた。本研究により得られた流路形状を基本として、処理幅の要求に応じて適宜設計変更を行うことで、大面積処理に対応することが可能となった。

### 5 参考文献

- 1) 米田尚史：島田理化技報，14巻，pp.29-32 (2002)
- 2) 川口利明，多田益太：伝熱研究，34巻 (135号)，pp.24-27 (1995)
- 3) 周善寺清隆，星野高明：日本砥粒加工学会誌，53巻 (9号)，pp.548-551 (2009)
- 4) Sauer：NACA Tech. Memo. 1147 (1949)
- 5) 木村逸郎：ロケット工学，pp.148-152 (1993)

# LED 照明における光学設計技術の開発

西村 圭一\*<sup>1</sup> 古賀 文隆\*<sup>1</sup>

## Development of Optical Design Technology in LED Lighting

Keiichi Nishimura and Fumitaka Koga

低消費電力、長寿命等の特徴を有する LED 照明は、発光効率の向上とともに一般照明から大光量が必要な特殊照明へとその適用分野を拡大しつつある。しかし、雨・煙・汚濁水等の劣悪な視界環境下においては照明光の拡散により視認性が低下する。本研究では光学系部品の応用による光学特性の改善を目的に、単色 LED や特定波長透過フィルタを透過させた蛍光灯に対して、大気、煙、水、濁水の 4 種の散乱粒子環境下における光源の輝度分布測定を行うことで光透過の波長依存性に関する検討を行った。

### 1 はじめに

近年、社会問題として地球温暖化防止や省エネ、節電が叫ばれている中、照明産業界においては世界規模で白熱電球廃止や水銀規制の動きがあり、その対策の一つとして注目される LED 照明は、今後の急速な技術開発と市場導入が期待されている。

LED の主な特長としては、①高い発光効率、②省エネ、③長寿命、④小型・コンパクト、⑤熱線・紫外線をほとんど含まない、⑥低温で発光効率が低下しない、⑦環境に有害な物質を含まない、⑧衝撃・振動に強い、⑨調光・点滅が自在、⑩防水構造が容易、等が挙げられる<sup>1)</sup>。これらの特長を活かし、LED 照明は当初サイン・ディスプレイ等に適用されていたが、高出力化・高効率化が進んできた現在では、店舗・業務空間や住宅等に導入され、更には投光器や集魚灯等の大光量が必要な特殊用途へも導入が始まっている。

しかし、消防用サーチライトや船舶用照明等では、雨・煙・汚濁水等の劣悪な環境下に晒され、粒子散乱の影響により照明光が拡散することから視認性が低下する。したがって、照明を大光量化するだけでは不十分で、LED チップ単体や蛍光体・レンズ等の光学系部品を使用した光の質の向上による使用場所、使用目的に応じた視認性の高い LED 照明の開発が必要となる。

そこで本研究では光学系部品の応用による光学特性の改善を目的に、単色 LED や特定波長透過フィルタを透過させた蛍光灯に対して、大気、煙、水、濁水の 4 種の散乱粒子環境下における光源の輝度分布測定を行

うことで光透過の波長依存性に関する検討を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 実験装置の構成

光源として単色 LED (9 色) 及び特定波長透過フィルタ (4 種) を透過させた蛍光灯を用い、水槽内を大気、煙、水、濁水とした時の光源の輝度分布を測定した。図 1 に、その測定概略図を示す。

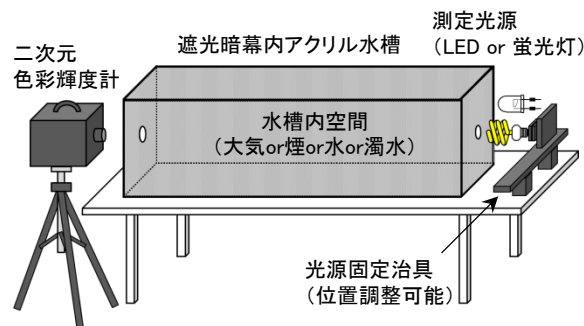


図 1 測定概略図

#### 2-2 測定光源

測定光源には、表 1 に示す 9 種類の 5mm 砲弾型単色 LED 及び測定波長間隔を均等にするため表 2 に示す 4 種類の特長波長透過フィルタを透過させた蛍光灯を使用した。図 2～図 4 に、使用したそれぞれの光源の相対分光分布及び色度図を示す。ここで、特定波長透過フィルタには富士フイルム (株) 製 BPB:45/50/55/60 を、蛍光灯には SPIRAL VITALITE DT-1171N を使用した。また、各光源は水平軸 (X 軸, Y 軸) 及び鉛直軸 (Z 軸) 方向の移動と X 軸, Z 軸回りの回転により位置及び姿勢の調整が可能な取付治具に固定して測定を行った。

\*1 機械電子研究所

表1 使用した単色LEDの主波長

	白(W)	ピンク(Pi)	紫(V)	青(B)	青緑(BG)	緑(G)	黄緑(YG)	黄(Y)	赤(R)
型番	OSWT5111A	OSPK5111A	OSSV5111A	OSUB5111A	OSBG5111A	OSPG5111A	OSNG5113A	OSYL5111A-TU	OSHR5111A-TU
色度 x	0.2784	0.4162	0.1732	0.1210	0.0965	0.1397	0.4503	0.5607	0.6964
色度 y	0.2835	0.1728	0.0107	0.0964	0.6027	0.6870	0.5470	0.4385	0.3031
主波長 $\lambda_d$ (nm)	478.4	-520.1	425.1	474.6	507.7	518.4	570.9	587.7	622.9

表2 使用した蛍光灯(特定波長透過フィルタ)の主波長

BPフィルタ波長 (nm)	フィルタなし	450	500	550	600
型番	—	BPB:45	BPB:50	BPB:55	BPB:60
色度 x	0.3310	0.1467	0.1245	0.3496	0.6422
色度 y	0.3551	0.0396	0.5118	0.6379	0.3569
主波長 $\lambda_d$ (nm)	548.8	461.2	503.4	556.7	603.7

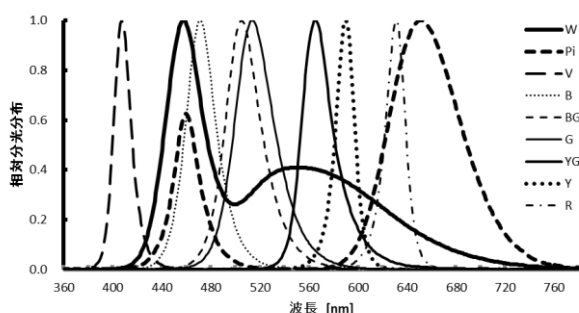


図2 単色LEDの相対分光分布

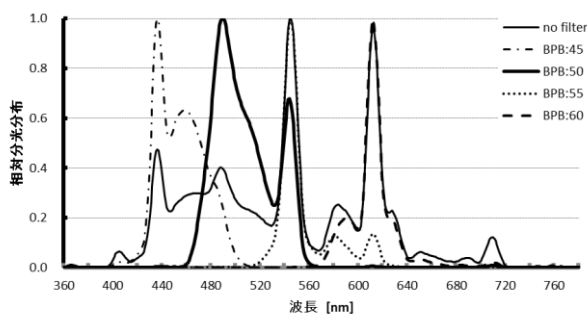


図3 蛍光灯(特定波長透過フィルタ)の相対分光分布

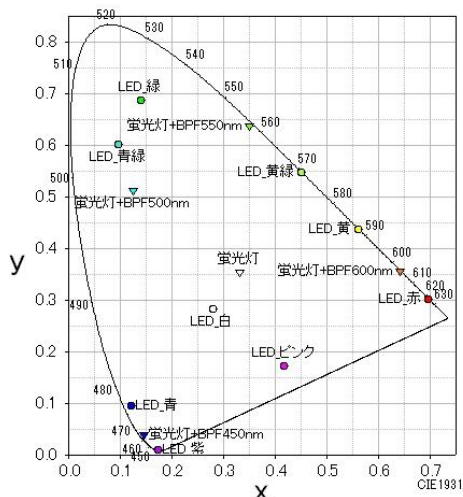


図4 使用光源の色度図

### 2-3 測定環境

測定環境としては、鉄製実験台上にアクリル製水槽(W1500×D450×H450, t10mm)を設置し、水槽周囲を遮光率が99.99%以上であるハイミロン素材の暗幕で覆った。ただし、光源部にφ30mm、反対側の測定部にφ34mmの穴を設けた。測定は実環境を考慮し、水槽内を①大気、②煙、③水、④濁水で満たした時の光源の輝度分布を測定した。ここで、煙環境としてはプロピレングリコールを主成分とする煙発生装置 Antari Z800 IIにより3s程度煙を噴射した。また、水環境としては浄水器(東レ(株):SL3J)によりろ過した水道水を408mmの高さまで満たした状態(水量:254.56ℓ)とし、濁水環境としてはこの水環境の状態に対して硫酸Na及び炭酸水素Naを主成分とする市販の粉末入浴剤(乳白色)を2.0g(濃度:7.9×10<sup>-3</sup>kg/m<sup>3</sup>)混入し攪拌した。

### 2-4 測定機器

表1, 表2の色度座標x, yと主波長 $\lambda_d$ の測定及び図2, 図3の分光分布の測定はコニカミノルタセンシング(株)製分光放射照度計CL-500Aを、図5, 図7の輝度分布の測定はコニカミノルタセンシング(株)製二次元色彩輝度計CA-2000Aを用いて行い、輝度分布測定におけるレンズは望遠レンズを使用した。

## 3 結果と考察

### 3-1 単色LEDの測定結果

図5に、2-3の散乱粒子環境下における表1の単色LEDの輝度分布測定結果を示す。紫(V)、黄緑(YG)の輝度値は他と比較して特に低い値となっているが、これはLEDの種類によって輝度値が異なるためである。そこで、特定の環境における光源の透過性の評価は大気における輝度測定値を基準として、煙、水、濁水のそれぞれの測定値の比で評価した。この時の評価結果を図6に示す。図6より、煙、水、濁水いずれの場合においても黄(Y)、赤(R)の透過性が高いことが分かった。LEDは指向性が強いことから、光軸のずれに起

因する屈折の影響がないかを確認するため、光源モジュールの固定治具に用いたゴニオステージにより上下左右にそれぞれ 2deg, 4deg ずらした状態で測定を行ったが、同様の傾向が得られたことからこの影響はなかったと考えられる。

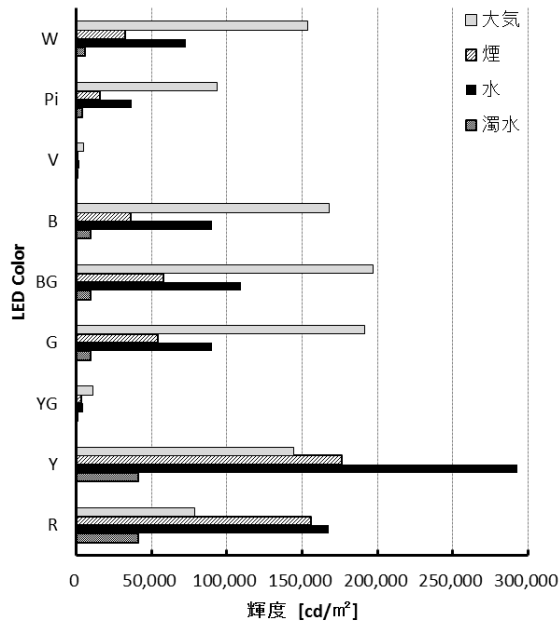


図 5 単色 LED の輝度測定結果

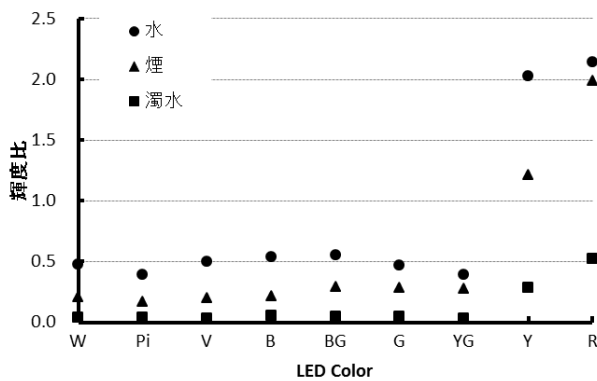


図 6 単色 LED の対大気輝度比

### 3-2 蛍光灯 (特定波長透過フィルタ) の測定結果

図 7 に、2-3 の散乱粒子環境下における表 2 の特定波長透過フィルタを透過させた蛍光灯の輝度分布測定結果を示す。このフィルタではピーク波長の透過率が 50% であるため、フィルタなしの場合と比較してすべての場合において測定値が低くなっているが、単色 LED のような特徴的な傾向は確認されなかった。この場合においても特定の環境における光源の透過性の評価は大気における輝度測定値を基準として、この測定値に

対する煙、水、濁水のそれぞれの測定値との比で行った。この時の評価結果を図 8 に示す。図 8 より、水の場合における 450nm の波長域でやや高い透過性を示したが、それ以外は特に大きな変化がないことが確認された。

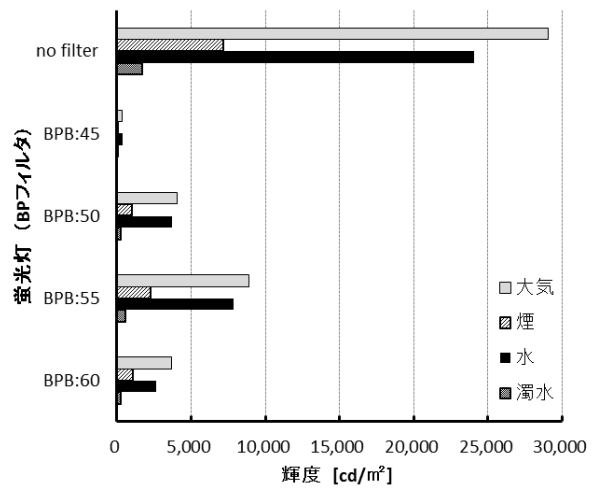


図 7 蛍光灯 (特定波長透過フィルタ) の輝度測定結果

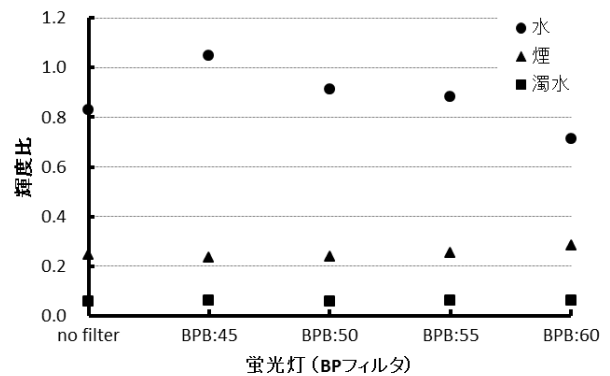


図 8 蛍光灯 (特定波長透過フィルタ) の対大気輝度比

## 4 まとめ

本研究では、屋外環境における LED 照明の視認性向上を目的に、複数の散乱粒子環境下における光透過の波長依存性について検討を行った。煙、水、濁水環境下における LED 光源では黄～赤の高波長域で輝度値が高くなることが確認できた。今後は照明設計解析ソフトを用いたシミュレーションにより粒子散乱や水槽内壁面の反射等の影響について検証を行う予定である。

## 5 参考文献

- 1) 松本 稔：省エネルギー，Vol. 63, No. 4, pp. 31-35 (2011)

学協会誌  
掲載論文の概要

# 気孔制御による揚水性・耐凍害性を有するレンガの開発

阪本 尚孝\*1 親川 夢子\*1 田中 浩\*2 中野 辰博\*2

## Preparation of Paver Bricks having both Water Retainability and Frost Resistance by Designing Macro Porous Structure

Naotaka Sakamoto, Yumeko Oyakawa, Hiroshi Tanaka and Tatsuhiro Nakano

舗装材であるレンガのマイクロ構造を制御し、高い機能性を付与するために、気孔制御を施した。我々は、これまでに強度と揚水性、保水性を兼ね備えるレンガを開発している。しかし、内部に水を溜める構造は凍害を受けやすいことが問題となっている。そこで本研究では、保水性レンガの内部構造に水の凍結による膨張を許容できる空間を設計し、その効果について検討した。その結果、球状の空孔形成材を用いると、バッファとなる空隙を形成できることを明らかにした。空孔形成材を活用することで、焼結体であるレンガに保水性と耐寒性を同時に付与することができ、元来のデザイン性と合わせ、利用範囲が広がるものと期待される。

### 1 はじめに

レンガは古来より広く利用されてきた建材であり、その製造方法や製品はきわめて多様である。その粘土系焼成物特有の自然であたたかみのある風合いと大きな強度などから環境適合性が高く、単なる建材としてだけでなく、今も景観意匠建材として多くの現場に使用されている。しかし、近年では舗装作業の効率化・低コスト化にともない、他の舗装材に市場シェアを奪われる状況にある。そのため、レンガ製品には、従来の意匠材としての特徴を失うことなく、さらに高度な機能をもたせることが必要となってきている。

我々はレンガの内部構造を自由に制御して高い機能性を付与することを目指して技術開発を行い、優れた保水性・揚水性をもつレンガの製造に成功している。このレンガの内部には顕著な毛管現象を示すサイズの連続孔が無数に存在しており、極めて高い揚水性を示す。同時に、気孔導入に伴って発生しやすい強度的課題も解決しており、現在、「打ち水効果」を発現できる舗装用レンガとして市場に提供している。しかしながら、日本の気候では冬場の気温が低く路面が凍結するような地域でも夏場には異常に高い気温を示す場合がある。夏場は打ち水効果が、冬場は耐寒性が強く求められるが、保水性の高い舗装材は夜間の氷結に伴い破断することが多く、寒冷地域では保水性建材が普及しないという課題がある。本研究では、保水性と耐寒

性を兼ね備えるレンガ設計を目指し、水の固化膨張を許容できるようにレンガ内部により多くの空間を導入し、空孔量による物性への影響について検討を行った。

### 2 実験方法

本研究では、レンガ内部に空孔形成するために焼成過程で焼失する材料として廃イオン交換樹脂（以下 IER）を取り上げた。イオン交換樹脂は発電所や半導体工場など高純度の水を必要とする施設で利用されており、定期的に再生処理されるが、ポリマーの劣化やイオン交換性能の低下に伴い廃棄されている。本研究用いたイオン交換樹脂はアニオン交換用で、直径約 0.6 mm のスチレン系球体である。併せて、製紙工程で排出されるパルプスラッジ（以下 PS）を空孔形成材として利用した。生地には、一般に赤レンガ用として使用されているアルバイト系粘土を用いた。PS は 110°C で乾燥後粉碎し、0.59~1.4mm に分級したものを、IER は 110°C で乾燥したものをそのまま使用した。所定量となるように配合した粘土と空孔形成材を湿式真空押出機により成形体試料とし、所定温度にて大気雰囲気中で焼成し、焼成試料を得た。焼成パターンは実操業におけるレンガ焼成工程に準じたものとした。作製した焼成試料について収縮率を測定するとともに、JIS および JASS に準拠した吸水率測定および曲げ強度測定を行った。また、機能性評価として、揚水性試験および飽和係数測定を行った。また、耐凍害性の指標となる飽和係数測定および凍結融解試験も行った。

\*1 化学繊維研究所

\*2 荒木窯業(株)



### 3 結果と考察

#### 3-1 気孔形成材添加によるレンガの構造変化

焼成後の断面観察を行った結果、IER添加量の増加とともにレンガ内部に球形の独立気孔量が比較的均等に分布した状態で増えていくことが判った。また、IERはレンガ製造過程において偏在することはなく、良好な分散状態であることが確認された。

#### 3-2 イオン交換樹脂添加が揚水率におよぼす影響

図1に1000°Cで焼成した試料について揚水率とIER添加量の関係を示す。いずれのIER添加量においても放物線的に揚水量が増加していくことがわかる。また、揚水率はIER添加量に比例するものではなく、もっとも高い揚水率を示したのはIER添加量が20%のものであった。また、30%以上の添加では無添加よりも揚水率が下がるため、毛管現象が多量のIER添加によって阻害されていることが伺えた。

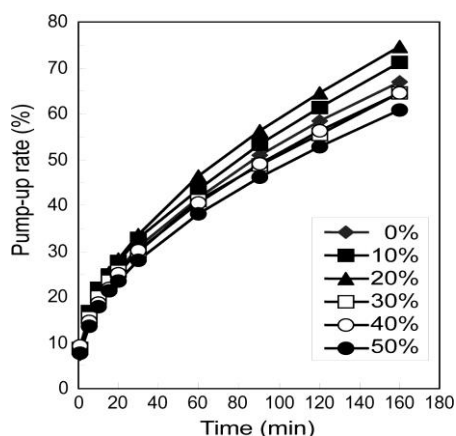


図1 IER含有量による揚水率の変化

#### 3-3 気孔導入による飽和係数および耐凍害性の変化

飽和係数はレンガなどの窯業系建材の構造内部で水の膨張を許容できる能力の目安、つまり、耐寒性を示す値であり、0.85~0.80より大きい製品は凍害を起こす可能性が高いといわれる。焼成試料の飽和係数測定結果を図2に示した。これより、いずれの添加量でも無添加よりも飽和係数は小さくなること、および焼成温度の上昇とともに単調に飽和係数が小さくなることわかる。したがって、IER添加によって自然な吸水に寄与しない空間量が増加することが確認された。

表1に凍結融解試験結果を示した。凍結融解試験は吸水させた試料に-20°Cと室温の温度差を与えるサイクル試験である。本研究の試料はIER添加量が20%のも

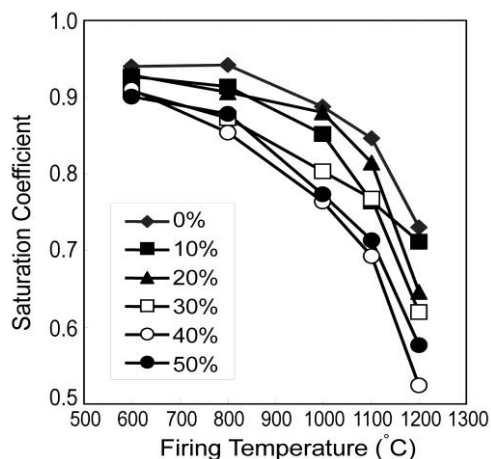


図2 飽和係数の焼成温度依存性

ので市販サイズに湿式押出成形して調製したものであり、参考試料として市販の保水性レンガを供した。これより、構造内部に多くの水量を吸引する傾向の強い保水性レンガが一般には耐寒性が著しく低いことが明らかとなった。一方、本研究で調製した試料は15回の試験後も特に目立った破損もなく健全な状態であった。従って、本研究で調製したレンガ試料は一般の保水性レンガに比べ耐寒性が著しく高いことが立証された。

表1 レンガの凍結融解試験結果

Sample	Cycle number for breaking
This study (Red)	over 15
This study (White)	over 15
A (Water retainable)	1
B (Water retainable)	1
C (Imported Brick)	1

#### 4 まとめ

毛管現象を利用した保水性レンガの耐寒性向上を目指し、廃イオン交換樹脂添加による内部空間量の効果について検討を行った。その結果、球状の空孔形成材を用いると、若干揚水性が低下するものの、バッファとなる空隙を導入できることが明らかになった。空孔形成材を活用することで、焼結体であるレンガに保水性と耐寒性を同時に付与することができ、元来のデザイン性と合わせ、利用範囲が広がるものと期待される。

#### 5 掲載文献

Materials Science Forum, Vol.750, pp224-227 (2013)

# 薬剤耐性菌を対象とした薬剤感受性試験におけるWST-8発色法と CLSI微量液体希釈法の適用性比較

塚谷 忠之\*1 末永 光\*1 志賀 匡宣\*2 野口 克也\*2 石山 宗孝\*2 江副 公俊\*2 松本 清\*3

## Comparison of the WST-8 colorimetric method and the CLSI broth microdilution method for susceptibility testing against drug-resistant bacteria

Tadayuki Tsukatani, Hikaru Suenaga, Masanobu Shiga, Katsuya Noguchi, Munetaka Ishiyama,  
Takatoshi Ezo and Kiyoshi Matsumoto

CLSI で規定されている薬剤感受性試験（従来法）では 24 時間以内に微生物の発育の有無が目視判定される。しかし、菌種によっては培養時間が不十分なためにその耐性度が過小評価される場合がある。そこで、本研究では水溶性テトラゾリウム塩 WST を用いた微生物検出法（本法）を適用することで正確な最小発育阻止濃度（MIC）測定法の確立を試みた。代表的な薬剤耐性菌に対して本法と従来法による薬剤感受性試験を実施したところ、従来法（24 時間）で得られた MIC 値は本法（24 時間）の MIC 値より過小評価される傾向を示した。一方、従来法を 72～96 時間まで延長して得られた MIC 値と本法（24 時間）の MIC 値は良好に一致した。以上の結果から、本法を用いることで薬剤耐性菌を含む幅広い菌種に関して 24 時間以内に正確な MIC 値を測定可能であることが示唆された。

### 1 はじめに

薬剤感受性試験は抗生物質に対する微生物の感受性を調べる試験であり、その結果は感染症治療で有効な抗生物質を選択するための指標となる。現在、米国臨床検査標準委員会（CLSI）で規定されている薬剤感受性試験（微量液体希釈法）では 24 時間以内の培養で微生物の発育の有無が目視判定される。しかし、菌種によっては培養時間が不十分なためにその耐性度が過小評価される場合がある。そこで、本研究では、水溶性テトラゾリウム塩（WST）を用いた微生物検出法（本法）を微量液体希釈法へ適用することで正確な最小発育阻止濃度（MIC）測定法の確立を試みた。

### 2 実験方法

#### 2-1 微生物検出試薬

電子メディアエータ 2-methyl-1,4-naphthoquinone 及び水溶性テトラゾリウム塩 WST-8 を 10% DMSO 水溶液に溶解し、検出試薬とした。

#### 2-2 本法による薬剤感受性試験（MIC 測定）

96 ウェルマイクロプレートに Mueller-Hinton broth により調製した 2 倍希釈系列濃度の抗生物質溶液 180  $\mu$ L を分注し、これに微生物培養液（約

10<sup>7</sup>cfu/mL）10  $\mu$ L を加え、35°C で 22 時間あるいは 46 時間培養した。培養後、検出試薬 10  $\mu$ L を添加して 2 時間反応させ、460nm における吸光度測定に供した。ブランクと比較して吸光度変化が 0.05 以上のウェルを発育、以下のウェルを阻止と判定し、MIC 値を測定した。

#### 2-3 従来法による薬剤感受性試験（MIC 測定）

2-2 と同様にして 96 ウェルマイクロプレートで抗生物質と微生物を 35°C で一定時間培養した。培養後、発育が認められないウェルを目視判定し、MIC 値を測定した。

### 3 結果と考察

#### 3-1 薬剤耐性菌への適用と従来法との比較

代表的な薬剤耐性菌（メチシリン耐性黄色ブドウ球菌（MRSA）、バンコマイシン耐性腸球菌（VRE）、多剤耐性緑膿菌（MDRP）、基質特異性拡張型  $\beta$  ラクターマーゼ（ESBL）産生肺炎桿菌、 $\beta$  ラクターマーゼ非産生アンピシリン耐性（BLNAR）インフルエンザ菌）に対して本法及び従来法による薬剤感受性試験を実施した。表 1 にメチシリン感受性及び耐性黄色ブドウ球菌に対する MIC 値の測定結果を示す。感受性菌では 24 時間で従来法と本法により得られた MIC 値は良好に一致した。一方、耐性菌に関しては従来法（24 時間）で得られた MIC 値は本法（24 時間）の MIC 値より過小評価される傾向を示した。さらに、従来法の培養時間を 72

\*1 生物食品研究所

\*2 ㈱同仁化学研究所

\*3 崇城大学

あるいは 96 時間まで延長して得られた MIC 値と本法 (24 時間) により得られた MIC 値を比較したところ、両者は良好に一致した。VRE や MDRP に対しても従来法による MIC 値の過小評価の傾向が見られたが、本法 (24 時間) により得られた MIC 値は従来法 (72~96 時間) の MIC 値と良好に一致した。

以上の結果から、本法を用いることで薬剤耐性菌に対して 24 時間以内に正確な MIC 値を測定可能であることが示唆された。

### 3-2 汎用性の検討

代表的な標準菌株 (QC strain, Type strain) と様々な抗生物質の組み合わせに対して、本法と従来法を用いて薬剤感受性試験を実施し、得られた MIC 値を比較した (表2)。表2の MIC concordance は、従来法の MIC 値が本法の MIC 値と比較して、0 : 一致, -2 : 1/4倍, -1 : 1/2倍, +1 : 2倍, +2 : 4倍であることを示している。その結果、本法と比較して従来法では 40.5%

(47/116) の組み合わせにおいて低い MIC 値を示した。過小評価された組み合わせには抗生物質に対して耐性を示す菌株が多いのが特徴であった。一方、従来法の培養時間を延長して得られた MIC 値は本法 (24 時間) の MIC 値と高い確率 (92.2%) で一致した。

以上の結果から、本法は様々な菌種と抗生物質の組み合わせに対して適用可能であることが示された。

### 4 まとめ

本法を用いることで薬剤耐性菌を含む幅広い菌種に関して 24 時間以内に正確な MIC 値を測定可能であることが示唆された。

### 5 掲載文献

Journal of Microbiological Methods, Vol.90, 160-166 (2012)

表1 黄色ブドウ球菌を対象とした薬剤感受性試験

Bacteria	WST-8 colorimetric method		Broth microdilution method			
			CLSI	Additional incubation		
	22h-2h	46h-2h	24h	48h	72h	96h
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC29213	0.5	0.5	0.25-0.5	0.5	0.5	0.5
<i>Staphylococcus aureus</i> NBRC12732	1	1	0.5-1	0.5-1	0.5-1	0.5-1
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC33591, MRSA	562	562	128	256-562	562	562
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC43300, MRSA	16	16	8	8-16	8-16	16
<i>Staphylococcus aureus</i> JCM8702, MRSA	128-256	128-256	32	64-128	128-256	128-256

(μg/ml)

表2 様々な菌種と抗生物質の組み合わせにおける MIC 値の一致率

MIC concordance <sup>a</sup>	Broth microdilution method					
	CLSI		Additional incubation			
	24h		48h		72h	
	Number	%	Number	%	Number	%
+2	0	0.0	0	0.0	0	0.0
+1	1	0.9	2	1.7	3	2.6
0	68	58.6	97	83.6	107	92.2
-1	41	35.3	16	13.8	6	5.2
-2	6	5.2	1	0.9	0	0.0
Total	116	100	116	100	116	100
<i>P</i> <sup>b</sup>	<0.001		<0.001		0.317	

<sup>a</sup> Zero indicates number and percentage of strains for which MICs are identical, -2, -1, +1 and +2 indicates -2, -1, +1 and +2 log<sub>2</sub> difference, respectively.

<sup>b</sup> *P* values were obtained by the Wilcoxon signed-rank test.

## 連絡先

福岡県工業技術センター	
企画管理部 (情報交流課)	〒818-8540 筑紫野市上古賀 3-2-1 TEL:092-925-5977 FAX:092-925-7724
化学繊維研究所 (技術総合支援室)	〒818-8540 筑紫野市上古賀 3-2-1 TEL:092-925-7402 FAX:092-925-7724
生物食品研究所 (技術総合支援室)	〒839-0861 久留米市合川町 1465-5 TEL:0942-30-6644 FAX:0942-30-7244
インテリア研究所 (技術総合支援室)	〒831-0031 大川市上巻 405-3 TEL:0944-86-3259 FAX:0944-86-4744
機械電子研究所 (技術総合支援室)	〒807-0831 北九州市八幡西区則松 3-6-1 TEL:093-691-0231 FAX:093-691-0252

研究報告の内容については、各研究所（技術総合支援室）までお問い合わせください。

Fukuoka  
Industrial  
Technology  
Center  
<http://www.fitc.pref.fukuoka.jp/>  
ISSN 0916-8230

### 福岡県工業技術センター研究報告

No.23 (2013)

平成 25 年 9 月発行

発行：福岡県工業技術センター  
〒818-8540 福岡県筑紫野市上古賀 3-2-1  
TEL 092-925-5977 FAX 092-925-7724

印刷：株式会社 福田印刷

無断複写・転載を禁じます。



古紙/パルプ配合率100%再生紙を使用