

# 非衣料用途展開を目指した繊維の機能発現

## 尿検出布おむつの開発Ⅱ

泊 有佐\*1 堂ノ脇 靖巳\*1 鶴我 恵子\*2

### Functionalizing of Fibers for Technical Textiles

#### Indicator Functions of a Wet on Cloth Diapers II

Arisa Tomari, Kiyoshi Donowaki, Keiko Tsuruga

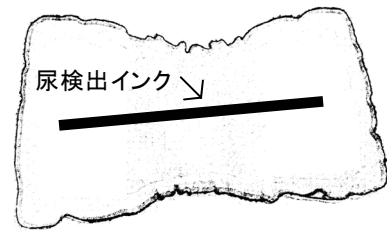
特別な装置が必要なく、手軽で、かつ迅速に尿が検出できる布おむつの開発を行い、酸化還元反応で変色するロイコ色素を用いて視覚で尿応答可能なインクを作製した。この尿検出インクは尿に接触することによる色変化が大きく、迅速でインクの色が溶出しないこと、繊維に塗布してもにじまないこと等の特徴を示した。本研究では尿検出インクを繊維に塗布するための最適な組成について検討を行ったので報告する。

#### 1 はじめに

我が国の要介護者は、2025年には2000年時に比べ80%増加し、520万人に達すると言われており、この増加に伴っておむつ市場は150%増の5900億円にもなることが予想されている。現在、おむつは使い捨てタイプの紙おむつが主流であり、使い易さなどの点で開発が進んでいる。しかしながら、介護者の経済的負担や、近年の環境に対する意識の高まりから病院、施設では繰返し使用可能な布おむつに移行する動きがある。一方、現場の介護者は数時間毎におむつの交換を行っており、目視で判断できる場合を除いて、おむつが使用済みか否かは素手による触感や臭いにて判断しているのが現状で、介護者の負担や布おむつ普及の妨げとなっている。このため、特別な装置が不要で、迅速、かつ手軽におむつ交換の判断ができるような布おむつの開発が切望されている。

我々は、洗濯工程における洗濯水 (pH12~7.5) と尿のpH条件 (pH 7.5~5.5) に着目し、pH応答色素を導入した繊維による尿検出方法を考案・試作した<sup>1)</sup>。しかしながら、殺菌や防臭が必要なレンタル布おむつの過酷なクリーニング条件ではpH応答系の耐久性に問題があった。そこで、pH応答系の代わりにおむつパッドの中央部分に尿を検出できるインクを毎回クリーニング後に塗布する方法を考案した (図1)。開発したインクは尿に接触することにより目視で判断できる色彩変化を生じること、かつ尿に接触してもインクの色が溶出しないこと、繊維に塗布してもにじまないこと等が必

要である。



おむつパッド

図1 尿検出おむつの商品イメージ

#### 2 研究, 実験方法

##### 2-1 顕色剤の選別と発色性評価

ロイコ色素は、顕色剤との還元反応によって発色し、尿との接触による酸化反応により色を変える<sup>2)</sup> (図2)。

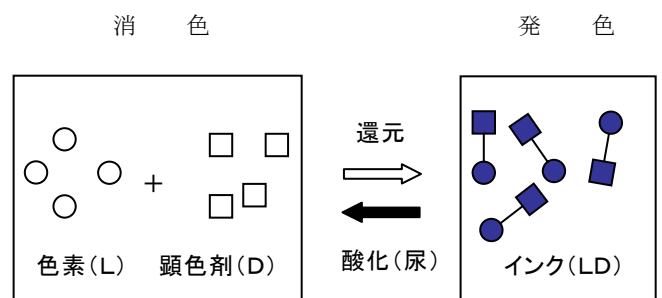


図2 ロイコ色素の発色と消色機構

ロイコ色素は、クリスタルバイオレットラクトン (CVL)、ローダミンB base、メチレンバイオレット Berntnsen、フルオレセイン、1,3,3-トリメチルインドリノ-8'-メトキシ-ベンゾピリロスピラン等があるが、この中から非水溶性で、顕色剤との発色が鮮明であっ

\*1 化学繊維研究所  
\*2 ラクーパシステム株

たCVLを選別し、9種類の顕色剤（表1）との発色性を評価した。

CVLと顕色剤をイソプロピルアルコール（IPA）に溶解し70℃で1時間攪拌しながら溶液を調整した。吸光度測定は島津製作所製 紫外可視分光光度計UV-2400を用いて測定した。

表1 検討した顕色剤

No.	顕色剤
1	乳酸
2	CaCl <sub>2</sub>
3	クエン酸
4	酒石酸
5	フマル酸
6	没食子酸エチル
7	タンニン酸
8	無水マレイン酸
9	マレイン酸

## 2-2 増粘剤の選別と添加量

インクを繊維に塗布する場合、滲み防止のために、増粘剤が必要不可欠である。増粘剤はインク作製時に有機溶剤に溶け、かつ塗布した後は水にもわずかに溶解性を示すものが好ましい。これらの条件を満たす増粘剤は、エチルセルロース（EC）、エチルヒドロキシセルロース（EHC）、ヒドロキシプロピルセルロース（HPC）等がある。そこで、上記増粘剤からの選別と最適な添加量を検討するため、CVL、顕色剤としてマレイン酸、各増粘剤（0～6.4wt%）をIPAに溶解しインクを作製した。

## 2-3 顕色剤量の検討と発色試験

CVLに対して、顕色剤としてマレイン酸を1～20当量、EC3.0wt%をIPAに溶解し1時間60℃で攪拌した。作製したインクの発色試験は紙にマイクロピペットで12μLを塗布し、日本電色工業(株)製 Spectro Color Meter SE2000によりLab表色系にて色を決定した。

## 2-4 消失試験

インクを塗付した布おむつが、尿と反応して変色する色変化を色差で求めた。ポリエステル（5cm×5cm）にインクをマイクロピペットで75μL塗布し、発色試験と同じように色差計により Lab表色系にて色を

決定し、初期の発色とした。その後、インクを塗付した布をシャーレに入れ上から人工尿（1.9%尿素、0.8%NaCl、0.1%MgCl<sub>2</sub>、0.1%CaCl<sub>2</sub>）20mlを添加し、30分間放置した後、シャーレから布を取りだし、濡れたままでLab表色系にて測定し、初期の発色との色差を求めた。

## 2-5 インクの保存性試験について

布おむつレンタルシステムでは、布おむつを3日分まとめて施設等へ納品することになるので、インクが塗付後3日間退色しないことが必要不可欠である。そこで、作製から21日後までのインクについて、塗布後それぞれ7日経過後の発色試験を行い、インク保存性を検討した。

## 3 結果と考察

### 3-1 顕色剤の選別と発色性評価

表1に示した各顕色剤を用いて、9種類の溶液の吸光度を測定した（図3）。色素CVLに対して顕色剤をマレイン酸とした場合、吸光度2.9を示し、発色性が最も高いことが分かった。ところで、各顕色剤の酸解離定数（25℃）は以下の通りである（解離が多段階のものは、初期の値で比較した）。

pKa<sub>1</sub>=マレイン酸1.75<フマル酸2.85<クエン酸2.90<酒石酸2.99<乳酸3.66

これらのことから、検討した顕色剤の中でマレイン酸が最も高い発色性を示す理由は、他の顕色剤よりCVLを還元しやすいためと考えられる。

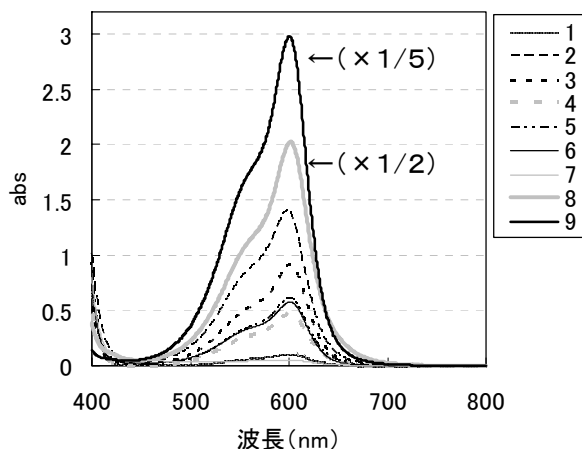


図3 顕色剤の発色性評価

### 3-2 各増粘剤量と消失性

増粘剤として、EC、EHC、HPCを用いて作製したイン

クの消失性の結果は以下の通りである（図4）。HPCは、人工尿に塗布後のインクが流出したため、増粘剤としては不適であった。図4より、色差 $\Delta E$ が最大の30となるEC3.0wt%が消失性が高いと評価できるので増粘剤として適当である。添加量は3.0wt%以上になると消失しにくくなり、風合いも堅くなることからできる限り抑えることが望ましい。

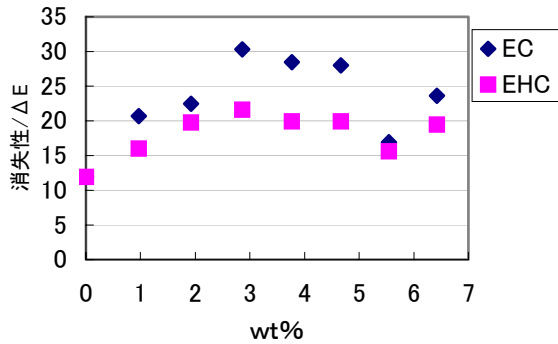


図4 増粘剤量と消失性（布）

### 3-3 顕色剤量と発色・消失性

$b^*$ は、青または黄の度合いを示し、負に大きいほどあざやかに青く、 $-20$ より $0$ に近づくと、くすんだ色になり、 $20$ より大きいとあざやかな黄色になる。図5に顕色剤量と発色・消失性の結果を示す。ちなみに発色性が高いことは、 $b^*=-20$ より負に大きい値である必要がある。図5より色素CVLに対して、顕色剤4当量で、 $b^*$ 、 $\Delta E$ が共に極大値をとる。このことから、最も発色性が良く、消失性が明確である顕色剤量とCVLの最適な当量は、CVLに対して顕色剤量4.0当量である。

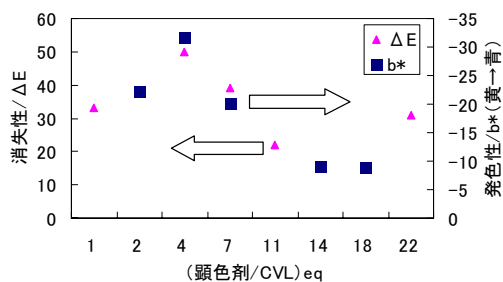


図5 顕色剤量とインクの発色（紙）・消失性（布）

### 3-4 インクの保存性について

インク作製日を0日とし、作製日から0, 3, 7, 21日後のインクを紙に塗付し、さらに7日間放置した後、色の発色性について評価した（図6）。インク作製日から0, 3, 7, 21日経過後も発色性は、 $b^*=-30\sim-20$ で安定して

いる。21日以内では、さらに退色が進むことはなかった。このことより、インクに必要な発色性である、 $b^*=-20$ より負に大である条件を満たしているので、インク、およびインクを塗布した布おむつは、3週間以内の保存後の使用は可能であるといえる。

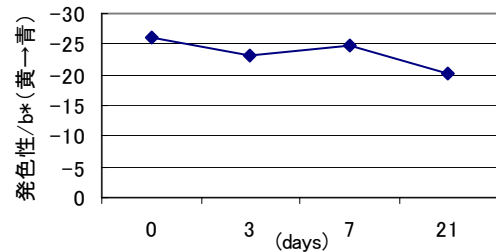


図6 インクの保存性（紙）について

## 4 まとめ

布おむつに酸化還元反応で変色する尿応答インクを塗布することで、特別な装置がなく簡便に尿検知できるおむつの作製に成功すると共に、尿検出インクの最適な組成を検討することで、以下のことを確立することができた。

- 繊維に塗布してもにじまない
- 発色性がよい
- 尿と接触したことが明確に判る（消失性がよい）
- インクおよびインクを塗布したおむつは、3週間まで保存して使用可能

## 5 参考文献

- 1) 堂ノ脇靖巳，泊有佐，鶴我恵子：福岡県工業技術センター研究報告，No. 15，p. 1-3 (2005)
- 2) 堀田吉彦：化学と工業，50巻，第7号，p. 1001-1003 (1997)

# ポリマー修飾ナノ微粒子の二次元配列構造を有する 新規な生体物質反応用基板の開発

浦川 稔寛\*1 木村 龍一\*2 吉永 耕二\*2 中野 菜穂子\*3 森田 博之\*3

## Adsorption Behavior of Protein to PMMA Plate Which Coated SiO<sub>2</sub> Particles

Toshihiro Urakawa, Ryuichi Kimura, Kouji Yoshinaga, Nahoko Nakano, and Hiroyuki Morita

本研究はタンパク質の吸着抑制機能を有する材料の開発を目的として、コロイダルシリカ表面へのポリマー修飾技術の開発と、そのタンパク質吸着抑制機能の評価について検討を行った。初めに、コロイダルシリカへ親水性ポリマーを修飾し、表面を親水的な状態へと転換した粒子を調製した。次に、調製した親水性粒子を基板の二次元面上へ配列させて親水化処理を行い、基板上へ吸着するタンパク質量が未処理のものと比較して変化するか検討した。その結果、粒子による親水化処理を施した基板は、未処理のものと比較してタンパク質の吸着が抑制されることが分かった。

### 1 はじめに

近年、サブミクロンからナノメートルサイズの高分子や無機微粒子を利用した加工技術に注目が集まっている。これらの材料の多くは、基材の表面特性を改質するための加工剤として用途展開されている。また、より付加価値の高い使用方法も検討されており、医療・バイオテクノロジー分野では、微粒子表面を用途に応じて機能化した材料を調製・利用することで、高感度、高速診断技術へ展開されている。このように、多くの分野において微粒子を用いた技術開発が目覚しく進展しており関心が高まっている。

微粒子を材料の機能化に利用する特長は比表面積の増大である。つまり、微粒子表面の状態を変化させ機能性を付与することは、バルク状態と比較して機能化できる面積が格段に広がることを意味し、機能の向上が実現される。さらに、近年の機器分析技術の発展により、微粒子の構造や粒径、表面電位等を迅速かつ正確に把握する事が可能となり、微粒子の生成技術の進展とあいまって、目的に適した微粒子材料の評価が容易になってきている。このように、微粒子を利用した材料開発はハード・ソフト共に実用段階となっている。

そこで、我々は微粒子を用いたタンパク質吸着抑制技術に着目した。例えば、生体適合性材料は常に生体内で使用されるため、タンパク質の吸着を少なくする機能が求められている。一般的に、材料表面の親水性

を高めることでタンパク質の吸着を抑制できる事が知られており、多くの生体適合性材料でも親水性の付与によって問題解決が図られている<sup>1)</sup>。高分子は分子構造を容易に変化させて化学的に親水化させることが可能なことから、親水性付与技術の一つとして高分子を使用する場合がある<sup>2),3)</sup>。高分子は有機合成によって置換基の数や位置などを自由に創製できることが特長であるが、高分子の微粒子化は合成や精製方法が煩雑であるため工業化には適していない。そこで、すでに微粒子化技術が確立しているコロイダルシリカの表面へ目的の機能性を有する高分子を被覆する方法を考案した。

本稿では、コロイダルシリカ表面に親水性高分子を導入した微粒子を調製し、この粒子を高分子基板表面へ被覆し、粒子で被覆された高分子基板のタンパク質の吸着特性がどのように変化するか評価を行って、タンパク質吸着抑制効果の検証を行った。その結果について以下に報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 表面修飾コロイダルシリカ粒子の合成

SiO<sub>2</sub>-MPS合成：粒径120nmのコロイダルシリカ2.1gを含む脱水エタノール (EtOH) 分散液20ml中へ、3-メタクリル酸プロピルトリエトキシシラン (MPS) 1.0gを混合し、55℃で24時間攪拌後、20mlのEtOHを用いて遠心洗浄を5回行った。洗浄によって得られた残渣を減圧乾燥することでメタクリル酸プロピルを表面に修飾したコロイダルシリカ (SiO<sub>2</sub>-MPS) 1.953gを調製した。

\*1 化学繊維研究所

\*2 九州工業大学

\*3 (株)ナイラボ



SiO<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>の合成：SiO<sub>2</sub>-MPS (200mg) とエチレンジアミン (50mg) を20mlのEtOH中で混合し、室温下24時間攪拌後、20mlのEtOHで5回遠心洗浄を行った。洗浄によって得られた残渣を減圧乾燥することでエチレンジアミン修飾コロイダルシリカ (SiO<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>) 185mgを調製した。

SiO<sub>2</sub>-PAAmの合成：SiO<sub>2</sub>-MPS (200mg) とポリアリルアミン (200mg) を20mlのEtOH中で混合し、室温下24時間攪拌後、20mlのEtOHで5回遠心洗浄を行った。洗浄によって得られた残渣を減圧乾燥することでポリアリルアミン修飾コロイダルシリカ (SiO<sub>2</sub>-PAAm) 207mgを調製した。

SiO<sub>2</sub>-PEGの合成：粒径120nmのコロイダルシリカ粒子500mgとポリエチレングリコキシアミドプロピルトリエトキシシラン500mgを50mlの脱水EtOH中で混合し、室温下24時間攪拌後、50mlのEtOHで5回遠心洗浄を行った。洗浄によって得られた残渣を減圧乾燥することでポリエチレングリコール修飾コロイダルシリカ (SiO<sub>2</sub>-PEG) 473mgを調製した。

SiO<sub>2</sub>-PACの合成：SiO<sub>2</sub>-MPS 250mgとアクリル酸2.0gを100mlのイオン交換水中に混合し、重合開始剤にAAP (2-2' アジビス-2-ジアミノプロパン二塩酸塩) 40mgを加え、70℃で6時間反応を行った。反応終了後、イオン交換水で8回遠心洗浄を行い、ポリアクリル酸修飾コロイダルシリカ粒子 (SiO<sub>2</sub>-PAC) 244mgを調製した。

## 2-2 QCM測定用基板の調製

QCM測定基板上へ、2-1で調製した各々の表面修飾コロイダルシリカを被覆する処理方法について検討を行った。

PMMA被覆基板の調製：19.6mm<sup>2</sup>の水晶発振子基板上に0.5mg/ml PMMA (ポリメタクリル酸メチル：平均分子量46000) の酢酸エチル溶液10μlを添加し、25℃で3000rpm, 15秒間スピコートし、PMMA被覆水晶振動子基板 (PMMA基板) を調製した。

コロイダルシリカ配列基板の調製：2-1で調製したコロイダルシリカ粒子を含む、アセトニトリル (和光純薬製)、MeOH (メチルアルコール：和光純薬製)、EtOH (和光純薬製)、イオン交換水の各分散液 (1mg/ml) を調製した。各分散液15μlをPMMA基板上へ滴下し、25℃で乾燥を行って、粒子の自己組織化によるPMMA基板上への被覆を行った。また、その基板表面の状態を観察し、最も均一な微粒子被膜を形成する方法の探索を

行った。なお、表面状態の観察はSEM (走査型電子顕微鏡：日本電子製 JSM-840F) を用いて行った。

## 2-3 QCM測定

合成した微粒子のタンパク質吸着抑制効果を検討するため、基板上へ吸着するタンパク質の重量評価をQCM (Quartz crystal microbalance: Seiko EG&G QCA917) を用いて行った。測定用基板は2-2に示した方法により調製したQCM発振子を使用した。この基板をリン酸緩衝溶液 (pH 7.0) 中25℃の状態安定化させ、濃度既知のBSA (ウシ血清アルブミン) を添加した。BSAの添加に伴って変化する発振子の周波数を計測し、これを各BSA濃度における吸着量に換算し、調製した基板のBSA吸着特性を評価した (図1)。

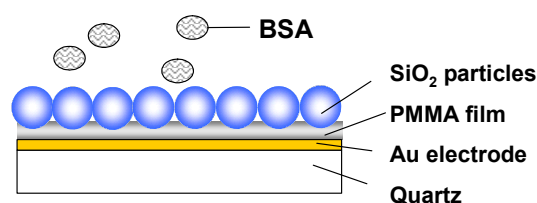


図1 QCM測定用基板の構造

周波数変化から重量変化を求める換算式は、

$$\Delta M = -\Delta F \times A \times \sqrt{(\mu \times \rho)} / (2 \times F^2)$$

である。ここで、 $\Delta M$ ：発振子の重量変化、 $\Delta F$ ：発振子の周波数変化、 $A$ ：発振子の表面積、 $\mu$ ：発振子定数、 $\rho$ ：振動子密度、 $F$ ：基準周波数である。また、 $A$ 、 $\mu$ 、 $\rho$ 、 $F$ の積は1.068である。よって上記式は、

$$\Delta M = -\Delta F \times 1.068$$

と表記でき、例えば共振周波数が1 Hz減少した場合は、発振子の重量が1.068 ng増加したことを意味する。また、測定発振子の面積は19.6 mm<sup>2</sup>であることから、単位面積あたりの吸着量 $\Delta m$  [ng/mm<sup>2</sup>]は、

$$\Delta m = \Delta M / 19.6$$

で求めることができる。

測定は、2-2の方法で調製した基板の $\Delta m$ と、その時のBSA濃度との関係求めた。その結果から、吸着量の少ないものを、タンパク質吸着抑制効果を有する材料として評価した。

## 3 結果と考察

### 3-1 配列方法の検討

調製したコロイダルシリカをPMMA基板上へ均一に被覆するため、粒子の自己組織化作用を利用した被覆処

理方法を検討した。被覆処理には、1mg/mlに調製したSiO<sub>2</sub>-PAAm粒子を含むアセトニトリル、MeOH、EtOH、イオン交換水の各分散液を用い、それを基板の上に15μlキャストして25℃で乾燥させた。乾燥に伴って粒子の自己組織化が促され、基板表面が粒子で被覆される。被覆状態を評価する為、SEMによって表面状態を観察し、PMMA基板の上に均一な粒子被膜が形成される条件を検討した。表面状態の観察結果を以下に示す。

#### 検討1：アセトニトリル分散

波状の凝集が観察され均一な被覆は見られなかった(図2)。

#### 検討2：MeOH分散

粒子の被覆状態は疎らで、多くの箇所はPMMA部分が剥き出しとなり、均一な被覆は見られなかった(図3)。

#### 検討3：EtOH分散

基板表面はコロイダルシリカで一様に覆われ、粒子による緻密な被覆状態を形成した(図4)。

#### 検討4：イオン交換水分散

基板の各所に大きな凝集が観察され、表面状態は不良であった(図5)。

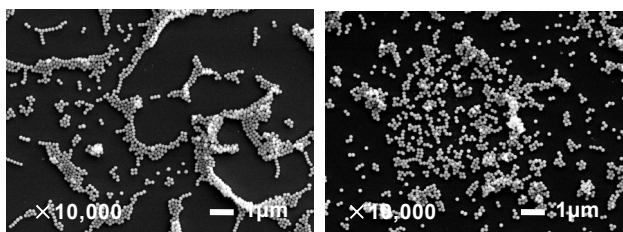


図2 アセトニトリル分散

図3 MeOH分散

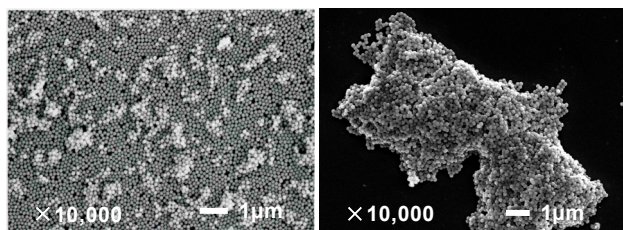


図4 EtOH分散

図5 水分散

以上の結果は、PMMA基板表面への粒子の被覆状態が分散剤の種類に大きく依存することを示している。良好な表面状態を形成したEtOHは検討を行った分散剤中で最も粘性率が高い(1.06cP)。また蒸気圧も61.5mmHgと高い。このことから、分散剤の粘度や揮発性などの物性が被覆状態に深く関与していることが示唆され

る<sup>4)</sup>。今回の検討結果から良好な表面状態の形成には、分散剤にEtOHを用いて行う被覆処理が最良である事が確認された。以上の知見から、QCM測定用基板はEtOHを分散剤に用いる上記処理方法によって調製を行った。

### 3-2 QCM測定

3-1の方法でコロイダルシリカを被覆した基板へのBSA吸着現象を重量変化として捉えるため、QCMを用いて測定を行った。

まず、BSAが基板上へ吸着する状態を解析するため、吸着平衡に達した後、基板をリン酸緩衝溶液で洗浄し、再びBSA溶液を加えて、再洗浄を行った。この操作において基板の振動数がどのように変化するか観察した(図6)。

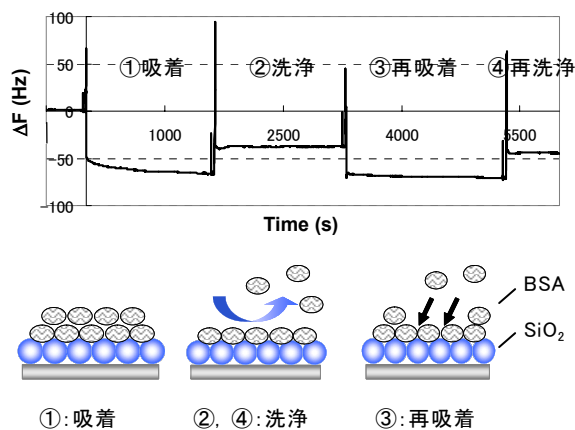


図6 吸着状態の評価と解析

その結果、①BSA吸着過程と③再吸着過程、並びに②洗浄過程と④再洗浄過程において、それぞれと振動周波数(Hz)の値がほぼ一致することが分かった。この現象は、①吸着過程で基板上へ多層にタンパク質が吸着し、②洗浄過程で積層部分が洗浄されて重量が減少(周波数が増加)、③再吸着過程において再びタンパク質が多層に吸着し、④再洗浄過程で再び多層部分が除かれたものと考えられる。また、②と④洗浄過程において測定基板の周波数に変化がみられていない。これは洗浄によって基板そのものに重量変化がないことを示している。このことは、被覆した粒子が基板表面から脱離していない事を示している。したがって、周波数の減少はBSA吸着量のみを示しており、上記測定方法によってBSAの吸着量を評価できる事が分かった。

そこで、PMMA、SiO<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>/PMMA、及びSiO<sub>2</sub>-PAAm/PMMAを被覆した基板へのBSA吸着量の測定をQCMによって行

った結果を図7に示す。

測定の結果、BSA濃度25 $\mu$ MにおけるPMMA基板へのBSA吸着量は6.8ng/mm<sup>2</sup>であるのに対し、SiO<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub> / PMMA基板では約4.0ng/mm<sup>2</sup>となり吸着量の減少が確認された。同様に、SiO<sub>2</sub>-PAAm/PMMA基板では約3.6ng/mm<sup>2</sup>となり、さらなる吸着量の減少が確認された。

これはSiO<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>の親水性がBSA吸着を抑制していることを示唆している。さらに、SiO<sub>2</sub>-PAAmはポリマー鎖由来のアミノ基に伴う親水性効果の増加に加えて、ポリマー鎖の立体的反発作用が加わり吸着抑制効果が高まったことを示している。

次に、SiO<sub>2</sub>-PEG/PMMA基板とSiO<sub>2</sub>-PAC/PMMA基板について同様に、QCMを利用したBSA吸着量測定実験を行った結果を図8に示す。

測定の結果、BSA濃度25 $\mu$ MにおけるPMMA基板へのBSA吸着量は6.8ng/mm<sup>2</sup>であるのに対し、SiO<sub>2</sub>-PEG / PMMA基板では約3.3ng/mm<sup>2</sup>となり吸着量の減少が確認された。この現象もPEGのポリマー鎖の親水性および立体的反発が作用しているためと考えられる。一方、SiO<sub>2</sub>-PAC/PMMA基板では約13.8ng/mm<sup>2</sup>となり、他のポリマー修飾コロイダルシリカと比較して、逆に吸着量が増大した。これは、測定環境がpH 7.0であるために、SiO<sub>2</sub>-PAC/PMMA基板表面のカルボキシル基が脱プロトン化したことによる静電的作用が影響しているものと考えられる。

以上の結果から、親水性ポリマーを導入したコロイダルシリカでPMMA基板表面の被覆を行うと、被覆していないものと比較して、基板表面へのタンパク質の吸着を抑制できることが分かった。また、この効果は粒子表面の官能基に大きく依存し、表面に電位を有するものは、吸着量が増大することが分かった。

#### 4 まとめ

コロイダルシリカ表面へ親水性ポリマーを導入した材料の開発と、得られた材料のタンパク質吸着抑制効果について検証を行った。その結果、粒子表面へアミノ基、もしくはポリエチレングリコール鎖を導入した材料に高いタンパク質吸着抑制効果が確認された。この結果は、コロイダルシリカ粒子の表面の親水基効果によるものと示唆される。このことは、タンパク質吸着抑制技術の主流として使用されてきた生体由来材料に代わる全く新しい手法を確立した事になる。

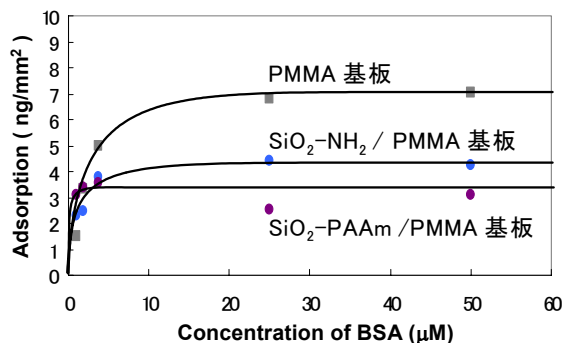


図7 QCM測定結果-1

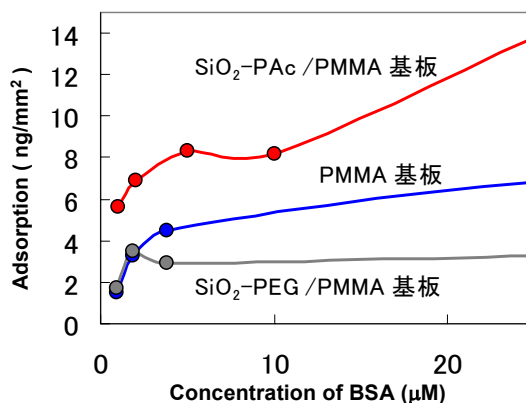


図8 QCM測定結果-2

#### 5 参考文献

- 1) M. Tanaka, et al., Biomacromolecules, Vol. 3, p. 36-41 (2002)
- 2) A. R. E. Holmlin, et al., Langmuir, Vol. 17, p. 2841-2850 (2001)
- 3) 高分子学会編: 高分子の物性 (3), p. 159-183, 共立出版 (1995)
- 4) 浅原照三他: 溶剤ハンドブック, 講談社 (1996)

# 撥水機能を付与した木材のソープフィニッシュ処理液の開発

堂ノ脇 靖巳\*1 林 眞一\*2 吉田 美裕紀\*2 関光 信也\*3

## Development of Soap-finish Treatment Liquids to Serve as a Water Repellent on Woods

Kiyoshi Donowaki, Shin-ichi Hayashi, Miyuki Yoshida, Nobuya Sekimitsu

石鹼を用いた木材のソープフィニッシュは、木の色彩、触感などの素材感を損ねない木材仕上げ塗装法として家具等に使用されているが、撥水機能が無く、汚れやすいため頻繁なメンテナンスが必要である。本研究では撥水機能を付与したソープフィニッシュ処理液の最適組成を各種機能にて検討を行った。この結果、飽和脂肪酸が優位であることが明らかとなった。

### 1 はじめに

我が国での木材塗装法は、化学合成塗料による皮膜形成が主流であるが、近年は健康・環境面から、天然由来成分である蜜ロウやオイルフィニッシュの亜麻仁油などを用いた自然塗装法が普及し始めている。しかし、これらは木が本来持っている素材感や機能を損ねるものであり、また塗装時に乾燥時間が長く、悪臭、可燃性（自然発火性）があるなど作業工程上の欠点があった。一方、上記した欠点が無く、かつエコロジータな木材塗装法として、天然の脂肪酸からなる石鹼液を木材に塗布する「ソープフィニッシュ」が知られており、北欧を中心に使用されている。しかし、この塗装は撥水性が無いために汚れやすい欠点がある。

そこで本研究では、木材内部で脂肪酸（石鹼）溶液A液と金属を含む無機溶液B液を接触させることにより、水に不溶な脂肪酸-金属錯体を生成させ、これにより木材表面に撥水機能を付与できる木材の処理方法

を開発した<sup>1)</sup> (図1)。ここでは、用いた脂肪酸の種類、濃度などの組成を変化させ、各種機能への影響について調査し、最適なソープフィニッシュ処理液組成を検討した。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 木材サンプルの作製

本研究で用いた木材は無垢ナラ材を用いて、以下のような処理にてサンプルの作製を行った。

処理：①手鉋

②#240サンドペーパーかけ

③A液塗布(2.5~3時間乾燥)

④#600耐水ペーパーで軽くサンディング

⑤B液塗布(約2.5時間乾燥)

⑥#1000耐水ペーパーで軽くサンディング

組成液の検討では脂肪酸としてラウリン酸(C12)、ミリスチン酸(C14)、パルミチン酸(C16)、ステアリン酸(C18)、オレイン酸(C18-1)を用いて行った。

#### 2-2 色彩変化測定

木材に塗布した後の色彩変化、防汚試験などの色彩に関する評価は、日本電子工業(株)製 Spectro Color Meter SE2000を用いて、ハンター方式Lab, 色差値はLabの値から算出した $\Delta E$ にて行った。

#### 2-3 浸透厚測定

生成した脂肪酸-金属錯体の浸透厚は、金属をX線マイクロアナリシス(EPMA)にて検出することにより脂肪酸-金属錯体を擬似的に観測した。

#### 2-4 撥水性試験

木材表面の撥水性は協和界面科学(株)製 接触角計 CA-DT・A型にて接触角を測定して評価した。測定は、

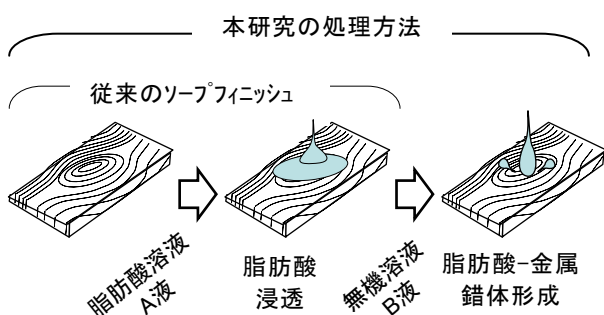


図1 ソープフィニッシュ処理方法

\*1 化学繊維研究所

\*2 まるは油脂化学(株)

\*3 関光デザイン事務所



液適法に従って木材表面に直径1.52mmの水滴を滴下後、5分後の接触角を読みとった。

### 2-5 耐汚染性試験

耐汚染性試験は、日本工業規格JIS K5961に従って行った。汚染物として醤油、ソース、クレヨンを用いて、1時間汚染し、規定の方法で洗浄、乾燥した後、汚染前との色差値にて評価した。

### 2-6 防炎試験

JIS Z2150「薄い材料の防炎性試験方法（45°メックルバーナ法）」に従って、加熱時間を1分間として試験を行った。全てのサンプルで残じんは1分後観測できなかったため、炭化長、残炎時間にて評価した。

## 3 結果と考察

### 3-1 木材加工による色彩変化

木材塗布後の色彩変化が少ないことはソープフィニッシュの特徴の一つである。そこで、本ソープフィニッシュにて撥水機能を付与した木材の色彩変化について検討を行った（図2）。この結果、本ソープフィニッシュ処理液にて処理した木材は、オイルフィニッシュに比べて変化が少なく、脂肪酸にはC12、C14、C16、C18などの飽和脂肪酸が有効であることが示された。

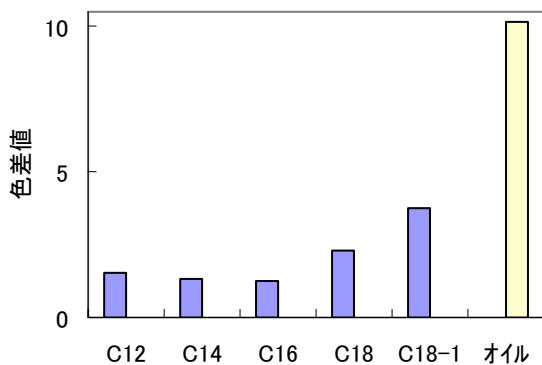


図2 塗布後の木材表面色彩変化結果

### 3-2 脂肪酸-金属錯体の木材への浸透厚調査

本ソープフィニッシュで生成する脂肪酸-金属錯体形成厚を測定することは、耐久性の観点からも重要であるが、直接的に検出することは困難であった。そこで、脂肪酸と金属の反応が速いことから、金属を検出することで木材内の脂肪酸-金属錯体の存在を近似的に調べることができると考えた。図3に木材表面から内部に向かって検出を行った金属相対的含有率を示す。B

液のみ塗布した場合は、約1mm程度浸透できるのに対して、A液とB液で処理した場合、2箇所測定を行ったが、いずれも0.2mmで検出が低くなった。以上の結果から、本ソープフィニッシュで生成する脂肪酸-金属錯体の浸透厚は0.2mm以下であると考えられる。

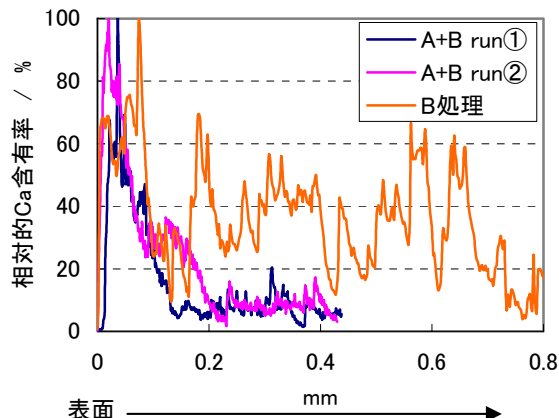


図3 EPMAによる金属検出結果

### 3-3 撥水性試験

本ソープフィニッシュの大きな目的である撥水性試験結果を図4に示す。未処理の木材では全く接触角は測定できなかったが、本ソープフィニッシュ処理により撥水性を付与することができた。特に、脂肪酸は先に示した色彩変化結果と同様に飽和脂肪酸が有効であった。

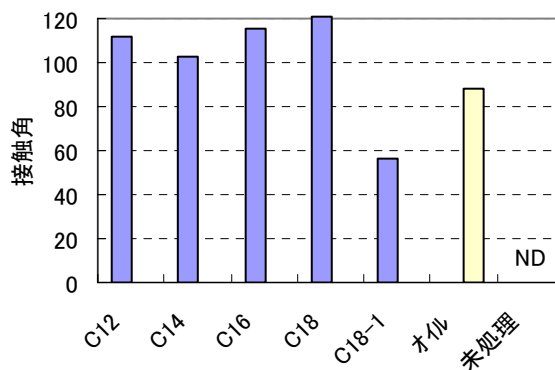


図4 撥水性試験結果

### 3-4 耐汚染性試験

本ソープフィニッシュ処理方法により撥水性を付与できたため、耐汚染性も向上したものと考えられる。そこで、醤油、ソース、クレヨンの汚染性について調べた。この結果を図5に示す。醤油、ソースについては未処理に比べて耐汚染性を示し、それぞれ最大で80%以上の汚染が低下できた。ここでも、撥水性と同様に

C12, C18などの飽和脂肪酸にて効果がみられ、撥水性を施すことで耐汚染性が向上できたと考えられる。しかしながら、クレヨンについては全体的に未処理と変化がなかった。そこで、塗装後の木材表面を電子顕微鏡にて観測した。この写真を図6に示すが、オイルフィニッシュでは皮膜を形成しているため、表面が滑らかであるのに対して、本ソーブフィニッシュ処理後の木材表面は導管が見え、表面が粗い。このために、水系の醤油やソースでは、疎水性の脂肪酸-金属錯体が生成するために撥水して耐汚染性は向上できたが、油系のクレヨンでは、表面の粗さでクレヨン物質が残り、汚染しているものと考えられる。

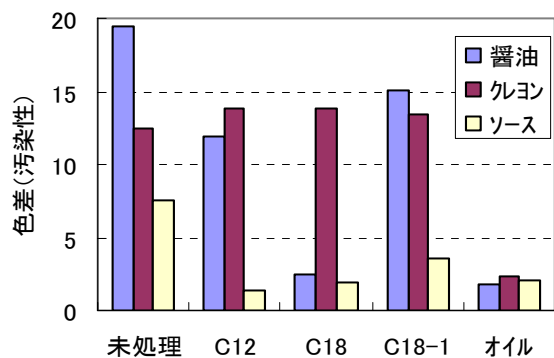


図5 耐汚染性試験結果

そこで、導管の目止めを行うことにより木材表面粗さを軽減することを考え、微粒子を本ソーブフィニッシュのB処理液に加えた。微粒子としては卵殻を用い、粒径は数~20ミクロンのものを用いた。C12, C18について比較した結果を図7に示す。この結果から全体的に撥水性は低下するものの、耐汚染性については微粒子を添加する効果が示され、特にクレヨンについては50%程度汚染性を低下できた。このことから、表面粗さが汚染に影響することが明らかとなった。また、C12では水系の醤油でも顕著な微粒子添加効果がみられた。そこで、経時的な汚染状況を調べたところ、図8のような結果が得られた。卵殻を入れていない系では、汚染物と接触したのと同時に汚染されているのに対して、卵殻微粒子を含む系では汚染速度が遅くなっている。この結果から、卵殻微粒子が木材表面の導管を目止めし、汚染物質の侵入を阻害しているものと考えられる。

以上の結果から、本ソーブフィニッシュでの耐汚染性は、醤油やソースなどの水系汚染物質については、



図6 木材表面観測

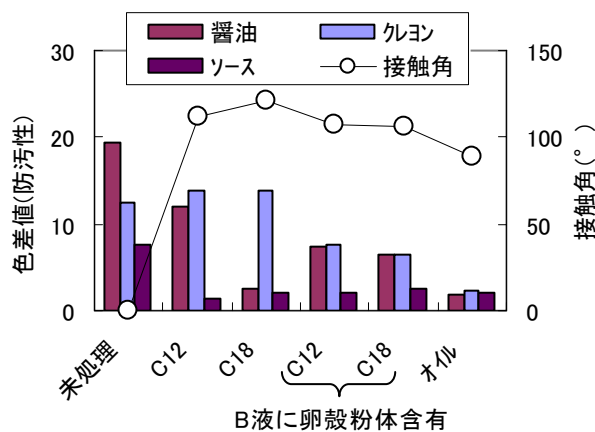


図7 耐汚染性における微粒子添加効果

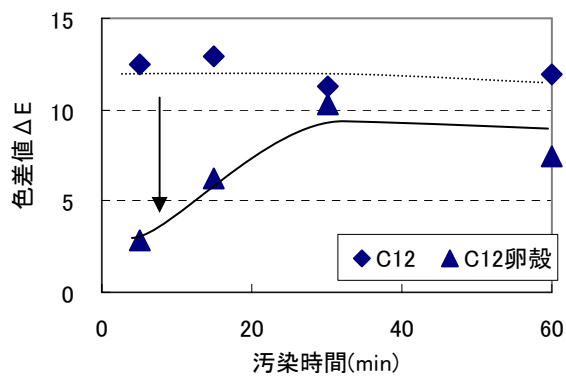


図8 C12の醤油における経時的汚染結果

脂肪酸-金属錯体の化学的な疎水効果が有効であり、さらに木材の表面導管を目止めするなど表面粗さの物理

的な低減方法を用いることで、水系、油系ともに効果が期待できることが明らかとなった。

### 3-5 防災試験

木材の欠点の一つとして可燃性があげられるが、脂肪酸の石灰塩、またはバリウム塩が木材の防火処理に使えることが知られており<sup>2)</sup>、本ソープフィニッシュ処理の防災性についても試験を行った。全てのサンプルで残じんは1分後観測できなかったため、炭化長、残炎時間についての結果を図9に示す。この結果から、全体的に炭化長は10cm未満であり、未処理やオイルフィニッシュとの優位差は見られなかったが、残炎時間では未処理に比べて最大96%も減少し、本ソープフィニッシュでも防災機能が示された。ここでも、特に飽和脂肪酸では残炎時間が短く、日本工業規格の防災2級（残炎時間5秒以内）程度の性能を示した。

材使用製品」

2)特許第168935号「木材、木板ノ防火処理法」

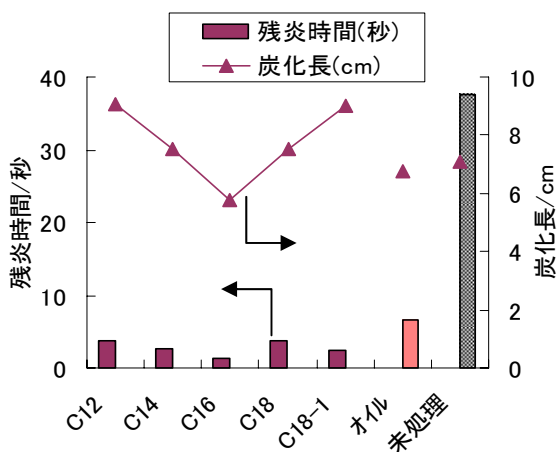


図9 防災試験結果

## 4 まとめ

報告した結果から、全体的に各機能において飽和脂肪酸が効果的であった。耐汚染性では微粒子の添加効果は明らかであったが、オイルフィニッシュと比べると汚染性は大きい。今後、さらに表面粗さを抑制するため、導管目止めを行いながら、その素材感、機能耐久性なども検討する必要がある。また、防災性については、撥水性付与、防汚性向上と同様に、従来のソープフィニッシュ処理方法と差別化する上で有効な結果であった。

## 5 参考文献

1)PCT/JP2006/300161「木材の撥水処理組成液及び木材の撥水処理方法並びに撥水処理木材及び撥水処理木

# プリント配線基板内蔵用高容量薄膜コンデンサの開発 ゾルゲル法で合成したチタン酸バリウムナノ粒子の結晶性

牧野 晃久\*<sup>1</sup> 山下 洋子\*<sup>1</sup> 藤吉 国孝\*<sup>1</sup> 有村 雅司\*<sup>1</sup>

## Development of a Film Capacitor Embedded Print Wiring Board with a High Capacitance Density

### Crystallinity of Nano-Sized Barium Titanate Particles Synthesized by Sol-Gel Method

Teruhisa Makino, Yoko Yamashita, Kunitaka Fujiyoshi, Masashi Arimura

電子セラミック材料へ応用可能なチタン酸バリウムナノ粒子の合成について、数多くの手法が研究されている。中でも液相を介する手法は均一微細な粒子を合成する手法として固相法などと比較して優位であるが、液相に含まれる水酸基由来の欠陥が最終製品にまで影響を及ぼすことが報告されており、問題となっている。そこで本研究では、高濃度ゾルゲル法によって合成したナノ粒子の欠陥についてTEMを用いて観察した。その結果、高濃度ゾルゲル法は合成時に水酸基を多く含む方法であるにもかかわらず、粒子内に水酸基由来の欠陥を形成することなく結晶性の高いナノ粒子を合成できることが明らかとなった。

#### 1 はじめに

高い誘電率を持つチタン酸バリウム ( $\text{BaTiO}_3$ ) は、セラミックコンデンサなどの電子部品に多く用いられている。近年、積層セラミックコンデンサの小型化、大容量化が進み、コンデンサを構成する誘電体層の薄層化が要求され、 $1\mu\text{m}$ 程度の厚みの誘電体薄膜が実現している。かかる厚みの誘電体薄膜を実現する上で、原料の微粒化、誘電体組成の均一化が重要となっている。特に、薄膜の電氣的絶縁性を確保する上で薄膜中に十層以上の粒子が積み重なっている必要があると経験上言われている。すなわち、 $\text{BaTiO}_3$ を用いて薄膜を形成する上で $100\text{nm}$ 以下の粒径及び組成が均一な粒子が要求されている。

従来、 $\text{BaTiO}_3$ 粒子を合成する方法として、炭酸バリウム粉末と酸化チタン粉末を出発原料として $1200^\circ\text{C}$ 以上の高温で $\text{BaTiO}_3$ とする固相法が安価であり、多く用いられてきた。しかしながらこの方法では粒子の大きさを $1\mu\text{m}$ 以下にするのは困難であるため、固相法により $\text{BaTiO}_3$ を合成した後、機械的に粉碎してサブミクロンの $\text{BaTiO}_3$ 粒子を得ている。しかし粉碎による粒子微細化では粒径分布がブロードになり、焼結時に異常粒成長しやすく電氣的特性が劣化するという問題がある。

一方、 $100\text{nm}$ 以下の $\text{BaTiO}_3$ 粒子を合成する方法としては、水酸化バリウムと水酸化チタンを $100^\circ\text{C}$ 以上で

オートクレーブ処理することにより得る水熱合成法などがある。水熱合成法は、固相法に比べて粒径が均一で微細な $\text{BaTiO}_3$ 粒子の合成が可能であると言われている<sup>1)</sup>。しかしながら得られる $\text{BaTiO}_3$ 粒子は、 $100^\circ\text{C}$ 以上の高温高压で合成されるために $\text{BaTiO}_3$ 結晶格子内に水酸基 (OH基) などに取り込まれるといった問題がある<sup>2,3)</sup>。これらを原料として用いるためには、熱処理を行い粒子の結晶性を高める必要があるが、熱処理後にも粒子内にOH基が残留し、最終的に薄膜内に気孔として残るといった問題があり<sup>1-3)</sup>、液相法の根本的な問題として捉えられつつある。

新たな $\text{BaTiO}_3$ ナノ粒子合成方法として、固相法において出発原料の微粒化により微細な $\text{BaTiO}_3$ 粒子を得る方法<sup>4)</sup>や、シュウ酸バリウムチタニルの熱分解により微細な $\text{BaTiO}_3$ 粒子を得る方法<sup>5)</sup>が報告されている。筆者らは、従来合成プロセスに替わる手法として、高濃度の前駆体溶液から結晶質 $\text{BaTiO}_3$ ナノ粒子を常圧、室温で合成できる高濃度ゾルゲル法<sup>6)</sup>を用いた研究を行っており、高結晶性ナノ粒子の合成、粒子径制御について研究を行っている。

本研究では、液相法である高濃度ゾルゲル法から合成した $\text{BaTiO}_3$ ナノ粒子についてTEM観察により結晶性評価を行い、他研究者らが報告する水熱合成法の結果と比較した。

\*1 化学繊維研究所



## 2 研究, 実験方法

### 2-1 BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子の調製

図1はBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子の調製方法を示したものである。前駆体溶液はジエトキシバリウム (Ba(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, 高純度化学研究所製) を乾燥窒素雰囲気中にてメタノールとエチレングリコールモノメチルエーテル (2-メトキシエタノール) の混合溶媒 (体積比3:2) に溶解した後, 等モルのテトライソプロポキシチタン (Ti(OCH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)<sub>4</sub>, 高純度化学研究所製) を加えて攪拌し, 濃度 $1.0 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-3}$  (1.0M) となるように調製した。

次いで前駆体溶液を-30°Cに保持し, 水とメタノールの混合溶液 (体積比1:1) を滴下した。混合溶液の滴下量は, 水の添加量が前駆体溶液中のTiに対して16モル倍となるようにした。得られたゲルは所定の温度で所定時間熟成処理 (エージング処理) を施し, BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子を得た。

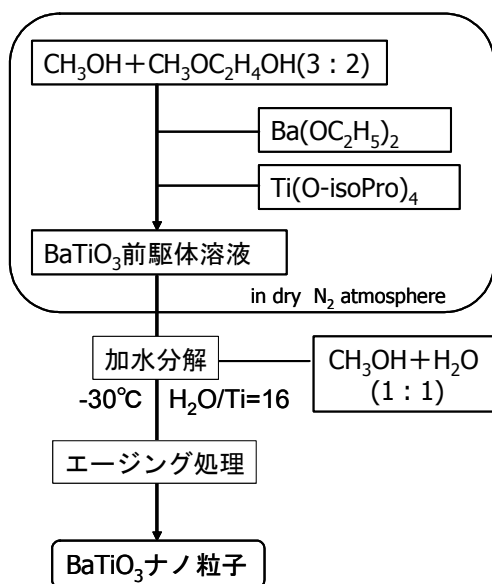


図1 BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子の調製プロセス

### 2-2 TEMによるBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子の結晶性評価

合成したBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子を2-メトキシエタノール中で濃度 $0.2 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-3}$  (0.2mM) となるようにBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子を投入し, 超音波を2時間照射した。超音波発生装置には, 投込型の発振子を有する超音波発生器 (カイジョー製, TA-4021) を使用し, 超音波の発振周波数は50kHzとした。超音波照射時の水槽の温度は, 20°C一定となるように恒温水循環装置によって調整した。かくして得られた溶液にマイクログリット (150-

Bメッシュ, 応研商事製) を潜らせ, 余分な溶媒をろ紙にて除去した後, 自然乾燥させてTEM観察に供した。TEM観察は透過型分析電子顕微鏡 (TEM; TECNAI-20, Philips社製) を用い, 加速電圧200kVで行った。また, 高分解能電子顕微鏡 (HRTEM; JEM-4000X, 日本電子製) を用い, 加速電圧400kVでBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子内の結晶構造を観察した。

## 3 結果と考察

### 3-1 エージング処理とBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子の結晶性

エージング処理条件を30°C×168時間 (7日間) および50°C×120時間 (5日間) として得られたナノ粒子を実験に用いた。図2は各々のナノ粒子をTEM観察した結果である。いずれの粒子も粒子径はおよそ20nm程度であり, 特に30°Cでエージング処理を施したナノ粒子は均一粒径であり, 1つ1つの粒子に結晶面 (ファセット) が明瞭に観察された。しかしながら50°Cでエージング処理を施したナノ粒子は, 粒子径は20nm程度であったが, 粒子径に若干のばらつきが見られ, 各々の粒子表面には異物もしくは空隙らしきものが数多く観察された。そこでTEM観察中にEDXによる元素の定性分析を行ったが, Ba, Ti, O, Cが検出され, 他の元素は検出されなかったことから, 他元素などの異物の付着ではないと考えられる。

Henningsらは水熱合成法で合成したBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子の欠陥について, TEMにより観察されたコントラストの差が熱処理後にさらに明確になり結晶格子内にOH基由来の欠陥が取り込まれることを報告している<sup>2),3)</sup>。また, 中野らは水熱合成法で合成したBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子のOH基由来の欠陥が熱処理により消失する様子をTEMによりIn-situ観察している<sup>7)</sup>。このように多くの研究者らがOH基由来とみられる欠陥の存在をTEMなどによって確認しており, OH基を含む原料あるいは溶媒を用いた合成方法ではこのような欠陥が発生すると報告している。本研究においても, 50°Cでエージング処理を施したナノ粒子のTEM写真は他研究者らが報告するTEM写真と同様の形態をしており, 有機物を含むOH基由来の欠陥が存在していると考えられる。

しかしながら, 30°Cでエージング処理を行った場合, 欠陥と思われるようなコントラストの差は観察されなかった。欠陥が粒子内に形成されない理由としては, 前駆体濃度を高めた高濃度ゾルゲル法という方法が,

30℃という複合酸化物の合成温度としては極めて低温で、かつ常圧で高結晶性のBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子が得られる方法であるために、粒子内に欠陥を形成することなく結晶成長できるためだと推測される。そこで、30℃でエージング処理を施したBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子について高分解能TEM観察を行い、粒子内の欠陥の有無及び結晶の形態について観察した。

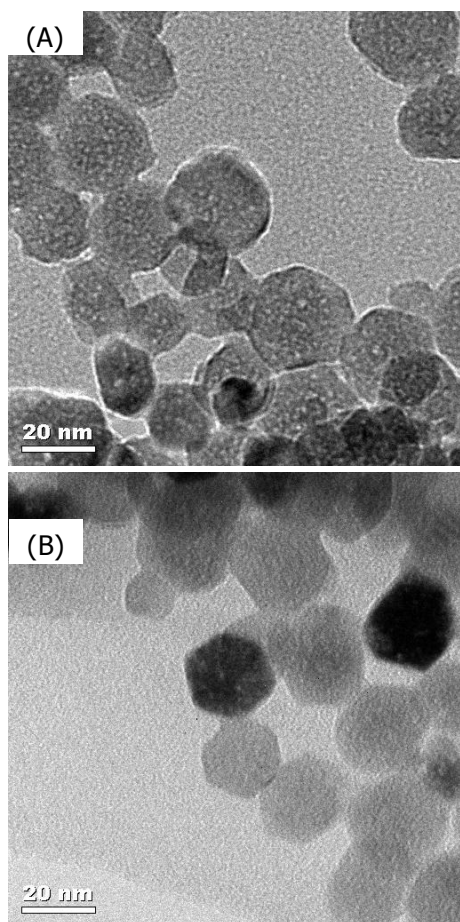


図2 BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子のTEM写真；(A) 50℃×120時間エージング処理、(B) 30℃×168時間エージング処理

### 3-2 HRTEMによる結晶構造評価

図3はエージング条件を30℃×168時間としたBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子のHRTEM写真およびその電子線回折図形である。本研究で合成したBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子は格子縞が明瞭に確認でき、ファセットがはっきりとした形状となっていた。粒子内部には図2 (A)に見られる明らかなコントラストの違いが存在せず、OH基由来の欠陥はないと考えられる。また、粒子が重なっていたために複数の粒子の電子線回折図形となっているが、回折点がはっきりと確認でき、結晶質の立方晶BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子であった。

また、粒子内部には格子像の乱れがファセットと同じ方向に直線状に2本観察された(図3 (A) 矢印)。この乱れが粒子の結晶成長方向であるファセットと同じ方向であり、直線が明瞭ではなくアモルファス成分を伴っていることから、ステップを形成し<sup>8)</sup>、エージング処理によりさらに結晶成長すると考えられる。またこのようなステップが形成されることは、下地となるチタン酸バリウム<sup>9)</sup>の結晶性が高いことを示している。

以上より、高濃度ゾルゲル法を用いて30℃のエージング処理を施したナノ粒子にはOH基由来の欠陥が存在せず、結晶性の高い粒子が得られたことが明らかとなった。

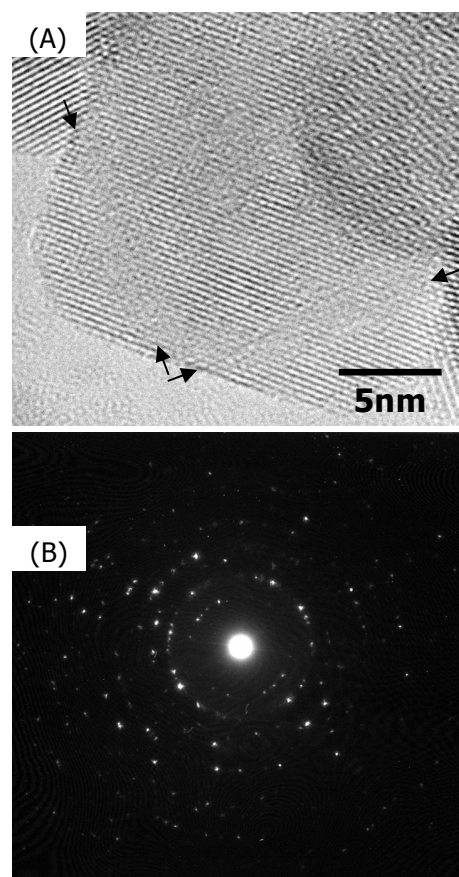


図3 BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子 (30℃×168時間エージング処理) の (A) HRTEM写真および (B) 電子線回折図形

### 4 まとめ

本研究では、液相法である高濃度ゾルゲル法から合成したBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子についてTEM観察により結晶性評価を行い、他研究者らが報告する水熱合成法の結果と比較した。その結果、30℃でエージング処理を行った場合、OH基由来と考えられている欠陥の存在は認められなかった。本方法が30℃という複合酸化物の合成

温度としてはごく低温で、かつ常圧で高結晶性の BaTiO<sub>3</sub> ナノ粒子が得られる方法であるために、粒子内に欠陥を形成することなく結晶成長できると推測される。また、高分解能透過電子顕微鏡写真及び電子線回折図形から本研究で合成したナノ粒子の結晶性の高さを確認することができた。

## 5 謝辞

本研究は、新エネルギー・産業技術総合開発機構平成17年度産業技術研究助成事業の助成を受け実施しております。

また、本研究の一部は文部科学省ナノテクノロジー総合支援プロジェクトの支援を受け実施しております。

## 6 参考文献

- 1) 和田智志ら : J. Ceram. Soc. Jpn., Vol.103, p.1220-1227 (1995)
- 2) D. Henningsら : J. Euro. Ceram. Soc., Vol. 9, p. 41-46 (1992)
- 3) D. Henningsら : J. Am. Ceram. Soc., Vol.84, p.179-182 (2001)
- 4) 水野洋一ら : 日本セラミックス協会2006年年会講演予稿集, p. 86 (2006)
- 5) S.Wadaら : Jpn. J. Appl. Phys., Vol.42, p. 6188-6195 (2003)
- 6) 桑原誠ら : セラミックス, Vol.36, p.415-419 (2001)
- 7) 中野裕美ら : 日本セラミックス協会2004年年会講演予稿集, p.160 (2004)
- 8) 黒田登志雄 : 結晶は生きている, サイエンス社, p.116 (1997)

# プリント配線基板内蔵用高容量薄膜コンデンサの開発

## チタン酸バリウムナノ粒子の超音波による解砕

有村 雅司\*<sup>1</sup> 牧野 晃久\*<sup>1</sup> 藤吉 国孝\*<sup>1</sup> 山下 洋子\*<sup>1</sup>

### Development of a Film Capacitor Embedded Print Wiring Board with a High Capacitance Density

#### Disaggregation of Nano-Sized Particles of Barium Titanate Using Ultrasonic

Masashi Arimura, Teruhisa Makino, Kunitaka Fujiyoshi, Yoko Yamashita

超微粒子の凝集体への超音波の照射は、装置および操作の手軽さに加えてコンタミネーションが少ないため、解砕手法として頻繁に用いられている。超音波による解砕は、超音波出力および超音波周波数の影響を受けると考えられるが、解砕に対する超音波周波数の効果に関する報告例は少ない。そこで本研究では、高濃度ゾルゲル法<sup>1)</sup>によって調製したチタン酸バリウムナノ粒子ゲルに様々な周波数の超音波を照射し、周波数がナノ粒子の解砕に与える影響について検討を行った。その結果、超音波の解砕能力は周波数依存性があり、検討を行った周波数では50kHzにおいて最も効果が高くなっていた。

#### 1 はじめに

ナノ～サブミクロンの超微粒子の製造方法には大別してブレイクダウン法とビルドアップ法がある。ブレイクダウン法は、大きな粒子を機械的に強粉砕することで超微粒子を製造するため、メディアあるいは容器等からのコンタミネーションが多い。そのため、純度を必要とする超微粒子の製造には、原子あるいは分子から直接的に粒子を生成する事ができるビルドアップ法が用いられている。しかし、超微粒子は容易に凝集を起こすため、ビルドアップ方式であっても単分散の超微粒子を得るための機械的な凝集体の「ほぐし」すなわち解砕作業が必要となる場合が多い。種々ある解砕手法の中で超音波の照射は、装置および操作の手軽さに加えてコンタミネーションが少ないことから、超微粒子の解砕手段として適していると考えられる。

著者らは、チタン酸バリウム (BaTiO<sub>3</sub>) ナノ粒子が分散したナノ粒子分散溶液を塗布することで、薄膜コンデンサの作製を行っている<sup>1)</sup>。分散溶液の作製は、高濃度ゾルゲル法により調製したBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子ゲルを分散媒中に投入し、超音波によってこれを解砕および分散することによって行っている<sup>1)</sup>。薄膜コンデンサの特性向上のために、分散溶液中のナノ粒子は単分散性が高い必要性があり、また、分散溶液の量産化を検討する上で、解砕効率の向上が必要不可欠である。よって分散溶液作製時の超音波照射条件の最適化を図

る必要がある。一般的に超音波による解砕処理は、凝集体に照射する超音波強度および再凝集の防止のための粒子濃度の最適化が重要であると言われている<sup>2),3)</sup>。しかしこれらの検討は、ミクロンオーダーの粒子に関して行われたものであり、ナノ粒子への適用性は不明である。また、超音波の重要な因子であると考えられる周波数に関する検討はほとんどなされていない。

そこで本研究では、BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子分散溶液の作製を様々な周波数の超音波で行い、周波数がナノ粒子凝集体の解砕に与える影響について検討を行った。

#### 2 研究, 実験方法

##### 2-1 BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子ゲルの調製

図1にBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子ゲルの調製フローチャートを示す。まず、等モルのバリウムジエトキシド (高純度化学研究所製) とチタンテトライソプロポキシド (高純度化学研究所製) を、乾燥窒素雰囲気中においてメタノールと2-メトキシエタノールの混合溶媒へ溶解して、1.0mol/Lの前駆体溶液を調製した。前駆体溶液を-30℃まで冷却した後、攪拌しながら水/メタノール混合溶媒 (体積比1:1) を滴下し加水分解を行った。水/メタノール混合溶液の滴下量は、水の添加量が前駆体溶液中のTiに対して20モル倍となるようにした。加水分解終了後、30℃で1週間の熟成 (エージング) 処理を行うことで、結晶子径 (単一粒径) が約25nmのBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子から構成されるゲル体 (BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒

\*1 化学繊維研究所

子ゲル) を調製した。

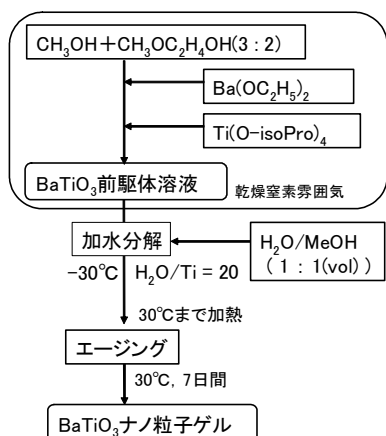


図1 BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子ゲルの調製プロセス

## 2-2 超音波照射によるBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子の解砕

分散媒である2-メトキシエタノール5ml中にBaTiO<sub>3</sub>濃度が約0.1M(約2wt%)となるようにBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子ゲルを投入し、超音波を所定時間照射してナノ粒子の解砕を行った。分散媒に投入したBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子ゲルの粒径(凝集径)は数mm~1cm程度である。超音波発生装置には、投込型の発振子を有する超音波発生器(カイジョー製, TA-4021)を使用した。超音波の照射は、図2に示すように、分散液容器を超音波振動子が入った水槽中へ配置して間接的に行った。超音波の周波数は19.5k, 28k, 50k及び100kHzを用いた。超音波出力は、超音波制御器上の設定で200Wとした。超音波照射時の水槽の温度は、20°C一定となるように恒温水循環装置によって調整した。

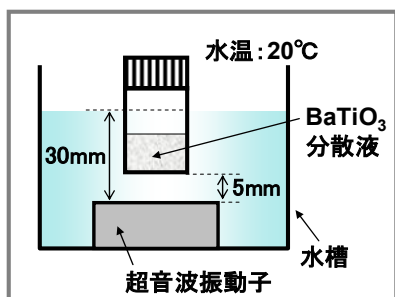


図2 超音波照射系の概略図

## 2-3 超音波出力の評価

超音波出力は解砕へ大きな影響を与えるため<sup>2)</sup>、超音波の周波数の効果を厳密に検討するためには、分散

溶液に伝わった超音波出力を把握しなければならない。本研究では、超音波エネルギーが熱エネルギーに変換されることを利用し、それぞれの周波数について次に示す方法により分散液容器内へ伝わった超音波出力の評価を行った。図2に示す超音波照射系において、分散液容器の中に分散液の代わりに水10mlを入れ、超音波照射による水温上昇を測定した。分散液容器中に伝わる超音波の出力 $I$  (W) は、水温上昇率 $dT/dt$  (°C/sec) を用いて式(1)より求めた。

$$I = dT/dt \cdot C_p \cdot M \quad (1)$$

ここで、 $C_p$ は水の熱容量(4.2J/g)であり、 $M$ は水の液量(10g)である。

## 2-4 ナノ粒子解砕状態の評価

ナノ粒子の解砕状態の評価は、超音波照射による凝集径の変化を測定することで行った。凝集径の測定は、動的光散乱方式による粒度分布測定装置(マルバーン社製, Nano-ZS)によって行い、キュムラント法<sup>4)</sup>により算出された平均粒径を凝集径と定義した。

## 3 結果と考察

### 3-1 分散液容器内の超音波出力の評価

超音波照射による分散液容器内の水温変化を図3に示す。水温の変化は超音波の周波数によって異なっているが、いずれの周波数においても超音波照射初期は照射時間とともに水温が線形的に増加し、その後、温度上昇率が低下する傾向があった。これは、分散液容器の断熱を行っていないため、系外に放熱されたことが原因である。そこで、放熱の影響が無視できると考えられる超音波照射初期の水温上昇率 $dT/dt$ から、式(1)を用いてそれぞれの周波数における容器内に伝わった超音波出力 $I$ を求めた(表1)。

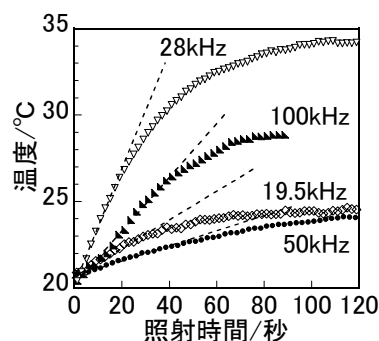


図3 超音波照射による分散液容器内の水温変化

表1 分散液容器内へ伝わった超音波出力

周波数	19.5kHz	28kHz	50kHz	100kHz
dT/dt (°C/sec)	0.079	0.39	0.044	0.12
出力 I (W)	3.3	16	1.8	5.0

分散液容器内へ伝わった超音波は、周波数によって大きく異なり、例えば28kHzは50kHzの約10倍となっている。超音波制御器上ではすべて200Wに設定をしているが、超音波振動子における電気-機械エネルギー変換効率、超音波の媒体となっている水あるいは分散液容器壁の超音波伝達効率が周波数によって異なることが原因と考えられる。前述したように、解砕に与える周波数の影響を厳密に検討するためには、これらの出力の差を考慮しなければならない。

### 3-2 超音波照射による凝集径の変化

超音波照射による凝集径の変化は、図4に示す様に、いずれの発振周波数においても、超音波照射初期に著しく減少、その後のなだらかな減少を経て概ね一定となる傾向が見られた。図5に、図4の横軸を照射時間の逆数としたグラフを示す。この図から、凝集径と照射時間の逆数との間には概ね比例関係があることが分かる。つまり、凝集径と照射時間の間には反比例の関係が成り立つ。それぞれの周波数における比例定数aを求めた結果を表2に示す。この比例定数aは「解砕のしにくさ」を反映した値となっている。比例定数aが大きい場合は凝集径の減少割合が小さく、解砕が進行しにくい状態であり、比例定数aが小さい場合は解砕が進行しやすい状態であるといえる。よって、比例定数aを解砕抵抗と定義した。比例定数の逆数1/aは、「解砕しやすさ」を反映した値となるため、解砕推進度と定義した（表2）。算出した解砕推進度は、周波数が19.5k, 100k, 50kそして28kHzの順に高くなっており、図4の結果を反映したものとなっている。

表2 解砕抵抗および解砕推進度

周波数	19.5kHz	28kHz	50kHz	100kHz
a(解砕抵抗)	110	25	27	46
1/a(解砕推進度)	0.0091	0.040	0.037	0.022

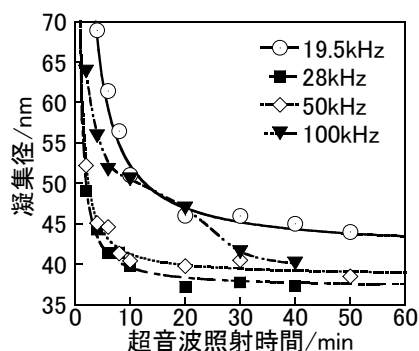


図4 超音波照射による凝集径の変化

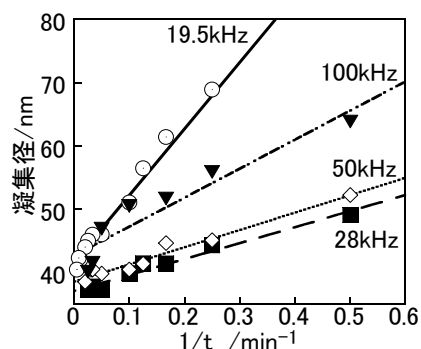


図5 超音波照射時間の逆数に対する凝集径の変化

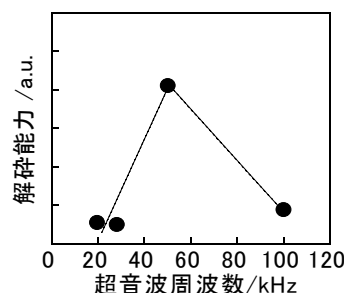


図6 解砕能力の超音波周波数依存性

### 3-3 解砕能力の超音波周波数依存性

表2の解砕推進度は周波数の影響だけではなく、表1に記載した分散液容器内へ伝わった超音波出力の影響も含んでいる。東谷らの報告では、超音波によって解砕した凝集体の粒径は、単位時間当たりに照射された超音波の総エネルギー $E_t$  (=出力・時間/体積)により決定されるとある<sup>5)</sup>。よって、解砕推進度を出力、時間および体積で規格化することで、超音波周波数が持つ解砕能力を評価できると考えられる。表1および表2に記載した超音波出力および解砕推進度は、すでに時間に対して規格化された状態である。そこで、表2に記載の解砕推進度を、表1記載の超音波出力および仕込みの分散液の液量(5ml)で除して規格化を行い、

超音波周波数が有する解砕能力とした。図6に求めた解砕能力の周波数依存性を示す。

解砕能力の周波数依存性は、50kHz付近で最大となる傾向があった。一般的な超音波分散器に用いられている20kHz付近の周波数（19.5k, 28kHz）と比較して、50kHzは約7倍の解砕能力を有していた。従来の超音波による凝集体の解砕に関する研究では、解砕能力の周波数依存性は報告されていない<sup>2),3),5)</sup>。従来の研究では、超音波出力を超音波制御器の設定出力で定義していたが、本研究では、実際に分散液容器に伝わった超音波出力を求めて、出力の効果と周波数の効果の分離を行ったために、周波数の効果が明確になったと考えられる。

#### 4 まとめ

本研究では、高濃度ゾルゲル法によって調製したBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子ゲルに様々な周波数の超音波を照射し、超音波の周波数がナノ粒子の解砕に与える影響について検討を行った。その結果、解砕能力は超音波の周波数に依存しており、50kHzで最も高くなった。50kHzにおける解砕能力は、一般的な超音波分散器の周波数（20kHz付近）と比較して、7倍程度あった。

#### 5 謝辞

本研究は、NEDO技術開発機構平成17年度産業技術研究助成事業の助成を受け実施しております。

#### 6 参考文献

- 1) 桑原誠ら：セラミックス, Vol. 36, No. 6, p. 415-416 (2001)
- 2) 柳田博明ら：微粒子工学大系第1巻, p. 821-825, フジテクノシステム(2001)
- 3) 東谷公：微粒子工学, p. 43-44, 朝倉書店(1994)
- 4) 日本工業規格：JISZ8826, P. 8-P. 9(2005)
- 5) K. Higashitami et al.: Colloids Surfaces A, Vol. 81, p. 167-170(1993)





駆体溶液中のTiに対して10モル倍となるようにした。加水分解終了後、30°Cで数日間の熟成（エージング）処理を行うことで、結晶粒径（一次粒径）が約10nmのBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子から構成されるゲル体（BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子ゲル）を調製した。なお、このBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子ゲルの粒径（凝集径）は数mm程度である。

分散媒である2-メトキシエタノール中にBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体ゲルを投入し、2-2～2-5の方法にてBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体の解砕を行った。

## 2-2 超音波ホモジナイザーを用いたチタン酸バリウム (BaTiO<sub>3</sub>)ナノ粒子凝集体の解砕

ガラス製の容器に2-メトキシエタノールとBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体ゲルを濃度0.2mol/L、液量5mLとなるように投入し、(株)トミー精工製の超音波発生機UD-201のプロブを溶液の中に入れ、超音波を所定時間照射してナノ粒子凝集体ゲルの解砕を行った。

## 2-3 超音波照射器を用いたチタン酸バリウム (BaTiO<sub>3</sub>)ナノ粒子凝集体の解砕

ガラス製の容器に2-メトキシエタノールとBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体ゲルを濃度0.2 mol/Lとなるように投入し、超音波を所定時間照射してナノ粒子凝集体ゲルの解砕を行った。超音波の照射は、分散液容器を超音波振動子が入った水槽中へ図2に示すように配置して間接的に行った。なお、超音波発生装置には、投込型の発振子を有する超音波発生器（カイジョー製、TA-4021）を使用し、超音波の発振周波数は19.5kHzとした。また、超音波照射時には、恒温水循環装置によって水槽中の温度を20°Cとした。

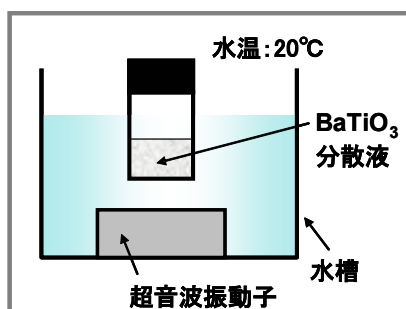


図2 超音波照射系の概略図

## 2-4 湿式衝突型粉砕器（アルティマイザー）を用いたチタン酸バリウム (BaTiO<sub>3</sub>)ナノ粒子凝集体の解砕

ガラス製の容器に2-メトキシエタノールとBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体ゲルを濃度0.25mol/L、液量1Lとなるよ

うに投入し、2-2で記述した方法でナノ粒子凝集体ゲルを約60nmまで解砕した。この液を(株)スギノマシン製のアルティマイザーHJP-25005を用いて、噴射圧力245MPaで液を対向衝突させ、ナノ粒子凝集体ゲルの解砕を行った。

## 2-5 コロイダーを用いたチタン酸バリウム (BaTiO<sub>3</sub>)ナノ粒子凝集体の解砕

(株)エスエムテー製のミニコロイダーMC-1に、2-メトキシエタノールとBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体ゲルを濃度0.2mol/L、液量1Lとなるように投入し、8000rpmで所定時間処理し、ナノ粒子凝集体ゲルの解砕を行った。

## 2-6 ナノ粒子解砕状態の評価

ナノ粒子凝集体の解砕状態の評価は、凝集径の変化を測定することで行った。凝集径の測定は、動的光散乱方式による粒度分布測定装置（マルバーン社製、Nano-ZS）によって行い、キュムラント法<sup>2)</sup>により算出された平均粒径を凝集径と定義した。

## 3 結果と考察

### 3-1 超音波ホモジナイザー処理による平均粒径の変化

5mLのBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体を含むサンプル溶液に超音波処理し、所定時間おきに凝集体の平均粒径を測定した。その結果（図3）、処理時間と共に凝集径は減少していき、当初数mm程度の大きさのBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体が、10分後に約40nmにまで解砕できた。しかし、一次粒子の粒径である10nmまでは解砕・分散できなかったことから、次に超音波照射を検討した。

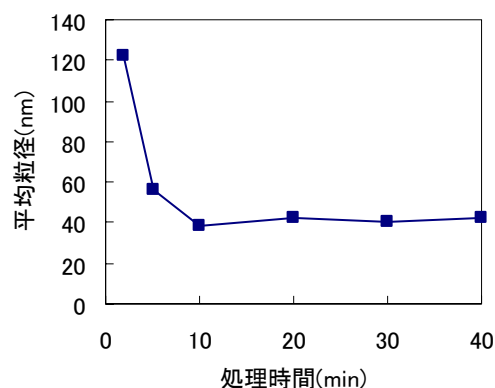


図3 超音波ホモジナイザー処理によるBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体の平均粒径の変化

### 3-2 超音波照射による平均粒径の変化

5mLのBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体を含むサンプル溶液に

超音波処理し、所定時間おきに凝集体の平均粒径を測定した。その結果、処理時間と共に凝集径は減少していき、20分後に約20nm、120分後に12nmまで解砕され、ほぼ一次粒子にまで解砕・分散するのに120分の時間を要した。

一方、本手法では、処理する液量を数百mL程度までにしか増やせず、また液量を数百mL程度にするとほぼ一次粒子にまで解砕・分散するのに24時間程度の時間が必要であった。そこで、多くの液量を短時間で解砕・分散する装置として湿式衝突型粉碎器に着目し、次に検討した。

### 3-3 湿式衝突型粉碎器(アルティマイザー)処理による凝集径の変化

アルティマイザーの装置模式図を図4に示す。装置に入れられた溶液に超高压をかけて互いに衝突させ微粒化する装置である。短時間で微粒化が可能、粉碎媒体を使用していないためコンタミネーションが少ない、均一でシャープな粒度分布が得られる、連続処理が可能で大容量化も容易であるといった特徴がある。

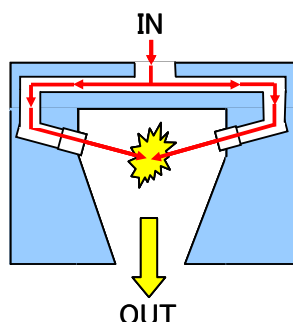


図4 湿式衝突型粉碎器 (アルティマイザー) の装置模式図

1LのBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体(平均粒径約60nm)を含むサンプル溶液をアルティマイザーで処理し、所定時間おきにサンプリングして凝集体の平均粒径を測定した。その結果(図5)、パス回数5回で約15nmのほぼ一次粒子にすることができた。ここでパス回数とは、衝突回数であり、パス回数5回に要する時間は約10分間であった。

このように、10分間という短時間で1Lの溶液を処理することができた。しかし、アルティマイザーでは、ノズル径の大きさの関係から、BaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体の大きさを、当初の数mmから数十μm以下に予め解砕しておく必要がある。そこで次に、多くの液量を短時

間で数十μm以下に解砕・分散する装置としてコロイダーに着目し、次に検討した。

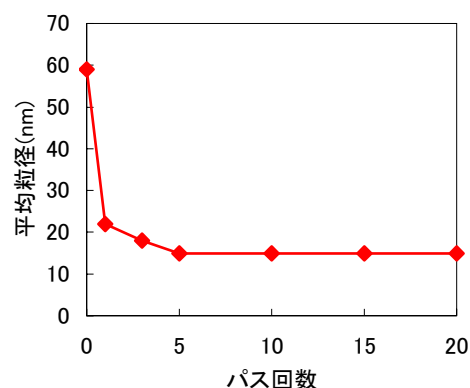


図5 湿式衝突型粉碎器 (アルティマイザー) 処理による平均粒径の変化

### 3-4 コロイダー処理による凝集径の変化

ミニコロイダーの装置模式図を図6に示す。ホッパーから供給された溶液サンプルは、高速回転するローターとその周囲の固定されたステーターの間を通過することにより、非常に強力な衝撃、剪断、圧縮、摩擦等の力が与えられる。さらにこの時、高速回転によるキャビテーション作用によっても粒子が微粒化される。

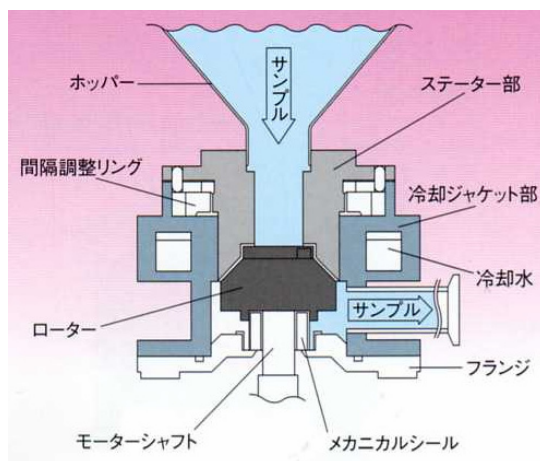


図6 ミニコロイダーのフロー模式図

1LのBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子凝集体(凝集体径数mm)を含むサンプル溶液をミニコロイダーで処理し、所定時間おきにサンプリングして凝集体の平均粒径を測定した。その結果(図7)、処理時間5分で数mmの凝集体が約180nmまで解砕され、その後、徐々に解砕されて420分で134nmとなった。

よって、5分間程度ミニコロイダー処理により粗粉碎した後、湿式衝突型粉碎器(アルティマイザー)で

処理することで、1L程度のBaTiO<sub>3</sub>ナノ粒子分散溶液を数十分で調製可能であると考えられる。

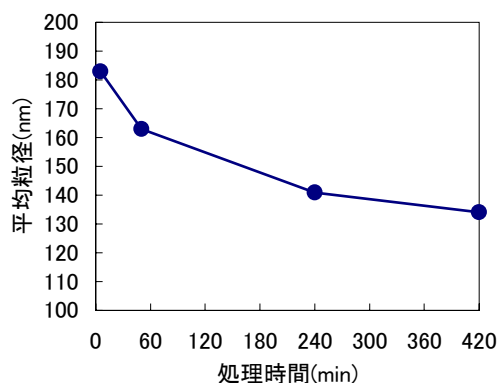


図7 ミニコロイダー処理による平均粒径の変化

#### 4 まとめ

本研究では、高濃度ゾルゲル法によって調製したゲル状のチタン酸バリウムナノ粒子凝集体（凝集径数mm程度）を、大量にかつ早く解砕・分散可能な方法を見出すことを目的に、種々の微粒化方法について検討した。その結果、コロイダーで粗粉碎した後、湿式衝突型粉碎器で処理することで、1L程度のチタン酸バリウムナノ粒子分散溶液を数十分で調製可能なことが明らかとなった。

#### 5 謝辞

本研究は、NEDO技術開発機構平成17年度産業技術研究助成事業の助成を受け実施しております。

#### 6 参考文献

- 1) 桑原誠ら：セラミックス，Vol. 36，No. 6，p. 415-416 (2001)
- 2) 日本工業規格：JISZ8826，P. 8-P. 9 (2005)

# 多機能レンガの製造システム開発支援

小松 夢子\*1 阪本 尚孝\*2 鐘ヶ江 裕志\*3 田中 浩\*4 中野 辰博\*4 牧 恒雄\*5

## Study on Design and Production Technology of Multifunctional Brick

Yumeko Komatsu, Naotaka Sakamoto, Hiroshi Kanegae,

Hiroshi Tanaka, Tatsuhiko Nakano, Tsuneo Maki

レンガは従来、単なる固くて強い土木建材として利用されてきたため、その製造技術開発においては物理的強度を確保することが重視されてきた。レンガの新たな用途展開を図るためには強度以外に消臭性・緑化性・断熱性・保水性など、これまでレンガにはなかった新たな機能を付与することが必要である。本研究では、製造条件によるレンガの基本性能変化を調査するとともに、マイクロ構造を制御した多機能レンガ製造法について検討した。その結果、機能を付与するためのベースとなるレンガの開発に成功した。このレンガは特異なマイクロ構造を有しており、非常に高い揚水能力があることが明らかになった。また、フィールドテストを行った結果、本研究において開発したレンガを舗装材として用いることで極めて高いヒートアイランド抑制効果が得られることが示された。

### 1 はじめに

紀元前8000年頃の日干しレンガに始まって以来、レンガは現在に至るまで建築物、公園、道路などの様々な場所で広く利用されてきた。しかし、レンガは単純な建材として認識されてきたため、その製造技術開発は土木建材としての性能、つまりJIS規格やJASS規格を満足することを目的に取り組みられてきている<sup>1,2)</sup>。そのため、強度や吸水率といった基本性能を自由に制御するというよりも、むしろ一定レベル以上のものであればよいとされる観念があり、レンガ自体の利用範囲を限定する要因ともなっている。これからのレンガは「固くて強い」だけではなく、機能性を有することが不可欠であるが、機械的強度以外の「機能」を重視したレンガの製造法に関する知見は乏しいのが現状である。そこで本研究ではレンガの微構造を制御し、消臭性・緑化性・揚水性など、従来のレンガにはない機能を付与することで、多機能型レンガを製造することを目的とした。機械的強度と機能を併せ持つレンガの開発により、その用途の飛躍的な拡大が期待できる。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 レンガの基本性能制御

##### 2-1-1 既存レンガの物性データベース化

レンガの吸水率・強度などJIS規格・JASS規格で定められた物性は原料の種類・配合条件、成型法、焼成条件によって大きく変化する。しかしながら、経験則はあっても製造条件によって、具体的にどの程度基本性能を制御できるかは明確にされていない。現在、荒木窯業(株)にて製造されているレンガの物性値にどの程度幅があるのかを把握するために、既存レンガの基礎データ整理を行った。なお、項目は吸水率、曲げ強度および圧縮強度とした。

##### 2-1-2 基本性能の製造条件依存性調査

機械的強度の製造条件依存性を明らかにするために、スタンダードタイプの赤系レンガ(レッド)およびベージュ系レンガ(ミックスベージュ)2種類について基礎試験を実施した。原料の種類と配合・成型条件・焼成雰囲気等を固定し、800℃~1200℃の温度範囲で焼成した。焼成時の昇温速度は2℃/min、保持時間を1hrとした。作製した試験体について、吸水率および曲げ強度の測定を行った。

#### 2-2 機能性レンガの開発

##### 2-2-1 レンガ製造条件の検討

レンガ原料には赤系レンガ用粘土を母材とし、古紙再生工場から排出されるパルプスラッジ(PS)を気孔形成材として用いた。パルプスラッジの添加量は0vol%(PS0)、10vol%(PS10)、20vol%(PS20)、30vol%(PS30)、

\*1 化学繊維研究所

\*2 機械電子研究所

\*3 (財)福岡県産業・科学技術振興財団

\*4 荒木窯業(株)

\*5 東京農業大学

40vol% (PS40) および50vol% (PS50) とした。調整した原料を用いて湿式押し出し法により成型体(φ 24mm × 100mm)を作製した。電気炉を用いて600℃～1200℃、酸化雰囲気中で焼成を行い、試験体を得た。

### 2-2-2 パルプスラッジ含有レンガの物性評価

作製したレンガ試験体について吸水率と曲げ強度の評価を行った。測定法はJIS規格およびJASS規格に準拠した<sup>1,2)</sup>。また、レンガの微構造を調べるために気孔径、気孔径分布、比表面積および気孔容積の測定を行った。さらに、機能性評価として揚水試験を行った。

## 3 結果と考察

### 3-1 レンガ製品の物性基礎データ

荒木窯業(株)にて製造されているレンガ製品の吸水率、曲げ強度、圧縮強度の分布を調査した。ほとんどのレンガは10%以下の吸水率であり、JIS規格を満たす範囲の値であった。曲げ強度の場合、レンガに通水孔を導入し、透水タイプとすることで強度が若干低下することがわかった。また、圧縮強度も規格を満たす範囲に分布していた。つまり、一般的な建材としてレンガを利用するためには強度の確保は不可欠であるため、ほとんどのレンガはJIS規格およびJASS規格を満たす範囲に分布しており、強度確保に関する知見は既にあると考えられる。逆に、意図的に吸水率を高くしたり強度を低くした、いわゆる規格外のレンガ製造法に関する知見が乏しいことが示された。

### 3-2 レンガ物性値と製造条件の相関性

スタンダードタイプの赤系レンガ・レッド(以下Rと表記)の焼成温度による吸水率および曲げ強度の変化をそれぞれ図1、図2に示す。

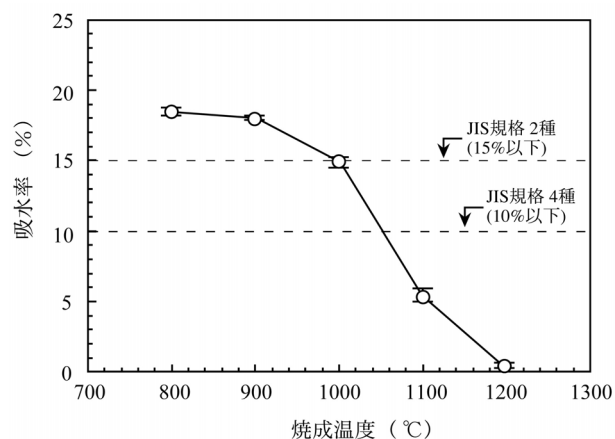


図1 スタンダードタイプレンガにおける吸水率の焼成温度依存性

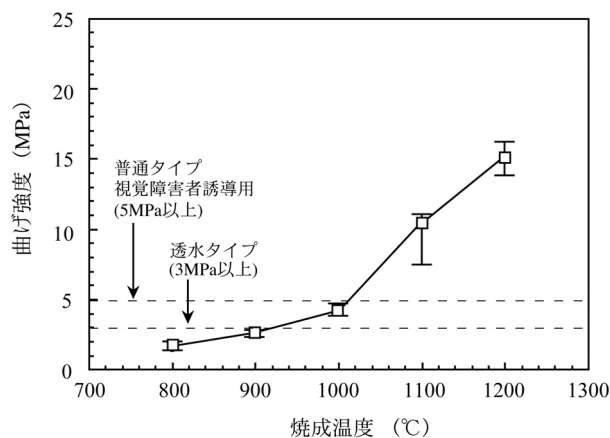


図2 スタンダードタイプレンガにおける曲げ強度の焼成温度依存性

Rの吸水率は焼成温度により0.4%～18.2%の範囲で変化した。1000℃付近から急激に低くなり、焼成温度1200℃では1%以下の値となった。この結果より、使用目的に応じ、ほとんど吸水しないレンガや多量の水を吸い込むレンガなど、任意の吸水率を有するレンガの製造が可能であることが明らかになった。曲げ強度は焼成温度の上昇に伴い高くなり、900℃以上の温度範囲ではJASS規格を満たすレンガが得られた。規格外の低強度なレンガから規格値の約3倍のという極めて高い強度を有するレンガの製造が可能であることがわかった。この場合、1000℃付近で焼結が急激に進行し、吸水率は低下、曲げ強度が上昇すると考えられる。つまり、焼成温度以外の製造条件が固定されている場合、温度制御によってレンガの物性値を広範囲にわたり任意に制御できることが明らかになった。

また、ベージュ系レンガ・ミックスページュについても赤系レンガの場合と同様に、給水率は焼成温度の上昇に伴い低下し、曲げ強度は高くなる傾向を示した。しかしながら、赤系に比べると数値幅は狭く、数値のばらつきも大きくなった。これは、原料の可塑性、焼結性に違いがあるためと思われる。

### 3-3 基本性能の製造条件依存性

パルプスラッジを添加したレンガについて、吸水率および曲げ強度の測定を行った。その結果、レンガの吸水率は焼成温度の上昇に伴い減少し、1000℃以上の温度範囲で急激に低下する傾向が認められた。1000℃以上の高温域で焼結が著しく進行すると考えられる。また、パルプスラッジを添加したレンガはPS0に比べて全体的に高い吸水率を示した。曲げ強度は焼成温度

が高くなるほど増加する傾向を示した。本研究で用いたスラッジには多量のCa分が含まれているため焼結性が悪くなり、PS0に比べるとPS含有レンガの吸水率は高く、強度は低くなったと推察される。この現象は原料配合時に焼結助材や骨材などの他原料を配合することで改善可能と考えられる。

### 3-4 揚水率の製造条件依存性

作製したレンガ試験体について揚水試験を行った。揚水性の評価はあらかじめ110℃で24hr乾燥させた試験体を常に10mm水に浸漬させた状態で直立させ、時間経過に伴う重量変化を測定することで行った。揚水率は、試験体の乾燥重量( $m_0$ )および一定時間( $t$ )経過後の重量( $m_t$ )を用いて、次式により算出した。

$$\text{揚水率}(\%) = (m_t - m_0) / m_0 \times 100$$

PS0およびPS30の測定結果を図3に示す。PS0の揚水率は最大でも5%程度であった。また、試験開始から数時間経過しても液面から数cmの高さまでしか揚水しなかった。一方、パルプスラッジ入りレンガはPS0と比較して非常に高い揚水率を示した。PS添加によりレンガの揚水能力は著しく上昇し、PS50の揚水率はPS0の約5倍であった。PSを用いることでレンガの微構造が変化し、揚水率に差が生じたと考えられる。また、焼成温度1000℃の条件下で揚水率が最大となることも明らかになった。PS含有レンガの場合、試験開始から2時間程度経過すると水は試験体の上端に達した。その後は飽和状態に達し、水がレンガの底面から上端まで安定的に供給されていると考えられる。また、PS含有レンガは揚水速度も速く、レンガ表面に接触した水を素早く内部へ取り込むことが示された。

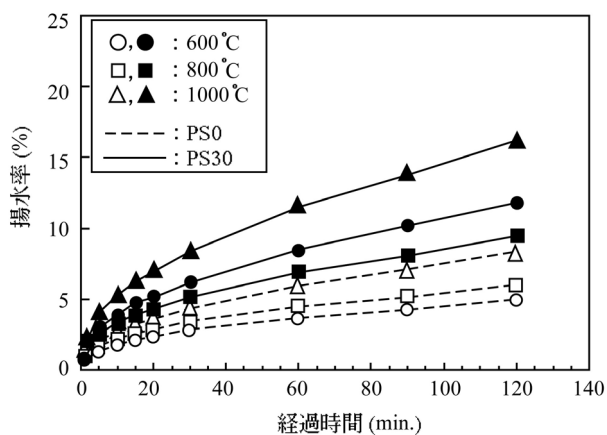


図3 焼成温度による揚水率の変化

前述したように、PS含有レンガの基本性能はPS添加量の増加に伴い低下する。一方、揚水率はPSを多く添加することで著しく上昇する。しかし、PS40およびPS50については白華現象が認められ、意匠性の点で問題があった。以上の結果を考慮すると、パルプスラッジ含有レンガの製造条件としてはPS添加量が30vol%, 焼成温度は1000℃が適切であると考えられる。この条件下で製造したレンガの基本性能を表1に示す。JASS規格を満たす良好な物性値が得られた。建材としての強度と特有の微構造を有するレンガの製造が可能となるため、このレンガをベースとした消臭材や緑化資材、断熱材等への展開が期待できる。

表1 パルプスラッジ含有レンガの物性値

	測定値	規格値 (透水性)
吸水率 (%)	12.6	—
曲げ強度 (MPa)	3.4	3.0以上
圧縮強度 (MPa)	37.6	17.0以上

### 3-5 PSレンガの微構造解析結果

揚水効果は、パルプスラッジを添加することでレンガ内部に形成された微細な連続孔に由来する毛細管現象によるものと考えられる。そこで、レンガの微構造解析を行った。測定には1000℃で焼成した、最も揚水性の高い試験体を用いた。気孔径、比表面積および開気孔容積を表2に示す。

表2 レンガ内部の気孔径、比表面積および気孔容積

	PS0	PS30
平均気孔半径 ( $\mu\text{m}$ )	0.09	0.126
比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	3.80	4.39
開気孔容積 ( $\text{ml}/\text{g}$ )	0.165	0.277

PS0に比べ、PS30の平均気孔径は極めて大きいことが明らかになった。また、比表面積および開気孔容積も大きくなっており、パルプスラッジを添加することでレンガの内部に独特の連続孔が形成されていること

がわかった。

また、PS0およびPS30の気孔径分布図を図5に示す。いずれの場合も気孔径は3nm~5 $\mu$ mの間に分布しているが、ピーク位置が異なることが示された。PS0の場合、ピーク位置は0.4 $\mu$ m付近にあるのに対し、PS30の孔径は1 $\mu$ m付近に最大値を持つ。つまり、通常品よりも大きな比表面積と気孔容積を有するのである。この孔径分布の違いが揚水性に影響をおよぼしていると推察される。従って、建材としての機械的強度と高い揚水機能を得るためには、気孔径が従来品と同程度の分布幅を持ち、なおかつ1 $\mu$ m付近にピークを有することが望ましいと考えられる。

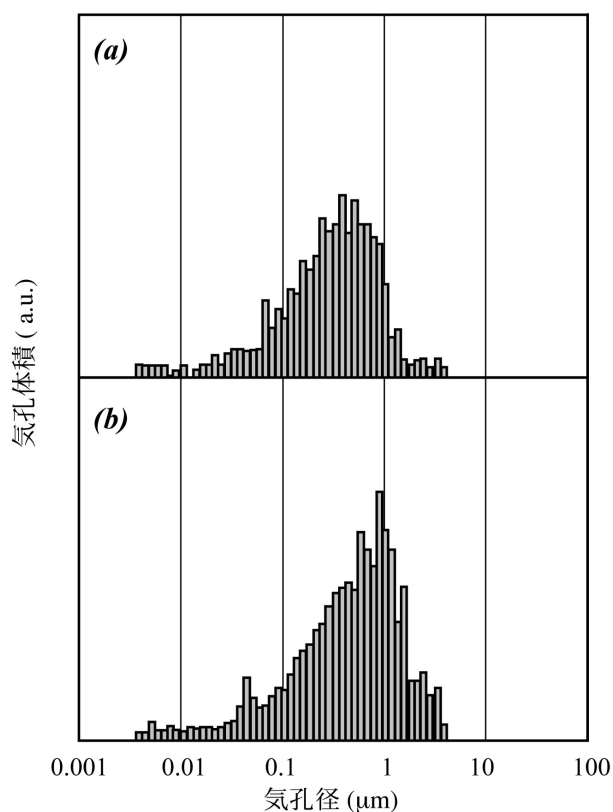


図5 レンガの孔径分布図  
(a)PS0, (b)PS30

### 3-6 PS入りレンガの路面温度上昇抑制効果

本研究では、パルプスラッジ含有レンガをテスト施工し、路面温度上昇抑制効果の検証を行った。パルプスラッジ含有レンガ、アスファルト、透水タイプレンガなどを同一区画内に施工し、表面温度の測定を行った。その結果、他の材用に比べ、パルプスラッジ入りレンガは定常的に低い表面温度を示すことが明らかになった。これは毛細管現象によりレンガ内部に蓄えら

れた水の気化熱によるものと考えられる。アスファルト舗装面との最大温度差は17 $^{\circ}$ Cであった。表温度差20 $^{\circ}$ Cで体感温度が2 $^{\circ}$ C~3 $^{\circ}$ C低くなるといわれており、この値は保水性舗装に関する一つの指標とされている。パルプスラッジ入りレンガを保水性舗装システムと組み合わせることで路面温度をさらに低くすることが可能であり、現在火急の対策が必要となっているヒートアイランド現象の抑制効果が大きいと期待できる。

## 4 まとめ

レンガの基本性能である吸水率および曲げ強度の制御法を検討した結果、焼成温度以外の製造条件が固定されている場合、焼成温度の調整によってレンガの物性値を広範囲にわたり任意に制御できることが明らかになった。また、パルプスラッジを用い、レンガ内部に気孔を導入することで新たな機能を有するレンガの製造法について検討した結果、極めて特異的な微構造を有するレンガの開発に成功した。このレンガの内部には微細な連続孔が無数に存在しており、毛細管現象による揚水効果が得られることが明らかになった。底面から上面まで水を安定的に供給することができるため、舗装材として用いることでヒートアイランド現象の大幅な抑制効果が期待できる。

## 5 参考文献

- 1) JIS R 1250 普通れんが (2000)
- 2) JASS 7M-101 建築工事標準仕様書・同解説書7, メンソリー工事 (2000)

# 多機能レンガの設計及び製造技術の開発

## 緑化レンガの開発

一松 時生\*1 百武 稔郎\*1 樋口 和彦\*1 中野 辰博\*2 田中 浩\*2

### Design of Polyfunctional Brick Research of plant-grown Brick

Tokio Ichimatsu, Toshio Hyakutake, Kazuhiko Higuchi, Tatsuhiko Nakano, Hiroshi Tanaka

レンガ製品の新たな市場を開拓するために、顧客の要求に応じた基本性能（強度、透水性等）と特殊機能（消臭性、断熱性等）を同時に満足できるレンガ製造システムの構築を目指している。これまでに、リサイクル原料を利用したレンガ等の基本性能については十分な知見を蓄積している一方、植物の繁殖しやすさ（緑化性）等、従来のレンガにない特殊な機能については十分なデータを有していなかった。

そこで、本研究では、レンガの基本性能（強度、吸水率等）と緑化性との関係を、レンガ設計にフィードバックするために、緑化性の評価法の確立を目的とした。レンガの緑化に適した植物の種類と、その繁殖条件等について調査・試験を行った。その結果、コケによるレンガの緑化性の評価法を確立した。

#### 1 はじめに

昨今、製品自体が「地球にやさしい機能」を有することはもちろん、「廃棄物を出さない技術」を確立することも企業体にとって大きな課題である。リサイクルレンガは、多様な廃棄物を再生原料として利用するため、この課題への一つの対策として需要が大きい。

ただし、これまでは土木建材としてJISで定められた基本性能（強度、吸水率等）を満足するリサイクルレンガであればよいとされてきたが、近年、施工者の要求に応じて多様な機能を有することが期待されている。そして、次第に崩壊し自然帰化する機能、歳月の経過とともに緑化するような「好ましい変化」をする機能など、従来の「固くて強い」だけのレンガではなく、用途に応じた機能を有したオーダーメイド型レンガが必要とされている。

本研究では、緑化性（植物の繁殖しやすさ）と基本性能（強度・吸水率・透水性等）との相関関係を検討し、緑化レンガの設計にフィードバックするために、レンガの緑化性の評価法について検討した。以下、報告する。

#### 2 市販緑化建材の緑化性能・評価法の調査

市販緑化建材の緑化性能・評価法について、JOIS、インターネット、書籍により、調査を実施した。

緑化を行う植物として、岡田ら<sup>1)</sup>は、日本に広く分布するスナゴケ、タチゴケ、ヒノキゴケを選定していた。これらのコケ類は、養分を必要とせず、低強度の光エネルギーと水分だけで育つためである。また、緑化に関する書籍<sup>2)-9)</sup>においても、コケ類の中には、灌水・施肥が不要で、乾燥に強く、根を張らないものがあること、特にスナゴケが乾燥に強く、植物の間の湿地を好むハイゴケとともに、混植することで、その環境にあうコケ群になることが言及されていた。上記書籍において、屋上緑化には、セダムという多肉植物が乾燥に強いので利用しやすいと述べられていた。ただし、このセダムの場合、根を張る必要があり、土状のものが必要であり、レンガの緑化植物としては難しいと考えられた。以上のことより、レンガ上で栽培する植物として、コケ類を選択した。

#### 3 市販レンガでの試験

市販レンガにおいて、その緑化に係る物性を調べるとともに、コケの生育試験を実施した。

##### 3-1 市販レンガの溶出水溶液のpH

生育試験(3-2)に用いたレンガの溶出水溶液のpHを測定した。pHは、レンガを蒸留水に24時間浸析後、pHメーターで測定した。その結果、溶出水のpHは、7.36～7.42で、ほぼ中性で、コケの生育への影響はないと考えられた。そのため、この市販レンガで以下の生育試験を行った。

\*1 生物食品研究所

\*2 荒木窯業(株)



### 3-2 市販レンガでの生育試験

レンガは、荒木窯業(株)製の透水性レンガ(E-ブリックス)を用いた。コケは、レンガ上に自生していたシノブゴケと芝生の近くに自生していたスナゴケを用いた。レンガを容器(トレー)に入れ、水深が1cm以上3cm以下になるように設定し、レンガ下部から水を供給した。コケは水洗して砂・土等を除去後、3cm×3cmの大きさのものを1つずつレンガ上に置き、その面積がどれくらい広がるかで緑化性を比較することとした。生育試験は、上記容器を植物インキュベーターに入れ、湿度80%、温度25℃、光度 30,000 lux(12時間明、12時間暗)の条件で行った。

その結果、6ヶ月間生育を観察したが、シノブゴケは、レンガに伸びて活着していたが、それより大きめのスナゴケは、レンガへの活着はまだ見られなかった。レンガの孔の大きさとコケの活着に相関がある可能性が示唆された。しかしながら、いずれのコケも生育が遅く、仮根の張り具合も少なく、当初の大きさ以上に広がっていかなかった。この理由として、試験した透水性レンガでは、水が容器から上に上がらず、水の供給量が不足していると考えられた。緑化レンガの性能として、毛細管現象が起こるような貫通孔が必要と思われた。

### 3-3 市販レンガ上での緑化を行うコケの生育条件の検討

上記試験において、一定の面積のコケをレンガ上に置き、その広がりを観察する方法で緑化を評価しようとしたが、うまくいかなかった。そこで、評価する上で基準となるポジティブブランク(緑化性能100%)とネガティブブランク(緑化性能0%)を検討した。ポジティブブランクとして、レンガの大きさの容器(下部に透水孔を多数設けた)に土を入れたものを準備した。ネガティブブランクとして、透水性の無いレンガを準備した。スナゴケを断片化し、それを単位面積あたりの重量を合わせて、それぞれの表面に蒔いた。そして、3-2と同様に、水深が1cm以上3cm以下になるように、水を表面からではなく下部から供給した。培養雰囲気湿度を55%とし、光条件を検討した。

その結果、3週間でポジティブブランク(図1)の表面が緑のコケで覆われる条件(30,000 lux・6時間→15,000 lux・6時間→0 lux・12時間で1サイクルとする照度設定)を決定できた。また、ネガティブブランクは、当初蒔いた状態で全く変化がなかった。以上のこ

とから、緑化性能を最短3週間で評価可能となった。本手法を用いて、市販レンガ(透水性レンガ)の緑化性能を評価したが、緑化性能0%であった。

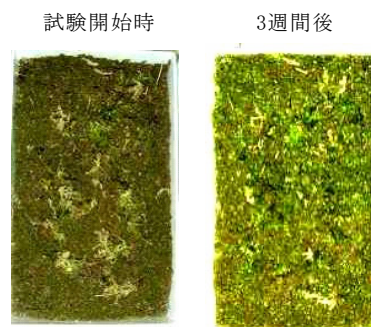


図1 ポジティブブランク(土壌)のコケの生育

## 4 試作レンガでのコケの生育試験

### 4-1 試作レンガでの条件の検討

上記3-3の結果に基づき、保水性・吸水性のある試作レンガを用いて緑化性能の評価を行った。PS30(パルプラスラッジ30 vo1%添加:水吸い上げ試験結果が1番(0, 10, 50%と比較)良かったもの)と同レンガを高さ方向で1/2にし、より吸水しやすくしたもの等を試験した。これらのレンガでは、給水時に、レンガの上面が水に濡れた状態になる程度に水を吸い上げており、湿度は十分と思われた。しかしながら、試験の結果、これらの試作レンガでは、緑化性能を認められなかった。

### 4-2 緑化試験1: 表面形状の異なる試作レンガでの試験

コケの用土の条件は、固定・湿度保持・排水と言われている。4-1の試作レンガにおいて不足している条件は固定と考えられた。そこで、コケの固着しやすい表面形状デザイン、焼成前レンガへの加工法を検討し、次の5つの表面形状で緑化試験を行った。レンガは、4-1と同じものを使用した。

・形状A:ドリル・電動のこぎり・彫刻刀を利用して、数種類の表面形状に加工した。その後、950℃・1050℃で焼成した。

・形状B:A処理に加えて、寒天粉末(和光純薬工業(株))を3%(w/v)になるように温水中に溶解させ、焼成後の表面に塗布した。

・形状C:B処理に加えて、寒天に栄養分として、コケの培養用の樹皮培養土((有)モス・プラン)の水抽出物を入れた。この水抽出物は、0.4L樹皮培養土に水を全量2Lになるように添加し一晩放置後、ガーゼで固形

分をろ過したものを用いた。

・形状D：B処理に加えて、寒天に栄養分として黒土（家庭園芸用）の水抽出物を入れた。

・形状E：ビオキューブ（（有）モス・プラン）というコケ玉等の素材として市販されている多孔質な石をそのまま利用した。

試作サンプルの上にコケシート（スナゴケ）（（有）モス・プラン）90 x 65mmを置き、植物インキュベーターで25℃、湿度85%、7,000 lux・8時間→3,500 lux・8時間→0 lux・8時間で1サイクルとする照度設定で、レンガの下から給水する方法（レンガの厚さの半分が浸水するように水量を調整）で緑化試験を1ヶ月行った。

その結果、形状Aでは、表面形状の異なる加工レンガと未加工レンガとの間で、コケの生育に差異はなかった。形状Bでは、寒天の固化させたもののうち、小さい穴を開けたレンガでは、寒天が乾燥したときに、寒天がレンガ表面から剥がれた。そのため、コケの生育は見られなかった。他の寒天を固化させたものも、剥がれはしないが、保水力は未加工レンガより強くなく、コケの生育も見られなかった。形状CおよびDでは、寒天に土と樹皮培養土の水抽出液を利用したが、使用しなかったものとの差異はなかった。形状Eのビオキューブでは、コケの生育は見られなかった。

対象区の土では3週間でコケより新芽が出たが、形状Eのビオキューブでは新芽が出なかった。ビオキューブの表面形状はコケの生育に適しているため、土と比べて吸水力が足りないと考えられた。そのため、吸水力の異なるサンプルを利用して、コケの生育にどの程度の吸水力が必要か検討（緑化試験2）した。

また、今回の試験では、コケの生育に関係する要因が、表面形状だけでなく、水の吸水力がそれぞれの形状で異なっていたので、吸水力をできるだけ一定にして、コケの生えやすい表面形状についても再び検討（緑化試験3）した。

形状B,C,Dにおいて、寒天溶液を表面に塗布したが、乾燥により、レンガ表面より剥がれて、緑化試験では効果が見られなかった。そこで、寒天溶液をレンガ内部に入れることで、保水剤および吸水剤として利用できないか検討（緑化試験4）した。

#### 4-3 緑化試験2:吸水力の異なるレンガでの試験

吸水力の異なるレンガを利用して、コケの生育にどの程度の吸水力が必要か検討した。レンガの表面形状

を一定にするために、表面を土で覆った。吸水力の異なるレンガの厚さを3cmとし、それぞれの表面を土で0.5cm覆った。他の条件はこれまでと同様の方法で行った。1ヶ月試験を行ったが、対象区の土以外では、コケの生育が見られなかった。

#### 4-4 緑化試験3:コケの生えやすい表面形状の検討

土の上に表面形状の異なるものを置き、表面形状の異なるレンガでのコケの保持しやすさを検討した。厚さ10mmの表面形状の異なるレンガを準備した。吸水力の差を減らすため、全てのサンプルの土台部分は土とし、それぞれのレンガ上にコケを置き、他の条件はこれまでと同様の方法で緑化試験を行った。1ヶ月試験を行ったが、対象区の土以外では、コケの生育が見られなかった。

#### 4-5 緑化試験4:吸水・保水剤の検討

レンガに液化状態の寒天などの吸水剤をレンガ内部に含ませ、保水力・吸水力を向上させることで、緑化可能かどうか検討した。寒天粉末（和光純薬工業（株））を3%（w/v）になるように温수에溶解させた。その溶液中にレンガを浸し、60分間脱気し、レンガ中の空気と寒天溶液を入れ替えた。寒天が固化したのち、試験に供した。試験は、緑化試験1と同じ方法で行った。1ヶ月試験を行ったが、対象区の土以外では、コケの生育が見られなかった。

これまでの緑化試験の方法では、いずれの方法でも対象区（土）以外ではコケの生育が観察されなかった。これらの原因として、コケの種類が問題点として考えられた。これまで、レンガに生育させるコケとして、乾燥に強いスナゴケを選択して試験を行ってきたが、土では生育するが、レンガ上では生育が観察されなかった。そのため、コケの種類をスナゴケ以外のものにするのを試みた。また、レンガの施工・設置条件から、下からの給水方法でコケを生育させることを目的として試験を実施してきた。しかしながら、下からの給水方法では、土と比べると絶対量が少ないためかコケの生育はできなかった。そこで、上から給水する方法に変更して、試験を行った。

#### 4-6 緑化試験5:上からの給水方法による緑化試験

コケは石等の上に生育していた、ハリガネゴケ、シノブゴケ、アオハギヌゴケの3種を用いた。緑化試験方法は緑化試験1とほぼ同様に行った。変更点は、水の給水方法（コケの上から3日に一度散水）と、コケの設置

条件（単位面積あたりの重量を合わせてレンガ表面に蒔く）に変更した。1ヶ月経過後では、いずれのコケも試験開始当初と同様の緑色を呈していた。コケの生育は見た目ではあまり観察されなかった。2ヶ月経過後、ハリガネゴケは緑色ではなく、黒い色となっており、生育していなかった。シノブゴケとアオハギヌゴケは、いずれもレンガ等に固着し、生育(図2)が観察された。古いコケは緑色が濃くなり、黄緑色の新しい芽も出ていた。レンガの表面形状による違いは観察されず、コケの種類により生育が左右された。



図2 レンガ上に生育したコケ

上から散水する給水方法によって試験を行った結果、コケの種類を選べば、レンガの表面形状に関係なく、生育することが判明した。ハリガネゴケは、ブロック塀と地面との境に生育するコケで、レンガ上での生育可能性が高いと考えられたが、レンガ表面では生育しなかった。レンガの緑化においては、これまで、水の供給さえ十分に行えば、コケの種類を細かく選択しなくとも、乾燥に強いコケであれば生育が可能と思われたが、今回の試験により、レンガとの相性があるコケを選択することが、レンガの緑化には、より重要であることが示唆された。

## 5 まとめ

本研究では、レンガの基本性能（強度、吸水率等）と緑化性との関係を、レンガ設計にフィードバックするために、緑化性の評価法の確立を目的とした。レンガの緑化に適した植物としてコケを選択し、緑化性の評価法について検討し、レンガにおいて緑化試験を実施した。その結果、レンガの上から給水する手法(4-6 緑化試験5)により、レンガ上でコケの固着・生育が観察された。緑化性の評価は、4-6 緑化試験5の条件で、レンガ表面にコケを単位面積あたりの重量を合わせて

蒔き、緑色の増加面積を測定する方法が良いと考えられる。また、レンガに応じたコケを選ぶことが、緑化レンガの開発を進めるポイントであることも判明した。今後は、確立した評価法により、緑化性の高いレンガの開発を進める予定である。

## 6 参考文献

- 1) 岡田徳一ほか: 福井県工業技術センター研究報告書, No. 11, p. 81-84 (1994)
- 2) 梅干野晃: 地球環境研究, No. 37, p. 111-127 (1996)
- 3) 杉本英夫ほか: 大林組技術研究所報, No. 65, p. 1-6 (2002)
- 4) 北島洋二ほか: 鹿島技術研究所年報, No. 40, p. 329-334 (1992)
- 5) 佐伯義光: コロイド・界面実用講座, 9th, p. 39-54 (1999)
- 6) 近藤三雄: 「都市緑化技術集」, (株)環境コミュニケーションズ (2003)
- 7) 船瀬俊介: 「屋上緑化完全ガイド」, 築地書館 (2003)
- 8) 財団法人都市緑化技術開発機構特殊緑化共同研究会: 屋上緑化のQ&A, 鹿島出版会 (2003)
- 9) 日経アーキテクチュア編集: 「実例に学ぶ屋上緑化」, 日経BP社 (2003)

# あまおうから分離した酵母の食品への利用

樋口 智子\*<sup>1</sup> 上田 京子\*<sup>1</sup>

## The Yeast Utilization as Baker's Yeast That Isolated from Amaou Strawberry

Tomoko Higuchi, Kyoko Ueda

福岡ブランドのあまおう苺より酵母を分離した。顕微鏡観察及び糖資化性テストより *Saccharomyces cerevisiae* と決定した。本酵母を用いてパンの試作を行ったところ、現在「天然酵母パン」として使用されている酵母より発酵力が強く高い官能評価を受けた。

### 1 はじめに

オリジナリティある商品展開を考える際に地域に特徴的な商品開発をねらうことが重要である。当所でも清酒酵母の単離を行い、福岡オリジナル清酒として商品化された<sup>1)</sup>。同様に県独自の商品展開を睨んで発酵食品に用いる新たな酵母の単離を試みた。酵母の分離源として福岡ブランドの農産物を設定し、現在消費者に最も福岡ブランドとして認知されているあまおう苺を用いた。今回分離した酵母を利用してパンの試作を行ったので報告する。

## 2 研究, 実験方法

### 2-1 酵母の分離

#### 2-1-1 サンプル採取

福岡県農業総合試験場ほ場よりあまおう苺を採取、酵母分離源サンプルとした。

#### 2-1-2 酵母の分離

麴汁（ボーメ8）にエタノールを2%となるように添加した培地に分離源サンプルを投入し、2日間30℃で培養した。麴汁寒天培地に画線し、2週間培養後、酵母と思われるコロニーを釣菌し、再度画線培養後分離株とした。

#### 2-1-3 酵母の選抜

麴汁（ボーメ8，エタノール2%含有）にコロニーを20株拾い、10日間培養後、エタノール生産性をチェックした。ほぼ同様の生産能を示したが、エタノール高生産株を2株選択した。

清酒の小仕込み試験を行い、官能評価が高かったサンプルから再度菌株を分離した。分離した菌株について低温発酵能を検討し、発酵力が高い菌株1株を分離株として以後の実験に用いた。

### 2-2 酵母の同定

顕微鏡観察および糖資化性テスト（API 20 C AUX, bioMerieux社製）を行った。

### 2-3 パン試作

#### 2-3-1 マルトース馴養

マルトース馴養のためにYM-マルトース培地（maltose 10.0g/l, yeast extract 3.0g/l, malt extract 3.0g/l, peptone 5.0g/l, pH6.2）にて継代培養した。

#### 2-3-2 菌株の保存

菌株の保存には麴汁スラントに画線培養後、十分にコロニーが生育したものを冷蔵保存した。

#### 2-3-3 生種調製

保存スラントより1コロニーをYM-マルトース培地に接種し2日間培養後菌体を遠心回収し、生理食塩水で洗浄、遠心回収し、50ml滅菌水に懸濁した。50gの強力粉に懸濁液を全量添加し室温で1昼夜発酵させた。さらに50gの強力粉と50mlの滅菌水を加え、1昼夜発酵後生種とした。

#### 2-3-4 試作

分離酵母によるパンの試作には生種100g、強力粉300g、無塩バター10g、砂糖20g、塩6g、水160mlを捏ね機に投入し、15分間捏ね、発酵試験に供した。対照として市販のドライイースト6g、強力粉300g、無塩バター10g、砂糖20g、塩6g、水150mlを捏ね機に投入し、15分間捏ね、同様に発酵試験に供した。

## 3 結果と考察

### 3-1 酵母の同定

#### 3-1-1 顕微鏡観察

顕微鏡観察により（図1）、分裂型を出芽型と決定した。

\*1 生物食品研究所

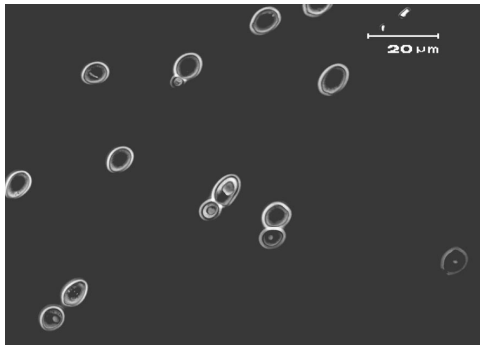


図1 分離酵母の顕微鏡写真

### 3-1-2 糖資化性テスト

API 20 C AUXを用いて糖の資化性テストを行った。対照として清酒用協会7号 (*Saccharomyces cerevisiae*) を用いた。表1に糖資化性テストの結果と *S. cerevisiae* の文献値との比較を示す。出芽酵母であることと、糖資化性プロファイルより分離株を *S. cerevisiae* であると決定した<sup>2)</sup>。

表1 糖資化性テスト

糖	<i>S. cerevisiae</i> 文献値	分離株	協会7号
Glucose	+	+	+
Galactose	+	+	+
L-Sorbose	-	-	-
Sucrose	+	+	+
Maltose	+	+	+
Cellobiose	-	-	+
Treharose	+	+	-
Lactose	-	-	-
Raffinose	+	+	+
Melezitose	+/-	+	-
D-Xylose	-	-	-
L-Arabinose	-	-	-
N-Acetyl-D-glucosamine	-	-	+
Glycerol	-	-	-
Ribitol	-	-	+
α-Methyl-D-glucoside	+/-	+	+

DL-lactate	+/-	-	-
Inositol	-	-	+
Xylitol	n. d.	-	+
Sorbitol	n. d.	-	+

+ : 糖資化性あり, - : 糖資化性なし, +/- : 菌株により糖資化性ありとなしが存在する, n. d. 文献値がない

### 4 パン試作

分離酵母を用いた生地作りで1次発酵（体積が2倍となる）に要した時間は150分であったのに対し、市販のパン酵母では40分であった。ガス抜き、分割、ベンチタイム15分を経て、成形後2次発酵に要した時間も市販酵母の40分に比べ、分離酵母が120分とかなりの長時間を要した（表2）。

表2 発酵時間の比較

	分離酵母	市販パン酵母
1次発酵時間	150分	40分
2次発酵時間	120分	40分

180℃で20分の焼成後、放冷し、断面の観察を行った（図2）。

分離酵母で試作したパンの方がキメが荒く、重たい感じがあるものの一般に『天然酵母パン』として市販されているパンに比べるとややふんわり感が勝るようであった。

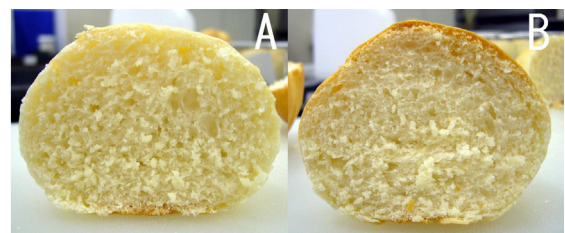


図2 試作パン

A: 分離酵母 B: 市販ドライイースト

### 5 まとめ

福岡ブランドのあまおう苺より食品利用可能な酵母を分離した。本酵母を用いてパンの試作を行ったところ、市販のパン酵母と比べると発酵力においてかなり劣るものの、いわゆる『天然酵母』としてはまずまずの発酵力を示し、試作したパンの官能評価も比較的良

好であった。工場レベルで生産を行っている大手パン販売企業が使用するには発酵時間がかかりすぎるため商品展開は困難であるが、比較的小規模のパン工房が利用するには遜色ない発酵力を示した。福岡ブランドあまおう酵母として商品展開が望めるかもしれない。

## 6 参考文献

- 1)福岡県工業技術センター研究報告, 第15号, p.145-146(2005)
- 2)C.P. Kurtzman, J.W. Fell : THE YEASTS -a taxonomic study-, p.358-371, ELSEVIER (2000)

# 伝統野菜の循環系改善機能の解明による新規健康補助食品の開発 芽タデの機能性成分の探索

小野 昌志\*1

## Development of Novel Health Food Supplement Made by Traditional Vegetable Identification of Bioactive Compounds from *Polygonum Hydropiper*

Masashi Ono

福岡県の伝統野菜である「芽タデ」を利用した健康食品の開発を目指すべく、機能性成分の探索を行った。その結果、ケルセチン配糖体であるイソケルシトリンが主な成分であり、その他各種ケルセチン誘導体を得ることができた。得られた物質について、DPPHによるラジカル消去活性を測定し、ソバに多く含まれるルチンより若干強い活性を見いだした。試作ドリンクについて、液体クロマトグラフィー質量分析計（LC/MS）による分析を行い、製品中にもイソケルシトリンが含まれていることを確認し、LC/MSによる定量法も確立した。

### 1 はじめに

タデは、その全草は水蓼（すいりょう）という名の漢方薬であり、古くから利尿、解熱、虫さされ、食あたりへの効能で民間薬として利用されてきた。また、「蓼食う虫も好き好き」という諺にもあるように、その成分中にはポリゴジアルをはじめとする昆虫摂食阻害作用を有する辛み成分が含まれていることが報告されている。ただ、これまでの報告は、大きく成長した草本の含有成分であり、今回対象とした幼芽（スプラウト）の成分に関するものは、ほとんどない。

今回、健康食品開発にあたり、その有効成分を明らかにするため幼芽の成分の調査を開始した。また、単離した物質に関して、抗酸化性をラジカル捕捉効果を指標に調査し、製品中に含まれる生理活性物質を明らかにすることを目標に実験を開始した。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 芽タデエキスの抽出

凍結乾燥済みの芽タデ（JA筑前朝倉産、四季紅）1.5kgをステンレス製容器に入れ、50%エタノール（30L）を注ぎ込み、室温で6時間攪拌抽出を行った。濾過した後、エバポレータ（水浴温度40℃）でエタノールを減圧留去した。濃縮したエキス（容量0.6L）に、純水（3L）を加えて凍結乾燥を行った。

抽出残渣は、同様の手法で再抽出を行った。2回目に使用した50%エタノールは15L、抽出時間は16時間である。

#### 2-2 機能性成分の分離・精製

前項で得られたエキスの一部を50%メタノールに溶解し、ヘキサンと分配し、脱脂を行った。50%メタノール層のメタノールをロータリーエバポレータで蒸発させた後、アンバーライトXAD-2（オルガノ社製）へ加え、脂溶性成分を吸着させ、糖やアミノ酸、無機物質といった水溶性成分を洗い流した。アンバーライトに吸着した成分は、メタノールで溶出させ、溶出液を濃縮し、粗精製エキスを得た。

粗精製エキスは、再び水に溶解した後、クロロホルム、酢酸エチルと順に分配を行い、クロロホルム可溶成分、酢酸エチル可溶成分、水溶性成分の3つに分配した。

各分配エキスを、シリカゲルカラムクロマトグラフィー等、各種クロマトグラフの操作により分離・精製を進めていった。

#### 2-3 抗酸化性評価

DPPH（1,1-diphenylpicryl-hydrazyl）のラジカル捕捉活性を指標に抗酸化性評価を行った。手法は、独立行政法人食品総合研究所のホームページに記載されている方法を参考にし、以下の手順で行った。

##### 手順

- 試験管に希釈済みのサンプル200  $\mu$ Lを入れる。
- 0.1M Tris緩衝液（pH7.4）800  $\mu$ Lでサンプルを希釈する。
- 500  $\mu$ M DPPHエタノール溶液を1mL加え、よく攪拌する。
- 室温、暗所で20分間反応する。

\*1 生物食品研究所

- 517nmの吸光度を測定する。
- 濃度と吸光度の減少率をプロットして、最小二乗法で傾きを求める。
- 各サンプルの活性の強さは、ポジティブコントロールの $\alpha$ -トコフェロール50  $\mu$ Mの活性に換算した。

## 2-4 ドリンク中のフラボノイドの定量

### 2-4-1 クエン酸抽出物中のフラボノイド分析

クロレラ工業(株)がドリンク製品に利用しているクエン酸抽出物について、単離したフラボノイドの存在を以下の方法で確認を行った。

#### 手順

- クエン酸抽出物を20mL、アンバーライトXAD2 ( $\phi$  1cm $\times$ 20cm)に通し、蒸留水500mLで洗う。
- 吸着成分をメタノール500mLで洗い流し、濃縮・凍結乾燥する。
- 残渣の一部をメタノールに溶解後、ボンドエリートC18 (1mL)に通し、HPLCおよびLC/MSのサンプルとする。
- 高速液体クロマトグラフィー(HPLC)およびLC/MSで分析する。

HPLCは、LC-10AD (送液ポンプ)をはじめとするシステム ((株)島津製作所製)を使用し、LC/MSは(株)久留米リサーチ・パークの施設を使用して測定を行った。

#### HPLC分析条件

カラム: Wakosil-II5C18  $\phi$  4.6mm $\times$ 250mm  
(和光純薬工業(株)製)

流速: 1mL/min, 検出波長: 270nm

移動相: 0.1% TFA-アセトニトリル

溶媒比: 0~10 minまでアセトニトリル	10%
10~20 minまで	20%
20~30 minまで	30%
30~40 minまで	50%

注入量 20  $\mu$ L

#### LC/MS分析条件

イオン化法: APCI+

カラム: Wakosil-II5C18  $\phi$  4.6mm $\times$ 250mm  
(和光純薬工業(株)製)

流速: 1mL/min, 検出波長: 270nm

移動相 0.1% TFA-アセトニトリル

溶媒比 0~15 minまでアセトニトリル	25%
15~30 minまで	70%

注入量 10  $\mu$ L

### 2-4-2 ドリンク試作品中のイソケルシトリンの定量

ドリンク試作品中に含まれるイソケルシトリンの定量は、以下の手法で行った。

#### 手順

- ドリンク20mLをアンバーライトXAD2 ( $\phi$  1cm $\times$ 20cm)に通し、蒸留水500mLで洗う。
- 吸着成分をメタノール500mLで洗い流す。
- メタノール溶出成分をエバポレータで濃縮する。
- 濃縮サンプルをメタノールに再溶解し、メスフラスコで10mLとし定量サンプルとする。
- イソケルシトリン標準サンプルを作り、メタノール溶液とした。

標準サンプルは23.6mg/100mLの溶液を2, 5, 10倍に希釈した。イソケルシトリンの分子イオン465のピークの面積により検量線を作成し、試作品のイソケルシトリン濃度を算出した。

#### LC/MS条件

イオン化法: APCI+

カラム: Mightysil aqua  $\phi$  4.6mm $\times$ 250mm  
(関東科学(株)製)

流速: 1mL/min

移動相: 0.1% TFA-アセトニトリル

溶媒比 0 ~10 minまでアセトニトリル	10%
10.1~20 minまで	20%
20.1~30 minまで	30%
30.1~50 minまで	50%

## 3 結果と考察

### 3-1 芽タデエキスの抽出

1回目の抽出では233.9g (15.6%), 2回目の抽出では198.1g (13.2%)の深紫色の粉末が得られた。3回目の抽出を行ったが、2回の操作と比較しほとんどエキスは得られず、50%エタノールによる芽タデの抽出では、収率が約30%であることが分かった。

### 3-2 機能性成分の分離・精製

各種クロマトグラフィーにより以下のフラボノイドが単離された(図1)。ほとんどフラボノール骨格を持つ物質であり、主要物質はケルセチン-グルコシドであるイソケルシトリンであった。各物質のNMRおよびMSスペクトルに関しては過去の文献と照らし合わせた<sup>1,2)</sup>。



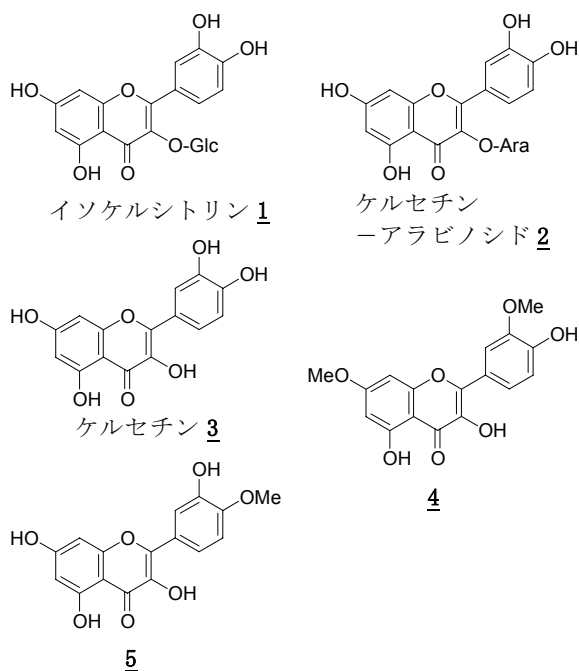


図1 単離したフラボノイド

新規物質の単離を期待していたが、これまでに報告のある成長草本のものにあるものばかりという残念な結果となった。単離したフラボノイド（ケルセチン以外）の機器分析データは以下の通りである。

1 収量 4.44g,  $^1\text{H NMR}$  (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS)  $\delta$ : 3.0-3.7 (m, sugar H), 4.44 (brs, 1H, OH), 4.85 (brs, 1H, OH), 5.13 (brs, 1H, OH), 5.38 (d, J = 7.8 Hz, 1H anomeric H), 6.20 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>6</sup>H), 6.40 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>8</sup>H), 6.82 (d, J = 8.3 Hz, 1H, C<sup>5</sup>H), 7.53 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>2</sup>H), 7.67 (dd, J = 2.0, 8.3 Hz, 1H, C<sup>6</sup>H), 12.63 (s, 1H, C<sup>5</sup>OH).

MS (FAB) m/z 465 (MH<sup>+</sup>), 303 (465-glucose)

2 収量 895mg,  $^1\text{H NMR}$  (CD<sub>3</sub>OD)  $\delta$ : 3.43 (dd, J = 2.9, 13.2 Hz, 1H, one of C<sup>5'</sup>H), 3.64 (dd, J = 2.9, 8.3 Hz, 1H, C<sup>3'</sup>H), 3.80 (ddd, J = 2.9, 2.9, 3.4 Hz, C<sup>4'</sup>H), 3.82 (dd, J = 2.9, 13.2 Hz, 1H, one of C<sup>5'</sup>H), 3.89 (dd, J = 6.3, 8.3 Hz, 1H, C<sup>2'</sup>H), 5.15 (d, J = 6.3 Hz, 1H, C<sup>1'</sup>H), 6.19 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>8</sup>H), 6.39 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>6</sup>H), 6.86 (d, J = 8.3 Hz, 1H, C<sup>5</sup>H), 7.57 (dd, J = 2.0, 8.3 Hz, 1H, C<sup>6</sup>H), 7.74 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>2</sup>H).

MS (FAB) m/z 435 (MH<sup>+</sup>), 303 (quercetin+1)

3 収量 602mg

4 収量 108mg,  $^1\text{H NMR}$  (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS)  $\delta$ : 3.86 (s, 3H, OMe), 3.88 (s, 3H, OMe), 6.36 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>6</sup>H), 6.79 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>8</sup>H), 6.95 (d, J = 8.3 Hz, 1H, C<sup>5</sup>H), 7.75 (dd, J = 2.0, 8.3 Hz, 1H, C<sup>6</sup>H), 7.79 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>2</sup>H), 12.47 (s, 1H, C<sup>5</sup>OH).

MS (FAB) m/z 331 (MH<sup>+</sup>)

5 収量 28mg,  $^1\text{H NMR}$  (DMSO-d<sub>6</sub>, TMS)  $\delta$ : 3.84 (s, 3H, OMe), 4.04 (s, 1H, OH), 6.18 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>6</sup>H), 6.46 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>8</sup>H), 6.94 (d, J = 8.8 Hz, 1H, C<sup>5</sup>H), 7.68 (dd, J = 2.0, 8.8 Hz, 1H, C<sup>6</sup>H), 7.75 (d, J = 2.0 Hz, 1H, C<sup>2</sup>H), 12.46 (s, 1H, C<sup>5</sup>OH).

MS (FAB) m/z 317 (MH<sup>+</sup>)

### 3-3 抗酸化性評価

DPPH (1,1-diphenylpicryl-hydrazyl) のラジカル消去活性を指標に行った抗酸化性評価の結果を表1に示す。単離されたフラボノイドは、ソバに多く含まれるルチンと比較して、若干強い抗酸化活性があることが分かった。

表1 単離したフラボノイドのラジカル捕捉活性

物質	トコフェロール50 $\mu\text{M}$ と同活性の濃度 (mg/L)
<u>1</u>	11.3
<u>2</u>	10.9
<u>3</u>	4.89
<u>4</u>	15.2
ルチン	15.2

### 3-4 ドリンク中のフラボノイドの定量

#### 3-4-1 クエン酸抽出物中のフラボノイド分析

##### HPLC

クロマトグラム (図2) より、17分付近にあるピークは、イソケルシトリンのピークと一致した。19分付近にあるピークは、ケルセチン-アラビノシドのものである。37分のピークはケルセチンのモノメチル化合物とほぼ一致した。

ケルセチンのピークは確認されず、ほとんど含まれていないことが分かった。

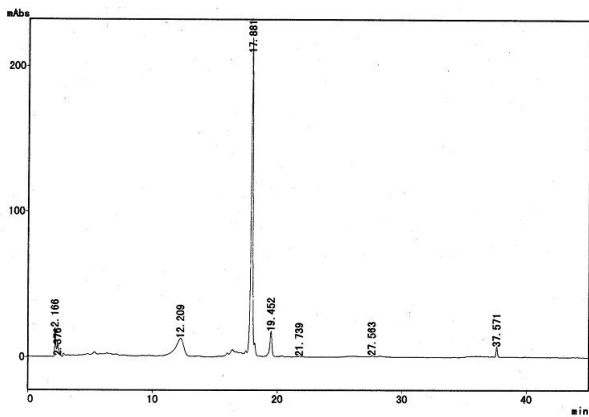


図2 クエン酸抽出物中のHPLCチャート

### LC/MS

HPLCでイソケルシトリンであると推定された物質のイオンピークは465であり(図3), LC/MSでもイソケルシトリンと一致をみた。したがって, 試作品中にもイソケルシトリンが含まれていることが分かる。

残念ながら, ケルセチン-アラビノシド, ケルセチンのモノメチル化化合物に関しては, 良好なイオンピークが得られなかった。

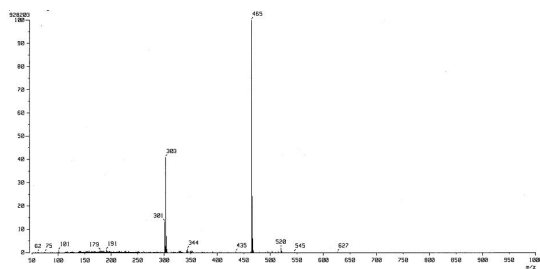


図3 クエン酸抽出物中の主要物質のマススペクトル

### 3-4-2 ドリンク試作品中のイソケルシトリンの定量

イソケルシトリンのピークに対応する分子イオン465を抽出したチャートを図4に示す。ピークの面積より算出した検量線より, ドリンク1本(100mL)中に含まれるイソケルシトリンの量は, 2.24mgと計算された。

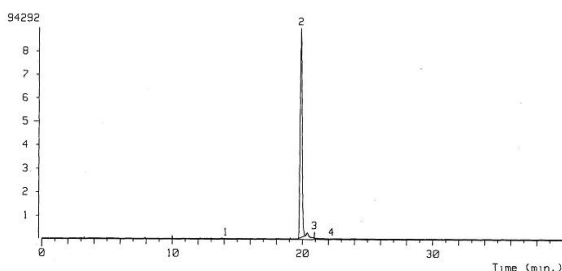


図4 ドリンク中のイソケルシトリンの分子イオンピークチャート

## 4 まとめ

本研究では, 以下の成果を上げた。

1. 芽タデの抽出エキスより, イソケルシトリンをはじめとするケルセチン配糖体や誘導体を単離した。
2. 上記物質の抗酸化性をDPPHを使用したラジカル捕捉活性により評価し, ソバに多く含まれているルチンと比較して若干強い活性を見いだした。
3. 試作ドリンク中のイソケルシトリンの含有量を調査し, 1本(100mL)あたり2.24mgのイソケルシトリンを含有していることを確認した。本分析法は, ドリンク製品の品質管理にも役立てることが出来る。
4. イソケルシトリンは, 共同研究機関に提供し, 血液レオロジー改善機能や血小板凝集阻害効果があることも見いだされた。

本研究では, 数種類の機能性フラボノイドを単離し, 抗酸化性評価を実施し, 他機関の協力により血液レオロジー改善機能や血小板凝集阻害効果についても確認することが出来た。ただ, これらのデータは全てin vitroの実験結果であり, 動物実験・臨床実験のデータではない。今後一番の課題は, in vivoの実験への展開である。また, 機能性成分分析に関してもイソケルシトリンのみについてであり, 多成分分析に対応させることが必須である。さらに, 錠剤やカプセルといった液体でない製品開発も予定されており, 固体・粉末製品の成分分析法の開発も課題である。この3点を中心に今後取り組んでいきたいと考えている。

なお, 本研究は, 財団法人福岡県産業・科学技術振興財団の産学官共同研究開発事業「伝統野菜の循環系改善機能の解明による新規健康補助食品の開発」において実施したものであります。お世話になりました共同研究機関の株式会社レオロジー機能食品研究所, クロレラ工業株式会社, 福岡県農業総合試験場の諸氏に感謝致します。

## 5 参考文献

- 1) Haraguchi, H., Hashimoto, K., Yagi, A., J. Agri. Food Chem. Vol.40, p.1349-1351 (1992)
- 2) Arima, M., Danno, G., Biosci. Biotechnol. Biochem., Vol.66, No.8, p.1727-1730 (2002)

# インテリア・住宅関連材料のVOC評価に関する研究 —家具を構成する部位の効果的評価方法と放散量把握—

脇坂 政幸\*1 古賀 賢一\*1

## Research on Evaluation of VOC Emission from Interior Materials

### — Evaluation Method and Volatilizing Amount Grasp of Part That Composes Furniture —

Masayuki Wakisaka, Ken'ichi Koga

本研究は、家具の構成部材であるフラッシュパネルを想定した中空状の板を試作製し、使用する接着剤の種別による放散化学物質の経時的挙動を調べたものである。対象とした放散物質は、厚生労働省の室内濃度指針値に示される6物質とし、JIS A1901の標準条件に準拠し測定した。接着剤は目的により溶剤の有無、溶剤の種類等が異なり、TVOC（VOC総量）の放散速度ではその差が明確に示された。ホルムアルデヒド放散速度は建築基準法の規制値を満足することがうかがえた。当該試作構造体による経時変化からホルムアルデヒド以外の物質については、フラッシュ製品の養生時間の予測が可能になると期待される。

#### 1 はじめに

建築基準法の改正により住宅用材料からの化学物質（特にホルムアルデヒド）放散に係る規制により住宅建築関連業界での材料に対する注意が強く払われるようになった。

一方、家具やインテリア製品単体に対する規制は今のところ法的に定められてはいないが、接着剤、塗料ほか原材料を含む関連業界では早くから関心を持ち対応を進めているところである。

一般に使用される木製家具は多くの部品から構成され、それらは合板、集成材、繊維板やこれらを組み合わせ立体的な板に仕上げた中空のフラッシュパネルなどが挙げられる。これらの中でも合板、繊維板など単一の板状におけるVOC濃度（及び放散速度）測定は建築材料とも共通し通常に測定されている。しかし、フラッシュパネル構造の測定方法については基準もなく、放散挙動についての報告も、材料の表面にチャンバーを設置して測定するFLEC（Field and Laboratory Emission Cell；小型セル法）システムによる、表裏面放散速度を積算する手法など<sup>1)</sup>、例は少ない。そこで、本研究ではフラッシュパネル構造を想定した試作基準体を作製し放散速度の経時変化を調べた。その際、企業において製造されるフラッシュパネルとそれに使用される接着剤に関する情報提供及び技術支援を目的に、従来の木工産業において使用される代表的な接着剤を数種選定し測定を試みた。

#### 2 研究, 実験方法

##### 2-1 材料

##### 2-1-1 合板

予め147mm角に切り出した普通合板を熱風循環乾燥機に入れ70℃で熱処理した。最終的に245hrまで熱処理したものをを用いたが、途中、適当な時間に取り出してアルミ製のラミネート袋に保管し、どの時間での処理が適切であるかを確認するため、JISA9101小型チャンバー法にて測定し、処理効果の経時変化を測定した。その経過は以下のとおりである。

##### 2-1-1-1 普通合板の熱処理

F☆☆☆☆表示の普通合板を70℃熱処理したときにおける物質の放散速度変化を図1、図2に示す。

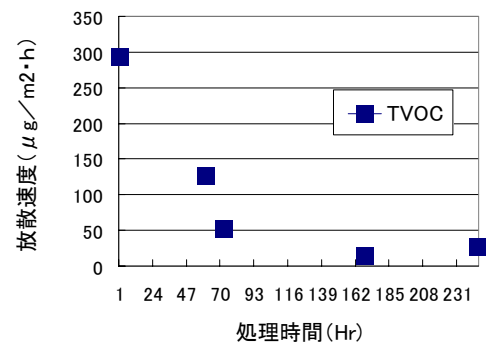


図1 合板の70℃熱処理によるTVOC経時変化

\*1 インテリア研究所

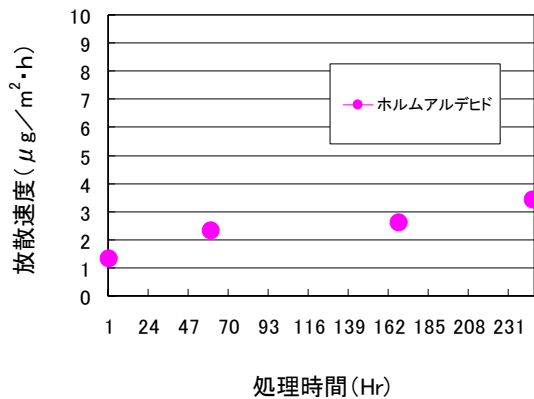


図2 合板の70℃熱処理によるホルムアルデヒドの経時変化

図1より、TVOCは処理時間と共に放散速度の減少が顕著である。本稿には示していないが、この時材料から放散消失した分に相当するものとして、GC-MS装置の解析画面上、高温で揮発する木材特有成分の減少が確認された。一方、図2よりホルムアルデヒドの場合、時間の経過とともに放散速度の微増が確認された。熱による接着剤の分解、或いは木材そのものにおける放散活性化が考えられる。しかし今回の処理におけるホルムアルデヒドの放散速度は建築基準法規制値の範囲内であり、総合的にTVOCとの効果と併せ合板の臭気を低減化する処理としての効果が期待される。

### 2-1-2 芯材

合板の間に挟んだ時、自ら化学物質を放散せず、表面に接着剤を保持するために表面をサンド研磨処理したガラス板を用いた。サイズはD50×W150×t10 (mm)とした。これはD400×W900 (mm)の棚板を想定し、表板と芯材の接合面積の比から逆算したものである。

### 2-1-3 接着剤

以下に示す業務用接着剤4種を用いた。

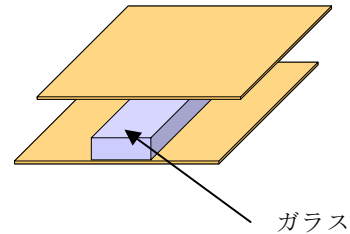
- ・2液分別塗布型変性酢酸ビニルエマルジョン (A;変性酢ビ)
- ・酢酸ビニル樹脂エマルジョン系接着剤 (B;酢ビ)
- ・1液湿気硬化型ポリウレタン樹脂接着剤 (C;PU)
- ・家具木工用スプレー型ゴム系接着剤 (D;ゴム系)

### 2-2 フラッシュ構造体

図3のように合板、接着剤、ガラス（芯材）を組み合わせて、アルミ製テープにて側面をシールしフラッシュ構造に仕上げた。接着剤はガラス面に塗布した。2液性の場合、今回は高粘度の主剤を合板側、低粘度

の硬化剤をガラス側に塗布した。接着剤塗布後は使用条件にかかわらず、直ちに側面をシールしチャンバーに設置した。

ここで、147mm角の合板を2枚合わせたフラッシュ体は、20Lチャンバーに設置したときに、その試料負荷率をL=2.2と定義する。



	試験用構造体	Cont.
接着剤種	A, B, C, D	なし
塗布量 (g/m <sup>2</sup> )	130~150	—
養生時間	30min以内	—
側面シーリング	アルミシール	アルミシール

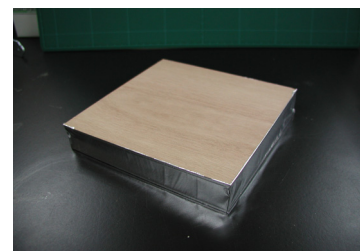


図3 フラッシュ構造試作物

### 2-3 雰囲気処理, 分析

上述にて作製した試験体は、前報<sup>2)</sup>同様にJIS A9101—小型チャンバー法—における標準条件で雰囲気処理と分析を行った。即ち、試料を20Lチャンバーに試料負荷率L =2.2 (m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>)、換気回数n=0.5 (回/h)、雰囲気温湿度28℃×50%RHになるように設定し処理する。また、VOC及びホルムアルデヒドは各々、加熱脱着一質分析装置 TurboMatrix-TD450/QP-2010 GC-MS (SHIMADZU製)、および高速液体クロマトグラフLC-10A (SHIMADZU製)にて分析を行う。

## 3 結果

### 3-1 フラッシュ構造体の評価

#### 3-1-1 接着剤別のTVOC放散速度と換気時間の関係

図4に接着剤別のフラッシュ構造体及びCont.のTVOC放散速度と換気時間の関係を示す。

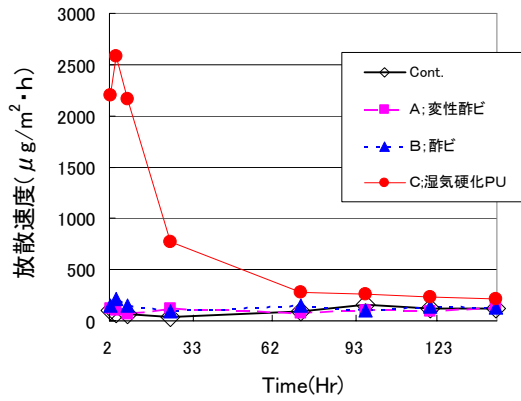


図4 TVOCの経時変化

接着剤毎の放散速度の範囲は、A:2液変性酢ビ系エマルジョン (67-126  $\mu\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ )、B:酢ビエマルジョン (97-213  $\mu\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ )、C:湿気硬化型ポリウレタン (以降PUと表記) (213-2583  $\mu\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ )、Cont. (35-156  $\mu\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ )となる。TVOCを見たとき、A, Bの酢酸ビニルエマルジョン系接着剤はCont.との比較から放散速度が低いことがわかった。また、図等で示してはいないが、合板単体とフラッシュ構造体Cont.との比較を24時間のみ1点で行ったところ、合板単体/フラッシュCont.の放散速度は(27/35  $\mu\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ )となり、同レベルであることが確認されたが、経時比較による構造的挙動を調べる必要がある。

### 3-1-2 接着剤別のホルムアルデヒド放散速度と換気時間の関係

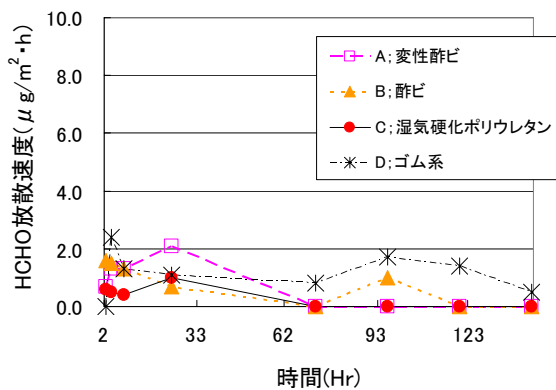


図5 ホルムアルデヒドの経時変化

図5は接着剤別のホルムアルデヒド放散速度と換気時間の関係である。いずれの接着剤もVOCのような大きな変化はなく放散速度は低く推移しており、かつ放散が建築基準法の最小規制値を下回り、ホルムアルデヒドに対する対応が十分に施されている。また、TVOC

と同様に図で示してはいないが、合板単体とフラッシュ構造体Cont.との比較を24時間のみ1点で行ったところ、合板単体/フラッシュCont.の放散速度は(3.4/3.3  $\mu\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ )となり、同レベルであることが確認された。

### 3-1-3 特定5物質の放散速度と換気時間の関係

接着剤毎に5物質の経時変化を測定した結果を図6、図7、図8、図9に示す。

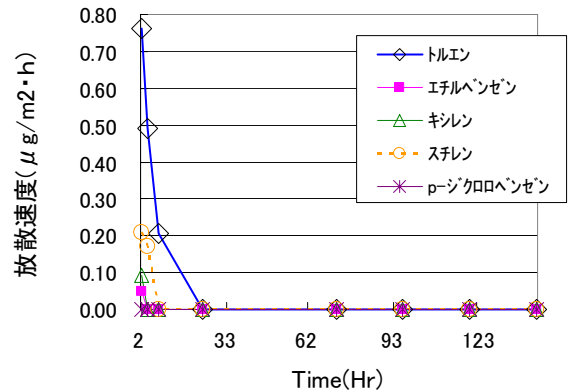


図6 5物質の放散速度と換気時間の関係(A:変性酢ビ)

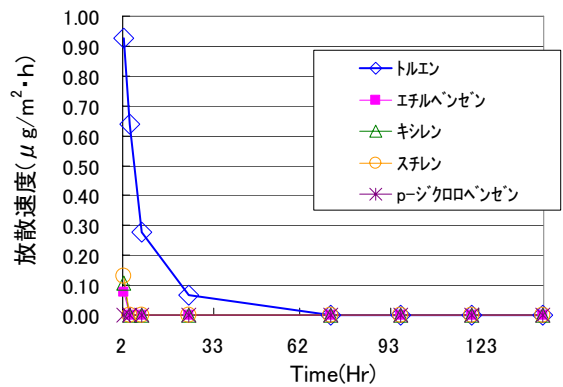


図7 5物質の放散速度と換気時間の関係(B:酢ビ)

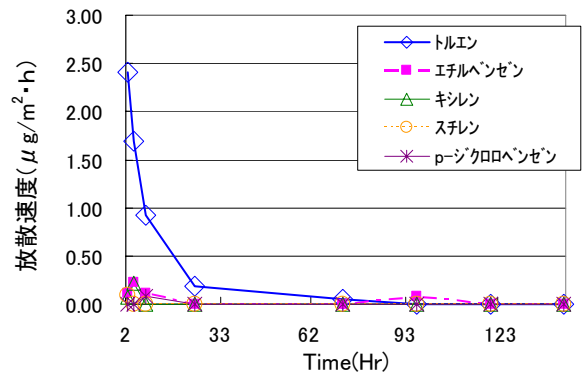


図8 5物質の放散速度と換気時間の関係(C:PU)

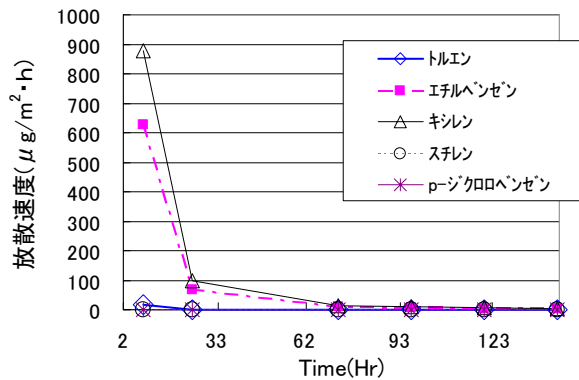


図9 5物質の放散速度と換気時間の関係(D;ゴム系)

各接着剤について5物質の放散速度を測定したところ、チャンパー設置後72時間で放散しないことが示された。

また、物質ごとの状況を見たところ、トルエンについては接着剤Dのみ検出されず、それ以外については2時間後から直ちに検出され、その後急激な放散減衰がみられた。

エチルベンゼン、キシレン、スチレンについては、接着剤D以外は初期数時間での放散が見られたが、24時間以内に放散は検出されなくなった。接着剤Dでは比較的高濃度で検出されたが、3日目以降は放散が認められない。p-ジクロロベンゼンは何れの接着剤についても使用されていないことが確認された。また、特異的な物質としては、接着剤の未反応モノマーや高揮発性の代替溶剤が確認でき、これらの濃度が特に高いことからサンプル捕集量を調整しなければ分析できない状況が、試料設置初期に生じた。このような結果から生産現場における部品の種類によっては製造作業環境上、十分な注意が必要であるといえる。

#### 4 まとめ

フラッシュパネル製造用途以外の接着剤を含め、現在生産されている木工製品製造用の接着剤4種についてフラッシュ構造試験体を作製し、試験体からの放散速度を調べたところ、多少はトルエン、キシレンが混入していても製造後短い期間で減少し、当該実験条件では検出されなくなることがわかった。また、接着剤個々の希釈溶剤については、希釈性能や接着強度維持に最適なものを選択しトルエン、キシレン等から代替化されたものと思われる。いずれも現状は規制にかかっていない物質であるが、本研究の今後の蓄積データ

や手法が、部品や製品の養生時間予測、また現場の作業環境改善の一助になれば幸いである。

#### 5 参考文献

- 1) 深谷謙一：静岡県工業技術センター研究報告，第48号，p. 55-57(2003)
- 2) 脇坂政幸：福岡県工業技術センター研究報告，第15号，p. 71-74(2005)

# インテリア・住宅関連材料のVOC評価に関する研究

## 室内環境におけるVOCリスク評価

古賀 賢一\*1 脇坂 政幸\*1

### Research on Evaluation of VOC Emission from Interior Materials The Proposal of the VOC Risk Value in Indoor Environment

Ken'ichi Koga, Masayuki Wakisaka

2003年に導入されたJIS小形チャンバー法によるVOC(揮発性有機化合物)測定システムが利用可能となり、各種の問い合わせ等に対応できるようになった。しかしながら、メーカー・消費者共にVOCに対し誤った認識を持っており、木材由来の僅かなVOCが検出されただけでも、問題と考えているケースがほとんどである。また、定められたVOC基準そのものがあいまいであり、各種の評価方法と基準値間の対応がほとんどできていない等の問題点がある。

この状況を改善することを目的とし、VOCリスク評価の手法を提案し、その検証を行った。本研究のVOCリスク評価値は、個々の要素のVOCリスクを厚生労働省・WHOの室内基準濃度に比較して%で表すものであり、VOCリスクの定量的評価方法として妥当であると考えている。

#### 1 はじめに

近年の住環境におけるシックハウス症候群等の健康被害の要因として、VOCが挙げられている。現在、健康被害のメカニズムはまだ十分に解明されていないが、各省庁や業界団体においてVOCについて室内濃度指針値等<sup>1)</sup>を定め、その被害を軽減しようと働きかけている。

中でも、2003年施行の改定建築基準法は、住宅に使用する材料をそのホルムアルデヒド放散量に応じて規制しており、シックハウス等の根本的な改善が期待されている。

しかしながら、問題とされるVOCは数多く、当所でも測定は可能であるが、ホルムアルデヒド以外には基準値がない為、測定値の大小の程度を判断できない状況にある。このため、メーカー等の問い合わせに対応できない場合が多い。

また、前述の改定建築基準法のホルムアルデヒド基準と、JIS小形チャンバー法の試験規格が厳密には一致しておらず<sup>2)</sup>、その適用が問題視される場合がある。

このような諸問題を解決する目的で、本研究では厚生労働省・WHOの安全基準に合致したVOCリスク評価の手法を提案し、その検証を行った。

#### 2 研究, 実験方法

##### 2-1 材料のVOC測定

本研究のVOC測定は昨年度報告の通り<sup>3)</sup>、JISA1901:2003小形チャンバー法に準じて行った(図1)。

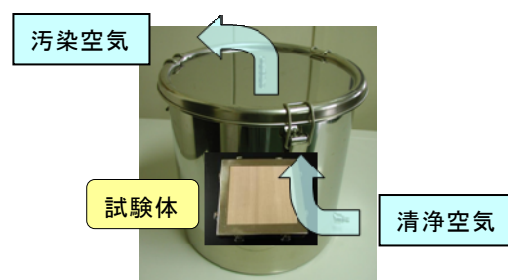


図1 JIS小形チャンバー法の測定イメージ

条件はチャンバー容積 $\sim 200$ ・温度 $28^{\circ}\text{C}$ ・相対湿度 $50\%$ ・換気回数 $0.5$ 回/hである。

今年度は基本的な材料として、木質系の板材の合板・MDF(ミディアムデンシティファイバーボード)の $2.5\text{mm}$ 厚のものを使用した。共にホルムアルデヒド放散量等級は最も放散の少ないF☆☆☆☆を選定し測定を行った。

測定は、JIS法で推奨しているサンプルボックスを用い、チャンバーに試験体を設置後 $2, 4, 8$ 時間と $1, 2, 4, 7, 14, 28$ 日の時点で行った。

##### 2-2 VOCリスク評価値の算出

本研究では、小形チャンバー法の測定値より、想定される条件での各VOC濃度をHoetjer式による相関で求め<sup>3)</sup>、その値と厚生労働省・WHOの室内基準濃度と比較

\*1 インテリア研究所



して、VOCリスク評価値を%で求めることとした。

Hoetjer式は以下の通りである。

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_e} + \frac{1}{kC_e} \times \frac{n}{L} \quad (1)$$

C: 気中VOC濃度 (μg/m<sup>3</sup>) n: 換気回数 (/h)

L: 試験体表面積/空気容積 (/m)

C<sub>e</sub>: 換気が無い場合の平衡濃度 (μg/m<sup>3</sup>)

k: 物質移動係数 (m/h) [C<sub>e</sub>, kは正の値の実験定数]

試験体の設置枚数が1, 2, 3枚(L=1.11, 2.39, 3.89)でのチャンバーからの排出空気中のVOC濃度Cを測定し、式(1)に代入して、実験定数C<sub>e</sub>・kを最小2乗法で求めた。

このC<sub>e</sub>・kを用い、想定される条件からn・Lを決定すると、その条件でのVOC濃度C<sub>c</sub>が計算できる。

求めたC<sub>c</sub>の対応する室内基準濃度C<sub>s</sub>に対する比率を%で表したものをVOCリスク評価値Er[式(2)]とした。

$$Er = C_c / C_s \times 100(\%) \quad (2)$$

当所のVOC測定システムでは、現在55物質とVOC類の総量であるTVOC<sup>(3)</sup>の定量が可能であり、内、室内濃度の基準が定められているのは9つである。総ての計算を表計算ソフト上で行うシステムを作成し、簡便で計算ミスを無くすよう工夫した(図2, 3)。

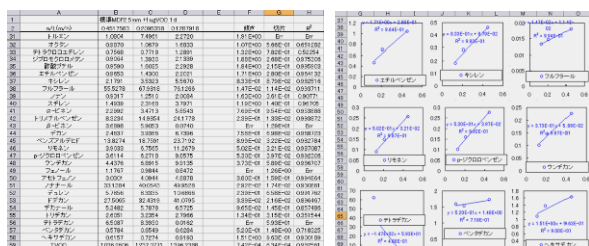


図2 Hoetjer式関連用ワークシートのイメージ

1	A	B	C	D	E	F	G	H
2	物質名	検出値	基準値	Er	Er	Er	Er	Er
3	ホルムアルデヒド	1.87E-01	Err	Err	Err	Err	Err	Err
4	アクリルアルデヒド	3.57E-02	Err	Err	Err	Err	Err	Err
5	トリクロロエチレン	4.68E-03	Err	Err	Err	Err	Err	Err
6	エチルベンゼン	Err	1.27E-01	Err	Err	Err	Err	Err
7	キシレン	2.51E-02	Err	Err	Err	Err	Err	Err
8	トルエン	1.05E-01	2.69E-01	2.67E-01	3.72E-01	2.00	7.90E-02	5.00E-02
9	シクロロペンゼン	1.21E-01	Err	Err	Err	Err	Err	Err
10	オキシベンゼン	1.41E-01	1.63E-02	6.97E-01	1.02E-01	3.30	3.84E-01	1.13E-01
11	TVOC	1.98E-03	7.07E-04	3.57E-01	1.41E-03	400	3.35E-02	3.31E-02
12	室内							
13	TVOC	27.5000	32.4933	81.0795	3.83E-02	2.16E-02	0.864607	0.82
14	広さ(畳・㎡)	8.1400	2.7070	6.7720	3.65E-02	1.65E-02	0.671460	0.66
15	高さ(m)	1.55	1.45	1.55	1.82	1		
16	容積(m <sup>3</sup> )	12.6	3.9	10.6				
17	換気回数(/h)	0.434702609						
18	測定							
19	VOC源							
20	換気回数(/h)	0.5	1.24					
21	L(/m)	n(L/m/h)						
22								
23								

図3 VOCリスク評価値用ワークシートのイメージ

### 2-3 VOC放散長期履歴の相関

VOCによる健康被害は、年単位の慢性的摂取が原因

といわれている。そのため、VOCの放散の履歴を年単位で把握する必要があるが、設備・費用の面で年単位の測定は困難である。

JIS小形チャンバー法の解説書<sup>(4)</sup>によると、VOC放散の初期段階においては、放散速度と経過時間の関係が指数式によって相関できるとある。

試験体設置から2時間~28日後の測定値を用い、合致する相関式を検討した。

### 2-4 VOC付加法による検証

研究当初は、未加工の板材を使用していたため、VOC放散が乏しく、ほとんどのVOCが検出できず、実験精度の検証が困難であった。

そのため、多くのVOCが検出でき、その含有量をある程度制御できるように、試験体を作成する方法(VOC付加法)を考案した(図4)。

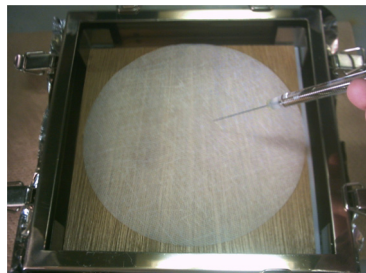


図4 VOC付加法による試験体作成

これは、市販のVOC混合標準液に、更に典型的なVOCを加えて新たに調整した混合標準液を、板材の裏面にシート材に含ませる形で加える手法である。これにより多くのVOCについても検出可能となり、また、板材そのもののパラツキをカバーでき、各種の検証の為により良い試験体になると考えられる。

## 3 結果と考察

### 3-1 板材のVOCリスク評価

VOC放散が安定するのは、試験体設置後1日程度必要であったので、1日経過後の測定値を用いてVOCリスク評価との算出を行った。基本の板材の測定では、試験体設置後1日で検出できたVOCは15程度であった(表1, 2)。



表1 2.5mm厚合板の設置1日後チャンバー法測定結果

成分	排気空气中VOC濃度C( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )		
	L=1.11	L=2.39	L=3.89
ホルムアルデヒド	189.50	214.30	274.90
アセトアルデヒド	148.00	277.60	209.00
アセトン	26.40	15.90	54.80
酢酸エチル	5.71	18.72	31.68
ベンゼン	0.43	0.32	0.00
1-ブタノール	0.00	2.90	6.17
トルエン	1.21	0.62	4.13
ノナール	0.84	0.50	0.58
ドデカン	0.96	2.63	4.56
デカノール	0.98	0.61	0.52
TVOC	541.89	776.39	1010.35

表2 2.5mm厚MDFの設置1日後チャンバー法測定結果

成分	排気空气中VOC濃度C( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )		
	L=1.11	L=2.39	L=3.89
ホルムアルデヒド	43.20	43.00	67.50
アセトアルデヒド	296.40	277.60	371.20
アセトン	103.80	178.20	322.10
2-ブタノール	0.00	0.82	0.00
ベンゼン	0.00	0.18	0.00
トルエン	0.30	0.34	1.52
$\alpha$ -ピネン	1.71	0.00	0.00
デカン	0.71	0.00	0.00
ウンデカン	0.31	0.15	0.00
ノナール	12.32	10.99	14.61
デュレン	0.08	0.06	0.06
ドデカン	23.34	18.97	23.73
デカノール	1.80	2.19	2.24
テトラデカン	0.23	0.40	0.37
TVOC	524.00	1013.53	941.95

(L=試験体表面積/空気容積(/m))

これをHoetjer関連した結果は表3, 4のようになった。(Ce・kが正常な値となった成分のみ表記した。)

表3 設置1日後の2.5mm厚合板のHoetjer関連結果

成分	Ce	k	相関係数R <sup>2</sup>
ホルムアルデヒド	298.91	0.75	0.83
アセトアルデヒド	331.19	0.39	0.66
アセトン	29.73	1.47	0.03
ベンゼン	1.84	0.11	0.25
トルエン	1.39	1.10	0.03
TVOC	1433.05	0.27	0.99

表4 設置1日後の2.5mm厚MDFのHoetjer関連結果

成分	Ce	k	相関係数R <sup>2</sup>
ホルムアルデヒド	65.76	0.77	0.47
アセトアルデヒド	350.36	2.04	0.25
アセトン	988.23	0.05	0.98
トルエン	2.00	0.07	0.64
ウンデカン	0.48	0.47	0.05
ノナール	13.39	3.57	0.10
デカノール	2.54	1.13	0.97
テトラデカン	0.58	0.31	0.88
TVOC	1797.05	0.19	0.90

表3, 4の結果を基に, 高さを一般的な2.3mで床面を総て対象の板材とし, 換気回数を0.5回/hとした室内を想定し, この条件での各板材のリスク評価値を表5, 6に算出した。(評価が可能な成分のみ表記した。)

表5 2.5mm厚合板のリスク評価値Er

成分	室内基準濃度Cs( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	予想室内濃度Cc( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	リスク評価値Er(%)	相関係数R <sup>2</sup>
ホルムアルデヒド	100	117.58	117.58	0.83
アセトアルデヒド	300	84.20	28.07	0.66
トルエン	260	0.68	0.26	0.03
TVOC	400	273.81	68.45	0.99

表6 2.5mm厚MDFのリスク評価値Er

成分	室内基準濃度Cs( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	予想室内濃度Cc( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	リスク評価値Er(%)	相関係数R <sup>2</sup>
ホルムアルデヒド	100	26.38	26.38	0.47
アセトアルデヒド	300	223.91	74.64	0.25
トルエン	260	0.12	0.05	0.64
テトラデカン	330	0.12	0.04	0.88
TVOC	400	257.36	64.34	0.90

(アセトアルデヒドはWHO基準・他は厚労省基準)

表5, 6において, 放散量の大きいTVOC等では良い相関でリスク値が評価されているが, 相関の良くないものが多い。

VOC付加法により, 試験体1枚当たりVOCを1 $\mu\text{g}$ ずつ附加し, リスク評価した結果は表7, 8のようになった。

表7 VOC付加2.5mm厚合板のリスク評価値Er

成分	室内基準濃度Cs( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	予想室内濃度Cc( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	リスク評価値Er(%)	相関係数R <sup>2</sup>
スチレン	220	0.53	0.24	0.98
TVOC	400	270.58	67.64	0.96

表8 VOC付加2.5mm厚MDFのリスク評価値Er

成分	室内基準濃度Cs( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	予想室内濃度Cc( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	リスク評価値Er(%)	相関係数R <sup>2</sup>
エチルベンゼン	3800	0.45	0.01	0.96
キシレン	870	0.96	0.11	0.98
スチレン	220	0.66	0.30	0.97
ジクロロベンゼン	240	1.54	0.64	0.99
TVOC	400	672.23	168.06	0.98

表7, 8の結果からは, 未加工の板材では検出できなかった成分についても, 放散量さえあれば評価が可能であると考えられる。今後は, VOC測定の精度を向上させることにより, 多くの成分でリスク評価できるよう検討する。

VOCリスク評価値は, 個々の要素ごとに数値化できるので, 複雑になりがちなVOCの問題を単純化して考えることのできるツールに成り得ると考えている。

### 3-2 VOC放散長期履歴の相関

未加工の板材では, ほとんどのVOCが数日内で検出できなくなってしまう為, VOC付加を行ったものについて相関を試みた。

図5に測定結果のグラフの一例を示す。

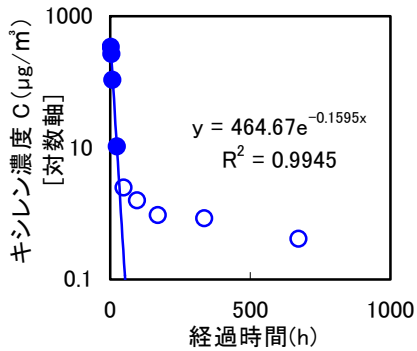


図5 1µgVOC付加2.5mm厚合板のキシレン濃度の履歴(L=2.39)

図5の●で示した測定初期については、JIS小形チャンバー法の解説書<sup>4)</sup>の通り、指数式で相関できている。図6は図5の測定結果を、累乗式で相関したものである。

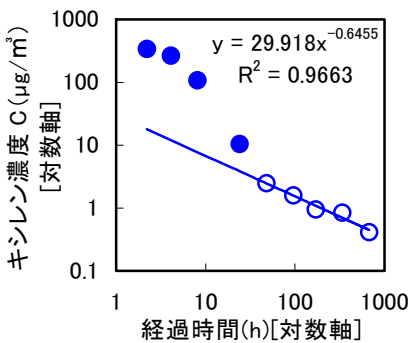


図6 1µgVOC付加2.5mm厚合板のキシレン濃度の履歴(L=2.39)

図6の○で示した測定後期については、両対数のプロットでは直線性が見られ、累乗式による相関が可能であるように見える。

その他のVOCについても同様の相関を試みたところ、多くのものについて、累乗式での相関が成立することが確認できた(図7)。

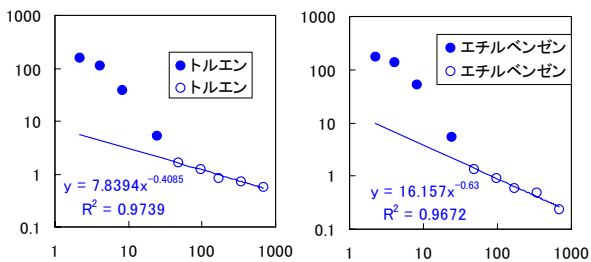


図7 1µgVOC付加2.5mm厚合板の他VOCの測定例(縦・横軸は図6と同様)

累乗式での相関が可能な場合には、相関線の外挿により、数年程度の予想が可能と考えられる(図8)。

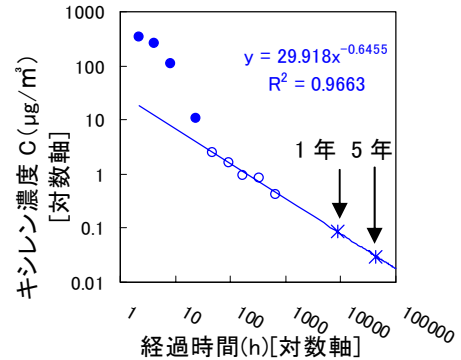


図8 1µgVOC付加2.5mm厚合板のキシレン濃度予想(L=2.39)

年単位までの拡張が妥当であるかは、今後検証していく必要があるが、実際の測定が困難である以上、このような取扱いを行うのが現実的であるというのが筆者の主張である。

#### 4 まとめ

2005年度は、VOCリスク評価値とVOC放散長期履歴の相関について検討した。

総てのVOCについて検証できたというわけではないが、測定精度を向上させることにより、多くのVOCで利用可能であるということは確認できた。

#### 5 参考文献

- 改定建築基準法に基づくシックハウス対策関連の告示(国土交通省)  
シックハウス(室内空気汚染)問題に関する検討会中間報告書—第8回～第9回—のまとめ(厚生労働省)  
(社)全国家具工業連合会 室内環境配慮マーク等:各HPよりダウンロード可能
- シックハウスと木質建材 資料集: p. 39-56, (財)林業科学技術振興所
- 福岡県工業技術センター研究報告, No. 15, p. 71-74(2005)
- JIS使い方シリーズ シックハウス対策に役立つ小形チャンバー法 解説:p. 120-122, (財)日本規格協会

# 高機能性吹付材の開発に関する研究

古賀 賢一\*1

## Research on the Development of the Functional Spray-material

Ken'ichi Koga

県内の企業より、自社の保有する特殊セメントの用途開発についての技術指導の要請があり、いくつかの用途を検証していく中で、光触媒を利用した吹付材としての用途に開発の見込みを見出した。その後、光触媒利用吹付材の開発について、共同研究を実施することとなった。

研究において特殊セメントが、普通ポルトランドセメントに比べ触媒の活性低下を防ぎ、かつ耐久性も優れることが明らかとなった。これにより、テスト的にしか実施されてこなかった、建物や構造物の建物外面等への光触媒の利用を図ることが可能となり、結果、建物のメンテナンス費用の縮小、大気汚染物質の除去につながる。

### 1 はじめに

光触媒技術による環境浄化が検討されて、10数年が経過し、種々の試みが試験的に実施されてきた<sup>1,2)</sup>。建物外面に光触媒を吹付することにより、壁面の汚れや大気中の有害物質を除去するアイデアは、単純ではあるが非常に大きな適用規模が見込めることから、光触媒の利用方法としては、最も効果的であると考えられる。事実、光触媒に関する特許や施工例のほとんどは、外面への適用に関するものであり、その多くがセメントなどに光触媒を混合して使用する手段を採っている。

しかしながら、この方法ではセメント自身の劣化による汚染が問題となり、商業的に成功しているものは皆無である。本研究では、耐久性に優れた特殊セメントの使用により、上記の問題の解決を図った。

### 2 研究、実験方法

#### 2-1 使用光触媒の選定

使用する光触媒はコストを考慮し、酸化チタンアナターゼ型の白色粉末タイプとした。入手の容易な試薬と顔料の2タイプを用いて、光触媒の活性を試験した。

試験は、ガラスシャーレに0.5gの光触媒を、水を加え延ばしたものについて、ブラックライト照射(東芝製10W)の条件で、ガラスデシケータ中のホルムアルデヒドの分解を行った(図1)。

ホルムアルデヒド濃度は、理研計器製 MULTI GAS FINDERで測定した。

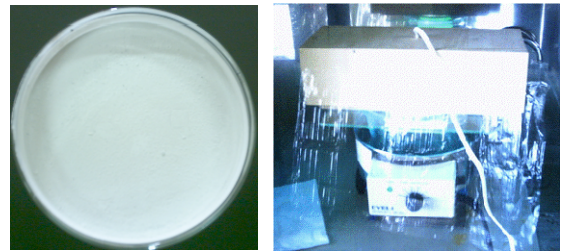


図1 光触媒活性試験

(㊤試験体, ㊤試験装置)

#### 2-2 光触媒吹付材の調整・試験体作成

吹付材の調整・試験体作成は、共同研究先の企業に一任した。

吹付材の成分は、特殊セメント・光触媒・増量材・粘結剤・顔料であり、これを真空混合し、水を加えて混練したものを吹付材として使用した。また、比較の目的で、特殊セメントを普通ポルトランドセメントに置換したものも作成した。

試験体は、セメントで作成した板材(15×15×1.5 cm)に吹付材を1~2mm程度吹き付けて作成した(図2)。

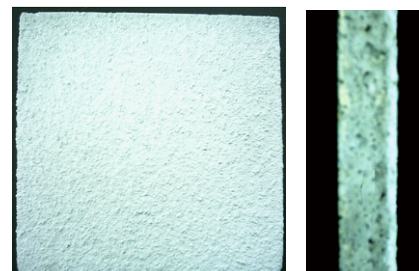


図2 光触媒吹付材試験体

(㊤表面, ㊤側面[右側が吹付面])

\*1 インテリア研究所

### 2-3 光触媒吹付材の検証

光触媒吹付材によって作成した試験体に、薫煙によって汚れを付け、日光により汚れが除去できるかを検証した。

試験体の半分をアルミ箔で覆い日光を遮断して、晴天下1日間で試験を行った（図3）。

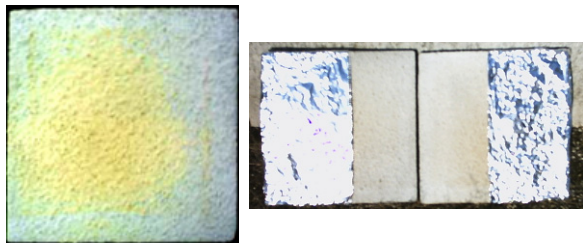


図3 汚れ除去試験

(㊤汚れを付けた試験体, ㊦試験の実施状況)

### 2-4 セメントとの比較試験

特殊セメントの優位性を証明するため、通常使用される普通ポルトランドセメントとの比較試験を行った。

#### 2-4-1 耐候性試験

2-2において特殊セメントと普通ポルトランドセメントそれぞれに、顔料を加えて作成した試験体を、デューサイクルウェザーメーターに264時間供し、その前後での色差を比較した（外部機関での測定）。

#### 2-4-2 耐酸性試験

特殊セメントと普通ポルトランドセメントそれぞれに、砂を加えて作成した試験柱を、濃硫酸の20倍希釈水溶液に浸漬し、10日後に取り出して目視により耐酸性を比較した（図4）。

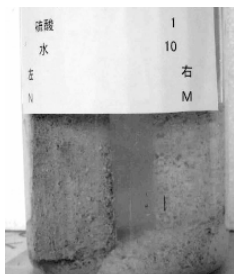


図4 耐酸性試験

#### 2-4-3 光触媒活性試験

2-1と同様に、特殊セメントと普通ポルトランドセメントそれぞれ（0.25g）に等量の光触媒を加えて、試験体を作成し、測定を行った。

## 3 結果と考察

### 3-1 使用光触媒の選定

過去の研究<sup>3)</sup>において使用したW社製の試薬・酸化チタンIV（アナターゼ型）とK社製の顔料・チタニウムホワイト（アナターゼ）を比較した（共に白色の粉末、粒径0.1~0.3μm）。

試験条件は以下の通りで、結果を表1に示す。

デシケータ容積2.3ℓ・試験温度40℃・分解時間2時間  
初期ホルムアルデヒド濃度25ppm

表1 光触媒活性（ホルムアルデヒド分解）試験結果

光触媒	分解後濃度(ppm)
酸化チタンIV(試薬)	2.0
チタニウムホワイト(顔料)	0.0

チタニウムホワイトの方が若干活性は高いという結果が得られた。価格の面でも安価なチタニウムホワイトを採用することにした。

### 3-2 光触媒吹付材の検証

試験後の試験体の様子を図5に示す。

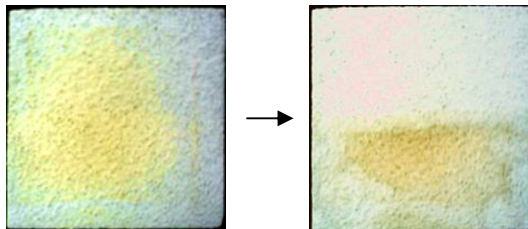


図5 汚れ除去試験結果

(㊤試験前, ㊦試験後)

試験前は全面に汚れが付着していたが、試験後では日光の当たった上半分の汚れが完全に除去されていた。

これにより、視覚的に光触媒の効果を確認することができた。

### 3-3 セメントとの比較試験

デューサイクルウェザーメーターでの耐候性試験の結果を表2に示す。

表2 264時間耐候性試験結果

基材	色差(ΔE)
特殊セメント	0.6
普通ポルトランドセメント	6.8

表2によれば、特殊セメントは普通ポルトランドセメントに比べ、耐候性が良い(色差の程度が小さい)事が判る。

更に耐酸性の結果を図6に示す。



図6 耐酸性試験結果

(㊦特殊セメント, ㊦普通ポルトランドセメント)

図6では、普通ポルトランドセメントは酸によって骨材部分が相当量溶け出しているが、特殊セメントは表面に若干の変化はあるが、骨材そのものの劣化は見られない。

耐酸性についても、特殊セメントの方が優れていることが判る。

耐候性・耐酸性は外壁の吹付材として必要な性能である。特に光触媒基材として使用する場合には、光触媒作用によって $\text{NO}_x$ ・ $\text{SO}_x$ が硝酸・硫酸となり、基材を溶かしてしまうことが問題となっているため<sup>1)</sup>、特殊セメントの優れた耐酸性は大きな利点となる。

光触媒活性試験は3-1とほぼ同様の条件で行った。(初期ホルムアルデヒド濃度を50ppmとし、より差が出るように変更した。)

表3に結果を示す。

表3 光触媒活性(ホルムアルデヒド分解)試験結果

基材	分解後濃度(ppm)
特殊セメント	5.3
普通ポルトランドセメント	16.1

光触媒活性についても、特殊セメントが優れている結果となっている。これは特殊セメントの粒度・比重が光触媒粉体と似通っており、混合しても光触媒が均一に分散して活性が妨げられないためと考えられる。また、特殊セメントの早強性も効果を及ぼしていると推察される。

この試験では、著者が扱いに慣れているホルムアル

デヒドを分解対象として使用しているが、光触媒作用の酸化力は、 $\text{NO}_x$ ・ $\text{SO}_x$ の除去についても有効であることが解っており<sup>1,2)</sup>、今後商品化の際には、JIS法による $\text{NO}_x$ 除去性能試験<sup>4)</sup>を外部機関で実施する予定である。

#### 4 まとめ

本研究において、特殊セメントが光触媒基材として優れた性能を持っていることが明らかになった。

今後、特許化・製品化に取り組み、建物のメンテナンス費用の縮小や大気汚染物質の除去等に役立つ、環境にやさしい吹付材として市場化できる事を期待している。(特許出願中のため、本報では特殊セメントの組成については伏せた。)

#### 5 参考文献

- 1) 各種技術を用いた局地汚染対策設計手法に関する研究：公害健康被害補償予防協会(平成14年3月)
- 2) 光触媒技術による環境保全について：APEC環境技術交流促進事業運営協議会(平成15年度コンテンツ)
- 3) 古賀賢一：福岡県工業技術センター平成10年度研究報告, p. 63-67(1998)
- 4) JIS R 1701-1:2004



# レリーフ壁 成型・塗装システムの開発 -3-

## ロータリー加工用ポストプロセッサの改良

楠本 幸裕\*1 永田 寅臣\*2 齊藤 華央利\*3 福本 満寿夫\*3

## Development of Molding and Painting System for Relief Walls -3-

### Improvement of a Rotary Machining Post-processor

Yukihiro Kusumoto, Fusaomi Nagata, Kaori Saito, Masuo Fukumoto

現在当所では、手軽にレリーフ壁を成型できるシステムの開発に取り組んでおり、その一環としてローラータイプのレリーフ壁成型用押し型（レリーフローラー）の開発を進めている。昨年度までの研究成果により、ロータリー加工用ポストプロセッサを開発することで、多種多様なデザインのレリーフローラー（木製）を容易に製造することが可能となった。しかしローラーを製造するに当り、加工時間と加工精度のトレードオフが課題として残っていた。そこで本年度は、既に開発しているロータリー加工用ポストプロセッサに対して、送り速度の自動調整機能を付加することにより、この課題を解決した。

### 1 はじめに

現在、住宅用の内装材として最もポピュラーなクロスに代わり、漆喰や珪藻土に代表される塗り壁材を使い、デザイン性にも優れたレリーフ壁が注目を浴びている。しかしレリーフ壁は、職人がコテや刷毛ローラーなどを用い熟練技術を駆使して施工されるため、非常に高価である。一方で、手軽にレリーフ壁を成型できる成型ローラー（図1）も市販されているが、デザインの種類が少なく、またその製造技術は進んでおらず、「作って見たらこんなデザインになった」程度の技術しか確立されていない。



図1 市販されている成型ローラー

そこで本研究では、ユーザーやデザイナーが発案する任意のデザインをレリーフ壁として成型できる成型ローラー（レリーフローラー）の開発を行っている<sup>1)</sup>。昨年度までの成果により、ロータリー加工用ポスト

プロセッサを開発することにより、任意のデザインのレリーフローラー（木製）を容易に製造することが可能となった<sup>2)</sup>。しかしレリーフローラー製造過程において、加工時間と加工精度のトレードオフが課題として残っていた。そこで本年度はこの課題の解決に取り組んだ。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 加工時間と加工精度のトレードオフ

昨年度までの研究成果により、開発したロータリー加工用ポストプロセッサ<sup>2)</sup>で変換したNCプログラムを用いてロータリー加工（図2）を行うことで、レリーフローラーを容易に製造することが可能になった<sup>1)</sup>。しかしレリーフローラーの製造には、加工時間と加工精度のトレードオフが課題として残されていた。

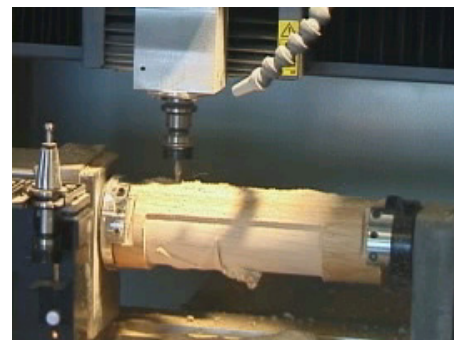


図2 ロータリー加工によるローラーの製造

\*1 インテリア研究所

\*2 機械電子研究所

\*3 (株)フクモト工業

レリーフローラーの製造においては、デザインしたレリーフの形状を細部まで忠実に再現するために、NC

プログラム中のカッターパスのピックフィードを、0.3[mm]と非常に細かく設定している。そのため必然的に加工経路・加工時間は共に長くなり、1つのローラーの加工が終了するまでにはおよそ8時間を要し、加工時間の短縮が望まれていた。

しかし一方で、加工時間を短縮するためにNC工作機械のオーバーライド機能を使用すると、加工中において全ての動作が高速になってしまい、レリーフの模様部分においてツールの移動方向が大きく変化する際、NC工作機械の位置保証を超えた加速度を発生してしまうため、加工エラー（図3）の原因となっていた。

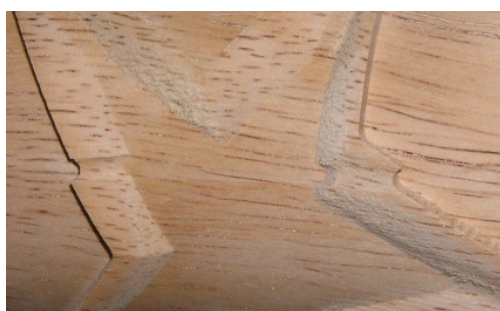


図3 送り速度超過による加工エラー

つまり、送り速度を短縮するために送り速度を上げれば加工エラーが発生し、加工エラーをなくす為に送り速度を落とせば加工に長時間を要する、といった加工時間と加工精度のトレードオフが課題として残っていた。実際の製造現場では、加工精度を優先させる必要があるため、送り速度を落としてレリーフローラーの製造を行っていた。

## 2-2 形状に応じた送り速度の調整

既に前節で述べたように、加工中にレリーフの模様部分において送り速度が超過した場合、加工エラーが発生する。従ってレリーフの模様部分においては送り速度を遅くする必要がある。しかし逆に、ローラーの底面などNC工作機械の移動方向が極端に変化しない部分においては、送り速度を速くすることができる。そこで、加工する形状に応じて、それぞれに適した速度へ送り速度を調整する手法について検討した。

NCプログラムに記述されている加工パスは、3次元の座標点の集合になっている。従って図4のように、座標点間の距離が短い部分はレリーフの模様部分、長い部分は底面などそれ以外の部分と判断できる。従ってNCプログラムに記述された次の座標点までの距離を

算出し、その距離を基に次の座標点までがレリーフの模様部分であるか底面であるかを判断し、それに応じて送り速度を適切な値に変更することで、加工精度を維持したままで加工時間が短縮できると考えられる。

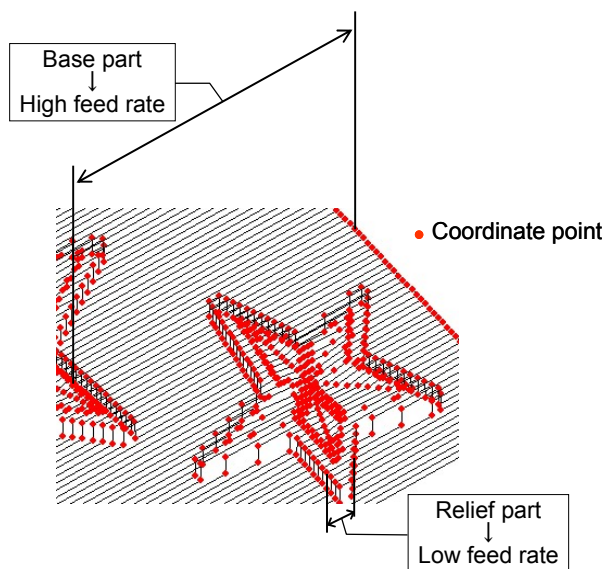


図4 送り速度の決定基準

## 2-3 ロータリー加工用ポストプロセッサへの機能付加

形状に応じた送り速度の調整は、ロータリー加工用ポストプロセッサでのNCプログラム変換の際に同時に行う。これは、NCプログラム変換の際に、変換したNCプログラムに対して送り速度指定のコマンドを追記することで実現される。

ロータリー加工用ポストプロセッサで3軸並進加工用NCプログラムをロータリー加工用へ変換する際に、まず全ての座標点を参照し、ステップ*i*における各座標点間の距離  $D(i) = |p(i+1) - p(i)|$  を求める（図5）。次に求めた全ての  $D(i)$  中の最小値を  $D_{min}$  とし、次式によりステップ*i*における送り速度  $F(i)$  を算出する。

$$F(i) = \frac{D(i)}{D_{min}} F_{min} \quad (1)$$

なおここで、 $F_{min}$  は座標点間距離が  $D_{min}$  に近いステップにおいても十分な加工精度を保てる送り速度であり、事前の加工実験によって決定する。つまり  $F_{min}$  は、加工中における最小送り速度である。

また、加工中における最大送り速度  $F_{max}$  も設定し、算出した  $F(i)$  が  $F_{max}$  を超えた場合は、 $F(i) = F_{max}$  とする。



$F_{max}$ も事前の加工実験によって決定する。

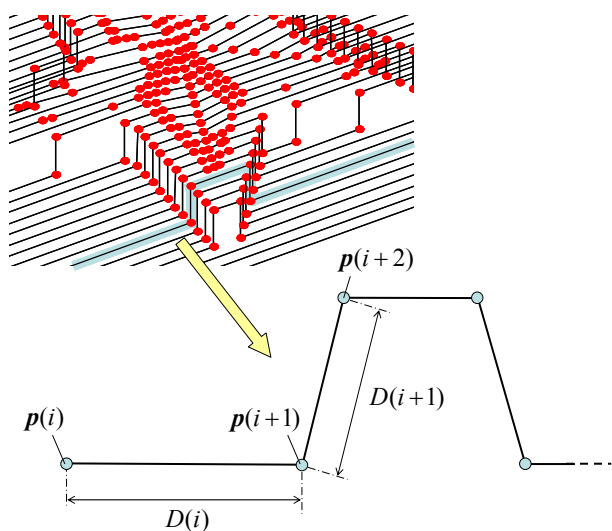


図5 座標点と距離

算出した $F(i)$ の値を基に、ロータリー加工用へNCプログラムを変換する際に、送り速度指定のコマンドをNCプログラムに追記する。送り速度指定のコマンドは“F~”と記述され、“~”の部分には具体的な送り速度の数値が入る。これによりNC工作機械は、加工中に送り速度を式(1)に従って変更する。

### 3 結果と考察

#### 3-1 送り速度変更コマンドを追記したNCプログラム

図6は、送り速度指定コマンドを追記する前のNCプログラムと、追加したNCプログラムを比較した図である。各座標点間において、それぞれ送り速度が指定されているのが分かる。

<pre>G01X216.8867A0.4854Z0.8896 G01X216.4318A0.4854Z1.4493 G01X215.9770A0.4854Z1.8802 G01X215.0673A0.4854Z2.4702 G01X214.1576A0.4854Z2.8218 G01X213.2479A0.4854Z2.9824 G01X212.3381A0.4854Z3.0000 G01X209.6090A0.4854Z3.0000</pre>	<pre>G01X216.8867A0.4854Z0.8896 F244.0 G01X216.4318A0.4854Z1.4493 F225.0 G01X215.9770A0.4854Z1.8802 F316.0 G01X215.0673A0.4854Z2.4702 F295.0 G01X214.1576A0.4854Z2.8218 F322.0</pre>
--	--

Without variable feed rate

With variable feed rate

図6 送り速度調整コマンド付加による変化

#### 3-2 加工実験

次に、送り速度指定コマンドを追記したNCプログラムによるレリーフローラーの加工を行った。下図に示

すデザインでの加工では、通常8時間かかる加工が6時間で終了し、加工精度も十分なものであった。その他のデザインについては、デザインの種類にもよるが、加工精度は十分なままで、平均で約25%の加工時間の短縮が得られた。



図7 送り速度を調整しながらの加工

### 4 まとめ

昨年度開発したロータリー加工用ポストプロセッサに、送り速度の自動調整機能（送り速度を形状に応じた最適な速度へ変更するコマンドを追記する機能）を付加することにより、それまで課題として残っていた加工時間と加工精度のトレードオフを解消し、加工時間の短縮と加工精度の向上の両方を得ることができた。

今後は、送り速度の算出式を改良し、さらなる加工時間の短縮を目指す<sup>4),5)</sup>。

### 5 参考文献

- 1) 楠本幸裕, 永田寅臣, 他2名: 福岡県工業技術センター研究報告, No.15, p.68-70(2005)
- 2) 楠本幸裕, 永田寅臣, 他3名: IIP2005日本機械学会情報・知能・精密機器部門講演会講演論文集, No.05-6, p.277-280(2005)
- 3) 楠本幸裕, 永田寅臣, 他3名: ROBOMEC'05日本機械学会ロボティクス・メカトロニクス部門講演会講演論文集(CD-ROM), p.1A1-S-018(2005)
- 4) 永田寅臣, 楠本幸裕, 他7名: 第21回ファジィシステムシンポジウム講演会講演論文集, p.376-381(2005)
- 5) Fusaomi Nagata, Yukihiro Kusumoto, 他4名, Procs. of 2005 International Conference on Control, Automation and Systems, p.438-443(2005)

# レリーフ壁 成型・塗装システムの開発 -4- エアブロー成形システムの開発

楠本 幸裕\*1 永田 寅臣\*2

## Development of Molding and Painting System for Relief Walls -4- Development of an Air Blow Molding System

Yukihiro Kusumoto, Fusaomi Nagata

現在当所では、手軽にレリーフ壁を成形できるシステムの開発に取り組んでいる。そのサブシステムとして、エアブロー成形システムを開発する。エアブロー成形とは、従来のように乾燥前の塗り壁材にコテやローラーなどを物理的に押し当てて成形するのではなく、圧縮空気を吹き付けてレリーフ壁を成形する手法である。エアブロー成形では任意の形を成形することは不可能ではあるが、逆に、コテやローラーなどでは表現することのできない意匠性に富んだレリーフ壁を成形することが可能である。しかしこれを人手で行うと再現性が乏しく実用的ではない。そこで本研究では多軸ロボットアームを用いてエアブローによるレリーフ壁の成形を行うシステムを開発することで、エアブロー成形の実用化を目指す。

### 1 はじめに

現在、住宅用の内装材として最も一般的に使用されているのはクロスであるが、クロスに代わる内装材として、漆喰や珪藻土などの塗り壁材が注目されている。塗り壁材には、種類によって防カビ、防火などの機能を持ったものが存在し、様々な用途に対してその効果を発揮できる。また、VOCを大幅に低減できるため、平成15年7月に改正された建築基準法への対応策としても期待されている。さらに、厚みを持っているため3次元の立体模様を加飾することも可能である。このような3次元の立体模様をもった壁はレリーフ壁と呼ばれ、新たな内装施工法として注目されている。しかし現在レリーフ壁は、職人技が必要であるなどの理由からいまだ普及していない。そこで当所では、手軽にレリーフ壁を成形できるシステムの開発に取り組んでいる。そのシステムの中のひとつとして、エアブロー成形システムを開発する。エアブロー成形とは、従来のように乾燥前の塗り壁材にコテやローラー等を物理的に押し当てて成形するのではなく、エアブローガンを用いて圧縮空気を吹き付けて成形する手法である。そのため、任意の形を成形することは不可能であるが、逆に図1のような、コテやローラーでは表現することのできない意匠性に富んだレリーフ壁を成形することが可能である。



図1 エアブロー成形によるレリーフ壁サンプル

しかしこれを人の手で行うと、再現性が乏しく実用的ではない。そこで本研究では、多軸ロボットアームを使ったエアブロー成形システムを開発することで、エアブローによるレリーフ壁の施工の実用化に取り組んだ。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 エアブロー成形のためのパラメータ

エアブロー成形システムを開発するためには、まずはどのような条件でどのような形状を成形できるかを把握する必要がある。そこでまず、エアブロー成形において、成形される塗り壁材の形状を決定するであろうパラメータについて検討し、図2に示す5つを選定した。

\*1 インテリア研究所

\*2 機械電子研究所

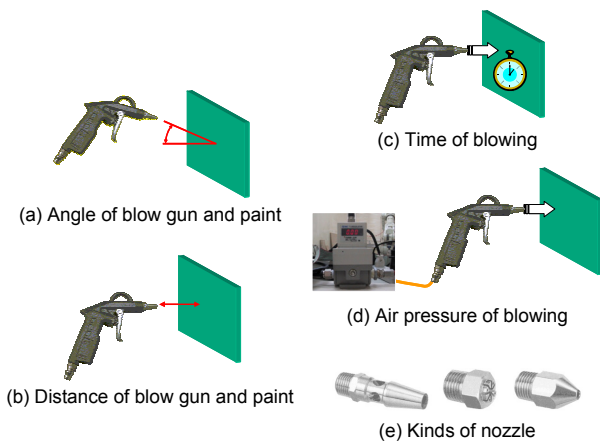


図2 エアブロー成形のためのパラメータ

(a)と(b)は、これまでの研磨ロボットの研究で培ってきた産業用ロボットのモーション制御<sup>1)</sup>を応用することで対応可能である。(c)と(d)はH14年に実施した「研磨工具を駆動するエア圧力のスキルフルコントローラーの開発」<sup>2)</sup>における電空レギュレータの制御技術を用いて実現可能であると考えられる。(e)に関しては、ノズルを随時交換することで解決できる。

## 2-2 エアブロー成形用のエア圧力コントローラ

(c)と(d)を実現させるためには、電空レギュレータを中心としたエアブロー成形用エア圧力コントローラを新たに構成する必要がある。そこでエアブロー成形用のエア圧力コントローラを構成するに当たり、中心となる電空レギュレータの機種を選定するために、既存設備である研磨工具用エア圧力コントローラ(図3)を用いた予備実験を行った。

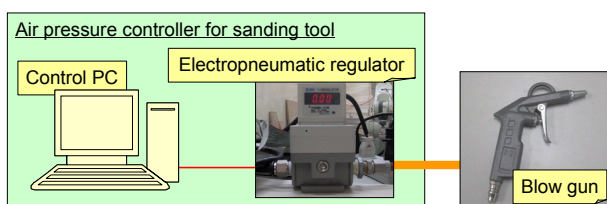


図3 研磨工具用エア圧力コントローラを用いたエアブロー実験装置

その結果、既存の研磨工具用で使用している電空レギュレータではエアブロー成形用としては十分な応答を得られないことが判明した。そこでエアブロー成形用のエア圧力コントローラには、高速応答タイプの電空レギュレータを選定した。図4は構成したエアブロー成形用のエア圧力コントローラである。

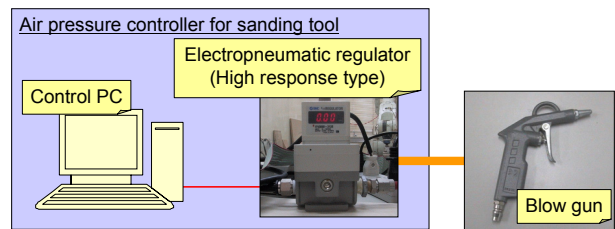


図4 エアブロー成形用エア圧力コントローラ

## 2-3 エアブロー成形システムの構成

つぎに、前節において構成したエアブロー成形用エア圧力コントローラと、三菱重工業社製7自由度型ロボットアーム「PA10-7C」をベースとした、エアブロー成形システムを構成した。図5はエアブロー成形システムの構成図である。

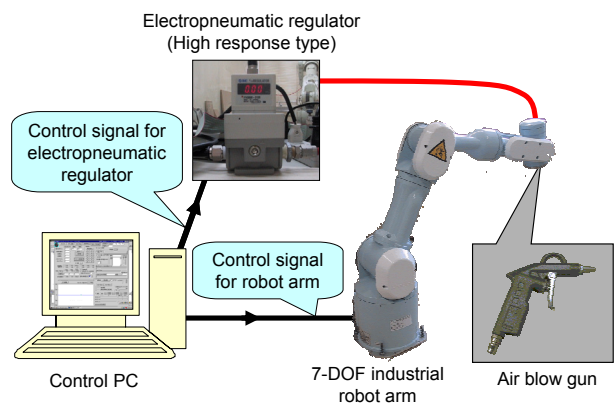


図5 エアブロー成形システム

1台の制御用PCにより、ロボットアームのモーション制御とエアブローガンのエアブロー制御を同時に行う。エアブローのON/OFFと圧力の制御は、参考文献<sup>2)</sup>で報告しているハイパー-CLデータを応用して行う。例えば、ハイパー-CLデータに”RELIEF/0.25”と記述すれば、記述した地点において0.25[MPa]の圧力でエアが一度噴射される。

## 3 結果と考察

### 3-1 エア圧力コントローラの制御実験

まずは、前章で構成したエアブロー成形用エア圧力コントローラのエア圧力制御実験を行った。その結果、研磨工具用のエア圧力コントローラに比べ、応答が大幅に改善された。例えば、0.0[MPa]の状態から0.3[MPa]へ加圧した時、従来の研磨工具用の場合は0.5[s]程度の時間を要していたのが、今回構成したエアブロー成形用の場合はわずか0.1[s]程度で加圧

でき、所望の応答特性を得ることができた。

### 3-2 エアーブロー成形システムの動作実験

つぎに、2-3節で構成したエアーブロー成形システムの動作実験を行った。下図はその時の実験風景である。なお今回は、実際に使用される塗り壁材ではなく、赤く着色した水に向けてエアを噴射した。この実験により、任意のポイントにおいて所望の圧力でエアーブローを行えることが確認できた。

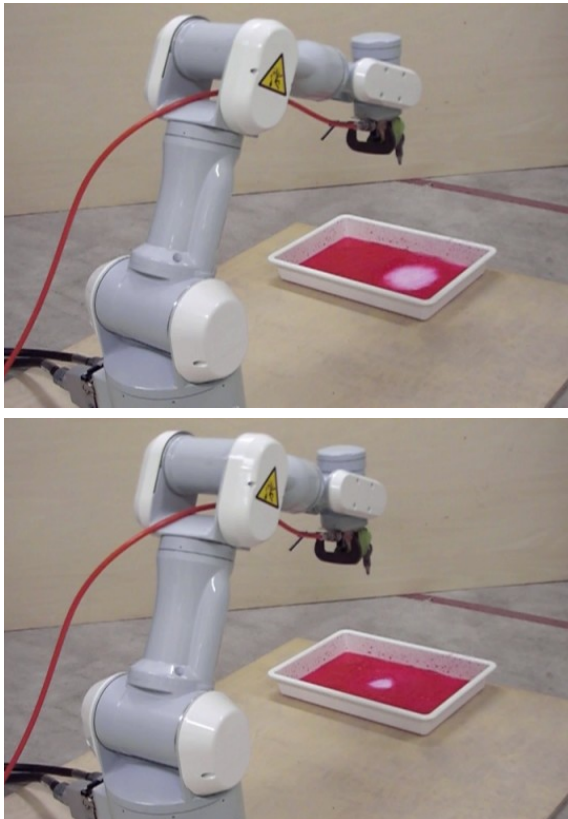


図6 エアーブロー成形システム動作実験

## 4 まとめ

本研究ではまず、エアーブロー成形システムを開発するために必要となる特性をもったエア圧力コントローラについて検討した。その結果、高速応答タイプの電空レギュレータを使用することで、所望の応答特性を持ったエア圧力コントローラを構成することができた。

つぎに上記コントローラと、7自由度型ロボットアームによって構成されるエアーブロー成形システムの開発に取り組んだ。また、開発したエアーブロー成形システムで動作実験を行い、良好な結果を得られた。

今後は、実用化に向けたアプリケーションインターフェースの改良や、塗り壁材へのエアーブロー実験を

通じたデザインバリエーションの検討を行う。

## 5 参考文献

- 1) 楠本幸裕, 永田寅臣, 他3名: 第12回インテリジェント・システム・シンポジウム講演論文集, p. 137-140 (2002)
- 2) 楠本幸裕, 永田寅臣, 他3名: 福岡県工業技術センター研究報告, No. 13, p. 77-82 (2003)

# 立ち上がり補助椅子の開発

本 明子\*<sup>1</sup> 友延 憲幸\*<sup>1</sup> 石川 弘之\*<sup>1</sup>

## Development of the Chair to Assist to Stand

Akiko Moto, Noriyuki Tomonobu, Hiroyuki Ishikawa

本研究は、加齢により身体機能が衰えた高齢者の立ち座りを補助する椅子を設計するために、椅子からの立ち上がり時の動作などを評価したものである。試作した立ち上がり補助椅子を使用した場合の立ち上がり時の動作解析や重心動揺の計測結果をもとに、その機能の有用性を検討した結果、昇降機能を使用して立ち上がることで、立ち上がり時のふらつき等を軽減し、安定した動作をうながせることから、加齢による筋力の低下等の理由により自力での立ち座りが困難になった使用者でも、自力での立ち座りの動作が行えることが示唆された。

### 1 はじめに

日本は急速に高齢社会を迎えたため、高齢社会に対する取組や対応が遅れている。80%以上の大多数の高齢者は、健康で介護を必要としないが、加齢による身体機能の衰えを援助する生活支援技術を必要としている<sup>1)</sup>。しかし、健康な高齢者の身体機能を考慮した家具は少なく、使用者に相応しい用具の開発が望まれている。身体機能の低下がみられる使用者が安全に使用できる立ち上がりを補助する椅子の開発を行うに際し、使用者の動作と動作を補助する装置の動きが適合している必要があるとともに、椅子の形態が使用者の姿勢や動作に適合したものであることがのぞましいと考えられる。立ち上がり時の動作特性や重心動揺を調べた結果、高齢になるに従い、身体の不安定さが増し<sup>2)</sup>、脚部や腰部に筋的負担が生じる<sup>3)</sup>ことが明らかになった。これまで、高齢者が椅子を使用する際の姿勢、椅子からの立ち上がり時の動作解析と重心動揺等の計測により、補助を必要とする椅子の高さを検討するとともに、立ち上がりを補助する装置の動きの基礎となるデータの収集を行った。その結果、特に高齢者が使用する補助具として考える場合、座高200mm以下の低い位置からの立ち上がりの場合は、最も動作が困難である立ち上がりのきっかけとなる身体を起こす動作から、立ち上がった後も身体が安定する400mm以上の高さまで身体を支持することが必要となると考えられた。更に、座高200mm以下の低い位置からの立ち上がりには身体を上へ持ち上げるだけでなく、前へ促すような二つの動きが必要となること、200mmより高い座高からの立ち上がり椅子を考える場合は、身体を上へ持ち

上げる機能のみで前に促す機能がなくても、立ち上がりを補助するためには十分であることが示唆された<sup>4)</sup>。

更に、高齢者がリラックスした状態での座位における身体計測を行い、椅子の各部寸法を決定した。また、本研究によって開発する製品は、家庭で使用できる椅子をターゲットとするために、コンパクトであることが必要とされた。昇降装置部をシンプルにするには、座面の下に機構部を納める方法が安価で安全であり、そのためには、椅子の最低高さは200mm前後にし、椅子の下部に200mm程度のスペースをあけることが望ましかった。

そこで、本研究で開発する立ち上がり補助椅子の仕様を約200mmから400mm程度までの立ち上がりを補助するものと想定し、昇降装置部分の試作設計を行い、以上の条件のもとに試作した椅子を用いて、立ち上がり補助椅子の有用性を検証した。

### 2 方法

立ち上がり補助椅子の有用性を検証するために、昇降機能を使用し立ち上がった場合と、利用せずに立ち上がった場合との動作の比較を行った。それぞれの場合の動作をビデオカメラで撮影し、その後、動作解析装置（新大阪商会製Dynas-3D/G）により身体各部の動きをスティックモデルに置き換えて解析した（図1）。被験者は、高齢者層として、70歳以上の男女計17名（男性7名、女性10名）、若齢者層として20歳代かから50歳代の男女計19名（男性8名、女性11名）とした。



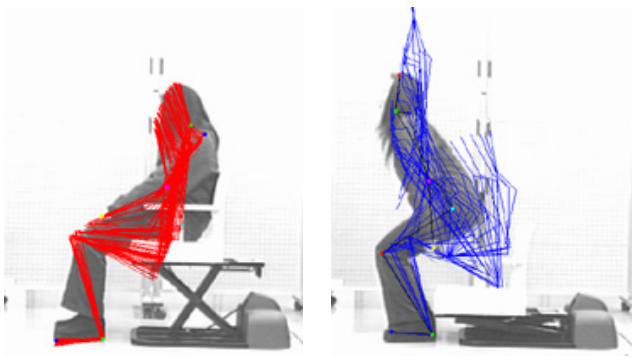


図1 立ち上がり動作とスティックモデル  
(左：昇降機能使用，右：昇降機能不使用)

### 3 結果と考察

これまでの研究より，高齢者は，立ち上がる際に加齢により衰えた筋力や脚力を補うために，上半身を大

きく前や下側に動かすことで重心を移動させ腰部を座面から浮かせる傾向にあった。そのために，若齢者に比較して，立ち上がり時の重心動揺が大きくなり，前方や下方への頭部の動きも大きくなることが確認されている<sup>5)</sup>。

そこで，動作解析により得られたスティックモデル（図2，図3）で，各条件での立ち上がりについて，被験者の性および年齢層別に，動作時の頭部の動きに注目して解析を行い，各被験者層別に，立ち上がり時の額面点の前方向と下方向の最大移動距離に関し平均値を求めた（図4，図5）。前方向への移動距離について，t検定を行った結果，昇降機構を使用した場合としない場合とでは，高齢者男女の被験者層で有意差が認められた（ $p < 0.01$ ）。同様にして，額面点の下方向への移動距離に関して，t検定を行った結果，高齢者の男性被験者層で有意差が認められた（ $p < 0.05$ ）。

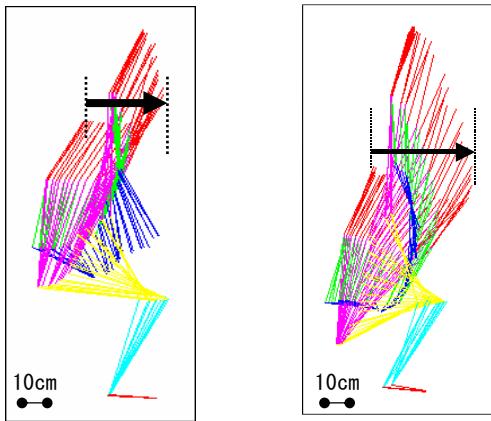


図2 立ち上がり時の額面点の前への移動  
昇降機構使用（左）と不使用（右）場合

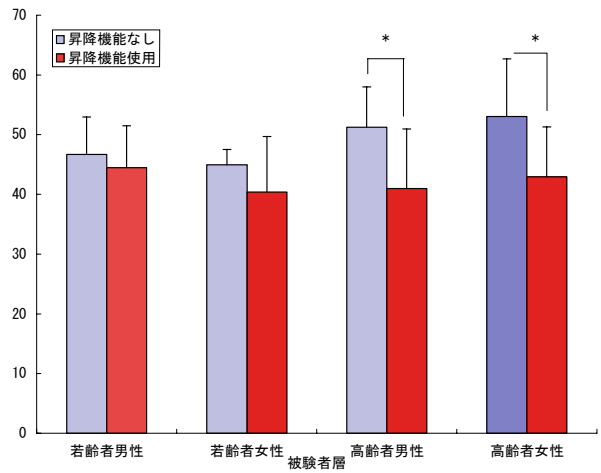


図4 立ち上がり時の額面点の前方への移動距離  
(被験者層別の平均値)

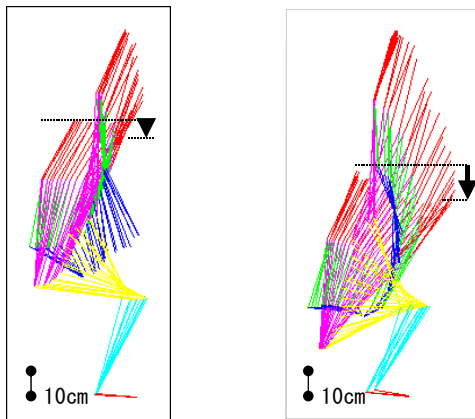


図3 立ち上がり時の額面点の下への移動  
昇降機能使用（左）と不使用（右）の場合

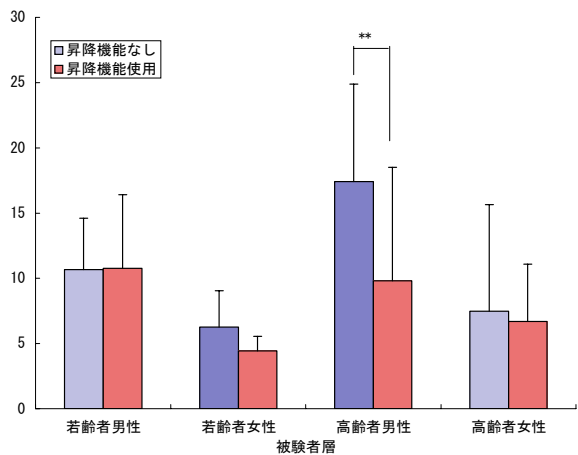


図5 立ち上がり時の額面点の下方への移動距離  
(被験者層別の平均値)

頭部の移動距離は、動作時の重心の動揺と相関関係が認められることより、昇降機構を使用することで、立ち上がり時の身体のだぶつきが少なくなり、重心の移動距離が小さくなったことから、頭部の動きを抑えることができたと考えられる。昇降機構を使用して立ち上がった場合、使用しない場合と比べて、どの被験者層でも頭部の動きは小さくなったことから、動作が安定し、楽な立ち上がり動作ができていたことが示唆され、特に高齢者層でその効果が高いことが明らかであった。

#### 4 まとめ

昨年度、高齢者の使用する椅子の形態を検討するために、実際の椅子の使用状況に併せた姿勢において、使用者の身体計測を行い、椅子の各部寸法の設計条件を抽出した。これらの結果をもとに、試作品を作り、さらに評価を実施し問題点の抽出を行った結果、座面には適度な自由度があることが好まれる傾向にあったため、座面の寸法を再検討し、幅、奥行ともに広げることとした。

また、座面の素材に関して、硬さの異なるウレタンとその厚みについて、座り心地がよいと感じるものを50～70歳代の被験者22名に選んで頂いた。その結果、硬めで厚みのあるウレタンが大多数の被験者の支持を得たため、これを使用することとした。

以上の結果と昨年までの研究結果をもとに試作品を完成させた。試作品の主な仕様は以下のとおりである。

外観：幅：600mm

奥行：750mm

高さ：680～980mm

重量：20kg

椅子 座面幅：600mm

座面奥行：470mm

座面高：180～480mm

背もたれ高さ：480mm

背もたれ角度：15度

座面角度：3度

昇降機能 昇降高さ：180～480mm

昇降速度：約20秒

試作した椅子は、筋力等の身体機能が低下した使用者や膝等に故障を抱える使用者が苦手とする、床に近

い低い位置から一般的な椅子よりも少し高い位置までの動きを補助するものである。試作品を使用した場合の立ち上がり時の動作解析や重心動揺の計測結果をもとに、立ち上がり時のだぶつき等を軽減し、立ち上がりの際に安定した動作をうながせる高さまで、椅子の昇降機能により動作を補助することができる。この機能により、椅子から立ち上がることが困難になった使用者が、自力でも立ち上がりの動作が可能になる製品であると考えられる。

今後も、多くの方に試用して頂くことより、様々な意見を集め、試作品に改良を加え、完成度の高い製品を目指す予定である。

本研究の実験及び調査に関し、協力頂きました各位に厚く御礼申し上げます。

#### 5 参考文献

1) 国民生活白書

2) 本明子：デザイン学研究，第47回研究発表大会概要集，p.260-261（2000）

3) 本明子：2002年度大会学術講演梗概集，日本建築学会，p.319-320

4) 本明子：福岡県工業技術センター研究報告，第14号，p.73-76（2004）

5) 本明子：福岡県工業技術センター研究報告，第15号，p.55-58（2005）



# 中高年労働者のVDT作業特性に関する研究

友延 憲幸\*1 本 明子\*1 石川 弘之\*1

## A Study on VDT Work Characteristic of Middle and Advanced Age Worker

Noriyuki Tomonobu, Akiko Moto, Hiroyuki Ishikawa

近年、ノート型パーソナルコンピュータ（ノート型PC）の需要が非常に高まっているが、ノート型PCが与える身体的負担はデスクトップPCよりも非常に大きい。特に筋骨格の衰えからくる頸肩腕骨症・腰痛を抱えやすい中高年労働者にとって、この流れは大きな問題である。本研究は、ノート型PC利用時の中高年労働者の負担を考慮した最適な椅子・机を提案する。本年度については主に机の高さについて検討することとした。

### 1 はじめに

40代以上の労働力人口比は57%を超え<sup>1)</sup>、日本は中高年労働者の労働力を大きく必要とする時代となった。加齢により筋骨格が衰える中高年労働者にとっては、より良い作業環境が求められる。そうした中、VDT作業に限ると、そのツールとなるパーソナルコンピュータ（PC）は、デスクトップ型よりもノート型の普及が加速している。ノート型PCは手軽に持ち運べ、作業スペースが狭くても作業が可能である。このことが普及の要因と考えられる。しかし、ノート型PCのそのような利点を生むキーボードとディスプレイの一体型構造は、前傾姿勢を強いるため、作業中は頸部、腰部などに負担を与えやすい。ノート型PCは外出先などで予備的に使用するために設計されたものであり、1日8時間、年間52週間、仕事で毎日使用するようには作られていない<sup>2)</sup>。中高年労働者にとって、ノート型PCの使用は頸肩腕骨症や腰痛を引き起こす原因となりやすい。本研究は、ノート型PCを使用したVDT作業において、無理な姿勢を強制しない机と椅子のバランスを見出し、作業姿勢の安定する机・椅子の形を提案することを目的とする。本年度は主に机の高さについて検討することとした。

### 2 研究、実験方法

机の高さ5条件（650mm、700mm、750mm、800mm、850mm）と作業中の脚部の姿勢2条件（椅子に潜り込ませる（潜りあり：in）、潜り込ませない（潜りなし：out））[5×2=10条件]下において、年齢20代2名の男性若年者群と年齢40代3名、50代1名（計4名）の男性中高年者群の被験者を対象に、ノート型PC（エプソン

ダイレクト（株）Endeavor NT-5000）を使用しVDT作業として10分間の英文タイピングを行った。本実験では、実験者の考えにより以下の2点を作業条件とし、机の高さが与える作業姿勢への影響を検討した。椅子の高さは、机の高さに関わらず各被験者の好みの高さに調整した。また、作業開始前に、被験者の肘の高さが机の高さよりも低くならないように机との距離を保つようにした。

各条件において、VDT作業を行っている際の姿勢の安定性をみるため、作業姿勢を矢状面方向から1分ごとに撮影し、眼球・肩峰点の位置を確認した。また、椅子の座面には体圧センサシート（ニッタ（株）圧力分布測定システム BIG-MAT VIRTUAL[センサ：BIG-MAT 1750]）を取り付けた。このシートから上半身の重心を座面上に投影した点（座面重心点）が得られ、その点の移動距離と移動幅を測定した。

### 3 結果と考察

作業者にとって机の高さが適切でなければ、作業姿勢の安定性は失われる。例えば、高さが低い机での作業は、一般的には座面に深く腰掛けるようになり（臀部の座面への接触面積は大）、前傾姿勢を強いることが多い。前傾姿勢は腰椎の前彎を消失させ、腰部の負担を大きくする。腰部の負担が大きくなるとそれを回避するために上肢を直立させようとするが、その姿勢では低い机での作業が困難であるため、再び元の姿勢に戻る。前傾姿勢による腰部負担とそれを避けるために上肢を直立させた結果から生じる作業の困難性とのジレンマにより、上肢の前傾と直立を繰り返し、結果的に作業姿勢は安定しない（図1左）。また、高い机での作業は、一般的には作業者が座面に浅く腰掛けるよ

\*1 インテリア研究所

うになり、臀部の座面への接触面積は小さくなるため、座面上での臀部の動きと揺れは大きく、作業姿勢は安定しない（図1右）。本実験では、机高さ650mmの条件において前述した前傾姿勢による安定性の消失があり、机高さ850mmの条件において後述した臀部の動きと揺れがあると考えられる。

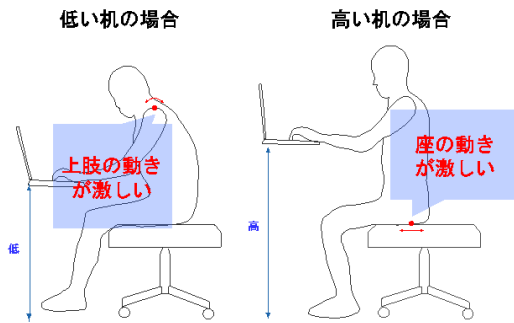


図1 机の高さの違いによる作業姿勢の変化

そこで、潜りなし条件の机高さ650mm（潜りなし650mm）と潜りなし850mmの2条件を基準として、作業姿勢の安定性について他の8条件の評価を行った。評価方法は、眼球・肩峰点の動き（表1上の項目中の「角度」については、肩峰点と眼球点を腸骨稜点にそれぞれ結び、水平面からの角度で求めた：図3参照）において潜りなし650mm条件と比較して、表1上の各項目について条件を満たした場合、項目毎に1点ずつ加算した。また、座面重心点において潜りなし850mm条件と比較して、表1下の各項目の条件を満たせば得点を1点ずつ与えることとした。得点結果を図2に示す。若年者群は各条件であまり差はない。しかし、中高年者群は潜りあり650mmと潜りなし・潜りあり700mmの条件では得点が低く、750mmの脚部2条件、潜りあり800mmの条件で高い得点であった。

次に作業中の肩峰点の作業中の最大角度と最小角度の差を算出し、各条件での肩峰点の動きをみた。その結果、若年者群では各条件の（最大角－最小角）値に差はないが、中高年者群は750mmの脚部2条件、潜りなし800mmの条件において値が小さかった（図4）。

表1 各机高さ条件および脚部条件における作業姿勢の評価項目

		潜りなし650mm条件との比較項目 (眼球・肩峰点の各条件において)	得点条件
角度		作業中の最小角度	小
		作業中の最大角度	大
		作業中の変化幅	小
水平方向		作業中の最前方位置	後方
		作業中の最後方位置	後方
		作業中の変化幅	小
鉛直方向		作業中の最下点	上方
		作業中の最上点	下方
		作業中の変化幅	小

		潜りなし850mm条件との比較項目 (座面重心点の各条件において)	得点条件
方向 水平		作業中の移動距離	短い
		作業中の移動幅	短い
方向 鉛直		作業中の移動距離	短い
		作業中の移動幅	短い

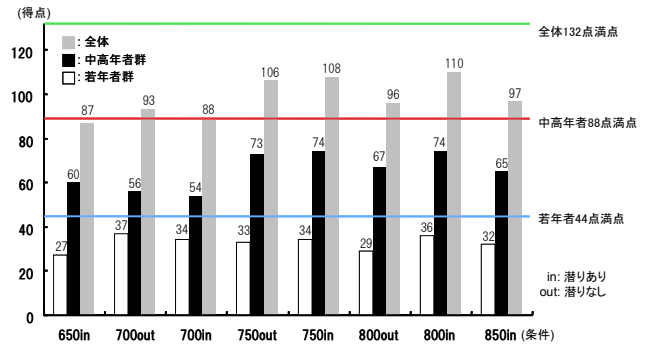


図2 表1の評価に対する得点結果

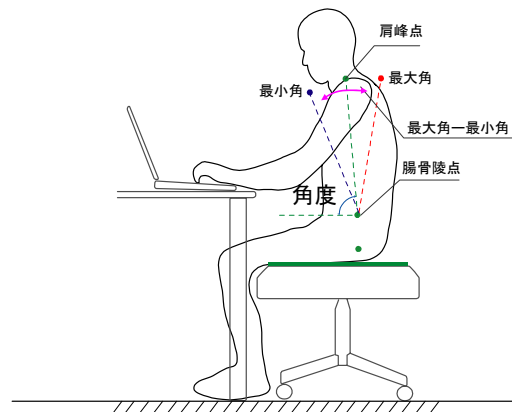


図3 (肩峰点－腸骨稜点) 角度

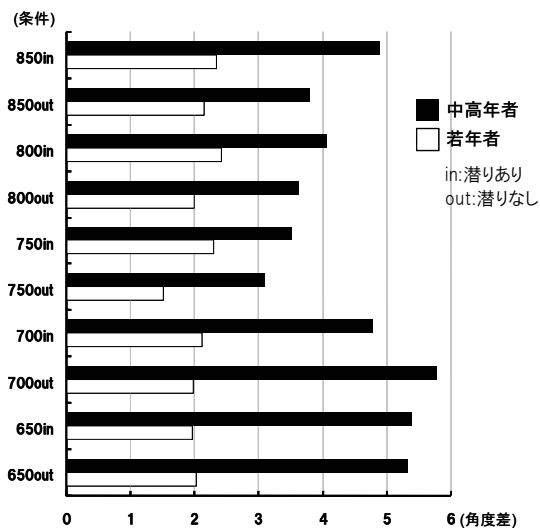


図4 [(肩峰点-腸骨稜点) 角度の]最大角-最小角 (角度)

日本工業規格JIS S 1010「事務用機の寸法」は机の高さのモジュール寸法を670mm, 700mmとしている。しかしながら, 中高年齢者群の作業姿勢の安定は机高さ750mm, 800mmにおいて確認された。本実験において, 各被験者の椅子の設定高さは脚部潜りなし条件では465~482mm (平均±標準偏差は469.83±7.65mm), 潜りあり条件では472~552mm (510.17±33.01mm) と様々であったが, 椅子の高さに関係なく机高さ750mm, 800mmにおいて作業が安定しているようであった。中高年齢労働者が行うノート型PCでのVDT作業に関しては, JISのモジュール寸法よりも多少高い机(750mm~800mm)程度の高さが作業に適していると思われる。また, 若年齢者群と中高年齢者群を比較すると, 肩峰点の動きをみた(最大角-最小角)値の結果から, いずれの条件においても若年齢者群よりも中高年齢者群の値は大きいことが分かる。上肢の動きを抑制するには, 机の高さ以外にも作業姿勢の安定を促す条件が必要である。

#### 4 まとめ

本年度実施した実験により, 中高年齢労働者のVDT作業については, 作業姿勢の安定の観点からは750mm~800mm程度の机高さが必要という結果となった。ただし, 750mm~800mm程度の机高さであっても, 若年齢者ほど作業姿勢は安定しない。従って, 作業姿勢の安定を助長するために, 机の天版・脚部の形状や椅子の各部分(座面, 背もたれ, 肘部)について安定性を与える形状を考えることが必要である。また, 中高年齢労働者の負担を軽減するための机・椅子の機能性に関する

検討は, 作業姿勢の安定性だけでなく, 筋負担についても同様に検討し, 異なる実験条件(例:長時間のVDT作業, フィールド調査)においても検討することも必要であり, これらは次年度以降の課題とする。

#### 5 参考文献

- 1)厚生労働省 職業安定局: 年齢階級労働力人口及び労働力率  
[http://www.gender.go.jp/whitepaper/h17/danjyo\\_hp/danjyo/html/honpen/chap03\\_11.html](http://www.gender.go.jp/whitepaper/h17/danjyo_hp/danjyo/html/honpen/chap03_11.html) (最終アクセス 2006年9月8日)
- 2)CNET Japan: ノートPCが身体に悪影響—米研究者が警鐘  
<http://japan.cnet.com/news/biz/story/0,2000056020,20084040,00.htm> (最終アクセス 2006年9月8日)

# 反応性スパッタリング法で作製したCr, Ti硼窒化膜の薄膜特性に及ぼす窒素ガス流量の影響

南 守<sup>\*1</sup>

## Effect of Nitrogen Gas Flow Rate on Properties of Cr-Ti-B-N Films Prepared by Reactive Sputtering

Mamoru Minami

クロム (Cr) とチタン (Ti) の複合硼窒化膜を、反応性スパッタリング法を用い、シリコン (Si)、高速度鋼基板上に作製し、薄膜特性に及ぼす成膜条件の影響について調査した。主要な成膜条件である窒素ガス流量を変化させることにより、膜の結晶構造、耐摩耗性は変化することが明らかとなった。また、成膜条件に関わらず、形成された薄膜は極めて平滑な表面を有することが判明した。

### 1 はじめに

多くの機械部品には、機能性の発現や耐久性を高めるため、PVD法やCVD法による表面保護膜(皮膜)が施されている。これらの手法を用いて作製される皮膜の中でも、機器の耐久性、耐食性の向上を図る目的からTiN膜やTiC膜、TiAlN膜などの硬質皮膜が広く用いられている<sup>1)</sup>。しかし、近年、各種機器、装置の高性能化、高機能化が進展するにつれ、耐摩耗性、耐食性に優れた皮膜の開発が求められている。

これらの要求に応える皮膜材料として、硬度、耐摩耗性、耐食性に優れたTi硼窒化膜 (Ti-B-N膜) に期待が集まっている<sup>2)-5)</sup>。機械電子研究所では、反応性スパッタリング装置を用いて平板形状の超硬合金上へTi-B-N膜の作製を試み、優れた特性を有する皮膜の形成が可能であることを明らかにしている<sup>6)</sup>。しかしながら、実際にTi-B-N膜を加工工具上に成膜処理し実機による加工試験を行った結果、耐摩耗性に関して従来工具と比べて飛躍的な向上は認められないことが明らかとなり、成膜条件のさらなる改善を図る必要があることが判明した<sup>7)</sup>。

よって本研究では、Ti-B-N膜と比べ相手材への攻撃性が低く、摩擦摩耗により発生する熱に対して優れた耐酸化性を持ち、基材と膜との密着性、耐摩耗性向上が期待できるCrとTiの複合硼窒化膜 (Cr-Ti-B-N膜) の作製を試み、膜の結晶構造、密着性などの特性が、主要な成膜条件である窒素ガス流量によりいかなる影響を受けるかを調査した。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 皮膜作製方法

既報<sup>7)</sup>と同様に、皮膜作製には直流、高周波電源を有するマグネトロンスパッタリング装置 (ユーテック, YE1825-3)を用いた。ターゲットには直径102mmのTiB<sub>2</sub> (純度99%) 及びCr (純度99.9%) を用いた。スパッタリングガスにはアルゴン (純度99.999%) と窒素 (純度99.999%) の混合ガスを用いた。

基板には、Siウェハ (100) と鏡面研磨仕上げした高速度鋼 (SKH51, 30×30×2mm) を用いた。これらの基板をアセトン中で超音波洗浄した後、回転式基板ホルダーに取り付け、真空ポンプにより装置内を4.0×10<sup>-4</sup>Pa以下の圧力になるまで排気した。所定の圧力に到達後、膜形成に先立ち基板の前処理として、アルゴンによる基板のイオンボンバードをRF電力50Wで5分間行った。続いて、表1に示す条件にて成膜処理を行った。なお、本実験では、TiN膜を被覆した試料を比較材として使用した。Cr-Ti-B-N 膜被覆材, TiN膜被覆材ともに推定膜厚は約2μmである。

#### 2-2 特性評価

作製した皮膜の膜厚は、接触式表面粗さ計 (テーラーホブソン, Talysurf) を用い、成膜前に基板の一部をマスクングしておき、成膜後のマスクングしている部分としていない部分との段差から求めた。

結晶構造の解析は、X線回折装置 (理学電機, RINT-2500V) を用いた。入射X線にはCuK $\alpha$  特性X線 (40kV, 200mA) を用い、入射角は1° とした。膜表面の観察には走査型電子顕微鏡 (SEM) (日立製作所, S-4500) 及び光学顕微鏡 (オリンパス光学工業, BX60) を用いた。

\*1 機械電子研究所

表1 成膜条件

TiN膜成膜条件		Cr-Ti-B-N膜成膜条件	
使用ターゲット	Ti(4N)	使用ターゲット	Cr(3N)
Arガス流量 (cm <sup>3</sup> /min)	30	使用ターゲット	TiB <sub>2</sub> (2N)
N <sub>2</sub> ガス流量 (cm <sup>3</sup> /min)	4	Arガス流量 (cm <sup>3</sup> /min)	30
圧力 (Pa)	0.3	N <sub>2</sub> ガス流量 (cm <sup>3</sup> /min)	0~8
ターゲット-基板間距離 (mm)	185	圧力 (Pa)	0.3
基板RF電力 (W)	50	ターゲット-基板間距離 (mm)	185
ターゲット電力 (W)	500	基板RF電力 (W)	50
		ターゲット電力 (W)	500

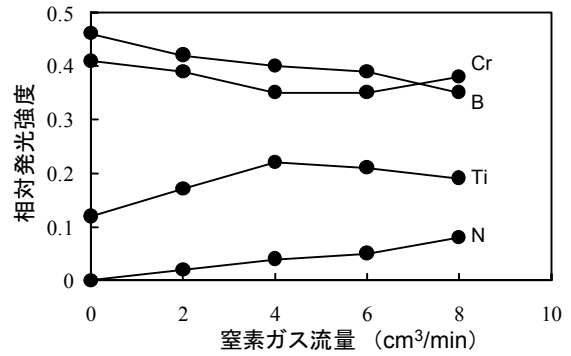


図1 膜の組成に及ぼす窒素ガス流量の影響

膜の化学結合状態は、Mg-K $\alpha$ 線（10kV，10mA）をX線源とするX線光電子分光分析装置（島津製作所製）を用いることにより評価した。

膜の組成は、グロー放電発光分光分析装置（堀場製作所，JY5000RF）を用いることにより評価した。

膜の密着性は、圧痕試験を行うことにより評価した。圧痕試験はRockwell硬度計を用い、試料表面から基板に達するまでダイヤモンド圧子（Cスケール）を押し込み、圧痕周辺部に発生する皮膜の損傷状態を光学顕微鏡により観察した。

摩擦特性は既報と同様に<sup>8)</sup> 往復摺動型の摩擦試験機を用いて評価した。圧子は直径6.35mmのSUJ2合金球とし、室温無潤滑、垂直荷重10N、摺動幅18mm、摺動速度36mm/s、摺動距離10.8mの条件で試験を行った。皮膜摩擦量は、摩擦部分を表面粗さ計で測定し、初期の表面からの摩擦段差最大値を測定することにより評価した。

### 3 結果と考察

#### 3-1 組成に及ぼす窒素ガス流量の影響

一般的に、合金や化合物などの多元系物質をスパッタ成膜すると、ターゲットと同一化学組成のスパッタ膜が得られることが経験的に知られている<sup>9)</sup>。そこでグロー放電発光分光分析装置により、窒素ガス流量を0~8cm<sup>3</sup>/minで変化させSi基板上に作製したCr-Ti-B-N膜の組成分析を行った。各元素の発光強度の総発光強度に対する強度比を測定した結果を図1に示す。窒素ガス流量の増加に伴い各元素の発光強度比は変化し、窒素ガス流量によって形成される薄膜の組成が変化することが分った。窒素ガス流量変化に伴う強度比変化の主要原因については現段階では特定できていないが、ターゲットの温度、基板の温度、合金元素の原子の散

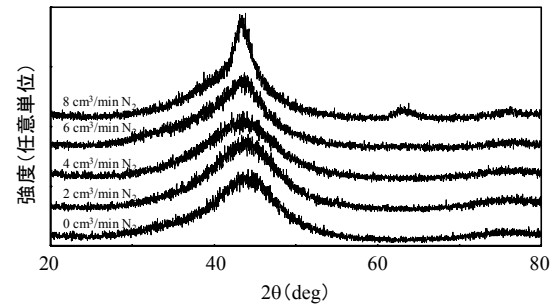


図2 X線回折結果

乱され易さ、基板表面での元素の付着確率、更にはターゲット表面層の組成変化などが複雑に影響することが起因しているのではないかと推察される<sup>9),10)</sup>。

#### 3-2 結晶構造に及ぼす窒素ガス流量の影響

窒素ガス流量を変化させることにより膜の組成が変化することから、膜の結晶構造も十分変化することが予想される。そこで結晶構造に及ぼす窒素ガス流量の影響について検討した。

Si基板上に作製したCr-Ti-B-N膜のX線回折結果を図2に示す。いずれの窒素ガス流量においても結晶構造が特定できるような明瞭な回折線ではなく、ブロードな回折線が得られた。また、窒素ガス流量の増加とともに回折線は若干シャープになる傾向を示すことが分かった。

次に膜の化学結合状態に及ぼす窒素ガス流量の影響について調査した。窒素ガス流量を変化させSi基板上に作製したCr-Ti-B-N薄膜のX線光電子分光分析結果を図3に示す。B1s光電子スペクトルからはTiB<sub>2</sub>あるいはBに相当するピークが、Ti2p光電子スペクトルからはTiB<sub>2</sub>あるいはTiNに相当するピークが、またN1s光電子スペクトルからはCr<sub>2</sub>NあるいはCrNに相当するピークが確認できた。これらのことから、反応ガスとして窒

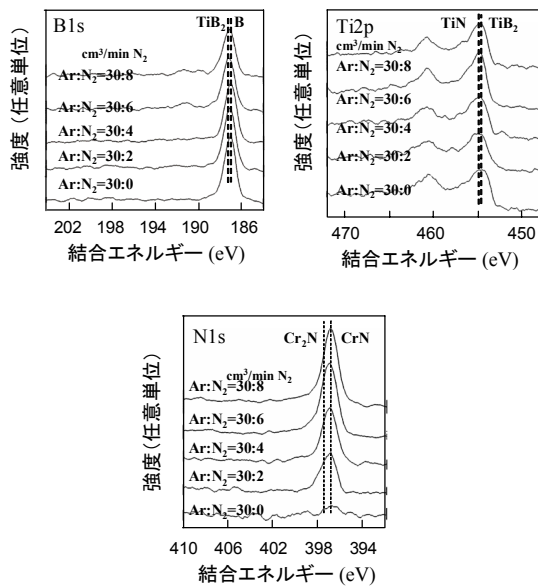


図3 X線光電子分光分析結果

素を添加することにより各種化合物相が形成されることが判明した。

以上の結果より、本研究で作製した皮膜は異種化合物複合型の皮膜で、窒素ガス流量が増加するに従い、薄膜の結晶状態が変化するものと考えられる。

### 3-3 膜形態に及ぼす窒素ガス流量の影響

窒素ガス流量がCr-Ti-B-N膜のモルフォロジーに及ぼす影響を調べるため、窒素ガス流量を変化させSi基板上にCr-Ti-B-N膜を作製した。これらの膜の表面SEM像を図4に示す。窒素ガス流量が0cm<sup>3</sup>/minの試料において若干の荒れは見られるものの、今回作製したいずれの試料においても明瞭な結晶粒は観察されず、薄膜は極めて平滑な表面を有し、緻密な構造をしていることが分かった。このような膜形態を示す理由に関しては特定できていないが、既報の結果と同様に結晶粒の微細化が生じるためではないかと推察される<sup>8)</sup>。

### 3-4 密着性に及ぼす窒素ガス流量の影響

窒素ガス流量を変化させることにより膜の組成や結晶構造が変化することから、膜の密着性も十分変化することが予想される。そこで膜の密着性に及ぼす窒素ガス流量の影響について検討した。

窒素ガス流量を変化させ高速度鋼基板上に作製したCr-Ti-B-N膜の圧痕試験結果を図5に示す。いずれの窒素ガス流量においても、圧痕周辺部の膜の剥離は比較材であるTiN膜被覆試料の場合と比べ少ないことが判

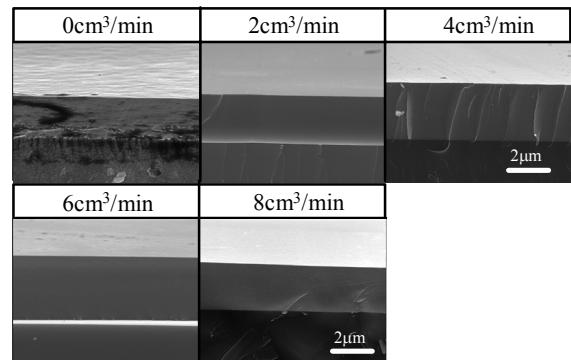


図4 膜形態に及ぼす窒素ガス流量の影響

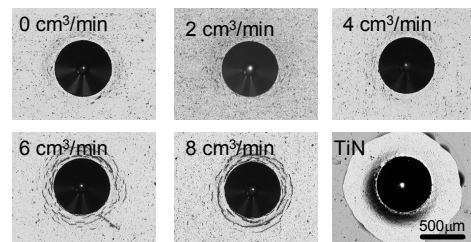


図5 圧痕試験結果

明した。圧痕周辺部の膜の亀裂は、窒素ガス流量が4cm<sup>3</sup>/minまでは流量に関わらず認められないものの、6cm<sup>3</sup>/min以上になるとリング状に形成されることが分かった。このことから、本研究で作製したCr-Ti-B-N膜は、窒素ガス流量が4cm<sup>3</sup>/minまでは基材の変形に十分追随出来るほどの密着力を有しており、窒素ガス流量が6cm<sup>3</sup>/minを超えると密着力は低下することが判明した。よって、窒素ガス流量は膜の構造や組成に対してだけでなく膜の密着性にも影響を与えていると言える。窒素ガス流量による密着力変化の理由に関しては現段階では特定できていないが、おそらく膜の結晶構造や内部応力が関係しているものと推察される。なお、この件に関しては今後の検討を要する課題である。

### 3-5 耐摩耗性に及ぼす窒素ガス流量の影響

皮膜摩耗深さに及ぼす窒素ガス流量の影響を調べるため、窒素ガス流量を変化させ高速度鋼基板上にCr-Ti-B-N膜を作製した。これらの試料の摩耗試験結果を図6に示す。窒素ガス流量0cm<sup>3</sup>/minで作製した試料及び比較材であるTiN膜被覆試料の場合、摩耗試験により皮膜が完全に剥離したため、膜厚相当量の摩耗が発生したものとする。窒素ガス流量0cm<sup>3</sup>/minで作製した試料は低硬度であり、TiN膜被覆試料は低密着力であ

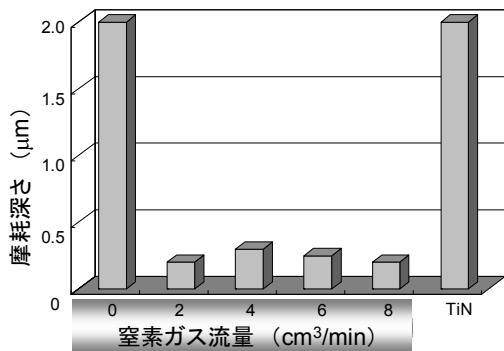


図6 摩耗試験結果

るため皮膜が剥離したものと思われる。試験片の膜摩耗深さは、窒素ガス流量2, 8cm<sup>3</sup>/minで作製した試料では最低値0.20μmを示し、窒素ガス流量4, 6cm<sup>3</sup>/minで作製した試料ではそれぞれ0.30μm, 0.25μmを示した。窒素ガス流量の影響による摩耗深さの違いに関する理由については現段階では特定できていないが、作製した皮膜の表面状態、硬さ、密着性等が窒素ガス流量により変化することに起因するものと考えられる。つまり、窒素ガス流量が2~8cm<sup>3</sup>/minで作製したCr-Ti-B-N膜被覆試料は、摩耗試験により膜が剥離しない程度の密着力を有し、相手材への攻撃性、摩擦熱に対する耐酸化性、皮膜硬さ等の膜特性が窒素ガス流量により変化するため、耐摩耗性が変化したものと推察される。いずれにしても、窒素ガス流量が2~8cm<sup>3</sup>/minで作製したCr-Ti-B-N膜被覆試料は、比較材であるTiN膜被覆試料と比べ優れた耐摩耗性を示すことが判明した。

以上の結果から、成膜条件を制御することにより耐摩耗性に優れた皮膜の作製が可能であることが明らかとなった。

#### 4 まとめ

種々の窒素ガス流量で成膜したCr-Ti-B-N膜の特性について調査した。窒素ガス流量を変化させることによりCr-Ti-B-N膜の組成、結晶構造、密着性、及び耐摩耗性は変化することが判明した。また、成膜条件に関わらず、形成された薄膜は極めて平滑な表面を有することが明らかになった。

終わりに、本実験を遂行するにあたり産業技術総合研究所の秋山守人氏、久留米工業大学教授の蓮山寛機氏に有益な助言を頂いたことに対し、ここに感謝の意を表します。

#### 5 参考文献

- 1)池永勝:特殊鋼, Vol.47, No.3, p.6-9(1998)
- 2)J. HE, Y. Setsuhara, I. Shimizu and S. Miyake : Trans. JWRI, Vol.29, No.1, p.9-13(2000)
- 3)J.F. Pierson, F.B ertran, J.P. Bauer and J. Jolly : Surf. Coat. Technol, Vol.142-144, p.906-910(2001)
- 4)C. Rebholz, A. Leyland, P. Larour, C. haritidis, S. Logothetidis and A. Matthews : Surf. Coat. Technol, Vol.116-119, p.648-653(1999)
- 5)T.P. Mollart, J. Haupt, R. Gilmore and W. Gissler : Surf. Coat. Technol, Vol.86-87, p.231-236(1996)
- 6)南守:福岡県工業技術センター研究報告, No.13, p.112-115(2003)
- 7)南守:福岡県工業技術センター研究報告, No.15, p.97-100(2005)
- 8)南守, 土山明美:福岡県工業技術センター平成13年度研究報告, 第12号, p.55-60(2002)
- 9)和佐清孝, 早川茂:薄膜化技術第2版, p.88(1992)
- 10)吉田貞史:薄膜, p.43(1997)



# 加工で生じる応力が材料特性に及ぼす影響の調査(2)

小川 俊文\*1 下地 広泰\*2 間内 透\*3

## Effect of Stress Resulted from Mechanical Process on Material Property (2)

Toshifumi Ogawa, Hiroyasu Shimoji, Tohru Mauchi

前報において、電磁鋼板を切断する加工方法として、シャーリング加工、ターレットパンチプレス加工、積層鋸引き加工、ワイヤー放電加工を比較した結果、加工で生じる残留応力が最も少ない加工方法は、ワイヤー放電加工であることが確認出来た。そこで今回は、方向性電磁鋼板をワイヤー放電加工によって切断する場合、加工条件が切断面形状、切断部近傍の残留応力、磁気特性にどのような影響を及ぼすのか検討を行った。その結果、最適な加工条件を選ぶことで、方向性電磁鋼板の残留応力変化を少なくし、磁気特性の劣化を押さえることができることが明らかになった。

### 1 はじめに

方向性電磁鋼板と永久磁石を組み合わせることで、単位重量当たりの発電量が従来タイプ発電機の約2倍となるような今までにない高性能発電機の開発を進めている。方向性電磁鋼板は、非常に優れた磁気特性を有しているが、外力の影響を受けやすい素材であるため適切に使用しなければ、その特性を100%発現させることが難しい。ことに鋼板加工時に生じる応力(歪み)は、磁気的特性を低下させるといわれている。これまでに、電磁鋼板を切断する加工方法として、シャーリング加工、ターレットパンチプレス加工、積層鋸引き加工、ワイヤー放電加工を比較した結果、加工で生じる残留応力が最も少ない加工方法は、ワイヤー放電加工であることが明らかになった。そこで今年度は、方向性電磁鋼板をワイヤー放電加工によって切断する場合、加工条件が切断面形状、切断部近傍の残留応力、磁気特性にどのような影響を及ぼすのか検討を行った。

### 2 加工条件が切断面形状と残留応力に及ぼす影響

ワイヤー放電加工は、シャーリング加工やターレットパンチプレス加工などに比べ、材料に及ぼす影響が小さいが、加工条件が加工される材料に適していないと、加工部近傍に予期しない残留応力が生じると言われている。今回は加工条件の一つである「無放電時間」を変化させ、試験片を作製した。加工条件の基本条件は、軟鋼板の場合を参考にし、「無放電時間」を16ms、

17ms、18msの3段階に変化させた。まず、ワイヤー放電加工の切断条件の違いが、切断面形状にどのような影響を及ぼしているのか把握するために、走査電子顕微鏡で切断面の観察を行った。図1に無放電時間16msの場合、図2に無放電時間17msの場合、図3に無放電時間18msの場合で切断した試験片切断面を走査電子顕微鏡で観察した結果を示す。図1-1と2-1の低倍率像を比較すると、

図 1-1

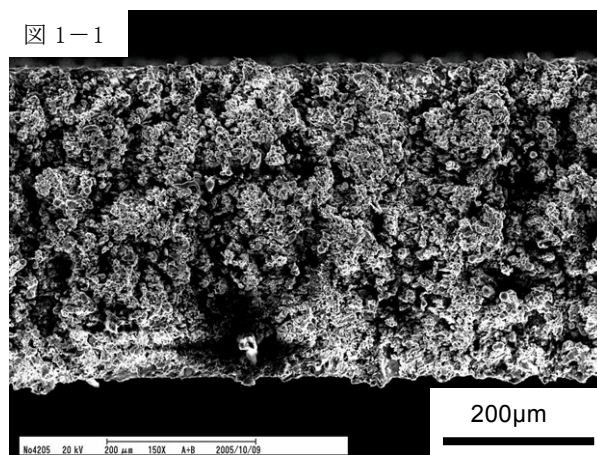


図 1-2

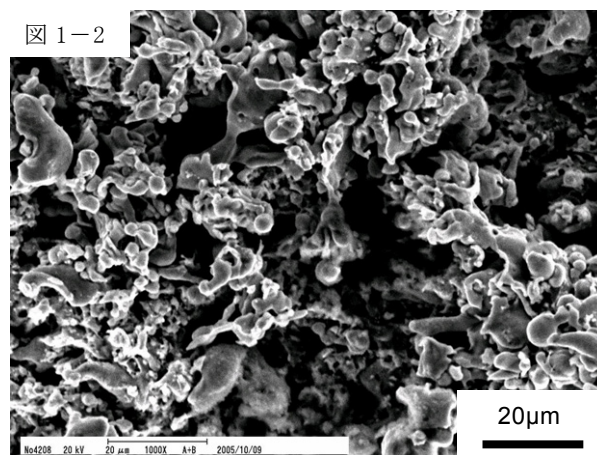


図 1 無放電時間 16ms の場合の切断面

\*1 機械電子研究所

\*2 大分大学

\*3 赤司電機(株)

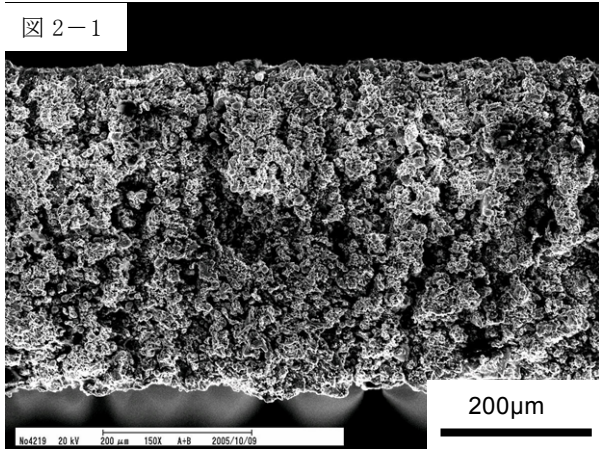


図 2-1

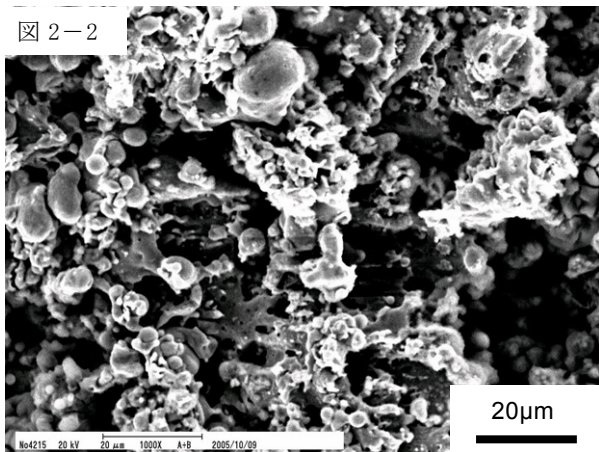


図 2 無放電時間 17ms の場合の切断面

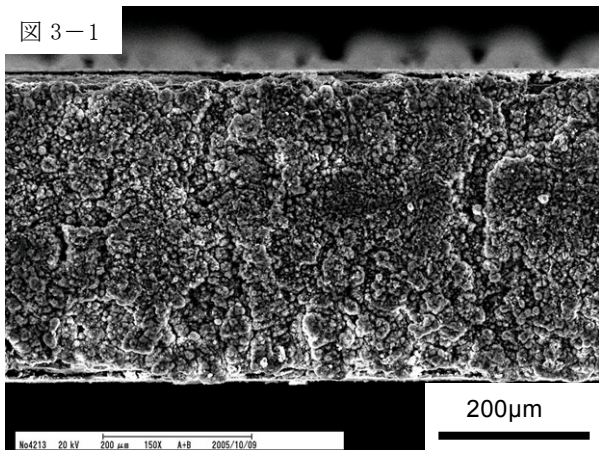


図 3-1

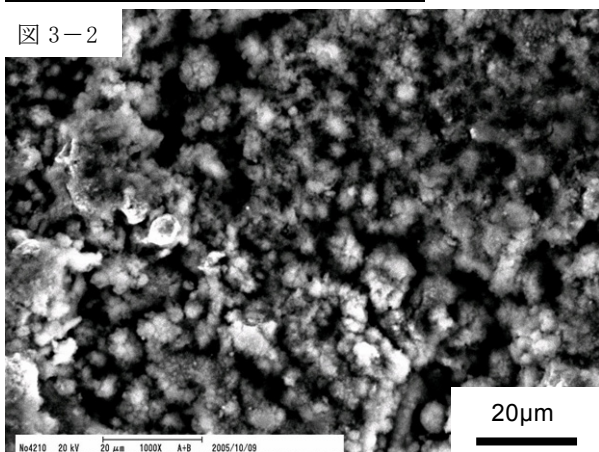


図 3 無放電時間 18ms の場合の切断面

16msの場合の方が17msの場合よりも表面の凸凹が粗い様子がわかる。これは、無放電時間16msの方が、過剰な放電が起きていたためと考えられる。図1-2と図2-2の高倍率像においては、大きな違いは見られず、放電によって溶断された組織が球状になっている様子から、スムーズに切断されたことがうかがえる。図3の18msの場合を見ると、図1、2とは全く異なる切断面であることがわかる。図3-1の低倍率像から、凸凹が図1、2よりも少ないことがわかる。また、図3-2は図1、2の高倍率像で見られた球状の組織が、目立って見られない。全体的に凹凸の少ない切断面である。今回の切断条件で、図3は無放電時間が一番長いことから、ワイヤーとこすられたためにこの様な凹凸の少ない切断面になったと考えられる。実際、18msの場合には、ワイヤーが数回切断したことからワイヤーに大きな負荷がかかった切断条件と言える。次に、加工条件が残留応力に及ぼす影響について検討した。試験片には、残留応力と磁気特性の相関を検討出来るように幅10mm×内径65mm×外径85mmのリング状試験片を用いた。ワイヤー放電加工条件は、切断面比較試験片の場合と同様に、「無放電時間」を16ms、17ms、18msの3段階に変化させた。残留応力の測定は、島津製作所製のX線残留応力測定装置で行った。測定は、方向性電磁鋼板なので、試験片の向きに注意し、リング状試験片の外周にそって行った。X線照射面積が一定になるよう測定箇所に5mm角のマスキングを施した。残留応力測定結果を表1に示す。無放電時間0.17msの試験片2は、残留応力が正の値、すなわち引張残留応力が11kg/mm<sup>2</sup>であった。これに対し、試験片1、3の場合、残留応力が負の値、すなわち圧縮残留応力が7kg/mm<sup>2</sup>、9kg/mm<sup>2</sup>であった。方向性電磁鋼板は、優れた磁気特性を保有させるために表面皮膜によって意図的に引張応力を残存させている。従って、この3つの試験片の中では、無放電時間17msで加工した試験片2の磁気特性が最も良好であると考えられる。

表1 残留応力の測定結果

	試験片1	試験片2	試験片3
無放電時間(ms)	0.16	0.17	0.18
残留応力(kg/mm <sup>2</sup> )	-7	11	-9

### 3 加工条件が磁気特性に及ぼす影響

加工条件の違いが磁気特性に及ぼす影響を調べるた

め、残留応力測定で用いたリング状試験片に内部コイルを180巻、外部コイルを約170巻して磁気特性測定用試験片を準備した。磁場が0.6 T, 0.8 T, 1.0 Tの場合における、周波数と透磁率の関係について調べた。図4, 5, 6に各磁場における周波数と透磁率の関係を示す。図4, 5, 6から分かるように、いずれの磁場においても、「無放電時間」が0.17msで加工した試験片の透磁率が、0.16msと0.18msで加工した試験片よりも高い値となっており磁気特性に優れていた。この測定結果は、残留応力測定結果と良く一致している。

#### 4 まとめ

方向性電磁鋼板をワイヤー放電加工法で加工する場合でも、適切な条件を選ぶことで、切断面形状の凹凸を少なくすることができ、はじめから鋼板に付与されている引張残留応力の変動を少なくし、磁気的特性の劣化を抑えることができることがわかった。

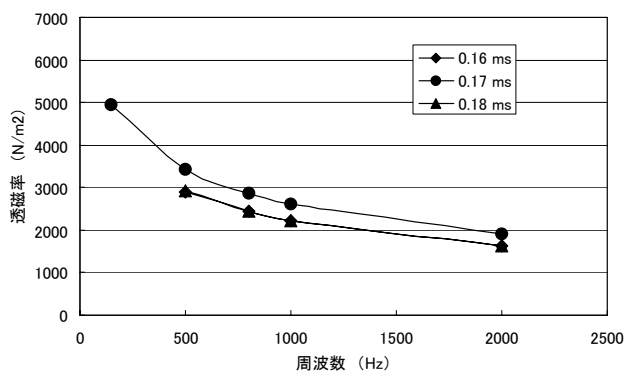


図4 磁場0.6Tにおける周波数と透磁率の関係

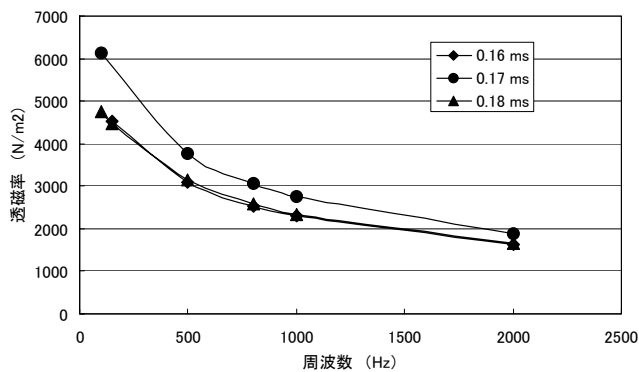


図5 磁場0.8Tにおける周波数と透磁率の関係

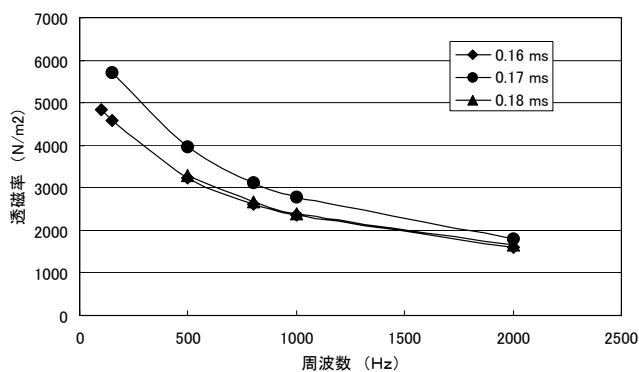


図6 磁場1.0Tにおける周波数と透磁率の関係



# 自動車用衝撃吸収部材の実用化研究

## 衝撃吸収部材に適応可能な高延性鋳造アルミニウム合金の溶製

小川 俊文\*1 春山 繁之\*1 貝田 博英\*1

### Development of Impact Absorbed Part for Cars Melting of High-Ductility Aluminum Alloy Castings for Shock Absorber Parts

Toshifumi Ogawa, Shigeyuki Haruyama, Hirohide Kaida

アルミナルツボを用いた一般型高周波溶解炉において、雰囲気制御溶解技術を適用した場合のアルミニウム合金の延性向上の可能性を検証した。その結果、アルゴン溶解材は、大気溶解材に対して伸びが1.5割向上していることがわかった。引張強さにおいては、ほぼ同じであった。また、ガス成分分析を行ったところ、アルゴン溶解材の水素含有量は、大気溶解材の半分であることが確認出来た。

#### 1 はじめに

自動車等輸送器機は軽金属材料製部品の積極的な適用により軽量化が図られてきているが、京都議定書で定められた二酸化炭素排出量削減目標を達成させるために、より一層の軽量化が要求されている。この要求に応えるためには、さらに機械的特性の優れたアルミニウム合金の開発が不可欠である。

これまでに構築した「延性に優れたアルミニウム合金」を作製するための雰囲気制御溶解技術は、特殊なタイプの溶解炉（コールドクルーシブル溶解装置）を使用したものであった。そこで本研究では、耐火物ルツボを用いた一般型溶解炉において、雰囲気制御溶解技術を適用した場合のアルミニウム合金の延性向上の可能性について検証を行い、延性に優れた鋳造アルミニウム合金の溶製技術の基礎を確立することを目的とした。

#### 2 実験方法

##### 2-1 溶解・鋳造

溶解は、富士電波工業（株）製の一般型高周波溶解炉（九州工業大学所有）で行った。ルツボは、（株）ニッカトー製のアルミナルツボCP-2を使用した。原材料は、市販のアルミニウム合金（AC4CH）インゴット（日立金属（株）提供）を使用した。鋳型は、素材に機械構造用炭素鋼（S45C）を用い、日本工業規格の金型試験片鋳型に準じた形状のものを作製した。原材料と鋳型を溶解炉チャンバー内にセット後、1Paオーダーまで減圧し、大気圧までアルゴン置換して、溶

解・鋳造を行った。比較のため、大気中での溶解・鋳造も行った。

##### 2-2 熱処理

インゴット底部から引張試験片を作製するための形状10mm×10mm×35mmに切り出して溶体化処理後時効硬化熱処理（T6処理）を行った。炉は、汎用の箱形マッフル炉を使用した。雰囲気は、大気で行った。ヒートパターンは、540℃×4時間→60℃温水冷→145℃×4時間→空冷とした。

##### 2-3 引張試験

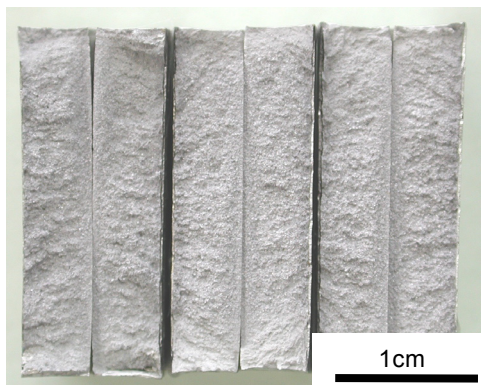
試験片は、平行部：直径4mm×長さ6mmを用いた。試験は、島津製作所（株）製のオートグラフにより、室温大気中にて、歪速度 $1.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で行った。試験後、破断面の観察を走査電子顕微鏡で行った。

#### 3 結果と考察

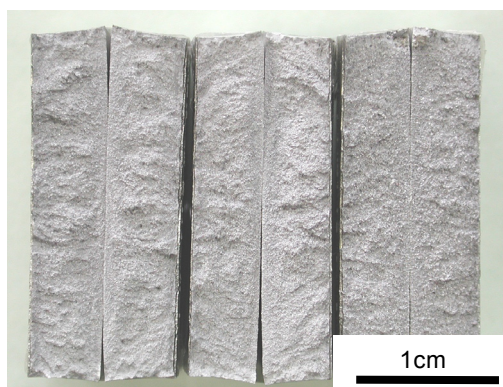
##### 3-1 雰囲気制御溶解によるインゴットの製作

溶解・鋳造条件が雰囲気だけの違いになるよう原材料のセットの仕方、溶解炉出力パターン、溶解温度、鋳込み温度に細心の注意を払って、溶解・鋳造を行った。大気溶解の場合は、溶湯表面に厚い酸化膜が形成される。そこで、鋳込む際、インゴット中に酸化膜が巻き込まれないよう、フィルターを通して鋳造を行った。インゴット作製条件を揃えるため、アルゴン溶解の場合も、フィルターを使用した。製作したインゴットの清浄度を確認するため、鋳造ラインの現場で行われている「Kモールド法」を参考に試験を行った。引張試験片を作製する位置と同じ箇所から、厚さ5mmの板を切り出して、その板をハンマーで叩いて破壊し、

破断面における酸化物や介在物の巻き込み状況を確認した。両溶解材の破断面を図1に示す。実体顕微鏡で巻き込み状況の観察を行った結果、全ての破断面において酸化物や介在物は存在せず、両溶解材とも清浄なインゴットであることが確認出来た。



(a) 大気溶解材の破断面



(b) アルゴン溶解材の破断面

図1 インゴットの健全性の確認

作製したインゴットのガス分析結果を表1に示す。水素は、大気溶解材：0.4 massppm、アルゴン溶解材：0.2 massppmで、含有量が2倍の違いであった。窒素は、両溶解材とも定量限界以下であった。この結果より、溶解・铸造雰囲気を変えることで、水素含有量が、影響を受けることが明らかになった。

表1 インゴットのガス分析結果

	大気溶解材	アルゴン溶解材
H	0.4	0.2
N	< 20	< 20

(単位: massppm)

### 3-2 引張試験結果

引張試験の結果を表2に示す。引張強さの平均値は、大気溶解材：285MPa、アルゴン溶解材：288MPaでほぼ同等であった。これに対し、伸びの平均値は、大気溶解材：23.3%、アルゴン溶解材：26.8%で、大気溶解材に対してアルゴン溶解材の方が1.5割ほど大きかった。

表2 引張試験結果

	大気溶解材		アルゴン溶解材	
	伸び(%)	引張強さ(MPa)	伸び(%)	引張強さ(MPa)
1	23.9	287	25.6	289
2	22.0	287	28.3	286
3	23.0	281	26.8	287
4	24.4	283	26.5	289
平均	23.3	285	26.8	288

ここで、この伸びの違いが生じる原因について考察するため以下のことを確認した。原材料は、同一ロットを使用しているため、成分の違いはなかった。また、鑄込み温度、熱処理パターン、試験片の切り出し位置は、同じにしたので金属組織の著しい違いもなかった。さらに、引張試験後の破断面を観察したところ、酸化物・介在物の巻き込みやボイドは観られなかった。以上のことから、大気溶解材とアルゴン溶解材において違いがあるのは、ガス含有量の違い、中でも水素含有量だけである。従って、今回の伸びの違いは、水素含有量の違いが原因であると思われる。

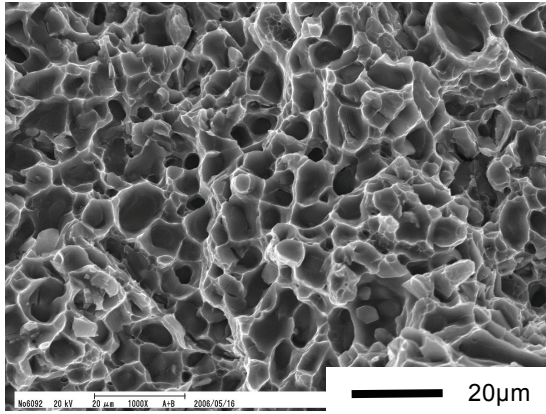
破断面を走査電子顕微鏡で観察した結果を図2に示す。どちらの溶解材も典型的なディンプルパターンが観察された。水素含有量の違いが、ディンプル壁の形状に影響を及ぼしているか注意して観察を行ったが、走査電子顕微鏡レベルでの観察においては、著しい違いは観られなかった。

両溶解材の公称歪み-公称応力のグラフを比較すると曲線の形状にほとんど違いがないことから、耐力と加工硬化指数はほぼ同じと考えられる。このことから、溶解・铸造雰囲気をアルゴン雰囲気にするだけで、従来材よりも延性が向上したアルミニウム合金鑄物を製作出来ることがわかった。

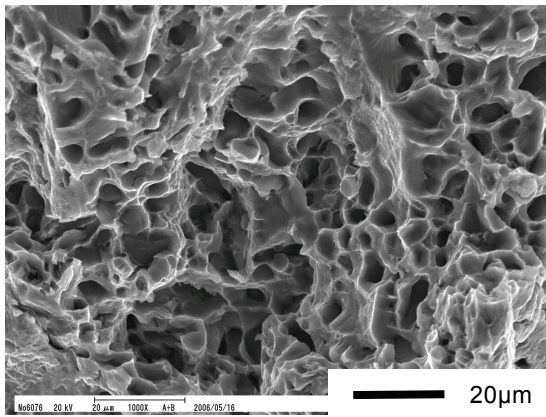
### 4 まとめ

アルミナルツボを用いた一般型高周波溶解炉の場合でも雰囲気制御溶解技術を適用することで、アルミニウム合金の延性を向上させることができるとわかった。また、大気溶解材とアルゴン溶解材において、水素含

有量の差がみられた。



(a) 大気溶解材の破断面



(b) アルゴン溶解材の破断面

図2 引張試験後の破断面観察結果

# プラズマワイヤー溶射によるAl-5 mass%Mg皮膜の評価

古賀 義人\*1

## Characteristics of Al-5 mass%Mg Alloy Coatings by PLAZWIRE Thermal Spraying

Yoshito Koga

Al-5 mass%Mg合金溶射皮膜は防錆・防食効果の高い溶射皮膜であり、海外では実績のある溶射皮膜である。このため、近年国内においてもこの溶射皮膜の適用を目指した試験・研究・試験施工が実施されているが、溶射方法の影響、防食性能についての研究報告は少ない。そこで本研究では、溶線式プラズマ溶射法を中心として、アーク溶射法、フレーム溶射法、プラズマ溶射法によるAl-5 mass%Mg合金皮膜を作製し、これら皮膜の防錆・防食効果等の特性について調査を行った。この結果、プラズマ溶射によるAl-5 mass%Mg合金溶射皮膜の防食性能は実用上十分な水準にあることが示唆された。

### 1 はじめに

Al-5 mass%Mg合金溶射皮膜は、北海油田等で利用されている防錆・防食効果の高い皮膜であり、ISOおよびJISでは規格化されている。また、近年の国内の研究においても、高い防錆・防食効果を持つことが示唆されているが<sup>1)-3)</sup>、国内における実施例は少なく、現状では試験施工の段階と考えられる。

この有効性と実施例のギャップの原因の1つは、国内におけるAl-5 mass%Mg合金溶射皮膜に関する基礎データの少なさにあると思われる。現状では、Al-5 mass%Mg合金による防食溶射皮膜についての研究は、電気化学特性に関する高谷・原田らの報告以外ほとんど見あたらない<sup>4),5)</sup>、従って、基本的な溶射皮膜の特性すら十分に分析されているとは言い難い状況にある。

このため、Al-5 mass%Mg合金による防食溶射皮膜の開発を行うためには、基本的な物性値から実際の環境で使用した際の特性までのデータの調査・検討が必要となる。

また、海外でのAl-5 mass%Mgの実施例ではアーク溶射による施工がほとんどだが、通常のアーク溶射では電極として材料ワイヤーを用いる関係から、ワイヤーを2本同時に送給する必要がある。ワイヤーを2本送給することは現場での作業の効率性の低下を招きやすいので、可能であれば1本とすることが望ましい。

溶線式溶射でワイヤーの送給が1本の方法としては、フレーム溶射、プラズマ溶射が考えられるが、自動化する場合は、電源の入切で簡単に熱源の制御ができる

プラズマ溶射の方が有利である。

そこで本研究では、プラズマ溶射装置の一種であるプラズマワイヤー溶射装置により形成したAl-5 mass%Mg合金溶射皮膜を中心として、合金溶射の中性塩水噴霧サイクル試験、塩水中での自然電位測定および皮膜の元素分析を実施したので報告する。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 中性塩水噴霧サイクル試験

##### 2-1-1 試験片作製

溶射施工にはアーク溶射装置（TAFI社製 Model-9000）、フレーム溶射装置（SNMI社製トップジェット）およびプラズマワイヤー溶射装置（山田金属防蝕社製PW103）を用いた。溶射材料はフレーム溶射装置にはAl-5 mass%Mg合金ワイヤー直径3.17 mmを、アーク溶射装置およびプラズマワイヤー溶射装置にはAl-5 mass%Mg合金ワイヤー直径1.6 mmを用いた。

防錆・防食効果の試験には中性塩水噴霧サイクル試験（以下、複合サイクル試験）を用いた。複合サイクル試験に供した試験片は、JIS H8502の規定に準拠し、150 mm×75 mm×3.2 mmの軟鋼板（SS400）にブラスト処理を施したのち、溶射皮膜を施工した。このとき試験片a)～c)については腐食試験を短期間で終了させられるように、皮膜の膜厚を70 μm～90 μmと通常の半分程度の厚さとした。また、試験片d), e)については、アルキルシリケート系封孔剤による封孔処理を実施した。試験片の作製条件を表1に示す。



表1 試験片作成条件と膜厚

	溶射材料 (ワイヤー)	溶射装置	作動ガス	膜厚*1
a)	Al-5 mass%Mg φ3.17 mm	フレーム 溶射装置	プロパン O <sub>2</sub> ガス, 圧縮空気	80 μm (±27 μm)
b)	Al-5 mass%Mg φ1.6 mm	アーク溶射装置 (直流)	圧縮空気	73 μm (±25 μm)
c)	Al-5 mass%Mg φ1.6 mm	PW溶射装置*2	N <sub>2</sub> ガス, 圧縮空気	87 μm (±35 μm)
d)	Al-5 mass%Mg φ3.17 mm	フレーム 溶射装置	プロパン O <sub>2</sub> ガス, 圧縮空気	176 μm (封孔)
e)	Al-5 mass%Mg φ1.6 mm	PW溶射装置*2	N <sub>2</sub> ガス, 圧縮空気	134 μm (封孔)

\*1: a)~c)の膜厚は電磁膜厚計による測定値の50点平均。

誤差範囲は測定値の2σから算出。d), e)は5点平均。

\*2: PW溶射装置: プラズマワイヤー溶射装置。

試験装置には塩乾湿複合サイクル試験機を用いた。表2に複合サイクル試験の条件を示す。本条件はJIS H8502 「めっきの耐食性試験方法」の「中性塩水噴霧サイクル試験方法」に準拠した。なお、塩水の濃度は50 g/lとした。

表2 複合サイクル試験条件

	時間	温度	湿度
塩水噴霧	2 hour	35 °C	
熱風乾燥	4 hour	60 °C	20~30 %RH
湿潤	2 hour	50 °C	95 %RH以上

## 2-2 元素分析

溶射皮膜の構成元素の分析は、蛍光X線分析装置（(株)リガク製RIX3001, 以下 XRF）、走査電子顕微鏡（(株)エリオニクス製ERA-8800, 以下 SEM）および半導体元素分析装置（エダックスジャパン（株）製PHOENIX, 以下 EDS）で実施した。定量法としてはいずれも標準試料を用いず定量可能な方法を用いた（XRFではファンダメンタルパラメーター法, EDSではスタンダードレスのZAF補正法）。

## 2-3 電気化学測定

溶射皮膜を基材から剥離し、この皮膜のみの試料の5%塩水中での自然電位の測定を実施した（塩水の温度は35°C, 酸素飽和）。測定には電気化学測定装置（Solartron製SI 1280B）を用い、参照電極には飽和KCl銀塩化銀参照電極を用いた。

## 3 結果と考察

### 3-1 中性塩水噴霧サイクル試験

図1に中性塩水噴霧サイクル試験を3,749時間実施した後の試験片a)~c)の外観を、図2に試験片の重量変化を示す。また、図3には封孔処理を施した試験片を6,000時間試験した結果を示す。

図1ではいずれの皮膜も白色の腐食生成物が皮膜表面に生じており、腐食が進行していることが判る。この白色の腐食生成物はプラズマワイヤー溶射皮膜が最も多く発生しており、また重量増加もプラズマワイヤー溶射皮膜が最も多いことから、この試験では腐食の進行はプラズマワイヤー溶射皮膜がAl-5 mass%Mg合金皮膜の中では最も早いと思われる。

その一方で、図3に示す試験片d), e)の目視の結果では、腐食生成物はプラズマワイヤー溶射皮膜よりもフレーム溶射皮膜の方が多い。

一般に、防食目的の溶射皮膜は電気化学的に基材の影響を受け、その防食性能・耐食性が変化する。この影響の大きさは、気孔率、膜厚などの影響を受けるが、試験片a)~c)は通常の半分程度の膜厚であることから、試験片a)~c)での耐食性に対する基材の影響は大きいと考えられる。

特にプラズマワイヤー溶射皮膜は他の溶射法よりも気孔が大きく<sup>2)</sup>、表面の凹凸も大きいことから、他の溶射方法よりもさらに基材の影響が大きく出ている可能性がある。

Al-5 mass%Mg合金溶射皮膜の場合、基材の軟鋼は溶射皮膜よりも貴であるので、基材の影響が大きいほど皮膜の腐食は速くなる。

従って、プラズマワイヤー溶射では皮膜が薄い場合に基材の影響が他の溶射法よりも大きくなることから、試験片c)で腐食生成物が多い原因と思われる。

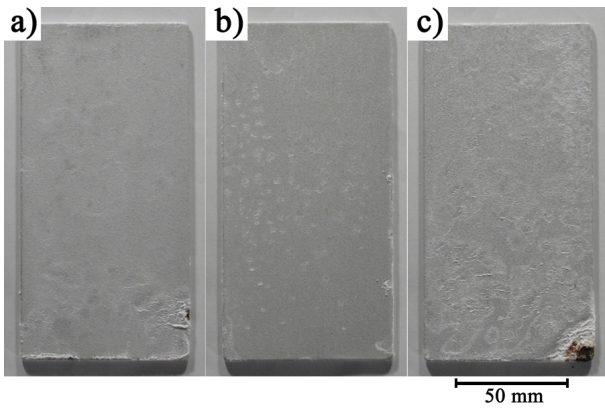


図1 複合サイクル試験 3,749時間後の試験片外観  
a) フレーム溶射 b) アーク溶射 c) プラズワイヤー溶射

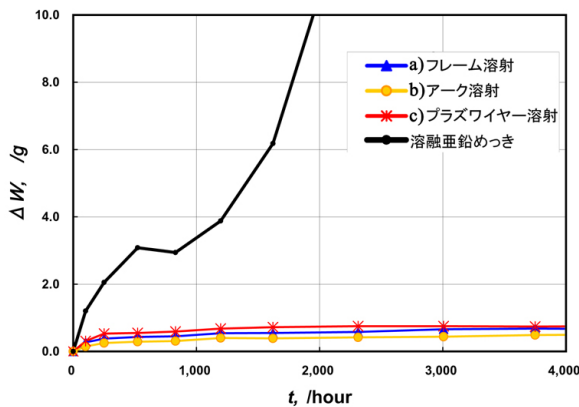


図2 複合サイクル試験による試験片の重量変化  
a) フレーム溶射, b) アーク溶射,  
c) プラズワイヤー溶射, 溶融亜鉛めっき

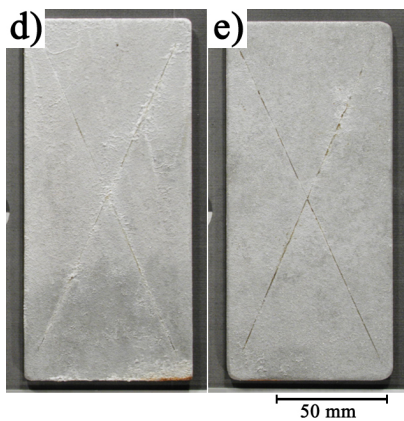


図3 複合サイクル試験 6,000時間後の試験片外観  
d) フレーム溶射 e) プラズワイヤー溶射

### 3-2 電気化学測定

図4にプラズワイヤー溶射によって作製したAl-5 mass%Mg合金皮膜の自然電位の測定結果を示す。測定した時間内において自然電位の範囲は概ね-0.8 V~-1.15 Vであり、同様の条件で測定した軟鋼の-0.4 V

~-0.7 Vよりも電位は卑であり、犠牲防食効果が発生する状態にあることが判る。また、時間経過とともに溶射皮膜の自然電位が変動しているが、これは溶射皮膜表面で生じている反応が複雑であることを示唆している。この点に関しては今後検討を行う。

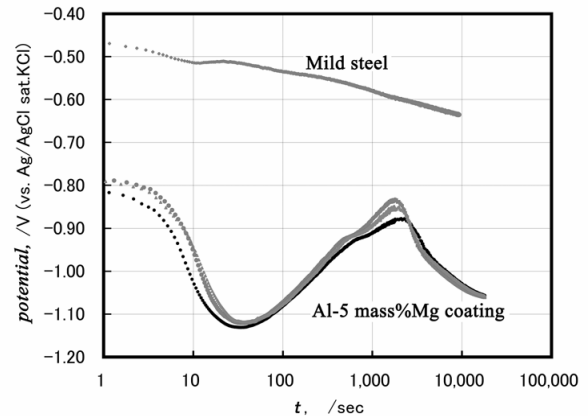


図4 プラズワイヤー溶射法による  
Al-5 mass%Mg合金皮膜の5 %塩水中での自然電位

### 3-3 組成分析

表3にXRFおよびEDSによって得られた分析結果を示す。今回Al-Mg-O系の標準試験片が得られなかったため、半定量法による分析を試みた。このため、分析値は皮膜組成の正確な値ではないが、皮膜どうしの相対的な比較は十分可能である。

表3 溶射皮膜の元素分析 (mass%)

溶射皮膜の種類	測定装置	Al	Mg	O
フレーム溶射皮膜	XRF	88	5	5
	EDS	93	5	2
アーク溶射皮膜	XRF	84	1	12
	EDS	89	2	9
プラズワイヤー溶射皮膜	XRF	86	3	8
	EDS	81	4	13

溶射皮膜に含まれるAlとMgの含有量を見ると、フレーム溶射と比較し、アーク溶射ではMgが減少している。文献<sup>2)</sup>でのMgのEDSによるマッピングデータでもMgの減少を示唆するデータが示されており、今回のデータはこれを裏付けている。また、フレーム溶射皮膜と比較し、アーク溶射皮膜、プラズワイヤー溶射皮膜の酸

素の含有量は多く、アーク溶射とプラズマイヤー溶射では施工時に溶射材料の酸化が生じていることが判る。

この酸化およびMg含有量の減少の原因は明確ではないが、溶射時の溶射粒子の温度が影響している可能性が高い。

組成と中性塩水噴霧サイクル試験の結果を考え合わせると、Mgの含有量は5%よりも少ない方が耐食性が高くなるように見える。しかし3-1でも述べたように、プラズマイヤー溶射の表面の凹凸は他の皮膜より大きく、このことが耐食性に影響を与えている可能性が高いことから、この組成と耐食性の問題は今後も調査、検討を行う。

#### 4 まとめ

本研究では、Al-5 mass%Mg合金溶射皮膜に中性塩水噴霧サイクル試験、電気化学測定および元素分析を行った結果、以下の結論を得た。

- ・ プラズマイヤー溶射による皮膜は、十分な防食性能を有している。
- ・ プラズマイヤー溶射による皮膜の5%塩水中での自然電位は軟鋼よりも卑である。このため、溶液中で軟鋼と皮膜を電氣的に接触させた場合、犠牲防食の効果が生じる。
- ・ アーク溶射およびプラズマイヤー溶射では施工時に溶射材料の酸化が生じている。

#### 5 参考文献

- 1) Yoshito Koga, Yukio Imaizumi, Toshio Sakurada, Kenichi Yamada, Kazunori Fujita : Proceedings of the 1st Asian Thermal Spray Conference, p. 9-10 (2005)
- 2) 古賀義人:「溶射技術」, Vol. 25, No. 3, p. 49-52 (2006)
- 3) 古賀義人:「溶射」, 41巻(3号), p. 109-112 (2004)
- 4) 原田良夫, 高谷泰之:「溶射」, 36巻(3号), p. 189-196 (1999)
- 5) 原田良夫, 高谷泰之:「溶射技術」, Vol. 21, No. 4, p. 40-47 (2002)

# 超砥粒ホイールを用いた3次元曲面加工システムの開発

谷川 義博<sup>\*1</sup> 廣瀬 政憲<sup>\*1</sup> 野中 智博<sup>\*1</sup> 竹下 朋春<sup>\*1</sup>  
中村 憲和<sup>\*1</sup> 村上 洋<sup>\*1</sup> 安部 年史<sup>\*1</sup> 池田 健一<sup>\*1</sup>

## Development of the Three-dimensional Curved Surface Processing System Using the Super Abrasive Wheel

Yoshihiro Tanigawa, Masanori Hirose, Tomohiro Nonaka, Tomoharu Takeshita,  
Norikazu Nakamura, Hiroshi Murakami, Toshifumi Abe, Kenichi Ikeda

金型製造工程のほとんどが自動化されている今日、最終仕上げである磨き工程は、手作業で行われているのが現状である。デジタル家電等の小型化、高精度化に伴い、これらの構成部品を生産するための金型もさらに高精度化する必要がでてきた。本研究では、マシニングセンターに超砥粒ホイールを取付け、金型3次元曲面を工作機械で仕上げるシステムの開発を目指す。本報では、半球形状に成形した有気孔メタルボンド砥石を使い、金型材の研削実験を行ったので報告する。

### 1 はじめに

デジタル家電等の小型化、高精度化に伴い、これらの構成部品を生産するための金型もさらに高精度化、小型化する必要がでてきた。しかし、金型製造工程のほとんどが自動化されている今日でも、最終仕上げである磨き工程は、手作業で行われているのが現状である。高精度化、小型化する金型を手作業で要求精度に仕上げるには、高い熟練が必要となる。熟練者不足が懸念される今日、金型の仕上げを手作業で行うことは、要求精度が高くなる金型製作に対応する上で、大きな課題である。そのため、金型仕上げの自動化に関して、多くの研究がなされてきた。仕上げ面の向上を第一の目的に、弾性砥石を用いた場合、金型の形状維持や、前加工面の Cutter マークの除去が困難となる。逆に形状維持を目的に高硬度な砥石を使用すれば、砥石の目詰まりにより面粗度の向上が困難になる。

本研究では、当所で開発した有気孔メタルボンド砥石を使用することで、金型曲面の仕上げが可能で3次元曲面加工システムを開発することを目的とする。

昨年度、開発した有気孔メタルボンド砥石を使い、円柱状に成形し、金型材の側面研削実験を行った結果、長時間加工しても加工面粗度の悪化はほとんど無く、加工が可能であることが確認できた<sup>1)</sup>。しかし、使用した砥石形状も円柱状であり、金型曲面の仕上げを考えると、半球形状の砥石で加工する必要がある。

本報では、開発した有気孔メタルボンド砥石を半球

形状に成形し、その砥石を使い金型材の仕上げ研削実験を行ったのでその結果について報告する。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 研削実験

開発した有気孔メタルボンド砥石を昨年度と同様マシニングセンター主軸への取付け、当所で製作した微細放電ツルーイング装置を使いツルーイングを行った<sup>2)</sup>。半球形状に成形した砥石を図1に示す。



図1 半球形状に成形した有気孔メタルボンド砥石

図1のように半球形状に成形した砥石を使い、図2に示すように、30° 傾斜した金型面の研削実験を行った。加工条件の加工面粗度へ与える影響を調べるため、研削速度、ピックフィード等を変えて研削実験を行った。加工機には、安田工業（株）社製YMC325を、加工面粗度の測定には三鷹光器（株）社製NH-3SPを使用した。被削材は金型材のであるNAK80を使用した。

\*1 機械電子研究所

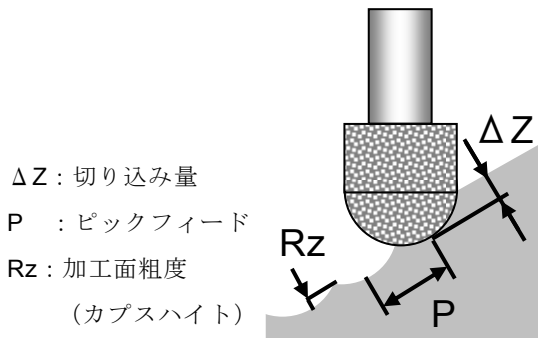


図2 傾斜加工実験

### 2-2 研削速度の影響

加工面粗度に対する研削速度の影響を調べるためエンドミルでRz5 μmに前加工した傾斜面に対し、砥石1回転当たりの送りを0.01mm/revに固定した状態で、表1に示すように研削速度を60~180(m/min)の間で変化させ研削加工を行った。実験結果を図3に示す。面粗度の測定方向はピックフィード方向（砥石送り方向に対し直行する方向）に測定した。

表1 研削加工条件1

砥粒材種	CBN	集中度	125	
砥粒径	16~25 μm	砥石径	R5.0	
研削速度 m/min	60	120	180	
送り速度 mm/min	38	76	114	
1回転当たりの送り mm/rev	0.01			
切り込み量 mm	0.005			
ピックフィード mm	0.089			

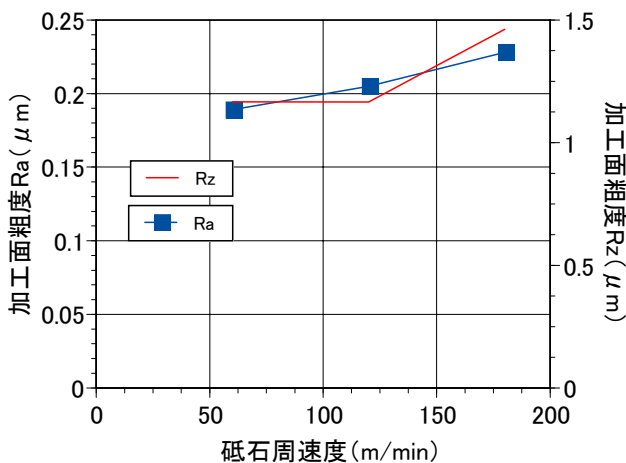


図3 研削速度の違いによる加工面粗度への影響

図3に示すように、研削速度を上げれば、加工面粗度は増加する傾向にあることが分かる。

### 2-3 ピックフィードの影響

半球形状の工具を使い加工を行う場合、図2に示す用に、砥石送り方向（紙面に垂直方向）に対し、直行方向に一定ピッチで移動させる必要がある。この移動量がピックフィードである。工具半球形状をRとした際、このピックフィードと加工面粗度の関係は簡易的に式(1)で表される。

$$Rz = \frac{p^2}{8 \times R} \quad (1)$$

式(1)からも分かるように、工具半径が一定であるとすると、加工面粗度Rzは、ピックフィードPにより決まることになる。表2に示す範囲でピックフィードPを変化させて加工実験を行い、ピックフィードの違いによる加工面粗度への影響について調べた。ピックフィードと加工面粗度の関係を図4に示す。

表2 研削加工条件2

砥粒材種	CBN	集中度	125	
砥粒径	16~25 μm	砥石径	R5.0	
研削速度 m/min	283			
送り速度 mm/min	180			
1回転当たりの送り mm/rev	0.01			
切り込み量 mm	0.005			
ピックフィード μm	11.3	22.5	45	89

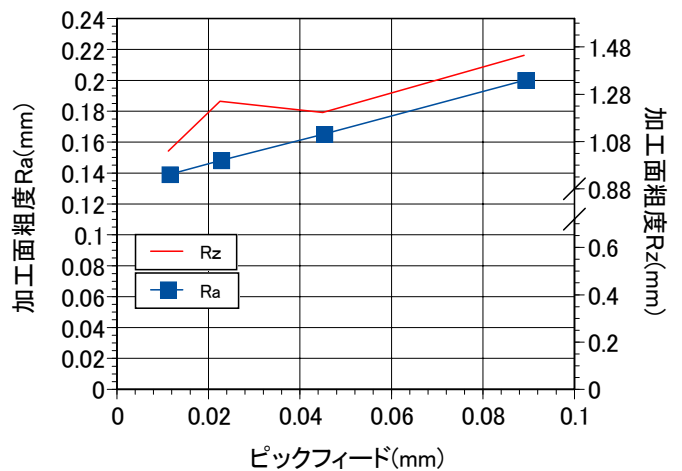


図4 ピックフィードの違いによる加工面粗度への影響

図4から、ピックフィードが大きくなれば加工面粗度が大きくなることが分かる。しかし、式(1)の計算によれば、今回実験を行った範囲でピックフィードを変化させれば、加工面粗度の変化量は、実験値の変化量より大きくなるはずである。図5に、ピックフィードを変化させて加工を行った時の断面曲線を示す。

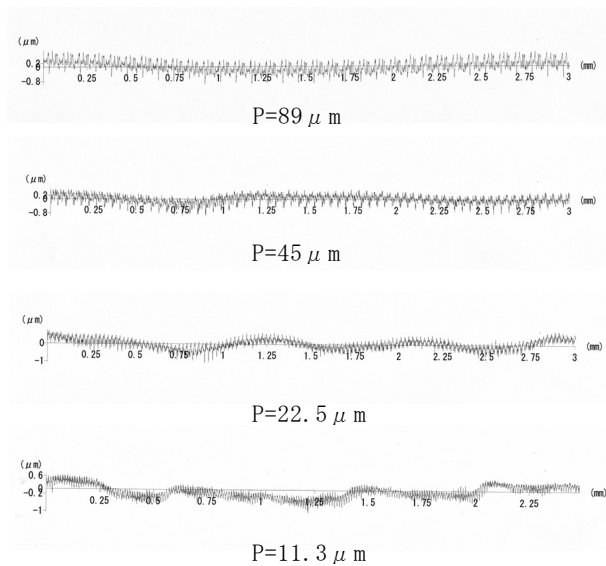


図5 ピックフィードの異なる条件での断面曲線の違い

図5からピックフィードが小さくなれば、砥石の通過により生じる加工面粗度は小さくなっているが、その反面うねりのような粗さが目立ち始める。

同一面積を加工する際、ピックフィードを小さくすれば、ピックの移動回数を増やす必要がある。図5において、ピックフィード11.3 μmと89 μmとでは8倍程度の移動量の差が生じることになり、加工時間に換算した場合も同様に8倍程度の差が生じることになる。

この加工時間の差がうねりのような粗さの原因になるのではないかと予想される。このことを確認するために、砥石1回転当たりの送りを変えて加工実験を行った。

#### 2-4 砥石1回転当たりの送りの影響

2-3の実験結果でピックフィードを小さくした時に現れたうねりのような粗さが加工時間の影響によるものか確認するため、ピックフィードを一定にし、砥石1回転当たりの送りを変え、加工実験を行った。表3に実験条件を示す。

表3 研削加工条件3

砥粒材種	CBN	集中度	125
砥粒径	16~25 μm	砥石径	R5.0
研削速度 m/min	283		
送り速度 mm/min	38	76	114
1回転当たりの送り mm/rev	0.02	0.03	0.04
切り込み量 mm	0.005		
ピックフィード μm	11.3		

図6に砥石1回転当たりの送りの違いによる加工面粗度への影響を、図7に断面曲線を示す。

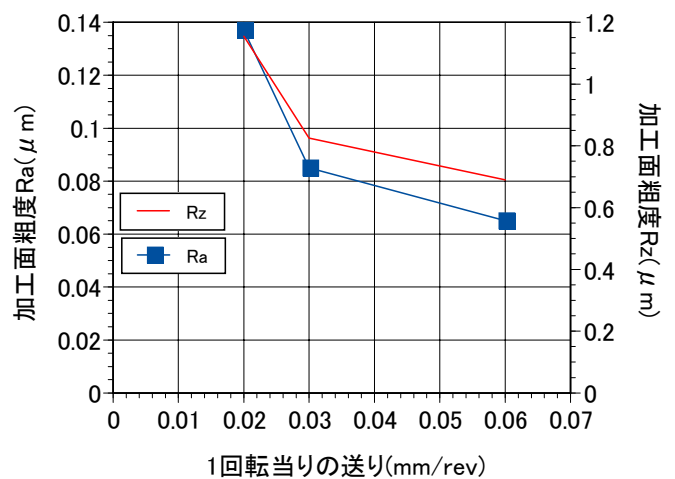


図6 砥石1回転当たりの送りの違いによる加工面粗度への影響

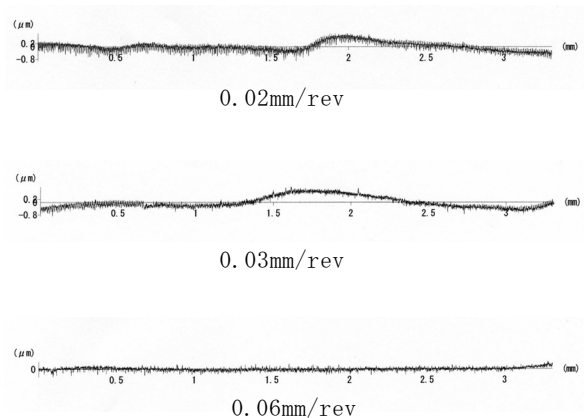


図7 砥石1回転当たりの送りの異なる条件での断面曲線の違い

図6の結果から1回転当たりの送りを上げると加工面粗度が小さくなっている。この実験はピックフィード

を一定にしているため、加工面の粗さの違いはピックフィード以外の原因によることになる。砥石1回転当りの送りを変えれば、同一加工面積の加工時間が異なることになる。図7の断面曲線の長さを加工するのに要した時間は30分程度である。図7においても砥石1回転当りの送りが大きい方、つまり、加工時間が短くなれば、うねりのような粗さが無くなり無くなる、加工面粗度が小さくなることが確認できる。このうねりのような粗さは、加工時間の長さにより現れるため、工作機械の時間的変異に起因するのではないかと思われる。

### 3 まとめ

今回、研究で半球形状に成形した有気孔メタルボンドホイールを使い研削実験を行った結果、次のことが分かった。

- ① 加工面粗度にピックフィードが大きく影響する。
- ② 加工時間が長くなり、30分以上になると、うねりのような粗さが生じる。
- ③ 今回の実験で最も良い加工面粗度が得られたのは、ピックフィード $11.3\ \mu\text{m}$ 、砥石1回転当たりの送り $0.06\text{mm/rev}$ の時 $R_z=0.69\ \mu\text{m}$ 、 $R_a=0.065\ \mu\text{m}$ であった。

以上のことから、半球形状に成形した有気孔ホイールを使い金型材の仕上げ加工を行う場合、ピックフィードを小さくし、砥石1回転当たりの送りを小さくして、短時間で加工を行う必要があることが分かった。

### 4 今後の取り組み

実際の金型仕上げ加工において30分の時間で、加工面全面の仕上げを終えることは困難である。今後は、今回得られた結果から、有気孔メタルボンドホイールを使い金型曲面の最終仕上げを目指すのではなく、手磨き工数の削減に使用することも考え検討する。

### 5 参考文献

- 1) 谷川義博, 他: 福岡県工業技術センター研究報告, No. 15, p. 101-103 (2005)
- 2) 谷川義博, 仙波卓弥: 福岡県工業技術センター研究報告, No. 14, p. 85-88 (2004)



# リアルタイムモニタリング微細加工装置の開発

竹下 朋春\*<sup>1</sup> 野中 智博\*<sup>1</sup> 谷川 義博\*<sup>1</sup> 安部 年史\*<sup>1</sup>

## Development of Unified High-speed Spindle Unit with Real-time Synchronization Monitoring for Micro Machining

Tomoharu Takeshita, Tomohiro Nonaka, Yoshihiro, Tanigawa, Toshifumi Abe

産業技術総合研究所が発行するものづくり技術調査（平成18年3月発行）によると、金属切削企業の90%が穴あけ加工を行っている。その工具交換時期は作業者の判断にゆだねられており、特に微細穴加工は、小さな工具を用いるため、加工が難しく、高速回転を要求される。しかし、工作機械が対応していない現状がある。そこで、本研究は、既存工作機械に簡単に装着し、高速回転と回転加工中の加工力の測定が可能な微細加工装置を開発することを目的としている。

### 1 はじめに

現在、消費者ニーズの多様化により、金型加工メーカーも短納期で高付加価値な金型の製作要求が高まっている。製作困難な金型には、微細な加工を要求されるものが大半であり、直径0.5mm以下の工具を使用する加工も多い。部品加工業においては、直径0.5mm以下の微細穴を一つの部品に数千から数万穴あける加工も行なわれている。

中小企業の中には、工作機械の主軸回転数が低いため小径の穴加工の仕事を受注できなかったり、工具の折損が判断できないためNC工作機械を用いず人手で行っているところがある。また、工具の交換時期も経験とカンに頼っているのが現状である。さらに、小径工具は製作の困難さから安定した寿命を示しにくく、突発的な折損も発生する。そのため夜間運転を行い加工しても、折損により加工できず、加工途中の部品も使えないという問題点があった。

そこで、テーパシャンク等の工作機械主軸にワンタッチで取り付け可能なホルダを有し、既存工作機械の低速回転主軸においても、本装置組込モータにより30000min<sup>-1</sup>以上の高速回転を提供するものである。

本研究の目的は、本装置に加工力の測定が可能な機構を組み込むことで、オンマシンでリアルタイムに工具の折損や加工トルクの判断と、高速回転加工を同時に行うことが可能な、一体となった加工装置<sup>1)</sup>の開発を行うことである。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 動作原理

本装置は、図1に示すように駆動用モータ部とスピンドル部が直交するように構成されている。駆動用モータ部には、螺旋状の磁性体と回転角度を検出可能なエンコーダが直結している。同様に、スピンドル部も螺旋状の磁性体とエンコーダが直結している。モータを回転させると、直結した螺旋状の磁性体による磁場が変化することで、対向したスピンドル側の螺旋状の磁性体も磁気引力により追従し回転する。モータ部とスピンドル部は、任意のギャップを持って磁気引力が発生することにより、動力の非接触伝達が可能である。

加工力によりスピンドル側の負荷が変化すると、モータ側の回転とスピンドル側の回転とのずれが発生する。駆動側と被駆動側のエンコーダからの回転角出力のずれを回路で検出することにより、小径ドリル等の工具摩耗、折損を工作機械上で工具回転中に検出が可能となる。

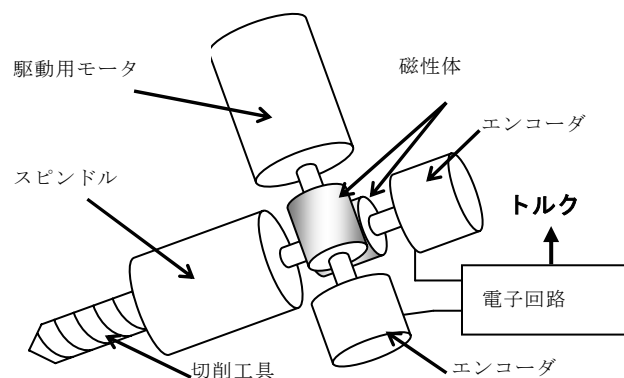


図1 リアルタイムモニタリング微細加工装置概念図

## 2-2 ギャップ変動機構

モータ側の磁性体のギャップを大きくすると、動力伝達許容負荷が減少するため、より小さい切削力に対しても大きな回転角度ずれを発生させることが可能である。またギャップを小さくすると、許容負荷が増大し、切削力が大きくなる。従って、2つの磁性体のギャップを変化させることで工具径に応じた最適な加工力の感度設定が可能となる。そこで、モータ側の磁性体を移動させることにより、ギャップの変更が可能な装置を開発した。分解構成図を図2に示す。

スピンドルは、ベースフレームを介して工作機械主軸部に固定されている。このため、変動機構の動作に無関係である。

モータは、8×18mmサイズのカロスローラガイド2セットにより案内されている。変動量は、磁性体を接触させ、マイクロメータヘッドにより動作開始する位置を2μm目盛のダイヤルゲージを用いて計測し、ゼロセットを行っている。磁性体のギャップは、0から1.8mmまで変動可能となっている。

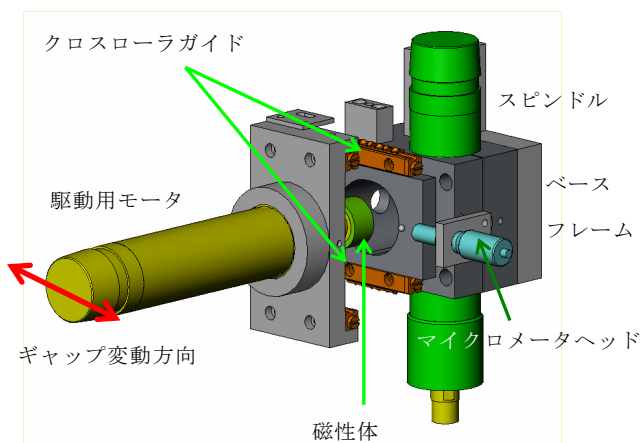


図2 ギャップ変動機構分解構成図

## 2-3 試作した加工装置の静トルク特性

試作した本装置のギャップ変動機構による特性を測定するために、モータ側シャフトを固定し、スピンドル側にスプリングコレットを介して半径10mmのてこを設置した。その位置にNC工作機械を用いて固定したデジタルフォースゲージを接触させることにより、各ギャップにおける最大推力を測定し、本装置の静的なトルク測定を行った。

測定状況を図3に、測定結果を図4に示す。ギャップ0.5mmの時に、最大トルク45.6mN・m、ギャップ1mmの時に、最大トルク26.2mN・mであった。

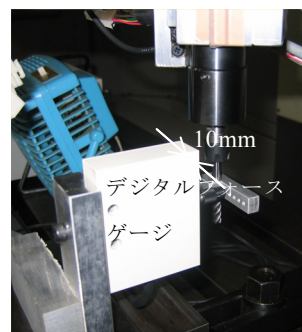


図3 トルク測定状況

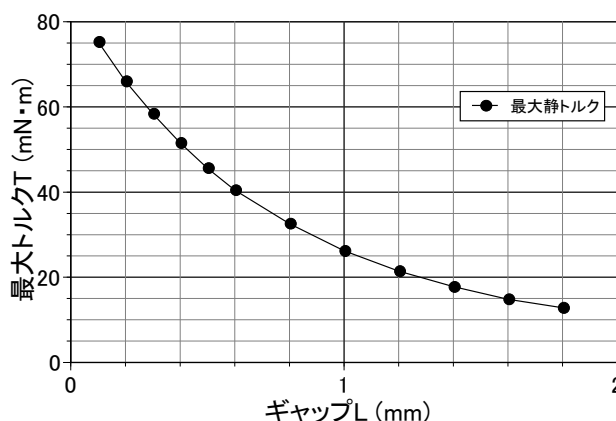


図4 ギャップ変動時の最大トルク変化

## 2-4 加工実験

本装置は、磁気引力を用いて動力を伝達しているため、加工負荷に対して脱調せずに加工が可能か否かが、一番の問題点である。

今回は、ギャップ変動機構による装置の評価を行うため、スピンドル部にドリル等の工具を取付けず、被削材としてφ3mmのSK-4材を取付けた。

加工実験は、本装置を工作機械の主軸に取付け、工作機械テーブル上に旋削用のバイトを固定し、本装置のスピンドルを回転させ、Z軸を下降させる旋削加工により行った。バイトは、切削動力計上に設置し、旋削加工時の主分力も同時に測定した。この主分力に被削材の半径を乗ずることで、切削時のトルクに換算できる。

本実験の加工条件を表1に、工作機械上での加工の様子を図5に示す。

ギャップを0.5mmに設定した場合、径方向の切込み量が0.1mmにおいても切削が可能であることを確認した。径方向切込み量0.1mm時には、突出し量による影響から、ワークの倒れが大きかった。

表1 加工条件

旋削工具	サーメット ノーズR0.2mm
加工ワーク	SK4-DG8 φ3mm (HB207)
突出し長さ	15mm
加工長さ	10mm
切削速度	60m/min
送り速度	0.01mm/rev
切込み量	0.1mm, 50 μm, 10 μm, 5 μm
切削動力計	KISTLER 9257A

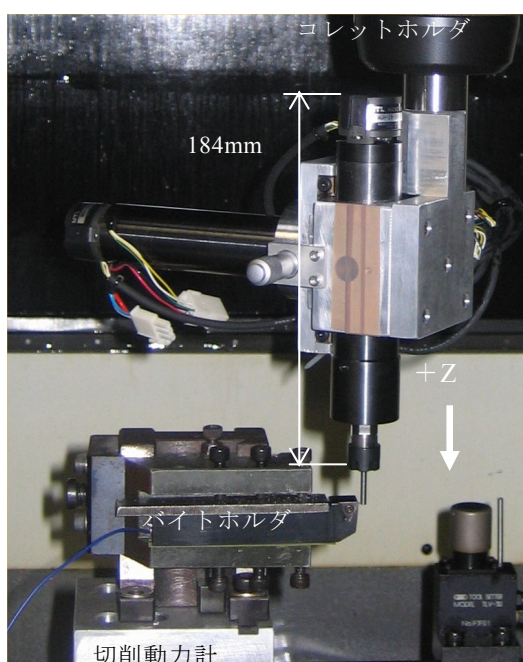


図5 加工状況

ノーズR0.2mmのサーメットチップを用いたことにより、5 μmの切込みにおいても、流れ型の円筒螺旋状切屑を示した。0.1mmと5 μm切込み時の切屑を図6と図7に示す。

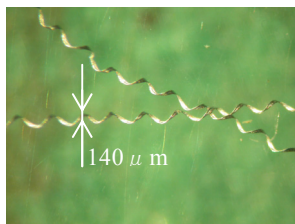


図6 切屑  
(切込み量0.1mm)

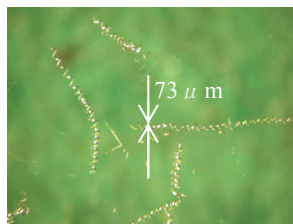


図7 切屑  
(切込み量5 μm)

ギャップを変更した場合の切削性についても検討を行い、切込み量が50 μm時には、ギャップが1.4mmまで切削可能で、切込み10 μm時には、ギャップ1.8mmまで同様な切削性を示した。

また、バイトを切削動力計に取り付けて、旋削加工時のスピンドル駆動のためのトルクに相当する力である主分力を、本装置の出力と同時に測定した。ギャップを0.7mmに固定し、空転状態から、5 μmと10 μmの切込みをそれぞれ行ったときの本装置の出力と切削動力計の出力を計測し、メモリ機能で同一画面上に表示したものを図8に示す。図より切込み量の違いによる変化を、はっきりと観察することができた。

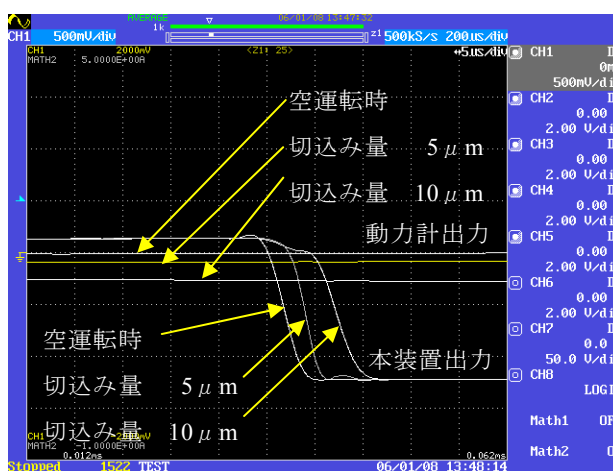


図8 計測結果

### 3 結果と考察

本研究では、螺旋状の磁性体を用い、動力伝達部の位相差を検出することで加工力の判断を行う方法を提案した。本装置での旋削加工実験を行った結果、φ3mmのSK-4材に対して、切込み量0.1mmから5 μmまでの切削が可能なが分かり、加工力をリアルタイムに検出することが可能なことが確認できた。

今後は、さらに本装置の特性評価を行い、小径工具を把持した場合のトルク計測装置との比較検討を行っていく予定である。

### 4 参考文献

- 1) 竹下朋春, 他: 2005年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, H55 (2005)

# 紫外線高透過率マイクロリアクターの開発

牛尾 雅樹<sup>\*1</sup> 周善寺 清隆<sup>\*1</sup> 酒井 雅洋<sup>\*2</sup> 沼 浩司<sup>\*3</sup> 伊藤 哲史<sup>\*4</sup>  
京谷 忠幸<sup>\*5</sup> 鈴木 裕<sup>\*6</sup> 草壁 克己<sup>\*7</sup>

## Development of High Permeability Micro-Reactor for High Precision Machine Tools

Masaki Ushio, Kiyotaka Shuzen, Masahiro Sakai, Koji Numa, Tetsushi Ito,  
Tadayuki Kyotani, Hiroshi Suzuki, Katsumi Kusakabe

本調査研究は、生化学における部材であるマイクロリアクターの試作について行った。計測用マイクロリアクターは、反応流路途中に反応物の状態計測を行うための計測窓を設ける。その計測窓は、全波長域で高い光透過率が求められる。また、一般的な反応や混合・攪拌等に用いるマイクロリアクターよりも、耐久性を求められる。したがって本試作では、高硬度材料でかつ、全波長域で高い光透過率を有する合成石英を用いることとした。

加工プロセスの観点からは、その生産効率を保つため、管路はエンドミルによる加工を目指し、透明性の必要とされる計測窓にのみ、超音波加振を行った単結晶ヘール工具による平滑加工を行うこととした。本試作で得られた試作品について、各種評価を行いその有効性を検討し、商品化への方策について検討を行う。

### 1 はじめに

マイクロリアクターは、化学物質の反応や混合・攪拌等に用いるもので、一般的に量産加工は、光露光装置によるエッチング処理により生産されている。

本研究では、研究機関における少量多品種生産に対応することを目的に、切削加工による加工プロセスの構築を試みた。光透過型マイクロリアクターを試作例として、エンドミル加工を主に用いることにより、生産効率を維持しながら、特に光透過率を求められる計測窓については、平滑加工の一種である、超音波捻り加振ヘール工具<sup>1)</sup>による加工を実施した。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 合成石英加工特性の把握

計測用リアクターは、反応管路中に計測窓を設け、反応物質を計測する目的で使用される。その計測窓は反応物質を鮮明に計測する必要があり、計測窓の管路底面の面粗度は極力良好なものが望まれる。

回転工具によるリアクター管路の形成では、工具回転中心の切削速度低下に起因し、加工面面粗度が低

下する。したがって、さらに壁面を平滑化する手法として、非回転工具（以下ヘール工具）を用いた。

高硬度脆性材料の壁面平滑化には、延性モード切削の実現が必要不可欠である。ここでは、加工対象を合成石英とし、ダイヤモンドヘール工具に捻り超音波を加振した切削プロセスについて考察した。

超音波振動切削は、数種類の加振モードがあり、良好な加工面を得られることと、切削抵抗が減少し工具寿命が延長することが報告されている。

ここでは、管路底壁面の平滑性を重視し、幾何学的に影響を与えにくい捻り振動を採用した。

具体的には、従来のダイヤモンドヘール工具に捻り超音波を付加し、切削性能の把握を試みた。

捻り超音波加振は、工具軸心を中心とし、工具に捻りを与えるものである。この加振法では、工具進行方向にのみ、工具先端が変位するものであり、平滑化を必要とする管路底面に影響を与えない工具経路を実現することが可能である。

一方、延性モードによる切削加工は、連続的な切り屑が発生する条件を設定する必要がある。

種々の研究報告では、切込み量を微少に設定することにより、脆性モード切削から延性モード切削に移行することが報告されている。報告例から、切り込み量 $0.1\mu\text{m}$ 付近での切削特性について検証実験を行うこととした。切削モードの判断は、切り屑の形状により行うこととする。導出した切削条件により、リアクタ

\*1 機械電子研究所

\*2 (株)旭製作所 福岡営業所

\*3 ヒートシステム(株)

\*4 (株)加工技術研究所

\*5 (株)ピーエムティー

\*6 九州工業大学 情報工学部

\*7 福岡女子大学

一計測窓の試作加工を行い、管路底面の面粗度・光透過率測定を通じて、切削特性評価を行う。

## 2-2 加工機開発・精度確認

図1に示すヘール加工専用の試作装置(株PMT社製)を用いた。最小位置決め精度50nm及び真直度50nmで動作することを目標にしたものである。

計測用マイクロリアクターの試作は、流路をエンドミルによる切削加工により、仕上げまでを行い、計測用窓については、エンドミルによる荒加工の後、超音波捻り加振ヘール工具を用いた平滑加工を行い、壁面を平滑化することにより光透過率を高めることを目的とした。したがって、流路を形成するXY平面では、管路の正確な形成に、位置決め精度・経路の真直度が重要となる。

- 1) XYZの空間精度計測
- 2) XY平面での位置決め測定
- 3) XY平面での真直度測定

加工装置の精度確認として、以上の3項目を実施した。

## 2-3 光透過率の評価

特に計測窓について、紫外線(波長254nm)を照射して、その透過率を計測した。

## 3 結果と考察

### 3-1 合成石英加工特性の把握

超音波加振の切削特性は、振動により工具が切り屑から離れるため、切り屑の排出が容易かつ切削抵抗が減少により、仕上げ面粗さが良くなる。また工具が切り屑から離れる際、切削液が切削点に直接供給されるため、切削液の効果が十分に得られ工具寿命の増長が期待できる。

切り屑と工具すくい面が規則的に振動し図2のような空隙ができ、切れ刃の冷却効果や潤滑効果を助長することであり、この条件を満足させるためには式(1)を満たす必要がある。ただし、 $f$ は振動数、 $a$ は振幅、 $V$ は切削速度である。

$$V < 2\pi af = V^* \quad \text{式(1)}$$

このときの $V^* = 2\pi af$ を臨界速度とよぶ。この速度以上の切削加工を行った場合、加振効果は期待できない。すなわち $V < V^*$ の場合は、図3のように切削抵抗はパルス状の波形となり、1サイクル中に必ず通常切削の移動量

Sの位置に戻る現象を繰り返す。



図1 試作加工装置

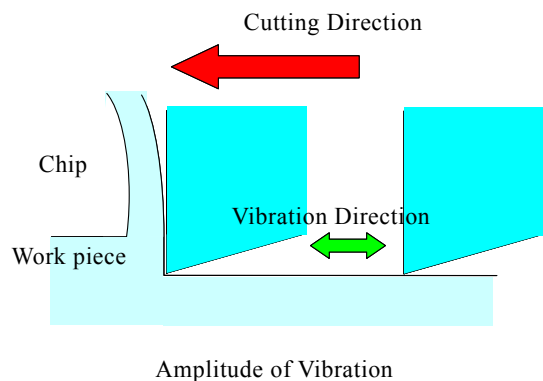


図2 超音波捻り加振での刃先挙動

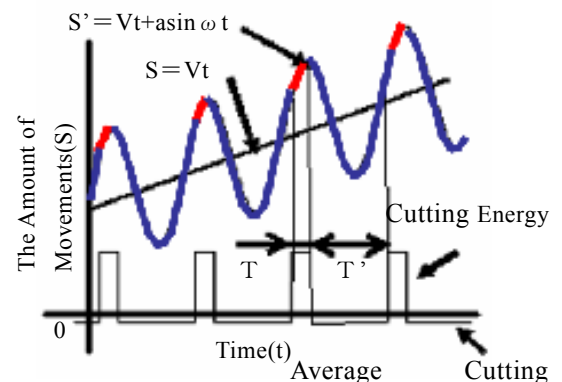


図3 時間軸に対する切削抵抗

種々の条件について切削実験を行った結果、表面粗さは切込み深さを小さくすることで、低減できること



を確認できた。図4にその加工面を、図5に切り屑を拡大顕微鏡写真で示す。(A)は超音波加振時であり、(B)は通常の加工である。計測結果を検証すると、加振による切削特性の向上を確認できる。

切り込み深さは双方 $0.1\mu\text{m}$ であるが、超音波加振の有無により、延性モード切削の実現性が示せる。すなわち、切り屑の形状確認を行うことにより、切削加工モードの違いを顕著に見ることができる。なお形状計測には、KEYENCE光学式顕微鏡VH8000を用いた。

同箇所をTaylor Hobson社製FormTarysurf-120Lで表面粗さの計測を行った結果、最も良い加工条件で $0.11\mu\text{mRy}$ であった。

### 3-2 加工機開発・精度確認

#### 3-2-1 XYZの空間精度計測

ISO230-6に準拠したXYZ空間精度計測を、動作経路計測システムにて計測した。

本測定方法は、工作機械の3次元的位置決め精度を計測し、工作機械の総合的な精度傾向を示すものである。測定範囲を、特にヘール加工を用いる部位に特定し、その範囲を5mmと定め、3次元的な動作経路を1mm毎に位置決め誤差を計測した。若干の差異があるものの、3次元的な空間精度は $1.2\mu\text{m}$ であった。

#### 3-2-2 XY平面での位置決め測定

流路を形成する際に、XY位置決め精度を計測した、横軸が動作距離であり、縦軸が動作指令に対する機械動作の誤差量を示している位置決めの不確かさは、特に流路創成を分割して行う際に、その勘合点の生成について影響を及ぼす。

図6がX軸、図7がY軸で共に動作距離100mmを10mm間隔で静止し、データを収録している。計測の結果、X軸は $1.82\mu\text{m}/100\text{mm}$ 、Y軸は $1.25\mu\text{m}/100\text{mm}$ であった。したがって流路形成において、試作加工装置は、ミクロンレベルの流路形状形成を行えることが分かる。

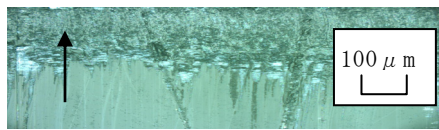
#### 3-2-3 XY平面での真直度測定

さらに流路壁面の真直は、加工装置の真直度と密接な関係がある。したがって、前項と同様に、X軸Y軸の真直度について計測を行った。

図8がX軸、図9がY軸で共に動作距離100mmの動作経路を計測した。計測の結果X軸は $0.095\mu\text{m}/100\text{mm}$ 、Y軸は $0.051\mu\text{m}/100\text{mm}$ であった。



(A) 加振時

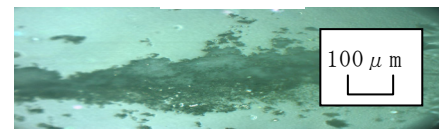


(B) 通常時

図4 計測窓加工結果(加工面)



(A) 加振時



(B) 通常時

図5 計測窓加工結果(切り屑)

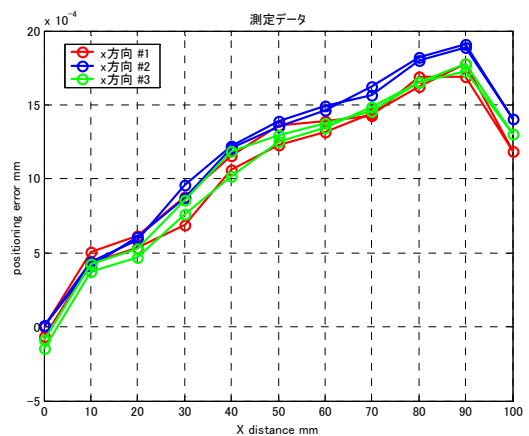


図6 位置決め精度計測(X軸)

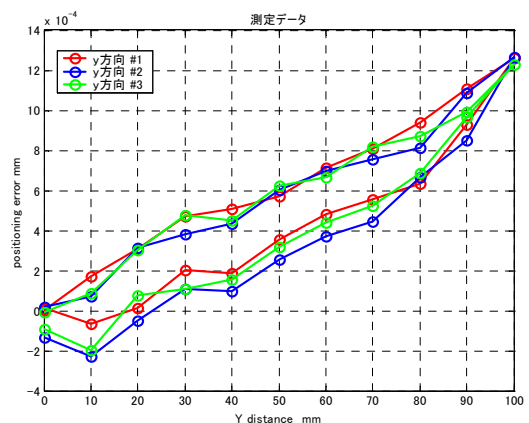


図7 位置決め精度計測(Y軸)



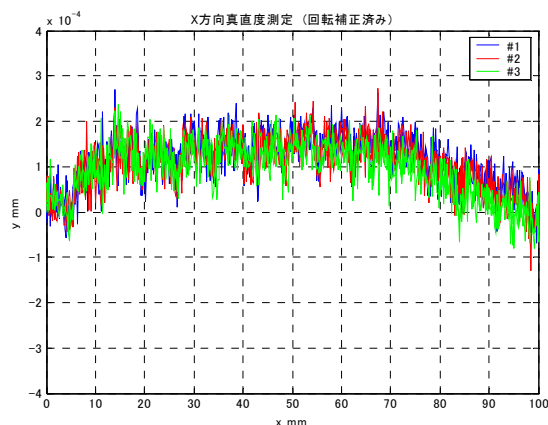


図8 真直度精度計測(X軸)

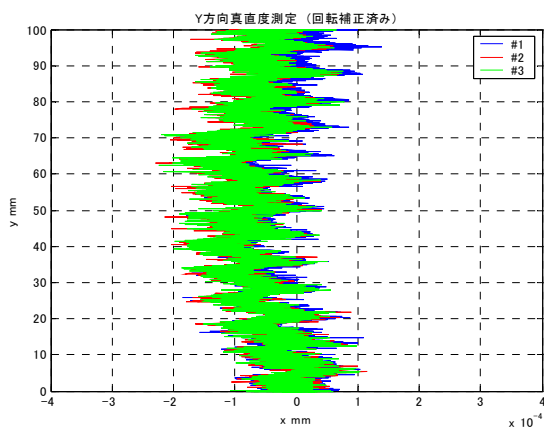


図9 真直度精度計測(Y軸)

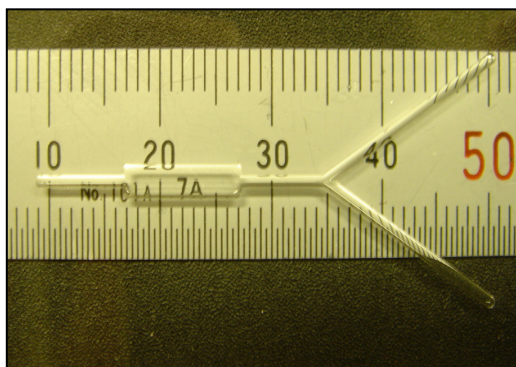


図10 試作マイクロリアクター

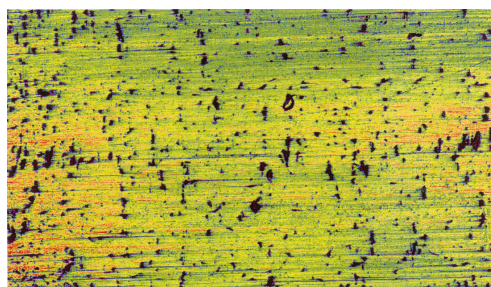
### 3-3 光透過率の評価

エンドミルによる通常の加工面では波長254nmの紫外線透過率が62.6%であるのに対して、ヘール加工を施した面の透過率は86.1%であった(図10参照)。

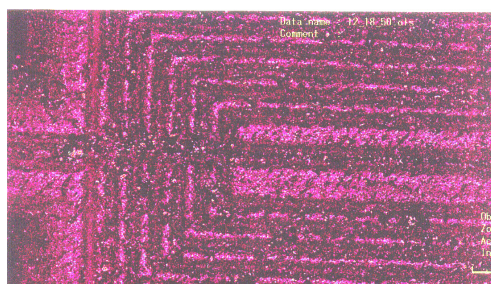
なお、目標値は紫外線透過率90%であったが、現状の透過率でも光学的補正により計測が可能である。

共焦点レーザ顕微鏡で観測した加工面の状態を図11に示す。

エンドミル加工面では切削痕が見えるが、ヘール加工面では切削痕は消失し、平滑化している。



(A) 加振ヘール加工面



(B) エンドミル加工面

図11 計測窓の拡大顕微鏡写真

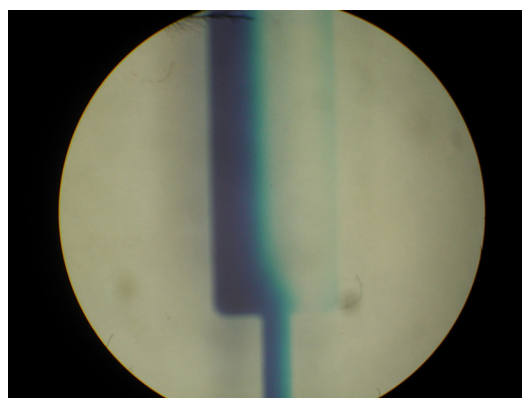


図12 試作リアクターでの流体計測実験

リアクター内に無着色および着色した水を流したところ図12に示すように、流路拡大部で、大きな乱れもなく安定な2相流が形成できることがわかった。

### 4 まとめ

本調査研究では、高硬度脆性材料である合成石英に対し、切削加工による微細経路と高い光透過率を有する計測窓を創成し、検証実験を行った。

その結果、試作リアクターを加工するプロセスの構築ができた。今後、製造コストのさらなる低減を目指し、工具開発等を進め、実用化を進める。

### 5 参考文献

- 1) 鈴木裕, 他: 精密工学会誌, 掲載予定「捻り超音波加振を用いたヘール工具の加工特性」(2006)

# 大気導入型マイクロ波減圧乾燥技術に関する研究開発

林 伊久\*1 鶴田 隆治\*2

## Development of Microwave Drying under Reduced Pressure Condition by Irradiation Control and External Air Supply

Tadahisa Hayashi, Takaharu Tsuruta

本研究では、主な従来乾燥方式である温風乾燥方式に代わる新しい乾燥方式としてマイクロ波減圧乾燥技術を開発してきた。平成16年度は、外気導入法と温度制御法によって海産物の乾燥時間を品質の劣化がほとんどない状態で温風乾燥の1/20に短縮することに成功した。そこで平成17年度は、乾燥室約10リットルのプロトタイプを製作し、海産物、果実および野菜等の試料約500gに対する熱効率、乾燥速度と温度等を調べ、大気導入型マイクロ波減圧乾燥機の実用化に向けての仕様に関する標準化について検討を行った。本稿では、検討を行ったマイクロ波減圧乾燥の標準化について報告する。

### 1 はじめに

乾燥技術は、食品加工、医薬品、紙および半導体に至るまで幅広い分野で用いられている。しかし、特殊な加工品の乾燥を除いて、ほとんどが、温風、蒸気や輻射などの外部加熱による熱伝達および熱伝導を用いた乾燥方式である。そのため、特に食品などにおいては温度上昇による表面変質や内部の細胞の膨潤等が生じ、内部水分の表面への移動流路が閉塞され、内部輸送抵抗の増大によって乾燥速度が低下し、乾燥時間が長くなっている<sup>1)</sup>。このため各業界では、品質を維持したまま短時間で乾燥ができる乾燥法を模索している。これまでに、業務用電子レンジを用いたマイクロ波減圧乾燥によるホタテ貝柱の乾燥実験を行い、ホタテ貝柱1個の乾燥特性を調べてきた<sup>2)</sup>。その成果として、減圧容器内に少量の大気を導入してマイクロ波を照射することでホタテ貝柱表面から蒸発する蒸気を効率的に減圧容器外へ排出し、マイクロ波の出力を調整して貝柱の温度を常温程度にコントロールすることにより乾燥時間を温風乾燥の約1/20に短縮することに成功した。また、マイクロ波により試料内の水分に選択的に蒸発潜熱分のみエネルギーを供給することで、省エネルギーで高効率な乾燥を実現できることを見出した。本研究では、これまでのマイクロ波減圧乾燥実験によって得られた知見をもとに、大気導入やマイクロ波出力の調整による温度制御を組み合わせた小型プロトタイプを試作して、大気導入型マイクロ波減圧乾燥

機の実用化に向けて仕様の標準化について検討した。具体的には、試料としてホタテ貝柱、鮭、バナナ等を用い、複数個の試料とマイクロ波出力との関係を恒率乾燥期間のマイクロ波利用効率に整理して検討した。また、その時の乾燥特性を調べて、最も効率的な乾燥を行うための仕様を検討した。これまでもマイクロ波減圧乾燥の乾燥特性等について評価を行った例<sup>3)-5)</sup>はあるが、マイクロ波減圧乾燥の乾燥仕様の標準化を検討した例は見られない。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 実験装置

実験装置は、図1に示したようにマイクロ波発生装置、減圧容器と真空ポンプによって構成されている。減圧容器は、径300mm、高さ350mmの円筒形であり、減圧装置中央側面とマイクロ波発生装置とを導波管（縦80×横100×高さ300）により接続している。また、減圧容器と導波管との接続部分には、径100mm、厚み10mmの石英ガラスを設置して減圧容器内の圧力を保ちながらマイクロ波を減圧容器内に照射する。マイクロ波は、出力を0~1500Wの間で調整して連続照射する。また、マイクロ波発生装置の保護のため反射したマイクロ波を吸収して熱に変換できるアイソレータを導波管中に設置した。減圧容器内の圧力は、0.8kPa~101.3kPaの間で調整することが出来る。圧力の測定は、ピラニ式真空計で行った。大気導入系は、減圧容器上部側面の直径5mmの配管により流量計で調整した空気を減圧容器内へ流入させる。本装置では、導入する大

\*1 機械電子研究所

\*2 九州工業大学

気の温度と湿度が一定でないため、大気の代わりに窒素ボンベ（15MPa）から窒素を流入させた。

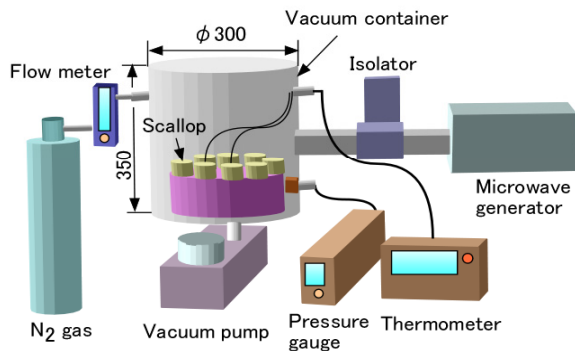


図1 実験装置

## 2-2 実験方法

マイクロ波減圧乾燥は、圧力2700Pa、窒素導入量2L/minの条件のもと、マイクロ波出力12.5W、100Wと150Wの3段階で複数個の試料に対するマイクロ波利用効率を調べるとともにその時の乾燥特性も調べた。実験試料は、ホタテ貝柱、鮭、バナナ、大根を用いた。バナナと大根は、長さ30mmに切断して用いた。実験は、12.5W、100W、150Wの各マイクロ波出力に対してホタテ貝柱1個（水分量23g）～14個（水分量335g）、鮭5切れ（水分量203g）、バナナ3個（水分量51g）～19個（水分量253g）および大根1個（水分量27g）～5個（水分量208g）の試料個数の中から18ケースを実施した。

具体的には、各試料を減圧容器内の皿に均等に配置して2700Paまで減圧した後にマイクロ波を連続照射した。含水率と蒸発速度は、15分おきに試料1個ずつの質量を測定して全個数の平均値で求めた。含水率は、常圧加熱乾燥法を用いて測定した。乾燥前の試料の質量を  $M_a$  とし、乾燥温度80℃、乾燥時間24時間で完全乾燥を行った後の試料の質量を  $M_b$  とした場合、含水率  $\omega$  は、式(1)のように求められる。

$$\omega = \frac{M_a - M_b}{M_b} \quad (1)$$

マイクロ波利用効率は、乾燥開始から含水率約1までの恒率乾燥期におけるマイクロ波総出力に対する蒸発潜熱量として定義し、式(2)で求めた。

$$\eta = \frac{L_w \cdot \Delta m \cdot n}{\dot{Q} \cdot \Delta t} \quad (2)$$

各ケースにおける乾燥特性を評価し、マイクロ波減圧乾燥にとって最適な仕様を調べるとともに、試料の

個数、種類や蒸発面積による乾燥特性への影響についても検討した。

ここでおもな記号は次のとおりである。

$L_w$  : 水の蒸発潜熱 [J/kg]

$M_m$  : 試料内部の水分 [kg]

$\Delta m$  : 試料1個が恒率乾燥期間に蒸発した水分の質量 [kg]

$n$  : 試料の個数

$\dot{Q}$  : マイクロ波の出力 [W]

$\Delta t$  : 恒率乾燥期間の時間 [second]

$\eta$  : マイクロ波利用効率 (式1で定義)

## 3 結果と考察

### 3-1 マイクロ波利用効率と乾燥特性

図2は、試料保持する水分量に対するマイクロ波利用効率の評価結果を示す。図2からマイクロ波出力100Wに対する本装置でのマイクロ波利用効率の最大値は、試料内部の水分量約200gに対して約45.8%であることがわかる。100Wにおいては、鮭、バナナおよび大根の結果も示しているが、ほとんど差がなく、水分量200gにおいて最高の利用効率となっている。そこで最適なマイクロ波出力は、試料内部の水分量1gあたり約0.5Wと考えられる。マイクロ波利用効率が水分量約200g以上で低下しているのは、必要な蒸発潜熱量に対してマイクロ波の出力が不足しているためであり、逆に水分量約200g以下で低下しているのは、必要な蒸発潜熱量に対してマイクロ波の出力が過大であるため、水分に吸収されずに熱損失として放出される量が多くなるためである。ここで、ホタテ貝柱1個（水分量25g）と12個（水分量300g）に対してマイクロ波出力

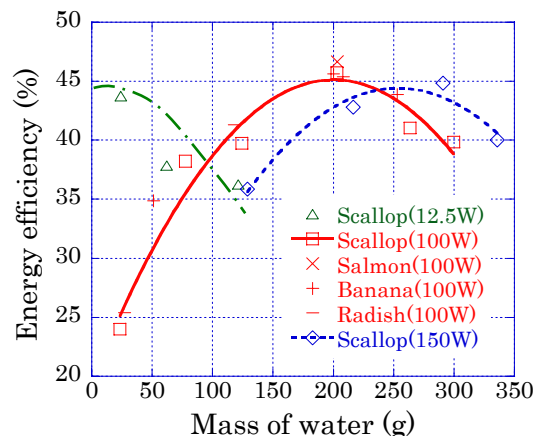


図2 マイクロ波利用効率

を12.5W (25g×0.5W/g) と150W (300g×0.5W/g) に調節して、マイクロ波減圧乾燥を行った。ホタテ貝柱1個では、マイクロ波出力100Wでマイクロ波利用効率が23.4%であったのに対してマイクロ波出力を12.5Wまで低下させることにより熱損失分を削減することができるためマイクロ波利用効率を43.7%まで上昇させることができた。また、ホタテ貝柱12個では、マイクロ波出力100Wでマイクロ波利用効率が41%であったのに対して、マイクロ波出力を150Wまで上昇させることにより必要な蒸発潜熱の不足分を補うことができるため、マイクロ波利用効率を44.8%まで上昇させることができた。

さらに、ホタテ貝柱1個、8個と12個についての乾燥特性を調べた。図3は、ホタテ貝柱の各個数に対する含水率と温度の過渡変化である。温度については、ホタテ貝柱1個と8個の表面温度と内部中央温度を示している。図4は、乾燥特性曲線である。マイクロ波出力100Wの条件は、ホタテ貝柱8個に対して最大利用効率を示すものである。したがって、ホタテ貝柱1個では過剰なマイクロ波出力によりマイクロ波利用効率は低下するが、乾燥時間は大幅に短くなっている。また、ホタテ貝柱12個では、供給すべき蒸発潜熱の不足により乾燥時間が長くなっている。ここで、ホタテ貝柱1個と12個に対してマイクロ波出力をそれぞれ12.5Wと150Wに調整して行った結果と、ホタテ貝柱8個をマイクロ波出力100Wで乾燥した結果とを比較すると、含水率および温度の過渡変化ともほぼ一致する。さらに図4から乾燥特性曲線もほぼ一致することがわかる。ホタテ貝柱1個と8個とも表面温度が含水率1~1.5で上昇しており、蒸発速度が含水率1~1.5から低下する。し

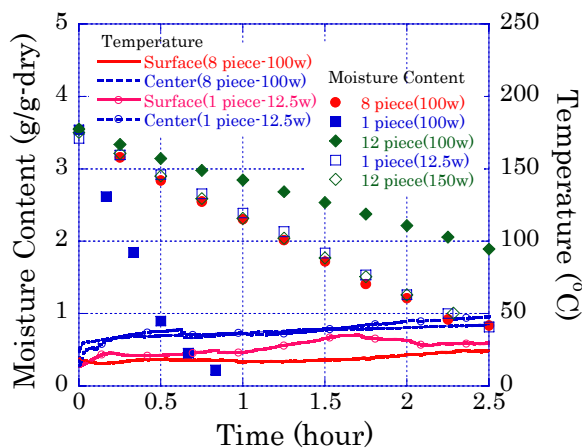


図3 含水率と温度変化(ホタテ貝柱)

たがってホタテ貝柱おのおのの限界含水率も含水率1~1.5にある。

以上の結果から、保有水分量に対して最大マイクロ波利用効率を達成できるマイクロ波出力0.5W/gを照射することにより、ホタテ貝柱の個数が異なっても同じ乾燥特性を得ることができることを確認した。

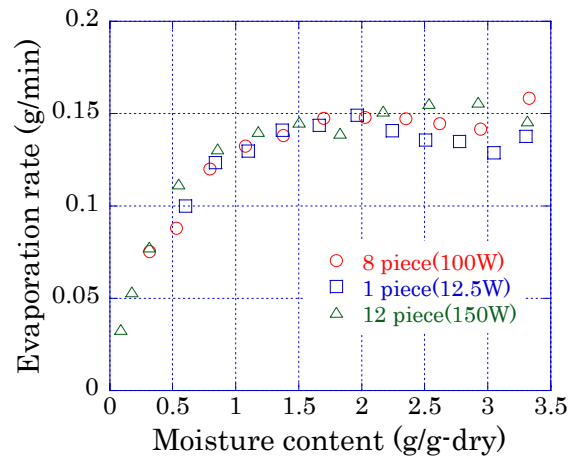


図4 乾燥特性曲線(ホタテ貝柱)

### 3-2 被乾燥物の種類による乾燥特性への影響

図5は、ホタテ貝柱8個（水分量203g，蒸発面積0.0157m<sup>2</sup>），鮭5切れ（水分量203g，蒸発面積0.0227m<sup>2</sup>）とバナナ15個（水分量203g，蒸発面積）の含水率と温度の過渡変化である。温度については、代表としてホタテ貝柱とバナナの表面温度および中心温度を示している。図6に乾燥特性曲線を示す。ただし、同一の水分量を有する試料であっても種類により個数が異なることから、蒸発速度は試料の全蒸発量の時間変化から求めた。ホタテ貝柱、鮭とバナナの含水率と温度の過渡変化は、試料の種類および蒸発面積が異な

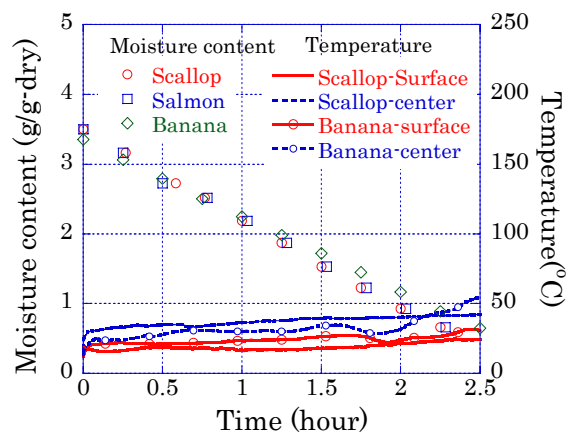


図5 含水率と温度変化



っても、おおよそ一致する。さらにホタテ貝柱とバナナの両表面温度とも含水率1~1.5で上昇するとともに乾燥速度が低下している。したがってホタテ貝柱およびバナナの両限界含水量とも含水率は1~1.5と考えられる。このことからマイクロ波減圧乾燥では、試料の種類および蒸発面積に関係なく試料内部の水分量が同じであれば乾燥特性はほぼ等しくなると考えられる。

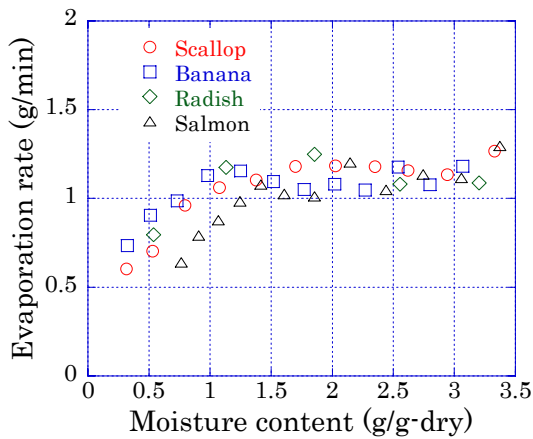


図6 乾燥特性曲線

### 3-3 マイクロ波出力の標準化

前述のとおり、本装置では内部保有水分量1gあたりに約0.5Wのマイクロ波出力とすることにより、その利用効率を最大とすることができる。図9に、これまでに示した試料を含め、最適となる試料水分量とマイクロ波出力との関係を示す。さらに、これに基づいてホタテ貝柱29個（水分量約730g）に対してマイクロ波の出力を370Wに調整して行った実験結果を示しておく。図10は、その乾燥特性曲線である。図10からホタテ貝柱8個と29個との乾燥特性曲線はほぼ一致している。

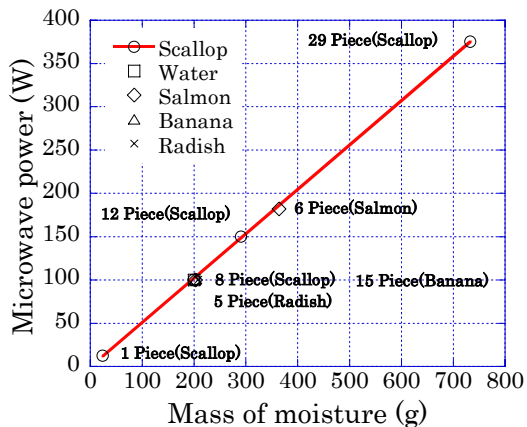


図7 水分量とマイクロ波照射出力

したがって、試料の種類と内部の水分質量が異なっても、保有水分量を基準に置いたマイクロ波出力を設定することにより、最適な乾燥特性を維持し、かつ最大のマイクロ波利用効率を得るためのマイクロ波出力の標準化が可能であるといえる。

### 4 まとめ

本研究により以下の知見が得られた。

- (1) 試作したマイクロ波減圧乾燥装置に対し、最大マイクロ波利用効率を達成できるマイクロ波出力は、試料内部の水分量1gあたり0.5Wであった。
- (2) マイクロ波減圧乾燥では、試料の種類、個数や蒸発面積が異なっても、試料内の水分量に対して0.5W/gのマイクロ波を照射することによって、最大のマイクロ波利用効率と最高効率の乾燥特性を得ることができる。
- (3) マイクロ波減圧乾燥の恒率乾燥期間における蒸発速度は、試料の種類、個数、蒸発面積に関係なく、マイクロ波による試料への入熱量がすべて蒸発潜熱に供給されるため入熱量の大きさで決まる。

### 5 参考文献

- 1) Hayashi, T. et al., Heat and Mass Transfer in Hot-air Drying Process of Seafood, Proceedings of the 1st International Forum on Heat Transfer, p.165-166 (2004)
- 2) Hayashi, T. and Tsuruta, T., Improvement of Microwave Drying System for Seafood, Proceeding of the Sixth KSME-JSME Thermal and Fluids Engineering Conference, p.106 (2005)
- 3) A. E. Drouzas. and H. Schubert., Microwave Application Vol.28, p.203-209 (1996)
- 4) Muranaka, T. and Goto, Y., Vacuum Drying of Vegetables by Microwave, Electro-Heat No.56, p.43-51 (1991)
- 5) Hiraoka, Y. et al., Studies on the Microwave Drying (part1), Business Annual Report of Ehime Industrial technology Center, No.308, p.51-56 (1992)

# 液体の微粒化凍結技術を用いた超精密洗浄ノズルの開発

周善寺 清隆\*1

## Development of Ultra Precision Cleaning Nozzle by Using Atomization and Freezing Technology

Kiyotaka Shuzenji

半導体等の超精密洗浄に好適な微粒化凍結機能を有するノズルの開発を目的として、ノズル出口における液滴の微粒化特性および速度を測定するとともに、ノズル内における液滴の冷却過程を解析により調べた。平均流速484m/s、平均粒径 $D_{30}=10.7\mu\text{m}$ の微細な噴霧が測定された。またノズル出口における噴霧粒子の相は、粒子直径に依存し、粒径が小さい場合、ノズル内において凍結することが示された。

### 1 はじめに

半導体やガラス基板の製造プロセスにおいて、洗浄工程は不可欠であり、パターン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の除去を可能とする新たな洗浄方法の開発が待ち望まれている。また、オゾン層破壊や地球温暖化などの環境問題に配慮した低環境負荷の技術であることが前提となる。

気液二流体ノズルによる洗浄は、従来のメガソニックスクラバやブラシスクラバを上回る洗浄性能を有し、90nm以降の製造プロセスにおいて、益々重要性を増している<sup>1)</sup>。本研究では、この気液二流体ジェットの噴射速度を音速以上、超音速とすることを特徴とする、微粒化凍結技術を用いた洗浄方法を提案する。ここで、微粒化凍結技術とは、ラバルノズルを用いることにより、液体を微粒化すると同時に断熱膨張による急冷効果により、氷粒子を含む、固液二層の噴霧粒子群を形成する技術であり<sup>2)</sup>、生成した噴霧粒子を超音速で洗浄対象に衝突させることにより高い洗浄効果を期待することができる。以前より、液体窒素を冷媒として微小な氷粒子を作成し、高速で噴射するアイスブラスト洗浄は開発され、優れた洗浄能力が確認されているが、設備コスト、ランニングコストの問題から現在ほとんど使用されていない状況にある。

本研究では、半導体等の超精密洗浄に好適な微粒化凍結機能を有するノズルの開発を目的として、液滴の微粒化特性を位相ドップラ法により測定するとともに、ノズル内における液滴の冷却過程を把握し、実用化に向けた圧縮空気流量の低減を図った。

### 2 実験装置および方法

図1, 2に実験装置および実験装置の設置状況をそれぞれ示す。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たのち、タンクに0.7[MPa]で貯気される。除湿空気の露点は、大気圧換算で約-13[°C]であり、タンク内容積は0.6[m<sup>3</sup>]である。このタンク内の空気を、減圧弁により設定圧力に調整し、バルブを開放することにより、圧縮空気をラバルノズルに導入する。タンク内およびノズル前の温度、

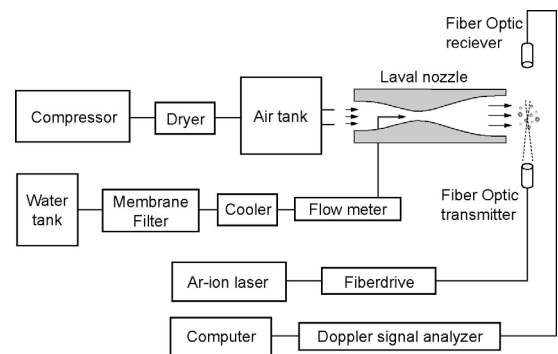


図1 実験装置



図2 実験装置の設置状況

\*1 機械電子研究所



圧力は、それぞれ熱電対およびブルドン管により常時測定した。ノズル出口における噴霧の粒径、速度を位相ドップラ流速計 (PDA) により計測し、三軸移動ステージ上にラバルノズルを設置することで、測定位置を調整した。

圧縮空気の断熱膨張により超音速流れを得るためには、ノズルの形状を適切に設計する必要があり、特性曲線法<sup>3)</sup>を用いて設計し製作した。ノズルの材質は、氷の壁面への付着を防止し、断熱効果も非常に優れているテフロン樹脂 (PTFE) を用いた。ノズル内の流れ場を評価するために、壁面に静圧測定孔を設けた。今回製作したノズルの設計マッハ数は1.9, 2.2, 2.5である。スロート部の直径は5[mm]、スロートから出口までの長さは約200[mm]であり、出口は大気に開放されている。

ノズルに供給する水は、タンク内を窒素ガスにより加圧することにより、孔径0.2[ $\mu\text{m}$ ]のメンブレンフィルタを通過させた後、5[ $^{\circ}\text{C}$ ]まで冷却され、ニードルバルブにより設定流量に調整される。本実験においては、水の流量は 30[mL/min] に設定した。

### 3 実験結果

#### 3-1 壁面静圧分布測定

壁面静圧分布を測定することによりノズル内の流れの状態を調べた。ノズル前の全圧は 0.7[MPa]、タンク内温度は 約15[ $^{\circ}\text{C}$ ]である。図3に設計マッハ数1.9, 2.2, 2.5における壁面静圧分布を示す。ノズルの設計マッハ数と静圧の設計マッハ数が大きい、つまり膨張比が大きいほど、スロートより60[mm]以降の位置における静圧は低下しており、適切に設計、製作がなされていることが確認される。また、本研究ではノズル出口におけるマッハ数の計測は、衝撃波の干渉があり、誤差を生じるため避け、位相ドップラ法によりノズル出口における噴霧の速度を測定した。

#### 3-2 粒径と速度

位相ドップラ流速計を用いて、ラバルノズル出口における噴霧の粒径、速度について測定した。ただし、ノズル出口の中心を原点  $(Z, R) = (0, 0)$  として、速度の計測位置は  $(Z, R) = (10, 0)$ 、また噴霧濃度が高いことにより、粒径に関してのデータの信頼性確保が困難であったため、 $(Z, R) = (100, 0)$  において粒径の計測を行った。測定結果の一例として、設計マッハ数M2.2、全圧

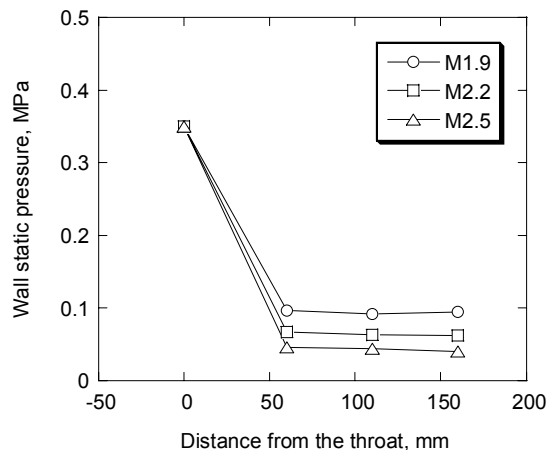


図3 壁面静圧分布

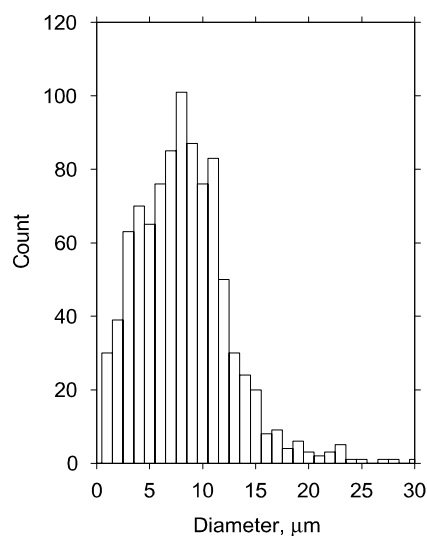


図4-1 粒径分布  $(Z, R) = (100, 0)$

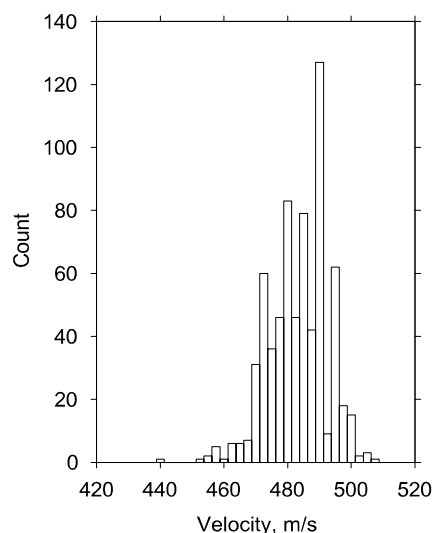


図4-2 速度分布  $(Z, R) = (10, 0)$

0.7[MPa]における図4-1, 4-2にそれぞれ示す。測定結果より、平均粒径は $D_{10}=8.3$ ,  $D_{20}=9.5$ ,  $D_{30}=10.7$ ,  $D_{32}=13.4[\mu\text{m}]$ であり、非常に細かい噴霧粒子が生成している。また、平均速度は484[m/s]であり、全圧と大気圧の圧力比7.0で実現可能なマッハ数は約1.9、全温を15[°C]とした場合、494[m/s]と見積もれることから、噴霧はノズル内においてほぼ理想的に加速されていることがわかる。

#### 4 解析結果

ラバルノズル内に供給された水は、微粒化されると同時に、断熱膨張により温度が低下した主流空気に急激に冷却される。微小な液滴は過冷却現象により、0[°C]以下においても容易に凍結せず、液体の状態を保つ。そこで本研究では、ノズル出口における液体の状態を調べるために、液滴の粒径に対する過冷却解除温度および液滴の冷却過程を解析により求めた。

##### 4-1 過冷却解除温度

核生成頻度 $J(T)$  [ $\text{cm}^{-3}\text{sec}^{-1}$ ]を図5に示す<sup>4)</sup>。液滴の99.99[%]が凍結する温度 $T_{99.99}$ とすれば、核生成頻度、冷却速度 $\gamma_c$  [K/sec], 液滴の体積 $V_d$  [ $\text{cm}^3$ ]から、次式のように表される<sup>4)</sup>。

$$\int_{T_{99.99}}^{T_0} J(T)dT = 9.21 \frac{\gamma_c}{V_d} \quad (1)$$

液滴は噴射速度から空気速度500[m/s]まで加速されるため、ノズル長さ0.2[m]であれば、液滴はノズル内に少なくとも0.4[msec]滞在する。ここで、過冷却解除温度-42[°C]に0.4[msec]で達すると仮定した場合、冷却速度は $1.05\text{E}+05$ [°C/s]となる。図6に式(1)より求めた粒径に対する凍結温度 $T_f$ を示す。図より、液滴直径3~35[ $\mu\text{m}$ ]において、液滴は $-42 \pm 1$  [°C]の範囲で核生成を生じる。したがって本解析では、-42[°C]を過冷却が解除される温度、均一核生成温度とし、この温度に達した場合に、瞬時に過冷却が解除されるものとする。

##### 4-2 非定常熱伝導解析

空気からの熱伝達による液滴(球)の温度低下の時間変化を求めた。初期温度 $T_1=0$ [°C], 直径 $D$ の水滴が、突然、一定温度-100[°C]の空気に接し、表面から熱伝達により冷却される。仮定として、空気の温度 $T_{\text{air}}=-100$ [°C], 水滴は真球状であるとする。また、過

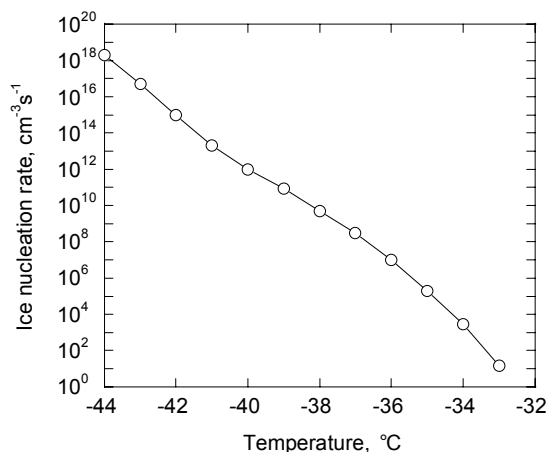


図5 核生成頻度<sup>4)</sup>

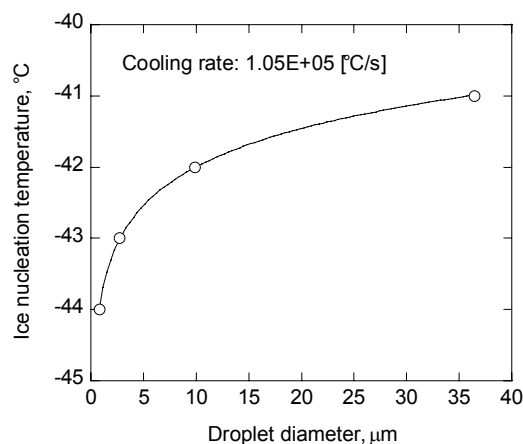


図6 液滴粒径と核生成温度

冷却液滴の比熱について、水は-15[°C]以下において急激な比熱の変化を生じるため、-42~0[°C]までの平均比熱として、 $4.9$ [J/g/K]とした<sup>5)</sup>。計算は、球のハイスラー線図<sup>6)</sup>を用いて行った。熱伝達率は液滴と空気の相対速度により変化するため、0~100[m/sec]の範囲を仮定して計算した。また解析結果より、液滴内部の温度分布について、液滴の中心と表面では、粒径と相対速度にもよるが、数°Cの温度差があり、液滴の凍結は表面より生じることがわかった。

解析結果の一例として、図7に相対速度に対する直径10[ $\mu\text{m}$ ]の液滴の表面温度の時間変化を示す。液滴の表面温度は時間の経過とともに、徐々に低下し、液滴の温度が-42[°C]に達した時間において、液滴は瞬時に過冷却解除し、凍結する。図8に液滴の直径、相対速度から、過冷却解除時間を求めた結果について示す。図より、液滴の直径が小さいほど、かつ相対速度が大きいほど液滴は短時間に凍結することがわかる。液滴の直径、および相対速度によるが、ほぼ1[msec]以下の極め

て短い時間に液滴は凍結に至ることがわかる。ここで、液滴がノズル内に滞在する時間は、ノズルの長さ、平均相対速度から求めることができる。図9に滞留時間と液滴の凍結時間を求めた結果について示す。図より、滞留時間よりも液滴の凍結時間が短い条件において、

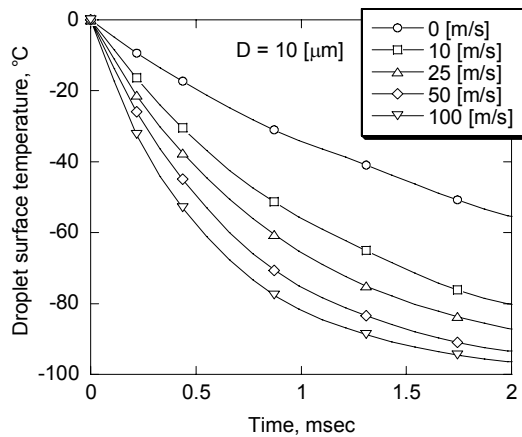


図7 粒径，相対速度に対する液滴の表面温度変化

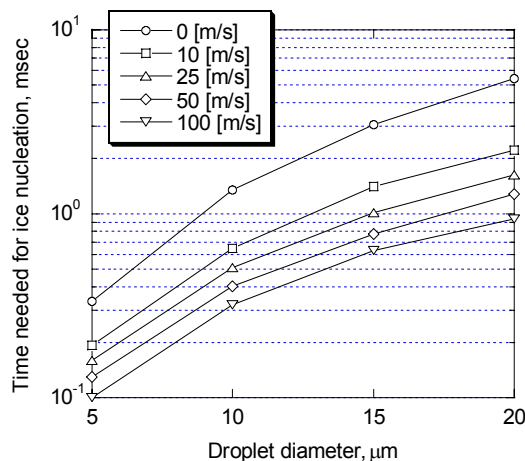


図8 液滴粒径と氷核生成時間

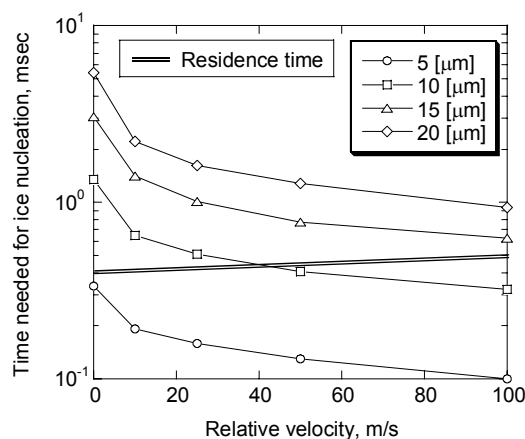


図9 氷核生成時間とノズル内滞留時間

ノズル内において液滴が凍結するため、実際の相対速度を今後求める必要があるが、少なくとも5ミクロン以下の液滴については、ノズル内において凍結している。

## 5 まとめ

半導体等の超精密洗浄に好適な微粒化凍結機能を有するノズルの開発を目的として、ノズル出口における液滴の微粒化特性および速度を位相ドップラ法により測定するとともに、ノズル内における液滴の冷却過程を解析により調べた。本研究より得られた知見は以下のようなものである。

- 1) 位相ドップラ流速計による計測結果より、平均粒径  $D_{10}=8.3$ ,  $D_{30}=10.7$  ミクロンの微細な液滴が平均流速  $484$  [m/s] の超音速で、ノズル出口より噴射されている。
- 2) 過冷却解除頻度から、液滴の直径に対する過冷却解除温度を求めた結果、直径  $3\sim 35$  ミクロンの微小な液滴は、 $-42\pm 1$  [°C] において過冷却解除され、凍結する。
- 3) ハイスラー線図による熱伝導解析および過冷却解除温度解析より、少なくとも  $5$  ミクロン以下の液滴については、ノズル内において凍結している。

## 6 参考文献

- 1) 田中健，広井孝彦，多田益太，山本剛士：太陽日酸技報，No. 23，p. 82-85 (2004)
- 2) 周善寺清隆：福岡県工業技術センター研究報告，No. 14，p. 121-124 (2004)
- 3) H. W. Liepmann and A. Roshko: Elements of Gasdynamics (1960)
- 4) H. R. Pruppacher: Journal of the Atmospheric Sciences, Vol. 52, No. 11, p. 1924-1933 (1995)
- 5) C. A. Angell, M. Oguni, and W. J. Slchina: The Journal of Physical Chemistry, Vol. 86, p. 998-1002 (1982)
- 6) M. P. Heisler: Trans. ASME, Vol. 69, p. 227 (1947)

# 光学的変形計測手法を利用した構造物診断のための 全視野計測法の開発

## デジタル画像相関法を用いたコンクリートの変形挙動計測

内野 正和\*1 佐川 康貴\*2 尾上 幸造\*3

### Development of Full-Field Measurement System for Functional Diagnosis of Structures Using Optical Measurement Method

#### Deformation Behavior Measurement for a Concrete Test Piece Using Digital Image Correlation Method

Masakazu Uchino, Yasutaka Sagawa, Kouzou Onoue

これまでコンクリートのひずみ計測は、ひずみゲージや埋め込み型のひずみ計を用いて行われてきた。しかしながら構造物の複雑化や維持管理意識の高まりより、非接触の全視野計測のニーズが高まっている。デジタル画像相関法は、デジタルカメラで取り込んだデジタル画像から測定物表面の変形分布を計測することが可能な非常に簡便な計測法である。光学的全視野計測技術による構造物診断の有効性・有用性を評価するために、デジタル画像相関法を利用したコンクリートのひずみ計測を行った結果を報告する。

#### 1 はじめに

構造物の劣化・変状の検査技術として、X線、サーモグラフィ、レーダー、超音波、衝撃弾性波、AE試験法、打音法などの技術開発が進められているが、トンネルのコンクリート片剥落事故、鋼構造物の疲労き裂発生を契機として、効率的・高精度な面的探傷技術の研究開発が望まれている。上記の検査技術は材料の内部欠陥等の検知能力には優れるが、材料の破壊が、いつ、どこで、どのように起こるかを簡便に予測できるわけではない。構造物を効率的に維持管理するためには、構造部材や材料の劣化を診断し、余寿命を推定する必要がある。応力・ひずみ計測を行い、部材の強度と比較し、補修・補強等の必要性を判断する。現状の応力・ひずみ計測にはひずみゲージが一般的に使用されているが、点計測であるためひび割れやき裂などの原因となる応力集中部を効果的に検知することは非常に困難である。一方、デジタル画像相関法やスペックル干渉法のような光学的全視野計測法は測定物表面の変形・ひずみ分布計測が可能である。

本研究では構造部材や材料の劣化メカニズムを面的に正確に把握し、ひび割れやき裂などの損傷の発生から致命的な劣化・破壊に至るまでの状態をリアルタイムに計測し、効果的な補修・補強等の維持管理を行う

ことを目的として、構造物の劣化・変状計測に対する光学的非接触全視野計測法の可能性・有効性・有用性を各種試験で検証する。今年度はデジタル画像相関法によるコンクリート部材の圧縮挙動計測実験を行い、ひずみゲージ法では観察されないような全視野計測技術による有効性・有用性の評価を行ったのでここに報告する。

#### 2 研究, 実験方法

##### 2-1 デジタル画像相関法の原理<sup>1-3)</sup>

デジタル画像相関法は測定対象物表面の模様ランダム性を基にして測定対象物の変形前後をCCDカメラ等で撮影し、得られたデジタル画像の輝度値分布から試料表面の変形量と方向を同時に求める方法である。変形量と方向は変形前の画像中の任意の位置を中心とする小さい画像領域(サブセット:  $N \times N$ 画素)を基準とし、変形後の画像よりサブセットともっとも良い相関を得るサブセットの位置を求めて決める。相関を求める方法としては、画素単位の計測精度で変位量を求める粗探査と画素以下の精度で変位量を求める精密探査とで行う。粗探査には次式に示す残差最小法を利用して相関関数  $C$  を求めた。

$$C(X+u, Y+v) = \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M |I_d(X+u+i, Y+v+j) - I_u(X+i, Y+j)| \quad (1)$$

\*1 機械電子研究所

\*2 九州大学大学院

\*3 福岡大学

ここで  $I_u(X, Y)$ ,  $I_v(X+u, Y+v)$  はそれぞれ変形前, 変形後の画像強度を示し,  $X, Y$  はサブセットの中心座標で,  $u, v$  はそれぞれ  $x$  方向,  $y$  方向への移動量である。 $N=2M+1$  である。式(1)の総和が最小になる位置がそのサブセットの中心が移動した位置の最近接画素となる。しかしながら実際の移動量は1画素の大きさよりも小さく移動するため式(1)により得られた画素の位置が必ずしも最も高い相関を得るとは限らない。そのため精密探査により画素以下の精度で移動量を求める。精密探査に使用した相互相関法の式を示す。

$$C(X+u, Y+v) = \frac{\sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M I_u(X+u+i, Y+v+j) \times \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M I_v(X+i, Y+j)}{\left( \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M I_u(X+u+i, Y+v+j) \right) \times \left( \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M I_v(X+i, Y+j) \right)} \quad (2)$$

精密探査には, 離散的な画素の強度値の間を直接線形補完し, 画素間に数値を持たせ, 初期のサブセット形状が変形によりひずむことを考慮させ相関がもっとも良い位置を求める方法を利用した<sup>1)</sup>。

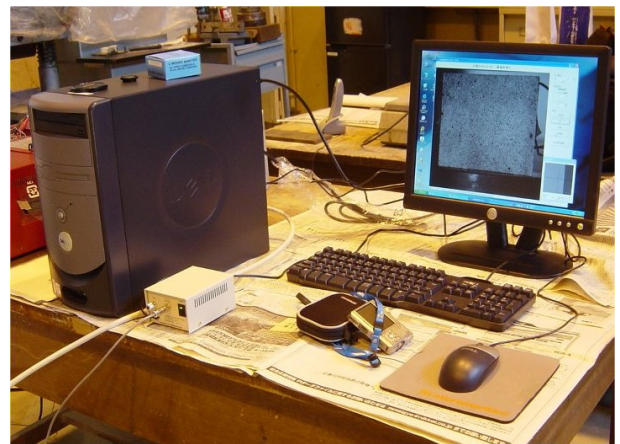
## 2-2 実験方法

計測は(株)九州日昌製のCMOSカメラ計測装置を利用して行った。計測実験装置の写真を図1に示す。(a)はデジタルカメラ, (b)は計測・解析用のPCの写真である。カメラの解像度は2000×2000画素で, 最高1枚/秒での連続取り込みと手動による任意取り込みが可能となっている。使用した供試体は, 普通ポルトランドセメント(密度3.16g/cm<sup>3</sup>, 比表面積3250cm<sup>2</sup>/g)および海砂(表乾密度2.55g/cm<sup>3</sup>, 吸水率1.52%)を用いた10×10×20cmの角柱モルタルであり, 水セメント比は50%, 砂セメント比は2.4とした。また, 打設後1日で脱型し, その後, 室内にて気中養生を約5ヶ月行ったものである。

圧縮試験は2000kN耐圧試験機により行った。図2に圧縮試験状況を示す。荷重が20kN増加するごとに供試体の表面をCMOSカメラ(2000×2000=400万画素)によって撮影し, のちにデジタル画像相関法により供試体表面のひずみを解析した。デジタル画像相関法におけるパターン認識を容易にするため, 供試体表面に黒色スプレーを噴霧し, 斑点状に着色した。また, デジタル画像相関法で求めたひずみと比較するため, 供試体側面にひずみゲージ(検長60mm)を2箇所貼付してひずみ



(a)



(b)

図1 装置の写真



図2 2000kNの圧縮試験装置の写真

の計測を行った。圧縮試験終了後, 解析ソフトを用いてひずみ解析を行った。



## 2-3 実験結果と考察

解析は20画素毎に水平方向46点、垂直方向85点で、サブセットの大きさは61画素で行った。図3に荷重約280kNでの変位分布結果を示す。矢印が変位の大きさと方向を示す。ただし大きさは3倍に拡大している。また、上下部分の変位分布を拡大表示する。圧縮試験装置は上部固定で、下側が上方に上がる構造のため下側の矢印が大きくなっていることが確認できる。図4に図3の条件での垂直方向のひずみ分布の結果を示す。解析範囲は図3と同様で、分布図は画素単位で大きさを表している。ひずみは40画素をゲージ長としてその点の変位を元にひずみを求めた結果である。均等に圧縮ひずみが分布していない様子がみられ、中心部の左端に圧縮ひずみに集中箇所が観察された。図5に異なった荷重条件でのひずみ分布の結果を示す。供試体表面の目視では特に変わった様子は観察されないが、図4で観察された位置のひずみが大きい様子が確認できる。このように点計測であるひずみゲージ法では確認できないが、デジタル画像相関法では分布が確認でき、ひずみ集中などの割れの原因となる現象の可視化が可能であることが確かめられた。

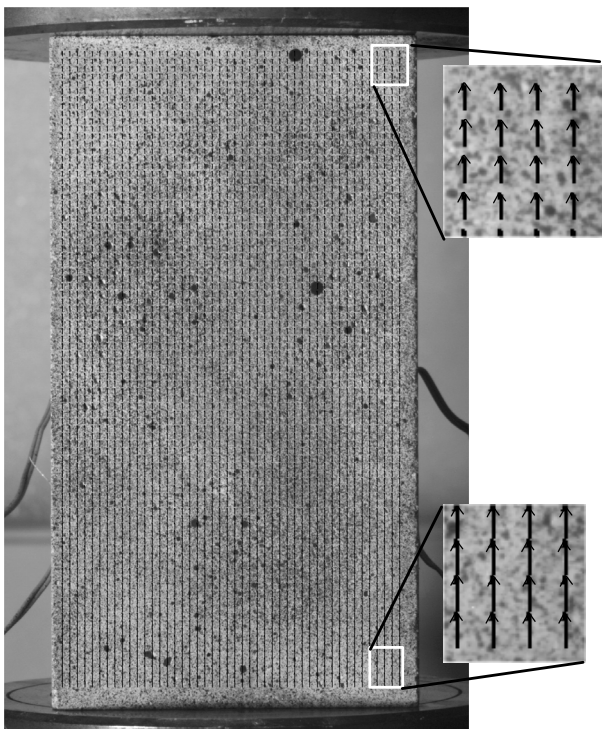


図3 解析による変位分布，荷重約280kN，計測点（46×85 points）

また、ひずみゲージの計測結果と比較するためにひずみゲージのゲージ長に対応する部分のひずみの平均値を求め、比較した結果を図6に示す。縦軸が応力で、横軸がひずみで、垂直ひずみと、水平ひずみの両方を示している。応力は荷重を初期断面積で割って求めている。デジタル画像相関法で計測した部分とひずみゲージにより計測した部分（面）が異なるため一概に比較はできないが、試験全体を通してのひずみ増加の傾向は両者とも非常によく似ており、デジタル画像相関法を利用してひずみ解析が適用できる可能性が示された。

## 3 まとめ

デジタル画像相関法を利用したコンクリート材料の圧縮挙動計測実験を行った。ひずみゲージとの比較を行った結果、デジタル画像相関法で得られたひずみ挙動はひずみゲージの測定結果と整合性が取れており、有効性が確認された。また、デジタル画像相関法ではひずみゲージでは得られないひずみ分布計測が可能であり、最大圧縮ひずみ位置などの面情報が得られ、コンクリートのひび割れや剥離位置の特定に結びつく可能性が示された。今後は、粗骨材の有無や面外変形に関する評価を行うための計測方法の検討や実験を進めていく必要がある。

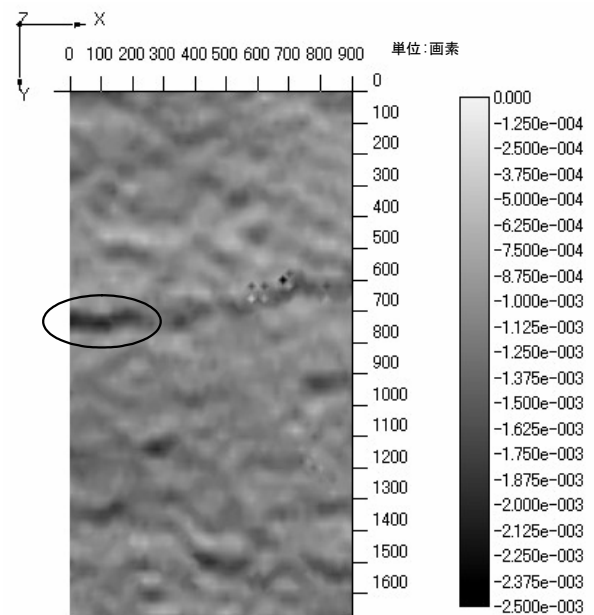


図4 図3における垂直方向のひずみ分布



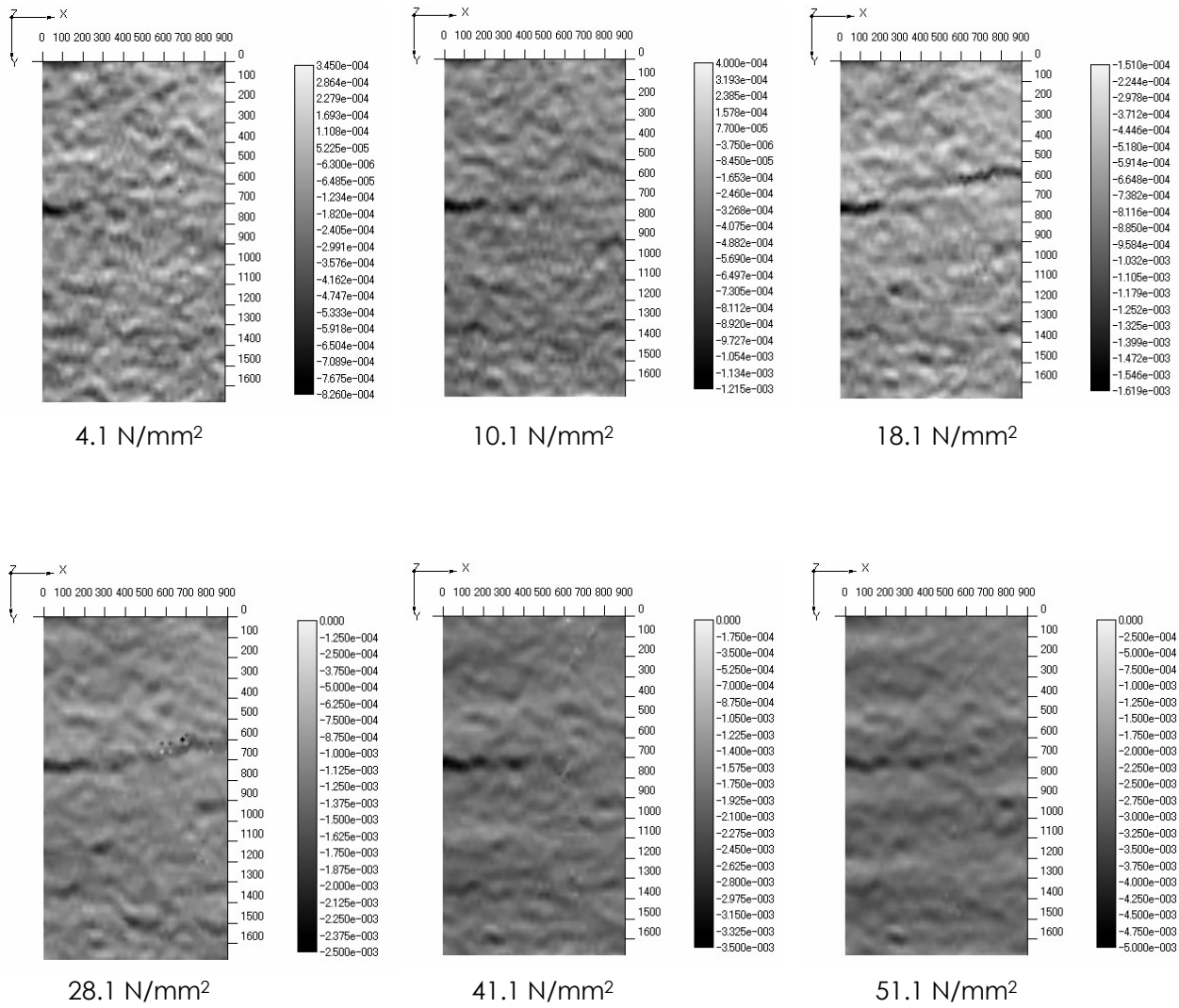


図5 垂直方向のひずみ分布

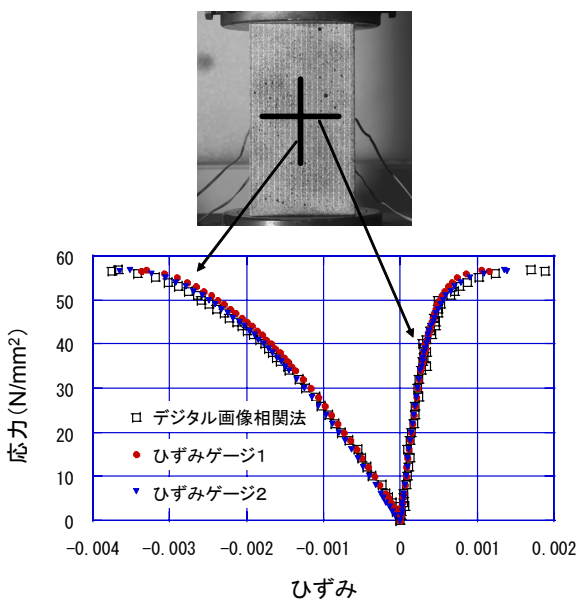


図6 ひずみゲージとの比較結果

#### 4 参考文献

- 1) H. A. Bruck, S. R. McNeill, M. A. Sutton, and W. H. Peters, *Exp. Mech.*, Vol. 29, p. 261-268 (1989)
- 2) A. Kato and H. Wate, *Proc. APCFS & ATEM'01*, p. 840-845 (2001)
- 3) M. Uchino, *Proc. ATEM'03*, CD\_OS01W0200 (2003)

# 薬剤自動ピッキングシステムの開発

西村 圭一\*<sup>1</sup> 奥村 克博\*<sup>1</sup> 末廣 利範\*<sup>1</sup> 中村 行延\*<sup>2</sup> 大場 光太郎\*<sup>3</sup>

## Development of Medicine Picking System

Keiichi Nishimura, Katsuhiko Okumura, Toshinori Suehiro, Yukinobu Nakamura, Kohtaro Ohba

全国の保険薬局では、医薬分業の急速な進展等を背景に年々調剤過誤発生の危険性が高まっている。当該業界においては、この深刻な問題の未然防止に向けて様々な対策が提案されてはいるものの、有効かつ実用的な方法は未だなく調剤過誤を根絶するには至っていない。本研究では調剤業務を半自動化することで上記問題の解決を試みることを主な目的とし、一般の保険薬局への導入を視野に入れた業界関係者らへの要望調査結果等を基に設定した機器仕様に基づいて、2004年度に試作した薬剤自動ピッキング装置の再構築および稼働試験を行った。

### 1 はじめに

日本薬剤師会の発表によると、2004年度の応需処方せん枚数は約6億2000万枚、処方せん受け取り率は53.8%といずれも前年度より増加し、医薬分業の順調な進展ぶりが明らかとなった。また、学校教育法の一部改正による薬学部6年制の導入およびこれに伴う薬剤師法における薬剤師国家試験の受験資格改正等、現在の保険薬局をとりまく環境は大きな変革の時期を迎えていると言える。

このような状況の下、近年全国各地で調剤過誤<sup>1)</sup>が深刻な社会問題として高い関心を集めている。この問題に対し日本保険薬局協会および全国の保険薬局等では、リスクマネジメントに関する各種マニュアルを作成するなど様々な調剤過誤防止対策を講じているが、依然として調剤過誤の根絶には至っていない。

著者らは上記問題の解決を目指し、2004年度に薬剤自動ピッキング装置の試作を行った<sup>2)</sup>。しかし、当該装置は基本的機能の有効性を確認するのみに止まり、実際の調剤現場へ導入するには機能面も含め多くの課題を残した。そこで、本研究では一般の保険薬局への導入を視野に入れたニーズ調査結果を基に設定した機器仕様に基づき、新機能となる薬剤シートカット装置の開発を含めたシステムの再構築および稼働試験を行い、試作したシステムの有効性を検証した。

### 2 研究方法

#### 2-1 開発概要

図1に試作した薬剤自動ピッキングシステムの全体図を、図2に開発したシステム全体の概念図を示す。ここで、主な装置仕様は次のとおりである。

- ・装置寸法 幅2800×奥行1375×高さ2199 mm  
(ただし、突起部等を除く)
- ・薬棚寸法 A：幅705×奥行120×高さ1025 mm  
B：幅705×奥行160×高さ1025 mm
- ・薬棚構成 薬棚Aが7棚、薬棚Bが1棚の計8棚
- ・対象薬品 256 種類
- ・ト レ ー  
最大ストック数：30 個  
トレー寸法：幅254×奥行352×高さ93 mm
- ・電 源 AC 100 V 40 A (Max60A)



図1 システム全体図

\*1 機械電子研究所

\*2 (株) Windy

\*3 (独) 産業技術総合研究所

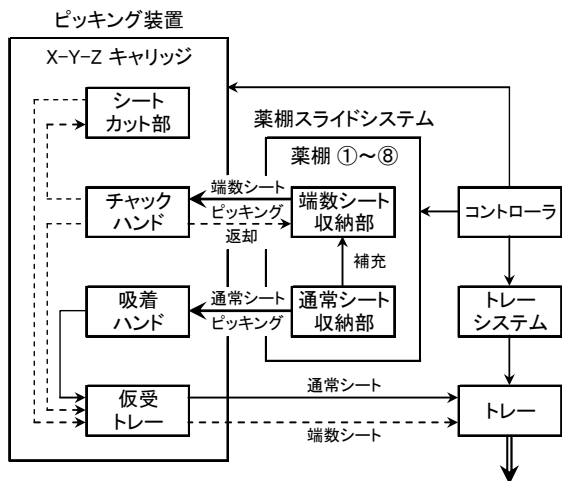


図2 試作システムの全体構成

## 2-2 トレーシステムの開発

図3に示すトレーシステムは、処方せんに記載された薬剤情報がコントローラ（システム制御用コンピュータ）に送信されると稼働し、トレーストッカーから取り出したトレーをピッキング薬剤の投入地点であるトレー待機位置へ、またピッキング薬剤投入後はトレー取り出し口へ搬送するためのシステムである。ここで、トレーストッカーの最大トレーストック数は30個である。

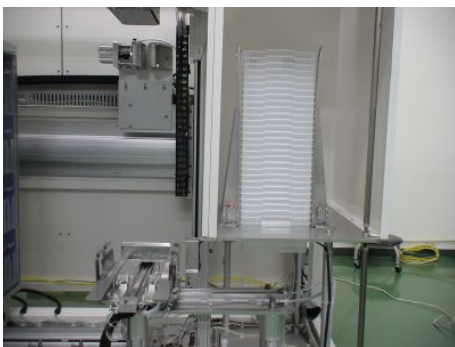


図3 トレーシステム

## 2-3 ピッキング装置の開発

### 2-3-1 X-Y-Zキャリッジ

図4に示すX-Y-Zキャリッジは、次項以降で説明する各種ピッキングハンド等をピッキングすべき薬剤が収納されている薬剤BOXの正面へ移動させるための装置であり、コントローラからの指令を受けて稼働する。そして、ピッキングした薬剤をトレーへ投入するためにトレー待機位置まで移動し、トレー投入後は初期位置へ移動して次のピッキング指令を受信するまで待機する。

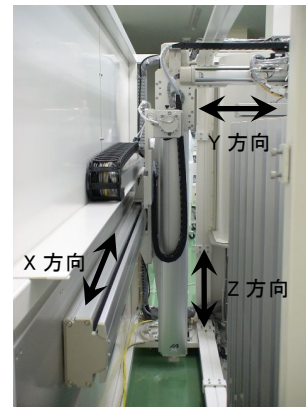


図4 X-Y-Zキャリッジ

### 2-3-2 各種ピッキングハンド

まず、本研究では図5 (a) のように、医薬品の錠剤シート（カプセルを含む）において錠剤が全く切り離されていないものを通常シートと呼び、この通常シートのピッキングを行うための専用ハンドとして、図5 (b) に示す吸着ハンドを開発した。この吸着ハンドを用いたエア吸引によって通常シートのピッキングを行う。

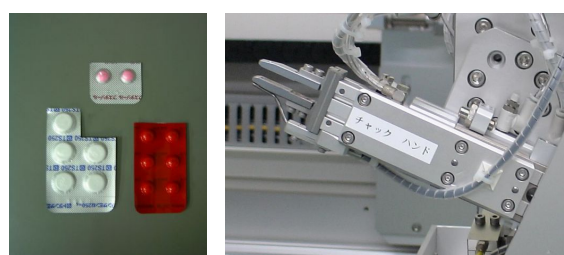


(a) 通常シート

(b) 吸着ハンド

図5 通常シートピッキング

また、本研究では図6 (a) のように、通常シートから何錠かが切り離されたシートを端数シートと呼び、その端数シートのピッキングを行うための専用ハンドとして、図6 (b) に示すチャックハンドを開発した。このチャックハンドを用いた端数シート耳部の把持によって端数シートのピッキングを行う。



(a) 端数シート

(b) チャックハンド

図6 端数シートピッキング

### 2-3-3 シートカットユニット

図5 (a) で示した通常シートの構成は1シートあたり10錠、14錠、21錠等、薬剤や製薬会社等によって異なる構成となっているが、いずれの構成であっても薬局での調剤時には図6 (a) のように通常シートから何錠かが切り取られた端数錠が必要となる。このように、ピッキングに必要な端数錠を切り取るための装置として、図7に示すようなシートカットユニットを開発した。このシートカットユニットはX-Y-ZキャリッジのZ軸上部に固定されているため、ピッキングのために移動している各種ピッキングハンド等と共にX軸方向に移動可能となっている。したがって、前項で説明したチャックハンドにより把持された端数シートはX-Y-ZキャリッジによりY-Z方向へ移動し、このシートカットユニットにより必要な錠数だけ切断される。ここで、切断する刃は直角に接しているため、錠剤シートの縦および横方向に同時に切断することも可能である。また、切断後余った端数シートは再び薬剤BOXへ返却される。なお、薬剤BOXの端数シート収納部（2-4節参照）内にピッキングに必要な錠数が残っていない場合は、吸着ハンドにより通常シート収納部（2-4節参照）から端数シート収納部へ1枚補充した後でチャックハンドによる把持からシートカットユニットによるシート切断後、その剰余分を新たな端数シートとして端数シート収納部へ返却する。



図7 シートカットユニット

### 2-3-4 仮受トレー

図8に示す仮受トレーは各種ピッキングハンドの下部に固定され、ピッキングされた薬剤を一時的にストックする。ピッキング薬剤の仮受トレーへの投入は、吸着ハンドからはエアの逆噴射、チャックハンドからはハンドの開閉により行われ、シートカットユニットにより切断された端数シートはそのまま仮受トレー

内へ落下する。2-2節および2-3-1項でも述べたが、処方せんにより指示された全ての薬剤のピッキングが完了すると、仮受トレーはX-Y-Zキャリッジによってトレー待機位置へと移動し、仮受トレー底部に設けた開閉扉の開閉によりピッキングした薬剤をトレーシステムが搬送したトレー内に投入する。



図8 仮受トレー

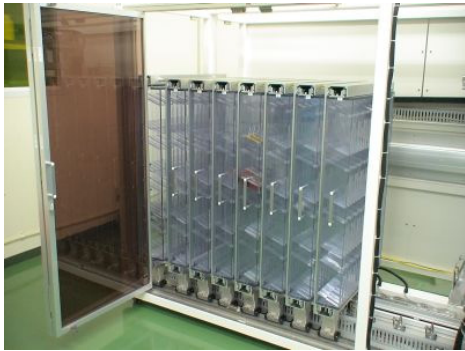
### 2-4 薬棚スライドシステムの開発

図9 (a) に試作した薬棚の拡大図（薬剤BOX部分）を示す。この薬剤BOXは、左右2個で薬剤1種類に対応している。ここで、左側は上下2層構造となっており、上段が端数シート（1シートのみ）収納部、下段が通常シート収納部である。また、右側は複数枚の通常シートをフィルム等で束ねて収納する束シート収納部とした。ただし、収納する薬剤は横幅が35mm、40mmの薬剤BOXに収納可能なものが対象となっている。この薬剤1種類分の薬剤BOXを4段8列（35mm：4列、40mm：4列）の計32組配列して1棚の薬棚を構築した。図9 (b) に示すように、本システムではこの薬棚8棚を並列に配列させた薬棚スライドシステムを開発した。ここで、これらの薬棚のうち右側の7棚は奥行きが120mmまでの薬剤シートが対象であるのに対し、左側の1棚は奥行きが163mmまでの薬剤シートが収納可能である。また、この薬棚は装置外カバーの扉を開けて手前に引き出すことが可能で、これによって不足した薬剤の補充を行う。装置の横幅を抑えるために、これらの薬棚は密集した配置としたが、それぞれの薬棚は左右にスライド可能であり、これによってコントローラにピッキングを行う薬剤情報が送信され、どの薬棚からピッキングを行うかが判断されると、該当する薬棚より右側の全ての薬棚が右側にスライドして、X-Y-Zキャリッジが進入できるだけのスペースを確保することでピッキングを行う。





(a) 薬剤BOX



(b) 薬棚スライドシステム

図9 薬棚の構築

### 3 結果と考察

試作した薬剤自動ピッキングシステムに対して稼働試験を行った。稼働試験の内容としては、薬品A（薬棚1）、薬品B（薬棚4）、薬品C（薬棚4）の3種類の薬品を対象として、異なる組み合わせの通常シート（東、一枚）、端数シートのピッキングを行い、その所要時間を計測した。表1はその時の結果をまとめたものである。ここで、この試験内容には通常シート収納部から端数シート収納部への薬剤シートの補充や薬剤シートの縦方向の切断等の項目が含まれていないが、これらの動作は単独の動作試験において正常に動作することが確認できた。

ただし、ピッキング時間の短縮やシートカット装置の精度向上等に関しては、実際の調剤データを用いた稼働試験や装置の連続運転試験等とともに2006年度以降の検討項目とした。特にピッキング時間の短縮に関しては、薬局が取り扱う薬品リストを基に薬棚の効率的な設計を行うことで改善されることが期待できる。また、今回のシステムで対象とすることができなかった横幅41 mm以上の薬品の薬棚設計への反映に関しても同様に2006年度以降の検討項目とした。

表1 稼働試験結果

	通常シート		端数シート	所要時間 [sec]
	東シート [枚]	一枚シート [枚]	錠数 [錠]	
トレー取り出し				18
キャリッジ移動				5
ピッキング(薬品A)	0	1	0	16
薬棚、キャリッジ移動				18
ピッキング(薬品B)	1	2	0	47
キャリッジ移動				4
ピッキング(薬品C)	1	1	2	68
キャリッジ移動、トレー投入				13
トレー搬送				4
合計	2	4	2	193

### 4 まとめ

本研究では、2004年度に試作した薬剤自動ピッキング装置において課題となった、薬剤シートカットユニットの開発、薬棚の拡張、装置のコンパクト化等を主な目的として、当該装置の再構築を行った。さらに、試作したシステムに対して稼働試験を行い、新開発機能を含むシステム各機能の動作確認を行った。今後はシステム対象薬品の拡張やピッキング時間の短縮等について検討を行う予定である。

### 5 参考文献

- 1) 川原敏幸：保険薬局における調剤過誤対策のマネジメント，p. 6，医薬ジャーナル社(2004)
- 2) 西村圭一，末廣利範，奥村克博，中村行延，大場光太郎：福岡県工業技術センター研究報告，No. 15，p. 137-140(2005)

# 屋外ロボット用力センサの開発

## 平面コイルを用いた磁歪効果型力センサ

古賀 文隆\*1 末廣 利範\*1

### Development of Force Sensors for Outdoor Robots Magnetostrictive Effect Type Force Sensor Using Planar Coils

Fumitaka Koga, Toshinori Suehiro

アモルファス磁歪箔と一对の平面コイルを積層した新しい構造を持つ力センサを提案、試作し、評価を行った。一对の平面コイル間の相互インダクタンスは、力（応力）により誘導される磁歪箔の磁気異方性により決定され、本センサでは機械構成要素に接着された磁歪箔に加わる力の尺度として使用する。本センサはまた、磁歪箔への通電が不要であることから、平面コイル及びそれに付随する配線が容易に着脱可能であるという特徴を持つ。断面が $15 \times 15 \text{mm}^2$ のアルミニウム角棒の側面に接着したMetglas2605SCアモルファス磁歪箔と巻数が16回の一对の平面コイルを用いた力センサの基本特性を評価した結果、励磁条件が100kHz、80mAのときに14.1mV/Nmの感度が得られた。

#### 1 はじめに

機械構造物に加わる力を把握する際、最も直接的に測定可能な物理量であるひずみを測定し、その値から力を換算する方法がとられることが多い。そのためひずみセンサ（ストレインゲージ）は力の測定に多く用いられている。磁歪効果を利用すると高感度なひずみ・力センサが実現でき<sup>1)</sup>、SIセンサ<sup>2)</sup>、磁気弾性効果を用いたひずみセンサ<sup>3)</sup>、超磁歪薄膜を用いた力センサ<sup>4)</sup>、及び応力磁気抵抗効果を利用したひずみゲージ<sup>5)</sup>等が報告されている。我々は主にロボットのマニピュレータの各部に加わる力を簡便に検出することを目的として力センサの開発を行っているが、ロボット等の被測定物への装着の容易性やメンテナンス作業の容易性を考慮すると、起歪部を有せずストレインゲージのように直に力印加部に装着（接着）するもので、かつ配線類は容易に着脱可能であることが望まれる。そこで本稿では、アモルファス磁歪箔と平面コイルを積層した構造の力センサを提案し、試作及び評価を行ったので報告する。本センサは、力印加部に固定したアモルファス磁歪箔には通電する必要がなく、コイル及び配線は着脱可能である。また2個のコイルの相互誘導を利用するもの<sup>6),7)</sup>で、力がゼロのときに出力がゼロとなる特徴を有している。

#### 2 動作原理

図1に平面コイルの簡略図を示す。平面コイルは、

反対向きの螺旋を持つ2つのコイルを直列接続した構造を持つ<sup>7)</sup>。図2に検出ヘッドの構造を示す。検出ヘッドは、一番下に磁歪を有するアモルファス箔、その上に直交させて配置した2つの平面コイルがあり、一番上に励磁効率を高めるためのヨークとして用いるアモルファス箔を密着させて重ねた構造になっている。2つの平面コイルは、一方を励磁コイル、他方を検出コイルとして使用する。磁歪箔のみを被測定物に接着し、平面コイルおよびヨークは近接して配置されていればよく、必ずしも接着する必要はないことから、コイルやそれに付随する配線は着脱可能となる。

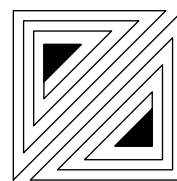


図 1 平面コイルの簡略図

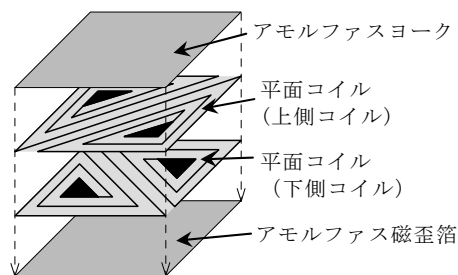


図 2 検出ヘッドの構造

\*1 機械電子研究所



図3に動作原理，図4に回路構成を示す。図4の破線で囲まれた部分が検出ヘッドである。検出コイルに誘起される電圧は，同期整流することで直流の出力電圧に変換される。励磁コイルに流れる電流を $I_1$ ，検出コイルに生じる電圧を $V_2$ ，励磁コイル-検出コイル間の相互インダクタンスを $M$ ，角周波数を $\omega$ とし，同期整流器の入力インピーダンスが十分に大きく検出コイルに流れる電流がゼロであるとすると次式が成り立つ。

$$V_2 = j\omega MI_1 \quad (1)$$

励磁コイルと検出コイルは直交関係にあり，応力がなければ図3(a)のように磁束は検出コイルに鎖交しない，すなわち $M = 0$ であるため検出コイルに電圧は誘起されない。磁歪定数が正であるアモルファス磁歪箔に例えば図3(b)のように引張応力 $\sigma$ を加えると，応力誘導磁気異方性により磁束が回転して検出コイルに鎖交する成分が発生し，電圧が誘起される。すなわち，応力に応じて $M$ が変化することで出力電圧が得られる。圧縮応力を加えた場合は，生じる $M$ は逆符号となり，同期整流することで応力印加の向きに対応した出力電

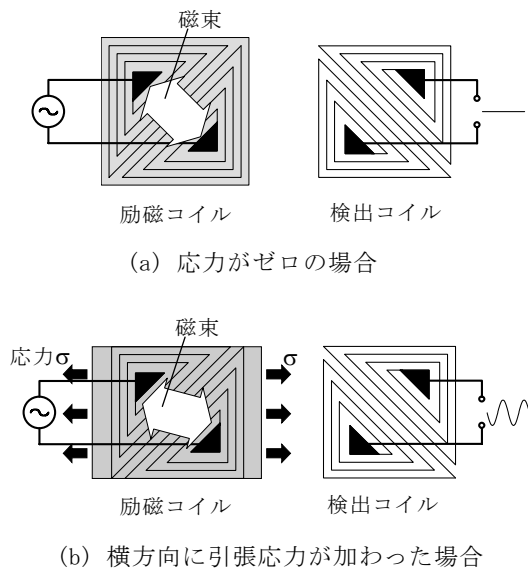


図3 平面コイルによる力の検出原理

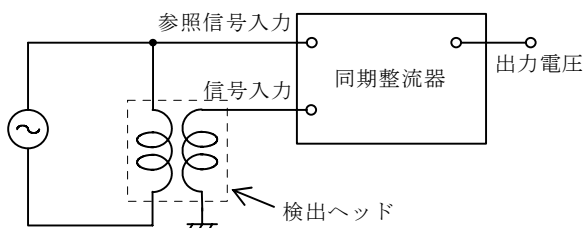


図4 力センサの回路構成

圧が得られる。

励磁と検出の回路系が絶縁されていることや，応力がゼロのときに出力電圧がゼロになることも本センサの特徴である。また，素子のインピーダンスの変化を検出する方式のようにブリッジ回路等の比較回路が不要で，回路構成を簡素化できる。

### 3 実験

#### 3-1 実験方法

平面コイルは，厚さ50 $\mu\text{m}$ のポリイミド基板上に厚さ35 $\mu\text{m}$ の銅の螺旋パターンを形成したもので，大きさは10 $\times$ 10 $\text{mm}^2$ ，巻数は16回である。磁歪箔には入手が容易で予備実験で高感度が得られたMetglas 2605SCを用いた。ヨークにはMetglas2605SC ( $\mu_i:14000$ )と磁歪を持たないMetglas2705M ( $\mu_i:30000$ )の2種類を使用した。2個の平面コイル，磁歪箔とヨークで構成された検出ヘッドのうち，磁歪箔のみを断面15 $\times$ 15 $\text{mm}^2$ ，長さ約150 $\text{mm}$ のアルミニウム製の角棒の側面に接着剤で固定し，平面コイル及びヨークは両面テープで固定した。アルミ角棒の一端を固定して片持ち梁の状態にし，検出ヘッド部に $\pm 0.49\text{Nm}$ の曲げモーメントが生じるように他端に力を印加したときの出力電圧の変化から感度を算出した。同期整流器の同期位相は，最大の感度が得られるように調整した。また，感度は，同期整流器を含む測定系の増幅率が1となるように換算した。

#### 3-2 感度特性

##### 3-2-1 実測による感度比較

磁歪箔及びヨークは10 $\times$ 10 $\text{mm}^2$ と14 $\times$ 14 $\text{mm}^2$ の2種類の大きさを用意し，表1に示す10通りの構成について感度比較を行った。励磁周波数は100 $\text{kHz}$ とした。

表1 検出ヘッドの構成

	上側コイル	下側コイル	磁歪箔	ヨーク
①	励磁	検出	10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$	なし
②	検出	励磁	10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$	なし
③	励磁	検出	10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$	2705M 10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$
④	検出	励磁	10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$	2705M 10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$
⑤	励磁	検出	10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$	2605SC 10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$
⑥	検出	励磁	10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$	2605SC 10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$
⑦	励磁	検出	10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$	2705M 14 $\text{mm} \times 14\text{mm}$
⑧	励磁	検出	14 $\text{mm} \times 14\text{mm}$	なし
⑨	励磁	検出	14 $\text{mm} \times 14\text{mm}$	2705M 10 $\text{mm} \times 10\text{mm}$
⑩	励磁	検出	14 $\text{mm} \times 14\text{mm}$	2705M 14 $\text{mm} \times 14\text{mm}$

図5に表1の①～⑥の検出ヘッドの構成の感度を示す。①～⑥は磁歪箔及びヨークのサイズが全て同じ $10 \times 10 \text{mm}^2$ であり、図5はヨークの有無及びヨークの材質の違いによる感度の比較を示している。ヨークなしに比べヨークを付加すると、励磁電流が80mAのとき、Metglas2605SCでは15倍、2705Mでは21倍に感度が向上した。ヨークは強固に固定されているわけではないことから、ヨークにひずみが伝わることによる磁歪効果が感度向上に寄与しているのではなく、ヨークの透磁率の差が励磁効率の差として感度向上に現れたと考えられる。また、上下のコイルどちらを励磁、検出とし

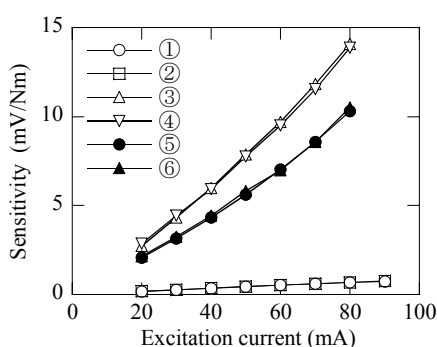


図5 ヨークの有無による感度の比較

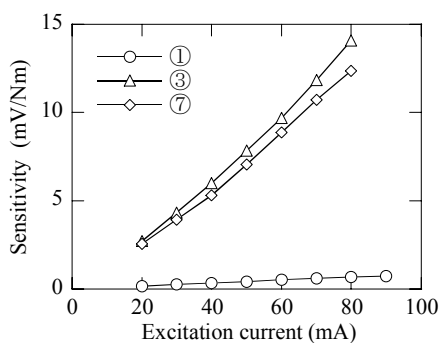


図6 ヨークのサイズによる感度比較 (磁歪薄帯:  $10 \times 10 \text{mm}^2$ )

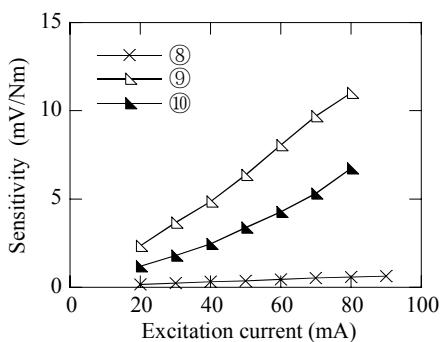


図7 ヨークのサイズによる感度比較 (磁歪箔:  $14 \times 14 \text{mm}^2$ )

て使用しても差は見られなかった。図6、図7に磁歪箔及びヨークの大きさの違いによる感度比較を示す。図6は磁歪箔の大きさが $10 \times 10 \text{mm}^2$ の表1の①、③、⑦、図7は磁歪箔の大きさが $14 \times 14 \text{mm}^2$ の表1の⑧、⑨、⑩の検出ヘッドの比較である。 $10 \times 10 \text{mm}^2$ の磁歪箔を用いた場合(図6)、ヨークなしに比べ、励磁電流が80mAのとき、 $10 \times 10 \text{mm}^2$ のヨークでは21倍、 $14 \times 14 \text{mm}^2$ のヨークでは18倍に感度が向上した。 $14 \times 14 \text{mm}^2$ の磁歪箔を用いた場合(図7)、ヨークなし比べ、励磁電流が80mAのとき、 $10 \times 10 \text{mm}^2$ のヨークでは19倍、 $14 \times 14 \text{mm}^2$ のヨークでは11倍に感度が向上した。以上より、磁歪箔、ヨーク共に $10 \times 10 \text{mm}^2$ のときに最も高感度となり、励磁電流が80mAのとき $14.1 \text{mV/Nm}$ の感度が得られることがわかった。これは、平面コイルよりも大きな磁歪箔やヨークでは磁束が広範囲に分散するのに対し、平面コイルと同じ大きさの磁歪箔やヨークを用いると、コイル部に磁束が集中されることが要因と考えられる。

### 3-2-2 数値計算による感度比較

表1に示す①、③、⑦、⑧、⑨、⑩に相当する組合せと、磁歪箔及びヨークの大きさを $7 \times 7 \text{mm}^2$ とした組合せ(⑪とする)の計7通りについて、有限要素法を用いた数値計算により、磁束密度分布の比較を行った。作成したモデルのコイルの巻き数は実際のコイルの半分である8回、磁歪箔及びヨークの透磁率は共に20000、励磁周波数は100kHz、励磁電流は1Aとした。

図8のコイルの中心を始点とする矢印に沿った直線上での磁歪箔表面、及びヨーク表面での磁束密度分布の比較を図9に示す。図9の横軸の0mmの位置がコイルの中心(図8の矢印の始点)である。図9(a)の③と⑦、(b)の③と⑨のラインはほぼ重なっている。図9より、磁歪箔表面とヨーク表面の両方でコイル中心付近(0~5mm付近)の磁束密度が最も大きくなるのは、磁歪

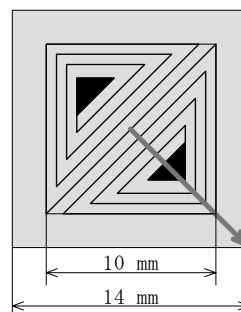
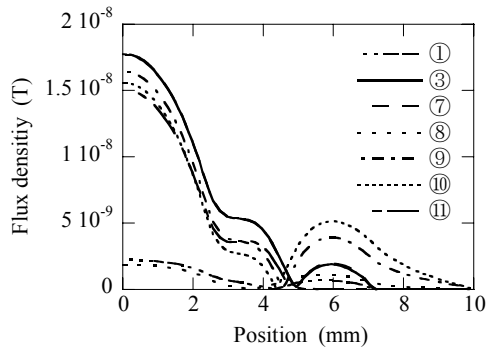
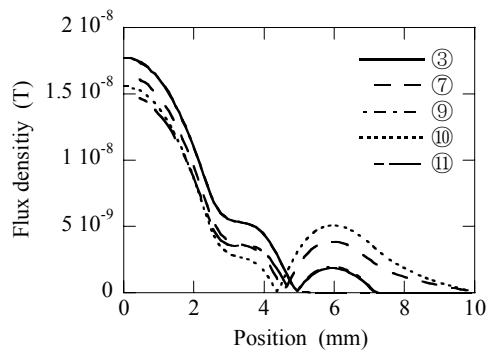


図8 磁束分布評価のためのパス



(a) 磁歪箔上の磁束密度



(b) ヨーク上の磁束密度

図 9 磁歪箔とヨーク上でのパスに沿った磁束密度の変化

箔，ヨーク共に $10 \times 10 \text{mm}^2$ である③の組合せに相当する場合であることがわかった。本検出ヘッドは，コイルの中心付近が力検出に最も有効な箇所であり，3-2-1の実測による比較において，③の組合せが最も高感度であるという結果を裏付ける結果が得られた。

#### 4 まとめ

直交させて重ねた2つの平面コイルをアモルファス磁歪箔とアモルファスヨークで挟み込んだ構造の検出ヘッドを持つ力センサを提案，試作した。

磁歪箔及びヨークの大きさは，平面コイルと同じ大きさのとき高感度となることがわかった。断面が $15 \times 15 \text{mm}^2$ のアルミ角棒に取り付けて曲げモーメントを加えたとき， $14.1 \text{mV/Nm}$ の感度が得られた。

#### 5 謝辞

本研究を遂行するにあたりご助言をいただいた九州大学大学院笹田一郎教授に感謝いたします。

#### 6 参考文献

- 1) M. Wun-Fogle, H. T. Savage and A. E. Clark : Sensor and Actuators, Vol.12, p.323-331 (1987)
- 2) L. P. Shen, T. Uchiyama, K. Mohri, E. Kita and K. Bushida : IEEE Trans. Magnetics, Vol.33, No.5, p.3355-3357 (1997)
- 3) 今村幸善, Shin Kwang-Ho, 石山和志, 井上光輝, 新井賢一 : 電気学会マグネティックス研究会資料, MAG-00-191, p.21-26 (2000)
- 4) 脇若弘之, 山田洋次, 渡辺利彦, 梅本美之, 清宮照夫, 牧村美加 : 日本応用磁気学会誌, 26巻(4号), p.543-546 (2002)
- 5) 西部正規, 岡田勇輝, 坂本一樹, 佐藤敏郎, 山沢清人, 三浦義正 : 電気学会全国大会講演論文集, 2-138, p.155-156 (2006)
- 6) I. Sasada and F. Koga : J. Appl. Phys., Vol.75, No.10, p.5916-5918 (1994)
- 7) 衛藤佳之, 加藤敬, 葉畑陽平, 笹田一郎 : 電気学会マグネティックス研究会資料, MAG-05-35, p.63-67 (2005)

# 屋外ロボット用センサモジュールの開発

## CCDカメラとLRFを用いた球型センサモジュール

渡邊 恭弘\*1 末廣 利範\*1

### Development of Sensor Module for Outdoor Robot

#### Sphere Type Sensor Module Using CCD Camera and LRF

Yasuhiro Watanabe, Toshinori Suehiro

屋外用ロボットの視覚センサとしてCCD・CMOSカメラが主に用いられているが、これらは屋外自然光の元では安定した計測が困難である。そこで特性の異なるレーザ・レンジ・ファインダー（Laser Range Finder:LRF）を併用したセンサモジュールの開発を目的とした。球型機構の採用により防塵・防水機能が容易に実現でき、任意な姿勢時に必要である各センサのパラメータ調整を最小限に抑えることができた。また、球型機構の計測手法であるローリングスキャンにより、注目物体の情報量を密にすることができた。さらに、物体認識の用途だけではなく、2次元情報認識といった汎用性を持つことができた。

#### 1 はじめに

近年、ロボット開発が急激に進んでいる。特に2足歩行ロボットの活躍がめざましいが、自律型ロボットとしては警備・清掃ロボット等があげられる。これら自律型ロボットは、内部地図情報を用いたり、マッピングしたりすることで自律行動ができるが、すべて屋内専用であり、屋外用の自律ロボットの実用化は困難である。困難な理由として不整地走行等もあげられるが、ロボットの目にあたる視覚センサの脆弱性にある。視覚センサの代表的なセンサとしてCCD・CMOSカメラがあるが、これらセンサは環境の変化に弱く処理が困難である。

そこで本研究ではCCD・CMOSステレオカメラとは特性の異なるレーザ・レンジ・ファインダー（Laser Range Finder:LRF）について考えた。表1に特性を示す。LRFはCCD・CMOSステレオカメラ最大の問題である輝度の変化に強く、精度が安定している。一方、CCD・CMOSステレオカメラは処理が単純であり、計測時間の高速化が容易である。

本研究では互いの特性を補完しあうCCD・CMOSステレオカメラとLRFを併用したセンサモジュールの開発を目的とする。

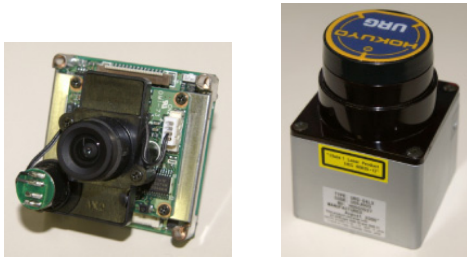
表1 ステレオカメラとLRFの特性

	ステレオカメラ	LRF
輝度の変化（白飛び・黒抜け）に対する堅牢性	×	○
計算時間、処理の複雑さ	○	×
平坦部（壁・床）の計測	△	○
凹凸部の計測	○	△
精度のばらつき	×	○
透明物の計測	×	×

#### 2 システム構成

##### 2-1 センサ部

CCD・CMOSステレオカメラとLRFを併用したセンサモジュールを開発するにあたって、機器の選定を行った。本研究で使用したCCDカメラは「(株) CIS製DCC-3555NDN」、LRFは「北陽電機(株)製URG-04LX」である(図1参照)。LRFは240°の測距範囲を持つが、高精度の測距が可能なのは図2の中央2m×3m部であるため、同範囲に合致するようにステレオカメラの設置箇所やパラメータを決定した。CCDカメラの画素数はVGA(640×480pixel)なので、視野角50°、視差96mmとした。CCD・CMOSステレオカメラとLRFの測距誤差を表2に示す。



CCD カメラ

LRF

図1 CCDカメラと LRF の外観

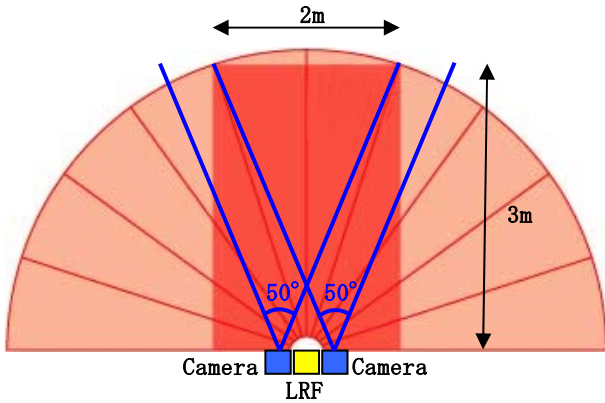


図2 ステレオカメラと LRF の測距範囲

表2 ステレオカメラと LRF の測距誤差

計測距離	ステレオカメラ	LRF
2000mm	129.3mm	20mm
1000mm	31.3mm	10mm
500mm	7.7mm	10mm

## 2-2 球型センサモジュール

2-1で開発したセンサ部を基にセンサモジュールを開発した。LRFの測距は240°の1ラインだけなので、広範囲測距を行うためには1スキャン毎に計測姿勢を調整する必要がある。そこで測距したい領域の指定を容易にするためにローリング機構を搭載した。任意方向にローリングスキャンを行うために、図3に示すようにセンサ部に直接ロール機構を持たせ、それらをパン・チルトできる機構を構成した。

通常、3軸のパン・チルト・ロールといった複雑な動きをした場合、計測パラメータが変化してしまい各姿勢時におけるパラメータ調整が必要不可欠であるが、パラメータ調整は無用な計算処理であり測距誤差の元になる。そこで、3軸の回転中心にステレオカメラと LRFの光学的中心（第二主点，ノードルポイント）を

配置するように球型機構を構成した（図4参照）。球型機構により各姿勢時のパラメータ調整を最小限に抑えることができる。

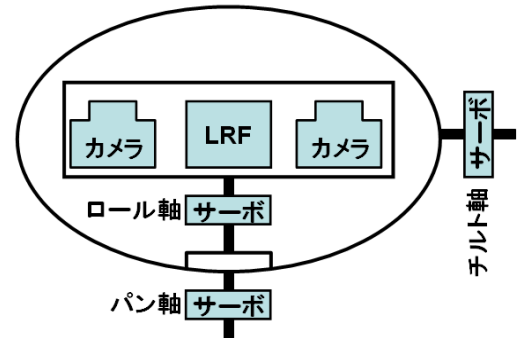


図3 センサモジュール構成

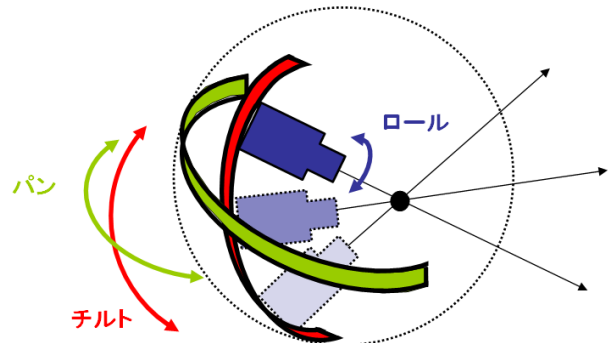


図4 球型機構

また、センサを屋外で使用する場合、防塵・防水対策は必要不可欠であるが、本センサは球型なので球状ドームで完全に覆うことができ、防塵・防水機構も備えている。視野角は上下に±90°，左右に±80°あり、任意の方向を任意の姿勢で計測できる。作成した球型センサモジュールを図5に示す。

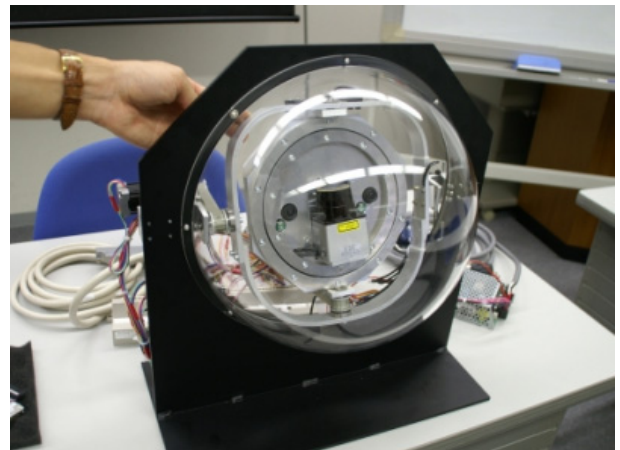


図5 球型センサモジュール

### 3 実験と考察

#### 3-1 LRF (LaserRangeFinder)の基礎実験

作成したセンサモジュールのLRFのみを用いて計測実験を行った。球状アクリルドームの有無それぞれで壁を計測した場合、アクリルドーム越しに計測した方が測距範囲は3~5%狭くなった（図6参照、中央下部が計測点）。この結果はアクリルドームを使用しているため、光路が歪んでいるためと考えられるが、計測物体の形状は取得できているので、精密な測距は困難だが、物体・環境認識には十分実用可能と思われる。

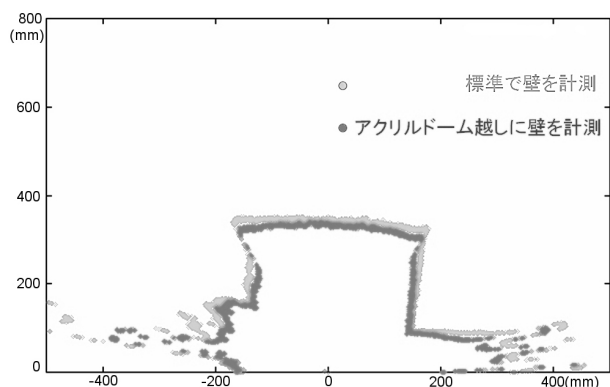


図6 LRFの基礎実験

#### 3-2 ペットボトルの計測

本センサモジュールは屋外ロボット用に開発したものであり、特に屋外清掃ロボットを想定して実験を行った。まず、清掃ロボットのターゲットとしてペットボトルの計測を行った。床面に置いたペットボトルを計測した結果を図7中央の円部に示す（中央下部が計測点）。計測部のピーク部と床面の段差はペットボトルのサイズとほぼ一致した。ペットボトルの計測面が△のようになったが、これはLRFが計測点から放射状に計測しており、床側のペットボトル面が撮影できないためと考える。

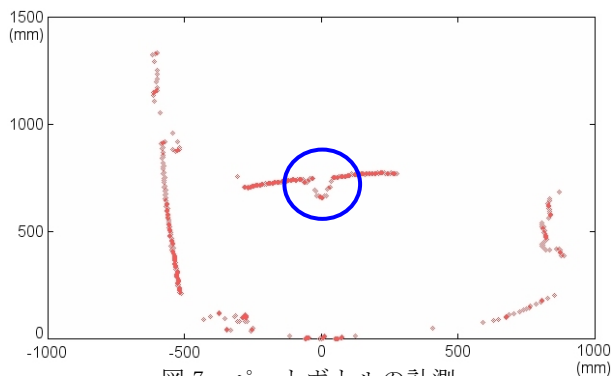


図7 ペットボトルの計測

次に屋外自然光の元でローリングスキャンを行った。前述したように使用したLRFは1スキャンで1ライン分の測距のみ行うので、領域スキャンを行うためには複数回角度を変えてスキャンを行う必要がある。ペットボトルの中心にセンサの回転中心を合わせ、ローリングスキャンを行った結果を図8に示す。図8は計測結果を正面から撮影しており、円形に並んだ測距点を確認できる。また、ローリングスキャンの特性として、センサの回転中心付近と円周付近では情報量が異なる。中心付近が密状態になり、円周付近が粗状態になる。

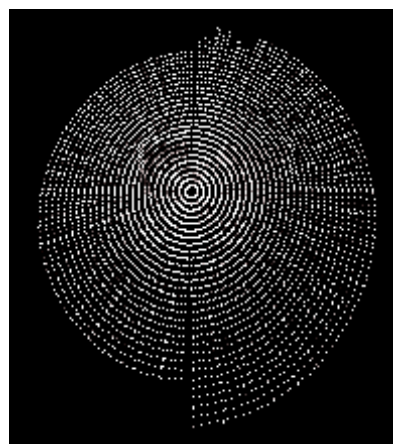


図8 ローリングスキャン（正面）

さきほど計測した結果を3次元情報に加工し、俯瞰図状態を図9に示す。図9の右上から計測しており、横たわったペットボトルの形状が確認できる。ペットボトルの影のようになった箇所は計測できなかったセンサの死角である。また、回転中心付近の情報量が多いことが確認できる。

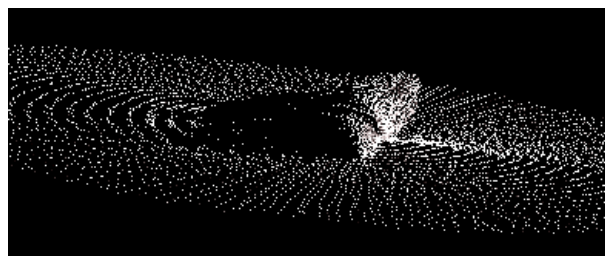


図9 ローリングスキャン（俯瞰図）

さらに側面から見た状態を図10に示す。床面にペットボトルが乗った状態を確認できる。床面は特定平面上に集約できるので、ペットボトルと区別することができ、ペットボトルだけを抽出することができる。



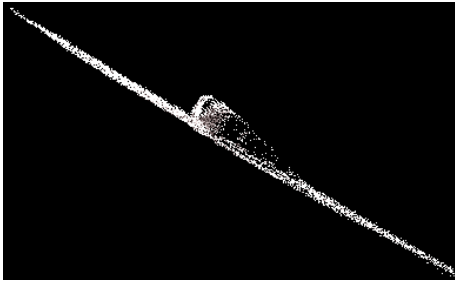


図 10 ローリングスキャン（側面）

### 3-2 付加機能

本センサモジュールは物体計測だけではなく、汎用性を持つセンサとして開発を行った。汎用的な処理も可能であれば、ロボットに搭載するセンサの数を減らすことができ、有用性が向上する。そこで、物体計測以外の付加価値として、QRコード認識を組み込んだ。QRコードとは図11に示すような2次元バーコードであり、安価な情報発信手法として利用されている。



図 11 QRコード

本センサモジュールで物体計測処理と併用してQRコードを認識した結果を図12に示す。物体計測だけでなく、2次元情報認識としても使用できることを確認した。

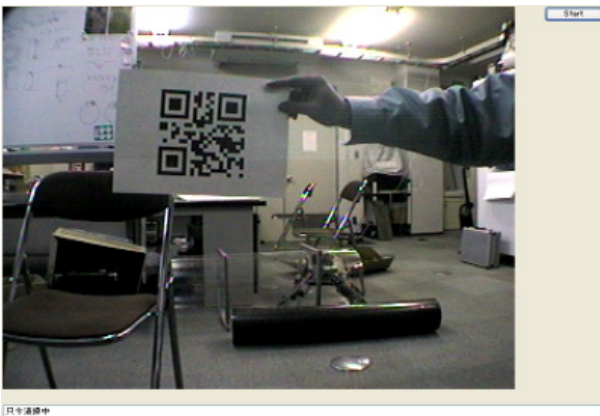


図 12 QRコードの認識

## 4 まとめ

開発した本センサモジュールにより、屋外自然光の元でも安定して物体を計測することができた。CCD・

CMOSカメラだけのセンサの場合、環境に大きく影響を受け安定した計測が行えないので、有用な結果が得られた。球型にすることによりモジュール化が図れ、防塵・防水機能が容易に実現できた。また、球型機構により任意な姿勢時に必要であった各センサのパラメータ調整を最小限に抑えることができた。ローリングスキャン方式により、注目物体の情報量を密にすることができた。物体認識の用途だけではなく、2次元情報認識といった汎用性を持つことができた。

## 5 謝辞

本研究は、ロボット産業振興会議ロボット開発技術力強化事業の助成を受けて行われた。深く感謝いたします。また、共同研究機関である九州工業大学、安川情報システム（株）、（財）北九州産業学術推進機構ロボティクス技術研究所、木原鉄工所に感謝いたします。

## 6 関連論文

1)Y.Fuchikawa, T.Nishida, S.Kurogi, T.Kondo, F.Ohkawa, T.Suehiro, Y.Watanabe, Y.Kawamura, M.Obata, H.Miyagawa and Y.Kihara, “Development of a Vision System for an Outdoor Service Robot to Collect Trash on Streets,” Proc. of CGIM05, p.100-105(2005)

# 鋳物工場の生産管理システムについての研究(第1報)

増野 貢\*1 松村 泰志\*2 進 菊枝\*2

## Study of Management System for Manufacturing Process of Metal Casting

Mitsuki Mashino, Yasushi Matsumura, Kikue Shin

製造工程が複雑で煩雑な鋳物生産現場で協調作業する各担当者支援のため、現場調査・分析を行い、物流情報処理システムについて検討し、受注から出荷に至る一連の専用データベースとその周辺プログラムの設計・開発を行った。ここでは、比較的複雑な4ライン4工程からなる製造工場における生産情報共有化とその周辺について述べる。また、効率的な生産計画に重要な取掛品計画などについても設計した。

### 1 はじめに

多品種少ロット、短納期、低価格化など厳しい社会要求に直面している中小企業は、無駄やむらは禁物であり正確さと迅速さが求められている。鋳物工場では、金属素材の電気溶解にかかる費用がコスト全体に占める割合が大きいので溶解金属の造り過ぎや不良品対策が特に重要である。また、取り掛かりから仕上げまでの製造工程が複雑という事情もある。

このような状況において、工場と事務所の業務改善とコンピュータ管理システムによる生産管理を図り、製造・納品のスピードアップ、多品種小ロット生産への対応、さらにはセルフマネジメント化を実現した中小企業（倉敷市）がある。この実現については、生産ラインが一つということもあるが、現場ノウハウとコンピュータによる処理手順の両面に精通したトップの存在が大きい。われわれは、この合理的改善の模範例を参考にすると共に、製品や受注品のデータベース(DB)化、取掛計画、仕掛品の進捗状況など一連の物流処理さらに在庫管理など、煩雑／複雑さを前提にして、生産管理について取り組む。

特に物流処理、例えば各製造工程間で鋳物仕掛品を迅速に流すためには、協調作業しながら生産に携わる各工程の担当者相互の生産情報共有化が重要であるが、その対策は遅れがちである。これは、汎用的なソフトウェアを特定現場に適合させるのは困難という状況も一因と考えられる。そこで、生産管理や製造作業に携わる各担当者支援のため、比較的複雑な4ライン4工程からなる鋳物製造工場と管理事務所を対象に、仕掛品などの進捗状況に関する情報を共有する物流処理シス

テムを試作する。

参考にするのは、過去に開発した多種多数の工具を納める工具収納庫と4台のマシニングセンター(MC)を対象にしたMC物流処理システムである<sup>1)</sup>。この成果を踏まえて、最近のGUI(Graphical User Interface)やマルチウィンドウなど操作性のすぐれたオブジェクト指向言語を用いて開発する。この場合、事務所と工場間のネットワーク化が必須であり、生産情報共有化のための専用データベースの構築とその応用ソフトウェア開発がキーポイントとなる<sup>2,3)</sup>。さらに、信頼性は勿論であるが、現場ニーズや今後の展開を睨んだ必要最低限の仕様、ユーザーインターフェースおよびコストパフォーマンスなどを配慮することは中小企業に限らず重要である。

### 2 物流処理支援システムの試作

#### 2-1 鋳物製造工程と製造ライン

鋳物は砂でできた鋳型の中に溶かした金属を流し込んで固めたものである。この一般的な製造方法である生型造型製造法の概要は下記である。

- 鋳型の造型：木などで作った製品の模型を砂を埋めて固め、砂の型をつくる
- 中子のセット：中空部分が必要な製品については、そのための型(中子)を鋳型にセットする
- 鋳込み：a)、(必要に応じてb))の鋳型の湯口から溶かした金属を流し込む
- 仕上げ：自然冷却によって固まった金属(鋳物)を取り出し磨く

実際の製造工程の段取りは(1)中子、(2)鋳型の造型、(3)鋳込み、(4)仕上げである。鋳物の大きさによって、小物、中物、大物およびシェル鋳造その他の4

\*1 機械電子研究所

\*2 (株)三国工業所

つの製造ラインに割り当てる。4製造ライン4工程のどこかに300～500個の鋳物仕掛品が存在し、完成品の出荷手続きを含めて概ね12日間かかる設定である。工場の各工程と事務所の各担当者は、仕掛品などの生産状況を把握することは大変なので、その改善が望まれる。

## 2-2 システム構成

鋳物生産現場における管理事務所と工場間のネットワーク化は、パソコンに標準装備されたイーサネット接続による標準的なLAN(Local Area Network)で構成される(図1)。管理事務所にある管理部パソコンは生産計画/管理などを行い、専用データベースも一元管理する。工場パソコンは生産状況把握、実績入力および必要な生産情報入手などが役割であり、LAN経由で、管理部パソコンのハード/ソフトウェア資源を共有する。管理部と工場パソコンは必要に応じて増設する。

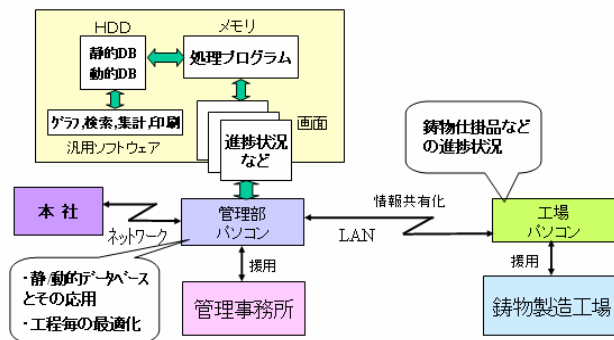


図1 鋳物生産現場の物流支援システムの構成

## 2-3 ソフトウェア

生産現場における鋳物仕掛品の進捗状況共有プログラムの開発に先立ち、得意先と製品からなる基本DB、受注DBおよび受注残品検索さらに取掛計画プログラムを製作した。基本的な概念を図2に示す。

得意先DBは会社名や住所など、得意先毎の製品DBは品名、材質、製造ラインなどのデータからなり、管理事務所追加や修正を行う。製品受注時、数量や納期などのデータを受注DBに入力する。受注残検索画面において納期と材質など検索条件を絞り込むと所期の受注品が検索され、取掛計画画面で各製造ラインに割り当てられる。この取掛品は、品名変更(ニックネームの付与)などを行い、チェックの後、仕掛品として中子または造型工程に移動される。

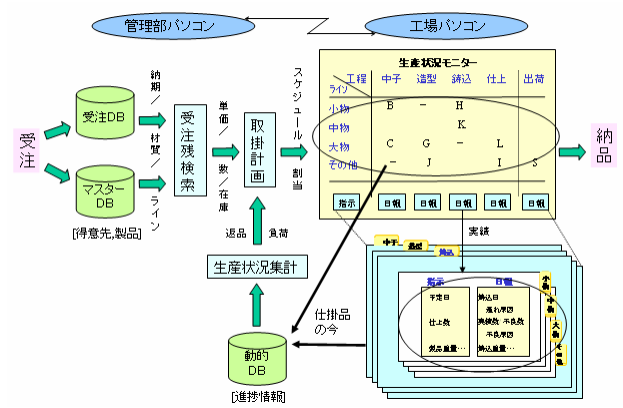


図2 専用データベースとその周辺

工場の各工程担当者は、図3に示す進捗状況共有画面を参照することによって、仕掛品の所在や待機状況を把握する。次工程ボタンをクリックすると、仕掛品は次工程に移動し<sup>t1</sup>、状況と対応づけられる。全ライン全工程における稼働中の仕掛品状況はコンボボックスに一覧表示される。また、特定ラインに対する稼働/待機状況はタブ選択によってリストボックスに一覧表示される。各工程の担当者は、日報ボタンのクリックによって表示される指示/日報画面(図4)で、実績日や製造実績数を入力し、遅れ/不良品原因などもチェックする。この画面で、材質や中子の保管場所など仕掛品特性が表示されるので、各工程の担当者は必要な情報を入力することができる。

管理事務所の担当者は、指示/日報画面で各工程/各ラインにおける仕掛品の予定日や製造数を予め指定する。なお、遅れ/不良品原因や担当者の修正などは図5で示す選択ボックスで編集する。

## 2-4 検討

開発システム全体像と構成要素についての分析/設計さらにプログラミングに集中したためLAN構築に至らなかったが、受注から出荷まで一連の処理プログラムについて、試作版を作った。

主テーマである進捗状況共有プログラムの利用によって、分担作業する工場の各担当者は、ライン/作業工程全体のスケジュール/現状を見渡し、必要な生産情報の把握などによる自己管理が期待できる一方、遅れ/不良原因入力については自己責任になる。会社の立場からは、効率化やむだ対策には有効で生産性向上につながると考えられる。

<sup>t1</sup> 中子のない仕掛品は自動的に造型工程にスキップ

得意先、製品、受注処理、受注残検索の後に実行する取掛計画は効率的な生産計画のため重要である。取掛計画の画面は、進捗状況共有画面との橋渡しにもなるので、今回の試作版を改良して、生産計画調整に利用する予定である。さらに、受注処理画面における受注品所在追跡の充実化も目指す。

なお、Visual Basic (VB) によるプログラムは必須であるが、グラフ化、検索、集計、印刷など適材適所に汎用ソフトウェアを利用する予定である。



図3 仕掛品の進捗状況一覧

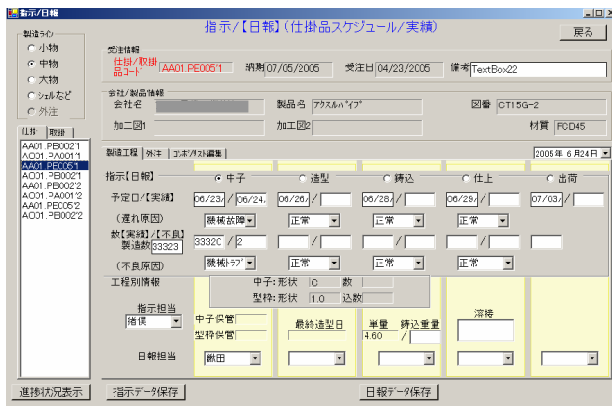


図4 指示／日報



図5 選択ボックスの編集

### 3 おわりに

今回開発した鋳物生産工場の物流処理支援システムの試作版について、工場における生産情報共有システムとその周辺などを述べた。

システム開発における大きな難点は現場ニーズの把握、分析、設計である。VB技法と相談し、試行錯誤しながらプログラム開発を進めることになるので労力と時間がかかる。なお、仕様が曖昧な状況でソフト開発メーカーに相談しても、QDT(品質、納期、コスト)の面で満足いくものをつくることは難しく、リスクも大きいため、困難が予想される。

当所の機械技術課の春山繁之氏や元所長の竜口康文氏には貴重なアドバイスを頂いている。

### 4 参考文献

- 1) 増野, 徳永, 橋本: 第28回自動制御連合講演会前刷, p. 363-364 (1985)
- 2) 増野貢: 福岡県工業技術センター研究報告, No. 15, p. 127-129 (2005)
- 3) 増野貢: 第24回計測自動制御学会九州支部学術講演会予稿集, p. 139-140 (2005)

# 金型磨きロボットのための送り速度のアドバンス制御

永田 寅臣 \*1 楠本 幸裕 \*2 安田 仁徳 \*3 塚本 治 \*3 尾本 正明 \*4 芳賀 善九 \*4 長谷 哲夫 \*4

## Advanced Control of Feed Rate Using a Fuzzy Reasoning for Mold Polishing Robots

Fusaomi Nagata, Yukihiro Kusumoto, Kiminori Yasuda, Osamu Tsukamoto,  
Masaaki Omoto, Zenku Haga and Tetsuo Hase

ペットボトル製造用金型の磨き工程では、機械加工後のカスプマークを均一に除去し、過研磨をおこすことなく金型表面を鏡面状態に仕上げることが要求される。時間コストについても一つのワークを仕上げるために要するサイクルタイムをできるだけ短縮したいというニーズがある。本稿では、ファジィ推論を用いた送り速度の自動生成器を提案する。ファジィ推論部は工具経路に沿った曲率の変化に応じて望ましい送り速度を生成する。産業用ロボットJS-10を用いて磨き実験を行ったところ、サイクルタイムが40%程度短縮された。

### 1 はじめに

金型の磨き工程では、マシニングセンタによる機械加工後のカスプマークを均一に除去し、過研磨をおこすことなく表面を鏡面状態に仕上げることが要求される。時間コストについても一つのワークを仕上げるために要する磨き時間(サイクルタイム)をできるだけ短縮したいという高いニーズがある。本稿では、3次元CAD/CAMとの高い親和性を有する磨きロボットを提案するとともに、ワークの曲率に応じて工具の送り速度(接線方向の速度)を自動調整できるアプリケーションについて紹介する。自由曲面を有するペットボトル金型の磨き実験により提案手法の有効性が確認された。

### 2 磨きシステム

図1には既に関係している金型磨きロボットを示す。ロボット本体はオープンインタフェースを有する6自由度の産業用ロボットであり、アーム先端には6自由度の力・トルクセンサを介してボールエンド形状の軸付砥石を固定している。過研磨および回転に伴う振動ノイズを抑えるために砥石は回転させず、アタッチメントで回転をロックして磨く。また、オーバハングのない金型を対象としているため、砥石の姿勢をワーク座標系のZ軸方向に固定し、ボールエンドの輪郭を効率的に使いながら磨きを行う。図2には、制御系のブロック線図を示す。 $F(k)$ は離散時刻 $k$ における磨き力ベクトルであり、

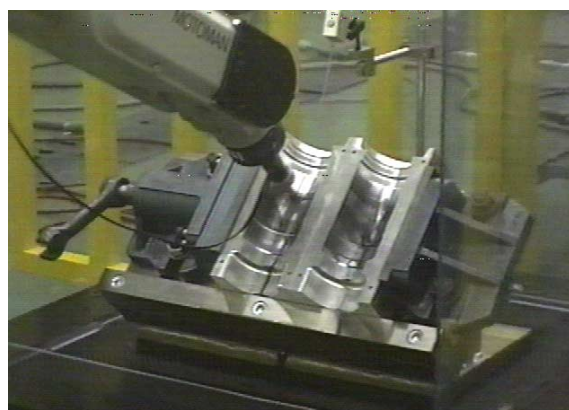


図1 金型磨きロボット Motoman UP6

$x(k)$ は順キネマティクスで求めた砥石先端の位置ベクトルである。また、 $\|F_d\|$ は目標の磨き力のノルムであり、 $x_d(k)$ と $o_d(k)$ はそれぞれ、CAMのメインプロセッサが生成したCLデータをもとに算出する目標位置と目標力方向である。磨きを実行しているとき、砥石の位置および磨き力が次式で与えられる並進速度ベクトル $v(k) = [v_x(k) \ v_y(k) \ v_z(k)]^T$ で制御される。

$$v(k) = v_t(k) + v_n(k) + v_p(k) \quad (1)$$

ここで、 $v_t(k)$ はCLデータに基づくフィードフォワード制御則からの操作量であり、接線方向に与えられる。また、 $v_n(k)$ はカフィードバック制御則からの操作量であり、法線方向に加えられる。さらに、 $v_p(k)$ は0.2mm程度の安定したピックフィードを行うために構成した位置フィードバック制御則からの操作量である。次章では、サイクルタイムを左右する $\|v_t(k)\|$ をワークの曲率に応じて可変とする。

\*1 機械電子研究所

\*2 インテリア研究所

\*3 (株)エーエスエー・システムズ

\*4 (株)メイホー



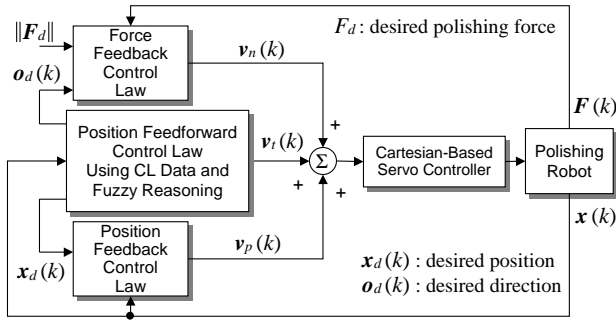


図2 ファジィ推論による送り速度生成器が組み込まれたハイブリッド制御系のブロック線図

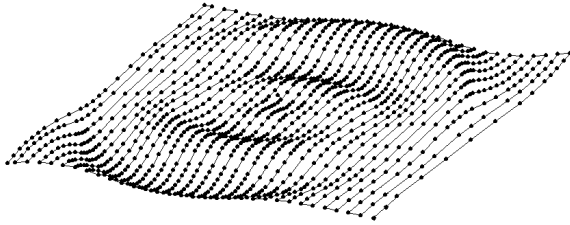


図3 CLデータ内の点密度とワークの曲率との関係

### 3 ファジィ推論による送り速度の生成

ロボットによる磨きの具体例として、例えば、半径5mmのボールエンド砥石を用いて最小曲率半径30mm程度の曲面を有するワークを仕上げる場合、 $v_t(k)$ を20mm以上に設定すると砥石とワークの良好な接触状態を維持することが困難となってくる。すなわち、磨き力の目標値への追従性が悪くなる、さらには非接触状態が発生するなどの現象がおきてしまう。特に非接触状態のときの磨き力は零であるため、磨き斑の大きな原因となる。これは、磨き実行中における力制御系はロボット本体、力センサ、アタッチメント、軸付き砥石および金型ワークから構成されており、非常に硬い系となっているからである。力制御特性が不安定とならないようにゲインを小さく設定すると、結果的に $\|v_n(k)\|$ も小さくなってしまふ。現時点では最大曲率を有する部分でも安定した磨き力を発揮できるように $\|v_t(k)\|$ を抑えて設定しなければならない。

本研究では、仕上げに要する時間コストを軽減するために曲率に応じて接線方向の速度ノルムを自動調整できる機能を提案する。図3には3次元CAD/CAMを用いて直線近似により作成したCLデータの例を示す。一般的にCAMのメインプロセッサは、設計したモデルに対する許容誤差の範囲内でワークを加工できるように工具経路すなわち座標 $p(i) = [p_x(i) \ p_y(i) \ p_z(i)]^T$  ( $i = 1, 2, 3, \dots, l:l$ はCLデータの全ステップ数)を生成するが、曲率の大き

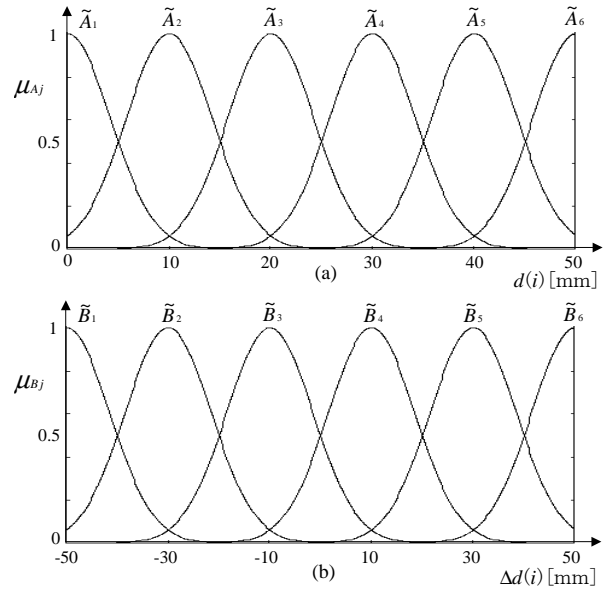


図4 ファジィ入力 $d(i)$ 、 $\Delta d(i)$ のために設計した前件部メンバーシップ関数

い場所ではその密度は高くなる。したがって、曲率の変化はCLデータの各座標間距離 $d(i) = |p(i+1) - p(i)|$ とそのレート $\Delta d(i) = d(i+1) - d(i)$ の変化に帰着できる。提案する磨きロボットでは、砥石先端の位置座標 $X(k)$ が $X(k) \in [p(i), p(i+1)]$ を満たすとき、ファジィルールは以下のように構成する。

$$\text{Rule 1 IF } d(i) \text{ is } \tilde{A}_1, \text{ THEN } F(i) = c_1^A$$

$$\text{Rule 2 IF } d(i) \text{ is } \tilde{A}_2, \text{ THEN } F(i) = c_2^A$$

⋮

$$\text{Rule } L \text{ IF } d(i) \text{ is } \tilde{A}_L, \text{ THEN } F(i) = c_L^A$$

and

$$\text{Rule 1 IF } \Delta d(i) \text{ is } \tilde{B}_1, \text{ THEN } \Delta F(i) = c_1^B$$

$$\text{Rule 2 IF } \Delta d(i) \text{ is } \tilde{B}_2, \text{ THEN } \Delta F(i) = c_2^B$$

⋮

$$\text{Rule } L \text{ IF } \Delta d(i) \text{ is } \tilde{B}_L, \text{ THEN } \Delta F(i) = c_L^B$$

ただし、 $\tilde{A}_j$  ( $j = 1, \dots, L$ )と $\tilde{B}_j$ はそれぞれ、二つのファジィ入力 $d(i)$ と $\Delta d(i)$ に対する $j$ 番目の前件部ファジィ集合である。また、 $c_j^A$ と $c_j^B$ はそれぞれ、 $j$ 番目の前件部に対応した後件部定数である。 $L$ はファジィルール数を表す。したがって、 $j$ 番目のルールにおける前件部適合度は次式で与えられる。

$$\omega_j^A = \mu_{A_j}\{d(i)\} \quad (2)$$

$$\omega_j^B = \mu_{B_j}\{\Delta d(i)\} \quad (3)$$



表 1 ファジィ入力  $d(i)$ ,  $\Delta d(i)$  のための調整した後件部定数値

$c_1^A$	$c_2^A$	$c_3^A$	$c_4^A$	$c_5^A$	$c_6^A$
$V_{\min} + 0.1V_{base}$	$V_{\min} + 0.3V_{base}$	$V_{\min} + 0.9V_{base}$	$V_{\min} + 1.5V_{base}$	$V_{\min} + 2.1V_{base}$	$V_{\min} + 2.7V_{base}$
$c_1^B$	$c_2^B$	$c_3^B$	$c_4^B$	$c_5^B$	$c_6^B$
$-V_{\min}$	$-0.7V_{\min}$	$-0.3V_{\min}$	$0.3V_{\min}$	$0.7V_{\min}$	$V_{\min}$

ただし,  $\mu_X(\bullet)$  は  $X$  でラベル化されたファジィ集合の適合度である。したがって, 送り速度とその補正値はそれぞれ次式によって計算される。

$$\|\tilde{v}_t(k)\| = \frac{\sum_{j=1}^L c_j^A \omega_j^A}{\sum_{k=1}^L \omega_k^A} \quad (4)$$

$$\Delta\tilde{v}_t(k) = \frac{\sum_{j=1}^L c_j^B \omega_j^B}{\sum_{k=1}^L \omega_k^B} \quad (5)$$

最終的に送り速度のノルム  $\|v_t(k)\|$  は次式から求める。

$$\|v_t(k)\| = \|\tilde{v}_t(k)\| + \Delta\tilde{v}_t(k) \quad (6)$$

なお, ファジィ集合には次式に示すガウシアン関数を用いた。

$$\mu_X(x) = \exp\{\log(0.5)(x - \alpha)^2 \beta^2\} \quad (7)$$

ただし,  $\alpha$  はメンバーシップ関数の中心値であり,  $\beta$  は標準偏差の逆数である。図4(a),(b)にはそれぞれ,  $d(i)$  および  $\Delta d(i)$  のために設計した前件部メンバーシップ関数を示す。この場合, それぞれの  $\beta$  は 0.2 および 0.1 である。また, 対応する後件部定数値を表1に示す。  $V_{\max}$  と  $V_{\min}$  はそれぞれ, 事前に見積もった送り速度の最大値と最小値であり, ファジィ推論部はおおまかにこの範囲内で望ましい送り速度を生成する。  $V_{base}$  は  $V_{\max} - V_{\min}$  である。これらのファジィルールは, これまで行ってきたロボットによる磨き実験を通して経験的に獲得したものである。なお,  $d(i)$  と  $\Delta d(i)$  の組合せによっては,  $V_{\max}$  より大きな値や  $V_{\min}$  より小さな値が送り速度として出力されることに注意されたい。

#### 4 磨き力

磨き力を取り扱う基本制御戦略については既に報告している<sup>1, 2, 3, 4</sup>。砥石とワーク間に作用する磨き力  $F(k) = [F_x(k) \ F_y(k) \ F_z(k)]^T$  は磨き性能に最も影響を及ぼす物理要素の一つである。磨き力は図5に示すように砥石の押付力  $f(k) = [f_x(k) \ f_y(k) \ f_z(k)]^T$  と運動摩擦力  $F_r(k) = [F_{rx}(k) \ F_{ry}(k) \ F_{rz}(k)]^T$  との合力として定義される。

$$F(k) = F_r(k) + f(k) \quad (8)$$

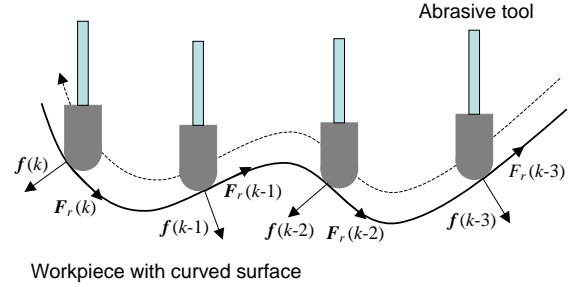


図 5 工具押付力  $f(k)$  と運動摩擦力  $F_r(k)$  の合力として定義する磨き力

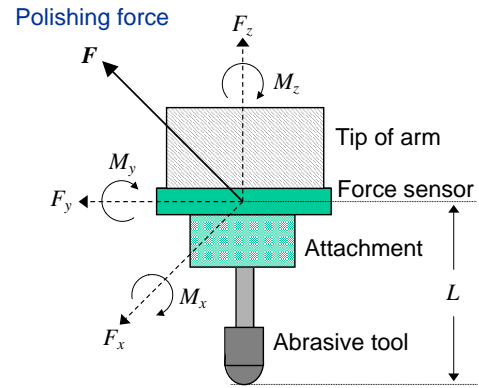


図 6 砥石とフランジ面の間に挿入された 6 自由度の力・トルクセンサ

磨き力は図6に示す 6 自由度の力・トルクセンサを用いて計測する。砥石の接触点と力・トルクセンサとの非共配置に伴う観測情報の誤差を軽減するため,  $F_x$  と  $F_y$  はそれぞれ,  $Y$  方向および  $X$  方向のモーメント  $M_x, M_y$  から次式により求めることとした。

$$F_x(k) = \frac{M_y(k)}{L} \quad (9)$$

$$F_y(k) = \frac{M_x(k)}{L} \quad (10)$$

ただし,  $L$  はセンサ中心位置から砥石先端までの長さを表す。なお,  $Z$  方向の力覚値については, 工具軸に沿った  $Z$  方向の剛性が  $X$  方向および  $Y$  方向のそれに比べてかなり高いため,  $F_z$  をそのまま用いた。

#### 5 実験

提案する送り速度自動生成器の有効性を確認するため, 図7に示す産業用ロボット JS-10 をベースとする磨き



図7 産業用ロボットJS-10をベースとした実験システム

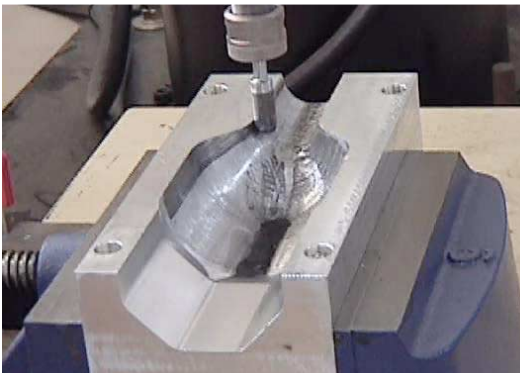


図8 自由曲面金型の磨き実験風景

システムで実験を行った。図8と図9にはそれぞれ、実験風景と送り速度ノルムの制御結果を示す。実験結果から、隣接するCLデータ間距離の変化に応じて送り速度が良好に調節されていることが確認できる。従来、ターゲットとなるワークが有する最大曲率に応じて送り速度を抑えて設定する必要があったが、提案手法により、曲率の変化に応じた望ましい送り速度に自動調整できるようになった。なお、実験ではサイクルタイムを40%程度短縮することができた。

さて、曲率の変化に応じて $\|v_t(k)\|$ を自動調整する手法について述べてきたが、さらに次式のように磨き力の誤差に応じて $\|v_t(k)\|$ を減速させることでよりファインな自動調整が可能になるものと期待される。

$$\|\hat{v}_t(k)\| = \|v_t(k)\| - \frac{K_e}{m} \sum_{n=k-m}^k \left| \|F_d\| - \|F(n)\| \right| \quad (11)$$

ただし、 $K_e$ は減速量を決定するゲインであり、 $m$ は移動平均値を求める際のウィンドウのサンプル数である。

## 6 おわりに

本稿では、ワークの曲率に応じて送り速度(接線方向速度)ノルムを自動調整することで、金型の磨き工程に

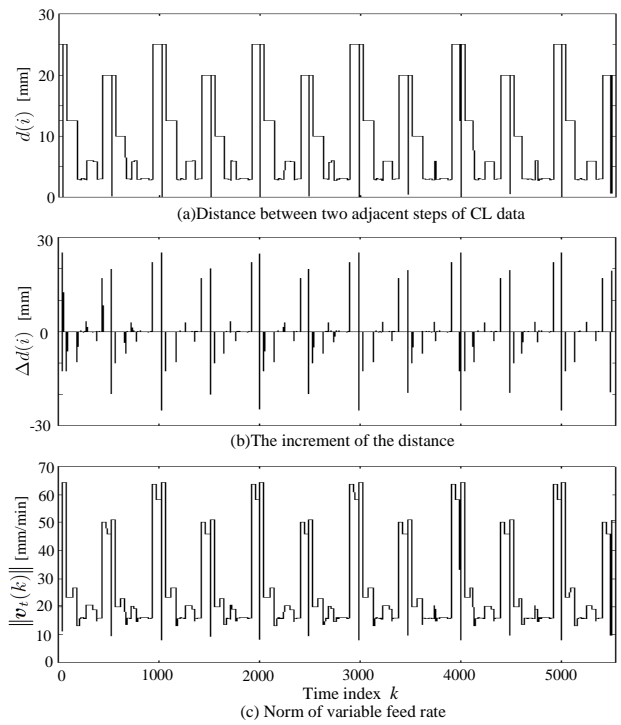


図9 磨き実行中の送り速度の変化

おける時間コストを軽減させる手法を提案した。実際の磨き実験により提案手法の有効性が確認されたため、今後開発を目指す微細曲面の仕上げシステムにおいても応用を図りたい。

## 7 参考文献

- 1) 永田, 楠本, 渡辺ら: ボールエンド砥石のためのハイブリッド・モーション/力制御法の開発とペットボトル金型の磨きロボットへの適用実験, 精密工学会誌, Vol.70, No.1, p.59-64 (2004)
- 2) 永田, 渡辺, 楠本ら: 位置フィードバックループと力フィードバックループの弱干渉を用いたオープンアーキテクチャ型ハイブリッド制御法 - 金型磨きロボットへの適用 -, 日本機械学会論文集C編, Vol. 71, No.701, p.178-184 (2005)
- 3) F. Nagata, Y. Kusumoto, K. Watanabe, et al.: Polishing Robot for PET Bottle Molds Using a Learning-Based Hybrid Position/Force Controller, *Procs. of The 5th Asian Control Conference*, p.813-820, Melbourne, Australia (2004)
- 4) F. Nagata, K. Watanabe, Y. Kusumoto, et al.: Generation of Normalized Tool Vector from 3-Axis CL Data and Its Application to a Mold Polishing Robot, *Procs. of 2004 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems*, p.3971-3976 (2004)

# 酵素反応を利用した $\gamma$ -アミノ酪酸のマイクロプレートアッセイ： $\gamma$ -アミノ酪酸生産性乳酸菌のスクリーニングへの適用

塚谷 忠之\*1 樋口 智子\*1 松本 清\*2

## Enzyme-Based Microtiter Plate Assay for $\gamma$ -Aminobutyric Acid: Application to the Screening of $\gamma$ -Aminobutyric Acid-Producing Lactic Acid Bacteria

Tadayuki Tsukatani, Tomoko Higuchi, and Kiyoshi Matsumoto

酵素反応を利用した $\gamma$ -アミノ酪酸のマイクロプレートアッセイ法を開発した。酵素にはGABaseを用い、最適反応条件を確立した。酵素反応により最終的に生じるNADPHを340nmにおける吸光度測定に供することで、 $\gamma$ -アミノ酪酸濃度を算出した。本法により、0.5~10.0mMの濃度範囲で $\gamma$ -アミノ酪酸の正確な定量が可能であった。また、乳酸菌培養に用いるMRS培地を対象とした回収率も平均100.2%と良好であった。さらに、乳酸菌による発酵液中の $\gamma$ -アミノ酪酸濃度を測定したところ、HPLCにより得られた値と良好に一致した。本法を $\gamma$ -アミノ酪酸生産性乳酸菌のスクリーニングへ適用したところ、 $\gamma$ -アミノ酪酸高生産能を持つ乳酸菌を9株得ることができた。

### 1 はじめに

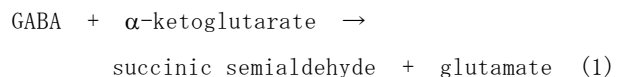
$\gamma$ -アミノ酪酸(GABA)は降圧作用をはじめ、様々な生理作用を持つことが知られている。GABAによる降圧作用は特定保健用食品としても認められており、GABAを含有する食品の開発が活発化している。食品素材にGABAを高濃度で付与する方法として、乳酸菌を用いた発酵法が注目されている。自然界からGABA生産能の高い乳酸菌を取得するには、大量の試料をスクリーニングする必要がある。しかし、従来のHPLCを用いた方法では、比較的長い測定時間を要するため、大量の試料から乳酸菌をスクリーニングする手法としては現実的でない。このため、GABAを迅速かつ簡便に測定でき、しかも大量の試料を一斉に分析することが可能な手法が望まれている。そこで、酵素法とマイクロプレートリーダーを用いたGABA測定法の開発を行った。

### 2 研究, 実験方法

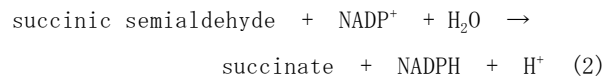
#### 2-1 GABaseによる酵素反応

本法で用いるGABaseは $\gamma$ -aminobutyrate glutamate aminotransferase(GABA-T) と succinic semialdehyde dehydrogenase(SSDH)の混合系酵素の総称である。GABA測定における1連の酵素反応を下記に示す。最終的に得られたNADPHを測定することで、GABA濃度を算出する。

GABA-T



SSDH



#### 2-2 マイクロプレートを用いたGABA測定法

96ウェルマイクロプレートの各ウェルに反応液(30 $\mu$ g GABase, 1.4mM NADP<sup>+</sup>, 750mM Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 10mM DTTを含む80mMトリス塩酸緩衝液(pH9.0))を90 $\mu$ l分注し、これに試料(標準液, 乳酸菌発酵液)を10 $\mu$ l添加して測定を開始した。30 $^{\circ}$ Cで60分間反応させた後、マイクロプレートリーダーで340nmにおける吸光度を測定した。

### 3 結果と考察

#### 3-1 GABase反応条件の最適化

GABase反応条件の最適化を目的として、賦活剤であるNa<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>濃度, DTT濃度, 補酵素NADP<sup>+</sup>濃度,  $\alpha$ -ケトグルタル酸濃度, 酵素量, 緩衝液及びpHの検討を行った。その結果, 750mM Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 10mM DTT, 1.4mM NADP<sup>+</sup>及び2.0mM  $\alpha$ -ケトグルタル酸を含む80mMトリス塩酸緩衝液(pH9.0)を用いることにした。この条件下で、酵素使用量を30 $\mu$ g/wellまで低減化することができた。また、GABA濃度が0.5~10.0mMの範囲において吸光度(340nm)との間に相関係数0.999の良好な直線関係が得られた。

\*1 生物食品研究所

\*2 九州大学

### 3-2 MRS培地の影響と回収率

乳酸菌培養に用いるMRSの培地成分がGABase反応に与える影響について検討した。表1に示すように回収率の平均は100.2%であり、MRS培地成分の影響を受けることなく、正確な測定可能であった。

表1 MRS培地中におけるGABAの回収率

Sample	Present(mM)	Added(mM)	Found(mM)	Recovery(%)
1	2.35	3.00	5.37	100.7
2	2.70	3.00	5.73	101.0
3	0.07	3.00	3.16	103.0
4	0.05	3.00	3.25	106.7
5	3.65	5.00	8.45	96.0
6	1.57	5.00	6.50	98.6
7	0.04	5.00	4.87	96.6
8	0.00	5.00	5.15	103.0
Medium	0.00	10.00	9.67	96.7
Mean				100.2
<sup>a</sup> CV(%)				3.4

<sup>a</sup> Coefficient of variation.

また、乳酸菌によるGABA生産にはMRS培地にグルタミン酸ナトリウム (Glu-Na) を高濃度に添加されることが多々ある。そこで、10mM GABA測定時におけるGABase反応に与えるGlu-Na濃度 (0~10.0%) の影響を検討した。GABase量が30 $\mu$ g/wellの場合、Glu-Na濃度が2.0%以上で反応が著しく抑制された。一方、GABase量が120 $\mu$ g/wellの場合、わずかに反応は抑制されるものの、反応時間60分で測定は終了した。この結果から、高濃度 (10.0%) にGlu-Naが存在する場合は、酵素量を増やすことで対応可能であることがわかった。

### 3-3 実試料の測定と有効性の確認

本法の信頼性を評価するために、実試料に対する本法とHPLCにより測定した値の比較を行った。乳酸菌にはGABA生産能の高い3株を用い、培養時間とGlu-Na濃度をパラメータとして設定した試料を調整した。測定の結果、本法とHPLCにより測定した値には良好な一致が認められ、本法の有効性が確認できた (表2)。

表2 本法とHPLCによる測定値の比較

Sample	Present method		HPLC	Bias (A-B)
	Glutamate (%)	(A)	(B)	
<i>Lactobacillus brevis</i> NBRC3345	0.0	0.04 $\pm$ 0.00	0.03 $\pm$ 0.00	0.01
	1.0	0.64 $\pm$ 0.02	0.62 $\pm$ 0.00	0.02
	2.5	1.49 $\pm$ 0.04	1.56 $\pm$ 0.02	-0.07
	5.0	2.30 $\pm$ 0.03	2.38 $\pm$ 0.05	-0.08
<i>Lactobacillus brevis</i> NBRC12005	0.0	0.05 $\pm$ 0.00	0.05 $\pm$ 0.00	0.00
	1.0	0.65 $\pm$ 0.02	0.64 $\pm$ 0.03	0.01
	2.5	1.45 $\pm$ 0.03	1.49 $\pm$ 0.06	-0.04
	5.0	2.68 $\pm$ 0.09	2.75 $\pm$ 0.14	-0.07
<i>Lactobacillus brevis</i> NBRC12520	0.0	0.03 $\pm$ 0.00	0.03 $\pm$ 0.00	0.00
	1.0	0.65 $\pm$ 0.00	0.71 $\pm$ 0.05	-0.06
	2.5	1.45 $\pm$ 0.03	1.58 $\pm$ 0.12	-0.13
	5.0	2.09 $\pm$ 0.02	2.05 $\pm$ 0.08	0.04

(g/100ml)

### 3-4 GABA生産性乳酸菌のスクリーニング

自然界及び食品中から分離した乳酸菌を対象として、本法を用いてGABA高生産性乳酸菌のスクリーニングを行った。GABA高生産乳酸菌として知られている*L. brevis* NBRC 12005のGABA生産量を基準としてスクリーニングを行った。*L. brevis* NBRC 12005のGABA生産量は2.1mMであった。スクリーニングの結果、2.1mM以上の生産能を持つ乳酸菌を9株得ることができた (図1)。

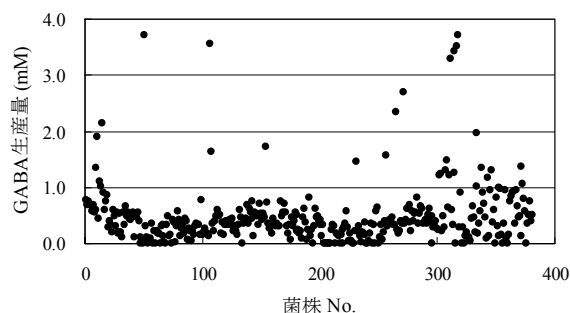


図1 GABA生産性乳酸菌のスクリーニング

## 4 まとめ

酵素法とマイクロプレートリーダーを用いたGABA測定法の開発を行った。測定条件の最適化及びマイクロプレートの使用による試料量と酵素量の少量化により、コストを大幅に低減化することができた。本法は自然界及び食品中からGABA生産能の高い乳酸菌をスクリーニングするのに有効な手段となると考えられる。

## 5 掲載論文

Analytica Chimica Acta, Vol. 540, p. 293-297 (2005)

# 固定化酵素リアクターを用いたシングルラインFIAシステムによる $\gamma$ -アミノ酪酸及びL-グルタミン酸の蛍光逐次定量

塚谷 忠之\*1 松本 清\*2

## Sequential Fluorometric Quantification of $\gamma$ -Aminobutyrate and L-Glutamate Using a Single Line Flow-Injection System with Immobilized-Enzyme Reactors

Tadayuki Tsukatani, and Kiyoshi Matsumoto

$\gamma$ -アミノ酪酸及びL-グルタミン酸の逐次定量を目的としたフローインジェクション分析(FIA)システムを開発した。L-グルタミン酸酸化酵素及びカタラーゼ同時固定化リアクター及びGABase固定化リアクターを直列にフローラインに導入し、 $\gamma$ -アミノ酪酸測定時には試料と共に補酵素NADP<sup>+</sup>及び高濃度の $\alpha$ -ケトグルタル酸を、L-グルタミン酸測定時には試料と共にNADP<sup>+</sup>及び高濃度の $\gamma$ -アミノ酪酸をインジェクションし、生成したNADPHを蛍光測定した。NADP<sup>+</sup>及び高濃度の $\alpha$ -ケトグルタル酸を注入した際は $\gamma$ -アミノ酪酸が、NADP<sup>+</sup>及び高濃度の $\gamma$ -アミノ酪酸を注入した際はL-グルタミン酸が選択的に定量された。本法を乳酸菌による $\gamma$ -アミノ酪酸発酵生産のモニタリングに適用し、 $\gamma$ -アミノ酪酸及びL-グルタミン酸量の経時変化を測定した。測定値はHPLCによる分析値と良好に一致した。

### 1 はじめに

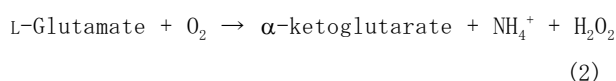
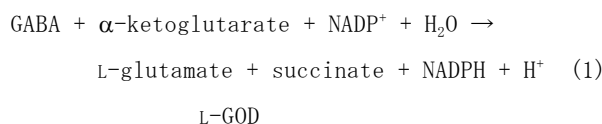
$\gamma$ -アミノ酪酸(GABA)は降圧作用をはじめ、様々な生理作用を持つことが知られている。GABAによる降圧作用は特定保健用食品としても認められており、GABAを含有する食品の開発が活発化している。食品素材にGABAを高濃度で付与する方法として、乳酸菌を用いた発酵法が注目されている。乳酸菌発酵によるGABAの生産を効率的に進めるのはGABAの原料となるL-グルタミン酸の消費量とGABAの生産量を経時的にモニタリングする必要がある。そこで、迅速かつ簡便なGABA及びL-グルタミン酸の逐次定量を目的として、固定化酵素リアクターを用いたフローインジェクション分析(FIA)法の開発を試みた。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 GABaseによる酵素反応

本法で用いるGABase, L-グルタミン酸酸化酵素(L-GOD)及びカタラーゼ(CAT)の1連の酵素反応を示す。最終的に得られたNADPHを測定することで、GABA及びL-グルタミン酸濃度を算出する。

GABase



CAT



#### 2-2 FIAシステム

FIAシステムを図1に示す。キャリアー溶液には200mM Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>及び5.0mM DTTを含む0.1Mトリス塩酸緩衝液(pH8.0)を用い、マイクロチューブポンプにより流速1.0ml/minで送液した。L-GOD/CAT同時固定化リアクター及びGABase固定化リアクターをFIAラインへ直列に導入し、試料と反応試薬をオープンサンドイッチ法により注入した。GABA定量時には1.0mM NADP<sup>+</sup>及び15mM  $\alpha$ -ケトグルタル酸を、L-グルタミン酸定量時には1.0mM NADP<sup>+</sup>及び10mM GABAを反応試薬として注入した。反応試薬の流路の切り替えは6方バルブにより行った。生成したNADPHを下流に配置したフロースルー型蛍光検出器(蛍光波長:455nm, 励起波長:340nm)を用いて測定した。

\*1 生物食品研究所

\*2 九州大学

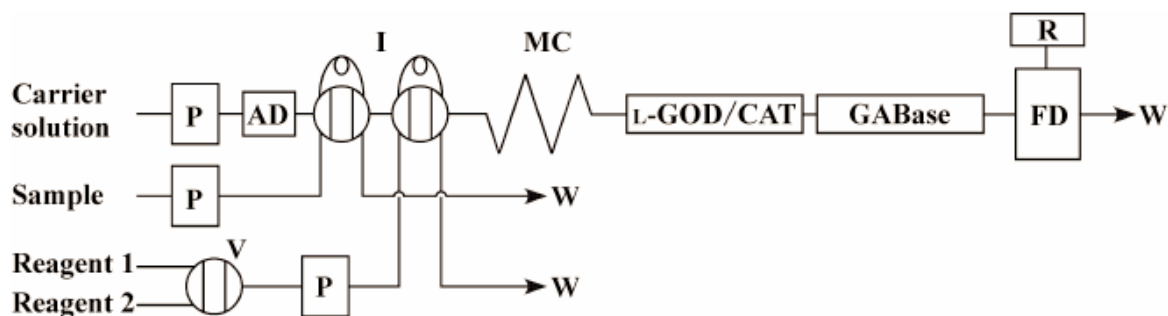


図1 GABA及びL-グルタミン酸の蛍光逐次定量用FIAシステム

P, ポンプ; AD, エアタンク; I, インジェクター; V, 切換バルブ; MC, ミキシングコイル; FD, 蛍光検出器;

R, レコクター; W, 廃液; L-GOD/CAT, GABase, 固定化酵素リアクター

### 3 結果と考察

#### 3-1 GABA及びL-グルタミン酸の逐次定量

図2に標準液及び実試料のFIAピークを示す。反応試薬としてNADP<sup>+</sup>及び $\alpha$ -ケトグルタル酸を注入した際はGABAに対応したピークのみが得られ、L-グルタミン酸に対するピークはほとんど得られなかった。一方、反応試薬としてNADP<sup>+</sup>及びGABAを注入した際はL-グルタミン酸に対応したピークのみが得られた。この結果から、本FIAシステムによりGABA及びL-グルタミン酸が選択的に検出できることが確認できた。

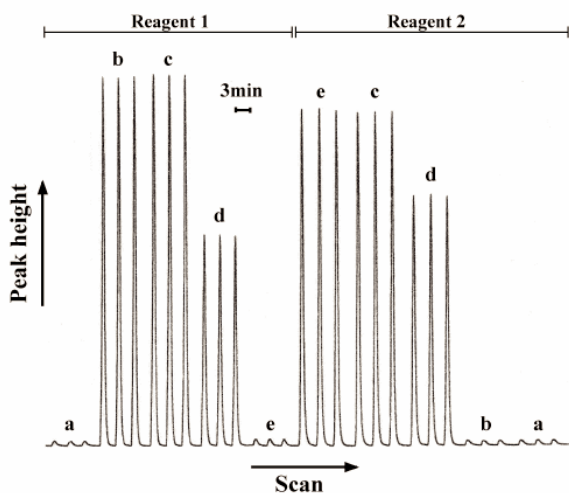


図2 FIAピーク

試料: a, ブランク; b, 0.5mM L-グルタミン酸; c, 0.5mM L-グルタミン酸+0.5mM GABA; d, 乳酸菌培養液; e, 0.5mM GABA. 反応試薬: Reagent1, 10mM GABA+1mM NADP<sup>+</sup>, Reagent2, 15mM  $\alpha$ -ケトグルタル酸+1mM NADP<sup>+</sup>.

また、GABAでは5~500 $\mu$ M, L-グルタミン酸では1~500 $\mu$ Mの濃度範囲において応答ピーク値(蛍光強度)との間に相関係数0.999以上の良好な直線関係が得ら

れた。さらに、500 $\mu$ M標準液に対する変動係数(n=10)はいずれも2%以下であった。

#### 3-2 乳酸菌発酵のモニタリングへの適用

本法を乳酸菌発酵のモニタリングにおけるGABA及びL-グルタミン酸の測定に適用した。その結果、培養時間と共にGABA量は増加し、L-グルタミン酸量は低下する傾向を捉えることができた(図3)。また、本法とHPLCの測定結果を比較したところ、両者には良好な一致が認められた。

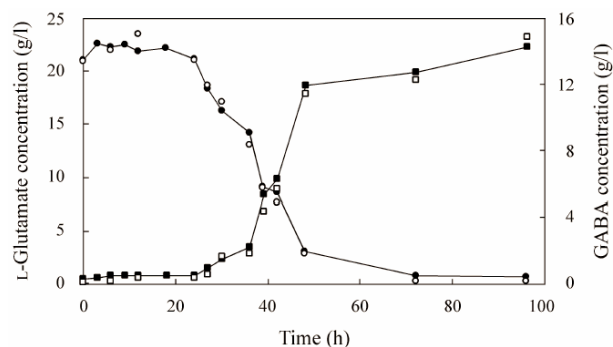


図3 乳酸菌発酵のモニタリング

L-グルタミン酸: ●, FIA; ○, HPLC. GABA: ■, FIA; □, HPLC.

### 4 まとめ

GABA及びL-グルタミン酸の逐次定量を目的とした固定化酵素リアクターを用いたFIAシステムの開発を行った。本法は乳酸菌によるGABA発酵生産のモニタリングに適用可能であった。

### 5 掲載論文

Analytica Chimica Acta, Vol.546, p.154-160 (2005)



# フェノール樹脂含浸木材炭素化物の細孔特性

朝倉 良平\*1 近藤 哲男\*2 森田 光博\*2 羽鳥 浩章\*3 山田 能生\*4

## Pore Characteristics of Charcoal Materials Prepared from Wood Impregnated with Phenol Formaldehyde Resin

Ryohei Asakura, Tetsuo Kondo, Mitsuhiro Morita, Hiroaki Hatori, Yoshio Yamada

低分子量フェノール樹脂を含浸したスギ材木粉を炭素化、賦活処理して得られた炭素化物の細孔構造を同一条件で炭素化、賦活処理した未含浸のスギ材木粉炭素化物のそれと比較した。フェノール樹脂を含浸したスギ材木粉の炭素化物は、未含浸のスギ材炭素化物とは異なり、吸着対象分子のサイズの違いによって、吸着する、しないという分子ふるい効果を示した。また、電子顕微鏡観察の結果から、フェノール樹脂を含浸した炭素化物と未含浸の炭素化物に大きな違いはみられなかった。低分子量フェノール樹脂を含浸した木材の炭素化物は、木材の細胞壁構造を保持した「分子ふるい炭素」の可能性を有することが示唆された。

### 1 はじめに

木材は用途に応じ、強度、寸法安定性、耐候性、微生物に対する抵抗性などを高めるため、化学的に改質される。その改質方法の一つに国産針葉樹材に対する低分子量フェノール樹脂含浸処理がある。フェノール樹脂含浸処理によって、割れを防止することができ、寸法安定性、硬さ、耐久性が改善される。それ故、近年、フェノール樹脂含浸した木材は、公園などの屋外で使用される木製品に利用されるようになってきている。フェノール樹脂含浸した木材も通常の木材と同様に廃棄後の処理法を考える必要があり、炭素化はその一つである。木材、及びフェノール樹脂はともに多孔質炭素材料の原料であり、フェノール樹脂を含浸した木材の炭素化物は両方の性能を持った多孔質炭素材料となりうる。しかしながら、そのことに関する報告はみられない。そこで本テーマでは、スギ材木粉に低分子量フェノール樹脂を含浸して、炭素化、賦活処理を施し、細孔特性を検討した。

### 2 実験方法

炭素化用試料としては、スギ材木粉（250 $\mu$ m-355 $\mu$ m）を用い、これに低分子量フェノール樹脂を含浸した後、樹脂を硬化させた。炭素化条件は、炭素化温度 900 $^{\circ}$ C、窒素雰囲気下、保持時間1時間とした。

賦活条件は、賦活温度 880 $^{\circ}$ C、二酸化炭素雰囲気下、賦活時間15、30minとした。フェノール樹脂を含浸していないスギ木粉を比較試料とした。炭素化、賦活処理による形状の変化は、電子顕微鏡(SEM)により観察した。炭素化物、賦活処理物の細孔構造の測定は、77Kにおける窒素吸着等温線測定、298Kにおける二酸化炭素吸着等温線、ブタン吸着等温線測定により行った。得られた窒素吸着等温線をもとにして、全比表面積、全細孔容積を算出した。二酸化炭素、ブタン吸着等温線をもとにして細孔容積を求めた。

### 3 結果と考察

炭素化収率は、フェノール樹脂を含浸した試料が37.8%であるのに対し、フェノール樹脂を含浸していない試料は27.7%であった。SEM観察の結果から、低分子量フェノール樹脂が細胞内腔ではなく、細胞壁内部に浸透していることが示された。フェノール樹脂を含浸していない試料は、二酸化炭素、ブタンともに吸着したのに対し、フェノール樹脂を含浸した試料は、二酸化炭素分子は吸着するが、ブタンは吸着しないという分子ふるい効果を有する。フェノール樹脂含浸した木材炭素化物は、未処理の木材炭素化物と異なる細孔特性を有していることが示唆される。

### 4 掲載論文

朝倉良平：炭素，No. 220，p. 286-288（2005）

\*1 インテリア研究所

\*2 九州大学

\*3 産業技術総合研究所

\*4 福井大学

# Al-Si亜共晶合金鋳物の引張特性に及ぼす純度の影響

小川 俊文\*1 春山 繁之\*1 恵良 秀則\*2 岸武 勝彦\*3

## Influence of Purity on Tensile Property of Al-Si Hypo-Eutectic Alloy Castings

Toshifumi Ogawa, Shigeyuki Haruyama, Hidenori Era, Katsuhiko Kishitake

純度の異なる2種類のAl-Si亜共晶合金鋳物（L合金：純度99.89mass%，H合金：純度99.98mass%）を用いて、Al-Si亜共晶合金の引張特性に及ぼす純度の影響について検討した。両合金とも基本組織は、初晶 $\alpha$ 相と共晶組織から構成されていたが、H合金の共晶組織は、L合金のものに比べて微細であった。また、L合金中には、板状の粗大Siが点在していたが、H合金では観察することは出来なかった。凝固組織におけるブリネル硬さ試験を行った結果、両合金の硬さは、ほとんど違いがなかった。室温大気中で引張試験を行った結果、両合金の引張強さは、ほぼ同じであったが、H合金の伸びは、L合金の2倍近くあった。

### 1 はじめに

アルミニウム合金鋳物であるAC4CHについて主用合金元素であるSiとMg以外の元素を低減させることで、引張強さを著しく低下させることなく伸びを大幅に向上させることが出来る可能性があることを報告した。しかし、その伸び向上のメカニズムについては解明されていない。また、Al-Si系合金の機械的性質は共晶の凝固組織に依存すると言われている。そこで本研究では、純度の異なるAl-Si合金鋳物を溶製し、その引張特性に及ぼす純度の影響について検討した。

### 2 実験方法

市販のアルミニウムインゴットと粒状珪素を原材料に用い、コールドクルーシブル溶解炉で純度の異なる2種類のAl-Si亜共晶合金を溶製した。インゴット外周の急冷組織部分と中心引け巣部分を除いた均質組織部分から、成分分析、硬さ試験、引張試験に用いる試験片を切り出した。成分分析は、JISで規定されている11元素と改良組織元素について行った。硬さ試験は、ブリネル硬さ測定器で行った。引張試験は、室温大気中、歪み速度 $1.4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ で行った。引張試験後、走査電子顕微鏡で破断面の観察を行った。

### 3 結果と考察

金属組織は、L合金に比べH合金の共晶組織が微細であった。またL合金にだけ板状粗大Siが点在していた。

両合金の凝固組織の硬さは、ほぼ同じだった。引張試験の結果を図1に示す。引張強さは、ほぼ同じだったが、H合金の伸びは、L合金の約2倍であった。走査電子顕微鏡による破断面観察の結果、H合金に比べてL合金では、脆性破面の特徴であるフラットな面が多く存在していた。これは、L合金において、 $\alpha$ 相-共晶Si界面における大規模な剥離が多く起こったものと考えられ、共晶組織における $\alpha$ 相-Si界面の結合力が、H合金に比べてL合金は弱いと予想される。

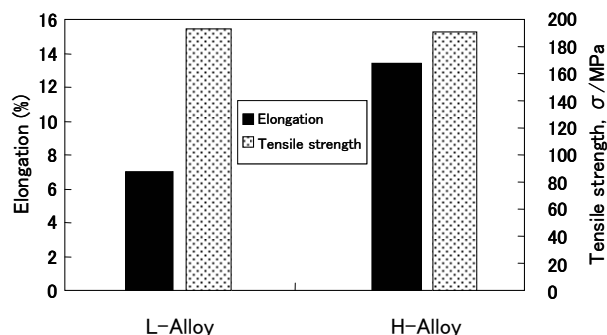


図1 引張試験の結果

### 4 まとめ

Al-Si亜共晶合金鋳物は、不純物を低減させることで、著しい引張強さの低減もなく、伸びを改善させることができる可能性があることが明らかになった。

### 5 掲載論文

Materials Transactions, Vol. 46, No. 8, p.1771-1774 (2005)

\*1 機械電子研究所

\*2 九州工業大学

\*3 大阪産業大学

# NC工作機械の動作経路計測システムの開発

牛尾 雅樹\*<sup>1</sup> 牛島 英史\*<sup>2</sup> 神谷 昌秀\*<sup>3</sup> 植原 弘之\*<sup>2</sup> 鈴木 裕\*<sup>2</sup>

## Development of a Motion Accuracy Measurement System of NC Machine Tools

Masaki Ushio, Hidefumi Ushizima, Masahide Kouya, Hiroyuki Narahara, Hiroshi Suzuki

NC工作機械の動作軌跡は、加工対象の仕上品位に大きく影響する。したがって、NC工作機械の動作軌跡を評価し、誤差要因の特定とその定量を行うことは、加工精度の追求のためには、重要である。本研究では、NC工作機械の種々の動作経路を、1台で計測可能な測定装置の開発を目指した。本報告では、測定範囲で高い真直度を持つエアスライドを組み合わせて、XY2次元平面での任意動作軌跡を計測可能な装置の開発及び試作を行い、それをを用いて動作経路の計測評価を通じて、システムの有用性を報告する。

### 1 はじめに

NC工作機械の動作軌跡は、加工対象の仕上品位に大きく影響する。したがって、NC工作機械の動作軌跡を評価し、誤差要因の特定とその定量を行うことは、加工精度の追求のためには、重要である。

円運動経路に代表される、2次元以上の動作軌跡を計測する手法として、円運動試験法や格子交差スケールによる方法さらに、実際に加工を行い三次元測定装置で形状誤差を計測評価する手法がある。円運動試験法は工作機械に円運動を行わせ、その動作軌跡をDBB(Double Ball Bar)で計測し、その結果をNC指令座標と相対的に比較し、誤差要因の特定とその定量を行うことにより、動作経路から機械精度を知ることができ、円弧軌跡の評価により、工作機械の組立精度や制御応答等を評価できるが、加工に多用される直線経路については、計測装置の構造上の問題で計測ができない。また、レーザ干渉計を複数用いて、2次元以上の動作軌跡を評価する方法も考えられるが、一般的に装置が高価であり、複数軸のレーザ光源とインターフェロメータを極めて高い精度で光路を形成しなければならない。

本研究では、NC工作機械の種々の動作経路を、1台で計測可能な測定装置の開発を目指した。本報告では、測定範囲で高い真直度を持つエアスライドを組み合わせて、XY2次元平面での任意動作軌跡を計測可能な装置の開発及び試作を行い、それをを用いて動作経路の計測評価を通じて、システムの有用性を報告する。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 計測システム

試作した計測システム計測部の写真を図1に示す。システムは、工作機械のテーブルに設置する計測部と、計測データ収録部及び解析部により構成される。計測部はベースを工作機械テーブルに固定し、その上部にボールベアリングを介して主軸に取り付けている。計測部の構造は、高分解能光学リニアスケールをエアスライドに取り付け、これを軸構成ユニット(以下計測軸)とし、試作では計測可能範囲をXY100mmとした。収録部は、それぞれの計測軸スケールから独立して出力されるパルス信号を計数し、時間的な同期を取り、X・Y軸座標数値に変換し、数値ファイルとして保存するカウンターボードを試作した。収録タイミングを1s~100 $\mu$ sで任意に設定でき、NC指令タイミングに一致させることを可能とした。解析部はパソコンを用い、NC指令座標を基準として動作軌跡を表示すると共に、動作軌跡から各誤差要因の数値を算出するプログラムを、LabVIEW(National Instruments社製)上で作成し、レーザ干渉測長器を用い、比較校正を行った。

#### 2-2 計測経路の設定

本報では、XY2次元での動作経路評価を行った。加工に用いられる経路の代表として、円運動経路・直線運動経路を設定し、動作中の座標軌跡を計測しNC指令値との比較により、誤差要因毎の誤差量の数値化を行った。

\*1 機械電子研究所

\*2 九州工業大学 情報工学部

\*3 (財)福岡県産業・科学技術振興財団

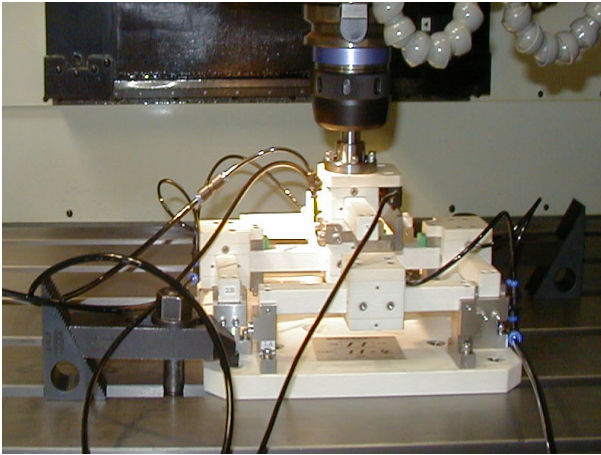


図1 計測システム(計測部)

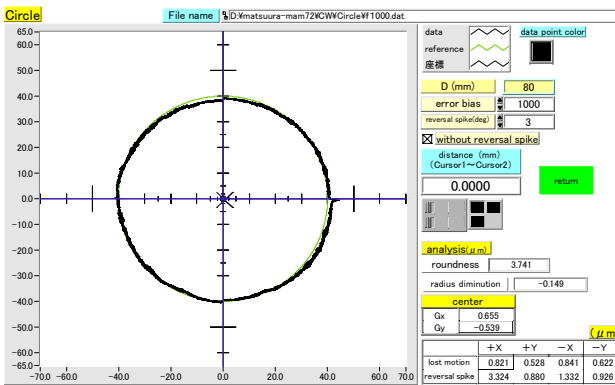


図2 動作経路計測結果(円弧補間)

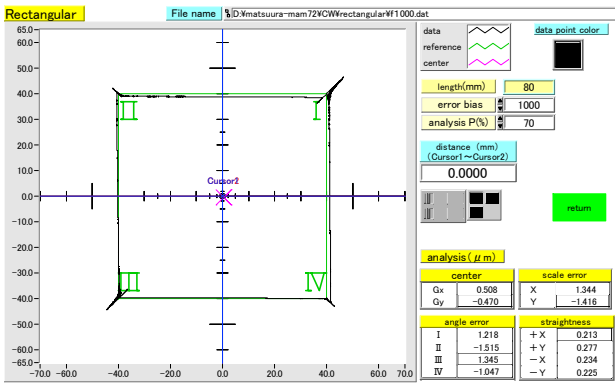


図3 動作経路計測結果(一軸直線補間)

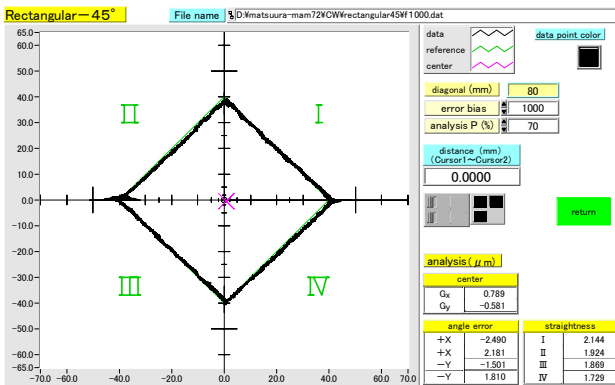


図4 動作経路計測結果(二軸直線補間)

表1 検査成績書との比較(円弧補間)

誤差要因 (μm)	検査値	解析結果
真円度	3.2	3.7
半径減少量	0	0.5

### 3 結果と考察

図2から図4は、設定した経路を計測表示し、その結果を用いて誤差要因の解析を行った結果である。

#### 3-1 出荷検査記録との比較

実験に用いた工作機械の出荷検査記録から、本システムでの計測結果と比較する誤差要因を表1にまとめる。

検査記録では、送り速度1000mm/minでの評価が中心であるため、本計測でも同速度での計測結果を用いた。

機械性能を評価する指標として用いられる、真円度について計測結果を比較した場合、DBBでは3.2μmであり、本システムでの計測結果では3.7μmであった。表1の各数値を比較することにより、本システムでの計測と、DBBによる出荷検査記録で顕著な差異は見いだせず、計測の有用性を明らかにできた。

#### 3-2 機械制御の違い

さらに、先読み加減速制御の効果について計測を行った結果を示す。送り速度を5000mm/minに設定し計測を行い、制御の違いを数値化することができた。

### 4 まとめ

- (1) 2次元平面において任意動作軌跡を計測し、結果を表示できる計測システムを開発した。
- (2) ISO230で規定された項目について、出荷検査記録との比較を行い、その妥当性を明らかにした。
- (3) 開発したシステムを用いれば、任意経路の計測をリアルタイムで行え、解析結果から制御調整を簡便かつ短時間に行えることを示した。

### 5 掲載論文

牛尾雅樹, 他: 精密工学会誌, 71巻(8号), P. 1000-1004 (2005)

# オゾン含有した氷の生成に関する研究

吉村 賢二\*1 小山 繁\*2 山本 博美\*3

## A Study on Generation of Ice Containing Ozone

Kenji Yoshimura, Shigeru Koyama, Hiromi Yamamoto

本研究では、オゾン氷製造装置の設計指針を得るために、オゾン含有した氷の生成に関する製氷特性について基礎実験を行い、水中オゾン濃度の時間的減衰に及ぼすオゾン水温度の影響を調べた。次に、所定の濃度のオゾン水を凝固させた場合の水中オゾン濃度に及ぼす冷却温度、氷直径、オゾン水初期温度及びオゾン水圧力の影響を調べた。さらに、生成したオゾン氷中のオゾン濃度の時間的減衰に及ぼす氷直径の影響を調べた。その結果、以下のことが分かった。(1)オゾン水温度が低いほど水中オゾン濃度の減衰は小さい、(2)冷却温度が低いほど、氷直径が小さいほど、またオゾン水圧力が高いほど、水中オゾン濃度が高い。(3)オゾン水初期温度が高いほど水中オゾン濃度が低い。(4)水中オゾン濃度は凝固時間との間に相関関係が成立する。

### 1 はじめに

近年、病原性大腸菌0157や腸炎ビブリオ等による食中毒が社会問題となり、消費者に安全志向・衛生志向が急激に高まっている。現在、鮮魚、野菜等の生鮮食品の長期保存・遠方輸送においては、鮮度維持を目的にオゾンガス及びオゾン水の利用が広がりつつある。オゾンは強い酸化力により殺菌・脱臭効果が大きく、時間の経過とともに酸素に分解し無害化するため、生鮮食品の安全保存に有効であるが、オゾンは保存(安定貯蔵)が難しい欠点がある。近年、オゾンの保存及び生鮮食品の鮮度維持を目的にオゾンガスを氷中に封じ込めたオゾン氷が注目されている。その理由は、オゾン氷は、オゾンによる殺菌と氷による冷却を同時に行うことができるため、生鮮食品の鮮度維持が可能になることによる。

これまでに、氷水界面における空気泡の発生と捕捉に関する研究は行われている。しかし、凝固に伴うオゾンガスの掃き出し・捕捉現象等のオゾン含有した氷の生成については、まだ研究が少なく、実用化にあたっては基礎となる実証データを蓄積する必要がある。

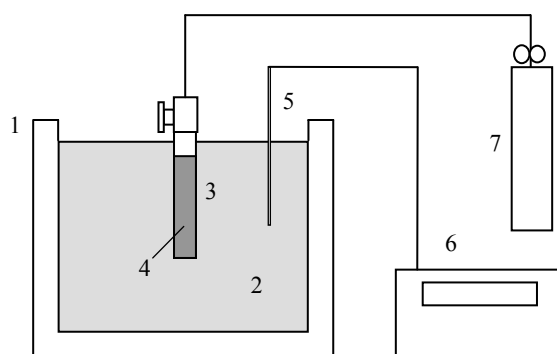
そこで本研究では、まず、水中オゾン濃度の時間的減衰に及ぼすオゾン水温度の影響を調べた。次に、所定の濃度のオゾン水を凝固させた場合の水中オゾン濃度に及ぼす冷却温度、氷直径、オゾン水初期温度及びオゾン水圧力の影響を実験によって調べた。

### 2 研究, 実験方法

#### 2-1 凝固特性実験

図1は水中オゾン濃度に及ぼす冷却温度、氷直径、オゾン水初期温度、オゾン水圧力の影響を調べるための実験装置で、低温恒温槽(1)、伝熱管(4)及び加圧用酸素ボンベ(7)で構成される。伝熱管は、内径10.0[mm]、外径12.0[mm]と内径27.4[mm]、外径30.0[mm]の2種類の硼珪酸硝子製試験管、及び内径23.0[mm]、肉厚3.5[mm]、長さ155.0[mm]のステンレス製圧力容器で、低温恒温槽内に鉛直に設置した。

凝固実験では、所定の濃度及び温度に設定されたオゾン水を伝熱管内に注入し、その後直ちに、伝熱管を所定の温度に設定された低温恒温槽内のエタノールに浸せきさせて伝熱管内のオゾン水の凝固実験を行った。



- |                                  |                  |
|----------------------------------|------------------|
| 1 Constant temperature bath      | 2 Ethanol        |
| 3 Test tube                      | 4 Ozonized water |
| 5 Mineral insulated thermocouple | 6 Data recorder  |
| 7 Oxygen bomb                    |                  |

図1 凝固実験装置

\*1 機械電子研究所

\*2 九州大学先端物質科学研究所

\*3 福岡県商工部 新産業・技術振興課

凝固実験条件は、冷却温度 $T_w=-190\sim-20$  [°C]、氷直径 $d_i=10.0$ 及び $27.4$  [mm]、オゾン水初期温度 $T_{\ell o}=5\sim 25$  [°C]、オゾン水圧力 $P_{\ell}=0.1\sim 1.1$  [MPa]である。また、製氷前の水中オゾン濃度 $C_{\ell}=10.0$  [g/m<sup>3</sup>]、氷長さ $\ell_i=65.0$  [mm]に固定した。水中オゾン濃度はヨウ素滴定法で測定した。

### 3 結果と考察

#### 3-1 凝固特性実験

図2に氷直径 $d_i$  [mm]及びオゾン水初期温度 $T_{\ell}$  [°C]を変えた場合の水中オゾン濃度 $C_i$  [g/m<sup>3</sup>]と冷却温度 $T_w$  [°C]の関係を示す。オゾン水圧力 $P_{\ell}=0.1$  [MPa]に固定した。また、氷直径は $d_i=10.0$ 及び $27.4$  [mm]、オゾン水初期温度は $T_{\ell o}=5$ 及び $15$  [°C]である。図2より、オゾン水初期温度 $T_{\ell o}=5$ 及び $15$  [°C]のどちらの場合も、冷却温度 $T_w$ が低いほど、また氷直径 $d_i$ が小さいほど水中オゾン濃度 $C_i$ が高いことが分かる。これは冷却温度 $T_w$ が低く、また氷直径 $d_i$ が小さいほど凝固時間が短くなり、氷中にオゾンガスが多く封入されるためと考えられる。また、オゾン水初期温度 $T_{\ell o}=5$ 及び $15$  [°C]のどちらの場合も、氷直径 $d_i$ が小さい場合は冷却温度 $T_w$ の影響が大きいことが分かる。

図3に冷却温度 $T_w$  [°C]及び氷直径 $d_i$  [mm]を変えた場合の水中オゾン濃度 $C_i$  [g/m<sup>3</sup>]とオゾン水初期温度 $T_{\ell o}$  [°C]の関係を示す。オゾン水圧力 $P_{\ell}=0.1$  [MPa]に固定した。図3より、氷直径 $d_i=10.0$ 及び $27.4$  [mm]のどちらの場合も、オゾン水初期温度 $T_{\ell o}$ が高いほど水中オゾン濃度 $C_i$ が低いことが分かる。本実験では、円筒型伝熱管内のオゾン水の冷却開始と同時に、冷却面付近のオゾン水の凝固が始まり、伝熱管の中心に向かって凝固が進む。その際、オゾン水の冷却は、オゾン水の自然対流による熱伝達が主である。従って、オゾン水初期温度 $T_{\ell o}$ が高いほど、オゾン水の冷却開始から全て凝固するまでの時間が長くなり、オゾンの分解が進むため、水中オゾン濃度 $C_i$ は低くなる。

#### 4 まとめ

- (1) 冷却温度が低いほど、また氷直径が小さいほど水中オゾン濃度が高い。
- (2) オゾン水初期温度が高いほど水中オゾン濃度が低い。冷却温度が高く、氷直径が大きい条件ほどオゾン水初期温度の影響は大きくなる。

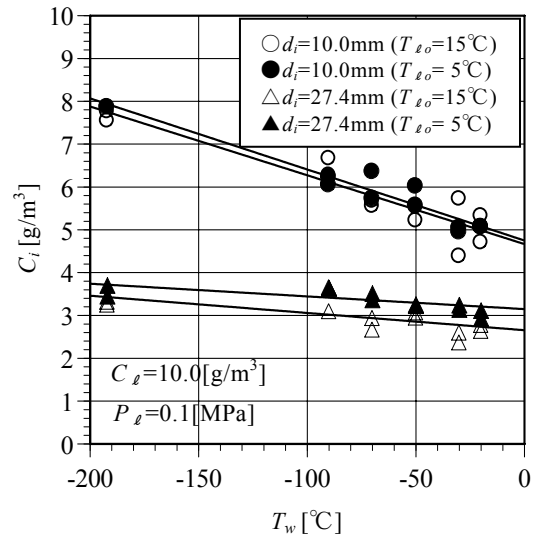


図2 水中オゾン濃度に及ぼす冷却温度の影響

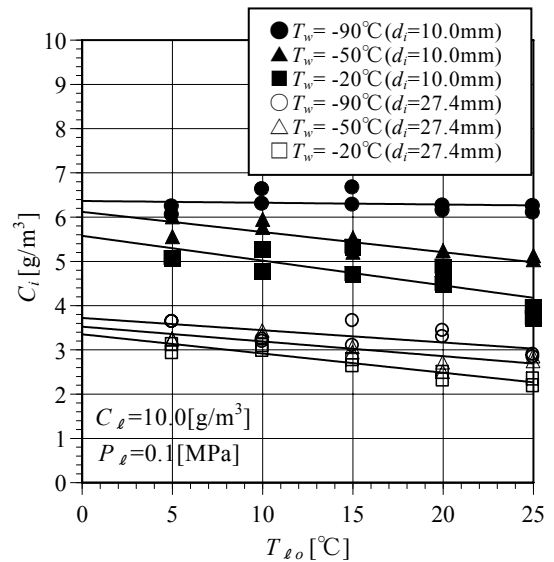


図3 水中オゾン濃度に及ぼすオゾン水初期温度の影響

- (3) オゾンを含有了した氷の生成過程において、水中オゾン濃度は凝固時間との間に相関関係が成立する。
- (4) オゾン水圧力 $P_{\ell}=0.1\sim 0.8$  [MPa]の範囲では、オゾン水圧力が増加するほど水中オゾン濃度は増加する。
- (5) オゾン氷生成時に固液界面において、オゾンの分解、オゾンガスのオゾン水への再溶解及び大気への放出が生じている。

#### 5 掲載論文

吉村賢二，小山繁，山本博美：日本冷凍空調学会論文集，22巻(4号)，p. 429-436(2005)



# 海産物の温風乾燥における熱・物質伝達

林 伊久\*<sup>1</sup> 鶴田 隆治\*<sup>2</sup> 谷川 洋文\*<sup>2</sup>

## A Heat and Mass Transfer in Warm-air Drying of Seafood

Tadahisa Hayashi, Takaharu Tsuruta, Hirofumi Tanigawa

本研究の最終目的は、海産物の効率的な乾燥方法の開発である。そこで本稿では、ホタテ貝柱を用いた温風乾燥実験を行い、熱・物質伝達機構を調べた。また、乾燥過程における貝柱の筋繊維に関する生物学的な変化も観察した。実験の結果、乾燥過程においてホタテ貝柱の表面の変質と貝柱内部の温度上昇にともなう浸透圧の増加によって筋繊維が膨潤することが分かった。さらに、この筋繊維の収縮と膨潤が貝柱内部の水分流路を閉塞する。これが内部輸送抵抗であり乾燥速度を低下させている原因であることを明らかにした。

### 1 はじめに

現在、ホタテ貝柱や海苔等の海産物の乾燥方式としては、主に温風乾燥が用いられている。バッチ式が多く、一度に100~300kgを乾燥させるが、乾燥物の品質改善などのために温風温度を40~60℃程度に抑えて運転されており、乾燥時間もかなり長い上に、変色や割れなどによる歩留まりが悪いなど、未だに多くの技術課題を抱えている。

そこで本研究では、温風乾燥時の海産物の熱・物質伝達を調べることにより、その乾燥機構を明らかにし、乾燥速度やエネルギー効率の低下等の原因を究明した。

### 2 実験と考察

本研究では、海産物としてホタテ貝柱を使用した温風乾燥実験を行い、乾燥特性を把握するとともに各乾燥過程におけるホタテ貝柱内部の含水率分布測定および細胞組織の観察を行って実験的にその温風乾燥機構を調べた。また、実験で得られたデータをもとに近似的解析を行い、温風乾燥機構を検証した。

図1に乾燥前と乾燥2時間後の貝柱断面の細胞写真を示す。これにより乾燥2時間後の表面近傍の細胞が収縮して密集しているのが分かる。また、貝柱中央横断面から浸透圧により筋繊維が膨潤している様子が分かる。したがって筋繊維の収縮と膨潤により貝柱内の水分流路が閉塞されて内部輸送抵抗が形成されると考えられる。この内部輸送抵抗が乾燥速度の低下の原因であると考えられる。また、この内部輸送抵抗の発生は、乾燥実験および熱伝導数値解析でも確認している。

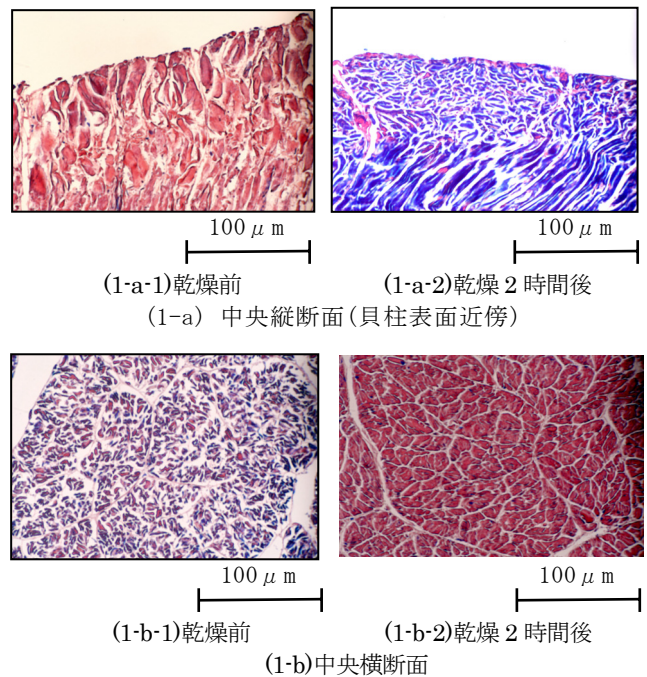


図1 貝柱の顕微鏡写真(×400)

### 3 まとめ

温風乾燥では、乾燥過程での細胞変成により生じる内部輸送抵抗によって乾燥速度が急速に低下することを明らかにした。

### 4 掲載論文

林伊久, 鶴田隆治, 谷川洋文: 日本機械学会論文集(B編), 72巻(715号), p. 163-169(2006)

\*1 機械電子研究所

\*2 九州工業大学工学部

# 小型電波無響室サイト減衰量のラージセルを用いたFDTD解析法

川畑 将人\*<sup>1</sup> 石田 康弘\*<sup>1</sup> 島田 一夫\*<sup>2</sup> 桑原 伸夫\*<sup>3</sup>

## FDTD Method for Site Attenuation Analysis of Compact Anechoic Chamber Using Large-Cell Concept

Masato Kawabata, Yasuhiro Ishida, Kazuo Shimada, Nobuo Kuwabara

レイトレーシング法の適用が困難な100MHz以下の周波数帯域における電波無響室の理論評価手法の確立を目的として、小型電波無響室サイト減衰量のFDTD解析法について検討した。PC程度の計算機で解析可能とするため、ラージセルを用いて送受信アンテナおよび電波吸収体をモデル化した。これらのモデル化手法を用いて小型電波無響室のサイト減衰量解析を実施した結果、測定値とほぼ±1dB以内、最大でも±2dB以内で一致し、本手法により低周波数帯域での小型電波無響室の理論評価が可能となった。

### 1 はじめに

電波無響室の理論評価手法としてはレイトレーシング法が一般的であるが、電磁波を光線近似しているため、電波無響室の寸法が波長と同程度となる100MHz以下での適用は困難である。本研究では、100MHz以下の周波数帯域における電波無響室の理論評価をPC程度の計算機で可能とする手法の確立を目的として、アンテナのエレメント径や電波吸収体の厚さに比べて大きなセル（ラージセル）を用いたFDTD法によるサイト減衰量解析法を検討した。

### 2 解析方法

#### 2-1 アンテナのモデル化

サブセル法を用いたFDTD法により自由空間の伝搬特性を解析し、線状アンテナの解析に優れているモーメント法による解析結果と一致するようにアンテナの等価エレメント径を決定した。

#### 2-2 電波吸収体のモデル化

電波吸収体の厚さをセルサイズと同じとして、平面波の垂直入射の反射係数が一定となるようにセル内の等価誘電率、等価透磁率を決定した。

### 3 結果と考察

サイト減衰量の測定結果および解析結果を図1に示す。図の縦軸は自由空間のサイト減衰量との偏差を示している。自由空間のサイト減衰量とは最大で6dB程

度の偏差が生じており、解析により電波吸収体の影響が評価されていることがわかる。レイトレーシング法による解析では、80MHzより低い周波数帯域でディップ、ピークが測定値と著しく異なっているが、FDTD法による解析では、どの帯域においてもほぼ±1dB以内、最大でも±2dB以内となり、特性を良く捉えていることがわかる。

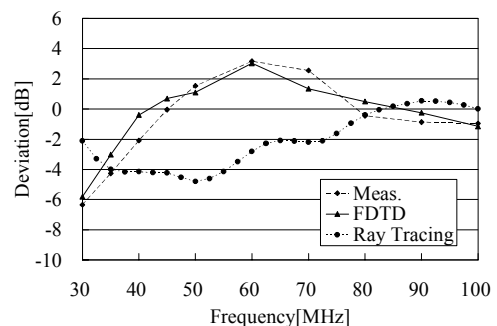


図1 サイト減衰量の測定結果および解析結果

### 4 まとめ

本解析法により、これまで困難であった100MHz以下の周波数帯域における小型電波無響室の理論評価が可能となった。100MHz以下における電波無響室の設計に有効であると考えられる。

### 5 掲載論文

電気学会論文誌 A, Vol.125, No.10, p.784-790 (2005)

\*1 機械電子研究所

\*2 リケンエレテック(株)

\*3 九州工業大学

# 小型電波無響室サイト減衰量解析におけるFDTD法とレイトレーシング法の適用周波数範囲の検討

川畑 将人\*<sup>1</sup> 石田 康弘\*<sup>1</sup> 島田 一夫\*<sup>2</sup> 桑原 伸夫\*<sup>3</sup>

## Comparison of Site Attenuation Analysis Results between FDTD and Ray-Tracing Method Using Compact Anechoic Chamber

Masato Kawabata, Yasuhiro Ishida, Kazuo Shimada, Nobuo Kuwabara

電磁界解析による電波無響室評価の適用周波数範囲を明確にするため、FDTD法およびレイトレーシング法を用いて小型電波無響室のサイト減衰量解析を実施し、測定値と比較した。その結果、FDTD法は30MHzから250MHzで、レイトレーシング法は180MHz以上で適用可能であることがわかった。さらに、電波無響室のサイズを変化させて解析した結果、サイズが大きくなるに従ってレイトレーシング法の適用下限周波数が低くなることがわかった。

### 1 はじめに

電波無響室の理論評価手法として高周波数帯域ではレイトレーシング法が、低周波数帯域ではFDTD法が用いられるが、FDTD法においては100MHz以上の周波数帯域での複合型電波吸収体のモデル化手法が未確立であり、両者の適用周波数範囲も明らかになっていない。本研究では、FDTD法による理論評価手法を100MHz以上に拡張し、レイトレーシング法との適用周波数範囲を検討した。また、電波無響室のサイズとレイトレーシング法の適用下限周波数の関係についても検討した。

### 2 解析方法

#### 2-1 FDTD法

小型電波無響室で一般に使用されている複合型電波吸収体を、フェライトタイルについては平面波の垂直入射の反射係数が一定となるように、フェライト系ピラミッドについては体積比で平均化するようにセル内の等価誘電率、等価透磁率を決定した。

#### 2-2 レイトレーシング法

複合型電波吸収体を16層の平板多層近似でモデル化し、5回反射まで考慮したイメージ法により解析した。

### 3 結果と考察

サイト減衰量の解析結果を図1に示す。図の縦軸は測定値との偏差を示している。測定値との偏差 $\pm 2$ dB以内を許容値とすると、小型電波無響室を対象とした

場合、FDTD法は30MHzから250MHzで、レイトレーシング法は180MHz以上で適用可能であることがわかった。さらに、電波無響室のサイズを変化させて解析した結果、サイズが大きくなるに従ってFDTD法とレイトレーシング法との偏差が小さくなり、レイトレーシング法の適用下限周波数が低くなることがわかった。

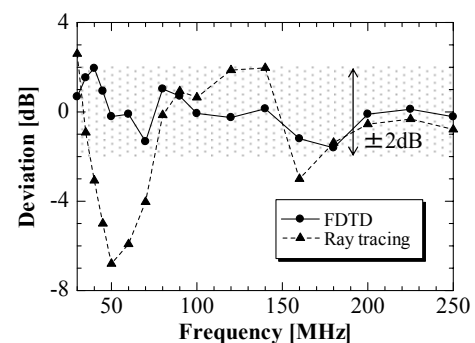


図1 サイト減衰量解析結果

### 4 まとめ

FDTD法による理論評価手法を100MHz以上に拡張し、レイトレーシング法との適用周波数範囲を明らかにした。これらの手法を併用することにより、放射妨害波試験の測定周波数全域における小型電波無響室の理論評価が可能となった。

### 5 掲載論文

IEICE TRANSACTIONS on Communications, Vol.E88-B, No.8, p.3152-3157 (2005)

\*1 機械電子研究所

\*2 リケンエレテック(株)

\*3 九州工業大学