

久留米絣の代替染色技術の開発

泊 有佐^{*1} 堂ノ脇 靖巳^{*1} 浦川 稔寛^{*1} 川村 健太郎^{*1} 田中 恭子^{*1} 諫山 宗敏^{*1}

Development of the Substitutive Dyeing Method for KURUME KASURI

Arisa Tomari, Kiyoshi Donowaki, Toshihiro Urakawa, Kentaro Kawamura,
Kyoko Tanaka and Munetoshi Isayama

今後の供給が危ぶまれているナフトール染料の代替染料として反応染料を用いた括り染色技術の検討を行った。染色は添付白布の綿生地、および40番綿糸160本を括ったものを用い、恒温法、冷却法、昇温法の3法で前処理し、温度、およびアルカリ添加量を変化させ、これらの染色濃度と洗浄残液について調べた。この結果、染色温度60で目標とした濃色を出すことに成功するとともに、同温度でも括り部分の防染が得られた。

1 はじめに

200年の伝統をもつ久留米絣は、我が国の三大綿絣産地（備後絣（広島県）、伊予絣（愛媛県）、久留米絣（福岡県））の中でも伝統的な技術（藍染め、括り技法、手織）を伝承しながら、生産額年間10億円と産業として一定のマーケットを確保している唯一の産地である。

久留米絣の基調色は元来紺色で、天然藍によって染色されてきた。1907年頃から従来の藍と合成インジゴを合わせる「併用建て法」を始めたことを契機にインジゴ以外の合成染料を用いる機運が高まり、現在のナフトールAS-SWとブラックKソルトとの組み合わせによるナフトール染料が定着した。現在では全生産量の約80%以上をナフトール染料が占めている¹⁾。

1970年頃、ナフトール染料の下漬け剤であるナフトールAS-SWの原料 - ナフチルアミンの発ガン性が問題となり、国内染料メーカーが生産を中止した。その後、独ヘキスト社が供給していたが、最近では独ヘキスト社も生産を中止し、インド、中国で生産している。一方、ナフトール染料の顔色剤であるブラックKソルトはダイスターが2002年に製造中止したため、その後はスイスのローナー社で生産されたものを購入していた。しかし、2006年6月にローナー社も染料部門を廃止し、このことから、ブラックKソルトを国内外から入手することが困難となった。久留米絣業界でも備蓄していたナフトール染料は2006年12月末で完全に底をつく状況となり、久留米絣の染色方法について根本的な再検討を早急に行うことが必要となった。

これらの背景から、本研究ではナフトール染料に代

わる化学染料を用いた括り染色技術の可能性を求めて、染料の選択、および染色方法について検討を行った。

2 研究、実験方法

2-1 代替染料の検討

現在市販されている染料の中からナフトール染料に最も近い濃紺を再現でき、かつ久留米絣特有の括り染色法（図1）に対応できるのは、バット染料、直接染料、硫化染料、反応染料と考えられる。その中でも反応染料は、繊維染料間が最も結合エネルギーが高く安定な共有結合となるため、非常に優れた摩擦堅ろう度を示す。そこで、今後の久留米絣業界の発展を考慮し、濃色でも染色堅牢度の維持できる反応染料について検討を行った。

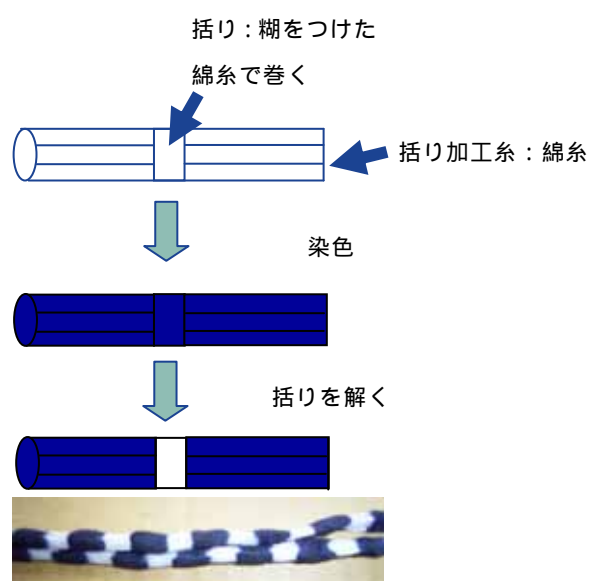


図1 括り染色方法について

*1 化学繊維研究所

2-2 染色方法の検討

2-2-1 添付白布を用いた染色条件の検討

反応染料は、ブラックKソルトと色相が類似しているダイスター製 Remazol Carbon RGBを使用した。染色濃度は12%owfとし、染色試験には、色相、濃度の測定を目的として添付白布の綿生地を使用した。

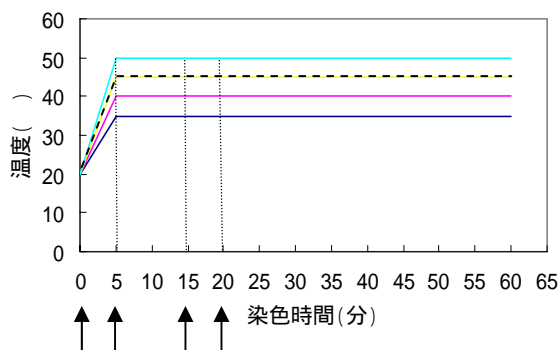


図2 恒温法

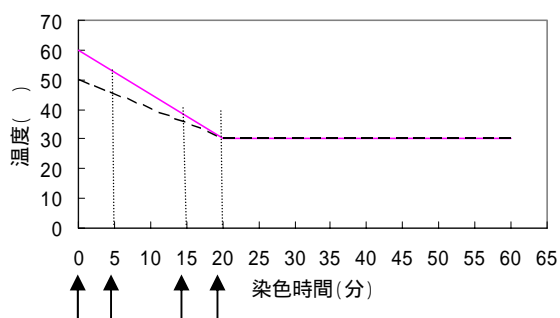


図3 冷却法

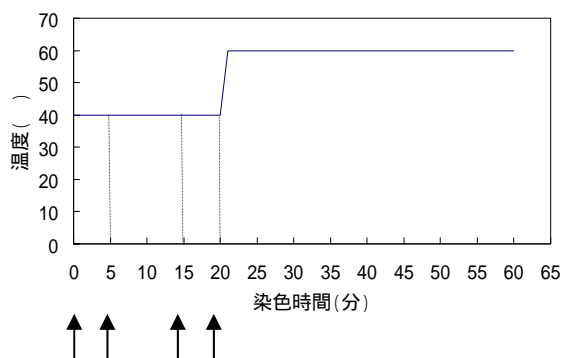


図4 昇温法

染料 + ポウショウ
 ポウショウ
 アルカリ (Na_2CO_3)
 アルカリ (Na_2CO_3)

染色結果に影響を及ぼす因子としては、温度、塩添加量、アルカリ添加量、浴比が挙げられる。反応染料の吸尽染色法の中にも様々な方法があるが、温度の調節が簡便な方法としては、恒温法(図2)、冷却法(図3)と昇温法(図4)がある。ここで、染色温度とは、恒温法、昇温法では昇温後一定になった際の温度、冷却法では初期温度を指す。

染色温度とアルカリ濃度による染着効果の判定のため、染色温度を恒温法で35,40,45,50 に、冷却法で50,60 で設定し、アルカリ濃度 (Na_2CO_3) を30~200%owfの範囲で調整した。その後、2回水洗を行い、乾燥後の染色布の色を色差計で測定するとともに、2回水洗後の洗浄残液の吸光度を紫外可視分光光度計によって測定した。

2-2-2 括り加工系を用いた冷却法と昇温法

反応染料は、2-2-1と同じものを使用した。染色試験は、括り染色の効果を判定するために括りを施した綿糸を使用した。括りは、広川紺共同組合にある経糸用自動機械括り機を用い、漂白後の綿糸160本を引き揃え、括り幅を4cmとした。括り糸に使用する糊は、久留米紺で伝統的に行われている小麦粉(中力粉)を鍋で加熱溶解させたものと、でんぷん(小麦粉:タピオカ=6:4)を工業的に加熱増粘させたハイノリンを使用した。括り糸は綿、綿/ビニロンを用いた(表1)。

表1 糊と括り糸の条件

	糊	括り糸
1	小麦粉	綿
2	ハイノリン	綿
3	ハイノリン	綿/ビニロン

表2 括り加工系の前処理条件

	前処理条件
a	水に一晩浸せき
b	0.5%NaOHaq.に一晩浸せき
c	0.5%NaOHaq.に一晩浸せき後、染色反応液に利用

ナフトール染色では、下漬剤と顕色剤のそれぞれの浴に浸漬させる2浴染色法で、常温常圧で染色時間が15分と短時間であることから、繊維中の染料の拡散が抑

制され、括り部分を汚染することはない。一方、反応染料を用いる一般的な染色方法は、アルカリ存在下、高温で長時間染色する為、括り部分への染色の拡散が問題となっている。そこで、我々は反応染色の科学的な理論を再検討し、反応染料とセルロースの反応が、アルカリ存在下での求核的付加反応であることから、先に繊維にアルカリを含浸させ、染料と繊維の反応性を高くし、括り部分の両端で染色反応が進行することによるキャッピング効果が発生し、括り部分への染料の拡散を抑制する効果があるのではないかと想定した。そこで、染色の前処理条件として、括り加工糸を、表2に示す条件で前処理を行い、比較検討した。

染色は、染色温度60 で冷却法と昇温法を行った。染色後の洗浄工程は、水洗、80 湯洗（酢酸で中和）、80 ソーピング、80 湯洗、水洗を各5分間行った。乾燥後、糸の色を色差計で測定し、水洗後の洗浄残液を紫外可視分光光度計にて吸光度測定を行った。また、括りを解いた後の括り部分の染料汚染について、汚染用グレースケール（JIS L 0805）にて判定した。

3 結果と考察

3-1 添付白布による染色条件の検討

図4に添付白布による恒温法での染着試験、図5に添付白布による冷却法での染着試験の結果を示す。久留米紺特有の濃い黒色は、 L^* 値で14~15が最適とされる。一方、残液の吸光度は白布への染色が進行することによって、染料分が減ることから、低いほど、染着がよいといえる。アルカリ濃度が高く、染色温度50 と60の L^* 値が小さく、残液吸光度も低いことから、染色布を濃く染色し、染着もよいといえる。

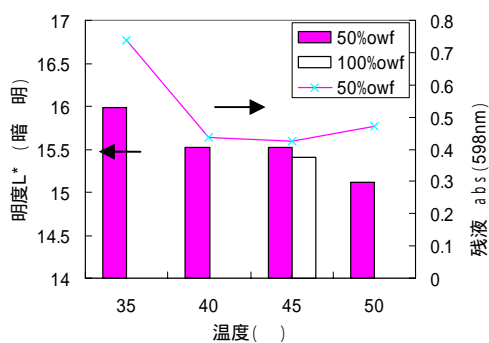


図4 恒温法による染着試験

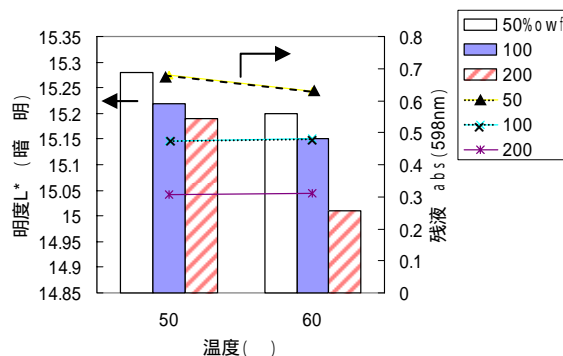


図5 冷却法による染着試験

3-2 括り加工糸による染色条件の検討

添付白布による染色条件の検討を行った結果、染色温度60 の条件が良好な結果であることから、括り加工糸を使い、染色温度60 で冷却法、並びに昇温法を用いて、染着試験を行った。その結果を図6、図7に示す。ここで、数値の1,2,3は表1を、アルファベットのa,b,cは表2の条件を表す。この結果から、前処理として0.5%水酸化ナトリウム水溶液に一晩浸せき (b)の方が、水に一晩浸せき(a)よりも、 L^* 値が低く、濃色染色に効果的であるといえる。糊/括り糸がハイノリン/綿・ビニロンの場合を除いて、小麦粉/綿、ハイノリン/綿の場合でも、0.5%水酸化ナトリウム水溶液に一晩浸せき (b)の方が、水に一晩浸せき(a)よりも、残液の吸光度が低く、より染着しているといえる。

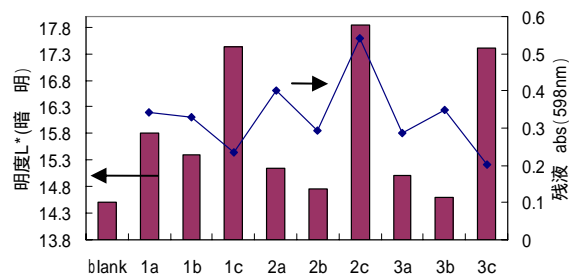


図6 冷却法による染着試験

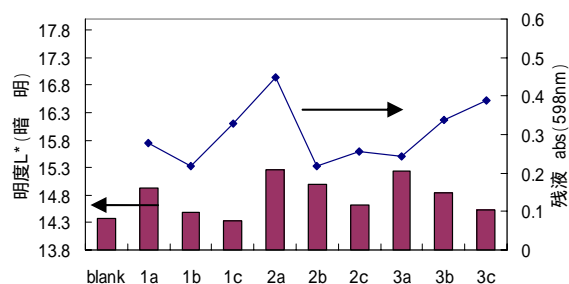


図7 昇温法による染着試験

一方、0.5%水酸化ナトリウム水溶液に一晩浸せき後、浸せき液を染色反応液として利用する方法(c)を用いた場合は、冷却法ではL*値17以上になり濃色に染色することができなかった。

表3 括りの汚染について

	1:糊/括り系 = 小麦粉/綿			2:ハイリン/綿			3:ハイリン / 綿・ビロン		
	a	b	c	A	b	c	a	b	c
冷却法	5	5	2	1-2	3-4	1-2	2	4	3-4
昇温法	4-5	5	4	1-2	3-4	3	3	4	3-4

表3に染色後括り加工系の括りを解いたときの括り部分の汚染について結果を示す。ナフトール染料で染色したものは、括り部分の汚染はなく、5級であった。冷却法、昇温法ともに1a, 1bが括り部分の汚染がなく防染効果が良好である。冷却法、昇温法ともに前処理条件としては、前処理を0.5%水酸化ナトリウム水溶液に一晩浸せき(b)したの方が、水に一晩浸せき(a)するよりも防染効果があることが明らかとなった。

また、糊について、小麦粉とハイノリンを比較すると、濃色化については特別な差異はないが、括り部分の汚染は、小麦粉の方が防染効果は高いことが認められた。

4 まとめ

1970年の研究報告では、括り加工系の反応染料を用いた染色は、括り部分の汚染が大きいため実用化が困難と考察されていた。しかし、括り加工系を前処理し、染着効果と括り部分の汚染を判定した結果、冷却法と昇温法ともに以下のことが認められた。

前処理でアルカリ浸せきする方が、水に一晩浸せきするよりも、濃色に染色でき、括り部分の汚染もない。

糊の防染について、小麦粉とハイノリンで比較したが、差異はない。

以上のことから、染色の前処理と染色方法を工夫することで、反応染料で久留米絣用の括り糸を染色できることが示された。今後、更にアルカリ前処理条件、括り幅や糊等を詳細に検討し、業界への反応染料普及に努める予定である。

5 参考文献

- 1)平成17年度 伝統的工芸品産地調査診断事業 報告書 - 久留米絣 - (財)伝統的工芸品産業振興協会

動物繊維の有害物質吸着機能発現

堂ノ脇 靖巳^{*1}

Functionalizing Animal Fibers as Absorption of Toxic Substances

Kiyoshi Donowaki

動物繊維の構成成分であるアミノ酸側鎖を化学修飾することによって動物繊維自身を機能性物質とする研究を行っている。今回は吸着機能の発現を目的として動物繊維の改質を行い、その吸着機能を調査した。ここでは、機能発現手法として用いたキサントプロテイン反応条件の検討、および作製した機能性繊維の物性、および吸着現象を報告する。特に、ホルムアルデヒド、アンモニアの水溶液中における吸着では、従来用いられている顆粒状活性炭を上回る性能を見出した。

1 はじめに

我が国では加工技術によって新機能を付与した繊維材料の開発、特に非衣料への展開が行われている。日本化学繊維協会がまとめた国内ミル消費量では、1998年と比較して衣料が43.2%の減少に対して、産業資材では3.7%増加しており、非衣料用途への拡大が示されている¹⁾。一方、筆者は繊維の構成成分を利用した新たな機能発現方法の一つとして、動物繊維（蛋白質）の発色による新しい高堅牢な着色技術を開発した²⁻⁴⁾。この技術は構成成分の一つであるアミノ酸を化学的に処理し、繊維自身を発色体とするものである（図1）。この手法の利点は、繊維自身が色を持つため、汗、洗濯、摩擦によって色落ちが起こらない、つまり機能を保持できる。また、加工時に染料を使わないために排水処理負荷を大きく削減できる特長がある。

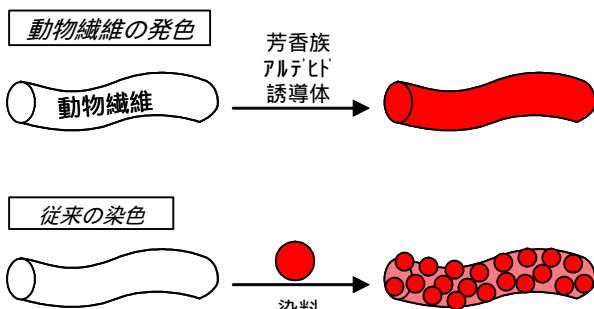


図1 繊維成分を利用した着色方法と従来法

そこで本研究でも、従来の機能性物質を固着・結合する方法ではなく、繊維の構成成分を利用した吸着機能の発現を行い、非衣料用途展開を目指した研究を行

った。具体的には、動物繊維に特有なキサントプロテイン反応を利用して動物繊維にニトロ基（ $-NO_2$ ）を複数導入し、またニトロ基を還元することで複数のアミノ基（ $-NH_2$ ）にする新しい繊維改質方法を行った（図2）。ニトロ基は負に、アミノ基は正に極することから、これらを便宜上、アニオン繊維、カチオン繊維とし、電荷的な性質からカチオン、アニオン性の有害物質を吸着することが期待できる。そこで本報告では、図2の方法による機能性繊維の作製、物性評価、及び水溶液中での各種有害物質吸着現象について報告する。

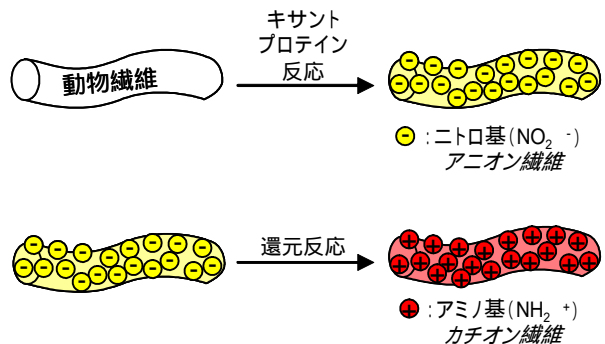


図2 本研究の機能発現概念

2 研究, 実験方法

2-1 機能性動物繊維の作製

動物繊維は標準添付白布(日本規格協会)の絹2-2号と毛1号を用いた。動物繊維のキサントプロテイン反応は、浴比1:10になるように硝酸水溶液を加え、1時間処理した。その後、水、1%炭酸水素ナトリウム、水の順で洗浄し、洗浄水の伝導率が $10^{-3} S/m$ 以下になるまで洗浄し、これをアニオン繊維とした。カチオン繊維は、アニオン繊維に浴比1:10になるように5%

*1 化学繊維研究所

ハイドロサルファイト水溶液を加え、60℃、15分間処理し、上記と同様に水洗して作製した。作製したサンプルを表1に示す。

表1 作製したサンプル略名

アニオン繊維		カチオン繊維	
WN000	未処理の毛	WNH00	WN000を還元
WN005	5%硝酸処理毛	WNH05	WN005を還元
WN010	10%硝酸処理毛	WNH10	WN010を還元
WN015	15%硝酸処理毛	WNH15	WN015を還元
SN000	未処理の絹	SNH00	SN000を還元
SN005	5%硝酸処理絹	SNH05	SN005を還元
SN010	10%硝酸処理絹	SNH10	SN010を還元

2-2 吸着実験

2-2-1 アルデヒド誘導体

アルデヒド誘導体はホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、プロピルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、*n*-バレールアルデヒド、イソバレールアルデヒドを用いた。これらの吸着実験は、吸着材0.5gを浴比1:20となるように調整した30g/m³の各種溶液に加えて、25℃で振とうして行った。残存する溶液中のアルデヒド誘導体の定量は、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン捕集 - 高速液体クロマトグラフ法 (DNPH-HPLC) を用いて検量線法で評価した^{5,6)}。

2-2-2 アンモニア

100g/m³のアンモニア水溶液を調整し、2-2-1と同様な操作で吸着実験を行い、HACH社製 Nチューブテスト法により溶液中の残存アンモニア量を定量した。

2-2-3 重金属

上記と同様な手法で吸着試験を行い、クロム(VI)は433nmの吸光度を測定して、その他はNIPPON JARRE II - ASH製の高周波アルゴンプラズマ電源装置 (ICP) ICAP-88にて評価した。

3 結果と考察

3-1 機能性動物繊維

3-1-1 窒素導入評価

キシントプロテイン反応は、芳香環を有するアミノ酸側鎖に複数のニトロ基が導入され、動物繊維が黄化することが知られている⁷⁾。そこで、色を表すLab表色系の中で黄色を示すb値にてニトロ基の導入を評価した。この結果を図3に示すが、硝酸濃度が高くなる

ほど、また温度が高くなるほど、反応が進行して絹と毛では黄化値は変わらないことが示された。60℃の処理に着目すると、毛は反応終了までに10%濃度の硝酸が必要であるのに対し、絹は5%を超える程度であった。この結果は元素分析による窒素の分析からも支持された。

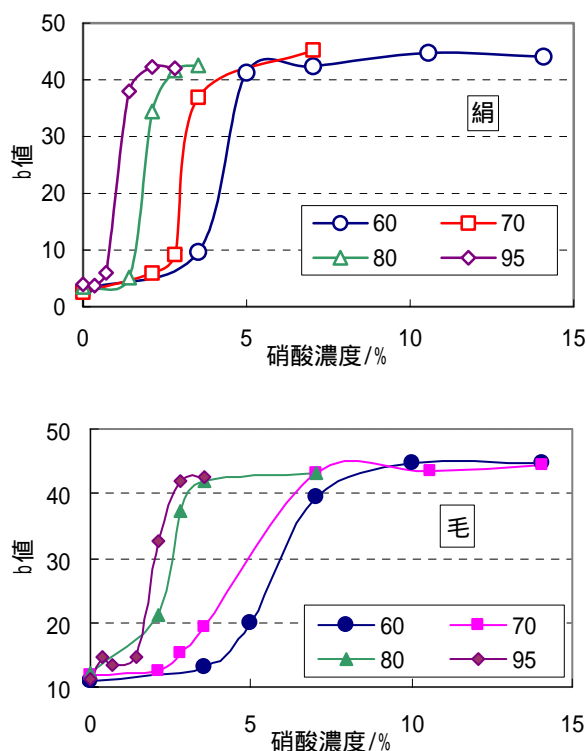


図3 硝酸濃度に対するニトロ基導入挙動

表2 動物繊維のアミノ酸組成 (g/100g-fiber)⁸⁾

アミノ酸名	絹フィブロイン	羊毛ケラチン
チロシン	11.8	6.6
フェニルアラニン	1.15	4.46
トリプトファン	0.36	3.33

表2に絹と毛の主な芳香族系アミノ酸の組成を示す。全体的に両者の芳香族系アミノ酸量はほぼ同じであったが、チロシン組成は、絹の方が毛の約2倍あった。チロシンは側鎖に*p*-フェノール基をもち、これはニトロ基の導入過程で生成するニトリルイオンの求電子置換反応を受けやすくなる。このために絹のニトロ化が促進されたものと考えられ、アミノ酸組成量とニトロ化反応挙動の相関がみられた。

3-1-2 物性評価

キサントプロテイン反応は温度により反応効率が向上したが、動物繊維の物性変化が予想される。そこで、各温度で反応した動物繊維生地の引張強度を調べた。この結果を図4に示すが、温度の上昇に伴って、強度低下が進行することが示された。しかしながら、60での絹と毛の反応終点であった5%、10%硝酸濃度では、ともに100N程度あり、取扱い上は問題のない強度であった。そこで、以下の吸着材は60にて処理した繊維を用いた。

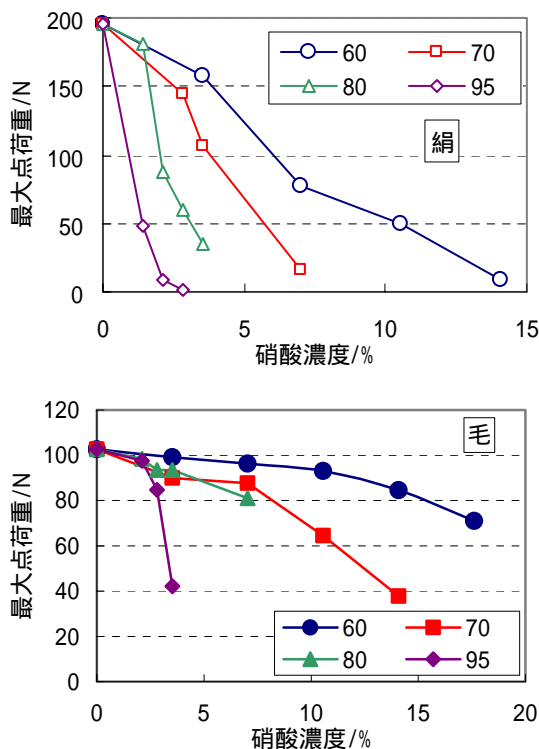


図4 硝酸濃度による引張強度変化

3-1-3 アルデヒド誘導体の吸着

図5にホルムアルデヒドの吸着結果を示す。この結果からカチオン繊維が優位であり、かつキサントプロテイン反応による窒素導入効果が明らかとなった。また、従来の顆粒状活性炭と比べても最大約6.5倍の吸着向上がみられた。そこで、カチオン繊維に着目して、その他のアルデヒド誘導体の吸着実験を行った。図6にカチオン繊維による各種アルデヒド誘導体の吸着結果を示す。従来の顆粒状活性炭ではアルデヒド分子が大きくなるにつれて吸着率が大きくなり、活性炭の細孔サイズによる物理吸着現象が示されたのに対し、本繊維ではホルムアルデヒド吸着以外で極端に能力が減

少し、ホルムアルデヒドを特異的に吸着することが示された。

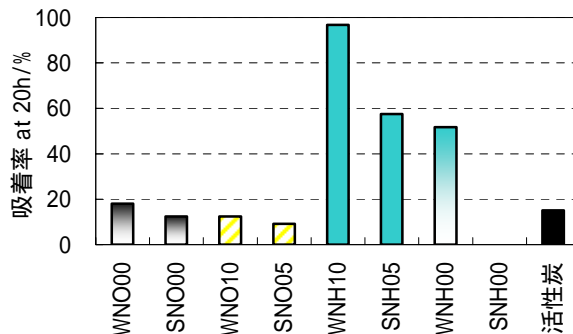


図5 各種吸着材によるホルムアルデヒド吸着特性

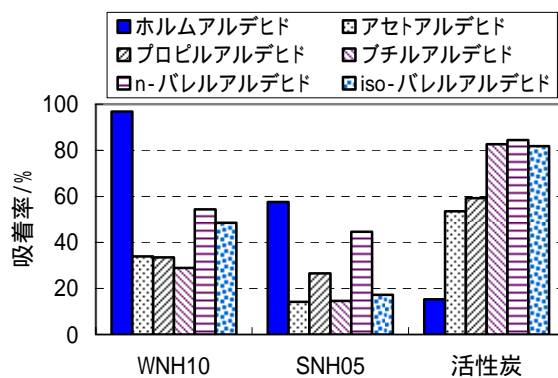


図6 カチオン繊維の各種アルデヒド吸着結果

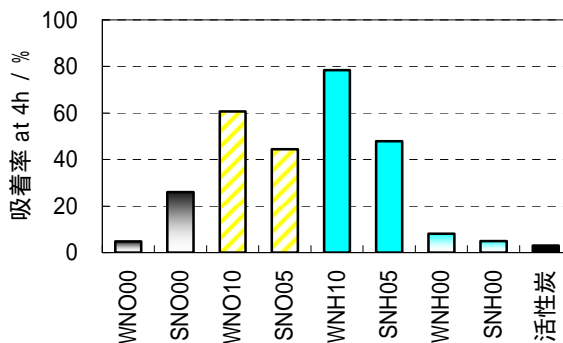


図7 各種吸着材によるアンモニア吸着結果

3-1-4 アンモニアの吸着

図7にアンモニアの吸着結果を示す。ここでも窒素導入の効果がみられ、未処理よりも吸着能が向上した。従来の顆粒状活性炭と比べても最大約25倍も効果が大きかった。アンモニアはアニオン繊維が優位と予想されたが、毛ではカチオン繊維が20%も効果が大きくなった。今後、高分子構造、表面電位の影響などの調査が必要であると考えられる。

3-1-5 水中における重金属の吸着

クロム6価(Cr(VI))は毒性が高いため、各種製造工程ではクロムフリーの推進が行われている。そこで、本繊維でのクロム吸着実験を行った。この結果を図8に示すが、ここでも窒素導入効果が示され、カチオン繊維が優位であった。特にCr(VI)では、溶液中における主な解離イオン種は重クロム酸イオン($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$)であるため⁹⁾、カチオン繊維が優位に吸着できたものと考えられる。一方、Cr(III)はCr(VI)よりも吸着能が減少し、材料間の特徴的な優位差はみられなかった。

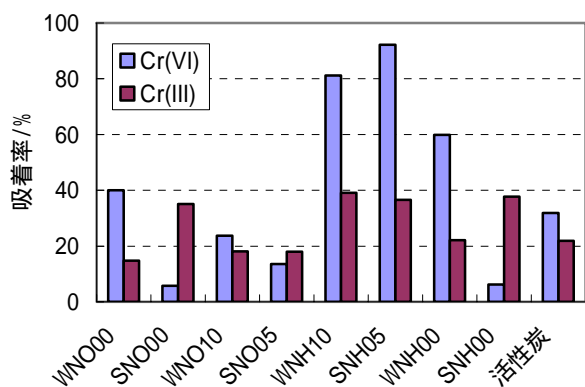


図8 各種吸着材によるクロム吸着結果

3-1-6 pH依存性

溶液中の吸着は、pHなどの外的な因子によって効果が変化する可能性がある。そこで、カチオン繊維によるホルムアルデヒド、クロム(VI)吸着のpH依存性を調査した(図9)。この結果、ホルムアルデヒドではpH依存性がないものの、Cr(VI)では中性から酸性になるにつれ、効率が向上することが示された。これは、酸性になることで繊維内のアミノ基(-NH₂)がカチオン性(-NH₃⁺)となり、アニオン性であるCr(VI)の吸着に有利に作用したのと考えられる。また、この実験から被吸着物質によって吸着機構が異なることが示唆された。

4 まとめ

キサントプロテイン反応を用いた新しい動物繊維改質方法によって発現した機能現象を報告した。吸着ニーズが高いと考えられるホルムアルデヒド、アンモニア、Cr(VI)について紹介したが、全体的に低分子化合物で優位であり、重金属では顆粒状活性炭より3倍程度の向上がみられた。特に、クロムは3価だと人体に必須な金属であるが、6価では毒性が強い性質があり、

これを選択的に吸着制御ができる材料は有用であると考えられる。

今後、回収蛋白質材料への適応、また蛋白質微粉末の染色向上前処理技術への応用を考えている。

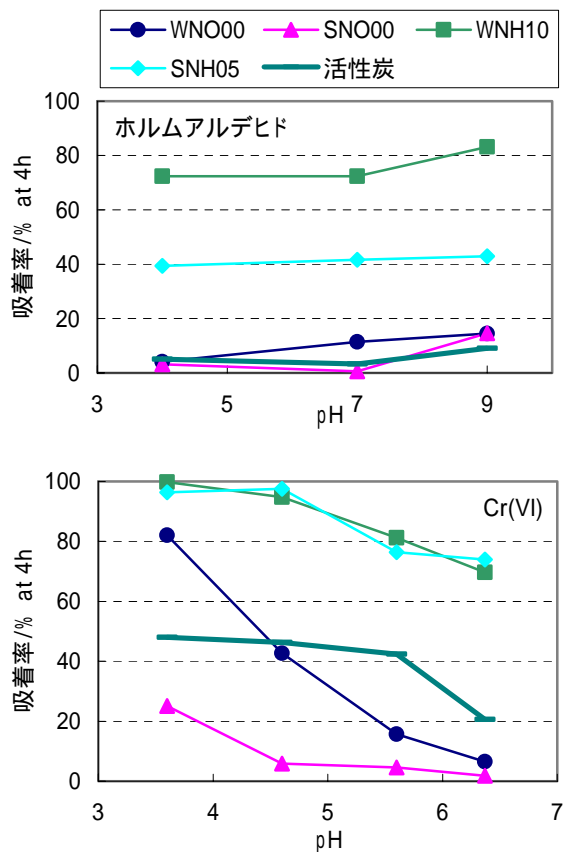


図9 pH変化による吸着能変化

5 参考文献

- 1) 繊維ニュース：2006年10月20日
- 2) 堂ノ脇靖巳：科学と工業，77(7), pp.31-37 (2003)
- 3) 堂ノ脇靖巳：繊維学会誌「繊維と工業」，58(4)，p.110(2002)
- 4) 堂ノ脇靖巳：繊維/染色/仕上 加工技術，35(4)，pp.253-257(2000)
- 5) H. Matsuura, et al. : *Bunseki Kagaku*, 46, p.31(1997)
- 6) N. Yukawa, et al : *JAOCs*, 70, p.881(1993)
- 7) D. Cordier, et al : *Process Biochemistry*, 19, p.225(1984)
- 8) 日本繊維機学会：繊維工学(II)繊維の製造・構造及び物性，(社)日本繊維機械学会(1983)
- 9) F. R. Hartley : *Aust. J. Chem.*, 21, p.2277(1968)

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} 吉永 耕二^{*2}

Adsorption Behavior of Protein to PMMA Plate which Coated SiO₂ Particles

Toshihiro Urakawa and Kouji Yoshinaga

タンパク質の吸着抑制機能を有する材料開発を目的として、コロイダルシリカ表面への親水性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を評価検討した。初めに、コロイダルシリカ表面にポリ N-イソプロピルアクリルアミドを修飾した粒子を基板 2 次元面上へ被覆し、タンパク質溶液との接触で起こる基板界面へのタンパク質吸着現象を QCM と標識抗体を用いた発色法で調べた。その結果、ポリマー修飾粒子を被覆した基板はタンパク質の吸着が抑制されることが分かった。また、温度によって可逆的に親水-疎水性を示すポリ N-イソプロピルアクリルアミドを修飾した粒子を基板界面上に被覆したところ、基板へ吸着するタンパク質量が温度に応じて変化することを見出した。

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¹⁾。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^{2,3)}。高分子は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の合成

2-1-1 SiO₂-MPS の合成

還流管、温度計及び 50ml 滴下ロートを備えた 200ml の 3 つ口フラスコに、粒径 125nm のコロイダルシリカ [触媒化成工業(株)製] 2.1g を含む EtOH(無水エタノール:和光純薬製)分散液 20ml、及びチソ(株)製 3-メタクリル酸プロピルトリエトキシシラン

*1 化学繊維研究所

*2 九州工業大学

(MPS)1.0gを加えた。55℃で24時間攪拌後、反応溶液の遠心分離を行って上澄みを除去した。次に、残った残渣にEtOHを20ml加えて再分散後、遠心分離を行って上澄みを除去する洗浄操作を5回行った。洗浄後の残渣を減圧乾燥し、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(合成物1:SiO₂-MPS)1.953gを調製した。

2-1-2 SiO₂-NIPAMの合成

フラスコに合成物1(250mg)、及びN-イソプロピルアクリルアミド(NIPAM)500mg、重合開始剤アゾビスイソブチロニトリル(20mg)、およびEtOHを50ml加え、70℃で6時間攪拌した後、反応溶液の遠心分離を行って上澄みを除去した。残った残渣にEtOHを50ml加えて再分散し、遠心分離を行って上澄みを除去する洗浄操作を8回行った。洗浄後の残渣を減圧乾燥し、N-イソプロピルアクリルアミド修飾コロイダルシリカ(合成物2:SiO₂-PNIPAM)253mgを調製した。

2-2 QCM測定用基板の調製

ポリメタクリル酸メチル(PMMA)、及びコロイダルシリカを被覆した水晶発振子の調製は以下の方法で行った。

PMMA被覆基板の調製:19.6mm²の水晶発振子基板上へ0.5mg/mlに調製したPMMA(ポリメタクリル酸メチル:平均分子量46000)の酢酸エチル溶液を10μl添加し、25℃,3000rpmで15秒間スピンコートして、PMMA被覆水晶発振子基板(PMMA基板)を調製した。

コロイダルシリカ被覆基板の調製:合成物2(SiO₂-PNIPAM)、または粒径125nmの未修飾コロイダルシリカ(125nm SiO₂)を含むEtOH分散液(1mg/ml)を調製し、各分散液15μlをPMMA基板上へ滴下して25℃で乾燥を行ってPMMA基板上にコロイダルシリカを被覆したSiO₂-PNIPAM/PMMA基板、及び125nm SiO₂/PMMA基板を調製した。

2-3 QCN測定

PMMA及びコロイダルシリカ被覆水晶発振子のタンパク質吸着特性評価は、QCM測定装置(Seiko EG&G QCA917)によって行った。測定はリン酸緩衝溶液(pH7.0)中25℃の状態、濃度既知のウシ血清アルブミン(BSA)を添加し、BSA濃度の増減に伴って変化する水晶発振子の周波数を計測した。周波数変化をBSAの各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。測定用基板の構造を図1に示す。

なお、周波数変化から重量変化を求める換算式は、

$$M = - F \times A \times \{(\mu \times) / (2 \times F^2)\}^{1/2}$$

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

$$M = - F \times 1.068$$

と表記でき、例えば共振周波数が1Hz減少した場合は、発振子の重量が1.068ng増加したことを意味する。また、測定発振子の面積は19.6mm²であることから、単位面積あたりの吸着量m[ng/mm²]は、

$$m = M / 19.6$$

で求めることができる。

吸着評価は周波数変化から上記計算式で求めたmと、加えたBSA溶液の濃度との関係から吸着量を求めて行った。

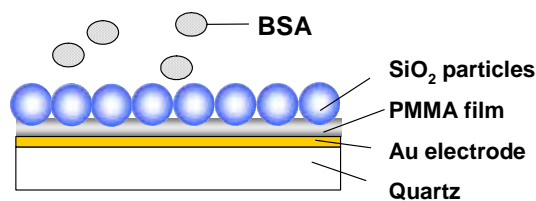


図1 QCM測定用基板の構造

2-4 標識抗体を用いた吸着評価

抗原と抗体の特異的免疫反応を利用した測定方法であるELISA(酵素結合免疫吸着検定法)の評価手法を応用し、未反応抗体の測定用基板への吸着現象を発色法により観察した。なお、実験は以下の手順により調製したELISA測定用96穴プレートを用いて行った。

ブロッキング処理:ELISA用96穴プレート(Nunc社製)に、濃度0.1mg/mlのコロイダルシリカ/リン酸緩衝液(PBS)(pH7.4)分散液を300μl/ウェルの割合で分注し、40℃で1時間静置し測定プレート上へコロイダルシリカをブロッキングした。反応終了後、0.05%となるようTween20(ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウレート)を加えたPBSからなる洗浄液(PBS-Tween)で3回洗浄した。なお、ブロッキングには粒径125nmのSiO₂-PNIPAMを用いた。また、比較として0.5%ウシ血清アルブミン(BSA)/PBS-Tweenを300μl/ウェルで分注し、同様の方法でブロッキングと洗浄を行ったプレートを調製した。

非特異的吸着処理:ペルオキシダーゼ標識抗ヤギ

IgG (Invitrogen 社製) の PBS-Tween 溶液 (1000, 500, 250, 100, 50, 25, 10, 0ng/ml) をブロッキング処理した 8 ウェルにそれぞれ 100 μ l 分注し, 40 また 5 で 1 時間静置して IgG を吸着させた後, PBS-Tween で 5 回洗浄した。

発色反応: 和光純薬製 o-フェニレンジアミン (OPD) の 0.5mg/ml クエン酸リン酸緩衝溶液 (0.03% 過酸化水素含有) (pH4.5) を, 100 μ l/ウェルで分注し, プレートに吸着した IgG に標識されたペルオキシダーゼと 30 分間反応させた。2N 硫酸を 50 μ l/ウェルで分注して反応を停止させ, 各ウェル内で発色した溶液の吸光度 (492nm) をプレートリーダーで計測した。なお, プレート表面状態の観察は SEM (走査型電子顕微鏡: 日本電子 (株) 製 JSM-840F) を用いて行った。

3 結果と考察

3-1 QCM 測定

コロイダルシリカで被覆した基板へ吸着するタンパクの吸着現象を重量変化として捉えるため, QCM を用いて評価した。25 の測定条件で各基板を用いて行った BSA の吸着等温線を図 2 に示す。

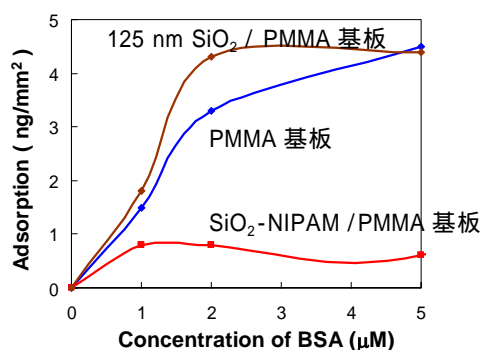


図 2 25 における吸着等温線

測定の結果, 各基板への BSA 吸着量は BSA 濃度 5 μ M において, PMMA 基板が 4.4ng/mm², 及び 125nm SiO₂/PMMA 基板が 4.5ng/mm² であった。一方, SiO₂-NIPAM/PMMA 基板では約 0.8ng/mm² となり吸着量の大幅な減少が確認された。したがって, SiO₂-NIPAM/PMMA 基板は NIPAM ポリマー鎖の効果で BSA 吸着が抑制された事が示唆された。ここで, ポリ NIPAM は約 32 に下限臨界溶液温度 (Lower Critical Solution Temperature: LCST) を有し, ポリマー水溶液がこの温度以上に加熱すると疎水性を示して白濁し, それ以下の温度に冷却すると親水性を示して透明に戻るという可逆的な相分

離挙動を示すことが知られている⁴⁾。そこで, NIPAM 修飾粒子の温度応答性を確認するため, BSA 濃度 5 μ M における SiO₂-NIPAM/PMMA 基板への BSA 吸着量と温度変化を測定した。同様に 125nm SiO₂/PMMA 基板についても測定を行い両者の結果を比較した (図 3)。

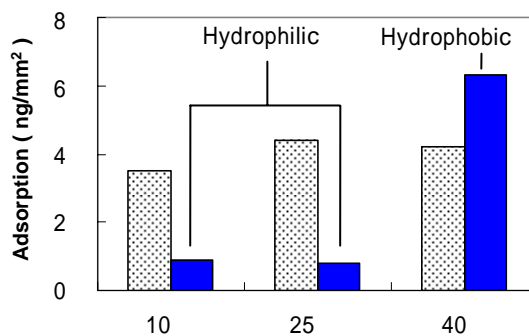


図 3 BSA 吸着量の温度依存性

■ 125nm SiO₂/PMMA ■ SiO₂-NIPAM/PMMA

測定の結果, SiO₂-NIPAM/PMMA 基板は 125nm SiO₂/PMMA 基板と比較して, NIPAM の LCST 以下である 10, 25 において BSA 吸着量が低下した。一方, LCST 以上である 40 の測定では, SiO₂-NIPAM/PMMA 基板への BSA 吸着量が劇的に増大する現象が確認された。しかしながら, 125nm SiO₂/PMMA 基板は温度変化と吸着量に明確な変化は確認できなかった。一般的に, 界面を親水性にすることで, タンパク質の吸着が抑制されるとの知見が多数報告されている^{5,6)}。したがって, SiO₂-NIPAM で被覆した基板は温度応答性が付与され, LCST 以下で基板表面が親水性を示して BSA 吸着量が低下し, LCST 以上では表面が親水性から疎水性へと変化して BSA との親和性が増加し, 吸着量が増大したものと考えられる。

3-2 標識抗体を用いた吸着評価

ELISA の測定では, 抗原抗体反応における未反応物が測定プレート上に吸着すると, 測定シグナルが増加してノイズとして計測されるため S/N 比が悪化する。S/N 比の悪化は測定感度に重大な影響を及ぼす。したがって, 未反応物の吸着を極力防止するため, 一般的にブロッキング剤と呼ばれるタンパク質吸着抑制剤が用いられる。これを ELISA 測定用プレート上に被覆することで未反応物の吸着が抑制され, バックグラウンドが低下して検出感度が向上する。そこで, SiO₂-NIPAM で被覆 (ブロッキング) した ELISA 測定用 96 穴プレートを調製し, そのタンパク質吸着特性を既存のプロッキ

ング剤である BSA 被覆プレートの吸着性と比較評価した。ブロッキング処理したプレート上に吸着させるタンパク質は、ペルオキシダーゼ標識抗ヤギ IgG を用いた。なお、吸着温度は 5 °C、および 40 °C とした。次に、IgG で標識されたペルオキシダーゼによって OPD を発色させ、IgG の吸着に伴って相対的に増減する OPD 由来発色物の吸光度を測定プレートのタンパク質吸着性として評価した。結果を図 4、図 5 に示す。

評価の結果、SiO₂-NIPAM を表面に被覆した測定プレートは、BSA 被覆プレートと比較して吸光度が低下したことから、タンパク質 (IgG) の吸着が抑制されたものと考えられる。さらに、SiO₂-NIPAM 被覆プレートの測定結果を吸着温度 5 °C と 40 °C で比較すると、100-1000ng/ml の領域で 5 °C の吸光度に著しい吸光度の減少が確認された。一方、BSA 被覆プレートの吸着量には変化が見られなかった。したがって、SiO₂-NIPAM は LCST 以上の 40 °C ではプレート表面の親水性が低下して IgG の吸着性が増加し、5 °C においては親水性が向上して IgG の吸着性が低下したものと考えられる。

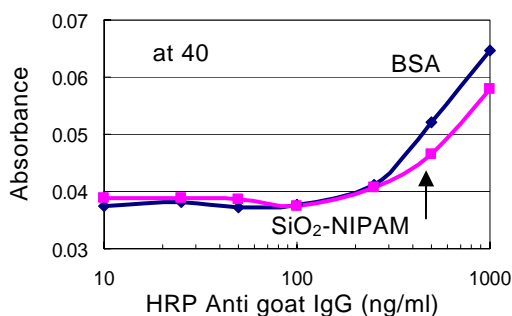


図 4 吸着性評価 (40 °C)

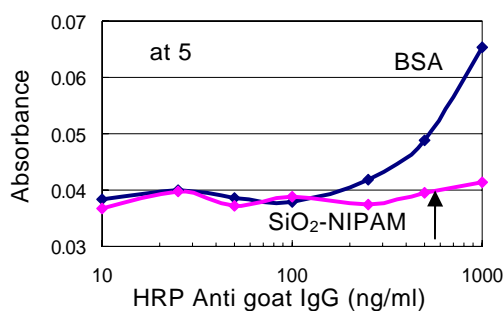


図 5 吸着性評価 (5 °C)

次に、SiO₂-NIPAM プレート表面のブロッキング状態を確認するため、走査型電子顕微鏡を用いて表面観察を行った。結果を図 6 に示す。

観察の結果、プレート表面が粒子で一様に被覆されていることを確認した。したがって、プレート表面を

SiO₂-NIPAM が均一に被覆したことから、測定プレート界面の性質が一様に変化し、IgG の吸着特性に変化を及ぼしたものと判断できる。

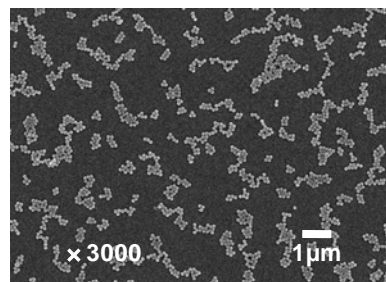


図 6 プレート表面の被覆状態

4 まとめ

コロイダルシリカ表面にポリ NIPMA を導入した SiO₂-NIPAM の開発と、SiO₂-NIPAM で被覆した基板のタンパク質吸着抑制効果を QCM、および標識抗体を用いた発色法によって評価した。QCM による評価の結果、25 °C 及び 10 °C では基板へのタンパク質の吸着量が減少し、40 °C では吸着量が増加した。一方、標識抗体を用いた評価でも 5 °C では基板へ吸着する抗体量が減少し、40 °C では吸着量が増加した。したがって、SiO₂-NIPAM で被覆した基板は NIPAM に由来する温度応答性を示し、周囲の温度に応じて基板表面の性質が親水性または疎水性に変化することが分かった。

5 参考文献

- 1) M. Tanaka, et al., *Biomacromolecules*, Vol.3, p.36 (2002)
- 2) A. R. E. Holmlin, et al., *Langmuir*, Vol.17, p.2841 (2001)
- 3) 高分子学会編: 高分子の物性(3), pp.159-183, 共立出版 (1995)
- 4) Noah Malmstadt, Paul Yager, Allan S. Hoffman, Patric S. Stayton, *Anal. Chem.*, Vol.75, p.2943 (2003)
- 5) Klotz, J.L., *Methods Enzymol.*, Vol.84, p.194 (1982)
- 6) Kozber, D. and Roder, J. C., *J. Immunol.*, Vol.127, p.1275 (1981)

チタンアルコキッドを用いた炭化チタンナノ粒子の開発

山下 洋子^{*1} 牧野 晃久^{*1} 原 勇介^{*2} 奥井 徹^{*2}

Development of the Titanium Carbide Nanoparticles using the Titaniumalkoxide.

Yoko Yamashita, Teruhisa Makino, Yusuke Hara and Toru Okui

セラミックスは一般的に焼結体の組織が微細化するほど機械的特性が向上するため、微粒な原料粉末が望まれており、近年、気相法や液相法によるナノ粒子の合成に関する研究が盛んに行われている。本研究では、特に微細化が難しいとされている金属炭化物の液相合成を試みた。アルミナとの複合焼結体として使用されることが多い炭化チタンを、チタン源にはチタンアルコキッドを炭素源にはチタンアルコキッドと配位結合する有機物を用いることで、前駆体溶液段階で炭素源とチタン源の分子レベルでの均一状態を作り出し、焼成することで C/Ti=1 の化学量論比で平均粒径が約 35nm の炭化チタンナノ粒子を作製することができたので報告する。

1 はじめに

炭化チタンはセラミックスとの複合焼結体として用いられることが多く、とくに、アルミナとの複合焼結体は、高温強度性、耐熱性、耐摩耗性、耐薬品性等の優れた特性を生かして、切削工具や耐摩耗性部材の用途に用いられている。

ところが、炭化チタンは焼結性が低く、複合材料の一部として焼結体を作製しても空隙が残留し易いという欠点がある。そのため、焼結性の向上を目的として、炭化チタン粉末の微細化に関する技術が検討されている。

現在使用されている炭化チタンは二酸化チタン等を原料として用いた固相法で合成されている。これを機械粉碎により微細化しても、最大粒子径をサブミクロン以下にすることは困難である。このため、ビルドアップ法により 100nm 以下の微細な炭化チタンを得る技術の確立が期待されている。ビルドアップ法には大きく分けて気相法と液相法がある。本研究では、気相法に比べ量産性に優れた液相法での合成を選んだ。液相法による微細な炭化チタン粉末の開発はこれまでも行われてきたが、粉末の粒径がナノサイズであること 従来法に比べてコスト上昇を抑えること 炭化チタンは TiC_x ($x < 1$) や TiC_0 などの TiC の化学量論比から外れた化合物ができやすいが、目的である化学量論比の TiC (C/Ti=1) の化合物を得ること、の 3 点を全てクリアした合成技術は開発されていない¹⁾。

本研究では、チタン源と炭素源を分子レベルで均一

な状態の前駆体溶液を出発原料として用いることで焼成により化学量論比の炭化チタンが得られると考え、チタン源として液体のチタンアルコキッドを、炭素源としてチタンアルコキッドとキレートまたは配位構造を形成する有機化合物を用いて前駆体溶液を調製した。有機化合物は、工業的に用いられている安価な試薬を用いた。前駆体溶液を乾燥し、得られた粉末を非酸化雰囲気下で焼成することで化学量論比の炭化チタンナノ粒子が得られたので報告する。

2 研究, 実験方法

図 1 は炭化チタンナノ粒子の作製方法を示したものである。炭素源となる有機化合物を 2-メトキシエタノールに加えて攪拌溶解し、次いでチタンイソプロポキシド

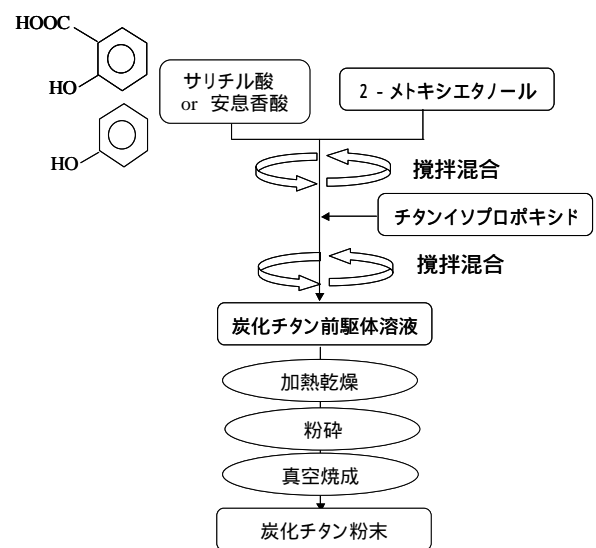


図 1 炭化チタンナノ粒子調製プロセス

*1 化学繊維研究所

*2 日本タングステン(株)

キシドを加え、攪拌させて赤褐色の炭化チタン前駆体溶液を調製した。得られた前駆体溶液をサリチル酸の分解温度以下で加熱乾燥させて前駆体粉末を得た。粉末を真空雰囲気下、最高処理温度 1350 °C まで昇温させて 4 時間保持し、その後自然冷却して熱処理し、炭化粉末を得た。前駆体溶液中の配位状態は赤外線吸収スペクトル (parkinElmer 製 paragon1000) で調べた。炭化粉末は、透過型分析電子顕微鏡 (Philips 社製, TECNAI - 20) を用いて、加速電圧 200kV で観察した。粉末の結晶構造解析は、粉末 X 線回折測定装置 (PANalytica 製 X Pert PRO MPD) で行った。

3 結果と考察

本研究のコンセプトであるチタンアルコキシドと有機化合物のキレート化合物からなる前駆体溶液が化学量論比かつナノサイズの炭化チタンの合成に有効であることを調べるために、2 種類の炭素源を用いた実験を行った。キレートを形成する有機物としてサリチル酸を、サリチル酸と構造が類似しておりキレートを形成しない有機物として安息香酸を用いて合成した。サリチル酸を用いた場合、前駆体溶液は赤褐色を呈して炭素源であるサリチル酸とチタンの配位が確認されたのに対し、安息香酸を用いた場合には、透明溶液のままで配位は認められなかった。

サリチル酸とチタンアルコキシドの配位状態を調べるために、サリチル酸を用いた前駆体溶液及びサリチル酸とチタンイソプロポキシドをそれぞれ 2 - メトキシエタノールに溶解させた溶液の赤外線吸収 (FT-IR) スペクトルを測定した。結果を図 2 に示す。(b) に示した芳香族カルボン酸の C=O 伸縮振動に帰属される 1690cm^{-1} ピークは前駆体溶液 (c) では消失し、(c) に示したカルボン酸塩の逆対称伸縮振動に帰属される領域にピークが現れる。また、前駆体溶液 (c) に示した 1397cm^{-1} と 1322cm^{-1} のピークは、カルボン酸塩の対称伸縮振動またはフェノール類の C-O 伸縮が OH の変角振動に帰属され²⁾、チタンイソプロポキシドとサリチル酸をそれぞれ 2 - メトキシエタノールに溶解させた (a) (b) には見られないことから、チタンがサリチル酸に配位したことによる波数変化が起きていると考えられる。以上の変化と示色反応からサリチル酸とチタンアルコキシド間の配位が起きていることは間違いないと考えられる。

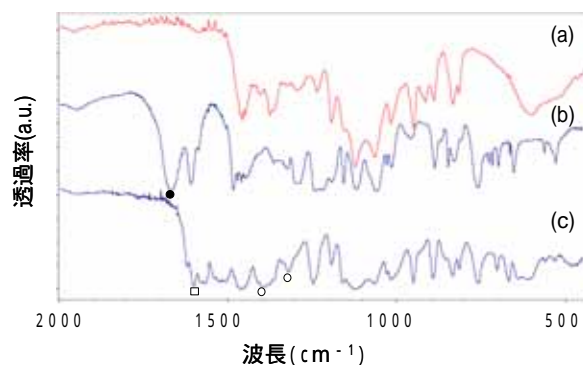


図 2 原料及び前駆体溶液の FT-IR スペクトル
(a)チタンイソプロポキシド+2-メトキシエタノール, (b)サリチル酸+2-メトキシエタノール, (c)前駆体溶液

サリチル酸及び安息香酸を用いて作成した粉末の粉末 X 線回折 (XRD) 測定結果を図 3 と 4 に示す。サリチル酸を炭素源に使用した前駆体を 1350 °C で真空焼成した試料は、炭化チタン単相であり、格子定数は 0.4327nm であった。炭化チタンの化学量論組成 C/Ti は格子定数と相関関係があり³⁾、得られた格子定数から C/Ti=1 が化学量論比の TiC 化合物ができていることが確認された。一方、安息香酸を炭素源に使用した前駆体を用いた場合、同じ条件で炭化処理をおこなっても酸化チタン及び帰属できないピークの強度が高く、炭化チタンは化学量論比から外れる欠損型のピークがわずかに確認できるのみであった。以上のことから、前駆体溶液中でチタン源と炭素源がキレート結合した化合物は、比較的低温で炭化チタン単相が得られ、化学量論比の炭化チタンの生成に有利であることが明らかとなった。一方、安息香酸を炭素源に使用した前駆体を用いた場合、同じ条件で炭化処理をおこなっても酸化チタン及び帰属できないピークの強度が高く、炭

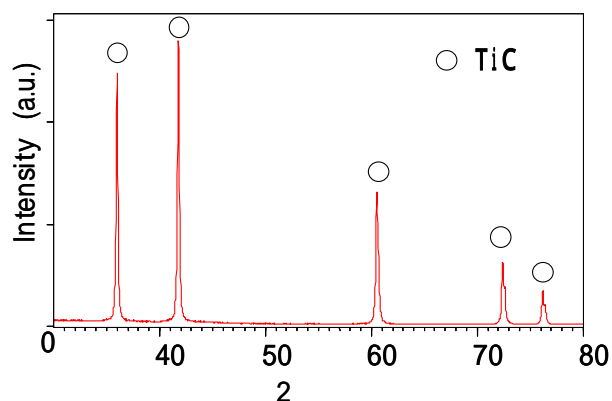


図 3 サリチル酸を炭素源に使用した前駆体を 1350 °C で真空焼成した試料の XRD パターン

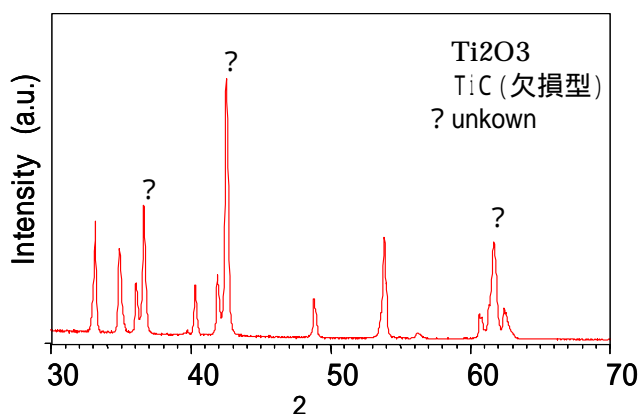


図 4 安息香酸を炭素源に使用した前駆体を 1350 で真空焼成した試料の XRD パターン

化チタンは化学量論比から外れる欠損型のピークがわずかに確認できるのみであった。以上のことから、前駆体溶液中でチタン源と炭素源がキレート結合した化合物は、比較的低温で炭化チタン単相が得られ、化学量論比の炭化チタンの生成に有利であることが明らかとなった。図 5 にサリチル酸を用いて合成した炭化チタンの TEM 観察結果を示す。平均粒径が約 35nm であり、炭化チタンナノ粒子が合成できていることが明らかとなった。

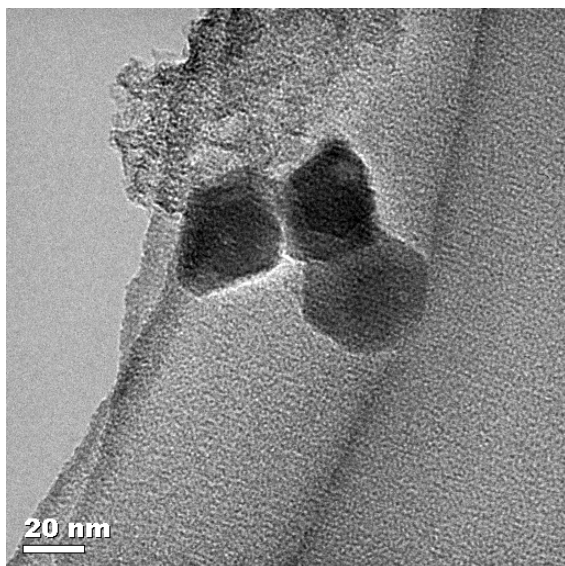


図 5 サリチル酸を炭素源に使用した前駆体を 1350 で真空焼成した試料の TEM 写真

4 まとめ

本研究では、アルミナとの複合焼結体として使用されることが多い炭化チタンのナノ粒子の合成を液相法で行った。チタン源にはチタンアルコキシドを炭素源にはチタンアルコキシドと配位結合する有機物を用い

ることで、前駆体溶液段階で炭素源とチタン源の分子レベルでの均一状態を作り出し、焼成により化学量論比かつ平均粒径が約 35nm の炭化チタンナノ粒子を製作することができた。

5 謝辞

本研究の透過型電子顕微鏡観察は、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) Zhiping Jiang ら：Mater. Res. Soc., Vol249, pp.45-50(1992)
- 2) 堀口博ら：赤外吸光図説総覧, pp.195-215, 三共出版(1977)
- 3) ファインセラミックス辞典編集委員会：ファインセラミックス辞典, p.634, 技報堂出版(1987)

プリント配線基板内蔵用高容量薄膜コンデンサの開発 - 塗布法により銅基板上に作製したチタン酸バリウム薄膜の誘電特性 - 藤吉 国孝^{*1} 牧野 晃久^{*1} 有村 雅司^{*1} 山下 洋子^{*1}

Development of a Film Capacitor Embedded Print Wiring Board with a High Capacitance Density - Dielectric Properties of Barium Titanate Thin Films Fabricated by Coating Method onto Copper Substrate -

Kunitaka Fujiyoshi, Teruhisa Makino, Masashi Arimura and Yoko Yamashita

我々はこれまで、高濃度ゾルゲル法と呼ばれる方法でチタン酸バリウムのナノ粒子を合成し、合成したナノ粒子の分散溶液を、表面が白金で被覆されたシリコンウエハ等に塗布し、その後熱処理することで薄膜を作製してきた。本研究では、本手法を用いて銅基板上にチタン酸バリウム薄膜を作製し、誘電特性等を評価し、薄膜コンデンサとしての応用の可能性を検討した。その結果、多数回のスピコート・窒素気流下での乾燥・仮焼成処理により膜厚約800nmの薄膜を作製し、窒素気流下600℃で熱処理すると、クラックの無いチタン酸バリウム薄膜が作製できた。この薄膜の電気的特性を評価したところ、比誘電率が約150、誘電損失が約3%であり、薄膜コンデンサとしての要求特性を満たしていた。

1 はじめに

近年の信号伝送の大容量・高速化に伴い、電子機器の軽薄短小化・高機能化も急速に進展している。これらの要求に対し、近年、プリント配線基板へ部品を内蔵することが提案されており、薄膜状のコンデンサを基板内に形成し、上部に電極を作製して受動部品を作り込む方法が報告されている。このような薄膜コンデンサ形成用材料として、誘電率の大きな無機フィラーを混合した樹脂を用いるものがあり、それらを用いたコンデンサ形成、特性等についての報告がなされているが、一般的に比誘電率が低く、容量密度の点で更なる向上が望まれている¹⁾。

一方、我々はこれまで、高濃度ゾルゲル法と呼ばれる方法でチタン酸バリウムのナノ粒子を合成し、合成したナノ粒子の分散溶液を表面が白金で被覆されたシリコンウエハ等に塗布し、その後熱処理することで薄膜を作製してきた²⁾。しかし、プリント配線基板における電極の材質としては、高価な白金等ではなく、銅が一般的である。そこで本研究では、本手法を用い、銅基板上にチタン酸バリウム薄膜を作製し、誘電特性等を評価し、薄膜コンデンサとしての応用の可能性を検討した。

2 研究, 実験方法

2-1 装置等

基板には、約30mm×約30mm×約2mmの銅基板を用いた。スピコーターにはミカサ(株)製1H-DX2を用い、管状炉には(株)いすゞ製作所製 高温管状炉KRB-24HHと全自動温度制御装置UT-21Hを用いた。真空置換式管状炉には、共栄理化学(株)製精密ガス雰囲気管状熱処理炉を用い、第一熱研(株)製ジルコニア酸素計ECOAZ TB-VとコントロールユニットC-28Bを用いて酸素濃度を測定した。走査型電子顕微鏡(SEM)観察には、電界放射型走査型電子顕微鏡(FE-SEM)の、日本電子(株)製JSM-840Fを用いた。比誘電率及び誘電損失の測定には、アジレント(株)製インピーダンスアナライザHP4192Aを用い、抵抗率及びリーク電流密度の測定には、アジレント(株)製pAメータHP4140Bを用いた。

2-2 チタン酸バリウム結晶性ナノ粒子の合成

1.0MのBa, Tiアルコキシド溶液に水を加えて加水分解を行い、密閉容器中でエージング処理を行い、チタン酸バリウムの結晶性ナノ粒子を合成した。

2-3 コーティング溶液の調製

合成したチタン酸バリウムの結晶性ナノ粒子を2-メトキシメタノールに投入後、超音波処理を行い、0.2mol/Lの結晶性ナノ粒子分散液を調製し、これをコ

*1 化学繊維研究所

ーティング溶液とした。

2-4 チタン酸バリウム薄膜の作製

チタン酸バリウム薄膜は、以下の塗布・乾燥・仮焼成・本焼成操作を行うことで作製した。

2-4-1 塗布

調製したコーティング溶液を銅基板上にスピコートすることで塗布した。

2-4-2 乾燥

試料を管状炉内に設置し、窒素気流下150 で5分間熱処理し、乾燥させた(図1)。

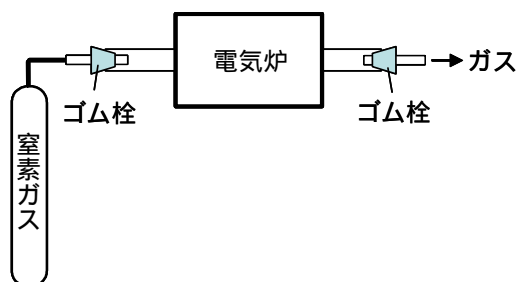


図1 管状炉の模式図

2-4-3 仮焼成

真空置換式管状炉内に試料を設置し、真空排気・窒素注入を酸素濃度が15ppm以下になるまで繰り返した後、窒素気流下400 で1時間熱処理し、仮焼成とした(図2)。

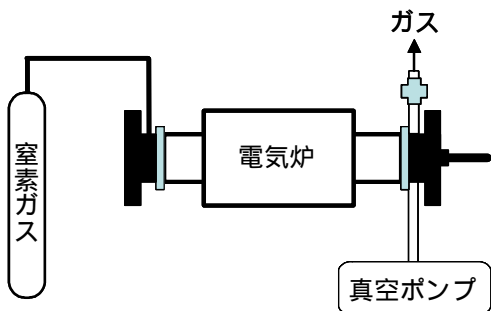


図2 真空置換式管状炉の模式図

2-4-4 本焼成

真空置換式管状炉内に試料を設置し、真空排気・窒素注入を酸素濃度が15ppm以下になるまで繰り返した後、窒素気流下600 で1時間熱処理し、本焼成とした。

2-5 SEM観察

作製したチタン酸バリウム薄膜は、FE-SEMを用いて表面を観察し、クラックやポイドの有無を確認した。また、サンプルの断面観察を行うことにより膜厚を算出した。

2-6 電気的特性の測定

電気的特性の測定は、銅基板上に作製した薄膜表面に1mm のアルミ電極を蒸着させ、測定装置に銅下部電極とアルミ上部電極を接続して測定を行った。

3 結果と考察

3-1 乾燥・仮焼成・本焼成条件の検討

3-1-1 乾燥条件の検討

管状炉および真空置換式管状炉を用い、いずれも窒素気流下150 で、銅基板を熱処理した。その結果、いずれの乾燥条件でも、目視観察では銅基板に変化がみられず銅光沢を保ったままであった。このため、乾燥処理は、より操作が簡便な、管状炉を用いた窒素気流下で行うこととした。

3-1-2 仮焼成条件の検討

管状炉および真空置換式管状炉を用い、いずれも窒素気流下400 で、銅基板を熱処理した。その結果、管状炉では銅基板が酸化し黒変した。一方、真空置換式管状炉では、目視観察では変化がみられず、銅光沢を保ったままであった。

真空置換式管状炉は密閉性に優れており、また、試料を設置した後、真空排気・窒素注入が可能(図2)なため、酸素濃度を15ppm以下とすることができる。その結果、熱処理しても銅の酸化が抑えられたと考えられる。一方、管状炉では簡易的にゴム栓で連結しているだけであり(図1)、密閉性があまり良くないため、窒素気流下でも周囲の空気が混入し、酸素濃度が高くなり、熱処理により銅が酸化して黒変したと考えられる。

以上の結果から、仮焼成は真空置換式管状炉を用い、窒素気流下で行うことにした。

3-1-3 本焼成条件の検討

真空置換式管状炉を用い、窒素気流下600 で、銅基板を熱処理した。すると、目視観察では変化が見られず銅光沢を保ったままであった。このため、本焼成は真空置換式管状炉を用い、窒素気流下で行うことにした。

3-2 薄膜熱処理条件の検討

銅基板上にコーティング溶液を多数回スピコートし、膜厚約800nmのチタン酸バリウム薄膜を作製した。その後、本焼成を行い、表面のSEM観察を行った結果、得られた薄膜表面にクラックが見られた(図3)。

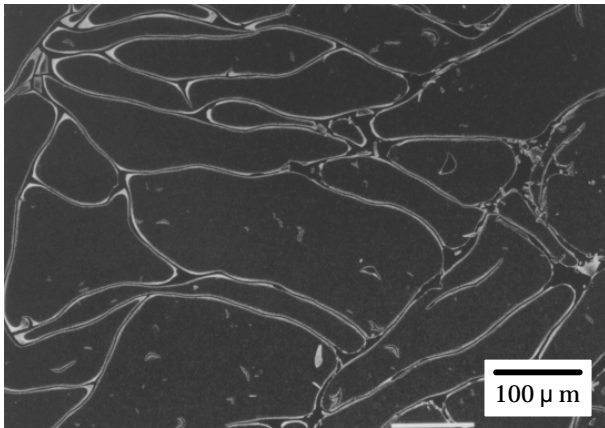


図3 塗布・本焼成後のチタン酸バリウム薄膜表面のSEM写真

これは、本焼成前の薄膜中に溶媒や配位子が存在しており、本焼成時の熱処理に伴い、これら溶媒や配位子が除去されることで、薄膜の体積収縮が起こったためと考えられる。

そこで、残存溶媒・配位子を除去する目的で、乾燥操作を取り入れた。塗布操作・乾燥操作を膜厚約800nmになるまで繰り返した。その後、本焼成を行い、表面のSEM観察を行った結果、得られた薄膜表面に図3と同様のクラックが見られた。これは、薄膜中の残存溶媒や配位子の除去が不十分であったためと考えられる。

更に、残存溶媒・配位子を更に除去する目的で、仮焼成操作を取り入れた。塗布操作・乾燥操作・仮焼成操作を膜厚約800nmになるまで繰り返した。その後、本焼成を行い、表面のSEM観察を行った結果、得られた薄膜表面にクラックが見られなかった(図4)。しかし、1万倍以上の高倍率で詳細に表面形態を観察したところ、所々に非常に小さなポイドは見られた(図5)。これは、本焼成時の熱処理に伴い、薄膜中のチタン酸バリウムナノ粒子の焼結が起こり、体積が収縮したためと考えられる。その体積収縮量はあまり大きくなく、図3のようにクラックを生じる程ではないが、小さなポイドは生じてしまうとされる。

このクラックが見られなかった薄膜について、次に電気的特性を評価した。

3-3 電気的特性

銅基板上に塗布・乾燥・仮焼成・本焼成して作製したチタン酸バリウム薄膜表面に1mmのアルミ電極を蒸着させ、測定装置に銅下部電極とアルミ上部電極を

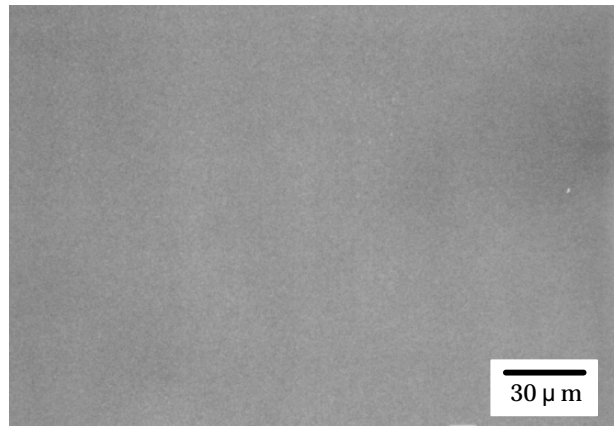


図4 塗布・乾燥・仮焼成・本焼成後のチタン酸バリウム薄膜表面のSEM写真

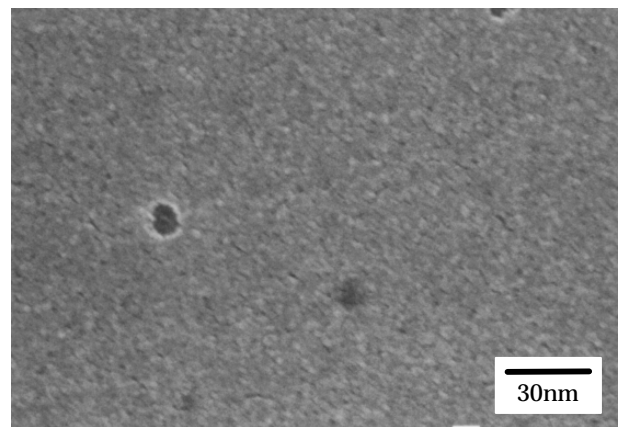


図5 塗布・乾燥・仮焼成・本焼成後のチタン酸バリウム薄膜表面のSEM写真(図4の拡大写真)

接続して電気的特性の評価を行った。比誘電率と誘電損失の周波数依存性を図6に示す。

100kHzでの誘電損失は2.9%であり、比誘電率は151であった。この比誘電率の値と、薄膜の断面のSEM写真から見積もった膜厚(800nm)から容量密度を算出すると、167nF/cm²であった。

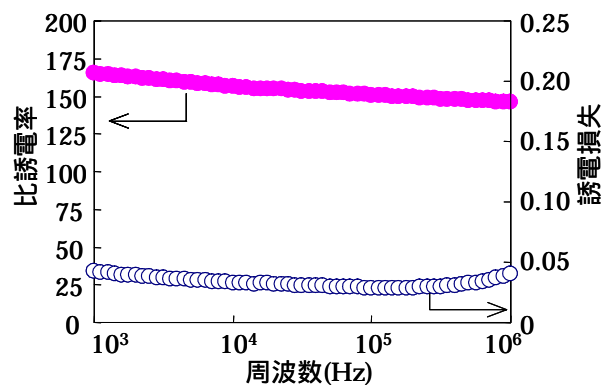


図6 作製したチタン酸バリウム薄膜の比誘電率と誘電損失の周波数依存性

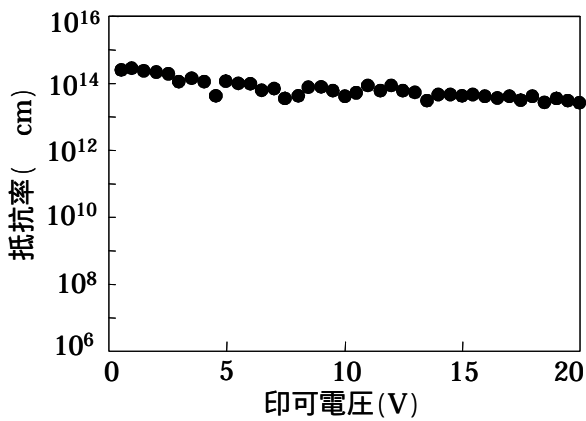


図7 作製したチタン酸バリウム薄膜の電圧 - 抵抗率特性

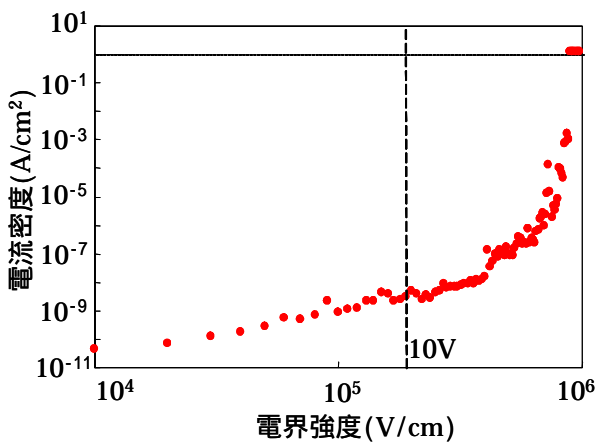


図8 作製したチタン酸バリウム薄膜の電界強度 - 電流密度特性

また、電圧 - 抵抗率特性を図7に、電界強度 - 電流密度特性を図8に示す。10V以下の印可電圧で、抵抗率は 10^{13} cm以上、リーク電流密度は 10^{-8} A/cm²以下であった。

以上の結果から、電気的特性は一般的な薄膜コンデンサとしての要求特性に近いものであり、今後、薄膜コンデンサとしての応用が期待される。

4 まとめ

高濃度ゾルゲル法でチタン酸バリウムのナノ粒子を合成し、合成したナノ粒子の分散溶液を調製し、コーティング溶液とした。この液を用いて、銅基板上に多数回のスピコート・窒素気流下での乾燥・仮焼成処理により膜厚約800nmの薄膜を作製し、窒素気流下600 で熱処理すると、クラックの無いチタン酸バリウム薄膜が作製できた。この薄膜の電気的特性を評価したところ、比誘電率が約150、誘電損失が約3%であり、薄膜コンデンサとしての要求特性を満たしていた。

5 文献

- 1) 桑子富士夫：表面技術，55巻(2号)，pp.110-113 (2004)
- 2) 桑原誠，倉田奈津子，緒方道子，山下洋子，有村雅司：セラミックス，36巻(6号)，pp.412-416(2001)

6 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。

(高分子/液晶)複合膜を用いた高速光シャッターの開発

内山 直行^{*1} 蓮尾 東海^{*1} 山口 雅裕^{*1} 古屋 吉啓^{*2} 菊池 裕嗣^{*3}

Development of (Polymer/Liquid Crystal) composite Film for High-speed Photo Sutter

Naoyuki Uchiyama, Haruumi Hasuo, Masahiro Yamaguchi, Yoshiaki Furuya and Hirotsugu Kikuchi

3次元(3D)表示プロジェクター用光シャッターの開発を目的として、高速応答性(高分子/液晶)複合膜光シャッターの合成検討を行った。従来の動画表示は60Hzで画像が切り替わるのに対して、今回の3D表示は60Hz以内に数種の画像を合成するため、より解像度が向上する。16台のプロジェクターを使用すると960Hz(約1ミリ秒(1mSec))での切り替えが必要となることから、光シャッターの目標応答速度を1mSec以下として検討を行った。高分子原料の1つである多官能モノマーを探索した結果、直鎖状炭化水素ジアクリレートである1,9-Nonanediol diacrylateが良好な結果を示し、応答速度1ms以下を達成した。

1 はじめに

従来の3D表示技術として、裸眼立体映像表示技術(右目用と左目用の2種類の異なる平面映像を見せ、立体であると錯覚させる「多眼式」と異なり、目の疲れや、違和感を感じさせない3D表示システムの技術が開示されている¹⁾。しかし、当該システムに用いられる部材である高速光シャッターに関して、性能やコスト面から満足する材料がないことがシステム開発の問題となっている。そこで本研究は、簡便な作成方法による、高速応答性(高分子/液晶)複合膜の開発を目指すものである。

(高分子/液晶)複合膜とは、液晶は光複屈率(液晶分子の方向で光屈折率が異なる)を持つ特性を有するが、もう一つの特性である電界に応答し分子が異方性を持ち整列することを利用し、電界によって液晶分子を応答させ、光屈折率を高分子の光屈折率に対して「同等にする・差をつける」というスイッチングにより、透明状態と白濁状態を切り替えることが出来るものである(図1)。

2 実験方法

2-1 複合膜作成

液晶としてシアノビフェニル系液晶E7(関東化学(株))を用い、単官能モノマー、多官能モノマー、光重合開始剤2,2-Dimethoxy 2-phenylacetophenone

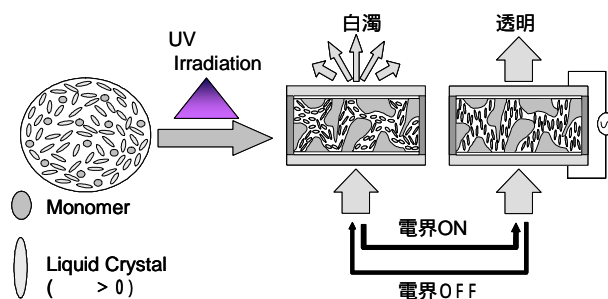


図1 (高分子/液晶)複合膜

(以下DMPA)、及び場合により添加剤を所定の重量部で混合した複合膜原料を室温(25℃)にてITO電極付き標準ガラスセル(セルギャップ:16μm)に導入し、恒温プレート上でTc温度以上(Tc:複合膜原料中の液晶が等方相になる温度)の所定の温度(Tc~40℃)にて、UV照射強度(トスキュア-251 360nm)で所定時間UV照射を行うことにより複合膜を作成した。

2-2 電気光学特性測定

(高分子/液晶)複合膜の電気光学特性の測定において、駆動電圧及びコントラストに関しては、高集光角(集光角6°)電界印加装置を用い、1kHzの方形波を20Vrms/Secで変調させた三角波を最大100Vまで印加し、印加電圧に対する複合膜の透過率変化を測定して算出することにより行った。また、応答速度に関しては上述装置を用い、1kHzの方形波100Vを印加し、複合膜の透過率変化を測定して算出することにより行った。ここでは電界無印加時の光透過率(初期白濁度)をT0、電界印加時の飽和透過率をT100、透過率90%時の印加電圧をV90、透過率10%時の印加電圧をV10とした。駆

*1 化学繊維研究所

*2 (株)正興電機製作所

*3 九州大学

動電圧はV90値，コントラストはT100/T0値，応答速度は律速段階となる透明状態から白濁状態へと変化する経過時間（Decay）としてV90からV10までの経過時間とした。

3 結果と考察

3-1 添加剤検討結果

液晶（E7）：80重量部，モノマー：20部（Ethylene glycol methyl ether acrylate:4.3重量部，Acrylate butanediol vinyl ether:8.7重量部，Di(ethylene glycol)-2-ethylhexyl acrylate：7重量部），DMPA:1重量部の原料組成における，種々のアルコール添加効果を検討した。代表的な結果を表1，図2に示す。

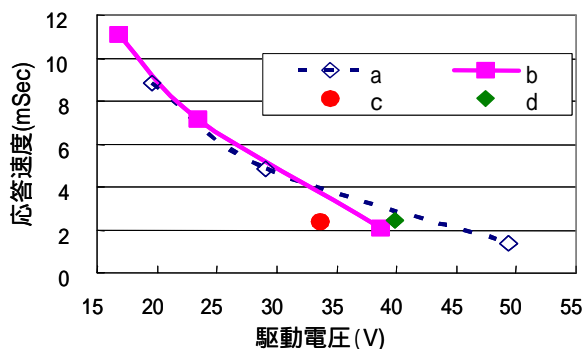


図2 電気光学特性におけるアルコール添加効果(1)
a: ブランク， b: Methoxyethanol 添加(2.3重量部)，
c: 2-(n-Butoxy)-ethanol(3.5重量部)，d: 1-Decanol (4.7重量部) 1: b,c,d各添加剤は等モル数， 2: 添加剤以外の複合膜原料組成は前述同条件

図2 電気光学特性におけるアルコール添加効果(1)

図2に示すように，アルコール種により駆動電圧低減効果に差が見られ，各種検討した中では，2-(n-ブトキシ)-エタノールが最も良好な結果を示した。

表1 アルコール添加効果

run	a			b			c	d
T0	0.73	0.79	0.55	0.80	0.53	0.81	0.98	0.90
T100	86.58	86.12	83.97	85.97	88.06	86.25	85.05	81.92
V10	8.62	11.03	18.91	7.45	8.74	14.59	12.77	13.65
V90	19.51	29.10	49.31	16.75	23.36	38.62	33.63	39.82
Decay	8.81	4.83	1.38	11.10	7.14	2.09	2.37	2.45
additive	none			MeOEtOH			n-BuO - EtOH	1-Decanol
UV Exposure(mWcm ⁻²)	25	25	25	25	25	25	25	25
Exposure Time(sec.)	40	40	40	40	40	40	40	40
Exposure Temp.()	15	25	30	15	20	25	25	30
コントラスト	118	109	152	107	166	107	87	91

略号 MeOEtOH: Methoxyethanol, n-BuO-EtOH: 2-(n-Butoxy)-ethanol

添加剤2-(n-Butoxy)-ethanolについて，更に検討を進めたところ，添加量により効果に差が見られると共に，本研究が目的とする高速応答領域（1mSec以下）には到達できない複合膜であった（図3）。

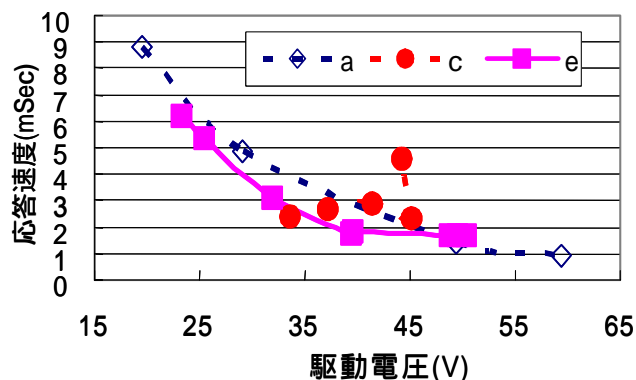


図3 電気光学特性におけるアルコール添加効果(2)
a: ブランク， c: 2-(n-Butoxy)-ethanol (3.5重量部)， e: 2-(n-Butoxy)-ethanol (1.75重量部)

3-2 多官能モノマー検討結果

3-2-1 3官能モノマー検討

（高分子/液晶）複合膜の液晶ドメインサイズに寄与が大きいと考えられる多官能モノマーに関し，従来用いている2官能モノマーの代わりに3官能モノマー（Trimethylolpropan triacrylate（以下 TMPTA），Ethoxylated Trimethylolpropan triacrylate（以下 TMPTA-3EO）を用い検討を行った（表2，図4）。

結果は2官能モノマー（1,4-Butanediol diacrylate（以下 BDDA）と比較し，応答速度は遅い，又は同程度であった。

表2 3官能モノマーの効果 (対2官能モノマー)

run	f				g			h		
T0	0.95	0.65	0.67	0.79	1.29	1.35	1.18	1.16	1.12	1.69
T100	89.00	88.22	84.10	83.66	80.10	80.50	79.19	84.37	82.86	84.29
V10	8.32	9.33	17.48	19.06	22.61	24.40	26.43	11.41	14.36	13.39
V90	17.58	30.24	52.96	57.43	65.69	67.53	69.11	50.16	56.89	57.03
Decay	8.95	5.25	1.53	1.24	1.349	1.32	1.538	2.44	1.605	1.88
多官能モノマー	BDDA				TMPTA			TMPTA-3EO		
UV Exposure(mWcm ⁻²)	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
Exposure Time(sec.)	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
Exposure Temp.()	6.5	15	25	35	15	20	25	25	35	40
コントラスト	93.981	135.83	125.45	105.62	62.19	59.429	67.153	72.908	73.995	49.949

原料組成：液晶/モノマー=80/20(f,g,h共通)。(f)モノマー：Butoxyethylacrylate(BEA) 14部，BDDA 6部。

(g)モノマー：BEA 14部，TMPTA 6部。(h)モノマー：BEA 14部，TMPTA-3EO 6部。 数値：重量部

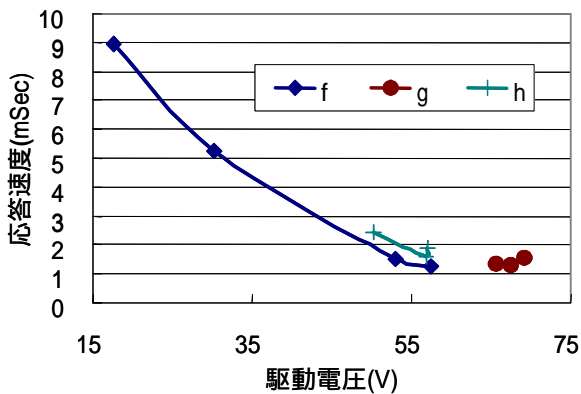
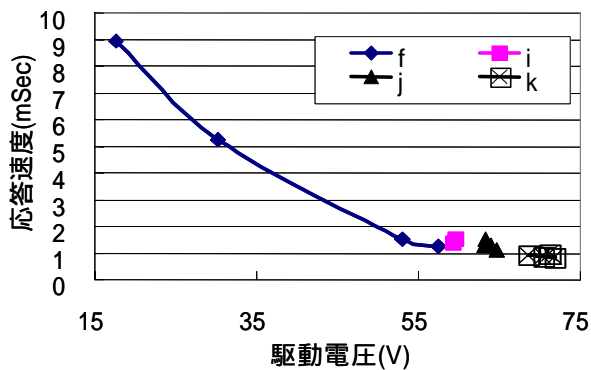


図4 電気光学特性における3官能モノマー効果

3-2-2 2官能モノマー量の検討

2官能モノマー/単官能モノマー 比を増大させる検討 (液晶/モノマー比は一定) を行った (図5)。



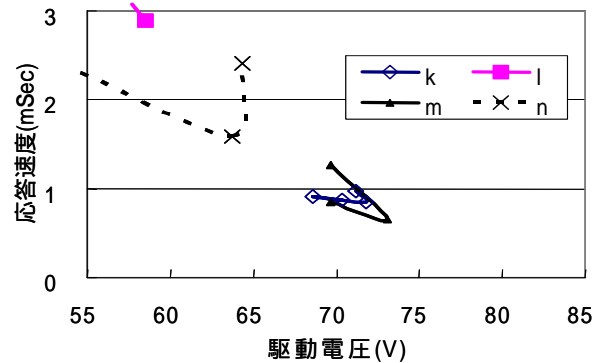
原料組成：液晶/モノマー=80/20(f,i,j,k共通)，(f)BDDA/BEA=6/14，(i)BDDA/BEA=7/13，(j) BDDA/BEA=8/12，(k) BDDA/BEA=10/10 数値：重量部

図5 電気光学特性における2官能モノマー比効果

2官能モノマー/単官能モノマー 比の増大は、3-2-1の3官能モノマーを用いた際と同様に反応基(アクリル基)数が増大する効果があるが、結果は図6に示す通り、2官能モノマー/単官能モノマー 比の増大と共に、徐々に応答速度は速くなる結果であり、3-2-1とは異なる結果であった。以上の結果から複合膜特性への寄与は、モノマーの反応基の数ではなく、モノマーの分子構造等の可能性が考えられた。

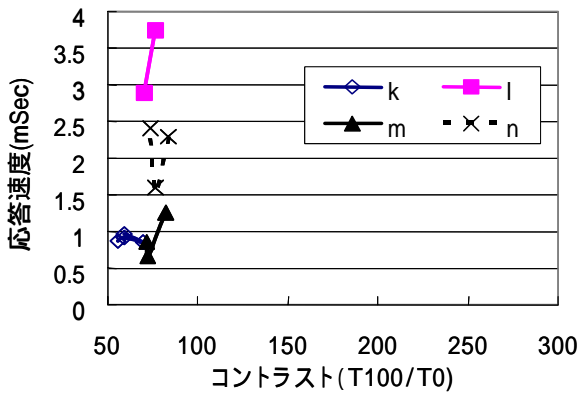
3-2-3 2官能モノマーの分子構造検討

3-2-1, 3-2-2の異なる結果から、次に2官能モノマーの分子構造と複合膜特性の関係を調べた(図6,7)。



原料組成：液晶/モノマー=80/20(k,l,m,n,共通)，(k) BDDA/BEA=10/10，(l) Tetraethyleneglycol diacrylate/BEA=10/10，(m) 1,6-Hexanediol diacrylate /BEA=10/10，(n) Neopentenediol diacrylate /BEA=10/10 数値：重量部

図6 2官能モノマー構造効果(1)

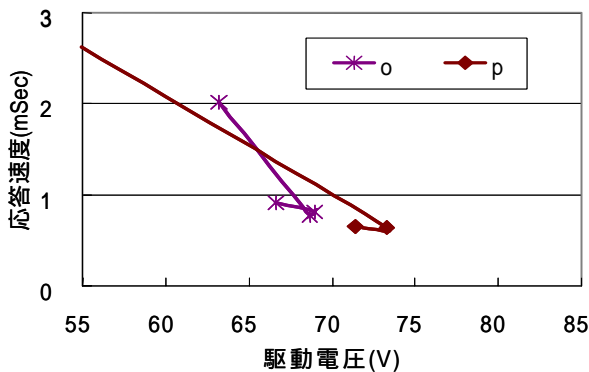


原料組成：図6同様

図7 2官能モノマー構造効果(2)

結果は、直鎖状の炭化水素系2官能モノマー(1,6-Hexanediol diacrylate (以下HDDA))が、応答速度が速く、コントラストも高い傾向であった。BDDAと比較しHDDAがより良い結果を示し、炭化水素部の長さも影響があることが解った。

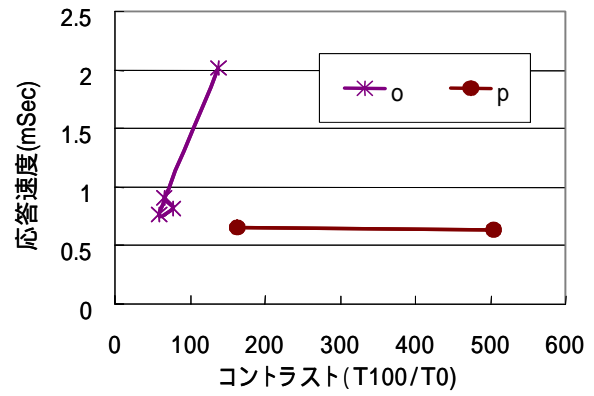
そこで炭化水素部を更に延ばし、1,9-Nonanediol diacrylate (以下NDDA)を検討した(図8, 9)。



原料組成：液晶/モノマー=80/20(o,p共通), (o) HDDA/BEA=9/11, (p) NDDA/BEA=9/11, 数値：重量部

図8 2官能モノマー構造効果(3)

結果、炭化水素部を更に延ばしたNDDAが応答速度・コントラスト共に優れた電気光学特性を示すことを見いだした。



原料組成：図8同様

図9 2官能モノマー構造効果(4)

4 まとめ

3次元(3D)表示プロジェクター用光シャッターの開発を目的として、簡便な作成方法による、高速応答性(高分子/液晶)複合膜の合成検討を行い、その結果以下の知見が明らかとなった。

(高分子/液晶)複合膜にアルコール系添加剤を加えることにより、未添加の場合と比較し、同等の応答速度時に駆動電圧を低減させることに成功した。しかし1mSecを切るレベルの高速応答領域では適応出来ない方法であった。

(高分子/液晶)複合膜の原料である多官能アクリレートに関し、モノマーの分子構造が複合膜特性に寄与し、直鎖状炭化水素系2官能モノマーで応答速度1mSec以下、高コントラストを実現することに成功した。

謝辞

本研究はJST地域イノベーション創出総合支援事業である「高速・ラビングフリー液晶表示材料の開発」プロジェクトにおいて行われたものであり、科学技術振興機構の直居様、チッソ石油化学(株)長谷場様・山本様、日本油脂(株)天谷様・岩田様のご助言・ご支援に感謝いたします。

5 参考文献

1)大坪誠：特開2003-50375

表面発泡柔軟層プラスチックスペーサの開発

野見山 加寿子^{*1} 大崎 徹郎^{*1}

Development of Plastic Spacer with the Flexible Porous Layer on the Surface

Kazuko Nomiyama and Tetsuro Osaki

鉄筋コンクリート構造物の施工時、鉄筋と型枠間の距離（かぶり）を確保するために用いられるプラスチック製のスペーサは、コンクリートと比較して熱膨張係数が高いためにコンクリート構造物に亀裂を発生させ、その亀裂より水・ガスが浸入してコンクリートの中性化、鉄筋の腐食を招く。この課題を解決するために、プラスチックスペーサの形状を最適化したり、スペーサ表面に圧縮可能な発泡柔軟層を設けたりすることにより、コンクリートとスペーサ間の応力緩和を図り、コンクリート構造体に亀裂を生じさせないプラスチックスペーサの開発を行った。

1 はじめに

鉄筋コンクリート構造物の施工時に使用されるスペーサには、鋼製・コンクリート製・モルタル製・プラスチック製等種々のものがある。形状もサイコロ型・馬蹄型、ドーナツ型等使用箇所によって様々である。プラスチックスペーサは、熱膨張によるコンクリート構造物への亀裂の発生という問題点があるにもかかわらず、軽くて割れにくいという特徴のため多用されてきている。

今回目的としたプラスチックスペーサは、コンクリート構造物の壁・柱あるいは、コンクリート二次製品に用いられる、プラスチック製のドーナツ型スペーサ（図1）に替わるものである。ドーナツ型スペーサの市場規模としては平成17年度約26億円あり、現場打ち込み用と二次製品用でほぼ二分している¹⁾。

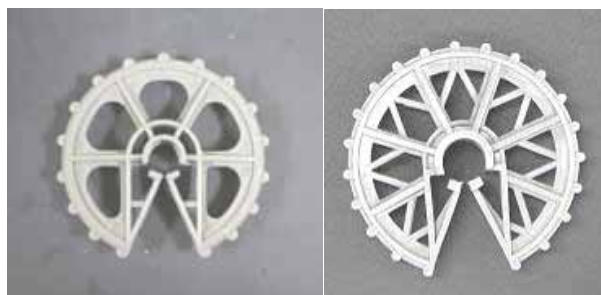


図1 市販のドーナツ型スペーサ（例）

ドーナツ型スペーサは、その形状のためにコンクリート（特に骨材）の充填不良を起こしたり、スペーサの材料であるポリプロピレン(PP)やポリエチレン(PE)樹脂がコンクリートとの接着力が弱いという課題も併

せ持つ。これらを解決するために、本事業では()プラスチックスペーサの形状をコンクリートを分断しないように、また温度応力が極小になるよう最適化すること、()スペーサ表面に温度応力を緩和するための柔軟な発泡層を設けること、によりコンクリートに亀裂を生じさせない新規プラスチックスペーサの開発・商品化を目的とした。課題()に関しては、近畿大学産業理工学部阿部教授のグループに協力いただいた。

2 研究・実験方法

表面に発泡層を設けたプラスチックスペーサの亀裂軽減への効果はこれまでも検討しており²⁾、大量生産に対応できる発泡樹脂の検討及び発泡層形成法の検討が必要であった。

また、事業途中からスペーサ形状の最適化により、「星型スペーサ」が開発され、これを用いた表面発泡層形成法の検討も行った。

2-1 発泡層のスペック確立

プラスチックスペーサの表面に発泡層を設ける手段として、(A)スペーサ表面に発泡樹脂を成形する方法、(B)スペーサ表面に発泡塗料を塗布する方法、(C)発泡剤をスペーサ材料と一緒に成形した後、発泡させる方法など種々考えられる。まず、プラスチックスペーサとコンクリートとの間の歪みを緩和できる発泡層の厚さ、発泡倍率及び発泡層を形成する材質について検討した。発泡層を形成する材質については、発泡樹脂として一般的なポリウレタン、ポリスチレン樹脂を用いて発泡層厚さ2mm、発泡倍率1.5倍、3倍、10倍のもの、ポリスチレン樹脂を用いて同様に発泡倍率4.8倍の試作スペーサを作製した。

*1 化学繊維研究所

2-2 発泡塗料塗布法

発泡層の検討中に、課題()のスペーサ形状の最適化により新規「星型スペーサ」が提案されたため、その後は星型スペーサをコアとして用いた表面発泡層の検討を行った。

発泡塗料には日本NSC(株)及び製造元の松井色素化学研究所(株)の御協力により、アクリル樹脂系発泡塗料のサンプル(フォーミングバインダ)を入手することができた。このフォーミングバインダはコンクリート構造物のクラック防止・補修に使用されたりするものである。発泡塗料だけではポリプロピレン(PP)やポリエチレン(PE)等のプラスチックスペーサの材質との密着性が悪いため、これを改良するためのプライマも合わせて提供して頂いた。

まずスペーサにスプレーガンでプライマを均一に塗布し、120℃で60秒間乾燥した後フォーミングバインダを同様にスプレーガンで塗布し120℃で60秒間の乾燥を数回くり返し、発泡層の厚さを制御した。最後に120℃で3分間加熱し塗料を発泡させて、発泡層厚さの異なる試作スペーサを作製した。

2-3 熱膨張マイクロカプセル添加法

上記のように、スペーサ表面に発泡柔軟層を成型・塗布する方法とは別に、材料であるポリプロピレン(PP)あるいはポリエチレン(PE)に、あらかじめ発泡剤(熱膨張マイクロカプセル)を配合して、スペーサを成形後に加熱発泡させる手法についても検討した。

大日精化工業(株)製のファインセルマスターMS402K(発泡・膨脹剤を、PEによりペレット化したもの)あるいは松本油脂製薬(株)製のMBF-230PE50(発泡膨脹剤「マイクロスフェア」を配合したものを)、PPに5~10部配合したスペーサを射出成形により作製した。作製した試験片をヒートガンあるいはオイル浴で加熱し、表面のみを発泡させた。

すべての試作スペーサは、近畿大学阿部研究室において、コンクリートへの埋込み及び温度荷重試験を行った。

3 結果と考察

3-1 発泡層付加による亀裂軽減効果

温度荷重試験結果を表1に示す。常温+30℃の加温をした結果、発泡層のないものでは明らかな亀裂が生じた(図2(A))が、発泡層を付加したものでは、目視で

確認できない程度(0.03mm)の亀裂であり、表面発泡柔軟層の効果は明らかであった。発泡層の厚さが2mmあれば、発泡倍率1.5倍でもコンクリートの劣化促進に影響する程の亀裂を生じさせることはなかった(図2(B))。したがって、さらに発泡倍率の高いものを用いれば、発泡層の厚さはさらに薄くても良いと考えられる。

表1 温度荷重試験(30℃)による
亀裂の発生状況

発泡倍率	長さ(mm)	幅(mm)	樹脂
発泡層無し	94	0.10	下図(A)
10	11	0.03	ポリウレタン
1.5	5	0.03	〃 下図(B)
3	22	0.03	〃
4.8	12+8	0.03	ポリスチレン



(A)発泡層無し (B)発泡層付き
(左右写真の倍率は同じ)

図2 コンクリート表面の亀裂発生状況観察

ただし、材質としてウレタン樹脂は容易に発泡体(フォーム)を得られるが、スペーサ表面に均一な発泡柔軟層を形成するためには、二色射出成形やRIM成形によらなければならないため、設備装置コストがかかる。またコンクリート中のアルカリ性雰囲気中で、加水分解される可能性があるため、実用製品には適さないと考えられる。

ポリスチレン樹脂はウレタン樹脂と比較して、劣化分解しにくいものである。実際にコンクリート構造物内で、防音・断熱材等としても用いられている。しかし発泡スチロールメーカーとの検討により、今回のようなプラスチックスペーサの表面にフォームを形成するための成形機は高価なものであることが判明し、実用化には別途検討が必要である。

3-2 発泡塗料塗布法

発泡塗料塗布法により作製したスペーサの一例を示す。(図3) これらのアクリル樹脂系発泡塗料を塗布して発泡させたスペーサについても、温度荷重試験を行った結果、70 まで加温しても亀裂は生じることがなく、発

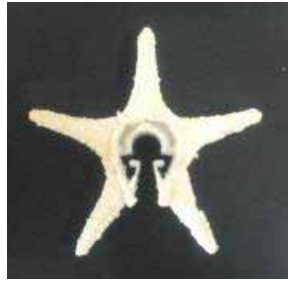


図3 発泡塗料塗布法による星型スペーサ

泡層による亀裂抑制効果が確認された。このタイプのスペーサを製造するには材料費が1.2倍増という問題点と、大量生産するにあたり、製造工程でのスプレー塗装には塗装ロボットが必要で、塗布・乾燥の繰り返しという複雑さから製造装置のコスト及び生産スピードの課題がある。また、スペーサ基材のPPとアクリル樹脂系発泡塗料との接着性、発泡層の耐久性等の課題が残された。

3-3 熱膨張マイクロカプセル添加法

配合されている発泡膨脹剤の最高膨脹温度は、ファインセルマスターMS402Kで190、マイクロスフェアで230である。熱膨張マイクロカプセル添加法による発泡層形成の模式図(断面)を示す(図4)

発泡膨脹剤を10部配合した試験片について、220のオイル浴で30秒間加熱した場合の試験片表面及び断面を電子顕微鏡にて観察した結果を示す(図5及び図6)

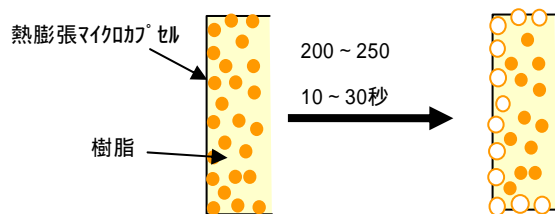


図4 熱膨張マイクロカプセル添加法の模式図

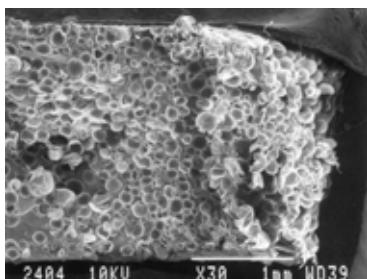


図5 加熱発泡した試験片のSEM写真(表面)

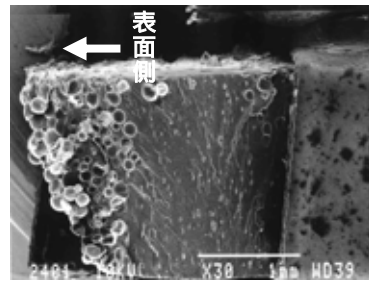


図6 加熱発泡した試験片のSEM写真(断面)

この結果より、表面層だけ1mm程度の厚みで発泡していることが明らかになり、本方法によっても表面発泡層が得られることがわかった。

大日精化工業(株)製のファインセルマスターMS402Kを配合した星型スペーサを示す(図7)。松本油脂製薬(株)製のマイクロスフェア配合の星型スペーサも同様に射出成形後に加熱発泡を行い、試作スペーサを得た。これらのスペーサを用いて温度荷重試験を行った結果、発泡塗料塗布法と同様に70 まで加温してもコンクリートに亀裂が生じることは無かった。



図7 ファインセルマスター配合星型スペーサ
(左:未発泡、右:発泡)

発泡膨脹剤を含むマスターバッチは、まだメーカーでも試作の場合が多く、コスト的に不利になっている。材料費のアップは発泡膨脹剤を5部配合した場合に1.5倍強となるため、発泡膨脹剤の種類・配合量の最適化。また大量生産の場合には、加熱工程(温度・時間)もさらに検討が必要である。

4 まとめ

本事業では「星型スペーサ」の開発時点において、スペーサ形状の最適化だけでもコンクリート構造体への亀裂発生が従来品(ドーナツ型)の2分の1に抑えられ、コストアップもほとんど無いことから商品化(商品名「プラ・スターG」)に至った。

表面発泡星型スペーサの商品化のためには、製造コストの課題(設備面・材料面)が大きいですが、コンクリ

ート埋込後の温度荷重試験で、優れた亀裂抑制効果を発揮したことから、「プラ・スターHI」としてさらに厳密に亀裂の抑制が必要とされる分野（土木・道路・橋脚等）での利用が期待される。

5 文献

- 1) (株) 矢野経済研究所：「プラスチックスペーサに関する調査」調査報告書，pp.1-6(2006)
- 2) 特願2006-136351

脱塩処理を施した焼却残渣を原料として用いたレンガの製造技術開発

親川 夢子^{*1} 田中 浩^{*2} 中野 辰博^{*2}

Fabrication of Bricks Containing Incineration Ash Removed Chloric Components.

Yumeko Oyakawa, Hiroshi Tanaka and Tatsuhiko Nakano

日本国内において排出される一般ゴミの総量は年々増加する傾向にあり、最終処分場の残余容積の逼迫から、焼却灰の埋立に頼らない処理が望まれている。一般廃棄物焼却灰は、ダイオキシン類、鉛やカドミウム等の有害物質のほか 10 数%の塩素イオンを含有しているため、再生材料として利用が制限され、このことが焼却灰の再利用が促進されない大きな理由となっている。本研究では、あらかじめ脱塩処理した焼却残渣の再利用法する方法のひとつとしてレンガ原料への適用法を検討する。プロジェクト終了後の製品化を視野に入れ、建材として十分な物性値（吸水率：10.0%以下、曲げ強度：5.0MPa 以上、圧縮強度：30MPa 以上）を有するレンガの製造技術開発を行った。

1 はじめに

原焼却残渣は最終処分場に埋め立てられることが一般的であったが、最終処分場の残余年数は僅かになってきている。しかしながら一般に焼却残渣には 10%程度の塩素分、特に難溶性の塩分濃度が高く、脱塩が困難であり、再利用が進んでいない。また、温水による強制洗浄などの従来の脱塩方法は多くのエネルギーや工業用水を要するため、省エネルギーで安価な脱塩方法が求められている。現在、そのほとんどが最終処分場に埋め立てている焼却残渣を建材原料の一つとして活用することができれば資源循環型社会構築への貢献が大いに期待できる。本研究では焼却残渣を脱塩促進剤（微生物を有する有機性コンポストなど）と共に貯留することで脱塩処理を施した焼却残渣の利用法の一つとして、レンガ原料への適用を検討、焼却残渣含有レンガの製造技術開発を行った。

2 実験方法

2-1 脱塩焼却残渣の化学的特性評価

脱塩済み焼却残渣がレンガ原料として適用可能かを調査、さらにレンガの製造条件を検討するために、ラボレベルで処理した焼却残渣と実証プラントから採取した脱塩焼却残渣について化学分析を実施した。測定には（株）リガク製の蛍光 X 線分析装置 3270 および（株）マックスサイエンス製全自動 X 線回折装置 MXP-

18 を用い、組成分析と結晶相の同定を行った。

2-2 脱塩焼却残渣含有レンガの作製と機械的特性評価

2-2-1 レンガ試験体の乾式成型と評価

脱塩焼却残渣含有レンガの配合条件および焼成条件を検討するために乾式成形によるテストピースの作製を行った。粘土、砂などを基本原料とし、脱塩済み焼却残渣を 0vol% ~ 40vol% の範囲で添加した試作品 No.1 ~ No.6 を作製した。配合条件を表 1 に示す。

表1 焼却残渣含有レンガ試作品の配合条件 (vol%)

No.	脱塩焼却残渣	粘土	水簸残渣	砂
1	40	40	10	10
2	40	30	20	10
3	30	50	10	10
4	30	40	20	10
5	20	60	10	10
6	20	50	20	10
STD	0	60	30	10

成型は乾式プレス法（金型寸法：150×75mm、成形圧力：310MPa）にて行い、1100℃、1 時間保持および 1120℃、4 時間保持の 2 条件下で焼成を行った。得られた試験体の機械的特性を評価するために吸水率および曲げ強度（スパン：120mm、クロスヘッド速度：1.0mm/min）の測定を行った。物性の目標値は JIS R

*1 化学繊維研究所

*2 荒木窯業(株)

1250 および JASS 7M-101 に基づき，吸水率：10.0%以下，曲げ強度：5.0MPa 以上，圧縮強度：30MPa 以上とした。

3 結果と考察

3-1 焼却残渣の化学分析結果

焼却残渣の含有成分を分析した結果，実証プラントから採取した灰の主な元素含有量はSiO₂：23.0wt%，Al₂O₃：13.0 wt%，CaO：40.0 wt%，Fe₂O₃：7.3wt%，Cl：1.2wt%であることが明らかになった。焼却残渣と実証プラントから採取した焼却残渣間の差はほとんど認められなかった。焼却灰には一般に 10%程度の塩素分が含まれているが脱塩処理によりその含有率は大幅に低減しており，レンガ原料の一部として使用することは可能と考えられる。しかしながら，多量のカルシウムが含まれているため，レンガの焼結性への影響が懸念される。結晶相同定結果より，検出されたカルシウム分のほとんどは炭酸カルシウム(CaCO₃)として存在していると考えられる。これは焼却場で灰の脱硫を目的として添加された処理剤に由来する成分である。さらに，X線回折プロファイル中にはフリーデル氏塩のピークが観察され，一部のカルシウムおよび残存塩素はフリーデル氏塩(3CaO・Al₂O₃・CaCl₂・10H₂O)の形をとっていると推察される。

3-2 焼却残渣含有レンガ試作品の機械的特性(1)

1100 ，1 時間保持の条件下で焼成した乾式成形試作品の外観写真を図 1 に示す。亀裂の発生や変形などは認められず，良好な外観のレンガを得ることができた。



図 1 レンガ試作品の外観

(焼成温度 1100 ，焼却残渣 20vol%含有)

機械的特性評価を行った結果，吸水率：12.2%～16.9%，曲げ強度：0.9MPa～1.5MPa と，本研究で定めている物性値よりも大幅に低い値であった。1100 ，

1 時間保持では焼結が十分に進行しなかったことが原因と考えられる。そこで，No.1～No.6 の成型体について温度を 1120 ，4 時間保持としたより高温での焼成を行った。得られたレンガのについて亀裂や変形は認められなかったが，焼却残渣を多く含むレンガには鉄分の溶融，吹き出しが原因と思われるくぼみが生じており，意匠性の面で問題があることがわかった。No.1～No.6 の試作品について物性評価を行った結果を表 2 に示す。焼却残渣含有量 30vol%以下のレンガについては良好な物性値が得られた。以上の結果より，脱塩済み焼却残渣含有レンガの製造は可能であること，1120 で焼成することで機械的強度が確保できることが明らかになった。また，意匠性と併せて考慮すると，レンガ製造時の焼却残渣添加量は 30vol%以下とすることが望ましいことがわかった。

表 2 レンガ試作品の物性値(1120 ，4 時間保持)

No.	焼却残渣含有量(vol%)	吸水率 (%)	曲げ強度 (MPa)
STD	0	3.5～4.4	3.2～4.5
1, 2	40	10.4～12.1	1.7～2.4
3, 4	30	7.6～9.6	2.6～3.3
5, 6	20	4.9～7.8	3.0～4.9

3-2 焼却残渣含有レンガ試作品の機械的特性(2)

3-1の結果を考慮し，より製品に近い条件での試作を目的とし，テストピースの湿式成型を行った。脱塩焼却残渣を19vol%または29vol%添加したレンガ試験体を湿式成型により作製し，物性試験を行った。焼成温度は1140 とし，焼成後の試験体について吸水率および曲げ強度の測定を行った。

物性試験を行った結果，吸水率：3.3%～6.0%，曲げ強度：7.8MPa～8.7MPa，圧縮強度：39.0MPa～60.2MPa と良好な値を得ることができた。この結果を踏まえ，脱塩焼却残渣含有レンガの最終配合を表 3 の割合に決定した。また，これまでの試験体は実際の製品よりも小さいサイズで作製したが，製品化を想定し，既存のレンガ製品に近い大きさのレンガを製造した。成型体を 1140 -3 時間保持の条件下で焼成しレンガ製品を得た。焼成条件は 1140 ，保持時間を 3 時間とした。

表3 焼却残渣含有レンガの最終配合割合(vol%)

原料	粘土	山砂水 簸残渣	ベント ナイト	脱塩焼 却残渣
配合量	54	10	6	30

これまでに作製したレンガ試験体では亀裂の発生や変形は認められなかったが、図2に示すように製品サイズでの試作品には鉄分の吹き出しやガラス状の発泡体の発生が顕著に認められ、意匠性の面で問題があるレンガとなった。これは今回使用した焼却残渣に混入していた金属屑やガラス片が原因となって発生したものと考えられる。配合前にふるい分けによる選別を行ったが、混入物が残存していたと思われる。レンガ試験体の物性評価を行った結果、吸水率 5.4%、圧縮強度 33.9MPa と目標値（吸水率 10%以下、圧縮強度 30MPa 以上）をクリアする強度が得られた。しかしながら、レンガ自体の変形・膨張が起きているため、焼却残渣に含まれる異物（金属屑やガラス片）の除去が今後製品化を進める上での課題といえる。



図2 脱塩焼却残渣含有レンガの外観
(廃含有率30vol%)

4 まとめ

脱塩処理により焼却残渣に含まれる塩素分は大幅に低減しており、レンガ原料の一部として利用することは可能と考えられる。しかしながら、焼却残渣に混入している金属屑やガラス屑に起因する発泡や変形が生じるため、その除去工程を検討する必要がある。

福岡県大島産アカモクにおける粘性多糖類含量の季節変動

上田 京子^{*1} 木村 太郎^{*1} 黒田 理恵子^{*1} 赤尾 哲之^{*1}

篠原 直哉^{*2} 後川 龍男^{*2} 深川 敦平^{*2} 秋本 恒基^{*2}

A Quantitative Analysis of Polysaccharides of Brown Algae Akamoku Collected off the Oshima Island (Fukuoka Prefecture)

Kyoko Ueda, Taro Kimura, Rieko Kuroda, Tetsuyuki Akao,

Naoya Shinohara, Tatsuo Ushirokawa, Atsutoshi Fukagawa and Tsuneki Akimoto

最近、福岡県において海藻アカモクを地域の新しい特産品とする試みが精力的に行われている。そこで、福岡県大島産のアカモク *Sargassum horneri* について粘性多糖類であるフコイダン、アルギン酸の含有量の分析を行った。フコイダンやアルギン酸は免疫の賦活化など様々な生理活性を有し、消費者の関心も高い物質である。分析の結果、フコイダン、アルギン酸はそれぞれ乾燥藻体100gあたり最大8.3g、34.1g含まれていることが明らかとなった。また、季節変動について検討したところ、アルギン酸の含有量はアカモクの成長過程を通じてほぼ一定であったのに対し、フコイダンは生殖器官出現後に劇的に増加することが明らかとなった。これはフコイダンが生殖活動に密接に関連していることを示唆している。

1 はじめに

アカモクはヒバマタ目ホンダワラ科に属する褐藻の一種であり北海道東部を除く日本列島のほか、朝鮮半島から香港までに広く分布している（図1(A)）。全国的に藻場として魚類の産卵場や稚魚の成長の場としての役割を担っている。また、流失後は流れ藻として魚介類を保護するとも言われている。

一方でアカモクは、一部地方では食品資源としても利用されている。秋田県、新潟県ではアカモクを「じばさ」、「ぎばさ」と呼び伝統的に食品として利用してきた。特に、交通手段が十分でなかった時代においては、冬に採取出来る海藻類は野菜の代用品として重宝されてきたと考えられている。しかし、流通機構が発達し食生活も豊かになった近年において、このような意味合いは薄れつつある。むしろ、海藻類が含む機能性成分や低カロリーといった特徴が注目され、健康によい食品として全国的に関心を集めつつある。例えば、九州地方ではこれまでアカモクを食用としていなかったが、最近福岡県において地域の特産品としてアカモクを評価する活動が精力的に行われている。アカモクの食品としての特徴の一つに粘り気のある食感が挙げられる。藻体をミンチ状にした後、湯通しすると非常

に強い粘りが生じる（図1(B)）。この粘り気はフコイダンやアルギン酸といった粘性多糖類によるものと思われる。フコイダンはモズクやガゴメコンブにも含まれており、それらを用いた研究において抗血液凝固活性¹⁾、コレステロールの低下作用²⁾、抗腫瘍効果³⁾等を示すことが知られている。またアルギン酸は、褐藻類に広く含まれ血圧低下作用、整腸作用等の効果がある^{4,5)}。従って福岡県産アカモクについても同様の健康への効果が期待されるが、一般的に海藻の化学成分は採取場所、時期、水深等の条件により大きく変動するため一概に判断することは出来ない。そこで、本論

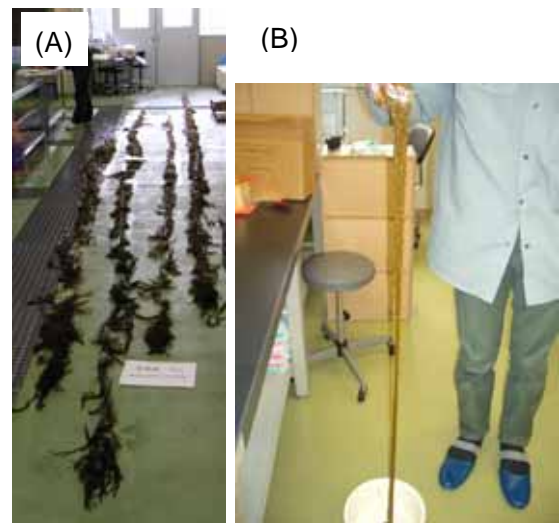


図1 採取されたアカモク (A) 及びアカモク加工品 (ミンチ状にして湯通ししたもの) (B)

*1 生物食品研究所

*2 福岡県水産海洋技術センター

文ではこれまで食用とされてこなかった福岡県産アカモクについて、フコイダンとアルギン酸を定量した。また、採取時期の異なるアカモクを比較することで、アカモクの成長と多糖含有量の変化について検討を行った。

2 研究, 実験方法

2-1 試料

アカモクは福岡県宗像市大島松ヶ下沖水深3mの定点で2004年11月10日から2005年6月24日の間に採取したものをを用いた。毎回20個体を採取し、全長、重量測定を行った。また、生殖器床の有無を目視で確認し、生殖器床を有する個体数が全体に占める割合を成熟度と定義した。

2-2 フコイダン及びアルギン酸の抽出

フコイダン^{3,6,7)} アルギン酸³⁾の抽出は既報の論文を参考としてアカモクに適した操作条件を確立し、図2に示すスキームに従い抽出した。試料は、藻体を凍結乾燥し粉碎器で粉末化したものを使用した。

フコイダンはアカモク粉末(5.0g)を85%メタノール水溶液に加え、70℃で加熱攪拌することで脱脂、脱色素した。その後、残さに10mM塩酸水溶液を加えフコイダンを抽出した。得られた溶液を透析した後凍結乾燥により粗フコイダンを得た。この粗フコイダンを水に再溶解し、塩化セチルピリジニウム(CPC)を加え沈殿させることで精製フコイダンを得た。

アルギン酸は、アカモク粉末(1.0g)を50mM硫酸中で攪拌し、硫酸化多糖を除去した後、残さに1%炭酸ナトリウム水溶液を加え抽出した。得られた溶液を透析した後凍結乾燥した。この重量を測定しアルギン酸量とした。

2-3 フコイダンの糖組成分析

精製したフコイダン1mgを蒸留水(100μl)に溶解し、トリフルオロ酢酸(200μl)を加え、100℃で3時間加熱加水分解を行った。得られた溶液を一旦乾固し、70%アセトニトリル(100μl)に再溶解することで測定試料とした。これを高速液体クロマトグラフ(Waters: YMC-Pack Polyamin, 250x4.6mm. 溶離条件: 70%アセトニトリル, 30℃. 流速: 0.8ml/min. 検出器: RI)により分析し、フコース、グルコース、キシロースの存在比をピーク面積から決定した。

2-4 ウロン酸, 硫酸基の定量

ウロン酸はカルバゾール硫酸法の改良法によって定量し、530nmの吸光度からガラクトuron酸を標品として算出した⁸⁾。また、硫酸基はDodgson Price法により定量した⁹⁾。

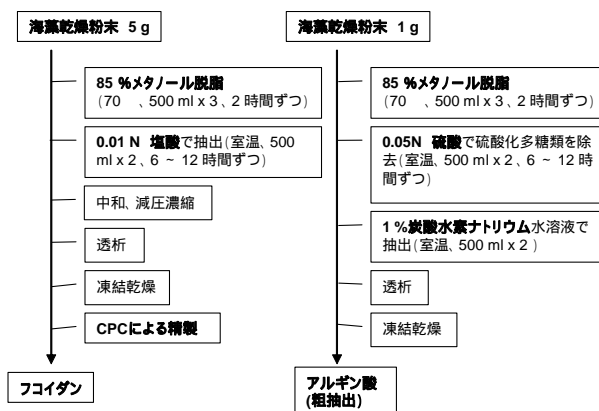


図2 アカモクからのアルギン酸及びフコイダンの抽出スキーム

3 結果と考察

3-1 アカモクの成長と成熟

アカモクは1年生の褐藻である。今回の採取地点である福岡県宗像市大島松ヶ下沖水深3mでは11月頃から成長を開始し翌年5月には消失した。図3にアカモクの全長及び藻体湿重量の推移を示す。これによると2004年11月10日の時点では全長7.9cm、湿重量2.0gであったのが2005年3月28日には全長467cm、湿重量441gまで成長した。その後は全長、藻体湿重量共に減少に転じている。

また、アカモクの成長過程における形態変化の一つに生殖器床の出現が挙げられる。この生殖器床は配偶子を放出する為のものであり、形状の違いはあるものの雄株、雌株ともに有する。この生殖器床を有する個

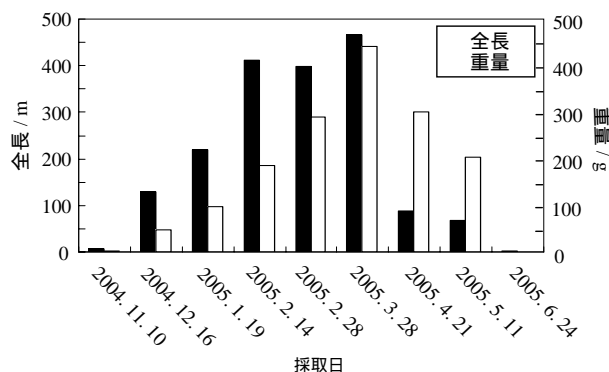


図3 福岡県大島産アカモクの藻体全長及び湿重量の季節変化(水産海洋技術センター調査)

体が全体に占める割合を“成熟率”と定義し調査を行ったところ、2005年2月14日には成熟株は全体の20%にすぎなかったのに対し、2週間後の同28日には95%まで急激に増加した(図4)。これらのことから、アカモクの全長や湿重量が成長に合わせて徐々に増加するのに対し、成熟は特定の短い時期において劇的に変化するものであることが分かる。

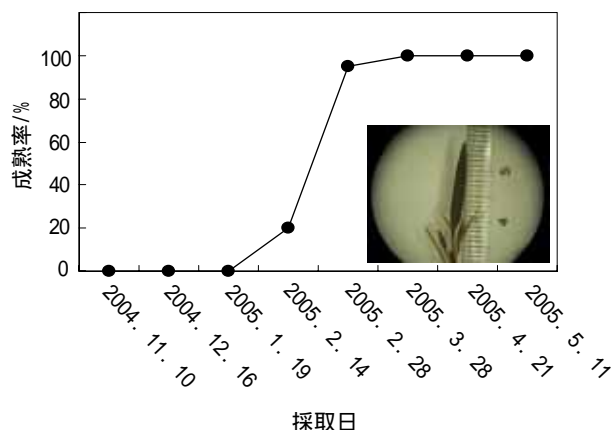


図4 福岡県大島産アカモクの成熟率の季節変動(水産海洋技術センター調査)

3-2 フコイダン含量の季節変動

採取したアカモクのうち2005年1月19日から同5月11日の試料についてフコイダンを抽出し、藻体に含まれるフコイタン量を定量した。抽出操作は2回行い、良好な再現性を確認している。また、後述の糖組成分析の結果から、得られたフコイタンはほぼ純粋であることが明らかとなっている。結果を図5に示す。これによると2005年1月19日及び同2月14日採取のアカモクにはほとんどフコイタンが含まれないが2週間後の2月28日には急増し、乾燥藻体100gあたり7.5gのフコイタンが含まれていることが明らかとなった。その後、3月28日に最大値(8.3g/乾燥藻体100g)を示し、それ以降は若干減少したが6.6-6.8g含まれていた。この急激な増加はアカモクの成熟率が急増する時期と非常に良く一致している。また、アカモク加工関係者の間でも生殖器床の出現以降に藻体及び加工品の粘り気が増すことが経験的に言われていた。従って、今回の結果は「藻体の粘り気」、「生殖器床の出現」、「フコイタン含量」が密接な関連を持つことを裏付けるものとなった。つまり、フコイダンの生成はアカモクの成長よりもむしろ成熟に関連しているといえる。

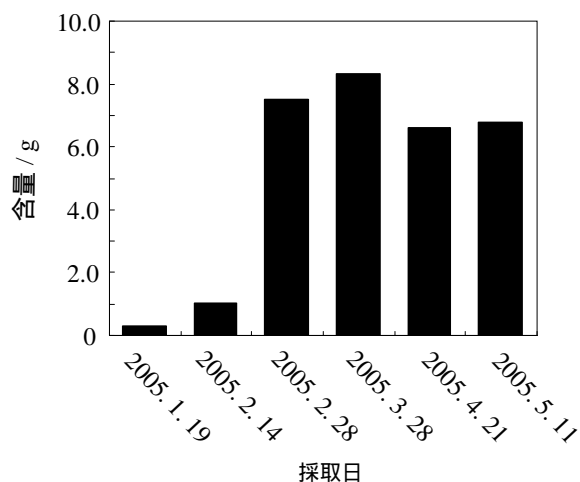


図5 福岡県大島産アカモク中のフコイタン含量の季節変動(乾燥藻体100gあたり)

また、得られたフコイタンについて糖組成分析を行ったところ、特に採取時期による大きな変動は観察されなかった(表1)。全体的に、ウロン酸量は2~3%程度と低く、抽出画分にアルギン酸を含まないことを裏付けるものといえる。また、硫酸基量は27%前後であった。一般にフコイタンには硫酸化度の異なるものが存在するが、今回得られた画分は比較的高い硫酸化度のものと考えられる。また、フコース、キシロース、グルコース間の構成糖比率から、本多糖はフコースが主体であることが示唆された。更に、グルコースはほとんど確認されなかったことからラミナラン(-グルカン)等のグルカン類が適切に除去されていることを意味する。以上のことから今回福岡県産アカモクから得られたフコイタンは、硫酸化度が高くウロン酸の少ない真正フコイタンであると推測される¹⁰⁾。

表1 フコイダンの構成成分の季節変動

	フコイタン中の含有量 / %		構成糖比 フコース:キシロース:グルコース
	ウロン酸	硫酸基	
2005. 2. 28	2.9	28.6	1.00 : 0.02 : 0.01
2005. 3. 28	2.2	27.0	1.00 : 0.01 : 0.01
2005. 4. 21	2.8	27.1	1.00 : 0.02 : 0.02
2005. 5. 11	2.9	26.0	1.00 : 0.02 : 0.02

3-3 アルギン酸含量の季節変動

フコイダンと同様にアルギン酸についても季節変動の評価を行った。結果を図6に示す。これによると、アルギン酸は2005年2月14日に最大値（34g/乾燥藻体100g）を示し、その後僅かに減少する傾向が見られた。これは、アルギン酸が細胞間充填物質として機能しているために、成長が盛んな時期に多く含まれると考えられる。しかしながら、今回の採取期間内においてアルギン酸量は25-35g/乾燥藻体100gの間で推移し、極端な変動は観察されなかった。浅川ら¹¹⁾は英虞湾のアカモクに含まれるアルギン酸量の季節変動について報告しているが、同様の傾向が確認されている。同じ多糖類であるフコイダンが生殖器床の出現と共に大きく含有量が変動するのは対照的である。

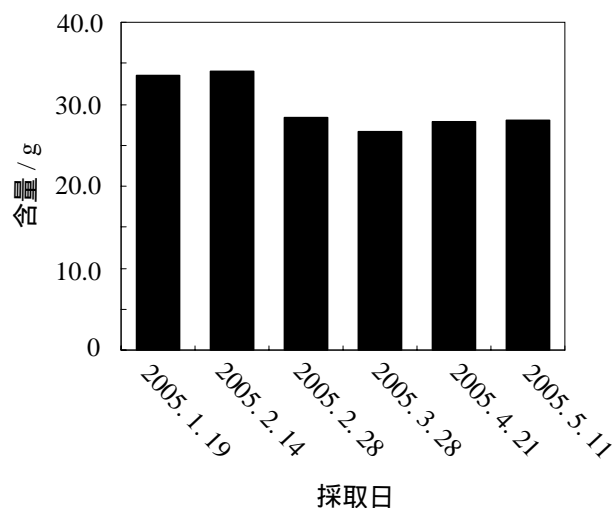


図6 福岡県大島産アカモク中の粗アルギン酸含量の季節変動（乾燥藻体100g あたり）

4 まとめ

一般に海藻に含まれる糖類は生活サイクルに応じて変動することが知られている。福岡県産アカモクに含まれるフコイダン量も採取時期により大きく変動し、生殖器床の出現後に急増することが明らかとなった。同じ粘性多糖類であるアルギン酸に大きな変動が観察されなかった事とは対照的である。このことから、アカモクにおいては、フコイダンは配偶子の保護など生殖活動に何らかの役割を果たしているのではないかと推測される。

また、水産資源保護の観点において、今回得られた知見はアカモクの持続的な利用に役立つと考えられる。

多糖類が豊富で食品としての価値が高い藻体のみを採取することで乱獲を防ぎ、藻場への影響を最小限に抑えることが出来る。更に、アカモクの商品化にあたり一定の品質の物を安定的に供給するための漁業者への情報提供にも有効といえる。

5 参考文献

- 1) 酒井武, 加藤郁之進: 化学と工業, Vol. 58, pp. 580-582 (2005)
- 2) 上原めぐみ, 田幸正邦, 川島由次, 福永隆生, 尚弘子, 知念功, 本郷富士弥: 応用糖質科学, Vol. 43, pp. 149-153 (1996)
- 3) 松田太一, 佐々木甚一, 栗原秀幸, 波田野六男, 高橋是太郎: 北大水産彙報, Vol. 56, pp. 75-86 (2005)
- 4) 山田信夫: 海藻利用の科学, pp. 90-104, 成山堂 (2001)
- 5) 浅岡力: New Food Industry, Vol. 43 pp. 13-19 (2001)
- 6) 森宏枝, 西澤一俊: 日水誌, Vol. 48, pp. 981-986 (1982)
- 7) 富士川龍郎, 中島克子: 農化誌, Vol. 49, pp. 455-461 (1975)
- 8) 福井作蔵: 生物化学実験法1 還元糖の定量法, pp. 62-64, 学会出版センター (1990)
- 9) Dodgson K. S., Price R. G.: Biochem. J., Vol. 84, pp. 106-110 (1962)
- 10) 山田信夫: 海藻利用の科学, pp. 130-134, 成山堂 (2001)
- 11) 浅川明彦, 他: 養殖研報, Vol. 6, pp. 65-69 (1984)

動物細胞のための三次元培養担体の開発に関する研究

金沢 英一^{*1} 山口 哲^{*1} 楠本 賢一^{*1}

Development of the Ceramics Based Cell Culture Carrier for Animal Cell

Eiichi Kanazawa, Tetsu Yamaguchi and Kenichi Kusumoto

哺乳類細胞を高密度に培養させるための担体（細胞の足場となる材料）の開発が望まれている。本研究では優れた細胞保持能力を示す新たな哺乳類細胞用担体の開発を目標とし、担体のベース材料に金属酸化物セラミックスを選択して培養用担体としての可能性について検討を行った。その結果、数種類の金属酸化物セラミックスが哺乳類細胞（CHO 細胞）に対する保持能力を示すことがわかった。また、CHO 細胞保持能力をさらに向上させるために、ベース材料の第二成分表面修飾処理による効果について検討を行った。その結果、貴金属や金属酸化物による表面改質により細胞保持能力は向上することがわかった。また、この哺乳類細胞培養用担体（金属表面修飾セラミックス担体）は、他の哺乳類細胞種も培養が可能であり安定なサイトカイン生産も行えることがわかった。

1 はじめに

三次元培養技術は、細胞自身が持つ組織形成能力や修復能力、または医療用タンパク質（サイトカインや抗体）の物質生産能力などを飛躍的に向上させることができるため、ティッシュエンジニアリングによる再生医療、医療用タンパク質生産、バイオデバイス（細胞を組み込んだ医療器具）の開発などを行うためのバイオツールとして非常に注目されている¹⁾。三次元培養において、細胞や組織を立体的な環境下で生育させるためには、それらに適した担体（細胞や組織の足場となる材料）の選択が重要である。しかし、一般的に用いられているリン酸カルシウム、ガラス、コラーゲン、セルロース等の担体は、特定の組織形成（例えば骨形成）や一部の培養細胞のために開発されたものであるため²⁾、神経細胞や肝細胞、初代培養細胞など多様な細胞種に適應することができない。また、細胞や組織の持つ機能を高度化するために重要な役割を担っている機能性タンパク質・ペプチドを固定化することが可能な担体の開発が望まれている。

そこで、一般的に用いられている培養担体と比較して優れた細胞保持能力（吸着・接着性）並びに細胞の高機能化を示すこれまでにない新たな哺乳類細胞用担体を開発するために、金微粒子等の貴金属あるいは金属酸化物を担体のベースとなるセラミックス粒子表面に高分散担持させた構造の金属表面修飾セラミックス担体を作製した。この適切な材料選択の基に作製し

た担体は、細胞培養環境下での耐食性にも問題はなく細胞毒性を示さなかった。さらに、ベースセラミックス粒子の表面上に存在する金微粒子は、細胞接着や細胞機能に關与するペプチド・タンパク質などの生体分子と高い結合能力を持っており、様々な細胞種への適應性の向上、細胞の高機能化を誘導する可能性がある。従って、この金属表面修飾セラミックス担体は三次元培養技術における医療用タンパク質の生産、人工臓器開発などを行うための重要なバイオツールとして貢献できると考えられる。

2 研究, 実験方法

2-1 金属表面修飾セラミックス担体の調製方法

哺乳類細胞培養担体のベース材料として使用した金属酸化物セラミックスである SiO₂（平均粒子径：約 140 μm）は、まず始めに加熱処理として 1000 で仮焼成を行った。第二成分である貴金属微粒子は Au, Pd, Ag 等を、金属酸化物微粒子は Al₂O₃, CuO, Cr₂O₃, Y₂O₃ 等をベース材料の表面上に高分散担持（固定化）させた。第二成分の添加方法は、貴金属コロイド溶液を用いる方法（コロイド法）、金属化合物を用いる方法（含浸法）により行った。第二成分の担持量は（担体の全重量に対する担持第二成分重量の割合（wt%））とした。第二成分を添加した試料は、十分な乾燥および混合を行った後、電気炉を用いて 600 ~ 1000 で、3 時間 ~ 5 時間の焼結処理を行い、ベース材料の表面上に貴金属微粒子や金属酸化物微粒子として固定化させた。

*1 生物食品研究所

2-2 金属表面修飾セラミックス担体の細胞保持能力の評価およびサイトカイン生産量の評価

哺乳類細胞 (CHO-EGFP 細胞: 蛍光タンパク質を発現させる CHO 細胞 (ハムスター卵巣細胞)) を各種金属表面修飾セラミックス担体を入れた 10%FBS - DMEM 培地中に混和させて静置培養を行った。培養条件 (担体の種類, 担体量, 細胞数, 培養時間) を設定して一定の時間経過後に担体のみに着着した細胞数を測定することにより金属表面修飾セラミックス担体の細胞保持能力を評価した。培養実験は同様の培養条件下で繰り返し数回行うことにより, 各条件における担体の細胞保持能力を決定した。CHO 細胞以外の哺乳類細胞種として, マウス神経芽細胞 (Neuro2a 細胞), ヒト胎児正常肝細胞 (HC 細胞) についても同様の方法で細胞保持能力の評価を行った。また, CHO-GM-CSF 細胞 (サイトカイン (GM-CSF) 産生 CHO 細胞) を用いて金属表面修飾セラミックス担体に接着した細胞によるサイトカイン生産量の評価を行った。

3 結果と考察

3-1 金属表面修飾セラミックス担体の細胞保持能力

金属酸化物セラミックスが哺乳類細胞培養用担体の材料に適切であるか確認するため, 一般的に使用され耐食性等が高く安定な性質を示すと考えられる金属酸化物セラミックスの中から SiO_2 , Al_2O_3 , Y_2O_3 , ZrO_2 等を選択して CHO 細胞培養を行った。その結果, これらは細胞培養環境下で腐食や細胞毒性などを示すことなく安定な CHO 細胞培養が可能で, 接着細胞数や細胞の接着形態が比較的良好であった。また, 一般的に用いられているリン酸カルシウムやガラス製の担体と比較したところ, ほぼ同様かそれより高い CHO 細胞保持能力を示すことが確認された。

そこで, 培養担体のベース材料として比較的安定であることを実証した数種類の金属酸化物の中で, 細胞の直径 10-20 μm 以上の粒子径, 細胞観察が可能, 培地中での耐久性などといった培養担体として必要な条件を満たす SiO_2 を開発目標とする金属表面修飾セラミックス担体のベース材料として採用した。しかし, 実際に SiO_2 ベース材料のみでの使用は, 様々な培養実験に対して適応が可能な培養担体としては十分な細胞保持能力とは言えないため, 次に SiO_2 への貴金属

上の可能性について検討を行った。

図 1 に SiO_2 に貴金属 (Au, Pd, Ag), 金属酸化物 (Al_2O_3 , CuO , Cr_2O_3 , Y_2O_3) を担持した金属表面修飾セラミックス担体の CHO 細胞保持能力を示す。図の縦軸は, 担体量 25mg, 播種細胞数 (5×10^5 個) に対して静置培養 24 時間後に担体に接着した CHO 細胞数を示している。第二成分である貴金属および金属酸化物はそれぞれについて SiO_2 への担持量を変えた数種類の担体を調製して細胞保持能力を評価した結果, いずれの担体も第二成分の担持量の違いにより細胞保持能力が変化する傾向を示した。図にはそのうちで最も高い細胞保持能力を示した各種担体の細胞保持能力を示しており, この図より第二成分の種類と担持量による SiO_2 の表面改質が細胞保持能力の変化に大きく影響を及ぼすことがわかった。また, Au- SiO_2 担体はこの中で最も高い細胞保持能力を示した。Au は, 細胞接着や細胞機能に関与する生体分子と高い結合能力を持つため, この親和能力が CHO 細胞に対して機能することで他の担体と比較して細胞保持能力を向上させたと考えられる。

3-2 Au 表面修飾 SiO_2 担体の CHO 細胞保持能力

金属表面修飾セラミックス担体それぞれについて, 細胞保持能力の再現性や担体の耐久性や安全性などに関する詳細な検討を行った結果, Au- SiO_2 担体が調製した種々の担体の中で最適な構造であると実証されたため, この系を用いてより詳細な CHO 細胞培養条件に関する検討を行った。まず, 0.001wt%, 0.01wt%, 0.1wt% の Au を担持した SiO_2 担体について, 担体量 10mg, 播種細胞数 (1×10^6 個) による一週間の CHO 細胞培養を行った。

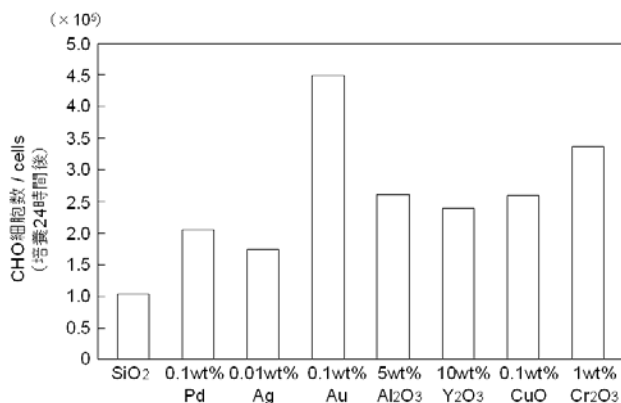


図 1 金属表面修飾 SiO_2 担体の CHO 細胞保持能力

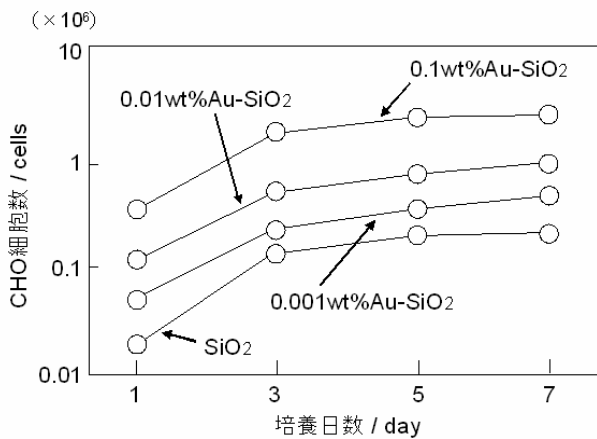


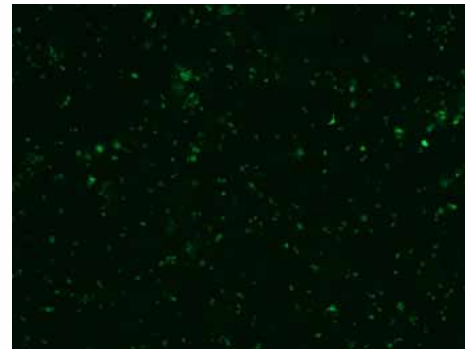
図2 Au 表面修飾 SiO₂ 担体の CHO 細胞保持能力

図2に Au-SiO₂ 担体の CHO 細胞保持能力を示す。これより、Au-SiO₂ 担体で安定な CHO 細胞培養を行うことが可能であり、SiO₂ と比較して接着細胞数は Au 担持量の増加 (0.001wt% ~ 0.1wt%) に依存して大きく増加する傾向を示した。一方、この図には示していないが、0.1wt%以上の担持量については顕著な増加の傾向はなく 0.1wt%とほぼ同等の細胞保持能力であった。また、培養3日目以降ではいずれの担体についても接着細胞数の増化量が小さくなっているため、担体量10mg に対して接着可能な細胞数がほぼ飽和状態に到達しているものと考えられる。従って、担体表面に存在する Au 量の違いが CHO 細胞保持能力の差として顕著に現れており、それが接着細胞数に反映されていることが十分に伺える。

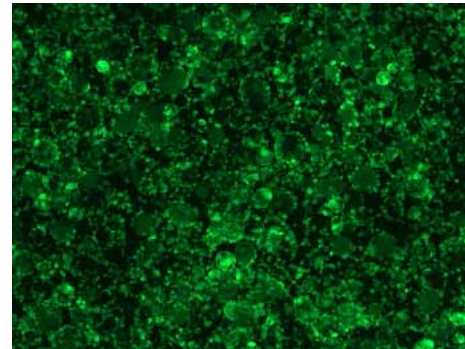
図3に Au-SiO₂ 担体の CHO 細胞培養1日後、培養3日後の顕微鏡写真を示す。写真の明るい部分には担体に接着した CHO-EGFP 蛍光細胞が存在しており、Au を担持することで CHO 細胞は担体粒子全体に均一な状態で数多く存在することがこの写真から明らかである。また、SiO₂ 担体は細胞保持能力が低いため培養1日後の担体への接着細胞数が少ない結果、培養3日後にかけての細胞の増殖が小さい。これに対して、Au-SiO₂ 担体は Au による優れた細胞保持能力により培養1日後でも比較的多くの細胞が均一な状態で担体に強固に接着している結果、培養3日後にかけての細胞の増殖も大きい。その結果、この両者の担体の間では接着細胞数に著しく大きな差が現れていると考えられる。

3-3 Au 表面修飾 SiO₂ 担体を用いたサイトカイン生産量の評価

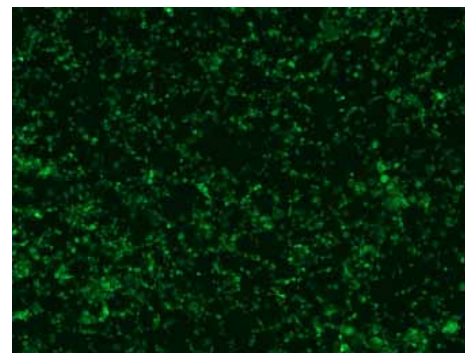
Au-SiO₂ 担体に接着した CHO 細胞によるサイトカイ



SiO₂ 担体 (培養1日後)



0.1wt% Au-SiO₂ 担体 (培養1日後)



SiO₂ 担体 (培養3日後)



0.1wt% Au-SiO₂ 担体 (培養3日後)

図3 Au 表面修飾 SiO₂ 担体の CHO 細胞培養写真

ン (GM-CSF) 生産量の評価を行った。図4に担体量10mg、播種細胞数 (1 × 10⁶個) の条件で Au-SiO₂ 担体を用いて一週間培養した CHO 細胞による 24 時間当たり 1ml の培地に含まれるサイトカイン生産量を示す。サ

イトカイン生産量は細胞数に依存するため、担体に接着した細胞数が多くなれば高い数値を示す。また、SiO₂ へのAu担持量の増加により担体に接着するCHO細胞は増大することは図2から明らかである。従って、図4からAu担持量が多く培養日数の経過した担体ほど接着CHO細胞数が多いためサイトカイン生産量は高い数値を示し、その数値はCHO細胞数にもほぼ依存している結果が得られているため、Au-SiO₂ 担体が担体表面における細胞の増殖とサイトカイン生産に対して最適な環境を与えていると考えられる。

3-4 Au 表面修飾 SiO₂ 担体の他の哺乳類細胞保持能力

CHO 細胞以外の哺乳類細胞種として、一般的な培養細胞と比べ細胞接着が難しいとされているマウス神経芽細胞 (Neuro2a 細胞), ヒト胎児正常肝細胞 (HC 細胞) について, Au-SiO₂ 担体による細胞培養が可能であるかについて検討を行った。その結果, 図5に示す写真から明らかなように, Au-SiO₂ 担体は SiO₂ 担体と比較して高い Neuro2a 細胞保持能力 (担体量 10mg, 培養 5 時間) を示した。また, HC 細胞についても同様の検討を行った結果, SiO₂ 担体と比較して Au-SiO₂ 担体は高い細胞保持能力を示し, この両者の細胞については CHO 細胞の場合と同様に Au-SiO₂ 担体で良好な細胞培養が可能であることがわかった。

4 まとめ

金属酸化物セラミックスによる新たな哺乳類細胞培養用担体としての可能性について検討を行った結果, SiO₂ を担体のベース材料に選択して, 第二成分種として Au 微粒子を SiO₂ 表面に高分散担持させた Au-SiO₂ 担体は SiO₂ 担体と比較して CHO 細胞保持能力を飛躍的に向上させることができた。この傾向は, CHO 細胞保持能力の Au 担持量による影響やそれに基づくサイトカイン生産量の検討から明らかとなり, Au-SiO₂ 担体が最適な培養環境を提供する可能性を十分に備えていることが示唆された。また, Au-SiO₂ 担体は細胞接着や細胞機能に関与する生体分子と高い結合能力を持つ Au が担体表面上に分散したこれまでにない担体であり, 様々な細胞種への適応性の向上, 細胞の高機能化を誘導する可能性がある。この点については, 一部の哺乳類細胞 (Neuro2a 細胞, HC 細胞) を用いた培養実験により適応能力の可能性のあることを実証した。

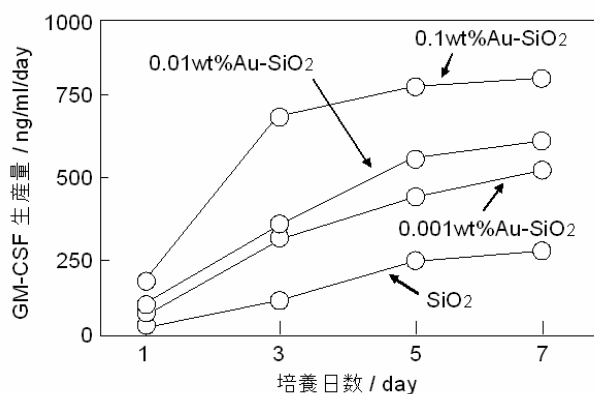
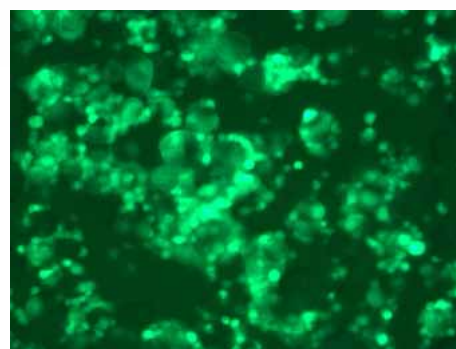
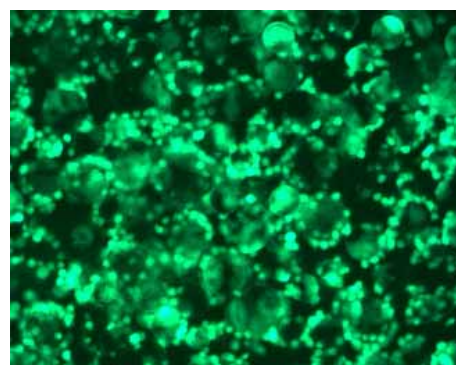


図4 Au 表面修飾 SiO₂ 担体を用いて培養した CHO 細胞による 24 時間当たりの GM-CSF 生産量



SiO₂ 担体 接着細胞数: 約 2×10^5 cells



0.1wt% Au-SiO₂ 担体 接着細胞数: 約 5×10^5 cells

図5 Au 表面修飾 SiO₂ 担体の Neuro2a 細胞培養写真

従って, 今回開発を行った金属表面修飾セラミックス担体は, 今後必要とされる様々な哺乳類細胞種に適応可能な担体としての可能性を十分に持っているため, 新たな哺乳類細胞用担体としてバイオテクノロジー関連分野に大きく貢献できると考えられる。

5 参考文献

- 1) Strain AJ, et al. : Science, **295(5557)**, pp.1005-9(2002)
- 2) Lagasse E, et al. : Immunity, **14(4)**, pp.425-36(2001)

中高年労働者のVDT作業特性に関する研究

石川 弘之^{*1} 本 明子^{*1} 友延 憲幸^{*2}

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

Hiroyuki Ishikawa, Akiko Moto and Noriyuki Tomonobu

昨年度の研究より、中高年者は若年者よりもノート型PCでのVDT作業時の上体の動きが大きく、作業姿勢が安定していないことが認められ、中高年者のVDT作業環境には作業姿勢の安定性を高める要素が必要であると考えられた。そこで本年度の研究は、VDT作業時の姿勢と作業負担度の関係を検証することを目的とした。実験を行った結果、中高年者は若年者に比して、上体が前傾であるほどVDT作業中の上体の安定性が高く、上体が床面に対して垂直に近い姿勢では安定性が低い傾向がみられた。また、中高年者と若年者共に、上体が前傾であるほどVDT作業時の負担度が大きく、床面に対して垂直に近い姿勢で負担度が小さいと感じている傾向がみられた。

1 はじめに

加齢により身体機能が低下する中高年者にとって最適なVDT作業環境を提供する家具の提案は皆無であるのが現状である。また、長時間のVDT作業には不適なノート型PCの普及もあり、その作業環境の改善は急務であると考えられる。よって、本研究では中高年者に適した事務用机と事務用椅子に必要な要素を抽出するため、中高年者のVDT作業特性についての検証がおこなった。事務用机と事務用椅子はVDT作業環境を構成する要素のひとつであり、VDT作業姿勢は両者の位置関係に依存する。昨年度の研究では、机の高さとノート型PCを使用するVDT作業姿勢の関連について検証した結果、机の高さに関わらず中高年者は若年者よりも作業時の上体の動きが大きく、作業姿勢の安定性が低い点を指摘した¹⁾。そこで本年度は、机と椅子の位置関係により変化するVDT作業姿勢と、作業の負担度及び、上体の安定性の関係を検証することを目的とした。

2 研究, 実験方法

実験では、昇降可能で背もたれのない円形座面の椅子を使用した。被験者の肩峰点と腸骨稜点にマーカーを取り付け、この2点を結ぶ直線が床面に対してなす角度変位を、作業中の上体の安定性の指標とした。被験者には、実験開始前に実験者が指定する作業姿勢で作業するよう指示した。椅子に着座し背筋を伸ばした状態を、本実験における基準姿勢と定め、この姿勢で

の肩峰点を[位置0, 高さ0] (以下[0, 0]と表記)と定義し、作業姿勢を肩峰点の位置により数値化して条件とした(図1)。(例: 肩峰点が基準姿勢から床に対して水平で被験者正面方向に5cm前方かつ、床に対して鉛直方向に5cm下方に位置する姿勢を条件[5, -5]とする) 各被験者10~12条件を実施し、実施した姿勢は[0, 0]から[45, -25]の範囲とした。被験者は男性で、20歳代1名、30歳代3名の計4名を若年群とし、40歳代2名、50歳代1名の計3名を中高年群とした。VDT作業は、ノート型PC(エプソンダイレクト(株) Endeavor NT-5000)を使用した10分間の英文タイピングとした。

測定項目は、表面筋電図、主観評価、作業姿勢の撮影とした。表面筋電図は、僧帽筋、短橈側手根伸筋、脊柱起立筋、大腿四頭筋の計4箇所から双極誘導により表面筋電位を導出した。主観評価は、作業終了後に作業負担度等に関する項目について5段階尺度による評価でおこなった。作業姿勢の撮影は、被験者を矢状面方向から30秒もしくは60秒毎(被験者により異なる)に撮影した。これらの測定項目をもとに、VDT作業姿勢と作業負担度の関係を検証した。



図1 作業姿勢条件

*1 インテリア研究所

*2 企画管理部

3 結果と考察

本実験の作業姿勢条件と、実施した被験者の数を表1に示す。実験では、実施した作業姿勢条件が被験者により異なったため、中高年群と若年群の実施数の多い条件(表中網掛け箇所)を解析対象とした。実験に際して2点の仮説を立てた。仮説1：上体の前方への傾斜が大きい作業姿勢条件は、姿勢を保持するために腰部への負担が大きいことが考えられるため、負担を軽減するために作業中に上体が後傾する方向へ変位するのではないかと。仮説2：作業負担が大きい作業姿勢では、腰部への負担を軽減させるために上体を動かす頻度を増加させて筋緊張を軽減させるのではないかと。

そこで、VDT作業開始時に対するVDT作業終了時の上体の角度変位と、上体が30秒毎(又は60秒毎)に変位した角度を合計した変位角度総量を求めた。その結果、中高年群と若年群ともに、ある作業姿勢条件を境に、作業終了時に前傾もしくは後傾に変位している傾向がみられた。その境となる作業姿勢条件は、若年群は肩峰点高5又は0、肩峰点位置5又は10、中高年群は肩峰点高-5、肩峰点位置15又は20により定義される作業姿勢であり、中高年群と若年群間の相違がみられた(図2)(図3)。また、作業中の上体の変位角度総量を求めた結果、中高年群は[0,0]及び[5,-5]における総変位量が、他の姿勢条件よりも大きかった。[0,0]に近い作業姿勢条件ほど、総変位量において中高年群が若年群よりも大きい傾向がみられ、作業姿勢条件が前傾姿勢であるほど中高年群が若年群よりも小さい傾向がみられた(図4)。

表1 各作業姿勢条件の実験実施被験者数

中高年群		肩峰点位置									
		0	5	10	15	20	25	30	35	40	45
肩峰点高	0	3	3	3	1						
	-5	2	3	3	2	3	2				
	-10					1		1	1		
	-15								1		
	-20										
	-25										1

若年群		肩峰点位置									
		0	5	10	15	20	25	30	35	40	45
肩峰点高	0	4	3	4	2	2					
	-5	3	3	4	4	3	2	1			
	-10				1		1	3			
	-15							1	2	1	
	-20										
	-25										

単位:人

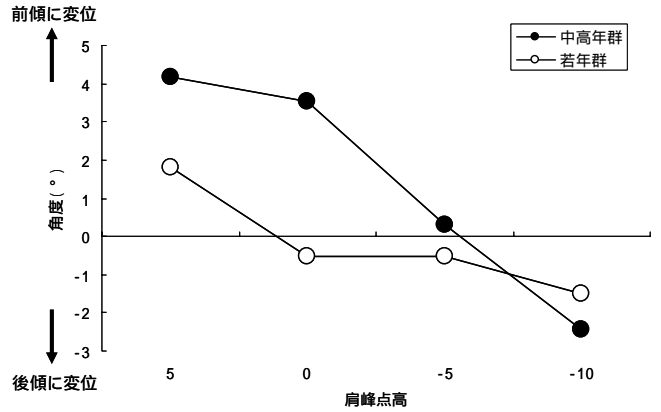


図2 作業姿勢条件の変位角(肩峰点位置平均)
[作業開始時の上体角度-作業終了時の上体角度]

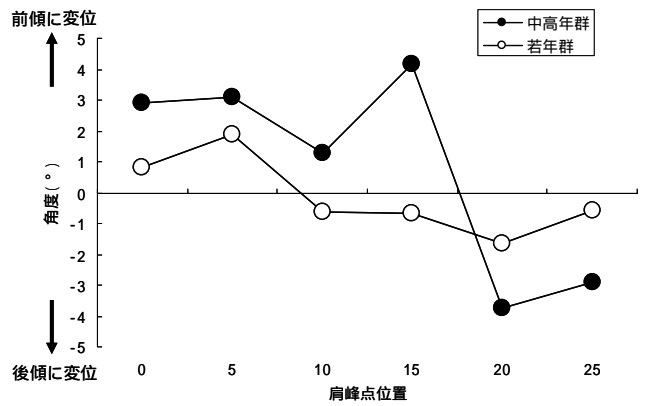


図3 作業姿勢条件の変位角(肩峰点高平均)
[作業開始時の上体角度-作業終了時の上体角度]

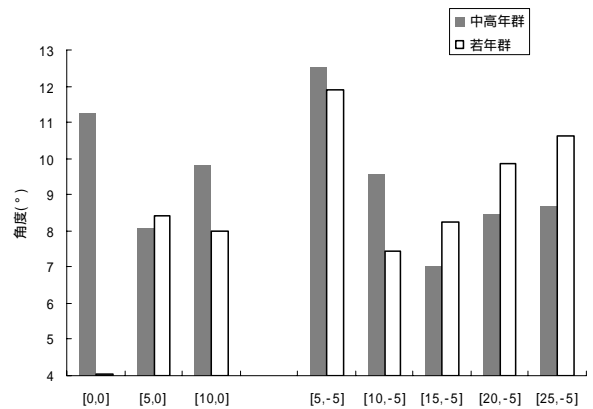


図4 作業姿勢条件と作業中の上体変位角度の総量

主観評価の一項目である、VDT作業中の心身の負担度に関する項目では、中高年群と若年群とも上体が前傾となるほど負担度が大きいと評価する傾向がみられた(図5)。腰部脊柱起立筋の筋電積分値の結果では、中高年群と若年群とも上体が前傾となるほど、作業中の筋電積分値が大きくなる傾向がみられた(図6)。

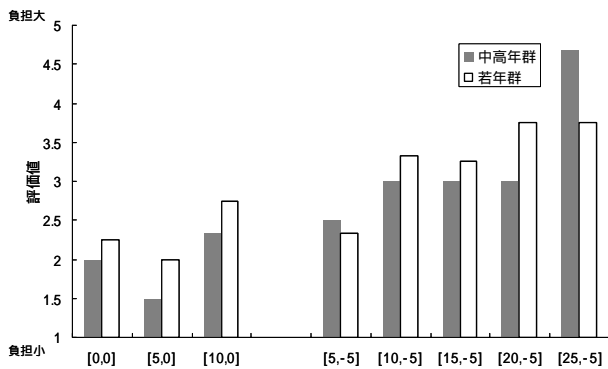


図5 作業姿勢条件と心身の負担に関する主観評価値

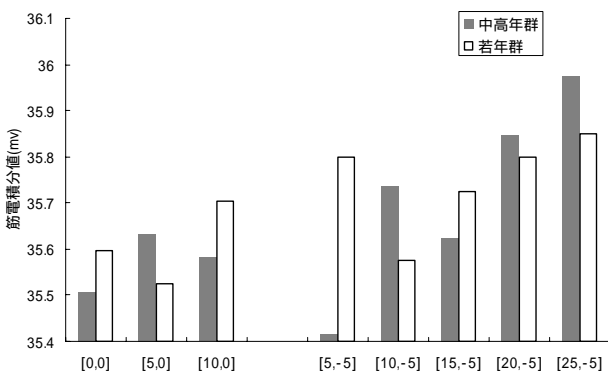


図6 作業姿勢条件と腰部脊柱起立筋の筋電積分値

仮説1については、仮説通り作業終了後に前傾または後傾へ変位する作業姿勢が存在することが確認された。その変位の境となる作業姿勢は、中高年群は若年群よりも上体が前傾している作業姿勢であった。作業中の上体の変位角度総量においては、前傾姿勢であるほど小さくなる傾向がみられた。よって、中高年群は上体が床面に対して垂直に近い姿勢での安定性が低く、前傾姿勢での安定性が高い作業特性があることが考えられる。一方、腰部の筋負担の指標となる腰部脊柱起立筋の筋電積分値の結果では、上体が前傾である作業姿勢ほど筋電積分値が大きく、主観的な心身の負担度においても作業姿勢が[0, 0]に近いほど負担度が小さく、前傾であるほど負担が大きい傾向がみられた。中高年群のこの結果は、VDT作業中の上体の変位総量と腰部の負担度の相関関係がないことを示すもので、仮説2を支持するものではなかった。これらの結果は、中高年群の視力の低下、若年群よりも劣るタイピング作業能力等も要因として考えられるが、いずれにせよ前傾姿勢での長時間VDT作業は腰部への負担が非常に大きくなると考えられる。よって、中高年群を対象と

したVDT作業環境を構成する机及び椅子には、本実験における基準姿勢を保持し、作業時の上体の安定性を向上させる機能が必要であると考えられる。

4 まとめ

本年度の研究においては、中高年者のVDT作業特性を検証した。実施した実験により得られたVDT作業特性に関する知見は以下の通りである。

- 1) 中高年者は、前傾姿勢での安定性が高く、上体が床面に対して垂直に近い姿勢での上体の安定性が低い。
- 2) VDT作業姿勢の主観的な作業負担度と腰部の筋負担は、中高年者と若年者共に上体が前傾であるほど大きくなる傾向がある。

今後は、中高年者のVDT作業特性に適した機能を有した椅子の試作及び評価をおこなっていく予定である。

5 参考文献

- 1) 友延憲幸：福岡県工業技術センター研究報告，第16号，pp.59-61(2006)

製品評価システム構築のための調査研究

本 明子^{*1} 石川 弘之^{*1} 森田 昌嗣^{*2} 曾我部 春香^{*2}

Research on the Creation of a Design Evaluation and Assessment System

Akiko Moto, Hiroyuki Ishikawa, Yoshitsugu Morita and Haruka Sogabe

様々な価値観に対応したより良いモノづくりのためには、その価値観に対応した評価が必要となる。本研究は、製品に対して、異なる立場からの評価を行い、その立場に起因する評価のズレの要因を抽出し、解決方法を提案することで、製品に対し多角的な視点からの評価が可能な新しい製品評価システムの構築を目指した研究の一事例である。著名デザイナーの椅子10脚について、JISに準じた強度試験を実施した物性評価の結果と、椅子の物性や強度など性能と関連した項目について主観に基づき行われたデザイン評価の結果とを照らし合わせて検討を行った。その結果、従来の椅子に使われていない素材や製法で作られた椅子は、主観評価と物性評価とのズレが生じる傾向にあり、専門機関における評価の必要性が示唆された。

1 はじめに

本研究は、製品に対する評価・診断システムのマネジメントシステム方法を策定することを目的とし、多様な評価主体（デザイナー、メーカー、エンドユーザー）の複合評価を行うことで、より良いモノづくりの方向へと導くための手法を構築するために九州大学ユーザーサイエンス機構で実施している研究開発の一部である。この研究開発の中で進めている評価・診断システムは、これまでのような技術者主体による品質評価や機能評価、デザイナー主体の感性評価といった専門家中心の一元的なものではなく、一定基準を設けて合否判定や格付けを行うものでもない。開発・製作に携わる人々が、より良いモノづくりや開発者間の良好な関係づくりを行うために、多様な評価主体間に存在するズレを認識する評価指標を構築するものである。この評価・診断ツールを「クオリティカルテ」とし、これによって可視化された評価のズレを読み取ることで、より良いモノづくりへと繋げていく¹⁾。

本稿は、椅子を対象としたデザイン評価実験の結果より抽出した性能に関する評価結果と、「家具の強度と耐久性の試験方法」などのJIS規格等に基づいたそれぞれの椅子の物性評価の結果に関し、評価主体間のズレ、主観評価と物性評価のズレについて検討を行ったものである。

2 研究,実験方法

2-1 評価対象

評価対象としたものは以下の10脚である。海外の著名デザイナーによる椅子を中心に様々な形態や素材のものを選出した。



No.1 go



No.2 Ero|s|



No.3 OLIO



No.4 CUBA



No.5 La Marie



No.6 Y-chair



No.7 PUNTO



No.8 SPAGHETTI



No.9 Meda



No.10 Multi Chair

写真1 評価対象の椅子

*1 インテリア研究所

*2 九州大学ユーザーサイエンス機構

2-2 主観評価

主観評価は、東京、大阪、福岡の3カ所において、デザイナー58名、メーカー22名、エンドユーザー174名の計254名を評価主体として行われた。評価は、配布した質問紙に記入する方法で、実際に椅子に触れたり座ったりしながら、40項目の質問²⁾について「思わない」「あまり思わない」「やや思う」「思う」「わからない」の5段階で回答した。評価の結果は、「思わない」から「思う」をそれぞれ1~4点で得点化し、「わからない」を欠損値として扱った。評価主体間のズレは、各者を独立変数、評価項目を従属変数とした分散分析を行い評価した。本稿では、椅子の物性や強度に関連する以下の9項目を検討の対象とした。

- ・品質がよい
- ・完成度が高い
- ・丁寧・確実に作られている
- ・適切な素材を使っている
- ・長く使い続けることができる
- ・実際に座ってみて、座面の高さに違和感がない
- ・素材や座り心地など総合的にみて安心感を感じる
- ・見た目から安定感を感じる
- ・実際に座ったり使ったりしてガタガタしない

2-3 物性評価

それぞれの椅子に対し、JIS等の試験方法に基づく、以下の物性評価を行った。

- ・座面の静的強度試験 [JIS S 1203:1998]

- ・背もたれの静的強度試験 [JIS S 1203:1998]

- ・座面の耐衝撃性試験 [JIS S 1203:1998]

- ・いすの繰り返し衝撃試験

これらの試験の中で、座面の静的強度試験および背もたれの静的強度試験は、No.10 Multi Chairを除く、すべての椅子に関して実施した。座面の耐衝撃性試験は、座面に特殊な素材が使用されている No.2 Ero|s|、No.3 OLIO、No.5 La Marie、No.8 SPAGHETTI、No.9 Meda、No.10 Multi Chair について実施した。椅子の繰り返し衝撃試験は、木製椅子の接合部の強度などを調べる一般的な試験であることから、木製の No.6 Y-chair と No.7 PUNTO について実施した。

3 結果と考察

3-1 主観評価

先述した9項目に関し、各製品に対する全ての評価者の平均点を図1に示す。相対的に、Meda、Y-chairの評価が高く、ついでPUNTO、goの評価が高い。反対に、La Marie、OLIOに対する評価が低い結果となっている。

3-2 物性評価

物性評価を行った結果、異状が認められたものは、No.3 OLIOに対する座面の耐衝撃性試験、No.4 CUBAに対する背もたれの静的強度試験であった。またNo.10 Multi Chairに対して座面の耐衝撃性試験を行った結果、破損等の異状はなかったが、衝撃により上下のクッションにズレが生じた。その他の椅子については、

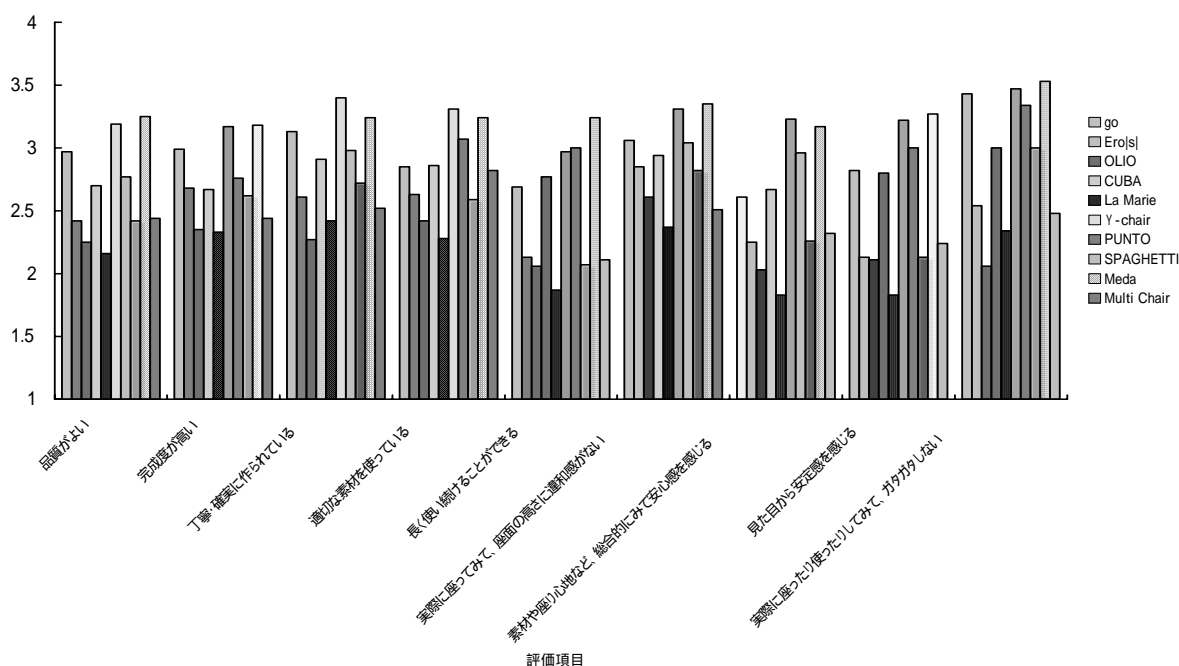


図1 すべての椅子に対する全ての評価者の平均得点

強度試験の結果、異状は認められなかった。

3-3 性能に関する主観評価と物性評価の整合性

最後に、各アイテム別に、デザイナー、メーカー、エンドユーザーの3者の主観評価の結果を検討しながら、物性評価の結果との整合性を考察する。

3-3-1 No.1 go

go に対する主観評価の結果、評価主体 3 者の有意な差は認められていない。どの項目に対しても比較的高い評価であり、品質、完成度、丁寧な作り、座った際の印象などに対し特に評価が高い。この結果を裏付けるように、強度試験の際にも、頑強で安定した作りであることが実感された。

3-3-2 No.2 Ero|s|

Ero|s| は、主観評価では、あまり高い評価を得なかった椅子である。評価者別に検討すると、「丁寧確実に作られている」、「長く使い続けることができる」の項目に対して、エンドユーザーがデザイナーに比べ有意に低い評価をした。強度試験の際にも、見た目の印象から、座面部分が割れるのではと懸念されたが、異状は認められなかった。主観評価の結果は、広い座面と細い脚部で構成される不安定な形態と透明なポリカーボネートの素材から受ける印象が強いせいであると思われる。デザイナーがエンドユーザーより高い評価をしたのは、デザイナーやメーカーなどはこの椅子のスペックに対する知識を有するからであろう。

3-3-3 No.3 OLIO

OLIOも相対的に評価の低い椅子であった。特に「丁寧確実に作られている」の項目に対しては10脚の椅子のなかでも最も低い評価である。ホットプレス成形のファイバーボードをアルミフレームに差し込んだだけという斬新かつシンプルな構造ゆえに、この評価結果となったものと思われる。この椅子は、部品点数の少なさや、常識的に必要とする貫がない構造からか、特にメーカーの評価が低い傾向にあった。また、「座面の高さ」「実際に座ってがたがたしない」の項目については、エンドユーザーに比べ、メーカーが有意に低い評価をしている。実際の座面高は435mmで特に高いものではないが、座から背が一体構造であるがために、座姿勢に対する自由度が少なく、違和感を得たものかもしれない。また、左右に貫が入ってないので、座った際にガタガタはしないにしても一般的な椅子に比べると揺れは感じられる。強度試験では、荷重に対する

座や背の変形が懸念されたが、目視で判断できるほどの変形はおこらなかった。しかし、座面の衝撃試験の結果、座面裏側の補強材の接着の剥がれが生じている。このような弱さという点では、主観評価と物性評価の結果が一致したものであった。

3-3-4 No.4 CUBA

CUBAに対する主観評価の結果、評価主体3者の有意な差は認められていない。各項目に対して特に高い評価は得ていないが、平均的によい評価が得られている。しかしながら、強度試験の結果、背に荷重をかけた際に、背もたれ（木製部）とフレーム（金属部）の接合部に緩みが生じた。CUBAは、スチールと木材で直線的なデザインで処理されているため、頑強で堅実な印象を与える椅子であるが、細いスチールフレームと材の厚みが12mmの背もたれをビスで接合しているため、接合部の強度が足りなかったものと考えられる。全体的な印象からは、想定するのが困難な箇所の破損であるため、主観評価とのズレが生じたものと思われる。

3-3-5 No.5 La Marie

ポリカーボネートの一体成形で作られたLa Marieは、主観評価の結果では、他の椅子と比べると、相対的に最も評価が低かった。「素材や座り心地など総合的にみて安心感を与える」という項目では、エンドユーザーがデザイナーに比べ有意に低い評価をし、透明な素材に対する不安感をうかがわせる。逆に、「実際に座ってみてガタガタしない」という項目に対しては、エンドユーザーの方がデザイナーに比べ、高い評価をしており、「座ってみると思っていたより、しっかりしたものだ」という結果であろうか。強度試験の結果、異状は認められず、Ero|s|同様に、ポリカーボネートの強さを実証した結果となった。「透明なプラスチックの椅子」から受ける弱そうな印象とは異なる、衝撃や傷に強いポリカーボネートの性質による評価のズレであろう。

3-3-6 No.6 Y-chair

Y-chairは、どの項目に対しても高い評価を得ている。特にデザイナーの評価が高く、「品質」、「完成度」、「丁寧・確実な作り」、「長く使い続けることができる」の項目で、エンドユーザーに比べ有意に高い評価(p<0.05)をした(図2)。デザイナーにとって、Y-chairが「椅子の名作」として身近なものであるためと思われる。強度試験の結果も、破損や緩みは生じず、

頑強な作りであることが実感され、主観評価と性能とが合致した製品であることが示唆された。

3-3-7 No.7 PUNTO

PUNTOに対する主観評価の結果、評価主体間の有意な差は認められていない。どの項目に対しても比較的高い評価であり、日常的によく目にする形状、素材で作られたしっかりした、信頼をよせやすい製品と思われる。また、他のいわゆる名作椅子と異なり、地場のメーカーが作っている椅子であるため、デザイナーもこの椅子に対しては、先入観なく評価したのではないかと考えられる。強度試験の結果、異状は認められず、主観評価と性能とが合致したものであった。

3-3-8 No.8 SPAGHETTI

SPAGHETTIは、主観評価では、あまり高い評価を得なかった椅子である。評価主体別に検討すると、「品質」に対してエンドユーザーがメーカーやデザイナーに比べ有意に低い評価をしている。スチールパイプにPVCコードを張ったユニークな形状は、丈夫さや耐久性を期待できないような感じを受ける。強度試験の際にも、PVCコードが切れるのでは、と懸念されたが、試験の結果、コードが切れたり伸びたりということもなく、フレームの作りも頑強であり耐久性もあると思われる。この製品も、通常、椅子には使用しない素材や形状であり、強度を想定し難いゆえの、評価のズレであろう。

3-3-9 No.9 Meda

Meda は、相対的に最も評価が高かった椅子であり、評価主体3者の有意な差も認められていない。しっかりとした構造体がデザインの一部となっており、視覚的にも頑強な印象があり、座ってみても、安定感を感じさせるものである。誰もが性能の高さを感じたとお

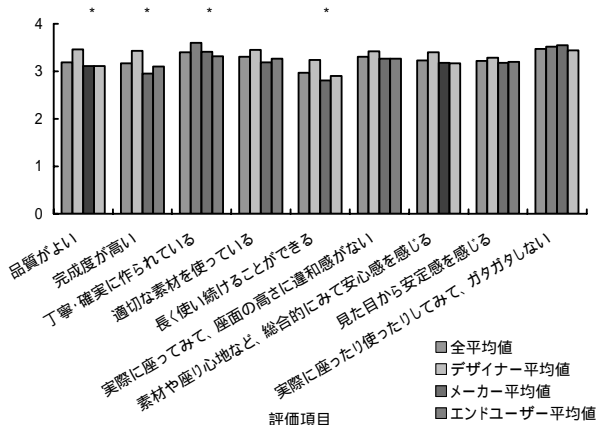


図2 Y-chair に対する各評価者別の平均得点

り、強度試験を行った際にも、異状は生じず、頑強で安定した作りであることが認められた。

3-3-10 No.10 Multi Chair

Multi Chair は主観評価では、あまり高い評価を得なかった椅子である。評価主体間の有意な差も認められていない。いわゆる、脚のある椅子ではないため、他の椅子と同じような試験は行わなかったが、参考までに、座面の衝撃試験を行った。その結果、破損や変形などの異状はなかったが、衝撃を与えるたびに、上下のクッションにズレが生じていた。このような形状が、不安定な感じを与えるのかもしれない。

4 まとめ

本研究では、名作椅子ともいえる著名な椅子を中心に評価を実施した。その椅子のことを知っているか否かで、主観評価の結果は左右される傾向にある。しかし、その椅子を知ってはいても、強度や性能に関する評価は、椅子として従来使われない素材や製法で作られているものは、判断が難しく、低い評価をする傾向にあった。実際に、強度に対する試験を行っても、思った以上に強かったというのが正直な印象であり、強度や性能の評価に関しては専門機関における評価の必要性を感じる。安全面からだけ考えると、丈夫なものは丈夫に見え、危険なものは危険に見えた方が、ユーザーに親切ではある。しかし、例えば、「華奢にみえて、実は実用性もある」という意外性は、使う場所や使う人によっては、製品の面白みにもつながるものである。製品の強度・性能の評価の結果、不適合なものや破損してしまったものは改良することは当然である。しかし、性能や強度を満足した上で、主観評価と照らし合わせ、受ける印象と性能との一致や不一致を製品にどう反映させていくかが、デザインの面白さにもつながるのだろうと思われる。

5 参考文献

- 九州大学ユーザーサイエンス機構 評価マネジメント部門：平成18年度評価・マネジメント部門成果報告書， pp.8-9 (2007)
- 同上， pp.448-450

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}

Research on the VOC Evaluation of an Interior Material

- The Proposal of the VOC Risk Value in Indoor Environment -

Ken'ichi Koga

2005年度は、JIS小形チャンバー法による材料のVOC(揮発性有機化合物)リスク評価の手法を提案し、その有効性を確認することができた。2006年度は更に、前年度検討したVOC放散長期履歴の累乗式による相関をVOCリスク評価に取り入れ、VOCリスクを長期的に評価することを試みた。その結果、放散が安定しているVOCに関しては、10年単位でも十分な精度でのVOCリスク評価値の算出が可能であることを示すことができた。

1 はじめに

VOCはシックハウス症候群の要因として挙げられている。当所では2005年より室内で使用されるインテリア・住宅関連材料のVOC測定業務を行ってきた。しかしながら、材料に関するVOCの安全基準は未だ制定されておらず、測定した結果の良し悪しが判断できない状況が続いており、メーカー等の問い合わせに対応できない場合が多い。

この問題を解決する目的で、本研究では厚生労働省の安全基準に合致したVOCリスク評価の手法を提案しており、2005年度ではその検証を行い有効性が確認できた¹⁾。

上記評価方法は、個々の材料について使用環境でのVOC濃度を算出し、得られた濃度を厚生労働省のVOC室内基準濃度で除算した値を百分率で表したものである(算出VOC濃度 = VOC室内基準濃度の場合、VOCリスク評価値 = 100%となる)が、測定時の材料の状態を評価したものであり、シックハウス症候群発症の要因である、VOCの長期にわたる慢性的な暴露という事象に関しては対応できていない。

これに対応するために、2005年度よりVOC放散長期履歴の数式化を検討しており、その適用が可能であることを報告している¹⁾。

2006年度は、VOC放散長期履歴の数式をVOCリスク評価に取り入れることで、任意の経過状態でのVOCリスク評価値を算出することを試み、シックハウス症候群発症のリスク評価へと繋げていくことを目標とした。

2 研究,実験方法

2-1 材料のVOC測定

本研究のVOC測定は過去報告の通り²⁾、JISA1901:2003小形チャンバー法に準じて行った(図1)。

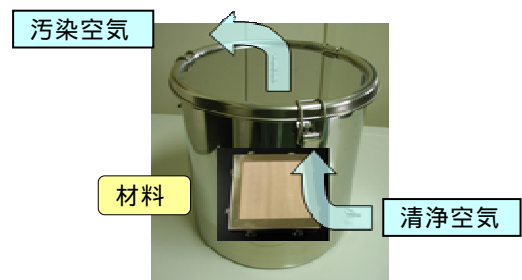


図1 JIS小形チャンバー法の測定イメージ

測定は20 チャンバーを用い、温度28℃・相対湿度50%・換気回数0.5回/hの条件である。

材料はインテリア・住宅関連材料として多用される合板・MDF(ミディアムデンシティファイバーボード)・P(パーティクル)ボードと、これに2005年度に考案したVOC付加法¹⁾を使用したものとした。

測定は、JIS法で推奨しているサンプルボックスを用い、チャンバーに材料を1,2,3枚の条件で設置し、経過時間が2,4,8時間及び1,2,4,7,14,28日となる時点を中心に空気捕集を行った。

2-2 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放散履歴の年単位での把握が有用であるが、設備・費用等の理由で年単位の測定を行うより、相関による予想値を用いる方が現実的である。

*1 インテリア研究所

2005年度の研究結果¹⁾よりVOC放散の初期段階の数時間～数日においては、各VOC濃度と経過時間の関係が指数式[式(1)]によって相関でき、その後の1日～1ヵ月程度は累乗式[式(2)]によって相関できることが明らかになった(図2)。

$$C = C_0 \times e^{-at} \quad (1)$$

$$C = C_1 \times t^{-b} \quad (2)$$

C: 気中VOC濃度(μg/m³) t: 測定経過時間(h)

C₀: 指数式の比例定数 a: 指数式の時間係数

C₁: 累乗式の比例定数 b: 累乗式の時間係数

[C₀, C₁, a, bは正の値の実験定数]

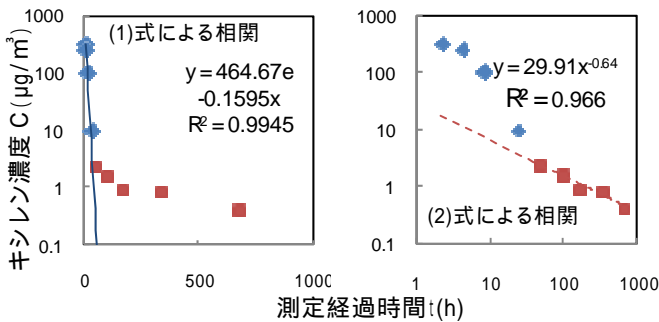


図2 1μgVOC付加2.5mm厚合板のキシレン放散履歴相関結果(2枚設置)

2-1で得た各種条件での測定結果について(1), (2)式を適用し、VOC放散長期履歴の数式化を行った。(1)式と(2)式の適用は、それぞれの相関係数R²が0.95以上となる測定点の範囲とし、各実験定数を求めた。

得られた定数を当てはめた実験式(1), (2)式のt-Cプロット上での交点(t', C')を表計算ソフトの数値解機能により求め、得られた経過時間t'で(1)式から(2)式へ切り替わるとすることで、全適用領域での数式化が可能である[(3)式・図3]。

$$C = C_0 \times e^{-at} \quad (t \leq t')$$

$$= C_1 \times t^{-b} \quad (t > t') \quad (3)$$

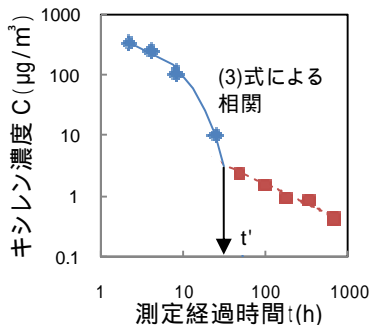


図3 1μgVOC付加2.5mm厚合板のキシレン放散履歴の数式化(2枚設置)

年単位の長期履歴の予想は、(2)の累乗式の相関線を外挿することで行う¹⁾(図4)。

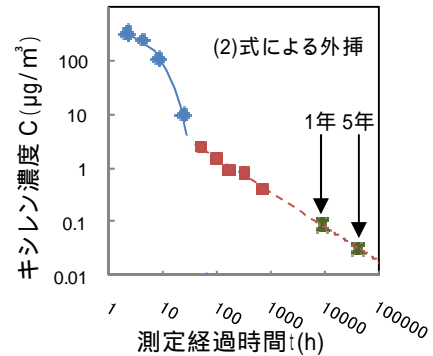


図4 1μgVOC付加2.5mm厚合板のキシレン放散履歴の予想(2枚設置)

2-3 長期VOCリスク評価値の算出

2005年度に検討したVOCリスク評価値の算出方法は、以下の通りである¹⁾。

対象とする材料を、異なる設置枚数で小形チャンパー法測定を行う。

想定される環境条件での各VOC濃度を、Hoetjer式による相関で求める³⁾。

求めた各VOC濃度を、厚生労働省の室内基準濃度で除算し、得られた値を百分率で表して、VOCリスク評価値とする。

に挙げたHoetjer式は以下の通りである。

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_e} + \frac{1}{kCe} \times \frac{n}{L} \quad (4)$$

C: 気中VOC濃度(μg/m³) n: 換気回数(/h)

L: 材料表面積/空気容積(/m)

C_e: 換気が無い場合の平衡濃度(μg/m³)

k: 物質移動係数(m/h) [C_e, kは正の値の実験定数]

このC_e・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_cが計算できる。

VOCリスク評価値Er(n, L)は上式のn・Lによる関数であり、C_cと室内基準濃度C_sより式(5)のように表せる。

$$Er(n, L) = C_c / C_s \times 100(\%) \quad (5)$$

2006年度は(4)式に適用するCを、(3)式を用いた経過時間tの関数C(t)に置き換え、得られるVOCリスク評価値Erに時間の項を取り入れたEr(n, L, t)とすることが可能であるかを検討した。

3 結果と考察

3-1 VOC放散長期履歴の相関

2005年度からの全測定結果の内、長期履歴相関が適用できる例は28あり、それぞれが40～56成分のVOC履歴を有している。全ての成分について相関を行うのは困難であるため、VOCリスク評価の対象になりうる(Csが定められている)9成分について報告する。

全測定結果を測定順・材料別に示した(1),(2)式による相関結果を表1に示す。

表1 VOC放散長期履歴の相関結果

材料 厚さ 測定条件 L	合板 2.5mm L1.11	合板 2.5mm L1.11-2	合板 2.5mm L2.39	合板 2.5mm L3.89	合板 2.5mm L3.89-2	合板 5.2mm L2.89	MDF 2.5mm L1.11	MDF 2.5mm L2.39	MDF 2.5mm L3.89	Pボード 9mm L2.39
成分—測定時期	05・8	05・10	05・8	05・8	05・10	05・11	05・9	05・8	05・9	05・11
ホルムアルデヒド										
アセトアルデヒド						1				1
トルエン		1	1,2	1	1,2	1,2	1	1,2	1	1,2
エチルベンゼン	1		1	1	1					1
キシレン				1	1					1
スチレン	1			1						1,2
ジクロロベンゼン		1			1	1				2
テトラデカン			1	1	1		1	1	1	1
TVOC	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	2	2	1,2

材料 厚さ VOC付加量 測定条件 L	合板 2.5mm 1μV L1.11	合板 2.5mm 1μV L2.39	合板 2.5mm 10μV L3.89	合板 2.5mm 10μV L1.11	合板 2.5mm 10μV L2.39	合板 2.5mm 10μV L3.89	MDF 2.5mm 1μV L1.11	MDF 2.5mm 1μV L2.39	MDF 2.5mm 1μV L3.89	MDF 2.5mm 10μV L1.11	MDF 2.5mm 10μV L2.39
成分—測定時期	06・2	06・2	06・2	06・5	06・3	06・5	06・3	06・3	06・3	06・5	06・3
ホルムアルデヒド						2	2				
アセトアルデヒド						2	1				
トルエン	1	1,2			1,2	1,2	1,2	2	1,2	1	1
エチルベンゼン	1,2	1,2	1,2	1	1,2	1,2	2	1,2	1	1	1,2
キシレン	1,2	1,2	1,2		1,2	1,2	1	1	1,2	1	1,2
スチレン	1,2	1	1	1,2	1,2	1,2	1	1	1	1	1,2
ジクロロベンゼン	1,2	1	1	1,2	1,2	1,2	1	1	1	1,2	1,2
テトラデカン	1	1,2	1,2	1	1	1	1	1	2	1,2	1,2
TVOC	1	1	1,2		1	1	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2

材料 厚さ VOC付加量 測定条件 L	MDF 2.5mm 10μV L3.89	塗装ツキ板 2.5mm 10μV L1.11	塗装ツキ板 2.5mm 1μV L2.39	塗装ツキ板 2.5mm 1μV L3.89	MDF 9mm 10μV L1.11	MDF 9mm 10μV L2.39	MDF 9mm 10μV L3.89
成分—測定時期	06・5	06・11	06・11	06・11	07・1	07・1	07・1
ホルムアルデヒド					1	2	1,2
アセトアルデヒド					1	1	1,2
トルエン						1	2
エチルベンゼン	1,2	2	2	2	1,2	1,2	1,2
キシレン	1,2	1,2	1,2	1,2	1	1,2	1,2
スチレン	1	1,2	1,2	1,2	1		1,2
ジクロロベンゼン	1	1,2	1	1,2	1,2	1,2	1,2
テトラデカン	1,2	1			1,2	1,2	1,2
TVOC	1,2	1	1	1,2	1,2	2	1,2

相関可能な式[(1),(2)式]を表記
 $x\mu\text{V}$ は各成分 $x\mu\text{g}$ のVOC混合液を付加したもの
 測定条件LはHoetjer式(4)を参照のこと

表1(上・中・下段)では相関できていない組合せも多いが、これは相関する数式が合わないのではなく、測定値のバラツキが大きく相関の判断基準である R^2 0.95を満たしていない事による。この事は未処理の材料を用いた初期(表1の上段)の測定では相関係数が低い、VOC付加法を用いて分析精度の増した後期(表1

の中・下段)の測定では相関可能となる例が多いことから裏付けられる。また、同一材料・条件の測定の中では、表の上の方に位置する低沸点成分より、下の高沸点成分の方が良い相関が得られている。

この事より、VOC放散長期履歴においては、検出精度が高い成分(放散量が多く且つ他の成分と分離しやすい分子量が大きな成分 高沸点成分)の方が相関係数が良いと言える。

表1の結果は次項の長期VOCリスク評価で利用するが、必要な(2)式が揃っている材料は網掛けで表示している。

また、(1),(2)式が共に揃っている条件においては、放散履歴をほぼ全区間において数式化できる。(t=0hでC に発散する事と、放散が最大となるのはt=2~8hのため、t 2~8hでの相関は現実的ではないと考えられる)この場合、(1),(2)式は共に積分可能であるため、平均VOC濃度や暴露VOC量の積算値等を求めることができ、VOCの悪影響を検討するのに有用である。

3-2 長期VOCリスク評価値の算出

表1の網掛け部分を用いて、長期VOCリスク評価値 $Er(n,L,t)$ を求められる材料と成分の組合せは18通りある。本報で全計算結果を詳細に示すことは困難であるので、(2)式の成立部分についてのみ結果を示す。

表2はその結果であるが、経過時間tとして672h(28日)、8760h(1年)、87600h(10年)を使用している。また環境条件は、2005年度報告と同様、高さ2.3mで全床面に対象の材料を用いている、換気回数を0.5回/hとした室内である。(n/L=1.15)

表2の結果よりt=672h(28日)の段階で良いHoetjer相関の値が得られている場合(概ね R^2 0.97)、t=8760,87600h(1年,10年)において極めて小さなEr値となっても、同程度の精度で相関されている事がわかる。これは(2)の累乗式の特性(tが大になるほど、tの変化量に対するCの感度が小さくなる)に基づくものであり、VOCの長期履歴を相関するのに有利である。

この事より、(2)式でのVOC放散長期履歴が妥当であれば、1ヵ月程度の測定で10年単位のVOCリスク値 $Er(n,L,t)$ の算出が可能であることを示すことができた。

表2 長期VOCリスク評価値の相関結果

材料 成分	t (h)	リスク評価値 Er(%)	相関係数 R ²
合板 2.5mm TVOC	672	25.0	0.927
	8760	12.1	0.821
	87600	6.35	0.715
MDF2.5mm TVOC	672	18.7	0.972
	8760	7.66	0.977
	87600	3.45	0.972
合板 2.5mm 1μV エチルベンゼン	672	8.53 × 10 ⁻⁵	0.941
	8760	8.18 × 10 ⁻⁶	0.929
	87600	1.04 × 10 ⁻⁶	0.932
合板 2.5mm 1μV キシレン	672	1.39 × 10 ⁻⁴	0.939
	8760	1.17 × 10 ⁻⁵	0.920
	87600	1.32 × 10 ⁻⁶	0.922
合板 2.5mm 10μV スチレン	672	0.0417	0.976
	8760	0.00588	0.873
	87600	0.00103	0.806
合板 2.5mm 10μV ジクロロベンゼン	672	0.0411	0.986
	8760	0.0166	0.903
	87600	0.00750	0.787
MDF2.5mm 1μV トルエン	672	0.0722	0.795
	8760	0.0721	0.935
	87600	-	-
MDF2.5mm 1μV TVOC	672	12.1	1.00
	8760	2.87	0.999
	87600	0.822	0.996
MDF2.5mm 10μV テトラデカン	672	0.00947	1.00
	8760	5.04 × 10 ⁻⁵	0.995
	87600	4.70 × 10 ⁻⁷	0.992
MDF2.5mm 10μV TVOC	672	6.92	1.00
	8760	1.19	1.00
	87600	0.246	1.00
塗装ツキ板合板 2.5mm 10μV エチルベンゼン	672	-	-
	8760	1.92 × 10 ⁻⁶	0.996
	87600	4.14 × 10 ⁻⁸	0.969
塗装ツキ板合板 2.5mm 10μV キシレン	672	0.00315	0.883
	8760	-	-
	87600	-	-
塗装ツキ板合板 2.5mm 10μV スチレン	672	0.0297	1.00
	8760	0.00313	0.999
	87600	0.000419	0.995
MDF9mm 10μV ホルムアルデヒド	672	18.7	0.984
	8760	0.572	0.982
	87600	0.202	0.978
MDF9mm 10μV エチルベンゼン	672	3.35 × 10 ⁻⁷	0.958
	8760	4.15 × 10 ⁻¹⁰	0.949
	87600	1.03 × 10 ⁻¹²	0.945
MDF9mm 10μV ジクロロベンゼン	672	9.49 × 10 ⁻⁵	0.945
	8760	1.10 × 10 ⁻⁷	0.943
	87600	2.58 × 10 ⁻¹⁰	0.942
MDF9mm 10μV テトラデカン	672	1.41 × 10 ⁻²	0.962
	8760	8.18 × 10 ⁻⁵	0.954
	87600	8.30 × 10 ⁻⁷	0.948
MDF9mm 10μV TVOC	672	5.13	0.954
	8760	0.638	0.949
	87600	0.101	0.946

材料の名称は表1を参照のこと
相関係数はHoetjer相関の値
-は相関不能

4 まとめ

2006年度は、VOCリスク評価の手法にVOC放散長期履歴の相関式を取り入れ、VOCリスクを長期的に評価することを試みた。

すべてのVOCについて検証できたわけではないが、測定精度を向上させることにより、多くのVOCで本手法が利用可能であることは確認できた。

今後は測定精度の向上に努め、適用可能なVOCの成分数を増やしていくことで、企業のVOC評価ニーズに応えていく。

5 参考文献

- 1)古賀賢一,脇坂政幸:福岡県工業技術センター研究報告, No. 16, pp. 43-46 (2006)
- 2)脇坂政幸,古賀賢一:福岡県工業技術センター研究報告, No. 15, pp. 71-74 (2005)
- 3)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: pp. 120-122

塩水噴霧試験による表面被覆難燃性マグネシウム合金の耐食性評価

南 守^{*1} 土山 明美^{*1}

Evaluation of Corrosion Resistance for Surface Coated Non-combustible Magnesium Alloy by Salt Spray Test

Mamoru Minami and Akemi Tsuchiyama

鉄道車両用部材への適用が期待される難燃性マグネシウム合金に、最適な表面処理法を探索するため各種表面処理した難燃性マグネシウム合金の耐食性を塩水噴霧試験により評価した。基材には難燃性マグネシウム合金AMX602 (X=Ca) 押出材を用い、その表面に通常のマグネシウム合金であるAZ91D用の化成処理、陽極酸化処理を施した。塩水噴霧試験時間は36時間とし、試験片下部にはクロスカットを施した。試験の結果、AMX602の耐食性は、化成処理ではその向上は認められないが、陽極酸化処理では著しく向上することが判明した。

1 はじめに

エネルギー効率の観点から、次期新幹線では大幅な重量削減に対するニーズが挙げられている。構造を工夫することによる対策はほぼ飽和した状態であるため、さらなる軽量材料の活用が求められており、実用金属中最も軽量で優れたりサイクル性を有するマグネシウムが有望視されている。ただし、マグネシウムは大気中で容易に発火・燃焼するため、車両のマグネシウム化に関しては、安全性に対する十分な注意が必要である。

産業技術総合研究所九州センターが開発した難燃性マグネシウム合金は、カルシウム添加により発火温度を 300 高めたものであり、鉄道車両部材への適用が最も有望な材料と言える。ただし、マグネシウムは実用金属中最も卑な電位を示し、化学的に活性で他の金属材料よりも耐食性が劣るという欠点を有している¹⁾。そのため、マグネシウム合金を実用部材として用いる場合には、耐食性を向上させるために何らかの表面処理を施す必要があり¹⁾、一般には化成処理や陽極酸化といった表面処理が施されている²⁾。

難燃性マグネシウム合金においても、素材自体の耐食性改善はなされていないため、構造用部材として用いるには何らかの表面処理を施す必要がある。しかし、難燃性マグネシウム合金に対して化成処理や陽極酸化といった表面処理が適用できるかどうかは検討されおらず、最適な処理条件の探索は行われていないのが現状である。

本研究では、表面処理された難燃性マグネシウム合金の耐食性を JIS に準拠した塩化ナトリウム溶液噴霧試験（塩水噴霧試験）により評価し、難燃性マグネシウム合金表面処理に関する技術データベースの構築と最適な処理条件の探索を行うものである。

2 研究, 実験方法

2-1 表面処理

基材には難燃性マグネシウム合金AMX602 (X=Ca) 押出材を用いた。基材の化学組成を表1に示す。表面処理には、通常のマグネシウム合金の表面処理法である化成処理と陽極酸化処理を用いた。なお、表面処理作業は外注し、処理液は市販のマグネシウム合金であるAZ91D用の液を適用した。使用した表面処理液と外注先を表2に示す。

表1 化学組成 (mass%)

Al	Ca	Mn	Si	Zn	Cl	Mg
7.32	2.09	0.29	0.05	0.02	0.01	bal.

表2 表面処理液及び外注先

試料名	処理液	外注先
試料1	化成処理液a	A社
試料2	化成処理液b	B社
試料3	陽極酸化処理液c	C社

*1 機械電子研究所

2-2 基材及び皮膜の分析

基材の成分分析には蛍光X線分析装置（理学電機工業（株）製，RIX3001）を用いた。皮膜表面及び断面の観察には走査型電子顕微鏡（SEM）（（株）エリオクス製ERA8800，（株）日立製作所製S-4500）を用いた。皮膜の成分分析には電子線マイクロアナライザー（EPMA）（（株）島津製作所製EPMA-1600）を用いた。結晶構造の解析は，X線回折装置（（株）リガク製RINT-2500V）を用いた。入射X線にはCuK 特性X線（40kV，200mA）を用いた。

2-3 塩水噴霧試験

各種表面処理したAMX602試験片に対して，JIS Z 2371に準拠した塩水噴霧試験を行った。試験片形状は20×50×2mmの平板とし，試験片下部には基材に達するクロスカットを施した。試験時間は36時間とし，試験前後の外観観察から耐食性を評価した。

3 結果と考察

3-1 皮膜分析

図1に未処理及び各種表面処理後の試料表面と断面のSEM観察結果を示す。未処理材表面からは，エメリー研磨紙で600番まで研磨した際の研磨傷と粒状の介在物が観察される。試料1表面からは，粒状の介在物及び介在物が除去されて生じたと推測される窪みが観察される。本化成処理条件では，表面調整工程によって表層がエッチングされ介在物が脱落するため，表面に凹凸が形成されたものと思われる。試料2表面からは，粒状の介在物の脱落はあまり見られず，表面を薄く覆う形で皮膜が析出していることが観察される。すなわち本化成処理条件では，試料1ほど表層はエッチングされないものと考えられる。試料3表面からは，陽極酸化により生成した数 μm 径の孔が多数観察される。続いて，断面SEM観察から，試料1，試料2はともに明瞭な皮膜の同定は出来ないことが分かる。一般的に，化成皮膜は膜厚が $1\mu\text{m}$ 以下と言われていることから，両化成皮膜とも $1\mu\text{m}$ 以下の厚さと推察される。一方，試料3は厚さ $20\mu\text{m}$ 程度の多孔質な皮膜を形成していることが分かる。

次に，皮膜の結晶構造を解析するためX線回折測定を行った。未処理材からはマグネシウムと金属間化合物 Al_2Ca に起因する回折線が得られた。一方，表面処理材からは基材に関する回折線は得られるものの，

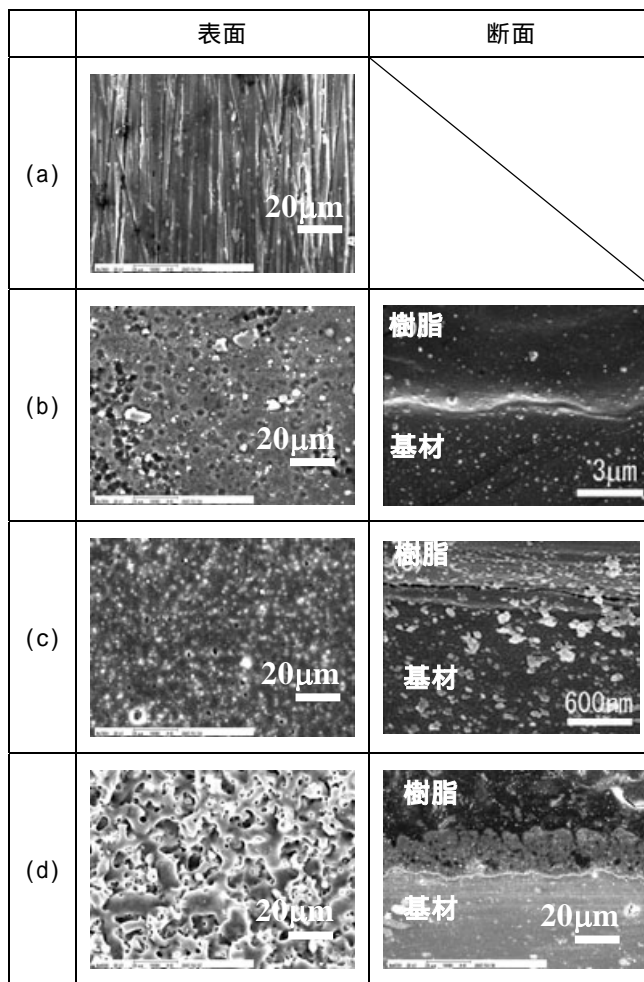


図1 未処理及び各種表面処理後のSEM観察結果
(a) 未処理，(b) 試料1，(c) 試料2，(d) 試料3

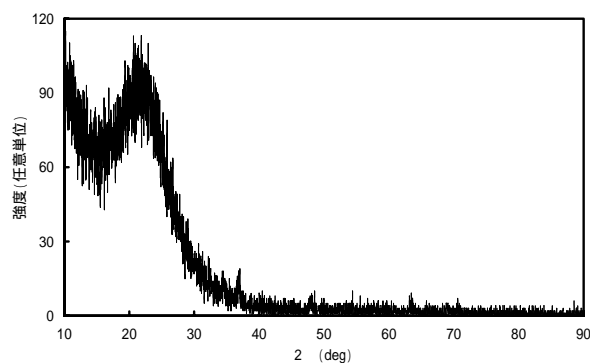


図2 試料3のX線回折測定結果（X線入射角度 1° ）

皮膜に起因する明瞭な回折線については得られなかった。そこで，X線の入射角度を 1° に固定した薄膜光学系にて再度測定を行った。ただし，試料1，試料2に関しては平坦な測定サンプルが得られなかったことから，試料3についてのみ測定を行った。得られた結果を図2に示す。20～25°に集中光学系では検出できなかったブロードなピークが認められることから，陽極酸化皮

膜は非晶質な状態で存在しているものと推測される。
 なお、試料1、試料2の結晶学的な情報は得られなかったため、今後はX線光電子分光分析により表面処理材の皮膜構造について詳細に検討する必要がある。

3-2 塩水噴霧試験

図3に塩水噴霧試験前後の外観状況を示す。未処理材、試料1及び試料2からは、クロスカット及びクロスカット部以外からの著しい腐食が見られる。化成処理しているにも関わらず、試料1及び試料2から激しい腐食が発生した原因について調査するため、次にEPMAによる皮膜表面分析を行った。試料1及び試料2表面の元素マッピング結果をそれぞれ図4及び図5に示す。両化成皮膜からはリン、カルシウム、マンガンが検出され、皮膜はともに不均一に析出していることが分かる。梅原らの研究結果から、AZ91Dではマグネシウムマトリックスと金属間化合物相の間に局部電池が構成され、化成皮膜の形成量が異なることが判明している³⁾。よって、難燃性マグネシウム合金の場合もAZ91D同様、マグネシウムマトリックスと金属間化合物相間で局部電池が構成され不均一な皮膜が形成されることは十分考えられる。従って、試料1及び試料2が未処理材と同様全面腐食となった原因は、難燃性マグネシウムの組織、組成を考慮した化成処理プロセス





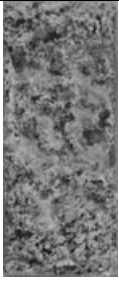
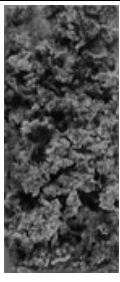


	未処理材	試料1	試料2	試料3
試験前				
試験後				

図3 塩水噴霧試験前後の外観状況
 (試験片サイズ 20×50mm)

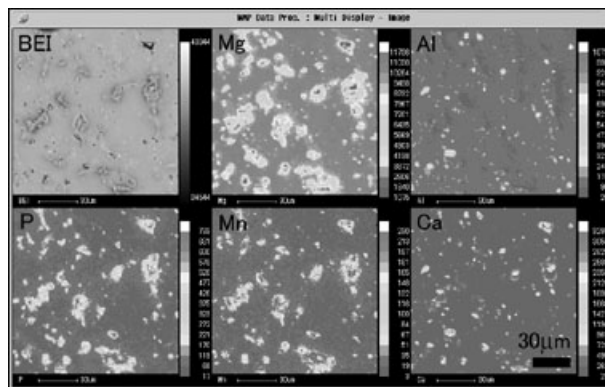


図4 試料1表面の元素マッピング結果

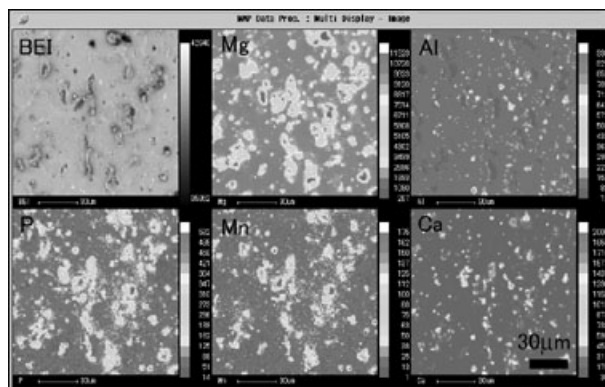


図5 試料2表面の元素マッピング結果

を適用するのではなく、市販のAZ91D用化成処理条件をそのまま用いたため、マグネシウムマトリックスと金属間化合物相 Al_2Ca 間で化成皮膜の析出量が不均一となり、難燃性マグネシウム合金全体で十分な防食効果を発揮する程度の皮膜性能には至らなかったことが起因しているのではないかと推察される。

試料3の塩水噴霧試験結果を見ると、クロスカット部に若干の腐食は見られるが、それ以外の箇所から腐食は見られない。一般的に、絶縁性の薄膜は電気化学反応に関与しないため、絶縁性の膜を被覆された材料の耐食性は、試験溶液が薄膜中の欠陥(貫通孔やクラックなど)を通して基板に達することに影響されると考えるのが妥当である。よって、試料3が多孔質な構造であるにもかかわらず高い耐食性を示した原因について調査するため、次にEPMAによる皮膜断面分析を行った。図6に試料3断面の元素マッピング結果を示す。多孔質な皮膜と基板との界面に厚さ $2\mu m$ 程度の層が形成されていることが分かる。この層は、多孔質な皮膜と比べ緻密で、マグネシウムは高く、リンは低い組成となっている。よって、試料3が多孔質な構

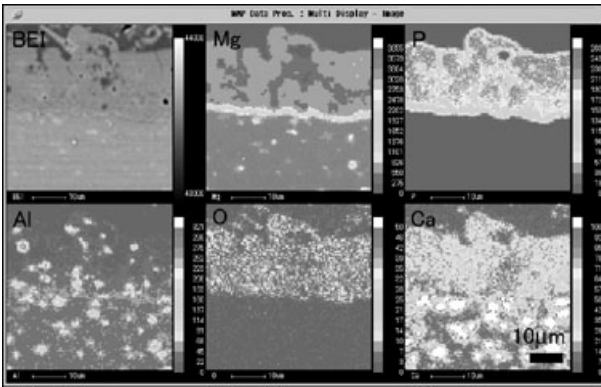


図 6 試料 3 断面の元素マッピング結果

造であるにもかかわらず高い耐食性を示した原因は、基板表面に緻密な層が形成され貫通型欠陥が減少し、基板の溶解が抑制されたことによるものと推察される。

4 まとめ

軽量構造部材として非常に期待の大きい難燃性マグネシウム合金表面処理に関する技術データベースの構築を図るため、各種表面処理された難燃性マグネシウム合金の耐食性評価試験を行った。その結果、市販の AZ91D 用化成処理条件では難燃性マグネシウム合金 AMX602 の耐食性向上は認められないこと、すなわち、難燃性マグネシウム合金専用の化成処理条件を開発する必要があることが判明した。一方、市販の AZ91D 用陽極酸化処理条件では難燃性マグネシウム合金 AMX602 の耐食性は著しく向上することが分かった。これは基板と皮膜界面に緻密な層が形成され、腐食媒体からの環境遮断性が向上したことによるものと推察される。

5 参考文献

- 1) 高谷松文：材料と環境，48巻(8号)，p.476(1999)
- 2) 秋本政弘：工業材料，47巻(5号)，p.45(1999)
- 3) 梅原博行，高谷松文：まてりあ，43巻(4号)，p.281(2004)

冷却水循環システムにおける電気分解を利用したスケール除去

古賀 弘毅^{*1} 南 守^{*1} 磯村 飛太^{*2} 石橋 正彦^{*2}

Scale Removing Method Using Electrolysis in Cold Water System

Hiroki Koga, Mamoru Minami, Hyota Isomura and Masahiko Ishibashi

冷却水循環システムのスケール対策として、薬剤等を使用しない電気分解法を利用したスケール除去法を検討した。電気分解法を利用したスケール除去では、水質により除去効果が異なることが経験的に知られていることから、本研究では電気分解法によるスケール除去のメカニズムを明らかにするとともに、効果的なスケール除去を行うための電解条件の最適化を行うことを目的とした。検討の結果、電気分解法によるスケール除去はカルシウムへの効果が最も顕著であり、マグネシウム、ケイ素に対して有効であることがわかった。また、スケール析出には共存する炭酸イオンが大きく影響していることがわかった。循環水中の炭酸イオン濃度を事前に把握しておくことでスケール除去に有効な電解条件を設定できることを明らかにした。

1 はじめに

屋内空調設備などに利用される冷却水循環システムは、循環水中のミネラル成分が熱交換部や配管等に析出し、熱交換効率の劣化や配管閉塞が問題となる。また、析出したスケールが雑菌等の繁殖の温床となるため、レジオネラ菌などによる事故も発生している。こうしたことから、平成11年に厚生省より示された新版レジオネラ症防止指針¹⁾をもとにシステムの設計やメンテナンスが行われている。この指針の中で、冷却水循環システムのレジオネラ菌対策としてスケール対策の必要性が指摘されている。

従って、循環水中のスケール対策は重要であり、一般的には薬剤添加による析出防止や定期的な配管洗浄などが行われている²⁾。しかしながら薬剤を用いる手法は環境負荷の観点やコストの点から必ずしも満足のいくものではない。薬剤を用いないスケール除去法としては電気分解法を利用したものがある。この方法は電気分解における陰極側に水中のスケール成分を析出させるものであるが、水質によりスケール析出効果が異なることが経験的に知られており、その原因がはっきりとしていない。

本研究では、電気分解法によるスケール析出のメカニズムを明らかにするとともに、本法による効率的なスケール析出を行うための電解条件の最適化を行うことを目的とする。

2 研究,実験方法

2-1 循環水及び電解スケールの組成の分析

循環水のスケール対策のためには循環水中のミネラル成分を把握する必要がある。そこで実際に使用されている循環水及び補給水の組成分析を行った。循環水はもともと補給水と同じ組成であるが、循環水が蒸発により冷却水循環システム中で濃縮され、補給水と比べて塩濃度が高くなる。循環水及び補給水のミネラル成分の分析は ICP 発光分析装置 (ICAP88 型 日本ジャーレルアッシュ製, 以後 ICP-AES と略す。) により行った。また、電解スケールの分析は蛍光 X 線分析装置 (RIX3001 型 理学電機製, 以後 XRF と略す。) 及び粉末 X 線回折装置 (理学電機製 RINT2500V 型, 以後 XRD と略す。) を用いた。

2-2 模擬循環水を用いたスケール除去実験

電気分解における陰極電流密度とスケール析出量の関係を調べるため、人工的に調製した模擬循環水を用いて電流密度を制御した電解実験を行った。試験装置の概要を図1に示す。陰極にはステンレス板 (SUS304)、陽極にはチタン板を使用し、電極面積はそれぞれ10mm × 10mmとした。陰極電流密度は0.5 ~ 20Aまで変化させ、それぞれの全通電量が3A・h/m²となるように通電時間を設定した。陰極電流密度の制御は電気化学測定装置 (東陽テクニカ製 SI 1280B型) を使用した。電解スケールの主成分となっているカルシウムとマグネシウムに着目し、この2元素を含んだ模擬循環水の調製を行った。カルシウムは塩化カルシウム二水和物、マグネシウムは塩化マグネシウム六水和物を添加しそれぞ

*1 機械電子研究所

*2 (株)石橋製作所

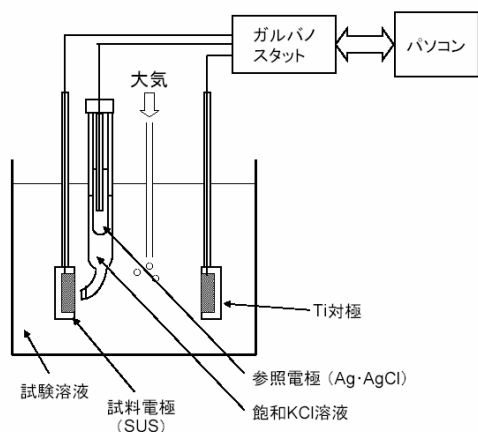


図1 定電流電解試験装置

れ元素として200ppm, 100ppmとなるよう調製した。多くの循環水のpHが弱アルカリであったことから, 水酸化ナトリウムによりpH=8.5となるようにした。試験液は1回の試験につき100ml用いた。なお, 実際の循環水中には大気からの溶け込みに起因する炭酸水素イオンが溶存していると考えられるため, 試験液に空気を30分間吹き込んで試験に用いた。また, 炭酸水素イオン量の違いによるスケール析出量の違いを確認するため, 炭酸水素ナトリウムをナトリウムとして100ppmとなるように添加したのも併せて試験した。析出スケール量は陰極に電着したカルシウム及びマグネシウムを希塩酸100mlで溶解し, ICP-AESにより測定して算出した。

2-3 循環式電解試験による循環水組成の経時変化

循環水をポンプで循環させながら電気分解を行い, 循環水組成の経時変化を観察した。循環水には直方市上水をある程度蒸発濃縮したものを220Lを用いた。試験液の組成を表1に示す。印可電流値は1.25Aとした。送水速度は実際の冷却水循環システムと同規模の625L/hとした。電解時間は24時間とし, 途中, 循環水から一

部分析用試料を採取した。

表1 循環水組成

試料名	pH	分析値 / ppm		
		Na	K	Ca
試験液	7.5	125.0	13.1	89.2
		Mg	Si	Fe
		39.3	31.2	0.2

3 結果

3-1 循環水及び電解スケールの組成の分析結果

各地で使用されている冷却循環水の組成分析を行った。分析の結果を表2に示す。補給水にはナトリウム, カルシウムなどが多く含まれている場合が多い。補給水が循環水の元々の源水であり, 補給水と循環水を見比べると循環水ではミネラル成分が大幅に濃縮されていることがわかる。これは熱交換により水分のみが蒸発しミネラル分が濃縮するためである。循環水では, ナトリウム, カルシウム, マグネシウム, ケイ素の濃度が補給水と比べて大幅に増加している。個別の元素を見てみると, 補給水と比べて循環水中ではカルシウムが3~5倍程度の濃縮であるのに対し, ナトリウム, マグネシウム, ケイ素の濃縮率は5~15倍と大きい。全ての元素が均等に濃縮しないのは, 一部の元素のみが電気分解によってスケールとして除去されているためと考えられる。一方, 電気分解により得られたスケール成分の組成分析をXRFにより行った。結果を表3に示す。最も多い成分はカルシウムであり, これにマグネシウム及びケイ素を加えて主成分となっていた。ナトリウムなどその他の成分についてはほとんど存在しなかった。ナトリウムは水への溶解度が極めて高い元素であるため, ほとんどスケール化しないと考えら

表2 既存 SRS で使用されている冷却循環水及び補給水の組成分析結果 (単位: ppm)

	Na	K	Ca	Mg	全硬度	永久硬度	一次硬度	Si	Fe
A社 循環水	27.0	5.7	44.9	25.7	217.7	105.8	111.9	41.4	N.D.
A社 補給水	22.9	5.1	39.7	22.1	189.9	107.8	82.1	31.7	N.D.
B社 循環水	82.8	10.0	87.9	29.2	339.5	220.4	119.1	44.3	N.D.
B社 補給水	7.7	N.D.	26.8	4.3	84.7	48.0	36.7	9.3	N.D.
C社 循環水	159.6	22.3	233.8	46.2	774.0	182.0	592.1	40.4	N.D.
C社 補給水	22.8	2.4	39.8	6.1	124.5	37.0	87.5	9.1	N.D.
D社 循環水	129.2	19.8	157.6	46.8	585.9	304.5	281.4	N.D.	N.D.
D社 補給水	11.1	2.8	24.9	7.7	93.8	64.4	29.3	0.4	N.D.
E社 循環水	55.7	3.6	84.2	27.2	321.8	190.1	131.7	43.6	N.D.
E社 補給水	3.8	N.D.	11.9	2.5	39.9	20.8	19.2	6.5	N.D.
F社 循環水	210.6	115.2	140.4	53.7	571.3	274.2	297.1	319.0	9.1
F社 補給水	10.1	2.3	8.8	3.1	34.9	9.9	25.0	34.4	0.6

れる。電析スケールの化学構造を XRD により分析を図 2 に示す。主成分として炭酸マグネシウムが検出され、他に微小な水酸化マグネシウムのピークが検出された。XRF によるマグネシウムの比率から考えると水酸化マグネシウムのピーク強度は弱く非晶質の形態で存在しているものが多いと考えられる。ケイ素についても結晶性が悪く XRD では検出しにくかったと考えられる。

表 3 電気分解によりスケールの組成分析結果 (単位: %)

	CaO	MgO	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	強熱減量
A社	51.4	1.3	2.9	< 1	43.0
B社	39.3	13.9	2.3	< 1	42.3
C社	39.3	13.9	1.0	< 1	43.1
D社	27.0	1.3	13.8	9.0	41.2
E社	38.4	13.8	1.9	0.1	41.8

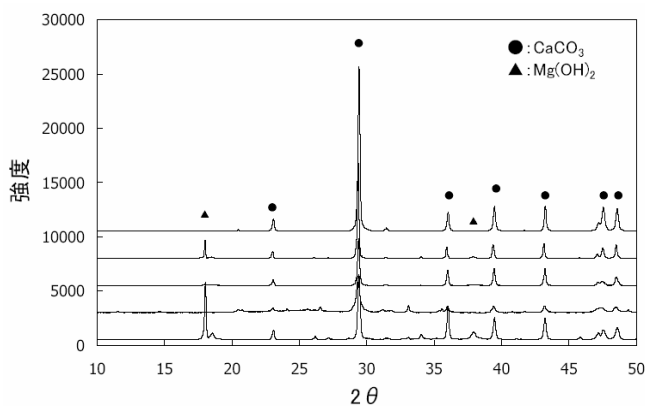


図 2 電気分解により得られたスケールの X 線回折結果

3-2 模擬循環水を用いたスケール除去実験

3-2-1 定電流電解による析出スケールの分析

模擬循環水について電流密度を変化させて、スケールを陰極に析出させる実験を行った。まず、炭酸水素ナトリウムを含まない模擬循環水を試験し陰極表面に析出したカルシウム及びマグネシウム量を ICP-AES により分析した結果を図 3 に示す。この結果、陰極電流密度が 0.5 ~ 1A・m⁻²についてはカルシウム、マグネシウムのいずれも電着しなかったが、1.5A・m⁻²以上ではマグネシウムのみが大量に電着することが明らかとなった。一方、炭酸水素ナトリウムを含む模擬循環水では図 4 に示とおり、陰極電流密度が 0.5A・m⁻²からカルシウムが析出しはじめ、2A・m⁻²で最も多く析出した。さらに電流密度が高くなるとカルシウムの析出量は低下した。マグネシウムはいずれの条件においてもほとんど析出せず、2A・m⁻²以上でわずかに電着した。

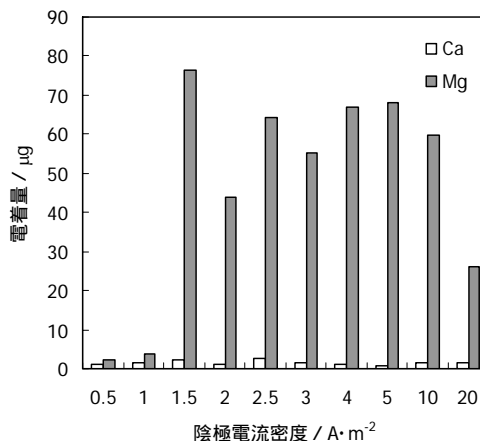


図 3 定電流電解によるスケール電着量 (試験液にNaHCO₃を含まない)

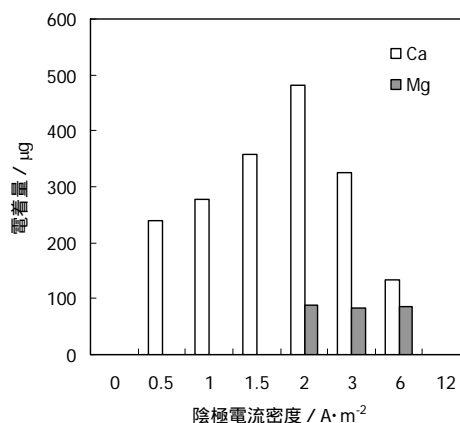


図 4 定電流電解によるスケール電着量 (試験液にNaHCO₃を含む)

3-2-2 共存炭酸水素イオン濃度の影響

溶存する炭酸水素イオン量と電着量の関係を探るために、炭酸水素イオン量を 0 ~ 500ppmまで変化させて析出スケール量の変化を測定した。なお、模擬試験液調製は 3-2-1 の手順に準じた。陰極電流密度はカルシウムの析出が最も良好であった 2.0A・m⁻²とした。試験結果を図 5 に示す。炭酸水素イオンの共存による条件ではマグネシウムは全く電着しなかった。これは 3-2-1 の試験結果と同一である。カルシウムの析出は 50ppm以上から確認され、200ppm以上で一定となった。このことから共存炭酸水素イオン量を 200ppm以上とすることでより効率的なカルシウムの電着を行うことができると考えられる。ただし、炭酸水素イオンはエアバブリングのみでは数ppm程度しか溶存しないため、本試験法などで用いた炭酸水素ナトリウムなどを添加する方法が良いと考えられる。

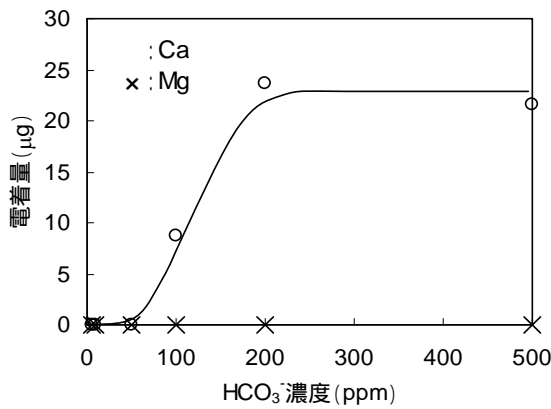


図5 炭酸水素イオン量と電着量の関係

3-3 循環式電解試験による循環水組成の経時変化

直方市上水を処理した循環水を循環させて 24 時間電気分解した時の循環水組成の変化を測定した。結果を図6に示す。時間とともにカルシウム及びマグネシウムが減少しているが、電解初期ではカルシウムの減少が大きく 15 時間以降でマグネシウムの減少が大きくなっている。スケール析出は水中の硬度が大きく影響する。硬度は炭酸塩硬度と非炭酸塩硬度に大別され、炭酸塩硬度がスケール析出に影響している。炭酸塩硬度にはカルシウムとマグネシウムによるものがあるが、ここではそれぞれ炭酸系カルシウム、炭酸系マグネシウムと定義すると、まず、3 時間までに炭酸系カルシウムが全て析出し、その後炭酸系マグネシウムの析出が発生して 15 時間までに全て析出した。一方、非炭酸系硬度は 15 時間まではほとんど変化がないが、15 時間経過後から大きく減少傾向がみられる。このことから硬度の低下についてはまず炭酸系硬度分が減少を始め、これがゼロとなった時点で非炭酸系硬度が減り始める、といった経過で電析が進行すると考えられる。また、非炭酸系硬度の減少傾向はマグネシウムの減少傾向と似ており、水酸化マグネシウムの析出が影響していると考えられる。水酸化マグネシウムの析出には大量の水酸化物イオンを消費するが、非炭酸系硬度の低下に伴い pH が低下しており、この時点で水酸化マグネシウムが生成していると考えられる。なお、この実験では陰極電流密度に変化はないことから、カルシウムの析出を狙った電流密度でも時間をかければマグネシウムの析出が期待できることが分かった。

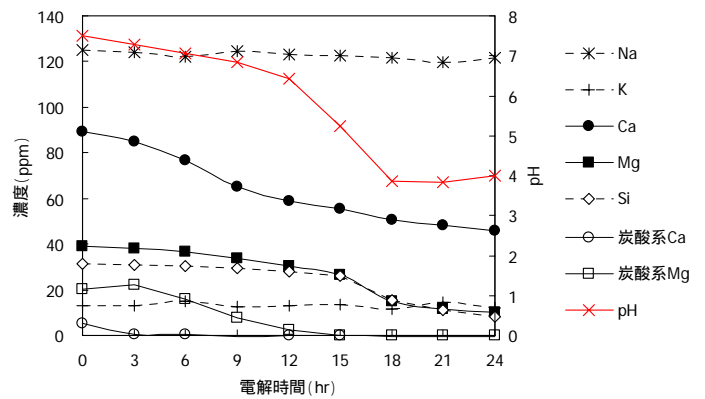


図6 電解時間と循環水組成変化

4 まとめ

本研究により、以下のことが明らかとなった。

- (1) 電気分解法を使用した冷却水循環システムの循環水及び補給水について組成分析を行った結果、電解法によるスケール除去ではカルシウムに対する効果が顕著であり、マグネシウム、ケイ素についても有効であることがわかった。
- (2) 模擬循環水による定電流電解試験を行い、カルシウムの電解には炭酸水素イオンの共存が必要であることが分かった。この時、カルシウムの析出に最も効果的な電流密度は $2.0\text{A}\cdot\text{m}^{-2}$ であった。一方、炭酸水素イオンの共存がない場合、 $1.5\text{A}\cdot\text{m}^{-2}$ 以上でMgを良好に電着した。
- (3) 陰極電流密度 $2.0\text{A}\cdot\text{m}^{-2}$ における定電流電解において、カルシウムの析出に有効な炭酸水素イオン量を調査した結果、200ppm以上においてカルシウムの析出量が一定となることがわかった。
- (4) 循環水の定電流電解を行い経時的な組成変化を分析したところ、まず炭酸塩硬度に由来するカルシウムの析出が生じ、その後、炭酸塩硬度に由来するマグネシウムの析出が発生、これが終了した後非炭酸塩硬度に由来するマグネシウムの析出が発生していることが明らかとなった。

5 文献

- 1) 厚生省生活衛生局企画課監修：新版レジオネラ症防止指針，財団法人ビル管理教育センター（1999）
- 2) 冷却水系のレジオネラ症防止に関する手引き，抗レジオネラ用空調水処理剤協議会（2003）

亜鉛めっきスラッジの再資源化に関する研究

古賀 弘毅^{*1}

Recycling of Sludge from Zinc Electroplating

Hiroki Koga

めっきスラッジはそのほとんどが産業廃棄物処分場へ埋立処分されている。一方、処理費用の高騰や処分場受入制限強化などからスラッジの廃棄処理の先行きが懸念されており、スラッジの減量化や再資源化が望まれている。本研究では、めっきスラッジのうち最も多く排出されている亜鉛について、製錬原料である粗酸化亜鉛原料に再資源化する検討を行った。めっき廃水の分別処理を行い、中和剤に水酸化ナトリウムを用いることより、他成分の混入の少ない亜鉛リッチなスラッジを生成することができた。また、水分除去方法として、造粒技術と送風乾燥技術を組み合わせることにより、熱を用いずに短時間で乾燥させることができた。以上の手法により亜鉛比率 50%以上、かつ含水率 2.7%の粗酸化亜鉛原料への再資源化に適した亜鉛濃厚スラッジを作製することができた。

1 はじめに

めっきスラッジはめっき廃液の処理工程の中で重金属の中和沈殿処理により発生するもので、全国で年間 65,000 トン以上発生している¹⁾。このうち亜鉛に関するスラッジは年間 21,000 トン以上発生していると試算され、これらは再利用されることなく産業廃棄物として埋め立て処分されている。そうした中で近年の処分費用の高騰や埋立処分場の逼迫から、スラッジの廃棄処理の先行きが懸念されている。

一方、独立行政法人物質・材料開発機構より 2050 年における甚大な金属資源不足を指摘する報告がなされている²⁾。この中では亜鉛などのベースメタルについても需要に供給が追いつかなくなると指摘されている。継続可能な産業活動を維持していくためには、廃棄物に含まれる金属を有効に再資源化することが必要不可欠である。

ところで、めっきスラッジには有用な金属が多く含まれており、できうる限り再資源化することが望ましい。しかしながら、従来のスラッジは複数種類の金属が混在した形の混合スラッジとなるため、それぞれの金属再生プロセスにおける禁忌成分が共存するなどの理由から再資源化が困難である。これはめっき業者における廃水処理の目的が排水基準をクリアすることであり、その過程で生じるめっきスラッジを再資源化することを想定していないためである。従って、ほとんどのめっき業者は安価な総合廃水処理により全ての金

属を一括で中和沈殿処理しており、得られるスラッジは再資源化には不向きなものとなっている。

こうした中で、昨今の金属価格の高騰を受けて、金属製錬メーカーの多くがめっきスラッジなどの有価金属を含む廃棄物の再生事業に興味を示しており、一部の金属についてはすでに再資源化が進められている。めっきスラッジがこれらの取り組みに適合するためには、目的金属成分の含有量が比較的高く、また、再生プロセス上問題となる禁忌成分が含まれないことが必要となる。

本研究では、めっき廃水中の亜鉛を亜鉛製錬原料である粗酸化亜鉛原料に再資源化するためのスラッジ生成法について検討した。また、スラッジ中の亜鉛比率を高め、かつスラッジ輸送コストを下げる手段として、スラッジ中に大量に含まれる水分を低コストに乾燥する方法について検討した。

2 研究、実験方法

2-1 めっきスラッジの現状調査

めっきスラッジの再資源化に取り組むためには、各種再資源化先で受入可能なスラッジ性状に加工する必要がある。そのためには現状のめっきスラッジがどのようなものであるのか調査する必要がある。ここでは九州めっき工業組合の会員企業の協力を得て、各社で発生しているめっきスラッジの組成分析を行った。分析方法には主に蛍光 X 線分析法（分析装置：理学電機製 RIX3001 型）を用いた。含水率は 105 で 12 時間の加熱による加熱前後の質量差から求めた。強熱減量

*1 機械電子研究所

は 750 で 3 時間の加熱による加熱前後の質量差から求めた。

2-2 めっき廃液の現状調査

禁忌成分の混入を防ぎ、かつ高濃度な亜鉛を得るためには、亜鉛めっき廃水の分別が必要不可欠である。図 1 にジンケート浴による亜鉛めっきラインの廃液フローを示す。めっき工程中での各水洗工程において廃液が生じるが、最終的には全てが混合され一括して中和沈殿処理されることとなる。ここでは、亜鉛めっきの代表的な手法であるジンケート浴とシアン浴による廃水のうち最も高濃度に亜鉛を含有するめっき後水洗廃液（以後、めっき廃水）の組成を分析した。シアン浴のめっき後廃水については次亜塩素酸処理によるシアン分解処理後のものを使用した。分析には ICP 発光分光分析法（分析装置：日本ジャーレルアッシュ製 ICAP88 型）を用いた。

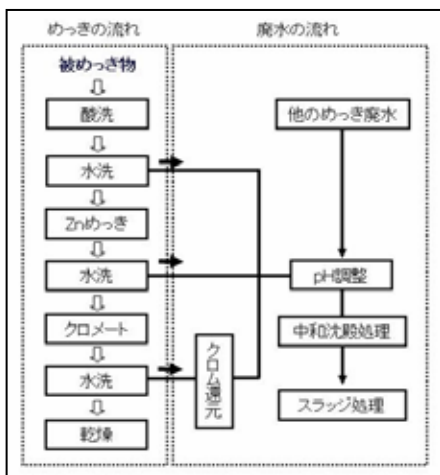


図 1 ジンケート浴の廃水系統概略

2-3 めっき廃液の分別によるスラッジ生成実験

D社及びE社のめっき廃水をそれぞれ 1000L用いて、キログラムオーダーの亜鉛濃厚スラッジを作製した。スラッジ生成条件を表 1 に示す。先の研究にて中和剤に水酸化カルシウムを使用するよりも水酸化ナトリウムを用いた方が沈殿物中の亜鉛濃度が高くなることを

表 1 亜鉛スラッジ生成条件

有機凝結剤 (SR-2000)	5ppm
沈殿凝集剤 (エバグロース)	5ppm
pH調整剤	NaOHまたはH ₂ SO ₄
pH	8~9
滞留時間	15min

明らかにした³⁾。本実験においても中和剤には水酸化ナトリウムを使用することとした。

2-4 イオン交換による禁忌成分の除去に関する検討

廃液へのクロムの混入を想定し、イオン交換樹脂を用いたクロム成分の除去を検討した。試験方法はイオン交換樹脂を充填したカラムに試験液を通過させ、通過前後のクロム濃度の比較により行った。試験液は、実際のめっき後水洗水の組成に近づけるため 100ppmの亜鉛を共存させ、さらに3価クロム又は6価クロムを 10ppm ずつ添加したものを調製して用いた。イオン交換樹脂にはムロマチテクノス株式会社製品から、MRP200（陽イオン交換樹脂）、OT-71（キレート樹脂）、XMS-5712（キレート樹脂）、XMA-4613（陰イオン交換樹脂）を用いた。試験後のクロム濃度の測定は ICP 発光分析法により測定した。

2-5 造粒及び送風によるスラッジの常温乾燥試験

スラッジの造粒と送風による熱源を使用しない低コストな常温乾燥方法を検討した。実験には円筒状の乾燥容器を自作して用いた。装置の概略を図 2 に示す。円筒容器の底にガラスフィルターを張り、この上に裏漉し器で 4mm に造粒したスラッジを設置して下からコンプレッサーにより圧縮空気を送り込み乾燥させた。なお、スラッジはE社のスラッジを使用した。

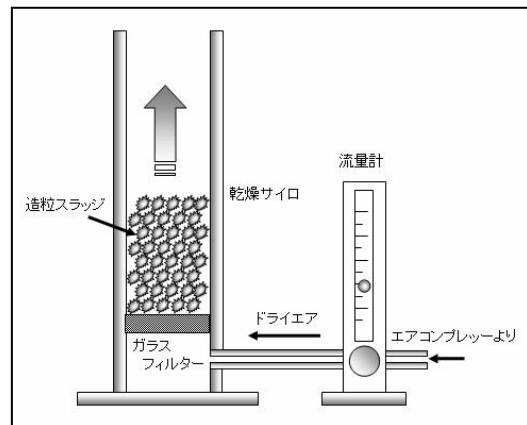


図 2 乾燥装置概略図

3 結果

3-1 めっきスラッジの現状調査結果

九州めっき工業組合に加盟するめっき業者 7 社から排出されるめっきスラッジについて組成分析を行った結果を表 2 に示す。いずれのスラッジも最も含水率が高く 70~80%となっている。禁忌成分であるクロムが多く検体でパーセントオーダー混入している。また、

表 2 スラッジ組成分析結果

	A	B	C	D	E	F	G	H
含水率	80.3	71.7	75.6	75.1	77.5	68.0	73.1	71.5
強熱減量	4.6	6.2	5.6	6.8	5.2	8.6	6.3	5.9
CaO	1.2	3.7	3.0	3.5	2.3	9.4	4.5	7.5
Cr ₂ O ₃	2.2	0.1	<0.1	1.0	3.9	1.0	2.0	0.1
CuO	0.2	4.9	0.8	0.0	0.1	2.1	1.1	1.7
Fe ₂ O ₃	1.4	1.4	0.6	<0.1	1.0	1.0	6.4	3.7
NiO	2.1	0.8	6.9	<0.1	0.4	0.5	0.8	1.4
P ₂ O ₅	0.5	1.1	3.7	0.6	2.1	3.6	0.2	4.2
SO ₃	0.7	0.6	0.2	0.5	1.4	0.7	1.0	0.7
SiO ₂	1.3	2.9	1.0	0.3	0.8	1.5	0.9	1.2
SnO ₂	0.1	1.5	2.1	<0.1	0.0	0.3	0.1	0.1
ZnO	4.7	4.6	<0.1	6.0	5.0	2.3	1.7	0.7

(%)

表 3 めっき廃水組成分析結果

	Zn	Si	Fe	Cr	Ca	P	CN'
D社めっき廃水-1	138.2	27.0	<0.1	<0.1	26.8	<0.1	-
D社めっき廃水-2	834.3	40.3	0.8	<0.1	50.3	-	-
E社酸洗廃水	92.9	21.6	15.8	2.1	6.4	2.0	<1
E社めっき廃水	80.8	20.5	3.6	0.2	336.0	-	<1
E社クロメート廃水	52.4	30.4	1.0	69.4	28.2	8.4	<1

(ppm)

中和剤の消石灰に起因するカルシウムが大きな割合を占めることがわかる。このため亜鉛は最も高いD社でも酸化物換算で6%程度となりあまり高くない。このため現状のスラッジ組成では粗酸化亜鉛製造原料として取り扱うことは困難であることがわかった。

3-2 めっき廃液の現状調査

九州めっき工業組合会員企業のD社とE社のめっき廃水の金属成分組成を分析した結果を表3に示す。D社はジンケート浴、E社はシアン浴を使用している。なお、参考までにE社の酸洗後水洗廃水（以後、酸洗廃水）及びクロメート後水洗廃水（以後、クロメート廃水）の分析結果も併せて報告する。めっき後水洗廃水はいずれについても亜鉛の濃度が高く、クロムもほとんど検出されないことから、亜鉛濃厚スラッジを生成するために大変適していると考えられる。一方、クロメート後水洗水はクロム濃度が極めて高いためクロムを禁忌成分とする亜鉛の再資源化には適しにくい。また、酸洗後水洗廃水はクロムの混入は少ないながら約2ppmあり、鉄などの他の成分の混入が多いため得られるスラッジ中の亜鉛比率が低くなる可能性が高い。

3-3 めっき廃液の分別によるスラッジ生成実験

D社及びE社のめっき廃水をそれぞれ1000L用いて、キログラムオーダーの亜鉛濃厚スラッジを作製した。

表 4 めっき廃水分別スラッジの組成分析結果

試料名	D社めっき廃水-1	D社めっき廃水-2	E社めっき廃水
ZnO	62.8	74.8	54.7
SiO ₂	17.6	4.4	13.0
Fe ₂ O ₃	0.1	<0.1	6.1
Cr ₂ O ₃	N.D.	N.D.	0.2
CaO	2.8	0.9	0.5
MgO	1.6	0.7	0.6
強熱減量	12.8	18.2	19.0

(%)

Zn換算	50.4	64.3	43.9
------	------	------	------

(%)

試験には表3の3種類のめっき廃液を使用した。得られたスラッジの乾燥時の組成を表4に示す。D社の廃水から得られたスラッジは亜鉛濃度が50%を超えたが、E社の廃水から得られたスラッジでは鉄とケイ素が多く混入した影響を受けD社よりやや低い43.9%と低くなった。クロムについてはD社は検出されず、E社も0.2%と低くなった。このことから本法により組成的には粗酸化亜鉛原料として利用可能なスラッジが生成できたことがわかった。

3-4 イオン交換による禁忌成分の除去に関する検討

100ppm 亜鉛溶液に 10ppm の 3 価または 6 価のクロムを共存させた試験液をカラムに通じてクロムを除去する実験を行った結果を表 5 に示す。3 価クロムの除去率は XMS-5712 が最も高かったが主成分の亜鉛も除去しており、3 価クロム単独の除去が困難であった。XMS-5712 はキレート樹脂であり 2 価及び 3 価の陽イオンを吸着するためと考えられる。その他については十分な 3 価クロムの除去率が得られなかった。一方、6 価クロムについては XMA-4613 がほぼ完全に 6 価クロムを選択的に除去できた。XMA-4613 は陰イオン交換樹脂であり、6 価クロムが陰イオンであるため、陽イオンである亜鉛の影響を受けず吸着分離することができたと考えられる。OT-71 についても 6 価クロムを除去したが、同時に亜鉛も除去しており、亜鉛の吸着により樹脂の寿命を短くしてしまう恐れがある。以上のことから 6 価クロムの形態であれば陰イオン交換樹脂を用いることで十分な除去ができることがわかった。

表 5 イオン交換樹脂によるクロム分離試験結果

樹脂名	試験液 1			試験液 2		
	Zn	3価Cr	除去率 %	Zn	6価Cr	除去率 %
	試験後 ppm	試験後 ppm		試験後 ppm	試験後 ppm	
MRP200	80.7	6.3	37.1	62.6	6.3	37.4
OT-71	91.2	9.5	4.7	85.4	0.5	94.9
XMS-5712	42.9	2.4	76.2	23.6	2.3	77.6
XMA-4613	95.6	9.4	6.3	96.7	0.04	99.6

3-5 造粒及び送風によるスラッジの常温乾燥試験

4mm に造粒したスラッジを送風乾燥した際の圧縮空気流量と水分量変化の関係を図 3 に示す。スラッジ 100g を用いて試験した結果、ドライエアの流量が増えるに従って短時間で含水率が縮減した。100L/min の結果では、5 時間の試験で含水率が 77% から 2.7% まで縮減した。乾燥速度はドライエア流量をさらに増やすことで一層の向上が期待できる。今回の実験ではコンプレッサーによるドライエアを用いたが、通常の空気による乾燥も可能と考えられ、大容量のファンなどを用いれば装置の大型化による大量スラッジの乾燥も可能になると考えられる。この手法は熱源を用いずに、基本的にはファンのみの動力で乾燥可能なため、安価なランニングコストでの乾燥が期待できる。

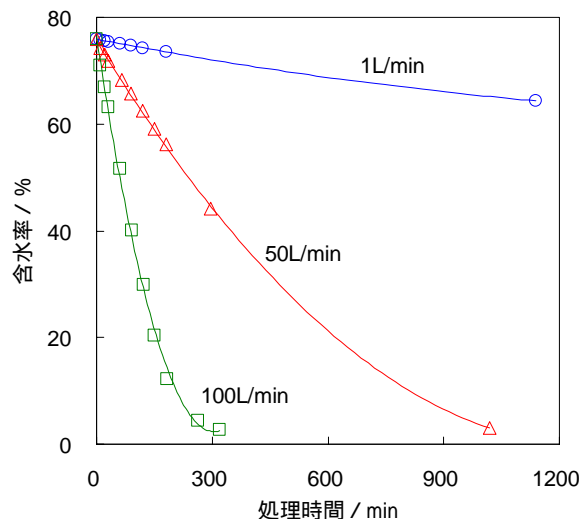


図 3 スラッジ乾燥試験結果

4 まとめ

本研究において、亜鉛めっきスラッジの粗酸化亜鉛原料への再資源化について検討を行った結果、以下の知見を得ることができた。

- (1) 従来の総合廃水から得られる混合スラッジは亜鉛比率が低く、また禁忌成分が混入することから再資源化が困難である。
- (2) めっき各工程で生ずる廃水のうちめっき廃水を分別することで、亜鉛比率が高く禁忌成分の混入の少ない亜鉛濃厚スラッジを生成することができた。
- (3) 陰イオン交換樹脂を用いることにより、廃液中の 6 価クロムをほぼ完全に除去することができた。
- (4) スラッジを細かく造粒して表面積を稼ぎ、ドライエアを用いることで、常温において含水率を大幅に低減することができた。

5 文献

- 1) 経済産業省：平成 15 年度製造産業技術対策調査(循環型基礎素材産業構築対策調査：めっきスラッジのリサイクルに関する実態調査) (2004.3)
- 2) 独立行政法人 物質・材料研究機構：プレスリリース，
<http://www.nims.go.jp/jpn/news/press/press178.html> (2007)
- 3) 古賀弘毅，他：福岡県工業技術センター研究報告書，No.15，p.93 (2005)

高濃度域分析用土壌標準物質の分析評価

中野 賢三^{*1} 古賀 弘毅^{*1}

Assay Evaluation of Soils Prepared as Standard in High Concentration Range for X-ray Fluorescence Spectroscopy

Kenzo Nakano and Hiroki Koga

土壌汚染対策法の特定有害物質であるHg, Pb, Cd, As, Se, Crをそれぞれ高濃度に混合して試作された蛍光X線分析用土壌標準物質について, その均質性を評価するとともに, 蛍光X線分析における定量分析条件の最適化を検討した。含有量基準値が比較的低いHgでは, 連続5回繰り返し測定における強度の相対標準偏差 (RSD / %) と測定時間との関係から, 測定時間が2分のときRSDが最小値2.40%を示した。また, 含有量基準に相当する土壌標準物質10試料の検出濃度から算出した6元素のRSDは2.46%以下となり, 分析精度の良好な定量分析条件の確立とともに土壌標準物質の均質性が確認された。

1 はじめに

平成15年2月に土壌汚染対策法が施行され, 有害物質使用特定施設に係る工場跡地等では土壌汚染の状況について調査が義務づけられており, その市場は拡大する傾向にある。

この土壌汚染対策法における公定分析法として, 現行では化学分析等が用いられるが, 時間や手間を要するため, 迅速性, 簡便性に優れた分析法の導入が期待されている。一方, 東京都においてはある程度信頼性の高い機器分析は公定法として認定する方針を示しており, 他県においても同様となる可能性が高い。

そこで, 有望な土壌汚染調査用分析法として, 土壌汚染対策法の第2種特定有害物質のうち, Hg, Pb, Cd, As, Se, Cr⁶⁺の元素分析 (ただし, Cr⁶⁺については全Crとして検出される) が可能である蛍光X線分析法が注目されているが, 現状では未だ標準物質が供給されていないため, 高精度な定量分析は行われていない。

本研究では, 環境テクノス株式会社がHg, Pb, Cd, As, Se, Crの6元素を混合して独自に開発した6水準の蛍光X線分析用土壌標準物質について, その均質性を評価するとともに, 適当な分析条件について検討した。

2 研究, 実験方法

2-1 分析用成形試料の作製

内径31.5mmの塩化ビニル製Oリング内に試作された土壌標準物質を充填し, 両面をステンレス板で挟み, 試料成型機 (Type BRM-32, Maekawa Testing Machine

表1 各水準の土壌標準物質における各元素の設定濃度

	1水準目	2水準目	3水準目	4水準目	5水準目	6水準目
Cd (ppm)	0.5	75.1	150.3	295.8	599.9	1200.3
Pb (ppm)	23.9	75.3	150.9	298.8	598.4	1200.7
As (ppm)	18.5	75.0	149.9	300.0	600.1	1199.7
Se (ppm)	0.4	75.2	150.0	299.6	600.1	1199.8
Cr (ppm)	84.7	150.0	250.0	499.9	750.3	1500.1
Hg (ppm)	0.0	7.6	15.0	30.0	59.5	120.0

MFG Co.) を用いて10MPaで加圧することにより成形試料を作製した。なお, 試料には6元素を表1に示す濃度に設定した6水準の土壌標準物質を用いた。

2-2 試料の分析および評価

成形試料を測定径30mmのステンレスホルダーに固定し, 波長分散型蛍光X線分析装置 (RIX3001, RIGAKU) を用いて測定した。表2にその初期設定条件を示す。PbL₁, AsK₁ は互いに妨害線であるため¹⁾, PbL₁, AsK₁ を分析線として選択した。PbL₁の測定におけるSeK₁の妨害については, 図1に示すように幅0.15mmのスリットを用いることによりSeK₁とピーク分離して2測定位置を決定した。また, HgL₁の測定には検出強度を向上させるため, 幅3.00mmのスリットを用いた。元素定量計算において, 6水準の土壌標準物質の測定から検量線を作成して濃度算出に用いた。

分析値の精度および試料の均質性は, 検出強度あるいは濃度の相対標準偏差RSDで評価した。なお, 1水準当たり12kg試作された土壌標準物質全体における均質性は, 任意の10箇所から採取した成形体10試料を測定径25mmとして測定し, また, 成形試料面内における均

*1 機械電子研究所

表2 蛍光X線分析における初期設定条件

分析線	CrK α 1.2, PbL β 1, AsK β , SeK α , CrK α 1.2, HgL α 1
管球	Rh
管電圧, 管電流	50kV, 80mA
入射スリット幅	Cd, As, Se, Cr : 0.45mm Pb : 0.15mm Hg : 3.00mm
雰囲気	真空
測定時間	40秒

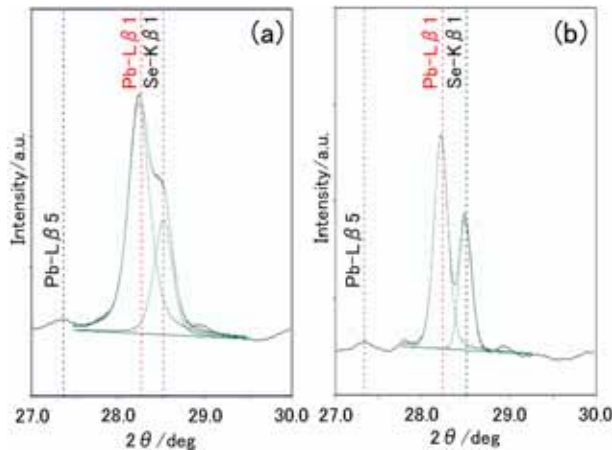


図1 異なるスリット幅を用いたPb-L 1の2走査測定結果：(a)0.45mm, (b)0.15mm

質性は、測定径を10mmとして異なる照射位置で面内4箇所を測定し、それぞれRSDで評価した。また、成形試料面内の均質性については、さらに電子線マイクロアナライザー（EPMA-1600，島津製作所）を用いて成形試料表面の元素分布を観察，評価した。

3 結果と考察

3-1 均質性の評価

図2に6水準の土壤標準物質の測定から作成した検量線を示す。いずれの元素においても直線性のよい検量線が得られ，土壤標準物質への検量線法の適用が可能であることが確認された。次に，土壤標準物質全体の均質性評価のため，1水準当たり成形体10試料について蛍光X線分析を行った結果を表3に示す。全元素において濃度の減少に伴いRSDが増加する傾向を示した。また，設定値が土壤汚染対策法の含有量基準値に相当する3水準目ではHgを除く5元素においてRSDが3.42%以下となり，比較的良好な均一性が確認された。Hgに関しては設定濃度が他元素より1桁程度低く，検出感が不十分であったためRSDが25.3%と高くなったと考えられ，測定条件について最適化の必要性が認識された。

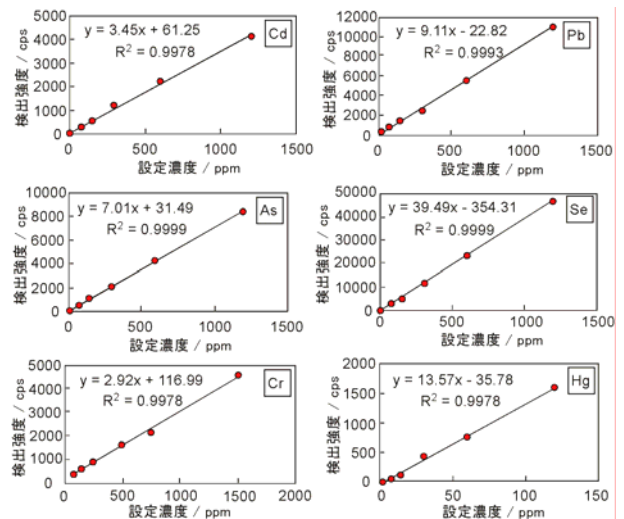


図2 各水準の土壤標準物質の測定から作成した検量線

表3 1水準当たり10試料測定した蛍光X線分析結果

	1水準目	2水準目	3水準目	4水準目	5水準目	6水準目	
Cd	設定濃度 (ppm)	0.5	75.1	150.3	295.8	599.9	1200.3
	測定濃度 (ppm)	2.1	76.0	148.3	296.6	597.3	1201.6
	RSD (%)	54.4	3.19	3.42	3.82	2.40	2.20
Pb	設定濃度 (ppm)	23.9	75.3	150.9	298.8	598.4	1200.7
	測定濃度 (ppm)	19.7	72.4	151.7	303.2	603.7	1197.1
	RSD (%)	8.99	1.54	1.34	0.76	0.47	0.29
As	設定濃度 (ppm)	18.5	75.0	149.9	300.0	600.1	1199.7
	測定濃度 (ppm)	16.4	73.2	150.9	303.2	601.2	1198.4
	RSD (%)	21.4	1.70	1.98	0.89	0.60	0.48
Se	設定濃度 (ppm)	0.4	75.2	150.0	299.6	600.1	1199.8
	測定濃度 (ppm)	3.7	78.5	155.6	306.6	607.6	1200.1
	RSD (%)	61.5	0.56	0.91	0.38	0.35	0.14
Cr	設定濃度 (ppm)	84.7	150.0	250.0	499.9	750.3	1500.1
	測定濃度 (ppm)	87.1	148.7	245.5	500.1	755.3	1498.3
	RSD (%)	1.50	1.57	1.03	0.59	0.48	0.29
Hg	設定濃度 (ppm)	0.0	7.6	15.0	30.0	59.5	120.0
	測定濃度 (ppm)	0.3	6.6	15.0	29.4	61.7	119.1
	RSD (%)	1127	35.1	25.3	5.77	5.00	1.89

表4 4箇所のX線照射位置における蛍光X線分析結果

	検出強度(cps)					RSD(%)
	位置a	位置b	位置c	位置d	平均値	
Cd	405.0	414.0	398.0	409.4	406.6	1.67
Pb	1357.4	1393.4	1389.0	1386.1	1381.5	1.18
As	893.8	868.9	892.8	884.3	885.0	1.30
Se	4931.8	4998.7	4994.2	4984.3	4977.3	0.62
Cr	498.9	513.3	519.9	517.1	512.3	1.82
Hg	189.1	201.8	175.6	194.4	190.2	5.81

次に，成形試料面内の均質性評価のため，X線照射径を10mmとして4箇所の異なる照射位置で6水準目の試料において面内の蛍光X線分析を行った結果を表4に示す。全6元素において4箇所の濃度のRSDは5.81%以下に留まり，面内の均一性が確認された。また，電子線マイク

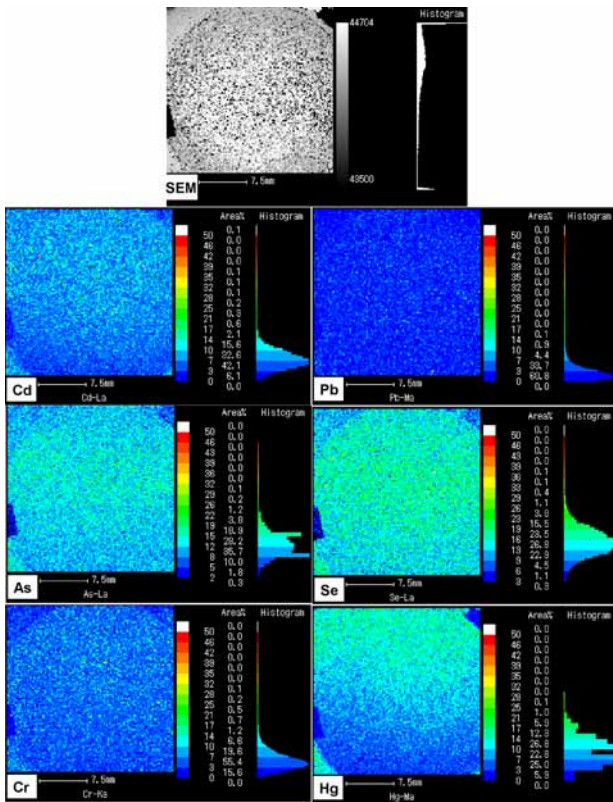


図3 成形試料表面のEPMAによる元素マッピング結果

ロアナライザーを用いて6水準目の成形試料表面の元素マッピング測定を行った結果を図3に示す。図より、試料中のいずれの元素においても偏析は観察されなかった。これらの結果、成形試料面内の良好な均質性が確認された。

3-2 測定条件の検討

Hgに関して3水準目では検出感度が不十分であったため、測定時間をこれまでの40秒より増加させて検出されるX線量を増加させることにより、感度の向上を試みた。

測定時間を20秒から600秒まで変化させて各測定時間で5回連続蛍光X線分析を行った結果、図4に検出強度と測定順の関係を、図5に検出強度のRSDと測定時間の関係を示す。図5より、20秒から120秒までは測定時間の増加とともにRSDが減少し、120秒以上ではRSDが増加する傾向を示したことから、最適な測定時間は120秒であることがわかった。また、図4より、20秒および60秒では測定順と検出強度の間に相関関係は見られず、120秒ではほぼ一定値を示し、180秒、300秒および600秒では測定順の増加とともに検出強度が減少する傾向を示した。これらの原因として、測定時間の増加に伴い測定後の試料温度が上昇したことも踏まえると、120

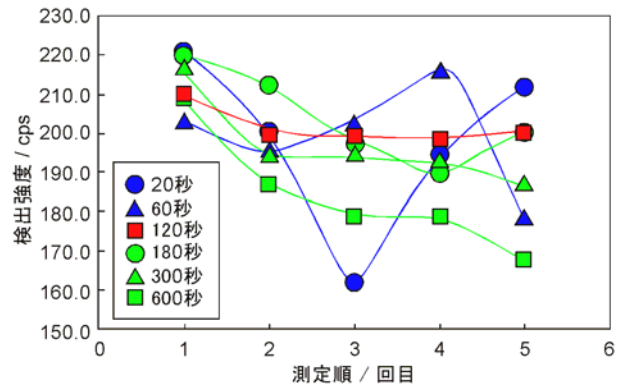


図4 5回連続測定における検出強度と測定順の関係

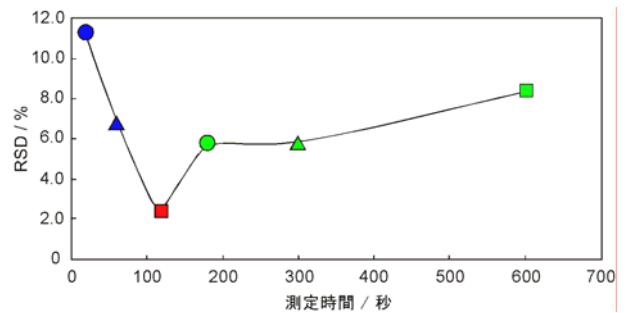


図5 検出強度のRSDと測定時間の関係

表5 測定時間120秒における蛍光X線分析結果

	Cd	Pb	As	Se	Cr	Hg
設定濃度 (ppm)	150.3	150.9	149.9	150.0	250.0	15.0
検出強度 (cps)	483.5	1808.5	1084.8	6032.7	921.2	231.1
RSD (%)	1.55	0.40	0.62	1.01	0.57	2.46

秒より長時間の測定ではHgの揮発が考えられる。

表5に測定時間120秒において3水準目の成形体10試料について蛍光X線分析を行った結果を示す。HgにおいてRSDが2.46%となり、土壤標準物質全体におけるHgの均一性についても確認された。また、Seを除く他の4元素においてもRSDが減少したことから、120秒の測定時間は高精度な分析に有効であることがわかった。

4 まとめ

試作された土壤標準物質に関して均質性を評価するとともに、波長分散型蛍光X線分析における測定条件について検討した。蛍光X線分析および電子線マイクロアナライザーによる元素マッピング測定の結果、土壤標準物質は均質性が良好であることが確認された。また、蛍光X線分析におけるHgの測定条件について、最適な測定条件を選択することで含有量基準値における高精度な測定が可能となった。

今後、土壤調査市場は拡大する可能性が高く、本研

究で評価した土壌標準物質による蛍光X線分析は、迅速かつ高精度な土壌調査のニーズに対応できると考えられる。

5 参考文献

- 1) 理学電気工業(株): 蛍光X線分析の手引, p.144
(1993)

長寿命, 低価格ワイヤーボンディング用DLC被覆キャピラリー 製品化のための生産技術の開発

土山 明美^{*1}

Development of Production Technique for Durable and Reasonable Price DLC Coated Wire Bonding Capillary

Akemi Tsuchiyama

著者らはキャピラリーの寿命向上を目的に, 安価な汎用タイプキャピラリー先端部に対するDLC被覆技術の研究を行い, 従来品と比較して10倍以上の寿命向上を確認している。本研究では, DLCキャピラリーの製品化を図るため, 安定した膜質, 均一性が確保できる生産技術の開発を目指し, 開発中の生産用装置で作製したDLCの膜質及び今後, 需要が増大するファインピッチ用キャピラリーへのDLC被覆について検討した。開発中装置でのDLCは, 実験機でのDLCと比較して摩擦・摩耗特性が劣るものの, 耐酸性に優れることが判明した。また, ファインピッチ用キャピラリー先端部に対して, 平滑膜面を有するDLC膜を実験機により形成することができた。

1 はじめに

ワイヤーボンディング用キャピラリーは, 半導体チップを結線するワイヤーボンダーに使用する治具である。その使用条件は, 半導体チップの高性能化・高集積化による多ピン化傾向と共に過酷さを増しているため, キャピラリー先端部では短期間で劣化が生じている。

著者らはキャピラリーの寿命向上を目的に, DLC膜の高硬度, 耐摩耗性, 耐凝着性に着目し, 安価な汎用タイプであるアルミナ製キャピラリー先端部へのDLC被覆技術の研究開発(産学官共同研究)を行ってきた。その結果, 試作DLC被覆アルミナ製キャピラリーでは, 未処理のアルミナ製キャピラリー(従来品)と比較して10倍以上の寿命向上(実用レベルを達成)が確認でき^{1),2)}, 特許申請を行った³⁾。しかし, DLCキャピラリーの製品化を図るためには, 大量生産に必要な生産力/品質力などが不可欠である。

本研究はDLCキャピラリーの製品化を図るため, 安定した膜質, 均一性が確保できる生産技術の開発を目指している。共同研究先では生産用装置の開発を行い, 著者は開発中の生産用装置で作製したDLCの膜質について検討を行った。また, 今後, 需要が増大するファインピッチ用キャピラリーへのDLC被覆技術についても成膜実験機により検討した。

2 実験

2-1 開発装置で作製したDLCの膜質評価

開発中の生産用装置(以下, 開発装置と記す)で作製したDLCの硬さ, 摩擦・摩耗特性, 耐酸性等について調べ, 成膜実験機(以下, 実験機と記す)で作製したDLCの結果と比較した。基板には, Siウエーハを用いた。

硬さはNANOINDENTによって評価した。荷重は100 μ Nとした。

摩擦・摩耗特性はボールオンディスク試験(ボール: 6mm, SUS440C製)を温湿度管理下で行い評価した。1時間しゅう動させた後に, 膜の比摩耗量を求めた。

耐酸腐食性はDLC被覆Si基板を100℃に加熱後, 13.1 M-HNO₃を5 μ L滴下し, 蒸発するまで加熱した。加熱前後の表面を光学顕微鏡で観察することで評価した。

2-2 ファインピッチ用キャピラリーへのDLC被覆

DLC被覆はイオン化蒸着法を用い, 実験機で行った。キャピラリーはファインピッチタイプのものを用い, アセトンで洗浄後, 実験機内に配置した。作製条件は図1に示すラマン分光スペクトルを示す条件を基本とし, 各種作製条件のもとでDLC被覆処理を行った。

DLC膜の付き回りはSEM-EDXでの観察と分析により評価した。

*1 機械電子研究所

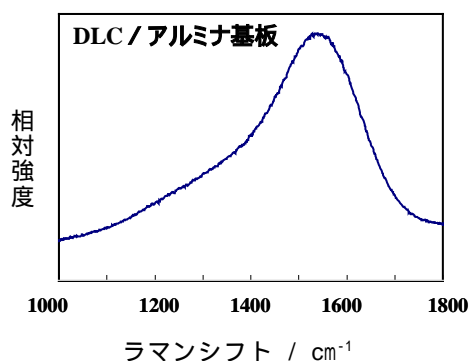


図1 ラマン分光分析結果

3 結果

3-1 開発装置で作製した DLC の膜質

開発装置で作製した DLC と実験機で作製した DLC の硬さ、摩擦係数及び DLC 膜面の比摩耗量を表 1 に、しゅう動試験中の摩擦係数の変化を図 2 に示す。表中の摩擦係数は、しゅう動試験終了時の値である。

開発装置で作製した DLC は、実験機での DLC と比較して軟質であり、SUS440C 製ボールに対するしゅう動試験中の摩擦係数の変動は大きく、滑りと凝着を繰り返していることが推察される。しゅう動試験終了時の摩擦係数はおよそ 0.58 と、実験機での DLC よりも高くなっている。また、DLC の比摩耗量も多く、しゅう動試験後の DLC 膜面ではしゅう動痕が明瞭に観察され、実験機での DLC と比較して激しい摩擦・摩耗現象が生じていることが分かる。

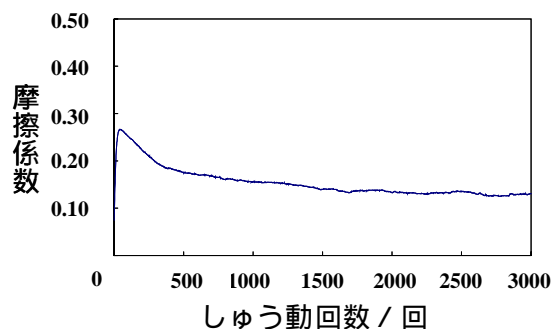
一方、実験機での DLC は、試験初期に一旦、摩擦係数が高くなった後小さくなり、開発装置での DLC よりも安定した摩擦特性を示している。

このような異なる挙動の原因を検討するため、各々の DLC について赤外吸収分光 (FT-IR) 測定を行った。その結果、開発装置での DLC は 2900cm^{-1} 近傍に CH, CH₂, CH₃ の伸縮振動に伴う吸収が得られ、実験機での DLC ではそれら伸縮振動に伴う吸収は得られなかった。DLC 膜の硬さの違いと考え合わせると、開発装置での DLC は、実験機での DLC よりも水素終端の形成割合が高いと推察される。

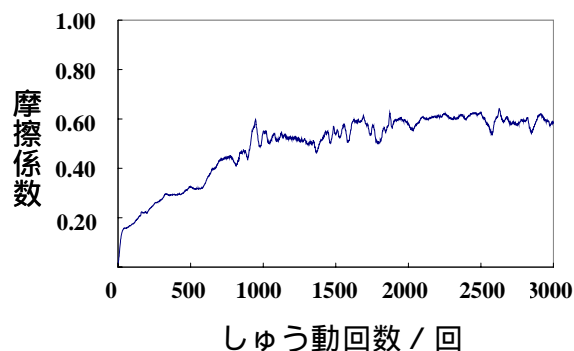
使用限界を迎えたキャピラリーは、酸洗浄し再利用される場合がある。DLC の耐酸性を検討するため、熱硝酸による耐酸性試験を行った。試験後、表面のエッチング痕を目視及び光学顕微鏡で観察した。その結

表 1 DLC の硬さ、摩擦係数及び比摩耗量

試料	項目	硬さ (Gpa)	摩擦係数	比摩耗量 (m^3/Nm)
実験機	硬さ (Gpa)	50	0.1305	1.59×10^{-7}
	摩擦係数		0.1305	
開発装置	硬さ (Gpa)	18	0.5835	1.30×10^{-5}
	摩擦係数		0.5835	



(a) 実験機での DLC

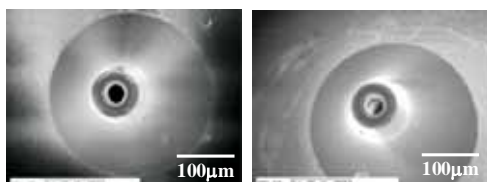


(b) 開発機での DLC

図 2 しゅう動試験中の摩擦係数の変化

果、目視ではどちらの DLC も顕著な変化は観察されなかったが、顕微鏡観察では、実験機での DLC に荒れた表面が確認された。

以上の結果から、開発装置での DLC は実験機での DLC と比較して摩擦・摩耗特性が劣るものの、耐酸性に優れることが判明した。FT-IR 測定結果から推測できる構造から考えると、耐酸性に優れる結果は一見、矛盾している。仮に、緻密な DLC が形成されているとすれば、基板への保護能力が増し耐酸性が向上する。従って、膜質改善のためには DLC の密度や水素含有量等の測定を行い、密度や水素含有量と特性との相関を明確にすることで、耐酸性に優れかつ、摩擦・摩耗特性が向上する DLC を設計することができると思われる。DLC の構造解析等は、今後の課題である。



(a) 荒れた膜面

(b) 平滑膜面

図3 キャピラリー先端部の成膜状態

3-2 キャピラリー先端部へのDLC被覆

ファインピッチ用キャピラリー先端部に対して、DLC被覆実験を行った。その結果、図3(a)に示すような荒れた膜面が生じた。改善策を検討した結果、平滑膜面を有するDLC膜が形成できたことから(図3(b)参照)、DLC被覆は汎用タイプのキャピラリーのみばかりでなく、より微小なファインピッチ用キャピラリーへも適用できる可能性が示された。

4 まとめ

開発中の生産用装置で作製したDLCの膜質を実験機で作製したDLCと比較した結果、開発装置でのDLCは、実験機でのDLCと比較して摩擦・摩耗特性が劣るものの、耐酸性に優れることが判明した。膜質改善のためにはDLCの構造と特性との相関を明確にし、耐酸性に優れかつ、摩擦・摩耗特性が向上するDLCを設計する必要がある。

また、今後需要が増大するファインピッチ用キャピラリーへのDLC被覆について実験機で検討した結果、ファインピッチ用キャピラリー先端部に対して、平滑膜面を有するDLC膜を形成することができた。

5 文献

- 1) 土山明美, 生地文也, 一條秀樹, 小柳伸也: 第20回ダイヤモンドシンポジウム講演要旨集, pp. 220-221 (2006)
- 2) 土山明美, 生地文也, 一條秀樹: NEW DIAMOND, No. 86 (2007) (印刷中)
- 3) 特願2004-155405

プラズワイヤー溶射によるAl-5mass%Mg皮膜の評価

古賀 義人^{*1}

Characteristics of PLAZWIRE Sprayed Al-5mass%Mg Alloy Coatings

Yoshito Koga

従来、Al-5mass%Mg溶射は海外での施工例はあるものの、国内企業による施工例は少なく、また歩留まり等の改善が望まれる状況にあった。現在この課題を受け、プラズワイヤー溶射装置を用いたAl-5mass%Mg溶射皮膜の開発が行われており、これに伴いAl-5mass%Mg溶射皮膜の特性評価が必要となっている。本研究では、このプラズワイヤー溶射を中心としたAl-5mass%Mg溶射皮膜の特性評価を目的として、中性塩水噴霧サイクル試験、NaCl水溶液中での自然電位測定を実施した。この結果、プラズワイヤー溶射によるAl-5mass%Mg溶射皮膜は封孔処理により防食性能が向上すること、測定した範囲においてAl-5mass%Mg溶射皮膜の自然電位は犠牲防食の発生する電位であることを明かとした。

1 はじめに

近年、橋や高速道路などの鋼構造物の費用の評価に、ライフサイクルコスト(LCC)の概念が導入され、建築費用だけでなく維持・補修コストも含む構造物の寿命終了までの全コストの削減が求められるようになった。このため防食・防錆もコスト削減が求められることが防食性能に優れる溶射皮膜の適用例の増加につながっている。しかしさらなるコスト削減のために、より高い防食機能をもつ溶射皮膜の開発が求められており、Al-5mass%Mg溶射皮膜の高い防食性能の可能性が注目されていた¹⁾⁻³⁾。しかし、従来Al-5mass%Mg溶射皮膜については研究報告はあるが^{4),5)}、特性の詳細に不明の点もあり、国内企業による施工例は多くはなかった。また、既存のAl-5mass%Mg溶射皮膜はアーク溶射、フレイム溶射により実施されているが、ワイヤーの同時送給や熱源などの課題もあり、新しい溶射方法の開発が望まれていた。このようなニーズを受ける形で、プラズマ溶射法の一つであるプラズワイヤー溶射でのAl-5mass%Mg溶射皮膜の開発が始まった。本研究ではプラズワイヤー溶射によるAl-5mass%Mg合金溶射皮膜の特性評価を目的として、通常よりも溶射膜厚の薄い試験片を作製して中性塩水噴霧サイクル試験を実施するとともに、NaCl水溶液中での自然電位測定も実施したのであわせて報告する。

2 方法

本研究ではプラズワイヤー溶射装置によりAl-5mass%Mg溶射皮膜を作製した。溶射材料はAl-5mass%Mg合金ワイヤー直径1.6mmを用い、封孔には、アクリルシリコン系封孔剤を用いた。また、電気化学測定のためにZn-15mass%Al溶射皮膜も作製したが、これにはフレイム溶射装置(SNMI社製トップジェット)を用い、溶射材料はZn-15mass%Al合金ワイヤー直径3.17mm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(表1参照)。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、150mm×75mm×3.2mmの軟鋼板(SS400)にプラスト処理を施したのち、溶射皮膜を施工し作製した。この際、通常の約1/2の40~60μm膜厚の皮膜の試験片も作製し、複合サイクル試験に供した(通常の膜厚は100μm)。これは、Al-5mass%Mg溶射皮膜の防食性能を通常の皮膜厚さで評価しようとした場合、膨大な時間を要する可能性が高かったためである。

さらに、参照用に溶融亜鉛めっきの試験片を作製した。複合サイクル試験では評価方法として写真撮影と重量測定を実施した。重量測定は、ブラシを用いて水洗後測定を行った。膜厚は電磁膜厚計(ケット科学研究所社製LZ-200J)を用いて測定し、50点の平均値を用いた。この際、溶融亜鉛めっきも測定対象とした。自然電位の測定では、Al-5mass%Mg溶射皮膜およびZn-15mass%Al溶射皮膜を基材から引き剥がし、この皮膜のみとした試料を50g/LのNaCl水溶液中での測定に供

^{*1} 機械電子研究所

した（溶液の温度は35℃，酸素飽和）。この際，試験片の裏面は樹脂等により封止した。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（Ag/AgCl sat. KCl）を用いた。

表1 複合サイクル試験条件

運転条件	時間	温度	湿度
塩水噴霧	2 時間	35	
熱風乾燥	4 時間	60	20 ~ 30 %RH
湿潤	2 時間	50	95 %RH 以上

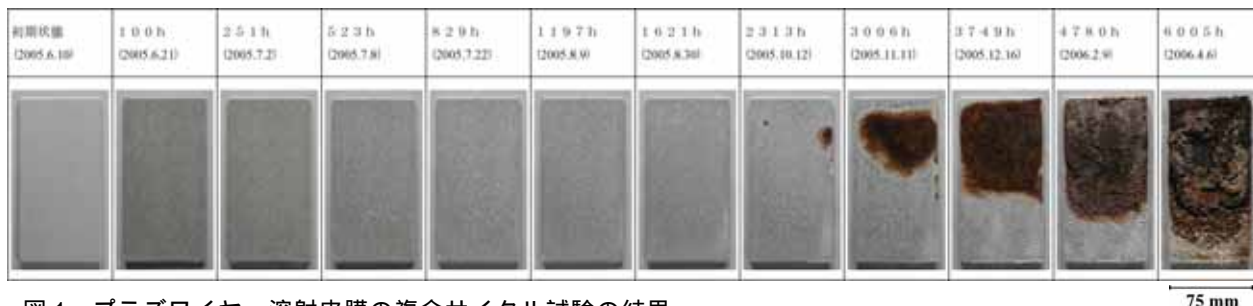


図1 プラズマイヤー溶射皮膜の複合サイクル試験の結果
（膜厚 44 μm，標準偏差 15 μm，無封孔）

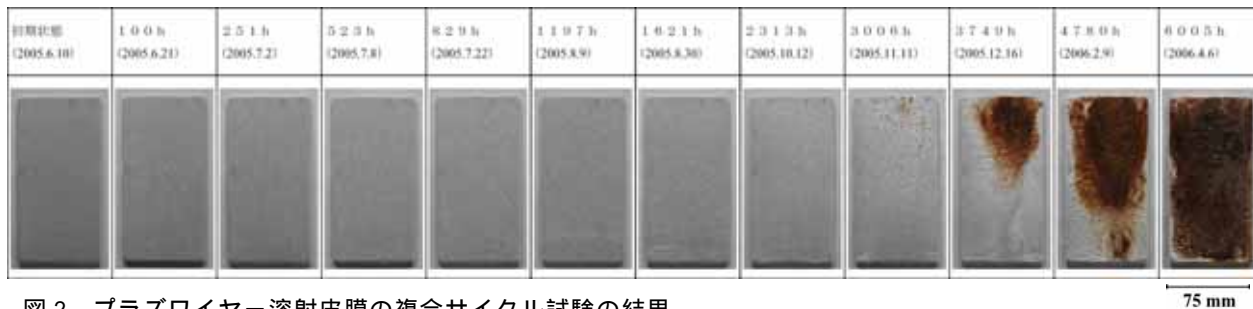


図2 プラズマイヤー溶射皮膜の複合サイクル試験の結果
（膜厚 54 μm，標準偏差 13 μm，封孔（アクリルシリコン系））

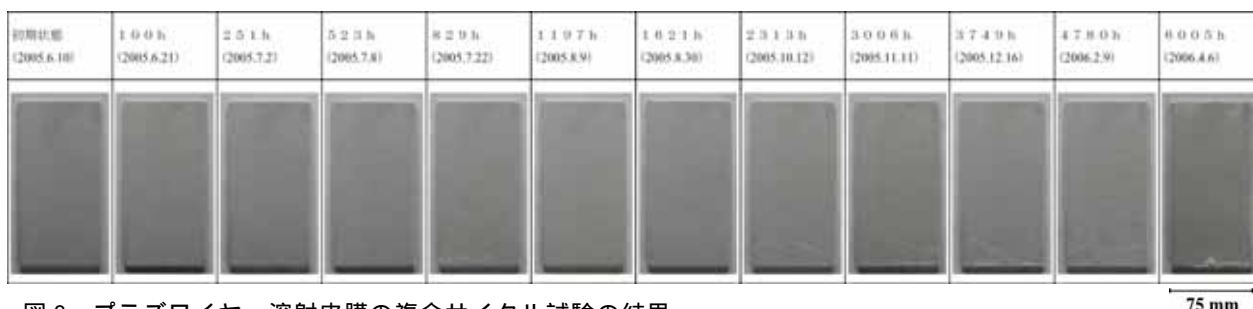


図3 プラズマイヤー溶射皮膜の複合サイクル試験の結果
（膜厚 93 μm，標準偏差 17 μm，封孔（アクリルシリコン系））



図4 溶融亜鉛めっき試験片の複合サイクル試験の結果（膜厚 80 μm，標準偏差 4 μm）

3 結果と考察

複合サイクル試験に供した試験片の観察結果を、図1, 2, 3, 4に示す。

図1の無封孔のAl-5mass%Mg皮膜試験片は、初期状態では灰色であるが、100時間までに若干暗くなるとともに黄色がかった暗い灰色を呈する。100時間以降は白色の腐食生成物により表面が覆われ、次第に試験片は明るい色に変化する。さびが発生する直前には、白色腐食生成物により表面が覆われた状態になっている。この試験片に生じている黄色の発色は、Alの化合物の色の可能性が高い。白色の腐食生成物はAl, Mgの水酸化物もしくは炭酸塩と考えられ、溶射皮膜の腐食と消耗を示していると考えられる。

図2の封孔したAl-5mass%Mg皮膜試験片は、初期状態では無封孔の試験片より若干暗い色を呈しているが、時間とともに白色腐食生成物によりやや明るい色に変化する。また、封孔、無封孔を問わず、さびの発生直前には、さびの発生する部位に白色の腐食生成物が他の部位よりも厚く生じる現象が見られる。

図3の試験片は通常の施工の条件に近い膜厚のAl-5mass%Mg溶射皮膜を形成した試験片で、封孔処理も施した。6,000時間の複合サイクル試験の範囲内では、試験片下部の縁部に僅かにさびの発生がみられるものの、白色の腐食生成物の形成も他の試験片と比較して非常に少なく、腐食の進行は他の試験片に比較して遅い。

図4の溶融亜鉛めっきの試験片では、試験条件が厳しいことから、2,313時間にはさびこぶが確認された。なお、この試験片の膜厚は電磁膜厚計の測定では80 μm であるが、これは単純計算では約570g/m²に相当する。

図5に複合サイクル試験に供した試験片の重量変化を示す。膜厚44 μm および54 μm の試験片は、さびの発生とともに大幅な重量増加が生じている。さびの発生前の重量増加は緩やかで、白色腐食生成物の増加に対応するものと思われる。膜厚93 μm の試験片では、初期から重量増加は小さく、

8,000時間でも重量増加は0.22gである。また、封孔した試験片と無封孔の試験片を比較すると、明らかに封孔した試験片の方が腐食の進行が遅く、封孔剤の効果が確認できた。

図6にNaCl水溶液中での自然電位の測定結果を示す。防食溶射皮膜の多くは、犠牲防食作用を利用した防食皮膜であることから、皮膜の自然電位はその防食性能の評価の観点から重要な意味を持つ。なお、Al-5mass%Mg溶射皮膜のおもて面の電位は3回測定し、バラツキの程度を確認を行った。

今回の自然電位の測定結果では、Al-5mass%Mg溶射皮膜は軟鋼材よりも卑な電位を示しており、防食作用を示しうる電位となっている。しかし、Al-5mass%Mg

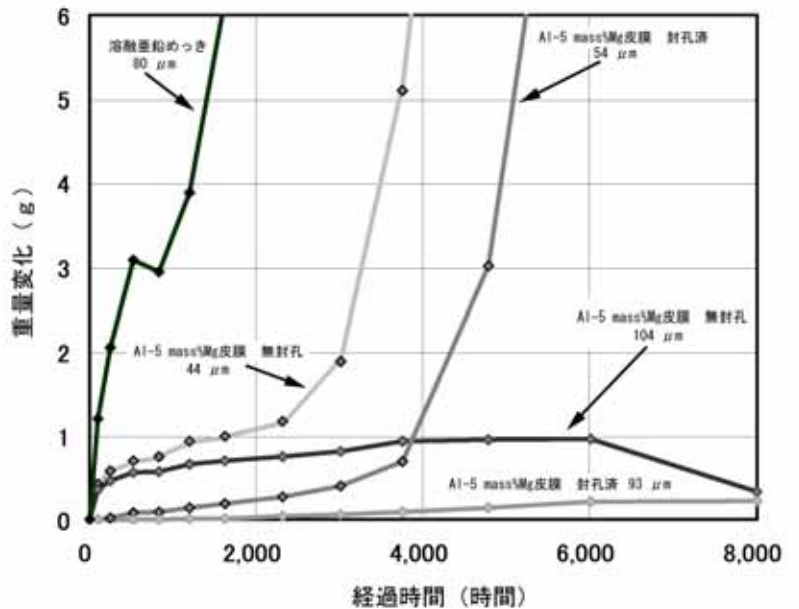


図5 複合サイクル試験による重量変化

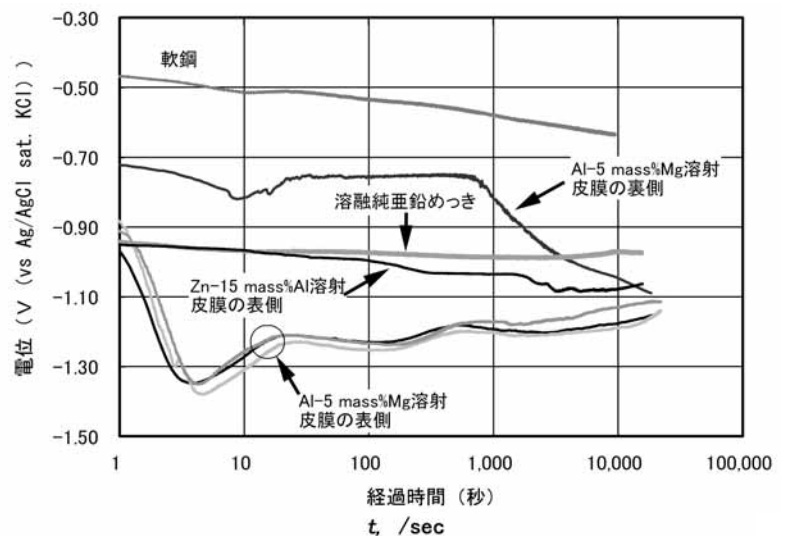


図6 NaCl水溶液中での自然電位測定
(50g/L NaCl水溶液, 35℃, 酸素飽和)

溶射皮膜の電位はZn-15mass%Al溶射皮膜の場合と比較し、電位の変化が大きく、特に引き剥がした皮膜の基材側の面（裏側）の電位は、皮膜表面側（表側）の電位と大きく異なっている。このことはAl-5mass%Mg溶射皮膜の電位が表面の酸化物などに大きな影響を受けていることを示しているものと思われる。

4 まとめ

プラズマイヤー溶射によるAl-5mass%Mg溶射皮膜の特性評価を目的として、複合サイクル試験、自然電位測定を行い以下の結果を得た。

- 1) Al-5mass%Mg溶射皮膜の腐食は、白色の腐食生成物が発生した後にさびが発生するというプロセスで進行する。この白色腐食生成物の発生は、溶射皮膜の消耗を意味するものと思われる。
- 2) 封孔剤がAl-5mass%Mg溶射皮膜に対して有効であることを確認した。
- 3) Al-5mass%Mg溶射皮膜のNaCl水溶液中での電位は、測定範囲内において犠牲防食効果が生じうる電位であった。

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(2005)
- 2) 古賀義人：「溶射技術」, Vol.25, No.3, p.49(2006)
- 3) 古賀義人：「溶射」, 41巻(3号), p.109(2004)
- 4) 原田良夫, 高谷泰之：「溶射」, 36巻(3号), p.189(1999)
- 5) 原田良夫, 高谷泰之：「溶射技術」, Vol.21, No.4, p.40(2002)

深穴形状精度測定装置の開発

村上 洋^{*1} 徳満 幸夫^{*2} 有田 護^{*2} 甲木 昭雄^{*3} 鬼鞍 宏猷^{*3} 佐島 隆生^{*3}

Development of a Deep-Hole Measuring System

Hiroshi Murakami, Yukio Tokumitsu, Mamoru Arita, Akio Katsuki, Hiromichi Onikura and Takao Sajima

本研究では深穴加工機主軸にオートコリメーション方式の測定ユニットを取り付けることで、生産現場で内径30～600mm、穴深さ3mの深穴の形状精度を数 μm 以下の分解能で簡便にオンマシン測定できる測定器の開発を目的としている。本報では、測定ユニットの各誤差要因を検討し、光線追跡により誤差量を見積もるとともに、それを応用した測定装置の校正方法について報告する。

1 はじめに

穴深さ l と穴径 d との比 (l/d) が特に大きい深穴加工は切削加工の中でも難しい加工である。深穴加工が可能な工具として、BTA(Boring and Trepanning Association)方式工具やグンドリルが挙げられるが、加工の対象となる穴が深くなるほど、シャンクの剛性不足により加工精度は低下する。結果的に加工穴に曲がりが生じ、それは製品の品質や歩留まりの低下を引き起こし非常に重要な問題となる。そこで、真直な穴を加工するために圧電アクチュエータを用いて工具を目標軸に向かって誘導する工具の開発を行ってきた¹⁾。深穴加工が可能になった段階で問題になるのが加工した穴の評価である。穴評価に関しても加工と同様に、評価対象となる穴が深くなるほど測定精度は低下する。一般に穴の真円度、円筒度、真直度などは真円度測定器や三次元測定器で測定される。しかし、射出成型機シリンダや船舶エンジンのシリンダライナなどの比較的大きな径で穴深さが数m程度の深穴になると上記測定器では対応できない。たとえば、射出成型機シリンダには、内径 40mm、長さ 500mmのものがあり、数十 μm 以下の真円度が要求されている。これらの深穴の測定では真円度の測定にはシリンダゲージ、真直度の測定にはオートコリメータなどで個別に測定しているのが現状である。この方法では点測定となり、測定点が多くなると作業時間が増大し、また、穴が深くなると測定器の設置が困難になるといった問題が発生する。これまで、深穴の測定に関しては、超音波探傷器を用いた研究が行われているが、加工穴外部からの測

定であり測定の際に基準面を作る必要がある²⁾。他にも歪みゲージを用いたカンチレバー式変位測定法を用いた研究³⁾、レーザ干渉を用いた研究⁴⁾が報告されているが、前者は原理上測定誤差が大きくなっており、後者では測定対象面は鏡面で行われており、粗い面で測定精度を維持するのは難しい。

本研究では深穴加工機主軸にオートコリメーション方式の測定ユニットを取り付けることで、生産現場で内径30～600mm、穴深さ3mの深穴の形状精度を数 μm 以下の分解能で簡便にオンマシン測定できる測定器の開発を目的としている。本報では、測定ユニットの各誤差要因を検討し、光線追跡により誤差量を見積もるとともに、それを応用した測定装置の校正方法について報告する。

2 測定原理

2-1 測定ユニット

図1に測定原理を、図2に装置の写真を示す。測定ユニットには、各種光学系が内蔵されており、オートコリメーション方式によりスタイラス変位の検出を行っている。

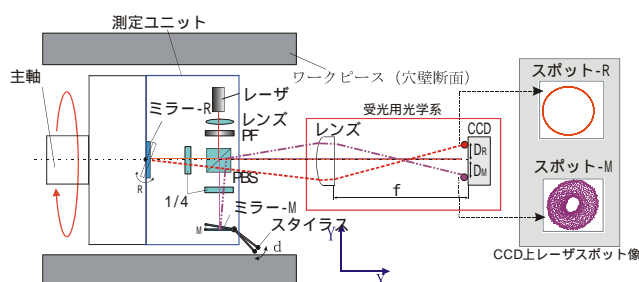


図1 測定原理

*1 機械電子研究所

*2 九州電子技研(株)

*3 九州大学



図2 測定ユニット

測定スタイラスには穴壁測定用ミラー(ミラーM)が、回転軸上に回転角度検出用ミラー(ミラーR)が設置されている。半導体レーザー光を偏光ビームスプリッタ(PBS)に入射し、PBSを透過するレーザー光およびPBSにより反射されるレーザー光の2方向に分割される。分割されたレーザー光は1/4波長板を通りミラーMおよびミラーRで反射され、再度1/4波長板を通りPBSに入射する。ミラーMで反射されたレーザー光はPBSにより反射され、ミラーRで反射されたレーザー光はPBSを透過し、測定ユニット前方(+X方向)に照射される。

2-2 受光用光学系

受光用光学系は、レンズ(平凸単レンズ、 $f=100\text{ mm}$)、CCDで構成されており、測定ユニットから照射されるレーザー光を受光する。図3に写真を示す。ミラーM、ミラーRで反射されたレーザーのCCD像をそれぞれスポット-M、スポット-Rとする。スポット-M、Rの受光量は2枚の1/4波長板を調整することにより、約6:4としている。CCDレーザースポット像の画素濃度値100以上(max 255)の領域をラベリングし、輝度値の大きい方からスポット-M、スポット-Rとし、ラベリングされた領域にて重心計算することによりスポット-M、RのCCD座標(x, y)を求める。受光用光学系は、測定ユニットから照射されるレーザー軸が傾くと、CCD上のスポット-M、Rが変位する。これにより、測定ユニットのスタイラスが穴内壁を走査した際に、穴内壁の変化により変位 d が生じるとミラーMに傾きが生じ、CCD上のスポット-Mが変位するために、穴壁の変位 d を求めることができる。同様に、ミラーRを少し傾けた状態で設置しておくことにより、主軸が回転するとスポット-Rが変位するために、回転角度を求めることができる。レンズの焦点距離を f 、レンズの焦点上に結像した点と焦点との距離を、 D_M, D_R とす



図3 受光用光学系

る。この時ミラーMの傾き角を θ_M 、ミラーRの傾き角を θ_R とすると、以下の関係が成り立つ。

$$D_M = 2f\theta_M, \quad D_R = 2f\theta_R \quad (1)$$

3 誤差解析

実際の現場において測定する際に問題となる測定ヘッド内部のミラー、偏光ビームスプリッタなどの光学系のセッティング誤差や、受光用光学系の設置誤差などの各種誤差要因がどの程度精度に影響するのか把握しておく必要がある。これらの誤差要因を考慮した3次元光線追跡シミュレーションを行い、各種誤差パラメータが測定精度に及ぼす影響について調べ、深穴形状精度測定装置の測定誤差量を推定した。図4に、測定ユニットおよび受光用光学系でのレーザー光線の軌跡を示す。

3-1 誤差原因の定義および光線追跡式の導出

図4において、レーザー光線を光軸方向Z、光軸方向に垂直な面内方向X、Yの3次元の座標で表す。いま、フィーラが d 変位し、光線に傾き θ_0 が与えられたとき、光線位置 W_k 、傾斜 $\tan\theta_k$ を各面ごとに計算していくことにより、誤差要素 $\varepsilon_1 \sim \varepsilon_4$ を含んだCCDレーザースポット像 P_3'' の座標(x'', y'', z'')が求められる。今回の測定装置において、他にも可能性のある誤差要因は多数あるが、ここでは測定精度に与える影響が大きい4つの誤差パラメータ $\varepsilon_1 \sim \varepsilon_4$ (各 x, y 方向)を取り上げる。 ε_1 :ミラーの角度変化に起因するレーザー光の平行移動誤差、 ε_2 :PBS、ミラー角度のセッティング誤差に起因するレーザー光の射出角度誤差、 ε_3 :測定ユニット回転中心軸と受光用光学系中心軸の x, y 方向セッティング誤差、 ε_4 :測定ユニット回転中心軸と受光用光学系中心軸の傾き誤差。このとき、CCD中

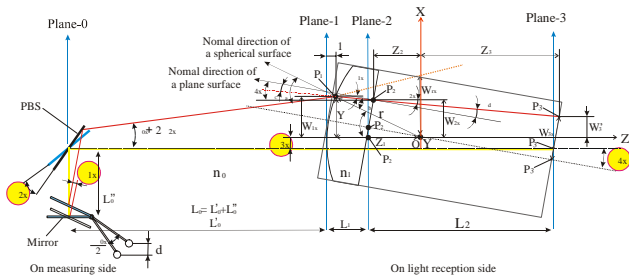


図4 光線追跡図

心とレーザスポットの距離 W_3 は式(2)のように表される。

$$W_3 = \sqrt{(x_3 - x_3^0)^2 + (y_3 - y_3^0)^2 + (z_3 - z_3^0)^2} \quad (2)$$

3-2 誤差の推定方法および結果

誤差要素を含む光線追跡式(2)に現状の深穴形状精度測定装置での既知の誤差要因4つの誤差パラメータを代入し得られた、CCDの中心からレーザ光スポットまでの距離 W_3 から測定誤差 (d) に関して求めた。図5~図8に各誤差パラメータによる誤差の推定結果を示す。ここで、ミラーの角度変化に起因するレーザ光の平行移動誤差は $\epsilon_{1x} = 10 \tan(\theta_{0x}/2) \cdot \sin \theta_{0x}$, $\epsilon_{1y} = 10 \tan(\theta_{0y}/2) \cdot \sin \theta_{0y}$ を用いた。PBS, ミラー角度のセッティング誤差に起因するレーザ光の射出角度誤差 $\epsilon_{2x}, \epsilon_{2y}$ はこれまでの基礎実験により得られた実測最大値の 0.017° を用いた。また、測定ユニット回転中心軸と受光用光学系中心軸の x, y 方向セッティング誤差 $\epsilon_{3x}, \epsilon_{3y}$ は現在のセッティング方法考慮して 0.06mm を、傾き誤差 $\epsilon_{4x}, \epsilon_{4y}$ は 0.0157° を用いた。また、各誤差パラメータの変動が測定精度に与える影響の大きさを調べるために、 $\epsilon_2, \epsilon_3, \epsilon_4$ の値については上記パラメータの実測あるいは推定値の倍の値においても誤差量を求め、図6~図8に破線で示す。以上の誤差(図5~図8に実線で示す誤差)を合わせて図9に現状の深穴形状精度測定器での測定誤差の推定結果を示す。

図5~図8より、最も測定誤差に影響を及ぼすのは、PBS 角度のセッティング誤差 ϵ_2 であることが分かる。次に影響を及ぼすのは測定ユニット回転中心軸に対する受光用光学系中心軸の傾き誤差 ϵ_4 である。一方、穴壁測定用ミラーの角度変化に起因する光線の平行移動誤差 ϵ_1 と測定ユニット回転中心軸と受光用光学系のセッティング誤差 ϵ_3 は測定誤差への影響は非常に

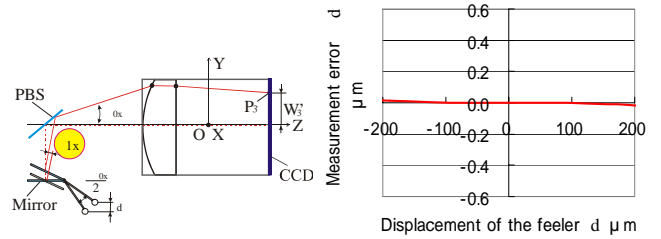


図5 ϵ_1 の影響

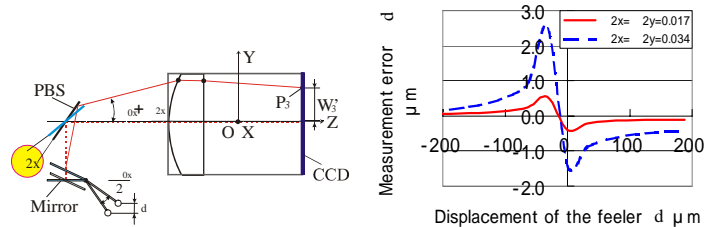


図6 ϵ_2 の影響

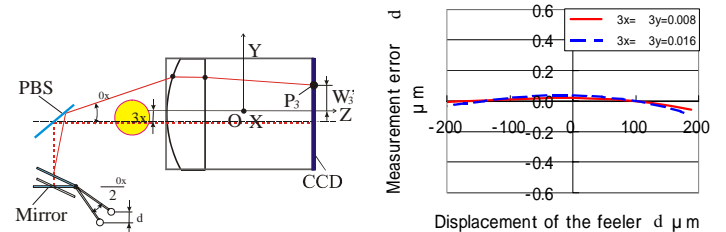


図7 ϵ_3 の影響

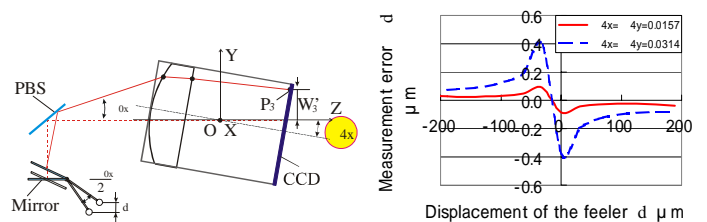


図8 ϵ_4 の影響

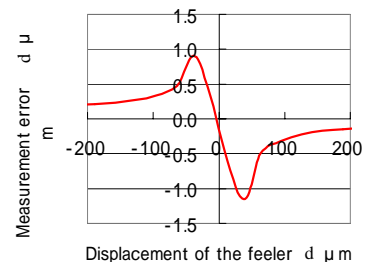


図9 測定装置の推定誤差

小さいことが分かる。これより、測定誤差量を減少させるためには PBS の角度のセッティング誤差 ϵ_2 を補正する、あるいは微調整機構を設ける必要がある。また、図9より現状でのセッティング方法による深穴形状精度測定装置の測定誤差は $\pm 1 \mu\text{m}$ 程度であること

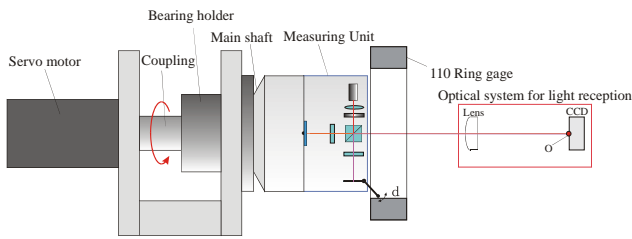
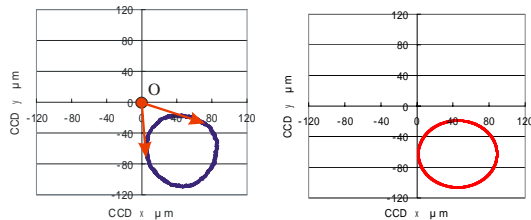


図10 測定ユニット校正用実験装置



(a)測定結果 (b)シミュレーション

図11 スポットM

が推測される。

3-3 測定ユニット光学系セッティング誤差の推定方法

今回測定対象とする穴径は110mmである。図10に示す測定ユニット校正用実験装置を用いて 110の校正用リングゲージを測定する。測定ユニットはベアリングホルダに固定されている主軸に設置する。主軸はカップリングを介してサーボモータに連結されている。

110の校正用リングゲージで測定したスポットMの点列をCCD中央部(点O)に調整する。図11(a)は校正用リングゲージを測定したスポットMの点列を示す。この際、3章で述べた誤差要因がないと仮定すると、測定したスポットMの点列は図10、図11(a)の点Oに示すようにCCD中央で一点に重なる。しかし、実際には、いくつかの誤差要因からCCD上スポットMの点列は図11(a)に示すような円形状になる。そこで、誤差要素を含んだ光線追跡を用いることで、図11(a)の測定データから測定ユニット光学系の設置誤差の推定方法を検討した。誤差要素 $\varepsilon_1 \sim \varepsilon_4$ 全てを同時に算出することは困難なため、はじめに測定精度に与える影響の大きいPBS, ミラー角度のセッティング誤差に起因するレーザ光の射出角度誤差 $\varepsilon_{2x}, \varepsilon_{2y}$ について検討する。図11(b)は誤差要素 $\varepsilon_{2x}, \varepsilon_{2y}$ を含んだ光線追跡シミュレーションによるCCD上スポットMの点列を示す。図11(a)の測定結果と図11(b)のシミュレーション結果を比較し、点列の相対距離の差が少なくなるように $\varepsilon_{2x}, \varepsilon_{2y}$ の値を推定する。推定には最小二乗法を用い

た。推定の結果、 $\varepsilon_{2x} = 0.013^\circ, \varepsilon_{2y} = -0.018^\circ$ のとき最も図11(a)の測定結果と図11(b)のシミュレーション結果の差が少なくなった。このとき、図11(a)の測定結果と図11(b)のシミュレーション結果のCCD上の位置、形状を比較するとおおよそ一致している。これよりPBS, ミラー角度のセッティング誤差に起因するレーザ光の射出角度誤差は $\varepsilon_{2x} = 0.013^\circ, \varepsilon_{2y} = -0.018^\circ$ であると判断できる。この結果より、測定ユニット光学系の各光学素子に角度の微調整機構を設けることにより光学系アライメントの調整が可能である。また、その他の誤差要素についても同様に推定可能である。

4 まとめ

本研究では、測定ユニットの各誤差要因を検討し、光線追跡により誤差量を見積もった。さらに、光線追跡式を応用した測定装置の校正を行うことにより、次のような結果を得た。

- (1)各誤差要因の中で、最も測定誤差に影響を及ぼすのは、PBS角度のセッティング誤差である。
- (2)光学部品のセッティング誤差に基づく深穴形状精度測定装置の測定誤差は約 $\pm 1 \mu\text{m}$ である。
- (3)リングゲージと誤差要素を含む光線追跡を用いることで測定ユニット光学系の設置誤差が推定可能である。

5 参考文献

- 1)A. Katsuki, H. Onikura, T. Sajima, H.K. Park, J.G. Zhen, H. Murakami: Proceedings of ASPE 2005 Annual Meeting, **56**, p.926 (2005).
- 2)H. O. Stürenburg: Indutsrie Anzeiger, **104**, p.11, 96 (1982).
- 3)T. Ohba, H. Inoue: Proceedings of the Meeting on Engineering and Technology in Basic Research, **1**, p.13 (1999).
- 4)M. Ueki, A. Ooiwa : Bull. Japan Soc. of Prec. Engg., **21**, p.13 (1987).

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^{*1} 野中 智博^{*1} 谷川 義博^{*1} 安部 年史^{*1}

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

Tomoharu Takeshita, Tomohiro Nonaka, Yoshihiro Tanigawa and 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、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 工作機械を用いずに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⁻¹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¹⁾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。

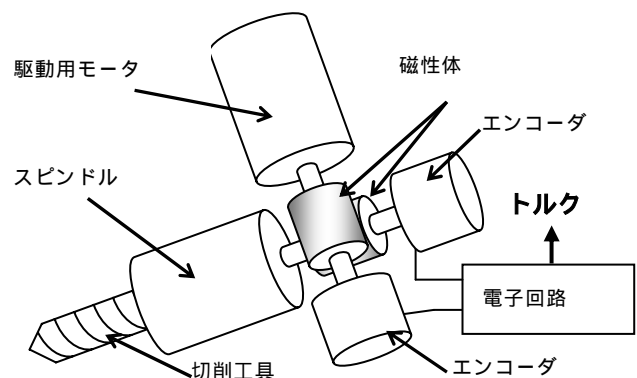


図 1 リアルタイムモニタリング微細加工装置概念図

*1 機械電子研究所

2-2 検知方法

図2に、信号処理の概要を示す。モータが回転するとエンコーダから信号が発生する。スピンドル側も同様に追従して回転することで信号が発生する。この2つの信号をPLL周波数シンセサイザなどで用いられる位相比較器に入力すると、回転角度ずれに相当する位相差に応じた信号が発生する。この位相差をアナログ回路により積分することで、トルク変化を検出することが可能である。

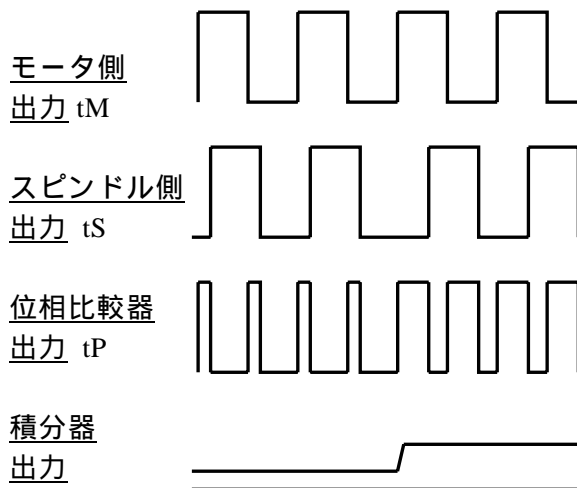


図2 信号処理

2-3 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3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、8×18サイズのクロスローガイド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2 μ m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。

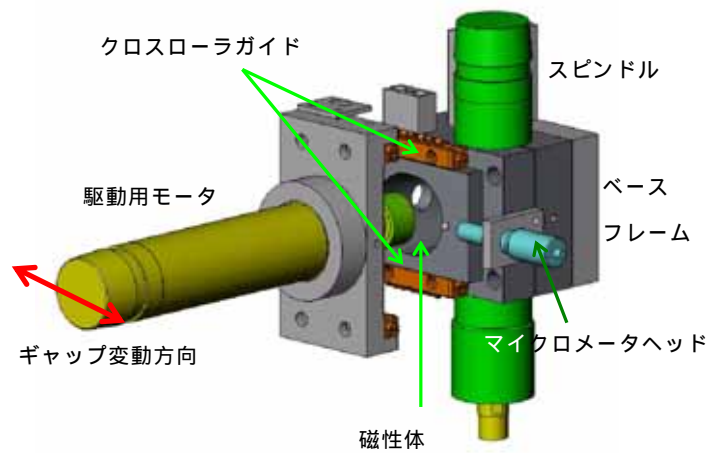


図3 ギャップ変動機構分解構成図

2-4 試作品

リアルタイムモニタリング微細加工装置の試作開発を行った。3次元CAD/CAMシステムを用いて、セールスポイントとなる30000 min^{-1} 以上の対応とするため、高速回転に対応したモータを使用し、最高回転数50000 min^{-1} とした。

試作したものを写真1に示す。回転軸の静的振れ精度は4 μ mを達成した。また、磁気引力による伝達のため脱調などの問題点があると考えられるが、最高回転数50000 min^{-1} まで問題なく動力の伝達が可能である。本装置を用いて加工を行った加工例を写真2に示す。

さらに、製品化の準備として折損時に自動で工具の交換を行う装置も試作し、工具交換が可能であることを確認した。

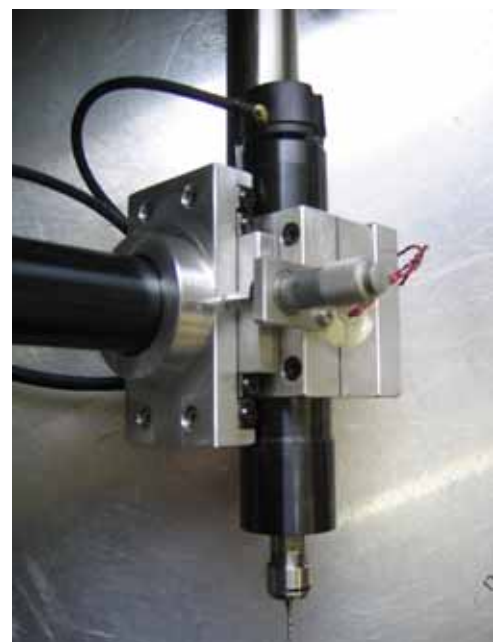


写真1 試作品

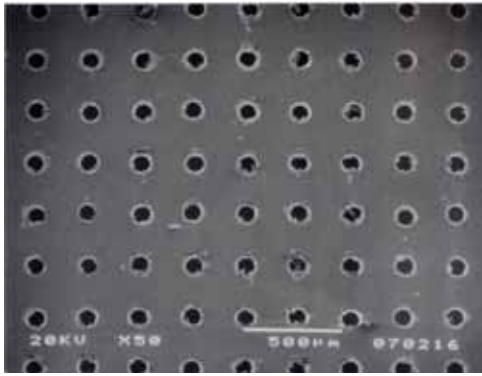


写真 2 ドリル加工例 (0.1mm 100 穴)

2-5 加工実験

本加工装置は、駆動モータ側の回転角出力とスピンドル側の回転角出力のずれを検出して切削トルクを検出しているため、回転ムラの回転ずれへの影響を調べる必要がある。よって、本加工装置の駆動モータ部とスピンドル部の回転ムラをエンコーダによる出力から算出し、空転時と実加工時の比較を行った。

図 2 に示すように駆動モータの矩形波周期 t_M とスピンドル部の矩形波周期 t_S を測定し、それらの位相を比較した時間幅 t_P を LabVIEW を用いて演算を行い、空転時と実加工時の回転ムラによる影響を解析した。

図 4 に空転時、図 5 に実加工時の演算結果を示す。赤のプロットは t_M 緑のプロットは t_S 紫のプロットは t_P を示し、青と緑の実線はドリル加工におけるスラスト力と回転方向の切削抵抗を示す。図 4 の白のプロットは 1 回転に一回のトリガの波形を示す。すべてのプロットを同一画面に表示するため t_M 、 t_S 、 t_P は実数倍で表示した。

図 4 の t_P の分布より、駆動モータ部とスピンドル部の磁気引力追従による回転ムラがわかり、ほぼ周期的に分布している様子が見られる。これは、汎用のモータドライバによる回転ムラの影響と螺旋状の磁性体の着磁特性によるものである。図 5 の t_P の分布から工具負荷による回転ずれの影響がみられ、空転時に比べ大きな振幅になっているのがわかる。また回転ずれの振幅が急激に大きくなる位置とスラスト方向の切削抵抗の変動位置は同一であり、リアルタイムに検出が可能ながかった。

しかし、本加工装置の切削抵抗は、現状回転ムラを含む回転ずれから検出しているため、回転ムラが回転ずれに及ぼす影響について調べた。

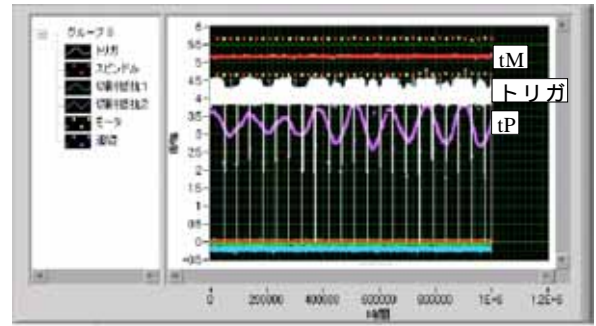


図 4 空転時の演算結果

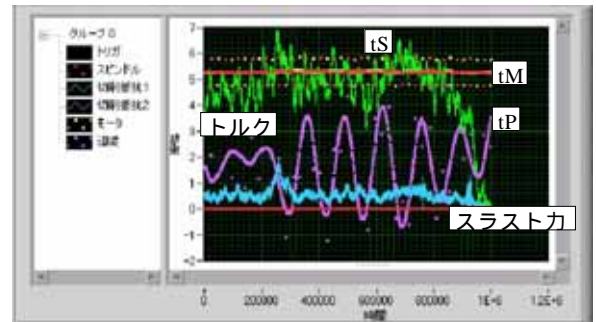


図 5 実加工時の演算結果

t_P の度数分布を解析し、その結果を図 6 に示す。この図から、空転時の度数分布と実加工時の分布の違いが顕著である事がわかり、二つを比較する事で切削抵抗の検出が可能であり、回転ムラに対して堅牢性を持っていることが判断できた。

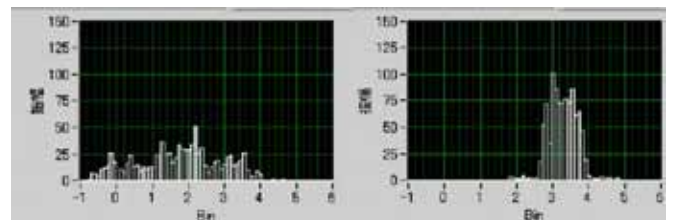


図 6 空転時

図 7 実加工時

3 結果と考察

本研究では、動力伝達部の位相差を検出方式で加工力の判断を行う方法を提案し、実加工により検出可能なことを確認した。今後は、実用化に向けて回転ムラの少ないモータのドライバ、検出回路の検討を行っていく予定である。

4 参考文献

- 1) 竹下, 水垣: リアルタイムモニタリング微細加工装置の開発 (第 1 報), 2005 精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (2005)

cBN工具の加工条件データベースの作成

谷川 義博^{*1} 竹下 朋春^{*1} 池田 健一^{*1} 安部 年史^{*1}

The Preparation of Machining Condition Data Base of the cBN Tool.

Yoshihiro Tanigawa, Tomoharu Takeshita, Keniti Ikeda and Toshifumi Abe

高硬度材料加工用工具として開発された cBN 工具は、その特性から断続切削には不向きであり、旋削用工具として利用されていたが、近年ソリッドタイプのエンドミルが開発され、高硬度材料加工用工具として、注目されている。しかし、県内企業では、価格が高い、加工条件に不明な点が多い、メーカーが提供する条件も制限が多い、等の理由から利用できないでいる。本研究では、R1.0mm の cBN 工具を使い、金型材である NAK80 を対象に加工実験を行い、cBN 工具の性能に関し調査した。その結果を cBN 工具の加工条件データベースの構成について検討した。

1 はじめに

金型には耐久性等を考慮して、多くの高硬度材が使用されている。このような高硬度材は加工が困難であるため、放電加工による形状加工が一般的であったが、加工時間の短縮や金型精度の向上を目的に、高硬度材に対するマシニングセンターによる直彫り加工が行われるようになってきた。このような状況の中、高硬度材料加工用工具として開発された cBN 工具は、その特性から旋削用工具として利用されていたが、近年ソリッドタイプのエンドミルが開発され、高硬度材料のミリング加工用工具として、注目されている。

しかし、県内企業では、価格が高い、加工条件に不明な点が多い、メーカーが提供する加工条件も制限が多く実加工に適用するには問題がある等の理由から cBN 工具の利用を控える傾向にある。

このため本研究では、県内企業が高硬度材料加工用工具として注目されている cBN 工具を有効に活用できるように、cBN 工具の加工条件データベースの作成を行った。

2 切削実験

cBN 工具の加工条件データベースを作成するには、まず cBN 工具の性能を把握する必要があるため、切削実験を実施することとした。

現在 cBN 工具は、エンドミルの製造販売を行っているメーカー7社程から販売されているが、各メーカーによりその形状やサイズが異なる。今回実験で使用する R1.0mm の小径ボールエンドミルを販売しているメーカ

ーの中から1社を選び加工実験に使用することとした。

2-1 ピックフィードと加工面粗度の関係

ボールエンドミルを使った平面加工を行う際、その加工面粗度はピックフィードの影響を受けることは知られている。工具回転数及び送り速度が一定である場合、ピックフィード(P)と加工面粗度(Rz)の関係は、図1-1のようになり、工具半径をRとすると、簡易的に式(1)のようになる。

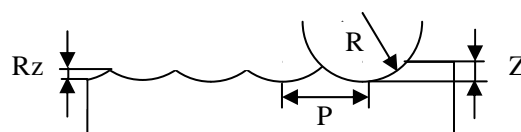


図 1-1 ピックフィードと加工面粗度の関係

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

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り、ピックフィードを小さくすれば、加工面粗度Rzは0に近づくことになる。しかし、実際の加工では、切刃先端の丸み等から正確な切り込みが行えず、Rzを0にすることはできない。

このことから、ピックフィードを徐々に小さくしながら切削実験を行い、理論加工面粗度と実加工面粗度の関係を調べることで、加工精度や高効率に関連する工具評価の為の一つの目安になるのではないかと考え実験を行った。

*1 機械電子研究所

加工実験で使用する工作機械は、安田工業（株）社製YMC325を用いた。工具はR1.0の2枚刃ボールエンドミルを使用し、表1に示す条件で平面の切削加工を行った。加工面の評価には、三鷹光機（株）社製のNH-3SPを使用した。

表1 切削加工実験条件

工具半径 (mm)	1.0			
工具回転数 (min^{-1})	30000			
切削速度 (m/min)	188			
送り速度 (mm/min)	3000			
一刃当りの送り (mm/刃)	0.05			
Z軸方向切込み量 (mm)	0.02			
ピックフィード (mm)	0.05	0.15	0.25	0.4
クーラント	オイルミスト			
被削材	NAK80			
加工総面積 (mm^2)	24000			
理論加工面粗度 (μm)	0.31	2.81	7.81	18.2

2-2 実験結果

図2-1にピックフィード、理論加工面粗度及び実加工面粗度の関係を示す。

ピックフィードが0.05mmでは理論加工面粗度0.31 μm に対し、実加工面粗度では $R_z=3.27 \mu\text{m}$ と、その差が10倍程度とかなり大きくなる。これに比べて、ピックフィード0.25mmでは、理論加工面粗度7.81 μm に対し、実加工面粗度は $R_z=7.41 \mu\text{m}$ と近い値となることが確認できた。また、ピックフィードを0.4mmと大きくすれば、理論加工面粗度と実加工面粗度の関係は逆転し、理論加工面粗度の方が若干大きくなる。これは、加工面粗度が大きくなるとカプスハイトの先端まできれいに形成できなくなるためだと思われる。

この実験からも分かるようにピックフィードを小さくすると加工面粗度は小さくなる。しかし、ピックフィードを小さくすれば加工面粗度は小さくなるが加工時間は長くなってしまふ。そこで、ピックフィードを変化させた時の加工能率に関しては、加工面粗度と加工時間を掛けて得られる面積で判断することとした。図2-2にピックフィードを変化させた時の縦軸を実加工面粗度、横軸を加工時間として得られる面積を示す。

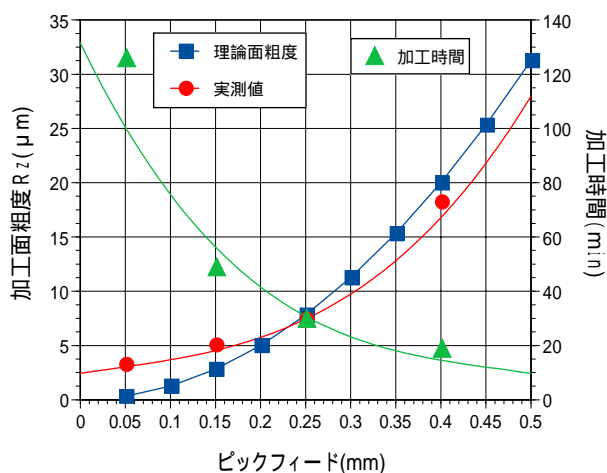


図2-1 ピックフィードと加工面粗度の関係

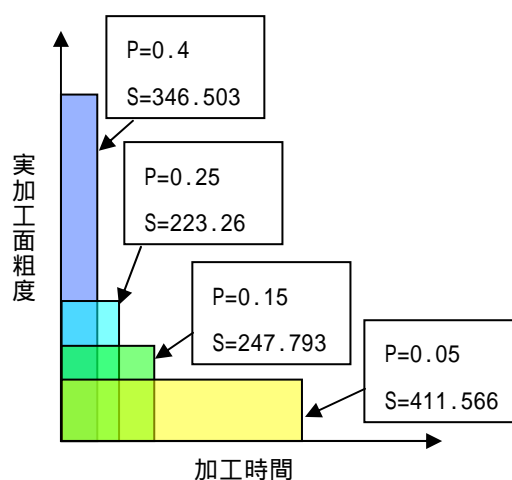


図2-2 ピックフィードと実加工面粗度×加工時間

加工時間が短く且つ加工面粗度が小さい方が加工能率が良いと判断すると、図2-2の面積が最も小さくなるピックフィード0.25mmが最も加工能率が良い加工であると言える。

3 cBN工具の加工条件データベースの構成

今回実施したような加工実験を行い、その結果をデータベースとして蓄積するため、その構成について検討した。データベースの作成には市販のデータベースソフトを使用した。蓄積するデータは、使用工具や加工条件等の実験条件及び実験の結果得られる加工面粗度等の情報である。作成したデータベース入力フォーム等を図3-1に示す。

このように、今回作成したデータベースは工具データや加工条件データ等のように数値データのみでなく、工具摩耗写真や加工面の状態等も確認できるように画像データやグラフの入力も行える。

4 おわりに

今回作成したデータベースは市販のソフトを使用しており、データ入力も容易に行えるため、各企業独自のデータベースの作成が可能である。データ検索に関しても、検索フォームの作成も容易に必要な項目での検索が行える。このデータベース作成にはリレーショナルデータベースソフトを使用しているため、複数のデータシートからの検索が可能である。この

機能を活用すれば、自社で蓄積したデータ及び機械電子研究所で蓄積したデータの内から、最適な加工条件等の検索が可能となる。今回は、cBN工具を対象とした加工条件データベースの作成に取り組んだが、このデータベースは他の工具や加工方法にも利用可能である。また、データベースとしての機能を発揮するには多くのデータが必要であるため、加工実験を継続的に実施し、データの充実を図りたいと考えている。

工具データ		被削材データ	
データNo.	5	被削材名	INAX30
工具材種	cBN	加工形状	平面
工具形状	ボール	被削材寸法 X(mm)	100
工具半径R(mm)	1	被削材寸法 Y(mm)	60
工具刃長L(mm)	0		
刃数	2		

加工条件データ			
メーカー名	山田工業	工具回転数 (min-1)	30000
型式	FWC325	切削速度 (m/min)	188
位置決め設定単位 (μm)	0.01	送り速度 (mm/min)	3000
主軸最高回転数	30000	1刃当たりの送り (mm/刃)	0.05
工具把持方式	コレット	軸方向切込み量 (mm)	0.02
主軸テーパ穴	φ17No.30	半径方向切込み量 (mm)	0
軸回転方式	リニアモーター	ピッチフィード (mm)	0.05
		加工方向	DOWN
		切削液	オイルミスト

加工実験結果データ			
理論加工面粗度 (μm)	0.3125	工具先端摩耗量 (μm)	0
加工面粗度 Rz (μm)	3.256	工具送り面摩耗量 (μm)	0
加工面粗度 Ra (μm)	0.412	工具すくい面摩耗量 (μm)	0
加工時間 (min)	146		
寸法精度 X (μm)	0		
寸法精度 Y (μm)	0		
寸法精度 Z (μm)	0		

図 3-1 加工データベース入力フォーム

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 and 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17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18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

海産物等の乾燥は、設備の単純さや生産コストが安価などの理由で温風乾燥が主流となっている。しかし、未だに乾燥時間の短縮化、品質向上など技術課題が多い。業界では、品質を維持したまま短時間で乾燥できる新しい乾燥機を模索している。

そこで、著者らは温風乾燥の技術課題の原因を究明し¹⁾、その結果をもとに技術課題を解決できる乾燥法として新方式の大気導入型マイクロ波減圧乾燥法の開発を行ってきた²⁾。要約すれば、外部加熱である温風乾燥では、ホタテ貝柱表面の過乾燥により表面近傍の筋繊維が収縮し、内部から表面へ水分が移動する流路を閉塞させる。また、ホタテ貝柱の表面へ移動できなくなった水分は、温度上昇に伴う浸透圧の増大により細胞内へ流入し、筋繊維を膨潤させる。これにより筋繊維相互間のすきまが閉塞されて、さらに水分の移動を阻害する。したがって、水分移動の障害となるこれら2つの内部輸送抵抗が、乾燥開始直後に増大することにより、物質輸送の急激な低下を引き起こし、恒率乾燥期がほとんど無く、減率乾燥期が早期に始まる。

これに対し、ホタテ貝柱の表面温度を 6.6kPa の蒸発温度である約 38 の低温に保ちながら乾燥させるマイクロ波減圧乾燥では、恒率乾燥期間が増大するとともに内部の水分分布が均等に降下することを確認した。さらに、細胞組織の観察においても、表面近傍の

筋繊維の収縮や内部の筋繊維の膨潤による水分流路の閉塞もなく、良質な乾燥状態となっていた。

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、外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、外気導入と温度制御による乾燥促進効果に関する実験および温風乾燥との性能比較実験を行い、最適なマイクロ波減圧乾燥について検討を行った。また、マイクロ波減圧乾燥に関する乾燥特性について実験と解析により調べた。

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80mm×横100mm×高さ300mm）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

*1 機械電子研究所

*2 九州工業大学

を減圧容器内へ流入させる。本装置では、導入する大気
の温度と湿度が一定でないため、大気の代わりに窒
素ポンベ（15MPa）から窒素を流入させた。

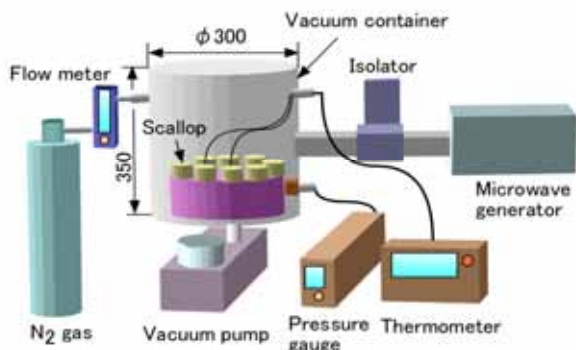


図1 実験装置

2-2 実験方法

本研究では、外気導入と減率乾燥期に対する温度制
御に関する実験を行った。外気導入では、ホタテ貝柱
8個、圧力 2700Pa、マイクロ波出力を 100W として窒
素ガスを 0L/min、2L/min と 4L/min の3段階に変化さ
せて乾燥実験を行い、含水率と温度の過渡変化、乾燥
特性およびマイクロ波利用効率を調べて、大気導入の
効果についての検討を行った。温度制御は、マイクロ
波の出力を図2のようなパターンで調整して行った。
実験では、ホタテ貝柱 12個を減圧容器内に均等配置
して、温度制御を行った場合と行っていない場合のマ
イクロ波利用効率と含水率および試料温度の過渡変化
を求めた。また、温度制御によるマイクロ波出力と乾
燥速度の関係についてマイクロ波減圧乾燥特性を調べ
て検討を行った。

最後に、温風乾燥との性能比較をホタテ貝柱 29個
を用いて行った。マイクロ波減圧乾燥は、圧力
2700Pa、窒素導入量 2L/min、マイクロ波出力 360Wと
した。また、温風乾燥の乾燥条件は、マイクロ波出力
360Wと同等の熱量にするために温風温度 40℃、温風
流速 0.3m/sとした。実験では、おのこの含水率と
消費電力の過渡変化を測定して初期含水率約 3.4 から
約 1.5 まで低下した時の乾燥時間と総消費電力量につ
いて比較検討した。マイクロ波減圧乾燥装置の消費電

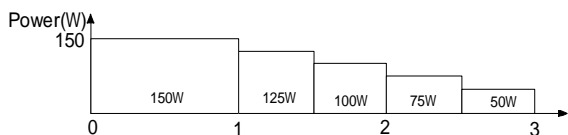


図2 マイクロ波出力パターン

力は、マイクロ波発生装置への供給電力と真空ポン
の動力によるものである。温風乾燥装置は、温風発生
器のヒーター出力と送風機の動力によるものである。

3 結果と考察

3-1 大気導入量による乾燥促進効果

図3は、窒素を導入しない場合 0L/min、および窒
素を 2L/min、4L/min の場合の含水率と温度の過渡変
化を示したものである。この時の温度は、一例として
窒素導入量 2L/min の場合を示している。この結果か
ら窒素導入量が多いほど乾燥が促進されることが分か
る。窒素を導入しない場合は、乾燥開始から2時間後
に含水率が約 1.3 まで低下するのに対して窒素導入
4L/min では、導入しない場合に比べて約 20分速く含
水率 1.3 に到達する。ホタテ貝柱の表面温度は、乾燥
開始から 18~20 程度に、また内部は 35~40 程度
に保たれている。したがって窒素導入により乾燥促進
を実現するとともに品質も維持できると考えられる。

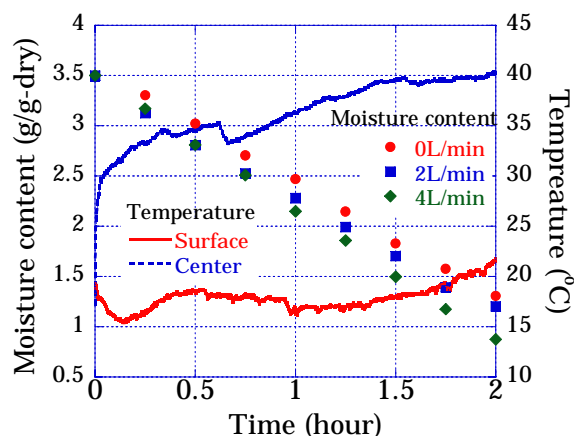


図3 大気導入時の含水率と温度の過渡変化

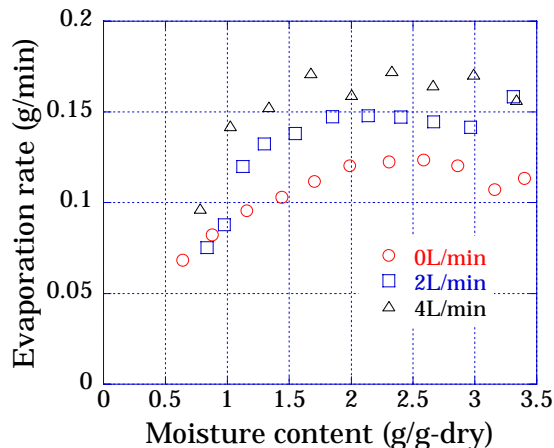


図4 大気導入による乾燥特性

図4は、図3から窒素導入による乾燥特性を求めたものである。含水率約1.3までは、蒸発速度がほぼ一定である恒率乾燥期間が続き、含水率約1.3以降に蒸発速度が低下する減圧乾燥期間が始まる。窒素導入の効果は、恒率乾燥期間で顕著に表れており、窒素導入量が大きくなると蒸発速度が増している。例えば、窒素導入量 4L/min の蒸発速度は導入しない場合に比べて1.3倍程度大きい。窒素導入は、減圧容器内の蒸気を効率的に容器外へ排出して容器内の相対湿度を下げることにより蒸発速度を促進していると考えられる。減圧乾燥期間においては、内部輸送抵抗に支配的になるとともに蒸発量が低下することから窒素導入の効果が低減する。したがって窒素導入量による乾燥促進は恒率乾燥期間で効果を発揮する。

3-2 温度制御による乾燥促進効果

図5は、ホタテ貝柱12個に対して温度制御を行った場合と行わなかった場合の含水率と温度の過渡変化である。ホタテ貝柱の温度は、温度制御を行わない場合に減圧乾燥期でホタテ貝柱の表面および内部の温度が100°Cに上昇するのに対して、図2に示した温度制御を行った場合には、恒率乾燥期および減率乾燥期ともにホタテ貝柱の表面で約22~23°Cに保たれており、内部でも約35~40°Cに保たれている。そのため、ホタテ貝柱表面の細胞は、変質することなくホタテ貝柱内部の水分流路が保たれる。これにより、温度制御を行わない場合と比べて恒率乾燥期を多少長く保つことが可能であった。この結果、温度制御により初期含水率約3.5から含水率約1までの乾燥時間を約15分間短縮することが出来た。また、試料の水分量に応じて図2に示すようにマイクロ波の出力を調整することに

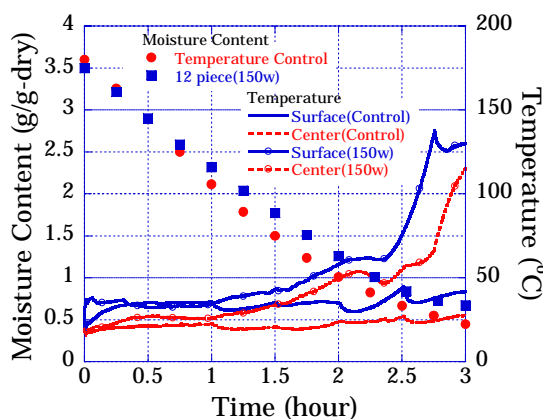


図5 温度コントロール時の含水率と温度の過渡変化

よって熱損失を抑えた結果、マイクロ波利用効率は約44%から約55%に向上した。さらに乾燥過程の品質も損なわれることがなかった。以上により、温度制御、すなわち乾燥過程における被乾燥物内部の水分量に対するマイクロ波の最適な出力調整が、マイクロ波利用効率の向上および乾燥促進に非常に効果があることが確認された。

3-3 マイクロ波減圧乾燥特性

本研究では、マイクロ波減圧乾燥特性を蒸発面積0.03m²、0.015m²と0.005m²の3種類の各容器にそれぞれ水200gを入れて蒸発実験と比較して調べた。図6は、水200g、ホタテ貝柱8個、鮭5切れ、バナナ15個、大根5個の水分質量および温度の過渡変化である。温度は、代表として水(蒸発面積0.03m²)、鮭と大根の表面温度を示す。図6から水分質量と表面温度の過渡変化は、限界含水率1~1.5までの恒率乾燥期間においては水の質量と温度の過渡変化とほぼ一致しており、蒸発速度が一定であるとともに表面温度が2700Paの蒸発温度である約23°Cで一定になっている。これにより、マイクロ波による水への入熱量 Q_{m-in} がすべて蒸発潜熱として供給されていると考えられる。このため試料内の水分の蒸発速度は、式(1)のようになる。

$$\frac{dM_m}{dt} = \frac{Q_{m-in}}{L_w} \quad (1)$$

これにより、マイクロ波による水への入熱量 Q_{m-in} は、図6の実験結果と式(1)から約45Wとなる。ここで L_w は水の蒸発潜熱[J/kg]であり、 M_m は試料内部の水分[kg]である。

したがって、マイクロ波減圧乾燥における恒率乾燥

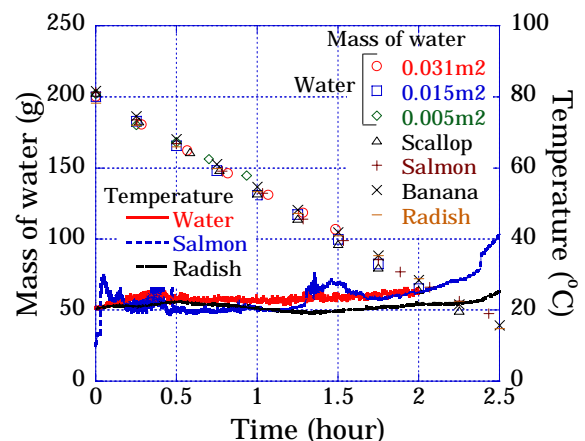


図6 水の質量と温度の過渡変化

期間の蒸発速度および乾燥特性は、試料の蒸発面積と種類に関係なく、マイクロ波による水への入熱量 Q_{m-in} の大きさによって決まると考えられる。

3-4 マイクロ波減圧乾燥と温風乾燥の性能比較

図7は、マイクロ波減圧乾燥と温風乾燥の含水率と消費電力の過渡変化である。初期含水率 3.4 から約 1.5 までの乾燥時間と総消費電力によって両者を比較する。含水率が 1.5 になるまでの乾燥時間は、マイクロ波減圧乾燥で約 1.5 時間要するのに対して、温風乾燥では約 36 時間を要した。また、この間の総消費電力は、マイクロ波減圧乾燥で約 1.2kWh 消費したのに対し、温風乾燥では約 39kWh 消費した。詳細な電力量は、マイクロ波減圧乾燥でマイクロ波発振装置により約 370W 消費され、他に真空ポンプで約 450W 消費される。また、温風乾燥では、温風発生器のヒーターで平均 400W 消費され、その他は送風機で約 700W 消費される。したがって、マイクロ波減圧乾燥は温風乾燥に対して乾燥時間および総消費電力を約 1/25 以下に抑えることが可能である。

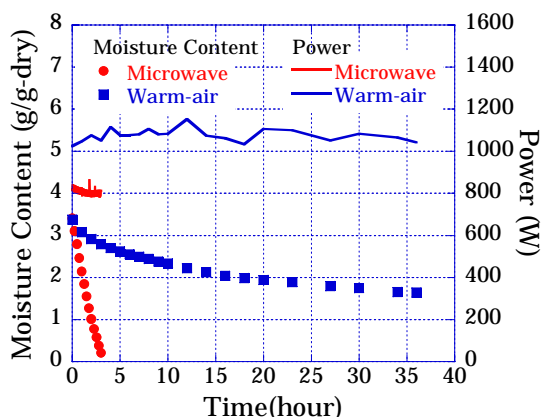


図7 消費電力量の比

4 まとめ

本研究により以下の知見が得られた。

- (1) 大気導入量を増やすことにより乾燥速度を向上させることが可能である。
- (2) 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。
- (3) マイクロ波減圧乾燥における温度制御は、乾燥促進に対して非常に効果がある。

- (4) マイクロ波減圧乾燥は、温風乾燥と比較して、乾燥時間も短かく、総消費エネルギー量も少ないことから極めて有効な方法である。

5 参考文献

- 1) 林伊久, 鶴田隆治: 日本機械学会論文集(B編), 72巻, 715号, p.163(2006)
- 2) 鶴田隆治, 林伊久: 日本機械学会論文集(B編), 72巻, 723号, p.173(2006)

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、空気流量を低減したノズルを製作し、その噴霧特性を位相レーザドップラ流速計により分析した。噴霧分析の結果より、ノズル出口において平均流速 463[m/s]、平均粒径 $D_{30}=8.6[\mu\text{m}]$ の超音速かつ微細な噴霧粒子群の形成が認められた。また、洗浄実験の結果よりガラス基板に付着させた有機染料および直径 100[nm]の球形ポリスチレンラテックス粒子の除去が可能であり、開発した洗浄ノズルが微小な付着物の除去に対して優れた洗浄性能を有することが明らかとなった。

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、パターニングの微細化に伴って、サブミクロン以下の粒子状汚染物質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、90[nm]以降の製造プロセスにおいて、益々重要性を増している¹⁾。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²⁾、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は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、圧縮空気の流量を低減するためにスロート部を縮径したノズルを製作し、その噴霧特性を位相レーザドップラ流速計

により分析した。また、製作したノズルの洗浄性能を評価するために、ガラス基板に付着させた有機染料および直径 100[nm]の球形ポリスチレンラテックス粒子の洗浄実験を実施したので報告する。

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

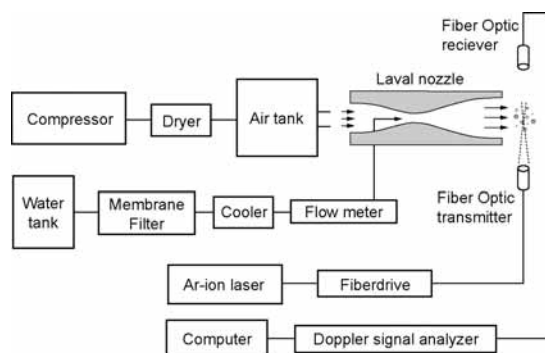


図 1 実験装置



図 2 実験装置の設置状況

*1 機械電子研究所

0.95[MPa]で貯気される。このタンク内の空気を、減圧弁により設定圧力 0.7[MPa]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、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、速度を位相レーザドップラ流速計(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。図3に製作したノズルの写真を示す。ノズルの膨張比はノズル出口において適正膨張が得られるように決定し、スロート部の直径は3[mm]、スロートから出口までの長さは約150[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[μm]のメンブレンフィルタを通過させた後、5[]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。

3 実験結果

3-1 噴霧分析

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。ノズル出口の中心を原点 $(Z,R)=(0,0)$ として、速度及び粒径分布を $(Z,R)=(10,0)$ において測定したところ、噴霧濃度が高いことにより、粒径に関するデータの信頼性確保が困難であったため、粒径分布の計測は $(Z,R)=(100,0)$ において行った。測定結果の一例として、全圧0.7[MPa]における速度および粒径分布を図4-1、4-2にそれぞれ示す。測定結果より、平均粒径は $D_{10}=6.9$ 、 $D_{20}=7.7$ 、 $D_{30}=8.6$ 、 $D_{32}=10.7[\mu\text{m}]$ 、平均速度 V_{ml} は463[m/s]であり、超音速かつ非常に微小な噴霧粒子群が形成されていることがわかった。ここで全圧と大気圧の圧力比7.0、全温15[]の条件で断熱膨張により実現可能な速度は理論的に490[m/s]であり、液滴がノズル内において理想的に加速されていることがわかる。

3-2 洗浄性能評価

開発した洗浄ノズルは、微小な噴霧粒子群を洗浄対象に超音速で噴射することができる。一般に洗浄性能



図3 洗浄ノズル

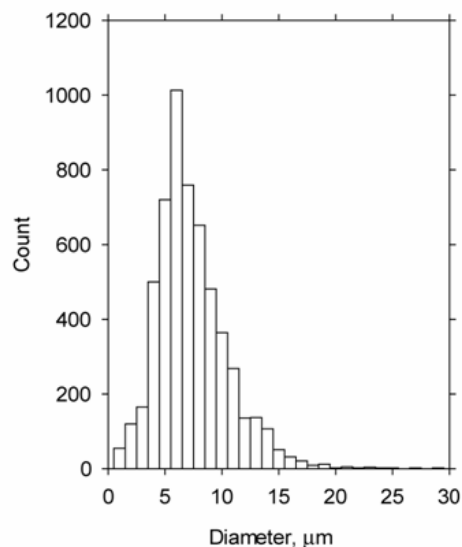


図4-1 粒径分布 $(Z,R)=(100,0)$

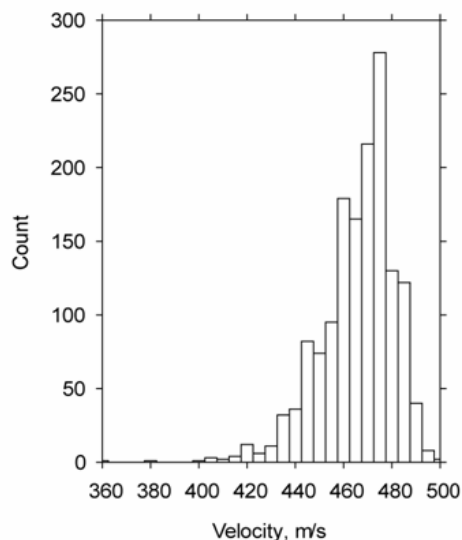


図4-2 速度分布 $(Z,R)=(10,0)$

は噴霧の衝突速度に依存するため、付着力が非常に強いサブミクロン程度以下の微小な粒子の除去に効果を有することが期待される。そこで本研究では開発したノズルの洗浄性能を調べるために、ガラス基板に付着させた有機染料と微小なポリスチレンラテックス粒子の除去を試みた。

3-2-1 有機染料の除去

ガラス基板上有機染料を塗布し乾燥させて試料を作成した。図5に洗浄ノズルと一軸アクチュエータに固定した試料の様子を示した。洗浄実験は試料を固定したステージを10[mm/s]の一定速度で一方向に移動させて行った。洗浄ノズルは前節で噴霧特性を計測した際の作動条件に設定した。図6に洗浄後の試料の写真を示した。図より、有機染料は完全に除去されていることがわかる。次に、噴霧速度の影響を調べるために噴霧の速度を音速以下($V_m=190$ [m/s])に低下させて同様に洗浄実験を行った結果について図7に示す。図より有機染料はほとんど除去できていない。したがって噴霧速度の影響は非常に大きく、開発したノズルが形成する超音速の噴霧が洗浄に極めて有効であることがわかる。

ここで、一般的な洗浄方法であるウォータージェットを用いて同様に有機染料を除去する場合には、ポンプを高圧に設定する必要があるが、樹脂基板等の硬度が低い材料では基板自体を切断してしまう。したがって、開発した洗浄ノズルは基板にダメージを与えることなく表面の有機染料を除去することができるため、従来の洗浄方法に比べて優れた優位性を有することがわかる。

3-2-2 ポリスチレンラテックス(PSL)粒子の除去

半導体デバイスの微細化・多層化に伴い、サブミクロン以下の微小な汚染粒子の付着が問題となっている。そこで本実験では半導体デバイスの洗浄に対するノズルの効果を調べるために、汚染粒子を模擬した直径100[nm]の均一なポリスチレンラテックス粒子(以下、PSL粒子)をガラス基板に付着させて洗浄実験を行った。ガラス基板に付着させたPSL粒子の除去率を評価するためには、洗浄前後に走査電子顕微鏡(SEM)により粒子数をカウントする必要がある。同一の領域を観察するためにマーキングを施す必要がある。そこでフェムトレーザにより縦横 6×4 [μm]、線幅1[μm]の升目をガラス基板に彫り込んだ。フェムトレーザにより加

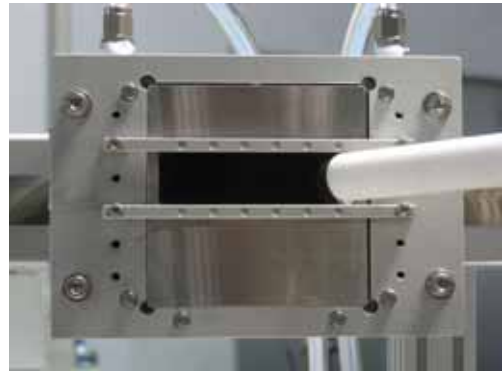


図5 有機染料を塗布した試料



図6 有機染料の除去 ($V_m=463$ [m/s])

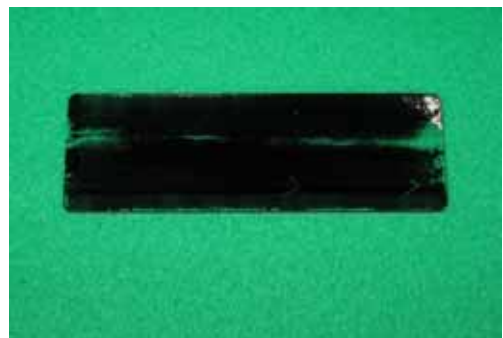


図7 有機染料の除去 ($V_m=190$ [m/s])

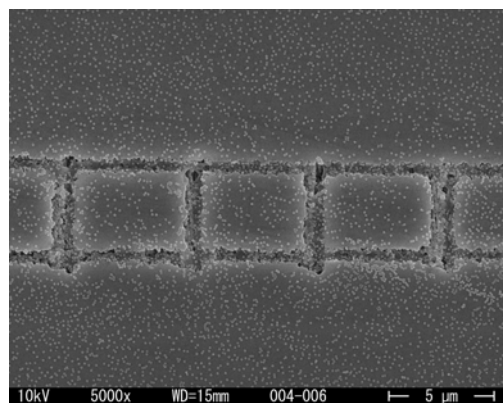


図8 フェムトレーザによるマーキングとPSL粒子の付着の様子 ($\times 5000$)

工された試料にスピコートにより PSL 粒子を分散・付着させ、粒子の付着力を強化するために熱処理を施し試料を作成した。

図 8 にフェムトレーザによるマーキングと PSL 粒子の付着の様子を示した。PSL 粒子が均一に分散して付着しており、フェムトレーザによりマーキングした升目の内部にも PSL 粒子が付着している。次に一つの升目を倍率を変えて拡大撮影した写真を図 9-1、9-2 に示した。図 9-1 よりガラス基板表面に加えてフェムトレーザによる加工溝にも PSL 粒子が付着していることがわかる。図 9-2 より粒子直径が約 100[nm]であること、熱処理によって一部融解して変形した粒子や、隣接する粒子と一部融着している粒子の様子が観察される。

洗浄後に図 9-1 と同一の升目を撮影した写真を図 10 に示した。図より PSL 粒子は完全に除去されており、フェムトレーザの加工溝に付着していた粒子も除去できていることは平面のみではなく複雑な凹凸に付着した粒子の除去も可能であることを示唆している。したがって開発した洗浄ノズルを用いることで粒子直径 100[nm]の微小な汚染粒子を除去することが可能であり、次世代の半導体デバイス等の洗浄において要求されているサブミクロン以下の粒子の除去への適用が可能であることが本実験により明らかとなった。

4 まとめ

本研究では、半導体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、噴霧特性を位相レーザドップラ流速計により分析するとともに、洗浄性能の評価を行った。噴霧分析の結果より、ノズル出口において平均流速 463[m/s]、平均粒径 $D_{30}=8.6[\mu\text{m}]$ の超音速かつ微細な噴霧粒子群の形成が認められた。また、洗浄実験の結果よりガラス基板に付着させた有機染料および直径 100[nm]の球形ポリスチレンラテックス粒子の除去が可能であり、開発した洗浄ノズルが微小な付着物の除去に対して優れた洗浄性能を有することが明らかとなった。

5 謝辞

本研究を実施するにあたり、機械電子研究所の林宏光氏、化学繊維研究所の牧野晃久氏、有村雅司氏の協力を得ました。ここに記して謝意を表します。

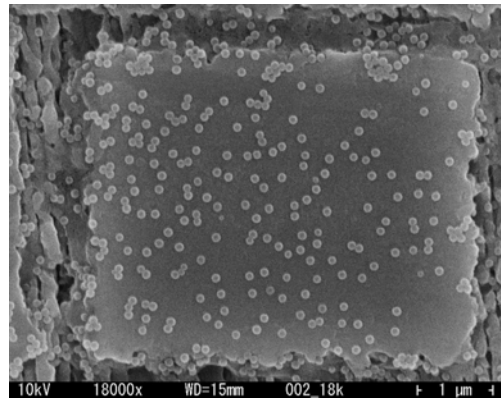


図 9-1 洗浄前の PSL 粒子の付着状態 (× 18000)

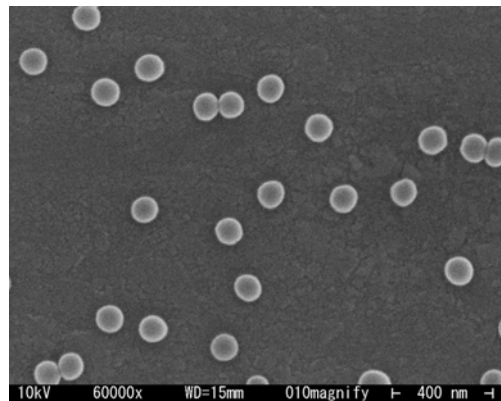


図 9-2 洗浄前の PSL 粒子の付着状態 (× 60000)

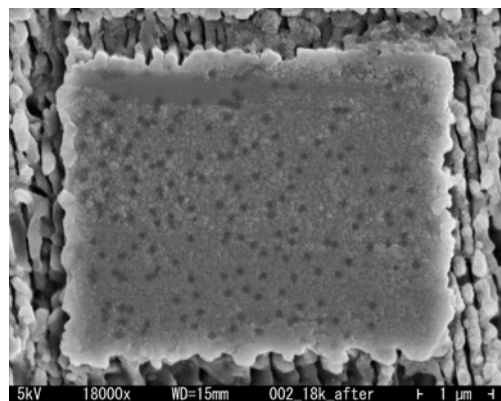


図 10 洗浄後の PSL 粒子の付着状態 (× 18000)

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, pp.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, pp.121-124, (2004)

圧力変動吸収式減圧濃縮技術の開発

林 伊久^{*1}

Development of Vacuum-Concentration Technology by Pressure Absorber

Tadahisa Hayashi

本研究では、コーヒーやお茶等の抽出後の味と香りを維持したまま液体の状態でも20倍以上に高速濃縮する革新的な技術を開発することを目的としている。本濃縮技術は、圧力と蒸発温度の相関関係に注目して高精度圧力制御を行うことにより低温で液体を沸騰させることなく高速に濃縮する。これまでの実験により濃縮時の焦げつきや酸化による味と香りの低下を防ぎ、抽出後のコーヒーの品質を維持したまま濃縮コーヒーを生産できる可能性を得た。本稿では、蒸発圧力、温度および加熱方法など最適な濃縮条件を調べ、コーヒーを短時間で濃縮濃度20Brixに濃縮する方法を開発したので報告する。

1 はじめに

濃縮技術は、飲料水、医薬品および食品加工に至るまで幅広い分野で用いられている。コーヒーや果汁等の濃縮液は、缶コーヒー等の原料として用いられている。現在の液体濃縮法¹⁾は、真空蒸発法、凍結濃縮法や逆浸透濃縮法などがある。真空濃縮法は高い総括熱係数により低コストで大量の濃縮液を生産することが可能であるため、最も普及している。しかし加熱に伴う品質の低下が問題になっている。凍結濃縮法と逆浸透濃縮法は加熱を使用しないため、品質の低下を防ぐことが出来る。しかし凍結濃縮法は、生産コストおよびエネルギー消費量が高い。また逆浸透濃縮法は操作圧力が非常に高く濃縮度に限界がある。そのため凍結濃縮法と逆浸透濃縮法の普及は大きく遅れている。以上のことから飲料加工業界では、高品質で省エネルギーの新しい濃縮法が開発が求められている。

そこで本事業では、飽和蒸気圧力と飽和蒸気温度の相関に注目して高精度な圧力制御を用いた減圧液体濃縮技術を開発した。減圧状態での液体濃縮における品質劣化の大きな原因は、液体内の沸騰である。沸騰は、飽和蒸気温度を超えた時に生じる。飽和蒸気圧力の制御により飽和蒸気温度を調整することが可能である。したがって高精度な圧力制御により飽和蒸気温度を液体温度より常に高くすることで沸騰を防ぐことが出来る。高精度な圧力制御は、濃縮容器の前に設置した制御弁と濃縮容器内の液体の蒸発による圧力変動を瞬時に吸収する小型の圧力変動吸収容器により実現した。

圧力変動吸収容器は、常に 500Pa 以下に維持されており濃縮容器内の圧力が変動した場合は圧力変動吸収容器との圧力差を利用して濃縮容器内の蒸発増加分を圧力吸収装置で吸収し圧力の変動を抑えることが出来る。この圧力制御により飽和蒸気温度を常に液体温度より約 5 高く設定することが可能になり低圧力下の沸騰を回避して液体を連続濃縮することが可能になった。

本濃縮法は圧力制御により液体温度を常に10 以下の低温に維持しながら連続濃縮を行い、従来の濃縮コーヒーに多かった焦げ付きや雑味などの品質低下を防ぐことが可能になった。また、今まで難しいとされてきたコーヒー抽出後とほぼ変わらない品質を濃縮後も維持できる。さらに濃縮速度が大幅に速くなったことにより濃縮度20Brixを達成するのに約5時間に短縮することが出来た。

本研究では、減圧状態での液体の濃縮過程における液体温度と濃縮速度を調べて濃縮特性を求めた。また濃縮容器内の湿度と濃縮速度の関係を調べると共に求めた濃縮特性と合わせて濃縮容器の最適な構造を検討した。さらに圧力変動吸収容器を用いた圧力吸収機構の性能について検討を行うと伴にコーヒー濃度の生産過程に圧力制御を適用した本濃縮法の性能についても検討を行った。

2 研究, 実験方法

2-1 実験装置

実験装置は、図1に示したように減圧容器、圧力変動吸収装置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

*1 機械電子研究所

容器内部に径140mm、高さ200mmの円筒形の濃縮容器を設置している。また濃縮容器内部にヒーターを設置しておりヒーター出力を0~100Wの間で調整して連続加熱する。濃縮容器内の加熱ヒーター表面の温度境界層を破壊するために攪拌機を設置している。減圧容器内の圧力は、0.8kPa~101kPa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。また圧力変動吸収装置は、径140mm、高さ250mmの円筒形であり約2Lの容量を有する。圧力変動吸収装置内の圧力は、デジタル式圧力計で測定を行った。液体温度は、濃縮容器の中部と底部の二箇所にT型熱電対を設置して行った。窒素導入系は、減圧容器上部側面に直径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。窒素の供給元は、窒素ボンベ(15MPa)を用いた。

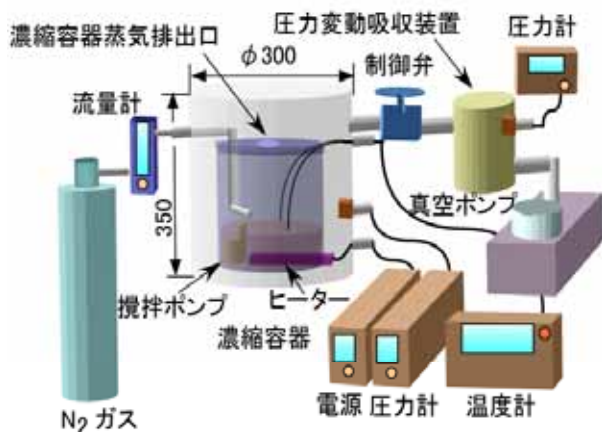


図1 実験装置

2-2 実験方法

濃縮実験では、圧力約1500Pa、窒素導入量1.5L/min、の条件の下にヒーター出力20W、40W、60Wと80Wの4段階で行った。実験で使用するコーヒーの質量は500gとした。濃縮実験では、各ヒーター出力に対する濃縮速度と温度を測定することにより濃縮特性を調べた。また液体表面近傍の窒素湿度を湿度計で計測して濃縮容器内の湿度に対する物質伝達量を検討するとともに濃縮速度を向上させる濃縮容器の構造の検討も行った。

具体的には、コーヒー豆に熱湯を注ぎ抽出したコーヒーを冷凍機で約5℃まで冷却した後に濃縮容器に500g入れて約1500Paまで減圧する。減圧容器内の圧力が安定した後にヒーターの出力を20~80Wの間で調整した。濃縮速度は、10分おきに減圧容器内に設置した質量計でコーヒーの質量を測定することにより求

めた。また液体表面近傍の湿度は、蓋に穴を開けた濃縮容器の内部に直径5mmのチューブを挿入して濃縮容器に窒素を流入させ液体から発生する蒸気量、窒素量と排気量のバランスを調節することにより変化させる。湿度は、20.5%、32.3%と76.5%とした。ただし湿度76.5%は、濃縮容器外にチューブを配して開口面積100%で実施した。各湿度での濃縮実験は、コーヒー質量500g、圧力約1500Pa、窒素導入量1.5L/min、ヒーター60Wで行った。また実験で得られたデータをもとに近似解析を行い、減圧状態での液体濃縮機構を検証した。本事業では、各濃縮実験を行う際に突沸による圧力変動を圧力変動吸収容器で吸収して高精度な圧力制御を実現する。そこで圧力吸収試験と生産試験を行い圧力変動吸収容器の評価を行った。

圧力変動吸収試験は、制御弁と圧力変動吸収容器による圧力制御と制御弁のみの圧力制御を圧力約1500Pa、窒素導入量約1.5L/min、ヒーター出力60Wで行い圧力の吸収性能を比較した。具体的には、初期圧力を約1500Paで一定としてヒーター出力60Wを投入することにより急激な蒸発量の発生に伴う圧力変動を強制的に発生させた。その時の圧力吸収状態を濃縮容器内の圧力と液体温度の時間変化を測定して評価を行った。生産試験では、約70%の抽出コーヒーの温度に対して約5~10%高い飽和蒸気温度を維持できる飽和蒸気圧力に維持しながら温度を10℃以下に冷却させる。最終的には、濃縮容器内の圧力を1500Paまで低下させた後にヒーター出力60Wでコーヒー温度を10℃以下に維持させ5時間でコーヒー質量を約20分の1まで濃縮する。

本研究では本濃縮装置で試作した濃縮コーヒーの評価としてpH測定と官能検査を行った。pH測定では、各濃縮試験を行った際に最終濃縮20BrixのコーヒーのpHを測定した。また、官能試験では、30人に濃縮コーヒーを試飲してもらい味と香りについて答えてもらったアンケートの結果を集計した。

3 結果と考察

3-1 液体の濃縮特性

図2は、圧力約1500Paの状態では各ヒーター出力に対するコーヒー温度と質量の過渡変化である。図2からヒーター出力60Wで濃縮時間5時間、濃縮温度10℃以下であった。また、ヒーター出力80Wでは濃縮

時間を 60W に比べて 1 時間 20 分速い。しかし濃縮速度が約 12 まで上昇する。ヒーター出力 40W では 60W に比べて約 1 時間遅く、20W では約 2 時間遅くなっている。濃縮温度は、10 以下である。図 3 に各ヒーター出力時の平均濃縮速度と平均濃縮速度に対する蒸発潜熱量を示す。図 3 から各ヒーター出力時の平均濃縮速度と平均濃縮速度に対する蒸発潜熱量がほぼ等しいためヒーター出力がすべて蒸発潜熱量に使われている

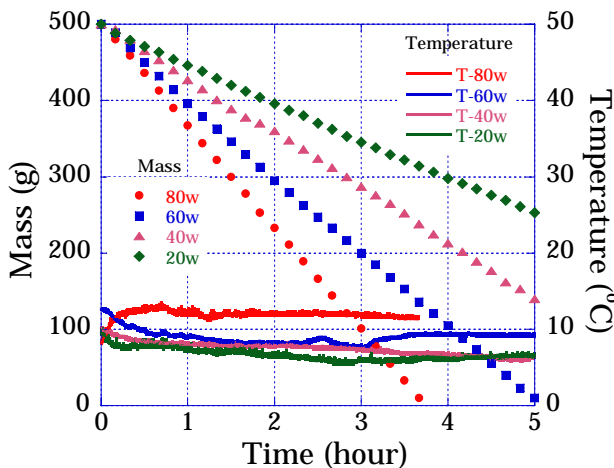


図 2 コーヒー質量と温度の過渡変化

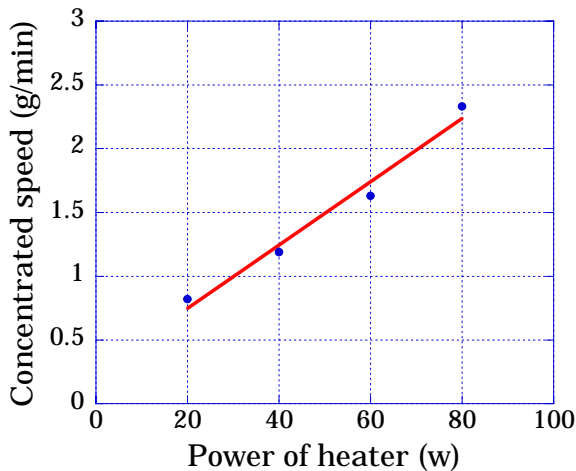


図 3 ヒーター出力と濃縮速度

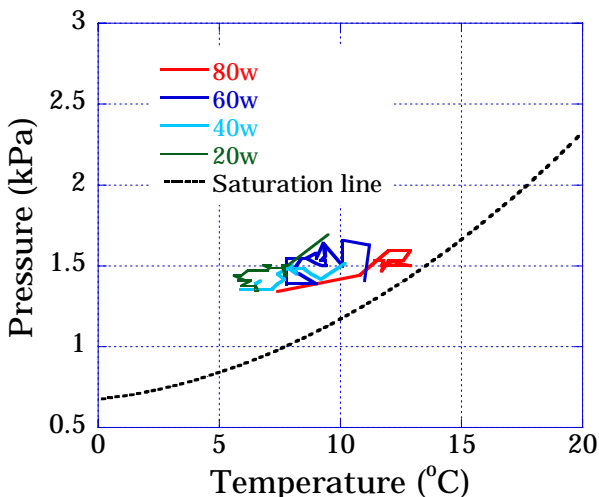


図 4 飽和蒸気線との比較

と考えられる。各ヒーター出力時の平均濃縮速度が蒸発潜熱量に対する平均濃縮速度より少々速いのは濃縮容器内への窒素導入によるものと考えられる。また図 4 から各ヒーター出力の温度が 1500Pa 時の飽和蒸気温度約 13 を超えていないため、本装置ではヒーター出力 20~80W で沸騰が起きないことも確認した。これは圧力 1500Pa 下でヒーター出力 80W まで蒸気発生量と排気量のバランスが取れているため沸騰を発生せずに濃縮を行うことができる。以上から本研究の目標である濃縮時間 5 時間以内、濃縮温度 10 以下を達成できる本実験機の最適ヒーター出力が 60W であることを確認した。

3-2 濃縮容器内湿度変化試験と濃縮容器の最適構造

図5は、液体表面近傍の湿度に対するコーヒー質量とコーヒー温度の過渡変化である。図5から液体表面近傍の湿度約20%の濃縮時間は、湿度約32.3%に比べて約20分短く湿度約76.5%に比べて約2.5時間短い。またコーヒー温度は湿度約32.3%まで目標温度10 以下に抑えられているのに対して、湿度約70%では目標温度

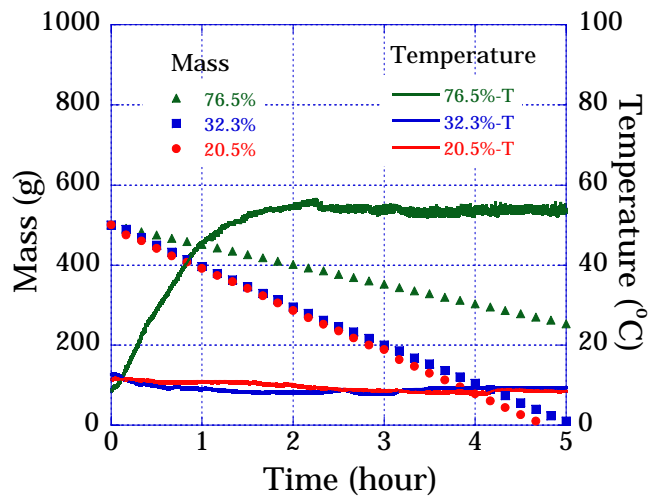


図 5 湿度に対する質量と温度の過渡変化

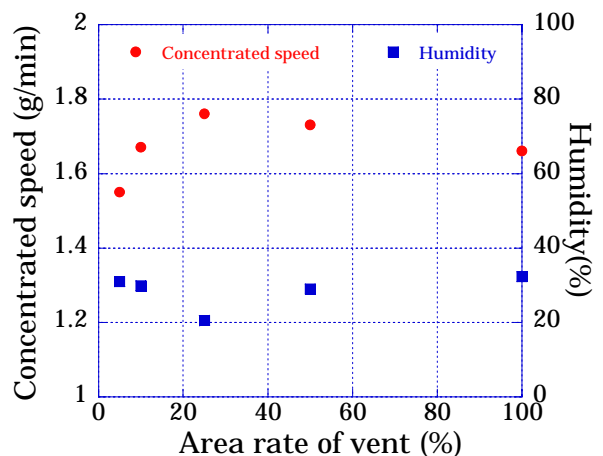


図 6 開口率に対する濃縮速度と容器内湿度

10 を大きく超えて約50 まで上昇している。したがって液体表面近傍の湿度が低いほど蒸発量が多く、湿度が高いほど蒸発量が少なくなっていることが分かる。また湿度が高い場合はヒーターによる供給熱量の一部がコーヒーの顕熱に変換されるため、温度が上昇する。液体表面近傍の湿度は、ヒーター出力と共に濃縮速度に影響を与える大きな要因である。

そこで本装置では、図1に示すように減圧容器内に濃縮容器を設置して二重容器として濃縮容器に直接窒素をコーヒー表面に旋回できるように流入させ、また濃縮容器上部に排気口を設けてコーヒーから発生する蒸気を排出することによりさらに旋回を増幅させてコーヒー全体に接触させるとともに導入窒素の対流時間を長くすることにより液体表面近傍の湿度を低下させている。図6は、濃縮容器上部の開口率に対して圧力約1500Paおよびヒーター出力60Wでの濃縮速度を示している。また、開口率に対する液体表面近傍の湿度も表している。ただし湿度76.5%は濃縮容器外に窒素チューブを配しているため図6から除外している。各濃縮試験に於ける窒素導入量は1.5L/minである。図6から濃縮速度の最大値は、開口面積率が25%であった。開口面積が25%より高い場合は導入した窒素の旋回力が弱いためにコーヒー表面全体に窒素が触れずに濃縮容器から排気される。このため液体表面近傍の湿度が開口面積率25%より高くなっていると考えられる。また、開口面積率が25%より低い場合はコーヒー表面に窒素が触れているが、濃縮容器内での滞留時間が長くなるため湿度が25%より高くなっていると考えられる。このように液体表面近傍の湿度が上昇することにより濃縮速度が低下すると考えられる。

3-3 圧力吸収機構の効果について

本濃縮法の特徴である圧力吸収機構は、濃縮時の突沸によって圧力が急上昇した際に圧力変動吸収容器で発生した蒸気を急速に吸収して圧力の変動を抑える。そこで、本試験では濃縮容器内の圧力が1500Paから2000Paまで変動するのに発生した蒸気量を2Lと仮定して圧力吸収容器の容積を2Lとした。図7は圧力1500Pa時に蒸発量1.6g/minを発生させる場合の制御弁と圧力変動吸収容器による圧力制御と制御弁のみの圧力制御での圧力の過渡変化を示している。制御弁のみの圧力制御では1.6g/minの蒸気が発生した後に圧力が約2000Paまで急上昇するとともに飽和蒸気温度も上昇す

るためコーヒー温度が約15 まで上昇している。制御弁のみの圧力制御では圧力変動に対する真空ポンプの追従に関して時間遅れが大きいいため急激な圧力変動に対応できずに濃縮容器内の圧力上昇を生じる結果に至ったと考えられる。これに対して制御弁と圧力変動吸収容器による圧力制御では蒸気発生後に濃縮圧力はほとんど変化がなく濃縮圧力1500Paを維持していることが分かる。圧力変動がないためコーヒー温度が約10 で推移している。

本試験では、制御弁と圧力吸収容器による圧力制御の試験結果から発生蒸気量を考慮した小型容器を濃縮容器と真空ポンプの間に設置することで濃縮容器内の圧力変動を吸収することが可能であることを確認した。

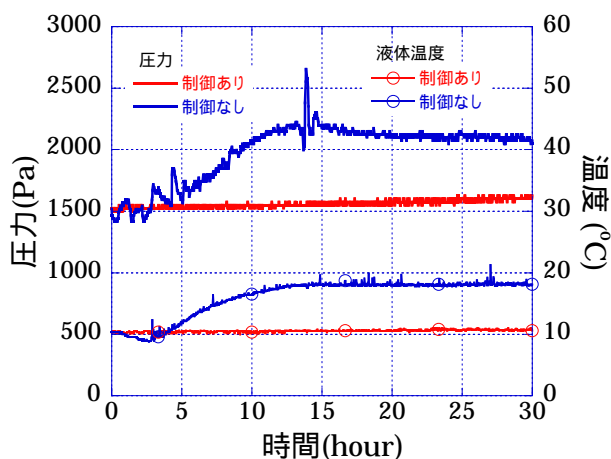


図7 圧力制御試験結果

4 まとめ

本研究では高精度な圧力制御を行い、抽出後のコーヒーの味と香りを維持したまま液体の状態でも20倍以上に高速濃縮する新しい濃縮技術について検討を行った。その結果、次の知見を得た。

1. 突沸に対しては発生量に等しい容積の圧力変動吸収装置を設けることにより発生蒸気を吸収し、濃縮容器の圧力変動を最小限に抑えることが出来た。
2. 濃縮速度を速くする要因として濃縮容器内の湿度調整が重要である事が分かった。この結果をもとに減圧容器内に濃縮容器を設ける二重構造として、さらに窒素を濃縮容器内に直接導き濃縮容器の排気口の面積率を約25%にすることで濃縮容器内の湿度を約20%程度まで低下させることができた。

5 参考文献

- 1) 福谷敬三: New Food Ind, Vol.27, No.3, p.28(1985)

4点曲げ試験によるnMOSFETの電気特性変動評価

小金丸 正明^{*1} 池田 徹^{*2} 宮崎 則幸^{*2} 友景 肇^{*3}

Evaluation of Stress Effects on Electric Characteristics of nMOSFETs Using Four-Point Bending Method

Masaaki Koganemaru, Toru Ikeda, Noriyuki Miyazaki and Hajime Tomokage

実装時に電子パッケージに生じる残留応力は、トランジスタ等の半導体デバイスの電気特性を変動させ、製品に不具合を生じさせる原因となる。それゆえ、応力に起因した半導体デバイスの電気特性変動における物理現象の解明と、その評価手法の構築が望まれている。本研究では、4点曲げ試験を用いて応力を負荷した状態で半導体デバイスの電気特性を計測するシステムを構築した。この試験システムを用い、nMOSFET (n型絶縁ゲート電界効果トランジスタ) の応力に起因したトランジスタ特性の変動を計測した。その結果、負荷による特性変動に対し、トランジスタ形状依存性、電流方向に対する負荷方向依存性が見られた。

1 はじめに

電子パッケージの実装工程で半導体チップに生じる残留応力が、半導体デバイスの電気特性を変動させ、電子パッケージ製品の動作に不具合を発生させる現象がしばしば問題となっている。このため、実装時に半導体チップに発生する残留応力と半導体デバイスの電気特性変動の相関性を把握し、変動量が所定の値以下になるような設計が求められている。

本研究では、4点曲げ試験によりトランジスタに1軸応力を負荷した状態で、トランジスタ特性を計測するシステムを構築した。この試験システムを用いて、nMOSFET (n-type Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor) の応力感度を測定した。その際、nMOSFETの形状 (ゲート幅およびゲート長さ) が異なる試験片を用いて、応力感度における形状依存性を計測した。また、ウェハからの試験片切り出し方向を変えることにより、応力感度の電流方向に対する負荷方向依存性を計測した。試験システムおよび試験方法、試験結果について述べる。

2 研究方法

2-1 4点曲げ試験システムの構築

図1および写真1に、本研究で構築した4点曲げ試験システムの概略図および写真をそれぞれ示す。試験システムは、コンピュータ制御式の4点曲げ試験ジグ、

半導体デバイスの電極パッドに接続するためのプローブ (x-y-z ステージにより位置合わせ可能) とプローブに接続された可変電源・電流計、および電極パッド接続の際に試験片観察に用いる光学顕微鏡・デジタルカメラより構成される。また、計測装置部分は遮光された領域に設置されている。

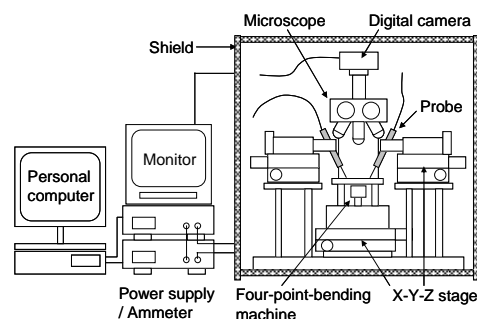


図1 4点曲げ試験システム概略図



写真1 4点曲げ試験システム写真

*1 機械電子研究所

*2 京都大学

*3 福岡大学

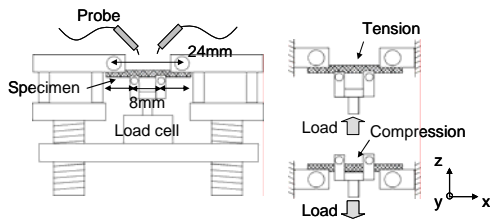


図2 4点曲げ試験ジグ

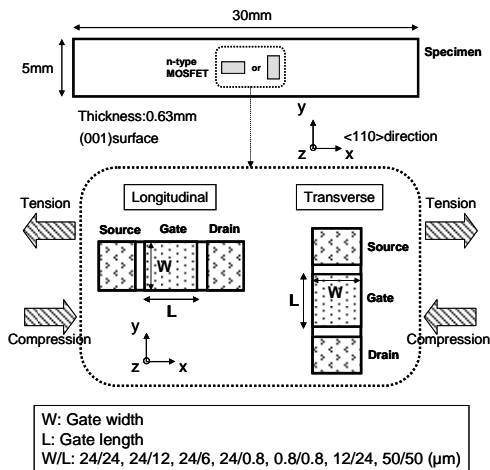


図3 nMOSFET 試験片

図2に4点曲げ試験機の負荷ジグ部分の概略を示す。負荷荷重は、内側支点に取り付けられたロードセルにより検出される。図2に示すように、負荷ジグへの試験片の取り付け方を変えることで、nMOSFET が形成された試験片表面に引っ張りまたは圧縮の応力を負荷することが可能となる。

2-2 試験片

本研究では、図3に示すようなシリコンウェハから短冊状に切り出した試験片を用いた。4点曲げ試験では、内側支点間で試験片長手方向の応力（曲げモーメント）が一樣となる。nMOSFET はこの内側支点間、シリコン（001）結晶面に形成されている。また、電流が流れるソース・ドレインの方向（つまり電流方向）は 110 結晶方向である。ウェハから試験片を切り出す際に、ソース・ドレイン方向を試験片長手方向（Longitudinal）にとるか、それとは垂直方向にとるか（Transverse）によって、電流方向に平行または垂直な応力を負荷可能な試験片を作製した。

今回の試験では、ゲート幅： W （ μm ）およびゲート長さ： L （ μm ）が異なる複数の nMOSFET 用いた。試験に用いた nMOSFET の W と L の組み合わせは、 W/L :

24/24, 24/12, 24/6, 24/0.8, 50/50, 0.8/0.8, 12/24 の7種類である。

2-3 試験方法

まず、試験片を負荷ジグの所定（引っ張りまたは圧縮）の方向に取り付け、試験片に所定の荷重を負荷した。その後、nMOSFET の電極パッドにプローブを直接接続し、ゲートおよびソース・ドレイン間に所定の電圧を印可して、ソース・ドレイン間の電流を計測した。今回の計測では、ソース・ドレイン間の電圧を 0.1V に固定し、ゲート電圧を 0V から 5V まで掃引してドレイン電流を測定した。nMOSFET が形成されている試験片表面への公称の負荷応力は、0MPa, $\pm 60\text{MPa}$ または $\pm 120\text{MPa}$ の5通りである。

3 結果と考察

図4に、ゲート電圧の変化に対するドレイン電流の変化を、 $W/L=24/0.8$ の結果を例にとり示す。負荷方向は電流方向と同じ（Longitudinal）である。今回実験を行った何れの形状および負荷方向の場合も、図4に示す結果同様に、引っ張り（圧縮）応力でドレイン電流が増加（減少）した。また、顕著なしきい値電圧の変動は見られなかった。図5は、図4で示したゲート電圧・ドレイン電流曲線から算出される相互コンダクタンス（本文以下および図中 G_m という）の変化率（%）を、負荷応力に対して図示したものである。本研究では、ゲート電圧・ドレイン電流曲線においてゲート電圧が 1~5Vの間を二次曲線で最小二乗近似し、この曲線におけるゲート電圧 2Vでの接線の傾きを G_m と定義した。図5には、同様にして求めた電流方向が負荷方向と垂直な場合（Transverse）の結果も示す。何れの場合も、 G_m の変化率は負荷応力に対して直線的に変化しており、最小二乗近似により得られる図中の直線の傾きは G_m 変化率の応力感度を表している。この応力感度には負荷方向依存性が見られ、電流方向と負荷方向が平行な場合の方が、垂直な場合に比較して大きくなった。以上の傾向は、全ての試験片形状で同様であった。電流方向に対する負荷方向依存性は、応力（ひずみ）に対するシリコン伝導帯エネルギーの変化に異方性が存在することに由来する¹⁾。図6に、 G_m 変化の応力感度と試験片ゲート長さの関係を示す。

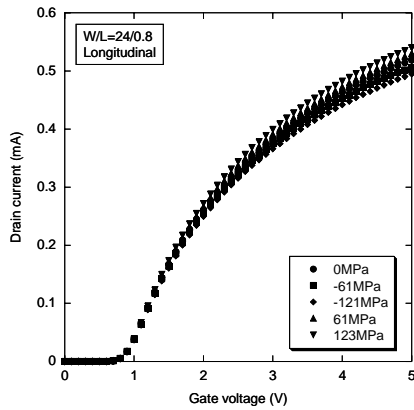


図4 応力によるドレイン電流変化 (W/L=24/0.8)

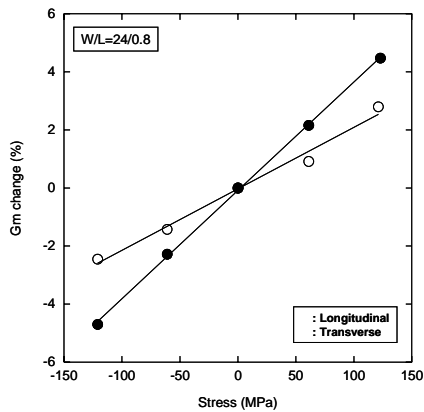


図5 応力による Gm 変化 (W/L=24/0.8)

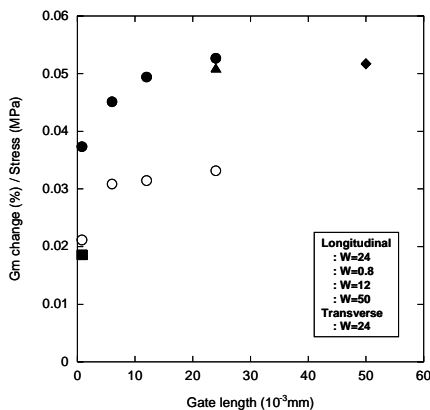


図6 ゲート長さに対する Gm の応力感度

電流方向と負荷方向が平行な場合、ゲート長が $10\mu\text{m}$ 程度より大きくなると、ゲート幅にかかわらず応力感度がほぼ一定 (100MPa で約 5%) となった。一方で、 $10\mu\text{m}$ 以下のゲート長では応力感度が減少した。このゲート長が短くなると応力感度が減少する傾向は、ソース・ドレイン部の寄生抵抗の影響と考えられる²⁾。

また、ゲート長 $0.8\mu\text{m}$ ではゲート幅 $24\mu\text{m}$ と $0.8\mu\text{m}$ で応力感度が大きく異なり、ゲート幅依存性が見られた。電流方向と負荷方向が垂直な場合 (ゲート幅は何れも $24\mu\text{m}$) は、ゲート長 $6\mu\text{m}$ 以上で応力感度がほぼ一定 (100MPa で 3%)、 $0.8\mu\text{m}$ で減少し、電流方向と負荷方向が平行な場合と同様の傾向を示した。電流方向と負荷方向が平行な場合の応力感度は、垂直な場合に比較して $1.5\sim 2$ 倍になることが分かった。

以上で示したように、応力に起因した nMOSFET の電気性変動には形状依存性や負荷方向依存性が存在する。また実際の半導体デバイスでは、ドーピング元素分布・濃度等も異なるため、これらの影響も評価する必要があると考えられる。多種多様存在する実際の半導体デバイスにおける特性変動の定量的な予測には、シミュレーションによる評価が有効と考えられるが、いまだ応力効果を考慮したデバイスシミュレーションモデルは確立しておらず、今後の研究開発が期待される。

4 まとめ

4 点曲げ試験による半導体デバイスの応力に起因した電気特性変動評価システムを構築した。nMOSFET の応力感度における形状依存性、負荷方向依存性を計測した。今回得られた結果は、評価手法を構築する上での基礎データとなる。

5 文献

- 1) C. Herring and E. Vogt : Physical Review, Vol.101, No.3, pp.944-961(1956)
- 2) A.T. Bradley, R.C. Jaeger, J.C. Suhling and K.J. O'Connor : IEEE Trans. Electron Devices, Vol.48, No.9, pp.2009-2015(2001)

本報告の内容は以下の論文から抜粋したものである。

小金丸正明, 池田徹, 宮崎則幸, 友景肇 : 電子情報通信学会論文誌 C, Vol. J90-C, No.4, pp.351-362(2007)

デジタル画像相関法による歯周構造の変形解析

内野 正和*¹ 森田 康之*² 東藤 貢*² 新川 和夫*²

Deformation Analysis of Periodontal Structures Using Digital Image Correlation Method

Masakazu Uchino, Yasuyuki Morita, Mitsugu Todo and Kazuo Arakawa

咬合機能の解明において、歯周組織の変形挙動の解析は重要な研究課題の一つである。しかしながら現状では、歯牙における局所的変位量・ひずみを求めることを目的とした一点計測しかなされておらず、咬合解析に十分な情報量とは言い難い。そこで本研究では、歯牙・歯根膜・歯槽骨で構成された歯周組織の咬合における力学的挙動を、デジタル画像相関法を用いて解析した。その結果、これまでは一点計測による変位形態および荷重-変位曲線から推測されていた歯周組織の力学的挙動を可視化することに成功した。

1 はじめに

咬合機能の解明において歯牙の動態・変形に関する研究は、歯科医学分野の大きな研究対象の一つであり、以前より数多く行われている。したがって、その計測手法も多様に開発されており、ひずみゲージを用いたもの¹⁾、レーザー変位計を用いたもの²⁾、磁気効果を用いたもの³⁾などがある。しかしながらいずれの手法においても、歯牙の局所的変位量・ひずみを求めることを目的とした一点計測であり、咬合解析に十分な情報量とは言い難い。

全視野計測による変形解析は、Sobolewskiら⁴⁾およびKishenら⁵⁾のグループによって行われている。しかしながら、乾燥状態の歯牙単体における解析であり、咬合機能の解明には不十分と言える。咬合機能を考えるとき、歯牙のみでなく、歯根膜・歯槽骨（顎骨）も重要な役割を果たしており、それらの機能を無視できない。歯根膜・歯槽骨に関して、それら単体の動態解析・物性評価^{6,7)}などの研究は行われているが、歯牙・歯根膜・歯槽骨の歯周組織を構造体として考え、それらの動態解析を全視野で行った研究は光弾性材料を用いたモデル実験⁸⁾のみであり、実際の構成物での計測は我々の知る限りない。

そこで本研究では、生体に近い状態を実現するため、前日に食肉用としてと畜されたブタを使用した。ブタの下顎骨を分離し、大白歯・歯根膜・歯槽骨で構成された薄片の試料を作製した。その試験片に、万能試験機により強制変位を付与することで咬合形態を模擬し、

変形計測を行った。また、その試験片が十分乾燥した後、同様の実験を行い、変形形態の比較を行った。変形解析には、デジタル画像相関法を用いた。実際の歯周組織を用いたこのような研究はこれまでになされておらず、咬合機能における歯周組織の変形形態の解明に大変意義深い知見を与えるばかりでなく、歯根膜という緩衝材を介さず直接歯槽骨とオッセオインテグレート（インプラント手術の後、インプラントが骨にくっつく現象）される歯科インプラントにおいて、目指すべき理想的変位分布の指標となると考えている。

2 実験方法

2-1 デジタル画像相関法

デジタル画像相関法は測定対象物表面に何らかの模様（例えば、塗料スプレーなどの噴霧によるランダムパターン）を作成し、測定対象物の変形前後をCCDカメラなどで撮影する。そして、得られたデジタル画像に画像処理を施すことにより、試験片表面の変形量と変形方向を同時に計測することが可能な方法である。変形量と変形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素領域（サブセット：N×N画素）を基準として、変形後の画像より最も相関の良い画素領域を求め、その中心を変形後の移動位置とする。相関値Cを求める方法として使用した残差最小法の式を以下に示す。

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

ここで、 $I_u(X, Y)$ 、 $I_d(X+u, Y+v)$ はそれぞれ変形前後の画像光強度を示し、 X, Y はサブセットの中心座標、 u, v はそれぞれ x, y 方向への移動量である。また、 $N = 2M+1$ である。式(1)の総和が最小になる位置がその

*1 機械電子研究所

*2 九州大学応用力学研究所

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値を得るとは限らない。すなわち、実際の移動量は一画素の大きさよりも小さく移動するために画素間に相関のピークが存在することが一般的である。そのため画素間の補間を行う必要があり、それを考慮した相互相関法の式を次に示す。

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

補間方法は、最近接画素の前後の画素で式(2)より得られた相関値を用いて二次曲線近似による補間を行い、二次曲線の極大値を最も相関の良い位置とした。式(2)は式(1)に比べて計算に時間がかかる反面、画素間を補間する場合にはさらに良い相関が得られる利点をもつ。

2-2 試験片

生体に近い状態を実現するため、前日に食肉用とし

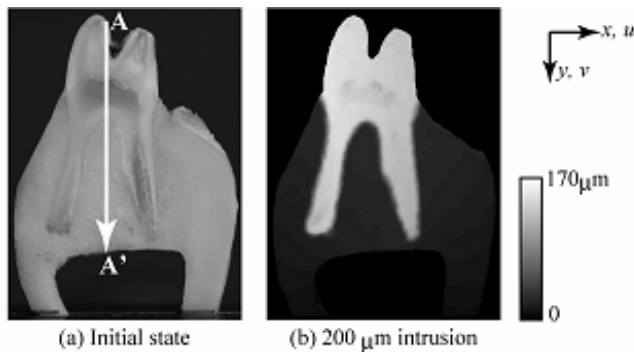
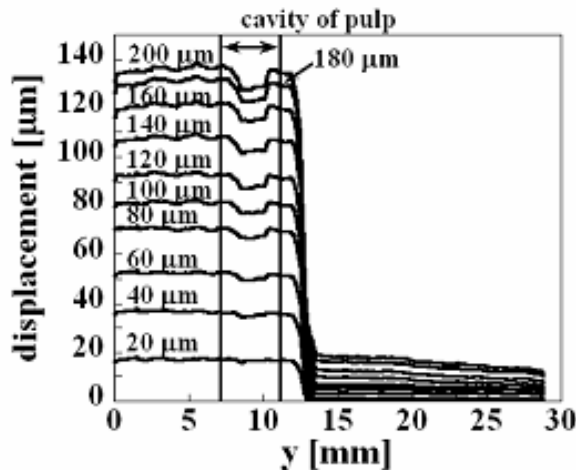


図2 生体に近い状態の歯周組織のy方向変位分布



1) 図4 生体に近い状態の歯周組織のA-A'ライン上でのy方向変位分布結果

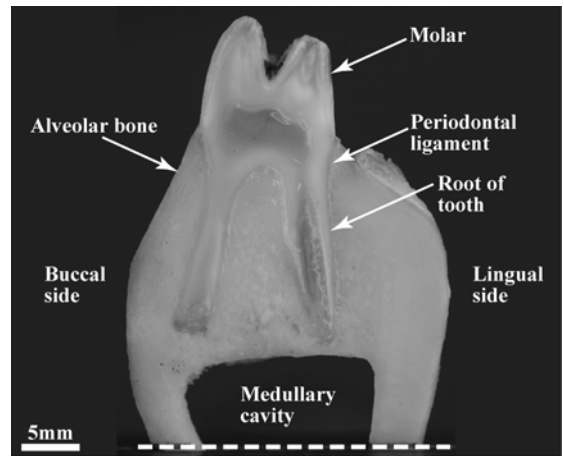


図1 歯周組織の構造図

と畜されたブタの頭蓋骨を使用した。頭蓋骨から下顎骨を分離し、低速精密切断機（BUEHLER社製 ISOMET）を用いて、歯牙（大白歯）・歯根膜・歯槽骨を有する厚さ2mmの薄片を作製した。試験片の一例を図1に示す。大白歯と歯槽骨は、歯根全域で厚さ数十～数百μmの歯根膜を介して接着されている。

2-3 実験手順

咬合機能を模擬した圧縮荷重を付与する測定は、下

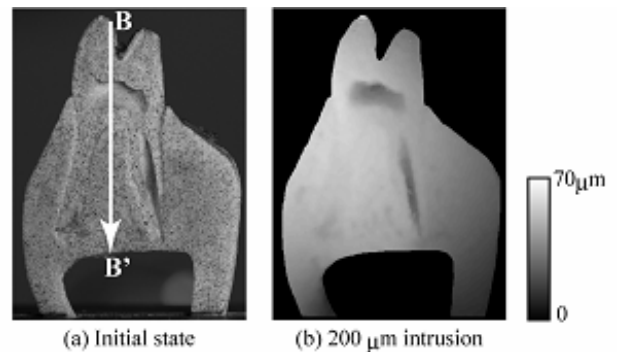


図3 乾燥した状態の歯周組織のy方向変位分布

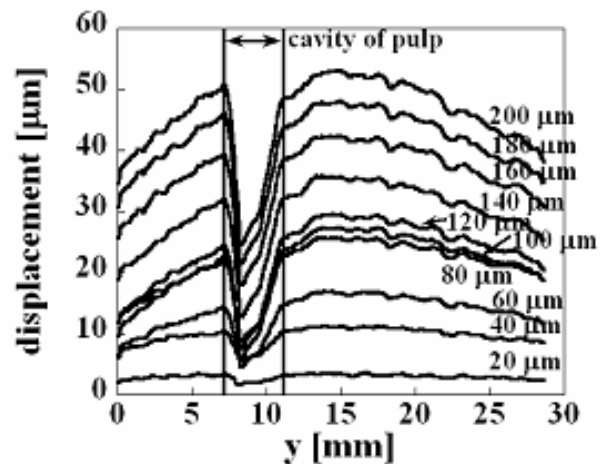


図5 乾燥した状態の歯周組織のB-B'ライン上でのy方向変位分布結果

記の手順で行った。①試験片の観測領域の水分を、デジタル画像相関法に用いる塗料スプレーが塗布できる程度に乾燥させる。②塗料スプレーにより観測領域にランダムパターンを形成させる。③髓腔周辺の顎骨をバイスにより固定し、小型卓上試験機（東京試験機社製 LSC-1）に設置する。④歯冠上端の一部に圧縮荷重を付与する。⑤CCD カメラにより変形画像を撮影する。薄片の試料に作用する実際の荷重は不明であるため、本研究では試験機による強制変位を採用した。押し込み量を 0~200 μm とし、20 μm ごとにカメラ撮影を行った。

3 実験結果

デジタル画像相関法により得られた y 方向の変位分布の一例を図 2 に示す。(a)は初期状態、(b)は 200 μm 押し込んだときの状態を表している。(b)において歯牙の形状が明確に示されており、歯牙と歯槽骨の境界、すなわち歯根膜に大きな変形が生じていることを示している。

図 3 に、同じ試験片を十分乾燥させた後に計測を行った変位分布を示す。(a)は初期状態、(b)は 200 μm 押し込んだときの状態を表している。図 2(b)と比べて、変位分布が大きく異なることがわかる。図 2 に示す生体に近い状態では、歯根膜の緩衝作用により歯槽骨がほとんど変形していないのに対し、図 3 に示す乾燥歯では、歯槽骨が大きく変形している。すなわちこれは、歯周組織の咬合機能を解析する場合、生体歯を用いることの重要性を示唆している。

図 4 は、図 2(a)中の A-A' ライン上の y 方向の変位量を A 点を原点とし表している。図中の変位量はそれぞれ 20 μm ずつ押し込んだときのものである。歯髓腔の変位量はノイズが大きく正確に測定できなかった。この図より、①咬合の初期段階では、歯根膜のみが大きく変形すること、②歯根膜の変形後、歯槽骨が変形すること、③歯牙はほとんど変形せず、剛体変位していることがわかる。また、最大 200 μm の押し込みを行っているが、歯周組織は y 方向に最大で 140 μm 程度しか変位していない。これは試験片が 2mm と薄いため面外方向に歯牙が飛び出す、試験片がたわむ、試験機の押し込みが垂直方向にのみではないなどの原因が考えられる。

図 5 は、図 3(a)の B-B' ライン上の y 方向の変位量

を B 点を原点とし表しているが、この図からも生体歯と乾燥歯の変位形態が大きく異なることが見てとれる。歯周組織が乾燥しているため歯根膜がその機能を失い、あたかも一個の剛体のように振る舞っている。そのため乾燥状態の方が生体に近い状態に比べ押し込み量に対して少ない変位量となっている。これは試料自体の剛性が高くなったために生体に近い状態での計測よりも面外方向へ傾くことや試験装置で垂直方向のみに精度良く押し込まれていないのが主な原因であると考えられる。

4 まとめ

デジタル画像相関法を用いて、咬合機能に対する歯周組織の変位分布を可視化した。そして、歯根膜が重要な役割を果たしており、咬合時の歯周組織の変形解析には生体歯を用いることが重要であることがわかった。また、試験片形状や試験片を面外方向に拘束するなどの工夫が必要であることが分かった。

5 文献

- 1)清水明彦, 鈴木明彦, 岸本裕充, 長谷川誠実, 岡濟, 日保歯誌, 38巻(2号), pp. 370-374(1995)
- 2)陳俊呈, 九州歯会誌, 52巻(1号), pp. 200-209 (1998)
- 3)大塩恭仁, 補綴誌, 44巻(2号), pp. 254-264(2000)
- 4)Sobolewski, P.A. and Wood, J., Proc. 2004 SEM X International Congress, Paper No.266, (2006)
- 5)Kishen, A. and Asundi, A., J. Biomed. Opt., 10(3), 034010, pp. 1-11 (2005)
- 6)松本俊郎, 杉村忠敬, 光学, 10巻(3号), pp. 184-189(1981)
- 7)小松浩一郎, 金指幹元, 川田次郎, 千葉元丞, 顎顔面バイオメカ, 5巻, pp. 76-78(1999)
- 8)遠藤英昭, 山野浩樹, 佐々木具文, 伊藤秀美, 安倍敏, 島内英俊, 小松正志, 実験力学, 6巻(1号), pp. 24-30(2006)

プレート式海水氷製氷機の開発

吉村 賢二^{*1} 秋山 知昭^{*2}

Development of a Plate Type Salt-Contained Ice Making Machine

Kenji Yoshimura and Tomoaki Akiyama

海水を凍結させた海水氷は、普通水に比較して氷温度が低い、海中と近い状態（浸透圧の関係）等の理由により鮮魚の鮮度保持に有効で、漁船や魚市場等に需要がある。本研究では、海水氷の製氷特性を実験的に調べるとともに、鮮魚の保存に最適な温度・濃度で、氷の貯蔵が可能なブロック状海水氷を製造可能なプレート式海水氷製氷機を開発した。また、開発したブロック状海水氷を用いて鮮魚の鮮度保持試験等を行い、海水氷の鮮度保持効果を確認した。

1 はじめに

水産物の鮮度保持方法で最も有効とされている漁獲時点（船上・海上）での鮮度保持には、これまで海水に真水氷を投入する冷却や、海水を凍結させた海水氷による冷却が行われている¹⁾。また、魚市場等でも鮮魚の鮮度保持に多くの真水氷を使用している。

海水氷は、普通水に比較して氷温度が低い、海中と近い状態（浸透圧の関係）等の理由により鮮魚の鮮度保持に有効である。近年、海水を凍結させてシャーベット状海水氷を製造する海水製氷機が開発され、使用されている。シャーベット状海水氷は、氷が柔らかく鮮魚を傷めないという利点がある。しかし、シャーベット状海水氷は、氷が薄く融けやすく、融けた氷同士が固まりやすいため、氷の貯蔵ができない、氷温度が-10以下と低すぎて鮮魚を傷めてしまう、等の問題がある。よって、鮮魚の保存に最適な氷温度・濃度で、取り扱い易い大きさで、貯蔵可能なブロック状海水氷を連続製氷可能な海水氷製氷機が必要とされている。

本研究では、海水氷の製氷特性を実験的に調べるとともに、鮮魚の保存に最適な温度（約-2.0℃）で²⁾、氷の取り扱いがし易い大きさ（30～50mm角）で、氷の貯蔵が可能なブロック状海水氷を製造可能なプレート式海水氷製氷機を開発した。また、開発したブロック状海水氷を用いて鮮魚の鮮度保持試験等を行い、海水氷の鮮度保持効果を実証した。

2 研究, 実験方法

2-1 海水氷製氷特性に関する実験

海水氷製氷機的设计指針を得るために、以下の実験を行った。

2-1-1 塩水の凝固に関する熱物性値の測定

DSC装置(Differential Scanning Calorimeter)を用いて、塩水の凝固点(融点)および潜熱に対する水中塩分濃度の影響を調べた。真水と水中塩分濃度1.0～3.8wt%について凝固点(融点)および潜熱の測定を行った。

2-1-2 水中塩分濃度に対する製氷速度の影響

図1に水中塩分濃度に対する製氷速度の影響を調べるための製氷実験装置を示す。本装置は主に、製氷実験用伝熱装置、低温恒温槽から構成される。製氷実験用伝熱装置は内寸法が、横80mm、高さ80mm、奥行き30mmであり、底部に設けられた溝の中を低温恒温槽から

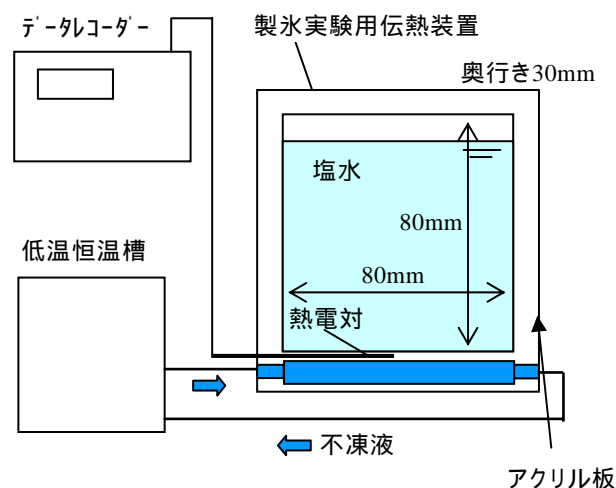


図1 製氷実験装置

*1 機械電子研究所

*2 アイスマン(株)

低温度の不凍液（エタノール）が循環し、塩水を下方から冷却する構造となっている。製氷実験用伝熱装置の底部の製氷面はステンレス製であり、側面の観察部は透明なアクリル製である。

凝固実験に際しては、水中塩分濃度3.3wt%に濃度調整された塩水を製氷実験用伝熱装置内に注入後、所定の濃度に設定された低温恒温槽内の不凍液（エタノール）を製氷実験用伝熱装置底部の溝に流すことにより凝固を開始した。冷却温度は製氷実験用伝熱装置底部に外径1.0mmのT型シース熱電対を挿入して測定した。

凝固実験条件は、冷却温度-6～-45℃、氷厚さ10～30mmである。また、塩水初期温度は15℃で一定である。

2-2 プレート式海水氷製氷機の開発

海水氷製氷特性に関する実験結果を基に、プレート式製氷板を使用した海水氷製氷機を試作した。

2-3 海水氷を用いた生鮮食品鮮度保持実験

海水氷による鮮度保持効果を検証するために、鮮魚の保存実験を行った。試料としてアジを使用した。海水氷（水中塩分濃度 0.4, 0.8wt%）およびそれと同じ形状の真水氷をアジと共に発泡スチロール製断熱容器に充填し、密封した。発泡スチロール容器は雰囲気温度 5℃に設定された恒温室内に設置して、4日間実験を行った。鮮度保持実験は以下の2つについて行った。

- (1)アジの外観の変化について、1日毎の外観の変化を4日間に渡って記録した。
- (2)魚肉鮮度の変化は、Diffchamb社製 Transia Fresh Tester を用いて、鮮度指標である K 値を測定した。

3 結果と考察

3-1 海水氷製氷特性に関する実験

3-1-1 塩水の凝固に関する熱物性値の測定

図2に水中塩分濃度に対する融点（凝固点）の測定結果を示す。真水の融点（凝固点）は0℃であり、水中塩分濃度が増加するに従い融点（凝固点）は低下する。塩分濃度3.3wt%の測定値-5.03℃は実際の海水を測定した結果である。本実験結果より、水中塩分濃度による適切な冷却温度の設計指針や氷温度の予測の指針が得られた。

図3に水中塩分濃度に対する潜熱の測定結果を示す。真水氷の潜熱は333kJ/kgであり、水中塩分濃度が増加するに従い潜熱は低下する。本実験結果より、水中塩分濃度による製氷量が予測でき、製氷機の製氷面積や

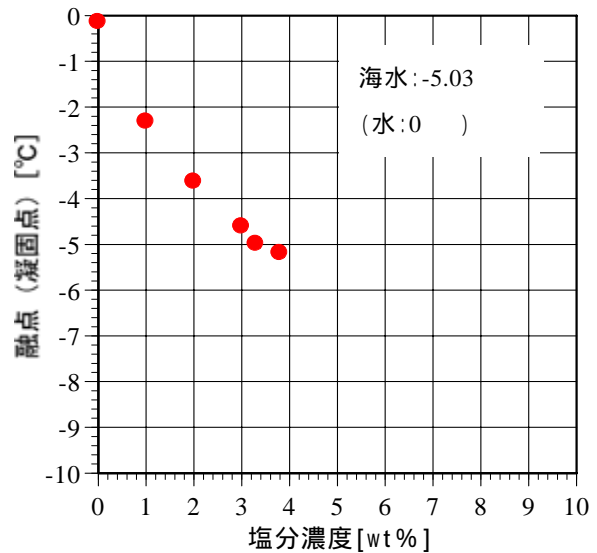


図2 塩分濃度に対する融点（凝固点）の変化

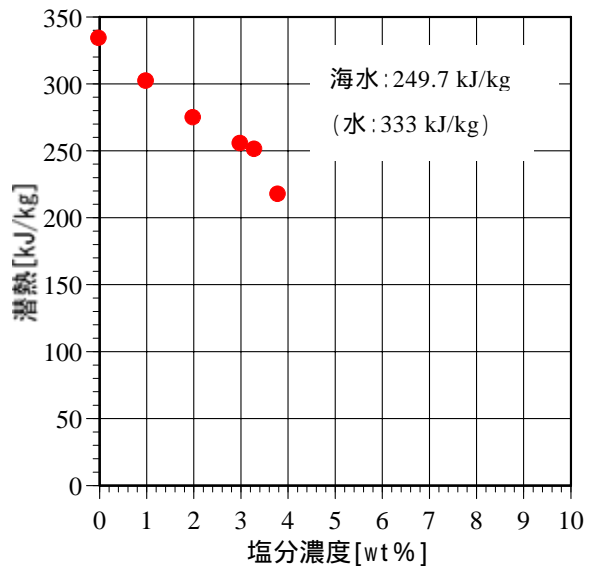


図3 塩分濃度に対する潜熱の変化

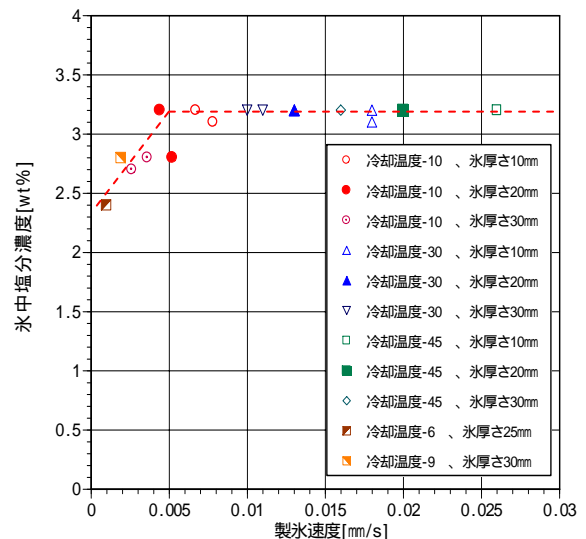


図4 水中塩分濃度に対する製氷速度の影響

冷凍機容量の設計指針が得られた。

3-1-2 水中塩分濃度に対する製氷速度の影響

図4に水中塩分濃度に対する製氷速度の影響に関する実験結果を示す。製氷速度0～0.005mm/sの範囲では、製氷速度の増加に比例して水中塩分濃度は増加する。一方、製氷速度0.005mm/s以上の範囲では水中塩分濃度は一定であり、水中塩分が全て氷中に取り込まれることが分かった。本実験結果より、製氷速度による水中塩分濃度が予測でき、製氷板冷却温度や氷厚さの設計指針が得られた。

3-2 プレート式海水氷製氷機の開発

図5に試作したプレート式海水氷製氷機を、図6に製氷板および製氷状況を示す。海水氷の製造能力は10トン/日である。表1に製氷したブロック状海水氷の主な仕様を、図7にブロック状海水氷を、図8に製氷機の運転状況をp-h線図にプロットしたものを、表2に製氷機運転時の温度およびCOPを示す。

鮮魚の保存に最適な温度(-2.0)および濃度(0.8～1.0wt%)、氷の取り扱いがし易い大きさ(30～50mm角)、氷の貯蔵が可能なブロック状海水氷が製造できた。また、COP=3.59より、本製氷機は効率良く運転できおり、製氷機設計がほぼ正しいことが確認できた。



図5 プレート式海水氷製氷機



図6 製氷板および製氷状況



図7 ブロック状海水氷

表1 ブロック状海水氷の主な仕様

項目	数値
1 製氷前塩水濃度	2.0wt%
2 水中塩分濃度	0.8～1.0wt%
3 氷形状	30～50mm角
4 氷温度	-2.0

表2 製氷機運転時の温度およびCOP

項目	測定値及び計算値
凝縮温度	39.0
過冷却度	7.0
蒸発温度	-18.0
過熱度	5.7
理論冷凍サイクル 成績係数 COP	3.59

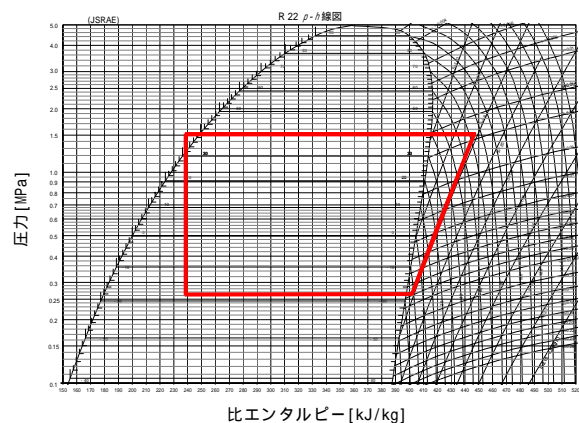


図8 製氷機運転状況

3-3 海水氷を用いた生鮮食品鮮度保持実験

図9に鮮度保持試験状況を示す。

アジの外観の変化について、海水氷で保存したアジは真水氷で保存したアジに比較して、外観劣化が少なかった。図10に保存4日目のアジ外観の写真を示す。真水氷で保存したアジは眼球が白濁し、海水氷で保存したアジは眼球は黒いことが分かる。

表3にアジ魚肉のK値（鮮度指標）の測定結果を示す。海水氷で保存したアジは真水氷で保存したアジに比較して、魚肉の腐敗が少ないことが分かった。

表3 アジのK値の測定結果

	0日	1日	2日	3日	4日
真水氷	10	15	20	30	35
海水氷（水中塩分濃度 0.4wt%）	10	10	15	25	30
海水氷（水中塩分濃度 0.8wt%）	10	10	15	20	30



図9 鮮度保持試験状況



図10 アジの外観の変化

また、アジの魚体の硬さは、真水氷で保存したアジは柔らかく、海水氷で保存したアジは海水氷濃度が高いほど硬かった。

今回の海水氷を用いた鮮度保持試験において、海水氷で保存した場合の方が真水氷で保存した場合に比較して、鮮度保持が可能であることが確認できた。これは、海水氷の方が真水氷よりも氷温度が低いことと、魚肉の体内塩分濃度が海水氷中塩分濃度と近いいため、魚肉と周囲との間で水分や塩分の移動が起きにくかったためと考えられる。

4 まとめ

本研究により、以下の知見が得られた。

- ・塩水の凝固点(融点)および潜熱に対する水中塩分濃度の影響および氷中塩分濃度に対する製氷速度の影響が分かり、海水氷製氷機設計指針が得られた。
- ・鮮魚の保存に最適な温度(-2.0)および濃度(0.8 ~ 1.0wt%)で、氷の取り扱いがし易い大きさ(30 ~ 50mm角)で、氷の貯蔵が可能なブロック状海水氷が製造できた。
- ・ブロック状海水氷を用いて鮮魚鮮度保持試験等を行い、海水氷の鮮度保持効果を確認した。
- ・本海水氷製氷機は平成17年度末にアイスマン(株)にて製品化された。既に宗像漁業協同組合および石巻魚市場に1台ずつ販売され、現在稼働中である。

5 謝辞

本研究遂行にあたり、鮮度保持試験方法に関して、生物食品研究所廣藤祐史研究員、福岡県水産海洋技術センター的場達人研究員に指導・助言を頂きました。また、製氷面腐食対策に関して、機械電子研究所古賀弘毅研究員に指導・助言を頂きました。ここに謝意を表します。

6 参考文献

- 1) 森元正則, 古川一郎: 冷凍, 第75巻(第871号), pp.27-30(2000)
- 2) 長崎県総合水産試験場, 水産加工開発指導センター: 魚介類の鮮度保持法(基礎編)(水産加工技術マニュアル), p.9(2004-3)

氷結晶成長時の気泡及び気柱取り込みに対する圧力の影響

吉村 賢二^{*1} 稲田 孝明^{*2} 小山 繁^{*3}

Growth of Gas Bubbles and Columns at Ice-Water Interface at High Pressure

Kenji Yoshimura, Takaaki Inada and Shigeru Koyama

液体が凝固する際、液中に溶存している気体が析出され、その気体が凝固層に取り込まれる現象や凝固層から掃き出される現象が起きる。これらの現象は、透明真水氷及びオゾン等気体含有氷の製造、金属の凝固過程における気泡の残存による材料欠陥等に関連する重要な現象である。本研究では、酸素を飽和状態まで溶存した水の凝固過程における、氷結晶成長時の酸素気泡取り込みに及ぼす圧力の影響を実験的に調べた。その結果、圧力の増加に伴って気柱の間隔が小さくなること及び気柱の直径が小さくなることが分かった。

1 はじめに

液体が凝固する際、液中に溶存している気体が析出し、その気体が凝固層に取り込まれる現象や凝固層から掃き出される現象が起きる。これらの現象は、透明真水氷及びオゾン等気体含有氷の製造¹⁾、金属の凝固過程における気泡の残存による材料欠陥等に関連する重要な現象である。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が行われている²⁻⁴⁾。また、液中に微粒子を含む系の凝固に伴う粒子の掃き出し・捕捉現象に関する理論的・実験的な研究が行われている⁵⁻⁶⁾。しかし、氷結晶成長時の気泡及び気柱取り込みに対する圧力の影響に関してはまだ十分に研究されていない^{4,7,8)}。

本研究では、酸素を飽和状態まで溶存させた水の凝固過程における、氷結晶成長時の酸素気泡取り込みに及ぼす圧力の影響を実験的に調べた。

2 研究, 実験方法

図1に水中気体形状に及ぼす酸素溶解水圧力の影響を調べるための実験装置を示す。本装置は主に、製氷実験用伝熱装置(1)、低温恒温槽(3)、加圧用酸素ポンプ(5)、マイクروسコープ(6)から構成される。実験用水槽は内寸法が、横 $70 \times 10^{-3} \text{m}$ 、高さ $80 \times 10^{-3} \text{m}$ 、奥行き $30 \times 10^{-3} \text{m}$ であり、底部に設けられた溝の中を低温恒温槽から低温のエタノールが循環し、酸素溶解水を下方から冷却する構造になっている。実験用水槽の底部の製氷面はステンレス製であり、側面の観察

部は透明なアクリル製である。

実験に用いた酸素溶解水の製造は、内径 $165 \times 10^{-3} \text{m}$ 、高さ $670 \times 10^{-3} \text{m}$ の硝子製容器内に入れた蒸留水(13kg)中に酸素ガスを圧力0.4MPa、流量 $2.0 \times 10^{-3} \text{m}^3/\text{min}$ で酸素ガス溶解用散気管内を通して1h放出して溶解させることで製造した。酸素ガス溶解用散気管は、粒子径約 $200 \times 10^{-6} \text{mm}$ 、外径 $21.8 \times 10^{-3} \text{m}$ 、内径 $7.5 \times 10^{-3} \text{m}$ 、長さ $108 \times 10^{-3} \text{m}$ の酸化アルミニウム製多孔質管である。

凝固実験に際しては、製造した酸素溶解水 $150 \times 10^{-6} \text{m}^3$ を製氷実験用伝熱装置(1)に注入した後、酸素ポンプの2次圧を所定の圧力に調整し、約20h放置することにより十分飽和状態と見なした。その後、所定の温度に設定された低温恒温槽(3)内のエタノールを実験用水槽底部の溝に流すことにより凝固を開始した。凝固中は水中気体形状をマイクروسコープ(6)により観察した。また、製氷面温度 T_w を外径1.0mmのT型シース

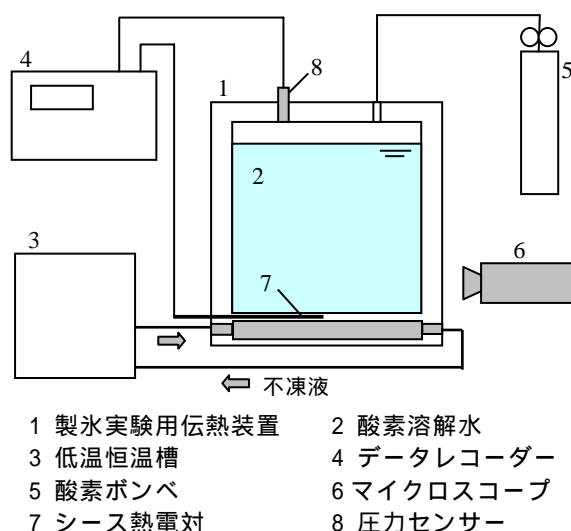


図1 実験装置

*1 機械電子研究所

*2 産業技術総合研究所

*3 九州大学

に設定された低温恒温水槽(3)内のエタノールを実験用水槽底部の溝に流すことにより凝固を開始した。凝固中は水中気体形状をマイクロSCOPE(6)により観察した。また、製氷面温度 T_w を外径1.0mmのT型シース熱電対(7)で測定し、実験用水槽内の酸素溶解水圧力 p をひずみゲージ式圧力変換器(8)により測定した。気泡直径及び気柱直径 d はマイクロSCOPE観察画像から計測した。また、画像中の気柱本数、マイクロSCOPE被写界深度 $700 \times 10^{-6}m$ 、画像の観察範囲の長さと同幅から気柱間隔 w を算出し、気柱直径 d と算出した w から水中の気体の体積率を算出した。

実験条件を表1に示す。酸素溶解水圧力は $p=0.1$ (大気圧)~1.1MPa、製氷面温度は $T_w=-22 \sim -40$ 、また、酸素溶解水初期温度は約10である。

表1 実験条件

No.	酸素溶解水圧力 p [MPa]	製氷面温度 T_w []
1	0.1	-22
2	0.2	-22
3	0.6	-22
4	1.1	-22
5	0.2	-33
6	0.2	-40

3 結果と考察

図2に氷厚さ L と各氷厚さにおける凍結速度 v の関係を示す。氷厚さ L が増加するに従い、凍結速度 v が減少する。これは、氷厚さが増加するに従い、氷の熱抵抗が大きくなるためである。冷却面温度 T_w が低いほど同じ氷厚さ L でも凍結速度 v が大きい。氷厚さ L と凍結速度 v の間に酸素溶解水圧力 p の影響はほとんどない。

図3に本実験で観察された特徴的な水中気体形状のパターンを示す。(a)気泡、(b)気泡および気柱、(c)気柱、(d)分岐気柱の4種類が観察された。なお、凍結速度 v が小さくなると透明氷が観察されるはずであるが⁴⁾、今回の実験条件である $5 \times 10^{-6}m/s$ 以上の凍結速度 v においては観察されなかった。

図4に水中の気体の体積率に対する酸素溶解水圧力 p の影響を凍結速度 v をパラメータとして整理したグラフを示す。製氷面温度 T_w は-22で一定である。本実験範囲では気体の体積率は酸素溶解水圧力 p の

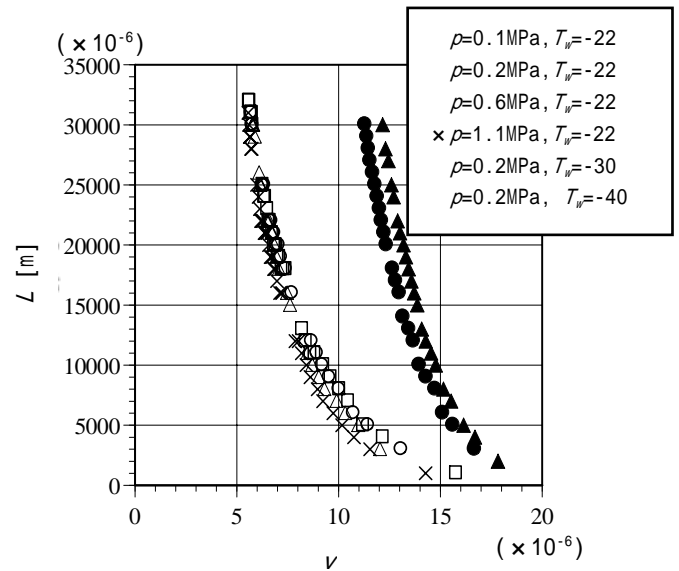


図2 氷厚さ L と凍結速度 v の関

影響はほとんどない。

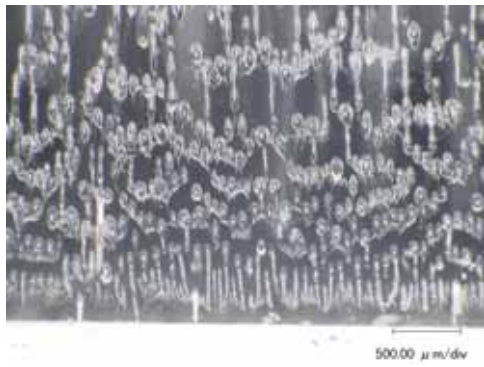
図5に水中の気体の体積率に対する凍結速度 v の影響を酸素溶解水圧力 p をパラメータとして整理したグラフを示す。図5は図4の実験データについて横軸を凍結速度 v で整理したグラフである。本実験範囲では気体の体積率は凍結速度 v の影響はほとんどない。

図6に気柱直径 d に対する酸素溶解水圧力 p の影響を凍結速度 v をパラメータとして整理したグラフを示す。製氷面温度 T_w は-22で一定である。酸素溶解水圧力 p が大きいほど気柱直径が小さくなる。

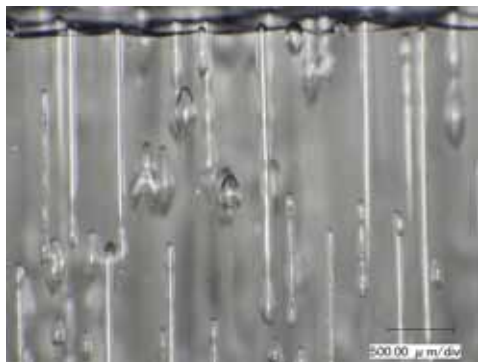
図7に気柱直径 d に対する凍結速度 v の影響を酸素溶解水圧力 p をパラメータとして整理したグラフを示す。図7は図6の実験データについて横軸を凍結速度 v で整理したグラフである。凍結速度 v が大きいほど気柱直径が小さくなる。

図8に気柱直径 d 、楕円状気泡の長軸方向及び短軸方向の直径に対する凍結速度 v の影響を示す。酸素溶解水圧力 p は0.1MPa、製氷面温度 T_w は-22で一定である。凍結速度 v が大きいほど、楕円状気泡の長軸方向及び短軸方向の直径は小さくなる。また、直径の大きさは、楕円状気泡の長軸方向、楕円状気泡の短軸方向、気柱の順に大きい。

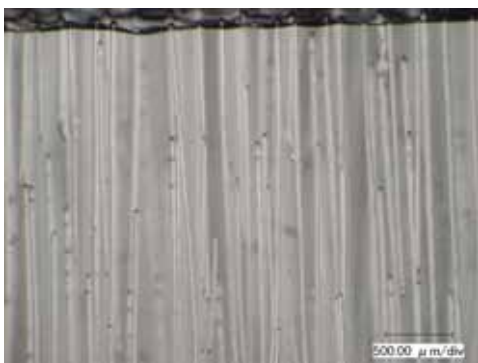
図9に気柱間隔 w に対する酸素溶解水圧力 p の影響を凍結速度 v をパラメータとして整理したグラフを示す。製氷面温度 T_w は-22で一定である。酸素溶解水圧力 p が大きいほど気柱間隔 w が小さくなる。これは、図4より気体の体積率は酸素溶解水圧



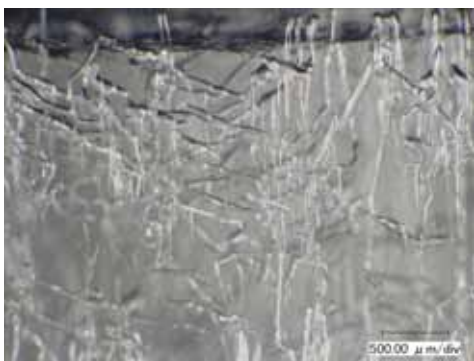
(a) 気泡



(b) 気泡および気柱



(c) 気柱



(d) 分岐気柱

図3 氷中の気泡および気柱の形状

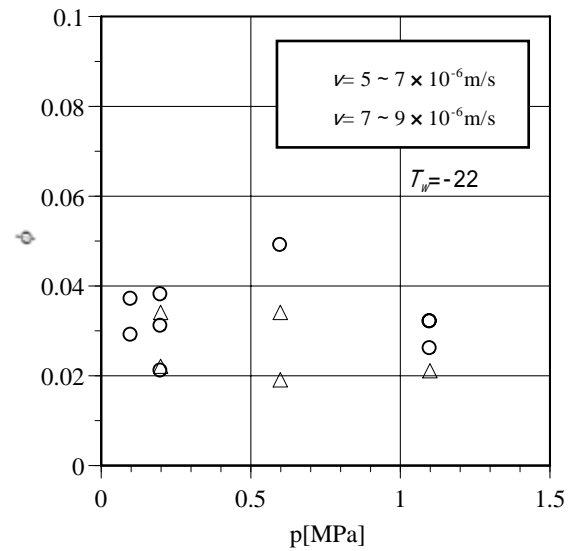


図4 気体の体積率 に対する酸素溶解水圧力 p の影響

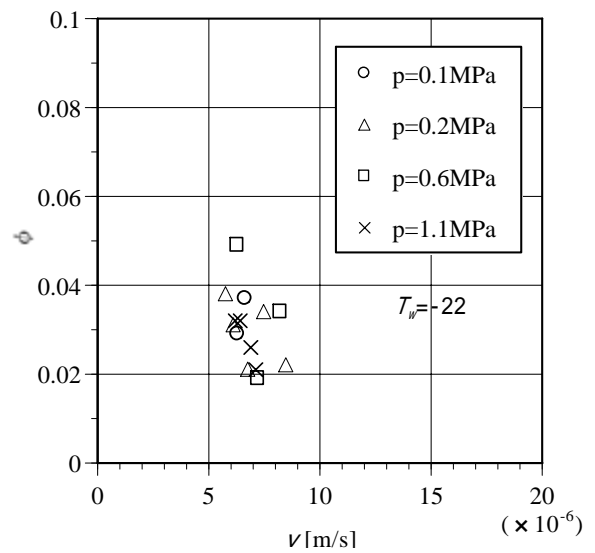


図5 気体の体積率 に対する凍結速度 v の影響

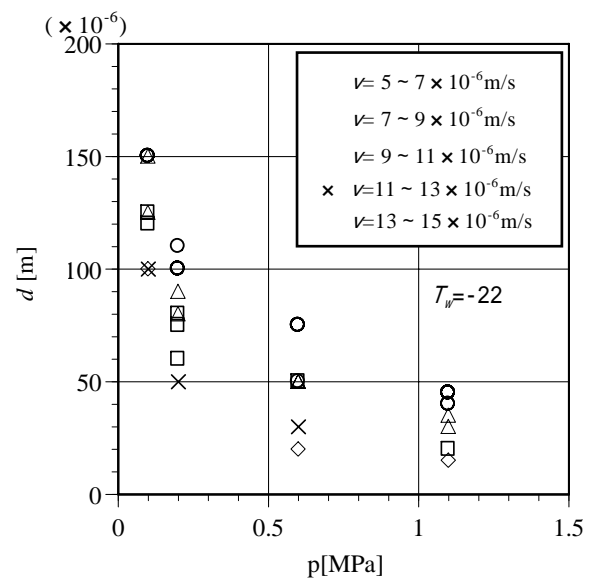


図6 気柱直径 d に対する酸素溶解水圧力 p の影響

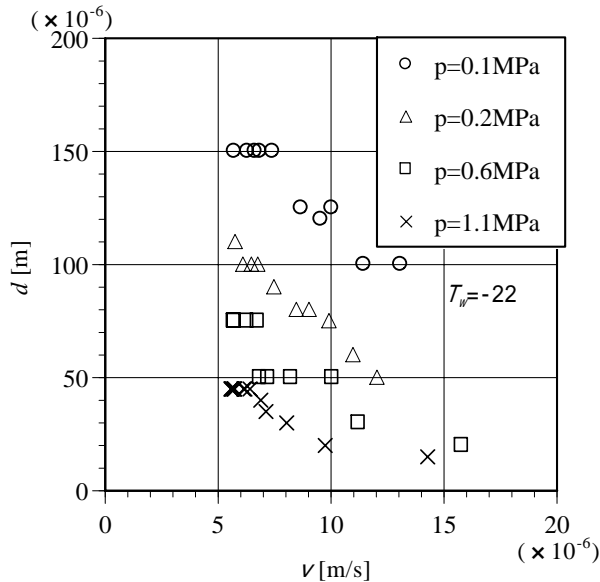


図7 気柱直径 d に対する凍結速度 v の影響

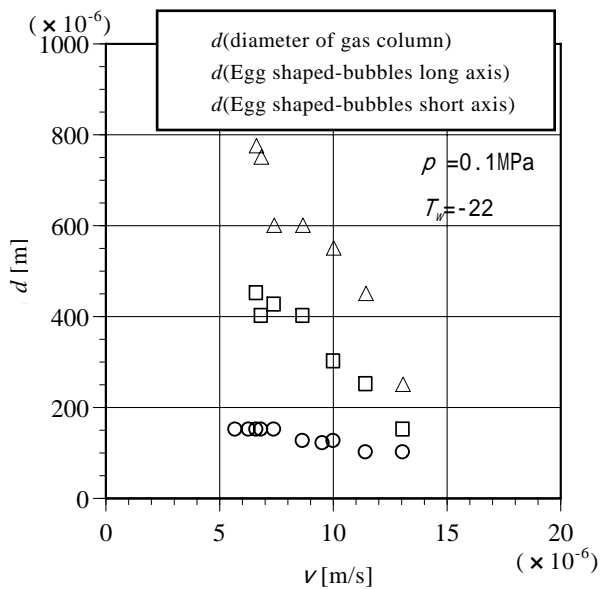


図8 気柱直径 d , 楕円状気泡の長軸方向及び短軸方向の直径に対する凍結速度 v の影響

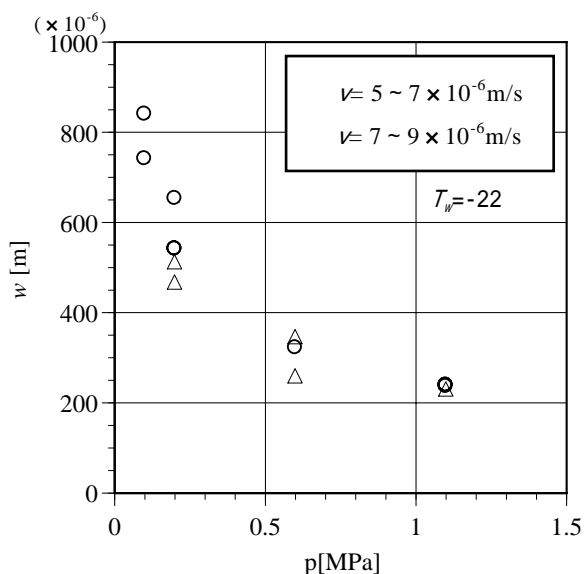


図9 気柱間隔 w に対する酸素溶解水圧力 p の影響

p の影響はほとんどないこと, 図6より酸素溶解水圧力 p が大きいほど気柱直径が小さくなることより, 酸素溶解水圧力 p が大きいほど気柱本数が増加するため, 気柱間隔 w が小さくなることによる。また, 凍結速度 v が大きいほど気柱間隔 w が小さくなる傾向が若干見られた。

4 まとめ

本研究により, 以下の知見が得られた。

- ・酸素溶解水圧力 p が高いほど気泡状から気柱状に変化する凍結速度 v が大きくなる。酸素溶解水圧力 p が高く, 凍結速度 v が小さい条件では, 気柱が複雑に分岐する現象が観察された。
- ・本実験範囲では気体の体積率は酸素溶解水圧力 p の影響はほとんどない。
- ・酸素溶解水圧力 p が大きいほど, 気柱直径 d 及び気柱間隔 w が小さくなる。

5 参考文献

- 1) 吉村賢二, 秋山知昭, 廣藤祐史, 小山繁: 日本冷凍空調学会論文集, 24巻(1号), pp.35-42(2007)
- 2) 前野紀一: 低温科学物理編, A24, p.91, 北大低温科学研究所(1966)
- 3) 青木和夫, 赤堀匡俊, 星野督亮: 第42回日本伝熱シンポジウム講演論文集, pp.271-272(2005)
- 4) S.A.Bari and J.J.Hallet: J.Glaciol., Vol.13, No.69, pp.489-519 (1974)
- 5) 青木和夫: 日本機械学会講演論文集, pp.499(2001)
- 6) R.Asthana and S.N.Tewari: Journal of Materials science, 28, pp.5414-5425(1993)
- 7) K.Murakami and H.Nakajima: Mater.Trans., Vol. 43, No.10, pp.2582-2588 (2002)
- 8) S.Yamamura, H.Shiota, K.Murakami and H.Nakajima: Mater. Sci. Eng. A, 318, pp.137-143 (2001)

ロボット遠隔制御のための高速無線通信及び操作支援技術の開発

- 操作支援技術の開発 -

林 宏充^{*1}

Development of Both High-Speed Wireless Communication Technology and Operation Support Technology for Robot Remoteness Control

- Development of Operation Support Technology -

Hiromitsu Hayashi

現在ロボットは産業・国・県共に重点育成分野として、大きな市場が期待される分野である。また、ロボットの動作の部分的な自律化は進歩しているが、完全自律化はまだ難しい状況となっている。そのために人間による遠隔操作支援技術は非常に重要である。その遠隔操作に用いられるコントローラの性能として、熟練を要しない直感的な操作系、小型軽量、高速化への対応等が必要となってきた。そこで本研究では、小型軽量の光ファイバセンサ(FBG)に着目し、それを用いて操作に熟練を必要としないマスタームタイプのロボット操作装置の開発を行った。結果、一本のファイバセンサで手首の曲げ、肘の曲げ、手首の回旋の3点を同時に測定し取り回しが容易で小型軽量のロボット操作装置を開発した。本装置の取り付け部分の総重量は52gに抑え非常に軽量となった。

1 はじめに

ロボット関連分野は将来のリーディング産業として期待されており、今後ロボット産業を発展させていくためには遠隔操作技術の高度化が重要な課題である。現状、ロボットの遠隔操作は、人間が操作アーム等を操縦し人間の動作をロボットへ伝達している。この場合、操作者には熟練が必要とされる上、操縦する装置重量負担などによって操作者に多大な負担がかかっている。県内企業の遠隔操作装置の現状を図1に示す。このように非常に重厚な装置で腕単体あたりの装置重量は5kg程度あり操作に負担がかかるものとなっている。本研究の目的は人間に直接装着し動作計測を行い直感的な操作系によるロボットの遠隔操作が可能で、操作負担を低減するため小型・軽量のセンサを用いたロボット操作装置を開発することである。

2 測定原理

FBGセンサ^{1,2)}の動作原理を図2に示す。FBGセンサとは光ファイバに屈折率周期構造を作りFBGの透過波長がその周期に依存することを利用したセンサである。屈折率周期構造に応力等がかかり歪みが生じるとセンサの歪みに応じて特定の波長の光が減衰する。

図2のように広帯域光源をFBGに入射すると屈折率周

期に応じた帯域の光が減衰する。この時ファイバに応力がかかり歪みが生じると屈折率周期が変化するので、その減衰波長を読み取ることによって歪みを測定できその結果FBGにかかっている応力を測定することができる。ファイバグレーティングセンサの屈折率周期の大きさが $1\mu\text{m}$ 以下のものをFBGと言い反射波長や透過減衰波長が屈折率周期に依存する性質を持つ。

本研究では小型軽量化や配線が煩雑にならない等の利点のためにFBGを用いた腕の動作の多点計測を行っ



図1 遠隔操作装置の現状

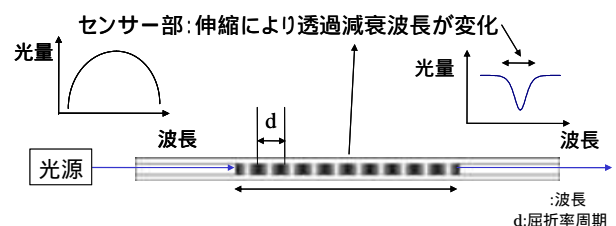


図2 FBGによる応力測定の原理図

*1 機械電子研究

た。図3にFBGを用いた応力の多点計測方法の原理図を示す。広帯域光源から幾つかのFBGを通して透過した光を光スペクトルアナライザ等によって波長-光出力のデータを測定すると図のような幾つかの減衰のピークを持った波形が示される。この時、各波形のピークに対応したFBGが応力によって歪むことでFBGの屈折率周期が変わるために各波長のピークがシフトする。その波長のシフト量を測定することによって各FBGにかかっている応力を測定することができるためFBGを用いて応力の多点計測が可能となる。今回は一本の光ファイバを通して3つのFBGを用い肘の曲げ、手首の曲げ、手首の回旋の動作データの測定を行った。

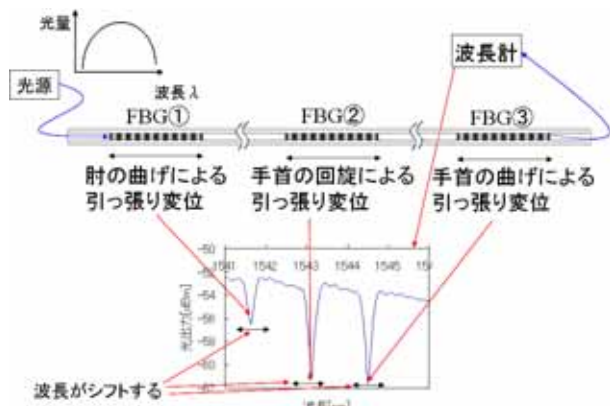


図3 FBGによる応力多点計測の原理図

3 実験装置および実験方法

3-1 FBGを用いた腕の各関節の角度測定

開発したロボット操作装置の写真を図4に示す。非常に軽量で腕単体あたりの装置重量は52gに抑えることができ、操作負荷を大幅に低減できる装置となった。

広帯域光を一本のファイバ上で腕の曲げ、手首の曲げ、手首の回旋に対応したFBGを透過させて光スペクトルアナライザで測定することによって各関節の動作を測定した。

3-2 FBGを用いたロボット操作装置の開発

図5に開発したロボット操作装置の計測ソフトウェアの画面を示す。光スペクトルアナライザで光の減衰量の波長データを測定しただけではロボットを直接操作するデータとしては用いることが出来ない。そのために光スペクトルアナライザの波長データをパソコンで読み取り演算を行ってロボットを操作するためのデータを算出するソフトウェアを作製した。

まず、光スペクトルアナライザから取り込んだ波長データから波長のピークを抽出するために、波長-光

出力のグラフにおいて傾きが0に近い点を計算して抽出した。その結果をもとにそれぞれの動作角度を算出するために、その抽出したピーク波長の一次式に任意の演算パラメータを与え各関節の角度を算出した。

その角度データを用いて腕の動作状態を3次元で表示することができたので、このデータを直接ロボットに与えることによってロボットの操作が可能となることが示された。



図4 手首の曲げ角、回旋角、肘の曲げ角の測定装置

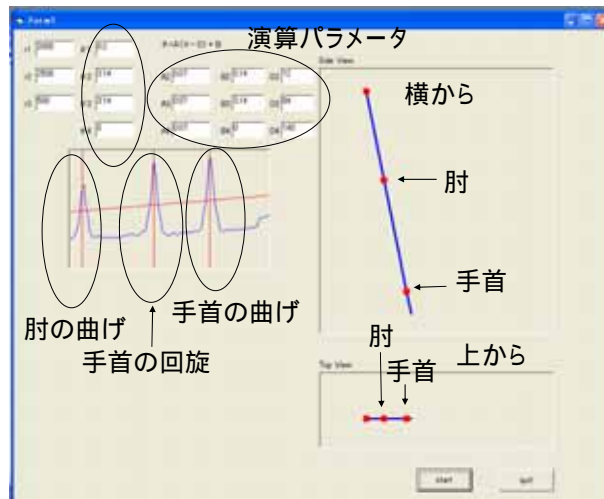


図5 ロボット操作装置の計測ソフトウェア画面

4 測定結果および考察

4-1 FBGを用いた腕の各関節の角度測定に対する考察

測定結果を図6に示す。(a)は肘を伸ばし、手首を反らしている状態で、且つ手首の回旋については手を出している時に手のひらが上に向いている状態であり、これが初期値となっている。(b)は肘を曲げた時の測定データで、肘の曲げによって最も波長の短い範囲の減衰波長のピークが曲げの大きさによってシフトしているのが読み取れる。この波長を読み取ることによって肘の曲げ角度が測定できることが分かる。同様に(c)は手首の回旋、(d)は手首の曲げを示し、波長

データから腕の動作測定が可能であることが分かる。光スペクトルアナライザの測定波長レンジと分解能の関係からFBGを用いた多点計測においては、測定帯域を有効に使うことによって、精度が良くなり測定時間が短くなる。FBGにかかる応力を調節して曲げや回旋の最大稼動範囲に対して波長のシフト量が2nmに収まるようにして、無負荷時のFBGの減衰波長のピッチも2nm毎とすることによって測定時間や測定精度を改善した。

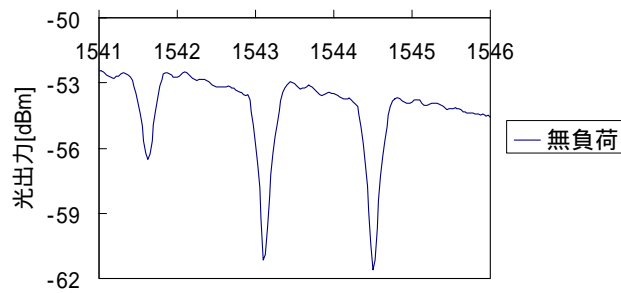
4-2 FBGを用いたロボット操作装置の開発に関する考察

各関節の角度データを波長データの一次式で演算しそのデータを元に腕の動作状態を3次元表記するソフトウェアを作った。0.5秒毎に人体状態を表記した場合に約4度の測定精度で測定が可能となり十分な処理速度と測定精度を得られた。データの転送レートに合わせて精度を決めているために、転送レートを改善することによって測定精度と処理速度が改善可能となる。このソフトウェアによって計算されたデータを直接ロボットに転送することによってロボットの操作が可能となり、直感的操作系で操作に熟練を要しないダイレクトマスターアームによるロボット操作装置を試作できた。人に取り付けた装置重量は52gに抑えることができ、非常に軽量で操作負荷を大幅に低減できる装置となった。

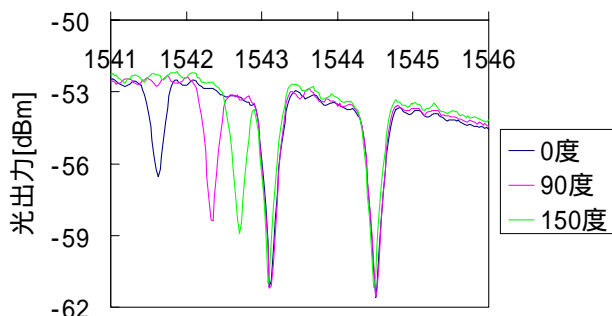
5 まとめ及び今後の予定

本研究において以下の3つの成果を得た。一本の光ファイバ上に3つのFBGセンサを用いて手首の曲げ、肘の曲げ、手首の回旋の動作測定を行い手首、肘など大きな動きから変位量の少ない手首の回旋までを十分な精度で測定することができた。その動作測定データを元に直感的操作系のロボット操作装置を試作した。波長データから腕の曲げ、手首の曲げ、手首の回旋の動作データを演算して、そのデータを元に操作者の腕の状態を3次元表示することによって実機における有意性を示した。一本のファイバ上で3点の測定を行うために取り回しが容易で小型軽量のロボット操作装置を試作した。人に取り付けた総重量は52gに抑えた。

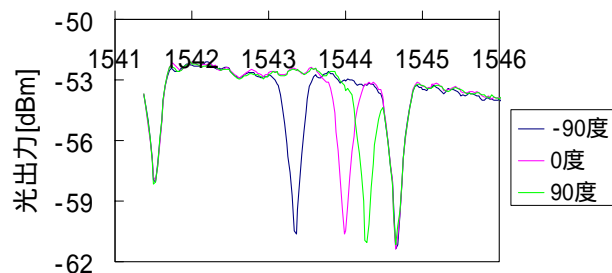
以上の結果から、本研究の目的である熟練を要しない直感的な操作系による小型軽量の遠隔操作装置を開発することができた。



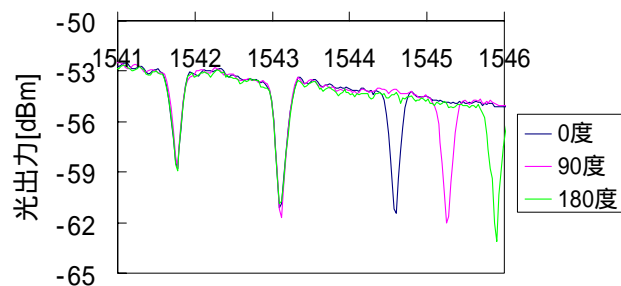
(a) 初期状態



(b) 肘の曲げ測定



(c) 手首の回旋測定



(d) 手首の曲げ測定

図6 波長-光出力測定データ

今後は、より実用性の高いロボット操作装置にするために測定点を増やす必要がある。多点測定で測定点が多くなってくると互いの測定値が干渉しあうので1つの方法としてソフトウェアの計算方法を改良して対応する。また、ロボット操作への応用実験を行い実機における評価や問題点の抽出によって装置を改良する。

6 参考文献

- 1) 福田武司 他：「フェムト秒レーザ加工による長周期ファイバグレーティング」2004年電気情報通信学会総合大会講演論文集 p.203 (2004)
- 2) 津田浩：「FBG(ファイバ・ブラッグ・グレーティング)光ファイバセンサの開発」非破壊検査，54巻2号 pp.71-75 (2005)

薬剤自動ピッキングシステムの開発

西村 圭一^{*1} 奥村 克博^{*1} 中村 行延^{*2} 大場 光太郎^{*3}

Development of Medicine Picking System

Keiichi Nishimura, Katsuhiko Okumura, Yukinobu Nakamura and Kohtaro Ohba

医薬分業の急速な進展により、全国の保険薬局では薬剤師による調剤過誤事例が相次いで報告されている。その要因の1つとして、薬剤師が取り扱う医薬品や処方せん内容の多様化が挙げられており、保険薬局ではその防止対策として様々な方法を実施しているが、薬剤師のヒューマンエラーに起因するこの深刻な問題は未だ解決されていない。本研究では調剤過誤の未然防止を図るために2005年度に試作した薬剤自動ピッキング装置と、薬局で稼働している調剤機器との連動を実現する調剤管理システムの開発および当該装置の高速化に関する検討を行った。

1 はじめに

日本医療機能評価機構の発表¹⁾によると、国立病院や大学病院等、全国約250の医療施設において発生した「ヒヤリ・ハット」事例は2005年の1年間で18万2898件であったとの調査報告がなされている。特に、「ヒヤリ・ハット」が発生した場面については、「処方・与薬」時が全体の26%に相当する4万7535件であった。これらの多くは、重篤な状態に至る以前に発見・対処されているが、全体の約1%に相当する1760件については「患者の生命に影響しうる」事例であったという調査結果が報告されている。

これらの調査報告は医療機関におけるものであるが、全国の保険薬局においても同様であり、近年全国各地で調剤過誤が深刻な社会問題として高い関心を集めている。この問題に対して各薬局では様々な防止対策²⁾を講じてはいるものの、依然として課題の解決までには至っていないのが現状である。

調剤過誤はヒューマンエラーに起因して発生する場合が多いことから、著者らは上記問題の解決を目指して2005年度に薬剤自動ピッキング装置を試作し、開発機能の有効性を確認した³⁾。しかし、当該装置は処理速度等、運用面での課題が多くシステムとしてはまだ不十分である。また、実際の調剤現場で本装置の実証試験を行うためには、薬局で現在稼働している様々な調剤機器との互換性が不可欠である。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調剤

管理システムの開発および装置の処理速度向上へ向けた検討を行い、その有効性を検証した。

2 研究方法

2-1 調剤管理システムの開発

図1に、2005年度に試作した薬剤自動ピッキング装置の全体図を示す。この装置は、医療機関発行の処方せんに記載された薬剤情報を受信すると、対象となるすべての薬剤を必要量だけピッキングし、取り出したトレーに収集するというものであり、2005年度までに通常シートのピッキングや、薬剤シートカットユニットによる端数シートのピッキング等、基本的な開発機能の有効性を確認している。



図1 薬剤自動ピッキング装置

図2は、一般の保険薬局へ薬剤自動ピッキング装置を導入した場合に薬局が行う調剤業務フローの概略図である。

*1 機械電子研究所

*2 (株) Windy

*3 (独) 産業技術総合研究所

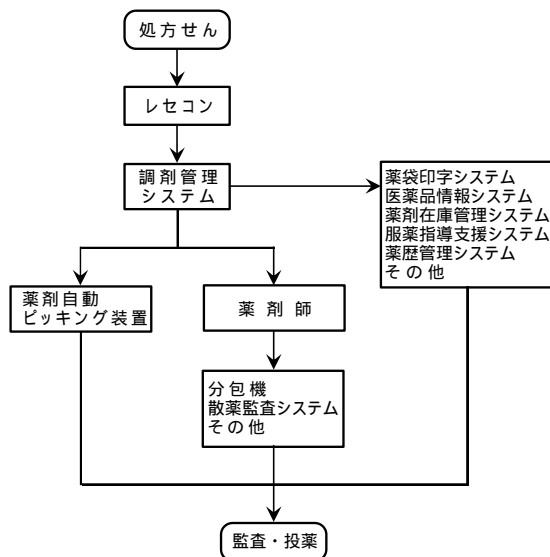


図2 薬局の調剤フロー

図2に示すように、薬局は患者から処方せんを受け取ると、その内容をレセコン(レセプトコンピュータ: 図3)と呼ばれる、領収書の作成等を行う医療会計システムに入力する。この処方せんデータを元に調剤が行われるが、薬剤自動ピッキング装置の対象薬品は薬局が取り扱う薬品の一部であるため、その判別を行ったり、薬局ですでに運用されている様々な調剤関連システムとの連動が可能な互換性の高い統括システムが必要となる。そこで、本研究では薬剤自動ピッキング装置等と連動して薬局における幅広い調剤業務支援が可能な調剤管理システム(図4)の開発を行った。

処方番号	品名	剤型	数量	単位	薬価	減量	加算	備考
1	アロシール	錠	0.5	錠	10.2			
2	アトロール錠20mg	錠	7	錠				
3	アトロール錠	錠	1	錠	10.2			
4	アトロール錠	錠	7	錠				

図3 レセプトコンピュータ画面

図4 調剤管理システム画面

調剤管理システムは処方せんデータの解析を行い、処方された薬品が薬剤自動ピッキング装置の対象薬品なのか、または薬剤師の高度な調剤技術を要する薬品なのか等を判別し、薬剤師へのピッキング指示せんを発行する。ここで、薬剤師が行う作業としては、錠剤や散剤の分包機⁴⁾を用いたこれら薬剤の1回服用毎の分割包装や、散剤の調剤および充填ミス等の防止に有用な散薬監査システムを用いた調剤薬と記録紙および処方せんとの照合による監査等があり、図2で薬剤師が扱うこれらの機器はすべてホストコンピュータと連動することで容易に調剤の正確性の確保が可能である。

薬局においては調剤業務の効率化を図るため、現在様々な部門で機械化が進んでいる。先に述べた分包機等の調剤室用の機器の他にも、図2に示すような薬袋印字システムや医薬品添付文書内容の検索等が可能な医薬品情報システム、そして医薬品の適正使用と副作用等の防止のために過去の薬物療法の記録として用いられる薬歴管理システム等がある。特に、これらの中でも薬剤在庫管理システムにおいては、薬剤自動ピッキング装置の導入により、調剤管理システムと連動した当該装置と薬剤師両者のピッキング内容の正確な管理と、入庫や出庫および発注状況の管理、そして各種帳票の作成等、正確な在庫状況のリアルタイム管理が要求される。したがって、本研究では薬剤自動ピッキング装置の導入を考慮した独自の薬剤在庫管理システム(図5)の開発を行った。

さらに、この薬剤在庫管理システムにおいては、二次元バーコードおよびハンディターミナルを活用した薬剤自動ピッキング装置への薬剤の補充ミスを防止するためのチェック機能を追加した。これにより、薬剤師のヒューマンエラーに起因する調剤ミスおよび在庫管理ミスに対する対策の強化を図った。

コード	薬品名	発動	入庫	処方	小分	自家消費	販売	現在量	単位
F7001	アロシール	10	5	85				65	錠
F7002	アトロール錠20mg	87	200	472	11			-70	錠
F7001	速投錠(10%)単剤錠「ニコニコ」	45		50				-5	錠
F7001	アトロール錠	1740	2200	8176				-4296	錠
F7002	アトロール錠	89		1134				-444	錠
F7001	アトロール錠	22	100	229				-117	錠
F7002	アトロール錠15	134		140				-6	錠
F7003	アトロール錠2.5mg	127		190				-63	錠
F7004	アトロール錠	10		10				0	錠
F7005	アトロール錠	40		20				20	mL
F7001	アトロール錠	40	200	210				30	錠
F7001	アトロール錠40mg	438	500	612				256	錠
F7002	アトロール錠150	112						112	錠
F7001	アトロール錠	110						110	錠

図5 薬剤在庫管理システム画面

2-2 システムの効率化に関する検討

2005 年度に試作した薬剤自動ピッキング装置においては、基本的な開発機能の有効性を確認しているが、現時点では対象薬品や装置の処理速度等、依然として薬局関係者の要望は多く、更なるシステムの改良が求められている。そこで、本研究では当該装置の処理性能を向上させるために、次のようなシステム効率化に関する検討を行った。まず、2005 年度までは対象薬品数の観点から横幅 40 mm 以下のシートを装置の対象としていたが、装置稼働率の向上という観点から、すべての横幅のシートを対象とし、薬棚の再構築を行った。その際、研究協力機関との連携の下で薬局数店舗が取り扱うすべての薬品のリストを作成してシートサイズ別に薬品の分類を行い、その結果および装置仕様を基に薬棚の設計を行った。図 6 は、薬剤 BOX の横幅を様々に変えながら薬棚設計を行う場合に、薬局提出の薬品リストの分類に応じて、設計する薬棚の薬剤 BOX 構成割合を決定するためのものである。図 6 の構成に基づいて薬棚を構築することで、薬剤師の負荷は軽減され調剤の効率化が図れる。また、薬剤シートのピッキング方法に関しても、吸着によって一枚ずつ行うのではなく、複数のシートを一括してピッキングする方法を考案し、簡単なモデルを用いて実験を行うことでその有効性を確認した。これらの装置改良案については今後さらに検証を進めていくため、2007 年度以降の検討項目とした。

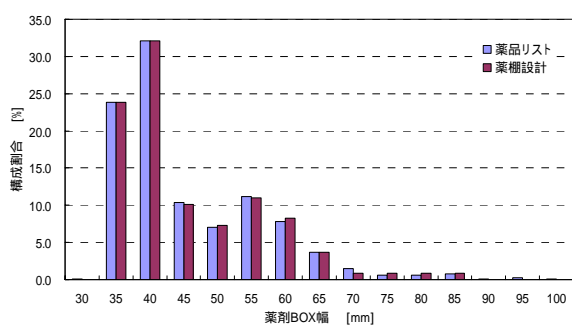


図 6 シートサイズ別収納薬品構成

3 結果と考察

開発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い、その効果を検証した。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)、薬品 D (薬棚 4) の 4 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 (束、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。サンプルとして使用した薬剤の都合上、昨年と同一の試験内容は行えなかったが、ほぼ類似した試験内容において昨年の 193 [s] という結果と比較し大きな改善が確認できた。加えて、薬棚の移動後のキャリッジ移動時においてはまだ改善の余地があり、また、今回の稼働試験には 2-2 節の装置改良案が含まれていないことから、今後の更なる高速化が期待できる。

ただし、今回の稼働試験はあくまでサンプル薬剤を用いたものであるため、より厳密な装置の性能評価および調剤業務の中でのシステム評価を行うためには、薬局環境下における実調剤データを用いた稼働試験が必要となる。この点に関しては、システムの信頼性を高めていくこととともに今後の検討項目とした。

表 1 稼働試験結果

	通常シート		端数シート 総数 [錠]	所要時間 [sec]
	束シート [枚]	一枚シート [枚]		
トレー取り出し、キャリッジ移動				5
ピッキング(薬剤A)	0	1	0	8
薬棚、キャリッジ移動				13
ピッキング(薬剤B)	1	1	0	19
キャリッジ移動				2
ピッキング(薬剤C)	1	1	0	18
キャリッジ移動				3
ピッキング(薬剤D)	0	0	1	26
キャリッジ移動、トレー投入				12
トレー搬送				5
合計	2	3	1	111

4 まとめ

本研究では、2005 年度に試作した薬剤自動ピッキング装置の薬局への導入を目的として、同装置と連動し薬局で稼働している様々な調剤機器と互換性の高い調剤管理システムの開発およびシステムの効率化に関する検討を行った。今後はピッキング時間の更なる短縮等について検討を行う予定である。

5 参考文献

- 1) 財団法人日本医療機能評価機構 医療事故防止センター：医療事故情報収集等事業 平成 17 年 年報 p.105 (2006)
- 2) 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.13, 医薬ジャーナル社(2004)
- 3) 西村, 奥村, 末廣, 中村, 大場：福岡県工業技術センター研究報告(No.16), p.99(2006)
- 4) 医療機器事典, pp.451-452,720-721, 産業調査会 (2002)

ビラリ効果を利用した車載用大電流センサの開発

- センサ性能評価と信頼性に関する研究 -

古賀 文隆^{*1} 忠津 孝^{*2} 井上 淳一^{*3} 笹田 一郎^{*4}

Development of a Large Current Sensor Based on the Villari Effect for Automotive Applications

- A Study on Performance Evaluation and Reliability of Current Sensors -

Fumitaka Koga, Takashi Tadatsu, Junichi Inoue and Ichiro Sasada

自動車を代表とする機械システムのエネルギー効率の向上は、地球温暖化等の環境問題対策にとって重要な課題である。電流センサは、機械システムのエネルギー効率の向上を実現するためのモータの制御やバッテリーの充放電の監視等に不可欠とされるセンサである。そこで、使用温度範囲の拡大や外乱磁界耐性の向上を目指してビラリ効果に基づく新しい検出原理による電流センサを開発し、その感度特性、温度特性、周波数特性の評価を行った。その結果、定電流駆動を行うことで温度安定性が向上することや、第1の共振点以下に励振周波数を設定することで良好な直線性やSN比が得られることなどがわかった。

1 はじめに

近年、地球温暖化が大きな社会問題となっており、自動車が排出する温室効果ガスがその一因となっている。そのため温室効果ガスの排出量を削減できるハイブリッド車、電気自動車や、燃料電池車等のモータを動力源とする自動車の開発が進められているが、これらの自動車には電流センサが不可欠である。しかし、現在主に用いられているホール素子型の電流センサでは、使用温度範囲や外乱磁界耐性が十分ではないという問題がある。そこで、使用温度範囲の拡大と外乱磁界耐性の向上を目的として、ビラリ効果に基づく新しい検出原理による電流センサ^{1,2)}を開発し、その感度特性、温度特性、周波数特性の評価を行ったので報告する。

2 動作原理¹⁾

センサ素子の構造を図1に示す。リング状の圧電素子の上下に同じくリング状の磁歪材料が接合された構造のコアにトロイダル状に検出コイルが巻かれている。圧電素子は半径方向を変位の方向としており、圧電素子を励振することにより、磁歪材料には円周方向に張力及び圧縮力が加わる。図2に磁歪材料のB-H曲線の模式図を示す。コアの開口部を貫通する導線に流れる被

測定電流により磁歪材料内の円周方向に発生する磁界を H_x とする。圧電素子の励振により磁歪材料に張力が加わると、図2の破線のようにB-H曲線の傾きが増加し、逆に圧縮力が加わると一点鎖線のようにB-H曲線の傾きが減少する。これにより、磁束密度 B_x は変化幅 ΔB で周期的に変化する。 ΔB は H_x に比例しており、 ΔB を検出コイルに誘起される電圧として取り出し同期整流を行うことで被測定電流を検出できる。

3 性能評価実験

同期整流にはロックインアンプを使用し、同期位相は最大の感度が得られるように調整した。感度は、 $\pm 20A$ 相当（センサ素子に巻回した10ターンのコイルに

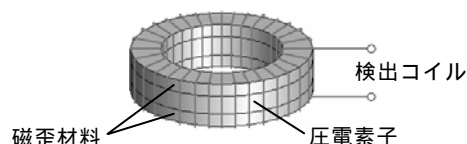


図1 センサ素子の構造

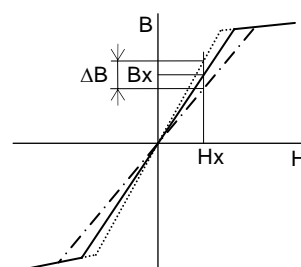


図2 磁歪材料のB-H曲線の模式図

*1 機械電子研究所

*2 (株)エルポート

*3 FDK(株)

*4 九州大学

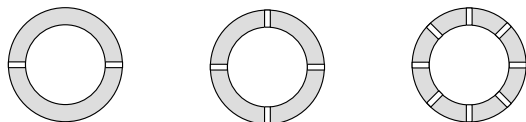
±2A)の被測定電流を流したときのセンサの最大出力電圧差を40Aで除した値として定義した。ただし、ロックインアンプを含む測定系の増幅率が1となるように感度換算を行った。図1に示した構造のままのセンサ素子では入出力特性に比較的大きなヒステリシスが観測されたため、その低減を目的として図3のように磁歪材料部に片面につき2箇所、4箇所、8箇所に幅約0.5mmのギャップを付加したセンサ素子を追加製作し、計4種類のセンサ素子に対して感度、温度特性、周波数特性の評価を行った。表1に4種類のセンサ素子の検出コイル巻き数、実験(3-3周波数特性以外)時に設定した励振周波数と、入出力特性のヒステリシスを示す。

使用した磁歪材料はFDK(株)製K17

である。共振周波数近傍で駆動すると特性が不安定になることから、励振周波数は共振周波数よりも20~30%程度低く設定した。ギャップ箇所数の多いセンサ素子ほどヒステリシスの低減効果が見られた。

3-1 感度特性

図4に感度対励振電圧特性を示す。2ギャップ素子は3個、他のセンサ素子は5個の個体差の比較を行った。ギャップなし素子(図4(a))のB#11, B#12, B#13は圧電素子と磁歪材料の接合に接着剤を用いたもの、S#11, S#12ははんだを用いたものである。はんだを用いたものの方が高感度を示す傾向が見られ、S#11とS#12の感度の差は約13%であった。接着剤を



(a) 2ギャップ (b) 4ギャップ (c) 8ギャップ
図3 ギャップを付加したセンサ素子

表1 センサ素子の種類

センサ素子	検出コイル巻数(回)	励振周波数(kHz)	ヒステリシス(%/FS)
ギャップなし	80	100	18
2ギャップ	80	70	5
4ギャップ	40	70	4
8ギャップ	40	50	2

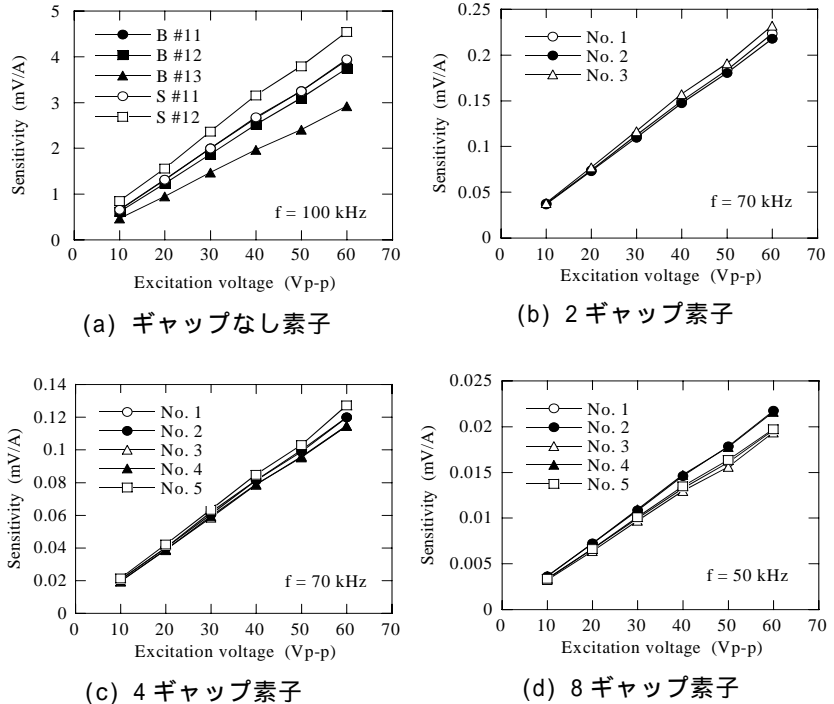
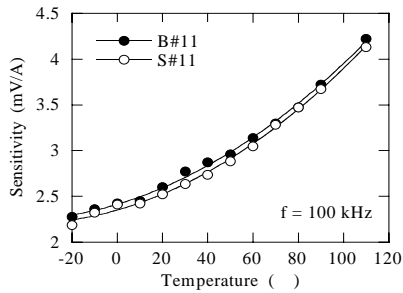


図4 感度特性

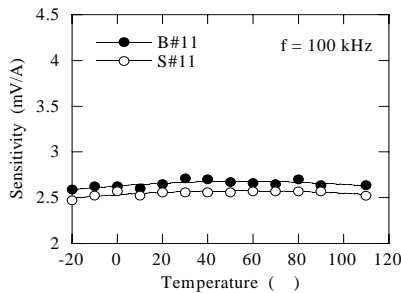
用いたものでは、B#11とB#12との感度差は小さかったが、B#13は他の2個との感度差が大きく約25%であった。ギャップを付加したセンサ素子では、ヒステリシスの低減効果が大きいものほど大きな感度の低下が見られた。個体差による感度のばらつきは、2ギャップ素子では約6%、4ギャップ素子では約10%、8ギャップ素子では約11%であった。ギャップ箇所数が多くなると作製誤差による感度のばらつきが大きくなることが懸念されたが、そのような傾向は見られず、いずれも検出回路で調整可能な範囲であると考えられる。

3-2 温度特性

図5に感度の温度特性を示す。温度特性測定時の励振条件としては、励振電圧を一定に保った場合(以下定電圧駆動という)と励振電流を一定に保った場合(以下定電流駆動という)について行った。定電圧駆動時は、ギャップなし素子と8ギャップ素子では励振電圧を40Vp-p、2ギャップ素子と4ギャップ素子では励振電圧を20Vp-pに設定し、定電流駆動時は、20において、ギャップなし素子と8ギャップ素子では励振電圧を40Vp-pとしたときの電流値、2ギャップ素子と4ギャップ素子では励振電圧を20Vp-pとしたときの電流値を保つように設定した。ただし2ギャップ素子のNo.1についてのみ定電流駆動時に図6に示す定電流回



(a) ギャップなし素子 定電圧駆動



(b) ギャップなし素子 定電流駆動

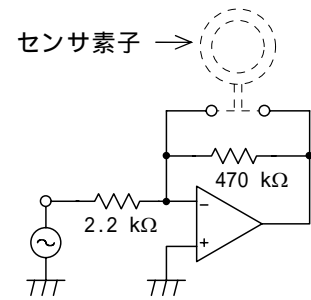
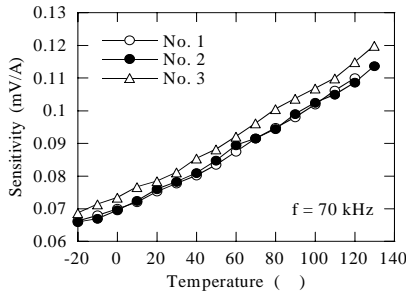
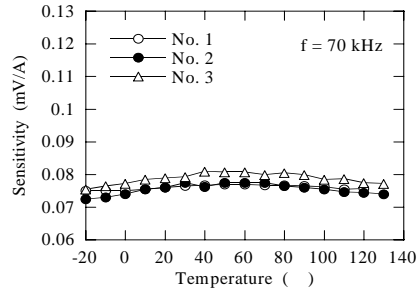


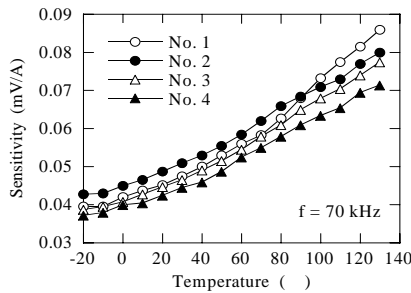
図6 定電流回路



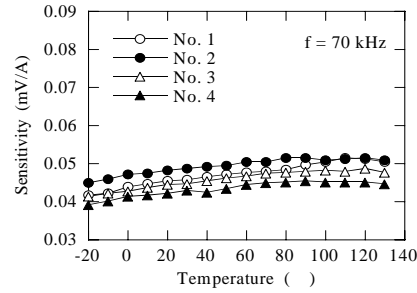
(c) 2ギャップ素子 定電圧駆動



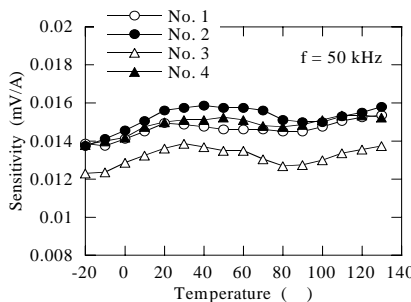
(d) 2ギャップ素子 定電流駆動



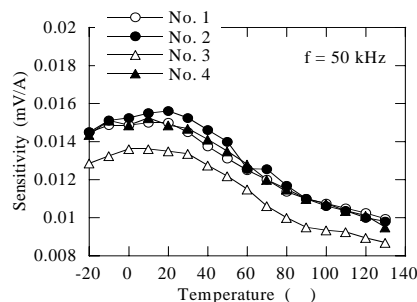
(e) 4ギャップ素子 定電圧駆動



(f) 4ギャップ素子 定電流駆動



(g) 8ギャップ素子 定電圧駆動



(h) 8ギャップ素子 定電流駆動

図5 感度の温度特性

路を使用し、他のセンサ素子については、定電流駆動時の電流の調整は手動で行った。全てのセンサ素子において、感度には図4で見られた程度の個体差はあったが、温度変化に伴う感度変動の傾向に大きな個体差は見られなかった。ギャップなし素子では、定電圧駆動時は、感度は温度と共に単調に増加しており110と-20の感度比は約1.9倍となっていた。一方定電流駆動時は、感度の変動は極めて小さく抑えられており、感度の最大値と最小値の比は1.04であった。圧電

素子と磁歪材料の接着剤による接合とはんだによる接合に差は見られなかった。2ギャップ素子では、定電圧駆動時には、感度は温度と共に単調に増加しており120と-20の感度比は平均で1.71となっていたが、定電流駆動時には、ギャップなし素子と同様感度変動は小さく抑えられており、感度の最大値と最小値の比は平均1.06であった。4ギャップ素子においても、定電圧駆動時には、感度は温度と共に単調に増加しており130と-20の感度比は平均で1.99となっていた。定電流駆動時は、定電圧駆動と比較すると感度変動は小さかったが、ギャップなし素子及び2ギャップ素子と比較すると感度変動はわずかに大きくなっており、感度の最大値と最小値の比は平均1.18であった。8ギャップ素子においては、定電圧駆動時は、感度の増減は単調ではなかったが変動自体は小さく、感度の最大値と最小値の比は平均1.13であった。逆に定電流駆動時では、感度変動が大きくなり、感度の最大値と最小値の比は平均1.47であった。ギャップの箇所数により感度の温度変動に違いが見られるのは、磁歪材料による圧電素子の振動の拘束の違いによると思われるが、ギャップ箇所数が少ない、あるいはギャップなしの場合は定電流駆動が有効であることがわかった。ギャップ箇所数が多い場合は、励振周波数の設定次第で定電圧駆動でも感度の温度変動を低減できることがわ

かった。

3-3 周波数特性

図7に8ギャップ素子の感度対励振周波数特性を示す。80kHz付近と500kHz付近に共振点があり感度が大きくなっているが、高周波化により期待される検出コイルの誘導起電力の明確な増加は見られなかった。図8に励振周波数を60kHz, 300kHz, 800kHz, 励振電圧を40Vp-pとしたときの入出力特性を示す。励振周波数が第1の共振点以下(60kHz)のときは, 良好な直線性が得られた。励振周波数が第1と第2の共振点の間(300kHz)のときは, 直線性が悪化しねじれるような入出力特性となった。励振周波数が第2の共振点以上(800kHz)のときは, 直線性は比較的良好であったがSN比が悪く, 時間と共に感度が大きく変動するなど著しく不安定であった。以上のことから, 高周波化に伴う利点は見られず, 逆に直線性や安定性は顕著に悪化することから, 励振周波数は第1の共振点以下に設定するのが適当であると考えられる。

4 まとめ

ピラリ効果に基づく新しい検出原理による電流センサ素子の感度, 温度特性, 周波数特性の評価を行った。感度のばらつきは, ギャップなしの接着剤使用素子で25%程度であったが, 他のセンサ素子においては10%程度であった。温度変化による感度変動に関しては, ギャップ箇所数が少ない, あるいはギャップなしの素子では, 定電流駆動を行うことで感度の最小値と最大値の比を1.1倍程度まで低減できることがわかった。ギャップ箇所数が多い素子では, 励振周波数の設定により定電圧駆動でも感度変動を低減できることがわかった。周波数特性に関しては, 高周波化することによる利点は見られず, 第1の共振点以下に設定すれば直線性やSN比が良好になることがわかった。

5 謝辞

本研究の遂行に御助言, 御協力頂いた近畿大学 園田敏勝教授, (株)アイシヨー電子 明石治氏, FDK (株)白石晃氏, (財)北九州産業学術推進機構 富山敏秀氏に感謝致します。

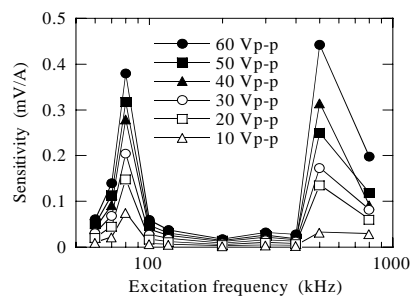
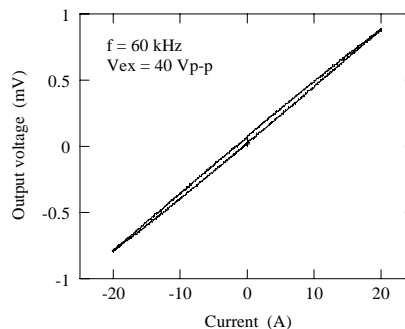
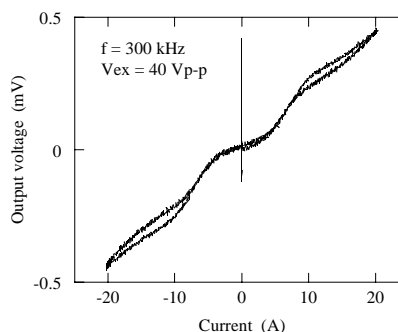


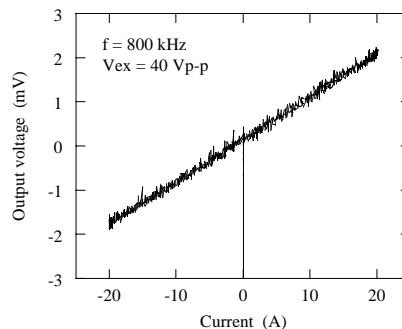
図7 8ギャップ素子における感度の周波数特性



(a) 励振周波数 60 kHz



(b) 励振周波数 300 kHz



(c) 励振周波数 800 kHz

図8 8ギャップ素子における入出力特性

6 文献

- 1) 忠津孝, 笹田一郎: 電気学会マグネティックス研究会資料, MAG-05-34(2005)
- 2) 忠津孝: 特開2006-098332(2004)

装着型上肢運動支援ロボットの研究開発

- 要介護者への負荷の計測 -

林 宏充^{*1} 津田 邦博^{*2} 宮河 秀和^{*3}

Development of Wearable Type Assist Robot for an Upper Limb Motion

- Measurement of Load to Patient -

Hiromitsu Hayashi, Kunihiro Tsuda and Hidekazu Miyagawa

現在、少子高齢化による労働力不足、要介護者の増加、医療福祉等における将来への不安等の問題解決のために、病院、福祉施設、家庭などの製造現場以外で活用する次世代ロボットの実用化が求められている。本研究では日々の生活の中で介護の負担が大きく介助される側にも自立したいとの思いの強い行動の一つである「食事」を対象に介助動作を大幅に削減するだけでなく、使用者にも満足されるロボットを提供することを目的とする。その機能の一つとして、安全面や使用感向上のために本装置を要介護者へ適用した時に生じる介護者への負担を測定する装置を試作した。光ファイバセンサ(FBG)を用いて要介護者の筋肉の伸縮および上肢運動支援アシストアームのたわみを測定することによって、要介護者にかかる負荷を100mN程度の精度で計測することができた。

1 はじめに

平成 16 年に策定された、新産業創造戦略にはロボット分野が組込まれ、福祉・医療現場への適用のためのアクションプログラムも組まれている。一方、北九州市では科学技術振興指針を策定しロボットを重点分野の一つとしている。そこで我々は財団法人北九州産業学術推進機構における新産業プロジェクト助成事業において装着型上肢運動支援ロボットの研究開発を行ってきた。開発実施体制として安川情報システム株式会社、株式会社有菌製作所、北九州工業高等専門学校には支持駆動機構部を、九州工業大学、産業医科大学には動作パターン解析・評価・実験を、株式会社エーエスエー・システムズ、九州産業大学、福岡県工業技術センター機械電子研究所では制御方法について受け持った。本研究の目的は、日々の生活の中で介護の負担が大きく介助される側にも自立したいとの思いの強い行動の一つである「食事」を対象に介助動作を大幅に削減するだけでなく、使用者にも満足されるロボットを提供することである。

本開発装置実用化のために、軽量で柔軟性が高く、装着・着脱に適した素材として期待される光ファイバを加工して作られたFBGセンサを用いて、現状のセンサでは導入が困難な要介護者の負担を測定する装置を

試作した^{1,2)}。

開発した上肢運動支援アシストアームを図 1 に示す。本装置は脊髄損傷患者などの上肢運動機能に支障がある人を対象にその運動機能をサポートする装置で特に食事を対象として作製した。食事のためにロボットアームを顔の前に近づける必要があるため使用者に圧迫感が生じる。その対策として小型軽量にして要介護者の腕の下からサポートすることによって使用者の目につき難いように考慮した。4 つのアクチュエータによって要介護者がスプーンを使って食事をすくい口に運ぶ動作が行えるようになっている。



図 1 試作した上肢運動支援ロボット

2 測定原理

FBGセンサの動作原理を図2に示す。FBGセンサとは光ファイバに屈折率周期構造を作りその透過波長がそ

*1 機械電子研究所

*2 (株)エーエスエー・システムズ

*3 安川情報システム(株)

の構造の周期に依存することを利用したセンサである。屈折率周期構造に応力等がかかり歪みが生じるとセンサの歪み量に応じて特定の波長の光が減衰する。図2のように広帯域光をFBGに入射すると屈折率周期に応じた帯域の光が減衰する。この時ファイバに歪みが生じると屈折率周期が変化するので、その減衰波長を読み取ることによって歪み量を測定できる。

また、FBGを用いると歪み量の多点計測が測定可能となる。広帯域光源から幾つかのFBGを通して透過した光を光スペクトルアナライザ等によって波長-光出力のデータを測定すると幾つかの減衰ピークを持った波形が示される。この時、各波形のピークに対応したFBGが応力によって歪むことでFBGの屈折率周期が変わるために各波長のピークがシフトする。その波長のシフト量を測定することによって各FBGにかかっている応力を測定することができるためFBGを用いて応力の多点計測が可能となる。

3 実験装置および実験方法

3-1 アームの歪みを測定した要介護者の負荷測定方法

図3のような装置構成でアームの歪み量を測定することによって、要介護者の腕にかかっている負荷を上肢運動支援アシストアームからの作用力を測定することによって測定する。上肢運動支援アシストアームに貼り付けたFBGセンサの減衰波長のピークを光スペクトルアナライザで測定することによって数 μ 程度の歪み測定が可能となるため、アームの歪みが測定可能となり、それを測ることによって要介護者への負担を計測することができる。エンコーダなどと違い装置の稼働方向以外にかかる負荷も測定できるために要介護者に無理な動作をさせた時の負荷を測るのに適していると思われる。図に示した装置構成で上肢動作支援アシストアームに任意の荷重をかけて減衰波長のピークを測定することによって本装置を評価した。また、図4に本装置の装置写真を示す。歪みゲージを用いてアームに任意の荷重をかけながらFBGによる歪み測定を行いアームにかかる負荷との相関を調べた。

3-2 要介護者の筋肉の伸縮を測定して要介護者への負荷を測定する方法

同様に図5のような装置構成で要介護者の腕の筋肉の伸縮を計り要介護者の負担を測定した。人体に任意の荷重をかけた時、要介護者とその荷重に逆らう方向

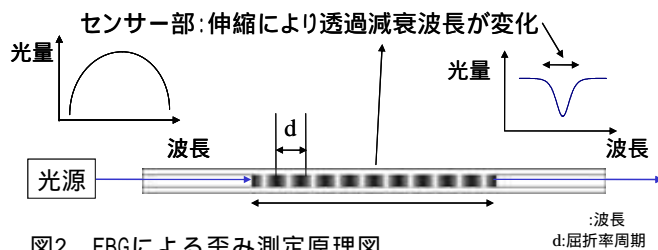


図2 FBGによる歪み測定原理図

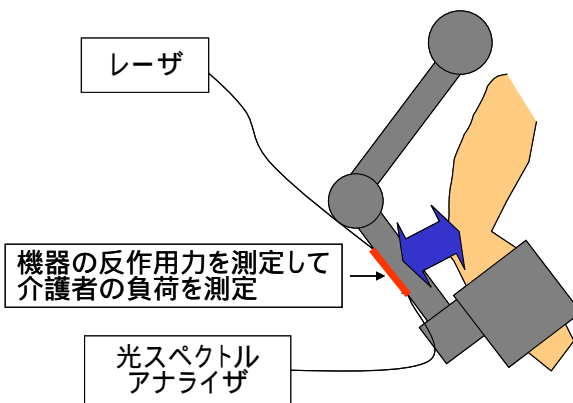


図3 アームの歪み測定による要介護者負荷の測定



図4 上肢運動支援ロボットのアームの歪みを測定することによって要介護者の負荷を測定する装置写真

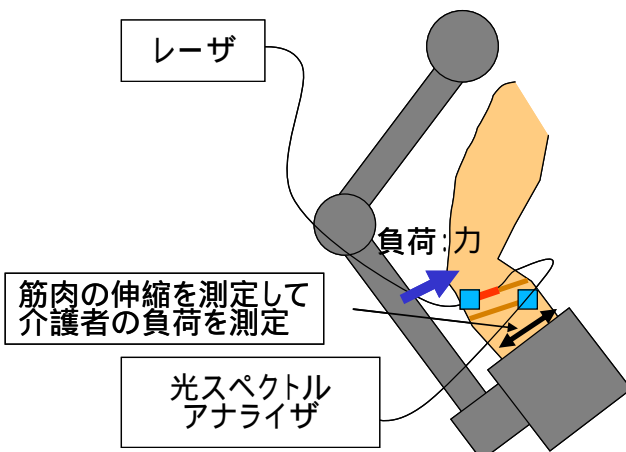


図5 筋肉の伸縮測定による要介護者負荷の測定

に力を入れた時の筋肉の伸縮を本装置で測定することによって要介護者の負担を測定できる。3-1の方法と異なり要介護者を直に測定しているためにより要介護者から生じる直接的なデータの抽出ができる。従来の筋電などの手法と違い光で測定を行っているために一本で複数点測定できるために配線の取り回しが容易となる。また、センサ部で電磁環境に影響を受けず誤動作が少ないため介護医療分野の信頼性の必要な分野に適していると思われる。図に示した装置構成で人体に任意の負荷をかけてFBGを透過した光の減衰波長を測定することによって本装置を評価した。

また、図6に本装置の装置写真を示す。歪みゲージを用いて人体に任意の荷重をかけながらFBGを用いて筋肉の伸縮を測定して腕にかかる荷重との相関を調べた。

4 測定結果および考察

4-1 アームの歪みを測定した要介護者の負荷測定方法による測定結果とその考察

図7に上肢動作支援アシストアームへの作用力-FBG減衰波長特性の測定結果を示す。横軸がアシストアームにかけた印加荷重で縦軸がFBG減衰波長である。アシストアームにかけた荷重が増えるにしたがってFBGの減衰波長がシフトしていることが読み取れる。この結果から、アームに取り付けたFBGの減衰波長を測定することによってアームにかかっている荷重が測定可能であることがわかる。そのため要介護者にかかっている荷重を測定することが可能である。荷重2Nまでの範囲で分解能は0.1N程度であり、食事を対象としたセンサとしては最大荷重および分解能は十分なものであった。

4-2 要介護者の筋肉の伸縮を測定して要介護者の負荷を測定する方法による測定結果とその考察

図8に人体に荷重をかけて筋肉を伸縮させた時のFBG減衰波長のシフト量の測定結果を示す。横軸が人体に対してかけた荷重で縦軸がFBGの減衰波長ピークのシフト量である。荷重が増加するにしたがって減衰波長のピークがシフトしていることが読み取れる。この結果より要介護者に取り付けたFBGの減衰波長のピークを測定することによって要介護者にかかる負荷を測定することが可能であると分かった。

約6Nまでは直線性もよく測定分解能も100mN程度と要

介護者にかかる負荷を測定するための測定装置として十分な精度があった。このとき約10Nで測定値が飽和傾向にあるが食事を対象としているために5N以上の負荷の測定は必要ないために十分な特性であることが分かった。



図6 要介護者の筋肉の伸縮を測定することによって要介護者の負荷を測定する装置写真

張力-反射波長特性

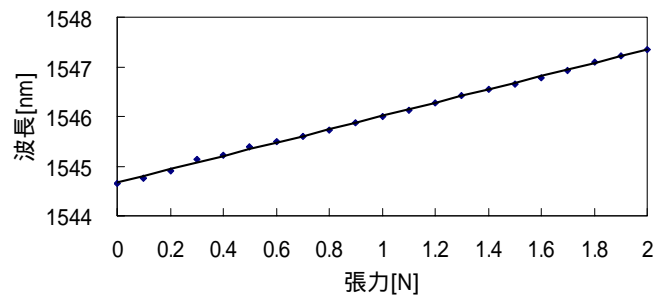


図7 上肢動作支援アシストアームへの作用力-FBG減衰波長特性

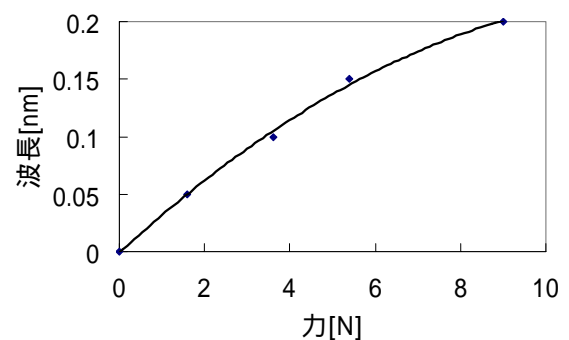


図8 人体に荷重をかけて筋肉を伸縮させた時のFBG減衰波長のシフト量の測定

5 まとめ

FBGを利用して要介護者の負荷測定装置を試作した。上肢運動支援アシストアームへの作用力を測ることによって要介護者にかかっている負荷の測定が可能となった。従来のエンコーダ等の装置と違い本来曲がるべ

き方向でない向きの荷重なども測定できるためにより
要介護者にかかる負荷の測定に適していると思われる。
また、人体を直接測ることによっても負荷を測定する
ことが可能となった。従来の筋電などの手法と違い光
で測定を行っているために一本で複数点測定できるた
めに配線の取り回しが容易になる。またセンサ部で電
磁環境に影響を受けず誤動作が少ないため介護医療分
野等の信頼性の必要な分野に適していると思われる。

6 今後の展望

今後は要介護者と作製した上肢運動支援ロボットに
本測定装置を適用して上肢運動支援アシストアームを
要介護者に適用した時の光出力を測定することによっ
て要介護者への負荷を測定して実用化への問題点の抽
出や測定データの出力方法の検討などを行う必要があ
る。また、本装置は要介護者への負荷のほかにアーム
のたわみが測定できるため、それを考慮に入れてエン
ドエフェクタの位置が特定可能となるために精度の高
い位置制御への応用も考えられる。

7 参考文献

- 1) 福田武司 他：「フェムト秒レーザ加工による長周
期ファイバグレーティング」2004年電気情報通信学
会総合大会講演論文集 p.203 (2004)
- 2) 津田浩：「FBG(ファイバ・ブラッグ・グレーティン
グ)光ファイバセンサの開発」非破壊検査，54巻2号
pp.71-75 (2005)

鋳物工場の生産管理システムについての研究(第2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 and Kikue Shin

製造工程が複雑で生産情報共有化の必要性が高い鋳物生産現場で連携作業する各担当者向けに受注から完了に至る一連の生産情報処理システムの分析/設計/開発を行った。実務者のこだわりに対応する現場主義と一貫した論理設計に基づくシステム全体的な整合性に特徴がある。稼動テストの結果,有用性を確認し一部は稼動中である。

1 はじめに

中小企業,特にものづくり基盤産業の中核である鋳物製造現場は,複雑な製造工程の下で連携作業を行うので,生産情報処理支援の必要性が高い。各現場担当者の作業支援を図るため,この課題に向き合う企業と協力して生産管理システム開発に取り組んだ。

これまでの生産管理システムは,平成4,5年にかけて開発され,現場ニーズをよく取り入れられているが,パソコンはPC9801で開発言語はCOBOLという旧式であり,保守不可能である。一方,汎用ソフトの現場への適合は困難であり,専用ソフト特注は漠然とした仕様分析など開発メーカーの負担と開発費のギャップが大きい。

そこで,GUI(Graphical User Interface)やマルチウィンドウズなど操作性の優れたオブジェクト指向言語による新開発を行うことにした。まずは当所の提案する物流情報処理システム(試作版)^{1,2)}をベースに現場向きに再検討/開発を行った後,現場調整して実務担当者のこだわりにも適合させた。

2 鋳物製造現場

鋳物は砂でできた鋳型の中に溶解金属を流し込んで固めたものである。製造法の概略は以下である。

- a) 鋳型の造型: 木などで作った製品の模型を砂に埋めて固め砂型を作ること,1~多数の鋳型をまとめて込めた型枠が移動や製造工程の作業単位
- b) 中子のセット: 中空部分が必要な製品は,そのための中型(中子)を鋳型にセットすること
- c) 鋳込み: 型枠の湯口から溶解金属を流し込むこと

d) 仕上げ: 自然冷却して固まった金属(鋳物)を取り出して磨くこと

実際の製造工程の手順は(1)中子,(2)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という4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,(5)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。

各工程では材質,中子,型枠などの製品情報や数量,納期などの受注情報が必要であり,鋳込重量の情報などは鋳込工程で用いられる。工程担当者は,これら既定情報の他,ライン/工程において刻々変化する実績数など仕掛品の生産状況を把握しながら日々の工程計画を立てる。事務担当者にとって,上記の生産状況や出荷など受注品の進捗状況を検索/把握することは厄介である。このように,事務と工場の各担当者から,受注,生産そして完了に至る一連の生産情報処理支援システムが望まれており,連携作業する各担当者同士の情報共有化も必須である。

3 生産情報処理支援システムの開発

3-1 システム構成

生産情報共有化のための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1参照)。管理事務所にあるサーバーパソコンが生産管理主体であり,いくつかの専用データベースを一元管理する。工場向けのクライアントパソコンは,LAN経由で,データベースから必要な生産情報を入手する。クライアントパソコンは必要に応じて増設する。

*1 機械電子研究所

*2 (株)三国工業所

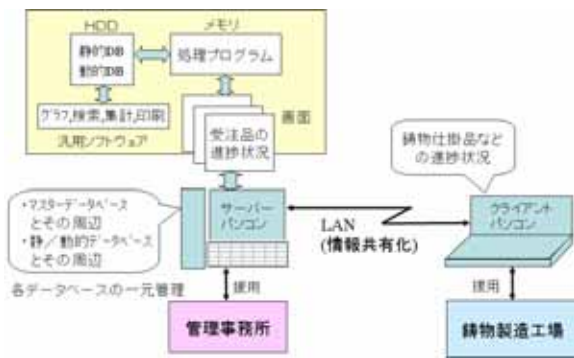


図1 鋳物生産現場の生産管理システムの構成

本システム開発のスタンスは、流動的な情報に対してフレキシブルできめ細かい処理を行うためプログラム開発を主体とし、印刷や表集計などはテキストデータを渡して専用ソフトウェアに処理を任せる。プログラム開発言語はVisual Basic(VB)であり、所望の処理のため専用データベースはVBで開発する。

3-2 本体のプログラムパッケージ

受注開始から完了まで一連の生産管理システムが本体のプログラムパッケージである(図2参照)。これは、処理手順の単純化や運用時での使いやすさのため、独立動作も可能な3つの機能グループとして構成した。

- ア)得意先と製品についてのマスターデータベース周辺のプログラム
- イ)受注品の開始から完了に至る事務所を主体とする処理プログラム
- ウ)仕掛品の工程管理や進捗状況などの生産工場を主体とする処理プログラム



図2 生産管理システムの立上りメニュー画面

上記ア)は標準的な新規、修正、削除の操作に加え、検索や選択項目の編集などきめ細かい配慮を行っている。

- イ)は受注処理、受付/修正、進捗別検索および出荷/

後処理などの機能からなる。受注処理画面(図3参照)では一覧表示された各受注品についての大局的な進捗状況(受付、製造、出荷)を見ることができる。この画面で絞検索した受注品データを伴って製品DB画面や工場主体の生産状況画面への移動も行う。同様に受付や修正/出荷画面へも移動し対応する処理を実行する。進捗別検索画面(図4参照)は、各進捗において、主条件である納期と材質の他、受付日、得意先や製造ラインなど複数条件で受注品を検索する。特に生産に取り掛かる前段階で行う受注残品の検索は有用である。出荷/後処理は出荷済みの受注品を月報ファイルとして検索/保存するのが主であるが、請求書発行のために特定の得意先で検索も行う。

ウ)は取掛計画、生産状況および履歴からなる。取掛計画画面では、イ)で検索した各受注残品を小物~大物ラインおよびシェルなどに振り分けた後、中子または造型工程にセットする。生産状況画面は製造工程(中子、造型、鑄込、仕上)に関するものであり、中子や鑄込で必要な仕掛品の材質や型枠情報などを一覧表示する。同時に、実績数など動的情報の入力や仕掛品の次工程への移動など現場の時々変化する生産状況を画面上で再現する。同時に、遅れ原因や担当者も選択入力する。これらの生産状況は履歴画面でラインと工程を指示することによって仕掛品などの履歴情報を得ることができる。

受注	製品名	数量	納期	受付日	製造	出荷	停止日	工種
HA	25分ハース	87401111-	11/01	10/25		02/20		2AL
HA	アサギ	82045318	12/26	12/01	02/17	02/21		HA&F
KD	50A37分	V1312	01/29	01/05	02/17			SAJ
TAD	モーター	8231081	01/10	01/05				2AL
HA	11分	04-029-02	01/16	01/05	02/17	02/19		2AL
YAG	5分	05-043-01	01/10	01/05				SA
YAG	5分	7332179201	01/13	01/05	02/17			HA&F
YAG	アサギ	8233072801	01/13	12/21	02/17			HA&F
HA	4分	82301112-	01/20	01/13				外-手
HA	4分	82301112-	01/20	01/13				外-手
YAG	TU1	200018101	01/16	12/21	02/17			2AL
YAG	TU6	200018001	01/16	12/21	02/17			2AL
KD	100A	V0810	12/15	12/01	02/17	02/20		HA&F
KD	100A	V0811	01/26	12/28	02/17			2AL
KD	100A	V0811	01/26	12/28	02/17			2AL
KD	400A	V0815	01/26	12/28				SAJ

図3 受注処理画面



図4 進捗別検索画面

3-3 補助プログラム

生産管理システムの運用には、上記の基本的な本体プログラムだけでは不十分であり、そのサポートや順当の使い方などへの配慮が必須である。

サポートについては、(1)流動的な最新データのバックアップやLAN経由でのデータ共有のためのパソコン設定などを行う管理プログラム、(2) COBOLの下で蓄積されたこれまでのデータを継続して有効活用するためのデータベース変換プログラムからなる。(1)については、データベースの持ち主であるサーバの元データのコピーをクライアントパソコンがアクセスする。このように、ネットワークをサポートしていない安価な Visual Basic標準版でもLANを満足させた。ただし、データの信頼性確保のためクライアントでは閲覧のみができる。(2)については、これまで蓄積したデータを単に継続するのではなく、最終使用日を指定して所望の製品データを変換したり元データの適切加工やリスト編集など付加価値を高めた(図5参照)。変換した得意先と製品データは本体のA)で関連付けを行う。

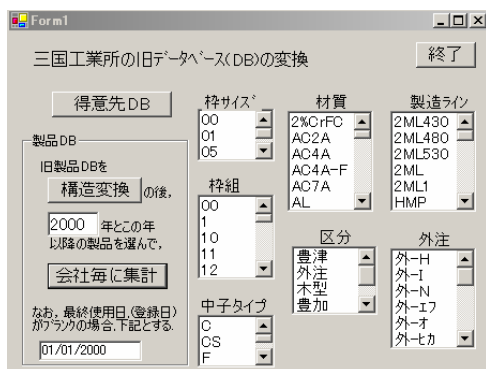


図5 旧来のCOBOLデータの上位変換画面

各画面では順当でない操作などへの対応のため随所

でメッセージ表示を行う。また、受注品などが順調に進行するとは限らないとき、停止/戻し/削除など行う。さらに、指示数に満たない場合でも実績分だけをとりあえず出荷する分割出荷などへの対応も重要である。また、1)の受注品の受付/修正やり)の生産状況画面では入力担当者や不良・遅れ原因の登録/削除など運用支援も行う。

3-4 考察と結果

生産情報処理の取り組み方は、生産現場の各当事者が意識するしないに拘らず行う処理や情報を、分析/整理し、正確で迅速を得意とするコンピュータに代行させようというものである。例えば、仕掛品の現状の動的データベースへの反映や他のデータベースとの連携などである。このように詳細だけでなくシステム全体を見渡す簡潔で論理的なプログラム構成を考慮した。また、生産現場で不向きなキーボード操作は避けマウスやタブキーなどによるやさしい操作も留意した。

実務に携わる担当者のこだわりは使いやすさである。例えば、(1)画面操作や表示方法の統一化、(2)所望の受注品などの容易な検索と詳細内容の把握しやすさである。このような観点から、机上の試作^{1,2)}を反省し、現場調整で改良した。例えば、随所で用いる検索については図4に似た検索画面に、進捗状況も図3に似た表示画面に統一した。

最終的には、IT化へ向けた特定現場のシステム仕様と設計について取りまとめ、本業ではない企業のシステム開発への取り組み方と道筋を例示した。その具体化と結果は以下である。

- [1]得意先と製品に関するマスターデータベース周辺は稼働中である。旧来のCOBOLデータベースの上位互換なので有用性が高い。
- [2]事務所主体の処理は現場テスト済み。
- [3]生産工場主体の処理は実験テスト済み。

[1]については、日々の工程計画にも用いられ、特定の製造ラインや材質に対する受注品検索などは進捗別検索画面を用いる。また、特定した受注品の製品情報は、受注処理画面を介して容易に得ることができる。

[2],[3]の本稼働については企業の担うLAN環境や請求処理などに依存している。フル稼働のためには何回かの現場テストと使いやすさのため数多くのバージョンアップが必要である。これは、中小企業で先行している現場ベースの開発事例³⁾と同様である。

4 おわりに

鋳物生産工場の生産情報処理支援システムの開発については、予想以上の負担であったが、有用性を確認した。プログラミング主体である本システムは以下の特徴がある。1)現場ニーズとその先を睨んだ必要最小限の機能を満たす現場主義，2)画面操作の統一化など考慮したユーザインターフェース，3)一貫した論理設計/開発に基づくシステム全体と細部の整合性考慮。限られた予算の下での創意工夫も必要であった。

なお，本システムは，鋳物製造現場を対象にしているが，受注から完了に至る物流処理を伴う製造業に対して，共通基盤的なプラットフォームと見なすこともできる。

最後に，過去の開発実績と助言を頂いた大津山徹夫氏に敬意を表します。また，当所の電子技術課の田上真人氏から技術支援，元所長の竜口康文氏から助言など頂いた。

5 参考文献

- 1)増野貢他：福岡県工業技術センター研究報告 No.16，pp.111-113(2006)
- 2)増野貢：第25回計測自動制御学会九州支部学術講演会予稿集，pp.265-266(2006)
- 3)荒木他：鋳造工学，第69巻，第8号 pp.703-705(1997)

インホイールエンコーダレスサーボを有する移動ユニットの開発

- 移動ユニットの機構に関する研究 -

奥村 克博^{*1} 末廣 利範^{*2} 西村 圭一^{*1}

Development of Robot Vehicle Using In-Wheel Encoder-less Servo Motors

- Research on the Mechanism of Robot Vehicle -

Katsuhiro Okumura, Toshinori Suehiro and Keiichi Nishimura

車輪を用いた従来型のロボット用移動ユニットは車輪駆動用モータの寸法が大きいため、車体内スペースを効率的に使用できないという問題があった。これは、モータが軸方向に長い形状で、車輪とモータ・減速機・エンコーダが別配置になっているためである。また、路面から受ける衝撃によりエンコーダが破損するという問題もあった。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、(株)安川電機、八幡電機精工(株)、機械電子研究所の三者で共同開発を行ったもので、著者は移動ユニット機構の検討や特性の解析を担当した。

1 はじめに

国内のロボットの市場規模は、H15年の0.5兆円から、H22年には1.8兆円、H37年には6.2兆円と、大きな成長が見込まれている。この成長の要因としては、従来の製造業分野から生活支援・医療福祉・公共サービスなどの新規分野でのロボット市場の創出と拡大が考えられている。これらの分野では、ユーザの多種多様なニーズに対応するために、ロボット全体を一つの企業が開発するのではなく、ロボットを移動機構・アーム・視覚といった機能(ユニット)単位に分割したものを様々な企業が製品化し、ユーザ自身が好みや用途にあわせてユニットを組み合わせることでロボットを構成する手法が主流になると予想されている。

このような流れの中、ロボット開発に力を注ぐ福岡県において、(株)安川電機、八幡電機精工(株)、機械電子研究所は、ロボット産業振興会議ロボット開発技術力強化事業からH16~17年の2年間の助成を受け「インホイールエンコーダレスサーボを有する移動ユニットの開発」を行った。一連の開発の中で、(株)安川電機はインホイールエンコーダレスサーボの開発・評価、八幡電機精工(株)は移動ユニットの開発・評価、機械電子研究所は移動ユニットの解析・設計支援という分担で開発を進め、本事業の開発の中で世界で初めて速度センサが不要で位置速度制御が可能なインホイールモータを搭載した移動ユニットの開発

に成功した。また、開発したロボットの有効性を検証するために、新北九州空港での実証実験を行い、製品化に向けたデータ収集を行った。

本研究では、企業での移動ユニット設計を支援する目的で移動ユニットの特性解析を行い、ユニットに要求される十分な移動位置精度を得るために、設計上精度が必要とされる箇所を明らかにした。また、解析結果を検証するために、H16年度に開発を行った移動ユニット試作機の三次元測定を行い、測定結果と解析結果の比較・検証を行った。

2 移動ユニットの解析

2-1 移動ユニットの三次元測定

H16年度に開発を行った全方向型移動ユニットを用いた作動実験では、ユニットをその場回転させた際に回転中心の位置が徐々に変化していくことが問題となった。その場回転で中心位置の変化が発生することから、直線移動でもロボットへの指令位置と実際の移動位置の誤差が生じ、移動位置決め精度に悪影響を与えることが予想された。この移動位置の変化の原因として、移動ユニットが持つ車輪の直径が厳密に同寸法でないために車輪周長がそれぞれ異なることや、真円度を出すことが困難であるために車輪の回転と共に誤差が蓄積していくことが原因と考えられた。そのため、製作した全方向型用のオムニホイールの直径及び真円度の測定を図1に示す三次元測定器を用いて行い、寸法の確認を行った。使用しているオムニホイールは1輪あたり2列のローラ配列を持つタイプであるので、

*1 機械電子研究所

*2 財団法人福岡県産業・科学技術振興財団

測定はウレタン製と天然ゴム製の各3輪，計6輪12列分を行った。測定した結果を表1に示す。



図1 三次元測定器 (Mitsutoyo LEGEX707)

表1 オムニホイールの測定結果

ホイールの測定結果		
車輪材質	直径[mm]	真円度[mm]
ウレタン	201.22	2.38
	201.58	2.50
	201.38	2.69
	201.41	1.73
	201.55	2.12
	201.26	2.07
天然ゴム	201.15	2.38
	201.39	1.80
	201.54	2.58
	201.24	2.11
	201.77	2.30
	201.50	1.84

測定の結果，オムニホイールの直径は大きな差ではないものの各列毎に差があった。真円度については，2[mm]前後という結果であった。

また，移動ユニット自体の組立精度を測定するために，ホイールを本体に取り付けた状態での各ホイールと地面の関係，ホイール同士の位置関係を測定したが，設計値との寸法差は僅かしかなく，組立精度は移動誤差の原因ではないと考えられた。

以上の結果より，H16年度開発の移動ユニット試作

機の移動位置変化の原因としては，直径の差や真円度が悪い場合，車輪の回転ごとに生じる誤差が蓄積したことが原因であると推測された。

2-2 移動ユニットの数値解析による特性解析

移動位置の誤差の蓄積を防ぐには，ジャイロセンサや超音波センサ等によって自己位置や周辺環境との相対位置を割り出すことで補正する手法を用いなければならないが，それらの補正量を出来るだけ低くするためにも移動ユニット設計・製作時に機械的精度を高めることが必要である。しかし，全ての部品の高精度化は部品の加工コストを高めてしまう。そのため，移動ユニットをモデル化し解析を行うことによって精度が必要な箇所の絞込みを行った。解析では，オムニホイール半径，ホイールの取付角度やユニット中心からの位置について寸法値を変化させることで，各値が移動位置へ与える影響について調べた。

解析に用いた全方向型移動ユニットのモデルを図2に示し，数式モデルを以下に示す。

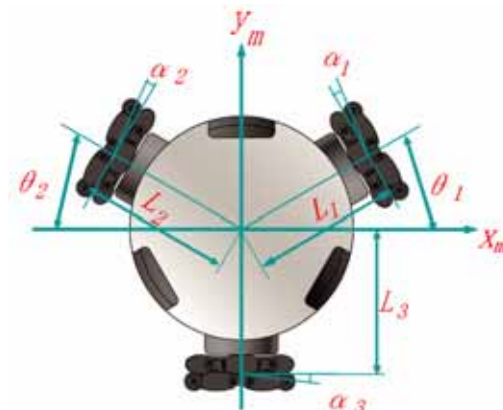


図2 全方向型移動ユニットのモデル

$$r_1\omega_1 = -\sin(30^\circ + \alpha_1)\dot{x}_m + \cos(30^\circ + \alpha_1)\dot{y}_m + L_1\dot{\phi}\cos\alpha_1$$

$$r_2\omega_2 = -\sin(30^\circ + \alpha_2)\dot{x}_m - \cos(30^\circ + \alpha_2)\dot{y}_m + L_2\dot{\phi}\cos\alpha_2$$

$$r_3\omega_3 = \sin(90^\circ + \alpha_3)\dot{x}_m + \cos(90^\circ + \alpha_3)\dot{y}_m + L_3\dot{\phi}\cos\alpha_3$$

ここで，オムニホイール半径を r ，ユニット中心からホイールまでの半径設定値を L ，ホイール取り付け誤差角を α とし， \dot{x}_m を x_m 方向のユニットの速度， \dot{y}_m を y_m 方向のユニットの速度としている。ホイールは三等配置なので α は 30° である。このようなタイプの移動ユニットの研究は過去に行われている¹⁾が，本研究のように取付誤差や寸法誤差を加味した研究はない。

解析は r ， L ， α のそれぞれの値を変化させた場合，位置移動量への程度影響を与えるかの計算をそれぞれ

れ行き、移動ユニットがその場で10回転した際に中心がどの程度移動するかを計算した。移動量はx方向への移動量とy方向の移動量、及び移動ユニット中心の直線移動量について解析した。解析結果は、縦軸を移動ユニットの移動量[mm]とし、横軸を各パラメータとし、図3~6に示す。また、共通の凡例を表2に示す。

表2 凡例番号と移動方向の対応

	x方向移動量
	y方向移動量
	移動ユニット中心の直線移動量

2-2-1 ホイール半径の変化と移動位置精度の関係

ホイール半径の変化と移動位置精度の関係を調べるために、3個ある内の1つのホイール半径 r_1 を99~101.5[mm]まで変化させた場合($r_2=r_3=100$)について解析を行い、結果を図3に示す。結果より、ホイール半径が1[mm]変化すると、移動ユニットの中心が100[mm]移動することから、ホイール半径が変化すると移動ユニットの位置精度に大きな影響が出ることが分かった。

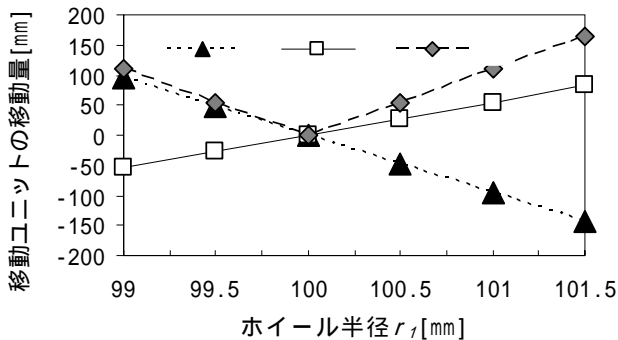


図3 ホイール半径 r の変化と移動ユニット位置移動量の関係

2-2-2 ホイール取付誤差角と移動位置精度の関係

ホイール取付誤差と移動位置精度の関係を調べるために、ホイール取付誤差角 γ のみを、-2.0~2.0[deg]まで変化させた場合の解析結果を図4に示す($\alpha_2=\alpha_3=0$ [deg])。この結果より、ホイール取付誤差角 γ の変化に関しては、特に大きな誤差でなければ移動ユニットの移動位置精度への影響は少ないことが分かった。

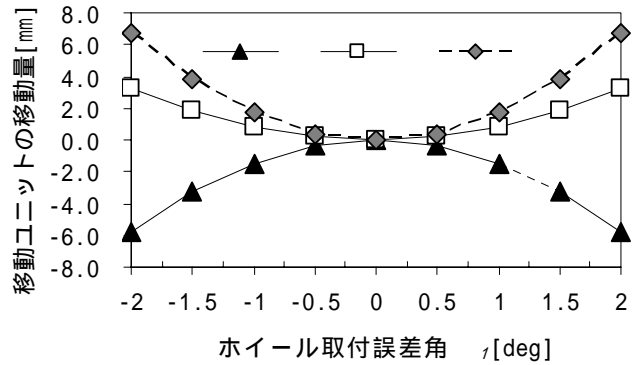


図4 ホイール取付誤差角 γ の変化と移動ユニット位置移動量の関係

2-2-3 半径設定値と移動位置精度の関係

ユニット中心からホイールまでの半径設定値と移動位置精度の関係を調べるために、半径設定値 L_1 を260~267[mm]間で変化させた場合の結果を図5に示す($L_2=L_3=263.5$ [mm])。解析の結果、 L の値が1.5[mm]変化すると、移動ユニットの中心が60[mm]近く移動した。従って、半径設定値 L の変化は移動位置精度へ大きな影響を与えることが分かった。

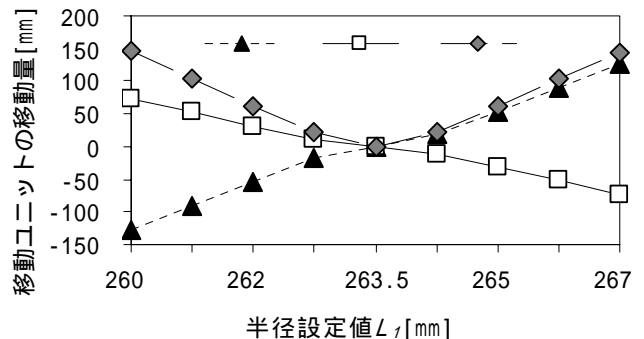


図5 半径設定値 L の変化と移動ユニット位置移動量の関係

2-3 数値解析の有効性の検証

2-2節はモデルを用いた解析を行ったが、2-1節にて測定したH16年度に八幡電機精工(株)にて製作した移動ユニット実機の寸法測定結果をモデル式に代入し、ユニット中心のズレ量の計算を行い、解析結果と実機の移動実験結果との比較を行った。モデル式に代入する値は、実機の測定結果より、 $\alpha_1 = -0.18^\circ$ 、 $\alpha_2=\alpha_3=0^\circ$ 、 $L_{1-3}=263.5\text{mm}$ 、 r_{1-3} は、ウレタンオムニホイールの測定データから各ホイールのローラ1個毎に

ホイールの平均半径を出し，さらに自重によるローラ変形量（1.2mm実測値）を考慮した値を用い，全方向型ユニットをその場で1回転させた場合の中心移動量の計算を行った。結果のグラフを図6に示す。

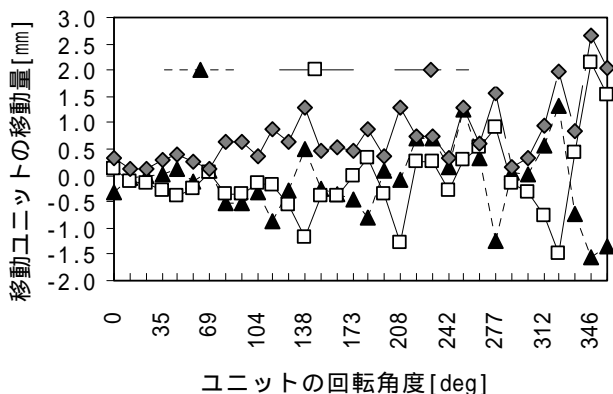


図6 移動ユニット回転時の中心移動量

解析の結果，移動ユニット1回転させた場合の中心移動量は， $(x, y) = (-1.3, 1.5)$ [mm]となり，実機を用いた走行試験結果に近い数値であった。したがって，その場で回転させる動作の場合では，この解析モデルが有効であることが分かった。

3 まとめ

H16年度に八幡電機精工（株）にて製作した全方向移動ユニットの移動位置精度の問題を解決するために，移動ユニット実機の三次元測定機によるオムニホイールおよび移動ユニットの組立精度の測定と，移動ユニットをモデル化し数値計算による特性解析を行った。

オムニホイールの測定の結果，オムニホイールの直径は大きな差ではないものの各列毎に差があった。真円度については，2[mm]前後という結果であった。

解析による検討では，オムニホイール半径 r ，ホイールの取付誤差角度 θ や，ユニット中心からホイールまでの半径設定値 L の寸法値を変化させることで，各パラメータが移動位置へ与える影響について調べた。その結果，ホイール半径が変化すると移動ユニットの位置精度に大きな影響が出ることが分かった。また，ホイール取付誤差角は，移動位置精度への影響は少ないことが分かった。さらに，半径設定値 L の変化は移動位置精度へ大きな影響を与えることが分かった。

従って，移動ユニットを設計する際に特に精度が必要とされる箇所は，ホイール半径，ユニット中心から

ホイールまでの半径設定値であることが分かった。

また，解析の有効性を確認するために，移動ユニット実機の寸法測定結果を用いた解析を行い，実機の移動実験結果との比較を行った。その結果，実機での実験結果に近い値を得ることが出来，その場で回転させる動作の場合では，解析が有効であることを確認した。

4 謝辞

本研究は，(株)安川電機，八幡電機精工(株)，福岡県工業技術センターの産官連携プロジェクトとしてH16年度ロボット産業振興会議ロボット開発技術力強化事業助成金の交付を受けてH16年9月からH18年3月までの期間実施したものであり，研究にご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) K. WATANABE, Y. SHIRAISHI, S. TZAFESTAS, J. TANG, T. FUKUDA: Journal of Intelligent and Robotic Systems, Vol.22, pp.315-330(1998)

CHO細胞への様々なカチオン性脂質分子を用いた遺伝子導入効果

楠本 賢一^{*1} 赤尾 哲之^{*1} 水城 英一^{*1} 中村 修^{*1,2}

Gene Transfer Effects on Various Cationic Amphiphiles in CHO Cells

Ken-ichi Kusumoto, Tetuyuki Akao, Eiichi Mizuki and Osamu Nakamura

遺伝子導入は、ゲノム研究、遺伝子治療の分野において重要なツールである。この論文で、我々はいくつかのカチオン性脂質分子が医療用タンパク質の生産に有益なCHO細胞へ効果的な遺伝子導入能力を有することを報告する。我々は、29種類のカチオン性脂質分子の中で、0,0'-ditetradecanoyl-N-(trimethylammonio acetyl) diethanolamine chloride (14Dea2)がCHO細胞に対して良い導入効率を示すことを発見した。さらにフローサイトメトリー分析により、14Dea2が多くのDNAを細胞内に効率よく運搬する能力を明らかにした。このように、我々のカチオン性脂質 遺伝子導入システムは医療用タンパク質などを高生産させるため遺伝子導入ツールとして期待された。

1 はじめに

遺伝子導入技術は、基礎研究から遺伝子治療などの臨床研究まで重要なツールである。遺伝子導入技術にはリポソーム法、ウイルス法、エレクトロポレーション法、ポリアミン法などが提案されている。リポソーム法は、最も幅広く利用されている方法の一つであり、様々な利点を有している¹⁾。しかしながら、リポソーム法に用いられている脂質分子の構造について詳細に研究した報告例は少ない。そこで我々は独自の人工合成脂質分子29種類を用いて、医療用タンパク質の生産において有益なCHO細胞に対する遺伝子導入効果を試験した。

2 方法

2-1 カチオン性脂質分子の調製

カチオン性脂質分子は水溶液中で超音波処理により調製した。

2-2 遺伝子導入試験

CHO細胞は24-well plate上で前培養し、0.5ml DMEM培地を加えた。カチオン性脂質分子はプラスミドDNA (pCMV-IE-hsGFP) と5分間インキュベートし、培養液に加えた。翌日、蛍光顕微鏡並びにフローサイトメーターにより遺伝子導入効率を測定した。

3 結果と考察

3-1 様々なカチオン性脂質による遺伝子導入効果

細胞を24-well plate上で前培養し、各カチオン性脂質分子とプラスミドDNAの複合体を細胞と作用させた。24時間後、レポーター遺伝子の導入効率を測定した結果、29種類の中で6種類の脂質分子がCHO細胞に対して良い導入効率を示した(図1)。

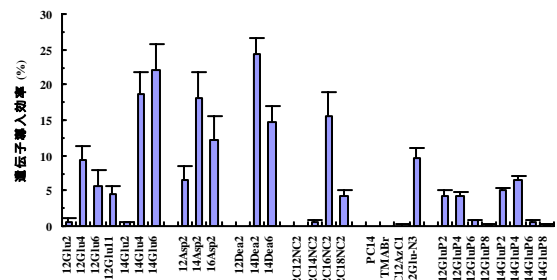


図1 様々なカチオン性脂質による遺伝子導入効率

3-2 14Dea2による高発現遺伝子導入

最適導入条件のもと、14Dea2 / DNA複合体を細胞に作用させ、発現効率をフローサイトメトリー分析により測定した。

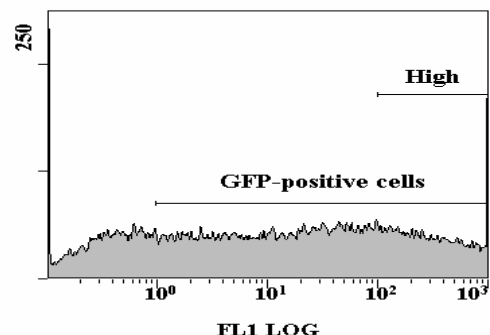


図2 フローサイトメトリー分析

*1 生物食品研究所

*2 (独)産業技術総合研究所(現在)

目的遺伝子の高発現領域に多くの細胞がシフトし、14Dea2が医療用タンパク質の高生産用遺伝子導入ツールとして可能性を持つことを明らかにした(図2)。

4 まとめ

本研究により、14Dea2脂質分子が多くのDNAを細胞に効率よく運搬できる能力を明らかにした。今後、さらにDNAを細胞内に運搬可能な脂質分子構造を明らかにしていく予定である。

5 参考文献

1) Schaeffer-Ridder M et al., *Science*, Vol. 215: pp. 166-168 (1982).

6 掲載論文

Cytotechnology, Vol. 51: pp. 57-66 (2006).

ヒト白血病T細胞を特異的に破壊するパラスポリン-4をコードする新規*Bacillus thuringiensis*に関する研究

齋藤 浩之^{*1} 奥村 史朗^{*1} 石川 智之^{*1} 赤尾 哲之^{*1} 水城 英一^{*1} 大庭 道夫^{*2}

Investigation of a Novel *Bacillus thuringiensis* Gene Encoding a Parasporal Protein, Parasporin-4, That Preferentially Kills Human Leukemic T Cells

Hiroyuki Saitoh, Shiro Okumura, Tomoyuki Ishikawa, Tetsuyuki Akao, Eiichi Mizuki and Michio Ohba

白血病細胞を破壊するタンパク質(パラスポリン-4と命名)の新規遺伝子が*Bacillus thuringiensis* A1470からクローニングされた。遺伝子配列から推定されたパラスポリン-4のアミノ酸配列は既知*B. thuringiensis* タンパク質と30%以下の低い相同性しか示さなかった。細胞破壊活性に関してパラスポリン-4はヒト白血病細胞(MOLT-4)には強く、正常T細胞には弱い活性を示したが、ヒト子宮ガン細胞(HeLa)には活性を示さなかった。

1 はじめに

Bacillus thuringiensis(BT)は農業害虫や衛生害虫に対して殺虫活性を有するタンパク質を産生することでよく知られている。しかし、近年、非殺虫性のBT株が産生するタンパク質の中から、ヒトのガン細胞を特異的に破壊するタンパク質(パラスポリン)が見出されている。本研究ではBT A1470から今までに発見されたものとは異なる新規パラスポリンの遺伝子をクローニング、その解析を行ったので報告する。

2 研究内容

BT A1470からヒトのガン細胞を特異的に破壊するタンパク質の遺伝子のクローニングに成功した。その塩基配列を決定し、データベースで比較したところ、既知BT由来殺虫タンパク質やパラスポリンと30%以下の相同性しかない新規性の高い遺伝子であることがわかり、そのタンパク質をパラスポリン-4と命名した。この遺伝子を大腸菌で発現させた組み換えタンパク質のガン細胞破壊活性を測定した結果、ヒト白血病細胞(MOLT-4)に対して強い活性($EC_{50}=0.472 \mu\text{g/ml}$)を示し、正常T細胞(T cell)にはその4倍弱い活性を示したが、ヒト子宮ガン細胞(HeLa)には活性を示さなかった(図1)。また、組み換えタンパク質は親株であるBT A1470由来のものより細胞破壊活性が低かった(図1)。このことからBT A1470がガン破壊活性を有するタンパク質を複数産生していることが推察された。

3 まとめ

BT A1470から新規性が高いパラスポリン遺伝子のクローニングに成功した。その遺伝子を大腸菌で発現させることに成功し、その活性を確認した。

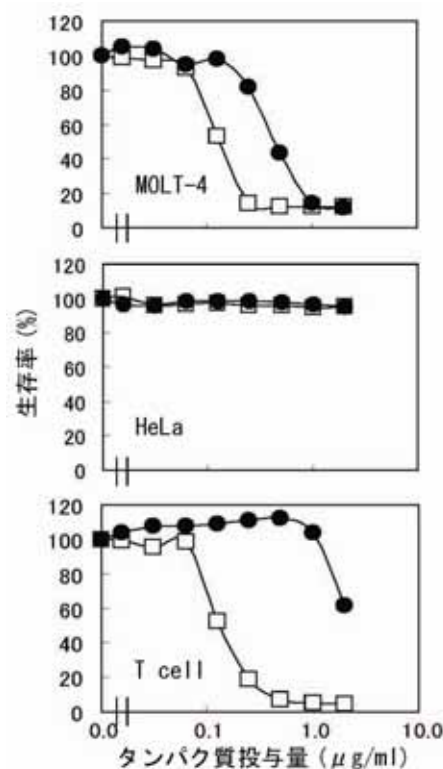


図1 各種ガン細胞に対する用量 反応曲線
;組み換えタンパク質
;BT A1470由来タンパク質

4 掲載論文

Biosci. Biotechnol. Biochem., Vol.70(No.12), pp.2935-2941(2006)

*1 生物食品研究所

*2 九州大学大学院農学研究科

Bacillus thuringiensis が生産する新規毒素パラスポリン-1は標的細胞の細胞質遊離カルシウム濃度を細胞外からの流入により上昇させ、持続させることにより細胞毒性を誘発する

片山 秀樹^{*1} 日下 芳友^{*1} 横田 春男^{*2} 赤尾 哲之^{*1} 児島 将康^{*3} 中村 修^{*1,4} 目加田 英輔^{*2}
水城 英一^{*1}

Parasporin-1, a Novel Cytotoxic Protein from *Bacillus thuringiensis*, Induces Ca²⁺ Influx and a Sustained Elevation of the Cytoplasmic Ca²⁺ Concentration in Toxin-sensitive Cells

Hideki Katayama, Yoshitomo Kusaka, Haruo Yokota, Tetsuyuki Akao, Masayasu Kojima, Osamu Nakamura, Eisuke Mekada and Eiich Mizuki

本研究は新規毒素パラスポリン-1の細胞毒性誘導機構を明らかにするため、パラスポリン-1高感受性細胞株であるHeLa細胞をパラスポリン-1処理し、それに伴う細胞の生理的な変化を検討した。その結果、細胞膜の物質透過性に変化は認められず、細胞のタンパク質やDNAの合成能が低下していたことがわかった。感受性細胞の最も早いパラスポリン-1に対する応答として細胞内Ca²⁺濃度の上昇を見出し、これがパラスポリン-1の毒性効果の初期の効果であることを明らかにした。さらに、パラスポリン-1毒性がcaspase-3阻害剤により阻害されたこと、パラスポリン-1によりアポトーシス関連因子の分解が誘導されたことから、パラスポリン-1は細胞の自殺であるアポトーシスを細胞に誘導することを示した。

1 はじめに

微生物は幅広いタンパク質性毒素や毒素様のタンパク質を生産する。これらのタンパク質は、時として化学的に合成された化学物質より標的の細胞に対して特異的に高い効果を与えることが可能である。故に、微生物のタンパク質性毒素は医療や生命科学研究に有効なツールとなりうる。

生物食品研究所において、殺虫活性を示さない *Bacillus thuringiensis* (Bt) の結晶性タンパク質が特定のガン細胞に対して毒性を示すことを見出した。このような性質を示すBt生産性タンパク質をパラスポリンファミリーとして定義し、これまでに4種類のパラスポリンタンパク質 (パラスポリン-1~ -4) を同定した。パラスポリン-1は他のパラスポリンタンパク質 (パラスポリン-2~ -4) と比較して高い細胞選択性を有する毒素であったことから、パラスポリン-1の細胞認識機構を利用することによりガン細胞を認識する技術の開発やガン細胞を選択的に死滅させる薬品等の開

発に有益な情報が得られると考えられた。上述の理由から、本研究はパラスポリン-1の細胞毒性誘導の分子機構について解析を行った。

2 研究, 実験方法

細胞膜の透過性亢進試験は乳酸脱水素酵素の漏出、ヨウ化プロピジウム (PI) の細胞内への流入、および細胞膜電位感受性蛍光色素による細胞膜電位の変化を測定することにより行った。細胞毒性活性はHeLa細胞をパラスポリン-1で20時間処理した後、細胞生存率を算出することにより測定した。細胞生存率はMTS試薬により生細胞を発色させ、得られた吸光度から算出した。細胞のタンパク質合成とDNA合成は、それぞれ放射性標識したロイシンとチミジンの取り込みにより測定した。細胞内Ca²⁺濃度はFura-2からの蛍光 (2励起1波長) を測定し、Grynkiewiczらの式より求めた。

3 結果と考察

多くの細菌性毒素タンパク質は標的細胞の細胞膜に小孔を形成し、細胞膜の透過性を上昇させる。そこで、HeLa細胞をパラスポリン-1処理し、短時間における細

*1 生物食品研究所

*2 大阪大学・微生物病研究所

*3 久留米大学・分子生命科学研究所

*4 (独)産業技術総合研究所 (現在)

胞質の乳酸脱水素酵素(LDH)の漏出, ヨウ化プロピジウムの流入, 膜電位の変化をモニターした。パラスポリン-1処理したHeLa細胞から短時間におけるLDHの漏出, ヨウ化プロピジウムの流入, 膜電位の変化は認められなかった。この結果はパラスポリン-1が細胞膜に小孔を形成するタイプの毒素ではないことを強く示唆した。次に, 細胞のタンパク質, およびDNA合成に対するパラスポリン-1の効果を検討した。細胞のタンパク質合成はパラスポリン-1処理15分程度から低下し, 30分で最も低下した。これに対してDNA合成はタンパク質合成ほど低下しなかったことから, DNA合成の低下はタンパク質合成低下に伴う二次的効果ではないかと推定された。細胞内の二次メッセンジャーであるcyclic AMP(cAMP)と細胞内Ca²⁺濃度を測定したところ, cAMPの濃度に変化は認められなかったものの, 細胞内Ca²⁺濃度が短時間の内に上昇することがわかった。この細胞内Ca²⁺濃度の上昇は非感受性細胞内や細胞外Ca²⁺非存在条件下でのHeLa細胞内では起きなかった。このことから, 細胞内Ca²⁺濃度上昇は細胞外からのCa²⁺流入の結果であり, パラスポリン-1に対する細胞の第一応答であると考えられた。この細胞内Ca²⁺濃度上昇が細胞毒性の引き金になっているか否かを検討するために細胞外のCa²⁺を減衰させた低Ca²⁺含有培地中で細胞毒性を測定したところ, パラスポリン-1の毒性は有意に低下した。低Ca²⁺含有培地にCa²⁺を添加することにより毒性は回復したが, Mg²⁺の添加では全く回復しなかった。また, パラスポリン-1により誘導される細胞内Ca²⁺濃度上昇を抑制する薬剤であるスラミンでも有意にパラスポリン-1の毒性を抑制することができた。これらの結果から, パラスポリン-1は細胞内Ca²⁺濃度を上昇させることにより細胞毒性を誘発すると考えられた。そこで, 細胞内Ca²⁺濃度を低分子化合物(Ca²⁺ ionophore A23187, ionomycin)により上昇させ, パラスポリン-1と同様の効果が認められるか否かについて検討を行った。この結果, 2つの化合物によってパラスポリン-1と同様の効果が認められた。しかし, これらの化合物はパラスポリン-1濃度の1,000~10,000倍の濃度でパラスポリン-1と同様の効果を示した。このことはパラスポリン-1が細胞内に非常に高い効率でCa²⁺イオンを送り込むことができることを示唆するものである。最後にパラスポリン-1が誘導する細胞死がアポトーシスであるか否かについて検討を行っ

た。アポトーシスとは細胞内のタンパク質分解酵素(Caspaseタンパク質)の活性化に伴って引き起こされる細胞死であり, 細胞自らの死が細胞内のタンパク質分子により制御されていることから, 細胞の自殺機構とされている。パラスポリン-1処理したHeLa細胞内において, アポトーシス関連因子であるCaspase-3とその分解標的であるPoly(ADP-ribose)polymerase[PARP]の制御的な分解が認められた。さらに, パラスポリン-1の細胞毒性がCaspase-3の阻害剤であるZ-DEVD-fmkにより阻害されたことから, パラスポリン-1は標的細胞にアポトーシスを誘導すると考えられた。

4 まとめ

パラスポリン-1処理した細胞の生理的応答を調べることにより, パラスポリン-1の作用機構を解析した。パラスポリン-1は細胞膜に小孔を形成することなくCa²⁺流入により細胞内Ca²⁺濃度上昇を誘導し, これが引き金となり細胞にアポトーシスを誘導することが解った。今後は, パラスポリン-1の細胞選択機構やアポトーシスシグナル伝達経路の同定などにより, パラスポリン-1そのもの, あるいはパラスポリン-1の細胞死誘導機構を利用した抗ガン剤や細胞を識別する技術の開発に応用できるものと考えられた。

5 掲載論文

J. Biol. Chem. **282**, pp. 7742-7752 (2007)

高純度Al-Si亜共晶合金の組織と引張特性

小川 俊文^{*1} 木村 健治^{*2} 古賀 康子^{*2} 春山 繁之^{*1} 恵良 秀則^{*2} 岸武 勝彦^{*3}

Structure and Tensile Properties of High-Purity Al-Si Hypo-Eutectic Alloy

Toshifumi Ogawa, Kenji Kimura, Yasuko Koga, Shigeyuki Haruyama, Hidenori Era and Katsuhiko Kishitake

高純度 Al-Si 亜共晶合金 (H 合金: 純度 99.98mass%) と従来材 (L 合金: 純度 99.89mass%) をコールドクルーシブル溶解炉で溶製し, その凝固組織と引張特性に及ぼす純度の影響について検討を行った。凝固組織では, H 合金の共晶組織が, 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 が多く点在していたが, H 合金では観察されなかった。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 合金の約 2 倍であった。透過型電子顕微鏡観察の結果, L 合金の 相 / 共晶 Si 界面で, 幅がサブミクロンオーダーの Al-Fe-Si 系化合物が観察された。

1 はじめに

自動車等輸送機器のいっそうの軽量化を図るために, より高機能・高性能で確固たる信頼性を持ったアルミニウム合金材料が要求されている。この期待に応えるため, アルミニウム合金鑄物の機械的特性に関する研究は, いろいろな視点に基づいて行われてきている。しかし, 不純物の低減を積極的に利用したアルミニウム合金鑄物の機械的特性に関する研究はまだ少ない。そこで本研究では, 高純度 Al-Si 亜共晶合金と比較材として低純度 Al-Si 亜共晶合金を溶製し, その凝固組織と引張特性に及ぼす純度の影響について検討することにした。

2 実験方法

純度の異なる 2 種類の Al-Si 亜共晶合金 (以降, 低純度合金: L 合金, 高純度合金: H 合金とする) を準備した。原材料として, L 合金には, 純度 99.7mass% の純アルミニウムを, H 合金には, 純度 99.99mass% の高純度アルミニウムを用いた。また, 両合金とも純度 99.999mass% の粒状純シリコンを用いた。溶解は, コールドクルーシブル溶解炉で行った。

各試験片は, インゴット中心の引け巣周辺と外側の急冷部分を除いた部分, すなわち組織が均質な部分から切り出した。JIS H 5202 で規定されている 11 元素と改良処理元素について湿式分析を行いインゴットの

純度を求めた。凝固組織の比較は, 光学顕微鏡で観察を行った。室温大気中, ひずみ速度 $1.4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ で引張試験を行った。引張試験後, 破断面を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した。また, 相 / 共晶 Si 界面についてエネルギー分散型 X 線検出器付透過型電子顕微鏡 (TEM-EDS) を用いて, 観察・分析を行った。

3 結果と考察

溶製したインゴットの成分分析の結果, L 合金と H 合金の Si 含有量はほぼ同じで, 両合金とも亜共晶合金であることが確認された。L 合金には, H 合金よりも Cu と Fe が多く含有されていた。両合金で改良処理元素である Ca が 10mass ppm 含有されていたが, その他の改良処理元素は定量限界であった。Al と Si 以外の元素を不純物元素と考え純度を見積もると, L 合金: 99.89 mass%, H 合金: 99.98 mass% となり, 約一桁の差があった。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。

引張試験結果, 引張強さは, L 合金: 193MPa, H 合金: 191MPa で, ほぼ同じであった。これに対し伸びは, L 合金: 7.0%, H 合金: 13.4% で, H 合金の伸びは, L 合金の約 2 倍であった。引張試験結果を基に, 真ひずみ () - 真応力 () の関係, 真ひずみ () - 加工硬化 (d / d) の関係についてまとめたものを図 1 に示す。H 合金では, d / d の値と の値が一致するひずみは約 0.14 であり, これが H 合金の加工硬化指数 (n 値) である。一方, L 合金の - 曲線および $- d / d$ 曲線は H 合金とほとんど一致し, ひずみが大きいところまで外挿すると L 合金の n 値も

*1 機械電子研究所

*2 九州工業大学

*3 大阪産業大学

約 0.14 となって、これら両合金の n 値は同じと見なせる。すなわち、引張試験において伸びを受け持つ相の加工硬化、言い換えると均一伸びに対する不純物の影響は極めて小さいと解釈できる。このことは L 合金の早期破断が α 相ではなく、他の要因によることを示唆している。

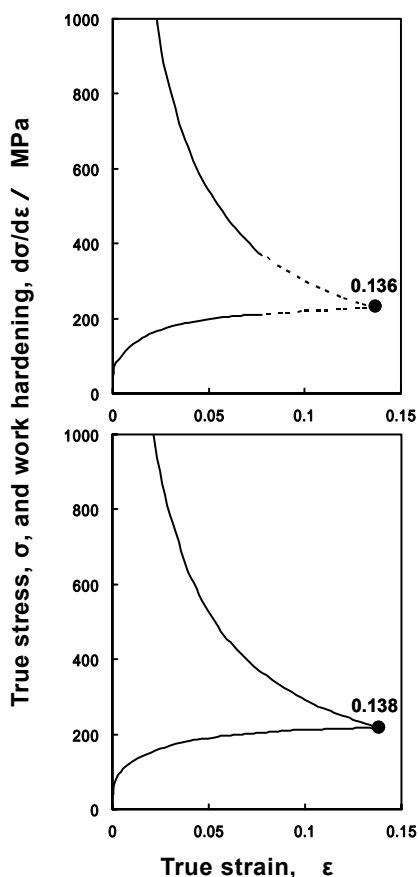


図1 真ひずみ() - 真応力(), 加工硬化 ($d\sigma/d\epsilon$) の関係

SEM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、 α 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 α 相 - Si界面の結合力が、H合金に比べてL合金は弱いと推測される。

α 相 / 共晶Si界面の状態が、L合金とH合金で違いがあるのか明らかにするために、TEM観察を行った。L合金の α 相 / 共晶Si界面を観察した一例を図2に示す。

α 相と共晶Siの間に、幅が200~50nm程の他の相(X相)が存在していた。このX相の構成元素についてTEM-EDSで定性分析を行った。その結果、合金の主成分元素であるAlとSi以外に、不純物元素であるFeとCu

が検出された。この分析結果を考慮して、X相のディフラクションパターンを解析した結果、X相はCuを含有した α -(AlFeSi)系化合物であると考えられた。これら化合物は他の領域の α 相 / 共晶Si界面においても数例観察されている。この界面観察の結果と不純物元素Feの含有量の違いから、H合金に比べてL合金では、 α 相 / 共晶Si界面にAl-Fe-Si系化合物が多く存在していると考えられ、L合金では α 相 / 共晶Si界面での大規模な破壊が起こりやすくなっているものと推測される。



図2 L合金の α 相 / 共晶Si界面の明視野像

4 まとめ

純度の異なる2種類のAl-Si亜共晶合金(H合金：純度99.98mass%およびL合金：純度99.89mass%)をコールドクルーシブル溶解炉で溶製し、両合金の凝固組織、引張特性を比較検討して、以下の結果を得ることができた。

- (1)L合金で観察されたような板状Si粗大結晶は、H合金では観察されなかった。また、L合金に比べてH合金の共晶組織は微細であった。
- (2)Al-Si亜共晶合金は、高純化することで強度を低下させずに伸びを大きく改善させることができる。
- (3)L合金では、 α 相 / 共晶Si界面に、幅がサブミクロンオーダーのAl-Fe-Si系化合物が存在していることが明らかになった。
- (4)L合金の伸びの低下は、Al-Fe-Si系化合物の存在が大きな要因の一つと考えられる。

5 掲載論文

日本金属学会誌，第71巻，第1号，pp.120-127(2007)

5軸NC工作機械動作経路のポストプロセス処理誤差計測

牛尾 雅樹^{*1} 蔵前 法文^{*2} 神谷 昌秀^{*3} 檜原 弘之^{*4} 藤田 康宏^{*5} 鈴木 裕^{*4}

Measurement of Motion Error Caused by Post Process of Tool Trajectory Generation for 5Axis NC Machine Tools

Masaki Ushio, Norifumi Kuramae, Masahide Kouya,

Hiroyuki Narahara, Yasuhiro Fujita and 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。本報では、開発した計測システムを用い、同時5軸制御経路指令値をCLデータから生成する際に、動作経路誤差の観点から考察を加え、対象工作機械について、最適なNCデータの作成について報告する。

1 はじめに

5軸工作機械は、工具姿勢制御を実現できる反面、従来の3軸制御工作機械よりも機械構造が複雑化するため、高度な組立精度を要求され、動作には高精度なCLデータ¹⁾が必要である。しかしながら、直線動作を含んだ同時5軸経路を計測した例はなく、CAMデータ生成時に目安となる許容誤差の設定は、加工結果より、類推し設定を行っている。

本研究では、種々の動作経路を1台で計測可能なシステムの開発を目指し、著者らは同時5軸動作経路を計測解析する装置及び効率的な計測経路を考案し、実際の計測評価例²⁾を示した。

本報では、同時5軸制御経路について、CLデータからNCデータを生成する際の誤差許容量に着目し、これを計測する計測経路の設定を試みた。さらに、開発したシステム及び設定経路について、同時5軸制御工作機械での計測・評価を実施し、動作経路誤差の観点から考察を加え、対象工作機械について、最適なNCデータの作成について報告する。



図1 計測システム（計測部）

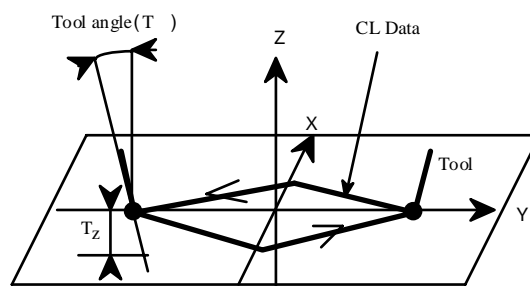


図2 同時5軸菱錐運動動作経路

2 計測システム概要

開発したシステムの計測部を図1に示す。

システムの構成は、位置座標を検出する計測部と、検出した信号を数値データに変換し保存する収録部、

及び数値データを解析する解析部である。

本報では、XY計測軸の結合部と工具軸の間に、球面軸受を挿入し、同時5軸制御状態での動作経路について、XY及び工具軸方向Tzの3軸で座標データの計測が可能である。

*1 機械電子研究所

*2 九州工業大学(現:(株)藤井精工)

*3 商工部 新産業プロジェクト室

*4 九州工業大学

*5 (株)安川電機

3 同時5軸動作経路の設定

本報での計測経路は、同時5軸制御であるため、通常の直交3軸制御に加え回転運動を同期する。

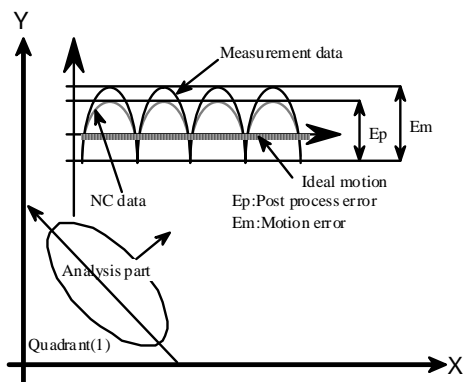


図3 動作経路解析（真直度）

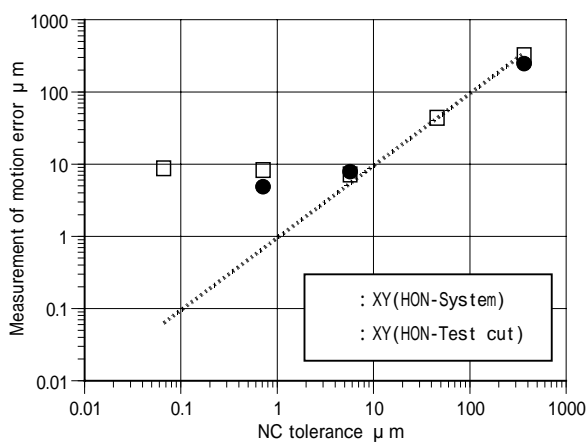


図4 計算誤差の比較結果（真直度）

したがって、ワーク座標系の軸方向が絶えず変化し、機械座標系と一致しない。また、指令値を生成する際に、ポストプロセス処理を用いる。この処理は、座標変換時に計算誤差を発生する。

ここでは計算誤差について、菱錐動作の考察について示す。誤差最大幅を数種類設定して、点列を生成し、図3に示す第 象限での真直度に着目した。

なお、切削試験との比較検討も併せて行った。

4 計測結果

計測システムのワーク座標平面XYでの、計測結果を中心に比較を行うこととした。同時5軸菱錐運動の真直度を図4に示す。なお、グラフの縦軸は実測値を、横軸は計算上の誤差を示している。

5 考察

本報では、同時5軸制御動作の指令経路を生成するポストプロセス処理について、動作経路の計測結果から考察を行った。対象機械毎の最適値を知るために、

計測システムの開発及び評価に必要な計測経路の設定を試みた。試みた計測経路について、5軸工作機械を動作させ、制御条件の異なる経路について個別に評価を行い、切削試験片による間接計測との比較により、計測の妥当性を評価した。

その結果、実加工との差異は微少で、本計測システムでの経路計測結果から、設定トレランスの最適値を推定することが可能であることが分かった。

また、最大誤差量設定値と計測軌跡との相関性を示すことが可能であることが示せた。さらに、機械精度が指令に追従できる限界点についても、計測経路の解析によって明らかにできることが分かった。

したがって、本計測システム及び計測手法を用い、同時5軸制御経路の計測を行い、解析結果からパラメータ設定を考慮することにより、加工精度及び条件設定効率の向上が期待できることが分かる。

6 まとめ

本研究では、以下に示す結果を得た。

- (1)同時5軸動作の経路計測を行えるシステムの開発を用い、ポストプロセス許容誤差の計測評価を行った。
- (2)機械制御の異なる状態を計測評価し、その違い及び機械制御限界を明らかにした。
- (3)機械制御限界について、切削試験による比較検討で確認を行った結果、計測方法の妥当性を明らかにした。
- (4)評価結果を参考に、NCデータ生成時設定トレランスの最適化により、同時5軸制御経路の精度向上を図れることが分かった。

7 参考文献

- 1)長坂学：精密工学会誌 **62**,11, p.1967 (1996)
- 2)牛尾雅樹：精密工学会誌, **72**,7, p.873 (2006)

8 掲載論文

- 精密工学会誌, **73**,1, p.124 (2007)

ISO230-4を基礎とした5軸NC工作機械の動作経路計測

牛尾 雅樹^{*1} 蔵前 法文^{*2} 神谷 昌秀^{*3} 檜原 弘之^{*4} 是澤 宏之^{*4} 鈴木 裕^{*4}

Development of Motion Accuracy Measurement Method of Five Axis NC Machine Tools with ISO230-4

Masaki Ushio, Norifumi Kuramae, Masahide Kouya,

Hiroyuki Narahara, Hiroyuki Koresawa and 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。本報では同時5軸制御経路について、計測システムでのXY座標での経路精度及び、工具軸方向の位置偏差を示す手法を考案し、その手法及び計測結果について報告する。

1 はじめに

5軸工作機械は、工具姿勢制御を実現できる反面、従来の3軸制御工作機械よりも機械構造が複雑化するため、高度な組立精度を要求され、動作には高精度なCLデータ¹⁾が必要である。

5軸工作機械の総合的な機械精度は、同時5軸制御時の動作経路の精度評価を行う必要性があり、現状、5軸工作機械の動作経路評価は、NASで規定された、円錐切削試験片を間接測定し評価する方法²⁾が主に用いられている。間接測定により評価するには、種々の条件設定において複数の試験片を製作する必要があり、試験片の形状測定には3次元測定機が必要となる。また、切削による形状誤差を含む。

本研究は、種々の任意動作経路を、一台で計測可能な測定装置の開発を目指している。著者らは、2次元動作経路の計測に関して装置及び手法³⁾を示した。

本報では、著者らが考案した2次元動作経路を拡張し、5軸機械の動作経路計測に関して、計測システムの開発及び計測動作経路の設定結果を、実際の経路計測事例により報告する。

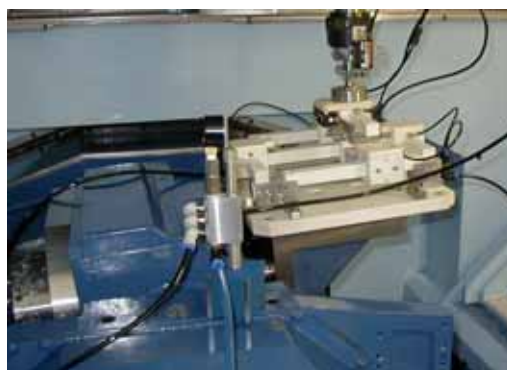


図1 計測システム（計測部）

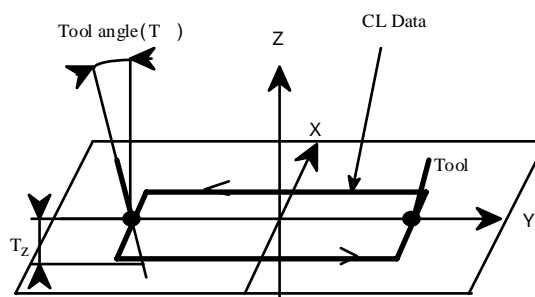


図2 同時5軸角錐運動動作経路

2 計測システム概要

開発したシステムの計測部を図1に示す。

システムの構成は、位置座標を検出する計測部と、検出した信号を数値データに変換し保存する収録部、

及び数値データを解析する解析部である。

本報では、XY計測軸の結合部と工具軸の間に、球面軸受を挿入し、同時5軸制御状態での動作経路について、XY及び工具軸方向Tzの3軸で座標データの計測が可能である。

*1 機械電子研究所

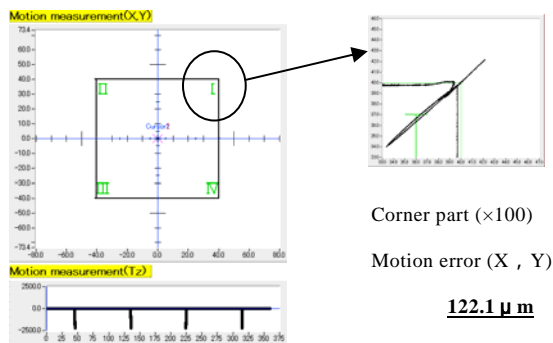
*2 九州工業大学(現:(株)藤井精工)

*3 商工部 新産業プロジェクト室

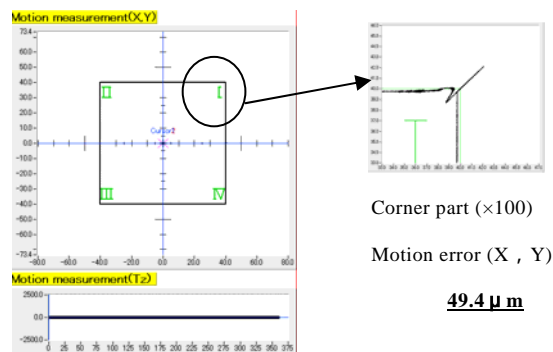
*4 九州工業大学

3 同時5軸動作経路の設定

本研究では、出荷時に切削加工による精度検査で、



(a) リニアライゼーション処理(無)



(b) リニアライゼーション処理(有)

図3 角錐動作経路計測の結果

一般的に広く用いられている，円，四角及び菱形形状を参考にした。すなわち，ワーク座標XY平面上では円，四角及び菱形を動作する形状に，常に一定角度の傾斜を与え，工具軸方向には変位しない経路を設定した。

ここでは，同時5軸角錐運動動作経路について説明する。図2の動作経路は，ワーク座標XY平面上では，正方形形状となり，コーナ部では同時5軸制御で工具姿勢が急変する。したがって，主に巡回・傾斜軸の動作を含んだ，動作経路コーナ部の過渡現象を評価することができる。

4 計測結果

ここでは，同時5軸角錐動作経路のコーナ部過渡現象を評価した。この経路は，コーナ部で工具姿勢が急変する同時5軸運動となり，姿勢急変による動作経路誤差を生じる。この誤差を低減させるために，コーナ部に指令データ点列を密に生成するリニアライゼーション処理を施し，その効果を計測することとした。図3(a)及び図3(b)に処理の有無の違いを示す。

グラフは，XY平面の動作経路と工具軸方向の変位を示し，比較するコーナ部は，誤差を100倍に拡大して表示している。

5 考察

本報で開発した計測システム及び設定した動作経路を用いれば，精度の予測もしくは高精度化を検討する上で，非常に意味があると考えられる。

3次元計測を必要とする，特に5軸工作機械での，巡回及び傾斜軸と直動軸との制御応答性の調整等には，本報で設定した動作経路により，制御応答性及びリニアライゼーション処理の必要性を効率良く推定することが可能であることが分かる。したがって，本計測システム及び計測手法を用い，同時5軸制御運動の計測を行い，解析結果からパラメータ設定を考慮することにより，加工精度の向上が期待できることが分かる。

6 まとめ

本報では，同時5軸制御工作機械の経路計測について，計測システムの開発とISO230-4を基礎とした計測経路の設定を試みた。

- (1)5軸工作機械の動作経路計測及び解析を実施し，システムの有用性を検証した。
- (2)同時5軸動作の経路計測を行える，計測システムの開発及び経路設定を行った。
- (3)設定経路の計測結果から，同時5軸経路の評価解析を行い，経路誤差の特定と定量化ができた。
- (4)評価解析結果を用い，工作機械パラメータやリニアライゼーション処理を用いることにより，同時5軸制御経路の精度向上を図れることが明らかとなった。

7 参考文献

- 1)長坂学：精密工学会誌 **62**,11, p.1967 (1996)
- 2)NAS979, Uniform cutting test(1969)
- 3)牛尾雅樹：精密工学会誌, **71**,8, p.1000 (2005)

8 掲載論文

- 精密工学会誌, **72**,7, p.873 (2006)

密閉加圧式オゾン製氷機の開発および性能評価

吉村 賢二^{*1} 秋山 知昭^{*2} 廣藤 祐史^{*3} 小山 繁^{*4}

Development and Performance Evaluation of an Ozone-Contained Ice Making Machine Employing Pressurized Air Tight Containers

Kenji Yoshimura, Tomoaki Akiyama, Yushi Hirofuji and Shigeru Koyama

近年、オゾンの保存及び生鮮食品の鮮度維持を目的に、殺菌力と脱臭力を有するオゾンガスを水中に封じ込めたオゾン氷が注目されている。著者らはこれまでに、オゾン氷製氷機設計指針を得るために、オゾン氷製氷特性を実験的に調べた。本研究では、このオゾン氷製氷特性基礎実験結果を基に、オゾン水を密閉加圧状態で製氷する技術を開発し、その技術を利用して実機規模のオゾン氷製氷機の試作を行い、性能評価を行った。その結果、水中オゾン封入率 70%以上の密閉加圧式オゾン氷製氷機を開発した。

1 はじめに

近年、オゾンの保存及び生鮮食品の鮮度維持を目的に、殺菌力と脱臭力を有するオゾンガスを水中に封じ込めたオゾン氷が注目されている。

著者らはこれまでに、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的に調べた。その結果、冷却温度が低いほど、氷直径が小さいほど、オゾン水初期温度が低いほど、及びオゾン水圧力が高いほど、水中オゾン濃度が高いことが分かった。

そこで本研究では、先に行ったオゾン氷製氷特性に関する基礎実験結果を基にして、オゾン水を密閉加圧状態で製氷する技術を開発し、その技術を利用して実機規模のオゾン氷製氷機の試作を行い、製造したオゾン氷製氷機について、性能評価を行った。

2 研究、実験方法

2-1 密閉加圧式オゾン氷製氷機の開発

図 1 に密閉加圧式オゾン氷製氷機の概略を示す。本オゾン氷製氷機の特徴は、垂直に設置された複数の円筒型製氷部内にオゾン水を注入後、製氷部に蓋をしてオゾン水を密閉し、その後、製氷部内のオゾン水を加圧した状態でオゾン水を冷却してオゾン氷を製造する技術である。オゾン氷製造部(2)は 38 本の製氷管群 2

系統で構成されており、合計 76 本の製氷管を有する。

図 2 に本オゾン氷製氷機で製造した円柱状オゾン氷を示す。先に行ったオゾン氷製氷特性に関する基礎実験結果の知見に基づき、実機設計条件を製氷管内径 23mm、製氷管長さ約 700mm、製氷時冷却温度 -15 ~ -20、オゾン水温度 5、製氷時オゾン水圧力 0.6 ~ 0.8MPa と設計して、オゾン氷製氷機を試作した。

2-2 密閉加圧式オゾン氷製氷機の性能試験方法

製氷直後の水中オゾン濃度及びオゾン氷を 5 の環境で保存した場合の水中オゾン濃度の経時変化について、円柱状オゾン氷と一般的な連続製氷方法(掻き取り式)で製造したフレーク状オゾン氷の比較を行った。

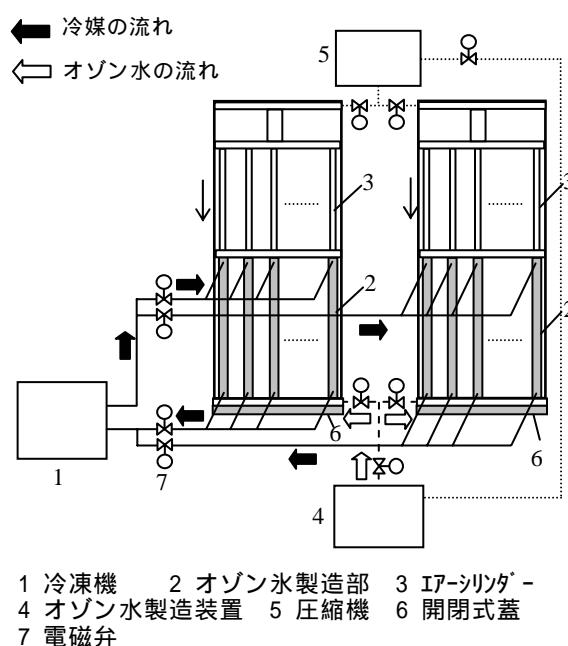


図 1 密閉加圧式オゾン氷製氷機の概略

*1 機械電子研究所

*2 アイスマン(株)

*3 生物食品研究所

*4 九州大学先端物質化学研究所

3 結果と考察

3-1 密閉加圧式オゾン氷製氷機の開発

表 1 に本オゾン氷製氷機の主な仕様を示す。

表 2 に本オゾン氷製氷機による製氷条件及び結果を示す。水中オゾン封入率（水中オゾン質量 / 製氷前の水中オゾン質量 × 100 と定義）は 72.7% を達成した。

3-2 密閉加圧式オゾン氷製氷機の性能試験

図 3 に水中オゾン封入率を示す。本オゾン氷製氷機は水中オゾン封入率約 70% を達成し、掻き取り式製氷機に比較して、大きな水中オゾン封入率が得られた。これは、掻き取り式製氷機は製氷面と反対側の氷表面が大気解放であるため、製氷時に氷表面からオゾンガスが大気へ放出するのに対して、本オゾン氷製氷機ではオゾン水を密閉状態で製氷を行うため、製氷時にオゾンガスの大気への放出が少ないためと考えられる。

図 4 にオゾン氷保存時における水中オゾン残存率（水中オゾン質量 / 製氷直後の水中オゾン質量 × 100 と定義）の経時変化を示す。本オゾン氷製氷機は掻き取り式製氷機に比較して水中のオゾンの保持に有効であることがわかる。これは、本オゾン氷製氷機で製造した円柱状オゾン氷は、フレーク状オゾン氷に比較して、氷厚さが大きく、また、単位質量当たりの氷表面積が小さいため、オゾン氷が融けにくく、オゾンガスが大気へ放出しにくいと考えられる。

4 まとめ

本オゾン氷製氷機は水中オゾン封入率約 70% を達成した。また、製造した円柱状オゾン氷は、オゾンの減

衰が少なく、オゾンの保存に有効である。

5 掲載論文

日本冷凍空調学会論文集，24巻(1号)，pp.35-42 (2007)



図 2 円柱状オゾン氷（直径 22mm）

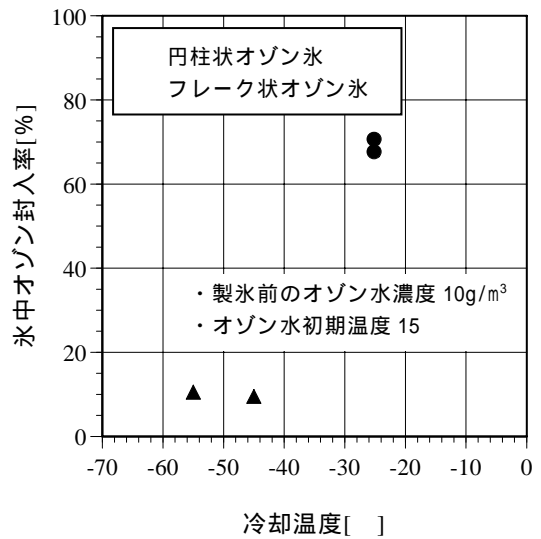


図 3 水中オゾン封入率

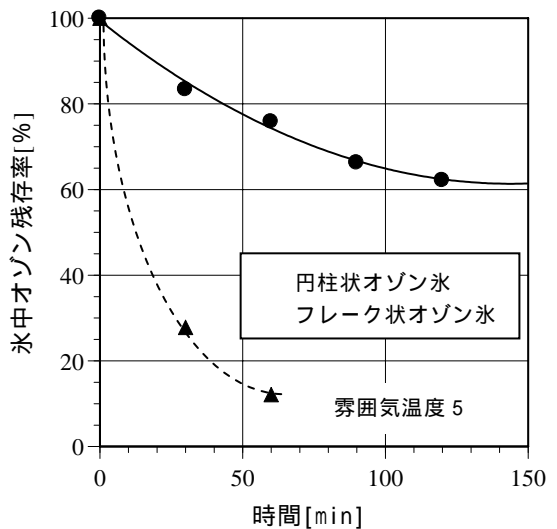


図 4 水中オゾン残存率

表 1 密閉加圧式オゾン氷製氷機の主な仕様

項目	仕様
1 オゾン氷製造能力	56kg/h
2 オゾン氷形状	直径 22mm, 円柱状
3 冷凍機容量	6kW

表 2 製氷条件及び結果

項目	実験条件及び結果
1 初期水中オゾン濃度	27.44g/m ³
2 オゾン水温度	4
3 オゾン水圧力	0.6MPa
4 製氷時冷却温度	-18
5 水中オゾン濃度	19.96g/m ³
6 水中オゾン封入率	72.7%

海産物の乾燥過程における内部輸送抵抗の評価

林 伊久^{*1} 鶴田 隆治^{*2}

Evaluation of Internal Resistance of Sea Food in Drying Process

Tadahisa Hayashi and Takaharu Tsuruta

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

本研究では、乾燥プロセスにおける筋繊維の収縮と膨張による流路の閉塞が内部輸送抵抗の重要な因子であることを予想し、内部構造と水分輸送との関連性について検証することを目的とした。そのために内部輸送抵抗の評価をマイクロ波減圧乾燥と温風乾燥の実験結果に基づいて行った。

2 実験と考察

ホタテ貝柱の表面層は、表皮と内皮およびこれらによって挟まれた筋肉層から構成されている。表皮は、4層程度であり内皮は2層程度である。これによりホタテ貝柱は、外部からの水の侵入を防いでいると考えられる。このため、従来の透水試験のように測定物外部から水を加圧注入して単位時間に流出する水分量を測定して透過率を得ることは難しい。そこでホタテ貝柱内部に注射器を用いて一定圧力で水を注入し、単位時間あたりに側面より流出する水量を測定することによって透過率を評価した。

図1は、測定した透過率を乾燥過程の含水率に対してプロットしたものである。マイクロ波減圧乾燥でのホタテ貝柱の透過率は、含水率約1.3g/g-dry以上において若干の減少はあるがほぼ一定で推移しており、その後急速に低下している。一方温風乾燥では、乾燥初期(含水率約2.5g/g-dry)から透過率は急速に低下している。つまり、マイクロ波減圧乾燥と温風乾燥の透過率を比較すると、マイクロ波減圧乾燥の透過率が含水率の広い範囲で温風乾燥より高い値となっている。こ

れは、温風乾燥が水分流路の構造を変形させてしまうのに対して、常温程度でのマイクロ波減圧乾燥は乾燥前の細胞組織の形態をそのまま維持できることを示している。

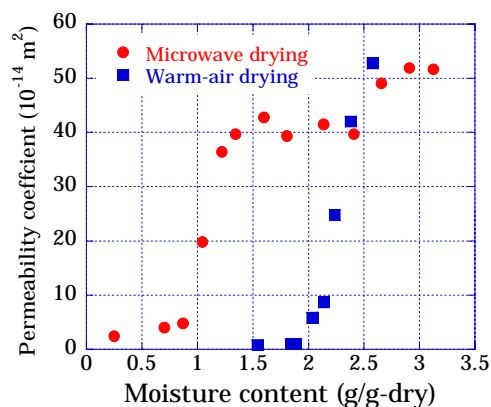


図1 乾燥過程における透過率

3 まとめ

本研究により以下の知見が得られた。

- (1)ホタテ貝柱の内部輸送抵抗は、多孔質体モデルをもとに実験的に求めたホタテ貝柱の透過率により定量的に評価することができる。
- (2)内部輸送抵抗は、透過率の減少、すなわち被乾燥体内の水分流路の閉塞により増加する。温風乾燥では、乾燥早期から減率乾燥期が始まり、透過率が低下することにより内部輸送抵抗が急増する。この内部輸送抵抗が物質輸送に対して支配的になり、蒸発速度がさらに低下する。

4 掲載論文

日本機械学会論文集(B編), 72巻(721号), pp.167-173(2006)

*1 機械電子研究所

*2 九州工業大学

実験とデバイスシミュレーションによる nMOSFETの応力に起因したDC特性変動評価

小金丸 正明^{*1} 池田 徹^{*2} 宮崎 則幸^{*2} 友景 肇^{*3}

Experimental and Numerical Evaluation of Stress Effects on DC Characteristics of nMOSFETs

Masaaki Koganemaru, Toru Ikeda, Noriyuki Miyazaki and Hajime Tomokage

実装時の残留応力により半導体デバイスの電気特性が変動し、最終的な製品が設計どおりに動作しない不具合が問題となっている。本研究では、応力に起因したトランジスタの電気特性値変動評価手法の確立を目的とした。具体的には、4点曲げ試験を用いた半導体デバイスの電気特性値変動評価システムを構築し、応力によるnMOSFETのDC特性値変動を実験的に評価した。さらに、応力の効果を考慮した電子移動度モデルを用いたドリフト拡散デバイスシミュレーションにより実験結果を評価した。その際、応力によるシリコン伝導帯エネルギーの変化に、新たにせん断応力による異方性を考慮することで、実験結果を実用上十分な精度で評価することができた。

1 はじめに

樹脂封止工程で半導体チップに生じる残留応力は半導体デバイスの電気特性を変動させ、しばしば製品に不具合を生じさせる原因となっている。それゆえ、応力に起因した半導体デバイスの電気特性値変動評価・予測手法の確立が望まれている。

本研究では、4点曲げ試験によりnMOSFET (n型絶縁ゲート電界効果トランジスタ) に所定の応力を負荷し、その際の電気特性 (トランジスタ特性) の変動を計測して、応力と電気特性値変動の相関を実験的に評価した。さらに、この応力に起因した電気特性値変動をデバイスシミュレーションにより評価可能とすることを目的として、応力の効果を考慮した電子移動度モデルを検討し、この移動度モデルを用いてデバイスシミュレーションを試みた。評価手法および評価結果について報告する。

2 研究方法

2-1 実験

本研究では、4点曲げ試験により半導体デバイスに応力 (引っ張りまたは圧縮) を負荷した状態で、その電気特性を計測する試験システムを構築した。試験片として、形状 (ゲート幅: W μm およびゲート長さ: L μm の組み合わせ) が異なる7種類のnMOSFETを用い、4

点曲げにより所定の荷重を負荷した状態でドレイン電流の変化を計測した。また、電流方向と負荷方向が平行および垂直となる2通りの試験片を作製し、電流方向に対する負荷方向依存性を評価した。

2-2 デバイスシミュレーション

実際のデバイスは微細形状やドーパント濃度も多種多様であり、実験に基づいた手法のみで応力に起因した特性値変動評価を実施することは容易ではない。その点、デバイスシミュレーションではデバイス形状やドーパント濃度も比較的簡単にモデル化できるため、汎用的な評価手法として実用的であり、かつ応力効果の物理メカニズム解明にも役立つと考えられる。そこで本研究では、応力効果を定量的に評価できるシミュレーション技術の構築を目的として、電子移動度に応力の効果を考慮したモデルを用い、ドリフト拡散デバイスシミュレーションを試みた。

具体的には、実験で用いたデバイス ($W/L = 24/24$) の2次元デバイスシミュレーションモデルを作成し、相互コンダクタンス (G_m) 変化率の応力感度をシミュレーションした。その際、応力による電子移動度の変化を、シリコン伝導帯の底 (バレー) における電子存在確率の変化に帰着させた電子移動度モデルを用いた。シリコン伝導帯バレーにおける電子存在確率は伝導帯バレーのエネルギーに依存し、ひずみ (応力) によりそのエネルギーは変化する。このひずみによるシリコン伝導帯エネルギーの変化は、変形ポテンシャルモデルを用いて表される。本研究では、変形ポ

*1 機械電子研究所

*2 京都大学

*3 福岡大学

テンシャルモデルにおいて、新たにせん断変形による影響を考慮したモデルを提案した。

3 結果と考察

図1に、nMOSFETのゲート長さに対するGm変化率の応力感度を示す。この結果、Gm変化率の応力感度にデバイス形状依存性、および負荷方向依存性が見られた。すなわち、電流方向と負荷方向が平行な場合(Longitudinal)の方が、垂直な場合(Transverse)に比較して応力感度が大きくなった。また、ゲート長さが短くなると、応力感度が減少した。この応力感度における負荷方向依存性は、ひずみ(応力)が生じていない状態で3重に縮退しているシリコン伝導帯バレーが、ひずみによって縮退が解けることにより生じる。ゲート長さに依存した応力感度の変化は、ソースおよびドレイン部の寄生抵抗の影響、デバイスの微細構造に起因した応力分布の影響等が考えられる。

図2に、実験結果とデバイスシミュレーション結果を比較して示す。図2(a)は電流方向と負荷方向が平行な場合、図2(b)は電流方向と負荷方向が垂直な場合の結果である。また、図2には、既存の変形ポテンシャルモデル(図中、without shear stressとして示す)を用いてシミュレーションした結果も同時に示している。この結果、既存のモデルではGm変化率の応力感度における負荷方向依存性を定性的に評価することができなかった。一方、せん断変形による異方性を考慮した本研究のモデルでは、実験結果を実用上十分な精度で定性的、定量的にシミュレーションすることができた。以上の結果から、変形ポテンシャルモデルに基づく伝導帯エネルギーの変化には、せん断変形による影響を考慮する必要があると考えられる。

4 まとめ

本研究では、nMOSFETの応力に起因した電気特性値変動における形状依存性および電流方向に対する負荷方向依存性を実験的に明らかにした。また、応力の効果を考慮したデバイスシミュレーションモデルを検討し、それによって実験結果を実用上十分な精度で評価することができた。

5 掲載論文

電子情報通信学会論文誌 C, Vol. J90-C, No. 4,

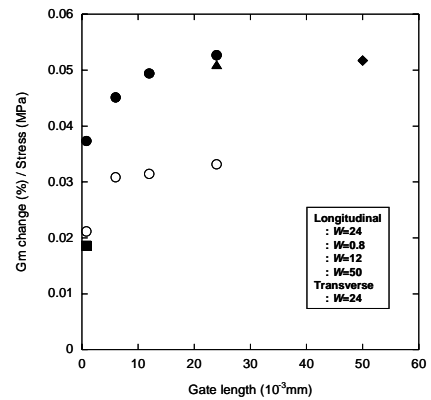


図1 ゲート長さに対するGm変化率の応力感度

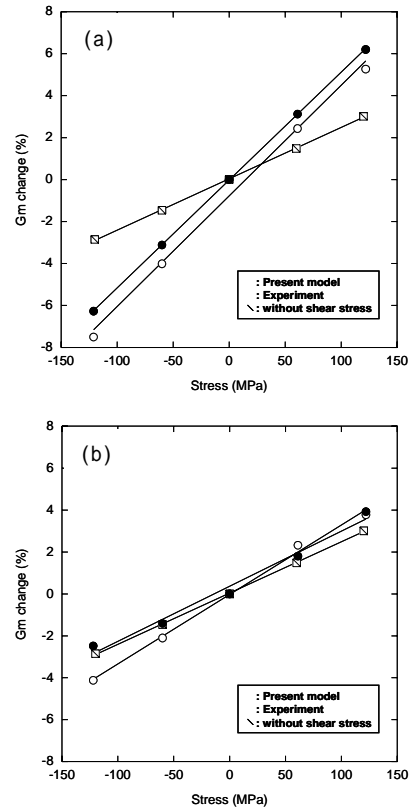


図2 応力によるGm変化のデバイスシミュレーション (W/L=24/24) (a)Longitudinal, (b)Transverse

ピエゾ抵抗テストチップと有限要素法解析を用いた樹脂封止に起因する半導体チップ表面の残留応力評価

小金丸 正明^{*1} 池田 徹^{*2} 宮崎 則幸^{*2}

Evaluation of Residual Stress in Semiconductor Chips during Resin-Molding Process Using Piezoresistive Test Chips and Finite Element Analysis Method

Masaaki Koganemaru, Toru Ikeda and Noriyuki Miyazaki

実装時に半導体チップ表面に生じる残留応力は、半導体デバイスに不具合を引き起こす。本研究では、実験と有限要素法解析を組み合わせることで、樹脂封止時に半導体チップ表面に生じる残留応力を簡易的に評価する方法を構築した。実験で求まる応力フリー温度を用いることにより、実用上十分な精度で解析結果を得ることができた。

1 はじめに

電子パッケージに用いられる樹脂封止材料は粘弾性特性を示す。樹脂の粘弾性解析は、解析に用いる材料定数の同定に手間がかかり、樹脂のガラス転移点付近でのモデル化が複雑で、製造現場で用いる手法としては実用的でない。本研究では、線形解析に実験を組み合わせることで、解析にかかるコストが低く、かつ実用上十分な精度を有する評価手法の構築を目的とした。

2 研究方法

2-1 ピエゾ抵抗テストチップを用いた残留応力測定実験

本研究では、市販（日立ULSI社製）のピエゾ抵抗テストチップを用いて、QFP実装時の残留応力を測定した。また、残留応力の温度依存性も計測し、残留応力がゼロと見なせる応力フリー温度を定義した。本研究の手法では、この残留応力の温度依存性から、線形解析の妥当性を検証することができる。

2-2 有限要素法による線形熱弾性解析

前節で定義した応力フリー温度を応力0の基準温度として線形熱弾性解析を実施し、室温での半導体チップ表面の残留応力を評価した。その際、解析に用いる樹脂の線膨張係数はTMAで計測した。その結果、樹脂の線膨張係数は応力フリー温度以下で一定と見なせた。

3 結果と考察

図1に、半導体チップ表面（4分の1領域）での残留応力評価結果を示す。図中の矩形枠がピエゾ抵抗ゲ-

ジの相対的な位置を表している。図1に示すとおり、ピエゾ抵抗ゲージを用いた実験結果と本研究の手法を用いた解析結果は、実用上十分な精度で一致した。これにより本手法の妥当性が示された。

4 まとめ

本研究の手法により、樹脂の粘弾性挙動を考慮しなくても、樹脂封止時の半導体チップ上の残留応力を簡易的に評価することができる。

5 掲載論文

エレクトロニクス実装学会誌, Vol.9, No.3, pp.186-194(2006)

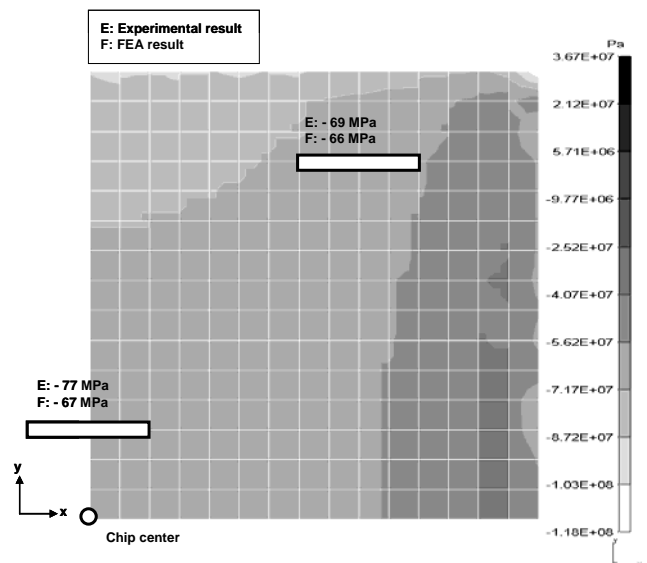


図1 半導体チップ表面の残留応力評価結果

*1 機械電子研究所

*2 京都大学