

ISSN 1883-2350 (Print)

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE
No.5 OCTOBER 2012

静岡県工業技術研究所研究報告

第 5 号
平成24年10月

静岡県工業技術研究所
静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE
2078 Makigaya, Aoi-ku, Shizuoka city, Shizuoka, 421-1298 Japan

目次

静岡県工業技術研究所（静岡）

I 報 告

- | | | |
|----|--|----|
| 1 | 半溶融成形したSiC粒子添加359アルミニウム合金の評価
.....岩澤 秀、鈴木洋光、菅野尚子、上久保佳則、高橋正詞、杉浦泰夫 | 1 |
| 2 | アルミニウム合金鋳物の染色加工に関する研究（第3報）
－陽極酸化処理後の染色性を向上させる前処理条件の検討－綿野哲寛、疋田訓大 | 5 |
| 3 | アルミニウム合金鋳物の染色加工に関する研究（第4報）
－染色を施した陽極酸化皮膜の色彩評価－疋田訓大、綿野哲寛 | 9 |
| 4 | 透明ABS樹脂の特性
.....稲葉彩乃、田村克浩 | 12 |
| 5 | アルミ冷間鍛造における環境対応型潤滑剤の性能評価（第2報）
.....鷺坂芳弘、石橋 格、中倉敏成、中村 保、早川邦夫、笹岡英嗣 | 15 |
| 6 | 工場内無線データ通信の安定化と広域化
.....長谷川和宏、神谷文吾、小柳雅弘、平澤伸太郎、森口慎也 | 20 |
| 7 | 自律神経活動の長期的リズムの測定と疲労に関する調査
.....岡田慶雄、三浦 清 | 24 |
| 8 | 茶葉発散成分の香気分析
.....橘川義明、渡瀬隆也、油上 保、上野千恵、望月一男、岡田慶雄、三浦 清
勝野 剛、菅沼宏文、柴田 努、平野智久、伊藤昌志 | 27 |
| 9 | 伊豆産鹿肉「イズシカ」の特性試験と製品開発
.....上野千恵、渡瀬隆也、橘川義明、望月一男、多々良哲也 | 31 |
| 10 | 自然の力を利用した木材の耐久性向上技術の開発
.....鈴木光彰、赤堀 篤、佐野禎彦、櫻川智史、渡井 純、池田潔彦 | 36 |
| 11 | 木製品の設計・性能評価技術の高度化（第2報）
－構造解析技術を応用した木製いすの設計評価－
.....佐野禎彦、赤堀 篤、深谷謙一、長津義之 | 40 |
| 12 | 木製品に適した非破壊検査法の開発（第2報）
－打音検査法を応用した木製いすの耐久性評価－赤堀 篤、佐野禎彦、深谷謙一 | 45 |

II 研究ノート

1	レーザーによる高性能皮膜の評価	鈴木洋光、菅野尚子、岩澤 秀	49
2	消臭インジケータ色素を用いた生活製品の開発	伊藤 彰	51
3	力学的シミュレーションによるマットレス変形量の予測と検証	船井 孝、鈴木敬明、中村佐紀子、横田秀夫、袴田恭正、前嶋文明	53
4	伝熱シミュレーションを用いた高速転がり軸受けスピンドルの熱変形予測	長津義之、鷺坂芳弘、船井 孝、鈴木敬明、片山哲也、川津和司	55
5	誤嚥の検出装置の開発	長澤 正、重松 孝、前田広士	57
6	多孔質材料の吸音率予測モデルの研究 ーメルトブローを積層した材料の垂直入射吸音率の予測ー木野直樹、大場信宏、辻岡和則	59
7	半導体においセンサによる茶香気の評価	油上 保、渡瀬隆也、橘川義明、望月一男、上野千恵、三浦 清	62
8	小型CTC機を用いた緑茶の試作	渡瀬隆也、橘川義明、稲葉清文、金子由美子	65
9	白葉茶の香気成分	渡瀬隆也、上野千恵、橘川義明、石井剛志	67
10	介護食（形そのまま！）お肉ゼリーの開発	渡瀬隆也、望月一男、上野千恵、橘川義明、青野盈瓠、篠田和代	69
11	廃プラスチックを利用した石膏ボード廃材の低温脱硫処理技術の開発 ー脱硫反応条件の検討ー結城 茜、酒井 奨、杉山直人、松下和弘	71
12	「運動機能回復用具・リハビリ用具」の開発 ー触って気持ちのよいシリコンゴムを使用した「生活補助具（Qシリーズ）」の商品化に向けてー多々良哲也、小松 剛、鴨下賢一、鈴木利明	73
13	入浴用姿勢保持具の開発	小松 剛、易 強、多々良哲也、亀井 力、前嶋宏明、前嶋文明、秋山定則	75

III 抄 録

1	コーヒー残さを原料とした燃料ペレット製造	櫻川智史、山下里恵、菊池圭祐、池ヶ谷明	77
---	-------------------------------	---------------------	----

2	地域バイオマスの特徴とその利用 ー林地残材、柑橘の搾汁残さ、コーヒー滓、および茶殻ー	山下里恵、菊池圭祐、櫻川智史	78
3	コーヒー残さの炭素化	菊池圭祐、山下里恵、櫻川智史、片山 裕、斎藤幸恵	79
4	環境対応型冷間鍛造用固体潤滑剤の性能評価	鷺坂芳弘、石橋 格、関澤雅洋、中村 保、住岡 優、河野正宏	80
5	アルミ合金冷間鍛造用環境対応型潤滑剤の性能評価	鷺坂芳弘、石橋 格、中村 保、笹岡英嗣、早川邦夫	81
6	アルミ合金冷間鍛造用環境対応型潤滑剤の潤滑性能への表面粗さの効果	鷺坂芳弘、石橋 格、中村 保、早川邦夫、笹岡英嗣	82
7	レーザーピーンフォーミングの変形特性 フェムト秒レーザーを用いたレーザーピーンフォーミングによる薄板の曲げ加工（第2報）	鷺坂芳弘、神谷真好、松田 稔、太田幸宏	83
8	重症心身障害児（者）のための新たな食形態「まとまりペースト食」開発の試み	府川恭子、鈴木崇之、村上哲一、浅野一恵、山倉慎二、渡瀬隆也	84
9	加温カフェインによる洗口が健常者の口腔内細菌叢に及ぼす影響	大川勝正	85

沼津工業技術支援センター

I 報 告

- 1 端物羊羹を利用した新規発酵飲料の開発
.....勝山 聡、天野祥吾、岩原健二、横井琢也 87
- 2 医療用酸素ポンベの警報機能付き残量モニタの開発
.....本多正計 91

II 研究ノート

- 1 微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第4報)
-大腸菌を宿主とするインフルエンザウイルス核タンパク質の組換え生産技術の構築-
.....室伏敬太、松野正幸、太田俊也 96
- 2 微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第5報)
-大腸菌を宿主とするインフルエンザウイルス核タンパク質の作製および精製-
.....松野正幸、室伏敬太、太田俊也 98
- 3 微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第6報)
-バイオパンニングによる抗インフルエンザウイルスscFv抗体群のスクリーニング-
.....太田俊也、松野正幸、室伏敬太 100
- 4 廉価な省力化支援簡易ロボット・システムの開発
.....望月建治、飯野 修、本多正計、飯塚千佳世 102

富士工業技術支援センター

I 報 告

- 1 高耐久性金型のための高度コーティング技術の開発
ープラスチック金型へのコーティング技術ー
.....高木 誠、田中翔悟、真野 毅 105
- 2 ダイカスト金型用高耐久コーティングの開発
.....田中翔悟、高木 誠、真野 毅、杉平 力、平松 悟 109
植松祐介、遠藤浩久、安井和夫、田中隆義
- 3 再生紙の新たな品質評価手法の検討（第3報）
ーリサイクルに伴う繊維結合変化に関してー
.....河部千香、齊藤将人、深沢博之 113
- 4 製本用ホットメルト接着剤の紙リサイクル適性の向上
ーホットメルト接着剤物性と紙リサイクル適性の関係の検討ー
.....齊藤将人、深沢博之 120
- 5 再生紙の強度増加を目的とした古紙処理方法に関する研究
.....深沢博之、河部千香、齊藤将人 125
- 6 県内家庭紙メーカーの製品品質の現状と課題
.....堤 真一、深沢博之、村松重緒、齊藤将人、河部千香、目崎陽子 129
- 7 介護福祉施設における見守りセンサシートシステムの開発
.....中山 洋、鈴木悠介、杉本芳邦、小林信明、一言貴則 135
岩崎君男、福島利博、鈴木嘉幸
- 8 太陽光電熱パネルの性能と耐久性向上技術に関する研究
.....鈴木悠介、中山 洋、杉本芳邦、梅津健児、桑原永治、松坂 孝 141

II 研究ノート

- 1 高耐久コーティング技術の普及と応用展開
.....真野 毅、高木 誠、田中翔悟 145

III 抄 録

- 1 DCプラズマイオン化蒸着により作製したDLC系2層膜の摩擦摩耗特性
.....真野 毅、田中翔悟、高木 誠、杉山 治、高井 治 147
- 2 高耐久性ダイカスト金型のための高度コーティング技術の開発
.....田中翔悟、高木 誠、真野 毅 148

浜松工業技術支援センター

I 報 告

- 1 偏光・干渉を用いた画像による非破壊検査技術の開発
.....志智 亘、太田幸宏 149
- 2 非接触式三次元測定機における測定精度評価法 (第1報)
.....柳原 亘、針幸達也 155
- 3 炭素/アラミドハイブリッド複合材料の機械特性
.....鈴木重好、島村佳伸 160

II 研究ノート

- 1 炭酸ガスレーザーによる樹脂表面への加熱処理の高度化 (第2報)
.....渥美博安、植田浩安 164
- 2 レーザーによる金属と樹脂の接合 (第2報)
.....山下清光、渥美博安、平井勤二、菅谷卓生 166
- 3 短パルスレーザーを用いた鉄材の表面加工
ーピコ秒レーザーによる微細周期構造の形成ー宮原鐘一、山下清光、岩崎清斗 168
- 4 炭酸ガスレーザーによる加工状態の評価
.....岩崎清斗 170
- 5 1GHz超の高周波数帯域も測定可能なシールド効果測定法の開発 (第1報)
ー電波暗室での予備的実験ー長谷川茂、山田浩文 172
- 6 1GHz超の高周波数帯域も測定可能なシールド効果測定法の開発 (第2報)
ーシールド効果測定用広帯域アンテナの開発ー山田浩文、長谷川茂 174
- 7 疑似3点法による高速回転主軸の回転精度測定
.....大澤洋文、田中孝彦 176
- 8 金属材料・樹脂材料における不具合シミュレーションとデータ解析に関する研究 (第4報)
ー金属材料におけるキズ・腐食と破壊挙動との関係ー吉岡正行、田光伸也、植松俊明、是永宗祐 178
- 9 金属材料・樹脂材料における不具合シミュレーションとデータ解析に関する研究 (第5報)
ー加熱劣化させた樹脂材料の結合状態に関する解析・評価ー吉岡正行、田光伸也、植松俊明、是永宗祐 180
- 10 陽極酸化皮膜の耐食性向上に関する研究
ー電気化学的手法による耐食性の評価ー田光伸也、吉岡正行 182
- 11 合金めっき皮膜の金属組織に及ぼす電流密度と熱処理温度の影響
.....是永宗祐、植松俊明、伊藤芳典 184

分野別目次

バイオ分野

I 報告

- 1 端物羊糞を利用した新規発酵飲料の開発
勝山 聡、天野祥吾、岩原健二、横井琢也 87

食品分野

I 報告

- 1 茶葉発散成分の香気分析
橘川義明、渡瀬隆也、油上 保、上野千恵、望月一男、岡田慶雄、三浦 清 27
勝野 剛、菅沼宏文、柴田 努、平野智久、伊藤昌志
- 2 伊豆産鹿肉「イズシカ」の特性試験と製品開発
上野千恵、渡瀬隆也、橘川義明、望月一男、多々良哲也 31

II 研究ノート

- 1 半導体においセンサによる茶香気の評価
油上 保、渡瀬隆也、橘川義明、望月一男、上野千恵、三浦 清 62
- 2 小型CTC機を用いた緑茶の試作
渡瀬隆也、橘川義明、稲葉清文、金子由美子 65
- 3 白葉茶の香気成分
渡瀬隆也、上野千恵、橘川義明、石井剛志 67
- 4 介護食（形そのまま！）お肉ゼリーの開発
渡瀬隆也、望月一男、上野千恵、橘川義明、青野盈瓠、篠田和代 69

III 抄 録

- 1 重症心身障害児（者）のための新たな食形態「まとまりペースト食」開発の試み
府川恭子、鈴木崇之、村上哲一、浅野一恵、山倉慎二、渡瀬隆也 84

環境分野

I 研究ノート

- 1 廃プラスチックを利用した石膏ボード廃材の低温脱硫処理技術の開発
 -脱硫反応条件の検討-結城 茜、酒井 奨、杉山直人、松下和弘 71

光分野

I 報告

- 1 偏光・干渉を用いた画像による非破壊検査技術の開発
志智 亘、太田幸宏 149

II 研究ノート

1	炭酸ガスレーザーによる樹脂表面への加熱処理の高度化 (第2報)	渥美博安、植田浩安	164
2	レーザーによる金属と樹脂の接合 (第2報)	山下清光、渥美博安、平井勤二、菅谷卓生	166
3	短パルスレーザーを用いた鉄材の表面加工 ーピコ秒レーザーによる微細周期構造の形成ー	宮原鐘一、山下清光、岩崎清斗	168
4	炭酸ガスレーザーによる加工状態の評価	岩崎清斗	170

材料分野

I 報告

1	半熔融成形したSiC粒子添加359アルミニウム合金の評価	岩澤 秀、鈴木洋光、菅野尚子、上久保佳則、高橋正詞、杉浦泰夫	1
2	アルミニウム合金鋳物の染色加工に関する研究 (第3報) ー陽極酸化処理後の染色性を向上させる前処理条件の検討ー	綿野哲寛、疋田訓大	5
3	アルミニウム合金鋳物の染色加工に関する研究 (第4報) ー染色を施した陽極酸化皮膜の色彩評価ー	疋田訓大、綿野哲寛	9
4	透明ABS樹脂の特性	稲葉彩乃、田村克浩	12

II 研究ノート

1	レーザーによる高性能皮膜の評価	鈴木洋光、菅野尚子、岩澤 秀	49
2	消臭インジケータ色素を用いた生活製品の開発	伊藤 彰	51
3	金属材料・樹脂材料における不具合シミュレーションとデータ解析に関する研究 (第4報) ー金属材料におけるキズ・腐食と破壊挙動との関係ー	吉岡正行、田光伸也、植松俊明、是永宗祐	178
4	金属材料・樹脂材料における不具合シミュレーションとデータ解析に関する研究 (第5報) ー加熱劣化させた樹脂材料の結合状態に関する解析・評価ー	吉岡正行、田光伸也、植松俊明、是永宗祐	180
5	陽極酸化皮膜の耐食性向上に関する研究 ー電気化学的手法による耐食性の評価ー	田光伸也、吉岡正行	182

- 6 合金めっき皮膜の金属組織に及ぼす電流密度と熱処理温度の影響
是永宗祐、植松俊明、伊藤芳典 184

機械電子分野

I 報告

- 1 アルミ冷間鍛造における環境対応型潤滑剤の性能評価（第2報）
鷺坂芳弘、石橋 格、中倉敏成、中村 保、早川邦夫、笹岡英嗣 15
- 2 工場内無線データ通信の安定化と広域化
長谷川和宏、神谷文吾、小柳雅弘、平澤伸太郎、森口慎也 20
- 3 自律神経活動の長期的リズムの測定と疲労に関する調査
岡田慶雄、三浦 清 24
- 4 医療用酸素ポンベの警報機能付き残量モニタの開発
本多正計 91
- 5 介護福祉施設における見守りセンサシートシステムの開発
中山 洋、鈴木悠介、杉本芳邦、小林信明、一言貴則 135
 岩崎君男、福島利博、鈴木嘉幸
- 6 太陽光電熱パネルの性能と耐久性向上技術に関する研究
鈴木悠介、中山 洋、杉本芳邦、梅津健児、桑原永治、松坂 孝 141
- 7 非接触式三次元測定機における測定精度評価法（第1報）
柳原 亘、針幸達也 155

II 研究ノート

- 1 力学的シミュレーションによるマットレス変形量の予測と検証
船井 孝、鈴木敬明、中村佐紀子、横田秀夫、袴田恭正、前嶋文明 53
- 2 伝熱シミュレーションを用いた高速転がり軸受けスピンドルの熱変形予測
長津義之、鷺坂芳弘、船井 孝、鈴木敬明、片山哲也、川津和司 55
- 3 誤嚥の検出装置の開発
長澤 正、重松 孝、前田広士 57
- 4 多孔質材料の吸音率予測モデルの研究
 -メルトブローを積層した材料の垂直入射吸音率の予測-木野直樹、大場信宏、辻岡和則 59
- 5 廉価な省力化支援簡易ロボット・システムの開発
望月建治、飯野 修、本多正計、飯塚千佳世 102

6	1 GHz超の高周波数帯域も測定可能なシールド効果測定法の開発 (第1報) ー電波暗室での予備的実験ー	長谷川茂、山田浩文	172
7	1 GHz超の高周波数帯域も測定可能なシールド効果測定法の開発 (第2報) ーシールド効果測定用広帯域アンテナの開発ー	山田浩文、長谷川茂	174
8	疑似3点法による高速回転主軸の回転精度測定	大澤洋文、田中孝彦	176

Ⅲ 抄 録

1	環境対応型冷間鍛造用固体潤滑剤の性能評価	鷺坂芳弘、石橋 格、関澤雅洋、中村 保、住岡 優、河野正宏	80
2	アルミ合金冷間鍛造用環境対応型潤滑剤の性能評価	鷺坂芳弘、石橋 格、中村 保、笹岡英嗣、早川邦夫	81
3	アルミ合金冷間鍛造用環境対応型潤滑剤の潤滑性能への表面粗さの効果	鷺坂芳弘、石橋 格、中村 保、早川邦夫、笹岡英嗣	82

製紙分野

Ⅰ 報 告

1	再生紙の新たな品質評価手法の検討 (第3報) ーリサイクルに伴う繊維結合変化に関してー	河部千香、齊藤将人、深沢博之	113
2	製本用ホットメルト接着剤の紙リサイクル適性の向上 ーホットメルト接着剤物性と紙リサイクル適性の関係の検討ー	齊藤将人、深沢博之	120
3	再生紙の強度増加を目的とした古紙処理方法に関する研究	深沢博之、河部千香、齊藤将人	125
4	県内家庭紙メーカーの製品品質の現状と課題	堤 真一、深沢博之、村松重緒、齊藤将人、河部千香、目崎陽子	129

繊維高分子材料分野

Ⅰ 報 告

1	炭素/アラミドハイブリッド複合材料の機械特性	鈴木重好、島村佳伸	160
---	------------------------	-----------	-----

ユニバーサルデザイン・工芸分野

Ⅰ 報 告

1	自然の力を利用した木材の耐久性向上技術の開発	鈴木光彰、赤堀 篤、佐野禎彦、櫻川智史、渡井 純、池田潔彦	36
---	------------------------	-------------------------------	----

- 2 木製品の設計・性能評価技術の高度化（第2報）
 ー構造解析技術を応用した木製いすの設計評価ー
佐野禎彦、赤堀 篤、深谷謙一、長津義之 40
- 3 木製品に適した非破壊検査法の開発（第2報）
 ー打音検査法を応用した木製いすの耐久性評価ー赤堀 篤、佐野禎彦、深谷謙一 45

II 研究ノート

- 1 「運動機能回復用具・リハビリ用具」の開発
 ー触って気持ちのよいシリコンゴムを使用した「生活補助具（Qシリーズ）」の商品化に向けてー
多々良哲也、小松 剛、鴨下賢一、鈴木利明 73
- 2 入浴用姿勢保持具の開発
小松 剛、易 強、多々良哲也、亀井 力、前嶋宏明、前嶋文明、秋山定則 75

プロジェクト研究

1. レーザーマイクロプロセッシングのための光計測・制御技術の開発（H19～H21）

I 抄 録

- 1 レーザーピーンフォーミングの変形特性
 フェムト秒レーザーを用いたレーザーピーンフォーミングによる薄板の曲げ加工（第2報）
鷺坂芳弘、神谷真好、松田 稔、太田幸宏 83

2. 高齢者の自立を促進する医食工連携による誤嚥性肺炎の総合的予防（H20～H22）

I 抄 録

- 1 加温カフェインによる洗口が健常者の口腔内細菌叢に及ぼす影響
大川勝正 85

県新成長戦略研究

1. 高耐久性金型のための高度コーティング技術の開発（H21～H23）

I 報 告

- 1 高耐久性金型のための高度コーティング技術の開発
 ープラスチック金型へのコーティング技術ー高木 誠、田中翔悟、真野 毅 105
- 2 ダイカスト金型用高耐久コーティングの開発
田中翔悟、高木 誠、真野 毅、杉平 力、平松 悟 109
 植松祐介、遠藤浩久、安井和夫、田中隆義

II 研究ノート

- 1 高耐久コーティング技術の普及と応用展開
真野 毅、高木 誠、田中翔悟 145

Ⅲ 抄 録

- 1 DCプラズマイオン化蒸着により作製したDLC系2層膜の摩擦摩耗特性
.....真野 毅、田中翔悟、高木 誠、杉山 治、高井 治 147
- 2 高耐久性ダイカスト金型のための高度コーティング技術の開発
.....田中翔悟、高木 誠、真野 毅 148

2. 微生物を用いた抗体タンパク質の生産技術の開発 (H22~H24)

Ⅱ 研究ノート

- 1 微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第4報)
ー大腸菌を宿主とするインフルエンザウイルス核タンパク質の組換え生産技術の構築ー
.....室伏敬太、松野正幸、太田俊也 96
- 2 微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第5報)
ー大腸菌を宿主とするインフルエンザウイルス核タンパク質の作製および精製ー
.....松野正幸、室伏敬太、太田俊也 98
- 3 微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第6報)
ーバイオパンニングによる抗インフルエンザウイルスscFv抗体群のスクリーニングー
.....太田俊也、松野正幸、室伏敬太 100

3. 飲料残さの資源化による地域ゼロエミッションシステムの開発 (H23~H25)

Ⅰ 抄 録

- 1 コーヒー残さを原料とした燃料ペレット製造
.....櫻川智史、山下里恵、菊池圭祐、池ヶ谷明 77
- 2 地域バイオマスの特徴とその利用
ー林地残材、柑橘の搾汁残さ、コーヒー滓、および茶殻ー
.....山下里恵、菊池圭祐、櫻川智史 78
- 3 コーヒー残さの炭素化
.....菊池圭祐、山下里恵、櫻川智史、片山 裕、斎藤幸恵 79

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE

静岡県工業技術研究所研究報告

静岡県工業技術研究所
静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE
2078 Makigaya, Aoi-ku, Shizuoka city, Shizuoka, 421-1298 Japan

半溶融成形したSiC粒子添加359アルミニウム合金の評価

金属材料科 岩澤 秀* 鈴木洋光 菅野尚子
株式会社浅沼技研 上久保佳則 高橋正詞 杉浦泰夫

Evaluation of cast 359 aluminum alloy reinforced with SiC particles produced by thixocasting process

Shigeru Iwasawa, Hiromitsu Suzuki, Naoko Kanno,
Yoshinori Kamikubo, Masashi Takahashi and Yasuo Sugiura

Thixocasting process offers excellent features with high quality and light weight of aluminum casting parts. In this study, we produced 359 aluminum based cast alloys reinforced with SiC particles produced by thixocasting process. The macro-and micro structures and wear properties of each composite castings were investigated. Each composite cast alloys consist of homogeneous dispersed SiC particles in eutectic region, α -Al and eutectic phase. The size of SiC particles are about 10 μ m~30 μ m. Wear test results, SiC composite cast alloys indicate less wear loss than ADC12 die cast alloy and hypereutectic Al-Si alloy specimens.

1. はじめに

固液共存温度領域から成形加工する半溶融成形法では、凝固時の冷却速度が高まり、晶出相が微細晶出し、機械的性質の向上が期待できる。また、鋳物の高品質化・軽量化など、付加価値を高める鋳造法としても注目されている。半溶融成形法は、半溶融金属に圧力を負荷して金型に充填させるが、この成形圧力は、従来のダイカスト法に比べて低いことが、経験的に実証されてきた。したがって半溶融成形法の低圧成形の特長を活かし、普通の砂中子を用いることができれば、これまで以上に複雑形状部品への高圧鋳造の適用が可能と考えられる。

ところで、半溶融成形に使用される合金組成は、AC4CH合金などの既存の亜共晶組成の鋳造用Al-Si-Mg系合金が用いられることが多いものの、耐摩耗性や熱膨張などのアルミニウム合金の欠点を補う合金への適用も非常に興味深い。

本研究では、金型に砂中子を装填した鋳型を用いて、SiC粒子分散Al-9mass%-0.6mass%Mg合金359を半溶融成形した事例について述べる。

2. 実験方法

2. 1 ビレットの製造及び成形

市販の359-20vol%、30vol%及び40vol%SiC（以下vol%は%と略す）合金をそれぞれ電気炉にて溶解した後、室温の鉄鋼製容器（内径100mm、高さ250mm）に注湯した。注湯温度は、いずれの複合材とも約700℃とした。なお、10%SiC合金では、20%SiC合金を357アルミニウム合金で薄めて溶解した。得られた各複合材ビレットを高周波誘導加熱装置を用いて、半溶融温度まで加熱し、油圧プレスに設置した鋳型に成形した。ビレットの半溶融温度は、10%SiCは、585℃~590℃、20%SiCでは590℃、30%、40%SiC及び45%SiCでは、595℃~600℃とした。成形試験に使用した鋳型は、砂中子と金型を組

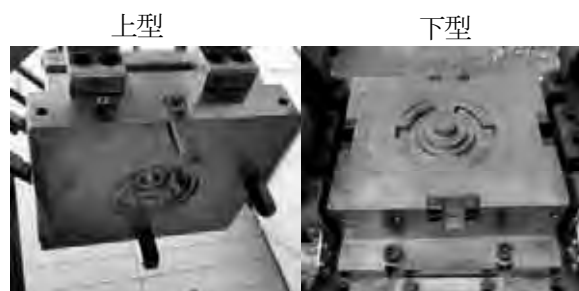


図1 成形試験に用いた鋳型

*) 現 浜松工業技術支援センター

合わせた実部品形状の鋳型（以後、ハイブリッド鋳型と称す）で、図1に外観を示す。成形条件は、成形速度260mm/s、成形圧力30MPa、金型温度約200℃、砂中子温度を室温とした。図2に砂中子を示す。砂中子は、人工砂を用いてコールドボックスにより製作し、下型にセットする。

2. 2 組織観察及び特性評価

得られた複合材鋳物を切断して、カラーチェック試験及びマクロ組織観察により鋳物の健全性を評価した。鋳放しのまま材のミクロ組織観察では、切断した試料を樹脂埋めして、耐水ペーパー及びダイヤモンド微粒子を用いてバフ研磨した後、ふっ酸水溶液で腐食させて、金属顕微鏡を用いて、写真撮影し、SiC複合材の分布、形状を調べた。摩耗試験は、半溶融成形のまま材について幅20mm、長さ40mm、厚さ10mmの板状試験片の表面を耐水ペーパー#1,000まで研磨し、大越式摩耗試験機を用いて試験し、摩耗痕の幅から算出した摩耗量により評価した。



図2 砂中子の外観

3. 結果及び考察

図3にハイブリッド鋳型を用いて半溶融成形した複合材鋳物の外観写真を示す。いずれの複合材鋳物とも表面には、不廻り、割れなどの欠陥は認められず、健全な外観を示した。図4に断面マクロ組織写真及び図5に断面のカラーチェック写真を示す。マクロ組織写真では、SiC粒子の凝集、液相と固相が分離した偏析などは認められず、均一分散したSiC複合組織となった。カラーチェック写真では、10% SiC及び40% SiCで製造した鋳物内部に分散した微少な空洞欠陥が認められた。

図6に代表的な各複合材のミクロ組織写真を示す。SiC複合率の増加に伴いSiC粒子は多く観察される。SiC粒子は、初晶 α -Al相を縁取るように分布しており、共晶部分に偏在しているのがわかる。SiC複合率が高いほど晶出する初晶 α -Al相の面積率は少

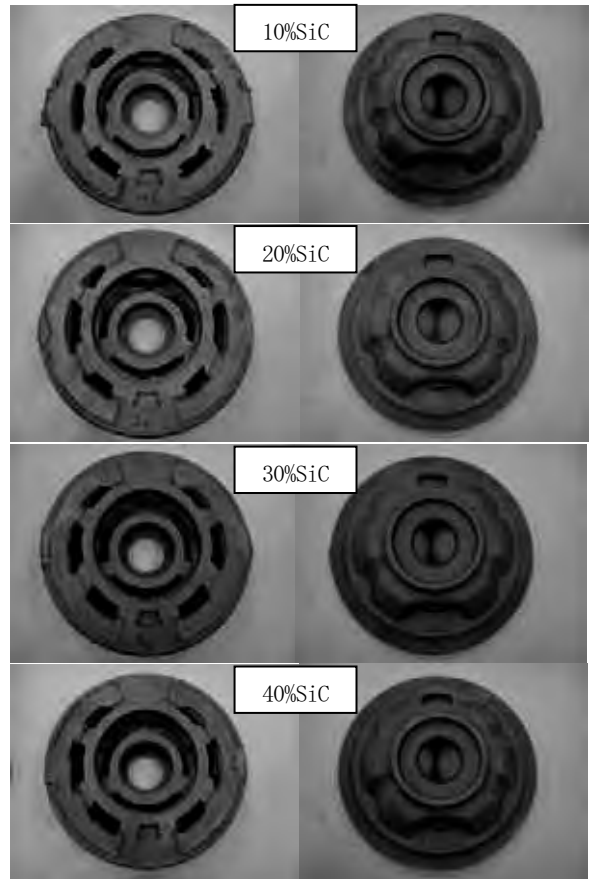


図3 複合材鋳物の外観写真

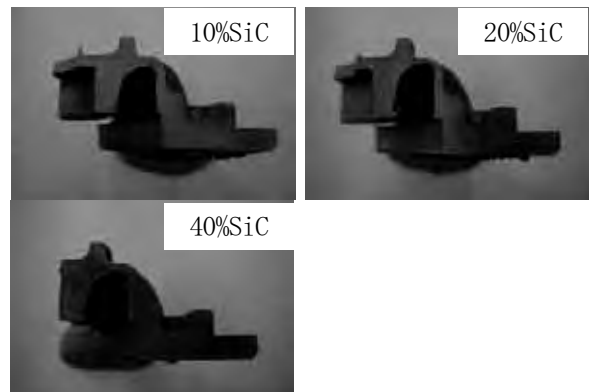


図4 マクロ組織写真

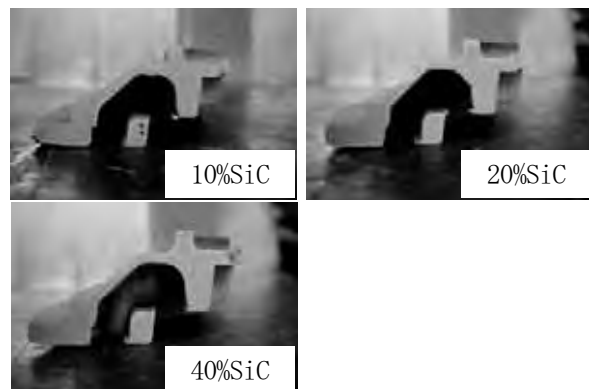


図5 カラーチェック写真

【報告】

なく、SiC粒子は均一分散しているように観察される。SiC粒子の平均粒子径は、10%SiC及び20%SiC

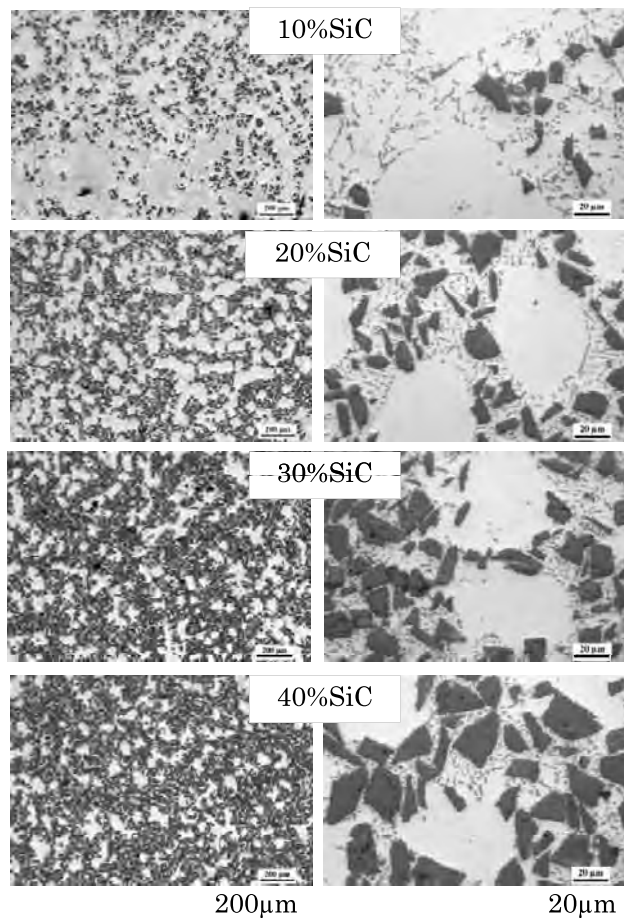


図6 ミクロ組織写真



図7 大越式摩耗試験機

で14.2 μm 、30%SiCで10.2 μm 、40%SiCでは27.9 μm であった。

図7に大越式摩耗試験機を示す。摩耗試験条件は、摩耗速度1.98m/s、摩耗距離200mとして、付加荷重20.6N及び185Nとして、乾式で行った。相手材は、SUJ2を用いた。比較材として、AC4C-T6、ADC12、15%Si、18%Si、21%Si過共晶Al合金についても摩耗試験を行った。摩耗量の測定は、摩耗試験後の摩耗跡をマイクロ스코プにて摩耗長さを測定して算出した。

図8に負荷荷重20.6Nで摩耗試験した後の試料表面を示す。いずれも相手材との摩耗により削り取られた形態になっており、亜共晶合金のAC4C-T6合金は、最も摩耗跡が大きく、次いでADC12及び過共晶合金、複合材の順に摩耗跡が小さい。また、SiC複合率が多いほど、摩耗跡の大きさは小さい、すなわち摩耗しにくい結果となった。摩耗試験結果を図9に示す。いずれの合金とも負荷荷重の大きい方が、摩耗量は増加する。過共晶Al合金では、Si量の増加に伴い、摩耗量は減少する。SiC複合材では、10%SiC合金で、20%SiC合金と同等な耐摩耗性を示す。複合率が高くなるにつれて、摩耗減量は減少し、良好な耐摩耗特性を示した。摩耗跡断面のミクロ組織写真を図10に示す。ADC12では、摩耗面直下に組成流動した痕跡が認められており、また試験後の相手材表面にも被試験材の一部が付着していた。このことは、ADC12の摩耗では、試験中において相手材との凝着作用が生じたものと考えられる。複合材では、摩耗表面のSiC粒子に一部破壊されたものが観察される。摩耗は、これらのSiC粒子が担っ

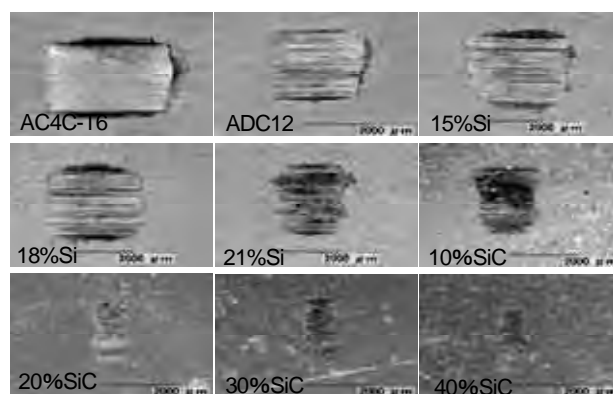


図8 摩耗試験後の試料表面

ているものと推測される。SiC粒子が多いと、相手材との接触面積が増加し、そのために高含有SiC複合材の方が良好な摩耗特性を示したものと考えられる。

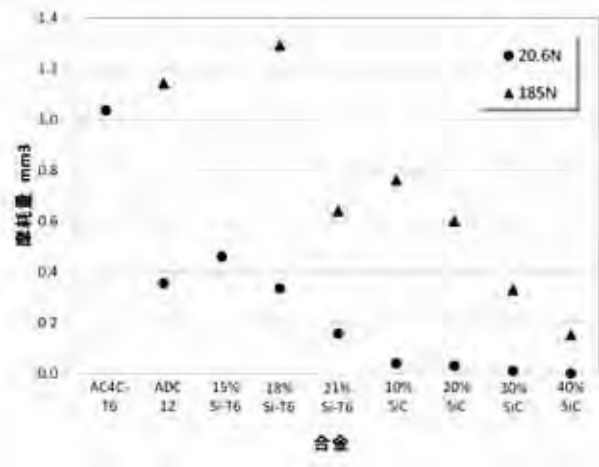


図9 摩耗試験結果

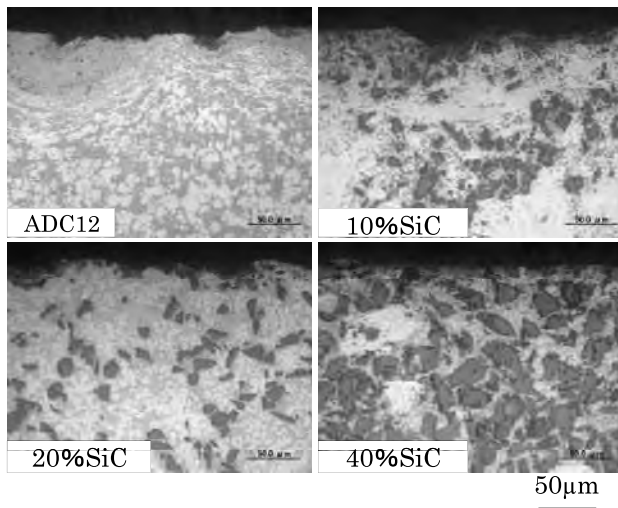


図10 摩耗痕断面のマイクロ組織

4. まとめ

金型と砂中子を組合わせたハイブリッド鋳型を用いて、SiC粒子添加鋳造アルミニウム合金を半溶融成形した。得られた複合材鋳物の特性と品質を調べて、実用性の可能性を検討した。

1) 砂中子を用いて半溶融成形したところ、砂中子は崩壊せず、砂落ちなども見られなかったことから、砂中子を用いた半溶融成形は、十分実用性を備えているものと考えられる。

2) 複合材鋳物は、均一分布したSiC粒子とマトリックス合金組織となっており、偏析及び引け巣などは、ほとんど観察されず、健全な鋳物を成形することができた。

3) SiC複合材鋳物の耐摩耗性は、既存のダイカスト合金、過共晶合金に比べて良好であり、摩耗性を高めた魅力的な合金であると考えられる。

アルミニウム合金鋳物の染色加工に関する研究（第3報）

— 陽極酸化処理後の染色性を向上させる前処理条件の検討 —

金属材料科 綿野哲寛 足田訓大*

Study on Anodic Oxidation Treatment of Aluminium Alloy Casting With Dyeing
(3rd report)

—The research to improve the external appearance of anodic oxidation coatings—

Tetsuhiro Watano and Tokihiro Hikida

Aluminium alloy casting shows excellent properties of lightweight, recycling and productivity. Some of them are treated with anodic oxidation to improve the properties of corrosion resistance, hardness and toughness. But it is difficult for them to make the film of anodic oxidation treatment more beautiful because there are a lot of Si particles and Cu on the surface of them. If it is given the ways to improve the external appearance of the film, the market of the anodic oxidation treatment is expanded largely. This research is investigated the ways to improve the problems and it will be found that pretreatment, heat treatment and electrolysis condition of anodic oxidation treatment suitable for the anodic oxidation treatment of them. As a result, the film of anodic oxidation treatment will be more beautiful.

1. 緒言

EV、HEVの市場拡大が期待される中、自動車部品に組み込まれるアルミニウム合金鋳物部品の需要増加が見込まれる。

更に、業界からはアルミニウム合金鋳物を色彩・金属光沢のある外観部品として利用することや色別することで部品管理を簡略化したいなどの要望が出されている。

従来の鋳造技術で成型されたアルミニウム合金は、一般に陽極酸化処理後の染色性が悪く、外観部品への用途には塗装による表面処理が主流となっている。

そこで、我々は、アルミニウム合金鋳物の陽極酸化処理後の染色性を向上させる前処理条件を最適化し、塗装より密着性、耐熱性及び機械的強度の高い外観部品として、他分野での用途開発を目指した。

本報告では、前処理による陽極酸化皮膜の厚膜化の効果について検証した。また、作成した染色試料片の色彩評価については、アルミニウム合金鋳物の染色加工に関する研究（第4報）で報告する。

2. 実験方法

2. 1 試料準備

(1) 前処理の最適化に用いた供試体

チクソキャスト法により成形したアルミニウム合金鋳物（Si：1%）を縦30mm×横20mm×厚さ5mmに切断機を用いて切り出し、サンドペーパーで表面研磨したものを使用した。

(2) 外観部品の検討に用いた供試体

チクソキャスト法により成形したホイールディスク（Si：7%）を使用した。

2. 2 前処理条件

陽極酸化処理後の染色性を向上させるためには、陽極酸化皮膜の膜厚を厚くする必要がある。しかし、粗大なSi粒子や金属間化合物CuAl₂が陽極酸化皮膜の生成を阻害している。

平成22年度の研究¹⁾では、ベーマイト処理、ダブルアルマイト処理による染色性向上が確認され、200℃による熱処理については効果が確認されなかった。

そこで、ベーマイト処理、ダブルアルマイト処理は、条件を更に増やすことにより最適化を行った。

*) 現 中部健康福祉センター

また、熱処理については、温度、保持時間を幅広く変化させることで効果について再検討した。

詳細な前処理条件は以下のとおり。

- ① 県西部のめっき事業所で行っている前処理
- ② ベーマイト処理
0.2%NH₃aq、90°C、1、3、5、10、15、30、60、90、120min→0.9mol/ℓ NaOH aq、70°C、4min
- ③ ダブルアルマイト処理
15%H₂SO₄aq、rt、印加電圧10V、印加時間10、30、60、180、300、420、600、1,200、1,800s→0.9mol/ℓ NaOH aq、70°C、4min
- ④ 熱処理
200、250、300、350、400、450、500、550°Cの各温度で2、4、6、8、16h保持→水で急冷

2. 3 陽極酸化及び後処理条件

染色までの工程は、前処理→陽極酸化→染色→封孔の順とした。前処理条件は2. 2節のとおりである。

陽極酸化、染色、封孔については、県西部のめっき事業所の連続式ラインで処理を行った。

染色については奥野製薬工業株式会社の赤色有機染料で染色後、酢酸ニッケル系封孔処理剤を使用して封孔処理を行った。

陽極酸化処理条件は表1のとおりである。

表1 陽極酸化条件

電解条件	処理条件
電解浴	硫酸15wt%
電解法	定電圧電解(直流)15V
陰極材	鉛
極間距離	40mm
電解時間	30min

2. 4 皮膜の評価

試料を樹脂包埋後、鏡面研磨することで、陽極酸化皮膜の厚さ及び硬さについて評価した。

陽極酸化皮膜の厚さは、オリンパス(株)製の金属顕微鏡PMG3-614Uによる顕微鏡断面測定法で行った。

また、陽極酸化皮膜の硬さは(株)赤石製作所製のマイクロビッカース硬度計AVK型を用いて皮膜の断

面より計測した。

3. 結果

3. 1 県西部のめっき事業所で行っている前処理

県西部のめっき事業所で行っている前処理を利用した陽極酸化皮膜の膜厚を測定した結果は、13.82μmであった。

3. 2 ベーマイト処理

2. 2節②のベーマイト処理後、陽極酸化→染色→封孔を行った。

ベーマイト処理は、表層に多く存在するSi粒子を除去する目的で酸化皮膜を生成、剥離する手法である。

各煮沸時間における陽極酸化皮膜の膜厚結果を図1に示す。

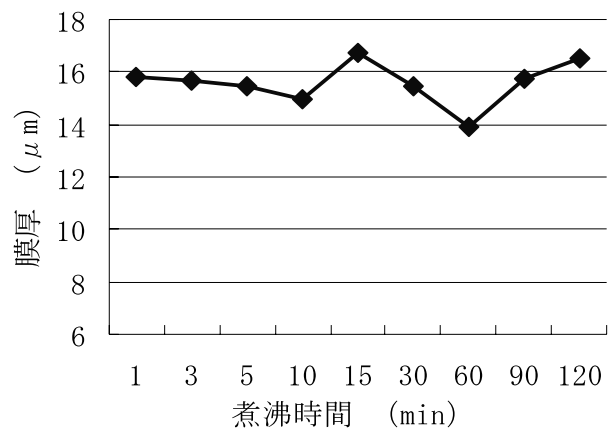


図1 陽極酸化皮膜の膜厚 (ベーマイト処理)

3. 1節の測定結果と比較すると煮沸する時間に関係なく陽極酸化皮膜の成膜効率向上に効果があるため、管理が容易で工業化に向けて実用的な前処理であることが分かった。

ベーマイト処理による煮沸時間の最適化は、図1の結果と第2報の染色試料片の色彩評価で行った。

3. 3 ダブルアルマイト処理

2. 2節③のダブルアルマイト処理後、陽極酸化→染色→封孔を行った。

ダブルアルマイト処理も3. 2節ベーマイト処理と同様の目的で酸化皮膜を生成、剥離する手法である。

各印加時間後の陽極酸化皮膜の膜厚結果を図2に示す。

図2から印加時間が長くなるほど陽極酸化皮膜の膜厚が低下する結果となった。

これは、印加時間を長くすることで酸化皮膜がより厚く生成し、剥離が十分に出来なかったため、陽極酸化処理に効果が生じなかったと考えられる。

ダブルアルマイト処理はベーマイト処理と比較して印加時間を短く、正確に管理する必要があるため実際のめっきラインでの前処理としては難しいと考えられる。

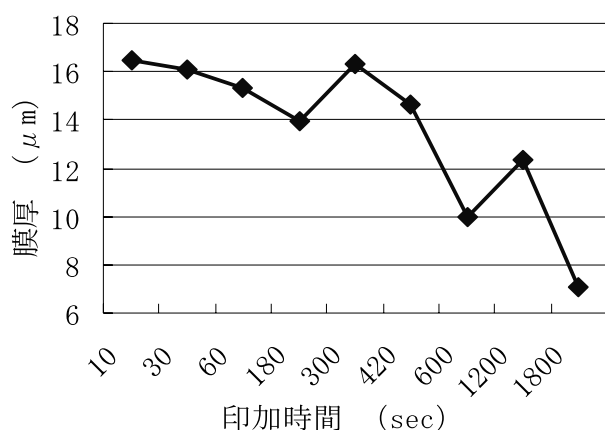


図2 陽極酸化皮膜の膜厚 (ダブルアルマイト処理)

3. 4 熱処理

2. 2節④の熱処理後、陽極酸化→染色→封孔を行った。

熱処理は、陽極酸化皮膜の生成効率を向上させる目的で粗大なSi粒子を微細に再析出させる方法である。各処理後の陽極酸化皮膜の膜厚及び硬さ結果を図3、図4に示す。

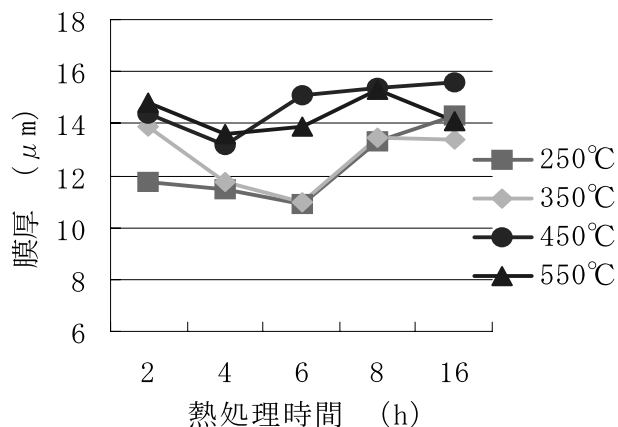


図3 陽極酸化皮膜の膜厚 (熱処理)

図3より250、350°Cによる熱処理温度では、熱処理時間に関わらず陽極酸化皮膜の膜厚向上に効果が

見られなかった。

一方、450、550°Cによる熱処理温度では、陽極酸化皮膜の膜厚向上に効果が確認された。しかし、550°Cの熱処理ではボイドの生成も同時に確認され、素材自体の機械的強度を低下させることから、不適とした。

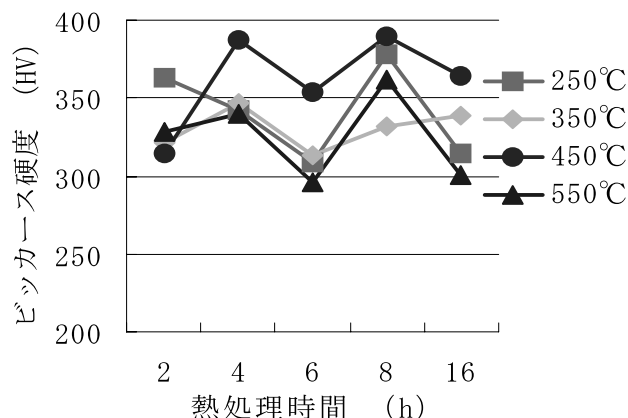


図4 陽極酸化皮膜の硬度 (熱処理)

図4から陽極酸化皮膜の硬度は、450°Cで4hまたは8h熱処理したものが高い硬度を示した。

以上、図3、4より陽極酸化皮膜の膜厚・硬度向上に効果のある熱処理は、供試体を450°Cで8h保持後、水で急冷させる条件であることが分かった。

3. 5 前処理条件の最適化

以上の結果から、熱処理により粗大なSi粒子を微細に再析出させた後、ベーマイト処理で酸化皮膜を生成、剥離する方法が、その後の陽極酸化皮膜の厚膜化に効果的な前処理であると考えられる。

以下に最適化した前処理条件を示す。

1 熱処理

450°Cで8h保持→水で急冷

2 ベーマイト処理

0.2%NH₃aq、90°C、Xmin煮沸→

0.9mol/l NaOH aq、70°C、4min

ベーマイト処理は、煮沸する時間に関わらず陽極酸化皮膜の成膜効率向上に効果があるため、第4報の染色試料片の色彩評価により煮沸時間の最適化を行った。

次に、実際の部品で検証するため2. 1(2)項のホイールディスクをターゲットに、最適化した前処理→陽極酸化→染色→封孔の工程で処理した後、色彩、

光沢度評価を行った。

4. 結言

本研究では低Siのアルミニウム合金鋳物をターゲットに陽極酸化処理後の染色性向上を目的として、ベーマイト処理、ダブルアルマイト処理、熱処理の検討を行い、前処理条件の最適化を行った。

その結果、以下のことが明らかとなった。

(1) ベーマイト処理

煮沸時間に関わらず、陽極酸化皮膜の成膜効率が向上することが分かった。

(2) ダブルアルマイト処理

印加時間が長くなるほど陽極酸化皮膜の成膜効率が低下することが分かった。

(3) 熱処理

450℃で8h保持後、水で急冷させることにより陽極酸化皮膜の膜厚、硬度の向上が確認された。

参考文献

- 1) 綿野哲寛他：アルミ合金鋳物の染色加工に関する研究（第1報）－陽極酸化処理後の染色性を向上させる条件検討－，静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，10-14（2011）。

アルミニウム合金鋳物の染色加工に関する研究（第4報）

— 染色を施した陽極酸化皮膜の色彩評価 —

金属材料科 足田訓大* 綿野哲寛

Study on Anodic Oxidation Treatment of Aluminium Alloy Casting with Dyeing
(4th report)

— Color Assessment of Anodic Oxidation Coatings with Dyeing —

Tokihiko Hikida and Tetsuhiro Watano

Removal of alloying elements such as silicon and CuAl_2 from aluminium alloy casting surfaces is necessary to improve their outer appearance after anodic oxidation treatment. In our previous study, we conducted the color and specular gloss measurements of the anodic oxide film after heat treatment, boehmite treatment and double-anodizing treatment, respectively. In this report, we conducted the color assessment of colored anodized aluminium alloy casting wheel disks for automotive vehicles compared with our conventional pre-treatment. Consequently, we indicated that combination of heat treatment at 450°C for 8h and boehmite treatment at 90°C for 30min is the most suitable conditions for aluminium alloy castings investigated in this work.

1. 諸言

アルミ合金鋳物の陽極酸化処理による染色性を向上させるためには、表層に存在するSi粒子や金属間化合物 CuAl_2 の影響を抑える必要がある。

平成22年度の研究^{1)、2)}では、陽極酸化の前処理として熱処理、ペーマイト処理及びダブルアルマイト処理を取り入れることで、表層のSi粒子や金属間化合物の影響が抑えられ、色彩や鏡面光沢度が向上することを確認した。

本研究では、アルミ合金鋳物の染色加工に関する研究（第3報）で作成した染色試料片を色彩や鏡面光沢度により評価し、前処理の最適化を行った。

そして、最適化した前処理の効果を検証するため、チクソキャスト法により成形したアルミ合金鋳物製自動車用ホイールディスクを用いて染色加工品を作成し、外観評価を行った。

2. 実験方法

2. 1 染色加工品

最適化した前処理の効果を比較するため、以下に示す(A)、(B)の染色加工品を作成した。

(A) 最適化した前処理→陽極酸化→赤染色→封孔

(B) 県西部のめっき事業所で行っている前処理*→陽極酸化→赤染色→封孔

※以後、従来の前処理と略す。

2. 2 外観評価

(1) 色彩評価

色彩評価は、分光測色計CM-5（コニカミノルタセンシング^株製）を用いて、 $L^*a^*b^*$ 表色系にて行った。また、色差計算の標準試料は、高純度アルミ99.85%ハルセル陰極板（^株山本鍍金試験器製）に従来の前処理後、陽極酸化処理により赤染色したものをを用いて、以下の式より色差 ΔE^*_{ab} を求めた。

$$\Delta E^*_{ab} = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

ここで、 L^* は明度を、 a^* および b^* は色相と彩度を示す色度（クロマティックネス指数）を表す。

(2) 鏡面光沢度

鏡面光沢度は、ハンディ光沢計グロスチェッカIG-331（^株堀場製作所製）の 60° 鏡面光沢測定方法により測定した。

*) 現 中部健康福祉センター

3. 結果

熱処理、ベーマイト処理、ダブルアルマイト処理より作成した染色試料片を、L*a*b*表色系と鏡面光沢度測定により評価した。

L*a*b*表色系のa*は、+方向に行くほど赤色が強くなり、-方向に行くほど緑色が強くなることを表している。今回は赤に染色したため、a*が高い方が良好な結果と判断した。

鏡面光沢度に関しては、陽極酸化処理による染色の利点として、金属光沢を残したまま色付けできるという点が挙げられることから評価項目に加えた。

熱処理後のa*の結果を図1に示す。赤を表す指標であるa*は、450℃で長時間処理したものや500℃で処理したもので比較的高い値を示した。この結果は、アルミ合金鋳物の染色加工に関する研究(第3報)で最適化した熱処理条件(450℃、8h→水中で急冷)を裏付けるものであった。しかし、鏡面光沢度に関しては大きな違いは見られなかった。

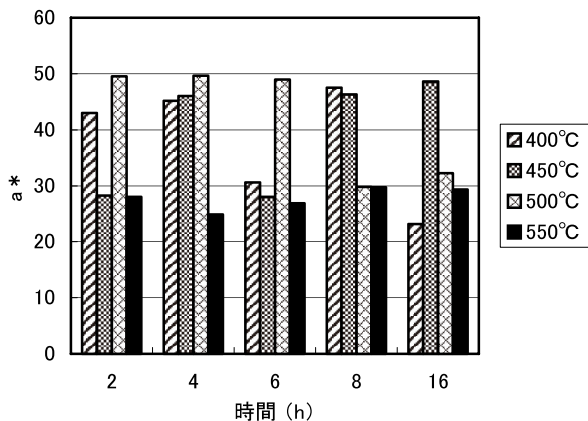


図1 熱処理後の外観評価

続いて、ベーマイト処理及びダブルアルマイト処理後の結果を図2に示す。

ダブルアルマイト処理よりもベーマイト処理の方が、全体的にa*、鏡面光沢度ともに高い傾向が見られた。また、ベーマイト処理の方が、鏡面光沢度が高いことは前回の報告とも一致している。そのため、前処理条件としてはベーマイト処理が適当と考えられる。

ベーマイト処理の時間は、a*がベーマイト処理30min、120minで特に高く、鏡面光沢度が処理1minから一度減少した後、30min以降で再び高くなって

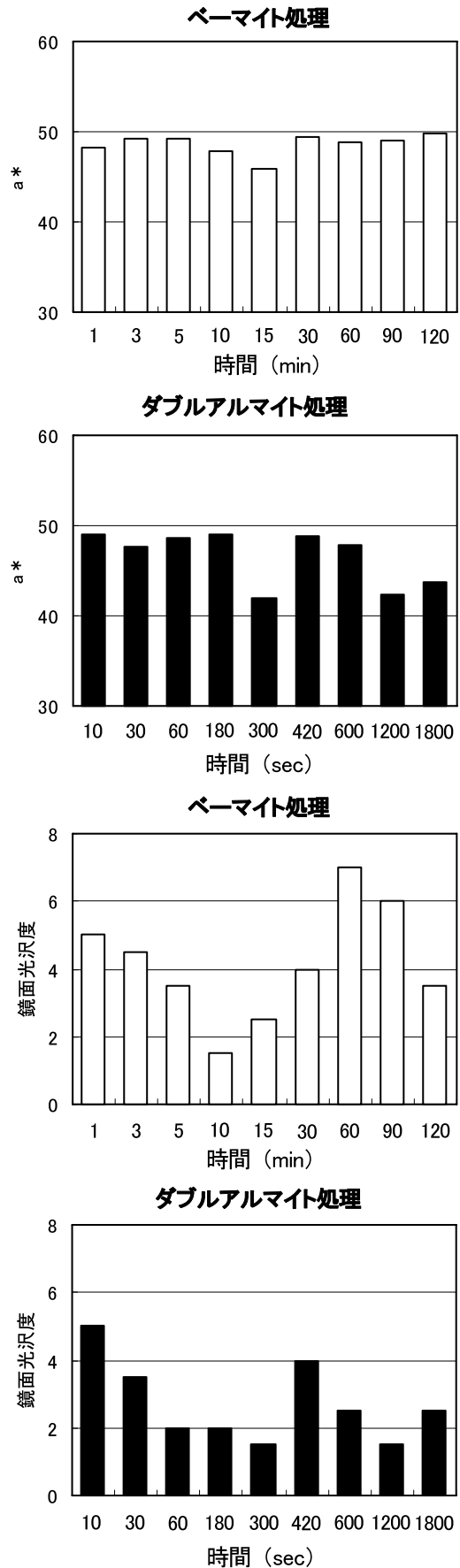


図2 a*、鏡面光沢度による外観評価

【報告】

いることや効率性を考えると煮沸時間は長すぎない方がよいことから、30minとした。

以上より、①熱処理により粗大なSi粒子を微細に再析出させた後、②ベーマイト処理によりSiやCuAl₂を除去する方法を組み合わせることで、さらなる染色性の向上が期待される。そこで、この最適化した前処理条件について、アルミ合金鋳物製自動車用ホイールディスク（Si：7％）を用いて評価を行った。

最適化した前処理（熱処理＋ベーマイト処理）を行った試料(A)、従来の前処理のみで行った試料(B)について、色彩評価、及び鏡面光沢度測定を行った結果を図3に示す。また、(C)は高純度アルミ99.85％ハルセル陰極板を従来の前処理後、陽極酸化処理により赤染色した結果（a*、色差）であり、高い染色性が得られることからこれを標準試料とした。

a*については、試料(A)で標準試料(C)とほぼ同じ値まで改善していた。また、標準試料(C)と比較した色

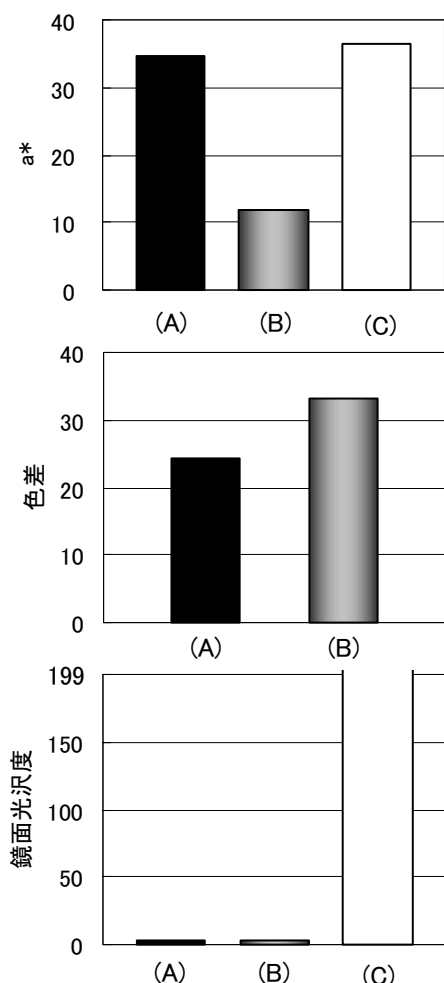


図3 染色ホールディスクの外観評価

差も、試料(B)に比べて試料(A)の方が小さく、約27％の改善が見られた。

一方、鏡面光沢度に関しては、標準試料(C)で測定限界を超える199以上となったが、(A)、(B)ともに3と非常に小さな値であった。

4. 結言

(1) 最適化した前処理条件

第3報で検討した前処理条件と本報で検討した染色評価の結果から、最適な前処理条件を次のように決定した。

熱処理（450℃、8 h→水中で急冷）→

ベーマイト処理（90℃の0.2%NH₃水溶液中で30 min煮沸後、70℃の0.9mol/l NaOHaqで4 min処理することにより酸化皮膜をはく離）

(2) ホイールディスクの染色

最適化した前処理では、a*は従来の前処理に比べて標準試料に近い値となり、色差も改善された。このように、熱処理とベーマイト処理を組み合わせることで、アルミ合金鋳物中の添加元素の影響を抑え、より良い外観が得られることがわかった。

今回はSi量が7％のホイールディスクを用いたが、よりSi量を抑えた製品であれば、さらなる染色性の改善が期待できる。

参考文献

- 1) 綿野哲寛他：アルミ合金鋳物の染色加工に関する研究（第1報）－陽極酸化処理後の染色性を向上させる条件検討－，静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，10-14（2011）。
- 2) 疋田訓大他：アルミ合金鋳物の染色加工に関する研究（第2報）－染色を施した陽極酸化皮膜の色彩評価－，静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，60-61（2011）。

透明ABS樹脂の特性

化学材料科 稲葉彩乃 田村克浩

Characteristics of transparent ABS resin

Ayano Inaba and Katsuhiro Tamura

Transparent ABS resin has been extensively used as a material combine transparency and strength comparable to ABS resin. Although there is a variety of grades on the market, that makes it difficult for manufacturers to acquire enough knowledge of each properties and choose appropriate grades for their products. Then to gain better understanding of transparent ABS grades on the market, we try to analysis of main component composition ratio with infrared spectroscopic analysis.

As a result, it was found that component composition ratio is irregular and grades are classified in term of each standard defined by the maker.

1. はじめに

透明ABS樹脂はABS樹脂の強度と透明性を兼ね備えた材料として、近年幅広い分野で用いられており数多くのグレードが市場に流通している。一方で多様化により各グレードの特徴を比較し目的に合った材料を選び出すことが困難になっている。

例えば静岡県内のあるメーカーでは、ABS樹脂部品の原料を同名称で流通している透明グレードに変更したところ、割れトラブルが生じるようになった(図1)。部品の赤外線分光分析およびMSDS調査の結果、変更後の材料はABSの名称で流通しているがアクリル系であり(図2)、また期待した強度が得られなかったことがトラブルの原因と考えられた。

このようなことから市場に流通する透明ABS樹脂の現状を明らかにし、現場での適切な樹脂選択へつながるよう解析を試みた。



図1 割れトラブルを生じたヒンジ(白矢印部分の割れトラブル)

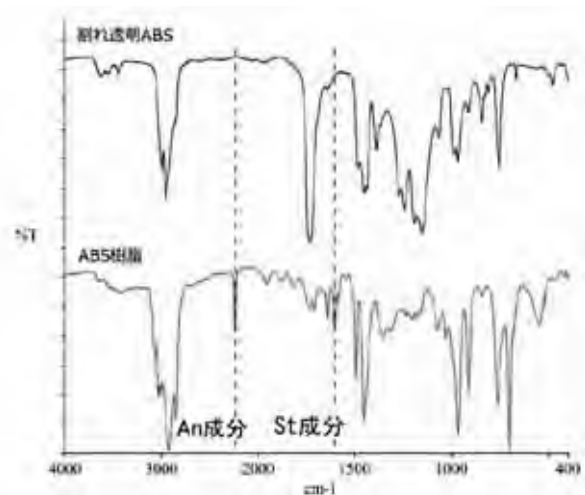


図2 赤外線分光分析による標準ABSのスペクトル(下)と透明ABSのスペクトル(上)

2. 実験方法

2. 1 外分光分析による主成分組成比解析

国内市場に流通する透明ABS樹脂について8社28グレードを入手し、フーリエ変換赤外分光分析を行った(分析装置:パーキンエルマーSpectrum 2000)。各グレードはアクリロニトリル(An)、ブタジエン(Bd)、スチレン(St)、メタクリル酸エステル(M)の4成分から成ると仮定し、得られたスペクトルから各成分の特徴的なピークを読み取り、それらの吸光度比から参考文献^{1) 2)}を基に成分組成比を算出した。組成比の算出は、まずAn、Bd、Stから成るABS樹脂とSt、Mから成るMS樹脂についてそれぞれ確立されている主成分組成比の検量線

と計算式を利用し、透明ABS各グレードのAn : Bd : St及びSt : Mの比を別々に求めた。次にABSとMSに共通のStを介し二つの比をつなげAn : Bd : St : Mとし、全体を100%に補正した。

2. 1 成分組成比と物性の関連性についての分析

次に成分組成比と物性との関連性について検証を行った。物性は、曲げ弾性率、引張り強さ、シャルピー衝撃強度、荷重たわみ、密度、メルトフローレイトの6項目についてメーカーから提供されているカタログの物性値を採用し、曇り度は実際に測定した値を採用した（ヘイズメーター：日本電色工業㈱NDH4000）。成分ごとに、含有率を横軸、物性値を縦軸にとり、今回主成分分析を行った28グレードの値をプロットした。7項目の物性についてそれぞれ分布図を作成し、計28種類（4成分×7項目）の分布図を得た。

3. 結果及び考察

3. 1 外分光分析による主成分組成比解析

解析の結果を図3に示す。各社各グレードにより成分組成比は異なるが、多くのグレードにおいてM成分が主成分であった。またC社の2グレードはAn成分とSt成分が、D社の4グレードはAn成分がほとんど含まれていないことが分かった。また各社の標準グレードを比較したところ共通要素は認められず、成分比に関する基準はメーカーごとに異なることが分かった。これらの結果から、すべてのグレードについてABS樹脂と同等に扱うことはできず、樹脂選択の際はグレード名よりも実際の物性を知る必要があると言える。

3. 2 成分組成比と物性の関連性についての分析

作成した分布図の例として図4にAn成分と引張強度の分布図を示す。図4の例のように、いずれの成分-物性の組み合わせにも相関関係は認められなかった。このことから、今回検証した物性に関しては主成分組成比にのみ依存するものではなく、成形法や添加剤など様々な条件が重なった複合的な要因により決まるため、樹脂特性を正しく理解するために

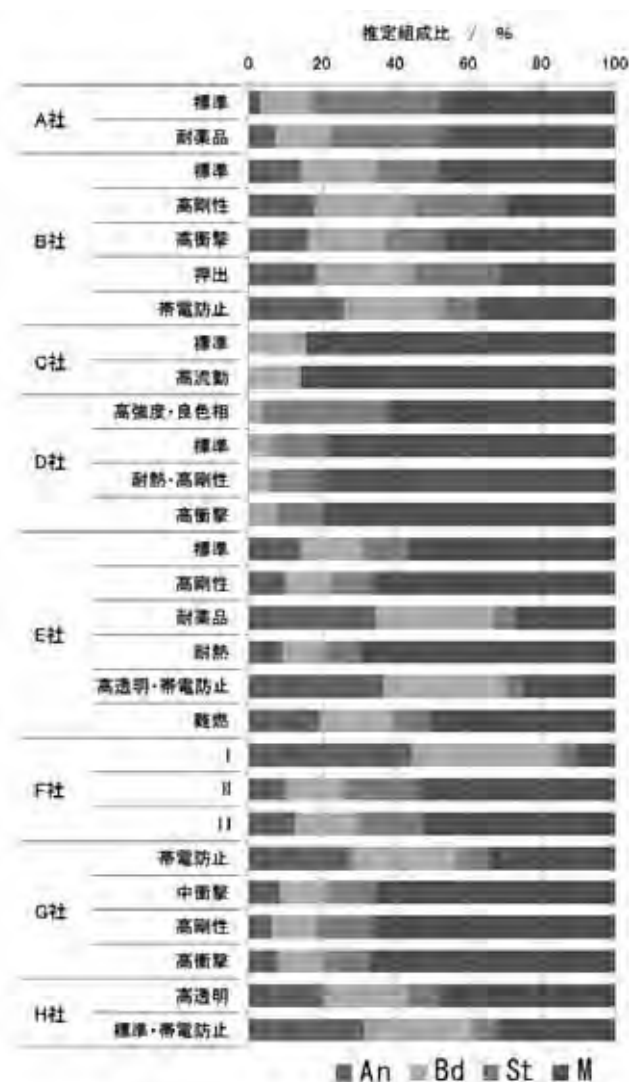


図3 スペクトルより推定した各グレードの4成分組成比（左からアクリロニトリル（An）、ブタジエン（Bd）、スチレン（St）、アクリル酸エステル（M））

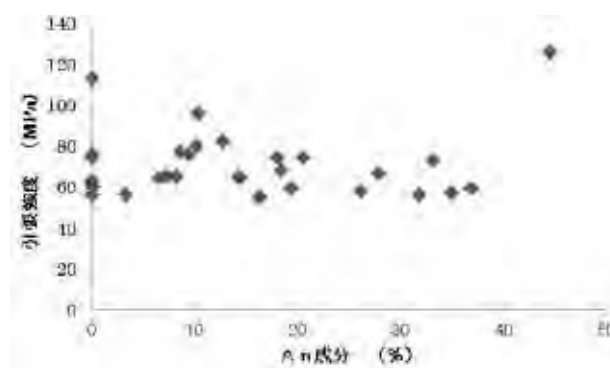


図4 An成分と引張強度について透明ABS樹脂28グレードの分布図。An成分の含有率にかかわらず、引張強度はほぼ一定である。

は複数の物性を総合的な視点からとらえる手法が必要であると考えられる。

【報告】

4. 今後の予定

現在、樹脂特性を把握するための手法として、自己組織化マップを用いた樹脂特性可視化技術について検討を行っている。自己組織化マップは多次元の情報に二次元へ縮約できるので、多種多様なグレードの物性の差が視覚的に捉えられる新しい物性表の作成に利用できると考えている。今後は、今回明らかになった主成分組成比と共に樹脂特性を可視化したマップを組み合わせ、樹脂選択を容易にするツールを開発する予定である。また、透明ABS樹脂に

限らず、他の樹脂についても解析を行い、原料カタログや成形材料便覧の代替品として利用可能なツールへの発展を目指している。

参考文献

- 1) 日本分析化学会高分子分析研究懇談会編：高分子分析ハンドブック, 643, 紀伊国屋書店 (1995).
- 2) G. Fischer et al. : Characterization of Acrylonitrile-Butadiene-Styrene Terpolymer by Computer Aided FT-IR Spectroscopy, *Angew Macromol Chem*, 149, 179-187 (1987).

アルミ冷間鍛造における環境対応型潤滑剤の性能評価（第2報）

機械科 鷺坂芳弘*
住鋁潤滑剤株式会社 石橋 格 中倉敏成
静岡大学 中村 保 早川邦夫 笹岡英嗣

Evaluation of Environmentally Friendly Lubricant for Aluminum Cold Forging (2nd report)

Yoshihiro Sagisaka, Itaru Ishibashi, Toshinari Nakakura,
Tamotsu Nakamura, Kunio Hayakawa and Eiji Sasaoka

The applications of cold forged aluminum parts have been increasing because of the needs for weight reduction. Although the aluminum fluoride coating is a popular lubricant for aluminum cold forging, it has high environmental risks and needs much expense. It is required to replace the aluminum fluoride coating with environmentally friendly lubricants. The authors evaluated the lubrication performance of a double-layer-type environmentally friendly lubricant for aluminum alloy. The lubrication properties were varied by the materials coated by the lubricant films. Although the performance of double-layer-type lubricant was insufficient for forgings accompanied by excessive surface expansion, it was enough for usual forgings.

1. はじめに

自動車の軽量化要求に伴い、アルミ合金の冷間鍛造品の需要が増えている。アルミ合金は延性に優れるため、素材表面が極端に引延ばされるような鍛造に供されることが多い。鍛造用の潤滑剤にはそのような表面の伸びに追従して金型との焼付を防止することが要求される。従来はフッ化アルミ皮膜という化成皮膜がその役割を果たしてきた。しかし、フッ化アルミ皮膜ではその皮膜処理の際にフッ素を含んだ廃棄物が排出される。この廃棄物は安全に廃棄するための処理費用が高く、最終的には埋立て処分するしかないため、コストと環境の両面で問題があった。この問題を解決するため低コストで廃棄物の少ない環境対応型潤滑剤が開発されたが、これまでアルミ鍛造に適した潤滑性能の評価方法がなかったため、性能保障が不十分で代替が進んでいなかった。

著者らは潤滑剤代替によるアルミ冷間鍛造のコストと環境負荷の低減を目的として、環境対応型潤滑剤の性能評価を試みてきた。前報¹⁾ではアルミ鍛造に適した摩擦試験法を開発し、アルミ合金の焼入材について潤滑性能を評価した。しかし、冷間鍛造で

はより成形荷重の低い焼鈍材が多用される。そこで本報ではアルミ合金の焼鈍材について環境対応型潤滑剤の性能評価を行い、鍛造材料による潤滑特性の変化、および焼鈍材における環境対応型潤滑剤の性能向上方法について検討した。

2. 2液2層型乾燥皮膜潤滑剤

環境対応型潤滑剤としては既に1液型の乾燥皮膜潤滑剤²⁾が実用化されている。これは薬剤への浸漬と乾燥によって素材表面に1層の固体潤滑膜を形成するもので、コスト面では優れているが性能が不十分とされてきた。潤滑膜には潤滑性と耐焼付性が要求されるが、潤滑性にはせん断抵抗の低い膜が有利で、耐焼付性には硬くて膜切れしにくい膜が有利である。1液型の性能の限界は、このように相反する特性を1層の膜で実現するのが困難なことによる。

そこで、本報では住鋁潤滑剤(株)製の2液2層型乾燥皮膜潤滑剤³⁾を評価した。本潤滑剤は薬剤への浸漬と乾燥を2回繰返して、図1に示す下地膜と上塗膜からなる2層の潤滑皮膜を形成するものである。下地膜は、素材に強固に吸着しつつ素材表面の伸び

*) 現 浜松工業技術支援センター



図1 2液2層型潤滑皮膜の構造概念図

に追従して、常に素材—金型間に介在することで耐焼付性を発揮する。せん断抵抗が小さい上塗膜は潤滑性を担当するとともに、工具—素材間のせん断変形を引き受けて下地膜への負荷を軽減し、膜切れの抑制にも貢献する。この膜構造は化成皮膜のそれと類似であり、潤滑膜に対する相反する要求を実現できる。既に鋼材用では実用化され、コスト削減に貢献していた³⁾が、アルミ合金では有効な性能評価方法がなく、適用が遅れていた。

3. 摩擦試験法と焼入材での評価結果

著者らはアルミ鍛造の大きな表面積拡大を再現できる評価法として図2に示す摩擦試験法を考案した。本法はダイス内に挿入したφ20mm×20mmの円柱状試験片を断面減少率 $Re_U=50\%$ のパンチで加圧して、スプライン状の断面を持つテーパ軸とカップを同時に押出するものである。ダイスの摩擦が大きくなると図3のように軸の押出しが抑制されて軸が短くなる。予めFEM解析を用いて特定のダイス摩擦せん断係数 m_D に対するパンチストローク S_P と軸押し出し量 S_f の関係を求めて、図4のような校正線図を作成しておく。その上に実測値をプロットして内挿することで m_D が特定でき、定量的に摩擦を評価することができる。潤滑剤の性能が良好であれば実測値は校正線に沿ってプロットされ m_D は一定と評価される。性能が劣れば S_P の増加によって実測値は高い m_D の校正線上に遷移し、摩擦が上昇したと判定される。

素材表面が延ばされると潤滑膜はその分薄くなり、膜切れによる焼付を生じやすくなる。本法ではダイステーパ面上に設けた突起が溝を成形することで試験片表面に局所的に大きな延びを与えている。表面積の拡大比 X は突起の高さと導入部の形状で変化する。表1に使用した3種類の突起導入部形状とF

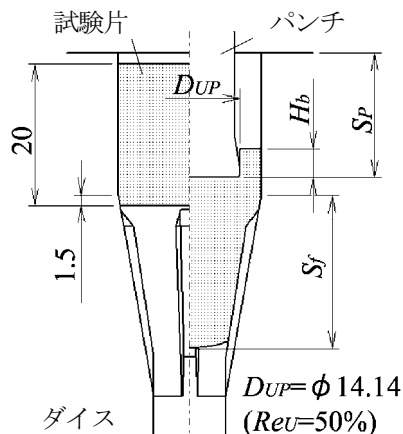


図2 摩擦試験法概略



図3 摩擦試験片の例 (左：低摩擦、右：高摩擦)

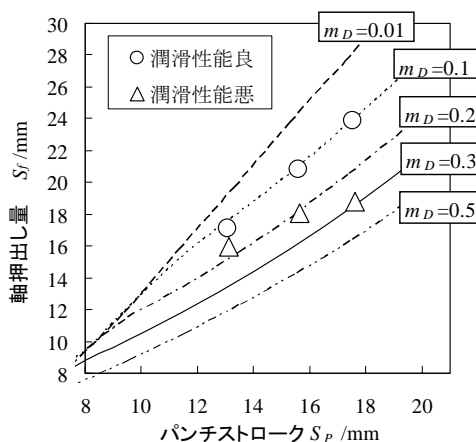


図4 校正線図と実測値の例

表1 突起導入部形状と表面積拡大比の最大値

名称	舟底型小	舟底型大	楯型大
導入部形状			
X_{max}	14	26	200 以上

EM解析で求めた表面積拡大比の最大値 X_{max} を示す。導入部形状と突起高さによって左から順に舟底

型小、舟底型大、槍型大と呼称している。槍型大では200倍以上という高い表面積拡大により、潤滑膜にとって極めて厳しい摩擦状態を再現できる。

前報¹⁾では、焼入れたアルミ合金A6061-T6にて、本試験法を用いて2液2層型潤滑剤を評価した。2液2層型はフッ化アルミ皮膜と同等以上の性能を示しており、潤滑剤の代替は容易と考えられた。また、皮膜処理前の表面処理としてステンレスグリットを用いたウェットブラスト処理を行うと優れた潤滑性が得られた。単に粗さを大きくするのではなく、粗さが大きくかつ緻密な表面性状を与えることが摩擦低減に極めて有効であった。

4. 焼鈍材での評価結果

焼鈍したアルミ合金A6061-Oに2液2層型潤滑剤とフッ化アルミ皮膜を施して潤滑性能の比較評価を実施した。焼入材では表面性状が潤滑性を大きく左右したので、焼鈍材でもウェットブラスト処理した試験片と旋削仕上のみの試験片を評価した。潤滑膜の平均膜厚は下地膜が $11\mu\text{m}$ 、上塗膜は $3\mu\text{m}$ を狙いとした。

表面積拡大が小さい条件では潤滑剤や表面処理による潤滑性能の差は現われにくい。焼鈍材でも舟底型小のダイスでは潤滑性能に差がみられなかった。舟底型大での S_p に対する m_D の変化を図5、槍型大での変化を図6に示す。図5では m_D の差はわずかであるが、表面積拡大が大きくなると図6のように潤滑性能の差が明確となる。表面処理による潤滑性能の差は小さく、図6で2液2層型にわずかな差がみられる程度である。一方で図6では潤滑剤による差は明確で、フッ化アルミの方が低い摩擦を示した。2液2層型では槍型大で金型への凝着こそみられなかったものの、離型時に音がすることがあり、金型に強く密着していたと考えられる。耐焼付性でもフッ化アルミに分があると判断された。

焼鈍材では表面処理の影響が小さく潤滑剤の差が明確になるなど、焼入材とは全く異なる潤滑特性が得られた。上塗膜の金属石鹸は摩擦熱によってある程度液状化して潤滑性を発揮するとされている。焼入材では表面の凹部が潤滑剤溜りとなってそこから

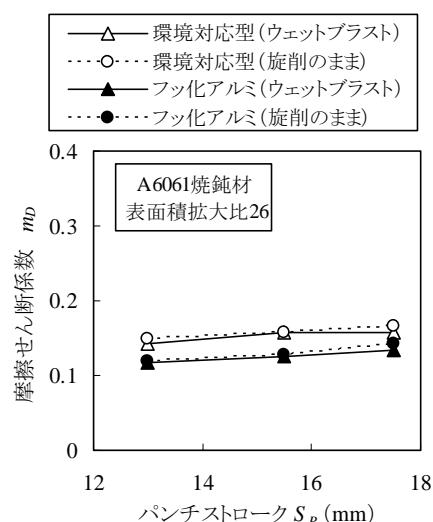


図5 摩擦せん断係数の比較 (舟底型大)

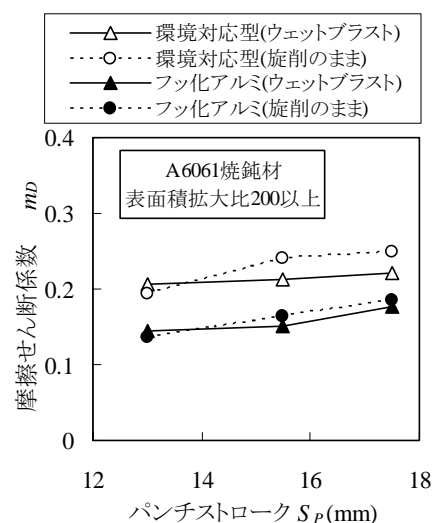


図6 摩擦せん断係数の比較 (槍型大)

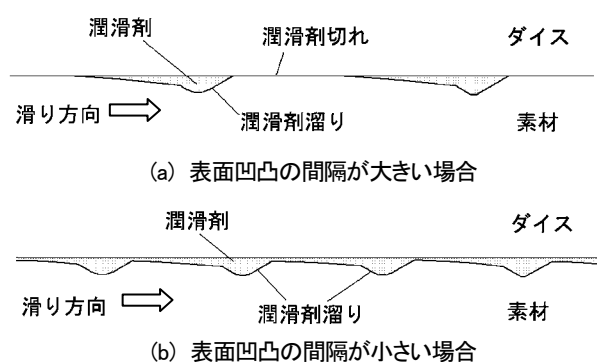


図7 表面性状による潤滑挙動の変化

の金属石鹸の染み出しが摩擦低減に貢献したと考えられる。潤滑剤溜りの間隔が大きいと図7(a)のように潤滑剤切れが生じて高摩擦となる。逆に緻密な凹凸を設けて潤滑剤溜りの間隔を小さくすると図7(b)のように潤滑膜は切れにくく低摩擦になると考えられる。一方、焼鈍材では面圧が小さいため表面性状

に関わらず潤滑剤切れが生じにくかったため、表面処理による摩擦の変化が小さかったと考えられる。

200倍以上の表面積拡大は焼入材ではいずれの潤滑剤でも重度の焼付が生じる極めて厳しい条件である。焼鈍材ではその条件でも焼付は生じておらず、多くの鍛造条件では表面積拡大はこれより小さいため、2液2層型はほとんどの実加工で十分な潤滑性能を発揮できると考えられる。しかし、極端な表面積拡大を伴う鍛造では潤滑剤の代替は制限されてしまう。完全な代替を実現するにはさらなる潤滑性能の向上が必要である。

5. 潤滑性能の向上

槍型大のダイスを用いて高表面積拡大下での潤滑性能を向上させる手法を検討した。評価結果からは図5でも摩擦の差がみられ、上塗膜の潤滑性が不足していることが考えられた。そこで、まず上塗膜の膜厚を変更して試験を実施した。膜厚が薄いと摩擦は上昇するが、2~3 μm 程度の厚さがあればそれ以上膜厚を増やしても摩擦の低減効果は得られなかった。よって現行の膜厚を変更しても潤滑性は向上しないといえる。

上塗膜の主成分である金属石鹼は種類によって軟化する温度（軟化点）が異なるため、摩擦界面の温度に適した金属石鹼があることが考えられた。そこで軟化点の異なるA、B、Cの3種類の金属石鹼を上塗膜に用い、皮膜した試験片を10、30、50 $^{\circ}\text{C}$ に加熱冷却した後、摩擦試験を実施した。軟化点はAが最も低く、Cが最も高い。図8に結果を示す。金属石鹼による摩擦の変化は小さいが、金属石鹼Bを冷

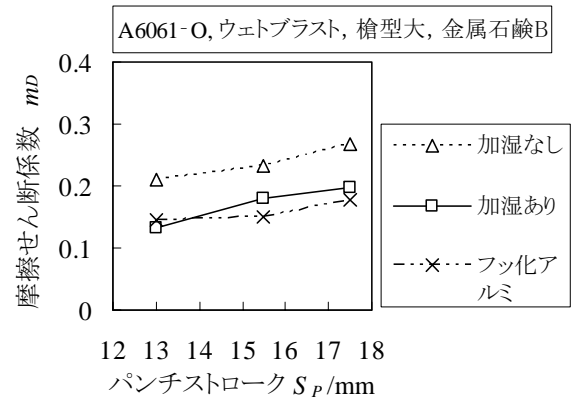


図9 加湿の効果

却した場合のみ摩擦の低下が確認された。中間の軟化点を持つ金属石鹼Bで摩擦が低下したので、この挙動は軟化点によるものではないと考えられた。

金属石鹼Bのみは他と異なり水に不溶である。そのため、冷却した後、外気に触れて結露が生じると上塗膜の上に薄い水膜が形成され、これが摩擦を下げていたことが考えられた。そこで上塗膜として金属石鹼Bを皮膜した試験片を加湿機の蒸気にあてて、結露と同様の状態にして試験を行った。図9に示すように摩擦は低下し、高表面積拡大下でもフッ化アルミ皮膜と同等の摩擦を得ることができた。摩擦低下は温度によるものではなく、水膜によるものといえる。なお他の金属石鹼ではこのような摩擦低下はみられず、この現象は水に溶けない上塗膜に特有な現象と考えられる。乾燥皮膜潤滑剤は水溶性の皮膜が用いられることが多く、湿度や水分によって皮膜強度が低下するため、このような手法は一般には使用できない。上塗膜に非水溶性の膜を用いたことによる効果といえる。

6. まとめ

スプライン押出しを模擬した摩擦試験法をもちいて、アルミ合金焼鈍材での環境対応型潤滑剤の性能の評価と改良を行い、以下の結論を得た。

- 1) 焼入材では重度の焼付を生じたような高い表面積拡大でも、焼鈍材では焼付くことなく成形が可能であった。
- 2) 焼入材と異なり、焼鈍材では表面処理の潤滑性能を向上させる効果が小さい。
- 3) 200倍以上という極端に大きい表面積拡大下で

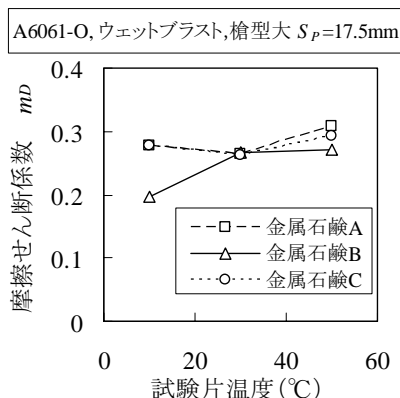


図8 金属石鹼と試験片温度による摩擦の変化

はフッ化アルミ皮膜の方が2液2層型より優れた性能を示した。一般的な鍛造での表面積拡大の範囲では潤滑剤の代替は可能と考えられる。

- 4) 皮膜処理した2液2層型潤滑剤を加湿することで高表面積拡大下でもフッ化アルミと同等の潤滑性を確保できた。

参考文献

- 1) 鷺坂芳弘他：アルミ冷間鍛造における環境対応型潤滑剤の性能評価（第1報），静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，73-74（2011）。
- 2) 樫村徳俊他：簡易設備・短時間処理可能な冷間鍛造用水溶性潤滑剤の開発，塑性と加工，第41巻第469号，109-114（2000）。
- 3) 石橋 格他：環境対応型冷間鍛造用潤滑剤の開発・評価・実用化，塑性と加工，第52巻 第611号，1263-1267（2011）。

工場内無線データ通信の安定化と広域化

電子科 長谷川和宏
 神谷理研株式会社 神谷文吾 小柳雅弘 平澤伸太郎
 森口慎也

Stabilization of the wireless data transmission in factory and broadening of system

Kazuhiro Hasegawa, Bungo Kamiya, Masahiro Koyanagi,
 Shintaro Hirasawa and Shinya Moriguchi

In the water supply remote monitoring system developed last year, the bit omission of radio frequency data was checked rarely. Since the system is under operation in a factory, it needs to improve immediately. Then, for the purpose of making bit omission into zero, we worked on the factor and measure and tackled improvement of the system towards stabilization of wireless data transmission.

Furthermore, aiming at broadening of a system, we developed the relay device etc. which work by the independent type electric power system using a solar cell. By using this device, the system management in the difficult outdoors of electric supply or network connection becomes possible, and it can expect the deployment to various systems.

As a result of carrying out system operation for more than nine months by the improved system, the bit omission of radio frequency data is not seen. Moreover, the developed relay device is also carrying out system operation favorably outdoors by the independent type power supply.

1. はじめに

企業工場内におけるネットワーク機能未搭載機器の『情報の見える化』及び企業内の省力化・生産性・利便性の向上を目的として、メッキ生産ラインの給水量や廃水処理設備の異常を監視するシステム¹⁾を平成22年度に開発した。これらは、メッキ生産企業の工場内で稼働中であるが、給水量監視システムのパルス計測デバイス（以下、前デバイス）において、無線データのビット落ちが稀に確認された。そこで、ビット落ちを限りなくゼロにすることを目標に、その原因や対策を検討し、無線データ通信の安定化に向けて既存システムの改良及び改良型給水量監視システムの開発に取り組んだので報告する。

また、システムの広域化を目指し、給電やネットワーク接続が困難な屋外等でのシステム運用に向けて、太陽電池と鉛蓄電池を利用した独立型電源システムで稼働する中継デバイス等を設計・製作し、薬品保管庫の温度監視システムを開発したので併せて報告する。

2. 開発方法

2. 1 システムの実現方法

前デバイスにおける無線データのビット落ちに関する問題点を図1に示す。制御用マイコンから32バイトの文字列を透過モードに設定したエンド・デバイス²⁾（以下、ZED）にUART経由で送信すると、受信側のコーディネータ²⁾（以下、ZC）でスペース1バイト分が抜けるビット落ちが発生する。送信時間間隔を通常の180倍となる20秒間隔（以下、加速試験）で調査したところ、数百回に1、2回程度の頻度でビット落ちの発生が判明した。

そこで、この対策として、図2に示すように①ZEDファームウェアを最新バージョンに更新してマイコンから文字列データを、②ZEDファームウェア



図1 無線データ通信の問題点

【報告】



図2 無線データ通信問題点の対策

アをAPIに変更してマイコンからパケットデータをそれぞれZEDに送信する方法を検討した。対策①はビット落ちこそなかったが、パケットが2つに分割される状況が前デバイス同様の頻度で発生した。対策②は実稼働3か月程度の加速試験を実施してもビット落ちの問題は発生しなかった。この結果を踏まえて、対策②の方法に再送機能を組合せた無線データ送信方法に制御プログラムを改良することで、安定化を図ることとした。

システムの広域化実現には、中継デバイスの設計が鍵となる。システム駆動に必要な消費電力や無日照日の連続日数を決定し、太陽電池や蓄電池の選定を行う。また、鉛蓄電池の長寿命化を図るため、低

消費電流・高効率のDC-DCコンバータを選定し、電源システムを製作する。

2.2 デバイスの設計・製作

各デバイスの主要な構成パーツを表1に示した。

改良型パルス計測デバイスは、前デバイスからデータ保存用のSDカードモジュールを取り除き、液晶表示器を着脱式に改良した。マイコン組み制御プログラムは、2.1項の対策②に基づき改良を行った。

薬品保管庫の温度監視デバイスは、制御用マイコンやリアルタイムクロック（以下、RTC）、ZED、温度センサ等で構成した。

中継デバイスは、太陽電池、鉛蓄電池、定電圧レギュレータ、ショットキーバリアダイオードによる充放電コントローラ、DC-DCコンバータ、制御用マイコン、RTC、中継及びデータ送信用無線モジュールとなるルータ²⁾（以下、ZR）で構成した。太陽電池は最大12W出力、鉛蓄電池は12V、7.2Aと容量に余裕をもたせた。定電圧レギュレータにより充電電圧を調整し、ショットキーバリアダイオードを通して約14.3Vの定電圧で鉛蓄電池を充電することとした。過放電については、マイコンによる鉛蓄電池電圧の電圧監視で制御することとした。制御用マイ

表1 デバイスを構成する主要パーツ等

パーツ名称	型式	製造メーカー	使用デバイス
制御用マイコン	PIC18F452	Microchip Technology	全デバイス共通
リアルタイムクロック	RTC-8564NB	EPSON	
エンド・デバイス (ZED)	XBee S2	Digi International	改良型パルス計測デバイス
液晶表示器	SC1602BBWB-XA-GB-G	Sunlike Display Tech.	
IC温度センサ	LM35DZ	National Semiconductor	温度監視デバイス
デジタル温湿度センサ	DHT22	Aosong Electronics	
エンド・デバイス (ZED)	XBee PRO S2B	Digi International	
小型液晶表示器	SD1602HULB-XA	Sunlike Display Tech.	
定電圧レギュレータ	MIC29152	MICREL	充放電制御&中継デバイス
ショットキーバリアダイオード	1N5822	PANJIT INTERNATIONAL	
DC-DCコンバータ	LTC3588	Linear Technology	
太陽電池パネル：Max.12W	OSSM-SF0012	OptoSupply	
小型シール鉛蓄電池：12V 7.2A	PXL12072	GS YUASA	
ルータ (ZR)	XBee PRO S2B	Digi International	
3.3V用液晶表示器	TC1602E-13A	Linkman	
コーディネータ (ZC)	XStick ZB	Digi International	データ受信用PC

コンやZR等の2次側負荷への3.3V給電には、無負荷時数 μ A程度の低消費電流かつ高効率(85~90%)のDC-DCコンバータを利用した。

温度監視及び中継デバイスのマイコン組み込み制御プログラムは、割込みを利用して温湿度データや太陽電池及び鉛蓄電池の電圧を周期的に計測し、RTCと割込みにより一定間隔で計測データをパケット化し、パケットデータをUART経由でZEDやZRに送信するマイコン組み込み制御用プログラムを開発した。さらに、屋外での安定した無線データ通信を実現するために、電波状態が不安定な場合には、受信パケットのタイムアウト機能やZEDやZR無線モジュールのリセット機能を検証することとした。マイコン組み込み制御用プログラムの開発環境を表2に示す。

2. 3 監視アプリケーションの開発

給水量監視アプリケーションは、ZCが受信したパケットデータからデバイス情報、日時や給水量を抽出し、任意の複数デバイス情報を閲覧できる監視アプリケーションを機能追加した。

薬品保管庫温度監視アプリケーションは、ZCが受信したパケットデータから温湿度、太陽電池・鉛蓄電池の電圧や日時等の必要データを抽出し、データをCSVファイルとして保存し、一日単位で閲覧できるアプリケーションを開発することとした。

監視アプリケーションの開発環境を表2に示す。

3. 結果と考察

写真1に示したように開発した改良型パルス計測デバイスは、液晶表示器を着脱式としたことで、コンパクト化を実現した。このデバイスを本社工場に設置した改良型給水量監視システムのイメージを図3に示す。1個で4チャンネル監視できるデバイスを3か所に設置することで、巡回による給水量の確認作業を軽減できた。また、改良後の監視アプリケー

表2 開発環境

【マイコン制御用プログラム】	
開発環境	MPLAB IDE V8.63
開発言語	C言語 : CCS CコンパイラV.4.092
【監視アプリケーション】	
開発環境	Visual Studio 2010 Professional
開発言語	VB.NET, C#.NET



写真1 改良型パルス計測デバイス

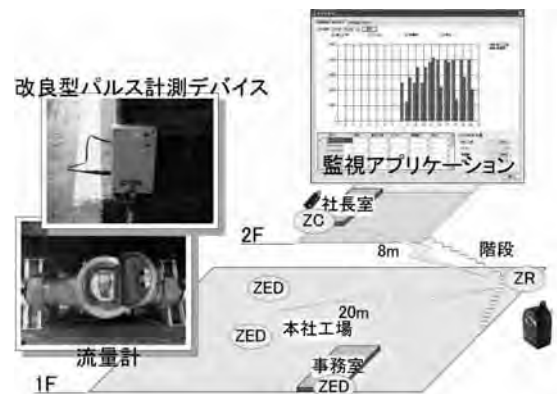


図3 改良型給水量監視システム

ションは、複数デバイスから任意のチャンネル数を選択して監視が可能であり、利便性が向上した。共同研究先の西テクノ工場では、システム実稼働中のため、前デバイスのマイコン制御プログラムのみの改良とした。

西テクノ工場では平成23年6月から再稼働後9か月、本社工場では平成24年2月よりシステム稼働開始後およそ2か月経過したが、共にビット落ちは確認されていない。加速試験結果より、ビット落ちの原因は透過モードの古いファームウェアと考えられる。

開発した温度監視デバイスを写真2に、中継デバイスを写真3に、温度監視及び中継デバイス、太陽電池パネルや鉛蓄電池を設置した薬品保管庫の温度監視システム全体のイメージを図4に示す。

平成24年2月上旬より1か月余り実証試験を行った結果、安定したデータ受信ができなかった。この原因としては、薬品保管庫が金属で囲まれた建物であり、電波状態が安定しなかったためと考えられる。

そこで、制御プログラムに受信パケットのタイム

【報告】

アウト機能やZEDやZR無線モジュールのリセット機能を追加し、さらに、ZEDやZRを送信出力と受信感度の高いXBee PROに変更した。改良後のデバイスによりシステムを再稼働したところ、現在まで安定した稼働を続けている。

4. まとめ

無線データ通信の安定化と中継デバイスの屋外稼働実現により、広範囲なシステム展開が期待できる。また、本システムは汎用的なシステムであり、様々な分野への応用も期待できる。

今後、成果普及を行いながら環境発電等、新たなシステム展開を探っていく予定である。

謝辞

太陽電池と鉛蓄電池を利用した充放電コントローラ設計にご助言いただいた有限会社エー・ダブル電子開発部長の渡辺明禎氏に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 長谷川和宏他：ネットワーク機能未搭載機器の遠隔監視に関する研究－ZigBee無線モジュールを利用した遠隔監視システムの開発－，静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，77-78（2011）。
- 2) Digi International Inc.：XBee[®] /XBee-PRO[®] ZB RF Modules，62-120，Digi International Inc.（2009）。

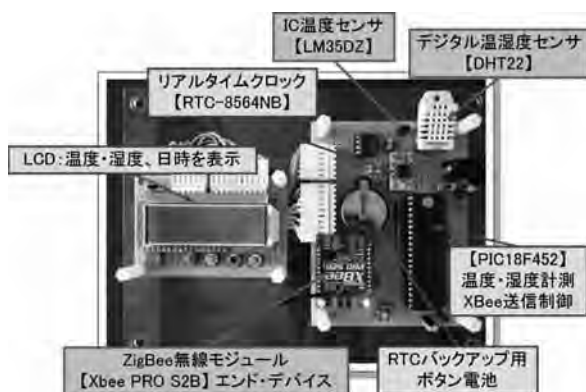


写真2 温度監視デバイス



写真3 充放電コントローラ&中継デバイス

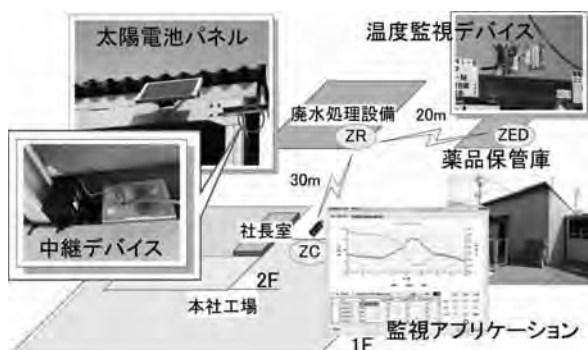


図4 薬品保管庫の温度監視システム

自律神経活動の長期的リズムの測定と疲労に関する調査

電子科 岡田慶雄 三浦 清

Research of relationship between fatigue and weekly and/or circadian rhythm of Autonomic nervous system.

Yoshio Okada and Kiyoshi Miura

Using a wearable electrocardiograph with three accelerometers which we developed, Electrocardiograms (ECGs) of subjects were measured for analysis of a short term and long term change of autonomous nerve activity in daily life. An electrocardiogram and acceleration data of each subjects were measured, and time series data of an autonomous nerve activity (ANS) index were analyzed with heart rate variability (HRV) power spectrum analysis continuously. Using these indexes, the relationship of long term ANS changes and fatigue were researched.

1. はじめに

ヒトはホメオスタシス (homeostasis) の維持のため、自律神経活動によって身体のアンバランスをコントロールし定常状態を保とうとする働きがある。ヒトの自律神経活動にはサーカディアンリズム (約24時間周期)・ウルトラディアンリズム (約90分周期) 等のリズムが見られる。これは、間欠的ではあるが24時間の血圧・心拍数・深部体温、睡眠時に限定すると脳波・活動量等の測定結果を用いた既存研究によって確認されている^{1),2)}。また、これらの自律神経活動は姿勢および活動等による運動成分や、音・熱・光環境等の変化によるストレスによって、被験者がストレスを受けて変化することも良く知られている^{3),4)}。我々は日常生活におけるこの自律神経活動を各種センサによって測定しヒトの快・不快を測定・解析することを検討した結果、心拍変動を用いた自律神経活動の解析に適した軽量・小型の加速度センサ付き携帯型心電計を開発した⁵⁾。この小型心電計を用いることで、被験者の測定場所および入浴時以外の測定条件を制限する必要がなくなり、24時間もしくは複数日に亘る日常生活を通した自律神経活動の変化を測定することが可能となった。また被験者実験の結果から、24時間周期のサーカディアンリズムを確認した。

今回は、この小型心電計を用いて複数名の日常生活における自律神経活動指標の長期的変動を解析し、

被験者による差異や、更に長期的な測定結果から日間差について検証し、疲労との関連について調査を行ったので報告する。

2. 実験方法

2. 1 被験者実験

自律神経活動の変化を解析するため、心電図および加速度測定の実験を行った。被験者は健康な就労者6名 (41.2±10.8歳) で、勤務内容はデスクワーク中心の軽作業労働者である。被験者は全て非喫煙者であり、測定中はアルコール、カフェインを摂取しないよう指示した。概日リズムを含む長時間の変化を観察するため、測定は24時間を基本とし、被験者によってはさらに時間を延長して最長10日間の複数日について連続測定した。

心電図および活動状況の測定には、我々が開発した小型心電計を使用した (図1)⁵⁾。心電図および加速度データのA/Dサンプリングは1 kHz・10bitとした。生体電極にはエコーデⅢ (TE-170RT、フクダ電子) を使用し、心電図胸部に、電極を装着して測定した。連続して複数日測定を行った被験者については、入浴時に生体電極を交換し、24時間毎にメモリーカードとバッテリーを交換することで実験を続けた。この際同時に、被験者に対して口頭で疲労度についてのアンケートを行った。

この心電図のデータから、心電図のゆらぎである

【報告】

心拍変動を用いて、自律神経活動の変化を解析した。同時に、加速度信号を用いて、被験者のおおよその活動状況について観察を行った。



図1 被験者実験に使用した小型心電計および生体電極

2. 2 心拍変動を用いた自律神経活動指標の解析

小型心電計で収録した24時間の心電図データから、心臓の拍動の特徴点であるR波のピーク検出処理を行い心拍間隔（RRI）の時系列データを作成した。次にこのRRIのゆらぎについて時系列データの心拍変動解析を行うため、時間窓で区間を分割しながら、それぞれの区間について周波数解析を行い交感神経・副交感神経指標を算出した。

心拍変動の周波数解析はFFTによる周波数パワースペクトル解析を行った。RRIデータはFFTのために4 Hzでスプライン補間を用いてリサンプリングした。FFTの時間窓関数はHanning窓を使用し、データ長は128秒間（512点）とした。また、60秒毎に連続的にFFTを行った。

自律神経活動指標に用いるゆらぎの周波数成分LF成分およびHF成分の周波数帯域は、自律神経活動解析で一般的に用いられるLF：0.04～0.15Hz、HF：0.15～0.45Hzとし、交感神経および副交感神経活動指標は、それぞれLF/HF、HF/（LF+HF）のパワースペクトルの成分比を用いた⁶⁾。

2. 3 解析結果

以下に被験者実験の解析結果の一例を示す。図2には、加速度の生波形、RRIおよび60秒毎の自律神経活動指標（交感神経および副交感神経活動）の解析結果（24時間）を示す。ほとんどの被験者については、指標の絶対値については個人差・日間差が見られるものの、RRIおよび自律神経活動指標に関し

て図2と同様に概日リズムが確認できた。昼間の活動時には興奮・活動・不快の指標となる交感神経活動が亢進し、夜間の就寝時には安静・休息・快の指標となる副交感神経活動が亢進し、交感神経活動が抑制されていることが確認できた。

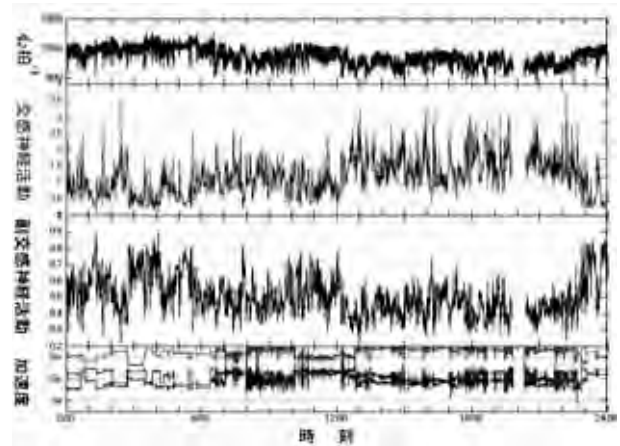


図2 24時間の被験者実験データ
上より心拍間隔の変動、交感神経活動指標、副交感神経活動指標、加速度（被験者の活動状況）

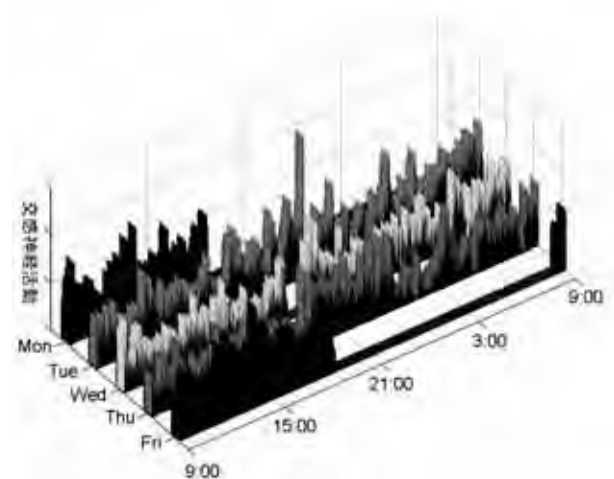


図3 1週間の被験者実験データ（交感神経活動指標）

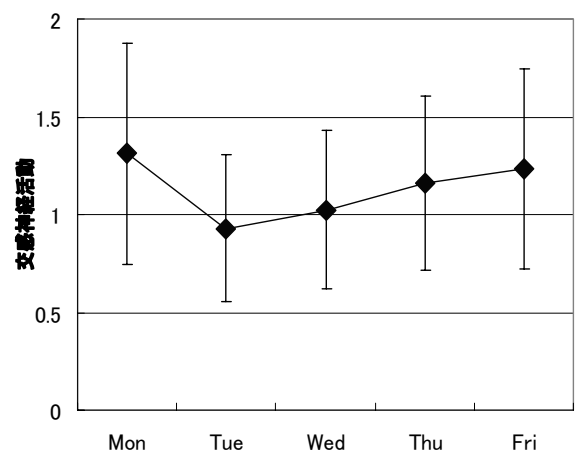


図4 仕事における交感神経活動指標の週内変化
9:00～17:00の平均値による日間差、エラーバーはSDを示す

図3には1名の1週間(月曜日～金曜日)の交感神経活動指標の解析結果を示す。1週間を通して、全ての日について概日リズムを確認することができた。このうち、仕事(9:00～17:00)の交感神経活動指標について平均値を比較したところ、週初から週末にかけて指標の上昇が見られた(図4)。これは被験者のアンケート結果による疲労度の主観評価と傾向が一致している。このことから、心拍変動を用いた自律神経活動の解析結果から疲労度の相対的指標を測定することが可能であると思われる。

3. 考察

ヒトは体内に長期的・短期的な様々なリズムを持っており、多くの研究結果からその存在が明らかになっている。自律神経活動にも見られるこれらのリズムは、様々な内的・外的要因の影響によって乱される。社会生活において、ヒトはさまざまな心理的・化学的・物理的なストレスの影響を受けており、これらが不眠・うつ・自律神経失調症等の疾患の原因になることは広く認められている⁷⁾。日常生活におけるこれらの影響を評価するためにさまざまな方法⁸⁾が提案されているが、心拍変動解析を用いた自律神経活動のモニタリングは、非侵襲・非拘束で長時間連続測定が可能で自律神経活動の時系列変化をモニターできるため、長期的な生体リズムの変化についても解析が可能で、自律神経活動の短期的なストレス応答の有無と同時に、疲労等による長期的な異常を予測できると期待される。

今後、自律神経活動を用いたヒトの慢性的な疲労等の評価について、被験者数を増やし統計的解析を行う。

参考文献

- 1) 清水徹男：24時間の自律神経活動リズム, 生体医工学, 46 No. 2, 154-159 (2008).
- 2) 白川修一郎：長時間行動・体温モニタリング, 生体医工学, 46 No. 2, 160-168 (2008).
- 3) 村田勝敬：環境・産業衛生領域の有害因子による自律神経影響の評価 - 心拍変動の測定, 日本衛生学雑誌, 54 No.3, 516-525 (1999).
- 4) 日本自律神経学会編：自律神経機能検査 第4版, 124-133, 文光堂 (2007).
- 5) OKADA Y et al. : Development of a Wearable ECG Recorder for Measuring Daily Stress, The International Conference on Information Science and Applications ICISA 2010, 700-704 (2010).
- 6) Task Force of the European Society of Cardiology the North American Society of Pacing Electrophysiology : Heart Rate Variability, Standards of Measurement, Physiological Interpretation, and Clinical Use, Circ., vol.93 No.5, 1043-1065 (1996).
- 7) A. Nakata et al. : Job stress, social support, and prevalence of insomnia in a population of Japanese daytime workers, Soc. Sci. Med., vol.59 Issue8, 1719-1730 (2004).
- 8) T.G Pickering et al. : Environmental influences on blood pressure and the role of job strain, J Hypertens, 14 (Suppl5), S179-S185 (1996).

茶葉発散成分の香気分析

食品科	橘川義明*	渡瀬隆也	油上 保
	上野千恵	望月一男	
電子科	岡田慶雄	三浦 清	
静岡県農林技術研究所茶業研究センター	勝野 剛		
カワサキ機工株式会社	菅沼宏文	柴田 努	平野智久
	伊藤昌志		

Effluvium Aroma Analysis of Tea Leaves

Yoshiaki Kitsukawa, Takaya Watase , Tamotsu Yugami,
Chie Ueno, Kazuo Mochizuki, Yoshio Okada,
Kiyoshi Miura, Tsuyoshi Katsuno, Hirofumi Suganuma,
Tsutomu Shibata, Tomohisa Hirano and Masashi Ito.

We are developing the equipment which evaluates by aroma sensor in a moments, it depended on craftsman's feeling or experience until now. We analyzed about change of the fragrance enhanced from tea leaves by Gas Chromatograph Mass Spectrometer (GC-MS) to know the relationship of a sensor response. The result of an examination, we know the difference was looked at by change of fragrance on still standing by the difference temperature. We would like to examine the result of GC-MS and the relationship of a sensor response to use for development of equipment.

1. はじめに

摘採した茶葉をしおれさせ、茶葉内の酵素により発酵を進ませる萎凋工程を経ることで、さわやかな萎凋香を持つ緑茶ができることが知られている¹⁾。萎凋の進行具合は、これまで人の勘や経験に基づく官能検査に頼ってきた。われわれは萎凋の進行具合をセンサーによりリアルタイムで評価する装置の開発に取り組んでいる。この装置は、カワサキ機工(株)が製造する高香味発揚製茶機内の最終工程で萎凋の次の工程である殺青工程へ進んでも良いかを判定する装置としての利用が検討されている。高香味発揚製茶機内では、赤外線・紫外線を照射させた後、攪拌と静置を繰り返す機構となっている(図1)。このような香りセンサーシステムの開発にあたり、センサー応答と萎凋中に変化する香気成分の関係性を調べ最適なセンサーを選抜するため、質量分析ガスクロマトグラフ(GC-MS)によって、萎凋中の茶葉から発散する香気の変化について分析を行った。

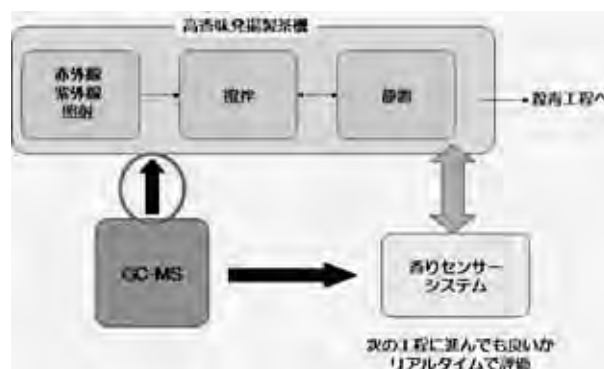


図1 香りセンサーシステムの開発

2. 実験方法

2. 1 香気成分吸着方法

漏斗(φ75mm)、捕集管(Agilent製、Tenax T A)、定流量ポンプ(GL Science製、SP208-1000Dual II)をタイゴンチューブで接続した(図2)。生葉(おくひかり)上に漏斗を乗せ、1,000ml/minで5分間、合計5ℓの茶葉上の香気を吸引し、捕集管に香気を吸着させた。

*) 現 沼津工業技術支援センター

【報告】



図2 香気成分吸着方法

2. 2 香気分析

2. 1節で捕集管に吸着した香気は加熱脱着装置 (Gerstel製、TDU/CIS4) 及びGC-MS (Agilent製、7890GC/5975MSD) により表1の条件で分析した。

表1 加熱脱着とGC-MSの分析条件

加熱脱着 GC-MS条件	
加熱脱着装置	Gerstel製 TDU/CIS4
脱着条件	Tenax TA
脱着温度	SP208 Dual II 150°C / max 250°C (2min)
脱着時間	1分30秒
脱着速度	200°C
脱着流量	Tenax TA
脱着流量	10°C (0.5min) → 150°C / max 250°C (2min)
GC-MS	Agilent 7890GC/5975MSD
カラム	Agilent J&W GC-Column (DB-WAX) 30m x 0.25mm x 0.25µm
温度	40°C (2min) → 50°C / max 250°C (2min)
キャリアガス	ヘリウム (He)
検出モード	Scan MS
イオン化モード	70eV
イオン源温度	250°C
検出器温度	350°C

2. 3 静置状態における香気変化

高香味発揚製茶機の最終工程である静置状態について、15°C 70%と25°C 70%の恒温恒湿室で摘採したの生葉を24時間静置したときの香気変化について調べた。4時間ごとに2. 1節の方法で香気吸着を行い、2. 2節の方法で分析を行った。

2. 4 統計解析

茶の香気成分として知られる²⁾表2にある化合物を混合し、メタノールで希釈した標準液を調整した。

表2 茶の香気成分

化合物名	香り
1-ベンゼン-3-オール	グリーンノート
1-オクタン-3-オン	マッシュルーム
シス-3-ヘキセニル-アセテート	グリーンノート
2-メチル-2-ヘプテン-6-オン	グリーンノート
香葉アルコール	グリーンノート
3-メチルチオ-3-プロピオンアルデヒド	パイナップル
デカノール	柑橘類
ペンタアルデヒド	アーモンド
リナロール	すずらん
アセトフェン	オレンジ
サリチル酸メチル	シブシブ
ネロール	バラ
β-ダマスコン	甘い香り
ガラニオール	バラ
α-イオノン	スミレ
2-フェニルエタノール	バラ、蜂蜜
β-イオノン	スミレ
シスジャスモン	ジャスミン
ネロリドール	柑橘香
ベンジルアルコール	ジャスミン
メチルジャスモネート	ジャスミン
インドール	(臭い)ジャスミン
クマリン	桜餅

この標準液 1 µl をマイクロシリッジに取り捕集管に吸着させた後、2. 2節の方法で分析を行った。得られたピーク面積から検量線を作成した。2. 3節の試験で得られた香気成分の定量を行い、その結果を用いて主成分分析を行った。

3. 結果

3. 1 静置状態における香気変化

15°Cで茶葉を24時間静置した結果、図3のような傾向が見られた。時間ごとのスコア変化を見ていくと静置0時間は、第一主成分、第二主成分がプラスの位置からはじまり、4時間、8時間、12時間と進むにつれ、第一主成分がマイナス方向に進んでいった。静置8~12時間で第一主成分がマイナス方向が最大になった後は、16時間、20時間、24時間と第一主成分がプラス、第二主成分がマイナス方向に向かっていく傾向が見られた。図3の主成分分析の結果を寄与している成分ごとを見たものが図4である。図3では、静置0時間で第一主成分、第二主成分共にプラスにあった。第一主成分、第二主成分共にプラスに寄与している化合物には青葉アルコールなどの

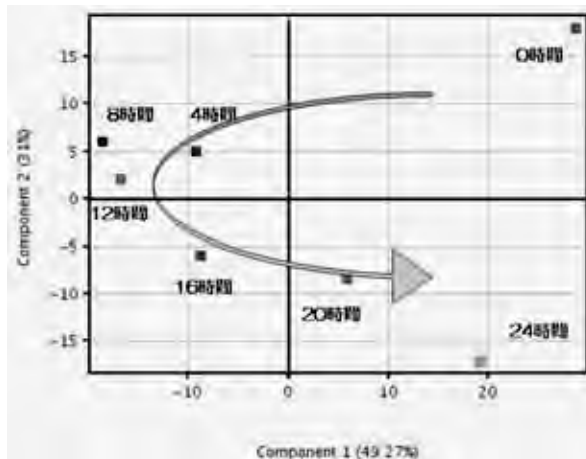


図3 主成分分析による香気変動 (15°C)



図4 主成分分析による香気変動 (15°C)

【報告】

化合物が見られた。その後8～12時間まで第一主成分がマイナス方向に進んでいた。第一主成分がマイナス方向に寄与している化合物には、インドール、シスジャスモン、ネロリドール等の成分が見られた。その後の第一主成分がプラス、第二主成分がマイナス方向に向かっていく傾向があり、ゲラニオールなどの化合物が見られた。

25℃で茶葉を24時間静置した結果、図5のような傾向が見られた。時間ごとのスコア変化を見ていくと静置0時間は、第二主成分がプラスの位置からはじまり、第一主成分がマイナス方向に進んでいった。静置4時間で第一主成分がマイナス方向が最大になった後は、第一主成分がプラス方向に向かっていく傾向が見られた。図5の主成分分析の結果を寄与している成分ごとを見たものが図6である。図5では、静置0時間にあった第二主成分プラスの方向にあった。第二主成分がプラスに寄与するものには、青葉アルコールなどの化合物が見られた。その後第一主成分がマイナス方向に進んでいた。第一主成分がマイナス方向に寄与しているものにはインドール、シ

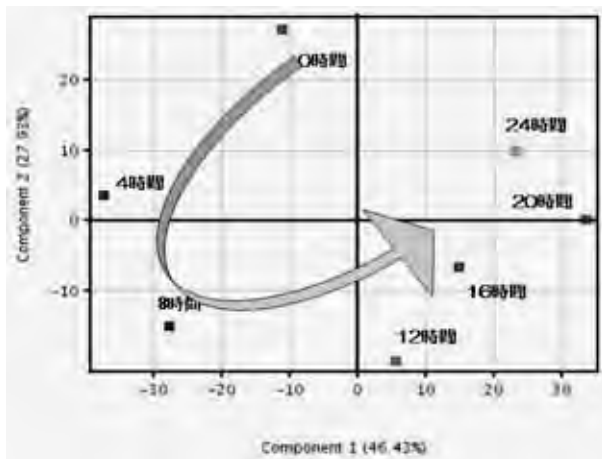


図5 主成分分析による香り変動 (25℃)



図6 主成分分析による香り変動 (25℃)

スジャスモン、ネロリドールなどの化合物が見られた。その後第一主成分がプラスの方向にすすんでおり、ゲラニオールなどの化合物が見られた。

今回は、第一主成分のマイナス方向に影響を与えていたインドール、シスジャスモン、ネロリドール及びそれらの化合物後に影響がありそうなゲラニオールに着目した。

3. 2 静置温度による香り発散量の違い

3. 1節で着目した化合物についてそれぞれの温度で静置した時の捕集管に吸着した量を示した(図7、図8)。15℃静置では静置開始後8～12時間でネロリドール、シスジャスモン、インドールの増加がピークになったのに対し、25℃静置では4時間でネロリドール、シスジャスモン、インドールの増加がピークになった。15℃では24時間後でもゲラニ

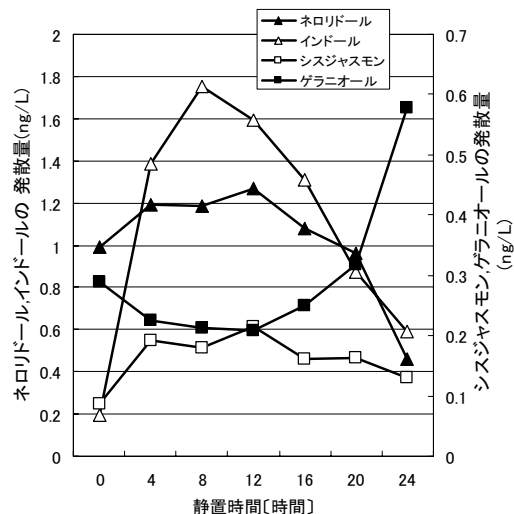


図7 15℃静置時の香気の変動

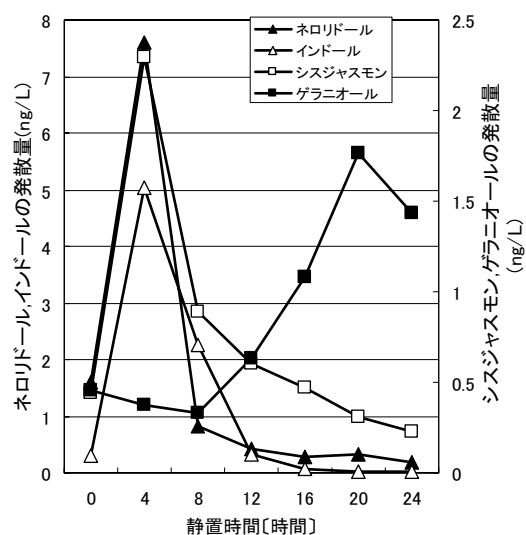


図8 25℃静置時の香気の変動

オールは増加中だったが、25℃では20時間でピークになった。25℃静置に対し、15℃静置は発散量のピークが遅れている。すなわち、萎凋が遅れていると思われる。また、15℃静置は、25℃静置に比べ数分の1しか香気が発散していないことがわかった。

3. 3 萎凋時間が異なる茶葉の製茶後の成分量

静置していた生葉を4時間ごとにサンプリングしたものを製茶し、荒茶になったもののインドール及びシスジャスモンの成分量を示した(図9、図10)。図7と図8を比較したところ、香気発散量は15℃では少なかったが、茶葉内の香気成分量は同程度あることがわかった。また、香気発散量のピークと茶葉内の香気のピークの変動が同じ傾向にあった。香気発散量から茶葉内に多く含まれている状態を予測でき、茶葉から発散した香気で萎凋状態を測定できることが示唆される。

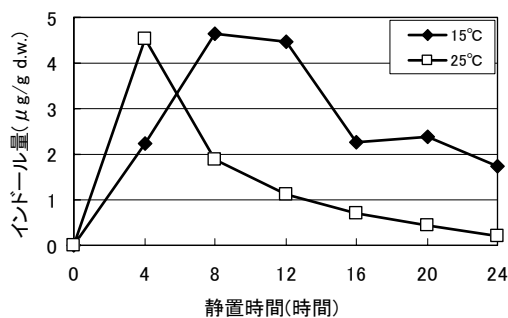


図9 荒茶内のインドール量の経時変化

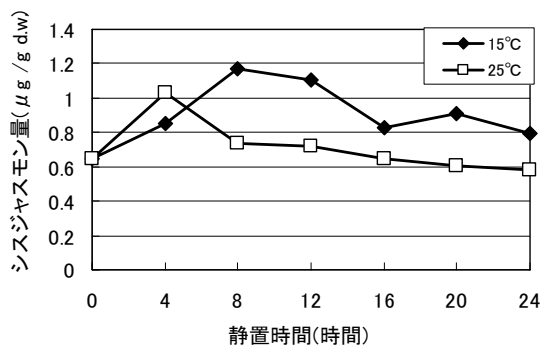


図10 荒茶内のシスジャスモン量の経時変化

4. まとめと今後の予定

15℃静置では25℃静置と比べ萎凋の進行が遅く香気発散量が少ないが、茶葉内の香気は同程度あることが判った。また、それぞれの萎凋状態におけるターゲット物質の香気発散量などが測定できたのでそれに対応できるセンサーを選抜する。

香気発散量と製茶後の茶葉中の香気成分の変動が同じ傾向であったことから、香気発散量を調べることで萎凋の進行を判定できる可能性が示唆されたことから茶葉から発散した香気を測定するセンサーでも萎凋状態を測定できることが示唆される。

謝辞

本研究は、独立行政法人科学技術振興機構の研究成果最適開発支援事業地域結集型研究開発プログラム「静岡発 世界を結ぶ新世代茶飲料と素材の開発」の一環として行った。静岡県農林技術研究所の大場聖司氏には懇切なるご助言とご指導を頂いた。

参考文献

- 1) 水上裕造他：香気エキス希釈分析法を用いた緑茶の萎凋香に關与する成分の同定，茶業研究報告，Vol107, 81-84 (2009).
- 2) 服部祥治：新規評価方法OASISを活用した緑茶香気分析に關する研究，北大農研邦文紀要，Vol28, No1, 85-120 (2006).

伊豆産鹿肉「イズシカ」の特性試験と製品開発

食品科 上野千恵 渡瀬隆也 橋川義明*
望月一男
ユニバーサルデザイン科 多々良哲也

The characteristic and product development of venison from Izu “*Izushika*”

Chie Ueno, Takaya Watase, Yoshiaki Kitsukawa,
Kazuo Mochizuki and Tetsuya Tatara

In the Izu region, the damage to the crops by deers is continuing getting worse. In order to use the captured deer effectively, the Izu city office founded the meat processing facility. In order that the meat processing center may raise the quality of meat, They adopted the process in which low temperature is ripened, and the process of quick-freezing. We evaluated the characteristics of the meat, and tackled development of *Izushika* meat processed goods.

1. はじめに

伊豆地域では、シカによる農作物や森林等への被害が深刻化している。一方で都市住民によるグリーン・ツーリズムが注目され、地域特産品が求められている。近年いくつかの県では捕獲したシカを有効利用するため、食品衛生法に沿ったガイドラインが作られている。それに伴い、各地域で野生鳥獣加工施設を設立し、飲食業や食品加工業へシカ肉を供給している。静岡県でも2010年3月に「野生動物肉の衛生及び品質確保に関するガイドライン（ニホンジカ・イノシシ）」が作成され、2011年4月に、伊豆市が県内初の行政による野生鳥獣加工施設、伊豆市食肉加工センターを開設した。伊豆市食肉加工センターでは、他の食肉との差別化を図るため、解体加工工程に低温熟成や急速凍結等の工程を設けている。行政・民間企業・研究機関の協力により、イズシカ肉の特性を評価してその特徴を明らかにするとともに、伊豆地域の特産品となるようなイズシカ肉加工品の開発に取り組んだ。

2 実験方法

2. 1 凍結法の違いによる特性評価

伊豆市食肉加工センターでは解体加工した肉を -35°C のアルコール液につけ、20~30分で中心部ま

で一気に凍結させる瞬間液体冷凍により凍結させ、保存している。上記処理をした急速凍結肉と家庭用冷凍庫(-18°C)で緩慢凍結した肉について、かたさ、ドリップ量(離水率)の比較・評価を行った。肉についてはいずれももも肉を用いた。

(1) かたさ試験

かたさについては、レオメータを用いて突き刺し試験を行い、その応力を求めることで評価した。

測定条件を以下に示す。

- 装置 株式会社山電製RE3305
- 治具 No.24038
形状：四角柱（真鍮製）
幅：5 mm
厚さ：1 mm
- 測定速度：5 mm/sec
- 試料生肉：2 cm×2 cm 厚さ1 cm
半解凍の状態では2 cm×2 cm×1 cmに切断してその後、室温で自然解凍させた。
- 解凍後の測定品温： $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ （室温 23°C ）

(2) ドリップ量（離水率）

急速凍結肉と緩慢凍結肉についてドリップ量（離水率）として下記の方法で算出した。

試料は半解凍の状態では2 cm×2 cm×1 cmに切断

*) 現 沼津工業技術支援センター

してその後、室温で自然解凍させたものを用いた。まず、十分吸水できる紙（吸水紙）を計量し、次に試料を紙にはさんで紙とともに計量した。次に試料をはさんだ紙に1分間1kgの荷重をかけた。その後、試料を取り除き、ドリップが付着した紙の重量を計量した。それらの計量値よりドリップ量を算出した。

2. 2 熟成有無による特性評価

味覚に係わるアミノ酸のうち、旨味成分としてグルタミン酸及びアスパラギン酸、甘味成分としてグリシン、アラニン、スレオニン、プロリン、セリン及びグルタミンが知られている。熟成前後のイズシカもも肉の遊離アミノ酸含量を高速液体クロマトグラフを用いて測定した。

試料は、熟成前の肉は解体処理後そのまま急速凍結したもの、熟成後の肉は熟成前の肉と同様に処理した後、伊豆市食肉センターで2～3℃、5日間の熟成を行った肉を用いた。

上記試料を均一になるようにミンチ状にし、PPチューブに入れ、10倍量になるようにMilliQ水を添加し、2分間ホモジナイズした。その後、遠心分離（3000rpmで5分間）し、その上清を0.2μmフィルターでろ過し、試料溶液とした。試料溶液について島津高速液体クロマトグラフ（LC-9Aアミノ酸システム）によりポストカラム誘導体化法にて36種類の遊離アミノ酸の分析を行った。

2. 3 イズシカ肉と他食肉との含有成分比較

イズシカ肉と同じ反芻動物で一般的に食用にされる牛肉について、文献値¹⁾を参照し、比較を行った。イズシカ肉の熟成期間が5日間であるため、ほぼ同期間（7日間貯蔵）の和牛もも肉について比較を行った。

また、イズシカ肉の一般成分について常法²⁾に基づき、分析を行い、文献値³⁾を参照し、他食肉との比較を行った。

2. 4 イズシカ肉加工品試作

加工品の試作は県内6社の企業に協力を要請して行った。また、加工品試作後、試作した加工品について常法¹⁾に基づいて一般成分分析を行った。

3 結果・考察

3. 1 凍結法の違いによる特性評価

(1) かたさ試験

貫入応力の測定結果を図1に示す。

明確な有意差は見られないが、急速凍結は緩慢凍結と比較して貫入応力が低い傾向が見られた。この結果より急速凍結は緩慢凍結と比較して柔らかい傾向にあると示唆される。

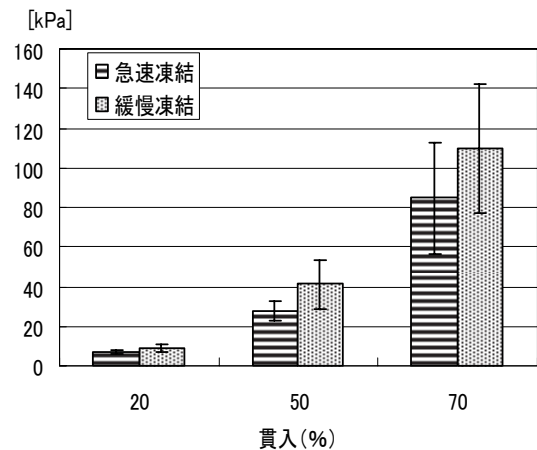


図1 急速凍結と緩慢凍結の貫入応力 (平均値±SD)

(2) ドリップ量 (離水率)

ドリップ量の測定結果を図2に示す。

急速凍結は緩慢凍結と比較してドリップ量が3分の1程度だった。急速に凍結させることで組織破壊が最小限に抑えられたと考えられる。

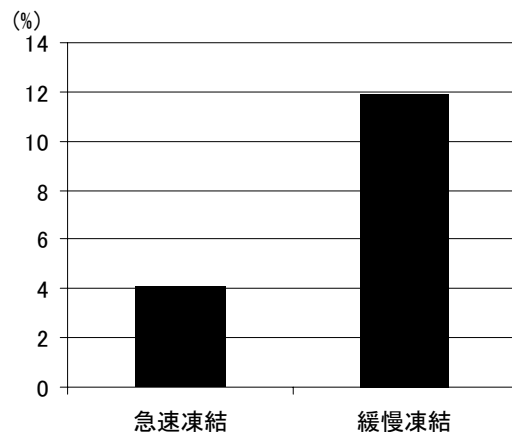


図2 急速凍結と緩慢凍結のドリップ量 (離水率)

3. 2 熟成有無による特性評価

熟成前後の旨味・甘味成分の測定結果を図3に示す。旨味・甘味成分を総計した値について、熟成後は熟成前と比較して2倍以上増加していた。旨味や甘味に係わる成分はこれら遊離アミノ酸だけではな

くイノシン酸などの脂肪酸等も関与すると考えられるが、これらの結果より、熟成後の方が旨味・甘味が強く感じられることが示唆される。

3. 3 イズシカ肉と他食肉との含有成分比較

イズシカ肉と市販国産牛肉の旨味・甘味成分の測定結果を図3に示す。

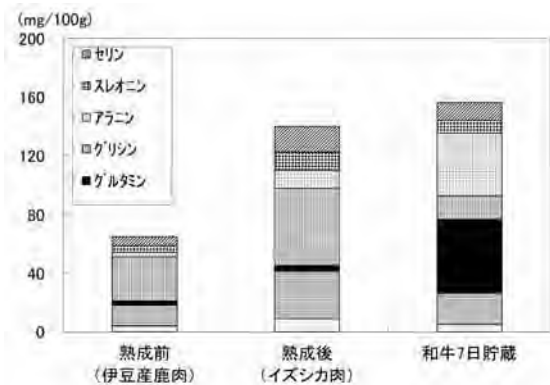


図3 熟成前後のシカ肉と牛肉の旨味・甘味成分

この結果、イズシカ肉は牛肉と同程度の旨味・甘味成分が含まれていることがわかった。牛肉については、様々なグレードがあり、一概には言えないが、イズシカ肉は、牛肉に劣らない旨味甘味があることが示唆される。

その他、36種の遊離アミノ酸の中で一般に機能性があると言われるアミノ酸成分のうち、多く含まれていたものについての結果を図4、5に示す。

タウリンは、細胞や血圧を正常に保つ働きがあると言われ、カルノシン・アンセリンは、筋肉疲労の緩和や学習機能の改善に働くと言われており、それらを含有するサプリメントなども市販されている。それらの成分についても牛肉と同程度含まれている

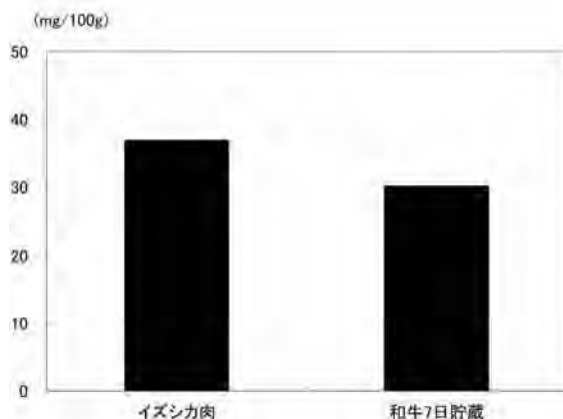


図4 イズシカ肉と牛肉の遊離アミノ酸 (タウリン)

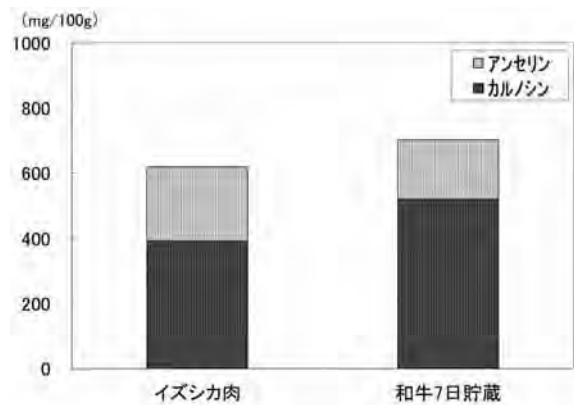


図5 イズシカ肉と牛肉の遊離アミノ酸 (カルノシン・アンセリン)

ことがわかった。

次にイズシカ肉の一般成分の分析結果を図6に示す。その他の食肉については文献値²⁾を参照した。イズシカ肉は他の食肉と比較して脂肪が少なく、タンパク質が多かった。

一方かつお節は脂肪が多いと品質が低下するため、脂肪が適度に少ない春かつおが適していると言われている。イズシカ肉はこの春かつおと一般成分組成が似ており、節をつくるのに適していると示唆された。

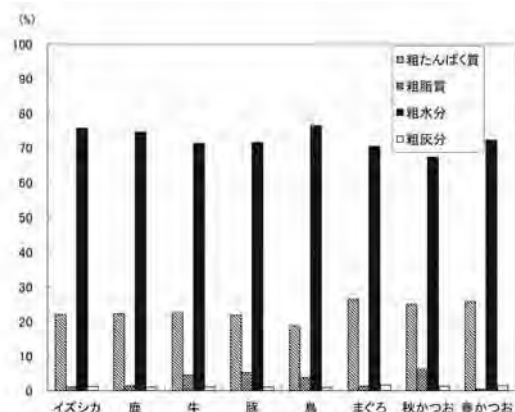


図6 イズシカ肉と他食肉の一般成分

3. 4 イズシカ肉加工品試作

伊豆半島は伝統的な手火山方式というかつお節製造技術が受け継がれている地域である。一方、3.3節の結果よりイズシカ肉は鰹節の良質な原料となる春かつおと一般成分組成が類似している。これらのことより伊豆地域の特徴を活かした特産品として、イズシカ節の開発に取り組んだ。

当所にて温燻装置や削り節機等鰹節製造用装置を用い、一般的なかつお節製造方法に準じた方法により試作を行った。

【報告】

鍋に5%塩分濃度の水溶液を沸騰させ、そこにも肉を入れ、60分煮熟した。鍋から取り出し、常温で自然冷却した後、一晚冷蔵庫(約5℃)で保存した。温燻装置で6時間温燻製し、自然冷却した後、冷蔵庫(約5℃)にて一晚保管した。温燻、冷蔵保管を繰り返すことによりかつお節様の節となった。この節を削り節機で削り、削り節とした。風味、味ともに鰹節の削り節とよく似たものとなった。

また、西伊豆町で伝統的な手火山方式によるかつお節製造を行っているカネサ鰹節商店に協力を要請し、実際の鰹節製造工程を利用した試作加工を行った(写真1)。試作した削り節は、当所で試作したものと同様に鰹節様のものとなった。このように節とすることで常温保存が可能となった。また、鰹削り節のように様々な食材への応用が可能となると考えられる。



写真1 イズシカ節 (カネサ鰹節商店)

その他食品の応用として、低脂肪高タンパクを活かした食品の応用が考えられた。一般にタンパク質の不足は老化を早めると言われている。一方、高齢になると、脂質の多い食品は敬遠しがちになる。これらのことより、低脂肪高タンパクであるイズシカ肉は、高齢者の介護食としても有用であると考えられた。しかし、シカ肉は図7に示すように加熱するとかたくなるという特性がある。一方、静岡市で食

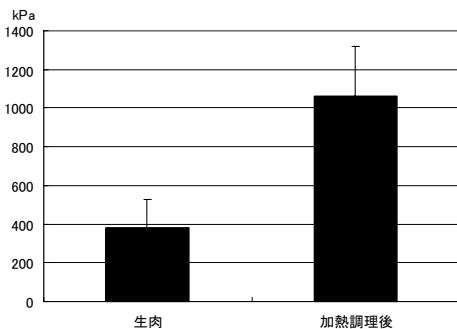


図7 生肉と加熱調理後の貫入応力

肉加工、介護食の開発等を行っているアオノミート(株)では、食肉軟化剤(酵素剤)や凍結含浸法を応用することで肉の軟化加工を行っている。そこで同社に協力を要請し、軟化剤や凍結含浸法を利用した柔らかいシカ肉介護食を試作した(写真2)。



写真2 介護食 (アオノミート株)

その他、4社の県内企業にイズシカ肉を提供し、各種加工品を試作した。試作品の一覧を表1にまとめた。

表1 試作品一覧

試作品	加工業者	所在地	業務概要
コンフィ(写真3)	(株)石川総研	静岡市	低温調理器、工場機器等の製造販売
ハム、ソーセージ(写真4)	オーバンマリー	静岡市	静岡県産こだわり食材を使った総菜の製造販売
旨煮缶詰(伊豆味噌、しいたけ入り)(写真5)	三洋食品(株)	焼津市	水産缶詰、キャットフード等の製造販売
カレー(写真6)	マルミヤ食品(株)	焼津市	海苔佃煮、レトルトパウチ等の製造販売



写真3 コンフィ (株)石川総研



写真4 ハム、ソーセージ (オーバンマリー)

【報告】

なお、全ての試作品のパッケージはユニバーサルデザイン科でデザインした。



写真5 旨煮缶詰 (三洋食品株)



写真6 カレー (マルミヤ食品株)

それぞれの加工品についての一般成分を図8に示す。これらの中から文献に記載されている一般加工品について比較を行った。その結果を図9に示す。イズシカ加工品は一般の加工品と比較し、低脂肪高タンパクだった。また、シカ節については鯉節と類似した組成であった。今回試作した加工品はシカ肉の低脂肪高タンパクという特徴を活かすことができた。

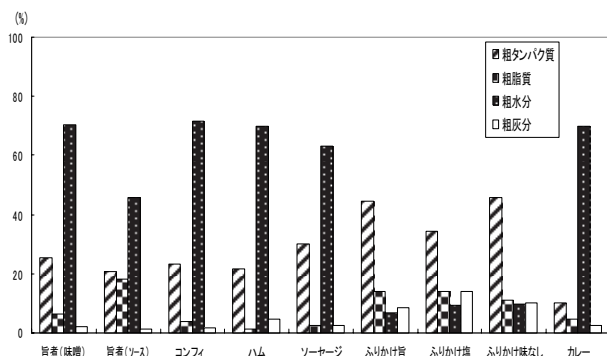


図8 イズシカ肉加工品の一般成分

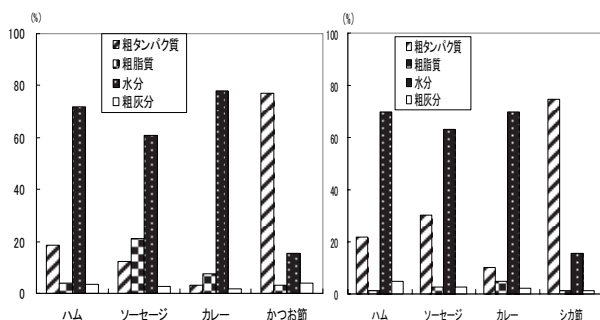


図9 一般加工品(左)とイズシカ肉加工品(右)の一般成分

4 現在の状況と今後の予定

イズシカ肉を使ったカレーが2012年3月に伊豆市にて商品化された。

シカ節は食肉加工品であるため、食品衛生法上、食肉加工業の免許を取得していないと製造販売をすることができない。このため、この課題を克服し、商品化を目指していく。

また、今回の取り組みを他地域の鹿肉加工グループ等へ情報提供していきたい。

謝辞

浜松大学寺島健彦先生、県立大学市川陽子先生に分析等についてご指導いただいた。

イズシカ肉サンプルについては伊豆市食肉加工センターより提供いただいた。

加工品の試作についてはカネサ鯉節商店、アオノミート株式会社、株式会社石川総研、オーバンマリー、三洋食品株式会社、マルミヤ食品株式会社に協力いただいた。

ここに深く謝意を表します。

参考文献

- 1) 岡山高秀他：黒毛和種腿肉の熟成中における物理・化学的变化, 日本畜産学会誌 62, 178-185 (1991).
- 2) (株)食品衛生検査協会：食品衛生検査指針 理化学編 2005, 18-70, (株)食品衛生検査協会 (2005).
- 2) 女子栄養大学出版部：新しい「日本食品標準成分表2010」による食品成分表, 122-194, 発行 (2011).

自然の力を利用した木材の耐久性向上技術の開発

工芸科

バイオマス循環プロジェクトスタッフ

静岡県農林技術研究所森林・林業研究センター

鈴木光彰 赤堀 篤 佐野禎彦

櫻川智史

渡井 純 池田潔彦

Development of High Durability Wood by Nature Technology of Tree

Mitsuaki Suzuki, Atsushi Akahori, Yoshihiko Sano,

Satoshi Sakuragawa, Jun Watai and Kiyohiko Ikeda

“Penetration of liquid into wood using sap flow” has been developing. This method is “the wood without bark is dipping in the liquid with polyethylene glycol 4000 (PEG4000), didecyldimethylammonium chloride (DDAC) and patent blue (as a dye) for dimensional stabilization and biological resistance”. The liquid can penetrate the wood until two meters tall for 25 days. In addition, woods were penetrated by three types liquid with different concentration (5%,10% and 15%) of PEG4000 and 5% DDAC. As a result, dimensional stabilization of the woods had high performance when the woods were penetrated by the liquid with 10% or 15% of PEG 4000.

1. はじめに

平成21年12月に農林水産省は「森林・林業再生プラン」を公表し、さらに平成22年10月に公共建築物等木材利用促進法が施行され、今後、公共建築物を中心に木材の利用拡大が期待されている。そのためには、木材の短所である、くるう、腐るなどを解決していかなければならない。これらを解決するには、寸法安定剤や木材保存剤を木材に注入する必要がある。矢田ら^{1),2)}は、「生丸太の乾燥時に発生する負圧を利用した薬液注入法」を提唱している。これは、従来の減圧・加圧注入法より、設備もかからず、エネルギーも必要としない簡便かつ安価な薬液注入法である。この「生丸太の乾燥時に発生する負圧を利用した薬液注入法」を使用して寸法安定剤や木材保存剤を注入した木材を作製した。さらに、その木材の溶脱試験と寸法安定性試験を行ったので報告する。

2. 実験方法

2. 1 寸法安定剤と木材保存剤の薬液作成

寸法安定剤としてポリエチレングリコール4,000(和光一級、平均分子量3,000、以下PEGと略す)、木材保存剤としてジデシルジメチルアンモニウムクロライド(分子量362、三洋化成工業㈱、カチオン

DDC-50、以下DDACと略す)を使用した。さらに、染色剤として、パテントブルー(分子量566.66、和光純薬工業㈱)を使用した。4種類の薬液を作り実験を行った。薬液Aの成分構成は、10%PEG、5%DDACそして0.05%パテントブルーとした。また、注入するPEGの濃度と寸法安定性の性能を検討するため、5%PEG、10%PEGそして15%PEG(すべてに5%DDACを含む)の薬液B、C、Dを作製した。

2. 2 生丸太の乾燥負圧を利用した薬液注入

長さ2mのスギおよびヒノキの生丸太を剥皮した生丸太と剥皮していない生丸太に分け、薬液Aにつけて薬液注入の違いを観察した(図1)。また、1mのスギおよびヒノキの剥皮した生丸太を伐採直後、1日後、3日後、7日後と時間を空けて薬液Aにつけて、薬液注入の違いを観察した。さらに、1mのスギおよびヒノキの剥皮した生丸太に、PEGの濃度を変えた薬液B(5%PEG)、薬液C(10%PEG)、薬液D(15%PEG)をつけて4ℓの薬液注入した後、含水率が15%以下になるまで乾燥した。木材の含水率は木材水分計ターク(㈱ケット科学研究所製)で測定した。その後、薬液注入した木材を上部と下部に切り、辺材の部分(20mm×20mm×10mm)の試験体に切り、溶脱試験と寸法安定性試験を行った。

【報告】



図1 生丸太の乾燥負圧を利用した薬液注入法

2. 3 溶脱試験と寸法安定性試験

溶脱試験は、JIS K1571に準じて行った。20℃、65%RHで十分養生して重量を測定した試験体9個を360mlのイオン交換水の中に入れ、常温で8時間攪拌し、その後60℃で16時間乾燥した後、重量を測定した。この操作を10回繰り返して試験体1個当たりの溶脱量(g)を求めた。

寸法安定性試験は、JIS Z2101に準じて行った。薬液注入した試験体10個を20℃、65%RHで恒量になるまで置き、イオン交換水に24時間浸した後、寸法を測った。その後、105℃で乾燥させ、デシケータの中で常温にしてから、寸法を測った。さらに、10回溶脱した試験体でも同様なことを行い、ASE(抗膨潤率)を求めた。なおASEは

$$ASE(\%) = ((V_u - V_t) / V_u) \times 100$$

V_u :10回溶脱した試験体をイオン交換水で膨潤させた後の体積膨潤率

V_t :薬液注入した試験体をイオン交換水で膨潤させた後の体積膨張率

で求めた。

3. 実験結果と考察

伐採直後の剥皮した生丸太と剥皮していない生丸太を薬液Aにつけて薬液注入した結果を図2に示す。その結果、剥皮していないスギの生丸太は、25日間で4.8ℓだったのに対し、剥皮したスギの生丸太は、25日間で15ℓとなり、剥皮すると薬液注入量が3倍以上になった。また、ヒノキの場合でも剥皮していない生丸太は薬液注入量が6ℓだったのに対し、剥

皮した生丸太は14ℓとなった。スギ及びヒノキにおいても、樹皮なし生丸太の方が薬液の注入量が多かった。これは、樹皮がないと、乾燥に伴う負圧が大きくなるため、薬液の注入量が多くなることが考えられる。なお、スギ、ヒノキとも樹皮なし生丸太には25日間で、2mの高さまで、薬液が注入できた。

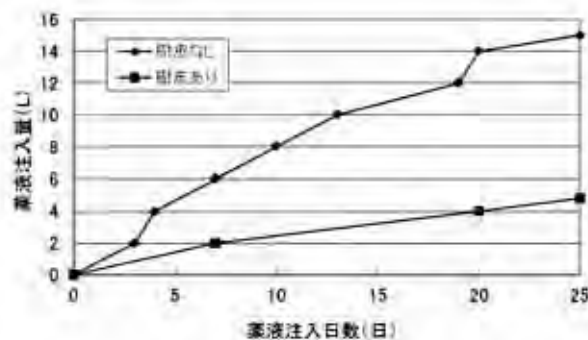


図2-1 剥皮した生丸太と剥皮していない生丸太の薬液注入の違い(スギ)

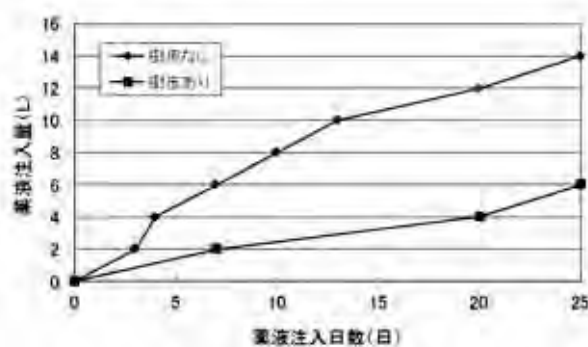


図2-2 剥皮した生丸太と剥皮していない生丸太の薬液注入の違い(ヒノキ)

次に、スギおよびヒノキの剥皮した生丸太を伐採直後、1日後、3日後、7日後と時間を空けて薬液Aに8日間つけて、薬液注入の違いを観察した結果を図3に示す。その結果、スギ、ヒノキと共に7日後には、注入率(体積比)が格段と落ちていた。伐採後できるだけ早い時期に薬液注入をした方が薬液を木材に浸透させやすいことがわかった。

溶脱試験の結果を図4に示す。その結果、スギとヒノキに両方とも、上部、下部どちらにおいても、注入するPEG濃度が高いほど溶脱量は多くなることがわかった。また、スギとヒノキでは溶脱量はヒノキの方が大きかった。

寸法安定性試験の結果を図5に示す。その結果、スギの場合、薬液C(PEG濃度10%)と薬液D(PEG濃度15%)がASEの値が高く寸法安定性が良い結果が出た。また、ヒノキの場合、薬液DでASEの値

が最も高く寸法安定性が良い結果が出た。また、スギとヒノキではヒノキの方がASEは高い傾向にあり、ヒノキの方がPEGによる寸法安定性が良いことが示唆された。

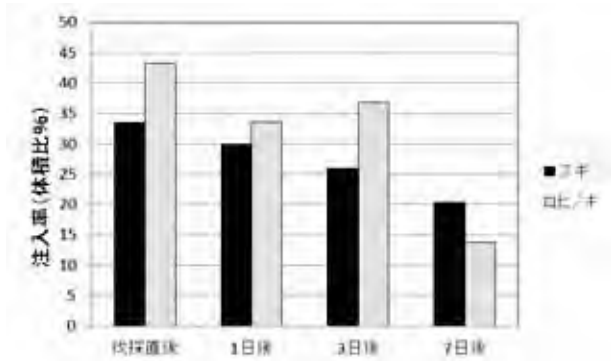


図3 注入開始時期による薬液注入の違い

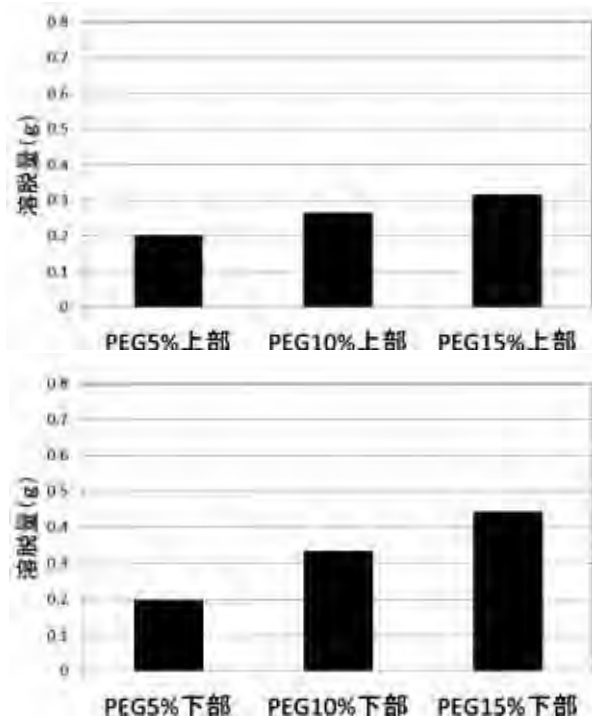


図4-1 注入したPEG濃度と試験体1個当たりの溶脱量 (スギ)

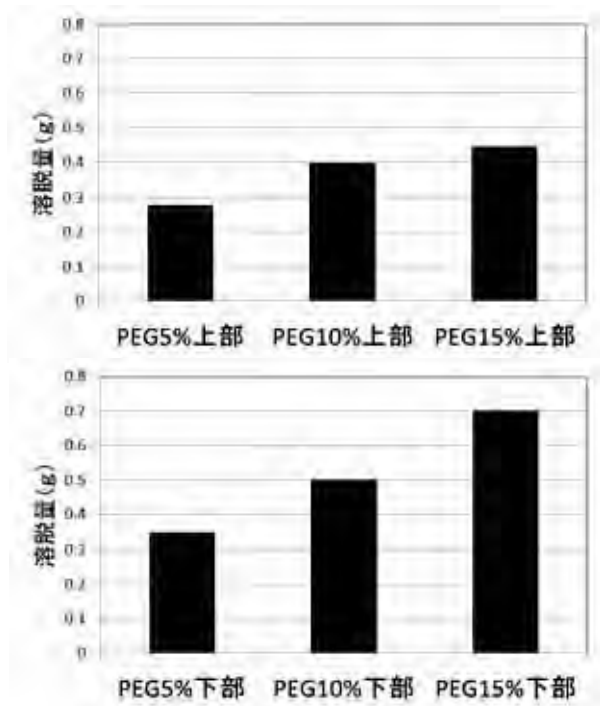


図4-2 注入したPEG濃度と試験体1個当たりの溶脱量 (ヒノキ)

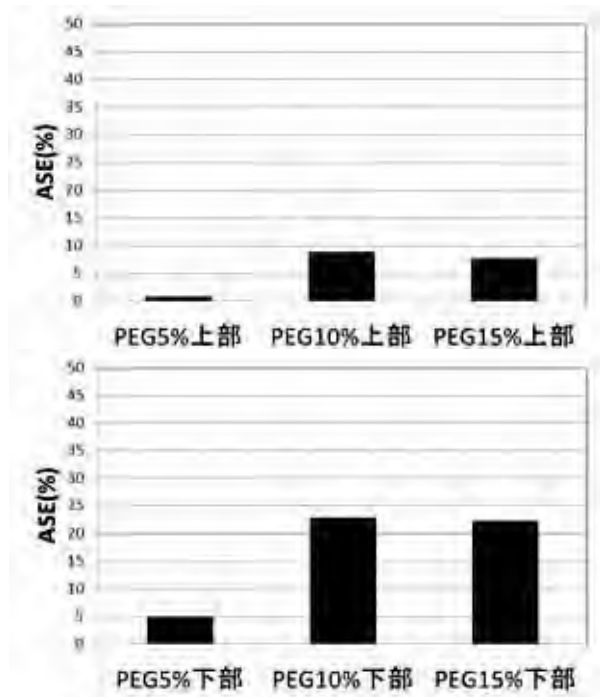


図5-1 PEGの濃度と丸太の部位によるASEの違い (スギ)

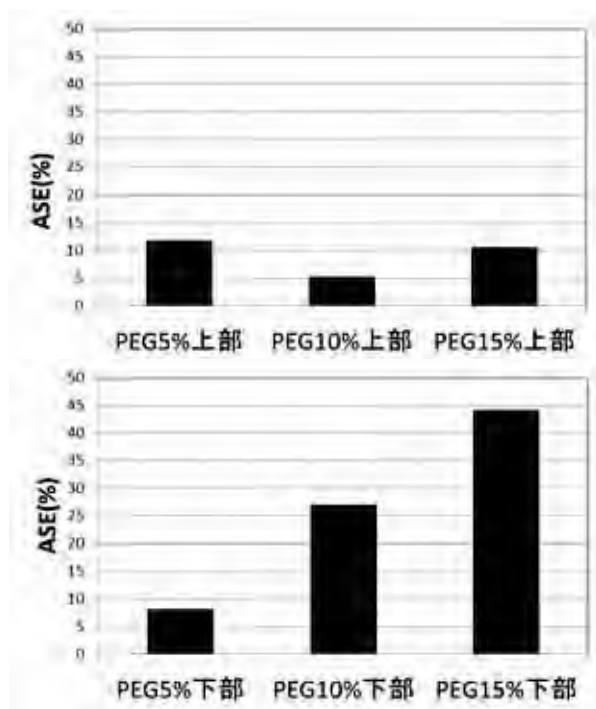


図5-2 PEGの濃度と丸太の部位によるASEの違い(ヒノキ)

4. まとめ

- 1) スギ及びヒノキにおいても、樹皮あり生丸太と樹皮なし生丸太とでは、乾燥負圧を利用した薬液注入法において、樹皮なし生丸太の方が、薬液注入量が多かった。剥皮することがとても重要であることがわかった。また、剥皮した生丸太は、25日間で、2mの高さまで、薬液注入できた。
- 2) 薬液に漬ける時期を、伐採直後、1日後、3日後、7日後とずらして行い、薬液注入の違いを観察したところ、スギ、ヒノキ共に7日後には、注入率が格段と落ちていた。したがって、伐採して、できるだけすぐに薬液注入することが重要である

ことがわかった。

- 3) 溶脱試験において、注入したPEG濃度が上がると、上部、下部ともにトータルの溶脱量は上昇した。
- 4) 薬液 (PEG5%、PEG10%、PEG15% (DDAC 5%を含む)) 注入したスギ及びヒノキの寸法安定性を測定したところ、スギにおいては、PEG10%~15%のとき、寸法安定性は良い結果が出た。ヒノキにおいては、PEG15%のとき、寸法安定性はもっとも良い結果が出た。

今後の課題として、薬液を木材内部に定着させる必要がある。今後は、定着性が良いと言われる天然ヤン油誘導体が含まれている薬液を使用することを検討していく。

謝辞

本研究を行うにあたり、様々な助言をいただいた横浜国立大学名誉教授矢田茂樹先生に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 矢田茂樹他：生木からの水分蒸発を駆動力とする薬液浸透 (I) -スギ丸太へのナフテン酸銅の浸透-，第52回日本木材学会大会研究発表論文集，411 (2002)。
- 2) 矢田茂樹他：生木からの水分蒸発を駆動力とする薬液浸透 (II) -スギ生丸太組織内のナフテン酸銅の浸透経路-，第53回日本木材学会大会研究発表論文集，Q220930 (CD-ROM) (2003)。

木製品の設計・性能評価技術の高度化 (第2報)

— 構造解析技術を応用した木製いすの設計評価 —

工芸科 佐野禎彦 赤堀 篤 深谷謙一
機械科 長津義之

Research on high precision of the evaluation for design and construction of wooden goods (2nd report)

— Study on CAE applications of the evaluation for chair design —

Yoshihiko Sano, Atsushi Akahori, Kenichi Fukaya
and Yoshiyuki Nagatsu

It was found that the application of the constructive analysis by CAE (Computer Aided Engineering) was effective in the evaluation of wooden stool structure. It can be estimated the max strength of the structure by the strain energy as index, rather than modulus of rigidity. And it was found, referring to the max stress of tensile direction around the area of concentrated stress by CAE, it can be estimated the result of pass-fail in the standardized strength test.

1. はじめに

最近数年間の当所における椅子、テーブル、キャビネットなどの製品性能試験のうち、JIS規格の基準を満たさなかったものが30%前後で推移しており、さらにそのうち材料の強度不足や構造上の問題に起因するものが約半分を占めていて、十年以上前と比較して高くなっている。この要因としては、良質の木材が入手しにくいため安価で低質な材料にシフトしてきたことや製造拠点の海外移転によって、品質管理のノウハウや製造技術を社内で継承できなくなってきたことがあげられる。それにより、不良の原因が設計の問題か製造の問題かという切り分けが困難で、原因の究明と改良に多くの労力を要している。また、家具産地として発展してきた静岡の木工技術を継承していくためには、海外製品では対応できない加工技術が必要な高い品質を誇る脚物類、特に椅子を主要な製品として位置付けていく必要がある。そのためには、設計段階から使用する材料の特性や構造が設定する負荷条件に耐えられるかどうかの検証や、製造後の全品検査などにより、材割れや緩みが発生していないかといった品質管理を徹底していくために、構造解析や非破壊検査が木製脚物で有効かどうかの検証作業が必要である。

こうした背景から、昨年度、スツールの脚部を対象モデルとして実験を行った結果、構造解析での設計評価が可能であることが示唆されたため、製品レベルで以下の2点を検証することが次年度の課題となっていた¹⁾。

- (1) 構造解析による総歪エネルギーで設計案の構造による強度特性の違いを推定できるか。
- (2) 構造解析による局部応力関連の指標で設計案の強度試験に対する合否を推定できるか。

本研究では、これらの課題に対して通常のスツール製品と同等の試作品を設計し、実物試験結果及び構造解析結果を元に設計変更を繰り返し、構造解析の有用性を検討したので報告する。

2. 方法

2.1 設計案

標準的なスツールの設計値²⁾や市販品を参考に、設計案に以下の条件を設定した。

- ① 樹種：ブナ (外材)
- ② 接合：ホゾ
- ③ 構造：角型4本脚、スタッキング
- ④ サイズ：W340×D340×H440mm
- ⑤ 強度：JIS-S-1203 7.2 背もたれ静的強度試験

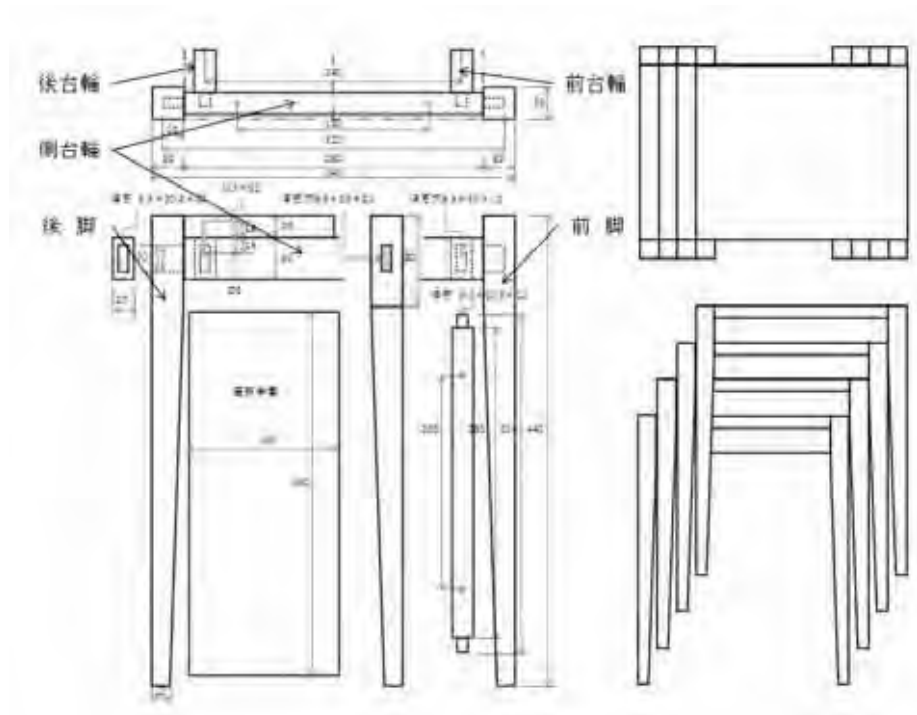


図1 基本設計案

レベル3（座：1,300N、前方：560N）

これらの条件でできるだけ軽量にするため、台輪や脚に細い部材を使用し、条件⑤をクリアするまで設計変更を繰り返した。

最初の基本設計案を図1に示す。接着には水性高分子イソシアネート系を使用した。各設計案につき4体の試験体を作成し、20℃-65%R.H.の恒温恒湿状態で3日間以上放置した後、実験に供した。

2. 2 強度試験

上記の試験体を、家具—いす及びスツール—強度と耐久性の試験方法（JIS-S-1203 7.2 背もたれ静的強度試験）に準じて新家具強度試験機（㈱島津製作所製SERVOPULSER4880:5kN）で強度試験を行い、以下の値の算出を行った。なお、規格と同じ

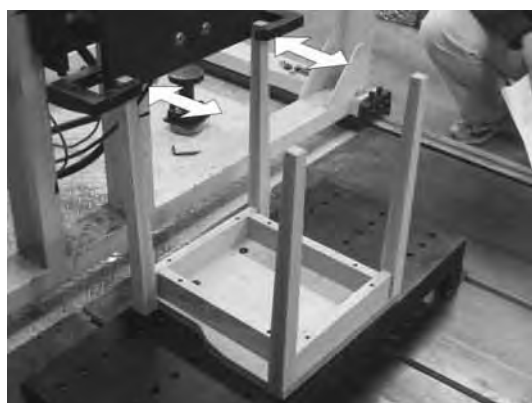


図2 強度試験

試験方法では水平方向の変位が大きく試験継続が困難であったため、試験体を天地反転させ、座面を定盤に固定し、両脚端に水平荷重をかける方法で行った（図2）。また、強度試験はレベル2（水平410N×10回）で異状があれば中止し、なければレベル3（水平560N×10回）に移行する方法で行い、異状判定は目視及び打音検査による周波数パワースペクトル波形の分析とした³⁾。試験中、以下の測定や記録を行った。

- (1) 剛性率（変位-荷重曲線から得られる弾性係数）
- (2) 強度試験の合否
- (3) 最大荷重（毎秒0.2mmの水平荷重をかけ、試験体が破壊した荷重）
- (4) 破壊箇所

2. 3 構造解析

前述の設計案と同じ解析用モデルを3次元CAD（Pro/Engineer）で作成し、構造解析はCAEツール（Pro/Mechanica）でp法有限要素法による非線形（接触）構造解析を行った。材料特性は既存の文献値^{5)、6)}を参考に、実使用する材料を使用した材料試験により計算した（表1）。試験体の座面表面のみを拘束面、ホゾ勘合部は固着、胴付面は接触領域とし、ホゾ穴の奥は1mmの空間を設定した。また荷重は、実物の強度試験に準じて、両脚端の先端か

ら12mmの幅で水平方向にレベル2 (410N)、レベル3 (560N) と2段階に分けて設定した (図3)。

表1 実験に使用したブナ材の材料特性

比重	方向	曲げヤング率 (MPa)	せん断係数 (MPa)	ポアソン比	引張強度 (MPa)
0.7	L	15,349	1,650	0.4	145
	R	1,650	1,225	0.5	15.2
	T	735	245	0.65	11



図3 構造解析モデル

解析結果から、以下の指標を算出し、強度試験で得られた各値との関連性を調べた。

- (1) 総歪エネルギー (モデル内各要素の応力に変位の二乗を乗じて積分した値)
- (2) 応力集中領域

(3) 応力集中領域内の年輪接線方向最大引張応力

3. 結果

3.1 設計案の変更と強度試験結果

基本案を強度試験にかけ、問題があれば設計を見直し、徐々に部材の断面寸法を大きくすることで、設定した強度試験に耐えられる最終案を試作した。基本案、改良案、最終案の各強度試験で得られた剛性率、強度試験結果と最大荷重について、4個ずつの平均値を表2に、設計案の変更過程を図4に示す。なお、破壊箇所は全て側台輪、後台輪、後脚の交差する部分の後台輪に集中した (図5)。

基本案では、レベル2の強度試験で合否が混在しており、レベル3に移行したところ全てが破壊した。そのため、台輪の断面寸法を長手方向に10mm大きくし、ホゾの胴付きを四方から三方に変更したものを改良案として試験にかけたところ、レベル2はクリアしたが、レベル3では全て破壊した。そこで、最終案では台輪の断面寸法を短手方向で5mm、長手方向でさらに10mm、脚の断面を5mm角大きくした結果、レベル3をクリアできた。

表2 強度試験及び構造解析結果 (n=4)

強度試験レベル	構造解析評価指標	基本案	改良案	最終案
レベル2 410N	総歪エネルギー (N・mm)	2,327	1,976	1,053
	域内最大T引張応力 (MPa)	21	9.7	8
	強度試験結果*	△	○	○
レベル3 560N	総歪エネルギー (N・mm)	4,342	3,686	1,964
	域内最大T引張応力 (MPa)	28.6	13.3	10.9
	強度試験結果*	×	×	○
実物試験	剛性率 (N/mm)	51.2±4.5	54.4±2.0	78.3±7.8
	最大荷重 (N)	613±39	744±47	1147±31

※ ○：実物試験で全て合格 △：実物試験で合否が混在 ×：実物試験で全て不合格

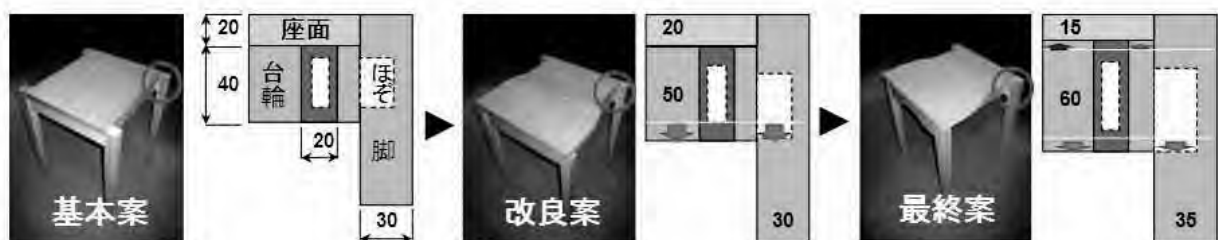


図4 設計案の変更過程

【報告】

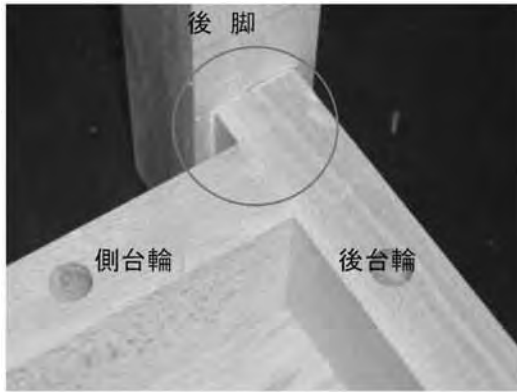


図5 設計案の破壊箇所

3. 2 構造解析結果

構造解析の結果、各設計案の総歪エネルギーと破壊箇所付近の後台輪部材における領域内年輪接線方向 (T) 最大引張応力を表2に示す。

まず、構造解析の総歪エネルギーと強度試験の剛性率の関係では、両者の間に負の線形に近い回帰がみられるものの、2次の多項式近似に近く、今回の結果からでは、線形回帰が見られるとはいえない(図6)。

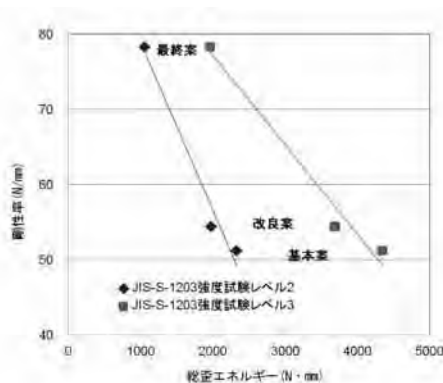


図6 剛性率と解析総歪エネルギー

次に、構造解析の総歪エネルギーと強度試験の最大荷重の関係を見てみる。レベル2及びレベル3の試験条件で計算した総歪エネルギーと最大荷重の関係は負の線形回帰で表される(図7)。このことから、事前に剛性の違う同一構造の最大荷重と総歪エネルギーの値から関係式を導けば、設計案の総歪エネルギーから最大荷重を推定できることになる。従って、設計段階で試験荷重の何倍まで耐えられるかという安全率の設定にも有効である。剛性率は弾性域の線形性が高い初期の荷重領域で計算されているため、わずかな構造の違いでは差が出にくいのに対し

て、最大荷重は塑性域を含む多くの強度特性情報を反映しているため、総歪エネルギーとの相関が高くなったと考えられる。

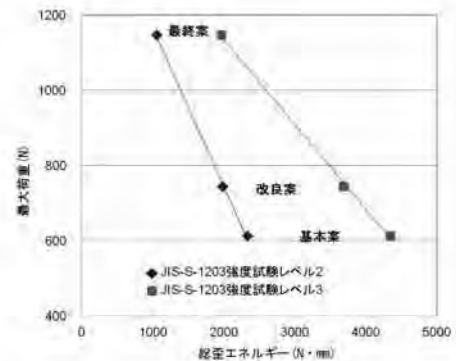


図7 最大荷重と解析総歪エネルギー

次に、構造解析の応力集中箇所及びその最大値と強度試験合否の関係を見てみる。どの設計案でも強度試験で破壊した部位と構造解析で応力集中の見られた部位は近似しており、その最大値は材料の引張強度を超えた場合に破壊している(図8)。基本案では引張強度(11MPa)の2倍以上、改良案でもやや上回っている。最終案では下回っており、応力集中が緩和されていることが確認できる。従って、設計案を構造解析にかけることで、事前に問題となる位置を評定することができ、応力分布の状態とそ

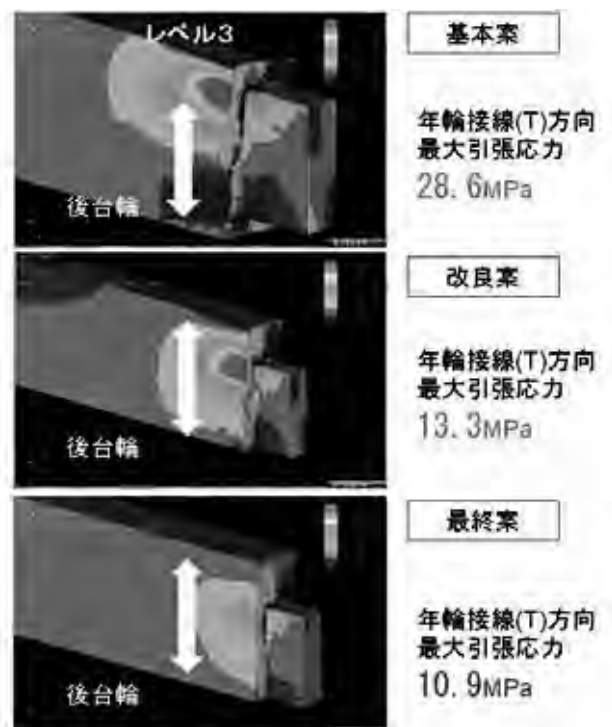


図8 設計案の応力分布と最大値

の最大値をあわせて評価することで、一定の領域内に絞った範囲で設計を吟味することが可能となる。

4. まとめ

本研究では、昨年度の研究結果を踏まえ、ツール設計時に想定される各種条件を固定し、材料の断面寸法のみを変更する方法をモデルケースとした検証を行う事ができた。設計段階で構造解析を利用することにより、目標を絞った効率的な設計評価が可能となることが分かった。

今回の実験により、以下の考察を行った。

- (1) 設計案の設計条件（材料断面寸法）による剛性率や最大荷重の差は、構造解析による総歪エネルギーの値で定量的に比較する事ができる。
- (2) 設計案の破壊箇所と強度試験の合否は、構造解析による応力分布と最大応力値をみることで定性的に予測することができる。
- (3) 今後は、モデルケースをベースにさらに複雑な構造や新しい材料にも適応できるよう実践事例を増やしていく必要がある。

そこで、この考え方を企業に提案するため、図9のようなチャートを作成し、現在の設計方法と新しい設計方法の違いを明確にし、工程のどの位置でどのような作業が必要となるかを明示した。

今後の椅子設計の効率化と品質管理の強化を進めていく予定である。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、御助言いただきました静岡大学農学部森林環境科学科 祖父江信夫教授、並びに名古屋大学大学院生命農学研究科 安藤幸世助教に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 佐野禎彦他：木製品の設計・性能評価技術の高度化—ツール設計における構造解析技術の応用の検討—, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第4号, 51-55 (2011).
- 2) 日本建築学会編：建築設計資料集成2 物品, 29, 丸善 (1978).
- 3) 赤堀 篤他：木製品に適した非破壊検査法の開発 (第2報) —打音検査法を応用した木製の耐久性評価—, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第5号, 45-48 (2012).
- 4) 木材工業ハンドブック編集委員会編：木材工業ハンドブック, 130-132, 丸善 (1982).
- 5) 中戸莞二編：新編木材工学, 142, 養賢堂 (1985).

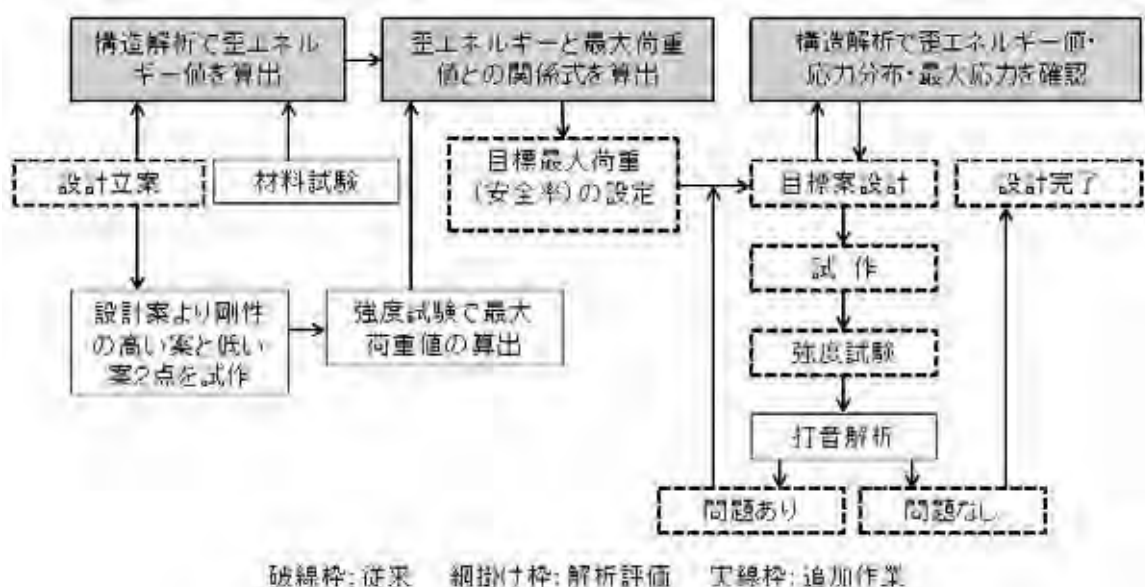


図9 新設計手法のチャート

木製品に適した非破壊検査法の開発（第2報）

— 打音検査法を応用した木製いすの耐久性評価 —

工芸科 赤堀 篤 佐野禎彦 深谷謙一

Development of the nondestructive inspection system for wooden goods (2nd report)

— Using Acoustic grading method to durable evaluation of the wooden chair —

Atsushi Akahori, Yoshihiko Sano and Kenichi Fukaya

We tried using the transverse vibration method for wooden chair made by the beech with tenon bonding. The tap tones were analyzed by the FFT (Fast Fourier Transformation) Spectrum Analyzer to identify the resonance frequency. As a result, when the bonding were losed, a peak position of the power spectrum moved to the low frequency side, and when the destruction was recognized with eyes, new peaks appeared.

1. はじめに

当所では、家具製造分野への非破壊・全品検査の導入を目的とし、非破壊検査法のひとつである打音検査に着目し、安価で簡易にできる、木製品向けの非破壊全品検査技術の開発を進めている。今回は、スタッキングツールを事例とした強度試験前後の打撃振動データの比較による、強度・耐久性の評価を検討した。また、その結果から強度不足と判断されたものを設計改良し、改良品についても強度試験と打音検査による評価を行った。

2. 実験方法

2. 1 試料の作成

ブナ材を用い、W340mm×D340mm×H440mmのスタッキングツールをホゾ接合により4脚製作した¹⁾。接着には、水性高分子イソシアネート系接着剤（CU-3、コニシ㈱）を用いた。

2. 2 強度試験

図1に示したように、座面を下向きに固定し、脚端から20mmの幅で、水平に力を加えた。荷重は、JIS S 1203⁻¹⁹⁹⁸ 7.2背もたれの強度試験を参考に、410N（ISOレベル2）、560N（ISOレベル3）の2種類、それぞれ10秒間、10回の繰り返しとした。

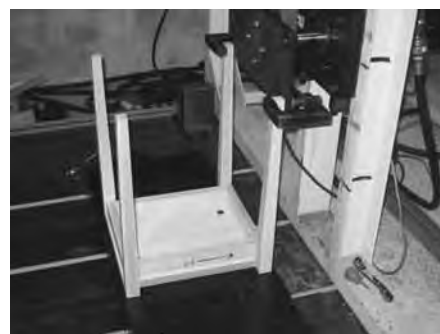


図1 強度試験

2. 3 インパルスハンマによる打音解析

打音検査は、強度試験の前後に行い、図2に示したように、インパルスハンマー（GK-300、小野測器㈱）、衝撃振動計（MODEL 1340A、昭和測器㈱）、FFTアナライザ（DS-2100、小野測器㈱）を用いた。

FFT解析は、0～2 kHzの範囲で、窓関数はレクタングュラ（矩形）とし、強度試験前後で、パワースペクトルの変化を確認した。



図2 インパルスハンマによる打音検査

【報告】

2. 4 設計改良と再実験

最初の試作品では、負荷560Nで破壊が生じた為、脚部断面を30mm×30mmから35mm×35mm、座枳幅を50mmから60mmに大きく、それに伴い、ホゾ寸法も増加させ、4脚を試作、強度試験、打音検査を行った。

3. 結果と考察

図3、4に最初の試作品の強度試験と打音検査結果の例を示す。打撃振動のFFT解析値は0～200Hzの拡大図である。左上が負荷410Nの強度試験（横軸が変形量、縦軸が荷重）、左下が負荷560Nの強度試験、右上が強度試験前の打音検査による衝撃振動計データのFFT解析（横軸は周波数0～200Hz）によるパワースペクトル、右中が負荷410N試験後の衝撃振動計データのFFT解析によるパワースペクトル、右下が負荷560N試験後の衝撃振動計データのFFT解析によるパワースペクトルである。

図3の例では、410N負荷の場合、強度試験のヒステリシスループは直線的であったが、打音検査では強度試験後、最大ピークの周波数が107Hzから102Hzにシフトしていた。さらに、560N負荷になると、強度試験のヒステリシスループが崩れ、打音検査でも、最大ピークの周波数が98.1Hzと、さらに低周波数側にシフトしていた。したがって、410N負荷試験後、目視では確認できないが、強度が低下しており、560N負荷試験後、さらにゆるみが広がったことが予想された。

図4の例では、410N負荷の場合、強度試験のヒステリシスループが直線的であり、打音検査でも、最大ピークの周波数がいずれも95.9Hzと変化が見られなかった。一方、560N負荷では、接合部に目視で確認できる割れが生じており、強度試験でも変形が増大、打音検査でも新たに53.8Hzと69.4Hzにピークが現れた。

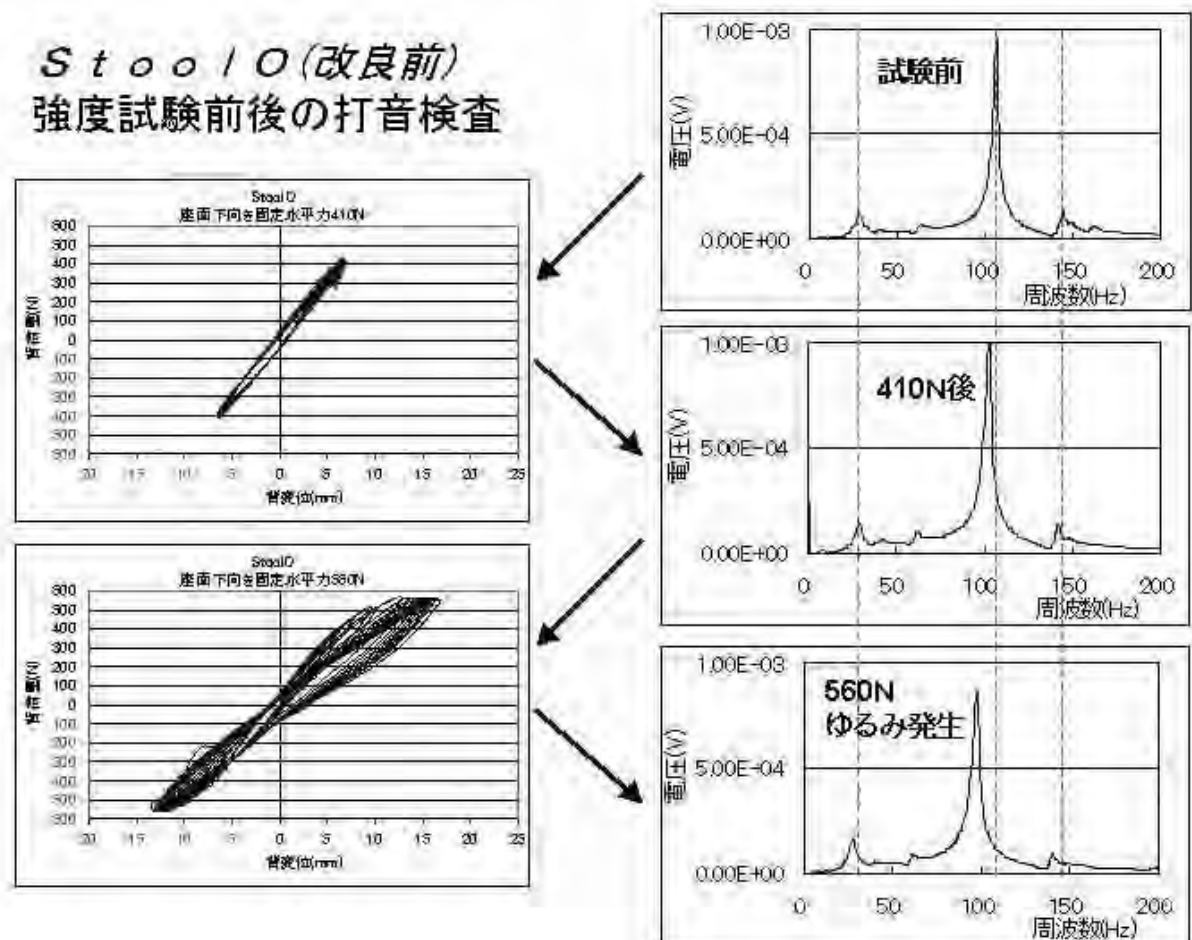


図3 強度試験と衝撃振動計FFT解析例1 (改良前)

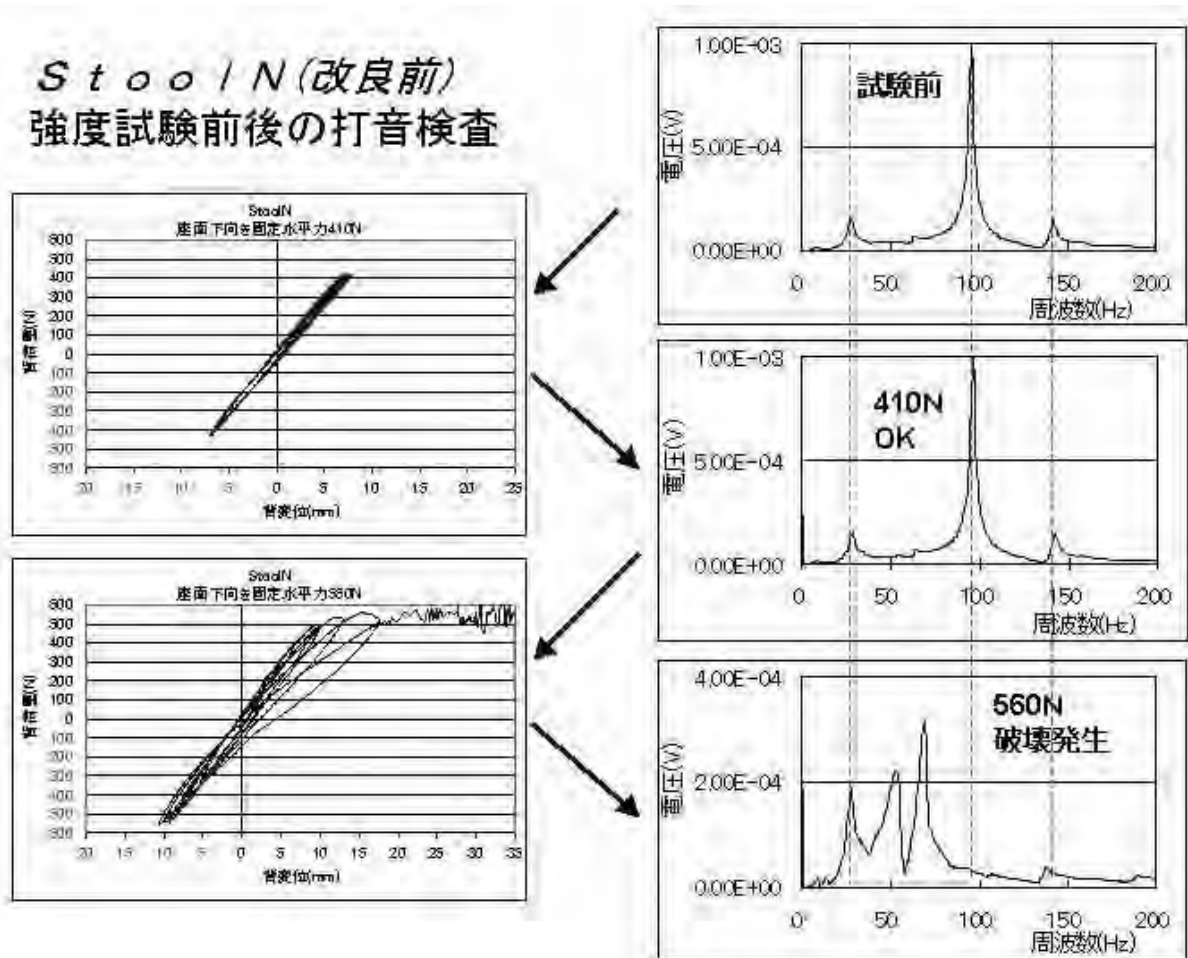


図4 強度試験と衝撃振動計FFT解析2（改良前）

図5に、設計を改良した試作品の強度試験と打音検査結果の例を示した。打撃振動のFFT解析値は0～1,000Hzの拡大図である

こちらでは、負荷560Nの強度試験でもヒステリシスループが直線的であり、打音検査では、140Hz付近に最大のピークと、224及び270Hz付近に小さなピークが認められ、強度試験前後の違いは見られなかった。このことから、改良品は、十分な強度を有しているといえた。

4. まとめ

木材加工分野では、インパルスハンマを用いた打撃音法は固有振動数と材の質量から、ヤング係数を求めるために応用されている^{2)~6)}。一方、接合部については、木質材料の特徴である異方性、含水率や比重などのばらつき、多種多様な接合方法など要因が複雑なため、系統立った取り組みが遅れている。

今回の実験結果でも、パワースペクトルのピーク位置や大きさだけでは、ばらつきが大きく、試料間（各4脚）の相関は、求められなかった。

しかしながら、前報⁷⁾で述べたように製品1つ1つの打音検査データから、製造時の接合不良判定ができること、今回の事例のように、使用中の経年劣化や交換時期の推測ができることを確認できた。

今後、依頼試験や技術指導を通じて普及を図るとともに、共同研究などにも応じていく予定である。

Stools (最終案) 強度試験前後の打音検査

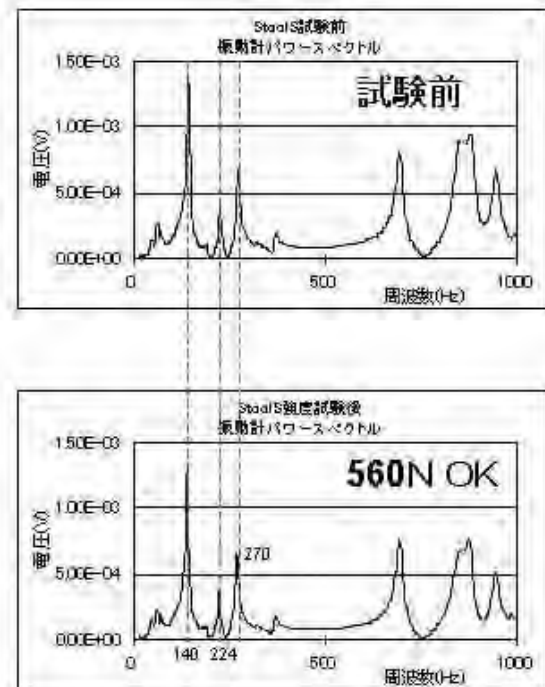
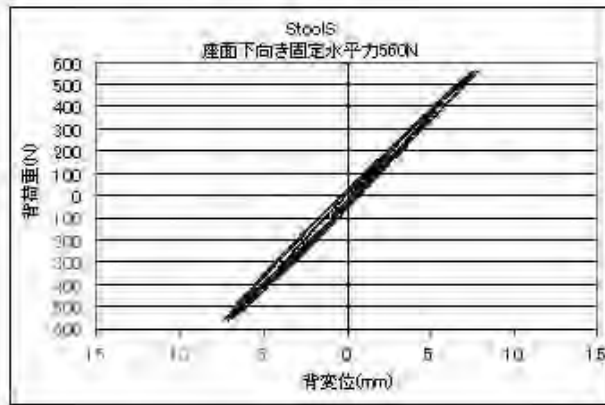


図5 強度試験と衝撃振動計FFT解析3 (改良後)

謝辞

本研究を進めるに当たり、御指導、御助言をいただいた国立大学法人 静岡大学農学部環境森林科学科 教授 祖父江信夫様、並びに国立大学法人 名古屋大学大学院 生命農学研究科 助教 安藤幸世様に厚く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 佐野禎彦他：木製品の設計・性能評価技術の高度化 (第2報) -構造解析技術を応用した木製いすの設計評価-, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第5号, 40-44 (2012).
- 2) 祖父江信夫：木材の非破壊検査, 木材学会誌, 39巻9号, 973-979 (1993).
- 3) Sobue, Nobuo : Instantaneous Measurement of Elastic Constants by Analysis of the Tap Tone of Wood : Application to flexural vibration of beams, 木材学会誌, 32巻4号, 274-279 (1986).
- 4) Sobue, Nobuo : Measurement of Young's Modulus by the Transient Longitudinal Vibration of Wooden Beams Using a Fast Fourier Transformation Spectrum Analyzer, 木材学会誌, 32巻9号, 744-747 (1986).
- 5) Sobue, Nobuo et al. : Identification of Power Spectrum Peaks of Vibrating Completely-Free Wood Plates and Moduli of Elasticity Measurements, 木材学会誌, 37巻1号, 9-15 (1991).
- 6) 岩井 哲他：木材弾性係数の非破壊計測のための工学実験教育における打撃音法の利用, 広島工業大学紀要教育編, 第6巻, 15-18 (2007).
- 7) 赤堀 篤他：木製品に適した非破壊検査法の開発—打音検査法の応用—, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第4号, 47-50 (2011).

レーザーによる高性能皮膜の評価

金属材料科 鈴木洋光 菅野尚子 岩澤 秀*

Evaluation of High Functionality Coat Fabricated by Laser Sintering Method

Hiromitsu Suzuki, Naoko Kanno and Shigeru Iwasawa

1. はじめに

自動車の軽量化、燃費改善、安全性の観点から材料の軽量、高強度化が進んでいる。そのため、高張力鋼板のプレス金型やアルミダイカスト金型などには、高い強度や耐焼付き性、耐かじり性、耐摩耗性などの高い材料特性、機能が要求されている。また、金型破損の補修が長期化すると生産性の低下につながるため、現場での補修技術が望まれている。現在行われているワイヤーを使用したレーザーによる肉盛法は、成膜材料をワイヤー状に加工する必要があり、硬度が高い材料の使用や新たに機能性を付与すること、ワイヤーが入らないような穴部への肉盛は困難である。そこで成膜材料として粉末材料を使用することで、複数の材料を任意に組み合わせることができ、穴部など様々な場所に対して高い機能性を持つ皮膜を形成することが可能となる。

本研究では、合金材料と機能性材料の2種類の粉末材料を使用して、パルスYAGレーザーにより高性能皮膜を作製し、その評価を行った。

2. 試験方法

2. 1 試料

試料は、基材にS45C鋼(20×20×t10[mm])、皮膜の粉末材料に合金成分としてCo合金であるステライトNo.6および機能性材料としてWC-12Coを使

用した。また、皮膜材料はステライトNo.6とWC-12Coの配合率を質量比で1:0、2:1、1:1、1:2、0:1とした5種類を用意し、基材表面に10×10mmの領域にわたってパルスYAGレーザーにより焼結させることで皮膜の形成を行った。図1に試料の外観を示す。合金成分であるステライトNo.6の割合が多いほど表面に光沢があり滑らかであることがわかる。

2. 2 評価方法

作製された試料は中央部で切断し、樹脂に埋め込み、耐水研磨紙およびダイヤモンドペーストを使用して鏡面研磨した後、表面を金でコーティングし、走査型電子顕微鏡(SEM;株日立ハイテクノロジーズ製 S-3700)およびエネルギー分散型X線分析装置(EDX;株堀場製作所製 EMAX ENERGY EX-350)でSEM観察および元素分析を行った。その後、再び鏡面研磨を行った同試料に対し、基材をナイトール(5%硝酸エタノール)でエッチングし、倒立型金属顕微鏡(オリンパス光学工業(株)製 PMG3)で断面組織観察を行った。また、微小硬度計(株明石製作所製 MVK-E)を使用して、皮膜断面の硬度を測定した。

3. 試験結果

図2に皮膜断面のSEM写真および元素マッピング

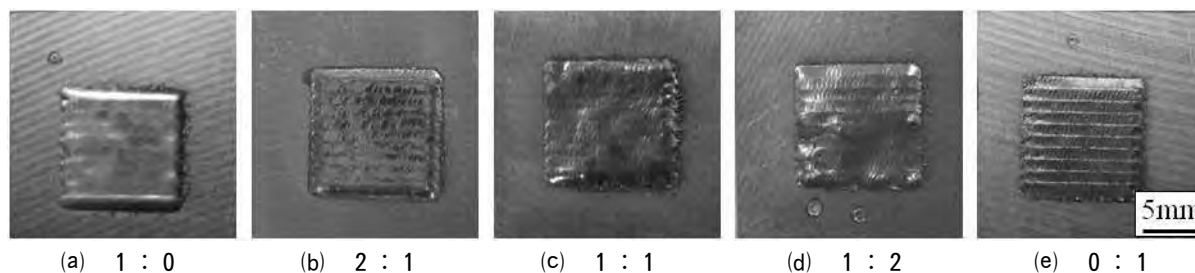


図1 試料外観 (ステライトNo.6 : WC-12Co)

*) 現 浜松工業技術支援センター

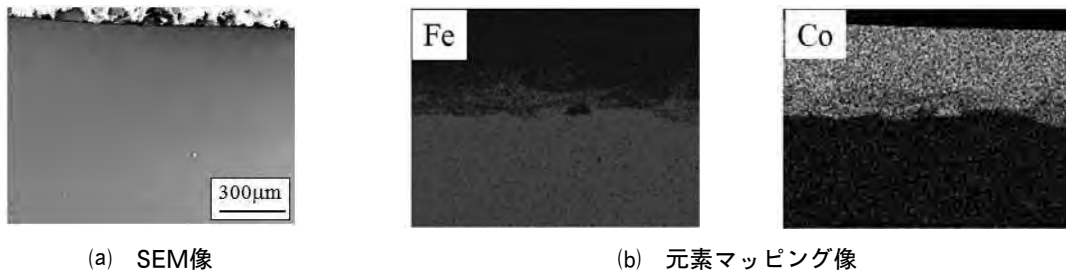


図2 ステライトNo.6による皮膜

グの結果を示す。基材と皮膜の間には両成分が混在した希釈層が存在し、その上下では皮膜成分と基材成分をそれぞれ示している。このことから、皮膜の形成時に基材が溶融し、希釈層ができることで基材と皮膜の密着性の向上が期待できる。図3にナイタールで基材部をエッチングした断面組織写真を示す。合金成分であるステライトNo.6の割合が多いほど欠陥の少ない皮膜が形成されていることがわかる。基材と皮膜との境界近傍において熱影響による基材の組織の変化がみられる。熱影響部は100~200μm程度である。また、皮膜には急熱急冷過程のためと思われるき裂やWCからレーザーにより発生したCOやCO₂によるとと思われるボイドがみられる。ボイドはWC-12Co量が多くなるにつれ増えている。図4に硬度試験結果を示す。微小硬度試験の試験条件は、試験力が皮膜部は2.942N、基材部は0.9807Nとし、5点の平均値である。いずれの皮膜も基材に比べて硬度は高く、WCを添加したものはピッカース硬度で1000を超えており、WC-12Coの添加量が多いほど硬度が高くなっている。また、硬度が高くなるほどき裂が発生しやすいことがわかる。

性評価に取り組んでいく予定である。

本研究は、テクノコート(株)から依頼を受けた受託研究として実施したものである。

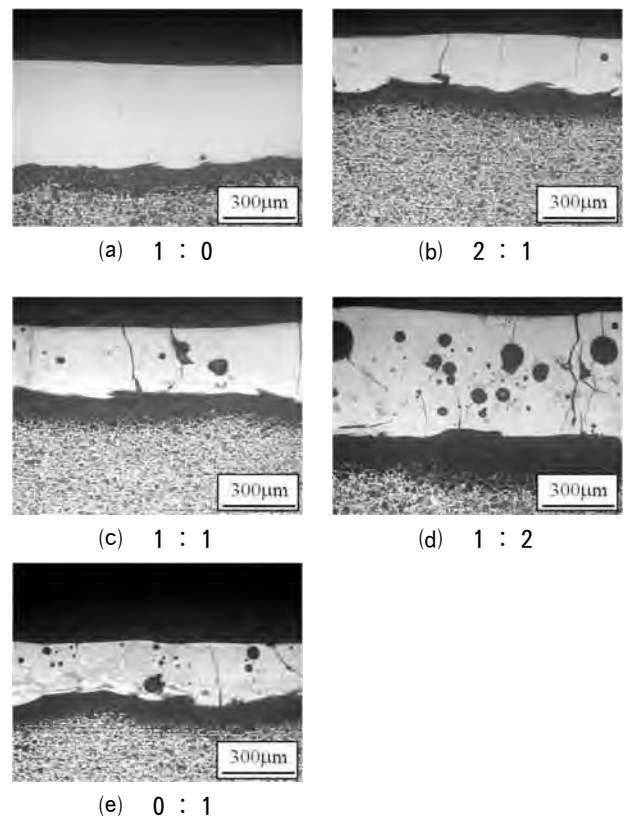


図3 断面組織写真 (ステライトNo.6 : WC-12Co)

4. まとめ

皮膜形成材料として粉末材料を使用することで、合金成分に機能性材料を添加でき、ワイヤー状に加工することが困難な高い硬度の皮膜を形成できることが確認できた。また、皮膜と基材の間には、希釈層が形成され、密着性が高いことが推測される。同種材料を使用しても配合率などで皮膜の性状、性能が変化するため、適切な加工条件の設定をすることで、使用用途に適したさまざまな皮膜を形成することが可能であると思われる。今後、実際の応用事例を想定した皮膜材料の選定および摩耗試験などの特

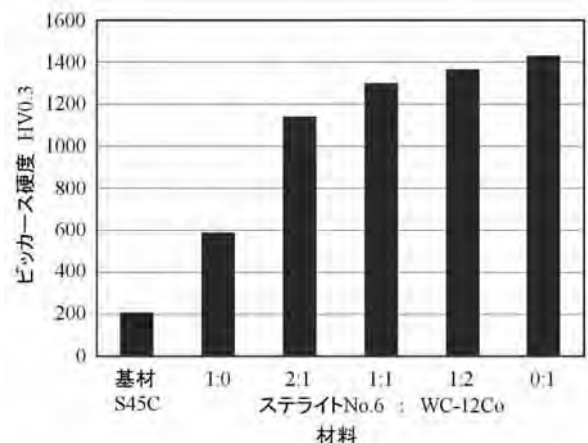


図4 硬度測定結果

消臭インジケータ色素を用いた生活製品の開発

化学材料科 伊藤 彰*

Development of the cat litter using the natural pigment having the both effect of offensive odor removal and indicator

Akira Ito

1. はじめに

近年、居住環境の安全、快適に関する意識が高まり、居住環境内の様々な場所から発生する悪臭を抑制する消臭効果が生活製品に求められている。消臭製品において高い消臭能力や長期間使用できる持続性が必要であるが、その効果がわかりづらいという問題を抱える。そこで本研究では、消臭機能を有し、消臭の程度に伴い色の変化する消臭インジケータ色素を用いた生活製品を開発することによって、目視で消臭の効果や持続性のわかる製品の開発を行った。今回はペーパースラッジを基材にした猫砂へ色素を添加し、消臭、変色機能の検討を行った。

2. 実験方法

2. 1 供試した色素と添加方法

昨年度までの研究で天然色素23種類を用いて消臭と消臭に伴う変色の機能を検討した¹⁾。両機能ともに比較的效果の高いものを選定し、猫砂に添加することとした。製品への添加手法としては、猫砂の基材であるペーパースラッジに直接添加する方法とより扱いやすくするためアルギン酸カプセルに含有させる方法の2つを検討した。前者では、キリヤ化学(株)製のブドウ果皮色素、コチニール色素、ウコン色素の3種類を検討し、後者ではブドウ果皮、コチニール色素、ウコン色素、赤ダイコン色素の4種類を供試した。これらの色素の消臭、変色機能を表1に示す。

2. 2 色素を添加した猫砂の評価

色素量については、色素添加量が白粉に対して1%が適量であったため、この添加量で猫砂を作製し、その消臭、変色機能を試験した。

表1 アンモニアに対する消臭、変色機能

色素名	消臭率 (%)	色差
ブドウ果皮	98	38.7
コチニール	96	20.8
ウコン	66	40.3
赤ダイコン	96	66.2

$$\text{消臭率}(\%) = (C_0 - C_1) / C_0 \times 100$$
 C_0 : 初期濃度 (約50ppm)

 C_1 : 1時間経過後のアンモニア濃度

$$\text{色差}(E) = (L^*2 + a^*2 + b^*2)^{0.5}$$
 L^* : 明度 a^* , b^* : 色彩、彩度のスケール

(1) 消臭試験

色素を添加した猫砂1gを約500mlの容器に入れて、300ppmアンモニア水を2ml猫砂に滴下した後、5分間容器を密閉し攪拌を行い、容器内のアンモニアガス濃度を検知管(GASTEC(株)製)で測定した。

(2) 変色試験

色素を添加した猫砂について猫の尿がかかったことを想定して猫砂に水を滴下したときの色変化、その後、尿が細菌等で分解されてアンモニアが発生するため、それを想定してアンモニア水滴下後の色変化をそれぞれ分光測色計(コニカミノルタ(株)製CM-5)のシャレ測定を用いて $L^*a^*b^*$ 表色系で評価し、色差を算出した。

2. 3 アルギン酸カプセルでカプセル化した色素の消臭・変色試験

色素をペーパースラッジへ直接添加する方法では、ペーパースラッジの元の色があるため、色差の値が色素のみで評価したときと比較して小さくなっている。そこでインジケータ機能の向上のためアルギン酸カプセルに含有させることを考えた。1wt%アルギン酸ナトリウム水溶液に色素量が0.2wt%にな

*) 現 浜松工業技術支援センター

【ノート】

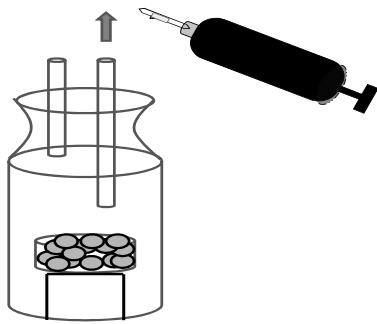


図1 アンモニア消臭試験

るように色素を入れ、その混合溶液を1wt%の塩化カルシウム水溶液に滴下し、色素を含有したアルギン酸カプセルを作製した。試験には、作製してから3日間が経過後の乾燥したアルギン酸カプセルを使用した。消臭試験は色素を含有したカプセル0.1gを約500mlの容器に入れて、300ppmアンモニア水を0.2mlカプセルに滴下した後、5分間容器を密閉し攪拌を行い、容器内のアンモニアガス濃度を検知管（GASTEC株製）で測定した。変色の評価は色素添加した猫砂と同様の方法で行った。

3. 結果と考察

表2 色素を添加した猫砂のアンモニア消臭試験結果

添加した色素	5分後のアンモニア濃度(ppm)
ブランク（色素添加なし）	30
ブドウ果皮	10
コチニール	8
ウコン	23

表3 色素を添加した猫砂の変色機能

添加した色素	水添加後の色差	アンモニア添加後の色差
ブドウ果皮	16.7	10.5
コチニール	10.4	11.7
ウコン	20.4	32.5

表2と表3にそれぞれ色素を添加した猫砂の消臭試験結果、変色試験結果を示す。ブドウ果皮、コチニールは色素添加なしの30ppmと比較して10ppmまで濃度減衰が見られ、消臭効果の低いウコンと比較して大きな消臭能力を有していたが、消臭前後での色差が小さく目視で明確に変色を確認することは難しかった。

ウコンについては水滴下、アンモニア滴下のそれぞれについて20以上の色差があり、目視評価で明確

に変色を確認することができたが消臭能力が十分でなかった。

表4 色素含有アルギン酸カプセルの消臭試験結果

添加した色素	5分後のアンモニア濃度(ppm)
ブランク（色素添加なし）	20
ブドウ果皮	8
コチニール	7
ウコン	15
赤ダイコン	0

表5 色素含有アルギン酸カプセルの変色機能

添加した色素	アンモニア添加後の色差
ブドウ果皮	12.7
コチニール	13.9
ウコン	10.8
赤ダイコン	18.8

表4、表5にそれぞれ色素を含有したアルギン酸カプセルの消臭、変色機能を示す。色素を含有したアルギン酸カプセルについては、ウコン以外では多少の色差の向上が見られたが、目視評価では大きな差はなかった。色価が小さいためアルギン酸カプセルでのみ試した赤ダイコン色素を含有したものについては匂わないレベルまでアンモニアを低減でき、変色においても目視で捉えることが可能であった。

4. まとめ

色素を直接添加した猫砂では、ウコン色素を添加したものが、変色を目視で判別しやすかったが、消臭機能については十分ではなかった。よって、多孔質無機材料等を少量添加し、物理吸着効果を有するものと機能性色素を併用することで消臭機能を向上させる必要があると考えられる。

アルギン酸カプセルを含有したものについては、赤ダイコンを含有したものが両機能ともに良好であり、このままでも利用できる可能性はあった。さらに含有量を検討することにより、機能性を向上させることが可能であると考えられる。

参考文献

1) 伊藤 彰他：居住環境改善効果を有する機能性天然物の探索（第2報），静岡県工業技術研究所研究報告，第3号，16-18（2010）。

力学的シミュレーションによるマットレス変形量の予測と検証

機械科
理化学研究所
ソフトプレシ工業株式会社

船井 孝 鈴木敬明
中村佐紀子 横田秀夫
袴田恭正 前嶋文明

Mechanical Simulation for Deformation of Mattress and Assessment of Their Accuracy

Takashi Funai, Takaaki Suzuki, Sakiko Nakamura
Hideo Yokota, Yasumasa Hakamata and Fumiaki Maejima

1. はじめに

シミュレーション技術を活用してマットレスの開発を行うためには、マットレスの素材であるウレタンフォームの変形挙動をシミュレーションで精度よく再現する必要がある。これまでに、ウレタンフォームの引張り・圧縮試験を実施し、その結果に超弾性体モデルを近似することで力学的特性値を導出した¹⁾。本研究では人がマットレスに寝た状態を想定し、剛体とみなした人体形状モデルがマットレスに乗ったときのマットレス変形量をシミュレーションで予測した。また、人体形状モデルと同様の形状の模型をマットレスに乗せたときのマットレスの変形量を測定し、予測値と比較することで、シミュレーションによるマットレス変形量予測の誤差を評価した。

2. シミュレーションによるマットレス変形量の予測

2.1 解析モデルの作成

マットレスの変形は、肩甲骨周辺と臀部周辺の接触部が最も大きくなる²⁾。本研究では人体の肩から臀部までを評価対象とし、理化学研究所の人体形状データ³⁾から不要な部分（頭部、腕、足、腹部、人体内部の情報）を削除した。Pro/Engineer Wildfire4.0で作成したマットレスの三次元形状モデルの上に人体形状モデルを配置し、解析モデルを作成した（図1）。

2.2 シミュレーションによるマットレス変形量の予測

2.1節で作成した解析モデルを使い、マットレスの変形量を予測するシミュレーションを実施した。

シミュレーションでは人体形状モデルを剛体とし、体重に相当する荷重として343.5Nを図1の矢印で示す平面に均等に印加した。マットレスの物性には、材料試験結果から導出したウレタンフォームの力学的物性値¹⁾を適用した。人体形状モデルは1辺10mmの三角形シェル要素に分割し、マットレスの三次元形状データは10（水平方向）×10（水平方向）×20（厚さ方向）mmの六面体要素に分割した。シミュレーションは、荷重増分を初期100、最少10、最大100とし、幾何学的非線形を定義してANSYS13.0SP2で実施した。シミュレーション結果から、図2に示す①～⑨断面のマットレス変形量を抽出した。

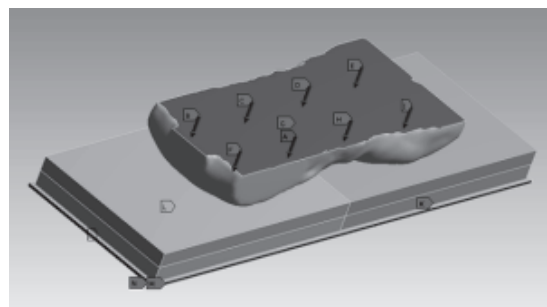


図1 解析モデル
(矢印で示す人体モデル上面に343.5Nを均等に印加)

3. CT撮影による変形量測定

3.1 人体模型の作成

シミュレーションによる予測値の精度を評価するため、マットレス変形量を測定する実験を行った。シミュレーションでは、人体形状モデルを剛体としたため、実験ではウレタンフォームに対して剛体とみなせる硬さの人体形状モデルと同様の形状の模型（人体模型）を使うこととした。そのため、2.1節で作成した人体形状データを使い、光造形法で人体模

型を作成した。

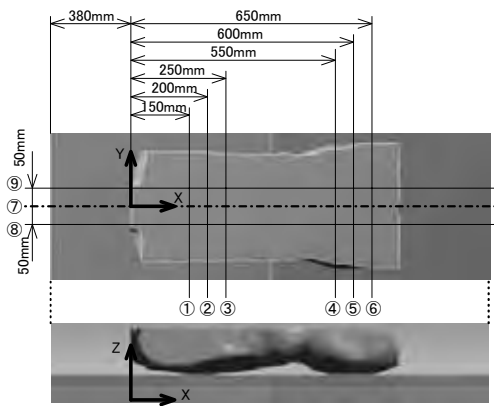


図2 マットレス変形量を数値化した断面

3. 2 CT撮影およびマットレス変形量の数値化

3. 1節で作成した人体模型を、CT（コンピュータ断層撮影）で変形状態を可視化できる測定用マットレス²⁾に乗せ、シミュレーションと同様に体重に相当する荷重（343.5N）を均等に負荷した状態で撮影した。撮影はPHILIPS製CT Brilliance CT16で行い、得られた断層画像から図2に示す①～⑨断面のマットレスの変形量を画像処理ソフトEasy Access（株アドサイエンス）で数値化した²⁾。

4. 結果

2章で実施したシミュレーション結果と、3章で得た測定結果の比較を行った。比較は図2に示す①～⑨断面とし、①～⑥断面では $Y = -100 \sim 100$ mmの範囲、⑦～⑨断面では $X = 50 \sim 300$ mm、 $X = 500 \sim 600$ mmの範囲の平均誤差を評価した。その結果、実験とシミュレーションの差は約1～13%であった。①断面および⑦断面における比較結果を図3、4に示す。

5. まとめ

本研究では、人体形状がマットレスに乗ったときのマットレス変形量をシミュレーションで予測し、実験による測定結果と比較した。その結果、マットレスの変形量を1～13%の誤差で予測できることが明らかとなった。本研究で実施したシミュレーションでは、マットレスにかかる力は主に圧縮であるが、人体模型と接するマットレス表面には引張りの力が生じる。本研究では、引張りと圧縮が混在するウレ

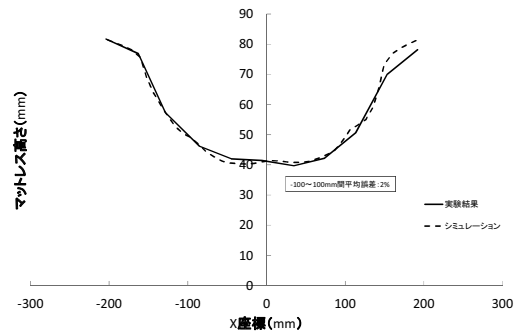


図3 変形後のマットレス形状比較（①断面）

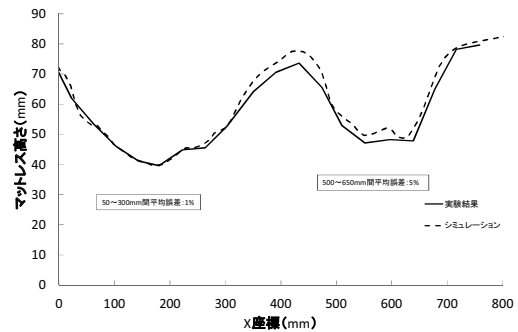


図4 変形後のマットレス形状比較（⑦断面）

タンフォームの変形挙動も、超弾性体で近似した力学的特性値を用いることで精度よく予測可能であることが示され、ウレタンフォームを素材とする製品開発にシミュレーションを活用できることが示唆された。

謝辞

本研究は、独立行政法人科学技術振興機構A-STEPシーズ顕在化事業の成果である。また、コンピュータ断層撮影は、碑文谷病院の深作先生にご協力頂いた。

参考文献

- 1) 船井 孝他：軟質ポリウレタンフォームの力学的シミュレーションに関する研究，静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，75-76（2011）。
- 2) 船井 孝他：生体力学シミュレーションに向けた仰臥位におけるマットレスの変形量測定，静岡県工業技術研究所研究報告，第3号，32-33（2010）。
- 3) 横田秀夫他：人体ボクセルモデル構築：計測・マルチモーダル・画像処理技術，RIKEN SYMPOSIUM Biomechanical Simulation Research，9 March 2010，10-12（2010）。

伝熱シミュレーションを用いた高速回転軸受けスピンドルの熱変形予測

機械科 長津義之 鷺坂芳弘* 船井 孝
鈴木敬明
碌々産業株式会社 片山哲也 川津和司

Prediction of Thermal Deformation of High Speed Ball Bearing-Spindle using Heat Transmission Simulation

Yoshiyuki Nagatsu, Yoshihiro Sagisaka, Takashi Funai,
Takaaki Suzuki, Tetsuya Katayama and Kazushi Kawatsu

1. 目的

切削加工機の熱変形対策として、装置各箇所の加工時の計測温度から変形を予測し、熱変形を補正する手法が多く用いられている。しかし、この手法は事前に温度及び熱変位の繰り返し測定試験が必要であり、また、補正システム構築の際には経験則に基づいた予測手法が用いられることが多い。

本研究では、伝熱及び熱変位シミュレーションを用いた熱変位予測及び補正法の開発を行う。今回は、ベアリングやモータのロータ・ステータの発熱量、冷却部の熱伝達係数など、シミュレーションにおいて直接測定が難しいパラメータを多数必要とする高速オイルミストスピンドルを対象とし、そのパラメータ取得法を検討した結果について報告する。

2. 実験方法

(株)碌々産業製マシニングセンタ用オイルミストスピンドル（最高回転数60,000rpm、最大出力3kW）を対象とした。スピンドル運転時の温度及び熱変位を測定し、その結果を元にシミュレーションパラメータを算出した。

2. 1 スピンドル測定

スピンドルを検査台に取付け、装置表面各部に7箇所及び冷却オイルの導入及び導出管に2箇所、オイルミスト排気管に1箇所それぞれT熱電対を貼付した。スピンドル下端の下方変位（z軸変位）は渦電流変位計（分解能 $0.4\mu\text{m}$ ）を用いて計測した（図1）。

スピンドル運転は、開始後60,000rpmを90分間保持後、停止した後、その間の各点温度及び熱変位を測定した。

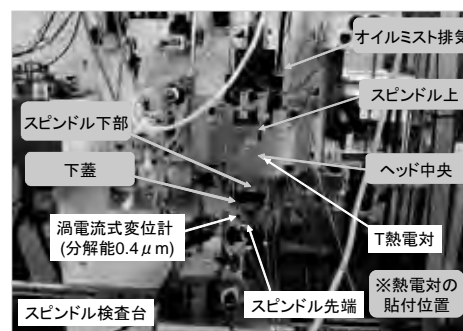


図1 スピンドルの温度・変位測定試験

2. 2 スピンドルモデル

シミュレーションに用いたスピンドルモデルを図2に示す。

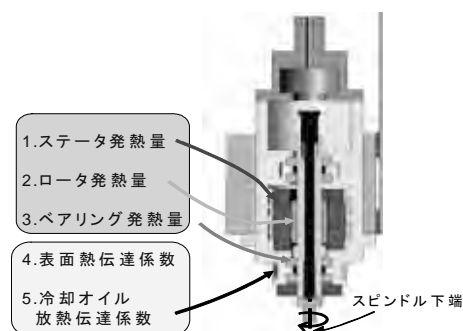


図2 スピンドルモデル

算出パラメータは、スピンドルのロータ、ステータ及びベアリングの発熱量並びに冷却オイル及び外壁の熱伝達係数の計5つとした。

*) 現 浜松工業技術支援センター

2. 3 パラメータ計算

各部温度の実測値と計算値の差の自乗和を評価関数Jとし、Jを最小化させるパラメータを算出した。算出手順は図3のように、回転時の熱平衡状態について定常解析し、その後に回転停止後の温度降下について非定常解析を行い、極小値を求めた。

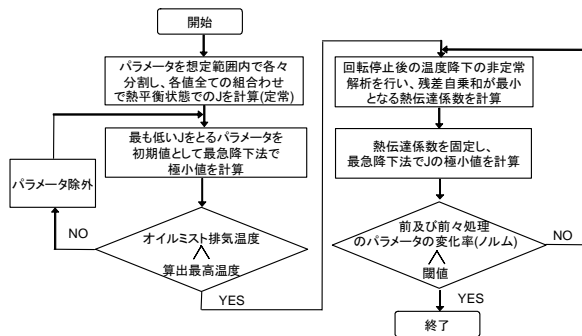


図3 シミュレーションパラメータ算出法

3. 結果

得られたパラメータを用いて60,000rpmの熱平衡状態での伝熱シミュレーションを行い、得られた温度分布を実測値と比較した結果を図4に示す。各点の温度差は1.8℃以下となった。

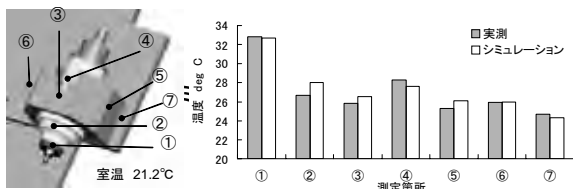


図4 各部温度 (60,000rpm熱平衡状態) (右) 各測定点温度 (左) 測定箇所

図5は、表面の測定点で最も温度上昇が大きい下蓋部について非定常解析を行い、温度の時間変化を計算した結果である。回転開始から停止後の温度変化の差は1℃以下となった。

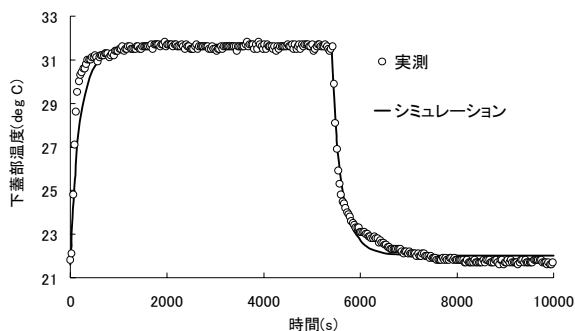


図5 下蓋部非定常解析結果

さらに、60,000rpm熱平衡状態でのシミュレーション結果を用いてz軸変位の計算を行った結果、実測とシミュレーションでは10%以下の差であった。

4. まとめ

高速オイルミストスピンドルを対象として、スピンドル実機による温度計測結果を用いて、伝熱及び熱変位シミュレーションパラメータ算出を行った。

その結果、温度変化を1.8℃以下で精度良く予測できることが示された。

直接測定困難なこれらのパラメータを特定し、シミュレーションの予測精度が向上すれば、熱変位補正システム構築の際の温度測定点の最適化、繰返しの熱変位測定試験の省力化が可能になる。加えて、熱変位を抑えるスピンドル設計にも応用可能である。

今後は、

- 1) 回転数の変動に合わせたパラメータ最適化
- 2) 主軸の傾きの予測
- 3) 空気静圧軸受け等、他の高速スピンドルへの適用

以上について取り組む予定である。

参考文献

- 1) 平澤義光他：工作機械主軸スピンドルの熱解析, NTN TECHNICAL REVIEW, No.76, 74-79 (2008).
- 2) 堀 三計他：基本特性データによる工作機械構造の熱変形量推定, 日本機械学会論文集 (C編), Vol.64, No.621, 1836-1841 (1998).

誤嚥の検出装置の開発

電子科
浜松市リハビリテーション病院
聖隷三方原病院

長澤 正
重松 孝
前田広士

Development of Aspiration Detection Device

Tadashi Nagasawa, Takashi Shigematsu and Hiroshi Maeda

1. はじめに

誤嚥は気付かないうちに繰り返され、肺炎などの原因になるため、早期に発見することが必要である。誤嚥を発見するには、食事中では嚥下造影検査、就寝中では大型施設を使用する検査方法などがあるが、日常の検査に向いていない。特に就寝中の唾液誤嚥に対する検査の要望があり、簡便で長時間測定可能な装置の開発が求められていた。そこで、非侵襲な方法として呼気音の変化から誤嚥等の異常を検出する装置の開発を行った。この研究は、昨年度までに行った静岡県プロジェクト研究「高齢者の自立を促進する医食工連携による誤嚥性肺炎の総合的予防」の小課題「検査システム」の研究内容の改善を行ったものである。また、日本摂食・嚥下リハビリテーション学会助成を受けている。

2. 方法

2. 1 患者の呼吸音の採取

医療関係者は頸部聴診法によって誤嚥などの異常を検出している。この方法は検出率が8割程度であるが、医療スタッフが大勢の患者に対して初診を行う方法としては適切なものである。そこで、この方法を参考にして、呼気音の変化をパソコンで分析して異常判定部分を表示し、医療スタッフが確認することで異常呼気を発見する、判定補助装置を開発する。

日常の呼気音は小さいため、この呼気音が集音でき、低周波ノイズの影響を受けにくい小型マイクを、嚥下造影検査（VF）時に患者の頸部に貼付して呼気音をICレコーダで録音した。

2. 2 呼気分析用データ作成

最初に、音声データを波形表示・再生・分析・加

工するプログラムを作成した。次に音声表示波形と再生音から、被験者の呼気音のみを切り出して試料とする。なお、呼気は①「基準呼気」は検査開始前で喉が清浄な状態の呼気②「正常呼気」は飲食物が正しく飲み込めた時の呼気③「異常呼気」は誤嚥、侵入、残留などが起きているときの呼気、の3種類に分類した。正常・異常の判定は、嚥下造影画像により医療スタッフが行った。

2. 3 異常呼気判定計算式の作成

呼気の長さ、呼気音の強さ、呼気と次の呼気との間隔、周波数成分の割合や大きさの順位、などを比較して異常呼気の検出可能性を調査した。呼気を分析する場合は、呼気全体の他に呼気の先頭から20%、25%、30%・・・のように一部分を使用することも行った。

2. 4 計算式の検証

計算式の検証は、就寝中の呼吸音を判定することにより行う。方法は、医療スタッフによる聴音での判定と、パソコンによる自動判定した結果を比較する。パソコンの判定では、連続した呼吸音の中から呼気音のみを自動で切り出すプログラムによる呼気音データを使用した。

3. 結果

基準呼気に比べて異常呼気では低めの周波数成分は増加するとともに、高めの成分は減少し、呼気音は大きくなる、という傾向が見られたが、異常時の特徴的な周波数ピークはなく、呼気時間の大幅な変化は認められなかった。また個人差があるため、呼気データの単純な比較だけでは被験者全員に共通な計算式の作成には至らなかった。

【ノート】

そこで、個人差を解消する方法として、被験者毎に基準呼気の平均値で割ることにより正規化を行った。呼気音の0～1kHzの範囲で50Hz毎の構成割合を計算し、(0～100Hzの和) / (450～800Hzの和) と呼気の強さとの積を求め、基準値以上を異常と判定する計算式を作成した。

この結果、図1に示すように女性では基準値を2.08とした場合、約8割の異常を検出できた。頸部聴診時には、呼気の開始部分の方を終了部分に比較して注意して聴くという医療関係者の意見から、呼気の開始部分のみを使用しての分析を行ったところ、図1の場合では、開始部分から25%を使用する場合が最もよく判別できた。

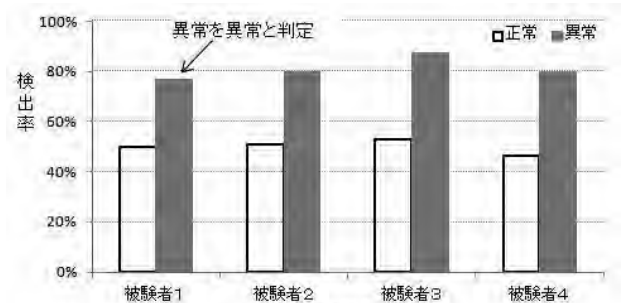


図1 女性の検出結果

この計算式を使用して、就寝中の30分間の呼吸音を判定したところ、全709呼気のうち180呼気を異常と判定した。医師が、正常・異常の最終確認をするには、異常判定数が多いため、減らす方法を次に検討した。

今回は、周波数帯毎に重みづけをして計算する方法を採用し、1次の多項式で $Y = A_0 + A_1 \cdot F_1 + A_2 \cdot F_2 + A_3 \cdot P$ の形式とした (F1, F2は周波数範囲での構成割合、Pは呼気の強さ、A0, A1, A2, A3は定数)。そしてこの各周波数帯の選択方法を変化させて、異常を8割程度検出できる計算式を判別分析法により作成した。この結果、表1のように女性では、24個の計算式を作成した。ここでは、異常検出数を少なくすることを目的としているため、就寝中の呼吸音を判定して、異常判定数が最小になる計算式 (F1 = 0～150Hz、F2 = 600～700Hz、A0 = 0.58、A1 = -0.52、A2 = 0.6、A3 = -0.30、呼気25%使用時) を採用した。

男性については、周波数範囲が0～1kHzの範囲

では、分離できる計算式が作成できなかったため、1kHz～2kHzの成分を使用して、 $Y = A_0 + A_1 \cdot F_1 + A_2 \cdot F_2 + A_3 \cdot F_3 + A_4 \cdot P$ の形式とした。そして女性の場合と同様に就寝中の呼吸音を判定し、異常検出数が最小になるものを採用した (F1 = 0～150Hz、F2 = 700～1,000Hz、F3 = 1,500～1,700Hz、A0 = 7.82、A1 = -3.63、A2 = -1.25、A3 = -1.56、A4 = -0.50、呼気25%使用時)。

表1 女性の正常・異常呼気の判定用計算式

No	周波数範囲		定数			
	F1	F2	A0	A1	A2	A3
1	0～100	250～1,000	-4.65	0.94	4.45	-0.20
2	0～100	400～950	-1.31	0.00	2.01	-0.26
3	0～100	450～750	-0.89	-0.10	1.68	-0.26
.....						
23	0～450	450～550	-3.85	1.82	2.76	-0.24
24	0～500	550～950	-11.08	8.86	2.90	-0.28

作成した計算式により、男女それぞれ1人の就寝中の呼吸音を検証した結果を表2に示す。計算式は、検査対象呼気を基準呼気で割り算した値を使用している。就寝中の連続した呼吸音については、時間とともに呼吸音に変化していくことが考えられるため、対象呼気の直前の正常判定された呼気を基準呼気として用いた。この表から、使用する呼気の範囲は、男性では25%又は30%、女性では25%が適切であるといえる。

表2 呼気使用割合を変化させたときの異常呼気の発見可能数

呼気使用割合 (%)	男性 対象呼気520個 異常判定30個		女性 対象呼気709個 異常判定23個	
	PC異常判定数	異常発見可能な数	PC異常判定数	異常発見可能な数
20	39	16	68	9
25	49	20	87	12
30	39	20	155	8
35	46	16	136	9

4. おわりに

今後、異常検出率の向上と判定作業の時間短縮に向けて、データの蓄積とパラメータの調整を行い、あわせて使いやすいパソコンのシステムを構築する。

多孔質材料の吸音率予測モデルの研究

— メルトブローを積層した材料の垂直入射吸音率の予測 —

電子科 木野直樹
湖西フェルト株式会社 大場信宏 辻岡和則

Study on prediction models for absorption coefficient of porous media

— Prediction of normal incidence absorption coefficient of a layered material with the melt-blown nonwoven —

Naoki Kino, Nobuhiro Ohba and Kazunori Tsujioka

1. はじめに

物性パラメータから吸音率を予測する数種類のモデルがある。Flow resistivity を用いる Delany and Bazley model¹⁾ や Miki model は、一般的に繊維材料の吸音率を予測するために使われている。しかし、筆者は、繊維材料やメラミンフォームの吸音率の予測精度を上げるために、Flow resistivity に加えて Porosity、Tortuosity と Characteristic lengths の 5 種類の物性パラメータで構成する Johnson-Allard model²⁾ を改良したモデル³⁾ を使用している。また、Miki も様々な材料に対応するために、Flow resistivity に加えて Porosity、Tortuosity と Pore shape factor ratio の 4 種類の物性パラメータで構成する一般化した Miki model⁴⁾ を発表している。

メルトブローは、厚さ 1 mm 未満の薄膜にも関わらず、他の材料との積層によって、吸音率を向上する効果を発揮する材料である。本報告では、メルトブローを使った繊維積層材料の垂直入射吸音率を予測した結果を紹介する。

2. 実験方法

メルトブローとポリエステル繊維不織布について、それぞれの物性パラメータの計測を行った。Flow resistivity は、ISO9053 規格に基づき、直流の空気を流して試料前後の微差圧の計測を行った⁵⁾。Tortuosity と Characteristic lengths は、試料を透過する超音波の音速を計測することで導出した^{5,6)}。Porosity は、高密度と原材料の密度を使って導出した。垂直入射吸音率の計測は、ISO10534-2

規格に基づき、音響管で行った。

計測した物性パラメータと予測モデルを使い、特性インピーダンスと波長定数を導出した。これらをマトリクス計算することで積層材の垂直入射吸音率を求めた。

3. 結果

計測した物性パラメータと予測モデルを使ってメルトブローをポリエステル繊維不織布の上に積層した材料の垂直入射吸音率を予測した。Delany and Bazley model を使った予測結果と計測値を図 1 に示す。また、Kino model³⁾ を使った予測結果と計測値を図 2 に示す。

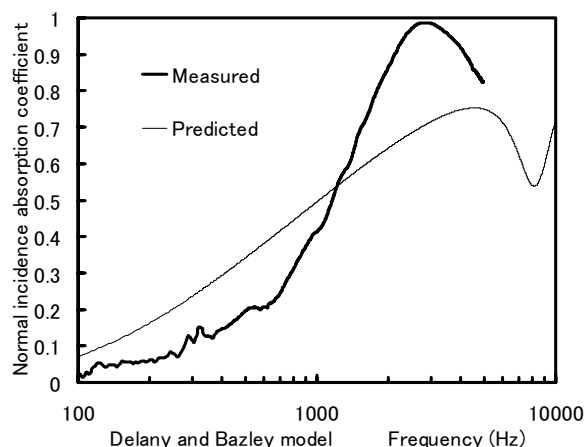


図1 垂直入射吸音率の計測値と予測値の比較
予測モデル：Delany and Bazley model

また、Flow resistivity 以外の物性パラメータを取り入れた一般化した Miki model を使った予測結果と計測値を図 3 に示す。Miki の論文⁴⁾ で、Pore shape factor ratio の値の範囲は、0.6~1.0 と記述されている。図 3 は、Pore shape factor ratio の

値を1.0とすることで予測値と計測値の食い違いが最も小さくなる結果である。

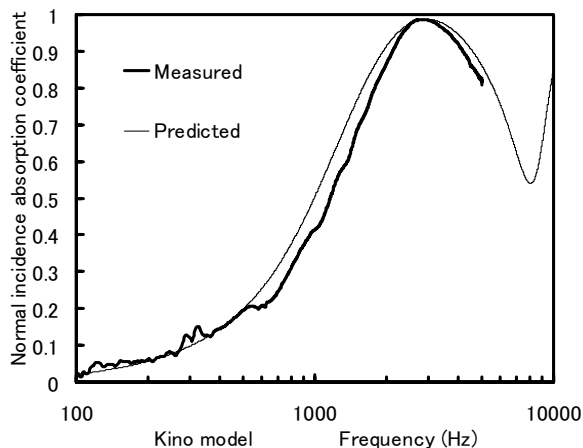


図2 垂直入射吸音率の計測値と予測値の比較
予測モデル：Kino model

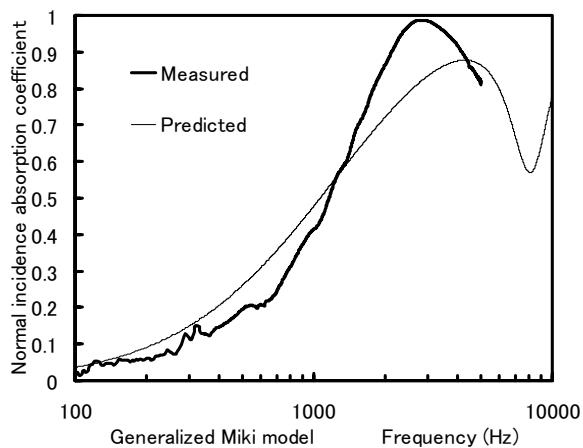


図3 垂直入射吸音率の計測値と予測値の比較
予測モデル：Generalized Miki model

4. 考察

2種類のポリエステル繊維不織布を積層した材料の垂直入射吸音率の予測値と計測値を比較した結果を図4に示す。Delany and Bazley modelで、実用上有効な吸音率の予測が可能であることが分かる。図1、2と4に示すように、繊維材料の中には、Flow resistivityのみで予測できる材料も有るが、Flow resistivity等の5つの物性パラメータが必要となる材料も存在することが分かる。

1970年当時、DelanyとBazleyは、様々な等級のガラス繊維を含む繊維材料を調査することでモデルを作成している。筆者も様々な高密度のグラスウールとポリエステル繊維について、Flow resistivity等の物性パラメータを計測しているが⁵⁾、それらの

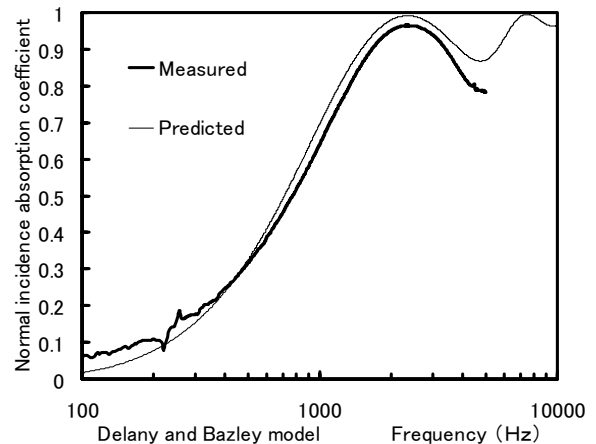


図4 垂直入射吸音率の計測値と予測値の比較
予測モデル：Delany and Bazley model

TortuosityとPorosityの値は、1.0に近いものであった。そこで、彼らが実験で扱った材料もTortuosityとPorosityの値は、1.0に近いものであったと考える。メルトブローのTortuosityの値は、1.1より大きく、Porosityの値は、0.9未満である。メルトブローの物性パラメータが一般的な繊維材料と比べて異なるために、Flow resistivityだけの計測値を基に作られたモデルでは予測出来なかったと考える。一般化したMiki modelで予測出来なかった点については、波長定数等を調べることでその理由を検討する必要があると考える。

参考文献

- 1) Delany ME et al. : Acoustical properties of fibrous absorbent materials, Appl Acoust, 105-116 (1970).
- 2) Allard JF et al. : New empirical equations for sound propagation in rigid frame fibrous materials, J Acoust Soc Am, 3346-3353 (1992).
- 3) Kino N et al. : Improvements to the Johnson-Allard model for rigid-framed fibrous materials, Appl Acoust, 1468-1484 (2007).
- 4) Miki Y : Acoustical properties of porous materials -Generalizations of empirical models-, J Acoust Soc Jpn, 25-28 (1990).
- 5) Kino N et al. : Experimental determination

【ノート】

of the micro- and macrostructural parameters influencing the acoustical performance of fibrous media, Appl Acoust, 1439-1458 (2007).

6) 木野直樹：多孔質材料の吸音率予測モデルの研究－非音響パラメータと音響管の計測精度を重視した取り組み－, 日本音響学会建築音響研究会, 1-8 (2011).

半導体においセンサによる茶香気の評価

食品科 油上 保 渡瀬隆也 橘川義明*
望月一男 上野千恵
電子科 三浦 清

Evaluation of tea fragrance with semiconductor odor sensor

Tamotsu Yugami, Takaya Watase, Yoshiaki Kitsukawa,
Kazuo Mochizuki, Chie Ueno and Kiyoshi Miura

1. はじめに

静岡県茶製品の更なる需要拡大を目指し、日本国内のみならず健康志向の高い欧米諸国をはじめとした国々もターゲットとして、静岡県、静岡市、静岡県立大学、静岡大学等では、苦みや渋みが少なく、香りの優れた緑茶飲料・素材の開発を行っている。お茶の香りを発揚させる萎凋処理では、通常、処理状態を熟練した作業者の経験と勘に頼り判断しているため、常に安定した品質で製造することが難しい。そこで、作業者の違いや加工処理における周囲の環境に影響されずに茶製品を安定して製造するために、我々は、萎凋処理中の香りの状態を、センサを用いて客観的に評価できる装置の開発を目指している。

このような装置の実現のために、半導体においセンサを利用して、お茶香気の計測・判別ができるかを検討した。

2. 方法

2. 1 茶の主要な香気成分等に対する応答評価

半導体においセンサの応答を8個まで同時に計測できるセンサ駆動・計測回路を設計・試作した。使用したセンサを表1に示す。試作した回路等を用いて、表2に示した茶の主要な香気成分及び従来から我々がセンサ応答評価に用いているアルコールについて、単独の香気に対する7種のセンサ（センサアレイ）の香気応答をそれぞれ計測した。

香気ガスは、パーミエーターとマスフローコントローラー、USBメカニカルリレーモジュールで構成したにおい成分ガス供給システム（図1）にて、

流量100ml/minに調整し、2分間センサに供給した。続けてDryAirを同じ流量で8分間センサに供給するサイクルを5回繰り返した。この間のセンサ応答（電圧出力）を記録した。

表1 使用センサ

	型番
CH 1	TGS2620
CH 2	TGS2602
CH 3	TGS2600
CH 4	TGS826
CH 5	TGS825
CH 6	TGS816
CH 7	TGS830

表2 評価に用いた香気成分

茶の主要な香気成分	(Z)-3-Hexen-1-ol
	linalool
	cis-jasmon
	nerolidol
その他	Methyl salicylate
	1-Butanol

フィガロ技研(株)製



図1 におい成分ガス供給システム

2. 2 茶製品の香気計測

2. 1節で用いた計測システムを用いて、表3に示す茶製品15種類（緑茶系4種類、半発酵茶系7種類、紅茶系4種類）の香気応答を計測した。試料は、ミルサーで粉末化した茶葉1gを10mlバイアル瓶に入れ、Milli-Q水2mlを加え、図1中のパーミエーターのチューブホルダにセットし、50°Cに加温した。香気応答試験は、試料ごと茶香気とDryAirで2. 1節と同様に行った。

*) 現 沼津工業技術支援センター

3. 結果

3. 1 茶の主要な香り成分等に対する応答評価

表3 香り試験に用いた茶製品

	品種・加工法	分類
1	おくひかり	緑茶系
2	香駿 16h*	
3	青心大パン 16h*	
4	つゆひかり 16h*	
5	槿風茶	半発酵茶系
6	鉄観音	
7	熟香烏龍茶	
8	四季茶	
9	おくひかりウーロン茶	
10	やぶきた半発酵茶	紅茶系
11	大紅袍	
12	桃園県特等紅茶	
13	べにふうき紅茶	
14	RUHUNU B.O.P.I	
15	おくひかり紅茶	

※摘採後16時間低温保管してから製茶

半導体においてセンサの応答値は時間とともに変化する。各香りガスに対するセンサ応答から、各センサの応答最大値を特徴量として抽出した。(図2)

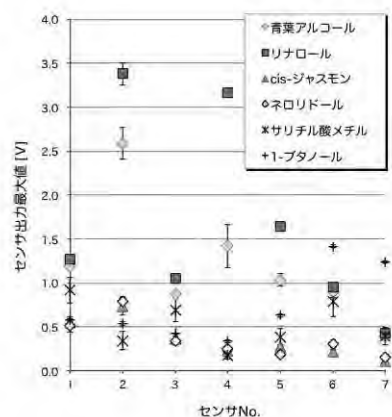


図2 香りガス応答

7種類のセンサについて各香りガスに対し、図2に示したような応答最大値が得られ、センサアレイの応答出力パターンは香りごとに異なるものが得られた。このことから、応答出力パターンの違いにより、半導体においてセンサを用いてお茶の香りの違いが検出できると考えられる。

3. 2 茶製品の香り計測

茶製品15種類の香気のそれぞれのセンサ応答から、各センサの応答最大値及び応答の傾きの最大値を特徴量¹⁾として抽出し、主成分分析を行った結果を図3に示す。

茶の香りの特徴づける成分として、緑茶は青葉ア

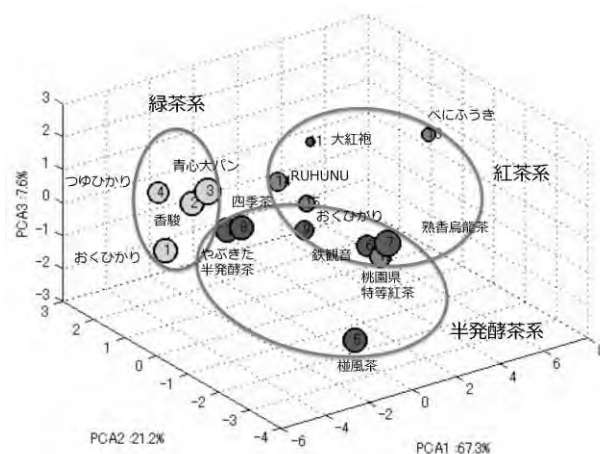


図3 茶製品の香り応答主成分分析結果

ルコール、半発酵茶はネロリドールやゲラニオール、紅茶はリナロールが知られている。品種や加工方法の違いにより茶製品に含まれる香り成分のバランスが異なる。主成分スコアプロット図3は、茶製品の香りの質の相対的な関係を示しており、位置が近ければお互いの香りの質が似ていると言える。PCA1(第一主成分)軸の-4~-3付近に緑茶系、PCA1軸の+2付近に紅茶系が、その中間に半発酵茶系が分布している。主成分スコアのプロットから、半発酵茶系の中でも、やぶきたやおくひかりの加工品は緑茶系に近い香りと言える。また、シャンパンウーロンとも呼ばれる槿風茶(東方美人)は、他の茶製品と離れた位置にあり特徴的な香りを持っていると言える。

4. まとめ

半導体においてセンサを用いた計測システムで、茶製品の品種や加工法の違いによる香気の特徴を概ね分類できた。使用するセンサの選択や香気計測条件、データ処理方法等の改善により、茶製品のグレード分けや良否判定等への応用が可能と考えられる。

謝辞

本研究は、独立行政法人科学技術振興機構の地域結集型研究開発プログラム「静岡発 世界を結ぶ新世代茶飲料と素材の開発」の一環として行った。

参考文献

1) M.Yoshioka et al. : Intelligent Electronic

Nose Systems with Metal Oxide Gas Sensors
for Fire Detection, International Journal On

Advances In Intelligent Systems, vol.2 no.1,
268-277 (2009).

小型CTC機を用いた緑茶の試作

食品科

静岡県農林技術研究所茶業研究センター

財団法人しずおか産業創造機構地域結集コア研究室

渡瀬隆也

橋川義明*

稲葉清文

金子由美子**

Green tea manufacturing examination with Miniature CTC cutting units

Takaya Watase, Yoshiaki Kitsukawa, Kiyofumi Inaba
and Yumiko Kaneko

1. 目的

煎茶（荒茶）の製造は、6～7台の製茶機械を利用して4時間程度の時間を掛けている。製品は美しく針状によれた外観と、浸出したときの緑茶らしい新鮮な香りや色、呈味が求められる。一方紅茶では揉捻に時間のかかるオーソドックス製法以外にも、連続処理が可能で処理時間も短いCTC製法が行われており、合理化が図られている。そこで小型試験機によるCTC緑茶の製造を行い、製法の違いによる品質への影響を調べることを目的とした。

2. 方法

2. 1 原料

2011年5月11日に静岡県農林技術研究所茶業研究センターで機械摘みされた茶葉を使用した。加温熱風装置SHIMAに供する茶葉は別途竹かごにて保管した後に使用した。

2. 2 装置

CTC緑茶の製造は、小型CTC茶製造装置（ALVANBRANCH社）ならびに流動層乾燥装置M501（Sherwood Scientific社）を用いた。通常の煎茶の製造は静岡県農林技術研究所茶業研究センター製茶工場の120Kライン（蒸機、粗揉機、揉捻機、中揉機、精揉機、乾燥機）（㈱寺田製作所製）を用いた。また一部は蒸機ではなく加湿熱風装置SHIMAによる殺青をした。

2. 3 試作

各1kgの茶葉を用いて、次の①から③までの3

種類を試作した。同一摘採葉による茶業研究センター一般製造サンプル④を比較に用いた。

① 蒸し葉→CTC→流動層乾燥

② SHIMA→CTC→流動層乾燥

③ SHIMA→CTC→SHIMA→棚乾燥

④ 一般製造（蒸し葉→粗揉機→揉捻機→中揉機→精揉機→乾燥機）

CTCの設定は、販売元の推奨値FAST ROLL572（目盛値）、SLOW ROLL278（目盛値）とした。（回転速度未計測。目盛値は大きいほど回転が早い。）流動層乾燥機の設定については、表1の条件とした。3段階の制御により、各段階の最終出口温度または最終出口湿度に到達すると、次の段階に進む、または停止するプログラムを作成した。

表1 流動層乾燥機設定値

	熱風設定温度(°C)	風量(%)	最終出口温度(°C)	最終出口湿度(RH%)
第1段階	105	50	60	-
第2段階	100	40	-	4
第3段階	-	30	30	-

2. 4 官能検査ならびに成分分析

荒茶3gを200mlの熱湯で5分間浸出した後、全国茶品評会審査員経験者3名を含む5名による官能検査を行った。荒茶中のカフェイン、カテキン類、テアフラビン類を地域結集コア研究室の常法によりUHPLC（Waters社製）で定量した。

3. 結果及び考察

3. 1 製造時間

一般製造では、蒸機から乾燥機まで合計6台の装置を使用して約4時間かかって煎茶（荒茶）が製造

*) 現 沼津工業技術支援センター

**) 現 公益財団法人静岡県産業振興財団

されている。今回①は一般製造④と同じ蒸機による蒸し葉を利用した。CTC装置で蒸し葉が処理される時間は2、3秒間であるが、1kgの蒸し葉を小型CTC機に投入し続ける処理に10分程度必要とした。流動層乾燥機はバッチ式で、排気湿度センサー等により制御し、乾燥に30~40分間程度を要した。合計で1時間程度で小型CTC機を用いた緑茶が製造できた。

3. 2 品質への影響

官能検査の結果を表2に示した。①の蒸し葉をCTC処理し、流動層乾燥したものは④の一般製造と変わらないとされた。②、③はSHIMAを用いて殺青しており、火香が感じられた一方、苦味が少ないと感じられた。

表2 官能検査の結果 (n=5)

	感想
① 蒸し葉→CTC→流動層乾燥	④と変わらない感じ。そこのティーバッグより良い。
② SHIMA→CTC→流動層乾燥	やや火香。苦味が少ない。
③ SHIMA→CTC→SHIMA→棚乾燥	火香。苦味が少ない。
④ 一般製造(同一摘採葉)	荒茶らしい香味。

カフェインの含有量は2.3%から2.4%で、サンプル間の差はほとんどなかった(図1)。カテキン類は、主要8種類(+C, EC, GC, EGC, CG, ECG, GCG, EGCG)の合計で①13.1%、②13.7%であったのに対し、SHIMAの②と③はそれぞれ12.5%、12.6%と若干低かった(図2)。

テアフラビン類は、①、②では検出されなかったが、SHIMAの②と③はそれぞれ0.30%、0.28%だった。実験前の茶葉が別途竹かごで保管されていたことから、カテキン類の一部が萎凋により変化したと考えられた(図3)。

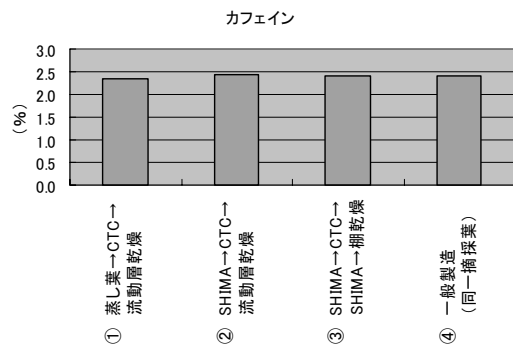


図1 CTC緑茶のカフェイン量

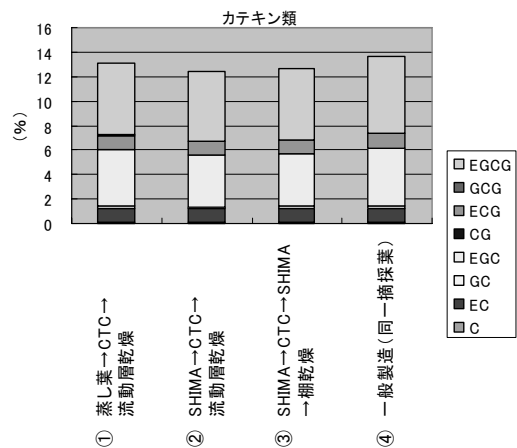


図2 CTC緑茶のカテキン類量

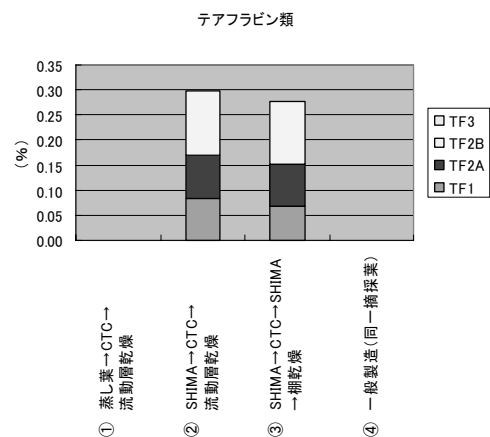


図3 CTC緑茶のテアフラビン類量

謝辞

本研究は、独立行政法人科学技術振興機構の地域イノベーション創出支援事業地域結集型研究開発プログラム「静岡発 世界を結ぶ新世代茶飲料と素材の開発」の一環として行った。

白葉茶の香気成分

食品科 渡瀬隆也 上野千恵 橘川義明*
静岡県立大学 石井剛志

Aroma compounds in White leaf Tea

Takaya Watase, Chie Ueno, Yoshiaki Kitsukawa
and Takeshi Ishii

1. はじめに

「白葉茶」など葉色が黄色の茶の特徴として、アミノ酸含有量が高く、カテキン類含有量が低いことのほか、官能審査で香気が優れていることが報告されている¹⁾。近年「白葉茶」の商業生産化、量産化が民間生産者や静岡県農林技術研究所茶業研究センター、JAハイナンにより成功した。これらの白葉茶を用いて工業生産に近い方法で茶飲料を試作し、同一濃度の煎茶飲料、白葉茶系統飲料、強遮光白葉茶飲料の3種類を比較することで、白葉茶の香気成分の特徴を調べた。

2. 材料および方法

- 原料 市販煎茶、白葉茶系統煎茶（静岡市諸子沢佐藤浩光氏提供「黄金みどり」）、強遮光白葉茶煎茶（JAハイナン提供）
- 缶・ペットボトル飲料試作 抽出：90℃のイオン交換水に茶葉を投入後、10分間攪拌抽出、分離：茶殻をステンレス篩で除去後、連続遠心分離機（巴工業^株製）（18,000rpm（18,000G））で浮遊物を除去、濃度調整：Brix0.20にイオン交換水で希

- 積、アスコルビン酸：300mg/ℓ添加し、重曹でpH6.6に調整、殺菌：缶は容器にホット充填後巻締し、121℃10分間加圧加熱装置（^株サムソン製）で処理、ペットボトルは136℃40秒間チューブラー式UHT（超高温）殺菌装置（パワーポイント・インターナショナル^株製）で連続的に殺菌しクリーンベンチ内で容器にホット充填しキャップ（^{図1}）
- 水溶性成分分析 アミノ酸を後藤らの方法²⁾によりHPLC（^株島津製作所製）で定量、カテキン類とカフェインを地域結集コア研究室の常法によりUHPLC（Waters製）で定量
- 香気成分分析 落合らの方法³⁾でSBSE（スターバー抽出）し、加熱脱着装置（Gerstel製）付きGC/MS（Agilent製）で分析

3. 結果

香気成分の測定に用いた飲料の原料中および試作飲料の水溶性成分について、アミノ酸とカテキン類、カフェインの分析結果を^{図2}～⁵に示す。すでに幾つかの報告⁴⁾があるように、白葉茶は系統のものも強遮光のものもアミノ酸が多く、カテキン類が少な



図1 茶飲料の試作方法

*) 現 沼津工業技術支援センター

い特徴があった。緑茶飲料の工業生産ではBrix値により一定品質となるよう管理されている。同一Brix値にして試作した飲料では、カテキン類の濃度が近くなる一方、アミノ酸濃度は市販煎茶よりも大幅に濃度が高くなった。

香りについては、GC/MSピークエリア面積合計では市販煎茶が最も大きかったが、諸子沢では市販煎茶飲料では検出されなかったピーク (Compound A、B) が確認された (表)。

謝辞

本研究は、独立行政法人科学技術振興機構の地域イノベーション創出支援事業地域結集型研究開発プログラム「静岡発 世界を結ぶ新世代茶飲料と素材の開発」の一環として行った。

参考文献

- 1) 青木智：あさつゆの自然突然変異体の生育と品質，茶業研究報告，59，1-6 (1984).
- 2) 後藤哲久他：緑茶中の主要アミノ酸のOPAによるプレカラム誘導体化高速液体クロマトグラフィーによる分析，茶業研究報告，77，29-33 (1993)
- 3) Ochiai N et al. : Fast screening of pesticide multiresidues in aqueous samples by dual stir bar sorptive extraction-thermal desorption-low thermal mass gas chromatography-mass spectrometry., J Chromatogr A., 1130 (1), 83-90 (2006)
- 4) 小林栄人他：光強度がチャ新芽の葉色および成分に及ぼす影響，茶業研究報告，111，39-49 (2011).

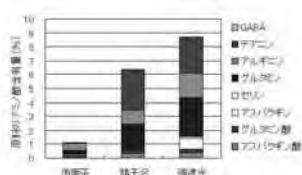


図2 原料のアミノ酸含有量

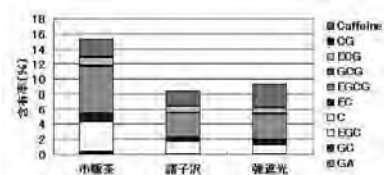


図3 原料のカフェイン・カテキン類含有量

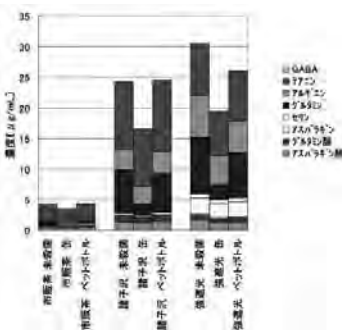


図4 飲料のアミノ酸含有量

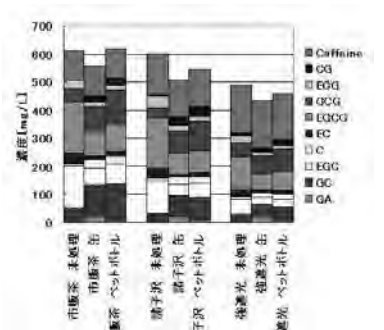


図5 飲料のカフェイン・カテキン類含有量

表 飲料からSBSEした成分のGC/MSピーク面積比

retention time	compound	peak area %		
		市販煎茶UHT処理	諸子沢UHT処理	強選光UHT処理
11.27	Hexanal			0.34
14.06	Heptanal			0.97
16.94	Octanal			0.25
19.79	Nonanal			0.80
22.49	Decanal	0.22	0.26	0.41
23.10	Benzaldehyde	0.35	0.38	0.43
23.49	1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimethyl-	0.24		0.36
23.78	1-Octanol	0.09		0.15
26.20	Acetophenone	1.08	1.28	0.86
30.35	2,6-Octadien-1-ol, 3,7-dimethyl-,	0.13		0.28
30.93	Butanoic acid, butyl ester	0.40	0.45	0.78
32.71	2-Cyclopenten-1-one, 3-methyl-2-(2-pentenyl)-, (Z)-	0.45	0.79	0.66
32.86	1-Decene	0.12		
33.40	Compound A		2.70	
34.27	1,6,10-Dodecatrien-3-ol, 3,7,11-trimethyl-	0.36		
37.22	2-Methoxy-4-vinylphenol	0.30	0.54	0.39
38.70	2H-Pyran-2-one, tetrahydro-6-(2-pentenyl)-, (Z)-	0.20		
39.92	Methyl jasmonate	0.34		
40.48	2(4H)-Benzofuranone, 5,6,7,7a-tetrahydro-4,4,7a-trimethyl-	0.84		
41.63	Indole	1.82	0.69	3.14
42.05	2H-1-Benzopyran-2-one	0.76	0.67	
42.50	Compound B		0.32	

介護食（形そのまま！）お肉ゼリーの開発

食品科 渡瀬隆也 望月一男 上野千恵
橋川義明*
アオノミート株式会社 青野盈瓠 篠田和代

Development of nursing food with jelly that keeps shape of meat

Takaya Watase, Kazuo Mochizuki, Chie Ueno,
Yoshiaki Kitsukawa, Mitsuhiisa Aono and Kazuyo Shinoda

1. はじめに

高齢者・要介護者向け食品として、酵素を活用して元の食材形状を保持したまま軟化させる特許技術（凍結含浸法）（特許第3686912号）が広島県で開発されている。この特許の使用許諾を得た企業からの受託研究により、新規軟化食品の開発に取り組んだ。

凍結含浸法は、野菜や肉を凍結して細胞にすき間を開け、解凍後に酵素溶液を真空の力で染みこませる方法である。野菜のペクチンや肉のタンパク質を酵素で分解することで、形や呈味はそのまま、中心部までやわらかく加工することができる。しかし硬さのコントロールの難しさ、輸送中の型崩れ、再冷凍による離水の発生などの問題もある。ゲル化剤に軟化食材を密閉することで、これらを改善したゼリー食品を開発した。

2. 方法

2. 1 ゲル化剤の検討

ゼラチン、寒天（標準品、嚥下用）、ジェランガム、キサンタンガム、ローカストビーンガム、カードラン、タマリンドガム、カラギーナン（イタオ、カップ、ラムダ）、ペクチン（ローメトキシペクチン、ハイメトキシペクチン）アルギン酸ナトリウム、デンプン（馬鈴薯、薩摩芋、タピオカ、コーン、ハイアミロースコーン、小麦、うるち米、もち米）から耐熱性の有無、ゼリーの透明感、離水の防止の効果が期待される素材を各種資料をもとに検討した（表1）。

表1 ゲル化剤、増粘多糖類

耐熱性	ジェランガム、寒天、ローカストビーンガム、キサンタンガム、カラギーナン
透明感	ジェランガム、カラギーナン、ゼラチン
離水防止	ゼラチン、カラギーナン、澱粉など多糖類食品素材

2. 2 硬さや付着性の検討

試料温度及び室温 20 ± 2 ℃にて、レオメータ（株式会社RHEONER RE-33005）を用いた。直径40mm高さ15mmのステンレスシャーレにゼリー部分とともに切り出した軟化食材が中心となるよう充填し、直径20mm円柱型プランジャー（山電No.56）でテーブル速度10mm/sec、厚さの66.67%（クリアランス5mm）まで2回連続で圧縮し、かたさ応力（最大応力）を求めた。

3. 結果

3. 1 ゲル化剤の組み合わせ

ゲル化剤で軟化食材の型崩れを防ぎ、中身の見える食品とするため、種々のゲル化剤、増粘多糖類の組み合わせを検討した。透明感の高いジェランガムを基材とし、ローカストビーンガムとキサンタンガムの混合ゲルによるしなやかさを付与し、多糖類で離水を抑制する組み合わせとした。

3. 2 硬さや付着性の評価

凍結含浸法で使用する酵素の種類や酵素処理時間を検討し、試作品の物性を評価した。金谷らの提唱する嚥下食ピラミッド¹⁾では、介護食のかたさ（応力）上限値を 40kN/m^2 としている。酵素処理による

*) 現 沼津工業技術支援センター

軟化の評価を図1に示す。肉の軟化が不十分で基準値を満たさなかった。そこで酵素処理時間を伸ばしたり、肉の種類や大きさを変更するなどして、基準値を満たすサンプルを得た(図2)。

4. まとめ

フルーツゼリーのようにゲル化剤で軟化食材を容器内に密閉することで、輸送中にも型崩れせず、日持ちのする食材を開発した(アオノミート(株)、工業技術研究所)。

平成24年2月2日「ふじのくに食と農 健康づくりフェア 2012」(主催：静岡県他)、同年2月24日「しずおか食のマッチング商談会」(主催：静岡県食料産業クラスター協議会)に出展し(写真)バイヤーらに試食や評価を受け、アオノミート(株)にて平成24年3月現在、受注営業中である。



写真 試作品の出展(健康づくりフェア)

謝辞

本研究は、財団法人しずおか産業創造機構の食品等開発助成事業を受けて行った。

参考文献

- 1) 金谷節子他：嚥下食ピラミッドによる嚥下食レシピ125, 26-29, 医歯薬出版(2007).



図1 酵素処理による軟化の評価

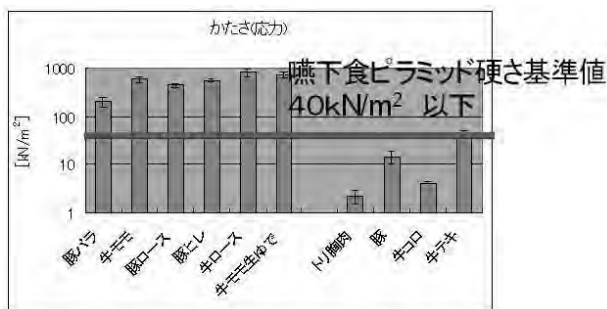


図2 酵素処理肉のかたさの改善

廃プラスチックを利用した石膏ボード廃材の低温脱硫処理技術の開発

— 脱硫反応条件の検討 —

環境科 結城 茜 酒井 奨 杉山直人
三和建商株式会社 松下和弘

Development of desulfurization technology of waste plaster board using waste plastics under low-temperature

— Examination of desulfurization reaction conditions —

Akane Yuki, Susumu Sakai, Naoto Sugiyama
and Kazuhiro Matsushita

1. はじめに

石膏ボードは、石膏（主成分 CaSO_4 ）を芯材として、両面を紙で被覆し成型したもので、建築物の壁などに広く用いられている。家屋等の解体で廃棄される石膏ボード廃材は、全国で年間約150万t発生しているが¹⁾、その再利用率は数%で、ほとんどは埋め立て処分されている²⁾。埋め立て処分場では、石膏に含まれる硫黄成分に由来する硫化水素の発生の恐れから管理型処分が義務付けられ、処分費用が高騰している。そのため、山間地域で不法投棄事件が頻発し、県内でも同様の事件が発生するなど、社会的問題となっている。

このような背景から、石膏中の硫黄成分を除去（脱硫）し、有用資材であるCaOなどにリサイクルする技術が検討されている。植田らは、石膏とポリエチレン（PE）を $1,200^\circ\text{C}$ で反応させ、CaOを生成する方法を報告している³⁾。しかし高温処理のため、施設建設費、燃料費、維持管理費等が高く実用化されていない。

本研究では、石膏ボード廃材のリサイクル技術の実用化に向け、低コストで脱硫処理できる技術の開発を目指している。熱力学データベースから石膏とPEの反応平衡を確認すると、約 820°C からCaOが生成され始めるため、 $1,200^\circ\text{C}$ よりも低温で脱硫できる可能性がある。そのため、 $1,000^\circ\text{C}$ 以下の反応温度で廃プラスチックを利用して、有用資材（CaOなど）を主生成物として得られる処理技術を目指す。平成23年度は反応温度 $1,000^\circ\text{C}$ 以下にて、脱硫度90

%以上で有用資材を得る条件を見出すため、様々な反応条件の検討を行った。

2. 実験方法

焼石膏 $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ 試薬（和光純薬工業㈱）を予め $1,150^\circ\text{C}$ で2時間加熱し、石膏の主成分である CaSO_4 を用意した。この CaSO_4 を粒状の密度 920 kg/m^3 (23°C) PE試薬（和光純薬工業㈱）とともに、空気雰囲気の下、電気炉内で反応させた。生成物の同定は、強力X線回折装置（RINT-2500V、㈱リガク）を用いて行った。 CaSO_4 と生成物中の硫黄濃度は、炭素硫黄分析装置（EMIA-V920V、㈱堀場製作所）を用いて測定した。

CaSO_4 とPE（ CH_2 換算）の物質質量比（mol比）を1:55、（ CaSO_4 2 g、PE 11.27g）として、以下の2つの反応方法を検討した。方法【A】； CaSO_4 とPEを入れたるつぼを炉内に設置し、所定の温度（ 850°C – $1,000^\circ\text{C}$ ）まで升温し、その温度を3.5時間保持する。方法【B】；電気炉上部にある排気口の真下に、 CaSO_4 を入れたるつぼを炉内に設置し、所定の温度（ 850°C – $1,000^\circ\text{C}$ ）まで升温した後、その温度を3.5時間保持しながら、排気口から、1粒が約0.04gの粒状PEを30秒毎に1粒ずつ投下する。

実験では、反応方法【A】【B】の影響や、式（1）で定義される脱硫度や生成物中の硫黄濃度に及ぼす反応温度の影響について検討した。

$$\text{脱硫度}(\%) = (\text{S前} - \text{S後}) \div (\text{S前}) \times 100 \quad (1)$$

$\text{S}_{\text{前}}$ = 反応前の CaSO_4 の硫黄質量

【ノート】

$$= \text{CaSO}_4 \text{の質量} \times \text{CaSO}_4 \text{中の硫黄濃度}$$

$$S_{\text{後}} = \text{反応後の生成物中の硫黄質量}$$

$$= \text{生成物の質量} \times \text{生成物中の硫黄濃度}$$

3. 結果および考察

先ず反応温度1,000℃にて、反応方法【A】【B】で処理を行った。得られた生成物をX線回折した結果、同定された物質は、【A】ではCaSO₄のみであった。一方、【B】ではCaOのみであり、脱硫できていることが分かった。【A】の場合、脱硫反応温度に達する前に、PEが全て気化してしまい、脱硫できなかったと考えられた。

次に反応方法【B】にて、反応温度（850℃～1,000℃）の影響を検討した。図1に得られた生成物のX線回折の結果を示す。同定された物質は、反応温度が850℃では、CaSO₄のみであったが、900℃になると、CaOが検出され始めた。さらに温度が上昇するに従いCaOの強度が大きくなり、975℃以上ではCaOのみが検出された。

図2に反応温度と脱硫度の関係を示す。反応温度が上昇するに従い、脱硫度が大きくなり、950℃で脱硫度90%以上を達成することができた。

図3に反応温度と生成物中の硫黄濃度の関係を示す。反応温度が上昇するに従い、生成物中の硫黄濃度が減少することが分かった。

これらのことから、反応温度が上昇するに従い脱硫反応は促進し、950℃でほぼ全てのCaSO₄がCaOへ転換され、1,000℃以下で目標値まで脱硫可能なことが分かった。

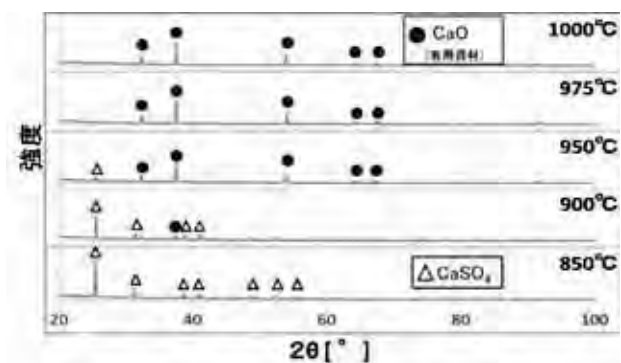


図1 各反応温度における生成物のX線回折の結果

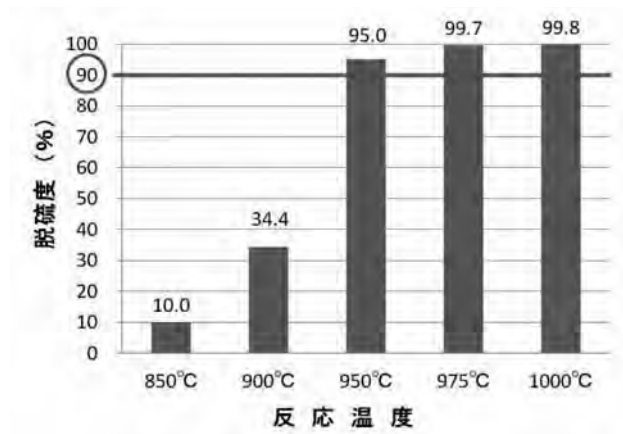


図2 反応温度と脱硫度の関係

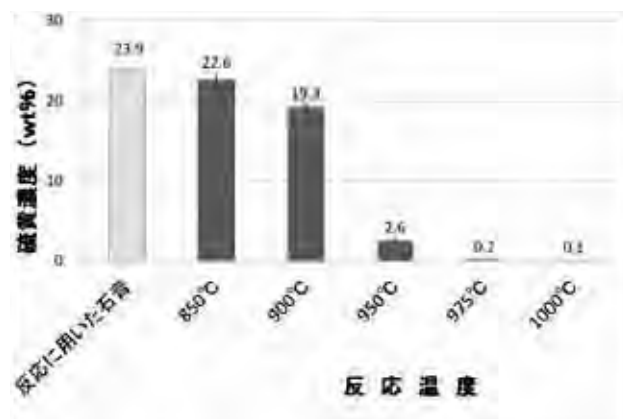


図3 反応温度と生成物中の硫黄濃度の関係

4. まとめ

低コストで石膏ボード廃材を脱硫できる技術の開発を目指し、反応温度1,000℃以下で石膏を脱硫し有用資材を得る条件検討した。その結果、反応温度950℃で脱硫度90%以上を達成しCaO（有用資材）を得ることができた。

参考文献

- 1) ㈱石膏ボード工業会：廃石膏ボード排出量の推計 (2012)；http://www.gypsumboard-a.or.jp/haishutsuryou_suikei.shtml
- 2) ㈱石膏ボード工業会：廃石膏ボードの対応策について，6 (2010)；<http://www.gypsumboard-a.or.jp/countermeasure.pdf>
- 3) 植田 滋他：プラスチックを用いた石膏からのCaO及びCaSの生成，資源と素材，Vol. 122, 456-461 (2006).

「運動機能回復用具・リハビリ用具」の開発

— 触って気持ちのよいシリコンゴムを使用した「生活補助具（Qシリーズ）」の商品化に向けて —

ユニバーサルデザイン科 多々良哲也 小松 剛
 県立こども病院 鴨下賢一
 株式会社ゴムQ 鈴木利明

Development of "Motor-function recovery tools and rehabilitation tools"

— Turn to commercialization of "the life auxiliary implement (Q series)"
 which touched and uses pleasant silicon rubber —

Tetsuya Tatara, Takeshi Komatsu, Kenichi Kamoshita
 and Toshiaki Suzuki

1. はじめに

臨床現場において、リハビリや訓練をする場合、市販されている製品では、実際の目的とする作業に使用できない場合がある。このような場合、作業療法士は、独自のアイデアに基づいて一人一人の症状に合わせて用具を自作している。このアイデアを商品化する開発に取り組んでいる。

2. 設計・試作

今回、設計には三次元CAD（図）、試作については三次元造型機を使用して抜き型を作成した。試作は、二液製のシリコンゴムと熱可塑性樹脂のサンプルによる評価を繰り返し行って、改良を図った（写真1）。



写真1 抜き型よりシリコンを外す

3. 開発事例

3. 1 Qスプーン（洋食用補助具）



写真2 洋食用補助具

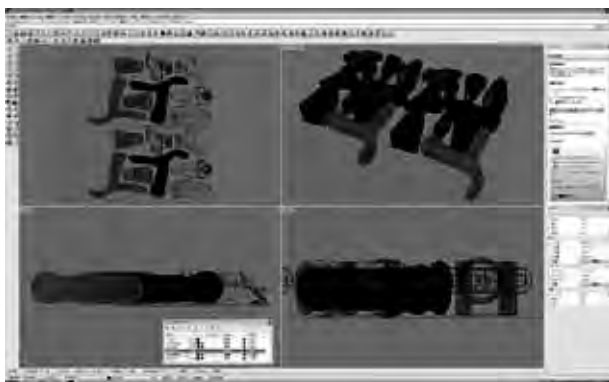


図 三次元造型機用に作成したCADデータ

食事をする時、発達障害・脳性まひ等で通常のスプーンを上手く持つことのできない場合に、このグリップ付きスプーンを使うことにより、持ちやすくなる（写真2）。

3. 2 Qハシ (和食用補助具)

従来型のハシ補助具は、支点の位置が軸の先端にある等、通常のハシと使い方が異なるため、その後の移行は困難であった。今回開発したQハシは、ハシを正しい持ち方に導くため、通常のハシに近い位置を支点とした補助具である (写真3)。



写真3 和食用補助具

3. 3 Qホルダー (筆記用補助具)

前年度までに開発したQリング、Qグリップでは、鉛筆等を上手く持つことのできない脳性まひ、リウマチ等の方が使用可能で、水滴のような形状の筆記用補助具である (写真4)。



写真4 筆記用補助具

3. 4 Qコンパス (円作図用補助具)

四角形の補助具で、コンパスの回す部分に装着して使うと円が描き易くなる。手先の不器用さやまひなどにより、コンパスを上手く操作できない方向けに開発した (写真5)。



写真5 円作図用補助具

4. まとめ

シリコンゴムが持っている“柔らかさ”や“滑りにくさ”などの特徴を踏まえ、障害を持った子供の学習や訓練を行っている臨床現場の声を反映した生活補助具の開発を行った。

試作品の評価については、県立こども病院に通院している児童の協力を得て、試作品の評価を繰り返すことで、最終的に良い製品に仕上げることができた。

今後、福祉用具や健康関連産業の展示会等に積極的に出展し、ユーザーの声を聞きながら、改良を加えていくとともに、商社と連携して販売の拡充に努める。

今回の開発では障害のある幼児・児童だけでなく、食事用具等の使用初期段階で広く使用のできるよう工夫したので、多くの人に推奨する。

謝辞

本研究において、開発に御協力いただいた福岡県肢体不自由児通園施設こぐま学園作業療法士・高橋知義様、静岡文化芸術大学デザイン学部生産造形学科に深く感謝する。

入浴用姿勢保持具の開発

ユニバーサルデザイン科 小松 剛 易 強 多々良哲也
 ソフトプレシ工業株式会社 亀井 力 前嶋宏明 前嶋文明
 株式会社アマノ 秋山定則

Development of the position retainer for bathing

Takeshi Komatsu, Tsuyoshi Yi Yoto, Tetsuya Tatara,
 Tsutomu Kamei, Hiroaki Maejima, Fumiaki Maejima
 and Sadanori Akiyama

1 はじめに

介護施設では、できるだけ1人用の浴槽で1人ずつ入浴する「個浴」を継続していきたいという考えがある。その大きな理由としては、介護を受けている利用者の自尊心を高めることが、入居生活のQOLの向上と維持につながるためである。介護者の負担軽減と個浴実現を両立するためには、リフトが有効な入浴機器である。(写真1)



写真1 入浴用リフトの例

しかしながら入浴用リフトについて、介護現場で調査をしていくと、利用者の多くが小柄・やせ型であり、身体に障がい（円背者も含む）がある場合も見受けられ、体型がチェアの形状や大きさにフィットしていないという現状があった。そこで、利用者に「安心・安全・快適な入浴サービス」を長期に提供するために、姿勢を安定させる保持具が必須であるとわかった。

平成22年度、介護現場の方の意見をもとに、座位保持目的の「バックサポート」、「サイドサポート」、「アームサポート」の3つの基本形状を決めた。まずは、入浴用に特化した姿勢保持の実現のために、

柔らかさ、冷めにくさ、洗いやすさの条件を満たす素材開発を中心に行った¹⁾。

平成23年度、3つの基本セットに「ベルトパッド」を追加して、4種類の「サポートクッション」として開発した。このサポートクッションの試作品を介護現場で実際に使っていただきながら、形状の修正、表面材の改良、接着材の選定等を繰り返し、性能の向上を進めてきた。本報では、開発したサポートクッションの温度特性の効果について報告する。

2 方法

(株)アマノの寝位浴装置と介護現場のリフトを実際に使用し、既存の入浴機器用のベルト（布）、マット（ポリエチレンフォーム）、チェア用シート（ポリエチレンの熱圧成型品）と、開発したサポートクッションの温度特性を熱画像カメラTH9100MLN（NEC Avioテクノロジー(株)製）で調査した。それぞれ浴槽のお湯に3分間浸けた後1分毎に10分間の撮影を行った。測定条件を表1に示す。

表1 測定条件

使用機器	測定対象	湯温	室温
寝位浴装置	ベルト（既存品） マット（既存品）	42℃	25℃
リフト装置	チェア用シート（既存品） サポートクッション（開発品）	41℃	20℃

3 結果及び考察

写真2は、寝位浴装置の担架をお湯から出してから1分後の可視像と熱画像である。熱画像は、色が白いほど温度が高いことを表している。湯に浸かっ

【ノート】

ていた樹脂製フレーム部分が約31℃であるのに対し、布製のベルトやマットは室温以下の約21℃まで下がっていた。

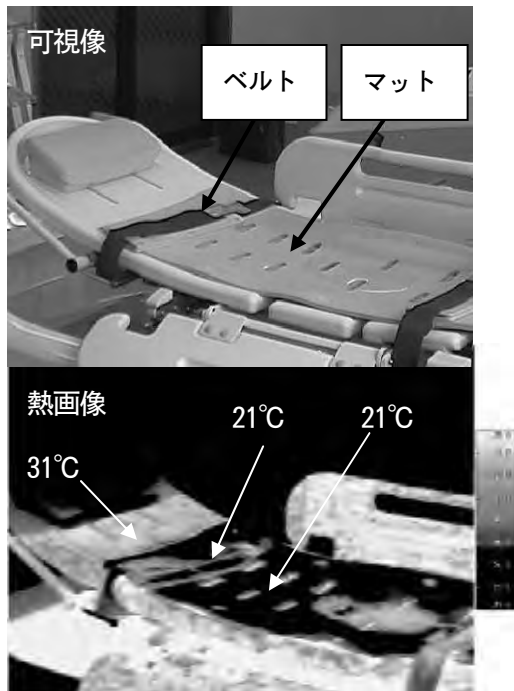


写真2 寝位浴装置の温度（出浴1分後）

写真3は、リフトのチェア部を湯から出して、5分後の可視像と熱画像である。チェアシートが約19℃で室温以下になっているのに対し、4種類のサポートクッションが、それぞれ約25℃であった。（その他、グリップの部分等の金属部品の温度も高かった。）

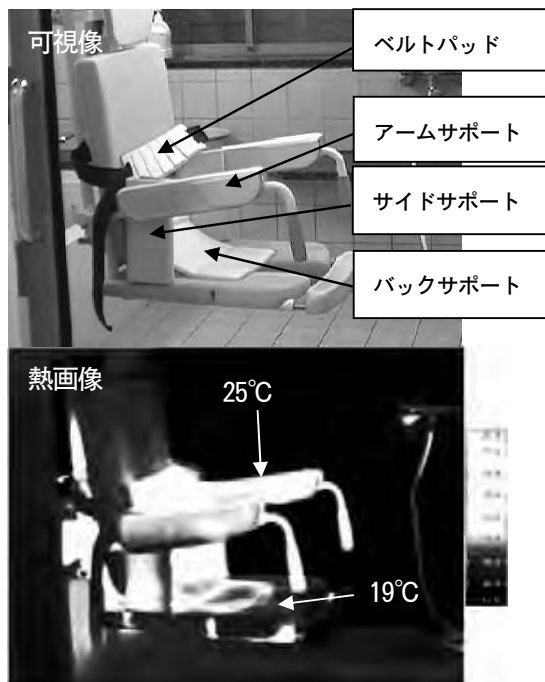


写真3 リフト装置の温度（出浴5分後）

測定条件が違うため温度の単純な比較はできないが、開発品したサポートクッションに熱を保持する機能があることは明らかである。

現在市販されている入浴機器用マットは、機器の硬さによる痛みを緩和するためのものであるが、一度濡れてしまうと1分程度で冷たくなるという欠点があった。実際に入浴実験すると、既存品と開発品に温かさの違いがあることは明らかであり、冷たさの問題を解決することができた。湯温や室温によっても冷め方は変わるが、お湯の中で温める時間が長いほど、お湯から出した後の温度の保持時間を長くできる傾向があり、3分間浴槽のお湯に浸けるだけで、室温以上の温かさを10分以上保つことが確認できているので、実用には十分な温度特性だと考えている。

4 まとめ

利用者の姿勢を安定させるために開発したこのサポートクッションは、快適な入浴サービスの提供に貢献できるものである。特に、入浴用リフトの座部を硬く感じるようになった利用者から、「痛くない」「冷たくない」と評価していただいている。

今後は、より介護度が高い方が利用する寝位入浴装置用の入浴用クッションへの展開のみならず、開発素材の「柔らかくて、肌触りが良く、保温性にも優れている」という特性を生かして、在宅用の個別浴槽の入浴クッションへの開発も計画している。

謝辞

この研究は、財団法人しずおか産業創造機構の平成23年度地域活性化事業（静岡新産業集積クラスター研究開発助成事業）に採択され実施したものである。協力していただいた介護施設の皆様に感謝とお礼を申し上げます。

参考文献

- 1) 小松 剛他：入浴用リフトの姿勢保持具について、静岡県工業技術研究所報告，第4号，37-40（2011）。

Manufacture of Fuel Pellets using Coffee Grounds as Raw Material

Satoshi Sakuragawa, Rie Yamashita, Keisuke Kikuchi
and Akira Ikegaya

コーヒー残さを原料とした燃料ペレット製造

静岡県工業技術研究所 櫻川智史 山下里恵 菊池圭祐
静岡油化工業株式会社 池ヶ谷明

Proceedings International Symposium on EcoTopia Science 2011, 318 (2011)

静岡県の缶飲料出荷額は日本第1位で、多くの企業が集約している。これら飲料製造では、工場から大量の加工残さが発生している。中でも、コーヒー飲料は製造品の7割以上を占め、年間を通じて大量の抽出残さが排出されている。本研究では、コーヒー滓を原料とした燃料ペレットを製造し、木質ペレットとの品質比較および燃焼特性を調べた。

コーヒー飲料抽出後の残さを静岡県内の飲料工場から入手し、ロータリーキルンを用いて、含水率8～12%に乾燥した。ペレット製造は、フラットダイ型ペレタイザー（不二パウダル社製F40/33-390型）を用いて製造した。ペレタイザーは、動力15～30 kW、ローラー径230mm、ローラー数2本、ダイ径390mm、ダイ穴径6 mmであった。製造した燃料ペレットは、木質ペレット品質規格原案を参考に、発熱量、含水率、灰分、かさ密度、粉化度の5項目を測定した。燃焼試験には、ペレットストーブ（株

さいかい産業製SS-1型）を用いた。炉内温度をK熱電対で3ヶ所測定した。燃焼後の灰については、重金属と肥料成分の分析を行った。

その結果、コーヒー残さを原料とした燃料ペレットの高位発熱量は、23.4 MJ/kgと高い値を示した。含水率は8.9%、灰分は1.1%、かさ密度は720kg/m³、といずれの項目においても基準を満たした。しかし、粉化度は5.6%と値が高く、基準を満たさなかった。今回行った製造条件では、ペレットの強度は低く、粉化しやすいため、製造条件の最適化や結合剤添加による改善が必要と考えられた。ペレットストーブを用いた燃焼実験では、着火性、燃焼温度とも木質ペレット同等以上の性能を示し、4時間以上の連続運転が可能であった。問題となる重金属は、燃焼灰中に含まれていなかった。燃焼灰中には、窒素、りん酸が多く含まれ、肥料としての利用が期待できる。

地域バイオマスの特徴とその利用

— 林地残材、柑橘の搾汁残さ、コーヒー滓、および茶殻 —

バイオマス循環プロジェクトスタッフ 山下里恵 菊池圭祐 櫻川智史

Characteristics of regional biomass and its use

— Logging residue, citrus pomace, coffee grounds and tea grounds —

Rie Yamashita, Keisuke Kikuchi and Satoshi Sakuragawa

におい・かおり環境学会誌 43巻2号, 112-119, 2012

食品残さや林地残材などの様々なバイオマスが、各地域で発生している。それらバイオマスは、その特性に合わせて、地域内で最大限に活用されるのが望ましい。本稿では、静岡県で発生する主なバイオマスについて、1) スギ材および特産柑橘(ダイダイ)果皮からの精油の抽出とその香りの解析事例、および2) 飲料製造において大量に発生するコーヒー滓や茶殻の特徴、およびそれらに含まれる有用成分とその利用方法を紹介する。

スギ材からの精油の抽出では、超臨界CO₂抽出法によって芳香性のある精油が得られ、香り解析の結果、*cis*-カラメネンがスギ材の特徴香成分の一つであることが分かった。また、抽出圧力20MPa以上で、抗菌活性の高いフェルギノールを多量に含む精油が得られた。

ダイダイ果皮の減圧水蒸気蒸留では、香りに寄与する成分の割合が高い精油が得られた。

Study on Carbonization of Coffee Grounds

Keisuke Kikuchi, Rie Yamashita, Satoshi Sakuragawa,
Yutaka Katayama and Yukie Saito

コーヒー残さの炭素化

静岡県工業技術研究所

有限会社燦有機研究所

東京大学大学院農学生命科学研究科

菊池圭祐 山下里恵 櫻川智史

片山 裕

斎藤幸恵

Proceedings International Symposium on EcoTopia Science 2011, 317 (2011)

日本の食品廃棄物の賦存量は2,200万トンにもものぼり、年々増加の一途をたどっているが、その再利用率は20%と低い。静岡県は、飲料等の製造出荷額において全国1位であり、それゆえ多量の飲料抽出残さ（コーヒー、緑茶、柑橘類）が排出されている。本研究所では、この多量に廃棄される飲料抽出残さの有効利用について、ケミカルリサイクル、マテリアルリサイクル、サーマルリサイクルの観点から研究を行っている。今回は、マテリアルリサイクルの一つとして、コーヒー残さから機能性炭素化物を焼

成することを目的とした研究を行った。

静岡県内の飲料工場から入手したコーヒー残さを乾燥し、2 mm以下の粒度に揃え、原料とした。高温真空炉を用いて、炉内を真空引き後、窒素置換し、500℃、900℃、1,100℃の3条件で炭素化を行った。その結果、比表面積は500℃、900℃、1,100℃でそれぞれ6 m²/g、191 m²/g、192 m²/gを示し、900℃以上ではあまり変化がないことが分かった。さらなる比表面積の向上にはガス賦活や薬品賦活を行う必要がある。

環境対応型冷間鍛造用固体潤滑剤の性能評価

静岡県工業技術研究所 鷺坂芳弘*
住鋌潤滑剤株式会社 石橋 格 関澤雅洋
静岡大学 中村 保 住岡 優**
ゼノー・テック株式会社 河野正宏

Evaluation of Environmentally Friendly Lubricants for Cold Forging

Yoshihiro Sagisaka, Itaru Ishibashi, Tamotsu Nakamura,
Masahiro Sekizawa, Yuh Sumioka, and Masahiro Kawano

塑性と加工, Vol.52, No.608, 1027-1031 (2011)

鋼材の冷間鍛造の潤滑には化成皮膜処理が多用されているが、処理工程で大量のスラッジや廃液が発生するため、環境への配慮から、化成皮膜に代わる環境対応型の乾燥皮膜潤滑剤が開発、評価されてきた。これらの潤滑剤は薬剤を塗布した後、乾燥させるだけで表面に潤滑皮膜を形成できるため廃棄物の削減と処理工程の簡素化が可能であり、環境面とコスト面において有利である。しかし、化成皮膜に比べて潤滑膜の密着性や強度が劣るため、焼付きが生じやすく、これまでその適用は比較的加工度の低い鍛造のみに限られてきた。

本研究では、素材への密着性に優れる下地皮膜と、素材とダイス間の摩擦低減性に優れる上塗り皮膜から構成される2液2層型乾燥皮膜潤滑剤を提案した。冷間鍛造には様々な形式があるが、表面積拡大比の

大小等による摩擦条件の厳しさから、据込み形式、軸押し形式、パンチ穿孔形式に分類される。本論文では、据込み形式としてリング圧縮摩擦試験、軸押し形式として前方軸-後方直缶押し型摩擦試験、パンチ穿孔形式として前方テーパ缶-後方直缶押し型摩擦試験を用いて潤滑性能の評価を行った。

2液2層型乾燥皮膜潤滑剤は摩擦試験において従来の1液型よりも優れた潤滑性を発揮した。さらに、表面処理の採用と膜厚の調整によりリン酸塩化成皮膜と同等の性能を示した。また、実機による連続冷間鍛造での性能評価も行い、リン酸塩化成皮膜と同程度の性能が確認され、安定した生産を行うことができた。

なお、本論文はJ-STAGEにて公開済である。

*) 現 浜松工業技術支援センター **) 現 トヨタ車体株式会社

Evaluation of Environmentally Friendly Lubricant for Aluminium Alloy Cold Forging

Yoshihiro Sagisaka, Itaru Ishibashi, Tamotsu Nakamura,
Eiji Sasaoka and Kunio Hayakawa

アルミ合金冷間鍛造用環境対応型潤滑剤の性能評価

静岡県工業技術研究所 鷺坂芳弘*
住鋳潤滑剤株式会社 石橋 格
静岡大学 中村 保 笹岡英嗣 早川邦夫

Steel Research International, Special Edition
10th International Conference on Technology of Plasticity, 245-250 (2011)

アルミ合金の冷間鍛造では従来からフッ化アルミ皮膜が用いられてきた。しかしこの潤滑剤は皮膜処理時にフッ素を含んだ廃棄物が排出されるため、その処分費用が高いこと、環境負荷が高いことが問題となっていた。そこで環境負荷が少なく低コストな環境対応型潤滑剤が開発されたが、アルミ鍛造に適した性能評価方法がなく、普及が遅れていた。そこでアルミ合金に適した摩擦試験法を開発するとともに、析出硬化させたアルミ合金に2液2層型の環境対応型潤滑剤を適用して、その潤滑性能を評価した。

2液2層型潤滑剤はフッ化アルミ皮膜と同等以上の潤滑性、耐焼付性を示した。一方、潤滑性能は潤

滑剤よりも皮膜処理前に素材の表面を荒らす前処理の影響が非常に大きいことが分かった。表面を単に荒らしても潤滑性は向上せず、粗さが大きくかつ緻密な凹凸を与えることが潤滑性を向上させることが判明した。

そこで様々な表面凹凸の変形挙動をFEM解析にて観察した。表面凹凸の凹部はオイルポケット状になり潤滑剤溜りを形成すると考えられる。加工が進むと潤滑剤溜りは潰れて消失してしまうが、凹凸の間隔を小さくすることで潤滑剤溜りが残存しやすくなることが判明した。この効果が実加工でも潤滑性を向上させたものと考えられる。

*) 現 浜松工業技術支援センター

Effects of Surface Roughness on Lubrication Performance of Environmentally Friendly Lubricant for Aluminum Alloy Cold Forging

Yoshihiro Sagisaka, Itaru Ishibashi, Tamotsu Nakamura,
Kunio Hayakawa and Eiji Sasaoka

アルミ合金冷間鍛造用環境対応型潤滑剤の潤滑性能への表面粗さの効果

静岡県工業技術研究所 鷺坂芳弘*
住鋳潤滑剤株式会社 石橋 格
静岡大学 中村 保 早川邦夫 笹岡英嗣

Proceedings of 44th International Cold Forging Group Plenary Meeting, 181-186 (2011)

軽量化の要求からアルミ合金製の冷間鍛造部品の採用が増えている。アルミ合金は延性が高いため大きな表面積拡大を伴うような冷間鍛造が行われることが多い。そこで潤滑剤には表面拡大に耐えられる高性能のものが要求され、従来はフッ化アルミ皮膜がその役割を担ってきた。しかし、この潤滑剤はコスト面と環境面で問題があり、近年の環境意識の高まりから環境対応型の潤滑剤への代替が要求されていた。そこで、鋼材の冷間鍛造でよい成績をおさめていた2液2層型の環境対応型潤滑剤をアルミ合金にも適用して、その潤滑性能を評価した。

評価方法としてスプライン押出しを模擬した摩擦試験法を考案した。本試験法では表面積拡大を制御した上で潤滑性能を定量的に評価することが可能で

あり、表面積拡大の大きいアルミ鍛造の摩擦条件を表現するのに適している。

2液2層型潤滑剤をフッ化アルミ皮膜と比較評価したところ、その潤滑性能はフッ化アルミと同等以上であった。さらに様々な表面処理を施した後に、潤滑処理を施して潤滑性能を比較したところ、ステンレスグリットを用いてウェットブラスト処理をした試験片が非常に良い成績を示した。表面処理後の表面粗さを比較したところ、ウェットブラストしたものは粗さが大きいことに加えて、非常に緻密な凹凸を持っていることが判明した。凹凸の周期が小さいことで潤滑剤溜りからの潤滑剤の供給が容易となって摩擦が低下したと考えられる。

*) 現 浜松工業技術支援センター

レーザーピーンフォーミングの変形特性

フェムト秒レーザーを用いたレーザーピーンフォーミングによる薄板の曲げ加工（第2報）

静岡県工業技術研究所 鷺坂芳弘*
 浜松工業技術支援センター 神谷真好** 松田 稔*** 太田幸宏

Forming Properties of Laser Peen Forming

Thin-Sheet-Metal Bending by Laser Peen Forming with Femtosecond Laser II

Yoshihiro Sagisaka, Masayoshi Kamiya, Minoru Matsuda
 and Yukihiro Ohta

塑性と加工, Vol.53, No.612, 59-63 (2012)

フェムト秒レーザーはそのパルス幅（1パルスの光の照射時間）がフェムト秒（ 10^{-15} s）単位と極めて短いパルスレーザーである。このような超短パルスレーザーには照射部に衝撃波を誘起できるという特性がある。この衝撃波は、条件によっては、照射された金属を塑性変形させることが可能である。レーザーピーンフォーミングはこの塑性変形を利用して板などを成形する加工法である。著者らはフェムト秒レーザーの誘起衝撃波でもレーザーピーンフォーミングが可能であることを示し、本法を薄板の曲げ加工に応用した。

本法は逐次成形でスプリングバックの影響が小さいため、薄板やばね材の曲げや矯正に有効である。さらに金型を用いずに様々な形状を成形できるため、試作などの多品種少量生産にも適している。しかし、本法の変形特性には未だ不明な点が多く、変形量の制御方法が確立できていないという課題があった。

変形量を制御するには照射条件や材料による変形特性の変化を詳細に把握しておく必要がある。そこで本報では、純アルミニウムA1100-H18について主要な照射パラメータであるスポット径とフルエンス（パルスエネルギーをスポット面積で除した値）による曲げ変形特性の変化を調査した。さらにスポット形状の影響についても調査を行った。一方、本法はばね材の曲げを得意とする。そこで代表的なばね材であるリン青銅C5191とオーステナイト系ステンレス鋼SUS304についても実験を行い、板厚と材質による変形特性の変化を検証した。

曲げ加工での曲げ角はフルエンスとスポット径の積と相関があった。一方で、発振機の定期整備などでビーム特性が変わると変形特性が大きく変化した。リン青銅とSUS304でその影響が大きく、原因としてビームプロファイルの変化と熱影響が推定された。なお、本論文はJ-STAGEにて公開済である。

*) 現 浜松工業技術支援センター **) 現 富士工業技術支援センター
 ***) 現 公益財団法人静岡県産業振興財団

重症心身障害児（者）のための新たな食形態「まとまりペースト食」開発の試み

つばさ静岡 府川恭子 鈴木崇之 村上哲一
浅野一恵 山倉慎二
静岡県工業技術研究所 渡瀬隆也

Attempt of new food style "Settlement paste food" development for severely retarded children (person)

Kyoko Fukawa, Takayasu Suzuki, Tetsukazu Murakami,
Kazue Asano, Shinji Yamakura and Takaya Watase

重症心身障害療育学会誌第6巻第2号, 191-197, 2011

嚥下機能が低下した重症心身障害児（者）（以下、重症児（者））に対して、ペースト食を提供してきたが、医師、作業療法士、栄養士、調理師による摂食チームで評価してきた結果、これまで提供してきたペースト食で誤嚥し、経口摂取が危険であると判断されるケースを認めた。そのため重症児（者）の摂食嚥下機能の特種性に合わせた、新たな食形態の

開発が必要であると痛感し、「まとまりペースト食」の開発に取り組んだ。食形態の開発をするにあたって食べやすさ、見た目、食感、香り、味わいなども重要視した、食べる方の立場にたった食事作りを目標とした。開発した「まとまりペースト食」を重症児（者）に実際に提供し、経口摂取を続けることの一部を担えたので報告する。

加温カフェインによる洗口が健常者の口腔内細菌叢に及ぼす影響

静岡県工業技術研究所 大川勝正

Effects of Mouth Wash with Hot Caffeine Solution on the Oral Microbiota in Healthy Subjects

Katumasa OOKAWA

口腔衛生学会雑誌第62巻第1号, 23-32, 2012

カフェインは、コーヒー、紅茶、緑茶および烏龍茶などの飲料に含まれる良く知られた成分のひとつである。それらの成分は加温して飲まれることが多い。我々のこれまでの*in vitro*での試験において、そのような加温されたカフェイン液（HC）が、短時間で、口腔常在細菌種と比較して多くの誤嚥性肺炎起因菌種の生存率を低下させ、口腔細菌叢を改善する可能性が示された。そこで、HCが実際に口腔細菌叢に影響を及ぼすかどうかを調べるため、健常者を被験者として単群のブラインド化されない介入試験を実施した。この結果、水による洗口では、介入前後で嫌気性細菌の割合が増加傾向を示した。この時、*Prevotella*割合も増加しており、増加した嫌

気性細菌には*Prevotella*が含まれるものと推察した。なお、HCによる洗口では、そのような増加は認められなかった。HCは介入前後で嫌気性連鎖球菌の数および割合が有意に増加傾向を示し、連鎖球菌以外の嫌気性細菌の減少の可能性が示唆された。しかし、嫌気性細菌の*Fusobacterium*および*Prevotella*の割合は、増加傾向であった。これらの結果から、HCは洗口直後の口腔内の細菌の状態に変化を及ぼすものと推察された。また、HC洗口後の好気性細菌数では、洗口前と比較して増加する被験者が多くおり、バイオフィルムの剥離を促している可能性が示唆された。

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE, NUMAZU

静岡県工業技術研究所
沼津工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所
沼津工業技術支援センター
沼津市大岡3981番地1

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE, NUMAZU
3981-1 Ooka, Numazu city, Shizuoka, 410-0022 Japan

端物羊羹を利用した新規発酵飲料の開発

バイオ科 勝山 聡 天野祥吾 岩原健二
株式会社虎屋 虎屋総合研究所 横井琢也

Development of the new fermented beverage using bean jelly.

Satoshi Katsuyama, Shogo Amano, Kenji Iwahara
and Takuya Yokoi.

Toraya confectionary Co., Ltd (Toraya) manufactures bean jelly which is called “yokan” in Japanese. In the filling process for manufacturing of yokan, non-marketable (hamono) product which is commonly called “hamono yokan” is unavoidable. Most of them have been effectively recycled to the compost or animal foods. However, Toraya has a demand to develop novel product with high added value from hamono yokan. The present study is focused on utilization of high quality refined sugar contained in hamono yokan over 60%. The sugar can be used as excellent materials for brewing novel alcohol beverages by fermentation with yeasts frequently used in brewing. The feature of the beverage was set to have fruity flavor, fine taste, smooth taste, and approximately 10% alcohol from a result of preliminary examinations. Among several yeast tested, the yeasts for wine brewing brought fruity flavor and fine taste. It was estimated that two months was needed to obtain 10% alcohol. However, long brewing period generally causes product with off flavor and bad taste mainly by the death of yeast. To avoid the problem, the fermentation period was shortened to 10 days by pretreatment with saccharification enzymes. The smooth taste was achieved by removing insoluble yokan-derived ingredients by filtration.

1. 緒言

羊羹は、小豆や砂糖等から作られる餡に寒天を加えた後、容器充填することで製造される。この羊羹製造工程における容器充填時、品質を一定に保つために充填開始直後と終了直前の羊羹は容器充填されず、製品とはならない羊羹が発生している。これを端物羊羹と言う。通常、この端物羊羹は廃棄処分されるが、株式会社虎屋では処分時の環境負荷を考慮し、炭化装置により炭化及び減容化させることで肥料や飼料として再利用している。しかし、この端物羊羹は、製品とはならないものの品質面では製品化された羊羹と全く同じものである。そのため、肥料や飼料へと再利用するだけでなく、新たに高い付加価値を付けた商品として有用利用したいという要望がある。

そこで、本研究では、羊羹の約7割が炭水化物、すなわち糖質であることに注目し、この端物羊羹を原料として醸造用酵母によって発酵させることで新

たな発酵飲料の開発を行った。

2. 実験方法

2. 1 供試菌株

醸造用酵母として、清酒酵母 K901 (財団法人醸造協会) 及びビール酵母 American Ale (Wyeast社)、ワイン酵母 EC1118 (LALVIN社) を用いた。これら酵母は、事前培養として、YPD液体培地にて30°Cで2日間静置培養した。培養後、酵母は回収し、初発酵母濃度が 1×10^6 cells/mlとなるように各羊羹糖液に添加した。

2. 2 原料調整及び発酵試験

本研究には、(株)虎屋製造の小倉羊羹 (「夜の梅」) 及び抹茶羊羹 (「新緑」)、黒糖羊羹 (「おもかげ」)、白小豆羊羹 (「空の旅」) の4種を用いた。それぞれの羊羹は羊羹濃度25g/100mlとなるように水を加えた後、オートクレーブ (121°C、20min) により加熱溶解及び殺菌処理を行った。オートクレーブ後、

【報告】

室温程度に冷却されるまで静置または攪拌し羊羹糖液を作成した。静置して作成した糖液を不溶性固形分沈殿糖液、攪拌して作成した糖液を不溶性固形分均一化糖液とした。

発酵試験は、発酵温度15℃にて行った。酵母は、不溶性固形分沈殿糖液については上清液部の容量に対して、また不溶性固形分均一化糖液については糖液全量に対して所定濃度となるように添加した。もろみは経時的に重量を測定し、その重量減少量をアルコール発酵に伴う二酸化炭素の放出量として発酵進捗の指標とした。また、最終的なもろみ重量減少量と製成酒のアルコール度数より発酵期間中の概算アルコール度数を算出した。

2. 3 酵素剤による糖化处理

糖化酵素剤として、スミチーム（新日本化学工業(株)）を用いた。これを、各羊羹糖液に原料羊羹重量に対して0.5%重量加えた。処理方法は、これを50℃湯浴中にて約4時間振とうさせた。処理後は、室温程度に冷却されるまで攪拌した。

2. 4 分析及び官能評価

製成酒のアルコール分析は国税庁所定分析法¹⁾に従った。また、糖度は屈折糖度計（IWAKI）により測定した。官能評価は、当センター職員及び(株)虎屋 虎屋総合研究所社員を評価員として行った。評価方法は、香り及び味、総合評価についての5点法にて行い、総合評価の平均評点により順位付けをした。

3. 結果と考察

3. 1 最適酵母の選定

醸造用に用いられる酵母は主に*Saccharomyces cerevisiae*である。しかし、醸造される酒類によって原料が異なるため、その原料に対する発酵特性等から多くの種類が存在する。本研究で開発する新規発酵飲料の原料は羊羹であり、羊羹に対する発酵特性が最も良い酵母を検討した。白小豆羊羹を用いて不溶性固形分均一化糖液を作成し、これに清酒及びビール、ワイン酵母をそれぞれ添加し発酵特性を調べた。その結果、ワイン酵母による発酵が最も活発であった（図1）。次いで、ビール酵母が活発であ

り、清酒酵母が最も緩慢であった。この結果は、白小豆羊羹以外の羊羹を用いた糖液についても同様であった（データ省略）。

各種醸造用酵母による発酵性の違いには、羊羹糖液中の窒素源が関与していると考えられる。羊羹にはもともと含まれるタンパク質が少なく、それより作られた羊羹糖液中には酵母の発酵に必要な窒素源が少ない。各種醸造用酵母の中でもワイン酵母は、米や麦に比べて窒素源の少ないブドウ果汁の発酵に適した酵母である²⁾。そのため、今回の羊羹糖液の発酵に最も適していたと考えられる。よって、本研究における最適酵母としてワイン酵母を選定した。

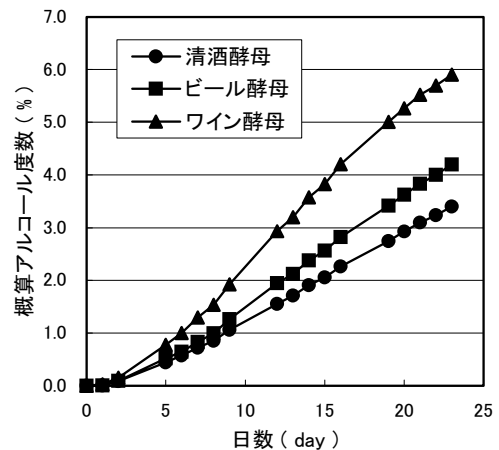


図1 各種醸造用酵母による羊羹糖液の発酵特性

3. 2 酒質の設計

本研究にて開発する新規発酵飲料の酒質として、香りが豊かで味のバランスが良いものとした。目標とするアルコール度数（Alc.）は酒らしさを感じる、やや高め10%前後とした。また、原料である羊羹の特性による酒質への影響として、小豆種皮や餡粒子等の不溶性固形分の残留や寒天由来の粘性増加等が考えられた。そこで、新規発酵飲料はこれらを除いた、口当たりの良い飲みやすい性状のものとした。

3. 3 羊羹糖液の製造方法

酵母の発酵元となる羊羹糖液には、羊羹由来の小豆種皮や餡粒子といった不溶性固形分が残留する。これらは、酵母の添加が可能となる室温程度まで羊羹糖液を静置させて冷却すると、糖液底部に沈殿し寒天相を形成する（写真1 A）。また、攪拌しなが

【報告】

ら冷却すると液中に均一化した状態となる（写真1 B）。白小豆羊羹を用いてこの2種類の羊羹糖液を作成し、ワイン酵母による発酵試験を行った。すると、不溶性固形分沈殿糖液よりも均一化糖液の方が、発酵が活発であった（図2）。これは、糖液の初発糖度が沈殿糖液では約11.0であるのに対して、均一化糖液では約16.0と高いことによると考えられる。また、沈殿糖液の上清液部は、不溶性固形分を含まないがやや粘性のある性状であった。発酵終了後、この上清液部について官能評価を行ったところ、粘性があるために「飲みにくい」という意見が多かった。これに対して均一化糖液は、不溶性固形分を含むものの粘性は低く、ろ過等により固形分を除去することで飲みやすい性状とすることが可能であった。よって、新規発酵飲料は不溶性固形分均一化糖液にて発酵させた後、ろ過等により固形分を除去することとした。

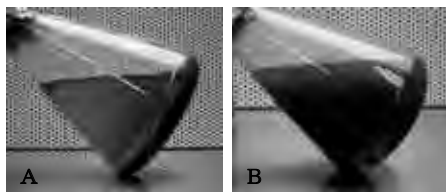


写真1 不溶性固形分を含む小倉羊羹糖液 (A: 沈殿糖液、B: 均一化糖液)

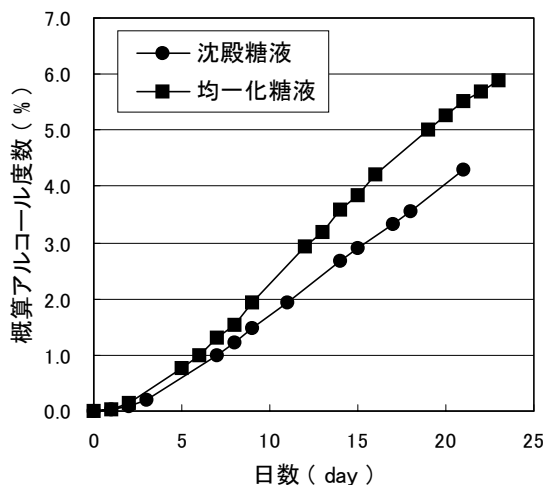


図2 糖液の性状による発酵への影響

3. 4 糖化酵素剤による糖液の事前処理

不溶性固形分均一化糖液をワイン酵母により発酵させると約20日間でアルコール度数は約4%となった（図3）。このことから、本研究で開発する新規

発酵飲料の目標酒質であるAlc.10%前後までアルコール生成させるには約2ヶ月の発酵期間を要することが想定された。しかし、発酵期間が20日間以上と長期間になると、酵母へのストレスが増加し、発酵不全または酵母の死滅が原因とされる硫黄臭が発生し酒質を悪化させる³⁾。そのため、より短期間でAlc.10%を達成させる必要がある。

そこで、発酵促進剤の添加を検討した。促進剤としてカリウム及びマグネシウムといった無機塩またはスクロース及びグルコースといった糖を添加した糖液を用いて同様にワイン酵母により発酵させた。しかし、これらによる発酵促進効果は認められなかった（データ省略）。

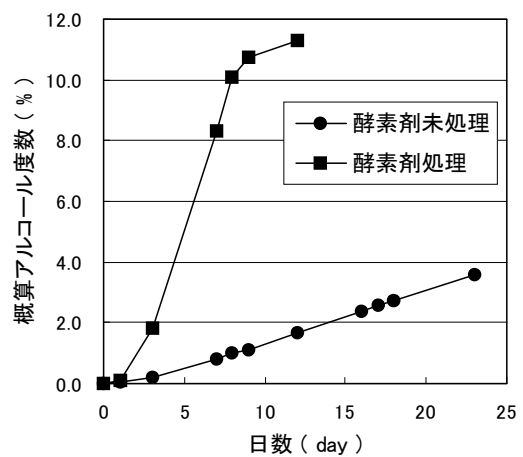


図3 糖化酵素剤処理による発酵促進

そこで、糖化酵素剤処理による発酵促進を検討した。糖化酵素剤としてスミチームを用いて、酵母添加前に糖液の糖化処理を行った。すると、糖度は約16.0から約18.0と微増した。これにワイン酵母を添加し、同様に発酵させたところ著しい発酵促進効果が認められた（図3）。酵素剤処理もろみでは発酵12日目でAlc.11.3%となり、目標Alc.を十分に達成した。また、発酵期間が約10日間と短縮されたことにより官能評価において硫黄臭は指摘されなかった。しかし、初発糖度が約18.0では、最終Alc.を約11.0%とするのは理論的に困難である。また、発酵促進剤の添加試験から、糖添加により初発糖度を18.0以上とした糖液でも発酵促進は認められなかった（データ省略）。これらのことから、酵素剤処理による発酵促進は、初発の糖度上昇だけではなく発酵中の糖化による継続的な糖の供給、またはその他栄養源の

溶出によるものと考えられた。

3. 5 試作品の製造及び官能評価

これまでの結果から新規発酵飲料の製造方法を決定した(図4)。ろ過工程では、7,010×gにて約20分間遠心し、不溶性固形分を除去した。この製造方法により原料羊羹種及びAlc.が異なる試作品を数種製造し、官能評価を行った。その結果、Alc.が約8.0、糖度が約9.0の試作品が最も評価が高く、これを最適酒質として決定した。試作品は、見た目は白ワイン様であり、やや甘いフルーティな香りを持つものとなった(写真2)。また、羊羹種による違いはほとんどなかった。

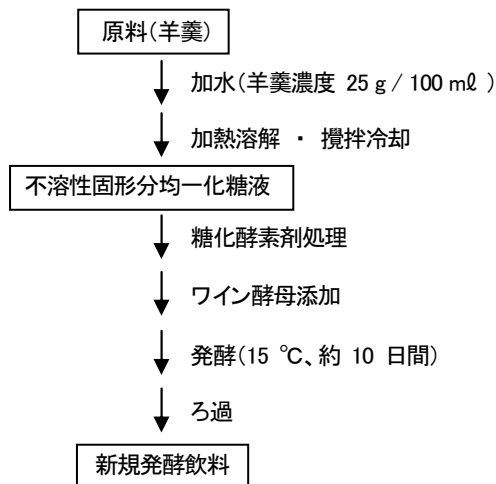


図4 新規発酵飲料の製造方法



図3 新規発酵飲料の試作品
(白小豆羊羹 × ワイン酵母)

4. まとめ

羊羹製造工程より発生する端物羊羹を利用した新規発酵飲料を開発した。羊羹は、羊羹濃度25g/100mlとなるように加水後、加熱溶解させる。溶解後、攪拌しながら室温程度まで冷却することで羊羹由来の小豆種皮等が液中に均一化した羊羹糖液を作成する。これを糖化酵素剤により糖化处理した後、事前培養したワイン酵母を添加し発酵させる。発酵は、温度15°Cにて約7日間行うことでAlc.8.0%程度の発酵飲料が製成される。最後に、これをろ過することで不溶性固形分が除去された、飲みやすい性状とした。製成酒はやや甘いフルーティな香りを持ち、香味のバランスがとれた酒類となった。

謝辞

本研究を行うにあたり、実験方法などご指導いただきました実践女子大学 生活科学部 食生活科学科 秋田修教授に感謝いたします。

参考文献

- 1) 注解編集委員会編：第四回改正国税庁所定分析法注解, 100, (財)日本醸造協会 (1993).
- 2) 後藤奈美：Tips for BFD 連載第20回 ワイン醸造の基礎第2回－窒素と酸素の話－, 酒うつわ研究 08/XI号, 10-11 (2008); http://www.kitasangyo.com/e-Academy/b_tips/back_number/BT_20.pdf.
- 3) 佐野英二他：酒造実習, 187, (財)日本醸造協会 (1999).

医療用酸素ボンベの警報機能付き残量モニタの開発

機械電子科 本多正計

Development of monitoring device of amount of oxygen remaining in tank

Masakazu Honda

According to the Medical Safety Information report of the Japan Council for Quality Health Care, a serious medical accidents (failure to check oxygen remaining) which affecting the respiratory condition of the patient have been reported Six cases in the last few years. In many hospitals, although nurses are careful and prevent accidents by confirming the amount of oxygen remaining by the oxygen regulator, development of a Fail-safe device which checks oxygen remaining automatically and informs the danger when it lower is required by them. In this study, as the Fail-safe device which can be built without remodeling, we developed a user input type monitoring device of the amount of oxygen remaining in the tank.

1. 緒言

(財)日本医療機能評価機構が実施した医療事故情報収集等事業・医療安全情報によると、2007年～2010年までの間に、人工呼吸器を装着している患者を検査室等へ移動中、医療用酸素ボンベ（以下ボンベ）内のガスが無くなり、患者の呼吸状態に影響を与えてしまった重大事故（酸素残量の未確認事故）が6件報告されている¹⁾。ハイシリッチの法則²⁾によると、1つの重大事故の背景には300件のヒヤリ・ハット事例が存在するといわれている。これを酸素残量未確認事故に適用すると、約1,800件ものヒヤリ・ハット事例が医療現場で存在していた事と推察される。多くの病院では、酸素残量の確認作業を看護師らに徹底させることで事故防止に努めている。しかし、多忙な業務をこなしている看護師において、残量確認は計算を伴う非常に煩雑な作業であり、また、未・誤確認、計算ミス等の人為的ミスを完全に無くすことは不可能である。そのため、看護師らからは、酸素残量を自動的に検出し危険を知らせてくれるフェールセーフ装置の開発が望まれている。そこで本研究では、ボンベを改造せずに実現可能な警報機能付き残量モニタの開発を行った。

2. 医療用酸素

2.1 酸素ボンベとレギュレータの種類

ボンベは、人工呼吸器を装着した患者をベッドから移動させる時に使用される。ボンベには、医療用酸素O₂（日本薬局方酸素）が14.7MPa（35℃）の圧力で充填され、図1、表1に示すように、酸素容量ごと容積の異なるボンベが準備されている。また、バルブ形状にも、ネジ式とヨーク式の二種類がある。病棟では主に3.4 l タイプのネジ式ボンベが使用されており、2.1 l タイプのヨーク式ボンベは在宅用として使われている。人工呼吸器にボンベを使用する時には、流量や圧力を調整するためのレギュレータ（図2）がボンベに取付けられ、そこに患者が装着している酸素フェースマスクや鼻腔酸素カニューラが接続される。レギュレータにもバルブ形状に合わせてネジ式とヨーク式の二種類がある。最近では、工具を使わずに取り付けが行えるネジ式レギュレータが医療現場で多く使われている。



左：10 l
中：3.4 l
右：2.1 l

図1 医療用酸素ボンベ

【報告】

表1 医療用酸素ポンベの種類

種類	容積[ℓ]	ポンベ重量 [kg]	酸素容量 [ℓ] (1 atm)
10 ℓ	10.2	11.7	1,500
3.4 ℓ	3.4	5.3	500
2.1 ℓ	2.1	3.5	300

※充填圧力14.7[MPa] (35℃)



図2 レギュレータ
(左：ネジ式、右：ヨーク式)

2. 2 残容量・使用可能時間の計算方法

ポンベ内のガス容量(残容量V)と、そのガスが無くなるまでの時間(使用可能時間t)は、以下に示す(1)、(2)式を用いて計算できる。

$$V = (P/P_{max}) \cdot V_{FULL} \quad (1)$$

$$t = V/Q \quad (2)$$

- V: ポンベ内のガス容量(残容量) [ℓ] (1 atm)
- P: ポンベ内の圧力(残圧) [MPa]
- P_{max}: ガス充填圧力 (14.7 [MPa])
- V_{FULL}: 満タン時のガス容量 [ℓ] (1 atm)
- t: 使用可能時間 [min]
- Q: 使用流量 [ℓ/min]

さらに、病棟で使われる酸素ポンベの多くが3.4 ℓ (500 ℓ : 1 atm) タイプであり、充填圧が14.7 MPa (35℃) と決まっていることから、(1)(2)式は次のように簡略化することができる。

$$V \approx 147.06 \cdot P \quad (3)$$

$$t \approx 147.06P/Q \quad (4)$$

ポンベの残圧P [MPa]や使用流量Q[ℓ/min]は、レギュレータのアナログ式圧力計(レギュレータ指示圧力)と流量設定ダイヤルから読み取ることができる。

2. 3 酸素ポンベ準備作業時の行動分析と事故対策への取り組み

ポンベを用いた人工呼吸器は看護師が準備する。

そこで、実際の病棟において看護師がポンベをどのような手順で準備しているのか、その時の看護師の行動を調査・分析した。また同時に、各病院内での酸素残量未確認事故対策の取り組みについても調査した。調査・分析を行うにあたり、静岡県東部地域にある複数の病院の看護師に協力してもらった。調査・分析の結果、ポンベを準備するまでの看護師の行動の中に、事故の誘発に関わる重要な作業が三つあることが分かった。

1. ポンベを使用する患者の行動に合わせてポンベの最大使用時間を予測する。
2. 保管されているポンベの残圧と使用流量を読み取り 2. 2 節(3)、(4)式を用いて、残容量と使用可能時間を計算する。
3. 予測時間と使用可能時間を比べ、保管されているポンベの中から患者の使用状況に最も適したポンベを選定する。

調査した病院の多くは、これら作業を看護師の経験と勘に頼って行っており、特別な対策は取られていなかった。病院によっては、2. 3 節 2. の残容量と使用可能時間を求める作業に、決められた残圧値と使用流量値に対応した使用可能時間を予め求めておき、それらを一覧表としてポンベに取り付けておく事で、残容量と使用可能時間の把握や計算ミス無くす対策を施している病院もあった。しかし、2. 3 節 1～3 の作業全てに対して何らかの対策を施しているところはなかった。

3. 警報機能付き残量モニタの開発

3. 1 残量モニタの実現方法

残容量V [ℓ] (1 atm) と使用可能時間t [min] は、使用する酸素ポンベの ①ポンベ容積V_{FULL} [ℓ]、②残圧P [MPa]、③使用流量Q [ℓ/min]が分かれば、2. 2 節(3)、(4)式から求められる(①ポンベ容積を3.4 ℓ容量とした場合)。よって、①～③の情報を何らかの形で取得し、それらをマイコン等に入力できれば警報機能付き残量モニタの実現は可能である。これらの情報の取得方法として、圧力計や流量計といったセンサ類をレギュレータに取り付ける方法が容易に考えられる。しかし、医療現場で

用いられているレギュレータは、クラス I に分類される一般医療機器となっているため、センサ類を取り付けるための改造等が行えない。そのため、レギュレータの改造を行わずにこれらの情報を取得する方法を考案する必要がある。伊藤ら³⁾や藤田ら⁴⁾は、油温計や圧力計といったアナログメータの指示値を自動的に取得する方法として、画像処理を応用したアナログメータの自動読み取り手法を提案している。しかしこの方法では、CCD等のイメージセンサが必要となるため、病院内のような照明強度が一様でない場所では、センサのセッティングや調整に手間がかかり、高い認識率を確保するのは難しいと考えられる。そこで本研究では、医療現場へ手軽に導入でき、安価で小型な残量モニタの実現を目指し、先ず、①～③の情報をユーザが入力するタイプの残量モニタの試作機開発を行うこととした。

開発を行うにあたり、看護師からの聴き取り調査を行い、必要な入力情報の洗い出し、使いやすい入力インターフェース (IF) 等を検討した。その結果、病院内では3.4ℓ容量のボンベしか使われないことから、ボンベ容積は3.4ℓ固定とし、レギュレータ指示圧力と使用流量のみを入力情報として使用することとした。また、入力IFとしてロータリーエンコーダを用いたダイヤル式を採用した。

3. 2 ユーザ入力型残量モニタ

試作機として、残圧と使用流量をユーザが入力する、ユーザ入力型警報機能付き残量モニタを開発した。

開発モニタは、メインスイッチ (左側面)、圧力、流量設定ダイヤル (右側面)、情報表示用LCDおよび設定変更/ブザー停止用スイッチ (上面) から構成されており、LCD上段には圧力[MPa]と流量[ℓ/分]が、下段には使用可能時間[h-min-s]が表示される。モニタの外観を図3に、仕様を表2に示す。

開発モニタには設定モードとカウントダウンモードの二種が用意されている。電源投入後は、圧力5.0MPa、流量1.5ℓ/minが初期値としてセットされた設定モードに入る。ユーザはこの状態 (設定モード) で、ボンベの残圧であるレギュレータ指示圧力と使用流量を圧力、流量設定ダイヤルを使い入力す



図3 ユーザ入力型残量モニタ

表2 残量モニタの仕様

項目名	内容
対象ガスボンベ	医療用酸素ガスボンベ (最大容量500[ℓ]型)
最大充填圧	14.7[MPa]
警報発生充填圧	5.0 [MPa]
設定可能流量値	0、1、1.5、2～7、9、12、15 [ℓ/min] の12種類
動作電圧	6.0 [V]
電源	コイン形リチウム電池 CR2016×2個
警報音種類	可聴域、方形波
寸法 (H×W×D)	60[mm]×135[mm]×38[mm]
重量	148 [g] (電池を除く)
付属品	レギュレータ取り付け治具

る。この時LCD上には、入力した圧力と流量値およびその二つの値から計算される残り時間がリアルタイムに表示される。設定モード中、ユーザからの入力操作が5秒間無ければ自動的にカウントダウンモードに移行し、残り時間のカウントダウンが開始される。警報音は、残り時間から逆算して求められる残圧値が、5MPaを下回ると発せられる。尚、カウントダウンモードでは、入力情報の受付は行えないようになっている。

3. 3 性能評価

開発モニタの基本性能 (タイム性能と圧力計算性能) を評価するために以下の実験を行った。

(1) タイマ性能評価実験

タイマ性能は、開発モニタのタイマと基準タイマを同時に動作させ、LCD上に表示されるカウント値を5分おきに60分間カメラで記録し、記録画像から基準タイマに対する時間のずれを調べることで評価した(図4)。尚、基準タイマには、平均月差±1分以内のストップウォッチ(シチズン時計(株)Q&Q HS44)を使用した。

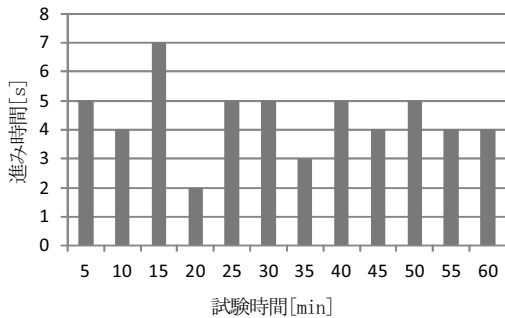


図4 開発モニタのタイマ性能

図4より、開発モニタのタイマは、60分で53秒の時間進みが生じる事が分かった(5分間で平均4.5秒早く進む)。これは、開発モニタに使用されているマイコンのクロック精度に起因する問題であり、マイコンクロックに高精度水晶発振子を使用することで解決できる。また、時間が速く進む分には、安全側に警報機能が働くためこのまま使用しても問題ないと考えられる。

(2) 圧力計算性能評価実験

圧力計算性能は、3.4 l 容量のボンベに、14.7 MPaで充填された満タンの酸素(500 l : 1 atm)を、流量5 l/minで使い切る(ボンベ内圧が大気圧0.1MPaになる)まで使用した時の、開発モニタ圧力値(計算によって求められるボンベ内圧の予測値)とレギュレータ圧力値(実際のボンベ内圧を示す実測値)の変化を調べ、両値を比較することで評価した(図5)。尚、両値とも1分おきにサンプリングした。

図5より、モニタ圧力値とレギュレータ圧力値は、6 MPaまでは同様の減少を示したが、6 MPaを下回ると、レギュレータ圧力の減少勾配が変化し両圧力値に開きが生じてくる事が分かった。これはレギュレータの性能に起因

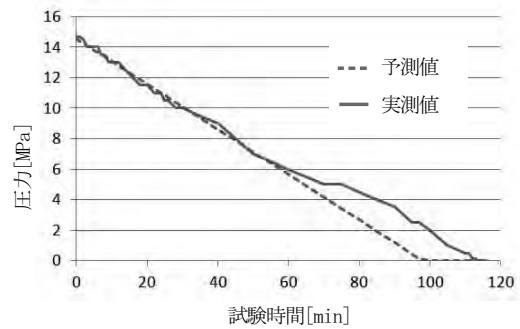


図5 開発モニタの圧力計算性能

する問題であると考えられる。今回実験に使用したレギュレータでは、6 MPa付近から指定流量値を維持できなくなり減少していく現象が確認されている。そのため、圧力の減少も6 MPaを境に緩やかとなり、今回のような実験結果になったと思われる。この現象は使用流量が大きくなるほど顕著に表れると考えられるため、何らかの補正機能をモニタに持たせる必要がある。

4. まとめ

本研究では、医療現場での酸素残量未確認事故を防止するための一策として、ボンベに装着可能なユーザ入力型警報機能付き残量モニタを提案し試作機を開発した。またその基本性能を評価し、開発モニタが実使用上問題ない性能を有している事を確認した。本研究で開発したようなユーザ入力型のモニタであれば容易に実現可能であるため、医療現場への導入はしやすい。しかしこの方式では、使用者(看護師)の誤操作、誤入力による誤警報の危険性が高く、酸素残量未確認事故を無くすための根本的な解決策とはならない。そのため、何らかの形でレギュレータ指示圧力や使用流量値を、レギュレータの改造無しに取得でき、残量や使用可能時間を自動にモニタリングできる装置の開発が望まれる。今後は、これら情報を自動取得する方法を確立していくとともに、実用性の高い全自動残量モニタの実現を目指して開発を継続していく。

謝辞

本研究は、財団法人しずおか産業創造機構医療機

【報告】

器等開発可能性調査の助成を受けて行ったものであり、関係各位に感謝の意を表す。また、試作機製作において多忙な中協力してくれた、静岡県立沼津技術専門学校鈴木健三先生、竹居翼先生に感謝する。

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事業部：酸素残量の未確認，医療安全情報集，132～133（2011）.
- 2) 畑村洋太郎：失敗学のすすめ，86-88，講談社文庫（2005）.
- 3) 伊藤憲彦他：アナログメータのデジタル画像を用いた自動読み取り手法，電力中央研究所研究報告，No.R04020，1-19（2005）.
- 4) 藤田悠介他：画像処理によるアナログメータ自動読み取り，電気学会論文誌C（電子・情報・システム部門誌），Vol.129,No.5，901-908（2009）.

微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第4報)

— 大腸菌を宿主とするインフルエンザウイルス核タンパク質の組換え生産技術の構築 —

微生物抗体開発プロジェクトスタッフ 室伏敬太 松野正幸 太田俊也

Efficient Single-chain antibody production using Microorganisms (4th report)

— Cloning and expression of influenza virus nucleoprotein in *Escherichia coli* —

Keita Murofushi, Masayuki Matsuno and Toshiya Ohta

1. 諸言

インフルエンザウイルスの核タンパク質 (NP; Nucleoprotein) は、ウイルス粒子表面の糖タンパク質に比べて変異が起きにくいことから、インフルエンザウイルス検査薬用の抗体のエピトープとして有効な部位である。核タンパク質を組換えタンパク質として調製することは、検査薬用抗体の作製及び評価に重要であり、特に新型ウイルス発生時には迅速な調製が求められる。核タンパク質の組換え生産にはバキュロウイルス-昆虫細胞系が用いられることが多いが、発現株の樹立やタンパク質生産に長期を要する。本研究では、核タンパク質の迅速な調製を目的として、大腸菌を宿主とする核タンパク質の効率的な組換え生産手法を検討した。

2. 実験方法

大腸菌発現ベクターとしては、T7プロモーターが組み込まれたpETベクターが一般に用いられる。しかし、過去の文献を調査すると、pETベクターを用いた核タンパク質遺伝子の発現については、遺伝子の一部分のみのクローニングによる高発現 (15-20 mg/l) に成功した事例は報告されているが¹⁾、遺伝子全長の高発現についての詳細な報告は乏しい。沼津工業技術支援センターにおいても、過去にpETベクターを用いた核タンパク質遺伝子全長の発現を試みたが、発現量が非常に低いことが問題であった²⁾。

そこで、本研究では発現が難しいタンパク質の発現に定評のあるコールドショックベクターを用いた発現系を構築して、核タンパク質の発現を評価した。

2. 1 核タンパク質遺伝子の調製

インフルエンザウイルスのRNAに対して逆転写ポリメラーゼ連鎖反応 (RT-PCR) を行い、増幅した核タンパク質遺伝子の塩基配列をシーケンス解析によって決定した。

2. 2 大腸菌発現ベクターへの遺伝子導入

遺伝子工学的手法により、核タンパク質遺伝子全長を、3種の大腸菌発現ベクター (pET100, pColdI, pCold ProS2) へ導入した。なお、精製を考慮して、核タンパク質遺伝子の下流にアミノ酸8残基から成るStrep-tag配列 (WSHPQFEK) を付加した (図1)。

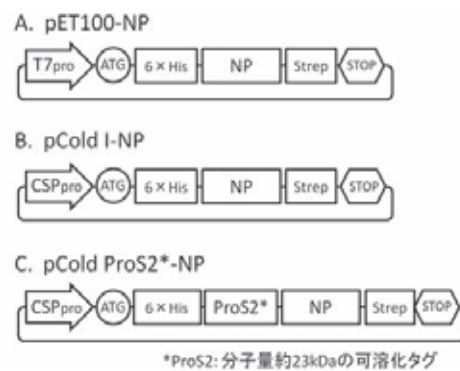


図1 研究で作製した大腸菌発現ベクターの概略図

2. 3 発現の評価

作製した発現ベクターで大腸菌を形質転換させて、以下の手順で発現の誘導及び評価を行った。

- (1) 抗生物質アンピシリンを含むLB培地に大腸菌コロニーを植菌して、OD₆₀₀=0.4に達するまで37°Cで振盪培養した。
- (2) 培養液を15°Cに冷却して30分間静置した後に、IPTG溶液を終濃度0.2mMとなるように加えた。

【ノート】

- (3) 15℃で24時間振盪培養を行い、発現を誘導させた。
- (4) 遠心分離によって培養液から回収した菌体を、50mMリン酸緩衝液 (pH=7.0) に懸濁して、超音波処理で大腸菌を破碎した。
- (5) 遠心分離で破碎液より可溶性画分及び不溶性画分を回収して、SDS-PAGEで発現を評価した。

3. 結果及び考察

過去に沼津工業技術支援センターでクローニングされたA型インフルエンザウイルス3株の核タンパク質遺伝子³⁾を、それぞれ3種の大腸菌発現ベクターに導入して、合計9種の発現ベクターを作製した。

作製したベクターで大腸菌BL21を形質転換して、可溶性画分の発現をSDS-PAGEで評価したところ、pET100ベクターを用いた場合は3種の核タンパク質 (分子量約58kDa) 全てについて、発現が目視では確認できなかったが、pCold ProS2ベクターに導入した3種の核タンパク質遺伝子は可溶化タグと融合した状態 (分子量約82 kDa) で可溶性タンパク質として発現していることが確認できた。(図2)

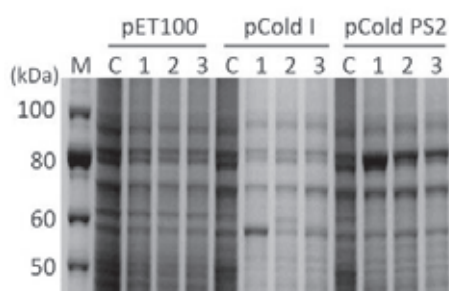


図2 各発現ベクターの可溶性画分のSDS-PAGE

不溶性画分についても、SDS-PAGEで評価したところ、pET100ベクターを用いた場合は発現が確認できなかったが、pCold ProS2ベクターを用いた場合は、高い発現が確認された。(図3)

不溶性画分に強い発現が確認されたことから、発現条件の改善を検討する必要があるが、pCold ProS2ベクターは、インフルエンザウイルス核タン

パク質を可溶性タンパク質として効率的に発現させることができることが示唆された。

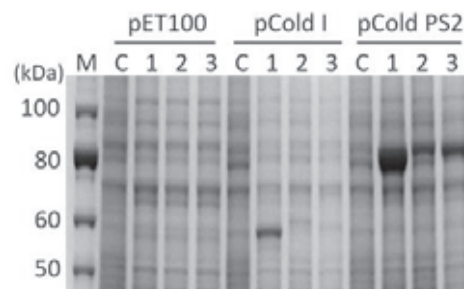


図3 各発現ベクターの不溶性画分のSDS-PAGE

また、B型インフルエンザウイルスについても2株より新たに核タンパク質遺伝子を調製して、pCold ProS2ベクターに導入して発現を評価したところ、可溶性タンパク質として発現していることが確認された。

4. まとめ

A型インフルエンザウイルス3株及びB型インフルエンザウイルス2株由来の核タンパク質遺伝子をpCold ProS2ベクターに導入して大腸菌に発現させたところ、全ての核タンパク質が可溶性タンパク質として効率的に発現することが確認された。

参考文献

- 1) Bao YH et al. : Recombinant expression of human influenza A virus nucleocapsid protein and its antigenicity analyses, Chinese Journal of Experimental and Clinical Virology, 22 (3), 208-210 (2008).
- 2) 太田俊也他：微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第1報) —インフルエンザウイルスA型核タンパクの遺伝子解析—, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第4号, 115-116 (2011).
- 3) 松野正幸他：微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第2報) —インフルエンザウイルスA型核タンパク質の大腸菌発現系の構築—, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第4号, 113-114 (2011).

微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第5報)

— 大腸菌を宿主とするインフルエンザウイルス核タンパク質の作製および精製 —

微生物抗体開発プロジェクトスタッフ 松野正幸 室伏敬太 太田俊也

Efficient Single-chain Antibody Production Using Microorganisms (5th report)

— Production and purification of influenza virus nucleoprotein in *Escherichia. coli* —

Masayuki Matsuno, Keita Murofushi and Toshiya Ohta

1. 緒言

我々は、抗原とするインフルエンザウイルスA(B)型の核タンパク質 (FA(B)N; influenza A(B) virus nucleoprotein) 遺伝子を、コールドショック発現ベクター-pCold ProS2に導入することで、目標の核タンパク質を迅速かつ大量に誘導発現するpCold ProS2-FA(B)Nプラスミドベクターを開発した¹⁾。これらを用いてFA(B)Nを大量に誘導発現させた後、高純度の核タンパク質を得るために、二段階の液体クロマトグラフィーによる精製を試みたので、実験手法および結果について報告する。

2. 実験方法

大腸菌破碎液上清から目標の核タンパク質を精製する際、これまでHis-tagと親和性を持つニッケルカラムを用いてきたが、得られたタンパク溶液には夾雑タンパク質が含まれており²⁾、抗体探索用の抗原としては純度が不十分であった。そこで、これまでのHis-tag精製に加えて、新たな精製用タグを付加して二段階精製を行い、高純度の核タンパク質を得ることを検討した。タンパク質精製のタグは多岐にわたる³⁾が、今回作製しているFA(B)Nは分子量が約82 kDa(88 kDa)とかなり大きいため、新たなタグはできるだけ低分子量であることが望ましく、かつ高純度に精製できるもの選抜した結果、Strep-tagを採用した。これはアミノ酸8残基からなる低分子タグであり、Strep-Tactinとの強力な親和性で高純度の精製ができることを期待した。

2.1 核タンパク質の大量培養および精製

(1) pCold ProS2-FA(B)Nを導入し、形質転換

されたFA(B)N発現大腸菌を1 ℓスケールで培養し、対数増殖期となった段階でIPTG添加による発現誘導を行い、目的のタンパク質を発現させた。

(2) 遠心分離によって回収した菌体を超音波破碎装置 (SONIFIER450, BRANSON製) で破碎して、FA(B)Nを含む破碎液を回収した。

(3) (2)で 回収した破碎液を、分取型液体クロマトグラフィー装置(AKTA FPLC, GEヘルスケア・ジャパン(株)) により精製した。まずはHisTrap HP (GEヘルスケア・ジャパン(株)) カラムを用いてHis-tag精製を行った。破碎液をカラムに通じて担体に結合させた後、溶液中のイミダゾール濃度を上昇させることで抗原タンパク質を溶出させ、フラクションを回収した。

(4) (3)で得たタンパク質溶液をさらにStrepTrap HP (GEヘルスケア・ジャパン(株)) カラムに通じてStrep-tag精製を行った。溶液中のタンパク質を、担体に固定化されたStrep-Tactinテトラマーに結合させた後、Strep-tagの競合剤であるデスチオビオチンの液中濃度を上昇させることで核タンパク質を溶出させ、フラクションを回収した。

(5) (4)の精製液を限外ろ過により濃縮した。

2.2 精製した核タンパク質の評価

インフルエンザ抗原性の有無を検査するイムノクロマトグラフィー (IC) キット (イムノエース、(株) タウンズ製) により、精製液の抗原性を確認した。

【ノート】

3. 結果および考察

分取型クロマトグラフィーによるStrep-tag精製結果を図1に示す。His-tag精製したFBN溶液をStrep-Tactinカラムに通じ、Strep-tag精製を行った。15 ml付近からデスチオピオチン濃度を徐々に高くし、サンプル流量17 ml付近で目標の核タンパク質に由来するピークが現れたため、付近のフラクションを回収し、限外ろ過フィルタにより濃縮した。

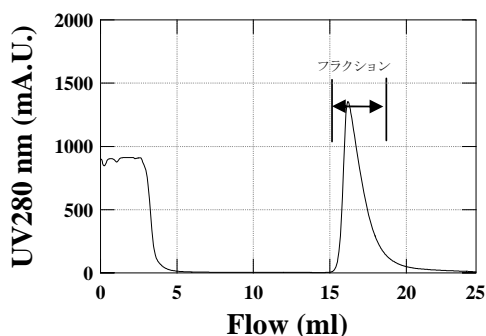


図1 Strep-Tactinカラムを用いたFBNの精製

得られた精製液をSDS-PAGEに供した結果、インフルエンザB型抗原タンパク質と推定される約88 kDa付近に単一のバンドが確認できた(図2)。これまでHis-tag精製だけでは単一の核タンパク質を得られなかったが、この結果によりStrep-tag精製が有効であることが示された。

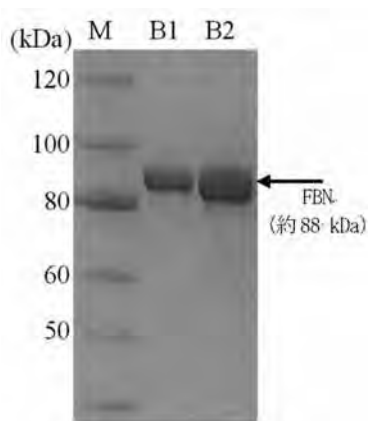


図2 精製したインフルエンザB型核タンパク質のSDS-PAGE (FANの結果は省略)

続いて、ICキットによりこれらのフラクションの抗原性を調べたところ、FluB抗原性が認められ、抗原濃度がICキットのバンド強度に対応することを確認した(図3)。

また、インフルエンザウイルスA型についても、

同様の手法により核タンパク質を主成分とする精製液を作製した。これらの作製抗原は、濃縮しても不溶化することもなく、マウスへの免疫源や抗体探索用に利用可能と推定された。

FBNの質量 (ng)	ICキット写真
650	
65	
6.5	
0.65	
ProS2 (10 ng) (コントロール)	

図3 ICキットによる希釈系FBN抗原性の判定 (FANは省略)

4. まとめ

大腸菌を宿主として、pCold ProS2ベクターに導入されたA型インフルエンザウイルス3株およびB型インフルエンザウイルス2株由来の核タンパク質を1 lスケールで培養し、ニッケルカラムおよびStrep-Tactinカラムで二段階精製した結果、マウス免疫に必要な量の核タンパク質を高純度かつ高濃度で得ることができた。

参考文献

- 1) 室伏敬太他：微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発(第4報)-大腸菌を宿主とするインフルエンザウイルス核タンパク質の組換え生産技術の構築-, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第5号, 96-97 (2012).
- 2) 松野正幸他：微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発(第2報)-インフルエンザウイルスA型核タンパク質の大腸菌発現系の構築-, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第4号, 113-114 (2011).
- 3) K. Terpe: Overview of tag protein fusions: from molecular and biochemical fundamentals to commercial systems, Applied Microbiology and Biotechnology, 60, 523-533 (2003).

微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発 (第6報)

— バイオパンニングによる抗インフルエンザウイルスscFv抗体群のスクリーニング —

微生物抗体開発プロジェクトスタッフ 太田俊也 松野正幸 室伏敬太

Efficient Single-chain antibody production using Microorganisms (6th report)

— Screenig of anti - influenza virus scFvs by Biopanning —

Toshiya Ohta, Masayuki Matsuno and Keita Murofushi

1. 緒言

我々は、インフルエンザウイルスA型 (FluA) の核タンパク (NP) に対する抗体及びその遺伝子を獲得するために、迅速な抗体調整法として知られているファージディスプレイ法を実施した。今回は、前報^{1) 2)}で作製した精製組換え抗原を用いたバイオパンニング手法による抗体遺伝子群の濃縮までを報告する。

なお、本報告で作製する抗体は、重鎖可変領域と軽鎖可変領域をリンカー配列で結合した一本鎖可変部抗体 (scFv : single chain Fv) である。

2. 実験方法

2. 1 抗体遺伝子ライブラリー

FluA-NPで免疫したマウス脾臓細胞遺伝子源として、Tag配列を導入したpCANTBファージミドベクターを用いて、A. R. Popeらの方法³⁾に準じて作製した 10^8 規模の抗体遺伝子ライブラリーを用いた。

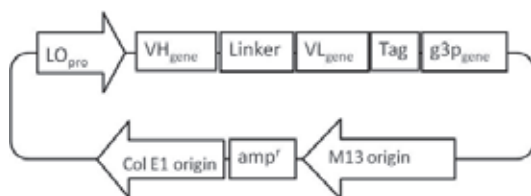


図1 pCANTABファージミドベクターの概念図

2. 2 バイオパンニング

バイオパンニングは次の方法で行った。

(1) マイクロプレート (マキシソープ、NUNC) の2レーンに抗原であるFluA-NPの組換えタンパクを適量のPBS緩衝液に溶解し、各ウエ

ルに $100 \mu l$ ずつ添加後、オーバーナイト、 $4^\circ C$ で静置し、吸着限界の十分量を固相化した (抗原プレート)。

(2) 抗原プレートを洗浄後、5%スキムミルク-PBSで、室温3時間静置し、ブロッキングを行った。

(3) 5%スキムミルク-PBS中に溶解させたファージ抗体ライブラリー (1×10^{13} Cfu程度) を抗原プレートに加え攪拌後、室温にて1時間静置した。

(4) 抗原プレートをPBSで5回洗浄後、終濃度0.1 Mとなるようにグリシンを加え、ときどき攪拌し室温に置いた。

(5) 20分後、5mlチューブに抗原プレートの溶液の全量移して1/4量の2 M Tris-HCl (pH6.8) を加えて中和した。

(6) 中和したファージ溶液を、 $2 \times$ YT培地 (Difco) 中で濁度OD約0.5まで生育させて大腸菌XL1-blueに加えて、 $37^\circ C$ 1時間振とう培養して感染させた。

(7) 培養液の一部を適宜に希釈し $2 \times$ YTGaプレート ($2 \times$ YTに終濃度が2%グルコースと $100 \mu g/ml$ アンピシリンナトリウムとなるように加えた寒天プレート) に撒いた後、残りの培養液を $2 \times$ YTGaに懸濁し、1時間、 $37^\circ C$ で振とう培養し、M13helper phage (予想されるファージよりおよそ2ヶタ多い数) を添加後1時間、 $37^\circ C$ で培養し、さらに $50 \mu g/ml$ となるようにカナマイシンを加え、 $30^\circ C$ でオーバーナイト培養した。

(8) 培養終了した菌液を遠心し、その上清をPEG沈法によりファージを回収調整し2回目のスクリーニングに用いた。

(9) この操作を6回繰り返す、回収率が上昇したところで、いわゆるポリファージを1次抗体としたELISA試験を実施した。

2. 3 ポリファージELISA

(1) 抗原プレートとそのブロッキングは、2.2節(1)(2)と同様に準備した。

(2) 1次抗体は、バイオパンニングの各ラウンドのファージ溶液を50 μ lに5%スキムミルク/PBS溶液を等量添加し調整した。抗原プレートに1次抗体を添加し、良く攪拌後1時間室温に静置し、PBSで4回洗浄した。

(3) 2次抗体は、HRP標識Anti-M13antibody Conjugate (GEヘルスケア)を用い、付属マニュアル所定の濃度を5%スキムミルク/PBSで調整した。抗原プレートに2次抗体を添加し、良く攪拌後1時間室温に静置し、PBSで4回洗浄した。

(4) 発色基質であるABTS溶液を各ウェルに100 μ lずつに添加し攪拌後、37°Cで20分間置き、405nmの吸光度をマイクロプレートリーダーで測定した。

3. 結果

バイオパンニングにおいて、その回数を増すごとに、FluA-NPに親和性のあるファージが濃縮されることが期待できる。そこで、ポリファージELISA試験を行なった。パンニング回数を横軸、吸光度を縦軸とした結果を図2に示す。この結果、パンニング操作4回目から反応が認められ、5回目、6回目でその値が顕著になった。このことにより、

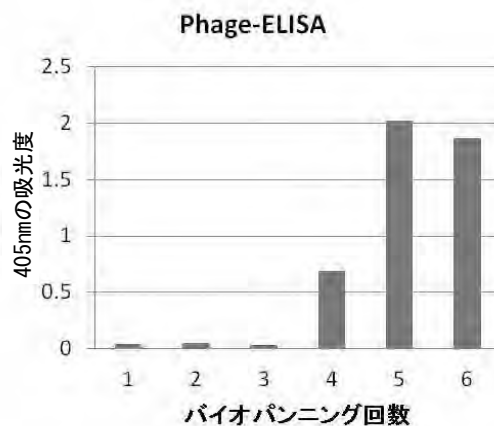


図2 ポリファージELISA

FluA-NPに吸着するファージが濃縮されたことが示唆された。

4. まとめ

FluA-NPの免疫ライブラリーより、バイオパンニング手法によりFluA-NPを認識する抗体遺伝子群を獲得できたものと推察した。

参考文献

- 1) 室伏敬太他：微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発（第4報）- 大腸菌を宿主とするインフルエンザウイルス核タンパク質の組換え生産技術の構築 -, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第5号, 96-97 (2012).
- 2) 松野正幸他：微生物を用いた一本鎖型抗体の生産技術の開発（第5報）- 大腸菌を宿主とするインフルエンザウイルス核タンパク質の作製および精製 -, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第5号, 98-99 (2012).
- 3) Pope, A.R. et al. : Antibody Engineering, a Practical Approach (1st Edn.), IRL Press, 1-40 (1996).

廉価な省力化支援簡易ロボット・システムの開発

機械電子科 望月建治 飯野 修 本多正計
飯塚千佳世

Design and Testing of a Robotic System Prototype for Low-Cost Automation

Kenji Mochizuki, Shu Iino, Masakazu Honda
and Chikayo Iizuka

1. はじめに

開発や生産の現場において、機器の自動化は、省力化やコスト削減のために、極めて重要である。ところが実際は、自動化できないままになっているケースが少なくない。その代表的な理由を現場の観察から推測すると、以下のようにまとめられる。

- 1) 手動操作を前提とした設計の機器なので、自動化そのものが想定外である。
- 2) 機器自体は自動化が考慮された設計であるが、高額なオプションを必要とする。
- 3) 複数の機器を連携させて自動化したいが、各機器のメーカーが異なるため、自動化作業を請け負ってくれるところを見つけられない。

つまり、自動化で得られるメリットに対して、必要なコストが納得できない程に大きいとの判断の結果、自動化を保留している状態にあると分析できる。

本研究では、簡易なロボットを活用することで、納得できるコスト負担で手早く自動化を実現する手法を提案し、それが可能であることを実験的に検証した。

2. 手法提案

2.1 基本コンセプト

人間が手なり足なりで操作し、制御することができていた機器であるならば、人間が行っていた操作を人間に代えてロボットに実行させることで、どのような機器であっても、原理的には自動化が可能である。

ロボットと言ってもこの場合、人間の機器に対する基本的な操作を模倣できさえすれば良く、例えば

機器の操作ダイヤルを回したり、押しボタンを押下したりするだけの機能に特化した単純なもので十分である。機能を限定することでロボットの単価を低く抑え、操作対象となるダイヤルやボタンの数と同数のロボットを導入する。1体のロボットには1つの操作対象だけを分担させ、それらを連携動作させることで目的の自動化を達成する(図1)。ロボットは担当する操作対象に適切な手段で固定されるが、操作動作時の反力に耐えられるだけの強度があれば良いので、堅固な固定は必須ではない。

2.2 単純置換アプローチの利点

以上のような単純置換アプローチは、無駄が多く実用性に乏しいとの評価もあるが、自動化のための作業にかけられる時間や費用が限られている状況では、むしろ優れた選択肢となり得る。このアプローチの利点を、以下に列举する。

- 1) 自動化対象となる機器について、取扱説明書レベルの知識があれば自動化が可能である。
- 2) 自動化すべき作業の手順を、ユーザが既に十



図1 単機能ロボットによる操作自動化の概念

分把握しているので、制御プログラムを迅速に開発可能である。

3) 自動化の対象機器に対して不可逆的な改造を施す必要が、基本的には無い。

4) 複数の機器を連携させたシステム化も可能。

3. 設計と実装

研究リソースに限りがあることから、試作ロボットはダイヤル操作を行うものに限定した。

3.1 設計方針

入手性の良い部品を用いて、製作の再現性に留意した。また、ロボットの故障時等でも、手動で操作対象のダイヤルが操作できる構造とした。

3.2 構成

試作したロボット（図2）は、ダイヤル操作を行うための本体部と、電力供給や制御を行う制御回路部から構成されている。ただし、制御回路部は、使用部品の選定や回路基板の形状を工夫すれば、十分に本体部の内側に収まる程度の回路規模である。

本体部は、大きく機構円筒部と作用円筒部に分けられる。サーボ機構は機構円筒部に収まり、その駆動軸上端は、ロボット故障等の際の手動操作用ダイヤルを兼ねる円筒カバー中心に締結されている。駆動軸下端は、作用円筒部カバー中心に空けられた穴を貫通し、その先端に操作対象と締結されるカップリングがある。制御系の構築にはArduino¹⁾を利用した。

用した。

3.3 動作テスト

当センターの油圧式材料強度試験機の油圧制御弁ダイヤルを操作対象として動作テストを行い、良好な回転制御を確認した。

また、精度に難はあるものの、ロボット上部円筒を介して触れている人間に回転運動をフィードバックできるので、テレグジスタンス（Teleexistence 遠隔存在感）のためのデバイスとして利用できることも確認した。

4. まとめ

単純な構造のロボットを、ダイヤル等に取り付けることで、低コストでの自動化が可能であることを示した。制御系に用いたArduinoは、C様の習得し易い言語により、初心者でも容易にプログラムを開発できる。コストに対して幅広い利用が可能なツールであるので、今後、開発や生産の現場への普及に努めたい。

参考文献

- 1) Arduino team : Arduino - Introduction, Arduino - HomePage (2012) ; <http://www.arduino.cc/en/Guide/Introduction/>

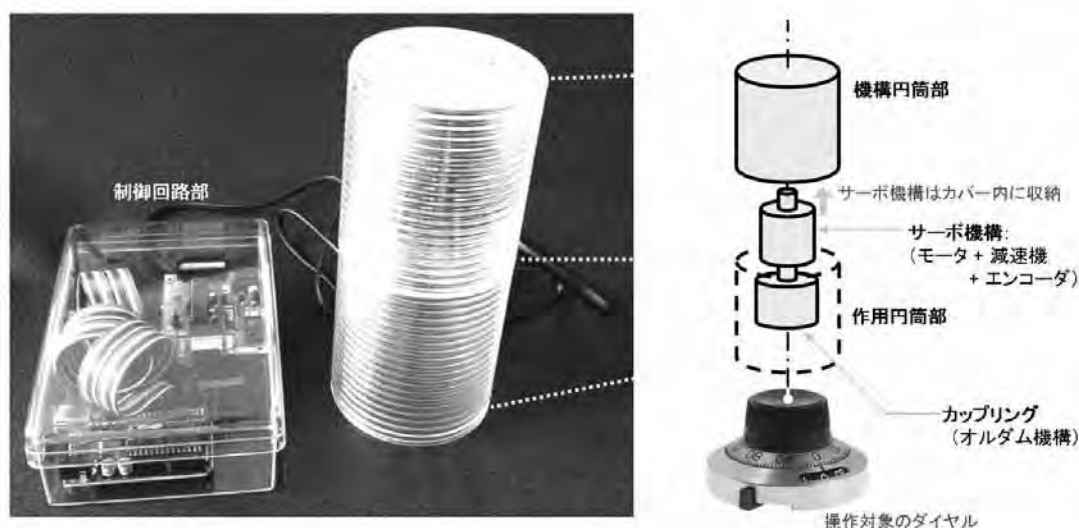


図2 試作した簡易ロボット

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE, FUJI

静岡県工業技術研究所
富士工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所
富士工業技術支援センター
静岡県富士市大淵2590番地1

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE, FUJI
2590-1 Obuchi, Fuji city, Shizuoka, 417-8550 Japan

高耐久性金型のための高度コーティング技術の開発

— プラスチック金型へのコーティング技術 —

高度コーティングプロジェクトスタッフ 高木 誠* 田中翔悟** 真野 毅**

Development of Advanced Coating Techniques for Molding

— Fine Micro Plate Forming Development of Coating Techniques for Plastic Elastmer Forming Mold —

Makoto Takagi, Shogo Tanaka and Tsuyoshi Mano

It is well known that anti-stick coating composed of Poly-Tetra-Fluoro-Ethylene (PTFE *cf.* TEFLON), but PTFE is weak for scratching and heating. So, we developed the advanced coating thin films consisted of fluoro-arkyle-silane mono-molecule-layer, combined on metal nitride (*cf.* TiN, TiAlN, CrN, *etc.*) layer as thickness about 5 micrometers. The new coatings used for plastic elastmer forming mold is maintained over three times than that of PTFE.

1. はじめに

プラスチック加工品は日常品として幅広く我々の生活で利用され、かつ生産量・生産額においても産業に大きな位置を占めている¹⁾。その加工に用いられる金型に対しては、近年、使用環境の過酷化、樹脂の多様化、製品形状の薄肉化などにより離型性や耐久性が求められるようになってきている。そうした企業側のニーズを受け、当プロジェクトでは、プラスチック金型の離型性向上を目的としたコーティング技術の開発を進めてきた。

一般的な離型性処理としてはフッ素樹脂加工がよく知られている。しかし、フッ素樹脂加工はフライパンなどの例でも判るように、使用に伴いフッ素樹脂の剥がれなどの離型性能の劣化が進む。研究では、まずフッ素樹脂加工品（以下、現行品と略す）の構造とその劣化プロセスについて調べた²⁾。

図1に電子顕微鏡（SEM）で観察した現行品の断面を示す。下地金属に起伏が大きく付けられ、起伏を埋める形でフッ素樹脂が覆っている。起伏は現行品表面を摩耗や衝撃から守ると同時にフッ素樹脂の密着性を上げる働きをしていると考えられる。

現行品の耐久テストを行って分析した結果、図2のように、表面のフッ素樹脂が変形し金属部がむき出しになる事が確認できた。

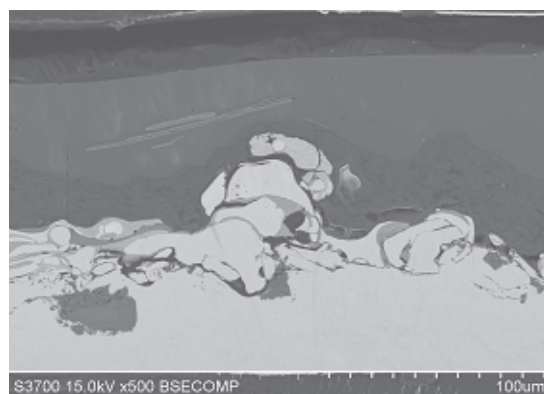


図1 現行品断面SEM画像
(下層の白色部が金属、上中層がフッ素樹脂)



図2 現行品表面SEM画像
(白色部が金属、グレー部がフッ素樹脂)

フッ素樹脂が熱、圧力や衝撃で変形、剥離して金属が剥き出しになると、その部分が離型性低下のきっかけになると考えられる。従って離型性の高い表面

*）現 機械電子科 **）現 静岡県工業技術研究所

は、フッ素樹脂の変形抑制が必要である。ただし、フッ素樹脂の改良は、大手化学メーカーをはじめとする多くの企業が進めており、同じ視点では差別化が図られない。そこで、本研究では新たな発想による、フッ素樹脂を使わず表面起伏を要しない、別種の離型性処理を開発する事とした。

2. 実験方法

離型性処理には物質間の親和性の低い低表面エネルギー材料を用いる必要がある。物質中で最も低い表面エネルギーを持つ分子構造は三フッ化炭素(CF₃)構造で、基本的にフッ化炭素化合物が離型性に優れるため、最も離型性に優れる材質はポリテトラフルオロエチレン(PTFE)となる³⁾。ゆえに、PTFE等のフッ素樹脂が離型性処理材料として利用されているが、フッ素樹脂を使わない離型性処理を目指すのであれば、CF₃またはCF₂構造を含む別種の材料の選択が必要である。その中で選択したのがフルオロアルキル系シランカップリング剤(以下、フッ素処理剤と略す)である。

シランカップリング剤は、シラン系結合基と修飾部からなる分子構造を持っている。シラン系結合基は物質表面の水酸基と反応・脱水結合し、修飾部はその性質によって結合部分の表面性質を変化させる。シランカップリング剤は主として有機材料と無機材料の親和性・接着性を高める処理などに利用され、修飾部がフルオロアルキル鎖の処理剤は表面に高い撥水性・撥油性を与える⁴⁾。

しかし、フッ素処理剤によって離型性処理された表面は摩耗に弱い。撥水・撥油層の厚さは最大でフルオロアルキル鎖の長さと同じ数ナノメートル程度撥油性は失われる。一般的用途であれば大きな問題とはならないため、フッ素処理剤による離型性処理はスマートフォンの表示画面などへ利用されているが、過酷な使用環境である金型等への応用となれば、十分な耐摩耗性を持たせる必要がある。この問題の解決方法として離型性処理下地に金属窒化物系薄膜を利用する事とした。

(図3)に現行品と開発品の構造模式図を挙げた。窒化チタン(TiN)、窒化チタンアルミ(AlTiN)

【報告】

等の金属窒化物系薄膜は高硬度、高耐摩耗性、高耐熱性で、切削工具や金型などへの応用が盛んである⁵⁾。金属やガラスなどと比較して耐摩耗性に優れた金属窒化物系薄膜上に離型性処理を行う事が可能なら、表面摩擦でも容易に離型性能が失われないと考えた。

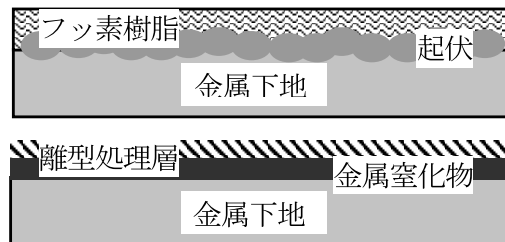


図3 現行品(図上)と開発品(図下)の模式図

金属窒化物には組成により硬度や密着性といった性質の違いがある。また、フッ素処理剤も修飾部や結合基の違いにより何種類ものバリエーションが存在する。どの組み合わせが目的に適しているのかがポイントとなった。

離型性の評価には接触角を求める事が一般的であるが、接触角は表面の微細形状の影響を強く受ける⁶⁾。同じ素材を使った場合でも、表面形状によって接触角は大きな違いを生じる。このような、微小な表面形状制御によって撥水・撥油性能が上がる現象は、「蓮の葉効果(Lotus effect)」と呼ばれ、各所で精力的な研究が進められている⁷⁾。しかし、金型用途で樹脂等に対する離型性を考えた場合、溶融した樹脂の表面張力は水に比べて小さい上に、圧力によって微細形状に「押し込まれる」状態にある。この場合、接触面積を低下させて接触角を大きくする微細形状は、樹脂との接触面積を増大させるため

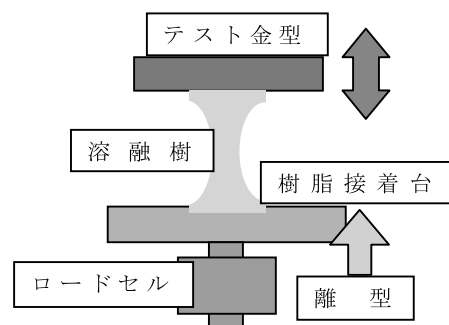


図4 テスト金型と樹脂間の離型力測定の様式図

【報告】

に、離型性能は下がる事になる。つまり、接触角は樹脂金型における離型性を示す指標としては不適當である。そのため、新たに離型性を示す指標が必要となった。そこで、金型における離型性評価の直接的な指標として、対向した金型間に樹脂を加熱して挟み圧力を掛け、その後、樹脂を引き剥がす力を測定することで離型性の指標とする手法を考案し、図4のようなテスト装置を作成した。

3. 結果及び考察

離型性テスト機において、各種の金属窒化物系薄膜とフッ素処理剤を組み合わせたテスト金型を利用し、熔融樹脂片をプレスして引き剥がし力（離型力）をロードセルによって測定した。経時変化を確認するため、プレスは回数を重ねて行い、樹脂と金型の間で糸引きが生じた場合は不良とした。テスト回数を横軸に取り、離型力を縦軸にとったのが（図5）のグラフである。

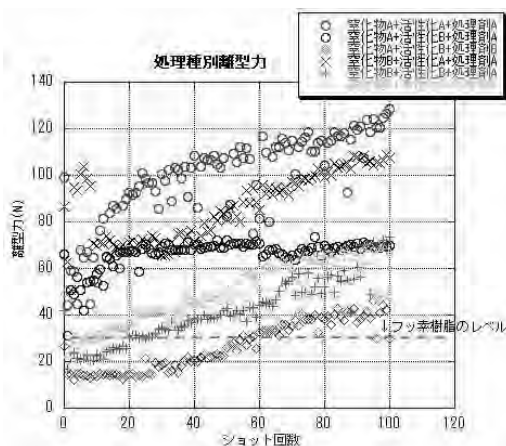


図5 処理種別離型力測定結果

実験では基準としてフッ素樹脂加工サンプルについて示してあるが、実際にはフッ素樹脂加工サンプルは数回で損傷したためおおよその目安としている。結果として、金属窒化物とフッ素処理剤の違いにより離型性能や離型性能変化に差があることが判った。初期はフッ素樹脂に匹敵した離型性能があっても、漸次離型力が上昇する。これは、離型処理の効果が徐々に落ちていると思われる。しかし、表面硬度からは数回のプレスで容易に摩耗したとは考えにくい。また、離型性が低下している場合でも、糸引きや付着等は生じていないため、摩耗とは別のメカニズム

が離型性低下をもたらしていると考えた。

その点を調べるため、離型性が低下したサンプル表面の離型性薄膜の状態を分析した。離型性薄膜は極めて薄いため、最表面の元素検出が可能な二次イオン質量分光法（SIMS）を分析に用いた。SIMSは、真空チャンバー中で大質量イオン（例：Gaイオン）ビームを照射し、サンプル表面に衝突させて再放出された表面を構成する元素組成を分析する手法である。特に分子の破片（フラグメント）を高感度に検出することで、表面がどのような分子構成かの知見を得ることが出来る。テストプレスによって離型性が低下したサンプル表面の元素分析を行い、マッピングした結果が図6である。

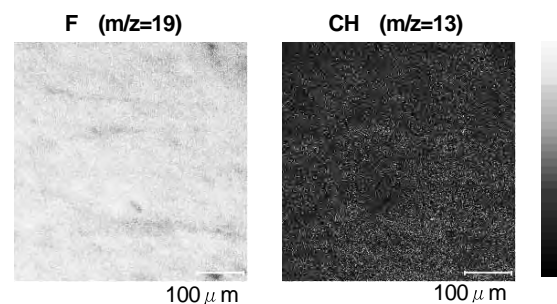


図6 金型表面のフッ素(F)と炭化水素(CH)の被覆分布 Fが高濃度で検出されている

サンプル表面には炭素、フッ素の化合物が検出され、下地の金属窒化物も少量検出されている。表面がフッ化炭素化合物によって全面被覆されていることから、離型性能低下が薄膜の摩耗ではない事が明らかである。

離型性劣化原因として考えられるのは、以下のようなメカニズムである。フッ素処理剤による離型性薄膜は表面全体を被覆しているが、結合基は下地表面の原子全てと結合しているわけではない。下地表面全てと結合している膜は自己組織化単分子（SAM）膜と呼ばれるが、そのような状態は一般的な部材表面などには実現出来ない⁸⁾。したがって、薄膜は微小な領域で結合部分と未結合部分のモザイク状になっていることが予想される。この結合部分が多いほど離型性能は高くなるが、結合部分が多いものと少ないものの差は、接触角測定では液体の表面張力が大きく、未結合部分の影響を受けないために見出すことが出来ない。しかし、この差はテスト

プレスの初期離型性能にも反映していると思われる。そして、この未結合領域に少しずつ樹脂残渣のようなものが付着し、次の残渣や樹脂の付着の取っ掛かりとなっていると思われる。このようなメカニズムからは、離型性低下はある程度進行すると、飽和する事が予想されるが、実際のテストでも離型性低下は一定値付近で飽和する事が明らかになっている。この結果から、結合部位を増やし、被覆密度を上げるような下地と処理剤、処理方法の組み合わせを選択する事とした。その結果、初期はフッ素樹脂の離型性に匹敵し、その後の離型性低下も緩やかで飽和する金属窒化物膜とフッ素処理剤の組み合わせを見出すことが出来た。

4. まとめ

テストで最も優れた離型性能を示した組み合わせからなる離型性コーティング膜を実際の現場で適応したところ、従来、フッ素樹脂加工で対応していた場合と比較して、寿命が3倍以上となる事が確認出来た。

また、このコーティング膜は離型性能と耐摩耗性が優れる以外に、

- コーティング膜が極めて薄いために、被コーティング材の寸法精度に影響を与えない
- 密着性を上げるための起伏加工が不必要なため、鏡面への処理にも対応できる
- 膜が薄く処理剤使用量も少ないため、コーティング部分損傷においても異物混入の可能性が小さいといった、フッ素樹脂に無い利点があるため、型以

【報告】

外への応用も進めている。現在では、様々な分野への応用展開を進めているところである。

謝辞

本研究を進めるにあたり、二次イオン質量分光装置の使用等で御協力頂きました旭化成株式会社基盤技術研究所スタッフの方々に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 経済産業省大臣官房調査統計グループ編：平成21年工業統計，経済産業省（2012）.
- 2) 高木 誠 他：高耐久性金型のための高度コーティング技術の開発，静岡県工業技術研究所研究報告，第3号，94-95（2010）.
- 3) E.F.Hare et al. : Properties of films of absorbed fluorinated acids, J.Phys. Chem., 58, 236-239 (1954).
- 4) 特開平11-158648：表面処理方法（1999）.
- 5) O.Knotek et al. : On structure and properties of sputtered Ti and Al based hard compound films, J.Vac.Sci.Technol., Vol.A4, 2695-2700 (1986).
- 6) 河合 晃：コーティング技術の理論と現象，コンバーテック，6月号，41（2010）.
- 7) W.Barthlott et al. : Purity of the sacred lotus, or escape from contamination in biological surfaces, Planta, 202, 1-8 (1997).
- 8) 穂積 篤：金属表面のはっ水/超はっ水処理の最新動向，機能材料，Vol.30, No.12, 41（2010）.

ダイカスト金型用高耐久コーティングの開発

高度コーティングプロジェクトスタッフ	田中翔悟*	高木 誠**	真野 毅*
東洋電産株式会社	杉平 力	平松 悟	
ビヨonz株式会社	植松祐介	遠藤浩久	安井和夫
	田中隆義		

Development of Highly-Durable Coating Techniques for Casting Die

Shogo Tanaka, Makoto Takagi, Tsuyoshi Mano,
Chikara Sugihira, Satoru Hiramatsu, Yusuke Uematsu,
Hirohisa Endo, Kazuo Yasui and Takayoshi Tanaka

In order to reduce the cost of repairing or replacing the mold, a method of extending the life of the casting dies is strongly required. In this study, microstructure-controlled PVD coating techniques to improve the durability of aluminum die-casting molds were developed. The practical performance of the developed coating was evaluated using a coated die component intended for use in an aluminum die-casting machine. The result shows that CrN or TiAlN multilayer coating can improve the resistant to erosion of die components.

1. はじめに

ダイカスト法は、熔融金属を金型に高速、高圧注入し、精巧な鋳物を大量生産する鋳造法である。近年では、高速生産によるサイクルタイムの短縮、成型精度の向上による後加工の簡略化などへの要求が強まり、型寿命の延長などダイカスト金型の性能向上が急務となっている。

ダイカスト法による製造は、以下のような工程で行われる。

- ① 離型剤の散布、型締め
- ② 溶湯の注入、冷却、凝固
- ③ 型開き、製品の取り出し

溶湯に直にさらされるにも関わらず高い形状精度が必要とされる金型は、熔融金属との反応、さらには水冷及び離型剤の散布による急冷から生じる熱衝撃で早期に劣化してしまう。金型の劣化は生産性を大幅に悪化させるため、ダイカスト金型部材には熔融金属との低反応性や耐熱衝撃性などの一層の向上が望まれている。

金型の劣化原因の一つである溶損（熔融金属との反応による母材の損傷）を防ぐ手法として、PVD

法（物理気相蒸着法）によるコーティングが注目されている。PVD法の一つであるAIP法（アークイオンプレーティング法）は、真空中でのアーク放電によって固体の蒸発源を蒸発させ、負の電圧を印加した基材上に引きこむことによって膜を形成する手法である。成膜中に窒素ガス等を導入することによって得られる金属窒化物の膜は、高い耐熱性および硬度と、比較的の高い密着性を有し、ダイカスト金型の溶損を抑制するのに適した手法であると考えられる。しかし、AIP法では、基材との密着性の向上や膜自体に存在する欠陥の低減が課題となっていた。本研究では、新成長戦略研究（平成21年度～23年度）として、ダイカスト金型の耐久性を向上させるコーティング技術の開発を行った。コーティングの耐久性についての基礎試験を通じて膜構造および成膜プロセスを改良し、得られた高耐久性のコーティングを施した金型部材についてダイカストマシン実機での性能を確認した。

*）現 工業技術研究所 **）現 機械電子科

2. 実験

2.1 コーティング試験片の溶損試験

図1に示す試験装置を用いて、PVDコーティングした部材の溶損に対する耐久性を評価した。丸棒形状の試験片（SKD61材、φ10mm×100mm）に、マルチアーク成膜装置（日新電機㈱製：M500C-033）によりイオンプレーティング法でコーティングを施した。溶融したアルミ合金（ADC12材）中に試験片を50mm浸漬し、試験片を取り付けた治具を回転させ、所定時間経過後に取り出した。表面に付着したアルミ合金を除去した後に重量測定を行い、溶損量を算出した。溶損試験後の試験片について、デジタルマイクロスコープ（キーエンス㈱製：VHX-100）により観察した。

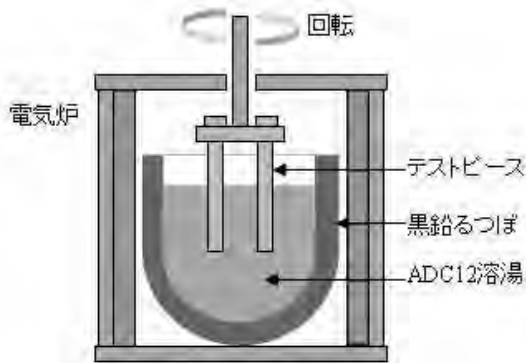


図1 溶損試験装置の概略

2.2 高耐久コーティングの実機試験

実用上の性能を評価するため、SKD61材の鋳抜きピンに多層コーティングを施し、アルミダイカストマシン実機による試験を行った。鋳抜きピンはダイカストのキャビティ部材の中でも特に損耗の激しい部材であり、ピンの損耗の主な原因は溶損である。表面が損傷すると、アルミ合金溶湯の成分がピン表面に凝着する「焼付き」が生じやすくなり、焼付き除去のための作業が頻繁に必要となる。

多層コーティングを施した鋳抜きピン5本（先端の直径約8mm）を金型キャビティ部に取付け、400mm×300mm×60mmの自動車部品を鋳造した。通常の操業条件のもとで鋳造を繰り返し、ピン表面の焼き付き除去が必要となった頻度と、使用後のピンの損傷程度を、塩浴拡散処理を施した既存の鋳抜きピン6本と比較した。使用している原料は市販のADC

12材である。

また、ダイカスト製造現場における生産性に与える影響を検証するため、実機金型インサートに多層コーティングを施したものについて実機による鋳造試験を行い、良品率、稼働率等の指標を、窒化処理を施した従来品の使用時と比較した。

3. 結果及び考察

3.1 コーティング試験片の溶損試験

アルミ合金の溶湯温度680℃、試験片の回転速度30rpmで溶損試験を行った結果、単層のAIPコーティングでは、4時間の浸漬後には穴状の浸食が点在する形の溶損が見られた¹⁾。穴の部分を表面から拡大観察すると、その多くは真円状の形状をしており、断面から見ると内部が広がった楕円形の穴が形成されていることがわかった。穴の形状は、表面のコーティングは残りつつアルミ溶湯による母材の浸食が等方的に進行したことを示しており、コーティングした金型部材の溶損は以下のようにして発生、進展することが推測された²⁾。

- ① 初期侵食から入り込んだアルミ合金が基材に到達する。
- ② 基材がアルミ合金との化合物を形成し、侵食される。
- ③ 支えを失ったコーティングが剥落し、溶損孔が拡大する。

以上の結果から、AIP法による金属窒化物のコーティングをダイカスト金型の保護膜として使用する際に最大の障害となるのは、コーティング自体に存在する欠陥と、基材の溶損による膜の破壊であり、素材として強い膜であっても、基材に到達するわずかな欠陥が生じれば加速度的に損傷が進展してしまうことがわかった。

コーティング自体の欠陥を大別すると、基材表面の不均一性に起因するコーティングの未着部（ピンホール）と、前述したドロップレットの2種がある。コーティング表面の欠陥の例を図2に示す。

ピンホールは基材表面の介在物や付着物が原因と考えられ、均一性の高い材料の選択や成膜の前処理によって低減が可能であるが、発生を完全に防ぐこ

【報告】

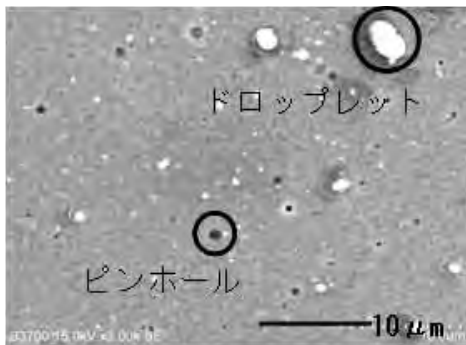
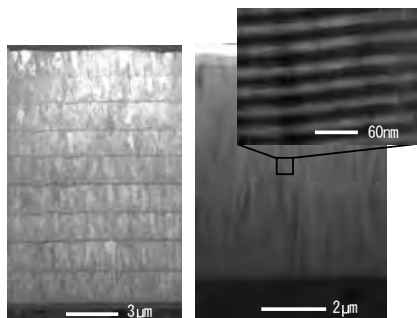


図2 コーティング表面の欠陥（一例）

とは困難である。コーティング表面のドロップレットの大きさを走査型電子顕微鏡（SEM）によって観察した結果、直径は最大で数 μm 程度であった。未反応の粒子であるドロップレットは、溶融アルミ合金によって容易に侵食される、もしくは脱落すると考えられ、それらを防ぐためにはコーティングの膜厚を増す必要がある。しかし、AIPコーティングには一般に大きな圧縮の残留応力が存在し、厚膜化すると剥離が生じるなどコーティングの安定性が損なわれる。コーティングの密着性を改善し、膜の耐久性を向上させる手法としては異種の組成を持つ膜を中間層として基材との界面に成膜する手法がある。中間層は、単層コーティングの成膜時にも用いているが、溶損試験において早期に基材の損傷が確認されており、耐久性は不十分であった。これらの問題を解決するためには、コーティング自体を多層構造とすることが有効であると考えた。

検討の結果、溶損に強い膜構造としてCrN系多層膜およびTiAlN系多層膜の2種の多層コーティングを見出した。これらのコーティングは、CrNおよびTiAlNを構成要素として異種の組成を持つ膜を周期的に積層した構造を持っており、10 μm 近い膜厚を持っている（図3）。

図3 多層コーティングの断面TEM像
（左：CrN系多層膜、右：TiAlN系多層膜）

多層コーティングを施した試験片について、単層膜の場合と同様に図1の装置を用いて溶損試験を行った結果、2時間の浸漬では溶損はほとんど見られなかった。12時間浸漬しても溶損量はCrN系多層コーティングが0.061g、TiAlN系多層コーティングが0.130gであり、多層化によって溶損は大幅に低減された。アルミ合金の溶湯温度720 $^{\circ}\text{C}$ 、試験片の回転速度60rpmと、条件を過酷化して8時間の浸漬試験を行った結果、市販のアルミダイカスト金型用コーティングと比較して溶損量が少なく、高い耐溶損性を示した（図4）。

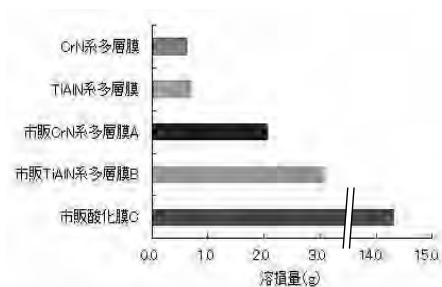


図4 市販ダイカスト金型用コーティングとの溶損量比較

3.2 高耐久コーティングの実機試験

鋳抜きピンによる実機試験の結果、CrN系多層コーティング、TiAlN系多層コーティングはどちらも、同時に使用した既存品に比べて焼き付き除去の回数は大幅に少なかった²⁾。多層コーティングは既存品に比べて焼き付きを生じにくく、実機における使用時にメンテナンス回数を削減できることがわかった。

CrN系多層コーティングを施した金型インサートによって5万ショットの鋳造を行う実機試験を行い、その間の生産性を既存の窒化処理を施したインサートを使用した場合と比較した。JIS Z8141 生産管理用語において定義されている「設備総合効率」を生産性の指標とした。時間稼働率、性能稼働率および良品率を掛けあわせて得られる設備総合効率の違いを評価した。CrN系多層コーティングを施したインサートを使用した場合、窒化処理を施した従来のインサートの場合に比べて時間稼働率が4%、良品率が4%向上し、設備総合効率において7%の改善が見られた（表1）。

表1 既存処理との生産性比較

	時間稼働率	性能稼働率	良品率	設備総合効率
窒化処理	80%	97%	90%	70%
CrN系多層コーティング	84%	97%	94%	77%

4. まとめ

アルミ合金溶湯による溶損に対するPVDコーティングの耐久性評価を通して、膜の損傷メカニズムを解明し、アルミダイカスト金型の耐久性を向上させる多層コーティングを開発した。また、ダイカストマシン実機によって多層コーティングの耐久性および生産性に与える影響を評価し、実用上の効果を検証した。

今後の展開として、溶損、焼き付き等に対する耐久性をさらに向上させる膜構造の検討を行っている。

【報告】

また、本コーティング技術はダイカスト金型以外にも耐食性と耐摩耗性がともに要求される用途では部材の寿命延長に大きな効果が期待できる。

本研究は、静岡県新成長戦略研究「高耐久性金型のための高度コーティング技術の開発」の一部として、ビヨンス㈱、東洋電産㈱との共同研究により実施した。

参考文献

- 1) 田中翔悟他：ダイカスト金型に応用する高耐久コーティング技術の開発，静岡県工業技術研究所研究報告，第3号，73-77（2010）。
- 2) 田中翔悟他：ダイカスト金型に応用する高耐久コーティング技術の開発（第2報），静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，125-128（2011）。

再生紙の新たな品質評価手法の検討（第3報）

— リサイクルに伴う繊維結合変化に関して —

製紙科 河部千香 齊藤将人 深沢博之

Discussion of New Evaluation Method on Recycled Paper's Quality (3rd report)

— On the variation of inter- and/or intra-fibrous bonding state with recycling —

Chika Kawabe, Masato Saito and Hiroyuki Fukasawa

From the viewpoint of effective paper-recycling, mixture balance between wood and recovered fiber is of great importance. But we think the evaluation of deterioration degree of paper quality via recycling is more important than the balance in order to maintain the reliability of paper production. To evaluate the deterioration degree, we should understand what factor is the most important. In previous work, the principal component analysis of near-infrared (NIR) spectra for hardwood bleached kraft pulp (LBKP) has revealed the linear relationships between recycled times and score as well as between tensile strength and score. In this report, this analytical technique was further developed and applied to not only LBKP but also softwood bleached kraft pulp (NBKP), which has lead us the speculation that the deterioration is closely connected with non-bonded water. Consequently, we formulated a hypothesis on the deterioration mechanism, and proposed a simple method for the evaluation of deterioration degree based on the determination of moisture content.

1. はじめに

古紙を再生するとその強度は低下する。このことは古くから多くの研究者により研究され、今日では周知の事実である。一方、古紙利用率は63.0% (2011年)¹⁾と高く、製紙工場などでは古紙を利用せざるを得ないが、上質な古紙と低質な古紙との混合比の工夫や操業の工夫などにより、紙の強度低下による問題発生が起こっていないのが現状である。

ここで、上質な古紙と低質な古紙があることを述べたが、実際、リサイクルによりパルプ繊維（以下、単に繊維と記す）が劣化するため、3～5回程リサイクルを繰り返すとその繊維は使用できないと言われている。

では、リサイクルを繰り返すと、どのように繊維が変化し、強度が低下するのか。紙は、その主成分であるセルロースの水酸基による水素結合を主とした繊維間結合によって形成されている。再生時に紙中に水が浸入すると、比較的弱い繊維間結合が破壊され、単繊維化する。再度乾燥することにより、水が蒸発し、繊維間結合が再形成され、紙となる。この際、同様に、1本の繊維内でもフィブリル間の水

素結合の変化が起こる。リサイクルを繰り返すとこれらの結合の変化が徐々に不可逆的になり、水が浸入しにくくなる²⁾。このことを一般的に「角質化」と呼んでおり、本研究ではこの角質化の度合いを数値化したいと考えた。

平成22年度までの研究^{2),3)}では、近赤外分析計（以下NIR）の測定結果から、リサイクルによる強度低下は遊離水によるものである可能性が示された。ここで示す遊離水は、1つのセルロース分子から一定距離離れて結合しており、強度決定因子の一つであると考えられたが、この他にも、よりマクロな、繊維同士の結合にも変化があるものと考え、黒インキを使用した手法による繊維間結合面積測定方法を提案した。

平成23年度の研究では、平成22年度までに提案した2つの手法について、広葉樹漂白クラフトパルプ（以下、LBKP）だけではなく、針葉樹漂白クラフトパルプ（以下、NBKP）についても検討することにより、共通の評価手法の確立を目指した。

【報告】

2. 実験方法

2.1 原料

すべての試験には、市販のLBKP、NBKPおよびアドバンテック東洋(株)製No.1 定性ろ紙を用いた。LBKPは未叩解時のろ水度が670mℓ/CSFで平均繊維長が0.92mm、NBKPは未叩解時のろ水度が690mℓ/CSFで平均繊維長が2.31mmのものを使用した。

2.2 手すき紙の作製

前報²⁾と同様の方法により、物性評価用手すき紙をリサイクル0、1、3、5回目について作製した。

2.3 評価方法

(1) 繊維間結合面積の測定

LBKP、NBKP、ろ紙のリサイクル0回目、1回目、3回目、5回目試料(計12サンプル)について、前報³⁾と同様の方法により黒色面積の測定を行った(図1)。ただし、試料作製時に油性ペンは使用せず、ダイロンジャパン(株)製ダイロンワールドA52ブラックによりパルプを染色して行った。また、測定回数は20回とした。

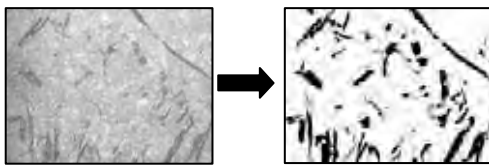


図1 デジタルマイクロスコープにより撮影した黒色面積測定画像例。(左;元の画像、右;二値化後の画像)

(2) NIRスペクトル測定

(1)と同じ種類のサンプル(計12サンプル)について、P₂O₅を用いて脱湿した後、23±1℃、一定の湿度下((40±2)%r. h.、(50±2)%r.h.、(70±2)%r. h.)で24時間以上調湿した。日本ビュッヒ(株)のNIRFlex N-500 (solid)を用いて、4cm×4cmに裁断した試料片を10枚ずつ重ねて7回測定を行った。

(3) 水分の測定

① 熱風乾燥機(105℃)乾燥法

(1)と同じ種類のサンプル(計12サンプル)について、TAPPI T 550に準じて行った。

② 減圧高温(0.3 Pa以下、150℃)乾燥法

(1)と同じ種類のサンプル(計12サンプル)について、P₂O₅で脱湿し、23±1℃、(50±2)

%r. h.で24時間以上調湿した。方法については①熱風乾燥機(105℃)乾燥法に準じて行ったが、乾燥は、0.3 Pa以下に減圧し、150℃で24時間乾燥した。

3. 結果及び考察

3.1 繊維間結合面積の測定結果

紙力を評価する方法の一つとして、1969年、Pageら⁴⁾により導かれた経験則がよく利用される。この式によると、シートの裂断長は単繊維強度と繊維間結合から算出できる。

$$1/T=9/(8Z) + 12Apg/(bPL(R.B.A.))$$

ここで、Tは裂断長、Zはゼロスパン引張強さ、Aは繊維の平均断面積、pは繊維の密度、gは重力加速度、bは単位面積当たりの結合力、Pは繊維断面の周囲長、Lは繊維長、R.B.Aは相対結合面積を示す。

前報²⁾の結果から、リサイクルにより単繊維強度の低下は見られなかった。そこで、リサイクルにより低下した紙力を求めるために、繊維間結合を測定することが重要であると考えた。

一般的に、比散乱係数により繊維間結合面積が算出されているが、比散乱係数はルーメンの寄与を考慮していない点などから問題点も指摘されている。そこで、冷田ら⁵⁾により提案された方法を用いて、リサイクル試料の評価を行った。

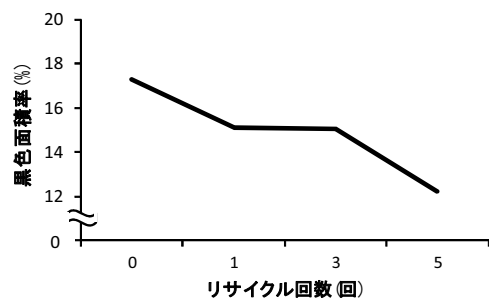


図2 LBKPのリサイクル回数に対する黒色面積率の変化

LBKPの結果について図2に示す。この結果から、リサイクルを繰り返すに従って、面積率は減少していることが確認された。また、LBKPとNBKPのリサイクル試料について、比引張強さと黒色面積率を比較してみると図3のようになり、直線関係になっていることが示された。一方、LBKP、NBKP、ろ

【報告】

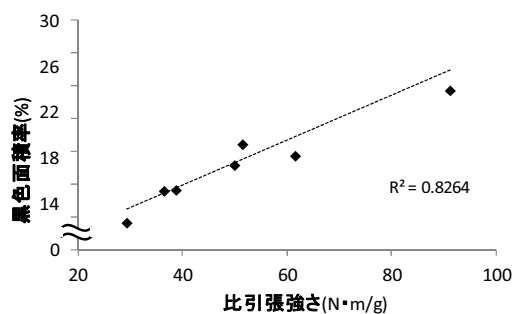


図3 LBKP、NBKPの比引張強さと黒色面積率の関係

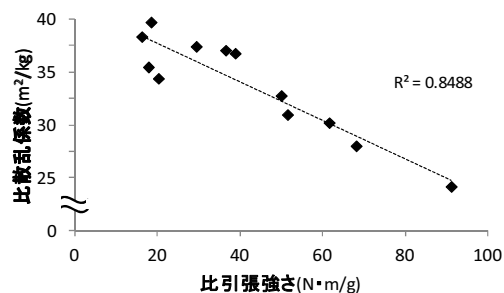


図4 LBKP、NBKP、ろ紙の比引張強さと比散乱係数の関係

紙の試料について、比引張強さと比散乱係数を比較してみると、図4のようになり、より高い相関を示していることが確認された。これは、この手法により得られた黒色面積は、1本の繊維が部分的に別の繊維と結合しているとすると、画像解析の際、厳密にその繊維結合部分を区別できるわけではなく、その周辺も黒色部分であると認識されてしまう場合があるからであると考え。そこで、この手法による繊維間結合面積率算出は、繊維間結合面積を直接的に算出するという面で優れているが、算出の際の誤差が大きく、比散乱係数の算出の方が現実的であると言える。

また、比散乱係数を用いることで、裂断長が求められることはわかっているが、劣化度を算出するためには直接的ではないと言える。

3.2 NIRスペクトル解析結果

3.1節で繊維間結合を直接的に測定する方法について検討したが、この手法により得られる結果より、さらにマイクロな結合に着目する必要がある。一般に、パルプの繊維結合として、①機械的結合、②極性引力、③水素結合、④化学結合が存在すると考えられている⁶⁾。①については繊維間で真の引力が働き、結合しているというわけではないが、他の結

合については、水酸基や水の結合、あるいはエーテル化等であり、実際にこれらの結合状態に変化があるのであれば、繊維内外で構造変化がおり、何らかの方法により観測できることが期待できる。有機物の構造変化を測定する際、最も一般的に用いられている装置は赤外分光光度計であるが、近赤外領域の光を分析する、近赤外分光光度計の使用も、近年増加傾向にある。

平成22年度の研究^{3),7)}から、LBKPリサイクル試料について、NIRにより得られたスペクトルをクラスター分析し、スペクトルへの寄与率が2番目に多い第2主成分がリサイクル回数、および紙力に相関があることが示された(図5、図6)。

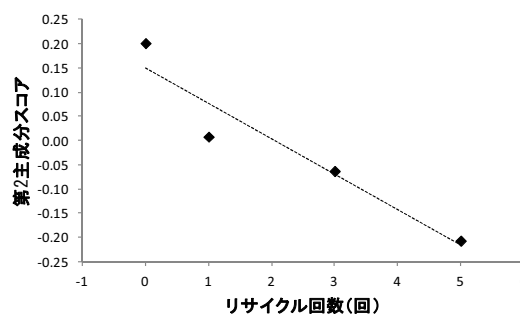


図5 LBKPのリサイクル回数に対する第2主成分スコアの変化

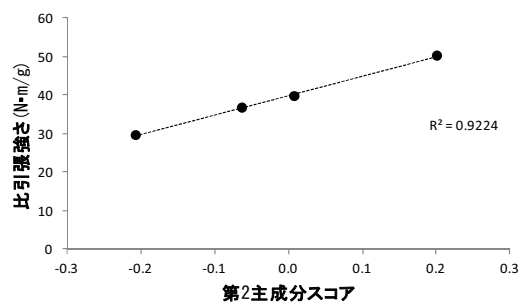


図6 LBKPの第2主成分スコアと比引張強さの関係

そこで、平成23年度はLBKPだけでなく、NBKPについても同様な傾向を示すのか、また、LBKPで示された第2主成分は何を示しているのかについてさらに追究することにした。

(1) NBKPリサイクル試料の測定

NBKPのリサイクル試料について、NIR測定を行った。この時の、第1主成分、第2主成分のローディング結果とLBKPの第2主成分のローディング結果との比較を図7に示す。ここに示すように、この測定においては、第1主成分が、LBKPの

【報告】

NIR測定の際に注目していた第2主成分に該当する。

この主成分スコアと比引張強さの関係を図8に示す。この結果から、LBKPと同様、この成分はリサイクルにより引き起こされる強度低下に影響を与えていることが分かる。

では、この成分は一体何を示しているのか。文献値⁸⁾から、この成分のピークは、水素結合していない水のピークと類似しており、このことからこの成分は水に関係していることが分かった。NIRスペクトルについては、現在、さらなる解析を行っている。

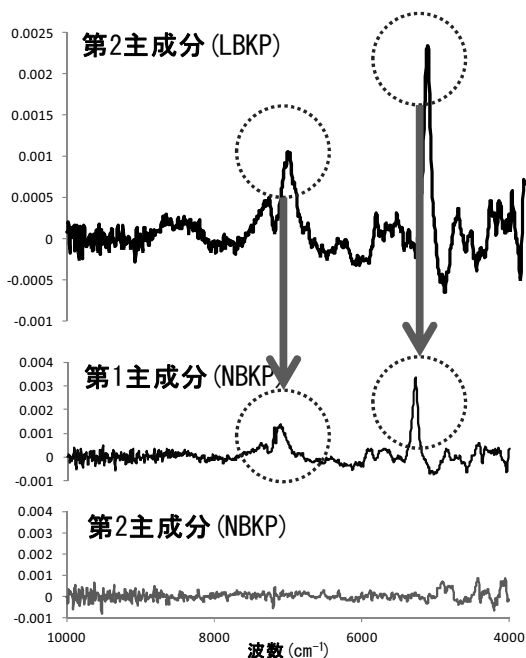


図7 LBKPの第2主成分とNBKPの第1、第2主成分ローディング結果の比較。

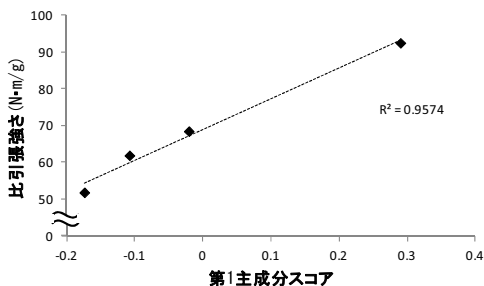


図8 NBKPの第1主成分スコアに対する比引張強さの関係

(2) 湿度変化に対するNBKPリサイクル試料のスコア変化

紙中の水分と一言で言っても、毛管凝縮水、遊

離水、分子内に保持されている水と、様々であり、繊維との結合状態により分けられる。しかし、毛管凝縮水や遊離水のように比較的低いエネルギーで結合している水は、環境の湿度にも影響を受けると考えられ、LBKPの測定の際に注目していた第2主成分の解明のため、調湿および測定環境を変化させ、スコアの変化を調べた。

調湿および測定環境の湿度を40%r.h.、50%r.h.、70%r.h.と変化させた際のスコアの変化を追った。着目していた成分は、この場合第2主成分として観測された。スコアは、測定環境湿度を変化させても変化せず、この水分は周りの環境に左右されないことが示された。

3.3 水分の測定結果

水は、繊維の柔軟性を高めることから、紙力やその他性質に影響を与えることが経験的に知られており、紙中の水分を調べることは極めて重要である。

(1) 熱風乾燥機(105°C)乾燥法による水分測定結果

まず、熱風乾燥機乾燥法による水分の測定を行った。この方法により得られる水分は、測定環境湿度に依存すると考えられ、NIRによる分析において注目していた成分とは異なるはずである。

この結果、測定環境湿度が40%r.h.、50%r.h.、70%r.h.のいずれの場合も、リサイクルを繰り返しても、傾向のある変化はしておらず、この方法により得られる水分は変化しないことが確認された。

(2) 減圧高温 (0.3 Pa以下、150°C) 乾燥法による水分測定結果

この方法によるNBKPの測定結果を図9、LBKPの測定結果を図10に示す。この結果から、減圧高温乾燥法により得られた水分(以下、減圧水分)は、リサイクルを繰り返すに従って減少していることが分かった。ただし、ろ紙については、直線関係を示したものの、傾きは正となった。

(3) 考察

分子内に保持される水は、まず、セルロースのC2、C3、C6位の水酸基に結合する⁶⁾。これら水酸基に結合し、単分子層を形成した後、次の層、

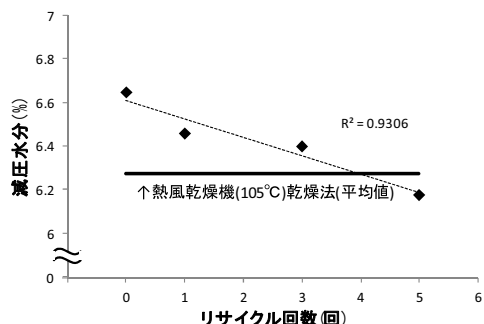


図9 NBKPのリサイクル回数に対する減圧水分変化

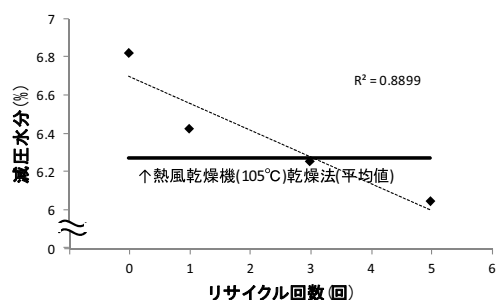


図10 LBKPのリサイクル回数に対する減圧水分変化

さらに次の層というように、多分子層を形成していると考えられている。(1)の方法により得られた水分(以下、①の水分)は、セルロース分子から一定距離離れており、セルロースからの分子間力の影響をあまり受けない水が測定されたと考えられる。一方、減圧水分は、①の水分に加えて、(2)の方法により得られた水(以下、②の水)よりセルロース分子に近く、セルロースにより強く束縛されている水、さらに、非晶領域に存在し、セルロース分子内に包接された水(以下、包接水(図11))が測定されたと考えられる。つまり、①の水分は、比較的緩く結合している水(毛管凝縮水や遊離水)、②の水分は、①の水と、①の水よりもやや強固に束縛されている水、一部の包接水が測定されたと考えられる。ただし、セルロースに包接されずに、セルロースの分子間力が働いている水、すなわち、セルロース分子の外側の水はリサイクル回数により変化せず、実際には、包接水がリサイクルにより影響を受けていると考えられる。この包接水は、リサイクルに伴う紙の柔軟性や強度変化に影響を与え、劣化を示す一つの指標となるだろう。

リサイクルを繰り返すに従って包接水が減少す



図11 セルロース分子間に存在する包接水のモデル図。
(薄灰色；炭素、濃灰色；酸素(セルロース由来)、
黒；酸素(包接水由来)。ただし、水素原子は省略。)

る原因として、リサイクルによる再膨潤により、セルロースからの分子間力が弱まり、包接水が自由に動きやすくなり、さらに、乾燥による熱で、紙中から脱離したということが考えられる。しかし、セルロース分子と比較すると、水分子の体積はごく小さく、容易には紙中から脱離できないものと考えられるため、このほか、水分子よりも立体的に障害の大きい、紙中の低分子のヘミセルロースの減少が、包接水減少に影響を与えていると考えられる。セルロースより比較的鎖長が短いヘミセルロースはセルロースに比べて水分子との親和性が高く、非晶領域で、セルロースとセルロースの結合の間を埋めて、繊維に柔軟性を与える。リサイクルによる再膨潤により、親水性の高い低分子のヘミセルロース、およびその周辺の包接水は脱離しやすくなる。続いて、乾燥による加熱で、隣り合ったセルロース同士が再配列したと考えられる。このヘミセルロースの減少量は、紙中のごくわずかであるため、重合度の測定結果³⁾には影響を与えなかったものと考えられ、この真偽を確認するためには、さらに、厳密なヘミセルロース量の測定を行う必要がある。包接水のみが脱離した場合と、ヘミセルロースを介して包接水が脱離した場合のどちらの場合も、セルロースの再配列と同時に、包接水あるいはヘミセルロースの脱離が起こり、その空間を埋め、強固な結合が形成されたと考えられる。この結果、セルロース間の結合は不可逆になり、再度膨潤させても、水分子の浸入は起こらなくなったのだろう。このことは、リサイクルを繰り返すにつれて結晶化度が上昇す

【報告】

る^{3),9)}ことから裏付けられた。

ろ紙が異なる挙動を示したのは、もとよりヘミセルロースの量が少なく、リサイクルにより、高純度なセルロースが分解し、低分子のヘミセルロースが増加したことが顕著に表れたことが原因だろう。

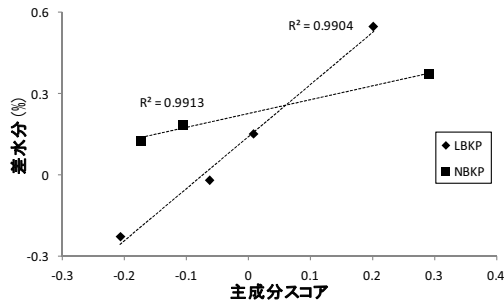


図12 近赤外分析計により得られた主成分スコアと差水分の関係

さて、包接水分を測定することは困難なため、ここでは仮に、包接水分を①の水分と②の水分の差（以下、差水分）とし、3.2節で得られたスコアとの相関性について調べた。その結果について、図12に示す。この図から、リサイクルを繰り返した時、NIR測定において得られたスコアは包接された水分に相当することが分かった。

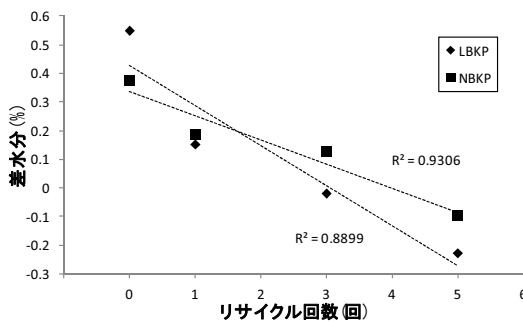


図13 LBKPとNBKPについて、リサイクルを繰り返した時の差水分の変化

LBKPとNBKPのリサイクル回数に対する差水分の関係を図13に示した。リサイクルにより、加えられる熱量等を考慮すると、差水分の変化率（図13の傾き）は、LBKPとNBKPにより大きく異なるとは考えづらく、実際、どちらも似た傾きを示している。しかし、市場には様々な種類のLBKPとNBKPがあり、重合度や成分量、結晶性などが異なっており、どんな試料であっても同一

直線上に位置するとは言い切れない。より多くの水準について測定し、この手法の妥当性を検討する必要がある、この手法に別の補正項を加えることによって、より妥当な手法を提案できる可能性があると言える。

4. まとめ

今回、NIR測定・解析からリサイクルを繰り返すに従って、水素結合していない水分に該当する主成分スコアが直線的に変化することを見いだすことができ、この値は包接された水である可能性が示された。また、この値は、紙力を含む物性値の多くと高い相関を示した。この方法をさらに追究することにより、紙の劣化度合いをNIRにて評価することが可能になると考えられ、現在、これに関する研究を継続中である。

また、減圧高温の下で水分を測定することでも紙の劣化度合いを評価することが可能となる可能性が示された。LBKPとNBKPの両方を同じ評価法を用いて評価するためには、さらなる補正項が必要であると考えられ、これらについては、今後さらに研究を続けていく予定である。この手法がより実用化できるようになれば、個々の製紙工場における古紙の混合比の最適化が容易になり、生産性の向上が期待できるとともに、リサイクル適性のある樹種の選別も可能になる。

謝辞

本研究を行うにあたり、NIR測定および適切な助言等をしてくださった合同会社近赤外応用技術研究所、小林洋子博士に深く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) (公財)古紙再生促進センター編：日本の紙リサイクル, 8, (公財)古紙再生促進センター
- 2) 河部千香他：再生紙の新たな品質評価手法の検討 (第1報), 静岡県工業技術研究所研究報告, 第3号, 89-93 (2010).
- 3) 河部千香他：再生紙の新たな品質評価手法の検討 (第2報), 静岡県工業技術研究所研究報告,

【報告】

- 第4号, 140-146 (2011).
- 4) D. H. Page : A Theory for the Tensile Strength of Paper, Tappi, 52 (4), 674-681 (1969) .
- 5) 冷田 薫他 : パルプの紙層形成能力 (第1報), 紙パ技協誌, 46 (11), 1429-1437 (1992).
- 6) 上野桂助 : 紙の強度, 4-69, 丸善(株)(1972).
- 7) 小林洋子他 : 再生紙のための近赤外分光法 (定性分析) を利用した新しい取り組み, 第78回紙パ
ルプ研究発表会 (2011).
- 8) Jerry Workman Jr. et al. : Practical Guide to Interpretive Near-Infrared Spectroscopy, CRC Press, 63-70 (2008).
- 9) Khantayanuwong Somwang et al. : Changes in Crystallinity and Re-swelling Capability of Pulp Fibers by Recycling Treatment, 紙パ技協誌, 56 (6), 863-869 (2002).

製本用ホットメルト接着剤の紙リサイクル適性の向上

— ホットメルト接着剤物性と紙リサイクル適性の関係の検討 —

製紙科 齊藤将人 深沢博之

Improvement of Aptitude to Paper Recycling of Hot-melt Adhesive for Binding

— Investigation of the relationship between physical properties of hot-melt adhesives and aptitude to paper recycling —

Masato Saito and Hiroyuki Fukasawa

We investigated the relationship between physical properties of hot-melt adhesives and aptitude to paper recycling, aiming to suggest of the product design guidance for the hot-melt adhesives which balanced paper recyclability with adhesive performance. As a result, we understood that the main point to produce hot-melt adhesives for paper recycling more was cold resistance, hardness and stretch at break in 30 degrees Celsius.

1. はじめに

日本の古紙利用率は62%を超えており¹⁾、製紙業界、古紙業界などでは古紙利用の推進に努めている。印刷資材の中には、製紙工程でトラブルの原因になるものや、製品の品質に影響を及ぼすものもある。製本用ホットメルト接着剤もその一つであり、以前から問題とされてきた。

そこで、当センターを含めた関係業界が協力して、平成13年に評価方法（リサイクル適性標準試験法）を確立²⁾し、接着剤メーカーでは、古紙処理工程で細かくなりやすく、除塵装置で除去しやすい、紙のリサイクルに適した接着剤（難細裂化EVA系ホットメルト接着剤）の開発に努め、日本印刷産業連合会などを中心に普及を進めてきた。

しかし、(財)古紙再生促進センターの調査によると、製紙工場での重大トラブルの原因となる異物の3位にホットメルト接着剤は挙げられており³⁾、現在でも問題が解決されているとは言えない状況である。また、標準試験法を運用していく中で、リサイクル適性試験結果が接着剤物性と関連付けられていないため、製品設計にフィードバック出来ていないという問題が明らかになってきた。このような背景から、日本接着剤工業会より、この問題を解決したいという研究協力の要請があった。この問題に関して検討を行い、成果を出し、難細裂化ホットメルト接着剤

が普及していくことによって、結果的に、古紙品質の向上、製紙工程でのトラブルの減少に繋がり、製紙業界への支援になると思われる。

そこで、本研究では、平成22年度には標準試験法をより精度の高いものに変えていくために試験機器や温度因子などが試験結果に与える影響についての検討を行った⁴⁾。引き続き、平成23年度は紙のリサイクルに適したホットメルト接着剤の開発促進と普及を目指すことを目的とし、ホットメルト接着剤の物性と紙のリサイクル適性の関連性の検討を行ったので、その結果について報告する。

2. 実験方法

2.1 試料

ホットメルト接着剤物性とリサイクル適性の異なる8種の製本用ホットメルト接着剤を用いた。

2.2 リサイクル適性標準試験法

リサイクル適性標準試験法として、(財)古紙再生促進センターによるホットメルト接着剤のリサイクル適性の一次試験評価法²⁾の方法に準じて行った。なお、標準試験法では室温の規定がないが、今回は室温による試験結果への影響をなくすため、原則23℃、50%r.h.に調整された試験室内で離解を行った。

具体的には、次のア)～オ)のような方法である。
ア) JIS P8220に規定される標準離解機に、温度30

【報告】

±3℃の水2ℓと50g/ℓ NaOH水溶液10mlを入れ、新聞古紙50gと評価対象の30mm×30mm×厚さ0.8mmのホットメルト接着剤3枚を加え、30分間離解を行う。

イ) ア) の試料を5ℓに希釈し、水量10ℓ/minで水を流しながら、10カット（目開き250μm）フラットスクリーンにて、5分間スクリーン処理を行う。このとき、通過分を目開き80μmの篩で回収する。

ウ) イ) で回収したフラットスクリーン通過分を5ℓに希釈し、水量10ℓ/minで水を流しながら、6カット（目開き150μm）フラットスクリーンにて、6分間スクリーン処理を行い、スクリーン上に残った残渣を回収する。

エ) 回収した残渣をろ紙上に均一に分散するように吸引ろ過し、80℃で30秒程度の予備乾燥の後、サイズ剤無添加の紙にろ紙を重ねて回転ドライヤーにて120℃で2分間処理を行う。これにより、ろ紙の乾燥と、熔融による紙へのホットメルト接着剤の転写が行われる。

オ) ホットメルト接着剤の転写された紙に水性染料を刷毛で塗り、目視でホットメルト接着剤の個数（残渣個数）をカウントする。

この残渣個数が紙リサイクル適性の度合いを示し、個数が少ないほど、そのホットメルト接着剤は細かくなりやすく（難細裂性が高く）、紙のリサイクルに適したホットメルト接着剤である。

なお、測定値は3回繰り返した平均値で示した。

2.3 ホットメルト接着剤の物性評価

低温可撓性は、日本接着剤工業会規格JAI 7.4.6に基づき、1mm厚の接着剤シートを折り曲げ、3個以上試験を行って全数が目視で割れが確認できない最低温度（＝低温可撓温度）を測定した。

引張強さ（抗張力、降伏応力）および伸びは、日本接着剤工業会規格JAI 7.4.5 に準じ、厚さ1±0.25mmの均一なシートを作製し、JIS K6251の打ち抜き型を用いてダンベル2号型で打ち抜き、引張り試験機を用いて、引張り速度100mm/minで、切断時に至る最大応力（＝破断点）、降伏時の応力（＝降伏点）と切断時の伸びを測定した。

硬さは、日本接着剤工業会規格JAI 7.4.4に基づき、10mm厚×50mmφの試料に対して硬さ試験器の押針を押し付け、10秒後の目盛を読むことで測定した。

なお、引張強さ、伸びおよび硬さは5～35℃の各温度で測定を行った。

3. 結果及び考察

3.1 ホットメルト接着剤物性とリサイクル適性

(1) 低温可撓性と残渣個数

低温可撓温度が低いと、残渣個数が少なくなると言われてきた^{2),4)}。そこで、A～Hの8サンプルについてリサイクル適性評価を行った。

リサイクル適性試験結果を図1に示す。

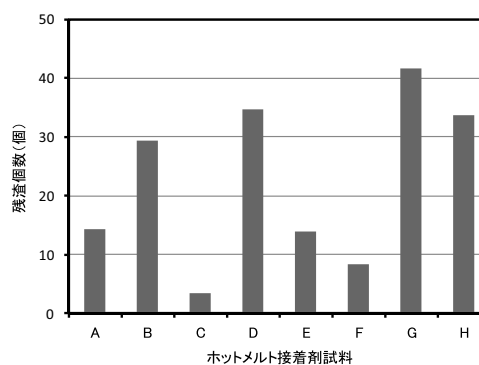


図1 リサイクル適性試験結果

図2に低温可撓性と残渣個数の関係を示す。図2からわかるように、低温可撓性が良好な（低い温度において割れにくい）ホットメルト接着剤は残渣個数が少なくなる傾向があった。しかし、図中丸印（G、H）のように大きく外れているものも存在した。

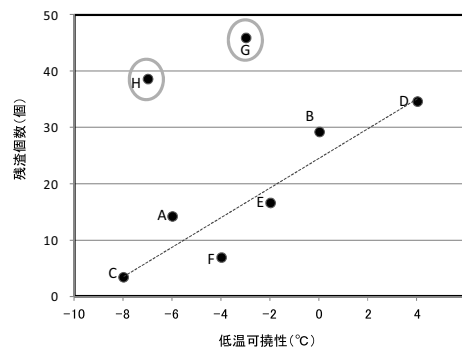


図2 低温可撓性と残渣個数

(2) 引張強さ

各サンプルの引張強さ（抗張力および降伏応力）と温度の関係を図3、4に示す。なお、以下、図

中の右の記号は30°Cにおける物性値の順序を示す。

と残渣個数の関係を図7に示す。

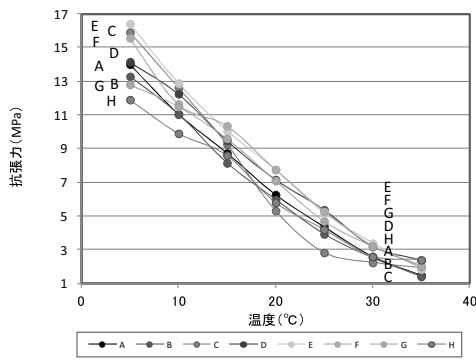


図3 抗張力と温度の関係

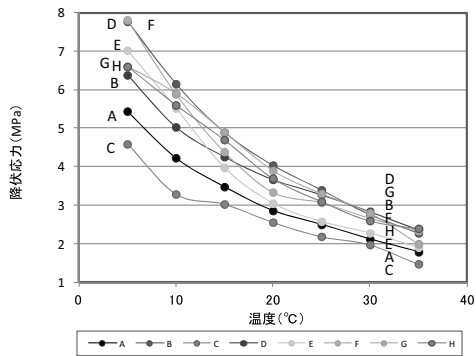


図4 降伏応力と温度の関係

抗張力も降伏応力も測定温度が上がれば低下した。また、図1において、A、C、E、Fを残渣個数の少ないグループ、B、D、G、Hを残渣個数の多いグループとして考えて、図4を見比べると、H以外は残渣個数が少ないサンプルは30°Cにおける降伏応力が低い傾向であった。

(3) 伸び

各サンプルの伸びと温度の関係を図5に示す。伸びは測定温度によって変化が大きい、図1と見比べると、伸びが大きいサンプルの残渣個数が少なく、残渣個数の傾向と一致していた。

(4) 硬さ

各サンプルの硬さと温度の関係を図6に示す。硬さは測定温度が上がれば低下した。また、図1と見比べると、硬さが低いサンプルの残渣個数が少ない傾向であった。

(5) 破壊エネルギー

材料が破壊するのに要するエネルギーの評価の目安の1つとして、抗張積がある。抗張積とは抗張力と破断時の伸びを掛けたものである。抗張積

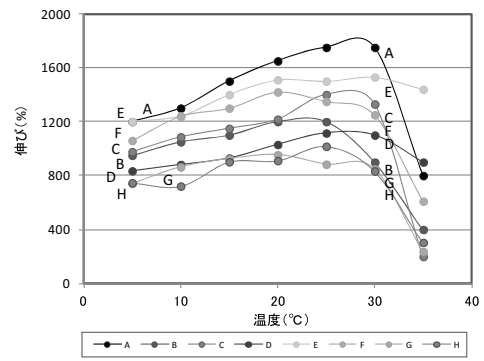


図5 伸びと温度の関係

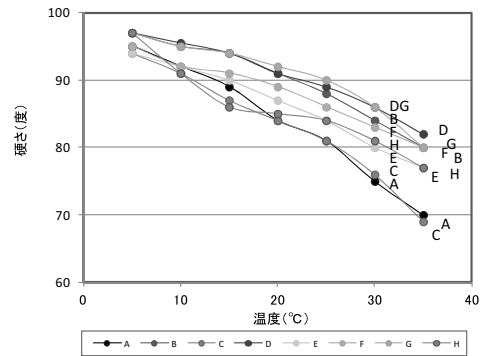


図6 硬さと温度の関係

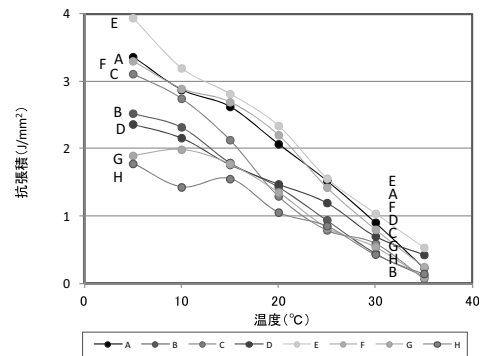


図7 抗張積と温度の関係

破壊エネルギーとホットメルト接着剤の割れにくさは関連性があると考えられるため、抗張積と残渣個数には相関が認められるのではないかと想定していたが、図1と見比べると、破壊エネルギーが大きいホットメルト接着剤の方が残渣個数が少ない傾向があった。

(1)で他と異なる傾向を示したサンプルG、Hは、他に比べ、特に伸びが小さかった。また、硬さが大きく、抗張積が小さい傾向であった。低温可撓性が低くても、伸びにくく、硬く、割れやすいため、残渣個数が多くなるのではないかと考えた。

3.2 30℃におけるホットメルト接着剤物性とリサイクル適性

接着剤の物性値は一般的には20℃で評価を行うことが多い。従来はその物性値とリサイクル適性の関連性を評価してきた。しかし、標準試験法は離解開始時の水温は30℃で試験を行うこととなっている。また、前報⁴⁾から室温が20～30℃で試験を行えば、パルパー内の離解終了時の水温が30±2℃以内に保持されていることがわかっている。したがって、ホットメルト接着剤の細片化はパルパー内で起きているので、パルパー内水温に近い30℃での接着剤物性とリサイクル適性の関連性を検討する必要があると考えた。

そこで、30℃での接着剤の各物性とリサイクル適性の関連性を検討した結果を図8～10に示す。

図8より30℃降伏応力が2.5MPa以上だと残渣個数が増える傾向であり、図9より30℃伸びが1250%以下であると残渣個数が増える傾向であり、10より30℃硬さが80度以上であると残渣個数が増える傾向であった。

ここで、硬さについて、さらに詳しく調べるため、サンプルを追加し、接着剤物性評価とリサイクル適性評価を行った。その結果を図11に示す。

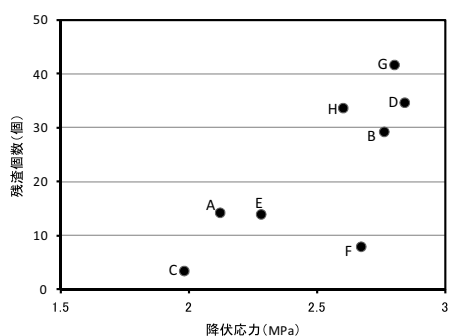


図8 30℃降伏応力と残渣個数

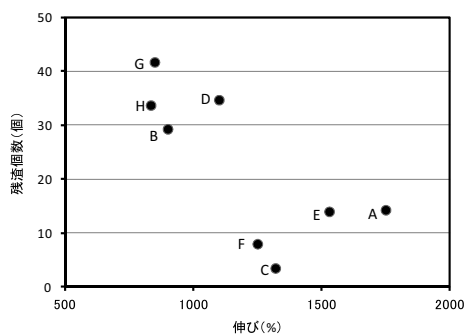


図9 30℃伸びと残渣個数

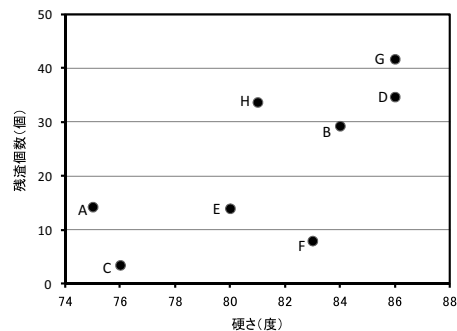


図10 30℃硬さと残渣個数

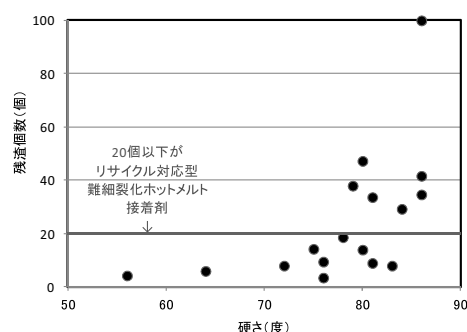


図11 30℃硬さと残渣個数 (追加試験)

図11からわかるように、硬さが低いホットメルト接着剤の方が残渣個数が少ない傾向を示し、紙リサイクル適性が高いことが確認できた。

3.3 紙リサイクルに適したホットメルト接着剤

今回の結果をまとめると、パルパー内で、羽根や壁と衝突した際に軟らかく伸びてしなるようなホットメルト接着剤は割れにくく細かくなりやすいため残渣個数が少なくなり、リサイクル適性が高くなると考えられる。低温可撓性が低い方が良いが、低温可撓性が低くても、伸びが小さく、硬さが大きく、破壊エネルギーが小さいホットメルト接着剤は割れやすく残渣個数が多くなり、リサイクル適性が低くなる。また、特に30℃での硬さが80度以下の柔らかいホットメルト接着剤であれば残渣個数は少なくなる傾向が強い。しかし、硬さが75度以下のホットメルト接着剤は固まるスピードが遅くなる傾向にあるため、ユーザーから好まれない。したがって、75～80度の硬さのホットメルト接着剤がリサイクル適性も接着剤性能も満足するホットメルト接着剤となる。

4. まとめ

本研究では、製本用ホットメルト接着剤の物性と

【報告】

紙のリサイクル適性の関連性を見出し、紙のリサイクルに適したホットメルト接着剤の開発と普及を促進することを目的として検討を行った。その結果、次のようなことがわかった。

- (1) ホットメルト接着剤の物性と紙リサイクル適性の関連性については、軟らかく伸びてしなるようなホットメルト接着剤は割れにくく細かくなりにくいため残渣個数が少なくなり、紙リサイクル適性が高くなることがわかった。つまり、低温可撓性が良好（低い温度まで割れにくく）で、伸びが大きく、硬さが低いホットメルト接着剤を設計することによって紙リサイクル適性が良好なホットメルト接着剤を作製できる可能性が高いと考える。ホットメルト接着剤メーカーの努力によって、難細裂化ホットメルト接着剤の開発が進められているが、これまで以上の普及が進むことを期待したい。
- (2) 試験環境温度と試験結果の関係から、製紙会社の古紙処理において、離解時の水温を少しでも上げておくことによって、古紙中に含まれるホットメルト接着剤のパルパー内での細片化が抑制され、ホットメルト接着剤のトラブルが減少できる可能性が示唆された。ホットメルト接着剤による操業トラブルに苦慮している製紙会社の対処法の一つになり得ると考えられる。
- (3) 前報¹⁾において、リサイクル適性評価試験の精度向上させる上での要点が試験環境温度とJIS標準離解機の羽根にあることがわかった。試験環境温度によって、離解機内の水温が大きく変化することによるホットメルト接着剤の性状変化が起こ

ること、および、離解機でのホットメルト接着剤の細片化への影響が羽根の状態によって大きく異なることが理由と考えられる。リサイクル適性評価試験の精度が向上することによって、難細裂化ホットメルト接着剤の製品開発のスピードアップに寄与できると思われる。

これらの成果が活かされることによって、今後、古紙処理現場でのホットメルト接着剤によるトラブルが減少し、操業の効率化にもつながることが望まれる。

謝辞

旭化学合成株式会社、新田ゼラチン株式会社には試料を提供していただきました。深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 財古紙再生促進センター編：2009年古紙需給統計, 3, 財古紙再生促進センター (2010).
- 2) 財古紙再生促進センター編：リサイクルに適した雑誌製本のあり方に関する調査報告書, 22-24, 財古紙再生促進センター (2001).
- 3) 財古紙再生促進センター編：古紙の品質を守るために-異物混入の現状と対策 (第2版), 36-37, 財古紙再生促進センター (2009).
- 4) 齊藤将人他：製本用ホットメルト接着剤の紙リサイクル適性の向上-リサイクル適性評価試験における試験結果へ与える試験条件の影響-, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第4号, 134-139 (2011).

再生紙の強度増加を目的とした古紙処理方法に関する研究

製紙科 深沢博之 河部千香 齊藤将人

Improvement on paper strength of recycled paper

Hiroyuki Fukasawa, Chika Kawabe and Masato Saito

It is well known that the strength of recycled paper is inferior to the one of paper made with fresh pulp. Improvement on the strength of recycled paper is very important to achieve a reduction in costs for making recycled paper and to find a new market for products. We examined some methods of soaking the recycled pulp in sodium hypochlorite aqueous solution in the process of turning waste paper into recycled paper. As a result, it was found that the strength of recycled paper was increased to soak the recycled pulp in sodium hypochlorite aqueous solution under the condition of pH 10 or above.

1. はじめに

国内における古紙利用率は62%を超えており¹⁾、現在の日本における製紙原料の主役は、木材などから製造されるフレッシュパルプではなく古紙からリサイクルされる古紙パルプと言える。国内の古紙利用率がここまで向上してきた理由として、世界的にもトップレベルにある古紙処理技術が大きく寄与していることは間違いないが、何度もリサイクルされたパルプは劣化し、再生紙の強度低下は避けられない。

日本製紙連合会は、資源の有効利用や地球温暖化防止への貢献などから「2015年度までに古紙利用率64%の目標達成に努める」という努力目標を掲げており、今後、さらに古紙利用量は増大することが予想される。紙製品中の古紙比率が高くなると、強度が低下することによる製品用途の限定や、強度低下を補うための薬品使用量増加によるコストアップなどが考えられる。従って、より簡便な方法で再生紙の強度増加を図ることが重要となる。

そこで、本研究では、これまでの予備実験などから効果が予想された次亜塩素酸ナトリウム(NaOCl)を用いて、再生紙の強度増加手法を開発することを目的として検討した。

2. 実験

2.1 実験用古紙

市販のLBKP(ろ水度680mlCSF)を相川鉄工(株)製ダブルディスクリファイナーAW14-150でろ水度360mlCSFまで叩解した。この紙料を川之江造機(株)製連続抄紙機ケメラードで、抄速5m/分、坪量120g/m²程度となるように抄紙し、回転ドライヤーで120℃、2分乾燥した。乾燥した紙は23℃、50%r.h.で調湿した後、パルパーで離解し、再びケメラード、回転ドライヤーで同様に抄紙、乾燥を行った。この操作を繰り返し、抄紙、乾燥を5回行った紙を実験用古紙として用いた。

2.2 次亜塩素酸ナトリウム水溶液への浸漬

2.1節の実験用古紙を絶乾重量で100gとり、水を2,000g加えてJIS P8220に規定された標準離解機を用いて10分離解した。紙料をろ布で脱水した後、パルプ濃度5wt%となるように加水し、次亜塩素酸ナトリウム(関東化学(株)製、有効塩素5%以上、鹿1級)を所定量添加した後、ビニール袋に密封し、40℃のウォーターバス中で一定時間浸漬した。この時、次亜塩素酸ナトリウムを添加した後にpH調整しない場合と、pHが10以上となるように水酸化ナトリウムを添加した場合についてそれぞれ実験を行った。

2.3 手すきシートの作製と物性試験

2.2で浸漬した紙料は、ろ布で脱水後に、加水に

より希釈後ろ布で脱水することで洗浄した。洗浄は3回行なった。洗浄後の紙料は加水により2,000gとし、JIS P8220に規定された標準離解機で2分離解した。その後、パルプ濃度を1 wt%程度に希釈し、25cm×25cmの角形シートマシンで絶乾坪量が64g/m²となるように手すきシートを作製した。乾燥は回転ドライヤーで100℃、2分とした。

手すきシートは23℃、50%r.h.で調湿した後、引張特性はJIS P8113、耐折強さはJIS P8114、吸水度はJIS P8141（ただし浸漬時間は5分）の方法で測定した。

3. 結果と考察

3.1 次亜塩素酸ナトリウム水溶液への浸漬（pH調整しない場合）

紙料に有効塩素濃度で対パルプ0.0～2.0%の次亜塩素酸ナトリウムを添加し、それ以外の薬品などはまったく添加せずに40℃で浸漬した後、手すきシートを作製した。手すきシートの比引張強さを測定した結果を図1に示す。

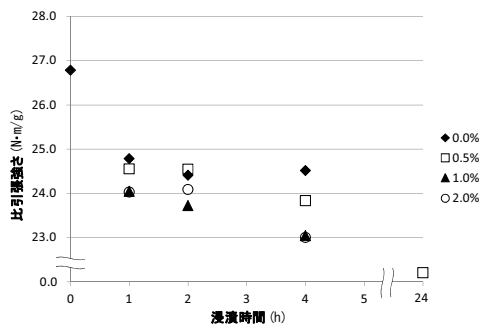


図1 各濃度の次亜塩素酸ナトリウム水溶液への浸漬時間と比引張強さの関係（pH調整しない場合）

いずれの次亜塩素酸ナトリウム濃度においても、浸漬時間が長くなるにつれて比引張強さは低下した。次亜塩素酸ナトリウム濃度が1.0%と2.0%では、比引張強さに差はなく、次亜塩素酸ナトリウムの効果は1.0%程度で十分発揮されていると考えられる。また、同じ浸漬時間で比較すると、次亜塩素酸ナトリウム濃度が高いほど比引張強さが低くなる傾向を示した。

再生紙製造現場におけるヒアリングにおいても、次亜塩素酸ナトリウム水溶液に浸漬すると再生紙の強度が低くなる、という意見が多く、今回の結果と

一致していた。

3.2 次亜塩素酸ナトリウム水溶液への浸漬（pH調整した場合）

次亜塩素酸ナトリウムは、水溶液中ではpHに依存して存在形態が異なることが知られている²⁾。すなわち、pHが8～10程度と高い場合には次亜塩素酸イオン (OCl⁻) 濃度が高く、pHが5～6付近では次亜塩素酸 (HOCl) 濃度が高くなり、それ以下のpHになると塩素 (Cl₂) 濃度が高くなる。3.1の実験では、pH調整をしていないため、添加した次亜塩素酸ナトリウムは次亜塩素酸になっていたと考えられる。そこで、次亜塩素酸ナトリウムを添加した後、速やかに水酸化ナトリウムでpHが10以上となるようにpH調整をして3.1と同様に浸漬、抄紙、比引張強さの測定を行った。その結果を図2に示す。ここで0.0%は、次亜塩素酸ナトリウムを添加せずに水酸化ナトリウムでpHを10以上に調整したのみの紙料である。

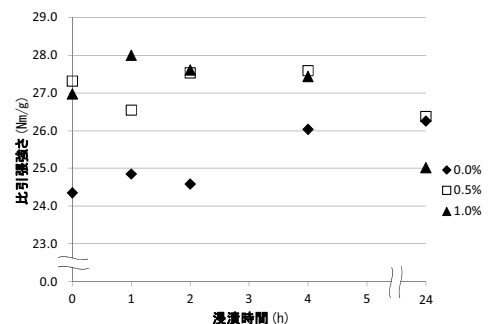


図2 各濃度の次亜塩素酸ナトリウム水溶液への浸漬時間と比引張強さの関係（pH調整した場合）

図2には示していないが、次亜塩素酸ナトリウムも水酸化ナトリウムも添加しなかったときの比引張強さは25.8N・m/gであり、次亜塩素酸ナトリウム添加量が0.0%、すなわち水酸化ナトリウムだけを添加して浸漬すると比引張強さは低下した。これはアルカリに浸漬すると比引張強さが低下したという八重澤の報告³⁾と一致している。また、次亜塩素酸ナトリウムを添加すると、明らかに添加しなかった場合に比べて比引張強さが高いことがわかる。次亜塩素酸ナトリウムを添加すると、40℃で浸漬する時間が短くても比引張強さは高くなり、今回の実験では次亜塩素酸ナトリウム添加量1.0%、浸漬時間1時間の場合に最大の比引張強さを示した。浸漬時間

【報告】

が2時間、4時間では1時間の場合より比引張強さは低下傾向を示し、24時間では明らかに低下した。

以上の結果より、pHを10以上にして次亜塩素酸ナトリウム水溶液に浸漬することで、再生紙の比引張強さを高くすることが可能であることがわかった。しかし、24時間浸漬すると次亜塩素酸ナトリウム1.0%の場合には、次亜塩素酸ナトリウムも水酸化ナトリウムも添加しなかったときの比引張強さよりも低い値を示しており、再生紙の比引張強さは低下したと言える。

3.3 次亜塩素酸ナトリウムの効果

紙の強度はパルプ繊維間の水素結合の影響が最も大きいことが知られている。パルプ繊維が柔軟であればパルプ同士の接触面積が大きくなることで、また、パルプ繊維表面の水酸基の数が多ければ水素結合の結合能力が上がることで紙の強度が向上する。リサイクルを繰り返したパルプは、角質化することで繊維の柔軟性が失われ、パルプ繊維同士の水素結合の結合能力も劣ると言われている。そこで、簡易的に繊維の柔軟性とパルプ繊維表面の状態を調べるために、耐折強さとクレム吸水度を測定した。その結果を図3及び図4に示す。

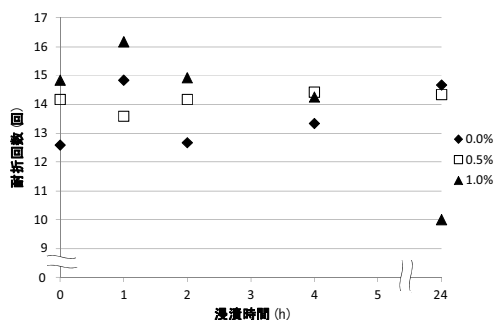


図3 各濃度の次亜塩素酸ナトリウム水溶液への浸漬時間と耐折強さの関係 (pH調整した場合)

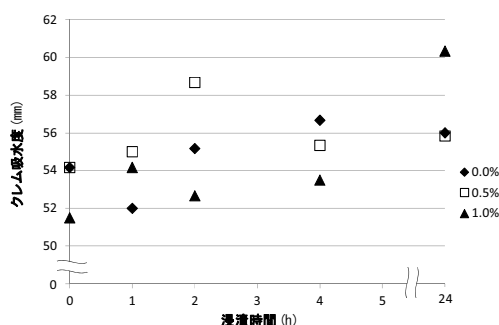


図4 各濃度の次亜塩素酸ナトリウム水溶液への浸漬時間とクレム吸水度の関係 (pH調整した場合)

図3より、次亜塩素酸ナトリウムが0.0、0.5%のとき耐折強さに大きな変化は見られないが、1.0%の場合24時間浸漬すると明らかに耐折強さが低下しており、パルプ繊維の柔軟性が低下していることが示唆される。また、図4より、クレム吸水度は次亜塩素酸ナトリウム添加量に関わらず、浸漬時間が長くなると吸水度が高くなる傾向を示している。パルプ繊維表面の水酸基による水素結合能力が高いということは、パルプ繊維表面の親水性が高いことになり、結果的にクレム吸水度は高い値を示すと考えられる。従って、次亜塩素酸ナトリウム水溶液への浸漬によって、パルプ表面の水素結合能力は向上したと思われる。

これらの結果より、次亜塩素酸ナトリウムがリサイクルパルプに与える影響として、①繊維の柔軟性の低下、②繊維表面の水素結合能力の向上、の二つが考えられる。①は再生紙の強度を低下させる要因で、②は再生紙の強度を増加させる要因である。①と②の効果が同時に生じた結果として、強度が増加したり低下したりすると考えられる。pHを10以上にしなかった実験(図1)では比引張強さは低下したことから、繊維の柔軟性を失わせるのは、次亜塩素酸イオン(OCl^-)ではなく、次亜塩素酸(HOCl)による効果の可能性がある。pHを10以上にした場合でも、添加した次亜塩素酸ナトリウムの濃度が高いほど、浸漬時間が長いほど強度が低下する傾向が見られ、pHが高い領域でもわずかに存在する次亜塩素酸が強度低下に影響していることが予想されるが、詳細についてはわからない。pHを厳密に制御した実験などにより効果を確認する必要がある。

図5に、再生紙の電子顕微鏡像の一例を示した。図5で次亜塩素酸ナトリウムを添加した場合は、いずれもpHを10以上にして1時間浸漬したときである。今回の再生紙では、電子顕微鏡像に大きな差は見られず、繊維の柔軟性の変化などはわからなかった。

4. まとめ

次亜塩素酸ナトリウムを用いて再生紙の強度増加

【報告】

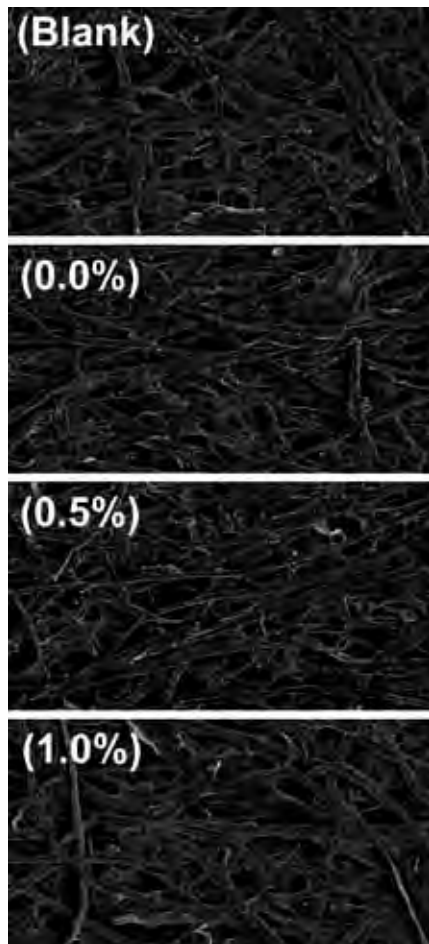


図5 再生紙の電子顕微鏡像

(Blank)：次亜塩素酸ナトリウム0.0%、NaOH添加なし
 (0.0%)：次亜塩素酸ナトリウム0.0%、NaOH添加あり
 (0.5%)：次亜塩素酸ナトリウム0.5%、NaOH添加あり
 (1.0%)：次亜塩素酸ナトリウム1.0%、NaOH添加あり

手法を検討した結果、pHを10以上に制御して次亜塩素酸ナトリウム水溶液に数時間程度浸漬することで再生紙の強度が増加することがわかった。しかし、浸漬する時間が長くなると、一度高くなった強度が低下することが確認できた。次亜塩素酸ナトリウムによって強度が変化する原因としては、①繊維の柔軟性の低下、②繊維表面の水素結合能力の向上、の二つが考えられた。すなわち、再生紙の強度を増加させる効果と低下させる効果が同時に起こっていることが予想された。

次亜塩素酸ナトリウムは古紙処理工程ではリサイクルパルプの漂白を目的として使われている。今回の実験から、過剰な次亜塩素酸ナトリウム添加と長い浸漬時間は、再生紙の強度低下を生じることが示唆されており、古紙処理工程での実用化を考えるとときには、漂白の効果と再生紙強度変化の効果の両方

を考慮する必要があることがわかった。また、古紙処理工程での水酸化ナトリウムの使用は、主にパルパーで古紙を離解する際の効率化を目的に添加させるため、pH制御という観点で行なっているわけではない。従って、再生紙の強度増加を図るためには、古紙の離解のみならずpH制御という目的も考えて、水酸化ナトリウムの添加量を決定する必要がある。近年、再生紙には高い白色度を要求されないことも増えており、本来、漂白のために設置した漂白タワーが単純な原料ストックのための設備として利用されている工場もある。漂白タワーは、次亜塩素酸ナトリウムなどの薬品使用を前提に設計されているので、今回の結果を実用化するには、漂白タワーを活用することが可能である。

次亜塩素酸ナトリウムがリサイクルパルプにどのように作用して再生紙の強度変化が生じるのか、というメカニズムについて、今回の検討では詳細が明らかになっていない。古紙処理工程での次亜塩素酸ナトリウムは、ダイオキシン発生源を排除するためなどの脱塩素の動向から、大手製紙会社などでは使用を控える傾向がある。今後は、再生紙強度が変化するメカニズムをより詳細に解明して、次亜塩素酸ナトリウム以外で同様の効果が得られる薬品の検討も必要と思われる。

謝辞

本研究を行うにあたり、実験や考察など多岐に渡りご指導を頂いた静岡大学農学部鈴木恭治教授に感謝いたします。

参考文献

- 1) 日本製紙連合会：古紙の利用率及び回収率の推移 (2012)；<http://www.jpa.gr.jp/states/used-paper/index.html>
- 2) Christopher J.Biermann：Handbook of Pulping and Papermaking, 379, Academic Press (1996).
- 3) 八重澤貴志：リサイクルにおけるパルプ物性変化，紙パ技協誌，61 (12)，78 (2007).

県内家庭紙メーカーの製品品質の現状と課題

製紙科 堤 真一 深沢博之 村松重緒*
齊藤将人 河部千香 目崎陽子

Research for the quality of toilet paper produced by manufactures in Shizuoka

Shinichi Tsutsumi, Hiroyuki Fukasawa, Shigeo Muramatsu,
Masato Saito, Chika Kawabe and Yohko Mesaki

70 kinds of toilet tissue papers produced by the manufactures in Shizuoka, outside of Shizuoka and outside of Japan were collected. The products made in Shizuoka, outside of Shizuoka and outside of Japan are respectively 44, 11, and 15. And the 15 kinds of physical properties were measured, such as ISO brightness, softness, and residue no ignition. In this paper for example we revealed toilet tissue papers in Japan could be a single fiber easier than that foreigner. But we can't conclude because the kinds of collected toilet tissue papers were not enough. Further research will be done.

1. はじめに

静岡県は、東京を中心とした大都市圏に近いという立地条件もあり、古紙を原料とした家庭紙メーカーが集積している。最近では、古紙原料事情の悪化、大手企業を中心とした国内シェア向上、2ヶ月連続で国外からトイレットペーパーの輸入量が倍増¹⁾するなど、産地間競争が厳しくなっている。そこで、トイレットペーパー製品品質調査を行い、国内における県内家庭紙製品の品質に関する位置付けを明確にし、かつ、他産地品に対する品質を比較して県内家庭紙製品の現状把握を行った。

2. 試験方法

2.1 現地調査及び試料収集

県内で製造されるトイレットペーパー製品（以下；TP製品）の品質評価のため製造企業へ訪問し、製品の収集を行った。大手家庭紙メーカー、他県産、並びに国外産製品は、市販品を用意した。

収集したTP製品は、70製品で県内が44製品、大手が4製品、県外が7製品、国外が15製品である。

収集したTP製品の形態は、シングル製品（以下；S製品）、2枚重ね製品（以下；W製品）、3枚重ね製品（以下；T製品）である。TP製品の原料は、古紙パルプ（以下；Rパルプ）とバージンパルプ

（以下；Vパルプ）に区分した。原料別に収集製品の内訳を見ると、県内の9割弱がRパルプからなる製品で、大手がVパルプで、県外がRとVパルプの製品割合が半々、国外の7割弱がVパルプからなる製品となっている（表1）。

表1 収集製品の形態と原料

	試料数 個
県内S(R)	21
県内S(V)	2
県内W \geq (R)	17
県内W(V)	4
県内計	44
大手S(V)	4
大手計	4
県外S(R)	2
県外S(V)	2
県外W(R)	2
県外W(V)	1
県外計	7
国外S(R)	4
国外S(V)	1
国外W(V)	7
国外T(V)	3
国外計	15
試料数合計	70

S：シングル製品
W：2枚重ね製品
W \geq ：2枚重ね以上の製品
T：3枚重ね製品
R：古紙パルプ
V：バージンパルプ

なお、国外製品の収集先は、米国、カナダ、フランス、韓国、ブラジル（7製品）、中国（2製品）、豪州（2製品）の7カ国でRパルプからなる製品が

*) 現 静岡県工業技術研究所

【報告】

ブラジルの4製品のみで、残り11製品が全てVパルプからなる製品であった。

2.2 TP製品の物性試験方法

TP製品の物性試験は、15項目の試験を実施した。試料は23℃±1℃、50±2%r.h.に24時間以上放置した後、試験に供した。

坪量、破裂強さ、ほぐれやすさはJIS P 4501の方法で測定した。

厚さは、試料を10枚重ねた状態でテスター産業(株)製繊維用厚さ測定器を用い、10秒以上経過した後の厚さを20回測定した。

白色度はJIS P 8148の方法で、試験片を40枚以上重ねて測定した。

柔らかさはJAPAN TAPPI No.34の方法で、試験片は製品状態で寸法を100mm角に採取して縦・横方向の測定をした(図1)。



図1 ハンドルオメータによる柔らかさの測定

灰分はJIS P 8251の方法で測定した。

表面特性はカトーテック(株)製自動化表面試験機 KES-FB4-AUTO-A型を用い、動摩擦係数(MIU)、動摩擦気数の変動(MMD)、及び表面粗さ(SMD)の変動を測定した。試験片は製品状態で縦方向に長さ20cmに裁断し、外巻き側を表、内巻き側を裏として、それぞれ4組ずつ採取した。

クレープ率は、製品から採取した試験片を水に投入し、投入後の試験片(縦)寸法から、初期試験片(縦)寸法を引いた値と、初期試験片(縦)寸法の比率として算出した。採取した試験片の寸法は、縦方向に152.4mmで横方向に12.7mmとした。水を張ったトレイに試験片を投入し、1分程度経過した後の試験片(縦)長さを、JIS B 7507に規定のノギスで測定した。

2.3 ハンドルオメータによる柔らかさ評価

ハンドルオメータによる柔らかさの評価については、過去の報告²⁾³⁾に記載があるように、坪量による補正が必要となる。今回は、縦及び横方向の平均値を坪量で除した値を比柔らかさ・縦(又は横)として算出した。

また、算出した比柔らかさ・縦と、比柔らかさ・横の二乗和の平方根を合成比柔らかさとした。

3. 結果

3.1 物性試験結果

15項目の試験結果を表2と表3に示す。県内製品と他地域の比較は、他地域の試料数が少ないため正確に行えないが、特徴的な事項を記述する。Rパルプからなる製品について破裂強さは、県内S及びW製品が平均で104kPa、84kPaと県外製品より高い値であった(表2)。白色度は、県内S及びW製品が平均でそれぞれ76%と他地域のRパルプ品より高い値であった。灰分は、県内W製品が平均で3.0%と県外と比べ高い値であった(表2)。柔らかさ・縦は、県内S製品が39.4 mN/100mmと県外と同等で国外より低い値となった。県内W製品が77.7 mN/100mmと県外製品より高い値であった(表3)。

国内と国外製品を通じて最も特徴的な結果が“ほぐれやすさ”であった。県内S及びW製品が平均で25秒、23秒と国内製品が100秒以内でほぐれるのに対し、国外のVパルプ製品で100秒以経過してもほぐれない製品があったため、VパルプからなるS製品・W製品・T製品の平均値が、JISで定める品質規格を満たさない結果となった(表2及び表4)。

3.2 ハンドルオメータによる柔らかさ評価

ハンドルオメータによる柔らかさの値を坪量で補正し、比柔らかさ・横と比柔らかさ・縦をグラフのY軸とX軸にプロットしたものが図2である。Y軸とX軸共に、数値が小さいほど弱い力で曲げられることを表している。傾向としては、国外>大手>県外の順で数値が小さくなっている。県内は、最も小さい値を示す製品があるものの、バラツキが大きく大手製品や県外製品より値が大きいものも見られた(図2)。

表2 トイレットペーパーの物性測定結果（その1）

	試料数	坪量 g/m ²	破裂強さ kPa	ほぐれやすさ s(秒)	厚さ mm	ISO白色度 %	灰分 %
県内S(R)	21(19)	18.5	104	25	1.52	76.00	2.6
県内W \geq (R)	35(25)	16.8	84	23	1.81	75.95	3.0
大手S(V)	4(4)	21.1	80	19	1.72	87.10	0.33
県外S(R)	2(2)	17.8	88	39	1.63	73.25	2.7
県外S(V)	2(1)	17.3	152	29	0.86	88.55	0.20
県外W(R)	4(2)	17.6	53	17	1.62	74.55	0.80
県外W(V)	2(1)	16.8	52	69	1.60	87.85	0.24
国外S(R)	4(4)	18.4	121	25	2.10	74.85	3.2
国外S(V)	1(0)	33.2	152	546	5.15	-	0.42
国外W(V)	14(10)	17.5	89	228	2.20	84.30	0.59
国外T(V)	9(7)	15.3	82	148	1.31	88.35	0.26

* 2枚以上重ねて巻き取ったものについては、各々1枚ごとを試料とした

* () で表記の試料数はISO白色度を対象とし、染色や色柄プリントを除いたもの

* 数値は平均値

* 測定結果は県内外及び国外など特定の地域の製品を代表するものではない

S: シングル製品、W: 2枚重ね製品、W \geq : 2枚重ね以上の製品、T: 3枚重ね製品
R: 古紙パルプ、V: パーシアンパルプ

表3 トイレットペーパーの物性測定結果（その2）

	試料数	柔らかさ		MIU		MMD		SMD		クレープ率 %
		縦 mN/100mm	横 mN/100mm	表	裏	表	裏	表	裏	
県内S(R)	21	39.4	45.7	0.391	0.416	0.0167	0.0182	3.263	3.469	12.2
県内W \geq (R)	17	77.7	98.3	0.378	0.407	0.0132	0.0140	3.532	3.769	14.8
大手S(V)	4	35.4	42.8	0.267	0.240	0.0123	0.0126	2.782	3.036	17.0
県外S(R)	2	39.5	42.6	0.359	0.387	0.0141	0.0171	2.907	2.863	12.3
県外S(V)	2	27.2	30.1	0.374	0.361	0.0090	0.0093	1.811	2.108	7.3
県外W(R)	2	40.8	63.3	0.353	0.376	0.0107	0.0131	3.414	3.217	23.8
県外W(V)	1	45.9	64.2	0.451	0.467	0.0087	0.0092	2.763	2.910	29.9
国外S(R)	4	43.5	56.6	0.374	0.405	0.0154	0.0185	2.885	3.233	12.2
国外S(V)	1	234.5	212.8	0.333	0.248	0.0135	0.0137	5.882	4.739	5.0
国外W(V)	7	79.0	126.2	0.204	0.228	0.0099	0.0106	3.543	3.326	17.2
国外T(V)	3	92.4	145.3	0.240	0.226	0.0081	0.0089	3.037	3.076	14.2

* 製品形態で測定した

* 数値は平均値

* MIU, MMD, SMDの測定面は"表"が製品の外巻き面で"裏"が内巻き面で表裏共に手で触れる面となる

* 測定結果は県内外及び国外など特定の地域の製品を代表するものではない

S: シングル製品、W: 2枚重ね製品、W \geq : 2枚重ね以上の製品、T: 3枚重ね製品
R: 古紙パルプ、V: パーシアンパルプ

表4 大手、県外、国外産の製品別物性測定結果

	坪量 g/m ²	破裂 強さ kPa	ほぐれ やすさ S	厚さ mm	ISO 白色度 %	柔らかさ		灰分 %	MIU		MMD		SMD		クレー 率 %
						縦 mN/100mm	横 mN/100mm		表	裏	表	裏	表	裏	
A大手S(V)	23.3	72	25	2.31	86.15	37.8	43.0	0.36	0.338	0.248	0.0113	0.0086	2.473	2.759	18.1
B大手S(V)	20.2	64	16	1.48	88.50	25.3	47.4	0.30	0.256	0.248	0.0193	0.0160	3.784	4.166	20.0
C大手S(V)	21.0	107	16	1.76	89.55	49.5	39.3	0.32	0.250	0.243	0.0085	0.0129	2.134	2.215	12.2
D大手S(V)	19.7	76	17	1.34	84.15	28.8	41.6	0.33	0.225	0.222	0.0102	0.0129	2.736	3.005	17.8
①県外S(R)	18.2	89	18	2.19	76.95	55.5	51.6	0.89	0.276	0.315	0.0166	0.0183	3.595	3.476	12.4
②県外S(R)	17.4	87	60	1.06	69.55	23.5	33.6	4.5	0.441	0.459	0.0115	0.0160	2.219	2.249	12.3
③県外S(V)	16.9	142	21	0.732	88.55	27.8	27.4	0.22	0.272	0.234	0.0090	0.0086	1.561	1.843	5.9
④県外S(V)	17.7	162	36	0.989	♣87.20	26.6	32.9	0.18	0.477	0.488	0.0089	0.0100	2.062	2.373	8.8
⑤県外W(R)	18.0	64	20	1.62	♣72.60	44.2	54.8	1.0	0.294	0.329	0.0101	0.0131	3.210	2.961	16.7
	17.5	53	13	1.65	73.50			0.69							
⑥県外W(R)	17.2	47	17	1.48	♣70.80	37.4	71.7	0.71	0.412	0.422	0.0113	0.0131	3.619	3.473	30.9
	17.8	47	16	1.74	75.60			0.78							
⑦県外W(V)	17.0	52	75	1.60	♣82.00	45.9	64.2	0.26	0.451	0.467	0.0087	0.0092	2.763	2.910	29.9
	16.7	52	64	1.60	87.85			0.23							
ブラジルS(R)	18.3	96	18	2.51	77.30	36.4	69.0	1.4	0.315	0.329	0.0150	0.0178	3.130	3.737	20.0
ブラジルS(R)	18.1	156	32	2.10	80.95	59.7	75.6	1.7	0.374	0.434	0.0149	0.0203	2.666	3.080	9.4
ブラジルS(R)	18.6	122	8	2.05	81.40	40.9	39.2	1.1	0.416	0.483	0.0162	0.0209	3.018	3.179	10.2
ブラジルS(R)	18.4	110	43	1.72	59.85	36.9	42.7	8.7	0.391	0.375	0.0157	0.0152	2.726	2.935	9.0
豪州S(V)	33.2	152	546	5.15	♣84.65	234.5	212.8	0.42	0.333	0.248	0.0135	0.0137	5.882	4.739	5.0
豪州W(V)	17.2	85	17	2.44	81.25	64.9	126.5	0.63	0.280	0.402	0.0106	0.0116	3.731	3.076	20.9
	17.0	79	24	1.70	79.95			0.71							
米国W(V)	24.4	87	725	3.05	87.75	140.8	200.1	0.30	0.147	0.129	0.0069	0.0061	3.623	2.792	16.0
	24.3	96	483	3.10	87.90			0.26							
カナダW(V)	18.4	99	13	2.77	83.95	73.0	104.2	0.40	0.165	0.200	0.0100	0.0127	2.915	3.103	14.6
	17.2	87	11	2.61	84.65			0.39							
フランスW(V)	19.2	115	14	1.87	88.20	104.0	148.5	0.49	0.185	0.214	0.0116	0.0118	5.542	3.680	10.6
	16.1	103	16	2.25	86.50			0.61							
ブラジルW(V)	15.6	79	513	2.28	♣79.45	58.9	107.8	0.71	0.221	0.223	0.0093	0.0096	2.848	3.885	19.0
	15.9	79	746	1.53	♣83.05			0.74							
ブラジルW(V)	15.2	78	59	1.66	♣83.15	55.8	98.6	0.56	0.211	0.208	0.0083	0.0111	2.712	2.453	20.8
	15.1	77	60	1.80	♣88.35			0.58							
ブラジルW(V)	15.3	99	110	2.31	82.70	55.5	97.8	1.4	0.215	0.220	0.0123	0.0110	3.435	4.295	18.2
	14.3	82	400>	1.43	80.10			0.56							
中国T(V)	15.4	89	44	0.99	88.85	59.6	120.3	0.32	0.311	0.308	0.0084	0.0098	2.651	2.629	13.4
	16.0	97	30	0.94	89.25			0.29							
	15.4	80	29	1.07	89.15			0.28							
中国T(V)	14.1	76	400>	1.07	88.15	84.8	124.4	0.22	0.244	0.173	0.0092	0.0081	2.626	2.821	16.8
	15.1	76	400>	1.13	87.75			0.20							
	15.0	86	400>	1.13	88.00			0.21							
韓国T(V)	15.6	75	8	1.95	♣81.15	132.9	191.1	0.27	0.167	0.197	0.0068	0.0088	3.836	3.779	12.5
	15.7	79	10	1.78	♣79.65			0.27							
	15.3	78	7	1.70	87.20			0.27							

* 数値は平均値

* ほぐれやすさで右側に">"の表記があるものは、試料がほぐれないため400秒で測定を中止した

* ISO白色度で左側に"♣"の表記があるものは、染色または色柄プリントされたもの

* 測定結果は各国等の製品を代表するものではない

S: シングル製品、W: 2枚重ね製品、T: 3枚重ね製品
R: 古紙パルプ、V: パーシパルプ

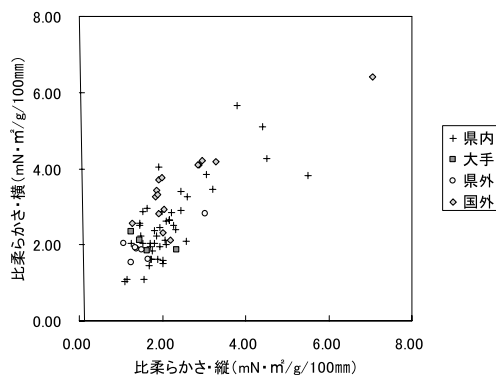


図2 ハンドルオメータによる柔らかさの評価

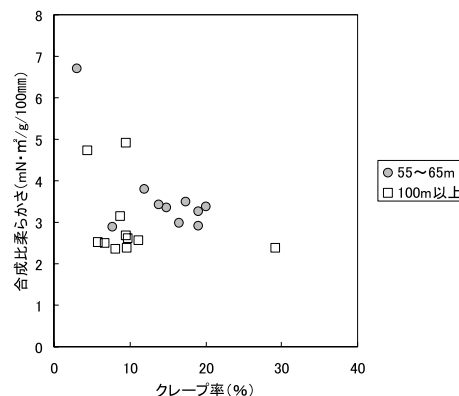


図4 巻き長さの違いによる柔らかさとクレープ率の関係

4. 考察

ハンドルオメータによる柔らかさ評価において、県内製品を対象に傾向を見てみる。対象製品は、RパルプからなるS製品21個である。

図3は、製品の巻き長さに着目して縦・横の比柔

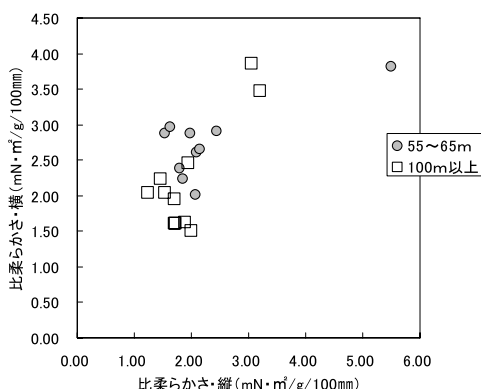


図3 製品の巻き長さ柔らかさの傾向

らかさを表したものである。丸の点が巻き長さ55m (1個)、60m (5個)、65m (4個) の製品である。四角の点が巻き長さ100m以上の製品である。巻き長さ100m以上の製品は、100m、105m、150m、170mが各1個で、130mが7製品である。丸と四角の分布を見てみると、四角の点で3個例外があるものの、巻き長さの違いで分布が2つに分かれる事が見て取れる。比柔らかさは、縦・横共に数値が小さいほど弱い力で曲げられることを表しているため、四角のグループである100m以上の長尺製品の方が柔らかい傾向となる。

図4は、製品の巻き長さの違いによる柔らかさと製品のクレープ率の関係を示したものである。クレープ率が丸 (60m程度) の平均で15.6%、四角 (100m以上) の平均で8.4%となり、長尺製品が低い値となった。表5は、2つの100m以上の長尺製品において、原反と製品のクレープ率を比較したもので原反に比べ製品のクレープ率が9%低下している。100m以上の長尺製品は、巻き取りの径を12cm以内にするため、巻き長さ60m程度の製品に比べ強い力で巻き取る必要があり、クレープが強制的に伸ばされることで長尺製品のクレープ率が低下したと考えられる。

表5 原反と製品のクレープ率の差

製品名	原反クレープ率 %	製品クレープ率 %	差 %
A	15.6	6.7	9.0
B	18.6	9.5	9.1

* 製品A、B共に100m以上の長尺もの

100m以上の長尺製品の方が柔らかい傾向となる要因として、加工工程におけるクレープ率の変化が仮定されるが、今回は巻き取り装置の力について調査を行っていない。加工工程におけるクレープ率の変化が柔らかさに与える影響については、TP原反の物性調査も含め今後検討を行う必要があると考えられる。

さらに11個の100mを超える長尺製品について柔らかさの傾向を検討した。図5は、図3より長尺製品のみを選択して表示した。ここでは、原質工程の入り口である離解設備に着目して結果を表示した。

【報告】

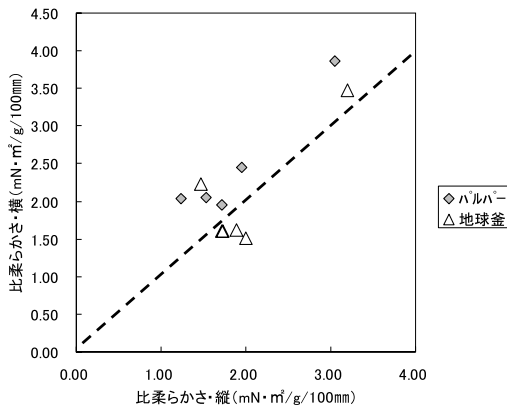


図5 古紙離解装置の違いによる柔らかさの傾向

菱形がパルパーで、三角が地球釜である。グラフの破線は、縦／横の値が1：1のラインである。興味深い点としては、破線の右下に位置する製品で、パルパー設備で生産された製品が見られない点である。破線右下に位置する製品は比柔らかさで縦よりも横の値が低い事を示す。この結果より離解装置の違いで製品の柔らかさに影響があることも考えられるが、断定するのは拙速であると考え。原料となる古紙の相違や、離解装置以外の除塵設備など他の原質工程の影響、抄紙機や抄紙条件の違い、加工工程など柔らかさに影響する因子の検討が不足しているからである。このため、離解装置の違いが製品の柔らかさに影響があるかどうかについては、他に考えられる因子を含めて検討を行う必要があり、今後の課題となる。

5. まとめ

品質評価は、坪量、破裂強さ、ほぐれやすさ、厚さ、白色度、柔らかさ（縦・横）、灰分、表面特性【MIU（表・裏）、MMD（表・裏）、SMD（表・裏）】、伸び率の15項目を国内外のトイレットペーパー70製品で実施した。今回の品質評価で国外の“ほぐれやすさ”が日本の品質規格を大幅に上回る値であるなど、特出した結果が得られたが、対象としたTP製品の形態や原料が異なるものであった

め、15項目の試験結果については、平均値での比較しか行えなかった。今後製品品質の比較を行う場合には、古紙パルプを原料とした県内製品の生産量は年間で約30万トンと全国の約3割のシェアを占める点を考慮して、古紙パルプ製品に絞るなど、対象とする製品や試験項目を絞って行う必要性を感じた。

柔らかさの評価についての考察では、製品の巻き長さ100mを超える長尺製品が加工工程で60m程度の製品に比べ強い力で巻き取られることで、柔らかさが発現したのではないかと推察した。また、原質工程の離解設備が柔らかさに影響する可能性を見いだした。ただし、柔らかさに影響する因子は、原料となる原料古紙、離解装置以外の原質工程設備、抄紙機、加工工程にもあると考えられるため、対象となる因子を絞って検討を行う必要がある。さらに、消費者がTP製品に求める品質は、例えば風合いが良くてしっかりした製品というように、一見矛盾するものもあるなど千差万別である。今回は柔らかさについて考察を行ったが、消費者ニーズを踏まえた品質評価の検討を行う必要性も感じた。

謝辞

本研究を行うにあたりトイレットペーパー製品の提供及び調査に協力いただきました県内家庭紙企業の皆様に深く感謝いたします。また、国外製品を提供いただきました企業様にも深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 日刊紙業通信：第16648号， 3 P， (株)日刊紙業通信社 (2012.3.13)。
- 2) 齊藤将人他：トイレットペーパーの柔らかさ評価法の検討， 静岡県工業技術研究所研究報告， 第1号， 67-72 (2008)。
- 3) 望月彰人他：再生トイレットペーパーの柔らかさ向上について， 静岡県富士工業技術センター報告， 第6号， 16-19 (1996)。

介護福祉施設における見守りセンサシートシステムの開発

機械電子科 中山 洋 鈴木悠介* 杉本芳邦
 株式会社メディカルプロジェクト 小林信明 一言貴則
 株式会社富士セラミックス 岩崎君男 福島利博 鈴木嘉幸

Development of Sensor-Sheet Device for Detecting a Slight Movement of Human Body on Bed for Intensive Care Home

Hiroshi Nakayama, Yusuke Suzuki, Yoshikuni Sugimoto,
 Nobuaki Kobayashi, Takanori Hitokoto, Kimio Iwazaki,
 Toshihiro Fukushima and Yoshiyuki Suzuki

Sensor-sheets that would be able to detect a slight movement of a human body were investigated for intensive care home. The results are summarized as follows;

- 1) We developed the improved sheet with air pressure sensor which is possible to detect a slight movement of the body. The sensor-sheet placed under various mattresses was able to detect breathing and heart beat without physical restraint.
- 2) Improved sensor-sheet device equipped with the above sheet and a nurse call system was fabricated.
- 3) The sensor-sheet device was tested in intensive care homes. The device was able to detect breathing and heart beat of elderly persons without physical restraint for five months.

1. はじめに

日本は世界一の少子高齢化社会であり、介護福祉施設では、要介護度の高い高齢入所者の増加、慢性的な介護士の不足などでさまざまな課題があり、今後ますます介護士の助けとなるセンサ機器が必要となると考えられる。我々は平成22年度、介護福祉施設の現場調査から得られたニーズを基にして、ベッド上で人の体の動きを検知できる見守りセンサシートシステムの試作を行った^{1),2)}。そこで平成23年度は、見守りセンサシートシステムの改良・評価及び介護福祉施設における試験利用を行ったので報告する。

2. 方法

2.1 センサシートの改良と評価

改良した焦電型空圧センサモジュールを用いて、エアセル構造を持ったシート（センサシート）を試作した。試作したセンサシートをマットレスの下に設置して、マットレス上の人の体の動きに起因するセンサ出力をオシロスコープ（DPO2012、

Tektronix製）を用いて測定した。シートの位置、各種マットレス（エアーマットレス：グランデ（株）モルテン製、体圧分散マットレス：エバーフィット（材質；ウレタンフォーム・ポリエステル）パラマウントベッド（株）製、普通マットレス：プレグラーマットレス（材質；ポリエステル）パラマウントベッド（株）製）および主な体位について評価した。また試作したセンサシートに608Nの荷重応力を負荷して耐荷重試験を行い、試験前後のセンサ出力を測定して耐久性を評価した。

2.2 見守りセンサシートシステムの改良

改良したセンサシートを用いて、コントロールボックス、ナースコール端子からなる見守りセンサシートシステムを試作した。

2.3 試作センサシートシステムの試験利用

特別養護老人ホーム「みぎわ園」（ユニットケア型、富士市）において、試作した見守りセンサシステムの試験利用を行った。介護現場の使用状況や意見を取り入れて、試作改良を繰り返し行った。

*) 現 製紙料

【報告】

3. 結果と考察

3.1 センサシートの改良と評価

(1) センサシートの改良

改良した焦電型空圧センサモジュール（センサ出力範囲の拡大（0～5V）、小型（16mm×40mm））を用いて、一体化したエアースェル構造を有したシート（750mm×600mm）を試作した。

(2) シート位置の違いによるセンサ出力

試作したセンサシートをエアーマットレスの下に設置し、シート位置（センサ部）を頭部から10cmずつ足方向に移動した時の人の体の動きから得られるセンサ出力を測定した。得られたセンサ出力を図1に示す。人が不在状態ではセンサ出力のVp-p（peak to peak）は0.3V以下であった。一方、マットレス上で呼吸をしている状態もしくは呼吸を止めた状態（無呼吸状態）において、センサシートをいずれの位置に設置しても、呼吸や心拍に起因した出力が得られ、センサ出力のVp-pは1V以上を示した。さらに、腹部から腰部に設置した時に最も大きなセンサ出力が得られ、呼吸ありではVp-pが4Vに達し、呼吸なしでも2V以上を示した。これは腹部から腰部の体の動きの変位が大きいためと考えられる。

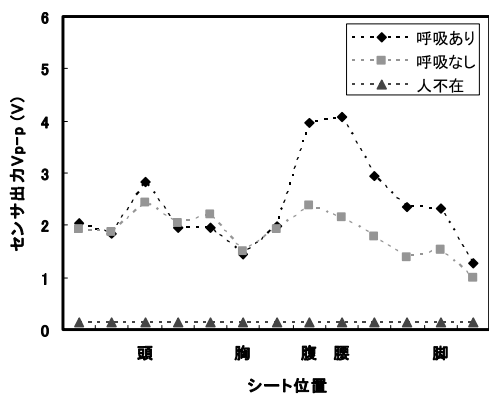


図1 シート位置の違いによるセンサ出力

(3) 各種マットレスにおけるセンサ出力

センサシートの位置を、大きなセンサ出力が得られた腹部に設置して、エアーマットレス、体圧分散マットレス、普通マットレスにおいて、人の体の動きから得られるセンサ出力を測定した（図2）。エアーマットレスにおいて主な体位におけるセンサ出力を図3に示す。人が不在状態では、

センサ出力のVp-pは0.3V以下であった。一方、仰向け状態で呼吸している時には、大きな呼吸に起因した約4VのVp-p出力が得られた（図3(a)左）。また無呼吸状態では心拍の動きに起因した2V以上のVp-p出力が得られた（図3(a)右）。



図2 試作センサシートの設置

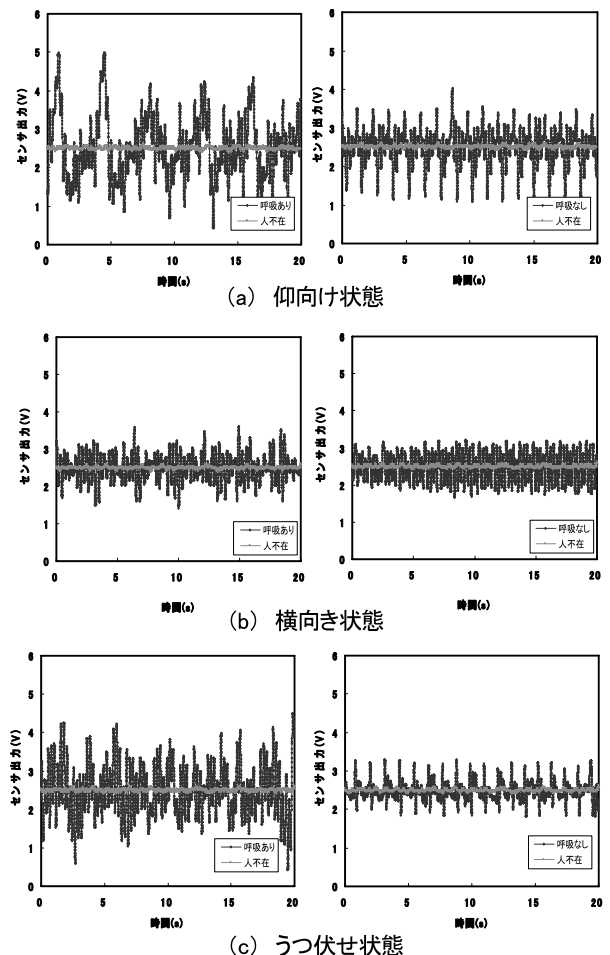


図3 エアーマットレスにおけるセンサ出力

横向きの状態では、呼吸している時には仰向け状態よりもVp-p出力が小さかったが、呼吸に起因したセンサ出力が、無呼吸時でも心拍の動きに起因したセンサ出力が得られた（図3(b)）。うつ

【報告】

伏せ状態では、呼吸している時には呼吸に起因した約3VのVp-p出力が、無呼吸時では、心拍の動きに起因した1V以上のVp-p出力が得られた(図3(c))。

次に体圧分散マットレスでの主な体位におけるセンサ出力を図4に示す。不在状態ではセンサ出力のVp-pは0.3V以下であったが、仰向け状態において呼吸時には、呼吸に起因した5V以上の大きなVp-p出力が、無呼吸時には心拍の動きに起因した約3VのVp-p出力が得られた(図4(a))。横向き状態では、呼吸時には仰向け状態よりもセンサ出力は小さかったが、約3Vの呼吸に起因した大きなVp-p出力が、無呼吸時でも心拍の動きに起因したセンサ出力が得られた(図4(b))。うつ伏せ状態では、呼吸時には呼吸に起因した5V以上の大きなVp-p出力が、無呼吸時には心拍の動きに起因した3V以上の大きなVp-p出力が得られた(図4(c))。

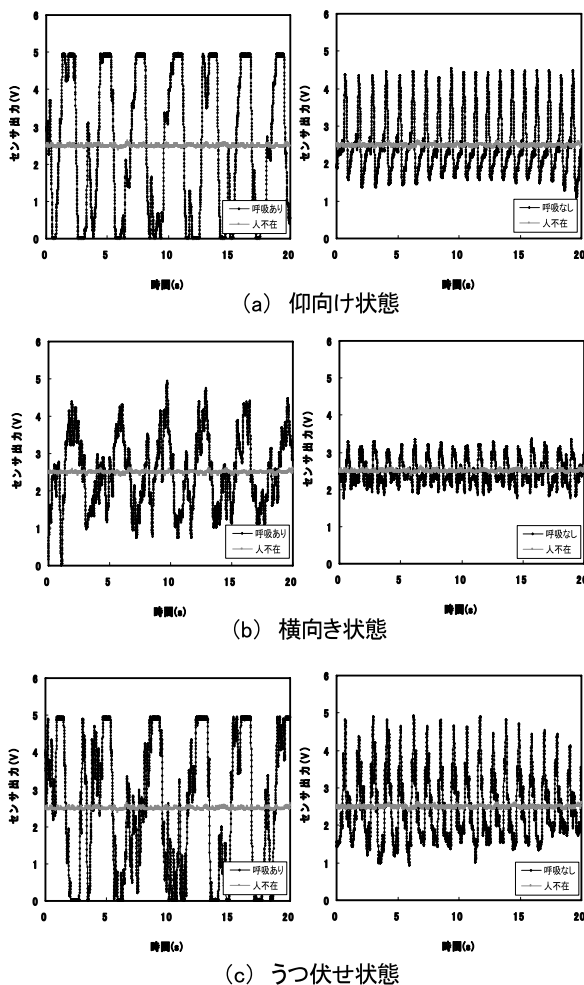


図4 体圧分散マットレスにおけるセンサ出力

普通マットレスでの主な体位におけるセンサ出力を図5に示す。不在状態ではセンサ出力のVp-pは0.3V以下であったが、仰向け状態において呼吸時には、呼吸に起因した5V以上の大きなVp-p出力が、無呼吸時には心拍の動きに起因した約4VのVp-p出力が得られた(図5(a))。横向き状態では、呼吸時には仰向け状態よりもセンサ出力は小さかったが、呼吸に起因した約3Vの大きなVp-p出力が、無呼吸時でも心拍の動きに起因したVp-p出力が得られた(図5(b))。うつ伏せ状態では、呼吸時には呼吸に起因した5V以上の大きなVp-p出力が、無呼吸時には心拍の動きに起因した約3Vの大きなVp-p出力が得られた(図5(c))。

いずれのマットレスでも、仰向け状態、横向き状態、うつ伏せ状態において、呼吸や心拍などに起因したセンサ出力が得られた。仰向け状態及びうつ伏せ状態におけるセンサ出力は、横向き状態

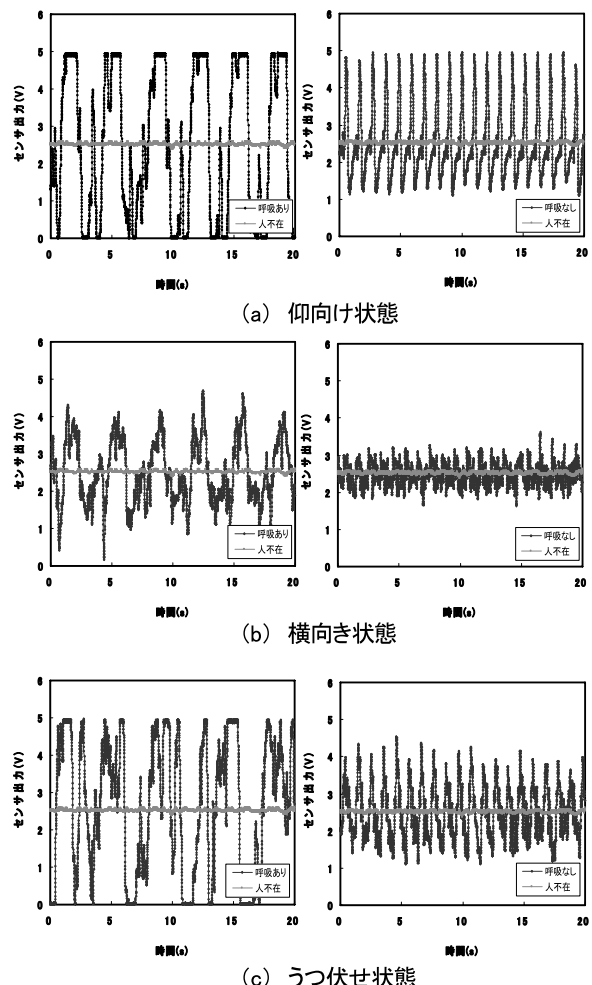


図5 普通マットレスにおけるセンサ出力

【報告】

よりも、いずれのマットレスにおいても大きな値を示した。またエアーマットレスよりも体圧分散マットレスや普通マットレスの方が大きなセンサ出力が得られた。これは今回使用したエアーマットレスは2層タイプのために、体の動きの伝達が2層間で減衰してしまったためと考えられる。しかしながら、試作改良したセンサシートは、いずれのマットレスの下に設置しても、マットレス上の人の呼吸や心拍などの微小な体の動きを検知するのに十分なセンサ出力を得ることができた。

(4) 耐荷重試験

試作したセンサシートに608Nの荷重応力をかけて耐荷重試験を行った。実際にはシートに要介護者の腹から膝の部分に当たる体重とマットレス及び掛け布団の重さによる負荷が想定されるが、それ以上の荷重を負荷した。耐荷重試験前、耐荷重試験6ヵ月後に得られたセンサ出力の一例をそれぞれ図6、図7に示す。

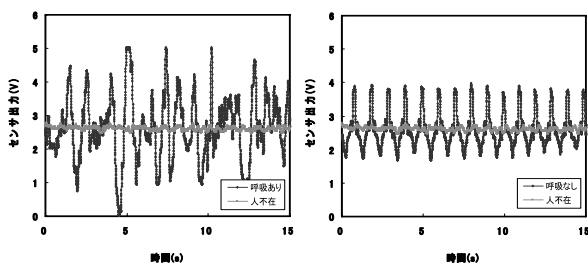


図6 耐荷重試験前のセンサ出力 (普通マットレス、仰向け状態、位置：胸部)

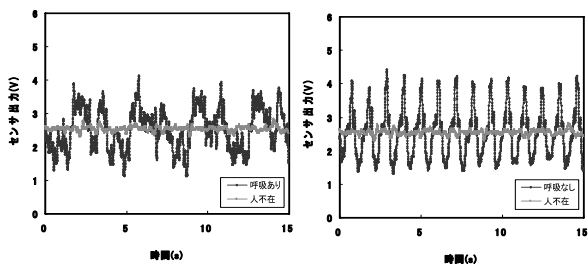


図7 耐荷重試験6ヵ月後のセンサ出力 (普通マットレス、仰向け状態、位置：胸部)

耐荷重試験6ヵ月後でも、呼吸時において約3VのVp-p出力が、無呼吸時にも約3VのVp-p出力が得られ、良好なセンサ出力を示した。

3.2 見守りセンサシートシステムの改良

得られたセンサシートを用いて、見守りセンサシステムを試作した(図8)。試作したセンサシ-

トシステムは、センサシート(カバー付き)部で人のわずかな体の動きを検知し、動きを15秒間検知できなかった場合にナースコールで介護士に知らせることができる見守りシステムである。試作したコントロールボックスは、①センサ出力レベルインジケータ(LED:5段階)、②センサ感度調整ボリューム、③報知ランプ、④センサ出力データ収集可能なSDロガー-接続機能を有している。センサ出力レベルインジケータを有するため、センサ出力のレベルを視覚的に捕らえることができ、介護士はセンサ出力状態を確認することができる。またセンサ感度調整ボリュームにより感度を調整できるため、さまざまなマットレスにも対応が可能となる。またSDロガー-接続機能を有するため、実際のセンサ出力を長期で収集・蓄積することができる。



図8 見守りセンサシートシステムの試作

3.3 試作センサシートシステムの試験利用

特別養護老人ホーム「みぎわ園」において、試作した見守りセンサシートシステムの試験利用を行った。要介護度5の入所者のベッドに設置した(図9)。マットレスの下にセンサシートを設置するため、使用していることを全く意識させることなく、違和感なく利用することができた。また5ヶ月間継続して利用しても、センサシートのエア-漏れは認められなかった。

一方で介護施設現場での利用上の課題として、①深夜1~4時の誤動作、②中断時の誤動作、③中断時のLED表示方法のわかりにくさ、④センサシートのずれ、などがあることがわかった。そこでセンサシートシステムの改良を行った。①深

【報告】

夜1～4時の誤動作は、要介護者が体位変換クッションを用いて横向き状態で熟睡した時に呼吸や心拍等に伴う体の動きが小さくなって発生したためであることがわかったため、感度調整の最適化やアルゴリズムの改良を行った。②中断時の誤動作は、離床時のベッドメイキングなどにより自動計測開始機能が動作してしまったために発生したため、自動計測開始機能は排除することとした。③中断時のLED表示方法のわかりにくさは、中断時に赤いランプが点滅するが、動きがあった場合にLEDインジケーターが点滅してしまうため、介護士が混乱してしまうということから、中断時はLEDインジケーターを点滅させないこととした。④センサシートのずれは、ベッドのギャッチアップ・ダウンや要介護者の移動などにより発生したためであり、滑り防止用ゴム材料を付加することとした。

これらの改良によって「みぎわ園」における介護現場での諸課題を改善することができた。センサシートから得られた要介護者の体の動きに起因したセンサ出力の一例を図10に示す。マットレス上の要介護者の呼吸などに起因したわずかな体の



図9 特別養護老人ホームにおける見守りセンサシートシステムの設置状況

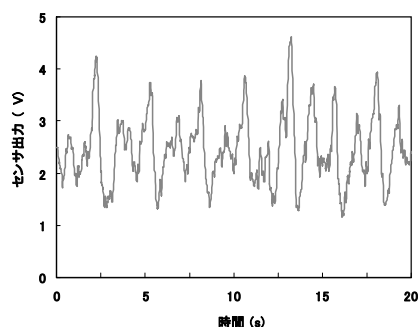


図10 要介護者の体の動きから得られたセンサ出力例

動きを検出することができた。改良したセンサシートシステムは、その他の複数の特別養護老人ホームにおいて試験利用を開始し、継続利用を行っているところである。

4. まとめ

- (1) 改良した焦電型空圧センサモジュールを一体化したセンサシートを試作した。試作したセンサシートは、マットレス下のいずれの位置においても、マットレス上の人の呼吸や心拍等に伴う微小な体の動きを検出することができた。そして腹部から腰部に設置した時に高感度に体の動きを検出することがわかった。また普通マットレス、体圧分散マットレス、エアーマットレスのいずれでも、さまざまな体位において微小な体の動きを検出することができた。
- (2) 試作したセンサシートの耐荷重評価を行った結果、6ヶ月後も良好なセンサ出力を示した。今後も継続して耐荷重評価を行っていく予定である。
- (3) 試作したセンサシートを用いて微小な体の動きを検知し、もし検知しなかった場合にナースコールを通じて介護士に知らせてくれる見守りセンサシステムを試作した。
- (4) 県内の特別養護老人ホームにおいて見守りセンサシートシステムの試験利用を行った。5ヶ月間利用後もセンサシートのエアール漏れは認められず、現場利用においても長期間メンテナンスフリーで使用することがわかった。介護現場の利用結果や意見を踏まえ、試作改良を繰り返し行うことで、誤動作もなく、要介護者の呼吸や心拍などに伴う体の動きを検知できる見守りシステムを試作することができた。
- (5) 今後も特別養護老人ホーム「みぎわ園」における利用を継続して行い、センサシートの耐久性などの評価を継続して行う必要がある。また広く複数の高齢者介護福祉施設での利用を行い、さまざまな介護施設現場において利用できる信頼性の高い見守りセンサシートシステムを完成させていく必要があると考えられる。

謝辞

本研究の遂行にあたり、介護施設現場の試験利用にご協力頂きました特別養護老人ホーム「みぎわ園」をはじめとする高齢者介護福祉施設の皆様に深く感謝いたします。

本研究は、財団法人しずおか産業創造機構の「静岡新産業集積クラスターコンソーシアム事業化推進助成事業」の一環として行ったものであり、関係各位に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 中山 洋他：見守りセンサシートシステムの開発—試作開発と介護施設での試験利用—, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第4号, 147-151 (2011).
- 2) 鈴木悠介他：見守りセンサシートシステムの開発—シート構造の検討—, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第4号, 152-156 (2011).

太陽光電熱パネルの性能と耐久性向上技術に関する研究

機械電子科 鈴木悠介* 中山 洋 杉本芳邦
株式会社GF技研 梅津健児 桑原永治 松坂 孝

Study on Improvement of Performance and Durability of Super-Solar-Panel

Yusuke Suzuki, Hiroshi Nakayama, Yoshikuni Sugimoto,
Kenji Umetsu, Eiji Kuwahara and Takashi Matsuzaka

Currently world primary energy is largely dependent on fossil fuels. But there are some problems that depletion of resources and environmental destruction. In order to prevent such problems, solar power generation has received a lot of attention in recent years. But solar power generation has a demerit that generating efficiency is inefficient. And so in this study, we aimed to develop highly efficient "Super-Solar-Panel" that can generate electricity and utilize solar thermal energy. In this report, we discuss durability of Super-Solar-Panel and development of the heat storage tank for utilizing solar thermal energy.

1. はじめに

現在、世界で使われている1次エネルギーの大部分が石炭や石油、天然ガス等といった化石燃料である。しかし、近年、化石燃料の枯渇への懸念や環境意識の高まりから自然エネルギーの利用が進められている。中でも、太陽光発電は国による助成や電力会社による余剰電力の買取制度、災害時にも既存の電力系統に依存せず、自立型の発電システムとして利用できる点等から非常に注目されている。

しかし、一方で、太陽光発電の特性としてエネルギーの変換効率が15%程度と低いことや、発電セルの温度上昇に伴い発電効率が低下するといった問題がある。そこで、本研究では太陽光発電を行うと共に、従来の太陽光発電では利用されていなかった太陽熱エネルギーを回収し、その熱を給湯等に利用することで、太陽光エネルギーを高効率に利用することができる新たな太陽光電熱パネル（Super-Solar-

Panel）（図1）と、回収した熱を効率良く利用するための蓄熱槽の開発を目標に、(株)GF技研と共同研究を行った。

本報告では、太陽光電熱パネルの長期耐久性の向上について検討した結果と容積効率が高い蓄熱槽の材質について検討した結果を報告する。

2. 試験方法

2.1 太陽光電熱パネルの環境劣化加速試験

試作した太陽光電熱パネルのモジュールについて恒温恒湿槽（(株)カトー製SSE-75CI-A）を用いて環境劣化加速試験を行った。試験前の太陽光電熱パネルのモジュールの外観を図2に示す。

試験条件はJIS C 8917（結晶系太陽電池モジュールの環境試験方法及び耐久性試験方法）を用いた。試験条件を以下に示す。各試験後に太陽光電熱パネルの外観の変化（汚れ、変色、ひび、割れ、剥がれ

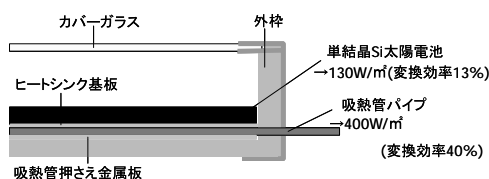


図1 太陽光電熱パネルの概要

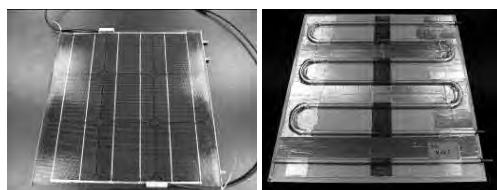


図2 太陽光電熱パネルモジュールの外観
（左：表、右：裏）

*）現 製紙科

【報告】

など) を評価した。

(試験条件)

- ①耐熱試験：85±2℃ (1,000時間)
- ②温度サイクル試験：90±2℃ (10分間) →-40±3℃ (10分間) のサイクルを200サイクル
- ③温湿度サイクル試験：85±2℃かつ85±5%RH (10分間) →-40±3℃ (1時間) のサイクルを10サイクル
- ④耐湿試験：85±2℃かつ85±5%RH (1,000時間)

2.2 太陽光電熱パネルの電気信頼性試験

発電セルの電気信頼性を評価するため、電気出力、耐電圧、絶縁抵抗の各環境劣化加速試験を行った。試験条件はJIS C 8918 (結晶系太陽電池モジュール) を用いた。試験方法を以下に示す。

(試験方法)

- ①電気出力測定 (図3)：HIDランプ (150W) を用いて簡易の擬似太陽光光源を作製し、光照射時の太陽光電熱パネルの開放電圧、短絡電流をデジタルマルチメータ (株東洋テクニカ製KEITHLEY 2000型) で測定した。
- ②耐電圧試験：モジュールの出力端子を短絡し、同端子と接地端子間に耐電圧試験機 (菊水電子工業 株製TOS8700) を用いて1,100Vを1分間印加し、耐電圧特性を評価した。
- ③絶縁抵抗試験：モジュールの出力端子を短絡し、同端子と接地端子間に絶縁抵抗計 (菊水電子工業 株製TOS7100L) を用いて1,000V印加し、絶縁抵抗を評価した。



図3 出力測定

2.3 蓄熱槽内の貯湯フィルム検討

従来の蓄熱槽は貯湯タンクに水道管が直結されているため水道圧による2kPaの負荷が貯湯タンク内に直接かかる。また、耐久性や耐食性も考慮し、円筒型のステンレスタンクが用いられている。しかし、

円筒のタンクと四角のキャビネット間にデッドスペースが生じてしまうため、容積効率が悪く、設置場所に制約がある。

太陽光電熱パネルは小面積で大きな出力が得られることが特徴であり、その特徴を活かすためにもコンパクトで容積効率が高い蓄熱槽を開発する必要がある。そこで、本研究ではタンクに水道圧が直接かからない構造として、貯湯タンクの代わりに貯湯フィルムを用いた蓄熱槽を検討した。

貯湯フィルムに求められる性能として、耐久性が高いこと、環境劣化が小さいこと、コストが安いこと、入手しやすいこと等を検討し、5種類のフィルムにしぼり、試験・評価を行った。従来の蓄熱槽と貯湯フィルム式の蓄熱槽との違いを図4に示す。試験評価に用いたフィルムを表1に示す。

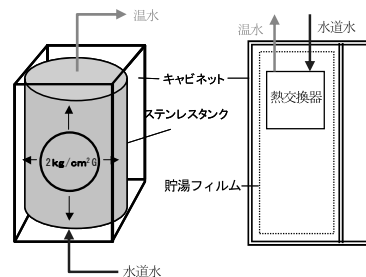


図4 蓄熱槽の構造比較 (左：ステンレスタンク型、右：貯湯フィルム型)

表1 貯湯フィルム検討材質

フィルム番号	層	材質	厚さ
A	1	LLDPE	100 μm
B	2	LDPE/LLDPE	50 μm
C	2	NY/LLDPE	60 μm
D	3	NY/Al/NY	95 μm
E	3	LLDPE/NY/LLDPE	80 μm

2.4 貯湯フィルムの耐久性試験

表1に示した貯湯フィルムにおいて環境劣化加速試験及び引張試験を行った。試験条件を以下に示す。

(試験条件)

- ①環境劣化加速試験：85℃かつ85%RHの高温多湿下と85℃のお湯に浸漬させた場合の2条件を行った。
- ②外観検査：環境劣化加速試験前、4週間後、8週間後、16週間後においてそれぞれフィルム外観の変化を目視検査した。
- ③引張試験：環境劣化加速試験前、4週間後、8週間後、16週間後においてそれぞれフィルムの引張

強度を万能材料試験機（㈱オリエンテック製UTM-500）で評価した。試験片形状は100×15の長方形である。

3. 結果と考察

3.1 太陽光電熱パネルの環境劣化加速試験

太陽光電熱パネルの環境劣化加速試験後の外観を図5に示す。耐湿試験後に吸熱管押さえの金属が剥がれてしまった。原因としては耐湿試験により長時間、高湿下におかれ周辺部から浸水が起こったと考えられる。このため、周辺部には浸水を防ぐための保護が必要であることがわかった。

3.2 太陽光電熱パネルの電気信頼性試験



図5 環境試験後のパネル裏面の剥がれ

光照射時間とパネルの表面温度、パネルからの電圧、電流の出力の関係を図6に示す。光を照射し続けるとパネルの表面温度は上昇し、出力が下がり続けることがわかった。

次に、環境加速劣化加速試験の各試験後に測定したパネルの電圧、電流出力を図7に示す。測定に用いたパネルは耐熱試験、温度サイクル試験、温湿度サイクル試験、耐湿試験の順で行ったものである。パネルの温度による差が出ないように出力はパネルの表面温度が25℃の状態と比較した。結果より、環境劣化加速試験による発電セルの劣化はみられず、出力低下はなかった。

また、耐電圧試験、絶縁抵抗試験において環境劣化加速試験の前後において絶縁破壊は起こさず、基準値である200MΩ以上の絶縁抵抗があった。

これらの結果より、太陽光電熱パネルにおいて従来の太陽電池並みの電気信頼性があることがわかった。

3.3 太陽光電熱パネルの改良

環境劣化加速試験により吸熱管押さえの金属が剥

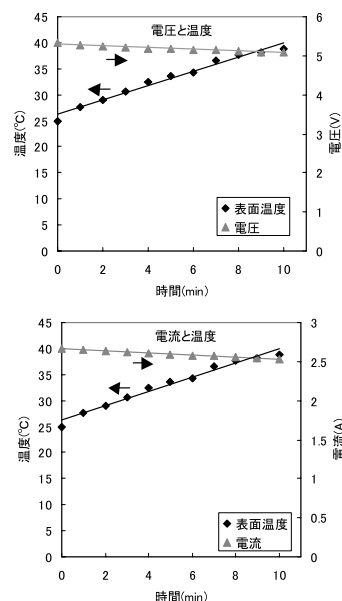


図6 パネル温度と電気出力の関係(上：電圧、下：電流)

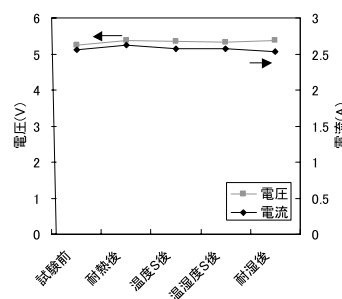


図7 電気出力変化

がれたため、パネルの改良を行った。吸熱管押さえの金属の反り返る力を軽減させるため、鋼板からアルミ板に変更した。また、吸熱管とより強固に接合させるため、吸熱管と吸熱管押さえの金属板とを機械加工により金属バンドで固定を行った。また、周辺部からの浸水を防ぐために、ゴム製のパッキンで周辺部を保護し、パッキンとパネルの隙間をシリコン系接着剤で充填させることで密着性を向上させた。改良後の太陽光電熱パネルの構造を図8に示す。

改良後の太陽光電熱パネルに対し、同様の環境劣化加速試験を行った。環境劣化加速試験後の吸熱管押さえの様子を図9に示す。図5と図9を比較すると、改良後のパネルでは試験後において吸熱管押さえの剥がれがないことがわかる。また、周辺部のパッキンをはがしてパッキンの内側の状態確認を行い、吸熱管押さえの剥がれがないことを確認できた。パッキン及び接着剤自体にも劣化は無く、パネルと吸熱管との接合において十分な保護ができ、耐久性が向上できたと考えられる。

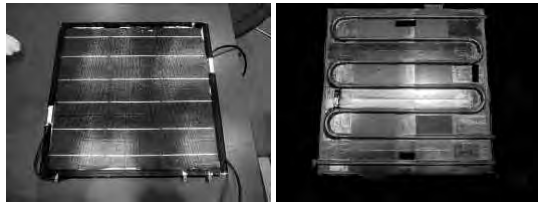


図8 改良後の太陽光電熱パネルモジュールの外観
(左：表、右：裏)

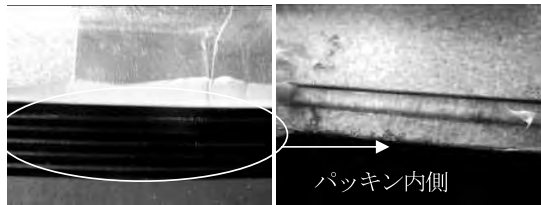


図9 環境劣化加速試験後の吸熱管押さえ
パッキン内側

3.4 貯湯フィルムの耐久性試験

環境劣化加速試験前後において2層以上の多層フィルム全てにおいてフィルム間の剥がれが生じた。特に、浸漬条件下のフィルムCは劣化が早く4週目で1層目と2層目が剥がれていた。また、多層フィルムは各フィルム自体の劣化もはげしく、触れると簡単に崩れてしまった。多層フィルムでは高温多湿下や浸漬条件下では水がフィルム間に浸水してしまい、フィルムの接合強度が低下し、剥がれが生じたと考えられる。

また、全てのフィルムにおいて白く変色が見られたが、これは水のスケールの付着が原因と考えられる。環境劣化加速試験後の多層フィルムの剥がれを図10に示す。

次に、環境劣化加速試験の経過時間とフィルムの引張強度の変化を図11に示す。全てのフィルムにおいて高温多湿下、浸漬条件下の両方において引張強度の低下がみられた。この引張強度の低下は多層フィルム程、大きく、特にDフィルムにおいては環境劣化加速試験前においては最も引張強度が高かったが、16週間後には最も引張強度が小さくなった。

一方で、単層フィルムであるAフィルムは環境劣化加速試験前後で引張強度の低下が最も小さく、16週間後においては5種類のフィルムの中で最も高い引張強度であった。

これらの結果から、試験を行った5種類のフィルムにおいては単層で厚いAフィルムが強度の低下が小さく、貯湯フィルムに適していると考えられる。



図10 環境劣化加速試験後による多層フィルム
(フィルムD) の剥がれ

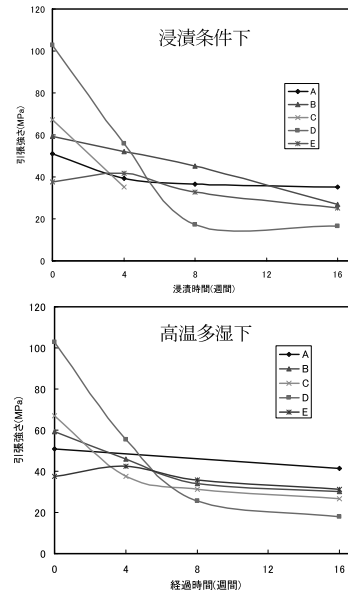


図11 環境劣化加速試験による各フィルムの引張強度変化
(上：高温多湿条件下、下：浸漬条件下)

4. まとめ

太陽光電熱パネルの耐久性向上を検討し、パネルの周辺部を保護できる構造と発電部と熱回収部の接合強度の向上により、太陽光電熱パネルの環境負荷に対する耐久性を向上させることができた。また、パネルが回収した熱を効率良く利用できる蓄熱槽については貯湯フィルムを用いた構造を検討し、適当なフィルム材を選定することができた。

太陽光電熱パネルの出力特性は現在、発電によるエネルギー変換効率が13%程度、熱回収によるエネルギー変換効率が40%程度であり、発電のみを行う太陽電池に比べて小面積で大きなエネルギーを得ることができるという利点がある。

現在、共同研究企業である(株)GF技研より展示会発表やテスト販売が行われており、実用化に向けて動き出している。

高耐久コーティング技術の普及と応用展開

高度コーティングプロジェクトスタッフ 真野 毅* 高木 誠** 田中翔悟*

Spreads and Future Deployments of Highly-Durable Hard Coating Techniques

Tsuyoshi Mano, Makoto Takagi and Shogo Tanaka

1. はじめに

本県では新成長戦略研究（平成21年度～23年度）により、基盤産業の競争力強化と生産性向上への支援を行うことを目的として、ものづくりの根幹を支える「金型」の長寿命化・高機能化を実現する高耐久コーティング技術の開発に取り組んだ。

金型には、プレス、ダイカスト、プラスチック用などがあるが、用途や加工法を問わず高速化・高品質化への対応により使用環境が過酷化している。例えば、本県が全国3位の生産額¹⁾を有するダイカスト金型は、生産の高速化で寿命が3割も減少している。金型は高価で素材価格の影響を受けやすいため、寿命向上は県内基盤産業でも緊急の課題である。

本報告では、県内産業が切望する生産用金型の長寿命化・高機能化を達成する高耐久コーティング技術の普及事例を紹介すると共に、今後も成長分野を始めとする多分野での応用が期待されるコーティング技術の可能性について述べる。

2. 高耐久コーティング技術の普及事例

2.1 ダイカスト金型向けコーティングの普及事例

ダイカスト法は、溶けた金属を金型に高速、高圧注入し、精巧な鋳造品を大量生産するもので、自動車部品、電子機械部品等の製造に広く使用されている。製品の形状を決めるダイカスト金型は、高い精度が必要とされるにも関わらず、使用条件が過酷であるために、早期に劣化してしまう。生産性向上のため、金型には溶けた金属との低反応性や耐熱衝撃性などの一層の向上が望まれていた。

本研究では、ダイカスト金型の寿命低下の原因について分析し、コーティングの改良を重ねた結果、金型の性能を大幅に改善できる多層コーティング技

術を開発した^{2),3)}。この新コーティングを施した金型部材（鋳抜きピン）を図1に示す。共同研究企業において、実際の生産用金型で実機試験し、金型寿命の改善による生産性の向上（7%以上）や、金型のメンテナンス性改善による現場作業の負担軽減（メンテナンス回数：3分の1以下、作業の簡素化）などの効果を実証した。

これまでに、県内の複数企業で新コーティングが採用され、生産性の向上などの高い評価を得ている。



図1 新コーティングを施したダイカスト金型部材（鋳抜きピン）

2.2 プラスチック金型向けコーティングの普及事例

プラスチック部品をつくる金型には、溶けたプラスチックが付着しやすいので、金型とプラスチックのはなれやすさ（非粘着性）が要求される。付着防止のコーティング材としては、フライパンなどに広く使われているフッ素樹脂コーティングが知られているが、強い力がかかることによって、金型からコーティングがすぐに剥がれてしまう。このような課題を解決するため、非粘着性が良く、耐久性が高いコーティングの研究に取り組んだ。

共同研究企業との研究を重ねた結果、熱がかかったり擦ったりしても変質したり剥がれたりしにくい、新しい非粘着性コーティング技術を開発した⁴⁾。このコーティングは、金型の表面に形成させた硬いセ

*) 現 静岡県工業技術研究所 **) 現 機械電子科

【ノート】



図2 プラスチック金型向けコーティングの商品化 (共同研究企業のカタログ)

ラミック層の上に、非常に薄い粘着防止層を強固に付けるもので、この技術によってコーティングされた金型は、摩擦や衝撃に対する強さと、フッ素樹脂コーティング並みの非粘着性を兼ね備えている。

コーティングが剥がれてトラブルの原因となる心配が少なく、従来では対策がなかった過酷な使用環境でも使用できる。現在、実際のプラスチック部品の生産に利用され、図2のように、共同研究企業が新コーティングを商品化した。

3. 高耐久コーティング技術の今後の展開

金型向けに開発した新コーティングは、幅広い分野からの技術相談が増加しており、金型以外の応用展開も期待される。研究期間中の技術相談件数の推移を図3に示す。

ダイカスト金型向けコーティングは、圧力・熱の衝撃や腐食に対する高い耐久性を備えており、金属の圧延加工や室外での腐食環境など、過酷な条件下で使用される様々な用途での応用展開が見込まれる。

プラスチック金型向けコーティングは、「非粘着性コーティング」として、製紙・電子材料・医療分野など幅広い分野での利用が可能である。特に、従来のフッ素樹脂コーティングが使用上の制限があった食品機械、医療機器などへの応用が見込まれ、県内外企業での実利用も始まっている。

開発した新コーティング技術は、今後、成長が見込まれる医療、ロボット、航空宇宙などの分野でも不可欠な要素技術であり、新たな事業分野へ進出す

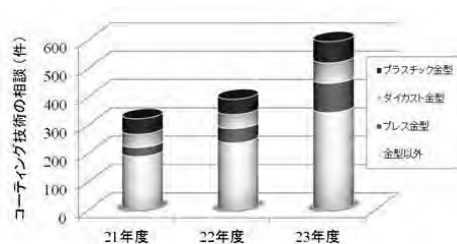


図3 技術相談件数の推移 (平成21年度～23年度)

る中小企業の支援、次世代産業の創出への貢献が期待される。

4. おわりに

生産用金型の長寿命化・高機能化を達成する高耐久コーティング技術の普及事例を紹介すると共に、今後も成長分野を始めとする多岐の分野での応用が期待されるコーティング技術の展開について述べた。コーティングを広く普及させるために、より一層のコスト面の改善を図りつつ、十分な競争力がある技術の確立を進めていく。

謝辞

コーティング技術の普及と応用展開にご協力頂いたビヨonz株式会社、東洋電産株式会社に深謝致します。

参考文献

- 1) 経済産業省大臣官房調査統計グループ編：平成22年工業統計，経済産業省 (2012)。
- 2) 田中翔悟他：ダイカスト金型に応用する高耐久コーティング技術の開発，静岡県工業技術研究所研究報告，第3号，73-77 (2010)。
- 3) 田中翔悟他：ダイカスト金型に応用する高耐久コーティング技術の開発 (第2報)，静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，125-128 (2011)。
- 4) 高木 誠他：高耐久性金型のための高度コーティング技術の開発—プラスチック金型へのコーティング技術の開発—，静岡県工業技術研究所研究報告，第3号，94-95 (2010)。

Tribological Characteristics of Diamond-Like Carbon Based Double-Layers Film Prepared by DC-Plasma Ionization Deposition

Tsuyoshi Mano, Shogo Tanaka, Makoto Takagi,
Osamu Sugiyama and Osamu Takai

DCプラズマイオン化蒸着により作製したDLC系2層膜の摩擦摩耗特性

高度コーティングプロジェクトスタッフ	真野 毅*	田中翔悟*	高木 誠**
浜松工業技術支援センター	杉山 治		
名古屋大学エコトピア科学研究所	高井 治		

Journal of Photopolymer Science and Technology, Vol.24, No.4, 463-466(2011)

炭素工具鋼の耐摩耗性を向上させることを目的として、DCプラズマイオン化蒸着法によるダイヤモンド状炭素膜（DLC）系2層構造膜を作製した。ケイ素化合物系ガスおよび炭化水素ガスを原料として、これらの反応ガスを段階的に変化させる手法により、炭素/ケイ素の比率を制御した傾斜組成層を考案した。その傾斜組成層の上に、連続プロセスで硬質なDLC膜を堆積し、2層構造膜とした。この2層構造膜と単層構造のDLC膜について、長期サイクルのボールオンディスク試験により摩擦摩耗特性の比較評価を行った。

傾斜組成層を備えたDLC系2層構造膜の摩耗痕

はDLC単層膜に対して極めて小さく、膜の寿命向上に傾斜組成層が優れた効果を発揮していることが示された。300,000サイクルの長期ボールオンディスク試験後には、2層構造膜の摩耗痕表面に、DLCに起因する構造からグラファイト構造への変化が確認された。長期寿命のメカニズムとして、傾斜組成層が膜の内部応力を緩和し、基材との密着力が改善することで、剥離が抑制された2層構造膜の表面が変化したものと考察された。

結果として、炭素工具鋼素材との密着力に優れた2層膜の自己潤滑効果が、摩擦摩耗特性を向上させたことが明らかとなった。

*) 現 静岡県工業技術研究所 **) 現 機械電子科

Development of Advanced Coating techniques for Highly-Durable Casting Die

Shogo Tanaka, Makoto Takagi and Tsuyoshi Mano

高耐久性ダイカスト金型のための高度コーティング技術の開発

静岡県工業技術研究所 田中翔悟* 高木 誠** 真野 毅*

15th International Conference on Thin Films Proceedings, 250, 2011

溶融した金属を金型に高速、高圧注入し、複雑形状の鋳物を大量生産するダイカスト法において、溶融金属にさらされる金型部材は早期に劣化してしまう。アルミダイカスト法では、金型の劣化によってアルミが表面にこびりつく焼き付きなどの現象が起りやすくなり、ひいては型の補修、交換が必要になるなど生産性が悪化するため、金型部材の長寿命化が求められている。

これまでの研究では、物理気相蒸着 (PVD) 法によるコーティングが金型の浸食による損傷 (溶損) を抑制できることがわかったが、PVDコーティングの欠陥から損傷が進行することが示されていた。本研究では、コーティングの多層化などによって欠陥の発生、進行をさらに抑制し、金型部材の耐溶損性を向上させることを目標とした。また、開発中のコーティングをアルミダイカストの金型部材に施し、実用上の性能を評価するため実機による試験を行った。

ピン形状の試験片 ($\phi 10\text{mm}$ 、SKD61材) にクロム (Cr) 系およびチタンアルミ (TiAl) 系のPVDによる多層膜を施し、溶融アルミ合金 (ADC12)

中で回転させる「溶損試験」を行い、所定時間経過後の試験片について重量減少 (溶損量) を算出した。実機試験では、自動車部品用アルミダイカスト金型に使用されているピンのうち5本に多層膜を施し、試験中に先端部の焼き付き除去が必要となる頻度を、他部位の既存品 (塩浴拡散処理品) 6本と比較した。また、溶損試験、実機試験に供した試験片の観察および組成分析を行った。

アルミ溶湯温度 680°C の溶損試験において、Cr系、TiAl系の多層膜は、単層の窒化クロム (CrN)、窒化チタンアルミ (TiAlN) と比較して溶損量が減少した。コーティングの多層化によって、金型部材の耐溶損性を大幅に向上できることが確認された。

鋳抜きピン試験についての試験において、Cr系多層膜、TiAl系多層膜のいずれも、既存品に比べて焼き付き除去の回数が少なかった。コーティングによって表面の損傷が抑制されたために、焼き付きが発生しにくくなったものと考えられる。

*) 現 静岡県工業技術研究所 **) 現 機械電子科

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE, HAMAMATSU

静岡県工業技術研究所
浜松工業技術支援センター研究報告

静岡県工業技術研究所
浜松工業技術支援センター
浜松市北区新都田1丁目3番3号

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE, HAMAMATSU
1-3-3 Shinmiyakoda, Kita-ku, Hamamatsu city, Shizuoka, 431-2103 Japan

偏光・干渉を用いた画像による非破壊検査技術の開発

光科 志智 亘 太田幸宏

Development of Non-Destructive Inspection Technique Using Polarization Interference

Wataru Shichi and Yukihiko Ohta

We have developed a non-destructive inspection technique using polarization interference to visualize the internal state of plastics. Birefringence distribution of externally forced plastic samples was observed by means of photo elastic measurement using liquid crystal display (LCD) as light source. Principal stress direction in plastic samples was visualized by means of photo elastic measurement and analysis. Furthermore, we have constructed Schlieren optical system in order to observe a density distribution inside the plastics.

1. はじめに

プラスチック材料は、金属やガラスに比べて軽量で、加工が比較的容易にできることから、自動車の部品、電子・電気製品や医療器具など様々な分野で利用されている。特に自動車部品に関しては燃料タンクやヘッドライトモジュールなど、軽量化や機能の集積化に向けてプラスチック材料の利用が積極的に行われている。

プラスチック材料は製品に加工する際に残留応力や密度ムラなどが発生し、それらが製品の破壊や変形といった不具合の原因となることが知られている。したがって、構造物に生じる応力や密度分布の把握は安全かつ低コストで経済的な製品設計および品質管理を可能とするために必要となる非常に重要な項目である。しかしながら残留応力や密度ムラなどは直接目視で確認することが難しいという問題点がある。

残留応力や密度ムラなどの構造物の内部状態を評価する方法には、被観察物を破壊して解析するものや、非破壊で解析するもの、また、領域を点で測定するものや全視野で測定するものなど様々な測定方法が存在し、それらには一長一短の特徴がある。また、コンピューターシュミレーションによる解析も行われている。

本研究は、当センター光科が有する光計測およびイメージング技術を利用して、光学的手法によりプラスチック製品の応力や密度ムラなどの内部状態に関する情報を可視化・評価する技術を開発し、安心・

安全なものづくりに向けた技術支援を行うことが目的である。この目的のために我々は応力分布の評価として光弾性実験、および密度分布の評価としてシュリーレン光学系に着目し研究を進めている。

光弾性実験は応力や分子配向によって生じた複屈折性を、領域で観察することが出来る全視野測定であるため、応力分布や分子配向に関する情報が一目で確認できる利点があり、また比較的簡単な光学系で観察が行えるなどから、広く利用されている。通常、光弾性実験はフィルムや平板など平面で透明なものが測定対象であるが、応力凍結法^{1),2)}や散乱光法^{3),4)}などにより三次元構造物を対象とした方法も存在する。本研究では通常行われている平面を対象とする光弾性実験系の構築を行い、この実験系を改良することにより、種々のプラスチック材料や製品に対する応力分布の評価を試みている。

平成22年度において我々は、通常可視光線を用いて透明な試料に対して行われる光弾性実験を、近赤外線を用いて、所謂不透明なプラスチック材料への応用を試みた⁵⁾。この結果、見た目が不透明であっても近赤外線が透過する一部の材料において可視化できることが分かった。

一方、シュリーレン光学系は、観察対象の屈折率が密度に依存するため、密度ムラが生じると屈折率差により光が屈折するシュリーレン現象を利用した実験であり、非常にわずかな密度ムラを平面的ではあるが観察することが出来る。通常、この実験は対流や衝撃波といった気体や液体などの流体を可視化

する際によく用いられる実験手法である。本研究ではプラスチック材料や製品を対象とした密度分布の観察を試みる。

平成23年度は、平成22年度に構築した光弾性実験系の改良、実験画像データの解析、および密度分布を評価するためのシュリーレン光学系の構築を行ったので本稿ではこれらについて報告する。

2. 光弾性実験系の改良

平成22年度に構築した光弾性実験系は可視光線 (VIS) 領域および近赤外線 (NIR) 領域の光を利用し観察を行ったが、観察範囲が可視光線領域においてφ50mm、近赤外線領域ではφ25mm程度であった。そこで平成23年度は、実験系の改良の一環として、液晶ディスプレイを光源として用いることにより、観察範囲の拡張を試みた。液晶ディスプレイはほぼ均一な面発光光源であり、また出力される光はある一方向に振動する直線偏光という特徴がある。すなわち、液晶ディスプレイはそれ単独で光弾性実験において被観察物への照射光光源として利用することができる。また、今回用いた液晶ディスプレイのバックライトは蛍光灯であるため、発光スペクトルは光の三原色 (RGB) に対応する波長域に鋭いピークをもっている。すなわち限定的ではあるが光学素子を外装することなく単色に近い光を選択して利用することも可能である。この液晶ディスプレイを光源として導入することにより、観察範囲がディスプレイの大きさ程度に広げることが出来る。また、液晶ディスプレイを光源として利用することで、被観察物を液晶ディスプレイのみで照射すればよいことから、よりシンプルな実験系にすることが出来る。さらに、本実験系では被観察物の前と後ろにλ/4位相差フィルムを配置した。λ/4位相差フィルムは直線偏光状態を円偏光状態に変換する光学素子である。またこの素子は円偏光状態を直線偏光状態に変換することも可能である。この光学素子を利用することにより、次節で議論する複屈折の主軸方位に関する情報が無くなり、複屈折の大きさに関する情報のみを得ることが出来る。

次に、この利点を援用し、当センターに配備され

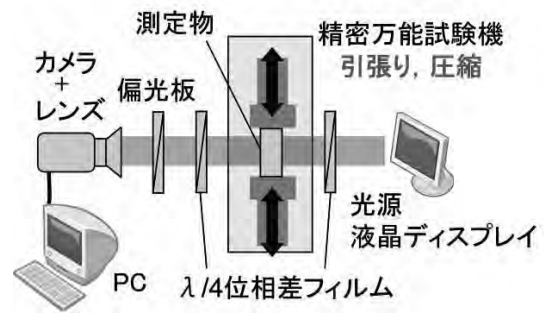


図1 平成23年度構築した光弾性実験系の概念図

ている精密万能試験機を利用した実験が行える光弾性実験系を構築した。精密万能試験機を用いることにより、引張りや圧縮といった外力を定量的に印加することができるため、この実験系を利用することにより、被観察物に所望の負荷を印加した際にその構造のどの部分に応力が集中しているかを推測するための情報を複屈折分布という形で得ることが出来る。また、外力の印加を時間的に制御することにより、被観察物の応力状態を反映した複屈折の変化をリアルタイムで観察することが出来る。さらに被観察物が破壊や変形に至るまでやその後の複屈折の変化などを観察することも出来る。ただし、プラスチック材料は外力により塑性変形が生じるため、弾性変形の領域外では外力と応力は線形関係を示さないことに注意する必要がある。

図1に構築した実験系の模式図を示す。光源の液晶ディスプレイから出力された直線偏光はλ/4位相差フィルムにより円偏光に変換され、精密万能試験機に取り付けた被観察物に直接照射される。被観察物を透過した光はλ/4位相差フィルム、偏光板とカメラを用いて観察される。ここで、カメラ前のλ/4位相差フィルムと偏光板は、これらを通して液晶ディスプレイを観察した際に、ディスプレイの表示が見えなくなるように調整している。このことにより、被観察物を透過した光が複屈折によって偏光状態が変化したものだけをカメラで観察できる。本実験系では前年度に構築した実験系に比べ、平行光線を観察していないためこれにより空間分解能が若干低くなっている。ただし、使用したカメラはこれまでに用いていたものよりも高画素 (460×680→980×1,280) なものを用いることにより、カメラ起



図2 コンロッド模型の圧縮時の光弾性実験による観察像

因の空間分解能を改善した。

今回構築した実験系を用いて、コネクティングロッド（コンロッド）の模型に引張・圧縮応力を印加したときの複屈折分布を観察した。コンロッドはエンジンにおけるシリンダー内の爆発によるピストン運動を回転運動に変換するための部品であり、非常に強い圧縮や引張りを受ける。このためコンロッドの応力分布を把握することは重要となる。本実験はこのような目的の一環として行われた。模型の材料にはエポキシ樹脂を用いた。また、実験で使用するコンロッド模型はスライスした平面状のものを用意した。このようなコンロッド模型を精密万能試験機に取り付け、定量的に外力を印加した際の様子をリアルタイムで観察した。なお光源である液晶ディスプレイは全面緑色が表示されるように設定した。図2は精密万能試験機により約1.36 kNでコンロッド模型を圧縮した際の光弾性実験の観察画像である。観察画像において、コンロッドがつながる軸の部分の縞が集中している場所では応力の変化が大きいことが考えられる。また、上下で縞模様が異なることが確認できた。このようにコンロッドの形状を反映した応力に起因する縞模様を確認することが出来た。また、コンロッド全体を十分に観察できる実験系であることも確認することができた。

今回構築した実験系は印加する外力を定量的に制御することが出来るため、応力に関するさらに詳しい情報を得ることが出来るようになると思われる。

3. 観察画像の解析

光弾性実験における観察画像には、等色線と等傾線の二つの縞模様が現れる。等色線は複屈折の大きさ、等傾線は複屈折の主軸方向を反映している。ここで、被観察物のある点を透過した光強度は、入射する直線偏光と直行する偏光状態を観察する配置（クロスニコル配置）において

$$I = \sin^2[2\theta] \sin^2[\pi d \lambda^{-1} \delta n] \quad \text{式(1)}$$

で表される。ただし、透過方向には複屈折の変化がないものとする。また、光の最大強度は1としている。ここで θ は複屈折主軸方向と入射直線偏光方向のなす角度である。 d 、 λ 、 δn はそれぞれ透過距離、入射光の波長、複屈折である。また複屈折 δn は応力状態と

$$\delta n = C(\sigma_1 - \sigma_2) \quad \text{式(2)}$$

なる関係がある。 σ_1 、 σ_2 は透過方向と垂直方向の主応力である。また、は光弾性係数で、材料により値が異なる。すなわち、同じ応力が働いていても材料により観察像が異なる。したがって、観察像は光弾性係数が大きい材料ほど、複屈折による縞の数が多く現れ、光弾性係数が小さい材料では縞の数が少ない。光弾性係数が大きい材料としてポリカーボネート（PC）、塩化ビニル（PVC）、ポリエチレンテレフタレート（PET）、エポキシ樹脂などが挙げられる。対して光弾性係数が小さい材料としてガラスやアクリル（PMMA）、ポリプロピレン（PP）、フッ素系樹脂などが挙げられる。

式(1)からクロスニコル配置における光弾性実験では、被観察物のある点を透過した光を観察した際の強度は、 $d \lambda^{-1} \delta n$ が j であるか、 θ が $j\pi/2$ （ただし j は整数）のとき極小となることがわかる。この二つの条件のうち前者は被観察物の材料や構造また入射する光の波長などといった複数の量に依存しているが、後者は入射光の偏光方向と複屈折の主軸方向の成す角度のみに依存している。すなわち、入射させる直線偏光の方向を制御することにより、観察像における光強度の依存性から複屈折の主軸方向に関する情報を得ることが出来る。ただし、この方法で知ることが出来る情報は主軸の方位であり向きに関する情報は含まれていない。ここで上述の条

件から $d\lambda^{-1} \delta n$ が j (j は整数) であるときは入射直線偏光を変化させたとしても光強度が変化しないため、このような部分では主軸方位を推定することが難しい。そこでこのような問題を解決する方法として、発光スペクトルがブロードな白色光源が用いられる。このような光は複数の波長成分が含まれている。このため観察される光強度は、各波長に対する式(1)で記述される光強度を足し合わせたものとなる。ここで、式(1)において入射直線偏光方向と複屈折主軸方向のなす角度 θ を含む振動成分は波長に依存しない。したがって観察される光強度は θ 依存性が強く現れる。

図3は透明な塩化ビニル平板を矢印の方向に圧縮し、入射光の偏光方向を変化させた際の観察画像である。実験系は前年度構築したもので行った。光源はハロゲンランプを用い、可視光線領域である波長400nmから750nmまでの光を利用した。図3より入射光の偏光方向が異なると観察画像が異なることが分かる。解析では入射光の直線偏光方向を5度ずつ0度から180度まで変化させた。このときのある画素における光強度は直線偏光方向と複屈折の主軸方位が一致するときに極小値をとる。したがってこの角度が複屈折の主軸方位であると推定することが出来る。次に、上述の解析方法を各画素に適用しコンピューターで一括処理したものを図4に示す。この図では0度から90度までの主軸の方位を白黒の濃淡で示している。この角度の範囲は、平面内に二つの直交する主軸が存在することと、向きに関する情報が含まれていないことに起因している。図4(a)は外力の印加がない場合で(b)が図3で示した方向に圧縮した場合の解析結果である。外力がない状態では、被観察物の複屈折主軸方位はほとんどの場所で同じ角度を示しているが、これは分子配向の方位を示しているものと考えられる。次に、外力が印加されている状態では、被観察物に白黒の濃淡の分布が生じていることが分かる。すなわち、外力印加に伴い応力が生じ、これを反映した複屈折主軸方位の角度分布が現れている。

同様の解析を近赤外線(波長800nm~1,000nm)を利用した光弾性実験系に対しても行った。被観察



図3 透明塩化ビニル平板における光弾性実験観察画像の入射直線偏光状態(図中矢印)に対する依存性。図の上下方向から圧縮している。

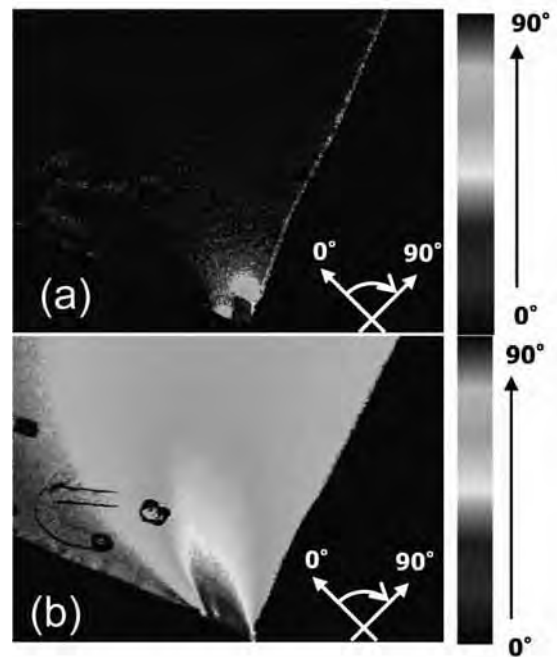


図4 透明塩化ビニル平板の無圧縮時(a)と圧縮時(b)の複屈折主軸方位の分布

物は赤色に着色された中央に穴があるアクリル平板を用意した(図5参照)。この試料は可視光線領域で透過光を観察することが難しいが、近赤外線領域では透過光を観察することが出来ることを平成22年度報告した⁵⁾。このアクリル平板に矢印方向に圧縮した際の解析を行った。図6に解析結果を示す。解析画像においてアクリル平板の下端から中央の穴にかけて白色で分布している。このことから複屈折主軸方位が圧縮方向と同じ上下方向であり、複屈折の主軸方位と応力の主軸方位の対応からこの方位に応力が働いていることが推定できる。一方、暗い部分では圧縮方向と応力の方位が異なっていることなどが推定できる。このように、近赤外線が透過する不透明な材料においても、今回用いた解析方法で複屈

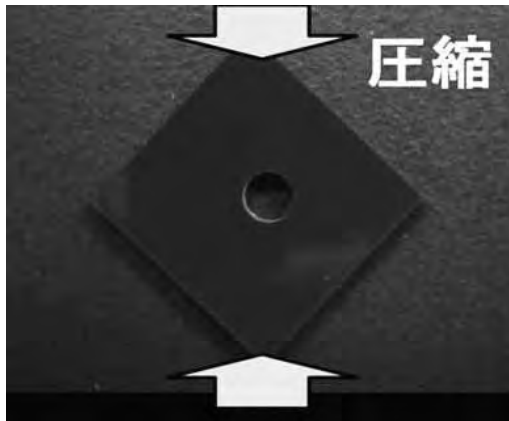


図5 赤色に着色された中央に穴のあるアクリル平板。矢印は圧縮方向。

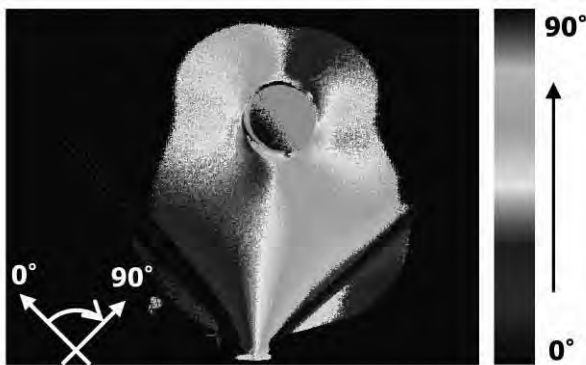


図6 赤色に着色された中央に穴のあるアクリル平板を圧縮した際の複屈折主軸方位の角度分布。角度は白黒の濃淡で表示。

折主軸方位の角度分布を推定することが出来た。

応力に起因する複屈折主軸方位の分布に関する情報は被観察物内においてどの方向に破壊が進行するかを推測する際に役に立つものと考えられる。

4. 密度分布の可視化

プラスチック材料内部の密度ムラの可視化を目的に、シュリーレン光学系を構築した。図7に実験系の概念図を示す。単色光源として波長が633nmの赤色のヘリウムネオンレーザーを用いた。光源からの光は、スペイシャルフィルターとレンズによりコリメートされる。この光は被観察物を通過した後、レンズで集光され、集光点に配置したナイフエッジを介してスクリーンに投影される。被観察物で屈折や散乱した光はレンズによって集光点を通過しないため、これを遮光するようにナイフエッジの位置を調整する。したがって、スクリーンに投影される像は被観察物を透過するとき屈折や散乱により進行方向が変化しなかった光が結像したものである。今回構



図7 シュリーレン光学系の概念図

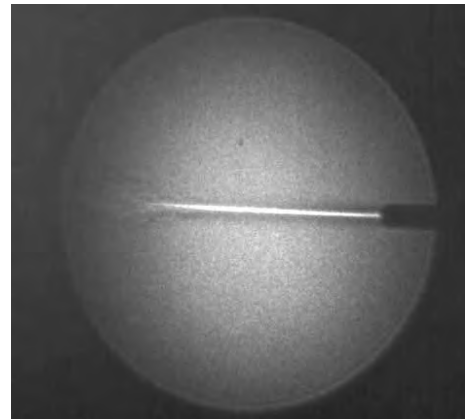


図8 シュリーレン光学系によるスプレーから噴射した空気の流れの観察像

築した光学系で観察可能な領域はφ50mm程度である。

図8は、エアスプレーの空気の流れを構築した光学系で観察した像である。通常エアスプレーから噴出す空気は目視することは出来ないが、観察画像において空気の流れによる僅かな密度ムラを白黒の濃淡として確認することができる。現状ではスクリーンに投影した像を目視、または、カメラで観察を行っているが、より明瞭な観察や画像データの処理の向上を図るため、直接カメラで観察することを考えている。

5. まとめ

光源として液晶ディスプレイを用いた可視光線領域の光弾性実験系を構築した。これを用いることで前年度に構築した実験系よりも観察範囲が拡張された。また、実験系がシンプルになったため、当センターに備わっている精密万能試験機を用いた光弾性実験が行えるようになった。これにより定量的に外力を印加した際の様子をリアルタイムで観察することが可能となった。この実験系を用いてコンロッド模型に外力を印加した際の光弾性実験を行い、応

力に起因する縞模様を観察した。今後は近赤外線を用いた光弾性実験系における観察領域の拡張を考えている。

観察画像の解析の一環として、被観察物に入射させる直線偏光状態を変化させて観察した画像をコンピュータで処理することにより複屈折主軸方位の推定を行った。画像を一括処理することにより、複屈折主軸方位の角度分布を色の変化として可視化することができるようになった。この解析方法で可視光線を用いて透明な塩化ビニル平板の複屈折主軸方位の角度分布の可視化を行うとともに、近赤外線が透過する不透明なアクリル平板に対しても可視化を行った。今後は、観察範囲の拡大および複屈折の分布に関する解析を考えている。

シュリーレン光学系を構築し密度分布の可視化を試みた。エアスプレーの空気の流れを可視化することが出来た。今後は、透明プラスチックやガラスなどへの応用を考えている。

謝辞

コンロッド模型に対する光弾性実験に関して、模型の作成および実験画像の提供をしていただいた株式会社アイゼンに心より御礼を申し上げます。

参考文献

- 1) 矢川元基編：構造工学ハンドブック, 423-440, 丸善 (2004)
- 2) 山崎良一他：光弾性構造解析, 12-52, 日刊工業新聞社 (1997).
- 3) 湯浅亀一他：散乱光法による光弾性応力の解析, 日本機械学会論文集 21 (111), 804-811 (1955).
- 4) T. Kihara : Photoelastic Model Measurement with Rotated Principal Axes by Scattered-light Photoelasticity, *Experimental Mechanics*, 44(5), 455-460 (2004)
- 5) 志智 巨他：不透明なプラスチックにおける残留応力の可視化, 静岡県工業技術研究所報告, 第4号, 202-203 (2011).

非接触式三次元測定機における測定精度評価法(第1報)

機械科 柳原 亘* 針幸達也

Evaluation of measurement accuracy for CMM with non-contacting probing systems(1st Report)

Wataru Yanagihara and Tatsuya Hariko

The inspection method of CMM (Coordinate Measuring Machine) with non-contacting probing systems is specified to JIS B 7441. But there are as following problems;

- (1) The measurement conditions and analysis conditions are not clearly defined.
- (2) The standard material of face-to-face dimension is not clearly defined.
- (3) The comparison method with CMM with contacting probing systems is not defined.

So, it was tried to evaluate measurement accuracy of CMM with non-contacting probing systems in this study.

1. はじめに

三次元測定機(以下 CMM)は立体形状の寸法や形状を測定する装置であり、生産現場に広く普及している。CMMには接触式とレーザやカメラ等を用いた非接触式があり、非接触式CMMは複雑形状も高速で測定し、変形しやすい柔らかな物も測定できることから、近年利用が増えている。

CMMの測定精度を保証するためには、定期的に検査を行うことが望ましい。接触式CMMの検査方法はJIS B 7440-2に規定されており、値付けされた異なる長さのブロックゲージ等の標準器を測定機上で異なる位置・姿勢で測定し、その偏差を評価する。非接触式CMMの検査方法もJIS B 7441に規定されており、球面形状、球径、平面形状、球間距離、面間距離について、JIS B 7440-2と同じように被測定物を異なる位置・姿勢で測定し、その偏差を評価する。

上記のように非接触式CMMの検査方法についての規定はあるが、非接触測定には測定面性状(粗さ、色等)、測定環境(温度、外乱光等)、解析条件(フィルタ)等の測定結果に影響を与える可能性がある誤差要因が多種多様に存在する。また、面間寸法評価における標準器については、ブロックゲージ等は測定面の面積が狭いことや反射率が大きいことから、

非接触測定用の標準器としては適していない。このため、各製造企業や使用者が独自に標準器を製作し、各々の測定条件や解析条件で検査をしているのが現状である。

また、従来品質管理の要であった接触式CMMに比べて非接触CMMの測定精度がどの程度なのかの検証が十分に行われてこなかった。

本研究において、独自に製作した標準器を用いて非接触式CMMの精度検査を実施し、接触式CMMとの比較を試みたので報告する。

2. 不確かさ

近年、測定値の信頼性を表す用語として「不確かさ」という尺度が使われ始めている。不確かさとは、測定対象の「真の値」が測定値に対してどの程度のばらつきの範囲内にあるのかを規則に従って算出したものである。従来は、測定値の信頼性を「誤差」という概念で表現しており、誤差を算出するにあたって真の値が既知であることを前提としていた。しかし、真の値は本来は未知数であり、我々は真の値に最も近いであろうと思われる値の推定値を求めていることになる。さらに、その推定値の周りには測定値がばらついている。そのばらつきが不確かさである(図1)。不確かさは、測定結果の質を示す指標と

*) 現 光科

なり、計量器の校正においてその結果が国家計量標準と連鎖を保っていること、つまり、トレーサビリティ体系を保つ場合に必要となる。また、トレーサビリティ体系とは直接結びつかなくても、学術研究や工場での量産品の製造等、今後ますます市場の国際化が進むにつれて不確かさが必要となる。本研究では、精度評価の指標として不確かさを算出した。

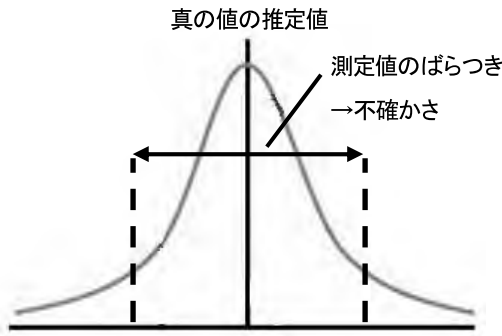


図1 不確かさの概念

2. 実験方法

2.1 測定装置

測定に使用したCMM本体と非接触式センサを図2に、仕様を表1に示す。非接触式センサは、被測定物に照射されたレーザースポットをセンサ内部のCCDに結像させ、その結像位置によって被測定物までの距離を測る構造となっている¹⁾。データ解析にはGeomagic社製の「Geomagic Qualify 2012」を使用した。なお、測定は全て20±1℃の恒温室で行った。

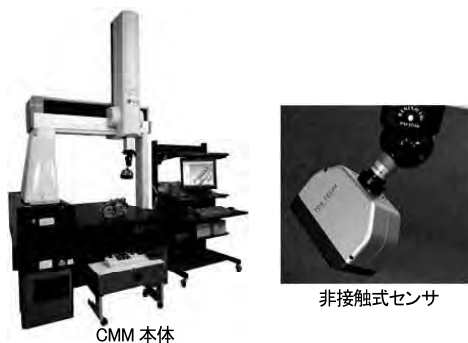


図2 測定装置

表1 測定装置仕様

CMM本体	製造元・型式	(株)ミツトヨ製 Crysta-Apex C776
	20℃における測定精度	(4.5+4.5L/1000) μm L: 測定距離(mm)
非接触式センサ	測定範囲	X: 705mm Y: 705mm Z: 605mm
	製造元・型式	パルステック工業(株)製 TDS-1622H
	測定精度	球直径測定誤差: 20 μm (2σ)
	測定Z幅	60mm

2.2 標準器

測定に使用した標準器を図3に示す。この標準器は既存の部材を用いて測定距離評価用に独自に製作したものである。面と球の部材を平板上に間隔を空けて設置し、面間距離、球間距離、面-球間距離を測定することができる。各部材には白い塗料を塗り、レーザーの反射を強くしている。また、(独)産業技術総合研究所で製作された傾斜台により、標準器を高さ方向に傾けられるようになっている。



図3 標準器

2.3 測定速度を誤差要因とした精度評価

(1) 実験計画

1章で述べたように、非接触測定には様々な誤差要因が考えられるが、今回はセンサを動かす測定速度を誤差要因として精度評価試験を実施した。測定

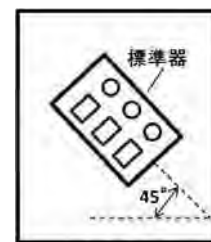
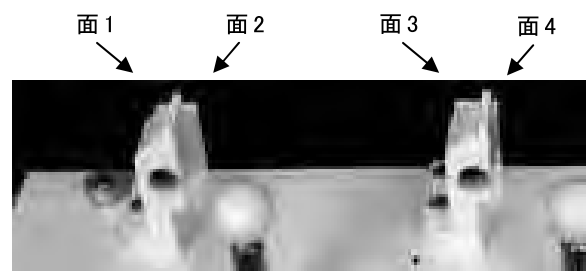


図4 測定姿勢



測定距離 ... 面1-面2、面1-面3、面1-面4、面2-面3、面2-面4、面3-面4

図5 測定距離

【報告】

姿勢は測定機定盤上で図4のようにセットし、1姿勢で測定した。測定距離は図5のように6水準とし、繰返しは3回とした。センサを測定面に対して45度傾けて、標準器全体をスキャン測定した。また今回は、面間距離測定の要望が多いことを考慮し、面間距離のみを対象とした。

(2) 面間距離測定

測定したデータについて、解析ソフト上で図6のように対象とする位置に面を張り、面間距離を算出した。面間距離の算出方法は、一方の面の中心点を自動で算出し、その中心点から他方の面へ垂線を下ろしてその垂線の長さを面間距離とした。

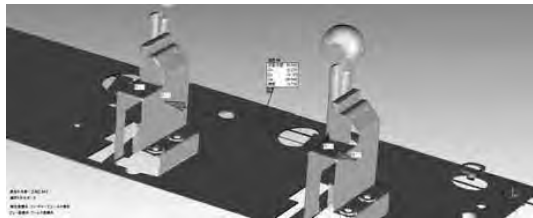


図6 面間距離

2.4 非接触式CMMと接触式CMMの比較

(1) 実験計画

測定はJIS B 7440-2とJIS B 7441の評価方法に沿って行った。標準器を6姿勢に設置し、非接触式CMMと接触式CMMの測定を行った。JISに最大限倣うようにするため、今回は球間距離についても測定を行った。測定姿勢は図7のように、X、Yの1軸方向の2水準と、高さ方向に45度傾けた状態でXY平面上姿勢を変えた4水準である。Z軸方向の姿勢に関しては下向きの面をレーザーで照射することができないため行わなかった。測定距離は図8のように、面間距離については15水準、球間距離については3水準とし、繰返しは3回とした。非接触測定では、

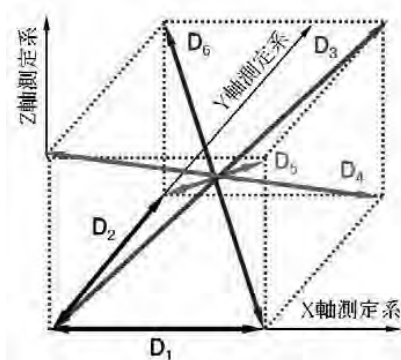


図7 測定姿勢

2. 3(1)と同様に、各測定姿勢でセンサを測定面に対して45度傾けた状態で標準器全体をスキャン測定した。接触測定では、各測定姿勢で接触プローブを測定面に対して平行に当たるように測定した。面については6点、球については5点で測定した。

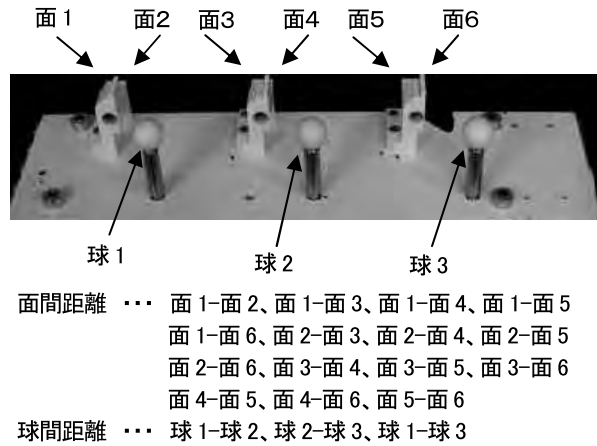


図8 面間と球間における測定距離

(2) 面間距離測定と球間距離測定

ア 非接触測定

面間距離については、2. 3(2)と同様な方法で算出した。球間距離は図9のように、測定データから球を自動作成し、その球中心を算出した。そして対象とする2つの球の球中心間の距離を測定距離とした。



図9 球間距離

イ 接触測定

測定で得た座標データを解析ソフトに入力し、そのデータを用いて、面と球を作成した。面間距離と球間距離の算出方法は上記と同様である。

3. 結果と考察

3.1 SN比による不確かさ評価

不確かさの算出はSN比²⁾というばらつきの評価尺度を用いた。始めに測定で得られたデータを図10の形式でまとめる。列に測定距離Mをとりデータを表に記入する。

【報告】

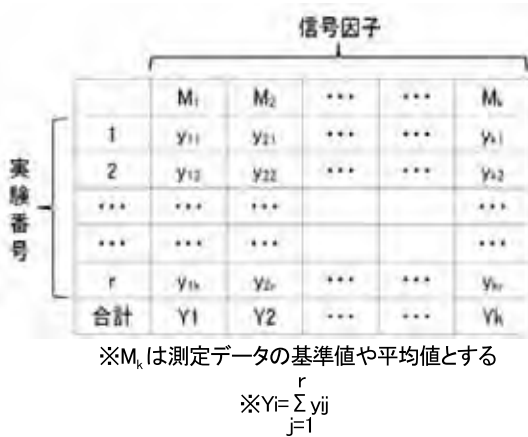


図10 測定データのまとめ方

表のデータを用いて、以下に示す要素を計算し、最終的にSN比を求める。

有効度数： $R=r \times [\sum M_i^2 - (\sum M_i)^2] / k$

全変動： $S_T = \sum y_{ij}^2 - (\sum y_{ij})^2 / (r \times k)$

水準間の変動： $S_m = (\sum Y_i^2) / r - (\sum y_{ij})^2 / (r \times k)$

誤差変動： $S_e = S_T - S_m$

誤差分散： $V_e = S_e / \{k \times (r-1)\}$

SN比： $\eta = \{S_m - (k-1) \times V_e\} / R / V_e$

SN比は「感度/ばらつき」で表すことができ、SN比が大きいほど、その測定値の精度が高いことを表している。SN比 η から不確かさを求める簡易式は $3/\sqrt{\eta}$ となる。この簡易式で求めた不確かさは包含係数 $K=3$ (信頼水準99%) における拡張不確かさに相当する³⁾。

3.2 測定速度における精度評価結果

2.3節の実験で得られたデータを用いて不確かさを算出した結果、

$u = \pm 3.1 \mu m$ ($K=3$)

となった。さらに、上記で求めたSN比は全測定データから算出したものであるが、各水準ごとに不確かさを算出した結果を図11に示す。仮に各水準の不確

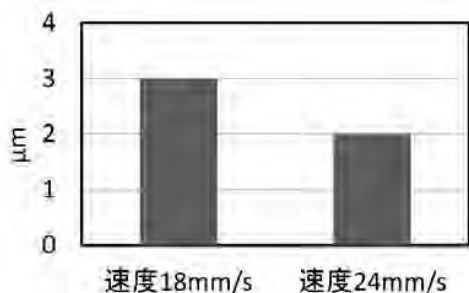


図11 各測定速度における不確かさ

かさの差が大きければ、その誤差要因は測定結果に影響しやすいことが分かる。図11より不確かさの差は $1 \mu m$ で、全体の不確かさも $3.1 \mu m$ であるから、本センサの $\pm 20 \mu m$ という精度に比べて小さな値となった。よって、測定速度は非接触式CMMによる測定結果に影響を与えにくく、繰返し精度もあることが分かった。

3.3 非接触式CMMと接触式CMMの比較結果

2.4節の実験で得られたデータを用いて、不確かさを算出した結果を図12に示す。

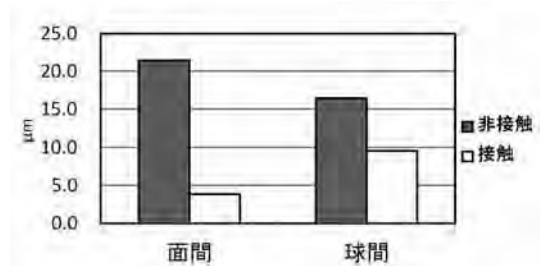


図12 非接触と接触における不確かさ結果

図12より、接触測定では球間距離の不確かさが面間距離に比べて大きい結果となった。これは、球測定の際は異なる方向から接触子を当てていること、及び、球は面に比べて接触子の当たる角度が一定でないことが原因と考えられる。

非接触測定では面間距離の不確かさが球間距離に比べて大きい結果となった。各面の中心位置について調べてみると、繰返しのばらつきが数百 μm と面の中心位置の算出結果のばらつきが大きいことが分かった。面形状の標準偏差は繰返しでほとんど変わらないことから、解析上での面張り設定の不確かさが影響していると思われる。よって、面の張り方、面間距離の算出方法について検討が必要である。

非接触測定で測定姿勢ごとに不確かさを算出した結果を図13に、接触測定で測定姿勢ごとに不確かさを算出した結果を図14に示す。非接触測定ではX軸方向(D1)に測定した時の不確かさが大きい。接触式の結果においても同じ傾向が出ていることから、測定機本体にX軸方向の機械的誤差が生じている可能性がある。また、X軸方向の姿勢で測定する際、センサをY軸方向に振りながらスキャン測定することから、一般的にいわれている門型CMMのY軸方

【報告】

向の倒れも原因になっている可能性がある。

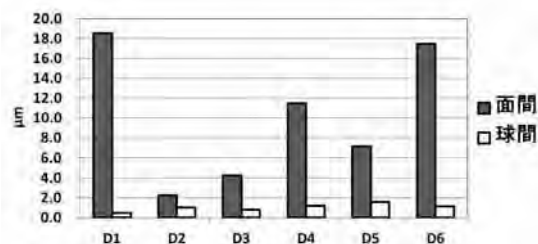


図13 測定姿勢ごとの不確かさ結果 (非接触測定)

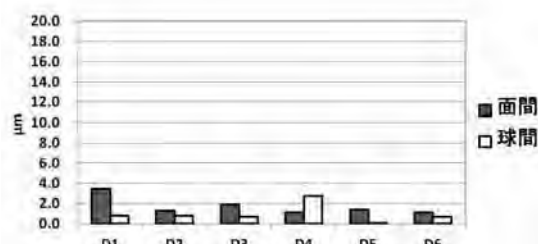


図14 測定姿勢ごとの不確かさ結果 (接触測定)

今回の非接触測定と接触測定の比較においては、非接触式は面で測定し、接触式は点で測定したため、厳密に同じ測定箇所を評価していない。面はそれ自体の平面度や組み付け方によって傾きが生じるため、どの位置を測定したかによって結果が異なることが考えられる。厳密に非接触式と接触式で同じ箇所を評価できる方法の検討が必要である。

4. まとめ

本研究で得られた結果を以下に示す。

- (1) 測定距離評価用の標準器を試作した。

- (2) 測定速度を誤差要因とした不確かさは $\pm 3.1 \mu\text{m}$ (99%の信頼性)となり、測定精度、繰返し精度に影響を与えないことが分かった。
- (3) JISに沿った検査を実施し、面間距離の不確かさは、解析手法の不確かさも含んでいるため、非接触データを使った面間距離評価の方法を検討する必要がある。
- (4) 接触式との比較において、より厳密に同じ測定箇所を評価できるような方法が必要である。

今後は、非接触測定結果と接触測定結果の比較方法についてより深く検証すること、測定速度以外の誤差要因についても調査する予定である。

謝辞

本研究にあたり、測定機の使用や標準器の製作等、様々なご支援をいただいたパルステック工業株式会社及び独立行政法人産業技術総合研究所の皆様へ深く感謝します。

参考文献

- 1) 吉澤 徹編著：最新 光三次元計測, 13, 朝倉書店 (2010).
- 2) 矢野 宏：計測管理の実際, 29, 工業調査会 (1986).
- 3) 柳原 亘他：三次元測定機におけるSN比を用いた不確かさ評価について, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第4号, 176-180 (2011).

炭素／アラミドハイブリッド複合材料の機械特性

繊維高分子材料科 鈴木重好
 静岡大学 島村佳伸

Mechanical Properties of Carbon/Aramid Hybrid Composites

Shigeyoshi Suzuki and Yoshinobu Shimamura

Hybrid composites containing some kinds of high performance fibers can be designed very flexibly with covering the weakness of each fiber and making the best use of their characteristics. In this study, carbon and aramid fibers were woven by several placements and ratios. Then intra or interply hybrid composites were made from their clothes and epoxy resin. The flexural strength, modulus and impact resistant property were investigated comparing to the calculated values. Charpy impact test indicated that the composites with aramid laminas in the compression side had much higher impact strength than the value by the rule of mixture.

1. はじめに

複数の高強度繊維を強化材料とするハイブリッド複合材は、それぞれの短所を補いつつ長所を生かすことで、より幅広くきめ細かい材料設計が可能であり、これまで多くの研究が行われている¹⁾。高強度・高弾性率であるが耐衝撃性に難がある炭素繊維と、圧縮強度に問題があるが強い強度を持ちつつ耐衝撃性に優れるアラミド繊維は、代表的な相補の組み合わせとして数多く利用されている。しかし、それらの組合せ方を系統的に検討した事例は少ない。

本研究では炭素繊維とアラミド繊維を様々な組み合わせで織物とし、その層内及び層間ハイブリッド複合材料の曲げ強度、弾性率、シャルピー衝撃値を測定し、繊維比率、積層構造が与える影響について確認し、一般的な力学計算との整合性を検討したので報告する。

2. 試料

2.1 織物

本研究で用いた炭素繊維 (CF) は東レ(株)製TORAYCA、T300、6K、アラミド繊維 (AF) は東レ・デュポン(株)製Kevlar49、3160dtexである。各繊維束の断面積は、0.225、0.218mm²でほぼ等しく、同じ織り密度の織物とした時に繊維種に関わらず同じ繊維体積含有率 (Vf) が得られる。図1に示すとおり、CF、AFは、CF100% (C)、CF : AF=3 : 1 (C₃A₁)、1 : 1 (C₂A₂)、1 : 3 (C₁A₃)、AF100% (A) の5種類の組み合わせでタテ、ヨコとも4本/cmのピッチで平織物とした。一般的にC₃A₁、C₂A₂、C₁A₃を積層して作製した複合材料は、一つの層の中にCFとAFが混在していることから層内ハイブリッドといい、C及びAを任意の順で積層することで作製した複合材を層間ハイブリッドという。

り、CF、AFは、CF100% (C)、CF : AF=3 : 1 (C₃A₁)、1 : 1 (C₂A₂)、1 : 3 (C₁A₃)、AF100% (A) の5種類の組み合わせでタテ、ヨコとも4本/cmのピッチで平織物とした。一般的にC₃A₁、C₂A₂、C₁A₃を積層して作製した複合材料は、一つの層の中にCFとAFが混在していることから層内ハイブリッドといい、C及びAを任意の順で積層することで作製した複合材を層間ハイブリッドという。

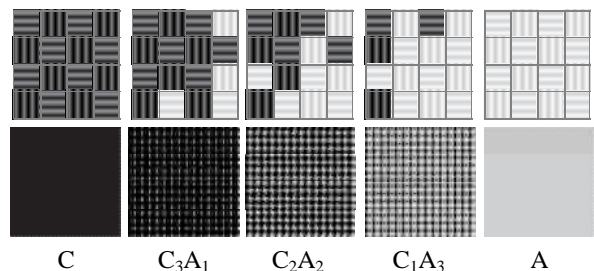


図1 炭素／アラミド繊維の組合せ方 (下段：150mm角織物の全体図、上段：10mm角拡大図)

2.2 成形

図1の5種の平織物を表1に示す積層順で5層重ね、真空成型法によりハイブリッド複合材を作製した。マトリックスには、主剤としてエポキシ樹脂 (三菱化学(株)製811) を用い、硬化剤 (三菱化学(株)製EMI24) を4%混合して、60°C 8 hr、150°C 2 hrの硬化条件で成形を行った。得られた複合材について、マトリックスの含浸状態は良好で、厚さは平均1.80 ± 0.07mm、繊維体積含有率 (Vf) は平均0.51 ± 0.01

【報告】

であった。

図2に例としてC₂A₂ 5層積層板の断面写真を示す。平織物を用いているために、板の長さ方向に対する繊維の厚み方向の最大傾斜角は比較的大きいことがわかる。

表1 複合材の積層構成

CF Rate	上側←→下側	CF Rate	上側←→下側
1	CCCCC	0.5	C→A* ¹
	CCCCA		A→C* ²
0.8	CCACC	0.4	CCAAA
	ACCCC		ACACA
0.75	C ₃ A ₁ ×5層		AAACC
0.6	CCCAA	0.25	C ₁ A ₃ ×5層
	CACAC		CAAAA
	AACCC		AACAA
0.5	C ₂ A ₂ ×5層	0	AAAAC
	CC(C ₂ A ₂)AA		AAAAA

*1:C(C₃A₁) (C₂A₂) (C₁A₃)A, *2:A(C₁A₃) (C₂A₂) (C₃A₁)C

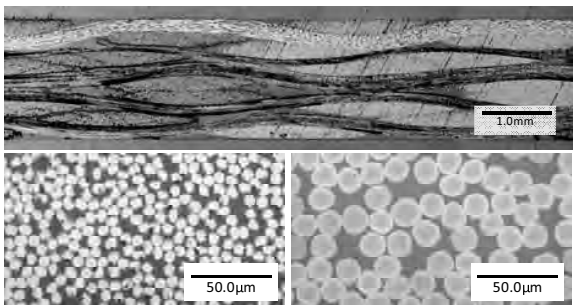


図2 C₂A₂ 5層積層板の断面写真(上)、炭素繊維部分(左下)とアラミド繊維部分(右下)の拡大写真

3. 試験方法

曲げ試験片のサイズは70×10mmとし、精密万能試験機(榊島津製作所製AG-50kNIS)を用いて3点曲げ試験を行った。支点間距離はAAAAA(アラミド100%)のみ40mm、その他は50mmで行い、クロスヘッドスピードは3.0mm/minで行った。衝撃特性評価には、シャルピー衝撃試験機(島津製作所製、容量1.5kgm)を用いた。試験片サイズは80×10mmで、ノッチは入れずに試験した。

4. 結果と考察

4. 1 曲げ強度

図3に層間ハイブリッドの曲げ強度試験の結果を

示す。全体的にはCFの含有量が増すに従って、曲げ強度も増加するが、同じCF含有量における積層構造の違いによる変化を見ると、圧縮側にCF層がある試料の強度が大きい結果となった。曲げ試験後の破壊部を顕微鏡で観察すると、圧縮側最外層から破壊していることが確認できることから、圧縮側に圧縮強度が比較的高いCFを配置した方が高い強度を有したものである。例として、図4にCACACの曲げ破壊試験の写真を示す。

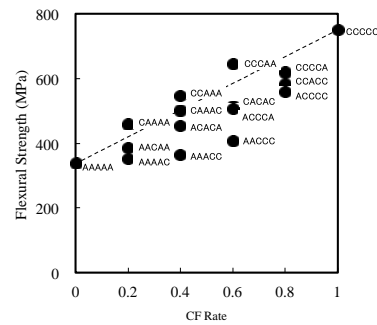


図3 炭素繊維含有率と曲げ強度の関係

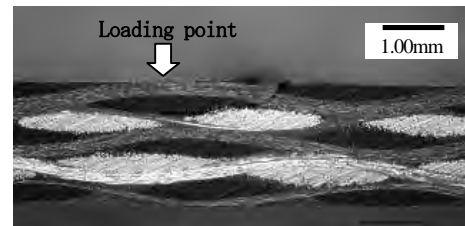


図4 CACAC試験片の曲げ破壊形態

層内ハイブリッド間の比較をすると、図5のようにAF100%よりも、CF25%を含むC₁A₃の方が強度が低く、C₂A₂、C₃A₁についても、AAAAAとCCCCCを結んだ直線(点線)より小さい。層内ハイブリッド複合材の曲げ強度特性は、このような単純複合則よりも、CFの破断伸びがAFより小さいことに起因するハイブリッド複合則²⁾(破線)によく一致することがわかった。

これらの実験結果に対して、CF、AF、エポキシ樹脂単体の強度、弾性率データから各層の理論強度を求め、最弱層の破壊をその複合材の強度として計算した。その結果、いずれの複合材も圧縮側最外層から破壊すると予想され、図6に示す結果となった。計算値は実験値と比較すると、全体では平均9.8%低く見積もられた。大まかな傾向は掴めるが、中に

【報告】

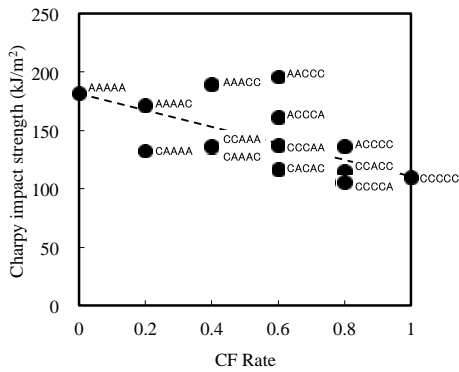


図9 炭素繊維含有率とシャルピー衝撃値の関係

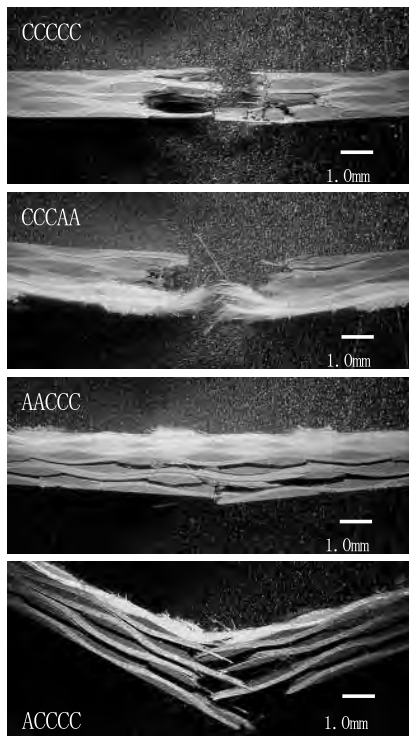


図10 シャルピー衝撃試験後の破壊形態

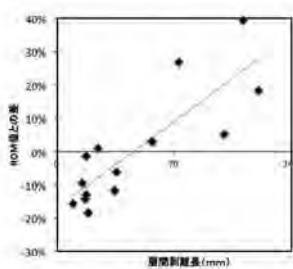


図11 層間剥離長に対するROM値と実測値との差

合として算出し、各試料中に含まれる層間剥離長との関係を調べた結果、図11のようなプロットを得ることができた。層間剥離の大きいものほど複合則を外れてプラス側に大きな値をとることがわかる。衝撃吸収値の大きい試料におけるROM値との差分は、CF層間の剥離に要するエネルギーに依存すると説明できる。つまり、表面にAF織物を配置することで、単に衝撃吸収性が優れた材料が加わる以上に、CF層の破壊形態も局所的な脆性破壊から層間剪断破壊へ変化することで、CF層の衝撃吸収性も向上し、結果としてAF100%を上回る高い衝撃値を示したと思われる。

5. 結言

炭素繊維とアラミド繊維を様々な組み合わせで平織物とし、層内及び層間ハイブリッド複合材を作製した。曲げ強度、弾性率、シャルピー衝撃値を測定したところ、強度と弾性率については、一般的なハイブリッド複合材料に関する複合則に則り、力学計算から予測できることがわかった。また、シャルピー衝撃値は、圧縮側表面にアラミド層を含む複合材について、炭素繊維の破壊機構の変化によりエネルギー吸収量が増え、複合則から予測される値よりも大きい衝撃吸収性能を持つことがわかった。

謝辞

この研究を行うにあたり、多大なご協力を賜りましたヤマハ株式会社に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 植村益次他：ハイブリッド複合材料，シーエムシー（1986）.
- 2) P. W. Manders et al. : “The strength of hybrid glass/carbon fibre composites”, J. Mater. Sci., 16, 2233 (1981).

炭酸ガスレーザーによる樹脂表面への加熱処理の高度化 (第2報)

光科 渥美博安* 植田浩安

Development of Heating Process to Surface of Resin with CO₂ Laser (2nd report)

Hiroyasu Atsumi and Hiroyasu Ueta

1. はじめに

樹脂の表面に着色したり、導電性、撥水性等を付与するため、様々な機能性材料が使用されている。機能性材料を樹脂表面に固定化する際、電気炉による加熱工程を経る場合が多い。電気炉の稼働には、大量のエネルギーを消費するため、それに代わる環境に優しい加熱技術が求められている。

浜松工業技術支援センターでは、レーザーで局所的に加熱することにより、樹脂の表面を染色する研究を進めてきた。レーザーの加熱で均一に染色するためには、加工中の温度を適切に制御することが必要であり、前報¹⁾では、レーザー照射中の物体の表面温度を放射温度計で計測することを試みた。本報では、測定した温度をフィードバックして、レーザーを制御することにより、レーザー照射中の物体の表面温度を安定化することを試みた。

2. 方法

2.1 実験装置

図1に、今回実験で使用した炭酸ガスレーザーによる加熱システムを示す。レーザー光は、試料上で直径約14mmにデフォーカスされている。XYステージで試料を2次元的に駆動することにより、試料表面全体にレーザー光を照射する。

レーザー照射中の試料の表面温度は、サーモパイル型放射温度計 (FTK-9 ジャパンセンサー(株)製) を使用して計測した。前報に記したように、本機器は、炭酸ガスレーザーの波長(10.6 μ m)の干渉を受けるため正確な測定ができない。そこで、9 μ m以上の波長の赤外光を遮断するMgF製ウィンドウをフィルターとして本機に装着した後、再校正する事により、レーザー照射中の温度を測定した。

測定した温度は、AD変換器を介してコンピューターに取り込み、目標温度を維持するようにレーザーの出力をリアルタイムに制御する。今回使用したレーザーは、矩形波信号のDUTY比で出力を制御するため、コンピューターからPWM出力器を介してDUTY比を0から100%まで出力する。

制御方法としては、一般的なPI制御法を用いた。

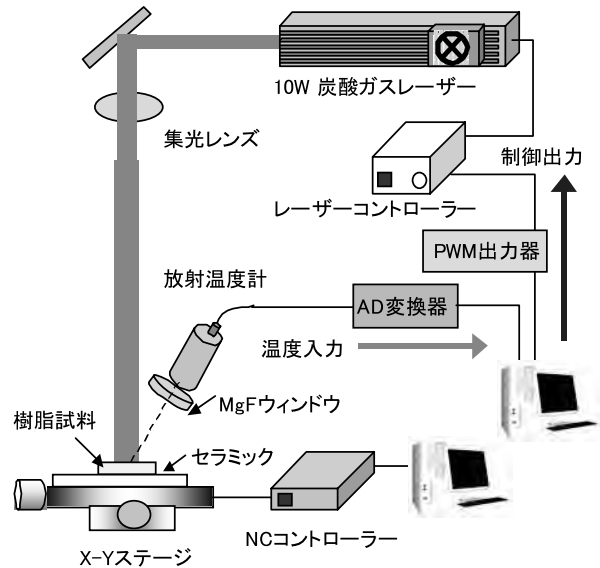


図1 レーザー加熱システム

2.2 実験方法

加工試料として、青色の分散染料を均一にコーティングした透明ポリカーボネイト板(50mm×50mm、t=2mm)を使用した。表面の温度が高くなる程、試料は濃い色に染色されるため、測定した温度データを評価するための参考とした。

図2に示すように、白色のセラミック板上に置かれた試料に対して、左から右方向に幅70mm、速度200mm/minでレーザーを走査する。この加工を、試料の上部から、5mm間隔で9回行った。

*) 現 静岡県工業技術研究所

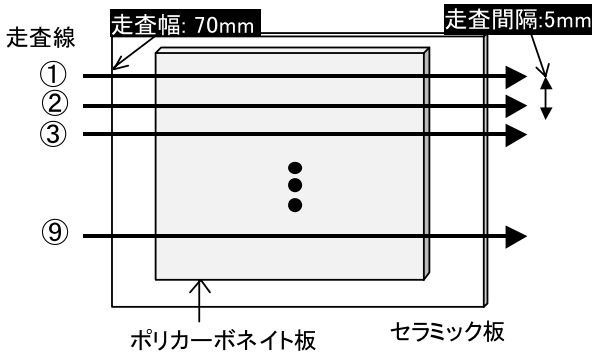


図2 樹脂板加熱試験

2.3 実験結果

写真1に、レーザー照射中の様子を示す。レーザーの照射位置を確認できるように、赤色半導体レーザーを同時に照射した。

写真2に、レーザーの出力を制御量40%で固定したまま、レーザーを走査した時の試料の外観を、図3には、試料の温度とレーザーの制御量のグラフを示す。温度データは、走査線毎に、かなり変動しており、特に、1ライン目の後半と2ライン目の前半部分の温度が低く、染色された色も薄くなっていることが分かる。

写真3は、140℃を維持するように、レーザーを制御した時の試料の外観を、図4には、試料の温度とレーザーの制御量のグラフを示す。レーザー出力の制御量をリアルタイムに変動させながら、温度を140℃付近に維持していることが分かる。試料も同じ程度の濃さで染色された。

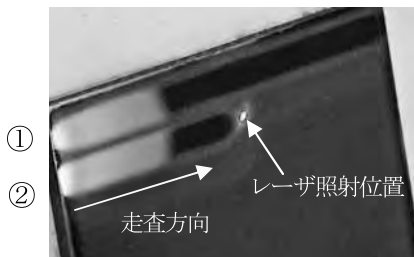


写真1 実験の様子

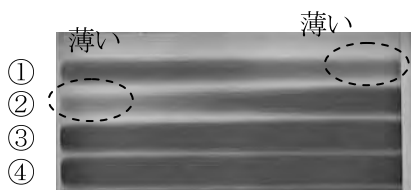


写真2 染色された樹脂の一部 (温度制御無)

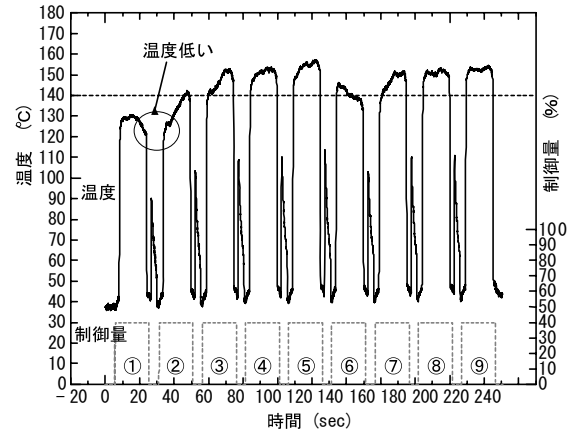


図3 温度測定結果 (温度制御無)

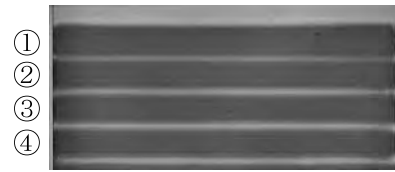


写真3 染色された樹脂の一部 (温度制御有)

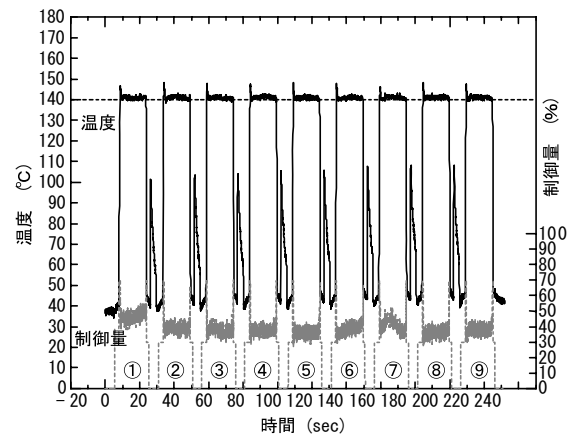


図4 温度測定結果 (温度制御有)

3. まとめ

温度データをフィードバックしながら、炭酸ガスレーザーの出力を制御するシステムを構築した。ポリカーボネイト平板に対して照射試験をしたところ、均一な温度で加工できる可能性が得られた。今後は、更に、本手法の有効性を検証し、レーザー加熱処理の高度化を図る。

参考文献

- 1) 渥美博安他：炭酸ガスレーザーによる樹脂表面への加熱処理の高度化 (第1報)，静岡工業技術研究所研究報告，第4号，200-201 (2011)。

レーザーによる金属と樹脂の接合 (第2報)

光科 山下清光 渥美博安*
株式会社新技術研究所 平井勤二 菅谷卓生

Laser Joining of Metal and Plastic (2nd report)

Kiyomitsu Yamashita, Hiroyasu Atsumi, Kinji Hirai
and Takutaka Sugaya

1. はじめに

レーザーによる金属と樹脂の接合は、樹脂の金属へのアンカー効果によるものと言われている¹⁾。

(株)新技術研究所が開発した金属と樹脂の新しい接合技術 (CB処理) は、図1に示すように熱を加え、化学結合を形成させる新しい技術である²⁾。そのため、熱エネルギーの供給が必須である。

家電・情報機器、自動車用電子部品分野において、金属部品上に樹脂成形部品を接合させる構造の製品が多い。これらは、機械的や熱的に接合している。しかし、密封性が必要で、構造が複雑な製品や製品全体に熱を加えることができない場合は従来の方法では接合できない。このことがCB処理技術の実用化の妨げとなっている。

本研究では、CB処理技術の実用化に向けた金属と樹脂の新たな接合技術を開発するため、熱エネルギーを局所的に供給することが可能なレーザーを使用し、レーザー照射による金属と樹脂を溶着させる基本条件を明らかにすることを目的とする。

前回はSUS、SPCC、アルミニウムを試験片とし、レーザーの固定照射による溶着実験を行った³⁾。今回は、構造材として需要が伸びているマグネシウムを試験片に選び、レーザーを走査して照射し、樹脂

との溶着を行ったので報告する。

2. 方法

2.1 レーザー装置

レーザー光源に、アルミニウムに吸収のある波長808nmの半導体レーザー (JENOPTIK社製 JOLD-240-CAFN-6A JENOPTIK) を選んだ。シリンドリカルレンズを使用し、ビーム断面形状を長方形にして実験に使用した。

2.2 試験片

使用した試験片を表1に示す。マグネシウム合金は、軽量性を活かした構造材としての需要が伸びている材料である。PC-ABSは電気・電子関係、OA機器、照明器具、精密機械、自動車部品、家庭用品など幅広い分野で使用されている。これらの理由から試料片として選んだ。

また、レーザーの吸収率を上げるためにレーザー照射部に光吸収剤 (オリエント化学工業(株)製 eBIND Marker) を塗布して実験を行った。

表1 試験片

	板厚 (mm)	幅 (mm)	長さ (mm)
マグネシウム合金 (AZ91)	1	19	49
PC-ABS 樹脂	3	20	80



図1 CB処理による接合

2.3 レーザー照射による試験片表面の温度測定

図2に示すように、マグネシウム試験片表面に光吸収材を塗布し、反対表面に3つの熱電対を配置した。レーザーのビームサイズを約4×24mm、走査速

*) 現 静岡県工業技術研究所

度を 3 mm/s とし、レーザーパワーを変えて、試験片表面の温度を測定した。

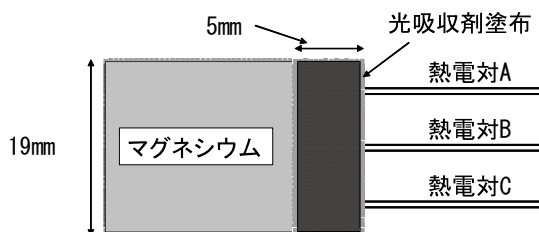


図2 試験片表面の温度測定

2.4 レーザー照射による試験片の溶着

図3のように試験片を配置し、レーザーのビームサイズを約4×24mm、走査速度を3mm/sとしレーザーパワーを変えて、試験片を溶着した。溶着に要する加熱時間は約20sであった。溶着の強度測定にはオートグラフ（株島津製作所製 GS-IS）を使用した。

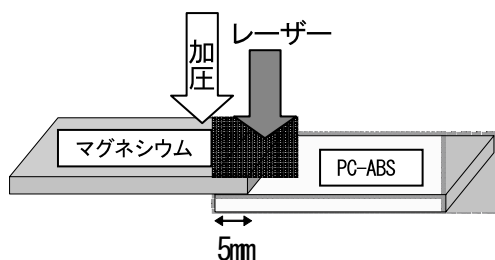


図3 試験片の溶着

3. 結果

レーザー照射によるマグネシウム試験片の温度測定を行った結果、図4に示すように各熱電対の最大温度がレーザーパワーに追従して変化することと熱電対の位置により最大温度が異なることがわかった。

レーザー照射による試験片の溶着実験を行った結果を図5に示す。実用に必要な強度を6MPaとすると、レーザーパワーが65W以上で安定に溶着できることがわかった。

従来方法の熱板溶着では、PC-ABS樹脂は、設定温度315℃、加熱時間45～55sの条件で溶着されている。本手法の加熱時間は約20sであり、従来方法に比べ時間を短縮することができた。

レーザーを前回の固定照射から走査照射にしたことで、溶着面積を拡大させることができたが、場所により溶着状態が異なるため、照射方法の改良を引き続き行っていく。

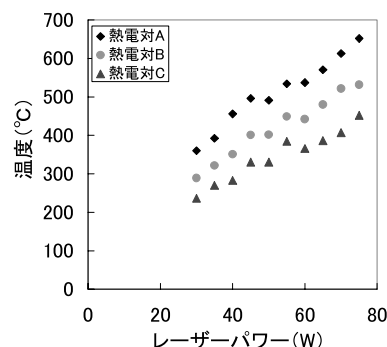


図4 温度測定

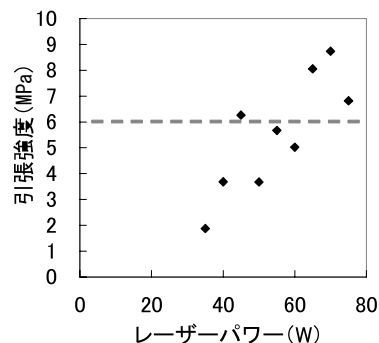


図5 引張強度

4. まとめ

マグネシウムとPC-ABS樹脂の溶着をレーザーで行うことにより、従来方法に比べ、加工時間を1/2程度に短縮した。

レーザーを固定照射から走査照射することで溶着状態の改善は見られたが、一様に溶着できるようレーザーの走査方法の改良を行っていく。

謝辞

本研究は、財団法人しずおか産業創造機構の静岡新産業クラスター研究開発助成を受けて実施したものである。関係者各位に感謝申し上げます。

参考文献

- 1) 川人洋介他：金属と光透過プラスチックとのレーザー直接接合，第67回レーザー加工学会講演論文集，35-39 (2006)。
- 2) 特開2011-052292：アルミニウム合金物品、アルミニウム合金部材およびその製造方法 (2011)。
- 3) 山下清光他：レーザーによる金属と樹脂の接合，静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，165 (2011)。

短パルスレーザーを用いた鉄材の表面加工

— ピコ秒レーザーによる微細周期構造の形成 —

光科 宮原鐘一* 山下清光 岩崎清斗

Surface Treatment of Iron Using Short Pulsed Laser

— Micro Periodic Structure with Picosecond Laser —

Shoichi Miyahara, Kiyomitsu Yamashita and Kiyoto Iwasaki

1. はじめに

フェムト秒レーザーに代表される短パルスレーザーは、極めて短い時間に高出力のレーザー光を照射することができる。フェムト秒レーザーはフェムト秒 ($1/10^{15}$ 秒) のオーダーまで短パルス化したレーザー光源であり、パルス幅がフォノンのカップリング時間よりも短いため、熱伝導が起こる前に加工が進行する。熱拡散の影響を受け難い加工であるため、高精度で高品質な微細加工を実現する非熱的プロセスとして注目されている。照射条件や材料を適切に選択することにより、ナノオーダーの超微細構造を形成できることが多数報告されている^{1),2)}。

また、ピコ秒レーザーはピコ秒 ($1/10^{12}$ 秒) のオーダーで短パルス化したレーザー光源であり、フェムト秒レーザーに類似する効果が期待されている。安価で扱い易い短パルスレーザーとして注目されているが、比較的新しい技術であるため加工方法等に関する知見は不足している。

一方、(独)科学技術振興機構の平成21年度地域産学官共同研究拠点整備事業として「はままつ次世代光・健康医療産業創出拠点」が採択され、浜松地域において産学官で「健康・医療関連産業」の創出・確立を目指している。熱影響の少ないレーザー加工技術を開発するという目的にて、浜松工業技術支援センターに「ピコ秒レーザー加工システム」が整備され、平成23年度より設備使用を開始した。

本報告では、当センターに整備された「ピコ秒レーザー加工システム」の性能確認の一環として、実際に鉄基板上に微細周期構造を形成した結果を紹介する。

2. 実験方法

2.1 ピコ秒レーザー加工システム

加工実験に使用したピコ秒レーザー加工システムを、図1に示す。レーザー光源はTime-Bandwidth Products社製のDUETTINOであり、発振波長(λ)が1064nm、平均出力が5W以下、繰返し周波数が単発～8MHz、パルス幅が12ps以下、パルスエネルギーが $200\mu\text{J}$ 以下、ピーク出力が16MW、ビーム品質(M^2)が1.3以下である。焦点距離(f_0)が28.8mmの集光レンズを用いて、レーザー光は試料表面に対して斜めに入射した。

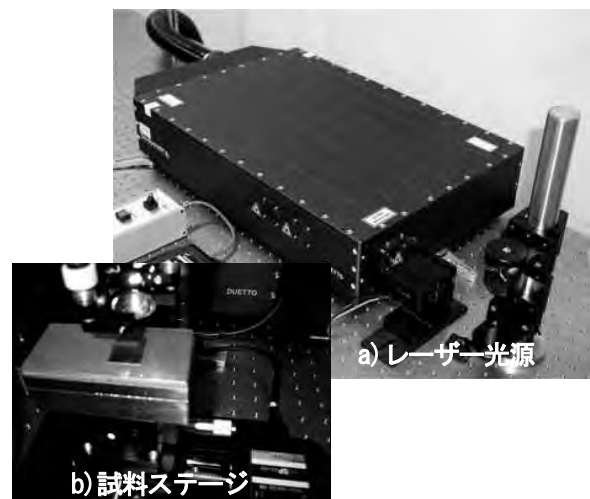


図1 ピコ秒レーザー加工システム

2.2 ピコ秒レーザー加工実験

試料基板には鉄ハルセル板を用いた。保護層である亜鉛めっきを20%塩酸溶液で剥離し、水洗・エタノール洗後に乾燥したものをレーザーで加工した。

ピコ秒レーザーの繰返し周波数を1.26kHzに設定し(平均出力:約140mW)、1/2波長板と偏光ビー

*) 現 材料科

【ノート】

ムスプリッタを用いて照射パワーを制御した。電動XYステージ上に設置した試料表面に集光し、ステージを走査して大気中で照射した。加工後の鉄表面は、走査型電子顕微鏡（JEOL/JSM6300）で観察した。

可能である。鉄材部品の表面加工等にも、充分に応用できると考えられる。

4. まとめ

ピコ秒レーザー加工システムを用いて、照射パワーを10mW程度に制御することにより、鉄基板上に微細周期構造を形成できることを確認した。ここで、鉄表面の加工痕の幅は約 $40\mu\text{m}$ 、微細周期構造の幅は約 $20\mu\text{m}$ であった。集光レンズの特性から算出されるレーザー光スポット径は $25\mu\text{m}$ であるため、さらに最適化できる可能性がある。一般に、短パルスレーザーを用いて形成される微細周期構造の溝間隔はレーザー波長程度あるいは波長の $1/2\sim 1/3$ 程度になると言われているのに対し、実測値 820nm はレーザー波長の約 $3/4$ である。試料表面での光干渉の状況が、斜め入射の影響で変化した可能性がある³⁾。高精度の加工を実現するためには、加工条件等についてさらに詳しく検討して行く必要がある。

ピコ秒レーザー加工システムを用いた微細周期構造の形成は、鉄以外にも、ステンレスや銅等の金属に展開できる可能性があることも確認している。材料表面の表面性状を制御することにより、摩擦特性・潤滑特性・耐摩耗性・濡れ性・接着特性・流動抵抗等を改善できる可能性がある。回折・反射・吸収特性等を制御して、光学的な機能等を付与できる可能性がある。今後は対応できる材料種の拡張を図る予定であり、微細周期構造を利用した表面処理技術を開発することで、新機能を付与した付加価値の高い金属部品の実現を目指す。

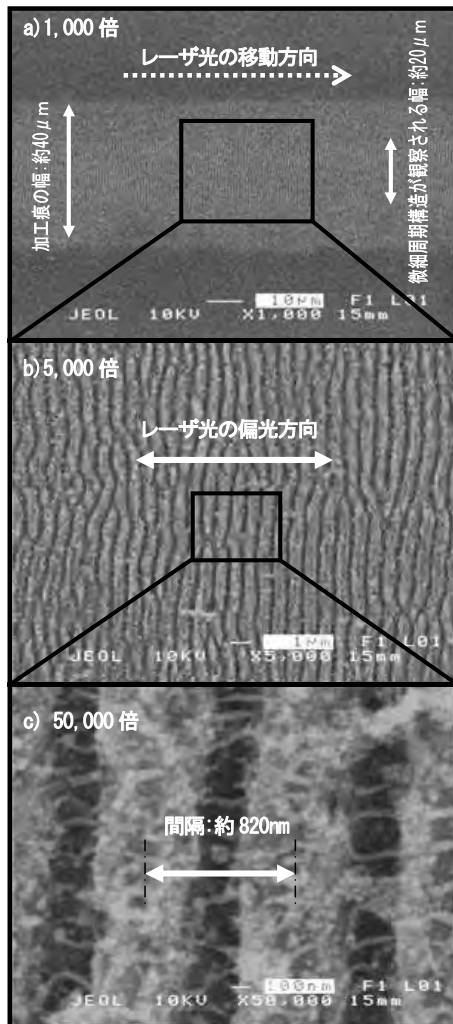


図2 1回走査で加工した鉄表面の観察結果

3. 結果

水平方向に1回走査して加工した鉄基板表面の観察結果を、図2に示す。照射パワー約10mW、走査速度 2mm/s にて加工した。図2aより、加工痕の幅は約 $40\mu\text{m}$ であり、その中心部の幅約 $20\mu\text{m}$ の範囲に微細周期構造が観察された。図2bおよびcより、レーザー光の偏光方向に対して垂直方向の溝構造が形成されており、約 820nm 間隔で周期的に並んでいることを確認した。

また、レーザー光を適量の移動方向に対する垂直方向に適量オーバーラップさせながら走査することで、加工範囲を拡張することができる。微細周期構造を、2次元・3次元的な面加工へ展開することも

参考文献

- 1) 松田 稔他：フェムト秒レーザーによる微細周期構造の作成，静岡県浜松工業技術センター研究報告，第14号，57-58（2004）。
- 2) 平尾一之他編：フェムト秒テクノロジー【基礎と応用】，329-336，(株)化学同人（2006）。
- 3) 沢田博司他：フェムト秒レーザーによる微細周期構造の形成，精密工学会誌，第69巻4号，554-558（2003）。

炭酸ガスレーザーによる加工状態の評価

光科 岩崎清斗

Evaluation of Processing State by CO₂ Laser

Kiyoto Iwasaki

1. はじめに

気体レーザーの一つである炭酸ガスレーザーは、波長10.6 μm の赤外光であるため、肉眼で見ることができない。今回使用する炭酸ガスレーザーの発振管内には、炭酸ガス以外に窒素やヘリウムが規定量配合されている。これらの気体は、完全密閉状態で封入されており、窒素は二酸化炭素分子の励起の補助、ヘリウムはガスの冷却として作用する。炭酸ガスレーザーは、主に金属やガラス、樹脂などの切断や溶接、マーキング等に使われている。アクリル樹脂は2.8~25 μm の波長帯の赤外光を吸収するため、炭酸ガスレーザーでの加工に適している。本研究では、炭酸ガスレーザーによるアクリル板の切断加工における、レーザーの出力、走査速度の最適な加工条件を考察した。

2. 実験

2.1 実験方法

最大出力40Wの炭酸ガスレーザーを用いて、厚さ3mmの透明アクリル板にレーザーを照射する。走査速度とレーザー出力をパラメータとし、一軸方向にレーザーを走査したときのアクリル板の加工痕を観察する。

2.2 実験結果

レーザーを走査したアクリル板の加工幅の測定結果を図1、深さの測定結果を図2に示す。図1、2より、走査速度が大きくなるほど、加工の幅と深さが小さくなっていることが分かる。また、レーザー出力が大きくなるにつれて、幅と深さが大きくなっている。

加工したアクリル板の断面図を図3、3Dで撮影した写真を図4に示す。図3の丸く囲まれた部分はレーザー照射によって隆起したと考えられる。この

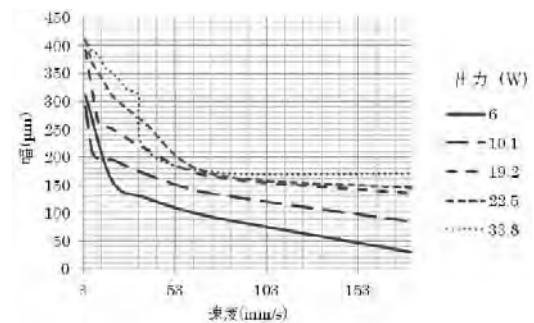


図1 加工幅の測定結果

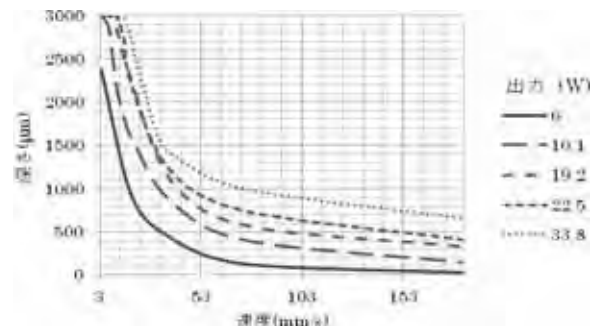


図2 加工深さの測定結果

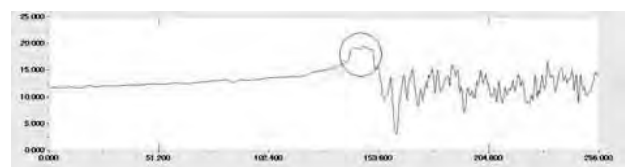


図3 隆起した部分の断面図(出力19.2W、速度36.7mm/s)

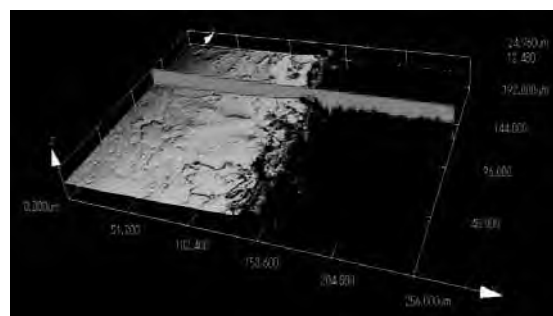


図4 隆起した部分の3D画像
(出力19.2W、速度36.7mm/s)

隆起した部分の高さを計測したグラフを、図5に記す。図5より、レーザーの出力が大きくなるほど、アクリル板表面の隆起が大きくなっていることが分かる。

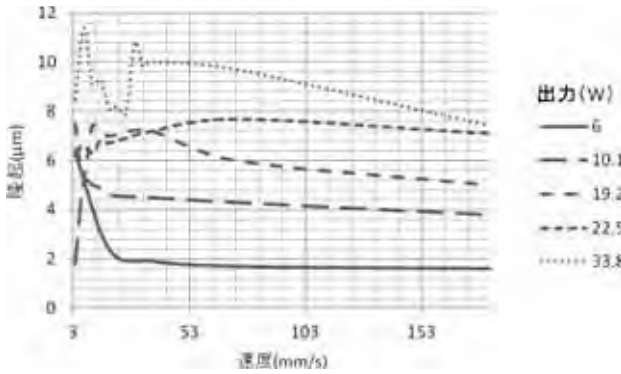


図5 隆起した高さの測定結果

3. 考察

最適なアクリル板の切断条件を推測するため、炭酸ガスレーザーでアクリル板を切断するときの走査速度とレーザー出力に関するデータを取った。図1、2、5から、レーザー出力を速度で割った値を入射エネルギー (J/mm) と定義し、幅、深さ、隆起の高さと、その近似曲線を表わしたグラフを図6、7、8に示す。図7は入射エネルギーが3J/mm以上になると加工深さが3,000 μm (板厚と同じ) になるため、省略した。図6、7、8のグラフの近似曲線より、入射エネルギーをx (J/mm)、求めたい値をy (μm) とすると、

$$\text{幅} : y = 66.545 \ln(x) + 272.48$$

$$\text{深さ} : y = -457.2x^2 + 2252.6x + 202.83$$

$$\text{隆起の高さ} : y = 0.6459 \ln(x) + 6.7074$$

という計算式でそれぞれの値を推測することができた。

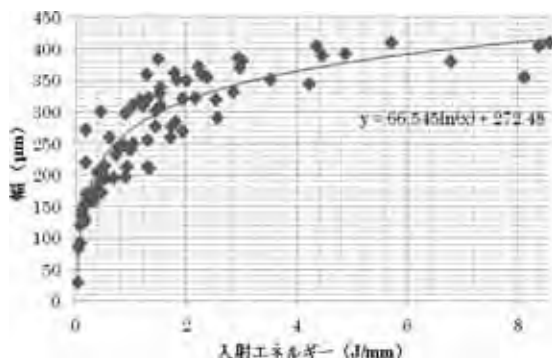


図6 加工幅の測定結果

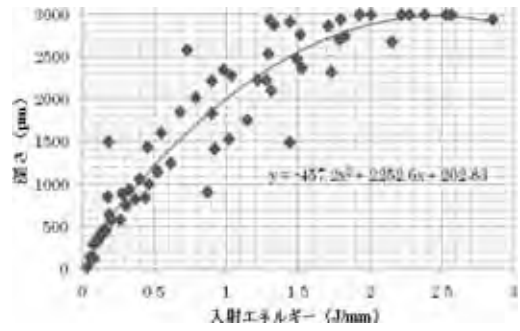


図7 加工深さの測定結果

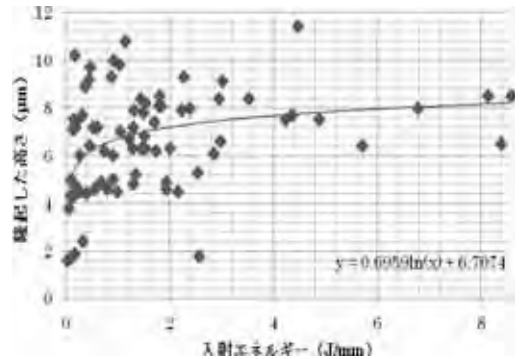


図8 隆起した高さの測定結果

4. まとめ

炭酸ガスレーザーによるアクリル板の加工実験を行い、出力と走査速度から加工状態を推測することができる計算式を導いた。今後は、これらの計算式の精度を確かめるために、実際に加工したときの計測値と、計算式の値を照らし合わせ検証する必要がある。さらに、計測データを増やすことで計算式を補正し、より精度を高めていきたい。また、加工するサンプルや加工条件等を増やし、当センターの炭酸ガスレーザーで、試料を加工するときの加工条件の目安として役立てたい。

参考文献

- 1) 金岡 優：機械加工現場診断シリーズ⑦レーザー加工, 6, 日刊工業新聞社 (1999).

1 GHz超の高周波数帯域も測定可能なシールド効果測定法の開発 (第1報)

— 電波暗室での予備的実験 —

電子科 長谷川茂 山田浩文

Development of Shielding Effectiveness Measurement corresponding to High Frequency Band exceeding 1GHz (1st report)

— Pilot Experiment in Anechoic Chamber —

Shigeru Hasegawa and Hirofumi Yamada

1. はじめに

近年、家庭やオフィス等の身近なところで電波の利用が増大し、電子機器からの漏洩電波による無線通信・放送への混信や無線機器からの電波による健康や医療機器等への影響の発生が懸念されている。携帯電話、無線LAN、ETC等の無線情報通信機器の多くは、1 GHz以上の高周波数帯域で電波を利用している。このため、この帯域の電磁波を抑えるシールド材の需要も増大する傾向にある。しかし、これらの材料を高周波数帯域で評価するシールド効果測定装置が少ないのが現状である。

我々は先に2.45GHzダイポールアンテナによるコーナーアンテナを用いた簡易シールド効果測定装置に関する研究を行った^{1),2)}。本研究では、この装置に対しアンテナの小型化・高帯域化、また反射特性を測定可能にする等の改良を施し、1GHz以上の高周波数帯域での簡易評価に使用可能な卓上型シールド効果測定システムを開発することを目的としている。

本報告では、新たな測定方法の検証と開発における問題点を明らかにするため、先に製作したコーナーアンテナを用いて、電波暗室で簡易的に行ったシールド効果および反射特性の実験について述べる。

2. 方法

2.1 製作予定のシールド効果測定システム

図1に、今回製作するシールド効果測定システムの概念図を示す。信号発生器からの信号を送信アンテナからシールド材等の試料に照射し、受信アンテナ2で透過した電波信号を、受信アンテナ1で反射した信号を受信する。そしてこれら信号強度をスペ

クトラムアナライザで解析する。試料の設置角度を可変することにより、電磁波の垂直入射、斜め入射を調整することができる。

シールド効果SEは高周波数では数10cmでも平面波と見なせ、試料がある場合とない場合の受信アンテナ出力の差から次の計算式³⁾により求める。

$$SE(\text{dB})=20\log V_1-20\log V_2$$

V_1 : 試料がない場合のアンテナ出力電圧

V_2 : 試料がある場合のアンテナ出力電圧

また、反射特性REは、高周波数帯でよく用いられるアーチ法から電磁波を完全に反射する試料、例えば金属板がある場合と試料をセットした場合の受信アンテナ出力差から上式と同様に求める³⁾。

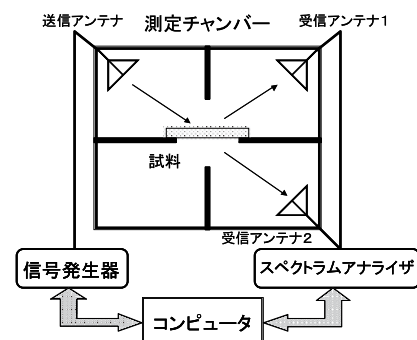


図1 シールド効果測定システム概念図

2.2 電波暗室での予備的実験

2つのコーナーアンテナ (指向性40° @0.5)¹⁾を対向させシールド効果を測定した。試料は、60cm角のアルミ板と、ほぼ同じ大きさのシールド布 (㈱ノイズ研究所製EMI-WRAPPER) である。また、アンテナとの配置を0° (垂直入射) と45°にした。(写真1 (a)、(b)) 反射特性測定は2つのコーナーアンテナを90°に配置して、金属板に先述のアルミ

板、試料として電波吸収体ECCOSORB AN77を対象とした。(写真1(c)) 信号発生器(ROHDE&SC HWARZ製SML03)を用い周波数2.40~2.50GHzまで掃引し、受信アンテナの信号強度をスペクトラムアナライザ(株アドバンテスト製R3162)を用いて取得した。そのデータを2.1節の式に代入し計算した。

3. 結果

図2にシールド効果の測定結果を示す。アルミ板およびシールド布共に-15~-20 dB程度と低い値になった。これは試料形状が小さいため電波が受信側に回り込んだためと考えられる。アンテナ指向性、電波暗室環境等からこのような影響は少ないと考えたが配慮が足らなかった。試料の角度を変えた場合も同様な結果となり、角度依存性が無いことを得ようとしたが、明確には言えない。

反射特性の結果を図3に示す。吸収体の裏側にアルミ板を置いた場合と無い場合の結果である。本測定方法ではアルミ板がある時の特性を吸収特性と言うが、どちらも同じ結果になった。この原因が送受信アンテナからの直接波によるものと考え、写真1(d)に示すように試料の吸収体AN77をアンテナ間に仕切板として置き、アンテナ先方向を開放して同様の測定をした。その結果を図4に示す。図中の下側にあるように仕切板(吸収体)を入れると受信強度が減少し、またアンテナ角度を90°から60°にす

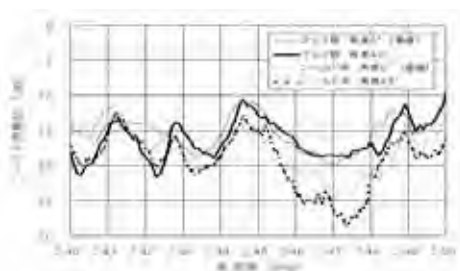


図2 シールド効果測定結果

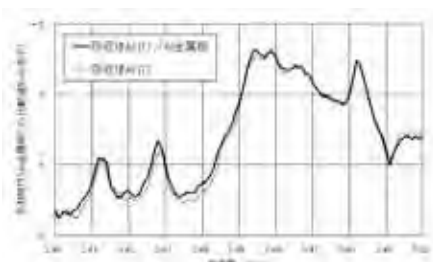


図3 反射特性測定結果

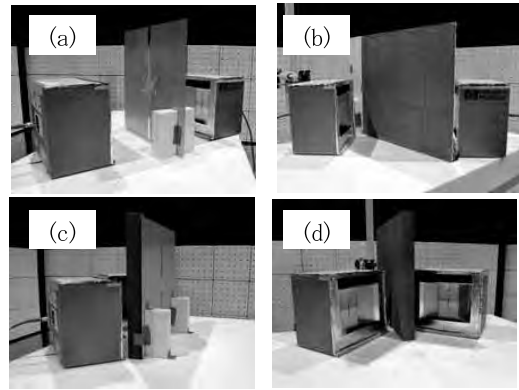


写真1 実験配置

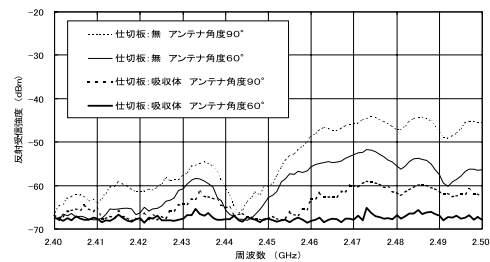


図4 反射受信強度の測定結果

ると更に減少した。今回用いたアンテナは指向性が狭いと考えていたが、このことから直接波等の影響を注意しなければいけないと分かった。

4. まとめ

2.45GHzダイポールアンテナによるコーナーアンテナを電波暗室に設置して、シールド効果測定および反射特性測定を実施した。シールド効果測定では試料の大きさが小さいため適切な測定はできなかった。反射特性測定では送受信アンテナの直接波が原因と思われる信号が含まれており、アンテナ間に電波吸収体を設置することが望ましいと分かった。

今後、これらを考慮して広帯域アンテナや測定チャンバーを製作し、システムを構築予定である。

参考文献

- 1) 田中孝彦他：ユビキタスネット社会における電磁波の可視化とシールドの研究(第2報), 浜松工業技術センター研究報告, 第17号, 48-49 (2007).
- 2) 田中孝彦他：ユビキタスネット社会における電磁波の可視化とシールドの研究(第4報), 静岡県工業技術研究所研究報告, 第1号, 94-98 (2008).
- 3) 清水康敬編：電磁波の吸収と遮蔽, 208-537, 日経技術図書 (1989).

1 GHz超の高周波数帯域も測定可能なシールド効果測定法の開発 (第2報)

— シールド効果測定用広帯域アンテナの開発 —

電子科 山田浩文 長谷川茂

Development of Shielding Effectiveness Measurement corresponding to High Frequency Band exceeding 1GHz (2nd report)

— Development of Wideband Antenna for Shielding Effectiveness Measurement —

Hirofumi Yamada and Shigeru Hasegawa

1. はじめに

近年、携帯電話、無線LAN等の普及により1 GHz以上の帯域での電波利用が進むとともに、ICタグや、ETC、自動車の衝突防止車載レーダーなど、その使われ方も多種多様になってきている。それに伴い、シールド材料も1 GHz以上の高周波数帯域への広帯域化や、多機能化が求められ、企業からのシールド材料やその評価方法についての問い合わせも後を絶たない。しかしながら、これらの材料を高周波数帯域で評価できるシールド効果測定装置は少ないのが現状である。

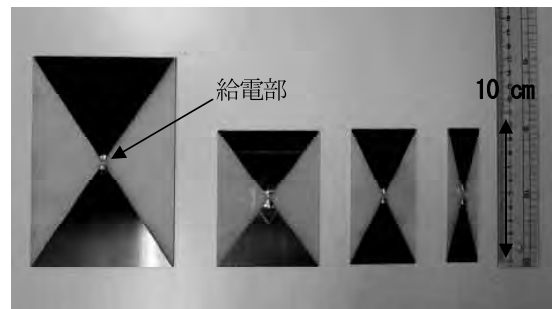
そこで、我々は1 GHz以上の高周波数帯域での簡易評価に使用可能な卓上型シールド効果測定システムを開発することを目的として研究を行っている。

本報では、このシールド効果測定システム用に開発を進めている小型で広帯域なアンテナの特性について報告する。

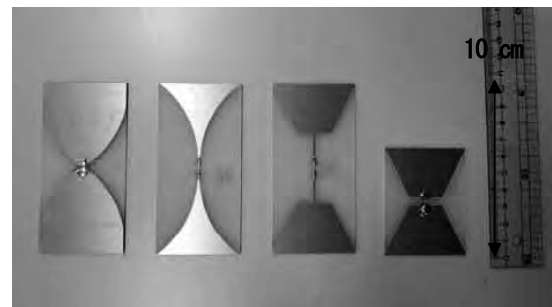
2. 方法

2.1 広帯域ボウタイアンテナの試作

今回試作したアンテナを図1に示す。図1(A)~(c)に示す、大きさと開き角の異なるボウタイアンテナ¹⁾を試作した。また、ボウタイアンテナを変形した図1(ア)~(エ)のアンテナも試作し、特性を測定した。基板は厚さ1.5mmの片面ガラスエポキシ基板を用いた。アンテナへの給電は、同軸ケーブル(RG-174U)を給電部に直接はんだ付けして行い、バランは取り付けなかった。これらのアンテナの入力端子の電圧定在波比(VSWR)をネットワークアナライザ(Agilent社 8752C)を用いて測定した。



(A) (a) (b) (c)



(ア) (イ) (ウ) (エ)

図1 試作したボウタイアンテナ

2.2 コーナーリフレクタアンテナの試作

予備的な実験の結果より、開発するシールド効果測定システム用のアンテナには鋭い指向特性が求められる²⁾。そこで、試作したアンテナのうち、電圧定在波比(VSWR)の特性が最も広帯域だったアンテナ(図1(ア))を放射器として用いてコーナーリフレクタアンテナ(図2)を試作した。コーナーリフレクタは、アルミニウム製の板(縦60cm×横30cm、2mm厚)を2枚用いて製作した。コーナーの開き角 Φ を 90° と 60° 、頂点と素子との距離 P_c を5、10、15 cmと変え、1GHzと2GHzにおける指向特性を測定した。

測定は、送信側のコーナーリフレクタアンテナを

ターンテーブル上1 mの高さに固定し、テーブルを回転させながら、3 mの距離よりログペリオディックアンテナ (Schwarzbeck社 USLP9143)にて受信信号の強度を測定することより行った。

3. 結果

3.1 広帯域ボウタイアンテナのVSWR特性

図3に、ボウタイアンテナ (図1(ア)) のVSWR特性を示す。試作したボウタイアンテナの中では、図1(ア)のアンテナが最も広帯域な特性を示し、実用可能な周波数範囲(VSWR ≤ 3)は、0.75~2 GHzとなった。

3.2 コーナーリフレクタアンテナの指向特性

図4に(a) 1 GHzと(b) 2GHzにおけるコーナーリフレクタアンテナの指向特性を示す。指向特性は、開き角Φ、頂点と素子との距離Pc及び周波数に依存した。実験した条件の中では、Φ=90°のほうが、Φ=60°のときよりも指向特性は鋭くなった。また、Pcは周波数により最適な値が存在し、周波数が2GHzのとき、Pc=10cmが最も指向特性が鋭く(半値幅30°) になった。

4. まとめ

シールド効果測定に用いるための小型で広帯域なアンテナの開発を行っている。現状では0.75~2GHzの帯域幅において、30°~90°程度の半値幅を有するアンテナを開発することができた。

今後は、さらに広帯域を得られるようアンテナを改良するとともに測定チャンバーを製作してシールド効果測定システムを構築する予定である。

参考文献

- 1) 電子情報通信学会編：アンテナ工学ハンドブック(第2版), 187, (株)オーム社 (2008).
- 2) 長谷川茂他：1 GHz 超の高周波数帯域も測定可能なシールド効果測定法の開発 (第1報) -電波暗室での予備的実験-, 静岡県工業技術研究所研究報告, 第5号, 172-173 (2012).

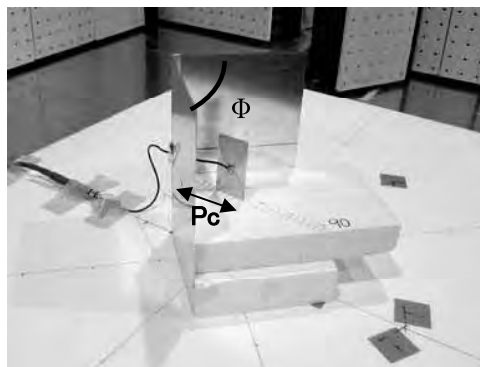


図2 コーナーリフレクターアンテナ

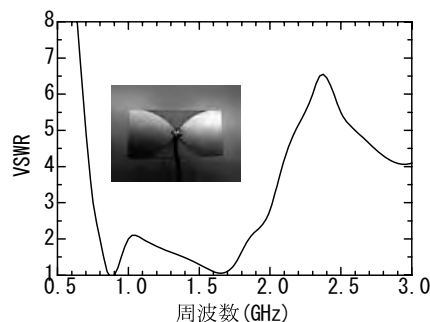
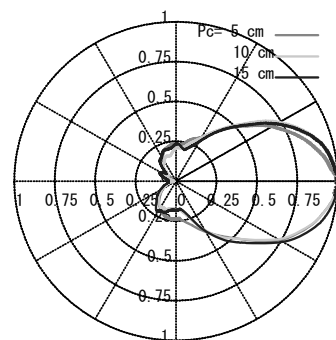
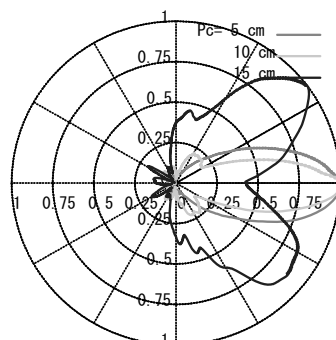


図3 試作ボウタイアンテナのVSWR特性



(a) 1GHz



(b) 2GHz

図4 コーナーリフレクターアンテナ指向特性
コーナーの開き角Φ: 90°

疑似3点法による高速回転主軸の回転精度測定

機械科 大澤洋文 田中孝彦

Measurement Method for Rotational Motion Error of Air Spindle

Hirofumi Ohsawa and Norihiko Tanaka

1. はじめに

近年、電子機器の高機能化、薄型化による部品の小型化に伴い、微細加工の需要が高まり、加工用機械の主軸回転の高速化が求められている。しかし、主軸回転精度の評価法は、接触式センサを用いて低速で回転させたときの静的な方法しか規格化¹⁾されておらず、高速回転主軸の実用回転速度領域での評価は行われていないのが現状である。

前回、工作機械の高精度化を目的として、高速回転主軸(10,000rpm)の回転精度を、センサ1本を用いる1点法によって実施した²⁾。しかし、1点法では、主軸回転精度と測定部の真円度の分離ができず、より高精度な主軸を開発するうえで問題となる。それに対し、主軸回転精度と測定部の真円度の分離ができる3点法による回転精度評価方法が発表されている³⁾が、3点法を行うためには、特性をそろえた3本のセンサや専用ソフトを準備する必要があり、経済的負担となる。

そこで今回、より簡易に精度よく回転精度評価を行うために、1本のセンサを用いて3方向から1点法を行う疑似3点法により、主軸回転精度と測定部の真円度を分離する方法を試みた。

2. 測定

2.1 測定対象

測定対象として、数値制御高精度スライサUSM-200B(東芝機械(株)製)に搭載された空気静圧スピンドルを用いた。砥石軸に、図1に示すように被測定部品を取付け、その外周変位を静電容量型高精度非接触微小変位計MicroSense4830(日本エー・ディー・イー(株)製)で測定した。

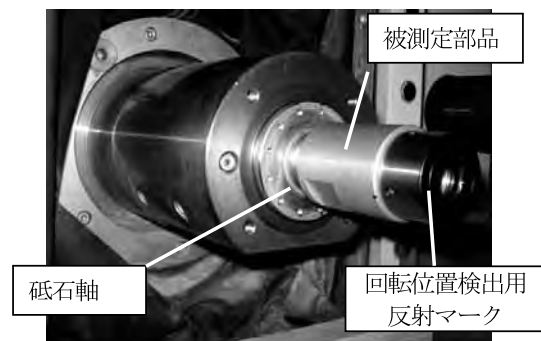


図1 測定対象

2.2 測定方法

測定は、図2のような治具を用いて、0°、90°、-120°の3方向から別々に変位量を測定した。主軸回転数を500rpm、1,000rpm、2,000rpm、4,000rpm、6,000rpm、8,000rpm、10,000rpmの7段階に変化させ、それぞれ各2回ずつ行った。

また、被測定部品の回転位置の検出には、ファイバセンサ(アンプ/FS-V11、センサ/FU-61、(株)キーエンス製)を用いた。ファイバセンサの応答速度は250μsである。

主軸回転数を目標まで上げ、定常状態に達したことをスライサに付属する回転計で確認してから測定開始を指示し、開始指示後、1回目の反射マークの検出から11回目までの10周分の変位を18.7μs間隔で取得した。

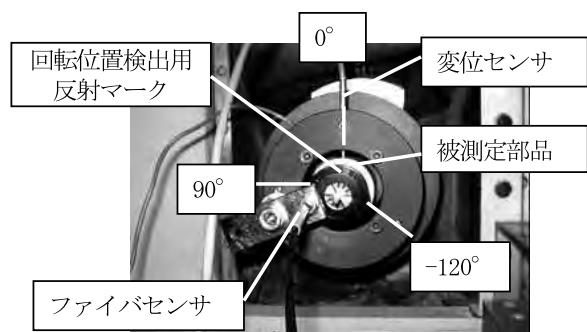


図2 測定装置

【ノート】

取得したデータを10周（3600度）で等分して、各角度での被測定部品外周の変位量とし、5周目のデータのみを使用した。反射マーク検出位置を0°とした時の主軸回転角 θ に対する一回転分の0°、90°、-120°の変位量をそれぞれ、 $S_a(\theta)$ 、 $S_b(\theta)$ 、 $S_c(\theta)$ とした。

2. 3 解析

解析には、三井により発表された「精度診断技術の研究」³⁾による計算式を用い、図3のような計算プログラムを作成した。プログラムは、 $S_a(\theta)$ 、 $S_b(\theta)$ 、 $S_c(\theta)$ を入力すると、回転精度と測定部の真円度を出力する。

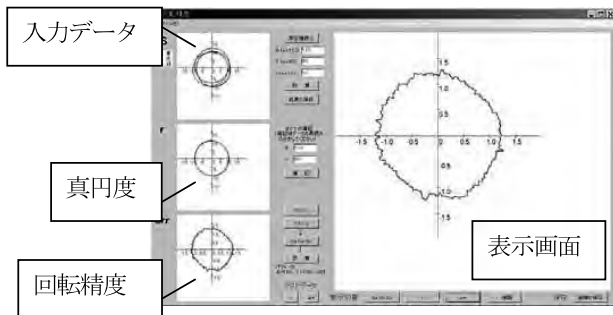


図3 3点法計算プログラム

3. 結果

得られた変位量から、回転精度および測定部の真円度を計算した。1,000rpmの回転精度波形および真円度波形を図4に示す。表1には、主軸回転数ごとの真円度計算結果を示す。

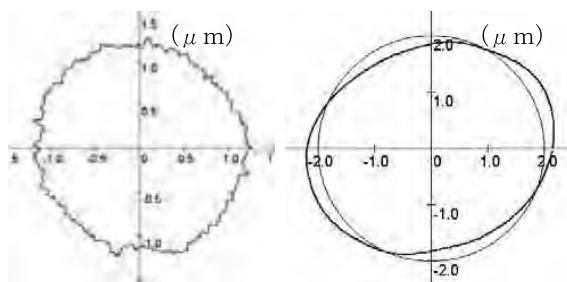


図4 回転精度および真円度波形（1,000rpm）

表1 真円度計算結果

回転数 (rpm)	500	1,000	2,000	4,000	6,000	8,000	10,000
1回目 (μm)	1.28	1.19	1.06	1.16	1.49	1.33	1.22
2回目 (μm)	1.16	1.41	1.27	1.21	0.55	1.25	1.26

また、測定部の真円度を、真円度測定機タリロンド300（テーラーホブソン社製）で測定した。結果を図5に示す。

両者の真円度波形から同様の傾向を確認できることから、本手法により、測定データから主軸回転精度と被測定部品の真円度を分離できたといえる。

しかし、計算された真円度の数値は、真円度測定機での結果に対していずれも小さく、また主軸回転数によるバラつきもあった。

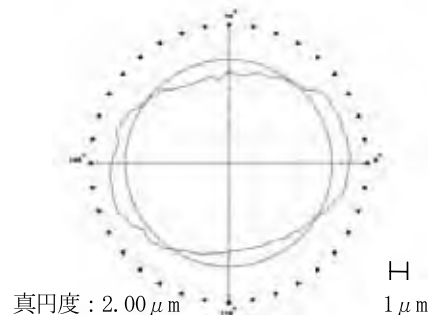


図5 真円度測定機による測定結果

4. まとめ

3点法による測定データから、回転精度と測定部の真円度を分離するプログラムを作成した。

これにより、3方向から別々に測定された疑似3点法においても、回転精度と測定部の真円度の分離が可能であることが分かった。ただし、分離精度の考察については、真円度がはっきりした数種類のマスターを用いて、測定試験を繰り返す必要がある。

本手法を用いれば、工作機械の主軸回転精度を簡易に評価できるだけでなく、円筒加工物の真円度オンマシン測定にも応用できる。

参考文献

- 1) JIS B 6191：工作機械－静的精度試験方法及び工作精度試験方法通則，38-43，(財)日本規格協会（1999）。
- 2) 大澤洋文他：高速回転主軸の回転精度測定，静岡県工業技術研究所研究報告，第3号，156-157（2010）。
- 3) 三井公之：精度診断技術の研究，日本機械学会論文集（C編），48，115-123（1982）。

金属材料・樹脂材料における不具合シミュレーションとデータ解析に関する研究 (第4報)

— 金属材料におけるキズ・腐食と破壊挙動との関係 —

材料科 吉岡正行* 田光伸也 植松俊明
是永宗祐

Simulation and Data Analysis of the Failure of Metals and Plastics (4th Report)

— Relationship between Notch and/or Corrosion and fracture behavior in Steel Plate —

Masayuki Yoshioka, Shinya Tako, Toshiaki Uematsu
and Sosuke Korenaga

1. はじめに

機械構成部品や構造物に用いられる代表的な材料である金属材料、とりわけ鉄鋼材料において、それらが破壊・破損した場合の原因調査には破断面解析が有効であるが、近年は複雑な段付形状や溝加工が施された部品も多く、応力のかかり方やそれに起因して発生する破壊挙動も複雑になってきており、代表的な破断面データのみでは原因の特定・究明は困難となっている。

そこで平成22年度は、予め鉄鋼材料に与えたキズ(切欠き)の断面形状と破断面及び破壊モードの関係について調査し、破断伸びは切欠き半径が小さいほど低下すること等を明らかにした。

平成23年度はさらに、キズと同様、鉄鋼材料の破壊挙動に大きな影響を与えることが予想される「腐食」の影響度について調査したので報告する。

2. 方法

2.1 試料

20mm×140mm×3mmの一般構造用圧延鋼板(SS400)を引張試験用に加工したものを用いた。

2.2 実験方法

破壊挙動に対する因子の影響度を、SN比という規格化された尺度を用いて因子間で単純比較することができる、「コンジョイント分析」の手法を用いた。

以下の4因子(各3水準)を直交表L9に割付けた。

A: キズ(切り欠き)深さ(ダイヤモンドソーによる)

①板厚の1/2、②板厚の1/4、③なし

B: 腐食(エッチング)方法

①CASS試験、②5% HCl電解、③FeCl₃溶液電解

C: 腐食(エッチング)時間

①5分、②10分、③15分

D: クロスヘッド速度(引張試験)

①5 mm/min、②50 mm/min、③500 mm/min

引張試験片の中心・片面に、長さ方向に対して垂直になるようキズをつけ、キズ以外の部分はマスキングして、それぞれの腐食条件下で腐食させた。

腐食方法は、CASS試験は「ランダム」、HCl電解は「均一(面)」、FeCl₃溶液電解は「孔食」と、異なる腐食挙動を示す3つの方法を採用した。

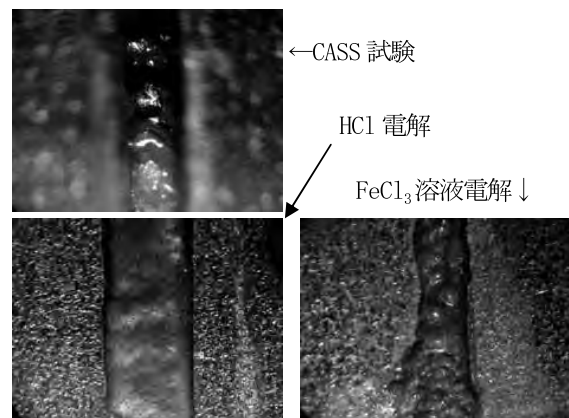


図1 種々の腐食方法による腐食形態の違い

*) 現 技術支援担当

【ノート】

2. 3 試験装置

試験片の破壊のための引張試験には以下を用いた。
オートグラフAGIR-50kN（㈱島津製作所製）

3. 結果と考察

図2に、直交表に従い作製した試験片を示す。

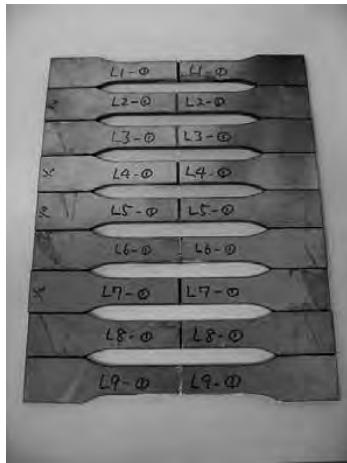


図2 試験片の外観

これをオートグラフで引張強度試験を行い、図3の試験力-ストローク曲線のデータを得た。

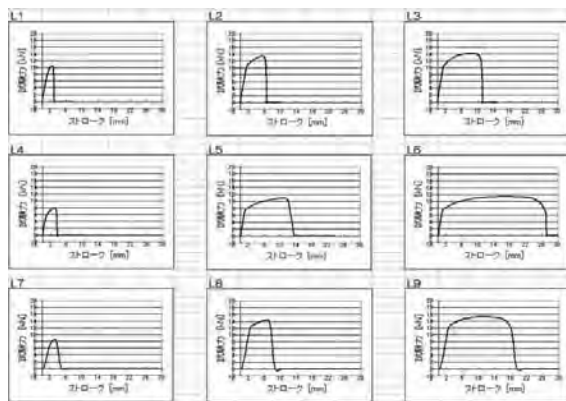


図3 全試験片の試験力-ストローク曲線

キズや腐食によってダメージを受けた試験片の「機械的特性の低下」の厳密な定義は難しい。材料力学的観点や品質工学的観点から考察すれば、引張り初期の応力-ひずみの関係がフックの法則に従う・外れるとも考えられるが、本実験の主旨は破壊挙動に及ぼす因子を見出すことであり、より理解しやすく定義したい。

そこで、キズも腐食も破壊・破断の「起点」になり得るモノと考え、塑性変形領域における“伸び”が大きいほど、それらキズ・腐食が起点になりにくかった、裏を返せば“伸び”が小さければそれらが起点となったために顕著な延性及び強度低下をもた

らしたと考えられる、という定義が最も理解しやすいと判断し、評価に用いた。

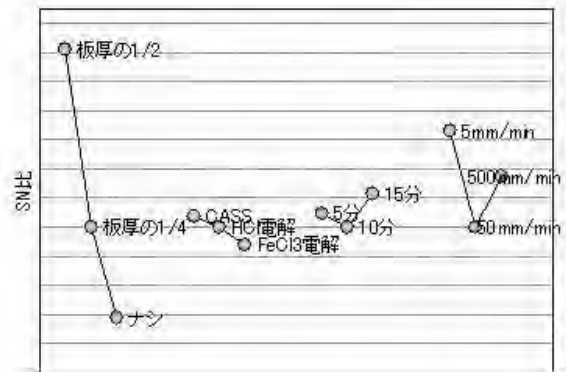


図4 影響度グラフ

回帰分析計算の結果、図4に示す「影響度グラフ」を得た。このグラフで上方に位置するほど、塑性変形領域における“伸び”を低下させる、つまり試験片を破壊・破断しやすくすることに対して強い影響度を有する条件であることを意味する。

ここから読み取れることは、当然のことながら板厚の1/2もの深いキズ（切り欠き）があれば短い伸びで破断し、また、キズが無ければ本来の強度・伸びで持ちこたえられるということが確認できた上で、腐食方法や腐食の程度（今回の設定内ではあるが）に関係なく、腐食によって、板厚の1/4程度のキズがある場合と同程度の機械的特性の低下が引き起こされることが示唆されたということである。

4. まとめ

キズのある金属材料は、キズがない場合と比較して弱くなる・弱い力で破壊する、ということは想像に難くない。また腐食も金属材料を腐食がない場合と比較して弱くしてしまうことも、同様に想像がつく。

しかし“キズ”と“腐食”の「どちらがどのくらい機械的特性の低下に影響を与えるか」について、明確な情報はほとんどないであろう。

今回、それを調べるためのひとつのアプローチ手法を提案した。それぞれのニーズに相応しい因子・水準、評価の定義を考えてデータ取得をすればそのニーズに合った影響度情報が得られると考える。

金属材料・樹脂材料における不具合シミュレーションとデータ解析に関する研究 (第5報)

— 加熱劣化させた樹脂材料の結合状態に関する解析・評価 —

材料科 吉岡正行* 田光伸也 植松俊明
是永宗祐

Simulation and Data Analysis of the Failure of Metals and Plastics (5th Report)

— Analysis and Evaluation of Chemical-Bonding State of Thermo Plastic Materials deteriorated by Heating —

Masayuki Yoshioka, Shinya Tako, Toshiaki Uematsu
and Sosuke Korenaga

1. はじめに

平成22年度に、外観・触感からはダメージを負ったことがわからない程度の弱い条件で紫外線を照射した各種樹脂材料について、赤外分光分析（以下IR分析）や熱分析（DSC等）で微妙な結合状態変化・構造変化を捉えることができるかについて検討した¹⁾。

本報告では平成22年度とは逆に、熱ダメージによって黒色化・黒褐色化してしまった樹脂材料について、IR分析によってどこまで特定・判定できるかについて検討を試みたので報告する。

2. 方法

2. 1 試料

依頼・相談で持ちこまれたり、取扱う機会の多い樹脂の中から、PE（ポリエチレン）、PP（ポリプロピレン）、POM（ポリオキシメチレン；ポリアセタール）、PC（ポリカーボネート）、PA6-6（ポリアミド6-6）、PBT（ポリブチレンテレフタレート）の6種（の成形用ペレット）について、加熱処理とIR分析を実施した。

2. 2 実験方法

PE、PP、POMといった比較的低融点の樹脂については150℃～300℃の間で、またPC、PA6-6、PBTの耐熱性樹脂については200℃～400℃の間の任意の温度に設定した電気炉でそれぞれ2h・4hずつ加熱処理し、ダメージを与えた。

2. 3 分析装置

分析・解析装置には以下を用いた。

- ・フーリエ変換赤外分光分析装置 FT/IR-4200、IRT-3000（日本分光(株)製）

3. 結果と考察

図1に、任意の温度・時間で加熱処理したPEの外観とIRスペクトル（赤外吸収スペクトル）を示す。

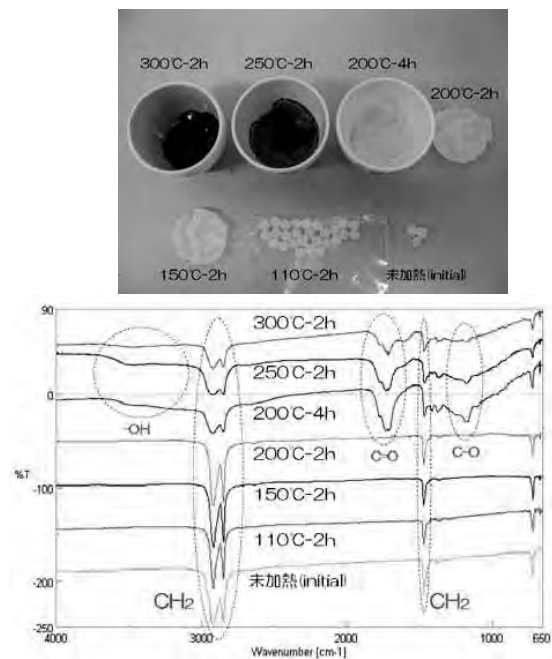


図1 加熱処理したPE樹脂の外観と赤外吸収スペクトル

200℃・4hから外観的には褐色を呈し始めるとともに、IRスペクトルでもそれに対応して酸化を示唆する-C-O、-C=O（O=C=O）といった結合・官能基の存在に由来する若干ブロードな吸収ピークが現

*) 現 技術支援担当

【ノート】

れ始める。

ここで最も特異的なのは、300°C-2hの熱ダメージを受けても、PEの特徴である3000~2800cm⁻¹のCH₂（メチレン基）の逆対称伸縮振動・対称伸縮振動に由来する、2本の明確に分離された吸収ピークが残っていることである。

この結果によって、完全に炭化（黒化）してしまった場合を除き（つまり黒褐色化・褐色化までの状態であれば）、元々の材料がPEであることを特定できる可能性が示唆された。

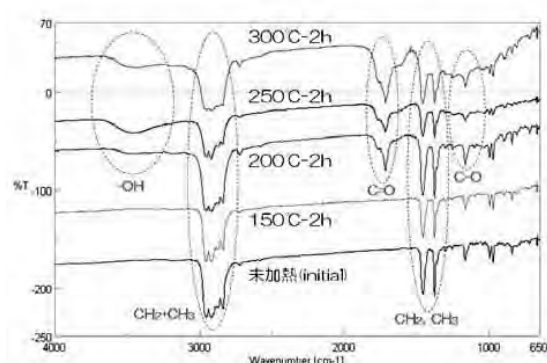


図2 加熱処理したPP樹脂の赤外吸収スペクトル

図2は、PEと同様に加熱処理したPPのIRスペクトルである。PEとの共通点は、200°C-2h辺りから-C=O (O=C=O) の吸収ピークが顕著に現れ始めることと、3,000~2,800cm⁻¹にPPの特徴であるCH₂・CH₃由来の2本ずつのピーク4本からなるブロードなピークが残っていることである。

PEと異なる点は、-OH（水酸基）の吸収強度が顕著なことと、-C-Oの吸収が目立たないことである。分子構造的には似ているように思えるPEとPPであるが、熱による結合状態の変化のメカニズムは異なる点が多いことが推察された。

図3には、PCのIRスペクトルを示す。300°C-2h

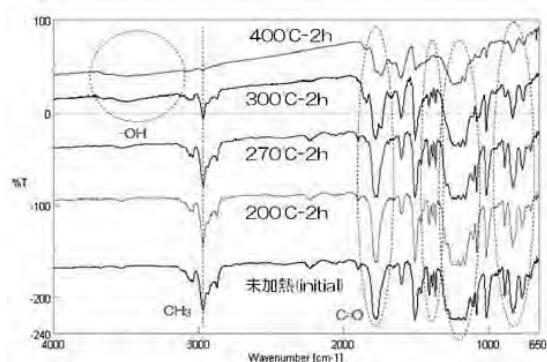


図3 加熱処理したPC樹脂の赤外吸収スペクトル

程度までの熱ダメージであれば波形全体の様子もあまり変わらず（外観的には真っ黒であるが）、さらに400°C-2hであってもPCであることを特定するのに十分な波形的特徴を残していることがわかる。

PCは一般に高湿度・溶剤存在下で顕著な外観変化や強度低下を示すという樹脂であるが、低湿度雰囲気での耐熱性は優れていることが見て取れる。

図4に、興味深いPA6-6のIRスペクトルを示す。こちらもPC同様350°C-2h程度までの加熱であれば波形全体の変化は見られないが、400°Cでドラスティックにブロード化する。また-CN（ニトリル）基と思われる吸収が2,200cm⁻¹に現れる。

これまで、見た目は真っ黒、IRスペクトルもブロードということであれば、元の樹脂の同定は困難であった。今回、本データを取得したことにより「ブロード化の特徴・傾向」を把握できたことから、今後、黒褐色異物がPAであることを特定できる可能性はあると考える。今回の試みの大きな目的のひとつがここにある。

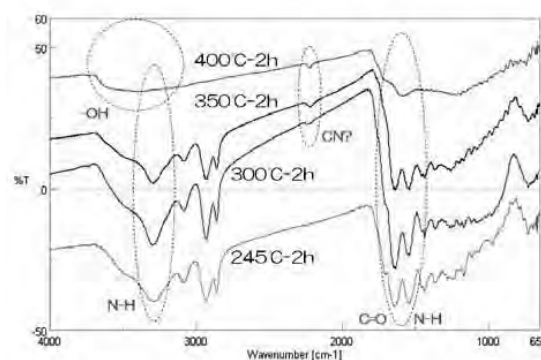


図4 加熱処理したPA6-6樹脂の赤外吸収スペクトル

4. まとめ

樹脂材料の熱ダメージについて検討した結果、「かなり焦げても」元の樹脂の特定が可能であることがわかった。今後の異物分析に役立てたい。

参考文献

- 1) 吉岡正行他：金属材料・樹脂材料における不具合シミュレーションとデータ解析に関する研究（第3報）—樹脂材料の紫外線劣化に関する解析・評価—，静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，212-213（2011）。

陽極酸化皮膜の耐食性向上に関する研究

— 電気化学的手法による耐食性の評価 —

材料科 田光伸也 吉岡正行*

Study on Improvement of corrosion resistance of Anodic Oxide Film on Aluminium Die-casting Alloys

— Electrochemical Corrosion Testing —

Shinya Tako and Masayuki Yoshioka

1. はじめに

代表的なアルミニウム合金ダイカストであるADC12は、合金元素として含まれる多量のケイ素と銅が障害となり、従来の一般的な手法では欠陥の少ない陽極酸化皮膜を形成することは困難である。このため輸送機器部品における重要な品質管理項目である耐食性について、旧来の設備では年々厳しくなる要求を満たすことが困難であり、現状の装置を利用し高い耐食性を実現する陽極酸化処理技術が望まれている。

これまでの研究で、ADC12について前処理として熱処理を行い処理温度と処理時間を最適化することで陽極酸化皮膜の耐食性が向上することを見出し、耐食性が良好な陽極酸化皮膜を得ることができた。本報告では、耐食性の評価方法の一つとして用いた自然電位測定の有用性を、熱処理による陽極酸化皮膜の耐食性向上の検証を通じて述べる。

2. 方法

2. 1 陽極酸化処理

今回行った陽極酸化処理の工程を図1に示す。

供試体にはADC12板（リョービ[®]製 バフ無し板（170×40×2.7mm））を用いた。これを15×40×2.7mmにカットし、中央にφ3.5mmの穴を開け、エタノールで表面の汚れを超音波洗浄により除去して試料とした。

熱処理によりADC12の皮膜性能の向上が期待できるため、通常陽極酸化処理の前処理に加え熱処理を行った¹⁾。熱処理は、電気炉（ヤマト[®]製

FP31）を所定の温度に設定し、設定温度に到達した後ただちに試料を炉に入れ、所定の時間保持した後、水により急冷した。熱処理温度の検証では、室温～600℃で1,800秒間、熱処理時間の検証では500℃で0～1,800秒間行った。

陽極酸化処理は、20℃の15wt%硫酸水溶液により15Vで20分間行った。攪拌はエアー攪拌とした。

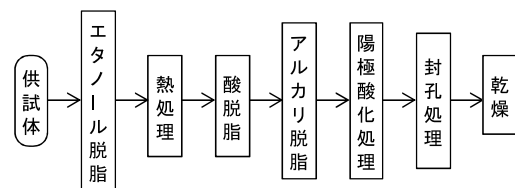


図1 陽極酸化処理工程

2. 2 耐食性の評価

塩水噴霧試験条件はJIS Z 2371（塩水噴霧試験方法）に規定される通常の試験条件を用いた。

自然電位測定では、試験液に5%塩化ナトリウム水溶液、参照電極にAg/AgCl電極（東亜ディーケーケー[®]製HS205C）、電位測定にポテンショスタット（北斗電工[®]製 HA-151B）を用いた。導電性確保のため、試料の一部を切断し、表面を研磨した。試料は治具穴直下まで試験液に浸漬し、攪拌はせず、室温で測定した。浸漬後1,800秒～3,600秒間の電位の平均値を自然電位とした。

2. 3 熱処理時間の最適化に要する時間の検討

実際の製品では形状や体積がテストピースとは異なるため、製品毎に熱処理時間の最適化を行う必要がある。このため熱処理時間の最適化に要する時間を耐食性の評価方法別に比較した。

*) 現 技術支援担当

【ノート】

3. 結果

熱処理温度の検証結果を図2、3に示す。400℃及び500℃で熱処理した試料の塩水噴霧試験結果が良好かつ高い自然電位を示した。多くの白色生成物が発生した150℃～250℃では他の熱処理温度に比べ低い自然電位を示した。

熱処理時間の検証結果を図4、5に示す。900秒以上で熱処理した試料の塩水噴霧試験結果が良好かつ高い自然電位を示し、多くの白色生成物が発生した180秒処理の試料では自然電位が最も低かった。

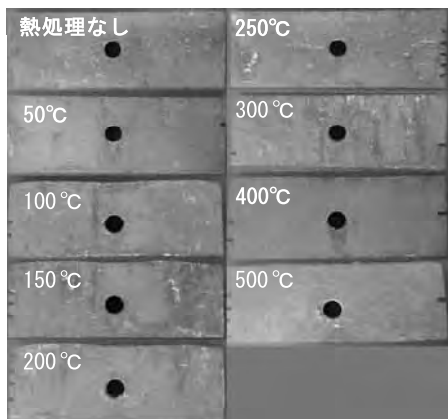


図2 塩水噴霧試験48時間後の結果 (熱処理温度の影響)

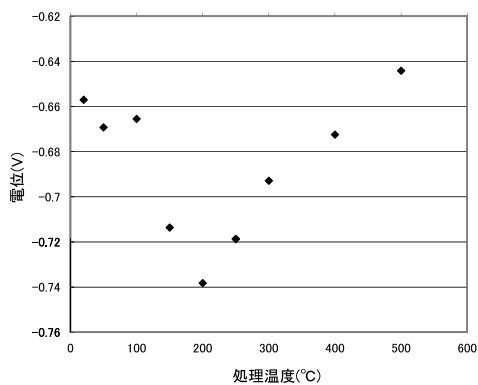


図3 自然電位測定結果 (熱処理温度の影響)

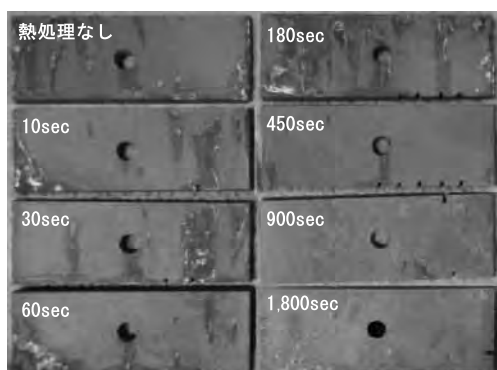


図4 塩水噴霧試験72時間後の結果 (熱処理時間の影響)

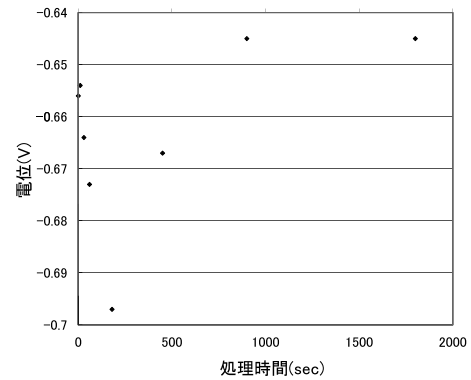


図5 自然電位測定結果 (熱処理時間の影響)

今回の試験で熱処理時間の最適化に要した時間を図6に示す。耐食性の評価に塩水噴霧試験を利用した場合は1,870時間を要したが、自然電位測定を利用した場合は792時間であった。

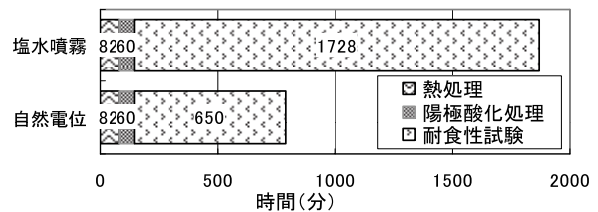


図6 熱処理時間の最適化に要する時間

4. まとめ

熱処理後の陽極酸化皮膜の耐食性評価について、塩水噴霧試験と自然電位測定の結果はほぼ同様の傾向を示し、自然電位測定により塩水噴霧試験における耐食性の傾向を短時間に掴むことができた。

本報告においては、500℃の熱処理を900秒以上行うことで塩水噴霧試験における耐食性の向上が認められたが、実際の製品ではその製品毎に熱処理時間の最適化を行う必要がある。

熱処理時間の最適化のための耐食性評価方法を塩水噴霧試験と自然電位測定で比較した場合、自然電位測定を用いると塩水噴霧試験の1/2以下の時間で最適化が可能であった。自然電位は同時に複数の試料で測定出来るため1/9程度にまで時間を短縮することが可能であり、生産プロセス改良において非常に有効な手段となりうる。

参考文献

- 1) 綿野哲寛他：アルミニウムダイカスト合金上の陽極酸化皮膜形成技術の開発，静岡工業技術研究所研究報告，第3号，134-138 (2010)。

合金めっき皮膜の金属組織に及ぼす電流密度と熱処理温度の影響

材料科 是永宗祐 植松俊明 伊藤芳典

Effect of Plating Current Density and Postannealing Temperature on Microstructure of Electroplated alloy film

Sosuke Korenaga, Toshiaki Uematsu and Yoshinori Itoh

1. 緒言

めっき皮膜には、金属を腐食から防ぐ防食めっき皮膜、外観価値を高める装飾めっき皮膜、硬さや耐磨耗性等を高める機能めっき皮膜がある。近年はめっき皮膜に求められる特性が多様化しており、単一金属めっき皮膜では対応ができない場合は合金めっき皮膜が用いられている。

皮膜の特性は結晶粒径や結晶構造などに影響を受け^{1), 2)}、目的とする特性を得るために、めっき条件の最適化や、熱処理などの後処理により、膜構造の制御が試みられている。

めっき皮膜の高機能化にともない、詳細な膜構造を理解することが必要となっており、膜構造解析の重要性が高まっている。膜構造解析法のひとつに断面の金属組織観察があり、観察のための試料調製法には、機械的に研磨した後に化学エッチングをする手法や、収束イオンビーム法で加工する手法などがある¹⁾。本研究では、他の手法に比べて簡便で、かつ広範囲を観察可能な前者の手法を選択し、合金めっき皮膜の金属組織に及ぼす電流密度と熱処理温度の影響について調査した。

2. 実験方法

基板にはSK5鋼板を用い、電流密度340、680、1,360 A/m²で膜厚約65 μmの合金めっき皮膜を成膜した。成膜後、電流密度680 A/m²では300、450、600、800℃で、電流密度340、1,360 A/m²では600℃で熱処理した。合金めっき皮膜の断面を観察できるように各試験片を熱硬化樹脂に埋め込み、機械的研磨法で合金めっき皮膜の断面を鏡面に研磨した。エッチング液に浸漬させた後、金属顕微鏡で合金めっき皮膜の金属組織観察を行った。得られた金属組織か

ら、JIS G 0552に規定された視野にある結晶粒の平均数を求め、結晶粒が球であると仮定して平均結晶粒径を算出した。結晶粒が微細な試験片については、合金めっき皮膜の表面をX線回折装置で測定し、以下に示すScherrerの式³⁾を用いて平均結晶子径を求めた。

$$D = K\lambda / (\beta \cos \theta)$$

D : 結晶子径[Å]、 K : 定数 (β に半価幅を用いると0.9)、 λ : X線の波長[Å]、 β : 回折線幅[rad]、 θ : 回折角[°]

3. 結果と考察

電流密度680 A/m²で成膜した合金めっき皮膜の熱処理前後の金属組織を図1に示す。熱処理なし及び300℃では、層状組織が観察されたが、結晶粒を観察することはできなかった。そこで、X線回折を行い、Scherrerの式³⁾から平均結晶子径を算出した。X線回折の結果を図2に示す。44°付近の回折ピークの半価幅は熱処理なしで0.43°、300℃で0.39°であり、計算により求めた平均結晶子径は、熱処理なしで20nm、300℃で22nmとなり、著しい粒成長は見られなかった。

450℃以上の熱処理では、金属組織から結晶粒径を算出することができた。450℃における平均結晶粒径は約0.7 μmであり、膜厚方向でほぼ均一であった。450℃以上では、温度上昇にともない結晶粒は粗大化したが、600℃以上では、基板から15 μm以内の領域（以後、基板側）と、それ以外（以後、表面側）では粒成長が異なり、平均結晶粒径は600℃の基板側で1.2 μm、表面側で12.3 μm、800℃ではそれぞれ8.8 μm、14.4 μmであった。

以上より、簡便な機械的研磨法による試料調製で

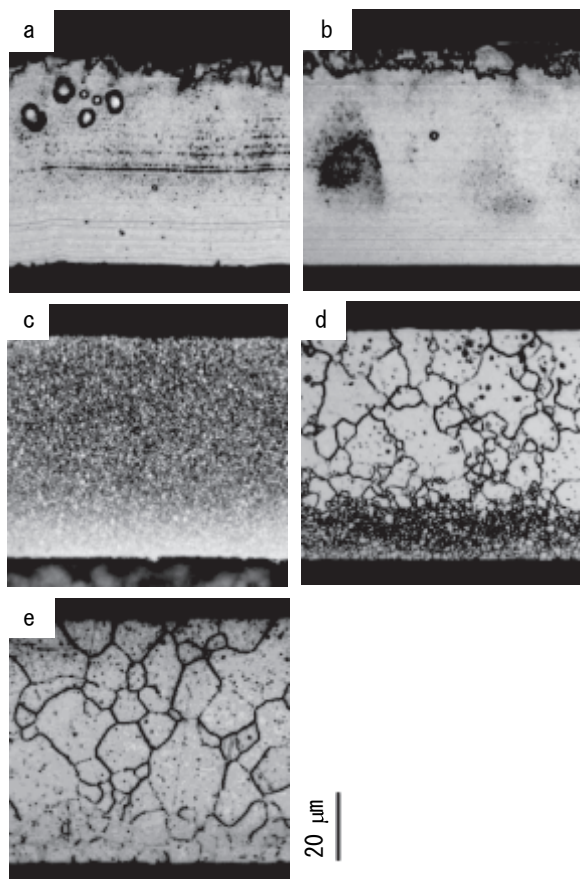


図1 各熱処理温度における金属組織：a)熱処理なし、b)熱処理温度300℃、c)450℃、d)600℃、e)800℃。電流密度はいずれも680A/m²。

も、熱処理により結晶粒が粗大化したものでは、結晶粒を観察することができた。特に、本研究の系のように、同一試料内で粒成長が異なるめっき皮膜の金属組織を観察する際には、広範囲を観察可能な機械的研磨法による試料調製が適していると考えられる。

つぎに、電流密度が金属組織に及ぼす影響を調べるために、340、680、1,360A/m²の各電流密度で合金めっき皮膜を成膜した。熱処理なしの平均結晶子径は、X線回折から20nm程度で、電流密度によらずほぼ等しいことがわかった。各電流密度で成膜した合金めっき皮膜を600℃で熱処理した後の金属組織を図3に示す。平均結晶粒径は、いずれの電流密度においても基板側と表面側ともにほとんど変化はなく、粒成長もほぼ等しいことがわかった。

4. まとめ

合金めっき皮膜の金属組織に及ぼす熱処理温度と電流密度の影響について調査した。簡便な機械的研

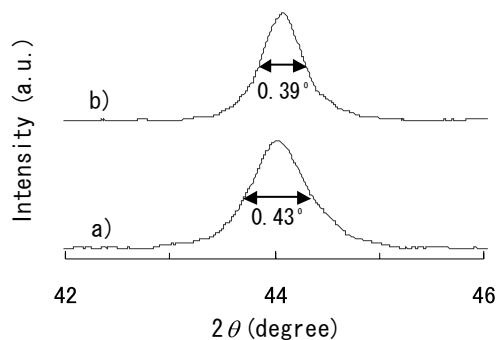


図2 X線回折プロファイル：a)熱処理なし、b)熱処理温度300℃。

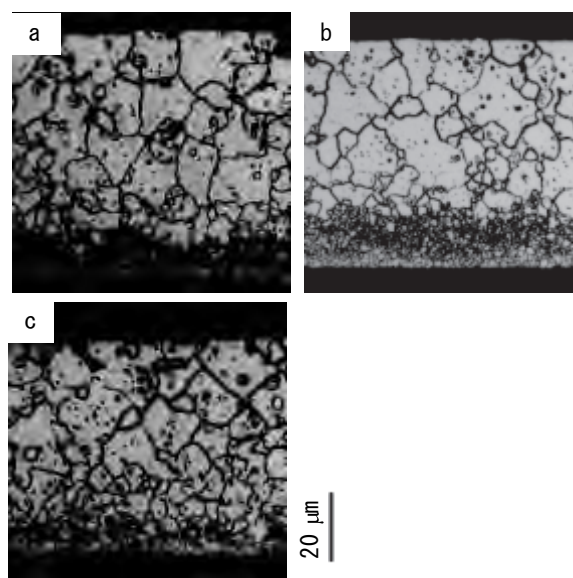


図3 各電流密度における金属組織：a)340A/m²、b)680A/m²、c)1360A/m²。熱処理温度はいずれも600℃。

磨法による試料調製でも、熱処理により結晶粒が粗大化したものでは、金属組織を観察することができた。熱処理温度上昇にともない結晶粒は粗大化した。600℃以上では基板側と表面側で粒成長が異なることがわかった。また、電流密度は、成膜後の平均結晶子径や熱処理後の粒成長にほとんど影響を及ぼさないことがわかった。

参考文献

- 1) 渡辺 徹：ファインプレーティング (VersionII), 5, ナノプレーティング研究所 (2007).
- 2) 渡辺 徹：めっき最新技術, 653, 情報機構 (2006).
- 3) 加藤誠軌：セラミックス基礎講座3 X線回折分析, 247, 内田老鶴圃 (1990).

静岡県工業技術研究所研究報告 第5号

平成24年10月（2012年）

編集・発行 静岡県工業技術研究所

企画調整部・編集委員会

〒421-1298 静岡市葵区牧ヶ谷2078番地

電話（054）278-3028

FAX（054）278-3066