ISSN　1883-2350（Print）

REPORTS
OF THE
INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
OF SHIZUOKA PREFECTURE

No.3　SEPTEMBER　2010

静岡県工業技術研究所研究報告

第　3　号
平成22年9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

Ⅱ　研究ノート

Ⅲ　抄　　録

沼津工業技術支援センター

Ⅰ　研究ノート

Ⅱ　抄　　録

富士工業技術支援センター

Ⅰ　報　　告

Ⅱ　研究ノート

Ⅲ　抄　　録

浜松工業技術支援センター

Ⅰ　報　　告

Ⅱ　研究ノート

Ⅲ　抄　　録

分野別目次

バイオ分野

Ⅰ　報　　告

Ⅱ　抄　　録

環境分野

Ⅰ　研究ノート

Ⅱ　抄　　録

光分野

Ⅰ　研究ノート

Ⅱ　抄　　録

材料分野

Ⅰ　報　　告

Ⅱ　研究ノート

Ⅲ　抄　　録

機械電子分野

Ⅰ　報　　告

Ⅱ　研究ノート

製紙分野

Ⅰ　報　　告

Ⅱ　研究ノート

繊維高分子材料分野

Ⅰ　報　　告

Ⅱ　研究ノート

ユニバーサルデザイン・工芸分野

Ⅰ　報　　告

Ⅱ　研究ノート

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）

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

【報告】

彫刻ロールの高度レーザ加工技術に関する研究開発（第２報）

― 彫刻ロール表面の特性評価 ―

材料科　材料スタッフ　　大竹正寿*　八木淳一**
村田ボーリング技研株式会社　　村田省三

Research and development on advanced laser engraving of micro-patterns on roll surfaces (2nd report)

- Surface morphology characterization of engraving ceramic roll -

Masatoshi Otake, Jyunichi Yagi and Shozo Murata

Engraving ceramic roll is widely used as flexographic anilox roll or other coating applications such as alignment layer for liquid crystal. Cr_2O_3 was sprayed on the surface of steel roll, and then the roll was engraved by fiber laser combined with an electro-optic modulator and its control units. Surface morphology characterization of this roll was conducted by confocal laser scanning microscope and scanning electron microscope. The results obtained were as follows:

(1) Surface of ceramic roll was engraved by fiber laser, but also caused some cracks, tiny pits and mass of molten Cr_2O_3.

(2) Cell depth was directly proportional to energy by laser irradiation, which permits the control of cell depth.

(3) The stable and precise cells in 1000 line/inch were obtained, but for processing of smaller cells, higher performance laser system will be needed.

(4) Defocus laser irradiation caused melting and solidification without processing, which imply the improvement of thermal sprayed coating.

(5) From raman spectroscopy, it was considered that residual stress was not changed by laser irradiation.

１．はじめに

彫刻ロールを使った液晶の配向膜塗布により、液晶パネルが盛んに製造されており、需要の急増および大型化が今後も見込まれている。ところが、大型液晶パネル用の大型のロールをレーザ加工[1)]するのに、セルが均一に加工できない問題点があり、大型化する液晶パネル生産のネックになっている。一方、印刷用途でも、印刷品質の向上を背景にロールのセルサイズは高精細化の傾向にあるが、高精細なセルの加工は技術的に難しく、歩留まりが悪い。本研究では、上記の問題点を解決することを目的に研究を進め[2)]、国内で初めての彫刻ロール用レーザ加工装置を試作した。本報では、この装置で加工した、ロール表面について、特性評価を行った結果を報告する。

２．方　法

２．１　溶射原料粉体、溶射、レーザ加工

溶射原料粉体として酸化クロム（Cr_2O_3）を用い、図１に示す彫刻テスト用小型ロール（φ50㎜、長さ60㎜）の表面にプラズマ溶射を行った。その後ロールを研磨し、様々な条件でレーザ加工を行った。原料粉体、および溶射・研磨後のロール表面の電子顕微鏡写真を図２に示す。原料粉体は突起のある不規則な形状で、粒度分布による測定では、平均粒径：17.1μm、標準偏差2.3μmの粒度特性を持っていた。また、ロール表面には、元の粒子の形状は認められ

*）現　環境科　　**）現　化学材料科

【報告】

ないものの、1～5μm程度の大きさの気孔が多数見られた。表面粗さはRa=0.8μmである。

２．２　彫刻後の表面形状評価

加工したロールを適当な大きさに切断し、レーザ顕微鏡（オリンパスOLS3000）および走査型電子顕微鏡（㈱日立ハイテクノロジーズ製 S-3700N）を使用して測定および観察を行った。

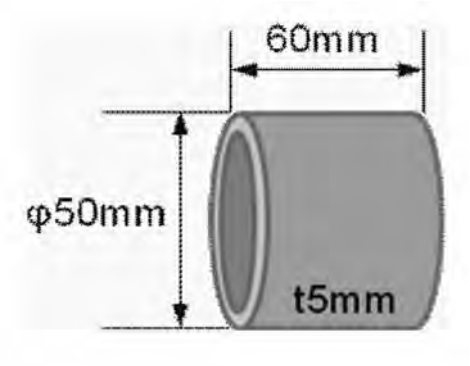


図１　彫刻テスト用小型ロール

２．３　ラマン分光分析

溶射原料粉体、溶射後のロール表面、レーザ加工後のロール表面の３つについて、レーザラマン分光分析装置RAMANOR-U-1000（Jobin Yvon社製）を使用して、分析を行った。なお、測定条件は次の通り。走査範囲：500－600㎝$^{-1}$、ステップ幅：0.2㎝$^{-1}$、ゲートタイム：1sec、レーザ出力：300mW、スリット幅：400μm、光学系：マクロ。

３．結果

３．１　セル形状

レーザ彫刻したセル表面および断面（右）の電子顕微鏡写真を図３に示す。セルは、勾配が急な穴とその周りのなだらかな部分でできており、レーザによる急激な反応で生じたと考えられるクラックやピット、溶融物が見られた。また、Cr_2O_3溶射膜の硬さはHV800程度で、レーザ加工後のセル底が若干硬

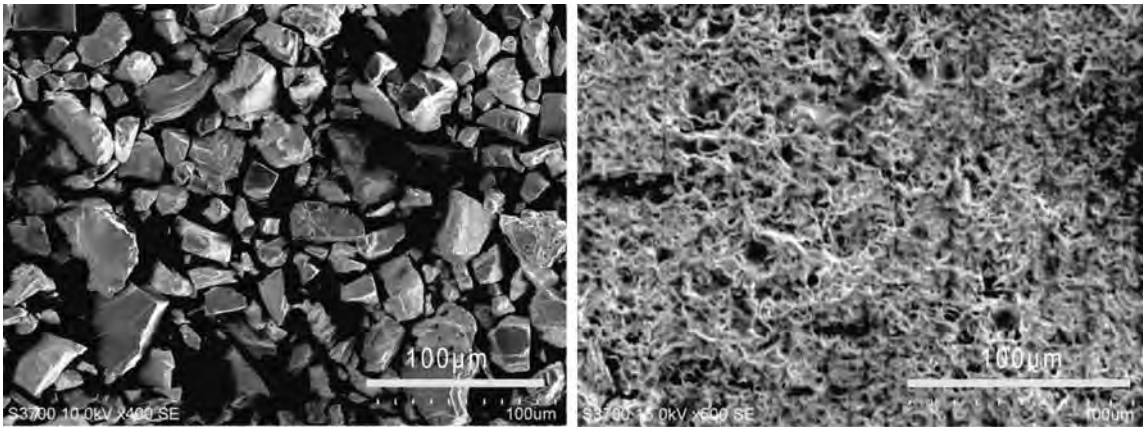


図２　　酸化クロム原料粉体（左）　および　溶射後のロール表面（右）

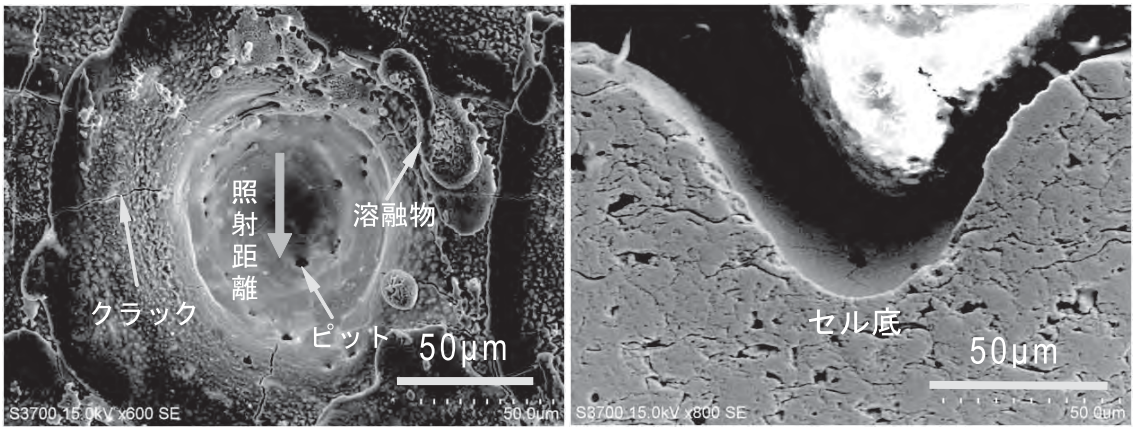


図３　　レーザ彫刻後のセル表面（左）および断面（右）

くなる傾向が見られた（図４）。

３．２　セルの深さとパラメータの関係

セル深さと加工パラメータの関係を調べた結果を図５(a)～(d)に示す。セル深さが150μm以下の加工では、セル深さはレーザ出力に比例して大きくなった(a)。また、デューティ比（パルス照射時間/パルス周期）を一定にした場合、セル深さはロール回転数およびパルス周波数に反比例した（bおよびc）。さらに、これらのデータについて、セルに照射したエネルギーとセル深さの関係に計算し直してみると、セル深さは照射されたエネルギーにほぼ比例して増加していることがわかった(d)。特に、セル深さが150μm以下では、セル深さと照射エネルギーは比例した。

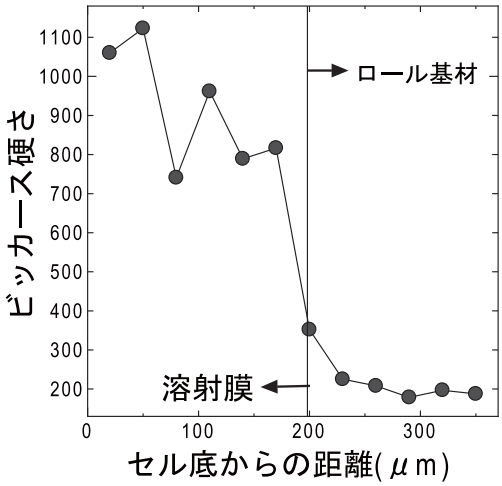


図４　加工後のロール断面硬さ

得られた知見から、ロールの回転数を変化させて、セル深さをコントロールした例を図６に示す。このように、デューティ比を一定にすることにより、回転数や周波数が変化してもセル形状を一定にしながら、セル深さを変化させることが可能である。

３．３　高精細加工

通常300 line/inch程度の細かさで行っている加工に対して、さらに細かい1000および1250line/

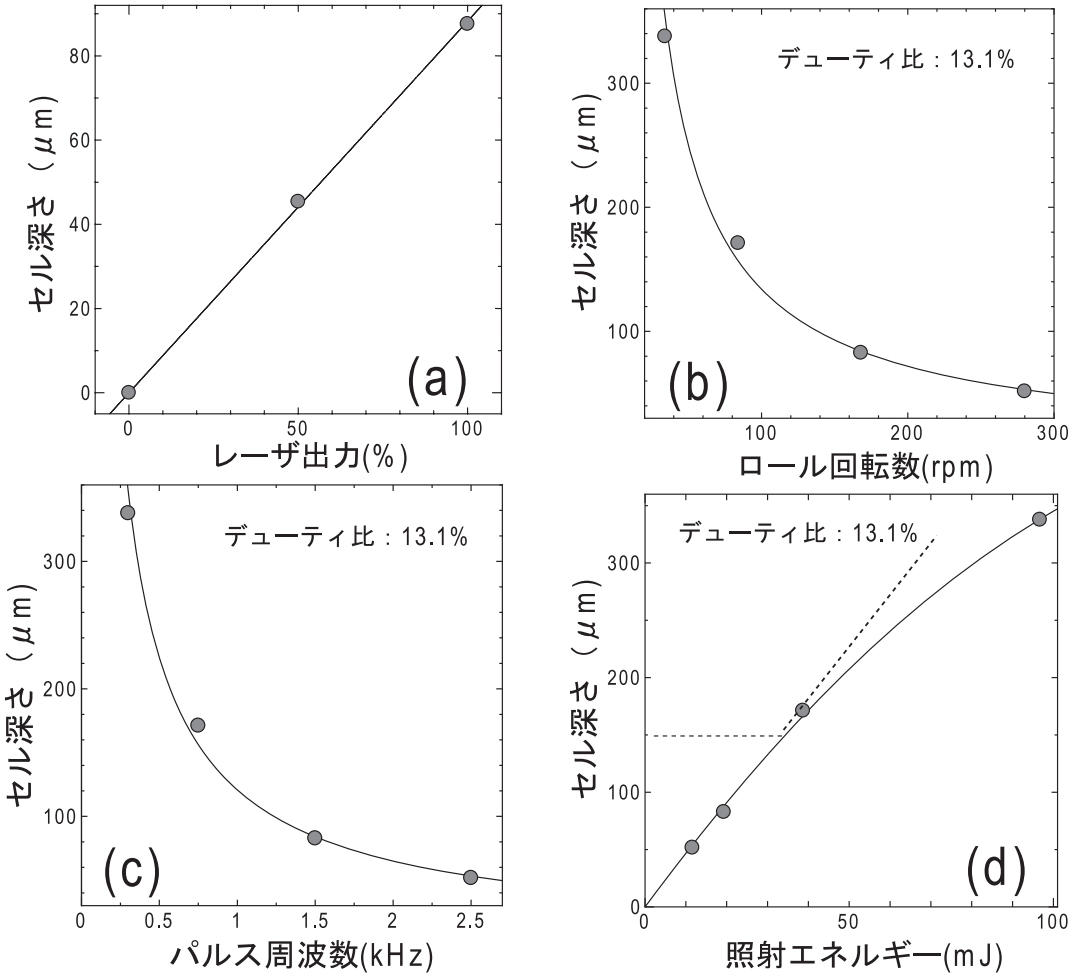


図５(a)～(d)　セル深さと加工パラメータの関係

inchで加工を行った（図７）。1000line/inchまでは、実用上使用できるレベルの彫刻パターンが得られている一方、1250line/inchでは、境界の消失・セル形状の不均一さが見られた。このように、1000line/inchを超える彫刻線数においては、安定な加工を行うには装置の改良が必要であることが分かった。

３．４　デフォーカス照射

レーザ光のノズルを遠ざけてデフォーカス照射した場合の、表面粗さRaの変化を測定した（図８）。照射前の表面粗さはRa=0.8μmで、レーザを照射しても表面粗さを変化させないためには、７㎜遠ざける必要があることがわかった。次に、このような出力を抑えた条件でレーザ照射を行った、溶射皮膜表面（照射前後）を図９に示す。溶射前には研磨キズが確認できるが、レーザ照射を行うと、表面の溶融・再凝固によって研磨キズが消え、小孔とクラックが生成された。このように、レーザ照射条件をコントロールすることによって、表面形状を変えずに溶融させることができた。このことは、今後の溶射皮膜改善の可能性を示すものである。

３．５　ラマン分光分析

溶射原料粉体、溶射後のロール表面、レーザ加工

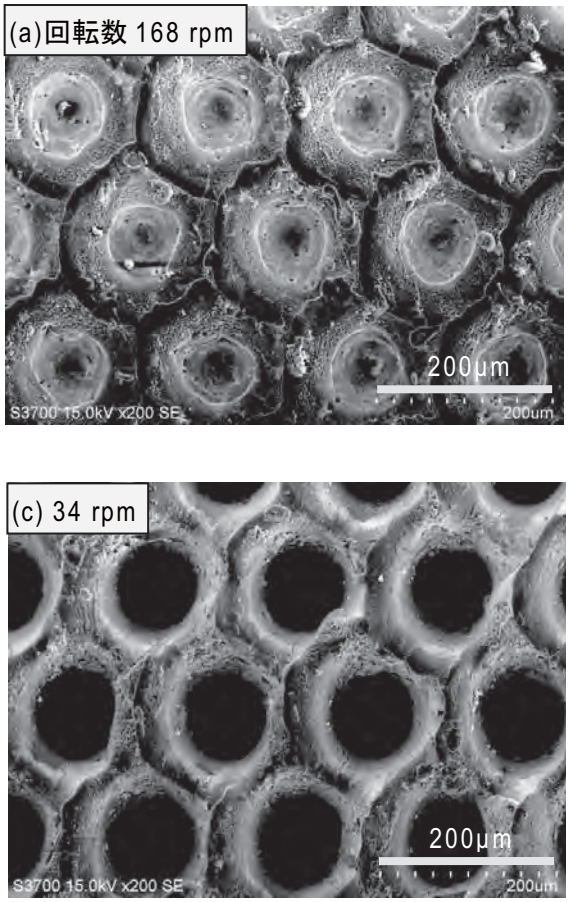


図６　ロール回転数を変化させて加工したロールの表面

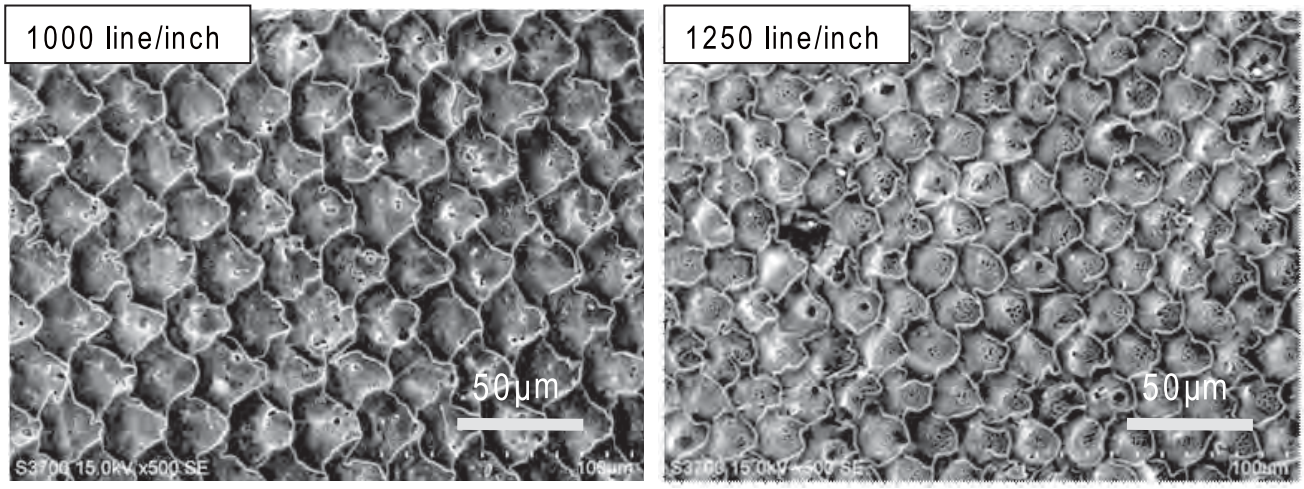


図７　高精細加工したロールの表面

後のロール表面の３箇所について、レーザラマン分光分析を行った結果を図10に示す。Cr_2O_3由来のラマンピークシフトが500㎝$^{-1}$あたりに観測されたが、レーザ照射前後でロール表面は変化がないのに対して、溶射原料粉体は、ピークの位置が低波数側にシフトしていた。ラマンピークは、引張応力が作用して原子間隔が拡がると結合力が弱まるので，フォノンの振動数が小さくなってラマンピークは低波数側にシフトする。一方、圧縮応力が作用する場合は，この関係は逆になる[3)]。今回の測定では、レーザ照射前後でピーク位置に変化がなかったことから、レーザによる残留応力（ひずみ）の変化はなかったと考えられる。

４．まとめ

Cr_2O_3溶射皮膜をコーティングしたロールに、パルスレーザを照射し、表面を凸凹加工（彫刻）した後の表面特性を測定した。得られた結果は次の通り。

１）彫刻されたセルには、レーザ照射で生じたと考えられるクラックやピット、溶融物が見られ、形状変化だけでなくさまざまな物理的変化を受けていた。

２）レーザ照射により、セル深さが150μm以下の加工では、セル深さと照射エネルギーは比例した。このことを応用し、セル深さを定量的にコントロールすることが可能となった。

３）1000line/inchを超える高精細な彫刻を安定に行うためには、装置の改良が必要であることが分

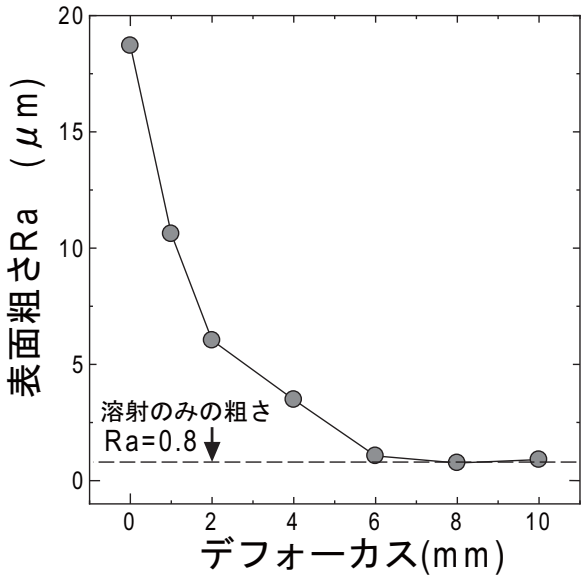


図８　デフォーカスして照射したロールの表面粗さ

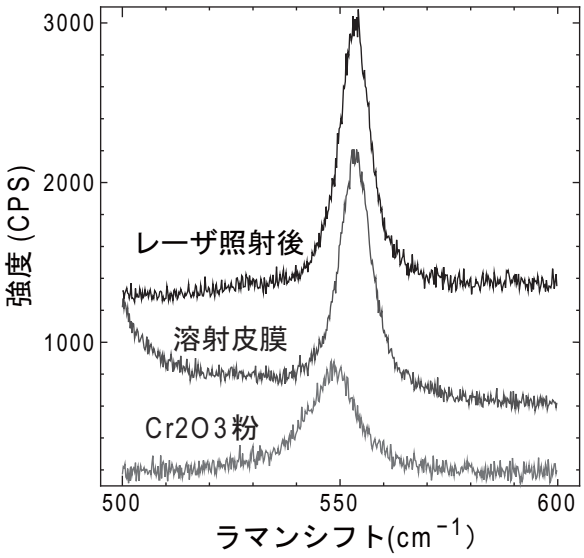


図10　ラマンスペクトル

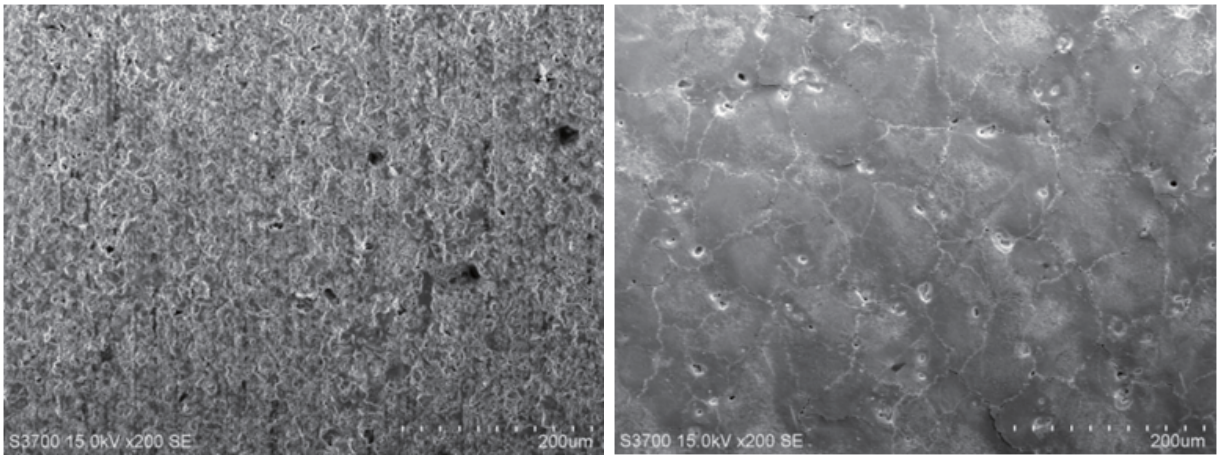


図９　溶射皮膜（レーザ照射前）と、デフォーカスして照射した皮膜

かった。

4）ビームを離してデフォーカス照射することにより、小孔、クッラクはあるものの、加工を抑えて、ロール表面を溶融・再凝固させることができた。これは、溶射皮膜改善の可能性を示唆するものである。

5）ロール表面のラマン分光分析より、レーザ照射により、残留応力の変化はないことが推定された。

参考文献

1）新井武二：はじめてのレーザプロセス，工業調査会（2004）

2）大竹正寿他：静岡県工業技術研究所　研究報告，No.2，20-25（2009）

3）伊藤忠他：豊田中央研究所R&Dレビュー，Vol.24，No.4，44（1994）

【報告】

半溶融成形したAl-Si-Mg系合金鋳物の引張特性に及ぼすSi量の影響

材料科　材料スタッフ　　岩澤　秀*　松野正幸**
株式会社浅沼技研　　上久保佳則　杉浦泰夫

Influence of Si content on tensile properties of an Al-Si -Mg system casting alloys produced by semi-solid forming process

Shigeru Iwasawa, Masayuki Matsuno, Yoshinori Kamikubo and Yasuo Sugiura

Semi-solid forming process offers excellent features with high quality and light weight of aluminum casting parts. In this work、 we produced Al-X(X=2,4,6 and 7)%Si-0.5%Mg casting alloys by semi-solid forming process. The macro-and micro structures ,hardness and tensile properties of each castings were investigated. Tensile strength and 0.2% proof stress increase and elongation decrease with increase Si contents. The 4%Si alloy exhibits equal fluidity to 7%Si alloy . The 2% and 4%Si alloys can be fabricated by Semi-Solid forming process.

１．はじめに

完全な溶融状態の液体金属を扱う既存の鋳造法とは異なり、固体と液体が共存した、いわゆる半溶融状態の金属材料を加圧成形する半溶融成形法は、従来のアルミニウム合金鋳造法に比べて内部欠陥の低減、高強度・高延性化が達成されることから、高品質アルミ鋳物の製造法として注目されている。

半溶融成形法に使用される合金組成は、鋳造性が良く、中強度・高延性のAC4C系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一方で、Al-Si-Mg系合金の主要添加元素量と鋳造性および機械的性質の関係を調べた研究例はほとんど無い。昨今では、部材の軽量化に伴う鋳物品質の向上に加え、鋳物の高強度化、高延性化および疲労強度の向上といった要望も高まりつつあり、合金材質の開発も必要不可欠となっている。このため半溶融成形法に適した合金組成を調べることは、プロセス開発として重要な研究課題の一つである。これまで、著者らはMg量を0.25%から0.75%まで変化させたAl-7%Si-Mg系合金の半溶融成形鋳物の機械的性質に及ぼすMg量の影響を調べた結果、従来の鋳造法に比べて高強度・高延性化を達成することが出来た。本研究では、Al-Si-Mg系合金のもう一つの主要添加元素であるSiについて、半溶融成形により製造した鋳物の引張特性に及ぼすSi量の影響について調べた。

２．試験方法

２．１　試料の作製

各合金の目標Si量は、２%、４%、６%および７%とした。金属素材（ビレット）の溶解・鋳造は、AC4CHインゴット及び純アルミニウムを電気炉内に設置したアルミ換算10kg容量の黒鉛坩堝に挿入し、約720℃で溶け落ち後、フラックスによる脱滓、成分調整およびアルゴンガスによる脱ガスを行い、内径100㎜の鉄製容器に鋳造した。共晶Si相の改良処理はAl-10%Sr母合金を用いて、Sr量150ppm程度を目標として添加した。

半溶融成形品の製造は、直径100㎜の丸棒の金属素材を高周波誘導加熱装置にて室温から半溶融温度まで加熱して半溶融成形スラリー状態とした後、約200℃の金型に射出成形した。半溶融温度は、２%Si合金では635℃、4%Si合金では615℃、6%Si合金では595℃及び7%Si合金では580℃とした。成形圧力は30MPa、射出速度は200㎜/sとした。金型は、幅30㎜、長さ120㎜で肉厚がそれぞれ25㎜、15㎜、10㎜および５㎜の多段型を用いた。得られた鋳物を540℃、６時間の溶体化処理後、160℃、6時間の人工時効処理を施した。

２．２　組織および機械的性質

鋳物の各肉厚部においてT6材の硬さ測定、引張試験を行い、引張特性に及ぼすSi量の影響について

*）現　金属材料科　　**）現　沼津工業技術支援センター

調べた。鋳放しのまま材及び熱処理材の初晶α相、共晶Si相およびFe系化合物相の形態を光学顕微鏡観察により調べた。

３．試験結果

３．１　鋳物の化学組成

得られた鋳物の主要化学成分を表１に示す。

表１　合金の主要化学成分（mass%）

合金	Ｓｉ	Mg	Fe	Al
2%Si	1.9	0.46	＜0.1	Bal.
4%Si	3.6	0.42	＜0.1	Bal.
6%Si	5.7	0.42	＜0.1	Bal.
7%Si	6.6	0.49	＜0.1	Bal.

３．２　多段型鋳物の外観および組織

多段型鋳物の外観を図１に示す。図２には、２％Si合金及び６％Si合金の鋳物断面のマクロ組織を示す。凝固収縮による引け、ガス孔及び偏析などの内部欠陥はほとんど認められず、特にSi量を減らした2%Si合金においても健全な品質の鋳物を製造することが出来た。

図１　多段型鋳物の外観および断面のマクロ組織

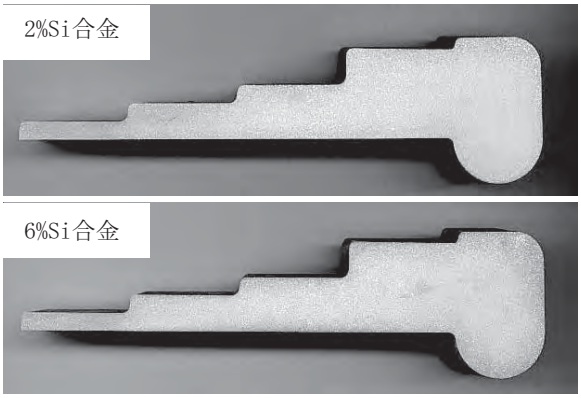


図２　鋳物断面のマクロ組織

図３には、それぞれの合金の肉厚10㎜部のミクロ組織を示す。いずれも粒状の初晶α相（白い部分）とそのまわりを共晶部分（灰色の部分）が取り囲んでいる。Si量が多いほど共晶部分が多くなることがわかる。共晶部分は、図４に見られるように共晶反応により晶出したα相とSr添加による改良及び加圧凝固による急冷効果により微細に晶出した共晶Si相から構成される。それぞれの合金のＴ６材のミクロ組織を図５に示す。溶体化処理により共晶Si相は、丸みを帯びるようになる。

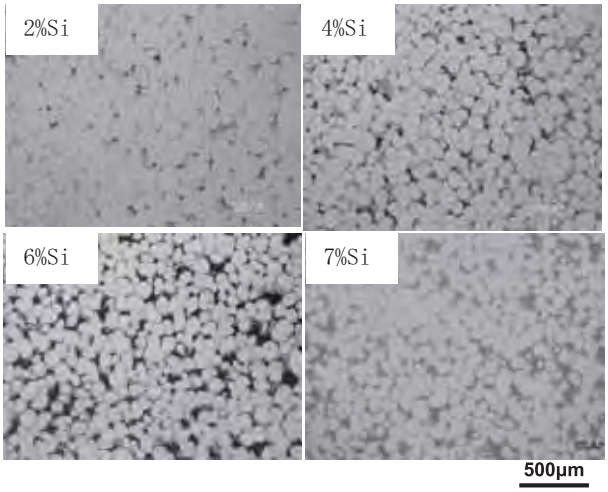


図３　ミクロ組織（肉厚10㎜部）

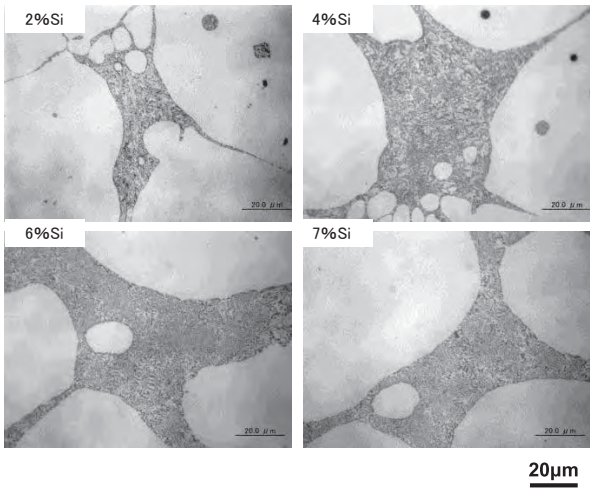


図４　共晶部分のミクロ組織

３．３　特性

図６に各合金の母相の硬さ測定結果を示す。鋳放し（as-cast）では、Si量が多くなるにつれて硬さは増加する。これは、母相に固溶するSi量の違いに

よるものと考えられる。すなわち半溶融成形する時のビレット加熱温度がSi量の多いほど低く、Siの最大固溶限に最も近いSiを固溶できるためと考えられる。T6処理を施すことで析出硬化により母相は強化し、硬さは向上するが、どのSi量の合金ともほぼ同じ硬さ値を示した。

図７及び図８に鋳放し材並びにT6材の引張試験結果をそれぞれ示す。鋳放し材において、Si量の増加に伴い引張強さ及び0.2%耐力は向上する。特に２％から４％にSi量が増えると強度特性の向上が大きく、それ以上のSi量でほぼ漸近した。一方、伸びはSi量の増加に伴い減少するものの、７％Si合金において18%の伸びを示した。共晶Si相の粒状化及び母相が時効析出硬化したT6材の引張特性においては、鋳放し材と比べて引張強さ及び0.2%耐力は、大きく向上し、伸びは低下する。Si量との関係では、鋳放し材と同様な傾向を示し、Si量の増加に伴い強度特性が向上し、伸びは低下する。２％から７％までSi量を変化させることで引張強さが305N/㎟から340N/㎟、伸びが20%から12%までの特性が得られることがわかった。図９には、引張破断面近傍のミクロ組織写真を示す。破壊は、主にSi粒子と母相界面近傍を伝播している。２％Si合金では、Si粒子量が少なく、Si粒子間距離が最も長い。そのために軟らかいα相が延性を担い、伸びが向上したと考えられる。

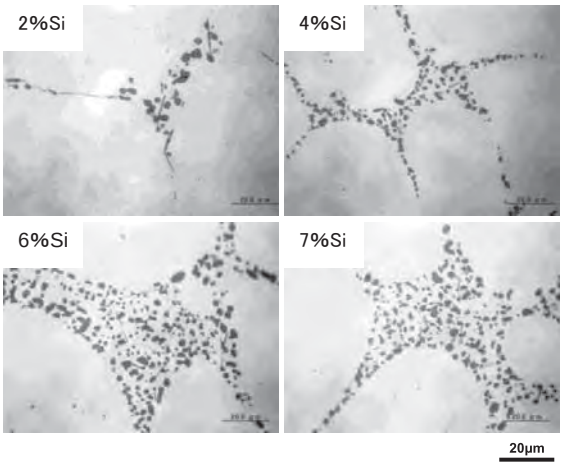


図５　T6材のミクロ組織

３．４　実製品を用いた試作評価

図10には、実製品形状金型による試作品の外観写真を示す。いずれも外観欠陥は認められない。図11に断面のマクロ組織を示す。どの合金においても鋳造欠陥は、ほとんど認められず、均一な組織であった。特に２％Si合金においても外部及び内部は健全であった。このことから２％までSi量を低下させた合金を用いても半溶融成形は、十分可能であることがわかった。

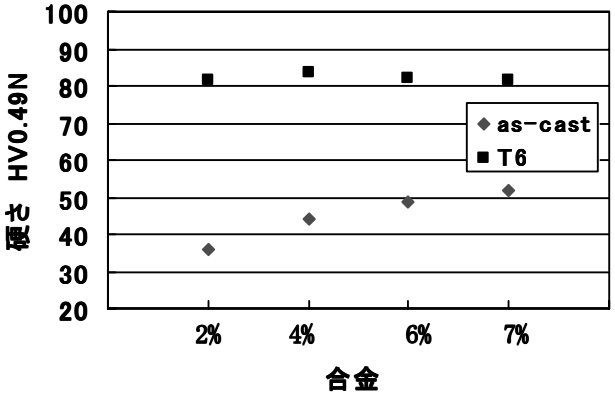


図６　硬さ測定結果

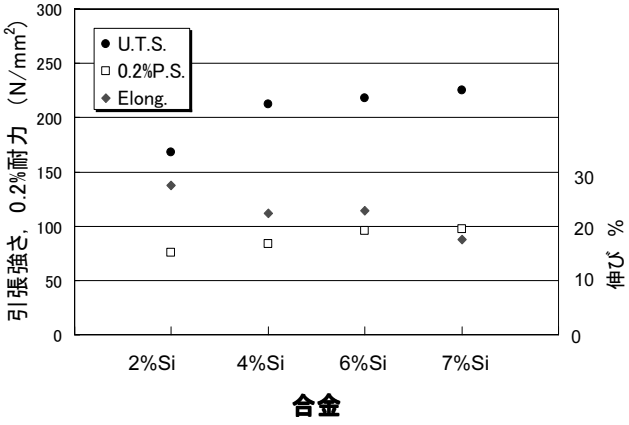


図７　鋳放し材の引張試験結果

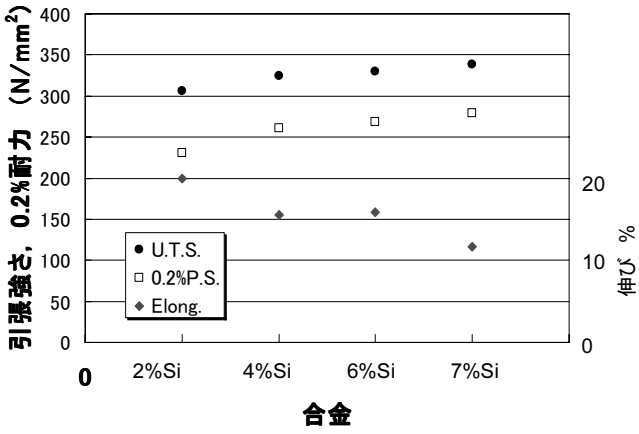


図８　T6材の引張試験結果結果

【報告】

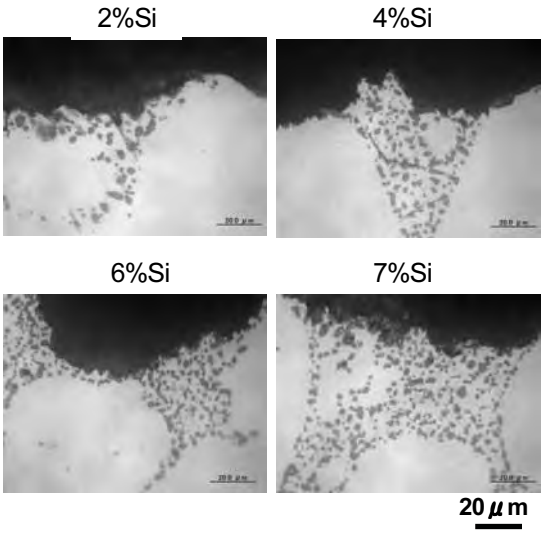


図９　引張破断面近傍のミクロ組織

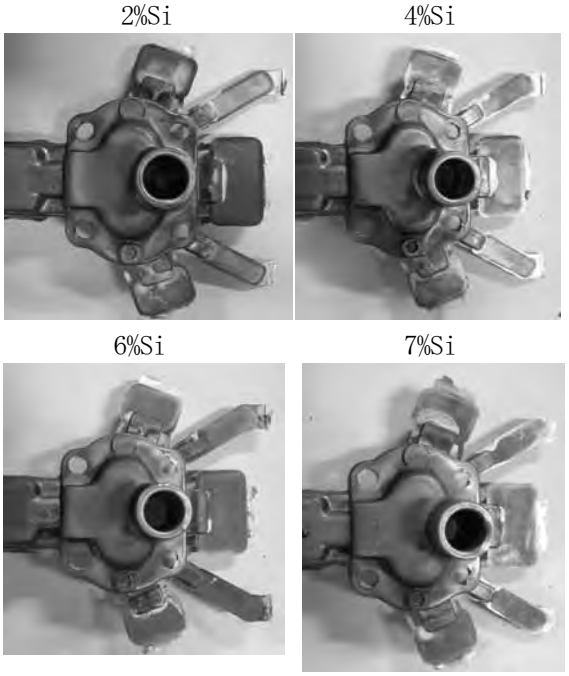


図10　試作品の外観写真

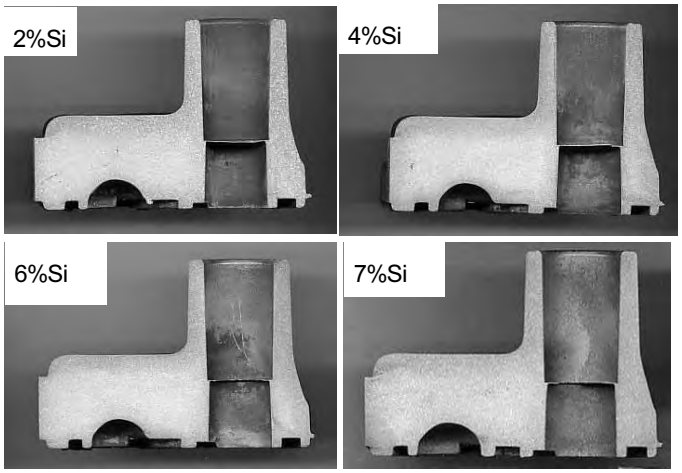


図11　断面のマクロ組織

４．まとめ

Si量を２％から７％まで変化させたAl-Si-Mg系合金について半溶融成形を試みて、得られた鋳物の特性を調べた。

(1)　粒状の初晶α相と微細な共晶組織とからなる２％－７％Si合金の半溶融成形鋳物を成形することが出来た。

(2)　Si量の増加にともない、強度および延性が変化する。

合金	引張強さ	0.2%耐力	伸び
2%Si-T6	307N/㎟	231N/㎟	20%
7%Si-T6	338 N/㎟	279N/㎟	12%

(3)　SiおよびMg量を組合わせることで機械的性質を様々に変化させることが出来、製品機能に応じて（規格範囲外）合金組成を選択出来る可能性がある。

【報告】

照明エネルギーからみたトップライトと太陽光発電の比較

機械電子科　機械スタッフ　　加藤俊文*　鈴木敬明*
株式会社スカイプランニング　　外山　勸　小野巳吉

Comparison between skylights and solar-cell-lighting in terms of cost and energy consumption

Toshifumi Kato, Taka-aki Suzuki, Susumu Toyama and Miyoshi Ono

We have assessed the energy and cost conservation potentials of skylights by comparison of solar-cell-lighting. It was found that well-designed skylights could make illuminance enough for factory-working in day-time as well as under electrical lighting. In addition, total cost of facilities equipped with skylights would be extremely lower than that of solar-cell-lighting systems, which include electrical lighting facilities and solar cells as a power resource. On our estimation, solar-cell-lightings are economically unfavorable; on the other hand, we can recover the electrical power rates with energy-saving skylights facilities.

１．はじめに

温室効果ガス問題や天然資源の枯渇問題から、再生可能エネルギーや省エネルギー技術研究が重要な課題として上がっている。その中で、特に太陽光発電が注目されている。一方で、昔から利用されているため注目度は低いが、トップライト（天窓）は太陽光利用として、広く使用されている。この古くからの利用技術を、明らかになっている課題を解決して改良する事により、より使い勝手のよい機器となり、使用条件によっては太陽光発電よりはるかに効率のよいものとなる。

静岡県工業技術研究所では、トップライトの課題を解決し、建物内の照度をシミュレーションできるようにすることで、昼間照明器具としての位置づけを確立することをめざしている。そして、本報告では工場などへの普及を計るため、エネルギーと経済性の観点から、トップライトと太陽光発電との比較を行い、その優位点と特徴を明らかにする。そうすることにより、温室効果ガス削減や省エネ対策において、太陽光発電との住み分けを行い、より効果の高い場面での利用を計る。

２．トップライト

２．１　トップライトの歴史と現状

建築の歴史を見ると長い間、光をいかに建物の中に導くのかが、大きな課題となってきた。特に、大型建築物においては、採光が悪いと建物の中央部は昼間でも暗く、使い勝手の悪い建物となる。このため、窓の設計は非常に重要で、建築の歴史は一面窓の開発の歴史でもあった。

トップライトは、その中で必然的に出てきた構造であると考える。ただし、天井に窓を作るには、ガラス等の材料開発と雨漏りを防ぐパッキンの技術が必要になる。また、天井に窓をつけたときの問題である、室内の明るさのムラと暑さ対策が必要である。

以前は、鋸屋根に煙突というのが典型的な工場のスタイルであった。鋸屋根は北側の垂直面にガラスをはめ、上記の問題点対策としている。すなわち、北側を窓として日光の直射をさけ、またガラス面を垂直にして雨漏りを避けた。当時は、研究者が、この鋸屋根による採光の研究をおこなっている。現在でも、歴史のある企業においては、このスタイルの工場が見受けられる。

*）現　機械科

写真１　鋸屋根工場（明電舎）

ただし、最近では照明器具の発達と安く安定した電気エネルギーの供給により、工場におけるトップライトの設置は廃れてきた。生産性向上のため、全面的に工場を囲み、中の明るさを一定に保つためである。また、同時に製品品質の向上や労働環境の改善のため、工場においてもエアコンによる空調が一般化してきた。その場合、従来のトップライトによる温度上昇は、エアコンへの負荷増加により、むしろ使用電力が増大するという結果をもたらした。このため、トップライト設置を推奨しない状況となっていた。

写真2　完全密閉工場（篠原鉄工所）

２．２　直射光防止断熱トップライト

大型建物、特に工場などでトップライトの使用が減少した理由を整理すると以下の４点となる。

① 太陽光により工場作業面の明るさにムラができ、目に負担が大きい。

② 光が当たるところが暑く、作業環境が悪くなる。

③ 工場設計時に、トップライトによる明るさの設計ができなく、効果の設定ができない。

④ 雨漏りなどにより、設置後のトラブルが発生する。

ただし、これらの課題を解決すれば、トップライトには多くの利点があり、省エネのためにも、また、工場などでの作業環境の改善のためにも有効である。そこで、上記問題の解決策として直射光防止断熱天窓構造が考えられた。本構造は、静岡県工業技術研究所の共同研究先である㈱スカイプランニングが考案したものである。

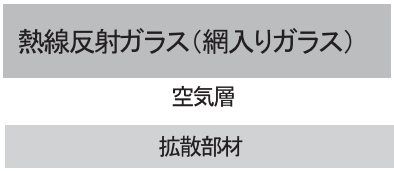


図１　基本構成

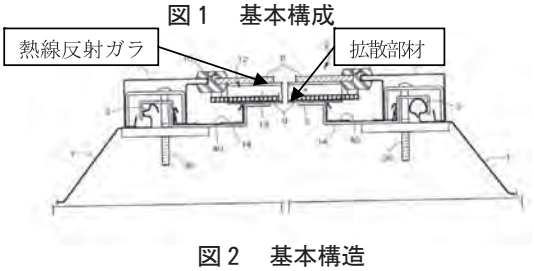


図２　基本構造

まず、熱線反射ガラスなどにより太陽光のうち赤外線光を反射する、また同時に紫外線もカットする。中に入った光は、拡散部材により拡散され均一な光となる。ガラスと拡散部材の間の空気層は、外部と室内とを断熱する。また、近年の大型ガラス張り建築物で、耐久性が実証されたガスケットを使用し、万が一雨漏りがしても、それを受け止める雨樋構造にした。これらの構造により、

① 太陽光は拡散部材で拡散され、室内での明るさのムラがなくなる。

② 太陽光のうち、主な熱源となる赤外線をカットして、また、拡散部材でも光を弱めるため、室内が暑くならない。

③ 雨漏りが発生しない。

２．３　静岡県工業技術研究所研究内容

このように、課題が解決され省エネ等に多くの利点があるトップライトも、室内労働環境面から見た照度予測や、省エネ効果などの科学的なデータの裏づけがないと、導入が難しい。このため、直射光防止断熱構造トップライトの上記効果の科学的確認とともに、コンピューターシミュレーションにより、事前の明るさ予測ができるようにした。この研究は、㈱スカイプランニングとともに、独立行政法人科学技術振興機構より、「地域ニーズ即応型」として研究委託を受けている。

これらの研究により、非常に優れた基本特性を持

ちながら最近は廃れていたトップライトを、新しい採光方法として蘇らせた。それは、トップライトが、照明器具と同じ様に扱え、なおかつ太陽光を利用する省エネの光源となることを意味する。

3．太陽光発電

3．1　太陽光発電の現状

枯渇が予想される化石エネルギーに対して、無限に供給される太陽光エネルギーは人類のエネルギー問題の解決のキーであることは間違いない。その中でも太陽光発電は、今後の電力エネルギー供給機器として大きな可能性がある。特に日本では、再生可能エネルギーの本命として住宅を中心に設置が進んでいる。

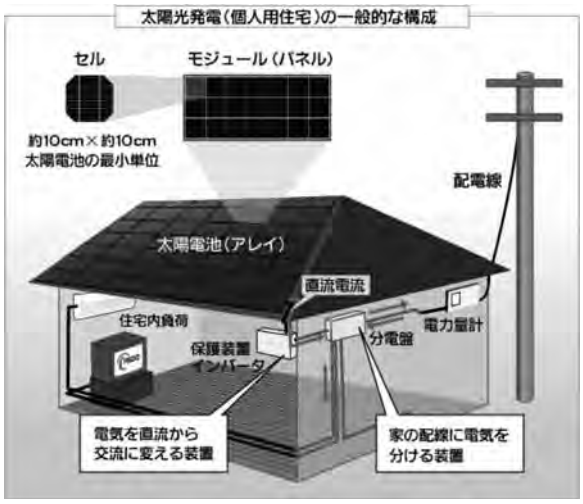


図３　太陽光発電（NEDOホームページ）

3．2　太陽光発電の効率

一方で、この太陽光発電の電気エネルギーを照明に利用する場合は、システムとして無駄の多いものとなる。つまり、太陽光を電気エネルギーに変換した後、再度照明光に変換しなければならず、それぞれの変換においてロスが発生する。

太陽光発電の効率向上については、各太陽光発電機器メーカーが争って研究しており、製品のカタログ数としては、17%などという数字も見かける。ただし、カタログの発電効率はパネルの理論的な発電量であり、システム全体では発電モジュールによる直流電流を交流に変換する工程など多くのロスがあり、実際の製品の発電量は少なくなる。このため、経済産業省の「Cool Earth エネルギー革新技術計画」（平成20年３月）では、2020年に変換効率10～19%、2030年には、変換効率15～22%をめざすとしている。

また同時に、電気エネルギーを光に変える照明器具の省エネ研究も盛んである。ほとんどすべての照明器具において、いかに効率よく電気を光に変えるかの研究がおこなわれている。その中でも、LEDがもっとも注目を集めている。照明器具同士の効率比較には、発光効率（１m/W）が使用され、それらのデータが公表されている。ただし、これは照明器具の明るさの比較のため、人間の視覚感度を考慮した値となっており、物理的なエネルギーの変換効率ではない。このため、エネルギーの変換率データそのものはないが、一般的には、効率の良い照明器具でも20%程度のエネルギーしか可視光にならないといわれている。残りのエネルギーは、紫外光、赤外光や熱などに変換される。

太陽光発電で発電された電気エネルギーで照明器具を発光させる場合、２度の変換のため、太陽光発電パネルに降り注いた太陽光エネルギーの数%程度しか、照明として利用できないことになる。

4．比較モデル

トップライトと太陽光発電を比較するためのモデルとして、床面積500㎡　天井高さ８mの中小規模工場を考える。この工場で精密作業を行うため、作業面で750ルクスの照度が必要な場合を想定する。

5．比較結果

5．1　共通項目とシステムの違い

トップライトおよび太陽光発電とも、太陽の光を利用して電力事業者から購入する電力を削減する事は同じである。その効果は、正午付近を最大値として、季節・天候等に影響される。不足分は電力事業者からの電力に頼ることも同じである。今回の検討対象は従来のトップライトの課題を解決した直射光防止断熱構造とする。

5．2　必要設備と装置

①　太陽光発電

【報告】

高天井の工場照明には、HIDランプ（高輝度放電ランプ）が使用される事が多い。この照明を、工場稼動時には常に点灯しておく必要がある。

写真３　工業内照明

高天井の建物内を750ルクスの照度とするためには、一般的に20W/㎡程度の電力がいる。このため、500㎡の工場では、10ｋWの電力が必要となる。10ｋWタイプの太陽光発電装置は、15％の効率とすると、67㎡程度のパネルが必要であり、工事費を含めて1,000万円かかると想定する。

日本の太陽光発電の設置は、住宅中心であり需要の80％以上を占める。住宅用設備の価格は、年々安くなってきている。個別の価格は、設置場所などに

表１　太陽光発電システムの価格の推移
（しずおかエネルギーデータより）

（販売価格：万円/kW）

年　度	太陽電池	付属機器	設置工事	合　計
平成９年度	65.2	26.1	14.9	106.2
平成10年度	67.4	24.8	15.2	107.4
平成11年度	59.8	21.7	12.4	93.9
平成12年度	54.2	19.9	10.3	84.4
平成13年度	48.1	19	8.7	75.8
平成14年度	46.2	16.9	7.9	71
平成15年度	45.1	16.3	7.6	69
平成16年度	44.1	16	7.4	67.5
平成17年度	42.8	15.9	7.4	66.1
平成18年度	43.3	16	9	68.3
平成19年度	43.6	16.3	9.7	69.6
平成20年度	42.5	15.5	8.9	66.9

より異なってくるが、60万円～70万円／ｋWである。

一方、工場用などの大型太陽光発電装置は、住宅用とは製品が異なっており、数も少ないため割高になっている。販売店でのヒアリングでは100万円／㎡であった。また、静岡県庁本館屋上へ設置した10ｋWタイプの太陽光発電装置は、設置場所が高いのと、近くに重機が寄れないためもあり、1,123万円であった。

②　トップライト

直射光防止断熱トップライトは、素通しガラスより太陽光の取り込み割合が悪い。それでも500㎡の工場において、25㎡のトップライトを設置すればよい。（これは、現在研究中の実験工業で実際に確認している値である。）トップライトの必要面積および配置などの詳細設計については、現在研究中のシミュレーション技術が完成すればより明確になる。こちらも設置条件や流通により価格は変わるが、標準的な場合を想定して100万円とする。

５．３　コスト比較

①　太陽光発電

太陽光発電の実証試験はあちらこちらで行われており、それらの結果によると、10ｋWタイプで年間10,000ｋWｈ程度の発電量である。

太陽光発電装置による発電量は、予想発電量＝定格発電量×（平均日照量／標準日照量強度）×日数×システム効率　で予想できる。この予想値と実際の発電量はほぼ等しい。

静岡市に設置することを想定し計算すると、10×4.14×365×0.75＝11,306ｋWhとなり、日照時間の関係で発電量が全国平均より若干多い。

定格発電量　　：10ｋW

１日平均日射量：4.13ｋWｈ／（㎡×日）

標準状態日射量：1ｋWｈ／㎡

システム効率　：0.75　（周辺機器の効率やロス）

表２　ｋWあたりのモニター機発電量
（太陽光発電モニター事業等に関する調査より）

（kWh）

地　域	1	2	3	4	5
平成19年８月	117	120	122	122	
平成19年９月	94	99	85	98	
平成19年10月	86	94	81	92	97
平成19年11月	57	72	71	77	68
平成19年12月	36	56	72	65	74
平成20年１月	40	58	79	69	56
平成20年２月	51	74	101	91	63
平成20年３月	65	68	73	77	59
月平均	68	80	86	86	70

1:北海道、日本海側
2:山間部、山陰
3:東北太平洋側、関東
4:九州、太平洋沿岸部
5:沖縄

政府は、太陽光発電の設置を促進するために余剰電力の買い取り価格を2009年11月より値上げしている。住宅用48円／ｋWで、工場用24円／ｋWである。（2010年度も同じ）ただし、これは太陽光発電で発電した電力のうち余った分であり、モデルとしている工場では、発電した電力は工場内で消費され

る。その場合は、工場が買い取る電力料金の削減との比較となる。

工場では一般的に高圧の電力が供給され、色々な料金プランがある。それらは、住宅用より電力料金が安い。そのため、最高価格レベルの電力料金15円/ｋＷｈで計算しても、モデル工場の年間の電力削減料は15万円である。これでは、上記太陽光発電装置代金の回収に60年以上かかることになる。この計算では簡単にするために、年間を通して操業し、メンテナンス費用も考えないものとする。

表３　電力料金（中部電力ホームページより）

高圧（標準電圧6,000ボルト）契約電力500kW以上
基本料金が安く、電力料金が高いプランＡ

区　分		単　位	料金単価（円/税込）
基本料金		ひと月1kWにつき	1,591.00
電力量料金	重負荷時	1kWhにつき	14.39
	昼間時間	1kWhにつき	11.73
	夜間時間	1kWhにつき	9.29

②　トップライト

トップライトによる省エネ効果の実証試験は現在継続中であるが、平均で4時間／日は消灯することができる。これは、年間14600ｋＷｈの電力削減量となる。（比較のため太陽光発電と条件は同じ）
こちらの場合、機器料金を４年７ヶ月で回収できる。メンテナンスに関しては、電気回路がある太陽光発電と異なり、実質フリーメンテナンスである。

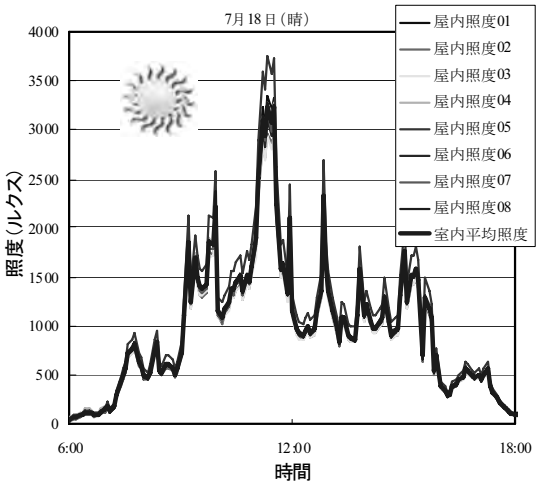


図４　実験工場照度測定結果

表４　消灯可能時間

照度500lux以上の積算時間

日付	時間	日照時間※
７月17日	2.2	0
７月18日	8.7	2.7
７月20日	7.8	5.5
７月21日	4.9	0
７月22日	5.4	0.5
７月23日	2.2	2.9
７月24日	7	2.2
７月26日	9.6	4.7
平均	6	

６．まとめ

太陽光発電は、枯渇が予想される化石燃料に代わる再生可能エネルギーとして非常に重要である。そして、太陽光のエネルギーを電気エネルギーに変換することにより汎用性が高く、使用場所や目的を選ばないなど使い勝手がよい。一方トップライトは、照明エネルギーだけへの対応であり、また建物の最上階のみの使用など使用が限定される。しかし、設置した場合の経済効率は、太陽光発電に対して桁違いに良い。特に、昼間使用し常時点灯する必要のある大型建物（工場）などにはトップライトの特性が生きてくる。これらの建物には、トップライトの設置を優先させることにより、今後日本が取り組まなくてはならない省エネおよび温室効果ガス削減対策の、費用対効果向上に貢献することができると考える。

参考文献

１）村沢 義久：日本経済の勝ち方 太陽エネルギー革命 文春新書
２）決戦前夜太陽電池　日経ビジネス
３）静岡県：図表で見るしずおかエネルギーデータ
４）経済産業省資源エネルギー庁：新たな買い取り制度がスタート
５）財団法人新エネルギー財団：「太陽光発電モニター事業等に関する調査
６）株式会社スカイプランニング：スカイトップライトカタログ
７）シャープ株式会社：産業用太陽光発電システム 住宅用太陽光発電システム
８）株式会社京セラソーラーコーポレーション：住宅用ソーラー発電システム

【報告】

居住環境改善効果を有する機能性天然物の探索（第２報）

ユニバーサルデザイン工芸科　工芸スタッフ　　伊藤　彰*　山下里恵**　櫻川智史***

The search of functional natural product having indoor environment improvement effect.（2nd report）

Akira Ito, Rie Yamashita and Satoshi Sakuragawa

Synthesized pigments, such as Tartrazine, Brilliant Blue FCF, Quinoline Yellow, are known as deodorant pigments to remove amine gas and sulfur gas. However, the ability for deodorization is not clear about these pigments. We examined deodorization function and accompanying color changes of natural pigments against hydrogen sulfide and ammonia to solve the problem. About hydrogen sulfide, we discovered the deodorant natural pigments, but these pigments were poor about the change of color and clear recognition of deodorization effect was difficult by visual observation. About ammonia, it was the result that these pigments were good with both deodorization and change of color and these pigments were suggested possibility of the use in the indoor environment.

１．はじめに

従来、アンモニア等の窒素系悪臭ガス、硫化水素等の硫黄系悪臭ガスを除去する色素系消臭剤として、タートラジン（黄色４号）、ブリリアントブルーFCF（青色１号）、キノリンイエロー（黄色203号）等が知られている[1)]。しかし、これらの色素系消臭剤では、消臭能力がまだ十分あるのに取り替えてしまったり、消臭能力が消失したにも拘わらず、過剰に長い期間放置してしまったりするなど、悪臭ガスの除去の程度や残存消臭能力の有無を容易に把握し、適時に消臭剤を取り替えることができないという問題点があった。

本研究では、そのような課題を解決するべく、天然由来の色素でインジケータ機能を有する消臭剤を開発することを目的とし、悪臭ガスを除去し、消臭に伴った色素の色彩変化により、消臭剤の取り替え時を明確に判断できる可能性について検討した。我々は、今までにアンモニア、メチルメルカプタンに対して、消臭能を有する天然色素を幾つか発見してきた[2)]。本年度は、それらの天然物を用いて消臭能の検討だけでなく、悪臭除去に伴って色の変化がおこる機能性化合物の探索を行った。アンモニアの消臭試験は気－固反応で行ったが、昨年度の試験結果から硫化水素等の硫黄系悪臭では、気－固反応では消臭が困難であったため液－液反応で消臭能力を評価した。

２．実験方法

２．１実験材料

消臭試験には、キリヤ化学㈱製の天然抽出物フラボノイド系12種、キノイド系２種、カロテノイド系３種、ポルフィリン系２種、その他５種を使用した（表１）。

表１　供試材料一覧

構造	色素名
フラボノイド系 （アントシアニジン骨格）	ブドウ果皮 ブドウ、ブルーベリー果汁 赤ダイコン 赤キャベツ エルダーベリー 紫イモ 紫トウモロコシ シソ
フラボノイド系 （その他）	ベニバナ黄 ウコン タマリンド コウリャン
キノイド系	ラック コチニール
カロテノイド系	アナトー マリーゴールド クチナシ黄
ポルフィリン系	スピルリナ クロロフィル
その他	ビートレッド クチナシ赤 クチナシ青 ベニコウジ赤 ベニコウジ黄

*）現　化学材料科　　**）現　環境科　　***）現　工芸科

２．２消臭試験

２．２．１アンモニアガスの固相吸着試験

天然抽出物中の色素量25mgを少量の水に溶かし、それをグラスフィルター（面積６㎝×６㎝）に染み込ませ、乾燥させた。そのグラスフィルターとパーミエータ（GASTEC製、PD-1　B-2）で調製した悪臭ガス（初期濃度：アンモニアは約55ppm）をテドラーバッグに封入し、封入直後及び１時間後のバッグ内の悪臭ガス濃度を測定した（図１）。なお、試料はシャーレの上に置き、試験開始までは蓋をして悪臭ガスと触れさせない様にし、蓋を開けた時点を試験開始とした。また、ブランクとしてグラスフィルターとシャーレをテドラーバッグ内に入れたものを対象とした。

悪臭ガス濃度の測定は、対象ガス用の検知管（GASTEC製）を用いて測定した。

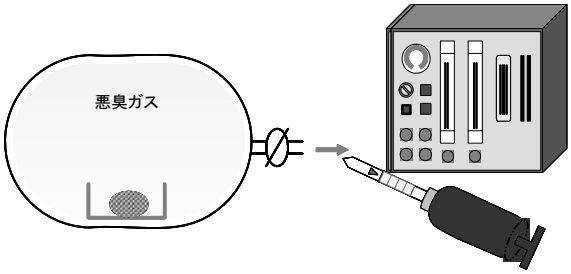


図１　アンモニア試験の固相吸着試験

２．２．２硫化水素水の液相反応

天然抽出物の色素量25mg、pH5.5の硫化水素水溶液を50倍に希釈した溶液１ml、中性リン酸緩衝液（pH6.86）１mlを試験管内で混合し、蓋をした。30分後に試験管内のヘッドスペースガスを300μl採り、ガスクロマトグラフィー（SHIMAZSU GC-14A）で測定した（図２）。また、ブランクとして天然抽出物を入れないものを対象とした。

ガスクロマトグラフィーは島津のGC-14Aを使用し、以下の条件で行った。

カラム：β,β´-ODPN 25% Uniport HP,
ガラスカラム：３m×３㎜, カラム温度：60℃
注入量300μl, キャリアガス圧：窒素1.8kg/㎠
検出器：FPD

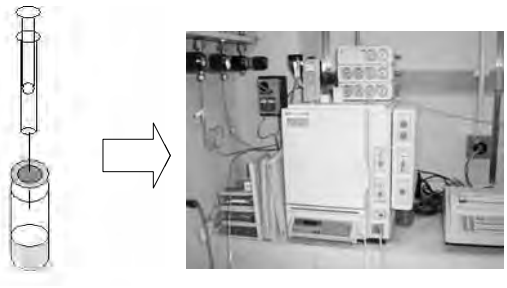


図２　硫化水素水の液相反応

２．３悪臭ガス消臭前後での色彩評価

アンモニアの試験では、色素50mgを水10mlに溶解し、その溶液の透過光の色彩を分光色彩計（株式会社島津製作所、型名CLR-7100L）を用いてL*a*b*表色計で測定し試験前の値とした。その溶液に28%アンモニア水を20μl滴下後、同様に色彩を測定し、試験後の値とした。

硫化水素の試験では、色素50mgを水10mlに溶解し、その溶液の透過光の色彩を分光色彩計（同上）を用いてL*a*b*表色計で測定し試験前の値とした。色素50mgを水７mlに溶解し、その溶液に硫化水素水溶液３ml（pH4.0）を滴下した後、同様に色彩を測定し、試験後の値とした。

２．４消臭率及び消臭前後の色差の算出方法

２．４．１消臭率の算出方法

アンモニア、硫化水素の消臭試験での消臭率は、以下の式より算出した。C_1はアンモニア試験では、1時間後の濃度、硫化水素試験では30分後の濃度とする。

消臭率（%）＝（C_0-C_1）/C_0×100

C_0：初期濃度
C_1：所定時間後の濃度

２．４．２色差の算出方法

アンモニア、硫化水素試験ともに試験前後のL*、a*、ｂ*の値から以下の式で色差ΔEを算出し、色彩の評価をした。

$\Delta E=(\Delta L^{*2}+\Delta a^{*2}+\Delta b^{*2})^{1/2}$

L*：明度

a*、ｂ*：L*a*b*表色系色度図上での座標
（色彩と彩度のスケール）

表２　アンモニア、硫化水素の消毒、色彩試験結果

色素	アンモニア 消臭率（%）	アンモニア 色差（ΔE）	硫化水素 消臭率（%）	硫化水素 色差（ΔE）
フラボノイド系（アントシアニジン骨格）				
ブドウ果皮	98	38.7	81	16.5
ブドウ、ブルーベリー果汁	80	52.4	83	38.6
赤ダイコン	96	66.2	32	10.8
赤キャベツ	92	89.9	46	13.4
エルダーベリー	93	38.8	34	12.6
紫イモ	91	88.5	85	15.2
紫トウモロコシ	91	37.2	52	12.5
シソ	91	44.5	21	14.2
フラボノイド系（その他）				
ベニバナ黄	75	38.6	75	28.6
ウコン	66	40.3	53	24.9
タマリンド	65	24.2	88	62.5
コウリャン	30	8.9	83	12.6
キノイド系				
ラック	82	12.6	48	36.7
コチニール	96	20.8	59	28.4
カロテノイド系				
アナトー	100	128.4	40	25.8
マリーゴールド	83	1.8	51	3.9
クチナシ黄	57	11.5	65	111.1
ポルフィリン系				
スピルリナ	100	29.8	56	55.4
クロロフィル	51	0.4	70	23.4
その他				
ビートレッド	91	24.9	46	38.7
クチナシ赤	36	2.3	33	9.4
クチナシ青	28	1.2	81	31.9
ベニコウジ赤	26	3.8	69	22
ベニコウジ黄	20	6.8	37	3.4

３．結果と考察

３．１アンモニアに対する消臭、変色機能

アンモニアに対する天然色素の消臭、変色機能を検討したところ、消臭能を有する天然色素は多く存在したが、それに伴い変色するものはわずかだった。アントシアニジン骨格を有する化合物に関しては、両機能ともに良い結果であり、目視で明確に判別できる程に色の変化が大きかった。ウコン、キノイド系の化合物においても比較的高い消臭、変色機能を確認できた。他にも色差の大きい色素があるが、それらは、明度、彩度が大きく変化しており、色相の変化は小さいため目視での明確な判別は困難だった。アンモニアの消臭機構については、アントシアニジン系の色素はpHが酸性領域のため中和消臭に依るものと考えられるが、ラック、コチニール、アナトー、スピルリナ色素においてはpHが中性付近であるにも関わらず、消臭能が高いため、化学反応が起こっているか、もしくは悪臭ガスを捕捉するような相互作用が生じていると考えられる（図３）。

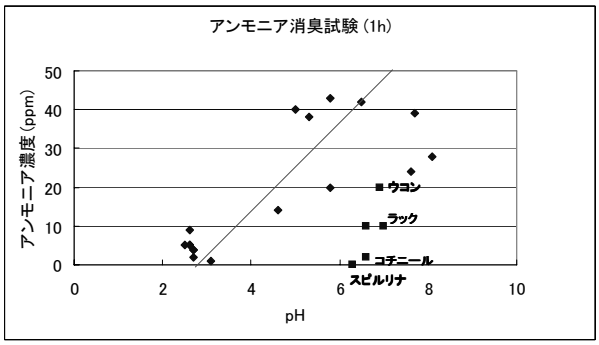


図３　色素のpHとアンモニア消毒能力（１時間後）

３．２硫化水素に対する消臭、変色機能

硫化水素に対する試験においては、ブドウ果皮、ブドウ、ブルーベリー果汁、紫イモ等の高い消臭能を有する色素は、発見できたが、いずれも色相の変化が乏しく目視での変色の判別は難しかった。しかも、アンモニアの場合とは異なり、同様の化学構造でも消臭能に違いがあるため、硫化水素の消臭では主骨格ではなく、側鎖の置換基が消臭に関与していることが示唆される。

４．まとめ

今回、使用した天然由来の色素においてアンモニアに対しては、消臭、変色の両機能を有するものを発見でき、窒素系悪臭の発生する空間での活用の可能性を見出した。一方、硫化水素に対しては、高い消臭効果を有する色素は発見できたが、変色が乏しかったため、その改善が今後の課題である。

５．参考文献

１）小林製薬株式会社：特願2000-300209
２）伊藤彰、山下里恵：静岡県工業技術研究所研究報告、No.2 pp54～56(2009)

【ノート】

呼気から咽頭逆流を推定できるシステムの構築

― 揮発性物質のpH依存性の検討 ―

えん下改善プロジェクトスタッフ　結城　茜　長澤　正
大川勝正　杉山直人
聖隷三方原病院　片桐伯真　藤森まり子
浜松市リハビリテーション病院　藤島一郎

Construction of Estimation System for Laryngopharyngeal Reflux by Breath Analysis

Examination of pH Dependence of Volatile Organic Compounds

Akane Yuki, Tadashi Nagasawa, Katumasa Ookawa,
Naoto Sugiyama, Norimasa Katagiri, Mariko Fujimori
and Ichiro Fujishima

1．はじめに

1．1　背景

経管により栄養を摂取している高齢者において、胃内容物の逆流が多くみられる。胃内容物が咽頭まで逆流（咽頭逆流）すると誤嚥されて、肺炎を起こす危険がある（図１）[1]。そのため、咽頭逆流の検査は、誤嚥性肺炎の予防において重要である。咽頭逆流検査は、逆流の有無の判断に加え、逆流物のpH測定が求められている。それは誤嚥した胃内容物pHが低いほど、肺障害の程度が強くなるからである[2]。従来の逆流検査方法であるpHモニタリング（図２）は、鼻からpHカテーテルを挿入するため、被験者の負担が大きく、負担の少ない検査法が求められている。

図１　咽頭逆流

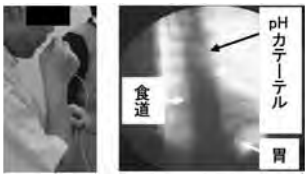


図２　従来の逆流検査方法

1．2　目的

経管で栄養を摂取している高齢者において、『逆流時に経管栄養剤のにおいがする』という報告がある[3]。このことから、逆流時に呼気成分が変化する可能性があると考え、本研究では負担の少ない検査方法として、呼気分析[4,5]による咽頭逆流の有無と逆流物のpHの推定を目指している。そこで、図３に示すような液相のpHによって気相中の濃度比が変化する揮発性物質の組み合わせにより、呼気から咽頭逆流物のpHを推定できるのではないかと考え、揮発性物質のpH依存性を検討することとした。

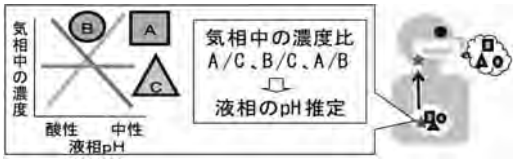


図３　pH推定候補物質の性質

2．実験方法

2．1　試験化合物

図３に示すA、B、Cのような性質を有すると考えられる化合物として、表１に示す食品香料を試験に用いた。

表１　試験化合物

試験化合物	分子量	沸点(℃)	試験濃度(ppm)
A化合物			
2,3,5,6-Tetramethyl pyrazine	136.19	(不明)	1
2,3,5-Trimethyl pyrazine	122.17	172	1
B化合物			
n-Butyric acid	88.11	163	16
n-Valeric acid	102.13	186	16
Hexanoic acid	116.13	205	16
C化合物			
1-Butanol	74.12	118	3
α-Terpineol	154.25	218	1
Ethyl acetate	88.11	77	4
L(-)-Menthol	156.27	216	1
Vanillin	152.15	284	17

【ノート】

２．２ 模擬胃液を用いたpH依存性の検討

22ml容量のバイアル瓶に試験化合物と模擬胃液（0.2% NaCl； pH2、3、4、5）を入れ、溶液量を6.0 mlとし、密栓した。バイアル瓶は37℃の恒温槽中で10分間撹拌した後、固相抽出法（SPME）にてヘッドスペース中の揮発性物質を20分間捕集した（図４）。試験化合物の濃度は表１に示す。SPMEのファイバーは SUPELCO製のPDMS（100μm）を用いた。

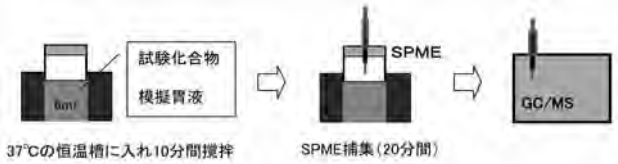


図４　SPME捕集、GC/MS測定

２．３　揮発性物質の分析

捕集した揮発性物質は、質量分析ガスクロマトグラフ(GC/MS;Perkin Elmer製 Clarus500 GC/MS)により、表２の条件で分析した。

表２　揮発性物質の分析条件

GC/MS 条件	
カラム	HP-5MS（60m、0.25mm、0.25μm）
温度	50℃(4min)－10℃/min－230℃(3min)
Carrier gas	ヘリウム、17psi
MS mode	Scan
MS range	33-400
脱着時間	10分

２．４　統計解析

GC/MSによるピーク面積比とpHの関係については、ピアソンの相関係数の検定により相関係数を求めた。

３．結果・考察

３．１　試験化合物のpH依存性

A化合物は液相のpHの上昇にともない揮発量が増加しているように見受けられた。B化合物はエステルが生じ、pH依存性がみられなかった。C化合物の1-Butanol、α-Terpineol、Ethyl acetate、L(-)-MentholはpHによらず、ピーク面積の変動係数が10%以下であり、揮発量がほぼ一定であった。

３．２　二化合物の組み合わせ

図３のCの性質を有すると考えられた1-Butanol (0.5ppm)と、Aの性質を有すると見受けられた2,3,5,6-Tetramethyl pyrazine (0.2ppm)及び2,3,5-Trimethyl pyrazine (0.2ppm)のピーク面積比は、pHと有意な正相関を示した（表３、図５）。

表３　相関係数

ピアソンの相関係数の検定	相関係数	
2,3,5,6-Tetramethyl pyrazine/1-Butanol	0.980	P<0.01
2,3,5-Trimethyl pyrazine/1-Butanol	0.956	P<0.01

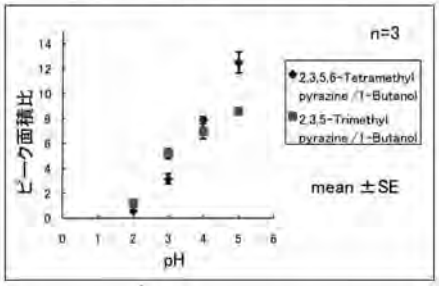


図５　ピーク面積比とpHの関係

このことから、2,3,5,6-Tetramethyl pyrazine及び2,3,5-Trimethyl pyrazineの、1-Butanolに対する気相の濃度比を測定することにより、pHを推定できる可能性がある。今回用いたpHに依存して揮発性の変化する食品香料成分を人為的に食物などに含ませることにより、咽頭へ達した逆流物のpHを推定できるものと期待している。今後は、生体での条件を勘案しながら、更に詳細な検討を進めたい。

参考文献

１）Robert T. Sataloff 他: GERD(胃食道逆流症)による喉頭炎とその周辺, 訳 三枝英人 他, 2, インテルナ出版 (2004).

２）小林大介 他：嚥下性肺炎を繰り返す高齢者への対応をどうするか－人工呼吸管理とその限界－ICUとCCU, Vol.33, 3, 221 (2009).

３）外山義雄 他：とろみ剤を用いた半固形経腸栄養剤と寒天を用いた固形経腸栄養剤の物性比較, 静脈経腸栄養, Vol.21, No.3, 77-83 (2006).

４）植田秀雄：呼気ガス測定,過去・現在,そして未来, *AROMA RESEARCH*, No.35, Vol.9, No.3, 227-232, (2008).

５）谷田貝光克 他:香りと環境 アロマサイエンスシリーズ21 [4], 230-254,フレグランスジャーナル社 (2003).

【ノート】

呼気から咽頭逆流を推定できるシステムの構築

― 逆流指標に適した揮発性物質の選別 ―

えん下改善プロジェクトスタッフ　結城　茜　長澤　正
大川勝正　杉山直人
聖隷三方原病院　片桐伯真
浜松市リハビリテーション病院　重松　孝　前田広士
藤島一郎

Construction of Estimation System for Laryngopharyngeal Reflux by Breath Analysis

Selection of Volatile Organic Compounds as Appropriate Indicators of Laryngopharyngeal Reflux

Akane Yuki, Tadashi Nagasawa, Katumasa Ookawa,
Naoto Sugiyama, Norimasa Katagiri, Takashi Shigematu,
Hiroshi Maeda and Ichiro Fujishima

1．目　　的

呼気分析による逆流の推定のためには、逆流した食品中の揮発性物質が検出可能な濃度以上でなければならない。そこで、食品に利用されている濃度で検出可能かどうか、咽頭逆流モデル実験を行い、逆流指標に適した揮発性物質の選別をすることとした。

また、食品由来の揮発性物質が摂取、吸収後、代謝を受けないまま肺から放出される場合は、逆流の推定が困難である。そこで、摂取後の揮発性物質の経時的な変化について併せて検討することとした。

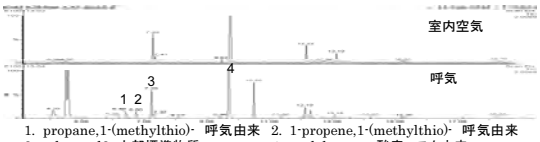
2．実験方法

2．1　呼気採取・濃縮方法

呼気採取は酸素マスク、定流量ポンプにより呼気を吸引し、捕集管により濃縮する方法を用いた[1,2]。呼気採取は流量200mℓ/minで12.5分間行い、捕集量は2.5ℓとした。呼気の採取・濃縮に用いた装置等を表1に示す。本方法で呼気が採取できていることを、呼気と室内空気の比較により確認した（図１）[3]。

表１　呼気採取・濃縮に用いた装置等

呼気採取・濃縮に用いた装置等		
定流量ポンプ	SP208-1000Dual Ⅱ	ジーエルサイエンス
捕集管	Tenax TA	パーキンエルマー
酸素マスク	酸素フェースマスクOX-135	アトムメディカル



1. propane,1-(methylthio)-　呼気由来　2. 1-propene,1-(methylthio)-　呼気由来
3. toluene d8　内部標準物質　4. cyclohexane　酸素マスク由来

図１　室内空気と呼気の比較

2．2　揮発性物質の分析

揮発性物質の捕集後、内部標準物質（Toluene d8）を添加し、加熱脱着装置及び質量分析ガスクロマトグラフ(GC/MS)を用いて分析した。

加熱脱着及びGC/MS分析条件は、表２に示す。

表２　揮発性物質の分析条件

加熱脱着 GC/MS 条件	
加熱脱着	サーマルデソープション TurboMatrix ATD（パーキンエルマー製）
捕集管の条件	
吸着剤	Tenax TA
脱着温度	280℃
脱着流量	30mℓ/min
脱着時間	10分
入口スプリット	20mℓ/min
トラップ管の条件	
吸着剤	Tenax TA
トラップ温度	5℃
トラップ昇温速度	40℃/sec
脱着時間	25分
出口スプリット	10mℓ/min
GC/MS	Clarus 500 GC/MS（パーキンエルマー製）
カラム	HP-5MS (60m、0.25mm、0.25μm)
温度	50℃(2min)～10℃/min～280℃(5min)
Carrier gas	ヘリウム、17psi
MS mode	Scan
MS range	33-400

2．3　咽頭逆流モデルによる評価

咽頭逆流モデル呼気と通常呼気の揮発性物質の揮発量を比較した。咽頭逆流時には咽頭に逆流物が付着した状態になると考え、飲料15mℓでぅがいをし、水で口をゆすいだ後の呼気を咽頭逆流モデル呼気とした。飲料は揮発性物質として2,3,5-Trimethyl pyrazine[4]を含むココア、Limoneneを含むオレン

ジジュース及びMentholを含むミントティーを用いた。揮発量の差の統計解析は、関連のある２群の差の検定（Paired t-test）で行った。

２．４　経時変化

食品摂取後の呼気中の揮発性物質を経時的に測定した。測定条件は表３に示す。

表３　測定条件

測定条件		
①食品摂取前の呼気採取 （流量200mℓ/min、捕集量2.5ℓ）		
②LimoneneまたはMentholを含む食品摂取		
Limoneneを含む食品	農協果汁Tastyオレンジ100%　200mℓ	日本ミルクコミュニティー
Mentholを含む食品	エンゲリードミニ（ミント風味）　2個	大塚製薬
③口腔内洗浄のため水を摂取	100mℓ（Limonene食品）、150mℓ（Menthol食品）	
④食品摂取後の呼気を採取 （流量200mℓ/min、捕集量2.5ℓ）	摂取直後～12.5、12.5～25、25～37.5、37.5～50、 50～62.5、62.5～75、75～87.5、87.5～100、100～112.5分	

３．結果と考察

３．１　咽頭逆流モデル

ココアを用いた咽頭逆流モデル呼気中に、2,3,5-Trimethyl pyrazineを検出できなかった（図２）。一方、Limonene、Mentholは呼気濃度で検出できた（図３）。オレンジジュースを用いた咽頭逆流モデル呼気中にLimoneneを通常呼気よりも有意に多く検出した（p=0.007;両側検定）。ミントティーを用いた咽頭逆流モデル呼気中と通常呼気中のMentholには、有意な差はなかったが、咽頭逆流モデル呼気中の方がMentholを多く検出するように見受けられた。

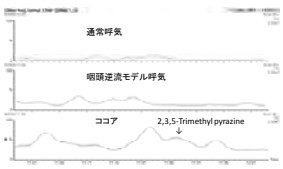


図２　通常呼気と咽頭逆流モデル呼気の比較

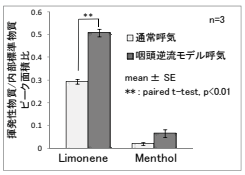


図３　通常呼気と咽頭逆流モデル呼気の比較

３．２　経時変化

Limonene、Mentholともに摂取後の時間経過により、呼気中濃度は減少するように見受けられ、吸収後、肺からの放出は少ないと考えられた。しかし、Limoneneは摂取して37.5分後まで摂取直後と同濃度検出され、100分後においても、摂取前の10倍程度検出された（図４）。一方、Mentholは摂取直後が最も多く検出され、その後速やかに減少し、100分後において摂取前の３倍程度検出された（図５）。これらのことから、逆流時の呼気中濃度変化を鋭敏にとらえ得るMentholの方がLimoneneよりも逆流の指標に適していると考えられた。

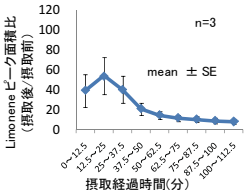


図４　呼気中のLimoneneと摂取経過時間の関係

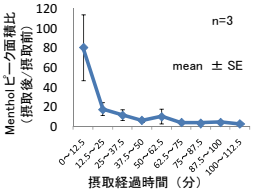


図５　呼気中のMentholと摂取経過時間の関係

４．まとめ

2,3,5-Trimethyl pyrazineは呼気濃度で検出できず、逆流指標としての利用は困難と考えられた。pHを推定するためには、呼気濃度で検出可能な物質を今後、選別していく必要がある。一方、Limonene、Mentholは呼気濃度で検出可能で、肺からの放出は少ないと考えられた。また、Mentholの方が摂取後、速やかに呼気中から減少するため、逆流指標として適していると考えられた。今後、逆流が疑われる高齢者において、Menthol摂取後の呼気採取と咽頭逆流検査（pH・インピーダンス測定）を同時に実施し、呼気により咽頭逆流の判定が可能か検討する。

参考文献

１）世古民雄 他：空気中の揮発性有機化合物分析における熱脱着法の吸着剤TenaxTA/Carboxen 1000の特性, 分析化学, Vol.52, No.12, 1215-1220 (2003).

２）伊佐治信一 他：マルチベット型捕集剤(Tenax TA/Carboxen1000)を用いたVOC測定法の検討, *J. Hokkaido For. Prod. Res. Inst.* Vol.19, No.3, 7-10 (2005).

３）Michael Phillips et al: Variation in volatile organic compounds in the breath of normal humans, *Journal of Chromatography B,* 729, 75-88 (1999).

４）結城 茜 他：呼気から咽頭逆流を推定できるシステムの構築－揮発性物質のpH依存性の検討－静岡県工業技術研究所研究報告第３号,19-20(2010).

【ノート】

マイクロニードルの開発

― フォトファブリケーション技術による微細構造体の作製（第２報）―

材料科　材料スタッフ　　増井裕久*　宮原鐘一**　田光伸也***

Development of the micro needle

Production of the micro structure by photofabrication technology (2nd report)

Hirohisa Masui, Shouichi Miyahara, Shinnya Takou

１．はじめに

本研究では、フォトファブリケーション技術と精密電鋳技術を用いて、機械加工で作製することが困難な微細な構造体（微細金型や超精密部品など）を比較的容易に安価で供給する方法の開発を目的としている。その一つとして、近年、微小化学分析システム（μ-TAS）やドラッグデリバリー（DDS）など微小流体を扱うシステムに注目が集まっていることから、それらへの応用が可能なマイクロニードルの開発に取り組んできた。昨年は、マトリックス状に配置した100μm径、高さ300μmのマイクロニードルを作製し報告した[1)]。ここでは、フォトファブリケーション技術による注射針形状の作成を目指した凹形状の作製の検討を行ったので報告する。

２．実験方法

ガラス基板上にPDMS（ポリジメチルシロキサン）の堰を作り、そこにネガ型の厚膜レジストを滴下した。熱処理（95℃、24時間程度）を行いレジストを硬化させた後、レジストを塗布していない方向からUV露光を行った。（基板透過露光法）露光後は、40℃で20時間保持した後、95℃で6分間の熱処理（PEB）を行った。PEBの後、PGMEA（プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート）を用いて現像を行い、エタノールを用いて洗浄後、乾燥した。その後SEMによる観察を行った。使用した材料は、ガラス基板がカバーガラス（厚み0.12～0.17㎜、マツナミ製）、厚膜レジストがSU-8 10（化薬マイクロケム製）、PDMSがシルポット181（東レダウコーニング製）を使用した。露光機は、PEM-1000（ユニオン光学製）を用い、フィルターを用いてI線による露光を行った。

使用したマスクは、1/5縮小露光フォトマスク作製機MM605（ナノテック製）を用い、フィルムに設計図面を印刷し、それをガラス乾板に投影露光し作製した。ガラス乾板は、ハイレゾリューションフォトプレートHRP-SN-2（コニカミノルタ製）使用した。

３．結果と考察

SU-8の凹形状の作製は、現像が困難なためあまり行われていない。これは、現像時に溶解したレジストを含む現像液の現像能力が著しく低下するためである。通常の浸積法の他、超音波やスプレー式の現像方法などが試みられているが、常にフレッシュな現像液を供給することは難しい。そこでレジストを現像液の上端面に配置、静置した状態での現像を試みた。現像液よりもレジストの比重の方が高いため、溶解したレジストは沈み、常にフレッシュな現像液が供給されることになる。浸積法よりも短時間に現像が処理できるほか、凹形状のような複雑な構造体の現像にも有効であった。ただし、容器の攪拌などに注意が必要なこと、現像液の交換のタイミングが分かり辛いことなどの欠点もある。

この現像方法を用いて作製した凹形状構造体を図１に示す。凹部の径は100μm、高さが360μmで、底面にガラス面が出ていることが確認できた。凹径が100μm以下の場合、高さを高くした場合でも凹

*）現　経済産業部新産業集積課　　**）現　金属材料科　　***）現　浜松工業技術支援センター

【ノート】

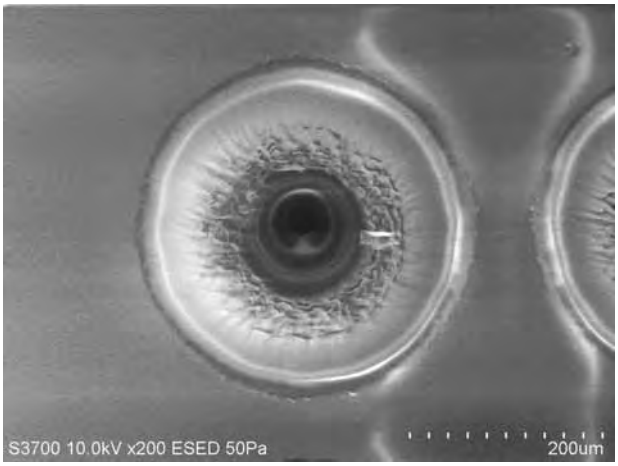


図１　SU-8による凹構造体のSEM写真

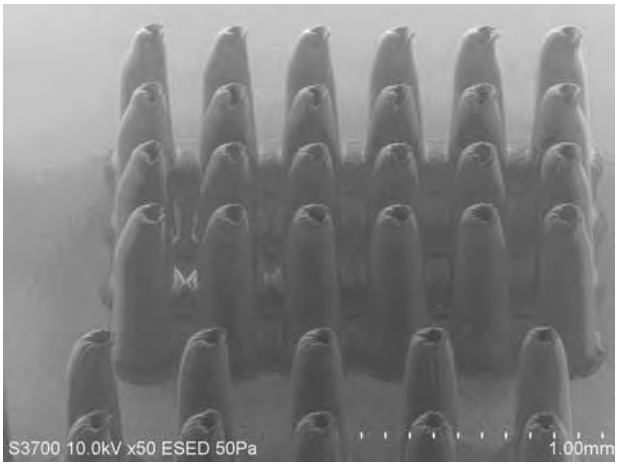


図２　注射針構造のSEM写真

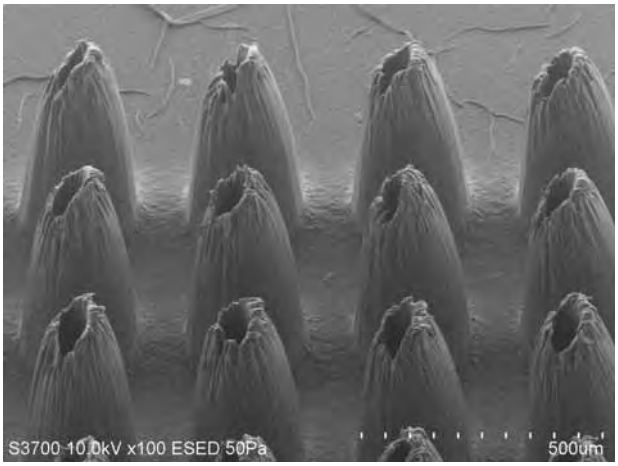


図３　先端に傾斜をつけた注射針構造体

形状の作製は可能であるが、場合により底面に非常に薄いレジストの残留が確認されることがある。マスク、ガラス基板または現像後の乾燥などの影響によると考えられる。

凹部分の径を75μm、全体径225μmで設計、作製した注射針構造体のSEM写真を図２に示す。基板透過露光では、UVの干渉・吸収の関係から自然にテーパが付いた構造体が作製される。その性質を利用し、十分な露光時間を設定することにより、図２のような高さ800μmの注射針構造体が作製できた。この方法では、先端は細く、上端部の高さが一定の構造体が作製できた。

図３に注射針の様に先端に傾斜がついた構造体のSEM写真を示す。針の径はこれまでと同様に全体225μmφ、凹部75μmφ、高さは430μmである。先端の傾斜は、UVの透過量に変化をつけたマスク（グレイスケールマスク）を使用した。グレイスケールマスクのUV透過量は、完全に透過する部分を100％とすると90～100％で設定した。図３の作製は、90～100％が適していたが、この割合は、露光量や最大透過量の値によって大きく変化する。露光量が多くなるに従い、透過量は微量の差でのコントロールが必要になる。また最大透過量の割合が小さくなるに従って、透過量は微量のコントロールが必要になる傾向が確認された。

図３から先端部が波打った形状になっていること、構造体表面が不均一な状態であることが確認できる。これはマスクに原因がある。マスク作製は、設計段階で単色でのグラデーションを設定し、それをプリンターで印刷したものを縮小投影して作製する。プリンターのドットが大きいため、グレイの設定では印刷ドットのばらつきが生じ、それが1/5縮小では解消されずに残ってしまい、まだらなグラデーションになったことが理由である。この解消方法には、ピントをずらしてのグレイスケールマスク作製が有効であると考えられる。

４．まとめ

SU-8の凹形状の作製には、現像液上部にレジストを配置した現像方法が有効であった。その方法を利用し、注射針形状の構造体を作製した。

参考文献

１）増井裕久他：静岡県工業技術研究所研究報告,2, 32-35(2009)

【ノート】

マイクロニードルの開発

― 鉄の表面処理方法の検討 ―

材料科　材料スタッフ　　宮原鐘一*　増井裕久**　田光伸也***

Development of a micro-needle

― Surface treatment for iron ―

Shouichi Miyahara, Hirohisa Masui and Shinya Takou

1．はじめに

近年、微小化学分析システム（μ-TAS）や経皮薬物伝達システム（TDS）の様に、微小流体を扱うシステムに注目が集まっている。これらを使う際には、サンプリングや薬品投与のためにマイクロニードルが必要となる。当所では、フォトリソグラフィー技術を利用して作製した電鋳型(厚膜レジストSU-8転写型PDMS)による電鋳条件を検討し、機械的強度に優れる鉄や鉄合金の電鋳マイクロニードルを開発するための研究を行っている[1－4]。フォトファブリケーション技術と精密電鋳技術を組み合わせることにより、微細な吐出口を有する中空針の実現を目指している。注射針のマイクロ化が可能になれば、医療・バイオ産業分野での応用可能性が拡大できると考えている。鉄製マイクロニードルを使用するに際しては、薬液等をニードル中に充填したりニードル外へ射出したりことを考慮しなければならない。そのためには、ニードルの内・外表面の親水化あるいは疎水化制御することが有効と考えている。また、防錆等の表面保護も考慮する必要がある。

本発表では、機能性薄膜の付与による表面処理に注目し、チオール系あるいはシラン系の自己組織化単分子膜(Self-Assembled Monolayer；SAM)を利用した表面処理方法を検討した結果について報告する。

2．実験方法

2．1　処理方法

鉄電鋳マイクロニードル等の立体形状への展開を検討するに先立ち、鉄平板の表面処理について、チオール系SAMあるいはシラン系SAMの効果を確認した。基材は、鉄ハルセル板（㈱山本鍍金試験器製B-60-P01）を約35×15㎜（0.3㎜厚）に切り出し、20 vol%塩酸にて亜鉛鍍金を除去し、水洗・エタノール洗・乾燥したものを用いた。この鉄基板を紫外線洗浄した後（SEN LITGHS CORP.,製PL16-110D)、各種溶液に浸漬することで各種SAMの付与を試みた。

チオール系溶液においては、オクタデカンチオール[$CH_3(CH_2)_{17}SH$、以下C18SH]によるSAM形成を期待した。シラン系溶液においては、オクタデシルトリクロロシラン[$CH_3(CH_2)_{17}SiCl3$、以下OTS]によるSAM形成を期待した。処理後の鉄基板を評価し、チオール系およびシラン系SAMを用いた表面処理の効果について検討した。表面処理の条件を表１に示す。

表１．表面処理条件の概要

処理条件	期待する効果	溶質/溶媒	濃 度	浸漬時間
Etching	OTSのSAM	－	－	約12hr
UV	紫外線洗浄	－	－	
EtOH	溶媒の影響	－ /EtOH	－	12hr
C18SH-1mM	C18SHのSAM	C18SH/EtOH	1.0mM	12hr
C18SH-3mM	C18SHのSAM	C18SH/EtOH	3.0mM	12hr
Toluene	溶媒の影響	－ /Toluene	－	1hr
OTS-5min	OTSのSAM	OTS/Toluene	2.4mM	5min
OTS-1hr	OTSのSAM	OTS/Toluene	2.4mM	1hr

2．2　評価方法

鉄基板の水接触角は、接触角計(KSV製CAM200)を用いて確認した。さらに、1kMのNaCl溶液中の自然電位をポテンショスタット(HD製HA-151A)等を用いて測定した。測定システムの概要を図１の通り。

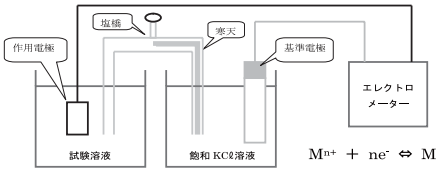


図１．自然電位測定システムの概略図

*）現　金属材料科　　**）現　経済産業部新産業集積課　　***）現　浜松工業技術支援センター

【ノート】

３．結果

３．１　水接触角

チオール系溶液に浸漬した鉄基板について、水接触角の測定結果を図２に示す。チオール系溶液に浸漬した鉄基板の水接触角は、C18SH-3mMにおいても85°程度に留まっている。表面処理に起因する撥水効果は不十分であり、C18SHのSAMが充分な膜構造を以って形成できていない可能性が高い。

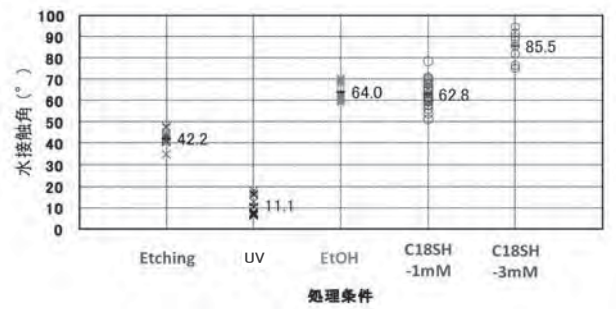


図２．チオール系溶液で処理した鉄基板の水接触角

シラン系溶液に浸漬した鉄基板について、水接触角の測定結果を図３に示す。シラン系溶液に浸漬した鉄基板の水接触角は、OTS-5minでもOTS-1hrでも130°に達している。鉄表面の撥水化が実現できており、OTSによるSAMあるいは類似する膜構造が形成できている可能性が高いと考えられる。

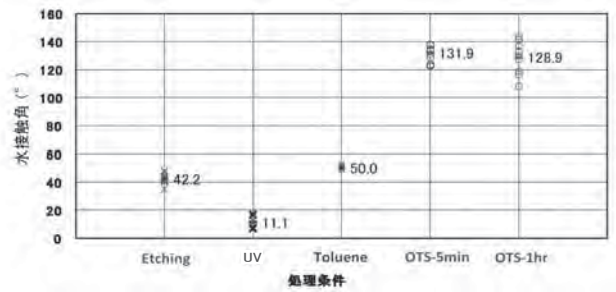


図３．シラン系溶液で処理した鉄基板の水接触角

３．２　自然電位

各種溶液で処理した鉄基板において、自然電位の測定結果を図4に示す。C18SH-3mMでもOTS-1hrの処理でも、自然電位はEtching時よりも高くなっている。いずれの処理においても、何らかの膜が鉄基板上に形成されていると思われる。ただし、チオール系溶液よりシラン系溶液で処理した方が、自然電位はより高くなる傾向がある。チオール系溶液による処理よりも、シラン系溶液で処理した方が鉄基板の表面保護効果は大きいと推測している。

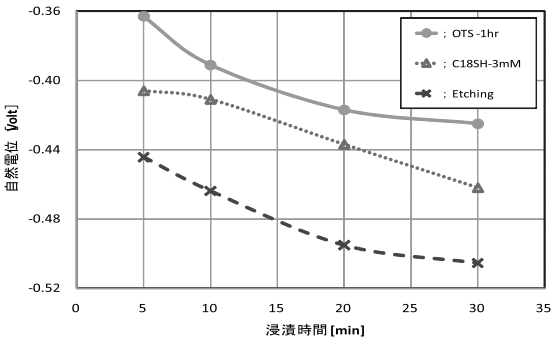


図４．各種溶液で表面処理した鉄基板の自然電位

４．考察

本報告で検討した条件においては、チオール系溶液による処理で充分な撥水効果が得られなかった。鉄の表面処理方法としては、適していない。

一方、シラン系溶液による処理では、オクタデカンチオールのトルエン溶液（2.4mM）に数分間浸漬することにより、水接触角$\theta \fallingdotseq 130°$程度の撥水性を実現できることが確認した（図５）。未処理の鉄表面の水接触角$\theta \fallingdotseq 40°$程度であるため、親水・撥水性表面の使い分けが実現できる。ただし、膜構造の解析は不充分であり、撥水効果の持続性・耐久性等には検討の余地が残されている。さらには、防錆等の保護効果や超撥水化等について、引き続き検討する必要がある。

図５．OTS/Toluene溶液（2.4mM）に５分間浸漬した鉄基板の水接触角の実測例（OTS-5min）

参考文献

１）増井裕久他：静岡県工業技術研究所研究報告，2，32-35(2009).
２）田光伸也他：静岡県工業技術研究所研究報告，2，62-64(2009).
３）増井裕久他：静岡県工業技術研究所研究報告，1，5-8(2008).
４）高木誠他：静岡県工業技術研究所研究報告，1，27-28(2008).

【ノート】

マイクロニードルの開発

― 電気化学的手法による鉄電析条件の検討 ―

材料科　材料スタッフ　　田光伸也*　増井裕久**　宮原鐘一***

Development of a micro-needle

－Examination of the paramaters for iron electroforming by electrochemical mesurement－

Shinya Tako, Hirohisa Masui and Shoouichi Miyahara

1．はじめに

これまで我々はグレーマスクを利用して作製した母型を用い、ニッケル電鋳による三次元構造体の作製に取り組んできた。しかしニッケルには毒性の懸念や使用規制の動きがあり、用途拡大のためにはニッケル以外の金属を使用する必要がある。このため機械強度に優れ、幅広い用途で使用されている鉄に注目し、電鋳により微細構造を得るためのめっき液を開発した。本研究では、これまでに開発した鉄めっき液について電気化学的手法等を用いて最適なめっき条件を検討した。

2．実験方法

2．1　皮膜生成と撹拌効果の検証

⑴　供試体（作用極）

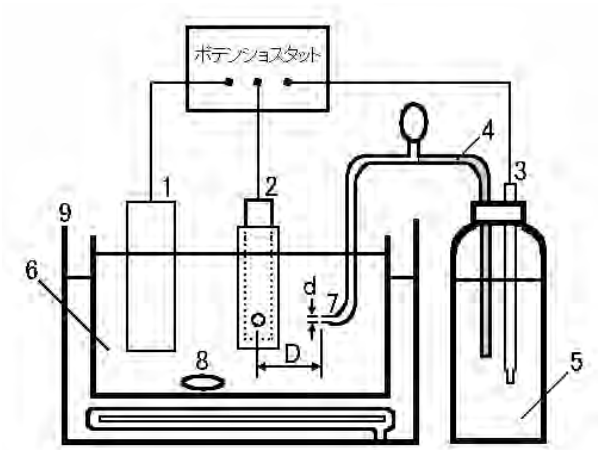
ハルセル陰極板・黄銅（㈱山本鍍金試験器製）を10㎜×70㎜程度の短冊状に切断し、市販のビニルテープで挟み込むようにマスキングした。ビニルテープの片面にφ6㎜の穴を空け黄銅を露出させた。前処理として10wt％水酸化ナトリウム水溶液中で30秒間カソード電解脱脂（3V定電圧、室温）を行い、5wt％塩酸で活性化した。

⑵　鉄めっき液

塩化鉄(Ⅱ)と硫酸鉄(Ⅱ)を主成分とし、L(+)－アスコルビン酸と緩衝剤を少量添加しためっき液を試験溶液に用いた。浴温度は40℃とし、アンモニア水溶液によりpH4に調整した。

⑶　カソード分極曲線の測定

鉄めっきの電流密度の最適化と撹拌の効果を検証するため、Ptを対極としてポテンショスタット（北斗電工㈱製　HZ3000）により自然電位から－2.0Vまでカソード分極曲線を測定した。スターラーによる撹拌を行う場合と行わない場合の２種類について、各２回ずつ測定を行った。使用した電気化学測定装置の概要を図１に示す。ここでルギン管開口部の直径をｄ、ルギン管から作用電極までの距離をDとした時、理論値ではD=2dにおいて溶液抵抗による電圧降下が最小となるが、本研究における試験溶液のイオン濃度は十分高く溶液抵抗を無視できるので、ルギン管による作用電極の遮蔽を防ぐためD≫2dとした。[2)]



4	対極	1	塩橋	7	ルギン管
5	作用電極	2	飽和 KCl	8	スターラー
6	参照電極	3	鉄めっき液	9	WB

図１　実験装置の概要

2．2　電気化学による電流密度の検討

カソード分極曲線と同様の供試体をカソードに用い、クロノアンペロメトリーにより－0.5V～－2.0Vにおいて鉄の電析を行った。得られた皮膜につい

*）現　浜松工業技術支援センター　　**）現　経済産業部新産業集積課　　***）現　金属材料科

て、走査型電子顕微鏡（㈱日立ハイテクノロジーズ製　S-3700N）とそれに付随するエネルギー分散型X線分析装置（㈱堀場製作所製　EX-250）を用いて評価を行った。

３．結果および考察

３．１　撹拌効果について

得られたカソード分極曲線を図2に示す。自然電位から約－0.7Vの範囲では撹拌による電流の増加が大きかった。撹拌は拡散層を薄くする効果があるため、－0.7Vまでは拡散律速であることが分かる。－1.0V以下では撹拌の有無にかかわらず同様の曲線を描いており効果が認められなかった。撹拌の効果が認められる電位域では鉄の析出速度が低く、電析における効果が得られないため、溶存酸素の増加を抑え、めっき液の劣化を防ぐため撹拌は行わないこととした。

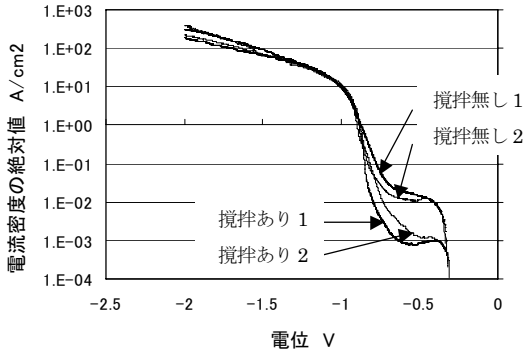


図２　カソード分極曲線

３．２　電流密度について

－0.5Vから-2.0Vの範囲で鉄を定電位電析し、SEM-EDXおよび蛍光X線膜厚計で評価した。0.9V、1.5V、2.0VにおけるSEM画像を図３に、得られた蛍光Ｘ線スペクトルを図４に、電析電位と蛍光X線膜厚計による鉄めっき厚さおよびEDXによる酸素ピーク強度の関係を図５に示す。

図3,4において酸素ピークが高い系ほど表面のクラックや凹凸が激しくなり、多くの酸素を含む鉄合金皮膜が形成されていると推測される。また、拡散律速から電荷移動律速に転換する-0.9V辺りから鉄の析出量が増加しているが、高電流密度域では異常析出が認められるため、低酸素含有量かつ良好な電流効率を実現するには-0.9Vにおける電析がめっき条件として適切であることが分かった。

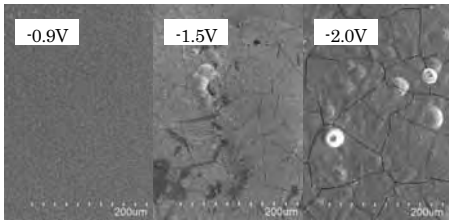


図３　鉄めっき皮膜のSEM画像

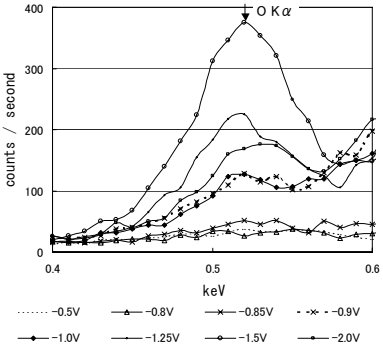


図４　酸素の蛍光Ｘ線スペクトル

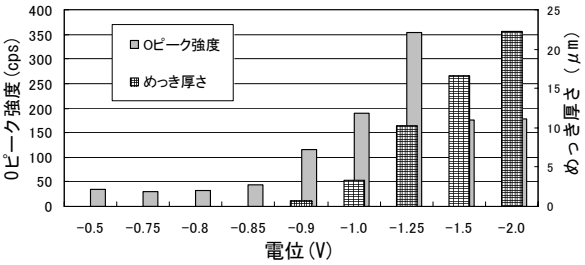


図５　電位とめっき厚さおよび酸素ピーク強度の関係

４．まとめ

本研究に使用した鉄めっき液は電荷移動律速の領域において鉄の析出が起こり、拡散律速から電荷移動律速に変化する電位付近で最も良好な皮膜を得ることができた。電流を増加させると得られる皮膜のクラックが増加し、電流効率が低下すると共に、皮膜の酸素濃度が高くなるため、カソードにおいて水素発生以外の副反応が生じ、不純物として取り込まれていると考えられる。これらにより最適な鉄めっき条件を求めることができた。

参考文献

１）田光伸也他;静岡県工業技術研究所研究報告, 2,62-64(2009)

２）電気化学会編;電気化学測定マニュアル　基礎編 (丸善, 2005)

【ノート】

水ぜい性を抑えた高強度ダクタイル鋳鉄の開発

材料科　材料スタッフ　　松野正幸*　岩澤　秀**　河部昭雄*
株式会社今泉鋳造鐵工所　　名波　豊　佐藤央哉

Development of inhibiting water brittleness of high strength ductile cast iron

Masayuki Matsuno, Shigeru Iwasawa, Akio Kawabe, Yutaka Nanami and Hisaya Sato

1．はじめに

ダクタイル鋳鉄は、鋼に近い機械的性質（強度および伸び）を有し、少ない機械加工で素材の最終形状を得られるので、自動車部品、機械部材および建築構造材に多く用いられている。しかし昨今、引張強さ800 N/㎟程度以上の高強度ダクタイル鋳鉄では、微量の水分付着により通常の強度および伸びが大きく低下して脆くなる性質（水ぜい性）の存在が明らかになってきた。材料表面に油やペンキなどを塗布し、水気を遮断して水ぜい性を防止することは可能であるが、あくまでもこれらの塗膜が損傷していないことが前提である。これまで、素地組織のフェライト化球状黒鉛の微細化などにより、水ぜい性を抑制できると報告されている。本研究では、水ぜい化防止を目的として数種の供試体を作製し、これらについて特性評価を行った。

2．実験方法

2．1　供試材の作製

① 水ぜい化におよぼす溶製条件の影響を検討するため、以下の供試体を作製した。砂型あるいは金型へ鋳込むことによる黒鉛粒数の調整（H2）

② 使用する原材料が高純度銑鉄あるいはスクラップ材の違いによるフェライト析出のし易さ（H1, H3）

各供試材の作製条件を表1に示す。

2．2　組織観察

2．1で作製した供試材から試験片を切り出し、

表１　供試体の作製条件

供試材	鋳型種類	接種剤添加	原材料
H1	砂型	なし	高純度銑鉄
H2-1	砂型	有り	高純度銑鉄
H2-2	金形	有り	高純度銑鉄
H3-1	砂型	なし	スクラップ材
H3-2	砂型	なし	スクラップ材

これらを鏡面研磨した後、金属顕微鏡（オリンパス㈱PMG3-614U）により金属組織を観察した。

2．3　硬さ測定

2．2同様、供試材から切り出した試験片を鏡面研磨した後、ブリネル硬度計およびマイクロビッカース硬度計により硬さを測定した。また、水ぜい化の硬さに与える影響を検討するため、水に5分間浸漬させた後のブリネル硬さも測定した。

2．4　熱処理

試料にオーステンパ熱処理を行い、素地をベイナイトとした。

3．結果

図1に、各試験片のミクロ組織を示す。金型に鋳込んだH2-2では、砂型に鋳込んだH2-1などに比べて黒鉛粒が小さかった。これは、凝固時の冷却速度が速いことに起因すると考えられる。

*）現　沼津工業技術支援センター　　**）現　金属材料科

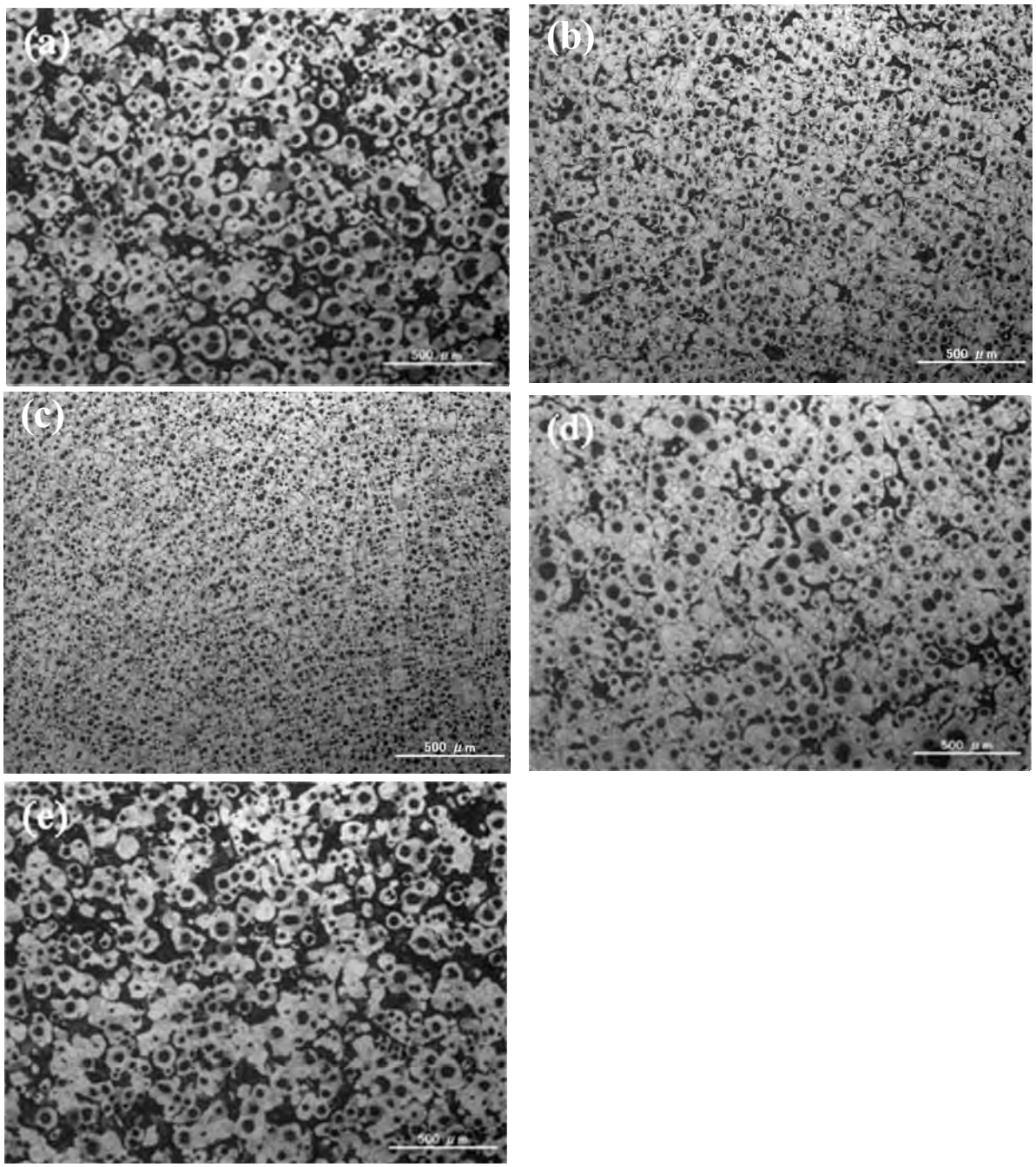


図１　(a) H1、(b) H2-1、(c)H2-2、(d)H3-1、(e)H3-2のミクロ組織（全て鋳放し材）

図２に、各試験片のブリネル硬さおよびマイクロビッカース硬さを示す。H3-2が最も硬く、H3-1が最も軟らかいことがわかった。水に浸漬させた後の硬さについては、H3-1が大きく軟化しているが、その他の試験片については大きな変化が認められなかった。よって、H3-1には水ぜい化が起こっている可能性が高い。

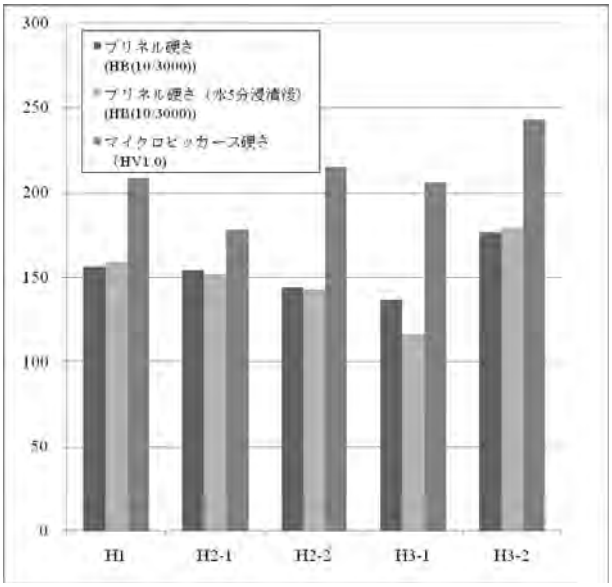


**図２　各試験片のブリネル硬さおよび
マイクロビッカース硬さ**

４．まとめと今後の展望

溶製条件を変えた５種類の高強度ダクタイル鋳鉄を作製した。これらの試験片について、金属組織観察および硬さ測定を行い、以下の結果を得た。

① 金型を用いて作製したH2-2の黒鉛粒が、他の試験片に比べて細かかった。
② H3-2が最も硬く、H3-1が最も軟らかいことが分かった。水ぜい化はH3-1には起こったが、他のサンプルでは確認できなかった。

今後は、オーステンパ熱処理したサンプルについて、水の影響を確認しながら各種分析を行う。

謝辞

本研究を進めるにあたり、御助言いただきました東京都市大学工学部　白木尚人准教授に深く感謝いたします。

【ノート】

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

機械電子科　機械スタッフ　　船井　孝*　長津義之*　鈴木敬明*
加藤俊文*
理化学研究所　　中村佐紀子　横田秀夫　姫野龍太郎
ソフトプレン工業株式会社　　袴田恭正　亀井　力　前嶋文明

The measurement of the mattress's deformation with human in supine position for biomechanics simulation

Takashi Funai, Yoshiyuki Nagatsu, Taka-aki Suzuki,
Toshifumi Kato, Sakiko Nakamura, Hideo Yokota,
Ryutaro Himeno, Yasumasa Hakamada, Tsutomu Kamei
and Fumiaki Maejima

１．はじめに

人体の形状データ [1]を使った力学的シミュレーション（以下、生体力学シミュレーション）は医療や福祉機器の開発に有効なツールであり、これまでに、身体組織の物性値データベースの構築 [2]や、製品開発を視野に入れた事例解析が行われている[3]。これらの研究では、シミュレーション環境の整備や、シミュレーションが実施できることの確認が行われているが、製品開発で活用するためには、さらにシミュレーション結果の信頼性を確認する必要がある。信頼性の確認は、実験結果とシミュレーション結果の比較が有効であり、現在ターゲットとしている仰臥位におけるマットレスの変形を再現するシミュレーションでは、マットレス表面の圧力分布や変形量を測定し、シミュレーションの結果との比較を行う必要がある。このうち、圧力分布は市販の機器を使うことで測定可能だが、マットレスの変形は人体の下側で起こるため、測定が困難である。

医療で使われる磁気共鳴画像装置（MRI: Magnetic Resonance Imaging）は、対象の断面画像を様々な角度から撮影可能であるため、仰臥位におけるマットレスを撮影すれば、変形したマットレスの断面画像を得ることができると期待される。本研究では、MRIでマットレスの変形を数値化するために、①「造影剤を塗布した撮影用マットレスの作成」、②「仰臥位におけるマットレスのMRI撮影と、マットレスの変形量の数値化」を行った。

２．方法

２．１　撮影用マットレスの作成

600×400㎜、厚さ80㎜のマットレスを、図1に示すように第一層から第四層に切断し、各層の上面に40×40㎜の格子状に造影剤を塗布した（図２）。ただし、第四層だけは上面、下面の２面に造影剤を塗布した。造影剤が乾燥した後に各層を接着して元の形状にもどし、MRIで撮影可能な造影剤を有する断面を５つ持つ撮影用マットレスを作成した。

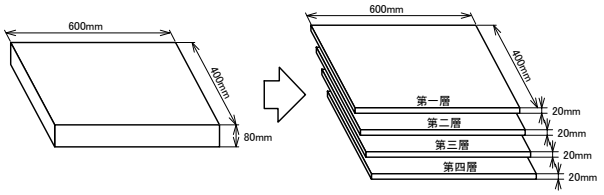


図１　マットレスの切断

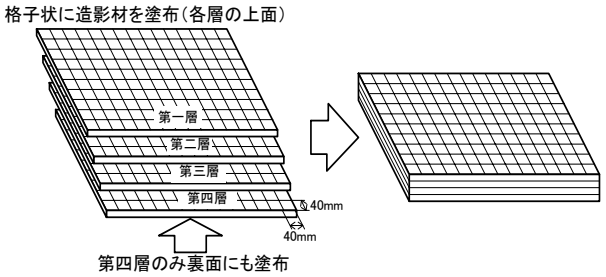


図２　造影剤の塗布

*）現　機械科

2．2　マットレスの変形量の数値化

図3に示すように撮影用マットレスに被験者が仰臥位で寝た状態を東芝メディカルシステムズ株式会社製MRI：MRT-200P2で撮影した。撮影は、マットレスの変形が大きくなると予想される尾てい骨周辺と肩甲骨周辺を含んだ図3に示す範囲で行い、Axial、Sagittalの断面をそれぞれ9㎜、7㎜ピッチで行った。また、MRIで撮影した画像をもとに、画像処理ソフトEasyAccess（㈱アドサイエンス）を使い、変形したマットレスの形状の数値化を行った。

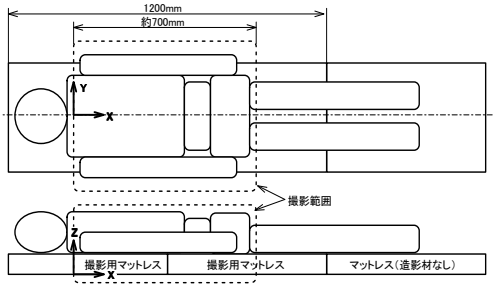


図3　MRI撮影

3．結果

被験者が仰臥位で撮影用マットレスに寝た状態（図3）をMRIで撮影した結果の一例として、尾てい骨付近のAxial断面と身体中心を通るSagittal断面の画像をそれぞれ図4、図5に示す。また、これらの画像をもとにマットレスの変形をグラフ化したものを図6、7に示す。

本手法により、マットレスの変形を定量的に取り扱うことができるようになり、シミュレーションの結果と比較可能な数値データを取得できた。

4．まとめ

本研究ではMRIで変形を可視化できるマットレスを作成し、仰臥位の被験者が寝た状態の断面画像からマットレスの変形を数値化することができた。今後は、仰臥位におけるマットレスの生体力学シミュレーションを実施し、本実験で得られた実験値との比較、検証を行う予定である。

参考文献

[1]. 横田秀夫，ほか．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 Reseach, 9 MARCH 2010. ページ: 10-12.

[2]. 船井孝，ほか．超弾性を考慮した生体組織の物性値データベース構築 : 第20回バイオエンジニアリング講演会講演論文集，2008. ページ: 231-232.

[3]. 船井孝，ほか．生体組織の物性値データベース構築とその応用事例 : RIKEN SYMPOSIUM Living Matter Simulation Reseach, 17 MARCH 2009. ページ: 40-48.

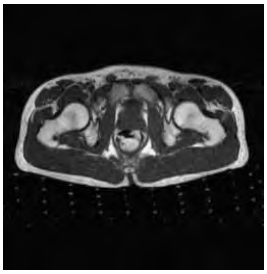


図4　Axial断面（X=585㎜）

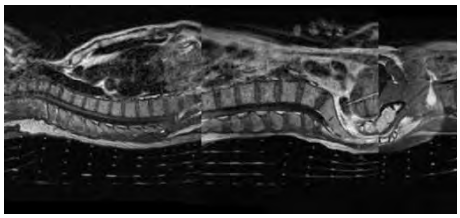


図5　Sagittal断面（Y=－4㎜）

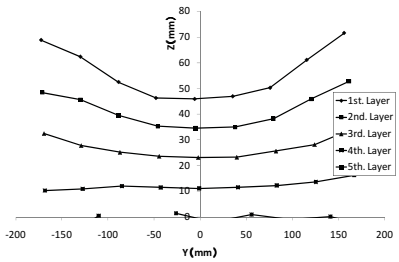


図6　Axial断面（X=585㎜）

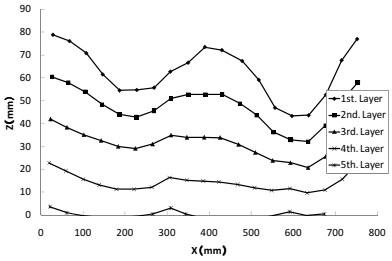


図7　Sagittal断面（Y=－4㎜）

【ノート】

ウルトラハイテンの物性及び曲げミュレーションについて

機械電子科　機械スタッフ　　長津義之*　船井　孝*　鈴木敬明*
加藤俊文*

Properties of Ultra High Tensile Strength Steel sheets and Simulation of bending

Yoshiyuki Nagatsu , Takashi Funai, Taka-aki Suzuki and Toshifumi Kato

１．はじめに

自動車産業を主として、プレス成形にハイテン材の導入が進み、引張強さが980MPaを超えるウルトラハイテンも多く用いられるようになっている。しかし、ハイテンは強度が高くなるほど、スプリングバック増大、延性低下の傾向があり、一般鋼材と同様な金型設計/修正技術では、割れや寸法不良が発生しやすく、ウルトラハイテン導入の障壁となっている。

本研究では、コンピュータシミュレーションによる成形予測精度を高め、ウルトラハイテンのスプリングバック制御可能なプレス金型設計システムの開発を目指している。成形予測には材料の機械特性の把握が不可欠であるが、コイル材は、圧延方向に対する向き及びコイル幅方向の位置による材料物性の差異を持つ。そこで、ウルトラハイテンの物性値のそれらの依存性及び曲げ成形性への影響の調査を行った。ここでは、得られた物性値による曲げシミュレーションと実加工の比較結果と合わせて報告する。

２．方法

２．１　材料試験

厚さ1.2㎜の590、780及び980MPa級それぞれのハイテン材（コイル幅980㎜）に単軸引張試験を実施した。それぞれの材料をコイル幅方向に右、左、中央と３分したそれぞれに、圧延方向に対して0、45及び90°の３種類の計９種類のJIS5号試験片を作成した。試験片を㈱島津製作所のオートグラフ（AG-25TA）にて引張り、0.2%耐力、n値等を計測した。

２．２　曲げ試験

曲げ成形性の評価のため、それぞれの材料に対して、2.1の引張試験片同様な位置・方向を持つ30×100（㎜）のブランクを切り出し、曲げ試験（図１）を実施した。押し込みは590、780及び980MPa級ハイテンに対しパンチ力でそれぞれ200kgf、350kgf及び500kgfまでとした。曲げ角はプロトラクタ（最小読み取り角５分）にて測定した。

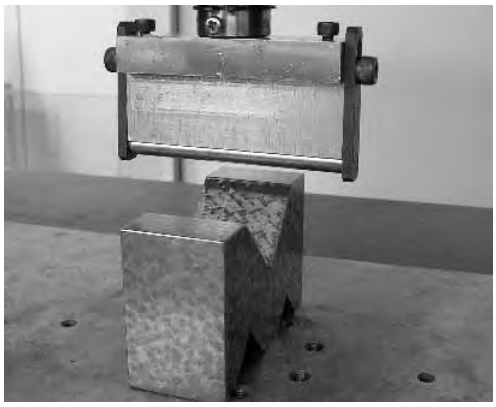


図１　曲げ型

２．３　曲げシミュレーション

曲げ試験について材料試験にて得られた物性値を用いて成形解析を行い、実試験との比較を行った。解析では応力ひずみ線図のモデルswift式$\sigma = A(\varepsilon_0 + \varepsilon)^n$を用い、計算はNewton-Raphson法で行った。解析ソフトはASU/P-formを用いた。材料要素は６面体要素で、厚さ方向に８層×600個とした。

３．結果

980MPa級ハイテンの引張試験結果を図２～図４に示す。980MPa級はn値が小さく、成形性、特に張出し性が低い材料といえる。また、各ハイテンの各物性値は、コイル幅方向の差異より、圧延方向に対する向きへの依存性の方が高い。また、それら物性の差異も強度が高くなるほど減少する傾向も見られた。

*）現　機械科

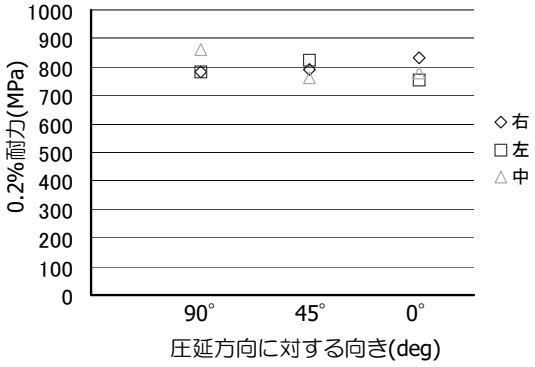


図２　980MPa級ハイテン耐力

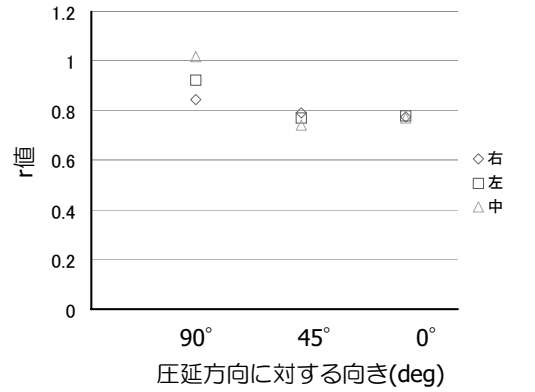


図３　980MPa級ハイテンr値

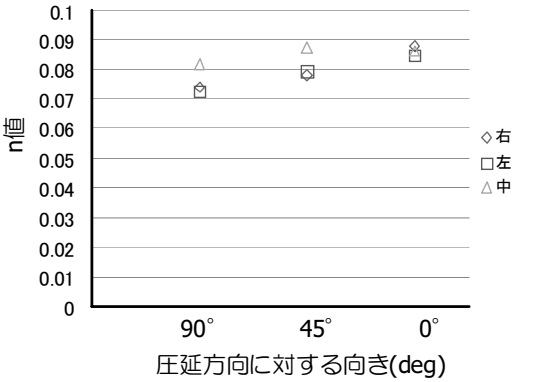


図４　980MPa級ハイテンn値

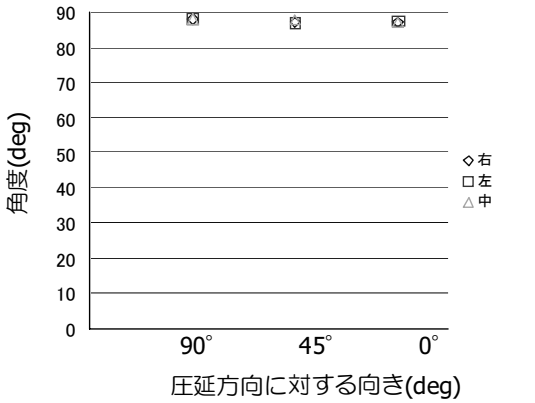


図５　980MPa級ハイテン耐力

また、曲げ試験結果（図５）においても、物性値を反映し、大きな差は見られなかった。

さらに、980MPa級の曲げ試験（90°右ブランク）におけるシミュレーションを行った結果、実試験と－１°10'の角度差となった。また、成形荷重を図６に示す。シミュレーション成形荷重の数個の小さいピークは、解析での計算上発生する、金型とブランクの要素の接触の問題に起因し、これは要素の変更等で改善が見込まれる。

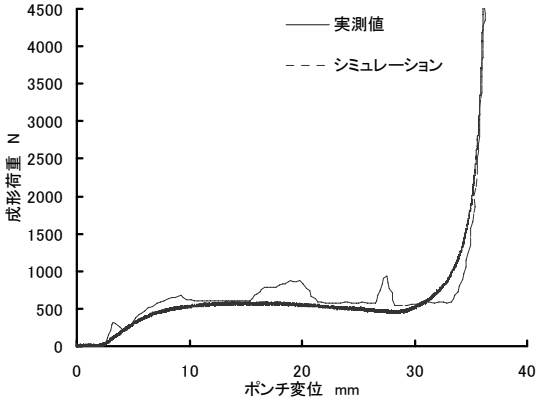


図６　980MPa級曲げ試験成形荷重

４．まとめ

ウルトラハイテンを含むハイテン材の材料試験及び曲げ試験を行い、圧延方向やコイル幅方向の差異と物性の関係を確認した。また、材料試験で得られた物性値を用いて曲げシミュレーションを行い、今回の手法が成形予測に有用であることが示された。

ウルトラハイテンの実部品の成形シミュレーションへの応用が今後の課題である。

謝辞

本研究は、平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業「省エネ軽量自動車向けウルトラハイテンのスプリングバック制御可能なプレス金型設計システムの開発」により実施した。また、ASU-P/formを貸していただきました株式会社先端力学シミュレーション研究所に深く感謝の意を表します。

【ノート】

ネットワーク機能未搭載機器の遠隔監視に関する研究

― 長期性能試験機向け遠隔監視システムの開発 ―

機械電子科　電子スタッフ　　長谷川和宏*　齊藤和明**

Studies on the Remote Monitoring System for Equipments without network features

Development of remote monitoring system for long-term performance testing machine

Kazuhiro Hasegawa and Kazuaki Saito

１．はじめに

企業では経営・生産合理化のため個人にかかる仕事の割合が増加し、さらなる業務の効率化や生産性の向上が求められている。当所保有の長期性能試験機器の利用は長期間に渡り、企業にとって稼働状況や試験状態を確認するための来所に費やされる時間は大きな負担となっている。また、設備利用者不在時における設備担当者の巡回監視も業務に支障をきたす場合も考えられる。利用者から、「自社に戻った後も必要に応じて試験状況の確認がしたい。」「異常時の迅速なトラブル対策に対応して欲しい。」等の声があり、遠隔監視や異常報知システムの構築に対する要望も多い。

そこで、離れた場所から試験状態や試験機の稼働状況の確認を可能にすることで企業ユーザや設備担当者の人的負担の軽減を目指し、急速温度変化試験機（EC-25EXTH）向けの遠隔監視システムの開発に取り組んだので、その経過を報告する。

２．開発方法

試験機の稼働状況等の情報は、情報取得用のパソコンやマイコン等を機器の通信条件に合わせ、シリアル接続することで取得する。

取得した試験情報は、情報取得用コンピュータにシリアル接続されたZigBeeモジュール（以下、XBeeという）のエンドデバイス[1)]を利用して、離れたXBeeのコーディネータ[1)]へ無線で送信する。受信した情報は監視用コンピュータが取得し、ユーザが確認できるような情報に加工し、異常等を報せる。

また、ネットワークカメラ（BB-HCM581：パナソニック製）を所内のネットワークに接続し、試験の稼働状況をブラウザの簡易操作により画像情報で監視できる環境を整備する。

３．結果と考察

試験機と情報取得用コンピュータ間のシリアル通信条件を表１に示す。制御用コンピュータからコマンド"C2"を送信すると、以下のような47バイト構成の試験情報の取得を確認した。異常がある場合、⑤がALMに、⑥に異常コードを出力する。

MN02　005 020.8 ** 00000:10 000 *** 1 0 RUN000

①　②　③④⑤　⑥

①温度データ

②残り時間または経過サイクル数

③空気温度：0 または 試料温度：1

④残り時間：0 または 経過サイクル数：1

⑤RUN：運転状態(STP：停止、ALM：アラーム)

⑥異常コード（01～182）

使用したXBeeの概要を表２に示す。エンドデバイスをATモード[1)]で、コーディネータは複数のエンドデバイスからの受信を想定して、APIモード[1)]

*）現　電子科　　**）現　企画調整部

に設定した。APIモードでは、送信元デバイスのIDを含むデータをフレーム単位で受信するため、監視対象が増えた場合に有効となる。XBeeとコンピュータ間のシリアル通信条件を表3に示す。

遠隔監視ステムを試作する予備試験として、情報取得用コンピュータから試験機のエラーコードに"@E"を付加して、"@E08"を送信した場合の監視用コンピュータで受信した情報を図1に示す。データ長[1)]は、2バイト目（MSB）、3バイト目（LSB）で確認でき、データ長までの3バイトと最後の1バイト（チェックサム[1)]）を除いた部分の長さとなる。この例では、実際の受信データ長（APIパケット[1)]）は、データ長の16バイトに4バイトを加算した20バイトとなる。送信元アドレス[1)]は4バイト目の0x90に続く8バイトである。受信データ[1)]は16バイト目の0x40からの4バイトである。受信データの抽出、データベース化された異常コードとのマッチング、異常情報の表示・ログの記録、異常情報とその対策を必要なユーザに電子メールで報せる異常報知アプリケーション（図1）を開発した。

また、ネットワークカメラを利用した試験機の稼働状況確認画像を図2に示す。試験室に行かなくても研究室より稼働状況を簡易に確認でき、巡回による監視も不要となり、担当者の利便性が向上した。

表1　急速温度変化試験機の通信条件

ボーレート	19,200	スタートビット	1bit
データビット	7bit	パリティビット	偶数
ストップビット	1bit	フロー制御	なし

表2　XBeeの概要

XBee	ハードウェア／ファームウェア
送信側	XBee ZB RF Modules Series2／ XB24-ZB：ZIGBEE END DEVICE AT 2864
受信側	XBee ZB RF Modules Series2／ XB24-ZB：ZIGBEE CORDINATOR API 2164

表3　XBeeとコンピュータ間の通信条件

ボーレート	9,600	スタートビット	1bit
データビット	8bit	パリティビット	なし
ストップビット	1bit	フロー制御	なし

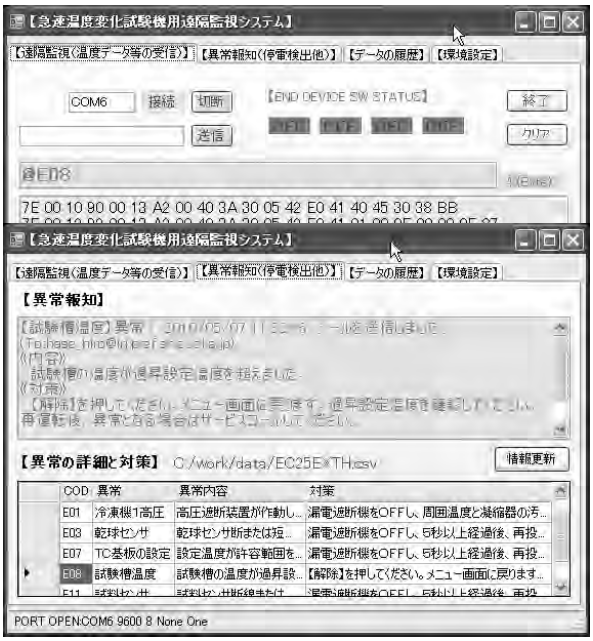


図1　開発した異常報知アプリケーション

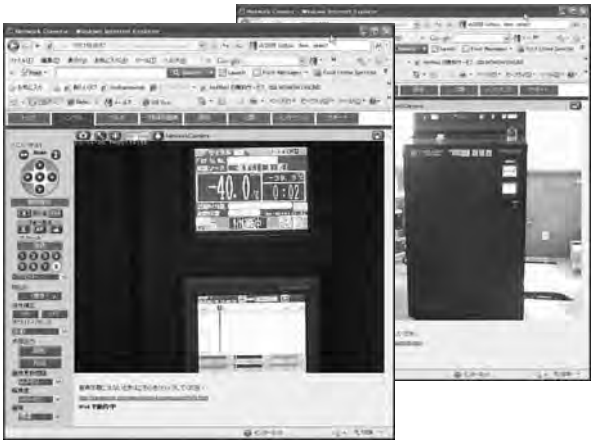


図2　急速温度変化試験機の稼働状況

4．まとめ

急速温度変化試験機向けに開発した異常報知アプリケーションは様々な機器・設備に応用が可能であり、省力化や利便性向上に貢献できる。今後、企業の工場設備等に展開していく予定である。

参考文献

1）Digi International Inc.：XBee®/XBee-PRO®ZB RF Modules, 62-120, Digi International Inc.（2009）.

【ノート】

ネットワーク機能未搭載機器の遠隔監視に関する研究

― 工場設備の安価な簡易遠隔監視システム構築について ―

機械電子科　電子スタッフ　　齊藤和明*　長谷川和宏**

Studies on Remote Monitoring System for Equipments without Network Function

Development of Simple and Low-Priced Remote Monitoring System for Factory Equipment

Kazuaki Saitoh and Kazuhiro Hasegawa

１．はじめに

平成20年度に実施した市場調査の結果[1)]、企業では機械設備の遠隔集中監視による効率化に対するニーズが高いことが分かった。具体的な要望としては、①工場で使用している多数のネットワーク未対応の古い設備を、最近のネットワーク対応の設備のように稼働・動作状況を確認したい、②製造工程における加工状態や設備異常を画像と音声で離れたところから確認したい、とのことであった。また、いずれの場合もシステム導入には安価である必要があることが分かった。

そこで、このような企業における生産効率の向上を目指して、マイコンを用いて工場設備の状態を取得・監視するシステムの試作開発及び市販のウェブカメラとマイクを用いて必要に応じて映像・音声でも確認できる遠隔監視システムの構築に取り組んだので、その結果を報告する。

２．方法

２.１　古い工場設備の稼動･動作状況監視システム

工場設備の制御に用いられているプログラマブルロジックコントローラ（以下、PLCという）のモデルとしてオムロン株式会社製SYSMAC C120を選定し、以下の動作を行うシステムを試作開発した。PLCの入力チャネルのON/OFF状態を、マイコン（PIC16F877）を使用して、RS232C のシリアル通信でパーソナルコンピュータ（以下、PCという）へ送信する。PCでは、受信したPLCの入力チャネルの状態に応じて、PCで入力したPLCに書き込まれたプログラムのラダー図の通りにシミュレートして、現在のPLCの出力状態を表示する。

２．２　製造設備の加工状態･異常監視システム

オープンソースのオペレーティングシステム（以下、OSという）、ストリーミングサーバやソフトウェアなどを利用し、安価なウェブカメラとマイクを使用して、所内LANのテストサーバで遠隔監視を行うシステムを構築した。

３．結果と考察

３.１　古い工場設備の稼動･動作状況監視システム

PLCの入力チャネルの状態をマイコンでPCに送信するための電子回路を設計し、C言語でプログラミングした。開発環境はMPLAB IDEを利用した。PLCの入力チャネルの状態を、PCで表示するためにフリーのMicrosoft Visual Basic 2008 Express Editionを利用して、アプリケーションを開発した。このアプリケーションは、PLCに書き込まれたプログラムのラダー図を入力するフォーム（図１）とPLCの入力チャネル・内部デバイス・出力の状態を表示するフォーム（図２）から構成している。このアプリケーションは、入力したラダー図を解読し、ラダー図の通りにPLCの動作をPCでシミュレートして表示することができる。

PLCの入力チャネルの状態を、マイコンでPCに

*）現　企画調整部　　**）現　電子科

図１　ラダー図入力フォーム

図２　PLCの状態表示フォーム

送信し、PCは受信データ（入力チャネルのオン・オフ状態）を基に、PLCの動作をシミュレートすることで、PLCの状態をPCで表示・確認することができた。

このシステムは、RS232Cなどの通信ポートを持たないPLCの場合でも、入力チャネルのオン・オフ状態をマイコンで取得できれば利用可能なので、汎用性が高い。PLCの動作をPCでシミュレートしているため精度は必ずしも高くないが、簡便に遠隔監視システムを構築できる。

なお、材料費は数千円程度である。

３．２　製造設備の加工状態･異常監視システム

Windows XPではいずれもフリーのWindows MediaエンコーダまたはVLCメディアプレイヤー（以下、VLCという）を利用し、所内LANで遠隔監視できた。Windows Mediaエンコーダを利用する場合は映像・音声を合わせた遠隔監視が可能であるが、閲覧側PCでInternet Explorerを使用している必要があり、実質的にWindows PCでしか閲覧できない。VLCを利用する場合、閲覧側PCでWindows XPを使用する時は映像・音声共に受信可能であったが、他のOS(Linux・MacOS X)では映像のみ受信可能であった。

フリーのOSであるdebianでは、フリーの監視アプリケーションであるmotionサーバを利用し、所内LANで遠隔監視できた。音声は聞けないが、閲覧側PCのOSの種類・ブラウザの種類を選ばず監視できた。（図３）

図３　遠隔監視ウィンドウ

また、フリーのOSであるUbuntuでは、motionまたはVLCを利用し、所内LANで遠隔監視できた。motionを利用する場合、音声は聞けないが、閲覧側PCのOSの種類・ブラウザの種類を選ばず監視できた。VLCを利用する場合も音声は聞けなかったが、OSの種類に依らずVLCで遠隔監視できた。

いずれのOSであっても、skypeを使用する場合は、閲覧側のOSに依らず、映像・音声を確認できた。ストリーミングの場合は時差が大きいが、skypeであれば時差はほぼ気にならないレベルである。今後はskype APIの組み込みを検討していく。

なお、debianとUbuntuについては、古いPC（メモリー512MB、CPU Pentium Ⅲ）で動作可能である。

４．まとめ

マイコンを用いてPLCの状態を取得・監視するシステムの試作開発、ウェブカメラとマイクと古いPCを用いた映像や音声で遠隔監視するシステムの構築を、比較的安価に実現することができた。

参考文献

１）齊藤和明他:遠隔監視・制御システムに関する市場調査，静岡県工業技術研究所研究報告，2，75-76 (2009).

【ノート】

音質評価技術を用いた騒音対策方法（第２報）

機械電子科　電子スタッフ　　上野貴康*

Noise reduction method using the sound quality evaluation technique (2nd report)

Takayasu Ueno

１．はじめに

製品の騒音対策として、音質評価技術により不快に感じない仮想音を追求し、この仮想音を製品の目標音として騒音対策を実施する手法の確立に取り組んでいる。

前回、「うるさい」と苦情のある製品の音について、客観評価及び主観評価実験を実施し、不快感低減効果の高い仮想音について報告した。

今回は、前回作成した不快感低減効果の高い仮想音を目標として、製品騒音における特定の周波数域（音質改善周波数）の低減を試みた。そして、対策実施後の製品音等を評価したので報告する。

２．対策方法

対象製品には圧縮機が組み込まれており、これは高圧レシプロ式特有の激しい振動があるため、製品音を大きくする原因の一つとなっている。

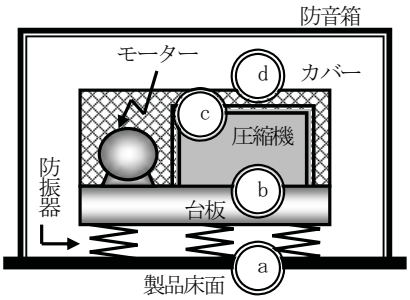


図１　製品概要図及び振動計測箇所

製品への対策箇所を検討するため、図１に示す製品の各箇所（a,b,c,d）において振動計測を行った。振動加速度の周波数解析結果を図２に示す。カバー（d）は、モーターや圧縮機の回転運動部分に接することが無いように設置してあるものだが、この部分における振動が最も大きく、その変位は201μm だった。前回の報告において不快感低減効果の高い音質改善周波数は630Hz付近であり、台板（b）、圧縮機（c）及びカバー（d）の振動は周波数ピークの一部がこの近傍にあることが分かった。

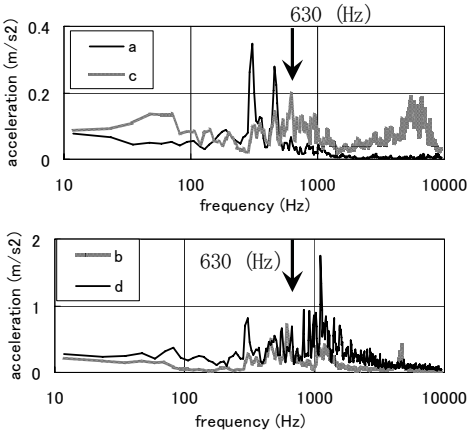


図２　振動計測結果

そこで、対策方法として、圧縮機、台板及びカバーの振動抑制効果が高まると期待できる設置環境に改善した。まず、製品床面と台板の間にある防振器について、ばね定数を低くしたタイプへ変更した。また、図３に示すようにカバー取り付け位置を台板から製品床面へ変更した。振動低減が予想される製品床面に取り付けることにより、カバーの振動低減も期待できる。

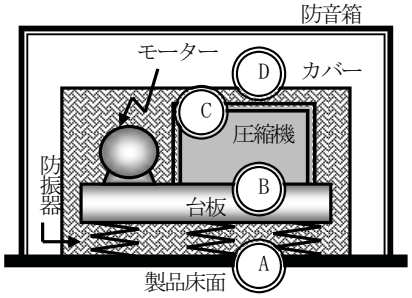


図３　対策後の製品概要図及び振動計測箇所

*）現　電子科

3．結果

製品における騒音計測及び振動計測を実施し、対策実施前後での比較を行った。

図４に振動計測結果を示す。目的としていた630Hz付近のレベル低減は、台板（B）及び圧縮機（C）では実現できなかったが、カバー（D）では大幅に低減できた。その他の周波数域については、ピーク周波数の変化があり、台板や圧縮機では振動レベルの大きな低減効果は見られなかったものの、床面（A）及びカバー（D）での振動は中高域周波数領域で大きく低減していた。カバーの振動変位も8割程度も低減して34μmであった。ばね定数の低い防振器へ変更することにより、製品床面への振動伝達を低減し、圧縮機本体の中域振動も低減した効果であると考えられる。

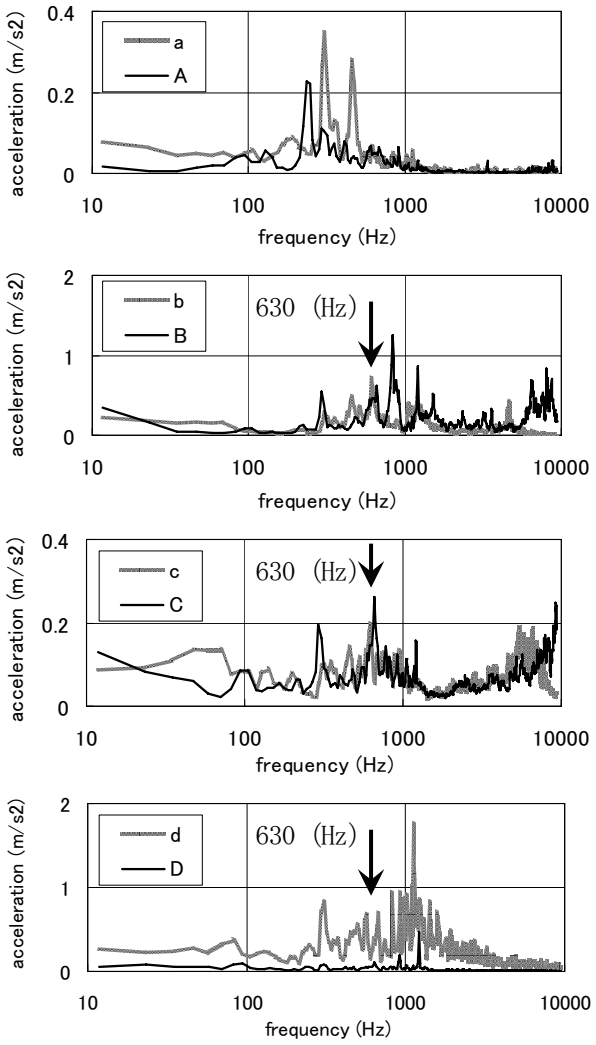


図４　対策実施前後の振動計測結果

図５に製品の防音箱内における騒音計測結果を示す。目的としていた630Hz付近のレベル低減は実現できなかった。しかし、1kHz以上の領域で広範囲にわたりレベルの低減が確認できた。また、全体の騒音レベルは対策前と比較して3.2dB(A)低減できた。

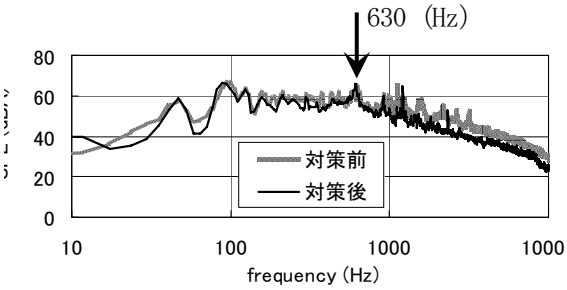


図５　対策実施前後の騒音計測結果

対策前後の製品音の試聴実験を実施した結果、不快感は対策後のほうが低減していた。表１は製品音の心理音響物理量について対策前後で比較したものである。前回の報告では、音の不快感が増加すると、ラウドネスが増加し、ラフネスが低下する、という相関があったが、今回の結果もこの相関関係が確認できた。

表１　心理音響物理量算出結果

	ラウドネス (sone)	シャープネス (acum)	ラフネス (asper)	変動強度 (vacil)
対策前	61.8	1.47	0.46	1.37
対策後	53.5	1.28	0.47	1.25

4．おわりに

実施した対策により、製品音は目標とする音質に改善することができなかった。しかし、中高域周波数領域の振動及び騒音が低減しており、全体の騒音レベル及び不快感を低減させることができた。

【ノート】

聴き取り評価を使った騒音低減の事例

機械電子科　電子スタッフ　　木野直樹*　上野貴康*

Case of noise reduction using listening evaluation

Naoki Kino and Takayasu Ueno

１．はじめに

工業技術研究所は、企業が製造する機械装置や部品の低騒音化の相談に対して、依頼試験や研究で支援を実施している。最近、研究所は、それらの相談に対して、騒音レベルを測定することや周波数の解析をするだけでなく、聴き取り評価を取り入れた支援も実施している。聴き取り評価の効果は、改善後の騒音の目標を騒音レベルという数値だけではなく、音として聴いて確認できることである。これは、騒音を改善する方向を明確に把握することが出来る有効な手段である。また、吸音と遮音対策で騒音を改善できる場合には、吸遮音構造の予測も合わせて支援を実施している。ここでは、実際に県内中小企業の機械装置の開発に適用した一事例を紹介する。

２．実験方法

２．１　聴き取り評価の方法

現場において、リオン㈱製のデータレコーダを使用して騒音の録音を行った。研究所にて、ブリュエル・ケアー社製のサウンドクオリティシステムを使用して聴き取り評価を行った。録音した騒音は、数種類のディジタルフィルター処理を施して再生することで比較した。

２．２　吸遮音構造の音響性能の予測方法

繊維材料と鋼板の物性値を使用して、特性インピーダンスと伝搬定数を導出した。積層した構造の吸音率と音響透過損失は、伝達マトリクス法[1,2]を使用して予測した。音場入射音響透過損失は、垂直入射音響透過損失の計算結果から5dBを減算して求めた[3]。

３．結果

３．１　聴き取り評価から得た改善の目標

騒音の1kHz以上の周波数帯域に対して図１に示すように、10dBずつ段階的に30dBまで低減させて聴き取り評価をした。図１では、現場で録音した騒音を”noise”と表し、３種類のディジタルフィルター処理後の音を”filtered(　)”と表している。また、(　)内の数値は低減量のデジベル値である。1kHz以下の周波数帯域については、録音した騒音をそのまま再生した。その結果図中③に示すように20dB低減すれば、①の騒音レベル94.5 dB(O.A.)を81.1dBに低減出来ると共に聴感上良好という結果を得た。

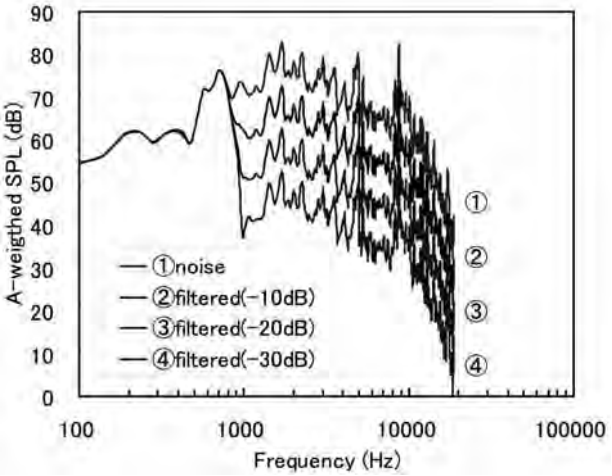


図１　騒音のディジタルフィルター処理１

対象物の騒音は、2kHz付近が大きいことが特徴であった。この特徴について、さらに実験をした。その結果を図２に示す。図２においても、３種類のディジタルフィルター処理後の音を”filtered(　)”と表している。20dB’の表記は、20dBのフィルターを変形したものである。その結果1～1.5kHzについて10dB低減し、2kHz以上について20dB程度低減出来れば、1kHz以上の周波数帯域について20dB程度低減した場合と聴感上同等に良好であるという結果を得た。2kHz以上の周波数の騒音が、聴感に与える影響が大きいことが明確となった。

*）現　電子科

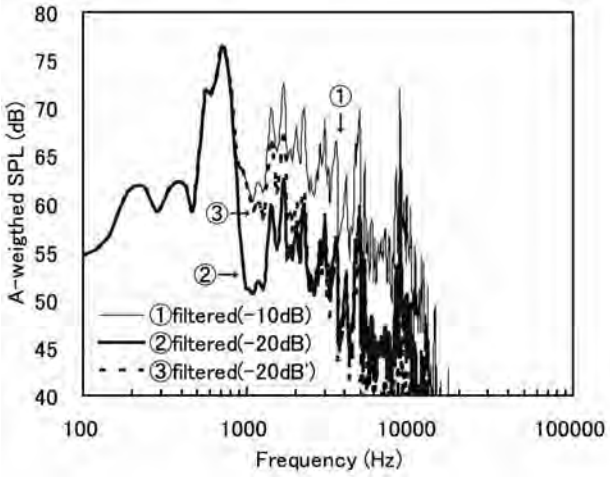


図２　騒音のディジタルフィルター処理２

３．２　吸遮音構造の予測

予備実験として、工事現場で使われている防音シートを装置に被せて実験をした。その結果、防音シート自身の音響透過損失の1/3程度の効果しか得られなかった。３種類の構造の予測結果と防音シートの音響透過損失を図３に示す。

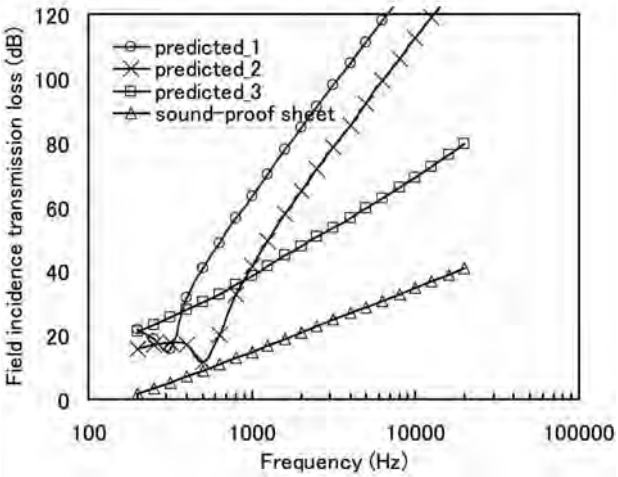


図３　音響透過損失の予測

予備実験と聴き取り評価の結果を考慮して、機械装置に取り付ける吸遮音構造は、図３に示す予測結果１或いは２の性能を持つ構造が望ましいと判断した。また、吸音率は、聴き取り評価の結果から周波数1kHz以上で1となるような構造を予測した。

３.３　対策後の機械装置の騒音

対策前後の騒音を現場の暗騒音と共に図４に示す。不快な騒音を低減し77.1dBにすることが出来た。

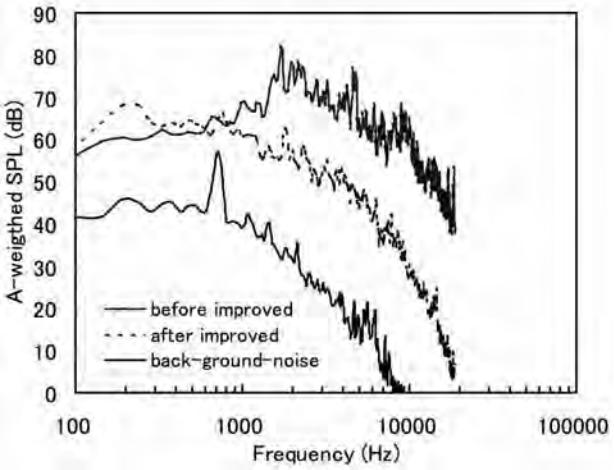


図４　対策前後の機械装置の騒音

４．まとめ

聴き取り評価で使った20dB低減した音と対策後の装置の騒音を図５に示す。本事例について、聴き取り評価で得た改善の方向に仕上げることが出来た。

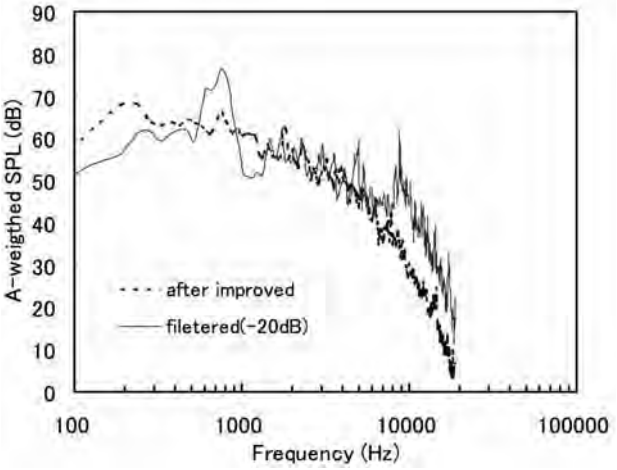


図５　聴感実験と対策後の機械装置の騒音

参考文献

１）Song BH, Bolton JS. A transfer-matrix approach for estimating the characteristic impedance and wave numbers of limp and rigid porous materials. J Acoust Soc Am 2000.

２）Kino N, Ueno T. Investigation sample size effects in impedance tube measurements. Appl Acoust 2007.

３）Maekawa Z, Lord P. Environmental and architectural acoustics. E & FN SPON1994.

【ノート】

高濃度廃シロップ液を利用するUASB型メタン発酵プラントとコジェネレーションシステムの開発

食品環境科　環境スタッフ　橘川義明*　酒井　奨**　鈴木光彰***
渡辺建設株式会社　増田直己
山梨罐詰株式会社　望月光明

Development of combined technique with UASB methane fermentation and cogeneration system using syrup waste with high organic concentration

Yoshiaki Kitsukawa, Susumu Sakai, Mitsuaki Suzuki, Naoki Masuda and Mitsuaki Mochizuki

１．はじめに

最近では国産の果実缶詰はほとんどなくなり、多くが輸入に頼っている。輸入された果実缶詰は、賞味期限管理と安全性確保のため、開封して果実のみを再利用し、新たなシロップ液を加えて商品として販売している。したがって、缶詰工場からは高濃度の廃シロップ液が生じ、これを直接排水処理した場合、水処理に伴う電気料金、余剰汚泥処理費、薬品費などが嵩み、企業にとっては大きな経営負担となっている。そこで、廃シロップ液をメタン発酵し、発生するバイオガスからエネルギーを回収することで、排水処理費の低減を図る。本報では、メタン発酵槽に投入する原料（廃シロップ液）の調整法について検討したので報告する。

２．試験方法

２．１　メタン菌の廃シロップ液への慣らし運転

まず、メタン菌を廃シロップ液に慣らすため、図１に示したような実験装置を使用して、廃シロップ液を原料にしたメタン発酵を行った。発酵槽の温度を38℃、攪拌速度を約50rpmに調整した。メタン菌1200mLを含んだメタン発酵溶液3000mLをセパラブルビーカーの中に入れた後、窒素により嫌気状態にした。ポンプで１日当たり50mLの上澄み発酵液の引き抜きと50mLの原料（廃シロップ液）の投入を交互に行った。発酵槽内のpHを水酸化ナトリウムで常にpH7.5～8.0になるように調整した。

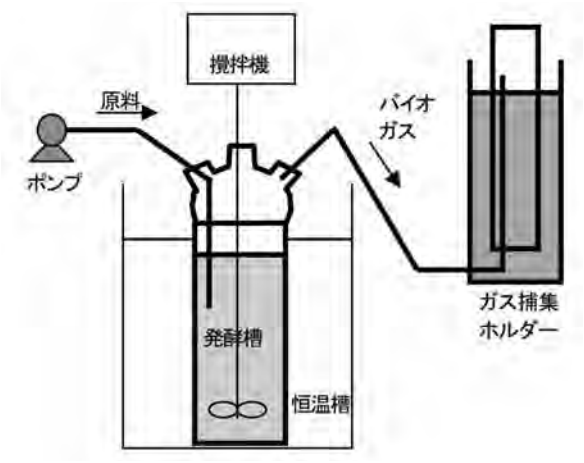


図１　メタン発酵装置

２．２炭素と窒素の比に関する試験

メタン菌は、原料中の成分、特に炭素と窒素の混合比に大きな影響を受ける[1)]。そこで、最適な炭素と窒素の混合比を確認するため、４つのメタン発酵槽を用意した（写真）。それぞれの発酵槽の温度を38℃、攪拌速度を約50rpmに調整した。廃シロップ液に慣らしたメタン菌300mLとメタン発酵上澄み液350mLを４つのメタン発酵槽に入れ、それぞれにイオン交換水50mLを加えた。窒素により嫌気状態にし、ポンプで１日当たり50mLの発酵液の引き抜きと50mLの原料の投入を交互に行った。発酵槽内のpHを7.5～8.0になるように調整した。原料は廃シロップ液に尿素を混合することで炭素と窒素の混合比を５：１(C/N＝５)、10：１(C/N＝10)、15：１(C/N＝15)、20：１(C/N＝20)になるように調整した。

*）現　食品科　　**）現　環境科　　***）現　工芸科

写真　４つの発酵槽を使用したメタン発酵実験の様子

３．試験結果

図２に原料中の炭素と窒素の混合比（C/N）に対するバイオガス発生量の変化を示す。なお、廃シロップ液そのもののC/Nは124であった。図から、廃シロップ液のみ（C/N=124）に比べて、C/N比を10,15,20とコントロールした場合、バイオガス発生量が増加していることがわかる。中でもC/N＝20が最もバイオガスの発生が良く、C/N＝５では最もバイオガスの発生量が悪かった。このことからC/N＝５では窒素が過多であることが推測される。しかし、最適なC/N値は、C/N＝20～124の間にある可能性が否定できず、今後、この中で最適点を見つける必要がある。

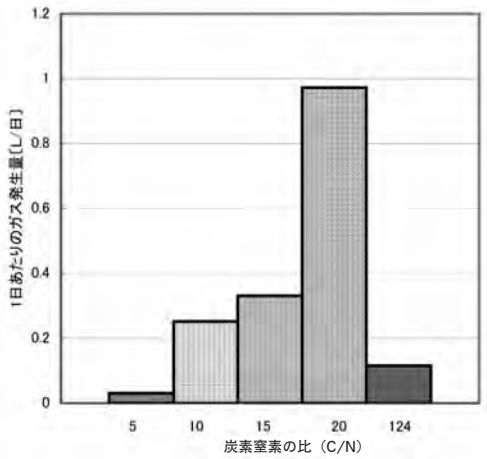


図２　炭素・窒素比に対するバイオガス発生量

４．まとめ

本研究から以下のことがわかった。

1）C/N比を10、15、20とコントロールした場合、バイオガス発生量が増加していることがわかった。

2）廃シロップ液に入れる窒素量は、C/N＝５では窒素量が多く、これより窒素量を少なくする必要がある。

3）最適なC/N値は、C/N＝20～124の間にある可能性が否定できず、今後、この中で最適点を見つける必要がある。

謝辞

本研究は、環境省「地球温暖化対策開発事業（製品化技術開発分野）」により実施した。また、東京工業大学の中崎清彦教授には学術的な視点から多くのご助言やご指導を頂いた。

参考文献

1）岩井重久他：下・廃水汚泥の処理，コロナ社，pp.52-54(1981).

【ノート】

高齢者・子供向け「自立補助具・リハビリ用具」の開発

ユニバーサルデザイン工芸科　ユニバーサルデザインスタッフ　多々良哲也*　小松　剛*
地方独立行政法人静岡県立病院機構静岡県立こども病院　鴨下賢一　立花真由美
株式会社ゴムＱ　鈴木利明　岩崎豊太

Development of independent assistance and rehabilitation tools for senior citizen and children

Tetsuya Tatara, Takeshi Komatsu, Ken-ichi Kamoshita, Mayumi Tachibana, Toshiaki Suzuki and Toyota Iwasaki

１．はじめに

臨床現場では、発達障害・脳性麻痺児童の自立補助具・機能回復の訓練用具が必ずしも充分ではなく、作業療法士らが個々の状態に合わせて自作しているケースが多い。今回、新市場への進出を目指す自動車関連のゴム製品メーカー株式会社ゴムＱ（掛川市）及び県立こども病院と共同で、シリコンゴム製の自立補助・リハビリ用具を開発した。

研究開発にあたり、工業技術研究所は自立補助具のデザイン、図面作成及び健常幼児による試作品の試用評価、県立こども病院が具体的な開発商品の提案と身体又は精神に障害のある者による試作品の試用評価、株式会社ゴムＱが試作品の作製を担当した。シリコン素材特性を生かした機能・デザイン、簡単な構造でユーザーが使いやすい商品を開発することができたので紹介する。

２．開発事例

２．１　押しボタンスイッチ補助具（Ｑスイッチ）

福祉機器では、障害者等の利用を考慮して大型のスイッチを使用するなどの配慮はあるが、それらの多くは上から押すタイプであり、必ずしも全ての利用者が使いやすいものではない。そこで、既存のスイッチに取り付けて使用する押しボタンスイッチ補助具を開発した。

この補助具を既存のスイッチに吸着させると、横方向の動きでもスイッチのオン・オフが可能となり、既存のシステムを改造することなく、使い勝手を向上させることができる。形状は、操作性などを考慮した臨床現場等の意見を参考にして、図１のような形状とした。

押しボタンスイッチ補助具は「Ｑスイッチ」として商品化されている。（写真１）既存スイッチへの吸着力を高めるために部分によりシリコンの硬さを変化させるなどの工夫を行った。

図１　押しボタンスイッチの設計イメージ

写真１　商品版の押しボタンスイッチ補助具（Ｑスイッチ）

*）現　ユニバーサルデザイン科

2．2　持ち方補助具（Ｑグリップ）

鉛筆等の筆記具を上手く握れない子供のための補助具を開発した。８の字型・リング形状の補助具で、大きい穴に親指、小さい穴に鉛筆等を差し込んで使用する。更にスティック状になっている部分を中指以下で握ることにより、鉛筆等を正しい持ち方へ導くことができる。（写真２）

写真２　商品版の持ち方補助具（Ｑグリップ）

静岡市内の幼稚園に通う男女13名の幼児（４才～６才）を対象に、持ち方補助具の試作品による試用評価を行った。（写真３）その結果、補助具の使用により筆圧が向上する可能性が、示唆された。

写真３　試用評価風景

2．3　座面用姿勢保持シート（Ｑチェアマット）

学校や施設で使用される児童用の椅子は、座面が硬くて滑りやすいものが多く、姿勢や座り方が不安定になりやすい。県立こども病院より、座位が不安定なため、落ち着きがなく、授業や行事に集中できない子供が増えているとの指摘があり、簡単に使えて、座位が安定する椅子用マットを開発した。

図２　座面用姿勢保持シート

薄い形状でも充分なクッション性を持つように、裏面をハニカム形状とした。（図２）持ち方補助具の試用評価に合わせて、座面用姿勢保持シートを幼児の座面に敷き、試験風景を観察したところ、子供の姿勢が安定していると認められた。

2．4　シリコン製定規（Ｑスケール15）

定規で線を引く時に、定規を上からしっかりと押さえていないと、紙の上を動いてしまい、線を上手く描けない経験は誰にもある。県立こども病院からは、滑りにくいだけでなく、定規の中央が明確で上下がわかりやすく、また、しっかりと押さえることができる形状の定規が欲しいという要望があった。そこで、定規をシリコンゴムで覆い、上から強く押さえなくても滑らないような定規を開発した。（写真４）

写真４　商品版のシリコン製定規（Ｑスケール15）

【ノート】

オリジナルで製作した直線定規にシリコンのカバーを被せる形とし、カバーの中央部に５㎜厚の持ち手を付け、指を置く位置が明確にわかるようにした。また、底面の手前側を斜めにカットして、持ち手の部分を押さえると先端が持ち上がり、定規を外しやすくなるよう配慮している。

２．５　シリコン製デスクシート（Ｑデスクシート）

表面が固い机の上に紙などを置いて筆記等を行う場合、特に片手が不自由で十分に紙を押さえることができないと紙が動いてしまい、うまく字が書けないことがある。小学校３年生頃にコンパスで円を描く学習を行うが、通常の固い下敷きを使った場合、コンパス針が滑ってしまい綺麗な円が描けないのも同様の理由による。

シリコンゴムを使用すれば、そのような場合も安定する可能性があるというアイデアのもと、県立こども病院の通院者に協力してもらい試験した。その結果、非常に好評だったことから、シリコンゴム製デスクシートを開発した。（写真５）シリコン製定規と合わせて使用すると活用の場面がさらに広がる。（写真６）

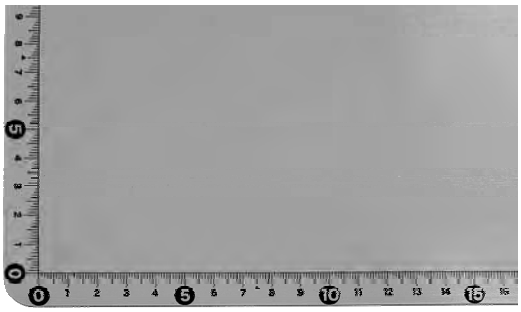


写真５　商品版・シリコン製デスクシートのデザイン（Ｑデスクシート）

写真６　シリコン製・デスクシートと定規の使用イメージ

３．まとめ

県内企業によるゴム製品の短納期・小ロットの新しいゴム試作品製造と生産部門への展開の取り組みと連携し、自立補助具・機能回復の訓練用具の開発を行った。

シリコンゴムが持っている“やわらかさ”や“滑りにくさ”などの特徴を踏まえ、障害のある子供の学習や訓練指導を行っている県立こども病院の作業療法士等の声を反映し、ユニバーサルデザインの観点から、健常の幼稚園児らを対象に試用評価も行い、一定の効果があることを確認した。

今後、福祉用具や健康産業関連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。

謝　辞

本研究において、御指導いただいた静岡文化芸術大学・教授の三好泉氏、開発に御協力いただいた静岡文化芸術大学・インターンシップ実修生、評価に御協力いただいたタカノ株式会社、日本システム開発株式会社並びに学校法人大里学園・静岡中原幼稚園に深く感謝する。

【ノート】

「するっと」パック・豆腐パッケージの試作と使いやすさ評価

ユニバーサルデザイン工芸科　ユニバーサルデザインスタッフ　多々良哲也*　易　強*
須田産業株式会社　鈴木敏治　山本頼史

Development of the tofu package named "Surutto packing" and its evaluation of usability

Tetsuya Tatatra,Tuyoshi Yi Yoto, Toshiharu Suzuki and Yorifumi Yamamoto

1．はじめに

県では、ユニバーサルデザインを暮らしの中に取り入れるためのアイデアなどを募集・表彰する「しずおかユニバーサルデザイン大賞」を実施している。その中で、大賞受賞作品の実用化に向けた支援を行っており、工業技術研究所は、第９回（平成20年度）中学生の部・大賞である「するっと」パックの試作及びユーザビリティ評価等の検証実験の依頼を受けた。

「するっと」パックは、豆腐パックを開けるときにフィルムを指で摘まむのではなく、フックを指に引っ掛けて引っ張ることができるというアイデアである。

アイデア図面をもとに、豆腐を取り出す際の作業性や実際に製品化したときのコスト等も考慮して試作を行った（写真１）。

写真１　アイデア図をもとにした試作品（左は、従来品）

2．評価方法

試作した「するっと」パックのユーザビリティ評価を以下により実施した。被験者として、若年者女性７名（19～20才）、高齢者女性６名（67～71才）及びリウマチの持病がある方4名（67～72才）の計17人に依頼した。

①　開封時の筋負担及び開封時間評価

市販の豆腐パックと試作した「するっと」パックの開封動作を行い、開封時の筋負担を比較、合わせて開封時間を計測した（写真２）。筋負担は前腕の皮膚表面（総指伸筋）から筋電測定システム（MQ8）で測定した筋電位積分値で評価した。市販の豆腐パックを開ける動作時の筋負担を100とした場合の「するっと」パックの開封動作時の筋負担の割合を算定した。（若年者及び高齢者のみ実施）

写真２　開封試験

②　開けやすさの主観評価

試験実施後に、開けやすさについてVAS法による主観評価を行った。VAS（Visual Analog Scale）法とは視覚的アナログ尺度と訳され、今回、開けやすさの評価のため、「最も開けにくい」を０点、「最も開けやすい」を100点とし、どのくらい開

*）現　ユニバーサルデザイン科

【ノート】

けやすいかの表現を０から100㎜のライン上の任意のポイントを被験者にチェックさせることにより評価を実施した。

３．評価結果

① 開封時の筋負担による比較（評価者13名）

「するっと」パックは、市販の豆腐パックと比較して、若年層及び高齢者でも1/4程度の力でパックを開封することができた。（図１）。

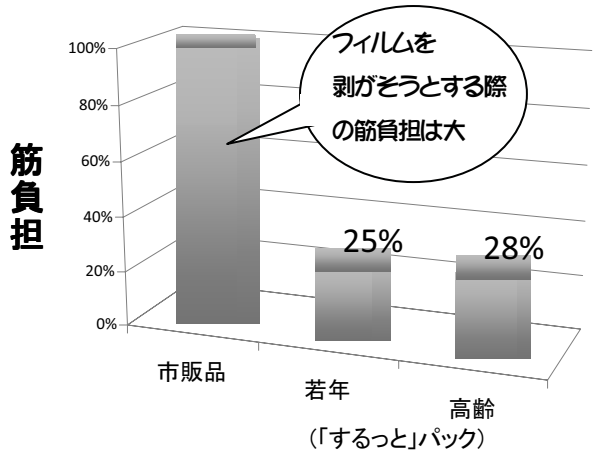


図１　豆腐パック開封時の筋負担

② 開封時間の比較（評価者17名）

市販の豆腐パックは、「するっと」パックと比較して約２倍～４倍程度も開封に時間がかかった（図２）。高齢者と比較して若年者の方が時間がかかっているのは、若年者の方がフィルムを綺麗に切るよう丁寧に作業したことが原因で、開けて中身を取り出すことを優先すれば本質的にはどちらも変わらないと思われる。

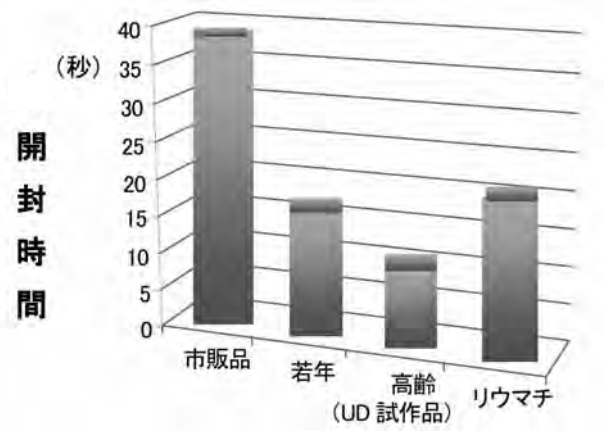


図２　被験者のパック開封時間

③ 主観評価（VAS法）による比較（評価者17名）

市販品が手のみではうまく開封できず、評価が低かった。一方、特にリウマチの方からは、「するっと」パックの開けやすさの評価が高かった（図３）。

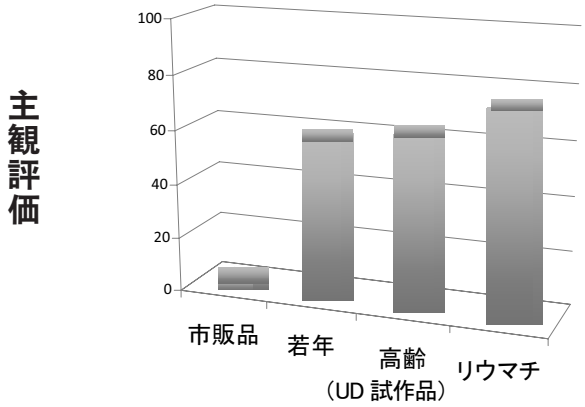


図３　VAS法に基づく主観評価

４．まとめ

豆腐パックのイージーオープン化により、何れの方からも開けやすいという評価が得られた。ただし、今回の試作品では、回しながら開けている際にフィルムが切れることもあり、今後、製品化に向けては更なる改良が必要である。

５．謝辞

本研究について、評価に御協力いただいた静岡文化芸術大学生産造形学科・インターンシップ実修生、静岡デザイン専門学校・学生、シルバー人材センター、並びに社団法人日本リウマチ友の会静岡県支部・役員の皆様に深く感謝する。

【ノート】

介護者と利用者の両者に優しい入浴用リフトの開発

ユニバーサルデザイン工芸科　ユニバーサルデザインスタッフ　小松　剛*　多々良哲也*　易　強*
株式会社アマノ　長尾　仁　松浦脩博
豊橋技術科学大学　三好孝典

Development of the Bath Lift for both of nurse and user

Takeshi Komatsu, Tetsuya Tatara, Tsuyoshi Yi,
Hitoshi Nagao, Nobuhiro Matsuura and Takanori Miyoshi

1　はじめに

介護者の身体的負担の大きい作業の一つが「入浴介護」であり、入浴介護の負担を軽減するために、「入浴用リフト」が数社から発売されている。しかし、利用者の中にはリフトを機械的な介護だと感じて嫌がる人もいる。

この問題を解決するため、介護者と利用者の両者に優しい入浴用リフトを目指して、当所・㈱アマノ・豊橋技術科学大学が、パワーアシスト機能を組み込んだ新製品の共同開発を行っている。本報では、試作機の評価結果について報告する。

2　方法

二次試作機と三次試作機のそれぞれの完成後、介護者12名の方に操作体験と試乗体験をしていただき、介護者と利用者の両方の立場からの意見として整理して、評価を行った。

2．1　操作者の操作性

介護者の操作性については、主観評価の他に、床反力の測定、筋負担の測定、アイマークレコーダによる注視点測定、三次元動作解析を行った。

2．2　利用者の快適性

利用者の快適性については、主観評価の他に、怖さを示す生体信号として、心拍変動、脈波伝搬時間、呼吸曲線、発汗量の測定を行った。

3　結果と考察

3．1　操作者の操作性

介護者としての主観評価では、上昇時のグリップ操作で、重さを感じる意見が多かった。

筋負担の結果として、浴槽に入れる作業と浴槽から出す作業における右腕（上腕二頭筋）の筋負担の積分値を図１に示す。リモコン式の現リフトで浴槽に入れる作業の積分値を１としたときの相対値である。新リフトは、現リフトの1.5倍程度の負担であり、操作時間が短いため、心配するほど大きな負担増にはなっていないことが確認できた。

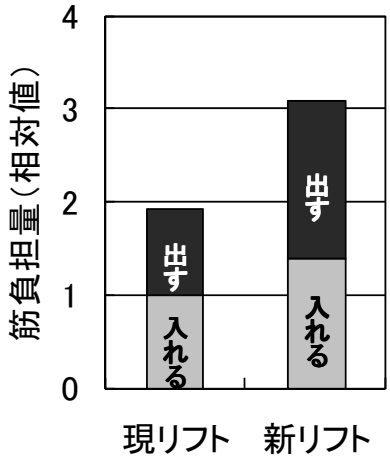


図１．上腕二頭筋の筋負担（相対値）

床反力の測定から体重分を除くことで、介護者がグリップを上下に動かしているときの力の入れ具合を調査した。測定の一例を図２に示す。

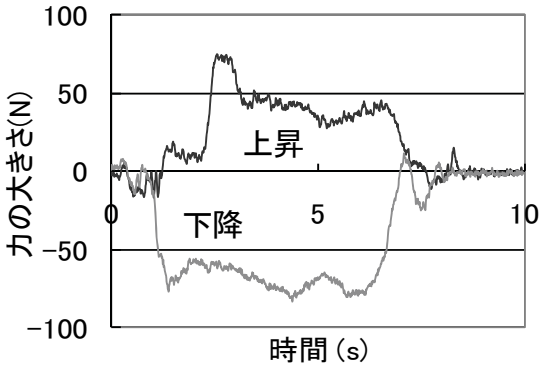


図２．介護者の力の入れ方

*)　現　ユニバーサルデザイン科

【ノート】

この結果、設計者が想定していた以上の余計な力を介護者が使っていることが分かり、操作グリップに改良が必要性であることが明確となった。操作感を軽くすることできれば、力の入れすぎが無くなり、筋負担も減らすことができるはずである。

アイマークレコーダによる注視点測定の様子を図３に示す。この測定からは、介護者が操作中、リフトの位置を確認するために表示パネルを見る回数が多いことが分かった。利用者に注意を払うためには、この位置確認のために視線を動かす回数を減らす必要がある。この実現により、さらに優しい介護になるはずである。

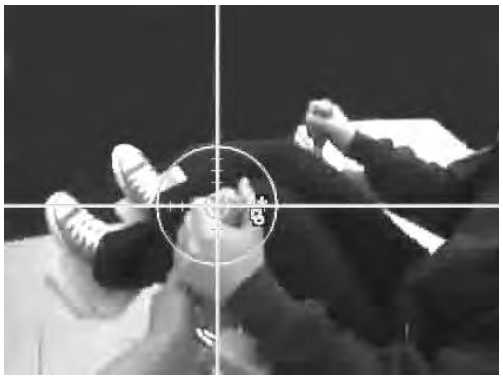


図３．アイマークレコーダによる注視点

三次元動作解析では、介護者の実際の動作と同期したステックモデルのアニメーションを作成し、いろいろな角度から動作の観察を行った。解析の様子を図４に示す。

今回の解析では、座部に座っている利用者を浴槽に入れて、出すまでの介護動作において、介護者の右手がどのくらい移動しているのかを調査した。その結果、現リフトは約18m、新リフトでは約９ｍであり、介護者の無駄な動きの減少を定量的に示すことができた（図５参照）。

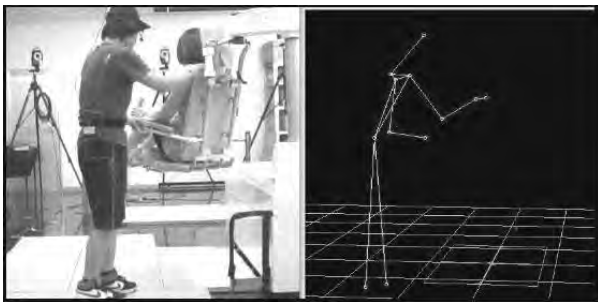


図４．三次元動作解析の様子

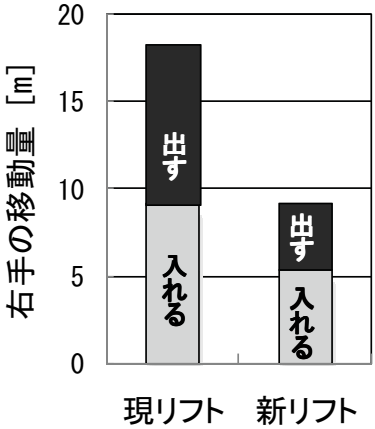


図５．介護者の右手の移動量

３．２　利用者の快適性

利用者の生体信号（心拍変動、呼吸曲線、発汗量）を①安静時、②上昇後、③下降後に、それぞれ30秒間ずつ6名測定したが、利用者の怖さを示す有意な傾向は見られなかった。予備実験において、怖さを感じると特に発汗量に明らかな変化が現れることを確認していたが、二次試作機の成果として、発汗量についてもほとんど変化が出ない昇降動作を実現した。

三次試作機については、二次試作機よりもさらに静かでスムーズな動作を実現し、利用者の主観評価では、全員が「ちょうどいい」と感じる快適な速度設定にすることができた。

４　まとめ

三次試作機の評価によって、新リフトの効果や改良点が明確になった。実験室内で概ね良い評価を得ることができたので、今後は浴槽に湯を入れて、実際に入浴する実験を行う。

試作機を実際の施設二箇所に持ち込んで、モニタ評価を行う計画であり、この評価後、修正点を改善して量産化設計に入る予定である。

謝辞

この研究を実施するにあたり、協力していただいた東海大学の山崎清之教授、静岡文化芸術大学の迫英樹准教授、㈱NACイメージテクノロジーの工博臣氏、介護施設の厚寿苑・マインド・天竜厚生会の皆様にお礼申し上げます。

【ノート】

行動観察プログラムOBSERVANT EYEのユーザビリティ調査

ユニバーサルデザイン工芸科　ユニバーサルデザインスタッフ　易　強*
株式会社ＩＴサポート　大前金保　古橋一哲

The usability investigation of the behavior observation software ”OBSERVANT EYE”

Tsuyoshi Yi Toto, Kaneyasu Oomae and Kazunori Furuhashi

１．はじめに

マーケットの成熟につれ、類似商品があふれ、機能競争から使いやすさ（ユーザビリティ）の競争にシフトしつつある。この競争を勝ち抜くために欠かせないユーザビリティ評価は、ユーザーの行動観察に基づく記録・分析が基本となっている。しかし、正確にユーザーの行動を記録するのに、従来の手書きメモ方式では時間がかかる。この手間の要る作業を効率化するために、当所では行動観察記録プログラムOBSERVANT EYE[1)]を開発し、2003年から無償で試用評価できるように一般公開をしてきた。本研究では、OBSERVANT EYEのユーザーにとって、より使いやすいものにするためにOBSERVANT EYEのユーザビリティ調査を行った。

２．方法

２．１　アンケート調査

OBSERVANT EYEの利用状況、良い点、要望などを調査する電子アンケート（Acrobat Formを利用）を作成し、登録ユーザー100名にメールで送付した。

２．２　サーベイ

OBSERVANT EYEのヘビー・ユーザー２社に出向き、現場での試用状況や意見を主担当者にインタビューを行った。

２．３　ユーザビリティテスト

OBSERVANT EYEの利用経験者5名に観察記録タスクを与え、OBSERVANT EYEのユーザビリティテストを行い、OBSERVANT EYEを使った際のパフォーマンスや問題点を抽出した。テストでは、風呂リモコン操作のビデオ（約１分）を観察素材として、ビデオの中のユーザーの操作履歴を記録できるようにOBSERVANT EYEを設定し、観察記録を行うというタスクを実施してもらった（図１）。記録に要する時間は従来の手書きの場合の比較を行った。

図１　ユーザビリティテストで使用したタスクのイメージ

３．結果と考察

３．１　アンケート調査結果

50社からアンケートの回答を得た（回答率50%）。

⑴　OBSERVANT EYEの観察対象：人とハードウエアが最も多かった35%（図２）。

⑵　OBSERVANT EYEの良い点：映像の見直しが容易になった、量的評価ができるようになったなど評価された（図３）。

⑶　改善要望：被験者情報、タスク情報などの各種設定を簡単にしたいのが48%と最も多く、長

*）現　ユニバーサルデザイン科

【ノート】

図２　アンケートの結果その１（観察対象）

図３　アンケートの結果その２（良いところ）

図４　アンケートの結果その３（改善すべき箇所）

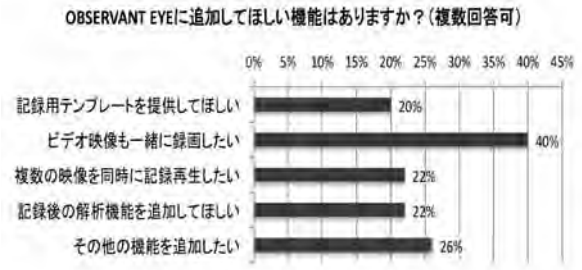


図５　アンケートの結果その４（追加機能）

時間の動画を利用したい、設定ファイルのリンク切れを解消したいなどの順に多かった（図４）。

(4)　追加機能要望：ビデオ映像も一緒に録画したい40%、記録用テンプレートを提供してほしい21%、記録後の解析機能を追加してほしい21%の順に多かった（図５）。

図６　ユーザビリティテストの様子

図７　観察記録時間の比較

３．２　サーベイの結果

OBSERVANT EYEの良い点として、パフォーマンス評価する際に非常に有効である。反面、記録画面が狭く感じる、メモを入力する幅が狭い、ボタンを作成するのに煩雑に感じる、テストの全体の流れに沿ってどう記録すれば良いかわからないなどインターフェース上の率直な意見もあった。

３．３　ユーザビリティテストの結果

手書き記録に比べ、OBSERVANT EYEで記録する場合に要する時間が1/10と大幅に短縮できた（図６）。記録前にOBSERVANT EYEの設定方法に戸惑うケースが確認できたので、今後メニュー体系や設定の簡素化などのユーザインタフェースの改良が必要である。

参考文献

１）易ら，行動観察記録を効率化するプログラムOBSERVANT EYEの開発．デザイン学研究第51回研究発表大会概要集 p76-77,2004

【抄録】

ハイドロキシアパタイトを利用したレジオネラ属菌の回収・濃縮方法の開発

静岡県工業技術研究所　鈴木光彰
東部食肉衛生検査所　大畑克彦
静岡県環境衛生科学研究所　杉山寛治
ＨＯＹＡ株式会社　柚場きくか　吉武朋彦　尾崎文恵
石川　剛
静岡県立大学環境科学研究所　関川貴寛　岩堀恵祐

Development of *Legionella* Recovery from Bathwater on Hydroxyapatite

Mitsuaki Suzuki, Katsuhiko Ohata, Kanji Sugiyama, Kikuka Yuba, Tomohiko Yoshitake, Fumie Ozaki, Tsuyoshi Ishikawa, Takahiro Sekikawa, Keisuke Iwahori

用水と廃水,Vol.51,No.6,496-500,（2009）

肺炎を引き起こすレジオネラ属菌は増殖速度が遅いため、培養法では浴槽水中に存在するレジオネラ属菌のリアルタイムのモニタリングができない現状がある。また、迅速測定法であるイムノクロマトキットは感度が低く、浴槽水からのレジオネラ属菌の濃縮工程が必須である。本研究では、ハイドロキシアパタイトの細菌吸着能に注目し、その性質を利用することで浴槽水中のレジオネラ属菌の回収及び濃縮方法を開発することを目的とした。ハイドロキシアパタイトへのレジオネラ属菌の吸着は、ハイドロキシアパタイトのリン酸サイトとカルシウムサイトの両方のイオン交換作用が関連していることがわかり、ハイドロキシアパタイトに吸着したレジオネラ属菌は、溶出液のリン酸濃度を上昇させると溶出が容易になった。溶出液が非リン酸緩衝液であっても、pH 10の50mMの炭酸緩衝液を使用することで溶出が可能であった。また、溶出液のpHを上昇させることで、ハイドロキシアパタイトからのレジオネラ属菌の溶出が容易になることもわかった。本方法での浴槽水からのレジオネラ属菌の濃縮は、最大で92倍の濃縮が可能であり、現在、浴槽水からのレジオネラ属菌の濃縮に使用されている冷却遠心濃縮法と同等の濃縮倍率となった。

【抄録】

Changes of Muscular Load with Aging in the Motion of Pulling up Disposable Diapers

Tsuyoshi Yi Yoto, Satoshi Sakuragawa, Taka-aki Suzuki, Hisae Tamura, Rumi Yamaki, Yoshihisa Fujioka and Tetsuo Katsuura

紙おむつのはき上げ動作の筋負担の加齢変化

静岡県工業技術研究所　易　強　櫻川智史　鈴木敬明　田村久惠
ユニ・チャーム株式会社　八巻留美　藤岡義久
千葉大学　勝浦哲夫

Journal of PHYSIOLOGICAL ANTHROPOLOGY, 29(2), 51-58(2010)

高齢者の中にパンツ型紙おむつの後ろの部分をきちんとはき上げられない現象の原因を解明するために、はき上げる時の若年者及び高齢者の筋電図を計測し、加齢によってその筋負担がどのように変化するかを解析した。若年者８人（21.5±1.5才）と高齢者７人（71.6±6.1才）の被験者が実験に参加した。はき上げ動作の映像と同期して、上腕二頭筋、三角筋、腕橈骨筋、尺側手根屈筋の皮膚表面筋電図を測定した。筋電図-動画同期分割法を使って、はき上げ動作の筋負担を体の前と後に分けて評価した。

４カ所の筋電位積分値を比較した結果、若年者に比べ、すべての筋において高齢者の方が有意に大きかった。体の前と後に分けてみても、若年者に比べ、すべての筋において高齢者の方が有意に大きかった。三角筋、尺側手根屈筋において、パンツの後側を引き上げる時の高齢者の筋電図の振幅が若年者に比べて有意に大きかった。加齢によって体型が変化し、筋力の低下も伴うので、体の後のはき上げ動作の筋負担が大きくなったと考えられる。これが原因で、高齢者の中には、紙おむつの後ろの部分をきちんとはき上げられない現象が見られるようになったと考えられる。

【抄録】

Molecular Sieving Behavior of Carbonized Wood

Selective Adsorption of Toluene from a Gas Mixture Containing α-Pinene

Rie Yamashita, Yukie Saito, Satoshi Sakuragawa

木炭の分子篩い挙動

α-ピネン混合気体からのトルエンの選択的吸着

静岡県工業技術研究所　山下里恵　櫻川智史
東京大学大学院農学生命科学研究科　斎藤幸恵

Journal of Wood Science, 55, 446-452(2009)

様々な温度で炭化した木材の吸着特性をトルエン/α-ピネン混合ガスを用いて調べた。500℃－1100℃で炭化したヒノキ(*Chamaecyparis obtusa*)試料をトルエン/α-ピネン混合ガスに曝露したところ、500℃－700℃での炭化試料はトルエンのみを吸着するのに対し、800℃－1100℃ではトルエンとα-ピネンを共に吸着した。窒素吸着による細孔構造解析では、700℃での炭化試料は主に直径0.6nmのマイクロ孔を持ちメソ孔は殆ど無かった。一方、900℃と1100℃での炭化試料はメソ孔と直径0.8nm以上の大きさのマイクロ孔を持つことが示された。700℃での炭化試料では、扁平な形のトルエン分子は直径0.8nmよりも狭い細孔に入れるが、一方、嵩高く丸い形のα-ピネン分子は入れなかったと考えられる。900℃以上の温度での炭化によって、細孔サイズは拡大し、そのために吸着の選択性を失ったと考えられる。これらの結果から、賦活温度よりも低い温度における木炭は、分子篩い炭素のような働きを持つ特徴的なスリット状の細孔構造を持つことで、空気中から有害な揮発性有機化合物(VOCs)であるトルエンのみを吸着除去し、α-ピネンの好ましい香りを残すことができることが明らかとなった。

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

【ノート】

ファージ提示法を用いた抗体作製

― ファージディスプレイ法に用いる遺伝子ライブラリーの作製方法 ―

バイオスタッフ　中野道彦*　室伏敬太**　渡邊むつみ***
太田俊也**

Development of monoclonal antibody using phage display techniques

- Protocols to create large gene library for phage display -

Michihiko Nakano, Keita Murofushi, Mutsumi Watanabe and Toshiya Ohta

1．はじめに

我々は、ファージディスプレイ法[1),2)]を用いたscFv型抗体（scFv：single chain Fv、単鎖可変部抗体）の開発に取り組んでいる。この方法は、次に示す工程を経て目的の抗体タンパクを得る。：⑴抗体遺伝子ライブラリーの作製、⑵ファージディスプレイによるスクリーニング、⑶抗体タンパクの発現確認、⑷抗体の大量生産。ここでは、⑴について、実験の進め方やノウハウについて述べる。本法を用いることで、10^8規模のライブラリーを作製できる。

2．遺伝子ライブラリーの作製

2．1　cDNAライブラリーの作製

まず、対象抗原で免疫したマウス脾臓からRNAを抽出し、cDNAを合成する。Isogen（Nippon Gene）を用いてマウス脾臓からRNAを抽出し、cDNA合成にはSuperscript III First Strand Synthesis kit（Invitrogen）を用いる。また、cDNA合成には、poly-(dt)を用いる。作製したcDNAライブラリーは、脱塩処理（MicroSpin S-300HR Columns、GE Healthcare）を行い、次の工程に移行する。

2.2 遺伝子ライブラリーの作製

次に、cDNAライブラリーから抗体遺伝子を抽出する。抗体遺伝子のH鎖とL鎖をPCR（polymerase chain reaction）によってそれぞれ増幅し、それらを接合して遺伝子ライブラリーを作製する。H鎖とL鎖の接合には、リンカーDNAを介した3断片法[1)]と、あらかじめリンカー配列をプライマーに組み込んでH鎖、L鎖を増幅する2断片法[2)]とがある。ここでは、手順の簡便さから2断片法について説明する。

⑴　DNA断片の精製方法

PCRを行った後には、目的とするDNAを分離精製しなければならない。アガロースゲル電気泳動でサイズ分離した後、目的サイズのゲルを切り出し、そこから、DNA分子を抽出する。アガロースゲルをGel Indicator kit（BioDynamics）で染色した後、Freeze'N Squeeze スピンカラム（Bio-rad）で精製している。この時、アガロースゲルをカラムに充てん後、－20℃で一晩置くと、回収率が良くなる。精製をさらに進める場合は、QIAquick PCR Purification Kit（QIAGEN）を使用する。

⑵　H鎖、L鎖遺伝子の増幅

作製したcDNAから、マウス抗体遺伝子に特異的なプライマーセット[2)]を用い、multiplex PCRによって抗体遺伝子のH鎖およびL鎖をそれぞれ増幅する。ここでは、特異性及び反応効率の観点からKOD plus ver.2（TOYOBO）を用いてPCRを行う。既出の方法に従って、プライマーの長さを変えて、2回PCRを行う。それぞれのサーマルサイクルは次の通りである。1回目：94℃、2分→98℃、10秒；55℃、30秒；68℃、30秒（40サイクル）、2回目：94℃、2分→98℃、10秒；68℃、30秒（30サイクル）。

⑶　抗体遺伝子の接合

次に、作製したH鎖遺伝子とL鎖遺伝子をscFvとして発現させるために、単一の遺伝子へと接合

*）現　退職　　**）現　微生物抗体開発プロジェクトスタッフ　　***）現　バイオ科

する。前述のように、ここではoverlapping extention PCRによる2断片法で行う。H鎖DNAとL鎖DNAとを、プライマーを含まないPCR溶液に混合し、overlap extention反応を行う。その後、プライマーを含むPCR溶液を加えて、PCRを行い、H鎖-L鎖接合DNAを増幅する。それぞれの反応溶液の構成の一例を表１－１～表２－２に示す。

表１－１　Overlap extension反応の反応液組成

	溶液量[μℓ]
H鎖DNA溶液	2
L鎖DNA溶液	2
10x KOD Buffer	2.5
2mM dNTPs	2.5
25mM $MgSO_4$	1.25
KOD plus	0.4
DW	14.35
Total	25

表１－２　Overlap extension反応のサーマルサイクル

Temp.	Time	Cycles
94° C	2min	
98° C	10sec	10cycles
55° C	30sec	
68° C	30sec	

表２－１　Overlap extension反応に続くPCRの反応液組成

	溶液量[μℓ]
Overlap extention 反応溶液	25
Primer 1	2.5
Primer 2	2.5
10x KOD Buffer	2.5
2mM dNTPs	2.5
25mM $MgSO_4$	1.25
KOD plus	0.4
DW	13.35
Total	50

表２－２　Overlap extension反応に続くPCRのサーマルサイクル

Temp.	Time	Cycles
94° C	2 min	
98° C	10 sec	25cycles
68° C	1 min	

２．３　抗体遺伝子のベクターへの組み込み

次に、作製したscFv遺伝子をベクターに組み込む。ベクターにはpCANTAB 5E（Amersham Pharmacia、現在は市販されていない）を用いる。制限酵素反応（Sfi I/Not I）を行い、抗体遺伝子DNAおよびpCANTAB 5Eを切断し、pCANTAB 5Eのみアルカリフォスファターゼ処理を行う。その後、ライゲーション反応を行う。

２．４　エレクトロポレーション

最後に、遺伝子組み換えを行ったプラスミドDNAを大腸菌XL1-Blue（Agilent）に形質転換を行う。この時、形質転換後の大腸菌をプレート培地に植えるだけではなく、液体培地にも同時に植えておくと、後に続く工程を容易に行うことができる。つまり、プレート培養は、形成されたコロニーを数えて、ライブラリーサイズを同定するために用い、液体培養したものを後の固定に使用する。また、培養温度は30℃とする。

謝辞

本研究は、文部科学省都市エリア産学官連携促進事業発展型（富士山麓エリア）の助成を受けて行った。ここに謝意を表します。

参考文献

１）A.R. Popeほか：Construction and use of antibody gene repertoires, 1-40, Antibody engineering-A Practical Approach, IRL Press(1996).

２）I. Benharほか：Phage Display of Single-Chain Antibody Constructs, Current Protocols in Immunology, 10.19B.1-10.19B.31, John Wiley & Sons, Inc(2002).

【ノート】

ファージ提示法を用いた抗体作製

― バイオパンニングによるscFv抗体のスクリーニング方法 ―

バイオスタッフ　太田俊也*　中野道彦**　渡邊むつみ***
室伏敬太*

Development of monoclonal antibody using phage display techniques

― Screenig of scFvs by Biopanning ―

Toshiya Ohta, Michihiko Nakano, Mutsumi Watanabe and Keita Murofushi

1．緒言

ファージ提示法を用いた抗体作製では、抗体遺伝子の多様性を保つ、大きなサイズを有するファージ抗体遺伝子ライブラリー（以下、ライブラリー）を作製し、ここから目的の抗体産株を選別することになる。

本報告では、前報[1)]で作製したライブラリーを用いて、バイオパンニング手法によるスクリーニングにより、抗体を獲得する方法について報告する。ここでは、ウイルスのキャプシドタンパク（CA）を抗原として用いた場合の１例について報告する。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scFv型抗体（scFv：single chain Fv、単鎖可変部抗体）である。

2．実験方法

2．1　抗体遺伝子ライブラリー

作製済みの、10^8規模のライブラリーを用いた[1)]。

2．2　バイオパンニング

バイオパンニングはA.R.Popeらの方法[2)]に準じて次の方法で行なった。

(1)　マイクロプレート（マキシソープ、NUNC）に抗原であるCAの組換えタンパクを適当量PBS緩衝液に溶解し、添加、オーバーナイト、４℃で静置し、抗原を固相化した。

(2)　マイクロプレートを洗浄後、４％スキムミルク－PBSで、室温２時間静置し、ブロッキングを行なった。

(3)　４％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）をマイクロプレートに加え攪拌後、室温にて２時間静置した。

(4)　マイクロプレートをPBSで５回洗浄後、終濃度0.1M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、マイクロプレートを替えて1/4量の2M 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×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℃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× YTGaプレート（２× YTに終濃度が２％グルコースと100μg/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×YTGaに懸濁し、１h、37℃で振とう培養し、M13 helper phage（予想されるファージよりおよそ２ケタ多い数）を添加後１h、37℃で培養し、さらに50μg/mℓとなるようにカナマイシンを加え、30℃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抗体を調整し2ndスクリーニングに用いた。

(9)　この操作を４回繰り返し、回収率が上昇したなら、いわゆるポリファージELISAで確認した。なお、ファージELISAによる抗原反応陽性の組換えファージの検出は、HRP/Anti-M13 antibody Conjugate（GEヘルスケア）を用いて行なった。

*）現　微生物抗体開発プロジェクトスタッフ　**）現　退職　****）現　バイオ科

⑽　ポリファージELISAが陽性であったならば、別途培養したプレートからコロニーを拾い、ファージ抗体をスクリーニングした。

⑾　⑽で陽性であった株のファージミドを抽出し、抗体遺伝子挿入領域のDNA配列分析を行なった。

３．結果

バイオパンニングにおいて、その回数を増すことに、CA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。得られた測定値を単位ファージ濃度当りに換算した結果を図１に示す。この結果、パンニング操作４回目でCAに特異的に吸着するファージの存在が示された。

そこで、単一コロニーよりファージを調整し、これを１次抗体にELISAを行い、発色反応を確認した。さらには、誘導物質であるイソプロピルチオガラクトシド（IPTG）による誘導発現を行い、陽性クローンを選抜した。また、DNA配列分析を実施し、その結果を国際的なDNAデータベースに登録されている配列と比較し、新規な遺伝子であることを確認した。

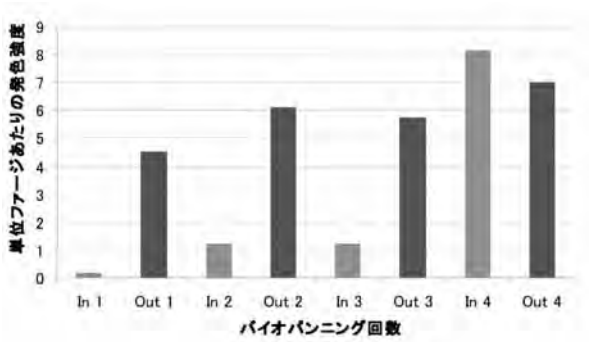


図１　ポリファージＥＬＩＳＡ

なお、精製方法については、本誌の次のページで報告する[3]。

４．まとめ

作製したファージ抗体遺伝子ライブラリーより、バイオパンニング手法によりCAを認識する抗体遺伝子を獲得した。

謝辞

本研究は文部科学省都市エリア産学官連携促進事業発展型（富士山麓エリア）の助成を受けて行われました。

参考文献

１）中野、室伏、渡邊、太田，静岡県工業技術研究所研究報告，第３号，59-60，（2010）.

２）Pope, A.R., Embleton, M.J. and Mernaugh, R., Antibody Engineering, a Practical Approach (1st Edn.), IRL Press, 1-40 (1996).

３）室伏、中野、渡邊、太田，静岡県工業技術研究所研究報告，第３号，63-64，（2010）.

【ノート】

ファージ提示法を用いた抗体作製

― 大腸菌ペリプラズム空間に発現させた組換え抗体の効率的精製法の検討 ―

バイオスタッフ　室伏敬太*　中野道彦**　渡邊むつみ***
太田俊也*

Development of anti-norovirus monoclonal antibody using phage display techniques

- Purification of single chain fragment variable antibody from the periplasm of *Escherichia coli* -

Keita Murofushi, Michihiko Nakano, Mutsumi Tsuji and Toshiya Ohta

1．目的

当センターでは、ファージ提示法によって獲得した抗体遺伝子を大腸菌に導入して、大腸菌のペリプラズム空間に抗体タンパク質を発現させている[1)~4)]。抗体タンパク質を産業利用に供することを考慮すると、大量の抗体タンパク質を迅速かつ低コストで調製することが重要な課題となる。上記課題を解決するためには、抗体タンパク質の生産段階と精製段階のそれぞれについて最適な手法を検討する必要がある。本研究では、抗体タンパク質の精製段階ついて、従来までの手法に改善を施し、精製工程の簡略化とコストの削減を試みたのでその内容と結果を報告する。

2．方法

当センターでは、これまで大腸菌から抽出したペリプラズム画分をスピンカラムで濃縮して、分取型クロマトグラフィーとアフィニティーカラムを用いて精製を行っていた。しかし、スピンカラムを用いた濃縮法では以下のような問題があった。1つ目は、濃縮のためにスピンカラムを多数使用すること、また、不純物が多く残存するサンプルをカラムに通すためにカラムがすぐに劣化してしまうことにより、精製に必要なコストが高くなってしまう。2つ目は、スピンカラムによる濃縮では濃縮効率が悪く、多量のサンプル溶液をアフィニティーカラムに通すこととなり、目的の抗体タンパク質の回収率が低下してしまう。3つ目は、スピンカラムによる濃縮は遠心分離操作を繰り返し行う必要があるので、作業工程が煩雑となり多くの労力と時間を費やさなければならなくなる。

そこで、本研究では、硫酸アンモニウムによる塩析を利用して、ペリプラズム画分の濃縮を試みた。大腸菌培養液からは多量のペリプラズム画分が抽出されるが、硫酸アンモニウムを添加してタンパク質を沈殿させれば濃縮が容易に行えると期待した。

2．1　ペリプラズム画分の調製

(1)　scFv型抗体遺伝子と精製用のHis-tag遺伝子が組込まれたプラスミドベクターpCANTAB-5Eを大腸菌HB2151に導入し、4ℓのスケールで培養して発現誘導を行った。

(2)　培養液4ℓを遠心分離（4℃、3,500×g、30分）で集菌して、ペレットを回収した。

(3)　ペレットにTS buffer（200mMTris (pH8.0) ＋ 0.5MSucrose）を400mℓ加えて再懸濁して、ボルテックスでよく懸濁させて、30分間氷冷した。

(4)　遠心分離（4℃、10,000×g、10分間）を行い、上清を回収してペリプラズム画分を得た。

2．2　硫酸アンモニウム塩析法による濃縮

(1)　ペリプラズム画分をメスシリンダーで正確に秤量して、終濃度70%となるように硫酸アンモニウムを完全に溶解させて、4℃で一晩静置した。

(2)　遠心分離（4℃、20,000×g、30分間）を行い、析出したタンパク質を沈殿として回収した。

(3)　ペレットを10mℓの結合バッファー（20mM Phosphate, 500mM NaCl, 20mM Imidasole, pH7.4）に溶解して、口径0.45μmのシリンジフィルターに通して夾雑物を取り除いた。

*）現　微生物抗体開発プロジェクトスタッフ　**）現　退職　***）現　バイオ科

【ノート】

２．３　FPLCシステムを用いた精製

２．２で調製したサンプル溶液を、分取型液体クロマトグラフィーAKTA FPLC（GEヘルスケア社）を用いてHis-tag精製用カラムHisTrap HP（GEヘルスケア社、カラム容量１mℓ）に通して、抗体タンパク質をカラム中の担体に結合させ、溶液中のイミダゾール濃度を上げることによって抗体タンパク質を溶出させてフラクションを回収した。

精製で使用したバッファーの組成を表１に示す。

表１　アフィニティー精製用バッファー組成

結合バッファー（Buffer A）	溶離バッファー（Buffer B）
20mM Phosphate	20mM Phosphate
500mM NaCl	500mM NaCl
20mM Imidasole	500mM Imidasole
pH7.4	pH7.4

３．結果および考察

分取型クロマトグラフィーによる精製結果を図１に示す。サンプルをカラムに通じた直後にほとんどのタンパク質がカラムを素通りしているが、溶離バッファーの比率を上げてバッファー中のイミダゾール濃度を高くすると、タンパク質の溶出が確認されたのでフラクションを回収した（図１の矢印）。

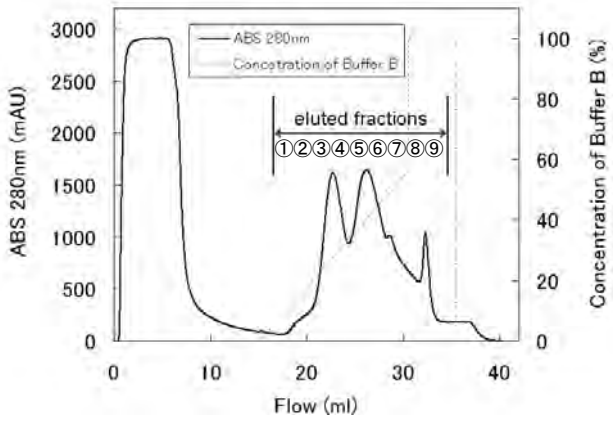


図１　　アフィニティーカラムを用いた抗体精製

回収したフラクション９本について、それぞれのフラクション溶液をSDS-PAGEで確認した結果を図２に示す。夾雑タンパク質も若干存在しているが、抗体タンパク質と推定される30kD付近に主要なバンドがクロマトラフのチャートと一致して確認された。なお、チャート上では複数のピークが観測されたが、これは抗体タンパク質が二量体や三量体を形成したためと予想される。

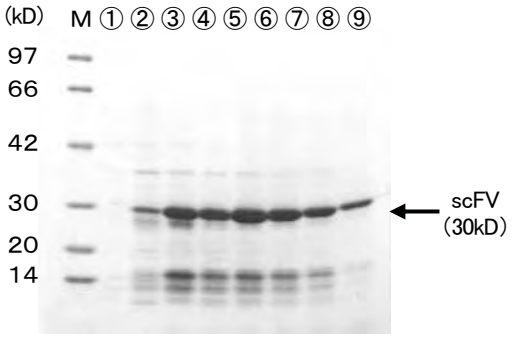


図２　回収したフラクションのSDS-PAGE

４．まとめ

スピンカラムを用いる代わりに、硫酸アンモニウム塩析法を応用することで、ペリプラズム画分から抗体タンパク質の濃縮を効率的かつ安価に行うことができた。また、濃縮効率が上がったことにより、アフィニティーカラムによる精製の簡便化と、抗体タンパク質の回収率の向上に貢献した。

参考文献

１）太田、飯塚、山田：静岡県沼津工業技術センター研究報告，第14号, 11-13（2006）.
２）山田、太田、飯塚：静岡県沼津工業技術センター研究報告，第14号, 14-15（2006）.
３）太田、飯塚、山田：静岡県沼津工業技術センター研究報告，第15号, 19-20（2007）.
４）太田、山田、飯塚：静岡県沼津工業技術センター研究報告，第15号, 21-22（2007）.

【ノート】

きのこ子実体抽出成分によるホルモン依存性乳癌細胞株の増殖阻害（第１報）

バイオスタッフ　　岩原健二*　勝山　聡*

Inhibition of proliferation of hormone-dependent breast cancer cell line by the extracts of fruit body of basidomycetes (1st report)

Kenji Iwahara and Satoshi Katsuyama

１．緒言

がんは日本人の死亡原因のトップであり、毎年数十万人（2008年342,849人：男性206,287人・女性136,562人）が死亡している。女性では乳癌が明らかに増加してきている。乳癌の罹患は、働き盛りの40～60歳で多くなっており、さらに最近では閉経後での乳癌が増加している。乳癌の多くは（約７割)、ホルモン依存性である。女性ホルモンであるエストロゲンは細胞内のエストロゲンレセプター（ER）に結合してDNAに作用して乳癌が増殖する。このエストロゲン生成に関与しているいくつかの酵素やERへの結合を阻害する物質がホルモン依存性乳癌の治療薬として開発されている[1)]。治療に非常に有効な反面、骨密度の低下、耐性の獲得、他器官での癌誘発などの副作用も懸念されている。それゆえ、効果的な治療薬の開発は常に求められている。

これまでに、日常摂取する食品（野菜、果物、水産品、きのこ）のエタノール抽出区分がホルモン依存性乳癌細胞の増殖を阻害する成分が広く認められることを見出してきた[2,3)]。中でも、きのこ類は２次代謝においてアルカロイド、テルペノイド、フェノール類等を生産し、抗腫瘍効果があるものも見出されているが、いまだ未同定な物質も多く存在していると考えられる。そこで、きのこ中に含まれるホルモン依存性乳癌細胞の増殖を阻害する成分についての検討を行った。

２．実験方法

２．１　きのこ抽出成分による乳癌細胞の増殖阻害試験

ヒト乳癌細胞は凍結保存してあるホルモン依存性乳癌細胞株、T47Dおよびホルモン非依存性細胞株、MDA-MB-231を用いた。培地は、非働化したFBSを10％含むDulbecco's modified Eagle's medium、DMEM（＋）および増殖因子である性ステロイドやステロイド様作用物質をチャコール・デキストラン処理して取り除いたDMEM（－）を用いた。

継代５日目のT47DあるいはMDA-MB-231を回収し、遠心分離しDMEM（＋）を捨ててDMEM（－）に懸濁させ、96ウェルプレートに1×10^4 cell/㎠になるように播種し、37℃、５％CO_2インキュベーターに入れた。

細胞接着後、培地を吸い取り、各種きのこのエタノールおよび水抽出液（きのこ子実体の乾燥重量３ｇに対して100㎖のエタノールあるいは水で抽出）の100μℓを凍結乾燥し、20μℓのDMSO溶液とした。このDMSO溶液1.0μℓを生育因子であるE1Sを100nMあるいはE2を１nM含むDMEM（－）培地1,000μℓに添加した。これらを96ウェルプレートに各抽出物につき５ウェルに 100μℓ加えた。２日後同培地にて培地交換し、３日後Cell Counting Kit-8（株式会社同仁化学研究所、水溶性テトラゾリウム塩WST-8が生細胞数に比例する細胞内脱水素酵素活性により還元され生じた極大吸収を460nm付近に持つ桃色生成物であるホルマザンを450nmにて測定し生細胞数を測定）にて評価した。細胞増殖の阻害は、次のようにして評価した。増殖阻害（％）＝100－（Abs 450nm、きのこ抽出液成分有培地/Abs 450nm、きのこ中抽出液成分無培地）×100

２．２　高速液体クロマトグラフィー（HPLC）によるきのこ抽出成分の分離

きのこ抽出液成分の分離は、逆相カラムクロマトグラフィー（C8カラム、ZORBAX XDB C-8、250 mm×9.4 mmID、Agilent社製）により分画を行った。サンプルは40μℓアプライした。溶出は、水－

*）現　バイオ科

【ノート】

エタノール濃度勾配にて行った。検出は、272nmにて行った。

３．結果と考察

阻害試験を行ったほとんどのきのこのエタノール抽出物および水抽出物についてT47D阻害についての増殖阻害効果が認められた(表１)。水抽出物の阻害成分は、水溶性の高い高分子であるβ-グルカンなどの多糖類、糖タンパク質、ペプチド、レクチンであると考えられる。一方、エタノール抽出物中の阻害成分は、エタノールにより抽出されていることから低分子物質であり、ステロイド、脂肪酸、テルペノイド等であると考えられた[4)]。これら成分の中で、低分子化合物について検討を行った。試験したものの中で阻害効果が高かったブナシメジのエタノール抽出区分を逆相クロマトグラフィー（HPLC）により水溶性から脂溶性のフラクションに分離し分画し、各フラクションについてT47D、ホルモン非依存性乳癌細胞（MDA-MB-231）の増殖阻害効果を検討した。その結果、T47DをMDA-MB-231よりも特異的に阻害する脂溶性区分（F6）を見出した。また、これとは逆に、水溶性の高い画分（F2, 3）において、MDA-MB-231に対してより強く作用する成分も確認された(図１)。脂溶性の高い区分は、ステロイド、脂肪酸、テルペノイド、また、水溶性の高い区分はそれら物質の配糖体類ではないかと考えられる。これら区分中の阻害に有効な成分について、さらに分離精製を進めて行く予定である。

４．まとめ

主に食用とされている数十種類のきのこの抽出成分についてホルモン依存性乳癌細胞であるT47D株の増殖阻害作用の検討を行った。いくつかのきのこにおいて高い増殖阻害作用が認められた。その中でシメジのエタノール抽出液中には、T47D株の増殖を特異的に阻害する効果のある成分が認められた。

謝辞

本研究を進めるにあたり、貴重なきのこ子実体の試料をご提供いただきましたSEIRYU　Bio株式会社に感謝いたします。実験方法などご指導いただきました静岡県立大学環境科学研究所　大学院生活健康科学研究科　生体機能学研究室　下位香代子教授に感謝いたします。

表１　きのこ－エタノール抽出物によるT47Dの増殖阻害

	増殖阻害（%）	
	エタノール抽出	水抽出
ブナシメジ	50	61
ポットベラ	43	27
ヤマブシタケ	40	36
シロハツ	33	14
チャジュタケ	29	51
マイタケ	27	17
スギタケ	24	16
エノキ	24	−1
シロキクラゲ	22	22
イワタケ	20	26
エリンギ	20	17
シイタケ	20	26
ナメコ	18	30
アワビタケ	15	7
クロイグチ	14	21
ツエタケ	11	12
ユキレイタケ	6	5

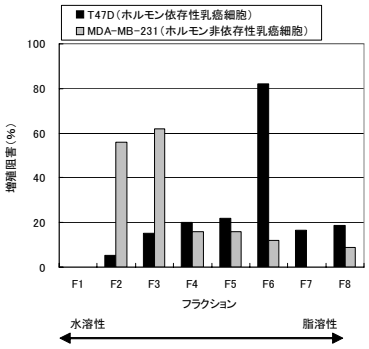


図１　シメジーエタノール抽出液分画物によるT47D及びMDA-MB-231の増殖阻害

参考文献

１）M. J. Reed, A. Purohit, L.W.L Woo, S.P. Newman and B.V.L. Potter：Steroid Sulfatase: Molecular Biology, Regulation and Inhibition, Endorcine Reviews, 26(2), 171-202（2005）.

２）岩原健二、室伏敬太：食品中のステロイドスルファターゼ阻害物質による乳癌抑制に関する研究（第１報），静岡県工業技術研究所研究報告，第1号，55-56（2008）.

３）岩原健二、室伏敬太：食品中のステロイドスルファターゼ阻害物質による乳癌抑制に関する研究（第２報），静岡県工業技術研究所研究報告，第２号，101-102（2009）.

４）衣川堅二郎、小川眞：きのこハンドブック，朝倉書店（2000）.

【ノート】

酵素反応による硫酸ステロイド化合物DHEA-S検出法の開発

― 酵素サイクリング反応によるDHEA標準物質の測定試験 ―

バイオスタッフ　　室伏敬太*　太田俊也*
SEIRYU Bio株式会社　　山口　司

An Enzymatic method for the determination of dehydroepiandrosterone-sulfate

Keita Murofushi, Toshiya Ohta and Osamu Yamaguchi

1．目的

ストレスは過度に受けると免疫力の低下や種々の疾患を引き起こすことが知られており、ストレスを科学的に評価して管理することの意義は大きい。しかし、ストレスには複雑な要因があることや、同じ環境条件でもストレスの度合いには個人差があるために現状のストレス評価は本人の主観的な判断に委ねられることが多い。近年では唾液・血液・尿などの生体試料中に存在するストレス関連物質（ストレスマーカー）の濃度を測定することでストレスを評価する手法が提案されているが、ストレスマーカーは極めて微量にしか存在しない物質であるため、その測定には大がかりな装置や高額な試薬を必要とすることがほとんどである。そこで、本研究では酵素反応を利用した安価かつ簡便なストレスマーカー測定法の開発を試みた。研究対象のストレスマーカーとしてdehydroepiandrosterone-sulafate (DHEA-S)に着目した。DHEA-Sはヒトの副腎皮質より分泌される種々のホルモン物質の前駆体であり、血液や尿中にも存在する化合物である。DHEA-Sは、副腎癌の指標とされているが、近年ではストレスマーカー候補物質としての研究も行われている物質である。

2．方法

2種類の酵素反応を組み合わせたDHEA-S測定法の開発を計画した。具体的には、ステロイドスルファターゼによる加水分解反応でDHEA-Sの硫酸基を取り除き、反応によって生じたDHEAをThio-NAD－NADH酵素サイクリング反応で高感度に検出することで元のDHEA-Sを定量する（図1）。

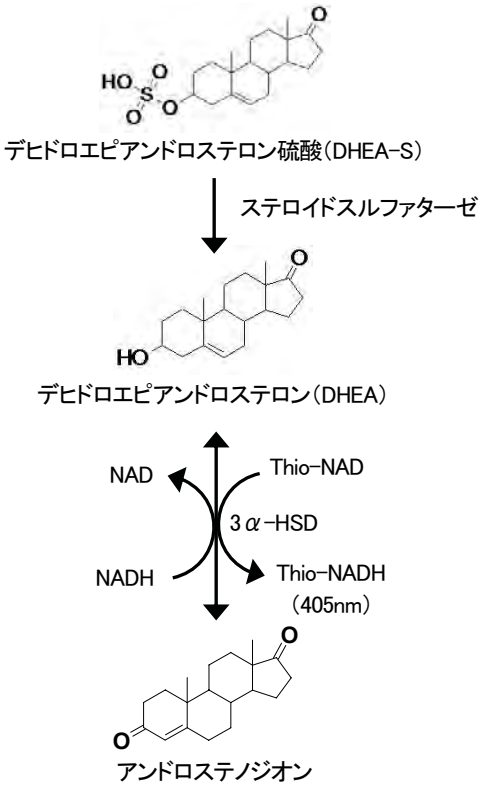


図1　2種類の酵素反応を組み合わせたDHEA-S測定法

2．1　ステロイドスルファターゼによる加水分解

DHEA-Sの硫酸基を加水分解させるステロイドスルファターゼは、当センターで保有する *Flavobacterium* sp MS-3株より精製した、STS1を用いた[1, 2]。MS-3株が生産するステロイドスルファターゼとDHEA-Sを混合して、DHEA-Sの硫酸基が完全に加水分解されるまで反応させた。

*）現　微生物抗体開発プロジェクトスタッフ

【ノート】

２．２　DHEAの酵素サイクリング反応による定量

ステロイドスルファターゼによる加水分解で得られたDHEAは、３β-hydoroxysteroid dehydrogenase (3β-HSD)によりアンドロステノジオンに脱水素されることが知られているが、3β-HSDはサイクリング反応が困難な酵素である。そこで、サイクリング反応に適した3α-HSDを用いてサイクリング反応を試みた。

試薬１（0.2M Tris-Hcl, 40U/mℓ 3α-HSD, 3mMNADH）100μℓ、試薬２（5mM Thio-NAD）80μℓおよびDHEA溶液（1mMおよび0.1mM）20μℓを混合して、37℃の条件下における405nmの吸光度の経時変化をマイクロプレートリーダー（TECAN社InfiniteM200）を用いて測定した。

３．結果および考察

標準物質DHEAに対する3α-HSDを用いた酵素サイクリング反応の結果を図２に示す。基質が存在しないコントロールでは吸光度に変化がないが、DHEAが存在するとその濃度に応じて単位時間当たりの発色の増加量が大きくなっていることが確認され、DHEAの測定が可能であることが示された。

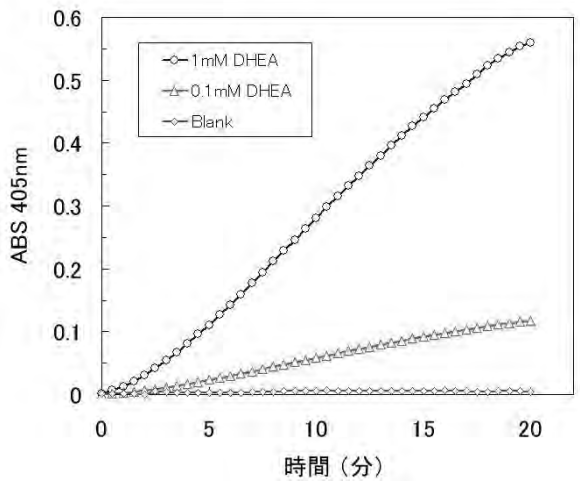


図２　DHEA標準物質を基質としたサイクリング反応結果

今回の結果では回転率が約0.5回転/分、DHEA標準物質の検出限界は0.01mMであった。Thio-NAD－NADH酵素サイクリング反応については、胆汁酸の測定で検出限界0.22μMを達成した報告例もあるので[3]、DHEAの測定に関しても条件検討を重ねることで検出感度の向上が期待できる。

なお、DHEA-Sについても、MS-3株由来のステロイドスルファターゼによる加水分解を経て、酵素サイクリング反応で検出できることを確認した（データ非公開）。

今後は酵素サイクリング反応の条件検討による検出感度の向上と、反応に必要なステロイドスルファターゼの大量調製のために、微生物を宿主とするMS-3株由来ステロイドスルファターゼの大量発現系の構築を進める計画である。

４．まとめ

Thio-NAD－NADH酵素サイクリング系で汎用される3α-HSDが、3β-hydoxysteroid化合物であるDHEAにも作用することが示された。さらに、沼津工業技術支援センターが保有するFlavobacterium sp. MS-3株由来のステロイドスルファターゼを用いた加水分解反応と組み合わせることで、DHEA-Sの測定が可能であることが確認された。

参考文献

１）山岸政昭ら：海洋性細菌の生産するスルファターゼの探索，静岡県沼津工業技術センター研究報告，No.4, 15-18 (1996).

２）室伏敬太、山岸政昭：微生物の生産する生体関連酵素を用いた食品・医化学品の開発研究，静岡県沼津工業技術センター研究報告，No.14, 17-18 (2006).

３）Zhang GH, Cong AR, Xu GB, Li CB, Yang RF, and Xia TA: An enzymatic cycling method for the determination of serum total bile acids with recombinant 3alpha-hydroxysteroid dehydrogenase, Biochem Biophys Res Commun, 326, 87-92 (2005).

【ノート】

単発・短周期騒音発生機器の信号解析とその低減に関する研究

― アキシャルプランジャーポンプの定常音解析とその問題点について ―

機械電子スタッフ　竹居　翼*　本多正計*　望月建治*
バイオスタッフ　飯塚千佳世*

A Study on Noise Reduction and Analysis of Transient Sound from Industrial Equipments

-A Stationary Sound Analysis of Axial Piston Pumps and Its Difficulties-

Tasuku Takei, Masakazu Honda, Kenji Mochizuki and Chikayo Iizuka

1．はじめに

産業機器等から発生する騒音を低減させるため、現在までに様々な研究がされており、防音・遮音・動的制御など多くの低騒音化対策が考案されている。しかし、最適な騒音対策としての確立には至っていない。この原因の一つとして、騒音を定常信号として扱う騒音計等では評価困難な、単発音や短周期音の存在が考えられる。そこで、本研究はこれらの測定機で評価困難な、非定常・過渡音を解析、評価する手法について検討を行い、騒音対策としての活用法を確立することを目的とした。

今回は、機器が発する騒音を測定し、一般的な短時間フーリエ変換（以下、STFT: Short-Time Fourier Transform ）を用いた周波数分析手法を使用して単発音や短周期音の特定を試みた。ここでは、騒音発生機器としてキソー株式会社製のアキシャルプランジャー式高圧ポンプ（以下、ポンプ）を選択した。このポンプの外観を図１に、性能を表１に示す。

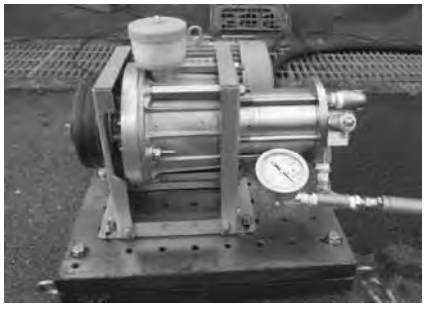


図１　ポンプ外観

表１　ポンプ性能

種別	アキシャルプランジャーポンプ
吐出圧力	3.5 [MPa]（規定値）
吐出流量	25.5 [ℓ/min]（規定値）
駆動方法	三相誘導電動機をVベルトで接続
ポンプ回転数	1349 [rpm]（ノズル使用時規定値）
電動機回転数	1436 [rpm]（50[Hz]電源規定値）

2．実験方法

2.1　測定環境の確認

ポンプが水を扱う都合により無響室内での測定が難しいため、騒音測定は屋外にて実施した。環境中の雑音が存在する屋外のため、まず測定環境中の暗騒音の騒音レベルとポンプ運転時の騒音レベルとを比較し、暗騒音の影響を調べた。

2.2　騒音測定

騒音解析用データとして、ポンプ周囲の騒音を測定した。測定に使用した機器を表２に、測定時のマイクロホンの設置位置は、JIS B 8310を参考に図２のように設定した。

表２　使用機器

データ収録機器	小野測器 データステーション DS-2100 小野測器 4ch入力ユニット DS-0264
マイクロホン	B&K コンデンサマイクロホン Type 4188
プリアンプ	B&K プリアンプ Type 2671

*）現　機械電子科

【ノート】

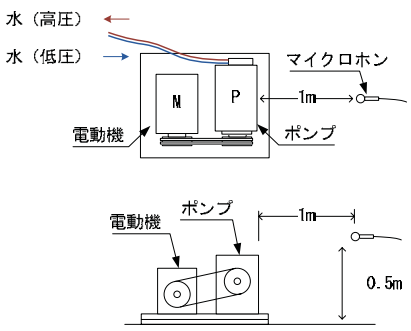


図２　マイクロホン設置位置

２．３　騒音解析

測定した騒音データに対してSTFT分析を行った。短周期音や単発音の特定を試みて、分析フレームサイズを大きくした（周波数分解能を高めた）条件と、分析フレームサイズを小さくした（時間分解能を高めた）条件で分析した。また、比較のためにデジタルフィルタを用いた周波数分析手法[1)]（以下、フィルタバンク法）による解析も行った。

３．実験結果

３．１　騒音測定結果

測定の結果、環境中の暗騒音レベルが41[dB]程度、ポンプ運転時の騒音レベル77[dB]程度であり、JIS Z 8731で暗騒音の影響を無視できるとされる10[dB]以上の差があることを確認した。

３．２　騒音解析結果

分析フレームサイズを大きくしたSTFT分析結果を図３、分析フレームサイズを小さくしたSTFT分析結果を図４に示す。また、フィルタバンク法による分析結果を図５に示す。

図３では、周波数分解能が高められたことによって音の周波数を特定できるが、発生時間が特定できずに連続音のように表現されている。また、図４では、時間分解能が高められたことによって音の発生時間を特定できるが、周波数が特定できずに広帯域に亘った周波数成分で表されている。これらはフーリエ変換の不確定性原理によるSTFT分析の問題点である。しかし、図５のように、この問題を考慮した周波数分析手法を用いることにより、音の発生時間と周波数をある程度特定できる。

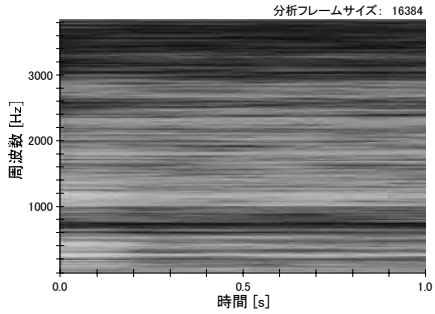


図３　周波数分析結果（周波数分解能：高）

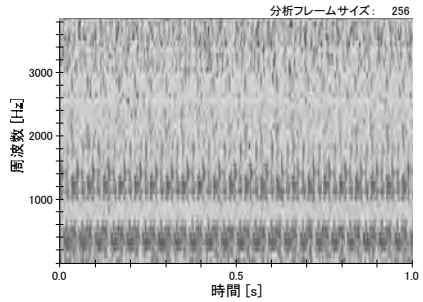


図４　周波数分析結果（時間分解能：高）

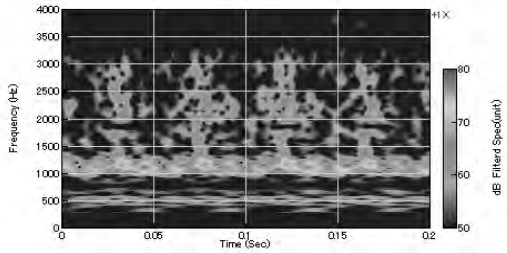


図５　周波数分析結果（フィルタバンク法）

４．まとめ

一般的な騒音解析手法に用いられているSTFT分析では、単発音や短周期音などの解析が難しく、非定常音や過渡音に適した解析の必要性を確認した。

今後は単発音や短周期音を解析するために、ウェーブレットを用いた分析などの様々な分析手法による解析について検討を行い、最適な解析方法を探索する。そして、解析結果をポンプの低騒音化対策に活用する予定である。

謝辞

本研究に協力して頂いた、キソー株式会社の佐野氏、林氏、ならびに有限会社エヌブイソリューションズの菅原氏に深く感謝いたします。

参考文献

１）菅原，山崎：過渡応答のデジタルフィルタを用いた周波数分析手法，日本機械学会2008年度年次大会講演論文集(5)，141-142（2008）.

【抄録】

Isolation of anti-uroporphyrin antibody fragment using phagedisplay techniques

Toshiya Ohta, Takuma Hayashi, Fumihiko Hasumi and Satoshi Nakamura

ファージディスプレイ技術を用いた抗ウロポルフィリン抗体の単離

沼津工業技術支援センター　太田俊也
沼津工業高等専門学校　林　琢磨　蓮実文彦
東京工業大学大学院生命理工学研究科　中村　聡

Porphirins, 18 (1), 1-6, 2009

我々は、ウロポルフィリン（UP）の検出と分析において利用が期待できるUPに対する一本鎖抗体断片（scFv）を単離した。カサガイ・ヘモシアニンと抱接したUPでマウスを免疫し、このマウス脾臓細胞を基にファージ抗体遺伝子ライブラーリーを構築した。UPscFvsはUP-ウシ血清アルブミン接合体との結合活性に基づいて単離した。その特性は酵素結合抗体免疫測定法によって確かめた。そして、最も高い結合活性がよい３つのポジティブなクローンのDNAシーケンスを決定した。

【抄録】

Isolation and molecular characterization of single-chain Fv antibodies raised against pollen allergens from Japanese cedar (*Cryptomeria japonica D.* Don)

Shinya Yamada, Toshiya Ohta, Chikayo Iizuka, Ozawa Kazumichi, Yoshihiro Katayama and Shinya Kajita

スギ（*Cryptomeria japonica* D. Don）花粉アレルゲンに対するsingle-chain Fv抗体の単離と分子特性

沼津工業技術支援センター　山田晋也*　太田俊也　飯塚千佳世
ファルマバレーセンター　小澤一道
東京農工大学大学院　片山義博　梶田真也

Bioscience Biotechnology and Biochemistry, 73(11), 2399-2407, 2009

ファージディスプレイ法を用いてスギ花粉の２つのメジャーアレルゲン（Cry j 1,Cry j 2）に対するsingle-chain Fv(scFv)抗体の単離とその分子特性の解析を実施した。解析の結果、６つのCry j 1特異的scFv抗体は4つの独立したエピトープに結合し、解離定数は4.84×10^{-9}Mから1.62×10^{-7}Mであった。一方、４つのCry j 2特異的scFv抗体は結合に対して互いに競合し、解離定数は1.11×10^{-7}Mから4.21×10^{-7}Mであった。本結果は、花粉アレルゲンに対する抗体生産のコストおよび時間の節約を遺伝子組換え技術の方法で提供できることを示した。

*）現　農林技術研究所森林・林業研究センター

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

静岡県富士市大渕2590番地1

INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE OF SHIZUOKA PREFECTURE, FUJI

2590-1 Obuchi, Fuji city, Shizuoka, 417-8550 Japan

【報告】

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

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

Development of Highly-Durable Hard Coating Techniques applied to Casting Die

Shogo Tanaka , Makoto Takagi and Tsuyoshi Mano

Damage of casting die used for aluminum die-cast caused by the reaction of aluminum alloy and die itself can be inhibited by PVD coating techniques. By studies dipping a pin-shaped test piece into molten aluminum alloy, durability of PVD-coated steel mold material was evaluated. Degradation mechanism of PVD-coated steel mold material was also discussed.
The results suggest that damage to the PVD-coated steel mold material caused by reaction with the aluminum alloy penetrated from the flaw of coating

１．はじめに

ダイカスト法は、溶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。アルミニウム、マグネシウム、亜鉛等の合金を材料とし、自動車部品、家電製品の部品等の製造が行われている。静岡県は、ダイカスト法の金型により全国２位の生産額を有している。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。

ダイカスト法には、１回の鋳造ごとに溶解炉から合金溶湯を汲み出すコールドチャンバー法と、溶解炉がダイカストマシンに接続され、鋳造ごとにポンプで溶湯を供給するホットチャンバー法がある。アルミダイカストではコールドチャンバー法による製造が主に行われている。ダイカスト法による製造のサイクルは以下のようになる。

① 型締め
② 溶湯の注入
③ 冷却、凝固
④ 型開き、製品の取り出し
⑤ 離型剤の散布

一般的なアルミダイカスト法に使用されるアルミ溶湯の温度は670℃前後である。溶融金属と接触する部分は高温域での強度と耐久性が要求される。特に、製品形状を決定する金型は、高い形状精度が必要とされるにも関わらず、溶融金属との反応、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。

以上のことから、ダイカストの金型部材には溶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。それに加えて、コスト、納期の要求から加工性の良さ、熱処理、表面処理等の容易さも重要となる。

一般に、金型材としては高温での使用に適したSKD61、SKD11などの熱間金型用鋼材が使用されている。耐熱衝撃性に関しては材料の特性によるところが大きく、各材料メーカーが成分、熱処理条件を調整し、ダイカスト金型に適した材料を開発する取り組みを進めている。アルミ合金との低反応性に関しては、各種表面処理による対策が検討されている[1)]。

２．コーティングの応用

溶融アルミとの反応による焼き付き、溶損などの金型の損傷は、金型部材と溶湯の界面での現象であるため、表面処理によって抑制が可能であると考えられる。窒化などの拡散処理は、金型の長寿命化に効果があることが知られており、一般に用いられている。拡散処理は処理コストが比較的安価で、処理深さが深い等の特徴があるが、金型材料内部に異種の元素を拡散させるものであり、アルミ合金と金型表面の反応を抑制することには限界がある。

PVD法（物理気相蒸着法）による金属窒化物などのコーティングは硬度、耐熱性に優れ、金型表面を覆うことにより溶損を大幅に抑制できる可能性があ

る。しかし、拡散処理とは異なり表面に膜を堆積させる手法であるため、基材との密着性や膜自体に存在する欠陥が問題となる。当研究所ではPVDコーティングの密着性を改善し、耐久性を向上させる技術の開発に取り組んできた[2)]。この技術を応用することにより、ダイカスト金型を長寿命化させるコーティング技術を開発することができると考えた。本研究では、コーティング技術開発のための足がかりとして、現行のコーティング技術によって金型の劣化要因の一つである「溶損」（溶融金属との合金化による金型部材の溶解）がどの程度抑制できるかを評価した。また、溶損が起きるメカニズムについて検討した。

３．実験

部材の溶損を簡易的に評価するために用いた試験装置を図１に示す。

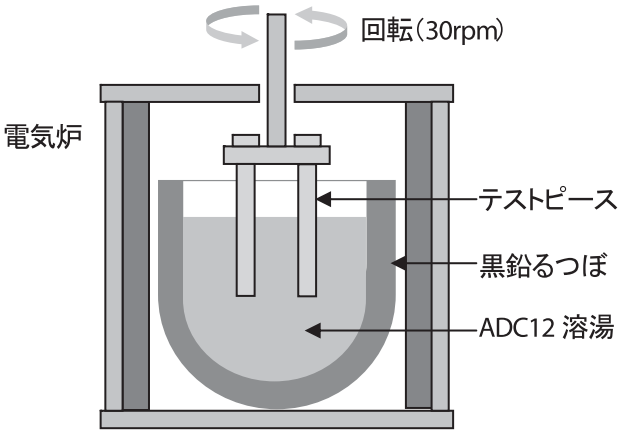


図１　試験装置の概略

約670℃の溶融したアルミニウム合金（ADC12）中にテストピース（以下TPと表記）を浸漬し、30 rpmで回転させる溶損試験を行った。TPはφ10㎜×100㎜のピン形状（図２）とし、これに窒化処理およびPVD法によるコーティングを施した。

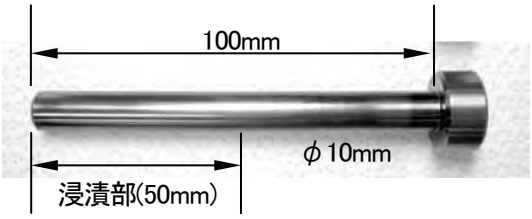


図２　TP外観

TPの材質は、ダイカスト金型の部材として多く用いられている熱間金型用鋼材（SKD61）を使用した。所定時間経過後のTPについて、表面に付着したアルミを除去した後に重量測定を行い、試験前の重量から差し引くことによって重量減少（溶損量）を算出した。試験後のTPについて、CCDマイクロスコープ（キーエンス製：VHX-100）により表面および断面の観察を行った。また、走査電子顕微鏡（SEM）（日立ハイテクノロジーズ製：S-3700N）により表面および断面の観察を行い、付属したエネルギー分散型X線分析装置（EDS）（堀場製作所製：EMAX x-act）により組成分析を行った。

４．結果・考察

４．１　未処理、窒化処理

前年度に行った試験の結果から、表面処理を施していないTP（未処理品）と、窒化処理を施したTPでは損耗が激しく、2hを超える長期の試験には耐えないことがわかっている[3)]。

2h浸漬後の未処理TPの表面状態を観察すると、浸漬部分が全面に損耗していることがわかる（図３）。

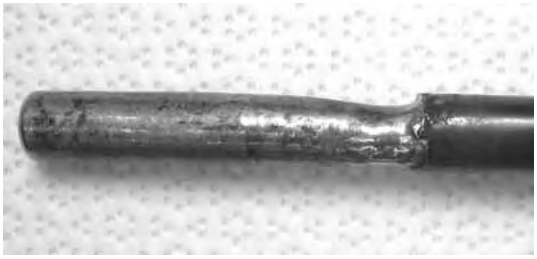


図３　2h試験後の未処理品浸漬部

窒化処理を施したTPにおいても、未処理品と同様に全面にわたる損耗が見られた（図４）。

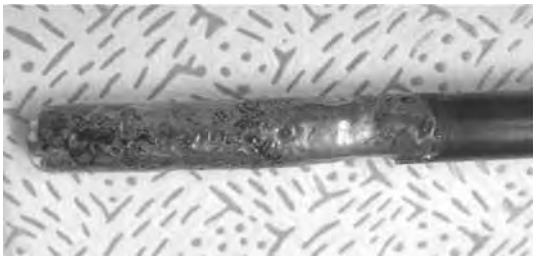


図４　2h試験後の窒化処理品浸漬部

４．２　TiN 、CrNコーティング

イオンプレーティング法による窒化チタン（TiN）および窒化クロム（CrN）コーティングを

施したTPの溶損量を図5に示す。試験時間1hでは、どちらも溶損量が少なく、窒化TPの1/4以下におさえられた。2hの試験では、TiNコーティングでは大幅に溶損量が増加したが、CrNコーティングでは1hと大きく変わらない低い溶損量であった。試験後のTPの外観観察写真を図６に示す。試験時間1hのTiNコーティングでは、未処理、窒化のTPとは異なり、穴状の損傷が全体に点在している。2hでは溶損が拡大し、コーティングは部分的に残っている状態であった。一方、CrNコーティングでは、2hの試験後もわずかな数の溶損孔が確認できるのみであった。

４．３　複合コーティング

試験結果が良好であったCrNコーティングについて、窒化処理と複合させた処理を施し、CrNコーティングのみの場合と比較した。試験時間4hまでの溶損量を図７に示す。試験時間2hでは溶損孔がわず

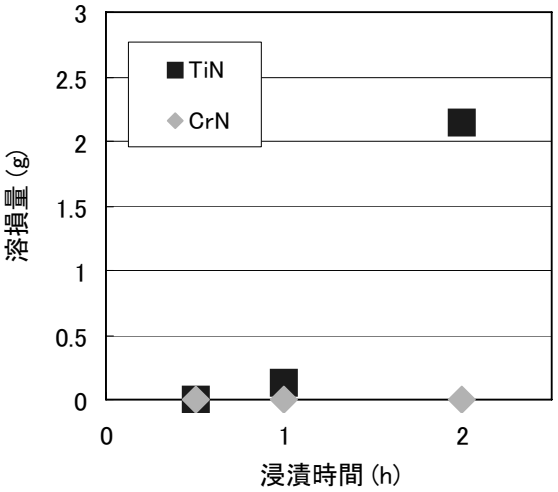


図５　TiN、ＣｒＮ TPの溶損量

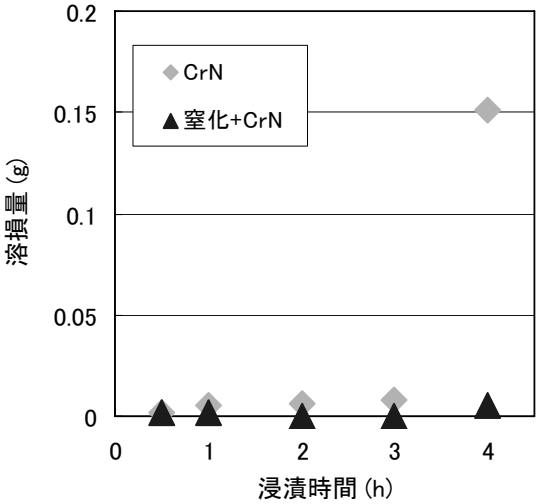


図７　ＣｒＮ、窒化＋CrN TPの溶損量

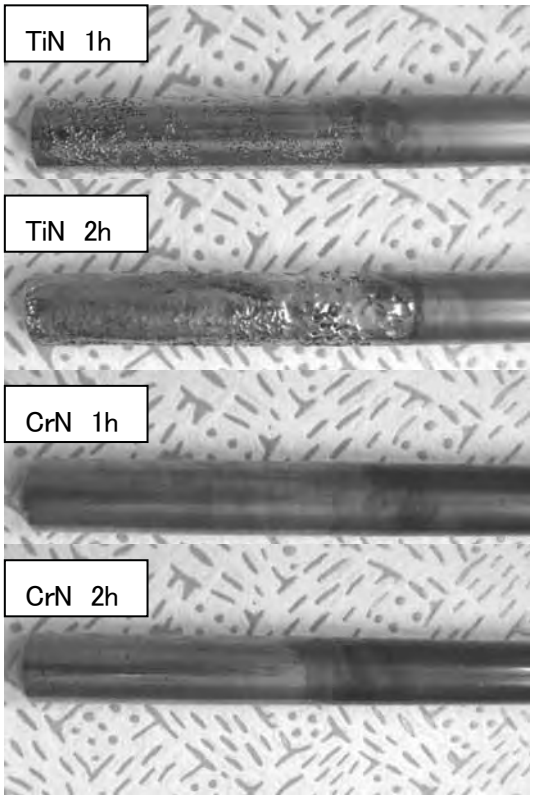


図６　TiN、ＣｒＮ TPの浸漬部

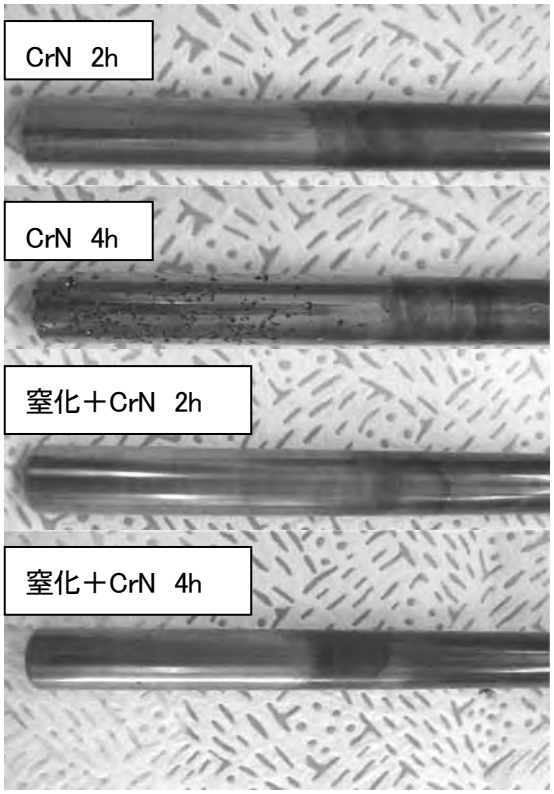


図８　ＣｒＮ、窒化＋CrN TPの浸漬部

かにしか見られなかったCrNコーティングであっても、試験時間を4hに延長すると溶損の進行が確認された。一方、窒化処理の上にCrNコーティングを施したものは、4hの長期試験においても溶損量の大きな増加は見られず、耐溶損性が大幅に改善された。試験後のTPの外観観察写真を図８に示す。試験時間4hのCrNコーティング TPの表面には数㎜径の穴状の損耗部が全体にわたって点在していた。一方、窒化処理した上にCrNコーティングしたものでは溶損孔の数はわずかであった。

４．４　溶損メカニズムの解析

コーティングを施したTP について、溶損原因を調査した。試験後のCrNコーティングTPの溶損孔を、デジタルマイクロスコープによって拡大観察した（図９）。表面から見た溶損孔は正円に近い形状をしていた。孔以外の部分ではコーティングが残っていることが確認されるため、素材の腐食が優先的に進行していることが推測される。

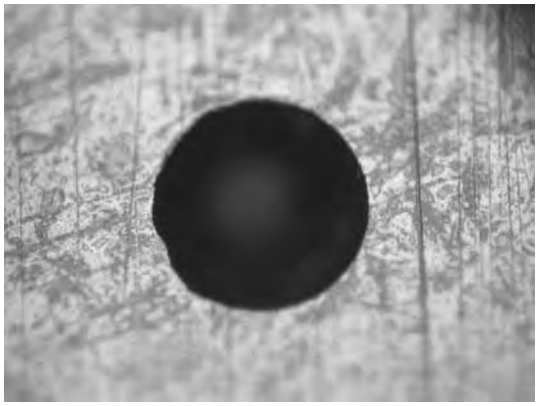


図９　CrN TPの溶損孔拡大写真（×450）

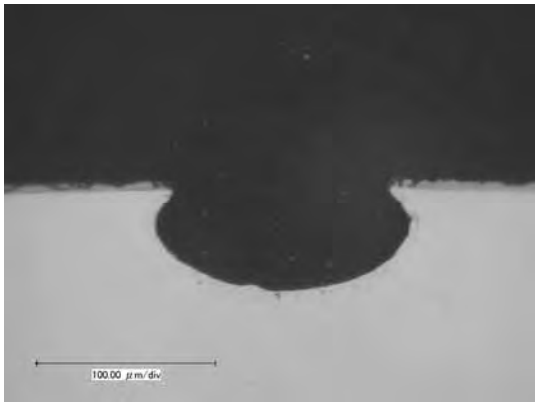


図10　CrN TPの溶損孔断面写真（×1000）

断面方向からの観察画像を図10に示す。断面から見た溶損孔は表面のコーティング部を残して内部が広がっている形状をしていることが確認された。素材の溶損が進行し、支えを失ったコーティングが剥落するというメカニズムで損傷が起こっていると考えられる。

溶損孔について、断面からSEMによる観察およびEDSによる組成分析を行った結果を図11に示す。不均一な組織が観察されたA部では、アルミ合金に由来する成分（Al、Si）、金型素材に由来する成分（Fe）に加えて酸素が検出されたため、酸化による組織の脆化が起こっていると推察される。素材（C

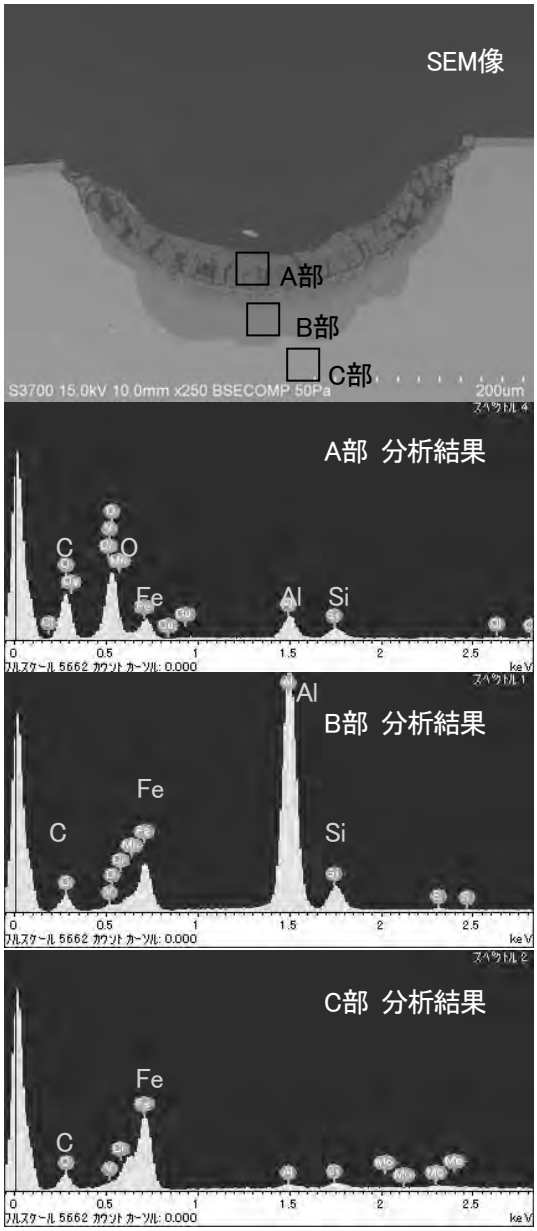


図11　溶損孔のSEM像とEDSスペクトル

部）と色の異なるB部では、Al、Si、Feが多く検出されており、アルミ合金と素材の反応層が形成されていると考えられる。C部では、Fe、Cを主とした素材の成分が検出された。

以上のことから、コーティングを施したTPの溶損メカニズムは以下のように推測される。

1．起点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、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。

したがって、耐溶損性の向上のためには、

① 欠陥の少ないコーティングを適用する。
② 素材とアルミ合金の反応を抑制する下地処理、表面処理を素材に施す。

といった対策が有効であると考えられる。

5．まとめ

表面処理とコーティングを複合させることによって、金型部材の耐溶損性を大きく向上できる可能性が示された。また、PVDコーティングを施したTPの場合、溶損はコーティングの欠陥から入り込んだアルミニウム合金が基材と反応することにより進行することが推測された。

本研究は静岡県プロジェクト研究「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、ビヨンズ㈱、東洋電産㈱、大昇工業㈱との共同研究により実施した。

謝辞

試験方法、観察試料の作製等に関して適切なご助言を頂いた芝浦産業㈱材料分析センターの皆様に感謝致します。

参考文献

1）日原政彦：ダイカスト金型の寿命対策，日刊工業新聞社 (2003)
2）真野毅：表面技術，58，18 (2007)
3）田中翔悟、真野毅：静岡県工業技術研究所研究報告，第 2 号，p133-134 (2009)

【報告】

トイレットペーパーの原料の特性と製品の柔らかさの関係の検討

製紙スタッフ　　齊藤将人*　深沢博之*　河部千香*　堤　真一*

Study of the Relationship between Characteristics of Raw Materials and Softness of Products for Toilet Paper

Masato Saito, Hiroyuki Fukasawa, Chika Kawabe and Shinichi Tsutsumi

We investigated relations of the characteristic of raw materials and the softness of products about toilet paper by estimation of the properties for papers made from re-disintegration of products.

As a result, it was a conclusion that it seemed the characteristic of raw materials for toilet paper affect on the softness of products, but also be affected post-process such as machining crepe.

１．はじめに

平成21年に国内の古紙回収率は79.7％に達し、古紙利用率は63.0％となるなど古紙の利用はますます活発になっている[1)]。また、世界各国の紙・板紙生産量が低迷する中、中国は紙・板紙生産も急成長を続け、生産量世界一になるなど、製紙業界は国内の景気の動向だけでなく、近隣諸国の影響も大きく受け、厳しい時代を迎えている。

このような背景のもと、古紙利用率向上による大企業の古紙利用量の増加や中国への古紙輸出量の増加などが原因で、国内中小製紙会社では求める品質の古紙の入手が困難になってきている。そのため、家庭紙製造企業では良質な品質の維持が難しくなってきており、製紙原料として良質とは言えない低品質古紙も利用せざるを得なく、紙の強度や製品歩留まりの低下、柔らかさや風合いが出にくくなるなどの問題が発生している。しかし、古紙100％というリサイクルを重視した製品であっても消費者からは高い品質が求められているのが現状である。

トイレットペーパーは肌に直接触れるため、製品の柔らかさが使用感に大きく影響する。われわれは家庭紙の品質の中でも重要な項目の一つである柔らかさという性質に着目し、検討を行うこととした。しかし、柔らかさは統一された評価法がなく、各企業が独自に官能評価手法を行っているなど、簡便に評価できなかった。

そこで、19年度から検討をはじめ、その結果、トイレットペーパーの手触りのような表面感の柔らかさについては、19年度に「摩擦感テスター(自動化表面試験機)」を用いた評価法を提案した[2)]。また、消費者によるトイレットペーパーの柔らかさ判断基準は手触りのような表面感だけでなく、握った感触も重視していると考えられるため、20年度にはこれについても検討し、「ハンディー圧縮試験機」を用いた評価法を提案した[3)]。

これらの検討結果から、クレープなどの加工による柔らかさへの影響が見受けられた。本来は同じ原料で抄紙したクレープ加工前の原紙に対して様々な条件でクレープを掛けた紙について評価すべきだが、そういった紙の入手は困難である。そこで、トイレットペーパー製品を離解して抄き直し、クレープやエンボスなどの影響を排除したほぼ同条件の手抄き紙を得、手抄き紙と製品の柔らかさを比較することによって、クレープの柔らかさへの影響を検討した。

２．　実験方法

２．１　試料

試料は、古紙再生パルプ100％使用のトイレットペーパー（以下、古紙パルプ品と表記）15種と、バージンパルプ100％のトイレットペーパー（以下、バージンパルプ品と表記）５種と、古紙再生パルプとバージンパルプの混合製品（以下、ブレンド品と表記）２種を試料として用いた。

表１に、試料の概要を示す。今後、表および図中では、古紙パルプ品をR、ブレンド品をM、バージンパルプ品をVで表し、シングル製品をS、ダブル

*）現　製紙科

表1　トイレットペーパー試料の概要

		試料	長さ	幅
古紙パルプ品	シングル	R-S1	60	114
		R-S2	60	114
		R-S3	55	114
		R-S4	130	114
	ダブル	R-D1	30	113
		R-D2	30	114
		R-D3	30	114
		R-D4	30	114
		R-D5	30	114
		R-D6	30	114
		R-D7	30	114
		R-D8	30	114
		R-D9	45	114
	3枚重ね	R-T1	30	114
	4枚重ね	R-Q1	25	113
ブレンド品	シングル	M-S5	55	114
	ダブル	M-D10	27.5	115
バージンパルプ品	シングル	V-S6	60	112
	ダブル	V-D11	30	114
		V-D12	35	115
		V-D13	27.5	113
		V-D14	30	112

※試料名のRは古紙パルプ品、Mはブレンド品、Vはバージンパルプ品、Sはシングル製品、Dはダブル製品、Tは3枚重ね製品、Qは4枚重ね製品、数字は通し番号を示す

製品をD、3枚重ね製品をT、4枚重ね製品をQと表す。この表記に従うと、古紙パルプ品のシングル製品の1つ目の試料はR-S1となる。

2．2　手抄き試験

各試料を絶乾でパルプが50gとなるように採取し、水2Lとともに、2L標準パルパーで10分間離解した。離解された試料を10Lに希釈し、150メッシュの金網を用い、角型シートマシンで坪量18g/㎡を目標に手抄き紙を作製した。乾燥は回転ドライヤーで行い、ワイヤー面をドライヤーに当て、105℃で2分間乾燥した。

2．3　官能評価

20～40歳代の男女5名を被験者とした。温度23℃、湿度50％の恒温恒湿室にて、被験者に手抄き紙の手触りや握った感触を評価させた。

各試料を5（とても柔らかい）・4（柔らかい）・3（普通）・2（あまり柔らかくない）・1（柔らかくない）の5段階で順位分けによる評価を行った。その後、点数付けして、平均値を算出した。これを官能評価指標と呼ぶこととした（以下、官能指標2010と表記し、H21年度研究報告書における折りたたみ握感指標[3]を官能指標2009、H20年度研究報告書における官能評価指標[2]を官能指標2008と表記）。なお、どの指標においても数値が大きいほど、柔らかく感じやすいということを示している。

2．4　紙質試験

坪量はJIS P8124により、熊谷理機工業㈱製上皿電子天秤を用いて測定した。破裂強さはJIS P4501に準じ、手抄き紙10枚の破裂強さを熊谷理機工業㈱製ミューレン低圧形破裂試験機にて測定した。坪量で除した値を比破裂強さとして算出した。灰分はJIS P8251により、アドバンテック東洋(株)製電気炉KM-600を用いて525℃燃焼法で測定した。製品の平均繊維長と微細繊維の割合はOpTest社製Hires Fiber Quality Analyzerにて、離解した試料の長さ加重平均繊維長と0.20㎜以下の微細繊維の割合を測定した。

2．5　柔らかさ評価

⑴　ハンドルオメーターによる評価

手抄き紙について、JAPAN TAPPI 紙パルプ試験方法No.34の方法で柔らかさの測定を行った。坪量が異なる試料の柔らかさの絶対比較を行うには、坪量による補正が必要である[4]。表裏の平均値を坪量で除した値を相対的柔らかさとして算出した。

⑵　摩擦感テスターによる評価

カトーテック㈱製自動化表面試験機KES-FB4-AUTO-A型（以下、摩擦感テスターと表記）を用いて手抄き紙の表面特性の評価を行った。20㎝の長さに裁断した試料をセットし、50gの荷重で、センサーの移動速度を1㎜/sとして、平均表面摩擦係数（MIU）、表面摩擦係数の平均偏差（MMD）、表面粗さの平均偏差（SMD）を測定した。

2．6　クレープ率の測定

トイレットペーパー製品のクレープ率は、幅15㎜長さ10㎝に裁断した試料を15㎝金属製定規とともに水深3㎝まで水の張ったバットの中に沈め、試料が完全に伸びきったところで、その長さを読み取り、最初の試料長で割ることで、クレープ率を算出した（水中伸度法によるクレープ率と表記）。

3．結果と考察

3．1　得られた手抄き紙と製品の紙質

得られた手抄き紙の紙質試験結果を表2に、製品

【報告】

の紙質試験結果を表３に示す。

手抄き紙の坪量は18±1g/㎡だった。比破裂強さは古紙パルプ品では平均14kPa・㎡/g、バージンパルプ品では平均10kPa・㎡/gであり、古紙パルプ品の方が強い傾向にあった。製品でも古紙パルプ品の方が破裂強さが大きかったが、原料面からも同様であった。これは、古紙を原料として用いていることから、フィブリル化が進んでいる繊維を原料としている影響だと考えられる。これについては3.5で改めて考察する。

ハンドルオメーターによる手抄き紙の相対的柔らかさは、6.3～7.4mN・㎡/g・100㎜と大きなばらつきがなかった。古紙パルプ品で平均6.7mN・㎡/g・100㎜、バージンパルプ品で平均6.6mN・㎡/g・100㎜であった。このことは、同条件で抄き直した場合には、原料の繊維長や持ち込み灰分に拠らず、ハンドルオメーターのような、摩擦力と押し込み時の抵抗力の複合された力ではそれほど差が出にくいことを示している。

摩擦感テスターによる表面特性は、表面の滑りやすさを表すMIU（数値が小さいほど滑りにやすいことを表す）と表面のなめらかさを表すMMD（数値が小さいほどなめらかであることを表す）と表面の粗さを表すSMD（数値が大きいほど凹凸が大きいことを表す）で総合評価する。MIUは古紙パルプ品で平均0.335、バージンパルプ品で0.321であり、MMDは古紙パルプ品で平均0.0141、バージンパルプ品で0.0109であり、SMDは古紙パルプ品で平均1.60、バージンパルプ品で1.56であった。製品状態では、古紙パルプ品はバージン品に比べてMIU、MMD、SMDとも高い傾向にあり、バージン品より滑りにくく、ざらつきが大きく、凸凹しているという結果であったが、抄き直した手抄き紙ではそれほど差がなく、手触りのような表面感においても、大きな差は見受けられなかった。

これらの結果から、手抄き紙においては、手触りのような表面特性についても、ハンドルオメーターによる柔らかさについても、それほど大きな差がなく、それぞれの原料繊維を用いた紙の柔らかさとしてはそれほど違いはないということが予想された。

表２　手抄き紙の紙質試験結果

試料名	手すき紙の性状									
	坪量（g/m²）	灰分（%）	10枚重ね破裂強さ（kPa）	比破裂強さ（kPa・m²/g）	柔らかさ（mN/100mm）	相対的柔らかさ（mN・m²/g・100mm）	MIU	MMD	SMD	2010官能評価値
R-S1	18.1	1.7	273	15.1	126	7.0	0.363	0.0134	1.39	1.8
R-S2	17.7	1.7	252	14.3	119	6.8	0.335	0.0146	1.70	1.9
R-S3	18.4	0.7	256	13.9	124	6.7	0.323	0.0135	1.57	2.4
R-S4	18.2	0.7	243	13.3	129	7.1	0.325	0.0129	1.49	2.2
R-D1	17.9	2.4	223	12.4	127	7.1	0.321	0.0136	1.50	2.1
R-D2	17.4	2.6	250	14.3	113	6.5	0.393	0.0161	1.72	2.6
R-D3	18.4	0.6	245	13.3	127	6.9	0.293	0.0135	1.51	2.3
R-D4	18.0	1.3	259	14.4	118	6.6	0.352	0.0171	1.57	2.0
R-D5	17.8	1.9	318	17.9	116	6.5	0.391	0.0146	1.39	1.2
R-D6	17.9	1.1	206	11.5	116	6.5	0.258	0.0120	1.67	2.6
R-D7	17.9	0.8	245	13.6	123	6.9	0.358	0.0146	1.58	2.8
R-D8	18.4	1.1	224	12.2	121	6.6	0.356	0.0140	1.68	2.3
R-D9	18.3	0.3	193	10.6	121	6.6	0.310	0.0127	1.73	3.6
R-T1	18.1	0.9	197	10.9	115	6.4	0.301	0.0130	1.61	2.9
R-Q1	18.2	0.4	263	14.4	124	6.8	0.350	0.0168	1.85	3.2
M-S5	18.7	0.6	221	11.8	130	7.0	0.304	0.0124	1.40	3.0
M-D10	18.6	0.6	218	11.7	129	6.9	0.305	0.0138	1.61	3.2
V-S6	18.4	0.2	174	9.5	125	6.8	0.370	0.0126	1.53	3.7
V-D11	18.7	0.4	171	9.1	128	6.9	0.357	0.0104	1.46	5.0
V-D12	18.3	0.0	186	10.2	117	6.4	0.316	0.0099	1.63	4.8
V-D13	18.3	0.4	112	6.1	116	6.3	0.246	0.0096	1.60	4.6
V-D14	18.6	0.1	159	8.5	122	6.6	0.318	0.0118	1.58	3.8

表3　製品の紙質試験結果

試料名	製品の性状																		
	製品坪量（g/m²）	1枚あたりの坪量（g/m²）	水分（%）	灰分（%）	平均繊維長Lwの平均（mm）	0.20mm以下の微細繊維の割合 の平均（%）	ろ水度（mlCSF）	水中伸度法によるクレープ率（%）	製品の破裂強さ（kPa）	製品の比破裂強さ（kPa・m²/g）	1組の柔らかさ（mN/100mm）	相対的柔らかさ（mN・m²/g）	1組の柔らかさ・たて	1組の柔らかさ・よこ	1組のMIU	1組のMMD	1組のSMD	官能指標2009	官能指標2008
R-S1	17.8	17.8	7.2%	3.3%	0.80	5.3	581	9.5	109.3	6.14	45	2.53	37	53	0.277	0.0181	3.27	1.7	7.0
R-S2	17.6	17.6	6.6%	4.2%	0.75	8.0	551	13.3	91.1	5.17	49	2.78	38	60	0.359	0.0141	2.87	3.1	11.1
R-S3	18.2	18.2	6.9%	1.1%	0.81	6.5	584	18.2	90.4	4.98	39	2.15	33	45	0.370	0.0150	3.30	2.4	7.4
R-S4	19.2	19.2	7.3%	1.9%	0.86	7.2	586	10.5	111.3	5.79	41	2.13	45	38	0.279	0.0179	3.66	1.5	8.0
R-D1	35.4	17.7	6.9%	4.8%	0.79	6.5	596	12.5	91.5	5.17	80	2.26	74	86	0.244	0.0143	4.04	1.7	8.2
R-D2	32.7	16.4	6.6%	5.3%	0.76	8.6	531	12.9	87.7	5.36	107	3.27	74	141	0.303	0.0113	3.06	1.6	7.7
R-D3	31.9	15.9	7.0%	1.1%	0.79	6.0	589	16.1	91.4	5.21	77	2.42	67	87	0.361	0.0129	3.39	2.3	12.8
R-D4	37.5	18.7	6.7%	3.0%	0.75	6.9	594	18.4	117.8	6.29	99	2.64	68	130	0.367	0.0140	3.22	2.0	10.2
R-D5	35.9	17.9	6.8%	4.2%	0.74	7.7	530	12.1	89.1	4.97	136	3.79	81	191	0.381	0.0165	3.72	1.3	5.1
R-D6	35.0	17.5	6.7%	2.2%	0.75	7.3	601	20.3	68.5	3.91	74	2.11	62	86	0.334	0.0161	4.29	2.5	8.7
R-D7	32.6	16.3	6.8%	2.7%	0.78	6.6	566	16.2	77.3	4.74	85	2.60	52	118	0.305	0.0158	3.56	1.7	8.1
R-D8	34.0	17.0	6.8%	2.3%	0.77	5.4	631	12.5	97.7	5.76	71	2.09	86	57	0.321	0.0124	3.01	2.4	12.8
R-D9	30.7	15.3	6.8%	0.4%	0.97	6.4	664	14.8	89.7	5.85	77	2.51	90	65	0.303	0.0118	2.35	3.6	12.9
R-T1	44.0	14.7	6.7%	2.5%	0.81	6.9	609	15.1	67.8	4.62	85	1.93	75	94	0.258	0.0099	3.46	3.1	18.5
R-Q1	43.2	10.8	7.2%	0.6%	1.29	6.1	701	12.2	66.3	6.14	90	2.08	103	78	0.239	0.0067	1.99	3.9	18.5
M-S5	19.7	19.7	6.7%	0.8%	0.83	4.9	626	17.8	76.6	3.89	31	1.57	27	35	0.228	0.0152	2.99	3.2	17.3
M-D10	33.3	16.6	6.5%	1.0%	0.83	5.2	621	17.4	59.0	3.54	53	1.59	41	64	0.232	0.0113	2.78	4.4	20.8
V-S6	21.9	21.9	6.8%	0.2%	0.98	5.5	679	15.5	96.1	4.39	35	1.60	28	42	0.203	0.0093	2.86	3.9	15.6
V-D11	35.2	17.6	6.8%	0.1%	1.43	5.2	740	17.6	62.1	3.53	45	1.28	37	53	0.274	0.0105	2.52	4.9	22.2
V-D12	32.4	16.2	6.1%	0.5%	2.43	3.2	745	8.7	94.3	5.83	37	1.14	44	29	0.182	0.0086	2.17	4.9	23.0
V-D13	39.8	19.9	6.5%	0.3%	0.96	6.0	703	12.0	72.6	3.64	75	1.88	69	82	0.220	0.0115	3.12	4.1	19.2
V-D14	34.5	17.2	6.7%	0.3%	0.97	5.5	684	12.8	69.0	4.00	59	1.71	51	68	0.218	0.0099	2.50	4.1	18.0

3．2　官能評価結果

手抄き紙の官能評価結果を図1に示す。また、製品の官能評価結果（官能指標2009）を図２に示す。

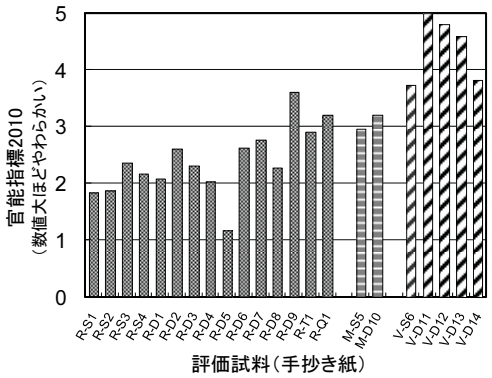


図１　手抄き紙の官能評価結果

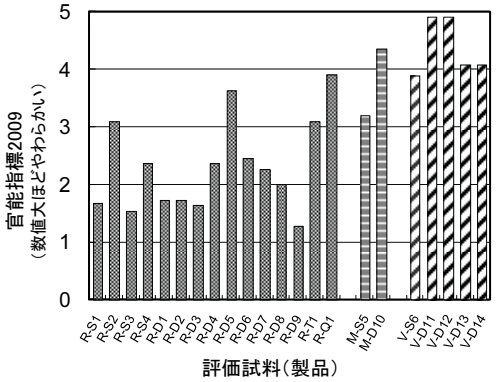


図２　製品の官能評価結果

このように、製品状態での官能評価の結果と手抄き紙の官能評価の結果は必ずしも一致しない結果を示した。前述の通り、原料繊維による紙の柔らかさはそれほど変わらないため、それぞれの差が出にくくかったためと考えられた。

3.3　クレープ率と柔らかさ

3.2で手抄き紙の柔らかさと製品の柔らかさが異なる結果を示す原因はクレープ加工による差が大きいと考えた。そこで、水中伸度法によるクレープ率と製品の官能指標の関係を図３に示す。

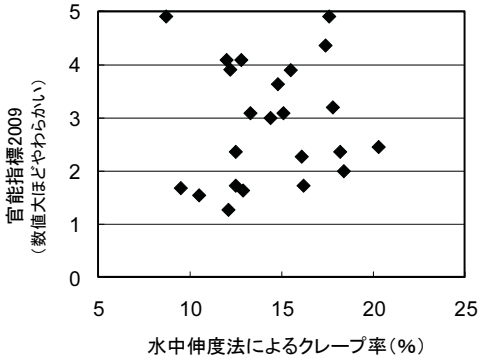


図３　クレープ率と製品の官能評価

このように、クレープ率と柔らかさは必ずしも一致するものではなかった。これは、クレープ率だけではなく、クレープの形や大きさにも起因する点があるためと思われる。その点を評価することを摩擦感テスターを用いて試みたが、今回はうまく評価することはできなかった。

3．4　同じ原料を用いたトイレットペーパーの比較

今回用いたトイレットペーパーの中に、メーカーも商品名も同じであるシングル製品とダブル製品の組み合わせが３組ある。それらはほぼ同じ原料から作られていると考えられる。V-S6とV-D12、M-S5とM-D10、R-S3とR-D3がそれに該当する。実際に、手抄き紙の官能評価結果も比破裂強さも相対的柔らかさも原料の性状もほぼ同じ値を示している。しかしながら、実際の製品の柔らかさ官能評価（官能指標2008, 2009）はダブル製品の方が柔らかいという結果になっている。

シングル製品もダブル製品もクレープ率はほぼ同じであり、クレープの影響ではないことが予想される。シングル製品では１枚である程度の強度を持たせなければならないこともあり、表３でもわかるように１枚あたりの坪量が大きくなっており、その影響があるのではないかと考えられる。柔らかさの面だけで考えた場合には、１枚がより薄いダブル品の方が柔らかく感じやすいということが確認された。

3．5　古紙パルプ品とバージンパルプ品の比較

今回用いたトイレットペーパーの中に、シングル製品では古紙パルプ品とブレンド品で、ダブル製品では古紙パルプ品とバージンパルプ品で、繊維長や灰分の値が近いトイレットペーパーの組み合わせがある。これらは近い性状の繊維から作られているのではないかと思われる。シングル製品ではR-S3とM-S5、ダブル製品ではR-D9とV-D13、V-D14がそれに該当する。それらを抜き出したものを表４に示す。

特に、手抄き紙の破裂強さや製品の破裂強さに差があり、その他の項目には大きな差はなかった。

古紙パルプ品では、原料に古紙を用いているため、結果的に叩解が施された繊維を原料として用いていることになる。したがって、バージンパルプ品と比

【報告】

表４　古紙パルプ品とバージンパルプ品の比較

試料名	平均繊維長 Lw（mm）	製品の灰分（%）	手すき紙の比破裂強さ(kPa・m²/g)	官能指標 2010	ろ水度 (mlCSF)	水中伸度法によるクレープ率（%）	手すき紙の相対的柔らかさ（mN・m²/g・100mm）	製品の比破裂強さ(kPa・m²/g)	官能指標 2009	官能指標 2008
R-S3	0.81	1.1%	13.9	2.4	584	18.2	6.7	4.98	2.4	7.4
M-S5	0.83	0.8%	11.8	3.0	626	17.8	7.0	3.89	3.2	17.3
R-D9	0.97	0.4%	10.6	3.6	664	14.8	6.6	5.85	3.6	12.9
V-D14	0.97	0.3%	8.5	3.8	684	12.8	6.6	4.00	4.1	18.0
V-D13	0.96	0.3%	6.1	4.6	703	12.0	6.3	3.64	4.1	19.2

較すると、古紙パルプ品の原料はフィブリル化が進んでおり、繊維間結合がより発現しやすいため、破裂強さが大きくなっているのではないかと考えた。一般に、パルプ繊維のリサイクルを繰り返すことにより、強度は低下する5)傾向にあると言われるが、今回は異なる結果を示した。古紙パルプトイレットペーパー製造においては、原料調成の段階で、灰分などを落とすために洗浄を行うことで、灰分とともに微細繊維が脱落し、実際には、元々の古紙原料の中のより良質な繊維だけを取り出して抄紙原料として使用することになる。また、紙のリサイクルの研究では、リサイクル処理毎に叩解してろ水度を同程度に揃えることが多いため、今回のようにろ水度が異なる場合とは状況が異なる。これらの理由から、繊維の全量をリサイクルしてその強度変化を見た場合とは異なる傾向を示したと考えている。

実際に、古紙パルプ品のトイレットペーパーを離解し、未叩解のLBKPを添加して、坪量約18g/㎡の手抄き紙を作製し、相対的柔らかさ、比破裂強さを測定した結果、古紙パルプの割合が多いほど、破裂強さは上がり、柔らかさは低下していた（図４）。

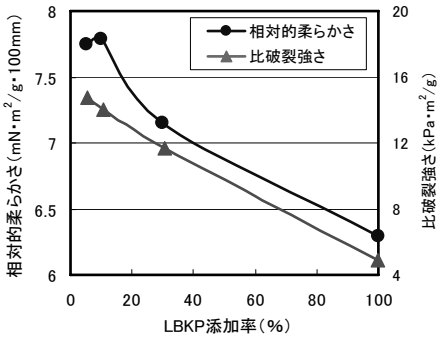


図４　LBKP添加による柔らかさと破裂強さへの影響

３．６　原料性状の似たトイレットペーパーの比較

原料性状の似たトイレットペーパーを比較することで、その中で異なる性質の影響を推し量ることができると思われる。古紙パルプダブル製品のトイレットペーパーを原料性状の似たものでグループ分けし、各性質を表記したものを表５、６に示す。

表５　破裂強さが異なるトイレットペーパーの比較

試料名	平均繊維長 Lwの平均（mm）	0.20mm以下の微細繊維の割合 の平均（%）	製品の灰分（%）	手すき紙の相対的柔らかさ（mN・m²/g・100mm）	製品の相対的柔らかさ(mN・m²/g)	手すき紙の比破裂強さ(kPa・m²/g)	製品の比破裂強さ(kPa・m²/g)	水中伸度法によるクレープ率（%）	官能指標 2010	官能指標 2008
R-D7	0.78	6.6	2.7%	6.9	2.60	13.6	4.74	16.2	2.8	8.1
R-D8	0.77	5.4	2.3%	6.6	2.09	12.2	5.76	12.5	2.3	12.8
R-D6	0.75	7.3	2.2%	6.5	2.11	11.5	3.91	20.3	2.6	8.7

表６　灰分が異なるトイレットペーパーの比較

Sample No.	平均繊維長 Lwの平均（mm）	手すき紙の比破裂強さ(kPa・m²/g)	水中伸度法によるクレープ率（%）	官能指標 2010	製品の灰分（%）	手すき紙の相対的柔らかさ（mN・m²/g・100mm）	製品の比破裂強さ(kPa・m²/g)	製品の相対的柔らかさ(mN・m²/g)	官能指標 2009	官能指標 2008
R-D1	0.79	12.4	12.5	2.1	4.8%	7.1	5.17	2.26	1.7	8.2
R-D8	0.77	12.2	12.5	2.3	2.3%	6.6	5.76	2.09	2.4	12.8
R-D7	0.78	13.6	16.2	2.8	2.7%	6.9	4.74	2.60	1.7	8.1
R-D3	0.79	13.3	16.1	2.3	1.1%	6.9	5.21	2.42	2.3	12.8

表５のR-D6、R-D7、R-D8は平均繊維長も微細繊維の割合も灰分も近い値を示しており、柔らかさも近い値であるが、破裂強さが異なる。これらの差は原料古紙の繊維間結合能力の差を示しているのではないかと考えた。手抄き紙の官能指標は大きく変わらないのに対し、製品の官能指標では大きな差が出ており、破裂強さが小さい方が柔らかい傾向があった。

繊維長も近く、破裂強さも近く、クレープ率もほぼ同じで灰分のみが異なるトイレットペーパーの比較したものを表６に示す。R-D1、R-D8とR-D7とR-D3のそれぞれを比較すると、灰分の量が多くても手抄き紙ではそれほど影響はないが、製品状態になると感じる柔らかさに大きな差があり、灰分の量が多いほど破裂強さが弱くなっているにも関わらず、硬く感じやすかった。

一般的には灰分が多い方が破裂強さが低くなり、その結果、柔らかさも向上するのではないかと考えられる。ここで、古紙パルプ品の離解スラリーに協

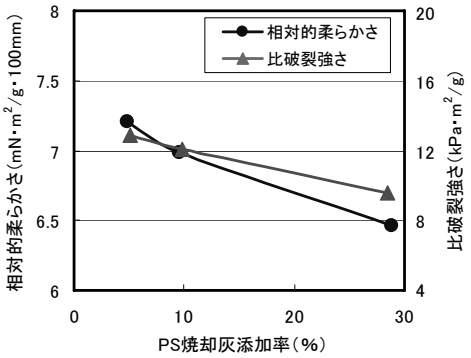


図５　PS焼却灰添加による柔らかさと破裂強さへの影響

同組合排出のPS焼却灰を添加して灰分を増やした手抄き紙を作製し、相対的柔らかさ、比破裂強さを測定した結果を図５に示す。

このように、PS焼却灰添加率が増えると、破裂強さは低下し、柔らかさは向上していた。これは、PS焼却灰が繊維間結合を阻害していることが理由と考えられる。しかし、今回のトイレットペーパーの試料においては灰分の値は数%程度の差しかないため、繊維間結合の阻害という要因が柔らかさへ与える影響は小さいと思われ、むしろ、灰分のような異物の存在がクレープの形状や大きさを一定に制御する際の阻害要因となるのではないかと考えた。実際、灰分の多い製品の方がMMDもSMDの値も大きくなっており、摩擦係数のばらつきと表面粗さのばらつきが大きいということがわかり、クレープなどの加工が均一に行われていない可能性が示唆された。したがって、灰分の量は破裂強さの程度だけに影響しているわけではなく、表面にも影響を与えており、その結果、その両面から柔らかさへの影響を与えていることがわかった。

４．まとめ

今回、トイレットペーパーを抄き直すことにより、トイレットペーパーの原料そのものの柔らかさを把握することを試みた。ただし、各古紙再生パルプトイレットペーパーの原料古紙はそれぞれ同じではない。したがって、原料古紙そのものが何回リサイクルの履歴を受けてきたかも異なり、リサイクル回数が異なれば、パルプ繊維の繊維間結合能力も異なるが、前提として、繊維間結合がほぼ同程度だと仮定し、以下の考察を行った。

手抄き紙においては、手触りのような表面特性についても、ハンドルオメーターによる柔らかさについても、それほど大きな差がなく、それぞれの原料繊維による紙の柔らかさとしてはそれほど違いはないということが予想された。

しかし、製品状態での官能評価の結果と手抄き紙の官能評価の結果は一致しなかった。その原因としては、クレープなどの加工による差が大きいのではないかと考えた。

同じ原料から作ったシングル製品とダブル製品を比較した結果、柔らかさの面だけで考えた場合には、１枚がより薄いダブル製品の方が柔らかく感じやすいということが確認できた。

原料繊維の性状が近いトイレットペーパーを比較した。その結果、破裂強さが弱いトイレットペーパーの方が柔らかく感じやすい傾向であった。また、灰分の量が多くても手抄き紙ではそれほど影響はないが、製品状態になると感じる柔らかさに大きな差があり、灰分の量が多いほど硬く感じやすかった。これは、灰分のような異物の存在がクレープの形状や大きさを一定に制御する際の阻害要因となり、表面が均一に感じられないため、柔らかく感じにくいのではないかと考えた。

今回はクレープの大きさや形は評価できず、クレープ率だけでは柔らかさとの関係を見出すことはできなかった。クレープ率も柔らかさへ大きな影響を与えるが、クレープ率だけでなく、クレープの形や大きさの影響を検討することは必要である。

また、原料古紙がどんな履歴を受けてきたかで繊維間結合能力が変わり、破裂強さも変わり、その結果、柔らかさも変わってくるため、古紙原料の変更などは操業に大きな影響を与える可能性が高い。原料そのものの変更や原料グレードの変更には品質の維持の面からも慎重に行う必要がある。

参考文献

１）(財)古紙再生促進センター：会報，34（1）,24（2008）.
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，1，67-72（2008）.
３）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-‘握感’の評価 -，静岡県工業技術研究所研究報告，2，117-123（2009）.
４）牧田輝夫他：衛生紙の調査，静岡県富士工業技術センター報告，6，1-10（1996）.
５）岡山隆之：リサイクルによる古紙パルプの物性変化について，紙パ技協誌，56（7）,986-992（2002）.

【報告】

UV印刷時の折り曲げ割れトラブルの原因と対策

製紙スタッフ　　深沢博之*　齊藤将人*　堤　真一*

Cause and measures of crazing on UV printings in bending process

Hiroyuki Fukasawa, Masato Saito, and Shinichi Tsutsumi

It can become a seriously trouble that the appearance of crazing on UV printings in bending process at printing office. We investigated the causes of crazing for some printings made with different printing conditions mainly using digital microscope. Estimation of the influence of UV irradiation for the coated paper, it was shown that the contribution of coated layer to the crazing was relatively small. An excess of UV irradiation to the UV ink layer was an important factor of the crazing on UV printings.

１．はじめに

オフセット印刷は、商用印刷の方式として最も多く使われている方式である。オフセット印刷に使われるインキは、油性インキと呼ばれる酸化重合により固化するものが多く使われているが、固化反応が完全に終了して印刷物が安定するまでに数時間から数日必要となる。これに対し、UVインキは紫外線により固化するインキで、油性インキに比べて非常に短時間で固化するため生産性に優れ[1)]、印刷物の短納期化の要求への対応などから使用量が増えてきているが、使用量の増加と共に、例えば古紙処理時の脱インキ性が劣るなどといったUVインキ特有の問題も聞かれるようになった。

当センターに対する技術相談においてもUV印刷物のトラブルに関するものが増えており、今回は、その中でも印刷物の折り曲げ時に発生する折り曲げ割れに関して、原因を追求し対策を考えることとした。折り曲げ割れとは、図1に示したような、印刷物を二つ折りに加工する際に、折り曲げた背の部分に亀裂が発生した状態のことで、返品などのクレーム対象となる[2)]。

本研究では、UVインキを用いたテスト印刷試料で折り曲げ割れを再現し、主にデジタルマイクロスコープによる観察などから割れの原因を考えた。

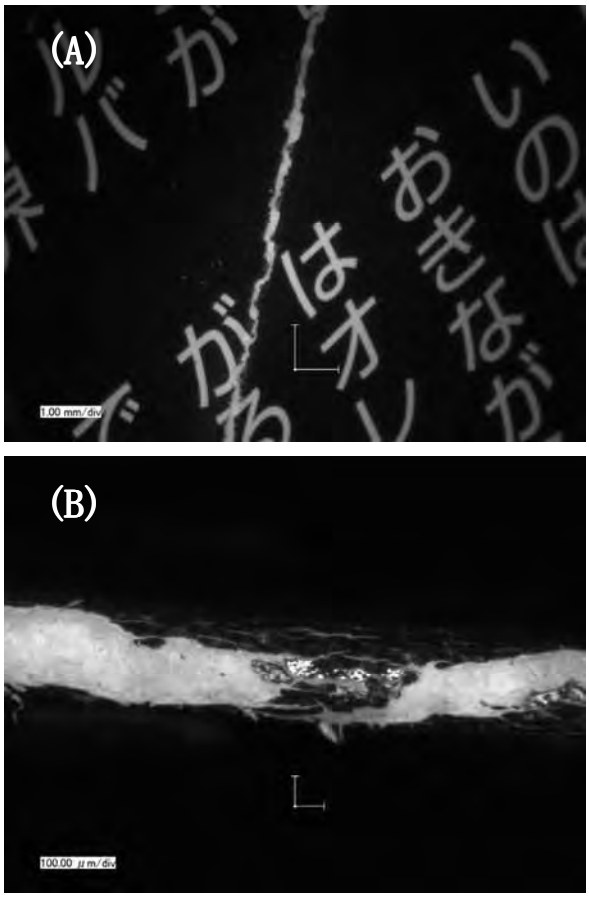


図１　工場実機で折り曲げ割れが発生した製品
（Aは低倍率での観察、Bは折り曲げ割れ部分を拡大）

２．実験

２．１　印刷試料の作製

UVインキは東洋インキ製造㈱製FDカルトンX藍Mを、油性インキは東洋インキ製造㈱製TKハイエコー藍Mを用いた。原紙は市販の塗工紙（両面塗工、坪量127.9g/㎡）を用い、明製作所㈱製RI印刷適性試験機にてインキ量0.3～0.7ml、回転速度30rpmで印刷を行った。すべての試料は紙の縦方向に印刷を

*）現　製紙科

行った。

UV照射は、東芝ライテック㈱製トスキュア（UV照射エネルギーは70mW/㎠）で10〜300秒の範囲で行った。実際のUV印刷機に使用されるUVランプは100W/㎠程度のものが使用されており、今回、実験に使用したランプは非常に強度が弱いため、照射時間を長くした。

2.2 折り曲げ試験

折り曲げはすべて折り曲げた時の背が、印刷方向と同じとなるように行った。2枚の板の間に湾曲させた試料をはさみ、同じ荷重で上の板を密着させることで折り曲げを行った。

この方法で、工場実機で折り曲げ割れが発生した印刷物と発生しなかった印刷物を用いて折り曲げ試験を行ったところ、工場実機での折り曲げ割れを再現できることを確認した。

2.3 折り曲げ割れの観察

折り曲げ割れの観察は、㈱キーエンス製デジタルマイクロスコープVHX-100を用いて反射光で行った。

3. 結果と考察

3.1 UVインキと油性インキの比較

折り曲げ割れは、UVインキを用いた印刷物に特有の現象かどうかを調べるために、RI印刷適性試験機でUVインキ、油性インキのそれぞれについて試験印刷（インキ量0.5ml）を行い、UV照射量を変化させて折り曲げ試験を行った。そのときの折り曲げ割れをデジタルマイクロスコープで観察した結果を図2、3に示す。図2、3より、いずれの場合にも細かい割れが観察されるが、肉眼で割れとして認識できるのは、UVインキのUV照射量120秒、300秒の場合であり、UVインキのUV照射量10秒と油性インキの場合には肉眼では割れは目立たなかった。UVインキの場合も油性インキの場合も、UV照射量が増加すると折り曲げ割れが発生しているが、UVインキの方が割れ部分の幅が大きいことがわかる。割れ部分の幅を測定したところ、概ね100m程度の幅の割れが発生すると肉眼で認識出来ることがわかった。

以上のことより、折り曲げ割れはUVインキでも油性インキでも発生しているが、油性インキでは割れの幅が小さいため目立たず、UVインキではUV照射量の増加と共に割れの幅も大きくなり肉眼でも割れと認識できるようになることがわかった。実際の印刷では、油性インキを用いた場合にはUV照射を行わないので、UVインキに比べて割れが発生しにくいことが予想される。

油性インキでもUV照射を行うと折り曲げ割れが発生する原因を考察するために、印刷前の塗工紙にUV照射を行い折り曲げ試験を行ったところ、割れの幅は小さいもののUV照射量が大きいほど割れが発生する傾向があることがわかった。油性インキを用いた印刷試料での折り曲げ割れの原因の一つとして、インキ皮膜が割れるのではなく、塗工層が割れることが考えられた。

3.2 実機印刷試料へのUV照射

3.1の結果より、UVインキを用いた印刷物ではUV照射量が過剰になると割れの幅が大きくなることが予想された。そこで、実機によるUVインキ印刷物で割れが発生しなかった試料に追加でUV照射を行い折り曲げ試験を行った。折り曲げ割れをデジタルマイクロスコープで観察した結果を図4に示す。図4より、実機で折り曲げ割れが発生しなかった試料でも、追加でUV照射を行うと折り曲げ割れが発生することがわかる。

これらの結果から、UVインキを用いた印刷物での折り曲げ割れは、過剰なUV照射が大きな原因の一つとなっていることがわかった。また、紙の試験の標準条件である23℃、50%r.h.で十分な時間調湿した後の試料で折り曲げ試験を行っても、実機で割れた試料は折り曲げ割れが発生し、実機で問題のなかった試料は折り曲げ割れが発生しなかった。このことより、紙の水分が原因で割れが発生しているわけではないことがわかった。

3.1および3.2のUV照射量を変化させた印刷物のインキ表面に対して、反射法による赤外分光分析を試みたがスペクトルに大きな変化は見られなかっ

た。

３.３　インキ量を変化させた試料の折り曲げ割れ

過剰なUV照射が折り曲げ割れの原因であれば、UV照射量が一定であれば、UV印刷物のインキ膜厚が小さいものほどインキに対する相対的なUV照射量が大きいこととなり、結果的に折り曲げ割れが発生しやすくなることが考えられる。そこで、RI印刷適性試験機でUVインキ量を0.3、0.5、0.7mlと変化させて試験印刷を行い、UV照射後に折り曲げ試験を行った。折り曲げ割れをデジタルマイクロスコープで観察した結果を図５に示す。図５より、UV照射10秒ではインキ量が大きいほど折り曲げ割れが発生しておらず、UV照射が120秒、300秒となるに従ってインキ量が大きい試料でも折り曲げ割れが発生していることがわかる。これは、インキに対する相対的なUV照射量が大きいほど折り曲げ割れが発生しやすくなることを示している。しかし、インキ量が大きいほど折り曲げ割れの幅は大きくなっている。肉眼での観察でも、インキ量が小さいものはUV照射量を大きくしても折り曲げ割れは目立たないが、インキ量が大きいものは、はっきりと割れが認識できる。

これらの結果から、同じUV照射量で比較すると、インキ量が少ない方が折り曲げ割れは発生しやすいが、割れの幅はインキ量が多い方が大きいことがわかった。

４．まとめ

UVインキを用いた印刷物の折り曲げ割れについて原因を調べた。その結果、UV照射量が過剰になると折り曲げ割れが発生しやすくなることがわかった。また、折り曲げ割れは、割れ幅が100m程度より大きくなると肉眼で観察したときに目立つようになることがわかった。

印刷前の塗工紙もUV照射後に折り曲げると割れが発生するが、幅は数十μm程度と小さかった。実際の印刷物では、塗工紙表面に直接UV照射が行われるのではなく、照射したUVのうちインキを透過したものだけとなるため、塗工紙で発生する割れが折り曲げ割れの主な原因ではないと考えられる。これは、油性インキを用いた実験でトラブルに相当するような割れが発生しなかったことからも支持される。

UV照射量が同じだとすると、印刷物のインキ量が少ないほど相対的なUV照射量は多くなり、割れが発生することが予想できる。実際に、インキ量を変化させた実験では、インキ量が少ないほど割れが発生しやすかった。しかし、インキ量が少ない場合には割れの幅が100mよりも小さいため、肉眼観察ではそれほど目立った割れとならない。実際の印刷物を考えると、インキ量が多い印刷は濃色の印刷であり、割れが発生して紙の白色が露出すると非常に目立つのに対し、インキ量が少ない印刷は淡色のため、割れが目立たない。

印刷会社へのヒアリングなどから、印刷機の現場ではUVインキの固化不足のトラブルを避けるために、UV照射が過剰になっている場合もあるようである。また、UVランプは高価であり、できるだけ交換時期を遅らせたいという意向もあり、UVランプが正常なエネルギー量となっていないことも考えられる。これらのことから、UV印刷物の折り曲げ割れトラブルを減少させる手段の一つとして次の二点があげられる。

① 印刷物のインキ量に応じてUVランプの強度を適切にコントロールする

② UVランプの交換時期や交換してからの使用時間などを管理して傾向を把握する

現在、印刷工場でこれらの取り組みを行っているところである。

謝辞

本研究を行うにあたり、現場調査などにご協力いただいた県内印刷会社に感謝いたします。また、インキや印刷など幅広く助言をいただいた東洋インキ製造㈱桜井敏正様に感謝します。

参考文献

１）相原次郎：印刷インキ入門増補版，印刷学会出版部(1999).

２）紙業タイムス社：印刷と用紙2005.

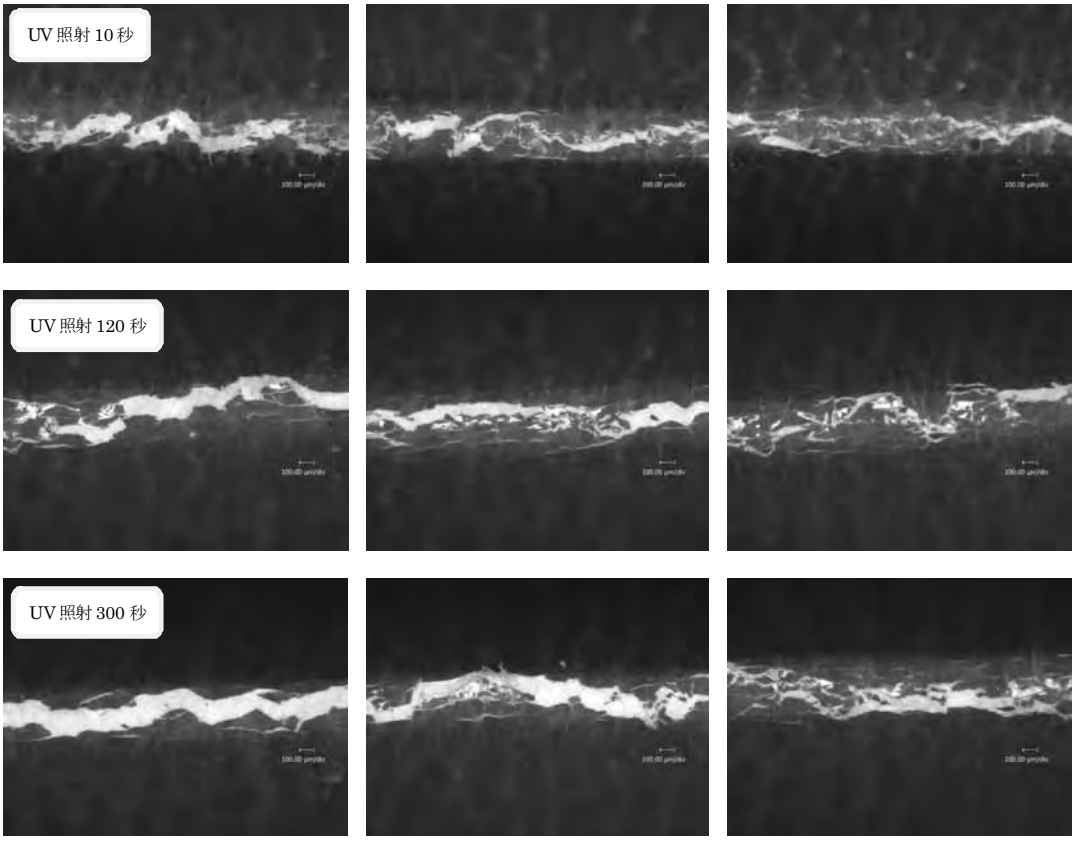


図 2　UVインキを用いた印刷物の折り曲げ割れ

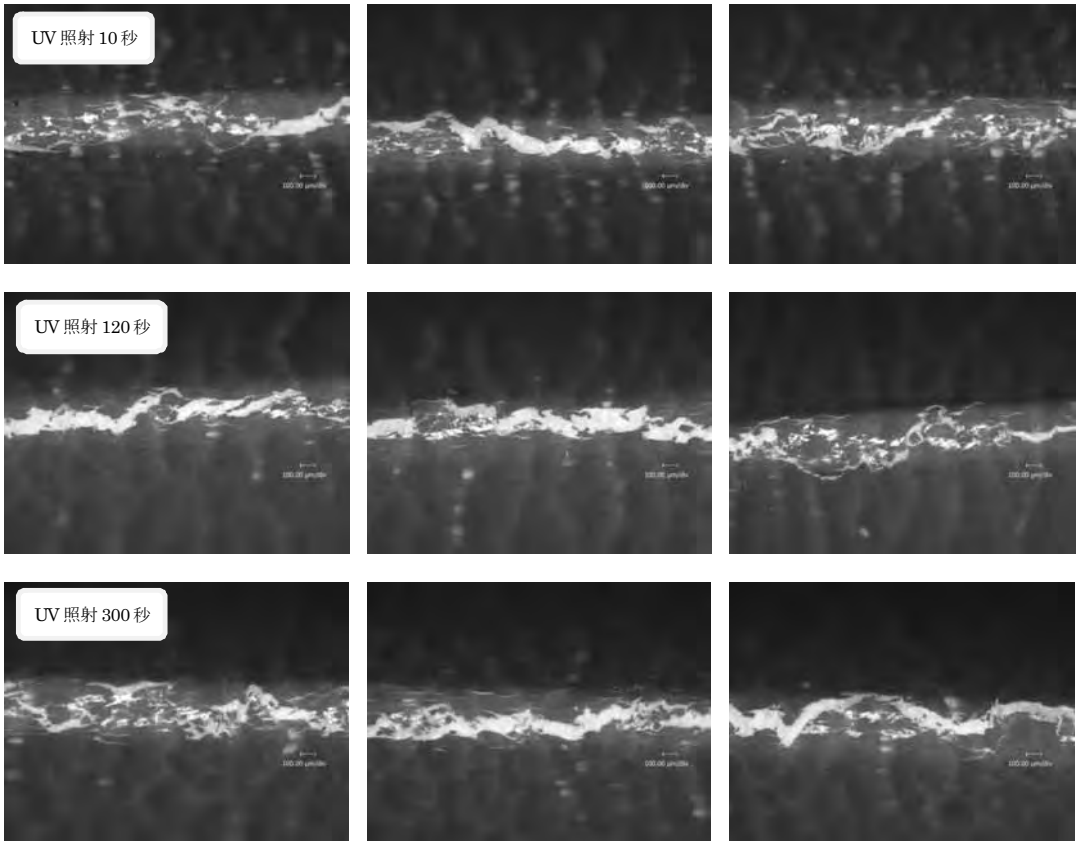


図 3　油性インキを用いた印刷物の折り曲げ割れ

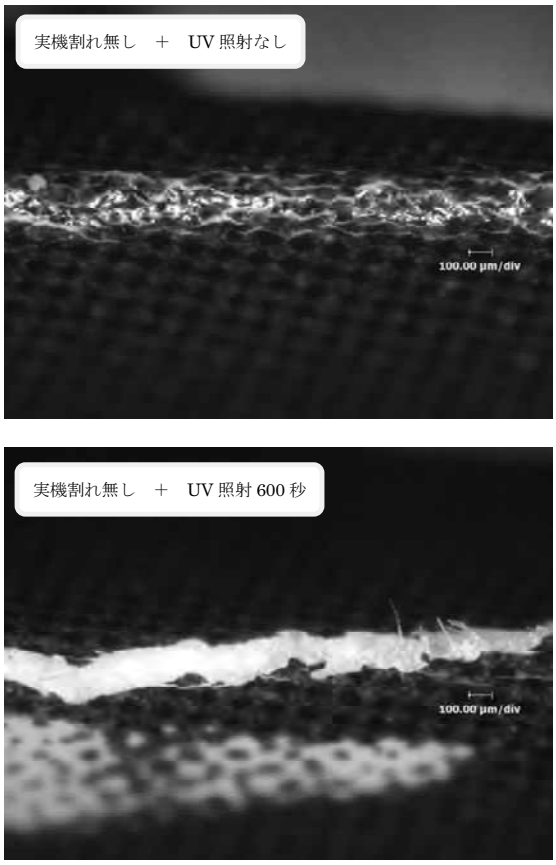


図 4　工場実機で割れが発生しなかった印刷物にUV
照射したものの折り曲げ割れ

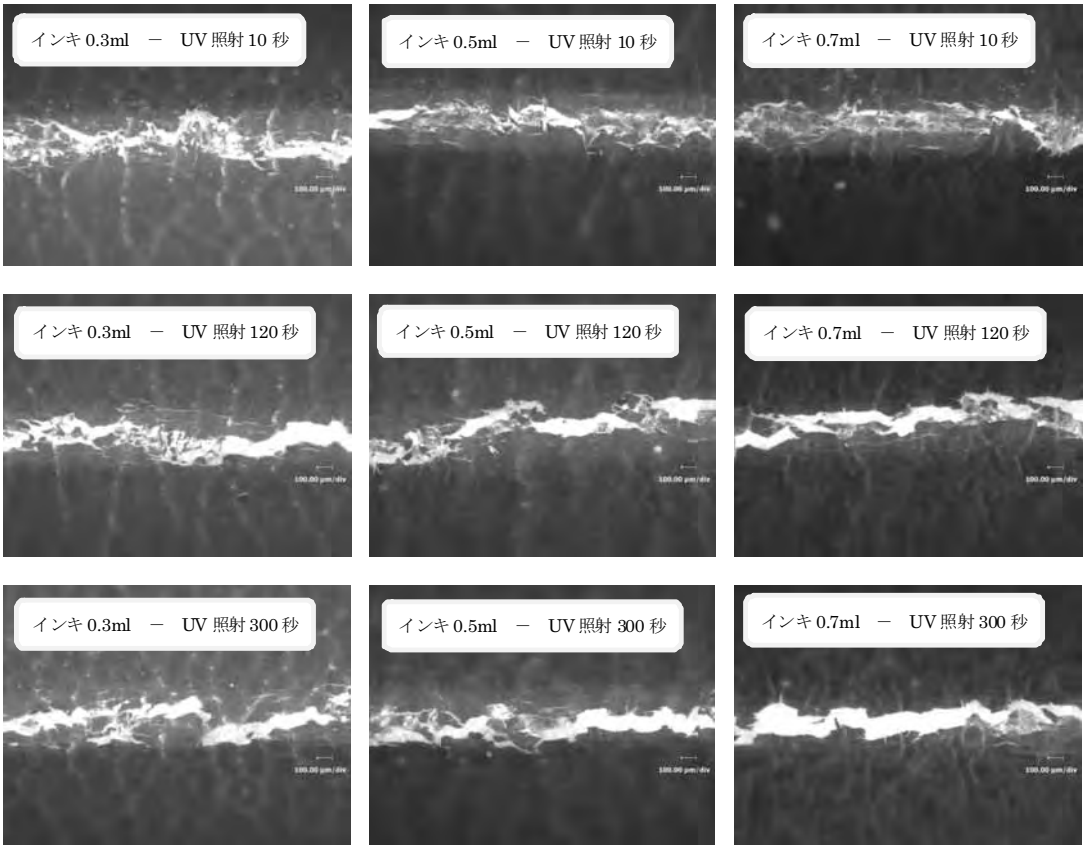


図 5　インキ量を変化させた印刷物の折り曲げ割れ

【報告】

再生紙の新たな品質評価手法の検討（第１報）

― リサイクルによりシートおよびパルプ繊維が受ける影響 ―

製紙スタッフ　　河部千香*　齊藤将人*　深沢博之*

Examination of New Evaluation Method of Recovered Paper's Quality

－ Effects of Recycle on Sheets or Fibers －

Now we can't tell the differences between wood fiber and recovered fiber because pulp is affected by heat and beating during the process of paper production. But we sometimes need to tell the balance with the use of wood and recovered one. For this reason we need the assessment of deterioration of paper instead of the balance. For an investigation of it, we should understand what properties of paper are changed by recycling treatment first of all. In this report we made sure of the thermal and machine's effects of recycle on handsheets or fibers.

１．はじめに

2007年末～2008年にかけて注目された「古紙偽造問題」は、「古紙配合率が表示よりも低い紙が製品として供給されていた」ということから、環境への影響や企業責任など様々な議論がなされた。このような問題が起こった原因の一つとして、紙の分析によって古紙配合率を求めることが事実上不可能であることが挙げられる。それは、紙が出来上がった時点で、その中に含まれるパルプは、すでに劣化が起こっており、バージンパルプか古紙パルプかを区別できないからである。実際に、あまり劣化が起こっていない古紙パルプを使用している製品と、極端に劣化が起こっている古紙パルプを、様々な工夫を施して使用している製品が存在する。これらを客観的に判断できる指標が消費者にとっても製紙業界にとっても必要であると思われる。古紙のリサイクルについては、過去に、熱および機械的要因によるパルプ繊維のリサイクル特性について[1～4]や薬品によるパルプ繊維のパルプ物性変化について[5]など、いくつかの研究成果が報告されている。

本研究では、従来の古紙配合率「○%」といった表記だけではなく、紙に含まれるパルプがどの程度劣化しているのかという度合いを評価する手法について検討する。

その評価手法の検討の前段階として、紙のリサイクル工程における、熱および機械的要因によりシートおよびパルプ繊維がどの程度影響を受けるかについて検討した。

２．実験方法

２．１　原料

すべての試験には、市販のLBKPを用いた。LBKPは未叩解の時、ろ水度670ml CSFで繊維長0.92㎜のものを使用した。

２．２　手すき紙の作製

バージンパルプをJIS P 8220に規定する標準離解機を用いて原料濃度３%で離解し、JIS P 8221-1に規定するビーターで、ろ水度450ml CSFとなるように原料濃度2.6%で叩解した後、JIS P 8222に準じて手すき紙を作製した。このとき、物性評価用手すき紙（目標坪量60g/㎡）とリサイクル用手すき紙（目標坪量120g/㎡）の２種類について150メッシュの金網を使用して作製し、回転ドライヤーにより110℃で２分間乾燥した。ここで得られた物性評価用手すき紙をリサイクル０回目とし、リサイクル用手すき紙は、再び離解し、ろ水度450ml CSFに叩解し、物性評価用手すき紙(リサイクル１回目)お

*）現　製紙科

よびリサイクル用手すき紙を作製した。以下、同様な手順を繰り返し、５回目までのリサイクル処理を行った。ただし、物性評価用手すき紙は０回、１回、３回、５回の時に限って作製した。

いずれの場合も標準離解機およびビーターにおける原料濃度はリサイクル０回目の時と等しくした。

２．３　紙物性の測定

２．２の方法により得られた物性評価用手すき紙について、JIS法に従い、坪量、厚さ、密度、比引張強さ、引張破断伸び、比引裂強さ、耐折強さ、比破裂強さ、比ゼロスパン引張強さ、クラークこわさ、クレム吸水度、ISO白色度、不透明度、ガーレー透気抵抗度を測定した。

２．４　パルプ繊維特性の測定

各試料について、パルプの保水度および繊維形態の測定、結晶化度の測定、走査型電子顕微鏡による観察を行った。

パルプの保水度は、J. TAPPI No.26の方法により測定した。

繊維長、ファイン比、カール、キンク、繊維幅は、OpTest Equipment Inc.製のFiber Quality Analyzer LDA02を用いて1測定20000本とし、それぞれ、長さ加重平均繊維長、長さ加重平均ファイン比、カール長さ加重平均、キンクインデックスの測定を３回行い、平均値で結果を表した。なお、カールはファイバーが徐々にかつ連続的に湾曲しているものであり、式①により示される各ファイバーのカールインデックスに、その輪郭の長さLを掛けたものの合計である。

$$(\text{カールインデックス}) = (L/I) - 1 \cdots\cdots ①$$

ただし、L：繊維の輪郭の長さ

I：端から端までの投影された長さ

また、キンクはファイバー形状が急に変化し湾曲しているもので折れ曲がり状態のものを示す。ここで用いたキンクインデックスは式②により示される。

$$(\text{キンクインデックス}) = (2N_{(21-45)} + 3N_{(46-80)} + 4N_{(81-180)}) / L_{total} \cdots\cdots ②$$

ただし、Nx：Xの範囲内のキンク数

X：キンクインデックス角

L_{total}：全ファイバー長

結晶化度については、Segalらの手法[6,7]により、Miller指数である200のピーク強度（I_{200}）と回折角$2\theta = 18.5°$のピーク強度（$I_{18.5}$）により式③より算出した。

$$(\text{結晶化度}(\%)) = (I_{200} - I_{18.5}) / I_{200} \times 100 \cdots\cdots ③$$

また、走査型電子顕微鏡による観察は、日本電子㈱製JSM-6400走査型電子顕微鏡により、加速電圧20 kVで倍率100～5000倍で行った。

３．実験結果および考察

３．１　リサイクルによる紙物性の変化

リサイクルを繰り返した時の比引張強さの変化を図１、密度の変化を図２、そのほかの紙物性の測定結果を表１に示す。

表１　リサイクルを繰り返した時の紙物性の変化

項目	0回目	1回目	3回目	5回目
引張破断伸び(%)	2.2	1.6	1.8	1.6
比ゼロスパン引張強さ(kN・m/g)	0.128	0.120	0.124	0.124
比引裂強さ(mN・m^2/g)	9.46	9.76	9.17	7.75
耐折強さ	2.67	1.83	1.55	1.12
比破裂強さ(kPa・m^2/g)	3.15	2.25	2.03	1.63
クラークこわさ(cm^3)	94.5	99.1	97.9	101
クレム吸水度(mm)	52	78	72	90
ガーレー透気抵抗度(s)	13	4.1	4.2	2.6
ISO白色度(%)	87.25	88.80	87.50	87.15
不透明度(%)	76.9	77.2	78.8	79.3

図１に示すように、リサイクル回数が増えるにつれ比引張強さは低下し、同様に比引裂強さ、比破裂強さ、耐折強さも低下した。しかし、単繊維強度の指標として用いられる比ゼロスパン引張強さはほぼ変化しなかった。これは、比引張強さの低下などにより示される紙の劣化は単繊維強度が弱くなることによるものではなく、繊維間結合が弱くなることによるものであることを示している。伸び率が低下した理由も、繊維間結合の低下によるものだと推測される。

図２に示す密度の低下 および透気抵抗度の低下は、繊維間結合が弱くなったため、シート内部に細かい空隙が増え、かさ高くなったのだと推測される。クラークこわさの増加に関しては、クラークこわさのように自重のたわみを利用して測定するこわさは試料厚さの３乗に比例すると考えられている[8)]ことから、密度の低下、つまり、厚さの増加による効果が大きいと考えられる。

クレム吸水度の増加は、シート内部に細かい空隙が増えたことにより、毛細管現象による吸水性が増大したためだと考えられる。

白色度に関して、リサイクル１回目に増加しているのは、セルロースの表面を覆っていたヘミセルロースや樹脂などの不純物が、叩解を重ねることにより剥離し、より純粋なセルロース成分が増加したからだと考えられる。その後の減少はリサイクルにより劣化し、黄変したと推測される。

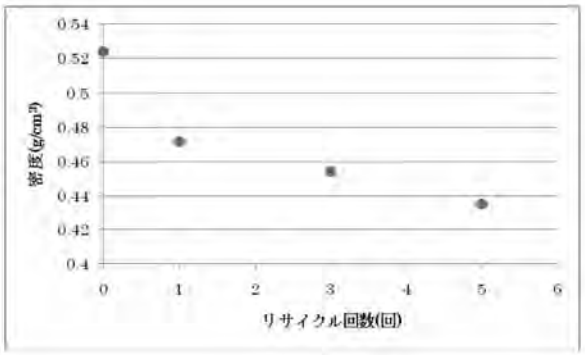


図１　リサイクルによる紙の比引張強さの変化

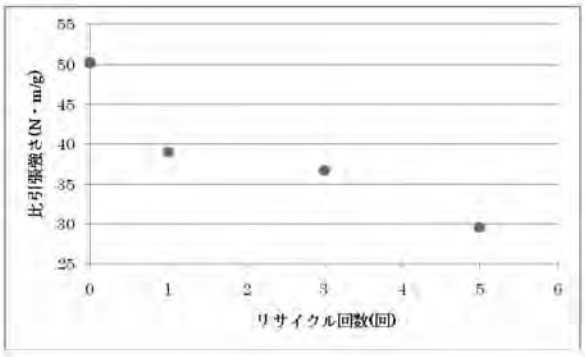


図２　リサイクルによる紙の密度の変化

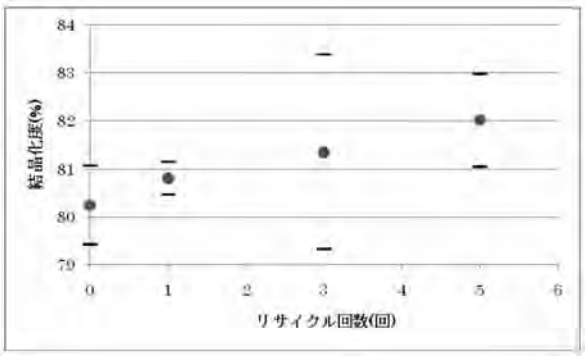


図３　リサイクルによる紙の結晶化度の変化

３．２　リサイクルによるパルプ繊維特性の変化

リサイクルを繰り返した時のパルプ繊維特性の測定結果を表２に示す。

保水度は、未叩解パルプを叩解することで増加し、リサイクルを繰り返すことで低下した。これは、膨潤性が叩解を行うことにより増加し、リサイクルを繰り返す事により低下することを示している。叩解により繊維が内部フィブリル化し、パルプ繊維内の

表２　リサイクルを繰り返した時のパルプ繊維特性の変化

項目	未叩解	0回目	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目
保水度(%)	81	153	130	119	92	87	85
平均繊維長(mm)	0.92	0.89	0.84	0.85	0.87	0.89	0.91
ファイン比(%)	22.1	22.1	23.9	22.0	20.6	18.8	16.1
カール	0.152	0.0825	0.0852	0.0864	0.0812	0.0847	0.0838
キンク	2.13	1.42	1.47	1.48	1.40	1.43	1.42
繊維幅(μm)	18.8	18.3	18.4	18.2	17.7	17.3	17.5

写真１　リサイクル０回目のパルプ繊維表面のSEM像

写真２　リサイクル５回目のパルプ繊維表面のSEM像

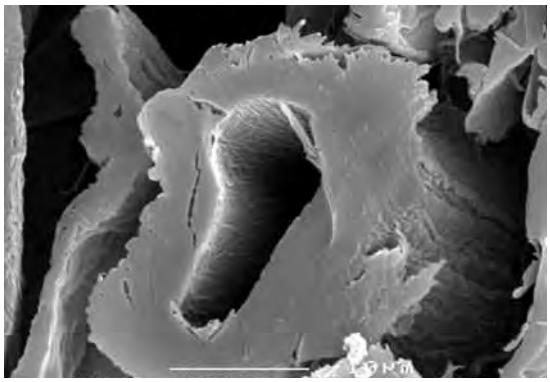


写真３　リサイクル０回目のパルプ繊維断面のSEM像

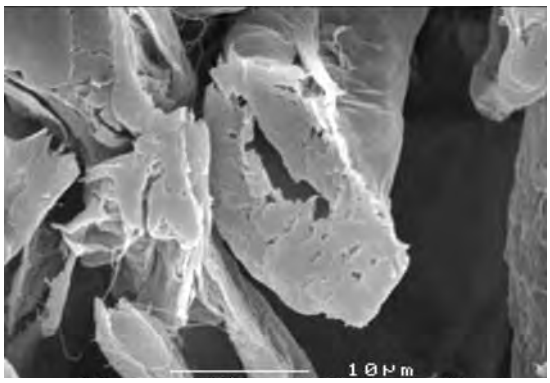


写真４　リサイクル5回目のパルプ繊維断面のSEM像

セルロース間に、水素結合により水分子が取り込まれやすくなったが、リサイクルにおける熱的要因や機械的要因により、セルロース間の結合が強固になったことによると考えられる。

結晶化度の変化を図３に示す。ばらつきが大きいが、わずかに増加している。この現象は、リサイクルを繰り返し、紙を乾燥する際の熱エネルギーを与えたことにより、非晶領域のセルロースが再配列し、結晶化したためだと考えられる。この結果、乾燥前の非晶領域の水素結合が、不可逆的で強固なものに変化し、水が存在しても元には戻らなくなる。

繊維形態の測定では、リサイクルにより繊維長が短くなるという報告[9]もあるが、ここでは繊維長は殆ど変化しなかった。ファイン比の減少については、微細繊維は手すき紙の作製の際に用いるワイヤーを通過し、減少したものと考えられる。カールおよびキンクについては、叩解を行った後はほぼ変化しないのに対し、未叩解の状態では大きくカールおよびキンクしているという結果になった。これは、叩解を行うことにより、膨潤性が上がって、繊維内に水が浸入し、繊維の柔軟性が向上したことを示唆している。繊維幅の減少は、リサイクルを繰り返し、叩解で機械的な力を加えることにより、フィブリル化した繊維表面が剥離し、繊維壁厚が減少したことと、膨潤性の低下により、パルプ繊維内のセルロースとセルロース間の水素結合が不可逆的なものとなり、収縮したままとなったため、繊維壁厚が減少したことの２つの理由が考えられる。

走査型電子顕微鏡を用いてパルプ繊維の表面を観察した結果を写真１、写真２に示す。岡山らは、リサイクルを受け、膨潤と収縮を繰り返すことによって、繊維壁最外層のS_1層が剥離し、叩解による影響が小さかった内側のS_2層の表面が露出してくると報告している[3, 4, 10]。今回の観察では、はっきりしたS_1層の剥離が確認されなかったが、リサイクル０回目に比べてリサイクル５回目ではわずかに表面のしわが減少している。これは、S_1層がわずかではあるが剥離したことを示している。また、リサイクル０回目に比べて外部フィブリル化が増加していることが観察される。

また、パルプ繊維の断面図に関して、リサイクル0回目を写真3に、リサイクル5回目を写真4に示す。湿潤・乾燥を繰り返すことで、S_1層とS_2層の収縮率の差からS_1層－S_2層界面での分離が起こり、ついでS_2層内の乾燥時の応力により、S_2層内の凝集力の弱い面が分割し、デラミネーションを引き起こし、さらに放射方向のクラックを生ずるまでになるものと考察されている報告[3, 4, 10]がある。しかしながら、今回の結果では、表面観察と同様、叩解の程度が少なく、はっきりしたデラミネーション、クラックを観察できるものは少なかったが、ここに示すように、リサイクル0回目に比べ、リサイクル5回目の方に少量の放射状のクラックが観察された。

3．まとめ

今回、リサイクル処理がシートおよびパルプ繊維に与える影響について、いくつかの項目の試験を行うことにより調査した。その結果、紙の一般的強度である比引張強さや比破裂強さ、比引裂強さ、耐折強さなどが減少し、クラークこわさ、クレム吸水度、結晶化度が増加し、密度や透気抵抗度、保水度が減少し、繊維幅は減少するが繊維長は変化しないことなどが再確認された。

この原因として、①パルプ繊維間結合が弱まること、②パルプ繊維内のセルロース間の水素結合が不可逆的で強固なものになることが挙げられる。

今後、①および②についてさらに詳しく原因を追究し、リサイクルを繰り返した時のセルロースの分子レベルでの化学的変化や膨潤性、結晶化度などについて研究し、紙の劣化のメカニズムについて明らかにする予定である。その後、テーマである再生紙の新たな品質評価手法について提案したい。

参考文献

1）勝山敦弘他：再生パルプに関する研究，静岡県製紙工業試験場報告，29，1-16 (1977)
2）岡山隆之他：リサイクルによる木材パルプ繊維の変質　第4報，紙パ技協誌，36(3)，388-399 (1982)
3）北山拓夫他：リサイクルにおける化学パルプ繊維の変質，SEN-I GAKKAISHI，43(9)，486-494 (1987)
4）岡山隆之：リサイクルによる古紙パルプの物性変化について，紙パ技協誌，56(7)，986-992 (2002)
5）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)，78-89 (2007)
6）Somwang, K. et al.：Changes in crystallinity and re-swelling capability of pulp fibers by re-cycling treatment, Japan Tappi J., 56, 863-869 (2002)
7）Akira Isogai et al.：Crystallinity indexes of cellulosic materials，SEN-I GAKKAISHI，46(8)，324-329 (1990)
8）小田正孝：紙のこわさについて（第一報），紙パ技協誌，33(3)，35-40 (1979)
9）Richard L. Ellis et al.：Recycled vs. virgin fiber characteristics: a comparison, Tappi Journal, 76(2), 143-146 (1993)
10）岡山隆之他：リサイクルによる木材パルプ繊維の変質　第3報，紙パ技協誌，36(2)，311-320 (1982)

【ノート】

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 ―

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

- Development of Coating Techiniques for Plastic-Elastmer Forming Mold -

Makoto Takagi , Shogo Tanaka and Tsuyoshi Mano

１．はじめに

プラスチック加工品は生産量・生産額において産業に大きな位置を占めている[1)]。特に射出成型は大量生産に適した加工法として広く利用されている。しかし、素材や加工機、または金型形状などに対しては様々な技術向上が図られているものの、金型自体の材料特性などは、あまり注意が払われてこなかった。これは金型が消耗品と考えられているためであろう。しかし、使用環境の過酷化、樹脂の多様化、製品形状の薄肉化などの点から射出成型金型などにおいても表面処理を施すケースが増えてきている。金属プレス加工などにおいては高硬度と潤滑性（低摩擦）向上を目的としてDLC（ダイヤモンドライクカーボン）が利用されてきている。また、ダイカストにおいてはPVD（物理気相蒸着）法による高耐熱・高耐食のセラミック成膜の開発が進んでいる。当プロジェクトでは、プラスチック金型において離型性の向上を目的としたコーティング技術の開発を進めた。

一般的に知られている離型性表面といえばシリコーン樹脂処理かフッ素樹脂処理されたものである。特にフッ素樹脂加工は離型性と耐久性を併せ持つ処理がフライパンなどに広く利用されている。研究ではまずこのフッ素樹脂加工表面（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．現行品観察

図１が現行品を電子顕微鏡（SEM）で観察したものである。表面は滑らかな樹脂によって覆われている。この現行品の断面が図２であるが、下地に対して金属による起伏が大きくつけられている。この起伏を埋める形でフッ素樹脂が覆っているのが確認できる。硬質金属材の起伏は現行品表面を摩耗や衝撃から守る働きをしていると考えられる。

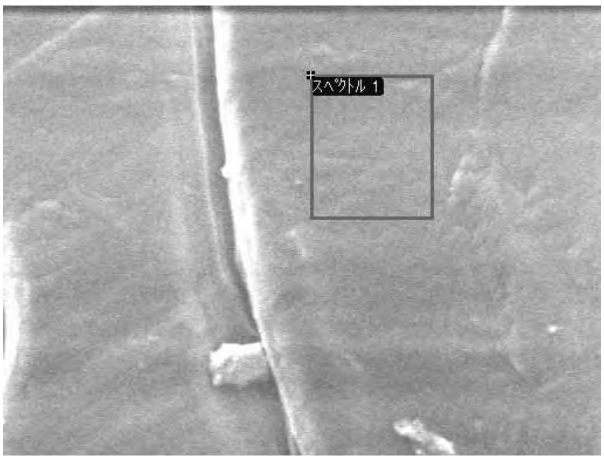


図１　現行品表面SEM観察像

図２　現行品断面SEM観察
（下層の白いのが金属、上層がフッ素樹脂）

実際に現行品に対して耐久テストを行った。耐久

テストは高温の樹脂を現行品に圧し付けるという手段で行い、耐熱性、耐衝撃性、離型性の変化を確認した。数千回行った上での現行品のSEM観察の結果が図３である。表面の樹脂が変形し、金属層がむき出しになっている様子が確認できる。

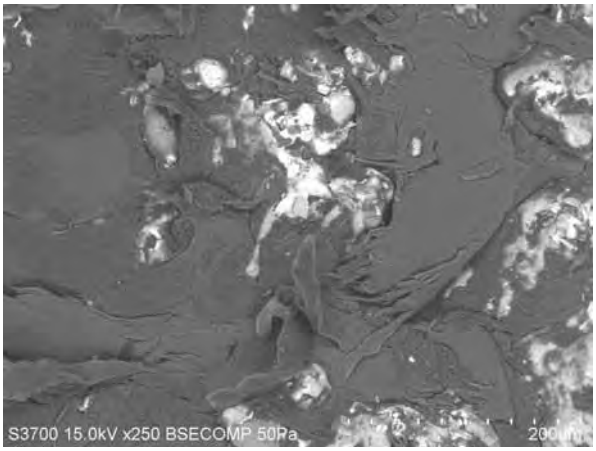


図３　現行品劣化後観察
（白いのが金属、グレーがフッ素樹脂）

金属（重い元素）が白く、軽元素が黒く見え、SEMの反射電子像では、図４のように島状に金属層が剥き出しになっている様子が分かる。

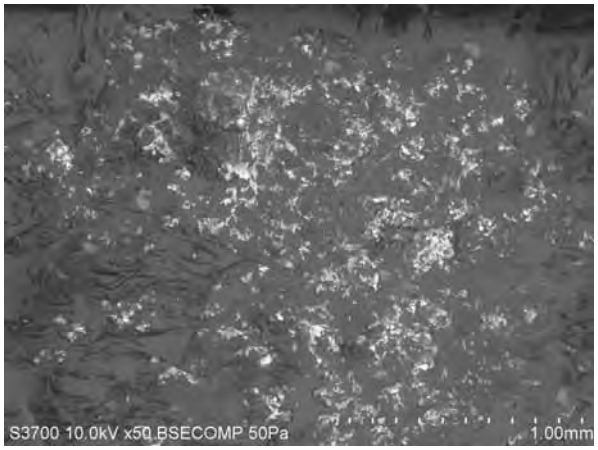


図４　現行品劣化後観察
（白いのが金属、グレーがフッ素樹脂）

「離型性が高い」とは親和度が低い、つまり柔らかく接着しにくい事を意味する。従って、現行品はフッ素樹脂と下地の密着性を上げるために金属層による複雑な表面構造の他、プライマー処理などを行っている。しかし、フッ素樹脂自体が柔らかいために圧力や衝撃によって変形し、金属層が剥き出しになってしまう。この樹脂変形によって剥き出しになった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は、フッ素樹脂の変形を抑える構造が必要である。

離型性は表面の親和性の低さと関連があり、その点では撥水性とも共通するが、必ずしも撥水性の高い材質が離型性が高いとはいえず、逆も同じである。この理由としては、水と樹脂材料では物質によって親和性が異なる事、そして水は表面張力が高いために表面形状の影響を受けやすい事が考えられる。起伏に水や樹脂が入り込まなければ接触面積は小さく撥水・離型しやすい。しかし、起伏内に入り込めば接触面積は大きく濡れ易い状態となる。つまり、離型性は表面形状・素材の親和性・接触圧力などに影響を受けるために複雑である。現行品はフッ素樹脂の離型性のほか金属層の微小な起伏を利用し撥水性を得ているが、高い圧力や衝撃が掛かる表面では平滑な表面の方が適する可能性もある。

従って、今後はフッ素樹脂が変形せず平滑な離型性表面を検討していく予定である。

参考文献

１）平成19年工業統計　（経済産業省）

【ノート】

ペーパースラッジサンプリング調査について

― 富士市内共同処理施設のペーパースラッジ特性 ―

製紙スタッフ　　村松重緒*　深沢博之*　齊藤将人*　堤　真一*

Study about Sampling Paper Sludge

Fluctuation Study of Paper Sludge that Sampling from Cooperative Processing Plants in Fuji City

Shigeo Muramatsu,　Hiroyuki Fukasawa,　Masato Saito and Shin'ichi Tsutsumi

１．はじめに

製紙産業が盛んな富士地域では約100社の製紙工場が操業している。製紙に伴って廃棄物であるペーパースラッジ（以下、PSと略記）が発生し、平成20年度における富士市からの発生量は約117万t（水分約65％換算）である[1)]。PS処理は、大手製紙工場は自社内の焼却炉で処理しているが、中小製紙工場は協同組合を設置して共同処理を行っている。

近年、環境意識の高まりもあって、リサイクルに対する関心が高まっている。PSリサイクル技術の開発は過去にも多々行われている[2)-6)]が、我々も内添紙用填料、塗工紙用顔料にPS焼成灰を利用するための検討を種々行ってきた[7)-11)]。

PS、PS焼成灰は製鉄用フォーミング材やセメント原料などに有効利用されているが、利用先のない未利用分は埋立処分されている。今後はさらなる高度利用の可能性も期待される。

PSなどの廃棄物を原料とするためには、品質が安定していることが要求される。そこで、PSを原料とした企業化、実用化を意識し、一定量の収集が見込まれる富士市内の協同組合で処理されるPSについて、現状の成分変動把握を目的にサンプリング調査を行ったので、結果について報告する。

２．実験方法

２．１　調査方法

サンプリング調査は、主に富士地域の中小製紙工場から排出されるPSを収集・処理している富士製紙協同組合、岳南第一製紙協同組合の協力を得て行った。

サンプリング期間は2008年11月～2009年１月で、各月毎に１回、サンプリングを行った。

２．２　試料の評価

サンプリングしたPSは、直ちに乾燥器を用いて105℃で24時間乾燥し、乾燥PSを得た。

一部の乾燥PSは、電気炉を用いて525℃、700℃で焼成し、得られた焼成PSを各種試験に供した。

水分はJIS P8127、灰分はJIS P8251で測定した。灰分を無機物由来と仮定し、水分、無機物以外を有機物として算出した。

525℃焼成PSの元素分析（蛍光X線分析）は、試料を加圧成型し、SQX散乱線FP法にて測定した。蛍光X線分析結果から、構成無機物の推定を行った。推定は、①炭酸カルシウムはカルシウム由来、②タルクはマグネシウム由来、二酸化チタンはチタン由来、④カオリンはケイ素（タルク消費分残り）由来、⑤酸化アルミニウムはアルミニウム（カオリン消費分残り）由来、⑥酸化鉄は鉄由来、⑦五酸化二リンはリン由来、⑧その他は①～⑦に属さないもの、として行った。なお、蛍光X線分析は巴川分析センターにて実施した。

700℃焼成PSのISO白色度は、JIS P8148にて測定した。

*）現　製紙科

3．実験結果

各PSの水分、有機物、無機物の測定結果を図１、図２、525℃焼成PS中の構成無機物推定結果を表１、表２、図３、図４、700℃焼成PSのISO白色度測定結果を図５、図６に示す。

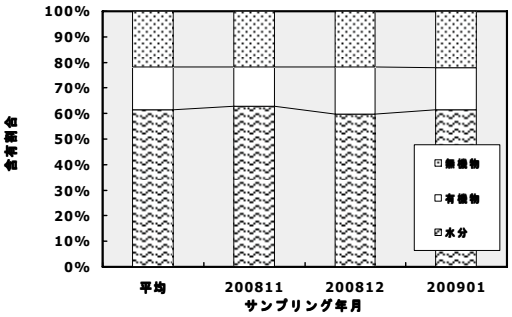


図１　測定結果（富士製紙協同組合）

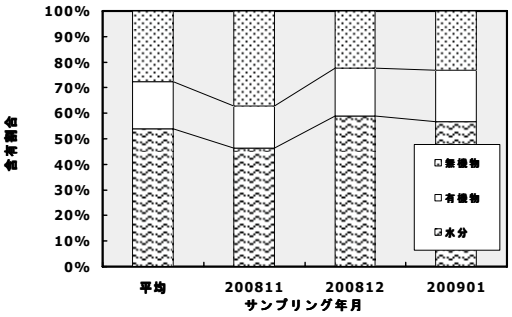


図２　測定結果（岳南第一製紙協同組合）

表１　525℃焼成PS中の構成無機物推定結果
（富士製紙協同組合）

無機物	各試料中の含有割合／%			算出方法
	200811	200812	200901	
$CaCO_3$	58.94	59.23	54.42	①Caより
$Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$	19.88	20.61	19.92	④Siより(Talc分除去)
$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$	11.98	10.97	13.20	②Mgより
TiO_2	0.86	0.97	2.94	③Tiより
Al_2O_3	6.94	6.96	8.06	⑤Alより(Kaolin分除去)
Fe_2O_3	0.47	0.46	0.66	⑥Feより
P_2O_5	0.46	0.33	0.29	⑦Pより
その他	0.47	0.47	0.53	⑧

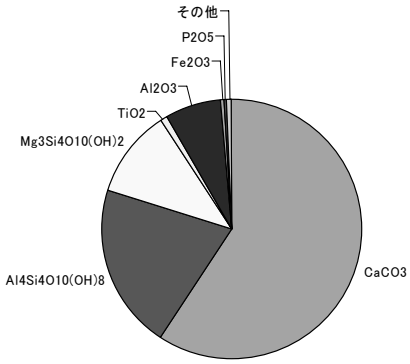


図３　525℃焼成PS中の構造無機物推定結果
（富士製紙協同組合200812）

表２　525℃焼成PS中の構成無機物推定結果
（岳南第一製紙協同組合）

無機物	各試料中の含有割合／%			算出方法
	200811	200812	200901	
$CaCO_3$	57.20	53.79	54.92	①Caより
$Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$	21.55	28.31	26.07	④Siより(Talc分除去)
$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$	10.31	10.13	9.77	②Mgより
TiO_2	0.66	0.82	1.04	③Tiより
Al_2O_3	9.14	5.26	6.24	⑤Alより(Kaolin分除去)
Fe_2O_3	0.42	0.47	0.99	⑥Feより
P_2O_5	0.30	0.71	0.38	⑦Pより
その他	0.42	0.52	0.60	⑧

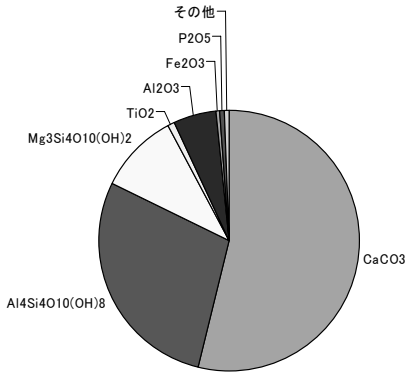


図４　525℃焼成PS中の構造無機物推定結果
（岳南第一製紙協同組合200812）

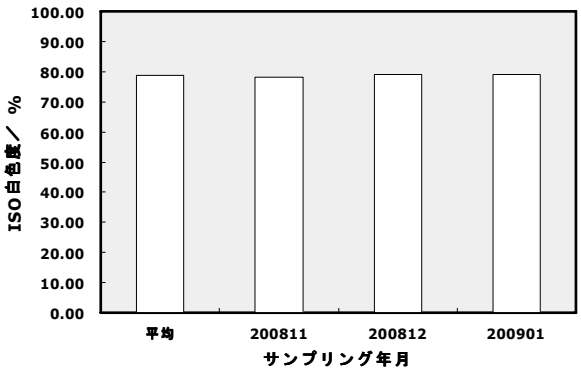


図５　700℃焼成PSのISO白色度測定結果
（富士製紙協同組合）

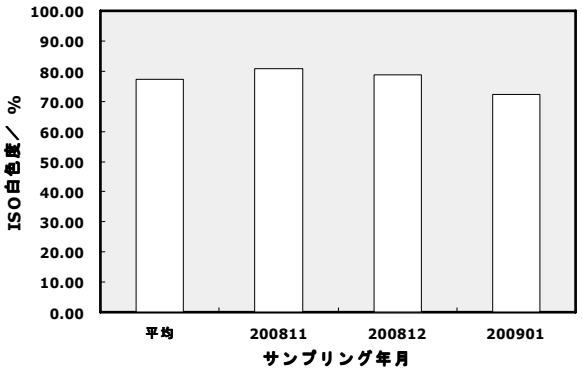


図６　700℃焼成PSのISO白色度測定結果
（岳南第一製紙協同組合）

平成20年度現在、富士製紙協同組合は組合企業数25社、収集量は15.8万t/年、岳南第一製紙協同組合は組合企業数11社、収集量は9.5万t/年である。２協同組合のPS処理量は、富士市全体で発生するPSのおよそ1/4を占めている。

図１、図２より、今回のサンプリング期間において、両組合で回収しているPSの水分、有機物、無機物の変動はあまり認められなかった。

表１、表２より、今回のサンプリング期間において、両組合ともに、鉱物の成分変動はあまり認められなかった。図１、図２より、両組合ともに家庭紙製造工場排出PSを処理しているため、原料古紙の影響のせいか灰分中に炭酸カルシウムが約60％弱と非常に多く含まれた。また、カオリン、タルクも含めた主要３成分で約90％前後を占めていることも確認された。また、残り約10％は二酸化チタンやアルミ、鉄の酸化物等であると推察された。

図５、図６より、サンプリング期間において、ISO白色度の変動はほとんど認められなかった。ISO白色度はいずれも70％を超え、一部は80％も超えていたことから、ISO白色度の観点からは、再生製紙原料として用いるのに優れていることが予想された。

４．まとめ

３ヶ月間、富士製紙協同組合、岳南第一製紙協同組合のPSサンプリング調査を行った結果は下記の通りであった。

⑴　両組合のPSともに、今回のサンプリング期間において、水分、有機物、無機物の割合は安定していた。

⑵　525℃焼成PSの構成成分推定結果から、炭酸カルシウムが最も多く、約60％弱含まれることが確認された。また、カオリン、タルクも多く含まれ、炭酸カルシウム、カオリン、タルクの主要３成分で約90％を占めることも確認された。

⑶　700℃焼成PSのISO白色度は70％以上と高く、一部は80％を超過した。PS焼成灰を再生製紙原料として用いるのに十分な白色度を有していた。

謝辞

PSは富士製紙協同組合、岳南第一製紙協同組合に提供していただいた。蛍光X線分析は巴川分析センターに測定していただいた。本研究は、独立行政法人 科学技術振興機構（JST）の平成20年度育成研究「ペーパースラッジを原料とする高速・高収率バイオエタノール生産技術の開発」の一部として実施し、ご支援・ご指導をいただいた。ここに記して、関係各位に謝意を表します。

参考文献

１）富士市商工農林部工業振興課：富士市の工業（平成21年4月），54，(2009).

２）下野健一他：製紙カスの製紙への再利用の研究，静岡県製紙工業試験場報告，24,99-104(1972).

３）桑原啓至他：製紙スラッジ焼却灰のアスファルト舗装材料への利用，静岡県製紙工業試験場報告，31，98-106(1978).

４）下野健一他：製紙スラッジ焼却灰の有効利用に関する研究（第１報）－土壌安定処理材としての利用について－，静岡県製紙工業試験場報告，32,102-108(1980).

５）下野健一他：製紙スラッジ焼却灰の有効利用に関する研究（第２報）－セメント工業材料への利用について－，静岡県製紙工業試験場報告，32,109-112(1980).

６）下野健一他：製紙スラッジ焼却灰の建材ボードへの利用に関する研究，静岡県製紙工業試験場報告，33,26-36(1981).

７）村松重緒他：製紙スラッジ（PS）焼却灰の紙へのリサイクル技術の開発，Journal of the Society of Inorganic Materials, Japan, 12(315), 106-114(2005).

８）深沢博之他：PSAの製紙用填・顔料としての利用に関する研究-塗工用顔料としての利用-，富士工業技術センター報告，15，1-6(2005).

９）齊藤将人他：PSAの製紙用填・顔料としての利用に関する研究-PPC用紙への利用の検討-，富士工業技術センター報告，15，7-12(2005).

10）深沢博之他：PS灰の製紙用填・顔料への利用，紙パ技術タイムス，49(4)，13-15(2006).

11）深沢博之他：PSAの塗工用顔料としての性質，紙パルプ技術タイムス，51(7)，13-18(2008).

【ノート】

破裂試験における不確かさについて

製紙スタッフ　堤　真一*　深沢博之*　村松重緒*　齊藤将人*　河部千香*

Consideration of Uncertainty in measurement of pressure bursting stregth

Shinichi Tsutsumi, Hiroyuki Fukasawa, Shigeo Muramatsu, Masato Saito, and Chika Kawabe

1．はじめに

板紙の破裂試験は、JIS P 8131に規定されたものであるが、①公的な標準試料がない、②同じ試験片を2度測定が出来ない破壊試験である、という特徴がある。そこで今回は、不確かさ算出に掛かる“試料”について検討したので報告する。

2．実験方法

試験規格の適用範囲となる試料は、破裂強さが350kPa以上5,500kPa以下のすべての板紙（段ボール及びソリッドファイバーボードを含む）となっている。評価試料は、①同一企業で製造されたライナーと②市販のPPC用紙を重ねたものとした。試験機の検定を兼ねて、坪量の異なる試料の破裂試験を行った。試験機は、ミューレン高圧形試験機（熊谷理器工業製）を用いた。

2．1　ライナーの試験条件

ライナー試料は、表示坪量で３水準（180g/㎡、210g/㎡、280g/㎡）とした。破裂試験に供したゴム隔膜は15枚用いた。試料３水準のゴム隔膜15水準の２元配置実験計画で繰り返し数を10回とした。破裂の方向は試料の裏から表へ破裂するよう試料をセットした。

2．2　PPCの試験条件

PPC試料は、表示坪量で64g/㎡（Ｂ４版）の用紙を５水準（２枚、３枚、４枚、５枚、６枚重ね）とした。破裂試験に供したゴム隔膜は水準を設けず、１枚のみとした。水準毎の繰り返し数は20回とした。破裂の方向は試料の裏から表へ破裂するよう試料をセットした。

3．結果と考察

ライナーの測定坪量と破裂強さの関係を図1に示す。なお、ライナー表示坪量180g/㎡の測定坪量が181.7g/㎡（標準偏差σ180：1.08g/㎡）で表示坪量210g/㎡が208.6g/㎡（標準偏差σ210：1.37g/㎡）で、表示坪量280g/㎡が279.1g/㎡（標準偏差σ280：1.11g/㎡）である。測定坪量毎の破裂強さの平均値が坪量の低い順に、548kPa、598kPa、870kPaとなった。破裂強さと坪量には相関関係が見られるが、引張試験における試験片の幅と引張強さで見られた高い直線性[1)]が確認出来なかった。

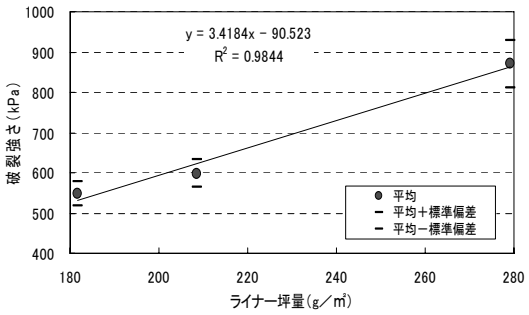


図１　ライナー坪量３水準と破裂強さの関係

重ね合わせたPPCの重ね枚数による換算坪量と破裂強さの関係を図２に示す。PPCの測定坪量が67.0g/㎡（標準偏差σ64：0.421g/㎡）であるため、重ね枚数による換算坪量は、２枚重ねで134.0g/㎡、３枚重ねで201.1g/㎡、４枚重ねで268.1g/㎡、５枚重ねで335.1g/㎡、６枚重ねで402.1g/㎡とした。換算坪量毎の破裂強さの平均値が坪量の低い順に、401.1kPa、614.1kPa、798.1kPa、1,006.5kPa、1,196.4kPaとなり、破裂強さと換算値坪量には、高い直線性が認められた。このことから、破裂試験において同じ条件で製造された紙については、破裂強さが坪量に比例する事が推測される。

今回取り扱ったライナーは、同一企業で製造されたものであったが、製造工程及び使用原料などの相

＊）現　製紙科

違により破裂強さと坪量が比例しなかったものと推測される。このため、測定における"不確かさ"を算出するための試料としては、PPCで行ったのと同様に重ね併せて坪量の水準を変えるか、または、少なくとも同じ原料を用いたライナーであるか否かを確認する必要があったと考えられた。

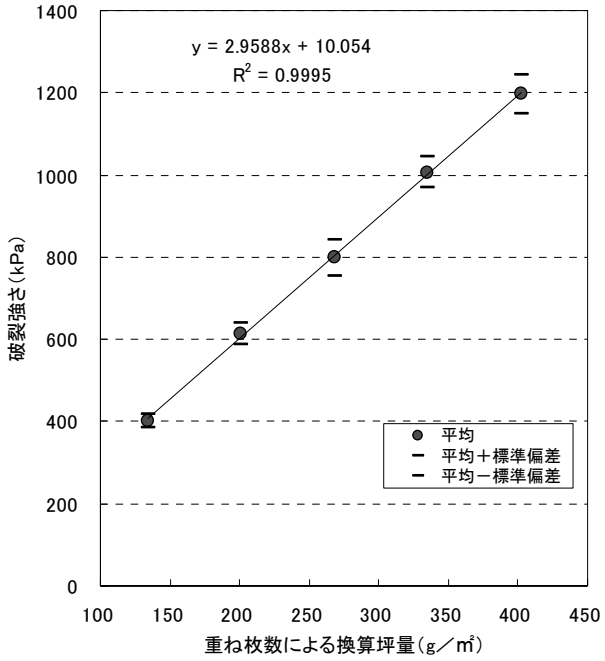


図２　PPC重ね枚数と破裂強さの関係

まとめ

破裂試験における不確かさを算出する場合は、製造条件等が同一と考えられる紙を試料として用いる事が、適切であると考えられた。また、JIS P 8131の試験規格の適用範囲となる破裂強さが350kPa以上5,500kPa以下である点を考慮すると、評価試料として市販のPPCを重ね合わせたものを用いることが、適していると判断された。

今回は、不確かさに寄与する因子についての検討を行っていない。今後の破裂試験では、試料の重ね合わせる事で生じる不確かさへの影響や、最も不確かさに寄与すると考えられる破裂用ゴム隔膜を含め、因子の洗い出しや、因子の絞り込みのための実験を行う予定である。

参考文献

１）堤真一他，紙及び板紙の“引張強さ”における不確かさの考察：静岡県工業技術研究所研究報告第２号，124-125P，2009年9月.

【ノート】

医療福祉分野におけるセンサシステムの開発

― 見守りセンサシートの開発 ―

機械電子スタッフ　　鈴木悠介*　中山　洋*

Development of Sensing System for Medical Service and Welfare

― Sensor - Sheet for Detecting Motion or Condition of Sleeping Person ―

Yusuke Suzuki and Hiroshi Nakayama

1．はじめに

平均寿命の延伸による65歳以上の高齢者の増加や少子化に伴う若年人口の低下により日本の高齢化は急速に進んでいる。日本の総人口に閉める高齢者（65歳以上）人口の割合は1970年に７％を超え高齢化社会を迎え、1994年には14％を超え高齢社会を迎えた。さらに、2007年には21％を超え超高齢社会を迎えた。高齢化率は現在も上昇している。

このような超高齢社会への急速な進展に伴い、医療や介護福祉分野における利便性向上への多様なニーズがある。その中で、介護福祉施設や独居老人宅などでは、ベッド上での高齢者の安否や状態を知りたいというニーズがある。そこで、無拘束状態でベッド上での体動や呼吸や心拍などの動きを高感度に検知でき、高齢者の安否・安全などの状態が分かる低コストの見守りセンサシートの開発を本研究の目的とした。本年度は、見守りセンサシートの構造について簡易試作による検討を行ったので報告する。

2．試作シートの作製と評価方法

2．1　簡易試作シートの作製

床ずれ防止と体圧分散性に優れた立体格子構造を有したジェル素材の平板（60㎝×20㎝×５㎝）を用いて以下の試作シートを作製した。

試作シートⅠ：ジェル素材の平板をポリエチレン製フィルム(フィルム)で密閉したもの

試作シートⅡ：ジェル素材の平板の下に厚い布を敷き、フィルムで密閉したもの

試作シートⅢ：試作シートⅡに空気の通り道となる溝を中央に作製したもの（図１）

2.2 測定方法

(1)　試作シートの一端にエアキャップを取り付け、エアキャップの先端と検出部（㈱富士セラミックス製 空圧センサ）をシリコンチューブで接続し、検出部をオシロスコープ（日本データシステム㈱製UDS-5202）に接続した。

試作シートを床上に敷き、試作シート中央部に胸が当たるように人が仰向け状態で寝た時のセンサ出力を測定した。使用した空圧センサを図２に示す。

(2)　試作シートⅢをベッドの敷布団の下に敷き、床上での測定と同様の条件でFFTアナライザ(㈱小野測器製CF - 360）を用いてセンサ出力と周波数

図１　試作シートⅢ

図２　空圧センサ

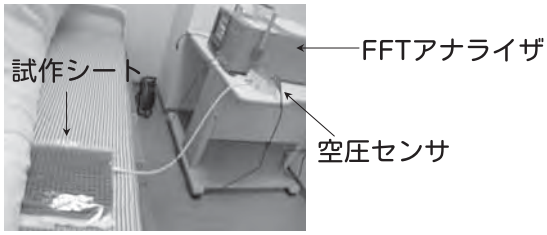


図３　ベッド上における測定系写真

*）現　機械電子科

スペクトルを測定した。測定系写真を図３に示す。

３．結果及び考察

３．１　床上におけるセンサ出力

床上で仰向け安静時と寝返りをした時の試作シートのセンサ出力を図４に示す。安静時における各試作シートのセンサ出力の結果から、試作シートⅠではセンサ出力が小さく、呼吸、心拍の判別が難しいことがわかった。試作シートⅡでは呼吸と考えられる山のピークと心拍と考えられる谷のピークが得られた。試作シートⅢでは試作シートⅡより大きなセンサ出力が得られ、検出感度が向上した。これは溝を作製したことにより溝内の空気の変動が直接、空圧センサへ伝わるためと考えられる。

寝返り時には非常に大きなセンサ出力が得られた。寝返りは全ての試作シートにおいて検出可能であったが、安静時と同様に、試作シートⅢで最も大きなセンサ出力が得られた。

３．２　ベッド上におけるセンサ出力

床上での測定結果より、最も検出感度が良かった試作シートⅢにおいてベッド上で仰向け安静時に測定したセンサ出力を図５に示す。また、その時の周波数スペクトルを図６に示す。

図５より、呼吸がある時に心拍と呼吸の波形の判別はできないが、呼吸を止めた時では波の周期が短くなっていることから呼吸の有無を判別することができた。また、図６より呼吸がある時は呼吸がない時と比較して低周波域に大きなピークが見られた。安静時における呼吸の周波数は0.4Hz付近に現れ、心拍の周波数は1Hz付近に現れることがわかっている。図６において、呼吸がある時には0.5Hz付近と1Hz付近にピークがあり、呼吸がない時には1Hz付近のみにピークが見られた。このことから、試作シートⅢにより呼吸と心拍が検出できたと考えられる。

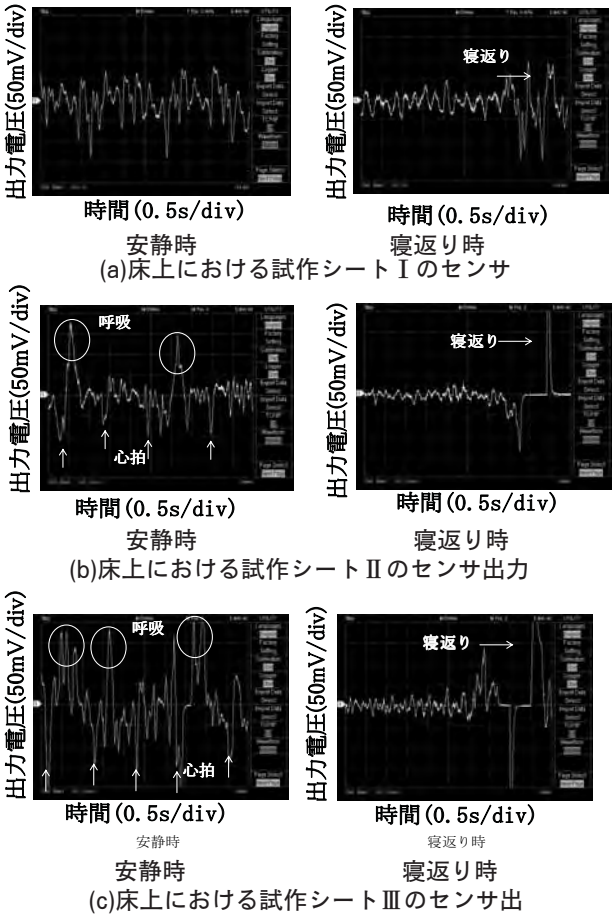


図４　床上におけるセンサ出力

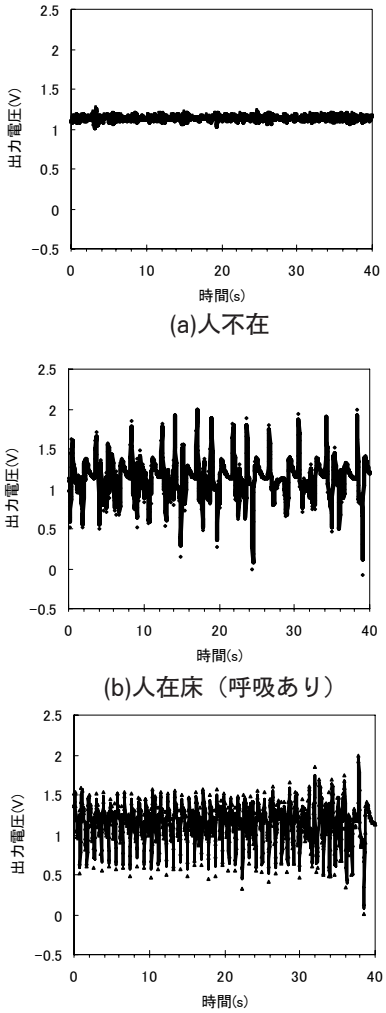


図５　ベッド上におけるセンサ出力

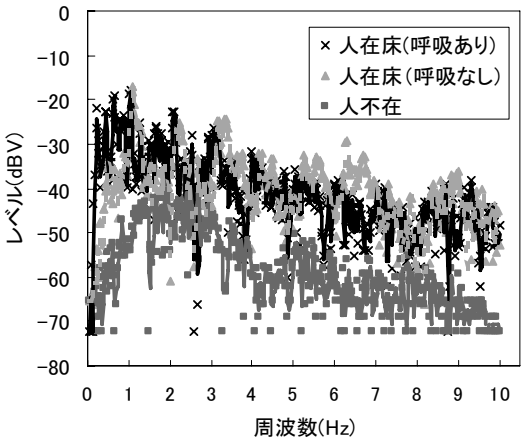


図6　ベッド上における周波数スペクトル

4．まとめ

床ずれ防止と体圧分散性に優れた立体格子構造を有するジェル素材の平板と空圧センサを用いて試作センサシートを作製した。

シートの中央部に空気の通り道となる溝を作製した試作シートⅢの構造とすることでベッドの敷布団の下に敷いた状態でも人の体動、呼吸、心拍を検出することが可能となった。

謝辞

本研究を遂行するにあたり、ご助言、ご協力頂きました㈱富士セラミックス、㈱テクノサイエンスの皆様に感謝いたします。

【抄録】

高耐久コーティング技術によるダイカスト金型の長寿命化

富士工業技術支援センター　　田中翔悟　真野　毅　高木　誠

Improvement of Durability of Casting Die using Highly-Durable Hard Coating Techniques

Shogo Tanaka, Tsuyoshi Mano and Makoto Takagi

電鋳・金型表面処理研究会誌　Vol.19　No.1　p.1-p.5　2010

ダイカスト法は、溶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。アルミダイカストにおいては一般に、金型材として高温での使用に適したSKD11、SKD61などの熱間金型用鋼材が使用されている。金型の焼き付き、溶損などの金型の損傷は、金型部材と溶湯の界面での現象であるため、表面処理によって抑制が可能であると考えられる。PVD（物理気相蒸着）法による金属窒化物などのコーティングは耐熱性、硬度に優れ、金型表面を覆うことにより溶損を大幅に抑制できると考えられるが、基材との密着性や膜自体に存在する欠陥が問題となる。当研究所で開発に取り組んできたPVDコーティングの密着性を改善する技術を応用することにより、ダイカスト金型を長寿命化させることができる可能性がある。

現行のコーティング技術によって金型の劣化要因の一つである「溶損」（溶融金属との合金化による金型部材の溶解）がどの程度抑制できるかを評価し、溶損が起きるメカニズムについて検討した。また、改良を施したコーティングについても試験を行った。

約670℃の溶融したアルミニウム合金中にテストピースを浸漬し、30rpmで回転させる溶損試験を行った。所定時間経過後のTPについて、表面に付着したアルミを除去した後に重量測定を行い、試験前の重量から差し引くことによって重量減少（溶損量）を算出した。また、試験後のTPについて表面および断面の観察、組成分析を行った。

試験の結果、PVDコーティングを施したTPの場合、溶損は素材の溶解により進行することが推測された。表面処理とコーティングを複合させることによって、金型部材の耐溶損性を大きく向上できる可能性が示された。

今後は溶損による穴が生じる起点の解明を進めるとともに、コーティングの欠陥低減のため、多層化したコーティングの開発を行っている。また、実機使用時を想定し、熱衝撃に耐える膜構造の検討を進めている。

【抄録】

マイクロニードルの開発

－ 表面処理技術による精密電鋳について －

富士工業技術支援センター　　高木　誠

Development of Micro-Needles for biotechnology and medical sciences

- Fine micro plate forming -

Makoto Takagi

電鋳・金型表面処理研究会誌　Vol.19　No.1　p.6-p.14　2010

マイクロマシン（MEMS）技術は一般的な加工技術となり、医療・バイオ系に利用が拡がっている。研究ではグレーマスクを利用したフォトリソグラフィー技術によって三次元構造体を作製し、その型を利用した電鋳に取り組んだ。転写されたポリジメチルシロキサン（PDMS）型に親水化処理・導電化処理を施す事で中空針構造作製を目指した。撥水性に優れたPDMSで電鋳を可能とするには親水性または導電性の付加が不可欠である。そのため導電性付加のため導電性に優れるカーボン微粒子と導電性高分子ポリアニリンを併用して塗布し、転写性の高いニッケル電鋳を成功させた。この手法を利用した場合は針形状の内部が中空構造となる精密な転写が可能である。この手法により電鋳によるMEMS応用範囲を拡げる事が可能となった。

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

【報告】

フェムト秒レーザー加工におけるレーザービームの整形及び回転走査技術の開発

レーザー計測制御プロジェクトスタッフ　　松田　稔*

Development of Batch Processing and Beam Rotating Method for Femto-second Laser Processing

Minoru Matsuda

We have been studying laser beam irradiating techniques for femtosecond laser processing. Femtosecond laser processing is able to process any materials without thermal collateral damage. However, its processing efficiency and processing precision is not so high. We developed a batch processing method with the spatial light modulator to increase processing efficiency, and demonstrated some batch markings on metal materials. We also manufactured a beam rotating device to improve processing precision, and demonstrated high precision drilling of CFRP(Carbon Fiber Reinforced Plastic).

１．はじめに

我々はフェムト秒レーザー加工の産業応用を目的として、平成19～21年度静岡県プロジェクト研究「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」に従事し、レーザー光の照射制御基盤技術の開発に取り組んできた。

フェムト秒レーザーは、極めて短い時間幅(≒100×10^{-15}秒)の光パルスを、一秒間に数千回（数kHz）程度の繰り返しで発する。フェムト秒パルス光のピーク出力は非常に高いため、フェムト秒レーザー光を用いた材料加工は、材料に依存しない非熱的な加工が可能であるという特長を持つ[1)]。また、１パルスあたりのエネルギーが小さく材料加工量が極めて少ないので微細な加工を実現できるが、繰返し周波数がそれほど高くないので加工効率はよくない。さらに、レーザー光の強度分布が歪んでいるために、単純にレンズで集光しただけのビームを加工に用いると、精度の良い加工結果が得られない。フェムト秒レーザー加工の産業への適用を促進するためには、これらの問題を解決することが必要である。

そこで、①空間光変調器を用いてレーザービームを整形し加工効率を高める技術、②レーザービームを回転走査する装置を用いて加工精度を高める技術、の二種類のレーザー光照射制御技術を開発した。開発した各々の技術を用いて実証加工実験を行い、フェムト秒レーザー加工の産業応用への可能性を示した。

２．方法

２．１　レーザービームパターン整形

フェムト秒レーザー加工において、被加工物の形状は単純なものばかりでなく複雑なものも多い。複雑な形状を加工する際、レーザービームを集光し、その集光点を走査する方法では、形状の描画に長時間を要する。加工対象の形状に合うように、ビームパターンを任意の形状に整形して一括加工を行えば、加工時間の短縮・加工効率の向上が期待できる。

通常、レーザー光の強度分布を任意の形に整形するためには、マスクが使用されることが多い。複雑な形状に成形する場合は、マスクにより遮蔽される部分が多く、光の利用効率が低下する。しかし、空間光変調器（図１）を使用すれば、光の利用効率を高めることができる。

２．１．１　空間光変調器

空間光変調器は、平行配向ネマティック液晶空間光変調素子を利用して光の位相を変調する[2)]。空間

図１　空間光変調器（プログラマブル位相変調ユニット: 浜松ホトニクス製X7550DB-14L）

*）現　光科

光変調器にはコンピュータから計算機ホログラムデータの映像信号が送出される。画素ごとに液晶の状態を制御することにより、レーザー光の強度分布の位相が空間的に制御されビームパターンが整形される。計算機ホログラムのデータを変えることにより、任意の形状を実現することが可能である。

空間光変調器をフェムト秒レーザー光に適用し、レーザー光を任意の形状に整形すれば、光の利用効率の高い一括フェムト秒レーザー加工の実現が期待される。

２．１．２　一括マーキング加工実証実験

一括マーキング加工実証実験の構成を図２に示す。光源には、フェムト秒レーザー再生増幅器光（波長801nm、最大平均出力300mW、パルス幅60fs、繰返周波数1kHz）を使用する。フェムト秒レーザー光を空間光変調器に入射し、位相変調を施した後に対物レンズ（10倍）で試料表面に集光し加工する。ここで、フェムト秒レーザー光を、空間光変調器の開口部（20x20㎜）にできるだけ均一な強度分布で入射させることが望ましい。そこで、ビーム径が約10㎜のフェムト秒レーザー光を、平凹レンズ（f＝－50㎜）と平凸レンズ（f＝300㎜）から構成するビームエキスパンダへ通過させて、ビーム径を拡大する。加工所望形状の画像は、逆フーリエ変換によってホログラムデータに変換し空間光変調器に送出する。加工対象材料として、これまでの知見から比較的加工し易いSUS304を選定した。フェムト秒レーザー光を空間光変調器によって位相変調し、任意の数種類のビームパターンに整形後、ステンレス表面を加工した。加工後に試料の加工部を光学顕微鏡で観察した。

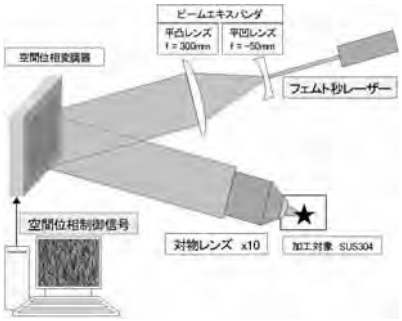
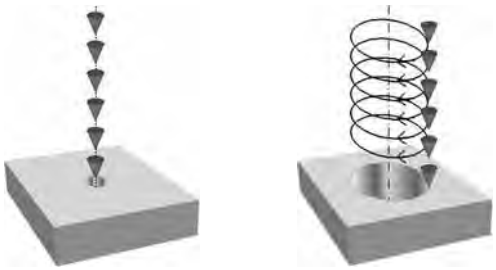


図２　空間光変調器を用いたフェムト秒レーザー一括マーキング加工実証実験

２.２　レーザービーム回転走査

フェムト秒レーザー光を加工対象材料に集光照射すると、集光部におけるレーザー光のエネルギー密度分布に依存する相互作用によるアブレーション（蒸散）加工が起こる。フェムト秒レーザー再生増幅器光のビーム強度分布は歪んでいるため、高精度・高品質な加工結果を望む場合には、レーザービームの照射方法に工夫を施すことが必要である。特に、穴あけ加工においては、レーザービームを一点に照射し続ける方法（図３(a)）よりも、回転走査を行いながら照射する方法（図３(b)）の方が、高精度・高品質な加工結果が得られる。



(a)一点継続照射　　(b)ビーム回転走査

図３　パルスレーザー光による穴あけ加工法

２．２．１　ビーム回転走査装置の製作と実証加工実験

図３(b)の方法を実現するための原理を、図4に示す。回転するクサビ形プリズムにレーザービームを通過させ、ビームを円形に回転走査する。複数のプリズムを組み合わせ、プリズム間の回転位相差（ϕ）と距離（Δ）を変化させることにより、走査半径(d)とビーム傾斜角度（θ）を制御する。図4の原理を具現化するためのビーム回転装置を設計・製作し、実証加工を行った。

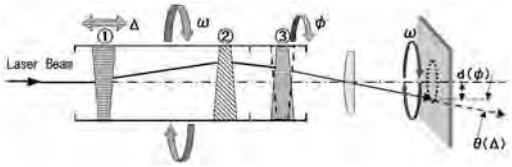


図４　ビーム回転走査を実現する原理

フェムト秒レーザー再生増幅器光（中心波長802nm、パルス幅約70fs、パルス繰返周波数1kHz、平均出力約400mW）をND フィルタ（減光フィルタ）で光量を調節後、製作した装置を使ってビームを回

転走査し、平凸レンズで試料表面に集光して穴あけ加工を行った（図５）。加工後に、加工穴のレーザー入射側と出射側の様子を、目視及びSEM（走査型電子顕微鏡）で観察した。

図５　ビーム回転走査装置の実証加工実験

２．２．２　フェムト秒レーザービーム回転走査装置を用いたCFRPの高精度穴あけ加工

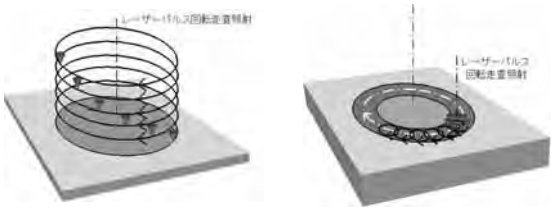
次世代輸送用機器に対する社会的ニーズの一つに、地球環境対応に伴う「軽量化」があり、様々な新素材の開発や活用が行われている。なかでもCFRP（炭素繊維強化樹脂）は、軽量で引張強度が高いために構造体として非常に魅力的な素材である。しかし、製造や成形にコストや時間がかかり、成形後の高精度な二次加工も容易ではない。これらの問題を解決しCFRPの利用を拡大するために、機械加工[3)]、YAGレーザー[4)]、エキシマレーザー[5)]等を用いた高精度加工技術の開発が行われている。

我々はCFRPの加工に、フェムト秒レーザー光を適用する。ネジやリベットによってCFRPを締結することを想定した「穴あけ加工」を目標として、２．２．１で述べたビーム回転走査装置を活用する。実験の構成は図５を流用し、加工対象としてCFRP（厚さ0.5㎜、２層）を用いる。任意の径の穴を加工するために、図４中のプリズム③の位相を制御し、加工穴径の制御を試みる。加工後に、加工結果を目視及び走査型電子顕微鏡（SEM）で観察した。

さらに厚い材料の加工可能性について検討するために、厚さ0.75ｍｍ、３層の構造のCFRPに対して加工を行う。加工後に、加工結果を目視及びSEMで観察した。

２．２．３　回転走査ビームの移動による加工深さの拡大

フェムト秒レーザービーム回転走査技術による穴加工では、加工が進行して加工反応部の位置が材料の表面から深くなるに従って、加工されずに残っている材料にレーザービームが遮られる。そのため、加工反応部に到達するエネルギー量が減少し、加工深さを拡大することが困難となる。そこで、図６(b)に示すように、回転走査をしているビームを円形に移動する。除去する材料の量を増やし、加工反応部に到達するレーザーエネルギー量の減少を抑えることにより、ビーム回転走査のみの加工よりも加工深さを拡大することが見込まれる。



(a)ビーム回転走査　　(b)回転走査ビームの移動

図６　加工深さ拡大のためのビーム走査方法

図６(b)の方法による加工実験の構成を図７に示す。図中①は、ビーム回転走査によるビーム焦点の軌跡、②は回転走査されたビームが移動する軌跡である。加工対象としてCFRP（厚さ1.5㎜、６層）を設置する。そして加工後に、加工結果を目視及びSEMで観察した。

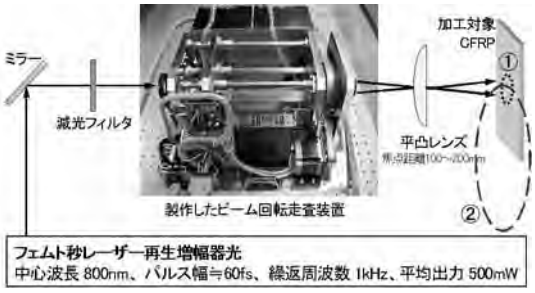


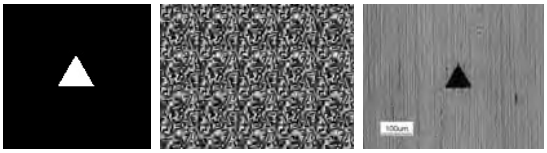
図７　回転走査ビームの移動による加工実験

３．結果と考察

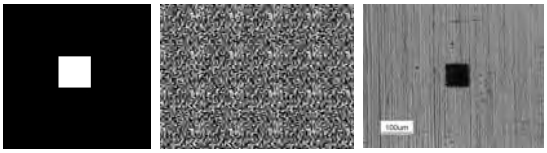
３．１　レーザービームパターン整形

加工結果を図８に示す。図８①～⑥の各々で、目的とした整形パターン（ビットマップ画像データ）を(a)、位相変調のためにコンピュータホログラムで作製したデータを(b)、加工後の光学顕微鏡写真を(c)に示す。(c)内のスケールは100umである。パターン整形後のフェムト秒レーザー光で大きさが100um×100um以下の微細な一括マーキングを行うことができた。比較的単純な形状の加工は明瞭に行われてい

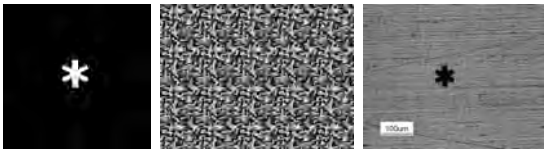
るが、整形後の形状によっては、一つの形状内においてマーキング加工にばらつきが見られた。



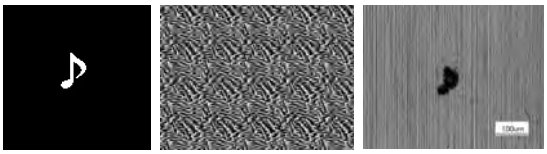
(a)目標整形形状　(b)位相制御データ　(c)加工結果
①「▲」マーキング



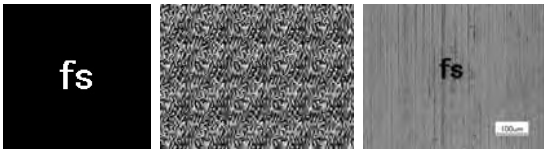
(a)目標整形形状　(b)位相制御データ　(c)加工結果
②「▲」マーキング



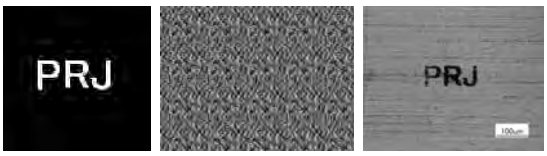
(a)目標整形形状　(b)位相制御データ　(c)加工結果
③「▲」マーキング



(a)目標整形形状　(b)位相制御データ　(c)加工結果
④「▲」マーキング



(a)目標整形形状　(b)位相制御データ　(c)加工結果
⑤「▲」マーキング



(a)目標整形形状　(b)位相制御データ　(c)加工結果
⑥「▲」マーキング

図８　レーザービームパターン整形による一括マーキング

３．２　レーザービーム回転走査の有用性

厚さ0.3㎜のステンレスに対して加工穴径の制御を行って加工した結果を図９に示す。プリズム③の位相ϕを変えると、ビームの進行方向の軸からのビームの変位量が変化し、試料表面における円軌跡の半径dが変わる。電子顕微鏡写真の上段はレーザー入射側の試料表面、下段はレーザー出射側の試料表面である。③の位相ϕを０度から180度まで変化させると、加工穴径が約125～825umまで約６倍変化することが確認できた。加工結果は、フェムト秒レーザー加工の特長を表しており、熱的な影響が極めて少ないシャープなエッジが確認できる。

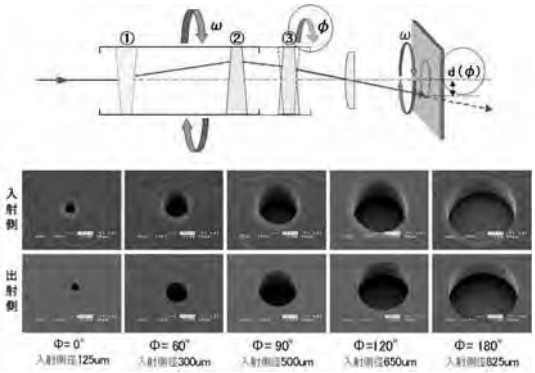


図９　ビーム回転装置による加工穴径の制御
（ステンレス厚さ0.3㎜）

厚さ0.3㎜のステンレス板に対して、加工穴テーパの制御を行った結果を図10に示す。プリズム①と②の間の距離Δを変えると、加工対象に入射するビームの角度θが変化し、加工穴のテーパが制御できる。電子顕微鏡写真の上段はレーザー入射側の試料表面、下はレーザー出射側の試料表面である。距離Δを50㎜から200㎜変化させるに従い、加工穴テーパの度合いを示す入射径と出射径の比が、約1.27から1.06まで、約20パーセント変化することが確認できた。

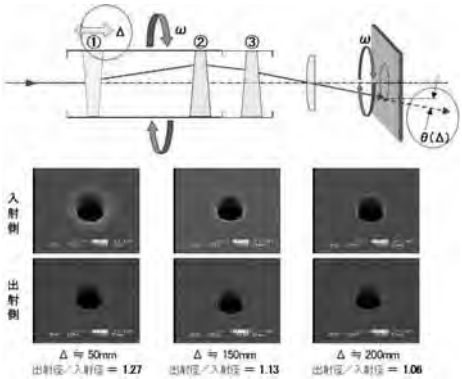
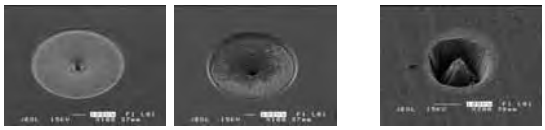


図10　ビーム、回転装置による加工穴テーパの制御
（ステンレス厚0.3㎜）

その他の加工痕バリエーション例を図11に示す。加工対象は厚さ0.5㎜のステンレス板である。円錐の雌型を作製しようと試みた結果を(a)、(b)に示す。

各写真の中央部に円錐の雌型が確認できる。各々、円錐形の底面の大きさ、テーパの角度が異なる。

円錐の雄型の作製を試みた結果を(c)に示す。製作した物体の表面は若干荒れているが、加工条件を探索すれば、円錐の雄型を作製できる見込を得た。



(a)円錐の雌型１　(b)円錐の雌型２　(c)円錐の雄型
図11　ビーム回転走査による加工のバリエーション例

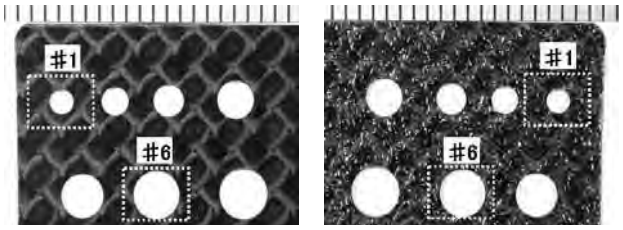
３．３　CFRPの穴あけ加工

CFRP（厚さ0.5㎜、２層）に貫通穴あけ加工を行った結果を図12に示す。照射パワーは150mW、レンズ焦点距離は100㎜である。図４中のプリズム③の位相を制御することにより、加工穴径の制御を行った。加工穴径は２～４㎜で制御され、フェムト秒レーザー加工の特長が十分に発揮された高品質な加工が施された。図12中の♯1と♯6の加工穴について、電子顕微鏡観察を行った結果を図13に示す。エッジ部、壁面共に溶融痕等は認められない。

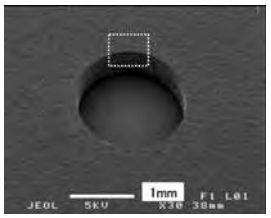
加工穴径と加工深さを拡大することを試すために、CFRP（厚さ0.75㎜、3 層）に、貫通穴あけ加工を行った。照射パワーは150mW、レンズ焦点距離は200㎜である。加工結果を図14に、SEM像を図15に示す。バリ等の無い、直径６㎜の貫通穴をあけることができた。この加工穴の真円度を測定した結果を図16に示す。真円度は約18umであった。

３．４　加工深さの拡大（CFRPの穴あけ加工）

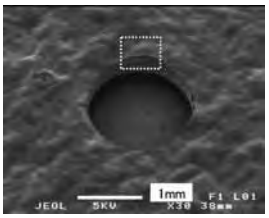
加工深さを拡大するために行った「回転走査したビームを移動する方法」による加工結果を、図17に示す。比較のために、回転走査したビームのみでの加工結果を図18に示す。厚さ1.5㎜、６層のCFRP板に、バリ等が無く品質の良い直径６㎜の貫通穴をあけることができた。比較のために行った回転走査のみによる穴加工結果（図18）と比べると、観察倍率を高くした際の観察において、加工穴周縁部の状態に大きな差がみられる。フェムト秒レーザー加工における穴加工で加工深さを拡大するためには、「回転走査したビームを移動する方法」が有効であった。



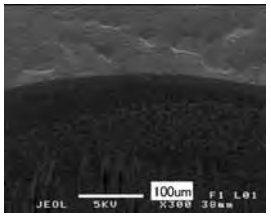
(a)ビーム入射側　(b)ビーム出射側
図12　CFRP（厚0.5㎜、２層）への穴あけ加工（１㎜/一目盛）



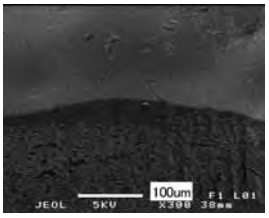
(a)図12(a)の♯1×30



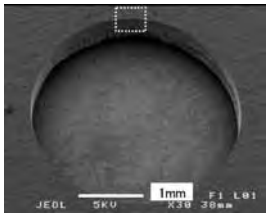
(b)図12(ｂ)の♯1×30



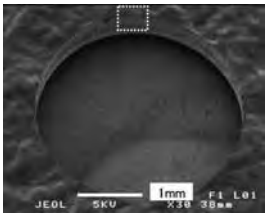
(c)図13(a)の□部×300



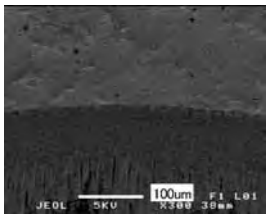
(d)図13(ｂ)の□部×300



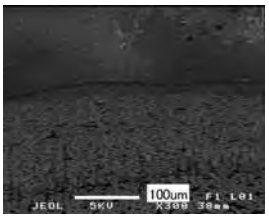
(e)図12(a)の♯6×30



(f)図12(ｂ)の♯6×30



(g)図13(e)の□部×300

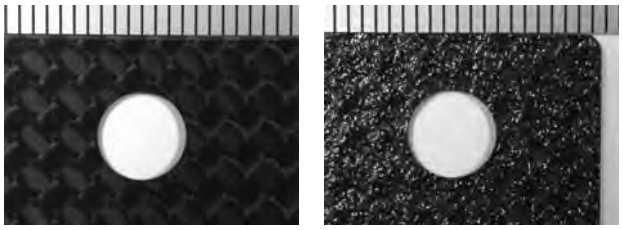


(h)図13(f)の□部×300
図13　CFRP（厚0.5㎜、２層）への穴あけ加工

４．まとめ

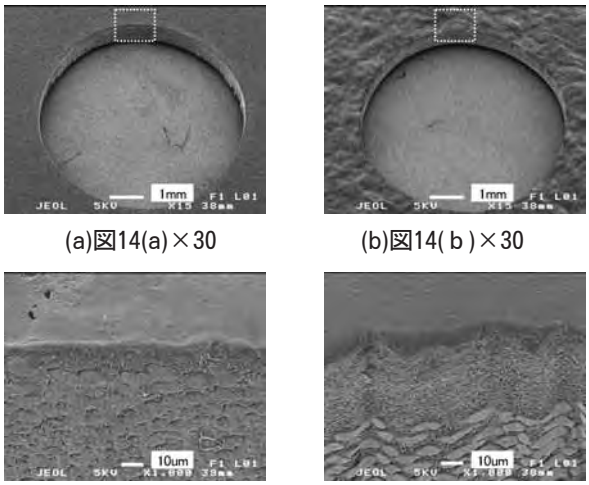
フェムト秒レーザー加工におけるレーザービームの整形及び回転走査技術を開発し、実証加工実験を行った。

最初に、加工効率を向上させることを目的として開発したレーザービーム整形技術を用いて、フェムト秒レーザー一括マーキングを実証した。実現しようとするパターンの形状、面積、データの作り方が、加工の成否に大きく影響するので、実用化のために



(a)ビーム入射側　(b)ビーム出射側

図14　CFRP（厚0.75mm、３層）への穴あけ加工（１mm/一目盛）



(a)図14(a)×30　(b)図14(ｂ)×30

(c)図15(a)の□部×1000　(d)図15(ｂ)の□部×1000

図15　CFRP（厚0.75mm、３層）への穴あけ加工

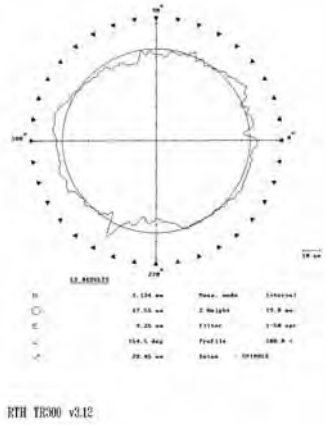


図16　加工穴の真円度測定結果

はさらに検討を要する。

次に、フェムト秒レーザーとビーム回転走査技術を用いて、CFRP板への穴あけ加工を行った。加工部周辺への熱影響が非常に少ない高精度な穴加工が実現でき、加工技術の有用性を実証した。今後はさらに加工効率を高める方法を検討し、フェムト秒レーザーによるCFRP加工の実用化を目指す。

参考文献

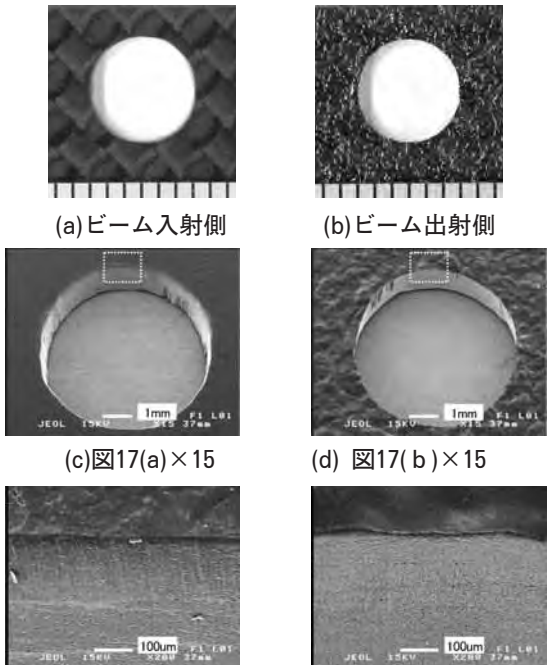
１）緑川克美:フェムト秒レーザー加工,O plus E, 21-9,(1999),1130,

２）浜松ホトニクスホームページ:http://jp.hamamatsu.com/products/other/1013/index_ja.html

３）坂本重彦,東二町圭介:2008年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集,59-60

４）熊谷実,松田伸慶,宍戸郁郎:宮城県工技センター研究報告,24(1992),126-130

５）電気学会:レーザアブレーションとその応用,コロナ社,(1999),169-176

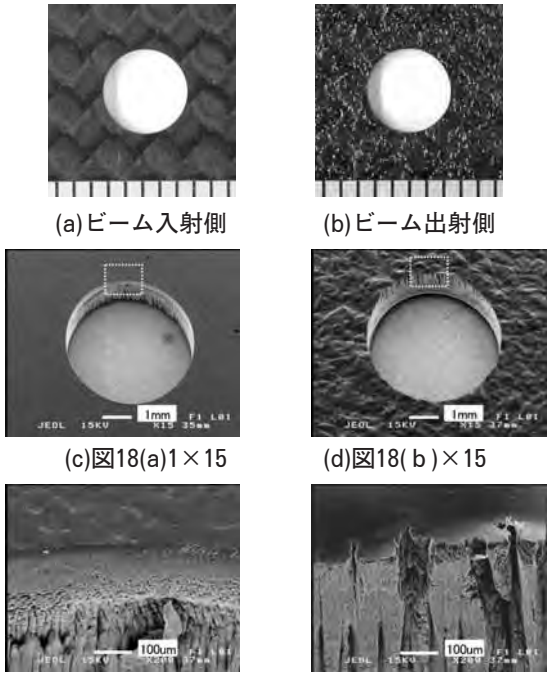


(a)ビーム入射側　(b)ビーム出射側

(c)図17(a)×15　(d) 図17(ｂ)×15

(e)図17(c)の□部×200　(f)図17(d)の□部×200

図17　ビーム回転走査の移動による加工



(a)ビーム入射側　(b)ビーム出射側

(c)図18(a)1×15　(d)図18(ｂ)×15

(e)図18(c)の□部×200　(f)図18(d)の□部　×200

図18　ビーム回転走査のみによる加工（図17との比較）

【報告】

フェムト秒レーザー加工における加工開始の検出と穴深度のリアルタイム計測

レーザー計測制御プロジェクトスタッフ　　神谷眞好*

Detection of The Processing Start and A Real-time Measurement of The Hole Depth in The Femtosecond Laser Processing

Masayoshi Kamiya*

The detection technology of the processing start and a real-time measurement technology of the hole depth have been developed for the adoptive irradiation control in the non-thermal minute processing with the femtosecond laser. The processing start has been detected by analyzing a change of the reflected light energy from a processing sample surface. The hole depth has been measured during laser processing by analyzing the interference spectrum between the reference light and reflected light from the bottom of a hole. These technology makes processing precision better in the femtosecond laser processing.

１．はじめに

パルス幅が極めて短くピークパワーが大きいフェムト秒レーザーを利用すれば、さまざまな材料に対して熱影響の少ない微細加工が可能である[1－3]。

フェムト秒レーザー加工では、照射フルエンスがある閾値を越えると被加工物の表面でアブレーションが始まる[4]。しかし、実際の加工現場では、同じ被加工物であっても集光レンズの種類や被加工物の配置などによって加工が始まる照射エネルギーが異なる。そこで、非熱的微細加工の照射光エネルギーを決定するため、照射中の被加工物から反射する光エネルギーの変化を測定することによって加工開始の検出を試みた。

一方、今まで被加工物の深さ方向の形状変化を加工中に知ることはできなかった。深さ方向の加工結果を得るためには、レーザー光の照射を止めた後に加工対象を治具から外して形状を測定する必要がある。このため、現状では精密かつ正確な加工制御ができるまでには至っていない。そこで、加工に用いるフェムト秒光パルスの広スペクトル帯域、高ピークパワーの特徴を利用して、被加工物からの反射光と、予め分岐しておいた参照光との干渉スペクトルを解析することにより、加工中の穴深度リアルタイムモニタリングを試みた[5、6]。

従来のレーザー微細加工に関する研究の多くは加工結果についてのものが主であった。本報で紹介するような加工開始の検出や穴深度のリアルタイムモニタリングが可能となれば、制御性の高いフェムト秒レーザー加工が実現でき、加工精度や加工効率の向上が期待される。

２．光学系および機器の構成

図１に、照射および観察の光学系と、反射光エネルギー測定（加工開始モニター）および反射光干渉スペクトル測定（穴深度モニター）のための光学系、およびそれらにつながるレーザー光源と機器の全体構成を示す。

２．１　レーザー光源

フェムト秒レーザーは、中心波長約800nm、波長帯域幅約40nm、パルス幅約60fsの光を出力するチタン・サファイア再生増幅システムを用いた。なお、１パルスあたりの照射エネルギーは、回転ステージにマウントした反射型回転式NDフィルタ（減光フィルタ）により制御した。また、繰り返し周波数は、レーザーシステムに付属するタイミングコントローラにより1Hzから1kHzの範囲で制御した。

２．２　照射光学系と観察光学系

フェムト秒レーザーから出力された光パルスをレンズ（L1）で集光し、焦点位置にセットした被加工物の表面に照射する。被加工物からの反射光の一部は、ビームスプリッター（BS3）を経由してf＝400㎜の長焦点レンズ（L2）を装着したCCDカメラ

*）現　材料科

【報告】

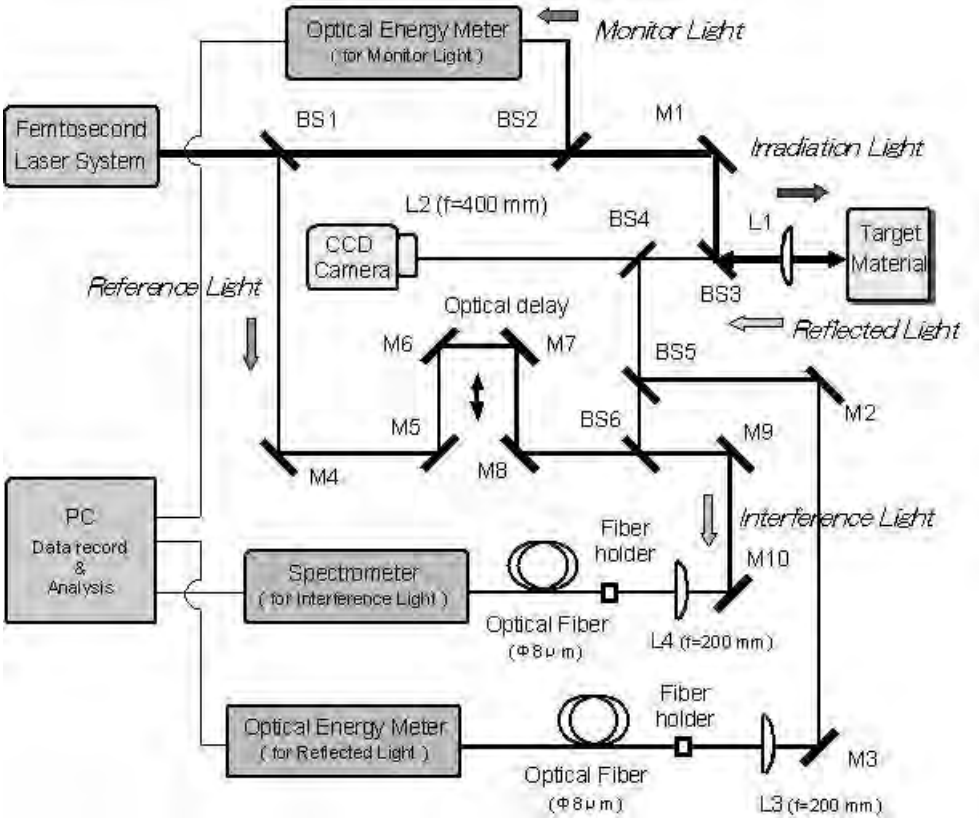


図１　光学系および機器の構成

に入力される。この系は結像系になっており、長焦点レンズ(L2)と集光レンズ(L1)の焦点距離比で決定される拡大率で加工表面の状態を観察する。この観察機能は、後で述べるように、被加工物表面のどの位置からの反射光を採光するかを調整する際にも利用される。

２．３　加工開始モニター

被加工物に集光照射された光パルスの一部は、被加工物の表面で反射して集光レンズ(L1)を照射時とは逆向きに進む。この反射光は、３枚のビームスプリッター(BS3, BS4, BS5)と２枚のミラー(M2, M3)を介して伝送され、長焦点レンズ(L3)で光ファイバ端面に集光されて反射光用光エネルギーメータに入力される。また、フェムト秒レーザーの一部(約10%）をビームスプリッター(BS2)で分岐してモニター光用エネルギーメータに入力し、予め測定しておいたモニター光のエネルギーと照射光エネルギーとの比をもとに、照射中における照射光エネルギーを算定した。

２．４　穴深度モニター

フェムト秒光パルスをレンズ(L1)で集光して被加工物に照射する系は、反射光エネルギーの測定光学系と共通である。反射光干渉スペクトル測定光学系の特徴は、この光路の途中に変形型のマッハツェンダー干渉光学系があり、フェムト秒光パルスを予め分岐して用意した参照光と、照射中の被加工物から反射する光とをビームスプリッター(BS6)で合波して干渉させることである。この干渉結果をファイバー入力のマルチチャネル分光器で分光計測してデータをPCに取り込み、干渉スペクトルを周波数軸に変換した後の周波数成分を解析することで、加工された穴深度を計測する。

穴深度の測定原理は以下のとおりである。

反射光と参照光の振幅を１として、Δdを穴深度(反射光と参照光と光路長差の半分)、cを光速度、$Io(\nu)$を光源の光周波数スペクトルの包絡線波形とすると、干渉スペクトルの光周波数νに対する強度$I(\nu)$は、次式で与えられる。

$$I_{(V)} = \left\{1 + \cos\left(4\pi\frac{\Delta d}{c}v\right)\right\} \cdot I_{0(v)} \qquad (1)$$

式(1)より、干渉強度$I(\nu)$は、穴深度Δdに比例して決まる一定の繰り返し周波数で増減する。ここで、マルチチャネル分光器から取得するデータは波長軸上で等間隔のデータであるため、そのまま光周波数軸に変換したデータは等間隔にならない。このままではフーリエ変換できないため、光周波数軸上で等間隔となるように補間処理を行っている。

補間再構築されたデータをフーリエ変換して強度変化の繰り返し周波数成分を求めることにより、穴深度Δdを決定することができる。深度モニターのPCではこれら一連の処理を高速で行い、照射光パルス毎のリアルタイム計測を可能としている。

3．反射光採光のための光ファイバ位置調整

反射光のエネルギーや干渉スペクトルを測定するためには、被加工物の照射中心から反射してくる光を光エネルギーメータやマルチチャネル分光器へ光ファイバを介して効率よく採光する必要がある。これを実現するには、測定の準備段階として、反射光採光のための光ファイバ端面の横位置調整が必要であり、前述のCCDカメラによる拡大結像系を用いて調整を行う。

加工されない程度のエネルギー(0.01 μJ/pulse、1kHz）に減衰させたフェムト秒光パルスを被加工材料に照射して、加工表面をCCDカメラで観測する。一方、反射光測定用エネルギーメータまたはマルチチャネル分光器を一時的に半導体レーザー(LD)に交換し、光ファイバーを含めた光路を計測時とは逆向きに光を送り、被加工材料の表面にLD光を投影する。この状態を同じCCDカメラで観測する。

このとき、CCDカメラで観測される画像の例を図2に示す。このように、被加工材料表面から反射したフェムト秒光パルスとLD光とが同時に観測される。ここで、図2中のスケールは、結像系の倍率を考慮して算出した被加工材料表面のサイズを示している。CCDカメラの画像を見ながらLD光のスポット位置がフェムト秒光パルスの照射エリアの中心になるように、光ファイバー端の横位置を調整する。この時、

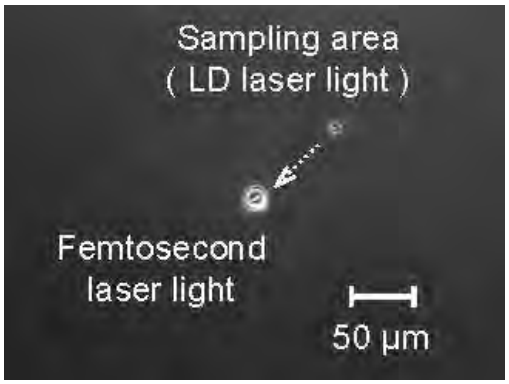


図2　照射スポットと採光スポット

CCDカメラのモニター画像を見ながらLD光のスポットが最も小さくなるようにして、LD光の焦点位置を被加工物表面に設定する調整も合わせて行う。これらの調整により、反射光測定用エネルギーメータおよびマルチチャネル分光器には照射中心から反射してくる光が効率良く採光されることになる。

4．被加工物とその光学特性

被加工物としてスライドガラスを用いた。スライドガラスの分光透過特性を図3に示す。紫外から近赤外の広い波長域にわたって吸収率が非常に低いといえる。

5．加工開始の検出

焦点位置にセットした被加工材料に10倍の対物レンズで集光したフェムト秒光パルスを繰り返し1kHzで照射し、照射光エネルギーに対する反射光エネルギーの変化を測定した。その結果を図4(a)の左図に示す。照射する場所を変えながら5回同じ実験を行ったが、いずれも、照射光エネルギーが増大

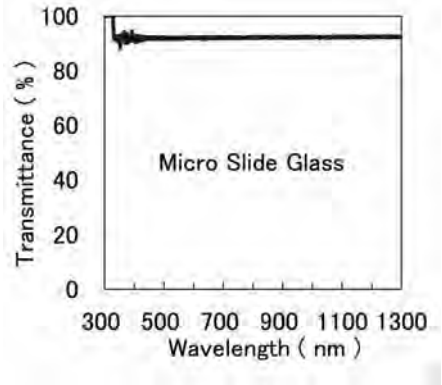


図3　スライドガラスの分光透過特性

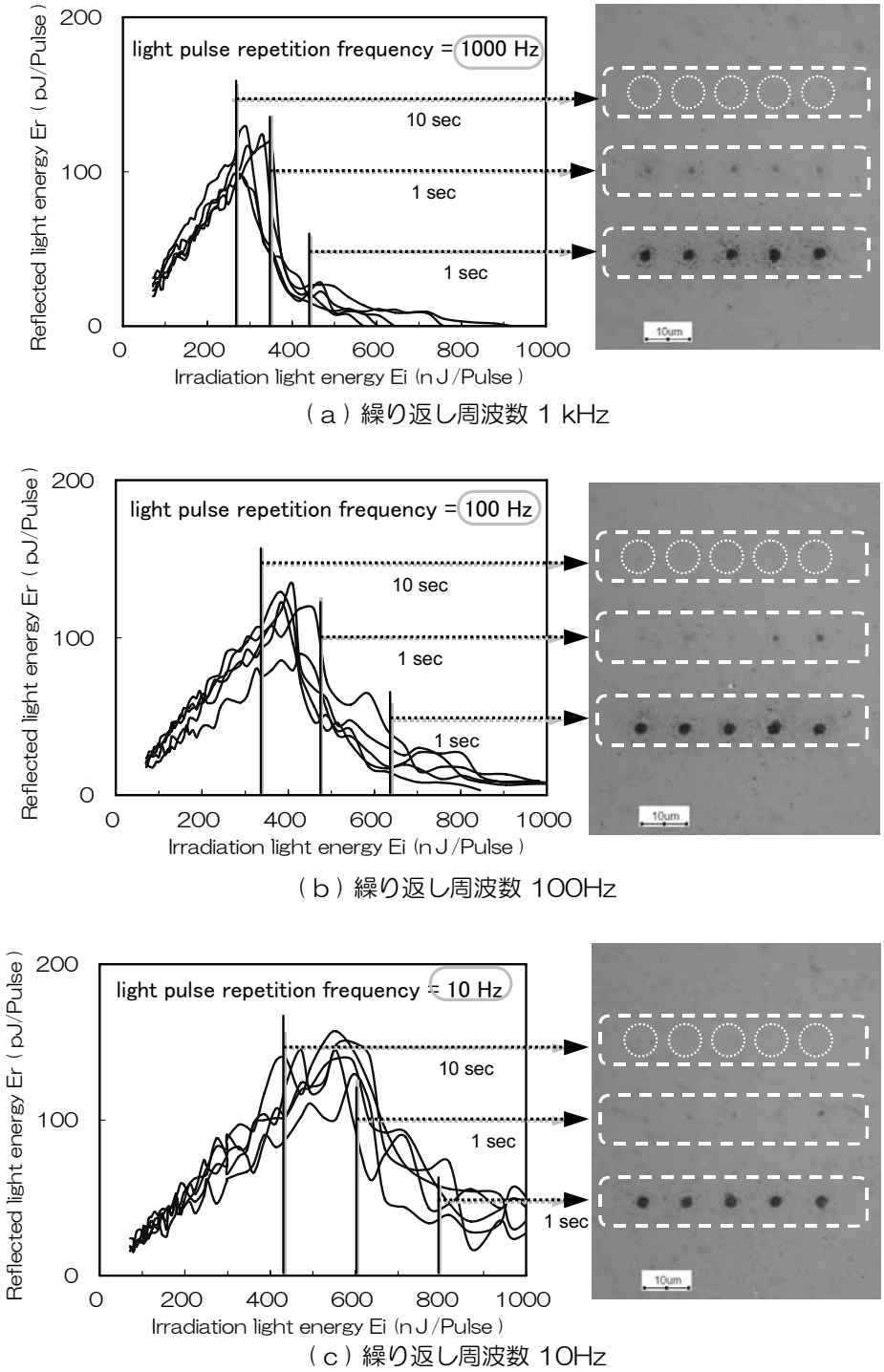


図４　照射光エネルギーに対する反射光エネルギーの変化と，照射エネルギー毎の加工痕

しているのにもかかわらず、反射光エネルギーが急激に減少するポイントが存在することがわかった。

そこで、反射光エネルギーが急激に減少するポイントの照射光エネルギーを基準に、約70％のエネルギーで10秒間、同じエネルギーで１秒間、約130％のエネルギーで1秒間の照射を、それぞれ異なる位置で５回ずつ行った。それらの加工痕を図４(a)の右図に示す。基準エネルギーの70％照射では変色はあるものの形状変化は認められなかった。基準エネルギーの照射では、いずれも開口が2μm程度の浅穴が開いていた。さらに、基準エネルギーの130％照射ではさらに大きく深い穴が開いていた。

続いて、繰り返し周波数が100 Hzと10 Hzについても同様の実験を行った。その結果、図４(b)および図４(c)に示すように、反射光エネルギーが急激に減少するポイントの照射光エネルギーは多少ばらつくものの、1 kHzの場合と同じ傾向の結果を得た。

これらのことから、反射光エネルギーが急激に減少するポイントが加工開始のタイミングと考えられ、そのときの照射光エネルギーがこの加工光学系および被加工物における加工開始照射光エネルギーと見なすことができる。

６．穴深度の計測

６．１　分解能と測定レンジ

リアルタイム深度モニターの深度分解能*resolution*は、フェムト秒光パルスの可干渉光周波数帯域幅を$\delta\nu part$ とすると次式で与えられる。

$$resolution = \frac{1}{2}\cdot\frac{c}{\delta v_{part}} \tag{2}$$

使用したフェムト秒光パルスの干渉可能な光周波数帯域幅は27.5THz（波長帯域幅に換算して60nm）であり、この値から計算される深度分解能は5.5μmとなる。この値は、光路長差がゼロ付近の分解能であり、予め一定の光路長差を確保したり穴深度が進展して光路長差が拡大したときの分解能はより向上し、さらに細かい変化を検知可能となる。

一方、計測可能な最大深度*range*は、分光器の光周波数帯域幅$\delta\nu full$とリニアCCDのエレメント数Nによって次式で与えられる。

$$range = \frac{1}{4}\cdot\frac{c}{\delta v_{full}}\cdot N \tag{3}$$

ここで、分光器の分解能は0.146nmであるが、実際にはCCDの１エレメントあたりのスペクトル幅（0.09nm/element）の２倍に相当する周期の縞まで観測することができる。よって、測定レンジは、分光器の分解能によって制限されず、1エレメントあたりのスペクトル幅によって決定される。そこで、使用したマルチチャネル分光器の測定可能な光周波数帯域幅は84.5THz（波長帯域幅に換算して180nm）であり、エレメント数は2,048であるので、計測可能な最大深度は1,818μmとなる。また、計測開始原点を－1.8mmに設定しておけば、トータルで約3.6㎜の範囲の計測が可能である。さらに、参照光の光路長を変化させて干渉の原点を移動させつつ計測することにより、より広い範囲のリアルタイム深度計測が可能となる。この方法は光路長の変化量を検知しつつおこなうことで実現できる。

次に、測定分解能と測定レンジを実験的に確認するため、加工されない程度の微弱なエネルギー（0.012μJ、 1kHz）のフェムト秒光パルスをダミーターゲットに照射しながら、参照光の光路長を変化させて測定を行った。参照光路中に置かれた光学遅延系の参照ミラー（図１のＭ６、 Ｍ７）の移動量に対するリアルタイム深度モニターの指示値を図５に示す。このとき、参照ミラーの移動量は、そのまま計測されるべき穴深度に相当することになる。また、各測定点における参照ミラーの移動量とリアルタイム深度モニターの計測値との差を、エラーとして図５に併せて示した。ここで、ゼロ点位置は、深度モニターが±200μmを示した２点の中間点とした。その結果、計測値は、参照ミラーの移動量に対してゼロから1,800μmまでほぼ直線的に変化した。また、この実験でのエラーは全域で±３μm以内であり、計算された分解能以内であることを確認できた。

一例として、参照ミラーの移動量が200μmのときの深度モニターの画面を図６に示す。上段(a)が分光器から得られた干渉スペクトルであり、下段(b)が干渉スペクトルを周波数解析して得られた参照ミラーの移動量である。なお、これ以降に示す実際のモニ

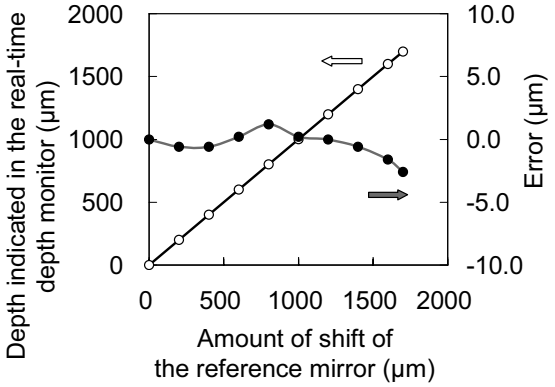


図５　参照ミラー移動量に対するモニター指示値

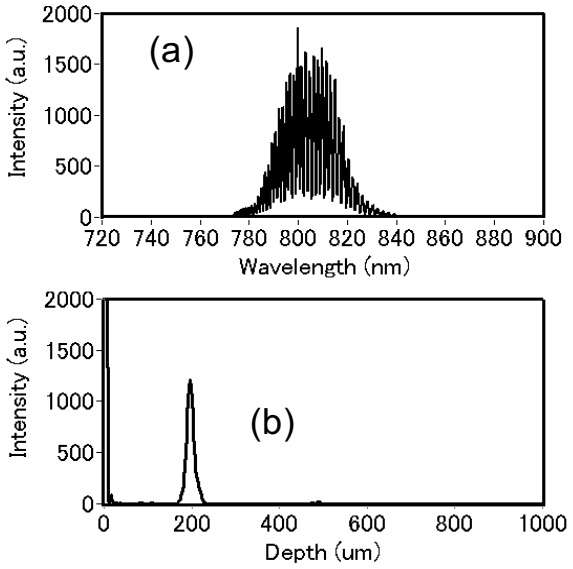


図６　深度200μm相当のときのモニター画面

タリング実験では、参照光の光路長を一定に保持して、ターゲットで反射する反射光の光路長変化を検出している。

６．２ 穴深度モニタリング下微細穴加工

スライドガラスを被加工物として、穴深度モニタリング下で微細な穴加工を施した。レーザの焦点を加工端面に設定し、採光位置を改めて調整し直した後、加工実験を行った。実験では、深度モニターがそれぞれ40μm、80μm、120μm、160μm及び200μmの深さを示すまで高強度フェムト秒光パルス（50μJ/pulse、70fs（FWHM）、1Hz）を照射し、ガラスに深さの異なる５本の穴を開けた。全ての穴を加工した後にガラスを治具から外して、加工穴を横から観察したときの顕微鏡写真を図７に示す。
その結果、開口径が16μm程度の微細な穴加工においても、本研究のリアルタイム深度モニターの指示値が顕微鏡観察よる測定深度と良く一致していることを確認した。

７．まとめ

フェムト秒レーザー微細加工における照射エネルギーの適応制御をめざして、穴のあき始めである加工開始の検出技術と、それに続く穴深度のリアルタイム計測技術を開発した。加工開始は、照射光エネルギーを徐々に増大させながら被加工物から反射する光エネルギーの変化を解析して検出した。

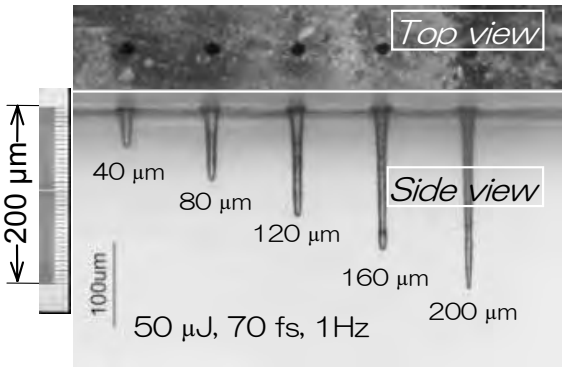


図７　深度モニター下で加工された微細穴

また、加工中の穴深度は、照射光から予め分岐した参照光と、被加工物からの反射光との干渉スペクトルを解析することによりリアルタイムで計測した。これらの技術によって制御性の高いフェムト秒レーザー加工が可能となり、加工精度や加工効率の向上が期待される。

参考文献

１）熊谷寛:「フェムト秒レーザー加工」，応用物理，67-9，(1998)，pp.1051-1055.
２）緑川克美:「フェムト秒レーザー加工」，O plus E，21-9，(1999)，pp.1130-1136.
３）K.Furusawa, et al.: “Femtosecond laser micromachining of TiO2 crystal surface for robust optical catalyst”, J. Appl. Phys., 87-4,（2000），pp.1604-1609.
４）橋田昌樹:「フェムト秒加工によるナノ構造物形成」，Laser Cross，181，(2003)，pp.1-3.
５）M. Kamiya, et al.: “Monitoring of Target Material Change in Femtosecond Laser Processing by Measurement of Spectral R eflectance”, Proc. 3rd Asian Pacific Laser Symposium,（2002)，pp.458-461.
６）神谷眞好，青島紳一郎,「フェムト秒レーザー加工における加工穴深度のリアルタイムモニタリング」，レーザー研究，33-10，(2005)，pp. 685-689.

【報告】

フェムト秒レーザー加工中のビーム照射領域とその周辺領域の温度分布測定技術

レーザー計測制御プロジェクトスタッフ　　太田幸宏*

Temperature Distribution Measurement Technique of Beam Irradiation Area and Its Peripheral Area while Femtosecond Laser Processing

Yukihiro Ohta

Femtosecond laser is called a beam source for non-thermal processing. Then, the temperature distribution of the beam irradiation area and the peripheral area while femtosecond laser processing was measured by using the thermography. In that study on the relation between the irradiation energy of the laser and the temperature change of a target, the target is melted by large energy irradiation and atmospheric plasma generation was found to affect the target temperature significantly.

1．はじめに

フェムト秒レーザーは、被加工物の吸収率に影響されることなく加工が可能で、さらに、非熱的な加工ができるといわれている[1)]。そのため、フェムト秒レーザーを利用して、難加工材である透明体や脆性材、あるいは、加工中の熱の影響を避けたい材料の加工に関する研究が盛んに行われている[2,3)]。しかし、フェムト秒レーザーは一度の照射で加工できる領域が小さく、加工効率が悪いのが欠点である。加工効率を上げる方法として、レーザー光を複数に分岐して一度に複数の対象を加工するマルチビーム化や、照射エネルギーを保ちながら繰り返し周波数を高速化することでタスク時間を短縮することが考えられている。一方、照射エネルギーを増加して加工される領域を大きくする方法も考えられる。しかし、大きな照射エネルギーによるフェムト秒レーザー加工の結果を観察すると、溶融した痕跡が確認できる。そのため、過度に大きな照射エネルギーによるフェムト秒レーザー加工では、その特長である非熱的な加工ができなくなる。

本報告では、フェムト秒レーザー加工のタスク時間を短縮する手段として照射エネルギーを増加させる場合、被加工物を溶融させないで、どの程度まで照射エネルギーを上げることが可能か調べるため、フェムト秒レーザー照射中の被加工物の温度分布の測定を行った[4)]。さらに、フェムト秒レーザー光を大気中に集光したときにプラズマが発生するが、それが被加工物の温度上昇の間接的な原因と考えられるため、大気プラズマと被加工物の距離を変化させて温度分布の測定を行った。

2．方法

2.1 実験装置

実験装置を図１に示す。実験で使用したフェムト秒レーザーは、中心波長約800nm、波長半値幅40nm、パルス幅80fs（f：フェムトとは10^{-15}を表す接頭語である）と非常に短い時間だけ強いビームを照射するパルス光源である。繰り返し周波数は1kHzで、照射エネルギーはNDフィルターで調整した。集光レンズは焦点距離20㎜、開口数0.26、作動距離30.5㎜の対物レンズを、結像レンズは焦点距離200㎜のアクロマティックレンズを使用した。観察用照明にはハロゲン光源を用いて、ビームスプリッタ（BS）で観察光軸上に導光した。被加工物や集光レンズからレーザー光が反射して観察用カメラに入射することを防ぐため、バンドパスフィルタ（BPF）550nm±40nmを通して観察した。また、被加工物は自動XYステージ上に固定することで照射位置が走査できるようになっている。ただし、Z方向は手動ステージで調整した。

*）現　光科

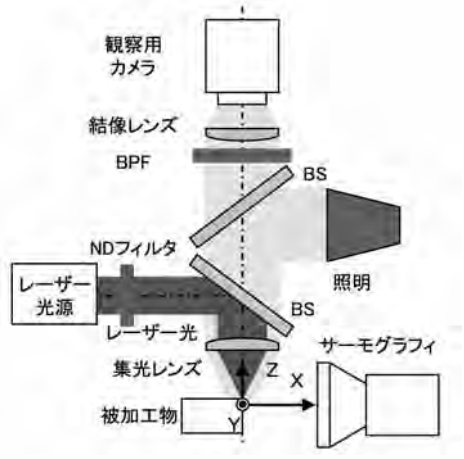


図１　実験装置

２．２　温度分布の測定

温度分布の測定は、非接触で測定できるサーモグラフィを使用した。熱電対のような接触式の測定方法では面測定ができず、しかも、レーザー照射によりセンサー部が損傷し正確に温度測定ができなくなるため、レーザー照射中の被加工物の温度測定には非接触で測定できるサーモグラフィが適している。使用した顕微レンズ装着サーモグラフィの仕様を表１、外観写真を図２に示す。

表１　顕微レンズ装着サーモグラフィの仕様

感度波長	7.5～14μm
解像度	640×480（VGA）
作動距離	50mm
分解能	25μm

図２　顕微レンズ装着サーモグラフィの外観

なお、実験で使用したフェムト秒レーザーの中心波長はサーモグラフィの感度波長から大きく外れているため、レーザー照射中の温度の測定結果に影響はしない。

サーモグラフィによる温度分布測定は、図１に示すようにレーザー光軸の法線方向から被加工物の側面を測定対象にして行う。開口率の大きな集光レンズを使用する場合、結像レンズと観察用カメラを図１のように配置することで、高分解能の画像として観察することができる。そのため、観察用カメラの位置にサーモグラフィを配置して温度を測定できれば、高分解能な温度分布画像が取得することが可能になる。しかし、フェムト秒レーザーの集光に用いたレンズは、サーモグラフィの感度波長の光を透過しないため、上記の測定手法は適応できない。そこで、被加工物の側面にサーモグラフィを配置して、レーザー照射中の被加工物の温度分布測定を行った。レーザー照射領域の温度分布を被加工物の側面から測定するため、レーザー照射位置は図３(b)のようにして実験を行った。サーモグラフィは物体表面の温度分布を測定する装置である。そのため、図３(a)のようにレーザーを照射すると、加工部から側面に熱伝導した温度分布を測定することになる。そこで、図３(b)のように被加工物の縁を削り取るようにレーザーを照射することで、レーザー照射領域を高分解能な温度分布を測定することが可能になる。

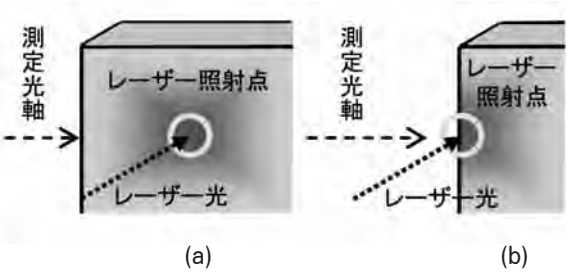


図３　側面からの温度分布測定

２．３　測定対象の放射率

サーモグラフィで物体の温度を正確に測定するためには、測定対象の放射率が必要となる。測定対象として、フェムト秒レーザー加工の特長のひとつである、透明体を加工することができることを活かす

ため、透明なスライドガラス、アクリル樹脂、および、ポリカーボネート樹脂を選択した。アクリルとポリカーボネイトは有機ガラスといわれるように、非常に透明度が高い樹脂である。

放射率の計測方法は、図4のように測定対象の半分を放射率が既知の塗料で覆い、サーモグラフィで温度を測定し、塗料で覆っている領域と覆っていない領域の測定温度が同じになるように、覆っていない領域の放射率を調整することで求める。今回、塗料として放射率0.94の黒体スプレーを用いて、各被加工物の放射率を求めた結果、それぞれの放射率は表2の値となった。

図4　放射率の計測

表2　被加工物の放射率

被加工物	放射率
スライドガラス	0.87
アクリル樹脂	0.95
ポリカーボネート樹脂	0.94

3．結果

3．1　照射エネルギーによる被加工物の温度変化

図5は照射エネルギーが100μJ/pulseのときの温度分布測定画像で、図6は横軸に照射エネルギー、縦軸に被加工物の最大温度をプロットしたグラフである。温度測定後に確認した加工痕は、図5の画像で2ピクセルに相当することから、温度上昇している範囲が1000μm以上の大きさである。図6のグラフから、ポリカーボネート樹脂が他のものと比較して温度が上昇しやすいことが分かる。また、照射エネルギーが40μJ/pulse以上にすると、アクリル樹脂とポリカーボネート樹脂の測定温度は、軟化温度以上になることが確認できる。

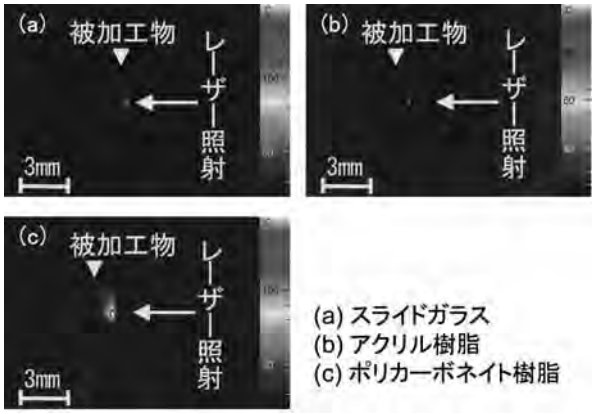


図5　温度分布測定画像

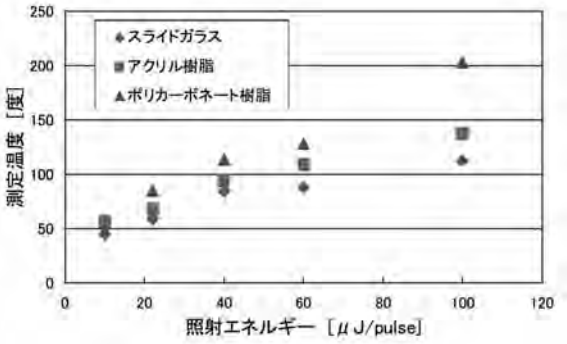


図6　温度分布測定結果

3．2　大気プラズマによる被加工物の温度変化

フェムト秒レーザー光を大気中で集光すると、大気のブレイクダウンによるプラズマの発光が視認できる。大気プラズマが被加工物の温度上昇の一因となるのかを調べた。

図7(a)は観察用カメラで大気プラズマを撮影した画像で、図7(b)は同じ大気プラズマをサーモグラフィで温度測定した画像である。図7(b)から、サーモグラフィは大気プラズマによる大気の温度変化を測定できないことが分かる。その原因は大気の放射率が極めて小さいためである。このことから、大気プラズマ越しに被加工物の温度分布を測定できることが分かる。

大気プラズマが被加工物の温度上昇に与える影響

【報告】

を調べるため、大気プラズマと被加工物との距離をパラメータにして実験を行った。大気プラズマと被加工物との距離は図１のX軸方向への移動距離とした。また、レーザー加工による温度上昇を排除して、プラズマによる温度上昇のみを測定するため、レーザー照射による形状変化が行われなくなった後に温度測定を行った。

図８は照射エネルギーが100μJ/pulseで大気プラズマと被加工物の距離が0、50、100μmのときの観察画像と温度分布測定画像である。図９は大気プラズマと被加工物の距離を変数にして、５種の照射エネルギーの実験結果をプロットしたグラフである。ただし、被加工物は透明なポリカーボネート樹脂を用いた。この結果から、大気プラズマの発生が被加工物の温度上昇に大きく影響していることが確認できた。

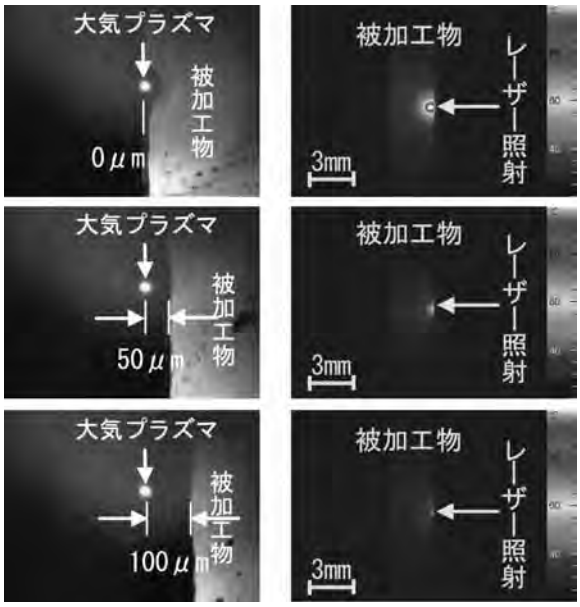
４．まとめ

フェムト秒レーザー照射中の被加工物の温度分布をサーモグラフィで測定し、以下のことが確認できた。

- レーザー光の照射エネルギーが大きくなると、被加工物は照射部を中心として広範囲に温度が上昇した。
- 照射エネルギーが40μJ/pulse以上にすると、アクリル樹脂とポリカーボネート樹脂が固体から軟化する温度以上となり、被加工物が溶けていることが確認できた。
- フェムト秒レーザーによる大気プラズマの発生は、被加工物の温度上昇に大きく作用していることを確認できた。
- プラズマが発生しない環境下であれば、加工効率の改善として照射エネルギーを増加させる方法が適応できる可能性を確認できた。

(a)観察画像　(b)温度分布測定画像

図７　フェムト秒レーザーによる大気プラズマ



(a)観察画像　(b)温度分布測定画像

図８　大気プラズマの位置と温度変化

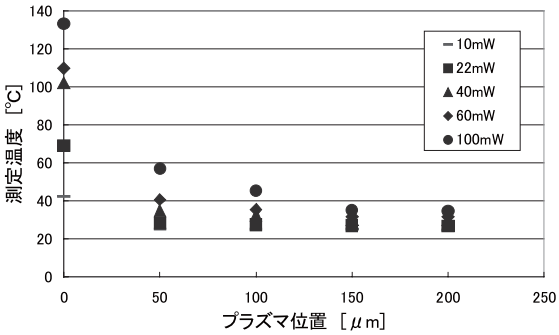


図９　プラズマ位置と測定温度のグラフ

参考文献

１）藤田雅之、橋田昌樹：フェムト秒レーザー加工、J. Plasma Fusion Res. Vol.81, Suppl. 195-201, 2005

２）沢田博司：フェムト秒レーザーによる周期構造と機能表面形成，OPTRONICS，No.4，176-179，2006

３）玉木隆幸：超短パルスマイクロプロセッシングとマイクロ接合法に関する研究，レーザ加工学会誌 Vol.15 No.2, 106-112, 2008

４）太田幸宏：静岡県工業技術研究所 研究報告 第２号，200-201，2009

【報告】

フェムト秒レーザーによるレーザーピーンフォーミング

― 薄板曲げの加工特性 ―

レーザー計測制御プロジェクト　　鷺坂芳弘*

Laser Peen Forming with Femtosecond Laser

― Forming properties of thin-sheet-metal bending ―

Yoshihiro Sagisaka

Laser peen forming is a kind of sheet metal forming using shock waves induced by short pulse laser irradiations. The author adopted laser peen forming with femtosecond laser as a thin-sheet-metal bending method. However, the forming properties of laser peen forming were unknown. In this study, some fundamental forming properties of this process were investigated. The bending efficiency was influenced by fluence, spot diameter, workpiece constraint condition, atmosphere around the workpiece, and workpiece material. In addition, bending angles were sensitive to the properties of laser. It was difficult for some materials to keep reproducibility for a long time

1．はじめに

フェムト秒レーザー（以下fsレーザー）はそのパルス幅がフェムト秒（10^{-15}s）単位と極めて短いことを特徴とする超短パルスレーザーである。集光されたfsレーザーは照射面に衝撃波を誘起できることが知られており、ある照射条件ではこの衝撃波を利用して金属を塑性加工することが可能である。著者はこのようなレーザー誘起衝撃波による塑性変形を薄板の曲げ加工に応用した[1)]。

本法はレーザーピーンフォーミング（以下LPF）と呼ばれており、スプリングバックの影響が小さく、多品種少量生産に適するといった長所を持っている[2)]。しかし、LPFの加工特性についてはこれまで詳細な報告が無く、fsレーザーではどのようなパラメータで加工すればよいかが不明であった。そこで本法の基礎的な成形データを得ることを目的として、各種材料について加工特性への照射条件の影響、および加工の再現性を検討した。

2．加工原理

fsレーザーを金属板表面に集光照射すると照射表面は瞬間的にイオン化、除去され、高圧のプラズマが発生する（レーザーアブレーション）。プラズマは急速に膨張しようとするが、雰囲気の慣性力が膨張を妨げるため、板にも圧力がかかり、衝撃波が伝播する。一般に水中では水の慣性力が大きいため、空気中の10～100倍の圧力が得られるといわれている。照射面は衝撃波の圧力によって、板厚方向に圧縮されるとともに板面方向に延ばされて図１のような塑性変形が発生する。レーザーを走査させてこの変形を蓄積させると板を照射面が凸となる方向に曲げることができる。

fsレーザーは出力が小さいため、大型部品の曲げ加工には適さない。しかし、熱影響が極めて小さいため、熱による変質を嫌う微細部品や薄板の曲げには有用である。さらに比較的に低いエネルギーで衝

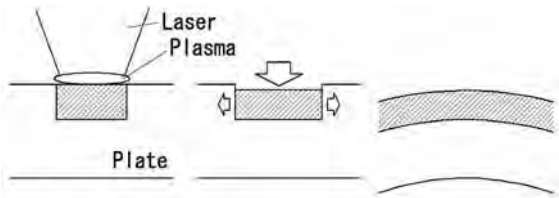


図１　LPFの加工原理

*）現　工業技術研究所

撃波を誘起できるため、板表面に吸収層を被膜する必要が無く、アブレーションによる照射面の除去量も抑えられるという利点もある。

３．実験方法

実験に用いたレーザーはチタンサファイア発振のfsレーザーで、中心波長800nm、パルス幅80fsである。繰返し発振周波数は500Hzとした。実験装置の概略を図２に示す。照射エネルギーはNDフィルターで調整し、パルスエネルギーEで定義した。レーザー光は焦点距離f＝35㎜のレンズを通して試験片に集光照射される。装置には透明容器製の水槽を取り付けることができ、水槽内に沈めた試験片に照射することで水中での加工も可能である。これによって雰囲気の影響も調査した。

図３に実験方法の概略を示す。試験片には板厚t＝0.1㎜の純アルミ（A1100）、t＝0.05㎜のリン青銅（C5191）とステンレス鋼（SUS304）を図の寸法にせん断して用いた。本法はスプリングバックの影響が小さいので、バネ材の加工に有用である。そこで典型的なバネ材であるリン青銅とSUS304を用いた。供試材料の材料特性を表１に示す。図３のＡ枠内の斜線部にレーザーを走査させて曲げ加工を行った。試験片に予備曲げを与えて加工すると照射面の引張りの曲げ応力が変形を助長することがわかっているため[1)3)4)]、予備曲げなし（図３(a)）と予備曲げ（図３(b)）の２種類の拘束条件を比較した。予備曲げの際は試験片を予備曲げ角θo＝10°に曲げて拘束した状態で加工した。照射経路の概略を図４に示す。スポット径dはデフォーカス量zを変えることで調整した。集光点をzの原点とし、試験片を光源側にデフォーカスしたときはzを正と定義した。走査速度は５㎜/sとしたので、照射ピッチp_1は10μm一定である。照射ピッチp_2はプログラム中で100μm一定とした。

４．実験結果および考察

４.１　純アルミの成形特性

予備曲げ無しの場合での水中および空気中でのデフォーカス量zに対する曲げ角θの変化を図５に、予備曲げの場合での変化を図６に示す。すべての条件でパルスエネルギーEが大きいほどθは大きくなった。いずれも空気中では集光点付近で曲げ効率が高いのに対し、水中ではより光源側で曲げ効率が高く

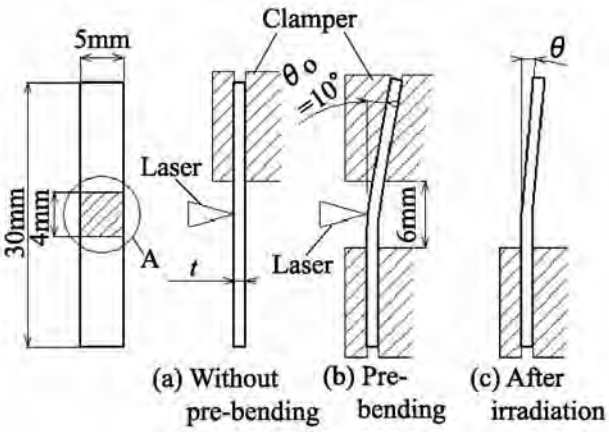


図３　実験方法概略

表１　供試材料の材料特性

材料	Hv	熱伝導率	吸収率(800nm)
A1100	50	239(W/mK)	25%
C5191	236	133(W/mK)	10%（Cu）
SUS304	440	16.3(W/mK)	42%（Fe）

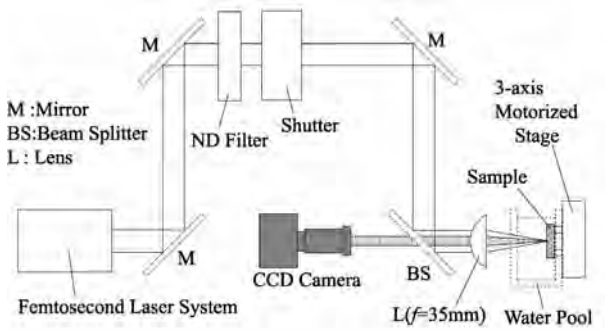


図２　実験装置概略

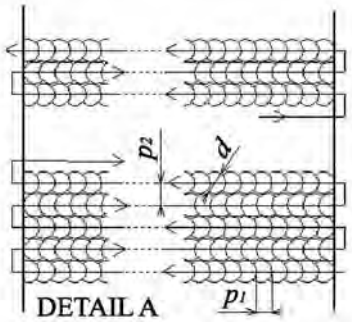


図４　照射経路

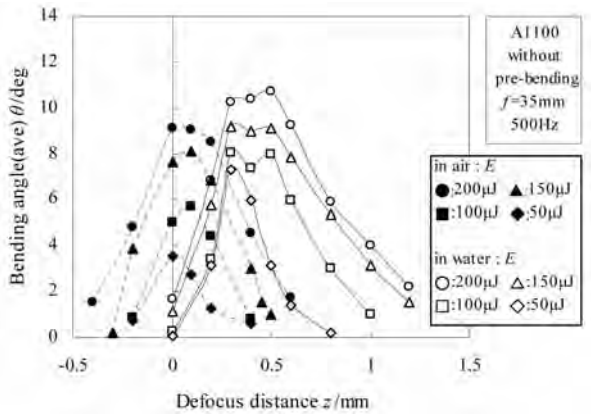


図５　予備曲げ無しでの曲げ角

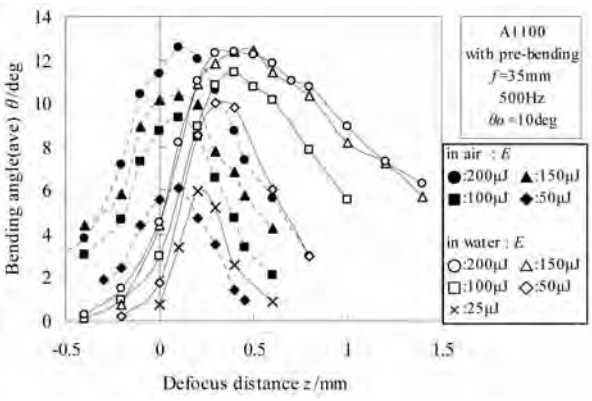
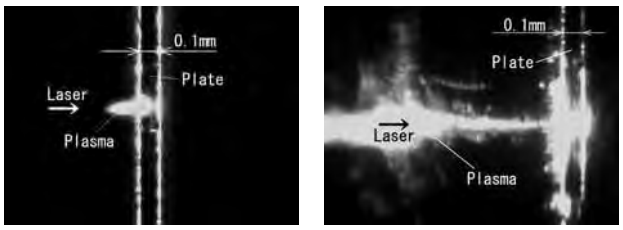


図６　予備曲げ有りでの曲げ角



(a)　空気中　　(b)　水中

図７　プラズマ外観の比較（パルスエネルギー150μJ）

なった。水中では衝撃波が大きくなるとされているが、その効果が見られたのはzが大きいときのみといえる。

空気中と水中で集光点付近に現れるプラズマを側方から観察した。図７に比較を示す。板の左面は集光点に合わせてある。プラズマは板から吹き出したものではなく、雰囲気がレーザーに反応して現れたものである。水中では極端に広い範囲で反応が起こっており、レーザー光は試験片に届く前にエネルギーの大部分を消費してしまうと推定される。このため

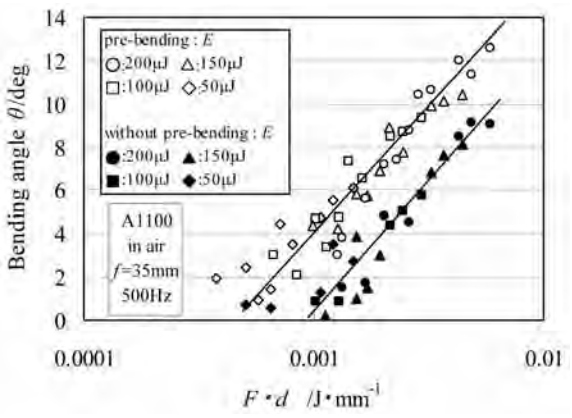


図８　曲げ角とフルエンス・スポット径の関係

集光点付近では十分な衝撃波を誘起できず、変形量が低下したと考えられる。一般のパルスレーザーでは水中の方が大きい衝撃波が得られるとされるが、fsレーザーで水の効果が得られるのはzが大きいとき、あるいはパルスエネルギーEが小さいときのみで、つまりフルエンスF（単位面積あたりのパルスエネルギー）の小さいときのみといえる。

また、水中ではレーザーのビーム特性が変化した際にθの変化が大きいことが判明した[4)]。その原因として、ビーム特性の変化で水中光路におけるエネルギー消費量のばらつきがあげられる。そのため、fsレーザーを使った水中での加工は再現性の点で実用的でないといえる。

一方、空気中での加工特性はビーム特性の変化に対して比較的安定していた。既報[3)]にて空気中ではθはフルエンスFおよびスポット径dと相関があることが判明している。そこで、$F \cdot d$をパラメータとして空気中でのθとの相関を調べた。dの値は既報で報告した値[3,4)]を用いた。図８に結果を示す。θは概ね$F \cdot d$の対数に比例しており、効率の点では高フルエンスで大きいスポットをもって加工することが望ましい。また、θへの予備曲げの影響は図８より明らかで、予備曲げを与えることで曲げ効率が向上することが確認された。

４．２　バネ材の成形特性

リン青銅とSUS304について同様の実験を行った。パルスエネルギーEが大きいほどθが大きくなる傾向は純アルミと同じであったが、これらの材料では予備曲げの効果はごくわずかしか現れなかった。板

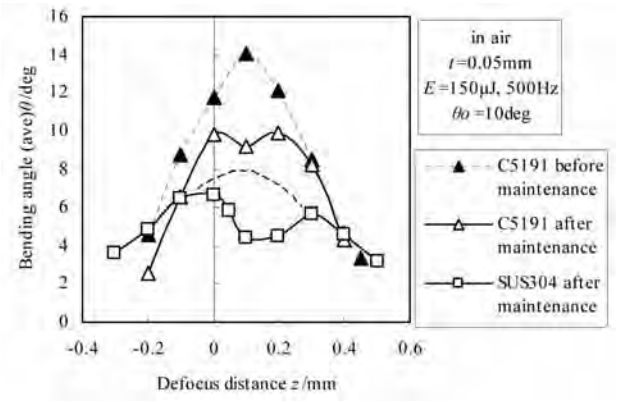


図９　バネ材での曲げ角

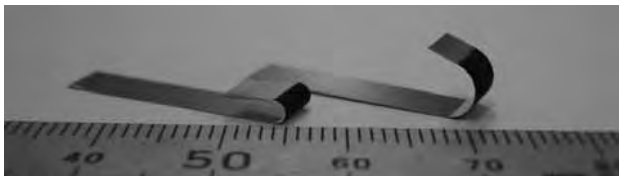


図10　SUS304ビーム特性の影響（z=0.1mm）

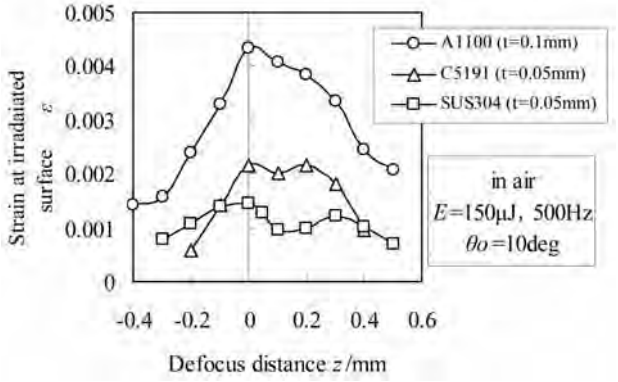


図11　材質による照射面平均ひずみ量の比較

厚が薄く、かつ降伏応力が高いため、予備曲げによって生じる曲げ応力の効果が相対的に低下したためである。また、水中ではいずれも照射面が凸となる曲げは生じず、むしろ若干逆に曲がる場合もあった。水中でのエネルギー消費によって照射面で降伏応力を超えるほどの衝撃波が起きなかったためと考えられる。空気中では曲げ変形が得られるので、fsレーザーでは空気中で加工する方が有利といえる。

リン青銅とSUSを空気中で加工したところ、これらの材料の曲げ角は空気中でもビーム特性の変化に敏感であることが判明した。図９は発振装置の整備前後でのデフォーカス量zに対するθの変化を比較したものである。リン青銅では整備前に最も曲げ効率の高かった集光点付近のθが整備後減少してしまった。純アルミのようにフルエンスによって変形が支配されているとはいえない。SUS304については整備前のθのデータを採取できなかった。しかし、SUS304を整備前後で同じ加工条件で加工したものを比較すると図10のように整備後極端に変形量が小さくなっていた。よって、整備前は図９の破線のような変化をしており、それが実線のように変化したと考えられる。SUSの方が広い範囲でθが減少しており、影響度が大きいといえる。

発振装置の整備によって大きく変化したビーム特性はビームプロファイルであったことが判明している。熱応力を利用するレーザーフォーミング[5)]という曲げ加工法があるが、これでは熱伝導率の低い材料ほど曲がりやすく、曲げの方向はLPFと逆である。fsレーザーでもフルエンスが高いと熱影響が現れてくることが知られている。また熱伝導率が小さい材料ほど加工特性の変化が顕著であったので、プロファイルが変化したことでレーザーフォーミングの効果が現れたと推定される。しかし、まだこの現象の詳細なメカニズムは解明できていない。

このようなビーム特性の変化はfsレーザーではある程度避けられないので、バネ材では長期的に再現性を維持するために何らかの製品形状の管理やフィードバックが不可欠である。

また、整備後の曲げ角から、裏面のひずみを０と仮定して照射面の平均ひずみを計算した。図11に材料による比較を示す。総じて変形抵抗の小さい材料ほど曲がりやすいといえるが、デフォーカスが大きいときにリン青銅とSUS304の結果が反転しているので、スポットが大きいときはレーザーの吸収率も影響すると思われる。一般に耐力が0.3%のひずみ（$\varepsilon=0.003$）が生じる応力で定義されることを考えると、本法は弾性限界付近の極めて小さい塑性ひずみを制御しているといえる。

５．まとめ

フェムト秒レーザーによる薄板の曲げ加工について基礎的な加工特性の検討を行い、以下の結論を得た。

１）予備曲げによって曲げ効率は向上するが、変形抵抗の小さい材料ほど効果が顕著で、変形抵抗

が大きくなると効果が低くなる。

2）fsレーザーでは水中での加工は再現性が低く、加工効率も劣るため、空気中で加工することが望ましい。

3）純アルミニウムを空気中で加工した場合、フルエンスとスポット径が大きいほど曲げ効率は向上する。

4）バネ材では曲げ効率へのビーム品質の影響が大きく、再現性を維持するには製品形状の管理を行う必要がある。

参考文献

1）鷺坂芳弘：フェムト秒レーザー誘起衝撃波による薄板の逐次曲げ加工，静岡県工業技術研究所研究報告，1，117-118(2008).

2）鷺坂芳弘：フェムト秒レーザーによるレーザーピーンフォーミング，静岡県工業技術研究所研究報告，2，202-203(2009).

3）鷺坂芳弘他：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，塑性と加工，50-584，866-870(2009).

4）鷺坂芳弘他：フェムト秒レーザによるレーザピーンフォーミング，精密工学会誌，75-12，1449-1453(2009).

5）大津雅亮他：板材のレーザーフォーミング，塑性と加工，42-489，1031-1034(2001).

【報告】

簡易検査ゲージを用いた三次元測定における不確かさ算出について（第１報）

機械材料科　機械スタッフ　　柳原　亘*　北川剛弘*　大澤洋文*

Estimation of Measurement Uncertainty for the CMM by Simplified Checking Gage (1st Report)

Wataru Yanagihara,Takahiro Kitagawa and Hirohumi Oosawa

To establish the check technique of CMM(Coordinate Measuring Machine) with facility,we have carried out check of CMM by various gages.We tried to calculate uncertainty of CMM by Simplified Checking Gage,and compared with a conventional technique by step gage.

１．はじめに

三次元測定機は、対象ワーク上に座標軸を設定し、得られた座標値を演算することにより、対象ワークの寸法や形状を三次元的に測定する装置である。一般的な測定器具では困難な測定を、比較的簡単に、かつ効率的に行うことができるため、現在では多くの生産現場に普及しており、製品の精度検査の要となっている。三次元測定機による測定の信頼性を確保するためには、測定機の点検を定期的に実施することが望ましいが、従来から行われてきたブロックゲージ等を用いた点検は時間とコストがかかるため、日常点検に利用することは困難であった。そのため、頻繁に点検を実施できるような簡易な検査法が求められていた。

今回、(独)産業技術総合研究所を中心とした「平成21年度地域イノベーション創出共同体形成事業幾何形状計測研究会」の中で、定期点検用器具として簡易検査ゲージが開発された。そこで、当センターの三次元測定機を用いて、この簡易検査ゲージによる点検を実施し、三次元測定における不確かさの算出を試みた。また、ステップゲージを用いた従来法による不確かさの算出を行い、両者の比較を行った。

２．簡易検査ゲージのメリット

三次元測定機の点検法は、JIS B 7440-2に定められている。これは、5種類の長さの異なるブロックゲージ、又はステップゲージを測定機上で７方向にセットし、各々の方向で長さを測定した結果から、ゲージの校正値を引いて偏差を算出し、測定機の幾何学的誤差を推定するという手法である。従来、年１回の定期点検にはこのような方法が用いられてきたが、ゲージのセットや測定に手間が掛かり、温度管理も必要なことから、現場で日常点検に利用することは困難であった。

簡易検査ゲージは、熱膨張係数の小さな材質で作られているため、厳密な温度管理を必要としない。また、セット方法も単に測定機上に置くだけでよく、１回の測定時間はCNC測定で約10分程度と短い。

３．測定

３.1測定対象物及び測定量

(1)　ステップゲージ

測定対象のステップゲージの仕様を表1に、ゲージの外観を図1に示す。

図２に示すように、ゲージ端面を面測定し、基準面とした。そして、３.４.１(2)に述べる５ヶ所の端面を点測定し、基準面からのX座標値を測定長さとし、測定量とした。

表１　ステップゲージの仕様

ミツトヨ社製ステップゲージ※（シリアル番号：09AA0712）	
最大測定長さ	610mm
呼びピッチ	10mm
20℃における熱膨張係数	$(10.8\pm0.5)\times10^{-6}$/K

※産業技術総合研究所により10㎜ごとに校正値が与えられている

*）現　機械科

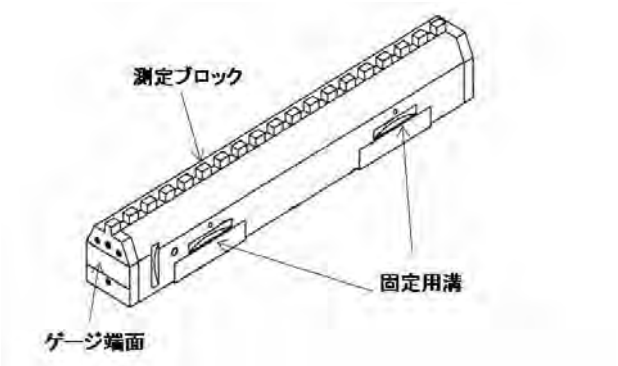


図１　ステップゲージ

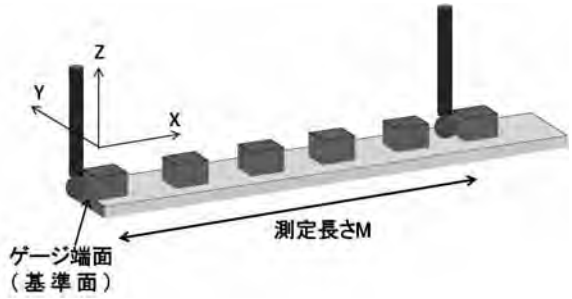


図２　ステップゲージ測定量

⑵　簡易検査ゲージ

測定対象の簡易検査ゲージの仕様を表２に、外観を図３に示す。

図３においてボール１を原点、ボール２をＸ軸上(正方向)、ボール８をXY平面上にあるとした右手座標系に対して、各ボールの中心座標値を測定した。そして、原点（ボール１）から各ボールまでの距離を算出し、測定量とした。

表２　簡易検査ゲージの仕様

産総研製簡易検査ゲージ※（シリアル番号：08AA7603）				
ベースサイズ	400×400mm			
Y基準面からの各ボール中心の高さ(mm)	1:　0	2:　0	3: 150	4: 250
	5: 100	6: 200	7: 50	8:　0
各ボールの呼び球径	20mm			
２０℃における熱膨張係数	(0.00±0.02)×10^{-6}/K			

※産業技術総合研究所により、各ボールの中心座標は校正値が与えられている

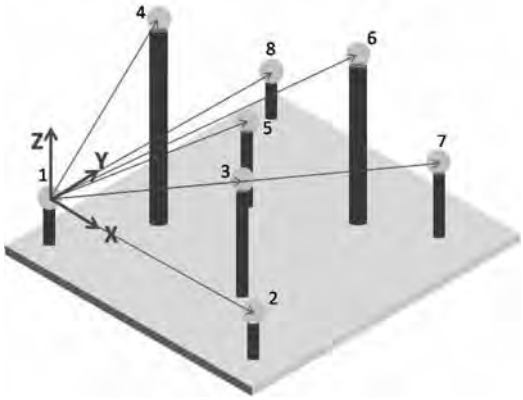


図３　簡易検査ゲージ

３．２　測定環境

測定はすべて、室温20±１℃の恒温室で行った。

３．３　使用機器

⑴　三次元測定機

測定に使用した三次元測定機仕様を表３に、外観を図４に示す。

表３　三次元測定機仕様

機器名	Carl Zeiss 社製 UPMC 850 CARAT	
20℃における測定精度	１軸	0.5+L/900(μm)
	空間	0.8+L/600(μm)
プローブ仕様	シャフト長	50mm
	先端球径	8mm

図４　三次元測定機

⑵　温度計

温度測定には、最小目盛0.01℃の高精度サーミスタ温度計D642（TAKARA　TERMISTOR株式会社製）を使用した。なお、温度測定はステップゲージの測定についてのみ行った。

３．４　測定方法

３．４．１　ステップゲージ

⑴　支持方法

ステップゲージは、0°～90°の範囲で任意に傾斜可能な支持治具を用いて、測定機上に設置した。

⑵　測定計画

測定はJIS B 7440-2に基づいて行った。誤差要因は、測定の反復R、測定方向D、測定長さM、繰返しnとした。

測定方向Dは、本来X、Y、Zの３方向に、空間的対角4方向を加えた7方向で測定を行うべきであるが、当センターの測定機では空間的対角方向の測定ができなかったため、X、Y、Zの3方向に、XY、YZ、ZXの各平面内の対角方向6方向を加えた9方向で測定を行った。

測定長さは、M_1＝20㎜、M_2＝100㎜、M_3＝200㎜、M_4＝300㎜、M_5＝400㎜、M_6＝500㎜とした。

測定順序を図６に示す。プローブの方向設定が煩雑なため、今回は測定の能率を考慮して、分割法による多元配置実験[2)]を行った。なお、各測定方向における測定長さの順序は（M_1、M_2、M_3、M_4、M_5、M_6）の順に統一した。測定の反復は各測定方向で３回行った。

⑶　温度測定

温度は室温１箇所(測定機定盤　右中央付近)、ステップゲージ１箇所(中央付近)とし、全測定を通して連続的に測定した。

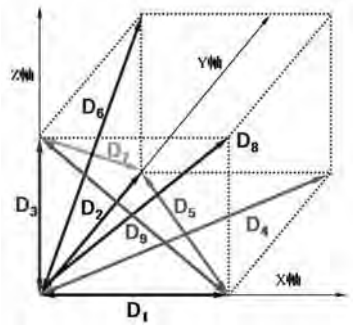


図５　ステップゲージの測定方向

図６　ステップゲージ測定の順序

３．４．２　簡易検査ゲージ

⑴　支持方法

簡易検査ゲージは同じ高さのVブロックで３点支持し、測定機の定盤上に自重のみで設置した。

⑵　測定計画

誤差要因は、測定の反復R、測定位置P、測定姿勢T、測定距離M、繰返しnとした。

測定位置Pは、測定機上の手前(P_1)と奥(P_2)の２水準とした。

測定姿勢Tは、図７に示すようにボール1、２を手前に置いた時を0°(T_1)とし、そこから反時計回りに45°(T_2)、90°(T_3)の３水準とした。

測定距離Mは原点（ボール１）と各ボール中心との空間的な距離である。原点以外にボールは７個あるので、７水準となる。

測定順序を図８に示す。ステップゲージの測定と同様に、測定の能率を考慮して、分割法による多元配置実験を行った。なお、M_1からM_7は、それぞれボール1-2、1-3、1-4、1-5、1-6、1-7、1-8間の距離を示す。

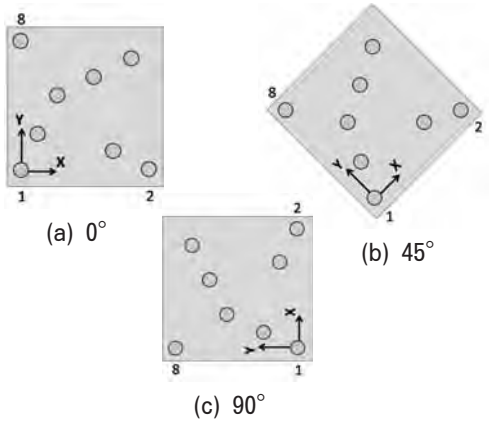


図７　簡易検査ゲージの測定姿勢

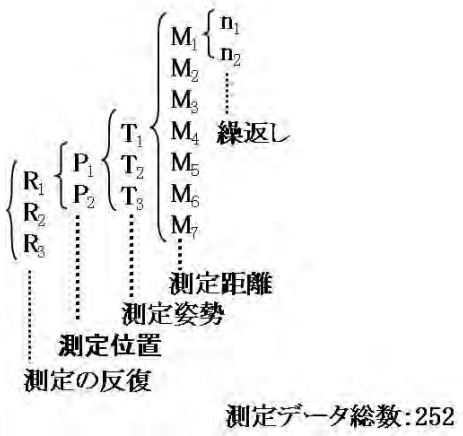


図８　簡易検査ゲージ測定の順序

４．結果と考察

４．１　温度測定結果と熱膨張補正

ステップゲージ温度の測定結果を表4に示す。表中の値は、各測定方向における測定中のゲージ平均温度である。平均温度から、測定長さごとの熱膨張分を計算し、各データから差引くことで20℃における長さに換算した。

表４　ステップゲージ温度の測定結果

測定方向	平均温度(℃)
D1	20.10
D2	20.02
D3	20.18
D4	20.12
D5	20.04
D6	20.08
D7	20.04
D8	20.07
D9	20.11

４．２　ステップゲージ測定における不確かさの算出

各誤差要因に起因する変動を推定し、不確かさを算出するために分散分析を行った。その結果を表５に示す。なお、分析にあたり上記の熱膨張補正を行ったデータからゲージの校正値（20℃の値）を差引いた偏差を特性値とした。

４．２．１　分散成分の推定

期待値の構造式を基に、有意な誤差要因について分散成分を以下のとおり推定した。

(1)　繰返し誤差e3：$\sigma_{e3}^2=0.0172$

(2)　２次誤差e2：

$\sigma_{e2}^2=(V_{e2}-V_{e3})/2=(0.0315-0.0172)/2=0.0071$

(3)　交互作用D×M：

$\sigma_{D\times M}^2=(V_{D\times M}-V_{e2})/6=(0.4704-0.0315)/6$
$=0.0731$

(4)　測定長さM：

$\sigma_{M}^2=(V_{M}-V_{D\times M})/54=(1.5484-0.4704)/54$
$=0.0200$

(5)　１次誤差e1：

$\sigma_{e1}^2=(V_{e1}-V_{e2})/12=(0.1887-0.0315)/12=0.0131$

(6)　測定方向D：

$\sigma_{D}^2=\{V_{D}-V_{e1}-(V_{D\times M}-V_{e2})\}/36$
$=\{1.0453-0.1887-(0.4704-0.0315)\}/36$
$=0.0116$

(7)　一般平均m：

$\sigma_{m}^2=\{V_{m}-V_{D}-(V_{M}-V_{D\times M})\}/324$
$=\{3.4942-1.0453-(1.5484-0.4704)\}/324$
$=0.0042$

４．２．２　合成標準不確かさ及び拡張不確かさの算出

上記の各誤差要因の分散成分を足し合わせ、その平方根をとり、合成標準不確かさを求めると、

$uc=(\sigma_{e3}^2+\sigma_{e2}^2+\sigma_{D\times M}^2+\sigma_{M}^2+\sigma_{e1}^2+\sigma_{D}^2+\sigma_{m}^2)^{1/2}$
$=(0.0172+0.0071+0.0731+0.0200+0.0131+0.0116+0.0042)^{1/2}$
$=\pm0.3594(\mu m)$

となる。従って、包含係数を２とすると、拡張不確かさは、

$U=\pm0.72(\mu m)$

となる。

４．３　簡易検査ゲージ測定における不確かさ算出

簡易検査ゲージの測定結果について、分散分析を行った結果を表６に示す。

４．３．１　分散成分の推定

有意な誤差要因について分散成分を以下のとおり推定した。

(1)　繰返し誤差e4：$\sigma_{e4}^2=0.0282$

(2)　３次誤差e3:

$\sigma_{e3}^2=(V_{e3}-V_{e4})/2=(0.0701-0.0282)/2=0.0209$

(3)　交互作用T×M:

$\sigma_{T\times M}^2=(V_{T\times M}-V_{e3})/12=(0.7745-0.0701)/12$
$=0.0587$

(4)　測定距離M:

$\sigma_{M}^2=(V_{M}-V_{T\times M})/36=(246.2233-0.7745)/36$
$=6.8180$

(5)　交互作用R×T:

交互作用R×Tの期待値の構造式には２次誤差e2が含まれているが、e2は有意な要因ではないためe2とe3をプールした不偏分散を差引く。

$\sigma_{R\times T}^2=\{V_{R\times T}-(S_{e2}+S_{e3})/(4+72)\}/28$
$=(0.4599-0.0715)/28$
$=0.0139$

(6)　測定姿勢T:

$\sigma_{T}^2=[V_{T}-\{V_{R\times T}-(S_{e2}+S_{e3})/(4+72)\}$
$-(V_{T\times M}-V_{e3})-(S_{e2}+S_{e3})/(4+72)]/84$
$=\{1.7017-(0.4599-0.0715)-$
$(0.7745-0.0701)-0.0715\}/84$
$=0.0064$

４．３．２　合成標準不確かさ及び拡張不確かさの算出

合成標準不確かさは、

$uc=(\sigma_{e4}^2+\sigma_{e3}^2+\sigma_{T\times M}^2+\sigma_{M}^2+\sigma_{R\times T}^2+\sigma_{T}^2)^{1/2}$
$=(0.0282+0.0209+0.0587+6.8180+0.0139$
$+0.0064)^{1/2}$
$=\pm 2.6301(\mu m)$

となる。従って、包含係数を2とすると、拡張不確かさは、

$U=\pm 5.26(\mu m)$

となる。

４．４　考察

両ゲージの測定とも反復Rの影響は認められず、測定の再現性は良好であった。

ステップゲージを用いた測定は、拡張不確かさで±0.72μmと良好な結果であったが、これは空間的対角方向の測定を行えなかったことが影響していると考えられる。

簡易検査ゲージを用いた測定は、測定距離Mの効果が大きく、拡張不確かさは±5.26μmと大きな値となった。これは図９に示すように、特定のボール（M_2、M_4、M_5、M_6）の値が影響しており、ゲージの剛性の弱さが原因で、校正後のゲージの運搬中にボール位置がずれた可能性が考えられる。従って、ボールを支える支柱を太くするなど、構造を変更し再校正することにより改善できると考えられる。

５．まとめ

ステップゲージ測定ではプローブ交換作業やゲージセットに手間がかかり、まる一日を要した。対して簡易検査ゲージ測定では、プローブは１本で済み、セットも単に測定機上に置くだけなので、半日強で済んだ。簡易検査ゲージを用いることで、従来より簡単に測定機の点検を行えることが分かった。

今後は構造を改善し、再度不確かさを算出する予定である。

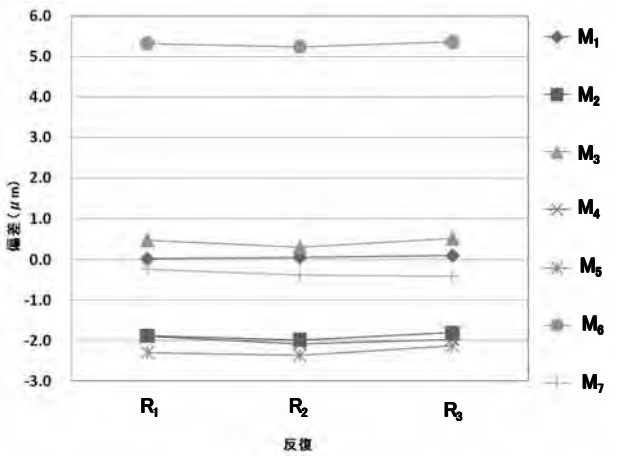


図９　簡易検査ゲージにおける各測定距離の偏差

謝辞

本研究は、『平成21年度地域イノベーション創出共同体形成事業　幾何形状計測研究会』の活動の一環として行った。

本事業において貴重な助言を頂いた、計量標準総合センター（NMIJ/AIST）大澤尊光氏・佐藤理氏、

長野県CDT研究所中村哲夫氏に感謝します。

参考文献

1）大澤洋文他：『三次元測定機を用いたボールプレート測定における不確かさ算出について』浜松工業技術センター研究報告書，(2008)
2）田口玄一他：『経営工学シリーズ18　実験計画法』日本規格協会，(1979)

表 5　ステップゲージ測定の分散分析表

誤差要因	二乗和S	自由度φ	不偏分散V		不偏分散の期待値
一般平均　m	3.4942	1	3.4942	**	$\sigma_{e3}^2+2\sigma_{e2}^2+12\sigma_{e1}^2+18\sigma_{RxM}^2+6\sigma_{DxM}^2+54\sigma_M^2+108\sigma_R^2+36\sigma_D^2+324\sigma_m^2$
測定方向　D	8.3625	8	1.0435	**	$\sigma_{e3}^2+2\sigma_{e2}^2+12\sigma_{e1}^2+6\sigma_{DxM}^2+36\sigma_D^2$
測定の反復　R	0.1550	2	0.0775		$\sigma_{e3}^2+2\sigma_{e2}^2+12\sigma_{e1}^2+18\sigma_{RxM}^2+108\sigma_R^2$
一次誤差　e1	3.0194	16	0.1887	**	$\sigma_{e3}^2+2\sigma_{e2}^2+12\sigma_{e1}^2$
測定長さ　M	7.7420	5	1.5484	**	$\sigma_{e3}^2+2\sigma_{e2}^2+18\sigma_{RxM}^2+6\sigma_{DxM}^2+54\sigma_M^2$
交互作用　D×M	18.8165	40	0.4704	**	$\sigma_{e3}^2+2\sigma_{e2}^2+6\sigma_{DxM}^2$
交互作用　R×M	0.5769	10	0.0577		$\sigma_{e3}^2+2\sigma_{e2}^2+18\sigma_{RxM}^2$
二次誤差　e2	2.5187	80	0.0315	**	$\sigma_{e3}^2+2\sigma_{e2}^2$
繰返し誤差　e3	2.7850	162	0.0172		σ_{e3}^2

表 6　簡易検査ゲージ測定の分散分析表

誤差要因	二乗和S	自由度φ	不偏分散V		不偏分散の期待値
一般平均　m	2.3406	1	2.3406		$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+14\sigma_{e2}^2+42\sigma_{e1}^2+12\sigma_{TxM}^2+18\sigma_{PxM}^2+12\sigma_{RxM}^2+36\sigma_M^2+28\sigma_{RxT}^2+42\sigma_{PxT}^2+84\sigma_T^2+126\sigma_P^2+84\sigma_R^2+252\sigma_m^2$
測定の反復　R	0.7221	2	0.3611		$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+14\sigma_{e2}^2+42\sigma_{e1}^2+12\sigma_{RxM}^2+28\sigma_{RxT}2+84\sigma_R^2$
測定位置　P	0.1892	1	0.1892		$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+14\sigma_{e2}^2+42\sigma_{e1}^2+18\sigma_{PxM}^2+42\sigma_{PxT}^2+126\sigma_P^2$
一次誤差　e1	0.4945	2	0.2473		$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+14\sigma_{e2}^2+42\sigma_{e1}^2$
測定姿勢　T	3.4035	2	1.7017	*	$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+14\sigma_{e2}^2+12\sigma_{TxM}^2+42\sigma_{PxT}^2+28\sigma_{RxT}^2+84\sigma_T^2$
交互作用　R×T	1.8395	4	0.4599	**	$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+14\sigma_{e2}^2+28\sigma_{RxT}^2$
交互作用　P×T	0.0231	2	0.0116		$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+14\sigma_{e2}^2+42\sigma_{RxT}^2$
二次誤差　e2	0.3874	4	0.0968		$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+14\sigma_{e2}^2$
測定距離　M	1447.3400	6	246.2233	**	$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+12\sigma_{TxM}^2+18\sigma_{PxM}^2+12\sigma_{RxM}^2+36\sigma_M^2$
交互作用　R×M	0.6658	12	0.0555		$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+12\sigma_{RxM}^2$
交互作用　P×M	0.3776	6	0.0629		$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+18\sigma_{RxM}^2$
交互作用　T×M	9.2938	12	0.7745	**	$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2+12\sigma_{TxM}^2$
三次誤差　e3	5.0490	72	0.0701	**	$\sigma_{e4}^2+2\sigma_{e3}^2$
繰返し誤差　e4	3.5565	126	0.0282		σ_{e4}^2

*：危険率５％で有意
**：危険率１％で有意

【報告】

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

機械材料科　材料スタッフ　　綿野哲寛[*1]　吉岡正行[*2]

Anodic Oxidation Treatment of Aluminium Die-Casting ADC12

Tetsuhiro Watano and Masayuki Yoshioka

Almost all of the aluminium alloy parts for automobile and motorcycle are fabricated by Aluminium die-casting of ADC12. ADC12 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 ADC12 to make the film of anodic oxidation treatment more fat and even because there are a lot of Si particles and Cu on the surface of ADC12. This research is investigated the ways to improve the problems and it is found that pretreatment, solution treatment of ADC12 and some species of solutions suitable for the anodic oxidation treatment of ADC12. As a result, the film of anodic oxidation treatment is more fat and its hardness is more harder.

１．緒言

原油、原材料の高騰により材料、加工コストの削減に各社が対応に追われている。このような中、切削加工が省け、切り屑を出さない鋳造技術が改めて見直されている。中でも、アルミニウムダイカスト製品は軽量で鉄鋼などに比べてリサイクルも容易であることから自動車部品をはじめとする各種機器部品として広く利用されている。

アルミニウムダイカスト合金の中で最も多く利用されているADC12は、多量のSi（9.6%～12.0%）と銅（1.5%～3.5%）を合金元素として含むために硬さ、耐食性、耐磨耗性付与を目的とした陽極酸化皮膜が均一に形成せず、膜厚にばらつきが出るなどの問題がある。

そこで、本研究では、アルミニウムダイカスト合金に均一で、高硬度かつ耐磨耗性に優れた陽極酸化皮膜を形成する技術開発に取り組む。

２．実験方法

２．１　試料

電解浴組成の検討では、試料Aを使用した。溶体化処理及びその他の実験については、試料Bを試料とした。

２．２　前処理条件

下記のような前処理を行った。

①県西部のめっき事業者で行っている前処理

②アセトン脱脂→水洗→アルカリエッチング（0.5mol/lNaOHaq,70℃,1min）→水洗→スマット除去（５％硝酸:５％ふっ酸＝2:1(体積比),1min）→水洗

③アセトン脱脂→水洗→アルカリエッチング（0.5mol/lNaOHaq,70℃,1min）→水洗→スマット除去（５％硝酸:５％ふっ酸:酢酸(99.5%)＝2:1:1(体積比),1min）→水洗[1)]

２．３　溶体化処理条件

電気炉（ヤマト科学㈱製FP31）を使用してアルミニウムダイカストの溶体化処理を行った。

焼き入れ条件は、350,400,450,500,550℃の各温度で30,60,180,300,480min保持した後、水に急冷した。

２．４　電解浴検討

200mlの15%硫酸溶液に各種有機酸をそれぞれ0.1,0.5,1.0,2.0g添加して十分に溶解させた。有機酸は、クエン酸ナトリウム、酒石酸、リンゴ酸、コハク酸、クエン酸二アンモニウム、乳酸などの酸素酸アニオンを含むものを選んだ。

*1）現　工業技術研究所　　*2）現　材料科

2.5 陽極酸化条件

陽極酸化処理条件は表１のとおりである。

試料Bの陽極酸化処理のみ県西部のめっき事業者により連続式ラインで処理を行った。

表１　陽極酸化条件

電解条件	試料A	試料B
電解浴	硫酸15wt%	硫酸15wt%
電解法	定電圧電解(直流)10V	定電圧電解(直流)15V
陰極材	鉛	鉛
極間距離	20mm	40mm
電解時間	60min	60min

2．6　後処理条件

試料Bのみ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。

2．7　皮膜の評価

皮膜の厚さと均一性の評価は、樹脂包埋後、鏡面研磨し、金属顕微鏡による顕微鏡断面測定法で行った。また、皮膜の耐食性を評価するため中性塩水噴霧試験を行った。

3．結果

3．1　前処理の影響

2.2の前処理後、それぞれ陽極酸化処理を行った。図１に断面写真を示す。

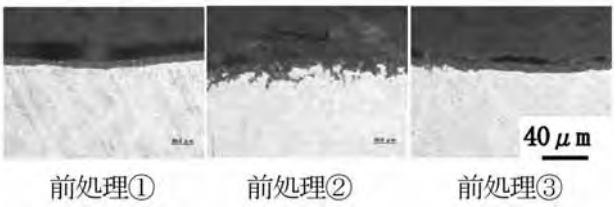


図１　皮膜断面

それぞれ任意に10箇所ずつ計測し、平均膜厚を算出した。結果を表２に示す。

表２　陽極酸化皮膜の膜厚

前処理①	前処理②	前処理③
5.24μm	8.61μm	7.58μm

前処理②では、スマット除去に用いたふっ酸が素地に著しく損傷を与えているのが分かる。また、ふっ酸に酢酸を添加することで前処理③のように均一な酸化皮膜が得られた。酢酸はふっ酸に対して緩衝作用があり、前処理①に比べても前処理③は、酸化皮膜の生成に一定の効果があることが確認された。

3．2　熱処理の影響による陽極酸化皮膜生成の効果

試料Bの表層のSi粒子や金属間化合物$CuAl_2$の分布を変えて陽極酸化処理性を向上させるために、溶体化処理条件を検討した。図２に各温度で溶体化処理後、Si、$CuAl_2$の分布に顕著に差が現れた組織写真を示す。

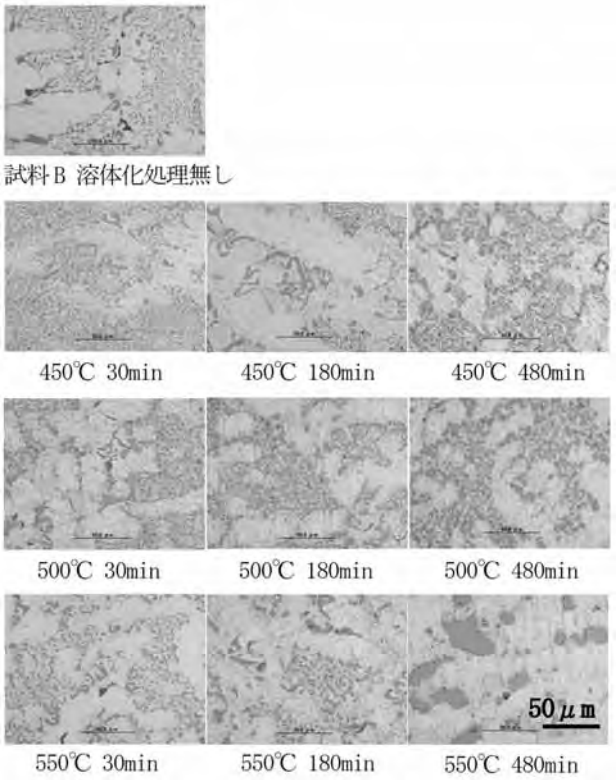


図２　金属組織

500℃,480min、550℃,480minの溶体化処理では、Si粒子が粗大化するとともにボイドの生成も確認された。450℃、180minの溶体化処理ではSi粒子が素地に溶け込み大きな粒子が減少している様子が分かる。

次に各溶体化処理温度と母材硬さの関係について図３に示す。

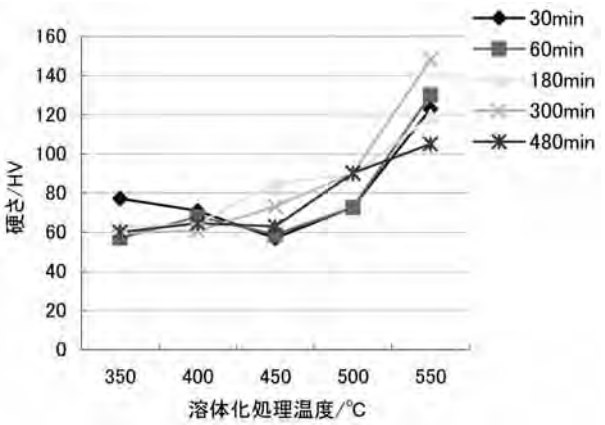


図３　各溶体化処理温度と母材硬さ

溶体化処理前の硬さはHV120前後であった。

溶体化処理温度が500℃までは、試料Bは軟化していることが分かる。550℃にまで処理温度を上げると処理前と同等の硬さであった。

次に溶体化処理後、陽極酸化処理を施した。図４に溶体化処理と酸化皮膜の膜厚、図５に膜厚のばらつき（標準偏差）、図６に酸化皮膜の硬さについて示す。

図４より溶体化処理により膜厚が増加することが分かる。皮膜の成長を阻害するSi粒子が溶体化処理により微細に再析出することにより、通電効率が向上したためであると考えられる。また、図５より溶体化処理温度が500℃以上になるとSi粒子が粗大化するため酸化皮膜の均一性が一層悪くなる。図６より酸化皮膜の硬さについては、溶体化処理無しに比べ溶体化処理した方が、著しく酸化皮膜の硬さが上昇した。

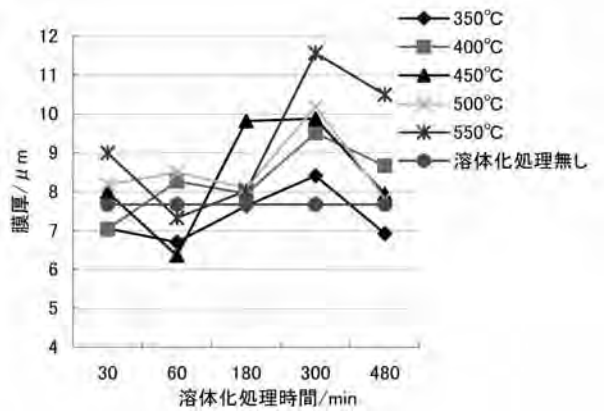


図４　溶体化処理と酸化皮膜の膜厚

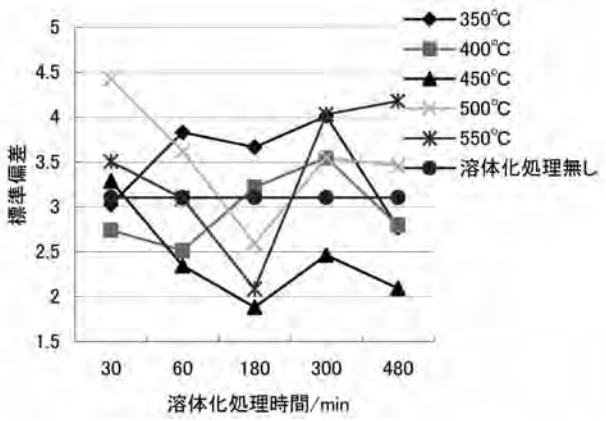


図５　膜厚のばらつき（標準偏差）

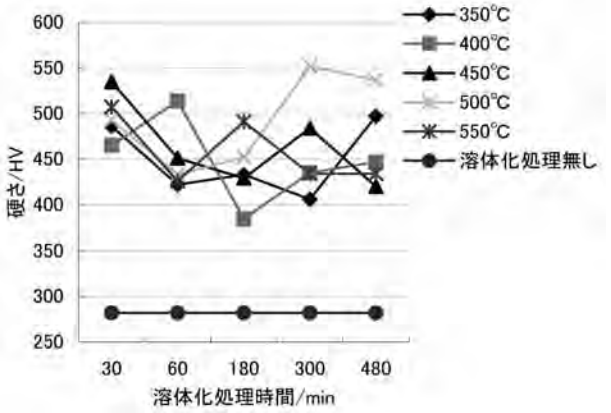


図６　酸化皮膜の硬さ

以上の結果より、陽極酸化皮膜を厚く、均一に生成させる溶体化処理条件は450℃、180minであることが分かった。

３．３　電解浴の影響

15％硫酸にカルボン酸とヒドロキシル基の骨格を有する酸素酸アニオンを添加することで、陽極に効率よく水酸化物イオンを供給することができ、酸化皮膜の成膜効率が飛躍的に上昇することが期待できる。これまで15％硫酸にクエン酸ナトリウムを添加すると陽極酸化処理性が向上するとの報告[2)]があるので、本実験ではその他の有機酸について検討した。その結果を図７に示す。

リンゴ酸とクエン酸二アンモニウムをそれぞれ0.05g／200ml（15%H_2SO_4）添加した際に急激な酸化皮膜の成長が見られた。

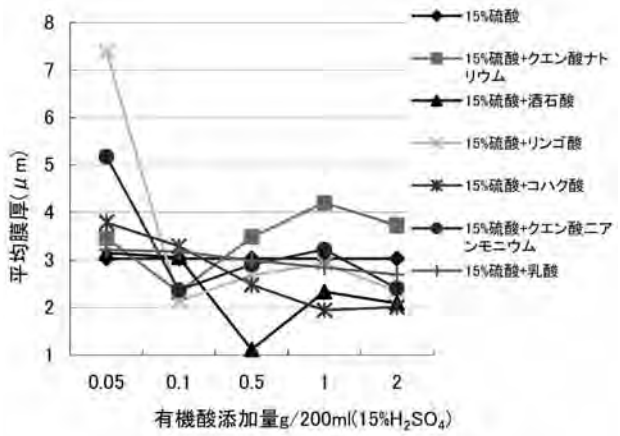


図７　有機酸添加量による膜厚の変化

３．４　前処理と熱処理の相乗効果

酸化皮膜の生成効率を向上させるために溶体化処理（450℃，180min）と2.2の前処理（①,③）及び酢酸と同様の緩衝作用のある市販のふっ硝酸を用いた前処理④｛アセトン脱脂→水洗→アルカリエッチング（0.5mol/lNaOHaq,70℃,1min）→水洗→スマット除去（市販のふっ硝酸,1min）→水洗｝の最適な組み合わせについて検討した。実験では、５種類の処理手順に従い陽極酸化処理後、封孔処理まで行った。処理手順を表３に示す。

図８に酸化皮膜の膜厚、図９に膜厚のばらつき（標準偏差）、図10に酸化皮膜の硬さについて示す。

表３　処理手順

処理工程	No1	No2	No3	No4	No5
溶体化処理	無し	有り	無し	有り	有り
前処理	前処理①	前処理①	前処理③	前処理③	前処理④

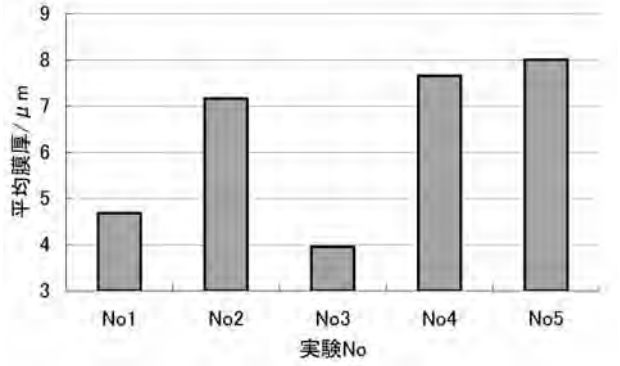


図８　酸化皮膜の膜厚

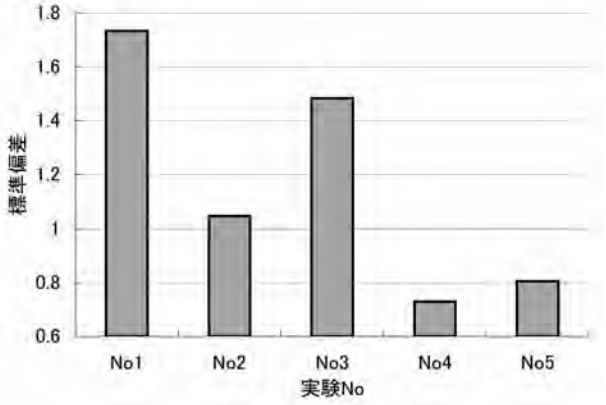


図９　膜厚のばらつき（標準偏差）

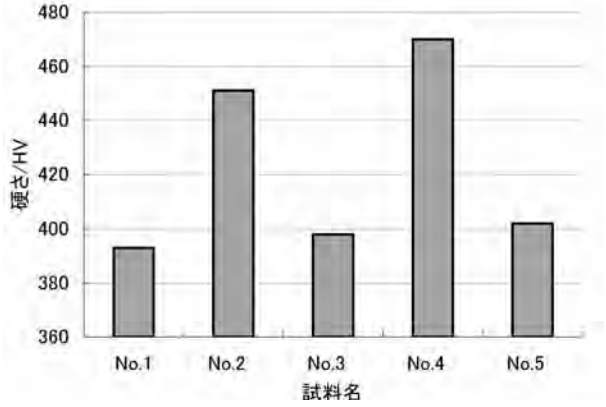


図10　酸化皮膜の硬さ

以上の結果より溶体化処理（450℃,180min）後、前処理③｛アセトン脱脂→水洗→アルカリエッチング（0.5mol/lNaOHaq,70℃,1min）→水洗→スマット除去（５％硝酸:５％ふっ酸:酢酸=2:1:1（体積比）,1min）→水洗｝をすることで均一で厚い酸化皮膜が形成することが分かった。また、酸化皮膜の硬さの向上も見られた。

３．５　耐食性評価

３.４で作製した試料をJIS Z 2371に準拠し塩水噴霧試験を行った。

192時間噴霧後の外観写真を図11に示す。

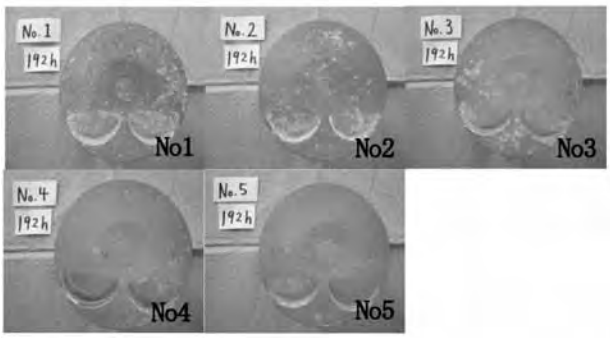


図11　塩水噴霧試験後の外観写真

試料４、５については、均一な酸化皮膜が形成されているため試料①，②，③に比べて耐食性が飛躍的に向上していることが分かった。

４．結言

本研究では直流電源を使用してアルミニウムダイカスト合金に均一で、硬さおよび耐磨耗性の優れた陽極酸化皮膜を形成させることを目的として、前処理、素材の溶体化処理、電解浴への有機酸の添加等の検討を行い、以下のことを得た。

⑴　前処理

スマット除去で使用するふっ硝酸に酢酸を添加することで、素材表面のSi粒子及び$CuAl_2$が適度に溶解するため陽極酸化処理性が向上する。

⑵　溶体化処理

450℃，180minで溶体化処理をすると不導部分のSi粒子が微細に再析出するため効率的に電荷供給が行われ酸化皮膜の成膜効率が向上する。

⑶　電解浴への有機酸添加

クエン酸二アンモニウム及びリンゴ酸を200mlの15％硫酸溶液に0.05g添加すると最も酸化皮膜の成膜効率が向上することが分かった。

参考文献

１）斉藤宏他：アルミニウム合金鋳物AC2Aへの陽極酸化処理 研究報告，p7-11,2004

２）宮坂一他:特開平8-260197 アルミニウム材の陽極酸化方法

【報告】

周期分析を用いた電界紡糸装置の最適化

機械材料科　繊維高分子材料スタッフ　　針幸達也*

The Optimization of Electro Spinning Device by Periodic Analysis

Tatsuya Harikou

Recently, the electrospinning attracts attention of researchers who study nanomaterials. The electrospinning is the best way to make nanofiber. We developed new electrospinning apparatus, which can cover a wide area. But this apparatus is not stable. In this paper new electrospinning apparatus was optimized using periodic analysis, which was based on quality engineering. This periodic analysis cans evaluate a long-period change and short-period change by one scale at the same time. An electric current in electrospinning was stabled by periodic analysis, which was based on quality engineering. So nanofiber was produced stably.

1．緒言

電界紡糸はポリマー溶液の入ったシリンジと板状のターゲット間に電圧をかけポリマーを噴射することで繊維化する方法である。システムの概略を図１に示す。

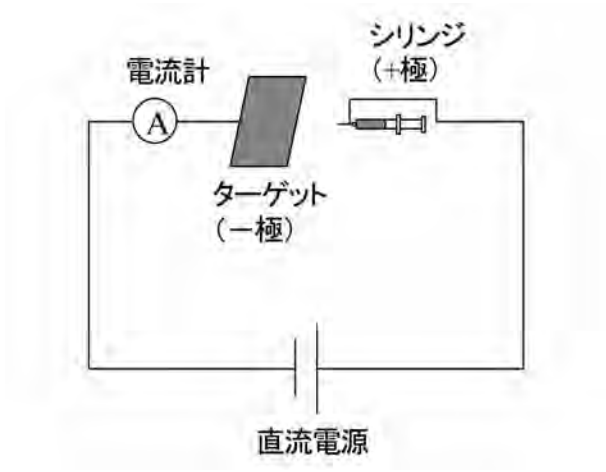


図１　電界紡糸システム概略図

シリンジの針先に送られたポリマー溶液は針先で液滴になるが、電圧を上げ電気的な反発力が表面張力を上回ると液滴を維持できずに分裂し、ターゲットに向かいポリマー溶液の噴射が始まる。ターゲットにたどり着くまでポリマー溶液は分裂を繰り返し、引き延ばされ繊維化されながら、ターゲットにナノファイバーとして積層される。この間、表面積の莫大な増加に伴い溶媒は蒸発し、ターゲット上に乾燥したナノファイバー不織布が得られる。電界紡糸に必要なのは直流電源装置、シリンジ、ターゲット電極、シリンジポンプのみで簡単に安価に装置を作る事ができる。そのため電界紡糸はナノファイバーを作製するための最も効率的で有効な方法として注目されている。

電界紡糸は1971年に発表された技術[1)]であるが、長い間注目されていなかった。しかし近年ナノテクノロジーが注目されることで脚光を浴び始めた。電界紡糸によって得られる不織布は繊維径がナノメートルオーダーであるため表面積の大きな集合体となり高機能な材料となる。そのため用途は電池のセパレータ、電磁波シールド材から人工血管、人工皮膚、人工透析と多岐にわたっている[2)3)]。

現在電界紡糸装置は実験室スケールの装置しかなく大量に広範囲に紡糸することができない。

*）現　機械科

【報告】

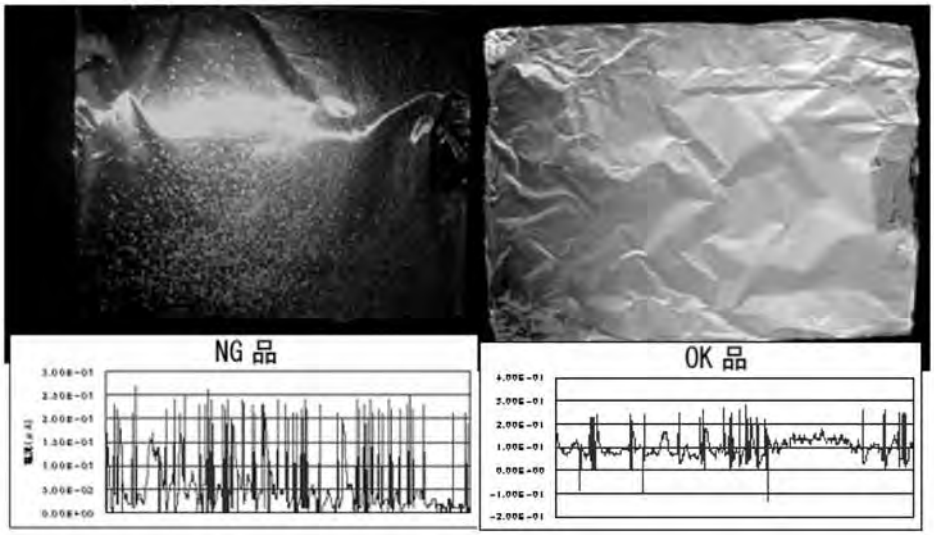


図２　OK品とNG品の紡糸中の電流プロファイル（縦軸は電流（μA））

そこでわれわれは新しい紡糸装置を開発した。しかし紡糸が安定せずまだ問題が多い。

紡糸状態を調べるためにはシリンジの針先からターゲットのまでの空間での高分子溶液の挙動が重要であると考えられるが、分裂しながら空間を飛行する高分子溶液の液滴を測定することは困難である。今回ターゲットの直後に電流計を配置し電流を計測できるようにした。高分子溶液はシリンジの針先で電荷を受け取りターゲットに向かい分裂し引き延ばされながらターゲットに飛んでゆく。ターゲットにたどり着いた高分子はターゲットに電荷を受け渡し、その電荷が回路内を移動する。その電荷を電流計が計測しているので、電流値は繊維化しターゲットにたどり着いた高分子の量と比例し、電流値のバラツキは紡糸量のバラツキを表していると考えられる。実際に電流のプロファイルが乱れている紡糸条件では図2の様に均一に紡糸されていない。これまでの経験から小さい周期の電流の変動は紡糸状態に影響を及ぼし、大きな周期の電流の変動は紡糸量に影響を及ぼすことが分かっている。そこで今回は紡糸中の電流値を計測しその電流の周期をそろえることで紡糸状態と紡糸量の安定化を図ることを目的とした。

２．解析方法

工程変動のデータ管理方法に分散分析の方法を用いて最適な校正周期の決定が可能であることが知られている。本テーマにおいてはこの校正周期の決定法を適用して、紡糸中に測定した電流プロファイルを適切なピッチでn個選び周期分析を行うこととした。この方法では細かい周期も大きな周期も同様に解析できるため紡糸状態も紡糸量も最適化することができる。

分散分析による周期分析の方法はデータをy_1、y_2 y_3・・・y_nとし、ｎを２のべき乗とすればy_1とy_2、y_3とy_4・・・・y_{n-1}とy_nのように２データずつのグループに分けることができる。

グループ化されたデータはさらに２データずつのグループに分けることができる。このグループ化を繰り返し、異なる周期でグループ化されたデータについて分析を行う。例えば表1のようなデータがあったとする。元データは16＝24個なので４つの周期に分けられる。16個のデータに対して変動の分解を行う。修正項S0（周期１の２乗の効果の大きさ）は

$$S_0 = \frac{8.09^2}{16} = 4.09050625 \quad (f = 1)$$

であり、これは総平均の効果の大きさを表している。次にA_1の２乗の効果の大きさS1(A1)は

$$S_1(A_1) = \frac{3.94^2 + 4.15^2}{8} = 4.09326 \quad (f = 2)$$

同様にして

$$S_2(A_2) = \frac{1.92^2 + \cdots + 2.10^2}{4} = 4.094825 \quad (f = 4)$$

$$S_3(A_3) = \frac{0.94^2 + \cdots + 1.06^2}{4} = 4.09545 \ (f = 8)$$

さらに全二乗和S_Tは

$S_T = 0.47^2 + 0.47^2 + 0.49^2 + \cdots + 0.52^2 + 0.53^2 + 0.53^2$

$= 4.0955$ (f=16)

A1の場合の誤差をSe(A1)とすると

$S_e(A_1) = S_1(A_1) - S_0 = 4.0933 - 4.0905 = 0.00275625$

(f=1)

以下同様に各周期の誤差を求めると

$S_e(A_2) = S_2(A_2) - S_1(A_1) = 0.0015625$(f=2)

$S_e(A_3) = S_3(A_3) - S_2(A_2) = 0.000625$(f=4)

最終の誤差の大きさSeは

$S_e = S_T - S_3(A_3) = 0.00005$(f=8)

よって各周期の分散は以下のとおりとなる。

$$V_0 = \frac{0.00275625}{1} = 0.00275625$$

$$V_2 = \frac{0.0015625}{2} = 0.000781$$

$$V_3 = \frac{0.000625}{4} = 0.00015625$$

$$V_e = \frac{0.00005}{4} = 0.0000001953125$$

ここで各周期のばらつきの度合いを調べるためにSN比ηを求める

$\eta_1 = -10\log V_0 = 25.59681393$(db)

$\eta_2 = -10\log V_2 = 31.0720997$(db)

$\eta_3 = -10\log V_3 = 38.06179974$(db)

$\eta_e = -10\log V_e = 67.09269961$(db)

表１　元データと各周期に分けたデータ

元データ	周期1(A1)	周期2(A2)	周期3(A3)	周期4(A4)
0.47	0.94	1.92	3.94	8.09
0.47				
0.49	0.98			
0.49				
0.50	1.00	2.02		
0.50				
0.51	1.02			
0.51				
0.51	1.02	2.05	4.15	
0.51				
0.51	1.03			
0.52				
0.52	1.04	2.10		
0.52				
0.53	1.06			
0.53				

今回、５分間紡糸し512＝2^9個の電流値を解析に用いた。各周期毎にループ化されたデータの平均値をプロットすれば図３のように各周期毎の電流プロファイルの特性が視覚的に把握できる。次にグループ化されたデータの平均値から次の周期（より大きな周期）のデータを引く。これは各周期のおけるデータのバラツキを表している[4)]。これをプロットしたものを図４に示す。このデータに対して前述のように分散分析を行うことで各周期のＳＮ比（望小特性）を求める。

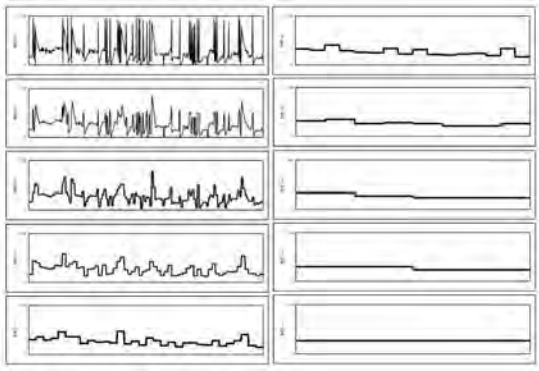


図３　グループ化されたデータの平均

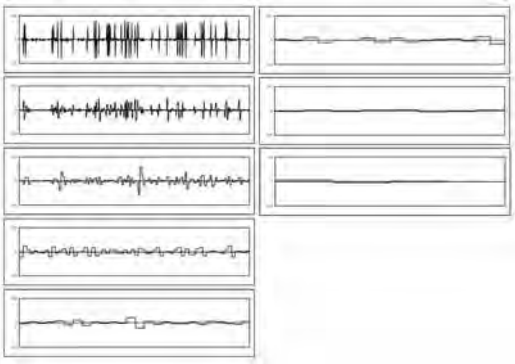


図４　周期ごとのデータの変動

３．実験

今回の実験では７つの制御因子を採用した。制御因子を表２に示す。A,E,Fは高分子溶液吐出部に関する因子でDは今回新たに付け加えられた装置に関する因子である。２重に囲ってある水準は現行条件である。実際の生産ではターゲットの前面にナノファイバーを付ける基材が配される。そこで誤差因子をターゲットの前に基材を置いた条件と置かなかった条件の２水準採用した。

これらの条件をL18直行表に割り付け36通りの実験（誤差条件が２条件あるので18×２回）を行った。電圧は20KVで５分間紡糸を行った。今回の周期分析では周期のそろった理想的な状態では各周期のSN比がそれぞれ大きくなるはずなので、各周期のSN比を望大特性で評価した。

表２　制御因子

	水準		
A	小	大	
－	－	－	－
液流量	3ml/h	5ml/h	7ml/h
D	小	中	大
E	小	中	大
F	小	中	大
濃度	10wt%	12wt%	14wt%
距離	30cm	40cm	50cm

４．結果

周期分析によって求められた各周期のＳＮ比を図５に示す。このデータを解析した。

表３の分散分析表より高分子溶液の濃度の寄与が大きいことが分かった。

要因効果図を図６に示す。溶液流量は第１水準の３ml/hが最適であったが、溶液流量が大きいほうが紡糸量が多くなるので、最適条件には第２水準の５ml/hを採用した。最適条件の推定SN比は29.23db、最悪条件の推定SN比は8.55dbとなりゲインは20.68dbであった。

次に実際に最適条件と最悪条件で紡糸を行いゲインが再現するか確認実験を行った。結果を表４に示す。その結果実最適条件のSN比は21.82db、最悪条件のSN比は5.98dbでゲインは15.84dbとなり76.59％の再現性（推定値と実測値の比）を得た。最適条件と最悪条件での電流のプロファイルを図７、最適条件で紡糸したサンプルの写真を図８に示す。

そのときの各周期のSN比をプロットしたものを図９に示す。最悪条件に比べ最適条件では電流が安定化している。しかし誤差因子間の差が無く誤差因子が効いていない可能性が考えられる。

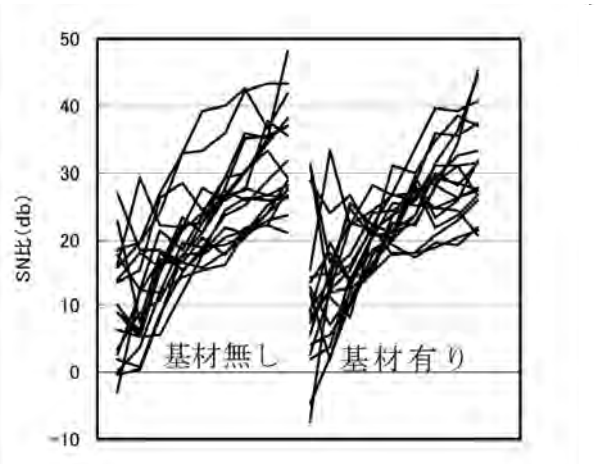


図５　各周期のSN比

表３　分散分析表

	f	S	V
A	1	113.5989	113.5989
E	2	414.7572	207.3786
濃度	2	498.9118	249.4559
e	12	622.8606	51.905
T	17	1650.128	

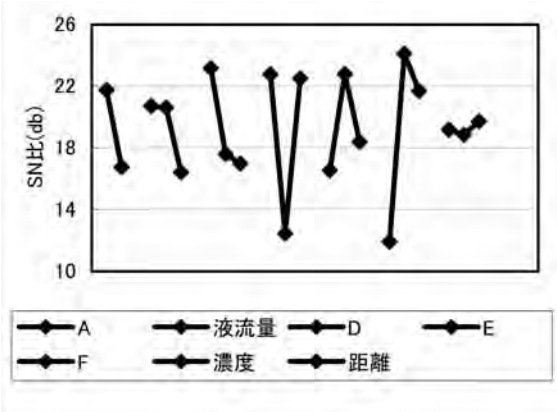


図６　要因効果図

表４　再現性の確認（単位：db）

	推定	確認
最適	29.23	21.81853
最悪	8.55	5.979746
ゲイン	20.68	15.83879
	77%	

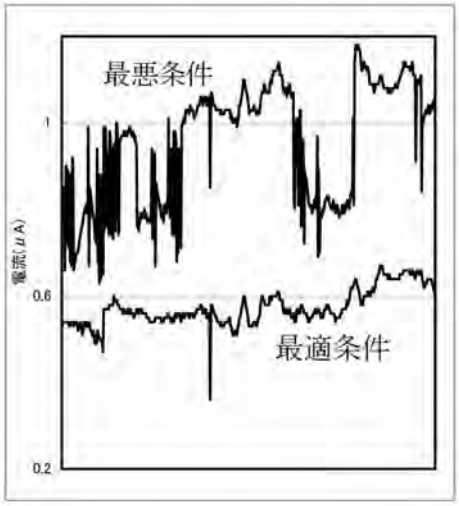


図７　最適条件と最悪条件の電流プロファイル

図８　　最適条件で紡糸したサンプル

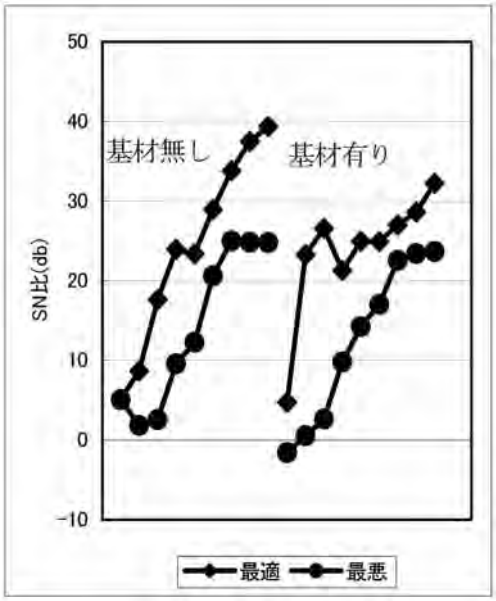


図９　最適条件と最悪条件の各周期のSN比

５．まとめ

１）紡糸中の電流を計測することで新しい紡糸装置の最適化を図った。

２）電流の評価には周期分析を用いた。これにより紡糸状態と紡糸量を安定化することができた。

３）制御因子Eは他の制御因子との間に交互作用が考えられるので制御因子の再検討が必要と考えられる。

４）誤差因子間の差が小さいので誤差条件が効いていない可能性がある。

謝辞

本実験を進めるにあたって、様々なアドバイスをいただいた浜松品質工学研究会の皆様に感謝いたします。

参考文献

１）P.K.Baumgarten: J.of Colloid and Interface Sci.,36,71-79(1971)

２）山下義裕:　加工技術,40,(3),167-171(2005)

３）山下義裕:　加工技術,40,(4),273-275(2005)

４）鴨下隆志:　品質工学, 6 ,(1),22-30(1998)

【ノート】

フェムト秒レーザー誘起衝撃波を利用した微細かしめ接合法

― 円走査による接合強度の改善 ―

レーザー計測制御プロジェクトスタッフ　　鷺坂芳弘*

Micro Joining Using Shock Waves Induced by Femtosecond Laser

－ Improvement of Joining Strength by Circle Scanning －

Yoshihiro Sagisaka

１．はじめに

微細部品の接合には熱を使う接合法が多く、熱影響による材料の変質が課題となっていた。一方、かしめ接合などの機械的な接合では、対象物が小さいと技術的な難易度が高く、その加工の実施には熟練が要求される。そこで著者はフェムト秒レーザー（以下fsレーザー）の誘起衝撃波を利用して、かしめ材を変形させることで板材を接合する微細かしめ接合法を提案し、モデル試験にて接合が可能なことを示した[1)]。本法では、熱影響が小さく、被加工物をモニターに映しながら加工ができるため、特殊な技能が要らないという利点がある。

しかし、本法はまだ接合強度が弱く、ばらつきも大きいため、その信頼性は低かった[2)]。そこで、本報ではかしめ材端面にレーザーを円走査するよう照射方法を改良し、従来よりも大きい抜け止め部を形成することで抜け強度の改善を試みた。

２．加工原理

fsレーザーを金属表面に集光照射すると衝撃波が誘起され、照射条件によっては金属を塑性変形させることができる。図１左図のように板材にあけた穴に棒状のかしめ材を端面が突き出るように勘合し、端面外周付近にfsレーザーを照射すると、照射部は除去されて窪みができる。さらに照射して、この窪みの中で衝撃波を発生させれば、かしめ材の外径が外側に張り出されて図２のように抜け止め部となる突起が形成され、かしめ接合を行うことができる。既報[2)]では端面上の４点のみを変形させていたが、本報では図１右図のようにレーザーを端面の外周に沿って円走査させ、外径全体に突起を形成させることで抜け強度の改善を試みた。

３．実験方法

モデル試験にてかしめ接合を行い、加工後のかしめ材を板から引き抜いたときの最大荷重を抜け強度として評価した。実験方法の概略を図３に示す。かしめ材は直径0.3㎜のアルミ細線を用いた。かしめ材への照射は簡易な水槽を取り付け、水中にて行っ

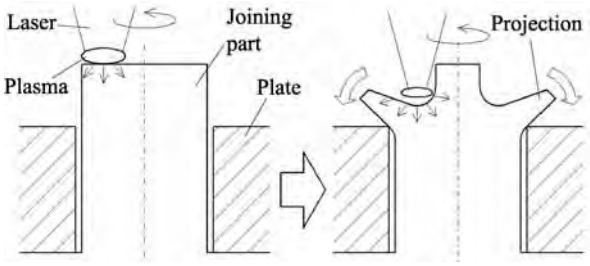


図１　加工原理図

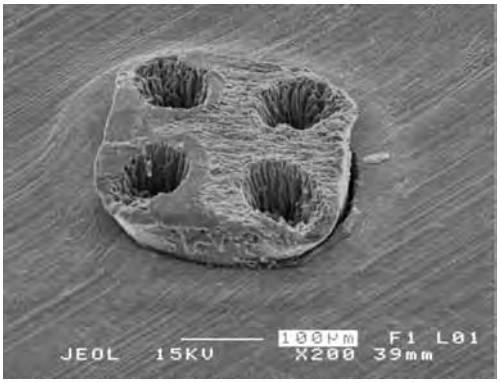


図２　４点照射でのかしめ接合の例

*）現　工業技術研究所

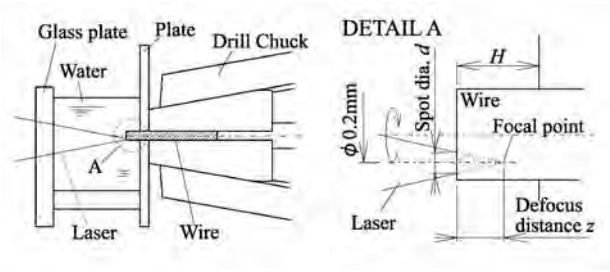


図３　実験方法概略

図４　円走査でのかしめ接合の例

た。レーザー照射点の走査は、ステージにより試験片を円弧状に移動させることで行った。円走査回数は40回に固定し、照射パルス数はレーザーの繰返し発振周波数を変更することにより調整した。パルスエネルギーEと照射経路はいずれも同じとした。

４．実験結果

図４に円走査によって変形したかしめ材の例を示す。外径はお椀状に変形しており、かしめ材の外径全周にわたって抜け止め部が形成された。

かしめ材の突き出し量Hが大きすぎると、抜け止め部が成長しても板材に接触させることができず、接合ができない。逆に小さすぎると形成される抜け止め部の外径が小さく抜け強度が低下した。今回の実験ではかしめ材直径の半分程度の突き出し量が適当であった[3)]。発振周波数は小さすぎると抜け止め部が十分成長しないため抜け強度が低く、大きすぎると抜け止め部まで除去加工されて強度が低下した。比較の結果、100Hzが最適な値と判断した[3)]。また、スポット径は大きすぎると抜け止め部が除去加工されてしまう可能性が高くなり、小さすぎると変形が

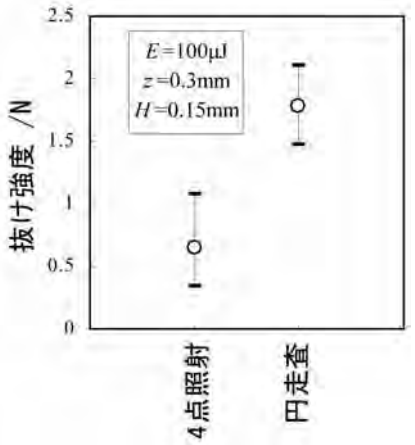


図５　照射方法による抜け強度の比較

得られないため、デフォーカス量z=0.3㎜（スポット径d=70μm）を最適と判断した[3)]。

上記のパラメータで複数個の試験を行い、既報[1)]での４点照射での抜け強度との比較を行った。結果を図５に示す。円走査したことで平均の抜け強度は４点照射の場合のおよそ３倍になった。抜け止め部が大きくなったことで支えられる荷重も増大し、接合強度を改善することができた。大きな力を受けることが無い微細部品であれば十分な接合強度といえる。

一方、本法ではまだ回転方向の接合強度が不十分である。今後はその改善を図っていく。

５．まとめ

fsレーザーの誘起衝撃波を利用した微細かしめ接合法にて円走査によるかしめ方法を採用し、接合強度を向上させることができた。回転方向の接合強度の改善が今後の課題である。

参考文献

１）鷺坂芳弘：フェムト秒レーザー誘起衝撃波を利用した微細塑性加工，静岡県工業技術研究所研究報告，1，115-116(2008).
２）鷺坂芳弘他：フェムト秒レーザー照射による衝撃波を利用した微細かしめ接合法の提案，塑性と加工，49-574，1091-1095(2008).
３）鷺坂芳弘：フェムト秒レーザー照射による衝撃波を利用した微細かしめ接合，第60回塑性加工連合講演会講演論文集，265-266(2009).

【ノート】

レーザーピーンフォーミングによる薄板曲げの曲げ精度向上

レーザー計測制御プロジェクトスタッフ　　鷺坂芳弘*

Improvement of Bending Accuracy of Laser Peen Forming

Yoshihiro Sagisaka

１．はじめに

レーザーピーンフォーミング（以下LPF）は短パルスレーザーの誘起衝撃波を利用した板材成形法である。著者はフェムト秒レーザー（以下fsレーザー）によるLPFを薄板の曲げ加工に適用した[1)]。本法はスプリングバックの大きい材料の曲げに有効である[2)]が、一方で加工特性がビーム品質に影響されやすく、再現性が低いという欠点があった[3)]。そこで、本法を高精度の板曲げ加工法とすることを目的として、再現性および曲げ角精度の向上を試みた。

本法の精度向上には、何らかの形で加工を行いながら製品形状を管理する手段が必要である。そこで簡易な接触通電式の位置検出装置を採用し、曲げ角が規定の値に達したことを検知することで形状管理を行った。さらに照射条件のばらつきが曲げ角に影響しなくなるように照射経路を改良した。これらの改良の後に加工を行い、曲げ角精度を評価した。

２．実験方法

図１に採用した位置検出装置の概要を示す。試験片の一端をクランパで固定した後、Ａ枠内の斜線領域にレーザーを走査させて曲げ加工を行った。試験片自由端の裏側には接触端子を配置し、試験片が曲がって端子先端に接触し、抵抗計で通電を検知したところで照射を止めるようにした。小さい曲げ角はスプリングバックの影響で精度を得るのが難しい。そこで狙いの曲げ角は10°とした。

本法では照射条件がばらつくと端子との接触までに要する照射パルス数が変化する。よって走査中のどこで照射が終わるかは不安定で、照射領域内の照射パルス密度分布が不均一になる。曲率の分布も不均一になるため、位置検出装置を用いても狙いの角度が得られなくなってしまう。そこでパルス密度分布が曲げ角に影響しないよう照射経路を改良した。図２に改良した照射経路の概略を示す。走査は板幅方向への線走査を繰返すことで行った。最初の走査では自由端側から41回線走査を行い、大まかな曲げ形状を得る。２回目以降の走査では照射領域の中央から交互に上下に移動させながら線走査し、上下に対称に湾曲させつつ、狙いの曲げ角に漸近させた。

本法では、以前からfsレーザーを立上げる度に加工特性が変化することが見られた。そこで多数個テストでは10ヶずつ３日に分けて合計30ヶの試験片を加工し、ばらつきを評価した。

３．実験結果

板厚0.1㎜のアルミ(A1100)を様々な照射条件の組

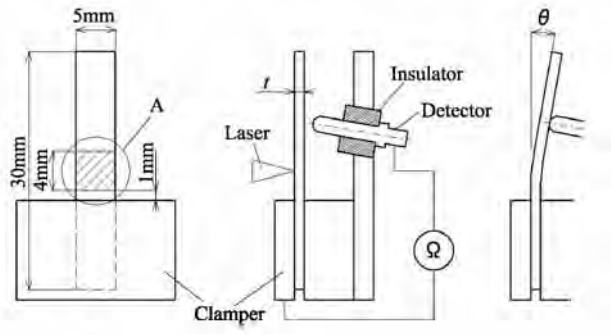
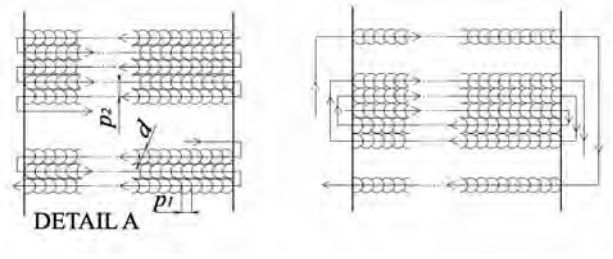


図１　位置検出装置概略



(a)　１回目　　(b)　２回目以降

図２　照射経路概略

*）現　工業技術研究所

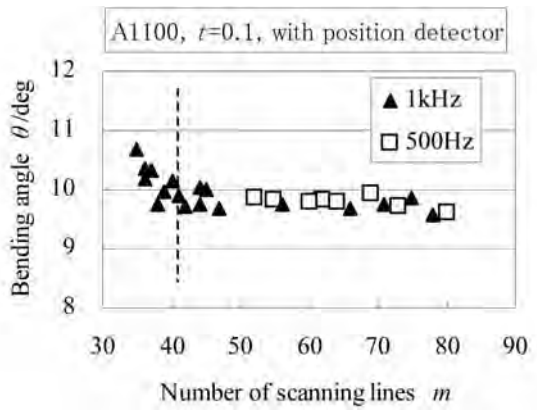


図３　位置検出装置による曲げ角の安定化

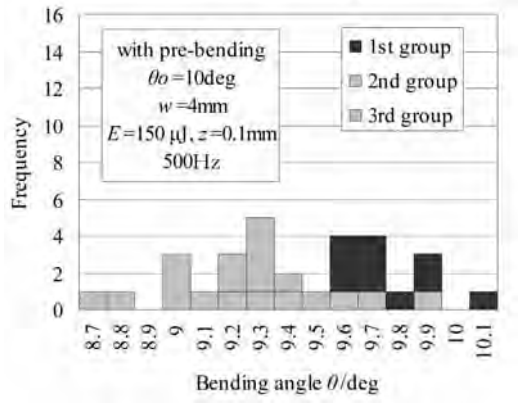


図４　予備曲げでの曲げ角の分布

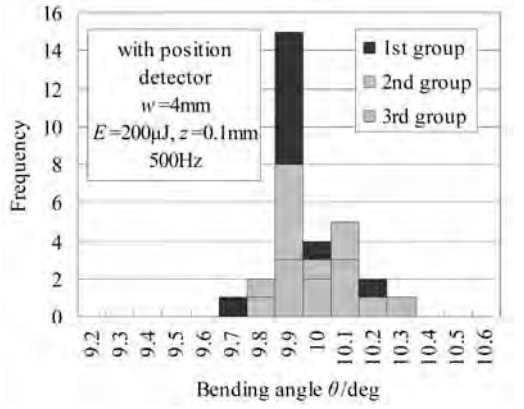


図５　位置検出装置での曲げ角の分布

み合わせで曲げ加工し、曲げ角θの変化を調べた。図３に結果を示す。横軸は線走査の回数mである。$m \leqq 41$の点は曲げ効率が良く、１回目の走査中に端子と接触してしまった条件である。この場合、パルス密度が自由端側に偏るため、θが狙いより大きくなる。２回目の走査中（$41 < m \leqq 81$）に接触する条件であればθはほぼ一定になり、照射条件に関わらず一定の曲げ角が得られることが分かる。

２回目の走査中に加工が終了するよう$m=60$付近で接触が得られた条件で複数個のテストを行った。比較対照として予備曲げ[1)]での同様の試験を実施した。図４に予備曲げでのθの分布、図５に位置検出装置での分布を示す。予備曲げでは加工した日によって平均値が変化していたが、検出装置を用いたことで再現性が向上し、ばらつきが抑制された。

板厚0.05㎜のリン青銅（C5191）とステンレス鋼（SUS304）についても同様の試験をし、標準偏差を比較した。表１に結果を示す。位置検出装置を用いたことでいずれの材料でも標準偏差が大幅に改善されている。標準偏差の８倍で公差幅を設定するといずれも±0°30′前後の公差を保証できることになる。しかし、高精度曲げでは±5′程度の精度が要求されるのでさらなる精度向上が必要である。

表１　曲げ角の標準偏差の比較

	予備曲げ	位置検出装置
A1100(t=0.1)	0°21′	0°08′
C5191(t=0.05)	0°48′	0°09′
SUS304(t=0.05)	0°17′	0°06′

４．まとめ

LPFによる薄板曲げにて位置検出装置を用いて再現性の向上と曲げ角の精度向上を試み、曲げ角10°に対して±30′程度の公差を保証できた。今後、更なる精度向上が課題である。

参考文献

１）鷺坂芳弘他：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，塑性と加工，50-584，866-870(2009).

２）鷺坂芳弘：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（第二報），平成21年度塑性加工春季講演会講演論文集，105-106(2009).

３）鷺坂芳弘：フェムト秒レーザーでのレーザーピーンフォーミングによる薄板の曲げ加工（第３報），2009年度精密工学会秋季大会講演論文集，615-616(2009).

【ノート】

青紫色半導体レーザーによるレーザー樹脂溶着

光電子科　光スタッフ　　渥美博安 *　植田浩安 *

Laser Welding of Plastics using Blue-Violet Semiconductor Laser

Hiroyasu Atsumi and Hiroyasu Ueta

１．はじめに

レーザー樹脂溶着法は、レーザー光を透過する樹脂と吸収する樹脂を重ね合わせ、その界面をレーザーで溶かして溶着する技術で、振動溶着法等の他の溶着法に比べて、樹脂の表面を傷つけないことやバリの発生が少ない等の利点により、広範な普及が期待されている。

図１に示す様に、レーザー樹脂溶着法では、吸収側の樹脂は、あらゆる波長で吸収率の高い黒色樹脂が使用されている。黒色樹脂以外に適用する場合は、レーザー吸収剤を塗布する必要があり、生産現場への適用の妨げとなっている。

図２に、市販されている着色アクリル樹脂（住友化学）の吸収率を自記分光光度計（UV-3150 島津製作所）で測定したグラフを示す。レーザー樹脂溶着法で一般的に光源として使用される近赤外半導体レーザーの800nmから900nmの波長域では、着色樹脂に対する吸収率が低いため、界面を溶融させることが難しい。一方、波長400nm近傍では、透明樹脂に対する透過率が高く、かつ、着色樹脂に対して吸収率が高いため、レーザー樹脂溶着法の適用が期待できる。

本研究では、近年、実用化された波長400nm近傍の青紫色半導体レーザーを使用して、着色樹脂へのレーザー溶着法の適用を試みた。

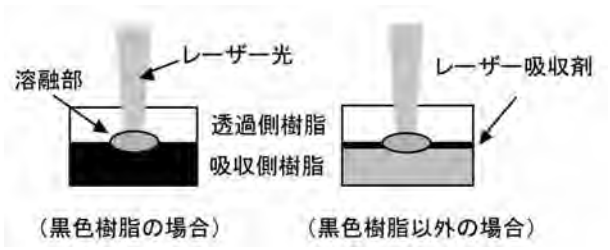


図１　レーザー樹脂溶着法の原理

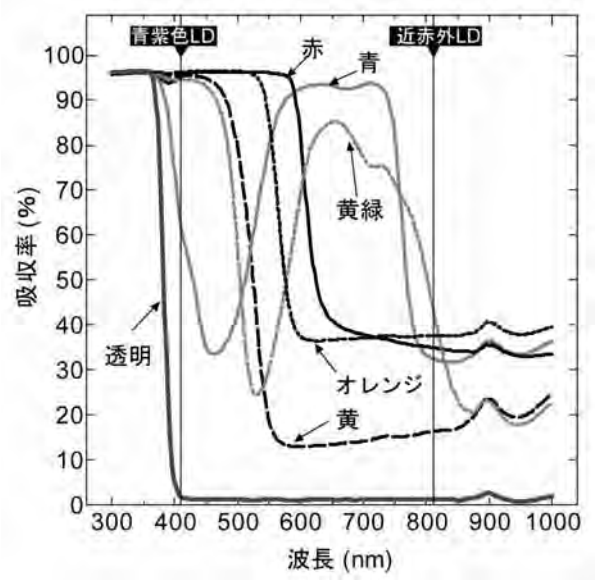


図２　着色アクリル樹脂の吸収特性

２．方法

２．１　実験装置

図３に、溶着試験を行ったシステムを示す。半導体レーザーには、波長405nm、出力0.4Wの青紫色半導体レーザー素子（NDV7113E日亜化学工業）を使用した。レーザー光は、コリメートレンズで平行光にした後、焦点距離30㎜のレンズで集光した。

治具に固定した加工用試料を、XYステージで移動させることにより、レーザー光を走査する。走査方向は、半導体レーザー素子の遅軸方向をX軸、速軸方向をY軸とした。

図４に、集光レンズから距離とレーザー光のスポット径を計測した結果を示す。作動距離28.5㎜が焦点位置となり、遅軸方向が60μm、速軸方向が10μmのスポット径となる。

*）現　光科

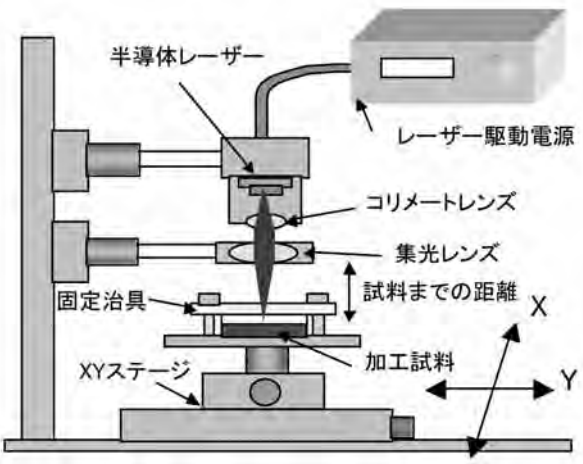


図３　レーザー溶着試験システム

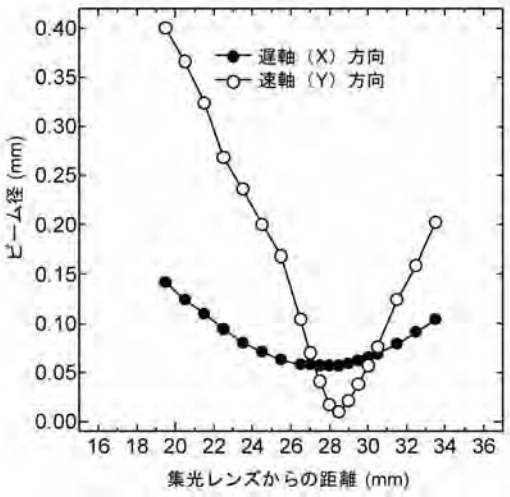


図４　集光レンズ通過後のビーム径

２．２　実験方法

図５に示す様に、加工試料に対して、X方向の走査幅を５㎜、Y方向の走査間隔を0.35㎜として７回走査することにより、約5×2.5㎜の矩形領域を溶着した。また、集光レンズと加工試料までの距離を32.5㎜として、レーザーのビーム径をX方向0.1㎜、Y方向0.15㎜の大きさで照射した。

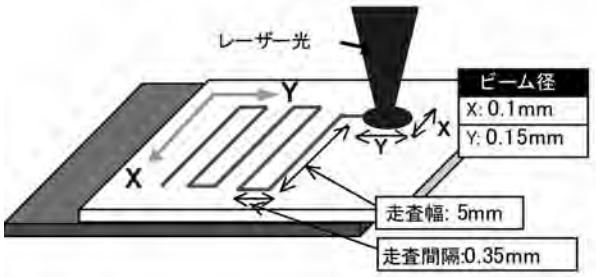


図５　レーザーの走査方法

溶着試料は、図６に示す様に、片側をロードセルに固定し、もう一方から圧縮して破壊試験を行い、試料が剥がれた時の加重を接合強度として評価した。

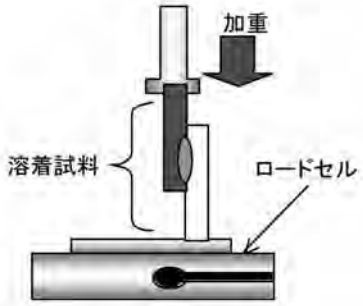


図６　溶着試料の強度試験

２．３　実験結果

透明と各色（赤、オレンジ、黄、黄緑、青色）のアクリル樹脂に対して、レーザーの出力を400mWに固定し、走査速度を変化させて溶着試験を行った結果を図７に示す。青色以外の試料は、溶着が可能であったが、試料により加工条件は大きく異なり、オレンジ色の試料は、他と比べて接合強度が低い結果となった。

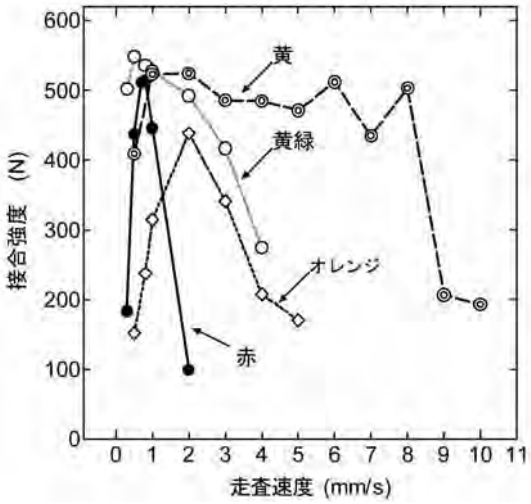


図７　溶着試料の接合強度

３．まとめ

青紫色半導体レーザーにより、青色以外の着色アクリル樹脂に対して、レーザー樹脂溶着法の適用が可能であることが分かった。今後、青紫色半導体レーザーの高出力化が進めば、レーザー樹脂溶着法の応用範囲が更に、拡がることが期待される。

【ノート】

半導体レーザーによる接着芯地の熱プレス接合

光電子科　光スタッフ　三浦 清*
レーザー計測制御プロジェクトスタッフ　太田幸宏**
日東紡績株式会社　開発本部　引野俊一　宇留賀哲也　宝田直樹

Heat Press Bonding of Fusible Interlining by Semiconductor Laser,

Kiyoshi Miura, Yukihiro Ohta, Syunichi Hikino, Tetsuya Uruga and Naoki Takarada

１．はじめに

接着芯地は、洋服や衣料品に立体性を付与し縫製作業を容易にするとともに、着用や洗濯による型崩れを起こさないようにするためなどの目的で用いられている。この接着芯地は、基布の表面にホットメルトと呼ばれる接着樹脂をドット形状のパターンに配置した構造を有しており、表面の接着樹脂を利用して表地に簡単に接合できる。縫製工場では、この接着芯地を熱プレス機で熱加圧溶着させ衣服の表地に接合している（図１）。しかし、ヒータの熱を利用しているため素材全体に熱エネルギーがかかり、表地がウレタンコーティングされた素材や機能性素材など弱熱素材では、意匠性や機能が低下する。そこで、レーザー光吸収剤を添加した接着樹脂粒を用いてレーザー溶着用接着芯地を試作し、半導体レーザー光の透過光で、接着樹脂粒のみを直接加熱して接合する新たな方法（図２）を開発した。なお、開発にあたり、ホットメルト接着剤を使って綿布同士を接合した報告[1,2]を参考にした。

２．実験方法

２．１　接着芯地の作製

自記分光光度計（UV3150、φ150㎜大型積分球付属装置、㈱島津製作所）を使用し、対象とする各種基布のレーザー光（波長：808nm）の透過率及び吸収率を反射透過法で測定し基布に吸収が無いことを確認した。次に、赤外線吸収剤IR820B（日本化薬㈱）を添加した樹脂粒を作製し基布表面に散撒してレーザー溶着用芯地とした。

２．２　試作した溶着装置

溶着装置は、レーザー電源、レーザー素子、ＸＹステージで構成される。素子は、直線状のビームが得られ面的処理に向いている特徴を持つアレイ型素子(イエナオプテック社製、アレイ型素子JOLD-32-CPFN-1L）を使用した（ビームの長さは約1cmで線状のビームが得られる)。この半導体レーザー素子をアルミブロックに取り付け、ペルチェクーラーユニットで素子を冷却した。ＸＹステージ上にレーザー溶着用芯地と表地を重ね合わせて保持し、芯地側からレーザーを照射後、直ちにローラーで加圧し接合布を作製した。図３に、半導体レーザー照射の模式図を図４に、作製した実験装置を示した。

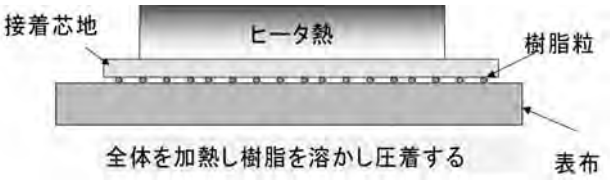


図１　輻射熱による接着芯地の接合

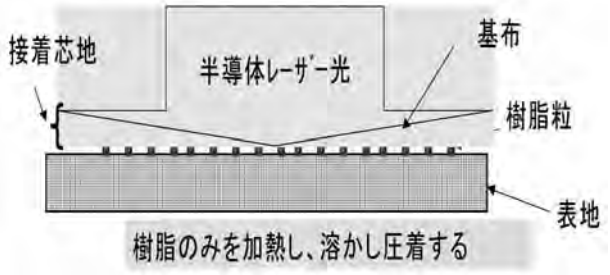


図２　半導体レーザー光による接着芯地の接合

*）現　工業技術研究所　　**）現　光科

3．実験結果

3．1　基布の分光分析結果

接着芯地用基布は半導体レーザー光を透過でき、特にポリエステル布の場合は黒色に染色した基布でも半導体レーザー光の吸収による影響が殆どなく、レーザー光透過接着芯地に適していた。

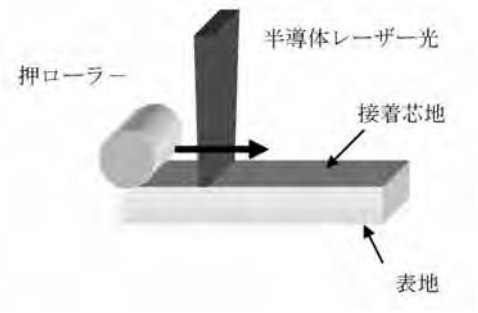


図3　半導体レーザー照射の模式図

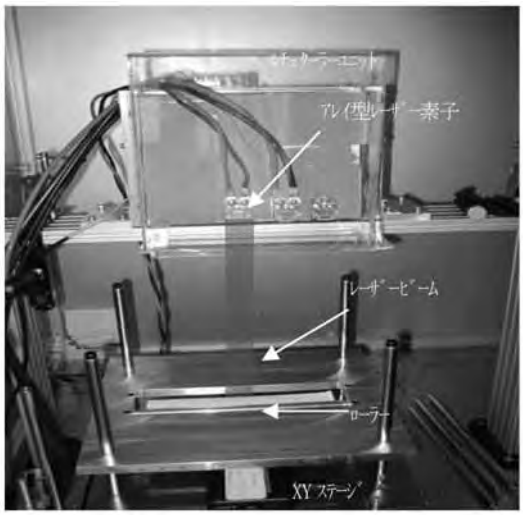


図4　試作したレーザー溶着装置

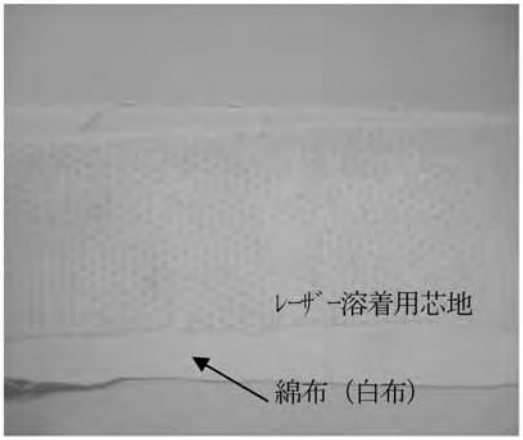


図5　綿布との接合

3．2　レーザー溶着用芯地の溶着試験結果

図5に綿布、図6に弱熱素材1（ウレタンコーティング布）、写真3に弱熱素材2（形状記憶布）と接着芯地との接合の状況を示す。何れも樹脂が充分に溶けており接着力は基準を満たしていた。また、素材の意匠性や機能の低下も見られなかった。

4．まとめ

従来のヒータによる輻射熱法に替わり、接合樹脂部分のみを加熱する半導体レーザー法により接着芯地を製造するこができた。今後、布の温度を測定し、本方法が熱影響の少ない接合法であることを検証する予定である。

（参考文献）

1）金子亜由美，三浦清 他：静岡県浜松工業技術センター研究報告，14，53-54(2004)
2）金子亜由美，三浦清 他：静岡県浜松工業技術センター研究報告，15，9-12(2005)

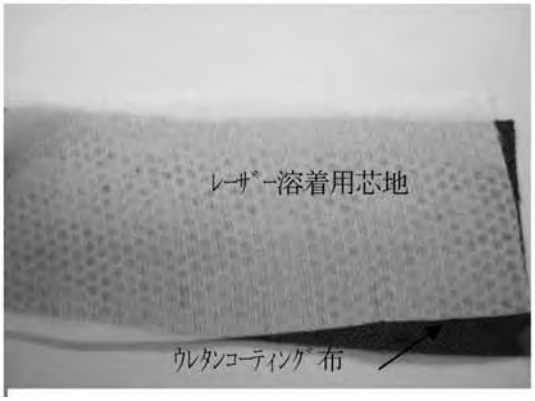


図6　ウレタンコーティング布との接合

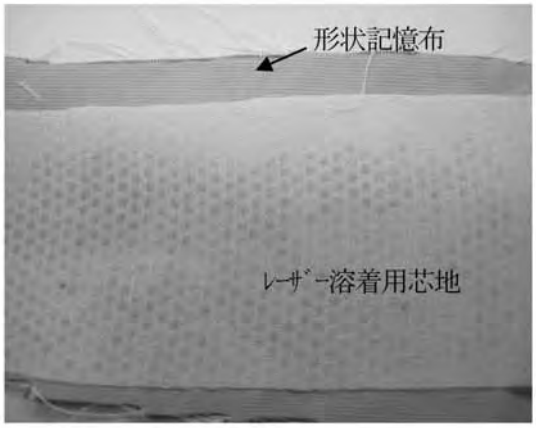


図7　形状記憶布との接合

【ノート】

金属棒を使った波源探査法（第２報）

光電子科　電子スタッフ　　山田浩文*　長谷川茂*

Emission Source Finding Method Using a Metal Rod (2nd Report)

Hirofumi Yamada and Shigeru Hasegawa

１．はじめに

電子機器を搭載した多くの製品は、機器から発生する電磁波の強度を測定する妨害波測定[1)]をはじめとする各種のEMC（電磁環境適合性）試験を実施し、これらの試験に合格しなければならない。

製品から出る電磁波が規制値を超える場合、これを抑える対策をしなければならない。これには「製品のどの部分から妨害波が漏れているのか」といった情報が必要である。国際規格で定められている妨害波測定は、妨害波の強度を測定するが、その波源位置を明らかにできない。

そこで我々は、EUT(被試験装置)の周辺を金属棒でスキャンし、このときに生じる電磁界の乱れから、妨害波の波源位置を推定する方法について検討している。この方法を用いれば、妨害波測定を行う現場で、安価な 波源探査が可能という特徴がある。

本報告では、波源位置をより正確に特定することができる「反転法」について報告する。

２．方法

前報[2)]ですでに説明したとおり、金属棒は、その長さと妨害波の波長との関係により、反射器や導波器としてふるまう。このため、ある特定の長さの金属棒を妨害波源周辺について空間的にスキャンすると、妨害波源の近傍において電界強度が大きく変化する。妨害波源の特定には、この原理を利用する。

また、前報[2)]の結果より、周波数や金属棒の太さ等の影響により、波源位置と電界強度が大きく変化する位置との位置関係が変わることが明らかになった。このことは、電界強度が大きく変化する位置が特定できても、他の影響を考慮しなければ、正確な妨害波源の特定が難しいことを示している。我々は、この問題を解決する手法として、「反転法」を考案した。

反転法とは、測定後、供試装置の配置を180度回転させて再び測定することにより、波源位置と電界強度が大きく変化する位置とのズレを打ち消す手法である。回転前の電界強度が大きく変化する位置をp_1とし、供試装置を原点を中心に180°回転させたとき、電界強度が大きく変化する位置がp_2に異動したとすると、回転前の波源の位置X_Eは、$X_E=(p_1-p_2)/2$と推定することができる（図１）。

今回は、反転法を用いた場合について、シミュレーションと実測を行い、その有効性を確認した。

シミュレーションとその計算条件は、波源となるダイポールの位置を替えた以外は、前報と同様である。波源を原点（回転中心）より＋５cm（回転前）と－５cm（回転後）の位置に置くことにより、反転法を行った場合を模擬した。計算エンジンとしてMININEC[3)]を使用し、エレメントをダイポールアンテナ周辺で移動させたとき、－３mの位置の電界強度を求めた。計算条件は、妨害波の測定を行う電波半無響室と同じ環境となるよう、壁・天井で無反射、床面で完全反射、ノイズ源の床からの高さは80cmとし、この条件で、エレメントをノイズ源から

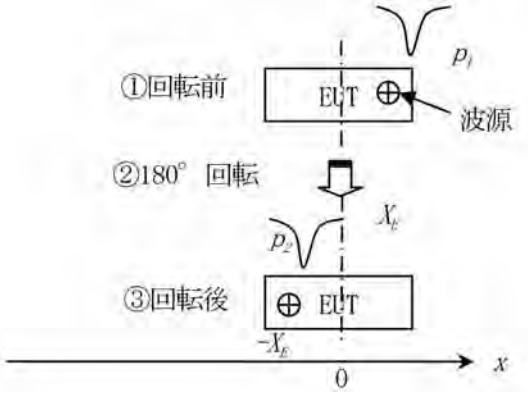


図１　反転法

*）現　電子科

20cm上方で前後方向に移動させた場合の電界強度を求めた。

シミュレーションの有効性を確認するため、電波半無響室に同様の条件でダイポールアンテナとエレメントを配置し、エレメントを移動したときの電界強度の変化を電磁波測定装置により実測した。

250MHz、500MHz、1,000MHzのそれぞれの周波数について、前報と同様の導波器を用いた場合についてシミュレーションと実測を行った。

3．結果

図2にシミュレーションと実測した結果の代表例を示す。前報でも報告したとおり、エレメントとして導波器を用いると波源位置付近で電界強度が最小となる。反転法を用いることにより波源位置が移動すると、それに伴い、電界強度が最小となる位置も移動することがわかる。この移動量が波源位置の移動量と等しければ等しいほど、実際の波源位置と反転法で推定される波源の位置はより近くなる。

シミュレーションと実測の結果をまとめたものを表1と表2に示す。電界強度が最小となる位置p_1は、周波数が250MHzから1,000MHzに変化すると、15.3cmから6.0cmの位置へと約9cm変化した。反転法を用いない場合を考えると、電界強度が最小となる位置が周波数などの条件によってどのように変化するかを把握しなければ、正確な波源の推定ができないことがわかる。反転法を用いたとき、実際の波源の位置と推定される波源位置の差は、シミュレーションでは0.1cm以下、実測で1cm程度となった。

4．まとめ

測定後、供試装置の配置を180度回転させて再び測定する反転法を提案した。本手法により正確な波源位置の推定ができることが明らかになった。

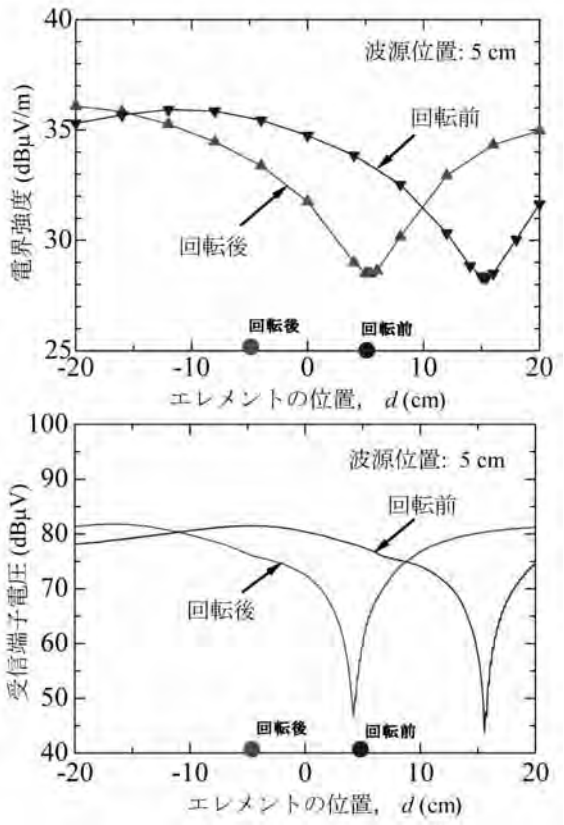


図2　シミュレーション結果（上）と実測結果（下）
導波器、250MHz

表1　シミュレーション結果

周波数 (MHz)	電界強度が最小となる位置		推定波源位置 X_E (cm)	実際の波源位置との差 (cm)
	回転前 p_1 (cm)	回転後 p_2 (cm)		
250	15.3	5.3	5.0	0.0
500	8.9	−1.1	5.0	0.0
1,000	6.0	−4.0	5.0	0.0

表2　実測結果

周波数 (MHz)	電界強度が最小となる位置		推定波源位置 X_E (cm)	実際の波源位置との差 (cm)
	回転前 p_1 (cm)	回転後 p_2 (cm)		
250	15.6	4.3	5.7	0.7
500	5.2	-4.8	5.0	0.0
1,000	6.3	-5.5	5.9	0.9

参考文献

1）山田，池上，佐野：EMC入門講座，㈱電波新聞社，(2008)．等
2）田中，吹原，長谷川：金属棒を使った波源探査法（第1報），静岡県工業技術研究所研究報告，2，152-157（2009）．
3）Rockway J.W., Logan J.C., Daniel W.S.T. and Li S.T.: “The MININEC system: Microcomputer Analysis of Wire Antennas”, Artech House (1988).

【ノート】

シカ捕獲囲い込みワナのための自動閉鎖ゲートの製作

光電子科　電子スタッフ　　長谷川茂*

Construction of Automatic Closing Gate for Corral Trap to Capture Cervus nippon

Shigeru Hasegawa

１．はじめに

静岡県内、特に伊豆、富士地域でシカの生息数が急増しており、その食害で森林の荒廃が拡大、深刻化している。県農林技術研究所森林・林業研究センターでは、シカの生息実態について調査し、森林を守るため高密度になりすぎたシカを減らす対策を検討している。その中で、これまでの猟銃による捕獲以外の新しい手法の一つとして、天城牧場を利用した囲い込みワナによる捕獲について研究している。このワナの出入口の仕組みに関して当センターに技術相談があり、「自動閉鎖ゲート」の製作について協力することになった。

本報告では、製作した自動閉鎖ゲートの概要について述べる。

２．方法

製作したゲートの概略図を図１に示す。左側はゲートの構造部分、右側はゲートを閉鎖する自動トリガ回路部である。

２.１　ゲート構造部

ゲート構造は、今回2種類製作した。その概略を図２、３に示した。使用する材料をできるだけ安価、

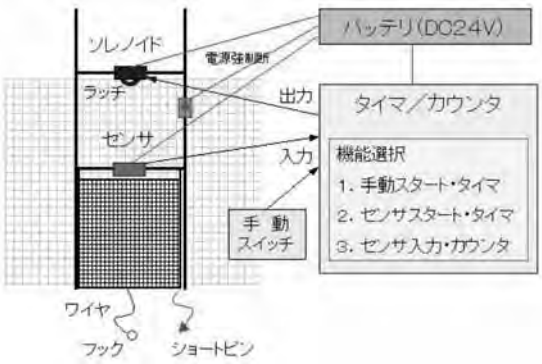


図１　自動閉鎖ゲートの概略図

図２　上開き戸式ゲート

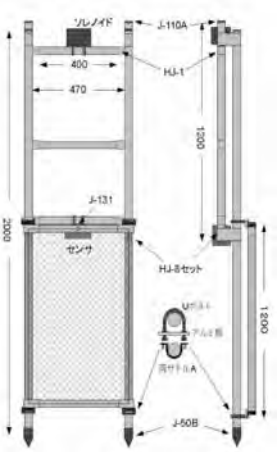


図３　落し戸式ゲート

容易に調達することを考慮して、構造資材にはホームセンター等で市販されているイレクターパイプ（矢崎化工㈱）およびそのジョイント部品を用いている。強度は、所望の寸法における梁強度が約100 kg（静荷重）と見積もられ、強い衝撃がなければ充分と考えた。

図２は上開き戸式で、センサが付いているパイプの２ケ所に設けたヒンジを中心に開閉する。網を張った上開き戸を持ち上げ、上になったパイプからワイヤを伸ばし、リング状の先端フックをソレノイド部分に設けた「かんぬき（ラッチ）」に固定する。かんぬきの移動金具をソレノイドのプランジャで引っぱり、フックを外す機構としている。

図３は網部分のゲートが支柱パイプに沿って上下方向に動く、いわゆる落し戸式のものである。ガイドに４本のUボルトを用いている。ゲートを落とす機構は図２と同様である。

２．自動トリガ回路部

自動的にゲートを閉鎖するためのトリガ回路を図４に示す。今回はタイマ機能とカウンタ機能を一つ

*）現　電子科

の装置で実現し、DC動作する要求からオムロン㈱製の電子カウンタ／タイマH8GNを用いた。また、ソレノイドは信明電機㈱SS-120-401BのDC24Vタイプ、センサはパルニックス・ジャパン㈱人感センサMS-100である。

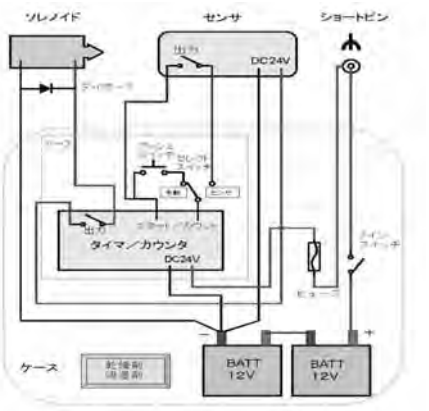


図４　自動トリガ回路部

タイマ機能では、手動スイッチまたはセンサ検知をスタート信号として、設定時間後に出力パルスを出し、それを受けてソレノイドが起動する。また、カウンタ機能ではセンサの検知信号を入力し、それが設定カウント数に達すると出力パルスが出るようになっている。

なお、電源線の途中にショートピンを挿入し、ゲートが落ちる時にピンを抜き、その後の電圧供給を無くし、バッテリ消耗を少なくするよう工夫した。

２．３　センサの改良

今回使用した人感センサは焦電型で、熱変化を検知するため空気の温度変化等でも動作してしまうことがある。また、シカの出入り両方をカウントすることになる。そこで、誤動作が少なく、一方向だけ検知するためのセンサを試作した。その回路を図５に示す。シャープ㈱の測距モジュール２個およびPICマイコンを用いて実現した。モジュールからの約50cm以内の距離を通過する物体を検出し、PICマイコンのプログラムによりモジュールA→B方向のみを判定してパルス信号を出力するものである。

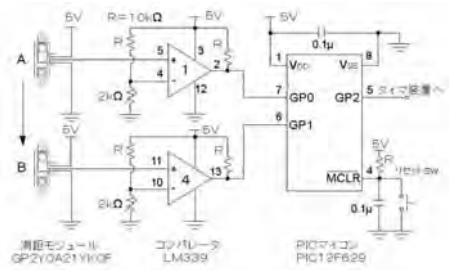


図５　改良型センサ回路

３．結果

図６は、製作した自動閉鎖ゲートを実際にシカ捕獲のため天城牧場に設置したときのものである。捕獲実験を１月に１回、３月２回に亘って実施した。今回はタイマ機能だけを利用したが、どの実験の場合でも自動閉鎖ゲートは設定時間に正常に動作した。

捕獲後に本ゲート近くに人を配置したのでシカが近づくことがなかったこともあり、製作したゲートがシカに壊されることはなかった。なお、ゲート閉鎖時から捕獲実施までに数時間あったが、その間におけるシカのゲートへの接近、関心の度合いは不明であった。今後、ビデオ撮影等で調査をする必要があると考える。

４．まとめ

ホームセンター等で入手可能な構造材を用いて、シカ捕獲のための自動閉鎖ゲートを製作し、トリガ動作にタイマ／カウンタ装置、ソレノイド、センサなどによる回路を用いた。今回の捕獲実験では手動スタート・タイマ動作を実施し、設定時間に自動的に閉じ、シカを囲い込みワナに閉じこめることができた。本ゲート構成が、シカ捕獲ワナへの有望な方式であることを示した。

今後は、センサによるタイマおよびカウンタ動作、また改良したセンサ回路の利用なども進めていく予定である。また、無線リモコンなどによる遠隔操作も検討する。

図６　捕獲実験時の自動閉鎖ゲート設置例

【ノート】

高速回転主軸の回転精度測定

機械材料科　機械スタッフ　　大澤洋文*　北川剛弘*　柳原　亘*

Measurement Method for Rotational Motion Error of Air Spindle

Hirofumi Osawa, Takahiro Kitagawa and Wataru Yanagihara

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。

今回、工作機械の高精度化を目的として、高速回転時（10,000rpm）の回転精度測定を実施したので報告する。

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（東芝機械株式会社製）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・イー株式会社製）で測定した。

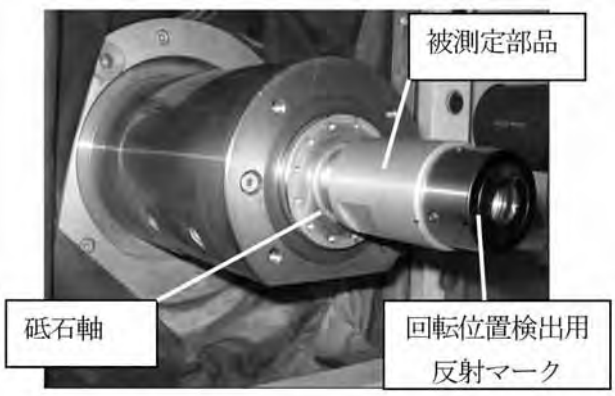


図１　測定対象

２．２　回転精度

測定される変位は、回転に同期した繰返し波形（Repeatable Runout：RRO）と、高速回転時の気流や軸受隙間の気体の流れの非定常成分及びモータから発生する振動等が要因と考えられる非繰り返し波形（Non Repeatable Runout：NRRO）の合成となる[2)]。

本研究では、微細加工時の加工面品位に影響を与えるNRROにより、回転精度の評価を行った。

２．３　測定方法

測定は、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２回行った。

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、株式会社キーエンス製）を用いた（図２）。ファイバセンサの応答速度は250μsである。

測定は、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。

*）現　機械科

また、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た。

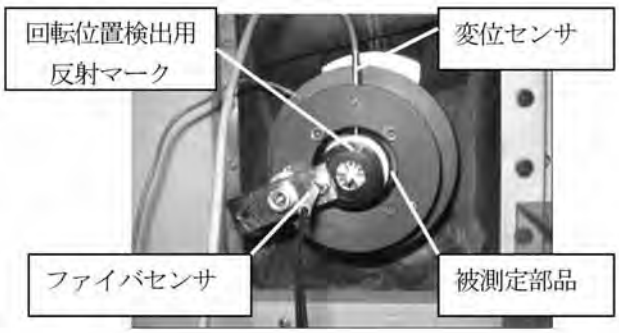


図２　測定装置

３．結果

データ取得開始後の１周目は、値が安定しなかったため、２周目から10周目までの９周分の同一角度での変位量を比較し、その最大差をNRROとした。

結果を図３に示す。

また、変位量を極座標表示した結果を図4に示す。

（μm）

	一回目	二回目
500rpm	0.236	0.148
1,000rpm	0.193	0.221
2,000rpm	0.266	0.221
4,000rpm	0.251	0.221
6,000rpm	0.384	0.280
8,000rpm	0.471	0.325
10,000rpm	0.516	0.280

図３　NRRO測定結果

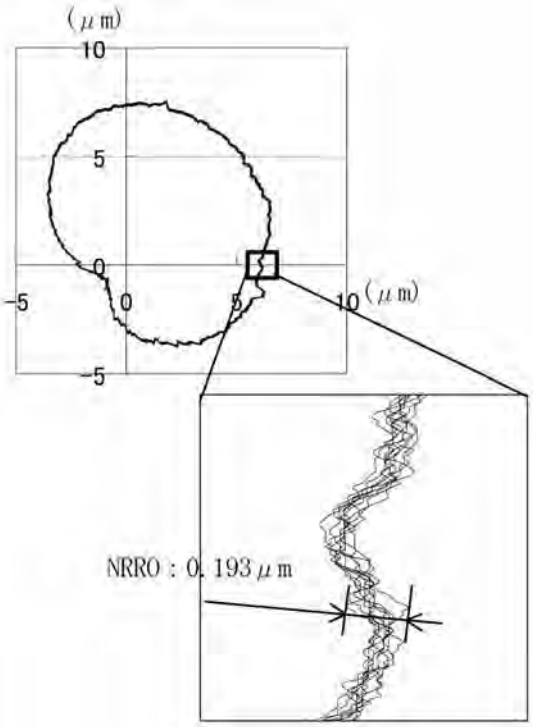


図４　変位量（1,000rpm）

４．まとめ

10,000rpmまでの高速回転における、主軸回転精度を測定することができた。

しかし今回の測定では、データ取込間隔を18.7μsとしたため周回ごとにデータ取込の端数が発生し、厳密には同一角度でのデータ取込ができず図５に示すような比較位置の角度誤差が発生してしまった。そして角度誤差は、回転数を上げるほど一周当たりの測定点数が少なくなるため、大きくなることがわかった。数万から数十万rpmの主軸を高精度に評価するためには、データ取込間隔をより短くする必要がある。

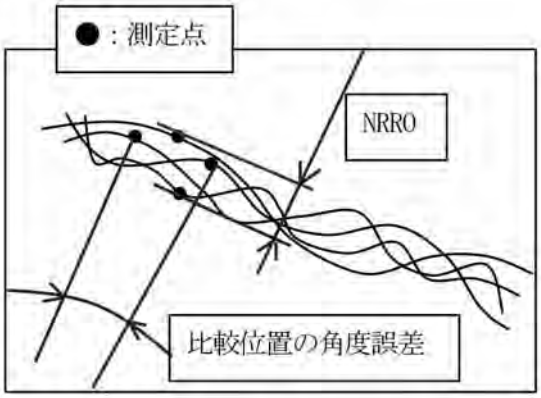


図５　NRRO評価モデル

謝辞

本研究を進めるにあたり、貴重な助言を頂いた、東京理科大学、吉本成香教授に深く感謝致します。

参考文献

１）日本規格協会：JIS B6191, (1999), 38-43.
２）藤川芳夫、浅原章信：静圧気体軸受の技術動向, NTN TECHNICAL REVIEW, 69 (2001), 13-20.

【ノート】

材料解析のためのアドバンストキャラクタリゼーションに関する研究（第５報）

― 金属材料の破断面に及ぼす破断速度の影響 ―

機械材料科　材料スタッフ　植松俊明*　菊池圭祐*　吉岡正行*　伊藤芳典*

Study on Advanced Characterization for Analysis of Industrial Materials (5th Report)

― Effect of Breaking Speed on Fracture Surface of Metallic Materials ―

Toshiaki Uematsu, Keisuke Kikuchi, Masayuki Yoshioka and Yoshinori Itoh

１．緒言

機械部品や構造物には鉄鋼材料や非鉄金属材料など様々な材質が使用されている。また、近年、輸送機器分野では環境問題の観点から部品の軽量化が図られ、チタンやマグネシウム、アルミニウムなどの軽量材料の使用は益々増加すると予想される。

一方、部品が破損したときの原因調査に用いられる破断面解析では、鉄鋼材料に対する破断面の基礎データは容易に入手することができるが、非鉄金属材料は十分とは言えない。

そこで、主に非鉄金属材料の破断面の基礎データを収集することを目的として、引張試験及び衝撃試験を行い、破断速度による破断面への影響を調査した。

２．実験方法

試験には、純チタン、ジュラルミン（アルミニウム合金）、黄銅、SUS430の４種類を用いた。引張試験片、衝撃試験片ともに板状試験片とし、形状は図１に示す。板厚はすべて１mmとした。

引張試験には精密万能材料試験機を用い、試験速度を１～1000mm/minとした。衝撃試験にはシャルピー衝撃試験機を用いた。各試験は室温で行った。

評価は引張強さ、破断伸び、走査電子顕微鏡による破断面観察で行った。

３．結果

チタンおよび黄銅の引張試験後の試験片外観を図２に示す。その他の材質の外観については黄銅と同じであった。黄銅では、すべての試験速度で引張軸に対して破断面は斜めとなり、破壊様式の違いは見られない。しかし、チタンでは試験速度が１、10㎜/minでは２重カップ型であるのに対し、1000㎜/minではその他の材質と同じ破壊様式となっていた。

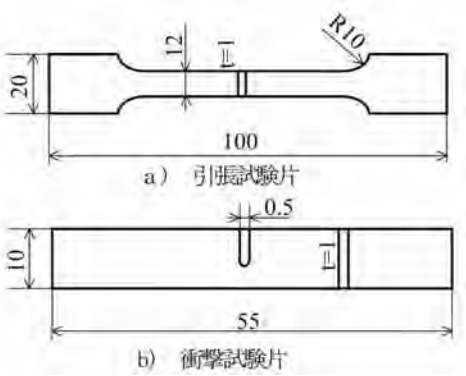


図１　試験片形状

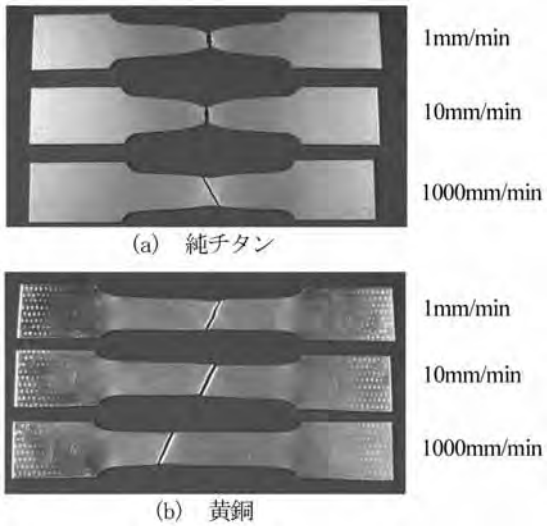


図２　引張試験後の試験片外観

*）現　材料科

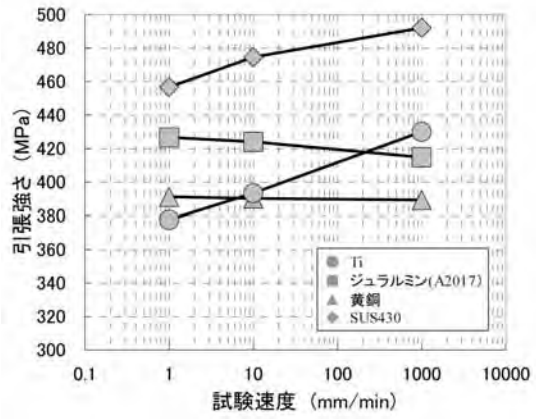


図３　引張強さに及ぼす試験速度の影響

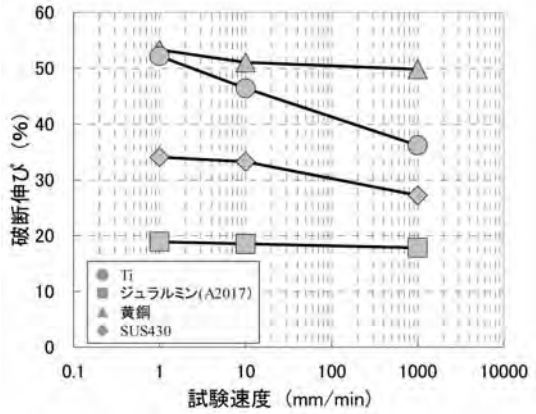


図４　破断伸びに及ぼす試験速度の影響

次に引張強さ、破断伸びの結果を図３、４に示す。引張強さはチタン、SUS430では試験速度が速くなるとともに上昇し、ジュラルミンでは僅かに低下していた。黄銅では試験速度によらずほぼ一定の値であった。

破断伸びはジュラルミンのみ速度によらずほぼ一定の値を示した。その他の材質では試験速度が速くなるとともに低下する傾向を示した。ただし、材質によって低下の度合が異なり、黄銅が数%、チタンでは20%近い低下が見られた。

ここで、試験速度による破壊様式や機械的特性への影響が見られたので、特徴的なチタン、ジュラルミン、黄銅について走査電子顕微鏡による破断面のミクロ観察を行った。結果を図5に示す。すべての材質で試験速度によらず多数のくぼみ（ディンプル）が観察される。これは延性のある金属が過負荷により、塑性変形を伴って破壊した際に見られる特徴的な破断面である。また、観察されたディンプルには試験速度が速くなるとともに径が大きくなる傾向が

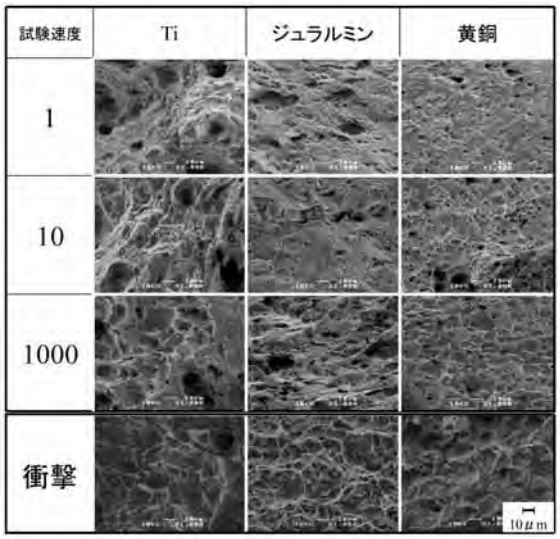


図５　破断面に及ぼす破断速度の影響

見られ、試験速度の速い衝撃試験によって得られたディンプル径は引張試験により得られたものより大きくなっていることから、破断の速度が速くなるとともにディンプル径が大きくなることがわかった。ただし、ディンプルは金属中の介在物や析出物などが核となって多数の空洞となって形成され、金属組織などの影響も受けることから、ディンプルの大きさや量から破断時の速度を推定することは困難である。

また、破断面のミクロ破面は試験片の形状、破断速度、試験温度などの条件によって大きく影響を受ける。引張試験では破断伸びが破断速度の上昇とともに低下した材質が多いが、今回の試験条件（１～1000㎜/min）では延性破壊を示すミクロ破面（ディンプル）のみが観察され、脆性破壊を示すミクロ破面は見られなかった。

４．まとめ

金属材料の破断速度による破断面および機械的特性への影響を調べた結果、以下のことが得られた。

(1)　破断速度による機械的特性への影響は材質によって異なる。

(2)　ミクロ破面では破断速度の上昇よってディンプル径は大きくなる。ただし、今回の結果から破断速度とディンプル径の定量的な関係を導き出すことはできない。

【ノート】

材料解析のためのアドバンストキャラクタリゼーションに関する研究（第６報）

― 鉄鋼材料の錆除去方法の検討 ―

機械材料科　材料スタッフ　　菊池圭祐*　植松俊明*　吉岡正行*　伊藤芳典*

Study on Advanced Characterization for Analysis of Industrial Materials (6th Report)

― Methods of Rust Removal on Steel for Fractography ―

Keisuke Kikuchi, Toshiaki Uematsu, Masayuki Yoshioka and Yoshinori Itoh

１．緒言

機械部品や構造物は、長期間使用しても破損しないように設計されているが、使用環境、条件によっては破損することがある。このような場合、破損原因を解明し、再発防止の対策を採る必要がある。

当センターにも破損原因調査のため、破損品が多く持ち込まれている。破損品の材質は鉄鋼材料が多く、全体の７割を占めている。金属材料における破損原因の大半は疲労破壊であり、破損までに長期間を経ている案件では、破断面が錆に覆われていることが多い。そのような場合、破断面から破損原因につながる情報を得ることが困難となる。

そこで、錆生成前に近い表面状態が得られる錆除去方法について検討を行った結果を報告する。

２．実験方法

２．１　試験片および調整

試験片は、SS400を用い、φ8×10mmの円柱形状とした。観察面は研磨紙（＃320）で研磨した。錆の生成には塩水噴霧試験機を用い、表１に示す条件で処理した。塩水噴霧試験後の試験片表面は茶褐色の錆で覆われた状態となった。

２.２　錆除去方法

錆の除去方法は、錆を粘着材などによって引き剥がす機械的除去法と、塩酸や硫酸によって錆を溶解する化学的除去法を用いた（表２）。ただし、図１に示すように、塩酸や硫酸のみでは錆のない表面も溶解し、結晶粒界が出現してしまうため、防食剤として使用されているインヒビタを酸の水溶液中に添加した。インヒビタには市販品のA、Bとセンターで調合したCの３種類を用いた。試験片は各種水溶液に浸漬し、超音波中で錆除去を行った。試験条件は予備試験を行い、試験片表面に結晶粒界が現れない条件を選択した。予備試験では水溶液温度を40±

表１　塩水噴霧試験条件

塩濃度(g/L)	pH	温度(℃)	処理時間(h)
50±5	6.5～7.2	35±2	1

表２　錆除去方法

(a)機械的除去法

名称	詳細
セロハンテープ	錆が生成した面に指で押し付け、剥がす テープに付着物がなくなるまで繰り返した後、アセトン洗浄
木工用ボンド	錆生成面に塗り、常温で乾燥し、一気に剥がした後、アセトン洗浄
アセチル セルロース	アセチルセルロースをアセトンで膨潤したものを錆生成面に塗る 常温で乾燥し、一気に剥がした後、アセトン洗浄

(b)化学的除去法

名称	酸	インヒビタ添加量	超音波洗浄時間(s)	温度(℃)
A	30%塩酸	2滴	60	40±1
B	10%硫酸	2滴	90	
C	10%硫酸	10滴	60	

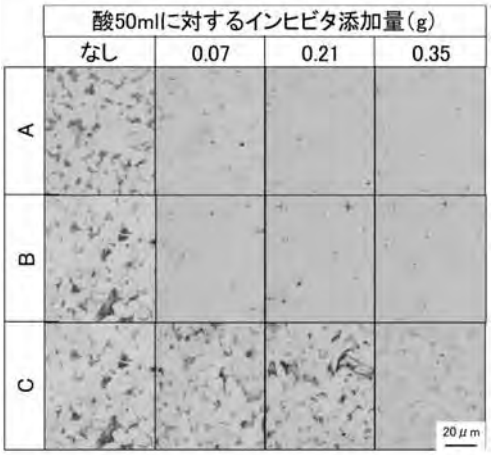


図１　予備試験結果

*）現　材料科

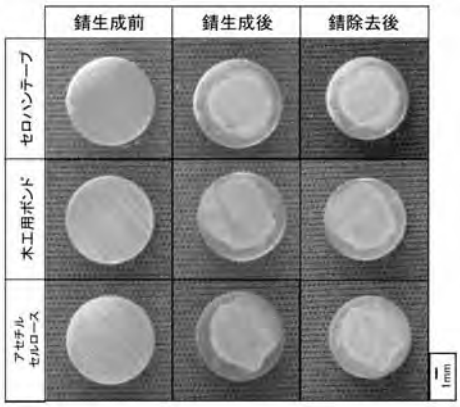


図２　マクロ観察結果（機械的除去法）

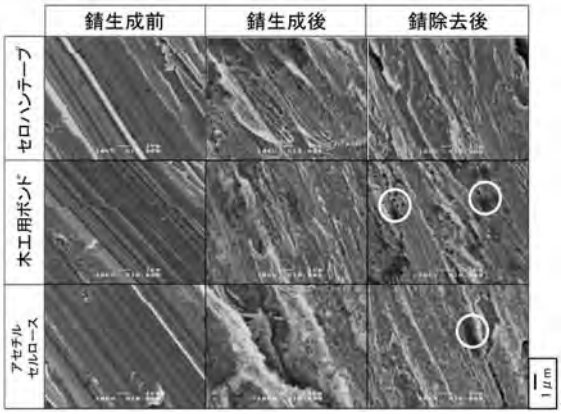


図３　ミクロ観察結果（機械的除去法）

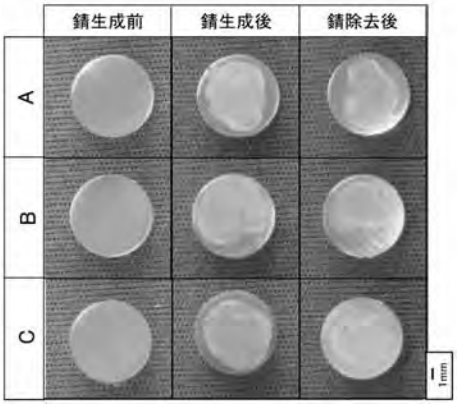


図４　マクロ観察結果（化学的除去法）

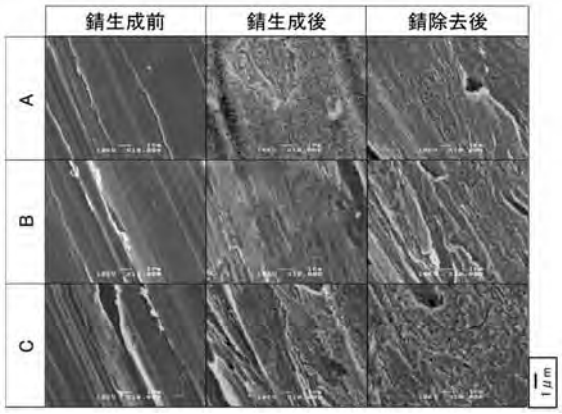


図５　ミクロ観察結果（化学的除去法）

１℃一定とし、インヒビタの添加量を変化させたときの表面を確認した（図１）。いずれのインヒビタもその添加量が増えるに従い、金属表面を保護する作用が強くなっており、インヒビタA、Bにおいては少量の添加で保護効果が現われた。

錆の除去状態は、錆生成前、錆生成後、錆除去後の試験片をデジタルカメラによるマクロ観察と走査電子顕微鏡によるミクロ観察により確認した。

３．結果

図２、３に機械的除去法の観察結果を示す。マクロ観察では、いずれの方法も僅かに錆の減少が見られたが、ミクロ観察では、錆除去後の表面にも錆が残っていた。よって、機械的除去方法では、付着力の弱い錆は除去できるが、付着力の強い錆は簡単に除去することができないことがわかった。

また、木工用ボンド、アセチルセルロースでは、試験片のように平滑な面であってもボンドや樹脂が残留していることから（図の○）、凹凸の大きな破断面では粘着剤によって覆われる箇所が増え、有用な情報が得られないことが懸念される。

図４、５に化学的除去法の観察結果を示す。マクロ観察では、すべての方法で機械的除去法よりも錆が減少していた。また、ミクロ観察からもすべての方法でほとんどの錆が除去できていた。しかし、インヒビタCでは表面の荒れが顕著に見られることから、錆除去は十分であるが、防食効果は不十分であることがわかった。ただし、予備試験で確認したとおり、すべての方法で観察面には結晶粒界は見られず、さらにインヒビタA、Bにおいては、錆生成前とほぼ同様の観察面が得られた。

４．結言

鉄鋼材料の錆除去方法について検討した結果、インヒビタを用いた化学的除去法によって錆を除去し、錆生成前に近い表面状態が得られることがわかった。

今後、処理時間、酸とインヒビタの比率および温度などの条件を検討することで、より良い観察面を得ることが期待できる。

【ノート】

材料解析のためのアドバンストキャラクタリゼーションに関する研究（第７報）

― コンジョイント分析による腐食要因の影響度 ―

機械材料科　材料スタッフ　　吉岡正行*　植松俊明*　菊池圭祐*

Study on Advanced Characterization for Analysis of Industrial Materials (7th Report)

― Influence Level of Corrosion Factor by Conjoint Analisys Method ―

Masayuki Yoshioka,Toshiaki Uematsu and Keisuke Kikuchi

１．はじめに

近年の試験分析機器の性能や利便性、ソフトウェア機能の向上により「これまではできなかった分析ができるようになったケース」や「分析によって得られる情報」が飛躍的に増えた一方で、不良・不具合解析において、事象品をどんなに分析しても原因がわからないというケースも多い。

そこで当スタッフでは近年、不良・不具合を推測し、仮定を基に再現した材料のデータを解析して、不良・不具合原因調査に生かすことを推奨・提案している。

例として、オートバイ・自動車等の輸送用機器のスイッチ部品内の接点・端子に生じた腐食に起因する導通不良・動作不良を想定し、コンジョイント(要因)分析に基づく電解促進腐食実験を行い、接点部品の腐食に関与する因子の影響度を調べた事例を紹介する。

２．実験方法

２．１　因子と水準

以下に示す４因子（各３水準）を設定し、直交表L9に割付けた。

Ａ：陽極端子板 材質

①Cu-Zn、②Cu、③Al

Ｂ：陰極端子板 材質

①Znめっき鋼鈑、②陽極と同一材質、③SUS304

Ｃ：抵抗

①10.2Ω、②40Ω、②100Ω

Ｄ：滴下液　NaCl濃度

①雨水想定（６mg/L）、②中間、③海水想定(30g/L)

図１　電解腐食促進実験における接触反応部分の拡大図

２．２　実験条件

直流12Vの電源に、抵抗と接触反応部分を介した擬似的な回路を組み、図１のように接触反応部分では陽極板・陰極板の両方にかかるよう、直径約５mmの半球状に塩水を滴下した。その後、直流12Vの電圧を印加した状態で10分間保持し、電解促進腐食実験を行なった。

２．３　評価

外観評価で腐食生成物の発生が最も顕著だった組み合わせのものを5点、最も発生が少なかったものを1点として、望大特性評価を行なった。

生成物の分析には、フーリエ変換赤外分光光度計（日本分光㈱ FT/IR-4200＆IRT-3000）を用いた。

*）現　材料科

3．結果と考察

図２に、各因子が腐食の程度に与える影響度合いを表す「影響度グラフ」を示す。このグラフは上方に位置する水準値ほど“腐食の促進に影響を与えている”ということを表している。

因子Ａは陽極板の材種で、真ちゅう（Ａ－１）、Cu（Ａ－２）、Al（Ａ－３）の順で腐食生成物が発生しやすいという妥当な結果が得られた。

CuとAlの関係として、イオン化傾向はAlの方がCuよりも大きいが、Alは最表面に極薄で緻密な不導態膜が存在し、未処理でも若干の耐食性を有することが広く知られており、その効果と考えられる。

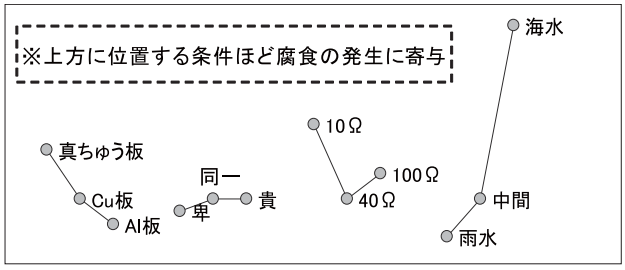


図２　影響度グラフ

因子Ｂは陽極に対する陰極板の材種で、陽極材のどれよりもイオン化傾向が大きいZnめっき鋼鈑（Ｂ－１）、陽極と同一材質（Ｂ－２）、そしてイオン化傾向が小さいステンレス板（Ｂ－３）を設定したが、水準間の差および影響度は小さいという結果になった。

因子Ｃ（回路の抵抗値）であるが、10.2Ω（Ｃ－１）、40Ω（Ｃ－２）、100Ω（Ｃ－３）と大きくなるのに対しグラフがＶ字になり、“ばらつき”が示唆されるが、その中でもＣ－１の影響度の高さは顕著であると言え、それは因子Ｄの滴下塩水の濃度の影響度と比較した場合、海水想定濃度（Ｄ－３）には及ばなくとも、雨水を想定した塩分濃度（Ｄ－１）、中間（Ｄ－２）よりもはるかに腐食に対する影響度を有することが推測される。言い換えれば、Ａ（アンペア）オーダーの電流が流れるスイッチ部品内では、有意な濃度の電解質を含まないわずかな水分・湿気の浸入でも腐食生成物が生成し、導通不良・不具合につながることが示唆される。

二輪・四輪の駆動系のスイッチ部品に流れる電流値は１～５Ａもしくはそれ以上とも言われており、Ｃ－１よりもさらに小さい抵抗も設定する必要があったが、反応部や抵抗が過剰に発熱したため、10Ω未満の抵抗は取り付けることができなかった。

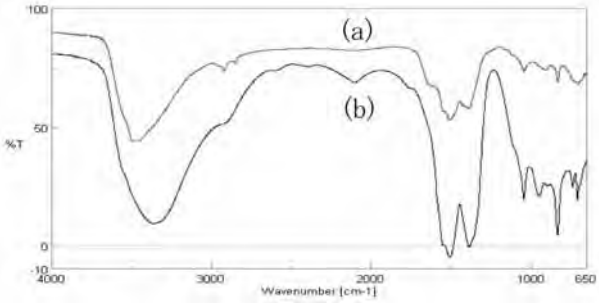


図３　真ちゅう板（陽極）白色生成物の赤外吸収スペクトル

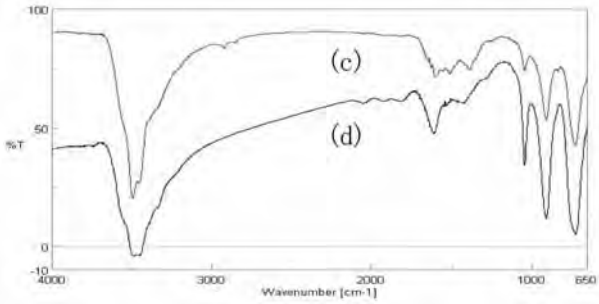


図４　真ちゅう板（陰極）白色生成物の赤外吸収スペクトル

本実験で真ちゅう板上に生成した白色物をIR分析した例を図３及び図４に示す。

図３の(a)は真ちゅう「陽極」板上に生成した白色物の赤外吸収スペクトル、(b)は試薬の塩基性炭酸亜鉛のスペクトルである。また図４の(c)は、同一実験で真ちゅう「陰極」板上に生成した白色物の赤外吸収スペクトル、(d)は試薬の塩基性塩化亜鉛のスペクトルである。それぞれのピークはよく一致しており、陽極では塩基性炭酸亜鉛が、そして陰極では塩基性塩化亜鉛が主成分であることがわかった。

腐食生成物の主成分化合物が、極により異なるということは、生成メカニズムに電気化学的要素が大きく関与していることが示唆される。

4．まとめ

コンジョイント分析に基づく電解促進腐食実験を行い、接点部品の腐食に関与する因子の影響度を調べた結果、回路にＡ（アンペア）オーダーの電流が流れる系では、わずかな水分が高濃度の電解質と同等の腐食促進効果があることや、イオン化傾向の異なる異種金属の接触の影響は小さいことがわかった。

【ノート】

プラスチック材料の破損解析

― 基礎的破面データの収集 ―

機械材料科　材料スタッフ　　鈴木重好*　植松俊明**　吉岡正行**　伊藤芳典**

Analysis of Fractures of Plastics

― Accumulation of Fundamental Data of the Fracture Surfaces ―

Shigeyoshi Suzuki, Toshiaki Uematsu, Masayuki Yoshioka and Yoshinori Itoh

１．はじめに

プラスチック製品の破損原因を解析するには、破断面の観察を行うことが重要である。しかし、プラスチックはその性質上、破面に関するデータが金属ほど充実していないのが現状である。本研究は、プラスチック破損トラブルを解決するため、解析に必要となる実証的なデータを収集し、製品不良に対する技術指導をより効果的なものとすることを目的して実施した。現在、種々のプラスチックの破断面形態に関する基礎的データを収集しており、本報では、材料間の比較と、破断速度依存性について報告する。

２．実験方法

試験に供した材料は、ABS、ポリアミド６（PA6)、ポリアミド66（PA66)、ポリカーボネート（PC)、ポリエチレン（PE)、ポリプロピレン（PP)、ポリアセタール（POM）の７種とし、市販の丸棒（φ15㎜）を使用した。各プラスチック丸棒を150㎜長に切断し、中央にカッターナイフで深さ約１㎜の切れ込み（ノッチ）を入れ、23℃、湿度50％の条件下で、精密万能試験機（㈱島津製作所、AG-IS）を用い破断した。試験速度は、５、50、100、500、1000㎜/minとした。マクロ観察は、目視（ルーペ）で行い、デジタルカメラで撮影を行った。ミクロ観察には、走査型電子顕微鏡（SEM、日本電子㈱、JSM-F6300F）を用いた。

３．結果と考察

３．１　材料間の比較

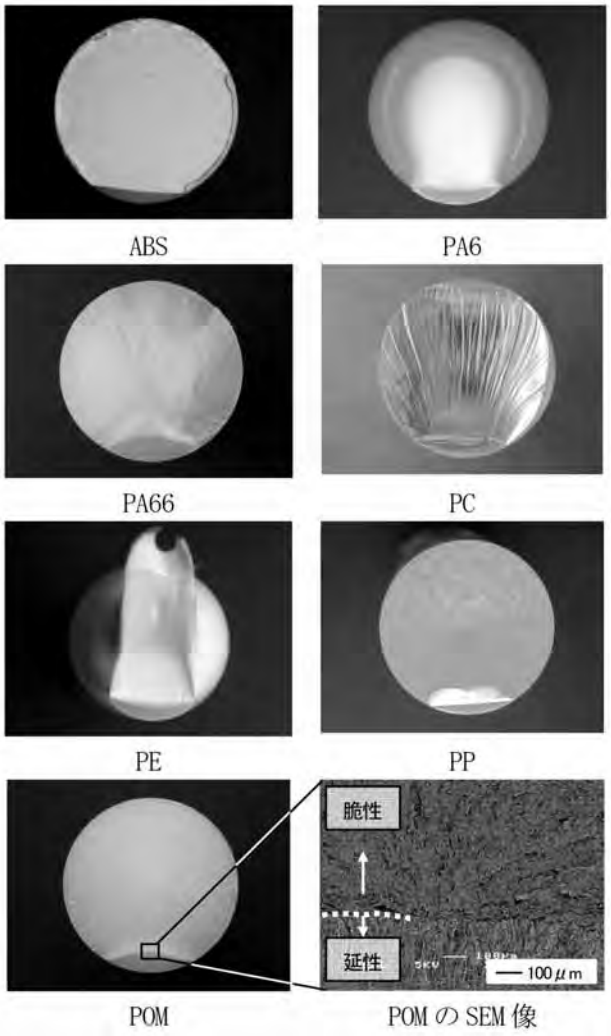


図１　各プラスチックの引張破面

*）現　繊維高分子材料科　**）現　材料科

本研究では、すべてのサンプルにノッチを入れているため、破壊の起点は必ず応力集中が起こるノッチ部にある。図１に、５㎜/minにて破壊した時の破断面写真を示す。どのプラスチックにおいても下部のノッチから破壊が起き、上方に向かって進展したことを確認することができる。このうちPOMについて、□印部分をSEMにて拡大観察した像をその右側に示す。ノッチのすぐ上では、典型的な延性破面が観察され、次に放射状に脆性的な破面をみることができる。ABS、PA66、PPについても、同様の過程で破壊が進行し、それぞれ特徴的な破面を見ることができた。また、PA6、PC、PEでは、いずれも、最後まで延性的に破壊している。これらは、応力－ひずみ曲線から得られる結果とよく一致した。

３．２　破断速度による比較

一般にプラスチック材料は、変形速度を上げると脆性的挙動を示すことが知られている。図２にPA6の特徴的な破断面を示す。５～500㎜/minまでは、延性的な破断面をしているが、1000㎜/minでは脆性的な破断面となる。SEM写真においても、ノッチ近くの破断速度が比較的低い部分では延性的な破壊が起こり、その後脆性破壊に変わっている様子が分かる。図３にPA6の応力－ひずみ曲線の試験速度による比較を示すが、1000㎜/minの場合は塑性変形領域が短く、低いひずみで瞬時に破断しており、破断面観察の結果と一致する。

また、PEのマクロ観察では、100と500㎜/minで大きな相違が確認された（図４）。SEM観察では、

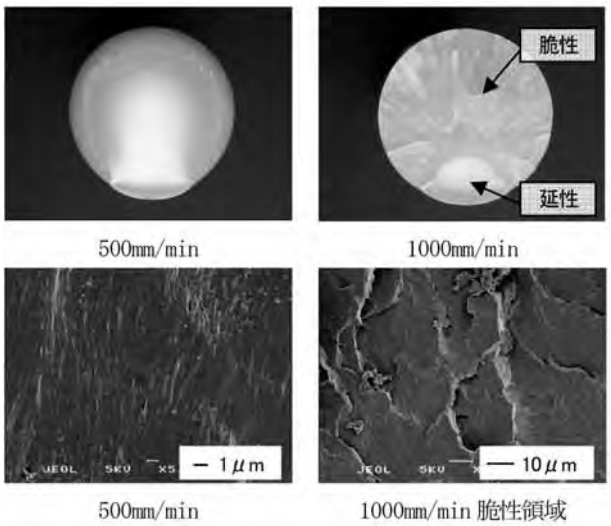


図２　PA6の破断速度依存性

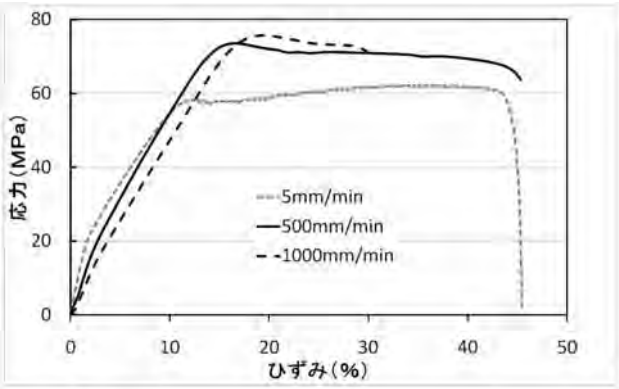


図３　PA6の応力－ひずみ曲線

どちらも延性破面の特徴が見られたことから、同じ種類の破壊でも速度により破断面が大きく変わることが分かる。図５に示すSEM写真のとおり、500㎜/minではノッチ近くの破壊は遅く進展し、その後、一気に破壊が進んだと考えられる。その他の試料については、延性領域面積の大きさ等の変化は見られるものの、PA6とPEに見られるような、大きな違いは見られなかった。

図４　PEの破断速度依存性

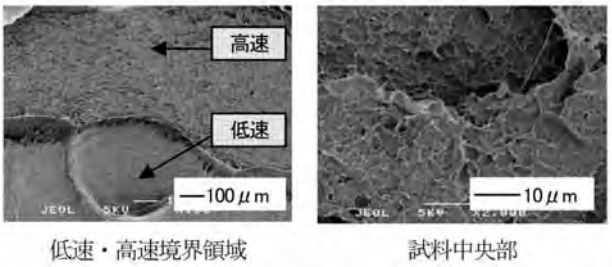


図５　PE、500mm/min試料のSEM像

４．今後の展開

実際の破損トラブルは複雑で様々な要素を加味する必要があるが、これらの破面データが参考になると思われる。今後は、ソルベントクラックに代表される環境応力割れなどについて、実証的試験を行い、参照データを増やしていく予定である。

【ノート】

微弱発光によるプラスチックの劣化評価に関する研究

機械材料科　繊維高分子材料スタッフ　　本間信行*

Research to which Degradation of Plastic is Evaluated by Using Weak Chemiluminescence

Nobuyuki Honma

１．はじめに

現在のプラスチックの発展はより有用な添加剤の開発とともに実現されてきた。そのため材料設計は添加剤の配合とその評価の集積であり、評価は製品設計を決定づける重要なプロセスとなっている。しかし、既存の評価技術から得られる情報は限定的で、物理試験、GPC、IR等、物性変化が広範に生じないと検出できない。一方でプラスチックの劣化は表面・界面においても生じやすいことや劣化の初期段階での検出技術が無いことから、高感度な化学発光を利用した評価方法が大澤[1]など多くの研究者によって進められてきた。これらの研究成果により化学発光による評価はほぼ原理的には確立されてきたが、その方法が高価な専用の装置を必要とすることや、熱溶融による破壊測定であることなどの点から普及に至っていない。

本研究ではこれら従来法の欠点を考慮し、今までとは異なる、化学反応による安価で簡便な発光評価法を検討した。

２．方法

２．１　化学発光の反応系

化学反応によるプラスチックの発光評価は中島[2]により報告されており、ポリエチレンを対象にルミノールを使用して発光に成功している。今回は複数の材料評価とプラスチック材料への最適化を目標に反応系を検討した。プラスチックの劣化は大澤の文献[3]により詳細に報告されており、多くの場合励起カルボニルを生じるプロセスとなっている。そこで外乱因子からの影響が少なく、励起カルボニルに感度のあるＸＹＺ系微弱発光[4]による方法を探った。反応試薬は既報[5]に従い調整した。即ち、過酸化酵素／アセトアルデヒド／ｐＨ７リン酸緩衝液／メタノールの混合溶液とした。

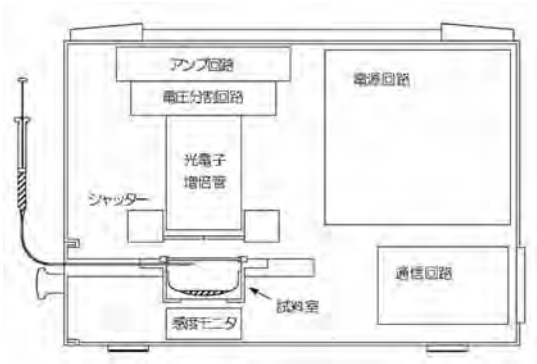


図１　微弱発光測定装置の概要図

２．２　対象材料

対象としたプラスチックは、ナイロン６で、４㎜丸棒（㈱サンプラテック製）を厚さ約0.25㎜に切り出した円盤状試料を使用した。この試料に10cmの距離から殺菌ランプ（東芝ライテック社製GL-15）を照射し、照射時間に応じて劣化標準試料を作成した。

２．３　化学発光の測定

既報[5]と同様の装置（図１）に試料をセットし、発光試薬を注入して発光強度を測定した。

３．結果

３．１　ナイロン６の化学発光

ナイロン６の試料に殺菌ランプを７日間照射し、劣化させた試料を作成して発光させ、ロングパスフィルター（ソーラボジャパン㈱製:FGK01）を使用して波長透過性を測定した。発光計測データを図２、波長解析結果を図３に示した。ナイロン６の発光は反応直後は急上昇しその後安定的に発光を継続して極大を示し、その後緩やかに低下した。発光分析の

*）現　技術支援担当

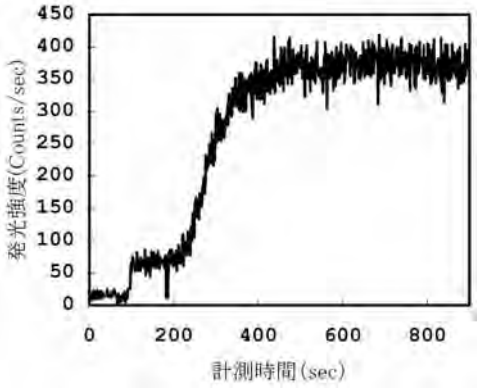


図２　ナイロン６劣化試料の発光計測データ

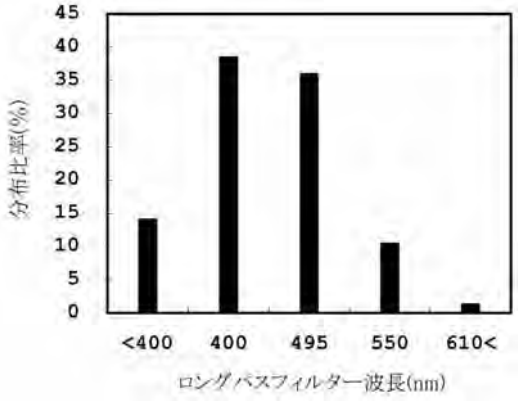


図３　ナイロン６発光波長分布

結果から400～500nm付近が主な発光波長であることが分かり、この領域は励起カルボニルによる発光波長[1)]と一致する。従って反応がプラスチックの劣化検出として概ね機能していると考えられる。

３．２　ナイロン６の劣化と化学発光

ナイロン６の発光と劣化の程度との関係を探るため、劣化の条件を変えた試料を作成し、その試料の発光を測定して極大発光と殺菌ランプの照射時間との関係を調べた。結果を図４に示した。この条件では150時間前後まで劣化処理時間と発光が比例的に増加し、それ以降は頭打ちの傾向が見られた。これは表面付近の劣化が150時間程度で完全に進んでしまうためと考えられる。一方、高分子の劣化の指標として赤外線スペクトルによるカルボニルインデックス法がある。しかし、これらナイロン６の劣化試料についてＡＴＲ法によるカルボニルインデックスの算出を試みたが、変化が非常に小さいため算出は可能であるが簡便な方法としては利用が難しかった。

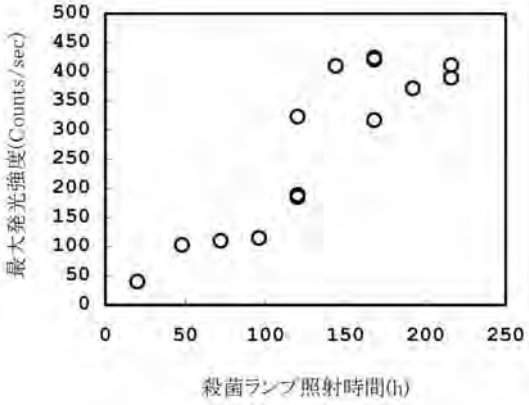


図４　ナイロン６劣化試料の発光分布

４．まとめ

ナイロン６の劣化の指標として化学発光法の検討を進めた結果、従来法よりも早期段階において劣化の検出が可能になるデータが得られた。現段階では得られるデータの精度がやや劣っているが、改善に向けて対策を進めている。また他の樹脂材料についても徐々にデータが揃ってきており、さらに劣化指標以外の用途に向けても可能性を探ってゆきたい。

謝 辞

本研究に望み、貴重な助言をいただいた石川県立大学食品科学科 吉城由美子准教授、　大阪府立産業技術総合研究所 中島陽一氏に深く感謝いたします。

参考文献

１）大澤 善次郎：「化学発光法による高分子の劣化評価」，防錆管理，33(3)，78-84（1989）
２）中島 陽一：「化学発光法による高分子の劣化評価」,大阪府立産業技術総合研究所 Technical Sheet No.98010（1998）
３）大澤 善次郎：「高分子の劣化と安定化」，56，㈱シーエムシー（1990）
４）吉城 由美子,「新規微弱発光系と活性酸素消去系への応用栄養」，56-64,栄養・食糧科学セレクション1,日本食品出版（1999）
５）本間信行他：「茶抽出物固着繊維の化学発光評価法」，浜松工業技術センター報告，11，65-70（2001）

【抄録】

フェムト秒レーザによる微細塑性加工法

レーザ誘起衝撃波を利用した微細かしめ接合方法と微細輪郭転写

浜松工業技術支援センター　　鷺坂芳弘*

Micro Metal Forming with Femtosecond Laser

Micro Joining and Micro Contour Forming Using Laser Induced Shock Waves

Yoshihiro Sagisaka

光アライアンス，Vol.20, No.5, 13-16（2009）

フェムト秒レーザーを金属に集光照射すると誘起された衝撃波でレーザーのスポット程度の小さい範囲で金属を塑性加工することができる。このような塑性加工は微細部品の加工に応用できる。そこでフェムト秒レーザーの誘起衝撃波を利用した微細な塑性加工法として「かしめ接合」と「輪郭転写」を考案し、これらの基礎的な加工特性について報告した。

かしめ接合では水中にて棒状の純アルミかしめ材端面にフェムト秒レーザーを集光照射して変形させることでかしめ接合が可能であることを示した。輪郭転写では水中にてアルミ箔に照射することで、金型上の微細なビッカース圧痕を箔に転写することに成功した。

これらの加工法は単独では他の競合する加工法に対して優位とはいえない。しかしフェムト秒レーザーでは切断や穴あけなどの既存のレーザー加工も可能なので、今後は提案された塑性加工とそれらを複合化することでフェムト秒レーザー加工機の優位さを確立していく。

*）現　工業技術研究所

【抄録】

レーザピーンフォーミングによる板曲げ

フェムト秒レーザ誘起衝撃波を利用した薄板の曲げ加工

浜松工業技術支援センター　　鷺坂芳弘*

Sheet-Metal Bending by Laser Peen Forming

Thin-Sheet-Metal Bending Using Shock Waves Induced by Femtosecond Laser

Yoshihiro Sagisaka

光アライアンス，Vol.20, No.6, 46-49（2009）

レーザーピーンフォーミングは短パルスレーザーの誘起衝撃波を利用した板材成形法で、既に航空機の外板の成形などに応用されている。フェムト秒レーザーは効率的に衝撃波を誘起できるとされているが、出力が小さいため大型部品のレーザーピーンフォーミングには不向きである。そこでフェムト秒レーザーによるレーザーピーンフォーミングを薄板の曲げ加工に適用した。

照射条件による基礎的な加工特性について調査を行った。本法では照射パルス数とパルスエネルギーが大きいほど変形量が大きく、加工中に予備曲げを与えることでさらに加工効率を向上できる。一方、雰囲気とスポット径の影響はやや複雑で、空気中ではスポット径が小さいほど加工効率が良いが、水中ではレーザー光を絞りすぎると逆に加工効率が低下した。

本法の特徴として、逐次成形であるためスプリングバックの影響が小さいという利点がある。そこでバネ材であるリン青銅薄板を様々な形状に曲げ加工した。プレス加工では成形困難な形状も成形でき、本法がバネ材の曲げ加工に有効であることを示した。さらに本法にて自由度の高い曲げ加工が可能であることを示した。

*）現　工業技術研究所

【抄録】

フェムト秒レーザによるレーザピーンフォーミング
薄板曲げ加工での照射条件と予備曲げの影響

浜松工業技術支援センター　　鷺坂芳弘*　神谷眞好　松田　稔　太田幸宏

Laser Peen Forming with Femtosecond Laser
Influences of Irradiation Conditions and Pre-bending on Thin-Sheet-Metal Bending

Yoshihiro Sagisaka, Masayoshi Kamiya, Minoru Matsuda and Yukihiro Ohta

精密工学会誌，Vol.75, No.12, 1449-1453（2009）

フェムト秒レーザーは超短パルスレーザーの一種であるが、発振装置や加工コストが高いため、金属加工分野ではあまり応用された例がない。著者らはフェムト秒レーザーの用途拡大を目的として、フェムト秒レーザーによるレーザーピーンフォーミングを薄板の曲げ加工に適用した。しかし、本法は加工特性に不明な点が多い。そこで純アルミについて雰囲気と材料の拘束条件を変化させ、基礎的な加工特性の把握を試みた。

水中と空気中での加工特性の変化を調査し、水中では集光点より光源側で曲げ効率が最大となることが分かった。水中では集光しすぎるとレーザー光と水が反応して集光点に達する前にエネルギーが消費されてしまうため、集光点付近では有効な衝撃波が起こせなくなるためである。

試験片を照射面が凹となるよう予備曲げして加工したところ、水中ではわずかではあるが凹曲げが得られた。予備曲げと雰囲気の選択によって曲げ方向を制御できることが分かった。

また、水中では空気中より低いフルエンス（単位面積あたりのパルスエネルギー）で加工できるため、照射面の損傷を抑制できる。しかし一方で、水中での加工はビームプロファイルなどのレーザー品質に対して敏感であり、再現性の点で不利であった。

*）現　工業技術研究所

【抄録】

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

浜松工業技術支援センター　　鷺坂芳弘*　神谷眞好　松田　稔　太田幸宏

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

Yoshihiro Sagisaka, Masayoshi Kamiya, Minoru Matsuda and Yukihiro Ohta

塑性と加工，Vol.50，No.584，868-872(2009)

フェムト秒レーザーは超短パルスレーザーの一種である。フェムト秒レーザーを物質に集光照射すると被照射物の表面に高圧のプラズマと衝撃波が誘起される。ある照射条件においては，衝撃波は被照射物を塑性変形させるのに十分なものとなる。レーザーピーンフォーミングはこの衝撃波による塑性変形を利用し、板材を湾曲させる板材成形法である。著者は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を金属薄板の曲げ加工に適用した。

通常、空気中で誘起されたレーザー誘起衝撃波は水中でのそれよりも非常に小さく、塑性変形には適さないとされていた。しかし、フェムト秒レーザーによって誘起された衝撃波は空気中であっても金属薄板を曲げるのに十分であった。

加工中に板材に弾性的な予備曲げを負荷することで曲げ角が大きくなり、曲げ効率を向上できることが確認された。曲げ効率へのレーザーの照射条件の影響を調査し，スポット径を大きくしフルエンス（単位面積あたりのパルスエネルギー）を高くすることで曲げ効率が向上することが分かった。

また、照射経路の影響を調査し、本法での曲げ角は概ね照射パルス数によって変化しており、照射経路はほとんど曲げ効率に影響しないことが確認された。

*）現　工業技術研究所

【抄録】

プラスチック眼鏡レンズのレーザー染色

浜松工業技術支援センター　植田浩安
株式会社ニデック　犬塚　稔
大阪大学レーザーエネルギー学研究センター　徳村啓雨　實野孝久

Tinting of Plastic Eyeglass Lens using Laser

Hiroyasu Ueta, Minoru Inuzuka, Keiu Tokumura, and Takahisa Jitsuno

繊維学会誌，Vol. 65，No. 10，282（2009）

プラスチックレンズ等の透明樹脂を染色する方法として、レンズを染色液の中に浸漬して染色する方法（浸染）がよく知られている。この方法は簡便で色の適応範囲が広いことから広く用いられているが、作業環境が悪いこと、高屈折率レンズおよびポリカーボネート系樹脂レンズには染色することが困難であるという問題点があった。

筆者らはこれまで、紫色半導体レーザー（VLD）を利用したプラスチック材料へのカラーレーザーマーキング及びカラー微細マーキング技術の研究開発を行い、基材との親和性により染色可能な分散染料を用いて、基材表面の溶融を可能な限り抑えながらPET樹脂表面に微細な文字をカラーマーキングすることを可能にした。そこで、上記の課題を解決するために、レーザーを用いた染色法に着目し、レーザーをレンズの表面に短時間照射する方法で局所的に加熱して染色する手法を検討した。その結果、ポリカーボネート製レンズとポリウレタン系高屈折レンズでレーザー染色が可能であることが確認できた。

【抄録】

Fe，Cr添加によるTi-6Al-4V合金MIM焼結体の高強度化

浜松工業技術支援センター　伊藤芳典　植松俊明　佐藤憲治*
九州大学大学院工学研究院　三浦秀士
東北大学金属材料研究所　新家光雄

Effect of Fe or Cr Addition on the Strengthening Ti-6Al-4V Alloy by Metal Injection Molding

Yoshinori Itoh, Toshiaki Uematsu, Kenji Sato, Hideshi Miura and Mitsuo Niinomi

粉体および粉末冶金，Vol.56, No.5, pp.253-258 (2009)

MIMで作製されるTi合金系焼結体のさらなる機械的特性の向上を目的とし、Ti-6Al-4V合金へMoと同じβ安定化元素で、より安価で資源としても豊富なFeおよびCrの添加を試み、それらの添加量や焼結条件を種々変化させて作製した焼結体の評価を行った結果、以下の結論を得た。

2 mass%のFeあるいは4 mass%のCrを添加することにより、10%以上の高い伸びを維持したまま、引張強度は著しく向上することがわかった。ただし、焼結温度を上げると、旧β結晶粒の粗大化の影響により、密度は向上するものの、引張強度、伸びは減少する傾向にあった。強度向上の要因については、Fe添加でα+β相の針状組織がわずかに微細化する程度であったが、Cr添加ではMoと同様に微細化が見られ、かつFeあるいはCr添加によるβ相の固溶強化による効果も示唆された。1 mass%のFeあるは2 mass%のCrを添加し、1423K×28.8ksの焼結を行うことで、それぞれ引張強度1010MPa、1040 MPa、伸び11.2%、16.1%の強靭なTi合金系焼結体を得ることができた。

*）現　退職

【抄録】

Ti-6Al-4V合金MIM焼結体の引張特性に及ぼす相対密度および酸素量の影響

浜松工業技術支援センター　　伊藤芳典　植松俊明　佐藤憲治*
九州大学大学院工学研究院　　三浦秀士

Effect of Oxygen Content and Relative Density on the Tensile Properties of Injection Molded Ti-6Al-4V Alloy

Yoshinori Itoh, Toshiaki Uematsu, Kenji Sato and Hideshi Miura

粉体および粉末冶金，Vol.56, No.5, pp.259-263（2009）

Ti-6Al-4V合金焼結体の引張特性と、相対密度および酸素量との関係を明らかにすることを目的として、さまざまな原料粉末、焼結箱および焼結敷板を用いて、種々の条件にて焼結されたTi-6Al-4V合金焼結体の引張特性など諸特性のデータを総合的にまとめた結果、以下の結論を得た。

Ti-6Al-4V合金焼結体の引張特性は、原料粉末、焼結箱および焼結敷板、焼結条件などにより影響を受けるが、さまざま条件で作製された焼結体の諸特性を総合的にまとめると、焼結体の引張特性は、相対密度、酸素量に大きな影響を受けることがわかった。

Ti-6Al-4V合金焼結体の伸びは、酸素量が0.35 mass%以下、相対密度95%以上であれば、10%以上の良好な値を示すことがわかった。

Ti-6Al-4V合金焼結体の引張強度（σ）は、酸素量（O）が0.5mass%以下、相対密度（ρ）94.5%以上であれば、酸素量の増加および相対密度の向上とともに上昇し、それらは次式に示す相関関係にあることを明らかにした。

σ(MPa)=700O(mass%)+10ρ(%)-315

*）現　退職

【抄録】

Effect of Fe or Cr Addition on the Strengthening Ti-6Al-4V Alloy by Metal Injection Molding

Yoshinori Itoh, Hideshi Miura, Toshiaki Uematsu, Toshiko Osada and Kenji Sato

Ti-6Al-4V合金MIM焼結体の高強度化に及ぼすFe，Cr添加の影響

浜松工業技術支援センター　伊藤芳典　植松俊明　佐藤憲治*
九州大学大学院工学研究院　三浦秀士　長田稔子

Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering,
Vol.3 (2009), No.6, pp.921-930. (Web)

これまでの研究で、Ti-6Al-4V合金焼結体にMoを添加することにより、焼結体の金属組織が微細化され、高強度化できることを見出している。本研究では、MIMプロセスにおいて、微細なFeあるいはCr粉末を添加することにより、Ti-6Al-4V合金焼結体の高強度化を試みた。FeあるいはCrはMoと同じβ相安定化元素であり、Moと比較して安価な粉末である。

焼結体の金属組織は針状α＋βを呈していた。引張強度はFeあるいはCr添加量の増加とともに向上し、Fe添加による高強度化の度合いはCr添加よりも大きかった。最終的に、Feを2 mass%添加した焼結体の機械的特性は、引張強度980MPa、伸び14.8%へと改善され、4 mass%のCrを添加した焼結体は、引張強度1030MPa、伸び15.1%と優れた機械的特性を示した。

*）現　退職

【抄録】

Advanced Powder Processing Technique (MIM) for Ti Alloy Materials

Hideshi Miura, Toshiko Osada and Yoshinori Itoh

Ti合金材料における最新の粉末冶金（MIM）プロセス

九州大学大学院工学研究院　三浦秀士　長田稔子
浜松工業技術支援センター　伊藤芳典

Proceedings of Processing and Fabrication of Advanced Materials XVIII pp.741-750 (2009)

TiおよびTi合金は低比重、高耐食性、高生体適合性などの優れた特性から、さまざまな工業製品や医療部品に幅広く用いられている。しかしながら、加工性に劣ることから複雑形状の精密部品を量産することは容易なことではない。それゆえ、金属粉末射出成形法（MIM）など、最新の粉末冶金法が、複雑形状のTiおよびTi合金部品を安価に製造する手法として期待されている。本研究では、Ti-6Al-4V合金やTi-6Al-7Nb合金など、さまざまな高性能Ti合金について、MIMプロセスを用いて開発してきた。最終的に、複雑形状だけでなく、溶製材と同等の優れた機械的特性を兼ね備えるTi合金の創製を、MIMプロセスを用いて達成することができた。

【抄録】

Advanced MIM Process for High Performance Ti Alloy Materials

Yoshinori Itoh, Hideshi Miura, Toshiaki Uematsu, Toshiko Osada and Kenji Sato

高強度Ti合金材料を創製する最新のMIMプロセス

浜松工業技術支援センター　伊藤芳典　植松俊明　佐藤憲治*
九州大学大学院工学研究院　三浦秀士　長田稔子

Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, Vol.3 (2009), No.12, Special Issue on ASMP 2009 and RAMM 2009, pp.1297-1305. (Web)

TiおよびTi合金は低比重、高強度、高耐食性、高生体適合性などの優れた特性から、さまざまな工業製品あるいは医療部品に幅広く用いられている。しかしながら、加工性に劣ることから複雑形状の精密部品を量産することは容易なことではない。それゆえ、金属粉末射出成形法（MIM）など、最新の粉末冶金法が、複雑形状のTiおよびTi合金部品を安価に製造する手法として期待されている。本研究では、MoやFe、Crなどを添加したTi-6Al-4V合金など、さまざまな高強度チタン合金をMIMプロセスにより開発してきた。

粉末の種類や焼結条件が、焼結体の金属組織、相対密度、機械的特性に及ぼす影響を調べ、溶製材と比較して遜色のない優れた特性を実現するため、酸素量や炭素量も詳細に調査した。最終的に、MIMプロセスを用いて、15%以上の伸びと、1000MPaを超える強度を兼ね備える、強靭なTi合金を創製することができた。

*）現　退職

【抄録】

MIMによるTi合金焼結体の高性能化

九州大学大学院工学研究院　　三浦秀士
浜松工業技術支援センター　　伊藤芳典

High Performance Ti Alloy compacts by MIM

Hideshi Miura and Yoshinori Itoh

高温学会誌，Vol.36, No.2, pp.54-58（2010）

機械部品の各種製法のなかで、粉末冶金法（powder metallurgy: P/M）は経済性と量産性に優れていることから、素材製造分野のみならず、自動車用部品をはじめとする家電製品や事務機用の部品の製造分野まで広く普及している。しかしながら、従来の金型プレスによる粉末圧縮成形では、対象部品の形状に技術的な制約を伴うだけでなく、焼結材料中に宿命的に残存する気孔が内部切欠きとして働くため、溶製材料に比べると物理的・化学的性質や機械的性質に劣ることは避けられない。以上のような背景から、粉末冶金においては、高い形状の自由度と高密度化を比較的容易に両立させ得るような成形技術が望まれてきたわけであるが、その一つとして開発された技術が、バインダを利用した金属粉末射出成形（metal injection molding: MIM）プロセスである。

本稿では、当初適用が困難であったチタンへの適用に際し、筆者らが行ってきた研究成果を踏まえ、粉末の特性、バインダ量による成形性の違いや、焼結に際しての注意点、特性改善についての手法について解説する。

各種チタン合金への適用例として、現状ではチタン合金粉末は量産されていないため、粉末混合法を用いて筆者らが検討を行った、Ti-6Al-4V合金、Ti-6Al-7Nb合金を例に挙げ、混合粉末による焼結体の緒特性に及ぼす影響について検討し、混合粉末と焼結条件を適切に設定することで、溶製材に匹敵する機械的特性を有する焼結体が得られ、粉末混合法によるMIMチタン合金作製の有効性を示した。

また、さらなる高強度化へ向けて、合金組成の検討を行い、焼結のみで1000MPaを超える高い引張強度と、伸びも10%を超える良好な延性を呈しており、通常の溶製材と比較しても全く遜色ない結果を得ている。

静岡県工業技術研究所研究報告　第３号

平成22年９月（2010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