

ISSN 0919-6676
CODEN : SFHPFE

試験研究報告

平成 12 年度

福島県
ノンテクノロジーセンター[○]
FUKUSHIMA TECHNOLOGY CENTRE

平成12年度 福島県ハイテクプラザ試験研究報告

目 次

研究開発事業

産官共同研究開発事業

1 次世代メカトロニクスシステムの開発	17
応用技術部 高橋淳 大内繁男 山本電気株式会社 徐炳鴻	
2 在宅介護用昇降ベッドの開発	51
生産技術部 渡辺正幸 富田道男 斎藤俊郎 工藤弘行 会津若松技術支援センター工芸科 佐竹延明 出羽重遠 株式会社コスマティック 谷島昇 株式会社ナショナルマリンプラスチック 織茂正博 緑川貴司 株式会社ホット郡山 安齋久夫	
3 異素材の複合化縫製技術等の活用による高感性衣料の開発	73
福島技術支援センター 菅野陽一 野村隆 三浦文明 長沢浩 伊藤哲司 東瀬慎 佐々木ふさ子 株式会社ニーズプロダクト 古館彰 本田雅彦 会田信明	
4 県産農産物を利用した機能性食品の開発(第2報)	106
会津若松技術支援センター 遠藤浩志 大野正博 郡山女子大学短期大学部 金子憲太郎 福島県農業試験場 丹治克男 二瓶直登 協業組合郡山とうふセンター 三坂富男	
5 酸化チタン系光触媒の開発と環境浄化に関する研究(概要)	140
材料技術部 大河原薰 大堀俊一 関根義孝 いわき技術支援センター 杉内重夫 中山誠一 安齋実 福島技術支援センター 吉田正尚 日東紡績株式会社 松本公一 中村幸一 鈴木芳治 本宮アルマイド株式会社 福原孝嘉 柏洋硝子株式会社 渡邊信助 斎藤孝夫 クリナップ株式会社 前島和久 深津昌宏 尾崎友則	

6 超高速切削による難削材加工技術の研究(概要).....	162
生産技術部 菅原康則 吉田智 遠藤勝幸 酒井勝雄	
株式会社旭洋精工 松本克彦 佐藤繁男	
林精器製造株式会社 伊藤洋 吉田勝次	
フガク工機株式会社 中尾郁夫 大内新司	
プラス stron 株式会社 永井充	
7 高精度溶接技術と後処理(概要).....	184
いわき技術支援センター 佐藤善久 緑川祐二	
生産技術部 藤井正沸 酒井勝雄	
大野ベロー工業株式会社 上遠野剛 平山正一 荒蒔正之 近藤一太	
日東金属工業株式会社双葉工場 井上英行 大浦武彦 緒方徹	
株式会社ヨコハマ吉倉 佐藤優 佐藤歩	

広域共同研究事業

1 エージェント利用広域高速ネットワーク管理 ／セキュリティー監視システムの研究.....	207
応用技術部 本田修啓 高樋昌 平山和弘 尾形直秀	
2 情報処理装置から発生するノイズの低減に関する研究.....	241
応用技術部 笹山淑弘 長尾伸久	

福島・山形・新潟三県公設試験研究機関共同研究事業

1 微生物による未利用資源の高度利用化.....	286
応用技術部 池田信也 安川真 桑田彰	
2 新規テキスタイルの開発(概要).....	320
福島技術支援センター 菅野陽一 長沢浩 伊藤哲司 佐々木ふさ子 野村隆 三浦文明 東瀬慎	

所内プロジェクト研究事業

1 有機薄膜の各種微細加工技術の検討と小型素子の試作開発(第2報).....	343
材料技術部 伊藤嘉亮	
応用技術部 笹山淑弘	
生産技術部 藤井正沸 本田和夫 渡部一博	

一般研究事業

1	S S 構内無線の F A 利用技術に関する研究	388
	応用技術部 尾形直秀、高樋昌、平山和弘 本田修啓	
2	県産資源白土の高機能化	422
	材料技術部 関根義孝 加藤和裕 丸中白土株式会社 紺野篤男 西坂直伸 紺野圭樹	
3	カソードルミネッセンスの高度利用に関する研究	444
	材料技術部 高瀬つき子 伊藤嘉亮 いわき技術支援センター 斎藤宏	
4	高分子材料の加工および使用雰囲気が影響する環境技術	488
	材料技術部 鈴木雅千 菊地時雄 三瓶義之 渡部修	
5	微細放電加工の微細モールド金型への応用(第2報)	522
	生産技術部 本田和夫 藤井正沸 渡部一博 材料技術部 伊藤嘉亮 渡部修	
6	デザイン情報を活用した商品開発システムの研究(第1報)	566
	会津若松技術支援センター 竹内克己 出羽重遠 佐竹延明 佐藤隆 橋本春夫 須藤靖典 山崎智史	
7	機能性清酒の研究	600
	会津若松技術支援センター 高橋幹雄 鈴木賢二 佐藤寿昭 佐藤正 農業試験場相馬支部 大和田正幸 農業試験場 斎藤真一	
8	県産農作物の品質特性の把握と加工適性に関する研究	644
	会津若松技術支援センター 河野圭助 斎藤裕子	

試験研究事業

- 1 ショットピーニングによる工具鋼の表面改質処理 678
 材料技術部 栗花信介
 福島技術支援センター 渡辺孝夫
- 2 含漆UV塗料を応用した製品開発とその実用化指導 712
 会津若松技術支援センター 須藤靖典 出羽重遠
-

事例研究

- 1 酸化チタン光触媒反応における銅イオンの吸脱着 768
 材料技術部 大堀俊一 大河原薰 谷崎明子
-

博士課程派遣事業

- 1 酸化セリウム系ガラス研磨材廃棄物の有効利用 781
 材料技術部 加藤和裕

次世代メカトロニクスシステムの開発

A development of mechatronics system for next generation

—センサレス制御用モータドライブシステムの開発—

— A development of motor drive system for sensorless control —

応用技術部 高橋 淳 大内 繁男

山本電気(株) 徐炳鴻

省エネルギー対応のために産業機器、情報通信機器、インテリジェント家電などの分野でモータシステムにおける省エネルギー化の重要性が高まっている。著者らは、モータ本体の小型化と高効率化、モータドライブシステムの高機能化によって、次世代メカトロニクスシステム用のモータシステムを開発することを目指している。

今回は、モータ制御に必要な演算を高速に行える固定小数点 16bitDSP を使用したモータドライブシステムと、FPGA を使用した 3 相ブラシレスモータの制御回路を製作した。

FPGA を使用した 3 相ブラシレスモータの制御回路には、PWM 変調回路、タイマ回路等が含まれている。FPGA は単独で使用するだけでなく、モータ用インターフェースを持たない DSP と組み合わせても使用可能な構造にした。

モータ制御回路の開発と同時に、IPM モータとシンクロナスレラクタンスマータの開発も行っている。磁場解析に基づいてモータの構造を設計し、最適な制御プログラムを開発する。

今回開発したモータドライブシステムの応用分野としてはデジタル印刷機などの OA 機器や、産業用ロボットなどを予定している。

Key words: ブラシレス DC モータ、IPM モータ、シンクロナスレラクタンスマータ、DSP、FPGA

1. 緒言

磁場解析に基づいて新しく開発するモータを制御するために必要なモータドライブシステムを DSP と FPGA を使って設計製作した。

開発するモータは、センサレスでブラシレスの構造にする。モータにセンサを使用しないことにより、部品点数の削減と高温多湿や埃による悪環境での使用に耐えられるようになる。ブラシレス化では、摩擦で摩耗する部品がなくなりモータの長寿命化とメンテナンスフリー化を実現できる。新しいモータの構造は、高速回転にも適したものである。

今回開発した DSP を使用したモータドライブシステムは、FET を用いたモータドライバも含めて 100mm × 100mm の両面プリント基板上に構成した。

FPGA では、3 相ブラシレスモータの制御回路を作成した。FPGA の内部には、PWM 変調を行うために三角波発生回路、波形比較回路、タイマ回路などを組み込んだ。FPGA を使用したモータ制御回路は、単独でも DSP と組み合わせても使用できるような構造にした。

以下、2.では DSP を使用したモータドライブシステムについて、3.では FPGA を使ったモータ制御回路について説明する。

2. DSPを使用したモータドライブシステム

制御を行う演算部に TI 社製 16bit 固定小数点 DSP の TMS320F241 を使用し、モータドライバに FET を用いたモータドライブシステムを設計製作した。

モータドライブシステムは、JTAG ケーブルでペー

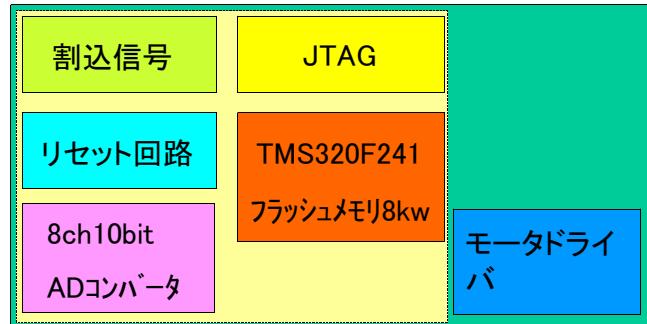


図1 モータドライブシステムFMC0101の構成

ソナルコンピュータと接続してプログラム開発ができる。開発したプログラムは 8kword のフラッシュメモリに書き込みができ、モータドライブシステム単独で動作させることができる。

モータを駆動する基本的なプログラムも製作し動作を確認した。

2.1 DSPを使用したモータドライブシステム

モータドライブシステムの構成は図 1 のようになっている。コントローラ部に使用した TMS320F241 には、PWM 信号発生回路、AD コンバータ、タイマ、カウンタ、フラッシュメモリ、RAM、入出力ポートなどが内蔵され、モータ制御に必要な周辺回路が内蔵されている。8 入力の AD コンバータの変換時間は 1 入力あたり 650nsec である。

フラッシュメモリへのプログラム書き込みや、デバック作業は JTAG ケーブルでパーソナルコンピュータ

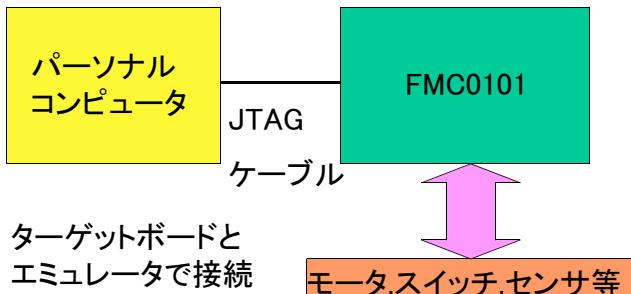


図2 センサレス制御用モータドライブシステムのプログラム開発環境

とコントローラ部を接続することによって行うことができる。

DSP の I/O ポート、シリアルインターフェース、CAN、割込信号などで、モータドライブシステム内で使用していない DSP の信号線は、プリント基板の両端に引き出しておき、後で利用できるようにした。

モータドライブシステムのプログラム開発は図 2 に示す構成で行う。モータドライブシステム FMC0101 とパーソナルコンピュータを JTAG ケーブルでエミュレータを通して接続し、プログラム転送、プログラムの実行、ステップ動作、メモリやレジスタの参照、フラッシュメモリへのプログラム書き込み等が行える。

モータドライブシステムのプログラム開発ツールとしては Code Composer Studio を使用した。

プログラム開発には、アセンブリ言語と C 言語を利用することができます。

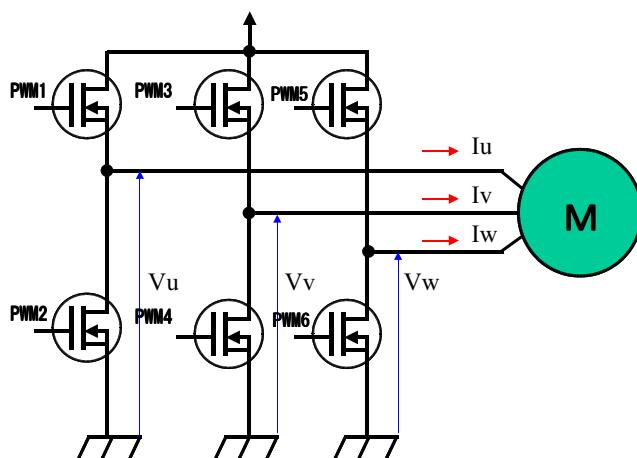


図3 モータドライバ

2.2 モータドライバ

モータドライバ部は、3 相のインバータ駆動ができる構造にした。DSP のプログラムによって 120° や、 180° の矩形波や正弦波通電駆動を行うことができる。ドライバ部の回路を図 3 に示す。使用した FET の定格ドレイン電流は 15A であるが、モータに流すこと



図4 センサレス制御用モータドライブシステムFMC0101

ができる電流値はプリント基板の電源パターンの幅で制限され、最大 3A となっている。

モータドライバは、モータのセンサレス制御を行うために逆起電力を測定できるようにした。モータドライバの電圧と電流を測定するために電源線を 10bitA/D コンバータに接続できるようになっている。過電流の検出回路も持っているので、異常な電流が流れた場合には直ちにモータを停止することができる。

電流の測定では、図 3 に示す I_u 、 I_v 、 $I_u + I_v + I_w$ を測定でき、 I_w は全電流から I_u と I_v を減算して求めることになる。電圧は、 V_u 、 V_v 、 V_w の測定ができる。

2.3 センサレス制御プログラム

図 4 に示すモータドライブシステム FMC0101 のために必要なモータの駆動と、センサレス制御に必要な基本的なプログラムを製作した。[1]

120° 矩形波通電駆動の信号を作るために、DSP 内部の 16bit カウンタと比較器を使用した。各相で PWM 信号の 1 周期おきに割込を発生させ、AD 変換によって U 相、V 相、W 相の電流や電圧を測定するようしている。

AD 変換のプログラムでは、16bit カウンタの割込によって AD 変換が開始され、変換終了を割込で DSP に通知するようしている。割込を使用して電圧と電流の測定を行っているので、モータ制御で重要なリアルタイム処理が可能である。

AD コンバータで各相の逆起電力を測定する場合は、電流が流れていない相に発生する逆起電力を測定している。逆起電力だけでなく、AD コンバータを使ってモータドライバ回路中の電圧と電流をすべて測定できるので、回路動作時の記録を取ることも可能である。

今後開発する加減速や速度制御のプログラムを組み込めば、モータドライブシステムとして完成する。

3. FPGAを使用したモータ制御

モータを制御するデバイスとしてモータ制御用IC、汎用CPU、DSPなどが用いられるが、近年FPGAもゲート数の増加や動作スピードの向上により、これらのデバイスに取って替わる事も可能な状態になってきている。

平成12年度の研究では、FPGAを使用したモータ制御回路の第一段階として、オープンループで駆動する3相ブラシレスモータの制御回路を製作した。

モータの駆動には、 120° ずつ位相をずらした台形波にPWM変調をかけた信号を使用した。製作したモータ制御回路は、PWM変調回路、タイマ回路が含まれている。

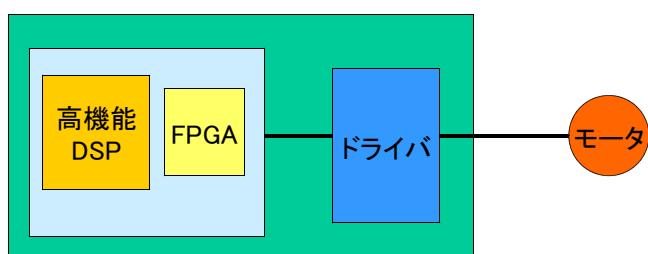


図5 FPGAとDSPによるモータ制御回路

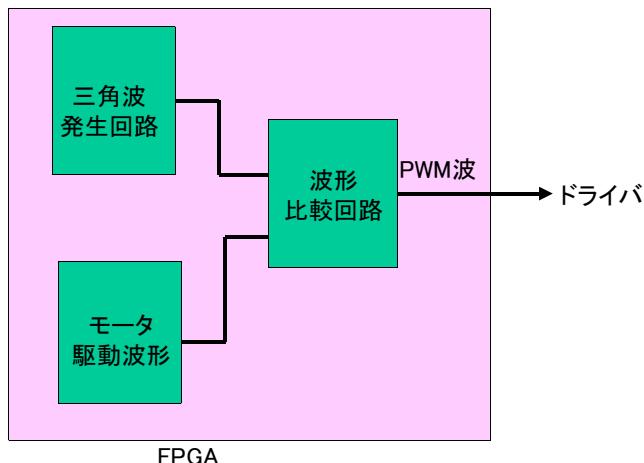


図6 FPGAに構成した回路

3.1 FPGAを使用したモータ制御回路

回路設計の自由度が大きいFPGAは、モータ制御回路でCPU、DSPなどの演算回路の外部ペリフェラルとして使用する場合にも非常に有効なデバイスである。

製作したモータ制御回路は、図5に示すようにモータ制御用インターフェース回路を持たないDSPなどと組み合わせて使用することもできる。

FPGA内には、PWM変調回路、タイマ回路などを組み込んだ。FPGAに構成した回路を図6に示す。FPGA内に構成した回路は、モータ駆動信号発生部、PWM変調を

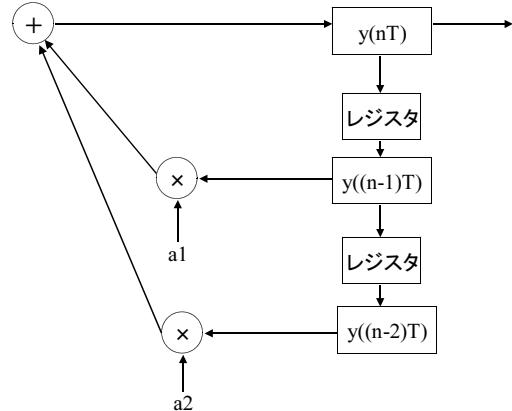


図7 sin波発生回路

行うための三角波発生部、モータ駆動信号と三角波を比較しモータを駆動する信号を作る波形比較回路から成っている。

使用したFPGAはALTERA EPF10K10LC84-4で、ゲート数は10,000、動作クロックは1MHzである。

モータ駆動波形は、当初sin波を使用する事を考えていた。sin波は、図7に示す回路で発生させることができ、(1)式、(2)式で表現できる。

$$y(nT) = a_1 * y((n-1)T) + a_2 * y((n-2)T) \quad (n \neq 1) \quad (1)$$

$$y(T) = \sin(\omega) \quad (n=1) \quad (2)$$

$y(nT)$:時間nTでの出力

$$a_1 = 2\cos(\omega T)$$

$$a_2 = -1$$

$$y(nT) = 0 \quad (n < 0)$$

乗算回路は、8bitで組んだ場合でも約6,000ゲートを必要とする。(1)式には2組の乗算が含まれているので、3相ブラシレスモータを駆動するには6個の乗算回路が必要になる。乗算回路の規模は、約36,000ゲートになる。EPF10K10LC84-4では、回路規模を越えてしまうため、小規模なゲート数で組み込める台形波を使用することにした。台形波で 120° 通電方式の波形を発生させることにした。

動作速度は、初期回転速度の60rpmから駆動対象としているモータの最高速度である3000rpmまで変速可能としている。

PWM変調を行うための三角波は、周波数が可聴範囲内ではモータから耳に聞こえる騒音が発生するので可聴範囲を超えた20kHzとした。

3.2 FPGAを使用したモータ制御回路

FPGAの動作記述は、図8に示すようにFPGAに構成した三角波発生回路、駆動信号発生回路、比較回路をそれぞれ1つの回路ブロックとして設計した。各回路ブロックは、図9に示す駆動信号発生回路の下位階層

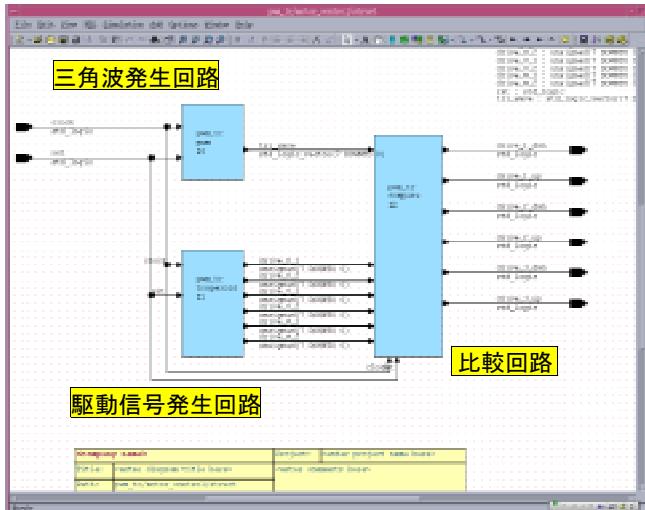


図8 階層設計による FPGA の設計

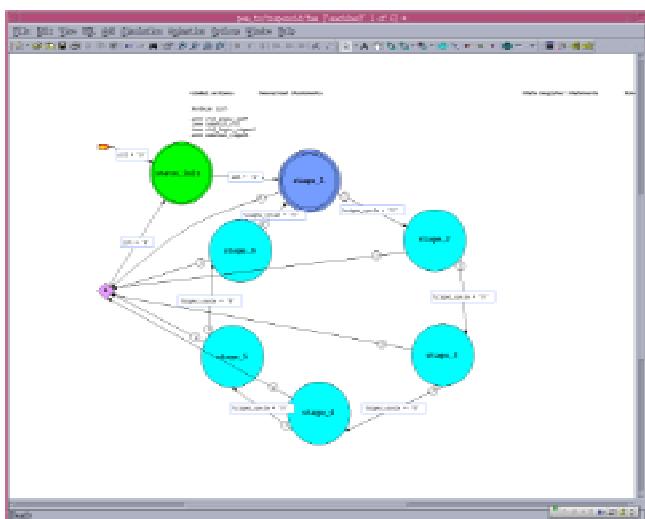


図9 駆動信号発生回路の下位階層

のように下位の階層で各回路ブロックの動作記述を行っている。

各回路記述は、さらに下の階層を持つ階層設計を行っている。階層設計により、機能の追加や、FPGA の動作確認を効率よく行うことが可能となっている。

FPGA は、電源投入時に内部回路のデータを読み込んで FPGA の内部を初期化してから動作を開始する。回路データを FPGA に読み込ませる方法としては、コンフィグレーションデバイスという ROM からデータを取り込む方法と、パーソナルコンピュータのパラレルポートからデータを読み込む方法がある。

図 10 の回路では、パーソナルコンピュータのパラレルポートと、コンフィグレーションデバイスのどちらでも回路データを読み込むことができる。

4. 結言

16bit 固定小数点 DSP の TMS320F241 と FET を使

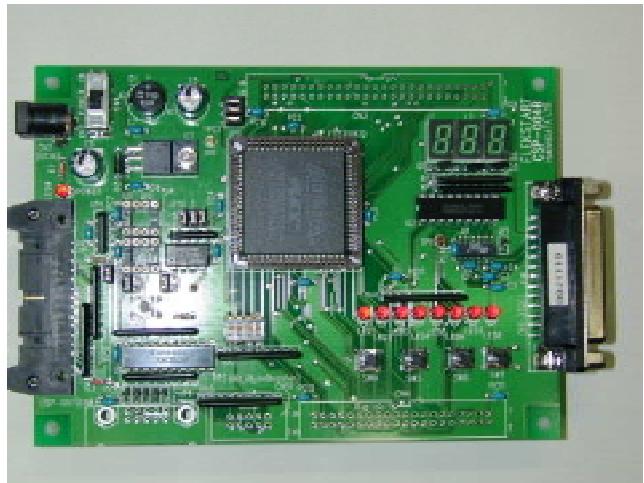


図10 FPGAを使用したモータ制御回路

用したモータドライバを 100mm 角のプリント基板に組み込んだ回路を製作した。割込処理を利用した制御用のプログラム開発も同時にを行い、リアルタイム処理が可能なモータドライブシステムが完成した。

FPGA では 3 相ブラシレスモータの制御回路を製作した。3 相ブラシレスモータの制御回路は、モータ制御に必要となる PWM 変調のための三角波発生回路、波形比較回路、タイマ回路が含まれている。FPGA は単独でもモータ制御に利用できるが、モータ制御回路を内蔵していない高機能な浮動小数点 DSP の外部にも接続することができる構造にした。

平成 13 年度は、制御プログラムの開発と、さらに高機能な制御を行うために使用する 32bit 浮動小数点 DSP を使用したモータドライブシステムの開発、32bit 浮動小数点 DSP 用モータインターフェース用回路の FPGA への組み込みなどを行う。

磁場解析に基づいて開発したモータを制御し、OA 機器などへ組み込めるモータドライブシステムを開発する予定である。

5. 謝辞

本研究に関して御指導いただいた九州大学工学部船舶海洋システム工学科梶原宏之教授と、岡山大学工学部電気電子工学科小笠原悟司助教授に感謝いたします。

7. 文献

- [1] Texas Instruments Europe, "Implementation of a Sensorless Speed Controlled Brushless DC drive using TMS320F240", Texas Instruments Incorporated, pp.1-21, Nov.1997

在宅介護用昇降ベッドの開発

Development of elevating bed for home care

生産技術部 渡辺正幸 富田道男 斎藤俊郎 工藤弘行
会津若松技術支援センター工芸科 佐竹延明 出羽重遠
㈱コスモテック 谷島昇
㈱ナショナルマリンプラスチック 織茂正博 緑川貴司
㈱ホット郡山 安齋久夫

昇降範囲が広く、移動や操作が容易な介護される人と介護する人がともに使い勝手の良い介護ベッドの開発を目標とする。平成12年度はベッド1/2サイズの昇降機構部の試作とベッドからの立ち上がり動作についての動作解析を行なった。その結果安定性のある昇降機構を試作することができた。またベッドからの立ち上がり動作では、立ち上がりやすい場合は関節移動量が小さいことを確認した。

Key words: 介護ベッド、昇降、動作解析

1. 緒言

現在、少子化・高齢化が進展しており、介護保険が導入されたことで在宅での介護が増加している。そのため介護における主要な機器であるベッドは使い勝手の良いものが必要になってきている。

在宅介護では、介護される人の就寝位置は高い方が介護しやすいことから介護ベッドが普及している。介護を受ける場合、高齢者の中には従来の生活習慣と同じように畳の上の布団で寝たいという希望があるが、介護ベッドのベッド面高さは最低で300mm程度であるため家庭での介護であっても従来の就寝環境の維持は困難である。また普及している電動式の介護ベッドは重さが60～100kg程度あるため設置・移動が容易でないという面がある。

そこで本研究では、低い位置まで昇降する広い昇降範囲を持ち、移動や操作が容易な、介護される人と介護する人がともに使い勝手の良い介護ベッドの開発を目指す。研究期間は平成12年度から平成14年度の3年間、県内企業3社との共同研究である。

2. 研究内容

開発するベッドは、駆動源にエアを利用して従来の介護ベッドより低い位置まで昇降することができ、通常使用する時は最も低い位置で使用することで畠の上の布団で寝ている環境に近い状態で使用できること、介護を行う時やベッドから離れる時は必要な高さにベッド面が上昇すること、設置・移動が容易であること、操作が高齢者にも容易であることを目標としている。

また開発するベッドの評価として人間工学的評価を行い、試作したベッドからの移動動作やベッド使用時の使用感などについて、市販ベッドとの比較や実地評価を行っていく。

平成12年度はベッドの1/2サイズの昇降機構の

試作を行い、安定化機構などの基本構成の検討を行った。また人間工学的評価としてベッドからの立ち上がり動作についての動作解析を行った。

3. ベッドのシステム構成

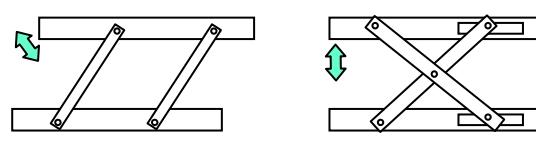
開発するベッドは、エアを動力源としてベッド上面を昇降させるものであり、次の要素から構成される。

- (1) ベッド上面の安定化機構
- (2) エア源
- (3) ベッド上面を昇降させる駆動装置
- (4) エア配管と制御機器

ベッド上面には使用者の位置により偏荷重が加わるため、ベッド上面を床面と平行に安定させる安定化機構を設置する。エア源は、昇降ベッドが家庭で使用することから低騒音が要求される。また適切な速度でベッド上面を昇降させるためのエア流量やエア圧力も必要となる。

4. 昇降機構部の検討・試作

安定化機構としては、リフターなどの昇降装置には図1に示すような平行運動機構、X形機構が一般的に用いられている。



平行運動機構

X形機構

図1 安定化機構

平行運動機構は、ベッドの昇降に従ってベッド上面が左右に移動し設置スペースの配慮が必要となる。そのため安定化機構としてX形機構を採用した。リンク形状が異なる2つのタイプの安定化機構を試作した結果、いずれのタイプにおいても、ベッド上面への偏荷重を想定したモーメントに対して変位量1～2mmを示し、安定性のある機構が得られ

た。図2に試作した安定化機構を示す。



タイプ1



タイプ2

図2 安定化機構

エア源としてはエアコンプレッサーやエアポンプ、プロアなどがあるが、騒音が小さいことより静音タイプ（騒音値45dB）のエアコンプレッサーを用いて圧力・流量の確認試験を行った。エアコンプレッサのタンク圧力を予め上げておく使用方法を採用することによりタンク圧0.7MPaで約350L/minの流量が得られることを確認した。

駆動装置は、安定化機構の構造やエア源の圧力・流量との関連を考え、システムとして適切な装置を検討していく。

5. 人間工学的評価

5. 1. 評価内容

ベッドから離れる動作やベッドへの移乗の動作、ベッド使用時の体への負担の測定や使用感などについて、試作ベッドと市販ベッドの比較と試作ベッドの実地評価を行っていく。これらの評価は3次元動作解析、体圧分布測定、生体計測などを測定し、データ解析することにより行う。平成12年度は市販ベッドからの立ち上がり動作の評価を行なった。

5. 2. 3次元動作解析

動作開始時の姿勢が異なる場合について、ベッドから立ち上がる際の肩、腰、膝、足の動作ならびに腰関節、膝関節、足関節の角度を測定して、立ち上がりの際の体の挙動と立ち上がり易さの関係について検討した。立ち上がり開始時の姿勢は、足底を床面に着けて足および膝関節が90度になる高さを基準高さとし、足の位置は足関節が90度になる位置を基準位置とした。測定した姿勢は、基準高さで足が基準位置の場合と、基準高さで足の位置を前後10cm移動した場合および足は基準位置としベッド面を基準高さより5cm高くした場合と5cm低くした場合の5種類である。

図3は基準高さ基準位置での立ち上り動作で、肩、腰、膝の動きを連続的に示したものである。5種類の姿勢について測定した結果、立ち上がり易いと感じた足を10cm後ろに移動した姿勢の場合、膝の動作はかなり小さな動きとなっていた。また足関節の角度の変化は、足を10cm後ろに移動した位置からの立ち上りの場合に小さくなっている。また低い位置に

比べて立ち上がり易いと感じた高い位置からの立ち上がりの方が、足関節の角度の変化は小さくなっている。

この結果より、立ち上がり易い場合は関節の移動量、関節角度の変化量は小さいことがわかった。

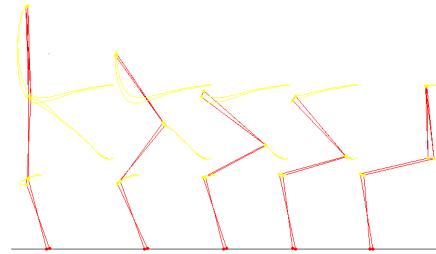


図3 立ち上がり動作解析

5. 3. 体圧分布測定

図4に動作開始時の座った状態の体圧分布測定結果を示す。低い位置では臀部の中心に集中して圧力がかかっているが、高い位置では太腿まで接しているため圧力の集中が少なく、座部と足の圧力分布がほぼ同程度となった。これより低い位置から立ち上がる場合は臀部に局部的に負担がかかることが考えられる。

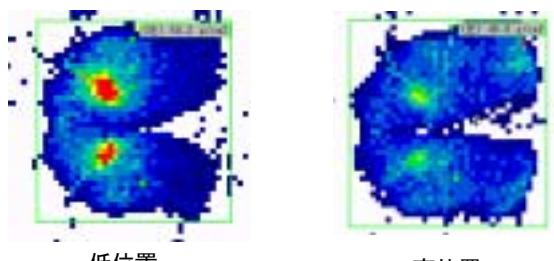


図4 体圧分布測定結果

6. まとめと今後の予定

平成12年度はベッドの1/2サイズの昇降機構部を試作し、安定化機構などの検討を行った。また人間工学的評価では立ち上がり開始時の姿勢に注目し、市販ベッドからの立ち上がり動作の解析を行い、立ち上がりやすさと動作の関係について検討を行った。

平成13年度は前年度の試作結果から適切なベッド構造を検討し、ベッド1/1サイズの昇降機構部の試作・評価とエア制御機器およびデザインの検討を行っていく。人間工学的評価については、人体のリンクモデルを検討し、重心の測定と床反力計を用いての関節トルクの計算を行う。また体圧分布測定や心電、血圧、心拍数の変化などの生体計測を行い、市販ベッドとの使用感の比較・評価を行う。

産官共同研究「異素材の複合化縫製技術等の活用による高感性衣料の開発」

—自動リンクマシンを活用した高感性衣料の開発—

Development of Highsensibile Fashion Cloths

-Development of Highsensibile Fashion Cloths using Autolinking Machine-

福島技術支援センター 菅野陽一 三浦文明 野村 隆 長沢 浩 伊藤哲司 東瀬 慎 佐々木ふさ子
株ニーズプロダクト 古館 彰 本田雅彦 会田信明

近年、感性的快適衣料（温感変色、光変色など）や生理的快適衣料（保温衣料、清涼衣料など）の分野で多くの機能性繊維素材が開発されてきました。我々は「高感性」「環境」をキーワードに糸の素材開発、新しい縫製技術や複合化テキスタイルの製造技術を活用した高感性衣料の開発に取り組んでいます。業界や市場のニーズを取り入れた4つのサブテーマについて現在研究中ですが、今回はサブテーマの1つ「自動リンクマシンを活用した高感性衣料の開発」について報告します。

Key words : 高感性衣料、リンクマシン、洗濯物干し、リストバンド

1. 緒言

「自動リンクマシンを活用した高感性衣料の開発」における共同研究者の株式会社ニーズプロダクトとは、支援センターとして以前から同社の自動リンクマシン（写真1）の開発時に技術的助言などで協力をに行ってきましたが、今回、自動リンクマシンの機能の可能性を実証するために、異素材同士の縫合技術を応用した新商品開発をテーマに産官共同研究事業として同社と取り組んでいます。

当初、自動リンクマシンはニットのリンク行工程を自動化する目的で開発されましたが、織物や不織布、皮革、金属等の異素材同士の縫合という新しい技術分野にも応用することができます。

報告する開発中の試作品は、①樹脂製雨よけと防水ネットを縫合した洗濯物干しカバー（図1）、②樹脂製プレートをニットワンピースの編地に縫い付けたプレート装飾ニット（写真2のワンピース中央部の2つの逆三角形のプレート）、③樹脂製プレートを内側からタオル地に縫合して固定したリストバンドです。



洗濯物のガードマン



図 1

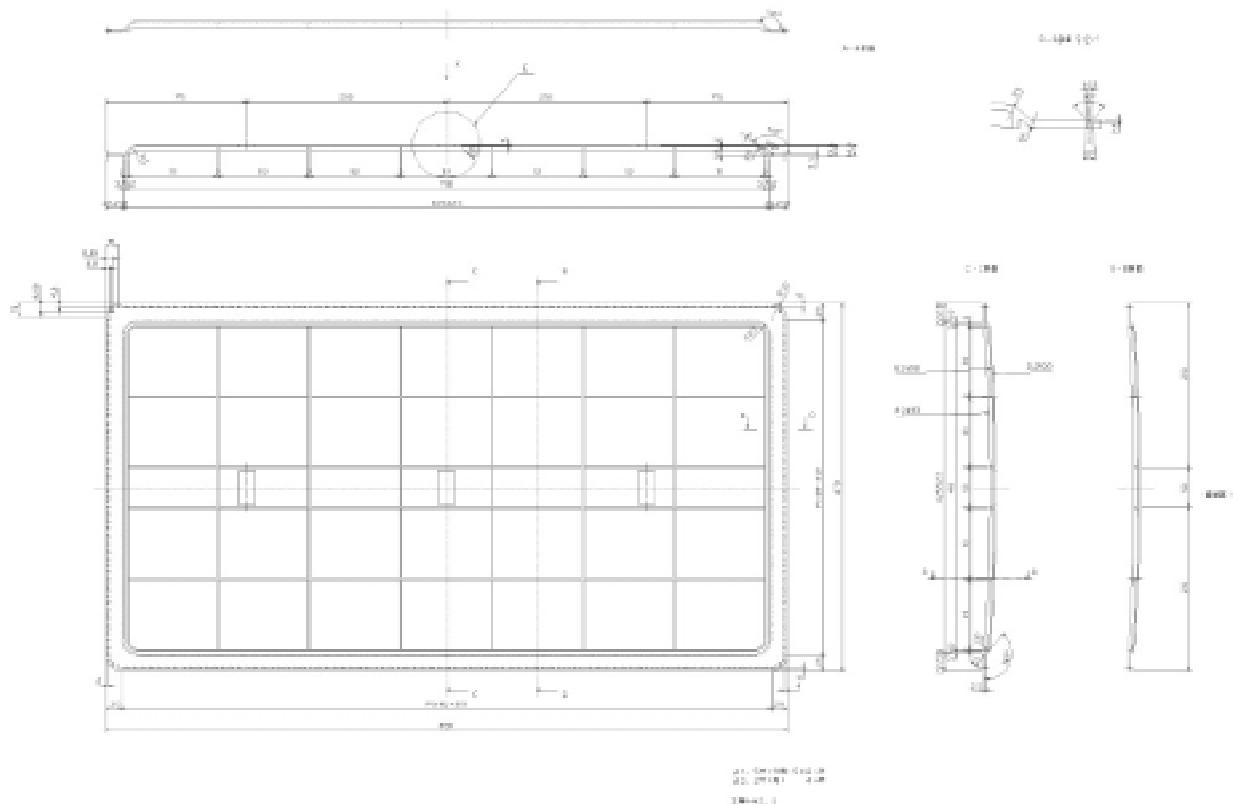


図 2

2. 商品開発の経過

(1) 洗濯物干しカバー

自動リンキングマシンの機能（異素材同士を縫合する技術）を応用した製品として、天候を気にせずに洗濯物を屋外に干せる洗濯物干しカバー（図1）を試作中です。

設計中の洗濯物干しカバーの雨よけ部分の図面を図2に示します。

この洗濯物干しカバーは、洗濯物を吊すフックの付いたプラスチック製の雨よけ部分（図2）の縁に沿って穴を開けておき、この穴を通して通気性のある防水ネットを縫合します。縁に開けた連続した穴は、縫製するとき自動リンキングマシンのミシン部の先端に取り付けられたCCDカメラが目標とするもので、自動リンキングマシンはカメラに映し出された穴の像を内蔵のコンピュータで画像処理し、この穴に沿って縫製を行います。実際にこの穴に縫い付けられるのは通気性のある防水ネットを取り付けるためのファスナーの部分となります。こうすることで防水ネットを自由に取り外すことができます。全体的なイメージは図1のようになります。

以下に洗濯物干しカバーの効果と防水性と通気性効果から試作品に予定している防水ネットの仕様を示します。

【洗濯物干しカバーの効果】

1. 雨天のときは洗濯物が濡れることを防ぎます。
2. 晴れのときは防水ネットの通気性により洗濯物が乾きます。
3. 紫外線による洗濯物の変退色等の劣化、繊維の脆化を防止します。
4. 洗濯物を人目から遮蔽することができます。
5. 洗濯物への花粉等のアレルギー物質の付着を防止します。

【防水ネットの仕様】

1. 加工内容	染色+樹脂加工+撥水加工
2. 色	ブルー グロットー
3. 幅	95.7cm
4. 長さ	6m
5. 糸使い	タテ BHT280T ヨコ BHT560T
6. 摟数	タテ 300T/M ヨコ 300T/M
7. 密度	タテ 45本/インチ ヨコ 47本/インチ
8. 厚さ	0.295mm

(2) ニットワンピースのプレート装飾

平成12年11月21・22日に東京青山のテピアにて福島県ニット新作発表会が開催され「技術立綱」を2001年のテーマにシルク素材を使ったニット製品が各社から発表されました。

当支援センターと共同出展した東京ニットファッショニアカデミーの師田氏のご厚意により支援センターとの協力作品として三角形の樹脂製プレートを自動リンキングマシンで縫い付けたニットワンピースが会場内の特設ファッショショナー（写真2）で発表されました。

(3) リストバンド

従来のリストバンドは中に入れる重りとして鉛が使用されていましたが、今日の環境問題を考慮すると鉛以外の物質の使用が望まれます。そこで、最近、某化学メーカーで開発された高比重の高分子材料をプレートとして採用しました。試作中のリストバンドは、このプレートに予め縫製用の穴を開けておき、リストバンドのタオル地に縫い付けてプレートを固定し、着用時のプレートのズレを予防します。

福島大学川本助教授（日本陸連女子短距離部長）の研究によれば、このリストバンドは鉛ほどの重量はないものの、装着時の酸素消費量が未使用時に比べ有意な増加効果が認められました。また、腕の振りの矯正にも効果が認められるなど、その効能が大いに期待されます。

当支援センターではリストバンドのタオル地となる糸の開発にも取り組んでいます。現在のところ従来品よりなめらかな肌触りのリストバンドを目指し、タオル地用の複合糸を試作している段階です。

3. 今後の展開

洗濯物干しカバー及びリストバンドは試作品の完成を経て、年内の発売予定となっています。発売後の売れ行き動向が大いに期待されるところです。

4. 謝辞

東京ニットファッショニアカデミーの師田校長、福島大学の川本助教授並びに関係者の皆様にはご支援、ご協力を賜りました。ここに深く感謝し敬意を表します。

県産農産物を利用した機能性食品の開発（第2報）

—イソフラボン含量の高い大豆の検索および県産各種大豆の加工適性—

Development of the Physiologically Functional Foods Using the Agricultural Products
from Fukushima Prefecture (Part II)

-Search for the breed Containing High Isoflavone and Processing Suitability about Various Soybeans from Fukushima Prefecture-

会津若松技術支援センター 遠藤浩志、大野正博
郡山女子大学短期大学部 金子憲太郎（現 日本獣医畜産大学）
福島県農業試験場 丹治克男、二瓶直登
協業組合郡山とうふセンター 三坂富男

大豆に含まれる機能性成分であるイソフラボンに着目し、イソフラボン高含有大豆の検索を行った。また、栽培条件によるイソフラボン含量への影響を調べた。イソフラボン含量の高かった東北126号について加工試験を行ったところ、加工適性に優れた品種であることが分かった。また、低アレルゲン系統大豆である東北139号について加工試験を行ったところ、あらかじめ大豆を脱皮処理することにより凝固性が改善され、なおかつ、従来の加熱絞り法（加熱後圧搾）から生絞り法（圧搾後加熱）に改めることにより、さらにゲル強度を増加させることができた。

Key words: 大豆、加工食品、豆乳、豆腐、イソフラボン、低アレルゲン

1. 緒言

大豆のもつ生理機能として循環器疾患・ガン等への効果¹⁾があげられる。さらに、大豆の機能性成分の一つであるイソフラボンは、骨粗鬆症・更年期障害・糖尿病²⁾への効果や抗酸化性をもつことが報告されている。

そこで、本研究では、大豆を中心に果実や牛乳等の県産農産物を利用して、健康的で嗜好性に優れた加工食品を開発し、地域特産化することを目的とした。昨年度の研究において、県産各種大豆の栽培特性と加工適性について報告した³⁾。本年度は、イソフラボンを多く含む品種の検索を行うとともに、各種大豆について加工適性試験を行ったので報告する。

2. 実験方法

2.1. 大豆の栽培方法

平成12年度、福島県農業試験場の県内各地域の圃場において、スズユタカ及びタチナガハを対照として各種大豆を栽培した。播種期は5月下旬に播種したものと標準播き（標播）とし、6月下旬に播種したものと晚播とした。施肥試験においては、それぞれの施肥条件に従い、郡山本場の裏山ほ場と精密ほ場で栽培した。

2.2. 大豆、豆乳および豆腐の成分分析

収穫した大豆を通風乾燥機により乾燥させ、実験室用小型粉碎機で32M以下に粉碎し、各分析に使用した。

タンパク質含量はケルダール法により測定した。窒素-タンパク質換算係数は5.71を用いた。

食物纖維含量はProsky法⁴⁾により測定した。

イソフラボン含量は、前報³⁾と同様にHPLC法により測定し、アグリコン、グリコシル体、マロニル体の

総量として示した。

2.3. 豆腐のゲル強度の測定

調整した充填豆腐について、（株）サン科学製のレオメーター COMPAC-100を使用して、プランジャーの直径10mm、テーブルスピード6cm/min、試料の高さ15mmの条件でゲルの破断強度を測定した。

2.4. 豆乳および豆腐の調製法

豆乳および豆腐の基本的な調製法は沼田⁵⁾の方法に従った。すなわち、大豆100gを使用して6倍加水を基本として豆乳を調製した後、グルコノデルタラクトン（GDL）0.3%でゲル化させ充填豆腐とした。ただし、磨碎した大豆（吳）を加熱した後圧搾する加熱絞り法を基本とし、生絞り法の場合は吳を圧搾した後、加熱処理を行った。

2.5. 脱皮大豆全量を利用した豆乳および豆腐

オカラを廃棄せず、脱皮大豆を全量利用した豆腐の試作試験を以下の手順で行った。

あらかじめ脱皮したスズユタカを使用して前述の方法により充填豆腐用の豆乳を製造する。その際に副生されたオカラに等量の豆乳を加え、さらにセルラーゼ（セルクラスト）とグルカナーゼ（ビスコザイム）をそれぞれ0.05%ずつ添加し、45~50°Cで2時間作用させた後、85°Cで5分間加熱して失活させた。冷却後、マスコロイダーにて磨碎し、微粒化した磨碎オカラを残りの豆乳と混合し脱皮大豆全乳とした。グルコノデルタラクトン（GDL）0.3%で脱皮大豆全乳をゲル化させ充填豆腐を試作した。

3. 実験結果及び考察

3.1. 大豆のイソフラボン含量

図1に、農業試験場郡山本場において栽培した15品種の大豆のイソフラボン含量を示した。今回供試した大豆の中で、イソフラボン含量が最も高かったのは東北126号で、反対に最も低かったのは東北139号（低アレルゲン系統大豆の一種、以下低アレルゲン大豆とする）だった。東北126号と東北139号の差は4倍であり、品種間でのイソフラボン含量の差は大きかった。

次に、福島県内の5箇所（郡山本場、相馬支場、会津支場、石川町、喜多方市）において栽培した3品種（スズユタカ、タチナガハ、東北126号）について、イソフラボン含量を測定した。図2は、栽培地間でのイソフラボン含量の差異を品種ごとに示したものである。いずれの品種においても、喜多方で栽培された大豆のイソフラボン含量は高い傾向にあった。喜多方の栽培地は、他の栽培地よりも冷涼な場所に位置しており、登熟期の平均気温の低いことがイソフラボン含量の高さに影響しているかもしれない。また、東北126号においては、いずれの地域でもスズユタカやタチナガハよりもイソフラボン含量が顕著に高かった。図1で示したように、東北126号のイソフラボン含量は品種間で比較した場合にも著しく高く、イソフラボン高含有大豆として有望であった。

一般に、登熟期の平均気温が低いと大豆のイソフラボン含量が高くなるといわれている。そこで、昨年に引き続き、福島県内の3箇所（郡山本場、相馬支場、会津支場）において栽培した3品種（スズユタカ、タチナガハ、東北126号）について、標播と晩播のイソフラボン含量を比較したが、登熟期の平均気温とイソフラボン含量の間に明確な相関はみられなかった（データは示していない）。

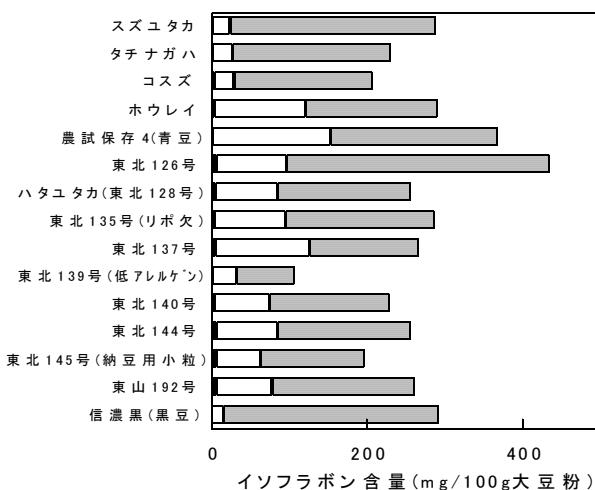


図1 品種の異なる大豆のイソフラボン含量
■アグリコン □グリコシル体 ▨マロニール体

また、イソフラボン高含有大豆として有望であった東北126号について、施肥条件を変えて栽培試験を行ったが、施肥条件とイソフラボン含量との間に明確な関連はあらわれなかつた（データは示していない）。

3.2. 各種大豆の加工適性試験

スズユタカを対照として、東北126号、東北135号、および東北139号について、豆乳中のイソフラボン含量とタンパク質含量を測定し、さらにゲル化した豆腐の破断強度を測定した。

図3は、豆乳中のイソフラボン含量を示したものである。東北126号の乾燥大豆中のイソフラボンは、豆乳に加工した場合にも、効率良く豆乳へ移行していた。東北139号（低アレルゲン大豆）について、あらかじめ脱皮処理した大豆を使用した場合のイソフラボン含量は、加熱絞り（加熱後圧搾）と生絞り（圧搾後加熱）のいずれにおいても、有皮大豆を使用した場合よりも低かった。これは、脱皮処理の過程で、イソフラボンを多く含む胚軸部分が種皮と一緒に取り除かれてしまったためと思われる。また、加熱絞り法の代わりに生絞りを行った場合、有皮大豆と脱皮大豆いずれにおいても、加熱絞りの方が生絞りよりもイソフラボン含量が高かった。大久保⁶⁾が指摘しているように、吳の抽出温度の上昇とともにイソフラボンの抽出率が高まることが知られており、これは同様な結果だった。

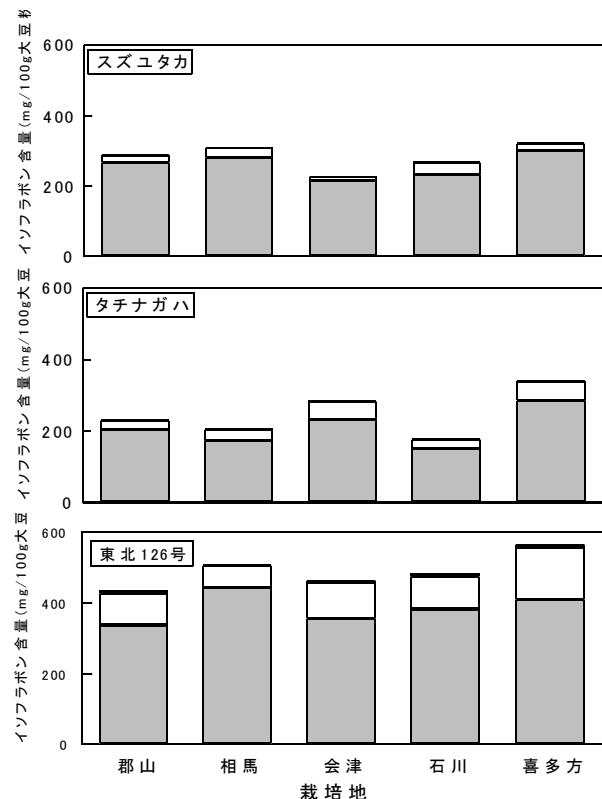


図2 栽培地の異なる大豆のイソフラボン含量
■アグリコン □グリコシル体 ▨マロニール体

図4は、豆乳のタンパク質含量の乾物換算値を示している。イソフラボン高含有大豆として期待された東北126号は、対照のスズユタカや東北135号（リポ欠大豆）と同様に約50%のタンパク質含量だった。また、豆乳の固形分についても、東北126号は対照のスズユタカやリポ欠大豆である東北135号とほぼ同じ値だった（データは示していない）。東北139号（低アレルゲン大豆）については、加熱絞りを行った場合よりも生絞りを行った方がタンパク質の抽出効率が高かった。よって、豆乳へ加工する場合には生絞りを行った方がタンパク質の利用率が高くなると判断できた。

図5は、充填豆腐の破断強度を示したものである。東北126号のゲルの破断強度はスズユタカよりもやや高かった。また、東北135号（リポ欠大豆）の破断強度は少し低かったが、豆腐としての凝固性に問題は無いようと思われた。しかし、東北139号（低アレルゲン大豆）の有皮大豆を使用して加熱絞りを行った場合には、強度が低く凝固性が極めて悪かった。そこで、あらかじめ大豆を脱皮処理して加熱絞りを行ったところ、凝固性が著しく改善された。なおかつ、加熱絞り法から生絞り法に改めることにより、さらにゲル強度を増加させることができた。東北139号（低アレルゲン大豆）を豆腐へ加工する場合には、大豆の脱皮処理さらには生絞りを行うことで、通常のゲル強度をもった豆腐を製造できることが示唆された。

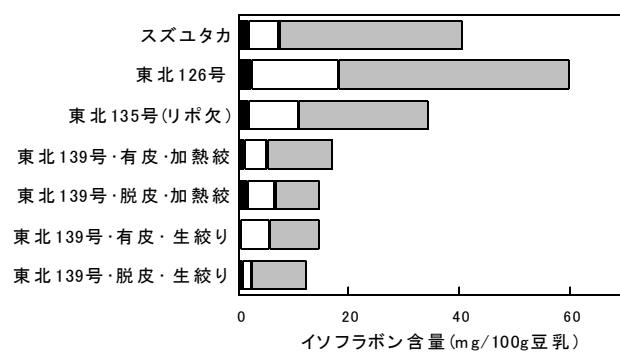


図3 豆乳のイソフラボン含量
■アグリコン □グリコシル体 ▨マロニル体

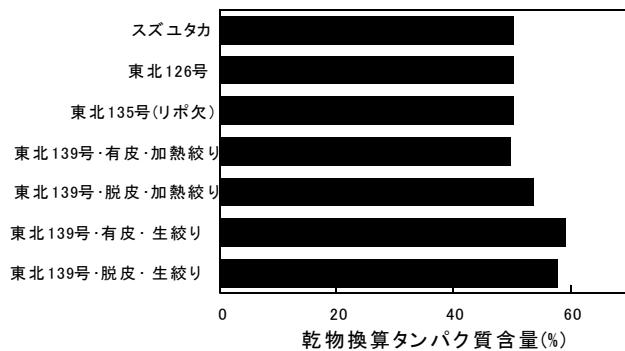


図4 豆乳のタンパク質含量(乾物換算値)

3.3. 脱皮大豆を用いたオカラ全量入り豆乳および豆腐の分析

オカラを廃棄せず、脱皮大豆を全量利用した豆乳（脱皮大豆全乳とする）を調製し、さらに充填豆腐を試作した。各種豆乳中のタンパク質含量と食物繊維含量、豆腐の破断強度を測定した。豆乳調製の際、加水量は6倍加水を基本とし、5倍から7倍の間で変えて調製した。

図6に、加水量の異なる豆乳のタンパク質含量と豆腐の破断強度を示した。いずれの加水量の豆乳においても、通常の有皮大豆豆乳よりも脱皮大豆豆乳の方がタンパク質含量が高く、脱皮大豆全乳の場合は、さらに高かった。脱皮大豆豆乳や脱皮大豆全乳では、加水量が少なくなるにつれてタンパク質含量が高くなるが、有皮大豆豆乳では加水量が5.0倍になるとタンパク質含量が著しく低くなる。有皮大豆豆乳においては、加水量が少なすぎると呉汁の固形分が高くなりすぎて、圧搾の過程で固液分離がしにくくなる。つまり、オカラにタンパク質が多く保持された状態になってしまふものと考察される。

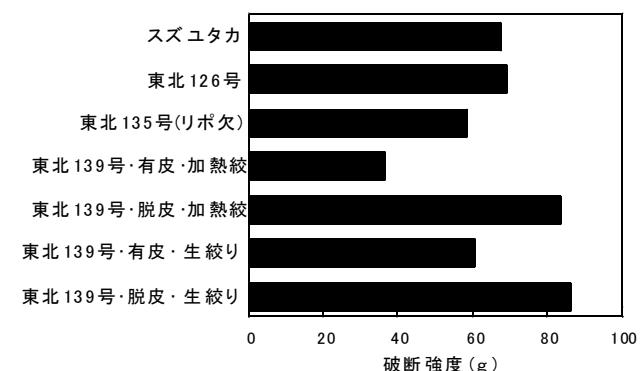


図5 充填豆腐の破断強度

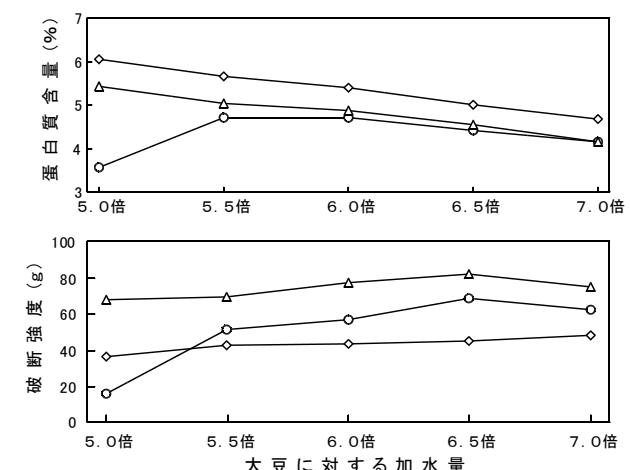


図6 加水量の異なる豆乳のタンパク質含量と豆腐の破断強度

有皮大豆豆乳 脱皮大豆豆乳 脱皮大豆全乳

有皮大豆豆乳よりも脱皮大豆豆乳の方が破断強度が高いことから、大豆を脱皮することによりゲル強度を高めることができた。脱皮大豆全乳の場合は、オカラが混入したものとなるため、全体にゲル強度が低かった。今回の試験では、凝固剤としてGDLのみを用いたが、それ以外のゲル化剤の使用または併用により、ゲル強度を高めることは可能であると思われた。

図7に、豆乳中の食物繊維含量を示した。いずれの加水量でも、脱皮大豆豆乳の食物繊維含量はかなり低かったが、脱皮大豆全乳の食物繊維含量は1.5%前後とかなり高かった。つまり、脱皮大豆全乳は、大豆タンパク質やイソフラボンの他に、食物繊維のもつ機能性も期待することができる食品素材だった。

3.4. 県産大豆を使用した試作品

イソフラボンをはじめ、大豆の様々な機能性成分を積極的に摂取するためには、幅広い食品から大豆の機能性成分を摂取することが有効である。そこで、大豆を利用した加工食品を工場規模で試作した。

加工適性が良好でイソフラボンを多く含有していた東北126号を使用して木綿豆腐とその厚揚げを試作したことろ、甘みやこくがあり官能的にも優れていた。また、スズユタカの脱皮大豆全乳を用いて、食物繊維含量の高い木綿豆腐とその厚揚げを試作した。やはり、凝固しにくい傾向がみられたが、ゲル化剤を検討することにより十分製品化可能であると思われた。さらに、東北139号（低アレルゲン大豆）を使用して充填豆腐を試作した。

また、豆乳を基本配合とした飲料やデザートを試作した。豆乳飲料は、豆乳と生乳を基本に配合したもので、豆乳プリンや豆乳アイスクリームは、豆乳と乳製品を基本配合とした。いずれも、官能的に十分商品化が可能であると思われた。

3. 結言

イソフラボンを多く含む大豆の検索を行ったところ、東北126号は他の品種と比較してイソフラボンが高く、栽培条件を変えてもイソフラボン含量が高く維持されていた。その結果、東北126号はイソフラボン高含有大豆として非常に有望であった。また、豆乳や豆腐に加工した場合、タンパク質含量やゲル強度といった加工適性に優れており、大豆加工品の原料として適していることが示唆された。しかし、イソフラボン含量と栽培条件との関連については、まだ明確でない点もあり、今後検討する必要がある。

低アレルゲン系統大豆である東北139号について豆腐の製造試験を行ったところ、従来の方法では凝固性が低かったが、あらかじめ大豆を脱皮処理することや生絞り法（圧搾後加熱）を採用することにより凝固性が

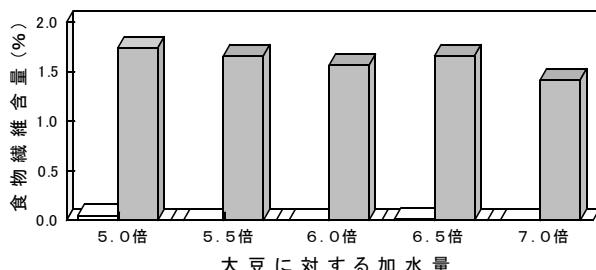


図7 豆乳中の食物繊維含量
□ 脱皮豆乳 □ 脱皮全乳

改善された。大豆アレルギー患者食への利用を考えるうえで、有益であると思われた。

また、オカラを廃棄せず、脱皮大豆を原料として調製した大豆全乳では、従来の豆乳と比較して、食物繊維をはじめタンパク質や固形分を有効に利用することができた。その結果、機能性を高めた大豆加工品を試作できた。

本研究を進めるにあたり、御協力いただきました会津坂下地域農業改良普及センターの佐藤和也さんに心から感謝いたします。

参考文献

- 1) 河村幸雄、大久保一良編: 大豆のヘルシーテクノロジー、光琳、東京、1998
- 2) 関谷: 日本農芸化学会1998年度大会講演要旨集, p. 111
- 3) 遠藤浩志ら: 平成11年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, p. 26
- 4) L. Prosky *et al.*: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **68**, 677 (1985)
- 5) 沼田邦雄: 東京都立食品技術センター研究報告, **7**, 21 (1998)
- 6) 大久保一良: 日食工誌, **35**, 866 (1988)

酸化チタン系光触媒の開発と環境浄化に関する研究(概要)

Investigation of Photocatalyst (Titanium Dioxide) and Purification of Environments

材料技術部	大河原 薫	大堀 俊一	関根 義孝
いわき技術支援センター	杉内 重夫	中山 誠一	安齋 実
福島技術支援センター	吉田 正尚		
日東紡績株式会社	松本 公一	中村 幸一	鈴木 芳治
本宮アルマイ特株式会社	福原 孝嘉		
柏洋硝子株式会社	渡邊 信助	斎藤 孝夫	
クリナップ株式会社	前島 和久	深津 昌宏	尾崎 友則

特定フロンやトリクロロエタンの全廃ならびにトリクロロエチレン等の使用制限により水系洗浄への移行が進んでいる。しかし、水系洗浄では界面活性剤等が混入するためBOD値の上昇をまねき、大きな問題になっている。そこで、排水中の有機物の除去可能な高活性酸化チタン系光触媒の開発に取り組んだ。

酸化チタン粉末に銅イオンと助剤を添加し紫外線を照射することで複合光触媒が得られ、白金担持と同程度の分解性能を示した。また、ガラスクロスに固定化した光触媒を用いてPOELEを分解した結果、鉄イオン添加しpHを2以下に保つつ加温することで、分解時間が大幅に短縮できた。

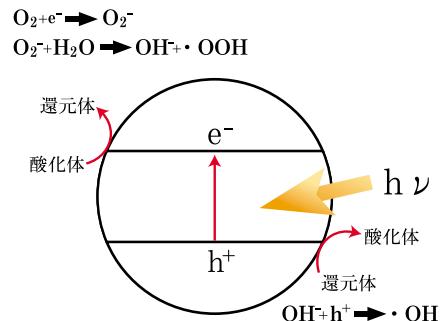
チタン合金を陽極酸化することで表面に酸化皮膜を形成し、意匠性と光触媒性能を併せ持ったカラーチタンができた。

key words : 光触媒、酸化チタン、排水処理、BOD、TOC、陽極酸化

1. 緒言

地球環境の大切さが叫ばれている今日、県内製造業においても環境対策と環境マネジメントに立脚したものづくりが求められて来ている。一方では、シックハウス対策や「O-157」対策に代表される大気浄化作用や抗菌作用を有した環境関連商品の開発が望まれている。

光触媒(図1)は有機物を水と二酸化炭素に分解するクリーンで安全な物質で、抗菌や防汚機能も有していることから、県内4企業と産官共同開発事業「酸化チタン系光触媒の開発と環境浄化に関する研究」を行い、光触媒の高機能化と有効利用に取り組んだ。



$$\text{TiO}_2 : 3.2 \text{ eV} \rightarrow \lambda < 388 \text{ nm}$$

図1 光触媒のメカニズム

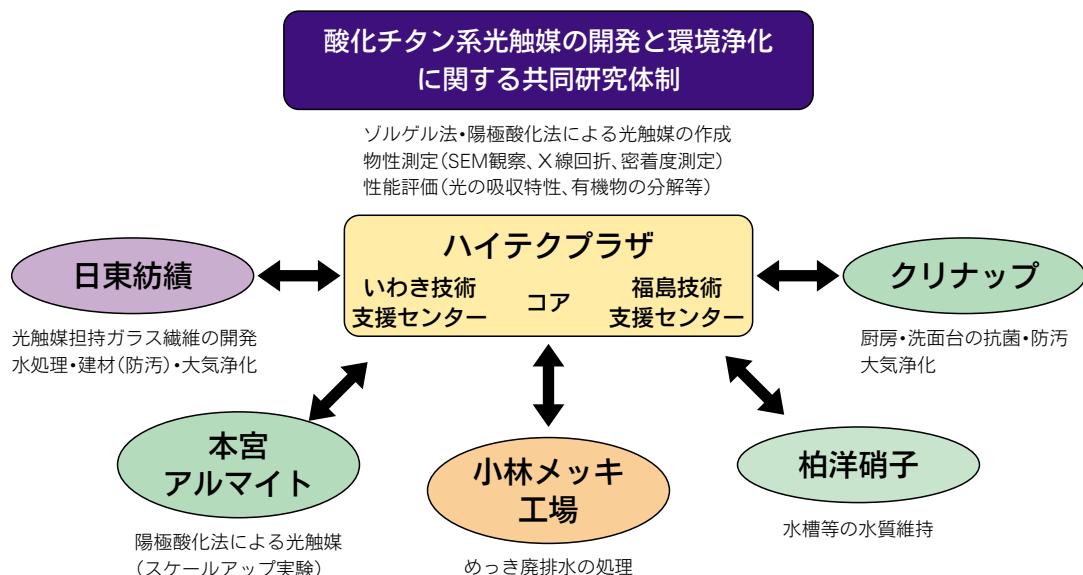


図2 産官共同研究の研究体制

2. 研究体制

図2に産官共同研究の研究体制を示す。ハイテクプラザと福島県内4企業とが、"光触媒と環境浄化"をキーワードに産官共同研究に参画し、それぞれが分担課題に取り組んだ。

3. 研究内容

3.1. ハイテクプラザの実施内容

県内表面処理事業所にBODに関するアンケート調査を行った結果、BODの発生源は脱脂工程における水洗水(油、界面活性剤)および無電解ニッケルめっきの水洗水(有機酸)との回答が多く、これを分解ターゲットにした。

また、アルミニウム等の表面処理に用いられている陽極酸化法でチタン合金上に酸化皮膜を形成し、光触媒機能を持った素材の開発にも取り組んだ。

3.1.1. 酸化チタン粉末による光分解の遷移金属の添加効果

光触媒としての活性評価が定まっている酸化チタン粉末に貴金属担持や遷移金属添加を行い、それぞれの相乗効果を調べた結果、銅イオンを添加すると白金担持と同程度の分解性能を示すことがわかった。また、非イオン界面活性剤に酸化チタン粉末と銅イオンを添加し光照射することで、高い光触媒機能を有する銅酸化チタン複合材ができた。

無電解ニッケルめっき水洗水を光分解した結果、酸化チタン粉末表面に白金を担持した場合は次亜リン酸や亜リン酸が優先的に酸化されてリン酸になり、白金を担持しない時は有機物(有機酸)が優先的に分解されるという異なった分解形態を示すことがわかった。

3.1.2. ゾル-ゲル処理による光触媒TiO₂の作製

ガラスクロスや発泡ガラスに光触媒を担持する際のベース技術であるゾル-ゲル法について、前駆体溶液の調製条件や皮膜の焼成条件等を検討するとともに、光触媒活性、耐久性、積層状態等を調べた。平板ガラスに皮膜を積層した結果、約0.5 μmの膜厚のものが最も高い触媒活性を示した。ガラスクロスへの担持では450?500°Cの低温域で、しかも焼成速度を緩やかにすることで密着性の向上が図られた。また、多孔質体に酸化チタンを担持し水に浮く光触媒材ができた。

3.1.3. 固定化光触媒を用いた工場排水中の有機物の分解

酸化チタンをガラスクロスや発泡ガラス等に担持して排水処理に利用可能な光触媒材を作製し、めっき工場等の脱脂剤として一般的に用いられている非イオン界面活性剤(POELE)を基準汚染物質として分解実験を行った。ガラスクロスに固定化した光触媒材を用いてPOELEを分解した結果、鉄イオン添加しpHを2以下に保ちつつ加温することで、分解時間が大幅に短縮できた。

また、発泡ガラス表面に酸化チタンを担持し、水に浮きしかも攪拌による均一分散が可能な光触媒材ができた。

3.1.4. 陽極酸化法による酸化チタン光触媒の作製

従来、陽極酸化には硫酸系浴やリン酸系浴が用いられている。本研究では、高活性光触媒材を作製するため有機酸浴からの陽極酸化法について検討した。その結果、亜硝酸ナトリウム溶液で陽極酸化したものが最も高い光触媒性能を示した。また、硫酸溶液からは干渉色を有した比較的高い触媒性能を示す皮膜が得られた。意匠性と光触媒性能を併せ持ったカラーチタンとして利用可能と考えられる。

3.2. 産官共同研究参加企業の実施内容

3.2.1. 陽極酸化法による酸化チタン光触媒の作製 —実用化に向けた酸化チタン皮膜作製の問題点とその対策—

金属チタンの表面を覆う自然酸化皮膜は頑固で耐薬品性が強いばかりではなく、陽極酸化による酸化チタンの均一皮膜生成を阻害する。このため、前処理としてリン酸／硫酸の混合液を用いて酸化皮膜を均一除去し、直後に硝酸での酸洗いすることで、陽極酸化による均一な酸化チタン皮膜が得られた。

意匠性や光触媒性能についても基礎実験と同様の成果が得られた。

3.2.2. 光触媒担持ガラス繊維基材の開発

大気処理、水処理用の光触媒フィルターとして光触媒担持ガラス繊維基材の検討を行った。

その結果、無機バインダーの選定と、塗布条件を工夫することにより、クロスとしての柔軟性を有し、かつ、粉落ちの少ない、光触媒担持ガラスクロスを開発することが可能になった。

3.2.3. 光触媒を用いた殺菌浄化装置の開発

回収した使用済みのガラス瓶からガラスピーブを作製し、その表面に有機物の分解や抗菌作用を有することで注目されている光触媒をコーティングした殺菌浄化装置を開発し特許を取得した。

3.2.4. 光触媒機能を付加した人工大理石の開発

酸化チタンの層を表面に集中させた形で人工大理石(樹脂)を成形することによって、コーティングでは得られない光触媒活性と耐久性を両立した皮膜ができた。

4. 終わりに

この研究は、平成10~12年の3年間、電力移出県等交付金助成事業として行われた。詳細な内容と結果については、平成13年2月発行の研究成果報告書を参照されたい。

超高速切削による難削材加工技術の研究(概要)

A Study on Machining of Difficult-to-cut Materials by High-speed Milling

生産技術部 菅原康則、吉田智、遠藤勝幸、酒井勝雄

株式会社旭洋精工 松本克彦、佐藤敏男

林精器製造株式会社 伊藤洋、吉田勝次

フガク工機株式会社 中尾郁夫、大内新司

プラストロン株式会社 永井允

金型製造工程への超高速加工の導入において、工程の短縮、製造コストの低減を効果的に行うために、SKD11(58HRC)、SKD61(50HRC)、タンゲステンモリブデン系合金、アルミニウム合金(A5052)の各被削材の適正加工条件について検討した。また、共同研究参加企業ごとに加工モデルを設定して、超高速加工および従来加工で実際に加工し、加工時間、加工コストの比較を行い、超高速加工の導入効果について検証した。

Key words : 超高速切削、難削材、型加工、加工条件

1. 緒言

近年、工業製品の低価格化および開発サイクルの短期化がすすみ、金型の製造コストの低減と短納期化の要求が強くなっている。この対応法のひとつとして、金型製造工程への超高速加工の導入があげられる。この加工法は、工作機械の主軸回転数およびテーブル送り速度の高速化が進んだことによって可能になったもので、小径工具による加工の高速化や、加工精度・加工面粗さの向上といった利点があり、金型や精密機械部品の製造工程の短縮・省略に効果があることが報告されている^{1,2)}。

しかし、この超高速切削を効果的に導入するためには、加工物に対応した加工条件(工具、切削速度、送り速度など)の把握や、効率よく加工するためのツーリング、工具経路生成手法の確立など、解決すべき問題点が数多く残されている。

この研究は、これらの技術課題についての検討を行い、併せて、従来行われてきた放電加工やマシニングセンター等による切削加工工程に対して、この加工法の導入により工程の短縮・製造コストの低減を図ることを目的としている。

また、本研究は資源エネルギー庁からの電力移出県等交付金を受け、県内企業と共同で平成10年度から3年間の計画で実施したものである。

2. 研究内容

本研究には県内の金型・精密機械部品製造企業4社が参加し、各企業の分担研究課題と研究内容は以下のとおりである。

1)超高速切削による精密金型部品加工に関する研究

精密機械部品鋳造金型(タンゲステンモリブ

デン基合金)製造工程への超高速加工導入効果の検証

2)超高速切削による高硬度材料の加工に関する研究

ゴム成形金型(SKD11, HRC58±2熱処理材)製造工程への超高速加工導入効果の検証

3)超高速切削による鋳造用金型加工に関する研究

砂型用金型(アルミニウム合金 A5052)製造工程への超高速加工導入効果の検証

4)超高速切削における表面処理工具の効果に関する研究

マイクロblast処理による工具寿命延長効果の検証

ハイテクプラザでは、共同研究参加企業が加工対象として取り上げた材料について、超高速加工を行う際の適正な加工条件の検討を行った。また、実験装置として導入した超高速加工機(㈱牧野フライス製マイクロFF加工機 HYPER5(図1) 主軸最高回転数 32,000rpm、最大テーブル送り速度 16,000mm/min、最大工具径 6mm)の特性についても調べた。



図1 超高速加工機外観

3. 研究結果

3. 1. ハイテクプラザの研究結果

今回導入した高速加工機について、主軸回転数による主軸系の伸びやテーブル送り特性などについて調べた結果、主軸最高回転数では主軸先端に最大 $20 \mu\text{m}$ の変位が生じることが確認された。また、テーブル送りについても制御モードによる加工精度や実送り速度の違いが見られたため、実際の加工に際してはこれらを考慮に入れたプログラミングを行う必要があることがわかった。

切削条件については、工具摩耗を除去体積で評価した場合、一刀送りを大きくすると摩耗が小さくなり、切削速度、切込み等の影響は小さいことが確認された。さらに、各被削材で適正な切削速度の範囲が存在し、被削材の硬度が高くなるとこの範囲は小さくなる。このことから荒加工においては、加工効率の面から考えると、これらの条件を工具の損傷やワークの温度上昇などを生じない範囲で大きく取るのが望ましいことがわかった。また、仕上げ加工においては、切削抵抗による工具の変形を小さくするため、仕上げ代をできるだけ小さくし、ピックフィードはあまり小さくしないようにするのが望ましいことがわかった。切削方式としては、環境問題やコスト面から考えて乾式切削(エアブロー)が望ましいが、タングステンモリブデン基合金ではミストクリーナーを使用することにより、工具摩耗を抑制できることが確認された。

3. 2. 共同研究参加企業の研究結果

共同研究参加企業では、それぞれ実製品（または加工モデル）を選定して、前節の実験結果を基に、ワーク材質及び形状に適した切削条件の選定、ツーリング、工具経路等について検討を加え、実際に超高速加工を行った。さらに、現状加工によるモデル加工も行い、ワークの加工精度・表面粗さ、磨きなどを含めた製造工程全体での所要時間・コストを比較して、超高速加工法の導入の効果について検討した。

その結果、いずれの加工モデルにおいても寸法精度、加工面粗さについては現状加工と同等又はそれ以上の結果が得られ、後工程である磨きの短縮・省略が可能であることが確認された。加工時間については、鋳造用金型では素材ブロックから形状の削り出しを行ったために除去体積が大きく、使用できる工具の制限から加工時間の短縮はできなかったが、他の加工モデルでは、現状加工法の $1/3 \sim 1/4$ の加工時間で加工できた。また、使用する工具も現状加工に比べて大幅に削減することができ、加工コストの削



図2 モデル加工例（精密機械部品鋳造金型）

減が可能であることが確認された。

表面処理工具の寿命延長効果については、超高速加工に用いるコーティング超硬工具にマイクロプラス処理を施して切削加工実験を行い、処理条件と工具摩耗の関係を調べた結果、コーティングの前処理としてマイクロプラス処理(処理圧 1.5bar)を行った工具では、市販されている工具の 1.6~2 倍程度の寿命延長効果が期待できることが確認された。

4. 結言

以上、金型、精密機械部品製造への超高速切削導入による工程短縮効果について検討した結果、切削加工時間の短縮ならびに磨き工程の省略等による製造コストの低減が可能であることが確認された。

なお、詳細な内容については、福島県ハイテクプラザ研究報告書『超高速切削による難削材加工技術の研究』に記載されているので、そちらを参照されたい。

参考文献

- 1) 最近の鋳造金型製作に関する調査研究報告書、
鋳造技術研究所、1997
- 2) 安斎：1999 年度精密工学会春季大会、p294 他

高精度溶接技術と後処理（概要）

Reduction of welding deformation, and polishing surface of weld.

いわき技術支援センター	佐藤善久 緑川祐二
生産技術部	藤井正沸 酒井勝雄
大野ベロー工業（株）	上遠野剛 平山正一 荒蒔正之 近藤一太
日東金属工業（株）双葉工場	井上英行 大浦武彦 緒方徹
（株）ヨコハマ吉倉	佐藤 優 佐藤 歩

レーザ溶接を主とする各種溶接法における溶接変形の低減、溶接部の研磨技術をはじめとした個々の研究課題に取り組んだ。薄板ステンレス鋼を用いた小型円筒容器の試作品を製作し、レーザ溶接施工と研磨施工の有効性を実証した。レーザ溶接法は、溶接部が小さく溶接歪や研磨工数を低減できるが、開先加工の高精度化を含めた施工法と継手設計が必要である。また、フィラワイヤの有効性や研磨面を定量化して評価する可能性が得られた。

key words: レーザ溶接、薄板ステンレス鋼、溶接歪、ギャップ裕度、研磨

1. 緒言

この研究では、高負荷価値製品の新たな製造技術として、レーザ溶接の特長を生かし生産現場における技術的課題を解明し、その優位性や適用技術について究明した。また、変形や母材変質の少ないレーザ溶接法を適用することで、溶接部を含めて平滑性や清浄性の点で製品の品質を向上でき、製造工程全般に渡るコストの低減と作業環境の改善を可能にすると考え、県内企業との共同研究として取り組んだものである。

2. 研究テーマと成果

本研究では、レーザ溶接を主とする各種溶接法における溶接変形の低減、溶接部の研磨技術をはじめとした個々の研究課題に取り組んだ。これまでに実施して来た研究の概要を以下にまとめた。

2. 1. レーザ溶接の諸特性について

オーステナイト系ステンレス鋼の炭酸ガスレーザ溶接について検討した。実際の溶接で問題になるとされる条件について検討した。その結果、レーザ溶接法が、溶接変形の小さな溶接法であること、窒素アシストやパルス出力が溶接欠陥の低減に効果がある等の有用な知見を得ることができた。

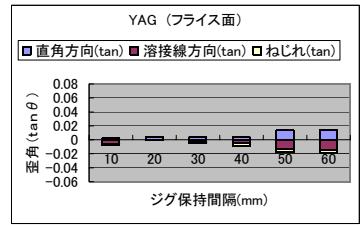


N₂シートによる溶接金属

2. 2. 薄板ステンレス鋼板のレーザ溶接における歪

薄板ステンレス鋼の溶接製品において、広

く用いられているTIG溶接法、半自動溶接法、プラズマ溶接法等に対して、レーザ溶接法による歪がどの程度発生するかについて調べた。その結果、レーザ溶接法は他の溶接法に比べて溶接入熱と溶接歪が小さく、高



レーザによる低歪溶接

精度な溶接製品の製造が可能となることが分かった。また歪の低減に、拘束の効果が確認された。

2. 3. レーザ溶接における薄板突合せ継手のギャップ裕度

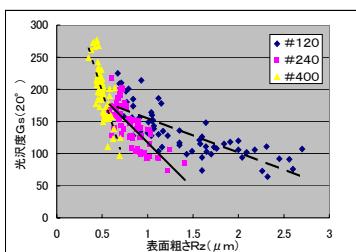
レーザ溶接は、従来の溶接法より高精度な開先精度が必要とされ、薄板成形品においても技術的課題となっている。TIG溶接法等と比較してI型突合せ継手におけるギャップ裕度を調べた。レーザ溶接法のギャップ裕度は狭く、溶接継手の開先加工には精度の高い機械加工面等とする必要がある。また、溶接部にフィラワイヤを供給することにより、ギャップ裕度を若干大きくする改善



2. 4. 溶接部の研磨と定量的評価

溶接を行った後処理を目的として、サンドペーパーとバフ材でステンレス鋼を研磨した。その結果、表面粗さR_z値と光沢度の間に相関性が認められ、研磨条件に対する両者の関

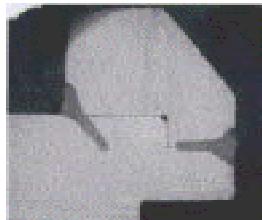
係についても定量的に評価できた。それらの成果を基に研磨を行った結果、溶接部は平滑で光沢のある面を確保できた。また、サンドペーパーの寿命は R_z 値や光沢度だけからは判断できないことがわかった。



表面粗さ (R_z) と光沢の関係

2. 5. 高純度ガス配管の高精度レーザ溶接

高純度ガス配管部品に使用されるオーステナイト系ステンレス鋼は、溶接時の変形やひずみが大きい。これらの欠陥は、製品の品質や性能を低下させ、その程度によっては製品を廃棄しなければならないこともある。低ひずみで高精度な加工品質を得ることができる炭酸ガスレーザ加工装置による溶接実験を行い、溶接歪や割れについて評価した。



フランジのレーザ溶接

2. 6. レーザ溶接による高級ステンレス容器の試作

プラズマ溶接の高速化に伴い、ブラックスポットの発生が生産性に大きく影響を及ぼしている。そこで十分な溶け込み状態の上、溶接ビード幅を細くすることでブラックスポットの発生を抑制できるのではないかと考え、炭酸ガスレーザ加工機を使用しステンレス製容器に応用した。その結果、集光ミラーにて前処理を行い集光レンズにて本溶接することにより、安定した溶接部が得られた。



レーザによる細い溶接ビード

2. 7. 薄板ステンレス品の試作

炭酸ガスレーザ加工装置を用いて、溶接変形の生じやすい薄板ステンレス鋼製品を試作した。その結果、部分的にわずかな反りが生じたが、溶接変形の少ない加工ができた。また、重ね溶接継ぎ手による基礎的な検討を行



キヤツフ 0.4mmの重ね継手

い、溶け込み深さを制御することで、裏側母材の表面品質を損なうことなく接合できることが分かった。また、板厚 1.0 mm の重ね継手では、母材間のギャップが 0.4 mm まで接合できることができることが分かった。

2. 8. YAG レーザによる小型円筒容器の溶接

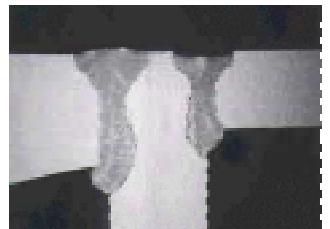
YAG レーザ溶接法を用いて小型円筒型容器の試作を行った。外形 88 mm の薄板ステンレス鋼管を本体とする全面鏡面研磨仕上げを行う高付加価値製品の製造技術として、YAG レーザ溶接法の特徴を使って溶接した。胴体はフィラ供給による裏波溶接で円筒の長手溶接を行った。フランジとパイプの部分溶込み溶接においては、割れの発生を調べて抑止対策を施した。レーザ溶接はビード幅が狭く母材に与える影響が小さいため、溶接後の仕上げ工程を容易にできる。



鏡板の YAG レーザ溶接

2. 9. 炭酸ガスレーザによる試作

全線レーザ溶接による、オーステナイト系ステンレス鋼製の熱交換器型モデルを製作した。全溶接箇所につき、マクロ・ミクロ観察を行い、考察と品質の確認を行った。その結果、板厚約 10 mm のフランジ部分を除き、良好な裏波を有する溶接ビードが形成された。しかし、部分溶け込み溶接となる、ダウンスロープの部分にはブローホールが発生した。また、肉厚が小さい部分では、熱影響のある金属組織が見られた。



熱交組立て溶接部

3. 結言

レーザ溶接法は、溶接部が小さく溶接歪や研磨工数を低減できるが、開先加工の高精度化が必要であり、ルートギャップやアンダーフィルにはフィラワイヤの供給が有効である。

レーザ溶接は溶接部に欠陥が発生しやすい場合があるので施工法と継手設計が重要である。また、研磨面を定量化して評価する可能性が得られた。

なお、研究の詳細な内容と結果については、平成 13 年 2 月発行の研究報告書に紹介。

エージェント利用広域高速ネットワーク管理 / セキュリティ監視システムの研究

A study of management and security monitoring systems for wide area and wide range networks

応用技術部 電子応用科
本田修啓、高橋 昌、平山和弘、尾形直秀

マルチメディア時代の高速インターネットにおけるセキュリティ対策を行う分散型次世代ファイア - ウォールシステム開発のための研究を平成12年度から平成14年度の3カ年計画で行っている。初年度である平成12年度は、実験用ネットワークの設計と構築、セキュリティアタック検出アルゴリズム開発、マルチメディア知識データベースの検討と、講習会映像データの蓄積を行った。上記により目的システム実現のための環境を整備した。また、構築ネットワークは中小企業においてすぐに役立つ最新の要素技術を含んでおり、社内ネットワーク構築の参考システムとして役立つものである。

Key words: インターネット、セキュリティ、ファイア - ウォール、IDS、データベース

1. 緒言

インターネットは、郵便、電話と同様、社会的な基本通信インフラとしての位置を確立したが、「常時」「高速」「マルチメディアアプリケーション」を中心とする次世代インターネットが中小企業に普及していくと考えられる。本研究は、上記に対応し、岩手県工業技術センター、広島県立西部工業技術センターおよび福島県ハイテクプラザが平成12年度から平成14年度の3ヶ年計画で実施するもので、ハイテクプラザでは高速常時接続インターネットシステム構築／運用において必要性が高まると考えられる以下の2つの問題について本県が担当して研究を進める計画である(Fig.1)。

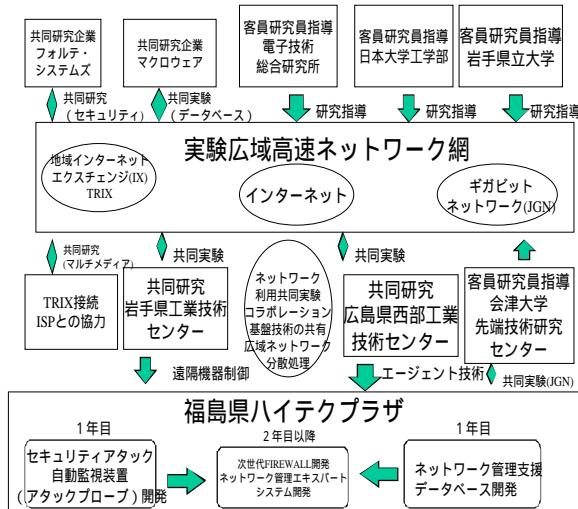


Fig.1 研究体制図

本報告は、これに關し初年度である平成12年度研究成果についてまとめたものである。

- ・ネットワークセキュリティ対策問題
 - ・運用管理技術者支援システムの研究

2. ネットワークセキュリティ対策の必要性

2.1. インターネットの普及

インターネットにおいては、ポートスキャンを始めとするセキュリティアタックが日常的に行なわれており、その対策が問題となっている。アタックは手動ではなく自動化されたツールで行なわれる場合が多く、ネットワークの高速化に伴ってツールの攻撃力も増加している。また適切なセキュリティ対策を行なわないと、他のインターネット接続組織に迷惑をかける結果ともなり、社会的責任を問われる可能性も出ている。

現在の個人におけるインターネット利用方法は、ISDN もしくは一般電話回線によるダイアルアップ IP 接続が主となっている。これは県内中小企業に関しても同様の傾向である。この方式では、ネットワーク利用時以外はインターネットから切離されており、ISP から割り振られる IP アドレスも、その都度別なものが割り振られることから、使い勝手は良くないものの、セキュリティ問題を小さく抑える効果があった。

しかし今般、FTTH、CATV、ADSL、ISDN 常時接続等、中小企業にとって安価に利用できる常時接続型インターネット接続サービスが出現し、常時接続を行なうことが容易となった。このことはインターネット本来の充実したサービスを利用できる環境が得られる一方、本格的セキュリティ対策を行なう必要が出てき

たことを意味する。

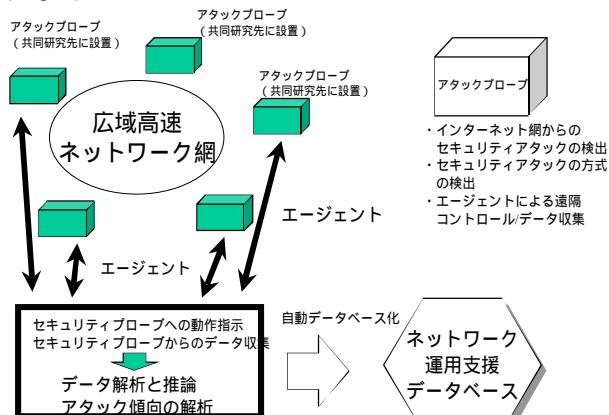
2.2. FIREWALL の限界

セキュリティ対策では、FIREWALL の設置が一般に用いられている。ただし、DNS, Mail, WWW 等外部公開が主目的であるサービスは外部アクセスを禁止することが難しい。このようなサービスへの攻撃は、FIREWALL のみで対策することは困難である。また、新規のアタック手法によって従来の対策を無効にするような攻撃もあり、FIREWALL のみによるセキュリティ対策の限界が明らかとなってきた。

2.3. 分散型 IDS

FIREWALL の機能を補完し、管理者を補助する装置が侵入自動検知装置(IDS)である。攻撃を目的とするパケットを検知し、それを管理者に通知もしくはルータや FIREWALL に必要な設定変更を行なうものである。

本研究では、この IDS に注目し、自動ツールによるセキュリティアタックが IP アドレスあるいはドメイン名について逐次処理的に行なわれることが多く、時差が存在することを利用し、ネットワーク的に離れた地点に複数の IDS を設置し、それに記録されるアタック情報をもとに、セキュリティアタックに対して自動的に事前対策する FIREWALL システムが有効であると考え、このシステム開発を研究目的とした。(Fig.2)



3. ネットワーク運用管理技術者支援システムの必要性

3.1. 技術者の不足と効率的管理の必要性

インターネット常時接続が増加することは、必要とされる運用管理技術者も増加することを意味する。一般の中小企業が、専門性の高い知識を有する技術者を個別雇用することは現実的ではなく、いわゆるアウト

ソーシングによる対応とならざるを得ない。したがって、この業務を受託する運用管理分野が、新しい地域の産業分野として発展する必要がある。

ネットワーク運用管理技術者には、固定化した部分に加え、高速ネットワークや IPv6 等新技術への対応や、ますます複雑化し、増加しているセキュリティアタックへの対応が求められ、またコスト低減のため、効率良く複数のネットワークの監視を行なわなければならない。

3.2. ネットワーク運用管理技術者育成の難しさ

セキュリティ対策技術を含むネットワーク運用管理技術は、内容が多岐に渡っており、技術の変化も激しいため、体系化されにくい面がある。また、管理技術者のスキルについても、個人差が大きい。また良質な技術者は多忙であることが多く、その技術を伝達することが実質的に困難であることも多い。このことが良質の運用管理技術者の効率良い育成を阻害する要因となっている。

3.3. ネットワーク運用管理者支援システムの開発

上記の状況に対応するため、本研究で得られたセキュリティ関係技術等を中心とするネットワーク技術および習熟したネットワーク技術者の知識をデータベース化したものを基に、ネットワーク管理技術者支援エキスパートシステムの開発の可能性を検討し、試作を行なうことを本研究のもう一つの目標としている。

4. 平成12年度研究内容および成果

4.1. 研究用ネットワークの設計と構築

4.1.1 研究用ネットワーク(所内)の設計

備品導入およびネットワーク工事に先立って、研究用ネットワークの構成に関して検討を行い、以下の方向で設計を行った。

- ・実験場所となる、コンピュータ室、電子応用実習室、メカトロ研究室、計測制御室2、およびサイエンスサロン間を、高速かつ冗長度高く接続する。
- ・ネットワークメディアとして、Gigabit Ethernet を使用し、このために必要となる光ファイバ工事を行い、スイッチングハブを導入する。
- ・研究の内容を考慮し、VLAN を用いて複数の論理的ネットワークを構築し、FIREWALL 内部、外部、DMZ 等を利用し、現実に近い環境での実験を可能とする。同様に地域IX 実験等も同時に行える環境とする

- ・県内中小企業社内ネットワークの規範となるような最新のネットワークとする。

4.1.2 研究用ネットワーク用光ファイバー工事の実施

検討結果に基づき、実験場所となるコンピュータ室、電子応用実習室、メカトロ研究室、サイエンスサロン間をマルチモード光ファイバーで結ぶ工事を実施した。これにより、これらの間を Gigabit Ethernet あるいは ATM で接続することが可能となり、また、メカトロ研究室と計測制御室 2 間を、3 本のカテゴリ 5 ケーブルで接続し、300MBPS での高速接続を行うための環境を整えた。また、これに加え、共同研究機関間を IPSec を用いた VPN を用いて、実験ネットワークを相互に接続する広域ネットワークについても設計を進めた。

4.1.3 スイッチングハブの導入と VLAN を用いた第 2 層のネットワーク構築

研究備品として CISCO Catalyst スイッチを 3 式導入し、コンピュータ室、メカトロ研究室、サイエンスサロンに設置し、光ファイバーを、Gigabit Ethernet インタフェースに接続した。この Gigabit Ethernet を VLAN をたばねて通す TRUNK ラインとし、これを経由し、実験用複数の VLAN をこれらの実験場所で利用できるよう構築した。(Fig.3,4)

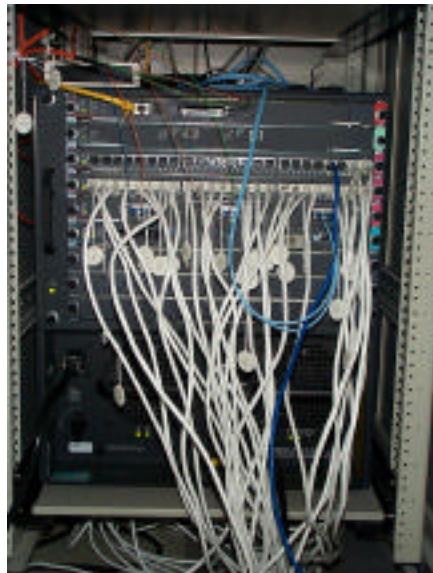


Fig 3 電子応用実習室 Switch



Fig4. コンピュータ室 Switch

4.1.4 実験用 TCP/IP ネットワーク構築とルーティング設定

上記 VLAN を活用し以下の TCP/IP ネットワークを実験環境として利用できるようにした。

実験用プライベートネットワーク(192.168.7.0/24)
電子応用実習室実習用プライベートネットワーク(192.168.86.0/24)
TRIX 実験用ネットワーク
(192.47.180.112/28, 192.47.181.0/24)
会津大学 JGN ネットワーク(168.148.xx.xx/16)
実験用(商用)インターネット(210.158.54.112/28)
ハイテクプラザインターネット(202.13.84.0/22)

ここで、ハイテクプラザインターネット、実験用商用)インターネットについては、インターネット接続性を有しており、ここには、ポートスキャン等のセキュリティアタックが日常的に発生しており、ここを研究の監視対象としている。また、これらのネットワークとプライベートネットワークとは、今回導入した FIREWALL および構築予定の FIREWALL を介して接続し、通過ポリシーの動的変更実験を可能とした。また、TRIX 実験用ネットワークでは、地域 ISP 間のトラフィック交換実験を行っており、ここでは、BGP4, OSPF による経路情報交換実験を行っている。また会津大学実験ネットワークでは、JGN 高速回線を利用した遠隔授業実験を実施した。

4.1.5 共同研究機関との VPN 構築の検討と実装

共同研究機関とのネットワーク共同研究をおこなうための、セキュリティに配慮したネットワーク構築を検討した。方法としては、セキュリティアタックプローブ用 PC にアタック検出機能の他、VPN 機能を持たせ、共同機関間の実験は、VPN を利用した内部ネットワークで実施する方法を選択し、機能の実装と実験を実施している。これにより、共同研究機関との間で実施する、エージェント、計測制御等を安全に実現することが可能である。

4.2. セキュリティアタック検出アルゴリズムの研究

ポートスキャン及び POP3 サービスに絞り、アタックを検出するアルゴリズムの開発を進めた。実際に流通しているアタックツールを収集し、アタックの際、ログに残されるデータの特徴を検出し、使用されているツールを特定するためのアルゴリズム開発の見通しを得た。また、より詳細なログを得るための方法についても研究を進めた。これについては Fig5 に示す実験環境を用いてデータを採取した。

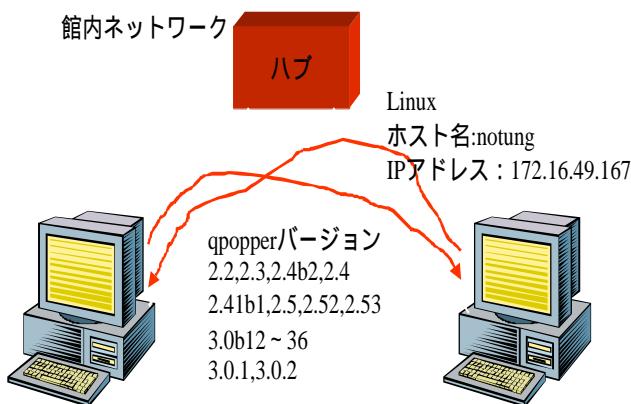


Fig.5 アタックシミュレート環境

4.3. マルチメディアデータベースの基礎技術の獲得とデータベース構築方針の決定

ハイテクプラザで行われた講習会等のデジタルデータ化、およびそれを効率的に管理し、検索、提供するためのデータベース構築また、www サーバとの連動手法について研究を進め、実現への見通しを得た。

4.4. マルチメディア対応地域 IX ルーティング技術

東北地域インターネット相互接続研究会(TRIX)と協力し、高速 ATM 回線の利用、BGP4 によるルーティング改良を中心とする研究を実施した。今後必要となる、マルチホーム、地域分散型の社内ネットワーク構築に必要な技術に転用可能である。

4.5. セキュリティアタックプローブの開発

セキュリティ攻撃検出アルゴリズムを搭載する検出装置については、ラックマウントタイプの PC をハードウェアとして使用し、その構成は

- OS FreeBSD 4.2R
- NIC global,Private の 2 個
- VPN 機能
- エージェントおよびSNMP エージェント機能

とする方向で構築を進めている。ここに 4.2 に示したセキュリティ検出アルゴリズムを搭載することで、分散配置用アタック検出装置を完成させることが可能となる。

謝辞

本研究を進めるにあたり御指導頂いた、電子技術総合研究所 濱崎陽一主任研究官、岩手県立大学 布川博士教授、日本大学工学部 杉浦義人助教授、会津大学 西野大助教授に感謝いたします。

参考文献

- 1) 本田修啓、尾形直秀、高橋昌、平山和弘、鷗原厚博、鹿野靖、今野幸典：“分散地域 IX の運用”，平成 12 年度 電気関係学会東北支部連合大会予稿、2000

情報処理装置から発生するノイズの低減に関する研究

Suppression of Radiated Emission from Information Technology Equipment

応用技術部 笹山 淑 弘 長尾 伸久

ノイズ対策部品を使用しない電磁ノイズ対策の一方法として、基板のパターンデザインによるノイズ低減方法を検討した。

プリントパターンの形状差により近傍磁界強度分布が変化し、放射電界強度の傾向的予測をすることができたため、パターン形状による低ノイズ化を USB を用いたキーボードに応用することとし、パターンデザインをルール化した。

Key Words : ノイズ、パターンデザイン、屈曲部、ガードトレース、USB (Universal Serial Bus)

1. 緒言

情報技術装置の技術革新は急速に発達し処理能力は飛躍的に向上したが、その一方で電磁ノイズによる機器相互間の電磁気的な影響、また他の電気・電子制御装置に対する誤作動が問題になり、電磁環境に対する関心が高まっている。

ノイズ対策部品によらず放射ノイズを低減するために、昨年度は屈曲部を有するプリントパターンと放射ノイズの関係を調べ、基板のパターンデザインによるノイズの低減効果を検証した¹⁾。

今年度は、パーソナルコンピュータと周辺機器との接続に用いられる USB (Universal Serial Bus) インターフェースの通信速度が、従来の方式と比べ高速なことからノイズ増加の一因となっていることをふまえ、基板のパターンデザインによるノイズの低減化を USB を用いたキーボードに応用し、低ノイズ化・低成本化に寄与できることを検証する。

以下 2. では実験方法について、3. では測定結果と考察について、4. では結論を述べる。

2. 実験方法

2. 1. 実験概要

近接した 2 線路にそれぞれ反対方向の電流を流してノイズを打ち消し合う差動線路²⁾の原理を基板設計段階からのノイズ対策に応用することとし、差動線路のパターンの大きさ・幅・間隔等に関する解析、線路の曲がりの形状に関する解析を行うため、実際の製品に用いられているプリントパターンを模した様々なパターン形状を持つ評価基板を作製した。

ノイズ評価基板に差動信号を注入するための信号源回路も作製した。差動信号の生成は、USB (ver1.0) 規格に基づいたチップ (NEC μ PD72012) を用いた。

今回の実験で用いたパーソナルコンピュータ (PC) 、評価基板、信号源回路は、図 1 に示すように接続した。測定データに影響を及ぼす予測不可能な

ノイズ源を排除するため、差動線路を設けるノイズ評価基板は信号源回路の上流に接続し、ブロック全体で放射ノイズを評価することとした。

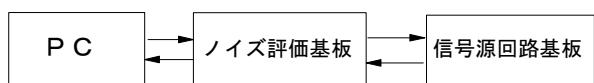


図 1 実験構成

2. 2. 評価基板

実験には、一般的に使用されているガラスエポキシ樹脂 (FR-4、比誘電率 $\epsilon_r = 4.7$) 基板を用いた。縦 204 × 横 250 mm、基板厚 $t=1.6$ mm、導体銅厚=35 μ m の両面基板である。

2. 3. 基板パターン

図 2 に本研究の基本となる全長 100 mm の直線平行 2 線路の評価基板を示す。

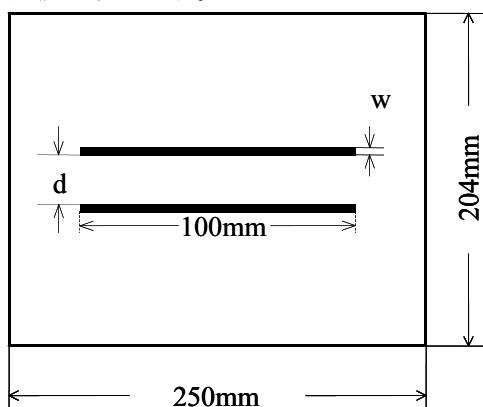


図 2 直線パターン

USB2.0 にてディファレンシャルモードインピーダンス 90 Ω、コモンモードインピーダンス 30 Ω と規定されている³⁾ため、信号線路の幅 w を 1.5mm、線路

間隔 d を 0.5mm とした。パターンの中心は基板表面の中央部になるように配置し、パターン面は信号線路以外の銅箔部分を剥がした、カップルドーストリップ構造である。

他に d の値を 1mm, 3mm, 5mm, 10mm、線路のずれの値 D を 1mm, 5mm, 10mm に変えた基板も作製した。

実際の製品では、プリント基板上における電子部品の実装上、直線パターンを曲げなければならないことがあるため、信号線路を 2 本とも U 字型に曲げた場合と片側 1 本のみパターンを U 字型に曲げた評価基板(図 3)も作製した。曲がり部を面取りすることでノイズが低減することもわかっているため¹⁾、図 4 に示すように曲がりの部分を信号線路の直線部に対して 45° の傾きを持つ直線で面取りした場合、曲線による面取りをした場合の形状を持つ評価基板も作製した。直線で面取りした場合の n は、信号線路の曲がりの点における法線の交点から面取り線の中心までの距離、曲線で面取りした場合の n は、曲線の半径距離である。

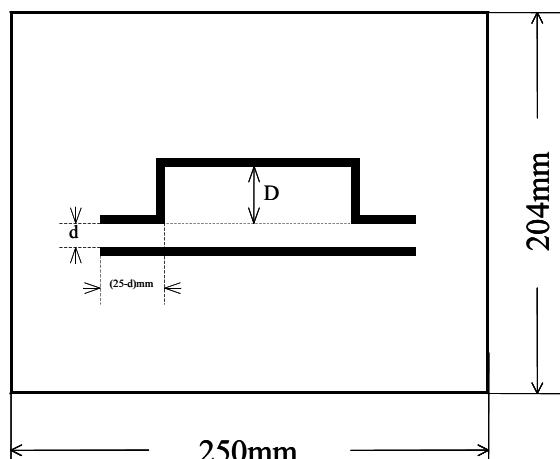


図 3 片側 U 字型の場合

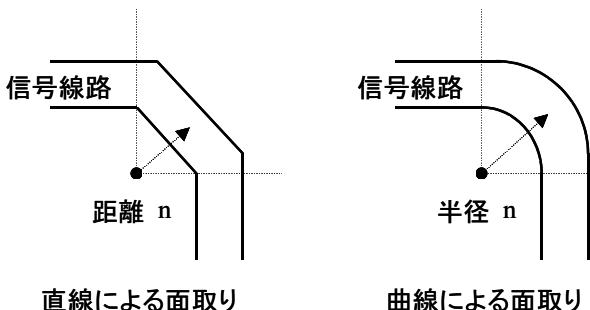


図 4 面取りの形状

図 5 に信号線路の近傍にグランド電位のガードトレースを設けた場合を示す。信号線路幅 $w_1=1.5\text{mm}$ 、ガードトレース幅 $w_2=0.4\text{mm}$ 、それぞれの線路間隔は $d=0.3\text{mm}$ である。黒の線が信号線路、黒枠中抜きの

線がガードトレースで、平行 2 信号線路の間にガードトレース 1 本を設けた場合、平行 2 信号線路の外側にガードトレース 2 本を設けた場合(信号線路間隔は 1mm)、平行 2 信号線路の内側、外側にガードトレースを合計 3 本設けた場合の 3 種類のプリント基板を作製した。

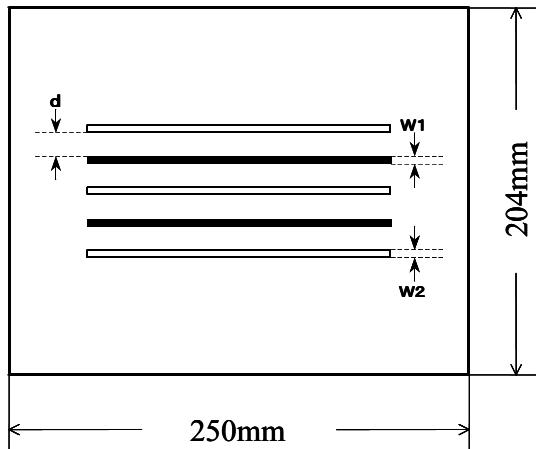


図 5 ガードトレースを設けた場合

2. 4. 信号源回路

今回の研究用に設計した信号源回路を図 6 に示す。回路の動作周波数は 4MHz である。

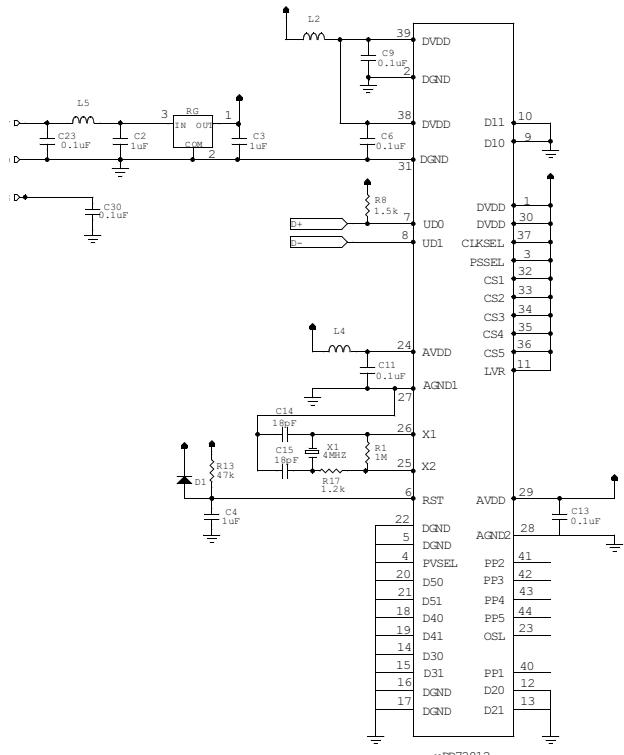


図 6 信号源回路

通常のキーボードではキーが押されていないときは電流が流れてもおらず、定常的なノイズ発生を予測することが困難であるため、キーボードのキーマトリック

ス回路をなくし USB チップの下流側への回路接続もなくした。評価基板を介したパソコンとコンピュータとの接続は、USB チップ 7 番ピンの D+、8 番ピンの D-を用いて行った。差動通信はケーブルを介して行っており、信号波形は振幅約 3.3V の矩形波である。

2. 5. 放射電界強度測定項目及び方法

当所電波暗室において、周波数 30MHz ~ 300MHz の水平偏波での放射電界強度測定を 3m 法によって行った。評価基板はパターン面を上に、信号源回路は、部品面側を上にパソコンとコンピュータから約 20cm 離して、0.8m 高の木製テーブル上に水平に設置した。アンテナ高さは、電界強度のハイトパターン測定結果から電界強度が最も強い値を示した 2.2m とした。評価基板の中心とアンテナバランの距離は 3m とした。

基板からの放射電界強度は非周期的に変化するため、ターンテーブルは回転させず、スペクトラムアナライザによる測定は平均値検波で行った。

3. 放射電界強度測定結果

3. 1. 直線パターンにおける放射電界強度

図 2 の線路間隔 d をかえて、直線パターンから放射されるノイズを測定した。USB 特有の周波数 96MHz, 192MHz についての測定結果を図 7 に示す。

96MHz では線路間隔 0.5mm に比べて 10mm の場合は約 6dB 電界強度が高くなり、192MHz では約 2dB 高くなつた。線路間隔が拡がるにともない電界強度が高くなり、差動 2 線路間に反対方向に電流が流れることにより電磁界的相殺効果が少なくなることが確認された。

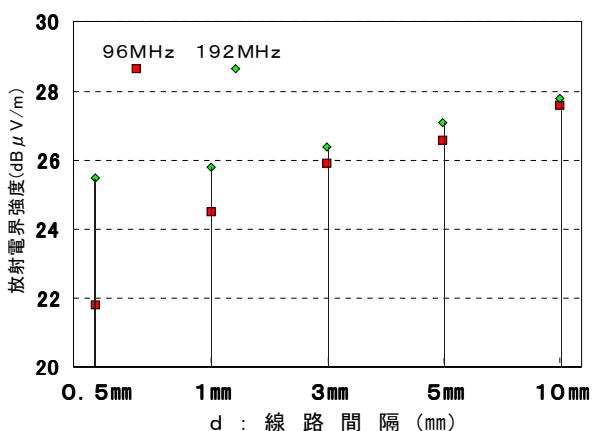


図 7 直線パターンにおける線路間隔と放射電界強度

3. 2. U字型に曲げた場合の放射電界強度

U字型のパターンを用い、線路のずれ D を変えた場合の 96MHz における放射電界強度測定結果を図 8 に、192MHz における場合を図 9 に示す。

線路間隔 d が 1mm、5mm、10mm のいずれも線路

のずれ D にほぼ比例して放射電界強度が大きくなつた。同じ線路間隔の場合でも D の増加とともに電界強度が増加していることは、線路長のずれによる位相差とは異なる原因が考えられる。

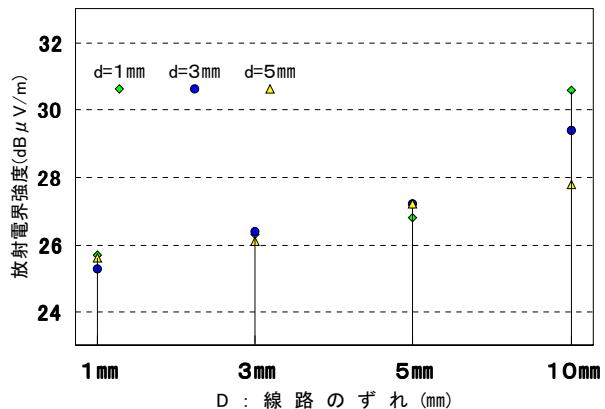


図 8 U字型に曲げた場合の線路のずれと放射電界強度 (96MHz)

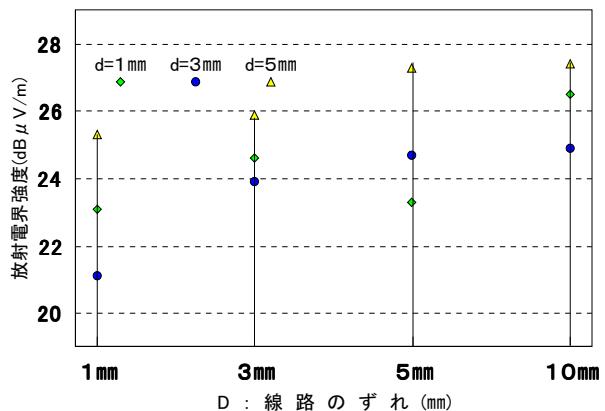


図 9 U字型に曲げた場合の線路のずれと放射電界強度 (192MHz)

3. 3. 片側を U字型に曲げた場合の放射電界強度

図 3 のパターンで、線路間隔 $d=5mm$ 、線路のずれ D のみを変えた場合の、96MHz と 192MHz における放射電界強度測定結果を図 10 に示す。

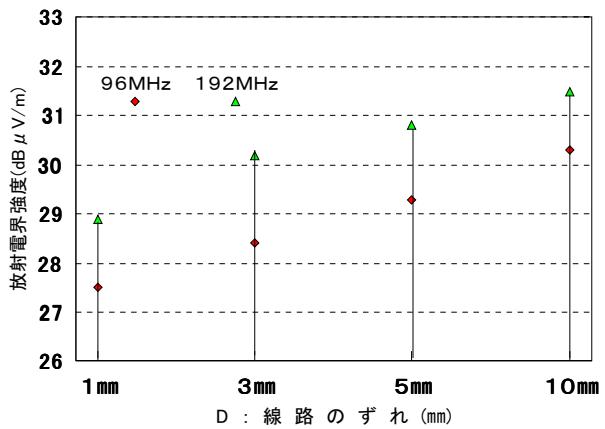


図 10 片側の線路を U字型に曲げた場合

U字型に曲げた場合と同様に 96、192MHz どちらの周波数についても、線路のずれと共に放射電界強度が高くなっている。2線路をずらした場合の図8、9 の d=5mm と比べると、線路のずれ D が同じにもかかわらず、図10の方が総じて放射電界強度が 2 ~ 3dB 高くなっている。

これは線路を片側のみずらした方が、線路長の差が大きく、差動電流によるノイズの打ち消し合いの効果が少なくなったためと考えられる。

3. 4. 面取り形状を変えた場合の放射電界強度

図3に示したパターンで、d=5mm、D=5mmとした基板について、直角部分4カ所を面取り形状にし、距離n (mm) を変えた場合の測定結果を図11に示す。直角パターンの電界強度に比べ、角 1mm、角 5 mm、R1mm、R5mm の順に電界強度の低減が見られた。

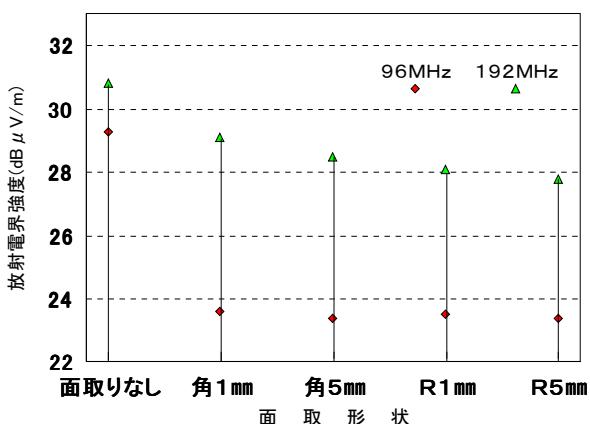


図11 屈曲部の面取り形状と放射電界強度

3. 5. ガードトレースを設けた場合の放射電界強度

信号線路の近傍にグランド電位のガードトレースを設けた場合、設けない場合の比較を図12に示す。

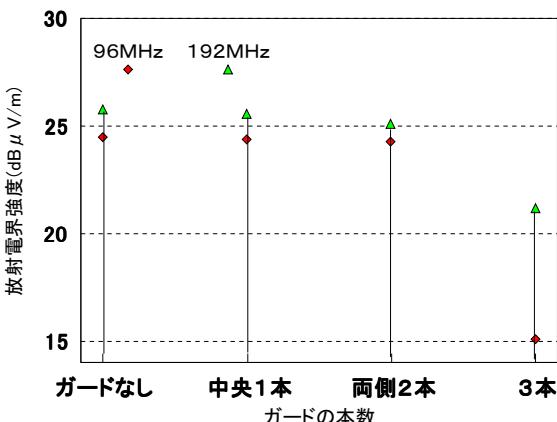


図12 信号線路近傍のガードトレースを設けた場合の放射電界強度

3本のガードトレースを設けた場合は、ガードトレースを設けない場合に比べ 96MHz において約 9dB、192MHz において約 5dB の放射電界強度の低減が見られた。

4. 結言

ノイズ低減の手法として近接した信号線路に逆方向の電流を流し、放射ノイズを低減する手法について、USB チップを用いたキーボード回路を信号源として差動対線路のパターン形状、曲がりの角度、線路間隔等を変えた場合、信号線路近傍にグランド電位のガードトレースを設けた場合の放射ノイズの測定を行った。

その結果、差動対線路の線路間隔が拡がると共に放射ノイズが増加することがわかった。基板上の実装部品の都合上から線路をずらす場合、ずれが拡がると共に放射ノイズが増加する傾向も確認された。

屈曲部の面取り形状は、曲がりの径を大きくする等、屈曲部をなめらかにすることにより放射ノイズが低減することを確認した。

信号線路近傍にガードトレースを設けた場合も放射ノイズの低減が見られた。特に各々の差動信号線路両側をガードトレースで挟み込む場合に低減効果が顕著に見られた。

以上の結果から、本研究の目的である、プリント基板のパターン設計段階から適用できるパターンデザインによるノイズの予測・低減手法が確立された。

参考文献

- 1) 笹山、長尾：「情報処理装置から発生するノイズの低減に関する研究」平成11年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告書,p.11,2000
- 2) 鈴木：「EMCと基礎技術」,p47, 工学図書
- 3) <http://www.usb.org/developers/usbfaq.html>

微生物による未利用資源の高度利用化

Development of the ways to use unused food processing subproducts by using Microbes.

応用技術部 池田信也・安川 真・桑田 彰

福島・山形・新潟の三県が共同で「再資源化技術の研究開発」を行っており、当県では、「微生物による未利用資源の高度利用化」をテーマとして研究を行い、今年度は特に有用菌株とされている微生物群を添加することなしに生分解型の発酵槽を製作し発酵状態についての検討を行った。その結果、投入初期に微生物群を加えることなく発酵を進めることができた。また、正常に発酵しているときと異常時の温度パターンの違いについても確認をした。さらに、処理物のpHの変化、水分の変化や処理時の適正な水分についても確認をした。

Key word : コンポスト、生ゴミ、微生物、廃棄物処理

1. 緒言

現在、環境に対する負荷軽減が大きく叫ばれており、2001年4月には「食品循環資源の再生利用等の促進に関する法律（いわゆる「食品リサイクル法」）」の施行により食品廃棄物を再資源化することが法的に定められ、再資源化へ向けた取り組みが急務となっている。当所では、以前より微生物を用いた生分解型の生ゴミ処理機の発酵物中の微生物群についての情報を得るために研究を行っており、一応の知見を得ている¹⁾ところである。

現在市販されている処理装置の場合、処理を立ち上げる際に、種菌や通気性を確保するための基材を購入しなければならず、また、これらについては数カ月ごとの補充あるいは交換が推奨されている。そのため、電力以外のコストが無視できない状態となっている。

将来、生分解型の発酵槽から作り出される肥料・飼料については、法の整備とともに市場に出回る量が増大すると考えられ、処理コスト、すなわち製品化コストを抑えることが重要となってくると考えられる。

すなわち、電力以外のコストの増加を抑えることが重要であるが、今回、微生物を添加することなく、また、特別な基材を必要としない方法を検討するため、試験用の発酵槽を製作し、発酵状態の検討を行ったので報告する。

2. 実験方法

2. 1. 発酵槽について

試験用に製作した発酵槽の概要は表1に示したとおりである。

図1に発酵槽の外観を示す、左から脱臭槽、除湿槽、第2発酵槽、第1発酵槽、脱臭槽となっている。

脱臭槽と除湿槽および各発酵槽への排気の配管はフレキシブルホースを用いて接続し、それぞれの接続順序を変えることが可能な構造とした。また、除湿槽には、排気を還流するための排出口をもうけ、切替弁により発酵槽内の雰囲気を循環させることが可能となっている。

次に発酵槽内部を図2に示す。今回の実験では、図3のようなストレートタイプの搅拌羽根を使用した。

表1 発酵槽の仕様

	仕様	
発酵槽	2槽式（連結、完全分離で実験可能） 1槽約150リットル	・攪拌羽根の形状、数量を変えられる（4本または5本）。
制御	発酵槽温度 外気温～約70℃ 攪拌 0～7回転／分 正転逆転可能	・PCと接続し、温度、攪拌羽根の回転時間（正逆転とも）の設定を記憶させ、自動運転ができる。 ・発酵槽の状態を外部から監視できる。
除湿槽	自然凝縮方式	
脱臭槽	微生物脱臭方式	
排気	強制排気方式	



図1 発酵槽外観



図2 搅拌部



図3 搅拌羽根の例

2. 2. 実験用投入試料について

今回製作した発酵槽の目標処理能力は10～15kgであるので、実験用投入試料を最低でも10kg程度確保しなければならない。そこで、当所内の食堂および郡山市西部第二工業団地内ある企業の食堂より、生ゴミ(残飯)を提供していただき、それを実験用投入試料とした。

また、発酵槽の最低補償温度つまり保温温度は30℃とし、搅拌羽根の回転数は毎分4回転、そして正回転15分、逆回転15分、静止15分のパターンで行った。

2. 3. 生ゴミの投入について

発酵槽への投入に際しては、搅拌性と通気性の向上のため粉殻を開始時に15kg投入した。生ゴミは、その量および内容に差があったが、調整せずにそのまま投入した。ただし生ゴミの量が多いとき(15kg以上のとき)は、食堂が土、日休みのため、休日分を確保しなければならないこともあります。投入量の上限を15kgをとし、残余分については冷蔵庫で保存して使用した。

2. 4. サンプリングについて

分析用サンプルのサンプリングは、当日の試料の投入直前、14時30分ごろに行い、ガス滅菌された50ml容のサンプルチューブに毎回2本ずつ採取した。

2. 5. 温度、水分、pHの測定について

発酵槽内の温度の変化については、発酵槽本体の脇にセンサを取り付け、10分おきにデータを記録した。水分については、試料を秤量缶に約5gを精秤し、120℃で2時間乾燥し衡量を求めた。pH³⁾については試料を100ml三角フラスコに5g取り5mlの蒸留水を入れて3時間振とうし、その後ガラス電極法により測定した。

3. 実験結果

3. 1. 温度について

本報告で言う、「正常」とは、表2に示した「正常発酵」の要件のすべてを満足していることとした。

まず、正常時(実験期間：2001年1月30日～2月25日)の温度変化を図4に示した。本図より、投入ごとに温度の上昇が見られ、また、ゴミの投入量により最高温度が低い場合も見られた。

表2 「正常発酵」の要件

熱源	発酵槽についている保温用のヒータの熱に頼ることなく、発酵槽内の微生物の発熱により温度が保たれていること。
搅拌状態	水分が適正で搅拌が適正に行われていること。
臭気	異臭がないこと。アンモニア臭があること。
内容物	前日に投入した生ゴミの固まりが残っていないこと(野菜の芯、柑橘類の皮を除く)。

このパターンの時の最高温度は52.8℃であり、このセンサの指示温度は中心部の実測値から3～5℃低いことがわかっていることから、中心部の実際の温度は55～58℃になっていると考えられる。また、後半、生ゴミの量が少なく7kg(2月23日。25日目)程度しか投入できなかった時には、温度の上昇幅が小さくなっていることが確認できた。

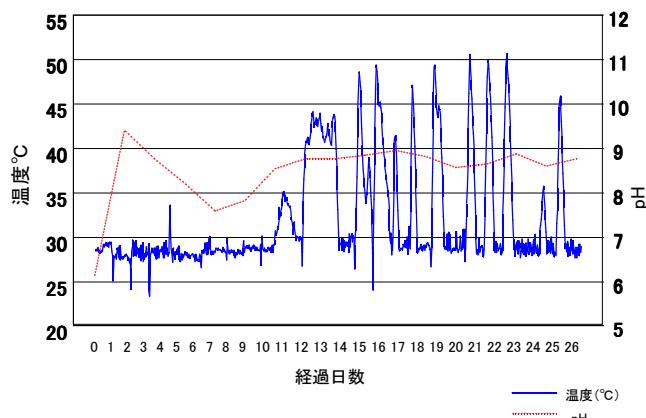


図4 正常時の温度とpHの変化



図5 正常時の発酵槽内部の状態

異常時(実験期間：2000年9月5日～9月30日)の温度変化を図6に示す。

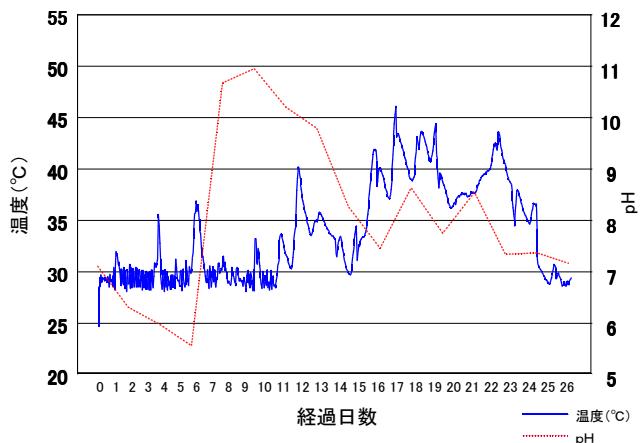


図6 異常時の温度とpHの変化

異常時においては、温度の上昇が一定でなく、正常時の温度変化とは明らかに異なっていた。

このターンでは、pHが下がったため、pHの調整剤を投入したが、発酵温度は上がらなかった。このパターンでは13日目から発酵槽の内容物が直径10cm程度の団子状になり、そのまま回転するような状態となつたため、糞殻を5kg投入し搅拌の状態を改善した。しかし、その後の最高温度も46.8°Cまでしか上昇しなかつた。この時の中心部の温度は50~52°Cと推定されるが、図で確認できるように温度の変化が一定でなく、結局、正常時のような温度パターンになることはなかつた。

これは正常時と比べて、開始時の投入量が多く、はじめから水分が過多の状態となつたため、搅拌時に空気の混入が少なく、発酵に必要な量の酸素が確保されなかつたためと考えられる。(図7参照)



図7 異常時の発酵槽内部の状態

3. 2. pHについて

発酵槽内の処理物のpHについては、正常時、異常時いずれの場合も立ち上がりにpHが低下したため、pH調整剤を投入した。そのため、図4及び図6で確認できるように、pHが上昇しているが、正常に発酵している場合は、pH調整剤を加えた直後以外は、pH8.5程度で安定して推移しているが、異常時の場合、一度pH調整剤で上昇するものの、安定せず、また、pHは徐々に下降していった。

あわせて、搅拌状態が悪いために調整剤が適正に混

入されることなく、大きな団子状になつていている部分も見られた。

正常時は、発酵槽の蓋を開けたときに、常にアンモニア臭があり、発酵時に発生するこのアンモニアガスが処理物のpHに影響しているのではないかと推察される。

また、処理物がアルカリ性になつていているということから、好アルカリ性の微生物が存在していると考えられるが、詳細な確認をすすめている。

3. 3. 水分について

次に処理物の水分について、実験した結果を図8に示した。

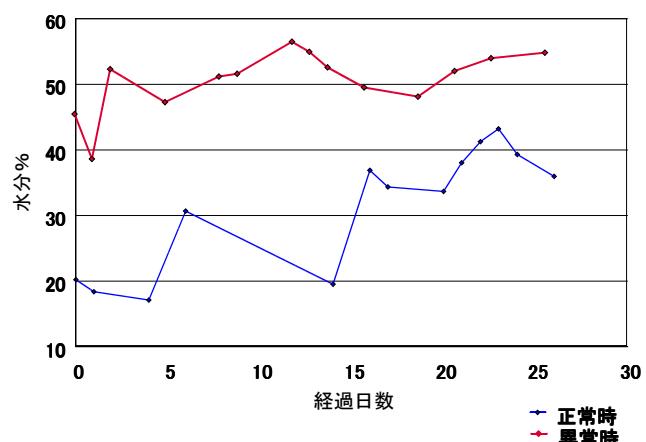


図8 処理物の水分の変化

異常時に、処理物が団子状になつた時点での水分は、55.23%であった。

木村ら²⁾によれば、牛糞、豚糞等によるコンポスト化の場合、処理物への通気量の関係もあるが、水分が55~60%で発酵が適正に進むとの結果をもとに、今回試作した発酵においても、正常時の水分は50~60%程度と考えていた。今回の実験による正常時と異常時の水分の推移から判断すると、今回試作した発酵槽で、実験に使用した生ゴミを利用した場合は、当初考えていた水分、50~60%よりも低い水分、35~45%で発酵が適正に行われる状態が継続されることが確認できた。

3. 4. 臭気等について

当初予想された、処理槽からの排気の臭気について、脱臭槽からの排気については、ほとんど官能的には異臭または悪臭として感じられることはなかつた。しかし、生ゴミの投入時やサンプリング時、処理物の排出時に異臭または悪臭が拡散し、問題となることがあつた。

また、除湿槽でたまる排水においても、処理物から出る臭気が移っている場合があつたことや、排水のpHが処理物からのアンモニアの発生により10を越える場合が確認できた。

4. 今後の課題

今年度、発酵槽を運転していて問題となつた点があ

り、現時点までの対応と、今後の対応について考察した。

4. 1. 生ゴミの投入量の問題

実験開始当初は、生ゴミの量をほとんど調整せずに投入していたため、水分過多な状態となった。特に、処理開始後4～5日間については、35%以下で正常な発酵になることがわかっているが、粉殻の量が多いため、水分の計測結果にはばらつきがあり、正確な確認は難しい状態が続いた。

しかし、水分量については適正な水分の範囲が判明したので、投入量の調整で対応することにした。

4. 2. 品温と温度設定

正常に発酵している時は品温が50°Cを超えることがわかつたので、異常時に、ヒータによる加温で45°C、50°Cと品温をあげることも試行したが、水分は低下するものの、その後、適正な発酵には移行しなかった。これは、最適生育温度の異なる微生物が複雑に働いていることを当初から考えていたので、微生物相の確認が必要であり、今後の課題となっている。

4. 3. 発酵と重量の変化

生ゴミを投入したあと、1日たって発酵槽を確認してみると、減容率が大きく、発酵が適正に行われていると考えられた。しかし、発酵槽内の温度は上昇しておらず、「容積が減る」、というだけでは正常に発酵しているかどうかの判断ができないことがわかり、このことは、容積だけではなく、温度や水分、そして二酸化炭素などの計測を行い、その結果から総合的に判断しなければならないと言うことが考えられた。

従って、二酸化炭素やアンモニアガスなどについて、発酵槽にセンサを取り付け、経時的な変化を追う必要があると考えられる。

4. 4. 臭気の問題

正常時にはアンモニアの発生量が多くなり、脱臭槽からの排気には影響しないものの、ゴミ投入時に投入口から大量に臭気が漏れ、生ゴミ自体の臭気とともに問題となつた。

アンモニアの発生は、発酵槽内の微生物が生ゴミ中の窒素源を利用して発酵を行っているという指標にもなるため、発生を防ぐことは不可能であり、しかも、脱臭槽からの排気にはほとんど出でていないため、発酵槽の構造的な改善が必要になると考えられる。

5. 結言

発酵槽を作り、生ゴミを発酵により肥料や飼料にするための実験を行つた。

- ・投入初期に菌を加えることなく、発酵を持続させることができた。

- ・正常に発酵しているときは、発酵物の温度が55°C程度まで上昇し、水分の蒸散が盛んで、投入ごとに温度の上昇・下降が認められた。

- ・正常な発酵状態では、pHは8.5程度とアルカリ性となっており、好アルカリ性細菌が優勢であると推察された。

- ・発酵時の処理物の水分は、当初考えていた水分よりも低く、35～45%で推移していた。

6. 謝辞

本研究の遂行に当たり、生ゴミをご提供いただいた、株式会社メフオスに深謝いたします。

7. 参考文献

- 1) 安川真他：微生物による未利用資源の高度利用化 平成11年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告、p36-38、2000
- 2) 木村俊範、中崎清彦：生物系廃棄物コンポスト化技術、株式会社シーエムシー、1999
- 3) 越野正義：改訂第二詳解肥料分析法、養賢堂、1988

— 三県共同研究「新素材開発による繊維製品の高付加価値化研究」 —

新規テキスタイルの開発（概要）

Development of The New Standardized Textiles.

福島技術支援センター 菅野陽一、長沢 浩、伊藤哲司、佐々木ふさ子
三浦文明、野村 隆、東瀬 慎

福島・山形・新潟の三県が共同で「新素材による繊維製品の高付加価値化研究」を進めており、当県は素材に絹糸を使った「新規テキスタイルの開発」をテーマとして、市場ニーズに応え得るニット用ストレッチシルク素材を開発しオリジナルなテキスタイル製品を提案し産地の活性化に資することを目的とした。今年度は、ストレッチシルク（絹加工糸とその製造方法）の開発において絹の独特的の風合いを残しながら伸度の改質改良、他の繊維と組合わせた絹加工糸の開発、それらの生産技術の確立などを進めた。開発した糸を活用し今年度も昨年同様、県ニット工業組合加盟のニット製造業者に独自のデザインでシルクニット製品を制作、提案していただき「福島県ニット新作発表会」に出品し、好評を得た。

Key words:ニット、シルク、ストレッチ素材、水溶性繊維、絹加工糸、絹意匠糸

1. 緒言

一般に絹糸（生糸）をニットに応用した場合、糸にストレスがかからない丸編等の編成法が用いられているが、これは、横編みによる場合、移し柄などの規制が大きくなってしまうためである。

当県は横編みの産地であり生糸の産地でもあるので、素材に絹糸を使った「新規テキスタイルの開発」をテーマとして、絹糸に伸縮性を与える編成しやすいニット用シルクストレッチ素材を開発し、また、市場ニーズに応え得るオリジナルなテキスタイル製品の試作に取り組み、産地の活性化の一助につなげることにした。

本研究期間（三県共同研究）は、平成10年度から12年度までの3カ年で、各年度計画概要は下記の通りである。

平成10年度

ストレッチ素材の開発

ファンシーアップ・ツイスター（撚糸機）を用いて伸縮性のある素材の開発を行った。

平成11年度

シルクストレッチ素材、ストレッチ・テキスタイルの開発

シルクストレッチ素材の開発と、開発したストレッチ素材を用いて横編物（ホールガーメント）の開発を行う。

平成12年度

ストレッチ・テキスタイルの商品化

開発技術を産地企業等に移転し商品化を図る。

2. 研究開発の進め方

研究の進め方としては昨年同様、当所と県ニット工業組合で研究開発委員会を設け、当所で素材、テ

キスタイルの開発を行い、それを研究開発委員会に提案選定した素材によりニット工業組合で試作（15点）加工し、東京での「福島県ニット新作発表会」に出品し商品化を目指した。

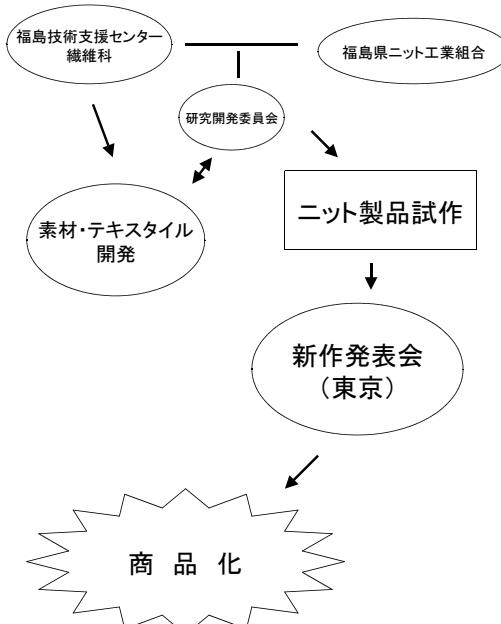


図1 研究の進め方

3. シルクニット製品試作のための提案糸

平成12年度はシルクストレッチ素材糸、緒糸、選除繭糸等の絹100%素材や絹と異素材を組み合わせた糸などを提案した。異素材と組み合わせることにより風合いだけではなくコスト面も考えた素材の提案となった。表1にそれぞれの作成条件を示す。

4. 結言

絹に約10%の伸縮性を与えることを目的として開発を行ってきたが、今回の開発において絹100%で伸度が約10%糸を開発する事ができた。(特許第3190314号) また、ニット業界ではあまり使用されていない素材と新しい製品を市場に提案できた。

これからは、絹100%だけではなく、他素材との交換によりドレープ性、洗濯性の改良、コストの安定化など絹の持つ欠点を補うような組み合わせを見つけ新しいニット用シルク素材の提案を続けていきたい。

詳細については平成12年12月発行の研究実績報告書に紹介。

表1 提案糸作成条件

No.	提案糸の種類	素材仕様	芯糸	鞘糸(撚数(T/m))	
				S	Z
1	特許出願製法糸	シルク 100%	ソルブロン D 75	精練糸 27中×6	精練糸 27中×6
2	シルク スパンデックス糸	芯糸-ポリウレタン 鞘糸-シルク	オペロン 40D ×3	生糸 27中×6 (381)	生糸 27中×6 (381)
3	シルク、ウーリーナイロン スパンデックス糸	芯糸-ポリウレタン 鞘糸-柞蚕糸、ウーリーナイロン	オペロン 40D ×3	ウーリーナイロン50D (381)	柞蚕糸35中×4 (381)
4	レーヨン/シルク	柞蚕糸(105D)、レーヨン(225D)			
5	フェザーシルク	柞蚕糸(280D)、カチオンPET(40D)			
6	選除繭糸	シルク(200D) 100%			
7	緒糸	シルク(1000D) 100%			

福島県ニット新作発表会での写真とテーマ



平成10年度
1999テーマ『絹康ニット』



平成11年度
2000テーマ『真絹勝負』



平成12年度
2001テーマ『技術立絹』

有機薄膜の各種微細加工技術の検討と小型素子の試作開発（第2報）

—無機焦電型赤外線センサーの試作—

Establish of Technology of Organic Films Micro-process
And Trial Manufacture of Organic Films Micro-devices

- Trial Manufacture of Inorganic Pyroelectro Infrared sensor -

材料技術部 伊藤嘉亮

応用技術部 笹山淑弘

生産技術部 藤井正沸、本田和夫、渡部一博

焦電体部にチタン酸鉛を用いた無機焦電センサーの試作を行うと共に、電極形成プロセスの確立を行った。電極および焦電体形成にエッティング法、リフトオフ法を適応し、大きさ0.8mm角の焦電体素子を作製した。

Key words: リソグラフィ、エッティング、リフトオフ、芳香族ポリ尿素、焦電、微細加工

1. 緒言

ポリ尿素は、比較的高い焦電性を持つ電気機能性有機物であり、柔軟性や応答性などにより電子部品への応用が期待されているが¹⁾有機溶剤に不溶であるため実用レベルでの薄膜化が困難であった。しかし近年、蒸着重合法の開発によりサブミクロンメートル厚の薄膜が均一に作製できるようになり²⁾、熱センサーやマイクなどへの応用が可能となってきている³⁾。われわれは平成8年度からの研究において、蒸着重合法によるポリ尿素の薄膜化に成功しているが⁴⁾、これらを電子部品に応用するための微細加工法が一般に確立されておらず、センサーなどの高機能性部品の作製が十分に行えなかつた。そこで今研究では、高電気機能性有機物の電気部品への応用のために、ポリ尿素薄膜を微細加工する技術を確立すると共に、それらを用いた小型センサーを試作し、中小企業への微細加工技術の普及を目的としている。

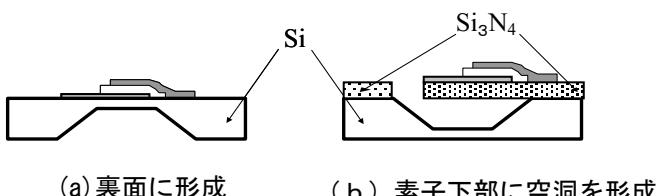
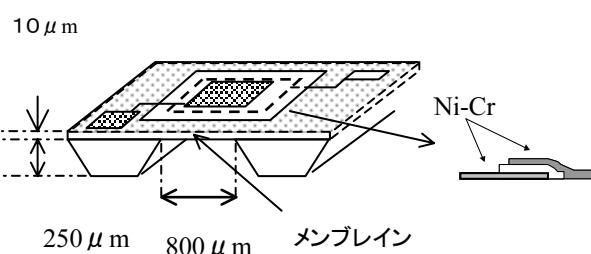
平成12年度では、ポリ尿素を用いたシリコン基板一体型の音響センサーや焦電型赤外線センサーの支持体に用いるシリコンダイヤフラムの作製を行い、大きさ1mm角、厚さ10μmのダイヤフラムの作製に成功した。そこで今年度は、そのダイヤフラムを支持体

とした焦電型赤外線センサーの作製のため、焦電体に一般的に用いられるチタン酸鉛($PbTiO_3$)を用いた無機焦電体赤外線センサーの試作を行つた。

2. 焦電型赤外線センサーの試作

2. 1. 構造

焦電型赤外線センサーの構造を、図1に示す。焦電体を電極で挟み、熱(赤外線)による自発分極の変化によって焦電体の表面電荷の変化を、上下の電極で検出する構造である。その際に基板側の蓄熱を小さくし、熱応答性をよくするために、基板を薄くするか下部電極の下を空洞にする必要がある(図2)。基板側が空洞の方(図2(b))が蓄熱を小さくする点では有利であるが、基板表面により強固な Si_3N_4 膜が必要になる、素子部を形成した後に基板加工を行わなければならず、素子部により多くの負担がかかるなどの問題がある。基板を薄くした場合は蓄熱的には不利であるが、基板が残っているため Si_3N_4 等の膜が必要なく、また最初に基板加工を行えるために素子部が余分な加工ストレスを受けないという点で有利である。今回は第1回の試作であり、また焦電体部に有機物を用いる必要があるため、より加工ストレスの少ない図2(a)を用いた。また加工基板であるが、異方性エッティングによる加工が可能であるものが望ましく、一般的には MgO や Si が用いられるが、入手しやすい点や将来的にオンダイ



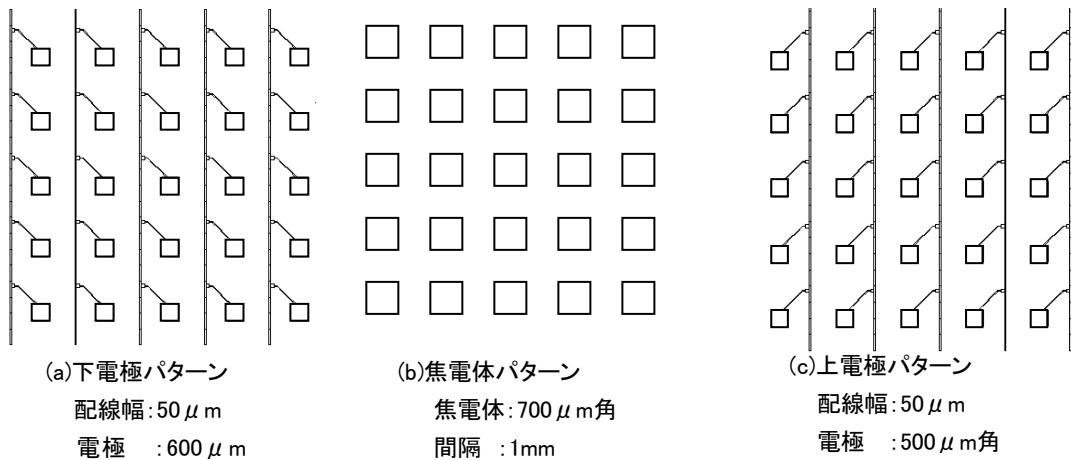


図 3 素子各部のマスクパターン

で他の回路を組み込むことを考慮して、Si ウエハーを選択した。

電極は蓄熱性の高い Ni-Cr とした。また、今回は膜密着性と所有ターゲットの都合で上下電極とも Ni-Cr とした。焦電体については、ポリ尿素の微細加工技術が研究中であるため、スパッタリングで作製が可能であり、酸等に強い PbTiO₃ を用いた。図 3 に、今回作製した上下電極、焦電体のパターン図を示す。

2. 2 ダイヤフラムの作製

ダイヤフラムの作製には、昨年度研究で工程を確立した Si の異方性エッチング法を用いた。図 4 (a) に作製工程を示す。加工面に (100) 面を用い、エッチングマスクとして Si ウエハー上に熱処理により形成した SiO₂ 膜をホトリソグラフィにより加工したもの用いた。エッチング液には、マスク材である SiO₂ とのエッチング選択比が大きい水酸化テトラアンモニウム水溶液 (TMAH) を用いた。エッチング温度は 80°C とし、時間管理によりメンブレン厚 20 μ mを得た。加工した形状を図 5 に示す。また、ダイヤフラムの反対の面に素子部を配置するため、両面アライニング用のアライメントマークも付加した。

2. 3 下電極の作製

2. 2 でダイヤフラムを作製した Si ウエハーの非加

工面にホトリソグラフィ (エッチング法) で下電極を作製した。図 4 (b) に作製工程を示す。基板にスパッタリング法で Ni-Cr 膜を成膜した後に、両面アライニングにより、裏面のダイヤフラム上に、電極パターンを配置し、ホトレジストをパターン化、エッチング液で Ni-Cr 膜を加工した。

2. 4 焦電体の作製

PbTiO₃ は酸やアルカリに対して極めて安定であり、通常ホトリソグラフィで用いるエッチング法が適用できないため、有機 EL 素子作製に用いられるリフトオフ法を用いた。リフトオフ法は、ホトレジストをパターン化し、その後でレジストの上に薄膜を作製し、不要な膜をレジストと共に除去する方法である。レジスト除去の際に、成膜した膜が保護膜となってしまいレジストが溶剤に溶けにくくなってしまうため、一般的にはテープ等を用いてレジスト部を剥離するが、基板が薄い場合や強度が弱い場合には基板破損の可能性が大きくなる。そこで今回は、レジストパターン端面が著しいテーパー形状となり、溶剤の浸透が大きい日本ゼオン㈱の ZPN-1100 を用いた。パターン形成後のレジスト断面を図 6 示す。これにより、基板破損なしに PbTiO₃ のパターン加工を行うことができた。

焦電体の成膜には、スパッタリング法を用いた。

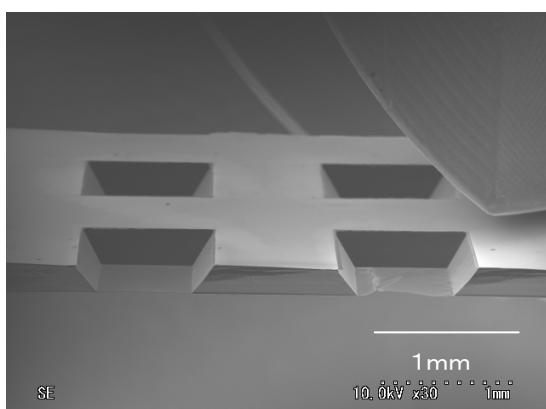


図 5 作製した Si ダイヤフラムの SEM 写真

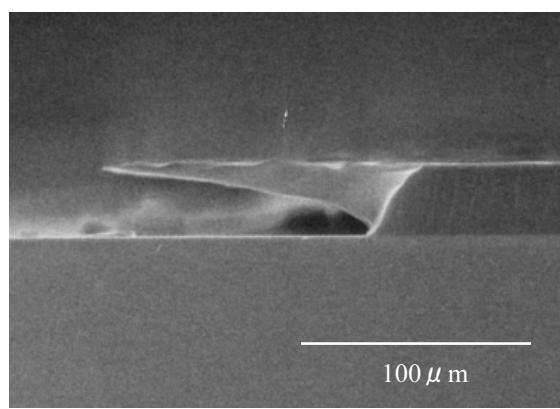


図 6 ZPN1100 のパターン端面

I ダイヤフーラムの作製		IV 上部電極の形成	
①Si 濾水処理(両面行う)	①レジスト塗布	ZPN1100	①レジスト塗布
OAP 塗布(0.5cc 2000rpm 以上)	基板位置:デフォルト	100W/50W 0.2Pa 30 分	ZPN1100 1. 5cc 500rpm20秒(4 μ m) プリベーク 95°C 150秒
②レジスト塗布	②露光	OMR83 塗布	②露光
A面(スピノコーラー使用)	マスクセット	1.5cc 、スピノコーター使用	マスクセット
OMR83 塗布(1.5cc 300rpm:5秒 5000rpm 20秒)	オリフラ調整	300rpm 5秒	オリフラ調整
プリベーク(120°C、90sec)	ソフトコントラクト	5000rpm 20秒	ソフトコントラクト
B面(スピノコーラー使用)	露光時間:2.4秒	プリベーク(120°C、90sec)	露光時間:2.4秒(60mJ)
OMR83 塗布(1.5cc 300rpm:5秒 5000rpm 20秒)	③PEB	120°C 120秒	③PEB
プリベーク(120°C、90sec)	④現像	TMAH(2.38%)25°C 70秒	120°C 120秒
③露光	マスクセット、オリフラ調整	水洗 1分	④現像
B面全面露光(マスクは使用せず)	ソフトコントラクト、露光2秒	SG1分	TMAH(2.38%)25°C 70秒
A面露光(マスクセット、オリフラ調整、ソフトコントラクト、2秒)	④現像	OMR リンス1分	120°C 120秒
④現像	SG1分(50秒経過で SG スプレー)	⑤成膜	120°C 120秒
OMR リンス1分(1分経過でリンススプレー)	⑤ポストベーク	ターゲット:PbTiO ₃	120°C 120秒
150°C 300秒	150°C 300秒	メタルマスク使用	120°C 120秒
⑥SiO ₂ エッチング	⑥デスカム処理	50W/25W 0.2Pa	120°C 120秒
ペッファードフッ酸(HF:1,NH ₄ F:2,H ₂ O17)	ECR O ₂ エッチャング(500V,10sec)	距離70mm(三脚台)	120°C 120秒
25°C 15分(90nm/分)	⑦NiCr エッチング	成膜時間 60分	120°C 120秒
水洗 1分	硝酸二アンモニウムセリウム(60秒)	⑥リフトオフ	120°C 120秒
⑦レジスト剥離	Ce(NO ₃) ₄ ・2NH ₄ NO ₃ 82g	アセトニ 25°C 10分～60分	120°C 120秒
クリーンストリップ90°C 3分	HClO ₄ 22ml	⑦水洗	120°C 120秒
ストリップリソース4 25°C1分	H ₂ O 500ml	⑧水洗	120°C 120秒
IPA 25°C 1分	⑨レジスト剥離	⑨水洗	120°C 120秒
⑧Si エッチング	左と同じ	⑨水洗	120°C 120秒
TMAH(25w.t.%、)80°C 浸漬 揉拌なし、8時間			
⑨水洗			

(a) ダイヤフーラム作製工程

(c) 焦電体作製工程

(d) 上電極作製工程

図4 電型赤外線センサーの作製工程

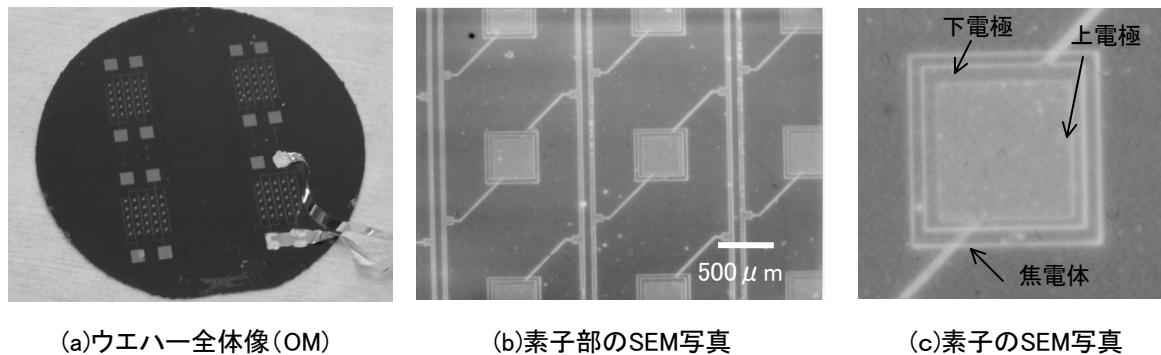


図 7 作製した焦電型赤外線センサーの外観のOM像と素子部のSEM像

PbTiO_3 の場合、焦電効果を出すためには膜をc軸に配向させる必要があり、通常の容量結合型スパッタ法では600°C以上に基板を加熱する必要がある。しかし、今回用いたヘリコン型スパッタ法では、容量結合型に比べてスパッタ粒子の直進性がよく、低温でも配向が起こるため基板加熱を行わなかった。

- 2) Y. Takahashi, et. al:
Jpn. J. Appl. Phys. 28(1989)L2245
- 3) M. Iijima, el. al:
Thin Solid Films, 272(1996) 157-160
- 4) 福島県ハイテクプラザ研究報告書
「金属-有機物界面における膜利用技術」(平成11年)

2. 5 上電極の作製

焦電体パターンを作製したSiウエハーに、ホトリソグラフィ法で上電極を作製した。今回は下電極と同じ材質を用いたためエッチング法では下電極が溶解するため、リフトオフ法を用いた。

2. 6 特性の評価

図7に作製した素子パターンを示す。素子部は下電極／焦電体／上電極が正確に配置されており、また線幅20μmの配線も切断部がなく形成されていることがわかる。電気的特性であるが、現在のところ作製した焦電体センサーに赤外線を照射し、赤外線強度の変化とともに上下電極間の電流値が変化することを確認しているが、焦電率、 G_t 、NETD(雑音等価温度差)などの赤外線センサーとして必要な諸特性の評価については、現在検討中である。

3. 今後の課題

今年度は、ポリ尿素のかわりに微細加工が比較的容易である PbTiO_3 を用いて、センサーを試作し電極部の作製工程の確立を行った。次年度以降は、ポリ尿素の加工液耐性や反応性エッチングによるポリ尿素の微細加工性などの微細加工条件について検討し、今年度確立した方法により赤外線センサーの試作を行うと共に、焦電率や G_t などの特性について評価を行う予定である。

参考文献

- 1) 深田栄一：高分子, 43, 214(1994)

SS 構内無線の FA 利用技術に関する研究

Research of SS wireless LAN FA system

応用技術部 尾形直秀、高橋 昌、平山和弘、本田修啓

2.4GHz 帯を用いるローコストな構内無線 LAN は生産現場での FA システム LAN 構築にも有用な手段として注目されている。本研究は従来の構内無線 LAN に比べ多元接続数が多く採れる無線機を実用化するための基礎実験として、会津大学の林助教授が考案する CDMA 通信用符号系列を実装する無線実験装置を開発し特性評価を行う。本文では、ハイテクプラザ側でこれまで行った無線実験装置の基礎部分となるハードウェア、ソフトウェア開発について報告する。

Key words: スペクトル拡散、構内無線、CDMA、拡散符号

1. 緒言

著者らは、イーサネット、TCP/IP を用いた計測・制御ネットワークシステムに関する研究を進めてきたが、近年、無線 LAN が安価となったことから計測・制御分野でも無線 LAN が注目されており、特に生産現場では設置の容易さが大きなメリットとなるために無線 LAN への期待は大きい。

また、これらの無線装置の大幅な普及に関連し、当所でも高周波や無線に関する技術相談や問い合わせが増えつつあるが、機材や技術的な点から対応しきれないものも増えてきており、この分野に関する新たな技術的蓄積が必要な状況となっている。

これらの状況から著者らは FA 向け無線 LAN システム構築を目的とした研究を手掛けることにした。

本研究では、林が考案した符号系列を応用した CDMA 通信を実装する無線実験装置の開発とその通信性能評価を目標とし、今後の実用無線機開発のための基礎技術の蓄積を行った。

2. 研究体制

本研究では符号化アルゴリズムについて無線機の実装と実装評価を行うという形で研究を行った。

ハイテクプラザの研究期間は平成 11 年度～12 年度までの 2 年間で、県単独事業として研究を行った。

3. 新規符号の特徴

林の考案した符号^{1)、2)} は近似同期（準同期） CDMA³⁾ を用いて非同期式の安価な設備で高価な同期式に匹敵する多くの多元接続数を得ることを目的として設計された。この符号のメリットは以下の通りである。

- 他の近似同期 CDMA 用の符号とくらべ、符号の組全体を導出することができるので、多元接続数を容易に増やすことができる
 - 送受信機間のクロックのずれに対して同期状態からはずれにくく
 - 同期ずれの時間を既存の DS-SS の同期補足と同じ手法を利用して検知することができる
- QPSK 変調を用いた場合のスループットは次の通りである。

データ転送レート

= チップレート / 多元接続数

(同期状態)

= チップレート / (多元接続数 × 2)

(非同期状態)

ISM バンドを使用する主な無線 LAN 方式との比較を表 1 に示す。

	本方式 (64MCPSのとき)	802. 11b (11MCPS)	BlueTooth
最大データ転送速度 / チャンネル	32Mbps (2Ch)	11Mbps	1Mbps
多重通信方式	CDMA	FDMA	単位時間毎周波数 ホッピングパターン
最大チャンネル数	96Ch (0. 66Mbps)	14	79
同期方式	近似同期	非同期	クロック同期 (親局より発信)

表 1 主な無線 LAN 方式との比較

4. 無線実験装置の仕様設計

新しい符号の特長である多くの多元接続数が得られること、また、近似同期 CDMA の安価な装置

で実現可能であるという2つの特長が生かせるよう、昨年度設計した仕様から下記のように変更を行った。

- 伝送方式 近似同期 CDMA
- データ転送速度 917KBPS
- チップ速度 11MCPS
- 周波数帯域 ISM バンド
(中心周波数 2.412GHz～2.484GHz)
- バンド幅 11MHz
- 変調方式 QPSK
- 多元接続数数
 - CDMA 12ch.
 - FDMA 14ch.

高周波回路、IQ 変調器に IEEE802.11b^{6),7)}用のハードウェアを利用して安価に実装できる仕様とした。また、データ転送速度を BlueTooth の 1MBPS に近いものとした。これにより FDMA1ch. 毎に CDMA で 12ch. 割り当てることとした。

ハードウェアは昨年度に設計したもので、通信仕様の変更に伴い、各ブロックの周波数のみを変更した。ブロック図、及び各部の動作周波数、クロックを図 1 に示す。

デジタル変調部は CPLD (Altera 10K100) を搭載した PCI カードに実装し、PC-AT 互換ボードコンピュータで制御する。

5. ディジタル変調器の試作と評価

5.1. 試作の目的

無線実験装置を開発するために必要となる技術、及びライブラリ、アプリケーションを蓄積するために、比較的の実装が容易と考えられる DS-SS 変調器の試作を行った。

また、DS-SS の変調器ならば拡散符号の全チップ

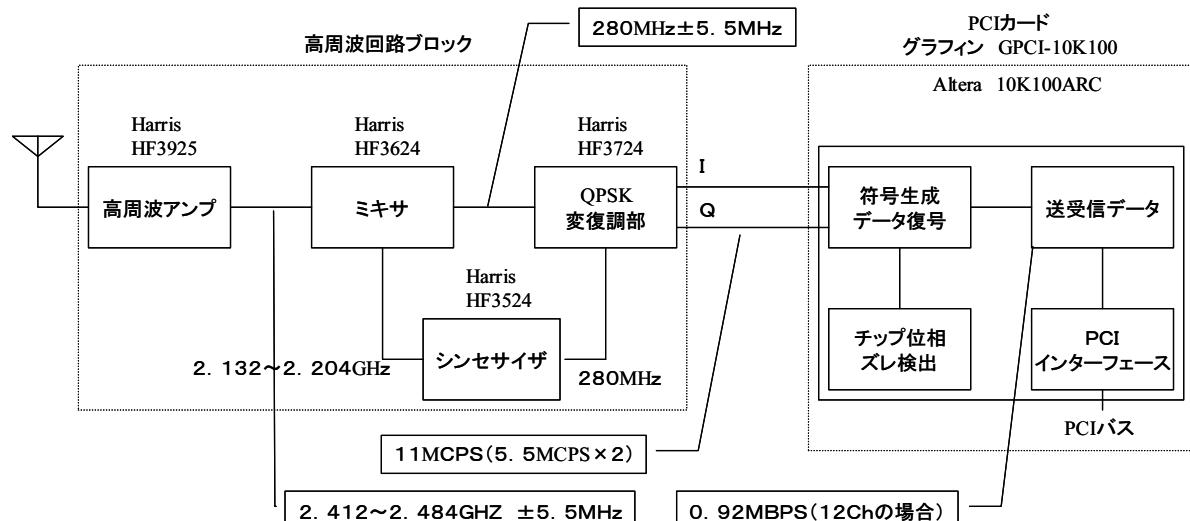


図 1 無線実験装置ハードウェア構成図

を ‘0’ とすることで無変調となるため、符号化をソフトウェアで行うことによって無線実験装置の送信機側においてそのまま使えるというメリットがある。

5.2. ハードウェア

5.2.1. 開発環境

ツールによる互換性が高く、モジュールがそのままライブラリとして使用できる点から VHDL を用いて開発を行った。開発ツールは MAX2PLUS を用了いた。

5.2.2. PCI インターフェース

PCI インターフェースのブロック図を図 2 に示す。

PCI のリソースとして、I/O 空間 16 バイト、割り込みライン 1 本を使用した。

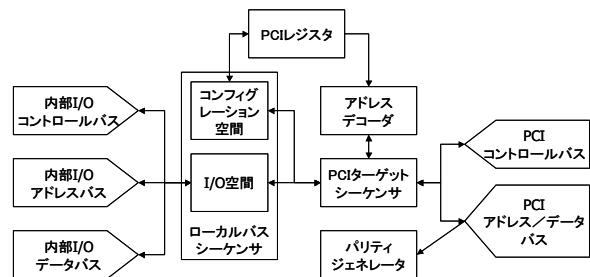


図 2 PCI インターフェース部

内部 I/O 側のインターフェースはベースバンドプロセッサ側の実装が煩雑になるのを避けるためローカルバスシーケンサから PCI とは独立したバスとして引き出すことにした。

5.2.3. DS-SS ベースバンドプロセッサ

ベースバンドプロセッサには CPU からアクセス可能な 8 ビットレジスタを 7 つ作成した。送信データを格納するメモリは CPLD 外部に 8 ビット、

8Kbyte の SRAM を 4 個、計 32Kbyte のものを使用し、CPU から直接アクセスできないローカルメモリとして使用した。ベースバンドプロセッサのブロック図を図 3 に示す。

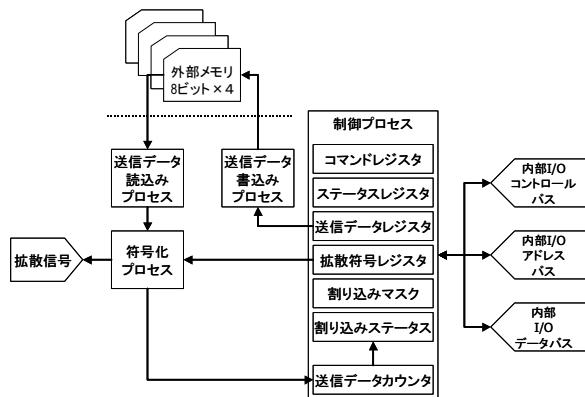


図 3 ベースバンドプロセッサ

メモリのデータバスは 32 ビット幅であるが、送信データの書き込みに関してはレジスタのサイズに併せ 8 ビット幅とした。

5.3. ソフトウェア

5.3.1. 開発環境

ハードウェアの制御のしやすさから実行環境には PC-AT 互換機用の ITRON 仕様 OS である J-right/V を利用することにした。このためアプリケーション開発は Linux の gcc クロス開発環境で行った。

5.3.2. Plug & Play ソフトウェア

実験用のソフトウェアを開発するためには PCI カードに割り当てられた I/O アドレスや割り込み番号のリソース情報をあらかじめ得ておく必要がある。しかし、J-right/V は Plug & Play の機能を持たないため、BIOS によるリソース割付を読み出すソフトウェアを作成した。

J-right/V はバイナリーで配布されているため、カーネルに新たな機能を組み込むことは困難であり J-right/V 起動時の環境であるリアルモードの MS-DOS で動作するアプリケーションとして開発した。

5.4. 動作結果

5.4.1. 論理出力

論理出力はロジックアナライザにより検証を行った。作成した 2 値論理、4 値論理の 2 つのバージョンについて正しい値で出力されていることを確認した。

5.4.2. 変調出力

5.4.2.1. 測定環境

2 値論理の変調器についてスペクトラムアナライザにより、周波数領域の出力確認を行った。測定

環境を図 4 に示す。



図 4 測定環境

測定ではシグナルジェネレータの IQ 入力の両方にデジタル変調出力を入力し、キャリア 280MHz、出力 0dbm の BPSK 変調を行った。

拡散符号には IEEE802.11b の 1MBPS、2MBPS に使用されている 11 チップのバーカー符号を用いた。

5.4.2.2. 測定結果

測定は 100 回トレースの平均で行った。

バーカー符号を繰り返し出力した結果を図 5 に示す。

マーカー 2 は中心周波数の 280MHz、マーカー 1、3 はチップ速度 11MCPS でのメインロープに対応する 269MHz、291MHz である。拡散符号のチップ長に対応する数のピークが確認できた。

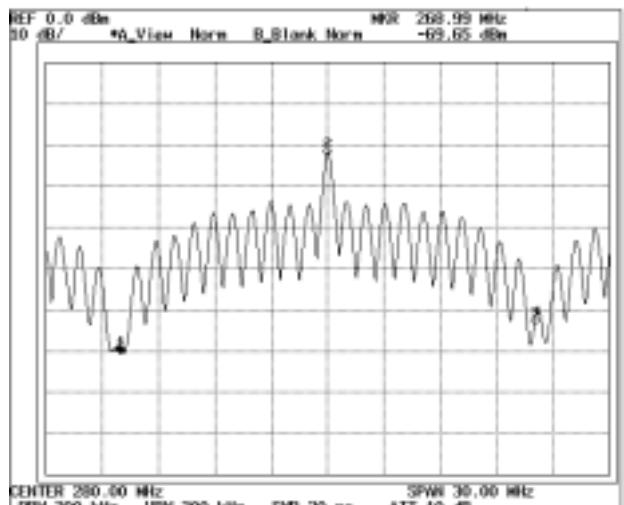


図 5 バーカー符号の拡散スペクトル

次に、0H～OFFH のデータを連続して拡散変調せず出力した結果を Fig 6 に示す。マーカー 1、3 は、データ転送速度 1MBPS でのメインロープに対応する 279MHz、281MHz である。

図 6 と同じデータについて拡散を行ったものを図 7 に示す。マーカー 1、3 はチップ速度 11MCPS に対応したメインロープ区間でそれぞれ 269MHz、291MHz である。図 6 に示すデータのメインロープ信号のスペクトルである -23～-45dbm の成分が平坦部で -40dbm の拡散信号へと変調されていることが確認できた。

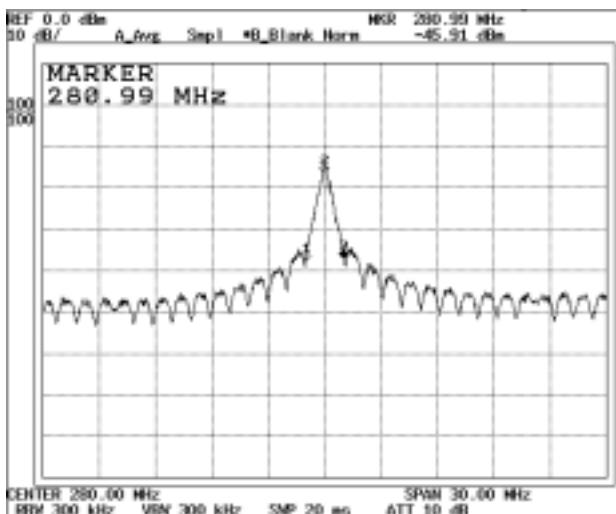


図6 未変調時のスペクトル

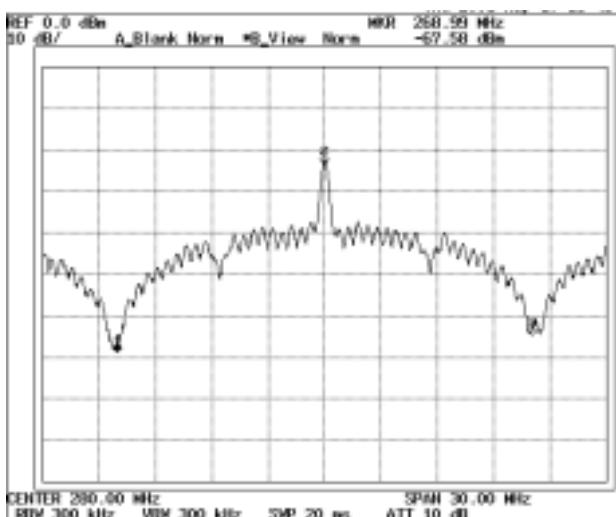


図7 拡散変調時のスペクトル

6. 結言

無線実験装置の送信機側の基盤となる試作機を開発し、動作の確認を行うことができた。今回は、受信機側の実装を行うことまでは出来なかつたが、これらに関しては、林助教授の考案した符号化方法のハードウェア実装を含めた形で、あらたな研究として取り組んで行くこととしたい。

謝辞

本研究に対しご指導いただきました会津大学コンピュータ理工学部コンピュータソフトウェア学科林隆史助教授に感謝いたします。

参考文献

- 1) Takafumi HAYASHI : Application of pair-preserving shuffled sequences to an AS-CDMA/QPSK system , IEICE TRANS, 投稿中
- 2) Takafumi HAYASHI and Atsushi KARA : "Throughput improvement of AS-CDMA/QPSK system by using pair-preserving shuffled sequences" , IEICE TRANS , 投稿中
- 3) N.SUEHIRO: IEEE J.Select.Areas Commun., Vol.12,no.5,June 1994
- 4) 山内雪路:スペクトラム拡散通信、東京電機大学出版局(1994)
- 5) 中川正雄、他:スペクトラム拡散通信技術の基礎と応用、トリケンプラス(1997)
- 6) ISO/IEC 8802-11 Wireless LAN Medium Access Control (MAC) and Physical Layer (PHY) specifications (1999/12/15)
- 7) IEEE Std. 802.11b-1999 Wireless LAN Medium Access Control (MAC) and Physical Layer (PHY) specifications, Higher-speed Physical Layer Extension in the 2.4 GHz Band
- 8) JTRON ホームページ(日本語版) : <http://tron.is.s.u-tokyo.ac.jp/TRON/JTRON/home-j.html>
- 9) Jayaram Bhasker : VHDL 言語入門、CQ 出版(1995)
- 10) 来須川智久:基礎からわかる PCI デバイス設計入門、インターフェース 1999 年 3 月号、CQ 出版

県産資源白土の高機能化

—高機能シラスバルーンの製造技術の確立—

High-function of volcanic glass from Fukushima Prefecture

-Establishment of manufacturing technology of high-functional Shirasuballoons-

材料技術部 関根義孝 加藤和裕

丸中白土株式会社 紺野篤男 西坂直伸 紺野圭樹

県産資源製品であるシラスバルーンの高品質化を目指して、これまで実験レベルで効果が上がった前処理乾燥工程を実際の生産現場に導入して実験を行った。その結果、乾燥温度等の諸条件を適切にコントロールすることにより、発泡性が大幅に向上し、高品質シラスバルーンの製品化が可能となった。

Key words:白土、シラスバルーン、前処理乾燥工程

1. 緒言

シラスバルーンは 1970 年に現在の産業技術総合研究所九州センターで開発された白土（シラス）を 1000 ℃付近で急速加熱することによって得られる火山性ガラス質中空体で、その軽量性、断熱性等を活かして、建築壁材、塗料等の軽量充填・增量剤として現在約 2 万トンの生産量がある。

当所では、これまで県内企業と共同で新たな需要拡大のため、新製品開発を目指しシラスバルーン製造の実験を行い、これらの成果をもとに現在マールライトの商品名で生産されるに至っている。

また、平成 10 年度からは発泡性の向上などの高品質化を目指した研究¹⁾を行い、前処理乾燥工程を導入することにより、大きな効果が認められた。今回はこれらの結果をもとに実際の生産現場に前処理乾燥工程を導入し、図 1 の開発スケジュールのもと今年度は高品質シラスバルーンの製品化を図ったので報告する。

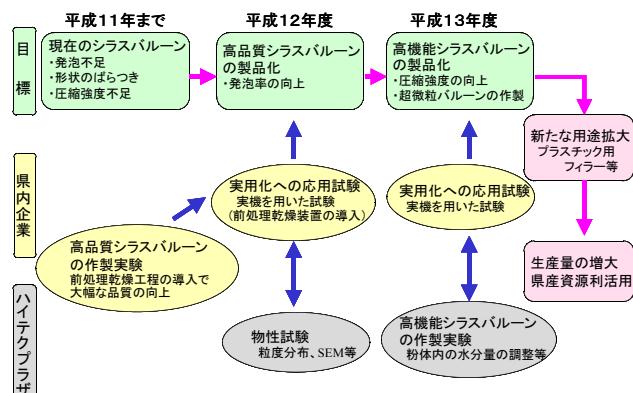


図1 実用化に向けての開発スケジュール

2. 実験方法

実験に用いた白土原料は、丸中白土（株）製シルト # 300S（平均粒径 25.7 μm）である。前処理乾燥条件についてはこれまでの実験結果¹⁾より乾燥温度を 150 ℃～300 ℃、保持時間を 15 分～120 分に設定した。

発泡焼成試験は 900 ℃～1020 ℃で行い、得られた試験体の高品質化（発泡性向上）の評価について原料粉体内の水分量は灼熱減量の測定、発泡性の向上の良否はかさ密度測定及び走査型電子顕微鏡（SEM）観察にて行った。

3. 実験結果及び考察

3. 1. 前処理乾燥処理条件の設定

3. 1. 1. 前処理乾燥処理実験

前処理乾燥条件と灼熱減量の関係を図 2 に示す。なお、この時の焼成試験は全て 1000 ℃で行った。乾燥

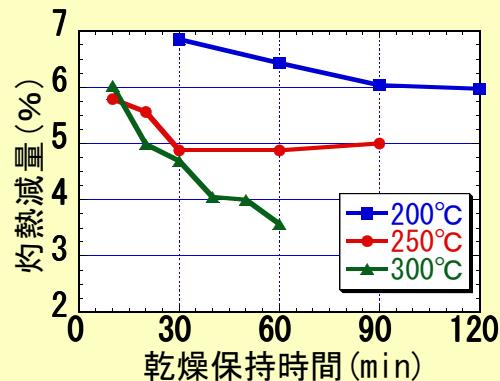


図2 前処理条件と灼熱減量の関係

温度 200 ℃の場合、保持時間による影響が少なく 120 分処理でも 6 %程度の水分量を含んでいる。しかし乾燥温度 300 ℃の場合、保持時間が長くなるにつれて大幅な水分量の減少がみられ、60 分では 3 %台まで減少した。

3. 1. 2. 発泡焼成実験

上記処理粉体を用いて 1000 ℃による発泡焼成試験を行った。まず前処理乾燥条件の違いによるかさ密度の変化を図 3 に示す。今回行った条件では無処理試料に対して良好な発泡性を示しており、特に 250 ℃、300 ℃処理試料は大幅な発泡性の向上が認められた。この

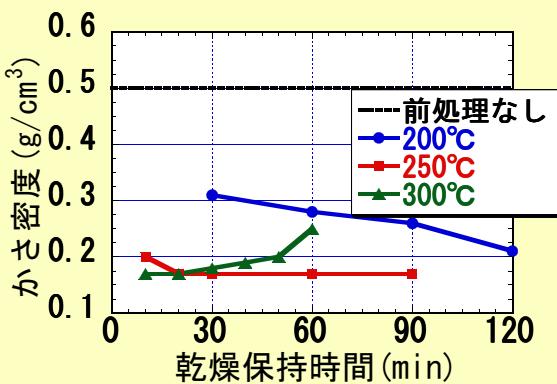


図3 前処理条件とかさ密度の関係

ことは、これまで行ってきたラボ試験結果¹⁾に比べて適正な処理温度及び保持時間がそれぞれ高く、長くなっていることを示しているが、これは実際の生産現場での粉体処理量が実験室レベルと比べて大幅に増えているため、発泡不良の原因となる粉体表面の付着水を除去するための熱エネルギーがその分増加したものと考えられる。

次に、図4～図6に白土原料、無処理焼成試料、前処理乾燥処理焼成試料のSEM像及び粒度分布図を示す。無処理焼成試料が未発泡の粉体が含まれているの

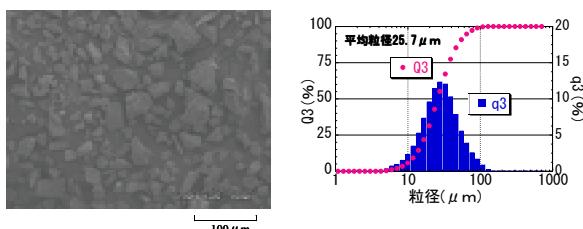


図4 白土原料のSEM像及び粒度分布

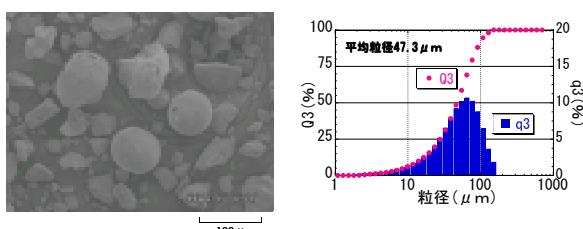


図5 無処理焼成試料のSEM像及び粒度分布

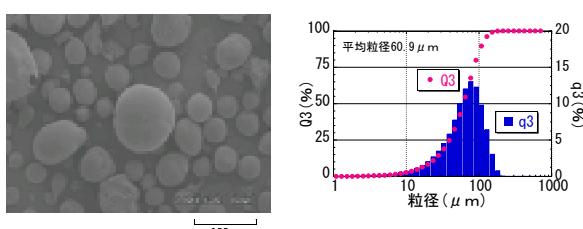


図6 前処理乾燥処理焼成試料のSEM像及び粒度分布

に対し、適正な前処理乾燥処理を行った焼成試料は完全に発泡しており、粒度分布幅も狭く、明らかに発泡性が向上しているのが観察された。

3.2. 発泡焼成温度の設定

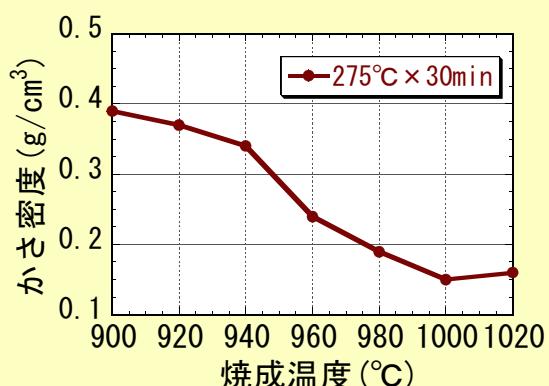


図7 発泡焼成温度とかさ密度の関係

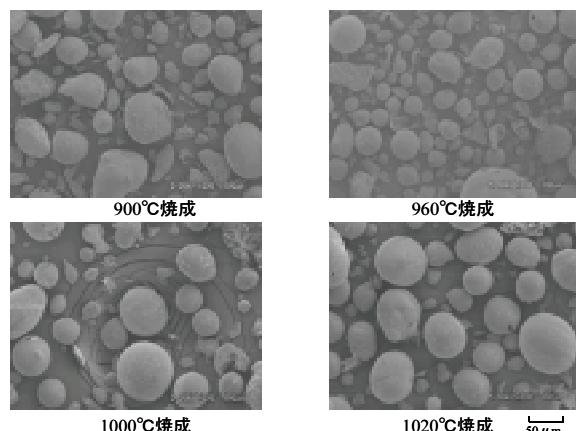


図8 各発泡焼成温度別SEM像
(乾燥温度275°C, 保持時間30min)

図7に焼成温度とかさ密度の関係、図8に各焼成温度別SEM像を示す。なお、これらは乾燥温度275°C、保持時間30分で前処理乾燥処理した白土を用いて行った。900°Cから1000°Cに焼成温度が上昇するにつれ、発泡性が向上しており、1020°Cではほぼ横ばいであった。このことはSEM像からも観察された。

4. 結言

前処理乾燥工程を実際の生産現場に導入した。乾燥温度等の諸条件を適切にコントロールすることにより、大幅に品質(発泡性)が向上し、高品質シラスバラーンの製品化が可能となった。

次年度には圧縮強度の向上を図り、製品化を目指す。

参考文献

- 1) 関根義孝他：平成10年度ハイテクプラザ試験研究報告、pp.35-38、1999

カソードルミネッセンスの高度利用に関する研究

— 蛍光管の高輝度化の検討 —
Utilization of Cathodo luminescence Method
— Study of high luminous Fluorescent Lamp —

材料技術部 高瀬つぎ子 伊藤嘉亮
いわき技術支援センター 斎藤 宏

E PMA & CL複合分析法を蛍光体の分析・評価に適応することにより、蛍光体の発光分布が、蛍光体に含まれている特定の元素 (Eu : 赤、Tb : 緑、Sr : 青) の分布と一致しているを明らかにした。また、赤、緑、青蛍光体を混合して作る白色蛍光体においても、元素分布 (Eu、Tb、Sr) と発光分布が一致していることを確認し、白色蛍光体の発光分布が“元素の分布の評価”という比較的簡便な方法で評価できることを提案した。また、スピンドルコート法を用いて蛍光体粒子を分散・塗布した試料を作製し、発光分布を観察したところ、実際の蛍光管と同様の発光の色むら（色度ずれ）が観察された。この事実は、赤、緑、青蛍光体粒子の密度差による粒子の不均一分散のために蛍光体の色度ずれが発生することを示しており、蛍光体粒子の均一分散技術を確立することが、色度ずれ解消のキーポイントになると考えられる。

Key words : 蛍光材料、カソードルミネッセンス (CL)、発光スペクトル

1. 緒言

近年、携帯電話が急速に普及する中で、本体の軽量、小型化と共に、表示画面のフルカラー化に対する要求が急速な勢いで進んできた。このような状況の中で、現行の液晶ディスプレー方式を用いて、＜色むらのない、フルカラーの小型表示画面＞を実現するためには、液晶のバックライトに用いられている小型蛍光管に＜色度ずれ＞がないことが、必須条件になってくる。

本研究では、県内蛍光管メーカーの中で問題になっているこの＜小型蛍光管の色度ずれ＞という現象に注目し、E PMA & CL複合分析法を用いて、この色度ずれの原因を解明することを目的として研究を行った。

なお、本研究で用いたE PMA & CL複合分析法は、
1) 製品評価分野での迅速な微小領域・微量物質の分析方法として、半導体中に含まれる極微量の不純物の状態分析手法として発展してきたカソードルミネッセンス (CL) 法

2) 微小領域の有力な組成分析手法であるE PMA という2つの分析法を複合化することで微小領域・微量物質の分析を可能にした新しい分析手法である。

白色蛍光管の＜色度ずれ＞は、1本の蛍光管が均一に同じ色に発光せず、発光色に場所むらが起こる現象で、バックライト用蛍光管の小型、細管化の進展の中で、解決すべき重要な課題になっている。従来の大型蛍光管の場合には、色度計による発光色の測定とマクロな場所依存性の測定等の方法で、色度ずれの評価を行ってきたが、これらの方法では、色度ずれの原因を明らかにすることはできなかった。

そこで、本研究では、E PMA & CL複合分析を用いて、白色蛍光体粒子の形状や凝集状態と白色蛍光体からの発光

との関係を明らかにすることにより、＜色度ずれ＞の原因を解明するための研究を行った。＜色度ずれ＞を解消することにより、蛍光管全体の目的波長での発光が均一化し、蛍光管の高輝度化が可能であると考えられる。

2. 実験

2. 1 試料

蛍光体原料としては、日亜化学(株) 製の赤色蛍光体 ($Y_2O_3:Eu$)、緑色蛍光体 ($LaPO_4:Ce, Tb$)、青色蛍光体 ($(SrCaBa)_5(Po_4)_3Cl:Eu$)、および白色蛍光体 (NP-95) を用いた。これらの蛍光体をバインダー (ニトロセルロース／酢酸ブチル溶液) およびスラリー (日亜化学製：NAスラリー) と混合した後、ガラス板に塗布し、400°Cで1時間加熱乾燥 (大気中) することにより、測定用蛍光体試料を作製した。色ずれ評価用の試料としては、白色蛍光管 (色ずれ品) を切断したものを用いた。

2. 2 CLの測定

E PMA & CL複合装置 (島津製作所: E PMA-1500) の構成を図1に示す。この装置は、電子線ビームを試料に照射することにより、試料から放出されるX線を用いて試料の組成分析を行うX線検出部 (波長分散型)、試料からの可視部の発光 (CL) を分光分析するためのCL検出部、試料からの反射電子を検出し、試料形状を観察するための反射電子検出部の3つの部分によって構成されている。

本装置では、CLの検出系にCCDカメラを用いることにより、CLの面内分布測定 (CL像) をリアルタイムで行うことが可能になった。CL像観察に要する時間が短縮されたことにより、電子線ダメージによる発光の消光の影

響を少なくすることができた。

また、本装置では電子線ビームをX Y方向に走査することにより、試料の組成およびCL強度の面内分布を同時に測定することができる装置構造をとっている。

測定用蛍光用試料は、EPMA用試料台に固定後、白金スパッターを行うことで、導電性を確保した。また、EPMAおよびCLの測定は加速電圧15kV、ビーム径 $1\mu\text{m}$ または $60\mu\text{m}$ で行った。

3. 結果および考察

3. 1 蛍光体組成と発光

赤、緑、青蛍光体を適当な割合で混合して作られる白色蛍光体の発光が、次のような特徴をもつことが、平成11年度の研究より明らかになった¹⁾。

- 1) 白色蛍光体のCLスペクトルは、赤、緑、青色蛍光体のCLスペクトルの合成として表わされる
- 2) 白色蛍光体特有の中間色のスペクトルは存在しない
- 3) 白色蛍光体の発光色の違いは、赤、緑、青色蛍光体からの発光の相対強度の違いを反映している

これらの事実は、赤、緑、青色蛍光体に含まれている元素の中で、各蛍光体の発光に最も寄与している元素（実質的に各蛍光体の＜発光中心＞になっている元素、赤：R1、緑：G1、青：B1）を特定することができれば、白色蛍光体に含まれるR1、G1、B1の存在比から、白色蛍光体の発光色を推定できることを示唆している。

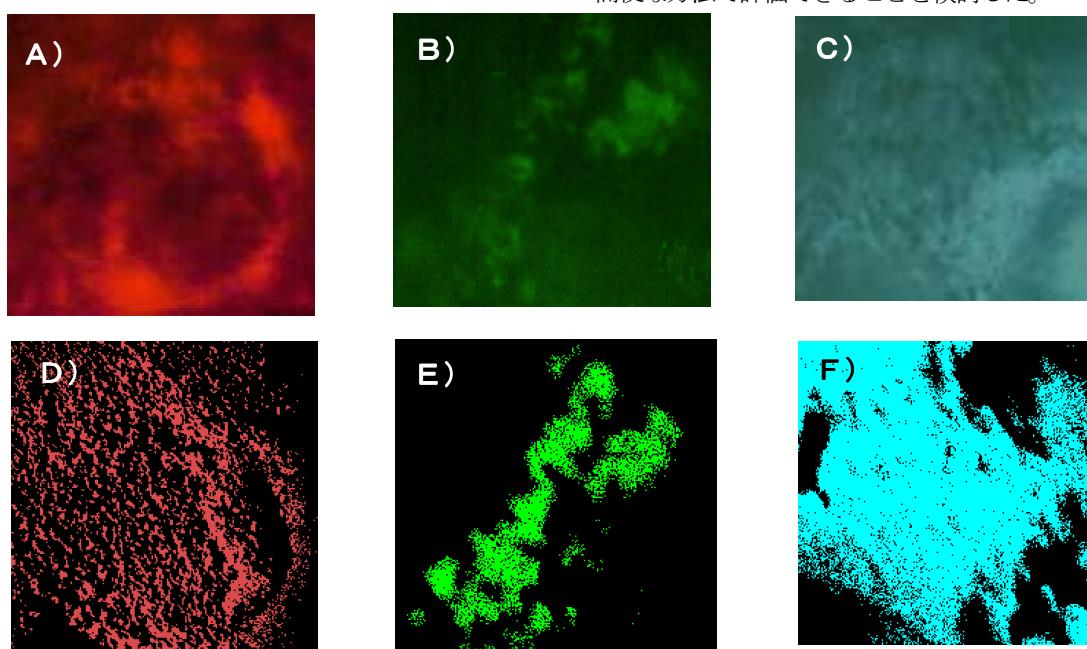


図2 赤、緑、青蛍光体の発光分布と元素分布との関係

- A) 赤色蛍光体の発光分布 B) 緑色蛍光体の発光分布 C) 青色蛍光体の発光分布
D) 赤色蛍光体中のEuの分布 E) 緑色蛍光体中のTbの分布 F) 青色蛍光体中のSrの分布
ただし、発光分布と元素分布は同一視野で測定

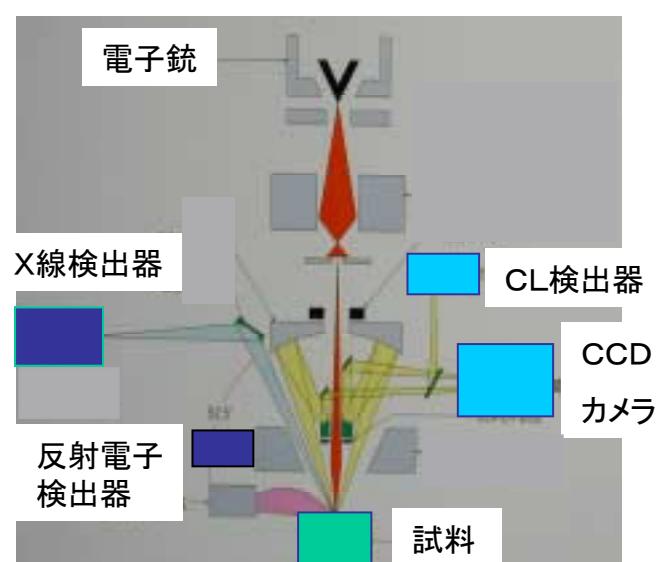


図1. CLの検出システム
CCDカメラによるCL像の観察システム

そこで今年度は、

- 1) 赤、緑、青蛍光体の実質的な発光中心になっている元素（R1, G1, B1）を特定する
- 2) 特定されたR1、G1、B1の各元素に注目して白色蛍光体の元素の面内分布と発光の面内分布の同一視野観察を行い、元素の面内分布と発光の相関を確認する

というプロセスで、白色蛍光体の発光分布が＜赤、緑、青蛍光体に含まれる特定の元素の分布の評価＞という比較的簡便な方法で評価できることを検討した。

図2に、赤、緑、青色蛍光体の発光分布と元素分布との関係を示す。赤色蛍光体の発光分布(発光波長:610nm付近)は、赤色蛍光体に含まれる元素(Y、O、Eu)のうち、Euの元素分布と一致しており、緑色蛍光体の発光分布(発光波長:540nm付近)は、緑色蛍光体に含まれる元素(La、P、O、Ce、Tb)のうち、Tbの元素分布と一致している。また、青色蛍光体の発光分布(発光波長:450nm付近)は、青色蛍光体に含まれる元素(Sr、Ca、Ba、P、O、Cl、Eu)のうち、Srの元素分布と一致している。

今回の実験から得られた赤色蛍光体および緑色蛍光体における元素分布と発光分布との関係は、

- 1) 赤色蛍光体の610nm付近の発光スペクトル(ライセンスペクトル)が、赤色蛍光体中のEu³⁺を発光中心とする局在準位からの発光である
- 2) 緑色蛍光体の540nm付近の発光スペクトル(ライセンスペクトル)が、緑色蛍光体中のTb³⁺を発光中心とする局在準位からの発光である

という蛍光体発光の分光学的知見²⁾と一致している。

一方、青色蛍光体の場合に観察された、“Srがく実質的な発光中心>のような振る舞いを見せてている”という測定結果は、“青色蛍光体の450nm付近の発光スペクトル(バンドスペクトル)は、青色蛍光体中のEu²⁺を発光中心としながらも、母結晶に依存する非局在化した発光である”という分光学的知見²⁾と必ずしも一致しない。しかし、Eu²⁺に起因する発光であっても、励起状態が非局在化し結晶全体が均一に発光している場合には、母結晶の主成分であるSr元素が、実質的には、発光中心として振る舞っている可能性もある。

図3に、白色蛍光体の発光分布と元素分布(Eu, Tb, Sr)との関係を示す。

Euの分布が多い場所では赤色発光が強く、Tbの分布が多い場所では緑色発光が強く、Srの分布が多い場所では青色発光が強くなっています、<赤色発光: Eu>、<緑色発光: Tb>、<青色発光: Sr>という発光色と元素分布との相関関係が、定性的には確認できた。

これらの実験事実は、“白色蛍光体の発光分布を<元素(Eu, Tb, Sr)の分布>という比較的簡便な方法におきかえて評価できる”という可能性を示唆している。しかし、この評価方法の定量性(色温度の違いと元素分布との相関)などに関しては、今後、十分検討する必要がある。

3. 2 色度ずれ品の評価

白色蛍光体中に含まれる赤、緑、青色蛍光体粒子の不均一分散が、白色蛍光管の色度ずれに影響をおよぼしていることが、平成11年度の研究から明らかになった¹⁾。このような蛍光体粒子の不均一分散は、<蛍光体粒子の粒径の

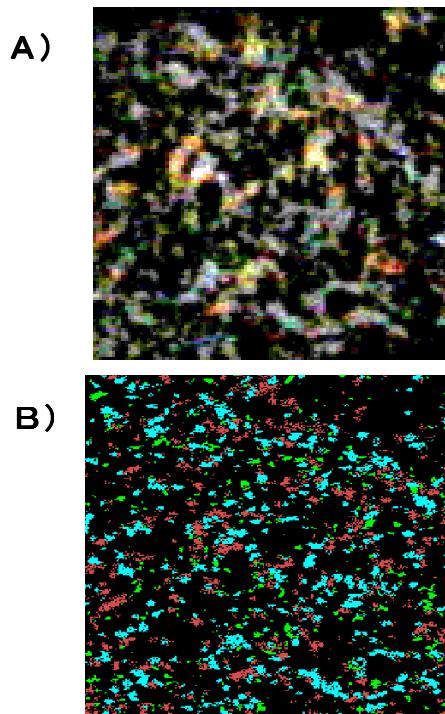


図3 白色蛍光体の発光分布と元素分布

A) 発光分布

B) 元素分布 (Sr, Tb, Eu)

ただし、発光分布と元素分布は同一視野

不均一>、<蛍光体粒子間での密度の違い>、<蛍光体粒子の凝集力の違い>などの物理的要因と製造工程とが関連した形で起きていると考えられる。

一般に、実際の製造工程で蛍光管に白色蛍光体を塗布する場合、真空吸引法やディップ法などの手法がとられている。

このような塗布方法では、白色蛍光体に用いられている赤、緑、青蛍光体の微粒子間で極端な密度の違いがある場合、蛍光体粒子の密度の違いによって、蛍光管の上部と下部とに発光色の違いが生ずる可能性が考えられる。

実際に、このような方法で製造された蛍光管を用いて、白色蛍光体の発光色および元素分布(Eu, Tb, Sr)を、蛍光管の上部と下部とで比較してみると、発光色および元素分布上に明らかな違いがみられ、<蛍光体粒子間の密度の違いによる不均一分散>との相関関係を示唆する測定結果が得られた。

そこで、スピンドル法を用いて白色蛍光体をガラス板に分散・塗布し、人為的に<蛍光体粒子間の密度の違いによる不均一分散>を生じさせた試料を用いて、<蛍光体粒子の不均一分散>と<発光の色むら(色度ずれ)>との相関関係を明らかにすることを試みた。

赤色蛍光体微粒子(比重:5.2)、緑色蛍光体微粒子(比重:5.1)、青色蛍光体微粒子(比重:4.1)を均一に混合して作製した白色蛍光体溶液をスピンドル法(回転数:500 rpm)によってガラス板に塗布した試料を用いて、白色蛍光体の発光色と試料のサンプリング位置との相関を観察

した結果を図4に示す。

白色蛍光体を塗布したガラス板の中央部分では、<青っぽい発光>が観察され、ガラス板の端部分では、<赤緑がかかった発光>が観察された。

この結果は、スピンドルコート法による分散・塗布（密度の違いによる蛍光体粒子の不均一分散）の場合に予想される発光色の違い、すなわち、

- 1) ガラス板の中央部分には比重の軽い粒子（青色蛍光体）が多く存在しているために、<青っぽい発光>が観察される
- 2) ガラス板の端部分には比重の重い粒子（赤色蛍光体、緑色蛍光体）粒子が多く存在しているために、<赤緑がかかった発光>が観察される

と、定性的には、相関関係が成り立っている。

この実験事実は、“白色蛍光体に含まれる赤、緑、青色蛍光体粒子の密度差による粒子の不均一分散によって、白色蛍光体の発光色の色むら（色度ずれ）が発生し得ること”を明確に示している。

実際の白色蛍光管の場合には、モデル実験より複雑ではあるが、<蛍光体粒子の密度差による不均一分散>が、蛍光管の色度ずれの重要な要因になっていると考えられる。

4. 結言

E PMA & CLの複合化技術を、蛍光体の分析・評価、および小型白色蛍光管の<色度ずれ>の原因解明に適応することにより、

- 1) 赤、緑、青色蛍光体の発光分布が、蛍光体に含まれる特定の元素（Eu：赤、Tb：緑、Sr：青）の分布と一致している
- 2) 白色蛍光体の発光分布が、“特定の元素（Eu、Tb、Sr）の分布を評価する”という比較的簡便な方法で推定できること
- 3) <蛍光体粒子の密度差による不均一分散>が、蛍光管の色度ずれの重要な要因になっていることを明らかにした。

白色蛍光体を均一に分散・塗布するための技術を確立することが、小型白色蛍光管の色度ずれを解消するための技術的課題になると考えられる。このため、蛍光体の均一分散・塗布のための具体的な方法を、県内蛍光管メーカーにフィードバックすることを検討している。

5. 参考文献

- 1) 平成11年度 福島県ハイテクプラザ研究報告書
- 2) G. Basse, B. C. Grabmaier : Luminescent Material (1994) Springer-Verlag

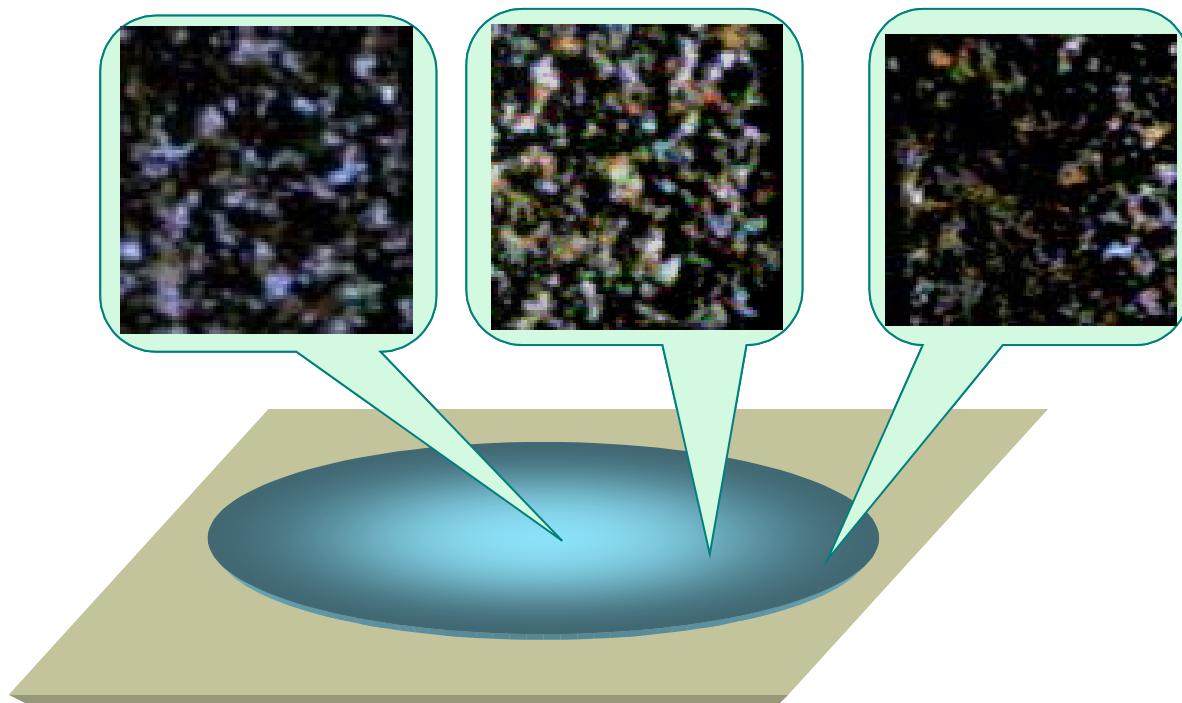


図4 スピンコート後の白色蛍光体からの発光
—場所による発光色の違い—

高分子材料の加工および使用雰囲気が影響する環境技術

—GPCによる高分子材料の劣化評価—

Environment Technology under the Influence on Processing and Using Atmosphere of Polymer Material

-Estimation of the polymer material degradation by GPC -

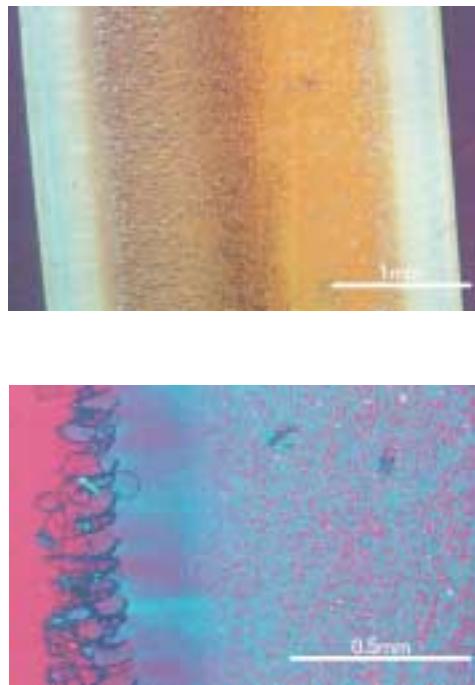
材料技術部 鈴木雅千・菊地時雄・三瓶義之・渡部修

複数の高分子材料に対して異なる照射エネルギーでの促進暴露試験を行い、分子量の変化を測定した。その結果、分子量変化を照射エネルギー強度によらず材料の受けた照射エネルギーの総量のみで表すことができた。劣化の初期から中期において、分子量測定は高分子の劣化評価に有効な方法であることがわかった。

Key words: 高分子、促進暴露試験、劣化、GPC、数平均分子量、重量平均分子量

1. 緒言

昨年に引き続き、高分子材料の劣化評価法の適応性を見極めるための実験を行った。今回は分子量分布測定（グルバーミエーションクロマトグラフィー：GPC）の結果について報告する。



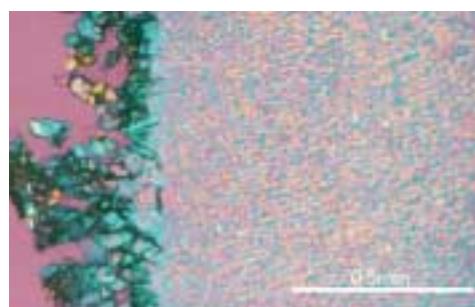
2. 実験

2. 1. 供試材料

ポリプロピレン（エースポリマー（株） エースポリプロピレン MA410 : PP）、ポリスチレン（新日鐵化学（株） エスチレン GP G-20 : PS）、アクリロニトリル=スチレンコポリマー（新日鐵化学（株） エスチレン AS AS-61 : AS）、ポリカーボネート（三菱エンジニアリングプラスチックス（株） ユーピロン S-2000 : PC）

2. 2. 試験片作成

各樹脂に適した条件で、射出成形により平板（7mm × 15mm × 3mm）の試験片を成形した。



2. 3. 促進暴露

スーパーキセノンウェザーメーターSC-750（スガ試験機（株））を用い促進暴露試験を行った。促進暴露条件を表1に示す。条件1は、促進暴露標準試験条件であり、北緯36度付近の太陽光1日あたりのエネルギーの約7倍（単位時間あたり約3.7倍）である。1サイクル2時間（内、降雨18分）で、最大2000時間まで促進暴露を行った。

表1 促進劣化条件

	照度 (W/m ²) (300nm~400nm)	槽内温度 (°C)	槽内湿度 (%RH)
条件1	60	43±2	50±5
条件2	180	63±2	50±5

図1 試験片の断面（偏光顕微鏡写真）

上：成形直後

中：60W、1000時間照射後

下：180W、800時間照射後

2. 4. サンプリング

高分子において結晶部より非晶部の方が劣化を受けやすいことは以前から知られている。図1は今回の試験片(PP)の断面写真である。スキン層(非晶部)が破壊された後にコア層(結晶部)が破壊されている。劣化をより反映させるため、今回はマイクロフェザーでスキン層のみをサンプリングし、測定試料とした。

2. 5. 分子量分布測定

分子量分布は超高温GPC装置((株)センシュー科学SSC-7100)を用いて測定した。条件は下記の通り。

溶媒: テトラヒドロフラン(*o*-ジクロロベンゼン)
カラム: 東ソー(株) GMHHR-M ((株)センシュー科学 GPC3506+GPC3507)

試料濃度: 0.1%

注入量: 100 μ l (500 μ l)

検出器: 示差屈折型検出器

流量: 0.8ml/min (1ml/min)

温度: 35°C (140°C)

* () 内はPP測定時の条件

なお、各樹脂の分子量は検量線作成に用いた標準ポリスチレン換算の分子量であり、QファクターもしくはMark-HouwinkのK、a値での補正は行っていない。

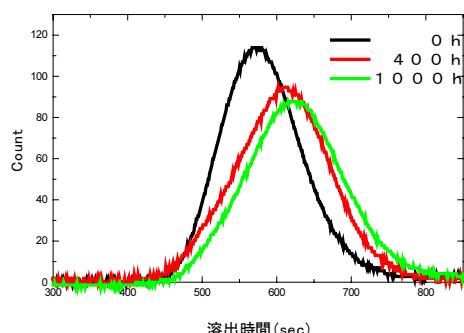


図2 PSの溶出曲線

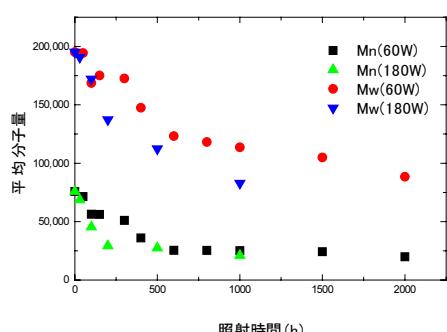


図3 PSの平均分子量変化

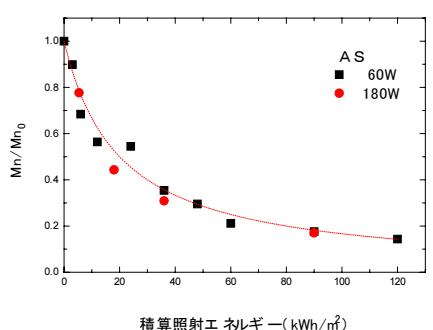
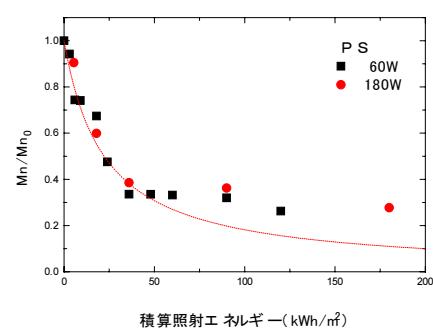
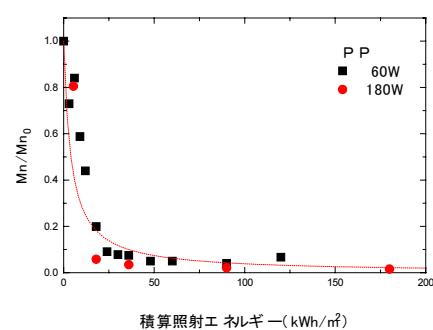


図4 数平均分子量の変化率

3. 結果と考察

図2にPSの溶出曲線を示す。照射時間とともに溶出曲線が後方(低分子側)に移動している。照射時間に対して平均分子量をプロットしたのが図3である。平

均分子量は照射時間とともに低下しているが、180W 照射の方が 60W 照射より低下が大きく、分子量の低下に光劣化機構が関連していることがわかる。

図4は各材料の数平均分子量 (M_n) 変化の割合を、積算照射エネルギーに対してプロットしたものである。分子量変化が照射エネルギーによらず、積算照射エネルギーのみで表せることがわかった。このことは、分子量の変化を測定することで材料が受けたエネルギーの総量を求めることができることを示している。特に分子量変化が大きく現れる劣化の初期から中期において、分子量測定は高分子の劣化評価に有効な方法であるといえる。

分子量変化が積算照射エネルギーで表現できた理由としては、今回の促進劣化条件下では光によってフリーラジカルが生成する過程が律速となったためであると考えられる。

一般に鎖状高分子の主鎖切断と数平均分子量の関係は(1)式で表される¹⁾。

$$\frac{M_n}{M_{n0}} = \frac{1}{1+\alpha} \quad (1)$$

α ：初期高分子あたりの切断数
得られたデータに対して

$$\frac{M_n}{M_{n0}} = \frac{1}{1+k \cdot E} \quad (2)$$

E: 照射エネルギー

k : 係数

でカーブフィットしたものが図4中の点線である。AS樹脂はよく一致しているが、PS、PC樹脂は後半で一致度が悪い。そこで、PS、PC樹脂の重量平均分子量 (M_w) の逆数を積算照射エネルギーに対してプロットしたものが図5である。これは、重量平均分子量と照射エネルギーの関係が

$$M_w = \frac{2Wm \cdot DP_0}{1 - DP_0(4r_x - r_s)E} \quad (3)$$

W_m ：単量体の分子量

DP_0 ：初期重合度

r_s ：単位エネルギー当りの単量体の主鎖切断の確率

r_x ：単位エネルギー当りの単量体が架橋する確率

E : 照射エネルギー量

で表せることによるものである¹⁾。促進暴露試験開始直後のプロットの傾きと比べて、後半の傾きが緩やかになっている。これは r_x が大きくなっている、すなわち、切断と並行して架橋が発生しているのである。

図6にPSサンプルのATR法によるIRスペクトルを示した。 $1/M_w$ プロットに対応して 30kWh/m^2 付近を境にヒドロキシル基、カルボニル基、エーテル基等の大幅な増加が確認でき、分子構造の変化を認めることができる。

きる。

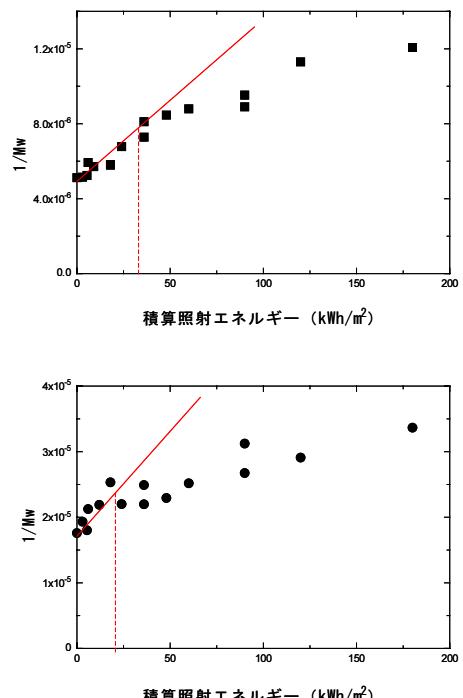


図5 $1/M_w$ プロット (■ : PS、● : PC)

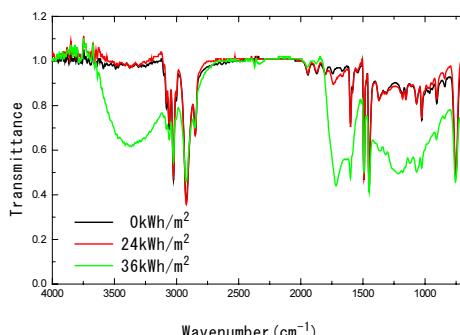


図6 促進劣化試験後のPSのIRスペクトル

4. 結言

複数の高分子材料に対して異なる照射エネルギーでの促進暴露試験を行い、分子量の変化を測定した。その結果、分子量変化を照射エネルギー強度によらず材料の受けた照射エネルギーの総量のみで表すことができた。劣化の初期から中期において、分子量測定は高分子の劣化評価に有効な方法であることがわかった。

参考文献

- 1) 大澤善次郎：“高分子の劣化と安定化”，（株）ムサ

シノクリエイト

- 2) 成澤郁夫、大石不二夫：“プラスチック材料の寿命”，
日刊工業新聞社
- 3) 三瓶義之他：“高分子材料の加工および使用雰囲気が影響する環境技術”，平成11年度福島県ハイテク
プラザ研究報告, 54-55, (2000)

微細放電加工の微細モールド金型への応用（第2報）

Application of Scanning-EDM to Fine Mold

生産技術部 本田和夫、藤井正沸、渡部一博

材料技術部 伊藤嘉亮、渡部 修

本研究では、微細放電加工を用いた微細モールド金型キャビティ加工法を確立し、微細樹脂成型品を試作することを目的としている。前報では、 0.1 mm の銅パイプ電極を用いた創成放電加工によりキャビティを加工したトランスマーモールド金型を試作し、成形実験を行い微細放電加工が微細モールド金型に十分適応可能であることを示した。本報では、さらに微細なキャビティ加工技術の確立のため、直径 $\phi 0.02\text{ mm}$ のタンゲステン電極を走査することによる微細形状加工法について、電極走査法による底面性状について検討した。その結果SUS系金型鋼に対して底面粗さ $0.8\text{ }\mu\text{mRy}$ 、壁面との角 $R5\text{ }\mu\text{m}$ 程度と良好な加工が可能となった。

Key words: 微細放電加工、マイクロ放電加工、微細キャビティ、ピックフィード、底面粗さ

1. 緒言

極細の電極を片持ち状態で保持し、走査することにより微細形状の加工を行う微細放電加工（マイクロ放電加工）¹⁾²⁾は、切削加工やフォトファブリケーションでは困難であった金属へのマイクロメーターオーダーの高アスペクト比加工が可能であり、また、ワイヤー放電加工では不可能な底面加工ができるなどの理由で近年注目されている。しかし、比較的新しい加工法であり、電極消耗による形状の崩れを抑えた高精度な加工を行うための条件が明らかになっていないため、一般には普及していないのが現状である。

本研究では、微細放電加工を用いた微細モールド金型キャビティ加工法を確立し、微細モールド金型により樹脂成型品を試作することを目標としている。

前報では、 $\phi 0.1\text{ mm}$ の銅パイプ電極を用いた創成放電加工によりトランスマーモールド金型を試作し、モジュール0.1歯先円直径約 1 mm のポリアセタール樹脂による微細ギアを作製した。さらに微細な金型キャビティを加工するため、直径 $\phi 0.02\text{ mm}$ のタンゲステン電極による加工実験を行ったが、図1に示すように高さ数 μm の電極走査軌跡が現れるという問題が残った³⁾。電極底面のエッジ部分が早く消耗し、形状がダレることが原因であり、 $\phi 0.1\text{ mm}$ のパイプ電極による加工では大きな問題にならなかつた点であるが、目

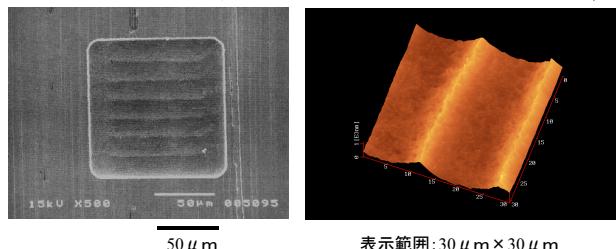


図1. 電極走査による加工後底面の状態

左: SEM画像 右: AFM像

標とする $50\text{ }\mu\text{m}$ オーダーのキャビティ加工を実現するためには解決する必要がある。本報では、この電極走査痕が、ピックフィード（電極走査間隔）を最適化することにより小さく出来ると考え、ピックフィードを変化させたときの底面性状、加工速度、電極消耗について調査し適正な加工条件を決定し、微細金型キャビティを試作することとした。

2. ピックフィードによる電極走査痕の除去

2. 1. 実験

加工機として微細放電加工機 MG-ED82W（松下電器産業（株））を用いた。

実験条件を表1に示す。工具電極は WEDG 法（ワイヤ放電研削法）により直径 $\phi 125\text{ }\mu\text{m}$ のタンゲステンワイヤを直径 $\phi 20\text{ }\mu\text{m}$ に成形した。

表1. 実験条件

	実験条件
工具電極	$\phi 20\text{ }\mu\text{m}$ タングステン
被加工材質	STAVAX（ウッデホルム） 調質後鏡面研磨
加工液	灯油系加工液 (DIAMOND EDF-K)
放電回路	RC 放電回路
開放電圧	70V 正極性
コンデンサ容量	10 pF
加工速度	XY : $2\text{ }\mu\text{m/sec}$ Z : $1\text{ }\mu\text{m/sec}$
早送り速度	XY : $50\text{ }\mu\text{m/sec}$ Z : $5\text{ }\mu\text{m/sec}$
電極走査間隔	$\phi 20\text{ }\mu\text{m} : 7.5, 10, 12.5, 15, 17.5 [\mu\text{m}]$
加工形状	$120\text{ }\mu\text{m} \times 220\text{ }\mu\text{m}$ 矩形
加工深さ	$1\text{ }\mu\text{m} \times 10$ 層

電気条件は開放電圧70V、コンデンサ容量10 pFで固定とした。微細穴加工などではさらに電圧を下げて面粗さ向上を狙うことも可能であるが、電極走査によ

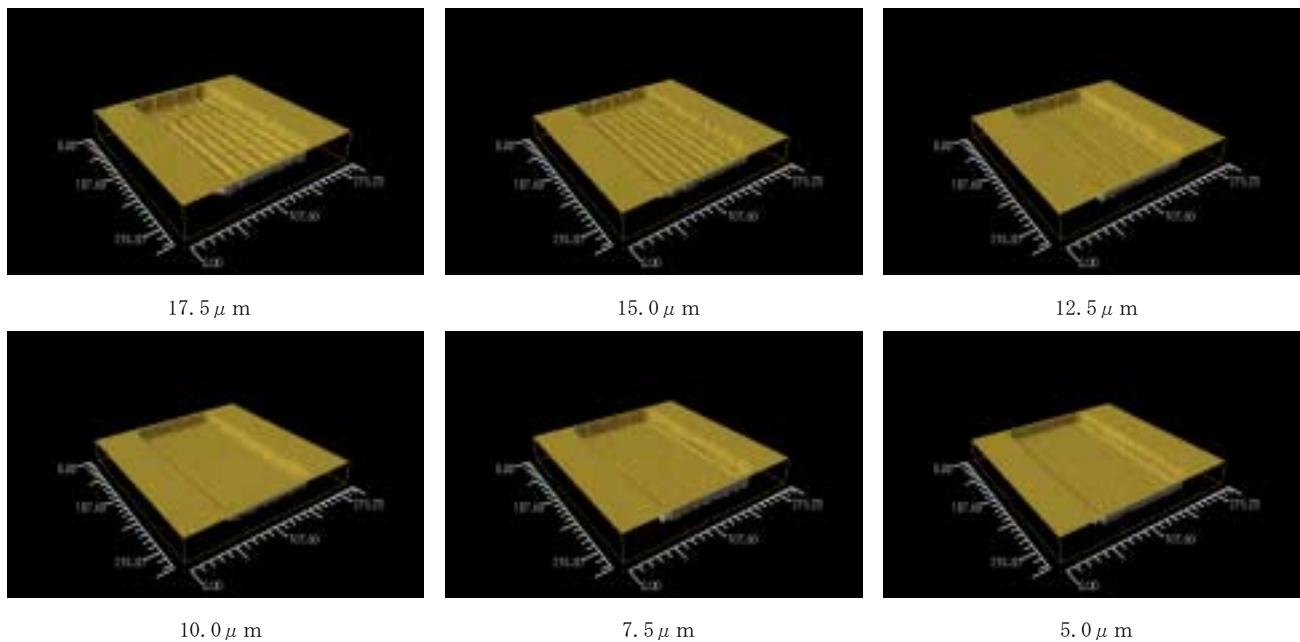


図2－1. 各ピックフィードでの加工後底面性状（電極回転あり）

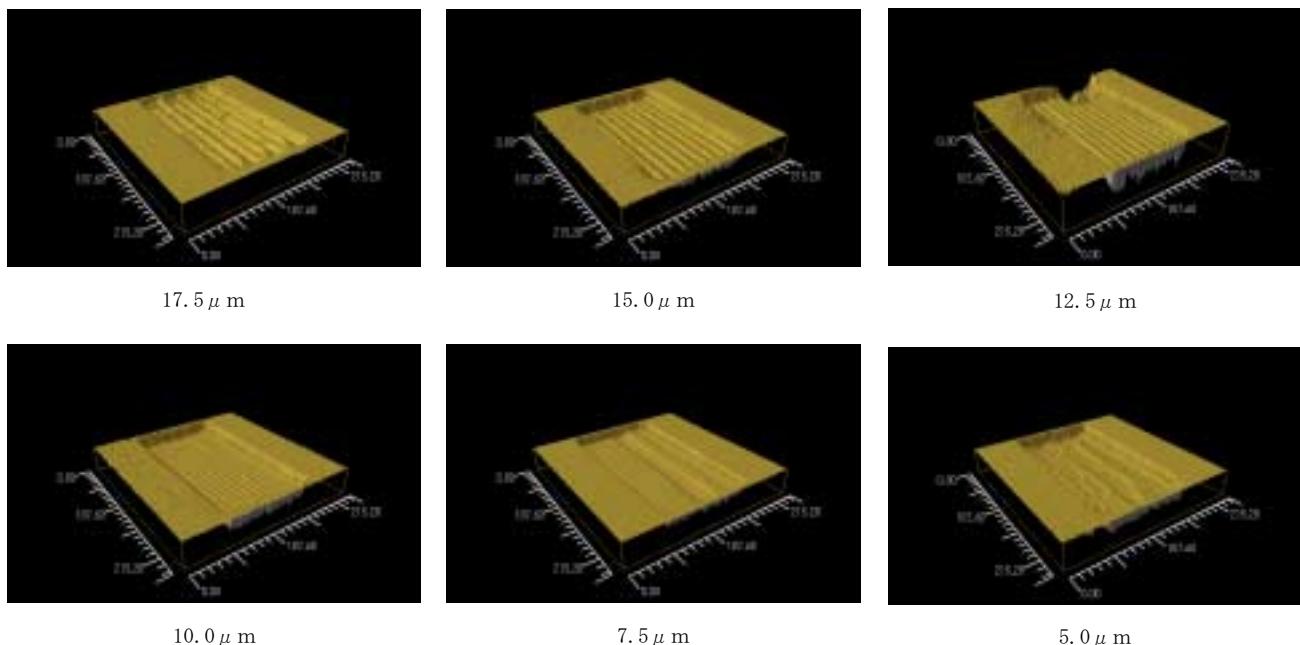


図2－2. 各ピックフィードでの加工後底面性状（電極回転なし）

る加工では放電が安定せず面粗さが大きくなってしまうため、これらの電気条件を選定した。

ピックフィード量は電極直径の $1/8$ ($2.5 \mu\text{m}$) ごとに $1/4$ から $7/8$ までの 6 段階とした。

加工形状は概ね $120 \mu\text{m} \times 220 \mu\text{m}$ の長方形とし、図2に示すように長手方法に電極を走査し短辺方向にピックフィードを行った。短辺の寸法はピックフィード量 $\times n$ が $120 \mu\text{m}$ に最も近くなる長さとした。

加工は 1 層あたりの深さ方向への切り込みを $1 \mu\text{m}$ とし連続して 10 層の加工を行った。

2. 2. 評価

2. 2. 1 底面粗さ

加工後の底面を走査型レーザー顕微鏡で観察し、電極走査経路と直角方向の断面曲線を求め、中心線からの最大値と最小値を底面粗さとした。したがって、この値には粗さの成分と電極走査による工具軌跡状のうねり成分を含んでいる。

図2に加工後の底面のレーザー顕微鏡による鳥瞰図を示す。図2-1は電極回転 3000rpm、図2-2は電

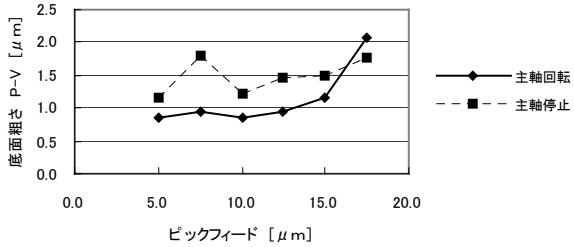


図3. ピックフィードの違いによる底面粗さ

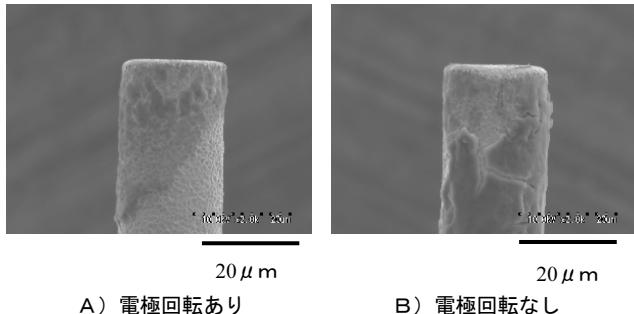


図4. 加工後の電極

電極回転無しの場合の各ピックフィードにおける結果である。図3に各ピックフィードにおける底面粗さを示す。このように電極回転の有無に関わらずピックフィードを小さくすることにより底面粗さが減少する傾向にあるが、電極直径の1/2以下では概ね一定になることがわかった。

図2-2に示すように、電極回転なしでは放電が不安定となって集中放電が発生し、ピックフィード7.5 μm以下においても面粗さが大きくなっている。ピックフィード12.5 μmに見られる大きな穴は連続放電(アーケ放電)によるものである。

電極を回転しながら走査した場合は電極外周部が多く消耗することが予想できる。したがって、電極を回転しない方が電極底面が平坦に消耗し、底面粗さが小さいと予想していたが、今回の実験条件では逆の結果となった。図4にピックフィード10 μmでの加工後の電極を示す。A) 電極回転ありの先端部は外周の角部の消耗が少なく均一に消耗しているが、B) 電極回転なしでは角部の消耗が大きく、形状が崩れていますのがわかる。これらのことから、電極を3000rpmで回転した場合、回転することによる冷却効果により、一般に早く消耗する外周部の電極消耗が抑えられ、電極回転無しでは、熱が溜まり易い周辺部が多く消耗するため、結果として電極回転のほうの面粗さが小さくなるものと考えられる。

2. 2. 2 加工速度

除去体積/加工時間(単位時間あたりの除去体積)を加工速度とした。除去体積は加工面積×平均深さより算出した。

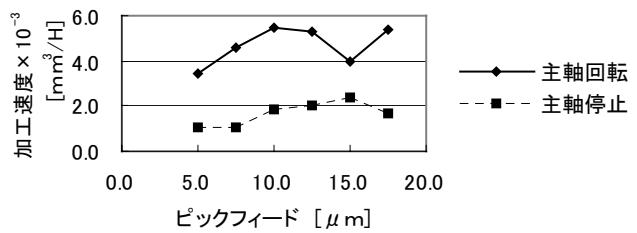


図5. ピックフィードの違いによる加工速度

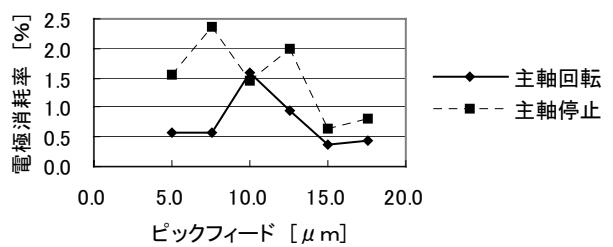


図6. ピックフィードの違いによる電極消耗率

放電加工での電極の送り制御は放電サーボと呼ばれ、極間電圧などをモニターしながら電極の前進と引き戻しを繰り返す。そのため、加工速度は電極走査距離に反比例するのではなく、電気条件や1層の加工厚さ、ピックフィードなどの条件により変動する。図5に各ピックフィードにおける加工速度を示す。電極回転、電極静止ともに同じ傾向を示し、ピックフィード10 μm以上ではほぼ一定になることがわかった。

2. 2. 3 電極消耗率

電極消耗体積/除去体積×100を電極消耗率とした。電極を走査する微細放電加工法では、1層加工している間に電極が消耗するため、必ず走査開始点から終了点に向かって浅くなる。電極消耗率が大きいとこの傾斜が大きくなるため、実用上1回で加工できる面積を小さくする必要がある。

図6に各ピックフィードにおける電極消耗率を示す。最大で2.5%であり形彫放電加工としては十分な電極寿命であると考える。しかし、底面粗さと加工速度の結果から最適条件と思われる、電極回転あり、ピックフィード10 μmにおける電極消耗率は比較的大きくなっているので注意を要する。図7にA) 電極消耗率が2.5%程度であるピックフィード7.5 μm、電極回転無し、B) 電極消耗率1.5%であるピックフィード10 μm、電極回転ありによる加工後の断面曲線を示す。A)では走査開始方向から終了方向に向かって3 μm程度浅くなる傾向が見られた。B)でも同じ傾向が現れているが0.5 μm程度であるため実用上は問題無いと考えるが、加工面積が広い場合や、底面の傾きに対して制限が厳しい場合は、分割して加工するなどの対策が必要である。

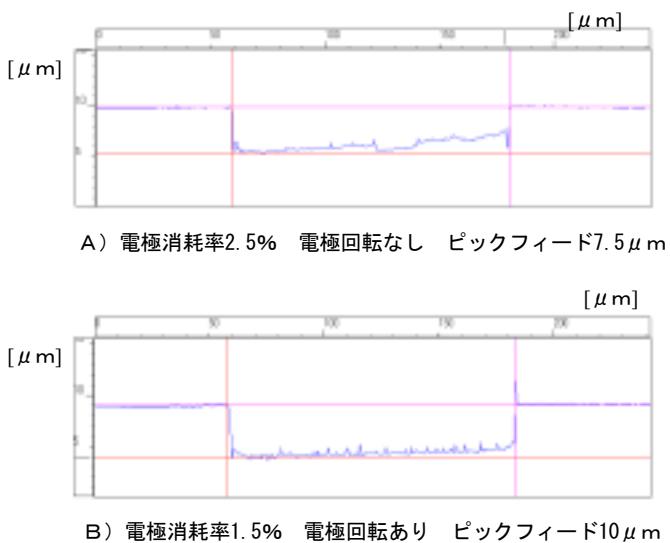


図7. 加工後底面の断面曲線

2. 2. 4 適正加工条件

これらの結果から、 $\phi 20\mu\text{m}$ のタンゲステン電極による微細キャビティ加工では、開放電圧70V、コンデンサ容量10pF、ピックフィード $10\mu\text{m}$ を用い、一度に加工する面積を 0.025mm^2 程度に抑える必要があるという結果を得た。

3. 微細金型キャビティの試作

図8は光導波路用キャビティを想定し、断面が $50\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$ 長さ $500\mu\text{m}$ の溝加工を行ったものである。電極送り制御方法の制限のため、加工時間は250分かかっている。単品部品の加工としては問題だが、金型などの部品マスターの加工法としては、他の加工法と比較しても遅くないと言える。底面と壁面の角Rも $5\mu\text{m}$ 程度であり、 $50\mu\text{m}$ オーダーの微細金型キャビティの加工法として十分利用可能であると考える。

4. 結言

微細モールド金型の加工法として、微細放電加工による $50\mu\text{m}$ オーダーの微細形状加工技術の確立を目指し、直径 $\phi 20\mu\text{m}$ のタンゲステン電極をピックフィードを変えて走査した時の、底面性状、加工速度、電極消耗について調査した。RC放電回路による開放電圧70V、コンデンサ容量10pFの加工条件では、ピックフィード $10\mu\text{m}$ (電極直径の $1/2$)の時に $0.8\mu\text{mRy}$ 程度と最も小さくなった。

今後、電極直径が違う場合も同じように電極直径の $1/2$ のピックフィードが最適条件となるかどうかに

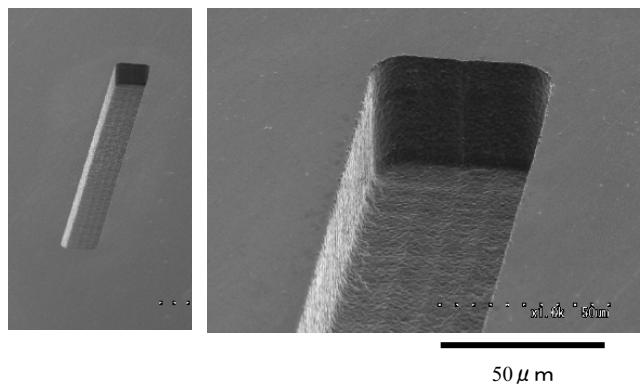


図8. 試作した導波路形状キャビティ

についての検討が必要と考える。また、共同研究などを通し、微細形状加工技術として普及を図って行きたい。

謝 辞

本研究にあたり助言を頂いた小松技術士事務所所長技術士小松道男先生に感謝いたします。

参考文献

- 1) 余、増沢、藤野：“単純成形電極による三次元微細放電加工（第1報）”、電気加工学会誌、Vol.31、No.66、pp.18-24、1997
- 2) 湯沢、真柄、後藤、今井、佐藤、千代：“小径電極による微細輪郭放電加工”、電気加工技術、Vol.19、No.63、pp.1-6、1995
- 3) 本田、藤井、渡部、伊藤、渡部：“微細放電加工の微細モールド金型への応用（第1報）”、平成11年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.66-69、2000

デザイン情報を活用した商品開発システムの研究(第1報)

—2001年～2002年のトレンド解説—

A study of the product development system that I utilized design information (The first report)

-A trend commentary for from 2001 to 2002 -

会津若松技術支援センター 竹内克己 出羽重遠 佐竹延明 佐藤隆 橋本春夫 須藤靖典 山崎智史

各種の機関から提供されるトレンド情報を収集し、短期及び長期のトレンド傾向を分析するとともに、商品開発に活用できるトレンド情報のダイジェスト版を作成する。

Key words: トレンド、デザイン、テーマ、贅沢、皮肉、極端、塩梅、残像、断絶、狂暴、

1. 緒言

時代の変化とともに、CMに流れる商品や話題性をもって受け入れられる商品と、地方の中小企業が考え出す商品の間には、技術では補えない距離が出てしまっている。

市場で売れているモノの背景には、さまざまな要因があるが、その要因になる社会的背景や時代性を反映したトレンド情報を抜きにして、商品の開発は考えられないものになって来ている。

トレンド情報にも、現在流行しているモノのトレンド情報と、開発商品を販売し出す2年後3年後の時代を予測した開発のためのトレンド情報があり、商品開発のためには、もちろん開発のためのトレンド情報が必要になる。

従来の商品開発には、デザイン専門誌や情報発信性の高いショップ等の動向を見ながら、そこに掲載されたり売られたりして評判になっている商品を参考にして、デザインスタイルとかコンセプトを決めていたが、それではいつまで経っても評判商品の後追いを続けるだけになってしまい、独自性を主張して販売できる商品が創造できない。

そこで独自性の高い商品をつくるため、開発のためのトレンド情報を収集し、商品開発を目指す人達に参考になるよう、ダイジェスト版を作成しようと考えました。

2. 商品開発

2. 1. これまでの商品開発の手法

デザインを主にした商品開発には、デザインプロセスのフローなどデザイン手法として、確固たる1つの型があり、我々のような公設機関の研究員は中小企業大学校の研修などで、それらの新商品開発の手法を学んできた。

そして、それに基づいて商品開発をすれば、間違なく、今の時代を半歩先をいくトレンドの流れに沿った商品が出来るといってきた。しかしその結果、国県の補助事業でデザイン開発した新商品のように、有名デザイナーを呼んで、地場産業の問題点を調査し、将来その地場産業の財産となるべき目標として、その時だけ話題になる商品を誕生させ続けてただけではな

いか、という反省が出来ている。

では、今までの新商品開発の手法には、何が足りなかつたのか、また何か間違っていたところはないのか、あらためて考えてみる必要を感じた。

一過性のお祭り騒ぎに似た新商品開発の高揚気分が消えた後で、冷静に考えてみると、短期間で結果を出さなくてはならない宿命のため、全ての論理は作る側の身勝手の上にあることが分かる。

商品開発の手法のすべてが、デザイナー自身がクリエイントを納得させるため、調査・分析・コンセプト・デザイン・試作の、論理の整合性の積み重ねである。新しいデザインと、それを作ることで考えられる、未来の成功を信じさせるため、きわめて冷静で文化的教養の高いイメージと言葉を巧みに操るプレゼンテーションなのである。

デザインする者とクリエイントの間には、デザイン料という、論すべき経済の要素があるが、開発手法の中で語られるデザイン自体には、経済の要素が入ってはいない。論理的であればあるほど、来年になったらきっと商品としての命がないようなデザインを、良しとする雰囲気にのまれ、準備不足の落とし穴があるので承知で、商品開発をしてしまうことがある。

時代背景と市場の調査からはじまり、市場のトレンド傾向を分析し、ターゲットとすべき生活者の性別、ライフステージ分析、ライフスタイル分析、そしてターゲットをとりまく環境と、ピックアップすべき生活シーンに必要とされる商品のイメージから、デザインコンセプトを立て、製品デザインの具体的造形の方向性を決める。試作検討を重ねて、ネーミング・パッケージを考え商品化され求評展示会で発表される。

この一連の商品開発の手法の流れに乗ってしまった、冷静に疑問点をあげられる人は、ほとんどいない。

新商品開発には、企業の現在もっている能力を最大限生かすためのデザインが提示されるため、形が少し違うだけで素材の単価が上がったり、塗料を代えたり、塗装の工程が変わるだけで、生産コストが高くなってしまう。製造原価を少しでも下げようとしている業者に、デザインがよければ値段が高くても売れます。こんな風に、自信をもってデザイナーに言われれば、や

ってみるしかないと思ってしまう。

しかし現実には、一人のデザイナーのデザインした製品の全てが、毎回業者を儲けさせるほど売れる訳ではない。その結果、業者が1回きりしか作らない商品が、地方の中小企業のショールームに並ぶことになる。

商品開発をする時に、時間をデザイナーに与えないことと、デザイナーだけが収集した情報とデザインに頼りきりで、自社でいまの時代に合った開発手法と情報収集の方法を持っていないのが、こうした結果を生む原因のすべてである。

2. 2. 付加価値の変化

地方の中小企業に、デザインを積極的に取り入れた商品開発の気運があまりそだたなかつた理由には、伝統産業のような、昔からの物を作り続けるといった、素材中心・技術中心の産業が定着してきたことと、いま現在起こりつつある時代の潮流を、分析して理解する好奇心に、お金と時間をかけないこと、目に見えない手に取ってさわれないモノに、金と知恵を使う能力がないからです。

しかし絶え間なく流れるテレビ情報やインターネットの発達から、地方で作られている製品と大手企業の製品を比較する機会が増えたり、多様な趣味嗜好の世界を知るようになります。企業だけでなく生活者自身が、人より早く情報をキャッチする能力が、新しい価値を持ち、自分の生活をより便利にし得することに気づいてしまいました。

また、このような価値感の変化は、商品に求められる付加価値にも大きな変化をもたらしました。素材や技術の高いことは当然のことになり、1980年代の時代を象徴したPARCOの「おいしい生活」のコピーの出現から、商品のもつイメージをより良く表現する物語性と価値の意味づけが論じられるようになりました。

付加価値の質が変わってしまったのです。素材や技術の新しさは科学的な裏付けが必要となり、より以上の高級感や安心感をすり込む感性のチャンネルに発信するため、「地球にやさしい」とか「自然と友達」とか、幸せな気分にしてくれるキャッチフレーズとイメージが商品の付加価値として欠かせないものになったのです。

トレンド情報をファッション業界と同じように先取りする業界に、食品業界があります。直接人間の口から体に摂り入れる食品は、安全で衛生的できれいを、常に気にかける商品である。

雪印の例をあげるまでもなく、安全で衛生的で美味しいという品質を保証するため、そのイメージを助長させるパッケージに、他社にはないデザインの付加価値を付けて競っているのです。

「細胞のために私は飲む」、何気なく感じている事

を、ピッタリとしたイメージの言葉で表現した「コピー」の出現で、商品の意味づけを押しつけがましい説明文から、簡潔な「言葉」で表現する力が、商品イメージを押し上げる付加価値になった。

夏が近づくと起こるビール業界の新製品のイメージ戦略、もはや副食品とはいえなくなったお菓子の熾烈な新商品のパッケージデザインの数々、味や品質が良いのは当然だから、食べることが二の次になった小さな動物のプラモデルが入った「エッグチョコ」の流行、小さなクマのぬいぐるみの付いたチョコ「365日のバースデーテディ」、食べることは充たされたのだから、もう一つ別の付加価値を付ける。食品は身近で、見逃せないトレンドをリードする業界である。

1980年代にCI(コーポレート・アイデンティティ)が流行った時期があった。銀行、デパート、地方自治体までがCIに熱狂した。20年を経て見るとそれなりに定着し、企業合併をすると、真っ先にイメージカラーとイメージマークを変えてCIをすることが、お客様に安心感と信頼をかち得る、手っ取り早い手法になっている。

地方の中小企業も、今こそ自社のアイデンティティを見つめる時が来ている。

常に時代背景や過去・現在・未来の潮流を確認して、もしデザイナーにデザインを依頼するのであれば、トレンド情報の分析結果を、自分からデザイナーに提供できるような状態でなくてはならない。成功する商品開発の要点はこの1点に掛かってくる。自社の能力が等身大で分かっているかどうか、自社の独自性、アイデンティティを自覚しているかどうか、この事に尽きます。

これから商品開発には、より早くより生で“うぶ”なトレンド情報を取り入れ続け、自分流に読み込む能力が必要になってきます。

3. トレンド分析

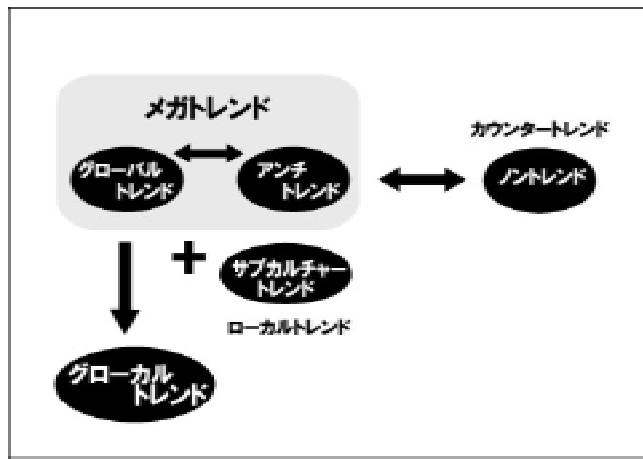
3. 1. 最近のトレンドの傾向

トレンドの大きな傾向であるメガトレンドは、グローバルトレンドのグループとそれに対抗するアンチトレンドのグループで形成されている。

またトレンドにまったく興味を示さないノントレンドグループと先鋭的なサブカルチャーから影響されたトレンドから、次の時代のメガトレンドを推測してきたが、最近はサブカルチャーがメガトレンドに取り入れられるのが早く、埋没して見えにくくなっている。

最近は特定の地域のイメージを反映したサブカルチャー的な要素が、グローバルトレンドにくついたグローカル(グローバル+ローカル)が次のトレンドの大な

流れになっている。



3. 2. デザイン傾向(2001秋冬／2002春夏)の解説

1. 短期的な傾向

1. モア・ラグジュアリー (more luxury)
過剰でエレガンスを追求した贅沢さが強く求められる傾向。
2. モア・デザイン (more design)
革新的な発想のデザインがより追求される傾向。

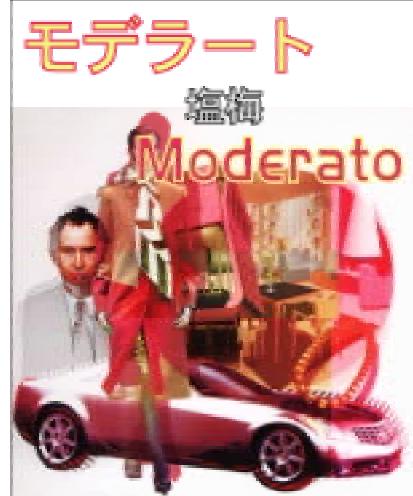
2. 長期的な傾向

1. ミニマル(minimal)
ラグジュアリー感覚やデザインなど美的要素を強める傾向。
2. ナチュラル(natural)
背景にある伝統や文化を重視し、落ち着きを価値観とする傾向。
3. テクノ(techno)
人工的なものと意外性のあるものとの、矛盾するミックス感覚を好む傾向。
4. プロボカティブ(provocative)
過激さ誇張などバランスを超越したものを好む傾向。

3. 3. トレンドテーマ(2001秋冬／2002春夏)の解説

1. モデラート(塩梅)

自分だけの贅沢な一点物、クラシックな形にモダンなイメージのバランスを与える。
エレガンスを好む傾向が強くなり、高級ブランドの強い影響を受けた自分だけの特別な贅沢感、計算された色使い、シルエット、ディテール、などでクラシックアイテムにモダンな感覚が適度なバランスでアレンジされる。



2. レマネンス(残像)

価値基準のグローバル化(国際化)の浸透にもかかわらず。民族の過去や起源など局地的な文化や、自然との結びつきを求め、文化の再構築をはじめます。

野性的な自然やエスニックな伝統にはかかわりたいが、都会の社会文化的背景や便利さは、手放したくないという欲求がデザインに反映される。

焼き直されたビィンテージ感覚。遙か遠い地のカルチャー、歴史を感じさせる遠い国の民族のイメージをミックスして、情感に訴えるような詩的でノスタルジックな世界を創る。



3. ラプチュア(断絶)

レトロでフューチャー感覚、役に立たない機能性にユーモア感覚、両義性のある製品の提案。

革新的でデザイン性に富んだ世界は、遊び心と皮肉に満ちている。レトロ(懐古的)でフューチャー(未来)感覚、役に立たない機能性にユーモア感覚、既成概念を越えた両義性のある製品の提案。

テクノロジーと経済が支配する輝かしい未来を、皮肉で滑稽なデザインでパロディーにしてしまう。

ロボットやクローンからインスピレーションを得て、アイボのようなペットロボットをユーモラスに用い、飼い慣らされたテクノロジーという意味の、ちょっと皮肉な世界を演出する。

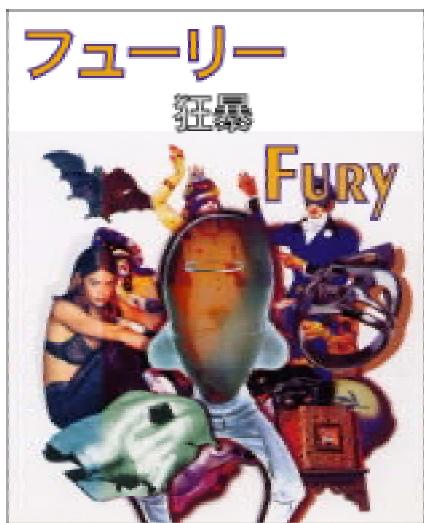


4. フューリー(狂暴)

中世からインスピレーションされた、傲慢で挑発的なハードでモダンなスタイル。

傲慢さ、攻撃的、悲劇的といった要素を備えたこれ見よがしのラグジュアリー(過激な贅沢)感覚。バロック、エロティシズム、誇張など手段として反逆的なエレガンスを主張する。

中世からインスピレーションされた、傲慢で挑発的なハードでモダンなスタイルを表現する。80年代の美学とバットテイストを参考にした世界。



4. 結言

商品開発にとって一番大切なことは、イメージを形にする技術の能力はもちろん、いま開発しようとしている商品が、次の時代のデザイン予測(次のトレンド)

にキチッとはまるかどうか、デザイントレンドの流れを分析できたうえで、確信を持って商品のデザインスタイルを決定できることです。

確信を持って商品のデザインスタイルを決めるには、現在売れている商品のトレンドではなく、開発商品を発売する時点の未来予測をふまえた、“開発のトレンド情報”が必要になってきます。

地場産業のように製造業者の使える技術と商品アイテムがすでに決まっている時などや、実際の商品開発のデザインワークの時に、色・形・素材感などの要素をまとめようすると、何を基にデザインスタイルを決定するかということが問題になります。

目標となるデザインイメージがないまま、商品開発をしてデザインを決定してしまっては、商品としては独自性のないモノになってしまいます。そんな時、次の時代を予測したトレンド情報があれば、迷うことなくデザインを決めることができます。

商品の優劣はともかくとして、いまの日本では最低限の機能性を充たしているのは当然、もはや高付加価値商品は当たり前、もう一段高いデザインの価値観を商品に求められています。

ブランド品に代表されるように、その商品を所有することで、ある程度の金持ちで、時代遅れの人間でないことや、適度な教養と社会性を持った人間であることを、さりげなくまわりにアピールする“コミュニケーション機能”がデザインに求められています。

地方の中小企業といえども、当然トレンドを無視した商品開発はありえないし、付加価値の高いデザインを求められています。またそのような時代のトレンドを予測しながら商品を作っていく、臨機応変な開発能力を必要とする、かつて経験したことのない高レベルな能力を必要とする時代になりました。

製造を主とする企業を存続させていくには、政治的教養や、文化的な教養を必要とするのと同様に、最低限以上の美的教養も必要になってきました。デザイン的に付加価値の高い商品を作り続けるには、時代を予測するトレンド情報に好奇心を持ち、それらのデータ情報を享受し続ける能力と経済力が必要になります。

この研究は、地方の中小企業が特色ある企業として生きていくための命綱になるはずです。

今後トレンド情報のダイジェスト版が、県内の商品開発の現場で広く使われるよう、改良を重ねていきたいと思います。

参考文献

プロモスチル (AW2001SS2002) インフルエンス

機能性清酒の開発

—県産新酒造好適米「夢の香」を用いた試験醸造（第2報）—

Development of Sake with Function

-Test brewing used new Rice Cultivar *Yumenokaori* for Sake Brewing in Fukushima Prefecture (Part II)-

会津若松技術支援センター 高橋幹雄 鈴木賢二 佐藤寿昭 佐藤 正
農業試験場相馬支部 大和田正幸
農業試験場 斎藤真一

県産の新酒造好適米「夢の香」を用いて総米250gの小仕込試験醸造をした。その結果、製成酒の一般成分値に生産地間で差が表れた。また、きき酒による官能評価では製成酒のアミノ酸度の低いものが高い評価をうける傾向を示した。

Key words:機能性清酒、新酒造好適米、夢の香、F7-01

1. 緒言

前報¹⁾で、我々は新酒造好適米「夢の香」と県産酒造好適米「五百万石」を用いて、酒米特性並びに醸造特性について比較検討し、夢の香の原料米の硬軟の差が酒質の柔らかさに反映されることを報告した。今回は、県内7ヶ所の生産地別の夢の香を用いて小仕込試験醸造を行ったので報告する。

1.1. 来歴

新酒造好適米「夢の香」の系譜を図1に示す。

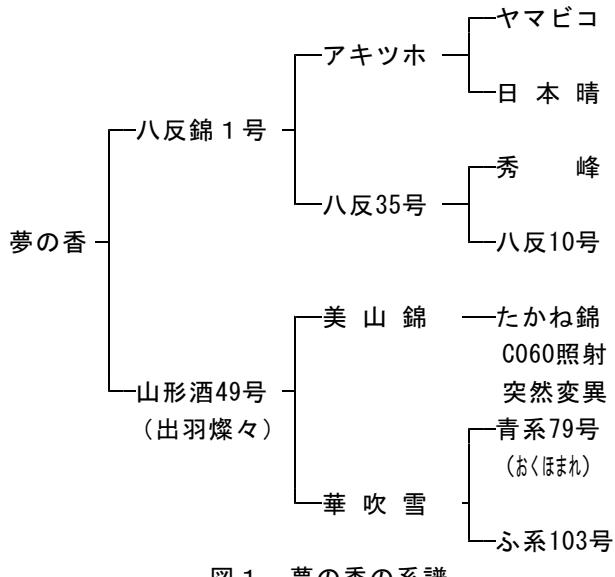


図1 夢の香の系譜

「夢の香」は平成3年に福島県農業試験場において「八反錦1号」を母とし、「出羽燐々」を父として人工交配を行い、平成4年までにF1～F3を温室で世代促進を行い、平成5年本田においてF4雑種集団から固体選別を行った。

その後、系統選抜、特性検定試験を行い、平成7年F6世代で「郡系酒96号」の系統番号を付与し、生産力検定試験に供試した。平成9年F8世

代で「夢の香」の地方番号が付され、関係各県に配布して3年間地域適応性等を検討し、誕生に至った。

2. 実験方法

2.1. 原料米

原料米として、会津4地域、中通り3地域で生産された夢の香を用い、精米はテストミルで精米歩合70%にとう精した。原料米生産地の地域を図2に示した。

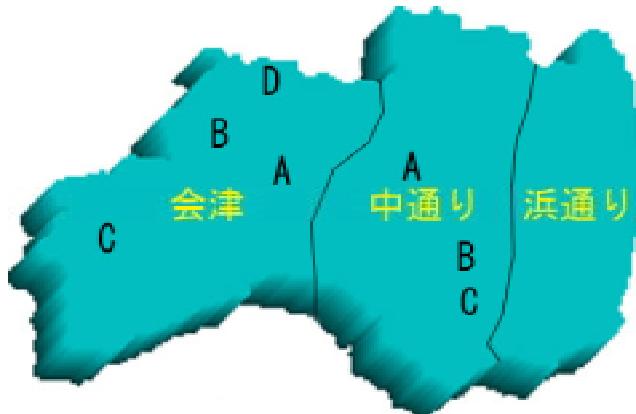


図2 原料米の生産地

洗米操作は、素手で攪拌し、製成酒の酒質に悪影響を及ぼす雑味の要素となる糠成分等をよく除去するように注意して洗米した。また、処理した原料米に差が生じないよう時間を制限し、3分で洗米を完了するように行った。浸漬時の水温は17～20°Cで適宜行った。

2.2. 製麹操作

麹米の原料を蒸した後、麹室に引き込む前にある程度蒸米の品温と水分の調節を行った。予定の引き込み品温近くになってから、直ちに麹室に引き込み床全体に広げて、蒸米の品温と水分の調節を行った。室温は35°Cとし、乾湿差を7°Cとり、品

温32℃、水分33%を目標に蒸米の品温と水分の調節を行い、2.5時間後に種麹を白米100kg当たり20gの割合で散布し、床揉みを行い、1升盛の麹蓋法で製麹した。以後の操作を表4に示した。使用麹はアルコール脱水処理した麹を使用した。

2.3. 仕込方法

今回は、総米250gの酵母仕込で2連で行った。品温は、クールユニットの温度コントローラによって調節し、15℃一定で14日間醪を発酵させ上槽した。上槽には遠心分離器を用い固液分離を行った(0℃、3000rpm、30分)。得られた製成酒を成分分析に供し、分析結果をその平均値で示した。使用酵母は、当センターで開発したF7-01酵母を用い、活性酵母12.5mlを使用した。乳酸は10倍希釀液を1.5ml使用した。仕込配合については、表1に示した。

表1 小仕込試験醸造の仕込配合

	水 麹	初 添	留 添	合 計
総 米 (g)	50	100	100	250
掛 米 (g)		100	100	200
麹 米 (g)	50			50
汲 水 (ml)	125	100	100	325
品 温 (℃)	15	15	15	

2.4. 酒米特性試験

酒造用原料米全国統一分析法に従って分析した。

2.5. 成分分析

国税庁所定分析法²⁾によった。

2.6. 香気成分

Tekmar社のヘッドスペースサンプラー-7050装備の日立製作所社製G-3000型ガスクロマトグラフを用いて、ヘッドスペース法³⁾に従って分析した。

2.7. 官能検査

アンバーグラスを用い、官能評価は3点法(1:良、2:普通、3:悪い)で、パネルは5名を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1. 酒米特性試験

過去4年間の夢の香の酒米特性試験(精米歩合70%)結果を表2に示した。

酒造好適米の条件として、①心白のある大粒米であること。②軟質米であること。③低タンパク質含量であること。が一般に言われているが、今年の夢の香は対照品種である五百万石同様の心白を有し、かつほぼ同等の大粒米であり(千粒重参

照)、タンパク質含量も同等であった。また、軟質米としての性質も有し、五百万石よりも上回った(20分吸水参照)。

表2 夢の香の酒米特性試験結果

	千粒重 (g)	精米歩合 (%)	碎米率 (%)	20分 吸水(%)	120分 吸水(%)	蒸米吸水 (%)	粗蛋白質 (%)	カリウム (ppm)
夢の香	26.5	73.9	0.0	29.3	29.6	37.9	4.5	297
9年産 五百万石	25.6	72.4	6.6	28.0	29.2	36.0	4.8	376
夢の香	26.0	74.7	19.6	30.6	33.3	35.5	7.4	366
10年産 五百万石	26.2	72.6	16.4	28.2	31.7	34.1	7.5	284
夢の香	26.0	72.6	13.4	31.2	32.5	36.8	4.9	270
11年産 五百万石	26.2	72.3	11.1	28.6	30.1	35.7	5.1	266
夢の香	26.0	75.6	16.6	28.9	30.3	34.4	5.3	403
12年産 五百万石	26.8	73.4	13.3	28.0	30.2	33.0	5.2	337

原料米の分析結果を、表3に示した。

表3 原料米の分析結果

生産地	消化性(FN%)	粗蛋白質(%/DRY)
中通りA	0.8	5.1
中通りB	0.8	5.1
中通りC	0.8	5.4
会津A	0.9	5.1
会津B	0.7	4.7
会津C	0.7	4.1
会津D	0.8	5.3
平均	0.79	4.97

原料米の分析結果では、粗蛋白質含量が低いものが消化性のFN値が低く当然の結果となった。

3.2. 醸造特性試験

製麹経過を表4に示した。

一般に言われている通り、盛操作は米粒に極僅かの破精が肉眼で観察されるか否かの頃に行なうが、種キヤ操作から盛操作までの時間を、20時間とし、破精が肉眼で確認できる程度で操作を行なった。以後の製麹操作においては、最終的な麹の仕上がり具合に注意しながら品温操作し麹造りを行った。出麹歩合は19.50%で、少々重めの状貌であった。

夢の香はサバケが良く(固まり難い)また発水性に優れ、全工程で製麹操作がしやすく、理想的な麹の仕上がりであった。出来上がった麹は、破精込みの深い突き破精型の状貌で、香りもキノコ香を有し、満足できるものであった。

表4 製麹経過

操 作	時 刻	品 温		
		夢の香	室 温	湿球温
引 込	11:30	38.0°C	35.0°C	28.0°C
種 キ リ	14:00	31.0	35.0	28.0
床 もみ	14:30	31.0	35.0	28.0
切 返	0:40	33.1	36.8	32.3
盛	10:30	34.3	35.0	31.8
仲 仕 事	16:30	36.6	35.4	31.9
積 替	18:25	38.0	34.0	28.8
積 替	19:30	37.4	36.0	25.0
仕舞仕事	22:30	40.5	41.0	30.0
積 替	1:20	41.9	37.5	30.5
積 替	4:00	41.1	40.5	30.5
積 替	7:00	42.4	43.2	32.2
積 替	9:00	42.4	44.0	33.0
積 替	11:45	42.8	43.2	35.5
積 替	14:20	44.0	42.0	30.0
出 麹	17:00	42.0	40.0	28.0
種麹使用	20g/白米100kg			
出麹歩合	夢の香19.50%			

表5 製成酒の一般成分値

生産地	液量(ml)	ボーメ	アルコール(%)	総酸度(ml)	アミノ酸度(ml)	還元糖(%)
中通りA	295	1.20	15.7	2.15	1.15	1.99
中通りB	295	1.30	15.8	2.35	1.35	2.19
中通りC	290	1.60	15.0	2.45	1.35	2.48
会津A	295	2.30	14.8	2.15	1.50	3.31
会津B	295	1.00	15.9	2.25	1.20	1.86
会津C	280	2.10	14.7	2.30	1.10	2.98
会津D	310	1.20	16.1	2.25	1.25	2.14
平均	294	1.53	15.4	2.27	1.27	2.42

表6 製成酒の香気成分値 (ppm)

生産地	フロハノール	イソブタノール	イソアミルアルコール	酢酸エチル	酢酸イソブチル	酢酸イソアミル(E)	カプロン酸エチル(C)	C/E比
中通りA	171	132	287	69	0.36	8.40	1.41	0.17
中通りB	174	166	299	67	0.35	8.19	1.49	0.18
中通りC	178	149	307	71	0.43	10.32	1.49	0.14
会津A	185	111	258	63	0.32	7.71	1.71	0.22
会津B	174	139	298	66	0.35	7.39	1.46	0.20
会津C	167	102	237	59	0.28	6.35	1.81	0.29
会津D	168	136	292	65	0.34	6.99	1.75	0.25
平均	174	134	282	66	0.35	7.91	1.59	0.21

示し0.4mlの差が表れた。還元糖値では、平均が2.42%となり、1.86~3.31%の間で推移した。

製成酒のアミノ酸度で最大値を示した会津A地区と最小値を示した会津C地区は、原料米の消化性のF/N値でも最大値、最小値を示し、このことつまり原料米の差に因るものと推察された。

醪管理工程では、仕込後毎日品温及び炭酸ガス減量を管理し、糖化と発酵のバランスをコントロールした。各醪を14日間15°Cで発酵を持続させ、上槽した。上槽には遠心分離器を用い固液分離を行った。各醪期間では、香味状貌とも良好な推移を示した。

製成酒の評価（成分、官能評価）では、醪を14日目で上槽し、製成酒の一般成分値と香気成分値をそれぞれ表5、6に示した。

一般成分値では、すべての成分でバラツキがみられた。液量では、平均が294mlで中通り地区は概ね平均値であったが、会津地区ではバラツキがみられ、会津D地区で最大値をとり、会津C地区で最小値を示した。ボーメ値では、平均が1.53となり、ボーメ1.0~2.3の間で推移した。アルコール値では、平均が15.4%となり、会津D地区で最大値をとり、会津C地区で最小値を示し液量と同様となった。総酸度値では、2.15~2.45mlの間で推移した。アミノ酸度では、平均が1.27mlとなり、会津A地区で最大値をとり、会津C地区で最小値を

香気成分値では、吟釀香を構成している重要な成分であるカプロン酸エチルと酢酸イソアミル、そしてC/E比の値に特にバラツキがみられた。

製成酒の官能評価を、表7に示した。

パネル5名による官能評価では平均点が1.69であった。評点が特に良かったのは、会津C及びD

表7 官能評価

生産地	評点*	短評
中通りA	1. 6 7	少々シビイ、酸味
中通りB	1. 6 7	香良し、やや苦い
中通りC	1. 8 3	シビイ、アライ、酸味
会津A	1. 8 3	甘味味、酸味
会津B	1. 8 3	軽快、少々シビイ
会津C	1. 5 0	甘味、酸味
会津D	1. 5 0	キレイ、少々酸味

* パネル5名 3点法(1:良、2:普通、3:悪い)

地区であった。製成酒のアミノ酸度値の低いものが高い評価をうける傾向を示した。

官能評価では多少評点に差がみられたが、製成酒の酒質は、味に膨らみと巾を持った柔らかさと芳醇な香りを兼ね備え、香りと味のバランスが良好な酒質であったものと思われた。

4. 結言

県内生産地（7地区）別の新酒造好適米「夢の香」を用いて、総米250gの小仕込み試験醸造をした。その結果、製成酒の一般成分値でバラツキが見られ、特にアミノ酸度成分値で平均が1.27mlとなり、最高値で会津A地区の1.50ml、最小値で会津C地区の1.10mlと0.4mlの差が表れた。

きき酒による官能評価では、製成酒のアミノ酸度値の低いものが高い評価となった。原料米の分析結果では、粗蛋白質含量が低いものが消化性のFN値が低く当然の結果となった。

今後は、酒造好適米「夢の香」の酒米特性並びに醸造特性について追試をしその再現性について検討する。

参考文献

- 1)高橋幹雄、小野和広、小沼嘉美、佐藤 正：福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.86-89、平成11年度
- 2)西谷尚道監修：第4回改正国税庁所定分析法注解、日本醸造協会、(1993)
- 3)吉沢 淑：醸協、68、59(1973)

県産農作物の品質特性の把握と加工適性に関する研究

—柿の脱渋及び渋戻りの阻止について—

Understanding the quality characteristics of Fukushima prefectural crops
and a study about the suitability for food processing

-Removal of astringency in fruits of Japanese persimmon and a check of astringency return-
会津若松技術支援センター 河野圭助 斎藤裕子

脱渋処理した柿を加熱や破碎処理すると、タンニンは再び可溶性となり、渋みを感じるようになる。そこで、渋戻りの少ない脱渋方法について検討した。アルコール脱渋に比べて炭酸ガス脱渋の方が渋戻りが少ないことが明らかになった。

Key words:柿、タンニン、脱渋、渋戻り

1. 緒言

本県特産の渋柿は、脱渋処理した生食用または干し柿として出荷されているが、規格外品など商品価値のないものは、未収穫のまま放置されているものも多く、有効利用が望まれている。脱渋方法としては、アルコール脱渋、炭酸ガス脱渋、温湯処理、凍結・解凍処理などがある。これらの脱渋処理によって、柿に含まれるタンニンが不溶化し、渋みを感じなくなるが、加熱や破碎処理によってタンニンは再び可溶性となり、渋みを感じるようになる（渋戻り）。このことが柿の二次加工を阻害している。そこで本研究では柿の脱渋及び渋戻りの阻止について検討した。

2. 実験方法

2. 1. 供試柿

柿は2000年産「蜂屋柿」（JA伊達みらいで選果、選別）と「会津身不知柿」（会津若松市産）を用いた。

2. 2. 脱渋処理

先に述べた脱渋方法のうち、一般的に行われているアルコール脱渋、炭酸ガス脱渋について脱渋方法による違いを調べた。

①アルコール脱渋

果実を1つずつポリ袋に入れ、へたの上に脱脂綿を置き、35%エタノール5mlをしみこませて密封し20.5℃の恒温器に入れた。（図1）

②炭酸ガス脱渋

デシケータに果実を入れ、二酸化炭素ガスを2分間封入した。調査で果実を取り出すたびに、改めて二酸化炭素ガスを2分間封入した。（図2）

2. 3. タンニン吸着試験

水溶性ペクチンは可溶性タンニンを吸着し、複合体を形成する¹⁾。そこで、加熱によって再び可溶性となったタンニンを吸着し渋戻りを抑制する目的で、水溶性ペクチン、ペクチンと類似した作用が期待される力

ルボキシメチルセルロース（CMC）を添加して渋戻りの抑制効果を調べた。

①ペクチン添加

脱渋柿ペーストに、重量あたり1%または2%の水溶性ペクチンを添加。

②CMC添加

脱渋柿ペーストに、重量あたり0.17%または0.33%のカルボキシメチルセルロース（CMC）を添加。

2. 4. 加熱渋戻り試験

食品を加熱殺菌する場合を想定して、脱渋柿ペーストを85℃、30分加熱し、渋戻りを可溶性タンニン量と官能試験で調べた。

2. 5. 分析項目

①水分

70℃減圧乾燥法にて測定した。

②pH

電気抵抗式pHメーターで測定した。

③タンニン

平らの方法²⁾に従い、Folin-Denis法によってタンニン酸として算出した。

3. 実験結果及び考察

3. 1. 供試柿の成分

会津身不知と蜂屋の処理前の成分分析結果を表1に示す。

3. 2. 可溶性タンニンの経時変化

脱渋過程における可溶性タンニン量の経時変化を図3、図4に示す。会津身不知では、可溶性タンニン量の減少が炭酸ガス脱渋では3日、アルコール脱渋では7日で終了している。蜂屋ではいずれの脱渋方法でも8日で終了しているが、減少のカーブを見ると、炭酸ガス脱渋の方がタンニンの不溶化が早く進んだことが



図1 アルコール脱済



図2 炭酸ガス脱済

表1 供試柿の成分

	水 分 (%)	p H	可溶性 タンニン (mg/100g)	不溶性 タンニン (mg/100g)
会津 身不知	80.42	6.39	726.3	297.2
蜂屋	81.69	5.71	941.7	190.7

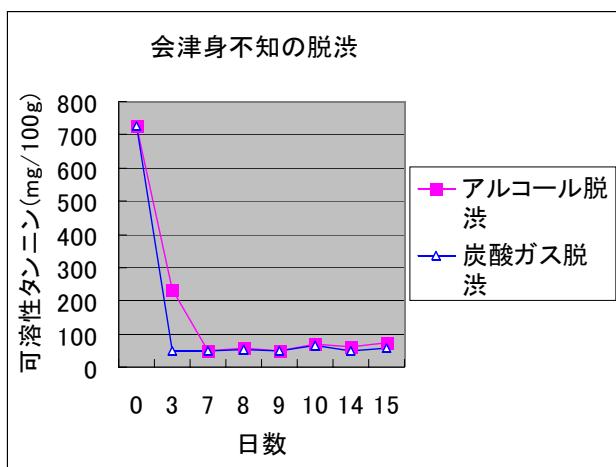


図3 可溶性タンニンの経時変化（会津身不知）

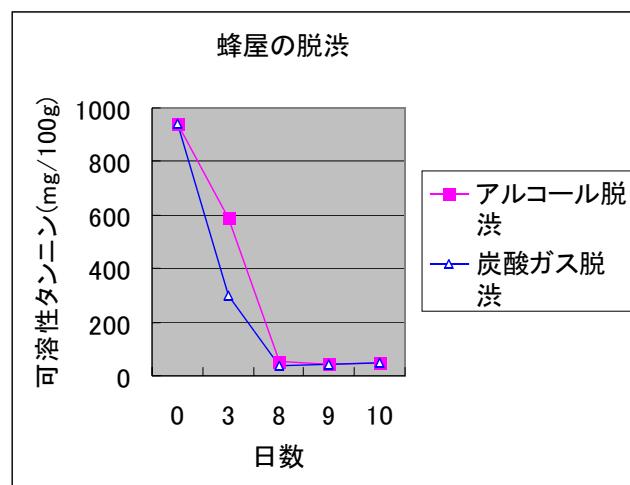


図4 可溶性タンニンの経時変化（蜂屋）

表2 脱済柿の成分

		水 分 (%)	p H	可溶性 タンニン (mg/100g)	不溶性 タンニン (mg/100g)
会津	アルコール脱済	76.89	6.75	73.7	703.0
身不知	炭酸ガス脱済	79.65	6.95	58.4	257.7
蜂屋	アルコール脱済	81.89	6.39	48.8	905.0
	炭酸ガス脱済	81.68	6.25	49.8	578.0

分かった。すなわち、会津身不知でも蜂屋でも、炭酸ガス脱渋の方がアルコール脱渋に比べて、早く脱渋されたと言える。今後、さらにアルコール濃度、炭酸ガス濃度や温度による違いを検討する必要がある。

3. 3. 脱渋後の成分

会津身不知と蜂屋の脱渋後の成分分析結果を表2に示す。脱渋前に比べて、可溶性タンニン量が減少し、不溶性タンニン量が増加していることから、タンニンの不溶化が進んだことが分かった。

3. 4. 加熱渋戻り試験

脱渋柿ペーストの加熱後の可溶性タンニン量と官能試験の結果を表3に示す。

柿ペーストは無添加のものと、水溶性ペクチン、カルボキシメチルセルロース(CMC)をそれぞれ添加したものについて試験した。可溶性タンニン量は、脱渋後の値と変わりないが、官能試験では差が出ている。

官能試験の結果を脱渋方法別に見ると、身不知のアルコール脱渋では、すべての区分で渋戻りしているのに対し、炭酸ガス脱渋では、後味に渋みを感じる程度あるいは渋みがなかった。蜂屋の場合も炭酸ガス脱渋では、「渋みなし」の区分があり、身不知でも蜂屋でもアルコール脱渋に比べて炭酸ガス脱渋の方が渋戻りが少ないと考えられる。

また、可溶性タンニンと複合体を形成する水溶性ペクチン、ペクチンと類似した作用が期待されるカルボキシメチルセルロースを添加して、渋戻りを防ぐことができるかどうかを試験したが、無添加の区分との有意差は認められず、効果は明らかにならなかった。

今回は加熱前のペーストに添加したが、加熱後の添加や添加量による違いなどを今後検討していく。

4. 結言

2種類の渋柿(会津身不知、蜂屋)にアルコール、炭酸ガスによる脱渋処理を施し、それぞれの可溶性タンニン、渋みの経時変化、脱渋後の加熱処理による渋戻りについて調査した結果、蜂屋、会津身不知ともに炭酸ガス脱渋の方がより早く脱渋され、加熱しても渋

表3 加熱渋戻り試験の結果

			無添加	1%ペクチン	2%ペクチン	0.17%CMC	0.33%CMC
会津身不知	アルコール脱渋	官能結果	やや渋	やや渋	やや渋	やや渋	やや渋
		可溶性タンニン量(mg/100g)	54.0	60.5	57.0	57.3	56.5
	炭酸ガス脱渋	官能結果	後味弱渋	渋みなし	渋みなし	後味渋	後味弱渋
		可溶性タンニン量(mg/100g)	46.8	47.4	51.4	43.9	47.7
蜂屋	アルコール脱渋	官能結果	後味弱渋	後味弱渋	やや渋	やや渋	やや渋
		可溶性タンニン量(mg/100g)	50.0	54.0	50.8	63.5	68.7
	炭酸ガス脱渋	官能結果	後味弱渋	渋みなし	やや渋	やや渋	やや渋
		可溶性タンニン量(mg/100g)	45.8	32.8	22.0	35.6	28.8

戻りしにくいことが分かった。

今後は、脱渋、渋戻りについて3.2., 3.4で述べたような追試験を実施し、品種、脱渋方法による違いを明確にする。また、凍結保存サンプルについて、渋戻り試験を実施し、凍結の効果を調べる。

可溶性タンニン量と官能試験の結果が一致しなかつた事に関しては、Folin-Denis法で測定された可溶性タンニン量は実際の渋みの程度とよく一致しない場合があるという報告¹⁾もあり、官能試験のデータ化とともに、官能試験の結果と一致するようなタンニンの定量法を検討する必要がある。

これらの課題に取り組み、最終的に渋戻りを阻止する方法を確立できれば、渋柿の加工用途の拡大が期待される。

謝辞

本研究を行うに当たり、ご指導ご助言を賜りました山形大学農学部農業生産学講座の平 智助教授に深謝致します。

参考文献

- 1) 平 智(1996):渋ガキ果実の脱渋にかかるアセトアルデヒド以外の要因. フレッシュフードシステム Vol. 25 No. 4
- 2) S. TAIRA(1996):Astringency in Persimmon. Modern Methods of Plant Analysis, Vol. 18:97-110

ショットピーニングによる工具鋼の表面改質処理

Surface Modification of Tool Steel by Shot Peening

材料技術部 栗花信介
福島技術支援センター 渡辺孝夫

金型・工具などに用いられるSKD11及びSKH51に対し、表面改質を目的として微粒子によるショットピーニング処理を行った。その結果、表面近傍に強い圧縮残留応力が付加され、SKD11では表面硬さが100～500HV増加した。これはショットピーニングによる加工硬化及び残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態によるものである。また、SKH51ではショットピーニング処理を行うことにより、熱処理後の表面の肌荒れが小さくなり、均一な凹凸が形成され、表面粗さが小さくなかった。

Key words: ショットピーニング、工具鋼、表面改質、残留応力、残留オーステナイト量

1. 緒言

機械部品の破損原因の8割が疲労破壊であると言われている。疲労破壊では破壊に至る過程がほとんど目に見えず、ある日突然破壊してしまうので手の施しようがない。

疲労強度を向上させるには、ショットピーニング処理が有効であり、自動車部品や航空機部品に広く行われている。最近、微粒子によるショットピーニング処理(WPC処理)が開発され、注目されている。その特徴は、 $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下の微粒子を用いることにより、投射速度が従来に比べ2～3倍に達し、表面硬度上昇・圧縮応力の付加などにより、疲労強度・摩擦摩耗特性が改善される。このようにWPC処理は従来法には見られない多くの特徴を有しているが、個々の材料に対する詳細なデータが不足している。そこで本研究では工具鋼に対するWPC処理の効果について調べた。

2. 実験方法

2.1. 試料と熱処理

実験に用いた試料はSKD11及びSKH51で、 $\phi 25\text{ mm}$ 丸棒から試験片を切り出し、あらかじめ表面を耐水研磨紙#1000で研磨後、焼入れ焼もどしの熱処理を行った。熱処理条件は、SKD11では1273K・1323K・1373Kで焼入れ後、473K・793Kで焼もどしを行った。SKH51では1493Kで焼入れ後、833Kで焼もどしを2回行った。熱処理後の試験片について微粒子によるショットピーニング処理を行った。

2.2. ショットピーニング処理

実験に用いた処理装置は㈱不二機販製のものであり、投射方式はエアーノズル式で、図1に示すように重力式ではセラミックス粉末を用い、研磨材自体に圧力を付加させる直圧式ではハイス粉末を用いた。どちらの粉末も粒径は約 $50\text{ }\mu\text{m}$ のものを使用した。エアーパターンは0.5MPaで、処理時間を20sとした。処理後の試験片について、電解研磨を施しながら深さ方向の残留応力・残留オーステナイト量・ビッカース硬さの測定を行い、またWPC処理前後の表面粗さ(Ra)の測定を行った。

残留応力及び残留オーステナイト量の測定にはPSPC微小部X線応力測定装置を用い、ビッカース硬さの測定では荷重を0.49N(50g)とした。

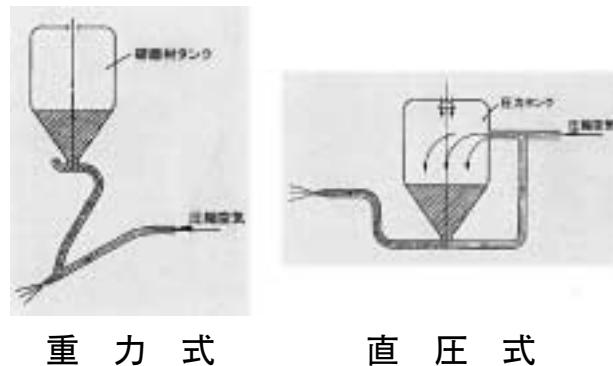


図1 処理方式

3. 実験結果及び考察

3.1. 残留応力及び残留オーステナイト量

SKD11について深さ方向の残留応力及び残留オーステナイト量の分布を調べた結果の一例を図2に示す。WPC処理により表面近傍に約1500MPaの強い圧縮応力が付加されており、表面から深さ約 $30\text{ }\mu\text{m}$ の部分が加工の影響を受けている。また残留オーステナイト量

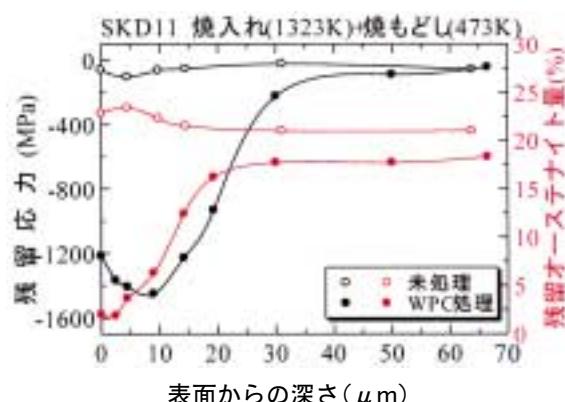


図2 深さ方向の残留応力・残留オーステナイト量の分布

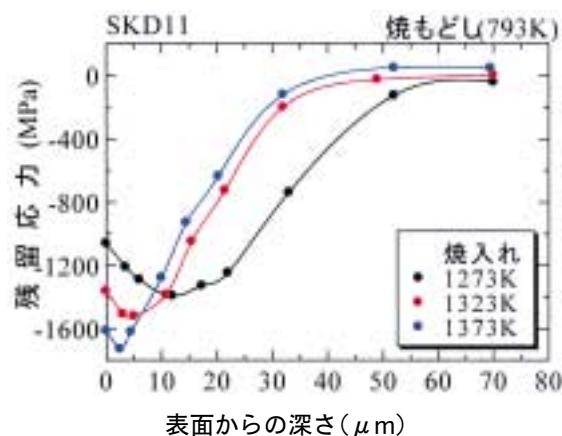


図3 残留応力分布に及ぼす焼入温度の影響

の分布も同様の変化を示しており、表面で残留オーステナイト量が5%以下に減少している。これはショットピーニング処理により、残留オーステナイトが加工誘起マルテンサイト変態を起こしたためである。

焼入温度を変えた場合の深さ方向の残留応力分布を図3に示す。焼入温度が高いほど表面近傍の圧縮応力の値が大きくなり、1373Kの焼入温度では約1700MPaに達する。最大圧縮応力の位置もより表面に近づく。焼入温度が高いほど熱処理後の残留オーステナイト量が多くなり、WPC処理による加工誘起マルテンサイト変態により体積が膨張するが、表面近傍のみの体積膨張により表面に強い圧縮残留応力が付加される。

3.2. 深さ方向の硬さ分布

SKD11について焼入温度が1323K及び1373Kの場合の深さ方向の硬さ分布をそれぞれ図4、5に示す。WPC処理により表面近傍の硬さが増加している。1323Kでは未処理材に対する硬さの増加量は約200HVであるが、1373Kでは約500HVと大きくなる。ただし焼入温度の高い1373Kでは残留オーステナイト量が多いため、未処理材の硬さが約500HVと1323Kの場合の700HVに比べ低くなっている。

焼入温度を変えた場合の深さ方向の硬さ分布を図6に示す。焼入温度が高いほど表面硬度が大きくなり、未処理材に対する硬さ増加量も大きくなる。これは、残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態が関係している。

3.3. 硬さと残留オーステナイト量の関係

残留オーステナイト量の多い焼入温度が1373Kの場合について、深さ方向の残留オーステナイト量の分布から、未処理材に対する残留オーステナイト変化量(減少量)を求め、同じ深さでのビッカース硬さとの関係を調べた結果を図7に示す。ビッカース硬さと残

留オーステナイト変化量の関係はほぼ直線関係になっており、WPC処理による残留オーステナイトの変化量(減少量)が大きいほど加工誘起変態によるマルテンサイト変態量が多くなり、その結果硬さが増加する。

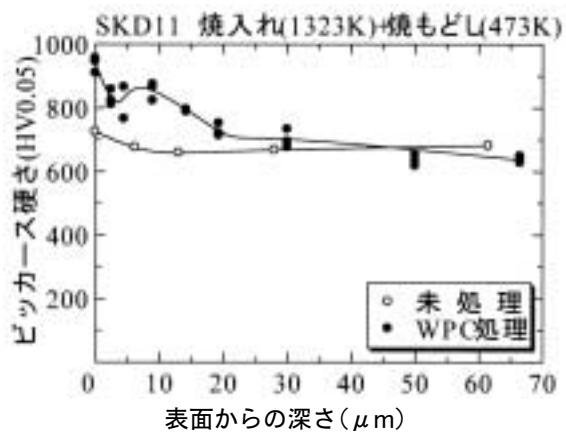


図4 深さ方向の硬さ分布(1323K)

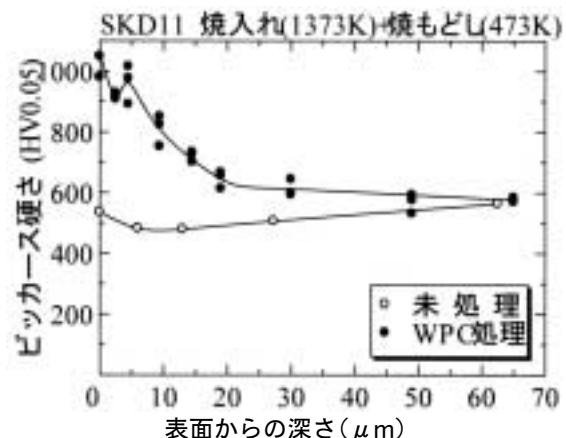


図5 深さ方向の硬さ分布(1373K)

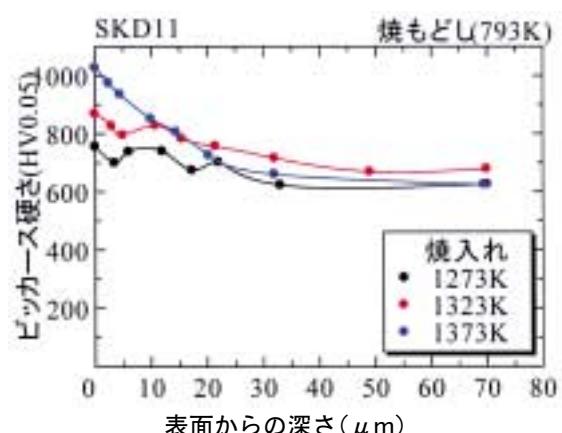


図6 硬さ分布に及ぼす焼入温度の影響

種々の熱処理条件について、未処理材に対する表面硬さの増加量と表面の残留オーステナイト量の関係を調べた結果を図8に示す。硬さ増加量と残留オーステナイト量の関係もほぼ直線関係が成り立ち、表面の残留オーステナイト量が多いほど、表面硬さが増加する。硬さ増加の要因は、WPC処理による加工硬化と残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態による硬化があり、両者の和が全体の硬化量となる。残留オーステナイトがない場合は加工硬化のみによる硬化となり、その量はグラフから約100HVであることが読みとれる。

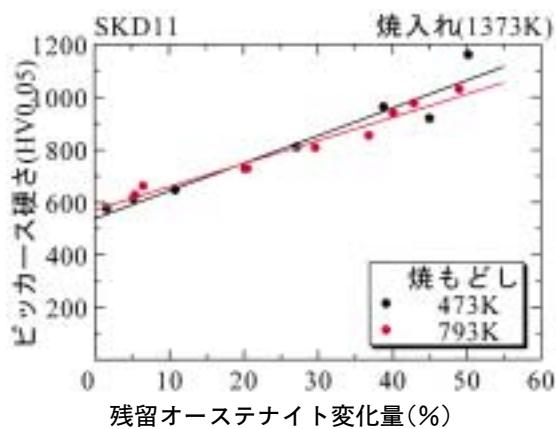


図7 ビッカース硬さと残留オーステナイト量の関係

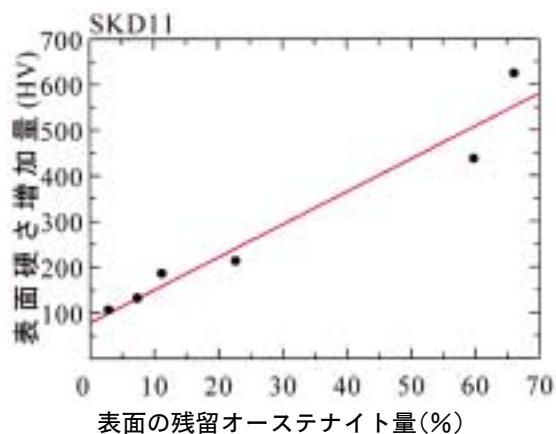


図8 表面硬さと残留オーステナイト量の関係

3.4. 処理方式の違いによる残留応力及び残留オーステナイト量の分布

SKD11について処理方式（重力式と直圧式）の違いによる深さ方向の残留応力及び残留オーステナイト量の分布を調べた結果を図9に示す。直圧式の方が重力式に比べ、圧縮残留応力の最大値が大きく、加工の影響を受ける領域も深くなっている。残留オーステナイト量の分布も同様の傾向を示し、重力式では残留オーステナイト量の分布も同様の傾向を示し、重力式では残留オーステナイト量の分布も同様の傾向を示す。

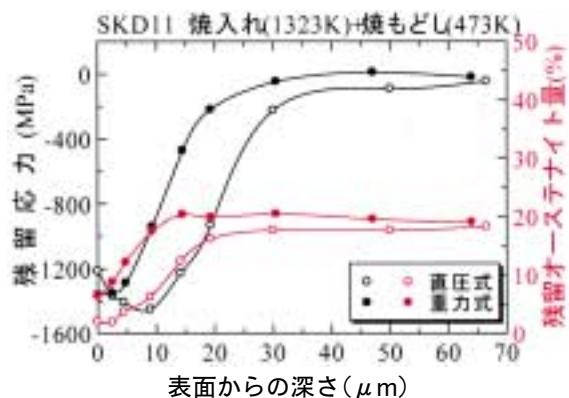


図9 残留応力と残留オーステナイト量の分布に及ぼす処理方式の影響

ステナイトの変化量も少なくなる。これは、直圧式では重力式に比べ投射速度が大きいため、試料に与える加工の程度が大きいためである。

3.5. SKH51に対するWPC処理の効果

SKH51について深さ方向の残留応力分布を調べた結果を図10に示す。分布の傾向はSKD11の場合とほぼ同じであり、表面近傍に強い圧縮残留応力が付加されている。なお、SKH51の場合は高温焼もどしを2回行っているため、残留オーステナイトはほとんど残っていない。また、重力式では直圧式に比べ圧縮残留応力の最大値が小さくなっている。

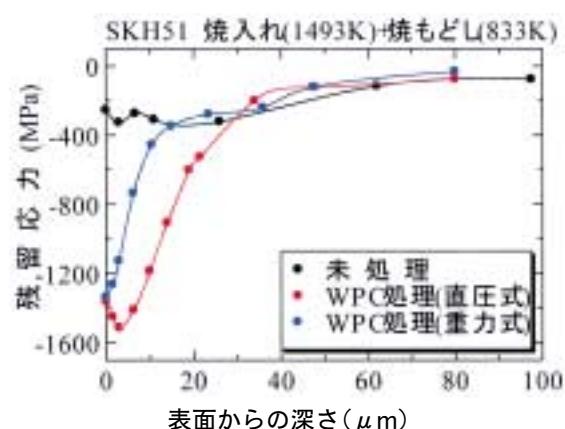


図10 深さ方向の残留応力分布(SKH51)

深さ方向の硬さ分布を図11に示す。直圧式の方が重力式に比べ若干硬くなっている。SKH51では熱処理後の残留オーステナイト量がほとんどないため、熱処理後の硬さも高く、加工硬化のみによる表面硬度增加

となり、その増加量は150~200HV程度になった。

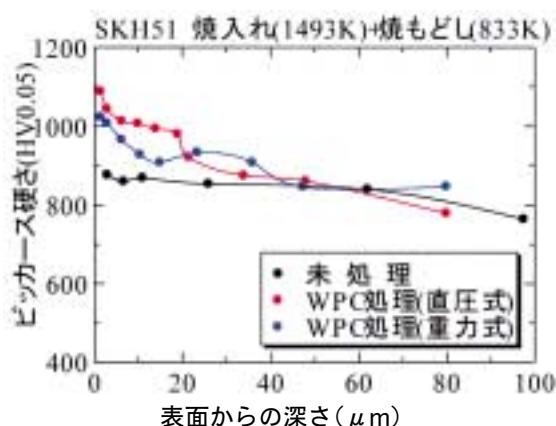


図11 深さ方向の硬さ分布(SKH51)

3.6. 表面粗さ

SKD11及びSKH51についてWPC処理前と処理後の表面粗さ(R_a)を測定した結果を図12に示す。SKD11ではWPC処理により表面粗さが $0.1 \mu m$ から $0.2 \sim 0.3 \mu m$ に若干大きくなっている。一方、SKH51では処理前の表面粗さが $0.6 \mu m$ と大きくなっている。これは図12の走査型電子顕微鏡観察によると、SKH51で



図12 表面粗さの測定

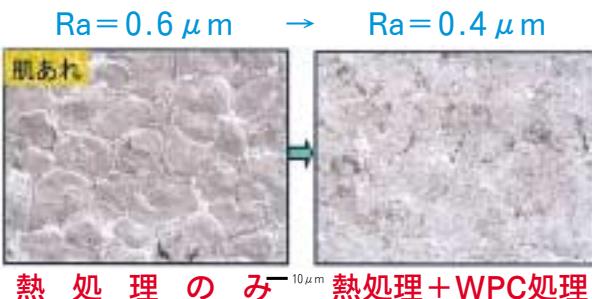


図13 表面の電子顕微鏡観察(SKH51)

は焼入温度が高いため表面に肌荒れを生じている。ところが、WPC処理を行うことにより、熱処理後の肌荒れが小さくなり、均一な凹凸が形成された。表面粗さも小さくなり、良好な表面状態を形成させることができる。

4. 結言

工具鋼に対し、微粒子によるショットピーニング処理を行ったところ、以下のことがわかった。

- (1)表面近傍に強い圧縮残留応力が付加され、残留オーステナイト量は減少する。
- (2)SKD11では、焼入温度が高いほど表面の圧縮残留応力が大きくなり、表面硬さが増加する。
- (3)重力式に比べ直圧式の方が表面の圧縮残留応力が大きくなる。
- (4)SKD11では、残留オーステナイト量が多いほど表面硬さが大きくなり、圧縮残留応力の値も大きくなる。
- (5)SKH51では表面硬さの増加量は150~200HVである。
- (6)SKH51では処理前に比べ表面粗さが小さくなる。

参考文献

- 1) 加賀谷忠治：表面技術, 52, 169(2001)
- 2) 宮坂四志男：ショットピーニング技術, 5, 51(1993)
- 3) 栗花信介他：福島県ハイテクプラザ試験研究報告, p15(1999)

含漆 UV 塗料を応用した製品開発とその実用化指導

Product development and the practical use lesson that applied the UV paint which included Japanese lacquer.

会津若松技術支援センター

須藤 靖典 出羽 重遠

含漆 UV 塗料を応用した製品の開発とその製造工法を確立する目的で、試作を通して作業性、経済性、市場性の検討を行いました。その結果、含漆 UV 塗料の性能を最大限に活用できる分野として建築内装部材及びインテリア製品等にターゲットを絞り、製品開発に必要不可欠とされる塗膜の物性性能の向上を図り実用に耐えうる製品の開発を行いました。その際、含漆 UV 塗料の樹脂成分をアクリルアクリレート、エポキシアクリレートと使い分け美観を高めつつ時代の要望とされる非環境汚染性、シックハウス症候群や揮発性有機物質(VOC)対策などをも加味した含漆 UV 塗料の変性と製造方法を確立しました。しかし、次の課題として含漆 UV 塗料のエナメル化が要望されており、含漆 UV 塗料の最終段階としての開発が望まれています。

Key words : 漆、紫外線、光重合、アクリレート化合物、含漆 UV 塗料、カーテンロールコーナー、

1. 緒言

1.1 実用化への経緯とその問題点

含漆 UV 塗料の開発から約 5 年が経過しその研究実績としては、産官共同研究においては漆の欠点とされる遅乾性、耐擦傷性の問題解決をはじめとして、平成 10 年度に実施した地域コンソーシアムでは実用化を念頭に組成的研究、医学的研究、物性的研究と様々な角度から漆塗料(含漆 UV 塗料を含む)の潜在的機能性の発見に努めた。その結果、その性能は当初の開発目標であった漆の欠点を補うに充分な性能を有しており、その活用範囲も住宅内装部材を始めとし広範囲な活用が期待される。この間の研究経緯としては、その時々の社会時勢やメーカーからの数々の要望事項を加味しつつ機能性の向上を図る目的で塗料の改質化を繰り返し、さらには、従来の吹付塗装で生じやすい塗膜の柚子肌(凹凸)、斑などを防ぐために静電塗装、カーテンロールコーナーなどの活用も試み、速やかに平滑性や肉持ち感、しっとり感が表現できると同時に、実用的使用に耐えうる塗料との方向性が確認できつつあることから本年度、市場調査を含め具体的な製品開発に着手することとした。

1.2 実用化への問題解決

含漆 UV 塗装の製品化を図る際の問題点として

は大きく 3 つに分類される。その項目を下記に示す。

- ① 「製品が必要とする機能性に対して、含漆 UV 塗料塗膜の耐久性・作業効率を向上させるための塗料の改質化」
- ② 「製品の形状による塗装工法の改良化」
- ③ 「塗料コストと製品単価の削減」

これらの問題を解決するための手段として①に於いては、2つの改質方法により塗膜の耐久性の検討を行った。第 1 の方法としては、塗料の組成成分であるアクリレート化合物の種類を変えさらには、モノマーの配合変化による耐久性を検討した。第 2 の方法としては、含漆 UV 塗料中へ溶剤及び表面張力剤、レベリング剤を配合し第 1 の方法で形成された塗膜の物性試験を行い、比較検討した。結果としては、添加剤を配合した塗膜は肉持ち感、レベリング、塗膜も美しく、添加剤の効果が著しく現れていると判断されたが、これらの改質結果は、気温・湿度の安定したある特定の季節のみに適合するものであり、実用化を目的とし年間を通じて作業を行う目的で開発した含漆 UV 塗装には満足のゆく改質結果とは判断できないことから、アクリレート化合物の使い分けとモノマーの変化による塗膜の平滑性、仕上がり感、耐久性を向上させるための改質方法を選択した。

次に②に於ける解決手段としては、画一化された形状を有しているものについては前記した静電塗装機やカーテンロールコーティングなどが有効な工法と考えられるが、今までのところ固定的な事業が確定していないことから、設備投資は時期早々と判断される。しかし、研磨作業や下塗り及び中塗り作業で共有出来る機器の導入については積極的に検討すべきであり、③の項目との関連性を考慮すべきである。

最後に③に於ける問題解決法として含漆UV塗料は開発当初、漆塗膜の物性的問題の解決を図る目的で開発された塗料であったが、光重合硬化型による乾燥・硬化システムが構築されたことにより、作業の大幅な簡素化と短期化、生産性の向上が見込め、低コストが可能となることから、製作時間及び日数、塗料の原材料費(アクリルアクリレート化合物・漆・光重合開始剤)などの単価を総合的に取りまとめ、従来より使用されている漆塗料や漆器用合成樹脂塗料およびそれらの塗料を使った製品コストを参考に具体的な塗料のg単価と商品m²単価の設定を行った。

2. マーケッティングリサーチと製品開発

2.1 生活環境に配慮した住宅製品への活用

日本に於ける住宅はかっては「紙と木の素材」を活用して作られ同時に、その紙と木を保護する目的と美観を兼ね漆塗料は内外装に数多く利用されてきた。しかし、洋風化の傾向が強まる中、漆塗料はその活用範囲を狭めてきたが近年、大きな社会問題として取り上げられたシックハウス症候群や揮発性有機物質(VOC)など、生活環境に悪影響を及ぼす材料を使用した住宅に批判が強まる中、非環境汚染性、健康性、安全性、経済性、エコロジーなどの言葉が重要なキーワードとなる住宅設計が望まれ、自然回帰の傾向が叫ばれていますから、和室の部材をはじめニーズに対応した含漆UV塗料を活用した製品の開発を行う千載一遇のチャンスと思われる。

2.2 ジャパニーズモダンへの活用

含漆UV塗料を応用したジャパニーズモダンと称される市場への活用は2通り考えられる。図-1に示すとおり、第1は和に洋のエッセンスを取り入れたインテリア製品の開発。第2は洋に和のエッセンスを取り入れたインテリア製品を含めた内装部材の開発である。この活用方法は相反する考え方であるが、ジャパニーズモダンにはベージュやブラックなどナチュラルカラーがフィットすると言われていることから、漆塗料をインテリア製品に有効に活用しつつ、美的効果をあげるには最適な市場であると思われる。しかし、本市場に参入するためにはインテリアメーカーとハウジングメーカーとの共同開発が前提であり、相互のノウハウの提供が必要不可欠な市場となる。また、附加価値の高い製品開発を行っていく必要から大量生産の概念からはほど遠いものがある。

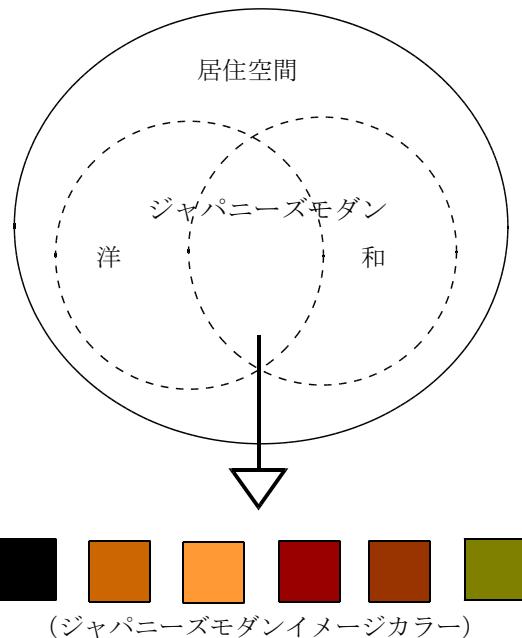


図-1 ジャパニーズモダン概略図

3. 製品開発と試作指導

3.1 マーケッティングリサーチの分析

マーケッティングリサーチを行い、含漆UV塗料の活用領域を設定した。大きく2つの活用領域が想定される中、具体的な開発製品を絞り込んだ。その結果、図-2に示す製品の開発を目標として試作を行うと共にその試作に使用する含漆UV塗料の変性を指導した。

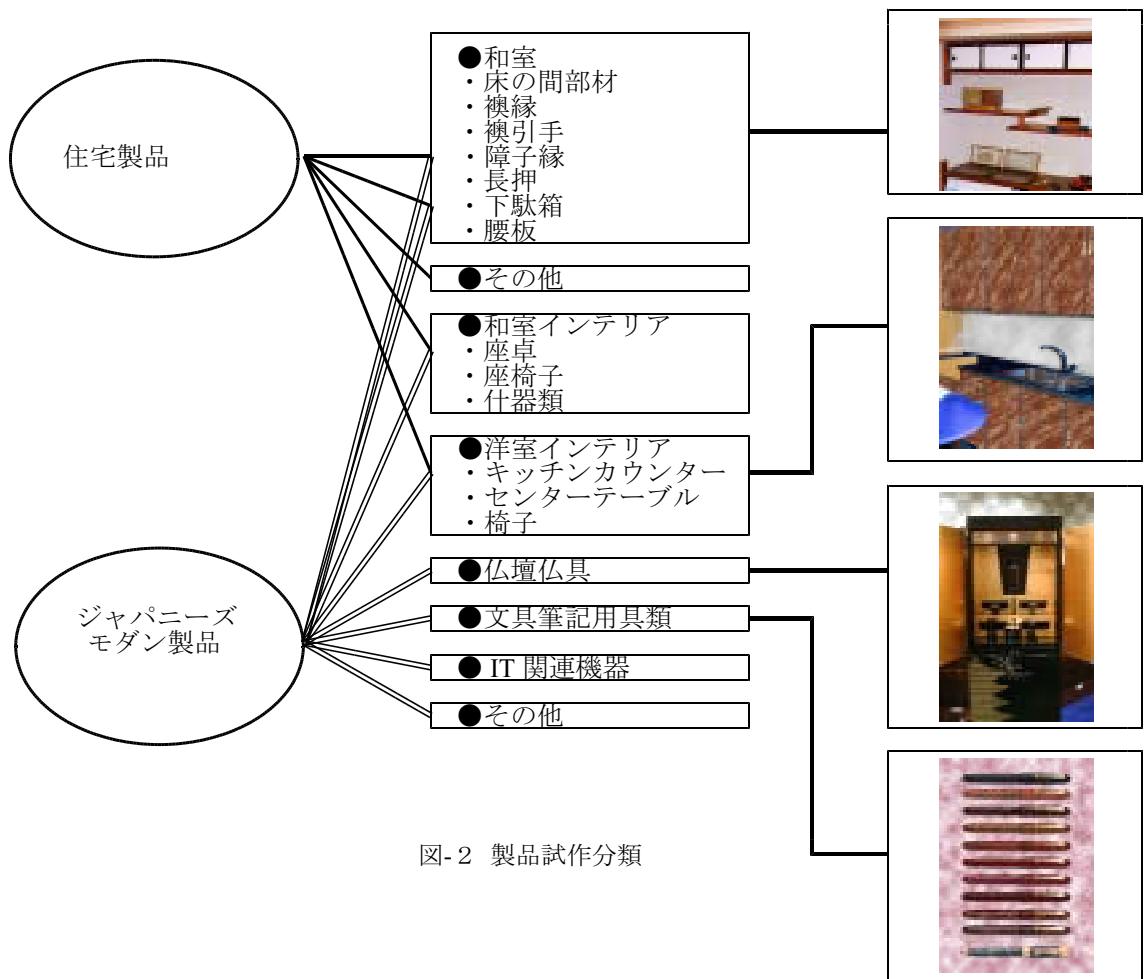


図-2 製品試作分類

3.2 含漆UV塗料を応用した商品試作

マーケッティングリサーチでターゲットのイメージを想定した後、試作する商品の目的、機能に合わせた含漆UV塗料を表-1のとおりに変性した。

特に変性作業で留意した点としては、立体の立ち上がりの面に於ける塗装後の流動性を防止するため、アクリレート化合物のブレンドと溶剤を極力使用せずに塗装を行う工法を採用した。

表-1 含漆UV塗料の樹脂別変性表

アクリルアクリレート 化合物変性		エポキシアクリレート 化合物変性		エポキシアクリルアクリレート 化合物変性	
配合比	アクリルアクリレート 樹脂+素黒目漆(透)	配合比	エポキシアクリレート 樹脂+素黒目漆(透) エポキシアクリレート樹 脂+素黒目漆(黒)	配合比	アクリルアクリレート 樹脂+素黒目漆(透) + エポキシアクリレート樹 脂+素黒目漆(透)
塗装工法	(吹付塗装) 吹付圧 2.5~3.0kg/cm3 ガン口径1.2mm	塗装工法	(吹付塗装) 吹付圧 2.5~3.0kg/cm3 ガン口径1.2mm	塗装工法	(吹付塗装) 吹付圧 2.5~3.0kg/cm3 ガン口径1.2mm
付加性能	耐擦傷性重視 耐漆膜性 耐浴剤性 耐水性	付加性能	耐水性 耐衝撃性 肉持ら感 風合い	付加性能	耐水性 耐衝撃性 肉持ら感 風合い ダレ止め効果
使用製品	床の間框 板床 落掛け 違い棚 キッチンテーブル カウンター 文具用品 フローリング	使用製品	キッチンテーブル カウンター 漆器製品 IT関連機器 (非鉄金属素地含)	使用製品	キッチンテーブル カウンター 漆器製品 IT関連機器 (非鉄金属素地含) 床の間框 板床 落掛け

4. 結言

4.1 業種別シェアの分析

試作品の一部を写真-1～9に示す。この結果、多方面から反響があった。特に多く問い合わせがあつた業種として、住宅関連企業及びインテリア関連企業があげられる。その割合は、全体の80%以上あり、住宅関連のメーカー側がより消費者動向に敏感になり差別化を図ろうとしていることが裏付けられた。加えて、社会環境の変化にともない安全性と健康性をより追求していることも裏付けられた。また、予測はされたものの市場性としてシェアの広がりを感じさせたのはIT関連の機器類への応用である。しかし、IT関連の業種に対しては生産数、納入日数など様々な面で現在までのところ体制を整えるには難しい状況にある。

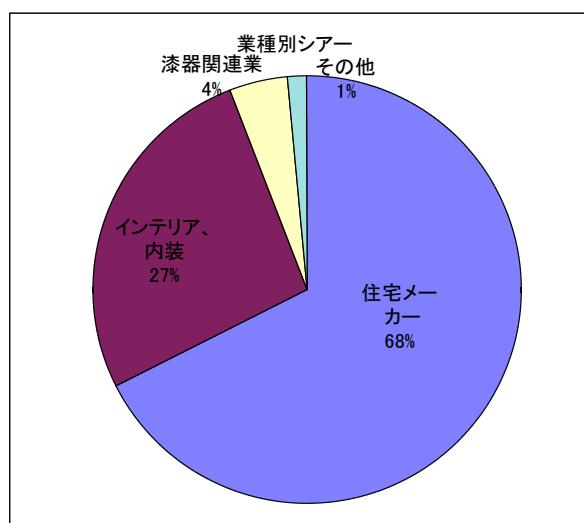


図-3 含漆UV塗料問い合わせ企業割合表

4.2 今後について

含漆UV塗料を活用した製品開発は市場分析及び反応から判断すると自ずと方向性が絞られて来ている様であるが、市場のニーズとしては環境配慮型塗料も機能性の一部として評価の対象となる傾向から、含漆UV塗料のハイソリッド・ノンソル化とその実用化が急務となる。しかし、ハイソリッド・ノンソル化した含漆UV塗料を現行の溶剤型含漆UV塗料と同様の機能性と美観を保持させるためには、さらなる改質化と塗装装置の新規導入を検討せざるを得ないと思われる。

しかしながら、現在の経済の混迷化

に於いては設備投資を行うこと事態が会社の経営を大きく圧迫しかねない状況であり、今後に大きな課題ともなりうるものであり、研究の実用化という研究機関の思いと大きく隔たりが生じてくることも予想されることから、官民一体の共通理念と体制づくりが必要となる。

引用文献

- 1) 新エネルギー・産業技術総合開発機構、管理法人「福島県中小企業団体中央会」：平成10年度地域コンソーシアム研究開発事業
「室内環境の快適性、健康性に対応した光重合含漆塗料の開発」成果報告書(2000)
- 2) NEW HOUSE 2001年6月号
ニューハウス出版「和の家にかえろう」
interior INTERIOR ジャパンニーズモダン

含漆 UV 塗料仕様試作品一覧



写真-1 床柱



写真-2 フローリング材



写真-3 襲引き手



写真-4 飾り棚



写真-5 丸テーブル



写真-6 チェスト



写真-7 コーナーラック

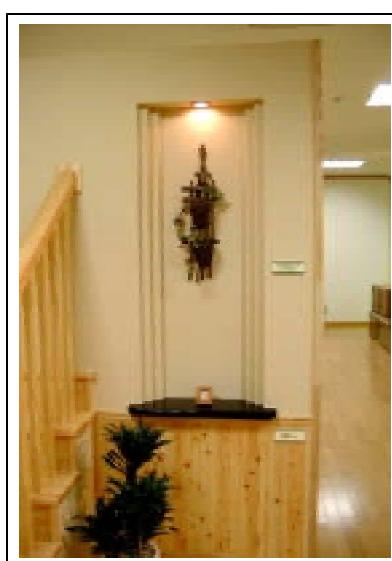


写真-8 カウンター

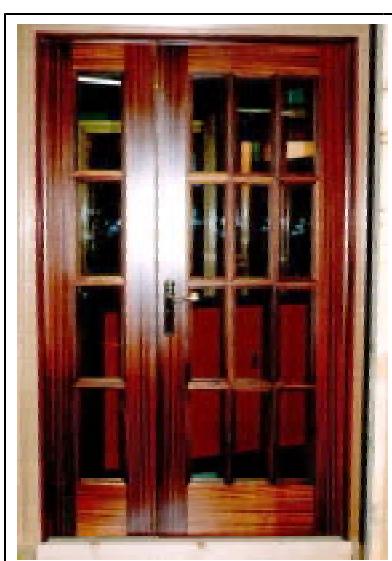


写真-9 内装ドア

酸化チタン光触媒反応における銅イオンの吸脱着

Adsorption and Desorption of Copper Ions by Titanium Oxide Photocatalysis

材料技術部

大堀 俊一 大河原 薫 谷崎 明子

無電解銅めっきから発生する水洗排水にはCOD負荷成分や錯形成された銅が多く含まれ、酸性領域でも銅は沈澱しないため排水処理には注意が必要である。そこで、酸化チタン光触媒を用いて銅めっき排水処理への利用の可能性を検討した。

有機物存在下で、酸化チタン粉末及び銅イオンを添加した溶液に紫外線を照射すると銅イオンが酸化チタン粉末に取り込まれる。この光吸着反応を用いて錯形成された銅が回収されかつ有機物分解も併用できるため、無電解銅めっき排水処理への利用の可能性が示唆された。

Key words : 酸化チタン、銅イオン、界面活性剤、吸脱着

1. 緒言

機能性めっきとして需要が拡大した無電解めっきは、液の寿命が短く濃厚な老化液が発生する。また、水洗排水中には多量のCOD負荷成分や錯形成された重金属類が多く含まれるため他の排水との分別処理が必要である。

そこで当所では、産官共同研究の中で、光触媒を利用しためっき廃水の処理の研究に取り組んでいたところ、非イオン界面活性剤水溶液に酸化チタン粉末と銅イオンを添加し、紫外線照射すると銅イオンがすみやかに酸化チタン粉末に取り込まれることがわかった。この反応を用いて無電解銅めっき排水中の銅イオン回収の可能性を検討した。

2. 実験方法

溶液は、ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル(POELE)水溶液を用い、銅イオン(2倍)と酸化チタン粉末を添加し表1の条件で光照射を行った。

表1 光照射条件

光化学反応装置	内部照射型(500mL用)
光源	高圧水銀ランプ(400W)
酸化チタン	P-25、4g/L
POELE	0.2g/L
フィルター	有(パイラックス)
空気導入量	1L/min
照射時間	4時間
pH	3(調整)

所定時間毎に試料を採取し、メンプランフィルター(0.45μm)でろ過した溶液中の銅イオン濃度をICP発光分光分析法にて、また全有機体炭素計を用いてTOCを測定した。

なお、銅は原子吸光分析用標準液を用いた。他に試験溶液としてPEG(200)、クエン酸ナトリウムや硫酸銅めっき液(無添加)、無電解銅めっき液(奥野製薬社製OPC-750)を使用時適宜希釈して用いた。

3. 結果及び考察

3.1. 銅イオン濃度の変化

光照射による銅イオン濃度の経時変化とTOCの関係を図1に示す。

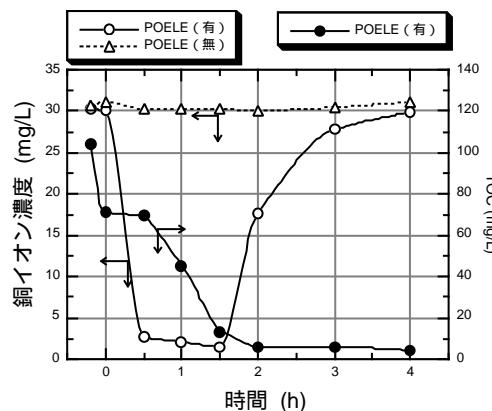


図1 銅イオン濃度とTOCの関係

これより、銅イオンは光照射後すみやかに酸化チタン粉末中に取り込まれることがわかった。この時、水溶液の色が白から灰紫色に変化した。2倍の銅イオンが還元されCu₂Oとして(X線回折

で確認)酸化チタン表面に吸着されたと考えられる。POELEなしでの光照射では銅イオンの濃度に変化はなかった。さらに光照射を続けていくと約2時間で水溶液の色が元の白に戻ることが確認された。有機物分解の進行に伴い、還元された銅が再び酸化され溶液中に溶け出したと考えられる。

3.2. 銅イオン吸着量

この反応系で、銅イオン濃度がどのくらい吸着するかを調べた結果を図2に示す。

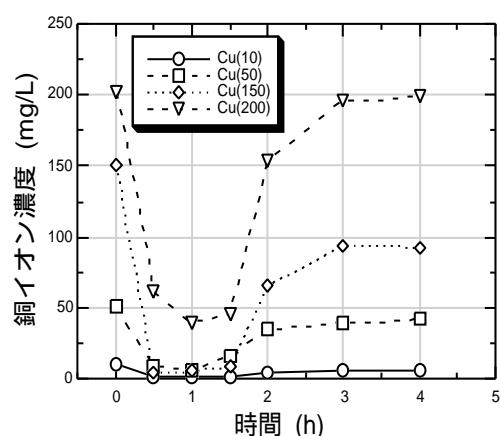


図2 添加量の違いによる銅イオン濃度の変化

これより銅は150mg/Lくらい吸着されることがわかった。

3.3. 共存元素の影響

銅、鉄、ニッケル金属イオンをPOELE水溶液に30mg/Lずつ添加し、紫外線照射による各金属イオンの濃度変化を図3に示す。

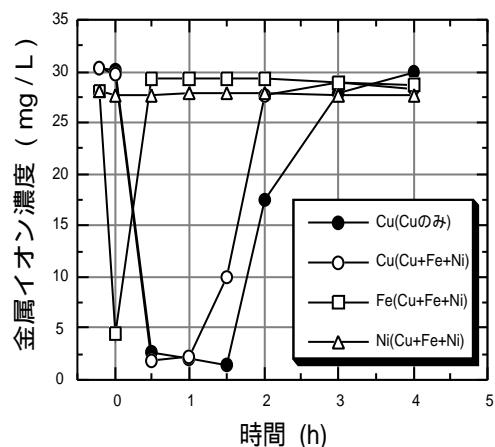


図3 各種金属イオン濃度の変化

これより、鉄イオンは光照射なしでも酸化チタンに吸着されるが、光照射後すみやかに溶液中に溶け出る。ニッケルイオンは光照射の有無にかかわらず溶液中の濃度に変化がなかった。銅イオンは鉄やニッケルイオンの影響をほとんど受けないことがわかった。

3.4. めっき排水処理への応用

各種試験液を用い、紫外線照射による銅イオン濃度の変化を図4に示す。

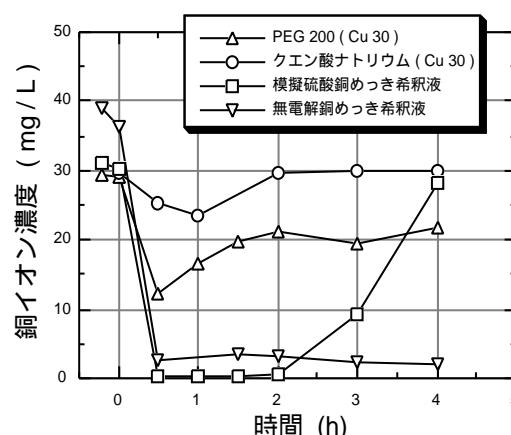


図4 各種試験液に対する銅イオン濃度の変化

これより、POELE以外の界面活性剤や有機酸及び実際の銅めっき希釀液でも、銅イオンの吸着量に差はあるものの、光照射後すみやかに銅イオンが吸着されることがわかった。

4. 結言

(1) 酸化チタン粉末に有機物存在下、紫外線照射により銅イオンが吸着される。

(2) POELE水溶液では、紫外線照射による有機物分解に伴い銅の酸化溶解がみられた。

この現象は色の変化でも確認できた。

この反応系では銅イオン吸着量は約150mg/Lであった。

以上より、めっき排水中の銅イオンの除去の可能性が示唆された。

酸化セリウム系ガラス研磨材廃棄物の有効利用

Recycling Process of the Ceria-based Glass Polishing Powder Waste

材料技術部 加藤和裕

酸化セリウム系ガラス研磨材のリサイクルプロセスを研究した。廃研磨材と水酸化ナトリウムの重量比を1として60、4 molkg⁻¹の水酸化ナトリウム水溶液で処理すると、廃研磨材中の不純物(SiO₂、Al₂O₃)のみが溶出し、研磨材が再生できた。SiO₂、Al₂O₃が溶解した水酸化ナトリウム水溶液は100に加熱すると、ハイドロソーダライトが析出した。これから廃研磨材から研磨材を再生すると同時に溶解したSiO₂、Al₂O₃をハイドロソーダライトに添加するプロセスを構築できた。

Key words : 研磨材、酸化セリウム、水酸化ナトリウム、ハイドロソーダライト、リサイクル

1. 緒言

酸化セリウム系ガラス研磨材は、レンズやプリズムなどの光学部品やプラウン管、液晶パネルなどの仕上研磨に広く使われている。近年ではIC製造に使用されるフォトマスクやガラス製ハードディスクなどコンピュータ関連の分野での需要増加もあり、その重要性が高まっている¹⁾。

我が国では工業的に利用できる希土類原料は存在せず、全面的に輸入しており、特に中国とフランスからの輸入量をあわせると全量の約95%を占める²⁾。このため量的また価格的に安定して希土類原料を確保するために供給源の多様化が求められている。

また現在、使用後の廃研磨材は埋立処分されているが、近年の最終処分場不足から廃棄物の減量は緊急の課題である。

以上を背景に新規な希土類資源の開発と廃棄物の減量を目的として、研磨材のリサイクルを検討し^{3)、4)、5)}、廃研磨材から再利用できる研磨材を再生し、同時に不純物のSiO₂とAl₂O₃からハイドロソーダライトを副生するプロセスの構築を目的に研究を行なった。

2. 実験

2.1 出発原料

廃研磨材はTable 1に示す組成のものを使用した。水酸化ナトリウムは市販特級試薬を、オルトケイ酸ナトリウムはSiO₂含有率が20.5%の、アルミニン酸ナトリウムはAl₂O₃含有率が52.1%の市販試薬を使用した。

種結晶用ハイドロソーダライトは、200 meshのA型合成ゼオライトを6 moldm⁻³NaOH水溶液中で100、3時間処理し合成した⁶⁾。

2.2 廃研磨材処理

内容積1000 cm³のSUS304ステンレス製ビーカーに2~8 molkg⁻¹H₂Oの水酸化ナトリウム水溶液を仕込み25~100に昇温した。これに含水率約80%のペースト状廃研磨材を水酸化ナトリウム/廃研磨材重量比(以下アルカリ比と表記)が0.5~2となるよう投入し、500 rpmで1時間攪拌した。1時間後直ちに反応物を取り出し、遠心分離装置で処理液と沈殿を分離した。沈殿を洗浄水が中性となるまで洗浄、105で12時間乾燥して処理生成物を得た。

処理生成物中に残留したSiO₂は重量法により、Al₂O₃はICP発光分光分析装置により分析した。また生成物は、粉末X線回折分析および走査型電子顕微鏡観察により評価した。

2.3 ハイドロソーダライト回収

水酸化ナトリウム80 g、オルトケイ酸ナトリウム、アルミニン酸ナトリウムを蒸留水500 cm³に溶解し、水酸化ナトリウム濃度4 molkg⁻¹、SiO₂濃度3100~9800 ppm、Al₂O₃濃度6200 ppmのモデル廃液を調製した。これをSUS304ステンレス製ビーカーに入れ、100に昇温した。生成物の回収を容易にする

表1 廃研磨材の酸化物換算組成

Oxide	wt%
La ₂ O ₃	17.8
CeO ₂	22.1
Pr ₆ O ₁₁	2.3
Nd ₂ O ₃	5.1
BaO	0.67
SiO ₂	12.6
Al ₂ O ₃	24.8

ため、種結晶として別途合成したハイドロソーダライトを2g加え、500 rpmで攪拌しながら4時間反応させた。所定時刻に溶液を沈澱ごと10cm³サンプリングし、No.5Cろ紙で沈澱を分離し、溶液中のSiO₂、Al₂O₃濃度を分析した。また反応終了後、沈澱を回収し、XRDにより生成物を同定した。

3 結果および考察

3.1 研磨材リサイクルプロセス

図1に本法の研磨材リサイクルプロセスのフローシートを示す。本プロセスでは、まず廃研磨材中の不純物、ガラス由来のSiO₂成分、凝集剤由來のAl₂O₃成分は、水酸化ナトリウム水溶液に溶解し、研磨材粒子から分離除去する。研磨材粒子を分離後、溶解したSiO₂、Al₂O₃成分および水酸化ナトリウムをハイドロソーダライトNa₈(AlSiO₄)₆(OH)₂·4H₂Oとして分離回収し、さらに過剰の水酸化ナトリウムを含むる液は廃研磨材処理工程に循環する。このことで本プロセスは、濃厚水酸化ナトリウム水溶液の排出量を抑えた操業ができる、廃研磨材を新規な希土類資源とし、廃棄物の減量に寄与できると期待される。

以下、このプロセスの重要な構成要素である廃研磨材処理工程とハイドロソーダライト回収工程について検討した。

3.2 廃研磨材

廃研磨材には、SiO₂およびAl₂O₃成分が含まれる。XRD分析の結果、使用前の研磨材と廃研磨材とでは

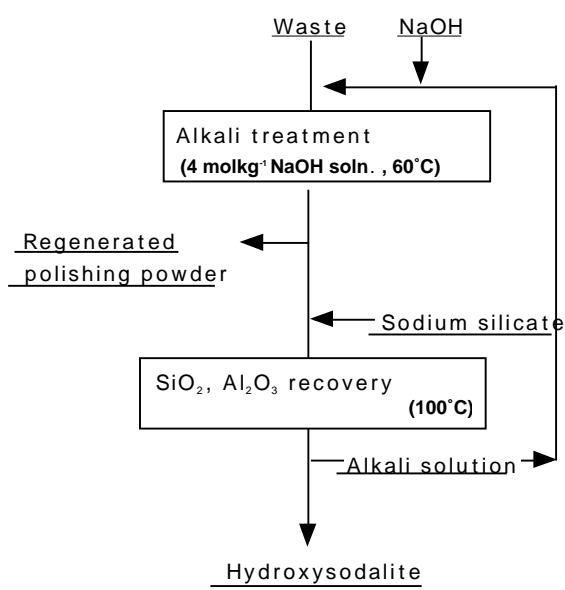
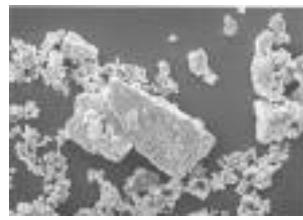


図1 研磨材リサイクルプロセス

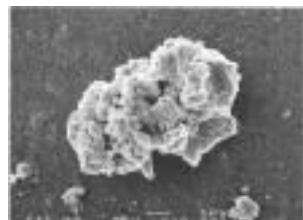
回折パターンに違いがなく、研磨前後で研磨材粒子は結晶構造が変化しないことがわかった。また廃研磨材中にSiO₂、Al₂O₃成分による回折ピークはみられないことから、これらは非晶質として存在していると思われる。

図2に使用前の研磨材、図3に廃研磨材のSEM写真を示す。研磨材粒子は数μmでその表面には数十nmの一次粒子が観察された。これに対し廃研磨材は、研磨材粒子が不定形の付着物で表面が覆われ凝集している様子が観察された。



— 1μm

図2 使用前研磨材のSEM像

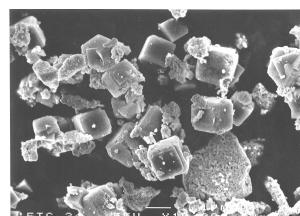


— 1μm

図3 廃研磨材のSEM像

3.3 廃研磨材処理工程

種々の条件で廃研磨材を水酸化ナトリウム水溶液で処理すると、一部の処理生成物に結晶性粒子の生成が認められた。代表的な写真を図4に示す。研磨材粒子以外に立方体状粒子と球状粒子が認められ、X線回折からそれぞれA型ゼオライト(Na₂O·Al₂O₃·1.85SiO₂·5.1H₂O)⁷⁾とハイドロソーダライト(Na₈(AlSiO₄)₆(OH)₂·4H₂O)⁸⁾であることがわかった。



アルカリ比 : 0.5
水酸化ナトリウム濃度
4 molkg⁻¹
処理温度 : 80 °C



アルカリ比 : 1
水酸化ナトリウム濃度
4 molkg⁻¹
処理温度 : 100 °C

— 1μm

図4 アルカリ処理生成物のSEM像

これに対し、処理条件をアルカリ比1、水酸化ナトリウム濃度 4 molkg^{-1} 、処理温度60 $^{\circ}\text{C}$ とすると、これらの生成は認められなかった。このときの処理生成物のSEM写真を図5に示す。処理生成物の外観は、使用前の研磨材とほぼ同一であった。またX線回折分析でも使用前の研磨材と同一の回折パターンを示し、化学分析でも SiO_2 、 Al_2O_3 残留量がそれぞれ1wt%以下と不純物が良好に除去できることがわかり、廃研磨材から研磨材が再生できていることが期待される。研磨試験の結果では、新しい研磨材と再生した研磨材とでは研磨性能は変わらなかった。

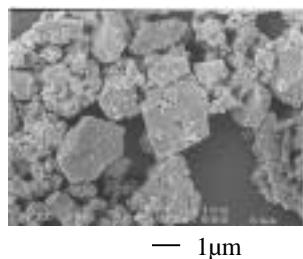


図5 最適処理条件による処理生成物のSEM像

3.4 ハイドロソーダライト回収工程

前節の検討において、廃研磨材と水酸化ナトリウムよりハイドロソーダライトやA型ゼオライトが生成することが明らかとなった。このうちハイドロソーダライトは焼却炉などの高温排ガスから塩化水素を吸着できるため、ダイオキシンの抑制が期待され、合成法が近年研究されている材料である⁹⁾。本研究では、廃研磨材処理で発生する SiO_2 および Al_2O_3 を含んだアルカリ廃液を加熱することによりハイドロソーダライトを合成し、回収することを試みた。

アルカリ比1、水酸化ナトリウム濃度 4 molkg^{-1} 、処理温度60 $^{\circ}\text{C}$ の最適処理条件で発生するアルカリ廃液と同等の SiO_2 、 Al_2O_3 濃度のモデル廃液を調製し試験した。モデル廃液を100 $^{\circ}\text{C}$ で1時間加熱すると、ハイドロソーダライトが析出した。しかしハイドロソーダライトは反応容器内液に固着して析出し、回収操作が困難であった。そこで別途A型ゼオライトより合成したハイドロソータライト粉末を添加したところ、これを種結晶として析出し、生成物が分散した粉体となり、回収が容易となった。

次に種結晶存在下でのハイドロソーダライト析出反応機構を反応速度論的に検討した。その結果、この反応は化学反応律速で進行することがわかり、ハイドロソーダライト回収操作は種結晶を添加した上で高温で行なうことが有利であることが明らかとなった。

3.5 ガラス研磨材リサイクルプロセス

3.3節、3.4節の結果を基に、図1のリサイクルプロセスを構築することが本研究の目的である。このプロセスでは廃研磨材処理工程で発生するアルカリ廃液にケイ酸ナトリウムを加えている。これは廃研磨材中の $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$ の重量比が2:1と Al_2O_3 リッチであるのに対し、ハイドロソーダライトでは0.85:1と SiO_2 リッチで、 Al_2O_3 回収率が低くなると予測されるため、溶液の $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 組成を調整することを目的としている。プロセスを操作するには、ハイドロソーダライト回収後のアルカリ溶液の廃研磨材処理能力やケイ酸ナトリウムの添加量を明らかにする必要がある。そこで廃研磨材処理温度すなわち60 $^{\circ}\text{C}$ と、ハイドロソーダライト回収温度すなわち100 $^{\circ}\text{C}$ において、 4 molkg^{-1} 水酸化ナトリウム水溶液に SiO_2 と Al_2O_3 が共存したときのそれぞれの溶解度を測定して、以上の点を検討した。

3.5.1 廃研磨材処理能力

図6において、曲線(1)は100 $^{\circ}\text{C}$ での、直線(2)は60 $^{\circ}\text{C}$ での SiO_2 溶解度と Al_2O_3 溶解度の関係をそれぞれ示す。

ハイドロソーダライト回収操作後のアルカリ溶液の $\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ 組成は曲線(1)上にある。点P₀の組成のアルカリ溶液で廃研磨材を処理すると、廃研磨材中の $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ 重量比が2.0であるから、溶液組成は点P₀を通り勾配が2.0の直線(3)上を変化し、直線(2)との交点P₁で平衡に達する。よって組成P₀の水酸化ナトリウム水溶液の廃研磨材処理能力はP₀P₁間の距離D_{P0P1}で評価できる。また図よりD_{P0P1}は SiO_2 濃度1000 ppm付近で極大となることがわかり、廃研磨材処理能力が最大となる水酸化ナトリウム水溶液の組成P₂が求められる。

3.5.2 ケイ酸ナトリウム添加量の検討

図6において曲線(1)の上側に位置する点P₃の組成のアルカリ溶液を100 $^{\circ}\text{C}$ に加熱すると、ハイドロソーダライトが析出する。ハイドロソーダライトの $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ 重量比は約0.85であるので、溶液組成は点P₃を通り勾配0.85の直線上を変化し、曲線(1)との交点P₄で平衡に達する。従って上で求めた組成P₂の溶液を得たい時には、P₂を通り勾配が0.85の直線(5)上の組成の溶液を加熱すればよい。

P₃のように組成が直線(5)からはずれている溶液から組成P₂の溶液を得たい時、ケイ酸ナトリウム添加が有効である。すなわち、溶液組成がP₅となるようケイ酸ナトリウムを添加後加熱すれば、組成P₂の溶液を得ることができる。また図より Al_2O_3 回収率も向上することがわかる。

3.5.3 プロセスの操作

以上のように図6の関係を把握しておけば、廃研磨材処理工程およびハイドロソーダライト回収工程でのアルカリ溶液の SiO_2 - Al_2O_3 組成の変化を予測できる。またケイ酸ナトリウム添加により溶液組成を調整すれば、図中に示すように溶液組成がサイクルを描くようプロセスを操作することが可能である。すなわち、

(I) 60 °C での廃研磨材処理 (P_2 → P_6)

(II) 溶液組成調整 (P_6 → P_7)

(III) 100 °C での SiO_2 , Al_2O_3 回収 (P_7 → P_2)

のように、安定したプロセス操作が期待できる。ここで水酸化ナトリウムは一部がハイドロソーダライト生成や洗浄により消費されるので、この分は補給する必要がある。

以上のように SiO_2 , Al_2O_3 溶解度の温度依存性を把握すれば、異なる組成の廃研磨材についてもリサイクルプロセスの操作指針を得ることができる。

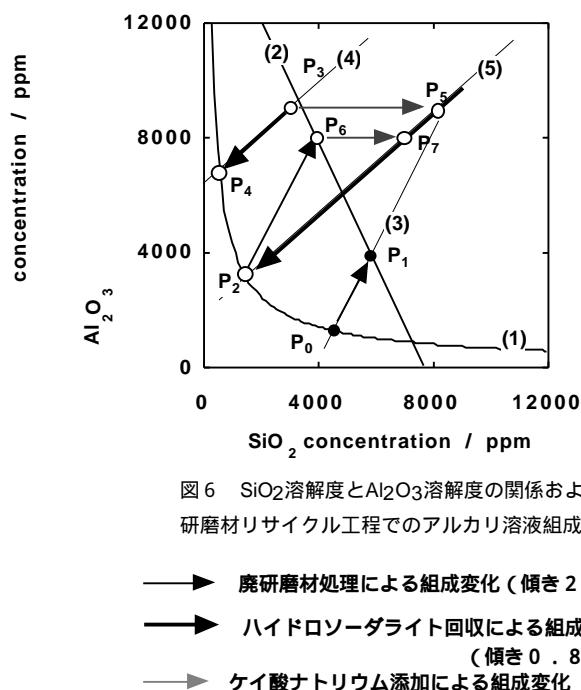


図6 SiO_2 溶解度と Al_2O_3 溶解度の関係および
研磨材リサイクル工程でのアルカリ溶液組成の変化

4 結論

新規な希土類資源の開発と廃棄物減量を目的に酸化セリウム系ガラス研磨材のリサイクルプロセスについて検討し、以下の結論を得た。

1. 酸化セリウム系ガラス研磨材廃棄物を 4 mol kg^{-1} 水酸化ナトリウム水溶液で、水酸化ナトリウム / 廃棄物重量比を1とし、処理温度60 °C で処理すると研磨材が再生できる。再生研磨材の研磨能力は新しいものと変わらない。

2. 廃研磨材から水酸化ナトリウム水溶液に溶出した SiO_2 , Al_2O_3 は、100 °C でハイドロソーダライトに転化する。

3. 廃研磨材を再生し、それに含まれる SiO_2 , Al_2O_3 からハイドロソーダライトを製造し、過剰の水酸化ナトリウム溶液を循環使用するプロセスが構築できる。また本プロセスを安定して操作するためには、ケイ酸ナトリウムなどを添加、溶液中の Al_2O_3 / SiO_2 組成を調整する必要がある。

謝辞

本報告は平成9年10月から平成12年9月の3カ年、博士課程派遣研修として、東北大学大学院工学研究科において実施した「希土類原料のアルカリ処理に関する研究」の一部をまとめたものです。研究にあたり、奥脇昭嗣教授のご指導をいただいたことを感謝いたします。

参考文献

- 1) 森 義之, 工業アーメタル, 101, 90 (1990).
- 2) 日本貿易月表 1998.12 (1998).
- 3) K. Kato, T. Yoshioka, A. Okuwaki, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 39, 943 (2000).
- 4) K. Kato, T. Yoshioka, A. Okuwaki, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 39, 4148 (2000).
- 5) 加藤和裕、吉岡敏明、奥脇昭嗣、日化 725 (2000).
- 6) B. Subotic, *J. Crystal Growth*, 75, 561 (1986).
- 7) JCPDS 38-241
- 8) JCPDS 41-9
- 9) 芝崎清雄, 特開平11-236213 (1999).

福島県ハイテクプラザ試験研究報告

平成12年度(2000年度)

平成13年8月・発行

発行

福島県ハイテクプラザ

〒963-0215 郡山市待池台1丁目12番地

企画情報部 024-959-1741

管理部 024-959-1736

応用技術部 024-959-1737

材料技術部 024-959-1738

生産技術部 024-959-1739

Faxsimile 024-959-1761

福島県ハイテクプラザ福島技術支援センター

〒960-2154 福島市佐倉下字附ノ川1-3

事務 024-593-1121

繊維科 024-593-1122

機械金属科 024-593-1123

Faxsimile 024-593-1125

福島県ハイテクプラザ会津若松技術支援センター

〒965-0846 会津若松市一箕町大字鶴賀字下柳原88-1

代表電話 0242-39-2100

発酵技術科 0242-39-2976

食品技術科 0242-39-2977

産業工芸科 0242-39-2978

Faxsimile 0242-28-6941

福島県ハイテクプラザいわき技術支援センター

〒972-8312 いわき市常磐下船尾町杭出作23-32

代表電話 0246-44-1475

Faxsimile 0246-43-6958

編集

福島県ハイテクプラザ 企画情報部

URL : <http://www.fukushima-iri.go.jp>

E-Mail : info@fukushima-iri.go.jp