

平成28年度

# 宮城県産業技術総合センター研究報告

The Annual Research Report of Industrial Technology Institute, MIYAGI Prefectural Government

No.14 (2016)

---

宮城県

MIYAGI Prefectural Government



## 目次

### 【研究論文】

1 熱可塑性CFRPを用いた軽量・高強度化による樹脂成形加工技術 .....	1
推野 敦子, 四戸 大希, 遠藤 崇正, 佐藤 勲征	
2 ワックス添加滑雪塗料の機能発現及び持続要件の探索 .....	7
佐藤 勲征	
3 ものづくり現場での生産性向上ニーズに対応した3次元画像処理技術開発 .....	11
太田 晋一, 荒木 武, 今井 和彦, 小野 仁	
4 有機半導体デバイスの可能性検討 .....	18
小松 迅人, 高田 健一	
5 異方性グラファイトをヒートスプレッダーとして用いた高熱伝導パワーモジュール基材の開発 .....	22
久田 哲弥, 林 正博, 阿部 宏之	
6 ヘルスケア現場ニーズ呼応型技術開発 .....	26
畠 純子, 伊藤 利憲, 篠塚 慶介	
7 医療用ハイドロゲルのベタツキの環境依存性評価とベタツキ制御の検討 .....	33
遠藤 崇正, 佐藤 勲征	
8 仙台味噌の色調制御に関する研究 .....	37
小山 誠司, 櫻井 晃治, 畑中 咲子	
9 物理的洗浄における摩擦の効果に関する研究 .....	41
宮本 達也, 阿部 一彦	
10 透光性セラミックスの透過率向上に関する研究 .....	45
曾根 宏, 氏家 博輝	

### 【短報】

1 難加工材料の精密切削・精密加工技術の開発 — 高強度チタニウム合金の切削加工に関する研究 — .....	49
渡邊 洋一, 和嶋 直	

3	微細成形技術を用いた機能性素子の開発 ー酸化チタンナノチューブ型ガスセンサの開発ー	55
		阿部 宏之, 馬 騰, 庭野 道夫
4	県内シーズを活用したエネルギーハーベスティングおよびセンシングシステムの研究開発	59
		小野 仁, 今井 和彦, 太田 晋一, 高田 健一, 中居 倫夫
5	ナノ粒子の合成と機能性薄膜への応用	62
		石井 克治
6	LED 照明のスイッチングノイズを対象とした EMC 評価手法の確立	65
		坂下 雅幸, 佐藤 裕高, 沼山 崇, 高田 健一, 中居 倫夫
7	小型滅菌装置の高機能化と低コスト化に関する研究開発 ーヘルスケア関連感染症, 低温大気圧プラズマに関する事前調査ー	68
		天本 義己, 阿部 宏之
8	地域資源微生物の食品加工特性評価	72
		石川 潤一, 樋口 敦
9	施設園芸栽培の省力化・高品質化実証研究	75
		佐藤 信行, 日向 真理子, 櫻井 晃治, 畑中 咲子
10	耐冷性やいもち病抵抗性を強化した東北オリジナル業務・加工用多収品種の開発	78
		畑中 咲子, 樋口 敦, 橋本 建哉
11	複雑形状金属製品等の非破壊検査に関する技術開発	80
		内海 宏和, 氏家 博輝
12	樹脂・接着剤・塗料等の硬化度評価に関する技術開発	83
		鈴木 鋭二, 赤間 鉄宏, 阿部 一彦

# 【研究論文】



【研究論文】

【平成25～28年度 地域企業競争力強化支援事業】

## 熱可塑性CFRPを用いた軽量・高強度化技術の開発

推野 敦子, 四戸 大希, 遠藤 崇正, 佐藤 勲征  
材料開発・分析技術部

熱可塑性CFRPを用い、各業界の軽量化のニーズに対応した高強度な部材を供給することを目的に、熱可塑性CFRPの成形加工技術の開発を行った。

「繊維強化樹脂を用いた繊維長制御成形技術と金型設計技術の確立」では、実成形によって、樹脂溜りによりウエルド強さを改善できることと、そのデザインに最適解が存在し得ることを確認した。

「熱可塑性プリプレグを用いたプレス技術とリブ等のアウトサート成形技術の確立」では、高外観・変形を抑えたプレス条件を確立した。

「炭素繊維のリサイクル技術の開発」では、炭素繊維廃材の表面処理と熱可塑性樹脂の補強材として利用するための技術開発に取り組んだ。

キーワード：熱可塑性CFRP, LFT, 射出成形, プリプレグ, プレス成形, リサイクル, 表面処理

### 1 緒言

自動車、産業機械や家電・モバイル機器の各産業界では、部材の軽量化による燃費・使用電力の削減などが求められている。これら業界ニーズに対して部材の樹脂化が進んでいる。部材の樹脂化は軽量化のみならず、モジュール化による部品点数の削減にも貢献している。しかしながら、樹脂は金属に比べ機械的特性が劣ることから、強度が必要な部材の場合はガラス繊維などで強化して使用される。最近では、ガラス繊維よりも比強度に優れる炭素繊維(CF)が注目され、この繊維を熱硬化性樹脂で固めた炭素繊維強化樹脂(CFRP)がゴルフクラブ、テニスラケット等のスポーツ用品や航空機機体・自動車ボデーといった大物構造体への利用が進んでいる。CFRP製品の多くは、高温高压容器を用いて焼き固めて形作るため、生産性が高いとは言い難い。

一方、CFを熱可塑性樹脂で固めた熱可塑性CFRP(CFRTPとも呼ばれる)を用いた製品は、射出成形機やプレス機といった生産性の高い汎用の設備を用いて形作ることが出来るため、その利用技術の開発が加速している。射出成形やプレスといった生産方式は製品精度が高く、比較的小物の生産に適し、県内でも多くの事業所がこの方式で日々の生産活動を行っている。そこで、熱可塑性CFRPを用い、上述した各業界の軽量化のニーズに対応した高強度な部材を供給することを目的に、熱可塑性CFRPの成形加工技術の開発を行った。熱可塑性CFRP

は原料メーカーより、ペレットやプリプレグといった形態で供給されことから、その形態ごとに加工技術の開発を行った。また、CFを扱う上での業界の共通課題となる廃材のリサイクル技術の開発にも着手した。

### 2 繊維強化樹脂を用いた繊維長制御成形技術と金型設計技術の確立

熱可塑性CFRPペレットとして市販される中で、機械的特性に優れる長繊維強化樹脂(LFT)を実験材料として用いた。LFTを用いた射出成形による複雑高精度部品開発における課題として、射出成形に伴って生じるウエルド部の強度低下を取り上げ、その強度向上を実験とシミュレーションで検討した。一般に、繊維強化樹脂が合流するウエルドでは、その強い繊維配向に起因して極端に機械的強さが低下する。

#### 2.1 実験

ウエルド強さを低下させない繊維配向、すなわちウエルド部における望ましい繊維配向とは、対向樹脂の流れに対し突き刺さる方向であると考えられる。この配向を実現するため、通常のダンベル試験片金型に樹脂溜まりを設置し(図1)、その設置位置や流路の寸法の違い(図2)及び成形条件による繊維配向への影響と、その際のウエルド強さを検討した。図1の(1)では、手前と奥からの樹脂の

流れが▼で衝突し、ウエルドを形成する。(2)では、aのように(1)と同様に▼でウエルドを形成するが、その後の型内圧の上昇によりbのように狭小な流路から樹脂溜りへと樹脂が流れ込む。この過程で、一旦形成したウエルドとその内部の望ましくない繊維配向が崩れ、ウエルド強さの改善が期待できる。本実験では、図2の(1)樹脂溜りの容積、(2)樹脂溜り流路の位置、(3)幅、(4)高さ、(5)長さの5つをパラメータとして変化させた。

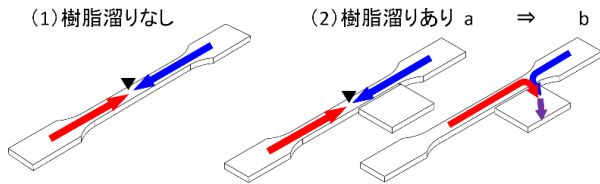


図1 樹脂溜りによるウエルド強さの改善

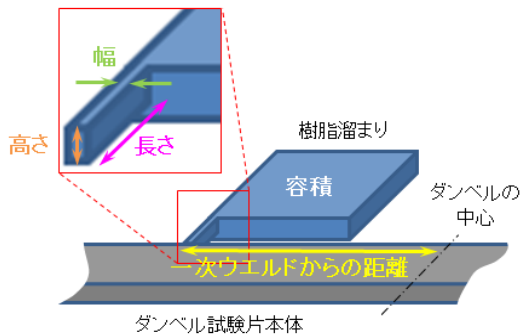


図2 樹脂溜りデザインのパラメータ

その結果、ウエルド強さが顕著に変化したパラメータは樹脂溜りへの流路の位置であることがわかった。流路位置がダンベル中心の一次ウエルド位置から離れるほど、ウエルド強さの向上に高い効果を示した(図3)。また、この強度向上の前提として、樹脂溜りへの樹脂流入抵抗が適切な範囲で大きいこと、つまり一次ウエルド生成後の可動樹脂容積が十分にあることが必要であった。この前提条件は、製品形状及び使用する成形材料(樹脂の種類、繊維の含有量、繊維の寸法等)によって、最適な樹脂溜りのデザインとその際の成形条件が異なることを意味する。

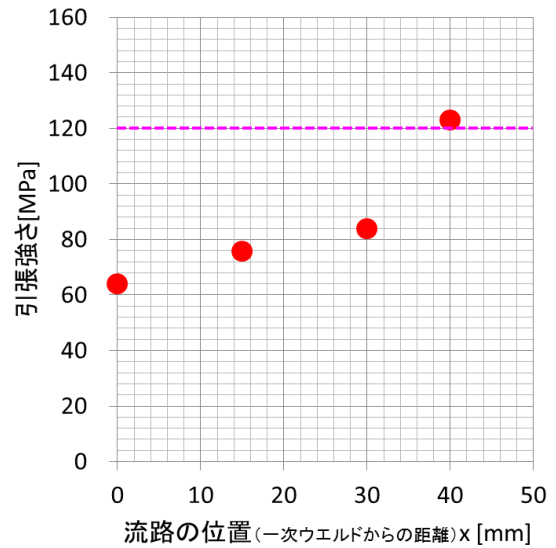


図3 流路位置によるウエルド強さの変化

## 2.2 シミュレーション

2.1で記載した実験的検証には多大な時間と費用がかかることから、製品形状や使用する成形材料が変わるたび、最適な樹脂溜りのデザインを本法で決定することは困難である。そこで、山形大学大学院有機材料システム研究科高山助教の協力のもと、流動解析と構造解析を組み合わせた連成解析によるダンベル試験片のウエルド強さの予測を試みた。連成解析の流れを図4に示した。連成解析では、成形による繊維配向考慮した構造解析が可能である。また、予測結果の妥当性を判断するため、実成形と強度試験も行った。

実験材料は、強化材としてガラス繊維を用い、一般的なチョップドファイバーを用いた短繊維強化樹脂とLFTの2種類とした。実成形には、2.1の樹脂溜り付きダンベル試験片金型を用い、X=0と40の2パターン試験片を成形し、ウエルド強さの評価を行った。実成形と同様のパラメータを用い、連成解析にてダンベル試験片の引張試験を行った。その結果、樹脂溜りの位置に応じて、応力集中を受ける箇所が移動し、短繊維強化樹脂、LFTともに連成解析の応力集中箇所、実成形の試験片も破断していることが確認できた(図5)。連成解析の結果として、各条件で最も負荷のかかった箇所の応力ひずみ曲線を描かせることで、樹脂溜りを設けることによって、同ひずみ下における応力は増加することも確認した。これはウエルドが存在する場合、樹脂溜りを適切な位置に設けることでウエルド強さが向上することを示唆している。実試験とのウエルド強さの絶対値の比較も行ったが、各条件で一致しているとはい



難しい結果となった。この点については、今後の課題である。この検討については、次世代強化繊維の高度利用技術の開発として継続している。

### 3.2 結果と考察

#### 3.2.1 プレス条件の最適化

熱可塑性CFRPプリプレグを予熱後、加熱された型にて形状付与を行うホットプレス工法を採用することで成形品は表面光沢が得られる。その光沢は、型が一定温度であれば、プレス圧に依存し、加圧力の増加に伴って減少する。これは、加圧力によってサンプル表面に炭素繊維が露出することが原因であることがわかった。

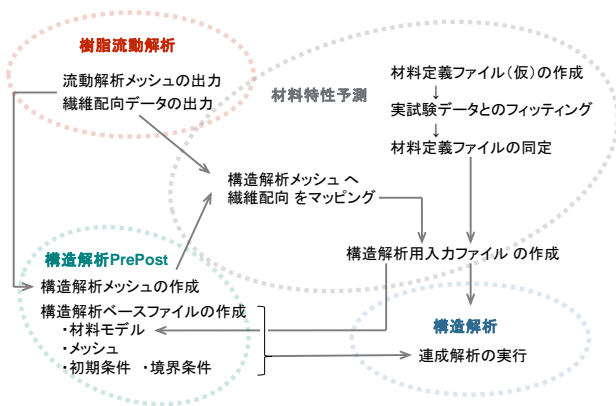


図4 連成解析の流れ

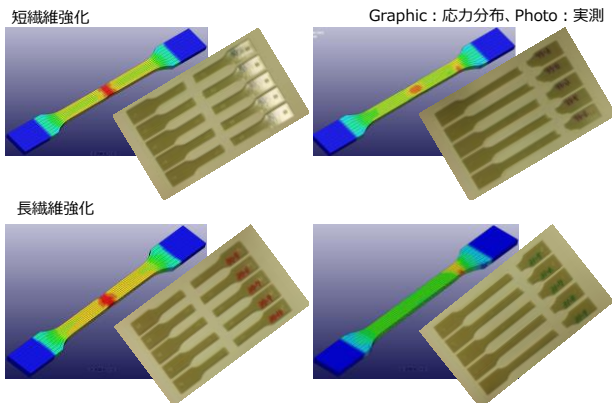


図5 連成解析結果と実成形品破断箇所

### 3 熱可塑性プリプレグを用いたプレス技術とリブ等のアウトサート成形技術の確立

熱可塑性CFRPプリプレグを用いて、表面を高外観に、かつ極力変形を抑えた成形品を目標に、プレス条件の最適化とプレス工法の確立に取り組んだ。

#### 3.1 実験方法

熱可塑性CFRPプリプレグとしては、サカイオーベックス製炭素繊維開繊糸織物熱可塑性プリプレグ(熱可塑性樹脂:PC)を用いた。プレス工法は熱可塑性CFRPプリプレグを予熱後、加熱された型にて形状付与を行うホットプレス工法を採用した。

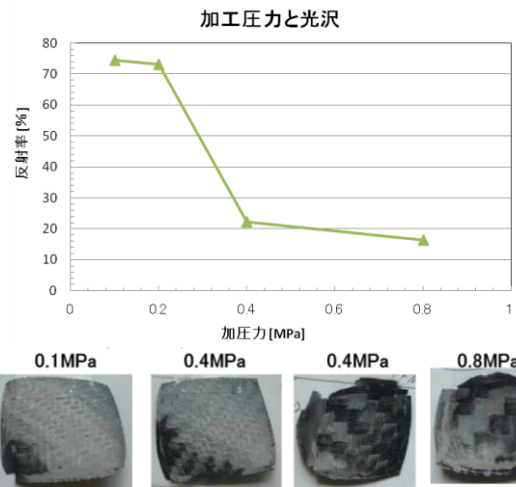


図6 プレス圧力と成形品表面の関係





熱可塑性CFRPプリプレグのプレス成形品の変形要因を材料面、加工面から調査した。

(材料面)

まず、樹脂シート、熱可塑性CFRPプリプレグをそれぞれ単独で加熱・冷却(室温～約280℃～室温)したところ、冷却後の試験片にはほとんど変形は発生しなかった(表1a,b)。これに対し、熱可塑性CFRPプリプレグ・樹脂シートを積層した試験片では、大きな反りが発生した(表1c)。この結果から、変形の1要因として積層材(繊維・樹脂)の熱膨張差による応力であることが明らかになった。

次に、熱可塑性CFRPプリプレグを二枚の樹脂層で挟んだ試験片で同様の試験を行ったところ、ほとんど反りは発生しなかった(表1d)。これは、層間に発生する応力が表裏均等となって釣り合うことによって、変形が抑制されたものと考えられる。以上のことから、成形品の変形抑制には、厚さ方向で対称な積層構造にすることが有効であることを確認した。

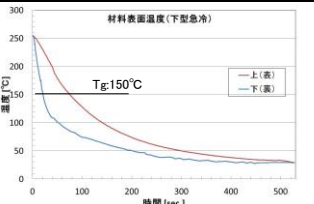
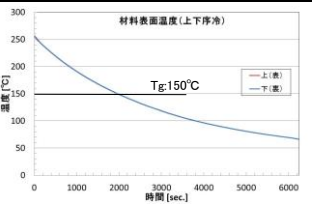


表1 反り・うねり試験結果

積層構造	a) 樹脂のみ	b) CFRPのみ
変形	なし	なし
サンプル写真		
積層構造	c) 樹脂-CFRP	d) 樹脂-CFRP-樹脂
変形	大(ねじれ)	なし
サンプル写真		

(加工面から)

成形時温度分布による影響を確認するため、樹脂シート-熱可塑性CFRPプリプレグ-樹脂積層シートを対象に、プレス温度からの冷却速度を変更した試験を行ったところ、表裏に温度差を発生させたシートに変形が残った(表2)。これは、表裏樹脂層の温度がT<sub>g</sub>(ガラス転移温度)に達するタイミングがずれることで、収縮タイミング・収縮量に大きな差が発生し、これによってシートの変形につながる応力が発生したと考えられる。以上のことから、成型品の変形抑制には、上下の型を均一に冷却することが有効であることを確認した。

表2 冷却温度差テスト結果

(A) 下型急冷	(B) 上下徐冷
	
64. 9℃	0. 1℃
5. 8mm	1. 6mm
	

### 3.2.2 簡易プレス工法

3.1.1 の検討結果をふまえ、プレス機を必要としない簡易プレス工法を開発した。模式図を図7に示した。本工法の特徴は次の通りである。

- ・金型と加熱できるホットプレートがあれば、プレス機など

の設備を必要とせずとも高外観の成形品が寸法通りに製作可能である。

- ・ホットプレス工法の欠点である冷却速度を大幅に向上させた。スマートフォンサイズであれば冷却時間1分程度である。
- ・ホットプレス工法の欠点である離型の問題を、金型へのシリコン系有機被膜処理により解決した。
- ・熱により素材が軟化する現象だけでなく、加工しやすい開繊糸を使った熱可塑性CFRPシートを使用することで、ネジ締め程度の低圧で賦型可能である。
- ・1個あたりの金型で予熱含め10分程度で生産可能である。金型を増やすことで生産タクトタイムが大幅に短縮可能である。

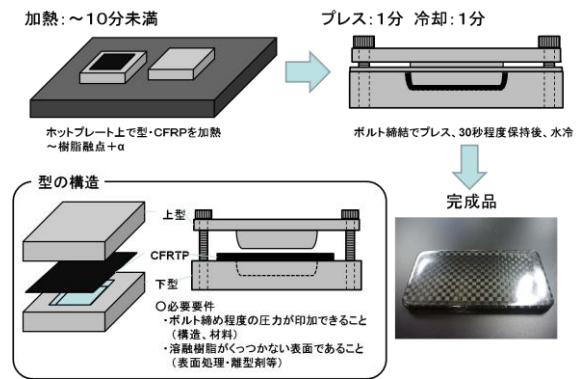


図7 簡易プレス工法

## 4 炭素繊維のリサイクル技術の開発

断熱材等の製造プロセスで発生する塊状の炭素繊維廃材を対象に、熱可塑性樹脂の補強材として利用するための技術開発に取り組んだ。

### 4.1 実験

はじめに塊状の炭素繊維廃材をイソプロピルアルコール(IPA)溶媒中で所定時間攪拌することで解繊し、ろ過、自然乾燥させることで、炭素繊維を解した。解した炭素繊維の電子顕微鏡写真を図8に示した。図8より、解した炭素繊維は直径7μm程度で、アスペクト比は10~100と幅広く、中には粉末状のものも確認された。また、観察箇所によっては、十分に解れていない繊維束状になっているところもあった。

解した炭素繊維は、岩崎電気製卓上型オゾン洗浄装置OC1801C10X(ランプ出力:180W)を用い、5分間紫外線(UV)を照射し、オゾン酸化を施した。炭素繊維を全体的に裏返すように混ぜて、再度同様の条件で処理を行った。この工程をもう一度繰り返したため、合計15分のUV照射を行った。

次に、この炭素繊維にシランカップリング処理を行った。

処理溶液は、IPA と水溶液を 9:1 になるように 50 mL 作製し、そこに 0.1vol%の酢酸水溶液を加えて弱酸性(pH=4)に調整した。この溶液に、表面処理する炭素繊維の 2wt%に相当するシランカップリング剤を、マイクロピペットを用いてゆっくりと滴下し、15分間攪拌した。その後、UV オゾン処理を施した炭素繊維を、調整したシランカップリング処理溶液に加え、2 時間浸漬させ、シランカップリング処理炭素繊維を得た。シランカップリング剤にはアクリル系(信越シリコン製KBE-503)とアミン系(信越シリコン製KBE-903)を用いた。

炭素繊維とポリプロピレン(プライムポリマー製J-700GP, ホモポリマー, 射出グレード)の混練は、HAAKE製 Rheomix600pを用い200℃, 30rpmで行った。混練した材料は粉碎し、新興セルビック製C.Mobile0813にて射出成形で矩形の試験片(5×50mm, t=2mm)を作製した。作製した試験片で曲げ試験を行い、曲げ弾性率と曲げ強度を評価した。曲げ試験は、東洋精機製作所製ストログラフ V10-Cを用い、試験速度2mm/min, 支点間距離30mmで行った。また、炭素繊維の分散状況や界面の状況を観察するため、矩形試験片を液体窒素で冷却し、ハンマーで破壊させ、その破面を電子顕微鏡で観察した。

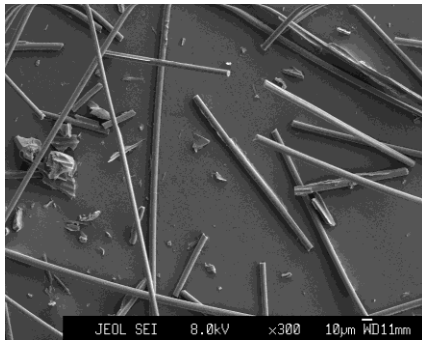


図8 解した炭素繊維

## 4.2 結果と考察

### 4.2.1 炭素繊維充てんポリプロピレン(CF/PP)の物性

IPAで解繊した炭素繊維を質量重量%で、5, 10, 20% 充てんしたCF/PPの曲げ試験を行った結果を、PP単体のデータとあわせて図9に示した。

図9 ならびに図9 から計算した弾性率の結果より、10%CF添加でPP単体の弾性率の約2倍、曲げ強度で約1.2倍になることがわかった。リサイクル繊維でも密度を大きくせず弾性率を上げるには、有効であることがわかった。

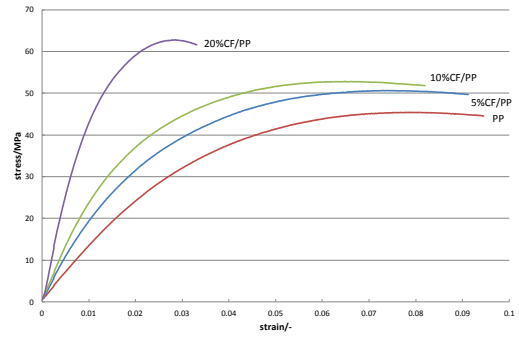


図9 CF/PPの曲げ試験結果

### 4.2.2 炭素繊維の表面処理と表面処理炭素繊維充てんPPの物性

UV オゾン処理によって、炭素繊維表面が酸化されたかどうかを XPS 分析により調べた。分析結果として図10にO1sのナローズキャンを示した。図10よりUV オゾン処理により、炭素繊維表面に含酸素官能基が生成されていることがわかる。次に、UV オゾン処理後にシランカップリング処理を行った炭素繊維の XPS 分析を行った。全元素分析結果を図11に示した。図11より、明確なSi2pのピークが観察され、シランカップリング処理が適切に行われたことを確認した。

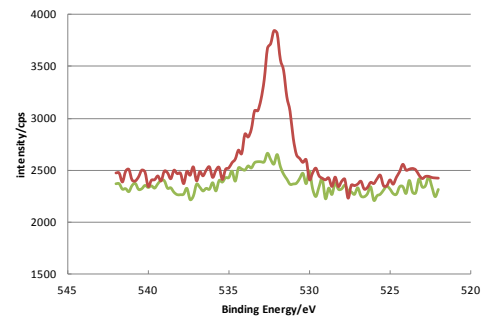


図10 O1sのナローズキャン

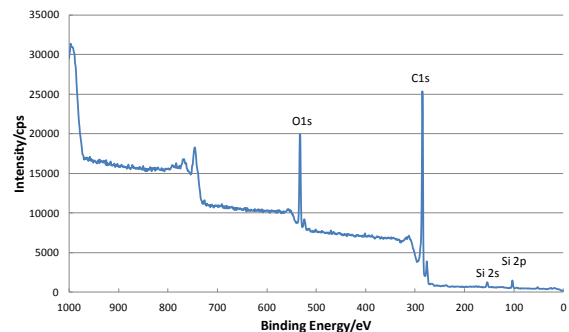


図11 カップリング処理炭素繊維の分析結果

次に、シランカップリング(アクリル系, アミン系)処理を施した炭素繊維を質量重量%で、10%充てんしたCF/PPの

曲げ試験を行った結果を図 12 に示した。

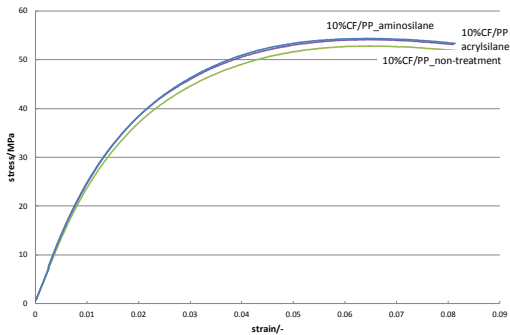


図 12 カップリング処理 CF/PP の曲げ試験結果

図12ならびに図12から計算した弾性率の結果より、シランカップリング処理を施すことで、曲げ弾性率、強度ともわずかに増加する程度であった。液体窒素中で破断させた試験片の破面を電子顕微鏡で観察したところ、未処理品と比べシランカップリング処理品は炭素繊維と樹脂の界面の隙間は狭く、処理の効果が得られているものの、未処理品、シランカップリング処理品ともに、炭素繊維の解繊しきれていない繊維の凝集塊が観察され(図13参照:アミン系シランカップリング処理品)、その部分で材料の降伏が行っているため、処理によって、曲げ強度がそれほど向上しなかったものと考察した。

この検討については、次世代強化繊維の高度利用技術の開発として継続している。

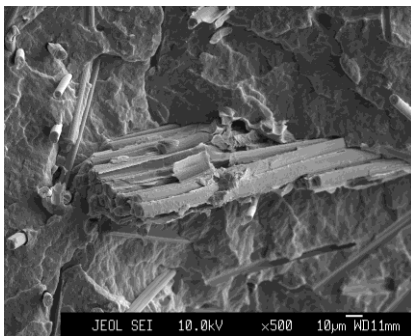


図 13 破面の電子顕微鏡観察結果

## 5 結言

熱可塑性CFRPを用い、各業界の軽量化のニーズに対応した高強度な部材を供給することを目的に、熱可塑性CFRPの成形加工技術の開発を行った結果、次のことがわかった。

- ・長繊維強化樹脂を用いた射出成形における生産において課題となっていたウエルド強さについて、樹脂溜りにより

ウエルド強さを改善できることと、そのデザインに最適解が存在し得る。

- ・樹脂溜りの位置に応じて、応力集中を受ける箇所が移動し、短繊維強化樹脂、長繊維強化樹脂ともに連成解析の応力集中箇所、実成形の試験片も破断していることが確認できた。

- ・熱可塑性CFRPプリプレグを用いて、高外観・変形を抑えたプレス条件を確立した。また、プレス機を必要としない簡易プレス工法を開発した。

- ・リサイクル繊維でも密度を大きくせずに弾性率を上げるには、有効であることがわかった。

【研究論文】

【平成28年度 受託研究】

## ワックス添加滑雪塗料の機能発現及び持続要件の探索

佐藤 勲征

材料開発・分析技術部

ワックス添加滑雪塗料の滑雪機能の現象把握のため、国立研究開発法人防災科学技術研究所雪氷防災研究センターとの共同研究により、人工降雪装置を用いた低温実験と風洞試験、暴露試験を行った。

その結果、ワックス添加滑雪塗料の滑雪挙動について、いくつかの知見が得られた。また、暴露試験においては、比較したシリコン塗料、フッ素塗料よりも、ワックス添加塗料を塗装した屋根パネルの積雪が先に滑り落ちていることがわかった。

キーワード：ワックス、滑雪塗料、人工降雪装置、暴露試験

## 1 緒言

日本において、豪雪地帯の面積は全国の約半分を占め、その地域に全国の人口の約15%にあたる2,000万人を超える人々が住んでいる。日本の豪雪地帯には、氷点下の気温が続き、春まで積雪が融けることのない寒い雪国と、氷点以上の気温となり積雪がつつねに融けつつある温かい雪国、およびその中間地域がある。そのため、水分を含まないさらさらとした乾き雪から、付着性の高い湿り雪が存在し、着雪・着氷とった生活に支障をきたす問題がある。例えば、道路案内標識や信号機の着雪は、ドライバーの視界障害による事故を誘発する危険性がある。また、屋根に積もった雪の人力による雪下ろしは、落下による事故につながることもある。そのため、様々な着雪・着氷対策が報告されているが、どの対策技術にも一長一短がある<sup>1)</sup>。

これまでに、筆者は地域企業とともに、ワックス成分を酸化重合型塗料に添加した滑雪塗料を開発している<sup>2)</sup>。この塗料は、塗膜形成時にワックス成分が表面に浮き出し、撥水(図1参照)と水滑り性、低摩擦化を発現する。その表面機能により、雪の付着し難さや付着しても非常に小さい力で滑り落ちる効果が得られており、除雪車の除雪機構部のメンテナンス塗料として利用されている。ワックス添加塗料の塗装により、除雪機構部に雪が付着しにくくなり、また付着しても振動や軽い力で雪が滑り落ちる効果を示す。その結果、除雪作業者の苦渋軽減や除雪作業の効率化に貢献している。例えば、この機能を屋根用塗料に応用することでできれば、屋根上の積雪が自重で滑り落ち、雪下ろし作業を軽減することが期待される。屋根以外にも、標識板やLED信号機など、様々な用途が考えられる。開発した滑雪塗料の多用途展開を図るには、解決しなければならない課題が数多く存在する。

今回は、滑雪機能の現象把握(どのような条件で雪が

滑り落ちるかなど)のための実験を行ったので、ここに報告する。

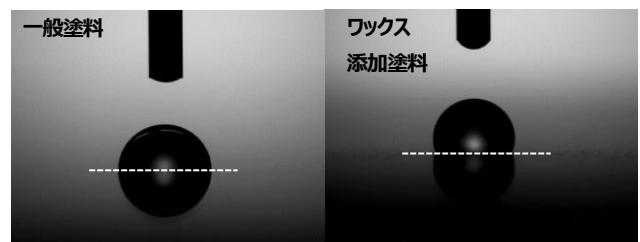


図1 ワックス添加塗料の撥水性

## 2 実験方法

国立研究開発法人防災科学技術研究所雪氷防災研究センターとの共同研究により、人工降雪装置を用いた低温実験、山形県新庄市と新潟県長岡市での暴露試験を行い、屋根パネル上に積もった雪の挙動を調査した。また、風洞を用いた着雪実験も行った。

## 2.1 人工降雪装置を用いた低温実験

国立研究開発法人防災科学技術研究所雪氷防災研究センター新庄雪氷環境実験所の雪氷防災研究棟(低温実験室)には2台の降雪装置が設置されている(表1参照)。また、低温実験室内の温度は-30~+25℃の範囲で制御可能である。

表1 降雪装置種類

	結晶系	動作温度
降雪装置A	樹枝状結晶 (径0.5~5mm)	室温-10℃以下
降雪装置B	球形 (径約0.025mm)	室温-2℃以下

実験は、開発した滑雪塗料など3種類の塗料を塗布した模擬屋根パネルを一定角度に設置し、温度変化がなく風もない環境で、-2℃で雪が降り続けた場合の屋根パネルから落雪する積雪重量の計測と滑雪の仕方を動画にて観測することで、滑雪挙動を調査した。一方で、実験室内の温度を氷点下からプラス側に変化させ、屋根パネル表面と積雪面の間に水が存在した場合の滑雪性能を同様に評価した。なお、今回の実験で球形状の雪を使用した。詳細は次の通り。

- ・模擬屋根パネル:コンパネの上にガルバニウム鋼板を貼り、その上に各種塗装を施した
- ・塗料種類:ワックス添加滑雪塗料(開発品)、一液シリコン塗料(一般的な屋根用塗料)、二液フッ素塗料(耐候性に優れ滑雪性能もある)
- ・屋根パネル設置角度:2寸勾配, 4寸勾配(図2参照)

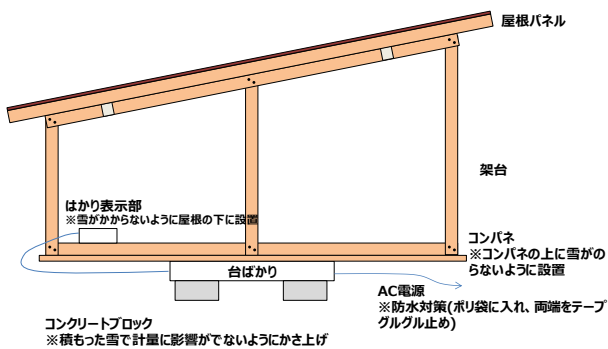


図2 屋根パネル設置模式図

## 2.2 暴露試験

山形県新庄市と新潟県長岡市にある雪氷防災研究センター構内に塗料種類、傾斜勾配を変えた模擬屋根パネルをのせたスタンドを設置し、定点観測を行った。詳細は次の通り。

- ・模擬屋根パネル:サイズ900×1800mm, 厚さ12mmのコンパネにルーフィングシートを貼り、横葺きの板金を施し、その上に各種塗装を施した
- ・塗料種類:ワックス添加滑雪塗料(開発品)、一液シリコン

塗料(一般的な屋根用塗料)、二液フッ素塗料(耐候性に優れ滑雪性能もある)

※長岡市に設置した屋根パネルには、二液フッ素塗料の代わりに超撥水塗料を施した。

- ・屋根パネル設置角度:2寸勾配, 4寸勾配

## 2.3 風洞を用いた着雪実験

開発した滑雪塗料2種類(ワックス成分の量違い)と超撥水塗料を塗布した道路標識を模擬したアルミに反射材を貼り合わせた板材を用いて、風洞を用いた着雪実験を行った。比較として、塗装を施していない板材も並置した。その着雪状況を動画に観測し、実験後の着雪を取り除くときの取りやすさを主観的に評価した。板材の仰角は5°一定とし、風洞の温度を-2℃, +2℃の2水準、風速を5m/s, 10m/sの2水準、吹き付ける雪は乾雪と湿雪を用いて実験を行った。なお、風向きは板材に対し垂直とした。

## 3 実験結果及び考察

### 3.1 人工降雪機を用いた低温実験

2寸と4寸の勾配に設置した屋根パネル表面の温度が-2℃になった時点から、-2℃で球形状の雪が降らせ、その積雪状況と落雪した際の積雪重量の計測を行った。その結果、2寸勾配に設置した屋根パネルでは、実験した3種類の塗料いずれも屋根パネルの上に積もった雪が積雪深70cm, 積雪重量180kgになっても滑り落ちることがなかった(図3)。今回の屋根パネルの面積では、これ以上は安息角の関係から雪は積もらないため、この時点で降雪は終了とした。



図3 2寸勾配での積雪状況(室温:-2℃)

一方、4寸架台(約22°)に設置されたワックス添加滑雪塗料を塗装した屋根パネルでは、パネル表面と積雪

面に融雪水がなく、滑雪に働くとされる温度変化による体積膨張・収縮や風などの外部力なしの状況でも、表面に選択的に存在するワックス成分の効果により、積雪自重で落ちる、すなわち運動方向の力の値が大きくなることで雪は滑り落ちた。同様の実験を2回実施したが、同様の結果であり、落雪時の積雪重量は80～100kg、積雪深は30～50cmであった(図4)。なお、一般的に摩擦係数が低く滑り特性が良いとされる二液フッ素系塗料では約130kgの重さの雪が積もっても落雪は確認できなかった(図4)。また、屋根用塗料として良く用いられているシリコン系塗料や滑り成分の添加量が少ない滑雪塗料でも約110kgの重さの雪が積もっても落雪は確認できなかった。



図4 4寸勾配の落雪・積雪状況(室温:-2℃)

次に、4寸架台に設置された滑雪塗料を塗装した屋根パネルに-2℃で球形状の雪を約35kg(積雪深:約15cm)積もらせ、室内を+2℃へと変化させ、その屋根パネル状に積もった雪の挙動を観察した。その結果、積雪した屋根パネル表面の温度が0℃を超えたところで、ワックス添加滑雪塗料を塗装した屋根パネルでは、スムーズに雪が滑り落ちた(図5)。滑雪塗料は屋根パネルと積雪面との間に融雪水が存在しうる0℃付近になることで、少ない積雪重量でも雪が滑り出し落ちることを確認した。

一方、フッ素系塗料においても、積雪した屋根パネル表面の温度が0℃を超えたところで、約35kgの積雪がずれたものの落雪せずに留まった。その後、室温をマイナス側に変化したところ、屋根パネルと積雪面が氷結した。

これらの実験は今後も継続し、滑雪機能の現象把握のためのデータの蓄積を行う計画である。

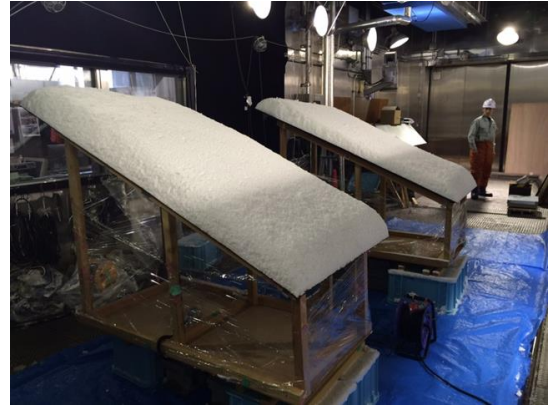


図5 -2℃から+2℃への変化(滑雪塗料, 4寸勾配)

### 3.2 暴露試験

雪氷防災研究センター構内にて暴露試験を実施することで、気象・積雪条件による滑雪塗料の機能発現機構の解明に資するデータの蓄積を2015年12月より開始している。現在、定点観測データと気象条件との関係を整理中であるため、ここでは、暴露試験2年目のデータの一部を紹介する(図6, 7)。図6, 7より、新庄、長岡どちらの地域でもワックス添加塗料を塗装した屋根パネルの積雪から滑り落ちていることがわかる。今後も継続して定点観察する計画である。



図6 2017.1.24 10:14:09, 新庄市  
勾配:左3枚-4寸勾配,右3枚-2寸勾配  
塗料種類:左-フッ素塗料,中-シリコン塗料,右-滑雪塗料

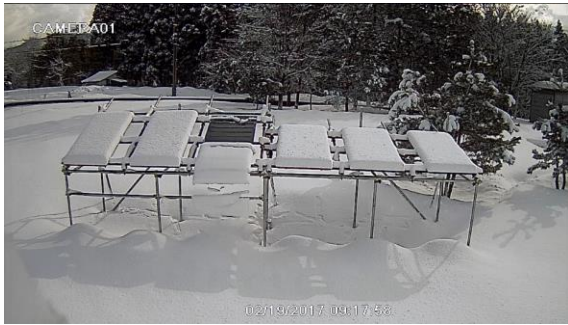


図7 2017.2.19 09:17:25, 長岡市

勾配:左3枚-4寸勾配,右3枚-2寸勾配

塗料種類:左-超撥水塗料,中-シリコン塗料,右-滑雪塗料

### 3.3 風洞を用いた着雪実験

風洞の温度を $-2^{\circ}\text{C}$ ,  $+2^{\circ}\text{C}$ の2水準, 風速を $5\text{m/s}$ ,  $10\text{m/s}$ の2水準, 吹き付ける雪は乾雪と湿雪を用いて着雪実験を行った。その結果, ワックス添加滑雪塗料はワックス添加量, 風雪条件にかかわらず全ての実験パターンで着雪を確認した。しかし, 試験後の板材に着雪した雪の除去は容易であった。一方, 超撥水性を示す塗料を塗装した板材は, 初期の着雪防止に有効であった(図8)。


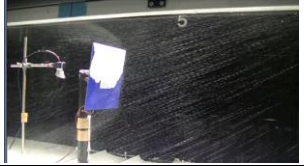

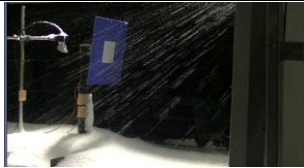
滑雪塗料	超撥水塗料
風雪条件: 室温 $-2^{\circ}\text{C}$ 、風速 $5\text{m/s}$ 、雪温・プレート温度: $-2^{\circ}\text{C}$	
	
風雪条件: 室温 $2^{\circ}\text{C}$ 、風速 $5\text{m/s}$ 、雪温・プレート温度: $2^{\circ}\text{C}$	
	

図8 風雪10分後の試験板の状況

## 4 結言

ワックス添加滑雪塗料の滑雪機能の現象把握のため, 国立研究開発法人防災科学技術研究所雪氷防災研究センターとの共同研究により, 人工降雪装置を用いた低温実験と風洞試験, 暴露試験を行った。

その結果, 以下の知見が得られた。

1) 4寸架台に設置された滑雪塗料は屋根パネルと積雪面に融雪水がなく, 滑雪に働くと思われる温度変化による体

積膨張・収縮や風などの外部力なしの状況でも, 表面に選択的に存在するワックスの効果により, 積雪自重で落ちる。

2) 4寸架台に設置された滑雪塗料を塗装した屋根パネルに $-2^{\circ}\text{C}$ で雪を約 $35\text{kg}$ (積雪深:約 $15\text{cm}$ )積もらせ, 室内を $+2^{\circ}\text{C}$ へと変化させたところ, 屋根パネルと積雪面の温度が $0^{\circ}\text{C}$ を超えたところで, 雪が滑り落ちることを確認した。

3) 風洞試験の結果, 滑雪塗料は風雪条件にかかわらず着雪を確認した。しかし, 試験後の板材に着雪した雪の除去は容易であった。また, 超撥水性を示す塗料を塗装した板材は, 初期の着雪防止に有効であった。

本研究は, 今後も「機能性コーティング材料の開発」として継続して検討する。

## 謝辞

本研究は, 東北大学が実施した「東北発 素材技術先導プロジェクト(素材技術研究開発拠点形成事業費補助金事業)」のうち超低摩擦技術領域の支援を受けて実施した。研究代表者を務める栗原和枝教授をはじめ田邊准教授に多大なアドバイス・ご協力をいただいた。ここに, 謝意を表す。

## 参考文献

- 1) 柳澤憲史:摩擦を利用した着雪・着氷防止技術の展開, トライボロジスト, 69, 12(2016), 25-30
- 2) KF アテイン株式会社 HP  
[http://www.attain-wax.com/paints\\_about-kfattain/](http://www.attain-wax.com/paints_about-kfattain/)



【研究論文】

【平成27～28年度 県単研究】

## ものづくり現場での生産性向上ニーズに対応した3次元画像処理技術の開発

太田 晋一, 荒木 武, 今井 和彦, 小野 仁  
機械電子情報技術部

現在, ものづくりの開発現場・生産現場では, 3次元画像計測が普及してきているが, その計測データの活用は限定的である。そこで, 本研究では, ものづくり現場での生産性向上や形状不具合の低減を目指し, 3次元画像計測データの高度な利活用技術の検討を行った。

具体的には, 現物ベース測定データの活用技術の検討に取り組み, 5つのデータ変換手法の実験と評価を行い, 解析や設計等に活用できることを確認した。また, 大型複雑形状の測定データ活用技術の検討にも取り組み, 大型複雑形状の全体形状を短時間で測定し, その測定点群に各種処理を適用し, 形状を抽出することで, 設計等に活用できる可能性があることを示した。

また, 産業技術総合研究所及び全国公設試との連携により, 3D3プロジェクトに参画し, クローズドループエンジニアリングの実証評価にも取り組んだ。

キーワード: 3次元画像, 3次元デジタイザ, 点群処理, サーフェース生成, ボリュームメッシュ,  
クローズドループエンジニアリング

## 1 緒言

近年, 3次元デジタイザ等の高精度化・低価格化が進み, ものづくりの開発現場・生産現場では, 3次元画像計測が普及してきている。しかしながら, その計測データの活用は, 設計データとの比較検査など限定的である。そこで, 本研究では, ものづくり現場での生産性向上や形状不具合の低減に寄与するために, 3次元画像計測データの高度な利活用技術の検討を行った。具体的には, 現物ベース測定データの活用技術の検討, 及び, 大型複雑形状の測定データの活用技術の検討について取り組んだ内容を報告する。

また, 産総研及び全国公設試との連携により, 3D3プロジェクトに参画し, クローズドループエンジニアリング<sup>1)</sup>の実証評価に取り組んだ内容についても報告する。

## 2 現物ベース測定データの活用技術の検討

## 2.1 背景

ものづくりの開発現場・生産現場では, 設計データ通りに, ものをつくることを目指している。しかし, 様々な原因から, 現物の形状と設計データとの間には違いが生じてしまう。

ものづくりの生産性の向上や形状不具合低減のためには, この設計データと現物の形状の差異を測定し, その測定データを設計や解析にフィードバックし活用できるようにする必要がある。そこで, 測定データを設計や解析に活用するための各種データ変換手法について実験と評価を実施した。

## 2.2 測定方法

図1に被測定物の外観を示す。被測定物は, 樹脂を切削加工したものを使用した。寸法は, 約76×108×26mmである。測定機は, 3次元デジタイザ Comet5 (ドイツ Steinbichler社製)を使用した。図2に測定の様子を示す。



図1 被測定物の外観 図2 測定の様子

Comet5 の測定方法は, 測定物を回転テーブル上に置き測定する。スキャニング方式は, プロジェクタパターン投

影方式<sup>2)</sup>である。プロジェクタパターン投影方式とは、プロジェクタから明暗の縞模様パターンを測定対象物に投影し、縞の歪み具合をカメラで読み取ることで3次元形状を計測する方式である。

図3に測定データを示す。測定データは、点群またはメッシュ形式である。メッシュ形式とは、点群を三角形で繋いだ形式であり、STL形式で出力される。

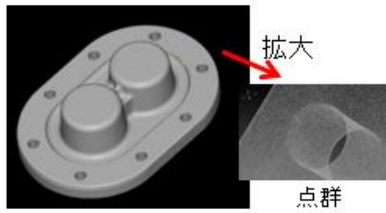


図3 測定データ

図4に、現物の測定データと設計データとの差分カラーマップ評価結果を示す。図4のカラーマップ評価結果は、±10mmの範囲で計算し、分割範囲±0.1mm、分割数20分割で表示したものである。現物と設計データは、3σで0.573mmの違いがある。

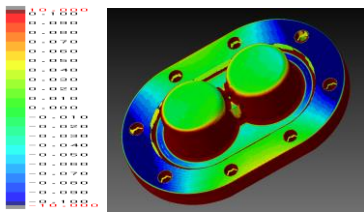


図4 測定データと設計データとの  
差分カラーマップ評価結果  
(分割範囲±0.1mm, 20分割)

### 2.3 各種データ変換手法の評価結果

STL形式の測定データに対して、表1の5つの手法で、データ変換を行った。

表1 検討した5つのデータ変換手法

番号	データ変換手法
①	半自動サーフェス生成
②	自動サーフェス生成(均等分割)
③	自動サーフェス生成(形状特徴分割)
④	ソリッド生成
⑤	ボリウムメッシュ生成

表2～6に、これらの5つの手法でのデータ変換の結果を示す。変換時間の目安、形状再現性の精度及びデータ容量の評価結果も示す。生成データと測定データの差分カラーマップ評価結果は、分割範囲±0.1mm、分割数20分割である。緑色の範囲が多いほど、測定データに対して、より忠実な、形状再現性の精度が高いデータ変換ができていくことになる。

表2 ①半自動サーフェス生成の結果

データ変換結果	
生成データと測定データとの差分カラーマップ評価結果	
変換時間(目安)	約8時間
精度(3σ) [mm]	0.375mm
容量 [KB]	4, 945KB
備考	手作業が多い。

表3 ②自動サーフェス生成(均等分割)の結果

データ変換結果	
生成データと測定データとの差分カラーマップ評価結果	
変換時間(目安)	約30分
精度(3σ) [mm]	0.033mm
容量 [KB]	28, 959KB
備考	解析及び設計参照用。

表4 ②自動サーフェース生成(形状特徴分割)結果

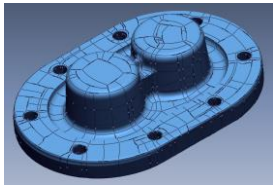
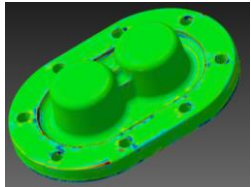
データ変換結果	
生成データと測定データとの差分カラーマップ評価結果	
変換時間(目安)	約30分
精度(3σ) [mm]	0.096mm
容量 [KB]	9, 164KB
備考	解析及び設計参照用.

表5 ④ソリッド生成の結果

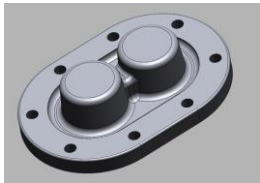
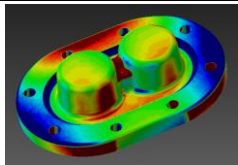
データ変換結果	
生成データと測定データとの差分カラーマップ評価結果	
変換時間(目安)	約2時間
精度(3σ) [mm]	1.074mm
容量 [KB]	991KB
備考	設計用.

表6 ⑤ボリュームメッシュ生成の結果

データ変換結果	
生成データと測定データとの差分カラーマップ評価結果	
変換時間(目安)	約20分
精度(3σ) [mm]	0.004mm
容量 [KB]	3, 859KB
備考	解析用のみ.

これらの結果より、②、③の自動サーフェース生成、及び、⑤のボリュームメッシュ生成で、目標としていた形状再現の精度0.1mm以内を実現できている。

②、③の自動サーフェース手法は、短時間で形状再現性の高いサーフェース生成が可能である。均等分割は自由曲面が多い形状の場合、形状特徴分割は幾何的な形状の場合に使い分ける必要がある。④のソリッド生成は、形状再現の精度は低い、設計などに幅広く活用できる。⑤のボリュームメッシュ生成は、解析用のみとなるが、短時間で、非常に高い精度でデータ変換が可能である。

本実験により、これらの5つのデータ変換手法の中から、特徴を踏まえた上で、目的に応じた適切な手法を選択することが可能となった。

## 2.4 実用的な部品での応用検討

実用的な部品での応用検討として、鋳物自動車インペラ部品での各種データ生成手法の実験を行った。図5に被測定物の外観、図6に測定の様子を示す。図7に、測定データと設計データとの差分カラーマップ評価結果を示す。

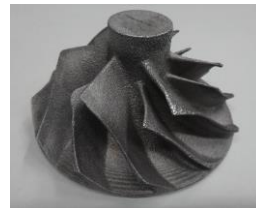


図5 被測定物の外観

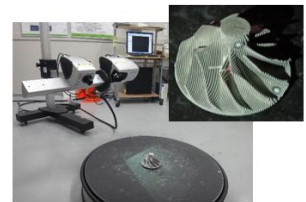


図6 測定の様子

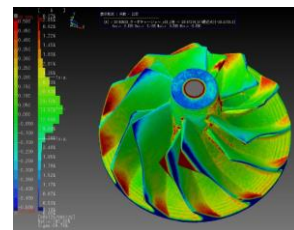


図7 測定データと設計データとの差分のカラーマップ評価結果  
(分割範囲±0.5mm, 20分割)

図8に、自動サーフェース生成(形状特徴分割)、ソリッド生成、ボリュームメッシュ生成の各データ変換手法を適用した結果を示す。

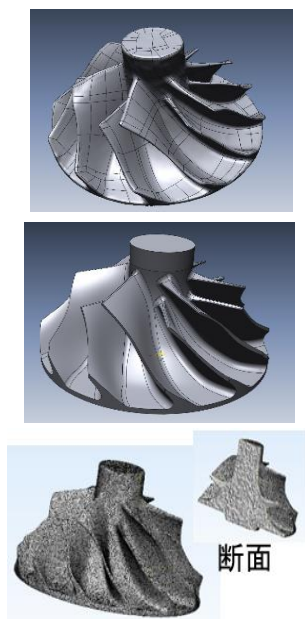


図8 各種データ変換手法の結果  
(上:自動サーフェス, 中:ソリッド, 下:ポリウムメッシュ)

本応用検討により、実用的な部品においても、各種データ生成手法が活用できることが確認できた。今後は、実際の県内企業への技術支援での活用を行いたい。

なお、本応用検討の内容については、(公社)日本鑄造工学会東北支部の平成28年度会報でも紹介させて頂いている<sup>3)</sup>。

実験に用いた鑄物インペラー部品は、「戦略分野オープンイノベーション環境整備事業(東北経済産業局)」にて秋田県産業技術センターに導入した3D鑄型積層造形装置(鑄型プリンタ)を活用し、東北各県公設試の鑄造分野担当職員が連携し試作した部品を使用させて頂いた。この場をお借りし、関係各位に感謝申し上げます。

### 3 大型複雑形状の測定データ活用技術の検討

#### 3.1 背景

ものづくりの開発現場・生産現場では、1m～4m程度の大型で、更に、数十から百点を超えるような多くの部品が組み合わさった複雑な状態での製品形状を把握する必要がある場面がある。このような場合、従来は、熟練した技術者が、ノギス等を用いるなどし、匠の技による測定が必要であった。

そこで、平成27年度に新規導入したポータブル3Dデジタイザを活用し、その測定データに対して、各種点群処理を適用することで、大型で複雑な製品の部品の位置関係

を短時間で把握し、設計などに活用することが可能かの実験を行った。

#### 3.2 測定及びデータ処理方法

測定物は、大型で複雑な自動車のエンジンユニットを用いた。

測定機は、ポータブル3DデジタイザHandyScan700(カナダCreaform社製)を使用した。図9にポータブル3Dデジタイザの外観を示す。

HandyScan700の測定方法は、人間が測定機を持ち動かしながら測定する。大型の測定物を短時間で測定できる特徴を有する。測定物又はその周辺に専用のマーカの貼り付けが必要である。マーカは、1ショットの測定範囲275×250×250mmに最低3点以上貼り付ける必要がある。スキニング方式は、レーザ光切断方式<sup>4)</sup>である。レーザ光切断方式とは、ラインレーザーを測定物に投影し、そのレーザーの反射光をカメラで撮影することで3次元形状を測定する方式である。



図9 ポータブル3Dデジタイザの外観

図10に被測定物の外観及び測定の様子を示す。測定時間は、約1時間であった。その1時間のうち、約30分がマーカの貼り付け時間であった。測定物には樹脂の黒色や鑄物の銀色など色合いが異なる部品が含まれているため、レーザーの強度を調整しながら測定を行った。



図10 被測定物の外観及び測定の様子

図11に測定データとマーカースの認識結果を示す。本測定では、21個のマーカースを使用している。

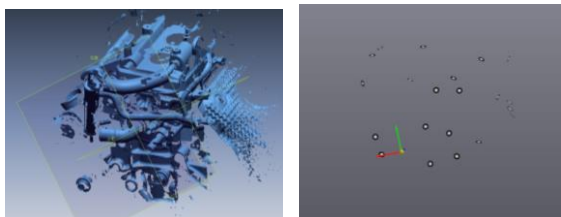


図11 測定データとマーカースの認識結果(21個)

測定データに対して、ノイズ除去、セグメンテーション処理を行った結果を図12に示す。図13に形状の抽出結果を示す。

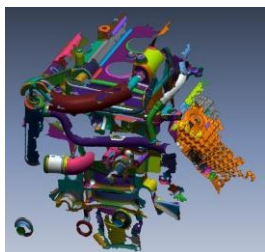


図12 ノイズ除去とセグメンテーション処理後

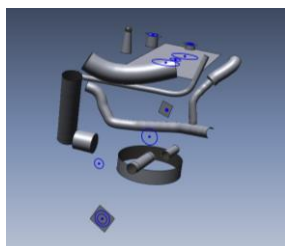


図13 形状の抽出結果

大型で複雑な形状の測定物の場合、部品点数が多く、奥まった箇所や重なる箇所が多くなるため、測定データは、欠落が非常に多くなる。そのような測定物に対しても、マーカースの貼り付け方法やレーザ強度の調整などの適切な測定方法を行い、測定データに対するノイズ除去などの点群処理を適切に行うことにより、部品形状の抽出することができ、設計などに活用できる可能性があることを示すことができた。

ノイズ除去の方法によっては、必要な箇所までもノイズとみなしてしまい除去してしまう可能性があることなどは、今後の課題である。

### 3.3 実用的な製品での応用検討

大型で非常に複雑な実用的な製品での応用検討として、

1人乗り自動車のバギーカーを用いて、測定及びデータ活用が可能かの応用検討を行った。測定物のサイズは、約1400×760×950mmである。

図14に測定データとマーカースの認識結果を示す。測定時間は約2時間であった。453個のマーカースを使用している。マーカースは3人で分担して貼り付けた。

図15にノイズ除去、図16にセグメンテーション処理の結果、図17に形状の抽出結果を示す。

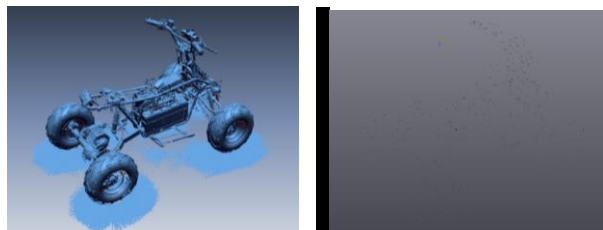


図14測定データとマーカース認識結果(453個)

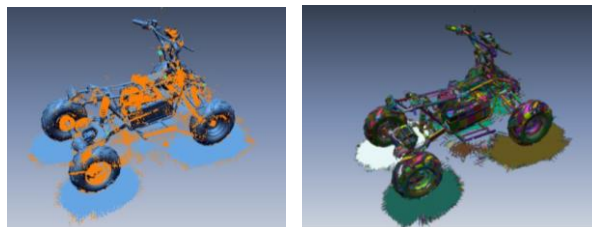


図15 ノイズ除去

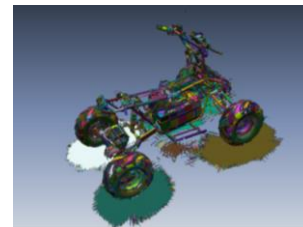


図16 セグメンテーション

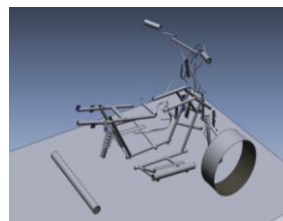


図17 形状の抽出結果

このように大型で非常に複雑な製品でも、測定及び各種点群処理を適切に行うことで、部品形状を抽出でき、実際の設計等にデータを活用できる可能性があることが確認できた。今後は、実際の県内企業への技術支援での活用を行いたい。

本実験において、測定物の提供及び実験にご協力頂いた各位に感謝申し上げます。

## 4 3D3PJクローズドループエンジニアリングの実証評価

### 4.1 背景

クローズドループエンジニアリングとは、3Dデジタル

やX線CT等により現物を測定し、その現物の測定データを設計や解析にフィードバックし、クローズドループ化する手法である<sup>5)</sup>。近年、ものづくりの形状品質の高度化や生産性を向上するために、クローズドループエンジニアリングに対する期待が高まっている。

そのような中、産総研地域連携戦略予算プロジェクト「3D3計測エボリューション(3D3プロジェクト)」<sup>5)</sup>に参画し、産総研及び全国公設試と連携し、クローズドループの実証評価を行った。当センターでは、共通課題及び地域課題2に取り組んだ。それらの概要を簡単に紹介する。詳細については、別途、3D3PJ報告書<sup>6), 7)</sup>を参照頂きたい。

なお、本プロジェクトは、造形、計測、データ解析など幅広い知識が必要となるため、当センターの部署間(企画・事業推進部、自動車産業支援部、材料開発・分析技術部及び機械電子情報技術部のメンバー)の連携により実施している。

#### 4.2 共通課題の取り組み内容

共通課題では、3Dプリンター造形物の経時変化について評価を行った。図18に造形物、図19に測定の様子を示す。第1回目の測定時期は2016年1月、第2回目の測定時期は約8ヵ月後の2016年9月である。図20に、第1回目の測定データに対する第2回目の測定データの差分カラーマップ評価の結果を示す。数値評価は、球測定、面測定、円測定を行った。カラーマップ評価結果及び数値評価結果から、全体的にやや膨張している傾向にあることが分かった。



図18 造形物

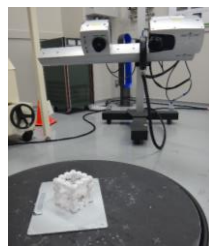


図19 測定の様子

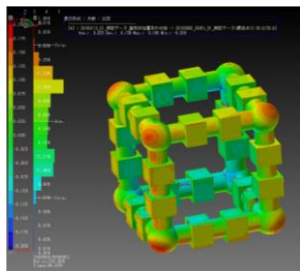


図20 経時変化の差分カラーマップ評価結果  
(分割範囲±0.2mm, 16分割)

#### 4.3 地域課題2の取り組み内容

地域課題2では、2次元的な器物によるXY面内の誤差について評価を行った。図21に造形物、図22に測定の様子、図23に穴測定の例を示す。測定物固有の幾何的誤差を検出するために、反転法による測定を行った。図24に設計値からの差を示す。図24は、設計値からのずれ量の傾向を視覚的に把握しやすいように誤差拡大100倍している。光造形方式は、他の造形方式と比較して、誤差が少ない傾向にあった。設計値からのずれ量の補正方法は、次年度検討予定である。

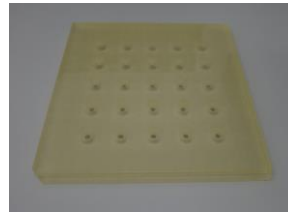


図21 造形物



図22 測定の様子

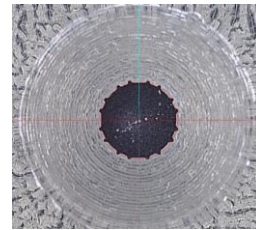


図23 穴測定の例

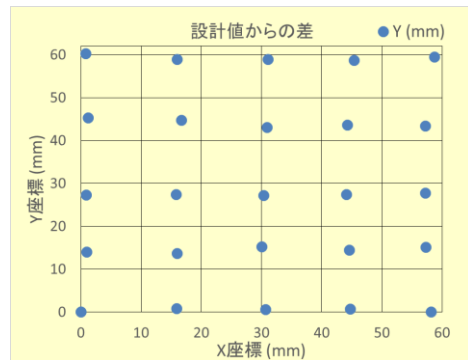


図24 設計値からの差(誤差拡大100倍)

#### 5 結言

3次元画像計測データの高度な利活用技術の検討を行った。現物ベース測定データの活用技術の検討では、5つのデータ変換手法の実験と評価を実施した。各種変換手法のメリットとデメリットを明らかにすることで、目的に応じた適切なデータ変換手法を選択することが可能となった。大型複雑形状の測定データ活用技術の検討では、ポータ

ブル3Dデジタイザを活用し、大型で複数の形状を短時間で測定し、その測定データに対して、各種点群処理を適用することで、部品形状を抽出し、設計などに活用できる可能性があることを示した。

また、産総研、全国公設試及び所内部署間の連携により、3D3プロジェクトに参画し、クローズドループエンジニアリングの実証評価を実施した。

3次元画像計測とデータ活用に関する宮城県内のものづくり企業からのニーズは年々増加している。本研究により得た知見やノウハウを、迅速に実際の県内企業に対する技術支援に活用することで、ものづくりの開発現場・生産現場での生産性向上や不具合低減に寄与したい。

#### 参考文献

- 1) 鈴木 宏正:“3次元計測とデジタルエンジニアリングの融合”, 精密工学会誌, Vol.70, No.10, pp.1205-1208, 2005
- 2) 吉澤 徹:「最新 光三次元計測」, 2007
- 3) 太田 晋一:“3Dデジタイザの概要(解説記事)”, (公社) 鑄造工学会東北支部 会報2017.3 第52号, 2017
- 4) 吉澤 徹:「最新 光三次元計測」, 2007
- 5) 産総研:産総研地域戦略予算プロジェクト「3D 計測エボリューション」全体課題実施ガイドライン(2016)
- 6) 太田 晋一 他:「3D3PJへの取り組み(全体課題)」, 産総研「3D3計測エボリューション」最終報告書(2017)
- 7) 太田 晋一 他:「3D3PJへの取り組み(地域課題2)」, 産総研「3D3計測エボリューション」最終報告書(2017)

【研究論文】

【平成28年度 県単研究】

## 有機半導体デバイスの可能性検討

小松 迅人, 高田 健一  
機械電子情報技術部

有機半導体, 有機エレクトロルミネッセンス(EL) の応用デバイス製品は, 太陽電池, スマートフォンや塗布型半導体などの開発が本格化し大幅な世界市場になると予想されている。有機半導体は, 基板上への塗布やスクリーン印刷などによって素子形成が可能であるため, プロセスの低コスト化が図られるので大いに期待されている。しかしながら, 中小企業が有機半導体に対して取り組めない要因としては, 関連材料が研究・開発段階のため非公開の部分が多く実態が掴めないことや, 試作可能なネットワークが無いことが挙げられる。本調査では, 中小企業が, 有機半導体への取組みを検討する際の情報収集あるいは試作評価に必要とされる支援ネットワーク構築を目的として先進機関への調査訪問等を実施した。これらの調査結果は, 県内企業への有機半導体に関する情報提供および今後の展開検討の際に活用されることが期待される。

キーワード: 有機半導体, 有機エレクトロルミネッセンス(EL), 太陽電池, スマートフォン, プロセス, スクリーン印刷, 塗布

## 1 緒言

有機エレクトロルミネッセンス(EL), 有機半導体の応用デバイス製品は, ディスプレイや照明の拡大と太陽電池や半導体などの開発が本格化し, 大幅な世界市場になると大手シンクタンクなどで予想されている。有機半導体応用製品の特徴は, 薄く軽くでき柔軟性に富むことから, 曲げられるディスプレイや太陽電池などをプラスチック等の基板上に作れるなどの利点がある。一方で, 半導体プロセスや新開発の材料を活用するため高コスト傾向, 材料制御の難しさなどの課題がある。大手企業で一旦は停滞していた有機ELデバイス開発ではあるが, 最近では薄型ディスプレイ, 曲面スマートフォン等に代表される製品の生産予定を発表するなどの動きがでてきている。

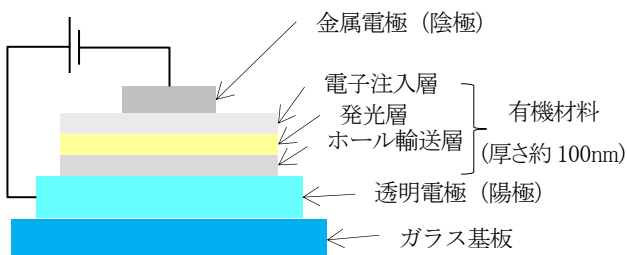


図1 有機ELの代表的な構造例

また, 有機半導体は, その特徴を活かし, 基板上への塗布や印刷によって素子形成が可能であるため, スクリーン印刷での作製が報告されており, 低コスト化のプロセスのひとつとして中小企業が扱うターゲットに想定される。

本調査では, 地域企業から要望が出てきている有機半導体材料およびプロセス等について, 最近の研究動向を把握するとともに, これが地域中小企業へ展開する可能性について先進機関訪問等に聞き取り調査を行った。

## 2 調査方法

有機EL, 有機半導体を扱える機関が限られていることや研究機関等からは開発段階の部分が多く情報を取得し難いなどの現状から実態が掴み難い状況のなか, 下記のアプローチで調査を実施した。

- 1) 有機EL, 有機半導体に興味を持っている地域中小企業からの具体的な検討アイテムや展開可能性の聞き取り調査
- 2) 有機半導体に関する文献研究
- 3) 先進研究機関訪問調査
  - ・国立研究開発法人 産業技術総合研究所  
フレキシブルエレクトロニクス研究センター
  - ・山形大学 有機エレクトロニクス研究センター



## 2.1 分子量によるプロセスの違いと特徴

有機材料には分子量の低い低分子系と導電性ポリマーなどを用いている高分子系とがある。それぞれの成膜プロセスおよび特徴は、低分子系は主に真空蒸着法などを用いることによりナノレベルの精密な膜厚制御が可能で、高分子系はインキ化できるため、膜厚数 $\mu\text{m}$ の制御可能な各種印刷法が活用できる。

## 2.2 開発動向

有機半導体関連では、大手企業においてディスプレイや照明器具として発表されているが、最新の取組み事例として、「材料」は、酸化物半導体に匹敵する移動度 $10\text{cm}^2/\text{Vs}$ の低分子系の材料開発(東京工業大学の半那教授ら)<sup>1)</sup>、「応用」では、材料開発とともにインクジェット印刷で作製する有機トランジスタの集積回路(山形大学の時任教授ら)<sup>2)</sup>、「製造技術」では、マイクロコンタクトプリントによるナノレベルでの転写技術の開発(産業技術総合研究所)<sup>7)</sup>が報告されている。

## 3 課題

有機材料は水分と酸素による影響を受けやすいため成膜時の制御やデバイスの封止が必要になりデバイスを生産するには、未だ全体として生産装置の高コスト化が避けられず、材料も高価であることが中小企業の参入障壁となっている。既に量産化されている大企業においても材料を安定させることができず生産の歩留まりが悪いことや、現状のシリコンプロセスと同等のデバイスを有機半導体等を用いて作製するには数年では解決できない材料開発などの課題があるとの報告がある。

有機材料は開発段階のモノが多く、中小企業が独自に開発を試みるには協力し並走する機関が必要と考えるが、中小企業の検討レベルと研究機関のレベルの乖離があるためネットワークが構築できていない現状がある。

## 4 結果及び考察

### 4.1 調査結果

これらの調査から、現段階では、中小企業が有機半導体材料を用いて製品化を行うには材料の不安定・高コスト、高価なプロセス装置や評価装置が必要な上、それらを扱

う高度な知識とスキルも必要になるなど参入するには高い障壁があり時期尚早であると思われる。

しかしながら、先取な取組みを志す企業に対しては、各研究機関からの協力をいただけるネットワークの構築ができたので対応検討ができる体制を開くことができた。

### 4.2 考察

調査にご協力いただいた産業技術総合研究所 フレキシブルエレクトロニクス研究センターの牛島副研究センター長からは、有機半導体の高移動度化等の材料開発の進展を踏まえ、有機半導体材料を用いたデバイス作製に親和性があるプリントエレクトロニクスの技術を構築しておくことが、現在の企業の事業にもなり得るので技術力を高める準備のひとつであるとの提案をいただいた。

また、製品開発や有機材料を活用した生産を検討する場合は、材料開発が重要な部分をしめており、高価な装置の導入のみだけでは解決できないため、装置化技術およびプロセス技術、材料技術間の擦り合わせを行っていくことが肝要であるとアドバイスをいただいた。

有機材料の活用において、中小企業の関心のひとつは、企業が保有の既存プロセス技術の延長線上に生産手段として展開が検討できるかである。上記のアドバイスから、いずれ有機半導体などの材料が安定していくことを踏まえると、中小企業のアプローチのひとつとして、高度化された有機半導体が中小企業でも扱えるようになった際の準備として、まずは回路作製などにターゲットを絞り実績を作っていくことも考えられる。

## 5 まとめ

有機EL、有機半導体の応用製品は、2020年までに大幅な伸びが予測され、今後、地域企業からも問い合わせが予想されるが、現段階では、今回の調査結果から中小企業の参入は時期尚早と考えられる。

一方、有機材料は各種印刷技術が活用できるので生産プロセスが簡素化できるなどの利点がある。プリントエレクトロニクス等で有機材料を用いた塗布技術を構築し実績をつくりながら高度化された有機半導体対応への準備をしておくことが、今後の企業対応力向上のアプローチのひとつになると考える。

本調査では、各研究機関からの協力をいただけるネットワークも同時に構築でき本件の支援体制がひらけたので、地域企業への情報提供および今後の展開検討に活用さ

れることが期待される結果が得られた。

尚、本調査の過程で参考となる文献が多数得られたので、Referenceにそのリストを示す。

#### 参考文献

- 1) Hiroaki Iino, Takayuki Usui & Jun-ichi Hanna "Liquid Crystals for Organic Thin Film Transistors" Nature Communications 6, Article number : 6828 (2015)
- 2) Shohei Norita, Daisuke Kumaki, Yu Kobayashi, Tsubasa Sato, Kenjiro Fukuda, Shizuo Tokito : Inkjet-printed copper electrodes using photonic sintering and their application to organic thin-film transistors . Organic Electronics 25, 131-134 (2015)
- 3) 福田憲二郎, 時任静士 : インクジェット印刷による有機トランジスタの作製と高性能化. 日本写真学会誌 77(2), 71-75(2014)
- 4) 時任静士 : 有機ELパネルの最新開発動向. 映像情報メディア学会誌 67(12), 1021-1023 (2013)
- 5) 高武正義: PE (印刷TFT) への反転オフセット印刷法の適用と機能性インク. 日本写真学会誌77(2), 58-64 (2014)
- 6) 佐野康: PE用高精細スクリーン印刷の課題を解決する「無変形スクリーン版」とペースト粘弾性. 日本写真学会誌77(2), 65-70 (2014)
- 7) 牛島洋史, 日下靖之 : 産総研TODAY 2013-01, 15
- 8) 牛島洋史: ディスプレイ/エレクトロニクス部材の印刷形成技術. 映像情報メディア学会誌 67(12), 1054-1060(2013)
- 9) 牛島洋史: プリンテッドエレクトロニクス実現を目指したプロセス技術開発. 日本印刷学会誌50(6), 458-462 (2013)
- 10) 佐野康: プリンテッドエレクトロニクス製品化を牽引する『第3世代』スクリーン印刷. 日本印刷学会誌50(6), 463-470 (2013)
- 11) 中山真志: Si結晶太陽電池における高精細スクリーン印刷の最新動向. 日本印刷学会誌50(6), 471-478 (2013)
- 12) 野村健一: スクリーンオフセット印刷を用いた高品質細線形成. 日本印刷学会誌 50(6), 479-483(2013)
- 13) 高武正義: 反転オフセット印刷のプリンテッドエレクトロニクス (印刷TFT) への適用. 日本印刷学会誌 50(6), 484-491(2013)
- 14) 小林大介: プリンテッド・エレクトロニクスにおけるグラフィック・オフセット印刷技術活用の薦め. 日本印刷学会誌 50(6), 492-495(2013)
- 15) 栗田泰市郎: フレキシブルディスプレイの研究・開発動向. NHK 技研 R&D, 4-17(2014)
- 16) 野村健一, 鍛冶良作, 牛島洋史, 岩田史郎, 大峠忍, 今若直人, 吉野勝美, 三井亮介, 佐藤隼也, 高橋誠哉, 中島伸一郎: 印刷で作る“然りげない”見守りのためのフィルム近接センサ - 非接触センサによる人感・呼吸モニタリング-. 生体医工学54(28), S257 Annual (2016)
- 17) 寺田信人, 上田雅行, 齊藤寛: ナノペーストによる微細配線の形成とプリンテッドエレクトロニクスへの応用. スマートプロセス学会誌 1(3), 133-137 (2012)
- 18) 高畑和紀: スクリーン印刷型有機EL素子. 高分子 51(2), 91 (2002)
- 19) 安達千波矢, 谷口彬雄: 有機エレクトロルミネッセンス材料. 高分子 47(7), 457-460 (1998)
- 20) 城戸淳二: 有機EL素子開発の現状と将来展望. 電気学会論文誌E(センサ・マイクロマシン部門誌) 117(3), 123-126 (1997)
- 21) 濱田正樹: 量産対応有機EL製造技術. 精密工学会誌 69(7), 924-929 (2003)
- 22) 半田晋一: 印刷技術によるフレキシブル有機EL製造技術. 精密工学会誌 69(7), 930-934 (2003)
- 23) 太田健一: 有機ELと印刷技術. 日本印刷学会誌 46(6), 268-273(2009)
- 24) 菰田卓哉: 有機EL照明の現状と課題. 電気設備学会誌 30(1), 20-23 (2010)
- 25) 土門孝彰: プリントブルデバイス実装技術の現状と展望. スマートプロセス学会誌 2(1), 17-21 (2013)
- 26) 小江宏幸, 永井優, 塚原次郎, 小西正暉, 増田淳, 吉田郵司: 大規模発電をターゲットとした高分子系有機薄膜太陽電池モジュール作製に関するコスト試算. 日本エネルギー学会誌 93(3), 271-277 (2014)
- 27) 中田行彦: 印刷法による省エネの有機ELと創エネの有機太陽電池. 日本印刷学会誌 49(5), 312-317 (2012)
- 28) 西真一: プリンテッドエレクトロニクスにおける印刷薄膜デバイスの積層プロセス. 日本写真学会誌 78(2), 66-69 (2015)
- 29) 吉田広幸&インフィニット・テクノロジーズ 共著: 「有機ELビジネス最前線」, 工業調査会(2002)
- 30) 城戸淳二: 「有機ELのすべて」, 日本実業出版社

(2003)

- 31) 谷口彬雄:「有機半導体の応用展開」, シーエムシー出版(2003)
- 32) 安達千波矢:「有機半導体のデバイス物性」, 講談社(2012)
- 33) 安達千波矢:「有機ELのデバイス物理・材料化学・デバイス応用」, シーエムシー出版(2007)

【研究論文】

【平成26～28年度 受託研究】

## 異方性グラファイトをヒートスプレッダーとして用いた高熱伝導パワーモジュール基材の開発

久田 哲弥<sup>1</sup>, 林 正博<sup>2</sup>, 阿部 宏之<sup>2</sup>  
 企画・事業推進部<sup>1</sup>, 機械電子情報技術部<sup>2</sup>

ハイブリッド車(HV)や電気自動車(EV)で使われているパワーモジュールは、制御するモーター出力の増大に伴い、高耐圧・大電流を扱えるものが求められてきている一方で、車載の場合は更に小型・軽量化の要求が高く、コンパクトで、かつパワー半導体からの発熱を効率よく放熱する技術が必要とされている。この放熱対策として、現在は銅またはアルミニウムといった高熱伝導率の材料をヒートスプレッダーとして基板の直下に配置し、熱を水平方向に拡散して効率よく放熱する方法が取られているが、近年では銅やアルミニウムよりも高い熱伝導率を有したヒートスプレッダー開発の要望が高くなっている。

そこで本研究開発では、近年実用化されつつある金属の数倍の熱伝導率を持つ高熱伝導グラファイトをヒートスプレッダーに応用するため、高熱伝導グラファイトのコンポジット化と、このグラファイトコンポジットを利用した放熱基板の製造技術を確立する。

キーワード: PV・EV, 高出力化, 高熱伝導グラファイト, ヒートスプレッダー

## 1 緒言

近年、ハイブリッド車(HV)や電気自動車(EV)の電力量の増大が見込まれており、銅やアルミニウムよりも高い熱伝導率のヒートスプレッダーの要望が高くなっている。

本研究開発は、高熱伝導グラファイトをヒートスプレッダーに応用した放熱基板の製造技術を確立するため、経済産業省の補助金である戦略的基盤技術高度化支援事業(サポイン事業)を活用し、株式会社名東技研がプロジェクトリーダーとなり、平成26年度から28年度にかけて実施したものである。本報告では宮城県産業技術総合センターが担当した以下の内容について述べる。

- 伝熱及び熱応力シミュレーションによる放熱基板設計
- 回路付き放熱基板の接合技術開発

## 2 伝熱及び熱応力シミュレーションによる放熱基板設計

回路付き放熱基板は高熱伝導グラファイト(以下、GHという)、セラミック基板(以下、SiNという)、銅板(銅配線回路)および銅製ヒートシンク等で構成されている。ここでは有限要素法によるシミュレーションにより、放熱特性が高く、ろう付け時、または稼働時の熱変形が小さい構成部材の厚さおよび配置を検討する。

## 2.1 放熱特性が高い放熱基板構成の探索(伝熱解析)

放熱特性の解析モデルは、パワー半導体(以下、Siという)から銅製ヒートシンクの間でSiN1枚とGH2枚を厚さと配置を任意に変えた①から③までの3種類の解析を行った。また参考として、GHがない④と、①のGHを銅に置き換えた⑤の解析も行った。表1に解析で用いた材料特性を示す。

表1 解析で用いた材料特性

素材名	熱伝導率(W/m/K)
銅	404
SiN	100
ろう材	394
GH	結晶方向:1700 積層方向:7

解析は1/4モデルとし、Siの表面から100W(全モデルでは400Wに相当)の熱が流入し、熱を逃がすヒートシンクの端面(60℃一定)から熱が逃げる条件で行った。

図1は解析で得られたSiの最高温度であり、最高温度が低いほど放熱特性が高いと言える。この図から、GHの存在により放熱特性が向上すること、また①の配置が最も放熱特性が高いことがわかる。

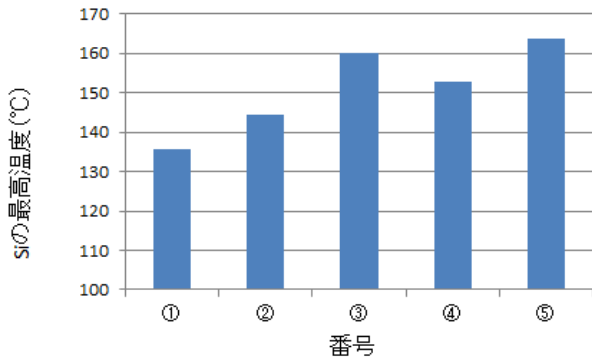


図1 部材の厚さと配置を変えたときのSiの最高温度

図2は、①を基準としてGH、銅板およびヒートシンクの厚さを2倍および半分にしたときの解析(⑥～⑪)で得られたSiの最高温度である。この図から各部材の厚さの影響が明らかになったが、GHについては一定以上厚みを変えても放熱特性が変わらなくなることが平成26年度の成果で得られており、コストとの兼ね合いから最適な厚さをシミュレーションで求める必要がある。

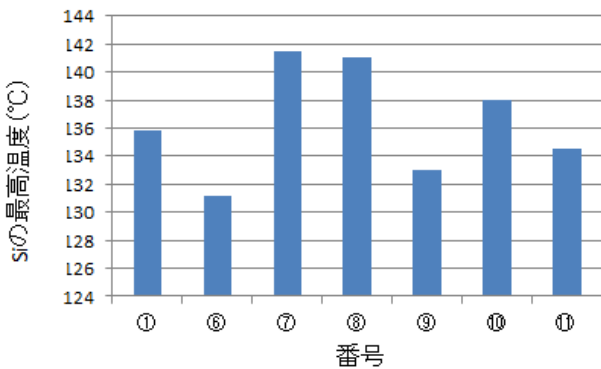


図2 部材の厚さを変えたときのSiの最高温度

## 2.2 熱変形が少ない放熱基板構成の探索(熱応力解析)

本解析の目的は部材の厚さや配置を変えることで、ろう付け後や稼働時の熱変形が抑えられる構成を見つけ出すことである。表2に解析で用いた材料特性を示す。なおGHの値については九州大学のユン・宮脇研究室のデータを用いた<sup>1)</sup>。また、ろう材については、非常に薄いことや材料特性が不明であることから、本解析ではモデル化を省略した。

実施した解析は以下のとおりである。

- ろう材の融点である770°Cに加熱し接合された後、室温の20°Cまで温度が下がったときの熱変形

- Siが稼働したときの温度分布を伝熱解析で求め、(1)の応力分布を初期値とした熱変形

表2 解析で用いた材料特性

素材名	ヤング率 (GPa)	ポアソン比	線膨張係数 $\times 10^{-6}(1/^\circ\text{C})$
銅	129.8	0.3	16.8
SiN	308	0.29	2.7
GH ( $x,z$ が結晶方向)	$x,z: 1020$ $y: 36$	$\nu_{xy}: 0.16$ $\nu_{yz}: 0.34$ $\nu_{zx}: 0.012$	$x,z: 0.3$ $y: 28$

熱変形については平成27年度に基礎的な解析を行っており、以下の知見が得られている。

- 実験で得られた試作品とシミュレーションの結果から、反り量は定量的には一致しないが、反り形状の傾向は一致しており、シミュレーションによる定性的な評価は可能である
- 銅やGHの厚さを変えることによる変形の傾向
- 銅、GH、SiNの配置および厚さを最適化することで熱変形が大きく抑えられる

これらの知見を踏まえて、部材の配置や厚さを変えた15種類について解析を行った。なお、反り量は放熱基板の厚み方向の変形量の最大値(プラス)と最小値(マイナス)の差として定義している。

図3は770°Cから室温に下げたときの反り量と稼働時の温度分布発生時の反り量を、図4は稼働時の放熱基板の最高温度を示している。この結果から、S2-1からS2-3の形状で反り量を大きく低減できることがわかった。その一方で、部材の厚さについて放熱特性と反り量が相反の関係にあることから、両者の仕様を満足する最適な放熱基板の設計のノウハウを獲得する必要がある。

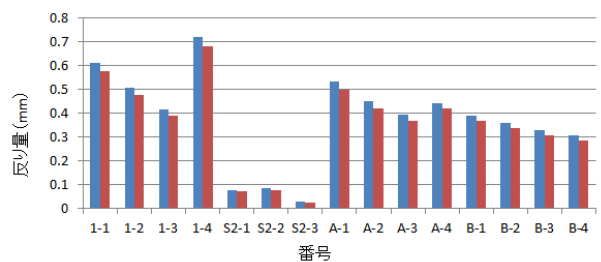


図3 各放熱基板の反り量(青:室温時, 赤:稼働時)

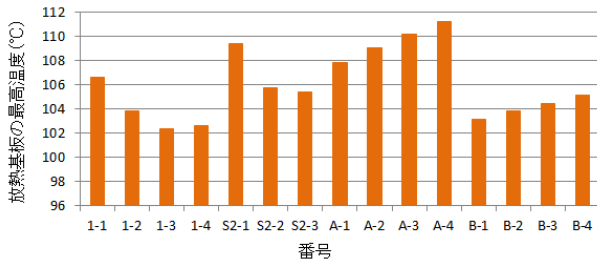


図4 各放熱基板の稼働時のSiの最高温度

### 3 回路付き放熱基板の接合技術開発

本研究開発の課題の1つに、接合部の強度向上が挙げられていた。ここでは、GH、SiN、銅の濡れ性やそれらの接合強度を向上させるため、それぞれの構成部材に表面処理を施す方法を試み、実際に接合品を作製し、信頼性評価を行った結果について報告する。

#### 3.1 試料作製

表面処理はSiNと銅板の片面と、GHの両面に施し、SiN、GH、銅の順番で実際にろう付けを行った。作製したサンプルのサイズは2インチ角程度である。

ろう付け後の接合品の外観写真を図5に示す。接合品は表面処理の方法が異なる①～③の3種類を作製した。いずれの接合品においても、接合後の基板のはく離や大きな変形などの外観上の不具合は認められなかった。

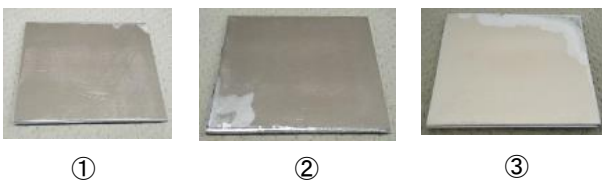


図5 接合品の外観写真

#### 3.2 評価

作製した接合品から20×20mm程度の試料を切り出し、温度サイクル試験に供した。

温度サイクル試験の条件は(a)-40～200℃×200サイクル、(b)-40～150℃×1000サイクルの2条件で、いずれも、さらし時間は12分とした。(a)の条件では100サイクル後と200サイクル後、(b)の条件では500サイクル後と1000サイクル後のサンプルについて銅/GH接合面の超音波探傷試験を行った。

### 3.3 結果

#### (a) -40～200℃

いずれの試料においてもサイクル数の増加とともに図6の矢印で示す場所に「きず」と思われる反射信号の発生および増加が見られた。

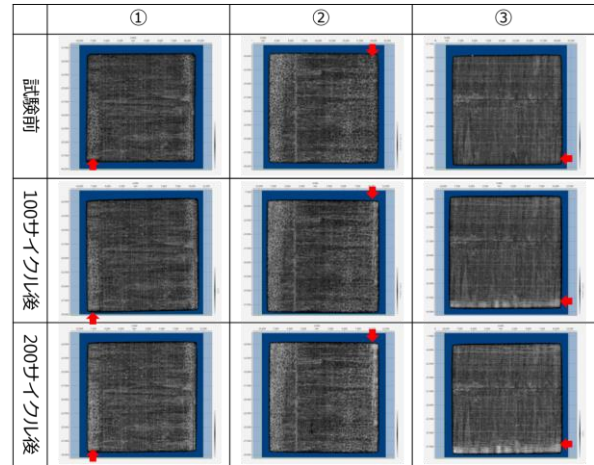


図6 銅/GH接合面の超音波探傷画像 (-40～200℃)

#### (b) -40～150℃

①の場合、サイクル数が増加しても接合部の状態は試験前とほぼ変わらず、新たな「きず」の発生は見られなかった。一方、②及び③では図7の矢印で示す場所において500サイクル後に新たな「きず」の発生が認められ、1000サイクル後には「きず」がより顕著になっていることがわかった。

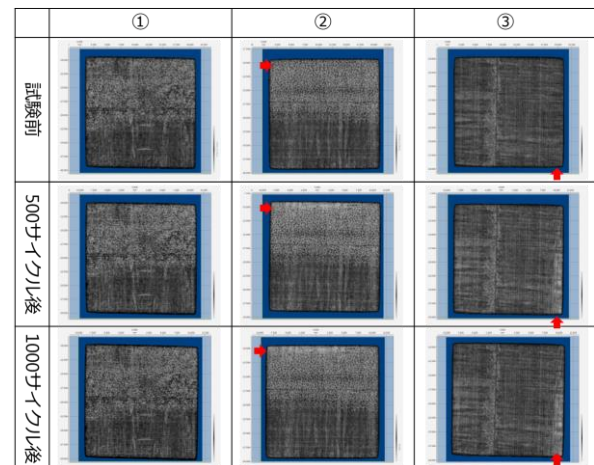


図7 銅/GH接合面の超音波探傷画像 (-40～150℃)

以上の結果から、表面処理の違いによって、接合部の強度(信頼性)に違いが現れることがわかった。

#### 4 結言

本研究により、以下のことが明らかになった。

- (1) 伝熱解析により最も放熱特性が高いGHおよびSiN基板の配置を、また、熱応力解析により、最も反り量が低減できる基板の構成を明らかにした。
- (2) 放熱特性の良い構成と反り量が低減できる構成は異なっている。シミュレーションは放熱基板設計において強力なツールであるが、設計のノウハウが重要である。
- (3) 接合する基板への表面処理の違いによって、接合部の強度(信頼性)に違いが現れることがわかった。

#### 参考文献

- 1) [http://carbon.cm.kyushu-u.ac.jp/handout/emef/2011\\_9.pdf](http://carbon.cm.kyushu-u.ac.jp/handout/emef/2011_9.pdf)

【研究論文】

【平成27～28年度 県単研究】

## ヘルスケア現場ニーズ呼応型技術開発

島 純子, 伊藤 利憲, 篠塚 慶介  
企画・事業推進部

近年日本の国民医療費は増加傾向にあり、それに合わせて医療産業の拡大と医療現場の環境改善が強く求められている。経済産業省は、このような社会的背景を元に医療、介護、福祉という包括的な産業をヘルスケア産業と位置づけ<sup>1)</sup>、積極的に各自治体へ医療産業への支援活動を促す施策を出している。<sup>2)</sup>

宮城県では平成25年度よりみやぎ高度電子機械産業振興協議会と宮城県、そして県内医療機関(県立がんセンター、県立こども病院等)が連携し、薬事法に抵触しない範囲の医療現場ニーズ(コ・メディカルニーズ)を収集し、県内企業へ情報提供と製品開発の支援を行っている。

本研究では医療関連産業への企業の参入活性化を目的として、医療機関側のニーズに基づく企業と連携した製品開発を行ったほか、外部機関との連携による新たな開発基盤づくりにも取組んだものである。

キーワード: コ・メディカル, 医療現場ニーズ, 医療関連機器

## 1 緒言

県内中小企業は近年成長が進む医療関連産業への参入を希望している一方、医療現場ニーズの把握不足や医療業界への参入方法が分からないという問題を抱えている。このような背景により宮城県とみやぎ高度電子機械産業振興協議会(高度電子機械市場における取引の創出・拡大を目指す県内企業を会員とした団体<sup>3)</sup>)では、県内の医療機関の看護師などに対し、治療業務以外における医療環境の改善を目的とした現場ニーズのヒアリングを実施した。ヒアリングを元に得られたニーズのうち製品化の可能性がある情報については県内の協議会会員企業へ情報提供を行い、医療関連機器開発の呼びかけを行った。

そのような中で過年度の研究では、最初に医療機関のニーズの具現化を中心に取り組み、3Dプリンタで製作したプロトタイプモデルでの現場検証など製品化の可能性を探求した。次の段階では企業と共にニーズ製品の開発を行い、医療機関への製品導入も実現した。

そこで本研究では、さらに医療関連産業へ未参入の県内企業に対し積極的にニーズの情報提供と技術的支援を行い、医療現場ニーズの製品化の実現に取組んだ。

## 2 研究の実施体制

図1に本研究の実施体制を示す。県立医療機関を中心に7機関の看護師に対して薬事法に抵触しない範囲の現

場ニーズ調査をみやぎ高度電子機械産業振興協議会(事務局:宮城県)と宮城県産業技術総合センターが実施し、収集したニーズ情報を県内企業に提供した。提供されたニーズの製品開発を希望する企業と宮城県産業技術総合センターが製品仕様や設計・試作等を共同で行い、ニーズ提供元の医療機関が製品の現場検証や評価する形で連携し、具体的な製品開発へと進めていった。

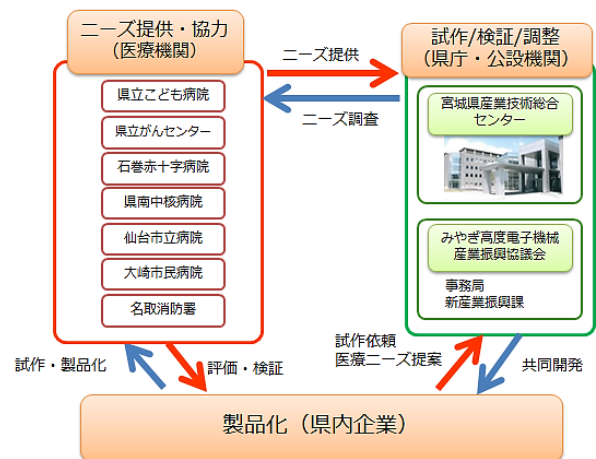


図1 研究の実施体制

## 3 製品化への取組み

本研究にて製品開発を行った取り組みを表1にまとめ、個々について、ニーズ提供元医療機関、共同開発を行った連携企業、医療機関からの聞き取りを行った具体的ニ



ーズ内容, ニーズを分析した結果得られた製品仕様, 試作過程, 製品化結果等について解説する。

表1 製品開発取組み一覧

	製品名	取組企業	製品化
平成27年度	内視鏡ホルダー	加藤ステンレス	○ (3台病院へ納品)
	みやちるノート(産科版)	東北堂	○ (400冊納品)
	小児ベッドガード	県内製造業	△ (試作中)
平成28年度	松葉杖収納	県内製造業	△ (H29発売予定)
	点滴防水保護カバー		△ (H29発売予定)
	クーリングベスト		△ (検証中)
	カニューレ固定バンド		△ (試作中)
	丈夫な脱衣カゴ		× (保留)

### 3.1 内視鏡ホルダー

#### (1)ニーズ提供元

宮城県立がんセンター

#### (2)連携企業

有限会社加藤ステンレス(宮城県仙台市宮城野区)

事業内容:ステンレス加工全般

#### (3)ニーズ内容

- ・内視鏡システムの挿入部などを洗浄・滅菌処理を行った後, 一時的に保管するスタンドがなくて困っている。
- ・現状使っているスタンドは円形タイプであるが, メーカー廃番品のため老朽化が進んでいる。(図2のがんセンター使用品)
- ・他社製品のスタンドは主に部品を横に並べるように保管するタイプが多いが, 現場の処置スペースには場所を取り過ぎて使いにくい。(図2の他社製品)
- ・部品の収納に際し, 段ボール箱なども使用しているが, 現場の衛生上好ましくないのを改善したい。

#### (4)製品仕様

- ・円形タイプの内視鏡ホルダー。
- ・清掃が容易な構造と素材の選択を行う。
- ・デザイン性に優れた収納部品を吊り下げやすい構造とする。
- ・構成部品は可能な限り市販品の部品で対応し, 原価コストの圧縮と開発スピードの向上を狙う。
- ・新規部品に関しては低い歩留まりなど生産性, 加工性がしやすい設計を行う。



図2 がんセンター使用品と他社製品(松吉医科機械株式会社ホームページ<sup>4)</sup>より抜粋)

#### (5)試作

本体のキャスター, 中心のポール部分は市販の点滴スタンドの部品を使用し, 挿入部をかけるホルダー部, 下部の収納部をそれぞれ設計した。設計はセンターが行い, 有限会社加藤ステンレスにて試作品製作を行った。

最初に試作品1を製作して医療現場で試用してもらい, 後日ヒアリングを行って, その意見を反映させた試作品2を製作した。

#### ①試作品1



図3 試作品1

全体的なサイズ感には問題がなかった。ホルダー部がフックを含んだ同一素材のため, 洗浄がしやすいという評価を得た。一方, ホルダー部の収納数増, 下部の収納スペース部の圧迫感の改善を求められた。(図3)

## ②試作品2

試作品1の改良を含め、試作品2では同一部品使用による加工方法でのコストメリットや機能性、デザイン性などのバランスを意識して設計製作を行った。(図4)



図4 試作品2

医療機関でのフィールドテストを実施し、五角形のホルダー部による収納数の向上、S字フックにて「掛ける収納」に変更した収納部では衛生的な管理が可能になったと評価を得た。

## (6)製品化

最終的に試作品2のデザインで製品仕様を決定し、価格も既存品の約半分に抑えた製品として3台を病院に納品した。(図5)

今後はインターネット販売や展示会出展などの販路展開が見込まれる。この製品開発により、内視鏡部品ホルダーだけではなく、医療周辺用品の収納用品としても医療機関への導入が期待される。



図5 製品使用シーン

## 3.2 みやちるノート(産科版)

## (1)ニーズ提供元

宮城県立こども病院

## (2)連携企業

東北堂 株式会社(宮城県仙台市太白区)

事業内容: 書籍印刷などの印刷業

## (3)ニーズ内容

- ・現状、産科では母親に対し哺乳表(いつ乳児に授乳したのかなどを時間軸で記録する表)をコピー用紙で配布しているが、用紙破損や管理がしにくい状況である。
- ・出産前～出産後の母親が管理しやすい哺乳表以外にも使える製品が欲しい。
- ・患者に無料で配布したいので、せっかくだから長く使ってもらえるものが欲しい。

## (4)製品仕様

- ・平成26年度研究「コ・メディカルニーズマッチングによる製品開発」<sup>5)</sup>で、こども病院の血液腫瘍科と共同開発したオリジナルノート「みやちるノート」を参考にする。(図6)
- ・バインダーとルーズリーフによるノートタイプとする。
- ・基本的なコンテンツ(スケジュール帳など)は「みやちるノート」から流用し、一部コンテンツを産科版のコンテンツに入れ替える。
- ・出産前～出産後の母親の体調管理や育児記録など情報の整理ができる複数コンテンツで構成する。



図6 みやちるノート

## (5)試作

平成26年度の血液腫瘍科用に開発したコンテンツはルーズリーフ形式で13コンテンツだったが、産科用に見直しを図り、哺乳表などの新しいコンテンツも含め、5コンテンツに絞り込み試作品を製作した。

## (6)製品化

最終的に5コンテンツで仕様の決定をし、平成28年度よりこども病院へ400冊納品した(患者へは無償提供)。検診時におけるノートの活用で母親の出産や育児支援を病院側でも行いやすくなり、母親とのコミュニケーションツールの役割を果たした。(図7)

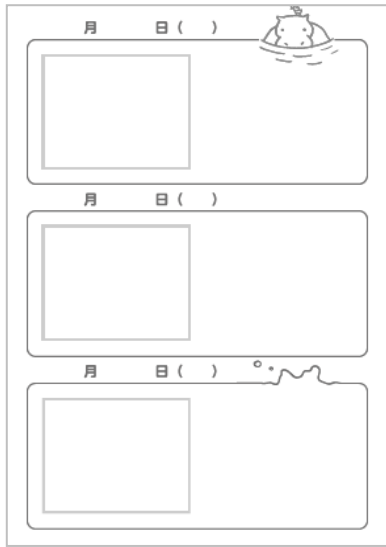


図7 みやちるノート産科版

エコー写真が貼れる日記(上) 哺乳表(下)

### 3.3 小児ベッドの転落防止用品

#### (1)ニーズ提供元

宮城県立こども病院

#### (2)連携企業

県内製造業

#### (3)ニーズ内容

- ・入院中の小児患者が小児ベッドの柵を乗り越えて転落する事故が発生している。(図8)
- ・落下防止用に柵が上まで上げられていても、その柵を乗り越えて転落する事案が発生している。
- ・付き添い(母親など)がベッドから離れる際に追いかけてうとして転落する場合もある。
- ・転落防止用品もあるが、物理的に行動を抑制するもので、

外観的な問題も含めて現病院では使用していない。(図9)



図8 小児用ベッド

(パラマウンドベッドホームページ<sup>6</sup>)より抜粋)



図9 他社転落防止用品

(株式会社メディカルプロジェクトホームページ<sup>7</sup>)より抜粋)

#### (4)製品仕様

- ・製品(小児ベッド)の改良ではなく、柵を乗り越え防止のための仕組みを作る。
- ・物理的な抑制機能だけでなく、ベッド内の空間自体を子どもにとって心理的に「居心地の良い空間」にできる形状やデザインを取り入れる(心理的な抑制効果)。
- ・血液などふき取りが可能な素材を使用する。
- ・ベッド上部に設置する場合、軽量素材を使用する。

#### (5)試作

企業と開発中案件のため、掲載を割愛する。

#### (6)製品化

平成29年度発売予定

### 3.4 松葉杖収納

#### (1)ニーズ提供元

石巻赤十字病院

#### (2)連携企業

県内製造業

#### (3)ニーズ内容

- ・様々なサイズの松葉杖が一か所に集められており、煩雑になっていて、整理整頓ができていない(図10)。

- ・収納場所の掃除がしにくく、衛生的に問題あり。
- ・杖などを取り出す際も他の杖や松葉杖などに引っかかり、取り出しにくい。



図10 現状の様子

#### (4)製品仕様

- ・吊り下げタイプのスタンド型にする。
- ・松葉杖が最大26本タイプと16本タイプの2種類展開する。
- ・移動と設置がしやすいキャスター仕様にする。
- ・松葉杖が省スペースに収納できるデザインとする。
- ・抗菌機能や消臭機能を持った素材を使用する。

#### (5)試作

企業と開発中案件のため、掲載を割愛する。

#### (6)製品化

平成29年度発売予定

### 3.5 点滴挿入部の防水保護カバー

#### (1)ニーズ提供元

仙台市立病院

#### (2)連携企業

県内製造業

#### (3)ニーズ内容

- ・患者の入浴(シャワー)時、カテーテルや三方活栓部を防水保護してくれるものが欲しい。
- ・現状では看護師が患者にその都度、点滴箇所を濡れないようラップ等を巻いたりして工夫しているが、手間をかけて保護しても隙間から水が入る。

#### (4)製品仕様

- ・患者本人が自分で装着できるようにし、看護師の業務軽減を図る。
- ・ディスプレイタイプにし、衛生環境を保つ仕様とする。

- ・腕などに装着した際、患者が動きやすい素材を使用する。
- ・ディスプレイ可能な素材と価格にする。

#### (5)試作

企業と開発中案件のため、掲載を割愛する。

#### (6)製品化

平成29年度発売予定

### 3.6 乳幼児向けクーリングベスト

#### (1)ニーズ提供元

宮城県立こども病院

#### (2)連携企業

県内製造業

#### (3)ニーズ内容

- ・発熱した乳幼児患者の体を効率的に冷却させるベストのようなものが欲しい。
- ・他社のクーリングベストを使っていたが、廃番となり代わりの製品が見つかっていない。
- ・現状は市販の保冷材をサランやタオルで巻いて乳幼児患者の体に巻きつけているが、寝返りなどで保冷材がずれたり、取れたりする。

#### (4)製品仕様

- ・乳幼児患者の大きさに合わせてサイズ調整が可能とする。
- ・市販の保冷材を入れることができる。
- ・乳幼児患者の背中や両脇の下を冷やすことができる。
- ・パジャマの上から装着が可能とする。
- ・乳幼児患者が動いても外れにくい仕様とする。

#### (5)試作

企業と開発中案件のため、掲載を割愛する。

#### (6)製品化

平成29年度発売予定

### 3.7 新生児・乳児用気管切開カニューレ固定バンド

カニューレとは、気管切開をした際の空気の送排、体液の排出や薬液の注入などを行うために体内に挿入するパイプ状の医療器具のことである。

#### (1)ニーズ提供元

宮城県立こども病院

#### (2)連携企業

県内製造業

#### (3)ニーズ内容

- ・新生児・乳児サイズのカニューレバンドがない。

・市販のカニューレバンドの素材(科学繊維)では新生児・乳児用の肌がかぶれることがある。

・現状は母親などが綿でバンドを手作りしているが製作が大変である。

(4)製品仕様

- ・新生児・乳児用のサイズ展開を検討する。
- ・皮膚がかぶれにくい素材を使用する。
- ・ディスプレイザブル可能な素材と価格にする。

(5)試作

企業と開発中案件のため、掲載を割愛する。

(6)製品化

発売日未定

4 開発ツールの活用

製品開発を進めるに当たり、企業と医療機関、開発関係者同士で情報を共有化できるツールを作成し、スムーズな開発に導いた。一部をここで紹介する。

4.1 商品提案シート

企業が医療機関へ製品を提案する際、特長、仕様、価格、発売予定日、販売元などを1枚にまとめた「商品提案シート」を作成した。フォントや文字の大きさ、理解しやすいレイアウトなど、情報伝達を意識した形にまとめた。その結果、このシートの活用により提案製品の具体的なイメージがスムーズに伝わり、打合せも短時間にまとめることができた。提案後、企業との打ち合わせ内容を他の看護部の看護師にも情報共有することが可能となった。また、打ち合わせの議事録として後日確認用の資料としても活用できた(図11)。



図 11 商品提案シート(イメージ)

4.2 ヒアリングシート

具体的な開発を進める際、企業が取組むニーズ内容、医療機器製造販売業の取得の有無や企業の強み、開発の最終目標、打合せの議事録など客観的な情報を関係者同士が把握できるヒアリングシートを作成した。(図12)

このシートの活用により、企業との目的意識の統一や、企業への必要な支援内容の把握など、開発を円滑に進めることができた。

コ・メディカルニーズマッチング支援事業 ヒアリングシート (案 ver01)				
企業情報	企業名	東羽木工所(仙台港工業)		
	所在地	仙台市宮城野区		
	業種	<input type="checkbox"/> 機械加工 <input type="checkbox"/> 電子部品・実装 <input type="checkbox"/> 樹脂加工 <input type="checkbox"/> 樹脂成形 <input type="checkbox"/> 表面処理・加工 <input type="checkbox"/> ソフトウェアシステム <input type="checkbox"/> 装置・自動機 <input type="checkbox"/> 材料 <input type="checkbox"/> 構造・ダイカスト・プレス <input type="checkbox"/> 成型・加工具 <input checked="" type="checkbox"/> その他(各種施設器具製作)		
	取引情報			
取り組むニーズ ニーズ提供機関 (優先度順に記載)	1	松葉杖の収納	提供機関名: 石巻赤十字病院	
	2	サークルベッド上で使用するテーブル	提供機関名: 仙台市立病院	
	3	丈夫な脱衣かご	提供機関名: 鹿南中核病院	
製造販売業の取得有無	第一種	第二種	第三種 <input checked="" type="checkbox"/> (持っている) ・今後取得を検討している(第 種)	
■アンケート				
最終目標	<input type="checkbox"/> 社会貢献として取り組む(単発案件として取り組み、利益を期待しない)。 <input type="checkbox"/> 新商品の開発(単発案件として取り組み、利益を期待する)。 <input checked="" type="checkbox"/> 新規事業の立ち上げ(継続案件として取り組み、利益を期待する)。 <input type="checkbox"/> 本業での顧客拡大を期待(営業活動の一環として取り組み、本業で利益を回収する)。 <input type="checkbox"/> その他( )			
取り組み時期	開始時期	2016 年 5 月頃	完了時期	年 月 頃
開発体制	主担当	菊地工場長、様		
	開発担当	約 2 人 ※本事業に取り組み人数		
	設計	<input checked="" type="checkbox"/> 自 社 (担当名: 田中 ) <input type="checkbox"/> 委 託 (委託先: )		
	試作	<input checked="" type="checkbox"/> 自 社 (担当名: 菊地工場長) <input type="checkbox"/> 委 託 (委託先: )		
	生産	<input checked="" type="checkbox"/> 自 社 (担当名: ) <input type="checkbox"/> 委 託 (委託先: )		
	販売	<input checked="" type="checkbox"/> 自 社 (担当名: ) <input checked="" type="checkbox"/> 委 託 (委託先: 医療販売代理店を希望)		
自社の強み	その他	<input type="checkbox"/> 執行役員 ( ) <input type="checkbox"/> コサイナー ( )		
	販売形態	<input type="checkbox"/> 自社販売の場合 → <input type="checkbox"/> 店頭販売 <input type="checkbox"/> WEB販売 <input type="checkbox"/> その他 ( ) <input type="checkbox"/> 委託販売の場合 → <input checked="" type="checkbox"/> 自社とのつながりがある <input type="checkbox"/> 自社とのつながりがない		
	アイデア力 (新しい企画を生み出す体制がある)	【自信がない】 1 - 2 - (3) - 4 - 5 【自信がある】		
	設計力 (企画を表現する体制がある)	【自信がない】 1 - 2 - 3 - 4 - (5) 【自信がある】		
	技術力 (企画を形にする体制がある)	【自信がない】 1 - 2 - 3 - 4 - (5) 【自信がある】		
	生産力 (量産するための体制がある)	【自信がない】 1 - 2 - 3 - 4 - (5) 【自信がある】		
	ブランド力 (ブランド力がある。または、ブランドを生み出す体制がある)	【自信がない】 (1) - 2 - 3 - 4 - 5 【自信がある】		
	開発資金力 (開発のための資金が確保できる)	【自信がない】 1 - 2 - (3) - 4 - 5 【自信がある】		
	販売展開力 (開発ニーズに対する販路をもっている)	【自信がない】 (1) - 2 - 3 - 4 - 5 【自信がある】		
	支援を依頼する内容 (複数回答可)	<input checked="" type="checkbox"/> アイデア・企画展開 <input checked="" type="checkbox"/> 設計支援 <input type="checkbox"/> 試作支援 <input checked="" type="checkbox"/> プラットフォーム(販売ツール) <input type="checkbox"/> ブランド化支援 <input checked="" type="checkbox"/> 販路開拓 <input type="checkbox"/> 助成金関係 <input type="checkbox"/> その他 ( )		

図12 ヒアリングシート

5 外部機関との連携

5.1 みやぎ高度電子機械産業振興協議会

平成25年度よりみやぎ高度電子機械産業振興協議会では「コ・メディカルニーズマッチング事業」を開始し、県内医療機関を含めた7病院等の看護師等を対象に医療現場ニーズのヒアリングを実施し、収集したニーズのうち製品化の可能性のあるニーズ88件を平成26年から平成27年にかけてみやぎ高度電子機械産業振興協議会会員企業へ情報提供(コ・メディカルニーズ発表会)を行った。当セン

ターも医療機関へのヒアリングや意見交換会への同行、ニーズの抽出等の業務を共同で進めてきた。(図13)

本研究に於いては公開されたニーズ8件の開発を進め、そのうち2件が製品化された。医療関連製品開発に新規に取組んだ企業は7社であり、みやぎ高度電子機械産業振興協議会との連携により県内企業の医療関連機器開発の底上げを図ることができた。



図13 県南中核病院との情報交換会の様子

## 5.2 その他団体

医療機器、診察材料などの販売を行っている県内の医療販社と定期情報交換会を実施した。また新しい医療機関(2機関)や医療関連団体(1団体)へ医療現場ニーズの収集や製品化開発への協力を得ることができた。このことにより今までとは異なった角度からの医療関連機器の開発ができる体制を構築することができた。

## 6 結言

本研究により、以下のことが実施できた。

- (1) 県内企業の医療関連機器開発による新規市場導入のきっかけを作ることができた。特に医療機関との打合せの中で現場での新しいニーズを発見するなど、製品提案の可能性を見つけることができた。
- (2) 企業と医療現場との距離感を縮めた開発や開発ツールの活用により確度の高い製品化や開発スピードの向上を図ることができた。
- (3) 新しいチャレンジや提案をする側(企業)とニーズ提供側(医療機関)とのパイプが生まれ、ニーズの収集や開発協力ができる新しい体制を整えることができた。

一方では開発した新製品の販路開拓や製品の市場分析などマーケティングやプロモーションにおける課題が生まれた。今後の研究に於いては、これらの課題を解決するため医療販社を新しい連携先として加えた体制での製品

開発に取組み、売れる仕組みづくりを実施する。また、新たに製品化の開発協力を得られた医療機関や医療関連団体からのニーズの収集等を行い、新規性に富んだ製品化を実現し、企業の新事業に発展するよう寄与したい。

## 参考文献

- 1) 経済産業省ホームページ「ヘルスケア産業」より  
[http://www.meti.go.jp/policy/mono\\_info\\_service/healthcare/](http://www.meti.go.jp/policy/mono_info_service/healthcare/)
- 2) 経済産業省  
健康・医療戦略に係る経済産業省の主な取組について(参考資料)p.8-10, p.21-24,
- 3) みやぎ高度電子機械産業振興協議会  
<https://www.pref.miyagi.jp/soshiki/shinsan/shinsan-d-index.html>
- 4) 松吉医科機械株式会社  
<https://www.matsuyoshi.co.jp/>
- 5) コ・メディカルニーズマッチングによる製品開発 最終報告書(平成26年度県単研究)
- 6) パラマウンドベッド株式会社  
<http://www.paramount.co.jp/learn/child>
- 7) 株式会社メディカルプロジェクト  
<http://www.medicpro.co.jp/mp-5.html>

【研究論文】

【平成27～28年度 受託研究】

## 医療用ハイドロゲルのベタつきの環境依存性評価とベタつき制御の検討

遠藤 崇正, 佐藤 勲征  
材料開発・分析技術部

ハイドロゲルは心電図用電極や低周波筋肉刺激機器の各種粘着パッドとして使用される粘着性素材である。このゲルのベタつきにはバラつきがあり、医療現場での使用感や生産現場での作業性に影響する。数値データとして客観的に評価できる手法を確立することで、品質管理、生産性の改善が期待できる。そのような背景から、本研究ではベタつきの定量的評価手法の開発、及びベタつきの制御を目的として、ベタつきに影響を及ぼすと考えられる表面粗さ、湿度環境等の諸要因について評価を行った。

これらの実験結果から、人間の感覚と測定結果が相関一致するようなベタつきの定量的評価手法を確立し、表面粗さ、湿度がベタつきに及ぼす影響を明らかとした。

キーワード：ハイドロゲル、ベタつき、定量評価、表面粗さ、湿度

## 1 緒言

心電図用電極や低周波筋肉刺激機器の各種粘着パッドとしてハイドロゲルが使用されている<sup>1)</sup>。ハイドロゲルは親水性樹脂マトリックスの中に水と電解質、保湿剤などを安定に保持させた粘着性素材である。貼付、剥離が繰り返し可能であるが、ゲルを被着物から剥離する過程でベタつき感が残る。ここでいうベタつき感とはゲルが肌にまとわりついてくるような感覚のことである。このゲルのベタつき感にはバラつきがあり、医療現場での使用感や、生産現場での作業性に影響する。しかしベタつき感は人によっても感じ方が異なるため、定量的に評価することは難しく、その評価は主観的・感覚的なものに限られてしまう。

一般的に粘着特性は①粘着力②タック③保持力の各指標によって評価される<sup>2)</sup>。しかし、これらの指標を用いて行った評価が人間の感覚と相関一致するかということに関しては明らかではない。そのため、人間の感覚と測定結果が相関一致するような評価方法の確立が望まれており、これまでに品質管理や商品開発を目的としてベタつき感を定量的に評価する方法が研究されている<sup>3)</sup>。このような背景をふまえて、本研究ではゲルについて人間の感覚と測定結果が相関一致するようなベタつきの定量的評価手法の開発を目的とする。加えてベタつき感の制御を目的として、それに関係する諸要因(表面粗さ、湿度環境)について調査を行った。

## 2 実験方法

図1に本研究で試験評価装置として用いた摩擦磨耗試験機(UNMT-1MT-WS, Bruker AXS)、また図2に装置構成図を示す。図2に示すように本装置は大きく分けて荷重センサー、押し治具、ステージから構成される。なお本装置は槽内湿度の制御も可能なため様々な条件で測定できる。



図1 摩擦磨耗試験機 (UNMT-1MT-WS)

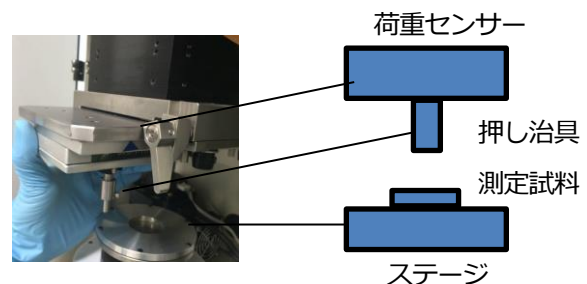


図2 装置構成図

測定の順序は以下の順序で行った。

- ①ステージ上にゲルをセット
- ②押し治具がゲルに接触するまで鉛直下方向に移動 (0.1mm/sec)
- ③設定した荷重(1N)を維持したまま一定時間保持
- ④押し治具を鉛直上方向へ移動 (0.1mm/sec)

このときゲルと押し治具との接触及び離脱に伴う鉛直方向の荷重値を測定した。

上記方法で測定した結果を図3に示す。グラフの縦軸が鉛直方向の荷重(N)、横軸が測定時間(sec)を表している。測定結果から粘着特性の経時変化が観測された。すなわち緑色の領域ではゲルの引張り方向に短時間に大きい荷重が観測された一方で、赤色の領域では比較的長時間小さい荷重が観測された。

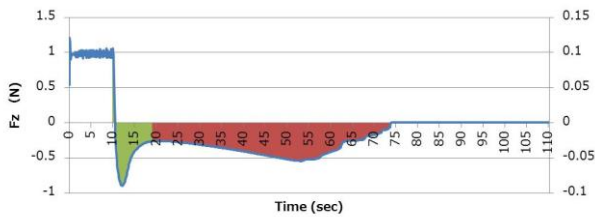


図3 ベタつきの数値化

図3で観測されるようなゲルの剥離過程における粘着特性の変化はキャビティの発生とゲルの構造変化が関係していることが土井らの研究によって明らかになっている<sup>4)</sup>。図4に示すように、ゲルは剥離する過程で糸状に構造変化し、これが持続的で弱い粘着力を発現していると考えられる。

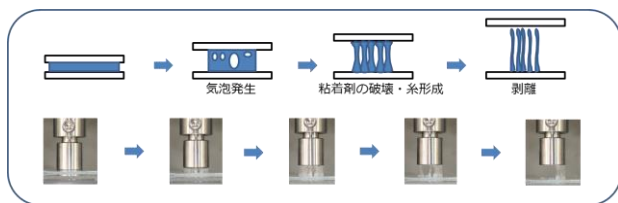


図4 ゲルの剥離挙動

そこで前述した粘着特性の異なる2つの引張り荷重のうち、長時間観測された弱い粘着力による低荷重の引張りがベタつき感に関係していると考え、本研究では図3のグラフにおける赤色で示した部分の面積をベタつきが行っ

た仕事量(以降ベタつき量とする)として定義した。またこの面積を積分することでベタつきを数値化した。

この定量化手法を用いてベタつき感が異なるゲルA、B、Cを測定し、使用感と測定結果が相関一致するかを検証した。また、押し治具の接触面粗さを変えた時にベタつき量がどのように変化するか調査を行った。最後に、湿度環境を変えた時のベタつき量の変化を調査した。なお、測定回数はいずれもN=5とした。

### 3 実験結果及び考察

#### 3.1 人間の感覚と測定結果との相関調査

ベタつき感が異なる3つのゲルを測定した結果を図5に示す。事前に評価者が触ってみた感覚(使用感)では、ゲルA、B、Cの順にベタつきが強く感じられた。測定結果も同様にゲルA、B、Cの順にベタつき量が増加しており本評価手法が評価者の感覚と相関一致することを確認した。

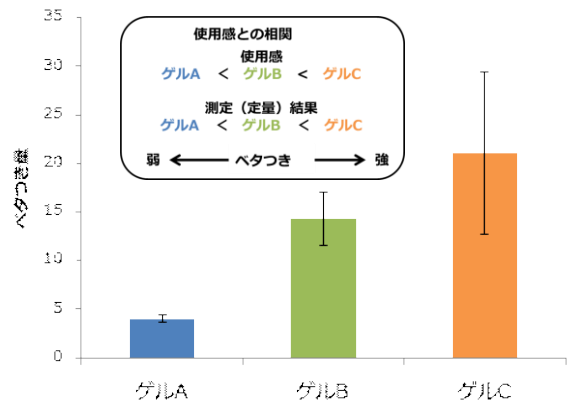


図5 測定結果と使用感の相関調査結果

#### 3.2 接触面粗さの評価

表面粗さについては面粗さの異なる押し治具( $R_a = 0.01 \mu\text{m}$ ,  $0.29 \mu\text{m}$ ,  $6 \sim 7 \mu\text{m}$ )を3つ設計・製作した(図6)。 $R_a = 0.29$ ,  $6 \sim 7$ は人の肌、指紋の粗さを想定しており、 $R_a = 0.01$ の押し治具はその比較対象とした。これら治具を用いて測定した結果を図7に示し、表1にまとめた。

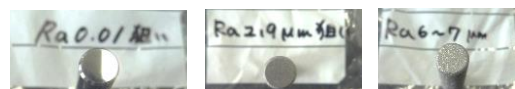


図6 押し治具



その結果、全体的に見てRa=0.01の押し治具を用いた時にバラつきが少なくなる傾向が見られた。ベタつき量は最も有効面積が大きくなるRa=6~7が多くなると考えていたが、Ra=2.9が最も多かった。この結果は表面粗化がベタつき量を増加させるだけではないことを示唆している。すなわち表面粗化による有効面積の増加はベタつき量を増加させる要因の1つにすぎず、他にアンカー効果などのベタつき量を増加させる要因と、応力集中部位の形成などベタつき量を減少させる要因が関係していると考えられる<sup>5)</sup>。

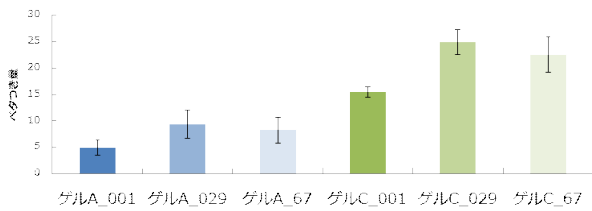


図7 接触面粗さの評価結果

表1 表面粗さの評価結果

	ベタツキ量 平均 (-)	標準偏差 N=5 (-)	変動係数 (%)
ゲルA_001	5.01	1.45	28.8
ゲルA_029	<b>9.33</b>	2.66	<b>28.6</b>
ゲルA_67	8.29	2.41	29.1
ゲルC_001	15.5	0.94	<b>6.3</b>
ゲルC_029	<b>24.9</b>	2.35	9.4
ゲルC_67	22.5	3.31	14.7

### 3.3 湿度環境の依存性評価

測定装置槽内を各湿度(10%、40%、70%)に設定した環境で測定を行った。測定の安定性を確保するためゲルを5分間、設定湿度環境に暴露させた後に測定を開始した。またポータブル湿度計と温度計で各測定直前の槽内湿度、及び温度を記録した。測定結果を図8、表2に示す。

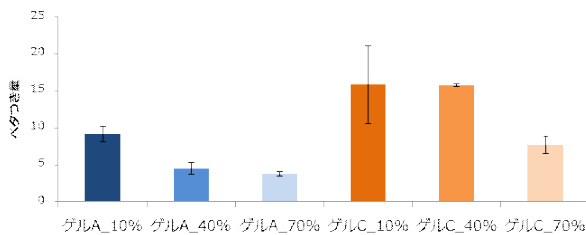


図8 湿度環境の評価結果

表2 湿度環境の評価結果

ゲル_湿度	ベタツキ量 平均 (-)	標準偏差 N=5 (-)	変動係数 (%)
ゲルA_10%	9.18	1.01	11
ゲルA_40%	4.52	0.75	17
ゲルA_70%	3.77	0.27	<b>7.0</b>
ゲルC_10%	15.9	5.26	33
ゲルC_40%	15.8	0.18	<b>1.2</b>
ゲルC_70%	7.73	1.18	15

その結果、測定した全てのゲルにおいて湿度上昇に伴いベタつき量が減少した。これは湿度上昇によってゲルの表面に存在する水分子が増加することでゲルと治具との粘着力を低下させているためだと考えられる。またゲルの種類によってベタつき量が顕著に減少する閾値が異なることがわかった。上記調査結果からベタつきの湿度依存性が明らかになった。

### 4 結言

本研究では、ベタつきの定量的評価手法について検討を行い、以下のことが明らかになった。

- (1) 本評価手法によりベタつきを定量化した結果は評価者の感覚と相関一致することがわかった。
- (2) 表面粗さは平滑な面ほどベタつきは減少し、バラつきは少なくなった。
- (3) 測定環境の影響については湿度が高いほどベタつきは減少した。またゲルの種類によってベタつきが顕著に減少する閾値が異なることがわかった。

今回の評価結果により、本評価手法がこれまで定量的評価が困難だったベタつき感を客観的な数値で評価できることを実証した。加えて表面粗さ、湿度環境がベタつきに及ぼす影響を明らかにした。

### 謝辞

本研究を進めるにあたりフクダ電子ファインテック仙台株式会社 小川卓志様、田村隆浩様、星明宏様、及び東北大学栗原和枝教授をはじめとした研究室の皆様には多大なるご協力を頂きました。ここに謝意を表します。

### 参考文献

- 1) 積水化成成品工業株式会社HP  
<http://www.stgel.com/uses/medical02.html>
- 2) 山口由岐夫ほか:ゲルっていいじゃないーゲルの製造

と応用に向けて-, テクノシステム, (2016), p266-268

- 3) 佐伯光哉:ゴム系材料の「べたつき感」評価方法に関する研究, 兵庫県県立工業技術センター研究報告書 **23**, (2014), p.16
- 4) 山口哲生, 小池啓輔, Costantino CRETON, 土井正男:粘着剤引離しに関する可視化実験, 日本接着学会誌 43, **12** (2007), p.468-472
- 5) 原崎勇次:コーティングの基礎と工学, (2010), p205

## 仙台味噌の色調制御技術に関する研究

小山 誠司, 櫻井 晃治, 畑中 咲子  
食品バイオ技術部

味噌の色調改善を目的として、全国及び仙台味噌鑑評会の出品試料の色調と品質評価の結果を検討するとともに、蒸し大豆の硬さと麴の酵素活性による試醸味噌への影響をそれぞれ小仕込み試験によって検討した。味噌の淡色化が進むなか、各メーカーがその結果を重要視する全国味噌鑑評会における成績と色調等の関係では、官能による評価と Y % (明度), x (赤味)との間に相関が認められたが、本場仙台味噌醤油鑑評会では明度に関しては異なる傾向が見られた。味噌の色調に対する原料の影響については、大豆に関しては蒸し時間の短い硬めの処理であるほど明度が高くなる傾向が見られたが、米麴の違いでは目立った差異は見られなかった。

キーワード: 仙台味噌, 大豆, 米麴, 酵素, 色調

### 1 緒言

仙台味噌は、赤色系辛口米味噌の代表格として全国的に知名度の高い県産農産加工品である。地域食品製法認証事業における「本場仙台みそ」認証基準によれば大豆の加熱処理は蒸熟(蒸し)であり、蒸し大豆の硬度は他地域よりも柔らかい 400g 程度が適とされている。これは麴菌酵素による分解を促進させ旨味成分を多く醸成させることを目的としているが、そうした製法で造られた味噌は色調が濃くなり、塩分が高いという印象を与えやすい。近年、食生活の多様化や、生活習慣予防への関心の高まりによる消費者間での減塩傾向もあって味噌の消費が伸び悩む中、県内メーカーは石巻や気仙沼などの水産加工向け製品を増やすことや、仙台味噌ブランドを利用した様々な加工品展開に取り組んでいる。しかしながら大手低価格商品の流通により、県内生産量は全国の総生産量に対して 2 %程度に留まっている<sup>3)</sup>。

一方で、全国味噌鑑評会入賞は新聞・関係誌・HPに掲載され、品質・技術力を裏付ける根拠となることから、各メーカーは重要視しており、仙台味噌ブランドの強化にも大きな役割を果たすと考えられる。全国鑑評会においても前述の味噌の色くすみによる外観評価の低下により、仙台味噌の上位入賞が少ない状況が続いている。そこで本研究では味噌の色調改善を目的として、蒸し大豆の硬さと麴の酵素活性による影響をそれぞれ小仕込み試験によって検討した。

### 2 鑑評会における成績と色調の関係

全国味噌鑑評会では官能審査によって3段階で評価され、上位から秀, 優, 良となっている。出品味噌は原料(米, 麦, 豆)や製法等の違いにより区分されてそれぞれ審査されており、宮城県から出品される味噌については赤色系辛口米味噌・粒あり(区分㊸)が中心となっている。審査結果と測色値の関係を確認するために、中央味噌研究所研究報告第36号に掲載されている平成 26 年度の第 57 回全国味噌鑑評会における区分㊸出品味噌の測色データ<sup>5)</sup>を解析したところ(図1), CIE XYZ表色系の Y % (明度)と x (赤味)でプロットした場合に審査成績との相関が認められた。成績上位では下位よりも Y %が高めの傾向があり、同じ Y %で比較した場合、x が高い物ほどよい成績となる傾向がみられた。

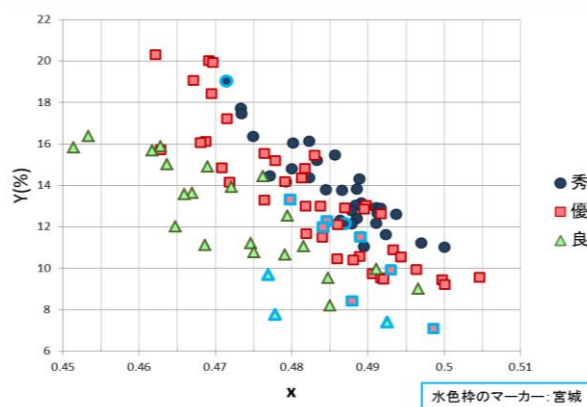


図1 全国味噌鑑評会における成績と色調

一方で平成27年度の本場仙台味噌醤油鑑評会・味噌の部の測色値を解析したところ明度との相関はほとんど見られなかったが、x が高いほうが好成績となる傾向が見られた(図2)。このことは、全国と県の鑑評会での出品傾向に差異があるものの、明度が高くて x が低く鮮やかさの伴わないものは評価が低くなることを示しているものと考えられた。

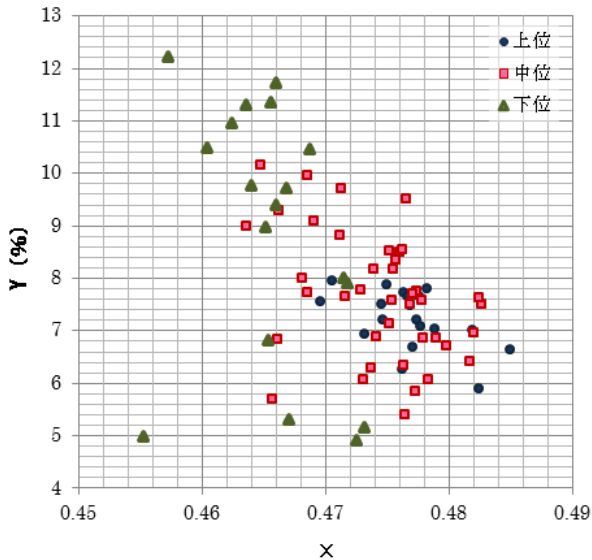


図2 本場仙台味噌鑑評会における成績と色調

### 3 処理時間の異なる大豆による小仕込み試験

仙台味噌の大豆処理は和釜による長時間煮熟を行い、大豆処理硬度を 400g 以下と非常に柔らかく煮上げることを特徴としていた。昭和 30 年以降になり、各工場にボイラー及び加圧蒸煮缶が導入されると、大豆処理は加圧蒸熟法に変更され、30 分前後の短時間処理が可能となった。しかし、大豆処理の加圧蒸熟法への変更は、処理大豆と味噌の様態を大幅に変化させた。特に、大豆細胞壁が破壊され、ペクチン質遊離を原因とする味噌の粘りや発酵障害や、大豆の DDMP サポニンより遊離する香気成分のマルトールによる焦臭の付与などの問題が発生した。近年の消費者志向の変化に伴い味噌の色調が淡色化しており、大豆を柔らかく蒸すことによる着色や焦臭の問題から、味噌の組成も含め、適正な大豆処理硬度について検討を行った。

蒸し大豆の硬さの違いによる色調への影響を調べるため、蒸し時間の異なる 4 種類の蒸し大豆で仕込み総量 20kg、麴歩合 8割の条件で仕込みを行い加温熟成した。経時的に一般成分分析と測色を行ったところ、窒素溶解

率や窒素分解率には各試験区で差はあまりなかったが、Y %については仕込み初期で硬い処理のものほど高い傾向があった。すべての試験区で Y %は熟成が進むにつれ低下するとともに x が増加していることが観察された(図3)。一方で熟成後の x や y については目立った差はなく、蒸し大豆の硬度は色調のうち明度に主に影響することが示された。

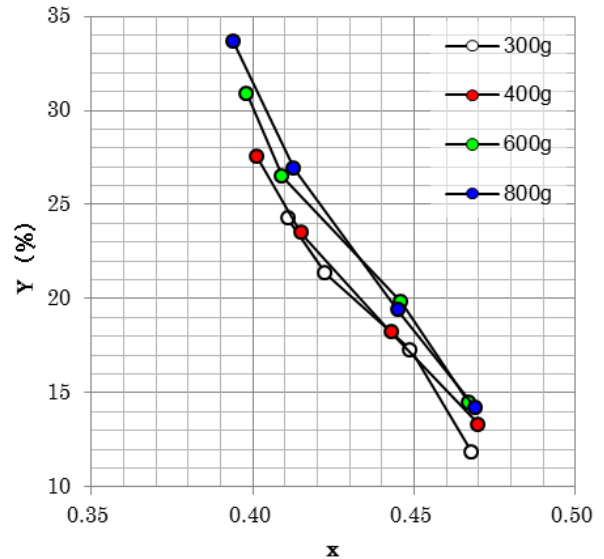


図3 蒸し大豆をかえた試験味噌の色調変化

### 4 異なる麴による小仕込み試験

味噌の着色では非酵素的な褐変が多く、アミノ酸と糖のメイラード反応による生成物(メラノイジン)がその代表例である。これらは元々大豆や米中に含まれるタンパク質、デンプン等の原料中の成分が麴菌の酵素により分解を受けて生成するものであり、これらの分解酵素も色調差に影響していると考えられる<sup>6)</sup>。そこでこれら酵素活性を測定し、小仕込み試験を実施して色調や一般成分との関連を検証した。

#### 4.1 麴酵素の活性測定

自醸している県内13企業からそれぞれ1点麴試料を収集した。分析する酵素については原料の組織崩壊や糖やアミノ酸、ペプチドの生成、あるいは着色作用に直接関連のあるものを選んだ。味噌・醤油や清酒業界では標準法として麴酵素の分析法をまとめており、測定法については一部を除きそれに準拠した。また麴中の水分含量を求め、乾物換算して比較した(表1)。

表1 米麴の酵素活性比較

	水分	α-Amy		S-Amy	糖化力	GLA	GLS	プロテアーゼ			ACP	LAP	PL	XYL	TYR
		信味研法	所定法					pH3	pH6	pH7.5					
A	22.7	1449	1741	230	390	279	111	101	64	6	7963	14.2	0.0	0.39	7.6
B	28.8	1239	1456	191	233	160	73	74	65	16	9413	10.9	18.5	0.29	0.1
C	20.2	1305	1661	216	309	205	104	99	68	12	12573	10.2	9.2	0.36	2.4
D	25.6	1440	1721	215	308	212	96	72	54	4	8659	8.8	1.3	0.42	4.3
E	23.3	1330	1669	211	300	207	93	62	44	4	8248	7.3	3.4	0.42	0.1
F	28.2	1267	1403	194	231	155	76	76	61	10	8208	8.5	8.6	0.47	0.4
G	28.0	1227	1203	173	208	140	68	76	119	7	7757	9.2	15.1	0.13	0.7
H	27.9	2533	2272	389	579	453	125	154	89	7	14209	21.2	26.0	0.15	18.1
I	21.2	1806	1721	281	411	301	110	87	81	8	7634	14.7	20.6	0.45	23.4
J	26.1	1809	1653	180	292	229	63	103	86	28	8579	18.1	17.8	0.21	0.5
K	30.6	1611	1510	200	339	261	77	59	50	9	7853	9.5	58.4	1.57	0.5
L	28.1	1921	1728	217	277	210	68	70	57	9	9382	8.7	18.5	0.46	0.0
M	30.1	656	647	80	124	96	28	27	26	4	3348	6.5	3.9	0.33	0.1

α-Amy: α-アミラーゼ, S-Amy: 総合糖化力, GLA: グルコアミラーゼ, GLS: α-グルコシダーゼ, ACP: 酸性カルボキシペプチダーゼ, LAP: ロイシニアミノペプチダーゼ, PL: ペクチンリアーゼ, XYL: キシラナーゼ, TYR: チロシナーゼ

#### ・α-アミラーゼ

信州味噌研究会麴分析法に従って行った。また簡便法として酒類総合研究所標準分析法に従い、キッコーマンバイオケミファ(株)のαアミラーゼ測定キットを用いて測定した。

#### ・総合糖化力(S-アミラーゼ)

信州味噌研究会麴分析法に準拠して行った。

#### ・糖化力, グルコアミラーゼ, α-グルコシダーゼ

酒類総合研究所標準分析法に従い、キッコーマンバイオケミファ(株)の糖化力分別定量キットを用いて測定した。

#### ・プロテアーゼ(pH3.0, 6.0, 7.5)

信州味噌研究会麴分析法に従い測定した。

#### ・酸性カルボキシペプチダーゼ

酒類総合研究所標準分析法に従い、キッコーマンバイオケミファ(株)の酸性カルボキシペプチダーゼ測定キットを用いて測定した。

#### ・ロイシニアミノペプチダーゼ

中台の方法<sup>6)</sup>に従い測定した。

#### ・ペクチンリアーゼ

しょうゆ試験法に従い測定した。

#### ・キシラナーゼ

Biely らの方法<sup>7)</sup>に従い測定した。

#### ・チロシナーゼ

Winder らの方法<sup>8)</sup>に従い測定した。

#### 4.2 小仕込み試験

味噌のみならず醤油、清酒等において製麴は最も重要な工程と位置づけられている。仙台味噌は麴歩合が低いことや長期熟成が特徴の1つとなっていることから、麴の良否が特に品質に大きく影響するといわれている。本試験では麴の酵素活性と味噌の色調との関連を検討するために、酵素活性を測定した麴試料5つ(A~E)を使用し、蒸し大豆の条件を同一にして小仕込みを行った。麴の影響を見えやすくするために麴歩合は10割とし、大豆は完全脱皮した加圧煮熟処理大豆(硬さ 約 100g)を使用した。仕込み総量 20kg で加温熟成し、経時的に一部を分取して一般成分分析と測色を行った(表2, 図4)。

一般成分の経時変化を見ると試料BとCはホルモール態窒素がやや高めに推移し、タンパク質分解率や溶解率も高めであり、これらはタンパク質の分解やアミノ酸の生成に寄与するプロテアーゼ(pH7.5)や酸性カルボキシペプチダーゼ、ロイシニアミノペプチダーゼの活性、組織の崩壊などに寄与すると思われるペクチンリアーゼの活性が高かった。直接還元糖の推移で見ると、試料 B は低めの傾向であり、それと関連するようにデンプン分解に関わるα-アミラーゼやグルコアミラーゼの活性が低めであった。ただ、試料 A, C 及び E は仕込み時の値が高めであり、これは出麴後から仕込みまでの間の麴中でのデンプン分解による持ち込みによるものと考えられた。またアルコール

表2 麴をかえた試醸味噌の一般成分(3か月後)と測色値(4か月後)

試料	水分 (g/100g)	pH	直接還元糖 (g/100g)	アルコール (g/100g)	酸度 I (mL/10g)	タンパク質 溶解率 (%)	タンパク質 分解率 (%)	明度 Y%	色相		彩度 C*	色相角 h*
									x	y		
A	46.15	5.04	16.04	1.075	8.27	54.6	21.0	16.30	0.466	0.402	29.46	50.61
B	48.59	5.06	13.86	1.461	8.23	57.6	24.6	17.40	0.460	0.400	29.88	52.20
C	45.54	5.03	17.18	0.792	8.10	58.8	25.2	15.60	0.466	0.400	28.70	48.81
D	47.67	5.05	14.92	1.523	7.78	56.9	22.4	16.50	0.463	0.398	29.46	49.54
E	45.89	5.06	15.55	1.229	7.95	54.6	20.6	17.00	0.467	0.403	30.51	51.66

ル濃度もこれらは低めの傾向があり、熟成中の酵母の増殖や活性にそれぞれで差があるものと考えられた。測色値のデータではそれぞれの試醸味噌で大きな違いは見られず、酵素活性と味噌の色調についての関連性を見出すことは出来なかった。予備的な実験では、チロシナーゼ活性と酵素抽出液や抽出残渣の褐変性に相関性が確認できたが、仕込み後の味噌ではほとんど影響が見られなかった。これはそれぞれの麴自体が酵素活性について明確な差がなかったか、あるいは仙台味噌の標準的な製造法と比べて大豆の加圧煮熟処理が強すぎたなどの理由により色調差が現れにくいものとなった可能性がある。

## 5 結言

本研究により以下のことが明らかとなった。

- (1) 蒸し大豆の硬さは試醸味噌の明度に影響し、硬いほど明度が高くなった。
- (2) 酵素活性の異なる米麴を用い、試醸味噌の経時変化を調べた。その結果、各酵素活性とその反応生成物を示す一般成分値との間で関連があったが、味噌色調への著しい関連はあまり認められなかった。

## 参考文献

- 1) <http://www.zenmi.jp/data/kakeityosa/data-H12-22kounyusuryo.pdf>
- 2) <http://zenmi.jp/data/seisansyukka/seisangaiyou68-08.pdf>
- 3) H26年経済産業省工業統計
- 4) 中央味噌研究所研究報告(36),p6,(2015)
- 5) 原山ら, 醸協(87)11,p829,(1992)
- 6) 中台, 醬研(3)3,p99,(1977)
- 7) Biely ら, *Anal.Biochem.*(144),p142,(1985)
- 8) Winder ら, *Eur.J.Biochem.*(198),p317,(1991)

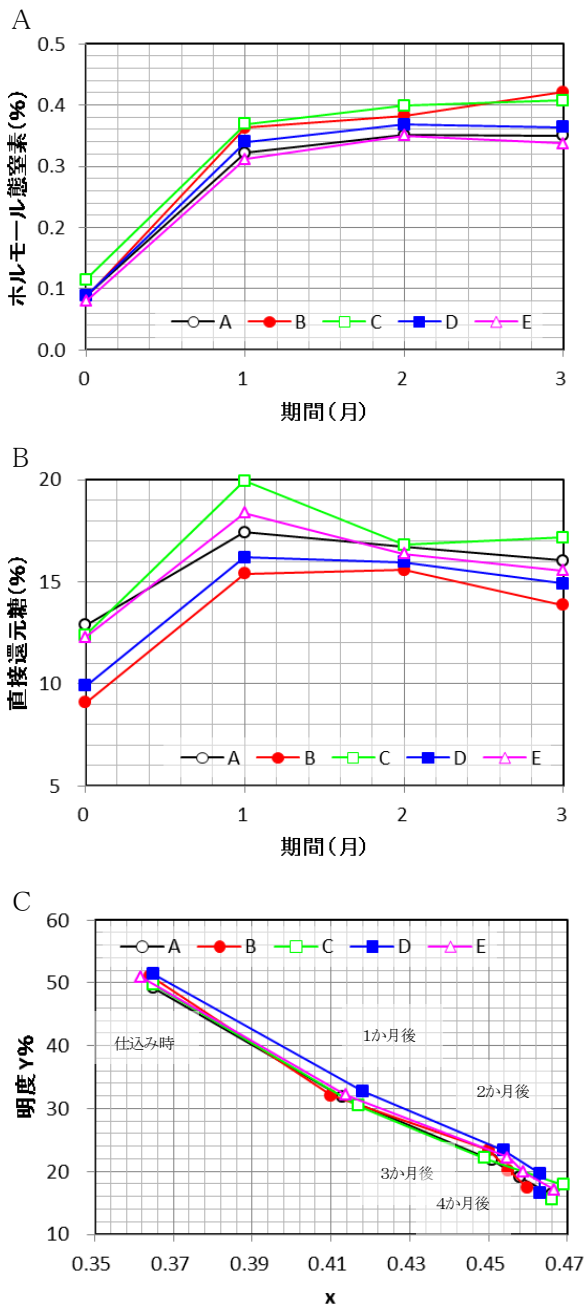


図4 麴をかえた試醸味噌の成分と測色値の推移  
A:ホルモール態窒素, B:直接還元糖, C:明度と x

【研究論文】

【平成27～28年度 県単研究】

## 物理的洗浄における摩擦の効果に関する研究

宮本 達也, 阿部 一彦  
材料開発・分析技術部

超音波によって発生したキャビテーションが、被洗浄物表面の汚れに摩擦を加えて引き剥がされる効果に着目し、最大の洗浄効果が出る条件を検討することを目的として、キャビテーションと音圧値に相関があるとの仮説を立て、超音波の各周波数、水槽、洗浄液温度における音圧と洗浄度の関係を確認した。その結果、洗浄度には洗浄槽内の音圧より液温の影響が大きい、液温20～30℃では超音波による効果が現れることがわかった。

キーワード：水系洗浄、超音波、キャビテーション、音圧、洗浄評価、接触角

### 1 緒言

洗浄技術は産業分野の基盤技術である。昨今、自動車用部品などの要求清浄度が精密洗浄レベルまで向上しており、洗浄工程の重要性は増している。また、宮城県産業技術総合センターへの技術相談においても、洗浄不良による製品・部品の不具合に関する相談が目立つ。本センターでは、これまで洗浄技術に関する研究を実施しており、洗浄度評価技術および水系洗浄技術における知見は蓄積されてきた<sup>1), 2)</sup>。

洗浄方法には洗浄剤を用いて汚れを取る化学的洗浄と、超音波などの物理的、機械的な方法で汚れを取る物理的洗浄がある。化学的洗浄においては一部の洗浄剤が環境負荷増大の観点から使用禁止あるいは抑制の方向にある。さらに、洗浄廃液の処理も水資源の観点から重要な要素である。そこで、洗浄における環境負荷低減に寄与すると考えられる物理的洗浄の重要性に注目した。

物理的洗浄の代表的な方法である超音波洗浄は、広い範囲の分野で利用されている。洗浄機構として、油などの強固な汚れの除去に対して有効と言われるキャビテーションによる作用、そして、半導体などの清浄な表面の汚れ除去に有効と言われる液体の加速運動による作用が挙げられる<sup>3)</sup>。

ただし、超音波洗浄の詳細な機構については解明されていない点がある。特に、被洗浄物表面から汚れがはぎ取られていく際の力と、汚れが表面を移動する際に生じる摩擦力、または汚れが表面と相互作用している時の付着力との関連に着目した研究例は少ない<sup>4), 5)</sup>。

一般的に、超音波により発生するキャビテーションが被

洗浄物表面の付着物(汚れ)と摩擦を起こすことで、表面から付着物を除去させるといわれている。ただ、超音波洗浄装置の性能確認の指標である、音圧の測定は容易ではない。

本研究では、キャビテーション発生に寄与するいくつかの要因のうち、音圧の影響が最も大きいという仮説を立てた。すなわち、音圧が大きいほどキャビテーションが増大し、超音波洗浄の効果が増大すると考えた。その効果を実証するために、まず、一般洗浄レベル<sup>6)</sup>のモデル洗浄系を設定し、超音波の周波数、洗浄槽の容量や洗浄液の温度等の条件を設定した。次に洗浄液中の音圧を観測し、キャビテーションと音圧の関連を調べた。そして超音波洗浄を行い、水の接触角による洗浄度の評価を行い、最適な洗浄条件の探索を行った。

以上の方法によって得られた知見をもとに、宮城県内あるいは他地域の洗浄実施企業へ技術的支援を行うことで、生産性・品質管理の向上に寄与することを目的とした。

### 2 実験方法

#### 2.1 洗浄実験モデルの選定について

製造現場において最適で効率的な洗浄のためには、条件毎の膨大な量の洗浄実験が必要である。しかし、実際の洗浄系での実験操作には労力、時間の制限がある。そこで、本研究においては、被洗浄物を金属板、落とすべき汚れを油汚れ、そして洗浄方法を超音波併用の水系洗浄と設定し、実用レベルの結果に結びつくような、洗浄現場

での条件に近い実験の構築を行った。

超音波洗浄による油汚れの除去にはキャビテーション作用が有効といわれている。キャビテーション発生に影響を及ぼす因子として、

- ・超音波の周波数
- ・洗浄液中の音圧
- ・超音波振動子と被洗浄物の位置関係
- ・洗浄液の温度
- ・溶存ガスの種類および量
- ・被洗浄物表面の状態(表面粗さ, ぬれ性) など

が挙げられる。これらの因子のうち、溶存ガス及び被洗浄物表面の状態以外の因子について、それぞれの寄与率を洗浄実験により検証することにした。

## 2.2 実験条件

今回は、以下の表に示す条件で洗浄実験を行った。

- ① 30L水槽における洗浄実験(表1)
- ② 100L水槽における洗浄実験(表2)

なお、30L水槽は実験室での洗浄を、100L水槽は実際の製造工程での洗浄をそれぞれ想定したものである。図1に洗浄実験用水槽の概要を示す。

表1 30L水槽における洗浄実験の条件

被洗浄物	銅板(10mm×40mm×0.5mm)
汚れ	潤滑油
周波数	28kHz, 45kHz, 100kHz, 200kHz
洗浄槽容量	30L
液温	10°C, 20°C, 30°C
洗浄時間	洗浄液 60 秒＋すすぎ 60 秒
洗浄剤	アルカリ洗浄剤 (イオン交換水で 10 倍希釈)
洗浄度評価	接触角法による判定
洗浄の目安	接触角 60° (一般洗浄レベル: 残存汚れ膜厚平均 3nm) <sup>1)</sup>

表2 100L水槽における洗浄実験の条件

被洗浄物	銅板(10mm×40mm×0.5mm)
汚れ	潤滑油
周波数	28kHz, 45kHz, 100kHz
洗浄槽容量	100L
液温	10°C, 20°C, 30°C, 40°C, 50°C
洗浄時間	洗浄液 60 秒＋すすぎ 60 秒
洗浄剤	アルカリ洗浄剤 (イオン交換水で 10 倍希釈)
洗浄度評価	接触角法による判定
洗浄の目安	接触角 60° (一般洗浄レベル: 残存汚れ膜厚平均 3nm) <sup>1)</sup>

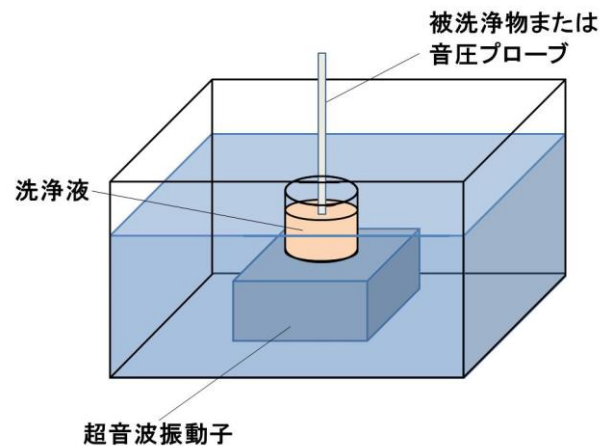


図1 洗浄実験用水槽の概要

## 3 実験結果及び考察

### 3.1 超音波の周波数における音圧と温度の関係

洗浄を実施する前に、超音波照射による洗浄液中の音圧と液温との関係を調べた。図2に、30L水槽内での温度と音圧の関係を周波数ごとに示す。音圧は超音波振動子中央上部で測定した時が最も高い数値を示した。また、図3は、100L水槽の超音波振動子中央上部で測定した音圧と液温の関係を周波数ごとに示している。なお、超音波洗浄機は本多電子製W-115(周波数28kHz, 45kHz, 100kHz)及び本多電子製W-200-HFMK II(周波数200kHz)を、音圧の測定には本多電子製 SONIC SENSOR HUS-5 をそれぞれ用いた。



いずれの水槽においても周波数45kHzのとき音圧が高いことがわかる。全体的に、30L水槽の方が100L水槽に比べて音圧が高く出ている。これは、液の深さが関連していると推測される。また、30℃の時に音圧が大きく観測された。一般に、液温が低いほど空気などの溶存ガスが多く溶けており、キャビテーションが発生しやすいといわれているが、この結果の原因の解明については検討の余地がある。

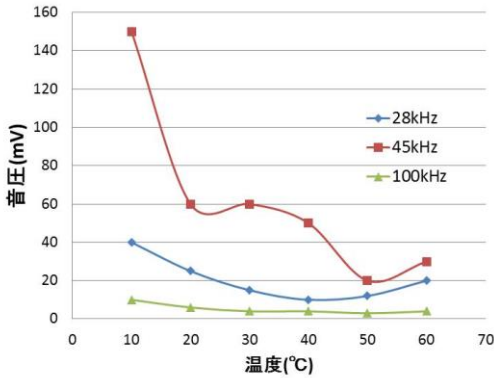


図2 30L水槽における液温と音圧の関係

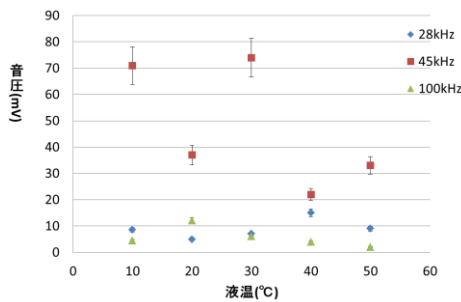


図3 100L水槽における液温と音圧の関係

### 3.2 洗浄度と温度の関係

図4は、30L水槽を用いて、液温と超音波の周波数を変えてそれぞれ洗浄を行った際の接触角の変化を示している。なお、接触角の測定は、協和界面科学製CA-Xを用いた。洗浄前の、潤滑油が被洗浄物の表面を薄く覆っている状態での接触角約100° と比べて、洗浄後ではいずれの条件においても接触角は低下しており、潤滑油が除去され洗浄されていることがわかる。さらに、液温30℃、28kHzの超音波照射での洗浄と、20℃及び30℃、45kHzの超音波照射での洗浄において、接触角は60°より低下しており、一般洗浄レベルの洗浄度を達成している。

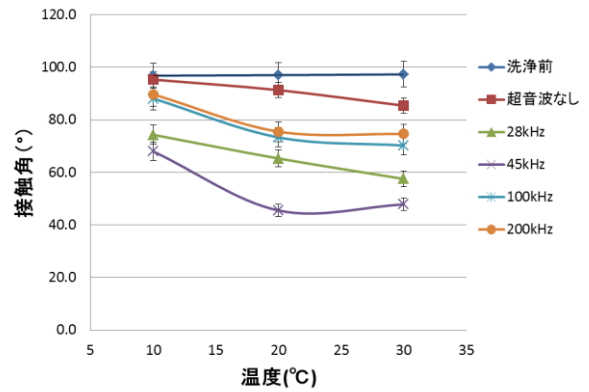


図4 30L水槽における液温と接触角の関係

図5は、100L水槽を用いて、液温と超音波の周波数を変えてそれぞれ洗浄を行った際の接触角の変化を示している。洗浄前の、潤滑油が被洗浄物の表面を薄く覆っている状態での接触角90~100° と比べると、10℃及び20℃では接触角の低下は見られず、洗浄は十分にされていないことがわかる。一方、液温30℃で超音波を照射した場合、超音波なしの場合と比べて接触角は低下し、28kHz及び45kHzの超音波照射での洗浄においては一般洗浄レベルの洗浄度を達成している。液温が40℃及び50℃の時では超音波の照射の有無に関わらず、一般洗浄レベルの洗浄度を達成している。これは液温が高いことにより、汚れの除去の速度が大きくなり、洗浄効果が現れていると推測される<sup>1), 7)</sup>。

一般に、洗浄の効果を上げるためには液温を上げるとよいと言われている。今回の実験の結果、液温20~30℃の範囲において、超音波照射の効果が現れていることが確認された。

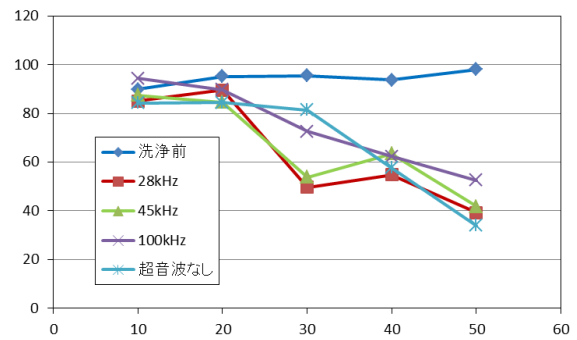


図5 100L水槽における液温と接触角の関係

#### 4 結言

- (1) 膨大なパラメーターを持つ洗浄実験の中から、洗浄現場での応用が可能なモデルを設定し、実験系を組み立てた。
- (2) 洗浄液の温度と音圧については特に相関は見られなかった。今後の課題として、より正確な音圧測定方法の確立が必要である。
- (3) 洗浄実験において、全体的に、液温が高くなると接触角は低下し、洗浄の効果が向上することを確認した。これは、熱力学的(反応速度論)視点から妥当な結果である。
- (4) 液温20～30℃では、超音波(28kHz, 45kHz)による洗浄効果の向上が見られた。
- (5) 超音波による洗浄効果と、液温による洗浄効果のバランスを考慮することが必要である。

以上の検討により得られた知見を超音波洗浄実施企業へ提示し、洗浄効率の向上(液温と洗浄時間など)、生産性向上、品質管理の維持に寄与したい。

#### 参考文献

- 1) 伊藤伸広, 宮本達也, 中塚朝夫:平成14年度宮城県産業技術総合センター研究報告No.1, p15(2002)
- 2) 伊藤伸広, 宮本達也, 曾根宏, 荒砥孝二, 中塚朝夫:平成17年度宮城県産業技術総合センター研究報告No.3, p57(2005)
- 3) 大矢勝:図解入門 よくわかる最新洗浄・洗剤の基本と仕組み, p150(2011)
- 4) 阿座上瑞美, 菊池廣:表面技術 Vol. 47, No. 1, p37(1996)
- 5) 真田俊之, 渡部正夫:THE CHEMICAL TIMES, 2015 No.3(通巻237号), P8(2015)
- 6) 日本産業洗浄協議会編:現場で役立つ洗浄評価法, p207(2008)
- 7) 奥山春彦, 皆川基編:洗剤・洗浄の事典, p265(1990)

## 透光性セラミックスの透過率向上に関する研究

曾根 宏, 氏家 博輝  
材料開発・分析技術部

近年, シンチレータに用いることができる材料が数十年ぶりに開発され, 医療用検査装置のポジトロン放射断層撮影装置に利用されることが期待されているが, 材料を単結晶で作らざるを得ず, 生産効率と生産コストが問題となっている。そこで, 生産効率を大幅に向上させつつ生産コストを下げ, 且つその材料をポジトロン放射断層撮影装置に用いることができる品質の透光性セラミックスを作製することを目的として焼結に関する実験を行った。焼結はパルス通電焼結法を用い, 加熱温度, 加圧力, 加熱時間を主なパラメーターとし, 透光性が発現する最適値を検討した。その結果, 特定の温度域, 加圧域, 加熱時間域である程度の透光性が得られることが分かった。一方で焼結型から移行したと考えられる不純物の存在が明らかになり, 実用化に関しては新たな課題が出た。これらから, 新規シンチレータ材料のポジトロン放射断層撮影装置に用いることができる品質の透光性セラミックスを作製するために, パルス通電焼結法を用いる方向性は間違っていないことが確認され, 近い将来, 新規シンチレータ材料の透光性セラミックスが実用化されることが期待される。

キーワード: 焼結, シンチレータ

## 1 緒言

放射線検出器はポジトロン放射断層撮影装置, X線コンピュータ断層撮影等の核医学装置に多く使われており, 次いで, 放射線モニタリング等の自然放射線計測分野に使われている。近年では航空機搭乗時の手荷物検査機器等のセキュリティ機器への応用が成長分野になっている他, 炭化水素系燃料, 鉱物資源探査装置, 工業製品, 歴史的埋蔵物の非破壊検査装置等広範な分野で応用されている。放射線検出器は, 放射線を可視光等の放射線よりも低エネルギーの光に変換するシンチレータとその光を電気信号に変換する受光素子とからなっており, 放射線検出器の応用製品の性能は放射線検出器部分の性能に依存する。

シンチレータは広範な応用を持ち, 材料分野で一定程度の安定した市場規模を有する。最初に工業化されたTl:Nalは1948年にHofstadter<sup>1)</sup>によって発明された。1937年のBGOの発明以降, X線コンピュータ断層撮影装置やポジトロン放射断層撮影装置等の医療画像装置の開発や欧州原子核研究所のLarge Hadron ColliderのCompact Muon Solenoidにおける高精度カロリメータ用のシンチレータの仕様からPWO, GSO, LSO等の新しいシンチレータ材料が開発されてきた。その後, 20年程度の停滞期を経て,

2011年画期的なシンチレータ材料が吉川らによって発明された<sup>2)</sup>。

その材料はCe:Gd<sub>3</sub>(Al,Ga)<sub>5</sub>O<sub>12</sub>(Ce:GAGG)単結晶で, 高い化学的安定性を有し, 発光量56,000photon/MeV, エネルギー分解能4.6から6.2%という優れたシンチレーション特性を示す上, 発光波長が520nmという長波長発光のため, 半導体受光素子との組み合わせに優れており, コンプトンカメラや食品放射線モニタ等に用いられ始めている。発明当初は蛍光寿命が90から170nsと他のCe系シンチレータに比して長いとため, 時間分解能が悪く放射線検出器はポジトロン放射断層撮影装置が応用の候補になることはなかったが, その後添加剤の工夫により, 発光量を損ねることなく蛍光寿命を40ns未満にすることができ, 同装置への応用が期待される材料となった。

Ce:GAGGはチョクラルスキー法を用いて単結晶として製造され, 放射線量測定装置のガンマ線検出器に応用されている。しかし同法による製造は, Cz装置1台あたり年間10Lしか製造できない上, 貴金属製のルツボを熱負荷の大きい状態で使うことから数回の使用で改鑄することや, 材料の融点で長時間保持するためのエネルギー等で高コストである。ポジトロン放射断層撮影装置1台あたり, Ce:GAGGが25L必要とされており, Ce:GAGGのシンチレータとしての性能がポジトロン放射断層撮影装置に利用

できるものであっても、工業製品として利用するには要求量を安定的に供給する必要がある。

そこで、Ce:GAGGをセラミックスにすることができれば、結晶成長速度に影響されることなく、焼結型や焼結炉の大きさに応じ、単結晶に比較して大量に、安価に供給することができることと目論み、Ce:GAGGの焼結条件を調べることとした。本研究ではCe:GAGGの発光波長である520nmに透光性があり、高エネルギーの光を520nmの光に変換する特性を維持しているセラミックスの焼結条件を探索することを目的とした。

## 2 実験方法

本実験はCe:GAGGの焼結方法を探索することが目的であるので、Ce:GAGGを合成、保管し、焼結、Ce:GAGGの透光率測定を行い、透光率を焼結品質の指標とした。

図1にパルス通電焼結装置の概略図を示す。パルス通電焼結法は機械的な加圧とパルス通電加熱とによって、被加工物の焼結・接合・合成を行う加工法で、一般的な焼結に用いられる熱的および機械的エネルギーに加えて、パルス通電による電磁的エネルギーや被加工物の自己発熱および粒子間に発生する放電プラズマエネルギーなどを複合的に焼結の駆動力としている点に大きな特徴があるとされている<sup>3)</sup>。

本研究では加圧と加熱が同時に行えること、焼結型が加熱するため、ヒーターの損耗がなく、炉体の痛みが少ない特徴を享受するために焼結にはパルス通電焼結法を用いた。Ce:GAGGは絶縁体で、直流パルスもミリ秒単位でのON,OFFなのでCe:GAGGが通電加熱することはなく、パルス通電焼結法で特徴と解説されている例がある自己発熱や粒子間に発生する放電プラズマエネルギー等理解が困難な現象の考慮が不要と考えられ、単純に温度、圧力のみをパラメーターとすることができることもパルス通電焼結法を用いた理由である。

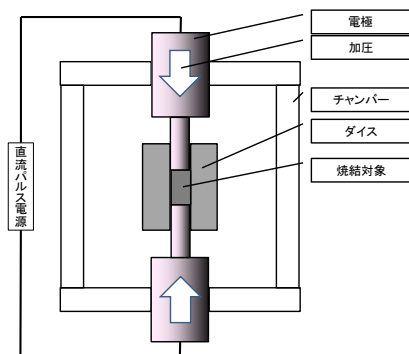


図1 パルス通電焼結装置概略図

### 2.1 Ce:GAGGの合成

酸化ガリウム、酸化ガドリニウム、酸化セリウム、アルミナの粉末をCe:GAGG化学量論比から外れない割合で均一に混合し、その混合粉末を電気炉内で加熱し、高温合成を行った。これら前駆体粉末固相間の反応は固相内の原子またはイオンの拡散によって成されるため、一般に数百度から千数百度の高温を要する<sup>4)</sup>。本実験でも同様の温度帯で加熱した。電気炉はネムス製SS1700B4Sを用い、外部からのガス導入や置換をせず大気雰囲気中で高温合成した。

### 2.2 Ce:GAGGの保管

一般的にガーネット型酸化物は吸湿性があり、Ce:GAGGのようにガーネット構造を構成する元素の一部を別の元素に置換したものは、元の構造より不安定であるため、合成したサンプルをその都度使い切る。しかし、Ce:GAGGは原料が高価である上、合成に人的、時間的コストがかかることから、まとめて合成し、性質を保持したまま保管することができれば、効率的にサンプルを利用することができる。電磁波と水分子を通さないステンレス製容器に保管し、ガーネット構造を維持しているかをX線回折装置(リガク製SmartLab9kW)を用いて確認した。また、シンチレータとしての機能を維持しているか、紫外線励起で蛍光を発するかを確認した。

### 2.3 焼結温度、圧力

Ce:GAGG 原料粉を東洋炭素製のISO-68素材、内径20mmのダイス、同素材の直径20mmのパンチを組み合わせ焼結型としたものにパッキングし、パルス通電焼結装置(住友石炭鉱業製Dr.SinterSPS7.40:図2)に装填した。焼結温度はパルス通電焼結装置の電流量で制御した。焼結温度、加圧力、焼結時間をそれぞれ独立に制御した。各条件で焼結後、焼結サンプルを板状に切断し両面を研磨し、分光光度計(日立製作所製U-3500)を用いて透光率を測定した。また、同加工後サンプルを紫外線励起で蛍光を発するか確認した。



図2 住友石炭鉱業製 Dr.SinterSPS7.40

### 3 実験結果及び考察

#### 3.1 Ce:GAGGの合成

図3に高温合成後のサンプルを示す。図4に高温合成前後の試料のX線回折パターンを示す。サンプルは一様に薄黄色を呈しており、セリウムが発光中心として偏りなく分布していることが推察される。X線回折パターンからガーネット構造であることが確認された。以上から、高温合成によりCe:GAGGを合成することができたと考えられる。



図3 高温焼成後サンプル

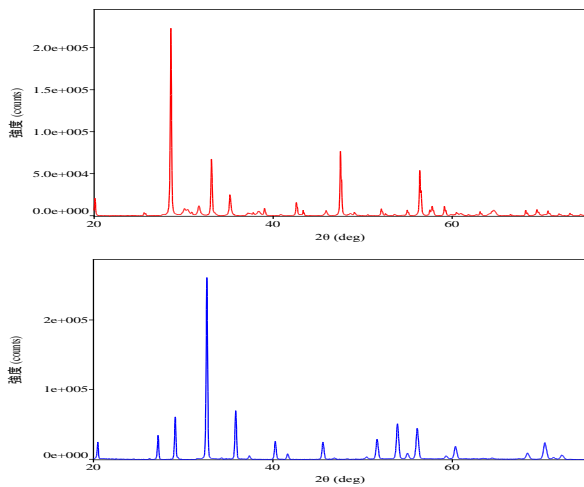


図4 上:高温合成前 XRD パターン  
下:高温合成後 XRD パターン

#### 3.2 Ce:GAGGの保管

ステンレス製容器に1年6ヶ月保管したCe:GAGGの紫外線励起の写真を図5に示す。同サンプルのX線回折パターンを図6に示す。以上から、保管したCe:GAGGは構造、シンチレータとしての性能を維持しており、金属製密閉容器を用いると年単位の保管が可能であると考えられる。

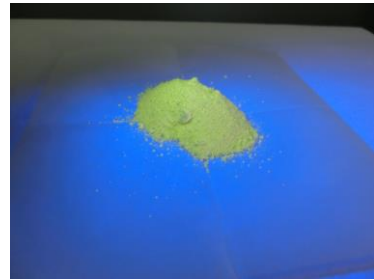


図5 長期保管後 Ce:GAGG 紫外線励起蛍光

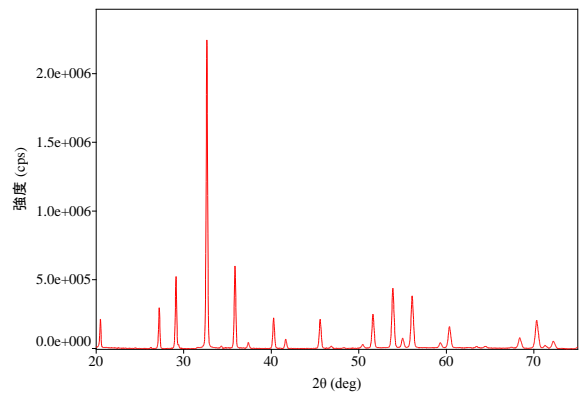


図6 長期保管後 Ce:GAGG XRD パターン

#### 3.3 焼結温度、圧力

図7に焼結温度と焼結時の加圧力をパラメーターとしたときの焼結サンプルの一覧を示す。焼結温度が低い場合は粉の圧密体のまま、温度が高い場合は透光性が発現しているものの黒色を呈しており、焼結型に用いたグラファイト由来の炭素が浸透していることが考えられる。加圧力が低い場合は粉の圧密体のまま、加圧力が高い場合は透光性が発現しているものの、焼結後に生じたと考えられる割れが生じており、焼結完了後の冷却時の加圧力の減じ方に問題があったと考えられる。Ce:GAGGセラミックスの透光性を発現させるための焼結温度、圧力には下限と上限があり、焼結型から物質移動による汚染がある場合があることが分かった。図8に最も透光性があったサンプルの

透光率を示す。発光波長520nmで約30%/mmであった。図9に紫外線励起時の焼結サンプルを示す。蛍光を発生しており、焼結後もシンチレータとしての機能を維持していると考えられる。

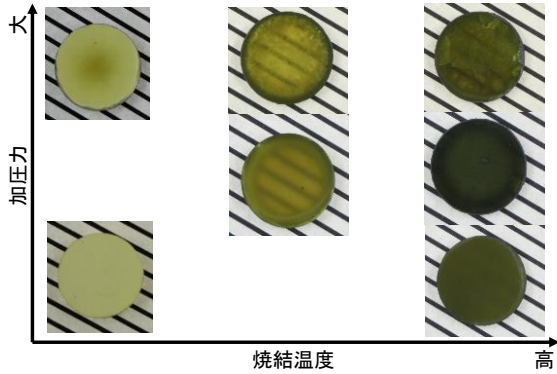


図7 焼結サンプル

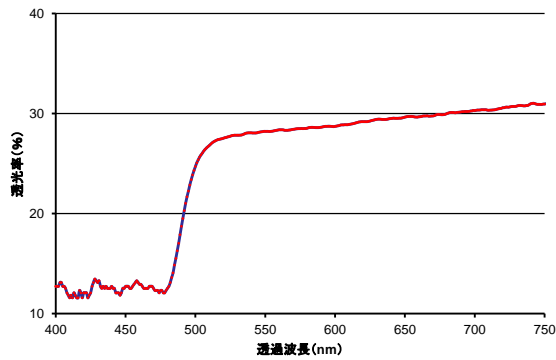


図8 Ce:GAGG セラミックス 透過スペクトル



図9 Ce:GAGG セラミックス紫外線励起蛍光

#### 4 結言

本研究により、以下のことが明らかになった。

- (1) 電気炉を用い酸化ガリウム, 酸化ガドリニウム, 酸化セリウム, アルミナの粉末からCe:GAGGを合成できるこ

とが分かった。

- (2) 金属製密閉容器を用いることでCe:GAGGの原料粉を年単位で保管できることが分かった。
- (3) Ce:GAGGセラミックスの焼結パラメーターのうち焼結温度, 焼結中加圧力に関しては最適な範囲があることが分かった。その範囲中で焼結したCe:GAGGセラミックスはシンチレータとしての機能を維持していることが分かった。また, 型の素材が物質移動で焼結対象を汚染する可能性があることが分かった。

#### 参考文献

- 1) R.Hofstadter,Phys. Rev. 74(1948) 100.
- 2) Joanna Iwanowska,et al. NIMA172(2013) 34.
- 3) 鴫田正雄 第20回通電焼結研究会 講演要旨集 1.
- 4) (公社)日本セラミックス協会編 セラミック工学ハンドブック第2版 116. 技報堂出版

## 【短報】





【短報】

【平成25～29年度 地域企業競争力強化支援事業】

## 難加工性材料の精密切削・研削加工技術の開発

## －①高強度チタニウム合金の切削加工に関する研究－

渡邊 洋一, 和嶋 直

自動車産業支援部

航空機用の構造部材である高強度チタニウム合金(Ti-6Al-4V)について、最適な切削加工条件を導出することを目的とし、工具の選定と最適加工条件を選定した。実験ではコーティング材の異なる切削工具について耐摩耗性の比較検討を行い、最適な切削工具を選定した後、工具回転数を変化させた場合の工具摩耗量を観察し、最適加工条件を導出した。その結果Ti-Al-Co系のコーティングが耐摩耗性に優れており、加工条件では低速の工具回転数において最も工具摩耗が少ない結果を得た。

キーワード: 切削加工, 高強度チタニウム合金, 耐摩耗性評価

## 1 緒言

高強度チタニウム合金(Ti-6Al-4V, 以下Ti合金とする。)は軽量, 高強度の性質を持つため航空機の構造部材として使用されている。これらの構造部材は切削加工で加工されているが, Ti合金は熱伝導性が低いため, 加工中の工具刃先温度が上昇し, 工具の摩耗を促進させる。そのためTi合金は切削加工において難削性を示す材料特性を有する。<sup>1)</sup>

本研究ではTi合金材の最適加工条件の導出を目的とし, 加工に最適な切削工具をコーティング材の異なる工具の耐摩耗性を比較することで選定した。次に選定した工具を用いて工具回転数を変化させた場合の工具摩耗状態を観察し摩耗量が最小となる工具回転数を選定した。

## 2 実験方法

実験では直径4.0mmの4枚刃のスクエアエンドミルを4種類使用した。それぞれコーティング材の成分分析を行い, 異なるコーティング材の工具について同一の切削加工条件でTi合金を一定体積切削加工した。加工後, 工具の先端を観察することで摩耗状態の観察を行い, 摩耗量が最小となる工具を選定した。次に, 選定した工具について工具回転数を変化させた場合の工具摩耗状態を観察し, 摩耗量が最小となる工具回転数を求め, 最適加工条件とした。

## 2.1 工具コーティング材の成分分析

実験に使用した切削工具の成分は, エネルギー分散型蛍光X線分析装置を使用し, コーティング膜に含まれる元素を定量した。表1に実験に使用した切削工具の成分分析結果を示した。含有元素の定量値は重量パーセントで表示した。なお含有量が微量となる元素は無視した。

表1 実験に使用した工具のコーティング膜の成分

工具番号	1	2	3	4	
含有元素 (wt%)	Al	43.27	42.11	16.15	35.03
	Ti	0.96	52.02	48.46	52.24
	Cr	55.77	-	28.66	12.73
	Co	-	5.87	-	-
	Si	-	-	6.72	-

コーティング材は主に窒化物となっており, 番号1の工具はCr-Al系, 番号2の工具はTi-Al-Co系, 番号3の工具はTi-Cr-Al系, 番号4の工具はTi-Al-Cr系のコーティングになっていることが分かった。

## 2.2 工具コーティングの選定

成分分析を実施した4種類の工具について, 切削加工実験を実施した。実験には当センター設置の五軸マシンニングセンターを使用した。Ti合金のブロック材を加工機のバイスに固定し, 表2の切削条件にて一定体積(145.4cm<sup>3</sup>)切削した。加工後の工具先端をマイクロスコープにて観察を行い, 摩耗量が最小となる工具を選定した。また, コー

ティング膜の摩耗状態を電子顕微鏡で観察し摩耗の進行状態を観察した。

表2 切削加工条件

項目	設定値
工具回転数[/min]	7000
軸方向切り込み量[mm]	2.0
径方向切り込み量[mm]	0.25
送り速度[mm/min.]	500
冷却方法	水溶性冷却水
切削方向	ダウンカット

### 2.3 切削条件の最適化

2.1の実験結果から選定された工具を使用し、表3の切削加工条件で実験を実施した。実験に使用した加工機や実験器具は2.1の実験と同様である。異なる工具回転数で一定体積(13.04cm<sup>3</sup>)を切削し、加工後の工具先端を電子顕微鏡で観察した。実験後の工具摩耗状態を比較し最適な工具回転数を選定した。

表3 切削加工条件

項目	設定値
工具回転数[/min]	10,000~40,000
軸方向切り込み量[mm]	2.0
径方向切り込み量[mm]	0.25
送り量[mm/刃.]	0.018

## 3 実験結果及び考察

### 3.1 工具コーティング材の選定

一定体積加工した後の工具側刃先端のニゲ面を観察した結果を図1に示す。その結果、工具番号1のAl-Cr系コーティングの摩耗量が最大となり、工具番号2のTi-Al-Co系工具が最小となった。次に、工具番号1と工具番号2の刃先について電子顕微鏡で500倍に拡大し観察した結果を図2に示した。工具番号1のコーティング膜は大きく損傷している様子が観察された。一方工具番号2のコーティング膜は被削材との摩擦により摩耗はしているものの、剥離も少なく損傷も少ない。コーティング膜の違いによる工具の耐摩耗性は大きく変化することが確認できた。またTi合金の加工について、工具コーティングの種類はTi-Al-Co系が良好であることが分かった。

コーティング膜の耐摩耗性に関しては膜の成分や付着力、表面性状などの要因で変化することが考えられるため、今後さらに検討を進める予定である。

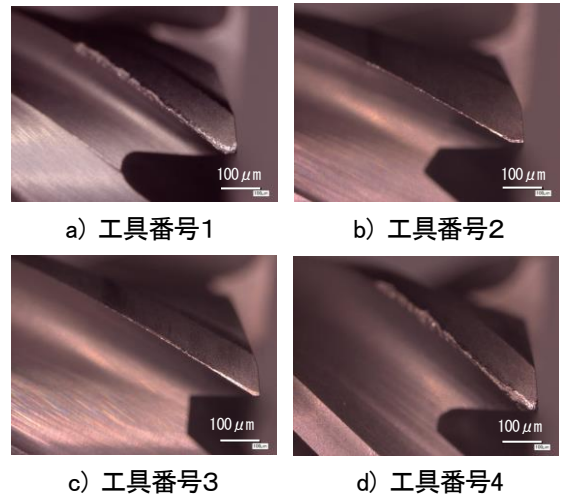


図1 工具先端部の観察結果(100倍)

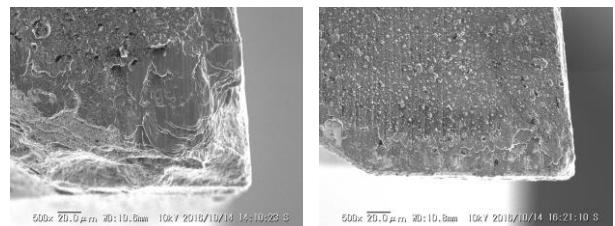


図2 工具先端のコーティング損傷状態の観察(500倍)

### 3.2 切削条件の最適化

3.1の結果から工具番号2の工具を選定し、実験を行った。実験後、工具側刃のニゲ面を電子顕微鏡で観察した結果を図3に示した。回転数が上昇するに従いコーティング膜の損傷も大きくなることが明らかになった。このことから回転数が低い条件での加工条件が最適であることが分かった。

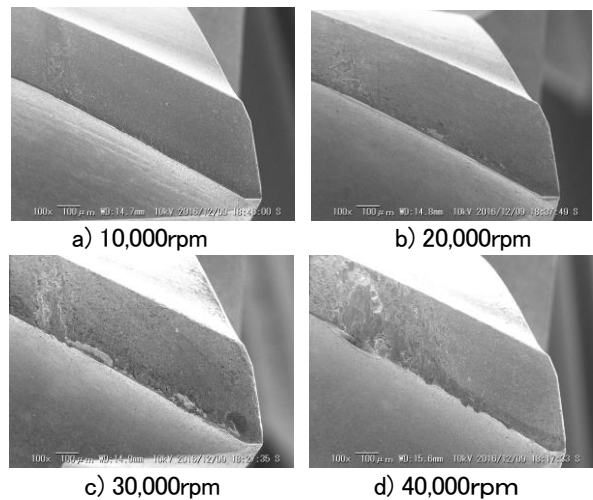


図3 工具番号2の先端側刃ニゲ面の観察結果(100倍)

本実験から低回転での条件が良好である結果が得られたが、一方で加工能率の低下につながる。そこで高能率な加工を行うには、切込み量を増加させ低速回転で切削する条件が最良の加工条件になるものと考えられる。

#### 4 結言

本研究により、Ti合金材の切削加工において以下の知見が得られた。

- (1) 使用する工具のコーティング材はTi-Al-Co系において耐摩耗性が高い。
- (2) 工具回転数が高いと工具の摩耗が促進されるため、切削条件は低回転数、高切込み量が良好である。

#### 参考文献

- 1) 狩野勝吉:難削材・新素材の切削加工ハンドブック, 工業調査会

【短報】

【平成25～29年度 地域企業競争力強化支援事業】

## 微細成形技術を用いた機能性素子の開発 —酸化チタンナノチューブ型ガスセンサの開発—

阿部 宏之<sup>1</sup>, 馬 騰<sup>2\*</sup>, 庭野 道夫<sup>2†</sup>機械電子情報技術部<sup>1</sup>, 東北大学電気通信研究所<sup>2</sup>

本研究では、ガスセンサの感度向上と応答時間、回復時間短縮を実現するため、センシング部である酸化チタンナノチューブ薄膜を検出対象ガスが透過する構造にしたガスセンサを作製する基盤技術を確立し、ガスが透過しない構造である従来のガスセンサよりも応答時間が短いことを初めて実証した。

キーワード: 呼気検査装置, ガスセンサ, 陽極酸化, フォトリソグラフィ, 酸化チタンナノチューブ, 多孔質

### 1 緒言

ガスセンサは、窒息や爆発の危険性を有する作業現場でのガス検出用途だけでなく、疾病の早期診断のための呼気検査用途として医療健康分野での可能性が示唆され、呼気診断方法とともに数多くの研究が進められている。特に呼気検査装置に搭載されるガスセンサには、複数種類の異なるガスが含まれる混合ガスから、特定のガスを高感度に、短時間で検出できることが求められている。

東北大学電気通信研究所 庭野研究室では、ボトムアッププロセスである局所陽極酸化技術と、トップダウンプロセスであるフォトリソグラフィ技術とを組み合わせ合わせたハイブリッドプロセスを開発し<sup>1)</sup>、ナノスケールのチューブが互いに密着した状態で配列制御した酸化チタンナノチューブ薄膜をガラスやシリコンなどの固体基板上に形成することに成功した<sup>2)</sup>。さらに、この技術をガスセンサへ適用することにより、超小型(ミクロンサイズ)・広測定範囲(1ppm～10%)・高感度(最高感度1 ppm)の水素ガスセンサを実現した<sup>3)</sup>。

しかしながら、呼気検査装置だけではなく、医療健康分野の製品に適用するには、混合ガス中の特定ガスを検出できない(ガス選択性がない)、ガス検出までの時間(応答時間)、及びガス検出後にセンサ出力が検出前まで戻る時間(回復時間)が長いという課題があった。

本研究では、(1)検出対象ガスがセンシング部を透過するセンサ構造にする(感度向上, 応答時間短縮), (2)触媒金属微粒子をナノチューブの内壁全面に均一担持する(感度向上, 応答時間短縮, ガス選択性付与) (3)触媒微粒子の金属種を変えた複数のガスセンサを集積化する(ガス選択性付与), (4)紫外線を照射し、酸化チタンの

光触媒機能を利用する(回復時間短縮)ことで前述の課題を解決する。本稿では、(1)の成果について報告する。

### 2 実験

#### 2.1 ガスセンサの作製方法

本研究で作製するセンサは、検出対象ガスがセンシング部を透過する構造であるため、構造的に脆弱となり易いダイヤフラム部における酸化チタンナノチューブ薄膜が破損しないプロセスを設計した。図1にガスセンサの作製プロセスを示す。

(a)硫酸過水と希フッ酸で洗浄した厚さ200  $\mu$  mのシリコン(100)面基板の片面に300nmの窒化シリコンを化学気相成長法で、反対の面に650nmの酸化シリコンを熱酸化で成膜。

(b)酸化チタンナノチューブ薄膜の破損を防ぐため、窒素化シリコン膜側にスパッタで500nmのチタンを先行研究<sup>3)</sup>のセンサ(100nm)よりも厚く成膜。

(c), (d)フォトリソグラフィと市販のウェットエッチング液(和光純薬工業 TCL-2)でチタンをセンサ形状に加工。

(e), (f)裏面の酸化シリコンをフォトリソグラフィとCF<sub>4</sub>とO<sub>2</sub>を用いたドライエッチングでシリコン基板が露出するまで加工。

(g)市販のウェットエッチング液(関東化学 TMAH-25)で窒化シリコン膜に到達するまでシリコンを異方性エッチング。

(h)センサ形状にパターニングしたチタンのセンシング部及び電極部以外を酸化シリコン蒸着膜で保護。

(i)陽極酸化して、センシング部分のみを酸化チタンナノ

チューブを作製。

(j)酸化チタンナノチューブがアモルファス相なので、大気中で熱処理(450℃, 30分間)して、触媒活性の高いアナターゼ相に転移。

(k)CF<sub>4</sub>とO<sub>2</sub>, Arを用いたドライエッチングで窒化シリコン膜と酸化チタンナノチューブの底部をエッチング。

(l)陽極酸化後の酸化チタンナノチューブは、試験管の様に底部が閉じた形状であるが、ドライエッチングで底部を除去することで両端が開放された筒形状を形成。

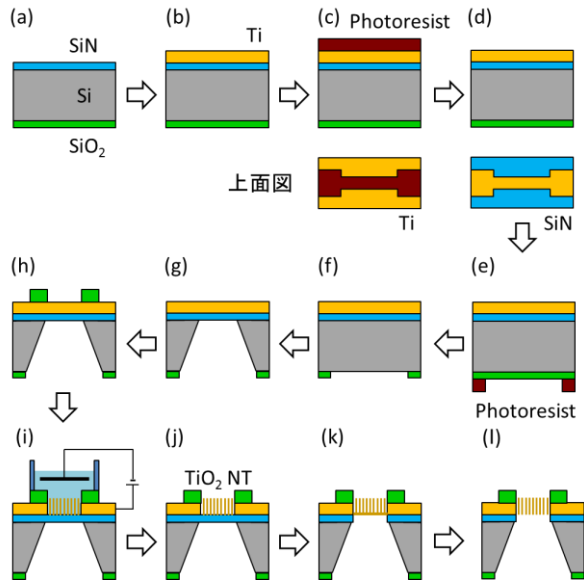


図 1 陽極酸化技術とフォトリソグラフィ技術とを組み合わせたガスセンサ作製プロセス

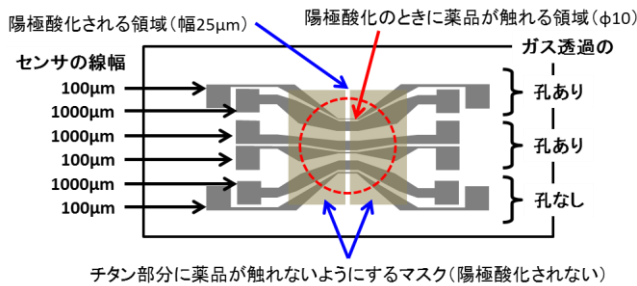


図 2 作製したガスセンサ基板の模式図

図2に作製したガスセンサ基板の模式図を示す。シリコン基板上に線幅100 μmと1000 μmのセンサが3組、配置されている。図中で上側と中央に配置されているセンサは、図1(l)に示すように、センシング部の下にある窒化シリコン膜とシリコン基板の一部が除去されているため、基板の片面から反対面に検出対象ガスが透過可能である(以下、透過型センサと略記)。一方、図中で下側に配置されているセンサは、センシング部の下にあるシリコン基板の一部が除去されていないため、先行研究<sup>3)</sup>のセンサと同様、検

出対象ガスが透過不可能である(以下、非透過型センサと略記)。透過型と非透過型センサを同一基板上に作製したことによって、各種ガスに対するそれぞれのガスセンサの出力電流を同時に測定することができる。すなわち、基板の温度やガス流量、ガスの切り替え時間などを全く同じ条件とした測定が可能である。

## 2.2 センサ特性の測定方法

本研究のガスセンサでは、検出対象ガスに対するセンサの出力電流の変化でセンサ特性を評価する。図3に、検出対象ガスに対する電流値の変化を測定するために、作製したセンサ基板を入れる自作の密閉容器(a)とバルブの開閉によって、密閉容器内にガスを導入・排出させることが可能な自作のガス供給ライン(b)を示した。面積式流量計を使い、密閉容器内に流す各種ガスの流量を制御する。図3(c)には、密閉容器内に作製したセンサ基板を設置した様子を示した。センサのセンシング部の両端にある電極に銀線の一端を銀ペーストで接着し、他端を密閉容器の内壁に取り付けた端子に接着した。基板の下には、セラミックヒーターが設置されており、測定中に基板を加熱することができる。

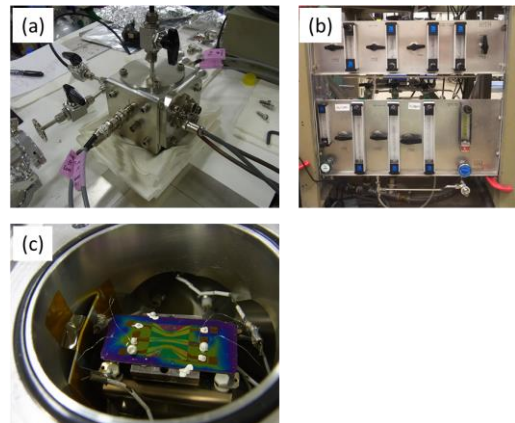


図 3 自作の密閉容器(a)とガス供給ライン(b)、作製したセンサ基板を密閉容器内に設置した様子(c)

アジレント社製半導体パラメータアナライザ(4156C)を用いて、同一基板上の線幅1000 μmの透過型と非透過型センサに対して同時に0.1Vの電圧を印加しながら、それぞれのセンサの電流値の変化を測定した。具体的には、密閉容器内を油回転ポンプで10Pa程度に真空引きしながら、基板を300℃に加熱し、30分後に真空引きを停止してから密閉容器内に窒素を流して測定を開始し、電流値が安定した後に検出対象ガスに切り替えた。各ガスの流量は、50ml/minとした。

## 3 実験結果及び考察

図4に、作製したガスセンサの外観写真(a)、(a)に赤丸で示した透過型センサのセンシング部をセンサ側(b)とその裏面側(c)から拡大して観察した写真を示した。図4(b)と(c)に矢印で示した酸化チタンナノチューブ薄膜が破損することなくガスセンサが作製できていることがわかる。本研究によって初めて検出対象ガスがセンシング部を透過する構造を有した酸化チタンナノチューブ型ガスセンサの作製が可能となり、透過型ガスセンサ作製に不可欠な基盤技術を確認した。図5に、透過型センサのセンシング部をセンサ側(a)とその裏面側(b)から観察した走査電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope; SEM)像を示した。黒い部分が酸化チタンナノチューブの孔、白い部分が側壁である。SEM像から、酸化チタンナノチューブが厚さ方向に対して貫通していることから、検出対象ガスがセンシング部を透過可能であることがわかる。

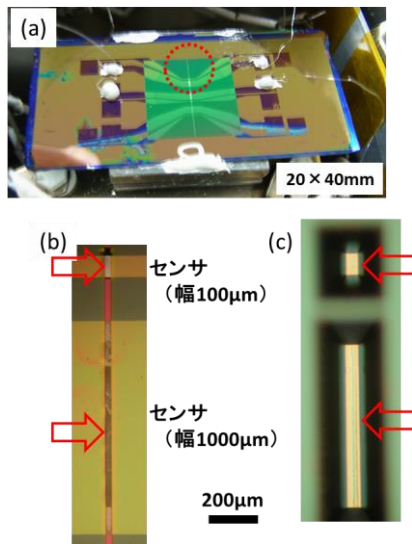


図4 作製したガスセンサの外観写真(a)、透過型センサのセンシング部をセンサ側(b)とその裏面側(c)を拡大して観察した写真

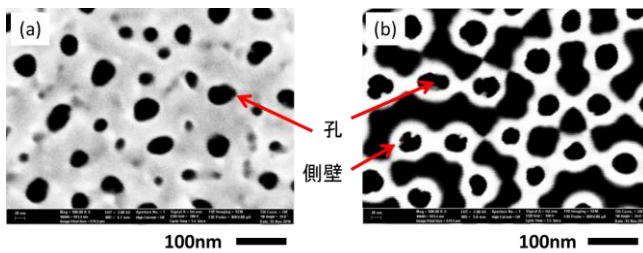


図5 透過型センサのセンシング部をセンサ側(a)とその裏面側(b)から観察した走査電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope; SEM)像

次に、水素を検出対象ガスとして、透過型センサと非透過型センサとの応答特性の違いを検証した。窒素で希釈された5%と1%の水素に対する透過型と非透過型のセンサの出力電流の測定結果(測定間隔10秒)を図6(a)、(b)にそれぞれ示した。透過型と非透過型のセンサは、同一基板上に作製されており、半導体パラメータアナライザ(4156C)で同時に測定を行った。具体的な測定方法としては、水素5%、水素1%ともに測定開始からの経過時間1000秒に窒素の導入バルブを閉め、水素と窒素の混合ガスの導入バルブを開き、導入バルブの開閉で水素に切り替えた。測定結果としては、ある程度の水素が密閉容器内に導入されてから電流値が上昇し始め、その時間は1050秒で、透過型と非透過型のセンサで、ほぼ同じであった。これは、水素が酸化チタンナノチューブ膜の表面で検出されたことによる電流値の上昇であるため、2種類のセンサで違いが現れなかったものと考えられる。その後、時間の経過とともに2種類のセンサで電流値がさらに増加しているが、これは、酸化チタンナノチューブ内部での水素検出に対応した現象で、水素が内部に入りやすい透過型センサの方が短時間で急峻に増加したことに起因するものと考えられる。

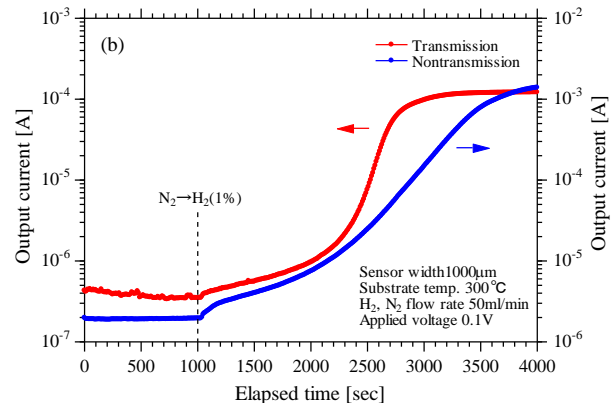
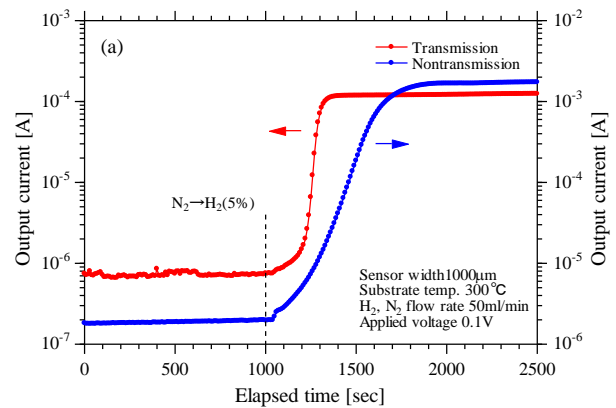


図6 5% (a)と1%(b)の水素に対する透過型(赤)と非透過型(青)センサの出力電流の測定結果

#### 4 結言

本研究では、ガスセンサの感度向上と応答時間、回復時間短縮を実現するため、センシング部である酸化チタンナノチューブ薄膜を検出対象ガスが透過する構造にしたガスセンサを作製し、ガスが透過しない構造である従来のガスセンサよりも応答時間が短いことを初めて実証した。

今後、ガスセンサとしてのさらなる性能向上を図るとともに、高度で迅速な診断に不可欠な呼気診断等の医療健康機器への応用をめざす予定である。

#### 謝辞

ガスセンサ作製プロセス、センサ出力電流測定について、ご指導・ご助言を頂きました東北大学大学院医工学研究科 但木 大介 博士<sup>‡</sup>に感謝いたします。本研究は、東北大学電気通信研究所附属ナノ・スピンの実験施設で行われました。また、本研究の一部は、JSTマッチングプランナープログラム「企業ニーズ解決試験」の助成を受けて行われました。

#### 参考文献

- 1) Kimura, Y. ; Itoh, K. ; Yamaguchi, R. ; Ishibashi, K. ; Itaya, K. ; Niwano, M. Room temperature observation of a Coulomb blockade phenomenon in aluminum nanodots fabricated by an electrochemical process. *App. Phys. Lett.* 2007, 90( 9), p. 093119-1-093119-3.
- 2) Ishibashi, K. ; Yamaguchi, R. ; Kimura, Y. ; Niwano, M. Fabrication of titanium oxide nanotubes by rapid and homogeneous anodization in perchloric acid/ethanol mixture. *J. Electrochem. Soc.* 2008, 155(1), p. K10-K14.
- 3) Kimura, Y. ; Kimura, S. ; Kojima, R. ; Bitoh, M. ; Abe, M. ; Niwano M. Micro-scaled hydrogen gas sensors with patterned anodic titanium oxide nanotube film. *Sensors and Actuators B* 2013, 177, p. 1156-1160.

---

\* 現 東北大学材料科学高等研究所

† 現 東北福祉大学感性福祉研究所

‡ 現 東北大学電気通信研究所

【短報】

【平成28～30年度 県単研究】

## 県内シーズを活用したエネルギーハーベスティングおよびセンシングシステムの研究開発

小野 仁, 今井 和彦, 太田 晋一, 高田 健一, 中居 倫夫  
機械電子情報技術部

本研究開発の目的は、宮城県内の新材料、新デバイス、技術シーズ等を活用して、工場の製造工程やインフラ劣化等のモニタリングに利用するための無線センサシステムを開発することである。

開発の初年度である平成28年度は、今後の無線センサユニット開発の土台となるベースキットを開発した。ベースキットの構成要素として、まず、コールドスタート機構、マイコン、無線IC2種、電子ペーパードライバの、5つのモジュールを開発した。これらの成果をベースに、東北特殊鋼株式会社と、磁歪式振動発電デバイスを用いた無線センサシステムの共同開発を行い、この中で宮城県産業技術総合センターは、加速度・温度複合センサ及びこれを用いた無線センサノードを開発した。

キーワード：エネルギーハーベスティング、組込み、マイコン、省エネルギー、無線、センサ、M2M、IoT

### 1 緒言

エネルギーハーベスティングは、周りの環境から微弱なエネルギーを収穫(ハーベスト)して、電力に変換する技術<sup>1)</sup>であり、工場の製造工程やインフラ劣化等のモニタリングに利用される無線センサシステム用の電源として活用した場合、電池交換のコストダウンが期待され、その効果はノード数が増える程増加する。

一方で、宮城県内にはエネルギーハーベスティングや無線センサのシステムを構築可能な新材料、新デバイス、技術シーズ等を持つ企業が複数存在する。そこで、このような企業と連携して、工場の製造工程やインフラ劣化等のモニタリングに利用するための無線センサシステムを開発することにより、県内企業の技術競争力の向上に寄与できると考えた。

### 2 ベースキット開発

過去の研究結果から、エネルギーハーベスティングに対するコールドスタート機構の有効性、また、これを電源とした無線センサシステム構築に必要なマイコンや無線デバイスについての知見は得られている<sup>2)</sup>。

しかし、これらを組み合わせた回路構成は、エネルギー源の種類、その発電量や、センシングの目的や信号処理方法によって大きく異なるため、無線セン

サユニットの試作を効率的に行うため、必要最小限の機能について、表1に示す開発コンセプトに基づき表2に示すモジュール群を開発し、これらの全体をベースキットとして提案した。

表1 ベースキット開発のコンセプト

○適したデバイスを厳選
○ブレッドボード上に配置可能
○ピン数は最大10程度
○モジュール間のバスはI2C or SPI
○オンボードでデバッグ可能
○発電素子,コンバータ,センサは市販品活用

表2 開発したベースキット

モジュール名	写真、PCB図面	スペック	特徴、用途
コールドスタート機構		V <sub>F</sub> =3.6V V <sub>L</sub> =0.9V	停止状態からの起動のために必要
マイコン		16ビット CPU8MHz メモリ64KB	デバッグに消費電力表示、FRAM使用
無線IC1		802.15.4 2.4GHz帯	技術適合性証明済み、I2C,SPIバス使用可、内部CPUをユーザがプログラム可
無線IC2		802.15.4e 920MHz帯	
電子ペーパードライバ		2.7inch 246*176 (電子ペーパー)	電力が必要なのは書き換え時のみ



### 3 県内企業との共同開発

東北特殊鋼株式会社(本社:宮城県柴田郡村田町大字村田字西が丘23)は、自社開発した鉄コバルト系磁歪合金の用途展開の一環として磁歪発電に着目し、当センターと磁歪式振動発電デバイスをを用いた無線センサシステムの共同開発を実施中である<sup>3) 4) 5)</sup>。

この中で当センターは、前述のベースキットを活用して、加速度・温度複合センサを利用した無線センサノードを開発した<sup>5)</sup>。

#### 3.1 加速度・温度複合センサの作製

東北特殊鋼株式会社の無線センサノードに対する要望は、以下の3つであった。

- ①1つの測定点で数Gまでの3軸加速度振幅と室温程度の温度時間変化の両方を測定可能
- ②測定点は2つで、1m程度離れた箇所を設置可能
- ③センサが被測定物の筐体へねじ止め可能

前記のベースキットはモジュール間のバスとしてI2Cバスが使用可能だが、I2Cバスの特徴として、デバイスの複数接続、信号線の延長が容易であることから、加速度センサ・温度センサともに、I2Cバスに対応したデバイスを使用し、図1に示す加速度・温度複合センサを作製した。

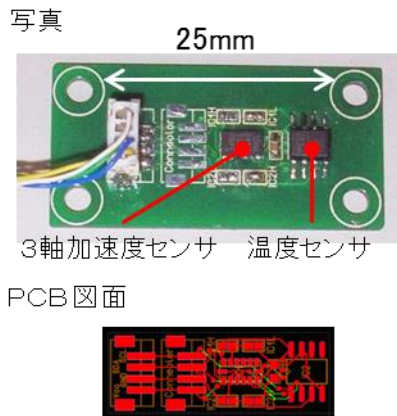


図1 加速度・温度複合センサの構成

#### 3.2 無線センサノードの開発

東北特殊鋼株式会社の無線センサノードに対する要望は、以下の3つであった。

- ①蓄電デバイスが空の状態(停止状態)からの起動

が可能

- ②数百 $\mu$ W以下の消費電力で20秒に1回程度測定データを無線送信可能
- ③無線センサノードの筐体はマッチ箱程度の大きさ  
そこで、前記のベースキットのうち、コールドスタート機構、無線IC1、マイコンのモジュールを活用し、図2に示す無線センサノードを開発した。

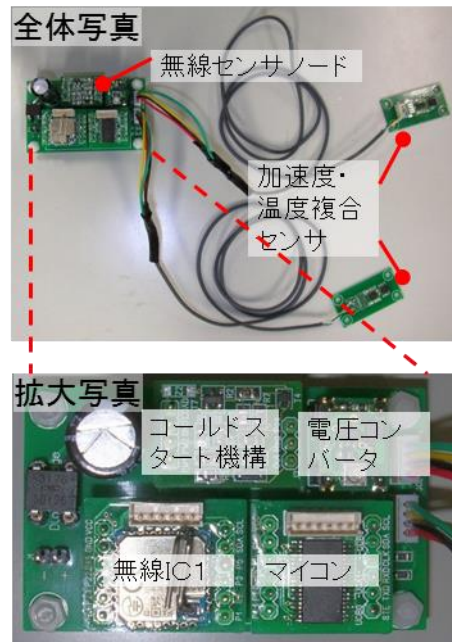


図2 無線センサノードの構成

図3は、開発した無線センサノードの消費電力及び消費エネルギー累積値の時間変化である。この図に示す通り、無線センサノードが20秒に1回無線送信した場合の平均的な消費電力は約225 $\mu$ Wとなった。各デバイスの動作状態と待機状態の時間をソフトウェアにより細かく調整すること(間欠動作)によりこの値を実現している。

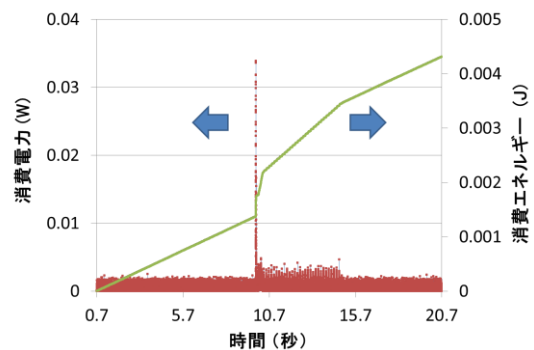


図3 20秒に1回データ送信した場合の消費電力

### 3.3 工場内動作試験

今回試作した加速度・温度複合センサと無線センサノードは、東北特殊鋼株式会社が自社開発した磁歪式振動発電デバイスと組み合わせた後、工場内複数個所で現在動作試験中である。

そのうちの1カ所の設置状況を図4に示す。本開発品は、発電デバイス、無線センサノード、センサを一体化せずに配置の自由度を高めたことが特徴である。

また、東北特殊鋼株式会社が開発した表示用ソフトウェア画面に示されたセンシング状況を図5に示す。なお、図5に示された加速度は、簡易的手法<sup>2)</sup>(測定点数を間引くことにより周期的振動の振幅のみを省電力で取得する手法)により得られた加速度振幅である。

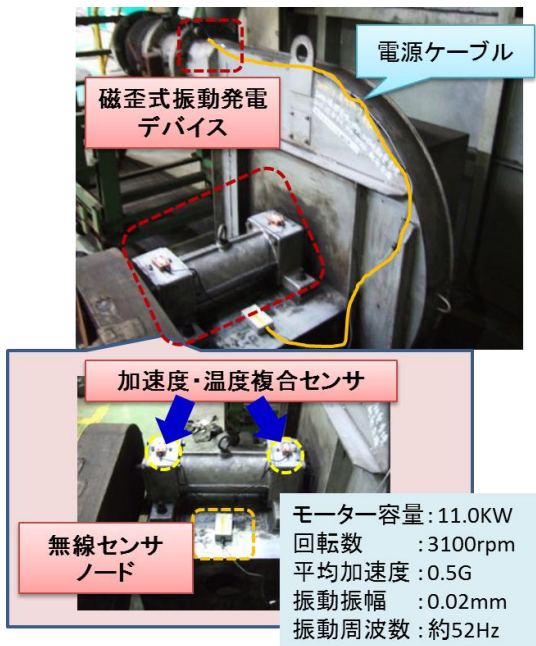


図4 工場内設置状況(提供:東北特殊鋼株式会社)

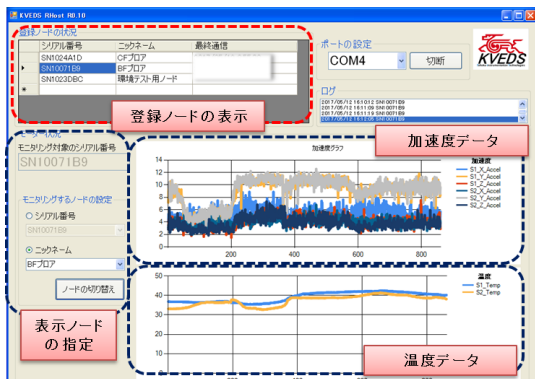


図5 センシング状況(提供:東北特殊鋼株式会社)

### 4 結言

今後の無線センサユニット開発の土台となる、汎用性の高い単機能ベースキットを開発した。ベースキットのモジュールは、コールドスタート機構、マイコン、無線IC2種、電子ペーパードライバの5種類である。

特殊鋼株式会社との共同開発においては、加速度・温度複合センサ及びこれを用いた無線センサノードを開発した。

今後はこれらの成果を踏まえ、東北特殊鋼株式会社とさらに共同開発を進めると共に、他の応用分野においてもエネルギーハーベスティング技術の幅広い展開を図っていく。

更に、加速度計測における簡易的手法<sup>2)</sup>の精度向上や、無線センサノードのさらなる低消費電力化、多数の無線センサノードを同時に動作した場合の受信状況の検証なども行う予定である。

### 参考文献

- 1) “エネルギーハーベスティングとは” エネルギーハーベスティングコンソーシアム HP, <http://www.keieiken.co.jp/ehc/about/index.html>
- 2) “平成27年度宮城県産業技術総合センター研究報告” HP, [http://www.mit.pref.miyagi.jp/kenkyu/Report\\_No\\_13.pdf](http://www.mit.pref.miyagi.jp/kenkyu/Report_No_13.pdf) P1-P7
- 3) 東北特殊鋼(株) HP, [http://www.tohokusteel.com/pdf\\_2016/press\\_release\\_160224.pdf](http://www.tohokusteel.com/pdf_2016/press_release_160224.pdf)
- 4) 東北特殊鋼(株) 田山巖 「磁歪発電素子を利用した電池や配線不要のセンサシステムの開発」 機械設計 第60巻 第16号 2016年 12月号 P33-P37
- 5) 第54回産総研・新技術セミナー 「工場設備の予防保全に寄与する無給電・無配線で稼働するセンサシステムを開発」 配付資料

## ナノ粒子の合成と機能性薄膜への応用

石井 克治

機械電子情報技術部

マグネタイトナノ粒子を液相合成で調製し、磁気特性の評価を行った。粒子径が8.8ナノメートルであり、ゼロ磁場冷却後の昇温過程における直流磁化の温度依存性から、79 K以上では超常磁性を示すことが推察された。室温における磁化曲線(最大印加外部磁場10 kOe)から、保磁力が0.84 Oeであることを示した。

キーワード: ナノ粒子, 液相合成, 磁気特性, 超常磁性, 保磁力

### 1 緒言

粒子径がナノメートル(nm)サイズであるナノ粒子は、従来のバルクとは異なる特異な物性を示すため、電子材料としての産業利用に向け、研究が活発に行われている。磁性粒子は、粒子径がナノメートルサイズになると多磁区構造から、単磁区構造となる。単磁区構造になることによって、急激に保磁力は大きくなるが、さらに、粒子径が小さくなると、粒子の持つ磁気異方性エネルギーが熱エネルギーよりも小さくなるため、保磁力は急激に小さくなる。この状態を超常磁性という。例えば、マグネタイトナノ粒子は粒子径が約20nmまで小さくなると超常磁性を示す<sup>1)</sup>。本研究では、トランスや磁気センサなどの軟磁性材料への応用<sup>2)</sup>に向け、粒子径が20nmよりも小さいマグネタイトナノ粒子を調製し、保磁力などの基本的な磁気特性の評価を行った。

### 2 実験方法

マグネタイトナノ粒子は、液相で錯体熱分解法により調製した<sup>3)</sup>。図1にマグネタイトナノ粒子の調製フロー(a)と合成装置(b)を示す。まず、100ml容量の丸底三口フラスコ中に、鉄アセチルアセトナート( $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COCHCOCH}_3)_3$  関東化学(株))を1177.2mg、オレイン酸( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$  東京化成工業(株))を6.7mL、オレイルアミン( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_8\text{NH}_2$  Sigma-Aldrich)を

10.0mL 入れた。次にフラスコに熱電対、還流管を取り付け、10[Pa]まで減圧し、窒素置換を三回行った。その後、窒素雰囲気下で、溶液を攪拌しながら、4.7°C/minで300°Cまで昇温し、6時間保持することで、反応させた。反応終了後、溶液を攪拌したまま室温まで自然放冷した。反応後の溶液に、エタノールを加え遠心洗浄を行った後、得られた粒子をヘキサソール中に分散させた。ヘキサソール分散液の溶媒を乾燥させて、粉末粒子を作製し、磁気特性の評価に用いた。マグネタイトナノ粒子の粒径、形態は透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope;TEM, (株)日立ハイテクノロジーズ製H-7650)で加速電圧100kV, エミッション電流20 $\mu$ Aで評価した。また、磁化の温度依存性の測定には、振動試料型磁力計(Vibrating Sample Magnetometer;VSM)東英工業(株)製VSM5-15を用いた。ゼロ磁場で77 Kまで冷却後、100 Oe印加し、昇温過程における磁化を測定した。室温における磁化曲線(最大印加外部磁場10 kOe)は、振動試料型磁力計(VSM, (株)玉川製作所製TM-VSM331483-HGC)を使用した。ゼロ磁場近傍の磁場精度を高めるために、磁場発生は、強磁場領域は電磁石、弱磁場領域は補助コイルを用いて行い、プロット法により、ゼロ磁場近傍の磁場掃引速度を十分低速にして測定を行った。磁場印加方向は、円板状試料(直径4mm, 長さ2mm)の面内水平方向とした。磁性粉末試料の質量は20.6 mgであった。

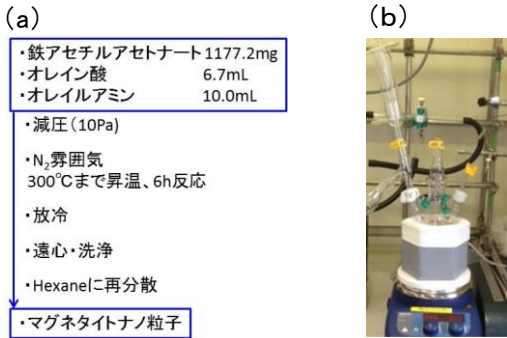


図 1 マグネタイトナノ粒子の調製フロー(a)と合成装置(b)

### 3 実験結果及び考察

図2に、調製したマグネタイトナノ粒子のTEM像を示す。粒子は球状であり、粒子径は8.8nmであることがわかった。図3に、ゼロ磁場冷却後の直流磁化の温度依存性を示す。79 K以上では磁化の値が減少しており、超常磁性を示していることが推察された<sup>4)</sup>。図4(a)に、室温における磁化曲線(最大印加外部磁場10 kOe)、(b)にゼロ磁場近傍を拡大した磁化曲線を示す。飽和磁化が、46emu/gであり、保磁力が0.84Oeであることがわかった。

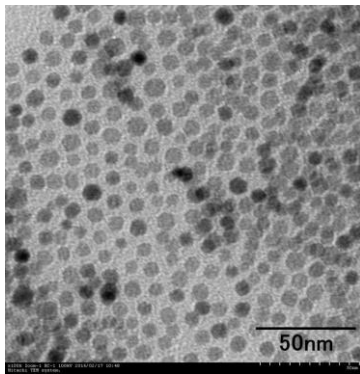


図 2 マグネタイトナノ粒子の TEM 像

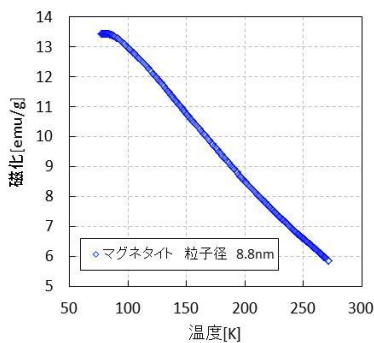


図 3 磁化の温度依存性

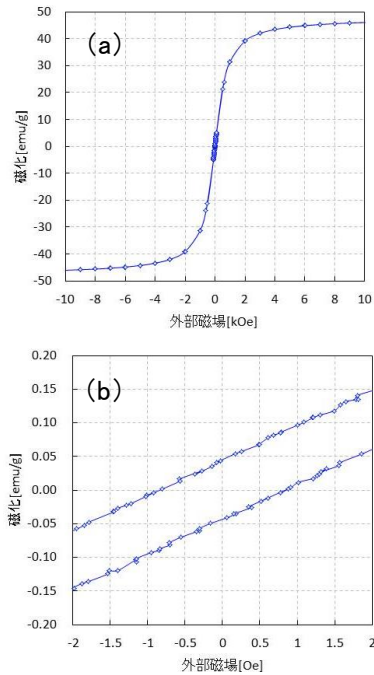


図 4 室温における磁化曲線(a)とゼロ磁場近傍を拡大した磁化曲線(b)

### 4 結言

マグネタイトナノ粒子を液相合成で調製し、磁気特性の評価を行った。粒子径が8.8 nmであり、79 K以上で超常磁性を示すことが推察された。室温での飽和磁化は、46 emu/gであり、保磁力が0.84 Oeであることがわかった。今後は、保磁力を小さくするために、粒子間における磁気双極子相互作用の制御に関する研究を進める予定である。

### 謝辞

マグネタイトナノ粒子の液相合成に関して、ご指導いただいた東北大学 多元物質科学研究所 村松研究室の皆様、またVSMを用いた磁気特性評価に関してご協力いただいた(株)玉川製作所の皆様に深謝申し上げます。

### 参考文献

- 1) 須藤誠, 廣田泰丈, 間宮広明, 粕谷亮, 藤田麻哉, 田路和幸, バラチャンドラン ジャヤデワン, マグネ

タイトナノ粒子のNeelおよびBrown緩和による磁気発熱の評価, 磁性流体連合講演会講演論文集, 2008, 12, p.61-64.

- 2) 廣田泰丈, 羯磨賢一, 廣岡正剛, 八田貴幸, 特開2011-119661号
- 3) Nakaya, M. ; Nishida, R ; Muramatsu, A . Size Control of Magnetite Nanoparticles in Excess Ligands as a Function of Reaction Temperature and Time. *Molecules*. 2014, 19, p. 11395-11403.
- 4) 小森田裕貴, 磁性ナノ粒子の磁性と構造に関する静水圧力下物性研究, 九州工業大学博士学位論文, 2010-03-01, p.4-7.

【短報】

【平成28～29年度 県単研究】

## LED照明のスイッチングノイズを対象としたEMC評価手法の確立

坂下 雅幸, 佐藤 裕高, 沼山 崇, 高田 健一, 中居 倫夫  
機械電子情報部

LED照明の普及に伴い、LED照明に内蔵されているスイッチング電源による電磁ノイズのEMC (Electro Magnetic Compatibility:電磁両立性) への影響が顕在化している。照明機器に適用される無線妨害特性の代表的な規格として国際規格CISPR15が存在し、電波暗室での放射妨害波測定などの測定法や限度値などが規定されている。

本研究ではCISPR15第8版で10m法電波暗室での放射妨害波測定の代替測定法として追加された伝導妨害波測定(CDNE法)の有効性を検証し、企業支援へ展開を目指して研究を実施した。この結果、CDNE法での測定時にはケーブルの長さが測定値に大きく影響することを実験により見出した。

キーワード: EMC, LED照明, スwitchingノイズ, CISPR15, CDNE法

## 1 緒言

省エネルギー・長寿命への関心の高まりに伴い、LED照明機器の利用が拡大し普及している。一方で、LED照明の普及に伴い、LED照明機器に内蔵されているスイッチング電源による電磁ノイズのEMCへの影響が顕在化しており、LED照明機器が原因の電波障害の事例が増加するなど、LED照明に携わる地域企業でもEMC試験のニーズが高くなっている。実際に宮城県内において商店街の照明数十基をLED照明に据え換えたところ、近隣の民家においてラジオやテレビなどで電波障害が発生した。これに伴いLED照明機器を製造・販売している県内企業からの放射妨害波測定の問い合わせが急増した。

本研究では、CISPR15第8版で10m法電波暗室での放射妨害波測定の代替測定法として追加された伝導妨害波測定(CDNE法)の有効性を検証する。CDNE法が有効であることが明確になると、10m法電波暗室という大規模な設備を使用せずに照明機器の無線妨害特性評価を企業支援に展開することが可能となる。

## 2 実験方法

## 2.1 CDNE法の計測

## 2.1.1 CDNの導入

LED照明機器をCDNE法で計測するにあたり、

CISPR15第8版AnnexBで規定されたインピーダンスパラメータのCDN(coupling/decoupling network)を導入した。なお、CISPR15第8版AnnexBで規定されているインピーダンスパラメータは国際規格IEC61000-4-6で規定されているものを周波数拡張したものである。表1にインピーダンスパラメータを示す。

表1: CDNのインピーダンスパラメータ

周波数範囲	インピーダンス(コモンモード)
30M～ 300MHz	150Ω

## 2.1.2 CDNE法での測定配置

CISPR15第8版AnnexBで規定された測定用受信器、CDN、6dB減衰器などを図1のように接続する。照明機器は10(±0.2)cmの高さの2つ以上の非伝導性のブロック上に設置し、そのブロックは照明機器より20cm以上大きい寸法の接地金属板上に配置する。また、照明機器は20(±10)cmの長さの主電源供給ケーブルを介して適切なCDN(CDN-M2又はCDN-M3)に接続する。接地金属板までのケーブルの距離は4(±1)cmであり、同等の高さの非導電支持物を使用することが望ましい。CDNは金属板に接地させる。CDNのRF出力は準ピーク検出器を備えた測定用受信器に6dB50Ωの減衰器を介して接続する。

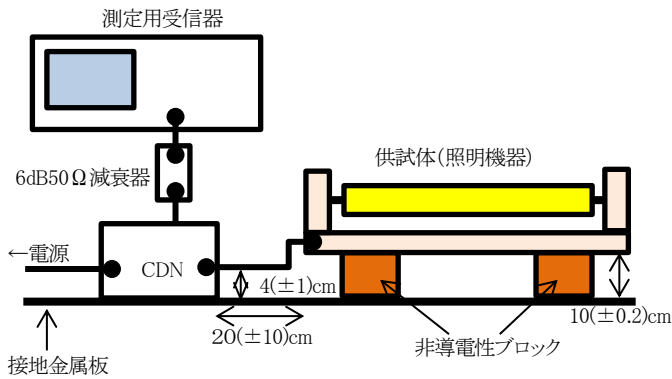


図1 CDNE法の測定設置図

LED照明機器であり、以下の7種類のケーブルを用いた。

- ①20cm
  - ②10cm(20cm-10cm)
  - ③30cm(20cm+10cm)
  - ④1mを束ねて10cm+タップ20cm
  - ⑤1mを束ねて10cm+タップ20cm
  - ⑥1mを束ねず供試体とCDNの距離を20cm
  - ⑦1mを束ねず供試体とCDNの距離を1m
- 各ケーブルでの測定の様子を図2に示す。

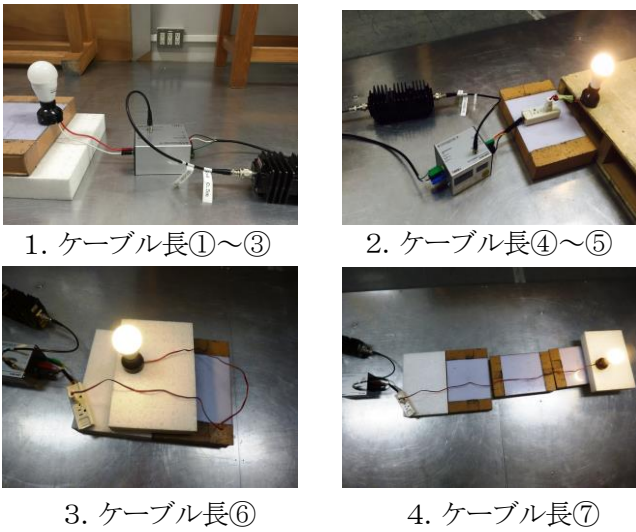


図2 測定環境依存調査の配置概要

## 2.2 各妨害波測定と比較検証

### 2.2.1 10m法電波暗室での照明機器測定

CISPR15で規定されている10m法電波暗室での放射妨害波測定を実施し、CDNE法の測定結果と比較する。

10m法電波暗室は茨城県つくば市の(株)トーキンEMCエンジニアリングの1号電波暗室を利用した(図3)。試験対象品として下記3種類のLED照明機器について測定を実施した。

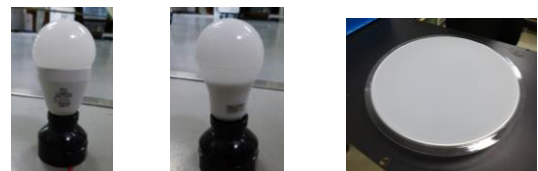
また、当センターで保有している3m法電波暗室でも同様の放射妨害波測定を実施し、比較を行った。



図3 10m法電波暗室

### 2.1.3 CDNE法での測定

図1に示す測定設置図では照明機器の主電源ケーブルの長さは20(±10)cmと規定されている。CISPR15にある照明器具の測定には10m法電波暗室で行う放射妨害波測定のほかに、擬似電源回路網を用いた妨害電圧測定が存在する。妨害電圧測定では主電源ケーブル長は0.8m(±20%)となる。ここで、情報機器の国内規格であるVCCIでは電源ケーブルの長さを整える際、指定よりも長いケーブルは30cm程度にケーブルを束ねて長さを調整しても良いとしている。本測定を企業支援に展開することを視野に入れた際、電源ケーブルの処理方法などによる測定環境が及ぼす測定結果の偏差は重要となるため、規格どおりのケーブル長や妨害電圧測定のように長さ超過分を調整したケーブルなどで実験を行い、測定結果に影響を及ぼさず検証を行った。検証は当センター内シールドルームにて行った。使用した照明機器は電球タイプの



(a)LED電球 (b)LED電球 (c)LEDシーリングライト

図4 測定対象としたLED照明機器

※(a)(b):全光束485lmのLED電球

(c):全光束5200lmのLEDシーリングライト

### 3 実験結果と考察

#### 3.1 CDNE法の計測

CISPR15 第8版 AnnexB で規定された CDNE を整備し、上記規格に沿った測定方法により CDNE 法の電源ケーブルの処理方法などによる測定環境が及ぼす測定結果の偏差について検証した。ケーブル処理ごとの測定結果を図5に示す。また、規格推奨のケーブル長 20cm を基準とした測定偏差を図6に示す。

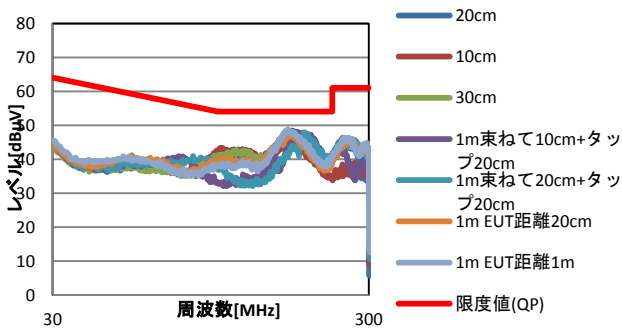


図5 ケーブル処理ごとの測定結果

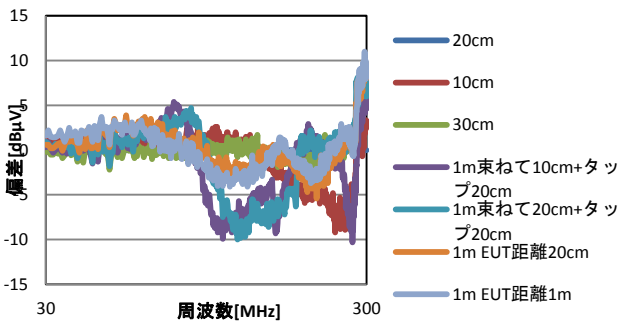


図6 ケーブル処理による測定偏差

上記より、ケーブル長 1m を束ねたものは基準ケーブル長の結果に比±10dB $\mu$ V 程度の差異が確認できた。また、規格では±10cm までケーブル長が許容されているが、-10cm では測定偏差が大きいことも確認できた。規格で定められたケーブル長以外のものを使用すると、ケーブルを束ねて長さを調整しても基準ケーブル長の測定結果と同等の結果を得ることができないことを確認した。

#### 3.2 各妨害波測定の比較検証

CDNE法, 10m法電波暗室での放射妨害波測定, そして3m法電波暗室での放射妨害波測定を実施し, 検証を行った。各測定結果を図7～図9に示す。

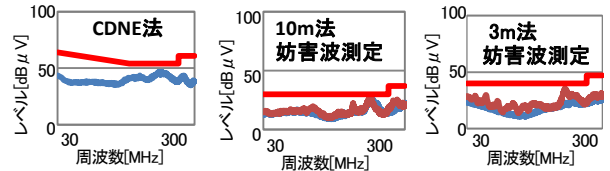


図7 サンプル(a)の各妨害波測定結果(青:水平, 赤:垂直)

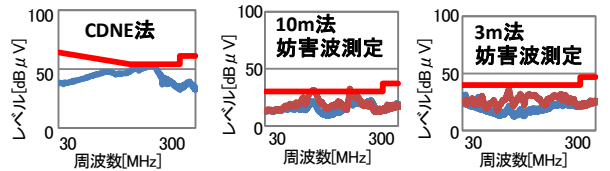


図8 サンプル(b)の各妨害波測定結果(青:水平, 赤:垂直)

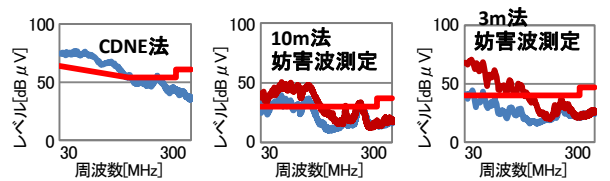


図9 サンプル(c)の各妨害波測定結果(青:水平, 赤:垂直)

これより、CISPR15 に規定されている 10m 法電波暗室での測定結果と CDNE 法および 3m 法電波暗室での各測定方法での信号レベルの周波数特性の形は概ね合致しているが、各限度値を基準に比較すると、CDNE 法と 3m 法では 10m 法に対して測定値は比較的低くなる傾向があることが確認できた。ただし、CDNE 法に比べ 3m 法の測定結果のほうが 10m 法での測定結果に近い周波数特性があることが確認できた。

#### 4 まとめ

CDNE法の有効性について検証を実施した。測定環境依存調査では規格で規定されたケーブル長にそろえるべきであることが確認できた。各妨害波測定の比較検証では、CDNE法よりも3m法電波暗室での測定結果のほうが標準である10m法電波暗室での測定結果に近い傾向が見られた。以上より、CISPR15の測定を希望される企業にはCDNE法ではなく3m法での模擬測定を推奨し、CDNE法での測定を希望される企業には本検証で得られた知見を元に注意しながら測定いただくよう企業支援に展開していくこととした。

#### 参考文献

- 1) 国際無線障害特別委員会:CISPR15 第8版電気照明及び類似機器の無線妨害特性の限度値及び測定方法 (2013年5月)



【短報】

【平成27～29年度 県単研究】

## 小型滅菌装置の高機能化と低コスト化に関する研究開発 —ヘルスケア関連感染症、低温大気圧プラズマに関する事前調査—

天本 義己, 阿部 宏之  
機械電子情報技術部

ヘルスケア機器開発に先立ち、これに関連した感染に関して、その疫学的データ、波及的影響、および病院環境において要因となる菌の種類と代表的な汚染表面について先行研究調査を行った。また、ヘルスケア機器における感染予防と防除に対して、重要な環境汚染除去法の一つである「低温大気圧プラズマ」を応用することによる感染対策の病院経済、及び医療財政に与える影響について先行研究調査を行った。これらの調査により、ヘルスケア機器における感染の除染に係る従来問題を把握するとともに、低温大気圧プラズマの特徴を掴み、さらに、感染対策の実施が患者と家族のみならず、病院経営や医療財政への影響の大きさを認知するなど、この問題に臨むにあたってわきまえておくべき基本事項の一部を把握した。

キーワード：ヘルスケア関連感染、安全性、低温大気圧プラズマ、除染、感染対策の病院経営効果

### 1 緒言

感染防止機器の開発にあたり、例えば、ヘルスケア関連感染症に関する定量的データを知っていると、問題に伴う影響の大きさや深刻さ、普遍性、翻っては市場の大きさを掴みやすくなる。また、定性的なデータや、従来方法の問題点を知っていると、問題の種類と様相を的確に把握し、当を得た装置開発につなげることが可能となる。さらに、病院経営における感染防止対策の経済的効果や、クリニック経営上の現代的諸問題を知っていると、機器購入当事者の購入動機の洞察と、それを生かした装置設計が可能となってくる。本研究では、これらに資することを目的として、先行研究等を調査したので以下に報告する。

また、従来方法に内抱していた滅菌不完全性や人体への悪影響などの問題を解決する方法の一つとして、「低温大気圧プラズマ」が取り上げられてきていることから、この特性と特徴についても調べたので併せて報告する。

### 2 方法

文献調査は、国内外の研究論文のほか、日本国公開特許公報および特許公報を対象に行った。

### 3 結果

#### 3.1 ヘルスケア関連感染症

##### 疫学データ

ヘルスケア関連感染症は、世界保健機関(WHO)によると、ヨーロッパで年間約450万人、米国で年間170万人の患者が影響を受け、その内のそれぞれ10万人と37,000人がそれぞれ死亡していると推定されている<sup>1)</sup>。米国では1年間の交通事故死亡者(3万人程度)と同等以上の規模で感染症による死亡が起きていることになる。

##### 波及影響

後段で病院経営における感染対策の効果について言及するが、その損失の考慮にあたっては、例えば、仮にMRSA症例がある病院で生じると、患者や家族の苦痛といった感性に属するもの以外に、対応業務に従事する医療従事者の人件費ロス、患者QOL低下による社会的損失(具体的には賠償金など)、病院収入の減少(病院として収入の減少する期間の増加)、医療財政に大規模な追加負担を強いる、等の観点から損失を見極める考え方がある<sup>2)</sup>。

##### 病院環境

病院では、接触機会の多い表面が、メチシリン耐性黄色ブドウ球菌(MRSA)、クロストリジウム・ディフィシル(*Clostridium difficile*)、バンコマイシン耐性腸球菌属(VRE)、および大腸菌、緑膿菌、肺炎桿菌、およびアシネトバクター・バウマンニなどの多剤耐性グラム陰性菌など

で汚染される可能性がある<sup>3)</sup>。これらの細菌は、長期間にわたり病院環境の中で生き残ることができる。

汚染表面として、床、ベッドレール、リネン、マットレス、患者のガウンや衣服、カーテン、ベッド上のテーブル、コールボタン、コンピュータのキーボード等の報告がある<sup>4-9)</sup>。

#### 従来法の問題点

表面除染は、主として、水を含む液体洗剤を使用するが、塩素系流体、第4級アンモニウム系化合物、フェノール系物質が用いられている。最近では、溶解した過酸化水素などの消毒剤が用いられ、環境からこれらの生物をある程度取り除くことが出来ているが、完全には取り除けていない<sup>10-11)</sup>。いくつかのハイリスクの医療機器と器具は、蒸気、エチレンオキシドガス、および/またはオゾン滅菌器を使用して除染できる<sup>12-14)</sup>。しかし、これらの除染法は、化学物質の一部が患者および職員の健康に危険をもたらすなどの欠点を有する<sup>15)</sup>。さらに、これらの液体の使用では、柔らかい家具、ベッドリネン、カーテン、マットレス、布張り家具の除染は難しく、ベッドフレーム、ロッカー、コールボタンなどの複雑な器物を十分に洗浄できない場合がある。

このような中、安全で十分な滅菌力を効率よく発揮できる方法の一つとして低温大気圧プラズマが取り上げられている。

### 3.2 低温大気圧プラズマ

#### 特徴

低温大気圧プラズマは、電子、イオン、および反応性および中性分子による電氣的に準中性の「海」で、その状態下での電子/イオン成分は、バックグラウンドガスの電子/イオン成分の100万分の1程度である<sup>16-18)</sup>。電子は質量が小さいため、印加電場に反応しやすくなる。このような媒体に電場を印可すると、周囲の「ガス」のイオンおよび中性よりもはるかに大きなエネルギーを得た電子が出現する<sup>17-19)</sup>。このようにして、電子の平均エネルギー(温度スケールで測定した場合、数万ケルビン)が中性物質、イオンおよびラジカルのエネルギーよりもはるかに大きい非平衡状態が、室温に近いまま達成され、低い平均ガス温度で高温の化学反応や物理反応が促進される。

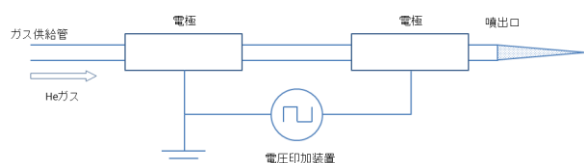


図1 低周波プラズマジェットの模式図

さらに、TeschkeとEngemannによって、図1に示すような、内径2～5mmの石英パイプにHeガスを通し、電圧印加装置により10kHzほどの低周波のパルス電圧を印加してパルス放電させることで、噴出口から細く伸びるプラズマジェットを生成できる方式が提案されて以来、アスペクト比の大きい形状のプラズマジェットを、印加する電圧の向きに射出方向を決めて噴出できるようになってきている<sup>20)</sup>。

### 3.3 感染対策の医療経済と医療財政の面からの重要性

小林らの報告から、MRSA感染症例1例発生による損失が、発生病院には1日あたりの平均診療報酬費にして4,388円減少という被害を与え、医療財政に対しては、国民衛生動向から推計して、全国で2,360億円の余分な医療費支出を強いる試算がされていることを認知した<sup>21)</sup>。

福田らは、手術部位等の感染や病院全体の感染に伴う追加的医療費の件数と金額を報告し、この問題がMRSAのみにとどまらない病院全体にとって極めて深刻な問題であることを示唆している<sup>22)</sup>。

また、本田らは、病院が感染対策をすることは、地域連携加算を含めた感染防止対策加算500点による収入として、100円の投資で458円の効果が得られる試算をし、病院経営にとって感染対策を行う動機が十分にあることを示している<sup>23)</sup>。

### 4 結言

- (1) ヘルスケア関連感染(HCAIs)によって、EU内とUS内いずれも、数百万単位の罹患と、数万単位の死亡が推定され、ヘルスケア関連感染が、病院環境において深刻なリスクであるにとどまらず、患者、スタッフの双方にとって、また病院経営にとって、さらには先進国においても極めて深刻で、世界全体において解決を図らねばならない問題であることを確認した。
- (2) 病院環境における汚染対象表面種および汚染菌種の概要、ならびに従来の液体を使用する手法およびエチレンオキシドガスを使用する方法が内抱する問題点に関する知見を得た。
- (3) 低温大気圧プラズマが、室温に近いまま、低い平均ガス温度で高温の化学反応や物理反応を促進できる状態となる理由を先行研究に求め、さらに新しい方式(低周波プラズマジェット)の提案により、アスペクト比の大きい形状のプラズマジェットの噴出が可能となり、応用例が広がっていることを認知した。

- (4) 病院経営における感染対策による損益に関する先行研究を調査し、MRSA感染症例1例発生による損失が、発生病院には1日あたりの平均診療報酬費にして4,388円減少という被害を与え、医療財政に対しては、国民衛生動向から推計して全国で2,360億円の余分な医療費支出を強いる試算結果を認知した。
- (5) 100円という僅かな感染対策投資に伴う経済効果が最終的に458円の増収となることから、未投資によるリスクの大きさを把握できた。
- (6) 特に複雑形状の洗浄性が問題視されていることを確認した。
- (7) 低温大気圧プラズマには利点がある一方、これまで一般的な用いられてきた紫外線放射には被ばく被害があることから、今後も安心して用いるためには、この十分な対策を要することが課題である。
- (8) 以上の調査結果から、感染対策を質的に向上させられる方法や、この対策がなされた機器ならびにサービス等を開発し提供することができれば、患者や病院スタッフ等の安全と安心の向上への貢献のほか、病院経営や医療財政にも貢献することができ、広く社会問題の解決に対して大きく貢献できる事業となり得ることが分かった。
- J Hosp Infect 2011; 77: p. 242-247.
- 6) Cheng KL, Boost MV, Chung JWY. Study on the effectiveness of disinfection with wipes against methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* and implications for hospital hygiene. *Am J Infect Control* 2011; 39: p. 577-580.
- 7) Hooker EA, Allen SD, Gray LD. Terminal cleaning of hospital bed mattresses and bed decks does not eliminate bacterial contamination. *Am J Infect Control* 2011; 39: p. E23-E24.
- 8) Creamer E, Humphreys H. The contribution of beds to healthcare-associated infection: the importance of adequate decontamination. *J Hosp Infect* 2008; 69: p. 8-23.
- 9) Morgan DJ, Liang SY, Smith CL, et al. Frequent multidrug-resistant *Acinetobacter baumannii* contamination of gloves, gowns, and hands of healthcare workers. *Infect Control Hosp Epidemiol* 2010; 31: p. 716-721.
- 10) Guilhermetti M, Marques Wiirzler LA, Castanheira Facio B, et al. Antimicrobial efficacy of alcohol-based hand gels. *J Hosp Infect* 2010; 74: p. 219-224.
- 11) Dixon JM, Carver RL. Daily chlorohexidine gluconate bathing with impregnated cloths results in statistically infections. *Am J Infect Control* 2010; 38: p. 817-821.
- 12) Diab-Elschahawi M, Blacky A, Bachhofner N, Koller W. Lumen claims of the STERRAD 100NX sterilizer: testing performance limits when processing equipment containing long, narrow lumens. *Am J Infect Control* 2011; 39: p. 770-774.
- 13) Berrington AW, Pedler SJ. Investigation of gaseous ozone for MRSA decontamination of hospital side-rooms. *J Hosp Infect* 1998; 40: p. 61-65.
- 14) Saito R, Uetera Y, Saito Y, Okamura N, Moriya K, Koike K. Evaluation of the efficacy of a low temperature steam and formaldehyde steriliser by using biological indicators. *J Hosp Infect* 2009; 73: p. 179-180.
- 15) Svrcek J, Marhoul A, Kacer P, Kuzma M, Panek L, Lerveny C. The influence of operating conditions on the efficiency of vapor phase hydrogen peroxide in the degradation of 4-(dimethylamino) benzaldehyde. *Chemosphere* 2010; 81: 617.
- 16) Kogelschatz U. Atmospheric-pressure plasma

#### 参考文献

- 1) Flanagan ME, Welsh CA, Kiess C, et al. A national collaborative for reducing health care associated infections: current initiatives, challenges, and opportunities. *Am J Infect Control* 2011; 39 : p. 685-689.
- 2) 感染対策NEWS 2015 AUG No.4 特集「感染対策と医療経済」 p. 7-10
- 3) Otter JA, Yezli S, French GL. The role played by contaminated surfaces in the transmission of nosocomial pathogens. *Infect Control Hosp Epidemiol* 2011; 32: p.687-699.
- 4) Lu P-L, Siu LK, Chen T-C, et al. Methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* and *Acinetobacter baumannii* on computer interface surfaces of hospital wards and association with clinical isolates. *BMC Infect Dis* 2009; 9: p.164.
- 5) Carducci A, Verani M, Lombardi R, Casini B, Privitera G. Environmental survey to assess viral contamination of air and surfaces in hospital settings.

technology. Plasma Phys Cont Fus 2004; 46: p. B63–B75.

- 17) Fridman AA, Kennedy LA. Plasma physics and engineering. Boca Raton: CRC Press; 2004.
- 18) Roth JR. Industrial plasma engineering: applications to nonthermal plasma processing. Boca Raton: CRC Press; 2001.
- 19) Raizer Y. Gas discharge physics. Berlin: Springer-Verlag; 1991.
- 20) M. Teschke and J. Engemann Contributions to Plasma Physics, Piezoelectric Low Voltage Atmospheric Pressure Plasma Sources, 2009; 49(9): p.614–623.
- 21) 小林寛伊他:環境感染誌,2012; 27(3): p. 234–235
- 22) 福田治久:環境感染誌 2014; 29(6): p. 387–395
- 23) 本田順一:月刊ナーシング 2013; 33(11): p. 91–95

【短報】

【平成27～29年度 県単研究】

## 地域資源微生物の食品加工特性評価

石川 潤一, 樋口 敦  
食品バイオ技術部

当センターでは、これまでに地域の食産業振興に活用する目的で県内の地域資源から900菌株以上の乳酸菌を分離し、遺伝資源ライブラリを構築してきた。本研究では、これら乳酸菌の利用に向け、菌種の同定、バクテリオシンの産生、抗生物質耐性についての評価を行い、既に産業利用されている当センター保有の乳酸菌の安全性を改めて検討した。

キーワード: 地域資源, 遺伝資源ライブラリ, 乳酸菌

### 1 緒言

チーズ, ヨーグルトをはじめ, 味噌, 醤油, 漬物等の発酵食品に特徴を与える乳酸菌や酵母は, アルコール, 乳酸だけでなく種々の呈味成分や機能性成分の産生など, 多くの可能性を秘めている。国内においては, 特徴ある乳酸菌や酵母などの微生物を各地域の食材や自然界から分離して微生物バンクを構築し, 地域の食産業振興に活用する取り組みが増えている。当センターにおいても, 乳酸菌を中心とした微生物を県内の地域資源から分離し, 遺伝資源ライブラリ(以下, ライブラリと記載)を構築してきた。これまでに900菌株類以上の微生物を分離しており, 加工食品や郷土料理への応用に取り組んでいる。

本研究では, ライブラリに保存した乳酸菌について, 抗菌物質産生の有無, 属種同定による食体験の有無, 抗生物質耐性試験による耐性遺伝子の有無から安全性を評価した。

### 2 材料と方法

#### 2.1 使用菌株

遺伝資源ライブラリに保存した乳酸菌 944 菌株を用いた。抗菌物質産生試験には, 感受性指標菌株として乳業用乳酸菌である *Lb. delbrueckii* subsp. *bulgaricus* JCM1002(以下 JCM1002 株), 過去の研究<sup>1)</sup>で笹かまぼこより分離した *Bacillus* sp. C107 株(以下, C107 株)および分離した薬剤耐性菌を含む 13 菌株を用いた。

JCM1002 株およびライブラリの乳酸菌は MRS broth<sup>2)</sup>を用い, 30℃または 37℃で 24 時間, 静置培養した。C107

株および分離した指標菌は, SCD 培地を用い, 37℃で 18 時間静置培養した。

#### 2.2 培養法による抗菌物質産生の判定

JCM1002株を指標菌とした測定にはペニシリンカップ(PC)法<sup>3)</sup>を, C107株を指標菌とした測定にはWST法<sup>4)</sup>を用いて行った。PC法では, 指標菌を0.25%となるよう接種した0.75% MRS agarを作製し, その上にPCを静置した。次にPCの中に培養上清100 μLを添加し, 37℃で一晩培養後, 阻止円の直径(mm)を測定した。活性値は, 抗菌活性を示さなかったものを「0」, PC内のみ指標菌の生育が抑えられているものを「1」, 阻止円の直径が8 mm以上, 12 mm未満のもの「2」, 阻止円の直径が12 mm以上, 18 mm未満のもの「3」, 18 mm以上のものを「4」とし, 5段階で評価した。WST法では, Microbial Viability Assay Kit-WST(株式会社同仁化学研究所)を用いた。活性の有無は指標菌の生育を示す450 nmにおける吸光度をマイクロプレートリーダーにて測定した。活性値は, 吸光度が2.0以上のものを「0」, 1.0以上, 2.0未満のものを「1」, 1.0未満のものを「2」とし, 3段階で評価した。

#### 2.3 16S rRNA遺伝子相同性解析による属種の判定

ライブラリ保存株について, 食体験のある乳酸菌か判定するために, 16S rRNA 遺伝子相同性解析を行った。遺伝子の増幅は, 63f プライマー(5'-CAG GCC TAA CAC ATG CAA GT-3')<sup>5)</sup>および 1525r プライマー(5'-AAA GGA GGT GAT CCA GCC-3')<sup>6)</sup>を用いて 16S rDNA の全長配列を(PCR)増幅し, ダイターミネーター法を用い DNA シ

ークエンサーにて配列解析を行った。配列解析の結果から得られた 16S rDNA の塩基配列について、NCBI の BLAST プログラムにより相同性検索にて菌種を同定した。

### 2.4 乳酸菌の抗生物質耐性試験

獲得型の抗生物質耐性を確認するため、作用機序を考慮して選択した14種類の抗生物質を用いて調査した。MRS培地による乳酸菌の前培養菌液を滅菌綿棒により GAM寒天培地に塗布し、24時間培養した。次に、2~3コロニーを滅菌綿棒で滅菌生理食塩水に懸濁し、マクファーンランドNo.0.5<sup>7)</sup>となるように調製した。滅菌綿棒を用いて菌液を感性感性ディスク用培地に4方向から均等に塗布し、3~5分間静置した。菌を接種した寒天培地に間隔を24 mm以上離して14種のセンシディスク<sup>®</sup>(6 mm)を置き、35℃で24時間培養した。培養後、ディスク周辺に形成された阻止円直径を測定した。耐性の有無は、検査の標準法を作成しているアメリカ臨床・検査標準協会の判定基準値に基づき判断した<sup>8)</sup>。対象菌種毎に阻止円の大きさが異なる薬剤については、記載されている中で最も厳しい評価のもの(阻止円が小さいもの)をブレイクポイント(bp)として採用し、「耐性あり」と判断した。

## 3 結果と考察

### 3.1 抗菌物質産生の判定

ライブラリ保存株のうち908菌株の培養上清を用いた抗菌活性試験の結果を表1に示した。PC法においてJCM1002株に対して抗菌活性を示した活性レベル「1」以上の菌は373株(41.1%)、そのうち8 mm以上の阻止円がみられた活性レベル「2」以上の菌株は125株(13.8%)であった。また、WST法においてC107株に対して抗菌活性を示した活性レベル「1」以上の菌は461株(50.8%)で、その内、317菌株(34.9%)は高い抗菌活性を示した。これらの乳酸

表1 乳酸菌培養上清の抗菌試験

活性値	値は菌株数, ( )内は割合%	
	PC法	WST法
0	535 (58.9)	447 (49.2)
1	248 (27.3)	144 (15.9)
2	96 (10.6)	317 (34.9)
3	19 (2.1)	—
4	10 (1.1)	—
合計	908 (100)	908 (100)

菌は、抗菌物質バクテリオシンを産生している可能性が考えられた。食品添加物として認可されているナイシンAに代表される乳酸菌のバクテリオシンは、食体験の豊富な乳酸菌により産生されるという安全性とグラム陽性菌への抗菌作用から応用研究が進められている。しかしながら、バクテリオシン産生乳酸菌を他の乳酸菌スターター等と併用するとスターター乳酸菌が抗菌されるなどの影響が出るため、実際の利用は慎重に行う必要がある。

### 3.2 16S rRNA遺伝子によるライブラリ保存株の簡易同定

ライブラリのうち758菌株について、16S rRNA遺伝子の塩基配列の相同性を解析し、その属についての構成割合を図1に示した。食体験のある菌株が多く属し、かつ、生菌を添加した商品が存在している *Lactobacillus* 属、*Lactococcus* 属、*Pediococcus* 属の3属が全体の59.1%であった。また、その他の乳酸菌が37.1%、乳酸菌でない株が3.8%あった。食品への応用は、食体験のある株が多く属する3属を中心に検討するとともに、種レベルの同定作業を進める予定である。

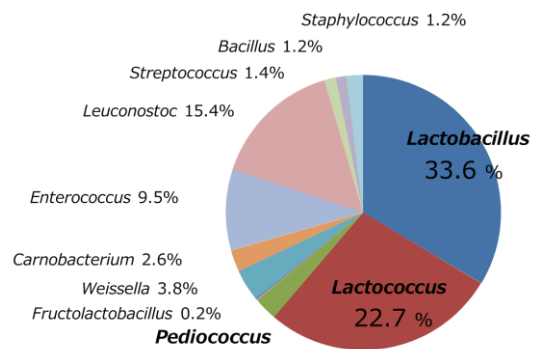


図1 ライブラリ乳酸菌の構成割合

### 3.3 乳酸菌の抗生物質耐性

ライブラリのうち既に産業利用されている2菌株について、獲得型の抗生物質耐性の有無を試験するため、14種類の抗生物質に対する耐性を調査した結果を表2に示した。「耐性あり」と判断した結果は、セルを着色した。2菌株とも、AZT, KMなどへの耐性が確認されたが、いずれも自然耐性であることが知られており、現段階では獲得性の抗生物質耐性は確認されなかった。今後、試験に供する抗生物質の種類も含めて検討を進めていく予定である。

表2 乳酸菌株の抗生物質耐性

(単位:mm)

	ABPC	AMK	AZT	CP	CPFX	CTX	EM	GM	IPM	KM	RFP	SXT	TC	VCM
<i>Lb. plantarum</i> M BR39	32	12	7	28	8	33	33	13	31	9	18	7	15	7
<i>Lb. sakei</i> M BR669	18	7	7	14	18	18	14	12	22	12	11	7	18	7
bp阻止円直径	13	6	15	12	6	14	6	12	6	13	16	6	11	6

## 4 まとめ

ライブラリの乳酸菌について、抗菌物質の産生、属レベルの菌種同定、抗生物質耐性を試験し、乳酸菌の安全性を評価した。評価項目については、今後も検討を続け、安全・安心な乳酸菌利用を進める。

Vaccines. *JAMA: The Journal of the American Medical Association*, **XLIX**, p. 1176, (1907)

8) 日本臨床微生物学会:「抗菌薬感受性検査のための標準法」, (2012)

## 参考文献

- 1) 石川潤一, 橋本建哉, 川井泰, 齋藤忠夫, 矢口仁: 笹かまぼこ汚染菌叢の解析と乳酸菌による保存性向上の可能性. *Journal*, pp. 22-25, (2009)
- 2) De Man, J.C., Rogosa, M., and Sharpe, M.E.: A Medium for the Cultivation of Lactobacilli. *J. Appl. Bacteriol.*, **23**, pp. 130-135, (1960)
- 3) Cholden, L.S.: A Simplified Technique for the Agar Cup Assay of Penicillin. *J. Bacteriol.*, **47**, pp. 402-3, (1944)
- 4) Tsukatani, T., Higuchi, T., Suenaga, H., Akao, T., Ishiyama, M., Ezoe, T., and Matsumoto, K.: Colorimetric microbial viability assay based on reduction of water-soluble tetrazolium salts for antimicrobial susceptibility testing and screening of antimicrobial substances. *Anal Biochem*, **393**, pp. 117-25, (2009)
- 5) Marchesi, J.R., Sato, T., Weightman, A.J., Martin, T.A., Fry, J.C., Hiom, S.J., Dymock, D., and Wade, W.G.: Design and evaluation of useful bacterium-specific PCR primers that amplify genes coding for bacterial 16S rRNA. *Appl Environ Microbiol*, **64**, pp. 795-9, (1998)
- 6) Hutter, G., Schlagenhaut, U., Valenza, G., Horn, M., Burgemeister, S., Claus, H., and Vogel, U.: Molecular analysis of bacteria in periodontitis: evaluation of clone libraries, novel phlotypes and putative pathogens. *Microbiology*, **149**, pp. 67-75, (2003)
- 7) McFarland, J.: The Nephelometer: An Instrument for Estimating the Number of Bacteria in Suspensions Used for Calculating the Opsonic Index and for

【短報】

【平成24～29年度 受託研究】

## 施設園芸栽培の省力化・高品質化実証研究

佐藤 信行, 日向 真理子, 櫻井 晃治, 畑中 咲子  
食品バイオ技術部

マイクロ波減圧乾燥法を用いることにより、真空凍結乾燥より短時間で、温風乾燥のリンゴと差別化された、より付加価値の高いリンゴ乾燥品を製造できるかについて、味香り評価装置で分析し、明らかにした。試料としたリンゴは、亘理町産ふじを用いた。乾燥方法は、マイクロ波減圧乾燥と、真空凍結乾燥、熱風乾燥、常温調湿乾燥により行った。リンゴ乾燥品の水分活性、アスコルビン酸含有量、色測定、味評価、香り評価、GC/MS測定を行った。マイクロ波減圧乾燥の味評価結果は、真空凍結乾燥に近かった。また、GC/MS測定結果によると、マイクロ波減圧乾燥は、真空凍結乾燥より香り成分の量が少なかったが、バランスがよく冷凍に近かった。

キーワード: リンゴ, 果実, 乾燥, マイクロ波, 減圧, 味, 香り, GC/MS, ルテオリン配糖体

## 1 緒言

被災地事業者の収入向上を目指し、農産物の高品質加工技術の検討を行った。平成28年度は、リンゴ(*Malus pumila*)果実をマイクロ波減圧乾燥し、その他の乾燥方法との比較を行った。マイクロ波減圧乾燥法を用いることで、真空凍結乾燥より短時間で、温風乾燥のリンゴと差別化された、より付加価値の高いリンゴ乾燥品を製造できるかについて、味香り評価装置で分析し、明らかにした。また、パプリカ(*Capsicum annuum*)果実に含まれるルテオリン配糖体の濃縮方法について検討を行った。

## 2 実験方法

## 2.1 乾燥リンゴの調製

試料リンゴの品種は「ふじ」で、果実重量は350g程度であった。果汁のBrixは11.7であった。皮を剥き、厚さ1cm程度のイチョウ切りとした。1%クエン酸水溶液に浸漬した後、乾燥、あるいは冷凍した。乾燥は、マイクロ波減圧乾燥(西光エンジニアリング(株)製MVD-LAB, 1000W 30分, 45°C15分, 40°C30分)(以下「マイクロ波」と略す)、熱風乾燥(70°C, 24時間)(以下「70°C」と略す)、常温調湿乾燥(40°C44時間)(以下「調湿」と略す)、真空凍結乾燥(40°C, 48時間)(以下「FD」と略す)で行った。図1～図4に乾燥リンゴを図5に冷凍リンゴの写真を示す。



図1 マイクロ波減圧乾燥



図2 常温調湿乾燥



図3 70°C熱風乾燥

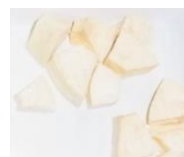


図4 真空凍結乾燥



図5 冷凍リンゴ

## 2.2 味香り評価及びGC/MS測定

味香り評価は、乾燥リンゴ又は冷凍リンゴを水分散液にして、アルファ・モス・ジャパン株式会社の味評価装置(ASTREE)及び香り評価装置(HERACLES)で測定を行った。味評価装置の半導体膜センサー(7種)の出力、及び香り評価装置の2種のGCカラムのFIDピークの時間及び面積についてAlphaSOFTにより主成分分析を行った。



香気成分の分析は、株式会社島津製作所の官能評価装置付GCMS-QP2010 Plusにより行った。

### 2.3 パプリカ果実に含まれるテオリン配糖体の濃縮及び測定

パプリカ果実としては、韓国産の赤色品種を用いた。ヘタ、種子及び胎座を取り除き、フードプロセッサで破碎した。

4mol/Lの塩酸水溶液を用いてpH1.8に調製後、80℃で3時間、100℃で2時間処理した。その後、水酸化ナトリウム水溶液で中和して凍結乾燥した。

凍結乾燥した試料を30%エタノール水溶液で抽出(抽出液(A))した。外径30mm φのカラムに充填したダイヤイオンHP-20(三菱ケミカル株式会社)に抽出液(A)を流して、ルテオリン配糖体を吸着させた後、蒸留水で洗浄し、99.5%エタノールで溶出させた。抽出液(A)と、抽出液をカラムに通した通過液(B)、及びカラムからの溶出液(C)を濃縮して乾固し、固形物を再度メタノールに溶解してルテオリン配糖体の含有量の測定を行った。ルテオリン配糖体(ルテオリン-7-グルコシド)含有率の測定には、UPLC/MS(H-Class)(日本ウォーターズ株式会社)を用いた。カラムは、Acquity UPLC BEH C18 2.1mm×100mmを用い、溶離液は、メタノール/ アセトニトリルのグラジエントを用いた。

## 3 実験結果及び考察

### 3.1 乾燥リンゴの味香り評価

乾燥リンゴ及び冷凍リンゴの主成分分析による味評価結果を図6に示す(SPSセンサーを除く6センサーの結果)。乾燥リンゴ及び冷凍リンゴの主成分分析による香り評価結果を図7に示す。(識別力0.9以上のピークによる解析結果)

味評価の主成分分析結果は、70℃、調湿、マイクロ波、FDが、加熱程度の順に並び、冷凍が離れた位置になった。マイクロ波はFDと最も近い評価結果となった。

香り評価の主成分分析結果は、70℃、調湿、FDが、加熱程度の順に並び、冷凍が離れた位置になった。FDは冷凍とマイクロ波との間の評価結果となった。

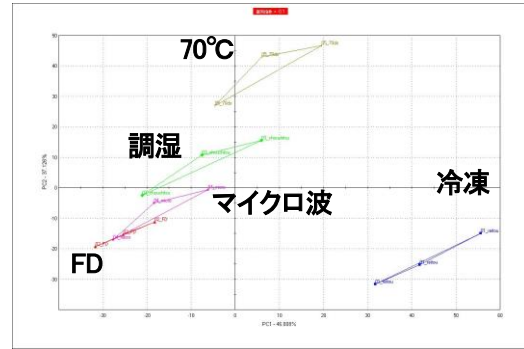


図6 乾燥リンゴ及び冷凍リンゴの味評価結果

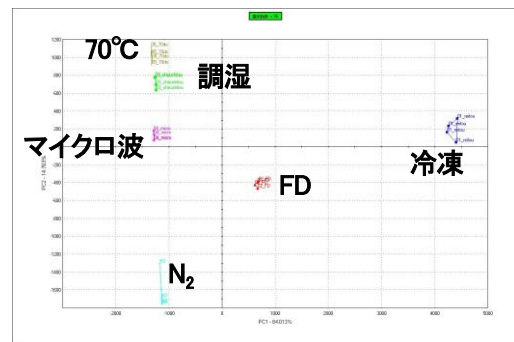


図7 乾燥リンゴ及び冷凍リンゴの香り評価結果

### 3.2 乾燥リンゴのGC/MS測定結果

乾燥リンゴ及び冷凍リンゴのGC/MS分析結果を図8に示す。

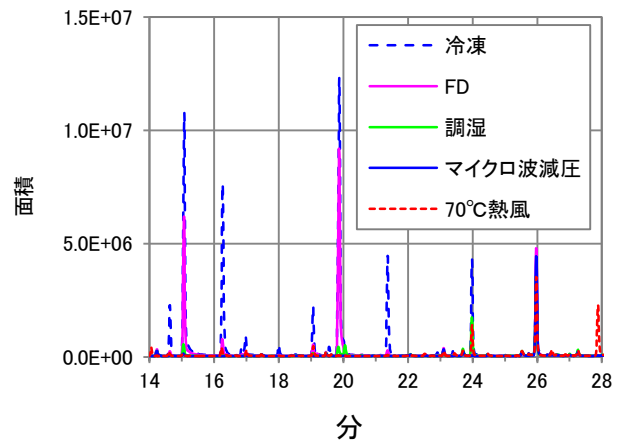


図8 GC/MS測定結果

GC/MSの測定結果によると、冷凍ではn-butylacetate(甘い香り,14.6分),hexanal(青い草の香り,15.1分), 2-methylbutylacetate(甘い香り,16.3分), trans-2-hexenal(青い香り,19.9分),n-hexylacetate (フレッシュグリーン,21.4分),n-hexylalcohol(青臭い香り,24.0分)の香りが観察された。FDでは、n-butylacetate (甘い香

り,14.6分)や, 2-methylbutylacetate(甘い香り,16.3分)が減少し, その他の青い香りが目立つ結果となった。70℃乾燥では, 全体に香り成分が少ないが, 新たにfulfural(カaramel様の香ばしい香り,27.9分)が生成していた。

乾燥リンゴ及び冷凍リンゴの n-butylacetate と 2-methylbutylacetate との面積の和と hexanal と trans-2-hexenal との面積の和の相対面積と, fulfural の面積と内部標準(cyclohexanol)との相対面積を図9に示す。

図9に示されるようにマイクロ波減圧乾燥の相対面積が, 他の乾燥法に比べて冷凍に最も近かった。

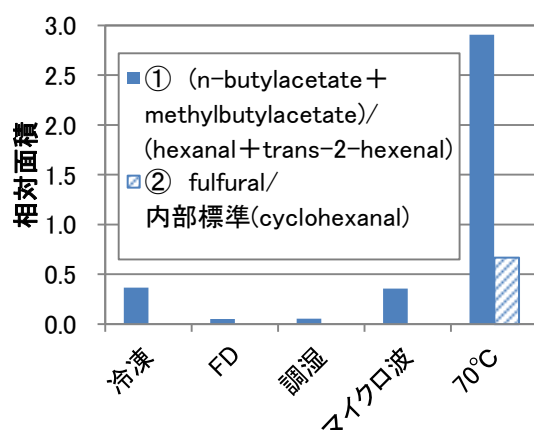


図9 乾燥法の異なる乾燥リンゴの香り成分の相対面積

### 3.3 パプリカ果実に含まれるテオリン配糖体の濃縮及び測定

パプリカ果実分解物抽出液(A)と, 通過液(B), 及びカラムからの溶出液(C)の乾燥物重量あたりのルテオリン及びルテオリン配糖体(ルテオリン-7-グルコシド)の測定結果を表1に示す。

表1 ルテオリン及びルテオリンの濃縮結果

	ルテオリン アグリコン (mg/100gDRY)	ルテオリン -7-グルコシド (mg/100gDRY)
A 抽出液	$1.85 \times 10^{-2}$	0.806
B 通過液	$9.08 \times 10^{-3}$	$4.07 \times 10^{-2}$
C 溶出液	15.2	372
濃縮率 (倍) (C/A)	822	461

パプリカ果実分解物をカラム濃縮した溶出液(C)のルテオリン-7-グルコシド含有量は, 372mg/100gDRYとなり, 抽出液の0.8mg/100gDRYの461倍に濃縮することができた。

## 4 結言

- 1) マイクロ波減圧乾燥による乾燥リンゴの味評価結果は, FDに近かった。また, マイクロ波減圧乾燥による乾燥リンゴの香り評価結果は, 調湿乾燥に近かった。一方, GC/MSによる測定結果では, マイクロ波減圧乾燥による乾燥リンゴは, 冷凍に比べて各香りピークが小さいものの, FDや調湿乾燥に比べて香りのバランスが冷凍に近いという結果になった。
- 2) パプリカ果実酸分解物からルテオリン及びルテオリン配糖体を抽出し, イオン交換樹脂により濃縮できた。

## 謝辞

本研究は平成28年度食料生産地域再生のための先端技術展開事業(農林水産省:H24年~H29年)により実施した。

【短報】

【平成26～30年度 受託研究】

## 耐冷性やいもち病抵抗性を強化した東北オリジナル業務・加工用多収品種の開発

畑中 咲子, 樋口 敦, 橋本 建哉  
食品バイオ技術部

南東北に適した酒米の開発に向け、古川農業試験場が育種した有望系統について、50%精米試験や酒米統一分析法による評価を実施した。50%精米試験では、東1520、次いで東北酒218号が対照品種に準ずる精米特性を示した。H28年産米の酒米統一分析法による評価では、70%精米試験は東1520が対照品種に準ずる良好な精米特性を示した。吸水性、消化性では、初期吸水はいずれの品種も対照に比べ早め、Brix値は高め、アミノ酸度は同等であった。

今後、酒造組合と県内メーカーの協力により、H27年産、H28年産を用いた小仕込み試験(10kg規模)、H29年産米の小仕込み試験を行い、候補系統の絞り込みを実施する。

キーワード: 酒米, 育種, 酒造適性評価

## 1 緒言

東北地方は、全国の水稲作付面積の約25%を占める国内有数の水稲作付地帯であるが、古くから冷害のリスクにさらされており、ときに甚大な減収の被害を引き起こしてきた。このことから、東北地方において、冷害の被害を軽減する耐冷性やいもち病抵抗性を強化した水稲品種の開発は、最も重要な育種目標である。

一方、食生活の多様化や国産飼料の需要の高まりにより安価な業務用米や飼料用米、酒造用米が求められている。本研究では、耐冷性といもち病抵抗性を強化した業務用米品種・極多収飼料用米品種、耐冷性を強化した多収の酒造用米品種を開発することを目標とする。

本研究において、当センターは酒造用米候補系統の酒造適性評価を担当し、H28年度は以下の評価を実施したので報告する。

①H27年産米の50%精米試験

②H28年産米の酒造用原料米全国統一分析法(以下、酒米統一分析法)による評価

## 2 実験方法

## 2.1 供試系統

東北酒217号, 東北酒218号, 東1437, 東1520, 東1616, 蔵の華(対照), 美山錦(対照)

## 2.2 H27年産米の50%精米試験

古川農業試験場で栽培されたH27年産の供試5系統と対照2品種(多肥区)について、小スケールの50%精米試験(チヨダHS-4精米試験機 玄米50g 水分 $13.8 \pm 0.2\%$ )を1サンプル3回実施し、平均値を求めた。

## 2.3 H28年産米の酒米統一分析法による評価

古川農業試験場で栽培された平成28年産の供試5系統(多肥区)について、酒米分析法により評価した。即ち、150gの玄米を精米歩合70%で精米特性を評価した後、20分と120分の吸水性、蒸米吸水性、 $\alpha$ -アミラーゼとプロテアーゼ活性を有する酵素による消化後のBrixとアミノ酸度の測定、及び粗タンパク質を分析し、さらにアルカリ崩壊試験を行った。

## 3 実験結果及び考察

## 3.1 H27年産米の50%精米試験

平成27年産の供試5系統で実施した50%精米試験では、東1520、次いで東北酒218号が対照品種に準ずる精米特性を示した(表1)。平成27年度に実施した標肥区・機械乾燥による試料の50%精米試験結果と比較すると、数字は異なるものの、系統による傾向はほぼ同一だった。

## 3.2 H28年産米の酒米統一分析法による評価

70%精米試験では東1520が対照品種に準ずる良好な精米特性を示した。吸水性、消化性では、初期吸水はいずれの品種も対照に比べ早め、Brix値は高め、アミノ酸度は同等であった(表2)。

H28年産はH27年産に比べ、全体的に碎米率、蒸し米吸水率が高いが、消化性を示すパラメーターは同程度であった。

## 4 結言

今後、酒造組合と県内メーカーの協力により、小仕込み試験による醸造特性の評価を行う。引き続き、精米特性、清酒もろみのポーメ、アミノ酸などの評価を行うとともに、特定名称酒製造に耐えるかを発酵経過の観察、官能試験等により確認し、候補系統の絞り込みを実施する。

なお、本研究は平成28年度農林水産業・食品産業科学技術研究推進事業委託事業(農林水産省:H26年~H30年)により実施した。

表1 H27年産米の50%精米試験

	精米時間 (分)	みかけ精 米歩合(%)	真の精米 歩合(%)	無効精米 歩合(%)	碎米率 (%)	【参考】H27 標肥区の碎 米率(%)
東北酒217号	205	50.0	57.5	7.5	14.9	8.6
東北酒218号	220	50.2	55.6	5.4	10.6	6.8
東1437	203	49.6	56.1	6.6	12.9	9.5
東1520	242	50.2	53.5	3.4	9.5	6.5
東1616	168	50.2	58.3	8.1	16.4	9.9
蔵の華(対照)	237	50.2	54.8	4.7	11.5	4.2
美山錦(対照)	226	50.0	53.7	3.7	8.6	5.2

表2 H28年産米の酒米統一分析法による評価

品種・系統	千粒重 (g)		精米歩合 (%)			碎米率 (%)	白米水分 (%)	吸水率 (%)		吸水性 (120/20)	蒸米吸水率 (%)	消化性		粗みねり質 (%)
	玄米	白米	見かけ	真	無効			20分	120分			Brix(%)	アミノ酸度 (ml)	
東北酒217号	25.3	18.8	69.6	74.3	4.7	12.0	13.5	26.8	27.3	1.0	37.0	10.7	0.7	3.7
東北酒218号	27.4	20.2	70.4	73.7	3.3	14.5	13.6	28.3	28.4	1.0	39.5	11.8	0.7	3.8
東1437	26.0	19.4	70.0	74.6	4.6	14.8	13.4	27.9	28.2	1.0	39.5	12.1	0.8	3.8
東1520	26.3	18.8	70.2	71.5	1.3	8.4	13.3	26.3	29.2	1.1	44.0	10.5	0.7	3.6
東1616	26.9	20.0	69.3	74.3	5.0	11.7	13.5	27.0	27.9	1.0	41.0	11.1	0.7	3.5
蔵の華	24.2	17.8	70.1	73.6	3.5	11.2	13.0	21.6	27.3	1.3	39.1	8.4	0.7	4.0
美山錦	23.1	16.9	70.4	73.2	2.8	7.2	13.3	25.4	26.7	1.1	40.5	9.5	0.8	3.8

【短報】

【平成28～29年度 県単研究】

## 複雑形状金属製品等の非破壊検査に関する技術開発

内海 宏和, 氏家 博輝  
材料開発・分析技術部

鋳造品の機械加工面に発見された欠陥は、修正が必要であることが多く、多大なコストを要する。非破壊検査により事前に欠陥を発見できれば、無駄な工程を省くことができ、不良対策にも有効である。近年、超音波による探傷結果を画像化する手法が普及しつつあるが、鋳造品の形状や材質に応じた検査条件や検出限界を検討した例は少ない。そこで、最新の超音波検査技術を複雑な形状を持つ製品へ適用するために必要な技術開発を実施する。具体的にはアルミ鋳造品と接合品について適用限界を調べる。本年度は試験片形状および探傷条件を検討した。

キーワード：非破壊検査, 超音波, 鋳造, 接合

### 1 緒言

超音波探傷は、物体の内部に存在するきずを調べる手法で、材料やサイズの制約が少ないことから、様々な製品の品質保証に適用されている。一般的な超音波探傷は一探触子を用いてきず等の反射源から返るエコー波を見てきずの位置や大きさを推定する。これに対して、近年反射エコーの分布を画像化する手法が普及しつつある。当センターでは、超音波による探傷結果を比較的簡便に画像化できる3D超音波検査装置(Matrixeye LT, 東芝電力検査サービス株式会社)を導入し、県内企業に対して技術支援を実施している。しかしながら、本装置による適用限界が不明であるため、最適な検査条件を見出すに至っていない。そこで、一般的に超音波による検査が難しいとされるアルミニウム鋳造品の内部きずと、適用性に優れる接合品について、適用限界を調べることにした。本年度は、適用限界を調べるための試験片形状および探傷条件を検討した。

### 2 実験方法

#### 2.1 アルミニウム鋳造品の適用限界検討

図1に、適用限界確認用の試験片形状を検討するための予備試験片の外観を示す。材質はAC4C、直径65mm、長さ110mmで、円筒面に上面から10, 20, 30, 50, 70mmの位置に、角度を変えて直径3mm、深さ15mmの人工きずを導入した。なお、素材は砂型鋳造品の押し湯部を円筒状

に機械加工したものである。表1に探傷条件を示す。

#### 2.2 接合品の適用限界検討

図2に、試験片の形状を示す。アルミニウム板材(7000番台)に、直径3mm、深さ約30, 60  $\mu$ mの段差を設け、段差の無い板材と拡散接合することで、極薄円盤形状の人工きずA,Bを導入した。表2に探傷条件を示す。

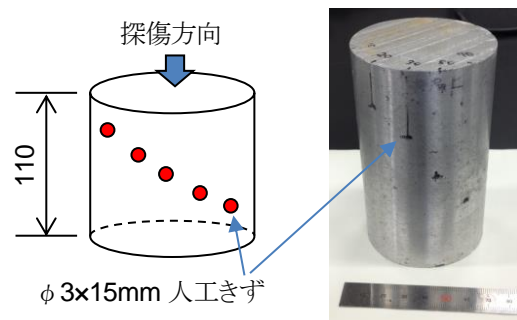


図1 アルミニウム鋳造品予備試験片の外観

表1 探傷条件

検査方法	水浸法, 垂直探傷
周波数	2MHz
素子数, ピッチ	64×1, 1mm
サンプリング周波数	20MHz
テストピース音速	6406m/sec
Mesh size	1mm×1mm

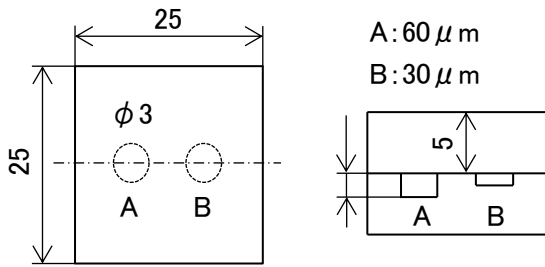


図2 接合品試験片の形状

表2 探傷条件

検査方法	水浸法, 垂直探傷
周波数	15MHz
素子数, ピッチ	64×1, 0.4mm
サンプリング周波数	80MHz
テストピース音速	6200m/sec
Mesh size	0.2mm×0.2mm

### 3 実験結果及び考察

#### 3.1 アルミニウム鋳造品の適用限界検討

図3に, 探傷結果を示す。表面から70mmの人工きずは弁別ができなかった。これより,適用限界検討の試験片は高さ50mm以内で作成し,直径3mm以下のきずで検出限界を探ることとした。きずの位置が探傷面から離れるほど,組織の状態や鋳物に特有の微細な空洞による減衰の影響によりS/N比が小さくなることから,空洞の分布と素材の組織が検出限界に与える影響を調べる必要がある。

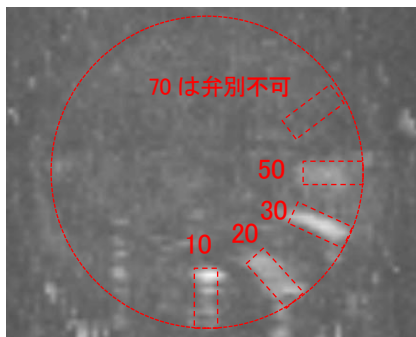


図3 アルミニウム鋳造品予備試験片のCスキャン像

#### 3.2 接合品の適用限界検討

図4に,探傷結果を示す。人工きずBの波形データを合わせて示した。図5に,人工きず部の断面観察結果を示す。人工きずAの深さは,接合後に,30~50 μmとなった。また,人工きずBの深さは,接合後に10~23 μmとなり,中央部が小さくなっていた。人工きずBは図4に示す探傷像において,中央部が接合しているように見えるものの,波形データでは接合部と差が認められた。このことから,本探傷結果は,人工きずの深さの変化を反映していると考えられる。また,10 μm程度の深さで接合部との差が急激に小さくなることから,この付近が適用限界に近いことが示唆された。さらに小さな段差での検証が必要と考えられる。

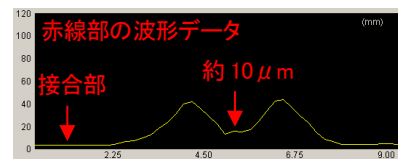
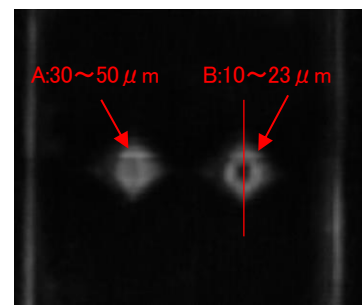


図4 接合品試験片のCスキャン像および波形データ

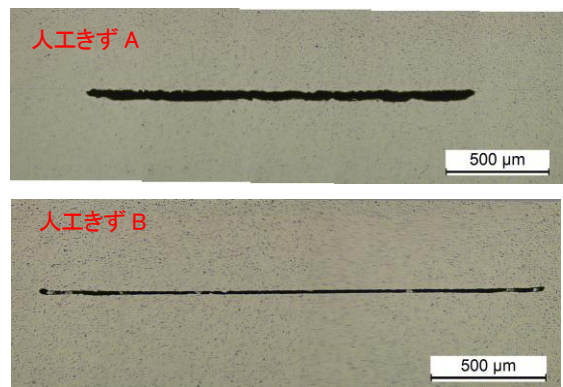


図5 人工きず A,B の断面

### 4 まとめ及び今後の予定

本研究により, 以下のことが明らかになった。

- (1) アルミニウム鋳造品 (AC4C, 砂型) では,探傷面から50mmの位置にある直径3mmのきずを確認できた。
- (2) 接合品では,探傷面から5mmの位置にある10 μm程度の深さの人工きずを確認できた。

今後は、アルミニウム鋳造品については、探傷面から50mmの位置において人工きずの直径3mm以下で適用限界を探り、自然きずの適用限界についても検討する。また、厚さ5mm程度の接合品については、数 $\mu$ m程度が適用限界と考えられることから、人工きずの導入方法を含め検討を進める。

#### 参考文献

- 1) 坂代一郎, 鋳造工学No85, vol12(2013), 906-910
- 2) 唐沢博一, 非破壊検査No56, vol10(2007), 1-5

【短報】

【平成28～29年度 県単研究】

## 樹脂・接着剤・塗料等の硬化度評価に関する技術開発

鈴木 鋭二, 赤間 鉄宏, 阿部 一彦  
材料開発・分析技術部

県内企業から寄せられる樹脂・接着剤・塗料等の硬化度の分析の要望に応え、広くサービス提供する体制を構築することを目的として、新たな硬化度評価技術の検討を行った。

平成28年度は、硬化度評価技術の習得及び評価精度の確認を目的として、加熱硬化条件がそれぞれ異なる(室温～120℃)熱硬化性のエポキシ樹脂及びエポキシ接着剤の硬化度を評価した。その結果、フーリエ変換赤外分光分析(FT-IR)及び示差走査熱量計(DSC)を用いた硬化度評価技術を習得し、十分な精度があることも確認することができた。また、エポキシ接着剤において評価した硬化度は引張せん断強度との間で正の相関関係が見られた。

キーワード: エポキシ樹脂, エポキシ接着剤, 硬化度評価, FT-IR, DSC, 引張せん断強度

## 1 緒言

近年、熱や光により硬化する樹脂・接着剤・塗料等が自動車・電子部品・家具など様々な分野で使用されており、その硬化度を正確に評価する需要が高まっている。例えば、接着剤の硬化判断は主に接着強度の測定によって行われてきたが、使用目的が接着用途以外にも多様化するなかで、硬化の状態や正確な硬化度合いなどが求められるようになり、接着強度だけでは正確な判断ができなくなっている。そのため、接着剤の硬化過程で起こる現象に着目し、分析装置を用いた評価方法が検討されている。<sup>1)</sup>そして、接着剤の正確な硬化判断ができることで、接着剤を使用した部品の生産工程の最適化検討が容易になる。また硬化条件に起因する問題が生じた場合、評価技術を利用して原因究明に役立てることもできる。これは接着剤に限ったことではなく、樹脂や塗料等についても同様の検討がなされている。当センターにおいてもUV硬化塗料の硬化度評価の相談を受けたことがある。しかし、UV硬化塗料の硬化度評価に対する十分な知見が無く、相談者が満足するような情報提供ができなかった。そこで、今後は分析技術力を向上させ顧客の要望に十分に答えていくことができるように、硬化度評価に関する基礎知識・測定技術の習得及び硬化メカニズムの解明が必要である。

## 2 実験方法

熱硬化性のエポキシ樹脂及びエポキシ接着剤を試料と

して硬度評価方法の検討を行った(表1)。

表1 硬化度評価試料

	硬化剤	硬化条件
樹脂 1	アミン系	室温 12 時間
樹脂 2	酸無水物系	35℃24 時間
接着剤 1	アミン系	室温 10 分
接着剤 2	アミン系	室温 30 分
接着剤 3	アミン系	室温 3 時間
接着剤 4	ジシアンジアミド	120℃30 分

## 2.1 FT-IRによる硬化度評価手法の検討

エポキシ樹脂及び硬化剤を混合した試料をKBr板で挟みエポキシ基または硬化剤に帰属される吸収ピークの減少を追跡することで硬化度を評価した。

## 2.2 DSCによる硬化度評価手法の検討

小澤法<sup>1,2)</sup>を参考にして、硬化反応の発熱ピークのピーク温度の昇温速度依存性( $\Delta 3 \sim 20^\circ\text{C}/\text{min}$ )から硬化反応の活性化エネルギーを算出した(式1)。

$$-\log B - 0.4567 \Delta E/RT = \text{const} \quad (\text{式1})$$

B:昇温速度,  $\Delta E$ :活性化エネルギー, R:気体定数, T:絶対温度



### 2.3 引張せん断接着強度試験手法の検討

剛性被着材の引張せん断接着強さ試験方法(JIS K 6850:1999)を参考にして行った(図1)。

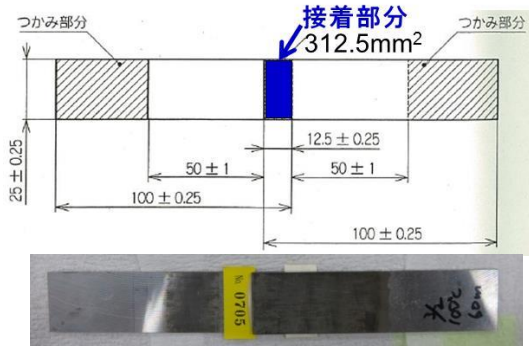


図1 引張せん断試験片:SS400 (一般構造用鉄鋼材)  
引張り強さ400~510N/mm<sup>2</sup>

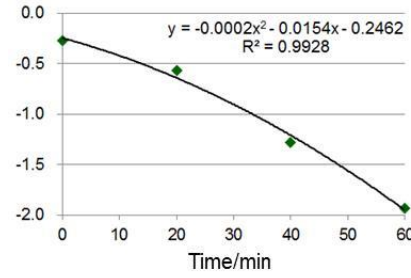


図3 2次の近似曲線(接着剤4, 100°C)

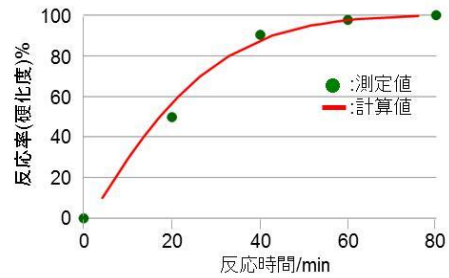


図4 測定値と計算値の比較(接着剤4, 100°C)

## 3 実験結果及び考察

### 3.1 FT-IRによる硬化度評価手法の検討

KBr板で挟んだ試料を室温または所定の温度に加熱して、エポキシ基に帰属されるピークの強度減少により硬化反応を追跡した(図2)。測定結果を規格化した後Log変換することで、2次の近似曲線を作成することが可能になった(図3)。得られた近似曲線からある反応率になるときの反応時間を求めることができ、測定値とよい相関を示した(図4)。本研究で評価した熱硬化条件がそれぞれ異なる6試料すべてについて、図5に反応率(硬化度)が95%になるときの反応温度と反応時間の関係を示す。+Δ10°Cで反応速度は約2倍になった。

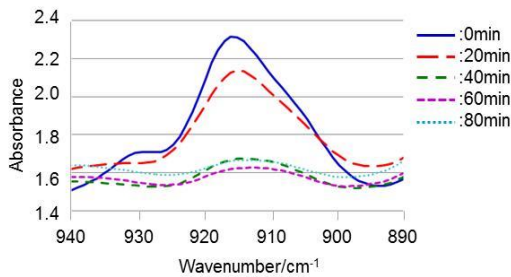


図2 エポキシ基のピーク変化(接着剤4, 100°C)

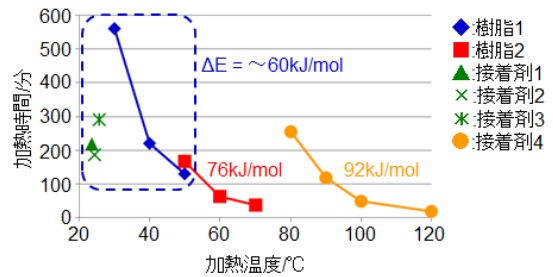


図5 反応率95%になるときの反応時間

### 3.2 DSCによる硬化度評価手法の検討

昇温速度を変えてDSC測定を行い(図6)、発熱ピークのピーク温度をアレニウスプロットすることで(図7)、活性化エネルギーを算出した(表2)。硬化反応の反応速度によらずアミン系硬化剤は同程度、酸無水物、ジシアンジアミドは硬化反応の反応速度に依存して活性化エネルギーが増加した(表2, 図5)。

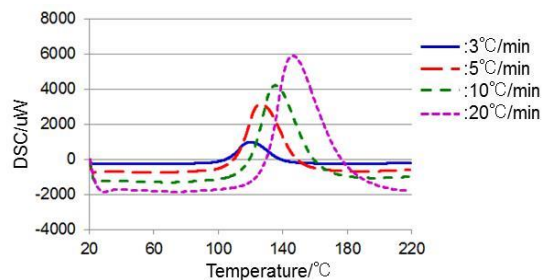


図6 DSC 昇温速度依存(接着剤4)

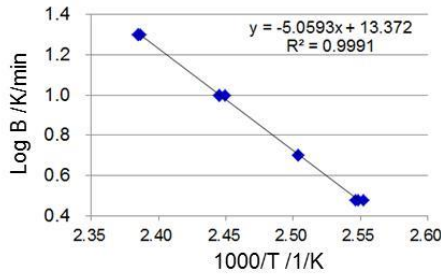


図7 アレニウスプロット(接着剤4)

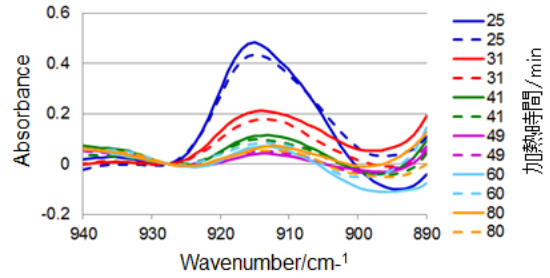


図9 FT-IR スペクトル(規格化後)

表2 活性化エネルギー(ΔE)

	ΔE/kJ/mol
樹脂1	59.15
樹脂2	75.94
接着剤1	64.41
接着剤2	62.22
接着剤3	59.51
接着剤4	92.10

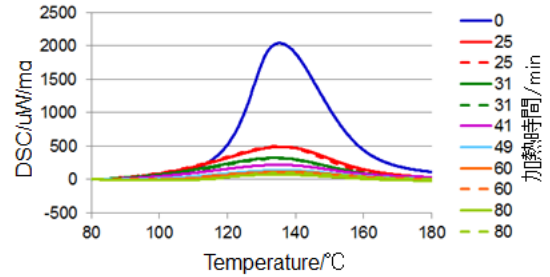


図10 DSC スペクトル(規格化後)

3.3 引張せん断接着強度試験手法の検討

反応率95%でメーカー情報25.6N/mm<sup>2</sup>と同等の接着強度25.38N/mm<sup>2</sup>が得られた(図8, 表3, n = 2)。

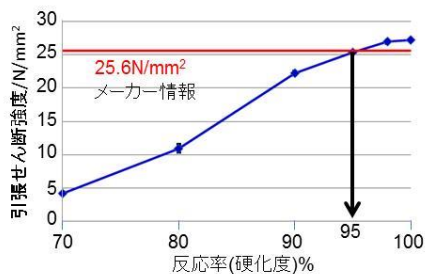


図8 引張りせん断強度と硬化度との関係 (接着剤4, 100°C)

不具合発生時の評価を模擬するために、引張せん断試験後の試験片に付着した接着剤の硬化度をFT-IR及びDSCで評価した(図9, 10, 表3)。

FT-IR(顕微透過)では、規格化後もスペクトルのバラツキが大きく硬化度を精度良く評価できる結果が得られなかった(図9)。一方、DSCでは規格化することでバラツキの小さい結果が得られた(図10)。

そこで、発熱ピークのピーク強度比から反応率(硬化度)を算出したところFT-IR(反応追跡)の結果と同程度の値だった(表3)。

4 結言

FT-IR, DSC及び引張せん断接着強度試験による硬化度評価技術を習得した。また、室温～120°Cまでそれぞれ硬化条件が異なる様々な試料について硬化度評価が可能であることを見出し、評価精度が十分にあることを確認した。今回の評価結果から硬化度評価において、同一試料で反応を追跡する場合はFT-IR, 異なる試料を比較する場合にはDSCが向いていると考えられる。

本研究により得られたこれらの知見や技術は、県内企業に対する新たな技術支援として展開していく。

表3 反応率(硬化度)と引張せん断接着強度との関係(接着剤4, 100°C)

反応時間/min	25	31	41	49	60	80
反応率% (FT-IR)	70	80	90	95	98	100
反応率% (DSC)	75.8	84.4	89.3	93.1	94.5	95.8
引張強度/N/mm <sup>2</sup>	4.15	19.94	22.24	25.38	26.95	27.25

参考文献

- 1) 反応性接着剤の分析装置を用いた硬化度合い評価方法, スリーボンド・テクニカルニュース, スリーボンドファインケミカル(株) 研究開発本部 技術サービス部 分析検査課 田中 茂男, 桐生 竜浩, 武部 洋, **2015**, 86。
- 2) (a) A New Method of Analyzing Thermogravimetric Data, T.Ozawa, *Bull.Chem.Soc.Japan*, **1965**, Vol.38, No.11, 1881. (b) 小澤丈夫, 熱測定 1,2 (1974)。

---

宮城県産業技術総合センター研究報告

ISSN 1349-1741

平成28年度 No.14(2016)

平成29年10月発行(年1回発行)

発行

宮城県

(産業技術総合センター)

〒981-3206

宮城県仙台市泉区明通二丁目2番地

TEL 022 - 377 - 8700

FAX 022 - 377 - 8712

URL <http://www.mit.pref.miyagi.jp/>

---