

銅合金鋳物溶解炉の省エネルギー対策

*Energy Saving of Melting Furnace
for Cu-alloy Casting*

東 忠宏* 根津 修* 片桐 真子*
Tadahiro Azuma Osamu Nezu Mako Katagiri

(1999年9月10日 受理)

The relationship has been studied between the diameter of the upper exit and the thermal efficiency on the open flame crucible furnace for Cu alloy casting. It was found that by decreasing the diameter to half, the amount of energy consumption was reduced 11 percent, the melting time became shorter and intense heat in the factory went down. It was also studied how the combustion atmosphere above the surface of the molten metal influenced to the quality of the cast metal and was found that the difference of the atmosphere doesn't have any effect to it within this research condition. At the same time, we compared the size of flame on the upper exit of the furnace on the video before and after the countermeasure of the energy saving.

キーワード：燃焼式溶解炉、省エネルギー、銅合金鋳物、溶湯、火炎、ビデオ映像

1. はじめに

銅合金鋳物工場では、燃焼式オープン型るつぼ炉が用いられ、製品コストの切り下げのため、省エネルギー効率の向上、溶湯品質管理に取り組んでおり、工場の酷暑化低減も必要である。

筆者らは、燃焼式オープン型るつぼ炉で、排ガス出口径を195mm, 100mm, 50mmの3段階に変化させてアルミニウム鋳物合金AC4Cを溶解する試験を行った。その結果、炉上部排ガス出口径が100mmの場合に最も熱効率が高くなることを見いだしている¹⁾。

本研究では、大阪銅合金鋳物工業協同組合の活路開拓指導調査・実現化事業に協力して、このオープン型るつぼ炉について、経済性、作業性、溶湯管理などの観点から種々の省エネルギー対策を検討する。対策として、炉上部排ガス出口径を半分程度にしぼって、熱効率を高める方法および夜間などの炉休止時に炉上部を密閉し、炉壁損失を少なくする方法を実施し、それらの効果について考察する。

オープン型溶解炉では、溶湯面への燃焼排気や大気が入り、水素や酸素の溶湯への吸収が起こりやすい。その結果、鋳物にガス欠陥や酸化物が生じ、良好な品質の鋳物が製造できなくなることがある。このため、従来から水素、酸素が共に少ない溶湯面雰囲気(=中性雰囲気、C値:0.9)となるような空気比で燃焼式溶解炉の運転が行われている²⁾。

今回、炉上部出口を絞るという省エネ対策を実施すると、溶湯面雰囲気の静圧の正圧が大きくなり、溶湯面への燃焼ガスの入り込みが多くなり、溶湯への燃焼排気中の水素、酸素の吸収量が増えて良好な品質の鋳物ができない可能性がある。

このため、良好な品質の鋳物ができない溶湯が生成する条件の有無を考察するため、材料溶落後、炉上部出口を絞るか絞らないのかという2条件に並行して、溶湯面雰囲気が、中性、弱酸化性、弱還元性となるように、空気比を3段階に変化させて溶解したときの溶湯材料について材料試験を行った。

同時に、吹き上げる火炎の大きさをビデオ撮影し、省エネルギー対策前後の相違について考察する。

* システム技術部映像・音響グループ

2. 溶解炉および試験方法

都市ガスを1500℃で燃焼したときの乾き燃焼ガス中のCO₂, CO, O₂, H₂の反応平衡濃度について, JANAFの平衡定数を用いて計算³⁾した結果を表1に示す。

都市ガスを空気比1.0で燃焼することは, 燃焼ガス中の水素, 酸素がともに少なく, 溶湯へのそれらのガスの吸収量が少なくなるので, 良好な鋳物製造時の溶解炉の推奨条件となると考えられる。また, 空気比0.99で燃焼すると, 未燃分損失, 過剰空気損失の和が少なく排ガス損失が最も少ない条件である。

表1 都市ガス燃焼時のCO₂, CO, O₂, H₂の平衡濃度
Table 1 Equilibrium conc. of CO₂, CO, O₂, and H₂ using town gas

空気比	CO ₂ %	CO %	O ₂ %	H ₂ %
1.10	10.94	0.01	2.04	0.01
1.09	11.05	0.01	1.86	0.01
1.00	12.08	0.09	0.05	0.04
0.99	11.95	0.32	0.00	0.16
0.96	11.29	1.25	0.00	0.68
0.95	11.07	1.56	0.00	0.86
0.90	9.97	3.13	0.00	1.89
0.83	8.48	5.31	0.00	3.68
0.82	8.28	5.62	0.00	3.97
0.80	7.87	6.23	0.00	4.58

しかし, 銅合金鋳物工場で使用されている燃焼式オープン型るつぼ炉では, 炉上部の回転しながら排出される燃焼排気の中心の負圧部から入る大気(酸素:21%)の影響があることを加味して, 空気比を0.95程度(C値:0.9, C値=(CO₂)/(CO₂)+(CO), (CO₂), (CO)は乾き燃焼ガス中のCO₂, COの濃度(%))で燃焼している。

本研究では, 図1のような内壁がマッフル壁構造である可傾式都市ガス燃焼るつぼ炉(燃焼量465kW)を用いて, 青銅6種500kgを以下のような条件で溶解試験を行った。

①全材料溶け落ち後に, 内径φ150厚み50mmの耐火物製の絞り板を, 炉上部材料予熱筒上部に設置するかしないかによる溶解テスト。①と並行して, ②材料投入から全材料溶け落ちまでは, 空気比を0.95とし, 全材料溶け落ち後は, 空気比を0.8, 0.95, 1.1に調整し, 溶解試験を行った。

試験に際して, 溶解量は, 秤量し, 都市ガス燃焼

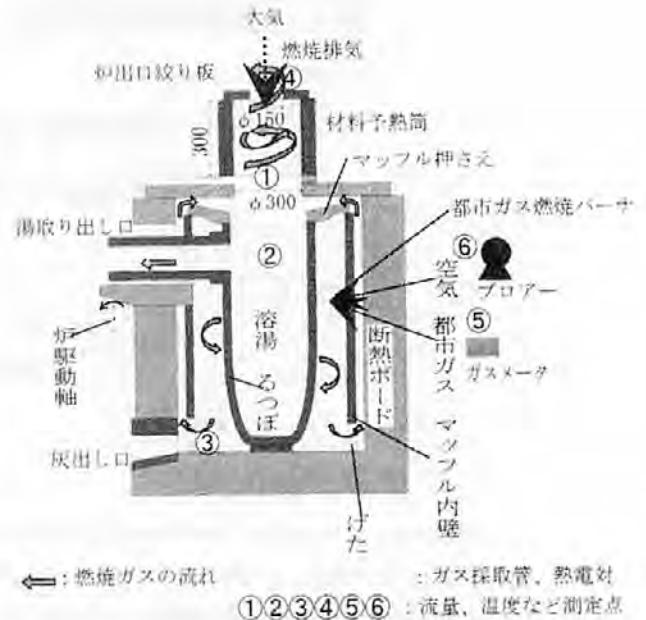


図1 マッフル壁付オープン燃焼式るつぼ炉

Fig 1 Open flame crucible furnace with muffle

量は, ガスメータ⑤の読みを標準状態に換算した。測定点①で温度, 炉内静圧, CO, O₂, CO₂の濃度などの測定を行い, 燃焼調整を行う。燃焼調整に用いられる乾き燃焼ガスのCO, O₂, CO₂の濃度は, 次の通りである。

空気比0.8で, CO濃度:5.4%, 空気比0.95で, CO濃度:1.4%であり, 空気比1.1で, O₂濃度:2.0%, CO₂濃度:11%である。

鑄込みは青銅6種500kgを溶解(溶湯温度:1200℃)後, りん銅脱酸(溶湯500kgに対し, 1.3kgで, りん量として約0.04kg)などの溶湯処理を行い, 6分間沈静した後の溶湯を注湯する。溶湯材料サンプルは, この溶湯処理前後の溶湯をサンプル鑄型に注湯(注湯時溶湯目標温度:1500℃)・鑄込み後, 冷却した材料である。この材料サンプルについて, ①水素定量試験, ②酸素定量試験, ③引っ張り試験, ④ブリネル硬さ試験, ⑤金属分析を行う。

炉上部から吹き上げる火炎の大きさはビデオ映像から解析する。

3. 試験結果および考察

炉上部燃焼排気出口に絞り板を設置しないときの測定点①, ②, ③における炉内静圧は, 0Pa, 0Pa, 245Paであるが, 炉上部燃焼排気出口に絞り板を設置したときの①, ②, ③における炉内静圧は, 59Pa, 59Pa,

304Paと静圧が増加している。このことは、溶湯面への燃焼ガスの入り込みが多くなることを表している。

表2に、材料溶落後の空気比を初回溶解時に0.95とし、2回目溶解時に0.8、3回目溶解時に1.1とし、材料溶落後、炉上部燃焼排気出口に絞り板を設置するかしないかによって、溶解時間や熱効率がどのように変わるかを溶解試験した結果を示す。

表2 炉上部排気出口への絞り板設置による溶解時間、熱効率の相違

Table 2 The effect on the melting time and the thermal efficiency when decreasing the diameter of the upper exit

<初回溶解、溶落後の空気比：0.95>

絞り板 有無	溶解時間 min	燃料流量 $V_0 \text{ m}^3/\text{s}$	溶解量 M kg	熱効率 Q %
有り	125	65.6	490.4	10.62
無し	132	73.9	490.4	9.41

<2回目溶解、溶落後の空気比：0.8>

絞り板 有無	溶解時間 min	燃料流量 $V_0 \text{ m}^3/\text{s}$	溶解量 M kg	熱効率 Q %
有り	82	45.5	499.4	15.57
無し	89	49.4	489.6	14.06

<3回目溶解、溶落後の空気比：1.1>

絞り板 有無	溶解時間 min	燃料流量 $V_0 \text{ m}^3/\text{s}$	溶解量 M kg	熱効率 Q %
有り	77	38.1	494.8	18.42
無し	79	39.1	497.6	18.06

ここで、1kgのBC6冷材(25℃)を溶解し、1200℃の溶湯にする熱量は、BC6(CAC406)の組成を、Cu-5%Zn-5%Pb-5%Snとすると、各組成の熱容量、融解熱の和から1200℃における混合熱を差し引き156kcal/kgとなる¹⁾。また、熱効率Q(%)は次式から求める。

$$Q = \frac{\text{溶解量 } M \text{ (kg)} \times 156 \text{ (kcal/kg)} \times 100}{\text{都市ガス燃焼量 } V_0 \text{ (m}^3/\text{s)} \times 11,000 \text{ (kcal/m}^3/\text{s)}}$$

(都市ガス燃焼量 $V_0 \text{ (m}^3/\text{s)} \times 11,000 \text{ (kcal/m}^3/\text{s)}$)

炉上部排気出口に絞り板を付けると、熱効率は、初回溶解時で、9.41%から10.62%に向上、2回目溶解時には、14.06%から15.57%に向上、3回目溶解時には、18.06%から18.42%に向上する。この結果より、初回溶解時のエネルギー消費量(都市ガス燃焼量)は、11%低減していることがわかる。

なお、溶落後の空気比を0.95から0.8、1.1へと変

化させると、熱効率が向上するよう見えるが、溶落後の空気比を0.95と変えないで、炉上部排気出口を絞る溶解試験を行うと、初回、2回目、3回目と溶解回数が多くなるにつれて、表2と同じ傾向で熱効率が向上しており、溶落後の空気比を変えただけでは熱効率は向上しないことがわかる。

また、炉上部排気出口に絞り板を付けると、溶解時間は、初回溶解時で、132分から125分に、2回目溶解時で、87分から82分に、3回目溶解時で、79分から72分に短くなる。

上記の試験とは別に、夜間に炉上部排気出口を密閉すると、翌日、溶解量500kg(切り粉1割程度)での初回溶解時のエネルギー原単位(単位溶解重量当たりのエネルギー消費量)は、5.362MJ/kgから5.182MJ/kgに低減する。つまり、初回溶解時のエネルギー原単位は3%低減した。

全材料溶け落ち後に絞り板を設置することにより酸素や水素の吸収により溶湯不良が起こるかどうかを、6条件(空気比0.8、0.95、1.1の各々に対して絞り板の有無)の溶湯処理前後の材料について試験を行った結果¹⁾を表3に示す。ここで、①水素定量試験は、溶落後も空気比0.95で溶解した午前中の溶湯試料のみについて、不活性ガス搬送融解-熱伝導度法により行う。これは、水素ガスが逃げやすいので、鑄込んだ試料をその日の内に分析しなければ測定誤差が多くなるためである。②酸素定量試験は、JIS Z 2613 金属材料の酸素定量法の不活性ガス搬送法により行う。③引っ張り試験は、JIS 4号試験片を作成、JIS Z 2201, 2241に準じて行う。④ブリネル硬度試験は、JIS Z 2243により行う。⑤金属分析は、JIS H 1051の電解重量法およびICP発光分析法により行う。

表3の機械的強度および組成分析から、今回の6溶解条件の溶湯材料範囲内では、実用の鑄造作業上問題となるような大きな差異が認められないことがわかる。たとえば、鑄造作業上問題となる水素濃度は、3.5ppmであり²⁾、この値に比較すると、絞り板を付けても付けなくても差異はないと考えられる。

図2には、全材料溶け落ち後に材料予熱筒上部の排気出口に絞り板を設ける場合と設けない場合、並行して空気比を0.8、0.95、1.1の3段階に変化させたときの火炎の大きさをビデオ撮影し、比較したものを示す。炉上部出口の直径が300mmの場合、直径を150mmに絞った場合に比べて高さは約1.5倍になり、火炎の体積は約6倍になる。また、空気比が0.8で、炉上部出口の絞りがないと、炉上部に3m近く上昇

し、溶湯温度測定が耐えきれない高温作業となる。

4. まとめ

都市ガス燃焼式銅合金鋳物マッフル壁るつぼ炉の省エネルギー策として、(1)全材料溶落後に、炉上部出口径を2分の1に絞る絞り板を炉上部排ガス出口に設置する。(2)夜間休止時に炉上部を密閉する。という対策を行った。その結果、(1)によって、初回溶解時の熱効率は9.41%から10.62%に向上し、エネルギー消費量の都市ガス燃焼量は11%低減した。(2)によって、初回溶解時の都市ガス燃焼量は3%低減した。

これまで、炉上部燃焼排気出口を絞るというような方法は、燃焼ガスの水素、酸素の溶湯面への吸収

が多くなり、鋳物に酸化物やガス欠陥による不良が増えるとして、採用されていなかった。

今回の試験範囲条件では、このような問題が起こらないことが明らかにされた。

また、炉上部出口径を2分の1に絞る絞り板を炉上部排ガス出口に設置すると火炎の吹き上げ量が減少し、工場の酷暑化低減に役立つこともわかった。

参考文献

- 1) 日本鋳物協会秋季大会講演予稿集 (1985. 10)
- 2) (財) 素形材センター 鋳造技術シリーズ5 銅合金鋳物の生産技術 (1997. 3. 14)
- 3) 水谷幸夫 燃焼工学 第2版 (1991. 4. 10)
- 4) 大阪銅合金鋳物工業協同組合 平成10年度中小企業活路開拓調査・実現化事業報告書 (平成11年3月)

表3 機械的強度および組成分析¹⁾

Table 3 The mechanical strength and the chemical composition

溶解・溶湯処理条件		機械的強度			組成分析								
溶落後	脱酸	引張強さ N/mm ²	破断伸び %	硬度 HB	水素 ppm	酸素 ppm	Cu %	Sn %	Pb %	Zn %	Fe %	P %	
絞り板	空気比												処理
あり	0.95	前	260	34.8	67	0.9	21	84.7	4.4	5.1	5.0	0.1	0.00
		後	242	23.0	70	0.9	23	85.0	4.4	5.0	5.0	0.1	0.03
	0.8	前	210	15.8	70	—	20	85.0	4.3	5.0	5.1	0.1	0.01
		後	251	23.6	74	—	17	84.8	4.4	5.1	5.1	0.1	0.04
	1.1	前	234	22.0	69	—	17	84.3	4.4	5.1	5.4	0.2	0.00
		後	238	23.6	70	—	13	84.6	4.4	5.0	5.4	0.1	0.03
なし	0.95	前	236	26.4	65	0.7	12	84.4	4.5	5.2	5.3	0.2	0.00
		後	252	29.2	70	0.7	13	84.8	4.4	5.0	5.2	0.1	0.03
	0.8	前	236	27.0	70	—	12	84.3	4.5	5.4	5.3	0.1	0.00
		後	248	25.2	63	—	15	84.6	4.4	5.2	5.1	0.1	0.01
	1.1	前	253	29.4	69	—	15	84.5	4.4	5.0	5.4	0.1	0.00
		後	249	22.4	65	—	13	84.7	4.4	4.9	5.3	0.1	0.03

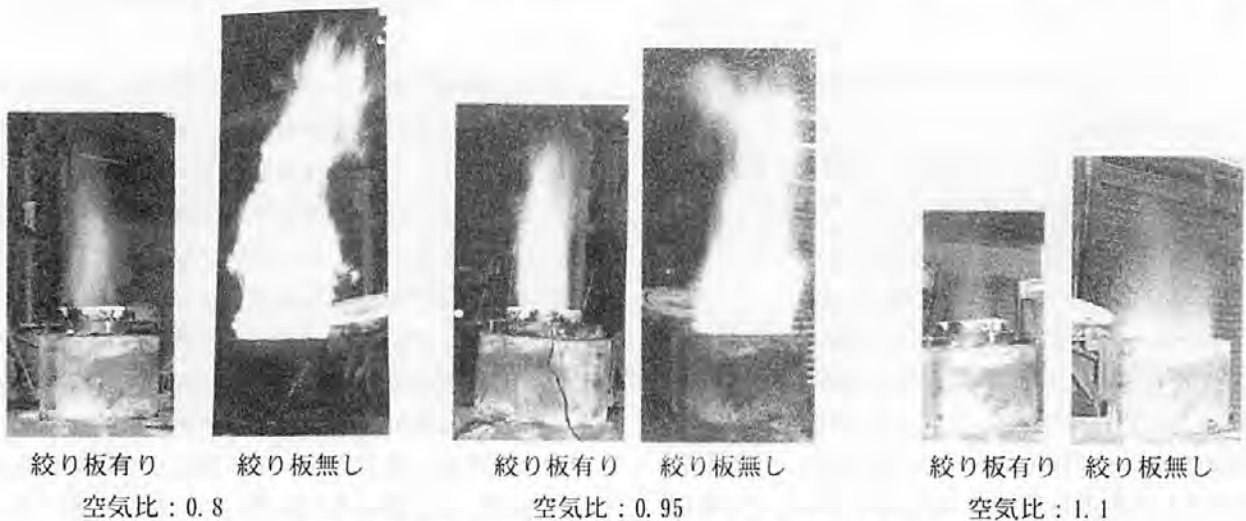


図2 炉上部出口径を絞ることによる火炎の大きさの違い

Fig 2 Relationship between the size of flame and the diameter of the exit

写真フィルムリサイクルに適した耐熱性酵素の開発

*Development of a Thermostable Alkaline Protease
for Film Recycle*

増井 昭彦* 藤原 信明*
Akihiko Masui Nobuaki Fujiwara

(1999年9月9日 受理)

From the view points of environmental problems, we have constructed an automatic process using an alkaline protease to recover both silver and polyethylene terephthalate (PET) film base independently from used X-ray film. In this process the enzymatic hydrolysis reaction was carried out at 40°C from the standpoints of repeated utilization, the rate of reaction and inactivation of the enzyme. If this enzyme becomes more thermostable with high activity, repeated utilization of the enzyme at high temperature would be expected. To increase the stability of this protease, the β -turn positions, Ala-38, Ala-165 and Ala-187 were replaced by Pro and the residual activities of the resultant mutant enzymes treated at 55°C for 30 min were found to be higher than that of the wild-type enzyme (60% as against 30%).

キーワード：写真フィルム，PET，リサイクル，アルカリプロテアーゼ，耐熱化，タンパク質工学

1. はじめに

(1) 酵素を用いた写真フィルムのリサイクル

医療技術の進歩あるいは情報化社会の進展に伴い、医療用直接撮影X線フィルム(レントゲンフィルム)や印刷製版フィルムの使用量は、当初の予想に反してむしろ増大している。医療用直接撮影X線フィルムは、図1のように厚さ175 μ mのポリエステル(PET)ベースの上に非常に薄い下塗り層が塗布され、次いで感光材である銀を含む乳剤層、そして最上部に保護層が両面に塗布された構造を持つ。印刷製版用フィルムは、PETの厚さが100 μ mと薄く、かつ片面だけに塗布されている点が異なるだけで、基本的には医療用直接撮影X線フィルムと同じ構造である。フィルムの乳剤層および保護層の支持体は、いずれもゼラチンと呼ばれるタンパク質であり、感光材の銀は、この乳剤層中に医

療用直接撮影X線フィルムの場合約1.2~1.5%、印刷製版フィルムの場合約1%含まれる。

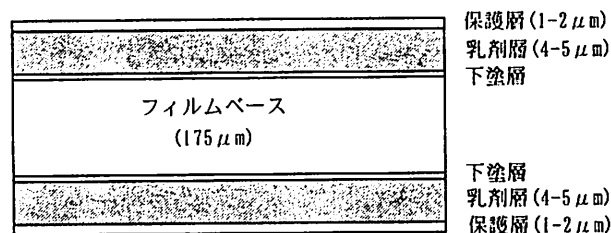


図1 医療用X線フィルムの構造(模式図)

Structure of X-ray film

写真フィルムのリサイクルは、現在、医療用X線フィルムからは、種々問題のある燃焼法により銀が回収・再利用されているだけで、フィルムベースであるPETは、燃焼されるため再利用されていない。印刷製版フィルムの場合には銀、PETともに回収・再利用されていない。こうした背景から我々は、ゼラチン膜を非常に

* 材料技術部 酵素応用グループ

早く分解できる酵素（アルカリプロテアーゼ^{*1)}を開発し、無公害技術である酵素を利用したバイオリアクターにより、医療用X線フィルムから銀とPETを連続的に分別回収するシステムを構築した¹⁾⁻⁴⁾。

これらの成果を踏まえて、印刷製版用フィルムについても、完全な再利用を可能にする新規なシステムの開発研究を、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)・中小企業事業団から委託されて(中小企業創造基盤技術研究事業)、平成8年度から3ヶ年の計画で企業と大学とで共同して行い、新たなリサイクルシステムを構築した。

(2) 酵素の耐熱化

一般に、酵素を工業的に利用する場合、いくつかの問題点が存在する。第1に、酵素のランニングコストが実用化の大きな障害となることである。この解決方法として現在は、培養条件の検討や菌の改良などにより、酵素生産性の向上を図っている。第2に、酵素反応は、化学反応にない優れた点をもつ反面、反応の遅さがその利用に際して障害になることである。その解決法として、高温での反応が考えられる。高温での利用は、酵素の反応速度を増大させる(反応温度を10℃上昇させると、反応速度は約2倍になる)ので、処理時間を短くすることができ、用いる酵素量を少なくできる。

しかしながら、酵素は一般に熱に弱く、本処理システムでも、図2で示すように、ゼラチン膜の分解時間は、反応温度が高くなるほど短くなったが、実際は、

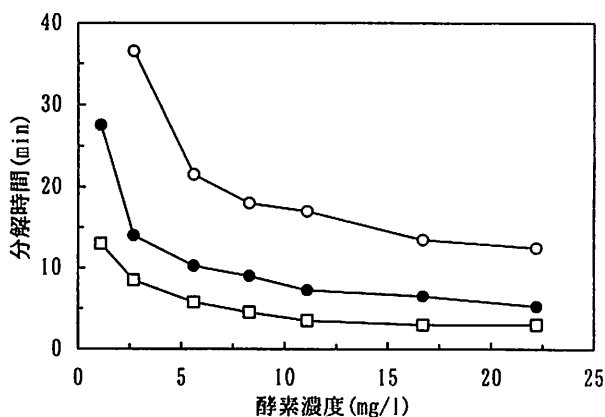


図2 ゼラチン膜分解への酵素濃度と温度の影響
○: 30℃ ●: 40℃ □: 50℃

Effects of enzyme activity and temperature on decomposition of gelatin layers on X-ray film by an alkaline protease from *Bacillus* sp. B21-2

酵素の熱失活を考慮して装置を設計する必要があり、反応温度は40℃ぐらいが適当であった²⁾⁻⁴⁾。そこで、活性を低下させることなく、耐熱性に優れた酵素を用いることができれば、熱による失活も抑えられ、高温での繰り返し利用にも耐えられ、経済性の面からも望ましく、その有用性は更に増す。

酵素タンパク質の構造単位はアミノ酸からなり、酵素の耐熱性は、そのうちの1アミノ酸の置換によっても変化することが既に知られている⁵⁾。また、近年のバイオテクノロジーの進展により、酵素遺伝子を単離して、塩基配列を決定することにより、アミノ酸配列も決定できるようになった。そこで、酵素のアミノ酸配列を調べ、適切なアミノ酸を選んで置換すれば、この酵素の耐熱性を向上できると考えた。

これらのことから、本酵素の塩基配列とアミノ酸配列を決定し、アミノ酸置換を行うことにより、本酵素の耐熱化を行った。

2. 実験方法

(1) 使用菌株

土壌試料より分離した *Bacillus* sp. B21-2 を用いた。

(2) PCR^{*2)} (Polymerase Chain Reaction)

以前の報告で、我々は *Bacillus* sp. B21-2 が産生するアルカリプロテアーゼ (AprN) について、N末端の20アミノ酸の配列を決定した⁶⁾。このアミノ酸配列と種々のアルカリプロテアーゼの相同配列から2種類のプライマーを作製し、PCRによる増幅反応を行った。反応は、92℃で2分、52℃で2分、72℃で3分を30サイクル繰返し行った。

(3) 塩基配列の決定

塩基配列の決定は、島津 DNA sequencer DSQ-1 (島津製作所製) を用いて行った。

(4) アミノ酸置換

アミノ酸置換は、Higuchi らの方法に従って、PCR法を用いて行った⁷⁾。

(5) タンパク量の定量

タンパク量は、標準タンパク質として牛血清アルブミンを用いて、BCA法によって測定した⁸⁾。

(6) 酵素活性の測定

酵素活性は、Horikoshiの方法に従って測定した⁹⁾。

*2) 分析したい塩基領域をはさんでプライマーを結合させ、合成反応で塩基を合成し、連鎖的に塩基の増幅を行う遺伝子増幅法。

*1) アルカリ性で作用する蛋白質分解酵素

	1	10	20	30*	40	50	60*	
AprN:	-QTVPWGINRVQAPIA	QSRGFTGTGVRVA	VLDTGI-SNHADLR	IRGGASFVPGEP-	NI	SDGNHGHTVA		
AprM:	-QTVPWGISFINTQQ	AHNRFIFGNGARVA	VLDTGI-ASHPDLR	IAGGASFISSEP-	SY	HNNHGHTVA		
PB92:	AQSVPWGISRVQAP	AAHNRLTGSQVVA	VLDTGI-STHPDLN	IRGGASFVPGEP-	ST	QDGNHGHTVA		
YaB:	-QTVPWGINRVQAPIA	QSRGFTGTGVRVA	VLDTGI-SNHADLR	IRGGASFVPGEP-	NI	SDGNHGHTQVA		
BPN:	AQSVPYGVSQIKAP	LHSQGYTGSNVKVA	IDSGIDSSHPDLK	VAGGASMVPSETN	PFQD	NNSHGHTVA		
E:	AQSVPYGISQIKAP	LHSQGYTGSNVKVA	IDSGIDSSHPDLN	VGGASFVPGSETN	PNPYQD	GSSHGHTVA		
Ca:	AQTVPYGIPLIKADK	VQAQGFKANVVA	VLDTGIQASHPDLN	VGGASFVAGEA-	YNTD	GNHGHTVA		
	70	80	90	100	110	120	130	
AprN:	GTIAALNNSIGVLG	VAPNVLDYGVKVL	GASGSGSISGIAQ	GLQWAANNMHI	ANMSLGSSAGS	SATMEQA		
AprM:	GTIAALNNSIGVLG	VAPSADLYAVKVL	DRNGSGLASVAQ	GIEMAIINNMI	INMSLGSTSGS	STLELA		
PB92:	GTIAALNNSIGVLG	VAPNAELYAVKVL	GASGSGSVSSIA	QGLEWAGNNGM	HVANLSLSPSP	SATLEQA		
YaB:	GTIAALNNSIGVLG	VAPNVLDYGVKVL	GASGSGSISGIAQ	GLQWAANNMHI	ANMSLGSSAGS	SATMEQA		
BPN:	GTVAALNNSIGVLG	VAPSASLYAVKVL	GADGSGQYSWI	INGIEWAIANN	MDVINMSLGGP	SGSAALKAA		
E:	GTIAALNNSIGVLG	VSPSASLYAVKVL	DSTGSGQYSWI	INGIEWAISNN	MDVINMSLGGP	TGSTALKTV		
Ca:	GTVAALDNTTGLV	GVAPSVSLYAVK	VLSGSGTYSGIV	SGIEWATTNGM	DVINMSLGGP	SGSTAMKQA		
	140	150	160	170	180	190	200	
AprN:	VNQATASGVLVVA	ASGNSGAGN----	VGFPARYANAM	AVGATDQNNNR	ASFYSQYAGLDI	VAPGVVQS		
AprM:	VNRANNAGILLV	GAAAGNTGRQG----	VNYPARYSGVM	AVAVDQNGQR	ASFSTYGP	IEISAPGVVNS		
PB92:	VNSATSRGVLV	VAAASGNSGAGS----	ISYPARYANAM	AVGATDQNNNR	ASFYSQYAGLDI	VAPGVVQS		
YaB:	VNQATASGVLV	VAAASGNSGAGN----	VGFPARYANAM	AVGATDQNNNR	ATFSQYAGLDI	VAPGVVQS		
BPN:	VDKAVASGVVV	VAAAAGNEGTSG	SSSTVGYPGKYP	SVI	AVGAVDSSNQR	ASFSSVGP	ELDVMAPGVSIQS	
E:	VDKAVSSGIV	VAAAAGNEGSSG	STSTVGYPAKYP	STI	AVGAVNSSNQR	ASFSSAG	SELDVMAPGVSIQS	
Ca:	VDNAYARGVV	VAAAAGNSGSSG	NTNTIGYPAKYD	SVI	AVGAVDSSNQR	ASFSSVGA	ELEVMAPGAGVYS	
	210	*	220	230	240	250	260	268
AprN:	TVPNGYSSFN	GTSMATPHVAG	VAAALVKQKNP	SWSNVQIRNHL	KNTATNLGNT	NQFGSGLVNA	EAAATR	
AprM:	TYTGNRYVSL	SGTSMATPHVAG	VAAALVKSRYPS	YTNNQIRQRIN	QATATYLGSP	SLYGNLHV	AGRATQ	
PB92:	TYPGSTYASL	NGTSMATPHVAG	VAAALVKQKNP	SWSNVQIRNHL	KNTATSLG	STNLVYSG	GLVNAEAAATR	
YaB:	TVPNGYASFN	GTSMATPHVAG	VAAALVKQKNP	SWSNVQIRNHL	KNTATNLG	NTTQFGSGLV	NAEAAATR	
BPN:	TLPGNKYGAY	NGTSMASPHVAG	VAAALILSKHPN	WTNTQVRSS	LENTTTKL	GDSFYYGKGL	INVQAAAQ	
E:	TLPGGTYGAY	NGTSMATPHVAG	VAAALILSKHPT	WTNAQVRDR	LESTATYLG	NSFYYGKGL	INVQAAAQ	
Ca:	TYPTSTYATL	NGTSMASPHVAG	VAAALILSKHPN	LASQVRNRL	SSTATYLG	SSFYYGKGL	INVEAAAQ	

図3 AprN と種々のアルカリプロテアーゼのアミノ酸配列

* : 触媒部位, □ : 変異部位

Primary structural homology of AprN with sequences of other alkaline proteases

3. 結果と考察

(1) *Bacillus* sp. B21-2 のアルカリプロテアーゼ遺伝子のクローニング (単離)

2種のプライマーを用いた *Bacillus* sp. B21-2 の染色体 DNA の PCR により, 約 650 塩基の増幅断片が得られた。この得られた断片をもとに, さらにサザンプロティ

ング*³⁾を行うことにより, 約 6,000 塩基のアルカリプロテアーゼ遺伝子を含む領域を単離した。

(2) アルカリプロテアーゼの塩基配列の決定

アルカリプロテアーゼの塩基配列の決定を行ったところ, 27 アミノ酸からなるシグナル配列, 84 アミノ酸からなるプロ配列に引き続き, 268 アミノ酸 (分子量 26,700) からなるアルカリプロテアーゼの配列が得られた。

(3) アルカリプロテアーゼのアミノ酸配列の比較

今回得られたアルカリプロテアーゼ (AprN) のアミノ酸配列を, 種々のアルカリプロテアーゼ [AprM¹⁰⁾,

*³⁾目的とする塩基を特異的に検出する方法で, ある塩基断片を指標とすることにより, それ自身と相補的な塩基配列をもつ領域を検出する方法。

subtilisin BPN¹¹⁾ (図中 BPN), subtilisin E¹²⁾ (図中 E), subtilisin Carlsberg¹³⁾ (図中 Ca), YaB elastase¹⁴⁾, PB92 protease¹⁵⁾ のアミノ酸配列と比較した (図 3)。その結果, AprN のアミノ酸配列は, これらのアルカリプロテアーゼと高い相同性 (56%~99%) が認められ, 活性発現に関与する 3 つのアミノ酸 (*印で示す) も保存されていた。また, 図 3 に示した subtilisin BPN¹¹⁾ のアルカリプロテアーゼといくつかのアルカリプロテアーゼについては, 既に立体構造が決定されており, これらのアルカリプロテアーゼの全体構造は, お互い非常に似かよっていることが示されている¹⁶⁾⁻¹⁸⁾。これらのアミノ酸配列と立体構造の相同性から考えると, AprN の立体構造も; subtilisin BPN¹¹⁾ のアルカリプロテアーゼと同様の立体構造を持つと考えられる。

(4) β -ターン構造へのプロリンの導入による耐熱性の向上

今回我々は, 酵素の立体構造中, 折れ曲がりの位置 (β -ターン) にあるアミノ酸を, プロリンに置換することにより耐熱化を試みた。

プロリンを選んだのは, 次の理由からである。

①プロリンは, 他の 19 種類のアミノ酸とは異なり, 主鎖から伸びた側鎖の結合が, 再び主鎖に戻る特徴的な構造をしており, 結果的に主鎖の角度を固定し柔軟性が減少し, 強固なターン構造を構成するのに適している。②プロリンは, α -ヘリックスを壊して β -ターン構造にするアミノ酸であり, タンパク質構造を球形に保つ上では重要な役割を担っている。③ β -ターン構造へプロリンを導入すると, タンパク質は, 主鎖のコンホメーションと全体の構造を劇的に変化させないかぎり, 全体のエントロピーも減少し, より堅固な構造をとる。

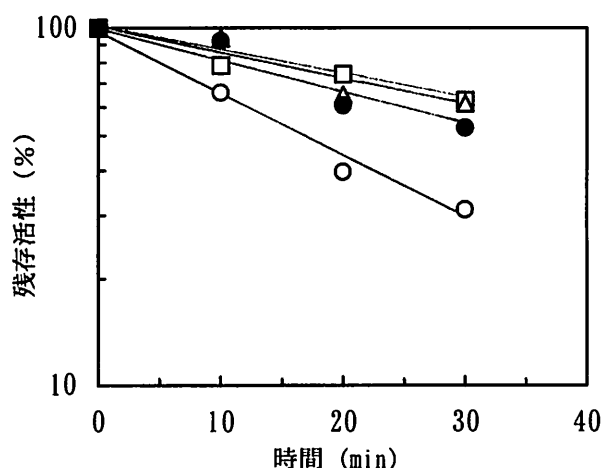


図 4 アルカリプロテアーゼおよびその変異型酵素における安定性 (55°C) の比較

○:wild-type □:A38P △:A165P ●:A187P

Heat inactivation of wild-type and mutant enzymes

AprN の β -ターンの位置を決める必要があるが, 構造既知の subtilisin BPN¹¹⁾ のアルカリプロテアーゼの立体構造を元に, この酵素の β -ターンの位置にあると予想される 38, 165, 187 番目のアラニン (A) 残基 (図 3 で四角で囲った部位) を置換部位として選択した。

置換を行った酵素について, 熱安定性を調べるため, 酵素を pH9.5, 55°C に 30 分保持し, 残存活性を 30°C で測定した。その結果, 図 4 に示すように 38 番目のアラニンをプロリンに置換した変異酵素 A38P, 165 番目のアラニンをプロリンに置換した変異酵素 A165P, 及び 187 番目のアラニンをプロリンに置換した変異酵素 A187P のいずれについても, 酵素活性は, 野生型酵素の残存活性 (31%) よりも, 3 種の変異酵素共に高い値 (63%, 62% 及び 53%) を示しており, 耐熱性が向上していることがわかった。また, これらの変異酵素の比活性は, 野生型酵素の 110~115% であった¹⁹⁾。

これらの結果から, 本酵素の β -ターンの位置にあると予想される部位にプロリンの導入することにより, 活性を低下させることなく, 耐熱性を向上させることができ, 酵素のより高温での利用が可能となることがわかった。この方法は, 他の酵素にも応用可能で, 活性を損ねずに耐熱性を向上させる技術として非常に重要であると思われる。

4. まとめ

今回, 我々が開発した酵素を, 工業的利用に更に適したものとするため, タンパク質工学的手法を用いて, β -ターン構造にプロリンを導入することにより, アルカリプロテアーゼの耐熱化を行った。一方, 酵素反応は, 反応温度だけでなく作用最適 pH にも特異性がある。我々は, 本酵素についてタンパク質工学的手法を用いて, 最適 pH をアルカリ側にシフトさせることにも成功している¹⁹⁾。このように, 工業的に利用できる特異性のある酵素を開発する方法として, 従来の自然界からのスクリーニングだけでなく, タンパク質工学的手法による特異性の改変も重要であると言える。今後, 結晶解析などの物理化学的手法やコンピュータケミストリーの進展により, より計画的な工業的利用に適した酵素特異性の改変が可能となるであろう。

参考文献

- 1) N. Fujiwara, and K. Yamamoto, J. Ferment. Technol., 65, 345 (1987)
- 2) 藤原信明, 山元和彦, 醗酵工学会誌, 65, 531 (1987)

- 3) 藤原信明, 都宮孝彦, *BIO INDUSTRY*, 5, 201 (1988)
- 4) N. Fujiwara, T. Tumiya, T. Katada, T. Hosobuchi, and K. Yamamoto, *Process Biochem.*, 24, 155 (1989)
- 5) T. Imanaka, M. Shibasaki, and M. Takagi, *Nature*, 324, 695 (1986)
- 6) N. Fujiwara, A. Masui, and T. Imanaka, *J. Biotechnol.*, 30, 245 (1993)
- 7) R. Higuchi, B. Krummel, and R. K. Saiki, *Nucl. Acids Res.*, 16, 7351 (1988)
- 8) P. K. Smith, I. R. Krohn, T. G. Hermanson, K. A. Mallis, H. F. Gartner, D. M. Provenzano, K. E. Fujimoto, M. N. Goetze, J. B. Olson, and C. D. Klenk, *Anal. Biochem.*, 150, 76 (1985)
- 9) K. Horikoshi, *Agric. Biol. Chem.*, 35, 1407 (1971)
- 10) A. Masui, N. Fujiwara, and T. Imanaka, *Appl. Environ. Microbiol.*, 60, 3579 (1994)
- 11) A. Wells, E. Ferrari, D. J. Henner, D. A. Estell, and E. Y. Chen, *Nucl. Acids Res.*, 11, 7911 (1983)
- 12) M. L. Stahl, and E. Ferrari, *J. Bacteriol.*, 158, 411 (1984)
- 13) M. Jacobs, M. Eliasson, M. Uhlen, and J.-I. Flock, *Nucl. Acids Res.*, 13, 8913 (1985)
- 14) R. Kaneko, N. Koyama, Y.-C. Tsai, R.-Y. Juang, K. Yoda, and M. Yamasaki, *J. Bacteriol.*, 171, 5232 (1989)
- 15) J. C. Van Der Laan, G. Gerritse, L. J. S. M. Mulleners, R. A. C. Van Der Hock, and W. J. Quax, *Appl. Environ. Microbiol.*, 57, 901 (1991)
- 16) D. J. Neidhart, and G. A. Petsko, *Protein Eng.*, 2, 271 (1988)
- 17) J. M. Van Der Laan, A. V. Teplyakov, H. Kelders, K. H. Kalk, O. Misset, L. J. S. M. Mulleners, and B. W. Dijkstra, *Protein Eng.*, 5, 405 (1992)
- 18) C. S. Wright, R. A. Alden, and J. Kraut, *Nature*, 221, 235 (1969)
- 19) A. Masui, N. Fujiwara, K. Yamamoto, M. Takagi, and T. Imanaka, *J. Ferment. Bioeng.*, 85, 30 (1998)

カチオン化剤処理綿布の天然染料染色における濃染

Deep Dyeing of Cotton Fabrics by Natural Dye after Pretreatment with Cationization Agent

野澤 繁夫*

Shigeo Nozawa

(1999年9月10日 受理)

The combination effects of dyeing with a vegetable mordant dye and pretreatment with a cationization agent for deep dyeing on the cotton material were investigated. These cationization agents can cationize the cellulose fiber. The white cotton fabrics were dyed by a mordant dye such as the coats of onions after pretreatment with the cationization agent, using some kinds of metallic salts. Onion (the coats of onions) has been used in Europe from old times as the utilization of waste material. It is cheap and easy to get some amount of them and to be kept well. Quercetin included in flavonols is the main chromogen in the extracted materials of onion with hot water. The color and the color fastness of dyed cotton fabrics were investigated. In addition, they were compared with those of the cotton fabrics untreated with the cationization agent. The results indicated that the cotton could be deep dyed with onion mordant dyeing after pretreatment of the cationization agent. The color fastness stood the tests under the lower standards, depending on the kinds of mordants, although the effects of cationization pretreatment were not clear.

キーワード：カチオン化剤，綿布，天然染料，セルロース系繊維，改質，濃染化前処理剤，媒染，媒染剤，媒染法，植物染色

1. はじめに

最近の天然染料による染色への取り組みは、エコロジーへの関心の高まりと相まって、簡単には見過ごし難い分野ようになってきた¹⁾。

天然染料として媒染染色タイプの植物染料を、素材として木綿を取り上げたとき、色素については、概して染着能力があまり高くなく、木綿については、被染性能は元来低く、両者の組み合わせによる濃染色化は、そのままでは困難となる。しかしながら、主としてセルロース系繊維のカチオン化改質に用いられる市販カチオン化剤には、改良がなされつつ、新たに天然染料

染色のための現代版呉汁下地、すなわち濃染化前処理用薬剤として、用途の示されるものが出てきた。これによって、現代求められる効率性の優れた技法として、天然染料の濃染化の可能性が示唆されており、また、この手法の活用による展開として、染色加工技術に新たな幅がもたらされている²⁾。

そこで、木綿を素材とし、媒染染色タイプの植物染料を用いる染色と、当該市販カチオン化剤による濃染化前処理との併用について、その実用性を調べた。今回は、天然染色材料として玉葱（タマネギ）外皮を取り上げた。すなわち、白綿布を同上のカチオン化剤で処理し、数種の一般的な金属塩媒染剤を用いた後媒染法を採用して、玉葱外皮による媒染染色を行ったのち、それらの被染物の色彩性を検討すると共に、各種染色

* 生産技術部 高分子表面加工グループ

堅牢度を試験した。同時に、カチオン化剤未処理の場合との比較検討も行った。

玉葱外皮は、特殊な天然物でなく、身近な廃物利用の色料とし、比較的容易かつ安価にある程度の分量が入手でき、保存性にも優れ、古来欧州で使われてきた。玉葱外皮の熱水抽出物の主色素種は、フラボノール類に属するケルセチン^{3) - 6)}であり、天然繊維全般を比較的良好に染めるといわれている^{7) - 17)}。大阪府下においても、泉州玉葱という特産品が、泉州地域を特色付ける農産物として産出されてきた。

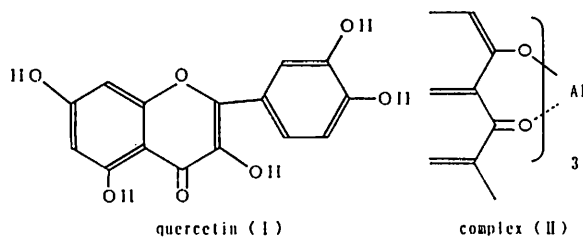


図1 ケルセチン(I)とその錯体(II)
Quercetin (I) and its complex (II)

図1に示したように、玉葱外皮に含まれる主要色素成分ケルセチン(I)は、媒染剤のアルミニウムイオンに配位し、(II)の部分構造のような錯体を形成するとされる¹⁸⁾。媒染とは、そのような水不溶性化を伴う錯体生成により、繊維への付与染料(媒染型色素)を定着させて離脱し難くし(湿润堅牢度増進等)、色素と媒染剤のもつ金属質との電子的相互作用による呈色、即ち色相変化を伴っての色合いの尖鋭化(スペクトルのシャープ化)と色濃度上昇(吸光増大)が起こる現象を意味する。また、媒染剤をかえると違った色合いの染色ができる(多色性)。媒染効果(色相変化を伴う発色と定着)は、素材と染料と媒染剤との組み合わせにより、大きくもなり、小さくにもなる^{18) - 21)}

2. 実験方法

(1) 素材(試料布)

JIS規格による染色堅牢度試験用添付白布の綿かなきん3号(JIS L 0803)をカットし、これを白綿縫糸でハンカチ状縫製品(寸法:約23×21cm, 重量:約5g)とした上で、試染等に供した(白綿布試料を、殊に色

彩評価上、染め下としてのブランクとする)。なお、2枚1組を1試料とした。

(2) 天然染色材料

玉葱外皮は、市販品の玉葱より、染液調製の直前に採取して使用した。

(3) 薬剤

(A) カチオン化剤

市販カチオン化剤として、濃染剤KLC-1及びKLC-1固着用アルカリ剤KLCソーダ(共に(株)田中直染料店製)をそのまま用いた。なお、これは、主としてセルロース系繊維のカチオン化改質に適用され、第4級アンモニウム基をカチオン中心として有し、セルロースの水酸基に対する反応基をも有した反応タイプといわれている^{22) - 23)}。

(B) 媒染剤

媒染剤には、媒染染色タイプの天然染料に対して一般によく使われる数種の金属塩として、カリ明礬(硫酸カリウムアルミニウム(III)・12水塩($\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 化学用)), 無水塩化錫(II)(SnCl_2 , 一級), 無水硫酸銅(II)(CuSO_4 , 一級), 無水塩化鉄(II)(FeCl_2 , 一級), 無水塩化鉄(III)(FeCl_3 , 化学用), 酢酸クロム(III)・1水塩($\text{Cr}(\text{O}(\text{O}(\text{C}(\text{H}_3)_3)_3) \cdot \text{H}_2\text{O}$, 化学用), そしてクロム明礬(硫酸カリウムクロム(III)・12水塩($\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 一級))を供試した。

(C) その他

カチオン化剤による加工後の中和では、90%酢酸を用いた。

(4) 染色加工手順

(A) 湯洗

浴比50:1の水を35℃程度に加温し、試料布を投入した。時々かきまぜながら、さらに加熱して10分間煮沸したのち、これを40℃を下回るまで放冷し、遠心式脱水機で脱水した。ここで、カチオン化剤前処理を行わない場合、次の染液処理へ移った。

(B) カチオン化剤前処理

浴比50:1の水を加熱して80℃に達したのち、KLC-1を10cc/L(対浴)となるよう攪拌下で加え込み、引き続きKLCソーダを20cc/L(対浴)となるように添加した。次いで、液温を80~90℃の範囲に保ち、湯洗済みの試料布を投入した。その後、80~90℃で60分間処理したのち、引き上げ、低温湯を用いて十分にすすぎ洗いし、遠心式脱水機により脱水した。

浴比50:1の水を加熱して40℃に達したのち、90%酢酸を5cc/L(対浴)となるよう攪拌下で加えた。次いで、液温を40~50℃の範囲に保ち、KLC-1処理試料布を投入した。その後、40~50℃で10分間処理したのち、

引き上げ、低温湯を用いて十分にすすぎ洗いし、遠心式脱水機によって脱水した。これを日陰で吊り干し自然乾燥させた。

(C) 染色液調製 (染料抽出)

50%owf相当の玉葱外皮を、玉葱外皮の重量に対して140倍容量の水に常温下で投入し、加熱した。20分間煮沸後、40℃を下回るまで放冷したのち、ガーゼ2枚重ねで漉し、次いで定性用濾紙を用いて濾過した。濾過された抽出液から浴比50:1相応の染浴を得た。なお、濾過については、熱水抽出液の自然冷却による懸濁を避けるよう留意して素早く行い、また、調製染浴に対し、染色に試用する直前まで透明度を保つため、30~40℃の範囲で保温することとした。

(D) 媒染剤溶液調製

媒染剤溶液については、浴比を50:1に統一した。水溶液濃度は、 $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ による媒染(以下、カリ明礬媒染とする)では、1.20g/L(即ち6%owf)とした。 SnCl_2 、 CuSO_4 、 FeCl_2 、 FeCl_3 、 $\text{Cr}(\text{OCOCH}_3)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ による媒染(以下、同順にSn(II)媒染、Cu(II)媒染、Fe(II)媒染、Fe(III)媒染、Cr(III)媒染、クロム明礬媒染とする)では、0.60g/L(即ち3%owf)とした。

(E) 染液処理

調製染浴を35℃程度とし、湯洗のみ行った試料布もしくはカチオン化剤処理試料布を投入した。時々かきまぜながら、さらに加熱して20分間煮沸後、これを40℃を下回るまで放冷した。次いで、これを流水によって十分にすすいだのち、遠心式脱水機により脱水した。無媒染染色の場合、これを日陰で吊り干し自然乾燥させた。

(F) 媒染剤処理 (後媒染)

媒染剤溶液を35℃程度まで加温し、染色試料布(未媒染)を投入した。時々かきまぜながら、さらに加熱して20分間煮沸後、40℃を下回るまで放冷した。次いで、これを流水によって十分にすすいだのち、遠心式脱水機により脱水した。これを日陰で吊り干し自然乾燥させた。

(5) 染色堅牢度

JIS規格による繊維系の一般的な染色堅牢度試験として、耐光(JIS L 0843(第3露光法))、耐洗濯(JIS L 0844(A-1号))、耐乾・湿摩擦(JIS L 0849(摩擦試験機Ⅱ形))、耐汗(JIS L 0848)を行った。

(6) 測色

(株)日立製作所製907形カラーアナライザーで $L^*a^*b^*$ 表色系によって測色し(標準の光: D_{65} 、視野: 2度)、色彩性についての評価を行った。

3. 結果と考察

(1) カチオン化剤処理による白綿布試料の外観変化

白綿布試料にカチオン化剤処理のみを行い、測色したところ、表1のような結果が得られた。すなわち、若干の黄方向への色付き並びに僅かな明度低下が示されたが、ブランク(白綿布試料)に対する色差の ΔE^*ab 値は2程度であり、目視でもほとんど変着色は認められなかった。なお、色彩以外でも、手触りを含めた外観上の変化は特に認められなかった。

(2) カチオン化剤前処理を伴わない玉葱媒染染色

カチオン化剤前処理を行わずに染め上げた玉葱媒染染色試料綿布の測色結果を表2に示す。玉葱外皮については、木綿等のセルロース系繊維も比較的よく染まるといわれているが、本報での染色方法・条件の下では、同表に示されるような色彩性が得られた。しかしながら、全般的な肉眼による色濃度の評価は、淡い染まり具合といった視感であった。測色の全体的傾向としては、色相については、黄赤ないし黄系、明度については、比較的高い範囲に分布、彩度については、くすんだないし灰みの結果となった。Fe(II)媒染では、 L^* 値として、反射率的には最も濃染が得られたが、鮮やかさの面では、 C^* 値が無媒染も含めた媒染剤別で最低のごく低い彩度となり、色相変化を伴う発色として、玉葱染色でも特徴ある色合いを示した。染め下からの ΔE^*ab 値での色差は、有媒染が無媒染を上回り、Fe(III)媒染が最大であった。

カチオン化剤未処理において、無媒染から有媒染への色彩値の変化の倍率は、媒染剤を通じての平均として、 $(100-L^*)$ 値について、約1.3倍、染め下を基準とする ΔE^*ab 値について、約1.2倍、 C^* 値について、約1.1倍であり、それぞれ1倍以上の媒染効果が得られた。

また、カチオン化剤未処理での媒染効果を検討するため、カチオン化剤未処理における無媒染染色試料綿布の色を基準とする有媒染の色差を表2より算出した結果を表3に示す。染色品としての色濃度とは別に、色相差指標の ΔH^* に関しては、Cr(III)媒染のように2程度しか色相変化がないものもあるが、カリ明礬やFe(II)媒染では、それらが示す感覚的に目立った差違とも十分に合致した数値となった。

(3) カチオン化剤前処理を伴う玉葱媒染染色

カチオン化剤前処理を行って染め上げた玉葱媒染染色試料綿布の測色結果を表4に示す。目視によって色濃度を評するならば、全般的にしっかりとした中~濃色といった視感であった。測色の全体的傾向は、色相

表1 好む化剤処理試料綿布のL*a*b*表色系による測色

Color data of the cotton fabric sample treated with the cationization agent by L*a*b* color system

	L*	a*	b*	C*	$h = \tan^{-1}(b^*/a^*)$	ΔE^*ab
好む化剤処理試料綿布	93.64	-0.55	4.68	4.71	96.7°	2.09

[脚注] ΔE^*ab : ブランク(白綿布試料)を基準の色とする色差

表2 玉葱媒染染色試料綿布(好む化剤未処理)のL*a*b*表色系での測色

Color data of the cotton fabric samples (untreated with the cationization agent) dyed with the onion mordant dye by L*a*b* color system

媒染	L*	a*	b*	C*	$h = \tan^{-1}(b^*/a^*)$	ΔE^*ab
なし(無媒染染色)	79.48	7.72	20.70	22.09	69.5°	25.87
Al(Ⅲ)(カリ明礬)	80.82	4.48	27.18	27.55	80.6°	29.31
Sn(Ⅱ)	82.38	5.10	24.48	25.01	78.2°	26.36
Cu(Ⅱ)	70.67	4.04	21.28	21.66	79.3°	30.49
Fe(Ⅱ)	63.24	1.24	13.46	13.52	84.7°	34.80
Fe(Ⅲ)	68.52	6.06	27.51	28.17	77.6°	37.75
Cr(Ⅲ)	74.44	6.91	24.82	25.76	74.4°	31.89
Cr(Ⅲ)(クロム明礬)	79.76	5.28	26.12	26.65	78.6°	29.16

[脚注] ΔE^*ab : ブランク(白綿布試料)を基準の色とする色差

表3 L*a*b*表色系による玉葱媒染染色試料綿布(好む化剤未処理)の色差(対玉葱無媒染染色試料綿布(好む化剤未処理))

Color difference data between cotton fabric samples (untreated with cationization agent) dyed by onion mordant dye and cotton fabric sample (untreated with cationization agent) dyed by only onion using L*a*b* colorimetric system

媒染	ΔE^*ab	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔC^*	Δh	ΔH^*	$\tan^{-1}(\Delta b^*/\Delta a^*)$
Al(Ⅲ)(カリ明礬)	7.37	1.34	-3.24	6.48	5.46	11.1°	4.76	116.6°
Sn(Ⅱ)	5.44	2.90	-2.62	3.78	2.92	8.7°	3.55	124.7°
Cu(Ⅱ)	9.57	-8.81	-3.68	0.58	-0.43	9.8°	3.70	171.0°
Fe(Ⅱ)	18.92	-16.24	-6.48	-7.24	-8.57	15.2°	4.58	228.2°
Fe(Ⅲ)	13.01	-10.96	-1.66	6.81	6.08	8.1°	3.49	103.7°
Cr(Ⅲ)	6.56	-5.04	-0.81	4.12	3.67	4.9°	2.04	101.1°
Cr(Ⅲ)(クロム明礬)	5.95	0.28	-2.44	5.42	4.56	9.1°	3.81	114.2°

[脚注] $\tan^{-1}(\Delta b^*/\Delta a^*)$: 相対的な色度変化の方向

については、黄赤系、明度については、中間的な範囲に分布、彩度については、くすんだないし灰みであった。L*値による反射率的な色濃度の媒染剤別序列は、Fe(Ⅱ)>Cu(Ⅱ)>Fe(Ⅲ)>Cr(Ⅲ)>Cr(Ⅲ)(クロム明礬)>Al(Ⅲ)(カリ明礬)>無媒染>Sn(Ⅱ)の順で、

染め下からの色差の ΔE^*ab 値は、有媒染が無媒染を上回った。

カチオン化剤処理済における無媒染から有媒染への色彩値の変化の倍率は、それぞれ平均とし、(100-L*)値について、約1.2倍、染め下を基準とする ΔE^*ab 値

表4 玉葱媒染染色試料綿布(カチオン化剤処理済)のL*a*b*表色系による測色

Color data of the cotton fabric samples (treated with the cationization agent) dyed with the onion mordant dye by L * a * b * color system

媒染	L*	a*	b*	C*	$h = \tan^{-1}(b^*/a^*)$	ΔE^*ab
なし(無媒染染色)	58.69	15.86	27.03	31.34	59.6°	46.23
Al(Ⅲ)(加明礬)	57.10	16.38	34.96	38.61	64.9°	52.14
Sn(Ⅱ)	58.87	18.51	34.80	39.42	62.0°	51.53
Cu(Ⅱ)	43.94	16.25	22.38	27.66	54.0°	56.73
Fe(Ⅱ)	39.71	4.82	14.18	14.98	71.2°	56.18
Fe(Ⅲ)	44.48	6.21	13.82	15.15	65.8°	51.63
Cr(Ⅲ)	48.79	16.29	25.41	30.18	57.3°	53.68
Cr(Ⅲ)(クロム明礬)	52.09	16.20	29.66	33.80	61.4°	52.90

[脚注] ΔE^*ab : ブランク(白綿布試料)を基準の色とする色差

について、約1.2倍、C*値について、約0.9倍であった。カチオン化剤未処理の場合と比べると、反射率的にも、染め下を基準とする色差も、媒染剤を通じての平均の倍率として、あまり変わらず、彩度に限り、媒染剤処理に伴う若干の低彩度化の傾向があった。

カチオン化剤処理の効果につき、該薬剤の未処理(表2)と処理済(表4)との比較より色差を算出した結果を表5に示す。

無媒染染色では、未処理と処理済の両者間の ΔE^*ab 値による色差は、23程度の開きを示し、相対的な色度変化の方向は赤系(色相角度差 Δh は約-10°、 ΔH^* としての色相差は4.56)、明度差 ΔL^* 値は21程度の低下、彩度差 ΔC^* 値は9程度の高まり(約1.4倍)を示した。

なお、カチオン化剤処理に伴う(100-L*)値の変化は、約2.0倍の濃染効果が得られた(カチオン化剤処理に伴う染め下からの ΔE^*ab 値の変化は、約1.8倍)。

無媒染も含めた媒染剤を通じての傾向としては、カチオン化剤前処理の無から有へと至る時の(100-L*)値の倍率は、約1.6倍(Fe(Ⅱ)媒染)から約2.3倍(クロム明礬媒染)の範囲内にあり、平均では約2.0倍の濃染効果となった。次いで、同様の变化の倍率として、染め下からの ΔE^*ab 値は、平均で約1.7倍であったが、彩度C*値は、平均で約1.2倍(このうち、Fe(Ⅲ)媒染に限って等倍を下回り、約0.5倍)であった。さらに、色相角度hでは、同様の条件変化に対し、平均で約-16°のb*軸正方向(黄方向)からa*軸正方向(赤方向)に

表5 L*a*b*表色系による玉葱媒染染色試料綿布(カチオン化剤処理済)の色差(対玉葱媒染染色試料綿布(カチオン化剤未処理))

Color difference data between cotton fabric samples (treated with cationization agent) dyed by onion mordant dye and cotton fabric samples (untreated with cationization agent) dyed by onion mordant dye using L * a * b * colorimetric system

媒染	ΔE^*ab	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔC^*	Δh	ΔH^*	$\tan^{-1}(\Delta b^*/\Delta a^*)$
なし(無媒染染色)	23.21	-20.79	8.14	6.33	9.25	-9.9°	4.56	37.9°
Al(Ⅲ)(加明礬)	27.65	-23.72	11.90	7.78	11.06	-15.7°	8.93	33.2°
Sn(Ⅱ)	28.97	-23.51	13.41	10.32	14.41	-16.2°	8.87	37.6°
Cu(Ⅱ)	29.41	-26.73	12.21	1.10	6.00	-25.3°	10.69	5.1°
Fe(Ⅱ)	23.81	-23.53	3.58	0.72	1.46	-13.5°	3.35	11.4°
Fe(Ⅲ)	27.67	-24.04	0.15	-13.69	-13.02	-11.8°	4.23	270.6°
Cr(Ⅲ)	27.32	-25.65	9.38	0.59	4.42	-17.1°	8.29	3.6°
Cr(Ⅲ)(クロム明礬)	29.96	-27.67	10.92	3.54	7.15	-17.2°	8.98	18.0°

[脚注] $\tan^{-1}(\Delta b^*/\Delta a^*)$: 相対的な色度変化の方向

向かう角度変化が生じており、色相差につき、 ΔH^* としての換算では、平均値で7程度の差違となった。

また、カチオン化剤処理済での媒染効果を検討するため、カチオン化剤処理済における無媒染染色試料綿布の色を基準とする有媒染の色差を表4より算出した結果を、表6に示す。無媒染に対する有媒染の色相差指標 ΔH^* に関しては、カチオン化剤未処理における媒染剤を通じての平均値が3.70であったが、処理済では、2.35（カチオン化剤処理に伴う変化の倍率の平均で約0.6倍）と色相変化の違いが示された。なお、無媒染に対する有媒染の色差 ΔE^*_{ab} 値は、同様にカチオン化剤処理に伴う変化の倍率の平均として、未処理に比べ処理済の方が約1.4倍であった。

(4) 玉葱媒染染色試料綿布の染色堅牢性

カチオン化剤未処理と処理済の両方における玉葱媒染染色試料綿布の各種染色堅牢度の試験結果を表7に示す。

耐光染色堅牢度については、カチオン化剤未処理で、無媒染のとき3級未満であったが、Cu(II)、Fe(II)、そしてFe(III)媒染では3級以上であり、媒染効果が得られたが、カチオン化剤処理済では、無媒染では3級以上の結果であり、カチオン化による濃染効果との相乗効果と思われたが、しかし、有媒染における3級以上はFe(II)とFe(III)媒染にとどまり、他は3級未満であった。

耐洗濯染色堅牢度（第1添付白布：綿，第2添付白布：毛）については、汚染に関し、全体的に良好な結果であった。変退色に関しては、カチオン化剤未処理での媒染効果が、媒染剤を通じて平均的に1級半程度の上げ幅であったのが、処理済では効果が認められな

かった。無媒染染色では、カチオン化剤処理に伴い、2級から3-4級への増進がみられ、カリ明礬、Sn(II)、Fe(II)、そしてFe(III)媒染では半級から1級半の上げ幅の向上があったが、クロム明礬媒染では1級半の下げ幅で低下した。カチオン化剤処理により、平均的には半級程度の併発的な堅牢度増進（未処理：3級程度，処理済：3級半程度）が認められるが、処理済のうち、クロム明礬媒染につき、3級判定基準を下回った。

耐摩擦染色堅牢度については、乾燥試験に関し、カチオン化剤処理に伴い、若干の低下傾向もみられるものの、ほぼ良好な結果が得られた。湿潤試験に関しては、カチオン化剤未処理では4級の評価が得られたが、乾燥時に比べ半級程度の平均的低下であった。また、カチオン化剤処理済においては、3級程度の評価であった。湿潤試験全般に無媒染に対する有媒染での媒染効果もみられず、カチオン化に伴う等級変化は、半級から1級半の下げ幅を示し（Cu(II)媒染では最大の1級半の低下）、無媒染も含めた媒染剤を通じての平均的な等級の開きとしては、1級程度の減退となった。

耐汗染色堅牢度（第1添付白布：綿，第2添付白布：毛）の酸性試験については、カチオン化剤未処理では、変退色は特定の媒染剤で半級に近い上げ幅の媒染効果を示し、無媒染も含めた平均として4級程度で、汚染に関しては、ほぼ良好な結果であった。一方、カチオン化剤処理済においては、変退色で媒染効果はみられなくも、未処理に比べ全般的に半級程度の向上となり、綿汚染並びに毛汚染では、むしろ未処理に比べて全般的に若干の低下を生じたが、ほぼ良好な結果となった。処理済での媒染効果は、綿・毛汚染にて、カチオン化

表6 L*a*b*表色系による玉葱媒染染色試料綿布(カチオン化剤処理済)の色差(対玉葱無媒染染色試料綿布(カチオン化剤処理済))

Color difference data between cotton fabric samples (treated with cationization agent) dyed by onion mordant dye and cotton fabric sample (treated with cationization agent) dyed by only onion using L * a * b * colorimetric system

媒染	ΔE^*_{ab}	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔC^*	Δh	ΔH^*	$\tan^{-1}(\Delta b^*/\Delta a^*)$
Al(III)(加明礬)	8.10	-1.59	0.52	7.93	7.27	5.3°	3.21	86.2°
Sn(II)	8.21	0.18	2.65	7.77	8.08	2.4°	1.45	71.2°
Cu(II)	15.47	-14.75	0.39	-4.65	-3.68	-5.6°	2.87	274.8°
Fe(II)	25.44	-18.98	-11.04	-12.85	-16.36	11.6°	4.40	229.3°
Fe(III)	21.67	-14.21	-9.65	-13.21	-16.19	6.2°	2.35	233.9°
Cr(III)	10.04	-9.90	0.43	-1.62	-1.16	-2.3°	1.21	284.9°
Cr(III)(クロム明礬)	7.11	-6.60	0.34	2.63	2.46	1.8°	0.99	82.6°

[脚注] $\tan^{-1}(\Delta b^*/\Delta a^*)$: 相対的な色度変化の方向

表7 玉葱媒染染色試料綿布の染色堅牢度

Color fastness of the cotton fabric samples dyed with the onion mordant dye

媒染	カチオン化	耐光 ^{a)}	耐洗濯 ^{b)}			耐摩擦 ^{c)}		耐汗 ^{d)}					
			変退色	汚染 (綿)	汚染 (毛)	乾燥	湿潤	酸性			アルカリ性		
								変退色	汚染 (綿)	汚染 (毛)	変退色	汚染 (綿)	汚染 (毛)
なし(無媒染染色)	無	3未満	2	5	5	5	4-5	3-4	4-5	4-5	3	4	4-5
なし(無媒染染色)	有	3以上	3-4	5	5	5	4	4-5	3-4	4	4-5	3-4	4
Al(III)(加明礬)	無	3未満	2	5	5	5	4-5	3	5	5	3	5	5
Al(III)(加明礬)	有	3未満	3	5	5	5	3-4	3-4	5	5	3-4	5	5
Sn(II)	無	3未満	2-3	5	5	5	4-5	3-4	5	5	3-4	5	5
Sn(II)	有	3未満	3	5	5	4-5	4	4	5	5	4	5	5
Cu(II)	無	3以上	4	5	5	5	4-5	4	4-5	4-5	4	4-5	4-5
Cu(II)	有	3未満	4	5	5	4-5	3	4-5	4	4-5	4-5	3-4	4
Fe(II)	無	3以上	2-3	5	5	4-5	4	3	5	5	3	5	5
Fe(II)	有	3以上	4	5	5	5	3	4-5	4-5	5	4-5	4-5	5
Fe(III)	無	3以上	4	5	5	4-5	3-4	4-5	5	5	4-5	5	5
Fe(III)	有	3以上	4-5	5	5	4-5	3	4-5	4-5	5	4	4-5	5
Cr(III)	無	3未満	4-5	5	5	5	4-5	4-5	5	5	4-5	5	5
Cr(III)	有	3未満	4-5	5	5	4-5	3-4	4-5	5	5	4	5	5
Cr(III)(加明礬)	無	3未満	4	5	5	5	4-5	4	5	5	4	5	5
Cr(III)(加明礬)	有	3未満	2-3	5	5	4-5	3-4	4	5	5	4	5	5

a) JIS L 0843(第3露光法)

b) JIS L 0844(A-1号)

c) JIS L 0849(摩擦試験機Ⅱ形)

d) JIS L 0848

に伴う無媒染染色等における減退分によって媒染剤別でおよそ1級程度の上げ幅となった。アルカリ性試験については、カチオン化剤未処理では、変退色は特定の媒染剤で1級に近い上げ幅の媒染効果を示し、無媒染も含めた平均として3級半程度で、汚染に関してはほぼ良好な結果となり、酸性試験と大体同様であった。一方、カチオン化剤処理済においては、変退色で媒染効果はみられなくも、未処理に比べ全般的に半級程度の向上となり、綿汚染並びに毛汚染では、むしろ未処理に比べて全般的に若干の低下を生じたが、ほぼ良好な結果となった。処理済での媒染効果は、カチオン化に伴う無媒染染色等における減退分により、綿・毛汚染にて媒染剤別でおよそ1級程度の上げ幅となった。すなわち、カチオン化剤処理済についても、酸性試験と大体同様であった。

4. おわりに

木綿素材とし、媒染染色タイプの植物染料による染色と主としてセルロース系繊維のカチオン化改質に用いるカチオン化剤による濃染化前処理との併用につき、その実用性を調べた。白綿布を同上のカチオン化剤で処理し、数種の一般的な金属塩媒染剤を用いた後媒染法で玉葱外皮による媒染染色を行った。それらの被染物の色彩性を検討すると共に、各種染色堅牢度を試験した。同時に、カチオン化剤未処理の場合との比較も行った。その結果、次のような知見が得られた。

複数の金属塩媒染剤試用で、多かれ少なかれ、媒染効果(色相変化を伴う発色と固着)がみられたが、その天然物染色において特徴的な微妙な色彩挙動を数値化して把握できた。綿布の玉葱媒染染色でカチオン化剤前処理によって、(100-L*)値評価の色濃度が未処理の場合に比べ平均で約2倍の濃染、即ち標準使用・正常処理下のカチオン化セルロースの反応染色における目安^{24) - 25)}と同程度の効果が得られた。消費性能的評価の染色堅牢度は、天然色材染色では合成染料の場

合に比べ高堅牢性はあまり望めないが、低めの合格水準の下では媒染剤の種類によって満足できる場合があった。

参考文献

- 1) S. I. Ali, J. Soc. Dyers Col., 109[1], 13, 1993
- 2) 中尾勝明, 加工技術, 26[12], 29, 1991
- 3) 久保亮五, 長倉三郎, 井口洋夫, 江沢洋 編纂, 岩波理化学辞典第4版, 335, 岩波書店, 1995
- 4) 志田正二, 他 編纂, 化学辞典(普及版), 343, 森北出版, 1986
- 5) 社団法人有機合成化学協会 編纂, 有機化合物辞典, 240, 講談社, 1991
- 6) 三橋博, 田中治, 野副重男, 永井正博 編纂, 天然物化学(改訂第4版), 222-223, 南江堂, 1992
- 7) 西山隆造, 身近なライフサイエンスの実験, 25-31, オーム社, 1989
- 8) 上村六朗, 辻合喜代太郎, 辻村次郎 編纂, 日本染織辞典, 六版, 131, 東京堂出版, 1992
- 9) 山崎青樹, 草木染 染料植物図鑑, 150-151, 美術出版社, 1992
- 10) 山崎青樹, 母と子の草木染ノート, 16-17, 美術出版社, 1992
- 11) 寺村祐子, ウールの植物染色, 184-185, 文化出版局, 1990
- 12) 寺村祐子, 染める 紡ぐ 織る, 76-77, 文化出版局, 1992
- 13) 箕輪直子, 最新 草木の染色教室, 60-64, 誠文堂新光社, 1995
- 14) 箕輪直子, ハーブの染色図鑑, 13, 誠文堂新光社, 1996
- 15) 木村光雄, 潮隆雄, 高橋誠一郎, 染織技法入門, 第3版, 144, 染織と生活社, 1985
- 16) 吉岡常雄, やさしい植物染料入門, 64-65, 紫紅社, 1982
- 17) 吉岡常雄, 天然染料の研究, 123-124, 光村推古書院, 1974
- 18) 左巻健男 編著, たのしくわかる化学実験事典, 410-411, 東京書籍, 1996
- 19) 杉浦富平, 改訂染色一般, 33, 繊維研究社
- 20) 徳永邦雄, 最新英和繊維加工用語集, 299-300, 繊維研究社, 1971
- 21) 菱山衡平 編纂, 近世染色学, 再版, 289-295, 技報堂, 1953
- 22) 高橋誠一郎, '94染色の基礎知識, 170, 染織と生活社, 1994
- 23) 高橋誠一郎, 岸本和典, 染色の基礎知識, 244-245, 染織と生活社, 1997
- 24) 益田恭, 加工技術, 23[8], 41, 1988
- 25) 森村直樹, 赤谷宜樹, 加工技術, 25[7], 44, 1990

カーペットの外観変化に関する研究
 —ファイバーバインド試験方法の検討—

Change in Appearance of Textile Floor Coverings
 — *Assessing Method on Fiber Bind*
 for *Textile Floor Coverings* —

木村 裕和* 小河 宏* 呼子 嘉博**
Hirokazu Kimura *Hiroshi Ogawa* *Yoshihiro Yobiko*
 信田 尚孝*
Hisanori Nobuta

(1999年9月10日 受理)

Fiber bind is one of the very important performances on the change in appearance for textile floor coverings. In the ISO/TC 38(Textile)/SC 12(Textile floor coverings) meeting, fiber bind testing methods have been discussed. Several testing devices for fiber bind have been exhibited in ISO meeting. "Fuzz Tester", which was established in Japanese Industrial Standards (JIS), have been also proposed to ISO by our research group since 1994. It is well known that the "Fuzz Tester" is a suitable apparatus for loop-pile carpets to be reproduced the fuzzing, pilling, hairiness and/or cobwebbing phenomena which are occurred under practical circumstances. This report described the experimental results on the mass loss of cut-pile carpets carried out by "Fuzz Tester". It is found that the "Fuzz Tester" is usefull equipment for assessment of the fiber bind performance for the cut pile specimens as well as loop pile carpets.

キーワード：カーペット，ファイバーバインド，外観変化，毛羽立ち試験機，遊び毛

1. はじめに

カーペットには床材としての機能性や物理的耐久性とともにインテリア製品としての室内装飾性や美観的効果が強く要求される^{1) 2)}。しかし、使用に伴ってカーペット表面には様々な変化が生じ、初期の外観は損なわれる。一概に外観変化といっても、それにはパイル形状の変化、摩耗痕、毛羽立ち、毛抜け、遊び毛、シェーディング（雲）、変退色、汚れの付着など実に様々な要因が挙げられる³⁾。

一方、カーペットパイルを構成している繊維の固定性あるいは結束性をファイバーバインドと呼んでいるが、ファイバーバインドも外観の保持性と密接に関連する特性である。ファイバーバインドに強く依存して現れる現象は、パイル糸の種類や形態によって比較的明確に整理されており、次の4つのタイプに分類されている^{4) 5)}。

- ①合成繊維製のループパイルカーペットに発生するファズ (Fuzzing)。
- ②合成繊維製のループパイルカーペットに発生するカブエビング (Cobwebbing) とピリング (Pilling)。
- ③ウールおよびウール混のカットパイルカーペットに発生する雲 (Shedding)。

* 評価技術部 産業用繊維グループ

** 評価技術部 環境化学グループ

④天然および合成繊維製のカットパイルカーペットの遊び毛, 毛抜け (Mass loss) .

これらはいずれも外観や風合いを急激に低下させ, 著しい外観変化を引き起こすものである. したがって, ファイバーバインドの評価は, カーペットの品質水準を判断する上で極めて重要となる⁵⁾. このことは北米やヨーロッパ圏では古くから認識されているが, その状態を正確に再現でき, 評価できる試験方法は確立されていない.

現在, ISO (国際標準化機構) /TC 38 (繊維専門委員会) /SC 12 (繊維製床敷物分科会) では国際的に利用できるファイバーバインド試験方法の確立を目指し, これを重要な審議課題の一つに取り上げている⁶⁾. ISOにおいては試験評価法に必要な要件として,

- ①ファイバーバインドに起因して発生する異なった現象を適切に再現, 評価できる試験法であること.
- ②カーペットの品質管理に有効で, 迅速かつ経済的なものであること.

の2点が合意されている⁵⁾. そして, 複数の試験方法の規定もあり得るとの結論が示され, 各国から試験評価方法の提案が行われている⁶⁾. 我が国からはJISに規定されている毛羽立ち試験機を用いたファイバーバインド試験方法を提案しているところである⁶⁾.

JISに規定の試験機は, もともとループパイルカーペットのファズ現象を評価する目的で開発された装置であるが, 著者らはファイバーバインド評価の観点から改めてこの試験機の性能について詳細な検討を行ってきた. その結果, ループパイル試験料に対する有効性が確認されるとともにカットパイル試験料に対しても十分な適用能力を有することがわかった^{7)~10)}. 本稿では, JIS型試験機によるカットパイルカーペットのファイバーバインド評価法について検討した結果を報告する.

2. 実験方法

(1) 試料

(A) 試作試料

カーペットのバック加工の水準とファイバーバインドに依存する遊び毛, 毛抜け量との関連ならびにファイバーバインドの代用特性としてパイル引き抜き強さの利用を検討するために実験用の試料を試作した.

実験用の試料はBCF系のナイロン, 紡績糸のポリエステルおよびウールのレベルカットパイルカーペットの生機^{*1)} 3種類を用いて作製した.

実験には生機のままの試料, 生機をカーペット施工

用の両面接着テープで厚紙に固定しただけの試料, バッキング加工用ラテックスコンパウンド (SBR) (以下ラテックスと記述する)を約400g/m², 800g/m², 1100g/m²および1400g/m²の4レベルで塗布した試料, 合計3種類, 6水準で作成した試料18点を用いた.

(B) 市販試料

毛羽立ち試験機のカットパイルカーペットに対する適用性を検討するため, 市販の汎用カーペットを用いて実験を行った. 試料はカットパイルカーペット25点である. カーペットの種類は, タフテッドカーペットが13点, 織りじゅうたんが12点である. また, 紡績糸をパイル糸として使用したものが20点, BCF糸を使用したものが5点であった.

(2) 実験

JISに規定の毛羽立ち試験機の概要を図1に, 断面及び主要な寸法を図2に示した. 作用面積は約140

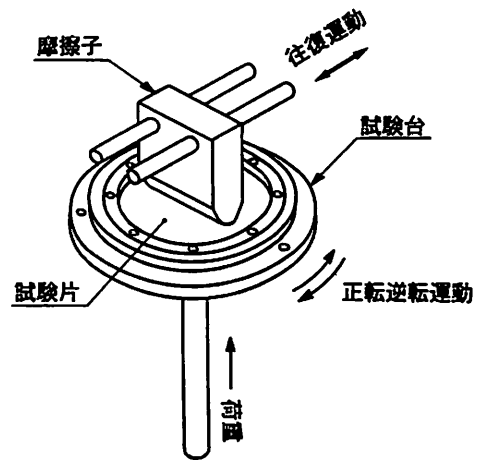


図1 毛羽立ち試験機の概要図

A schematic diagram of the fuzz testing equipment.

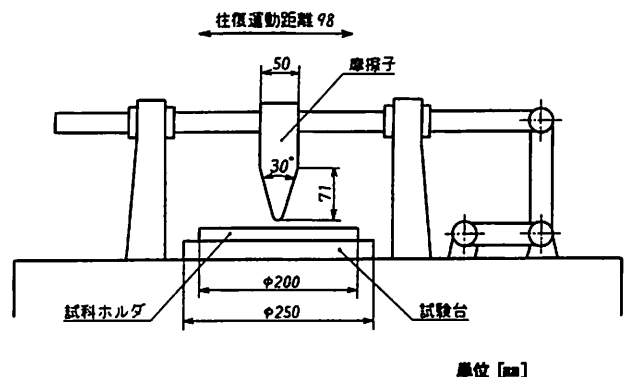


図2 毛羽立ち試験機の断面図

A scheme of the cross section of fuzz tester.

*1)生機 (きばた) : カーペット関係では, 裏張り材を貼り合わせる前の段階のもの, または裏面にバックコーティング剤や糊剤などを塗布する前のものを指す.

cm²である。円形の試料台は5分毎に正転逆転運動を繰り返す。回転数は14rpmである。なお、試験に要する時間は20分である。摩擦子の材質は鉄鋼であるが、表面には硬質クロームめっきが施されている。試験荷重は39.2Nから235.2Nまで4段階に設定できるが、本実験では39.2N、78.5Nおよび157Nの3種類を選択した。さらに、市販試料を対象に、より促進的な試験方法を検討するため図3に示したようにリッソン型摩耗試験機用のピラミッド状の突起を有するゴム製摩耗板を摩擦子の先端部に固定したものについても実験を行った（以降改良型摩擦子と記載する）。評価は質量減少率または単位面積当たりの質量減少量で行った。

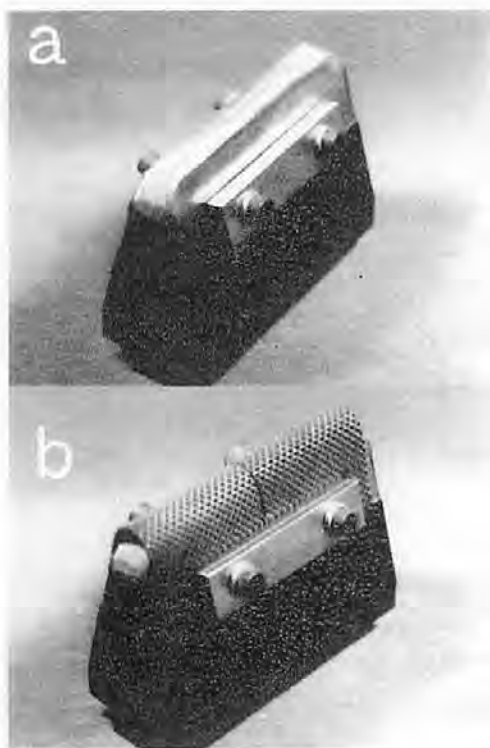


図3 オリジナル (a) と改良型摩擦子 (b)
Photographs of original abrasion head (a) and modified abrasion head (b).

試作試料に対しては、パイル糸の引き抜き強さをJIS L 1023.6にしたがって求めた。

市販試料に対しては、実用的な性能を評価するため実際のメンテナンス作業に供されている業務用電気掃除機の作用によって発生、回収される繊維の質量を測定した。この実験には図4に示すような遊び毛試験機を用いた。なお、遊び毛試験機の試料台は約46cm/sの速度で定速往復運動を繰り返す。また、吸い込み口にはカーペット用ノズルを取り付け吸引圧は500mmAq.とした。試料台の往復回数は3000回とし、掃除機に回収された繊維の質量を測定した。

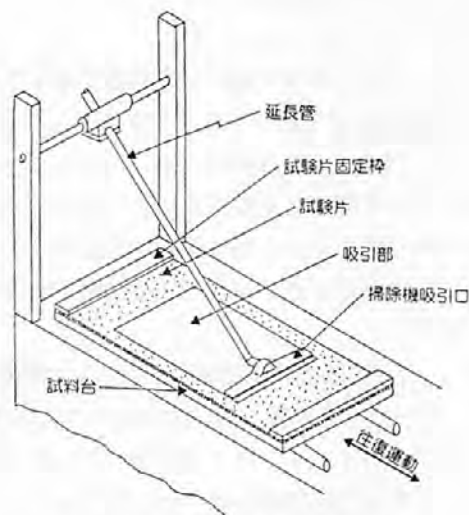


図4 遊び毛試験機の概要図

An illustration of tester for determination on loose fibers used a commercial vacuum cleaner.

3. 結果と考察

(1) バッキング加工条件の影響

試作試料から得られたパイル糸の引き抜き強さを図5に示した。図中網掛けで示した記号は両面接着テープにより厚紙に固定した試料から得られたデータであるが、生機（ラテックス塗布量0）および両面接着テープで固定された試料のパイル糸の引き抜き強度は非常に小さい。しかし、その強度はラテックス塗布量の増加に伴い順次増大している。

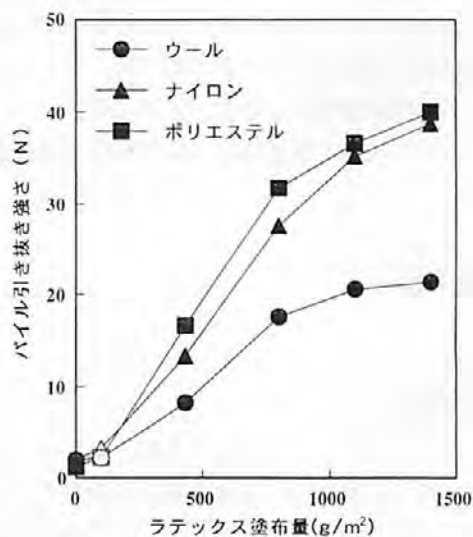


図5 バッキング加工条件とパイル糸引き抜き強さの関係

The relation between the back coating treatment conditions and the tuft withdrawal forces.

一方、図6には78.5Nで実験を行い、バックング加工条件と質量減少率との関係を調べた結果を示した。図に示したように、ラテックスを塗布することで遊び毛や毛抜けの発生はかなり抑制できることがわかる。また、ラテックスを塗布した試料をみれば、塗布量と質量減少率の間に大きな差は認められず、ほぼ平衡な状態を示している。

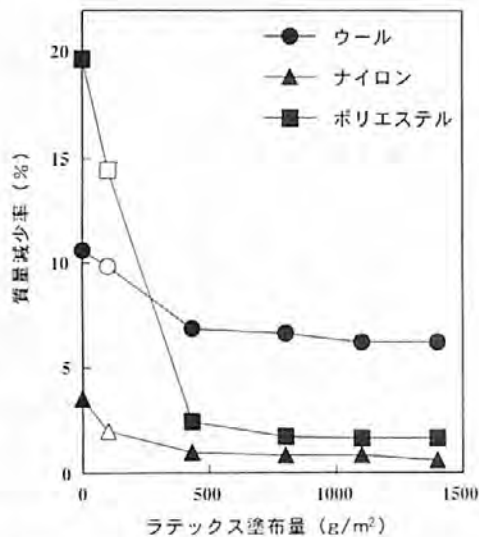


図6 バックング加工と質量減少率の関係

The relation between the back coating treatment conditions and the weight losses.

したがって、カーベットの遊び毛や毛抜けの防止策としてラテックスを塗布することは極めて効果的であることがわかる。しかし、パイル引き抜き強度を確保するためには一定量以上の塗布が必要であるといえる。

いずれにしても遊び毛や毛抜けの発生量とパイル糸の引き抜き強さに単純な関係は認められず、ファイバーバインドの代用特性としてパイル糸の引き抜き強度を利用することは困難であることがわかった。また、パイル糸素材別では、化繊に比べウールの試料の質量減少の大きいことがわかった。

(2) カットパイルカーペットに対する最適条件化

図7に78.5Nで試験を行った試験片の写真を示した。この試料は平均的な質量減少量を示したものであるが、相当量の単繊維がカーペット表面に湧き出るように発生し、パイルから脱落していることがわかる。これが「遊び毛」と呼ばれるものであり、酷い場合は消費者クレームの対象になることもある¹¹⁾。

図8には、試験荷重と摩擦子の種類が質量減少率に与える影響を示した。なお、図中にプロットしたデータはパイル糸と摩擦子の種類ごとに求めた質量減少率の平均値である。いずれもほぼ直線的に質量減少率が

増加しており、荷重の増加に伴い機械的作用が大きくなっていることがわかる。また、荷重や摩擦子の種類に係わらず、BCF糸から製造されたカーベットの質量減少率は紡績糸から製造されたものと比較し、明らかに小さい。さらに、摩擦子の種類に注目すれば、オリジナルの摩擦子に比べ改良型摩擦子の方が遥かに大

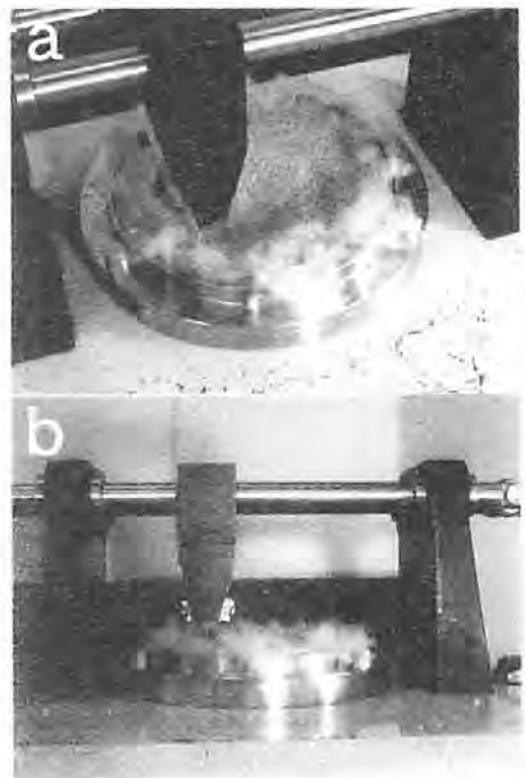


図7 試験後試料の外観。 a : 正面, b : 断面。

Photographs of a tested specimen.

a : General view. b : Side view.

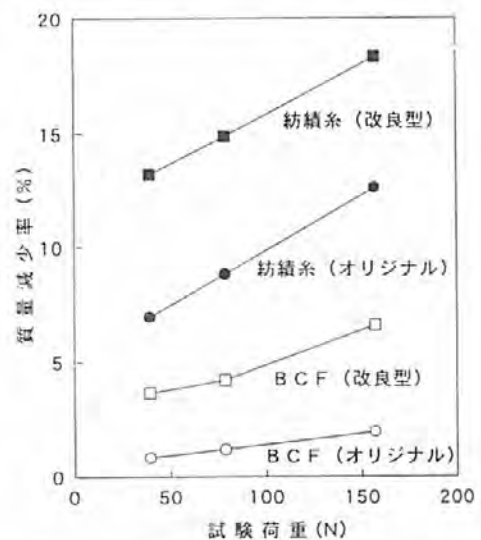


図8 試験荷重と質量減少率の関係

The effects of test-loading conditions and type of abrasion heads for the kind of the pile yarns.

大きな質量減少率を示している。荷重により若干の差はあるが、BCF糸で約4倍、紡績糸で1.5から2倍もの質量減少率が示されている。これは摩擦子の改良によって試験片に与える物理的作用が相当強くなったことを示している。したがって、この結果をみる限りでは、改良型摩擦子を用い、大きな荷重下で試験を行う方が促進的であるといえる。

図9には各荷重間の関係を示した。使用した摩擦子はオリジナルタイプである。各荷重間には良好な相関性が認められる。したがって、いずれの荷重を選択しても試験結果に大きな差はなく、評価を誤る可能性は

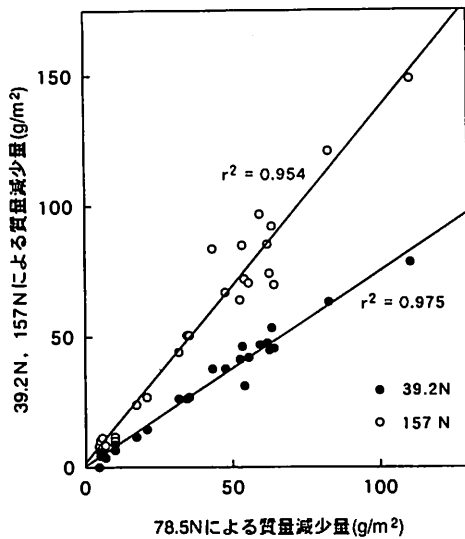


図9 試験荷重間の相関関係

Relations between the weight loss of specimens determined under the each test-loading condition.

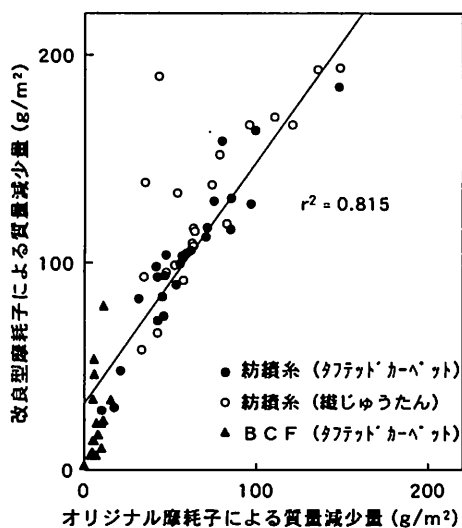


図10 オリジナル摩擦子と改良型摩擦子間の関係
The relation between the weight loss obtained from the specimens examined by original and modified abrasion heads.

少ないものといえる。

一方、図10にはオリジナルと改良型摩擦子から得られたデータをプロットし、両者間の関係を示した。全体的には相関関係は認められるものの紡績糸を使用したカーペットとBCF糸を用いたカーペットでは、明らかに傾向が異なっている。すなわち、図中▲で示したデータ群は図中○および●で示したデータ群に比べ、摩擦子の種類に強く影響を受けていることがわかる。

そこで、いずれの摩擦子がより適切に実用的な性能を現しているのかを考察するため、遊び毛試験機による実験結果と比較した。

(3) 遊び毛試験機との相関性

試験荷重を78.5Nとし、オリジナル、改良型摩擦子それぞれから得られた結果を図11と図12に示した。

オリジナルの摩擦子の方が遊び毛試験との相関性が高い ($r^2=0.908$)。改良型摩擦子は、遊び毛試験機から得られたデータに対するバラツキが大きく、相関係数も低い。特に矢印で示した試料では実用的性能よりかなり厳しい結果となっている。矢印# aで示した試料は、やや特殊なペンシルポイントタイプの強撚糸をパイル糸に使用したものであり、矢印# bで示した試料はカランバン織りのじゅうたんであった。この傾向は試験荷重に係わりなく認められた。これらの試料では遊び毛試験機から受ける作用より改良型摩擦子から受ける物理的作用の方が相当厳しく、結果に大きな影響を与えたものと推察される。

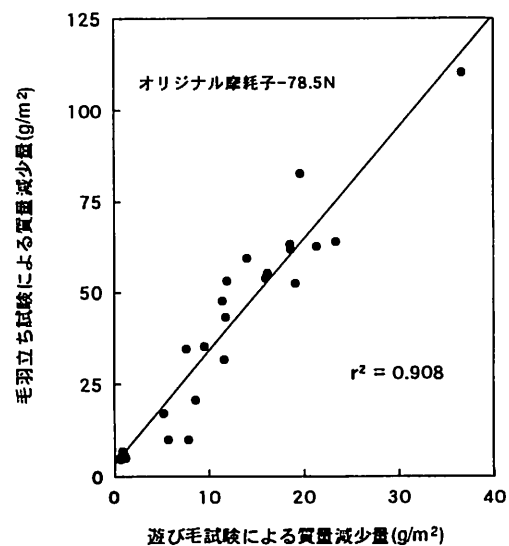


図11 遊び毛試験機と毛羽立ち試験機との関係 (オリジナル摩擦子による結果)

The relation between the weight losses obtained from the tester for determination on loose-fibers used a commercial vacuum cleaner and the fuzz equipment with original abrasion head.

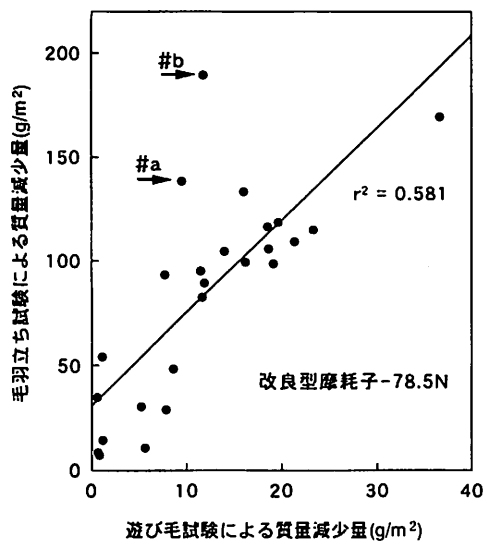


図12 遊び毛試験機と毛羽立ち試験機との関係（改良型摩耗子による結果）

The relation between the weight losses obtained from the tester for determination on loose-fibers used a commercial vacuum cleaner and the fuzz equipment with modified abrasion head.

もちろん実用上は、業務用電気掃除機によるメンテナンス作業時に受ける作用の外にも様々な機械的、物理的作用が加わるため、本実験結果だけで実用性能との相関性を断定できないが、遊び毛試験機から得られた結果をベースに考えれば、改良型摩耗子は実用性能を誤認させる危険性があり、オリジナルの摩耗子の方がより適切に実用的性能を表している可能性が高いといえる。

4. まとめ

JISに規定の毛羽立ち試験機によるカットパイルカーベットのファイバーバインド評価法について検討した。その結果、ファイバーバインドに起因する遊び毛や毛抜けの発生状態は、パイル糸の種類（BCF糸、紡績糸）によりかなり異なることがわかった。また、同一の生機を用いて試作した試料からバックグラテックス塗布量の大小も支配的な要因ではないことが明らかになった。したがって、カットパイルカーベットのファイバーバインド性能は、バック加工条件以外にパイル糸の構造や物性（繊維長、撚り数、素材、強度など）に強く依存するものであることが示唆された。これらの結果は、カットパイルカーベットのファイバーバインドの性能として予想された結論を支持するものである。したがって、JIS型試験機はカット

パイルカーベットのファーバーバインドの評価に対しても十分適用できるものといえる。

これは国際的に認識され、当所からISOに提案した試験評価法はISO/DTR 11856 Test method Dに登録されている¹²⁾。現在最終投票段階に進んでいるところである⁶⁾。

なお、本報告は、第18回および第19回のISO敷物規格国際会議に提出、受理されたレポート^{9) 10)}の内容をまとめたものである。

謝 辞

本研究の遂行にあたり、試作用生機カーペットのご提供を賜りました東リ（株）ならびに多数の実験試料をご提供いただきました日本カーペット工業組合技術委員会関連各位に深甚の謝意を表します。

参考文献

- 1) 石川章一；繊維製品消費科学会誌，26，48（1985）
- 2) 日本カーペット協会編；カーペットハンドブック（1991）
- 3) ISO DIS 9405.2 (Revision of ISO/TR 9405:1990)（1999）
- 4) ISO/TC 38/SC 12/WG 2 N44（1993）
- 5) ISO/TC 38/SC 12/WG 2 N80（1995）
- 6) ISO/TC 38/SC 12 N516（1999）
- 7) Yoshihiro Yobiko, Hiroshi Ogawa, Hirokazu Kimura；ISO/TC 38/SC 12/WG 2 N65（1994）
- 8) Hirokazu Kimura, Hiroshi Ogawa, Yoshihiro Yobiko, Toshihiro Gunji, Ken Kazama；ISO/TC 38/SC 12/WG 2 N77（1995）
- 9) Hirokazu Kimura, Hiroshi Ogawa, Yoshihiro Yobiko, Ken Kazama；ISO/TC 38/SC 12/WG 2 N93（1996）
- 10) Hirokazu Kimura, Hiroshi Ogawa, Yoshihiro Yobiko；ISO/TC 38/SC 12/WG 2 N104（1997）
- 11) 日本カーペット工業組合編；カーペット辞典（1996）
- 12) ISO/TC 38/SC 12 N493（1998）

他誌掲載論文等概要

(1998.11.1~1999.8.31)

チタン合金の放電加工による着色仕上げ

増井清徳* 南 久*

チタン合金のように活性な材料を水中で放電加工すると、条件によっては、加工液を介した電解作用で陽極皮膜が形成され、光の干渉に基づく種々の着色面を得ることができる。本稿のチタン合金加工では、加工中の平均加工電圧を制御すると任意の色調面が得られ、また、電圧を徐々に変化するとグラデ

ーション描画も可能である。さらに、着色面の性能評価として、サンシャイン・ウエザーメータによる耐候性試験やしゅう動摩擦摩耗試験を行い、着色劣化をほとんど生じないことなども示した。

精密工学会誌 64(12), 1723-1726(1998)

* 生産技術部 電気加工

Development of a 50W Class Direct Diode Laser System for Materials Processing and Its Processing Characteristics

阿部信行* 梶田泰司* 野口修一**
三宅正司*

4本の15Wダイオードアレーを組み合わせ、50Wクラスの高エネルギー密度のダイオードレーザーシステムを開発を行った。集光させたビームを測定した結果、集点位置でビーム径 $264\mu\text{m}$ 、平均エネルギー密度 $60\text{kW}/\text{mm}^2$ のビームが得られることがわかった。次に、切断および溶接特性を調べた結果、毎分6mmの切断速度で板厚0.1mmの軟鋼が切断

可能であった。また、板厚0.4mmの軟鋼を用い溶接を行った結果、表面処理およびアシストガスなしで、溶接速度が毎分1mmで0.2mmの溶込み深さの溶接ビードが得られた。

Trans. JWRI 27(2), 21-26(1998)

* 大阪大学接合科学研究所

** 生産技術部 レーザ加工

砥石作業面トポグラフィ定量化のための
ダイヤモンド砥石のシミュレーション水谷勝己* 川野常夫** 足立和俊***
熊谷信男****

研削砥石の表面は形や大きさの異なる多数の切れ刃が三次元的に分布して複雑なトポグラフィを形成している。その様相は砥石の種類はもとよりツルピング、ドレッシングなどによっても変化するものであるため、研削加工の良否を決定する諸要素の中で不確定の性状を多く持つ部分となっている。しかし、研削性能の予測や性能向上策を体系的に取り扱う上で材料除去に直接関係するトポグラフィを明確にすることは不可欠である。本研究は、ダイヤモンド砥石を対象に、砥石表面の生成と砥粒密度などトポグラフィの研削性能に関する特徴的諸量を求めるためのシミュレーション技法の確立を目的とする。

シミュレーションでは、モデル化された多数の砥粒を結合剤中へ配置する事による砥石の作製とツルピング、ドレッシングによる砥石表面の成形をコンピュータ上で仮想的に行い、得られた砥石表面のトポグラフィを評価した。その結果、砥粒と結合剤の双方を加工する方法で成形された砥石の単位面積当たりの切れ刃長さは、切れ刃突出し高さが砥石平均粒径のほぼ0.28倍までは粒径が小さいほど大きく、0.28倍を越えると粒径の減少に伴い急激に小さくなること等がわかった。

精密工学会誌 65(4), 581-585(1999)

* 近畿大学生物理工学部

** 摂南大学工学部

*** 生産技術部 精密機械グループ

**** 関西大学工学部

年間展望 - 粉末の成形加工 -

木下俊行*

粉末成形の分野においては、取り扱う材料に応じて様々な加工法が開発されてきた。1997年も、粉体を利用した成形品の高強度、高機能化および成形プロセスの開発、改良や複合化に関する多数の研究が行われている。本報では、金属材料の分野に限定せずセラミック材料等を含む粉末成形の研究動向を展望する。粉末材料の分野では、材料コストの低減方法が検討されているが、低コストの粉末製造法および効率の良い粉末処理方法の開発は、依然として重要な課題である。また、新しく開発される材料の特徴に応じて成形法も多様化していくとともに、プ

ロセス内での計測や制御に関する技術の開発が進むと考えられる。射出成形では、射出時の金属粉末径のモニタリングおよび脱脂体の評価や成形体の内部欠陥の検査の方法が研究されている。焼結に関しては、微細な組織を有する高機能粉末材料に適した低温短時間の固化成形法が開発が進むと思われる。粉末成形のシミュレーションにおいては、マクロな構成式を用いた解析手法にミクロな因子(粉体特性など)を取り込む方法が検討されていくと考えられる。

塑性と加工 39(451), 859-863(1998)

* 生産技術部 塑性加工

酢酸水溶液中における球状黒鉛鑄鉄の耐食性改善

武村 守* 橘堂 忠* 佐藤幸弘**

球状黒鉛鑄鉄の土壌における耐食性を改善するために、12種類の添加元素の影響について調査した。土壌腐食においては微生物が大きいことを考慮して、耐食性は微量の塩を加えた酢酸水溶液でpH2.5~5.0の範囲にわたって試験した。pH3.5~5.0の範囲では添加元素は耐食性にまったく影響を及ぼさなかったが、pH3.0以下のとき、いくつかの添加元素は腐食度に影響を与えた。Sn添加は著しく耐食性を改善し、無添加の球状黒鉛鑄鉄の1/6程度まで腐食度が減少した。Cu,Mo及びNi添加もpH2.75以

下のときには耐食性を改善した。また、PとSbの添加は耐食性を悪化させた。これらの元素はpHが低い場合にのみ、耐食性に影響を与えることから、水素イオンによる鉄の溶解反応に影響をおよぼすと考えられる。試験を行った腐食環境中では、SnあるいはCu含有) 398-球状黒鉛鑄鉄の耐食性はSUS403やSUS430よりも優れていることが分かった。

鑄造工学 71(6), 398-403(1999)

* 生産技術部 鑄造材料グループ

** 評価技術部 表面化学グループ

衣服の型くずれ防止のための一方法 - 織密度による寸法変化特性の計測法について -

増田敏男*

衣服の型くずれの多くは生地本来の寸法で縫い合わされないことから起こる。良く知られているように生地、特に羊毛織物は水分による伸縮挙動(ハイグラルエクспанション)や緩和収縮により常に寸

法が一定ではない。しかし、以前の生地はある程度の目付があつて、コシ、ハリが十分に備わっていたために、水分を調整するだけで容易に元の寸法に戻り、縫製時に本来の寸法で縫い合わせることが出来

た。ところが最近の生地は軽量化、ソフト化のためにコシ、ハリがなく中間プレス後に素早く元の寸法に戻ることが少なく、縮んだままに縫い合わされることが多くなって、後日ゆっくりと伸び、型くずれを起こす。従来の寸法変化特性計測法は標点間の寸法変化を測定しているが、この方法だと生地の相対

的な寸法変化は分かるが、ある時点の絶対的な状態が分からない。そこで、どの時点においても絶対的な状態が分かる密度法を考案し、型くずれ防止の一方法として提案した。

加工技術 34(4), 230-232(1999)

* 生産技術部 アパレルグループ

パルスコロナによる繊維加工

田原 充*

低温プラズマ処理は繊維・高分子のバルクの性質を変えことなく表面を改質する技術として、接着性、濡れ性の改善、濃色化、羊毛の防縮加工に応用されている。しかし、処理室を減圧する必要があり、装置に多額の費用を要することと減圧に時間がかかることが問題になっている。近年、これを解決するためヘリウム等を用いた大気圧でのグロー放電によるプラズマ処理が報告されている。本報では大気圧グロー放電よりも容易に空気中での処理が可能なパ

ルスコロナ処理について検討し、繊維加工への応用を試みた。ここでいうパルスコロナ処理とはコロナの一種であり、従来のコロナでは困難であった繊維製品やプラスチックの成型品が処理できる。パルスコロナ処理は減圧を要する低温プラズマ処理と異なり、空気中での処理ができるため、低温プラズマ処理で困難であった連続処理が容易に行える。

繊維学会誌 55(3), 102-105(1999)

* 生産技術部 高分子表面加工グループ

パルスコロナ処理を用いた羊毛の防縮加工

田原 充*

羊毛織物をパルスコロナによって処理することで面積収縮率は47%から20%となり大きく防縮性が改善される。さらに、マシンウォッシュブルな防縮法を検討するため、パルスコロナ処理後に樹脂加工を行った。我々は既にプラズマ処理と樹脂加工を併用することによって防縮性が改善できることを報告した。プラズマ処理に代わってパルスコロナ処理で良好な防縮性が得られるなら、低コストで連続処理が可能となり実用化が大いに期待できる。そこで、

プラズマ処理およびパルスコロナ処理を樹脂加工の前処理とした場合の収縮性を検討した。ウレタン系樹脂を加工剤として用いた場合は低温プラズマ処理、パルスコロナ処理であっても同様の結果が得られ、樹脂付着量が0.7%以上で面積収縮率はほぼ0%となる。また、市販の毛織物でパルスコロナ処理の効果を検討した。

染色研究 43(2), 28-32(1999)

* 生産技術部 高分子表面加工グループ

羊毛クチクル分解酵素生産菌の分離と防縮加工

高塚 正*

羊毛加工に適した酵素を産生する微生物を自然界から分離し、菌学的性質を調べた。その結果、*Bacillus cereus*(枯草菌)と同定されNS-11と命名した。この分離菌株を液体培養し、培養液より粗酵素 NS-

11を作製し、酵素の基本的性質を調べた。すると粗酵素 NS-11は羊毛表面のクチクル層と選択的に反応し、内部のコルテックスへの作用は低いこと、過酸化水素により粗酵素 NS-11が失活したり過酸化水素

自体が分解することなくケラチン基質への酵素活性が促進されることがわかった。そして、粗酵素 NS-11 を配合した加工処方で羊毛生地を処理することにより、引張り強さなどの物性を低下させずに IWS 洗濯基準を満足する防縮性を付与することができた。なお、副次的な効果として、NS11・過酸化水素加工

により羊毛繊維表面が疎水性から親水性に改質され、吸水性が大きく向上した。また、制電性も帯電防止剤で加工したレベルにまで改善された。

繊維学会誌 55(5), P-155-P-160(1999)

* 生産技術部 繊維加工グループ

離散分光画像を用いた照明不変な色物体検出

森脇耕介* 中谷幸太郎*

入射光の分光強度分布を数点の波長でサンプリングした値を画素値にもつ「離散分光画像」を利用することにより、照明光の分光強度分布の変化が未知でも色物体の検出が可能であることを示す。光の波長に関してデルタ関数状の分光感度特性をもつ5チャンネルの撮像系を、干渉フィルタと高感度 CCD カメラの組み合わせにより等価的に構成した。照明光の変化に対する離散分光画像の画素値の変化は対象物の色

彩には無関係で、照明光の分光強度分布の変化率にのみ依存する。このことを利用して、あらかじめ記憶した複数の表面色をもつ対象物をシーン中に検出し、同時に照明光の分光変化率を推定できる。

電子情報通信学会論文誌 J81-D-11(11), 2574-2581 (1998)

* システム技術部 光応用計測

Illumination Invariant Detection of Multicolored Object Using Sampled Spectrum Image

森脇耕介* 中谷幸太郎*

入射光の分光強度分布を数点の波長でサンプリングした値を画素値にもつ「離散分光画像」を利用することによって、照明光の分光強度分布の変化が未知の条件であっても、多色物体の検出が可能であることを示す。光の波長に関してデルタ関数状の分光感度特性をもつ5チャンネルの撮像系を、干渉フィルタと高感度 CCD カメラの組み合わせにより等価的に構成した。照明光の変化に対する離散分光画像の

画素値の変化は対象物の色彩には無関係で、照明光の分光強度分布の変化率にのみ依存する。このことを利用して、あらかじめ記憶した複数の表面色をもつ対象物をシーン中に検出し、同時に照明光の分光変化率を推定できる。

Proceedings of 11th Scandinavian Conference on Image Analysis(SCIA'99) 809-816(1999)

* システム技術部 光応用計測グループ

電磁シールド材の有効な活用法

松本元一*

電磁環境の悪化により、心臓ペースメーカー等の誤作動や電動車椅子の急発進、急停止などが危惧されている。これらを改善する目的で様々な電磁シールド材が市販されているが、誤った方法で使われている場合が少なくない。電磁シールド材は、遮蔽目

的の電磁波の発生源の種類と発生源からの距離によって適したものが存在する。またシールドを施す方法にも注意を払わないと意図したシールド効果が得られない場合がある。本文では、理論的に見た電磁シールド材の選別法、そしてシールド効果測定値を

評価する場合の注意点を述べ、続いてシールドを施す箇所の開口部の大きさに着目した実験結果について報告した。これによって、電磁シールド材の有効

な活用法が明らかになる。

EMC News Letter 9, 14-19 (1999)

* システム技術部 電子計測・音響グループ

幾何光学シミュレーションによる電波半無響室における テストアンテナ配置の最適化

田中健一郎*

EMI測定に用いられる電波暗室（電波半無響室）における電磁波伝搬特性はテストアンテナの配置方法により変化する。本稿では、電波暗室の性能の指標となるNSA特性が最良になるアンテナ配置を幾何光学シミュレーションにより求める方法と、この最

適化方法を大阪府立産業技術総合研究所の10m法対応電波暗室に適用した結果について報告した。

EMC News Letter 9, 20-25 (1999)

* システム技術部 電子計測・音響グループ

高温シャトル窯の昇温速度に酸素富化空気を与える効果

竹内信行*

石田信伍*

渡辺博則**

入江年優***

表原靖男***

小川悦郎****

清飛羅一眞*****

津河成和*****

中塚 勉*****

内容積 4m^3 のセラミック焼成用シャトルキルンにおいて、昇温速度に与える酸素富化空気の効果について調査した。最高温度 1700°C 、保持時間4hの焼成を行った。酸素濃度23%の酸素富化空気を焼成期間の一部で使用するにより、全焼成時間を66時間から52時間へと14h短縮することができ、全燃料使用量を18%削減することができた。特に、酸素富化空気を導入した $800\sim 1500^\circ\text{C}$ の間において、焼成時間が普通空気の50%となり、燃料ガス使用量も45%減少した。この間の平均燃料ガス流量は、普通空気の場合に比べて、9.5%増加しただけであった。

酸素富化空気の場合は、普通空気の場合に比べて、火炎温度が高く、燃焼ガス中の熱伝達係数の大きな CO_2 および H_2O の濃度が高い。その結果、炉内の伝熱が促進され、迅速焼成が可能となったと考えた。

耐火物 51(7), 411-416 (1999)

* 京都工芸繊維大学

** 株式会社ヨタイ

*** システム技術部 熱・燃焼グループ

**** 大阪ガス株式会社

***** 大同ほくさん株式会社

***** 株式会社エイチイーシ

浸炭熱処理炉の雰囲気制御に対する数値解析による支援

石神逸男* 横山雄二郎*

炭素濃度分布を監視指標とするリアルタイム制御システムと、新しい浸炭法や処理パターンを考案する際の支援システムを構築するときの骨子となる解析法を提案した。まず速度論的取り扱いで必要とする基本事項と数値解析モデルの概要を説明した。そのうえで、(1)メタンを用いた真空浸炭、(2)プロバ

ンを用いた真空浸炭、(3)ブタン変成のRXガスによる浸炭、(4)一酸化炭素と水素の混合比を変えたガス浸炭の4例に対する数値解析結果を示した。その際、従来の解析法との精度比較などを通じて、本法の優位点を示した。上記のうち(1)、(2)および(4)は実験炉、(3)は生産用炉でのデータである。また実際と解

析の結果に相違を生じさせる現象をとりあげ、解析精度を向上させるための指針を提示した。その現象は(1)発熱体種による浸炭速度の相違、(2)真空加熱中の鋼表面への硫黄の析出、(3)洗浄レベルの違いに

よる鋼への硫黄転移とそれによる表面炭素濃度の減少、の3例である。

工業加熱 36(4), 27-38(1999)

* 材料技術部 金属表面改質グループ

Phase Transformation in the Al_2O_3 - ZrO_2 System

L.Gao* Q.Liu* J.S.Hong*
宮本大樹** 垣辻 篤** S.D.De la Torre***
K.Liddell**** D.P.Thompson****

共沈法によって、20mol% Al_2O_3 -80mol% ZrO_2 複合酸化物を作製した。すなわち、オキシ塩化ジルコニウムと塩化アルミニウムの混合水溶液を作製し、これにアンモニア水を滴下することによって沈殿物を得た。これを種々の温度で仮焼した後、X線回折によって相同定を行った。その結果、750℃以下の温度では共沈物はアモルファス相であり、750℃において立方相(c-) ZrO_2 の固溶体として結晶化する。その後、仮焼温度を上昇させると、格子定数が増加し、950℃で斜方相(t-) ZrO_2 への変態が始まり、立方相の格子サイズは斜方相と比べて小さくなる。さらに、 $\theta-Al_2O_3$ の析出がわずかに観察されるようになる。1100

℃では、t- ZrO_2 相は単斜相に変態し、 $\theta-Al_2O_3$ の析出量が増加する。1200℃になると、 $\theta-Al_2O_3$ 相は安定相である $\alpha-Al_2O_3$ へと変態する。以上の結果より、アルミニウムイオンは、 ZrO_2 に対して1100℃までの温度域で安定化材として作用することがわかる。

J. Mater. Sci. 33, 1399-1403(1998)

* 中国科学院上海珪酸盐研究所

** 材料技術部 ファインセラミックス

*** メキシコ国立工科大学

**** 英国ニューカッスル大学

Microstructure and Some Properties of $TiAl$ - Ti_2AlC Composites Produced by Reactive Processing

R.Ramaseshan* 垣辻 篤** S.K.Seshadri***
N.G.Nair*** 間瀬 博* 津田 大*
松井利之* 森井賢二*

燃焼合成-アーク溶解法によって $TiAl$ - Ti_2AlC 系複合材料の作製を行った。Ti粉末にNiを無電解メッキすることによって、PならびにClを不純物として添加した試料の作製も試みた。これらの複合材料は、ラメラ組織を有する $TiAl$ マトリックス中に約18vol%の棒状の Ti_2AlC が含まれている組織であった。本材を真空中1000℃で144時間焼鈍すると、ラメラ組織中の Ti_3Al が球状の Ti_2AlC に変態するのが観察された。この焼鈍した複合材の強度、延性及び靱性は全て $TiAl$ 単相材よりも向上するといった非常に注目する結果が得られ、それぞれ室温圧縮強度：800MPa, 800℃：400MPa, 室温での曲げ延性：

0.7%、ならびに室温での破壊靱性値：17.8MPa \cdot m^{1/2}であった。このような高い破壊靱性値が得られたのは、 Ti_2AlC 粒子によってクラックの進行方向が偏向したためであった。複合材料中に不純物を含めると、耐酸化性が非常に向上したことから、原料Ti粉末に無電解メッキを施すことが本系材料の耐酸化性向上に有効であることがわかった。

Intermetallics 7, 571-577(1999)

* 大阪府立大学

** 材料技術部 ファインセラミックスグループ

*** インド工科大学

Crystallization of Al₂O₃/ZrO₂ Solid Solution Powders Prepared by Coprecipitation

J.S.Hong* S.D.De la Torre** 宮本 敬***
宮本大樹*** L.Gao*

Al₂O₃/20mol%ZrO₂ 粉末を塩化アンモニウムとオキシ塩化ジルコニウムの水溶液にアンモニア水を添加する共沈法にて作製した。また、比較のために Al₂O₃ および ZrO₂ のゲルを同様に合成した。得られた Al₂O₃/ZrO₂ 粉末は X 線粉末回折法により bayrite 構造の Al(OH)₃ であることを示し、700℃までの熱分解(脱水)では、 γ 構造を持つ Al₂O₃/ZrO₂ 固溶体の単相のみに転移することを示した。800℃で固溶体の一部が c-ZrO₂ になり、900℃で δ -Al₂O₃ が現れる。1000℃付近~1200℃まで γ -Al₂O₃ は θ -Al₂O₃ に転位し、1200~1500℃では α -Al₂O₃ に転位する。また、1000℃で t-ZrO₂ が出現し、c-ZrO₂ は 1200

℃で検出できなくなり、1200℃-1500℃で t-ZrO₂ と m-ZrO₂ の結晶相が安定になる。Al₂O₃ および ZrO₂ の単相系と比較すると、 γ -Al₂O₃ に ZrO₂ を固溶させることにより、ZrO₂ のみでは m-ZrO₂ のみが 1500℃まで安定であるのに、c-ZrO₂ と t-ZrO₂ が出現する。また、Al₂O₃ は γ から θ そして α に転移する温度が 100℃ほど高くなることがわかった。

Materials Letters 37, 6-9(1998)

- * 中国科学院上海珪酸塩研究所
- ** メキシコ国立工科大学
- *** 材料技術部 機能性無機材料
- **** 材料技術部 ファインセラミックス

CrN_{0.9} 薄膜を用いたサーミスタボロメータ型赤外線センサの開発

釜坂哲也* 安達直祐* 井上幸二**
吉竹正明*** 日下忠興**** 小川倉一*****

素子を冷却することなく室温で動作し、またチョッパ機構を必要としない実用的なサーミスタボロメータ型赤外線温度センサを開発し、その特性について検討を行った。センサ材料に抵抗温度係数が大きい CrN_x 薄膜を用いてブリッジ回路を形成し、赤外線の吸収および反射膜を形成することで出力の増大を図った。センサの出力は時定数が約 2 秒で、センサ温度より高い温度と低い温度の出力が正負逆に

出力され、非接触の温度センサとして使用可能であることがわかった。

真空 42(3), 275-278(1999)

- * 大阪真空工業(株)
- ** 材料技術部 電子デバイスグループ
- *** 材料技術部 薄膜材料グループ
- **** 材料技術部 超材料グループ
- ***** 材料技術部

異方性エッチング液に対する薄膜の耐性

田中恒久* 井上幸二* 鈴木義彦**

装置の高機能化、小型化の要求が進むにつれて、微小な機械的、電気的部品を作製するためにシリコンを利用したマイクロデバイスの研究開発が活発に行われている。このようなデバイスを作製するために、各種の薄膜と、シリコン異方性エッチング技術を組み合わせて、シリコン中に立体的な構造を作る

ことが要素技術の一つとして利用されている。従って、金属薄膜は電氣的配線だけでなく構造体としても利用が可能であり、金属薄膜のシリコン異方性エッチング溶液に対する耐性はプロセス上重要なデータであるが、その知見についての報告は少ない。現在提案されているシリコン異方性エッチング液には、

KOH, NaOH, CsOH, NH₄OH 等の無機系のアルカリ溶液と, EDP(エチレンジアミンピロカテコール水溶液), TMAH(水酸化テトラメチルアンモニウム水溶液), ヒドラジン, コリン等を含む有機系のアルカリ溶液がある. 本論文では, 前記異方性エ

ッチング液の中で一般的に使用頻度の比較的多い TMAH, EDP, KOH の3種類の溶液による各種の金属薄膜の耐性について報告する.

真空 41(3), 258-261(1998)

* 材料技術部 電子デバイスグループ

Lead Zirconate Titanate (PZT) Thin Film Deposition in Facing Targets Sputtering

李 欣山* 田中恒久** 鈴木義彦***

対向ターゲットスパッタリング法により PZT 薄膜を作製した. PZT 薄膜の成膜速度の圧力, 基板温度依存性を調べた. 各種の成膜条件を成膜後の XRD パターンにて解析しつつ検討した. その結果基板温度 200℃というこれまでにない低い温度でペブロス

カイト構造を得た.

真空 42(3), 257-260(1999)

* 上海大学

** 材料技術部 電子デバイスグループ

*** 材料技術部

Seeding Effect of Ti-Layer on Lead Zirconate Titanate(PZT) Thin Films Deposited by Facing Target Sputtering

李 欣山* 田中恒久** 鈴木義彦***

基板に Ti 薄膜の下部層を非成膜した後に, 対向ターゲットスパッタリング法により PZT 薄膜を成膜すると, 基板温度が 200℃の低温プロセスにおいて, 良好な (111) 配向の PZT 薄膜を得ることができた. PZT 薄膜の結晶性は, 基板温度及び Ti 下部層の膜厚

に強く依存する.

真空 42(5), 577-580(1999)

* 上海大学

** 材料技術部 電子デバイスグループ

*** 材料技術部

Copper Nitride Thin Films Prepared by Reactive Radio-Frequency Magnetron Sputtering

野坂俊紀* 吉竹正明* 岡本昭夫*
小川倉一** 中山喜萬***

最近, 窒化物薄膜が盛んに検討されている. その中で窒化銅薄膜は熱分解特性を利用して銅配線材料として利用可能である. しかしながら窒化銅薄膜はほとんど検討されていない. ここでは窒化銅膜の生成条件を明らかにするため rf マグネトロンスパッタリングにより窒化銅膜を作製し, 電気的, 光学的特性の窒素分圧依存性を検討した. その結果, 窒素分圧 0.4Pa, rf 電力 100 W, 基板温度 100℃の条件で

Cu₃N(100) に優先配向した窒化銅薄膜が作製できた. その比抵抗は約 1000 Ω cm で, 光学バンドギャップは約 1.8eV の茶褐色膜であった. 0.4Pa の時の膜中の窒素組成はストイキオメトリー (25%) から 3% 程度過剰であった. さらに窒素分圧を増加すると膜中の窒素組成は増加し, 比抵抗, 光学バンドギャップは低下した. この結果は X 線回折の積分強度と良く対応した.

Thin Solid Films 348, 8-13 (1999)
* 材料技術部 薄膜材料グループ

** 材料技術部
*** 大阪府立大学

New Type of Gas Sensor Using Carbon Soot Prepared by Arc Method

野坂俊紀* 櫻井芳昭** 夏川一輝**
四谷 任*** 西田勝美**** 赤江奈美子*****

カーボンアーク法で作製したフラーレンを含む炭素ススを用いてペレットおよび厚膜型のガスセンサを作製し、室温で各種ガスに対するセンサ抵抗変化を調べた。その結果、アンモニア、トリエチルアミンによりセンサ抵抗は減少するが、アセトアルデヒドでは逆に増加した。水素、メタンには抵抗変化は見られず、ガス種に対し室温で選択性のあることが分かった。また、センサにNiを添加すると、NO₂

ガスに対する感度を向上できた。

Advances in Science and Technology 26, 255-260 (1999)

* 材料技術部 薄膜材料グループ
** 材料技術部 有機材料グループ
*** 大阪科学技術センター
**** 第一燃料工業(株)
***** 大同ほくさん(株)

マグネトロンスパッタ法による酸化チタン膜の作製と光触媒膜への応用

野坂俊紀* 笥 芳治** 吉竹正明*
岡本昭夫* 小川倉一*** 四谷 任****
松岡憲弘*****

マグネトロンスパッタ法により光触媒効果を有する酸化チタン膜の成膜条件および作製した膜の光触媒活性を検討した。その結果、光触媒効果を示すアナターゼ型結晶は基板温度300度の時、酸素分圧40%以上で、基板温度400度では酸素分圧4~10%の範囲で生成することが分かった。アセトアルデヒド分解活性の経時変化を防止するため基板のプラズマ処理および基板回転を行った結果、RF電力120~130Wの範囲で活性は最大値を示し経時変化は防止できた。また基板を回転することで経時変化を防止でき

るとともにアセトアルデヒドは1.5時間で分解することが分かった。

真空 42(3), 471 (1999)

* 材料技術部 薄膜材料グループ
** 材料技術部 超材料グループ
*** 材料技術部
**** 大阪科学技術センター
***** シャープ(株)

RFマグネトロンスパッタ法による窒化銅膜の作製

野坂俊紀* 吉竹正明* 岡本昭夫*
小川倉一** 中山喜萬***

窒化銅は酸化タングステンと類似の逆酸化レニウム構造を示し、結晶格子に他の元素を取り込みやす

い構造をしており、また窒化銅は350度で銅に分解するためレーザー、電子線などによる描画の可能性

も注目されている。しかしながら、これまで膜作製条件や膜の諸特性はほとんど検討されていない。本研究では窒化銅膜の成膜条件と膜特性との関係を検討した。その結果、基板温度 100 度、RF 電力 100 W の比較的穏やかな条件でガラス基板上に Cu_3N (100) 配向した膜が得られた。膜中の窒素含有量の増加に伴い抵抗率および光学 E_g は増加し最大それぞれ

1000 Ω cm, 1.8eV を示した。過剰の窒素が膜中へ入ると抵抗率、光学 E_g は逆に低下することが分かった。

真空 42(3), 459(1999)

* 材料技術部 薄膜材料グループ

** 材料技術部

*** 大阪府立大学

An Application of Multicapillary Excited Beam Source to Fabricate Nitrogen-Containing Carbon Thin Films

岡本昭夫* 野坂俊紀* 吉竹正明*
小川倉一**

筆者らの開発したマルチキャピラリー励起線源を用いることにより、低ガス圧動作、高反応性、励起粒子の輸送量大、等の効果が期待できるため、導入ガス種の組み合わせや混合比等を自由に変えれば、種々の炭素系薄膜の形成が可能になると考えられる。そこで、この励起線源に、炭素原子供給源としてのメタンガスを窒素ガスと混合して導入し、室温基板上へ a-C:N 薄膜を作製することを試みた。励起線の発光分析を行いながら、成膜した結果、多くの窒素励起種に起因する発光ラインの中に CH 励起種に起因する発光ラインが認められ、炭素薄膜形成に寄

与していることが判った。また、RBS 分析により、作製した a-C:N 薄膜の N/C 比を調べたところ、作製条件(ガス混合比、基板位置など)により変化させることが出来、現状 0.42 まで得られている。さらに、FT-IR 測定の結果から、 $\text{C}\equiv\text{N}$ の吸収が認められ窒素は炭素膜中で炭素原子と結合していることも確認できた。以上のような、膜特性と作製条件との関連性について発表した。

Materials Chemistry and Physics 54, 251-254(1998)

* 材料技術部 薄膜材料

** 材料技術部

反応性マグネトロンスパッタ法による ポリカーボネート上への AlN 薄膜の低温形成

岡本正彦* 吉竹正明** 小川倉一***

プラスチックレンズに用いられるポリカーボネート板上に保護膜を形成するため、室温付近の低温で反応性マグネトロンスパッタ法により AlN 薄膜の作製を行った。スパッタを行うパワーと反応性ガスの窒素流量を制御することにより、付着力の優れた透明な AlN 薄膜を作製することができた。耐擦傷性、耐薬品性、耐光性について検討した結果、いずれも

表面保護膜として実用に耐えうる特性を有することがわかった。

真空 41(3), 296-299(1998)

* 山本光学(株)

** 材料技術部 薄膜材料

*** 材料技術部

マルチキャピラリーガス導入を用いた励起線源による 窒化炭素薄膜の形成

岡本昭夫* 野坂俊紀* 吉竹正明*
小川倉一**

当所で開発した励起ビーム源はマルチキャピラリーによるガス導入と高周波励起を用いていることを特徴とするもので、非常にコンパクトで、種々のガスを励起して指向性良く目的物に照射することができる。この励起ビーム源を利用して、近年、ダイヤモンドよりも硬いと注目されている β - C_3N_4 薄膜の室温合成を目指した基礎実験を行った。導入ガスにはメタンと窒素の混合ガスを用い、高周波電力を

100W ~ 200W 印加して成膜した結果、ガラス基板やSi基板のみならず高分子(ポリカーボネート)基板上にも、非晶質で、 $C \equiv N$ の結合を含む窒化炭素薄膜が作製が可能であることが分かった。

真空 42(3), 452-453(1999)

* 材料技術部 薄膜材料グループ

** 材料技術部

レーザーアブレーション法を用いたLiNbO₃薄膜の作製

笥 芳治* 岡本昭夫** 櫻井芳昭***
西川義人**** 小川倉一***** 四谷 任*****

LiNbO₃は強誘電性、圧電性、焦電性等の優れた特性を有する材料である。これらの優れた特性を薄膜で利用するためには、高配向性を有する薄膜が必要不可欠である。今回、レーザーアブレーション法を用いてサファイヤ(001)基板上にLiNbO₃薄膜の作製を試みた。その結果、種々の作製条件を調整することで(001)に高配向したLiNbO₃薄膜を作製することができた。また、エリプソメーターによるこの薄膜の屈折率は単結晶とほぼ同程度であり、光学的な応用

が可能であると考えられる。

真空 42(3), 261-264(1999)

* 材料技術部超材料グループ

** 薄膜材料グループ

*** 有機材料グループ

**** 機能性無機材料グループ

***** 材料技術部

***** 大阪科学技術センター

Optical Response of LaCaMnO Thin Film Prepared by Pulsed Laser Deposition

四谷 任* 日下忠興* 笥 芳治*
小川倉一**

パルスレーザー蒸着法でLaCaMnO薄膜をエピタキシャル成長させることができた。この薄膜は190 K近傍で常磁性から強磁性体へ相転移を行う。この相転移は電気抵抗の急激な減少を伴う。この電気抵抗の急激な減少温度でポロメトリックな赤外線検出器を作製することができた。1.5マイクロメートルの波

長の赤外線に対し、感度 D^* 及びNEPとして $2.8 \times 10^8 \text{ cmHz}^{1/2}/\text{W}$, $7.4 \times 10^{-10} \text{ W/Hz}^{1/2}$ を得た。

Materials Chemistry and Physics 54, 169-172(1998)

* 材料技術部 超材料

** 材料技術部

水素ガス雰囲気下でのPt極薄膜の電気伝導 —膜厚の効果—

日置亜矢子* 岡本昭夫** 夏川一輝*
井上幸二*** 小川倉一****

電子ビーム蒸着法にて、平均膜厚が2.0～2.5nmであるPt極薄膜を作製した。これらのうち平均膜厚がわずかに異なる代表的な3試料を選び、これらの膜の抵抗値と測定雰囲気中の水素ガス量との関係を調べた。その結果、3試料とも雰囲気中の水素ガス濃度に依存して、抵抗値は減少することがわかった。雰囲気中の水素分圧が500Paの際の抵抗の減少率を比較すると、真空中でのシート抵抗が小さい、すなわち膜厚が大きい試料同様の実験をヘリウムガスで行った際には抵抗値の減少はほとんどみられなかつ

たことから、この膜厚領域でのPt極薄膜は水素ガスセンサへの応用の可能性を有し、その感度はある程度膜厚が大きいほうが良いことがわかった。これには、Pt極薄膜の二次元的な微細構造(島の密度、島間距離)の違いが関与しているものと考えられる。
真空 42(3), 458(1999)

* 材料技術部 有機材料グループ
** 薄膜材料グループ
*** 電子デバイスグループ
**** 材料技術部

熱可塑性ポリイミドブレンドによるエポキシ樹脂の改質 3. 末端反応性イミドによる強靱化

木本正樹* 水谷 潔** 吉岡弥生*
浅尾勝哉* 大西 均*

エポキシ樹脂の強靱化を目的として、末端反応性基を有するイミド化合物を混合し、ブレンド硬化物の高次構造と機械的特性について検討した。その結果、以下の知見を得た。1) 混合したイミド化合物の分子量、末端反応性基の相違によって、硬化物の相構造は変化することがわかった。2) 混合したイミドの分子量が数千程度の場合、硬化物に相分離構造は認められず、破壊靱性値の顕著な向上は認められなかった。3) 分子量15000程度で末端反応性の異なるイミドを混合した場合、末端反応性基の相違によつ

て硬化物の相構造は異なり、反応性基がある場合にはエポキシ相とイミド相の界面が不明瞭になる傾向が見られた。末端反応性の相違によって、硬化物の破壊靱性には差が認められた(反応性なし \leq アミン末端 $<$ 酸末端)。4) 破壊靱性が大きいものほど、クラック進展時のせん断変形による塑性変形領域が大きいことがわかった。

日本接着学会誌 34(9), 345-351(1998)
* 材料技術部 高分子材料
** 材料技術部 プラスチック材料

Thermoelastic Characterization on Damage Progress in Toughened Resin Carbon Fiber Fabric Composite

上野谷敏之* 藤井 透**

炭素繊維織物強化/高じん化エポキシ積層板におけるマイクロ/メゾオーダーの実損傷を、通常のCF/エポキシ板との比較で、熱弾性応力解析(TSA)、超音波Cスキャン(SAT)、およびアコースティックエミッション(AE)により調べた。TSAは負荷を受ける構造物の全体を応力解析するための新しい手法であるが、近年、直交異方性体の実験解析ツールとして開発

されている。もし、複合材料構造物に過負荷が加えられたならば、その負荷により生じる損傷はTSAにより二次元的応力分布情報として得ることができる。本報告では、負荷前後に得られる応力分布に関する熱弾性イメージに適切な処理を行うことにより、それらのイメージだけから明確な損傷、とりわけ初期損傷状態について、情報を得ることができることを

強調している。処理イメージから熱弾性的に決定された損傷はSATやAEから得られる結果と比較し、説明可能な一致を示した。また、疲労過程で発生する損傷の断面観察をもとに実損傷形態と比較検討した。その結果、TSAはこのような非光透過性積層材

の損傷をモニタするのに有用であることが示された。
Key Engineering Materials 137, 139-146 (1998)
* 評価技術部 材料評価
** 同志社大学

硬質材料の金属に対する摩擦・摩耗特性 — 硬質被膜と焼結材料の比較 —

出水 敬* 曾根 匠** 石垣博行***
川本 信****

気相合成で作られる硬質被膜や焼結セラミックスなどの硬質材料は、耐摩耗性、耐焼付き性に優れるため、切削加工や塑性加工用工具として、あるいはしゅう動材料として用いられている。しかし、硬質被膜材料と焼結材料との同じ条件における摩擦・摩耗特性の比較は、それらの材料を使用する際の選定において非常に重要なデータであるにもかかわらず、あまり検討されていない。そこで、本研究は、硬質被膜材料と焼結材料とを同じ条件で摩擦し、摩擦・摩耗特性を比較検討することを目的とした。硬質被膜としては、TiN膜とCrN膜を、焼結材料としては、Si₃N₄とSiCを選んだ。試料は、数種類の金属球と往復すべり摩擦され、摩擦係数、摩耗量、試料表面への金属移着を調べた。SiCは、本研究において、もっとも低

い摩擦係数を示した。焼結材料は通常の摩耗を示したが、TiN膜はSUJ2, SUS304, Ti合金との摩擦の際に剥離摩耗を生じた。硬質被膜、特にCrN膜は、焼結材料に比べてすぐれた耐摩耗性を示すが、硬質被膜と摩擦されるとき相手材(金属球)は激しく摩耗した。これは、被膜試料表面のサブミクロンスケールの微小表面粗さが相手材の摩耗に影響していると考えられる。

表面技術 49(9), 974-979 (1998)

* 評価技術部 材料評価
** 評価技術部 金属分析
*** 姫路工業大学
**** 大阪府立大学

段積み・粘弾性支持された製品の線形モデルによる衝撃強さの検討

中嶋隆勝* 斎藤勝彦** 久保雅義**
寺岸義春*

包装材料の使用量を削減するためには、製品の衝撃強さを正確に評価することが必要である。著者らは2種類の線形モデルを用いて段積みされた製品及び粘弾性的に支持された製品の衝撃強さを検討した。前者を表すModel-Aは2つのばね質量系が連結したモデルであり、後者を表すModel-Bは粘性減衰をもつばね質量系のモデルである。得られた主な結論は以下の通りである。(1)Model-Aの各質量部が衝撃荷重によって破損する場合、下段質量部の方が破損し易く、加速度によって破損する場合、上段質

量部の方が破損し易い。さらに、後者の場合、方形波衝撃パルスによる損傷境界曲線は許容加速度が速度変化に対して多少変動する特徴がある。(2)Model-Bの減衰比 ζ が0から1に近づくにつれて応答波は入力波形に近づくため、衝撃伝達率は1に近づき、許容加速度が向上する。

日本包装学会誌 8(3), 123-134 (1999)

* 評価技術部 包装技術グループ
** 神戸商船大学

急勾配 (1:0.6) で盛土高さ 10 m という条件で設計された。盛立て中ならびに盛立て後の盛土沈下量、盛土変状、GHD の伸び、盛土体の強度等の現場計測結果から、GHD で補強した軟弱な粘性土の急勾配試験盛土が極めて安定で、GHD が十分な補強効果を発揮しており、更に、GHD の優れた排水効果で、豪雨時でも盛土の安全性が維持されていることがわかった。すなわち、通常は廃棄物として処分されている軟弱な粘性土を盛土材料に用いる場合でも、

GHD を盛土補強材として実用できることが明らかになった。

Proceedings of Sixth Int. Conference on Geosynthetics 2, 825-828 (1998)

- * 評価技術部 ジオテキスタイル
- ** 京都大学
- *** (財) 大阪土質試験所
- **** (株) 大林組

クロムシェービング屑の塩化カルシウム・水酸化カルシウム混合溶液による溶解法

倉田彰夫* 奥村 章* 中村 蔚**

クロム鞣しシェービング屑、石灰、塩化カルシウム溶液の混合物を数日間 20 ~ 30 °C に保ち、軟泥状の生成物に水を加えた後、遠心分離してクロムスラッジを除きタンパク質溶解液を得た。溶液中の全窒素分からタンパク質の収率を求めた。シェービング屑に対し 25% の塩化カルシウム (2M 溶液) と 12.5% の石灰を加え、30 °C で 7 日間処理すると約 85% の

収率が得られた。25 °C の場合、同じ収率を得るためには 33% の塩化カルシウムが必要であった。タンパク質溶液中のクロム量は 22ppm であったが、20% の石灰使用により 3ppm まで減少した。

皮革科学 44 (4), 267-272 (1999)

- * 皮革試験所 製革グループ
- ** 皮革試験所

計算化学の概略と皮革への応用

汐崎久芳*

計算化学の概略を紹介し、次いでその皮革への応用例を紹介した。計算化学には大きく分けて、分子力学法、分子軌道法、分子動力学法の 3 種類の方法がある。分子力学法では、原子がバネで繋がっていると仮定して、そのバネに働く力を古典力学計算から求め、分子の構造を決定する。この方法は計算が簡単で蛋白質のような巨大分子に適用される事が多い。分子動力学法では、分子力学法に粒子の移動速

度の項目を加えて、分子の動きも追いかけられるようにされており、無機化合物の結晶成長過程の追跡等に利用される。分子軌道法は、量子化学を用いて分子の最適構造や電子状態を求めるものである。これらの方法を皮革に応用した例についても紹介した。

皮革科学 44, (3), 151-158 (1998)

- * 皮革試験所 製革

Density Functional Study for the Discoloration Reaction of Titanlyporphyrin and Silyl Radical

汐崎久芳* 櫻井芳昭** 西本吉助***
横山正明****

チタニル-5, 10, 15, 20- テトラフェニルポルフィリンはフェニルメチルポリシラン存在下のトルエン溶液中で紫外光照射により消色する事が認められた。しかし無金属あるいは銅誘導体では消色は認められなかった。この反応性の差を非経験的分子軌道計算の一種である密度汎関数法から得られる電気陰性度を用いて説明した。得られた計算結果は、実験結果と良く一致しており、反応系の中で、チタニルポルフィリンが電子受容体、シリルラジカルが電子供与体として働く事を示唆した。ポルフィリンの1電子酸化あるいは1電子還元はそれぞれ相当する π カチオンあるいは π アニオンを生成することも示唆された。シリルラジカルの攻撃位置を推定するためにチタニルポルフィリンの各位置にシリルラジカルが付

加した構造について、分子軌道計算から構造最適化を行い、その全エネルギーを計算した。チタニルポルフィリンの酸素にシリルラジカルが付加した構造が、最も安定であることがわかり、最初に攻撃するのは酸素であることが示唆された。この構造を用いてZINDO法から、スペクトル計算を行ったところ、消色反応における色の変化をうまく説明できた。

The Proceedings of The 4th Int. Symposium on Functional Dyes 59(1999. 5)

- * 皮革試験所 製革グループ
- ** 材料技術部 有機材料グループ
- *** 岡山理科大学
- **** 大阪大学

Photoreduction of N,N'-Bridged Porphyrins to 20 π Antiaromatic Isophlorins

瀬恒潤一郎* 柏原憲二* 和田健一*
汐崎久芳**

N21, N22 架橋 N23 アルキルポルフィリンの 20 π 電子系イソフロリンが、Nベンジルジヒドロニコチンアミド(BNAH)を伴う光還元あるいはN24位への分子内親核的アルキル化により合成された。イソフロリン-ポルフィリン間の酸化還元反応はポルフィリンの新しい酸化還元触媒として注目されており、この酸化還元反応性は分子の立体的な因子により制御される。ここでは分子中央部のNに架橋基を導入し、その酸化還元挙動について検討した。BNAHからの光誘起1電子移動はポルフィリン π ラジカルを生成する。分子軌道計算から、この π ラジカルの主

骨格は殆ど平面構造を保っており、ラジカル中心は非局在化していることが示された。また、N23メチル置換体及び無置換体について構造最適化を行い、 π ラジカルおよび水素付加体の生成熱から相対的安定性を求め、還元反応生成物及び反応性に及ぼす置換基効果を説明した。分子軌道計算から得られた最適化構造はプロトンNMRにおける常磁性環電流効果もうまく説明できた。

Chemistry Letters 847-848(1999)

- * 神戸大学理学部化学科
- ** 皮革試験所 製革グループ

Synthesis of Azo Chromophores Containing a Perfluorocycloalkenyl Moiety and Their Second-Order Optical Nonlinearity

松居正樹* 柘 倫司* 柴田勝喜*
村松広重* 広田一雄** 細田雅弘**
田井和夫** 汐崎久芳*** 中津和三****
金 美紗****

2次有機非線形光学材料の開発を目的として、合成、物性測定、構造解析および分子軌道計算を行っ

た。2次非線形光学材料としては、 π 共役系で双極子モーメントが大きく、かつ高い分子吸光係数を有

することが望ましい。ここではその候補としてアゾ基を有し、ペルフルオロアルケニル環を持つ化合物を合成し、その非線形特性について検討した。1,2-ビス[4-[4-[N-エチル-N-(2-ヒドロキシエチル)アミノ]フェニルアゾ]フェニルチオ]ペルフルオロシクロペンテンが、最も高い2次非線形光学活性を示した。分子軌道計算の結果から、非線形光学活性

について検討した。

Journal of Fluorine Chemistry 97, 207-212 (1999)

- * 岐阜大学工学部応用精密化学科
- ** ユニチカ (株)
- *** 皮革試験所 製革グループ
- **** 関西学院大学理学部

プラズマ処理による革表面特性の改質

稲次俊敬* 喜多幸司* 汐崎久芳*

近年、革の疎水化に関する研究が盛んに行われ、革繊維そのものを疎水化することが可能となった。すなわち、革の特性である透湿性や吸湿性を損なわずに水滴は浸入させない、いわゆる防水革の製造が可能になった。ところが、この防水革を使うと、革表面が疎水化されているために、2次加工段階で接着性が低下するという新たな問題が生じてきた。そこで、著者らは低温プラズマ処理を革に導入して疎水化革の表面層のみを親水化し、接着性の向上を図ることを試みた。プラズマ処理法として、実用性を

考慮した大気圧プラズマ処理とコロナ放電処理を採用した。これらによって各種条件下で処理を行ったところ、大気圧プラズマ処理では疎水化革の接着強度は約4倍に向上した。コロナ放電処理では、スポットテスト(水滴滴下)による親水性の向上は認められたが、接着強度の増加を認めることはできなかった。

非クロム系鞣製技術の開発研究報告書 107-113 (1998.3)

- * 皮革試験所 製革グループ

クロム系鞣製技術の開発研究報告書

4. プラズマ処理による革表面特性の改質

稲次俊敬* 汐崎久芳* 喜多幸司*

疎水化した革表面を大気圧プラズマ処理することで表面改質を行い、親水化して水系の接着剤による接着性の向上を図ることを検討した。その結果、未処理革に対してプラズマ処理革の接着剥離強度は、約4倍まで向上した。また、プラズマ処理によって発現した革表面の親水性は、処理後24時間経過後から疎水化に移行する傾向に転じ、いわゆる経時変化による退行現象を生じていることが、接着強度と水滴滴下(吸水速度測定)試験から確認できた。革を対象に水、有機溶剤など化学薬品を用いないドライ

な状態での表面加工技術(プラズマ処理)の導入を試みた。この技術によって同時に水系の接着剤の適用も可能となり、製靴業界で主流を占める有機溶剤系接着剤からの転換が可能となる。さらには、省エネルギー・省資源・環境問題など、皮革産業を取り巻く状況が厳しくなる中、このような物理的な処理によって皮革の機能を種々改善できる可能性が示唆された。

非クロム系鞣製技術の開発研究報告書 58-62 (1999)

- * 皮革試験所 製革グループ

口頭発表概要

(1998.11.1~1999.8.31)

高速回転する濡れた電極面上の放電痕

電気学会・放電研究会（京都市）（10.12.15）

○谷村 毅，他

液中での放電加工の加工機構を解明する上で主要な課題である熱源の大きさを実験的に推定するため，気中で高速回転する電極上の放電痕の観察を行った．実験方法の採用については，1)静止状態の電極間の放電で形成される放電痕は，熱伝導によって熱源の径よりも大きくなるが，電極に相対速度を持たせると，速度の上昇とともに両者の径が限りなく接近することが期待できる，2)放電加工は液中の加工現象と考えられているが，単発放電によるクレータの観察結果やミスト中及び微小液滴中での加工結果から，液体と気体の混合体中での加工の可能性が高い．3)したがって，加工面が濡れた状態であれば液中と類似の放電痕が得られる，をよりどころとした．実験の結果，ピーク電流25A，パルス幅100 μ s，回転電極の周速度10.5m/sの条件で，溶融痕の幅は約170 μ mに収束した．単発放電による観察結果では，放電痕は中央の大きな溶融痕とその周辺の無数の小さな溶融痕，さらにそれらを包む黒く変色した熱影響部で構成される．したがって，今回得られた数値は熱源の中心部のエネルギー密度の高い部分のものと考えられる．

酸素ミストによる放電加工

精密工学会 1999年関西地方定期学術講演会（滋賀県）（11.7.28）

○谷村 毅，他

ミスト放電加工は，機械加工との複合化が容易であるという特徴を持ち，これまで，ダイヤモンド砥石のドレッシング，ツルイーグへの応用を試みた．この方法を，さらに難加工材の穴加工や三次元形状加工などへの用途拡大をはかるため，加工速度の向上を目的とした種々の検討を行った．放電加工では，放電によって溶融した金属は，加工液の爆発的な気化によって飛散するが，一部は残留して固化する．そのため，加工能率を上げるには，放電による溶融物を出来るだけ多く飛散，除去することが必要である．ここでは，ミスト加工の特徴を活かし，回転電極の中心からミストを噴射させ，その噴射圧力による溶融物の飛散，除去を試みるとともに，噴射ガスに酸素を用いることにより，燃焼熱と溶融物粘度の減少による加工速度への効果を併せて検討した．水を加工液とする従来のミスト加工と比べて，加工速度への噴射圧の効果は約40%の増加，更に酸素を用いると約150%の増加，また，一般的な油中放電加工に対しては約20%増加する結果が

得られた．新しい複合加工技術として，用途拡大が期待できる．

金型用亜鉛合金(ZAPREC)の放電加工特性

第1回生産加工・工作機械部門講演会（京都市）（11.3.31）

○増井清徳，南 久，塚原秀和，萩野秀樹，他

量産金型用に開発された亜鉛合金ZAPRECは，従来から試作用や簡易金型用に限定使用されている亜鉛合金ZASの改良されたもので，機械加工性やプラスチック樹脂の成形性などに優れている．今回は，金型製作に必要なZAPRECの放電加工特性について，鉄鋼系材料との比較結果を報告する．ZAPRECは，鉄鋼系材料に比べて高速加工が可能であり，特に，仕上げ加工領域においても電極低消費条件で高速加工が実現できる．

金型用亜鉛合金(ZAPREC)の放電加工特性

第167回電気加工研究会（名古屋市）（11.7.23）

○増井清徳，南 久，塚原秀和，萩野秀樹，他

Coloring Method of Titanium Alloy Using EDM Process

49th CIRP General Assembly（Montreux, Switzerland）（11.8.27）

○増井清徳，南 久，塚原秀和，萩野秀樹

チタン合金のような活性な材料を水中で放電加工すると，条件によっては加工液を介した電解作用で陽極皮膜が形成され，光の干渉に基づく種々の着色面を得ることができる．本稿のチタン合金の加工では，加工中の平均加工電圧を制御すると任意の着色面が得られ，また，電圧を徐々に変化するとグラデーション描画も可能である．さらに，着色面の性能評価として，サンシャイン・ウェザーメータによる耐候性試験やしゅう動摩擦摩耗試験を行い，ほとんど着色劣化を生じなかった結果について紹介した．

放電加工によるチタン合金の着色仕上げ(第3報)

－着色面の性能評価－

電気加工学会全国大会（海老名市）（10.12.2）

○南 久，増井清徳，塚原秀和，萩野秀樹，他

水中での放電加工で仕上げられた着色面の性能を評価するために耐食，耐候，耐摩耗性試験を行った．その結果，放電加工による着色仕上げでは，チタン元来の優れた耐食性が損なわれず，紫外線に対する光劣化も非常に少ないことがわかった．また，放電による表面硬化で耐摩耗性の向上効果も認められた．

放電加工によるチタン合金の着色仕上げ

－着色面の分析－

1998年度精密工学会秋季大会学術講演会（札幌市）
（10.9.24）

○南 久，増井清徳，塚原秀和，萩野秀樹

チタン合金を水中で放電加工することによって，形状加工と同時に加工面を種々の色調に仕上げることができる。Tiの陽極酸化皮膜での光の干渉現象に基づく発色機構をさらに詳しく調べるため，EPMA，ESCAによって着色面の表面状態を分析した。その結果，酸化膜は最表面近傍ではTiO₂，内部ではTiO₂+Ti₂O₃+TiOと推定され，酸化膜の厚さは平均加工電圧に比例して増加し，膜厚によって仕上げ面の色調が決定される。

チタン合金の放電加工によるカラーリング

第1回生産加工・工作機械部門講演会（京都市）
（11.3.31）

○南 久，増井清徳，塚原秀和，萩野秀樹

チタン合金の新しいカラーリング法として，水中での放電加工を利用した手法を提案し，加工面への着色機構と着色制御法について検討した。着色は放電によって露出した金属面に対して，その直後の電解作用で生成される酸化皮膜での光の干渉による発色に基づき，平均加工電圧を制御することで加工面を任意の色調に表現できる。

放電加工によるチタン合金の着色仕上げ

電気加工学会論文賞授賞記念講演（東京都）（11.6.8）

○南 久，増井清徳，塚原秀和，萩野秀樹

意匠性付与を目的としたチタン合金の着色仕上げ法を開発した。水中での放電加工を利用した本着色法は，特別な処理液が不要で，形状加工と同時に着色面を得ることができるため，環境に優しいチタンの新しい仕上げ加工法の一つとして期待できる。本講演では加工面への着色機構，着色性に及ぼす加工条件の影響などについて概説した。

炭酸ガスレーザーによるチタンの表面改質

平成10年度溶接学会秋季全国大会（新潟市）（10.10.9）

○野口修一，萩野秀樹，増井清徳

高出力炭酸ガスレーザーを用い，純チタンの表面にアルミおよびニッケルを合金化し，TiAlおよびTi-Ni金属間化合物の形成を試みた。その結果，それぞれ母材の純チタンに比べ非常に硬い表面合金化層が得られた。Ni粉末の添加によりレーザーパワー3kW，加工速度

10mm/sの場合，Ni粉末供給量0.187g/sで硬さ約HV650の合金層が得られ，耐摩耗性の向上が期待できることがわかった。

50W級高エネルギー密度半導体レーザーの開発とその溶接特性

平成10年度溶接学会秋季全国大会（新潟市）（10.10.8）
野口修一，○他

従来の半導体レーザーは材料加工に適用するには限界があるので，複数の半導体レーザーを結合させて出力を上げ，小さなスポット径に集光することで高エネルギー密度半導体レーザー材料加工システムを開発した。ビームの径，形状およびエネルギー密度を調べ，さらに軟鋼板を用いて溶接特性を調べた。その実験結果から材料加工への適用を検討した。

Processing Characteristics of a High Energy Density Diode Laser System

Int.Symposium on Environment-Conscious Innovative Materials Processing with Advanced Energy Sources (ECOMAP-98) (Kyoto,Japan) (10.11.26)

野口修一，○他

15Wのダイオードアレイを4本結合させることで50W級高エネルギー密度半導体レーザーの開発を行った。最大で出力48W，エネルギー密度60kW/cm²が得られた。溶接特性を調べた結果，0.4mmのSS400で速度1mm/sにおいて深さ200μmのビードが得られた。

High Energy Density Diode Laser System

The 52nd Annual of the International Institute of Welding (Lisbon,Portugal) (11.7.23)

野口修一，○他

807nmと940nmの1kW半導体スタックをそれぞれ2本ずつ4本用いて，ビームを合成し2kW級半導体レーザーシステムの開発を行った。その結果，焦点距離におけるビーム径は966μmで，エネルギー密度は235kW/cm²が得られた。また，溶接特性について検討した結果，5mm厚のSUS304を溶接速度0.24m/minで貫通させることができた。

炭酸ガスレーザーによるチタンの溶接

電気加工学会第162回電気加工研究会（大阪市）（10.5.15）

○萩野秀樹，野口修一，増井清徳

炭酸ガスレーザー加工機を用いてチタンの溶接を行い，その溶接性を引張試験等の機械的特性によって評価し，特別なアフターシールドがなくても良好な溶接が行え

るレーザ出力、溶接速度の条件を調べた。また溶接時の温度について実験とシミュレーションを行い、TIG溶接の場合と比較した結果、レーザ溶接の方が試料の冷却が速く、高温となる領域も小さいことを示した。

CO₂レーザによるチタン表面の合金化処理

電気加工学会全国大会（海老名市）(10.12.2)

○萩野秀樹，野口修一，増井清徳

チタンは比強度と耐食性に優れているが耐摩耗性に劣る金属であるため、Ni粉末を供給しながら炭酸ガスレーザを用いてチタンの表面合金化を試みた。その結果、0.3~0.8mmの深さまでTi-Ni合金層が形成され、母材よりも硬い層が得られた。また、摩耗試験を行ったところ、得られた合金層は母材よりも優れた耐摩耗性を示した。

展開ブランクのプレス成形と接合の複合化による深い容器の成形プロセスに関する研究

平成10年度機械金属連合部会 近畿地方部会研究交流会（工業技術連絡会議）(彦根市) (11.2.17)

○白川信彦，他

展開ブランクのプレス成形は、絞り成分を減少させるためにフランジの一部を切り取っているため、一工程で非常に深い容器を成形することができる。このプロセスを軟鋼板、ステンレス鋼板、亜鉛めっき鋼板、アルミニウム板、チタン合金板に適用し、特に変形抵抗の高い材料の場合に起こりやすい形状不良等の問題を明らかにした。また、展開ブランクの形状を変化させ、成形荷重や製品形状に及ぼす影響を調べた。

圧延ロールと鋼細線を工具としたフレキシブル板材加工法(ワイヤ補強アルミニウム板材の製造)

平成10年度塑性加工春季講演会（吹田市）(10.5.15)

白川信彦，○他

圧延ロールとピアノ線を工具としてアルミニウム板材の溝付け加工を行い、その後、その溝内にピアノ線の埋め込み加工を行って、ワイヤ補強アルミニウム板材の製造を試みた。そしてその加工性の問題点と加工条件について検討した結果、予加工として断面が凸型の板を成形する必要があること、埋め込むピアノ線の表面性状により補強効果が大きく左右されることが明らかになった。

脳波解析による繊維製品の性能評価

平成10年度繊維学会年次大会研究発表会（東京都）(10.6.24)

○山本貴則，石倉信作

繊維製品(Tシャツ)の素材特性について、感覚の変化に関係する脳波を計測、解析し、着用感の変化から検討を行った。発汗後の安静状態の脳波の変化は、Tシャツ素材の違いより各周波数帯域や含有率が異なり、これらの変化がべたつき感や密着感など着用感の変化に関係すると考えられる。

大気圧プラズマ処理した羊毛表面の形態

平成10年度繊維学会秋季研究発表会（岐阜市）(10.9.28)

○田原 充，中島陽一，木村裕和，高岸 徹

低温プラズマ処理および大気圧プラズマ処理した羊毛の表面を走査型電子顕微鏡によって観察した。低温プラズマ処理では、プラズマガスとして酸素を用いると酸化エッチングの効果によって表面の凹凸が大きくなったが、ヘリウムを用いると表面形状にほとんど変化がなかった。一方、大気圧プラズマ処理ではクチクルの表面に直径0.15mmの粒状物が非常に多く観察された。この粒状物はメタノールで完全に溶解することが分かった。また、X線光電子分光法による分析では粒状物の生じた表面からカルボキシル基の大きなピークが得られた。

大気圧グロー放電およびパルスコロナ放電による繊維の加工

低温プラズマ研究会講演会（福井市）(11.3.25)

○田原 充

常圧プラズマ処理は従来の減圧を要する低温プラズマ処理と異なり、1気圧の圧力下で高分子の処理が可能である。そのため、低温プラズマ処理で困難であった、air-to-airの連続処理が容易に行える。ここでは大気圧グロー放電、およびパルスコロナ放電による処理を羊毛の防縮加工を中心に紹介した。

モリブデン酸を反応試薬とするキャピラリー電気泳動分析

日本分析化学会第47年会（岐阜市）(10.10.8)

○中島陽一，他

分析目的イオンとモリブデン酸とを錯形成反応させ陰イオン錯体としたのち、キャピラリー電気泳動法を適応すれば、単独イオンを分析するよりも高感度かつ簡便に一斉分析が可能となる。今回、モリブデン酸と錯形成する、鉄、クロム、アルミ、などのイオンを用い、その分離挙動について研究した。また、泳動液の種類及びそのpHの影響についても調べた。その結果、鉄(III)をのぞく3価イオンについて同時分析が可能で

あった。

大阪特産物の高品質化のための光学的評価技術の開発 —繊維製品の抗菌性付与への適用—

日本テクノマート第95回技術説明会第2部技術セミナー（大阪市）（10.6.24）

○高塚 正，浅澤英夫，野澤繁夫，森脇耕介

中谷幸太郎，他

繊維製品の抗菌性は高付加価値化技術であり，新たな抗菌剤を新規に加工する技術の開発が求められている。そこで，繊維製品に対して抗菌効率の良い，均一で風合いを損なわない技術を確立することを目的として，将来有望な抗菌剤を用いた繊維加工処理法，抗菌剤処理濃度や加工特性を評価する簡便な光学技術を検討した。具体的には，表面活性化技術を用いたキトサン加工とマイクロカプセル化技術を用いたヒノキチオール加工を行った。

微生物を用いた材料評価法「繊維製品の抗菌性試験方法」JIS L 1902-1998について

第7回繊維応用技術研究会（大阪市）（11.3.26）

○高塚 正

SEKの抗菌効果認定試験法が変更になるとともに定性法しかJIS化されていなかったが今回定量法もJISに盛り込まれた。従来，溶出タイプの抗菌加工繊維製品には菌数測定法，非溶出タイプ加工品にはシェークフラスコ法が適用されてきたが，今年の2月から全面的に統一法に切り替えられた。この統一法がJIS抗菌定量法として「繊維製品の抗菌性試験方法」JIS L1902-1998(H10.9.20改正)取入れられた。

羊毛，綿粉末を担持基材とした消臭顆粒の作製と消臭性能

平成10年度繊維学会年次大会研究発表会（東京都）（10.6.24）

近藤 敬，○他

天然繊維系産業廃棄物の有効再利用を目的として，羊毛および綿繊維屑から得られた微粉末の高機能化について検討した結果，消臭剤の担持基材としての利用が可能であることがわかった。とくに，消臭剤にフタロシアニン誘導体を，消臭剤担持基材および顆粒基材に羊毛粉末およびセルローズ誘導体粉末を用いた消臭顆粒は，アンモニアおよび硫化水素に対してより消臭効率の高い実用的な消臭顆粒となった。

金属銅塗布資材及びキトサン系物質塗布資材による

チャコウラナメクジの忌避効果

農林技術センター試験研究発表会（羽曳野市）（11.3.15）

近藤 敬，○他

ナメクジは各種野菜・花き・果樹の難防除害虫であり，効果的な防除手段・方法の開発が強く要請されている。金属銅及びキトサン系物質はナメクジに対する忌避効果があることが知られており，これらの物質を塗布した資材を製作し，その忌避効果を検討した。その結果，キトサン系物質を利用したものは90%以上の忌避効率を示し，市販のナメクジ忌避資材と同等程度の忌避効果を示すことがわかった。銅板の忌避効率は87.4%であった。なお，忌避効率100%であるキトサン/塩酸塗布フィルムでも灌水処理をすると忌避効率は速やかに消失してしまう欠点も見つかり，実用化には今後工夫する必要がある。

大阪特産物の高品質化のための光学的評価技術の開発 —光学評価技術の基礎—

日本テクノマート第95回技術説明会第2部技術セミナー（大阪市）（10.6.24）

○森脇耕介，中谷幸太郎，高塚 正，浅澤英夫，野澤繁夫，他

本研究は，大阪特産物の高品質化技術の開発を目的として，府立試験研究機関の共同研究として実施した。大阪特産の農林水産物や繊維製品に対して画像解析法，光ファイバ法などを適用し，非破壊，迅速，安全な品質評価技術の開発，改良を行うとともに，これら光学的評価技術の特性を活かして，各種特産物における実際的な品質向上技術の開発も行った。また，販売促進のあり方についても提案し，各研究者から具体的な成果を紹介した。

Illumination Invariant Detection of Multicolored Object Using Sampled Spectrum Image

11th Scandinavian Conference on Image Analysis (SCIA'99) (Kangerlussaq, Denmark) (11.6.7-11)

○森脇耕介，中谷幸太郎

入射光の分光強度分布を数点の波長でサンプリングした値を画素値に持つ「離散分光画像」を利用することによって，照明光の分光強度分布の変化が未知であっても，多色物体の検出が可能であることを示す。光の波長に関してデルタ関数状の分光感度特性をもつ5チャンネル撮像系を，干渉フィルタと高感度CCDカメラの組み合わせにより等価的の構成した。照明光の変化に対する離散分光画像の画素値の変化は対象物の色彩には無関係で，照明光の分光強度分布の変化率にの

み依存する。このことを利用して、あらかじめ記憶した複数の表面色をもつ対象物をシーン中に検出し、同時に照明光の分光変化率を推定できる。

布画像からの視覚的特徴量抽出

1998年電子情報通信学会ソサイエティ大会（甲府市）（10.10.1）

○中谷幸太郎，森脇耕介，他

繊維製品の画像から見栄え等の視覚的特徴量を抽出する手法を提案した。ファブリックの柄は、デザインが意図した柄本来の模様と、糸の交錯による規則正しい微細凹凸模様の繰り返しから成っている。これらを、離散的フーリエ変換のパワースペクトル値として抽出し、周波数と角度成分の分布より、柄の粗さと方向性の定量化を試みた。繊維製品デザイン評価の一手法への応用が考えられる。

画像処理による織物デザインの印象計測の試み

平成10年度電子近畿地方部会電子技術研究交流会（工業技術連絡会議）（奈良市）（10.12.10）

○中谷幸太郎，森脇耕介，他

織物デザインから受ける印象と関連性のある特徴量を画像処理によって抽出し、製品の売り上げとの相関関係を分析することによりデザイン指標を作成することを目的とした。報告では、柄の方向性と配色傾向に着目し、画像処理によりこれらに関する特徴量の分布を実際の織布から求め、印象との関連性について考察した。

軸方向に温度分布を持つ管路系の音響特性解析

日本機械学会東北支部秋田地方講演会（秋田市）（10.8.21）

箕輪晃男，○他

燃焼炉や燃焼装置はある燃焼条件で燃焼振動を発生する場合があるが、その発生機構の解明と防止対策は未解決問題で、早急な解決が望まれている。燃焼振動は管内での定在波現象で、燃焼振動時のように管路系の軸方向に温度分布がある場合、発生機構ならびに管路系の固有振動数や音圧モードは理論解析では求まらない。本研究では従来の有限要素法に対して質量変位を導入した1次元の燃焼振動特性解析プログラムを開発した。本プログラムを用いて、軸方向の温度分布が有り無しの一様管と直管タイプの燃焼管に対して管路系の固有振動数とその音圧モードを計算した結果は測定結果と良い一致が得られ、また、算出した発振エネルギーから燃焼振動の発生予測が利用できることがわ

かった。

アルミドロス中の金属アルミの簡易分析法

第96回軽金属学会春期大会（熊本市）（11.5.15）

○石島 悌，浦谷文博，藤田俊策，山崎 清

アルミニウム溶解時に発生するアルミニウムドロス（アルミ残灰）に含まれる金属アルミニウムの量を測定する方法を研究した。従来から行われている臭素分析法は、熟練したオペレータによる長時間の作業を必要とするので、より短い時間で誰でも簡単に測定が行える方法の登場が望まれている。本研究では、電気的な方法を用いることにより、精度は高くないものの、誰でも短時間で簡単に測定できる方法を検討した。

電波吸収体と電磁シールド材の評価法

大阪府電磁波利用技術研究会第7回基礎技術講習会（和泉市）（10.10.15）

○松本元一

近年の電磁環境の悪化により、電波吸収体や電磁シールド材の必要性が高まった。これらの製作には、評価技術の習得が不可欠である。本報告では、電波吸収体と電磁シールド材の主な特性を明らかにし、製品の評価に必要な項目と、その測定法を解説した。また当研究所が所有する3種類の電磁シールド材評価装置を紹介し、その使用法を教授するとともに、測定結果を考察した。

電磁環境問題における電磁シールド材の有効利用

生活環境と繊維の研究会公開講演会（大阪市）（11.2.26）

○松本元一

デジタル技術の急速な進展は、我々の生活に便益をもたらしたが、一方では高周波ノイズの発生や、通信電波の侵入による誤作動によって不利益をもたらしている。このような電磁環境問題に対応すべく電磁波の発生、侵入を防ぐ電磁シールド材が多数開発されている。本講演では、電磁環境問題が起こる理由、電磁環境問題への対応策、電磁シールド効果の解説、電磁シールド特性の評価法、電磁シールド材を有効に利用するための問題点などについて発表した。

大阪府立産技研の電波暗室のサイトアッテネーション特性について

電子連合部会第8回EMC研究会（工業技術連絡会議）（山梨県河口湖町）（10.9.17）

○田中健一郎

大阪府立産業技術総合研究所の10m法対応電波暗室

(電波半無響室)のサイトアッテネーション特性について、幾何光学的手法によるシミュレーション計算を行ったところ、実測と近い結果が得られた。

幾何光学シミュレーションによる電波半無響室内における供試体および測定アンテナの最適配置の計算

大阪府電磁波利用技術研究会第2回シンポジウム(和泉市)(10.11.26)

○田中健一郎

電波暗室内の様々な位置に送信アンテナおよび受信アンテナを配置した場合のサイトアッテネーションを幾何光学手法により計算することで、理想オープンサイトからの偏差が最小となる供試体と測定アンテナの配置を調べることができる。

信号処理回路を一体化した匂いセンサの開発

平成11年電気学会全国大会(山口市)(11.3.24)

○大川裕蔵, 夏川一輝, 他

いくつかの感応膜を載せた半導体ガスセンサシステムの開発を行っている。このセンサシステムは数種の感応膜を用い、そして感応膜本体の加熱温度を変えてデータを取得・解析することにより匂いを識別しようとするものである。またこのシステムではセンサ信号等を増幅および制御するのに必要な信号処理回路を一体化させて小型化することも目指している。今回はセンサシステムの概要と検知ガスに対する実験結果を報告した。

Array-Type Micro-Machined Gas Sensing System Transducers'99 (Sendai, Japan) (11.6.9)

大川裕蔵, 夏川一輝, ○他

SnO_2 , In_2O_3 , ZnO 等、数種の半導体型ガス感応薄膜を蒸着したガスセンサシステムを開発している。このシステムは検知ガスに対する各種感応膜の反応を総合的に判断して匂いを識別しようとするものである。感応膜を加熱するマイクロヒータをマイクロマシン技術で製作し、感応膜の反応を検知するための信号処理回路及び電力消費を抑えるための制御回路を組み込んだチップを半導体プロセスで製造した。その概要を発表する。

酸素富化による省エネルギー

第6回資源環境連合部会総会及び研究発表会(工業技術連絡会議)(米子市)(10.6.4)

○入江年優, 表原靖男, 東 忠宏, 磯田 徹

バッチ式セラミック焼成炉(4m³のシャトルキルン)

の処理温度は約1700℃の高温で、昇温から保持、冷却時間を含めると約125時間をかけて焼成処理されている。本炉の熱精算では、セラミック焼成に必要な有効熱(熱効率)は2.4%と低く、熱損失の大半は燃焼ガスの熱損失(30.4%)、炉壁の蓄熱損失(9.4%)及び台車の熱損失(3.4%)である。そこで、従来の燃焼用空気の代わりに酸素富化させることにより、燃焼排ガスを低減させ、火炎温度を上昇させることにより、燃焼効率、熱効率を改善し、省エネルギー化を図り、CO₂排出量の低減化を行った事項について発表した。

酸素富化燃焼によるセラミック焼成炉の迅速焼成

無機マテリアル学会第97回学術講演会(宇部市)(10.11.4)

○入江年優, 表原靖男, 東 忠宏, 磯田 徹

バッチ式セラミック焼成炉の処理温度は約1700℃で、昇温から保持時間まで66時間をかけて焼成されている。そこで、このセラミック焼成炉の省コスト化を図るために通常空気燃焼よりも酸素濃度を23%に富化した場合について実験検討を行った。この結果、酸素富化燃焼では、通常空気燃焼よりも1バッチ当たり18.3%の燃料削減となったが、液体酸素を使用したことから、その差引省コスト効果はそれ程大きくなかった。しかし、CO₂排出ガスの18.3%削減となり、地球温暖化防止に貢献し、また炉の操業時間が14時間の短縮可能となり、炉の稼働率の増加、生産性の向上等が期待できることがわかった。

燃焼振動の発生予測と対策に関する検討

(その1 小規模実験装置による結果)

日本機械学会D&D'98(札幌市)(10.8.20)

東 忠宏, 表原靖男, ○他

燃焼振動研究のため、小規模ガス燃焼装置を製作し、振動が生じるときの管軸上各点の温度や音圧の分布を振動数とともに測定した。音響特性、発振係数を計算し、実験値と比較した。また、いくつかの振動抑制策を試みた。その結果、振動生成はエネルギー分布から予測できること。燃焼室上流側の容積を小さくしたり、良好に調律された共鳴器を用いると振動を抑制できることなどがわかった。

燃焼振動の発生予測と対策に関する検討

(その2 実規模実験装置による結果)

日本機械学会1998年度熱工学講演会(名古屋市)(10.11.15)

○東 忠宏, 表原靖男, 磯田 徹, 他

燃焼量116.3kWの都市ガス燃焼装置を製作し、燃焼実験を行い、周波数や音圧分布を測定するとともに、音響解析プログラムの計算結果と比較した。その結果、バーナ火炎部の発振エネルギー係数が正となると燃焼振動が起きること、その係数の大きさを振動発生予測が可能であることがわかった。また、振動防止策として、適切に設計した共鳴型消音器の設置、バーナ上流側の容量の縮小が有効であることも確かめた。

銅合金鋳物溶解炉の省エネルギー

資源環境連合部会近畿地方部会第10回研究会（工業技術連絡会議）（和歌山市）（11.2.17）

○東 忠宏

大阪府下の中小銅合金鋳物工場で使用されている溶解炉の現状解析を行い、中小工場対策費が償却可能な省エネ策を検討・実施し、次のような種々の成果を得た。1. 内壁を耐火煉瓦からセラミックファイバーに変更し、4割程度熱効率が向上した。2. 炉出口を絞ることにより、初回溶解エネルギー原単位が11.4%低減した。3. 夜間などの炉休止時に炉を密閉し、初回溶解エネルギー原単位が3%低減した。

混合促進型低NOxオイルバーナの開発

日本機械学会関西支部第256回講演会（彦根市）（10.10.24）

○磯田 徹，東 忠宏，表原靖男，入江年優，他

二流体噴射ノズルを採用する混合促進型の低NOxオイルバーナを試作し、換算蒸発量350kg/hの貫流ボイラを使用して燃焼実験を行った結果、NOx排出値は35～40ppmとなり、従来の低NOxバーナの1/2程度までNOx排出を低減できることが明らかとなった。さらに、燃焼室熱負荷率を定格値の40%程度増大させた場合でも、同等のNOx低減効果が得られることが判明した。

環境に優しいクリーン燃焼技術

まちの会社の実践技術講座（東大阪技術人材セミナー）（東大阪市）（11.1.29）

○磯田 徹

プロイラー鶏糞の焼却について

第6回資源環境連合部会地域連携研究発表会（工業技術連絡会議）（米子市）（10.6.4）

○宮内修平，井本泰造，岩崎和弥，他

プロイラー鶏糞の排出量は年間750万トンにも達しており、堆肥化処理では処分しきれなくなっている。そこで、鶏糞を焼却し廃熱回収と共に、焼却灰は資源

循環型肥料として回収できないか検討を行った。その結果、鶏糞の発熱量は約10メガジュール/kgあり、雑芥焼却炉で焼却可能であり、焼却灰にはリン、カリ、カルシウムの含有が多く、しかも、重金属の溶出がないことから、十分肥料として流通に耐えるものと分かった。

旋回式燃焼炉による鶏糞の焼却処理について

資源環境連合部会 第7回研究発表会（工業技術連絡会議）（那覇市）（11.6.10）

○宮内修平，井本泰造，岩崎和弥，他

我が国で大量に発生する鶏糞の処理方法として焼却処理があるが、コスト、メンテ、運転方法および排ガス規制等多くの課題がある。本研究は、旋回式燃焼炉を用いて鶏糞の完全焼却処理を試みた結果、排ガス酸素濃度12%換算における一酸化炭素濃度5ppmという非常に小さな値が得られ、ダイオキシン濃度についても0.27ナノグラムと厚生省基準値の約20分の1という小さな値が得られた。

中央卸売市場から排出される生ごみの堆肥化処理

資源環境連合部会 第7回研究発表会（工業技術連絡会議）（那覇市）（11.6.10）

○井本泰造，宮内修平，岩崎和弥，他

大阪府中央卸売市場から排出するごみは年間12,000トンにも達している。このごみの内80%が野菜くず、果物くず、魚あら等の生ごみであることから、堆肥化による生ごみの減量化について検討を行った。その結果、生ごみの減量率は約90%と大幅に減量し、また、堆肥としても家畜堆肥と比較しても遜色なく、堆肥として十分利用可能なものであった。

Silicon-Aluminum Oxynitride Composite Films Deposited by Reactive Ion Beam Sputtering

第12回イオン注入国際会議（IIT/98）（京都市）（10.6.24）

○鈴木義彦，小川倉一，吉竹正明，夏川一輝

アモルファスシリコン-アルミニウム酸窒化物薄膜（サイアロン）はパッシベーション膜として期待されているが、良好な膜は得られていない。サイアロンを反応性イオンビームスパッタ法により作製し、そのエッチング特性や、絶縁破壊電圧誘電損失から、従来に比べ良好な膜であることが分かった。

大阪府立産業技術総合研究所におけるセンサ・デバイス研究（大阪府先導的研究事業スーパーアイメージセンサ研究開発等を中心に）

電気学会センサマイクロマシン部門 (E部門)センサシステム応用技術委員会 (東京都) (11.2.24)

○鈴木義彦, 夏川一輝

大阪府立産業技術総合研究所におけるセンサデバイス研究開発状況について, 平成7年度から実施している産官学共同研究事業「マイクロデバイス作製基礎技術の開発」と, 大阪府先導的研究事業「スーパーアイメージセンサ研究開発」についてその内容を紹介した。また, 実用的な製品へと共同研究の成果が技術移転されている例等を含めて紹介した。

大阪府先導的研究「スーパーアイメージセンサ研究開発」について

電子情報通信学会電子デバイス研究会 (仙台市) (11.3.5)

○鈴木義彦, 夏川一輝

大阪府先導的研究プロジェクト「スーパーアイメージセンサ」の中で行っている①赤外線イメージセンサ, ②微分スペクトルイメージセンサ, ③超音波イメージセンサ, ④匂い判別イメージセンサと, これらを実現するための半導体プロセス技術の現状について報告した。それぞれのセンサの動作原理と, 開発のために行ってきた要素技術の研究内容について紹介を行うとともに, 本産官学共同研究の実施体勢づくりについても報告した。

高配向性PZT薄膜の強誘電特性: 成膜温度の効果

第11回電気学会全国大会 (山口市) (11.3.23)

○鈴木義彦, 田中恒久, 他

小型超音波センサ用に圧電薄膜であるPZT(Lead Zirconate Titanate)薄膜を対向ターゲット法により作製した。250℃の基板温度で成膜した膜は強誘電性を示すペロブスカイト構造を示している。このように低い成膜温度でペロブスカイト構造を得た例は今までにないが, リーク電流が大きくて, 電気特性が測定できなかった。この膜を700℃で空気中で熱処理を行うとペロブスカイトで(111)配向性の膜となった。配向性は成膜の基板温度により影響され, 285℃で成膜し, 700℃で熱処理をした膜が配向性もD-Eヒステリシスカーブも良好で, 良い強誘電性を得ることができた。

溶射法による任意形状空間を内包する金属物品の作製

日本溶射協会 67回全国講演大会 (大阪市) (10.6.19)

○花立有功, 藤田直也, 足立振一郎, 水越朋之

辻 栄治

構造部材の内部に, 軽量化あるいは流体の経路等の目的のため, 特定の空間を必要とする場合, 機械・電

気加工または接合法により作製されることがあるが, 得られる形状には制約がある。そこで, 空間形成材として低融点金属を用い, それを内包するように高融点金属の溶射を行い, 加熱処理を施すことによって, 前者を後者の溶射基体中に浸透させ, 前者の形骸を空間とする物品の作製法について検討を加えた。空間形成材として銅を, 溶射材料として低炭素鋼(0.10%C)を用いた。溶射はアーク溶射法を採用した。銅を内包した溶射体を, 還元性雰囲気下で銅の融点(1083℃)以上に加熱処理することによって, 銅を溶射層中に浸透させ, その形骸を空間とすることが可能であることがわかった。

WC-12%Co超硬合金粉末の基本的特性に関する研究

日本溶射協会 第67回全国講演大会 (大阪市) (10.6.18)

○藤田直也, 花立有功, 足立振一郎

WC-12mass%Co超硬合金粉末の基本的特性について調査・研究した。造粒した粉末に1200℃と1320℃の真空焼結を施した試料を比較した結果, 1200℃で焼結した試料は形態的にも構造・組成ともに造粒前のものと余り変化は見られなかったが, 1320℃焼結した試料は, 構造・組成は変化が見られなかったものの構成するWC粒子の形態に変化が見られ, 見かけ密度が高く, 流動性も向上した。

溶射法による任意形状空間を内包する銅系合金製物品の作製技術の研究

日本溶射協会 第68回全国講演大会 (東京都) (10.10.23)

○藤田直也, 花立有功, 水越朋之, 足立振一郎

辻 栄治

溶射法を適用した任意形状の空間を内部に持つ銅合金製部材の作製技術を研究した。スズ板の片面に銅板を配置したものを内包した銅の溶射体を作製し, 700℃, 800℃, 900℃で2時間の加熱処理を行った。800℃で銅板とスズ板の形状が空間となり, 900℃ではスズ融液に空間内部が浸食されて, より大きな空間になっていた。銅板は700℃以上でスズに浸食されて合金化しており, バルク材に比べて溶射体はスズに浸食されにくかった。

Morphology of Oxide in Thermal Sprayed Metal Coatings

Processing and Fabrication of Advanced Materials and Surface Modification Technologies (Singapore) (10.9.9)

藤田直也, 花立有功, 足立振一郎, ○他

ニッケル-クロム合金粉末を, 大気中でフレーム溶

射ならびにプラズマ溶射した皮膜の酸化物について調べた。皮膜中の酸化物は主にクロムの酸化物が層状に存在することがわかったが、皮膜を加熱処理するとクロム酸化物が球状化していた。また、皮膜を破断すると層状の酸化物の部分で破壊していたが、加熱処理した皮膜では、破面に球状の酸化物が観察された。

空間を内包する溶射成形品製造技術に関する研究

—銅溶射体の加熱処理の影響—

日本溶射協会 第69回全国講演大会 (大阪市) (11.6.17)

○藤田直也, 花立有功, 水越朋之, 足立振一郎

辻 栄治

錫を空間形成材として、空間を内包する銅溶射成形品を作製することができた。錫線を内包した銅溶射体を加熱処理すると、700℃以下では合金層を内壁に持つ錫線より小さな空間が、800℃以上では錫が溶射層に浸透し、錫線より大きな空間が形成された。1000℃で加熱処理した場合、形成された空間の周囲は溶融・凝固した銅-錫合金相が存在し、強度や耐食性の向上が期待できる。

空気プラズマによるTi溶射の反応挙動

日本溶射協会第67回全国講演大会 (大阪市) (10.6.18)

○足立振一郎, 藤田直也, 花立有功

チタンは反応溶射などの場合によく使用される金属材料の一つであるが、チタン粉末を空気プラズマで溶射を行うと、酸素や窒素と反応して酸化物TiO、Ti₂O₃、TiO₂や窒化物TiN、TiN_{0.3}からなる皮膜を生成する。そこで、この反応挙動を詳しく解明するためにプラズマの出力、溶射距離、供給チタン粉末の粒径などを変えて溶射を行い、その後X線回折により皮膜の生成物を測定した。その結果、プラズマ出力が高く、チタンの粒径が大きい場合は窒化物が、反対の場合には酸化物が多く生成する傾向にあることを確認した。また、基材の温度が反応生成物に与える影響なども調べた。

Ti-N-O溶射皮膜の摩耗特性

日本溶射協会第68回全国講演大会 (東京都) (10.10.23)

○足立振一郎, 藤田直也, 花立有功

チタン粉末を空気プラズマで溶射すると、酸素や窒素と反応して酸化物や窒化物などからなる皮膜を生成する。この皮膜はマイクロビッカース硬さが硬いことから、耐摩耗材料として有望であると考えられる。そこで、大越式迅速摩耗試験機で皮膜の耐摩耗性の評価を行い、さらには摩耗機構の解明や硬さと耐摩耗性の相関関係などについて報告した。

空気プラズマによるTi溶射皮膜の酸化と窒化反応に関する考察

日本溶射協会 第69回全国講演大会 (大阪市) (11.6.17)

○足立振一郎, 藤田直也, 花立有功, 水越朋之

空気プラズマ溶射によるTi溶射の反応挙動を解明するために、EPMAで溶射皮膜や捕獲した飛行粒子の分析を行った。その結果、飛行粒子の断面に酸素と窒素量の異なる2つの組織からなるデンドライト組織が認められたこと。この飛行粒子が基材と衝突して皮膜となる際には、酸化物と窒化物の層に分かれることなどが明らかとなった。

高耐食性Ti-TiN積層膜の最適設計と再現作製

日本熱処理技術協会 平成10年度春季講演大会 (名古屋市) (10.5.28)

○石神逸男, 三浦建一, 星野英光, 水越朋之

上田順弘, 浦谷文博

Ti-TiN積層膜各層の厚さがいかなる組み合わせのときにもっとも腐食環境遮断性を発揮しうるか、また、その設計指針に基づいた作製における再現精度向上の必須条件は何かを究明することを目的とした。まず、次の実験事実を明らかにした。(1)全厚さが同じでも総積層数が多い皮膜ほど良好な遮断性を示す。(2)最表面TiN層直下のTi層厚さが厚いものほど遮断性が向上するとは限らない。(3)電気量管理によると厚さの再現精度は非常に高い。そのうえで、次の提言を行った。(4)Ti層の挿入はTiN層の柱状晶分断効果だけではなく、TiN層に内在する圧縮応力の緩和作用を通じて遮断性を向上させている可能性がある。(5)電気量管理の有効性を高めるには、溶湯状態、とくに溶湯面の高さを一定に保つことが重要と思われる。

反応性イオンプレーティング法における化合物皮膜の機能強化法

日本真空協会産業部会 (東京都) (10.11.18)

○石神逸男, 三浦建一, 星野英光, 水越朋之

浦谷文博, 小川倉一

同じ化合物でも被覆方法を工夫することにより大幅な機能強化が達成できる。その具体的事例とそこに至るまでの基本的な考え方を下記の項目に沿って概説した。(1)プロセス・パラメータと膜質の間に潜在する因子およびそれらとプロセス・パラメータの関係、(2)膜質制御が困難な理由、(3)皮膜とバルク材の相違点と共通点、(4)新たな被覆技術開発における前記各項の取り扱い、(5)技術開発の具体的事例。

散により、焼結過程でのアルミナの粒成長が抑制され、高強度化が達成され、ジルコニアの分散に沈澱法を用いたものは、粒成長抑制の効果が大きいことがわかった。

Aqueous Precipitation and Attrition Milling-Combined Processes to Fabricate Strengthened Al₂O₃-5wt% ZrO₂ Composites

101st Annual Meeting & Exposition (Indianapolis, USA) (11.4.28)

○久米秀樹, 西川義人, 稲村 偉, 宮本大樹

アルミニウム, ジルコニウム, イットリウムの塩化物混合溶液にアルミナ粉末を添加した後, スラリーを直径0.5mmのジルコニア製メディアと共に強力攪拌(アトリションミル)すると同時に中和反応を行い, 900℃で仮焼してAl₂O₃-5wt% ZrO₂粉末を作製した。アトリションミルによって, アルミナ粒子に強力なせん断力が作用してアルミナ凝集粒子が微粉碎・分散され, アルミナ粒子の表面積増加した状態で, 中和反応をさせるため, 生成するZr-Al系水酸化物はアルミナ粒子間に極めて均質に分散する。仮焼, 所定形状の成形, 1500~1625℃の焼成後も焼結体中のジルコニアの均質分散性は維持され, かつ, マトリックスアルミナの微粒子化の効果と相まって, 1GPa以上の曲げ強度を有する優れた機械的特性が発現した。発表では, 焼結体の微細組織ならびに機械的特性との関係について述べた。

ビーズミル共沈法を用いたAl₂O₃-ZrO₂粉末の作製と焼結粉体粉末冶金協会 平成11年度春季大会 (東京都) (11.6.2)

○久米秀樹, 西川義人, 稲村 偉, 宮本大樹, 他

アルミニウム, ジルコニウム, イットリウムの塩化物混合溶液にアルミナ粉末を添加した後, ジルコニア製ビーズを用いてビーズミル粉碎を行い, 粉碎中にアンモニア水を添加して共沈反応をさせた(ビーズミル共沈法)。本方法では, 共沈反応によって生成したジルコニア系水酸化物が, アルミナ粒子が一次粒子に分散した状態でアルミナ粒子表面を被覆するため, 仮焼後も, アルミナ一次粒子表面にジルコニア微粒子が均質に分散した複合粉末を作製することができた。この複合粉末を成形, 焼成して, 焼結体の組織等を観察した結果, ビーズミルを用いないで作製した粉末より, ジルコニア微粒子の分散性に優れていることがわかり, 緻密化するための焼結温度が約50℃低くなった。このため, 微細なアルミナ結晶粒子を有する焼結体が得ら

れ, 最大曲げ強度が1GPaを越える等の優れた機械的性質が発現した。

ジルコニア分散高強度アルミナセラミックスの作製(IV) -ジルコニア量の影響について-

粉体粉末冶金協会 平成10年度春季大会 (東京都) (10.5.28)

○西川義人, 久米秀樹, 稲村 偉, 宮本大樹, 他

共沈法を用いてジルコニアを分散させることによりアルミナを高強度化できることがわかった。そこでジルコニアの量およびジルコニア中のイットリアの量を変化させることによって, 焼結体の曲げ強度にどのような変化があるかを調べた。実験では, ジルコニアの量を1.0, 3.5, 5.0, 10.0wt%と4通りに, ジルコニア中のイットリアの量を0, 0.5, 1.5, 4.0mol%と4通りに変化させ, 焼成温度を1525℃から1625℃までの範囲で変えて, 曲げ強度の変化を調べた。結果としては, ジルコニアの量が多いほどアルミナを高強度化できる傾向にあるが, ジルコニアの量が5wt%以上になると頭打ちになることがわかった。また, ジルコニア中にイットリアが存在しないと強度はあまり向上せず, 高強度化のためにはイットリアは必要であることがわかった。ジルコニア中のイットリアの量を変化させても, 曲げ強度に大きな影響を与えないことがわかった。

Strength Evaluation of ZrO₂-dispersed Al₂O₃ Prepared by the Coprecipitation

第15回韓日国際セラミックスセミナー (慶州市, 韓国) (10.9.18)

○西川義人, 久米秀樹, 稲村 偉, 宮本大樹, 他

ジルコニアの粒子を含むアルミナの出発原料を共沈法により作製した。ジルコニア分散アルミナの焼結体は高い強度を示し, 曲げ強度は平均で約700MPaであった。これは, アルミナのみものと比較して約2倍に相当する強度であった。今回は, 焼結体におけるジルコニア及びイットリアが強度に与える影響を調べることを目的として実験を行った。焼結体中のジルコニアの量(1.5mol%のイットリアを含む)を1.0, 3.5, 5.0, 10wt%と変化させた場合と, 焼結体中のジルコニアの量は3.5wt%に固定してジルコニア中のイットリアの量を0.5, 1.5, 4.0と変化させ, かさ密度および曲げ強度の変化を調べた。焼結体中のジルコニアの量が増えるほど曲げ強度は向上する傾向にあったが, 5wt%以上になると, 増加の割合が減少した。ジルコニア中のイットリアの量を変化させても曲げ強度に大きな変化は見られなかった。SEMによる破断面の組織観察から,

ジルコニア分散アルミナでは、アルミナマトリックスの粒成長が抑えられていることがわかった。これが強度向上の原因であると考えられるが、それ以外にも強度を向上させる要因があると思われる。

ジルコニア分散高強度アルミナセラミックスの作製(V) —高純度アルミナへの適用—

粉体粉末冶金協会 平成10年度秋季大会(石川県野々市町)(10.11.18)

○西川義人, 久米秀樹, 稲村 偉, 宮本大樹, 他

共沈法を用いてジルコニアを分散させたアルミナ原料粉末を作製し、成形体を適切な温度で焼成することにより、アルミナ単体材(強度約350MPa)の2倍程度の強度をもつジルコニア分散アルミナの焼結体ができることを報告した。今回は、高純度アルミナ(大明化学工業(株)製タイミクロンTM-DAR, 平均粒径 $0.2\mu\text{m}$, 純度99.95%)を使用し、アルミナマトリックスの平均粒径を小さくすることにより、機械的強度にどのような影響があるかを調べた。高純度アルミナ粉末をオキシ塩化ジルコニウム, 塩化アルミニウム, 塩化イットリウム(平均粒径 $0.6\mu\text{m}$, 純度99.5%)を使用したときは、 $1575\sim 1600^\circ\text{C}$ で焼成したときに曲げ強度の値が最大であった。粒径が $0.2\mu\text{m}$ と小さいために、焼結温度が低くなったと考えられる。

活性炭によって吸着・濃縮したNOの光触媒による無害化
日本化学会 第76春季年会(横浜市)(11.3.29)

○森 正博

活性炭で吸着・濃縮したNO_xを光触媒によって無害化する方法について、その利用可能性を実験室実験によって調べた。まず、道路トンネルにおけるような、5ppmNO-空気のNOを活性炭で吸着・濃縮し、次に、加熱・脱離によって生ずる、100-350ppm程度のNOのチタニア光触媒による無害化を試みた。キャリアーガスである空気の流量、脱離温度、通過させる光触媒の量などの条件によって適切に無害化できることがわかった。

IC一体化超音波センサの開発

電気学会E部門総合研究会物理センサ研究会(東京都)(10.11.6)

○田中恒久, 井上幸二, 鈴木義彦, 他

IC一体化超音波センサの開発を目標に、バルク型PZT(Lead Zirconate Titanate)超音波振動子と音響整合層により構成された小型超音波センサと、インピーダンス変換器と電流帰還型オペアンプにより構成されたアナログ信号増幅回路を作製した。小型超音波センサとアナログ信号増幅回路を結合して、超音波信号の受信評価を行ったところ、良好な受信増幅信号が確認できた。

対向ターゲットスパッタ法によるPZT薄膜の基板温度と熱処理による効果

1998年秋季応用物理学会学術講演会(広島市)(10.9.15)

田中恒久, 鈴木義彦, ○他

集積化超音波センサ用として、シリコン基板上に薄膜圧電材料が必要である。そこでPZT(Lead Zirconate Titanate)薄膜を対向ターゲットスパッタ法により作製した。対向ターゲット法は基板がプラズマ中から離れており、またターゲットと基板が垂直となるような構成であるため、スパッタされた高速エネルギー粒子が基板に直接飛来することが無いので、ペロブスカイト構造で、配向性を必要とする膜には最適であると言われている。本報告では成膜してできたAs Depo.の膜を空气中で熱処理する事により生じる膜の結晶状態の変化と、電気的特性について調べた。700°Cで熱処理することにより、ペロブスカイト構造で(111)面が基板に平行となる配向膜が得られた。また、得られた膜のD-E特性はきれいなヒステリシス特性が見られ、強誘電体薄膜であることを確認した。

対向ターゲットスパッタ法によるPb(Zr,Ti)O₃薄膜の作製
1998年秋季応用物理学会学術講演会(広島市)(10.9.16)

田中恒久, 鈴木義彦, ○他

集積化超音波センサ用として、シリコン基板上に薄膜圧電材料が必要である。そこでPZT薄膜を対向ターゲットスパッタ法により作製した。対向ターゲット法は基板がプラズマ中から離れており、またターゲットと基板が垂直となるような構成であるため、スパッタされた高速エネルギー粒子が基板に直接飛来することが無いので、ペロブスカイト構造で、配向性を必要とする膜には最適であると言われている。本報告では成膜条件と作製した膜のX線的に調べた結晶状態との関係について調べた。比較的低い温度でペロブスカイト構造が現れているが、パイロクロア構造や、PbOなどの不純物相も見られた。

対向ターゲットスパッタリング法によるPZT薄膜の作製
日本真空協会 第39回真空に関する連合講演会（大阪市）（10.11.12）

田中恒久，鈴木義彦，○他

対向ターゲットスパッタリング法によりPZT薄膜の作製をした。PZT薄膜の成膜速度の圧力，基板温度依存性を調べた。各種の成膜条件を成膜後のXRDパターンを解析しつつ検討した。

対向ターゲットスパッタリング法で作製したPZT薄膜のTi下部層の効果について

日本真空協会第39回真空に関する連合講演会（大阪市）（10.11.12）

田中恒久，鈴木義彦，○他

基板にTi薄膜の下部層を成膜した後に，対向ターゲットスパッタリング法により，PZT薄膜を成膜すると，基板温度が200度の低温プロセス下において，良好な(111)配向のPZT薄膜を得ることができた。PZT薄膜の結晶性は，基板温度及びTi下部層の膜厚に強く依存する。

対向ターゲットスパッタリング法で作製したPZT薄膜の熱処理による優先配向

日本真空協会第39回真空に関する連合講演会（大阪市）（10.11.13）

田中恒久，鈴木義彦，○他

対向ターゲットスパッタリングにより成膜したPZT(Lead Zirconate Titanate)薄膜に対して，熱処理を加えることにより，良好な(111)配向の強誘電体薄膜を作製することができた。PZT薄膜の結晶性は基板，アニール温度に強く依存する。

(111)配向性Pb(Zr,Ti)O₃薄膜の強誘電特性のアニール昇温速度による効果

第16回強誘電体応用会議 FMA-16（京都市）（11.5.27）

田中恒久，鈴木義彦，○他

対向ターゲットスパッタ装置を用いてRF700Wにて成膜したPZT薄膜について，成膜後のアニール昇温速度による薄膜の強誘電特性に対する効果について研究した。その結果，分極率P_s,P_rは昇温速度35度/分にて最大値をとることが分かった。このことより，薄膜の強誘電特性がアニール昇温速度に大きく依存することを明らかにした。

Structural and Electrical Properties of Highly Oriented PZT Thin Films Deposited by Facing Target Sputtering

第10回固体センサとアクチュエーターに関する国際会議トランスデューサー99 (Sendai,Japan) (11.6.10)

田中恒久，鈴木義彦，○他，

対向ターゲットスパッタリング法で作製した高配向性PZT薄膜の構造と電気的特性について検討した。PZT薄膜の成膜条件は，RF出力を700W一定にし，基板温度と，成膜後のアニール温度を変化させた。XRDパターンによる結晶性の評価結果より，高配向性(111)ペロブスカイト構造を得るための最適なアニール温度が700度であることを示した。またSEM観察よりアニール後の結晶粒の大きさは成膜時の基板温度に依存することを示した。作製したPZT薄膜の強誘電性を評価した結果，成膜時の基板温度285度，アニール温度700度において，分極率P_r,P_sが最大値を示すことを明らかにした。

Characterization of PZT Thin Film Deposited at Low Temperature by Reactive Facing Target Sputtering

第5回先端材料IUMRS国際会議 (IUMRS-ICAM'99)

(Beijing,China) (11.6.13)

田中恒久，鈴木義彦，○他

金属ターゲットと酸素ガスを反応させる反応性対向ターゲットスパッタリング法を用いてPZT薄膜を作製した。基板温度450度，全ガス圧0.4Paにて，成膜したPZT薄膜のXRDパターンにおいて，(111)ピークが一番強くなった。PZT薄膜の成膜条件として，低いスパッタリングパワー(DC)，高い酸素ガス分圧(アルゴンガスに対して)を用いることにより，スパッタ粒子の酸化が行われやすくなり，高配向性(111)ペロブスカイト構造が作製されやすいと考えられる。

Preferred Orientation and Ferroelectric Properties of Pb(Zr,Ti)O₃ Thin Films

第5回先端材料IUMRS国際会議 (IUMRS-ICAM'99)

(Beijing,China) (11.6.13)

田中恒久，鈴木義彦，○他

対向ターゲットスパッタリング法にて作製したPZT薄膜の配向性と強誘電特性について検討した。配向性には，成膜時の基板温度，成膜速度，成膜後のアニール温度，アニール昇温速度が強く影響する。基板温度285度，アニール温度700度，アニール昇温速度35度/分の条件にて作製したPZT薄膜が一番良い強誘電特性を示した。その時の分極率は，P_r=57，P_s=101 μC/cm²である。

低温プロセスにて作製したTi層を下部層とした高配

向性PZT薄膜の特性

第5回スパッタリングとプラズマプロセスの国際シンポジウム (ISSP'99) (石川県野々市町) (11.6.18)

○田中恒久, 鈴木義彦, 他

基板にTi薄膜の下部層を成膜した後に, 対向ターゲットスパッタリング法により, PZT薄膜を成膜すると, 基板温度が200度の低温プロセスにおいて, 良好な高配向性(111)ペブロスカイト構造のPZT薄膜を得ることができた. PZT薄膜の結晶性は基板温度, 全ガス圧, Ti下部層の膜厚に依存する.

Preparation and Characterization of High Oriented PZT Thin Films with Seeding Titanium Layer Deposited at Low Substrate Temperature

第5回スパッタリングとプラズマプロセスの国際シンポジウム (ISSP'99) (石川県野々市町) (11.6.18)

○田中恒久, 鈴木義彦, 他

真空プロセスを用いたセンサの開発とプラスチック上へのコーティング

産官学フォーラム「21世紀社会へ向けた山口県地域産業の展開」(宇部市) (11.1.22)

○吉竹正明

大阪府で実施している産官学共同研究である中核的研究事業「マイクロデバイスの作製基礎技術の開発」の成果の中から, これまでに実用化した研究および近い将来実用化できると思われる研究の結果として, 圧力センサ, 赤外線センサ, ポリカーボネートのハードコーティングを取り上げ, 事例をもとに研究紹介した.

CrNx薄膜を用いたサーミスタボロメータ型赤外線センサの開発

日本真空協会 第39回真空に関する連合講演会 (大阪市) (10.11.12)

吉竹正明, 日下忠興, 井上幸二, 小川倉一, ○他

素子を冷却することなく室温で動作し, またチョッパ機構を必要としない実用的なサーミスタボロメータ型赤外線温度センサを開発し, その特性について検討を行った. センサ材料に抵抗温度係数が大きいCrNx薄膜を用いてブリッジ回路を形成し, 赤外線の吸収および反射膜を形成することで出力の増大を図った. センサの出力は時定数が約2秒で, センサ温度より高い温度と低い温度の出力が正負逆に出力され, 非接触の温度センサとして使用可能であることがわかった.

マグネトロンスパッタ法による酸化チタン膜の作製と光触媒膜への応用

日本真空協会 第39回真空に関する連合講演会 (大阪市) (10.11.12)

○野坂俊紀, 箕 芳治, 吉竹正明, 岡本昭夫
小川倉一, 他

近年, 酸化チタンの光触媒効果が注目され, 盛んに検討されている. 現状では酸化チタン粉末を使用しているが, 固定化の際にバインダーが必要となり触媒効果が著しく低下することから基板への直接コーティング法が検討されている. そこで基板に直接成膜できるマグネトロンスパッタ法により酸化チタン膜の作製を検討した. その結果, アセトアルデヒド分解効果に優れた酸化チタン膜が作製できた.

New Type of Gas Sensor Using Carbon Soot Prepared by Arc Method

9th. Int. Conf. on Modern Materials & Technologies, Academy of Ceramics (Florence, Italy) (11.6.14-19)

○野坂俊紀, 櫻井芳昭, 夏川一輝, 他

カーボンアーク法で作製したフラーレンを含む炭素ススをを用いてペレットおよび厚膜型的气体センサを作製し, 室温で各種ガスに対するセンサ抵抗変化を調べた. その結果, アンモニア, トリエチルアミンによりセンサ抵抗は減少するが, アセトアルデヒドでは逆に増加した. 水素, メタンには抵抗変化は見られず, ガス種に対し室温で選択性のあることが分かった. また, センサにNiを添加すると, NO₂ガスに対する感度を向上できた.

RFマグネトロンスパッタ法による窒化銅薄膜の作製

日本真空協会 第39回真空に関する連合講演会 (大阪市) (10.11.12)

○野坂俊紀, 吉竹正明, 岡本昭彦, 小川倉一, 他

窒化銅は逆-酸化レニウム構造で格子の中心に元素がないため, 元素ドーピングにより電気的・光学的特性が著しく変化する可能性がある. しかし, これまでにほとんど検討されていない. そこでRFマグネトロンスパッタ法により窒化銅薄膜の作製を検討した. その結果, (100)方向に優先配向した窒化銅薄膜が作製できた. また, 成膜時の窒素分圧を増加させると膜中に過剰の窒素が含まれることがわかった.

フラーレンを含む炭素微粒子を用いたガスセンサ

第15回電子連合部会電子近畿地方部会 (工業技術連絡会議) (大阪市) (10.10.21)

○野坂俊紀, 櫻井芳昭, 夏川一輝, 他

フラーレンを含む炭素微粒子はアンモニアを著しく吸着することから, 炭素微粒子を使って厚膜タイプのセンサを作製し各種ガスとの応答性を検討した. その結果, アンモニアやアセトアルデヒドのような極性ガスに対しその電気抵抗が変化しガスセンサとして利用できることがわかった.

励起粒子ビームによる薄膜形成

第3回ナノビーム技術シンポジウム (日本学術振興会荷電粒子ビームの工業への応用第132委員会) (静岡県田方郡) (10.5.20)

○岡本昭夫

真空を利用した薄膜形成手法において, 基板温度を上げることなしに種々の化合物薄膜が作製できれば, 基板材料の選択の幅が広がり, 応用分野も拡がると考えられる. そこで, 我々は, 化合物作製に必要な反応ガス(酸素, 窒素等)を励起して基板に照射し, 尚かつダメージを与えないような励起粒子ビーム源を開発してきた. ここでは, この励起粒子ビームを用いた酸化物及び窒化物薄膜の形成方法及びその特性について述べた.

マルチキャピラリーガス導入を用いた励起線源による窒化炭素薄膜の形成

日本真空協会 第39回真空に関する連合講演会 (大阪市) (10.11.12)

○岡本昭夫, 野坂俊紀, 吉竹正明, 小川倉一

当所で開発した励起ビーム源はマルチキャピラリーによるガス導入と高周波励起を用いてることを特徴とするもので, 非常にコンパクトで種々のガスを励起して指向性良く目的物に照射することができる. この励起ビーム源を利用して, 近年, ダイヤモンドよりも硬いと注目されている β - C_3N_4 薄膜の室温合成を目指した基礎実験を行った. 導入ガスにはメタンと窒素の混合ガスを用い, 高周波電力を100~200W印加して成膜した結果, 室温のガラス基板やSi基板のみならず高分子(ポリカーボネート)基板上へ, 非晶質で, C≡Nの結合を含む窒化炭素薄膜の作製が可能であることがわかった.

励起粒子ビーム源の開発とその応用

地域大プロ「機能性薄膜の精密コーティング技術」成果報告会 (大阪府池田市) (11.6.14)

○岡本昭夫, 吉竹正明, 日下忠興, 野坂俊紀, 笥 芳治, 鈴木義彦, 小川倉一, 他

平成8年度から平成11年度まで大阪工業技術研究所との共同研究として, 地域大プロ研究「機能性薄膜の精密コーティング技術」を実施してきた. 本プロジェクト終了に伴う成果報告会において, これまでに行ってきた励起粒子ビーム源の開発成果とそのビーム源を用いて, 室温基板上へ種々の化合物薄膜が作製できることを見いだした結果について報告した.

無冷媒マグネットの応用

平成11年度第1回講演会 (和泉市) (11.5.14)

日下忠興, ○他

これまで, 強磁場環境を得ることが容易でないため, 強磁場利用技術の開発はほとんど行われていない. 最近, 無冷媒超伝導マグネットが開発され, 比較的簡単に強磁場を利用することが可能になった. 本講演では, 無冷媒超伝導マグネットの様々な分野での応用や新しい技術開発の可能性について展望した.

レーザアブレーション法を用いたLiNbO₃薄膜の作製

日本真空協会 第39回真空に関する連合講演会 (大阪市) (10.11.12)

○笥 芳治, 岡本昭夫, 櫻井芳昭, 西川義人

小川倉一, 他

LiNbO₃は強誘電性, 圧電性, 焦電性などの特性を有しており, 大きな一次の電気光学効果を利用した光導波路素子, 圧電性を利用した表面弾性波素子などに応用されている. しかしこれらの優れた特性を薄膜で利用するためには, 単結晶膜あるいは高配向膜である必要がある. 今回, レーザアブレーション成膜装置を用いてサファイヤ基板上に高配向なLiNbO₃膜の作製を試みた. その結果, 成膜パラメータを最適化することでバルクと同程度の屈折率を持つ高配向膜を作製することができた.

レーザアブレーション法によるZnO:X薄膜の作製と誘電特性

平成11年春季応用物理学関係連合講演会 (野田市) (11.3.31)

笥 芳治, 日下忠興, 岡本昭夫, 井上幸二, ○他

近年, ZnOバルクにおいて, Znサイトの一部をLiで置換すると強誘電性が発現することが報告された. ZnO薄膜は, 他の強誘電体物質に比べて低温で高配向膜の形成でき, また, 複雑な組成制御が不必要であるという優れた特徴を有している. 今回, PLD法によりZnサイトの一部をLiおよびMgで置換した膜を用いて, 強誘電体薄膜メモリー素子構造の1つであるMFIS構造

を作製し、電気的特性を調べた結果、C-V特性についてヒステリシスが観察された。

レーザー光エネルギーを利用した複合薄膜の作製

地域大プロ「機能性薄膜の精密コーティング技術」成果報告会（大阪府池田市）(11.6.14)

○寛 芳治, 日下忠興, 小川倉一, 他

平成6年度から平成10年度まで大阪工業技術研究所との共同研究として、地域大プロ研究「機能性薄膜の精密コーティング技術」を実施してきた。分担テーマとしては、(1)「高密度低エネルギーイオン源およびラジカル源の開発と製膜技術への応用」、(2)「レーザー光エネルギーを利用した複合薄膜の作製」である。レーザーアブレーション法を利用した酸化物薄膜(酸化物超伝導体、巨大磁気抵抗効果、光応用など)の作製について報告した。

顕微レーザーラマン分光法による顔料及び塗膜表面分析

平成10年度物質工学連合部会近畿地方部会化学専門部会に係わる研究発表会(工業技術連絡会議)(奈良市)(10.10.2)

○蔵本暢浩

大阪の地場産業の一つである塗料・塗装業界への技術支援に貢献する目的から、有機顔料の構造分析や塗膜の表面分析に顕微レーザーラマン分光法を活用することを試みた。当該分野で従来から多用されている赤外分光法と比較し、特に顔料の微細構造解析や塗膜の微小部の成分分析に有益であることを紹介した。

N,N-ジアルキル基を含むベンゾピリリウム系スクアリリウム色素の分子会合

日本化学会 第76春季年会(横浜市)(11.3.29)

蔵本暢浩, ○他

機能性色素の一つであるスクアリリウム色素は、固体膜中でH会合体やJ会合体を形成しやすい化合物として知られている。ここでは、その会合挙動を制御することを目的とし、色素分子に導入されるアルキル基の会合体形成に及ぼす影響について検討した。その結果、アルキル鎖の炭素数が16,18の化合物ではDMSO-H₂O中およびLB膜中でH会合体を形成し、炭素数が12以下の色素では会合体を形成せず、アルキル鎖長を変えることにより制御できることがわかった。

フェロセン骨格を連結部分に持つスクアリリウム二量体の合成と物性評価

日本化学会 第76春季年会(横浜市)(11.3.29)

蔵本暢浩, ○他

スクアリリウム色素は二量化することにより分子会合が制御でき、新たな機能発現が期待できるようになる。ここでは、ドナー部分としてジアルキルアニリノ基をもつ色素とフェロセン誘導体とを連結させる方法で得たスクアリリウム二量体の溶液中およびLB膜での物性を吸収・蛍光スペクトルから調べた。この二量体化合物では二つのスクアリリウム部分での相互作用の存在することがわかり、光機能材料としての応用が期待できる。

機能性色素キナクリドンのLB薄膜の作製及びその光学特性

光物性研究会'98(大阪市)(10.11.28)

蔵本暢浩, ○他

親水基であるキナクリドン分子に疎水基である長鎖アルキル基を導入した化合物からそのLB膜を作製し、得られた膜の発光特性を調べた。得られた膜の透過法とRAS法によるFT-IRスペクトルの解析から、LB膜においてこの分子は基板に対してほぼ垂直に立った状態で配向していることが類推された。このような高秩序に配向したLB膜では、蒸着膜の場合と異なりストークスシフトのほとんどない発光帯が観察された。

Effect of Matrix Gel on the Fluorescent Properties of Organic Dyes and Pigments in Gel Films Prepared by the Sol-Gel Method

The 2nd International Conference on Coatings on Glass (Saarbrücken, Germany) (10.9.8)

○夏川一輝, 櫻井芳昭, 他

アルコキシシランから作製されたゲル中の有機顔料の蛍光挙動を調べたところ、青、緑、赤色の発光が認められたが、多くは溶液中の蛍光ピーク値と大差がなかった。クマリン、ベリレン顔料は高い蛍光量子収率を示し、クマリン、ベンゾオキサゾリウム色素では大きなストークスシフトが認められた。蛍光寿命の測定でもマトリックスゲルの影響が認められ、2系統の寿命が観測される系もあった。蛍光色素はマトリックスゲルの分散評価色素として使えることが示された。

ゾルーゲル用有機顔料の熱分析

色材協会1998年度色材研究発表会(岐阜市)(10.9.16)

○櫻井芳昭, 夏川一輝, 他

リサイクルに適した機能性薄膜を創製し、着色ガラスピンを有効に利用するシステムを構築することを目

指し研究を行っている。本システムでは着色びんから着色物をいかに安定に除去するかが重要である。着色物中には金属が含まれていることが多く、燃焼により、残存する可能性がある。そこで、金属元素を有するガラスビン着色用有機顔料の熱重量変化を測定し、加熱後残存する重量について検討した。

水素ガス雰囲気下でのPt極薄膜の電気伝導 - 膜厚の効果 -

日本真空協会 第39回真空に関する連合講演会 (大阪市) (10.11.12)

○日置重也子, 岡本昭夫, 夏川一輝, 井上幸二

小川倉一

金属薄膜の成長初期に得られる島状極薄膜を作製し、平均膜厚の異なる試料について、その水素感応性を比較した。その結果、平均膜厚の違いによって、水素ガスへの感度が異なることや、感応に対する飽和量に違いがあることが明らかとなった。

エポキシ/熱可塑性ポリイミド混合系におけるモルホロジーの制御 - せん断変形下および炭素繊維存在下におけるモルホロジーの異常 -

第36回日本接着学会年次大会 (吹田市) (10.7.23)

○木本正樹

エポキシ/ポリイミド (PI) 混合系の相構造制御を目的として、樹脂硬化時におけるせん断変形あるいは炭素繊維 (CF) の存在の影響について検討した。変位角が大きい場合には、硬化反応が抑制され、相構造が乱され、相分離がかなり進んだ段階で構造が固定されるものと考えられる。また、CF存在下では、CF表面における濡れ現象が相構造形成に影響を及ぼすものと考えられる。せん断変形あるいはCF存在下では、相構造はあるしきい値で段階的に変化するものと考えられる。

環境調和ポリマー・リサイクル問題とその対応

平成10年度プラスチックABC研究会 (西日本プラスチック製品工業協会) (大阪市) (10.7.23)

○水谷 潔

プラスチック及びプラスチック製品のリサイクルの現状と問題点について解説した。特に容器包装リサイクル法に関連して、各種リサイクル方法、廃棄物処理方法について、その特徴と問題点について述べた。つぎに、地球環境に優しいとして最近話題となり、またその実用化が間近に迫っている生分解性プラスチックについても解説した。生分解性プラスチックの種類と、その特徴、そしてその成形加工特性についても述べた。

成形加工業に対する遠隔指導診断システムの開発

プラスチック成形加工学会 第6回秋季大会 (和泉市) (10.11.5)

○吉川忠作, 水谷 潔, 奥村俊彦, 中西 隆

袖岡孝好, 石島 悌

当研究所の移転によるアクセスの悪化が、府下の中小企業への技術支援の低下につながらないように、通信ネットワーク技術を利用した遠隔移動診断システムの開発をプラスチック成形加工業をモデルケースとして行っており、その概要について報告した。技術的には、通信ネットワークを利用した伝送技術と不良品に対するプラスチック成形の診断技術に取り組んでいる。ここでは、並列伝送による通信速度の向上と成形不良品画像の伝送実験の結果について報告した。

Study on the Morphology and Impact Property of the Blend of LCP and Engineering Plastic

第14回国際高分子加工学会年次大会 (PPS-14) (Yokohama, Japan) (10.6.9)

○奥村俊彦, 他

液晶ポリマー (LCP) とナイロン66樹脂の溶融ブレンドを行い、得られたブレンド物のモルフォロジー (微細構造)、力学的特性 (曲げ・アイゾット衝撃)、衝撃特性とモルフォロジーの関係について検討した。比較検討のため、PC (ポリカーボネート樹脂) / LCPブレンドについても同様にブレンド物を作製した。その結果、両者のモルフォロジーに違いがあることが明らかとなった。

液晶ポリマー系ポリマーブレンドの界面評価に関する研究

プラスチック成形加工学会 第6回秋季大会 (和泉市) (10.11.5)

○奥村俊彦, 他

これまでに液晶ポリマー系ポリマーブレンド (PC/LCP および PA66/LCP) の衝撃特性について報告してきた。ポリマーブレンドの衝撃特性を向上させるためには、ブレンドされる樹脂の界面接着性に関する知見を得る必要があると思われる。本研究では、上述のブレンドに対して「モードⅡ引張試験」を実施することにより、ブレンド物の界面特性の評価を試みた。その結果、モードⅡ引張試験によりブレンド物の界面特性を定量的に評価できる手法として有用であることが明らかとなった。

液晶ポリマー系ポリマーブレンドの界面特性の評価

高強度ポリマーアロイ研究部会（プラスチック技術協会）（大阪市）（10.12.21）

○奥村俊彦，他

液晶ポリマー系ポリマーブレンドの衝撃特性にはブレンドされる樹脂同士の界面接着性が大きく寄与しているものと考えられる。そのためには、界面接着性が定量的に評価可能となる技術が必要となる。本研究では、液晶ポリマー系ポリマーブレンドの界面接着性を評価するための手法として「モードⅡ引張試験」を提案し、界面接着性の評価を試みた。更に、衝撃特性と界面接着性との関係および提案した手法の有用性について検討を行った。

酵素で切削油腐敗の抑制を試みる

大阪府バイオテクノロジー応用研究会第20回例会（大阪市）（11.2.26）

○藤原信明，増井昭彦

腐敗を如何に制御するかは、食品分野だけでなく多くの産業において重要な課題である。現在、化学的な方法としては4級アンモニウム塩を主体とする殺菌剤を添加する方法が一般的であるが、労働衛生や環境保全の立場から、使用量の削減あるいは新しい殺菌方法が望まれている。こうした背景から我々は先に酵素を用いた切削油腐敗の抑制について産学官共同研究で検討し、それらが可能であることを確認したが、今回、それらについて紹介した。

Rational Design for Stabilization and Optimum pH Shift of Alkaline Proteases

国際酵素工学シンポジウム（酵素工学研究会第40回講演会）（Tokyo, Japan）（10.10.23）

増井昭彦，藤原信明，○他

耐熱好アルカリ性Bacillus sp. B18⁺由来の耐熱性アルカリプロテアーゼ（至適pH; 12-13）と好アルカリ性Bacillus sp. B21-2由来のアルカリプロテアーゼ（至適pH; 10.5-11.5）について、タンパク質工学的手法を用いることにより、アルカリ側への至適pHの合理的なシフトと熱安定性の向上を行うことに成功した。

酵素の性質を変える - 耐熱性の付与 -

大阪府バイオテクノロジー応用研究会第19回例会（大阪市）（10.12.10）

○増井昭彦，藤原信明

酵素は化学反応を触媒するが、その作用に最適なpHや温度などの性質は酵素の一次構造から厳密の規定されており、変わることはない。しかし、酵素の工

業的利用を考えた時、場合によっては変えたいこともある。最近、タンパク工学的な手法によりそれが可能になってきている。そこで、当研究所で開発した2種類のアルカリプロテアーゼについて、タンパク工学的な手法により作用最適温度などを変えることにより、より工業的な利用に適した酵素へと改良できた。

複合材料の熱弾性損傷解析とその定量評価への検討

日本材料学会 第47期通常総会・学術講演会（名古屋市）（10.5.22）

○上野谷敏之，他

一次構造材として実用化されつつある繊維強化複合材料の構造安全性・信頼性を確保するため、不均質・異方性材料の定量的損傷解析法としての熱弾性解析の基本的な課題を検討し、熱弾性イメージから不均質構造に起因したノイズを除去し、織り構造レベルの微小損傷を明瞭に把握できた。また、微小部熱弾性効果の定量性を検討し、熱弾性効果が十分に発現しうる適当な加振周波数を選定することにより実用可能であることが確認された。

Thermoelastic Analysis of Early Fatigue Damage in Carbon Fabric Composites

The 7th Int. Conf. on Composite Interfaces (ICCI-7) (Shonan, Japan) (10.5.11)

○上野谷敏之，他

複合材料に発生するメゾ損傷を検出するため、熱弾性情報に含まれるノイズを除去する新しい方法を開発した。これを炭素繊維織物積層材に適用した熱弾性画像では材料構造に起因したノイズがほぼ完全に消失され、マトリックスの変性の有無による初期疲労損傷の進展挙動差が明らかに観察された。このことは熱弾性解析が複合材料の疲労過程を乱すことなく界面損傷を非破壊モニタリング/評価できる有用な方法であることを示している。

Acoustic Emission Characterization on Failure in Toughened Resin Carbon Fabric Composites

The 14th Int. Acoustic Emission Symposium & The 55th Acoustic Emission World Meeting (Kamuela, USA) (10.8.11)

○上野谷敏之

繊維強化複合材料・構造物における損傷の検出やその蓄積過程の評価技術の開発を目指し、マトリックスを高じん性化された炭素繊維積層材の損傷過程にAEモニタを試みた。損傷過程に及ぼすマトリックスの変

成効果はAEのアクティビティ、フェリシティ効果、損傷エリア標定などの特性の違いとして把握できた。その損傷メカニズムをAE信号の立ち上がりこう配を代替する特性(AE振幅と立ち上がり時間の相関)を用いて検討した。

Influence of Matrix Toughness on Damage Initiation and Growth in Carbon Fiber Fabric Composites

The 8th US-Japan Conf. on Composite Materials (Baltimore, USA) (10.9.24)

○上野谷敏之, 他

固体ゴム粒子をエポキシに分散させることにより高じん性化された炭素繊維織物強化複合材料の疲労損傷挙動を円孔付き試験片を用いて調べた。とくに、新しく開発した熱弾性損傷解析を適用し、メゾ損傷の発生・進展挙動を詳細に検討した。マトリックスの高じん性化により積層板の初期損傷の開始および進展が明らかに抑制される結果を得た。さらに、有限要素法により同材料の内部応力分布や損傷開始のひずみレベルなどを検討した。

Acoustic Emission Analysis on Damage Progression in Toughened Resin Carbon Fabric Composites

The First Asian-Australian Conf. on Composite Materials (ACCM-1) (Suita, Japan) (10.10.8)

○上野谷敏之

一次構造に使用される繊維強化複合材料の損傷検出・評価技術の開発が急がれている。じん性特性を向上した炭素繊維積層材についてステップ変位繰返し変形における損傷進展・メカニズムをAEにより検討した。マトリックスの変性・未変性に関わらず繊維/樹脂間のはく離や局所相関はく離が主要な損傷機構として挙動するが、変性材では損傷発生や進展が抑制され、また繊維破断も最終破断の直前まで抑制される効果が認められた。

ゴム変性CFRPの疲労損傷挙動(熱弾性解析による初期損傷モニタリング)

日本機械学会 M&M'98材料力学部門講演会 (熊本市) (10.11.22)

○上野谷敏之, 他

炭素繊維織物強化複合材料の疲労損傷過程に新しい熱弾性イメージの高解像化法(熱弾性損傷解析:TDA)を適用した。その結果、初期損傷を織り構造レベルで把握でき、メゾレベルの損傷解析ができた。熱弾性解析は複合材料の損傷モニタリングに十分な検出感度を

有しているとともに、不均質材料の損傷解析には材料構造の影響を受けないTDAが有効であることが分かった。また、TDAデータをもとに損傷の定量評価を検討した。

複合材料の熱弾性解析と疲労損傷の定量評価の試み

第2回赤外線サーモグラフィによる非破壊評価技術シンポジウム(日本非破壊検査協会)(東京都) (10.12.11)

○上野谷敏之, 他

著者らが提案している新しい熱弾性イメージの高解像化法(熱弾性損傷解析:TDA)は対象材料の構造の影響を受けないため不均質材料の損傷解析に最適な手法である。TDAは損傷面積と局所の損傷レベルについて定量的なデータを提供する。本報告では損傷蓄積に関する定量評価パラメータを損傷面積に基づいて導入し、低レベルの疲労負荷を受ける炭素繊維織物強化複合材料の損傷劣化過程を解析し、S-N曲線の挙動と比較、検討した

複合材料の内部損傷の発生と応力分布測定 - 熱弾性解析による損傷評価 -

第30回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム(日本非破壊検査協会)(東京都) (11.1.28)

○上野谷敏之

損傷発生によって初期応力分布は変化し、その変化は損傷進展情報を与える。とりわけ応力分布が複雑な複合材料などにおいては実験手法による解析が有用である。近年、実験解析法として実用されつつある熱弾性応力解析を用い、織物強化材の熱弾性イメージに現れる構造に起因したノイズをすでに提案している除去法を採用し、応力分布の変化として損傷像をクローズアップし、得られた情報をもとに損傷進展の定量評価の可能性を示した。

複合材料における損傷蓄積と熱弾性解析によるその定量評価

日本材料学会 第28回FRPシンポジウム(京田辺市) (11.3.17)

○上野谷敏之, 他

損傷を非接触で高感度に検出できる熱弾性損傷解析(TDA)を炭素繊維複合材料に適用し、損傷エリアとそれに損傷レベルを考慮した損傷値の2つの定量化パラメータを導入した。両パラメータは疲労損傷の損傷挙動・蓄積をうまく説明するとともに疲労強度の異なる2つの材料の寿命差を定量的に評価し、TDAは複雑な

メカニズムからなる複合材料の疲労損傷の非破壊的モニタリング、定量的評価に有力な手法であることを示した。

熱弾性解析による織物複合材料の損傷特性評価

日本材料学会 第48期通常総会・学術講演会（福岡市）(11.5.8)

○上野谷敏之，他

著者らは複合材料中の内部損傷状態を2次元パターンとして検出する熱弾性損傷解析法を提案している。本手法を炭素繊維強化複合材料の疲労損傷過程に適用して、その損傷エリアの広さと損傷レベル(損傷による応力開放量)で定義される損傷値を損傷の定量化パラメータとして導入し、とりわけ、異なる損傷レベルを有する損傷の挙動に焦点を当て、損傷の蓄積挙動や損傷レベルと損傷メカニズムの関係を検討した結果を報告する。

熱弾性解析の複合材料の損傷解析への適用

日本機械学会1999年度年次大会講演会（東京都）(11.7.27)

○上野谷敏之

熱弾性解析(TSA)により不均質・異方性材料である複合材料の損傷解析をするためにはTSAの高解像化が必須である。そのポストプロセッシング法であるTDA(熱弾性損傷解析)の導入とその特徴を短期間・高負荷クリープおよび疲労負荷における損傷を事例として示す。また、TDAは材料のメゾ構造レベルの初期損傷解析が可能であり、損傷の詳細な進展情報を定量化することにより疲労損傷度を解析した例についても述べた。

熱弾性解析による炭素繊維強化複合材料の損傷度評価の試み

第7回メゾ材料シンポジウム（京都市）(11.7.30)

○上野谷敏之，他

織物複合材料を含む不均質・異方性材料の損傷解析に熱弾性解析、とりわけ、その差分解析法であるTDA(熱弾性損傷解析)が優れた解析能力を示す。TDAがメゾ構造レベルの損傷像と損傷発生による応力緩和情報を同時に提供する特徴をもとに損傷の厳しさを定量化するパラメータを導入し、疲労負荷を受ける材料の「損傷抵抗」および材料の「疲労に対する抵抗」を中心に考察し、損傷度あるいは健全度の検討を行った。

AEとTSAによる繊維強化プラスチックの損傷評価

大阪府立大学・ニュー・フロンティア材料研究会
第142回講演会（堺市）(11.8.20)

○上野谷敏之

繊維強化プラスチック(FRP)は比強度、比剛性に優れるため構造材料としての適用が期待され、近年、航空機の一次構造材として積極的に適用され始めるに至った。FRPは強度的ばらつきが大きいので、金属材料以上に欠陥や損傷の非破壊検査・評価法の確立が期待され、安全性、信頼性の獲得を実現することが急がれている。そこで、FRPの損傷挙動・評価のためにAE法および熱弾性解析法を適用した例について解説する。

段積みされた製品の衝撃強さについて -1次元モデルによる検討-

第7回日本包装学会 年次大会（東京都）(10.6.11)

○中嶋隆勝，寺岸義春，他

包装材料を削減し適正な包装を実現するためには製品の衝撃強さを正確に評価する必要がある。包装設計のための製品衝撃強さ試験方法(JIS Z0119)は1自由度のばね質量系を理論的な基礎としたものであり、すべての製品の衝撃破壊現象にこの方法が適用できる保証はない。本研究では、段積みされた製品の1次元モデルによる理論解析及び数値シミュレーションから衝撃応答を計算し従来のモデルとの違いを明らかにした。

段積みされた製品の衝撃強さについて -破壊形態の違いによる影響-

第8回日本包装学会 年次大会（東京都）(11.6.30)

○中嶋隆勝，寺岸義春，他

包装材料の使用量を削減するためには、製品の衝撃強さを正確に評価することが必要である。著者らは線形及び非線形モデルを用いて段積みされた製品の衝撃強さを検討した。昨年の年次大会では、製品が衝撃荷重によって破壊するという仮定の上での検討結果であったが、今回の報告では、製品が加速度によって破壊するという仮定での検討結果も追加し、それらの比較を行った。その結果、得られた主な結論は以下のとおりである。(1)衝撃荷重によって製品が破損する場合、下段の製品が破損するが、加速度による場合、上段の製品が破損する。ただし、非線形モデルによる検討結果、加速度で製品が破損する場合、下段の製品が破損する場合もあることが分かった。(2)非線形モデルにより、製品が4段積みされた場合の衝撃スペクトルを作成した結果、最大で加速度伝達率は約5倍になることが分かった。

Mechanical Shock Fragility of Stacked Products — Consideration with 1 Dimensional Model —

The 11th IAPRI World Conference on Packaging (Singapore)
(11.7.-9)

○中嶋隆勝, 寺岸義春, 他

製品の衝撃強さを正確に評価するために, 著者らは, 3種類の線形及び非線形モデルを理論解析及び数値解析することにより, 段積みされた製品の衝撃強さを検討した. 得られた主な結論は以下のとおりである.

(1) 製品が衝撃荷重によって破損する場合, 下段の製品の方が破損しやすく, 加速度によって破損する場合, 破損する製品の位置(段数)は衝撃パルスによって異なる. (2) 入力パルスが方形波の場合, 応答波に2次, 3次のピークが発生すると, その衝撃スペクトル及び損傷境界曲線は階段状に減少する. (3) 衝撃強さ試験で許容加速度を評価する場合, 輸送環境での等価落下高さなどの現実的な基準により速度変化を設定しなければ, 再現性ある結果が得られない. (4) 衝撃スペクトルに急激な変化がある場合, 許容加速度以上の加速度でも破損しない逆転現象が発生する.

移動電極法によるチタンの表面改質

電気加工学会 全国大会 (海老名市) (10.12.2)

○塚原秀和, 南 久, 増井清徳, 曾根 匠, 出水 敬
チタンを油中で加工すると, 表面には耐食, 耐摩耗性に富んだ改質層(TiC層)が形成される. これまでの実験結果より, クラックのない, 一様な膜厚の良好な改質層を得るためには, 放電の分散が有効であることがわかった. そこで, 放電の分散化を図る手法として, 薄板の単純形状電極を用いて, 電極を移動させる表面処理法(移動電極法)を試み, 良好な結果を得た.

放電加工によるチタンの表面改質

第165回電気加工研究会 (大阪市) (11.5.14)

○塚原秀和, 南 久, 増井清徳, 出水 敬, 曾根 匠
チタンは比強度が高く, 耐食性が良いなどの優れた特性を持っているが, 機構部品として用いるには, 耐摩耗性や耐焼付性の点で問題となることがある. 放電加工では, 油中で加工を行うため, 加工液の熱分解で生じる炭素が加工表面に侵入する. チタンでは, 加工表面にTiC層の生成が認められ, 耐摩耗性, 耐焼付性および耐食性の点で良好な結果が得られた.

超硬合金上に作製したDLC膜の摩擦・摩耗

日本熱処理技術協会 平成11年度春季講演大会 (吹田市) (11.5.26)

○山内尚彦, 岡本 明, 出水 敬, 吉竹正明

曾根 匠

高周波プラズマCVD法により, 超硬合金上にDLC膜の作製を行い, Al,Ti,SUS304に対する摩擦・摩耗特性を検討した. さらに, 中間層にSiを用いた場合の成膜条件や摩擦・摩耗特性への影響を調べた. その結果, Si中間層を用いることにより, DLCの成膜条件が広くでき, 膜の密着性向上が認められた. また, DLC膜は, Al,Ti,SUS304に対して, 摩擦係数の低減, 凝着性の改善に寄与することがわかった.

燃焼合成によるステンレス鋼へのNi-Al系金属間化合物コーティング

日本熱処理技術協会 平成10年度春季講演大会 (名古屋市) (10.5.28)

○岡本 明, 曾根 匠, 他

高温構造用耐熱材料として実用化が期待されているNi-Al系金属間化合物は, 表面改質層として用いられることも多い. 本研究では, 燃焼合成法によりNi-Al系金属間化合物のコーティングをSUS304基板上に試みた. その結果, コーティング層と基板とは良好に密着しており, 硬さについても, コーティング層の方が基板に比べて高い値を示したことから, 本手法がステンレス鋼の表面改質手段として利用できることがわかった.

東アジアにおける塗膜の腐食挙動

腐食防食協会 第45回材料と環境討論会 (石川県野々市町) (10.8.20)

○佐藤幸弘, 山内尚彦, 他

種々の仕様で塗装した鋼板に欠陥部をつくり, それを中国, 韓国, 日本など12カ所で約3年間暴露した. 暴露環境と欠陥部の腐食程度, 表面分析およびX線回折により組成分析, 腐食生成物の結晶構造を調べた. その結果, 大気環境の厳しい地域においては耐酸性塗料と下地処理が不可欠であった. さらに, 降下粉塵も塗膜の劣化に影響を及ぼした.

Closed System of Electrolytic Ni-W Alloy Plating
The 5th Asian Surface Finishing Forum (Seoul, Korea)
(10.10.29)

○横井昌幸, 森河 務, 佐藤幸弘, 中出卓男, 他

Ni-W合金めっき浴中に陽極で犠牲的に酸化分解される有機化合物を添加することにより, 有機錯化剤の陽極酸化分解を防止し, めっき浴を半永久的に使用する方法を検討した. 犠牲有機化合物として蟻酸, 蔞酸

などを用いると、これらはPt, ステンレス鋼などの不溶性陽極上で優先的に酸化分解され、まためっき反応に何等影響を与えず、Ni-W合金めっき浴の無廃浴化の可能性が示唆された。蟻酸を犠牲有機化合物としてめっき浴に添加し、アノードにタングステンと不溶性陽極を用いてアノード電流を適当に配分し、さらに浴中からのNiイオン、蟻酸イオン、水素イオンの消費量に応じて蟻酸ニッケルを補給することにより、長時間の連続めっきが可能であった。

Ni-W合金めっき浴の長寿命化

表面技術協会 創立50周年記念第1回研究発表会 (大阪市) (11.7.14)

○森河 務, 中出卓男, 佐藤幸弘, 横井昌幸, 他

W合金めっきは、硬く耐摩耗性に優れており代替クロムめっき皮膜として期待されている。このめっき液は、タングステン酸塩、ニッケルなどの金属塩ならびにこれらの金属イオンを安定化するため有機錯化剤を成分としている。この浴では、不溶性陽極での有機錯化剤の分解ならびにめっき液への金属の補給方法が課題となっている。ここでは、Ni-W合金めっき液を対象に犠牲陽極分解剤(ギ酸)添加した場合のクエン酸の酸化防止効果およびめっき液への金属成分補給法について報告する。

Electrodeposition of Cr-P-C alloy Film from Trivalent Chromium Bath

AESF/SFSJ Advanced Surface Technology Forum (Kamuela, USA) (10.10.8.9)

○中出卓男, 森河 務, 横井昌幸, 佐藤幸弘

グリシンを錯化剤とする3価クロムめっき浴を基本浴とし、P供給源として次亜リン酸ナトリウムを添加した浴からのCr-P-C合金めっきについて検討した。ここでは、めっき皮膜のP含有率と析出電流効率に及ぼす浴pH、めっき電流密度、次亜リン酸ナトリウム濃度などのめっき条件の影響を調べた。さらに得られためっき皮膜の成長形態、化学状態と結晶構造、熱処理による皮膜の硬さ変化、耐酸性および電気化学的特性について検討した。

Cr-P-C合金めっき皮膜の耐食性

めっきの機能向上に関する研究部会第2回例会 (表面技術協会、電気鍍金研究会) (大阪市) (10.12.16)

○中出卓男

グリシンを錯化剤とする3価クロムめっき浴を基本浴として、リン供給源として次亜リン酸ナトリウムを

添加した浴からのCr-P-C合金めっき皮膜について、以下の項目について検討を行った。1. 熱処理による皮膜構造および皮膜硬さの変化 2. 各種酸(塩酸、フッ酸、王水、硫酸、硝酸)およびアルカリ(水酸化ナトリウム)に対する腐食速度および腐食試験による皮膜表面の化学状態の変化 3. 各種酸、アルカリおよび塩化ナトリウム溶液中における分極曲線(電気化学的特性)の測定その結果、皮膜硬さ、耐食性において現状6価クロムめっき、3価クロムめっきに比べて優れた特性を見いだすことができた。

アルミドロスを利用しためっきスラッジ中の金属の還元
軽金属学会 第94回春期大会 (長岡市) (10.5.16)

○薦田俊策, 岩崎和弥, 上田順弘, 山内尚彦
横井昌幸, 他

めっき排水中の金属イオンは凝集沈殿させ、スラッジとして分離後、大部分はセメント固化して埋め立て処分している。アルミドロス中の金属アルミで還元して、金属として回収することを試みた。ドロス中に金属アルミが30%以上含まれている場合、テルミット反応を起こさせることが出来ること、あらかじめ、500℃以上に混合物を加熱して、テルミット反応を開始させれば、回収された金属と酸化物の分離が容易になることなどの知見が得られた。廃棄物処理の新しい方法として発表した。

アルミドロスを使用しためっきスラッジの無害化
電気鍍金研究会例会 (大阪市) (11.2.3)

○薦田俊策, 横井昌幸, 森岡亮治郎, 森 正博, 他

アルミドロスを利用しためっきスラッジの有用実用化のためには、大量のめっきスラッジとアルミドロスを混合してテルミット反応させる必要があるため、反応開始温度と着火機構を明らかにした。反応容器は反応後のスラッジの取り出しを容易にするため、原料を段ボールで仕切り、反応させることにより、断熱、スラッジの分割とも良好な結果が得られ、めっきスラッジの無害化と含有金属の回収に有効であった。

土-ジオテキスタイル積層系のフィルターケーキ形成
に及ぼすテキスタイルの影響

繊維学会 平成10年度年次大会研究発表会 (東京都) (10.6.22)

○赤井智幸, 松本 哲, 他

ジオテキスタイルとして用いられる代表的な3種類のテキスタイル構造に関し、モデル的な土-ジオテキスタイル積層系の透水試験を行い、ジオテキスタイル

しておく必要がある。そこで種々の皮革製品や製造工程中のものを入手してGC-MS(ガスクロマトグラフィ質量分析計)で臭い成分を分析した。その結果、クロム革では工程が製品に近くなるほど成分の種類が減少した。主要な成分として、パラフィン、アルデヒド、窒素や硫黄化合物を検出した。タンニン鞣し革ではアルコール、有機酸、エステル、パラフィン化合物を検出した。

毛皮のメラニン色素の分布と組成について

日本皮革技術協会 第46回皮革研究発表会 (和歌山市)
(11.5.21)

○奥村 章

毛皮用動物の毛中のメラニン色素の分布状態および組成を検討した。メラニン色素は毛皮質および毛髓に分布し、毛小皮には存在せず、その分布状態は一様でなく、3タイプに大別できた。ミンク毛の色は黒色色素のオイメラニンと赤色色素のフェオメラニンの含有量と組成比率により説明できた。

プラズマ処理による革表面特性の改質

日本皮革技術協会 第45回皮革研究発表会 (東京都)
(10.5.15)

○稲次俊敬, 汐崎久芳, 他

革の疎水化技術の普及に伴い、2次加工段階で接着不良の問題が新たに発生している。これを改善する方法として、革表面をプラズマ処理し、疎水化革の表面の親水化を試み接着性の向上を検討した。その結果、接着剥離強度を評価したところ、未処理革に比べ約4倍の強度を得ることができた。

プラズマ処理による革表面特性の改質(2)

日本皮革技術協会 第46回皮革研究発表会 (和歌山市)
(11.5.21)

○稲次俊敬, 汐崎久芳, 喜多幸司, 田原 充

近年、革の特性である透湿性、吸湿性を損なわずに革繊維そのものを疎水化する防水革が開発されたが、これらの革は、二次加工時に接着性が低下するという新たな問題が生じている。そこで、疎水化革の表面層のみをプラズマ処理して親水化し、非溶剤型の接着剤を用いて接着性の改善を図ることを検討した。また、プラズマ処理革表面における親水性-疎水性の性能の経時変化についても同時に検討を行った。

革屑から回収した蛋白質中の金属イオンの除去

日本皮革技術協会 第46回皮革研究発表会 (和歌山市)

(11.5.21)

○喜多幸司

革屑(シェービング屑)を塩化カルシウムを用いて溶解し、塩析で脱塩した後のゼラチン溶液には数ppmのクロムが含まれるが、これを除去するため、イオン交換樹脂ではなく合成した配位子を用いて溶媒抽出で除去を試みた。配位原子に酸素や窒素を持つ非環状の配位子で遷移金属イオンを抽出したところ、銅イオンや鉄イオンと強く錯形成したが、クロムイオンは10%程度しか抽出されなかった。

平成10年度 産技研研究発表会(10.11.19-20)
(口頭発表およびポスター発表)

チタン合金の超硬エンドミルによる高速切削

○大山 博, 北口嘉亮, 藤原久一

チタン合金は、熱伝導率が小さいため切削時に発生した熱により、工具の先端が高い温度にさらされ、材料強度が低下して工具摩耗が多くなる材料である。したがって切削速度を低くしなければならない。しかし、近年、工具摩耗を少なくする加工方法として、高速切削が注目されている。そこで微小切り込みによる高速切削でHRC34の硬度があるチタン合金(Ti-6AL-4V)のエンドミル加工を試みた。超硬ボールエンドミル(R2)により、主軸回転数20,000回転、軸方向切り込み0.3mm、径方向切り込み0.2mm、送り速度4m/min、ダウンカット、エアブローなどの加工条件で、切削長さ1,000mに達したときの工具摩耗が60μmと少なく、微小切り込みによる高速加工が有効であることがわかった。

放電加工によるチタン合金の着色仕上げ

○南 久, 増井清徳, 萩野秀樹, 塚原秀和

意匠性付与を目的としたチタン合金の着色仕上げ法を開発した。水中での放電加工を利用した本着色法は、特別な処理液が不要で、形状加工と同時に着色面を得ることができるため、チタンの新しい仕上げ加工法の一つとして期待できる。本報では加工面への着色機構、着色性に及ぼす加工条件の影響、および着色面の特性などについて報告した。

炭酸ガスレーザーによるチタンの溶接

○萩野秀樹, 野口修一, 増井清徳

炭酸ガスレーザー加工機を用いて厚さ2mmの純チタンの溶接をアフターシールドなしで行い、その溶接性を検討した。その結果、良好な溶接を行うことができ

るレーザ出力と溶接速度の範囲を求めた。さらに溶接部の温度について実験とシミュレーションを行い、TIG溶接と比較した結果、レーザ溶接の方が高温となる領域が小さく、冷却速度も速いことがわかった。

高出力CO₂レーザによる87%Al₂O₃セラミックスの溶接 -溶接ビードにおよぼすビームモードの影響-

○野口修一, 他

厚板セラミックスの接合技術の確立を目的として、87%Al₂O₃セラミックスの溶接への高出力CO₂レーザの適用を行い、各種溶接条件における溶接特性を調べた結果、ニアシングルモードを用いることにより、低入熱溶接が行え、ビード幅の細い溶接ビードが得られた。また、ニアシングルモードを用いることにより、ポロシティなどの溶接欠陥は1%以下に抑えることが可能となったが、継手強度の飛躍的な向上は見られなかった。

砥粒加工における脆性材料の延性モード加工条件の解析

○村田一夫, 山口勝己, 足立和俊, 他

脆性材料を延性モードで砥粒加工するために、加工時の砥粒の作用を球圧子の半球押し込みとして取り扱った。押し込み面下の弾塑性応力場の先在き裂の応力拡大係数とき裂長さ依存型の破壊じん性値から、押し込みによってき裂を進展させない最大の圧子半径を解析し、これを延性/脆性遷移条件として採用した。また、種々の材料に対する最大圧子半径が材料の代表的な物性値を用いて、近似的に求められることを示した。

超精密切削加工限界に関する研究 -送り速度の変化が加工精度に及ぼす影響-

○山口勝己, 村田一夫, 足立和俊, 本田素郎

超精密切削加工技術の高精度化を目指す第1段階として、国内最高レベルの加工機(豊田工機製 AHN60-3D)の加工精度限界を実験的に明らかにした。被削対象は、延性材料の中でも転写性の良い無電解Ni-P(メッキ層)と脆性材料である単結晶シリコンであり、両材料を各種切削条件の下で旋削したときの加工面性状を検討した。

β型チタン合金の冷間鍛造

○和田林良一, 北原洋爾, 大田 隆, 宮田良雄
木下俊行, 白川信彦

β型の高強度チタン合金であるTi-22V-4Al材について、鍛造プロセスの合理化を目的として種々の温度における鍛造性や鍛造品の機械的特性等の検討を行っ

た。その結果、特に溶体化処理を鍛造前に施し、時効処理温度である500℃程度で時効処理と同時に温間鍛造を行う加工熱処理プロセスを適用すれば、強度と延性・靱性のバランスの優れた成形品が得られ、このプロセスの有効性が明らかになった。

土中埋設環境における高耐食性球状黒鉛鋳鉄の開発 -実用化材を含めた二、三の埋設実験事例について-

○武村 守, 橋堂 忠, 佐藤幸弘, 他

微量のSnやCuを合金化した水道管締結用ボルトを試作し、約2年間の埋設実験を行った。その結果、土壌の腐食性が乏しかったために合金ボルトの明確な有利性は確認できなかったが、同時に埋設したテストピースの結果より、SnやCuの添加によって腐食が抑制される傾向が得られた。

紳士服の形態安定化のための研究

○澤田高弘, 馬淵伸明, 増田敏男

90年代から、機能性を追求したあるいは感性をもつ素材の開発がいわれはじめ、その傾向は紳士服素材にも波及し軽量化素材または多様化した組成をもつ素材が多く見られるようになった。アパレル業界においては、バブル期以後の消費者意識の中で、価格と商品の良し悪しとのバランス感覚が変化し、(例えば大量に低価格のスーツを売る郊外販売店ができたり、しわの目立つスーツをヤングが好んで着る)生産者の意識も変わらざるをえなくなってきた。また、生産の立場から言えば流通・販売までのスピードが早まりいわゆるQR(クイックレスポンス)体制をとる必要に迫られてきた。一方、服の縫製現場から考えると、新素材の乱立は、縫製時の寸法不安定性や縫製後の外観変化に多くの問題を投げかけてきた。言い換えれば個々の素材の特性に合わせてパターンや副資材(芯地等)、マシン・プレス圧調整等の変更を十分行っていない。当研究所でも、大阪メンズアパレル工業組合・業界との研究会の中で、種々のデータを収集してきた。その中で縫製時の問題点を調査し対応策を検討した。

脳波の周波数解析と着用感評価の検討

○山本貴則, 石倉信作

肌着素材の違いによる発汗後の着用感について、生体信号として現れる脳波の周波数変化から解析、検討を行った。発汗後のナイロン素材では、むれやべたつき感などの皮膚感覚が精神的な緊張となって脳波に現れた。一方、やや湿る程度と皮膚感覚への刺激の少ないポリエステル/綿混素材では、脳の機能が低下して

いる周波数帯域の変化を示した。このような結果から、素材の違いによる着用感の変化が脳波の周波数帯域における時間変化や含有比率の変動に現れることがわかった。

パルスコロナ処理を用いた羊毛の防縮加工

○田原 充, 野澤繁夫

羊毛織物をパルスコロナによって処理することで面積収縮率は47%から20%となり大きく防縮性が改善される。さらに、マシンウォッシュブルな防縮法を検討するため、パルスコロナ処理後に樹脂加工を行った。我々は既にプラズマ処理と樹脂加工を併用することによって防縮性を改善できることを報告した。プラズマ処理に代わってパルスコロナ処理で良好な防縮性が得られるなら、低コストで連続処理が可能となり実用化が期待できる。そこで、プラズマ処理およびパルスコロナ処理を樹脂加工の前処理とした場合の収縮性を検討した。ウレタン系樹脂を用いた場合はプラズマ処理、パルスコロナ処理、パルスコロナ処理であっても同様の結果が得られ、樹脂付着量が0.7%以上で収縮率はほぼ0%となる。羊毛をパルスコロナによって処理した場合、表面の形態変化はほとんど見られない。しかし、ESCAによる分析では表面が大きく酸化していることがわかった。このことから羊毛の表面の濡れ性が変化し樹脂が均一に分散できるようになったと考えられる。さらに、パルスコロナ処理した羊毛は静電気の帯電性が大きく変わる特徴があり、このことも樹脂の接着性に影響していると考えられる。

大気圧プラズマ処理した高分子表面の性質

○田原 充, 森田 均, 中島陽一, 野澤繁夫

PPSの微少な表面の形態を観察するため、原子間力顕微鏡 (AFM) による表面形態の観察を行った。その結果、大気圧グロー処理も微少なレベルでの凹凸が激しく起こっていることがわかった。大気圧グロー処理を行った試料は-C-O-, -C=O-, -COO-の成分が多く生成していることが分かった。これらの官能基の生成は酸素を用いた減圧プラズマ処理と比較しても非常に多い。PPS表面の粗面化によるアンカー効果が接着性に影響を与えていると言われていたが、表面の化学結合の分析から-C-O-, -C=O-, COO-の官能基が表面エネルギーに影響し接着性に大きな寄与をしていることが考えられる。次に、PPS表面に生成したラジカルの量をCLによる過酸化物の測定から求めた。これはCL測定器の暗箱となっている試料室にルミノール溶液を滴下し、高分子の表面から発光する強度を測定

することによって過酸化物の量を知る方法である。その結果、表面のラジカルの生成量と接着性には大きな相関があることがわかった。

水および含水試料の走査電子顕微鏡による観察

○森田 均

環境制御型走査電子顕微鏡 (ESEM) を用いて、水分を含んだ試料の最適な観察条件を検討した。また、試料表面に結露した水の形態を観察できる特徴を応用して、プラズマ処理を行った羊毛単繊維の撥水性の変化をミクロンオーダーで観察した。

カチオン化剤処理綿布の天然染料による染色加工技術の開発

○野澤繁夫

木綿素材とし、媒染染色タイプの植物染料による染色と主としてセルロース系繊維のカチオン化改質に用いるカチオン化剤による濃染化前処理との併用につき、その実践性を調べた。白綿布を同カチオン化剤で処理し、数種の一般的な金属塩媒染剤を用いた単純な後媒染法でタマネギ外皮による媒染染色を行ったのち、被染物の色彩性を検討すると共に、それらの各種染色堅牢度を試験した。また、カチオン化剤未処理の場合との比較を行った。

抗菌加工繊維製品の光学的抗菌特性評価技術の開発

○高塚 正, 浅澤英夫, 野澤繁夫, 森脇耕介, 中谷幸太郎, 他

抗菌加工繊維製品として精練漂白綿布にキトサン加工とヒノキチオール加工を行い、各種呈色反応、蛍光発色による加工布上の加工剤の検出・分析を光学的手法を用いて行った。

環境負荷軽減に向けた農業用繊維加工技術の開発

—ナメクジ忌避資材の開発—

○近藤 敬, 大家治男, 亀田良兼, 浅尾勝哉
吉岡弥生, 他

農業分野での病害虫の中でナメクジ、カタツムリは柑橘類、イチジクなどの果樹をはじめ、花き類、野菜類に害を与えるので問題となっている。ナメクジを防除する忌避剤としてわれわれはエビ、カニの甲殻や昆虫の表皮に存在し、生分解性を有したキトサンに着目した。このキトサンと希薄な酸との反応生成物がナメクジに対して有効な忌避作用を有することを見いだした。

羊毛繊維の環境中(土中埋設, 水中浸漬)における物性ならびに形態変化に関する研究

○菅井実夫, 高塚 正, 他

本研究の目的は, 天然繊維の生分解制御加工技術の開発である。具体的には, 代表的繊維素材の1つである羊毛繊維の微生物劣化あるいは光劣化を抑制/制御する加工技術の開発が目的である。今回, 微生物劣化による羊毛繊維の生分解性評価のための基礎データを得るため, 土壌埋設ならびに水中浸漬実験を行った結果から, 繊維の形態変化, 強度変化ならびに熱分析からみた羊毛繊維内部の経時変化等について報告した。

鋳物製造工程および作業環境の現状分析のためのビデオ活用制作「銅合金の鋳物を作る」

○根津 修, 片桐真子, 東 忠宏

平成9年度活路開拓調査指導事業の一環として, 各種銅合金鋳物鋳造工程の現状調査ビデオを制作し, これを基によりよい鋳造現場技術の改善を検討した。ビデオ制作のポイントとしては, ①技術面でのありのままの鋳造現場を撮る。②デジタル編集技術により分かり易い画面とする。③ビデオ解析により, より高度の技術と環境に向けての改善策を検討した。

電子道具箱による生産情報の効率的流通システム

○吉野正紀

経営管理, 製造部門の双方に有効な情報流通モデルの具体的な提案であり, 作業者が工具箱を使うような感覚で, 必要な情報を簡単に利用することが可能な「電子道具箱」の開発手法を発表した。

中小企業に適した環境マネジメントシステムの開発手法

○中辻秀和, 岩崎和弥

環境問題が注目されるようになり, 国際規格としてISO14000シリーズ^{*}が発行された。日本でも大企業を中心にこの規格取得企業が増加し, さらに資格取得を取引条件とする企業もでてくることが考えられる。中小企業にとっても規格取得への要望は高まっているものの, 人材・情報不足で, 特にこの規格の中心をなす環境マネジメントシステムの構築が難しい状況である。このため, 支援システムとしてコンピュータを使用した効率的なシステム開発の構築手法について発表した。

騒音対策から快適な音環境の創生技術へ

○片桐真子

21世紀, 人が生活にゆとりや豊かさを求める時代を迎えるにあたって, 環境問題を避けて通ることはできない。1990年代に入り, 環境を形作る要素のひとつである音の面から考えた環境のあり方, 特に, 音空間の質を見直すことが, 快適で人間的な音環境の実現につながり, ひいては環境全体の質の向上につながるということが主張されるようになった。ここでは, 音対策が安全面や衛生面からの騒音対策だけでなく「ひと」を中心に据えた動きへどのように変化してきたかを振り返りながら, これからの音環境の創生技術について考察した。

情報利用が容易な物品管理システムの開発

○竹田裕紀

企業は主原料以外に様々な副資材など多くの物品を購入している。これらの管理はこれまでおおまかに行われていたが, 経済不況の現今ではコスト低減のためにあらゆる購入物品の厳密な管理が緊急の課題となっている。本発表では約2,000種類の物品を使用している病院での物品管理システムの開発事例をもとに, 物品の在庫状況の随時の把握による過剰在庫の防止, 計画的な購入と支給を行うための管理方法, それに適したデータベースの設計, 蓄積情報の利用について報告した。

印刷原版へのレーザ光を用いた偽造防止方法の検討

○永田伍雄

印刷原版への偽造防止のため, 研究所で有する, 約1ミクロン程度の間隔を持つ凹凸を金属表面に作製する光干渉加工技術を発展させ, 約10ミクロン程度の凹凸を含む線で構成された複雑なパターンを比較的簡単に描画する技術について検討について報告した。

遠隔移動指導診断システムの開発

○袖岡孝好, 中西 隆, 石島 悌, 吉川忠作

奥村俊彦, 水谷 潔, 大山 博

本報告では, 開発した遠隔移動指導診断システムのネットワーク構成, 伝送技術および診断システムの動作概要などについて述べた。実際に本システムのデモを行い, ポスターセッションの会場と実験棟あるいは東大阪市との間で運用方法などを紹介した。

大阪特産物の光学的評価 —画像解析関連成果—

○森脇耕介, 中谷幸太郎, 高塚 正, 浅澤英夫, 他

大阪の特産物に対する高機能な品質評価技術を開発し, 品質向上による地場産業の競争力強化を図ること

を目的として、光学的技術の非破壊でかつ安全、安価という特徴を利用した客観的評価技術の開発を試みた。繊維製品の抗菌処理状態と農産物の品質を評価対象として、画像解析の適用を検討し、波長選択による撮像方法およびコンピュータ画像処理の特徴であるデータ処理の柔軟性を利用した光学的評価技術の適用事例を報告した。

画像処理による意匠の特徴の数値化と応用

○中谷幸太郎, 森脇耕介, 他

市場競争力の高いデザイン商品の製造のための指標を作成することを目的としている。具体的には、意匠デザイン(模様や配色等)に潜在する特徴量を画像処理によって抽出することで、特徴量と製品の売り上げとの相関関係を分析する。本報告ではまず、デザインの特徴量を選定することを目的とし、布を一例にして柄の方向性と配色のバランスに関する特徴量を求めることを試みた。提案した特徴量と実際に布から受ける印象との関係について考察した。

画像処理によるロボット動作教示用ユーザ・インタフェースの提案

○中谷幸太郎

ロボット動作の教示における手先位置誘導のため、作業対象物の位置と姿勢をコンピュータ画面上で直感的に決定できるユーザ・インタフェースの作成を目的とした。具体的には、作業環境の画像に映った対象物の画像に、そのCGを重ね合わせることで位置教示を行う。本報告では、提案するインタフェースの概要と、実画像とCGを重ね合わせる基本的な実験結果について述べた。

電気・電子機器の電磁環境対策技術

○松本元一, 藤島征雄, 田中健一郎, 石島 悌

今や携帯情報端末や高度情報処理装置などが生活環境の到る所に普及しているが、これらから漏洩する微弱な電磁波が、付近の電気・電子機器に誤動作を生じさせたり、人体に何らかの悪影響をもたらすのではないかと懸念が広まっている。このような問題を指して電磁環境問題というが、この問題の解決無くして将来のエレクトロニクスの発展は期待できない。本発表では、電磁環境問題の具体例を挙げ、その原因と対策技術の概要を説明し、電磁環境改善対策を行う実験室である当研究所の電波暗室について紹介した。最後に対策技術の1つである電磁遮蔽について、その問題点を指摘し、今後期待される新型電波吸収体を評価し

た結果について述べた。

人間の動作の数値的評価法 — パソコンによる動作シミュレーションの可能性 —

谷口正志

人に優しい(安全で使いやすい)製品の開発を支援するため、パソコン用のロボットシミュレータで人間の動作をシミュレーションし、動作の数値的な評価を試みた。このために人体の動きを模擬できるモデル(人体のロボットモデル)を製作し、動作の比較テストを行ったので紹介した。

酸素富化燃焼によるセラミック焼成炉の迅速化

○入江年優, 表原靖男, 東 忠宏, 磯田 徹, 他

バッチ式セラミック焼成炉(4m³のシャトルキルン)の処理温度は、約1700℃の高温で、昇温から保持、冷却を含めると125時間をかけて焼成処理されている。そこで、従来の燃焼用空気に代わり23%の酸素富化燃焼させ、焼成ヒートパターンを短縮化させた結果、18.3%の省エネルギーとなった。また焼成ヒートパターンの短縮化に伴い、操業時間の短縮化にもなり炉稼働率の増加、生産性の向上、人件費の削減が期待でき、その上、昨今の地球温暖化要因のCO₂排出ガスを18.3%も削減できるものとなった。

高速カメラによるバーナ火炎などの挙動解析

○東 忠宏, 根津 修, 片桐真子, 高塚 正

高性能燃焼装置の開発に役立てるため、バーナ火炎の形状と燃焼排ガス組成などとの関係を解析した。都市ガス燃焼バーナ火炎について、近紫外光波長域の光を透過するフィルター付き高速ゲートカメラで撮影したOHラジカル濃度画像と通常ビデオカメラで撮影した可視炎の形状と、排ガスのCO濃度との間に相関があることを見出し、また、起毛綿毛布表面の伝播火炎を撮影し連続画像から上部着火伝播速度が13cm/sであることを見出した。

混合促進型低NO_xオイルバーナの開発

○磯田 徹, 東 忠宏, 表原靖男, 入江年優

二流体噴射ノズルを採用する混合促進型の低NO_xバーナを試作し、換算蒸発量350kg/hの貫流ボイラを使用して燃焼実験を行った結果、NO_x排出量は35~40ppmとなり、従来の低NO_xバーナの1/2程度までNO_x排出を低減できることが明らかとなった。さらに、燃焼室熱負荷率を定格値の40%程度増大させた場合でも、同等のNO_x低減効果が得られることが判明した。

有機性廃棄物の有効利用技術

○井本泰造, 宮内修平, 岩崎和弥

大阪府中央卸売市場から年間12,000トンのゴミが排出されており, そのうちのほとんどが生ゴミであることから, 堆肥化による生ゴミの減量化について検討を行った。生ゴミは水分が高く円滑に堆肥化が進行しないことから, 熱・物質収支計算を行い, 熱量, 風量等を決定し堆肥化を行ったところ, 乾物あたり80%以上の大幅な減量化が図れた。

水処理におけるオゾン利用の動向

○岩崎和弥

酸化力の非常に強いオゾンは, 他の化学物質と違い残留性が少ないため, 製紙業界, 畜産業界, 食品業界や上下水道等の多くの業種で工業的に利用されはじめている。また, 金属等の表面処理や半導体製造工程への導入など多くの分野において注目されている。そこでオゾン処理を用いた廃液・排ガスおよび廃棄物の高効率, 低コストな処理システムの確立を目指し, 水処理におけるオゾン利用の動向を調査したのでその結果を報告するとともに, 今年度導入予定のオゾン処理実験装置および分析装置について併せて紹介した。

産技研におけるマイクロデバイスの開発について

○鈴木義彦

厳しい経済環境の中で製造業には益々独自技術, 製品の差別化が求められている。製品の小型化, 軽量化には種々の利点があり, 益々求められている。そこで, 薄膜技術とマイクロデバイス技術が必要とされている。この技術に関する当研究所の取り組みの一端を総合講演として企画したので, その序論として研究所の取り組みの概要を紹介した。

超硬合金溶射における原料粉末に関する考察

○花立有功, 藤田直也, 足立振一郎

近年, 溶射超硬合金皮膜について精力的に研究・開発がなされてきているが, 良好で安定した溶射皮膜を作製することは困難であるようにみうけられる。原料粉末に対する関心の低さが大きな要因と考え, 市販の超硬合金粉末を入手し, 新たに作製した粉末をもとに調査したところ形態, 粒度のみならず製造履歴も違っていることが認められ, 粉末の選定・管理に対するより一層の留意が皮膜特性の向上につながる事がわかった。

内部任意複雑形状空間内包物品の製造技術に関する研究○藤田直也, 花立有功, 水越朋之, 足立振一郎
辻 栄治

熱交換器, 流体の分配機や多孔体による金属フィルターなど, 内部に種々の形状の中空を有する様な製品を作製する場合, 既存の方法は, 工程が複雑で製品形状が限られていたり, 精密さに欠けるなど, それぞれ様々な技術的課題が存在する。今回, 溶射技術を応用し任意の空間形状を内包する複雑形状物品の作製技術の研究を行い, 試作品の作製に成功したので考案した製作原理とその材料学的な評価を行い報告した。

空気プラズマによるTi溶射の検討

○足立振一郎

プラズマガスに空気を使用する溶射装置を用いて, 大気中でTiを溶射するとTiの窒化物と酸化物からなる混合皮膜が生成する。これはTi粒子の飛行中に窒素と酸素がTiと反応するためであるが, 溶射条件を変えて作製した皮膜を調べることにより, 反応の機構を明らかにした。また, 皮膜の硬さ, 気孔率, 耐摩耗性などの測定を行い, 溶射条件との関係についても考察した。

高耐食性Ti-TiN積層膜の設計指針と高精度作製法

○石神逸男, 三浦健一, 星野英光, 水越朋之

浦谷文博, 上田順弘, 北原洋爾

Ti-TiN積層膜について, 電気量管理による再現作製精度の検証および高耐食性積層膜の設計指針の提示を目的とし, 次の結果を得た。(1)電気量管理によって積層膜の各層厚さおよび膜質を精度よく再現作製できる。(2)TiN層は作製回数とともに若干厚くなるが, 溶湯状態の管理によって防止できる。Ti層の変動は微小である。(3)積層数の増加は耐食性向上に大きく寄与する。(4)TiN層の応力制御も重要と思われた。

酸化処理により改質したTiN皮膜の耐食性

○星野英光, 石神逸男, 三浦健一, 水越朋之

浦谷文博, 上田順弘, 北原洋爾

近年の材料に対する要求には厳しいものがある。その要求を満たすために, 金属表面にTiNを被覆することが増えてきた。金属表面にTiNを被覆することにより, 材料の耐摩耗性は向上するが, 現在の材料に対する要求はさらに厳しいものになりつつある。したがって, 最早単独の処理ではその要求を満たすことは困難である。本研究で金属材料表面のTiN皮膜を酸化処理によって改質したところ耐食性が著しく向上したので報告した。

HCD法によりTiN被覆したSUS304鋼の耐食性について

○三浦健一, 石神逸男, 星野英光, 水越朋之
浦谷文博, 上田順弘, 北原洋爾

SUS304鋼上に形成させたTiN皮膜の環境遮断性について調べた。皮膜の堆積状態が著しく変化するパイアス電圧の系列では, 明瞭な柱状晶構造を呈する皮膜ほど遮断性が高く, 逆に緻密な堆積状態ほど遮断性が低い結果が得られた。そして, パラメータを超越して皮膜の遮断性と皮膜に存在する圧縮応力との関連性が認められた。さらに, 高温高圧腐食試験でも皮膜の圧縮応力が高い被覆材ほど耐食性が悪い結果が得られた。

雰囲気変動下におけるガス浸炭挙動の解析方法とその精度

○横山雄二郎, 石神逸男, 浦谷文博

ガス浸炭の解析では, 炭素流入速度が雰囲気と鋼表面の炭素の活量差に比例するとして行う。その比例定数を従来法では固定値としているが, 本解析では複数の浸炭素反応の反応速度を加算した形で与えた。従来法では浸炭全期を通じて適用しうる比例定数値は存在せず, その解析精度はかなり低い。一方, 本解析法では流入速度を炉内雰囲気から直接算出する方法を用いているため, 炉内雰囲気変動を忠実に反映した解析を行うことができた。

沈澱法を用いたアルミナ基複合セラミックス粉末の製造プロセスの改良

○久米秀樹, 西川義人, 稲村 偉, 宮本大樹, 他

沈澱法を用いて, 市販の低ソーダ易焼結性アルミナ粉末にジルコニア等の分散相を分散させることにより, アルミナ基焼結体の強度を大きく向上させることが可能であることがわかった。本研究では, このアルミナ基複合セラミックス粉末を大量に生産するための製造プロセスについて検討した。その結果, 原料粉末の洗浄工程にベルトフィルターを導入することにより, 大幅に生産性を向上できることがわかった。また, この製造プロセスにより作製した粉末と従来より実験室レベルで作製してきた粉末の性能はほぼ同等であった。

沈澱法によるYAG分散アルミナ粉末の作製と焼結

○久米秀樹, 西川義人, 稲村 偉, 宮本大樹, 他

沈澱法を用いて, 市販の低ソーダ易焼結性アルミナ粉末にジルコニアを分散させることにより, 5wt%程度の少量のジルコニア量でもアルミナ基焼結体の強度を大きく向上させることが可能であることがわかった。本研究では, この沈澱法を用いてジルコニア系以外の

系としてYAGを分散させることにより, アルミナ基セラミックスを強化できるかどうかについて調べた。その結果, アルミナ単体材の400MPaの平均曲げ強度に対して, YAGを5wt%分散させたアルミナ基セラミックスの平均曲げ強度は630MPaとアルミナ単体材を大きく上回った。YAG系の分散に関しても沈澱法が有効であることが確認できた。

活性炭によって分離・濃縮した低濃度NOxの光触媒機能による無害化

○森 正博, 高橋弓弦, 広畑 健, 岩崎和弥

道路トンネルなどの閉鎖系におけるような低濃度NOxを, 活性炭で吸着・濃縮し, その後, 脱離した比較的高濃度のNOxを光触媒によって無害化するべく試みた。生成した100~300ppmのNOxは, その平均濃度を低くしたり, 脱離温度を変えたり, あるいは光触媒の量を増やすことによって無害化できることを実験で証明した。

マイクロマシニング技術を用いたセンサの開発

○井上幸二, 鈴木義彦, 他

センサの高速化, 高感度化, 低消費電力化には, 微細加工技術と異方性エッチング技術などのマイクロマシニング技術が有効である。シリコン基板にボロンを多量にイオン注入して, 異方性エッチングを行うことにより, 微小なマイクロブリッジ構造や1.5 μ mの厚さのメンブレンを作製できる。これらを用いてガスセンサ用マイクロヒータや微差圧センサを試作し, その基本特性を確認した。

アナログ信号増幅用ICの試作

○田中恒久, 井上幸二, 鈴木義彦, 他

アナログ信号増幅用ICとして, 電流帰還型オペアンプを試作した。このアンプの周波数特性は, カットオフ周波数600kHz, 周波数1MHzでの閉ループ利得32.2dBであり, ほぼ設計通りの特性が得られた。また, インピーダンス変換器用として, JFETも作製し良好な特性が得られた。

透光性電磁波シールドフィルムの作製 -プラスチック材料の高機能化にむけて-

○吉竹正明

透光性がありかつ導電性が高いITO(インジウム-スズ合金酸化物)を反応性スパッタ法により透明なプラスチック材料であるポリカーボネート上に形成することを試みた。反応ガスとしての酸素の導入量を制御す

ることにより、基板加熱することなく室温付近の低温で透過率約70%程度、比抵抗 $1\text{m}\Omega$ 程度の特性を持つ薄膜を作製することができた。電磁波シールド効果を測定した結果、10MHzの周波数で約45dB程度の電界シールド効果が得られ、プラスチック上への透光性のある電磁波シールドフィルムを作製することができた。

フラーレンを含む炭素微粒子を用いたガスセンサ

○野坂俊紀, 櫻井芳昭

フラーレンを含む炭素微粒子はアンモニアを著しく吸着することから、炭素微粒子を使って厚膜タイプのセンサを作製し各種ガスとの応答性を検討した。その結果、炭素微粒子はアンモニアやアセトアルデヒドのような極性ガスに対しその電気抵抗が変化しガスセンサとして利用できることがわかった。

高エネルギーイオンビームを用いた薄膜・デバイス材料の評価

○岡本昭夫, 吉竹正明, 箕 芳治

当研究所に設置されている高エネルギーマイクロビーム複合分析装置(㈱神戸製鋼所製)は、高エネルギーのヘリウムまたは水素のイオンビームを試料に照射して種々の分析を行う装置で、入射イオン種と出力信号との組み合わせで、RBS(ラザフォード後方散乱分光: 元素・組成分析, 深さ方向分析), PIXE(粒子線励起X線放出: 高感度元素分析), チャネリング(結晶性評価), ERDA(弾性反跳粒子検出法: 表面水素含有量)の分析が可能である。本報告では、本装置による高エネルギーイオンビームを用いた分析法が、薄膜・デバイス表面の分析に適していることを示すとともに、実際に、RBS法とPIXE法により、デバイス構成に必要な各種薄膜材料を分析した結果を紹介した。

酸化物薄膜による新しい赤外線センサ

○日下忠興, 箕 芳治, 他

レーザーブレーション法を用いて、 $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ (LCMO) 及び $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (YBCO) 薄膜の作製と赤外線センサへの応用を試みた。その結果、LCMO及びYBCO共に非常に配向性の良い薄膜が作製できることが分かった。LCMO薄膜の結晶性をRBSチャネリング分析を用いて調べたところ $\chi_{\text{min}}=7.7\%$ であり、結晶性も非常に良いことがわかった。LCMO薄膜の赤外線の応答は熱的であり、その検出率 D^* は $2.7 \times 10^8 \text{cmHz}^{1/2}\text{W}^{-1}$ であった。このことから、高感度な熱型赤外線センサへの応用が可能であることが分かった。

PLD法を用いた LiNbO_3 薄膜の作製 —酸素ラジカルの効果—

○箕 芳治, 岡本昭夫, 櫻井芳昭, 西川義人, 他

LiNbO_3 結晶は、イルメナイト構造が歪んだ擬イルメナイト構造と呼ばれる構造を持ち、その空間対称性から強誘電性、圧電性、焦電性などの優れた特性を有している。これらの優れた特性を薄膜で利用するためには、高配向膜あるいはエピタキシャル膜が必要である。今回、PLD法を用いてサファイヤc面基板上に LiNbO_3 エピタキシャル薄膜の作製を試みた。その結果、成膜パラメータを最適化することでバルクと同程度の屈折率を持つ高配向膜を作製することができた。

有機薄膜の作製技術に関する研究 —キナクリドン類の蒸着膜・LB膜の作製およびその光学特性—

○蔵本暢浩

有機薄膜のフォトニクス材料への展開を図る研究の一環として、キナクリドン色素の蒸着膜を作製すると共に、この物質の基本骨格に長鎖の炭化水素鎖を導入した化合物からLB薄膜を作製した。前者は、分子間での水素結合により数分子が会合するが、後者は分子間水素結合が阻害される。この分子構造の違いが、吸収スペクトルや発光(蛍光)スペクトルに顕著な影響を及ぼすことを明らかにした。

ゾルーゲル用有機顔料の熱分析

○櫻井芳昭, 夏川一輝, 他

リサイクルに適した機能性薄膜を創製し、着色ガラスピンを有効に利用するシステムを構築することを目指し研究を行っている。特に、本研究では、ガラス着色ピン製造用富士色素製顔料分散液の熱重量変化を測定し、加熱後残存する重量を調べた。また、着色物の加熱燃焼により発生するガスから、水蒸気、二酸化炭素以外のものの発生の有無も併せて検討した。

Pt極薄膜を用いた新規なガスセンサの開発

○日置亜也子, 岡本昭夫, 夏川一輝

低エネルギースパッタ装置を用いて、種々の平均膜厚を有するPt極薄膜を作製し、そのガスセンサとしての可能性を検討した。水素ガス雰囲気下と真空中における電流—電圧特性には差があり、その差と抵抗の温度依存性との間に相関が見られ、Pt極薄膜のガスセンシングへの応用が期待できる結果が得られた。

エポキシ樹脂/熱可塑性ポリイミド混合系におけるモルホロジーの制御

○木本正樹, 大西 均, 浅尾勝哉, 吉岡弥生

エポキシ樹脂の高性能化を目的として, エポキシ/ポリイミド混合系の相構造に及ぼす樹脂硬化時のせん断変形あるいは炭素繊維(CF)の存在の影響について検討した. せん断変位角が大きい場合, 硬化反応が抑制され相構造が乱されて, 相分離がかなり進行した段階で構造が固定されるものと考えられる. またCFの存在下では, CF表面における濡れ現象が相構造形成に影響を及ぼすものと考えられる. せん断変形あるいはCF存在下では, 相構造はあるしきい値で段階的に変化するものと考えられる.

生分解性高分子ゲルの調製

○吉岡弥生, 浅尾勝哉

生分解性を示す高分子ゲルの調製を目的として, アクリルアミドと ϵ -カプロラク톤の系において共重合を行い, コポリエステルアミドゲルおよびポリマーを得た. 得られた生成物を酵素法(*Rhizopus arrhizus* および *Candida cylindracea* を用いた)によりその生分解性を評価したところ, 一定の分解性を示すことがわかった. また, 得られるゲルは, 重合時の仕込み比の違いにより生分解性および一部の溶媒に対する親和性に違いが認められた.

酵素の性質を変える

○増井昭彦, 藤原信明

酵素の工業的利用を考えた場合, 酵素の性質を変えることができれば有利な点が多い. そこで, 当研究所で開発した2種類のアルカリプロテアーゼについて, タンパク工学的手法により作用最適温度, 作用最適pHを変えることにより, より工業的な利用に適した酵素へと改良することに成功した.

疲労損傷の検出と破壊の予知 - 複合材料の疲労損傷挙動のモニタリング -

○上野谷敏之, 森岡亮治郎

熱弾性解析を織物強化複合材料に発生する疲労損傷に適用し, 次の結果を得た. 1) 初期損傷を織り構造レベルの損傷として高いS/Nで把握でき, 損傷イメージの定量化が容易である. 2) 熱弾性損傷解析(TDA)が複合材料の損傷モニタリング手法として有用である. 3) 不均質材料の損傷解析には本報告で用いた熱弾性イメージの高解像化が有効である. 4) TDAイメージの定量性についてはFEMによりおおむね確認された.

段積みされた製品の衝撃強さ - 線形及び非線形モデルによる検討 -

ルによる検討 -

○中嶋隆勝, 寺岸義春, 他

包装材料を削減し適正な包装を実現するためには製品の衝撃強さを正確に評価する必要がある. 包装設計のための製品衝撃強さ試験方法(JIS Z0119)は1自由度のばね質量系を理論的な基礎としたものであり, すべての製品の衝撃破壊現象にこの方法が適用できる保証はない. 本研究では, 段積みされた製品の線形モデルによる理論解析及び非線形モデルによる数値シミュレーションから衝撃応答を計算し従来のモデルとの違いを明らかにした.

グロー放電発光分析の活用事例

○浦谷文博, 上田順弘

グロー放電発光分析装置(GDS)は, オージェ電子分光法(AES)や二次イオン質量分析法(SIMS)のようなマイクロ分析, X線光電子分光法(XPS)のような化学状態分析はできないが, 試料を高真空中に保持する必要がなく, 簡単でかつ短時間で皮膜の表面から数10 μ mの深さ方向の元素分析ができるという大きな特徴を持っている. 本研究では, グロー放電発光分析の表面分析における有効活用を目指し, 各種表面処理した試料の深さ方向分析を試みた. その結果, 多くの試料で表層数nm~数10 μ mの皮膜の深さ方向の多元素同時分析が手軽にできることが確認できた.

グロー放電発光分光法によるほう化処理鋼の深さ方向分析

○上田順弘

グロー放電発光分光分析法により, ほう化処理鋼のほう化層における軽元素や微量元素の深さ方向における元素分布を感度よく分析することができた. SCM415, SNCM815では, ほう化層中のSiやCはBの拡散により排斥されるのが明瞭に認められ, Si量の多いSUS304では, Siの濃縮がほう化物層の下にみられた. また, オーステナイト球状黒鉛鋳鉄の場合, 縦の筋状のSiの濃縮が観察された.

屋内試験による銅の大気腐食の再現

○山内尚彦

銅は, 古くから屋根材として使用されている. それは, 加工の容易さや時間とともに形成される緑青の色調によるところが大きい. しかし, 建築物をとりまく環境は, 近年の酸性雨や大気汚染によって大きく変わりつつある. 本研究では, 人工酸性雨および腐食性ガスを用いた屋内の促進試験を実施し, 腐食生成物の解

析を行うとともに、その結果を実際に大気暴露された場合と比較した。

放電加工による表面改質層の分析評価

○塚原秀和

放電加工は一般に油中で行われるので、加工油の熱分解で生じる炭素が材料表面に侵入し、その結果、表面には浸炭による加工層が形成される。このような加工層は高い機能を有するため、それを表面改質層として利用することが、近年注目されてきている。本研究では、種々の条件にて加工した表面改質層について、X線回折、EPMA、GDS、SEM等による表面分析法を用いて、その形成状況を把握し、改質層の総合的評価を行った。

ステンレスの耐熱性向上をめざして - 燃焼合成法によるNi-Al系金属間化合物コーティング -

○岡本 明

Ni-Al系金属間化合物は高温構造用耐熱材料として実用化が期待されており、表面改質層として用いられることも多い。本研究では、燃焼合成法によりNi-Al系金属間化合物のコーティングをSUS304基板上に試みた。その結果、コーティング層と基板とは良好に密着しており、硬さも、コーティング層の方が基板に比べて高い値を示した。したがって、本手法がステンレス鋼の表面改質手段として利用できることが確認できた。

江戸中期の銅屋根材が語る大気の腐食環境

○佐藤幸弘, 中出卓男, 森河 務, 横井昌幸 山内尚彦

江戸中期から約300年間、屋根材として使用されてきた銅板を表面分析した。その結果、我が国では古来より金属材料の腐食には、亜硫酸ガスの影響が大であることがわかった。

めっき製品の腐食とその解析 - ニッケル系合金めっきを中心として -

○横井昌幸, 中出卓男, 森河 務, 佐藤幸弘, 他

古くから用いられている装飾用Ni/Crめっきの腐食メカニズムを説明するとともに、最近Cr代替めっきとして用いられ始めているNi-P、Ni-WなどのNi系合金めっきについて、その腐食挙動を電気化学的手法およびSEM観察で調べた結果を報告する。Ni系合金めっきはいずれも十分な不動態皮膜を生成せず、比較的卑な電位領域で既に微細な孔食を発生する。従来のCrめ

っきはSUS304材ほど不動態化電流は小さくないものの孔食を発生せず、亜硫酸ガス試験によっても何等影響されなかった。

アルミドロスを利用しためっきスラッジの無害化

○藤田俊策, 浦谷文博, 横井昌幸, 岩崎和弥, 他

アルミドロス中の金属アルミを利用して、めっきスラッジとテルミット反応させ、両者を同時に無害化するとともに、スラッジ中のNi、Crなどを合金鉄として回収する実験を行った。アルミドロスにはテルミット反応に寄与しない化合物が多く含まれているため反応温度が上昇しないので、混合スラッジのほか、酸化鉄を追加した原料を坩堝に入れ、ガス炉で500℃以上に予熱して、着火、テルミット反応を行うと、還元された金属の分離・回収が容易にできた。また、テルミット反応の着火温度の測定もした。

めっき廃水からの資源回収

○山崎 清, 中出卓男

めっき廃水などの重金属含有廃水を処理した陽イオン交換樹脂を酸で再生するとき得られる溶離液は、重金属塩と余分の酸の混合物である。それは結局、凝集沈殿処理され、生じた重金属スラッジは埋め立て処分され、資源を無駄にし、環境汚染を引き起こしている恐れがある。そこで、溶離液に含まれる重金属塩と酸を陰イオン交換膜を使う拡散透析によって酸を除去し、再利用・再資源化できないか検討した結果の概要を報告した。まず、ニッケル、銅、亜鉛を飽和吸着させた各種陽イオン交換樹脂(キレート樹脂を含む)を2N硫酸で溶離したときに、溶離液中に重金属塩と硫酸がどういふ割合に混合しているかを溶離率との関係で調べた。その結果、95%溶離で、平均して0.35M重金属塩と0.9M硫酸の混合溶液であることがわかった。そして、この平均組成のモデル溶離液を400ml/hの流速で拡散透析装置(20cm×20cmの膜20枚など)にかけ、どれくらい硫酸が除去されるかを調べた。その結果、硫酸は70数%-90数%除去されることなどがわかり、そのまま再利用できるところまでは行かないが、電解などで重金属が回収しやすくなることが明らかになった。

カーペットの毛羽立ちと毛抜けの評価方法 - 国際規格化へ向けて -

○木村裕和, 信田尚孝, 小河 宏, 呼子嘉博

当グループでは、JISに規定の毛羽立ち試験機を用いたカーペットのファイバーバインド試験評価方法に

ついて検討している。先の研究報告会ではループパイルカーペットに発生する毛羽立ち現象について述べ、JIS型試験機の有効性を示した。今回はカットパイルカーペットを用いて実験を行い、毛抜け量を測定した結果について報告し、カットパイルについては質量減少量による評価が合理的であることを示した。なお、本試験評価方法はISOに提案中であり、その進捗状況についても報告した。

繊維で造る？ 春の小川とめだかの学校

○松本 哲，赤井智幸，玉井輝夫

天然繊維のヤシ繊維マットを植生基盤として水生植物の植栽実験を行い、ため池や河川の水際における緑化ならびに水質浄化の効果について検討した。その結果、ヤシ繊維マット上に植栽した水生植物は良好な成長を示し、水際景観の改善に有効であることがわかった。また、水質汚濁の指標であるBODや総窒素等の除去にも効果があることが明らかになった。

最近の繊維製品事故とその解析 -変退色事例-

○三嶋洋介，寺嶋久史

繊維事故の中で最も多く発生する変退色事故を、ここでは特に染料の化学変化を伴う変退色事故について、化学作用と発生メカニズムとの関連から述べた。初めに、変退色のうちで退色の化学メカニズムを、次に変色の化学メカニズムを説明して、事故事例をもとに、染色物の表面で起こる加水分解や酸化、還元などの反応を通じて事故原因を解明した。

有用微生物とコーヒーかすを用いた家畜糞の発酵法

○寺嶋久史，他

バシラス・ス・プシルス(IF03134)とコーヒーかすの乾燥物を用いて、牛糞の好気発酵を試みた。その結果、従来法に比較して、初期発酵温度の上昇が速く、かつ有害な微生物を死滅させるのに十分な高温になり、その持続性も良好であった。冬季150トンレーンにおけるプラント実験においても同様の効果を得た。

タオル製品の洗濯による毛羽落ち問題

○宮崎克彦

近年、タオル製品のクレーム事例として増えてきている脱綿について、その量的評価法および要因について述べた。脱綿が消費者クレームとなっている背景と製品の脱綿傾向との関連性を、また、タオルの製品設計、製造工程における脱綿要因について、実験データを交えながら解説した。

クロムを含んだ革屑の処理

○倉田彰夫，奥村 章，喜多幸司

クロムシェービング屑を20~30℃でタンパク質溶液と水酸化クロム含有汚泥とに分離する方法について検討した。5gのシェービング屑に対し、12.5%の水酸化カルシウム及び5.6mlの2M塩化カルシウム溶液を十分混合して、30℃で7日間保持した後、水で希釈し、更に遠心分離してタンパク質溶液を得た。タンパク質溶液中の全窒素を測定して求めたシェービング屑の溶解率は85%であった。25℃の場合、ほぼ同じ溶解率を得るためには7.5mlの2M塩化カルシウム溶液が必要であった。溶液中のクロム量は、20%の水酸化カルシウムを使用した時3ppmであった。塩化カルシウムを含んだタンパク質溶液は肥料として利用できる可能性がある。

金属ポルフィリンの消色反応機構

○汐崎久芳，櫻井芳昭

フェニルメチルポリシラン/チタニルポルフィリン積層膜において、紫外線照射後、加熱によって光照射部のみで消色が起こる。この熱消色反応機構解明を目的として、分子軌道計算を行い、ハードネス・ソフトネスの概念を用いて、シリルラジカルとポルフィリンの反応性についての解析を試みた。密度汎関数理論から、電気陰性度およびハードネスを求め、その値から、反応遷移状態の安定化指標を求めたところ、実験結果をうまく説明できた。反応の遷移状態では、シリルラジカルからポルフィリン誘導体に電子が移動することによって、その遷移状態が安定化することが示唆された。

金属イオンを認識する新規三鎖型多座配位子の開発

○喜多幸司

生体模倣化学の中で金属イオンを選択的に捕捉、輸送するイオノホアの分子認識能を人工的に再現できれば、金属イオンの分離、回収を必要とする分野に貢献できる。遷移金属イオンをゲストとしてアミン、アミド基並びにキノリン環を持つ三鎖型のホスト分子を新規に合成しその錯形成能を溶媒抽出実験で評価したところ、銅イオンに高い選択性を示したが、皮革産業で排出されるクロムイオンに対してはよい結果は得られなかった。

(直前に記載の口頭発表と概要が同じときは概要を省略しています)

發 刊 の 辭

館 長 佐 藤 正 典

當大阪府工業獎勵館は多年に亘つて廣く關西工業界に盡し來つたのであるが、その數多い業績の殆どが中小企業を對照とする技術の現場指導に重點を置かれ、その成果はこれを報文化することが困難であつた爲文献として明らかにされたものは極く稀であつた。

然し試験研究結果の發表はたとへその些細なものでも豫期せぬ處に工業家にとっては有益な資料として參考利用せられることがあるのみでなく、これは私共に課せられた當然の役目でもあり、また自己鞭撻への唯一の途でもあると考へるものである。この意味に於て本報告が種々の點で不完全であることを充分に知りながらも敢て發刊を意圖したのである。此の報告は當館に於て行はれる試験研究の結果は勿論、技術指導の面に於てなされる各種の發明工夫考案等に就ても之が成文化せるものは餘すところなく之に收め、今後随時に發表せんとするものである。

私は今後も當館の現場指導の任務が中小企業の健全な發展に伴つて必然的にその重要性を増すものと考へるのであるが、然し今後の對外貿易に備へ國內産業を振興し更にその技術水準を高めるためには、單なる持合せの知識や技術のみでは到底眞の目的を達成することは望み難く、常に技術向上の基礎となるべき試験研究と相俟つて初めて大きな成果が期待出來ると惟ふのである。昨今の經濟問題の多難な中にも府當事者が敢て當館の再建復興を企圖した所以も亦實にこゝに在ると考へる次第である。

編集後記

所長の「当研究所の70周年をむかえて」にありますように、本誌は、昭和24年(1949)5月に大阪府工業奨励館報告として創刊されて以来、本号で50周年を迎えました。平成7年度は、研究所の移転準備作業のため休刊することとなりましたが、毎年度1~3回の発行回数で本誌を刊行してきました。創刊号から数えて本号で104号となります(本誌の50年の歴史については、下表に整理しています)。50周年を記念して、当時の館長 佐藤正典により「発刊の辞」を、旧字体の漢字で書かれていますが、原文のまま前頁に再掲しました。

創刊号はB5判の144頁で16編の論文が掲載されています。酸性紙を使用しているためか、紙面は茶色く染まり、扱いが乱雑だとボロボロと破れ落ちてしまいそうな状態です。論文のテーマを見てみますと、「材料の疲労に関する基礎的研究」など基礎研究もありますが、「鉛筆に関する研究」や「メリヤス針の研究」など生産現場に密着した課題を取り上げている研究が多く、当時の当研究所の活動が現場指導に重点が置かれていたことを窺わせます。創刊号最初の論文は「各種鋼材に対する高周波焼入に就いて」で、高周波焼入れは今ではごく普通の熱処理技術ですが、50年前では最先端の技術だったわけです。2号、3号と読んでいきますと、鑄造、分析などに関する研究が目についてきます。当研究所の対応技術分野が既にこの頃から形成されつつあったことがわかります。本誌刊行を契機に試験研究が活発になっていくのですが、創刊号の「発刊の辞」に、「試験研究は、中小企業への技術指導、国内産業の振興とその技術水準を高めるにある」旨のことが述べられています。これは昔も今も変わわらないことだと思います。

いつものことですが原稿の執筆と編集作業を期日までにこなしていただいた執筆者の皆様、また、原稿の執筆状況の把握や閲読、査読をいただいた各部部長、総括研究員の皆様に篤くお礼申し上げます。

情報編集委員会事務局

年月	研究所の沿革	所 報	
		工業系	繊維系
1929.4	大阪府工業奨励館を創設		
1942.4	大津分館を大阪繊維工業指導所として独立		
1949.5		大阪府工業奨励館報告を創刊 (No.1~No.59, No.8より大阪府立 工業奨励館報告に改称)	繊維の研究を創刊 (No.1~No.141)
1956.5			大阪府立繊維工業指導所研究報告 を創刊 (No.1~No.4)
1969.3			
1972.4	皮革試験所を設置		
1973.4	大阪府立工業技術研究所と大阪府立繊維技術研究所に名称変更		
1973.7		大阪府立工業技術研究所報告に 名称変更 (No.60~No.91)	大阪府立繊維技術研究所研究報告 に名称変更 (No.5~No.19)
1987.11	両研究所を再編整備し大阪府立産業技術総合研究所とする		
1988.3		工業系と繊維系の2誌を合併し大阪府立産業技術総合研究所報告を発行	
1996.4	トリヴェール和泉に移転	(No.1~No.13)	

平成3年度から平成7年度の間、
大阪府立産業技術総合研究所報告 技術資料を発行 (No.1~No.5)

編集委員 (50音順)

○印 委員長

岡田英彦	小川倉一	小林正男
坂井芳男	谷村毅	中村蔚
野上良亮	○吉田総夫	米田明彦
(事務局)	金田博之	表原靖男

大阪府立産業技術総合研究所報告

通巻 No. 13

平成 11 年 11 月 1 日発行

編集・発行 大阪府立産業技術総合研究所
情報編集委員会

〒594-1157 和泉市あゆみ野 2 丁目 7 番 1 号
Phone (0725) 51-2521

本誌ご入用の方は当所企画部情報管理課宛お問い合わせ下さい

本誌は再生紙を使用しています

