



研究所報告

No.21 (2007.9)

大阪府立産業技術総合研究所
Technology Research Institute of Osaka Prefecture

技術報告及び技術論文概要

1

技術報告

- | | | |
|---------------------------------|-----------------------------------|----|
| 1. 速度論的解析モデルに基づいたガス浸炭の制御法の提案 | 石神逸男・水越朋之・横山雄二郎
星野英光・三浦健一・浦谷文博 | 9 |
| 2. 新規合成法によるポリイミド微粒子の調製 | 舘 秀樹 | 17 |
| 3. ギガビットネットワークを中心とした所内 LAN の再構築 | 平松初珠・石島 悌・中辻秀和 | 23 |
| 4. 高分子製品中の有害物質のスクリーニング | 浅澤英夫・塚本崇紘 | 29 |
| 5. 輸送包装の標準化と 3R | 寺岸義春 | 33 |

技術論文

- | | | |
|--|----------------------------------|----|
| 1. 電子サイクロトロン共鳴プラズマを用いたスズ添加酸化インジウム薄膜の表面改質 | 笥 芳治・佐藤和郎・北畠顕英
小川倉一・中島嘉之・中野信夫 | 43 |
| 2. 超精密加工機における位置決めの高精度化
ー環境補正装置によるレーザ測長誤差低減ー | 足立和俊・山口勝己・本田索郎 | 47 |
| 3. スクラッチ試験と 180 度曲げ試験による DLC 膜の密着性評価法の検討 | 中村守正・三浦健一・松岡 敬
平山朋子 | 53 |
| 4. インテリジェントな徐放性システムを利用した新しい殺菌方法の開発
ー切削油から分離した <i>P. aeruginosa</i> のプロテアーゼの精製とその性質ー | 増井昭彦・藤原信明
Ivanka Karadzic | 59 |
| 5. 高密着力 Ti-Al 溶射皮膜の開発 | 足立振一郎 | 63 |
| 6. 5 軸摩擦攪拌接合装置の開発 (第 2 報) | 大川裕蔵・谷口正志・杉井春夫
丸谷洋二 | 69 |
| 7. 線状高分子混合処理土における靱性向上メカニズムの検討 | 西村正樹・赤井智幸・嘉門雅史 | 73 |
| 8. 酸化鉄を用いる環境中有機化合物分解法の開発 | 林 寛一・中島陽一・太田清久 | 79 |

他誌掲載論文等概要

- | | | |
|--|----------------------------------|----|
| 1. ものづくり企業に対する地方公設試験研究機関の技術支援
ー大阪府立産業技術総合研究所における一例ー | 石神逸男 | 87 |
| 2. 溶解性パラメータとプラスチックの環境応力割れの相関性について | 水谷 潔 | 87 |
| 3. アーク溶射された銅の酸化と皮膜構造 | 村上健児・藤田直也・足立振一郎
三宅秀和・中嶋英雄 | 87 |
| 4. レーザ測長誤差低減のための環境補償技術
ー環境補正装置の開発と超精密加工機への適用ー | 足立和俊・山口勝己・岩井英樹 | 87 |
| 5. 超精密加工機におけるレーザ測長誤差低減のための環境補正装置の開発 | 足立和俊・山口勝己・本田索郎
岩井英樹・大川裕蔵・島田尚一 | 88 |
| 6. 高出力炭酸ガスレーザビーム整形のための銅曲面上マルチレベル CGH | 萩野秀樹・朴 忠植・蛭原哲弘
赤松宏明・菊田久雄・岩田耕一 | 88 |

7. 新しい球状炭化物材料の開発	橘堂 忠	88
8. 高マンガン球状炭化物鋳鉄のサンドエロージョン摩耗特性	新巴雅称・清水一道・桃野 正 松元 秀人・橘堂 忠	89
9. ステンレス球状炭化物鋳鉄のバナジウム系炭化物の形状に及ぼす溶解条件の影響	西内滋典・橘堂 忠・松元秀人	89
10. 高分子基質中における染料分子の改良二元収着拡散機構に基づく拡散現象の解析システムの開発	森實弘司・河原 豊・武村 守 横山雄二郎	89
11. 高分子基質への染料分子の拡散現象の二元収着拡散機構	森實弘司・河原 豊・横山雄二郎 武村 守	90
12. Fabrication of In-Situ Intermetallic Compound Dispersed Aluminum Matrix Composites by Addition of Metal Powders	松室光昭・橘堂 忠	90
13. Formability of Friction Stir Welded and Arc Welded 5083 Aluminum Alloy Sheets	平田智丈・小栗泰造・萩野秀樹 田中 努・Sung Wook Chung・瀧川順庸 東 健司	90
14. Influence of Friction Stir Welding Parameters on Grain Size and Formability in 5083 Aluminum Alloy	平田智丈・小栗泰造・萩野秀樹 田中 努・Sung Wook Chung・辻川正人 瀧川順庸・東 健司	91
15. Relationship between Deformation Behavior and Microstructural Evolution of Friction Stir Processed Zn-22wt%Al Alloy	平田智丈・田中 努・Sung Wook Chung 瀧川順庸・東 健司	91
16. Superplastic Properties and Microstructure of Friction Stir Welded Joints of Zn-22wt%Al Alloy	田中 努・平田智丈・Sung Wook Chung 瀧川順庸・東 健司	91
17. イオン交換膜のめっきプロセスへの応用	森河 務・中出卓男・横井昌幸	92
18. Fe-W 合金めっきの溶融スズに対する濡れ性	森河 務・中出卓男・横井昌幸	92
19. DLC Coating on Mg-Li Alloy	山内尚彦・上田順弘・岡本昭夫 曾根 匠・辻川正人・沖 幸男	92
20. Effect of Molybdenum on Hardness of Low-Temperature Plasma Carburized Austenitic Stainless Steel	辻川正人・野口慎一・山内尚彦 上田順弘・曾根 匠	93
21. Acceleration of Carbon Diffusion by Molybdenum in Low-Temperature Plasma Carburizing of Austenitic Stainless Steel	辻川正人・野口慎一・山内尚彦 上田順弘・岡本 明・曾根 匠 中田一博	93
22. DLC Film Coating on Plasma-Carburized Austenitic Stainless Steel	上田順弘・山内尚彦・曾根 匠 岡本 明・辻川正人	93
23. DLC 膜のトライボロジー特性に及ぼす環境条件の影響	三浦健一・出水 敬・中村守正 石神逸男	94
24. Induced Codeposition Behavior of W and P in Ni-W-P Alloys from Citrate Bath	中出卓男・森河 務・横井昌幸 太田清久	94
25. Ni-W-P 合金めっきの高温硬さ特性	中出卓男・横井昌幸・森河 務 太田清久	95
26. チタンの放電加工による表面改質	塚原秀和	95
27. Improvement of Adhesive Strength of Ti-Al Plasma Sprayed Coating	足立振一郎・中田一博	95
28. Study of Bonding Strength of Plasma-Sprayed Ti-Al Coating on Mild Steel Substrate	足立振一郎・中田一博	95
29. 燃焼合成法による Ti-Al 系金属間化合物の作製と球状黒鉛鋳鉄への接合	池永 明・山川 亮・中平 敦 岡本 明・曾根 匠	96
30. Effects of Substrate Bias Voltage on Projection Growth in Chromium Nitride Films Deposited by Arc Ion Plating	榮川元雄・三浦健一・横井昌幸 石神逸男	96

31. レーザ発振パルスの制御技術開発	中西 隆	96
32. トレーサビリティシステムの紹介	竹田裕紀	97
33. 5軸摩擦攪拌接合装置による曲面接合	大川裕蔵・谷口正志・杉井春夫 丸谷洋二	97
34. メンテナンスフリーを目指した適用時間限定型 greylisting による 迷惑メール対策とその効果	石島 悌・平松初珠・林 治尚	97
35. 携帯電話を活用した農作物トレーサビリティ支援システム	新田 仁・竹田裕紀・宝珍輝尚 越村惣次郎・松下 隆	98
36. 文字情報の画像化による携帯電話向け多言語情報配信システム ー在留外国人向け災害情報提供に関する提案ー	平松初珠・石島 悌・堀 一成 高階美行	98
37. 振動試験機の加振性能	高田利夫	98
38. Metering と QOL の向上	木村裕和	99
39. 蓄積疲労評価型による振動試験システムの提案	中嶋隆勝・津田和城・川田浩二 山内佳門	99
40. Determination of Carbon Nanocoil Orientation by Dielectrophoresis	友兼遼太・藤山幸広・田中健一郎 秋田成司・東 勇吾・潘 路軍 野坂俊紀・中山喜萬	99
41. 音響解析による共振現象検出手法	君田隆男・中嶋隆勝・津田靖子	99
42. 包装品の非線形ガタ振動に関する実験的検証	津田和城・中嶋隆勝・斎藤勝彦	100
43. パワースペクトル密度	津田和城	100
44. 磁性材料と磁気特性	日下忠興	100
45. 電子デバイス分野への応用	岡本昭夫	101
46. フッ素系樹脂を用いた超音波マイクロアレイセンサの特性改善	田中恒久・李 昇穆・宇野真由美 井上幸二・青柳誠司・山下 馨 奥山雅則	101
47. 電気特性評価 ー液晶などー	村上修一・内藤裕義	101
48. Electronic Structure of a Glassy Poly(9,9-Dioctylfluorene) Thin Film Determined Using Linear and Nonlinear Spectroscopies	井亀 論・小林隆史・村上修一 内藤裕義	102
49. プラズマスパッタ法による Pt-C 複合薄膜の作製と構造評価	松本茂生・岡本昭夫・野坂俊紀	102
50. 薄膜光干渉発色布(玉虫の翅構造)	野坂俊紀	102
51. アクリルシリコン/シリカ・ナノ複合材料の撥水性(2) 撥水膜の表面特性におよぼす合成時における水の添加効果	木本正樹・日置亜也子・西田英夫 有本邦夫・池田能幸・佐々木宗夫	102
52. アクリルシリコン/シリカ・ナノコンポジットを用いた超撥 水表面	木本正樹	103
53. ナノマイクロポリイミド微粒子の開発	浅尾勝哉	103
54. 機能性ポリイミド微粒子の開発と応用性	浅尾勝哉	103
55. Number of Walls Controlled Synthesis of Millimeter-Long Vertically Aligned Brushlike Carbon Nanotubes	Supriya Chakrabarti・久米秀樹 潘 路軍・長坂岳志・中山喜萬	104
56. Preparation of Micron-Sized Aromatic Polyamide Particles Using Ultrasonic Irradiation	吉岡弥生・浅尾勝哉・山元和彦 館 秀樹	104
57. New Method for Fabricating Aromatic Polyamide Particles with a Narrow Particle Size Distribution	吉岡弥生・浅尾勝哉・山元和彦 館 秀樹	104
58. Preparation and Characterization of Nanoscale Aromatic Aolyamide Particles	吉岡弥生・浅尾勝哉・山元和彦 館 秀樹	105
59. Structural Phase Transitions of Aliphatic Nylons Viewed from the Simultaneous Measurements of WAXD and SAXS	田代孝二・竹内一浩・太田康明 塙坂 真・橋田朋子・吉岡弥生	105

	Chellaswami Ramesh	
60. 多孔性ポリイミド微粒子の作製	館 秀樹・浅尾勝哉・山元和彦 吉岡弥生	105
61. Degradation of Carbofuran by Cu/L-Ascorbic Acid/H ₂ O ₂ System	Farzana Ferdoush・勝又英之・金子 聡 鈴木 透・太田清久・呼子嘉博	106
62. Degradation of Diazinon in Aqueous Solution by V(VI)/H ₂ O ₂ System	勝又英之・中尾英之 Farzana Ferdoush・金子 聡 鈴木 透・太田清久・呼子嘉博	106
63. Purification and Characterization of an Alkaline Lipase from <i>Pseudomonas aeruginosa</i> Isolated from Putrid Mineral Cutting Oil as a Component of Metalworking Fluid	Ivanka Karadzic・増井昭彦 Lidija Zivkovic・藤原信明	107
64. ジオシンセティックス	赤井智幸	107
65. 線状高分子混合の材料特性における材質の影響について	小竹 望・平田昌史・赤井智幸 西村正樹・山本正人・嘉門雅史	107
66. Interface Shear Stress Parameter Evaluation for Landfill Liner Using Modified Large Scale Shear Box	M. Saravanan・嘉門雅史・H. A. Faisal 勝見 武・赤井智幸・松本 哲 乾 徹	108
67. The Study of the Durability about the Triple Liner System -The Loading Tests about Slope Hydraulic Barrier Function in the Sea Area Landfill Sites-	佐藤 毅・赤井智幸・石田正利 野村忠明・嘉門雅史	108
68. A study on the Durability of the Triple Liner System -Stress and Deformation Analysis by Finite Element Method-	亀井大樹・浅田英幸・前田 敏 上田正樹・赤井智幸・嘉門雅史	108
69. ジオシンセティックス 1 製品の種類と使用される素材	赤井智幸	109
70. ジオシンセティックス 2 要求される機能と代表的な適用例 (1)	赤井智幸	109
71. ジオシンセティックス 3 要求される機能と代表的な適用例 (2)	赤井智幸	109
72. ジオシンセティックス 4 材料特性の評価方法	赤井智幸	110
73. Required Performance of Fibers for Hybrid Clay Barrier	小竹 望・平田昌史・赤井智幸 西村正樹・山本正人・嘉門雅史	110
74. 廃棄物最終処分場キャッピング用複合シートの機能評価と施工耐久性評価	西村正樹・赤井智幸・和田昭太 楠部義夫・嘉門雅史	110
75. 廃棄物処分場に設置された一体型複合遮水シートの破損に対する耐久性評価に関する研究	石田正利・佐藤 毅・西村正樹 赤井智幸・根岸聖司・嘉門雅史	111
76. Characteristics and Construction Durability on Hybrid Geosynthetics for Capping of Landfill Site	西村正樹・赤井智幸・根岸聖司 石田正利・和田昭太・楠部義夫 嘉門雅史	111
77. リン酸化染料を用いた高染色堅ろう性革の開発のための染色条件の検討	稲次俊敬	111
78. 皮革の染色方法と最近の研究紹介	佐藤恭司	112
79. 皮革製品から放散する揮発性物質について	佐藤恭司・奥村 章・稲次俊敬 道志 智・藤田恵美・角田由美子	112
80. リン酸化染料の試作	佐藤恭司	112

□頭発表概要

1. ナノ加工・計測を実現する環境補償技術の開発	○山口勝己・足立和俊・本田索郎 他	115
--------------------------	----------------------	-----

2. 放電/切削ハイブリッド加工システムによる高能率微細加工	○南 久・増井清徳	115
3. 放電/切削ハイブリッド加工システムによる高能率微細加工	○南 久	115
4. 放電加工による焼結ダイヤモンド工具の成形加工	○南 久・塚原秀和・藤原久一 渡邊幸司・増井清徳・他	115
5. 新しい高能率微細加工への挑戦	○南 久・渡邊幸司・増井清徳	115
6. AZ31 マグネシウム合金のプレス成形シミュレーション	○白川信彦・宮田良雄・中本貴之	115
7. Multilevel Computer Generated Hologram on a Curved Surface for High Power CO ₂ Laser Beam Shaping	○萩野秀樹・朴 忠植・岩田耕一 他	115
8. レーザ表面処理用回折型ビーム整形素子の設計と試作	萩野秀樹・○他	115
9. 通電切削による難削材の超精密切削加工	○本田索郎・山口勝己・足立和俊 他	116
10. 炭素鋼粉末による金属 RP 造形物の高強度化	○中本貴之	116
11. 炭素鋼粉末による金属ラピッドプロトタイピング造形物の高強度化	○中本貴之	116
12. 炭素鋼粉末のレーザラピッドプロトタイピングにおける炭素量の影響	○中本貴之・白川信彦・宮田良雄 他	116
13. 放電/切削・研削ハイブリッド加工による高能率微細加工	○渡邊幸司・南 久・塚原秀和 藤原久一・増井清徳	116
14. 放電/研削ハイブリッド加工による超硬合金の微細仕上げ —第2報 軸付電着ダイヤモンド砥石の放電ツルーイング—	○渡邊幸司・南 久・藤原久一 増井清徳	116
15. 放電/研削ハイブリッド加工による超硬合金の微細仕上げ	○渡邊幸司・南 久・他	117
16. 放電/研削ハイブリッド加工による超硬合金の微細仕上げ —小径軸付電着ダイヤモンド砥石の放電ツルーイング—	○渡邊幸司・南 久	117
17. カーボンナノチューブの連続成長に関する基礎的研究	水越朋之・櫻井芳昭・石神逸男 ○他	117
18. カーボンナノチューブの連続成長に関する新手法の研究	水越朋之・櫻井芳昭・石神逸男 ○他	117
19. カーボンナノチューブ生成のための炭素原料ガス分離の検討	水越朋之・櫻井芳昭・石神逸男 ○他	117
20. 炭素透過法によるカーボンナノチューブの新製法の研究	水越朋之・櫻井芳昭・石神逸男 ○他	117
21. V 溝側壁部の X 線応力測定法	○小栗泰造・山口勝己・他	118
22. Two Pass FSW Joint of Magnesium Alloy	小栗泰造・○他	118
23. プロパンを用いた真空浸炭における炭素流入速度の測定	○星野英光・水越朋之・横山雄二郎 石神逸男	118
24. 鋳造品に関する相談事例	○武村 守・橘堂 忠	118
25. Formability of Friction Stir Welded and Arc Welded 5083 Aluminum Alloy Sheets	○平田智丈・小栗泰造・萩野秀樹 田中 努・他	118
26. Superplastic Properties and Microstructure of Friction Stir Welded Joints of Zn-22wt% Al Alloy	○田中 努・平田智丈・他	119
27. 環境対応型工業用クロムめっきの開発(その1) —3 価クロム浴の過去・現在、そして未来に向けて—	○森河 務・中出卓男・西村 崇 左藤眞市	119
28. Effect of Molybdenum on Case-Depth of Low-Temperature Plasma Carburized Austenitic Steel	上田順弘・山内尚彦・曾根 匠 ○他	119
29. オーステナイト系ステンレス鋼の低温プラズマ浸炭処理	上田順弘・山内尚彦・曾根 匠 ○他	119

30. UBM スパッタ法により形成した DLC 膜の硬さと摩耗特性の関 係	○三浦健一・中村守正	119
31. クロム代替リン含有合金めっきの皮膜特性および析出挙動	○中出卓男・横井昌幸・他	120
32. Mechanizm of Bonding between Plasma Sprayed Ti-Al Coating and Al ₂ O ₃ Coating	○足立振一郎・他	120
33. Study of Bonding Strength of Plasma Sprayed Ti-Al Coating on Mild Steel Substrate	○足立振一郎・他	120
34. プラズマ溶射アルミナ / Ti-Al 二層皮膜の軟鋼基材上の密着機構	○足立振一郎・他	120
35. Effect of Plasma Spraying Parameters on Anisotropic Feature of Mechanical Property of Plasma Sprayed Al ₂ O ₃ Coating	○足立振一郎・他	120
36. 軟鋼基材上 Ti-Al / アルミナ二層溶射皮膜の腐食特性	○足立振一郎・他	120
37. 高周波誘導加熱による Ti-Al 系金属間化合物の燃焼合成コーティ ング	岡本 明・曾根 匠・○他	121
38. 自己燃焼合成法による Cu-Al-Ni 系合金の鉄鋼への接合と防振性 付与効果	岡本 明・○他	121
39. アークイオンプレーティング法による CrN 皮膜中のドロップ レット数に及ぼす被覆条件の影響	○榮川元雄・他	121
40. アークイオンプレーティング法における皮膜の表面モルフォロ ジーに及ぼす被覆条件の影響	○榮川元雄・他	121
41. 構造化された PtNi 合金微粒子の作製	○西村 崇・横井昌幸・森河 務 他	121
42. DLC 膜へのスクラッチ試験による密着エネルギー算出モデルの 適用	○中村守正・三浦健一・他	122
43. UBM スパッタ法により形成した DLC 膜の残留応力に及ぼす被 覆条件の影響	○中村守正・三浦健一・他	122
44. 段差乗り越え機構をもった外出支援用カート	○杉井春夫・吉竹正明・朴 忠植 中谷幸太郎・北川貴弘・崔 鎮圭	122
45. ホームページを簡単・素早く更新して、最新情報の提供を!(「Tech テカー NET」を体験してみませんか?)	○中西 隆	122
46. ブログって何?	○中西 隆・他	122
47. 3次元摩擦攪拌接合(FSW)装置と接合支援ソフトウェア	○谷口正志・大川裕蔵・杉井春夫	122
48. 3次元摩擦攪拌接合(FSW)装置と接合支援ソフトウェア	○谷口正志・大川裕蔵・杉井春夫	122
49. 3次元摩擦攪拌接合(FSW)装置と接合支援ソフトウェア	○谷口正志・大川裕蔵・杉井春夫	122
50. 三次元駆動による摩擦攪拌接合支援システムの自動化に関する 研究成果	○谷口正志・大川裕蔵・杉井春夫 他	123
51. 次世代の高品位接合技術開発プロジェクト	○谷口正志・大川裕蔵・杉井春夫	123
52. 次世代の高品位接合技術開発プロジェクト	○谷口正志・大川裕蔵・杉井春夫	123
53. 携帯を用いた毒劇物・危険物管理システムの構築と運用結果	○袖岡孝好	123
54. 大阪版トレーサビリティ支援システムの操作について	○竹田裕紀・新田 仁	123
55. 大阪版トレーサビリティシステム利用者講習会	○竹田裕紀・新田 仁	123
56. 最近、安心して食べてます?	○竹田裕紀・新田 仁	123
57. 大阪版農作物トレーサビリティ支援システム指導者研修会	○竹田裕紀・新田 仁	123
58. 大阪版トレーサビリティ支援システムの概要講習会	○竹田裕紀・新田 仁	123
59. 「食の安全・安心」への取り組み	○竹田裕紀・新田 仁	124
60. 5軸摩擦攪拌接合装置による3次元曲面接合	○大川裕蔵・谷口正志・杉井春夫 他	124

61. 5軸摩擦攪拌接合装置による曲面接合	○大川裕蔵・谷口正志・杉井春夫 他	124
62. Development of 5-Axis Friction Stir Welding System	○大川裕蔵・谷口正志・杉井春夫 他	124
63. 容易に段差乗り越え可能な歩行支援器の研究	○朴 忠植・北川貴弘・中谷幸太郎	124
64. 歩行器用段差乗り越え機構の開発	○朴 忠植・北川貴弘・中谷幸太郎	124
65. 歩行補助車用段差乗り越えシステム	○朴 忠植・北川貴弘・中谷幸太郎	124
66. 牛肉画像を用いた異常肉(筋炎)の判定方法の検討	○中谷幸太郎・他	124
67. 画像処理によるデザイン分析システム	○中谷幸太郎	125
68. 画像処理技術の産業応用への可能性ーデザインの嗜好分析への適用事例ー	○中谷幸太郎	125
69. 歩行補助車用段差乗り越えシステム	○中谷幸太郎・朴 忠植・北川貴弘	125
70. 歩行補助車のための段差乗り越えシステム	○中谷幸太郎・朴 忠植・北川貴弘	125
71. 携帯情報端末や携帯電話における多言語利用	○石島 悌	125
72. メンテナンスフリーを目指した適応時間限定型 greylisting による迷惑メール対策とその効果	○石島 悌・平松初珠	126
73. 多品種少量の農作物生産に対応した大阪版トレーサビリティ支援システムの開発	○新田 仁・竹田裕紀	126
74. 文字情報の画像化による携帯電話向け多言語情報配信システムー在留外国人向け災害情報提供に関する提案ー	○平松初珠・石島 悌・他	126
75. 大阪府産技研にみる市内 LAN 更新に関する問題解決と新ネットワークの評価	○平松初珠・石島 悌・中辻秀和	126
76. 人体仙骨部の接触圧と組織血流量に及ぼすマットレスの影響	○木村裕和・山本貴則・片桐真子 他	126
77. 褥瘡予防寝具類の性能評価	○木村裕和・山本貴則・片桐真子	126
78. 靴底貼付型人体帯電防止シート「底に貼るだけ」	○木村裕和	127
79. Analysis of Viscoelasticity of Human Skin for Prevention of Pressure Ulcers	木村裕和・○他	127
80. Simulation of Stress Distribution for Prevention of Pressure Ulcers	木村裕和・○他	127
81. 試験条件の自動導出機能を搭載した高精度振動試験システム	○中嶋隆勝・津田和城・他	127
82. 次世代振動耐久性評価試験装置およびシステム	○中嶋隆勝・津田和城・他	127
83. 次世代振動耐久性評価装置およびシステム(蓄積疲労スペクトラムによるランダム振動試験)	○中嶋隆勝	127
84. 振動試験の基礎から応用までー次世代振動耐久性評価装置・システムを製品化しましたー	○中嶋隆勝	128
85. 皮膚表面温度解析手法によるタオルの快適感評価	○山本貴則	128
86. タオルにおける水分移動モデルとその実体顕微鏡的観察	○山本貴則・木村裕和・他	128
87. 前期高齢被験者を用いた褥瘡予防寝具の性能評価	○山本貴則・木村裕和・片桐真子 他	128
88. カーボンナノコイルの誘電泳動法による配向	田中健一郎・野坂俊紀・○他	128
89. Alignment of Carbon Nano-Coils Using Dielectrophoresis	田中健一郎・野坂俊紀・○他	128
90. カーボンナノコイルの電気泳動法による配向技術の開発	田中健一郎・野坂俊紀・○他	129
91. カーボンナノコイルの誘電泳動法による垂直配向	田中健一郎・野坂俊紀・○他	129
92. 年齢による右耳・左耳の聴力感度変化	○片桐真子・山本貴則・木村裕和 他	129
93. 音響解析による共振現象検出システムの開発	○君田隆男・中嶋隆勝・津田靖子	129

— 一段ボール包装貨物への適用 —

94.	音響解析による共振現象検出システムの開発 — 被包装物の共振検出 —	○君田隆男・中嶋隆勝・津田靖子	129
95.	ガタを有する被包装物の振動に関する数値的および理論的検討	○津田和城・中嶋隆勝	130
96.	貨物で見られるガタと被包装物の振動に関する実験的検討	○津田和城・中嶋隆勝・他	130
97.	ガタを有する被包装物の振動に関する実験的検討	○津田和城・中嶋隆勝・他	130
98.	ガタ振動をともなう包装品の振動耐久性に関する検討	○津田和城・中嶋隆勝・他	130
99.	反応性スパッタ法による TaAl-N 薄膜における高 TCR 化への検討	岡本昭夫・○他	130
100.	高分子・プラスチック基板のガスバリア性評価方法の開発	○岡本昭夫・松永 崇	131
101.	微細加工技術による光・マイクロデバイスの開発	○井上幸二	131
102.	微細加工を用いた光・マイクロデバイスの開発	○井上幸二	131
103.	2 段階成長およびポストアニール処理を用いた CuScO ₂ 薄膜のエピタキシャル成長	○寛 芳治・佐藤和郎	131
104.	高分子フィルム上への酸化クロム薄膜ストレインゲージの作製と触覚センサへの応用	○寛 芳治・佐藤和郎・岡本昭夫 松永 崇・小栗泰造・山元和彦 日下忠興・吉竹正明	131
105.	酸素ラジカル照射により作製された CuScO _{2+x} (0001) エピタキシャル薄膜の特性	○寛 芳治・佐藤和郎	131
106.	Electrical and Optical Properties of Excess Oxygen Intercalated CuScO ₂ (0001) Epitaxial Films Prepared by Oxygen Radical Annealing	○寛 芳治・佐藤和郎・四谷 任 他	131
107.	RF マグネトロンスパッタ法による Zn ₂ SnO ₄ の成膜 (III)	○佐藤和郎・寛 芳治・森脇耕介 村上修一・岡本昭夫	132
108.	Electrical and Optical Properties of Al-Doped ZnO-SnO ₂ Thin Films Deposited by RF Magnetron Sputtering	○佐藤和郎・寛 芳治・岡本昭夫 村上修一・森脇耕介・四谷 任	132
109.	MEMS 技術を使った超音波マイクロアレイセンサの開発	○田中恒久・井上幸二・他	132
110.	ドライエッチングを用いたマイクロ超音波センサの作製	○田中恒久・井上幸二・他	132
111.	MEMS 技術を使った誘電ボロメータ型赤外線センサの開発	○村上修一・宇野真由美・井上幸二 他	132
112.	Development of Photosensitive Insulating Materials as a Planarization and Passivation Layer on TFT LCDs	村上修一・○他	133
113.	シルセスキオキサン系ゲート絶縁膜の作製と FET 特性	村上修一・○他	133
114.	赤外線アレイセンサの作製プロセス	○村上修一	133
115.	Novel Positive Type Photosensitive Insulating Materials by Organic/Inorganic Hybrid Technologies as a Passivation Layer on TFT LCDs	村上修一・○他	133
116.	シルセスキオキサン系ゲート絶縁膜の開発と TFT 特性評価	村上修一・○他	133
117.	Preparation of Ba(Ti,Zr)O ₃ Ferroelectric Thin Films for Infrared Detection by Metal-Organic Decomposition	○村上修一・宇野真由美・佐藤和郎 他	134
118.	ポリプロピレン上への DLC 薄膜の形成	○松永 崇・岡本昭夫・他	134
119.	高分子フィルム上への酸化クロム 薄膜ストレインゲージの作製と触覚センサへの応用	○松永 崇・寛 芳治・岡本昭夫 佐藤和郎・小栗泰造・山元和彦 日下忠興・吉竹正明	134
120.	酸化クロム薄膜ストレインゲージを利用した触覚センサの試作	○松永 崇・寛 芳治・岡本昭夫 日下忠興・佐藤和郎・小栗泰造 山元和彦・吉竹正明	134
121.	MEMS 技術を用いた有機単結晶の熱伝導率測定デバイス	○宇野真由美・他	134

122.	プラズマスパッタ法により作製した Pt-C 複合薄膜の電極触媒への応用 –メタノール酸化における CO 被毒耐性の評価–	○松本茂生・西村 崇・岡本昭夫	134
123.	カーボンナノコイル複合高機能コンパウンドの開発	野坂俊紀・○他	135
124.	大阪府地域 COE 事業「ナノカーボン活用技術の創成」の成果概要	○野坂俊紀	135
125.	種々の環境下での自己温度調節面状ヒーターの特質	広畑 健・○他	135
126.	自己温度調節ヒーターの比較	広畑 健・○他	135
127.	スチレンブロックコポリマーグラフト物の分子量評価	○山元和彦	135
128.	スチレン-イソプレンブロックコポリマー (SIS) へのアクリル酸エステルの乳化グラフト重合	○山元和彦・舘 秀樹	135
129.	接着不良の解析手法	○木本正樹	135
130.	マクロアゾ重合開始剤を用いて合成したコア-シェル型微粒子の特性と複合化	○木本正樹・日置亜也子	136
131.	アクリルシリコン/シリカ・ナノ複合材料の撥水性におよぼす調製時における水の添加量の影響	○木本正樹・日置亜也子・他	136
132.	ナノ複合微粒子を用いた機能性材料の開発	○木本正樹	136
133.	有機無機複合微粒子の調製と機能性材料への展開	○木本正樹	136
134.	プレコート鋼板塗膜の摩擦摩耗試験	○木本正樹・出水 敬・他	136
135.	一回の重合による凹凸型単分散ゲル微粒子の調製とその特性	○木本正樹・日置亜也子	137
136.	一回の重合による凹凸型単分散ゲル微粒子の調製とその特性	○木本正樹・日置亜也子	137
137.	塗装鋼板塗膜の摩擦摩耗特性	○木本正樹・出水 敬・他	137
138.	電着塗装用高分子微粒子の開発	○浅尾勝哉	137
139.	沈殿重合法によるポリイミド微粒子の調製と形態制御	○浅尾勝哉・山元和彦・吉岡弥生 舘 秀樹・他	137
140.	ポリイミド微粒子の開発と応用	○浅尾勝哉・山元和彦・吉岡弥生 舘 秀樹	138
141.	ポリイミド微粒子の開発と応用	○浅尾勝哉	138
142.	ポリイミド微粒子の開発と応用展開	○浅尾勝哉	138
143.	ポリイミド微粒子の開発と応用	○浅尾勝哉	138
144.	ポリイミド微粒子の調製と粒子径制御	○浅尾勝哉・山元和彦・吉岡弥生 舘 秀樹	138
145.	化学気相反応による炭化シリコン多孔質体の作製	垣辻 篤・○他	138
146.	SiC ナノファイバーの気相成長における触媒効果	垣辻 篤・○他	138
147.	光応答性マラカイトグリーン界面活性剤によるベシクル形成の促進と薬剤分離の光制御	櫻井芳昭・○他	139
148.	Separation of Metallic and Semiconducting Single-Walled Carbon Nanotubes by Electric Field	櫻井芳昭・○他	139
149.	感光性基を複数個もつ化合物の合成と光化学的挙動	○櫻井芳昭・井上陽太郎	139
150.	光応答マラカイトグリーン界面活性剤によるベシクル形成の光制御	櫻井芳昭・○他	139
151.	カーボンナノコイル先端触媒粒子の透過電子顕微鏡 (TEM) 観察	○久米秀樹・西川義人・野坂俊紀 他	139
152.	Synthesis of Super Long Vertically Aligned Brush Like Carbon Nanotubes with Controlled Number of Walls	久米秀樹・○他	140
153.	Synthesis of Super Long Vertically Aligned Brush Like Carbon Nanotubes with Controlled Number of Walls	久米秀樹・○他	140

154.	カーボンナノコイルの成長のための触媒活性	久米秀樹・○他	140
155.	アミノ基を有する芳香族ポリアミド微粒子の創製および表面修飾	○吉岡弥生・浅尾勝哉・山元和彦 館 秀樹	140
156.	芳香族ポリアミド微粒子の創製および機能化	○吉岡弥生	140
157.	芳香族ポリアミド微粒子のモルフォロジーと特性	○吉岡弥生・浅尾勝哉・山元和彦 館 秀樹	140
158.	種々の形状を有する TiO ₂ 微粒子光触媒	○日置亜也子	141
159.	ポリベンゾオキサゾール微粒子の作製と評価	○館 秀樹・浅尾勝哉・山元和彦 吉岡弥生	141
160.	高い耐熱性を有するポリベンゾオキサゾール微粒子の作製方法と粒子径制御	○館 秀樹・浅尾勝哉・山元和彦 吉岡弥生	141
161.	ポリベンゾオキサゾール微粒子の開発	○館 秀樹	141
162.	新規なポリベンゾオキサゾール微粒子の連続合成方法	○館 秀樹・浅尾勝哉・山元和彦 吉岡弥生	141
163.	感光性基をもつスピロインダン誘導体の合成と光化学特性	○井上陽太郎・櫻井芳昭	141
164.	バーナの火炎検知と着火挙動に関する研究	○東 忠宏・井本泰造・磯田 徹	142
165.	バーナの火炎検知と着火挙動に関する研究	○東 忠宏・井本泰造・磯田 徹	142
166.	多孔質イオン交換膜を用いた細菌センシングの解析	藤原信明・○他	142
167.	カーボンナノチューブの製糸に関する研究(第2報)	○喜多幸司・赤井智幸・西村正樹 他	142
168.	カーボンナノチューブの製糸に関する研究(第3報)	○喜多幸司・赤井智幸・西村正樹 他	142
169.	水中プラズマによる染料液の脱色	○田原 充・林 寛一	142
170.	パルスコロナ/酵素処理羊毛の反応染料に対する染色性: 繊維構造変化と染色性	田原 充・○他	143
171.	酸化剤/酵素処理羊毛の酸性染料に対する染色性: 染料の構造と染色性	田原 充・○他	143
172.	プラズマ重合による PTFE の接着性改善	田原 充・○他	143
173.	廃棄物処分場に設置された一体型複合遮水シートの破損に対する研究(その2) - 破損後の漏水に対する抵抗性 -	赤井智幸・西村正樹・○他	143
174.	繊維状高分子混合による土質系遮水材料を用いた海面処分場の遮水工(その1, 数値解析)	赤井智幸・馬淵伸明・○他	144
175.	繊維状高分子混合による土質系遮水材料を用いた海面処分場の遮水工(その2, 施工)	赤井智幸・西村正樹・○他	144
176.	タオル製品の快適性 - やわらかさと吸水性からの分析 -	○宮崎克彦	144
177.	廃棄物処分場に設置された一体型複合遮水シートの破損に対する耐久性評価に関する研究(その1) - 破損過程における抵抗性 -	○西村正樹・赤井智幸・他	144
178.	海面廃棄物最終処分場用途の遮水シートと不織布保護マット間の摩擦特性評価	○西村正樹・赤井智幸・他	144
179.	線状高分子混合処理土を用いた遮水工法の開発	○西村正樹・赤井智幸・馬淵伸明	144
180.	線状高分子混合処理土を用いた遮水工法の開発	○西村正樹・馬淵伸明・赤井 智幸	145
181.	線状高分子混合処理土の特性に及ぼす繊維種の影響	○西村正樹・赤井智幸・他	145
182.	ガス透過性現場評価方法の検討	○西村正樹・赤井智幸・他	145
183.	拡張 π 共役系配位子を有する燐光性白金(II)錯体を用いた PLED 素子の作製	汐崎久芳・櫻井芳昭・○他	145

184. 拡張 π 共役系配位子を有する燐光性白金 (II) 錯体の合成	汐崎久芳・櫻井芳昭・○他	145
185. 市販淡色手袋革の染色摩擦堅ろう性	○稲次俊敬・藤田恵美・他	145
186. 塗装仕上げの違いが革の特性に及ぼす影響	○稲次俊敬・藤田恵美・他	146
187. メソポーラスシリカへの高濃度四配位 Ti 酸化物種の導入とその触媒特性	○道志 智・他	146
188. A Consideration of Evaluation Method for Leather Odor	○佐藤恭司・奥村 章・稲次俊敬 道志 智・藤田恵美・他	146
189. 皮革製品の臭い評価方法に関する一考察	○佐藤恭司・奥村 章・稲次俊敬 道志 智・藤田恵美・他	146

平成 18 年度研究発表会

1. 微細溝を有する形状の射出成形技術	○吉川忠作・奥村俊彦	147
2. マグネシウム合金のプレス成形とその周辺技術	○白川信彦・宮田良雄・中本貴之	147
3. 半導体レーザを用いた鉄鋼材料の表面硬化処理	○萩野秀樹・宮田良雄	147
4. 炭素鋼粉末による金属 RP 造形物の高強度化	○中本貴之・白川信彦・宮田良雄	147
5. 放電/研削ハイブリッド加工による高能率微細加工	○渡邊幸司・南 久・藤原久一 増井清徳	147
6. 真空浸炭における熱天秤を用いた炭素流入速度の測定	○星野英光・水越朋之・横山雄二郎 石神逸男	147
7. 球状バナジウム炭化物を含有させた鉄系耐摩耗低熱膨張材料の開発	○武村 守・橘堂 忠・松室光昭 出水 敬・他	147
8. 金属粉末添加によりその場生成させた Al_3Ni 粒子強化 Al 合金の作製と機械的性質	○松室光昭・橘堂 忠	148
9. 摩擦攪拌接合 (FSW) したアルミニウム合金の機械的特性	○平田智丈・小栗泰造・萩野秀樹 田中 努・他	148
10. 耐熱性表面材料の開発 — Fe-W 合金めっき皮膜の熱特性—	○森河 務・西村 崇・中出卓男 左藤眞市	148
11. UBM スパッタ法により形成した DLC 膜のナノインデンテーション硬さに及ぼす被覆条件の影響	○三浦健一・中村守正	148
12. 密着力と防食性に優れたアルミナ溶射皮膜の開発 (II)	○足立振一郎・岡本 明・上田順弘	148
13. アークイオンプレーティング法による CrN 皮膜中のドロップレット数に及ぼす被覆条件の影響	○榮川元雄	149
14. 鉄表面上でのアミン系腐食抑制剤の化学吸着に関する理論的研究	○左藤眞市	149
15. パルス電解法による白金軽合金微粒子の開発	○西村 崇・横井昌幸・森河 務	149
16. 皮膜残留応力を考慮したスクラッチ試験による DLC 膜の密着性評価法の検討	○中村守正・三浦健一	149
17. 三次元摩擦攪拌接合システム —三次元形状に沿った軽金属の接合—	○谷口正志・大川裕蔵・杉井春夫	149
18. 携帯電話を利用した農作物トレーサビリティ支援システムの実用化	○竹田裕紀・新田 仁	149
19. 日常生活を支援するロボット要素技術の開発 —段差乗り越え機構—	○朴 忠植・北川貴弘・中谷幸太郎 松元光輝・他	150
20. 大阪府産技研での IPv6 (次世代インターネットプロトコル) 利活用について	○石島 悌・平松初珠	150

21. 企業システムへの無償オープンソースデータベースの導入事例	○新田 仁・竹田裕紀	150
22. 歩行車や搬送台車に利用できる段差乗り越え機構の開発	○北川貴弘・朴 忠植・中谷幸太郎	150
23. Web アプリ記述言語 (PHP) を用いたインターネット相談システムの構築	○平松初珠	150
24. 輸送中の包装貨物が受ける振動について	○高田利夫・寺岸義春・森岡亮治郎 岡市 敏・津田和城・中嶋隆勝	150
25. 床ずれ発症を予防できる寝具に求められる性能	○木村裕和・山本貴則・片桐真子	151
26. 包装貨物の共振現象を音の測定解析により検出する手法	○君田隆男・中嶋隆勝・津田靖子	151
27. 梱包製品の輸送時に生じる複雑な振動挙動に関する実験的検証	○津田和城・中嶋隆勝・寺岸義春 高田利夫・他	151
28. マスク開口率によるドライエッチング深さ制御	○森脇耕介・佐藤和郎・福田宏輝	151
29. 高分子・プラスチック基板のガスバリア性評価方法の開発	○岡本昭夫・松永 崇	151
30. 酸化クロム薄膜ストレインゲージを利用した触覚センサの試作	○寛 芳治・日下忠興・岡本昭夫 松永 崇・佐藤和郎・吉竹正明 山元和彦・小栗泰造	151
31. アルゴン雰囲気中でアニール処理した Zn_2SnO_4 薄膜の電気特性	○佐藤和郎・寛 芳治・森脇耕介 村上修一・岡本昭夫	152
32. 超音波マイクロレイセンサの特性改善	○田中恒久・井上幸二・他	152
33. 日常生活を支援するロボット要素技術の開発 ー人体検知用赤外線センサー	○村上修一・宇野真由美・佐藤和郎 井上幸二・他	152
34. 化学溶液堆積法による $Ba(Ti,Zr)O_3$ 強誘電体薄膜の作製	○村上修一・宇野真由美・佐藤和郎 他	152
35. 高分子基材上への DLC コーティング	○松永 崇・岡本昭夫	152
36. ドライエッチングによるシリコンの溝加工	○福田宏輝	152
37. 誘電ポロメータ型赤外線センサの高性能化	○宇野真由美・村上修一・井上幸二 他	153
38. 固体高分子型燃料電池用触媒電極薄膜の開発と評価	○松本茂生	153
39. ポリアミド酸微粒子の分子量測定	○山元和彦・浅尾勝哉・吉岡弥生 舘 秀樹	153
40. 新規コアシェル型ポリマー微粒子の調製と複合化	○木本正樹	153
41. 有機無機ナノ複合化による超撥水性材料の開発	○木本正樹・他	153
42. 機能性ポリイミド微粒子の開発	○浅尾勝哉	153
43. 化学気相反応による SiC 多孔質粉末の合成とパルス通電焼結法による焼結	○垣辻 篤・他	154
44. 透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いた Ba 系単結晶薄膜の微細構造解析	○久米秀樹・他	154
45. 分散安定性に優れた芳香族ポリアミド微粒子の開発	○吉岡弥生	154
46. 放電プラズマ焼結法によるイオン伝導性セラミックスの作製	○西川 義人・他	154
47. 高い耐熱性を有する新規高分子微粒子の作製方法	○舘 秀樹	154
48. 燃焼安全制御のためのバーナ火炎分光放射強度計測	○井本泰造・東 忠宏	154
49. 生分解性資材の使用による土壌環境の健全性評価	○増井昭彦・井川 聡・藤原信明	155
50. 各種内装材から放散される室内空気汚染物質の測定	○小河 宏	155
51. 環境有害物質の分析と規制動向	○中島陽一・林 寛一	155
52. カーボンナノチューブ繊維状集合体の作製とその物性	○喜多幸司・赤井智幸・西村正樹 他	155
53. III 価鉄を利用したヒドロキシラジカルによる VOC 処理技術の	○林 寛一・中島陽一	155

開発		
54. 直流パルスによる水中プラズマの生成	○田原 充・林 寛一	155
55. 高分子製品中の有害物質のスクリーニング	○浅澤英夫・中島陽一・林 寛一 小河 宏・塚本崇紘・他	156
56. 羊毛由来蛋白を用いた身体・環境に優しい樹脂代替加工	○菅井實夫・増田敏男・他	156
57. タオル製品の快適性 ―手触り感覚の考察―	○宮崎克彦・馬淵伸明・宮崎逸代	156
58. カーボンナノチューブ燃糸の作製とその物性	○西村正樹・喜多幸司・赤井智幸 他	156
59. ジオシンセティックス材料の廃棄物処分場キャッピング用途への適用	○西村正樹・赤井智幸・他	156
60. チタニルポルフィリン消色反応についての分子軌道計算	○汐崎久芳	156
61. 正倉院の皮革製宝物材質調査	○奥村 章	156
62. 無機系抗菌剤による各種素材の新しい加工方法	○道志 智	157

産業財産権

1. ガスセンサ		161
2. 光触媒体の製造方法		161
3. チタン材の着色方法, 及び描画方法		161
4. 光触媒体の形成方法		161
5. 光触媒膜及びその製造方法		161
6. 硫酸銅めっき方法		161
7. 光触媒体の作製方法		162
8. 履物底用静電気除去具及び静電気除去履物底		162
9. めっき用不溶性陽極		162
10. 電磁波中の磁界の発生が少ない発熱体及びその製造方法		162
11. 球状炭化物合金白鑄鉄		162
12. 原料吹き付け式カーボンナノ構造物製造方法及び装置		162

(○印は講演者、〔他〕は職員以外の共同研究者)

技術報告及び技術論文概要

【技術報告】

速度論的解析モデルに基づいたガス浸炭の制御法の提案

石神逸男 水越朋之 横山雄二郎
星野英光 三浦健一 浦谷文博

現在のガス浸炭は、鋼を一定のカーボン・ポテンシャル (CP) を有した雰囲気ガス中で加熱することによって行われている。この方式では炉内への酸素混入を防止するため、炉内圧を大気圧よりも若干高めに設定し、ガスブリーダーや材料の挿入・排出扉から雰囲気ガスを燃焼排出させている。そのため大量のエネルギーとガス資源を消費するばかりでなく、CO₂ 排出による大気汚染の一因ともなっている。本稿では、CP 制御の理論背景を簡単に説明した後、現在のガス浸炭法の問題点と CP 制御に基づくかぎりそれらの解決策は限界にあることの根拠を示す。そのうえで、ガス浸炭の新しい制御法に向けて、複数の浸炭反応を考慮した速度論的解析モデルを構築したことと、その精度の検証結果について述べる。さらに、CP 制御法では困難であった雰囲気変動下での制御も可能なことの例示を行うとともに、本モデルが新しい熱処理線図の考案や、新しい浸炭熱処理法を開発する際の有力な支援手段になりうることを述べる。

新規合成法によるポリイミド微粒子の調製

舘 秀樹

ポリイミドは耐熱性、電気絶縁性、耐薬品性に非常に優れ、航空宇宙産業用材料からプリント基板、レジスト材料に至るまでその特性を生かし様々な分野で用いられている。そのほとんどがバルク、ワニス、フィルムで用いられておりポリイミド微粒子、特にサブミクロン以下のナノスケールの微粒子に関する報告はほとんど無い。一般的にポリイミド合成法として酸無水物とジアミンを用いた方法がよく用いられる。一方で酸無水物とジイソシアネートを用いた反応は、触媒存在下、比較的低温で七員環中間体を經由して、イミド環を与えるため、アミド酸中間体を經由しないポリイミドの合成が可能である。本研究では酸無水物とジイソシアネートの反応を用いた新しいポリイミド微粒子の合成法を開発した。また、反応条件により多孔性ポリイミド微粒子の合成にも成功した。イソシアネート法によるポリイミド微粒子調製を行い、その反応条件について検討した結果について報告する。

ギガビットネットワークを中心とした所内 LAN の再構築

平松初珠 石島 悌 中辻秀和

当研究所では、1996 年の移転時に 100 Mbps の FDDI を核とした所内 LAN を導入した。しかし、ネットワークの利用の変化や機器のメンテナンスなどの点で、さまざまな問題が顕在化してき

たため、ネットワークを再構築した。今回は、レイヤー3スイッチとレイヤー2スイッチをツリー型に配置したギガビットネットワークを構築した。末端へは、レイヤー2スイッチを経由し、既存の2対4芯のUTPケーブルを通して100 Mbps、もしくは10 Mbpsで接続される。ネットワークの移行は、古いネットワークと新しいネットワークを共存させ、段階的に置き換える方法で行った。また、近い将来普及すると言われているIPv6の対応や、末端の2対4芯のUTPケーブルを2本用いてギガビット通信の試みを行った。さらに、ネットワークの性能評価を行い、予想通り再構築したネットワークが高速化されていることを検証した。本稿では、再構築に到る過程とネットワークの移行を中心に上記について報告する。

高分子製品中の有害物質のスクリーニング

浅澤英夫 塚本崇紘

近年、EUでの環境負荷物質規制(RoHS, WEEE, ELV)の影響により、これらの管理の重要性が認識され、有害金属分析の要望が高まってきている。有害金属の定量には、原子吸光分析や高周波プラズマ発光(ICP)分析が高感度の分析として知られているが、煩雑な前処理のための時間と熟練が必要である。しかし、高分子中の有害金属の定量を迅速に行いたいとの多くの要望に対しては、これらの分析方法では応えられない。そこで、現在、簡易にスクリーニングできることで注目されているのが蛍光X線分析法である。これは、試料の前処理をほとんど行う必要がなく、簡便かつ迅速に簡易定性定量を行うことができるため、当研究所においても、この機器による依頼試験および機器貸与が急増している。当系の保有する機器でも一般的には、機器付属の簡易定性定量分析ソフトで標準試料を使用せずに分析することが多い。しかし、より適切な環境負荷物質規制対応のスクリーニングを行うには、標準試料による検出限界、精度、正確さの検定が必要である。市販の標準試料はあるが、高価であり、濃度範囲が限定されることが問題である。そこで本研究では高分子に有害金属(Pb, Cd, Cr, Hg)を含む標準試料を作製し、これらの課題に対処することを目的とし、検討を行った。

輸送包装の標準化と3R

寺岸義春

我国で経済復興と産業発展のツールのひとつとして、輸送包装の「標準化」が叫ばれ、輸送機関や製品出荷企業、包装材企業で「標準化」の取組みが始まったのは1960年初頭である。以来、ほぼ50年経過し輸送包装の「標準化」も包装材料、容器、輸送機器から評価試験までJIS化が進み、現在では生産のグローバル化に伴い、国際標準化(ISO)まで進展してきた。一方、昨年①容器包装リサイクル法と、環境負荷低減のために②省エネ法が改正され、①では3R(Reduce－廃棄物の発生抑制, Reuse－再使用, Recycle－再資源化)の推進、②では大手の出荷企業と輸送企業に排出するCO₂を毎年1%削減する義務が課された。これを受けて輸送包装の現場では、両法律を履行するため、これまで以上に標準化による輸送効率の向上と3Rを推進しなければならない状況になっている。ここでは、当所で実施している輸送包装の評価試験等でできる3Rや、現状の輸送包装の標準化について考察し、これからの輸送包装のあり方について紹介する。

【技術論文】

電子サイクロトロン共鳴プラズマを用いた
スズ添加酸化インジウム薄膜の表面改質寛 芳治 佐藤和郎 北畠顕英
小川倉一 中島嘉之 中野信夫

次世代ディスプレイとして期待されている有機電界発光(有機EL)素子を利用したディスプレイは、電極層、キャリア輸送層、発光層など機能分離された層によるサンドウィッチ構造で構成されており、陽極よりホールが、陰極より電子が抵抗率の高い有機層(発光層)に注入され、再結合により発光するキャリア注入型素子である。従って、抵抗率の高い有機層への高密度のキャリア注入は、有機EL素子にとって非常に重要な問題であり、キャリア注入に重要な役割を果たしている電極材料は、素子の発光特性や寿命などへ与える影響が極めて大きいと考えられている。そこで今回、一般に陽極に使用されている錫添加酸化インジウム(ITO)薄膜に対して、電子サイクロトロン共鳴(Electron Cyclotron Resonance: ECR)プラズマ中で生成されたイオン・ラジカルを照射し、陽極材料として重要な特性である仕事関数の増加および表面平坦性の向上を試みた。その結果、マイナス側の基板バイアス電圧を印加することにより、ITO薄膜表面の仕事関数および平坦性を同時に大きく改善できることを見出したので報告する。

超精密加工機における位置決めの高精度化
—環境補正装置によるレーザ測長誤差低減—

足立和俊 山口勝己 本田索郎

複雑・微細形状等の超精密加工は、非常に長い加工時間を要し、加工中の環境変化が加工精度に大きく影響を及ぼす。特に、レーザ干渉測長器を位置決め機構に利用する超精密加工機を用いた場合、温・湿度が管理された環境下では、加工機の熱変形よりも気圧の変化にともなうレーザ測長誤差が、直接仕上げ面に転写され、加工対象の形状精度を決定する主な要因となっている。本研究では、逐次変化する気圧・温度・湿度を計測してその影響を反映させる環境補正装置を試作し、超精密加工機の位置計測系に導入した。一方で、より正確な補正のためには、干渉系における光路差ゼロの位置と加工機の原点位置の間(いわゆるデッドパス)の長さに関する補正が必要であり、デッドパス長さの推定を実験で行うとともに、その長さを用いてより高精度な補正を実施した。試作した装置の有効性は、軸停止時における工具—工作物間の相対変位測定及びモデル加工実験により評価した。その結果、補正を行わなかった場合と比較して、加工機位置決め精度が著しく改善され、加工精度を向上できることを実証した。

スクラッチ試験と 180 度曲げ試験による DLC 膜の密着性評価法の検討

中村守正 三浦健一 松岡 敬
平山朋子

DLC(Diamond-like Carbon) 膜は、低摩擦性と耐摩耗性を兼ね備えた皮膜として広く注目されており、実用化研究が進められている。そのような DLC 膜の密着性評価には、スクラッチ試験が多用されているが、スクラッチ試験の結果には皮膜の硬さなど密着性以外の膜特性が含まれていることから、密着性のみを評価する方法を確立する必要がある。本論文では、スクラッチ試験の結果から皮膜の密着エネルギーを算出する Bull らのモデル式を基に、皮膜の残留応力を考慮した新たなモデル式を考案し、これを UBMS(Unbalanced Magnetron Sputtering) 法で形成した DLC 膜に適用することにより、密着性評価法としての妥当性を検証した。検証は、別に考案した 180 度曲げ試験によるモデル式から密着エネルギー比例変数を算出し、比較することで行った。その結果、両者から推測される密着性の変化は、被覆条件に対して極めてよく一致した。全く異なる外力によりはく離させたにもかかわらず密着性の変化がよく一致したことから、両モデル式を用いて DLC 膜の密着性評価が可能であることが確認できた。

インテリジェントな徐放性システムを利用した新しい殺菌方法の開発 — 切削油から分離した *P. aeruginosa* のプロテアーゼの精製とその性質 —

増井昭彦 藤原信明 Ivanka Karadzic

著者らは、水溶性切削油の腐敗防止と殺菌剤使用量の削減のため、殺菌剤・酵素をゼラチンに固定化させ、腐敗菌 (*Pseudomonas aeruginosa*) が分泌するプロテアーゼにより、殺菌剤・酵素が放出されるインテリジェントな殺菌システムを提案している。本システムにおいて、ゼラチンの分解と薬剤の放出は、プロテアーゼの作用によって制御されている。そのため、本システムを確立するには、このプロテアーゼの性質を明らかにする必要があり、酵素を精製し、その特性を調べた。その結果、本酵素は分子量約 19 kDa、至適温度は 60 °C、至適 pH は 9.0 であり、pH 6 以上で安定であった。さらに本酵素は、メタノール、エタノール、N,N-ジメチルホルムアミドなどの有機溶媒存在下で安定であった。

高密着力 Ti-Al 溶射皮膜の開発

足立振一郎

Ti と Al は金属の中では比較的安全性が高いとされており、またアルミナセラミックスとの親和性が高い。そこで、Ti 粉末と Al 粉末の混合粉末をプラズマ溶射して得られる Ti-Al 皮膜はアルミナ溶射皮膜の下地溶射皮膜として適用が期待される。本報告では、鉄鋼基材に溶射した Ti-Al 皮膜の組織および反応相を SEM および X 線回折により調べた。また、Ti 粉末と Al 粉末の配合比率、プラズマトーチへの投入電力などの溶射条件、および基材の表面粗さが密着力に及ぼす影響を検討した。その結果、Ti-Al 皮膜は主に $TiN_{0.3}$ 、TiNO および Al で構成されており、皮膜の構造は Ti 化合物相と Al 相がラメラ組織を形成して亀裂など欠陥の少ない緻密なことを確

認した。また、密着力は溶射条件に影響され、Ti 化合物相の酸化および窒化の度合いと相関関係が認められた。Ti-Al 皮膜と鉄鋼基材の界面における密着機構は基材表面粗さによるアンカー効果および Al 相の金属結合の相乗効果によることが推察された。これらにより、鉄鋼基材に対して高い密着力を有する Ti-Al 皮膜を製作することが可能になった。

5 軸摩擦攪拌接合装置の開発 (第 2 報)

大川裕蔵 谷口正志 杉井春夫
丸谷洋二

摩擦攪拌接合 (以下 FSW [Friction Stir Welding] と略す。) は金属を溶融させることなく塑性流動によって固相で接合する技術で、材質劣化が少なく継手効率も高い接合方法として注目を浴びている。この技術が Al 合金、Mg 合金などに応用されるのは接合部での結晶粒の粗大化が抑えられ、結果として接合部の機械的強度が非接合部に比べ、劣化しない特徴を有しているためである。しかし実用されている分野は直線接合だけであり、曲線や曲面上での接合はほとんど行われていなかった。その大きな理由は回転ツールの位置と姿勢を制御するソフトウェア、ハードウェアの開発が遅れていることにある。筆者らは平成 16 年度より開始したプロジェクト、都市エリア産官学連携促進事業 (大阪東部エリア) 『次世代の高品位接合技術の開発』において、研究テーマの一つとして、FSW による 3 次元形状の部材接合の自動化について取り組んできた。この研究を進めるにあたり 5 軸の FSW 装置を開発・試作し、それを用いてアルミニウム板の 3 次元曲面接合を実施したので報告する。

線状高分子混合処理土における靱性向上メカニズムの検討

西村正樹 赤井智幸 嘉門雅史

近年の環境意識の高揚を背景に、より安全で信頼性ある廃棄物最終処分場の設計、建設が求められており、わが国でも遮水構造や維持管理に対する基準が強化、明確化されてきている。また、陸上処分場建設が益々困難になる中、大規模でスケールメリットを活かせる海面処分場が、大都市圏を中心に今後主流になっていくと考えられる。しかし、海面処分場は地盤条件や施工条件が陸上とは異なり、陸上処分場に比べて考慮すべき課題が多い。さらに、海面処分場の遮水構造には、圧密沈下や地震に起因する大変形に対しても遮水性能を維持できることが求められる。筆者らはこれまで、主に海面処分場への適用を目指し、地盤変形追従性 (靱性) と遮水性能を併せ持つ土質系遮水材料として、粘性土に固化材と線状高分子材料 (短繊維) を混合した線状高分子混合処理土 (HCB; Hybrid Clay Barrier) を開発してきた。ここでは、HCB における靱性向上メカニズムについての検討結果を報告する。

酸化鉄を用いる環境中有機化合物分解法の開発

林 寛一 中島陽一 太田清久

環境意識の高まりからシックハウス症候群など人体に影響を及ぼす揮発性有機化合物 (VOC) や農薬など環境中有害有機化合物の無害化が叫ばれて久しい。現在無害化法として大気中 VOC については、活性炭フィルター法や燃焼触媒法と呼ばれる手法が知られている。また、環境中有機化合物の分解にはオゾンを用いる方法や光触媒を利用することにより処理の高効率化を図った研究も盛んに行われている。しかしながら、これらの方法は安全性・煩雑な作業・高維持費などといった改善すべき問題も多くある。これまで我々は、「持続可能な社会」を目指し、安全・安心な環境技術の開発を行うため、鉄を用いる水溶液中有機化合物の酸化分解処理法に関する研究を行ってきた。鉄は地球上に比較的豊富にある元素である。また工業的には産業廃棄物として再資源化等の必要性に関する問題もある。そこで、本稿では有効な鉄再利用法も視野に入れ、鉄サビのひとつであるⅢ価鉄種を用いた環境中有機化合物分解検討を行い、得られた結果および推定される反応の詳細について報告する。

技 術 報 告

速度論的解析モデルに基づいたガス浸炭の制御法の提案

Proposal for Controlling Gas Carburizing on the Basis of Kinetics Model

石神 逸男* 水越 朋之** 横山 雄二郎**
 Itsuo Ishigami Tomoyuki Mizukoshi Yujiro Yokoyama
 星野 英光** 三浦 健一*** 浦谷 文博****
 Hideaki Hoshino Ken'ichi Miura Fumihiro Uratani

(2007年6月15日 受理)

キーワード：ガス浸炭, 解析モデル, 数値解析, 炭素濃度分布, リアルタイム制

1. はじめに

自動車や建設機械などの動力伝達部品の代表的な表面処理法である浸炭には厳しい品質保証が要求される。そのため、この技術における大気汚染対策や省エネルギー・省資源については、どちらかと言えば二次的な問題として取り扱われてきた。しかしながら、最近の環境保護や資源問題に対する関心の高まりを背景として、これまでの主流であったガス浸炭法に対して、その改良やプロセスそのものが根本的に異なった浸炭法の出現が強く求められている。

このような課題に対処するため、我々は新しい浸炭プロセスの開発や処理パターンを改良する際の支援システムを確立することを目的とした研究を行ってきた。具体的には、様々な方式の浸炭に適用できる解析モデルを考案し、その解析結果を制御機器と連結させ、炭素濃度分布を監視指標としたリアルタイム制御システムを構築することを目指した。

本稿では、ガス浸炭の挙動を忠実に表現できる解析モデルを提示するとともに、それを用いた新しい制御法について提案する。また、今後の展開に際しての課題などについても述べる。

なお、ガス浸炭とはプロセスがまったく異なる真空浸炭への取り組みについてはすでに報告した¹⁾。

2. 現行のガス浸炭法の制御法と問題点

ガス浸炭法では、例えば、炭素濃度が0.8 mass%の浸炭能力(カーボン・ポテンシャル: C_p)を有する雰囲気中で鋼を加熱保持しておく、いつかは鋼表面の炭素濃度が0.8 mass%で、鋼内部に向かって漸減する炭素濃度分布が得られるという平衡論の考え方に基づ

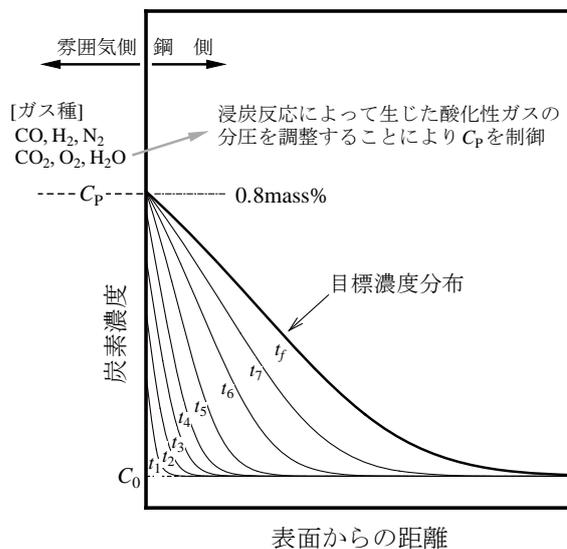


図1 ガス浸炭における炭素濃度分布の基本的な制御方法

* 次長
 ** 機械金属部 金属材料系
 *** 機械金属部 金属表面処理系
 **** 元 機械金属部 金属表面処理系

いている(図1参照)。

ガス浸炭には変成炉と浸炭炉が用いられる。変成炉ではプロパン、ブタンあるいは天然ガスなどの炭化水素系ガスに適量の空気を混合した後、Ni触媒を充填したレトルト内で高温加熱してCO、H₂、N₂を主な成分とする搬送ガス(商標:RXガス)に変成する。このガスを浸炭炉に供給するが、浸炭炉に必要な最大量を常に確保しておくために過剰に変成し、余剰ガスはブリーダーから排出・燃焼させている。

このようにして得られた搬送ガスは浸炭炉に送られるが、搬送ガスのC_pは0.3 mass%程度しかないので、炭化水素系のエンリッチ・ガスを加えて所定のC_pを有した雰囲気調整する。その際、浸炭反応によって生じる酸化性ガス(H₂O、CO₂、O₂)がC_pを低下させるため、それらをエンリッチ・ガスで浸炭性ガスに再生し、酸化性ガスの分圧を一定に維持しなければならない。例えば、搬送ガスの原料にプロパンを用いた場合、炭素肌焼鋼に対するC_pを1223 Kで0.8 mass%とするには酸素分圧を4.11 × 10⁻¹⁵ Paに調整する必要がある²⁾。このように、きわめて微量な酸素でもC_pに大きく影響するため、炉内への大気侵入を防ぐのに、炉内圧を大気圧よりも若干高めにして材料挿入扉などの隙間から炉内ガスを絶えず噴出・燃焼させている。このようなプロセス原理上、ガス浸炭では大量のエネルギーや原料ガスを無駄に消費しており、試算によると鋼へ侵入する炭素は原料ガスの1割にも満たないと言われている³⁾。当然のことながら、大気汚染の大きな原因ともなっている。

3. 浸炭挙動を表す速度論的解析モデル

上述のように、現行のガス浸炭法では平衡論に基づいた制御を行っており、そのことに由来する課題を解決するには平衡論以外の取り組みが必要である。浸炭は炭素が鋼中へ侵入・拡散する物質移動現象であり、平衡論と速度論のいずれも考慮しないと本質的に把握することは困難な場合が多い。このような観点から、まず、ガス浸炭の速度論的解析モデルを考案し、その精度を検証することにした。

鋼中における炭素の拡散現象は次式のフィックの第2法則で表される。

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (1)$$

ここで、Cは鋼表面からの距離xの位置における炭素濃度、tは時間、Dは炭素の拡散係数である。

次に、浸炭開始直前の状態(初期条件)は

$$t=0 \text{ において, すべての } x \text{ について } C = C_0 \quad (2)$$

となる。ただし、C₀は鋼母材の炭素濃度である。

さらに、雰囲気と鋼との境界での状況(境界条件)は、炭素が雰囲気から鋼中へ流入する速度(炭素流入速度)をFとすると、次式で表される。

$$F = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad , \quad x = 0 \quad (3)$$

浸炭法にはガス浸炭以外にも真空浸炭やプラズマ浸炭などがあるが、浸炭方式が異なると、炭素が雰囲気から鋼中へ流入する状況、すなわち、浸炭反応の挙動が異なってくる。それゆえ、境界条件の式(3)はそれぞれの方式に応じてもっと具体的な表現で与えなくてはならない。

ガス浸炭には次に示すような種々の反応が関与している。Cは鋼中に固溶した炭素を表す。



したがって、雰囲気から鋼中への炭素流入は上記の複数の反応を通じて行われていると考えるのが合理的である。その場合の境界条件は、例えば、次のような形で与えられる⁴⁻⁶⁾。

$$F = \sum_i^n k_i f_i (P_{\text{CO}}, P_{\text{H}_2}, P_{\text{H}_2\text{O}}, P_{\text{CO}_2}, P_{\text{O}_2}) \times \left(\frac{a_g - a_s}{a_s^m} \right) = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad (7)$$

ここで、k_iは各反応の速度定数、P_xはガス種Xの分圧、a_gとa_sはそれぞれ雰囲気と鋼表面における炭素の活量である。

4. 実験方法

(1) 浸炭処理

浸炭はマッフル構造の箱形バッチ式生産用炉を用い、ブタンガスを変成した搬送ガスによって行った。

試料は炭素肌焼鋼 S15CK(C₀ = 0.175 mass%)で、寸法・形状および化学組成は既報¹⁾のとおりである。浸炭条件はC_pを0.8 mass%と1.2 mass%、温度を1173 Kと1223 K、時間を1.8～14.4 ksとした。浸炭の熱処理線図を図2示す。まず、鋼を搬送ガス中で所定温度まで昇温・均熱してからエンリッチを開始し(図中の点A)、C_pが0.8 mass%のときは0.9 ks、1.2 mass%のときは1.8 ksで所定のC_p(図中の点B)に到達するように調節した。以下で述べる浸炭時間はエンリッチ開始からの時間であり、例えば、C_pが1.2 mass%で浸炭時間1.8 ksのデータはC_pが絶えず増加し続けたときのものである。なお、通常の処理では、浸炭終了後に濃度分布調整のための拡散処理が施されるが、本

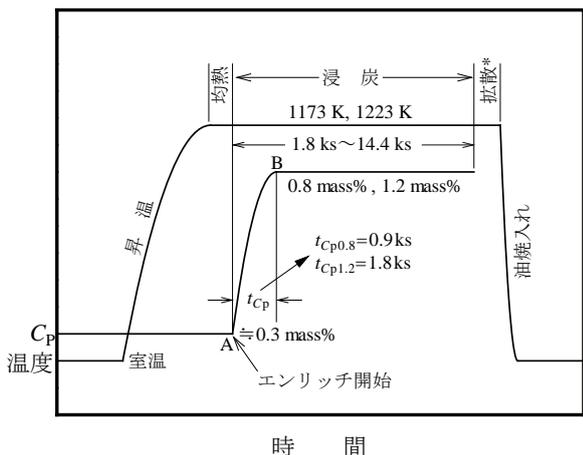


図2 ガス浸炭の熱処理線図

* 焼入れまでの約 0.18ks 間に多少の拡散が起こる.

稿では解析モデルの精度検証とその応用を主な内容としたため、意図的な拡散処理は行わず、浸炭終了後そのまま油焼入れを行った実験に基づいて記述する。ただし、浸炭が終了してから鋼が油中浸漬されるまで約 0.18 ks を要し、この間にわずかな拡散が起きていると考えられる。

(2) 炭素濃度分布の測定

炭素濃度分布 (C-x 曲線) は平面研削とスパーク放電発光分光分析の繰り返しによって求めた。定量化のための検量線は 0.01 ~ 1.69 mass% の炭素濃度を有する 10 種類の炭素鋼および低合金鋼から作成した。この検量線を用いて同じ鋼種の熱処理状態を種々変えた試片で求めた分析値は同一試片の繰り返し分析の精度に近く、浸炭層内の組織変化による分析誤差は生じないものと判断できた⁷⁾。

5. 解析モデルとその精度検証

(1) 浸炭反応の律速段階

図3に Cp を 1.2 mass%, 温度を 1173 K として浸炭時間 tc を変えたときの炭素濃度分布を示す。この図からガス浸炭を支配している過程を考察する。

まず、ガス浸炭における炭素輸送は次のような過程を経て行われる⁸⁾。

- ① ガス雰囲気中での化学反応
- ② 境膜内での浸炭ガスの鋼表面への拡散ならびに生成ガスの鋼表面から雰囲気中への拡散
- ③ 鋼表面での浸炭ガスと鋼との化学反応
- ④ 鋼表面から鋼内部への炭素の拡散
- ⑤ 鋼内部での化学反応 (例えば、炭化物形成などともなった反応拡散)

ところで、表面濃度が常に一定に保たれ、拡散係数

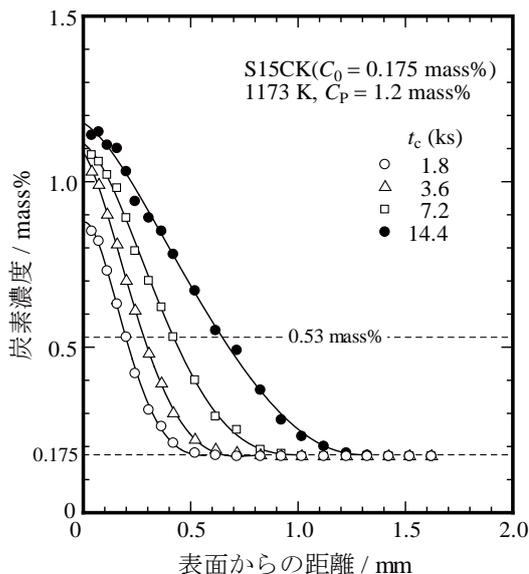


図3 ガス浸炭した S15CK の炭素濃度分布

D が濃度依存性を示さないときの濃度分布は、表面からの深さ x の位置における炭素濃度を Cx, 表面濃度を Cs とするとき、誤差関数あるいは相補誤差関数を用いて次のように表される⁹⁾。

$$\frac{C_x - C_0}{C_s - C_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt_c}}\right) = \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt_c}}\right) \quad (8)$$

浸炭速度が前記④の炭素拡散に律速されている場合、Cs は浸炭開始後瞬時にして Cp に達し、また一定温度では D は定数とみなせるから、A を定数とするとき、ある特定の濃度 Cx を示す深さ xc と浸炭時間 tc の関係は次式で表される。

$$x_c = A t_c^{1/2} \quad (9)$$

すなわち、炭素拡散律速ではある特定の炭素濃度を示す深さは浸炭時間の平方根に比例する。後述の解析モデルを用いた計算によると、この関係は D が濃度依存性を示す場合も成立する。図3の炭素濃度分布から 0.53 mass% (炭素肌焼鋼において、焼入油の冷却能も考慮した実用的な意味での有効硬化層深さにおける炭素濃度に相当¹⁰⁾) を示す深さ x0.53 を読み取り、tc の平方根に対してプロットすると図4の○印のようになる (●印は後述の解析モデルによる計算値)。浸炭が鋼中の炭素拡散に支配されているときの各点は破線で示した原点を通る直線上に位置するはずであるが¹¹⁾、長時間側の 14.4 ks を除くといずれも直線よりも下方に偏倚しており、この段階では前述した境膜内における各ガスの双方向拡散、あるいは鋼表面での化学反

*1) 浸炭終了時から油中浸漬までの約 0.18 ks 間に拡散が起きているとした場合は、拡散律速を仮定した計算結果であっても tc-x0.53 線の延長線は原点を通っておらず、厳密には式 (9) が成立しない (図4の実線)。

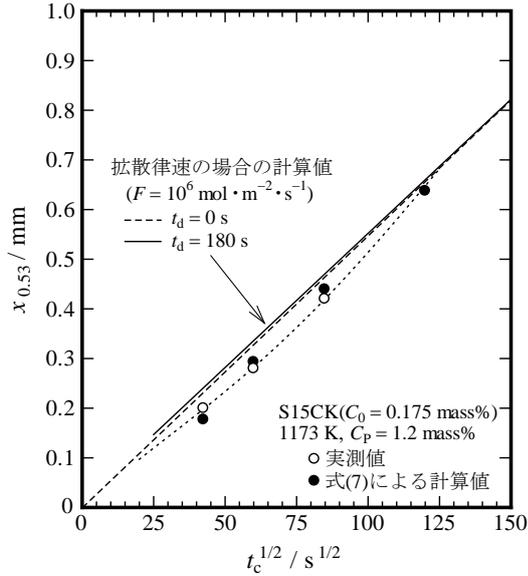


図4 浸炭時間 t_c の平方根に対する $x_{0.53}$ の変化

応が律速していると考えられる。なお、図4のすべての計算結果は炭素拡散係数の濃度依存性を考慮しており、C.Wellsらのデータ¹¹⁾を回帰分析した次式を用いた。

$$D_0 = (4.725 - 5.374W_C + 1.779W_C^2) \times 10^{-5} \quad (10)$$

$$Q = 154.5 - 21.04W_C - 3.285W_C^2 \quad (11)$$

ここで、 D_0 は頻度因子 ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)、 Q は活性化エネルギー ($\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$)、 W_C は固溶炭素濃度 (mass%) であり、 R を気体定数 ($8.31447/\text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$)、 T を温度 (K) とするとき、拡散係数 D は次式で与えられる。

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (12)$$

(2) 従来の方法による解析結果

ガス浸炭における F について、従来は次のような形で与えているものが多い¹²⁾。

$$F = \alpha(a_g - a_s) \quad (13)$$

$$F = \beta\rho(C_p - C_s) \quad (14)$$

ここで、 α は反応速度係数、 β は有効反応速度定数、 ρ は鋼の密度である。

例えば、式(14)を用いて計算を行うにあたって、 β の推奨値は $2 \times 10^{-5} \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$ で^{*)}、炉内雰囲気の流れ状態に応じて ± 2 桁のオーダーで変化するとされている。しかし、その範囲はあまりにも広いため、図3から β 値を求めることにした。まず、図3の $C-x$ 曲線について積分した炭素流入量 M を回帰分析することによって次式が得られる。

*2) 文献¹²⁾では β の単位は s^{-1} となっているが、 $\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$ が正しいと思われる。また、 β を求めるにあたって、同文献には $(C_p - C_s)$ の単位が示されていないが、mass% ではなく割合とした。

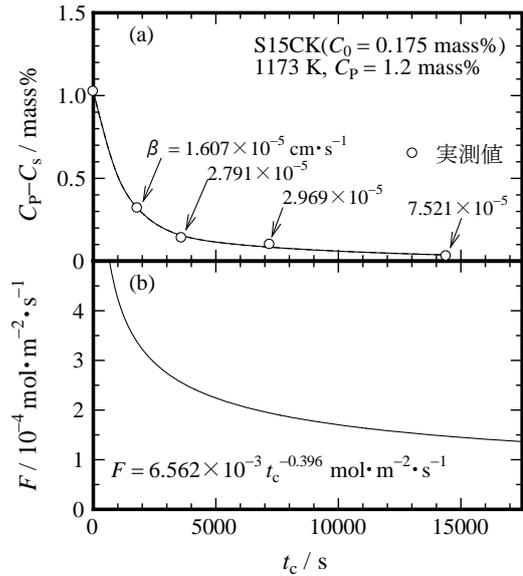


図5 浸炭時間 t_c ともなう炭素濃度差 ($C_p - C_s$) および炭素流入速度 F の変化

$$M = 1.0865 \times 10^{-2} t_c^{0.604} \quad (15)$$

ここで、 M ($\text{mol} \cdot \text{m}^{-2}$)、 t_c (s) であり、 F ($\text{mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$) は (dM/dt_c) で与えられる。

$$F = 6.562 \times 10^{-3} t_c^{-0.396} \quad (16)$$

式(14)と式(16)から β が求まるが、その結果を図5に示す。 $(C_p - C_s)$ が非常に小さい浸炭後期を除いた浸炭期では推奨値に近い値となっている。そこで、 C_p を 1.2 mass% とし、1223 K で 1.8 s、1173 K で 7.2 ks の浸炭を行ったときの $C-x$ 曲線について、式(14)の β 値を種々変えて計算した結果を実測分布と比較したところ、それぞれ図6と図7のようになった。図6では $\beta = 5 \times 10^{-5} \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$ 、図7では $\beta = 4 \times 10^{-5} \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$ のときに実測分布に比較的近い曲線が得られているが、精度はあまり高くない。これらの β 値は確かに指摘された変動幅内にあり、 β が各炉の固有値であれば、あらかじめ β 値を求めておくことでこの解析法を参考的に用いることはできる。しかしながら、 β は境膜の厚さや境膜内の物質移動にかかわる値であり、炉内の雰囲気攪拌の程度や材料の積載状態に応じてガスの流動状況が変化するため、同一炉であっても毎回の処理ごとに β 値が変わるはずである。しかも、図5に示したように、 β 値は浸炭時間によっても変動する。したがって、精度の高い解析を行うには信頼できる β 値あるいは反応速度係数 α をあらかじめ求めておく必要があるが、それでも、不慮の炉気変動が生じた場合にはその値自体が意味をなさなくなる。ましてや、炉内への大気混入などで雰囲気組成に不測の変化が起こった場合などへの対応はまったく不可能であり、雰囲気変動を利用した新しいプロセスによる浸炭法の開発などには

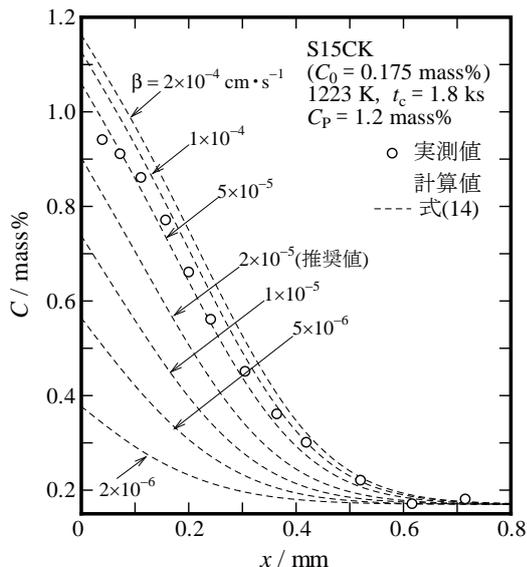


図6 炭素濃度分布に対する式(14)の解析精度

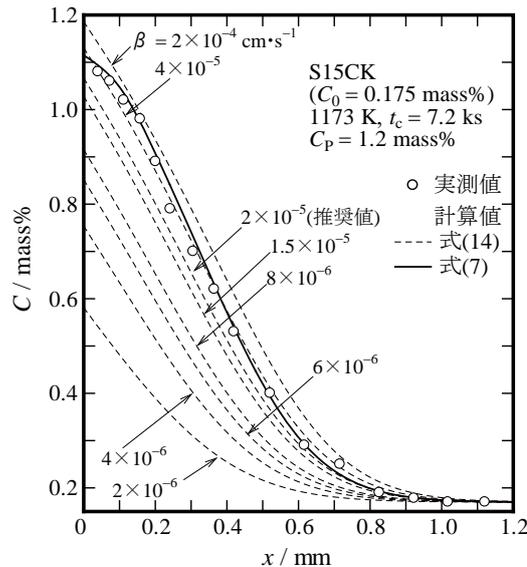


図7 炭素濃度分布に対する式(14)と(7)の解析精度

まったく活用できない。

(3) 複数の浸炭反応を考慮した解析結果

浸炭層の管理指標は表面炭素濃度，有効浸炭層深さならびに全浸炭層深さである。例えば，表面炭素濃度は表面硬さに顕著に反映するものであり，耐摩耗性を重視する浸炭では厳密に制御する必要があるが，表面近傍における式(14)の計算精度はかなり低い。

これに対して，本研究では雰囲気組成を境界条件に組み入れることによって雰囲気変動にも追従可能な解析法を検討した。ガス浸炭におけるFについて，反応(4)～(6)を考慮した式(7)を境界条件として拡散方程式を解いた結果を図7に実線で示した。式(14)よりもはるかに高精度の解析が可能で，表面炭素濃度も実測値とほとんど一致している。ここで，計算に必要な式(7)の k_i と f_i にはH. J. Grabkeが整理したデータを採用し¹³⁾，反応(4)～(6)に対する式(7)中の $a_s^{m_i}$ をそれぞれ $m_i = 0, 1, 0$ として計算を行った³⁾。また，意図的な拡散は行わなかったが，焼入れするまでの0.18 ks間に拡散が起こったものとした。さらに， C_p が浸炭開始から設定値に達するまでの詳細な経時データが得られなかったので， C_p が0.3 mass%から1.2 mass%(図2の点Aから点B)までの時間に対して一次関数的に増加すると仮定して計算を行った。ただし，本稿の他の解析結果は，図4の●値も含めて，すべて二次関数的な C_p 増加(図2で点Bを頂点とする放物線)を仮定している。図3の実測濃度分布に対する解

*3) R. Collinらは反応(4)，(5)，(6)に対してそれぞれ $m_i = 0, 1, 1$ としているが⁴⁾，反応(6)の速度は非常に遅く，いづれを採用しても結果に大きな相違はないと思われる。

析結果を図8に示す。浸炭時間が短いときには C_p の経時変化に推定値を用いた影響が大きく表れ，表面近傍での不一致が見られるが，それ以外の計算結果はかなりよく一致している。また，温度， t_c および C_p を種々変化させた場合もある程度の精度で解析することができた(図9参照)。今回は C_p 値の経時変化のみをデータとし，それからガス組成を逆算する方法で解析したが，通常ガス浸炭炉は C_p を監視・調整するためのガス分析装置を保有しているので，その分析値を式(7)に逐一投入しながら解析すれば精度がさらに向上することはもちろん，リアルタイム制御への応用が可能となり，雰囲気安定を最優先にするという制約から解放された制御法につなげることができる。また，大気汚染対策や省エネルギー・省資源に対しては，従来とはまったく異なったプロセスの浸炭法の開発も必要であるが，その際にも，既報¹⁾の解析法と本解析法は有効な支援技術になるものと思われる。

6. 本解析モデルの適用性を高めるために

(1) 精度低下の要因例

前章(3)節では，本解析法がガス浸炭の挙動を忠実に表現することができた例について述べた。しかしながら，表1に示すように，今回の一連のデータでは計算結果と一致しないものもあった。ただし，それらは浸炭時間が延長しているにもかかわらず，表面炭素濃度や有効浸炭層深さが減少するなど，明らかに不合理な実験値を示している試片群(No.311～No.314およびNo.321～No.324)の場合であり，むしろ実験精度

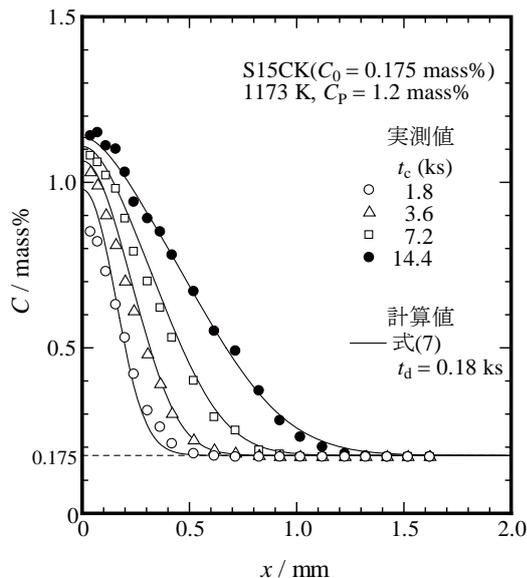


図8 図3の炭素濃度分布に対する式(7)の解析結果

がそれほど良好でなかったことが原因と考えられる。図8は各特性値がもっとも合理的な経時変化を示していると思われる実験データ(No.331～No.334)に対する解析結果である。

ガス浸炭は成熟した表面熱処理法であるにもかかわらず、いまだに様々なトラブルが発生する技術でもある。その一例を図10に示す。これは“ガス浸炭した処理品の表面硬さが安定せずに困っている”との技術相談を受けて調査した結果である。4台の生産炉に被処理品と同時に清浄な鋼箔を挿入して浸炭を行い、そ

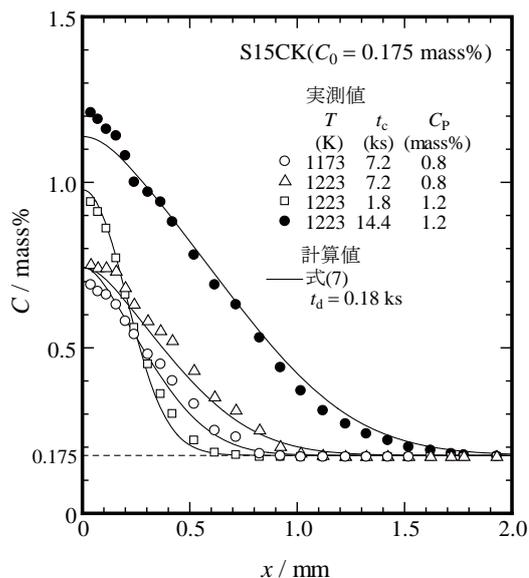


図9 炭素濃度分布における分析値と計算値の比較

の鋼箔の炭素濃度 C_F と硫黄濃度を分析し、硫黄濃度に対して C_F が設定 C_p 値よりどれだけ低下していたかを示す。 C_p 値が同レベルの試片群では、硫黄濃度が高くなるほど炭素濃度が減少する傾向が見られ、減少の程度は設定 C_p 値が高いときほど大きかった。硫黄濃度の変動は被処理品に残留した油分の程度を反映したものであると思われるが、硫黄分が浸炭反応を阻害することは既知のことである¹⁴⁾。このように解析モデルに想定外の因子が関わったときは精度が見かけ上低下する。解析モデルに考慮されていない現象が発現しない

表1 ブタンから変成した搬送ガスを用いて S15CK を浸炭したときの諸特性値と計算結果との一致度

試片 No.	C_p (mass%)	T (K)	t_c (ks)	C_s (mass%)	M (mol·m ⁻²)	$x_{0.53}$ (mm)	$x_{+0.04}$ (mm)	計算結果との一致度
311	0.8	1173	1.8	0.60	0.6275	0.09	0.40	△
312	0.8	1173	3.6	0.64	0.7487	0.13	0.49	△
313	0.8	1173	7.2	0.71	1.374	0.28	0.73	○
314	0.8	1173	14.4	0.69	1.498	0.27	0.87	×
321	0.8	1223	1.8	0.54	0.5527	0.04	0.39	×
322	0.8	1223	3.6	0.59	0.8979	0.13	0.63	×
323	0.8	1223	7.2	0.77	1.918	0.39	0.95	○
324	0.8	1223	14.4	0.67	1.864	0.33	1.14	×
331	1.2	1173	1.8	0.88	1.006	0.20	0.42	△
332	1.2	1173	3.6	1.06	1.531	0.28	0.56	○
333	1.2	1173	7.2	1.10	2.297	0.42	0.77	○
334	1.2	1173	14.4	1.17	3.547	0.65	1.07	○
341	1.2	1223	1.8	0.95	1.394	0.26	0.54	○
342	1.2	1223	3.6	1.00	1.835	0.34	0.70	△
343	1.2	1223	7.2	1.21	3.624	0.65	1.08	△
344	1.2	1223	14.4	1.21	4.565	0.82	1.48	○

C_p : カーボン・ポテンシャル設定値, t_c : 浸炭時間, $x_{0.53}$: 炭素濃度 0.53mass% を示す位置までの深さで、炭素鋼では有効浸炭層深さに相当¹⁰⁾, $x_{+0.04}$: 母材炭素濃度より 0.04mass% だけ高い濃度を示す位置までの深さで、全浸炭層深さに相当¹⁰⁾

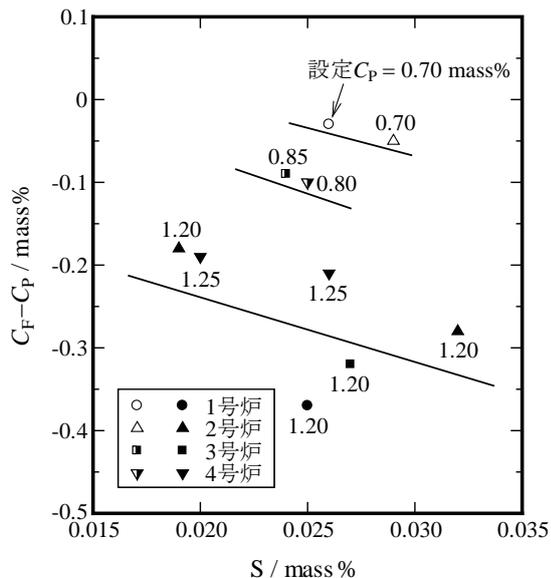


図 10 ガス浸炭した鋼箔の硫黄と炭素の濃度の関係

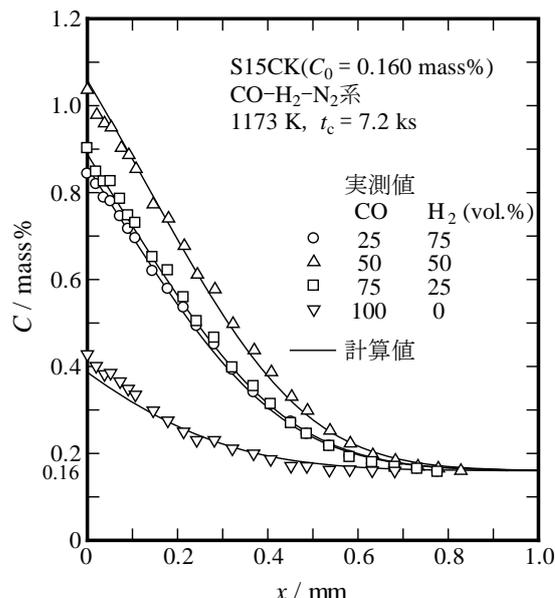


図 11 CO-H₂-N₂系雰囲気中で浸炭したときの炭素濃度分布に対する解析精度

ように作業者が留意することが重要である。

(2) 汎用性の拡張

これまでに述べた結果は、解析に必要なデータとして H. J. Grabke がまとめた実験式¹³⁾を用いたものであるが、実は浸炭後に意図的な拡散処理を行った場合に対する解析では計算がオーバーフローした。これについて検討したところ、反応(4)の速度定数が大きすぎると考えられた。これに対しては R. Collin らのデータ⁴⁾を用いると問題なく解析することができる¹⁵⁾。

また、本稿では解析に必要な諸データが整っている炭素肌焼鋼について述べたが、この鋼は焼入性が低く、実際には焼入性を向上させる Cr, Mo, Ni などを含む低合金肌焼鋼 (SCM, SNCM あるいは SCr 材) がよく使われる。その場合、これらの合金元素は式(7)の表面炭素の活量 a_s に影響をおよぼすが、F. Neuman らの Solubility Factor¹⁶⁾ を考慮することで正確に解析できることを確かめている¹⁵⁾。

さらに、合金元素は炭素拡散係数に対してほとんど影響しない^{17,18)}、逆に影響する¹⁹⁾との相反する報告があるが、我々の実験では影響を無視しても精度よく解析できた¹⁵⁾。ただし、真空浸炭の場合は、炭素肌焼鋼 S15CK と低合金肌焼鋼 SNCM815 を同一条件で処理しても炭素濃度分布が明らかに異なっていた。ガス浸炭と真空浸炭におけるこの相違は、真空浸炭では浸炭時の表面炭素濃度を固溶限まで高めた後、真空下の拡散で目標値まで減少させる飽和値調整法²⁰⁾を採用しているが、炭素拡散係数の濃度依存性は高濃度ほど顕著に現れること¹¹⁾が原因の一つと推定している。拡散係数の D_0 と Q を系統的に変えて解析した $C-x$ 曲線を

実測値に合致させる方法²¹⁾によって拡散係数を求めることを試みたところ、実用に支障のない精度は確保できそうであり²²⁾、現在さらに詳細な検討を加えている。

(3) 浸炭機構の正確な把握の必要性

ガス浸炭では炭化水素系ガスから変成した CO, H₂, N₂ を主成分とする搬送ガスを用いることはすでに述べたが、実験的に混合した CO-H₂-N₂ 系混合ガス中で浸炭を行ったときに本解析モデルが適用できない例を紹介する。

図 11 は CO-H₂-N₂ 系混合ガス中で (CO+H₂): N₂ = 1 : 1 とし、CO と H₂ の割合を種々変化させて浸炭したときの炭素濃度分布である²³⁾。この実験では透明石英管を用いた堅型の反応炉の上方から混合ガスを導入し、下方から排出している。この反応ではこれまで述べたガス浸炭の解析モデルを用いることはできない。その理由は鋼と雰囲気との界面に酸化性ガスが存在せず、その場合には、式(7)の f_i の P_{H_2O} , P_{CO_2} , P_{O_2} を 0 とすればよいわけではなく、酸化性ガスは a_s にも関係してくるからである。例えば、反応(4)が平衡状態にあるときは次の関係が成立している²⁾。

$$\Delta G_4^\circ = -RT \ln K_4 = -RT \ln \frac{a_s P_{H_2O}}{P_{CO} P_{H_2}} \quad (4a)$$

$$\Delta G_4^\circ = -127821 + 18.7443T \log_{10} T + 78.4082T \quad (4b)$$

ここで、 ΔG_4° は反応にともなう標準自由エネルギー変化 (J), K は平衡定数である。

反応(4)が起これると、H₂O が生成するが、この実験では反応ガスを反応管の上方から下方へ一方向に流し

ているため、生成した H_2O は反応界面から絶えず除去されており、カーボン・ポテンシャルの概念が適用できない浸炭反応となっている。この反応では表面炭素濃度が炭素固溶限に達するまでの炭素流入速度は常に一定に保たれており、真空浸炭における化学反応律速¹⁾と同じ挙動を示していた²³⁾。その場合の F は浸炭ガス組成から推定することはできず、実測する必要がある。その実測値を式 (3) に投入して計算を行ったところ、図 11 の実線で示すように、高い精度で解析することができた。なお、図 11 で $CO : H_2 = 1 : 1$ のときに浸炭速度が最大となっているが、このことは R. J. Fruehan がすでに報告しており²⁴⁾、最近になって高濃度 CO による迅速浸炭法として実用化されている²⁵⁻²⁷⁾。

ガス浸炭は確かに $CO-H_2-N_2$ 系混合ガスによる浸炭ではあるが、本稿の解析モデルでは、カーボン・ポテンシャルの概念が存在するということが前提である。もし、図 11 の実験で H_2O が反応界面に存在するような状況、例えば、反応ガスが滞留したり、循環する状況で浸炭を行ったときは酸化性ガスが反応に参与するようになる。当然のことながら、その場合は本稿のガス浸炭モデルを用いなくてはならない。

7. おわりに

本研究に携わることになったきっかけは、真空浸炭が開発された当初“真空浸炭はガス浸炭よりもはるかに迅速な処理が可能である”と強調されすぎている印象を受けたからである。プロセスがまったく異なる浸炭技術を単に現象面だけで論じているように思えた。そこで、両者に対する速度論的解析モデルを考案し、解析結果を種々検討することによって、浸炭速度の相違は炭素固溶限、炭素拡散係数の濃度依存性および浸炭ガスの種類などに応じて異なり、必ずしも真空浸炭が迅速であるとは言えないことを示した⁵⁾。

これまでのガス浸炭ではカーボン・ポテンシャルを管理指標とした平衡論に基づく制御が行われており、この方法では雰囲気安定維持が最優先にされてきた。本解析モデルは雰囲気変動にも追従しうる構成になっており、炭素濃度分布を管理指標とする新たな制御法につなげられるもので、これまでの様々な課題を解決できると考えている。その観点に立ち、意図的に雰囲気組成を変動させたときの解析に着手したが²⁸⁾、それ以降の検討により、その精度をはるかに向上させることができている¹⁵⁾。

現在は、浸炭炉への搬送ガスの供給量を大幅に低減

させる処理方法や CO_2 排出がない密閉型浸炭炉の開発に向けて検討している。具体的には、各ガス成分の分析値をリアルタイムに取り込みながらの解析を試みているが、高い精度でその場解析ができることを確認している。

参考文献

- 1) 石神逸男, 水越朋之, 横山雄二郎, 星野英光, 三浦健一, 浦谷文博: 大阪府立産業技術総合研究所報告, No.16 (2002) p.35.
- 2) 石神逸男: 熱処理, **37** (1997) p.319.
- 3) 内藤武志: OE 技術通信, 第 9 号, オリエンタル エンヂニアリング株式会社, (2001) p.2.
- 4) R. Collin, S. Gunnarson and D. Thulin: J. Iron Steel Inst., **210** (1972) p.785.
- 5) 石神逸男, 辻 新次, 浦谷文博, 綱澤榮二: 日本熱処理技術協会 第 24 回学術講演大会予稿集, (1987) p.29.
- 6) Y. Yokoyama, T. Mizukoshi, I. Ishigami and T. Usui: Materials Science Forum, **522-523** (2006) p.589.
- 7) 浦谷文博, 石神逸男, 辻 新次, 吉仲 平: 大阪府立工業技術研究所報告, No.87 (1985) p.46.
- 8) R. Collin, M. Brachaczek and D. Thulin: J. Iron Steel Inst., **207** (1969) p.1122.
- 9) J. Crank: *The Mathematics of Diffusion*, 2nd ed., Clarendon Press, Oxford (1975) p.32.
- 10) *Metals Handbook*, 9th ed., Vol.4, Heat Treating, ASM, Metals Park, Ohio (1981) p.277.
- 11) C. Wells, W. Batz and R. F. Mehl: Trans. AIME, **188** (1950) p.553.
- 12) *ASM Handbook*, Vol.4, Heat Treating, ASM International Handbook Committee (1995) p.315.
- 13) H. J. Grabke: Arch. Eisenhüttenwes., **46** (1975) p.75.
- 14) R. J. Fruehan: Met. Trans., **4** (1973) p.2129.
- 15) 水越朋之, 星野英光, 横山雄二郎, 平田智丈, 石神逸男: 日本熱処理技術協会 第 57 回講演大会講演概要集, (2003) p.43.
- 16) F. Neuman and B. Person: Härtereitechn. Mitt., **23**, Nr.4 (1968) S.296.
- 17) 邦武一郎: 日本金属学会会報, **3** (1964) p.466.
- 18) 西沢泰二: 日本金属学会会報, **12** (1973) p.408.
- 19) M.A. Krishtal: *Diffusion Processes in Iron Alloys*, Keter Press, Israel Program for Scientific Translations, (1970) p.101.
- 20) J. Wünnig, G. Leyens and G. Woelk: Härtereitechn. Mitt., **31**, Nr.3 (1976) S.132.
- 21) 鈴木 茂: まてりあ, **38** (1999) p.559.
- 22) 石神逸男, 横山雄二郎, 三浦健一, 星野英光, 浦谷文博: 日本熱処理技術協会 第 50 回講演大会講演概要集, (2000) p.39.
- 23) 横山雄二郎, 石神逸男, 浦谷文博: 大阪府立産業技術総合研究所報告, No.13 (1999) p.48.
- 24) R. J. Fruehan: Met. Trans., **4** (1973) p.2123.
- 25) 中津裕之, 下里吉計, 紙谷 守: 日本熱処理技術協会 第 55 回講演大会講演概要集, (2002) p.31.
- 26) 下里吉計, 紙谷 守, 中津裕之: 工業加熱, **40**, 4 (2003) p.22.
- 27) (社) 日本工業炉協会: THERMOTEC 2005 GUIDE BOOK, (2005) p.41, p.63.
- 28) 石神逸男: (財) 谷川熱技術振興基金事業報告書, **23** (1999) p.28.

新規合成法によるポリイミド微粒子の調製

Novel Preparation of Polyimide Particles

館 秀樹*

Hideki Tachi

(2007年6月15日 受理)

キーワード：ポリイミド，ポリイミド前駆体，微粒子，イソシアネート法，多孔性ポリイミド微粒子

1. はじめに

ポリイミドはデュボン社が開発したスーパー・エンジニアリング・プラスチックで，他の有機物や高分子系材料と比べて高い耐熱性(500℃まで)を誇る上，機械強度や耐薬品性，耐摩耗性，耐クリープ性，寸法安定性など優れた物性を有している．また，誘電率も低く(通常3.2～3.4)，延性に富み，熱膨張係数が低いことから，マイクロエレクトロニクス関連分野を中心に様々な用途で応用開発が進んでいる¹⁾．近年では優れた物性を生かして固体高分子型燃料電池用電解質膜ポリマーや層間絶縁膜材料，半導体用コーティング材料などへのポリイミドの利用が注目を集めている．

ポリイミドは，フィルムまたは溶液にポリイミドまたは前駆体であるポリアミド酸を溶解させたワニスの形態で提供されることがほとんどである．国内では，東レのフォトニクスや宇部興産のユーピレックスなどがよく知られている．デュボン社がポリイミド粉末成形品を提供しているが，ポリイミド粉末またはポリイミド微粒子を製品として販売している会社は無い．ポリイミドを微粒子化することで，優れた物性を損なうことなく，微粒子としての特徴を生かした新しい機能性材料としての展開が期待できる．例えば，ポリイミドを微粒子の形態で提供することができれば，携帯電話などの精密機器に用いられる微小部品の精密塗料，また，粉体塗料，フィルター，吸着剤やカラム充填材，粉末成形用材料などの幅広い応用が可能となる．

ポリイミド微粒子に関する詳細な報告は，当研究所

の沈殿重合法を用いた単分散球形ポリイミド微粒子の作製方法についてのみであり，その他には国内外を問わずほとんど無い²⁻⁷⁾．本法はジアミンとカルボン酸二無水物を用いて超音波照射下で反応させており，超音波の周波数，溶液濃度，溶媒などによって微粒子の形状や表面形態，粒子径の制御が可能であることを明らかにしている．さらに，ポリイミド微粒子の表面を官能基化する試みも行っている．また，筆者らはジイソシアネートとカルボン酸二無水物の反応から多孔性ポリイミド微粒子を作製し，その作製方法に関する報告を行っている⁸⁻¹⁰⁾．多孔性ポリイミド微粒子は耐熱性や絶縁性に優れた吸着剤など非常に興味深い特性を有することが予想される．

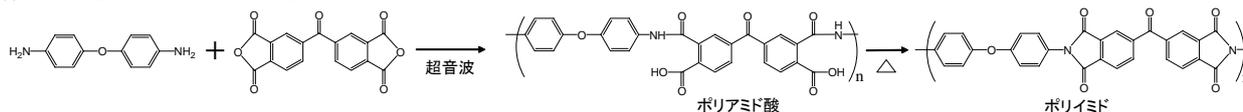
本報告ではイソシアネート法を用いた新しいポリイミド微粒子の作製方法について詳細に検討した結果を報告する．

2. 一般的なポリイミド微粒子の作製方法

ポリイミド微粒子の調製方法には，バルク体を粉碎する方法と化学的な合成法を用いて単分散微粒子を調製する方法がある．ここでは化学的な手法を用いて合成されるポリイミド微粒子の調製方法について説明する．これまでに報告されているポリイミド微粒子の作製方法は，カルボン酸二無水物とジアミンを原料に用いて超音波照射下で沈殿重合を行い，ポリイミド前駆体であるポリアミド酸微粒子を得る方法である．このとき原料は溶解するが，生成するポリアミド酸は溶解しないような溶媒を選択し，沈殿重合を行うことで単分散ポリアミド酸微粒子を調製することができる．

* 化学環境部 化学材料系

(a) ジアミンとカルボン酸二無水物の反応



(b) イソシアネート法

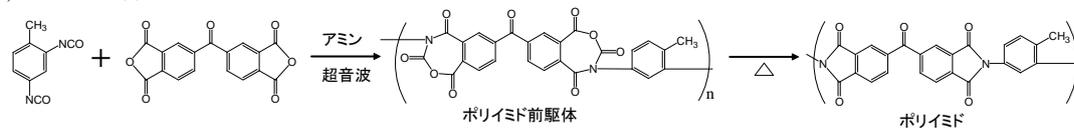
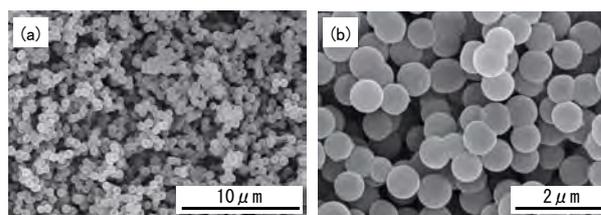


図1 ポリイミド微粒子の作製方法

(a) ジアミンとカルボン酸二無水物の反応 (b) イソシアネート法

得られたポリアミド酸微粒子をトルエンやキシレン中で熱イミド化することにより、ポリイミド微粒子を得ることができる(図1-(a))。得られたポリイミド微粒子の走査型電子顕微鏡(SEM)画像を図2に示す。この方法では、原料や反応条件により数十nmから1 μ m程度の粒子径のポリイミド微粒子を調製することが可能である。

図2 ジアミンとカルボン酸二無水物を用いて調製したポリイミド微粒子のSEM画像
(a) $\times 5,000$ (b) $\times 20,000$

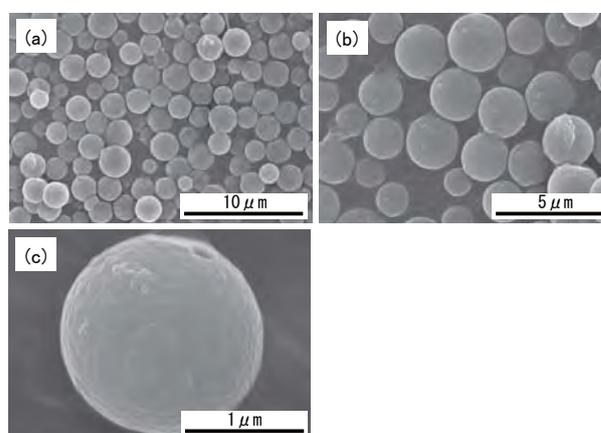
3. イソシアネート法によるポリイミド微粒子の作製

カルボン酸二無水物とジイソシアネートは七員環中間体を経由して、二酸化炭素を発生しながらポリイミドを生成することが知られている(図1-(b))¹¹⁻¹³⁾。イソシアネート法を用いた新規ポリイミド微粒子作製方法は、ジアミンとカルボン酸二無水物を用いたポリイミド作製方法(図1-(a))に比べ、大容量での作製が可能であり、比較的粒子径の大きいもの(～数 μ m)の作製が容易である。反応時に超音波を照射するのは、反応を均一系で行い、核となる微粒子を生成させるためである。その後、攪拌子を用いて攪拌することによって、ポリイミド前駆体微粒子を析出させることが可能となる。反応に用いた化合物を図3に示す。

一例として、トリレン-2,4-ジイソシアネート(TDI)と3,3',4,4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物(BTDA)を用いたポリイミド微粒子の作製例を示す(図4)。BTDA及びTDIのアセトン溶液(1 mmol)を調製した。触媒としてトリエチレンジアミン(TEDA)を用い、所定濃度のアセトン溶液を調製した。これらを25 $^{\circ}$ Cで混合し、超音波洗浄器を用いて超音波攪拌下(周波数28 kHz, 1時間)で混合溶液を反応させた。次に、攪拌子を用いて約24時間攪拌を行い、ポリイミド前駆体微粒子を析出させた。遠心分離機を用いて析出したポリイミド前駆体微粒子を回収し、アセトンで洗浄した。遠心分離、洗浄を繰り返し行い、ポリイミド前駆体微粒子の精製を行った。ポリイミド前駆体

ジイソシアネート	カルボン酸二無水物
 TDI	 BTDA
 XDI	 HPMDA
 IPDI	アミン触媒
 MDI	 TEDA
 CHDI	

図3 用いた化合物

図4 TDIとBTDAを用いて調製したポリイミド微粒子のSEM画像
(a) $\times 5,000$ (b) $\times 10,000$ (c) $\times 50,000$

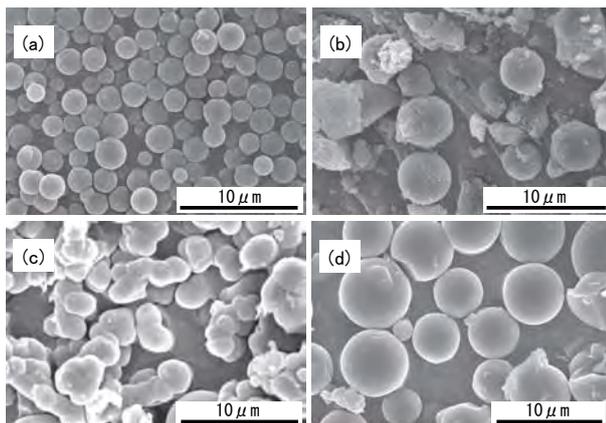


図5 BTDA とイソシアネートにより調製されたポリイミド微粒子のSEM画像
(a) TDI, (b) MDI, (c) XDI, (d) IPDI

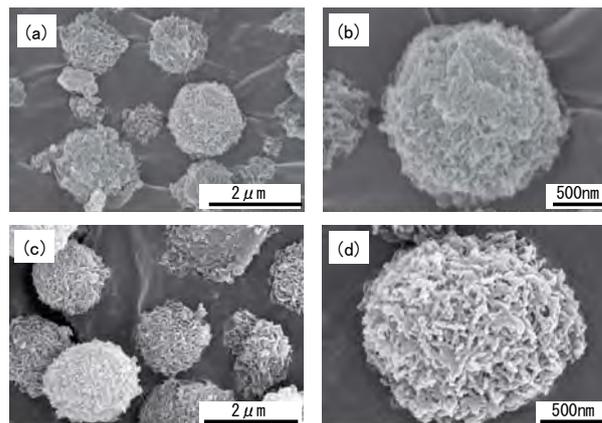


図6 多孔性ポリイミド微粒子および多孔性ポリイミド前駆体微粒子のSEM画像
(a) ×20,000, (b) ×60,000, (c) ×20,000, (d) ×50,000.

表1 イソシアネート法を用いたポリイミド微粒子の調製

run	ジイソシアネート	カルボン酸二無水物	アミン	粒子径 (nm)	粒子形態	熱分解温度 (°C)
1	TDI	BTDA	TEDA	1965.4	微粒子	530
2	MDI	BTDA	TEDA	不定形状	不定形状	525
3	XDI	BTDA	TEDA	不定形状	不定形状	531
4	IPDI	BTDA	TEDA	4910.0	微粒子	514
5	CHDI	HPMDA	TEDA	640.1	多孔性微粒子	343

超音波：28kHz 1hr. 超音波照射後24hr攪拌
イミド化：n-ドデカン中で5hr還流。

微粒子をn-ドデカンに分散し、210°Cで5時間還流し、熱イミド化を行い、ポリイミド微粒子を得た。精製はポリイミド前駆体微粒子と同様の方法で行った。

得られたポリイミド微粒子は全芳香族ポリイミドであり、単分散で均一な球形粒子であることを確認した。このポリイミド微粒子の平均粒径は1965.4 nm、標準偏差240.56、変動係数12.19であった。また、ポリイミド微粒子の熱分解温度(5 wt% 重量減少温度)は530°Cで酸無水物とジアミンから定法で作製した全芳香族ポリイミドとほぼ同等であった。濃度や超音波照射後の反応時間などの反応条件を変えることによって、平均粒子径を500～30000 nmの範囲で、変動係数(CV値)を10～15%の範囲で制御することが可能であった。同様の方法を用いていくつかの組合せを検討し、ポリイミド微粒子を作製した。得られた微粒子のSEM写真を図5に、粒子径・粒子形態・熱分解温度を表1に示す。ジイソシアネートにTDIとイソホロンジイソシアネート(IPDI)を用いたときのみ、球形ポリイミド微粒子を得ることができた。得られたポリイミド微粒子の粒子径は1 μm以上で、表面は凹凸が少なく滑らかであった。メチレンジフェニルジイソシアネート(MDI)を用いたときには部分的に微粒子が得られ、m-キシリレンジイソシアネート(XDI)を

用いたときには微粒子の融着物が得られた。このように粒子径・粒子形状は用いるジイソシアネートの種類に大きく依存した。これは、用いるジイソシアネートの溶媒への溶解性と、イソシアネート基の反応速度の差に起因すると考えられる。

4. 多孔性ポリイミド微粒子の作製

trans-1,4-シクロヘキシレンジイソシアネート(CHDI)と水添ピロメリット酸二無水物(リカシッドHPMDA：新日本理化(株)より提供)の組合せ(表1のrun 5)で反応を行うと多孔性ポリイミド前駆体が生成、沈殿し、その後加熱イミド化を行うことで多孔性ポリイミド微粒子を得ることができた。得られた多孔性ポリイミド微粒子のSEM写真を図6に示す。この微粒子はポリイミド前駆体の段階で多孔性形状を有し、イミド化後もその形状を変えずに多孔性形状を示しており、単分散の均一な球形粒子であった。その空孔は連続気泡で、微粒子の中まで空孔が貫通していることを確認した。また、この微粒子は直径10～20 nmの超微細微粒子の集合体であり、平均粒径640.1 nm、標準偏差43.20、変動係数6.75で、空孔径は10～30 nmであった。また、この微粒子の熱分解

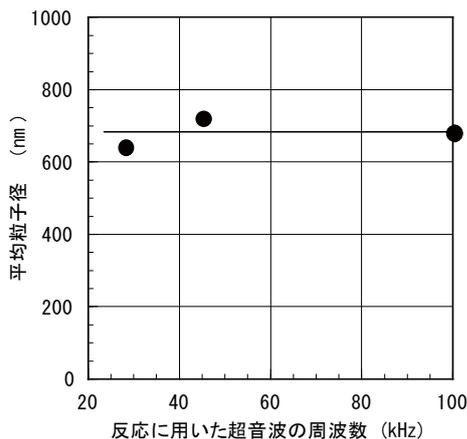


図7 超音波周波数と平均粒子径の関係

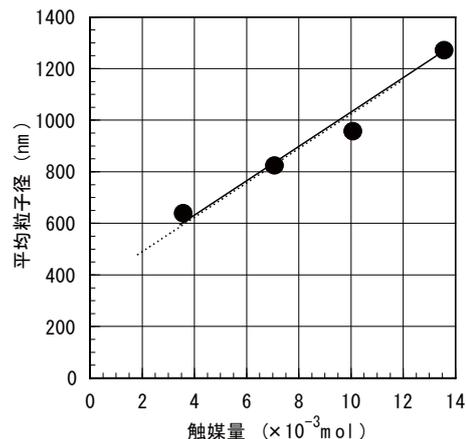


図8 触媒アミン添加量と粒子径の関係

温度 (5 wt% 重量減少温度) は 343°C であり, 定法で作製した同種の全脂肪族ポリイミドとほぼ同じ値を示した. この微粒子の表面電位は -27.34 mV であった.

得られた多孔性ポリイミド微粒子の周波数依存性について検討した. 微粒子作製時の照射超音波の周波数と, 得られた多孔性ポリイミド微粒子の粒子径の関係を図7に示す. 周波数を 28 ~ 100 kHz まで変化させたが, 得られる前駆体微粒子の粒子径に変化は見られなかった. また, 超音波を照射せず, 攪拌のみの場合には, 塊状のポリイミド前駆体が得られたことは, 超音波照射により, 微粒子の核生成が促進されたことを示唆している. また, 照射超音波の周波数に粒子径や粒子形状が影響を受けないのは, ポリイミド前駆体微粒子が成長から沈殿するまでの時間に比べ, 超音波照射時間が短く影響が小さいためであると考えられる.

次に, 多孔性ポリイミド微粒子の空孔形成に影響を及ぼす因子について検討を行った. 微粒子作製時に加えたアミン触媒の量と, 得られた微粒子の平均粒子径との関係を図8に示す. アミン触媒添加量の増加に伴

い, 平均粒子径が大きくなり, 多孔性微粒子の形状も多孔性からヒダ状へと変化することが確認できた. 他の三級アミン触媒を用いた際も, ほぼ同様の傾向が見られた.

これまでに, ジアミンと酸無水物から作製したポリイミド微粒子は, その粒子径や形状が原料に依存すること, メチルエチルケトン (MEK) やアセトフェノンなどの溶媒中で微粒子作製を行うことで, 粒子径を小さくできることが報告されている⁷⁾. そこで, 溶媒と反応条件を選択することで, 多孔性ポリイミド微粒子の粒子径の制御を試みた. 反応溶媒としてアセトン, MEK, メチルイソブチルケトン (MIBK), アセトフェノンを用い, 生成するポリイミド微粒子の形状比較を行った. それぞれの反応物の反応溶媒と形状の関係を表2に示す. MEK を反応溶媒として用いた場合, 多孔性塊状物が生成し微粒子を得ることができなかった. また, MIBK を用いた場合は, 同一の条件で微粒子の凝集と融着が確認された. 一方, 反応溶媒にアセトフェノンを用いた場合, 粒子径 100 ~ 300 nm の多

表2 ポリイミド微粒子作製時の溶媒の影響

run	ジイソシアネート ^{a)}	カルボン酸 二無水物 ^{a)}	アミン ^{a)}	溶媒	周波数 (kHz) ^{b)}	反応時間 ^{c)}	形態
1	CHDI	HPMDA	TEDA	アセトン	28	24hr	多孔性微粒子
2	CHDI	HPMDA	TEDA	アセトン	45	24hr	多孔性微粒子
3	CHDI	HPMDA	TEDA	アセトン	100	24hr	多孔性微粒子
4	CHDI	HPMDA	TEDA	アセトン	28	72hr	凝集物
5	CHDI	HPMDA	TEDA	MEK	28	24hr	多孔性塊状物
6	CHDI	HPMDA	TEDA	MEK	28	72hr	多孔性塊状物
7	CHDI	HPMDA	TEDA	MIBK	28	24hr	凝集物
8	CHDI	HPMDA	TEDA	MIBK	28	72hr	凝集物
9	CHDI	HPMDA	TEDA	アセトフェノン	28	24hr	多孔性微粒子
10	CHDI	HPMDA	TEDA	アセトフェノン	28	72hr	多孔性凝集物

^{a)} CHDI : HPMDA : TEDA = 3 : 3 : 1 (モル比), CHDI (6.024×10^{-3} mol). イミド化 : n-ドデカン中で5hr還流.

^{b)} 超音波照射 1 hr, ^{c)} 超音波照射後攪拌

孔性ポリイミド微粒子が作製可能であった。また、反応時間を長くすると(72 hr)、アセトンおよびアセトフェノンのどちらを用いた場合でも、生成した多孔性ポリイミド前駆体微粒子間で凝集と融着が進行し、凝集物もしくは多孔性凝集物が得られた。すなわち、溶媒や反応条件を選択することで、多孔性ポリイミド微粒子の形態を制御することが可能である。

実験の結果から、微粒子の多孔化に影響を及ぼす因子として、少なくとも①アミン触媒の量、②超音波照射後の反応時間、③反応溶媒の三つがあげられる。例えば、アセトン中で長時間反応を行った場合には、多孔性微粒子が得られず、微粒子の凝集物が生成する。また、反応溶媒に MEK を用いた場合には、微粒子が得られず多孔性塊状物が生成する。このことは、多孔性微粒子形成においては、微粒子形成過程と形成途中にある微粒子の多孔化の過程が、1つの系の中で平行して起こっていることを示唆している。つまり、微粒子形成過程と形成途中にある微粒子の多孔化の過程が、同時に存在する場合には、多孔性ポリイミド前駆体微粒子を得ることができる。一方、微粒子形成が優先的に起こる場合には微粒子の凝集物が、微粒子形成が不十分で多孔化が進行する場合には、多孔性塊状物が生成する。なお、得られた多孔性ポリイミド微粒子は、その形態観察から数十 nm の超微粒子の集合体であり連続気泡を有していることが認められる。

以上の結果から、多孔性ポリイミド微粒子の生成メカニズムは、次のように予想される。

生成したポリイミド前駆体微粒子中には分子量の低いオリゴマー成分や触媒が多量に含まれており、微粒子内に均一に分散したマイクロ相分離構造を形成していると考えられる。溶媒による洗浄・抽出を繰り返すことによって、微粒子中から相分離した物質が除去され、連続気泡を有する多孔性ポリイミド前駆体微粒子が形成される。得られた微粒子を加熱イミド化することで、分子内架橋と相分離が進行し、多孔性ポリイミド微粒子が生成する。

5. おわりに

イソシアネート法を用いた、新しいポリイミド微粒子の調製方法について述べた。原料の組合せによって、

様々な形状、粒子径のポリイミド微粒子を得ることができた。特定の原料の組合せで、多孔性ポリイミド微粒子を作製することが可能であった。得られた多孔性ポリイミド微粒子は全脂肪族ポリイミドであり、粒子径 640 nm、熱分解温度は 343 °C を示した。溶媒や濃度、反応時間などで、多孔性形状に変化が見られた。本法で得られた多孔性ポリイミド微粒子は、全脂肪族ポリイミドであり連続気泡を有している。そのため、大きな比表面積と空気層による高い絶縁特性を有すると予想される。このような多孔性ポリイミド微粒子の高い耐熱性と比表面積を生かすことで、耐熱性カラム用充填材や吸着剤などの用途へ応用可能である。また、高い絶縁性を生かせば低誘電率特性を有する材料、例えば層間絶縁膜としての用途が期待できる。

謝 辞

本研究の一部は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の産業技術研究助成事業の助成金を受けて行った。

本研究を行うにあたり、水添ピロメリット酸二無水物を提供していただいた新日本理化学株式会社開発部 水谷利洋氏に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 都甲 明：躍進するポリイミドの最新動向 III, 住ベテックノリサーチ社 (2004).
- 2) 浅尾勝哉, 大西 均, 森田 均：高分子論文集, **57**, 5 (2000) p.271.
- 3) 浅尾勝哉：科学と工業, **80**, 1 (2006) p.27.
- 4) 大阪府：特開 2000-248063.
- 5) 大阪府：特許第 3478977 号 (2003).
- 6) 大阪府：特許第 3507943 号 (2004).
- 7) 浅尾勝哉：大阪府立産業技術総合研究所報告, No.20 (2006) p.69.
- 8) 大阪府：特開 2004-292682.
- 9) 館 秀樹, 吉岡弥生：平成 16 年度 産業技術研究助成事業成果報告書, 独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (2004).
- 10) 館 秀樹：高分子論文集, **64**, 1 (2007) p.50.
- 11) N. D. Ghatge and U. P. Mulik: J. Polym. Sci., Chem. Ed., **18** (1980) p.1905.
- 12) G. D. Khune: J. Macromol. Sci. Chem., **A14** (1980) p.687.
- 13) M. Kakimoto, R. Akiyama, Y. S. Negi, and Y. Imai: J. Polym. Chem., **26** (1988) p.99.

ギガビットネットワークを中心とした所内 LAN の再構築

Reconstruction of LAN Using Gigabit Network in TRI-Osaka

平松 初珠* 石島 悌* 中辻 秀和**

Hatsumi Hiramatsu Dai Ishijima Hidekazu Nakatsuji

(2007年6月22日 受理)

キーワード：ギガビットネットワーク，再構築，LAN，レイヤー3スイッチ，レイヤー2スイッチ

1. はじめに

米国国防総省ネットワークとしてインターネットが誕生してから約40年，日本にインターネットが登場してから20年余りが経つ。この間，インターネットに接続している企業や家庭は，情報端末の普及と共に増えてきた¹⁾。

国内の家庭向けインターネット接続サービスは，電話回線を使用するダイヤルアップ接続から始まり，その後，ISDN (Integrated Services Digital Network)，ADSL (Asymmetric Digital Subscriber Line)，FTTH (Fiber To The Home) へと，より高速な通信サービスが提供されてきた。そして，現在では100 Mbpsの通信速度で常時インターネットに接続できる環境を，個人で容易に整備できるまでになっている。さらに，最近では，1 Gbpsのネットワークインターフェイスカードを標準で装備しているコンピュータが増えていることから，より高速なインターネット接続環境の普及が期待される。

また，インターネットに接続する通信速度が高速化されるにつれ，ネットワークを流れる通信量も増加し続けている。今や国内における一日の最大通信量は，約158 Gbpsにもなる。この通信量は，この5年で約30倍，この2年でも約2倍に増えている²⁾。

大阪府産業技術総合研究所では，1996年にそれまで府内に分散していた拠点を和泉市に新設した研究所（以下，当研究所）に移転統合したことを機に，幹

線100 Mbps，支線10 Mbpsの所内ネットワークインフラを導入した³⁾。それ以来，所内ネットワークは導入当時の通信速度のまま稼動してきた。その一方で，256 kbpsの通信速度から始まったインターネットへの接続は段階的に高速化され，現在は2回線を利用し，100 Mbpsと3 Mbpsの通信速度で接続している。

このように研究所内のネットワーク速度がインターネットへアクセスする速度より遅くなってしまったため，インターネットの利用だけで所内ネットワークの帯域が不足する可能性がでてきた。また，それだけではなく機器の寿命という避けられない問題が生じてきた。これらの理由により，2005年度から所内ネットワークの再構築を始めた⁴⁾。

本稿では，まず，ネットワーク接続に必要な通信の仕組み，通信機器とケーブルについて説明し，その後，再構築前のネットワーク構成，更新にいたる経緯，再構築したネットワーク構成，そのときに生じた問題や工夫について述べ，最後に，ネットワークの評価と全体のまとめについて記す。

2. 通信の仕組み

(1) LAN (Local Area Network) で用いられる IP 通信の仕組み

世界中を網羅するインターネットは複数のネットワークの集合体である。それらのネットワークは，さらに小さなネットワークから構成される階層構造を持っている。このように，ネットワークは，より小さなネットワークの集合といえる。

ネットワークにつながっているコンピュータには，

* 情報電子部 制御情報系

** 企画総務部 企画調整課

IP (Internet Protocol) アドレスと呼ばれる識別番号が一意的に割り当てられている。IP アドレスは 0 から 255 までの値をとる 4 つの数値からなり、各数値はピリオドで区切られる。

異なるネットワーク間で通信する場合、IP アドレスから相手のネットワークを識別して、適切な経路選択、つまり、ルーティングを行う。これを行う機器がルータやレイヤー 3 スイッチである。最近では、処理速度や価格の点から、レイヤー 3 スイッチがよく用いられている。

一方、同一ネットワーク内ではリピータハブやレイヤー 2 スイッチが通信を中継する。リピータハブは、コンピュータから送信されたデータを、送信先を判断せずに接続されている全てのコンピュータに送信する。一方、レイヤー 2 スイッチは、ネットワークインターフェイスカードに割り当てられている MAC (Media Access Control) アドレスに従って送信先のみデータを送信する。このため帯域を有効に利用できるため、現在では、リピータハブに代わり、レイヤー 2 スイッチが使用されることが増えてきた。

データ送信時、ルータやレイヤー 3 スイッチは、送信先の IP アドレスが同じネットワークに存在するかを判断する。同じネットワークに存在しない場合は、経路選択を行い、別のネットワークにつながっているルータやレイヤー 3 スイッチにデータを転送する。送信先が同一ネットワークに存在するときは、MAC アドレスをもとに、リピータハブやレイヤー 2 スイッチを経由して、データが送信先に送られる。

(2) 通信を伝送する LAN ケーブル

伝送媒体の一つである LAN ケーブルは、用途やネットワークの構成に応じて様々な種類があり、10BASE5 などのように表示されている。最初の数字は通信速度を示す。この場合、通信速度は 10 Mbps である。最後の数字は最長距離を示している。この場合は 500 m である。最後が英字の場合もある。最後の英字が T であればツイストペアケーブルを示し、その最長距離は 100 m である。LX, SX は、光ファイバケーブルを示している。

最もよく用いられているツイストペアケーブルには、UTP (Unshielded Twist Pair) ケーブルと STP (Shielded Twist Pair) ケーブルがある。UTP ケーブルはオフィスなど一般用に使用される。ノイズ対策が必要な工場などに敷設する場合は、導体などでシールドされた STP ケーブルがよく利用される。

ツイストペアケーブルの多くは、8 本の線を 2 本ずつ 4 組にした 4 対 8 芯で構成されているが、10 Mbps,

100 Mbps の通信で使われているのは、そのうちの 2 対 4 芯だけである。そのため、10 Mbps, 100 Mbps では、2 対 4 芯のケーブルでも通信することができる。一方、1 Gbps で通信する場合は、8 本の線を全て使用する。そのため、2 対 4 芯のケーブルでは 1 Gbps で通信することはできない。

3. 旧ネットワーク構成

移転したときに構築された幹線ネットワークの概略を図 1 に示す。以降、移転ときに構築されたネットワークを旧ネットワークと呼ぶ。

図 1(a) は、建屋の位置関係を表している。当研究所には、約 8 万 2 千平方メートルの敷地に十数棟の建屋があり、それらは大きく分けて、新技術開発棟、本館、実験棟に分かれる。図 1(a) の実線で囲った部分が 1 つのネットワークを示している。所内ネットワークは、9 つに分割されたネットワークから構成されていた。なお、図中の計算機室は A 棟の一部であり、A 棟と同じネットワークに属している。それぞれのネットワークは、ルータを介して FDDI (Fiber Distributed Data Interface) で接続されている。FDDI とは、伝送路に光ファイバを用いた 100 Mbps のリング型 LAN である。図 1 の各ルータを通っている実線が FDDI の配線である。併せて、図 1(b) に幹線ネットワークの構成図を示す。

幹線ネットワークは、図 2 に示すように、ルータから各棟のフロアや実験棟などを単位として、さらに分割されている。この分割されたネットワークを支線ネットワークと呼ぶ。各支線ネットワークには、リピータハブが設置されている。ルータからリピータハブへ

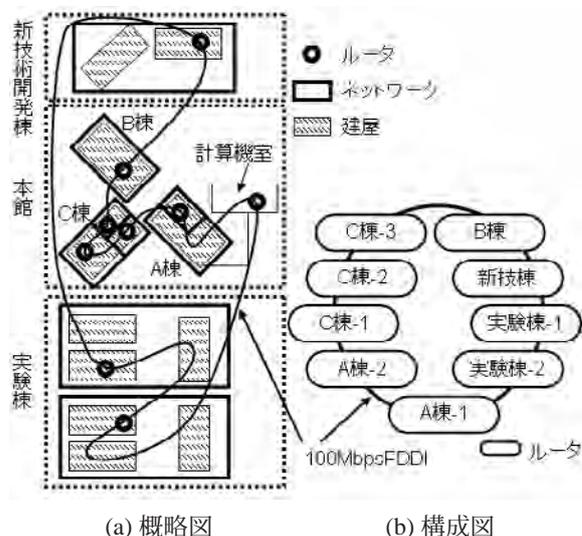


図 1 旧ネットワークの幹線ネットワーク図

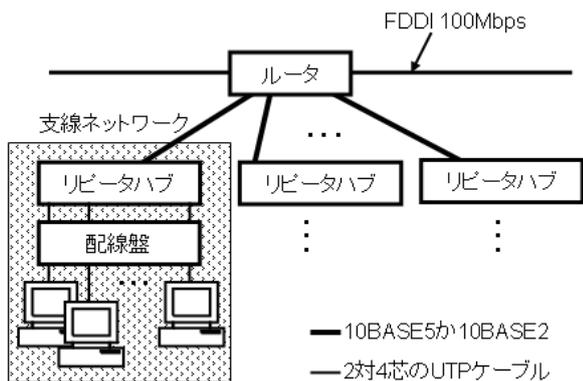


図2 旧ネットワークの支線ネットワーク図

は、10BASE5 もしくは 10BASE2 のケーブルで接続されている。

リピータハブから末端の機器へは、主に、2対4芯のUTPケーブルを用いて、10BASE-Tで接続されている。

4. 更新にいたる経緯

導入当初は快適な所内ネットワークであったが、年月を経るに従い問題が生じてきた。その問題とは、導入当時のインフラはもはや時代遅れとなってしまったことである。

すでに述べたように、ネットワークの世界は進化が速い。当研究所でも、10年前と比べるとネットワークの利用頻度や一度に送受信するデータ量が格段に増えた。その結果、所内の通信量は格段に増え、ネットワークの帯域不足が心配され始めた。

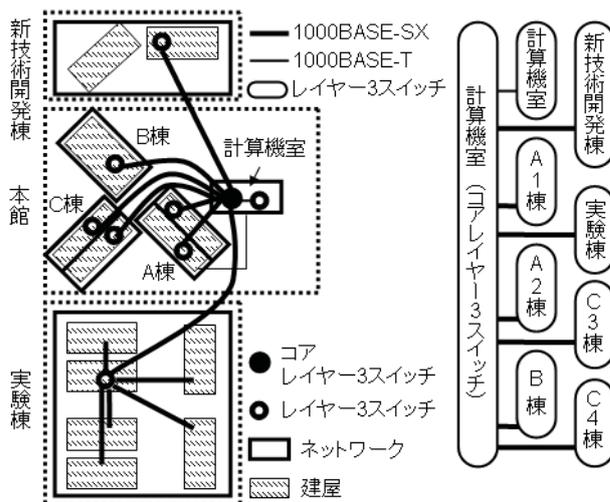
また、ネットワークそのものだけでなく、ルータをはじめとする各種ネットワーク機器も古くなり、保守部品の確保が困難になった機器のメンテナンス保守契約が難しくなってきた。これにより、機器が故障すると所内ネットワークが停止し、業務が滞る可能性がでてきた。2006年度には、機器の寿命と考えられる軽微なトラブルが、数度、発生した。

5. 所内ネットワークの更新作業

更新作業日程を表1に示す。2005年度より1年半

表1 更新作業日程

	05/6	05/9	06/4	06/9
ネットワークの検討、設計				
ケーブルの敷設			●	
機器の設置、設定				—
ネットワークの切り替え				—



(a) 概略図 (b) 構成図
図3 新ネットワークの幹線ネットワーク図

程度、所内ネットワークの再構築の検討と設計を行った。並行して、2006年度前半には、外部委託による建屋間の光ファイバとフロア間のSTPケーブル、併せて約1500mの敷設工事を数日間行った。2006年度後半は、機器の設置と設定、および切り替え作業を行った。この間で、ルータ9台をレイヤー3スイッチ9台に、リピータハブ35台をレイヤー2スイッチ46台に置き換えた。以下に新ネットワーク構成や、行った作業などを説明する。

(1) ネットワーク構成

新ネットワークの概略を図3(a)に示す。併せて、構成図を図3(b)に示す。

幹線ネットワークの構成は、図1(b)に示すリング型のFDDIから、図3(b)に示すツリー型のギガビットイーサネットに変更した。トポロジの変更理由には、近年の幹線ネットワークはギガビットイーサネットが主流であること、比較的安価で構築できることなどが挙げられる。

ツリーの頂点には、レイヤー3スイッチを配置し、計算機室に設置した。このスイッチをコアレイヤー3スイッチと呼ぶ。新ネットワークは、コアレイヤー3スイッチを中心に、全体をおおむね建屋単位で8つに分割し、各ネットワークには、レイヤー3スイッチを配置した。同じネットワーク内の実験棟および各フロアは、さらに支線ネットワークに分割し、各支線ネットワークには、レイヤー2スイッチを配置した。

ギガビットイーサネットは、UTP、STPの1000BASE-Tと光ファイバの1000BASE-SXの2種類を利用する。1000BASE-Tは安価だが、100m以下の接続に制限される。一方1000BASE-SXは高価だが、

550 m まで接続できノイズにも強い。

コアレイヤー 3 スイッチから各レイヤー 3 スイッチへは、1000BASE-SX の光ファイバで接続している。これは、建屋間の距離が 1000BASE-T で接続できる最長距離を越える部分があるため、また、各ネットワークを電氣的に絶縁し、トラブルを防ぐために講じている措置である。ただし、計算機室のレイヤー 3 スイッチは、コアレイヤー 3 スイッチと同じラックに設置しており、その距離が短いため 1000BASE-T で接続している。レイヤー 3 スイッチからレイヤー 2 スイッチへの配線は、建屋内は 1000BASE-T の STP ケーブルで、建屋間は 1000BASE-SX の光ファイバで接続した。支線ネットワークのレイヤー 2 スイッチから末端の機器へは既存の UTP ケーブルを用い、100BASE-TX、もしくは 10BASE-T で接続した。

なお、ネットワークの再構築作業のうち、建屋間を接続する光ファイバとフロア間を接続する STP ケーブルの敷設工事は外部に委託した。それ以外の作業は、機器選定から、機器の設置、設定、配線に至るまで、職員が中心となって行った。

(2) IP アドレスの割り当て

更新に際し、IP アドレスは一部を除いて新旧ネットワークで重複なく割り当てた。新しく割り当てた IP アドレスの割り当て規則を図 4 に示す。第一フィールドから順に、固定値、棟単位、フロア単位、端末を表している。

規則的に IP アドレスを割り当てたことで、2つの効果があった。第一には、IP アドレスから容易に場所を特定することができるため、トラブル発生時に素早く対応できるようになったことである。第二には、レイヤー 3 スイッチとレイヤー 2 スイッチの設定ファイルは IP アドレスの一部を除いて共通しているため、各設定ファイルを IP アドレスの一部を書き換えるプログラムで自動的に生成できたことである。このことで、作業の省力化につながった。

なお、計算機室のネットワークのみ IP アドレスを変更していない。これは、コンピュータ室には多くのサーバがあり、アドレス変更に伴う作業が多くなるためと、後に述べるように新旧ネットワークを接続して共存した状態で移行するためである。

w	.	x	.	y	.	z
第一フィールド		第二フィールド		第三フィールド		第四フィールド
w : 固定値, x : 棟, y : フロア, z : 端末						

図 4 IP アドレスの割り当て規則

(3) 末端ケーブル更新の検討

旧ネットワークでは、リピータハブの通信性能が 10 Mbps であった。そのため、末端の機器は 10 Mbps での通信となる。一方、リピータハブから置き換えたレイヤー 2 スイッチの通信性能は 1 Gbps である。ところが、末端のケーブルが 2 対 4 芯のため、末端の機器は最大でも 100 Mbps でしか通信出来ない。末端の機器が 1 Gbps で通信するためには、2 対 4 芯のケーブルを 4 対 8 芯に置き換える必要がある。

しかし、末端のケーブルは 700 本以上あるため、全てを置き換えるには非常に大きなコストを伴う。また、通常の使用では、100 Mbps で十分であり、さらに、10 Mbps のリピータハブを 1 Gbps のレイヤー 2 スイッチに変更したことで、現状のケーブルのままでも速度が大幅に改善されることを考え、今回は末端ケーブルの置き換えは見送った。

(4) 設定作業

ケーブル敷設工事を終えた後、各棟、各フロアに、レイヤー 3 スイッチ、レイヤー 2 スイッチを設置した。その後、ケーブルを接続し、機器のランプが点灯することで物理的にケーブルが繋がっていることを確認した。

レイヤー 3 スイッチは、主にポート VLAN (Virtual Local Area Network)、DHCP (Dynamic Host Configuration Protocol)、SNMP (Simple Network Management Protocol) を設定した。

ポート VLAN の設定は、ポート単位でネットワークの割り当てを行うために必要である。これにより、実験棟やフロアを単位としたネットワークを構築した。また、VLAN ごとに RIP (Routing Information Protocol) を有効にし、経路設定を自動化した。

DHCP の設定は、末端の機器をネットワークに接続するだけで、自動的に IP アドレスの割り当てが行われるために必要である。また、ネットワークを越えて IP アドレスの割り当てが行えるように、リレー機能を有効にし、リレー先アドレスとして DHCP サーバのアドレスを指定した。この設定により、IP アドレスの管理を一台の DHCP サーバに集約することができた。

SNMP は、ネットワークの監視を行うために導入した。SNMP エージェントを有効にし、監視範囲を設定するコミュニティを作成する作業を行った。また、システムのメッセージなどを記録するログを設定した。これにより、各ポートの状態変更やネットワーク帯域などの監視をネットワーク経由で行えるようになった。

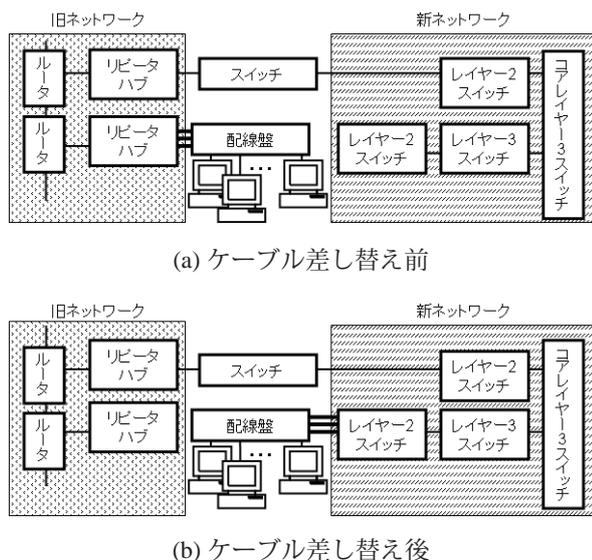


図5 新旧のネットワーク共存図

その他、今後急速に普及すると言われている IPv6 なども設定した。

レイヤー2スイッチには、SNMPの導入とネゴシエーションの設定を行った。

(5) 切り替え作業

図5に示すように、新旧のネットワークを計算機室のスイッチを介して共存させた状態で、切り替え作業を進めた。計算機室を介して新旧のネットワークを共存させることができたのは、計算機室のIPアドレスの変更を行っていなかったためである。

端末の切り替え作業は、図5(a)のように、配線盤から旧ネットワークのリピータハブに接続しているケーブルを、(b)のように、配線盤から新ネットワークのレイヤー2スイッチに一本ずつ切り替える方法で進めた。端末あたりの移行作業時間は1分程度であり、新旧のネットワークを混在させた状態で少しずつ切り替えた。差し替えるケーブルの数は700本以上あったが、時間のあるときに少しずつ作業を進めることができたため、それほど負担にはなっていない。

なお、切り替え作業は、問題が発生してもトラブルを最小限に抑えるため、接続台数の少ないネットワークから、確認しながら順次行った。移行完了後、一定期間異常がないことを確認した後、旧ネットワークを切り離れた。

(6) 移行に際しての問題点

移行に際し、問題も生じた。その一つは、IPアドレスを変更できない機器が存在したことである。ネットワークにつながっているのは、コンピュータだけではなく、ネットワークにつながることのできる実験装置もある。そのなかに、IPアドレスを変更することが

困難な実験装置があった。そのため、この実験装置のIPアドレスを変換してネットワークに接続する必要がでてきた。これについては、旧ネットワークのIPアドレスを新ネットワークのIPアドレスに変換するNAT (Network Address Translation) ルータを利用することで回避した。

また、更新するとネットワークに接続できない機器や端末があった。これは、レイヤー2スイッチで設定した、通信速度の自動検出に失敗することが原因であった。これについては、レイヤー2スイッチの設定を変更し、通信速度を手動設定することで回避した。

さらに、旧ネットワークの図面と実際の配線が一致していない部分があった。これは、引継ぎが確実にできていなかったことが原因である。そのため、今回は注意深く次の更新に向けての資料を作成しながら移行作業を行った。

6. 実験と考察

(1) 2本の従来ケーブルによる1000BASE-T接続

今回のネットワーク更新では、末端の2対4芯のケーブルは変更せず、端末は100BASE-TXで通信することにした。しかし、今後さらにネットワークの通信速度が高速になることが予想される。そのため、大きな変更を行わずに、今ある設備で部分的に高速な通信を実現できる環境を構築したい。そこで、この状態で高速通信を検討し、2対4芯のケーブルを2本利用して4対8芯とすることで、最大1Gbpsでの通信を試みた。

配線の概略を図6に示す。レイヤー2スイッチと配線盤、および、スイッチの手前で4対8芯のケーブルと2対4芯のケーブル2本の変換を行った。この変換部分は、モジュージャックを用いて作成した。モジュージャックを図7に示す。配線後、レイヤー2スイッ

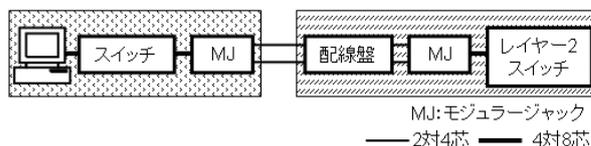


図6 配線の概略

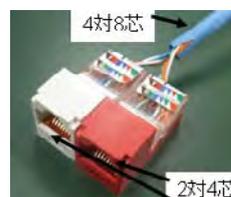


図7 モジュージャック

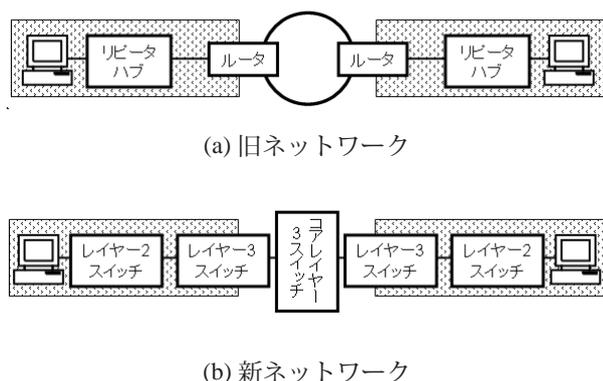


図8 転送速度の測定経路

ちに端末を接続し、この端末と図6の端末間でネットワークの帯域幅を測定したところ、750 Mbps となり、1000BASE-T で接続されていることを確認した。

(2) 通信速度の測定

新しいネットワークでの通信速度を、以下に示す2通りの方法で評価した。

まず、新旧ネットワークの速度変化を測定した。測定は、図8に示す経路を通る、直線距離が200 m程度の本館と実験棟間で行った。旧ネットワークでは、ルータ2台とリピータハブ2台が介在する。新ネットワークでは、レイヤー3スイッチ3台とレイヤー2スイッチ2台が介在する。測定条件は、1時間毎に約82 Mバイトのファイルを本館から実験棟の方向にFTP (File Transfer Protocol) で転送し、そのスループットを測定した。結果を図9に示す。

図より、旧ネットワークでは、業務時間中(9時から18時)にスループットの谷が見られ、ネットワークが込んでいることがわかるが、新ネットワークでは、一日を通して、ほとんど変化が見られない。なお、新ネットワークの測定において、4時のスループットが低い理由は、ネットワーク経由のサーババックアップ処理が行われたためである。また、スループットの平均値は、7.82 Mbps から 87.7 Mbps と、10倍以上向上している。

次に、(1)で検討した1 Gbpsで通信できる支線ネットワークを利用し、通信速度が1 Gbpsのネットワークで測定を行った。その結果、スループットは約300

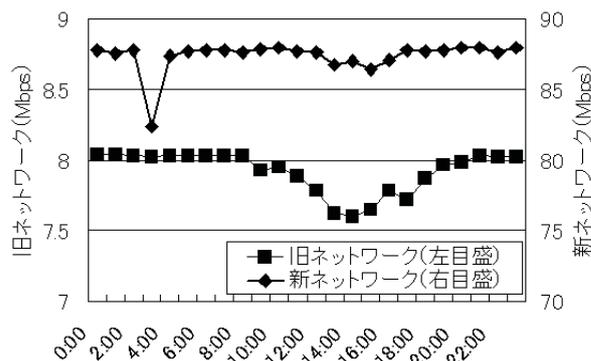


図9 転送速度の測定結果

Mbps となった。この結果から、この測定では、1 Gbpsのネットワーク帯域を十分に使用していないことがわかる。これは、ネットワークの速度ではなく、ハードディスクの読み出し速度がボトルネックになっていると思われる。このことから、新しい環境ではネットワークがボトルネックでなくなったといえる。

7. おわりに

本稿では、当研究所のネットワークインフラを再構築したことについて、新旧のネットワーク構成や工夫点などについて報告した。また、どのくらい高速になったか評価し、結果を示した。

ネットワーク構築を自らが実際に行うことは、コストの削減につながった。さらに、ネットワークの移行に関するノウハウが蓄積できた。ネットワーク構築を自らが実際に行うことは、今後の中小事業者への技術支援に役立てることができる。

参考文献

- 1) 総務省編：ユビキタスネットワークの普及進展，平成18年度版情報通信白書，ぎょうせい，(2006) p.12.
- 2) 総務省編：インターネットのトラフィックの推移，平成18年度版情報通信白書，ぎょうせい，(2006) p.23.
- 3) 杉原俊介：大阪府立産業技術総合研究所平成8年度研究発表会要旨集，(1996) p.90.
- 4) 平松初珠，中辻秀和，石島 悌：情報処理学会第69回全国大会講演論文集第3分冊，(2007) p.13.

高分子製品中の有害物質のスクリーニング

Screening of Toxic Substances in Polymer Products

浅澤 英夫* 塚本 崇紘*

Hideo Asazawa Akihiro Tsukamoto

(2007年7月17日 受理)

キーワード：環境負荷物質，RoHS，WEEE，ELV，包装廃棄物指令，有害金属，蛍光 X 線，FP 法，検量線

1. はじめに

近年，EU での環境負荷物質規制 (RoHS，WEEE，ELV，包装廃棄物指令) の動向を受け，これら環境負荷物質に関する生産管理の重要性が認識されるとともに，各社製品中のそれら環境負荷物質含有の有無や含有量に関する分析の必要性が高まってきている．その一環として，当所においても日用雑貨をはじめ機械電気製品パーツなどの高分子製品に含まれる有害金属濃度が，規制内であるかを簡便且つ迅速に確認する分析方法が求められてきた．

高分子材料中の有害金属の定量分析には，原子吸光分析法や高周波プラズマ発光 (ICP) 分析法が高感度で信頼性の高い定量分析法として知られているが，酸分解などによる試料の溶液化といった煩雑な前処理が必要であり，熟練を要するとともに迅速性の面で難点がある．

そこで，注目されているのがエネルギー分散型蛍光 X 線分析法である．これは，試料の前処理をほとんど行う必要がなく，簡便かつ迅速に簡易定性定量を行うことができるため，当研究所においても，この機器による依頼試験および機器貸与が急増している．これら測定法の特性の比較を表 1 にまとめた．

このエネルギー分散型蛍光 X 線分析法は，有害金属の分析能力として EU での有害金属規制濃度レベルに対応できる検出感度を有しているとされている．しかし，これらの規制に対応するための検査として使用

するには，濃度既知の規制物質を含有する標準試料を使用し，定量性や検出限界などを検定することによって，その信頼性を確認しておくことが重要である．ここでは，その検討結果について報告する．

2. 実験方法

(1) 標準試料の調製

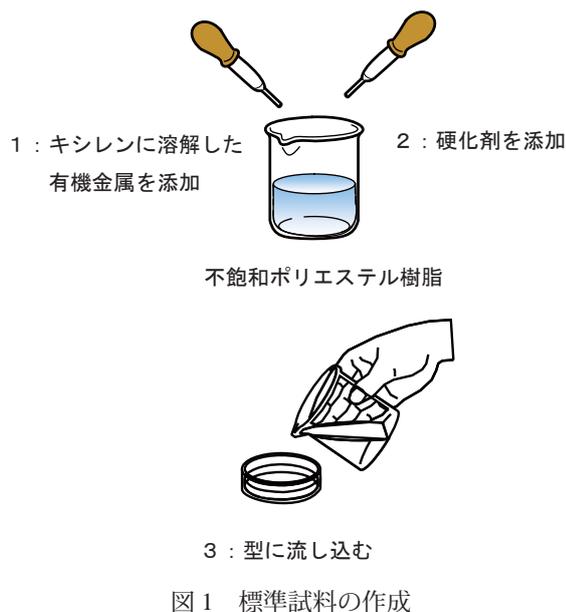
標準試料の市販品は存在するが，実験室レベルでの標準試料調製の可能性を併せて検討するために自作することにした．

標準試料調製法としては，高分子材料中に金属粉末または金属塩を加えて，熱プレスする方法があるが，金属を均一に混合することが難しい．また，高分子材料を有機溶媒に溶解し，その有機溶媒に溶解する有機金属を使用する方法が考えられるが，溶媒除去に長時間を要するだけでなく，気泡発生の問題が伴う．そのため，これらの問題が少ないとされる中野らの方法¹⁾を採用した．この方法は，液体状である未硬化の不飽和ポリエステルに有機金属を有機溶媒に溶解させたも

表 1 測定法の特性の比較

分析手法		定量性	簡便性
ICP		◎	× 溶液化 (酸分解等)
原子吸光		◎	× 溶液化 (酸分解等)
蛍光 X 線	検量線法	○	△
	簡易定性定量法	×	◎

* 化学環境部 繊維応用系



のを混合して硬化剤で固め、標準試料を作製するものである。

高分子材料は、市販の不飽和ポリエステル樹脂および硬化剤を用いた。また、鉛、クロム、カドミウム、水銀の有機金属としては、テトラフェニル鉛、トリス(2,4-ペンタンジオナト)クロム(Ⅲ)、酢酸カドミウム二水和物、酢酸水銀(Ⅱ)を用いた。なお、環境負荷物質であるクロム(Ⅵ)を適用すべきではあるが、一般的なエネルギー分散型蛍光X線分析法ではクロムの価数を分別することはできない。したがって、クロムに関しては有機溶媒への溶解性の面から、クロム(Ⅲ)を構成元素分とするトリス(2,4-ペンタンジオナト)クロム(Ⅲ)を使用した。

以上の有機金属を使用し、金属元素として約 1000 mg/L を含むようにキシレンに溶解し、標準試料作成における添加混合用の基準有機金属溶液とした。ただし、酢酸カドミウム二水和物はキシレンに難溶性のため、先にエチルアルコールに溶解の後、キシレンに加えた。

標準試料作成の概略を図1に示す。金属濃度が 0 ~ 200 $\mu\text{g/g}$ の範囲内で5段階の濃度配分となるよう、混合用の基準有機金属溶液を不飽和ポリエステルに添加し、よく攪拌後、さらに硬化剤を加えて室温で硬化させた。図2に調製した標準試料を示す。

(2) 標準試料の検定

調製した標準試料が目的の濃度に調整できているかを確認するために、硫酸、硝酸、過酸化水素によるケルダール湿式分解処理をし、ICP分析装置(島津製作所製 ICPS-1000)により有害金属含有量の分析を行った。図3に適用した湿式分解法の概要を示す。



図2 調製標準試料

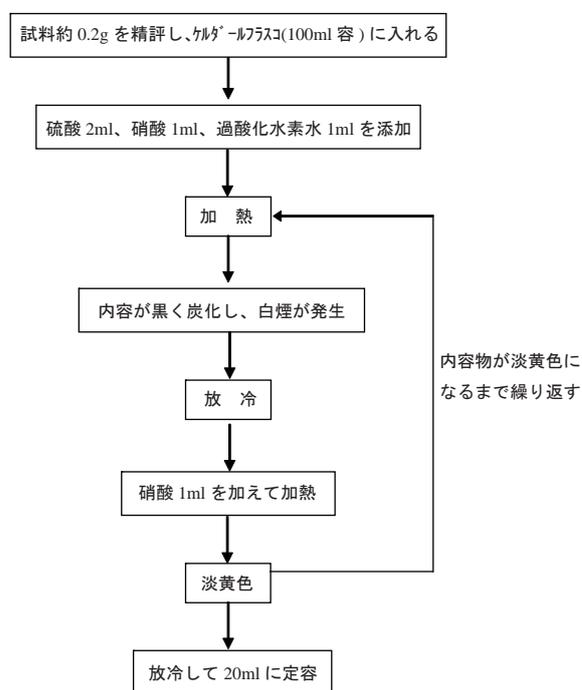


図3 湿式分解法の概要

(3) 蛍光X線分析

調製した標準試料を用いて蛍光X線分析を行った。蛍光X線分析装置は、島津製作所製エネルギー分散型蛍光X線分析装置 EDX-800 を用い、EDX-800 操作法の『検量線を用いた定量分析』ソフトにより分析した。

それぞれの有害金属を精度よく分析するために、各有害金属が検出されるエネルギー領域の蛍光X線強度のバックグラウンドを下げる目的で一次フィルターを使用している。鉛、水銀については Ni フィルター、カドミウムについては Mo フィルターを使用した。

検量線作成の測定積分時間は、それぞれの有害金属の分析チャンネルについて 300 秒で、強度計算はフィッティング法による。

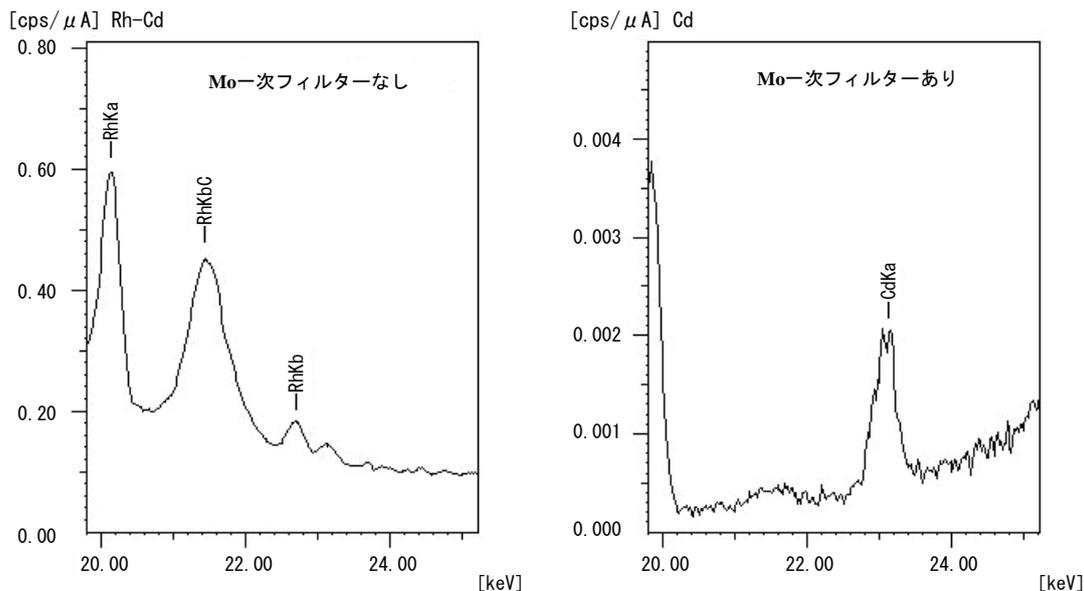


図4 一次フィルターの効果

図4にCdを分析する場合の一次フィルターの有無による分析感度の違いを示す。照射するX線中にRhの特性X線を含むために、Cdの蛍光X線ピークが妨害されて見えなくなっている(図4の左)。Moの一次フィルターを使用することで、Rhの特性X線を減らして、Cdのピークが見えてくる(図4の右)。なお、この分析試料のCd濃度は、75 μg/gである。

3. 結果と考察

(1) 配合計算値とICP分析値との関係

配合計算値(配合比率による計算値)とICP分析値との関係を図5に示す。それぞれの有害金属について配合計算値とICP分析値に良い一致がみられ、以下の検討を加える上で適切な標準試料であることを確認した。

ただし、カドミウムの高濃度域では、予想と乖離しているが、これは酢酸カドミウム二水和物が溶媒として使用したキシレンに難溶であることが原因と考えられ、今後、溶解性を考慮した有機金属の選択によって対処できると考えられる。

(2) ICP分析値と蛍光X線分析値との関係

ICP分析値と蛍光X線分析値との相関を図6に示した。なお、水銀については、配合計算値と蛍光X線分析値との相関を示した。いずれの金属に関しても、蛍光X線分析値はICP分析値もしくは配合計算値と良好な相関を示している。

検出限界濃度の算出には、測定のパラツキを考慮した統計的な取扱いをする必要がある。しかし、定量下

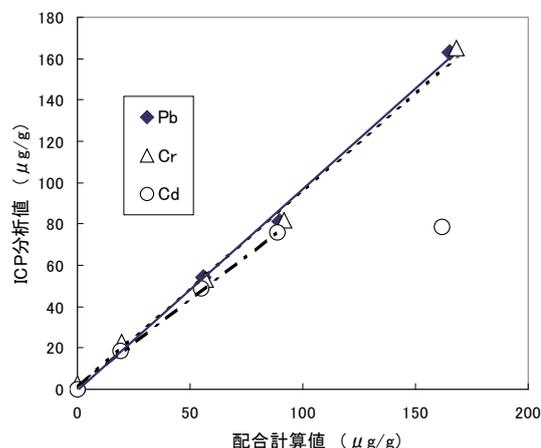


図5 配合計算値とICP分析値の関係

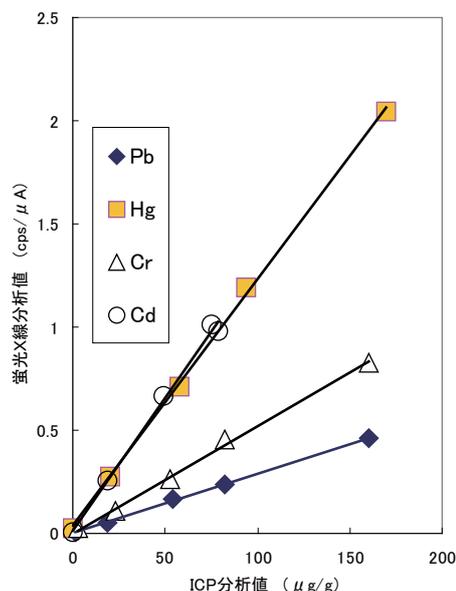


図6 ICP分析値と蛍光X線分析値の関係(水銀は配合計算値)

限の概略は、図6の検量線から、安全を見積もっていても4元素とも50 $\mu\text{g/g}$ の検出は可能と判断できる。これは、『検量線を用いた定量分析法』の結果であるが、一般的な『簡易定性定量法』によっても、4元素とも50 $\mu\text{g/g}$ 以上で検出できることが確認された。図7にクロムを例に蛍光X線分析での各濃度のピーク値とベースラインの関係を示す。

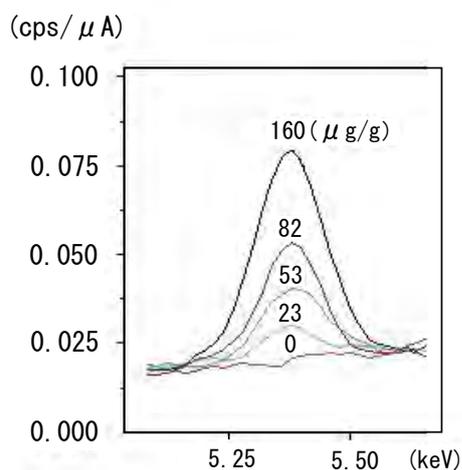


図7 簡易定性定量法によるCrの測定例

4. まとめ

不飽和ポリエステルに有機金属を有機溶媒に溶解させたものを混合して硬化剤で固める中野らの方法により、高濃度領域のカドミウム標準試料を除いては、気泡の発生もなく、含有金属が均一に混合された標準試料を作製することができた。

また4元素ともに50 $\mu\text{g/g}$ が検出可能であり、この蛍光X線を使用しているスクリーニングが可能であることを確認した。

本検討ではポリエステル樹脂を適用したが、他の一般高分子材料にも本検討結果を当てはめて応用、考察できる。しかし、厳密には、それぞれの高分子材料ごとに同様の検討が必要であり、たとえば蛍光X線分析で検出される塩素を含む塩化ビニル樹脂など、試料のマトリックスが変化するような樹脂などについては、特に注意が必要と考える。

参考文献

- 1) K.Nakano and T. Nakamura: X-ray spectrum., **32** (2003) p.452.

輸送包装の標準化と 3R

Standardization of Transport Packaging and the Local 3R(Reduce, Reuse, Recycle)

寺岸 義春*

Teragishi Yoshiharu

(2007年7月31日 受理)

キーワード：輸送包装, 標準化, 3R (Reduce, Reuse, Recycle), 包装貨物試験

1. はじめに

わが国で経済復興と産業発展のツールに輸送包装の「標準化」が叫ばれ、大手の荷主企業や輸送事業者、包装材企業で「標準化」の取組みが始まったのは1960年初頭である。以来、ほぼ50年が経過し、輸送包装の「標準化」も包装材料、容器、輸送機器から評価試験までJIS化が進み、さらに現在では生産のグローバル化に伴い、国際標準化(ISO)まで進展してきた。

一方、昨年、容器包装リサイクル法¹⁾と、環境負荷低減のために省エネ法²⁾が改正(以下改正省エネ法という)され、容器包装リサイクル法では3R(Reduce, Reuse, Recycle)の推進、改正省エネ法では大手の荷主企業と輸送事業者に対して定期報告書によるエネルギー消費量の報告やエネルギー使用原単位を前年比1%削減する義務が課された。これを受けて輸送包装(大手の荷主企業)の現場では、両法律を履行するため、これまで以上に標準化による輸送効率の向上と3Rを推進しなければならない状況になっている。

ここでは、現状の輸送包装の標準化について解説しながら、当所で実施している包装貨物試験等のできる3Rや、これからの輸送包装のあり方について紹介する。

2. 輸送包装の標準化の起源

物品などについて消費者の手元に渡すために施す包装を消費者(生活者)包装といい、これに対して輸送を目的として物品に施す包装を輸送包装と呼んでいる。

輸送包装の標準化の起源について調査した結果では、前近代的な輸送包装の仕様(木箱、むしろ等)が多く、人的荷役作業の生産性の低さや輸送中の内容品を含む包装貨物の損傷に悩まされていた輸送事業者である国鉄(JRの前身)と、大手の荷主企業である家電企業や包装材企業と共に「輸送包装の標準化」を推進した文献が多数³⁻⁵⁾発見された。これらは1963年に創立した(社)日本包装技術協会(JPI)がその直後に創刊した協会誌「包装技術」でみられ、その一つに向野⁶⁾は当時の「包装の標準化」が生むメリットとして、3S運動の主旨① Simplification(単純化)、② Standardization(標準化)、③ Socialization(専門化)を考慮した、a) 包装強度の標準化、b) 包装寸法の標準化、c) 包装材料の標準化、d) 包装技法の標準化があり、これらは「包装を標準化」するとき欠かせない項目で、各項目で得られるメリットについて詳細に述べている。わが国の輸送包装の標準化の起源は、この頃であると言える。

3. 輸送包装の標準化の現状

輸送包装の機能は、物品の流過程においてそれを保護し、ある単位を形成し、また内容および取扱上の情報を伝達し利便性を附加することにある。問題は物

* 情報電子部 信頼性・生活科学

品の種類や性状が多様で、流通には物的流通（物流）と商的流通（商流）があり、物品には原材料、中間加工品、部品、完成品のすべてが輸送包装という媒体を介して流通している。このようなことから、輸送包装の設計に関しては考慮すべき要因がすべて同じではない。包装材の使用に関しては、容器包装リサイクル法を考慮した材料選択や、高齢者や障害のある人々に配慮したユニバーサルデザイン、改正省エネ法からは、CO₂削減のためこれまで以上に包装材を削減した設計が望まれる。その内容は極めて広範になるためできるだけ単純化した上で、パッケージデザインから包装機械適正、輸送効率まで含めた包装設計、またこれらの包装貨物試験まで包含した「輸送包装の標準化」を完備させる必要がある。

(1) 社内基準

わが国で輸送包装の標準化の取り組みが始まった1963年頃は、輸送機関や倉庫保管の設備も十分ではなく、荷役は人的荷役が主で行われていた。出荷量が拡大する大手家電企業等で輸送中の製品を保護するため、輸送包装の社内規格作りが行われ、木箱から段ボール箱化への仕様変更も進んだ。また輸送包装設計の指針となる包装材料規格や製品出荷時の包装貨物試験の基準も作成された。これらの社内基準は公表されていないが、物流環境の調査を実施しながらその結果で見直され現在も各社に存在する。

これらの社内規格は当時未整備の国内基準の整備に影響を与え、特に1973年に制定⁷⁾されその後改訂されながら現在も多く企業で参照されているJIS Z 0200「包装貨物—評価試験方法通則」の原点になっている。

(2) 国内基準 (JIS)

製品出荷時に行う輸送包装に関する代表的な包装貨物試験規格（落下、振動、圧縮）は、1950年から1960年の間に制定された。その当時府下企業の輸出振興を支援するために実施していた包装貨物試験（依頼試験およびその後の機器貸与）は、試験機も進化し、現在も継続して多数の企業に利用されている。しかし、当初の規格は試験機や試験方法についてのみ規定されたもので、輸送包装の設計指針になる試験基準（例えば、落下高さ、振動条件、段ボール箱の圧縮強さ等）は各社で決める必要があった。

専門スタッフがいる前出の大手家電企業等は、輸送環境記録計等を組み込んだダミー包装貨物を自社の輸送経路で輸送し、その環境（衝撃、振動、温度、湿度）、保管倉庫ではこれに加えて保管状況（貨物の積み上げ段数）を自社で調査し、その社内基準を作成で

きたが、中小企業や他の企業は、基準の作成は難しく公的な基準が求められるようになった。ほぼこのような経緯で制定されたのが、前出の試験基準を示した「包装貨物—評価試験方法通則」である。この規格も現在「ISO/IEC ガイド 21:1999」に基づいて国際化を図るためISOとの整合化作業が進められている。この作業を進める国内対策委員会に当所からも委員を派遣している。

(3) 国際基準

輸送包装の国際基準としては、前出の「包装貨物—評価試験方法通則」の附属書2（規定）にISO 4180/2「包装貨物—性能試験計画、作成の一般規則—第2部：量的データ」がある。また、米国の国内基準であるが、極めて影響力の強いASTM（米国試験・材料協会規格）、MIL（米軍仕様書）や段ボール箱の仕様書等で知られているルール41（鉄道運賃等級段ボール箱仕様書）やアイテム222（米国トラック運賃等級段ボール箱仕様書）がある。

自社貨物を国内、国外に出荷する場合、複数の包装貨物を、機械および器具による取扱いに適するように、パレット、コンテナなどを使って一つの単位にまとめたものを、一貫して効率よく輸送する方法をユニットロードシステムという。この輸送包装の標準化設計の指針となる基準にJIS Z 0650「ユニットロードシステム通則」がある。また、このユニットロードシステムを評価する試験にJIS Z 0170「ユニットロード—安定性試験方法」ISO 10531:1992(IDT)があり、この両規格は、輸送包装の標準化を進めるために目指してきた規格であり、3Rを進めるために今後も極めて重要な規格である。輸送効率を向上させるため、ユニットロードシステムで用いるJIS Z 0105包装貨物—モジュール寸法が1970年に制定され、その後改正され今日に至っている。

表1はこの規格の包装モジュール寸法を示したもので、JIS Z 0161の550×366mmから導かれるものと、ISO 3394の600×400mmから導かれる包装モジュール寸法が示されている。わが国では、1964年にJIS D 6002に鉄道輸送用として1100×1100mmのパレットを標準としてJIS化し、当時の国鉄は、大手荷主にこの標準パレットの使用に特典（パレット運賃、返送料の免除等）を与え標準パレットの普及を図ってきた。しかし、国外では米国（1219×1016mm）、欧州（1200×800mm）の標準パレットが普及しており、ISOは欧州の標準パレットを規定していた。1992年ISO/TC51マドリッド会議においてISO 6780（パレットの主要寸法規格）の改正を提案し、以来10年に及ぶ欧米諸

表1 包装モジュール寸法 単位 mm

JIS Z 0161 550 × 366 mm から導かれる 包装モジュール寸法		ISO 3394 600 × 400 mm から導かれる 包装モジュール寸法	
項目	寸法	項目	寸法
倍数系列	1100 × 1100	倍数系列	1200 × 1000
	1100 × 733		1200 × 800
	1100 × 550		1200 × 600
	1100 × 366		1200 × 400
	733 × 550		800 × 600
包装モジュール	550 × 366	包装モジュール	600 × 400
分割系列	275 × 366	分割系列	300 × 400
	183 × 366		200 × 400
	137 × 366		150 × 400
	110 × 366		120 × 400
	550 × 183		600 × 200
	183 × 183		300 × 200
	137 × 183		200 × 200
	110 × 183		150 × 200
	550 × 122		120 × 200
	275 × 122		600 × 133
	183 × 122		300 × 133
	137 × 122		200 × 133
	110 × 122		150 × 133
			120 × 133
			600 × 100
			300 × 100
	200 × 100		
	150 × 100		
	120 × 100		

表2 F社の段ボール箱強度ガイドライン

FedEx 箱の強度ガイドライン		
内容物の最大許容重量 (kg)	箱の最大寸法 (cm)	破裂強さ (kPa)
両面段ボール箱		
10	120	640
13.6	191	1379
20	150	785
18.1	191	1379
22.7	216	1724
29.5	241	1896
30	175	1180
36.3	267	2413
40	200	1570
複両面段ボール箱		
20	150	785
27.2	216	1379
30	175	980
36.3	241	1896
40	200	1380
45.4	267	2413
50	290	1770
54.4	279	2758
63.5	292	3447
68.0	305	4137

国との折衝の結果、2003年にわが国の標準パレット 1100 × 1100 mm が国際規格に認知された。

(4) 輸送事業者による輸送包装の基準

個人のインターネット（以下ネットという）加入者の急増とともに、ネットを利用した個人取引が増加してきた。店頭販売でないこれらの輸送経路は、従来の大手の荷主企業が商品を輸送していた経路とは違い、個人に直接宅配される。利便性が高いため今後もさらに増加すると考えられるが、これまで自社の輸送経路で築いてきた輸送包装仕様の基準を見直し、ネット商品に対して包装仕様を変えている企業もある。

一方、最近、府下でも欧米の国際輸送事業者の集配（宅配）車を日常的に見かけるようになってきた。これらは自社の貨物専用機を全世界に就航させ、陸上輸送と組み合わせたEDS（エクスプレス・デリバリ・サービス）で高付加価値商品の物流をドア・ツー・ドアで一括して引き受けることができる国際輸送事業者の集配車である。現在、よく見かける国際輸送事業者は、米国のFedEx社、UPS社、ドイツのDHL社、オランダのTNT社の4社で、現在日本の国際物流（宅配）市場の7割をこの4社で扱っていると言われている⁸⁾。

表2は、FedEx社（以下F社という）が、ネット上で公開している自社の梱包の手引き⁹⁾である。これは荷主に対して出荷時に用いる段ボール箱の強度を示したものに、JISでこれに関連するJIS Z 1506外装用段ボール箱で示されている最大総質量と最大寸法、JIS Z 1516外装用段ボールで示されている破裂強さを並べて（太字がJIS値、斜文字がF社値）示したものである。

表2で見られるように国際輸送事業者が箱の強度ガイドラインで示す段ボール箱に対する各数値は、JIS値よりかなり高い数値まであり、JISより多様な包装貨物に対応していることが分かる。この箱の強度ガイドラインはF社独自の基準ではなく、同業のUPS社も同じ基準を示している。これは、両企業とも前出のアイテム222や同じ内容のルール41を採用していることによる。さらに、両規格は輸送事業者が作成したものであるが、米国ではMILやFS（米国連邦仕様書・規格）にも引用されている。その主旨は、①貨物の取扱い、配送による破損を防ぐ②破損発生時の報償体制整備と③米国のような広大で多数民族国家では、これらの施策が必要とされている。

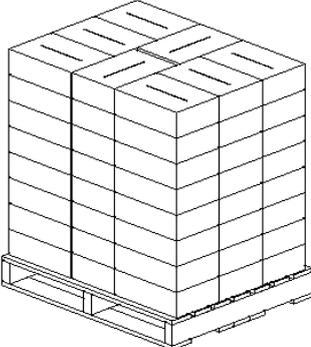
現在のところわが国の輸送事業者で、輸送用段ボール箱強度を盛り込んだ梱包の手引きを作成しているところは見あたらない。しかし、今後日本の輸送事業者も国際化のため再編が進み、欧米の企業と同じような梱包の手引きを持つ企業が出現してくると思われる。さらにF社の梱包の手引きでは、壊れやすい商品には大手の荷主企業で緩衝包装が施されている包装貨物でも、再度この箱ごとエア緩衝材等で包んでから箱詰めをする二重箱包装を行うよう指示している。これに対し大手の荷主企業では、国外への出荷時には自社包装貨物でコンテナを満たし、できる限り人的荷役が伴わないユニットロード化した輸送で、貨物の安全を確保するような対策をしている。

(5) 輸送包装の標準化と輸送効率

物流の輸送効率を向上させるため、ユニットロードシステムで用いる JIS Z 0105 包装貨物—モジュール寸法については、(3) 項ですでに国際規格に認知されていることについて述べた。輸送包装の標準化が輸送効率を向上させる例を表3に示す。表3は大手飲料の荷主事業者で実用されているパレット積み付けパターンとユニットロードを示している。大量生産される事業者では、ロボットによるパレット上への包装貨物の積み付けを最も効率よくし、自動倉庫からトラックに積

表3 パレット積み付けパターンとユニットロード

(例)
 350ml 缶の寸法：JIS Z 1571 表1 参照
 ①缶の呼び(参考)：211×413
 種類：350 グラム缶
 寸法：内径 65.4 mm× 高さ 122 mm
 内容積：371 ml
 ② 24 缶入り段ボール箱の外寸法と質量
 外寸法：長さ 406 mm× 幅 275 mm× 高さ 130 mm
 質量：9.2 kg
 ③パレットの寸法：JIS-Z-0651 の図2 参照
 外寸法：長さ 900 mm× 幅 1100 mm× 高さ 144 mm
 質量：20.4 kg



350 ml 缶 24 本入り段ボール包装貨物のパレットへの積み付けパターン

み込む荷役も極めて短時間でほぼ自動で行えるようになってきている。

4. 包装貨物試験の実施と 3R

大手出荷事業者の輸送包装の現場では、常に前出の輸送包装の標準化や近年の環境問題から大きく叫ばれるようになった 3R について、これまでも様々な取り組みがなされてきた。また、出荷する包装貨物については、自社の包装仕様で輸送中(荷役を含む)の危難から製品を保護できることを確認するために包装貨物試験が行われている。ここでは、当所でも行っている包装貨物試験で実施できる省資源への取り組みの提案と関係事業者から最近公表された再使用の事例を2例紹介する。

(1) 製品衝撃強さの向上による取り組み (Reduce)

通常の製品は輸送中に生じる落下衝撃から製品を保護するために、緩衝材を用いた緩衝包装が施されている。この際的设计は、輸送中に想定される落下高さから製品を保護するために緩衝材(支持面積、厚さ)を設計基準に沿って使用する。図1は(社)日本電機工業会に加盟する大手家電企業が出荷する各社の主要製品の包装貨物の総質量と落下試験高さの関係を示したものである。

図1で見られるように底面落下の落下高さは、前出の JIS Z 0200 のレベル I で、底面落下高さはレベル II であると報告¹⁰⁾している。これらの企業は、早くから輸送包装関係の専門スタッフが常駐し、輸送中の衝撃に対する製品の耐衝撃性を向上させることにも取り組んでいる。

製品の耐衝撃性を向上させることで、包装貨物の緩衝材を削減または製品の固定のみの包装設計が可能になるので紹介する。それは、JIS Z 0119 包装及び製品設計のための製品衝撃強さ試験方法に記されており、この試験で用いる自由落下型衝撃試験機例を図2に示す。この試験には、許容速度変化試験(A法)と許容加速度試験(B法)がある。図3にこの試験で得られ

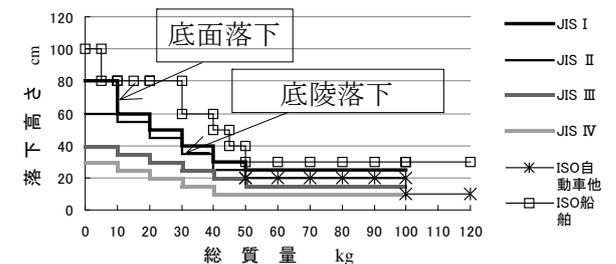


図1 落下高さと総質量の関係

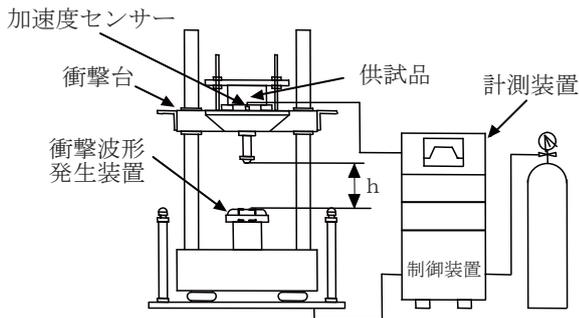


図2 自由落下型衝撃試験機例

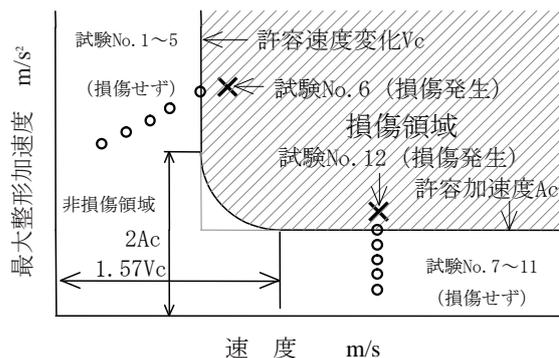


図3 損傷境界曲線

る製品の損傷境界線図を示す。

A法は製品が製造過程や携帯時など、包装が施されない環境下で耐えられる許容速度変化を決定する試験である。図2に示すように衝撃台に供試品を取り付け、図3の試験No.1～5で示すように、損傷が発生しないと予測できる落下高さhから試験を開始し、衝撃を加えた後に損傷の有無を検査する。供試品に損傷がなければ前回と同じ方法で、供試品を衝撃台に取り付け、損傷が認められるまで加速度を増加して試験を繰り返す。供試品に損傷が認められた試験の1回前の試験による速度変化を許容速度変化という。このA法では衝撃持続時間の短い(3ms以下)正弦半波を衝撃パルスとして用いる。

これに対してB法は緩衝包装設計のための許容加速度を決定する試験である。A法で求めた許容速度変化の約1.6倍以上になるように衝撃台の落下高さhを設定し、図3の試験No.7～11で示すように、損傷が発生しないと予測できる落下高さhから試験を開始する。衝撃を加えた後に損傷の有無を検査しながら、試験を続ける方法および許容加速度を決定する方法は、A法のとおりである。このB法では衝撃持続時間の長い台形波を衝撃パルスとして用いる。このように対象の供試品についてA法で求めた許容速度変化とB法で求めた許容加速度で結んだ曲線を損傷境界曲線と言う。

図3でも見られるように、この曲線で供試品が衝撃で破損する損傷領域と衝撃で破損しない非損傷領域を明らかにすることができる。しかし、A法で求めた許容速度変化が流通(輸送)過程で製品が受ける速度変化より大きい下記のような場合、

$$V = (1 + e)\sqrt{2gh} < Vc$$

ここに、V：流過程で製品が受ける速度変化(m/s)

Vc：供試品の許容速度変化(m/s)

h：落下高さ(m)

g：重力加速度(9.8m/s)

e：反発係数(不明なときは1.0)

B法の試験を省略してよい。

最近では、携帯時に誤って落としても簡単に破損しない許容速度変化値の高いモバイル製品が出現してきている。これからは他製品についても試作段階でこの試験を実施し、脆弱部分を削除しながら、できる限りコストを掛けずに設計変更等で製品の耐衝撃性を向上させ、その成果として包装仕様の簡易化で包装材の省資源が可能になる。また、非線形製品の製品衝撃強さ試験については、当所の中嶋の報告¹¹⁾を参照してほしい。

(2) 複合荷重負担包装による取り組み (Reduce)

製品が入った段ボール箱包装貨物は、輸送中や保管時に積み重ねられる。この間、積み重ねられた貨物質量が最下段の段ボール箱や製品に積載(死)荷重として働き、段ボール箱の圧縮強さが積載(死)荷重に対して不十分なとき、段ボール箱や製品に損傷が発生する。このような現象を防止するため前出のJIS Z 0200 5.5 圧縮試験では、次式によって算出した荷重を加え、直ちに取り外す試験を行っている。

$$F = 9.8 \times K \times M \times (n - 1)$$

ここに、F：荷重(N)

K：負荷係数

n：流通時の最大積み重ね段数

M：供試品の総質量(kg)

負荷係数は、安全率のようなもので保管時の負荷(積載)の状況と容器の吸湿性等により、1から7まで決められている。

積み重ね保管時に、①内容品及び内装容器が荷重を負担し、外装容器が荷重の負担を考慮する必要がない場合は、容器の吸湿性に関係なく負荷係数は1である。前出の報告で家電製品の冷蔵庫、洗濯機、エアコンの室外機等は、積み上げ荷重が大きい製品に改善し、負荷係数が1の包装が施され積み重ね保管時の荷重は、



図4 複合荷重負担実験の試料
(深さ+5 mmの試料)

製品が受けている。このような包装仕様を採用することで、包装材の省資源化を図って成功している。

これに対して②内容品、緩衝材、外装容器等が複合して荷重を分担するときの荷重係数は、吸湿性に伴って2～4と高くなっている。さらに荷重係数が5～7は③段ボール箱等の外装容器だけが荷重を負担する場合である。ここで、②のような包装仕様を採用されるとき段ボール箱の圧縮強さと箱深さの関係をみるために、段ボール箱試作機で箱深さの内寸法より+5 mm、+3 mm、±0 mm、-3 mm、-5 mmの段ボール箱(両面A段)を各3箱試作した。これらの段ボール箱にアクリル板製ダミー製品(外寸法:380×280×250 mm, 質量:12.3 kg)を厚さ40 mmの緩衝材(15倍発泡のコーナパッド)で支える包装仕様の段ボール箱包装貨物(図4参照)を試料とし、前処置(温度:23℃, 相対湿度:50%, 24時間)後圧縮試験を行った。

図5に各試料の最大圧縮強さ平均値を、空箱の最大圧縮強さを基準に、箱深さと最大圧縮強さの関係で示したが、いずれの場合も空箱より最大圧縮強さは高くなっており、実用上は作業性が悪くなるが、箱深さを内寸法より少なくした方が高い値を示している。複合荷重負担包装は、本実験結果でも段ボール箱の最大圧縮強さが空箱に比べて、通常の内寸法でも49%高くなることが分かった。このことは、従来の段ボール箱の材質の見直しや、最近普及し始めたC段(段形状がCの両面段ボール箱)への移行等で包装仕様変更しやすくなり省資源が図れることを示している。

実際に省資源を進めるときは、包装貨物試験を並行して行うのが基本であると考え。

(3) これからの包装貨物振動試験による取り組み (Reduce)

包装貨物の耐振性を評価する振動試験の規格には、前出のJIS Z 0200 (1999), JIS Z 0232 (2004) 包装貨物—振動試験方法, ISO, ASTM, MIL等があり、振動条件は、一様振動、掃引振動、ランダム振動がある。

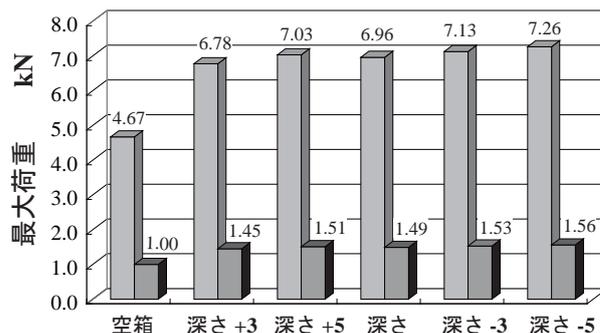


図5 荷重分担時の段ボール箱の圧縮強さと箱深さ(内寸法)

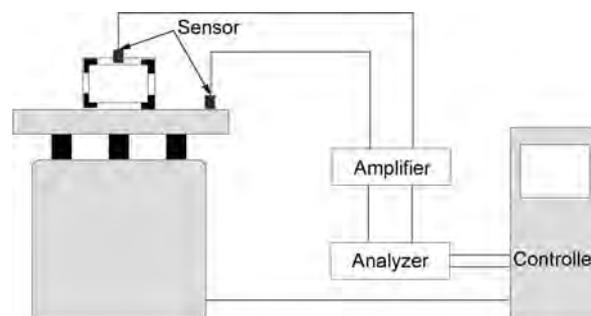


図6 非線形振動対応型の試験装置

これらの規格や振動条件に対して関係企業の実施状況は、一通りではなく、前出の大手家電企業が実施している振動条件も、報告¹⁰⁾では各社の主要製品の包装貨物の振動試験に、この一様振動、掃引振動、ランダム振動が採用されている。

また、振動加速度や加振時間も各社で異なっているのが現状である。これは、自社基準の違いもあるが、輸送機関(トラック、貨車、船、飛行機等)の違いや仕入れ先(輸出)との契約に試験条件が付帯している場合、契約にある試験条件を取り入れる事などから生じている現象である。しかし、各社とも輸送時と等価な試験条件で自社の包装貨物を評価し、常に省資源を考えた包装設計に腐心している状況にある。

当所では、中嶋らがIMV(株)と共同で試験条件が自動的に導出でき、包装貨物振動試験で多くみられる非線形振動に対応できる次世代振動耐久性評価装置およびシステムを開発した。開発した試験装置を図6に示したが、本システムの特徴は、次の2点になっている。

(A) システムの特徴 (特願 2003-424895)

①非線形対応型 輸送中の包装貨物の振動伝達特性は多くの場合、非線形(ガタ振動、叩き合い振動、液体振動など)であることから本システムでは、センサー計測データを用いることにより非線形振動伝達を

考慮した試験を可能にした。

②蓄積疲労スペクトル 試験条件導出には、周波数毎に独立してその蓄積疲労を評価できる蓄積疲労スペクトルという概念を導入した。

また、新しい機能としては、次の4点が上げられる。

(B) システムの機能 (特願 2006-116890)

①輸送シナリオ作成機能 公開されている代表的な輸送振動がデータベース化されており、複数の輸送経路を and, or などの論理演算式により輸送シナリオとして結合できる。

②市場許容破損確率の設定機能 市場許容破損確率を入力することにより、試験の厳しさが補正できる機能を搭載した。

③試験条件の自動導出機能 担当者の経験を数値データに換算でき誰もが容易にその導出根拠が把握できる。

④振動応答の異状監視機能試験中に試料の異状がわかり、より正確な耐久性が把握できる。

以上、IMV(株)と共同開発した次世代振動耐久性評価装置およびシステムについて簡単にふれたが、詳細については、日本包装学会の「蓄積疲労評価型振動試験システムの提案」¹²⁾で報告している。

(4) 包装材再使用 (Reuse) システムの例 1¹³⁾

建築現場には、建築中に建物に設備される機器が多く納入される。機器の納入後その役割を終えた段ボール等包装材の使用量の削減は、これまでも大きな問題で、建築事業者と納入事業者の間で可能な機器からできる限り包装材を使用しない輸送包装形態を採用するなどの対策がとられてきた。

図7に示す包装材の再使用システム例1は、給湯器の製造事業者N社が、H社と共同で開発したもので、図7でも示すように包装仕様は製品の上下を緩衝性のあるプラスチック製トレーではさみ、バンドで固定した後にフィルムで覆う形式である。建築現場で外したプラスチック製トレーを再び製造工場へ戻し、再使用の前にトレーの検査を実施し、問題がなければ包装材として再使用するシステムである。

N社の落下試験で、20回の再使用に相当する衝撃を連続して加えた結果、著しい劣化はなく良好な結果が得られている。ここでは自社製品の包装材を自社内の閉ループでリユースする例として紹介した。

(5) 包装材再使用 (Reuse) システムの例 2¹⁴⁾

前項(4)では自社内の閉ループで包装材をリユースする例を示したが、それに対してネット上で運営する、基本的には開ループのシステムを紹介する。

図8に示す包装材の再使用システム例2は、O社が

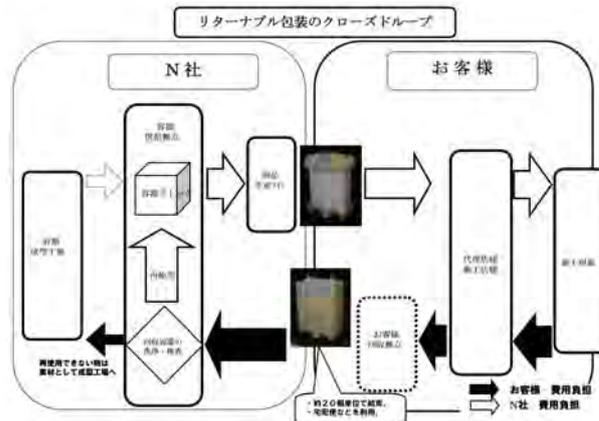


図7 包装材の再使用システム例1

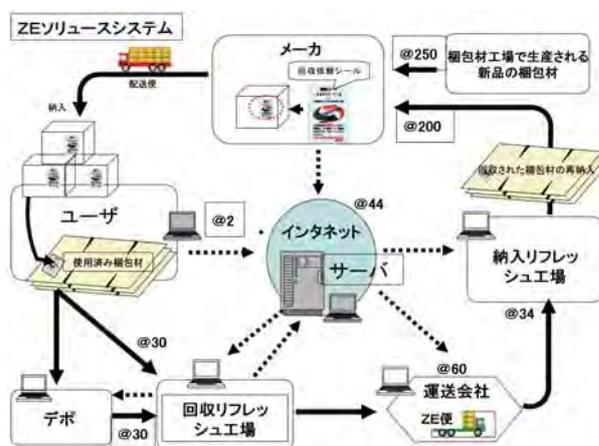


図8 包装材の再使用システム例2

開発したもので二つのシステムと多数の輸送事業者から成り立つシステムである。二つのシステムの一つは包装材の管理システムで、他の一つはトラック等の物流マッチングシステムである。ここでの包装材は事業者の業種により異なるが、段ボール、プラスチック製段ボール、スチールパレット、フレコンバッグ、溶接ワイヤー包装ドラム、オリコン等である。これらの包装材に認識コードを貼付することで、回収・選別・修繕を可能とし、再び元の利用製造工場にその包装材を再販するシステムである。

全ての種類の包装材に適合させる必要は無く、利用事業者の要望を前提とした上でリユース (Reuse) に適した包装材のみに適合し、また全量回収を保証するシステムではなく、回収できたものの中から再利用可能なものだけを納品するシステムである。本システムは、リユース (Reuse) で難しいと言われている効率や費用が、利用者が増えるほど効率上がり、費用の削減や環境負荷を低減できるシステム例として紹介した。

5. おわりに

現状の輸送包装の標準化について解説するとともに、当所で実施している包装貨物試験等のできる3Rについても検討した。その結果、輸送包装の標準化については、関係者の長年の努力で標準化の基本である包装モジュール寸法も国際化され、輸送効率の良いユニットロードシステムが国内外で可能な状況にある。すでに包装モジュール寸法を取り入れ、輸送効率を上げ省エネ法への対応が進んでいる荷主事業者もある。今後はこれまで困難であるといわれていた工業製品等でもできる製品から標準化を図り、多くの標準包装材の出現でこれまで以上に包装材の削減に努める必要がある。

一方、包装貨物試験の実施で行う3Rでは、①自由落下型衝撃試験機を用いる製品衝撃強さ試験 ②複合荷重負担包装 ③これからの包装貨物振動試験の各取り組みについて述べた。関係する試験を実施してその結果を見てほしい。さらに、包装材再使用システム(Reuse)を自社内で行う閉ループと多数の事業者が参加する開ループで行う2例を紹介した。今後、このようなシステムは益々注目を集めると考えるが、ここでも、標準包装材を用いより多くの事業者が参加したシステムを完成させることが、必要になってくる。

謝 辞

本稿の作成にあたり資料提供を依頼したところ快く提供下さった、日立物流(株)の松田考司、(株)ノーリツの永見静太郎、オリオンテック(株)の島田正春の各氏に謝意を申し述べます。

参考文献

- 1) 容器包装に係る分別収集及び再商品化の促進等に関する法律，制定 1995，改正 2006.
- 2) エネルギーの使用の合理化に関する法律，制定 1979，改正 2006.
- 3) 片山伊代吉：包装技術，**1** (1963) p.17.
- 4) 長谷川良雄：包装技術，**1** (1963) p.45.
- 5) 中山武男：包装技術，**3** (1965) p.34.
- 6) 向野元生：包装技術，**3** (1965) p.12.
- 7) JIS Z 0200 (1973)；適正包装貨物試験方法通則.
- 8) オークラ物流システム情報誌 [シーズ]，**43**, 5 (2007) p.2.
- 9) フェデックスエクスプレス：URL <http://www.fedex.com/downloads/jp/packagingtips/howtopack.pdf/>.
- 10) (社)日本電機工会包装委員会，包装技術，**43** (2005) p4.
- 11) 中嶋隆勝：神戸商船大学学位論文 (2003) p.3.
- 12) 中嶋隆勝，津田和城，川田浩二，山内桂門：日本包装学会誌，**16** (2007) p.41.
- 13) (株)ノーリツ：URL <http://www.noritz.co.jp/eco/houkoku/housou.html/>.
- 14) 島田正春：日本ロジステックシステム協会講演資料，**8** (2006) (オリオンテック(株)：URL <http://www.oriontec.co.jp/powerpoint.htm/>.)