

熊本県工業技術センター

研 究 報 告

第37号 平成10年度

REPORTS OF
KUMAMOTO INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE

No. 37 1999

平成11年10月

熊本県工業技術センター

〒862-0901 熊本市東町3-11-38

Published by

Kumamoto Industrial Research Institute

3-11-38, Higashi-machi, Kumamoto-shi 862-0901 Japan

熊本県工業技術センター研究報告

第37号 (平成10年度) 平成11年10月

目 次

【報文】	
移乗・移動関係福祉機器の開発	村田 勝 1 鍋田芳達 井戸泰男 森山芳生 谷 和男
金属粉末射出成形法を用いた複合部材の作成 - 金属粉末射出成形法を用いた高機能複合材料の開発 (第2報) -	上村 誠 9 木村幹男 東家節生 出納正道 藤沼直樹
電磁波シールドルームの試作	上田直行 15 中村哲男 園田増雄 長澤長八郎 寺田 武
電源回路の設計合理化に関する研究	石松賢治 23
焼酎蒸留粕上澄液を連続的に再利用した米焼酎製造	土谷紀美 27 西村賢了 園田頼和
多層構造薄膜センサーに関する研究	本田悠紀雄 32 上田直行
交流電解法によるアルミニウム基材への酸化チタン固定化と 環境浄化触媒材料としての応用 - セラミックスの粉体加工による高機能化研究 (第2報) - 超臨界流体によるフェノール樹脂系FRPの分解 - プラスチック再利用技術の確立	永田正典 35 永岡昭二 40 永田正典 菅田 孟 佐古 猛 大竹勝人
めっき総合排水等の新規ゼロディスチャージシステムの開発	納崎克也 44 永田正典 瀬口雄大 本藤拓磨 豊田 稔 柳下 宏 中根 堯
【技術資料】	
県内の中小企業における工業製品のデザイン開発に関する調査 研究	佐藤達哉 50 原口隆一

REPORT OF
KUMAMOTO INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
Vol.37(1998.4-1999.4) Oct.1999
CONTENTS

[Original papers]

Development of Devices of in Transferring and TransportingMasaru MURATA, Yosisato NABETA, Yasuo IDO, Yosio MORIYAMA and Kazuo TANI.....	1
Making of Compound Member by Metal Injecton Molding. -Development of High Functional Composite Materials by Metal Injection Molding(2nd Rreport)Makoto UEMURA, Mikio KIMURA, SetsuoTOHYA, Masamichi SUI TOH and Naoki FUJINUMA.....	9
Trial Manufacture of Shield Room for Electromagnetic Wave. Naoyuki UEDA, Tetsuo NAKAMURA, Masuo SONODA, Chohatiro NAGASAWA and Takeshi TERADA	15
Study on Rational Design of Power SupplyKenji ISHIMATSU	23
Rice-shochu Production with the Repeated Use of Supernatant Separated from the Post-distillation Slurry. Kimi TSUCHIYA , Kenryo NISHIMURA and Yorikazu SONODA	27
Study on Multilayer Structural Thin Film SensorYukio HONDA and Naoyuki UEDA	32
Deposit of Titanium Oxide on Aluminium Low Materials by AC Electrolytic Process and the Application to Ennvironmental Purification Catalyst. - Studies on High Function Technique by the Ceramic Powder Processing (2nd. Report) -Masanori NAGATA	35
Decomposition of Phenolic Resin as a Matrix of FRP Using Fluid at High Pressure and High Temperature. - Chemical Recycling of Waste Plastics -Shoji NAGAOKA , Masanori NAGATA ,Tutomu SUGETA ,Takeshi SAKO and Katsuto OTAKE	40
Development of New Zero Discharge System for Plating Rinse Water using NF MembranesKatsuya NOUZAKI, Masanori NAGATA ,Yudai SEGUCHI, Takuma MOTOFUJI, Minoru TOYOTA , Hiroshi YANAGISHITA and Takashi NAKANE	44
[Data] Reserch on Design Development for Industrial Product of Small and Medium sized Enterprises in Kumamoto PrefectureTatsuya SATO and Ryuichi HARAGUCHI	50

移乗・移動関係福祉機器の開発

村田勝*・鍋田芳達*・井戸泰男*・森山芳生*・谷和男**

Development of Welfare Equipment for Transferring and Transporting

Masaru MURATA*, Yoshisato NABETA*, Yasuo IDO*, Yoshio MORIYAMA* and Kazuo TANI**

高齢社会へと加速的に進展するなか、心身障害者、高齢者に対する介護問題が大きくクローズアップされている。これら介護に必要な多くの支援機器の開発ニーズがある中で、本研究では、特に障害者等が、ベッドから車いすなどへ移乗・移動する際の介護者の負担軽減と障害者等の自立支援を目的として、次のような支援機器の開発・実験を行った。

- (1)障害者が、乗車したままでシャワーやトイレ、散歩、食事などが行える機能を有し、小形・軽量で分解・組立・収納も簡単にできる全天候型の床走行式多機能電動介護リフトの開発
- (2)障害者がベッドから下りて歩行器を使う際に、他人の介助無しに起立できる自立支援機能を有する歩行器の開発
- (3)障害者が車いすで移動する際に、段差を自力で乗越え可能な限度(通常3cm程度)を高めるため、車いす前輪部にエアシリンダを装着した場合のキャスト持上げ高さについて、シミュレーションによる実験解析を行った結果、14cm程度まで可能なことが確認された。
- (4)車いすに乗ったまま屋外から屋内へ気兼ねなく入れるように、車輪をワンタッチで清掃できる簡便な車いす取付け用クリーナーの開発

1. 緒言

我が国は、人生80年という長寿の時代を迎え65歳以上の高齢人口は、2025年には国民4人に1人と諸外国がいずれも経験したことのない高齢社会が到来する。

また、寝たきり老人や痴呆性老人等の福祉の援護が必要な高齢者は、2000年には100万人にも達するとされ、加速的に高齢社会が進展するなか、これら高齢者、障害者に対する介護の問題等がクローズアップされてきている。

このようななか、福祉サービスをめぐるニーズは、健康な高齢者や一時的な障害者にまで及び、自立支援や社会参加から身の回りの不便さへの対応まで、いつそう幅広いものになってきている。

需要の拡大とともに福祉用具の消費がより一般化しつつあり、これらに対応するため、福祉用具の供給には、①専門的で高度な機能の追求に加え、②選択の幅、費用対効果、デザイン等も重要になってきている。

国は、福祉用具の研究開発と普及の促進に関する法律(福祉用具法)の施行(平成5年10月)を契機に、取り組みを本格化し、8年12月に閣議決定された「経済構造の変革と創造のためのプログラム」でも「医療・福祉関連分野」は新規・成長15分野の1つに位置づけられた。

本県工業技術センターでは、平成8年5月に機械・金属関連製造業、デザイン、福祉機器製造業、病院、介護ショップ、福祉関係団体、大学、公的団体等60事業所、会員数105名の参加のもと熊本県福祉機器研究会を立ち上

げた。

当研究会事業の一環として例会講演会で福祉機器開発に関する各界講師によるサジェスションを拝聴する一方で、機器開発分科会、福祉施設見学会等を実施した。

これと並行して県独自の福祉機器調査及び機器開発検討作業を進める中で機器開発のテーマ絞り込みを行った結果、次の4つの機器についての開発検討を行うことにした。

2. 開発課題と当該福祉機器の現状

2.1 床走行式多機能電動介護リフト

従来、移乗・移動を主な目的とした介護リフトは、入浴、排せつとともに基本的な生活動作の介護に必要であり、自立及び介護支援の観点から、次のような改良の余地が残されている。

1)ベッドから車いす・トイレ・浴室等への移乗・移動時の介護者が受ける負担は非常に大きいので、これを軽減する。

2)様々な移乗・移動介護機器製品が市場に出回っているが、ユーザサイドのニーズの多様性や日本特有の住宅・家屋事情、機器自体の機動性、収納性、デザインなどがあい路となり、当製品を購入してもその稼働率は必ずしも十分ではないので改良を行う。

2.2 自立支援歩行器

歩行器は、足腰が弱った人の歩行補助や、足の骨折等に伴う機能回復過程で歩行訓練用として使用されている。

一般に使用されているのは図1のような上部手すりにつかまりながら歩行するもので、一旦歩行器につかまれ

*生産技術部

**岐阜大学工学部応用情報学科

ば非常に効果的だが、足腰が弱り立ち上がりが困難な人は、歩行器に乗るために介助者の手助けを必要とする。

そこで、介助者なしでも、障害者が自力で利用できるような歩行器について検討した。

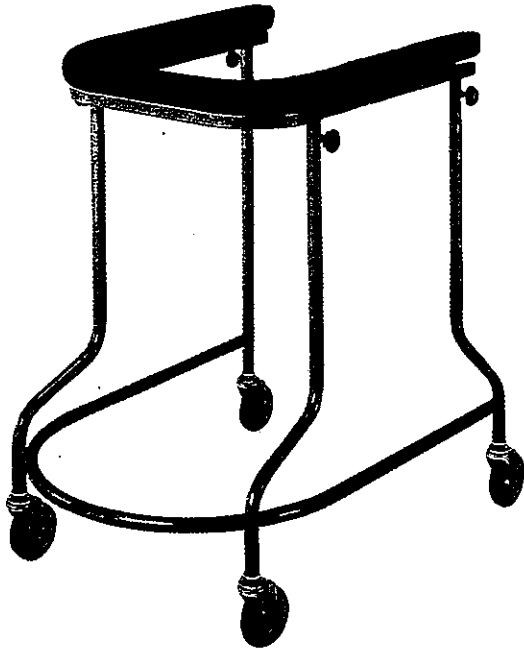


図1 一般的な歩行器

2.3 車いす用段差解消機構

下半身の不自由な障害者にとって車いすは、社会参加や行動範囲を広げる最も身近で有効な手段である。

しかし、図2に示すように住居内及び日常生活圏の移動機器の問題点¹⁾は多く出されており、中でも屋内での10cm程度の段差や外出の車道と歩道の段差は、車いすを利用する人にとっては最も大きな障害となっている。

普通介助者の助けを借りることなく、車いす上で重心移動によりバランスを保ちながら前輪のキャスターを上

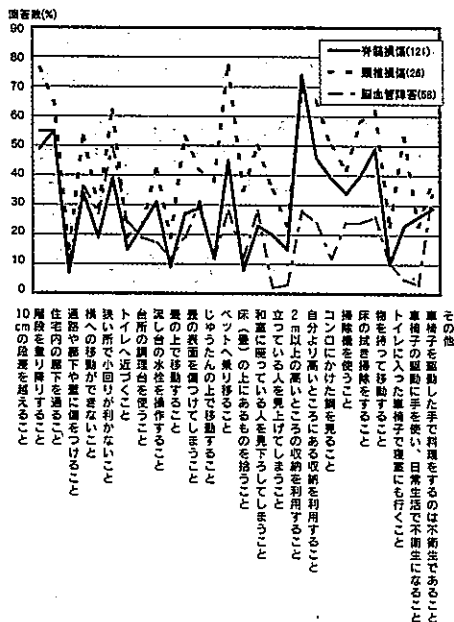


図2 住居内利用で困ること

げることにより、ある程度の高さまでは乗り越えることができる²⁾が、一般に独力で乗越え可能な段差の高さは3cm程度であると言われている。

そこで、10cm程度の段差でも乗越え可能なシステムについて検討した。

2.4 車いす車輪用クリーナー

車いすに乗ったままで屋外から屋内に気兼ねなく入れるように、建物の入口でワンタッチ操作により車いす車輪を清掃できるクリーナーの材料、形状、取付方法について検討した。

3. 開発機器の概要

3.1 床走行式多機能電動介護リフト

3.1.1 本器のデザインコンセプト

室内で日常生活を行う場合や近距離散策など移乗・移動に伴う一連の動作行程を対象に「私だけの愛用車として、遊び感覚もあり気軽に簡単にアシストしてくれる機器」をデザインコンセプトとして、以下のようにリフトを考案した。

3.1.2 本器開発のポイント

緒言の2.1に示したようなリフトのマイナスイメージを払しょくするため次のようなポイントに留意して試作した。

- 1)軽量小形化を図り、小回りが利き十分な強度がある。
- 2)優しくソフトな印象を与え、遊び感覚もあり清潔感のある流線形パイプ製(SUS304材、φ42.7×t2)とする。
- 3)1台で移乗・移動、シャワー、トイレ、散策、食事、読書など多機能である。
- 4)分解・組立が簡単でスピーディ、どこへでも手軽に運べてコンパクトに収納できること。

3.1.3 本器の構成

1)本体フレーム

図3に示すように、本体はカヤックの左右両げんを倣う

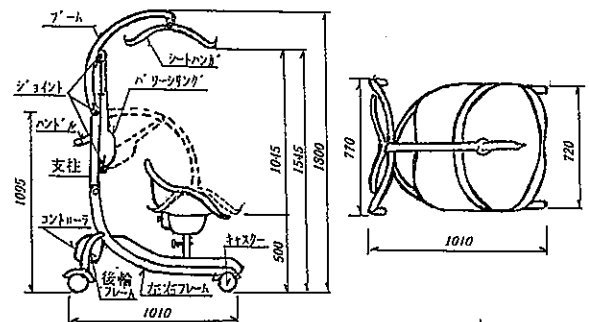


図3 床走行式多機能電動介護リフト

ような3次元形状をした左右フレームと円弧状後輪フレーム、ブーム、直線支柱及びハンドルの各フレームで構成される。

2) 移動部

前輪・後輪に次のとおり4個のキャスターを用いた。

- ・キャスター(ハンマーキャスター(株)製)
315SAUB100(ストッパー付)4個, 許容荷重100kg/個

3) 操作部

ブームの先端にはシートハンガーが取付けられ、懸垂時にはこのハンガー両端にスリングを引っ掛けて用いる。

ブームの昇降は、2つの押しボタンスイッチの切り替え操作で行う

4) 電動アクチュエータ(パワーシリンダ) 及びコントローラ

図3のようにパワーシリンダ両端のうちロッド側をブームと他方を支柱と各々ジョイント連結して昇降機構とし、コントローラ部の直流電源でパワーシリンダを駆動させることにより同ロッドが伸縮しブームを昇降させる。仕様は次のとおりである。

- ・パワーシリンダ (椿本チェーン(株)製) 1組
ロッド負荷: 294 kN (300kgf)
速度: 6mm/s
ストローク: 300 mm
- ・コントローラ (椿本チェーン(株)製) 1組
定格電圧 : 100V
周波数 : 50/60 Hz
定格入力容量 : 170VA
出力電圧: DC28V
2次電流: 35A

5) いす部

左右フレームのほぼ中央部にいす軸受け座があり、またフレームのほぼ全長にわたり足載せ板を設置し、必要に応じて専用いすを着脱できる。

いす着座部には円形の開口を施しており、着座裏面には簡易トイレ挿入箱を設けている。

また、ひじ固定部には天板を簡単にセットでき、読書・食事などが可能である。

6) 天井シート

ブーム部位に日射・雨除け天井シートをワンタッチでセットできる。

3.1.4 本器の操作

1) ベッドから他器への移乗を行う場合、ベッドへの干渉を配慮してあらかじめいすを外した状態で本器をベッド横(短辺)方向へ挿入し、スリングを使用して被介護者をベッド上で懸垂し、本器を後退させながら目的物上にゆっくり降ろす。

なお、本器いすに着座させる場合は、邪魔にならないようにひじ固定部を外した状態のいすをいす受け座にセットした後に着座させるようにする。

また、行程中に適宜キャスターのストッパーを使用する。

2) 本器いすに着座後、ひじ固定部を装着固定しさらに天板を固定すれば読書・食事などもできる。

3) いすは、回転でき対話しながらの散策が楽しめ、ブーム部位にスクリーンをセットすれば日射、雨露がしのげる。(図4参照)

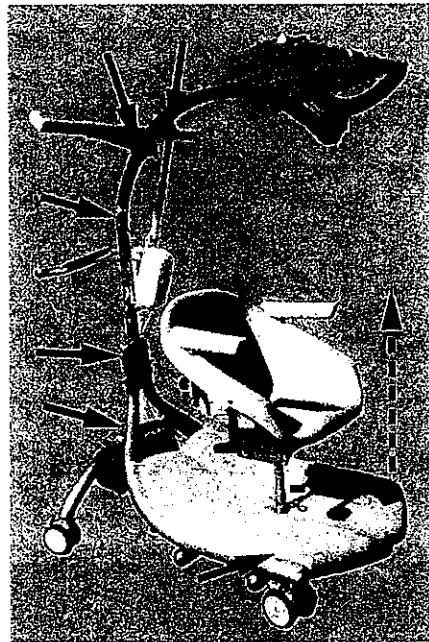


図4 日(雨)除けシート装着の本リフト (→印分解箇所)

4) 本器の分解組立は、図4の矢印箇所のナットをワンタッチ操作することで可能である。

3.1.5 操作力測定試験

最大荷重981N(土のう約196N5個分で代用)をブーム最上端に吊り下げ、水平な床面上(ISO規格では鉄板上とされているが、この場合リノリウム板上とした)を始動させるときに要する操作力を前後方向、左右方向について5回測定し最大、最小及び平均操作力⁴⁾を求めた。

この結果、リフトの操作力は、前方へは72~86N、後方へは57~67N、側方へは34~54Nで、前方の数値が後方より平均値で15N大きな数値を示した。ISO原案では、160N以下であり、この数値内に入っていた。

この外試験項目として昇降速度測定試験、静的安定性試験、ブレーキ試験、動的安定性試験、静的強度試験及び稼動耐久試験の6つの試験がISOで定められているが、今回は実施しなかった。

3.2 自立支援歩行器

3.2.1 手動式立ち上がり支援歩行器

1) 歩行器の概要

当歩行器は、立ち上がりの際、脇を脇ホルダに入れ、そのホルダーを上げることにより歩行器での起立状態をもたらす機構となっている。

その外観を図5に、使用状態を図6に示す。

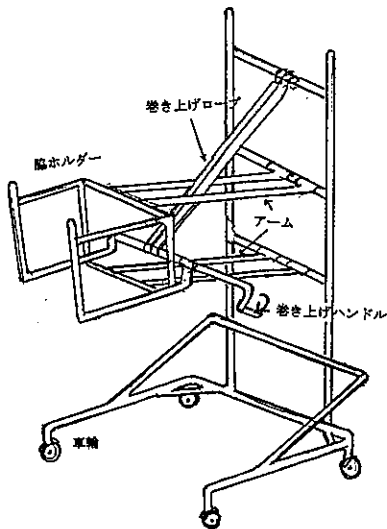


図5 手動式立ち上がり支援歩行器



図6 使用状態

ホルダの上下は、巻き上げハンドルを回すことによりホルダが上下するようになっている。

ホルダが上がるためには、ハンドルを回す必要があり、本人が自分の力で回すことができれば問題はないが、かなりの力が必要である。

そうでなければ、誰かの介助が必要となる。

2)歩行器の問題点

当歩行器には以下のような問題点がある。

①前述のように、ハンドルが回せない人は、回してくれる介助者が必要になる。

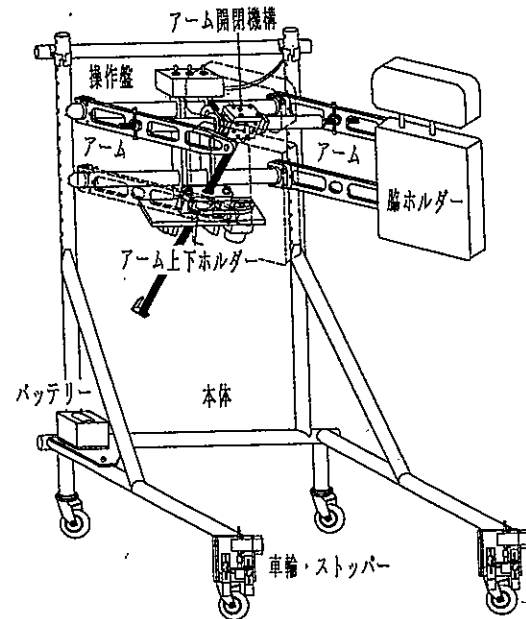
②ホルダの形状に問題があり、脳を固定していないため腕だけが上がり、万歳の格好になり体はなかなか持ち上がらない。

③車輪にブレーキが着いていないため、立ち上がりるとき歩行器にもたれるため、歩行器が動き、危険である。

3.2.2 自立支援歩行器

1)歩行器の概要

手動式には前述したような問題点があり、これらを改良したのが当歩行器であり、その概要を図7に、その写真を図8に示す。



内部構造を見易くするためカバー等は描いていない。また、手前にある物も機構がよく見えるよう一部点線で描いている。

図7 自立支援歩行器

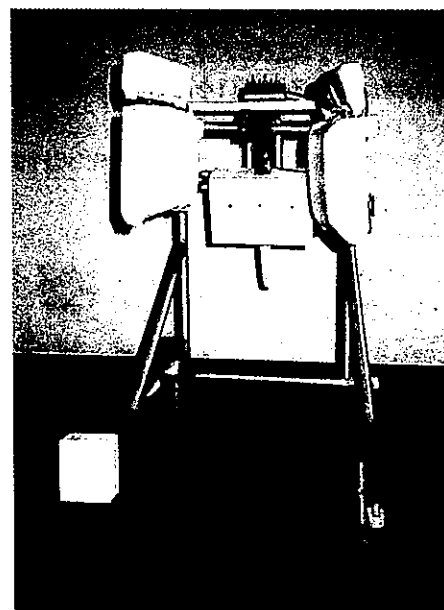


図8 自立支援歩行器外観

構成要素として、脳を支える脳ホルダー、ホルダの開閉を行うアーム開閉機構、アームの上下を行うアーム上下機構、車輪を止める車輪ストッパー、動力源として

のバッテリーとこれらの操作を行う操作盤からなる。

2)仕様

当歩行器の仕様は表1のとおりである。

表1 自立支援歩行器仕様

性能	適応身長	150~180cm		
	スイッチ	スイッチを押しているときのみ有効なデッドマン式スイッチ		
	昇降機構	ベッドまたは椅子から起立位置まで電動で使用者の体を持ち上げ(または下げ)ます。 昇降速度 40cm/50秒		
	脇ホルダ	使用者の体格に合わせて脇の幅が調整できる。		
車輪ストップパ	歩行器に乗るとき動かないように、車輪にブレーキを掛ける。			
		昇降用	脇幅調整用	車輪ストッパー
モータ仕様	電圧	DC12V	DC12V	DC12V
	出力	16.3W	3W	0.63W
	負荷1材	2.1J	2.1J	0.03J
	負荷回転数	55.4 min ⁻¹	55.4 min ⁻¹	155 min ⁻¹
外形寸法	重量	W650×D750×H1350 (mm)		
		167N		

3)使用方法

使用方法は、以下のとおりである。

- ①ストッパーをかけ、歩行器が動かないようにする。
- ②脇ホルダーに脇を入れ、アーム開閉機構によりアームをしめ、脇を固定する。
- ③アーム上下機構によりアームを上げ、体を持ち上げ、適度の高さに調整する。
- ④ストッパーを解除する。

3.2.3 車いす用段差解消機構

1)段差解消システムの概要

車いす駆動用の後輪は半径が大きく、ある程度の段差

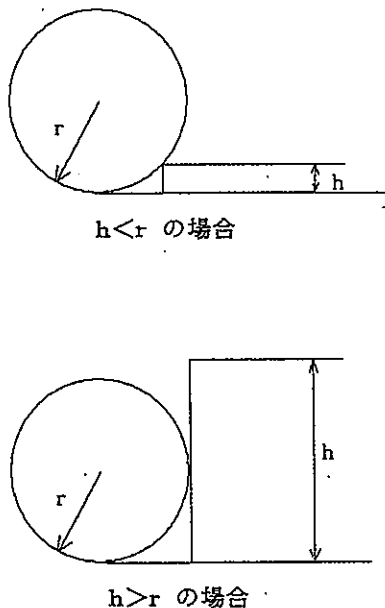


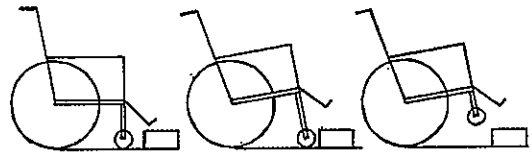
図9 車輪半径と段差の関係

までは乗り越えられるが、前輪キャスターにおいては半径より高い位置にある段差を超えるためには、図9に示すようにキャスターを持ち上げる必要がある。

前輪のキャスターが段差以上に持ち上げれば比較的容易に走行することができる。

そこで、本研究ではエアシリンダを用い、シリンダロッドの伸縮動作によりキャスターを持ち上げるシステムを考案した。

図10にその原理を示す。



a. 通常走行時 b. エアシリンダが伸びた時 c. エアシリンダが縮んだ時

図10 段差乗り越え時の車椅子の動作

まず、段差の手前でキャスターの取り付けられたエアシリンダを伸ばす。(図中ab参照)

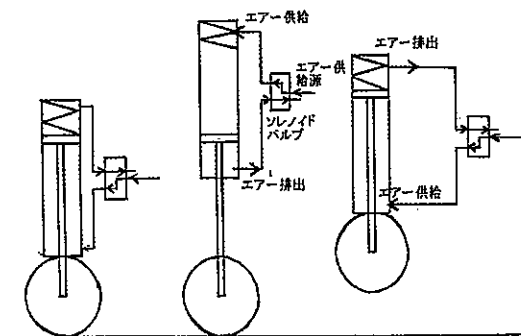
シリンダがある程度伸びたところで、重力によりキャスターが落ちてしまわないうちに高速でシリンダを縮め一瞬キャスターを宙に浮いている状態にして段差を乗り越える。(図中c参照)

2)構造と特徴

本研究においてはエアシリンダーの伸縮動作におけるキャスター部の動作確認を目的としているため、段差解消が可能かどうかの考察及び実験を行った。

ここで用いたシステムはエアシリンダ(内径2.5cm)及びピストンロッドとセンサ及び標準の車椅子の寸法で作られたシリンダ固定部から構成され、センサと動作開始スイッチの信号をリレーに入力するだけであるので複雑な制御システムは必要としない。

エアシリンダの伸縮動作の模式図を図11に示す。



a. 乗車時 b. エア供給時 c. エアシリンダ収縮時

図11 エアシリンダの挙動

通常走行時はシリンダを縮めるよう下部にエアを供給する。

段差の直前でスイッチをオンし、上部からの供給にかえる。

シリンダが伸びリミットスイッチがオンに入れば素早くエアの供給を逆にし、全体が落下する速度より速くシリンダを縮める。

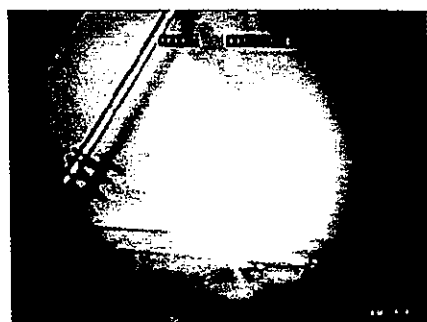
なお、シリンダ系の縮小動作を速めるためにエアシリンダ内の排気特性向上の対策としてクイックエキゾーストバルブを用いている。

3)本システムの挙動

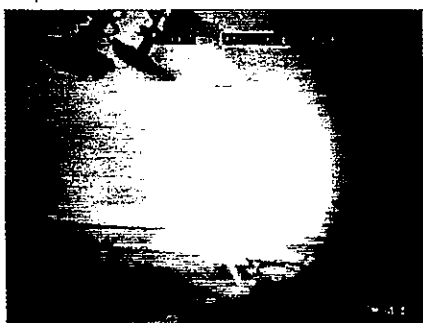
高速ビデオを用いた撮影結果を図12に示す。



a. 停止状態



b. シリンダが伸びきった状態 (0.27秒後)



c. シリンダが縮んだ状態 (0.45秒後)

図12 エエアシリンダが縮む瞬間

ここで写真後方のスケールは、1cm間隔で記述されている。

停止状態から(図12-b)、シリンダが伸びるにつれ床に沿って前方に移動し(図12-a)、シリンダが最小に縮んだ時点でエアシリンダの先端が宙に浮いているのが確

認できる。(図12-c)

588kPaのエア圧力で供給したとき、ビデオのピント調整や設置位置決め等により誤差はあるがおよそ14cm垂直上向に変位しているのが確認できた。

また、エア供給後、シリンダが動作し始めた0.27秒後にエアシリンダが所定の位置まで伸び、その後0.18秒で最高点に達することも分かった。

3.2.4 車いす車輪用クリーナー

1)車いすの構造等

一般的な手動車いすは、図13のような後輪駆動式(自走用標準型)車いすが広い用途で使用されているので、今回はこれをモデルに検討した。

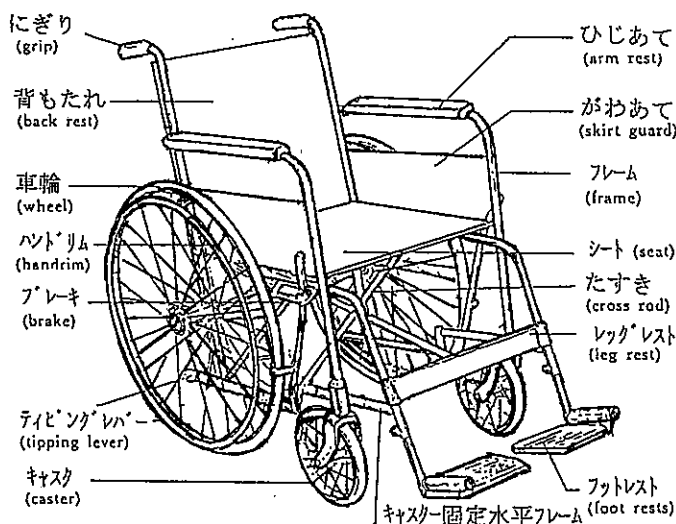


図13 標準的な車いす

ここで後輪とキャスターを一对としてとらえ、後輪の中心とキャスターの中心を結ぶ線上で後輪とキャスターの双方に接触するようにクリーナー部品(ナイロン製不織布)の取付け方法を考え、左右で2組製作した。

この場合、後輪の軸間距離及び輪の厚みがキャスターよりも各々大きいことに留意した。

2)車いす車輪用クリーナーの開発目標

- ①シンプルで使い易いものとする。
- ②携帯に便利でかさ張らない。
- ③手入れが簡単であること。
- ④極力角を落とし、優しい印象のデザインであること。
- ⑤安価であること。

3)車いす車輪用クリーナー設計試作上のポイント

- ①クリーナー取付け位置は、車いすにすわった状態で手の届く範囲内で検討すると、キャスター固定水平フレーム部が最適であり、このフレーム部にクリーナーを着脱できるようにする。
- ②キャスターが左右に回転しないようにまず固定板を考案する。
- ③後輪及びキャスターの双方に接することにより同時に清掃するクリーナーホルダを考案する。

なお、クリーナーは住友スリーエム(株)製不織布を用い一辺が70mmの立方体とし、これにキャスター及び後輪厚み分を考慮した溝を3組成形(1個で3回分使用可能)して仕上げ、使用時には水分を少し含ませてこれを金属バンドで固定して行った。

固定板、クリーナーホルダ、金属バンドはいずれもSS材、 $t=1.6\text{mm}$ を使用した。

④部品②及び③を結合させ、後輪とキャスターとの軸間距離を考慮して、まず、水平フレームの上部からちよう番方式ではさみ込み方式とし、固定法はいわゆるパッチン錠方式(工具箱のふたなどの固定方式)で固定する。

なお、結合させるに当たっては形状の不要部分を極力カーブ状に切り落とし、図14のようなクリーナーを試作した。

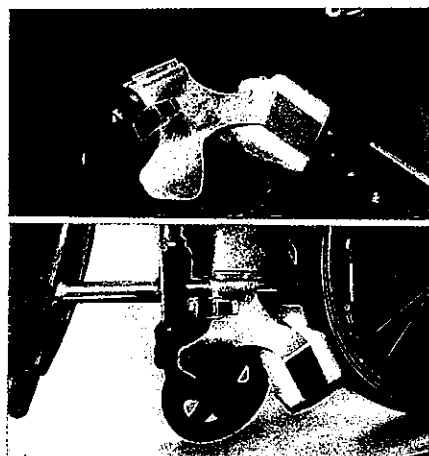


図14 車いす車輪用クリーナー(上)及び装着状況(下)

4. 考察

今回試作、実験等を行った4つの福祉機器毎に考察すれば以下のとおりとなる。

4.1 床走行式多機能電動介護リフト

1)本器の小形・軽量化については、人を懸垂する際の力学的バランスの点から限度はあるが、現物より少しコンパクト化が可能と思われる。

2)本器フレーム：ステンレス製パイプは、すべてねじによる組立てとなっているが、分解組立てに工具を使用しなくてすむように、ネジ頭にプラスチックつまみを付着させる構造とし、ネジ径も標準化を図り1~2種類で収まるようにすれば介護者にとって更に使いやすくなる。

3)本器のペインティングデザインについては、ユーザ独自のデザインを施すことにより夢膨らむ「マイリフト」としてユーザの個性を最も発揮してもらいたい事項である。

4)本器を電動駆動方式とすればユーザの行動半径はさらに広がるものと期待される。

4.2 自立支援歩行器

当歩行器は、手動歩行器の問題点を一応クリアしており、介助者なしに歩行器を利用できるという基本機能は具備しているが、次に述べるような改良点があり、今後の課題である。

- 1)脇ホルダーの形状が脇に十分フィットしていない。
- 2)アーム開閉機構に問題があるため、脇幅調整中ホルダーに体重を掛けられない。
- 3)肘の収納を考慮すべきである。
- 4)基本機能の実現を第一目標にしたため、デザインが未完成である。

4.3 車いす用段差解消機構

エアシリンダを用いた車椅子の段差解消システムの開発実験を行い、以下の結果を得た。

1)内径2.5cmのエアシリンダを用いて538kPaのエア圧力でエアを供給した場合、約14cmの垂直上向変位量が確認されたことにより、本システムを実器に装着した場合の質量効果等の条件を考慮して当初の10cm程度の乗越え目標をクリアできるものと推量される。

2)今後の課題として次のようなことが上げられる。

- ①段差までの位置検出機能の検討
- ②耐候性があり、高速に作動するシリンダの開発
- ③小型軽量で容量の大きいエアカートリッジの開発

4.4 車いす車輪用クリーナー

1)簡単に素早く安価なをモットーとしたクリーナーということではおおむね目標が達成できたものと思われる。

2)実際の使用に当たっては、湿式で行うがどの程度の水分が適当かは今後のフィールドテストにゆだねたい。

3)今回は自走行標準型車いす用車輪クリーナーを試作したが実際には多様な車いすが存在するわけで、クリーナーの仕様の標準化が必要となる。

4)クリーナー部不織布については、用途別に4種類市販されており、厚さは現在30mmのものが最大でありこれを接着積層して用いる以外に方法はないが、1個作れば3回分使用できることになる。

5)今回はクリーナーホルダを総て金属製としたが、金属板曲げ加工では限度もあり、クリーナー及びパッチン錠以外をすべてプラスチック成形品にすれば、特にキャスター支持部形状が複雑な曲面であるにもかかわらずきちとした固定が可能となり、クリーナー本体も形状がよりスマートで軽量になるものと思われる。

5. 結言

人が自ら動くこと、移乗・移動することは生きることの基本であり、社会参加や人間らしく生きるために必須の行為である。

今回、移乗・移動に関連した福祉機器について若干の試作・実験を試みたが、再検討すべき課題も残った。

今後は、利用者の要望等を再度調査しながら機器のフィールドテストや安全性等の評価試験も併せて実施検討

しつづ改良に取り組むこととしたい。

最後に今回の研究に御指導御協力頂いた関係各位にお礼申し上げます。

文献

- 1) 高齢者・障害者へのヒューマンテクノロジー応用研究プロジェクトチーム. “高齢者・障害者の住居内及び日常生活圏の移動機器の研究”. 神奈川県科学技術政策推進委員会産学公地域総合研究,p4-6(1996).
- 2) ベンクト・エングストローム著,高橋正樹,中村勝代,光野有次訳. “11車椅子の操作テクニック” からだにやさしい車椅子のすすめ,東京,三輪書店,p.138-139(1995).
- 3) 山川和成,星川雅宥,佐藤夏夫,加藤信吾. “段差解消機能付き車いすの開発(第1報)”. 静岡県浜松工業技術センター研究報告,第5号,p.45-49,(1995).
- 4) 木村脩,高橋義信,佐藤正之,小弁野靖,鷺見金幸,中里兆一,山口勝彦. “床移動式リフトの評価試験” 自振協・技術研究所研究発表会予稿集,p.6-7(1997).

金属粉末射出成形法を用いた複合部材の作成

—金属粉末射出成形法を用いた高機能複合材料の開発(第2報)—

上村誠*・木村幹男*・東家節生*・出納正道*・藤沼直樹**

Making of Compound Member by Metal Injection Molding

-Development of High Functional Composite Materials by Metal

Injection Molding(2nd Report)-

Makoto UEMURA*, Mikio KIMURA*, Setsuo TOHYA*, Masamitsu SUITOHO* and Naoki FUJINUMA**

本研究は、金属粉末射出成形法で用いられる微粉末の優れた焼結特性を利用し、同種または異種の金属粉末からなる成形体を複合化するプロセスの提案を目的として、3種類の異なる形状の成形体を金型内に射出成形し、脱脂及び焼結工程において成形体を組み合わせることにより、異種金属粉末からなる焼結体や金型成形及び機械加工の困難な形状の部品をニアネットシェイプで作製するプロセスについて検討を行った。その結果、次のことが分かった。

脱脂工程以前に組み合わせを行う場合、接合剤を用いると、焼結接合界面の密度が低下し、接合部の強度及び伸びが低下する。

脱脂工程以前に組み合わせさせた脱脂体の場合、微小な接合界面が脱脂プロセス時のウィッキング現象により消滅し、焼結時の接合状態が良好になる。

脱脂工程後に組み合わせを行うと、焼結時に界面に空隙が残り接合が不十分になる。

1. 緒言

金属粉末射出成形法(以下MIM [Metal Injection Molding] 法と略す)は難加工材料を用いた複雑形状部品の量産加工に適しているなどの理由から、精密機械部品や電子・電気部品に多く利用されている。最近では、輸送機器への適用も進んできている¹⁾。しかし、これらの部品は原料粉末が高価なことなどから、大半は数十グラム以下の小型部品であり²⁾、特殊な機能部品として用いられているのが現状である。

本研究では、MIM法の適用範囲を拡大するために複数の部品を組み合わせ、脱脂や焼結を行うことにより一体化させる複合化技術の開発を目的としたものである。特に、複合化技術に関しては、部品の接合面における物性の把握が重要であるため、金属組織特性や機械的性質、さらに破壊特性などについて検討したので、その結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材料

本実験に用いた原料粉末の組成を表1に示す。原料粉末は接合時の焼結収縮が界面で均等に進行するように、

表1 供資材料の化学組成

鋼種	化学組成 (mass%)										
	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	Cu	C	W	V	S	O
SCM415	1.47	0.21	0.21	0.34	0.71	0.15	0.17	-	-	0.003	0.078
SNCM439	0.77	1.8	0.25	0.22	0.67	-	0.45	-	-	0.008	0.061
SKH11	4.1	-	0.25	0.28	0.25	-	0.94	5.6	1.9	0.017	0.077

それぞれ粒度分布が類似しているアルゴンガスアトマイズ製法による球形粉末を選定した。

また、脱脂工程前に成形体を予備接着する接合剤は、射出成形原料に用いたものと同種組成の流動化結合材(ワックス: NE119^(株)中京油脂製、レジン: BR105三菱レーヨン^(株)製)を用いた。脱脂工程及び焼結工程で用いた試験片を固定するために用いた敷粉としては、脱脂工程での流動化結合材のウィッキング^{3,4)}に適する、扁平形状の平均粒径0.1mmのアルミナセラミックス粉末(昭和電工^(株)製AL13PC)を用いた。

2.2 成形方法及び接合方法

図1にMIM法を用いて作成した射出成形体の形状を示す。射出成形に使用した金型は、射出ゲートを3種のキャピティで供用する切り替え式にしていること、40mmの円筒形状のものを抜きこう配なしで、金型のPL(Parting Line)に垂直に配置していること、小型リング形状のキャピティの内円を偏心させていることを特長としている。

* 生産技術部

** (株)九州ショーワ

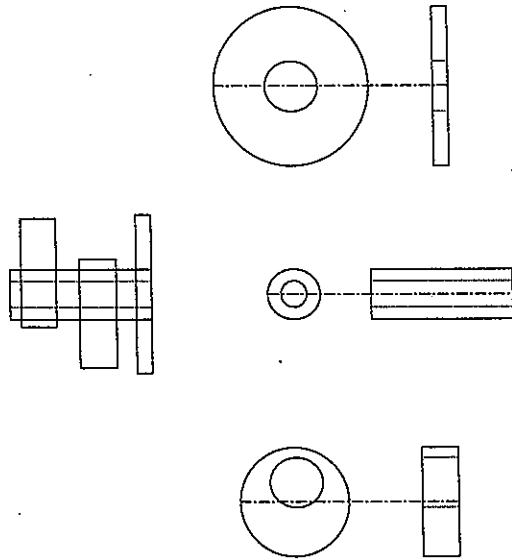


図1 複合化実験の成形体形状

射出成形は金型を射出成形機にセットした後、ゲートを切り替えることによって3種の形状に同時に成形した。さらに、射出成形シリンダ中の射出成形原料を清掃・除去した後、別の射出成形原料を射出成形機ホップに投入し3種の形状のものを成形するという手順を繰り返した。なお、金型の冷却コントロール温度は成形体形状により40℃から80℃の範囲内で変化させた。円筒形状の成形品は、比較的高い金型冷却温度で成形した。

射出成形体は成形後室温まで冷却した後、図2に示した射出成形品の複合化プロセス（手法1、手法2）を用いて作製した。

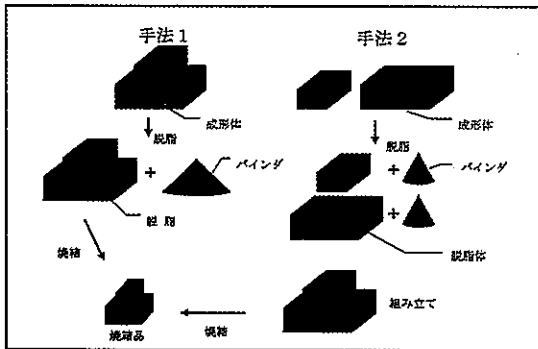


図2 複合化プロセス概要

手法1は、脱脂工程前に射出成形体を組み合わせ、そのままの状態です脂・焼結工程を行い複合化焼結体を得る方法である。

手法2は、それぞれ単体の射出成形体の状態で脱脂工程を行った後、組み合わせを行い複合化焼結体を得る方法である。

また、焼結による接合界面の強度を評価するために、試験片中央部に板厚方向に対して45度の接合面を持つダ

ンベル型試験片（素形材センター：金属粉末射出成形に関する標準化委員会規格）を作成し万能試験機を用いて破壊試験を行い、応力と歪みの関係を調べた。

2.3 脱脂・焼結

図3に、脱脂及び焼結工程における試料の取り付け方法を示す。

今回の実験に用いた流動化結合材は、脱脂変形抵抗が小さく脱脂時に形状を維持することが難しいために、複雑形状部品の成形には不向きである。しかし、脱脂効率が大きく、脱脂体に炭素が残りにくいという性質を有している。鉄系の合金粉末では、残存した結合材の炭素量を含めた総炭素量が、焼結温度に影響を大きく与える⁵⁾という報告があり、今回は焼結の安定性を維持するためにこの流動化結合材を使用した。

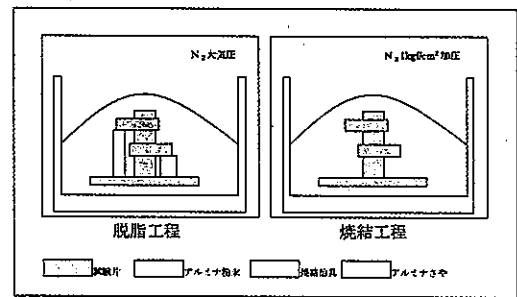


図3 熱処理工程の資料固定方法

また、焼結体の支え治具については、脱脂変形の防止とガス化した流動化結合材の脱脂炉内での流動を妨げない^{3,4)}ように配慮し、焼結密度の小さいアルミナセラミックスを用いた。さらに、その外周部をアルミナセラミックス粉末で覆い、脱脂時の重力による変形を防止した。

脱脂及び焼結の温度プログラムはこれまで筆者ら⁶⁾が行った開発研究で採用しているものと同様のものを用いた。脱脂は大気圧の高純度窒素雰囲気で行い、焼結については0.2MPaの高純度窒素雰囲気で行った。焼結温度は、熱変化計測装置(株)島津製作所製SPC10)を用い実炉での焼結収縮率を測定し、異種部材間での焼結収縮率が近くなるように選定した。

また、脱脂・焼結工程では大径の円盤を組み合わせた側を鉛直下向にしセットして行った。

3. 結果および考察

3.1 界面の観察

図4に、脱脂工程前後で接合を行った場合の接合界面の観察結果を示す。検鏡面は、接合面に垂直に切り出し、鏡面仕上げした後にエッチングを行い、金属顕微鏡及び走査型電子顕微鏡を用いて組織観察を行った。図の上段は、脱脂工程前に接合を行ったもので、接合界面は空けきりがほとんど消滅している。一方、下段の脱脂工程後に接合を行ったものは微小な空けきりが接合界面に残存し、接合部分の実断面積が低下しているのが分かる。

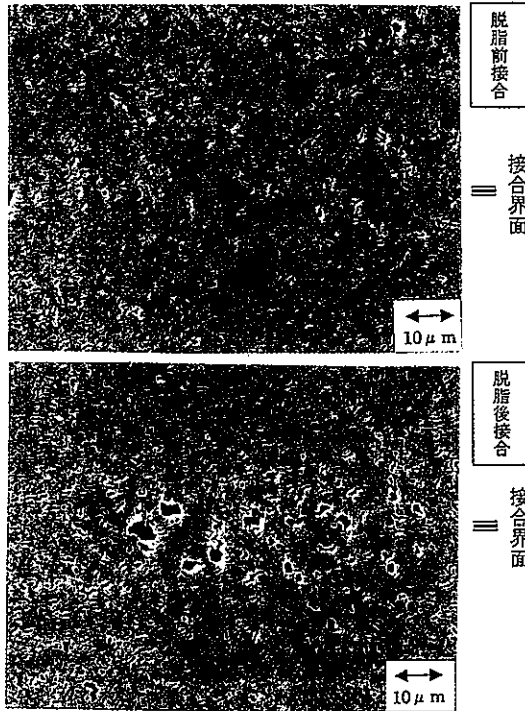


図4 接合界面と接合工程の関係

脱脂工程前に組み合わせを行ったものは、脱脂時に起こるウイッキング³⁾と呼ばれる流動化結合材のしみだしにより、接合界面が完全に整合な状態となった。これは、脱脂が終了した時点で接合界面の微小な空けきを完全に焼結体の外部へ拡散したことによるものと考えられる。しかし、脱脂後に組み合わせを行ったものは、空けきが焼結後の接合界面に残存した。これは、射出成形時の成形体のうねりや脱脂時の10数μm以下の微小な変形によりできた空けきを、ウイッキングにより除去できずに接合界面での粉末の密度が低下したからであると考えられる。

一般にプレス成形された成形体（以下、PM成形体と略す）は、今回の実験と同様に焼結接合しても、良好な接合強度を得ることはできない。しかし、MIM成形体は今回の実験のようにある程度の接合強度を得ることができた。この現象の違いはPM及びMIM成形体の原料粉末の粒径及び粒形状の違い（MIM用原材料粉末は平均粒径10ミクロン以下、PM用原料粉末は平均粒径100ミクロン以上）、さらには成形方法による成形時の金属粉末の見かけ密度の違いにより発生していると考えられる。そのモデルを図5に示す。

MIM成形体の場合、粉末粒径が小さく、球形であり流動化結合材を多量添加してあることから粉末の密度が小さく、成形体中の粉末体積率は約60%である。したがって、図中の成形体接触界面において隣接する粉末間距離が^a、成形体内部の粉末間距離より小さく（a<b）、成形体内部の粉末同士の焼結の駆動力⁷⁾より、界面において隣接する粉末間の焼結の駆動力が大きく、界面及び成形体内で比較的均一に焼結収縮が起こっているものと考えられる。しかし、PM成形体の場合、粉末の粒径が大きく、

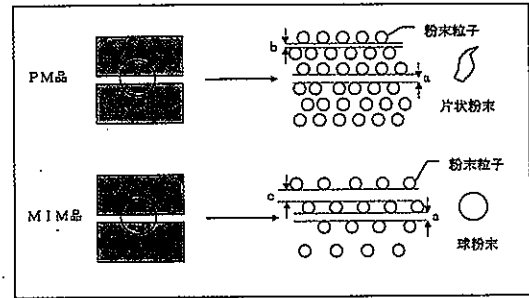


図5 焼結接合モデル

さらにプレス成形により粉体が塑性変形を受け、焼結工程前の時点で見かけ密度が上昇している。したがって、図中の成形体接触界面において隣接する粉末間距離が^a、成形体内部の粉末間距離と大きいため（a>b）、成形体内部の粉末同士の焼結の駆動力が、界面において隣接する粉末間の焼結の駆動力より大きく、界面及び成形体内で不均一に焼結収縮が起こっていると考えられる。

したがって、MIM成形体の接合は、今回の実験のように、物理的手法を用いずに接合が可能であると考えている。

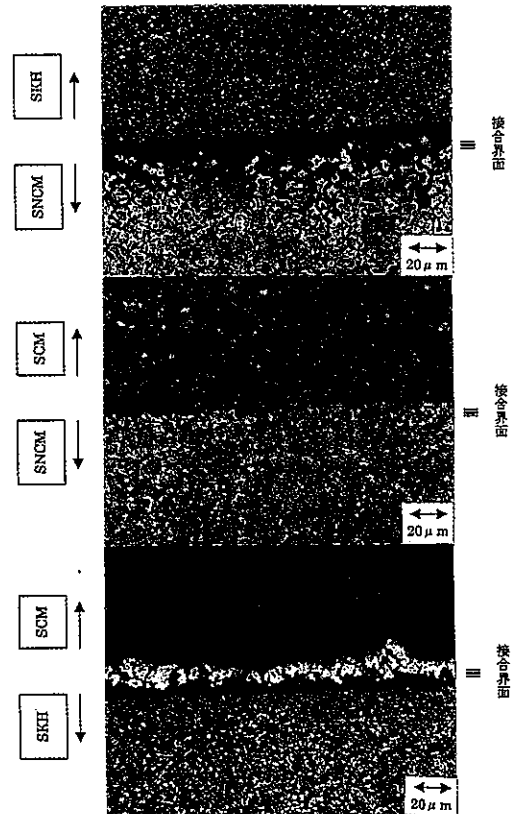


図6 異種金属の接合界面の観察

次に、図6に異種金属粉末を用いた接合焼結体界面を示す。これらはすべて、脱脂工程前に接着剤を用いることなく接合を行ったときの試験片である。

異種金属粉末を用いた焼結体についても、その金属組織から旧界面を確認することはできるが空けきやその他

の欠陥は確認されなかった。このことにより、先に示したMIM成形体の焼結接合プロセスが、異種合金鋼粉末にも有効であると考えられる。

つまり、粉末間で焼結現象が起こる組み合わせのMIM成形体の接合であれば、原料粉末が異種のものであっても焼結接合法によって、部材を複合化できる。

他の焼結温度が極端に異なるものは、鋼の場合、炭素量を制御するなどして、焼結温度を調整しないと焼結接合することはできなかった。

3.2 接合体の機械的性質

接合強度を評価するために、ダンベル型引張試験片の平行部中心に接合界面を配置し、接合したものについて引張試験を行った。試験片作製には、脱脂焼結前のハンドリング強度を増加させる目的で、流動化結合材を接着剤として用いた接合方法と、接着剤を用いない接合方法を採用した。

なお、接合面は板厚方向から45度の傾きをもうけ、接合

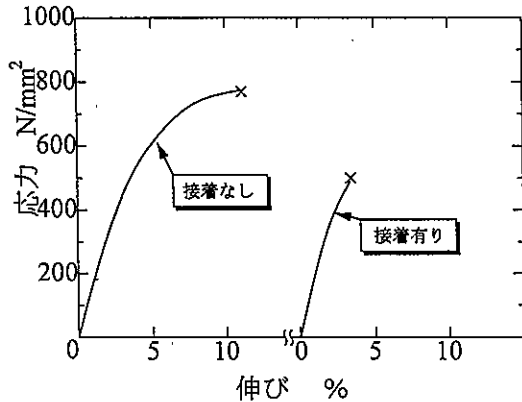


図7 接合体の応力-歪み特性

面積を断面積の14倍にした。その引張試験の応力ひずみ曲線を図7示す。

最大強度及び伸びを、接着剤使用の有無で比較してみると、接着剤を使用した試料は最大強度及び伸びともに小さく、弾性限で伸びることなく破壊している。一方、未接着で接合したものは最大強度も770N/mm²と大きく、その値は、バルク材の約95%に相当する。伸びも13%以上あり、バルク材の約80%以上あることが分かる⁹⁾。

これは、図8に示す界面の気孔率の違いにより容易に判断することができる。図によると、接着を行ったものは気孔が多く界面がポーラスに見える。逆に、接着を行わなかったものは、気孔が少なく界面が密になっていることが分かる。さらに、引張試験により接合界面より破壊したものの破面を観察すると、図9のように接着を行ったものは破面が比較的平坦で、接合面からはく離していることが分かる。接着を行わなかったものは破面に延性破壊特有のディンプルも見られ、粘りのある破面を呈していることが分かる。

したがって、この破壊挙動の違いは、接着剤を用いる

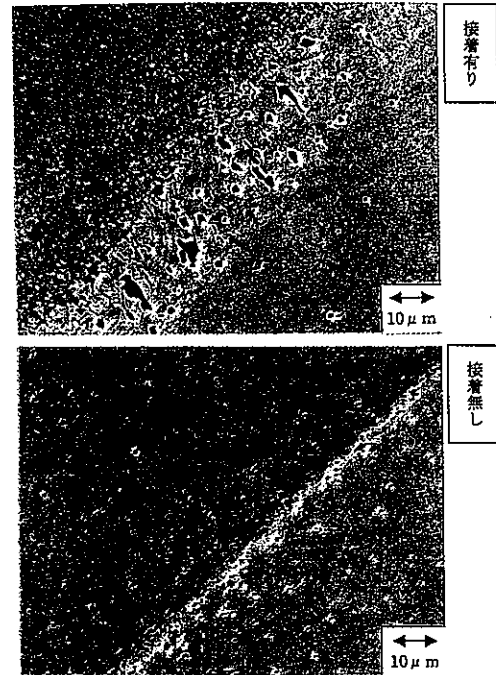


図8 接合界面への接着の影響

と、接着剤がその厚みの距離だけ、接合しようとした成形体の表面付近の粉末間距離を大きくすることとなり、接合界面付近の焼結密度を低下させ、接合強度を低下させていたためであると考えられる。また、接着剤を使用しなかったものの界面は接合界面において、脱脂・焼結工程で重力以外の拘束力が無かったにもかかわらず、接合界面で焼結による拡散が起り、接合界面の空げきが、消滅したことによって良好な接合ができたのではないかと考えられる。

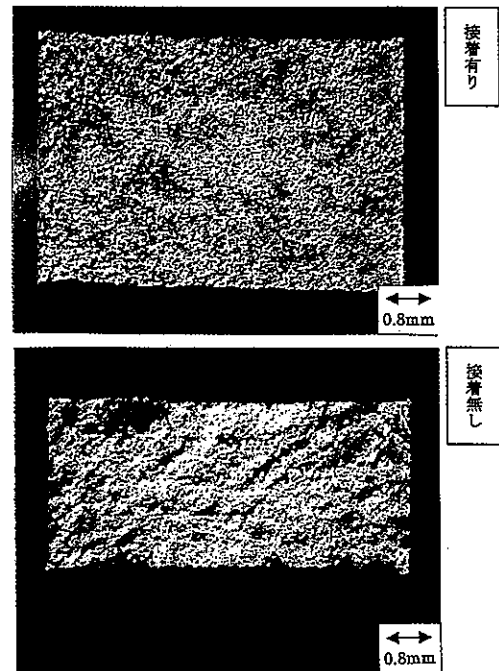


図9 破面形態への接着の影響

図10に、SCM鋼粉末とSKH鋼粉末を成形原料に用いた射出成形体の焼結接合後の界面の微小硬度分布を示す。

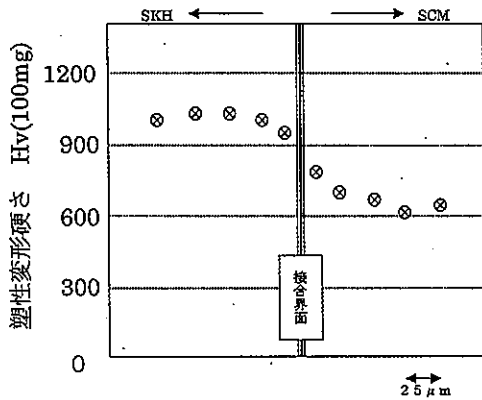


図10 接合界面の微小硬度分布

SKH側の界面付近で界面遠方より硬度が低下し、SCM側の界面付近では界面遠方より硬度が上昇している。これは、SKH側の鋼を硬化させる元素が焼結接合時の固体拡散によってSCM側に拡散したことによるものと考えられる。

なお、この焼結接合に用いた成形体は、多数個の成形品を組み合わせる脱脂・焼結を行った未接着の焼結接合品の界面を評価したものである。

図から、界面の硬度は界面で極端に変化することなく緩やかなこう配を持って変化していることが分かる。したがって、この界面を持つ複合焼結部材が応力を受けた

とき、界面での応力集中が軽減されると予想される。

また、図11に示した電子顕微鏡観察結果からも組織変化が界面において急激ではなく、焼結接合時に固体拡散がスムーズに進行していたことがうかがえる。

そこで、SKHに特有な合金元素であるW、VについてEPMAによる界面を中心とした線分析を試みたが2次元的には顕著な拡散は確認できなかった。この点については、現在さらに考察を進めているところである。

3.3 接合プロセス

図12に、複合焼結部材の組立及び焼結接合後の外観を示す。今回の実験に用いた金型は、寸法精度をすべての

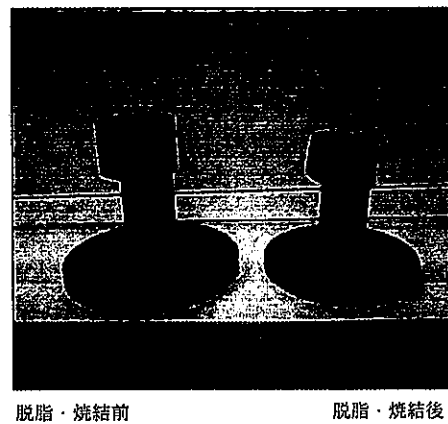


図12 焼結接合部材の外観

部品について外径を±0.01mmにて作成している。また、金型のキャビティ部分の表面仕上げは0.03 μmのアルミナ粉末で調整した。

射出成形体の寸法精度は、接合を行う場合に、射出成形体の組み付け時に発生する各部材に生じる圧縮・引張応力の大小に影響すると考えられる。

ここで発生した応力は組立形状を維持することに作用しているが、ある程度以上の大きさになると、脱脂時に加熱を受けたとき射出成形体を変形させる原因となる。また、射出成形体の表面粗度は大きくなると界面に接合欠陥を導入する原因となる。

3.4 今後の課題

今回の実験に用いた接合プロセスは、製作が一般には困難とされているMIM法を用いた大型部品の作製に適用できると考えられる。しかし、射出成形原料に脱脂変形抵抗の小さい(形状維持能力の小さい)流動化結合材を用いると、脱脂用の治具が必要である等のコスト高を招く。

したがって、脱脂変形抵抗の大きい流動化結合材等を用いることにより、脱脂・焼結時のコストを軽減し、大型部品の製作に関する研究をさらに進め、MIM市場の拡大を図りたいと考えている。

4. まとめ

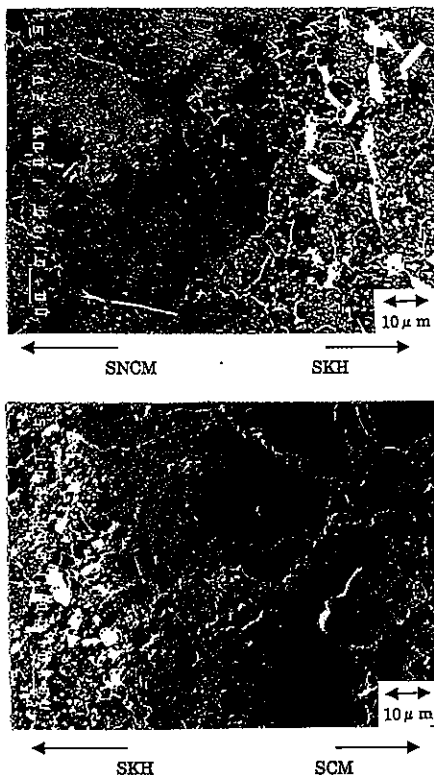


図11 接合界面のSEM観察

金属粉末射出成形法のプロセスを応用し、焼結接合複合部材を作製するための基礎実験を行い、次のような結果を得た。

- (1) MIM成形体は粉末の焼結温度が同程度であれば、焼結接合することができる。
- (2) 脱脂工程前に複合焼結を行う場合、接着剤を用いない方が接合が良好に行える。
- (3) 脱脂工程前に組み合わせを行うと、接合界面に気孔など欠陥が発現しにくくなる。
- (4) 接合面が精度良く組み付けられていないと、焼結接合界面に空隙が残り接合が不十分になる。

文献

- 1) M Swadling, "Injection Molding Metal Powders Produce Small, Intricate parts," Desing Engineering, (London) Vol80,84(1988).
- 2) 河合伸泰, "粉末固化技術の現状と将来展望" 最新の粉末冶金技術、東京、(財) 素形材センター-p1-6(1996).
- 3) Rob Vetter, "Wick-Debinding in Powder Injection Molding," Int.J.Powder Metal, vol30(1) p.115-124(1994).
- 4) Haorong Zhang, "Wick debinding distortion of Injection Mold Powder Compact," Int.J.Powder Metal, Vol26(3), p217,220-222,224-230(1990)
- 5) 上村ら, "新素材粉末の射出成形", 本誌, No.31, p11-16 (1993).
- 6) C.W.P. Finn, "Carbon Control Dduring Debinding and Sintering," Phys.Cham.Powder Met prod Process, p465-472(1989) .
- 7) RMGERMAN, "Powder Metallurgy Science" Tokyo, UCHDA ROUKAKUHO, p274-283(1996).
- 8) 本規格協会、鉄鋼、JISハンドブック 1、p1260(1994).

- 1) M Swadling, "Injection Molding Metal Powders Produce Small, Intricate parts," Desing

電磁波シールドルームの試作

上田直行*・中村哲男**・園田増雄**・長澤長八郎***・寺田武****

Trial Manufacture of Shield Room for Electromagnetic Wave

Naoyuki UEDA*, Tetsuo NAKAMURA**, Masuo SONODA**, Chohachiro Nagasawa***, and Takeshi TERADA****

当センターとつちやゴム㈱との共同で、金属を一切使用しないで電磁波の吸収性能を有する電磁波シールド用ゴムを開発した。この開発を受けて当該ゴムを利用して製品化を目指すための電磁波対策研究会が発足した。この研究会では、当センター支援のもとで、当該ゴムと電磁波反射材である金属を張り合わせた複合材料を用い、電磁波シールドルームを試作した。その結果、周波数領域100MHzから1GHzの範囲において、約30dB～60dBのシールド効果が認められた。今回の試作では、扉周辺部の電磁波に対するしゃへい性をいかに高めるかが検討課題として残ったが、今後、シールドゴムの硬度・接地方法・測定方法等を改良するとともに、電磁波に対する電気的な導電性をよくするための密着性、施工性について検討を行う予定である。

1. はじめに

近年、工場の近隣に設置されている携帯電話・PHS等の中継用アンテナから発信される電波、テレビ・ラジオ放送波、さらには車や列車から発信される不要電波等により、電子機器の誤動作等の悪影響が始まっている。

このような状況下で、当センターとつちやゴム㈱とが共同して、電磁波に対しシールド効果を有するゴム素材(以後シールドゴム)を開発した¹⁾。

このシールドゴムを使用して製品化を進める計画が熊本県異業種交流プラザ81から提案され、異業種9社と当センターで構成する「電磁波対策研究会」を設立し、電話機製造企業等を対象としたシールドルームの開発を手がけることにした。

本報告では、試作したシールドルームの電気的特性を中心に述べる。

2. 電磁波シールド材・電波吸収体・電磁シールド電子部品の選定

電磁波シールドルームの構造は、音の無響室と同様に吸収と反射の組み合わせで製造されるので、吸収体には吸収性能を有する電磁波シールドゴム、反射体にはアルミ等の金属を使用した。これらの素材としての電気的性能としては、電界源でのシールド効果が周波数100MHz～1GHzの範囲で40dB(入射電界が1/100に減衰して透過する。)以上の減衰が得られるものを使用することにした。

また、電波の吸収性能を示す反射減衰量は、同様の周波数帯域で20dB(1/10)以上の減衰効果が得られることを目標とした。これらの材料は、近傍電磁界による試験結果

から得られたデータに基づいて選定した。

この他に、電磁波シールドルームの試作にあたっては静電気防止や電源ノイズ対策用の材料・部品を用いた。

具体的には、以下の材料・部品を選定した。

1)電波吸収体：開発した電磁波シールドゴム(当該ゴムは、吸収としての性能のほかに、40dB以上の電磁波シールド効果も併せ持つ性質がある。また、金属は一切使用していないことも、特徴のひとつである。)

2)反射体：1GHzまでの高周波用にアルミニウム板・アルミニウムはく及びポリエステルにニッケルと銅をめつきしたもの。30MHz以下の低周波用に亜鉛鋼板を使用。

これらのシールド材は、電磁波対策研究会会員の試作品及び製品の他、市販品が含まれる。

3)静電気：静電気防止シート

4)電源：ノイズカットトランス、ノイズフィルタ

3. 電磁波シールドルームの設計

試作する電磁波シールドルームは、人数が1～2名、被試験体としての携帯電話等小さな情報伝送機器類、試験器類を想定して、外形寸法2,730(W)×1,820(D)×2,513(H)mmと決めた。吸収体と反射体との組み合わせは、シールドルームの内部を吸収体、外部を反射体とした。この理由は、機器から発生する電磁波が反射により機器自身に悪影響を及ぼすことなく吸収体で電力消費として吸収すること、及び外部から入射する電磁波を直接反射体で反射させて、内部への侵入阻止を考慮したことによる。構造は木製合板をベースに、吸収体と反射体等を取り付ける形態とした。

個別の仕様は以下のとおり。

1)扉：市販アルミサッシと、電磁波の漏えいが問題となる開口部にシールドゴムを使用する組み合わせとした。また、中の作業者を外から目視する目的で、扉部に窓を取り付けた。その窓は、ガラス3枚に網目状のポリエステル120メッシュ織布を挿入した。このポリエステルには、ニッケルめつき(磁気シールド用)を施し、その上にさらに銅めつき(高周波電磁波シールド用)を施した。

*電子部

**情報デザイン部

***首席工業審議員

****電磁波対策研究会(熊本県異業種交流プラザ'81)

このポリエステルへのめっきは、当センターと会員企業の共同で試作し、シールド効果を高めるために2枚で使用した。

扉の構造は、片開きのレバーハンドル式を採用した。

2)壁面：周囲4面の壁材は、3mm厚のシールドゴムと、表面に30 μ m厚のアルミと裏面に80 μ m厚のアルミをコーティングした建築用断熱材（研究会企業の製品）を組み合わせた。

3)天井：基本的には壁面と同様の仕様とした。

4)床：3mm厚のシールドゴムと027mm厚の亜鉛鋼板（市販品）を組み合わせた。また、人体の有する静電気除去対策用に静電気防止マット（市販品：体積抵抗率 $8 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ ）を床最上面に使用した。

5)吸排気：市販の換気ファンに、通気性を考慮してニッケルと銅をめっきしたポリエステル織布と、ステンレスメッシュの2枚を併せて使用した。なお、吸気は自然吸気とし、換気ファンと同様の材料を使用した。

6)電源：電子機器用コンセントや照明、ファン、インターホン用電源は、外部からの伝導ノイズの阻止及び当該シールドルーム内機器から外部への伝導ノイズの阻止を図るため、高周波ノイズ対策専用のノイズカットトランス及びノイズカットフィルタを使用した。

7)照明：蛍光灯は、放電により放射ノイズが問題となるので、比較的小さな白熱電灯を使用した。

8)インターホン：内外の連絡用インターホンを設置した。

9)接地端子：シールド効果をより高めるために、接地線接続用の端子を複数個取り付け付けた。

10)計測用ケーブル孔：シールド効果を測定するためには、内部にアンテナを設置し、これを外部の計測器に接続する必要があるため、10cm径のケーブル孔を設けた。この孔は、ゴムの部分に十字の切れ目を入れ、可能な限り電磁波の漏えいを防止する目的からアルミはくで周囲を覆った。

11)キャスター：シールドルームには、床の地面側にキャスターを取り付けた。

12)性能：産業用電子機器の電磁ノイズ規格を考慮し、周波数範囲は30MHz~1GHzとし、シールド効果40dB以上を目標とした。

4. 試験方法

2.1 電磁波シールド材の測定

近傍電磁界による電磁波シールド材個別のシールド効果の測定は、アドバンテスト法で行った。周波数範囲は10MHz~1GHzとした。信号源は、電界源と磁界源の両方で行った。シールドゴムについては、一部パラメータ法による反射減衰量やシールド効果（挿入損失）を測定した。周波数範囲は、上限20GHzまでとした。

2.2 試作シールドルームの測定

試作シールドルームの遠方電磁界による電磁波シール

ド効果の測定は、米軍規格(MIL-STD-285)に準拠して行った。周波数範囲は100MHz~1GHzとし、100MHz毎のポイントで測定した。また、偏波は水平偏波のみ測定した。使用アンテナは、30MHz~300MHz用バイコンカルアンテナ（Schwarzbeck社 VHA9103、The Electro-Mechanics.Co.MODEL 3109）、300MHz~1GHz用ログペリオディックアンテナ（Schwarzbeck社 UHALF9107、The Electro-Mechanics.Co.MODEL 3146）、スペクトラムアナライザは、信号発生器内蔵のアドバンテスト R3361Aを使用した。測定箇所は、床を除く5面を測定し信号源は、電界のみとした。

5. 試験結果及び考察

5.1 電磁波シールド材・電波吸収体の特性

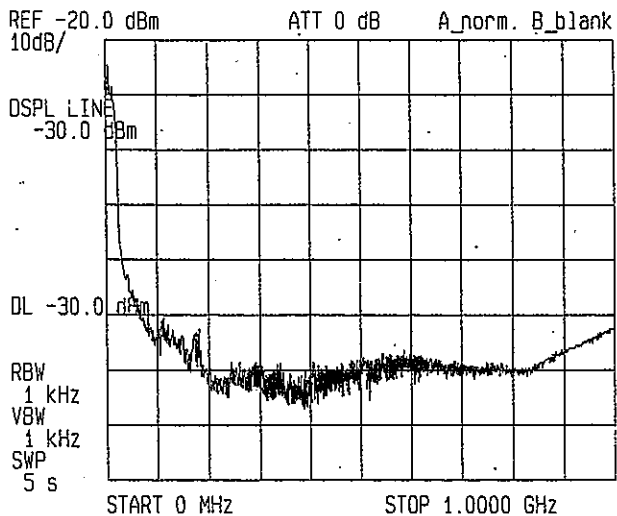
近傍電磁界における電磁波シールド材のシールド効果の測定結果（図1）をみると、周波数範囲100MHz~1GHzにおいて、いずれも40dB以上の値が得られているが、周波数域においては、60dBの値が得られている。電磁波シールドゴムは、金属を用いていないにもかかわらず、他の3つの金属と同等の良好な特性が得られている。

ここで実用上のシールド効果のdB値の目安は、当該材料の内外の電磁環境の度合いで異なるが、電波暗室を使った3メータ法及び逆3メータ法による機器の試験において、機器を当該材料で覆った時の低減効果が電界強度で20dB μ V/m以上を有していること（例：ノートパソコンをシールドゴムで覆った結果、20dB μ V/m以上の低減効果が得られた。これは、金属と同等以上の効果をもつ。）、簡易的にラジオ・テレビ電波の阻止や携帯電話を圏外とするもの等の条件を満たす材料であれば、近傍界におけるシールド効果は40dB以上あればよいと考えられる。

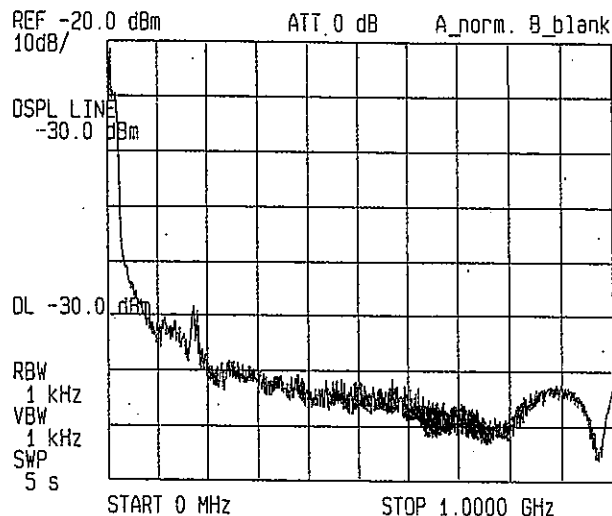
さらに、市販のポリエステル材料に、透磁率が高く吸収効果が期待できるニッケルめっきや、導電率が高く反射材としての銅メッキを複合させて相乗効果をねらった試作材料も、周波数範囲100MHz~1GHzで40dB以上の良好なシールド特性を示すことが分かった。なお、ポリエステルについては、メッシュ状になっており、1枚よりも2枚重ねの方が、500MHz以上の周波数に対しては最高20dB程度の効果が加算される結果も得られている。一方、穴あきの電磁波シールドゴムの試験結果でも、穴あきでないシールドゴムと同様の特性が得られている。これは、孔の径が1.2mm~12mmで行った結果であり、周波数1GHzで波長が30cmであるから、数十GHz以上になればこの孔を通過する度合いが大きくなることが考えられるが、1GHz以下ではシールド効果の低下には、あまり影響が無いと思われる。しかし、孔の数が増加すれば、電磁波の透過が無視できなくなる可能性がある。

電磁波シールドゴムの反射減衰量については、周波数上限20GHzまで約20dBが得られている。反射減衰量の実用上の値は、総合的には電磁波シールド効果との関係で決まり、電磁波シールドゴムの例で言えば、シールド効

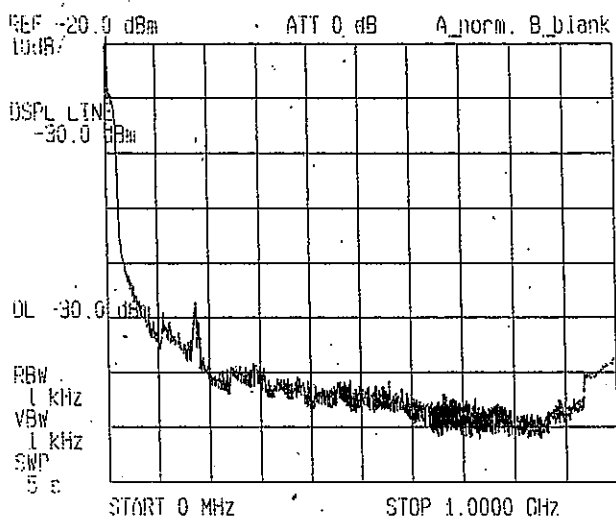
果が実用性能40dB~60dB程度あることと対応させて考えると、今回得られた20dB程度が一応の目安といえる。



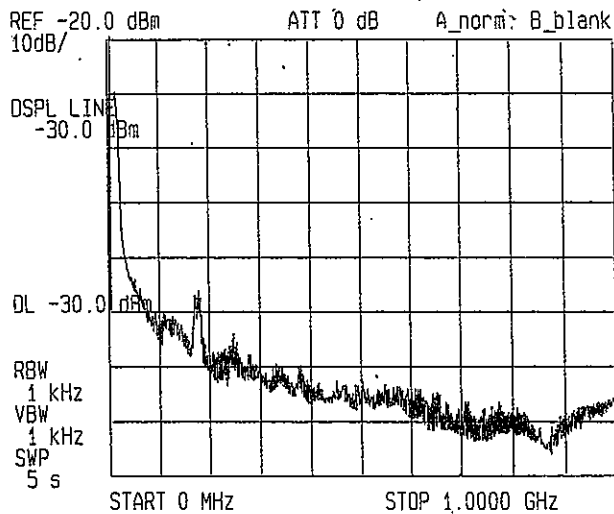
1) 電磁波シールドゴムのシールド効果



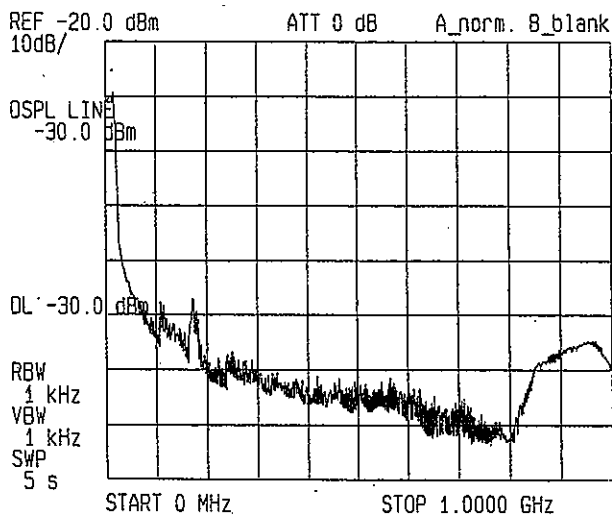
4) 亜鉛鋼板のシールド効果



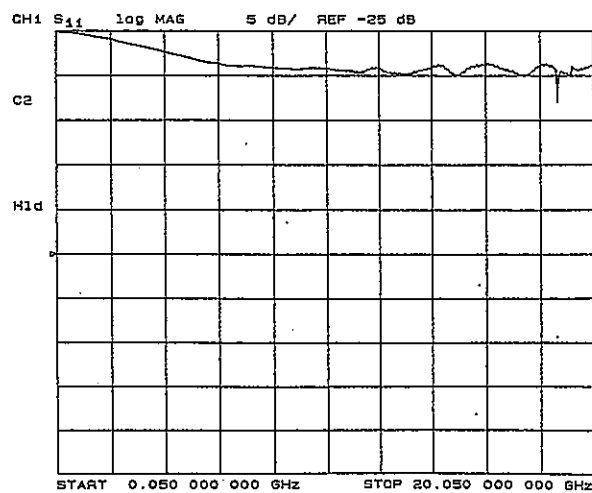
2) アルミ箱のシールド効果



5) ステンレスメッシュのシールド効果



3) Ni、Cuメッキしたポリエステル繊維メッシュのシールド効果



6) 電磁波シールドゴムの反射減衰量(Sパラメータ法)

図1 素材のシールド効果と反射減衰量

5.2 試作シールドルームの電磁波シールド効果

図2に試作したシールドルームの外観を示す。また、図3及び図4にシールドルームの材料構成を示す。さらに、図5にシールドルーム各面におけるシールド効果の測定結果を示す。

全体としてのシールド効果は26dB～62dBの範囲内に分布している。最も特性が発揮できなかったものは扉部分であり、そのシールド効果は26dB～52dBの範囲内であった。扉を除けば、他の壁材は、同様の傾向の特性を示しており、シールド効果は34dB～62dBの範囲にある。扉部分が十分に性能を出し得なかった原因とさらにシールド効果を高める対策としては、以下のことが考えられる。

1)パッキンとして使用したシールドゴムの硬度が高くて、扉との密着性が悪かった。従って、一般に使用されているゴム並みに硬度を下げるとともに、扉との密着性をよくする必要がある。

今回扉の密着性を簡易的に確認する方法として、携帯電話の通話の可否(圏外)で判定した。その結果、やはり、扉とシールドゴムの密着性が良いときは、通話不可となることを確認した。

2)扉とゴムの密着性を良くするには、現在の家庭用レバーハンドル式から、回転式ハンドルに変更する必要がある。あるいは、トルクの大きいモータを使用した自動ドア式にすれば、機械的強度は更に高まることが期待できる。

3)扉の材質は、アルマイト処理してあるために、表面と内部のアルミとは絶縁された状態になっている。よって、表面を研削して、できるだけ扉とゴムの密着性を高めようとしたが、目視点検結果では、扉とゴムの接触は点としての接触で、面としての接触に欠けていた。したがって、今後は扉の周囲の表面を徹底的に削る必要がある。できれば、アルミだけの材料で仕上げたほうが、電気伝導性を高める上で得策である。また、今回の扉はアルミの金属のみで構成しているので、これに吸収機能を有するシールドゴムを複合させて、電磁波の反射と吸収の相乗効果を高める必要がある。実際、扉部全面をシール

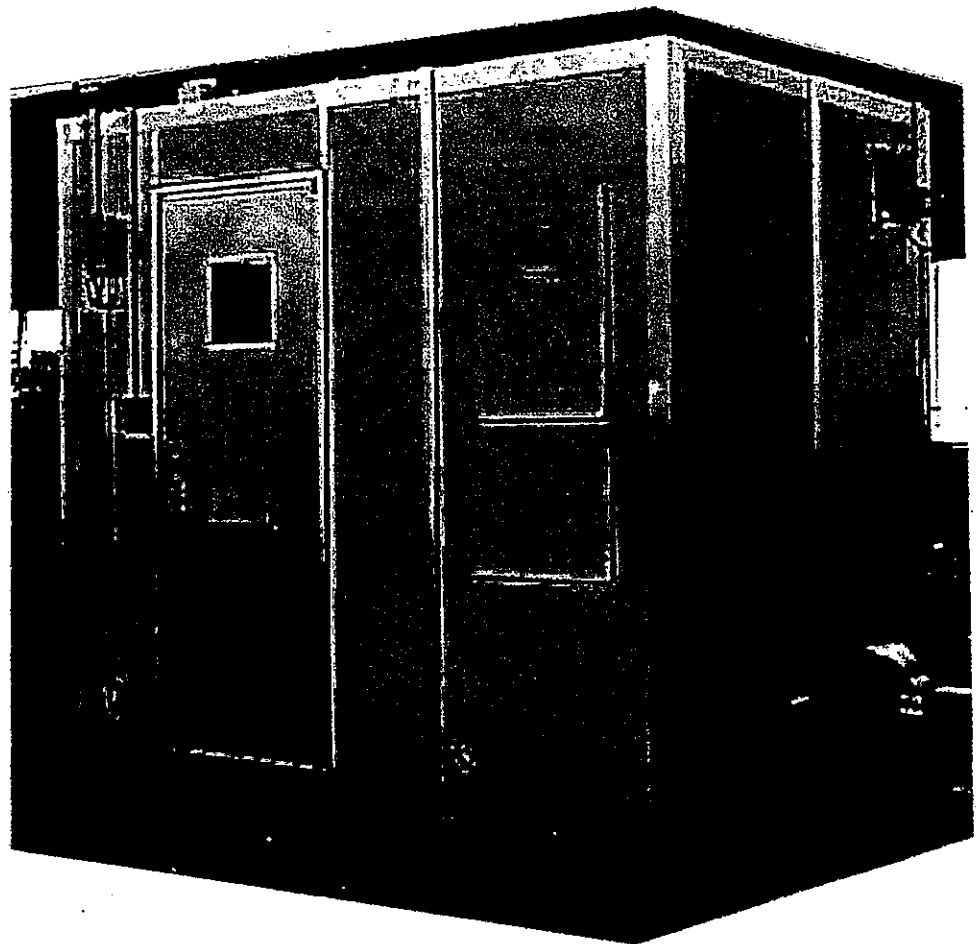


図2 試作した電磁波シールドルーム

ドゴムで簡易的に覆うと、定性的な評価に使用した携帯電話の表示が圏外を示すようになった。

4)扉の窓は、扉にも増してシールド効果を高める必要があるので、できれば無くすほうがよい。どうしてもつける必要があるれば、今回よりシールド効果の高いメッシュ状のものを複数枚使用するのが良いと考えられる。しかし、暗くなつて中が見えにくくなる欠点があり、メッシュ以外の例えばガラスに直接蒸着したシールド材を用いるのも一方法である。

5)シールド効果が最も低い26dBは、シールドルームの構造的な寸法から、電氣的に共振していることが考えられる。これを避けるためには、バイコンカルアンテナの位置を若干ずらして測定すると、共振が無くなり、デシベル値も増加が期待できる。ちなみに、本データの周波数が400MHzで共振しているのに対して、別の日時、場所で測定したデータと比較すると、300MHzで24dBの共振が現れており、400MHzでは29dBと安定した値が得られた例も認められている。この点については、再現性の向上を図るための評価方法として解決すべき重要な課題と位置づけている。

6)近傍界でのシールド効果を測定するアドバンテスト法では連続スイープにて測定しているの、詳細な周波数特性が得られている。同様の方法で、本測定にも連続スイープにて測定したが、共振が激しく測定不可能であった。本測定は、一般に材料の周波数に対するインピーダンス等を測定する時と同様に、共振/反共振の問題については避けることができないことから、測定法としては、共振を避けながらポイント毎に行った方が得策といえる。

7)電磁波シールドゴムと他の金属等との密着性は、相互の側面で機械的に圧着しているだけであるから、インピーダンスが高くなっている可能性がある。したがって、シールドゴムと金属を部分的でもよいから、例えばアルミテープ等で導通させて、全体として全ての材料が一枚の導電性材料のように電気的につながることが必要である。

8)導電性を高めるために、周囲のアルミの枠に木ねじを部分的に打ち込んでいるが、これをもつとアルミと木ねじの数を多くするとともに、内部材料との接続方法を工夫する

必要がある。木ねじも、通常の磁性体とは異なる枠の材料に合わせることも重要である。

また、周囲のアルミ枠は、見方を変えれば大きなコイルを形成しており、これにより誘導電圧を発生する原因ともなるので、例えば金属以外の木材とかベーク、FRP等に置き換える方がよい場合もあると考えられる。

9)シールドルームの導電性のある部分は、すべて接地されている方がシールド効果は増す。今回の場合、接地抵抗の不明な鉄骨や、他の電子機器と共用となっているD種接地に接地線を接続して好ましくなかった。やはり、シールドルーム専用のA種接地に接続すべきである。

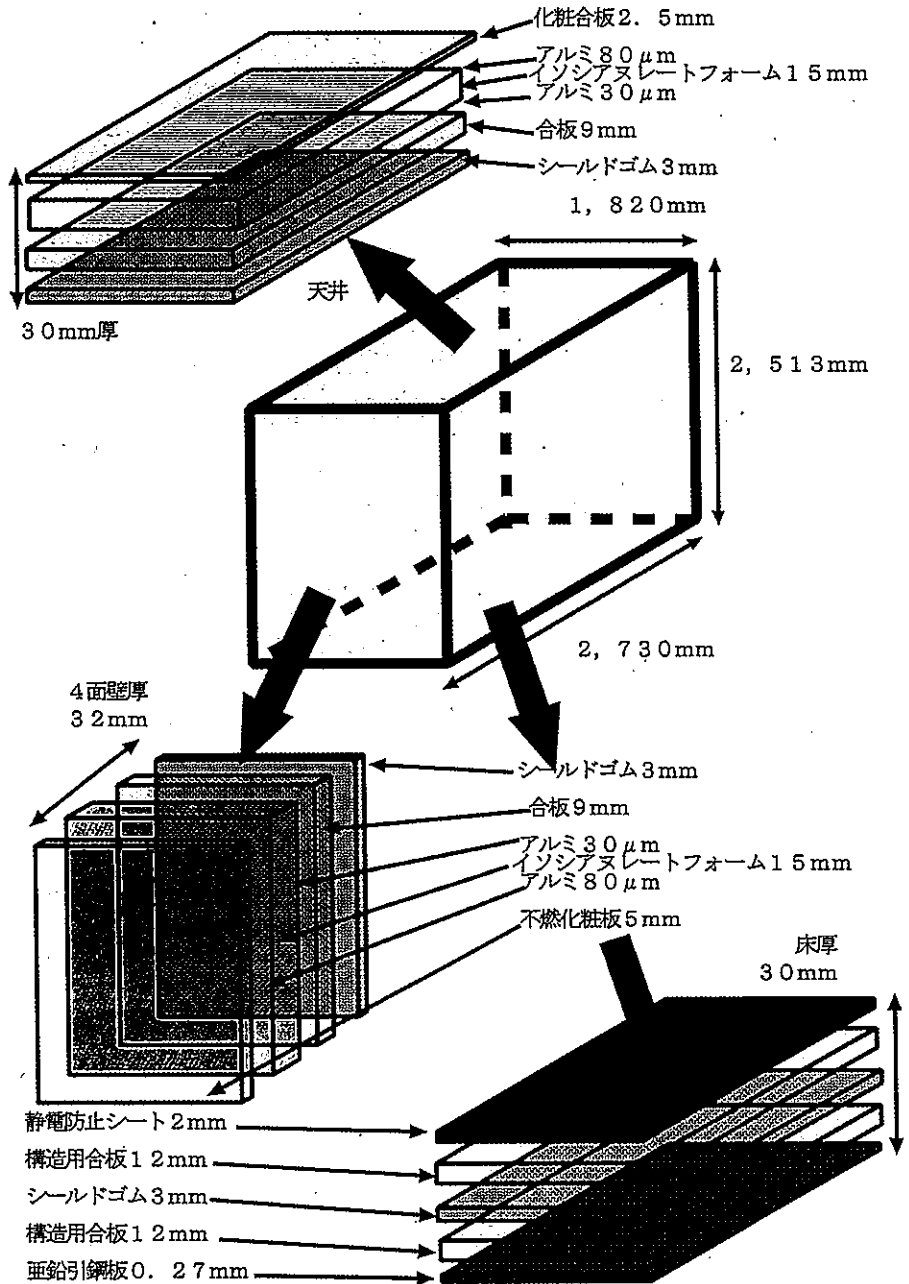


図3 電磁波シールドルームの材料構成1

10)今回の測定は、周波数範囲が100MHz~1GHzで行ったが、30MHz以下の低周波についても、例えばAMラジオ電波侵入対策を考える上で測定する必要がある。その際、材料としては例えばフェライトやパーマロイ等の高透磁率のものを使用すれば、磁界に対する性能が向上すると思われる。また、電波の入射角やモードによってもシールド効果が異なることから、水平偏波のみならず、垂直偏波に対する特性もとる必要がある。

また、電源についての特性も重要な要素であるので、電源入力部からノイズカットトランス、ノイズフィルタを経てコンセントまでの電源線のシールド効果を測定す

る必要がある。なお特に電源の変動をも考慮すれば、安定化電源の設置が不可欠である。

11)材料面からみた開発過程は、①素材、②素材を使用した複合材、③素材や複合材+他の材料を用いた複合材の3つの段階があり、今回①と③についてシールド効果を測定した。今後②を測定することができれば、組立前の特性が少し予測できる可能性が出てくる。現在、材料のシールド性能の測定方法については、統一された国際規格等がないので、近傍界と遠方界、周波数範囲、目標とするdB値、シールド効果と反射減衰量、アンテナの大きさや特性、計測機類(信号発生器、アンプ、スペクトラムアナライザ、ネットワークアナライザ等)、専用ジグと材料の形状・寸法等を総合的に考慮して、一元的に測定できれば理想的である。あるいは、③の段階で簡易的に測定できるものであ

ってもよい。③の測定で制約のひとつに、アンテナが大きすぎる問題があるので、小さいアンテナでかつノートパソコンでデータ処理まで簡単にリアルタイムで行える自動測定システムの開発をする必要がある。これにより今回出来なかつた床面等も測定可能となる。

12)現在使用のスペクトラムアナライザのダイナミックレンジは80dBであり、実測が最大60dB程度であるから支障はないが、シールドルームの性能が上がってくれば、100dB程度のダイナミックレンジがとれたほうがよい。そのためには、高周波アンプの効果的な使用が必要である。また、より精度良く測定するために、電波の反射を極力小さく押さえる必要がある。そのためには、アンテナの挿入により電圧定在波比(VSWR)を整合状態の1に近づけるように工夫する必要がある。

13)試作シールドルームと同じような市販のシールドルームの扉について、本測定器を使用して測定した結果、やはり同様の共振現象が確認された。しかし、他のポイントでの値は、ほぼ良好に測定できた。このことから、

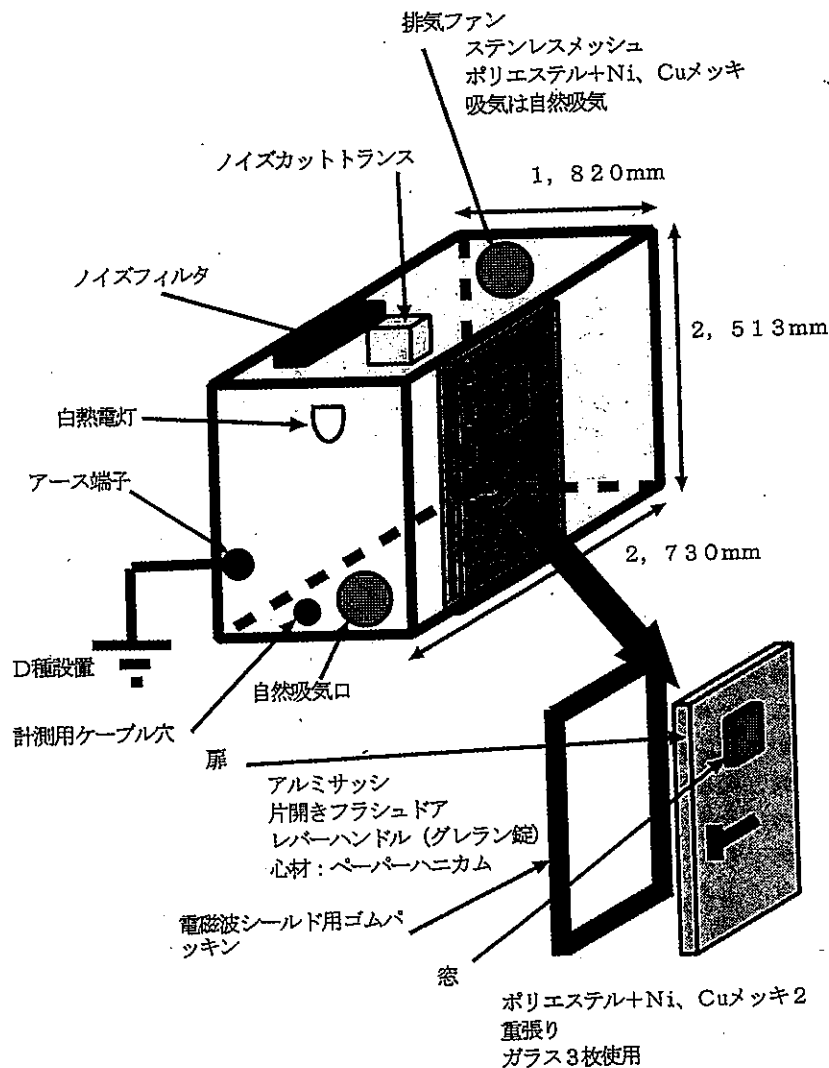


図4 電磁波シールドルームの材料構成2

当該シールドルームに類似の構造・寸法をもつものは、固有の共振現象が現れるものと判断される。これは、例えば周波数が300MHzの時の波長は1mであり、電波発生源から1mの距離では遠方界と近傍界の境界領域にあるために、この不安定さが影響しているのも共振の一因と思われる。

14)情報伝送装置のように、親局と子局間の情報の授受を伴う場合は、信号線でシールドルームの内外を接続する必要がある。このような装置をシールドルームで検査する場合は、壁の部分にインターフェース(BNC、N、GPIB等のコネクタで構成)を設置し、この部分から電磁ノイズの漏えいがないように気を付ける必要がある。また、内部のケーブルがアンテナのように作用しないようにシールド対策を行う必要がある。

15)ファン取り付け前(吸気排気2カ所)と後でのシールド効果を比較したが、極端な差はなかつた。これは、メッシュが3mmオーダーであり、測定周波数がMHzからGHzの間つまり波長でいえばmとcmの間で測定したため

に、ほとんど影響がでなかったと考えられる。

16)近傍界は、電界と磁界の大きさと位相が時間的に変化している不安定領域であり、遠方界は逆に一定値を示す安定した領域にある。したがって、今回測定したのは、電波と壁の距離が1m、寸法の大きいバイコンカルアンテナを使用していることにより、不安定域から安定域へのいわば遷移過程で測定を行ったために、一部で共振が発生したものと考えられる。

一方、近傍界で測定したシールド効果と、遠方界で測定したシールド効果は一致しない。これは、低周波領域ほど顕著であり、電界源の場合は、近傍界が遠方界よりシールド効果が大きく出る。しかし、磁界源の場合は、その逆の結果となる。したがって、測定は必ず近傍界と遠方界の両方を行い、比較検討する必要がある。

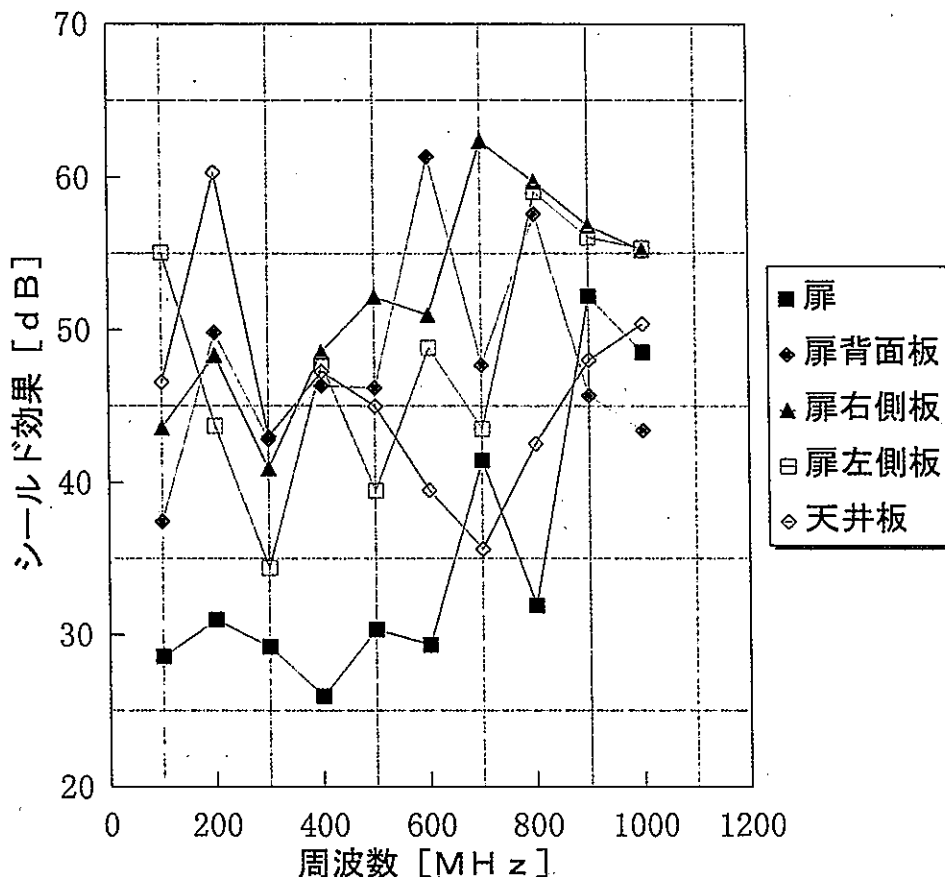


図5 電磁波シールドルームのシールド効果

4. おわりに

吸収性能を併せ持つ電磁波シールド用ゴムをベースに、金属と組み合わせた複合材を用いて、電磁波シールドルームを試作した。その結果、素材のシールド効果、扉部を除く4つの壁面のシールド効果は、周波数範囲100MHzから1GHzでほぼ40dB程度の値が得られた。しかし、扉は30dB以下で、壁面中最も良くない結果となった。これは、共振のほかに、扉とパッキンとして使用しているシールドゴムの密着性が悪いことに最大の原因があることが判明した。今回得られた様々なノウハウを十分に検討して、今後の電磁波シールド対策技術に生かす予定である。

参考

- 1)電磁波対策研究会メンバー
 - ・株式会社ミヤムラ
 - ・株式会社朝日セラテック
 - ・つちやゴム株式会社
 - ・株式会社タウラ

- ・株式会社九州イノアック
- ・九州木毛工業株式会社
- ・有限会社坂本石灰工業所
- ・九州木毛工業株式会社
- ・肥銀ベンチャーキャピタル株式会社

2)全国中小企業融合化促進財団より電磁波対策研究会が、当該電磁波シールドルーム（開発テーマ名：「電磁波シールド技術の開発」）に対して1998年度優秀技術賞を受賞した。

文献

- 1)上田、中村、園田、永田、倉田、古舘、長野、松川
 “導電性ゴムの電磁波シールド効果について”. 本誌, No.36,p81~87(1998).
- 2)上田、中村、園田、永田、倉田、古舘、長野、松川
 “導電性ゴムの電磁波吸収特性について”. 本誌, No.36,p88~93(1998).

電源回路の設計合理化に関する研究

石松賢治*

Study on Rational Design of Power Supply

Kenji ISHIMATSU*

コンピュータを使った回路解析(シミュレーション)のツールとしてSPICEがある。このSPICEは、アナログ回路設計や電源回路の解析に広く活用され、回路設計の効率化・合理化に貢献している。しかし、スイッチング電源のシミュレーションは、利用できるのは過渡解析だけで交流解析や直流解析が使えず、解析時間がかかる問題があった。スイッチング電源の解析時間を短縮するために、スイッチをトランジスタやMOSFET等の正確なモデルでなくSPICEの簡単なスイッチモデルに置き換えてシミュレーションした。その結果、シミュレーション結果と実験結果はよく一致し、SPICEのスイッチモデルの有効性を確認できた。また、スイッチング電源のシミュレーションは、SPICEの出力抑制機能や部品の初期値を使うことで、高速化できることを確認した。

1. はじめに

コンピュータを使った回路シミュレーションは、電子回路を試作する前に電子回路を評価したり、回路の誤動作を分析したりすることができ、電子回路設計にとって非常に有効なツールである。この電子回路シミュレータとして最も広く普及しているのがSPICE(Simulation Program with Integrated Circuit Emphasis)である。SPICEは、1970年代にカリフォルニア大学バークレー校で開発され、IC設計の分野では必要不可欠のツールになっている¹⁾。近年、パーソナルコンピュータの急速な進歩とあいまって、SPICEは急速に普及し、IC設計だけでなく、プリント基板上的アナログ電子回路設計や電源回路に活用されている²⁾。

電源回路の実験は、高電圧や大電力を扱うので、回路が誤動作したり、操作を間違えたりすると、簡単に電子部品が壊れる。そこで、SPICEを使うことにより、電子部品が壊れることもなく、電源回路の評価が容易にできる。電源回路の中で、整流回路や3端子レギュレータなどのシミュレーションは比較的簡単にできる³⁾。しかし、スイッチング電源は途中にスイッチが入っているため、そのシミュレーションで利用できるのは過渡解析だけで交流解析や直流解析が使えない。また、スイッチング電源は、使用するスイッチは数十kHzから数百kHzの高周波でスイッチングしており、解析の時間刻み幅を細かくする必要がある。また、スイッチング電源が、定常状態になるまで比較的長い時間がかかる。そのため、スイッチング電源の解析は、長い解析時間がかかり、解析結果データも膨大になる。よって、SPICEにとってスイッチング電源はあまり得意な分野ではない。

本研究では、スイッチング電源の一つである昇降圧形DC-DCコンバータ⁴⁾をシミュレーションし、シミュレ-

ーション時間を短縮する方法を検討する。また、実際に個別部品を用いてDC-DCコンバータを製作し、実験結果とシミュレーション結果を比較する。

2. 回路構成と動作原理

2.1 昇降圧形DC-DCコンバータ

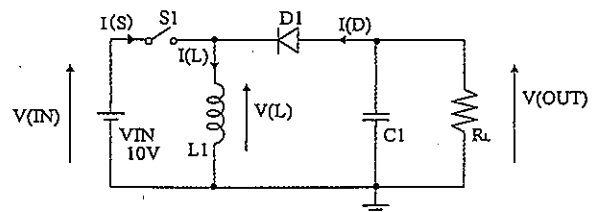


図1 昇降圧形DC-DCコンバータ

図1に実験に使用したDC-DCコンバータを示す。この回路は、スイッチS1がオンになるとコイルL1に電流I(L)が流れ、時間とともに増加し、L1にエネルギーがたまる。スイッチS1がオフになると、コイルL1にたまったエネルギーによりコイル電圧V(L)がマイナスにドライブされ、ダイオードD1がオンになってキャパシタC1、ダイオードD1、コイルL1の方向に電流が流れる。この結果、キャパシタC1は時間とともにマイナスに充電され、出力電圧V(OUT)は負の電圧になる。

実際に試作したコンバータでは、スイッチS1はPチャネルMOSFET(IRF9640)を、ダイオードD1は電力用ダイオード(UES1301)を使用した。スイッチの動作クロックは50kHz、デューティ比は50%とした。

2.2 シミュレーションに使用した等価回路

図1の回路のシミュレーションは、図2の等価回路を使った。スイッチS1は実際の回路ではMOSFETを使っているが、非線形素子MOSFETを使ったシミュレーションは演算に時間がかかり、MOSFETのモデルパラメータを正

*電子部

確に与えなければ正確な解析結果を得ることが難しい。

今回のシミュレーションでは、SPICEのスイッチモデルを使っている。このスイッチモデルは、クロック発生器VS1が出力する電圧が高レベルのときオンになり、低レベルのときオフになり、オン抵抗を0.1Ω、オフ抵抗を10MΩとする。コイルL1のQを実際の部品の値に下げたため、抵抗RL1を並列接続する。抵抗R5はキャパシタC1の等価直列抵抗である。コイルL1とRL1、キャパシタC1とR5、負荷抵抗RLは、実際にLCRメータで測定した値を用いている。ダイオードD1は、表1に示す電力用ダイオードのモデルパラメータを使用する。

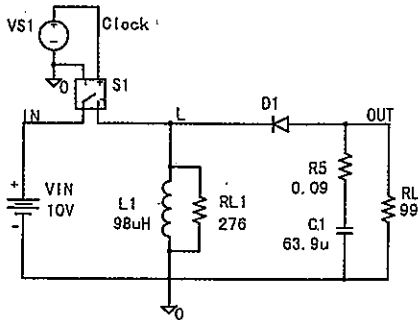


図2 シミュレーションで使ったDC-DCコンバータの等価回路

MODEL D10D2-X D	
IS = 2.23137E-8,	RS = 0.2679124, N = 1.5116
TT = 2.263E-8, CJO = 1.4875E-11,	VJ = 0.513
M = 0.4810824, EG = 1.11, XTI = 3	
FC = 0.998001, BV = 1E5, IBV = 1E-10	

表1 ダイオードのモデルパラメータ

3. 実験結果

3.1 実測結果

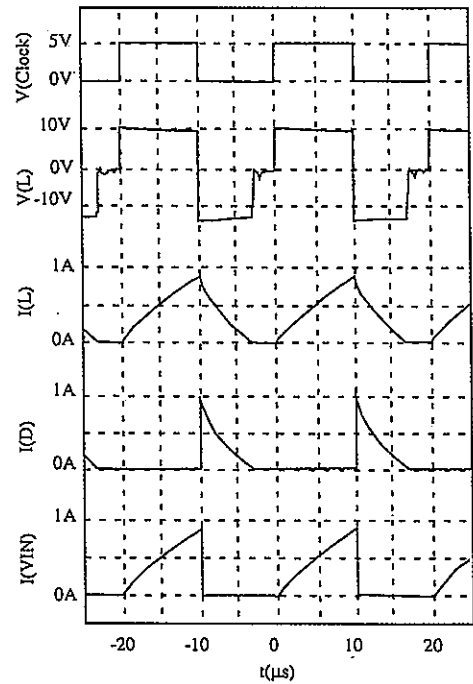
実際に個別部品を使って構成したコンバータの定常状態での各部の波形を図3に示す。クロックV(CLOCK)が高レベルになるとスイッチS1はオンになり、スイッチに流れる電流(I(S))とコイルに流れる電流(I(L))は0.9Aまで増加し、コイル電圧V(L)は入力電源と接続するので約10Vである。V(CLOCK)が低レベルになるとスイッチS1はオフし、ダイオードD1がオンになる。コイルに流れる電流(I(L))とダイオードに流れる電流(I(D))は次第に減少する。このときのコイル電圧は約-13.2Vであり、ダイオードのオン時間は66μsecである。次に、コイルに流れる電流(I(L))がゼロになる不連続モードの動作に入る。

3.2 シミュレーションの収束

図2の回路をシミュレーションした。はじめから700μsecまでの過渡解析の結果を図4に示す。波形の安定つまり定常状態には、ほぼ520μsecで達している。クロックの周波数が50KHzと低くかつ不連続モードであるため、

定常状態に比較的短い時間で達している。

通常、スイッチングコンバータは、クロック周波数を高くしたり、連続モードにすると、定常状態になるまでの時間は格段に長くなる³⁾。例えば、コイルL1を20μHにし、本コンバータを連続モードにし、過渡解析を行うと、定常状態になるまで5msecかかる。



クロック電圧 V(CLOCK), コイル電圧 V(L),

図3 DC-DCコンバータの観測波形

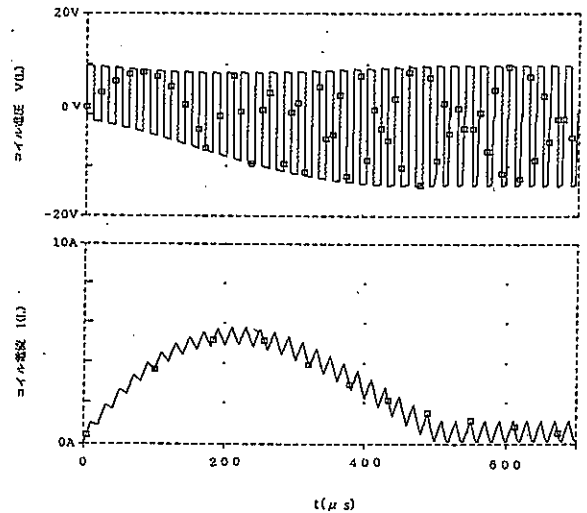


図4 DC-DCコンバータのシミュレーション結果

3.3 定常状態でのシミュレーション結果

図2の回路の定常状態でのシミュレーション結果を図5に示す。図3に示す実験結果と比較してもよく一致して

いる。スイッチS1がオフのとき、コイル電圧V(L)は-13.6Vまで低下しているが、出力電圧V(OUT)は-12.8Vまでしか低下していない。これはダイオードD1の障壁電圧による電圧降下のためである。不連続状態では、スイッチS1とダイオードD1が共にオフになっているため、正確なシミュレーション結果を得ることが難しいが、コイル電流I(L)やコイル電圧V(L)は実験結果と比較的よく一致している。ここで、コイル電流I(L)は、図2のコイルL1とその並列抵抗RL1に流れる電流の和である。

表2に実験結果とシミュレーション結果を比較したものを示す。出力電圧、ダイオードのオン時間などはよく一致している。シミュレーションでは、スイッチS1は簡略化したSPICEのスイッチモデルを使っているが、かなり正確なシミュレーション結果が得られた。スイッチの遅れやスパイクが問題にならないなら、MOSFETやパワートランジスタの代わりにSPICEのスイッチモデルを使って十分な精度のシミュレーションができる。

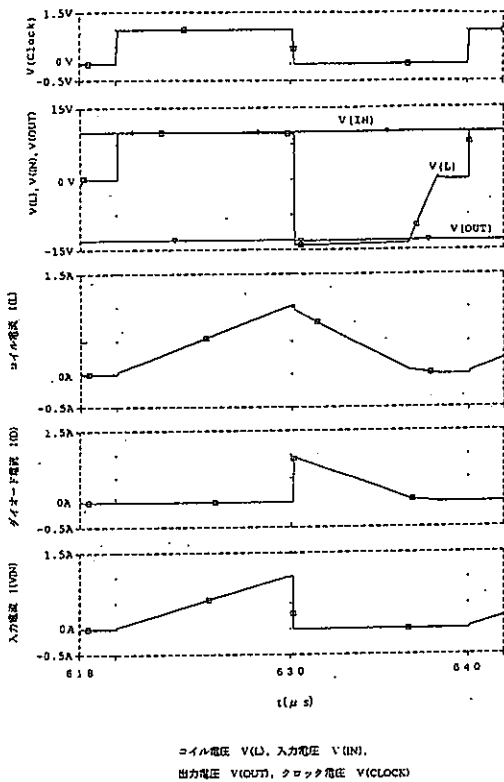


図5 定常状態でのDC-DCコンバータのシミュレーション結果

3.4 コイルの等価並列抵抗

	実験	解析
最大コイル電流	0.9A	1.05A
ダイオードオン時間	6.6 μsec	6.5 μsec
出力電圧	-12.6V	-12.8V

表2 実測結果とシミュレーション結果の比較

図2のコイルL1に並列に接続している抵抗RL1は、コ

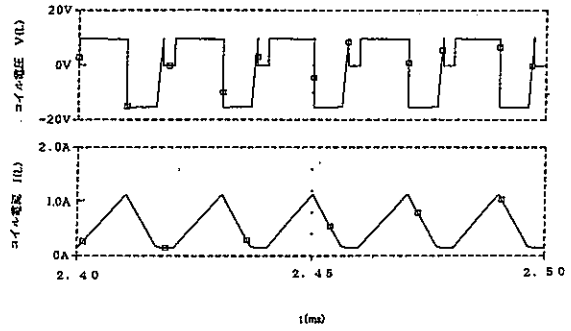


図6 抵抗RL1を取り外したときのシミュレーション結果

イルのQを実際の値にするために挿入している。図2のコンバータから抵抗RL1を取り外したときのシミュレーション結果を図6に示す。このコンバータが不連続モード(スイッチS1とダイオードD1の両方がオフ)になる寸前で、コイル電圧V(L)は10Vまで急激に上昇する。しかし、図6からわかるように、実際の回路ではコイル電圧V(L)のスパイクは発生していない。このスパイクは、コイル電流がゼロになる寸前に、ダイオードD1とスイッチS1がオフになり、Qが無限大のコイルL1がオープンになってしまうためである。

以上のことから、スイッチング電源では、コイルのQがコイルの電圧に大きく影響を与えることが分かった。また、キャパシタの等価直列抵抗を挿入すると、出力電圧のリプルをシミュレーションすることができた。スイッチング電源のシミュレーションでは、コイルに並列等価抵抗やコンデンサに直列等価抵抗がシミュレーション結果に大きな影響をあたえることを確認した。

3.5 初期値を使ったシミュレーション結果

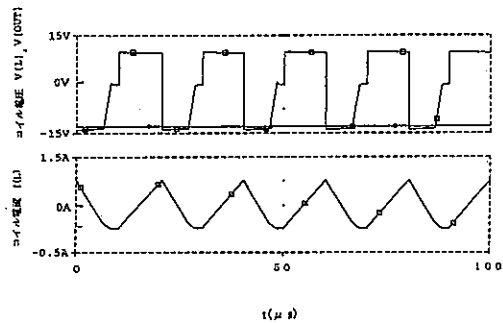


図7 初期値を使ったシミュレーション結果

SPICEでは、コイルの初期電流やキャパシタの初期電圧を指定することができる。コイルL1の初期電流を1.0102Aに、キャパシタC1の初期電圧を-12.88Vに指定し、DC-DCコンバータを解析した結果を図7に示す。初期値の値が適切だったため、初めからほとんど定常状態に達している。定常状態の値に近い初期値を設定するとシミュレーションに要する時間は大幅に短縮される。

3.6 シミュレーションを高速化する方法

SPICEは指定された時間のシミュレーション結果データをファイルに出力しない機能（抑制機能）を持っている。この機能を使うことで、シミュレーション時間を短縮することができる。一般に、スイッチング電源のシミュレーションでは、コンバータの立ち上がりが問題になるとき以外は、定常状態以前のデータは必要でない。このスイッチング電源のシミュレーションにSPICEの出力抑制機能を使った。実際に、図2の回路をゼロから700 μ secまでのシミュレーション結果を出力した場合は、シミュレーションに要した時間は9.8秒であった。しかし、SPICEのファイル出力抑制機能を使い、ゼロから600 μ secまでを出力せず、600 μ secから700 μ secまでのシミュレーション結果を出力した場合、シミュレーションに要した時間は6.2秒と短縮された。

4. おわりに

スイッチング電源の一つである昇降圧形DC-DCコンバータをSPICEを用いてシミュレーションした。非線形素子のMOSFETを線形素子であるSPICEのスイッチモデルで置き換えることにより、シミュレーションに要する時間は9.8秒と比較的短時間にシミュレーションできた。また、シミュレーション結果と実験結果は、よく一致していた。スイッチング電源のシミュレーションでは、コイルの並列等価抵抗やコンデンサの直列等価抵抗がシミュレーション結果に大きな影響を与えることを確認した。

スイッチング電源のシミュレーションは、

- (1) スイッチをMOSFETやトランジスタ等の非線形な正確なモデルでなく簡単なSPICEのスイッチモデルに置き換える。
 - (2) スイッチング電源が定常状態になるまでデータ出力を抑制する。
 - (3) コイルの初期電流値とキャパシタの初期電圧値を与えることで、定常状態になるまでの時間を短縮させる。
- 以上の方法を使うことで、高速化することができる。

スイッチング電源のコイル電流やコンデンサの電圧を平均化することにより、スイッチング電源をスイッチのない回路としてシミュレーションすることができる⁵⁾。この方法では、過渡解析だけでなく、交流解析や直流解析ができる。今後は、この方法を検討していく。

文 献

- 1) ポールW.トゥネンガ. “SPICEによる電子回路入門” 東京, CQ出版, 243p(1990).
- 2) 増山文夫. “電子回路シミュレータの本格活用法” 東京, CQ出版, 158p(1998).
- 3) 岡村迪夫. “SPICEによるシミュレータ新活用法” 東京, CQ出版, 200p(1991).
- 4) 原田耕介, 二宮保, 顧文建. “スイッチングコンバータの基礎” 東京, コロナ社, 200p(1992).

- 5) Yim-Shu Lee, David K.W.Cheng. “A New Approach to the Modeling of Converters for SPICE Simulation”. IEEE TRANSACTION ON POWER ELECTRONICS. Vol.7, No.4, p.741-753(1992).

焼酎蒸留粕上澄液を連続的に再利用した米焼酎製造***

土谷紀美*・西村賢了*・園田頼和**

Rice-shochu production with the repeated use of supernatant separated from the post-distillation slurry.

Kimi TSUCHIYA*, Kenryo NISHIMURA*, Yorikazu SONODA**

現在、焼酎蒸留粕の多くは海上投棄によって処理されているが、2年内には陸上での処理に切り換えることが求められている。我々は焼酎粕量を削減するために、焼酎粕を遠心分離処理（2500 G、10min）し、得られた上澄液を次の焼酎製造時の2次仕込水として有効利用する方法について検討を行った。

62Lのもろみから346Lの蒸留粕が排出され、蒸留粕は269 Lの上澄液と77 kgの固形分に遠心分離された。蒸留粕上澄液を連続的に7回再利用して焼酎製造を行ったが、2回目以降のアルコール取得量は初回と比べて21%~53%高かった。2回目以降はもろみ中の糖化力が高いため、初回と比べて発酵が早く終了した。この方法により蒸留粕を68%削減できた。減圧米焼酎における品質低下の指標であるダイアセチル濃度は、徐々に増加するものの閾値の半分以下であった。繰返し仕込によって香氣成分のバランスは変化していたが、官能評価での品質の低下は認められなかった。

1. 緒言

焼酎蒸留粕の陸上処理技術に関しては、これまでに様々な方面で各原料別に生物的処理法や有効利用法について研究が積み重ねられてきた。我々も、産学官による取り組みとして、木田等の研究¹⁾を技術シーズにした処理システムのパイロットプラントを試作して実用化試験を行い、実規模においても処理可能であることを実証した²⁾。

焼酎業界では海上投棄処分から陸上処理への転換を迫られ、乾燥法や焼却法³⁾など、各メーカーの規模や立地条件に応じた処理法を採り入れ始めている。

現在の実用化段階の処理法はいずれもイニシャルコスト、ランニングコスト共に高く、季節操業で蒸留粕量が1~2t/日のメーカーには負担が大きいと思われる。ランニングコスト低減のためには処理すべき蒸留粕の絶対量の削減が有効であると考えられ、木田等は蒸留粕を半減するために返し仕込による焼酎製造の実用化研究を行っている^{5,6)}。この方法は設備投資を必要としないものの、1回のみ蒸留粕の再利用であり、蒸留粕中の酵母の生菌数や糖化酵素活性が重要となる。

今回、我々は蒸留粕を固液分離し、上澄液を次の焼酎製造時の2次仕込水として利用し、その回の蒸留粕の上澄液をさらに次の2次仕込に順次利用というサイクルで、連続的に仕込を行う方法(以後、繰返し仕込法と呼ぶ)について検討を行った。

この製造法は、米焼酎製造メーカーが実地醸造を行い、昭和62年に特許出願している⁷⁾。しかし、現在この方法で焼酎が製造されていないことから、貯蔵されていた焼

酎の分析を行ったところダイアセチルが0.5ppmも含まれていた。岩田等⁸⁾は本格焼酎中の高濃度のダイアセチルは生酸菌によるものと報告している。当時は、フィルタープレスを一回かきつけて蒸留粕の固液分離を行っていたことから、その間に生酸菌に汚染されていた可能性が高い。そこで、今回はフィルタープレスに替わる固液分離機として衛生管理が容易な遠心分離機を採用した。

この方法は、処理すべき蒸留粕量を大幅に削減できる有効な手段となる得るが、得られる焼酎の酒質に問題がないことが大前提となる。本試験では、ベンチスケールにおいて、繰返し仕込法(計8回)による試験醸造を行い、もろみや焼酎成分の変化を明らかにしてアルコール取得量や酒質に問題ないことを実証できたので報告する。

2. 実験方法

2.1 使用菌株及び原料

熊本県内の醸造場より分離した野生型焼酎用酵母 S-4 (*Saccharomyces cerevisiae*)に変異処理を施し、取得したカナニン耐性株 CAN-1⁹⁾を使用した。米麴は各醸造回毎に品質を一定にするために、東肥醸造株式会社(熊本市)において委託製造した米麴を、冷凍保存して使用した。原料米は他用途利用米の破碎米(平成8年度国産)を用いた。

2.2 製造方法

仕込配合は、麴米4kgと水5L及び酵母で1次もろみを仕込み、5日後に蒸米20kgと水35Lを加えて2次仕込を行い(麴歩合20%)、2次仕込から12日後に減圧蒸留した。酵母は麴汁培地(Brix10)で前培養して初発菌数 1.5×10^6 cells/mlとなるように添加した。1次もろみは13L容ステンレスタンクを水槽(25℃)につけ、2次もろみは100L容ジャケット式タンクに水道水を流して品温制御した。

蒸留は、(株)ケーアイ製V-100U型減圧蒸留装置を用い、

*微生物応用部

**熊本県立大学

***日本醸造協会誌, Vol.94, No.8, p.667~673, (1999)

缶内減圧度は710mmHg(初留時)~680mmHg(終了時)で行い、アルコール分が10%になった時点でカットした。加熱は間接蒸気で、冷却水は水道水を使った。

焼酎粕は、ローラーポンプ(RP-KV1200, 古江サイエンス(株)製)で送液し、遠心分離機(H-131E1H(S), 揺動懸垂式スキミング排出型, バスケット15L容, コクサン(株)製)を用いて固液分離した。

固液分離して得られた上澄液(25.5L)に水道水9.5Lを加えて、2回目(RUN2)の焼酎製造における2次仕込水として利用した。その時の1次仕込は初回(RUN1)と同様に麴米と水及び酵母を用いて行った。初回と同様に2次仕込から12日後に減圧蒸留し、固液分離して得た上澄液を次回(RUN3)の焼酎製造の2次仕込水に利用するサイクルで、8回連続して焼酎製造を行った。本試験での作業性と雑菌汚染防止のために蒸留粕は一晩冷蔵室に保存後、翌日遠心分離した。

蒸留粕上澄液については、生酸菌検出培地(BCG培地及びYAS培地, 日本醸造協会製)を用いて、毎回2次仕込前に雑菌汚染のチェックを行った。

2.3 分析方法

上澄液のSSは、2mmのふるいにかけた後、JIS公定法¹⁰⁾に従って測定した。

糖化力は糖化力測定キット(キッコマン(株)製)を用いて測定した。

酸度、アミノ酸度は国税庁所定分析法注解¹¹⁾に従った。2次もろみ中の生成エタノール濃度の定量は、国税庁所定分析法注解⁹⁾に準じ、浮ひよう法にて測定した。

酵母生存率は、Sami等の方法¹²⁾に準じ、もろみを0.01%メチレンブルー染色液(グリシンバッファー pH10.6)で25倍希釈して測定した。

グルコース濃度は、もろみを3,000rpm,5分間遠心分離した上澄液をフィルターろ過し、WAKO製グルコースC IIテストを用いて測定した。

ダイアセチル濃度の定量は、林田⁹⁾の方法に従った。焼酎の原酒をエタノール濃度25%(V/V)に調整して使用した。

香気成分は、蒸留後アルコール濃度25%に調整したサンプル1mlに内部標準物質としてn-decanolを50ppm加え、ガスクロマトグラフ(島津製作所, GC-14A)により、各成分の定量を行った。分析条件は、キャピラリーカラムDB-WAX (length 30m, I.D. 0.25mm, df 0.5 μ m)、カラム温度50°C→180°C(昇温速度3°C/min)、FID検出器にて行った。

2.4 官能試験

各回の減圧米焼酎サンプル(アルコール濃度25%)について、熊本国税局鑑定官室員4名と焼酎審査員1名の合計5名によって、5点法により官能評価を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 醸造結果

約62Lの最終もろみから約25Lの焼酎(原酒)が得られ、

約34.6Lの蒸留粕が残存した。減圧蒸留には約100分を要し、もろみ品温は30°Cから45°Cまで上昇した。

蒸留粕の固液分離試験は、Fig.1に示すように600Gから2500Gの間で行った。10分間遠心することにより1100GでSS濃度は1700ppmまで減少し、それ以上の遠心力においても大差なかった。しかし繰返し仕込試験では安全を見て3120rpm(2500G)で10分間遠心分離し、2000rpm(1000G)で自動給液及び排出を行った。約34.6Lの蒸留粕(SS濃度24500ppm)から約25.5Lの上澄液(SS濃度1300ppm)が得られ(loss及びsample 1.4L)、一方、固形分は約7.4kg(loss 0.3kg)で含水率約75%だった。このスケールでの処理能力は約60L/hrであった。

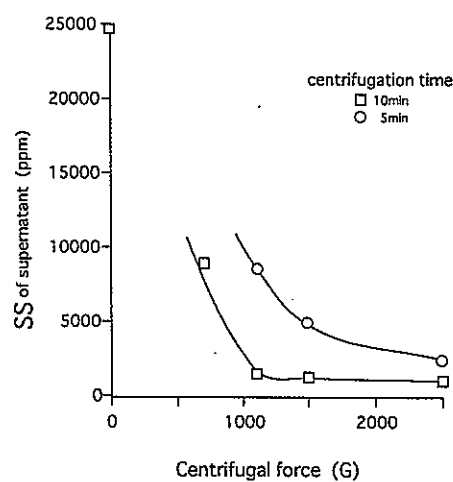


Figure 1 Effect of centrifugal force on SS of supernatant separated from the post-distillation slurry.

約25.5Lの上澄液は、2次仕込水量35Lにするために水9.5Lで希釈して用いた。以上の数値は、RUN1からRUN8までの平均値でほとんど変動しなかった。

蒸留粕上澄液の2次仕込水への再利用時には、毎回生酸菌検出培地にて汚染菌のチェックを行ったが、いずれもBCG培地では色調の変化は見られず、またYAS培地では酸産生は認めなかった。これらの結果から、今回の試験条件では、雑菌汚染は防止できていた。

8回の製造で排出される廃棄物は、RUN1からRUN7までの蒸留粕固形分53.9kgとRUN8の蒸留粕34.6Lの合計で約84Lとなり、全回蒸留粕を排出する時の約68%量の削減が可能であった。

3.2 2次もろみの成分変化

実地規模における米焼酎製造時の麴歩合は、平均40%¹³⁾であるが、今回の繰返し仕込試験では、毎回麴を加えるため、麴歩合は20%と半量にした。

各RUNの2次もろみに含まれる総酸度、アミノ酸度をFig.2に示した。焼酎麴の生産する有機酸の大部分はクエン酸を主とする不揮発酸で、蒸留工程では焼酎に移行せず蒸留粕中に残存する。これらが上澄液の再利用によって次回の2次もろみに持ち込まれ、1次もろみの麴由来の有機酸との合計によって2次もろみの酸度は仕込毎に増

加している。

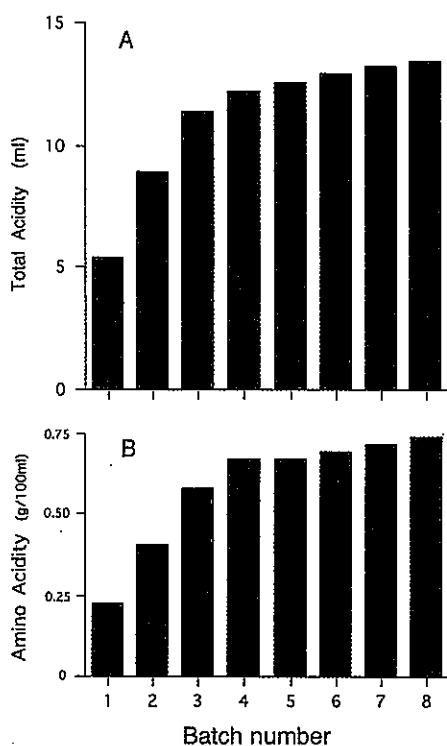


Figure 2 Changes in total acidity(A) and amino acidity (B) in the second-stage moromi in the 1st to 8th production batches. Amino acidity was estimated as the concentration of glycine.

しかし、増加量は次第に減り、RUN4~5以降は微増しかしていない。2次もろみ中の酸度の22.3%は固形分に含まれて系外に出ていくが、これだけでは説明がつかず検討が必要である。今回の試験では、RUN4以降の酸度は13程度となり、初回の25倍量となった。アミノ酸度についても同様の結果で、RUN4までは増加し以降9~10の値で初回の約3倍量であった。アミノ酸度の増加量が酸度の増加量よりも高いのは、プロテアーゼの蓄積による原料米由来のタンパク分解物の増加あるいは死滅酵母の自己消化の結果と推察される。

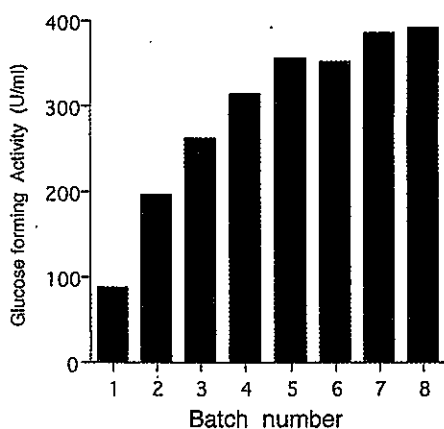


Figure 3 Changes in glucose-forming activity in the second-stage moromi in the 1st to 8th production batches.

各RUNの2次もろみに含まれる糖化酵素の力価をFig3に示した。力価は、グルコアミラーゼ活性と α -グルコシダーゼ活性の和を換算式¹⁴⁾を用いて所定法に準じた値で表した。米製焼酎の減圧蒸留では最終もろみ品温が40℃台であり(今回のベンチスケール試験では約45℃)、ほとんどの酵素活性が残存することが報告されている⁶⁾。酸度と同様に、これらが次の2次もろみに持ち込まれ、糖化力は仕込回毎に増加した。

3.3 繰返し仕込法における発酵経過とアルコール取得量

Fig2に示したとおり、繰返し仕込ではRUN1に比べ糖化酵素濃度が高いため、蒸米の液化・糖化が速く、仕込後1~2日は急激な湧きつきでもろみ品温が高くなる傾向にあったので、通常より低い仕込温度が適していた。4日目には冷却水の水道水温(約20℃)に低下し、そのまま蒸留まで移行した。

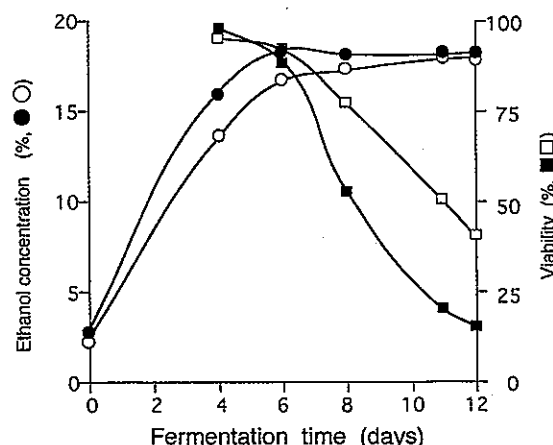


Figure 4 Time courses of ethanol concentration and yeast viability in the moromi during the second fermentation in the 8th production batch. Symbols: ●, ○, Ethanol concentration(%v/v); ■, □, viability. Closed symbols indicate the repeated method(RUN8) and open symbols indicate the conventional method.

Fig.4にRUN8におけるアルコール発酵経過を示した。繰返し仕込区の対照として2次仕込水に水を用いた従来法による仕込も併せて行った。繰返し仕込区では通常律速となる糖化速度が速いため、発酵も速く進み、アルコール濃度が6日後には18.3%であり、11日後、12日後も18.3%だったことから、6日後に発酵はすでに終了していた。一方、従来仕込区は発酵終了まで10日間を要し、終了時18.0%であった。なお、2次もろみ1日目のアルコール濃度について繰返し仕込区の方が若干高い(0.6%)のは、蒸留粕上澄液から持ち込まれたアルコールを含んでいるためである。

この発酵経過から、もろみ酸度13でもアルコール発酵は阻害されないことが分かった。さらに、繰返し仕込区では発酵日数を短縮、あるいはRUN2以降の麴歩合を低減できることが示唆された。麴歩合低減によって、アルコール取得量増加が期待できる。

また、繰返し仕込区では早くに発酵が終了するため酵

母生存率が6日後以降、急激に低下した。

なお、発酵終了もろみで残存するグルコース量を測定したところ、繰返し仕込区0.08g/L、通常仕込区0.10g/Lで差はなく、両区とも酵母は良好に発酵していた。

Batch number	Ethanol concentration in moromi (%)	Volume of moromi (L)	Yield of Ethanol (L)	Ratio to RUN1 (%)
1	18.0	61.5	11.05	
2	18.3	61.7	11.29	102.1
3	18.5	62.3	11.53	104.3
4	18.9	61.6	11.64	105.3
5	18.5	62.1	11.49	103.9
6	18.5	62.3	11.47	103.8
7	18.6	61.9	11.54	104.3
8	18.3	62.3	11.45	103.6

Table 1 Effect of repeated method of Shochu on the yield of ethanol.

Table 1に各RUNのもろみ中のアルコール取得量を示した。熟成もろみ量はRUN間で若干増減しているが、熟成もろみ中のエタノール濃度及びアルコール取得量に関しては、RUN2以降はRUN1に比べ高い値を示し、RUN8まで続いた。このことより、汲み水の繰返し利用による発酵阻害は見られず、むしろ、蒸留粕からのエタノールの持ち込み分で取得量の増加が認められた。

3.4 焼酎品質の分析結果

繰返し仕込により得られた焼酎の酸度をFig 5に示した。RUN1からRUN8を通して低い値(0.1)ではほぼ一定であり、もろみの酸敗がなかったことが認められた。

林田は米製(減圧)焼酎の官能評価値とダイアセチル濃度は0.1%以下の危険率で有意な正の相関(相関係数0.49)を持つことを示した⁹⁾。そこで、焼酎の品質低下の指標としてダイアセチル濃度を測定し、結果を同じくFig 5に示した。

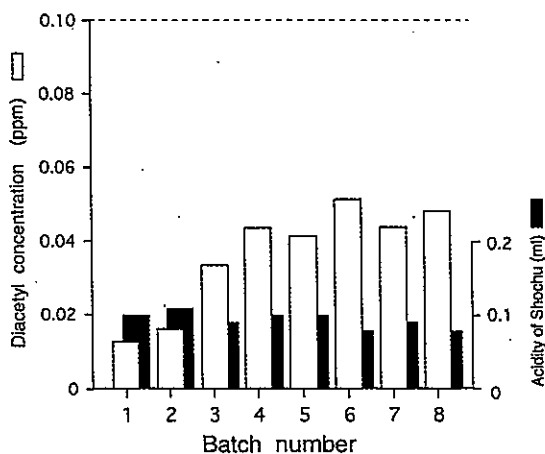


Figure 5 Changes in diacetyl concentration and acidity of shochu. Ethanol concentration of Shochu was 25%(v/v). Dotted line shows critical detection level of diacetyl in liquor.

RUN4まで増加はしているが、RUN5以降も酒類におけるダイアセチルの閾値0.1ppmよりも低い濃度であり、品質への影響はほとんどないと考えられた。高下等¹⁰⁾は、培養液中のN源の増加(0.5%~3%)に伴って焼酎酵母の生成するダイアセチル濃度が増加すると報告、また岩田等⁹⁾も高濃度のダイアセチルは生酸菌由来であるが低濃度のダイアセチルは酵母由来であろうと推定している。本試験では生酸菌を認めなかったこと、仕込毎のダイアセチル量の推移(Fig5)がもろみ中のアミノ酸度の推移(Fig2)と同調していることから、本試験でのダイアセチルは酵母により生成されたと考える。

連続的な仕込水利用が、得られる焼酎の香気に及ぼす影響を見るために、代表的な香り成分について焼酎中の濃度を測定した。結果をFig 6に示した。各成分のRUN1における濃度を100として以後の濃度変化を見ると、酢酸イソアミル、酢酸フェネチル、フェネチルアルコールは50~80%増加後一定及び斬減、反対にn-プロパノールやn-ブタノールは回毎に減少後一定、その他i-ブタノールや酢酸エチル等は大きな変化は見られなかった。秋田等¹⁰⁾は、もろみ中のアミノ酸量や組成によって高級アルコールやエステル類の香り成分が増減すると報告している。今回の仕込法では、2次仕込水中のアミノ酸濃度が増加していることから、アミノ酸量の変化あるいは組成の変化により香り成分のバランスが変わってきたことが示唆されたが、詳細は今後検討する必要がある。

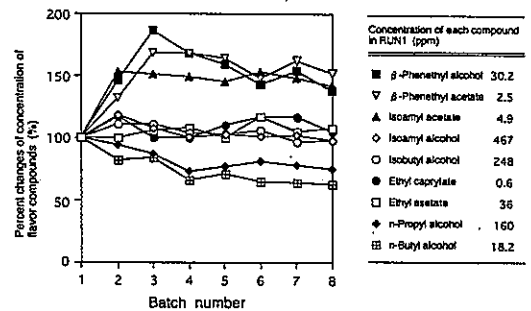


Figure 6 Percent changes in the flavor compounds in shochu produced by the repeated method and concentrations of each compound in RUN1.

3.5 官能評価

1回目から8回目の焼酎の味・香りに関する評点の平均点は、2.8、2.6、3.2、3.0、2.2、2.6、2.8、1.4となった。RUN1からRUN8まで少しのばらつきはあるものの異臭の指摘もなく、繰返し仕込によって焼酎品質は劣化しないと評価された。

分析結果からは繰返し仕込によって焼酎の香り成分のバランスが変化していたが、官能評価点に影響するほどの変化ではないことが示された。

今回、フィルタープレスよりも衛生管理のしやすい遠心分離機を用いて短時間に固液分離を行い、雑菌汚染を防止できた。また、同様の理由で蒸留粕は同日のうちに再利用するのが望ましい。そのためには、約45℃で排出

される蒸留粕を2次仕込に適した品温まで下げる冷却装置が必要である。以上の点に留意すれば、工場規模においても、本仕込法によって焼酎品質に問題なく蒸留粕を削減できるものと思われる。

4. 要約

焼酎製造時に排出される蒸留粕量を削減することを目的として、蒸留粕上澄液を焼酎製造の2次仕込水として順次利用する繰返し仕込法について検討を行った。固液分離には遠心分離機を使用し、ベンチスケールにおいて醸造試験を8回繰返して行った。

- (1) RUN2以降のアルコール取得量はRUN1と比べて2.1%~5.3%高い値を得た。
- (2) もろみ中の酸度や糖化力はRUN毎に増加し、RUN5以降は微増した。糖化力が高いため、発酵速度が速く、2次発酵は6日後に終了した(RUN8)。
- (3) 品質低下の指標としてのダイアセチル濃度は徐々に増加するものの閾値の半分以下であった。8回とも生酸菌は検出されなかった。
- (4) 繰返し仕込によって、香気成分のバランスは変化していた。官能評価では品質の低下は示されなかった。
- (5) 遠心分離は1100G、10分間の条件でSSの分離が可能であった。遠心分離機を用いることで、固液分離時間を短縮できた。
- (6) 繰返し仕込法において、蒸留粕上澄液を7回再利用することで、従来法と比べて処理すべき焼酎粕残査を32%量に削減することができた。

この研究を行うにあたり、ご指導ご協力いただきました熊本国税局鑑定官室の木曾主任鑑定官をはじめとする諸鑑定官の皆様には感謝いたします。様々なアドバイスを頂きました大和一酒造下田猛社長に感謝いたします。

文 献

- 1) 森村 茂, 木田建次: 醸協, 90 (3) 173 (1995)
- 2) 木田建次, 森村 茂: 醸協, 90 (4) 255 (1995)
- 3) 熊本県: 地域技術おこし事業成果普及講習会テキスト(1995)
- 4) 山下 賽: 醸協, 92 (8) 563 (1997)
- 5) 中川 優, 森村 茂, 木田建次: 醸協, 92 (9) 651 (1997)
- 6) 木田建次, 中川 優, 西迫博行, 森村 茂: 醸協, 92 (10) 759 (1997)
- 7) 下田 猛: 特許公開, 62-208265
- 8) 岩田博, 中嶋則行, 水野昭博, 高原康生, 黒須猛行, 里見弘司, 石井 徹, 伊藤 康, 菅間誠之助: 醸協, 79 (1) 51 (1984)
- 9) 林田安生: 醸協, 93 (7) 504 (1998)
- 10) JISK0102: 日本工業標準調査会 (1998)

- 11) 国税庁所定分析法注解: 第4回改正, (財) 日本醸造協会 (1990)
- 12) MSAMI, MIKEDA, SYABUUCHI: J.Ferment.Bioeng., 78, 212 (1994)
- 13) 熊本国税局: 平成8年度しょうちゅう調査書(1997)
- 14) 今井泰彦, 徳武昌一, 山次信幸, 鈴木 勝: 醸協, 91 (1) 51 (1996)
- 15) 高下秀春, 梅本泰史, 小川 清, 大森俊郎, 下田雅彦: 日本生物工学会講演要旨集, 212 (1997)
- 16) 秋田 修, 蓮尾徹夫, 大場俊輝, 宮野信之: 発酵工学, 65 (1) 19 (1987)

多層構造薄膜センサーに関する研究

本田悠紀雄*・上田直行*

Study on Multilayer Structural Thin Film Sensor

Yukio HONDA* and Naoyuki UEDA**

セラミックは、硬くて脆いため使用中に発生する異常な応力によってクラックや破壊を起こしやすい。このため、圧電材料や磁性材料等を用い異常な応力を検知し、信頼性を向上させる方法が検討されている。¹⁻⁵⁾ 本研究では、圧電材料を用い、薄膜を作製する雰囲気を直接観察し、小さなクラックでも感度よく検出できる、C軸配向性の高いAlN圧電性薄膜の作製を目的とした。圧電材料には、本研究で作製したAlN薄膜をそのまま用い、電極を取り付けてセンサーとした。成膜雰囲気の測定は、基板加熱温度、成膜中の真空度、Ar:N₂の比率等を変化させて行い、薄膜の作製は、センサーが受ける電圧が最も大きくなるように成膜条件を操作して行った。その結果、電圧は成膜時間とともに増大した。また、AlN薄膜の配向性は、ロッキングカーブの半価幅が26度であり、C軸配向が顕著な圧電性薄膜が得られた。

1. はじめに

薄膜表面をリアルタイムでその場観察するには、電子線や偏光を用いる方法がある。前者としては、低速電子線回折 (Low Energy Electron Diffraction:LEED) や反射型高速電子線回折 (Reflection High Energy Electron Diffraction:RHEED)、また、オージェ電子分光分析 (Auger Electron Spectroscopy) などがある。後者には、エリプソメトリー (Ellipsometry)、赤外反射分光 (Infrared Reflection Absorption Spectroscopy) 法や、表面光吸収 (Surface Photo Absorption:SPA)、ラマン散乱分光などが挙げられる。いずれの方法も、成膜された薄膜を分析する方法が採られている。

本研究では、成膜中の雰囲気直接観察しながら、C軸配向したAlN薄膜の作製法について検討した。AlN圧電性薄膜の作製はスパッタリング法で行った。この方法は、加速されたイオンをターゲット (原料) に衝突させ、ターゲット表面の原子あるいは分子を真空中にたたき出し、薄膜を作製する方法である。この運動量をもった粒子のエネルギーを応力としてとらえ、圧電材料を介し電圧として検出し成膜雰囲気を観察することを試みた。

2. 実験方法

2.1 装置及びセンサー

AlN圧電性薄膜の作製に用いた装置は、カソードにヘリカルスパッタカソードを用い、N₂ガスを活性化しAl蒸気と反応しやすくするための、ラジカル発生装置を別系統に配置したスパッタ装置⁵⁾ である。

薄膜作製に用いた基板は、市販のスライドガラス及び

パイレックスガラスを用いた。薄膜の結晶性を制御するために試作したセンサーを図1に示す。

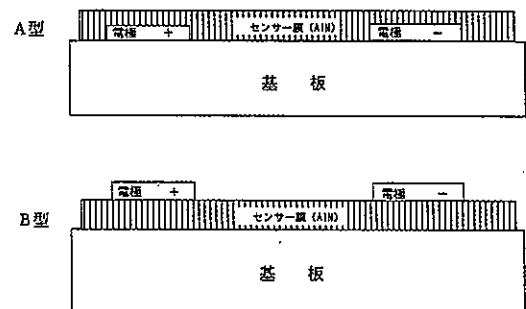


図1 成膜雰囲気の電圧を測定するために試作したセンサーの構造

このうちA型は、センサー用の基板にあらかじめ電極として銀ペーストを取り付け、実験中にたい積するAlNをそのまま圧電材として利用した。また、B型は、既報⁵⁾ で作製したAlN薄膜上に銀ペーストを取り付けて作製した。いずれも配線した後、磁性がいで絶縁して使用した。

2.2 試作したセンサーの性能評価

試作したセンサーは、電極間隔、電極の大きさ、使用する基板の種類等を変え、センサーとして作動するかどうか確認した。また、AlN圧電性薄膜を作製する雰囲気によって、発生する電圧を確認するため、スパッタガス (Ar)、反応ガス (N₂)、rfコイルパワー、ラジカル源rfコイルパワーを変化させて行った。その後実際に用いる成膜雰囲気で基板温度、カソードパワー、ラジカル源rfコイルパワー、Ar及びN₂の流速を変化させ発生する電圧の変化を調べた。また、電圧とAlN薄膜の結晶性の関係を検討し、最もC軸配向する成膜条件について検討した。

得られたAlN薄膜は、X線回折装置を用い配向性を測

* 材料開発部

** 電子部

定した。

3. 結果及び考察

AINをセンサーとして用いるためには、成膜条件の変化によって生じるエネルギーの変化を、応力としてとらえ電圧として出力しなければならない。つまり、センサーとして用いるAIN薄膜を、スパッタ粒子の量及びスパッタ粒子が持つエネルギー等を変化させた雰囲気さらに、発生する電圧を調べる必要がある。このため、rfコイルパワー及びラジカルソースのrfコイルパワーを変化させ、成膜に関与する粒子をAIN薄膜に衝突させ、電極間に発生する電圧を検出した。結果を図2、3に示す。

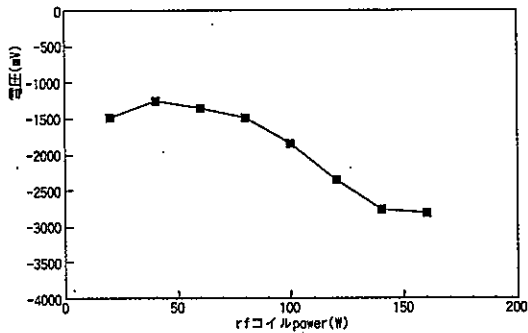


図2 rfコイルpowerを変えて放電したときセンサーから発生する電圧

センサー：B型
N₂ガス：12ml/min

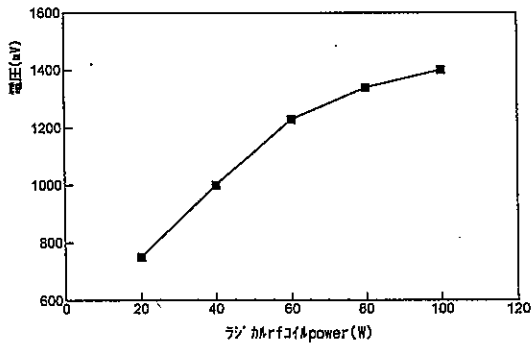


図3 ラジカルrfコイルpowerを変化させて放電したときセンサーから発生する電圧

センサー：B型
Arガス：11.2ml/min
N₂ガス：5.0ml/min

図2からrfコイルのパワーを変えた場合、発生する電圧は、パワーが大きくなるに従ってマイナスの電圧が増加した。また、ラジカルソースのrfコイルでは、逆にパワーの増加とともに電圧も増加した。さらに、Ar及びN₂の流速を変化させrfコイルで放電させ電圧を測定した結果、流速によって電圧に差が生じることが確認された。これらのことから、圧電材料を用いれば、成膜中の雰囲気がある程度把握できることが分かった。しかし、発生する電圧は、センサーの種類(図1)及び膜厚によって異なったが、変化のパターンはほぼ同様の傾向を示した。

次に、実際の薄膜作製と同じ操作を行いながら、カソードパワー、ラジカルソースのrfコイルパワー、基板加熱温度、Ar及びN₂の流速を変化させて電圧を測定した。

測定は、チャンバー内のガス濃度、センサーの設置位置、センサー膜の膜質、室温、チャンバー内の汚れ、異常放電、センサー膜上にたい積する新たなAIN、ノイズ等多くの要因が複雑に絡み合うことから、同一条件で正確に測定することは困難であるが、なるべく一定条件になるようにして実験した。計測は、10分間行いその平均値を求めた。

Ar及びN₂の流速と電圧の関係を図4、5に示す。

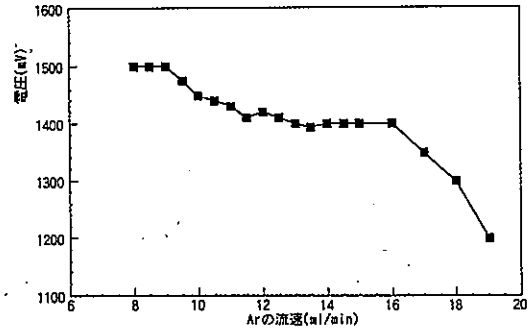


図4 Arの流速を変化させて放電したときセンサーから発生する電圧

センサー：A型
N₂ガス：4.2ml/min

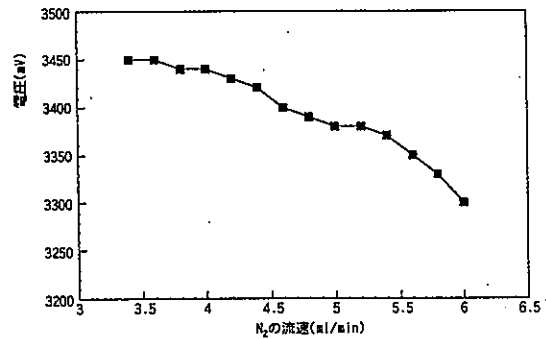


図5 N₂の流速を変化させて放電したときセンサーから発生する電圧

センサー：B型
Arガス：11.2ml/min

ガスの流速による電圧の変化は、いずれも流速が早くなると電圧が低下した。これは、ターゲットからはじきだされるAlとN₂ラジカルが反応しAINに変化するとともに、真空度が上昇するため気体粒子同士が頻りに衝突を繰り返し、エネルギーを消費するのではないかと考える。カソードパワー、ラジカルrfコイルパワー、基板加熱温度の変化については、発生電圧に大きな変化は見られなかった。

各成膜条件とAIN薄膜のC軸配向性及び発生電圧について検討した結果、N₂ガスの流速と発生電圧とは著しい関係があることが分かった。このため、N₂ガスの流速を微調整しながら成膜した。成膜中の電圧を図6に、センサーの位置とX線回折強度の測定点を図7に示す。図6から成膜開始から80分までは急激に電圧が上昇したが、その後穏やかになった。このことは、図7に示すように基板とセンサーの設置位置が近いこと、圧電材料がセンサーの表面にたい積し、膜厚に比例して電圧が変化

したためである。また、発生電圧が平行に近づくのは、電圧の発生源が一定の厚さまでであることを示している。

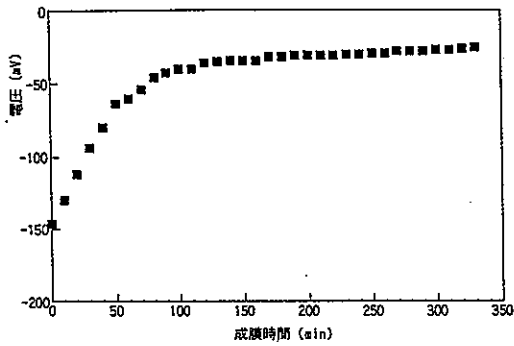


図6 センサーが受ける電圧が最大になるようにN₂ガスの流速を変えながら成膜したときに発生する電圧の推移
 センサー：A型
 基板材料：バイレックスガラス

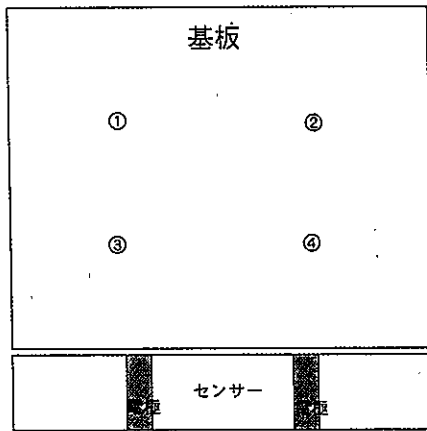


図7 X線回線折強度の測定点とセンサーの位置

得られたAlN薄膜のC軸配向を表すロッキングカーブを図8に示す。図8からロッキングカーブの半価幅は2.6度であり、ほぼ目的とするものが得られた。しかし、得られたAlN薄膜の結晶性は、面内でかなりばらつきがあり、センサーの取り付け位置の変更あるいは装置を改良するなどの対策が必要である。

N₂の平均流速と半価幅の関係を図9に示す。図9から平均流速が早くなるほど、半価幅が小さくなり結晶性がよくなった。スライドガラスとバイレックスガラスでは、後者がよく配向した。この原因は、AlNの熱膨張係数とバイレックスガラスの熱膨張係数が近く、AlN薄膜の結晶格子に歪みが少ないためである。

さらに、成膜条件によってはC軸だけではなく多結晶あるいはアモルファス薄膜も得られた。したがって、AlN薄膜の結晶性を多様(A軸、B軸方向、多結晶、アモルファス)に制御することも可能であると考えられる。

4. まとめ

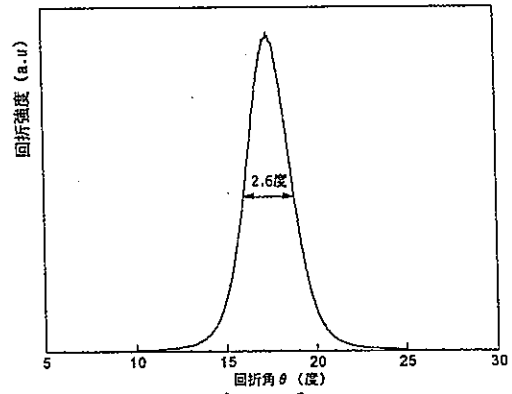


図8 ロッキングカーブ

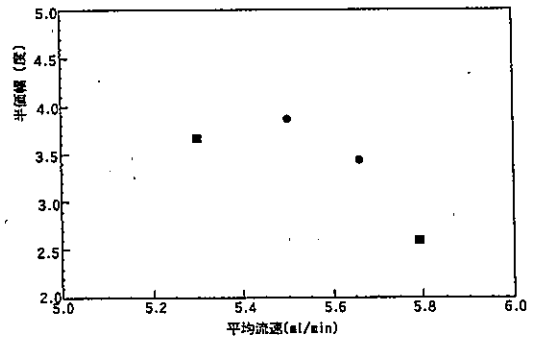


図9 N₂ガスの平均流速とロッキングの半価幅の関係

●：スライドガラス
 ■：バイレックスガラス

成膜中に発生する粒子のエネルギーを応力としてとらえ電圧として検出した結果、AlN薄膜の結晶構造をある程度C軸方向にそえることができた。さらに、C軸配向だけでなく多結晶、非晶質、A軸あるいはB軸方向へ配向させることも可能になるのではないかと考える。

今後の課題として、センサーの設置位置、センサーとして用いるAlN薄膜の膜質(配向性)及び膜厚、電極の材質、ノイズ対策、積層化、AlN以外の薄膜作製への応用などが考えられるが、成膜雰囲気や直接観察する手段として役立てば幸いである。

文 献

- 1) 秋山守人、中野一洋、菅浦一久、渡辺忠彦。“MoSi₂基板上に作製したAlN薄膜の多機能性”.日本セラミックス協会学術論文誌.Vol.103,p.974-976(1995).
- 2) 秋山守人、中野一洋、菅浦一久、渡辺忠彦。“多結晶 基板上に作製したAlN薄膜の結晶配向性と圧電性”.日本セラミックス協会学術論文誌.Vol.103,p.1093-1096(1995).
- 3) 藤原謙司、国京利一。“メカニカルセンター膜”表面技術.Vol.46,p.624-627(1995).
- 4) 淡野正信。“応力検知機能を持つ構造用セラミックス”.セラミック.Vol.132,p.997-999(1997).
- 5) 本田悠紀雄,末永知子,永田正典,上田直行,“反応性スパッタリング法によるAlN薄膜の作製”.熊本県工業技術センター研究報告.Vol.35,p.59-63(1997).

交流電解法によるアルミニウム基材への酸化チタン固定化と環境浄化触媒材料としての応用 —セラミックスの粉体加工による高機能化研究 (第2報) —

永田正典*

Deposit of Titanium Oxide on Aluminium Low Materialus by AC Electolytic Process

and The Application Environmental Purification Catalyst

—Studies on High Function Technigue by The Ceramic Powder Processing (2nd Report)—

Masanori NAGATA*

アルミニウム資材の用途拡大を行うことを目的に、光触媒作用を有する酸化チタンをアルミニウム表面に固定化させた環境浄化用触媒材料の開発を目指した。酸化チタン微粒子の固定化法として、あらかじめアルミニウム表面を陽極酸化しアルマイト層を形成した後、交流電解法によってアルマイト層中に酸化チタンを析出・固定化させることを検討した。

まず、硫酸アルマイト処理について調べた結果、15%硫酸液を電解液とし、電流密度 $1A/dm^2$ 、対極として鉛板を使用し、液温 $20(\pm 1)^\circ C$ で空気攪拌を行いながら30分程度定電流電解を行えば、多孔質型酸化皮膜(セルの大きさ $200\sim 300nm$ 、皮膜の厚さ $8\sim 9\mu m$)が得られた。次いで、シュウ酸チタンルアンモニウム(0.05M)、シュウ酸(0.0025M)の混合液を用いて交流電解を行ったところ、印加電圧が大きくなり、電解時間が長くなるとともにアルマイト層に析出するチタンの量が増加し、酸化チタンとして固定化されることが分かった。しかし、20Vもしくは30分以上になるとアルマイト層の溶解が多くなり、固定化された酸化チタンの脱離が多くなった。なお、交流電解後光触媒性能を評価したが、アセトアルデヒドの分解活性は認められなかった。

1. はじめに

アルミニウムは軽くて加工しやすく安価なことから、電気機器、輸送用機器、建築用資材として多く用いられている。本県においても、住宅用サッシ、めっき企業等ではアルミニウム素材を用いた表面処理・製品加工を行って建築用として出荷したり、半導体製造装置企業等で使用する組立用資材として供給している。

なお、アルミニウムには装飾性、耐食性、耐摩耗性などを付与させることを目的とした表面処理が行われているが、アルミ関連業界においては、今後更にアルミニウムに新たな機能を見い出して、アルミ製品の高付加価値化及びアルミニウム素材を用いた新規分野への展開が求められている¹⁾。

そこで、本研究では、アルミニウム表面に光触媒作用のある酸化チタン微粒子を固定化させ、酸化チタンの強力な酸化力を利用した環境汚染物質浄化素材としての新たな用途開発を目指した。なお、酸化チタンの光触媒性能を充分発揮させるためには、酸化チタンの中でアナターゼ型結晶微粒子を基材表面に固定化させる方法が課題となっている²⁾。現在のところ、アナターゼ型酸化チタン微粒子を高分散させた溶液やチタンのアルコキシド液を、塗布法やゾルゲル法によって、ガラス、タイルなどの基材表面にコーティングした後、焼成して固定化させ

る方法が主流となっている。また、亀山³⁾等はアルミニウムの用途開発を行うため、アルミニウム基材の陽極酸化皮膜を触媒担体としてとらえ、これに白金微粒子を高分散担持した環境浄化触媒の作製法を提案している。しかし、これらの作製方法は、いわゆるセラミックス材料プロセスであり、現行のアルミ関連業界が取り組むには焼成炉など設備投資が必要となる。そこで筆者は、アルミニウム陽極酸化皮膜を触媒担体としてとらえ、アルマイトの電解着色に用いられている交流電解法を応用し、酸化チタン微粒子をアルマイト層に析出・固定化させることにした。交流電解によって酸化チタンがアルミ基材に固定化できるなら、焼成プロセスが必要でなくコストダウン、省エネルギーが図られるとともに、これ等関連業界にとって現行の設備を利用することが可能であるため酸化チタン微粒子の固定化プロセスとして導入が期待できる。今回は酸化チタンを固定化するためのアルマイト処理と交流電解条件を中心に検討したので報告する。

2. 実験方法

アルミ基材として高純度アルミ(99.85%)板(ハルセル試験用陰極板)を使用した。まず、ハルセル板のフィルムラップ処理を行っていない片面($10\times 7cm$)上部に絶縁テープでシールし、電解面積を $50cm^2$ とした。これを水酸化ナトリウム液(50g/L)に30秒浸せきしてアルカリ脱脂と表面エッチングを行った後、超音波水洗し風乾した次に、通常硫酸アルマイトとして用いられる15%硫酸液

*材料開発部

を電解液とし対極に鉛板を用い、空気かくはんを行い液温を $20(\pm 1)^{\circ}\text{C}$ に保ちながら、所定時間前処理した純アルミ板の陽極酸化(電流密度 $1\text{A}/\text{dm}^2$ 、液負荷 $6.25\text{m}^3/\text{m}^2$)を行いアルマイト層を形成させた。また、アルマイト層の厚みは電磁・渦電流膜厚測定器(サンコウ電子研究所製SME-2型)で試料表面の9箇所を測定し、その平均値をとった。

このようにして作製したアルマイト層に酸化チタンを固定化するため、 0.05M シュウ酸チタニルアンモニウム $((\text{NH}_4)_2\text{TiO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2)$ と 0.0025M のシュウ酸 $(\text{H}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_2)$ 混合液を電解液とし、交流電解を行った。この場合、対極としてグラフアイト板を用い極間距離を 3cm と一定にし、空気かくはんを行うとともに、液温を $20(\pm 1)^{\circ}\text{C}$ に保持した。

固定化した酸化チタンの含有量は、蛍光X線分析(理学電機(株)KF3064型)を行い $\text{TiK } \alpha$ 線の強度として表した。すなわち、蛍光X線出力: $30\text{KV}/30\text{mA}$ 、分光結晶: LiF 、 2θ : 86.2° (ラウ855)における $\text{TiK } \alpha$ 線強度(cps)を10秒間計測した後その差を求め、チタン含有量に対比させた。またチタン、酸素原子等の化学結合状態及び表面微構造はそれぞれ、XPS、FE-SEMにより分析した。

一方、作製した酸化チタン固定アルマイト試料の光触媒性能は、アセトアルデヒドの光分解量から評価した。評価装置及び分析法は松本⁴⁾等の方法をそのまま適用した。

3. 実験結果と考察

3.1 アルミニウム表面の陽極酸化

前処理した高純度アルミニウム板に定電流電解($1\text{A}/\text{dm}^2$)を行い、電解時間と酸化皮膜の厚みとの関係を求めた結果を図1に示す。電解時間とともにアルミニウム表面の酸化が進んでいることが分かる。なお、電解液に硫酸を使用するとアルミニウム表面には多孔質型酸化皮膜が形

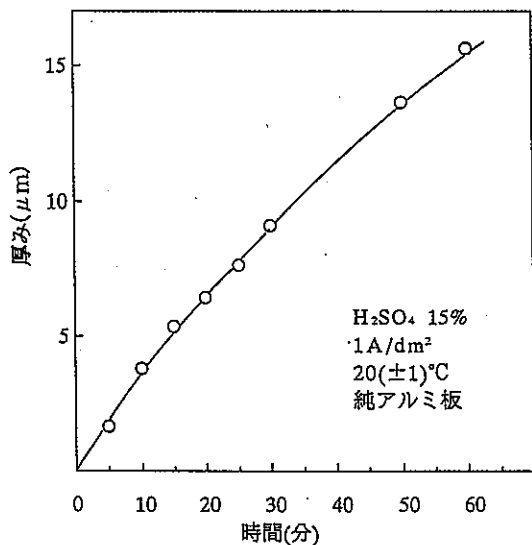


図1 陽極酸化時間とアルマイト層厚みの関係

成される。その際、アルマイト表面単位面積あたりの微細孔数は電解条件(温度、電流密度、硫酸濃度)によって変化すると言われており⁵⁾、図1の電解条件で生成する微細孔はおおよそ $760\sim 500$ 億個/ mm^2 とみなされ、表面には非常に多くの微細孔が形成されていると考えられる。

次に、定電流電解を行った際の電圧変化を図2に示す。電圧の経時変化は小さく、 $14.5\sim 15.2\text{V}$ とほぼ一定となることが分かった。硫酸濃度が 15% の場合、(1)式に示すようなイオン解離が生じ、 HSO_4^- イオンが酸化アルミニウム皮膜の中で、特にアルミニウム金属の上に形成されるバリアー層中に浸入・溶解することによって孔壁が生成し、さらに陽極酸化によるバリアー層生成と HSO_4^- イオンの浸入・溶解のくり返して孔壁が成長し、バリアー層上の多孔質型酸化皮膜が形成されていくと言われている⁵⁾。

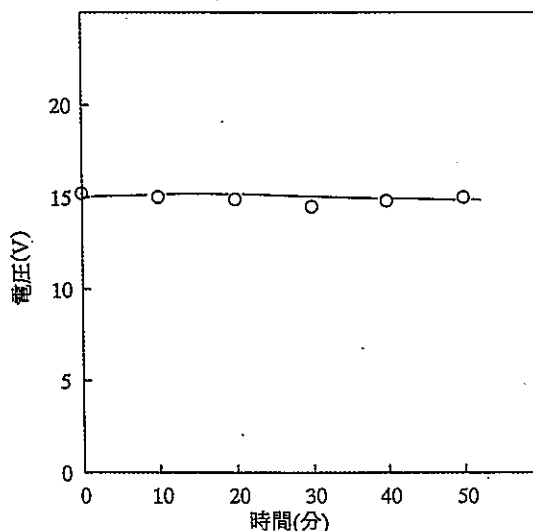
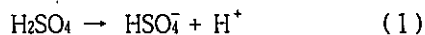


図2 陽極化にともなう電圧の経時変化
電解条件は1と同様

しかし、硫酸濃度が 1% 程度と希薄な場合は、 SO_4^{2-} イオンとなり、 HSO_4^- イオンがほとんど存在しないため多孔質とはならないと言われている⁵⁾。また、バリアー層の厚さは 15% 硫酸濃度の場合、印加電圧によって異なり、単位V当たり 100Å の厚みになるとみなしてよく、一方、孔壁の厚みはバリアー層の約2倍になると言われている⁵⁾。なので、本実験における酸化皮膜のバリアー層及び孔壁の厚さは、図2から電圧を約 15V とするなら、それぞれ 150Å (10×15)、 300Å (15×20)程度であると考えられる。一方、孔径はアルマイト形成に関するケラーモデル等を参考にすると、 $200\sim 300\text{Å}$ と想定される。その場合、酸化チタンの固定層としてアルマイト層をみなすと、酸化チタン微粒子が均一分散固定され、その後の光触媒作用を発揮させるためには、アルマイト層の厚みは $8\sim 9\mu\text{m}$ が必要と思われる。その際、図1から電解時間は 30分 が適当であり、以降酸化チタンを固定化する際のアルマイト

処理時間は30分とした。

3.2 交流電解による酸化チタンの固定

アルマイト処理した試料について交流電解を行い、酸化チタンの固定化条件を検討するため、電圧と析出チタン量との関係及び電解時間と析出チタン量との関係を調べた。その結果を図3、4に示す。

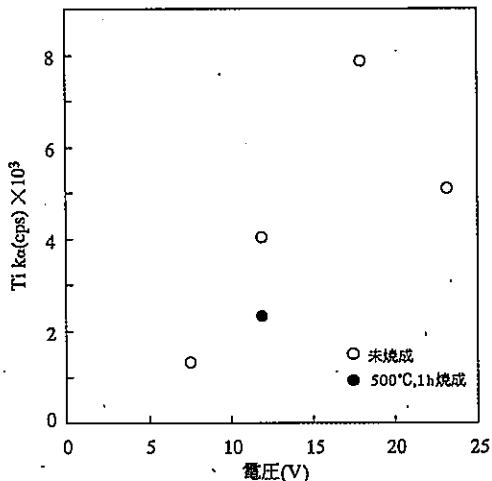


図3 電解電圧と析出チタン量との関係

電解液：0.05M(NH₄)₂TiO(C₂O₄)₂-0.0025M H₂C₂O₄
 電解時間：30分、液温：20(±1)°C、対極：グラファイト板
 空気かくはん、液流速：5m³/m²

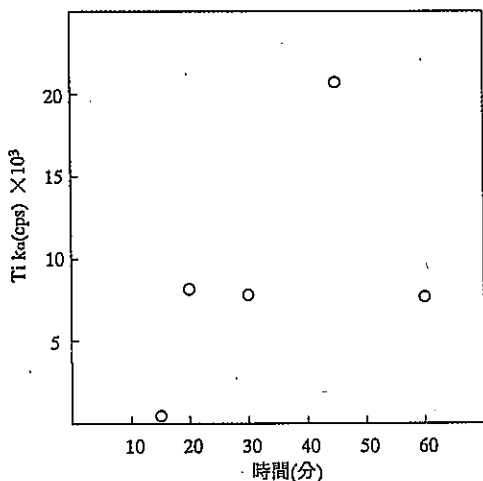


図4 電解時間と析出チタン量との関係

電圧：17.92V

また、表面析出したチタンの化学結合状態をXPS法で調べた結果について図5に示す。図3から電圧が増加するに従ってチタンの蛍光x線強度が大きくなっており、チタンの析出量が増加することを示している。しかし、20V以上になると析出量は減少していることが分かる。このことは、電解時間と析出チタン量との関係の結果ともよく一致している。図4に示すとおり電解時間が50分まではチタンは多く検出されるが、逆に60分では減少する傾向を示す。さらに、図5のTi2p、O1s準位の光電子結合エネルギープロファイルから、Ti2p_{3/2}のピーク分離は認められず、かつピーク位置が高結合エネルギー側にシフトしているため、チタン原子は2, 4価の混合原子価

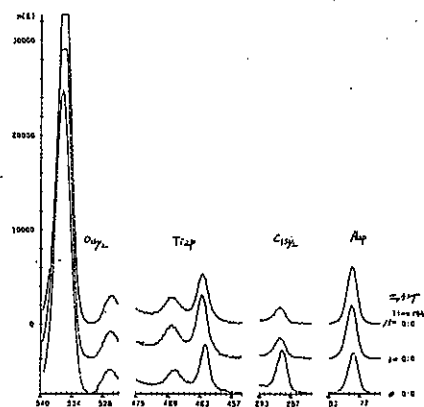
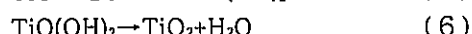
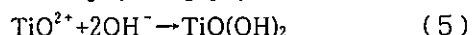
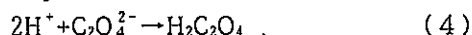
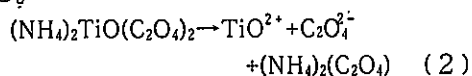


図5 交流電解後アルミニウム表面のXPS分析結果

状態としてでなく、Ti⁴⁺イオンの状態であり、また、O1s_{1/2}準位のピーク強度が非常に大きいことから、TiO₂として存在していると考えられる。これらの結果は、「浅田法」と言われているアルマイトの交流電解着色法⁵⁾を酸化チタンの析出として原理的に応用していると言える。すなわち、交流電解着色法はアルマイトの孔中への金属・染料等着色材の析出であり、電気めつきと同じ原理であると考えられるなら、本実験で用いる電解液では、アノード電解するとシュウ酸チタンルアンモニウムと水のアノード分解反応が⁶⁾おこり、またカソード電解した場合は、金属イオンのカソード還元反応となつて、金属水酸化物の形成等が⁷⁾起こることが予想される。特にチタンはTiO²⁺イオンとして存在していると考えられるので、TiO(OH)₂が生成しさらに脱水されTiO₂として析出すると考えられる。反応式は(2)~(6)式に示すとおりと考えている。



次に、酸化チタンの析出にともなうアルマイト表面の微構造変化をSEM観察したので、図6に示す。

図6(A)に示すとおり、アルマイト処理表面はケラー・モデルといわれている大きさ200~300nmの「六角柱」セルの集合体となつている様子が分かる。なお、前述したセル中の微細孔(100~200Å)は見出すことができなかった。次にこれを交流電解して酸化チタンを固定化した表面は図6(B)のとおり、100nm前後の微粒子が表面に析出され、また500nm程度に大きくなったセルが現れている。なお、この微粒子は酸化チタンと考えられる。一方、一部セルが大きくなったことについて、印加電圧が17.92V(但しスライダックスの設定電圧は15V)と通常の電気めつきに比べ大きく、高電圧のためセル孔壁が破壊され、セルが連結し大きくなったと推定される。なお、セルの破壊が大きくなると図6(C)に示すとおり、直径数100μmに及ぶア



アルマイト処理表面

交流電解後の微細構造

交流電解後の表面

図6 アルマイト処理面と交流電解酸化チタン析出表面の微構造

ルマイトの破壊につながると考えられ、前述したとおり、電解電圧(図3)が高く、また、電解時間(図4)が長くなると析出チタンが減少したのは、アルマイト層が破壊され酸化チタンが脱離したためと考えられる。

次に、図3よりチタンの析出量が最も多かった17.92Vで30分間電解した試料と12.5Vで30分電解後、更に500°Cで1時間焼成(図3中、●印)した試料について光触媒性能を評価するため、アセトアルデヒドガスの光分解活性を調べた。その結果を図7に示す。

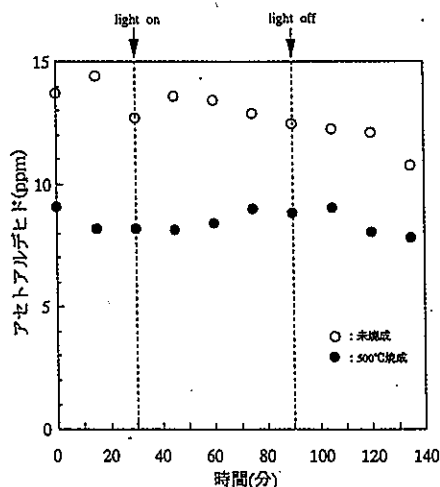


図7 光触媒性能評価

図7より明らかなおおりの未焼成物の場合、light on以降アセトアルデヒド濃度は若干減少しているが、光分解活性はほとんど認められず、また、焼成しても光分解活性は発現しなかった。このことについて、交流電解後の微細構造(図6B)から分かるとおり、酸化チタン微粒子がアルマイト表面に付着した状態となっており、電解着色法で言われているアルマイト孔中への金属析出にみられるような孔中への酸化チタン析出量が少ないこと、及び孔中と表面に析出した酸化チタンの結晶状態が光触媒活性を示すアナターゼ型になっていないことが考えられる。なお、現在のところ、結晶形については分析できていない。また、焼成すると全く光触媒作用を示さないのは焼成によって多孔質層が封孔され、孔中の酸化チタン(図3の●印に示すとおり、未焼成試料に比べてTiK α 線の強度は半減しており、酸化チタンが孔中に閉じこめられたこ

とを示している)とアセトアルデヒドガスの接触がなくなつたためと考えられる。光触媒活性を発揮させるため、今後多孔質層の孔中へのアナターゼ型酸化チタンの析出について検討する必要がある。

4. まとめ

酸化チタンをアルミニウム板表面に固定化し光触媒性能を有するアルミニウム資材を開発することを目的として、アルミニウムの陽極酸化と交流電解法によるアルマイト層への酸化チタンの固定化とアセトアルデヒド分解性能を調べた。その結果を要約すると以下のとおりである。

- 1) 15%硫酸を電解液に用い、電流密度1A/dm²、液温20°Cで純アルミニウム板を30分程度定電流電解(陽極酸化)すると、多孔質型酸化皮膜(セルの大きさ200~300nm、酸化皮膜の厚み8~9 μ m)が得られた。
- 2) シュウ酸チタニルアンモニウムとシュウ酸の混合溶液を使用してアルマイト処理板の交流電解を行った結果、印加電圧と電解時間とともにアルマイト層中に析出するチタン量が增大するが、20V、60分以上では逆に減少した。なお、チタンはXPS分析から酸化チタンとして存在することが分かったが、アセトアルデヒドの分解活性はほとんど認められなかった。今後、アナターゼ型酸化チタンの多孔質孔内への固定化について研究する必要がある。

最後に、本研究を実施するにあたり御指導いただいた熊本大学工学部物質生命科学科 松本泰道教授と光触媒性能を評価していただいた同教授室 石川善恵さん及び実用面からの助言をいただいた熊本防錆工業(株) 八代伸光氏に感謝します。

文献

- 1) 菊池哲."アルマイト業界の現状と技術課題".平成10年度「中小企業産官学技術交流会資料-アルマイト-」. 中小企業事業団,p10-13(1998)
- 2) 竹内浩士,村澤貞夫,指宿たかし."光触媒の世界"工業調査会,p44-52(1998).
- 3) 亀山秀雄,村田究,寺井聡,豊島勇作."アルミニウム陽極

酸化皮膜による連続触媒体の開発"表面技術.

Vol46, No.5, p37-40(1995)

4)松本泰道,中西千夕起,石川善恵,鯉沼陸央,八代伸光."電解法によりアルマイト上に固定したTiO₂の光触媒活性"表面技術.Vol48, No.12, p85-86(1997)

5)佐藤俊彦,神長京子."新アルマイト理論".カロス出版, p15-148(1997)

—超臨界流体によるフェノール樹脂系FRPの分解— プラスチック再生利用技術の確立

永岡昭二*・永田正典*・菅田孟**・佐古猛**・大竹勝人**

- Decomposition of Phenolic Resin as a Matrix of FRP Using Fluid at High Pressure and High Temperature -

Chemical Recycling of Waste Plastics

Shoji NAGAOKA*, Masanori NAGATA*, Tsutomu SUGETA**, Takeshi SAKO**, and Katsuto OTAKE**

本研究では、超臨界水によりガラス繊維強化プラスチック(GFRP)を分解し、プラスチックの分解分の回収と強化繊維を単離、さらに炭素繊維強化プラスチック(CFRP)の分解と繊維の回収も可能であることを確認した。その中で、熱硬化性樹脂系FRP含有マトリックスの分解を検討したところ、ノボラックやレゾール樹脂のようなフェノール樹脂系ポリマーを分解することができなかつた。これはフェノール樹脂中のジフェニルメタン、ジベンジルエーテル部位のベンゼン環同士の共鳴によりメチレン基およびエーテル結合が安定化されることに起因している。一般に使用されている方法である、過酸化剤を用いた酸化反応を併用したが、分解率は140%であり、完全に分解させることはできなかつた。一方、有機溶媒とアルカリを用いた分解を検討した結果、エタノール-アルカリ混合溶媒を用い、380℃、充てん率50%の条件下で、フェノール樹脂含有FRPを93.3%まで分解し、繊維を回収することに成功した。

1. はじめに

繊維強化プラスチック(FRP)の国内生産量が既に70万トンに達し、廃棄・リサイクル処理の問題が浮上している。これはFRPが優れた物理的安定性を有するために、物理的処理が極めて困難であることに起因している。したがって効率的な処理法、実用的な装置が開発されることが望まれる。

超臨界状態を含む高温高压水は特異な溶媒特性を示すことから、難分解有機物の分解反応場として注目され、多くの研究が行われている。プラスチック類の分解においても加水分解の促進や反応の制御・熱分解におけるコールタール・チャー化的抑制等が期待されている。本研究では、超臨界水の優れた特性に着目し、1995年よりFRPから、油分と繊維を効率的に回収するシステムを構築することに取り組んできた¹⁾。

既報¹⁾においてガラス繊維強化プラスチック(GFRP)を分解し、プラスチックの分解分の回収と強化繊維を単離¹⁾、さらにはリサイクルした場合の強化繊維の付加価値を考えた炭素繊維強化プラスチック(CFRP)の分解と繊維の回収も可能であることを確認している²⁾。

その中で、種々の含有マトリックスの分解を検討したところ、熱硬化性樹脂であるノボラックやレゾール樹脂のようなフェノール樹脂系ポリマーを分解することができなかつた³⁾。これはフェノール樹脂中のジフェニルメタン、ジベンジルエーテル部位のベンゼン環同士の共鳴によりメチレン基およびエーテル結合が安定化されるこ

とに起因している⁴⁾。またこれらの知見はごく最近、化学工学会において、住友ベークライトと東北大学との共同研究からも得られており、通説では、フェノール樹脂は、不溶不融とされている⁵⁾。そこで、本研究では、超臨界流体を用いて、フェノール樹脂含有FRPを完全分解することを詳細に検討した。

2. 実験方法

反応は、既報¹⁾のとおりバルブ付反応管(ステンレス、SUS316製;内容積;65ml)を用いて行った。分解物の分離抽出手順も既報¹⁾のとおり行った。

3. 結果及び考察

3.1 超臨界水を用いたCFRPの分解

表1に示すように、超臨界水を用いて、種々の樹脂をマトリックスとしたCFRPの分解を行った結果、ポリエステル系CFRPの分解を容易に完了することができたが、フェノール樹脂系ポリマーであるノボラック、レゾール、エポキシ樹脂含有CFRPの分解を達成することができなかつた。

これはフェノール樹脂中のジフェニルメタン、ジベンジ

表1 CFRPの分解後の残渣の回収率

マトリックス	残渣回収率(%)	分解率(%)
不飽和ポリエステル	42	96.7
ジアリルフタレート	40	100
ノボラック	97	5.0
レゾール	97	5.0
エポキシ樹脂	70	50.0

分解条件: 380℃, 水充填率: 0.5, 時間: 30 min

* 熊本県工業技術センター

** 工業技術院物質工学工業技術研究所

ルエーテル部位のベンゼン環同士の共鳴によりメチレン基およびエーテル結合が安定化されることに起因している⁴⁾。

3.2 酸化分解を併用したCFRPの分解

日立プラントの研究チームや熊本大学の後藤らは、超臨界水分解と汚泥の分解で過酸化水素を添加して酸化分解を併用し、完全分解に成功している⁶⁾。そこで、本研究においても、酸化分解を併用するため、35vol%過酸化水素水を添加し、30min反応を試みた。過酸化水素を高濃度添加しているため、大量のガスが発生したが、IRスペクトルよりエーテル結合は消失していないのが確認された。分解率も19.5%であり、効果は小さかった。

さらに酸化分解の併用として、オゾンガスを封入して、反応を行ったが、30minで分解率14.0%、24時間反応でも、分解率29.8%であった。

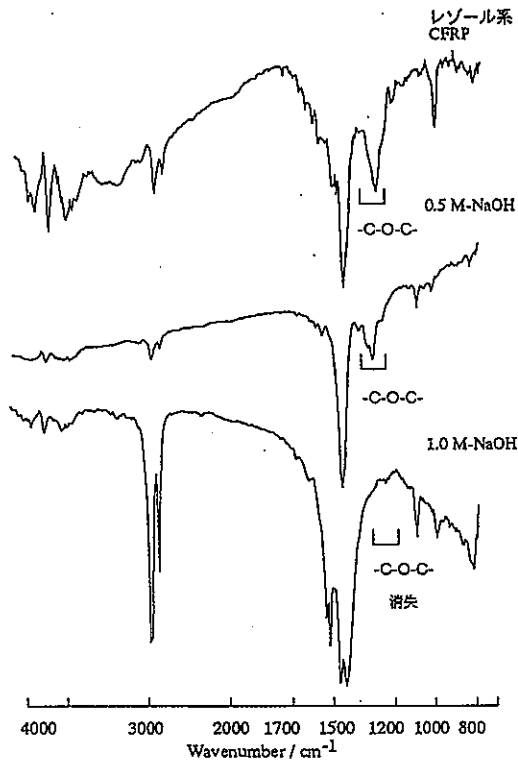


図1 FT-IRスペクトルにおけるレゾール系CFRPの超臨界水分解の経時変化

そこで、加水分解を併用するため、水酸化ナトリウムNaOHを添加し、反応を行った。図1に示すように、FT-IRスペクトルより、0.5M-NaOH濃度での分解において、フェノール樹脂のエーテル結合の開裂が確認されたため、アルカリ添加による分解を詳細に検討した。

3.3 アルカリ水溶液を用いたCFRPの分解

図2に分解率のアルカリ濃度の依存性を示した。380℃、濃度が1.0Mで分解率が44.5%と飛躍的に大きくなり、濃度が2.0Mになると、64.5%に到達した。380℃、10min反応においても、濃度2.0Mで52.5%まで、上昇した。しかしながら、反応時間を60minとして試みたが、分解率66.8%

と向上しなかった。NaOHの濃度を3.0Mと高くして、反応を行い、ようやく分解率76.3%まで上昇させることができた。

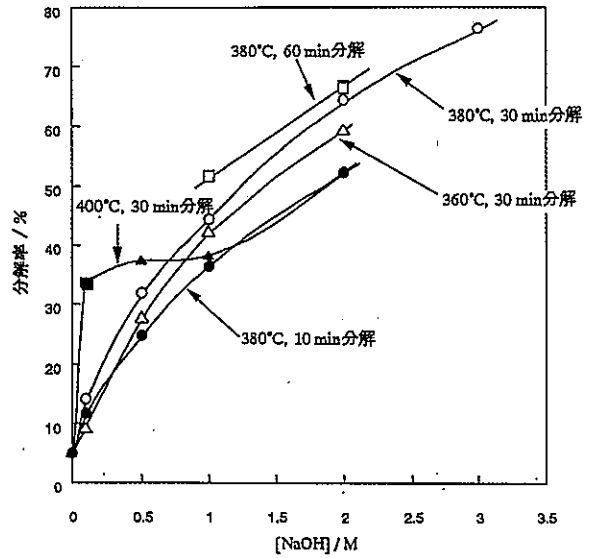


図2 分解率のアルカリ濃度依存性

○ : 380℃, 30min分解 ● : 380℃, 10min分解
 △ : 360℃, 30min分解 ▲ : 400℃, 30min分解
 □ : 380℃, 60min分解 ■ : 450℃, 30min分解
 溶媒充填率 0.5

つぎに、熱分解効果をあげるため、400℃で反応を試みた。低濃度0.1M付近では、33.3%と臨界点近傍の360℃,380℃よりも高い分解率を示した。これは熱分解効果が大きいことを示している。

しかしながら、400℃の超臨界状態になると、無機物の流体への溶解性が、低下し、加水分解反応の効率が低下するため、2.0Mの濃度では、52.6%と臨界点近傍よりも低下した。また無機物の溶解性を考慮した360℃でも、59.6%と向上しなかった。また水酸化カリウムKOHを用いた系でも、反応を行ったが、2.0Mの濃度で分解率55.2%、その濃度で4h反応させても74.3%と向上しなかつ

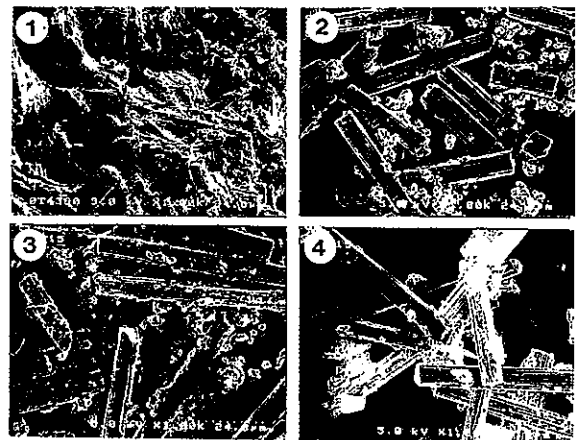


図3 水酸化ナトリウム水溶液を用いた超臨界分解生成物の走査型電子顕微鏡写真

①: 380℃, 超臨界水, ②: 380℃, 超臨界2M-NaOH水溶液
 ③: 360℃, 超臨界2M-NaOH水溶液, ④: 400℃, 超臨界2M-NaOH水溶液

た。さらに図3に380℃超臨界水処理、360℃,380℃,400℃,2.0M-NaOH処理した分解生成物の電子顕微鏡写真を示した。超臨界水では全く分解していないことがわかる。またNaOHを分解生成物において、繊維とプラスチックは分離しているものの、フェノール樹脂が繊維の表面に付着しており、純粋な炭素繊維は得られていない。

3.4. 有機溶媒を用いたCFRPの分解

所定比のメタノール-水混合系2.0M-NaOH溶液の超臨界状態における分解を試みた。

表2に示すように、メタノール100vol%では分解率

表2 MeOH-NaOH混合溶処理の分解率

MeOH割合 (%)	100	70	50	30	0
水割合 (%)	0	30	50	70	100
分解率 (%)	30.2	66.3	64.7	23.5	64.5

アルカリ: NaOH

表3 EtOH-アルカリ混合溶処理の分解率

EtOH割合 (%)	50	70	70
水割合 (%)	50	30	30
分解率 (%)	64.7*	80.0	93.3**

*アルカリ: NaOH **アルカリ: KOH

30.2%であるが、メタノールを70vol%加えた条件下では、

66.3%まで、分解率は上昇した。液体クロマトグラフィーより、アニソールが多く発生していることが確認された。同様にメタノールを50vol%加えても、同様な結果が得られた。しかしながら、水を70vol%加えると分解率が23.5%と極端に下降した。一方、水100vol%では分解率64.5%であった。

これらの結果から、分解反応に、フェノール樹脂の疎水性が関与していると考えられる。そこで反応の環境を疎水性にするため、メタノールよりも疎水性が高いエタノールを加えた反応を行った。

表3に示すように、50%加えると、分解率はメタノールの場合と同様に64.7%と上昇した。さらに70vol%加えると、分解率は80.0%と飛躍的に上昇した。一方、反応時間による効果をねらって、60min反応を試みたが、逆に71.0%に減少した。これは繊維への分解物の再結合によると考えられる。

さらに有機溶媒中へのアルカリの溶解性を上昇させるために、アルカリとしてKOHを用いた。エタノールを70vol%添加したところ、分解率93.3%と、ほぼ分解が完了していることが確認された。図4にそれらの電子顕微鏡写真を示した。また反応時間を60minと増大させると、FT-IR,電子顕微鏡写真から、メタノールの場合と同様に再結合の傾向がみられた。

エタノール-水(70:30)2.0M-KOH水溶液の分解生成物において、表面へのプラスチックの付着が、確認されず、精製された繊維が得られていることが確認できた。

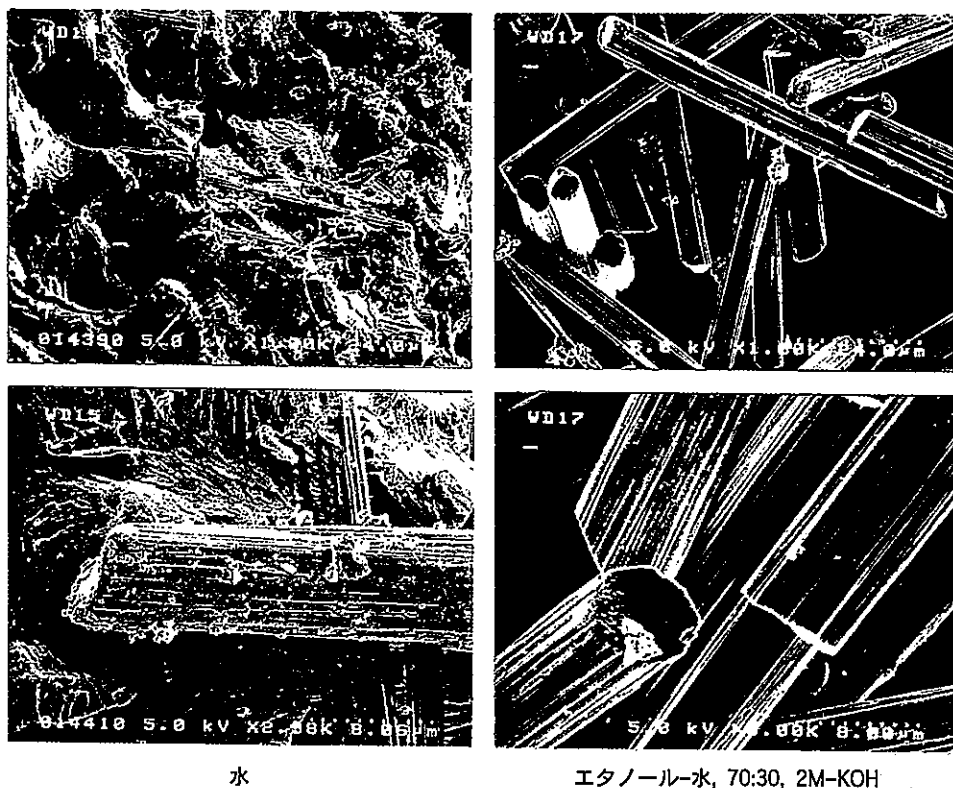


図4 分解生成物の電子顕微鏡写真
反応温度: 380℃, 溶媒充填率: 0.5, 反応時間: 30min.

4. まとめ

プラスチックの分解において、通説では分解しないとされているフェノール樹脂の分解を検討してきた。その結果、今回の検討により条件さえ選択すれば、分解可能なことが確認された。

5. 謝辞

FRPの成形に対して、種々の分解試料を提供していただいた(株)九州イノアック濱岡重則氏に深く感謝します。

文献

- 1) 菅田孟,永岡昭二. "超臨界水によるFRP廃棄物の分解技術". 日本合成樹脂, Vol.44, p.61-63(1998).
- 2) 永岡昭二,永田正典,菅田孟,佐古猛,中根堯,佐藤眞士,永井崇之. "繊維強化プラスチックの高温高圧水による分解". 高分子学会予稿集, Vol.45, No.12, p.3679-3680(1996).
- 3) Shoji Nagaoka, Masanori Nagata, Tsutomu Sugeta, Takeshi Sako, Katsuto Otake, Takayuki Nagai, Masahito Sato. "Extraction of Fiber Reinforced from CFRP and GFRP Using Water at High Temperature and Pressure". Proc. of 97 Kyushu-Seibu/Pusan-Kyeongnam Joint Symposium on High Polymers(8th) and Fiber(6th), Kumamoto, p.101-102(1997).
- 4) 新井邦夫. "バイオマスの廃棄物の資源化". エネルギー・資源, Vol.16, p.175-180(1995).
- 5) 後藤純也,大鳥利行,阿尻雅文,新井邦夫. "超臨界水での熱硬化性樹脂の分解". 化学工学会 第30回秋季大会予稿集, Vol.30, p.252-(1996).
- 6) Motonobu Goto, Takatsugu Nada, Akane Ogata, Akio Kodama, Tsutomu Hirose. "Supercritical Water Oxidation by Hydrogen Peroxide for Destruction of Alcohol Distillery Waste Water and Municipal Sludge". 4th Int. Symp. on Supercritical Fluids, p.91-94(1997).

めつき総合排水等の新規ゼロディスチャージシステムの開発

納崎克也*・永田正典*・瀬口雄大**・本藤拓磨**・豊田 稔**・柳下 宏***・中根 堯****

Development of New Zero Discharge System for Plating Rinse Water using NF Membranes

Katsuya NOUZAKI*, Masanori NAGATA*, Yudai SEGUCHI**, Takuma MOTOFUJI**, Minoru TOYOTA**,

Hiroshi YANAGISHITA*** and Takashi NAKANE****

本研究では、半導体集積回路のめつき工程から排出される総合排水を再利用するため、従来の凝集沈殿処理方式に代わる回転型膜分離装置を用いた新規凝集ろ過技術と、ナノフィルトレーション膜を用いた排水処理技術よりなる高回収型排水再生技術について検討し、その基本要素技術を確立した。さらに、この処理プロセスから排出される産業廃棄物の減量化を図るため、超臨界水中で処理する技術を確認し、めつき洗浄工程における新しい「ゼロディスチャージシステム」を構築するための基盤技術を確立した。

凝集ろ過試験では、排水中の懸濁濃度20,000~30,000 ppmに対して透過水は5 ppm以下に浄化され、排水原水と比較した見かけの阻止率からは99.9%以上の値が得られた。また、この性能を維持した状態で360時間連続で排水を処理することができた。ベンチプラント規模によるナノフィルトレーション法を用いた排水の回収試験では、そのプラント操作法により発生する排水に対して80%の回収率を達成することができた。さらに、本工程から廃液として発生する膜洗浄に使用したEDTA-4Na(エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム)水溶液を減量化する技術として、酸析出法により沈殿させて取り出したEDTAを超臨界水中で処理したところ、反応時間2分で分解できることを確認した。

1. はじめに

半導体集積回路の製造業界においては、リードフレームのめつきなどその部品を表面処理するために、洗浄の目的で多量の水を使用している。その使用量は1事業所あたり毎時数トン~数十トンにも達するが、凝集沈殿処理後は再利用されずに下水・河川等に放流されている。また、現在の排水処理は多くの場合、凝集沈殿処理方式で行っているため大がかりな設備を要するとともに、凝集物の沈殿に時間がかかるなど、その処理能力に制約を受けている。したがって、今後、県内の中小企業が生産量を大幅に増やしてその生産性を高めるには、現在使用している水の再利用率を高め、その取水量・排水量等を減少させることが必要不可欠となってくる。

本研究は、工場排水を先端加工プロセスで再利用できるまで清浄化、その再利用率を従来技術より高くするための新しい水処理システムの開発を目的とする。回収率を高める方法として、凝集沈殿処理方式に代わる回転型膜分離装置を用いた新規凝集ろ過技術¹⁾、ナノフィルトレーション膜による高度水回収型排水再生技術の研究開発を行う²⁾。さらに、この処理プロセスから排出される産業廃棄物の減量化を図るため、超臨界水中で処理する技術を確認する³⁾。これらの各要素技術の基礎を確立することにより、めつき排水処理工程における新しい「ゼロディスチャージシステム」の構築を目指す。

2. 実験方法

2.1 新規凝集ろ過技術

実験には、日立プラント建設(株)製の回転型膜分離装置のテスト機を使用し、分離膜には、日東電工(株)製のポリスルホン系限外ろ過膜(有効膜面積0.4m²)で分画分子量が75万のものを用いた。運転条件は、膜回転速度は270rpm、原水供給量は7L/minとした。試験液は、沈殿槽の上澄み排水及び沈殿物を多量に含有した高懸濁排水の2種類を用いた。透過流量は0.30L/minに固定する圧力変動方式とし、運転間隔はろ過運転27分、セルフクリーニング3分を交互に繰り返すよう設定した。試験用排水の温度は25℃とした。

汚染された分離膜の洗浄には、クエン酸、水酸化ナトリウム、EDTA-4Na(エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム)、界面活性剤(中性及びアルカリ)をそれぞれ用いた。膜は、円板状のモジュールから50cmφの大きさに直接切り抜いたものを使用し、各種洗浄液300ml中に浸漬させスターラーを1,000rpmの速度で攪拌させることによりその洗浄効果を調べた⁴⁾。膜表面の汚染物質を同定する分析には、エネルギー分散型X線分析装置(錫堀場製作所製EMAX-2770)を用いた。洗浄前後の表面状態の観察にはフィールドエミッション走査型電子顕微鏡(株)日立製作所製S-4000型)を用いた。

2.2 高度水回収排水再生試験

2.2.1 排水再生試験

実験には、日東電工(株)製のパイロットプラント(膜モジュール:ES15-D8×4本)を建設し使用した。供給液流量は110L/minとし、モジュール入口圧力と出口圧力及びその差圧で運転管理した。排水と透過水の清浄度は電

* 材料開発部

** 緒方工業株式会社

*** 工業技術院 物質工学工業技術研究所

気伝導度を測定することにより求めた。排水の回収率は50%に設定し、延べ1,000時間に渡って運転を実施した。

2.2.2 膜洗浄試験

上記、試験により汚染された膜モジュールは、1wt%EDTA-4Na水溶液で洗浄した⁵⁾。洗浄は、停止させた装置内から膜モジュールを取り出し、縦型の筒中に膜モジュールを立たせた状態で液中に沈め静置させる方法で行った。洗浄時間は、原則として48時間とした。

洗浄効果は、透過流量を固定した状態で洗浄前後の膜間差圧 ΔP を測定する方法で行った。また、膜面上のスケール形成物質の確認と洗浄前後の膜面を比較するためにエネルギー分散型X線分析装置による測定を行った。

2.3 有機性廃棄物処理技術

2.3.1 洗浄廃液減量化試験

膜洗浄に使用した1%EDTA-4Na水溶液50ml中に HNO_3 を添加し、pH2に調整した。20分程度放置し析出した結晶物を沈殿させた。沈殿物は、元素分析により同定した。

評価は、原液と透過液をそれぞれGPC液体クロマトグラフィー（カラム：東ソー社製TSKgelG2500PWXL）で測定し、その濃度の比較によって除去率を求めた⁶⁾。

2.3.2 超臨界水中における分解試験

生成ガス回収用ストップバルブを取り付けた内容積65mlのSUS316パイプ製反応器に、EDTA0.5g、脱気した蒸留水を3.25g（充填率：0.5）仕込み、アルゴンガスで置換した後、380℃の溶融塩恒温槽（トーマス製）に浸し、反応を開始させた⁷⁾。所定時間反応させた後、反応器を取り出して冷水に浸し室温まで冷却した。反応器から気相成分を採取し、分解ガスの定量を行った。さらに、液相については液体クロマトグラフィー（Waters社製）で分析した。分離カラムには逆相液体クロマトグラフィー用充填剤、Symmetry C18オクタデシルシリカゲル（Waters社製：カラムサイズ：4.6 mm × 150 mm）を用い、移動相にはエチレンジアミン四酢酸（EDTA）の高い極性を考慮して、比較的極性が高いアセトニトリル-水（20:80）を用い、イソクラティックな条件下で行った⁸⁾。

3. 実験結果と考察

3.1 新規凝集ろ過技術の確立

3.1.1 凝集系排水処理試験

無機系凝集排水に対して、回転型膜分離装置の適応性を見極めるために排水処理試験を実施した。

まず、凝集処理後、沈殿槽で固液分離された上澄み液を用いて回転型膜分離装置で処理した結果を図1に示す。膜透過の駆動力である吸引ポンプを停止させた状態（膜回転数270rpm）の膜間差圧 ΔP は0.05kgf/cm²であった。この状態から、膜透過流速を1t/m²・dに設定して吸引ろ過を始めると、膜間差圧 ΔP は0.06kgf/cm²に上昇した。排水処理試験開始当初、緩やかに上昇した膜間差圧 ΔP は、その後、約3日間にわたって差圧の上昇はほとんど見られず0.08~0.10kgf/cm²の範囲で安定して処理できたことか

ら、本排水に含有される成分によって回転型膜モジュールが急激に汚染され膜透過性能が低下することはなかった。

従来の排水処理の場合、沈殿槽で沈降した凝集物はフィルタープレスへ送られ固液分離される。その時の懸濁物質濃度は、20,000~30,000ppmの範囲内で推移していることが分かった。回転型膜分離装置の場合、通常の濃縮目安が30,000~50,000ppmであることから十分に導入が可能であると考えられる。そこで、これら排水を用いて、処理試験を行った結果について図2に示す。運転開始から約100時間までの膜間差圧 ΔP は0.06~0.08kgf/cm²の範囲で安定して推移したが、その後、徐々に上昇を始め200時間で初期値の3倍程度になった。さらに、360時間（15日間連続運転）後には、0.55kgf/cm²まで上昇し膜表面が完全に汚染された。一般的に回転型膜分離装置が良好な状態で運転されるケースは、特徴であるかき取り効果が発揮され、ケーキ層が形成されては破壊されるという現象が繰り返し行われている。今回の実験ではそれら現象は起こらなかったが、連続して360時間の運転が可能であることは実証できたことから、実際の工場稼働ベースから約1ヶ月間の運転が可能であることが分かった。

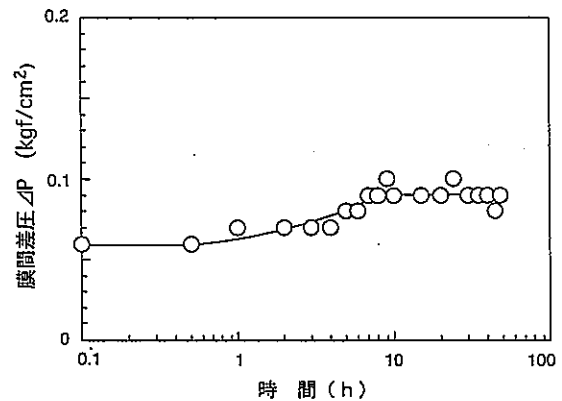


図1 上澄み排水処理試験
透過流速：1 t/m²・d

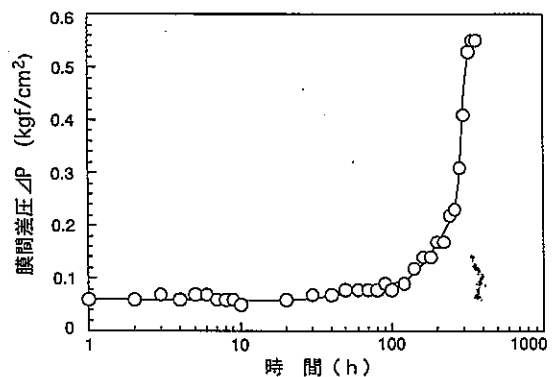


図2 凝集物含有排水長期処理試験
透過流速：1 t/m²・d

次に、得られた回収水の清浄度について測定した結果を図3に示す。懸濁物質濃度が20,000~30,000ppmの排水原水に対し透過水の懸濁物質濃度は常に5ppm以下で推移しており、原水と透過水の濃度比から求めた阻止率は99.98%以上であった。

これらのことから、汚染膜の洗浄方法を確立して膜性能を回復させることができれば十分実用化が可能であると想定される。

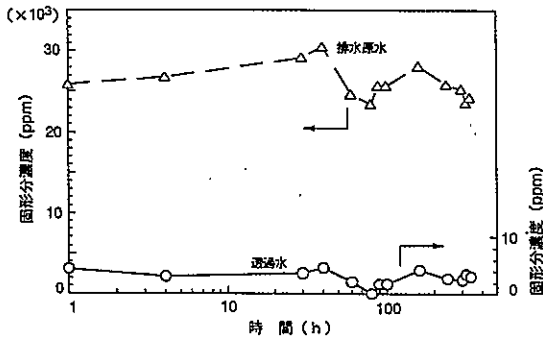


図3 回転型膜分離装置による排水処理試験

3.1.2 膜洗浄試験

まず、膜面にスケール等を形成して膜透過性能を低下させている原因物質を把握するため、エネルギー分散型X線分析装置を用いて分析したところ、C, O, Si等が検出された。その中でも炭素は比較的大量に検出されたことから、汚染物質のほとんどが有機物であると想定される。膜面の汚染物質を除去するための洗浄剤としてクエン酸、水酸化ナトリウム、EDTA-4Na、界面活性剤を選定して洗浄試験を行ったので、その結果を表1に示す。

排水を処理したことにより透過流束が0.76t/m²・dまで低下した分離膜をクエン酸、水酸化ナトリウムで洗浄したが、効果は見られなかった。膜面の汚染物質の中に二酸化ケイ素が検出されたことからEDTA-4Naによる洗浄を実施したところ、透過流束は1.37t/m²・dまで回復し、わずかではあるが洗浄効果が見い出された。次に、非イオン性界面活性剤を1000ppmに調整した洗浄試験では、透過流束は3.39t/m²・dまで回復し、比較的優れた洗浄効果があることが分かった。アルカリ性界面活性剤では透過流束は1.37t/m²・dまでの回復であった。そこで、比較的高い洗浄効果が得られた非イオン性界面活性剤を用いて、その濃度と洗浄効果について検討した結果を図4に示す。

非イオン性界面活性剤の液中濃度は500~5000ppmの範囲で調整し洗浄試験を実施した。500ppmから濃度が上がるごとに洗浄効果は高まる傾向にあり、3000ppmで透過流束は5.01t/m²・dと最大値を示した。次に、洗浄時間の影響について調べた。洗浄時間はそれぞれ1,2,3,5,8時間として、非イオン性界面活性剤の濃度は3000ppmとした。当初1時間の洗浄で5.01t/m²・dまで回復した透過流束は、洗浄時間を増すごとに徐々に増加する傾向を示し、5時

表1 薬剤洗浄後の透過性能

洗浄時間 1h 攪拌速度 1,000rpm 操作圧力 0.05MPa 洗浄液温 20℃
クエン酸: 2wt%, EDTA-4Na: 1 wt%, 界面活性剤: 1000ppm

洗浄薬剤	透過流束 (m ³ /m ² ・d)	pH
洗浄前	0.76	—
クエン酸	0.77	2.30
NaOH	0.79	11.0
EDTA-4Na	1.37	11.0
界面活性剤 (中性)	3.39	6.96
界面活性剤 (アルカリ)	1.37	9.90

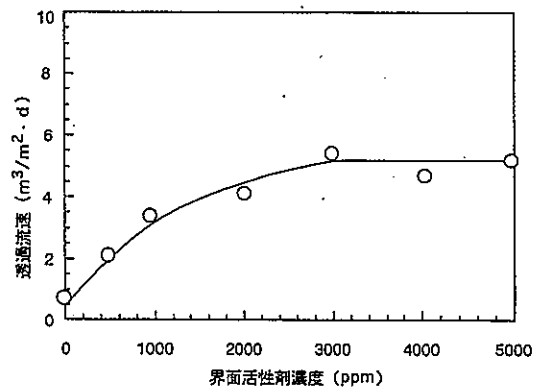


図4 界面活性剤の濃度変化による洗浄効果
操作圧力 0.05MPa

間の洗浄で6.15t/m²・dまで回復した。その後8時間まで洗浄試験を行ったが、これ以上の効果は得られなかった。

非イオン性界面活性剤で洗浄することによって、膜表面にスケールを形成している物質がどの程度除去されているのかを確認するために、エネルギー分散型X線分析装置で分析した結果を図5に示す。

洗浄前の膜から検出されたピークは、大量のC,SにO, Siであった。新膜のピークとの比較から膜面の汚染物質は、何らかの有機物と二酸化ケイ素から形成されていると推察された。非イオン性界面活性剤での洗浄後のピークからは、洗浄前と比較してC,O,Siのピークがすべて減少あるいは不検出となっている。新膜のものと比較した場合、ピーク強度比にはほとんど差は見られなかった。

これらの結果から、回転型膜分離装置が無機系排水の処理にも活用できる可能性を見出すとともに、水回収型排水再生プラントの前処理システムとしても利用可能であることが分かった。

3.3 高度水回収型排水再生技術の確立

3.3.1 排水回収試験

実際に工場から排出される排水を水回収型排水再生プラントを用いて長期にわたって処理した結果を図6に示す。本プラントによる長期排水処理試験では回収率を50%に設定し、延べ1000時間以上の運転を実施した。膜透過の駆動力の目安である膜モジュール入口圧力は運転開始から40時間程度緩やかに上昇したが、その後、安定して推移した。運転開始当初の圧力の上昇は圧密化によ

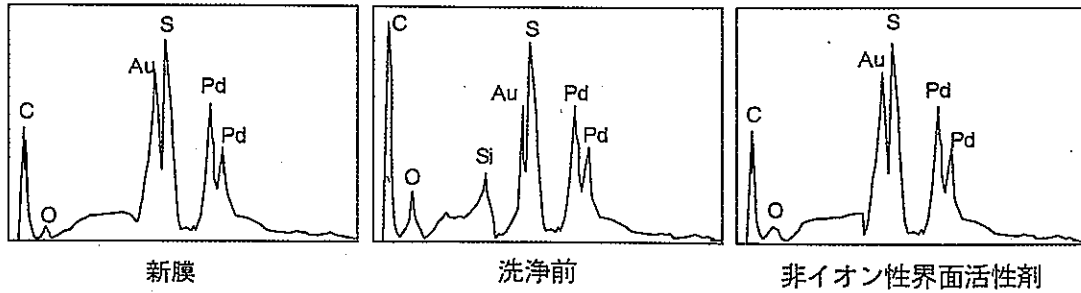


図5 エネルギー分散型X線分析装置による膜表面の分析
界面活性剤(中性)濃度: 3000ppm

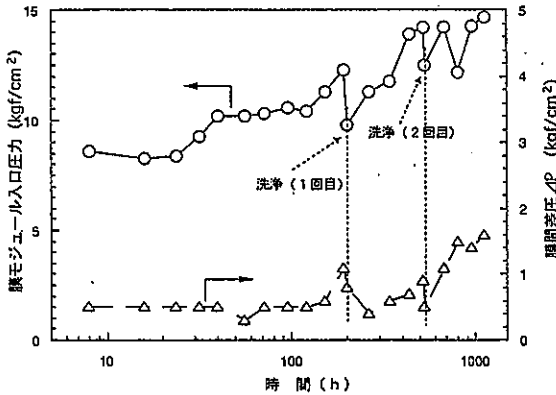


図6 長期排水処理試験

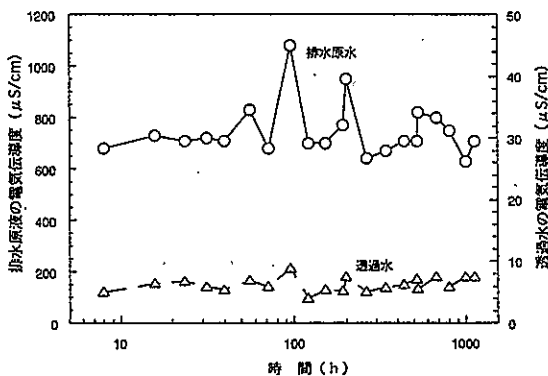


図7 排水原水と透過水の電気伝導度の比較

る影響と思われる。膜モジュール入口圧力と出口圧力の膜間差圧 ΔP は膜モジュール内の流路閉塞を判断する目安となるが、この間、膜間差圧 ΔP の上昇は見られなかった。100時間程度安定した運転が続いた後、膜面の汚染が想定される膜モジュール入口圧力の上昇が発生した。これは膜間差圧 ΔP にも顕著に現れ、流路閉塞も同時に進行していると推察された。長期排水処理試験で、清浄度の高い透過水が得られているかどうかを確認するために、排水原水と透過水の電気伝導度を測定し比較を行ったので、その結果を図7に示す。工場排水を電気伝導度で見ると、その数値に多少の変動はあるものの700 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 前後で安定している。また、透過水は10 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下に精製されており、それぞれの値の比から得られる阻止率も、常に99%に達していることから本プラントによって工場排水が適切に処理されていることが分かった。

3.3.2 回収率を高めるためのプラント操作法

水回収型排水再生プラントによる長期50%排水回収試験終了後、濃縮水を再度排水処理工程に戻し、回収率を高めるための実験を行った。本プラント自体での回収率の設定は50%のままとして、濃縮水は排水の前処理工程である凝集処理工程に任意の量戻すこととした。これによって、プラントに供給される排水の絶対量が増加し、回収率は50%のままでも実際に発生した排水に対する回収率は高められることとなる。また、凝集処理工程で処理されることにより電気伝導度から見たうえで、安定した排水を供給することが可能となる。この方法により、実際に発生する排水に対して回収率80%を達成することができたが、凝集処理工程の沈殿槽にフロック等の凝集物が浮遊する現象が発生した。このことは、排水の前処理フィルターに直接影響し、膜モジュール自体への影響も十分想定される。これら浮遊物の発生原因究明とその対策については確立できなかったが、今後、回転型膜分離装置等による前処理の検討を行う必要がある。

3.3.3 膜性能回復試験

本誌、前報²⁾のとおり、表面を露出した状態での膜洗浄試験では、二酸化ケイ素を主としたスケール層を除去することに成功し、優れた洗浄効果を得ることができた。そこで今回は、比較的閉鎖性が高いスパイラル構造の実用化されている膜モジュールに対して、どこまで洗浄効果が得られるかについて検討を行った。膜モジュール内に洗浄液を行き渡らせるための手法として、膜モジュールを立てた状態で洗浄を行うことができる縦型膜モジュール洗浄槽を試作した。試作した洗浄槽及び膜モジュールを洗浄している様子を図8に示す。洗浄後の洗浄液の状態を観察すると、液色が無色透明から茶褐色に変色していることから、かなりの洗浄効果が期待された。

洗浄は、膜間差圧 ΔP が初期値の2倍程度になったところで実施し、長期排水処理試験中に2回の膜洗浄試験を実施した。その結果を図9に示す。運転時間は1日8時間とし、膜間差圧 ΔP の初期値は約0.5 kgf/cm^2 であった。実施24日目で1.0 kgf/cm^2 に達したことから膜洗浄を実施したところ、その値は初期の0.5 kgf/cm^2 まで回復した。その後、41日間に渡り所定圧の範囲内で安定した運転を行うことができた。2回目の洗浄後も膜間差圧 ΔP は初期値と同じ0.5 kgf/cm^2 まで回復した。このことから、実用化レベルの膜モジュールについても縦型膜モジュール洗浄

法により、優れた洗浄効果が得られることが分かった。

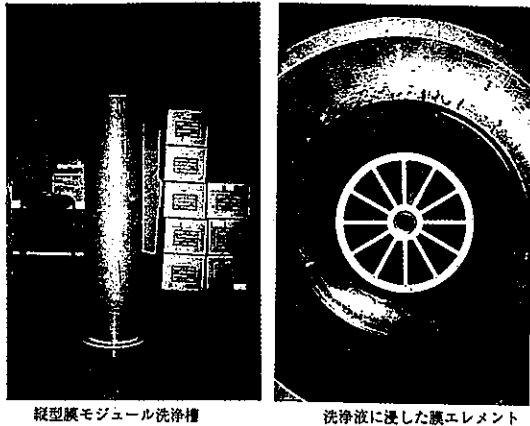


図8 縦型膜モジュール洗浄槽を用いた膜洗浄試験

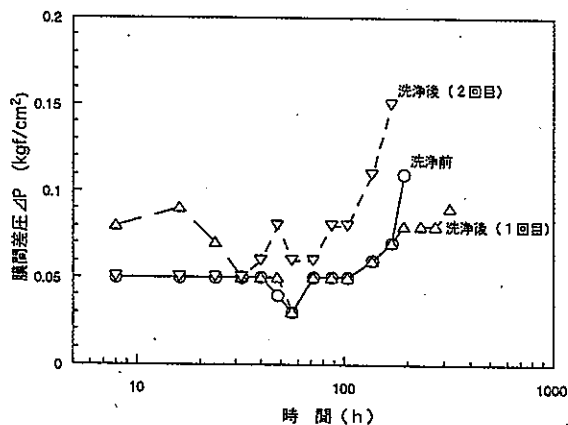


図9 繰り返し洗浄効果
透過流速: 1 t/m²・d

3.4 超臨界水による有機性廃棄物処理技術の開発

3.4.1 洗浄廃液の減量化

洗浄液にHNO₃を添加すると白い沈殿を生じる。これは、pHを酸性側にするることによって、それぞれの解離定数に達し、段階的にNaが遊離してH型に変化したと推察される。EDTAの解離定数を表2に示す。

上記理論を実証するために、pH2で析出した物質につ

表2 EDTAの解離定数

Pk1	Pk2	Pk3	Pk4
2.0	2.67	6.16	10.26

表3 析出物とEDTA、EDTA-4Naの元素分析

	Elemental Analysis (%)		
	C	H	N
EDTA (Calcd.)	41.0	5.5	9.6
析出物 (found)	41.4	5.6	9.9
EDTA4-Na (Calcd)	31.6	3.2	7.4

いて、表3に示すように元素分析を行った。その結果、EDTAの元素分析の理論値とほぼ一致していることが分かった。このことから、EDTA-4Na塩ではなくNaイオンが解離したEDTAであると考えられ、H型になったことにより次第に難溶性となり、結晶化して析出したと考えられる。さらに、その溶液中のEDTA濃度を測定したところ、その値は3.8%であった。したがって、酸析出法により96.2%のEDTAを固形物として回収することができた。

3.4.2 超臨界水中による析出物分解試験

回収したEDTAの結晶物を超臨界水中で分解したところ、分解後の回収物は黄色に変色し、さらにアミン類独特の臭いがしたことから酸化反応の促進が推察された。EDTAは有機窒素化合物であるため、酸素源共存化では二酸化炭素、窒素、水に分解されると考えられる。図10に超臨界分解反応後の分解ガス発生量の経時変化を示す。

反応開始後、分解ガスは急激に発生し、10分経過したところで21mlに達した。その後緩やかに増加し、反応時間60分で37ml発生することが分かった。これは、LMichaelis-MMenten型反応に類似している。

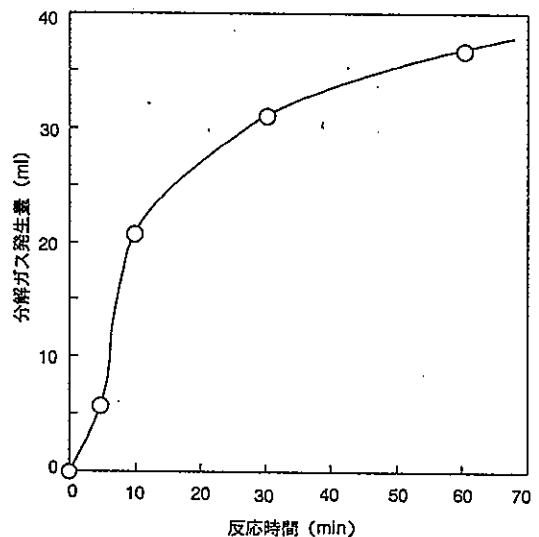


図10 EDTTIAのSCWにおけるガス発生量の経時変化
EDTA : 0.5 g, 水充填率 : 0.5 (for reactor volume)

次に、EDTAの分解挙動を調査するため、液体クロマトグラフィーによる分析を行った。図11に示すように、クロマトグラムに7成分のピークが見られ、多成分への分解が示唆される。クロマトグラフィーは逆相モードであるため、EDTA-4Naの溶出時間よりも長い成分は、親水性官能基がEDTAよりも疎水性の化合物への転化が進んでおり、カルボキシル基の脱離を示している。これらのクロマトグラムのピーク強度より、EDTAの分解率を検討した。保持時間2.8分で検出されるピークはEDTAであり、反応時間の増加とともに、ピーク強度の減少が見られた。そのピーク強度からEDTAを定量した結果、60分反応で7.7%まで減少していることが確認された。分解率は、5分反応で既に80.6%まで分解され、30分で92.2%、

60分で92.3%の分解率を示し、反応時間30分と60分では分解率にほとんど差が生じなかった。このことは、分解ガスの発生量の結果と一致している。今回の試験ではEDTAを完全に分解することはできなかったが、酸素あるいは酸化剤を用いた超臨界水酸化分解(SCWO)についても検討する必要がある。

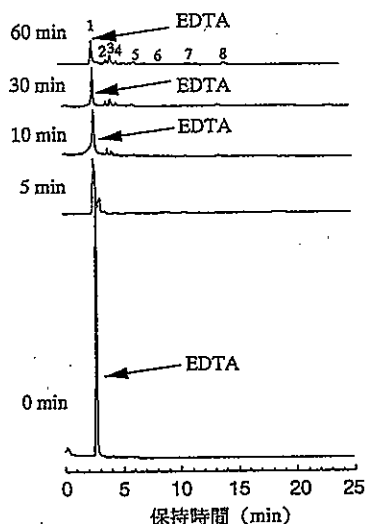


図11 SCWによるEDTAの分解物液相のクロマトグラム
EDTA: 水充填率: 0.5 (for reactor volume.)
カラム温度: 30°C, 移動相: アセトニトリル-水(20:80)

4. おわりに

本研究は、回転型膜分離装置を用いた新規凝集ろ過技術、ナノフィルトレーション膜を用いた高度水回収型排水再生技術、更にこれらの処理プロセスから排出される産業廃棄物の分解・減量化を図るための超臨界水による有機性廃棄物処理技術等について、中小企業事業団が実施した中小企業創造基盤技術研究事業において、熊本県工業技術センター・緒方工業㈱の2研究グループが物質工学工業技術研究所の助言・指導の下、分担実施し、めつき排水処理工程における新しい「ゼロディスチャージシステム」の構築を目的として研究開発に取り組んだ。

その結果、新規凝集ろ過技術の開発については、高懸濁排水を用いた連続処理試験により、本排水に対する処理特性を明らかにすることができた。さらに、高度水回収型排水再生技術の確立については、長期排水処理試験の実施によりナノフィルトレーション膜の処理特性を把握するとともに、パイロットプラントで排水を処理することによって発生する濃縮水を凝集工程に戻し、供給水として利用することにより毎時発生する洗浄排水に対して回収率が80%に達するプラント操作法を修得することができた。また、ナノフィルトレーション膜洗浄試験は、既に平膜の段階でその技術を確認していることから、スパイラル構造の実用化されている膜モジュールが有効に洗浄できるかどうかには焦点は絞られていた。今回開発した縦型膜モジュール洗浄法を用いることにより、比較的

閉鎖性の高いスパイラル構造についても優れた洗浄効果を発揮することができた。洗浄により発生した廃液については、その廃液中のEDTAを酸析法により固形物として96.2%回収できることが分かった。これによって、発生した廃液は当初の1/100以下に減量化されたことになる。しかし、廃液中に残存している300ppm程度のEDTAについては、まだ回収方法の確立に至っておらず、これからの課題となる。

本研究により、回転型膜分離装置が新たな凝集ろ過法として一応の成果を得ることができた。さらに回転型膜分離装置による凝集ろ過システムが水回収型排水再生プラントの前処理システムとして利用可能であることが分かった。今後、無機系排水リサイクルの前処理システムとして凝集処理工程に導入されれば、清澄化された排水の供給が可能となりリサイクル工程の負荷が軽減されることから、その工程の経済性を高めることが期待できる。そのためには、前処理を中心とした実機規模の実用化研究を実施し、リサイクル化技術を実証する必要がある。

文献

- 1) 大熊那夫紀,堀田正見,奥野裕. “回転平膜モジュールの廃水処理への適用”. 日本膜学会誌.Vol.20, No.5, p.346-354(1995).
- 2) 納崎克也,永田正典,瀬口雄大,豊田稔,柳下宏, 中根堯. “ナノフィルトレーション法によるめつき洗浄排水の再生処理”. 熊本県工業技術センター研究報告.p72(1998).
- 3) S.Nagaoka, M.Nagata, T.Sugeta, T.Sako, K.Otake, T.Nagai, M.Sato. “Extraction of Fiber Reinforced from CFRP and GFRP Using Water at High Temperature and Pressure”. Procof '97 Kyushu-Seibu/Pusan-Kyeongnan Joint Symposium on High Polymers(8th) and Fiber(6th), Kumamoto, p.101-102(1997).
- 4) 納崎克也,中根堯,永田正典, 柳下宏,坂下大地,五十嵐千秋. “混合系PEGを用いた限外ろ過膜分画特性の測定”. 日本膜学会大15年会講演要旨集.p30(1993).
- 5) 納崎克也,永田正典,瀬口雄大,豊田稔,柳下宏, 中根堯. “めつき洗浄排水の処理におけるNF膜の洗浄・再生”. 日本膜学会第20年会要旨集.p51(1998).
- 6) 柳下宏,中根堯,高津普,若林勝彦,吉留浩. “限外ろ過膜の評価に関する研究(II)”. 日本膜学会誌.Vol.15, No.2, p.56-61(1990).
- 7) 菅田孟, 永岡昭二. “超臨界水によるFRP廃棄物の分解技術”. 日本合成樹脂.Vol.44, p.61-63(1998).
- 8) 永岡昭二, 永田正典, 菅田孟, 佐古猛, 中根堯, 佐藤眞士, 永井崇之. “繊維強化プラスチックの高温高圧水による分解”. 高分子学会予稿集.Vol.45, No.12, p.3679-3680(1996).

県内の中小企業における工業製品のデザイン開発に関する調査研究

佐藤達哉*・原口隆一*

Research on Design Development for Industrial Product of Small and Medium Sized Enterprises in Kumamoto Prefecture

Tatsuya SATO*, Ryuichi HARAGUCHI*

近年、一部の中小企業では、これまでの下請から脱却し、自社で製品を開発しようとする動きが始まっている。また、市場では、ものがあふれ、消費者志向が細分化したため、消費活動の予測は難しくなっている。このような状況では、市場動向や消費者の使いやすさを第一として考えるデザインの視点で製品開発を行うことが重要になってくるが、本県のデザインに関しては導入、普及段階であると考えられ、どの程度取り入れられているかその実態は明らかではない。そこで、本県の製造業の実態を調査し、今後の効果的なデザイン普及方法と研究課題の設定を行うための問題点の抽出、整理を行った。調査は、経営と開発の2つの側面から行い、それぞれの現状と将来予想される問題点について分析を行った。その結果、製品開発は、経営面において市場での競争力として期待されていることや開発面では市場や消費者の重要性を認識しつつも効果的に把握する手段を持たない等の実態を把握し、今後の課題を明らかにした。

1. はじめに

現在、市場では、消費者志向の多様化、細分化が進み、ものがあふれている。さらに、安かろう、悪かろうでは購入しないなど消費活動の予測は難しく、より複雑な状況になってきている。

このような状況の中で、自社で製品開発を取り組む中小企業が増えてきている。このような中小企業が製品開発を成功させるためには、市場や消費者の使いやすさを第一として考えるデザイン開発の確立が重要となってくる。しかし、県内の製造業では、導入、普及段階であると考えられ、デザイン開発の確立は緊急課題のひとつであり、効率的、かつ効果的な導入が望まれている。そこで、工業製品のデザイン開発について県内企業の取組状況を調査し、問題点の整理を行った。

2. 調査方法

2.1 調査内容

県内のデザイン開発状況を調査するために「熊本県製造業実態調査」と称したアンケートを行った。

設問は、県内企業がデザイン開発の導入段階であると仮定して、「経営について」と「開発について」の二つの側面から作成した。これは、経営的評価がデザインや製品開発の導入や開発体制に大きく影響すること、開発現場や現状の課題を的確に把握することで当面の課題を抽出できることを考え、経営、開発のそれぞれの担当者に回答してもらうようにした。また、設問、回答の選択肢の中には、デザインという言葉が極力用いないように

した。これは、デザインの意味が「使用者や環境を配慮して安全性、快適性、操作性の視点からものづくりを考える」という本来の意味ではなく、色彩や造形、パッケージングといった部分的な意味でとらえられていることが考えられるためである。回答は、回答者の負担を軽減するために選択式とし、回答者については、経営、開発に別々の担当がいる場合はそれぞれの担当に、兼任している場合は一人に回答してもらうようにした。

2.2 調査対象

回答は、現在、または過去において製品開発の経験がある製造業を中心に、113社を選定した。

3. 調査結果

3.1 回答企業

アンケートは、平成10年6月に各企業に郵送、回答後、返送してもらうようにした。その結果、49社より有効回答を得た。

3.2 経営について

3.2.1 経営上の問題点と対策

まず、最近5カ年及び将来の経営上の問題点について回答してもらった。回答は選択式で、上位3つを選択、順位をつけてもらい、総合特性値により集計した。総合特性値とは、重要度順に得点を設定、選択された回答にそれに応じた得点付けをし、その合計を計算したものである。今回の調査では、1位、2位、3位の回答にそれぞれ3点、2点、1点と設定した。結果を図1に示す。

図1より、最近5カ年の問題では、「売上不振」、「受注単価の低下」といった経済上の外的要因、「人件費」や「原材料費の製品単価への圧迫」といった経済上の内的要因によるものが大きく占めていることが分かる。

将来予想される問題としては、「他社との競争激化」が最も大きく、続いて、「受注ロットの小口化」、「環境

*情報デザイン部

問題に対する配慮、「経費（生産、物流）の増大」、「企画力、開発力の不足」などが大きい割合を占めている。

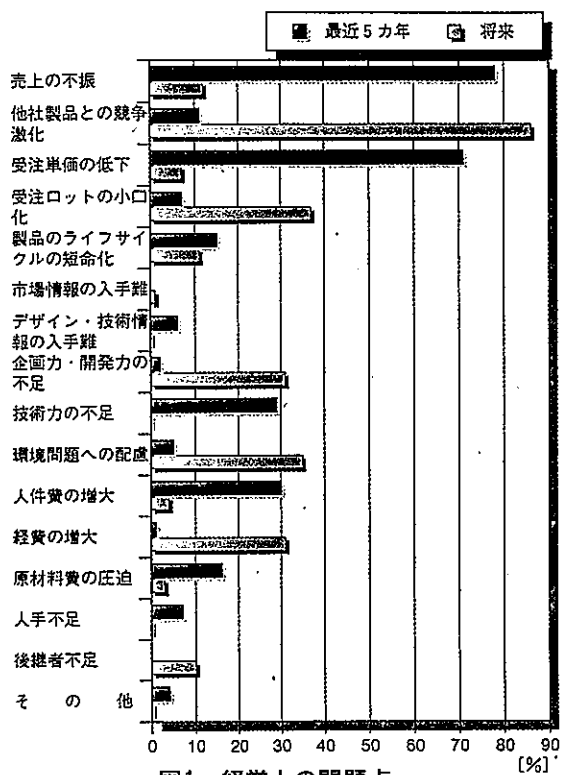


図1 経営上の問題点

が主力製品に占める割合が高いことから、開発したものの主力製品とまでなれなかったものと考えられる。

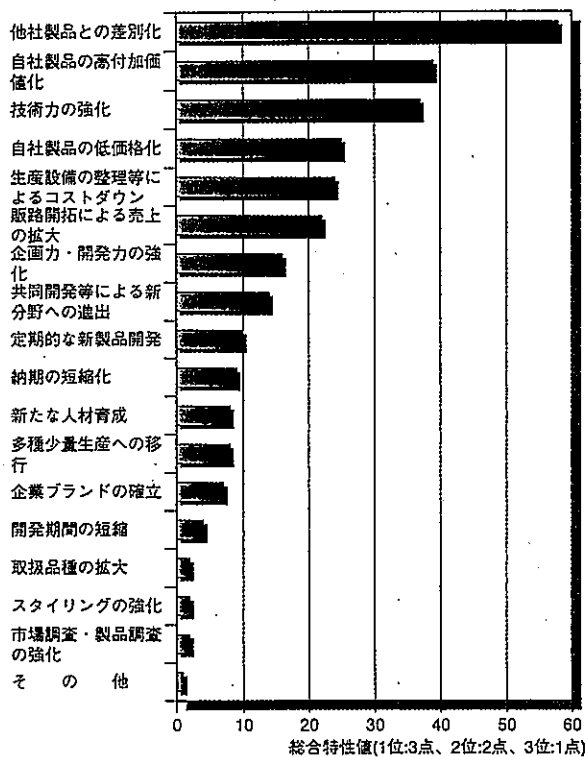


図2 経営環境の変化に対する対策

このことから、現在抱えている問題は「経済的問題」から、「他社との競争」、「環境問題」へと移行しつつあることが分かる。

このような問題に対する対策について総合特性値でまとめたものを図2に示す。

図2より、もつとも大きな値を示した対策は、「他社製品との明確な差別化」であった。次いで、「自社製品の高付加価値化」、「技術力の向上」、さらに、「自社製品の低価格化」、「生産設備の整理等によりコストダウン」、「販路開拓による売上の拡大」と続いている。

また、総合特性値のみでは、より重要とされている対策しか分からないので、対策の傾向を見つけるためにクラスター分析を行った。クラスター分析は、似たような形で選択した回答をグループ化する手法である。

その結果、漠然と今後の製品を差別化・高付加価値化していかなければいけないと感じている「差別化・付加価値化」、既存の製品に対してサービスを良くしていく「低価格化・納期短縮・販路開拓」、具体的なデザイン開発の目標を持った「企画力・技術力」の大きく3つのグループに分けることができた。

3.2.2 経営からみた製品開発の現状

製品開発については、71%の企業が「現在も行っている」、10%が「過去に経験がある」という回答であった。

また、主力となる製品については、「自社で企画開発した製品」が49%、「下請や受注した製品」が39%であった。開発経験の割合と比べて「下請や受注した製品」

そこで、自社で開発した製品、下請製品を含めて売上の主力となる製品を「主力商品」、主力ではないが自社で企画した製品を「自社企画製品」として、それぞれの満足度に対する質問を行った。

その結果、主力製品と自社企画製品を比較すると、主力製品と自社企画製品の満足度はほとんど変わらないが、自社企画製品の方が「不満」を占める割合が若干高かった。

そこで、このような満足度を決定する要因について比較を行った。

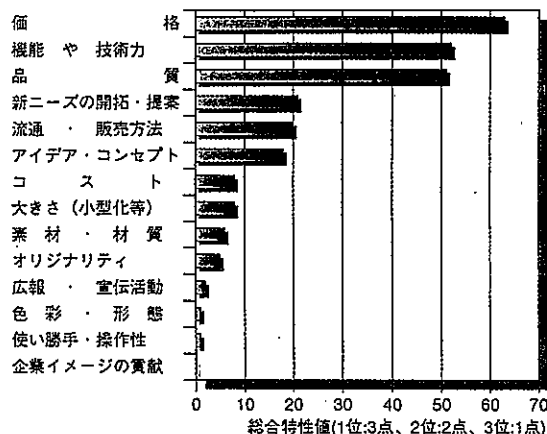


図3 主力製品における満足度の要因

図3、4より、主力製品の満足度を決定する場合、「価格」、「機能や技術力」、「品質」が大きく占めている。

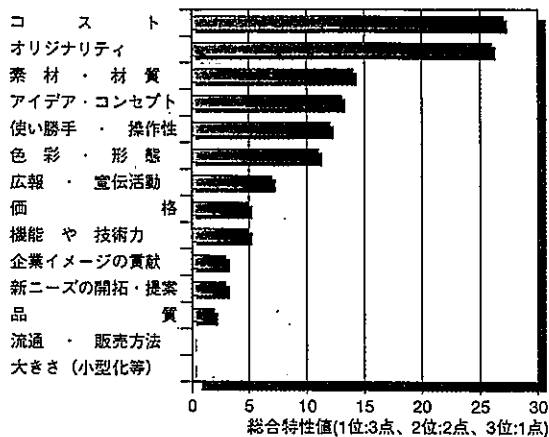


図4 自社企画製品における満足度の要因

また、自社企画製品の場合では、「コスト」、「オリジナリティ」が大きく占めている。

したがって、主力製品と主力ではない自社企画製品では、満足度を得る要因が異なっていることになる。

このことは、製品が売上が安定するまでは、「コスト」や「オリジナリティ」といった要素を大きく意識しているが、売上が安定すると、「価格」や「品質」といった流通上の重要な要素を大きく意識するためではないかと考えられる。

3.2.3 製品開発の推進状況

製品開発の推進状況については、80%の企業が「推進している」と回答した。また、推進していない企業のほとんどが過去にも製品開発の経験がない企業であった。

次に、製品開発を推進していく上でマイナスとなる要因、または、製品開発を推進していない要因について質問を行った。

図5より、「利益に結びつくか分からない」、「人的余裕がない」という回答が最も多いことが分かる。

この理由は、製品開発の効果に対する疑問が大きく、製品開発に必要な経費、製品として得られる成果、利益などの経営的效果の関係が明確でないためと考えられる。

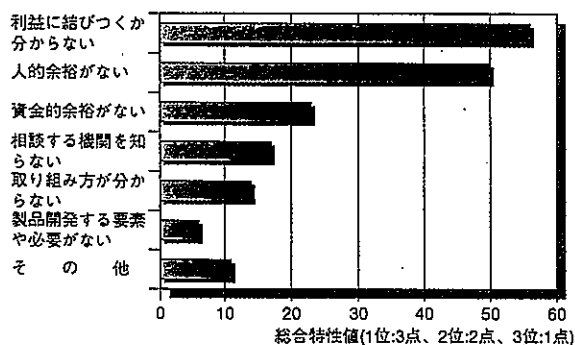


図5 製品開発推進のマイナス要因

3.2.4 経営からみた製品開発の重要要素

製品開発を行うにあたって経営上重要となる要素について質問した。図6はその結果を総合特性値により集計したものである。

図6より、最も重要な要素として、「機能や技術力」、次いで「アイデア・コンセプト」、「品質」、「価格」が占めている。また、総合特性値を考慮せず、単純に回答が多かった要素は、「品質」、「価格」であった。

このような結果から、経営的には、市場での競争力や安定といった視点で製品開発をとらえていると考えられる。

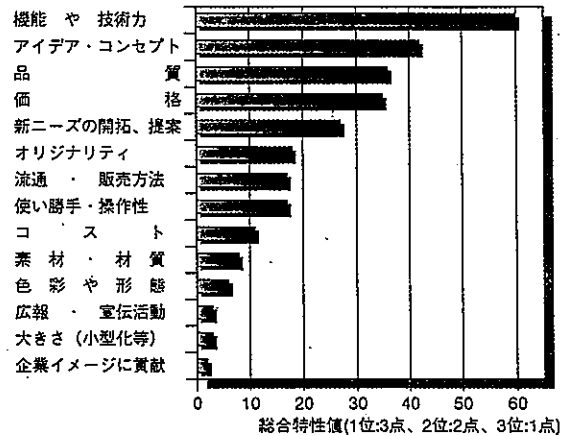


図6 経営から見た製品開発における重要な要素

3.3 開発について

3.3.1 開発上の問題点

次に開発上の問題点について回答してもらった。その結果を図7に示す。

総合特性値による集計では、最近5カ年の問題点として、「市場・消費者の傾向の予測が難しい」が圧倒的に多く、次いで、「技術力の不足」、「評価力の不足」、「企画力の不足」、「市場情報の入手難」の順となっている。

これに対して将来予想される開発上の問題としては、「企画力、開発力の不足」が圧倒的に多く、次いで「資金不足」、「開発期間の短縮化」、「デザイン、技術情報の入手難」の順となっている。

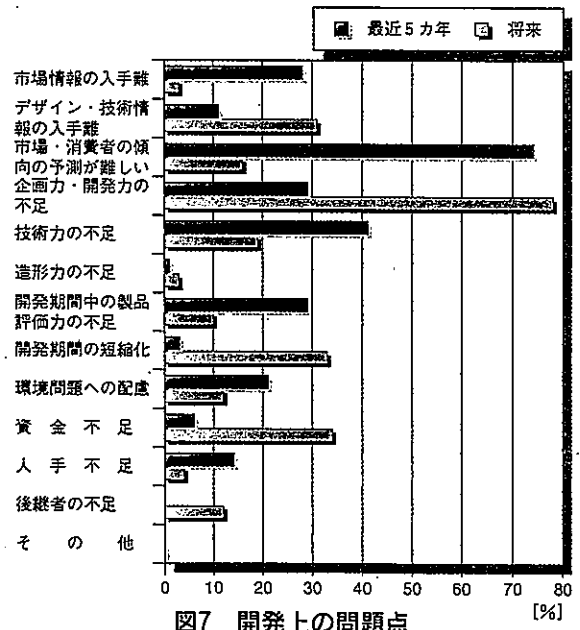


図7 開発上の問題点

このことから、現状では、消費者や市場関連の項目が当面の問題であるが、将来的には、効率的、効果的に開発を行うことへと移行していくことが考えられる。

3.3.2 開発からみた製品開発の現状

製品開発中に最も重視している工程について、主力製品と自社企画製品の開発に分けて回答してもらった。結果を、図8、9に示す。

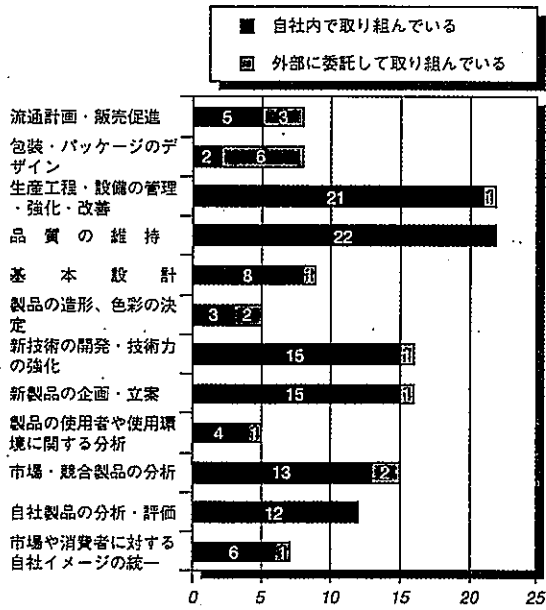


図8 製品開発時に取り組んでいる工程 (主力製品)

図8より、主力製品の開発において、「品質の維持」、「生産工程・設備の管理・強化・改善」については多くの企業が取り組んでいるが、逆に、「製品の造形、色彩の決定」、「製品の使用者や使用環境に関する分析」については、行っている企業が少ないことが分かる。



図9 製品開発時に取り組んでいる工程 (自社企画製品)

また、図9より自社企画製品の開発においては、ほと

んど項目について一様に取り組んでいるが、中でも「市場競合製品の分析」、「生産工程・設備の管理・強化・改善」に取り組んでいるところが多い。

両者を比較すると、自社企画製品の開発においては、「分析、企画、技術開発」といった項目に、主力製品の開発においては、「品質の維持」に重点をおいていることが分かる。また、主力製品では「ユーザーの分析、造形・色彩」に対して取り組んでいないように見えるが、これは、下請や受注による生産品が主力製品である企業では取り組む必要のない項目であるためと考えられる。

この様々な工程をどのように意識して作業を行っているかについて質問したところ、「一連の作業の中で何となく行っている」が55%を占めており、「明確に段階を踏んでいる」と回答した企業はわずか12%であった。

製品開発に要する期間については、半数以上の企業が3ヶ月から1年未満と回答している。

総じて、製品開発は短期間に集中して行われており、また、その手法は確立しておらず、経験に頼っている部分が多いことがうかがえる。

次に、製品開発を行っていく上での方向性について質問した。

図10より、「自社技術を基に製品を考え、消費者や市場の傾向を取り入れていくこと」が高い値を示し、自社技術をベースとしたシーズ型の企業が多いことを示している。次いで「消費者や市場の傾向からコンセプトを決定し自社技術や製品を考えていくこと」となっており、ニーズベースの開発が少なくないことも表している。

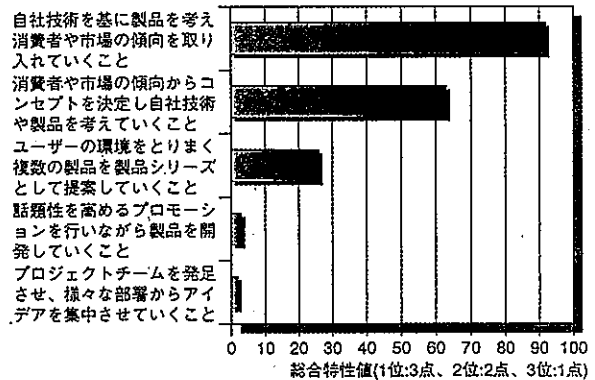


図10 製品開発の方向性

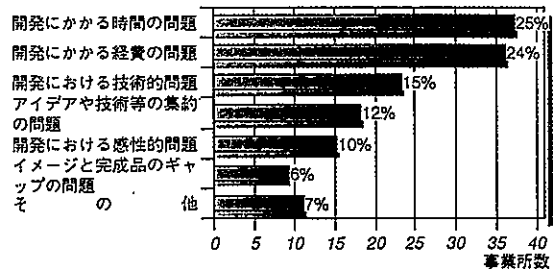


図11 製品開発工程への満足度の理由

製品開発の工程そのものに対する満足度について質問したところ、「満足」と答えた企業は一社もなく、「やや不満」33%、「普通」29%であった。したがって、どちらかといえば不満傾向であることが分かる。

その理由については、図11に示す。「開発にかかる時間の問題」、「開発にかかる経費の問題」が最も多く占めており、問題が技術力に起因しているのではないことが分かる。

3.3.3 開発からみた製品開発の重要要素

現在、及び将来において開発担当者からみた製品開発上重要な要素と不足している要素について質問した。

図12より、総合特性値の集計では、現在、開発において重要な項目として、「品質の維持」「新商品の企画・立案」、「新技術の開発・技術力の強化」、「市場・競合製品の分析」が高い値を示している。

次に、将来、開発において重要な項目としては、「新技術の開発・技術力の強化」、「新商品の企画・立案」等開発力を付けるための項目が高い値を占めている。

製品開発の過程で不足している要素については、「新製品の企画・立案」、「新技術の開発・技術力の強化」が大きく、次いで、「市場・競合製品の分析」が大きな割合を占めている。

現在、重要であると思われる要素と不足している要素を比較すると、「品質の維持」、「包装・パッケージのデザイン」を除いて同程度の値を示していることが分かる。このことから、企業が、現状において製品開発で重要と思われる要素のほとんどが不足していると考えられる。

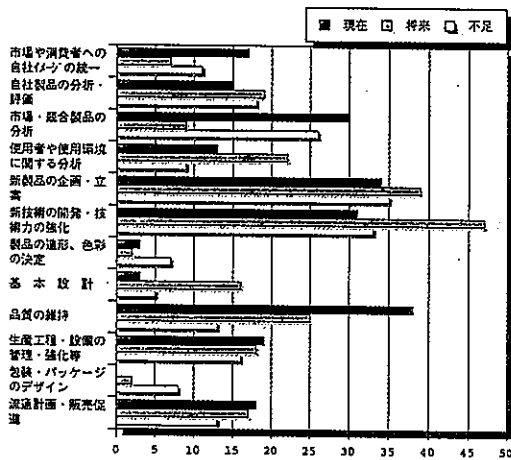


図12 製品開発において重要、及び不足している要素

3.3.4 製品開発における情報収集

製品開発では様々な情報を入手、活用していると考えられるが、その実態について質問を行った。図13に製品開発における情報の活用・収集状況を示す。

図13より、製品開発で「積極的に収集し、製品開発に活用している」、「入手すれば活用しているが、特に収集していない」情報として、「他社製品、関連製品に関する情報」、「製品に関わらない一般的なライフスタイルに関する情報」が大きな割合を示していることが分かる。

また、「収集・活用をしていない」、「特に収集していない」情報として、「独自の消費者のライフスタイルに関する情報」、「異業種交流に関する情報」、「製品に関わらない一般的な消費者のライフスタイルに関する情報」が大きな割合を占めている。

また、「収集・活用をしていない」、「特に収集していない」情報として、「独自の消費者のライフスタイルに関する情報」、「異業種交流に関する情報」、「製品に関わらない一般的な消費者のライフスタイルに関する情報」が大きな割合を占めている。

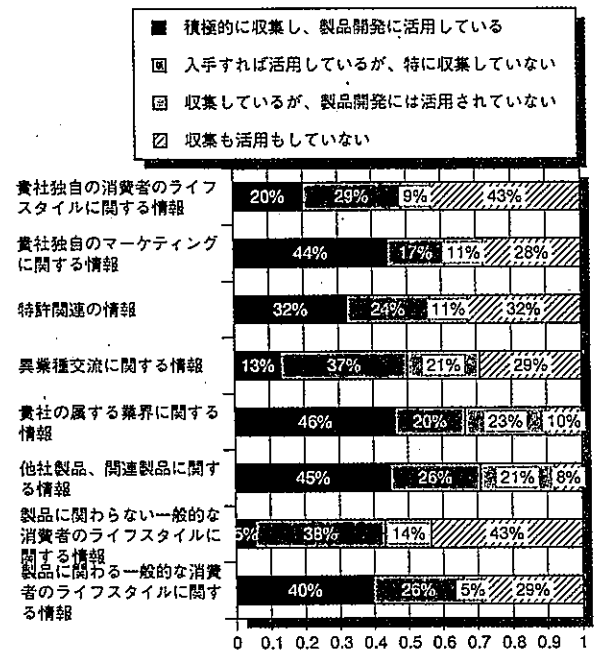


図13 製品開発における情報の収集と活用状況

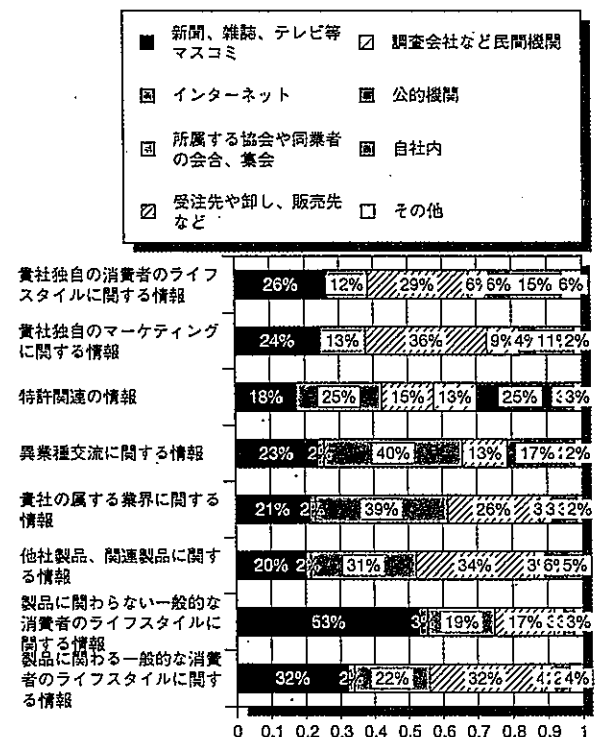


図14 製品開発における情報の入手先

「独自の消費者のライフスタイルに関する情報」、「異業種交流に関する情報」、「製品に関わらない一般的な消費者のライフスタイルに関する情報」については、特に収集していないが入手すれば活用している情報でもあり、製品開発において有益な情報であるが収集しづらい情報であると考えられる。

これら情報の入手先については、図14より、「異業種交流に関する情報」、「属する業界に関する情報」は、主に所属する協会や同業者から得ていることが分かる。また、「独自のマーケティングに関する情報」、「他社製品、関連製品に関する情報」は、主に受注先や販売先から、「消費者のライフスタイルに関わる情報」は、主にマスコミから得ていることが分かる。

3.3.5 製品開発中の評価

製品開発の中でその成否を予測するのに重要なプロセスである評価について質問した。

製品開発ごとの製品評価については、「行っている」と回答した企業は57%、「行っていない」と回答した企業は27%であった。

次に、製品評価を左右する要素について総合特性値による集計を図15に示す。

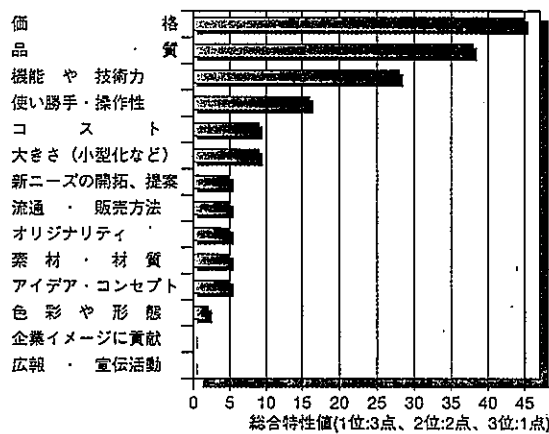


図15 製品評価を左右する要素

図15より、製品評価を左右する要素として最も高い値を示したものは「価格」で、次いで「品質」、「機能や技術力」であった。

製品評価の方法について、最も高い値を示したものは「製品の売上高・販売数をチェックする」で、次いで、「使用者に直接話を聞く」、「販売店など流通経路上の人から話を聞く」であった。

1位から3位の回答で、「アンケート調査を行う」、「開発担当者同士で話し合う」と答えた企業はそれぞれ8社づつしかなかった。

4. まとめ

製造業実態調査の結果から県内の製品開発状況をまとめた。

まず、中小企業は、経営的に苦しい状況に立たされている中で、さらなる他社との競争激化を予想しており、何らかの対策を迫られている。この対策としては、3つの方向性があり、既存製品におけるサービス向上、漠然としたイメージであるが製品開発による差別化、具体的に課題を見据えたデザイン開発に分けられることが分かった。このような現状の中で、経営面では市場での安定と競争力を培うものとして製品開発に期待をしており、推進している企業も多くみられる。その反面、製品開発が利益につながるか分からない、人的余裕がないといった不安を抱えており、また、市場での安定を意識するあまり、価格や品質よりの評価を行いがちである。したがって、製品開発の各工程の投資効果、即ち経費と利益の関係を明確にすることが重要であると考えられる。

一方、開発面では、消費者や市場の要素をどのように取り入れていくかという問題に直面しており、また、今後は効率的、効果的な製品開発を行っていくかということが問題点となりそうである。特にこれまでの下請で開発を行う場合になされていなかったであろう消費者・市場評価は、製品開発の成否に大きく影響する重要な工程であり、このための手法の確立は急務であると考えられる。また、製品開発中の全ての工程において、必要ない工程はないという回答もあり、市場調査から販売まで全てを見据えた製品開発が重要であることがうかがえる。開発工程そのものについては、技術的制約よりも経費や時間の問題を大きく感じており、また、各工程も一連の作業の中で漫然と取り組んでいる企業も多いことから、人的、資金的余裕を考慮した効率的な製品開発システムを構築、普及させる必要があると考えられる。特に製品開発中の製品評価や情報収集の手法については不確定要素が多く、今後手法の確立が期待される。

以上のことから、次の3つを今後の課題として整理した。

1) 製品開発システムの構築・整理

資金的、人的問題や企画力等の向上のために、企画から技術開発、販路開拓までを網羅した製品開発を効率的、かつ確実にを行うためのシステムを構築、普及させる。また、それぞれの工程の投資効果を明確にすることで資金面の不安を払しょくしたり、外部デザイナー等との契約を容易にしていけることが必要である。

2) 市場・消費者情報の収集・評価技術の構築

製品開発では、品質のみならず、市場や消費者を基準とした評価を採り入れていくことが重要である。したがって、市場や消費者の情報を客観的に収集・評価し、効率的に製品に取り入れていくための技術を構築、普及させることが必要である。

3) デザイン・技術情報の整理・提供

製品開発はその工程数も多く、複雑であり、効率化が求められている。また、多くの情報を独自に整理しながら、製品へと展開していかなければいけない。

そこで、製品開発を効率的に進めていくための情報を収集、整理し、提供していくことが重要である。最後に、本研究を行うにあたり適切なお指導をいただいた佐賀県工業技術センター特別研究員（現、九州産業大学芸術学部）釜堀文学氏、及び東北芸術工科大学デザイン工学部助教授玉田俊郎氏の両名に心より謝意を表します。

— 編集委員 —

富重定三

原口隆一 湯之上雅子

井戸泰男 納崎克也

重森清史

熊本県工業技術センター研究報告 第37号, 1999

編集・発行 熊本県工業技術センター
熊本県工業技術振興会
〒862-0901 熊本市東町3丁目11-38
TEL 096-368-2101 (代表)
FAX 096-369-1938

印刷所 (株)新日本印刷
〒861-4109 熊本市日吉2丁目12番32号
TEL 096-358-1151 (代表)
FAX 096-311-3110
