

平成 20 年 度

(第 22 回)

若い研究者を育てる会研究発表会

研究論文集

平成 21 年 3 月 18 日 (水)

於：名鉄トヤマホテル

若い研究者を育てる会

The Educational Society for Young Research Workers of Technology, in TOYAMA

本書は下記の研究機関の指導のもとに作成された。

記

富山県工業技術センター

富山大学芸術文化学部

富山大学大学院理工学研究部

富山県立大学工学部

ごあいさつ

会長 町野利道

今年度も、県内の各企業から選ばれた若き精鋭達が、一年間に渡り各研究テーマに真剣に向き合い、取り組んで来ました。そしてここに「研究論文集」として研究成果をまとめる運びとなりました。これもひとえに大学の先生方、工業技術センターの方々の熱心な指導はじめ関係各位の御尽力の賜物と深く感謝申し上げます。また研究者のみなさまは、この貴重な経験をばねにして、さらに精進されエクセレントな研究者・技術者に飛躍されることを祈念いたします。



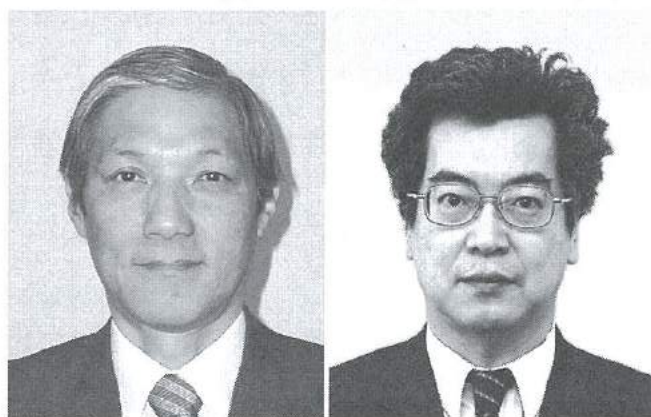
さて、昨年のリーマンショックから露呈しはじめた金融バブルの崩壊が、いよいよ実態経済に深く影を落とし、製造業にとっても非常に厳しい環境になってきていますが、このバブル崩壊は、まさにアメリカ発の金融資本主義の破綻を意味するものであり、金が金を生むという、まことにうま過ぎる世界をみごとに否定したものとも言えます。これは見方を変えれば、我々が取り組んでいる、「愚直なモノづくり」の正当性を強調するエールとも解釈できると思います。今必要なのは、このエールを背に、厳しい逆風に立ち向かう勇敢な技術者であり、技術者の育成です。こうした意味からも「若い研究者を育てる会」から今後も多くの熱い研究者を輩出し、その輪がより多くの県内企業に広がることを期待します。そうなれば富山県の重要な経済基盤をなすモノづくり産業の活性化に必ずや貢献できるものと思いますし、このユニークな取り組みが他県にも波及すれば、今の日本の重要課題である地方経済の活性化にも少なからず貢献できるのではと思います。今回の金融バブルや日本が過去体験した資産バブルは決していただけるものではありませんが、知のバブルは無限にあってもかまいません。金融バブルを飲み込むくらいの知のバブル、技術のバブルをモノづくり産業に携わる我々の力で起こしたいものです。最後に、ご尽力いただきました皆様に重ねて感謝申し上げますとともに、今後とも「若い研究者を育てる会」に皆様方のご支援ご協力を賜りますよう、お願い申し上げます。

研究の概要

本書は、『若い研究者を育てる会』に参加する企業（会員企業数14社）の研究者が5つの研究課題とグループを定め、平成20年5月から富山県工業技術センターにおいて、5グループ（5テーマ）が実施してきた研究の成果をまとめたものである。なお、5テーマの内1テーマについては、富山大学芸術文化学部が研究指導協力を行った。ここでは、今年度実施した5テーマの研究概要を論文集掲載順に述べる。

富山県工業技術センター機械電子研究所 工学博士 藤城 敏史
富山県工業技術センター中央研究所 工学博士 二口 友昭

①「マイクロリアクタによる反応制御方法に関する研究」の研究グループ（参加企業2社）では、バイオや化学分野で注目されている、短時間で効率的な混合が可能、温度制御が容易などの特徴を持つマイクロリアクタにおける反応特性の研究を目的とし、マイクロリアクタを用いた化学反応実験（フェノールのニトロ化反応）を行った。その結果、(1) スパイラル溝を有するミキサーを用いたマイクロ流路で反応溶液を効率的に混合することが出来た、(2) 反応温度条件が同じ場合、マイクロリアクタによる反応速度はバッチ式より速く、不純物も少ない、(3) スケールアップした流路を用いて実験したところ、元のマイクロ流路と同等の混合・反応特性（速度、生成率）が得られ、スケールアップが可能となった、などの成果を得た。



富山県工業技術センター 中央研究所 博士（工学） 岩坪 聡

②「空中超音波を用いた空間温度計測システムの研究」の研究グループ（参加企業2社）では、温度によって超音波の伝搬速度が変化することを利用し、広い空間の平均的温度を正確に測定するための信号処理技術の開発と、そのシステム構築と検証実験を行った。超音波センサーは感度を稼ぐためにその帯域が狭く、シャープな信号波形が得られない特性を持っているので、制動信号により超音波波形の包絡線ピーク点を明確にし、伝搬速度の時間的精度を高める方法と、それに加えて搬送波の位相情報も利用する方法を開発した。その結果、10℃～35℃の温度範囲での測定精度は、前者のみで±0.16℃、後者を併用することで±0.07℃まで向上できた。また、伝搬距離が10m前後に相当するS/Nの環境においても、従来の手法より遙かに精度よく計測できることが分かり、本方法の有効性を明らかにするなどの結果を得た。



富山大学芸術文化学部 工学博士 長柄 毅一

③「ダイカスト金型材料の接合技術の開発」の研究グループ（参加企業2社）では、接合により自由形状の冷却水流路を有した金型を製作するため、SKD61相当材を用いてSPS法、HP法にて接合の基礎実験を行った。その結果、(1)接合面粗さ、接合温度、および保持圧力と接合強度の関係、(2)曲げ試験後の破面は、接合界面の拡散が不十分な場合、母材と比較して凹凸が少ないこと、(3)SPS法で適切な条件で接合した場合、引張強度は、1800MPa以上と母材並みとなり、伸びについても約14%と母材に近いものが得られること、(4)接合温度および保持圧力を同一にして接合すると、引張強度は同等でもSPS法の方がHP法に比べ、接合面の信頼性が高いこと、等を明らかにした。さらにSPS法により、冷却水流路を有した金型を試作して熱サイクル試験を行い、冷却流路の効果とダイカスト金型への適用上の課題が明らかとなった。



富山県工業技術センター 機械電子研究所 博士(工学) 高林外広

④「局部加熱によるプラスチック表面の高機能化」の研究グループ（参加企業1社）では、プラスチック表面に、耐薬品性、耐摩耗性等を付与することを目的とし、プラスチック基板上に成膜した金属薄膜のみをマイクロ波加熱することが可能か検討を行った。金属薄膜のみを加熱することにより、金属とプラスチックの密着性を向上させると共に、基板の変形を生じることなく従来プラスチックに使用できなかった高温焼付け用の塗料の使用を試みた。その結果、マイクロ波照射により、プラスチック基板上の金属薄膜を選択的に加熱することで、塗料が加熱・硬化し、密着性の良い塗膜が成膜できることがわかった。また、Ni-Crの場合、膜厚6.7nm以上60nm以下で金属表面の加熱が可能であり、投入電力量が大きいほど金属表面温度が上昇し、また金属膜厚が大きい方が加熱されやすいことが分かった。さらに、金属材料だけでなく、透明導電酸化物であるITOでも、試料表面が高温まで加熱された。以上のことから、プラスチック上に、従来にない新しい機能を持たせるための塗装が可能となった。



富山県工業技術センター 工学博士 谷野克巳

⑤「酵母を利用した和漢薬の薬理作用の解析および測定デバイスの開発」の研究グループ（参加企業1社）では、カンゾウやオウレンなどの和漢薬の薬理作用と酵母活性との関係を解析し、将来的には産地間等の違いを電氣的に迅速に測定するシステムの開発を目的として、和漢薬を添加した酵母培養液を交流インピーダンス法を用いて解析した結果、①酵母の増殖を電荷移動抵抗の増加と溶液抵抗の減少として測定でき、②電荷移動抵抗の測定では酵母の金電極への吸着性代謝物としてアミノ酸ある



いはタンパク質類似物質の増加と推定、ならびに③溶液抵抗の測定ではイオン性代謝物の増加であると推定できる、などの結果が得られ、酵母の増殖に及ぼす和漢薬の添加効果を交流インピーダンス法で測定することが可能となった。

以上、本書は5つの独立した研究課題と結果から構成されているが、これらの研究は必ずしも完成されたものではなく、今後も本会もしくはそれぞれの企業などにおいて、継続して研究を進めていく必要があるものと考えている。過去22年間で実施した144テーマの成果はすでに関連学会で発表、もしくは今年中に発表を予定している。

また、本研究で得られた成果の内、自動車のシンクロナイザーリングに用いる高摩擦係数材料など幾つかのものは企業化されており、更に、過去に実施した自律型ロボット技術などは生産ラインの自動化などに応用されている。従って、これらの研究を遂行する過程で得られた様々な成果は、本会会員企業ならびに本県産業の科学技術力、工業技術力向上と発展などのために十分に役立つものであることを確信している。

研究内容の学術的レベルについては、いろいろと批判をする人達もいる。しかし、本会の目的は学術的な研究をすることではなく、企業現場で戦力となる企業技術者の育成とリカレント教育、そして、企業の枠を越えた技術者同士の連携の「輪」を広げることであり、このような活動の実践によって富山県産業全体の発展を願う県内企業オーナー有志によって設立された会である。従って、批判の内容については真摯に受け止め、今後の研究活動に役立てていきたいと考えている。

なお、本会の研究を推進するにあたり、内外の方々より多大なご助力、ご助言を賜ったことに対しまして、深く感謝の意を表します。

平成21年3月（統括研究幹事 谷野克巳）

研究グループの構成

I. マイクロリアクタによる反応制御方法に関する研究グループ

- 研究担当者 **大橋 裕之 (機化学工業㈱)**
梅原 洋平 (コーセル㈱)
- 森本 英樹 (工業技術センター中央研究所)
 - 山崎 茂一 (工業技術センター中央研究所)
 - 川堰 宣隆 (工業技術センター中央研究所)
 - 塚本 吉俊 (工業技術センター生活工学研)
 - 釣谷 浩之 (工業技術センター中央研究所)
 - ☆二口 友昭 (工業技術センター中央研究所)
 - ☆藤城 敏史 (工業技術センター機械電子研)

II. 空中超音波を用いた空間温度計測システムの研究グループ

- 研究担当者 **正源 浩之 (コーセル㈱)**
木下 正之 (立山科学工業㈱)
- 佐々木 克浩 (工業技術センター中央研究所)
 - 浅田 峯夫 (工業技術センター機械電子研)
 - 塚本 吉俊 (工業技術センター生活工学研)
 - 釣谷 浩之 (工業技術センター中央研究所)
 - ☆岩坪 聡 (工業技術センター中央研究所)

III. ダイカスト金型材料の接合技術の開発グループ

- 研究担当者 **花崎 裕美 (田中精密工業㈱)**
古川 万晃 (㈱タカギセイコー)
- 林 千歳 (工業技術センター中央研究所)
 - 土肥 義治 (工業技術センター中央研究所)
 - 森本 英樹 (工業技術センター中央研究所)
 - 氷見 清和 (工業技術センターPJ推進)
 - 谷野 克巳 (工業技術センター)
 - ☆長柄 毅一 (富山大学芸術文化学部)

IV. 局部加熱によるプラスチック表面の高機能化グループ

- 研究担当者 **吉田 康子 (㈱タカギセイコー)**
- 佐伯 和光 (工業技術センター機械電子研)
 - 横山 義之 (工業技術センター機械電子研)
 - 寺澤 孝志 (工業技術センター機械電子研)
 - 柿内 茂樹 (工業技術センター中央研究研)
 - ☆高林 外広 (工業技術センター機械電子研)

V. 酵母を利用した和漢薬の薬理作用の解析および測定デバイスの開発グループ

研究担当者 **日出嶋宗一 (立山マシン㈱)**

堀井 雅恵 (工業技術センター機械電子研)

高田 耕児 (工業技術センター機械電子研)

○浅田 峯夫 (工業技術センター機械電子研)

横山 義之 (工業技術センター機械電子研)

鍋澤 浩文 (工業技術センター機械電子研)

藤城 敏史 (工業技術センター機械電子研)

☆谷野 克巳 (工業技術センター)

註：各グループ中、企業名は50音順

○印は各研究グループのチーフ

☆印は研究幹事

目 次

I. マイクロリアクタによる反応制御方法に関する研究	1
1. 緒 言	1
2. マイクロリアクタの製作	1
3. 実験方法	2
4. 結果と考察	3
5. マイクロリアクタの生産量評価	7
6. 結 言	8
II. 空中超音波を用いた空間温度計測システムの研究	9
1. 緒 言	9
2. 温度計測方法	9
3. 温度計測システム	12
4. 温度変化の計測実験	13
5. 本手法の特長に関する検討	15
6. 結 言	16
III. ダイカスト金型材料の接合技術の開発	17
1. 緒 言	17
2. 実験方法	18
3. 実験結果と考察	19
4. 結 言	24
IV. 局部加熱によるプラスチック表面の高機能化	25
1. 緒 言	25
2. 電磁波加熱	26
3. 実験方法	27
4. 結果および結果	27
5. 結 言	30
V. 酵母を利用した和漢薬の薬理作用の解析および測定デバイスの開発	31
1. 緒 言	31
2. 実験方法	31
3. 実験結果	33
4. 考 察	35
5. 結 言	36

○各研究グループの研究風景	付- 1
○「若い研究者を育てる会」21年間の研究活動の足跡	付- 6
○会員企業および研究幹事名簿	付-18
○入会申込書	付-19

I. マイクロリアクタによる反応制御方法に関する研究

A Study on Reaction Control Methods with Microreactors

大橋 裕之 梅原 洋平 森本 英樹 山崎 茂一

OOHASHI Hiroyuki UMEHARA Youhei MORIMOTO Hideki YAMAZAKI Shigekazu

川堰 宣隆 塚本 吉俊 釣谷 浩之 二口 友昭 藤城 敏史

KAWASEGI Noritaka TSUKAMOTO Yoshitoshi TSURITANI Hiroyuki FUTAKUCHI Tomoaki FUJIKI Satoshi

Abstract

Micro devices that have minute flow channel of micrometer order for chemical reactions are called microreactors. At present, the applications of microreactors for the fields of fine chemicals, medicines, foods, analyses and measurements have been widely investigated. The researches are actively performed especially in Japan and Germany. The microreactors have advantages to produce target molecules more safely within shorter reaction times in higher yield compared with the conventional batch reactions. However, the disadvantage of the microreactor is a small amount of products because of the minute flow channel.

The purpose of this research is to increase the amount of production keeping the advantages of microreactors. We have investigated the nitration reaction of the phenol with microreactors and reaction performance of scale-up microreactors. The results obtained in this study are as follows; 1. efficient mixing performance was achieved by microreactors with chaotic mixer. The reactions using the microreactors showed high reaction rate and improved yield of objective substance compared with batch methods. 2. scale-up microreactors with rectangular cross section of 4.0mm width and 1.0mm depth showed comparable performance to the microreactor with rectangular of 1.0mm width and 0.25mm depth.

1. 緒言

マイクロリアクタ¹⁾は、マイクロメートルオーダーの微細流路を持つ反応装置のことであり、化学工業、医薬、食品といった様々な分野で、分析・評価用途を中心に導入が検討され、一部で使用が始まっている。マイクロリアクタは、その流路が微細であることから、①瞬時に2液が拡散混合する、②伝熱面積が大きい、③常に等量ずつの混合が可能である。このため、

- 1) 効率的な混合が可能
- 2) 温度制御が容易
- 3) 理論モル比での反応が可能

という特徴がある。また、これらの特徴により、反応の暴走による爆発といった危険も回避でき、さらに不純物の生成量を減らすことができるといった利点もある。

しかし、流路が細いため、生産量が少なく工業化するには同一のマイクロリアクタを多く設置しなければならず、コストがかかるといった問題もある。

そこで、本研究ではマイクロリアクタを用いて反応実験を行うことで、マイクロリアクタの特性を明らかにし、マイクロリアクタの利点を損なうことなく生産量の増加を図った。

2. マイクロリアクタの製作

マイクロリアクタの装置図を図1に示す。ここでは、1) ミキサー部の製作、2) 供給部、3) 排出部、4) 温度コントロール方法の4つに分けて説明する。

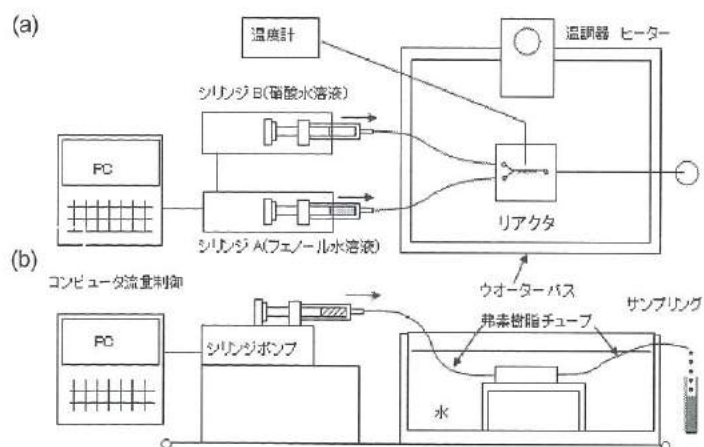


図1 マイクロリアクタの構成図
(a)上面図、(b)側面図

Fig.1 Composition of microreactor

< 2. 1 > ミキサー部の製作

2液を混合させるミキサー部は、縦×横×高さ:50×50×5mm、及び100×100×19mmのアクリル樹脂、フッ素樹脂の板に図2、表1に示す寸法にて切削加工により製作した。なお、加工面の粗さRaは0.3~0.8μm程度であり、混合には影響はないレベルである。また、2液をより混合できるように、一昨年の研究結果²⁾を参考に2液合流後の流路に螺旋状のスパイラルミキサーを設置した。これに供給用、排出用の穴を開け、ミキサー部とした。また、薬液が漏れないように、流路をシリコンシート(厚さ0.2mm)にてシーリングし、上下からアクリル樹脂板で挟んでネジにて押さえつけて固定した。

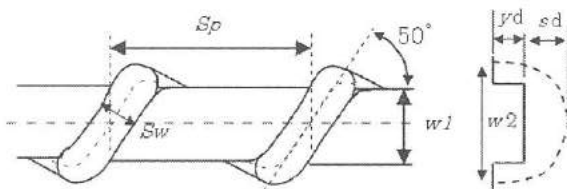
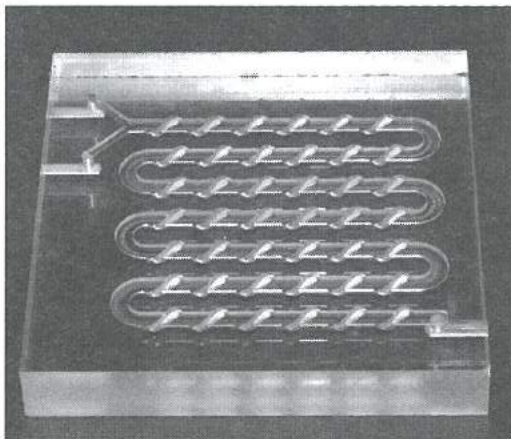


図2 スパイラルミキサー構成図
Fig.2 Schema of spiral mixer

表1 スパイラルミキサーの寸法
Table 1 Dimensions of spiral mixers

	流路記号	リアクタ種類				
		I	II	III	IV	
主流路	流路幅[mm]	W1	1	2	4	6
	流路深さ[mm]	yd	0.25	0.5	1	1.5
スパイラル流路	流路幅[mm]	W2	1.5	3	6	9
	流路深さ[mm]	sd	0.5	1	2	3
	ピッチ[mm]	Sp	2.5	5	10	15
	スパイラル幅[mm]	Sw	0.5	1	2	3

< 2. 2 > 供給部

薬液の供給はガスタイトシリンジからシリンジポンプを用いて行った。また、シリンジは先端にφ2mmのシリコンチューブを取り付けることで、ミキサー部と接続した。ミキサー部との接続部にはシリコンシーリング剤を使用して、薬液の漏れを防止した。なお、薬液の供給を制御するため、シリンジポンプはコンピューターで制御した。

< 2. 3 > 排出部

排出部には、φ3mmのフッ素チューブを使用した。なお、ここでもシリコングリースを使用して、薬液の漏れを防止した。

< 2. 4 > 温度コントロール方法

化学反応は温度により反応速度が大きく影響される。このため、マイクロリアクタの温度コントロールを行った。温度制御されたウォーターバスにミキサー部、排出部をひたすことで温度コントロールを行った。また、ミキサー混合部近傍温度をφ0.5mmの熱電対で測定し、所定温度±0.5℃として実験を行った。

3. 実験方法

< 3. 1 > 色水混合実験

上記の方法で製作したマイクロリアクタについて、混合状態の確認及び混合に必要なスパイラルミキサーの数を確認するため、赤と白の色水を用いての色水混合実験を行った。この実験では、シリンジA、Bに赤白の色水を入れてミキサー部に送液し、2液の合流直後及び一定個数のスパイラル通過後の混合具合を評価した。

評価方法は、混合状態を CCD カメラにてビデオ録画し、画像処理をすることで混合程度の定量化を行った。図3に概要を示す。CCD カメラで撮影した流路を流れる水溶液の表面観測画像を、各観測点において流路幅領域で切り取り、RGBの数値データ化を行う。これを単純平均法でグレースケール化することで1pixel当たり1個の数値データに置き換わる。合流直後の測定点での、グレースケール化
混合程度の定量化(色のバラツキとして評価)
RGB数値データの規格化(最大値1、最小値0)
標準偏差sの算出(完全分離 s=0.5 完全混合 s=0)

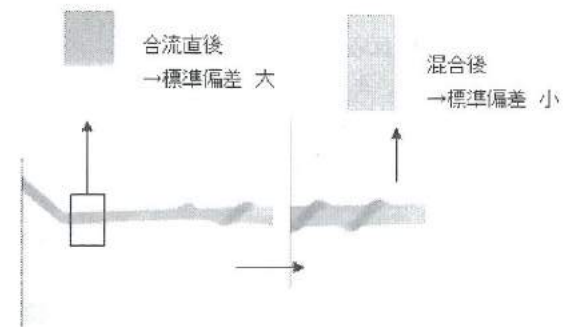


図3 混合状態の画像評価
Fig.3 Image assessment method of mixing conditions

した最小値(赤色)を0、最大値(白色)を1に規格化し、他の各観測点に反映させる。赤・白の単色の割合がほとんど(2液が分離状態)の場合、規格化された数値データの標準偏差sは0.5に近い値を示し、完全に混合した場合は規格化された数値データが平均化されるため標準偏差sは0に近い値となる。すなわち混合が進むと小さい値となる。この数値を比較・検討することで、混合程度を評価した。なお、今回の検討では、sが0.05以下となった時点を目録終了とした。

なお、今回の実験では1) スパイラルミキサーの有無による違い、2) スケールアップ時の変化、3) 流量を変更したときの違いについて評価した。

< 3. 2 > 化学反応系の選定

本研究で用いる反応系として、フェノールと硝酸によるニトロ化反応を選定した。選定理由として、反応系が比較的単純であること、および論文等^{3), 4)}でマイクロリアクタでの反応の報告があり、これらと比較検討が可能と考えたためである。

この反応式は以下となる。

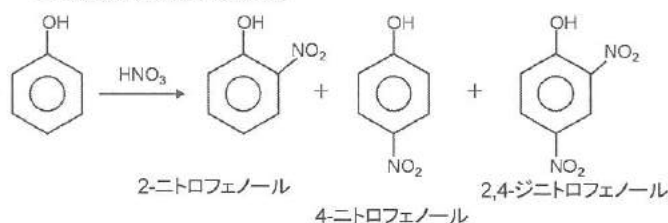


図4 フェノールの硝酸によるニトロ化反応式
Fig.4 Nitration of phenol with nitric acid

この反応は発熱反応であり、フェノール中に投入した硝酸が亜硝酸イオンに変化し、亜硝酸イオンが一定量以上となった時点でニトロ化が急速に進むと考えられている。

本研究ではモノニトロフェノール(2-ニトロフェノールおよび4-ニトロフェノール)を目的物、2,4-ジニトロフェノールおよびその他の生成物を不純物とし、これらの物質の生成率及びフェノール残存率を評価した。なお、本実験では、フェノール水溶液濃度を0.9mol/l、硝酸水溶液濃度を5.2mol/lに固定して実験を行った。

< 3. 3 > バッチ法でのニトロ化反応実験

マイクロリアクタとの比較評価を行うため、バッチ法(通常の化学反応で用いられる一度にまとまった量を反応させる方法)でニトロ化反応実験を行った。

実験装置を図5に示す。フェノール水溶液10mlを入れたビーカーを、マグネチックスターラー付ウォーターバスに入れて温度制御を行う。そこに、硝酸を3.3ml/minの速度で10ml滴下する。硝酸を入れ始めた時間を反応開始(t=0)とし、その後、一定時間おきにサンプリングした。評価は、ガスクロマトグラフィーを使用し、フェノール残存率、及びモノニトロフェノール、ジニトロフェノールの生成率を測定した。

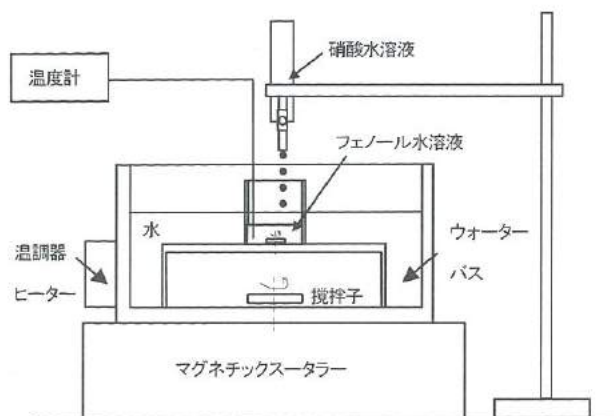


図5 バッチ実験装置図
Fig.5 Schema of batch method

< 3. 4 > マイクロリアクタでのニトロ化反応実験

図1に示すマイクロリアクタを使用し、シリンジにフェノール水溶液、硝酸水溶液を入れてミキサー部に供給する。2液の合流地点を反応開始時間(t=0)とし、ミキサー後に接続してあるフッ素チューブの長さを調節することで反応時間を調節した。チューブ出口から排出される反応液をサンプリングし、評価を行った。

4. 結果と考察

< 4. 1 > 色水混合実験

< 4. 1. 1 > スパイラルの有無による違い

ミキサー部にスパイラルを取り付けたことによる効果を確認するため、表2に示す条件にて色水混合実験を行った。

表2 実験条件

Table 2 Experimental condition

使用リアクタ種類	スパイラル	色水流量	レイノルズ数
		[μl/min]	[-]
I	有り	200	6.7
	無し	200	6.7

色水流量: 上記値は赤白合わせた流量(各色の流量は上記値の1/2)

レイノルズ数 $Re = UD/\nu$

ここで U: 平均流速 13.3mm/s

D: 代表長さ [D=2Wd/(W+d)、W: 溝幅、d: 溝深さ]

ν : 動粘度(純水 30°Cの値 0.801mm²/s)

その結果を図6に示す。ここで、スパイラルを設置していないミキサーの評価は設置してあるリアクタの評価地点と同じ位置で行っている。スパイラルがないミキサーの場合、標準偏差は0.20~0.25の間でほぼ一定であり、混合されていない結果となった。

一方、スパイラルを設置した場合、スパイラルを10個通過し

た時点で、標準偏差 s は 0.35 から 0.04 へと低下し、混合が進んでいることが確認できた。その後、スパイラルを 20 個、30 個通過させた地点でも評価したが、いずれも 10 個の場合と変わらなかった。

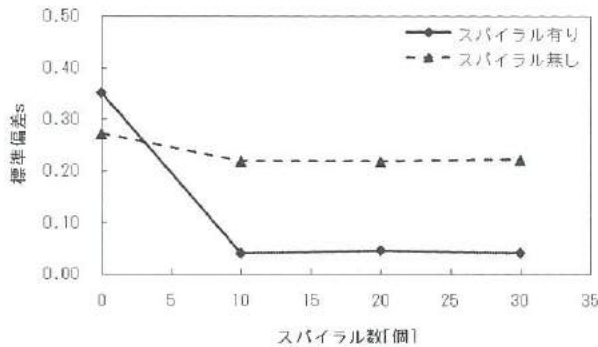


図6 スパイラルの数と標準偏差の関係

Fig.6 Relationship between number of spiral and standard deviation

< 4. 1. 2 > スケールアップ時の変化

取量アップを目的に、マイクロリアクタのサイズを大きくしたときの混合状態を確認するため、表3に示す条件にて実験を行った。なお、流量はリアクタ内の流速が一定となるようにそれぞれ設定した。

表3 実験条件

Table 3 Experimental condition

使用リアクタ 種類	色水流量 [$\mu\text{l}/\text{min}$]	レイノルズ数 [-]
I	200	6.7
II	800	13.3
III	3200	26.6
IV	7200	40.0

色水流量: 上記値は赤白合わせた流量(各色の流量は上記値の1/2)

レイノルズ数 $Re = UD/\nu$ 表2と同様に計算。

なお、U:流速 13.3mm/s いずれの流路においても一定。

その結果を図7に示す、リアクタIでは、スパイラルが10個通過した時点で標準偏差 s が 0.05 以下となったが、流路幅が大きいリアクタIIでは、標準偏差 s はリアクタIのときより減少が緩やかになり、完全混合に必要なスパイラル数は20個であった。リアクタIIIの場合は、リアクタIIの時と比べて標準偏差 s は多少緩やかに減少していったが、必要なスパイラルは18個とリアクタIIのときとほとんど変わらなかった。一方、リアクタIVでは、標準偏差 s はばらつき、28個通過した時点でも 0.05 以下とはなら

なかった。

今回の色水実験の結果から、それぞれのリアクタに必要なスパイラル数はリアクタI:10個、リアクタII, III:20個とした。ニトロ化反応実験は、リアクタIVを除く、リアクタI~IIIを用いることとした。

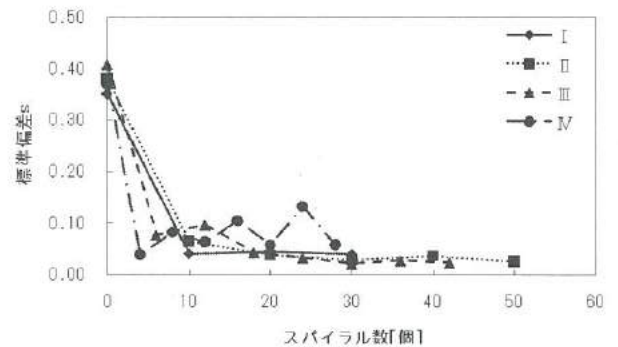


図7 標準偏差に及ぼすリアクタサイズの影響

Fig.7 Effect of reactor size on standard deviation

< 4. 1. 3 > 流速を変更したときの影響

色水の流量を変えたときの影響を表4の条件で調査した。その結果を図8に示す。

表4 実験条件

Table 4 Experimental condition

使用リアクタ 種類	色水流量	レイノルズ数
	[$\mu\text{l}/\text{min}$]	[-]
III	800	6.7
	3200	26.6
	6400	53.3
	16000	133.2

色水流量: 上記値は赤白合わせた流量(各色の流量は上記値の1/2)

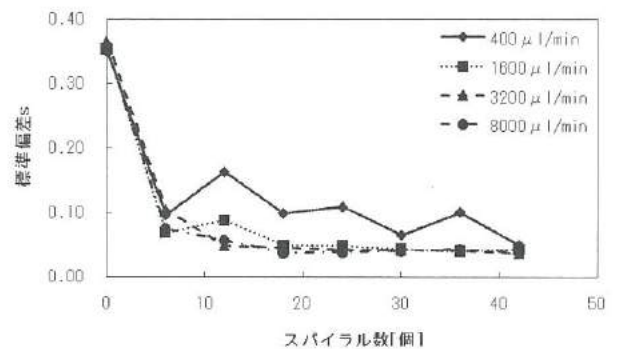


図8 標準偏差に及ぼす流量の影響

Fig.8 Effect of flow rate on standard deviation

流量が少ない場合、各地点での標準偏差はばらつき、十分に混合されていない傾向が見られた。流速が速くなるにつれて各地点での標準偏差は小さくなり、十分に混合している結果となった。この要因は、今回行った範囲ではすべて層流状態ではあるが、流れが速い分混ざりやすくなった、もしくはスパイラル部にて渦状の流れができたことにより2液の混合が促進されやすくなったためと考えられる。この結果から、生産量を多くするため流量を多くしても混合に関しては問題はないことが確認できた。

<4. 2> ニトロ化反応実験

<4. 2. 1> バッチ実験

まず、反応温度 30℃でバッチ実験を行った。その結果、滴下開始後 2.5 分後に液の色が透明からこげ茶に変化し、液温も上昇し始めた。5 分後には色や温度の変化も収まるという結果であった。

次に、各反応時間でのフェノール残存率及び生成物の生成率を調査した。フェノール残存率の時間変化を図 9、モノトロフェノール、ジニトロフェノール生成率の時間変化を図 10 に示す。液温、色に変化がない時はフェノール残存率は高く反応が進んでいないが、変化が収まった 5 分後にフェノール残存率が急激に低下し、7 分後にはフェノール残存率が 1%以下になるという結果が得られた。そこで、今回の結果から、フェノール残存率が 1%以下になった時点を反応終了時間とした。また、目的物のモノトロフェノールは変化が始まった 5 分後から生成し、15 分経過時には生成率は約 80%となった。一方、不純物であるジニトロフェノールは、3 分以降から徐々に生成し、10 分後に生成率は約 11%となった。これは、ジニトロフェノールは硝酸濃度が高いと生成しやすいが、バッチ実験では硝酸滴下後、反応液中で均一に混ざるのに時間がかかるため、局部的に硝酸濃度が高い部分ができ、これがジニトロフェノール生成の原因になっているのではないかと考えられる。しかし、15 分後にはジニトロフェノールの割合が約 5%まで低下した。この原因としては、ジニトロフェノールがさらに反応し、フェノール二量体などに変化してしまった可能性などが考えられるが、詳細の検討はしていない。

さらに、反応温度を変化させたときの影響について調査した。条件として、反応温度を 15℃、30℃、40℃と変化させた。フェノール残存率の時間変化を図 11、モノトロフェノール、ジニトロフェノールの生成率の時間変化を図 12 に示す。実験の結果、反応温度が高くなるにつれて、早い時間で液の色の変化が見られ、反応が終了した時間は、15℃：45 分、30℃：7 分、40℃：3 分であった。これにより、一般的な化学反応と同様の傾向を確認できた。なお、反応終了前後の生成物について、モノトロフェノールは各温度ともそれほど変わらなかったが、ジニトロフェノールは 15℃、40℃のときは 1%以下と 30℃のときは異なる傾向が見られた。15℃のときにジニトロフェノールの生成が少ない理由は、温度が低いと反応速度が遅くなるため、反応が始まるまでに十分な混合が行われたためと考えることができる。40℃のときにジニ

トロフェノールの生成が少ない理由としては、一旦生成したジニトロフェノールがすぐに反応して他の化合物に変化した可能性が考えられるが、現時点では不明である。

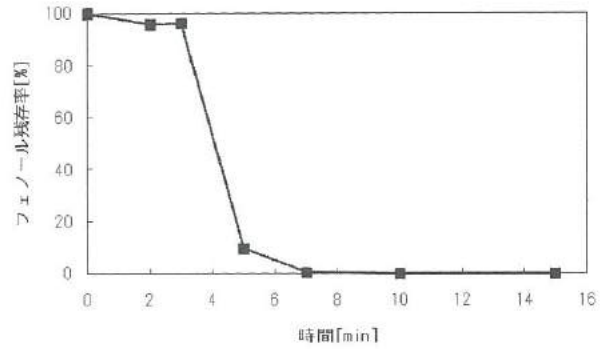


図 9 バッチ反応 (30℃) におけるフェノール残存率の時間変化
Fig.9 Relation between reaction time and phenol residual ratio

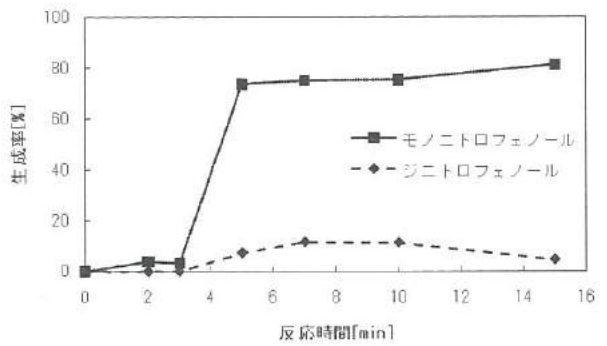


図 10 バッチ反応 (30℃) におけるニトロ化フェノール生成率の時間変化
Fig.10 Relation between reaction time and production ratio

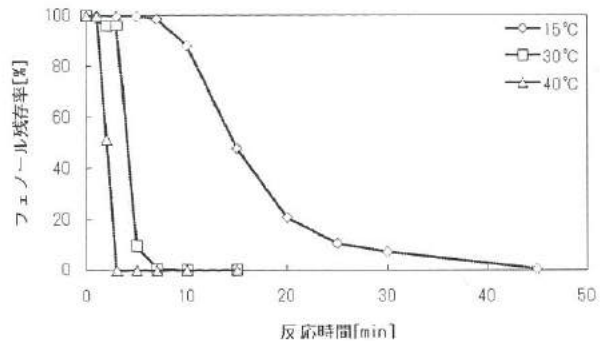


図 11 バッチ反応 (温度変化) におけるフェノール残存率の時間変化
Fig.11 Relation between reaction time and phenol residual ratio

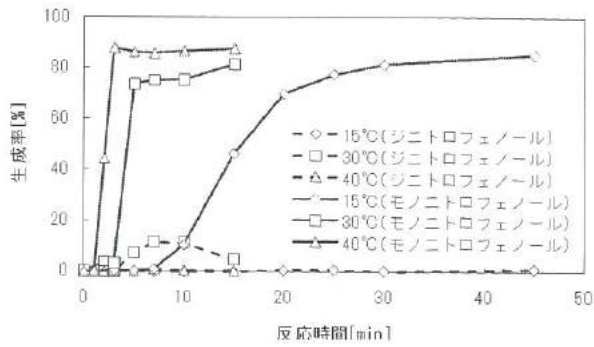


図 12 バッチ反応（温度変化）におけるニトロ化フェノール生成率の時間変化

Fig.12 Relation between reaction time and production ratio

<4. 2. 2> マイクロリアクタ実験

まず、リアクタ I にて、反応温度を 30°C、硝酸、フェノール水溶液流量を各 100 μ l/min にして実験を行った。その結果、ミキサ一部では液の色の変化は見られなかったが、ミキサ通過後のチューブ内では色の変化が見られた。

次に、各反応時間でのフェノール残存率及び生成物の生成率を調査した。フェノール残存率の時間変化を図 13、モノニトロフェノール、ジニトロフェノールの生成率の時間変化を図 14 に示す。

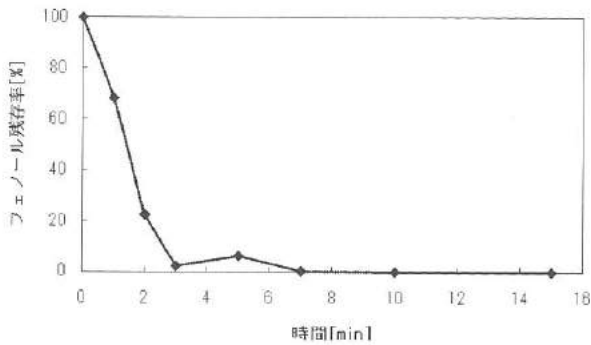


図 13 マイクロリアクタ I でのフェノール残存率の時間変化

Fig.13 Relation between reaction time and production ratio

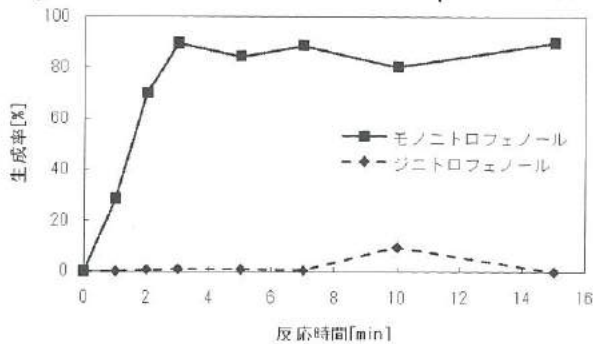


図 14 マイクロリアクタ I でのニトロ化フェノール生成率の時間変化

Fig.14 Relation between reaction time and phenol residual ratio

まず、フェノール残存率は、反応時間とともに低下し、反応開始 7 分後に 1%以下となり反応が終了しているという結果となった。一方、生成物について見ると、モノニトロフェノールはフェノールが減少するにつれて増えていき、最終的に生成率は約 90% であった。また、ジニトロフェノールについては、10 分の時点で約 10%という結果が出たが、いずれの時間も 1%未満と不純物がほとんど生成されていないという結果となった。10 分の段階で高い数値が出た理由について検討したが、この時間だけ極端に生成される理由は見つからず、操作上の何らかのミス等によるものと考えられる。

次に、反応温度を変化させたときの影響に調査した。条件は、バッチ実験と同様、反応温度を 15°C、30°C、40°Cとした。フェノール残存率の時間変化を図 15、モノニトロフェノール、ジニトロフェノールの生成率の時間変化を図 16 に示す。その結果、バッチ法と同様、温度が高くなるにつれて反応が終了する時間は短くなり、15°C : 15 分以上、30°C : 7 分、40°C : 1 分という結果となった。なお、反応終了前後の生成率については、30°Cと 40°Cのときでほぼ同様の傾向が見られた。15°Cのときは、15 分で反応が終了せず、それ以降生成率の評価をしなかったため、比較できなかった。

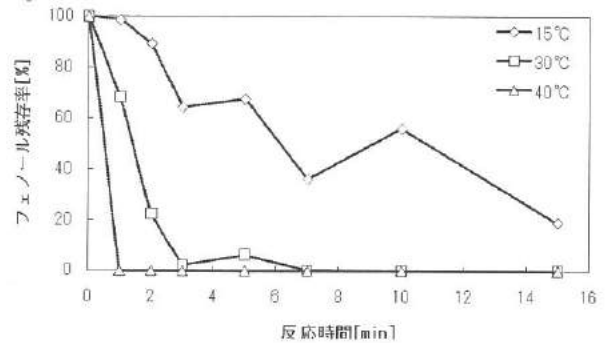


図 15 マイクロリアクタ I でのフェノール残存率の時間変化（温度変化）

Fig.15 Relation between reaction time and phenol residual ratio

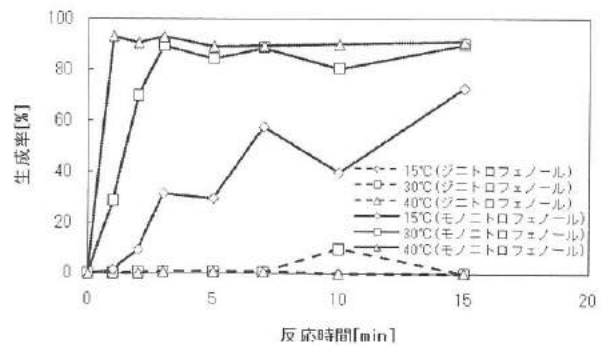


図 16 リアクタ I でのニトロ化フェノール生成率の時間変化（温度変化）

Fig.16 Relation between reaction time and phenol residual ratio

< 4. 2. 3 > バッチ法とマイクロリアクタとの比較

表5に上記の実験で得られたバッチ法とマイクロリアクタの比較を示す。いずれの反応温度においても、マイクロリアクタの方がより反応が進んでいることが分かった。

また、生成物を比較すると、マイクロリアクタの方が目的物のモノトロフェノールが多く生成し、また不純物のジニトロフェノールの生成はほとんどないことが分かった。このように、マイクロリアクタの場合に反応速度が速く、目的物の生成率が高く、不純物のジニトロフェノールの生成率が低くなった理由は、硝酸とフェノールが均一に混合されるまでの時間が短く、局所的に硝酸濃度が高い部分が存在しないことと、マイクロリアクタ内での反応温度がバッチ法に比べ制御しやすいことから、モノトロフェノールの2次反応によるジニトロフェノールの生成が抑制されたため⁵⁾と考える。

表5 バッチ法とリアクタ I における反応時間及び生成率の比較
Table 5 Comparison of batch method and microreactor

		反応温度		
		15°C	30°C	40°C
バッチ法	反応時間[min]	15	3	1
	モノトロフェノール生成率[%]	46.2	3.3	0.1
	ジニトロフェノール生成率[%]	0.1	0.0	0.0
マイクロリアクタ (リアクタ I)	反応時間[min]	15	3	1
	モノトロフェノール生成率[%]	72.9	89.7	93.1
	ジニトロフェノール生成率[%]	0.1	0.9	0.0

< 4. 2. 4 > スケールアップ時の影響

最後にマイクロリアクタのサイズを大きくしたときの影響を調査した。条件を表6に示す。この実験では、反応温度30°Cとし、リアクタI、II、IIIを用いて行った。

表6 実験条件

Table 6 Experimental condition

使用リアクタ 種類	薬液流量	レイノルズ数
	[$\mu\text{l}/\text{min}$]	[-]
I	200	6.7
II	800	13.3
III	3200	26.6

薬液流量：上記値は2液を合わせた流量（各流量は上記値の1/2）

フェノール残存率の時間変化を図17、モノトロフェノール、ジニトロフェノールの生成率の時間変化を図18に示す。まず、フェノール残存率の変化を見ると、いずれのリアクタもほぼ同様の傾向が見られ、フェノール残存率が1%以下となったのはいずれも7分であった。また、モノトロフェノール、ジニトロフェノール生成率もほぼ同様の傾向が見られ、それぞれ、90%、1%以下

という結果となった。このように、スケールアップしても生成率等が変わらなかった理由は、1) リアクタ内にスパイラルを設置したことで効率よく混合が行われた、2) この反応は亜硝酸イオンが一定量以上生成されないに進まないというものであるため、亜硝酸イオンが生成される前に完全混合した、3) このリアクタサイズであれば、反応流路内の温度は均一であることが考えられる。

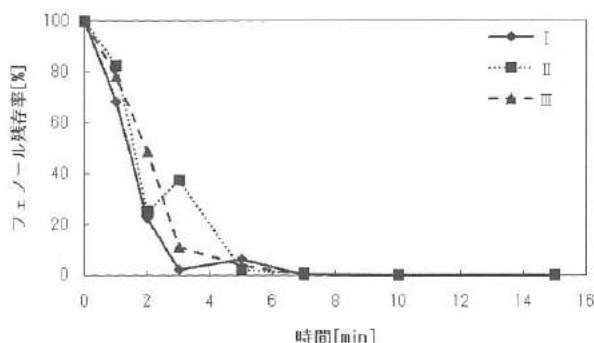


図17 マイクロリアクタでのフェノール残存率の時間変化
Fig.17 Relation between reaction time and phenol residual ratio

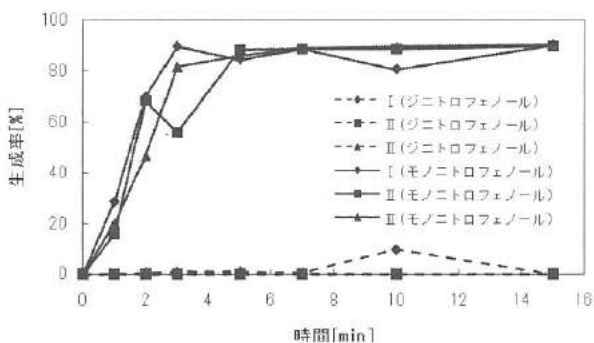


図18 マイクロリアクタでのニトロ化フェノール生成率の時間変化
Fig.18 Relation between reaction time and phenol residual ratio

5. マイクロリアクタの生産量評価

今回製作したマイクロリアクタと市販されているマイクロリアクタの生産量を比較した。市販されているマイクロリアクタは約2~3lhであるが、今回製作したリアクタでは3200 $\mu\text{l}/\text{min}$ (192ml/h)と市販品の約1/10であった。しかし、今回の研究により、流量を増やしても十分な混合が可能であることを確認していることから、さらなる生産量の増加は可能と考える。

6. 結言

本研究では、マイクロリアクタを用いた化学反応（フェノールのニトロ化反応）の特性を、従来のバッチ法（ピーカー反応）と比較した。さらに、マイクロリアクタの欠点である少ない生産量の増加を目的に、スケールアップを行ったリアクタを製作し、それらの反応特性を調査した。その結果得られた知見を以下にまとめる。

①マイクロリアクタとして、流路幅 1mm×深さ 0.25mm の矩形溝にスパイラル溝を付与したマイクロミキサーを製作した。これによって、反応溶液（フェノール水溶液、硝酸水溶液）を効率的に混合することが可能となった。

②製作したマイクロリアクタを用いて、反応温度 15°C、30°C、40°C における反応特性をバッチ法（ピーカー反応）と比較した結果、いずれの温度においてもリアクタの方が反応が速いことを確認した。30°Cの反応では、ジニトロフェノールの生成がバッチ法に比べて少なかった。

③マイクロミキサー（スパイラル溝付き）の寸法を 4 倍、16 倍、32 倍までスケールアップしたミキサーを製作し、均一混合が可能なミキサー構造（スパイラル溝寸法、数）について調べた。その

結果、4 倍、16 倍までマイクロミキサーと同等の混合性能を保つミキサーを製作した。

④4 倍、16 倍にスケールアップしたリアクタによる反応特性を調べた結果、マイクロリアクタの反応特性（反応速度、反応生成物比）を損なうことなく、スケールアップすることができた。

文 献

- (1) マイクロリアクタテクノロジー (株)NTS,(2005)
- (2) 嶋将伸ほか 平成 18 年度若い研究者を育てる会研究発表会論文集 (2007) P37~42.
- (3) 鈴木美緒ほか マイクロリアクタを用いた芳香族ニトロ化反応に関する検討, 化学工学会年会研究発表講演要旨集 G107, (2006) p259.
- (4) Laurent Ducry and Dominique M. Roberge, Controlled Autocatalytic Nitration of Phenol in a Microreactor, *Angew. Chem. Int. Ed.* 44 (2005) P7972-7975.
- (5) 三宅亮, 富樫盛典, マイクロリアクタによる化学生産プロセスの革新, 日立評論, vol. 88, No. 11 (2006) P916-917.

Ⅱ. 空中超音波を用いた空間温度計測システムの研究

Temperature measurement system using air-coupled ultrasonic wave

正源浩之
SHOGEN Hiroyuki

木下正之
KINOSHITA Masayuki

佐々木克浩
SASAKI Katsuhiko

浅田峯夫
ASADA Mineo

塚本吉俊
TSUKAMOTO Yoshitoshi

釣谷浩之
TSURITANI Hiroyuki

岩坪聡
IWATSUBO Satoshi

Abstract

This study has developed a noncontact temperature measurement system using air-coupled piezoceramic sensors with a frequency of 40 kHz. In this system, the average temperature was calculated from a time for a peak of an envelope of a burst sine wave signal. But, the envelope was very broad. To emphasize the peak of the envelope of conventional wave, we proposed signal process base on an active control, which consisted the new driving signal with high ratio of the voltage of the inverse-phase over the voltage of first burst sine wave. The accuracy of temperature measurements of approximately $\pm 0.16^{\circ}\text{C}$ in the range from 10°C to 35°C has been achieved using peak detection alone in the system. Combination of peak detection and phase correction has improved the accuracy to approximately $\pm 0.07^{\circ}\text{C}$. We demonstrated the usefulness of the system under the condition of low signal-to-noise ratios and multi pass.

1. 緒言

従来、温度測定には熱電対、サーミスタ、アルコール温度計などが用いられている。これらの温度計測では、センサを壁などに設置する場合が多く、空間の一点の温度しか計測することができない。空間全域の温度を計測するためにはセンサを多数設置しなければならず、大がかりになり、高コストになる問題があった。

空気中の超音波を用いた温度計測は、音速が温度に依存することを利用するため、超音波の伝搬時間を測定することによって空間の平均温度を非接触で計測でき、センサ自体の熱容量を考慮する必要がないため優れた応答性を持つ。さらに、超音波の伝搬経路を複数変えることで、空間内に多数のセンサを配置することなく非接触で温度分布を計測できる。このような特徴を持つ超音波温度計測は、室内、ビニールハウス⁽¹⁾や車両⁽²⁾⁽³⁾における平均的溫度あるいは温度分布計測に適しており、多くの応用が期待できる。

その空中超音波を用いた温度計測では、超音波の伝搬時間を正確に求めることが必要とされる。しかし、一般的に実用されている汎用圧電型超音波センサは、その感度を高めるために共振器を用いている。そのため周波数帯域が狭く、発生した超音波の包絡線がなだらかとなってしまい、受波時刻の正確な決定

は困難となる問題があった⁽⁴⁾⁽⁵⁾。広帯域のスピーカやマイクロフォンも市販されているが、これらは高価または大型といった課題がある。

そこで本研究では、汎用の空中超音波センサを用いた高精度かつ実用的な温度計測システムを開発するために、高精度に超音波受波時刻を検出する手法を検討した。

2. 温度計測方法

< 2. 1 > 超音波を用いた温度計測の基本原則

図1に送波器と受波器を距離 L だけ離して配置し、透過法により超音波を送受波する場合を示す。このとき、送波信号と受波信号の伝搬時間差 T を用いて、次式により音速 c が求められる。

$$c = \frac{L}{T} \quad (1)$$

超音波伝搬経路の平均温度 t は音速 c を用いて次式で表される⁽⁶⁾。

$$t = 273.15 \left[\left(\frac{c}{331.45} \right)^2 - 1 \right] \quad (2)$$

式(1)および式(2)より、送波信号と受波信号の時間差 T から温度 t を求めることができる。

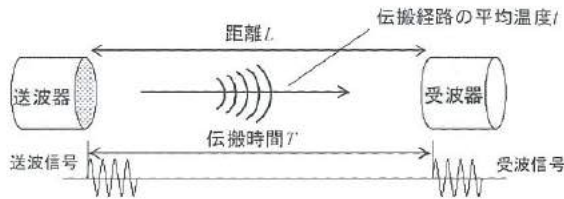


図1 超音波の伝搬時間を用いた温度計測の原理

Fig.1. Principle of temperature measurement in the transmission mode using the time difference between transmitted and received wave signals.

< 2. 2 > 時間差測定法

測定される包絡線が矩形の受波信号であれば、受波した第一波を特定することが容易であるが、実際の汎用センサから送波される超音波の包絡線は非常になだらかなため、受波時刻を正確に決定することができない。その対策としては、従来、電圧閾値に対応する時刻を利用する方法が広く用いられている。しかし実際は、気流の影響や湿度⁽⁷⁾の変化の要因により超音波受波信号の振幅が変化し、閾値の正確な測定は困難になる。その閾値を用いた方法は一般的に S/N が悪いと言われている⁽⁶⁾。そのため振幅変動の影響を比較的受け難い手法として、特殊な駆動信号により形成した超音波波形の振幅ゼロとなる点を用いる手法^{(6),(8)}と包絡線ピーク時刻を用いる手法⁽⁹⁾が提案されている。しかし、前者は振幅ゼロ付近の S/N が悪いうえ、受波基準時刻が包絡線ピークより遅いため、超音波の伝搬経路付近の障害物からの反射波と直接波が干渉するマルチパスの影響を受け易い。後者は、汎用センサより送波された超音波の包絡線がなだらかなため、ピークが不明瞭である。そこで本研究では、その包絡線ピークを強調するための手法を検討し、ピーク時刻を高精度に検出することを試みた。

< 2. 3 > ピーク強調用逆位相信号

まず、包絡線ピーク付近以降の振動を逆位相の波形で抑制することで超音波の包絡線を鋭くする手法を検討する。この概念の原理を示すために、圧電型超音波センサから発生する超音波波形 $f(t)$ を考える。この近似式は次式で表わされる^{(6),(8)}。

$$f(t) \cong A t^n e^{-\alpha t} \sin(\omega t + \phi) \quad (3)$$

ここで、 A は振幅、 t は時間、 $\omega (= 2\pi f)$ は角度周波数(f は周波数)、

ϕ は初期位相、 n 、 α はセンサの特性で決まる定数である。式(3)の信号を $f_1(t)$ として、 $f_1(t)$ に対して一定時間遅延させた $f_2(t)$ を逆位相で入力する場合の遅延時間 t_d は次式で表わされる。

$$t_d = \frac{(2m+1)\pi}{\omega} \quad (m=0, 1, 2, \dots) \quad (4)$$

このとき、干渉信号 $f_{\text{int}}(t)$ は次式のように表わされる。

$$\begin{aligned} f_{\text{int}}(t) &= f_1(t) + f_2(t) \\ &= A_1 e^{-\alpha t} \left[\sin(\omega t + \phi) u(t) + \frac{A_2}{A_1} \left(1 - \frac{t_d}{t}\right)^n e^{\alpha t_d} \sin(\omega t - \omega t_d + \phi) u(t - t_d) \right] \end{aligned} \quad (5)$$

ただし、 A_1 および A_2 はそれぞれ $f_1(t)$ および $f_2(t)$ の振幅である。また $u(t)$ および $u(t-t_d)$ は、それぞれ $f_1(t)$ および $f_2(t)$ のステップ関数である。

本手法の有効性を検討するため、一例として、 $n=3.4$ 、 $\alpha=5100$ 、 $f=40.5\text{kHz}$ 、 $m=20$ を式(3)から式(5)に代入し、計算した結果例を図2に示す。図2(a)に示す従来の超音波波形 $f_1(t)$ は、波形の包絡線の立ち上がりおよび減衰が緩やかであり、包絡線のピーク点が不明瞭である。これに対し、逆位相信号 $f_2(t)$ (図2(b))を加え

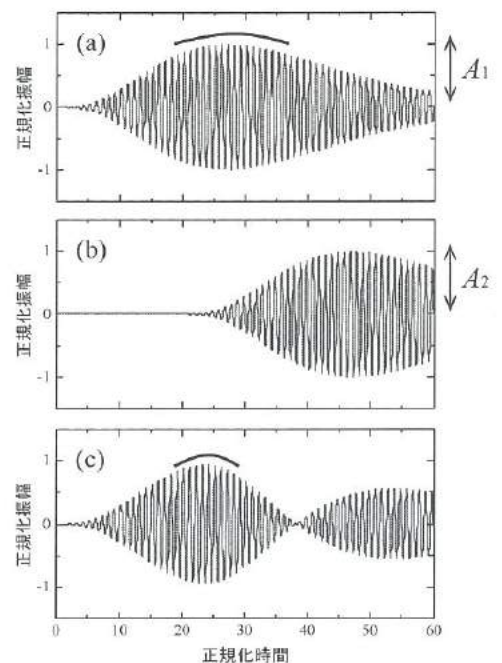


図2 逆位相信号による包絡線ピーク点の強調 (計算例)

(a) 超音波波形、(b) 逆位相波形、(c) (a)+(b)の波形

Fig. 2. Emphasis of peak of envelope (Calculated). (a) Typical waveform, (b) Inverse phase signal and (c) Waveform of (a)+(b).

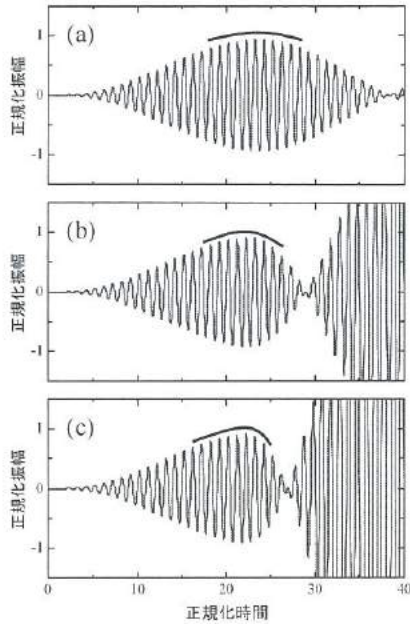


図3. 振幅比 A_2/A_1 変えた場合のピーク点の強調 (計算例)
 A_2/A_1 は(a)1, (b)5, (c)10

Fig. 3. Emphasis of peak of envelope by inverse phase signal with various ratio A_2/A_1 of (a)1, (b) 5 and (c)10 (Calculated).

た干渉信号 $f_m(t)$ (図 2(c))は図 2(a)のピーク付近以降の振動を早く抑制できることがわかった。さらに、振幅比 A_2/A_1 を変えた場合の計算結果例を図 3 に示す。同図より振幅比を大きくすることで、包絡線をより鋭くすることが可能であり、ピーク点を強調できることが確認できた。

< 2. 4 > 時間情報と位相情報の結合

本手法の時間情報に加え、位相情報を結合する方法⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾を用いることで、さらに高い精度の測定が可能であると考えられる。原理は、包絡線のピーク時刻(図 4 中●)を基準としてその整数倍周期後(図 4 の例では 0 周期後)のゼロクロス点(図 4 中×)を測定する。これにより、大まかな時間が決定でき、振幅変動の影響をほとんど受けることのない、位相情報に基づいた高精度な時刻検出が可能になると考えられる。ただし、原理的に時間情報と位相情報を結合するためには時間情報を超音波の周期以下の誤差で決定する必要がある⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。従来の閾値や包絡線ピーク時刻を用いた時刻測定法では、特に低 S/N の環境下において十分な精度が得られない場合がある。一方、本手法は時間情報を従来の手法より高精度に決定できる。従来の手法では位相結合が不可能となる S/N の環境下においても本手法では時間情報と位相情報を結合できる。

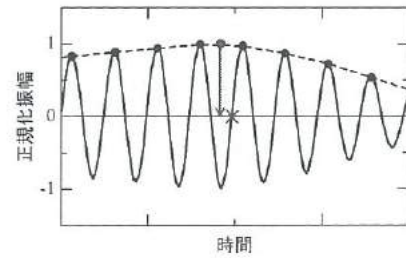


図 4. 時間情報と位相情報の結合

Fig. 4. Combination of peak-detection and phase correction.

< 2. 5 > 湿度の影響

超音波の音速は気体の密度に関連するため、温度の測定値は湿度に依存する。高精度な温度計測のためには湿度の影響を補正する必要がある。湿度 0% のときの音速 c と湿度 $h\%$ のときの音速 c_h の比 $CF_h = c_h/c$ は次式で表わされる⁽⁶⁾⁽⁷⁾。

$$CF_h = 4.5513 \sqrt{\frac{\gamma_h}{M_h}} \quad (6)$$

ここで、 γ_h , M_h はそれぞれ比熱比、1 モルあたりの質量であり、式(7)、式(8)で表される⁽⁶⁾⁽⁷⁾。

$$\gamma_h = \frac{7+h}{5+h} \quad (7)$$

$$M_h = 29 - 11h \quad (8)$$

式(7)および式(8)中の湿度 h は式(9)で表される⁽⁶⁾⁽⁷⁾。

$$h = \frac{0.01RH \times e(t)}{p} \quad (9)$$

ここで、 RH は相対湿度であり測定により求め、 p は 1 気圧 (=1.013 $\times 10^5$ Pa) である。また、 $e(t)$ は温度 t における蒸気圧であり、文献(6),(7)に示されている代表値から導出できる。

最終的に式(2)について湿度を考慮すると次式のようになる。

$$t = 273.15 \left[\left(\frac{c_h / CF_h}{331.45} \right)^2 - 1 \right] \quad (10)$$

3. 温度計測システム

< 3. 1 > システム構成

本研究で使用した空中超音波温度計測システムを図5に示す。また、実験装置の写真を図6に示す。送受波器は温度設定分解能 0.1°C の恒温室(ESPEC社製 TBL-9 TABAI)内に対向した位置に設置した。図5中の発振器は任意波形を出力するための発振器(Tektronix社製 AWG2005)とその出力周期を制御する発振器(WAVETEK社製 MODEL166)で構成した。測定の手順は次の通りである。任意波形の駆動信号電圧を増幅器(NF回路設計ブロック社製 4055)で増幅した後、送波器(村田製作所社製 MA40B8S)に印加した。発生した超音波は空気中を距離 $L(=2.78\text{m})$ だけ伝搬し、受波器(村田製作所社製 MA40B8R)で受波した。その信号を駆動信号の出力周期に同期してオシロスコープ(Tektronix TDS744A)で観測した。波形データはGP-IB インターフェースを介してパソコンに取り込んだ。パソコンにおいては受波信号波形の正弦波のピーク点を求めた後、近似により包絡線を導出し、そのピーク値に対応する時刻を算出した。

超音波伝搬経路付近の温度を計測するために経路に平行に熱電対(林電工社製 T型クラス1)を3本配置した。また、湿度を考慮して温度算出するため、超音波伝搬経路と平行でかつ中央付近に湿度計(VAISALA社製 HM6)を設置した。熱電対、湿度計による測定値はデータロガー(YOKOGAWA社製 AR4800)によって取

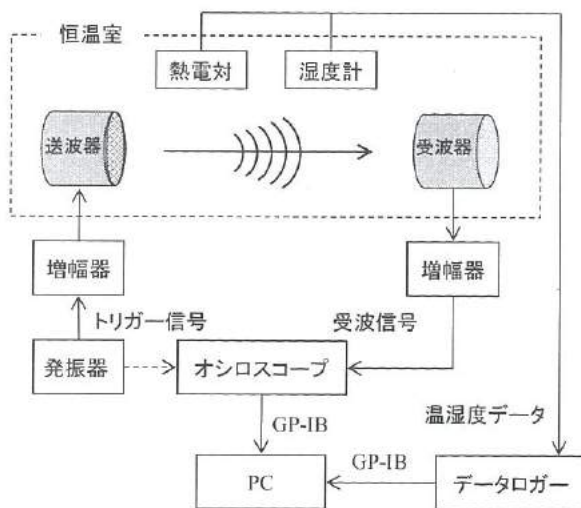


図5. 温度計測システムのブロック図
Fig. 5. Schematic/block diagram of temperature measurement system in this study.



図6. 実験装置の写真
Fig. 6. Photograph of experimental apparatus.

集し、GP-IBを介してパソコンに取り込んだ。なお、第4章で述べる温度変化の計測では、 0.3°C 以下の微小な温度差を議論するため、前述の3本の熱電対に加え、逆側に配置した3本の熱電対の測定値も用いた。

< 3. 2 > 条件設定

< 2. 3 >で述べた原理を実験的に検討するために提案した駆動信号波形を図7(a)に示す。最初に十分な振幅レベルを得るため、正位相信号を20波印加した。次に包絡線ピーク付近以降の振動を抑制するために正位相信号とは逆位相の信号を印加した。

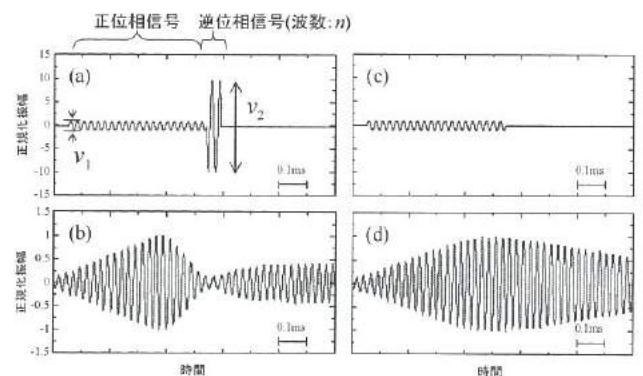


図7. 各波形例

本手法の(a) 駆動信号と(b) 受波波形
従来の(c) 駆動信号と(d) 受波波形

Fig. 7. Typical waveform. (a) Driving signal and (b) Received waveform of our method. (c) Driving signal and (d) Received waveform of conventional method.

このときの受波波形例は図 7(b)の通りである。図 7(c)に示す従来法の駆動信号の受波波形例(図 7(d))より包絡線が鋭いことがわかった。ここで図 7(a)に示す駆動信号の正位相信号電圧 v_1 と逆位相信号電圧 v_2 の比を $k = v_2/v_1$ とし、逆位相信号の波数を n と定義する。室温 20°C 付近において駆動信号の k と n を変化させてピーク時刻の測定を各 30 回行い、その標準偏差が最も小さくなる条件を検討した。ピーク時刻は受波波形の包絡線を 7 次曲線により近似して算出した。マルチパスや解析時間を考慮して本研究では比較的狭い解析範囲における測定を目的としているため、オシロスコープにおけるサンプリング条件については、周波数 5 MHz、点数 2500 点とした。また、各設定条件において解析条件を統一するため、受波信号の包絡線ピーク時刻が解析範囲の中央付近となるようにサンプリング開始時間を設定した。

k を変化させた時に測定した受波時刻の標準偏差を図 8(a)に示す。同図より、 $k=10$ の時に測定された標準偏差が最小となった。 n を変化させた時($k=10$)の標準偏差を図 8(b)に示す。同図より、 $n=2$ の時に標準偏差は最小となった(受波波形は図 7(b))。図 7(b)の中央付近では包絡線が谷となるため、これ以降の時間は解析に必要なと考えられ、より少ない測定点での解析が可能と思われる。そこで、解析範囲を狭くし(サンプリング点数を 1900 点)、同様に条件を設定した結果、標準偏差は $n=0$ で 6 μ s 程度(従来法)、 $n=2$ または $n=3(k=10)$ で 1 μ s 程度であった。以上より、少ない測定点においても $k=10$ 、 $n=2$ の条件設定の有効性が確認できたため、以後この条件で測定を行うこととした。

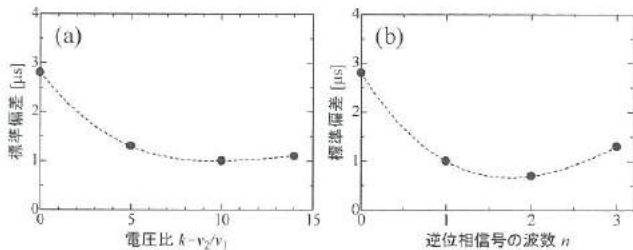


図 8. 各条件と標準偏差の関係

(a) 電圧比 k 変化, (b) 波数 n 変化

Fig. 8. Standard deviations of time measurements for various conditions of (a) k and (b) n .

4. 温度変化の計測実験

< 4. 1 > 実験方法

本システムの性能を評価するため、恒温室内の超音波伝搬経路の温度測定を行った。基準温度 t_0 における音速を C_0 とすると、式(2)を変形することで式(11)の関係が成り立つ。

$$C_0 = 331.45 \sqrt{1 + \frac{t_0}{273.15}} \quad (11)$$

最初に熱電対により基準温度 t_0 を測定することで、音速 C_0 を式(11)により求めることができる。次に各温度における受波時刻と基準温度の受波時刻の差 ΔT を測定することで、各温度の音速 c_h は式(12)により求めることができる。

$$c_h = \frac{L}{\frac{L}{C_0 \cdot CF_h} + \Delta T} \quad (12)$$

さらに式(10)を用いることで、湿度補正された伝播経路の温度 t が求められる。求められた温度と熱電対による測定温度を比較した。

< 4. 2 > 実験結果

位相結合した本手法を用いて、5°C 間隔で 10°C から 35°C まで温度計測を行った結果を図 9(a)に示す。横軸が 6 本の熱電対により測定した平均温度 T_a 、縦軸が超音波による測定温度 T_u である。黒丸は 20 回の測定の平均値を示す。また、標準偏差および超音波による測定温度と熱電対による測定温度の差 $T_u - T_a$ をそれぞれ図 9(b)および(c)に示す。標準偏差は熱電対による測定温度 30°C において最大であり 0.07°C であった。標準偏差を測定精度とすると、本システムにおける測定精度は $\pm 0.07^\circ\text{C}$ 程度であると考えられる。超音波と熱電対との温度差は測定温度が 30°C のとき最大となり 0.3°C 程度であり、温度測定の直線性は 1.5% 程度であった。一方、時間情報のみで温度を算出した標準偏差、温度差を図 9(d)および(e)に示す。標準偏差は測定温度 35°C において最大であり 0.16°C であったため、精度は $\pm 0.16^\circ\text{C}$ 程度と考えられる。以上より、時間情報に位相情報を加える本手法は、従来の時間情報だけの場合と比べ、2 倍程度の精度を持つことが確認された。

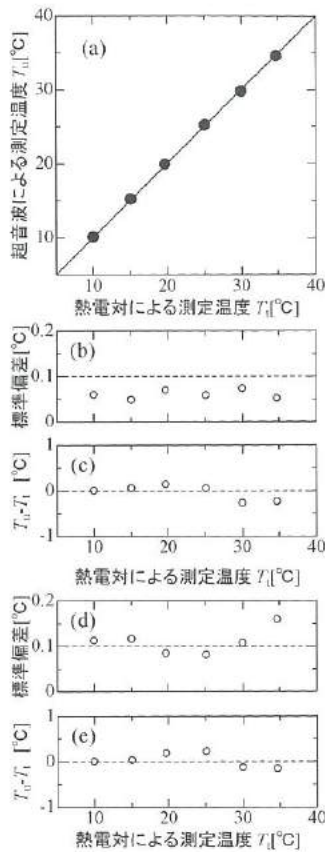


図 9. 本システムを用いた温度変化の計測結果
位相結合の(a) 温度計測結果, (b) 標準偏差と(c) $T_u - T_t$

時間情報のみの (d) 標準偏差と (e) $T_u - T_t$

Fig. 9. Experimental results for evaluating our system.

(a) Temperature measurements, (b) Standard deviations and

(c) $T_u - T_t$ using peak-detection and phase correction.

(d) Standard deviations and (e) $T_u - T_t$ using peak-detection alone.

< 4. 3 > 考察

< 4. 3. 1 > 不確かさ

図 9(b)の温度計測結果の標準偏差(不確かさ⁽¹¹⁾)の要因を検討した。その結果を表 1 に示す。同表において、超音波受波時刻検出の不確かさは恒温室内の空調をとめ、風の影響を低減させた状態で、受波時刻を測定した場合の標準偏差を示す。温度については図 9(b)に温度変化計測時に熱電対で測定した温度の最大標準偏差、湿度についても同様に湿度計で測定した湿度の最大標準偏差を示す。同表より、不確かさに与える最も大きな要因は温度であるが図 9(b)の標準偏差に比べると温度の影響は小さかった。その他の要因としては、恒温室内の気流の影響が考えられる。超音波の伝搬方向に対して垂直方向の風は超音波の振

幅を変動させるため、時間情報のみの計測に影響を与える可能性がある。また、超音波伝搬方向の風は超音波の音速が変化し、温度計測に影響を与える。風速計(カスタム社製 CW-60)で恒温室内の風速を測定した結果、0.2m/s 以下であった。本実験で用いた風速計の分解能は0.2m/s であるが、仮に0.2m/s の音速変化の不確かさを温度換算すると0.2℃となり、この影響も図 9(b)の標準偏差の一要因と考えられた。

表 1 不確かさの要因

Table 1. Uncertainty factors and their estimations.

要因	不確かさ	温度換算 [℃]
超音波受波時刻検出	0.1μs	0.007
(時間のみ)	(0.7 μs)	(0.05)
温度	0.02 ℃	0.02
湿度	0.1 %RH	0.002

< 4. 3. 2 > 直線性

本システムの直線性を図 9(c)に示す。その値は 1.5%程度であり、温度が高くなるほど温度差も大きくなり、最大で0.3℃程度であった。この要因については、距離 L 、温度 t 、湿度 RH 、風の影響が考えられる。これらについてどの程度測定精度に影響を及ぼすか検討を行った。距離 L は主としてレーザ距離計(Leica 社製 DISTO D3)を用いて数 mm の精度で測定しており、仮に 10mm 程度の誤差は温度に換算すると 0.1℃程度となるため、それは主要な誤差要因とは考え難いことがわかった。次に恒温室内における超音波伝搬経路と熱電対の設置位置との温度分布は 0.2℃以下であり、恒温室内の温度分布が誤差要因の一つとなり得ることがわかった。また、湿度によって CF_h が変化したときも算出温度に誤差が生じる。湿度計の測定精度は±3%RH 程度であり、この湿度誤差は算出温度誤差 0.3℃程度に相当する。さらに湿度計の精度に加えて湿度分布の影響も加わることが推測されるため、図 9(c)の結果の温度差は湿度の影響が最も大きいと考えられた。なお、本実験で用いた風速計の分解能 0.2m/s は温度換算すると 0.3℃の誤差に相当するため誤差要因となり得ることがわかった。風の影響については以下で詳しく述べる。

< 4. 3. 3 > 温度計測に及ぼす風の影響の補正方法

超音波を用いた温度計測では、双方向に超音波を送受させ、それぞれの超音波の伝搬時間情報の差を用いることで風の影響を打ち消す方法が一般的に知られている⁽¹²⁾。本システムにおい

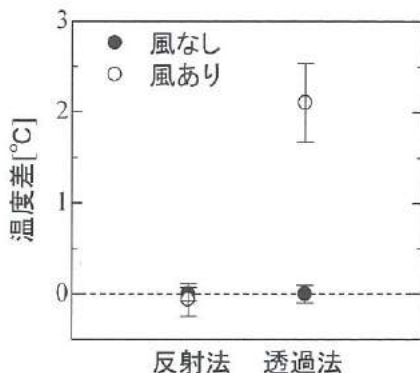


図 10. 風の影響の考察結果

Fig. 10. Experimental results for influence of window.

でもこの手法を導入することで、実環境に耐えられる温度計測システムになると考えられる。この方法について考察するため、 $W_H=2\text{m/s}$ 程度(扇風機の強風程度)の風を送り、透過法と双方向の超音波を利用する反射法により温度計測を行った。その結果を図 10 に示す。前述の透過法では風の有無による温度の差は 2°C 程度であったが、反射法では -0.1°C 程度となっており、原理的に風の影響が除去できることを確認した。本実験では反射法による検討であったが、送受波方向が異なる送受波器を 2 組平行に配置し、それぞれの超音波の時間情報を用いることで、風速と温度を同時に計測できる⁽¹¹⁾⁽¹²⁾と考えられ、実用上はそのようなシステム構成が望ましいと思われる。

5. 本手法の特長に関する検討

< 5. 1 > 低 S/N の環境下における本手法の有効性

これまでに述べてきた事柄は比較的条件的の良い環境での温度計測であり、実際の測定環境では、S/N が低い。また、第 4 章における実験は恒温室内の寸法の制限より $L=2.78\text{m}$ の検討となっているが、例えばビニールハウスなどの応用では 10m 前後の距離における温度計測が要求される。距離が長くなるほど超音波の減衰は極端に大きくなるため、S/N が極端に低下する⁽¹³⁾。そこで、低 S/N の環境下で本手法の有効性について検討を行った。特定の距離を伝搬することで減衰した超音波に相当する受波信号を得るため、送波器への駆動信号の電圧を低下させた。ここで、駆動信号の減衰量は 0, 10, 17dB とする。17dB の減衰量は、超音波の減衰を考慮⁽¹³⁾⁽¹⁵⁾すると 10m 前後の送受波器間距離に相当する。本手法の有効性を検討するため、時間情報のみと位相结合した場合の本手法、逆位相信号を用いない手法である従来法の各手法で各減衰量において 20 回受波時刻を計測し(室温

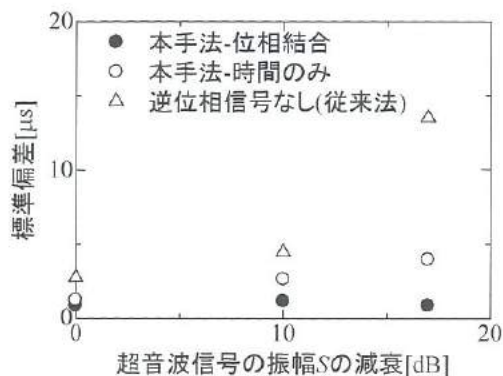


図 11. 超音波信号の振幅 S 低下時の標準偏差

Fig. 11. Experimental results for standard deviations in the case of low signal.

20°C 付近)、標準偏差を求めることで評価を行った。低 S/N の環境下での各手法における標準偏差の算出結果を図 11 に示す。同図における横軸が超音波信号の振幅 S の減衰量、縦軸が標準偏差である。同図中 Δ の従来法では超音波の減衰とともに標準偏差が大きくなる。一方、同図中 \circ の本手法(時間情報のみ利用)でも超音波の減衰とともに標準偏差が大きくなったが、従来法より小さいことがわかった。このことから減衰量 17dB 程度まで本手法の有効性は高いことが示された。さらに本手法では 17dB 程度まで位相情報との結合が可能であり(従来法では減衰 17dB で誤差が超音波の周期以上であったため位相结合できなかった)、低 S/N の環境下であっても精度の低下を招くことなく計測できることが示された。以上より、10m 前後の長距離の空間温度計測で本システムが有効となることが明らかになった。

< 5. 2 > マルチパスの影響

実環境では超音波の伝搬経路付近に障害物が存在する場合が考えられる。この場合、障害物による反射波の影響であるマルチパスが問題となる。超音波伝搬経路と障害物の距離が近いほど、直接到達波と反射波の時間差が小さくなり温度計測に与える影響が大きい。しかし、本手法では図 7(b)および(d)のように逆位相信号により従来法よりも包絡線ピーク時刻が早いことと、鋭い包絡線が得られることから、マルチパスに強いと考えられる。これを実験的に検討するため、図 12(a)に示すように超音波の伝搬経路から距離 L_r の位置に反射体($450 \times 900\text{mm}^2$)を配置し、反射波の受波開始時刻が直接波のピーク点前後となるように距離 L_r を設定した($L_r=45\text{cm}$ は前、 $L_r=55\text{cm}$ は後に対応する)。この条件において、室温 20°C 付近において超音波と熱電対による測定温度の差を求めることで評価を行った。

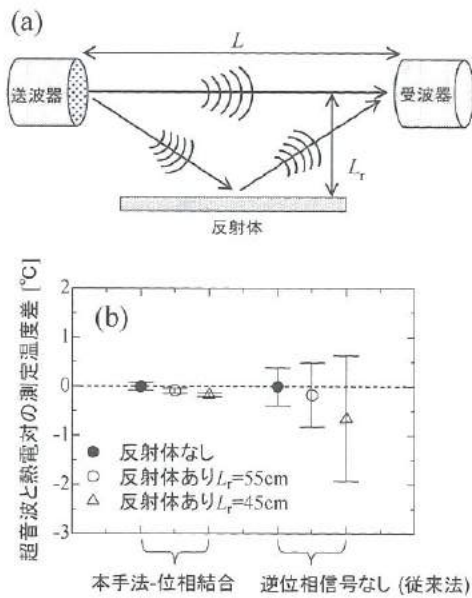


図 12. マルチパスの影響の検討結果例

(a) 測定配置図, (b) 測定結果

Fig. 12. Experimental results for influence of multi pass.

(a) Experimental arrangement. (b) Experimental results.

その計測結果を図 12(b)に示す。従来法では反射体がある場合は、標準偏差と温度差が大きくなった。一方、本手法では従来法に比べて標準偏差および温度差が小さく、標準偏差は 0.1°C 以下、温度差は 0.2°C 以下で測定できた。図 12 はあくまで本手法の有効性を示す結果の一例であるが、逆位相信号の入力時間を早くすることで、さらにマルチパスに強くできる可能性がある。ただし、この場合、図 7(a)の正位相信号の波数が少なくなるため立ち上がる振幅レベルが低下し、したがって S/N は低下するが、図 11 の結果からある程度までは S/N が低下しても精度の低下が少なくすることができる。以上のことから、測定環境や応用に合わせて逆位相信号の条件を可変すれば、例えば車両内空調等多くの応用が期待できる。

6. 結言

本研究では、汎用超音波センサにより送波される超音波の包絡線ピーク時刻から空間温度を高精度に計測するため、従来の駆動信号に対して大きな電圧比を持つ逆位相信号を加えた駆動信号を提案した。この方法により従来の超音波波形より包絡線ピーク付近が鋭い受波波形を得ることができた。さらに受波波形の包絡線ピーク時刻に基づいて空間温度を高精度に計測するシステムを構築した。本システムを用いて、 10°C ~ 35°C の温度範囲を計測した結果、 $\pm 0.16^{\circ}\text{C}$ の測定精度が得られた。さらにピーク時刻と位相情報を結合することで、 $\pm 0.07^{\circ}\text{C}$ まで精度を向上することができた。また実環境や長距離計測への適用を想定し、低 S/N の環境下における温度計測実験も行った結果、10m 前後に相当する S/N の環境下においても精度よく計測できることが確かめられた。また、本システムはマルチパスに比較的強いことを示した。以上の結果から、今後、広い空間の温度計測に関して本システムの多様な応用が期待できることが示された。

文 献

- (1) 工藤 他, 植物環境工学, 17(3)(2005) 121
- (2) T. Han *et al.*, *SAE International* (2004).
- (3) The-Lu Lio *et al.*, *Meas. Sci. Technol.* **15** (2004) 413.
- (4) 橋爪 他, 電子情報通信学会論文誌, **AJ94-A**, (4) (2008) 435.
- (5) C. F. Huang *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.* **70** (1999) 1452.
- (6) Y. S. Huang *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.* **78** (2007) 115102.
- (7) D. A. Bohn *et al.*, *Audio Eng. Soc.* **36** (1988) 223.
- (8) C. Canhui *et al.*, *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **42** (1993) 990.
- (9) J. F. Figueroa *et al.*, *J. Acoust. Soc. Amer.* **91** (1)(1992) 486.
- (10) F. E. Gueuning *et al.*, *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **46** (1997) 1236.
- (11) 今井 他 “計測における不確かさの表現のガイド”, 日本規格協会, (1996)
- (12) 超音波便覧編集委員会編: “超音波便覧”, 丸善, (1998)
- (13) 谷腰: “超音波とその使い方”, 日刊工業新聞社, (1994)
- (14) M. Parrilla *et al.*, *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **40** (1991) 759.
- (15) 西山 他: “音響振動工学”, コロナ社, (1979).

Ⅲ．ダイカスト金型材料の接合技術の開発

Development of the Joining Technology of the Mold Material for High Pressure Die-casting

花崎 裕美, 古川 万晃, 林 千歳, 土肥 義治,

HANASAKI Hiromi, FURUKAWA Kazuaki, HAYASHI Chitoshi, DOI Yoshiharu,

森本 英樹, 氷見 清和, 谷野 克巳, 長柄 毅一

MORIMOTO Hideki, HIMI Kiyokazu, TANINO Katsumi, NAGAE Takekazu

Abstract

In Aluminum alloy high pressure die-casting, controlling the mold temperature is critical to achieving high quality products, high productivity, and long operating life of molds. The mold temperature is determined depending on the composition of the aluminum alloy and the shape of the product. The temperature is controlled by the circulation of a fluid through flow channels made in the mold by drilling cylindrical holes and sealing excess parts. These straight flow channels do not function enough to cool the mold and they shorten the mold life, and on top of it, drill processing costs high and takes time.

Our goal is to create free-formed flow channels which can efficiently cool the mold. We plan to make multiple parts of a mold to which we create flow channels freely by machining, and join the parts by solid-state joining. In this study, SKD61 steel plates were joined by SPS (Spark Plasma Sintering) method, and the mechanical properties of the joints were examined.

A mold with flow channels was made experimentally, and its thermal shock resistance and durability was examined by thermal cycle test.

1. 緒言

アルミニウム合金のダイカストにおいて、アルミニウム合金の材料特性や成型品の形状に合わせて金型温度を制御することは、成型品の品質制御、サイクルタイムの短縮による生産性向上、および金型の長寿命化の点からきわめて重要である⁽¹⁾⁽²⁾。このため、金型内部には金型温度を制御するための冷却水流路が必要である。

現在、ダイカストの生産現場で使用されている金型の冷却水流路は、一般的に、ドリル加工等で直線的な穴をあけた後、不必要な部分を封止することによって製作されたものである⁽¹⁾⁽³⁾。このような直線的な穴の組み合わせでは、製作できる箇所や形状の自由度に制限があり、サイクルタイムの短縮につながるような効果的な冷却水流路の製作は困難である。更に、冷却を必要とする箇所、特にキャビティ付近から冷却水流路が離れてしまうという問題もあり、効率良く成型品を冷却できないことが多い。

そこで本研究では、前述の問題を改善するため、金型を分割した状態で機械加工等によって自由に冷却水流路を形

成し、その後分割した金型を接合することで金型内部に冷却水流路を製作する⁽³⁾⁽⁴⁾ことを目的として実験を進めた。

この方法により、任意の箇所に冷却水流路を形成することが可能となり、効率的に金型や成型品を冷却できると考えられる。また、金型内の局所的な高温部分の発生を防ぎ、金型寿命を延ばすことにもつながることも期待できる。

一方、ダイカストにおいて冷却水と高温の溶湯が直接接触することは大変危険であるため⁽²⁾、金型の接合部には、ダイカスト作業時の高い応力と熱サイクルに耐えることができる十分な接合強度と耐久性が求められる。

本研究では代表的なダイカスト金型材料であるSKD61材を用い、放電プラズマ焼結法(Spark Plasma Sintering。以下SPS法と略記。)と、ホットプレス法(以下HP法と略記。)でSKD61相当材を接合し、その機械的性質等について検討した。さらに冷却水流路を有する金型を試作し、熱サイクル試験を行うことで、ダイカスト金型への応用の可能性についても調査した。

Table 1 Chemical composition of the specimens

(mass %)										
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Cu
DAC	0.39	1.0	0.40	<0.03	<0.01	-	5.15	1.40	0.80	-
SKD61	0.32~0.61	0.80~1.20	<0.50	<0.03	<0.03	<0.25	4.50~5.50	1.00~1.50	0.80~1.20	<0.25

2. 実験方法

<2.1> 金型材

金型材として、熱間金型用工具鋼である SKD61 相当材 (日立金属 DAC) を用いた。その化学組成を Table 1 に示す。接合試験片の形状はφ36 × 13mm、接合面粗さはエメリー紙で研磨することにより Ra=0.03μm 程度、0.19μm 程度の 2 段階に調整した。

<2.2> SPS 法を用いた接合

SPS 法とは、約 10Pa の真空中にて接合材料を積み重ね、カーボンパンチで加圧しながらパルス電流を流すことによりジュール熱が発生し、接合部が効率的に加熱され接合に至る方法である。SPS 装置の概略図を Fig. 1 に示す。SPS 法は急速加熱・冷却が可能であることから、HP 法と比較して接合に要する時間が短く、接合条件を見極めるには有効な

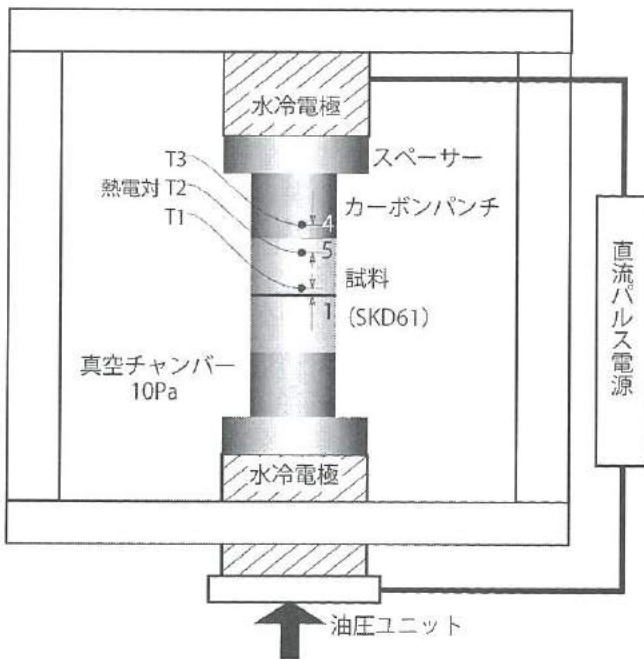


Fig. 1 Schematic diagram of the spark plasma sintering apparatus

手段である。従って、本研究では SPS 法を中心とした接合を行った。

<2.3> HP 法を用いた接合

HP 法とは、約 1×10^3 Pa の真空中で接合材料を積み重ね、加圧しながら周囲のヒータからの輻射熱により加熱する方法である。SPS 法と比較して真空度が高く、今回用いた装置では、カーボンヒーターを熱源としている。SPS 法では投入できる試料の大きさに制限があり、大型の金型を作製することには不向きであることから、汎用的な HP 法での検討も行い、SPS 法との比較を行うこととした。

<2.4> ろう材を用いた接合

SPS 法、HP 法では、加圧による接合材の変形 (縮み) が予想される。そこで、接合材の変形を極力抑えることを目的に、ろう材を用いた接合についても併せて検討した。

ろう材は、市販の Ni ろう (トーヨーメタル (株) 製、TNi-2、-100mesh) を用いた。その化学組成を Table 2 に示す。Ni ろうは、低融点で鉄系母材に対して濡れ性が良く、耐蝕性も良いという特徴があり、ステンレス鋼等のろう付けに利用されている。本研究では、SKD61 相当材のろう付けに Ni ろうを適用し、組織、機械的性質について調査を行った。

Table 2 Chemical composition of the Ni brazing filler metal

(mass %)							
Solidus	Liquidus	Cr	B	Si	Fe	C	Ni
970°C	1000°C	7.0	3.0	4.5	3.0	0.05	Bal.

Table 3 The conditions of joining, heat treatment, and evaluation method

接合条件	接合面粗さ	Ra=0.03, 0.19μm
	温度	700-1030°C
	保持圧力	5-30MPa
	保持時間	20min
熱処理条件	真空度	10Pa (SPS), 1×10^3 Pa (HP)
	焼入れ	1030°C-30min (塩浴)
	焼戻し	580~600°C (塩浴)
評価方法	硬さ	48~52HRC
	非破壊検査	超音波弾性率測定装置
	組織観察	金属顕微鏡
	破面観察	走査型電子顕微鏡
	元素分析	EPMA, ESCA
強度試験	インストロン型材料試験機	

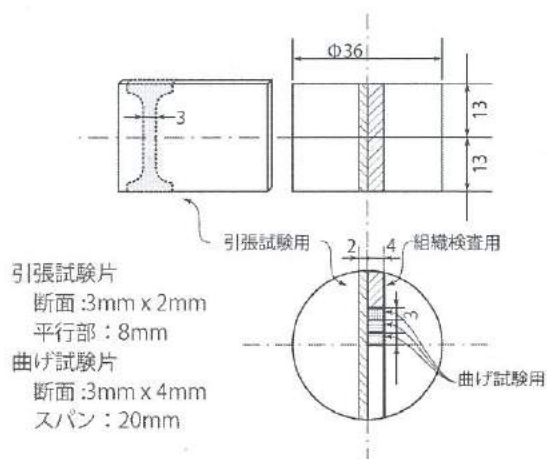


Fig. 2 Illustration of the cutout specimens

<2.5> 実験方法

本研究での接合条件、熱処理条件、評価方法を Table 3 に示す。評価に用いる試験片は Fig. 2 示す形状に切り出した。

<2.6> 冷却水流路を有する金型の試作

あらかじめ求めた最適な接合条件により、冷却水流路を有する直径 50mm 高さ 50mm の金型を試作した。この金型を、SPS 装置を用い金型上下で温度分布が生じるようパンチ等を配置して、冷却水を流しながら熱サイクル試験を行った。また、超音波探傷により接合部の評価を行った。

3. 実験結果と考察

<3.1> SPS 法における接合面粗さ、接合温度、保持圧力と接合強度の関係

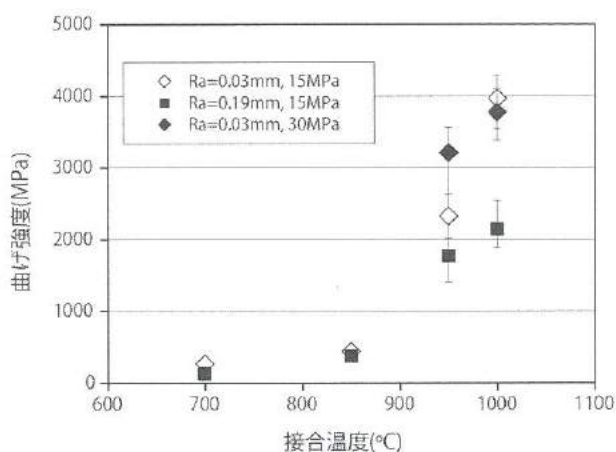


Fig. 3 Effect of surface roughness, joining temperature and joining pressure on the bending strength of the joint

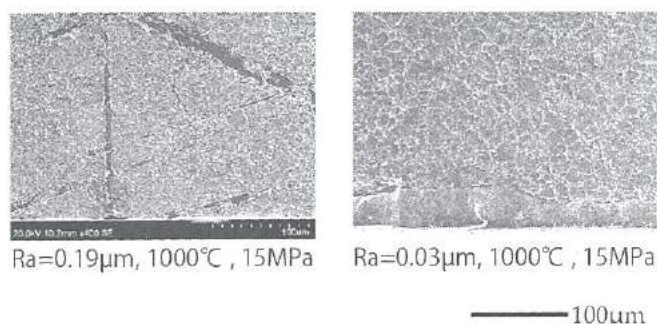


Fig. 4 Effect of surface roughness on the fractured surface of the joint

SPS 法によって製作した試料の接合面粗さ、接合温度 (Fig. 1 中に示す熱電対 T1 で測温する接合界面近傍の温度)、保持圧力と曲げ強度 (熱処理前) の関係を Fig. 3 に示す。接合面粗さが一定の場合は、接合温度が高いほど曲げ強度が強くなり、接合温度一定の場合は接合面粗さが小さく、保持圧力が高いほど曲げ強度が強くなる傾向が確認された。

接合面粗さのみが異なる条件で接合を行った試料の曲げ試験後破面の顕微鏡組織を Fig. 4 に示す。接合面粗さ $Ra=0.19\mu\text{m}$ の試料には、粗さの調整時に付いた研磨傷が残っており、これが曲げ強度低下の要因となったと考えられる。

<3.2> 熱処理の効果および SPS 法・HP 法による接合特性の比較

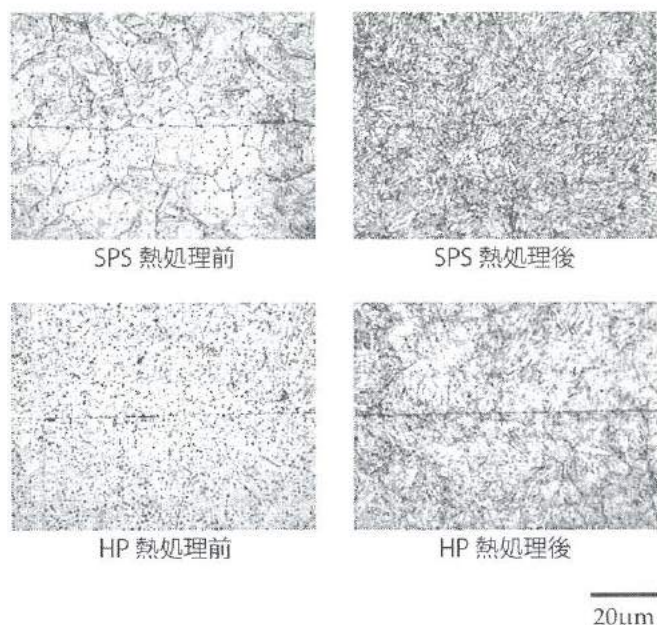


Fig. 5 Microstructures of joining interface with / without heat treatment

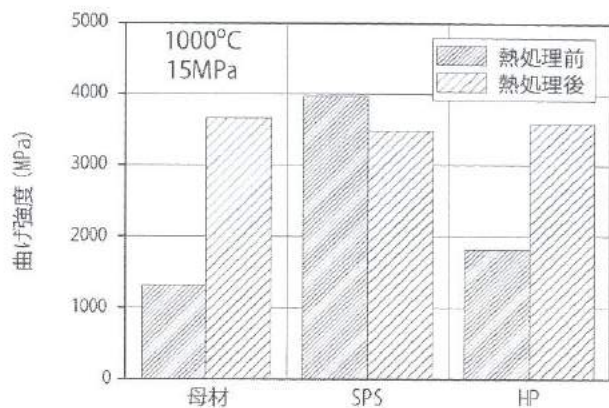


Fig. 6 Comparison of bending strength of the joints made by SPS and HP method

SPS法およびHP法で接合した試料の熱処理前後の接合界面付近の顕微鏡組織をFig. 5に示す。熱処理前では接合後の冷却速度が異なるため、SPS法ではマルテンサイト組織、HP法ではベイナイト組織であった。また、熱処理後は、いずれも焼戻しマルテンサイト組織であった。

SPS法、HP法で接合した試料(以下、それぞれSPS、HPと略記。)、および母材の熱処理前後の曲げ強度をFig. 6に示す。SPSとHPの接合面粗さ、接合温度、保持圧力は同一であるが、熱処理前ではSPSとHPの組織が相違することに起因する強度の差異が認められる。一方、熱処理を行うと、曲げ強度はSPS、HPともに母材同等の値となった。

曲げ試験時の母材、SPSおよびHPの破断に至るまでの変位量と曲げ強度の関係をFig. 7に示す。曲げ試験時の変位量は、SPSでは母材の50%程度、HPでは母材の40%程度であり、母材と比べて伸びが小さいことが確認された。

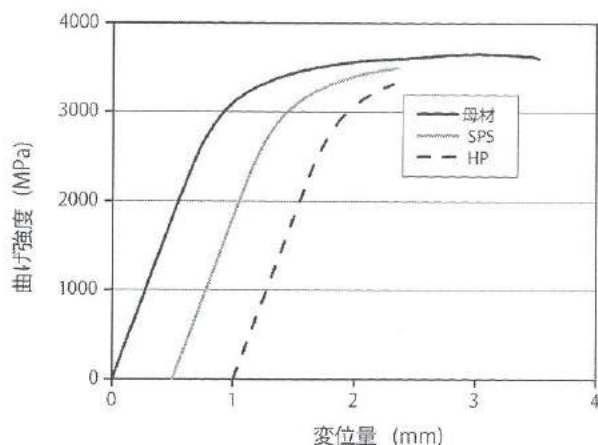


Fig. 7 Relation between bending strength and displacement during bending test

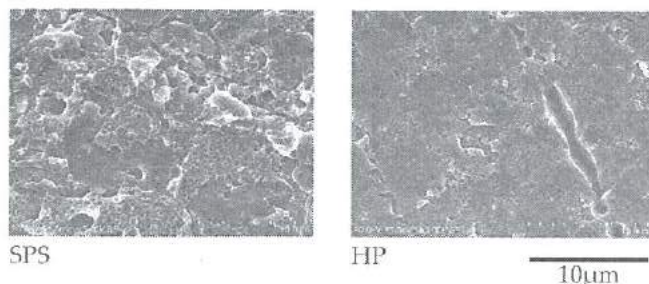


Fig. 8 SEM images of fractured surface of the specimen after bending test

熱処理を行った試料の曲げ試験後の破面のSEM像をFig. 8に示す。SPSはHPよりも凹凸部が多く確認されるが、母材のものに比べるとやや平滑なものとなっていた。SPS、HPの変位量を改善するには、接合界面の原子の拡散を促進させる必要があると考えられる。

接合界面のEPMAによる分析結果をFig. 9に、曲げ試験後の破面のESCAによる分析結果をFig. 10に示す。これら

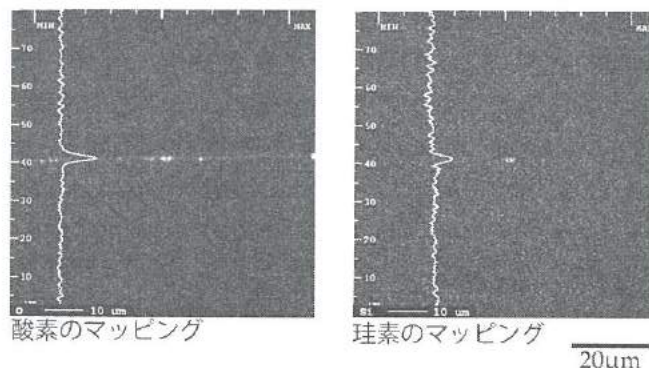


Fig. 9 Result of EPMA analysis of the joining interface

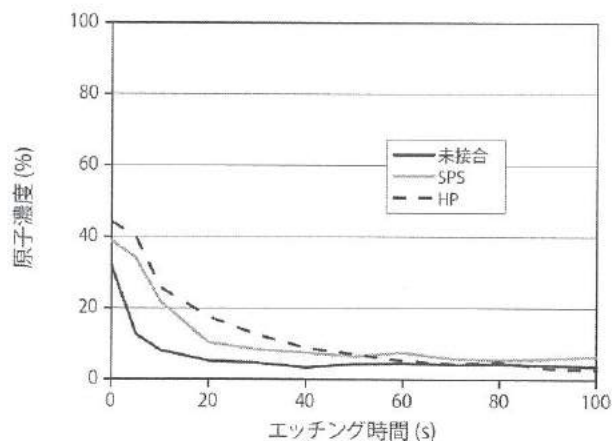


Fig. 10 Result of ESCA analysis of the fractured surface after bending test

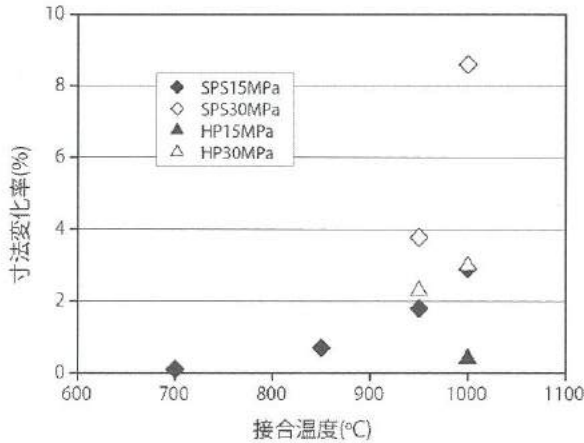


Fig. 11 Relationship between shrinkage of specimen and joining temperature, pressure

の分析は、接合界面の拡散を阻害する物質の存在確認のために行ったもので、EPMA、ESCAのいずれの分析結果からも、接合界面に酸素が検出された。特にSPSのEPMA分析では、微量のSiの濃化も確認されたが、V、Cr等の他元素と酸素との関連性は見られなかった。このことから、界面には、極めて薄いSi酸化層が部分的に存在し、拡散の阻害や界面破断の要因となっていると推察された。

<3.3> 2ステップ法による接合

保持圧力を変化させたときの接合温度と寸法変化率の関係を Fig. 11 に示す。接合温度および保持圧力が高いほど寸法変化率は大きくなる傾向がある。しかし、Fig. 3 に示したように、接合温度、保持圧力と接合強度の関係も同様の傾向があり、金型製作の際に接合強度を優先し寸法変化を無視することはできない。そこで、接合時の寸法変化を極力抑えつつ接合強度を得ることのできる接合条件について、さらに検討を進めることにした。

高い接合強度を得るためには、接合界面の原子の拡散を促進させる必要があると考えられる。また、接合時の寸法変化は極力抑えることが望ましい。そこで、接合工程の途中に温度と保持圧力を変化させ、従来より長時間保持する

Table 4 Joining conditions of the 2-STEP method

接合面粗さ	Ra=0.03μm
温度	1000°C → 1030°C
保持圧力	15MPa → 7.5MPa
保持時間	20min → 60min
真空度	10Pa(SPS), 1 × 10 ⁻³ Pa(HP)

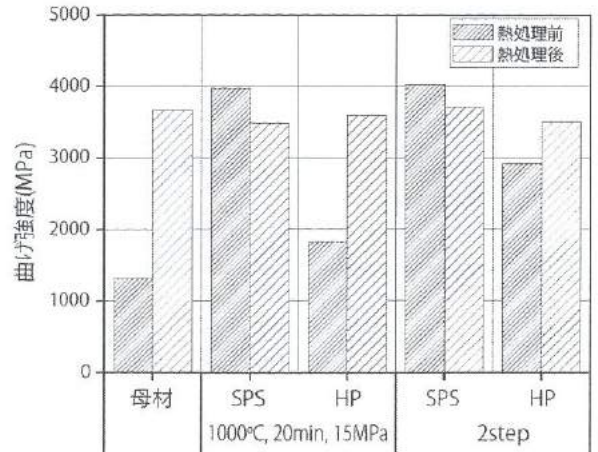


Fig. 12 Bending strength of the joints made by the 2-STEP method

方法(以下2ステップ法と略記。)を新たに試みることにした。その接合条件を Table 4 に示す。

2ステップ法によって接合したSPS、HPによる試料、および母材の熱処理前後の曲げ強度を Fig. 12 に示す。熱処理前の試料では、HPの曲げ強度は2000MPa以下であったが、2ステップ法によって接合したものは、3000MPa程度まで大幅に改善された。熱処理前のHPのみに注目すると、2ステップ法によって曲げ強度が上昇したことも確認された。一方、熱処理後の曲げ強度は、SPS、HPともに母材と同等であった。

熱処理後試料の曲げ試験時の変位量を Fig. 13 に示す。SPS、HPともに2ステップ法の適用により変位量が増加している。特に、SPSの2ステップ法によるものは母材の75%程度の変位量となり、伸びの改善が認められた。また、

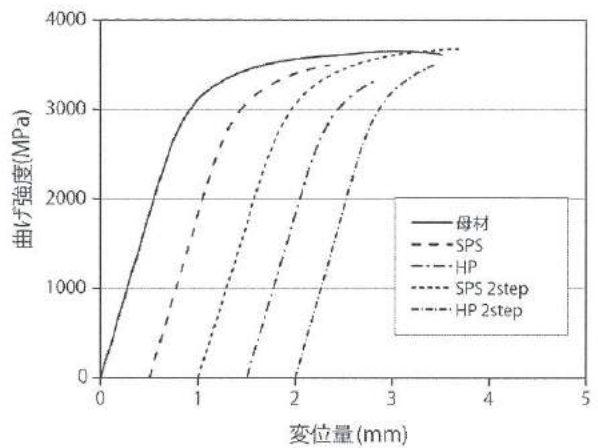


Fig. 13 Relationship between bending strength and displacement by 2STEP method

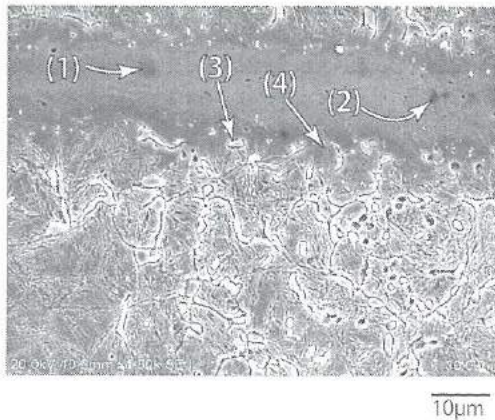
Table 5 Joining conditions of the Ni brazing

接合面粗さ	Ra=0.03 μ m
温度	1030 $^{\circ}$ C
保持圧力	5MPa
保持時間	60min
真空度	10Pa(SPS)

寸法変化率は 4.1%であった。

<3.4> ろう材を用いた接合

接合前後の寸法変化の少ない接合法として、SPS 装置を用いた Ni ろう接合を試みた。その際の SPS 接合条件を Table 5 に示す。粉末状のろう材の固定は、エタノールに微量のカテコールを溶解し、これを試料片面に塗布後エタノールを気化させて行った。SPS 装置での加熱時において、試料温度が約 1000 $^{\circ}$ C 程度になった時にろう材が熔融し、余剰のろう材が周囲に排出されるのが観察された。その後、1030 $^{\circ}$ C で 60min. 保持することで、接合部に残ったろう材の成分の拡散を試みたものである。本法による接合後の寸法変化率は、約 1.3% と極めて小さくすることが可能であった。



	(mass%)					
	Si	V	Cr	Fe	Ni	Mo
(1)	3.3	0.4	6.3	40.0	49.9	0.0
(2)	0.3	1.8	63.5	25.7	7.5	1.1
(3)	1.4	0.5	6.4	76.0	15.7	0.0
(4)	0.2	2.8	14.8	76.9	0.7	4.6

Fig. 14 The result of quantitative-analysis of a Ni brazing joint

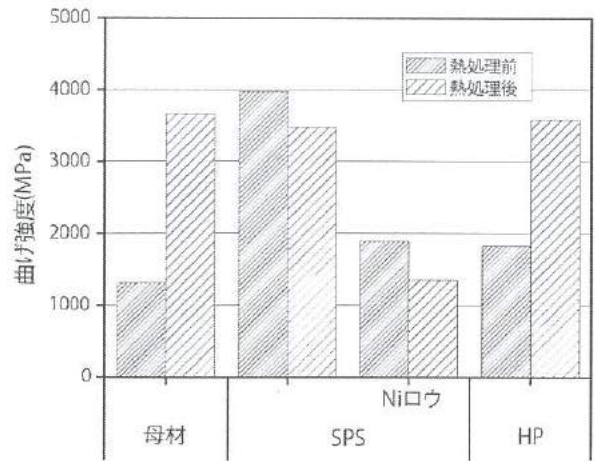


Fig. 15 Bending strength of the Ni brazing joints

熱処理後の組織および接合界面の分析結果を Fig.14 に示す。約 20 μ m 程度の Ni-Fe-Cr 合金の残留と SKD61 母材中への拡散相などが観察された。

Ni ろうを用いた接合試験片の曲げ強度を、他の方法の結果と比較して Fig. 15 に示す。熱処理前の曲げ強度は、2000MPa 程度であるが、熱処理後にはさらに低下し母材の 40% 程度であった。ろう付けによる接合は、変形が抑えられるとともに、加圧機構を有しない真空炉でも実現できる可能性がある。このため、この方法の実用化には、接合の際の拡散時間の最適化等が必要であり、適用対象は樹脂射出成型用金型材料等が望ましいと考えられる。

<3.5> 引張強度

これまでに実施した曲げ試験において、各接合条件における接合強度の傾向を把握することができたが、最終的な強度確認として、硬さ 51 ~ 52HRC となるよう熱処理を行った試験片を用いて引張試験を実施した。

種々の条件で接合した試料の引張強度、伸び、および破断部付近の写真を Fig. 16 に示す。引張強度は、Ni ろう接合以外のものが母材同等となり、伸びは SPS の 15MPa/1000 $^{\circ}$ C、SPS の 2 ステップ法によるものが、他の条件よりも高い伸び値を示した。SPS の 2 ステップ法によるものは、接合界面で破断したが、他の条件と比べると破断部に激しい凹凸が見られ、伸びが同等であった SPS の 15MPa/1000 $^{\circ}$ C で接合したものよりも引張強度が若干高いことから、今回作製した試料の中では最も良好な接合強度を持っていると判断される。

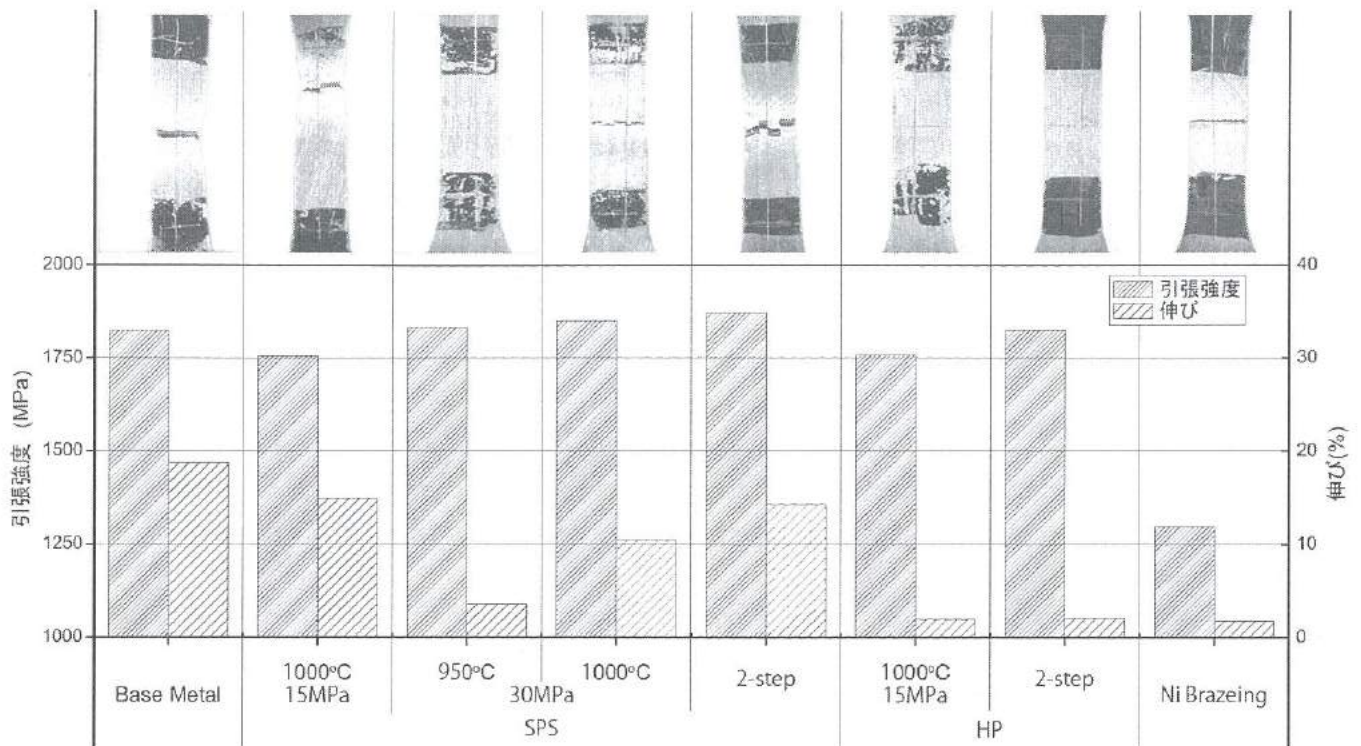


Fig. 16 Tensile strength and elongation of the specimens joined under various conditions, and the appearances of fractured specimens

<3.6> 冷却水流路を有する試作金型の熱サイクル試験

今回評価を行った種々の接合条件のうち、最も良好な接合強度を示したSPSの2ステップ法にて、冷却水流路を有する金型を試作した。その外観をFig. 17に示す。接合後は超音波探傷試験により、接合界面に欠陥が無いことを確認した。

接合した試作金型は、SPS装置を用いて熱サイクル試験を行った。熱サイクル試験時の金型、パンチ、スペーサ等の

配置をFig. 18に示す。熱サイクル試験は、実際のダイカストの操業を想定し、熔湯が接触する箇所は高温に、溶湯から最も離れた箇所では低温となるよう、SPS装置内のパンチおよびスペーサの材質や直径を上下で異なるように配置した。

試作した金型、およびこれと外形の寸法が同一である冷却機構の無い丸棒の熱サイクル試験時の温度チャートをFig. 19に示す。温度上昇時には、熔湯に相当するカーボン

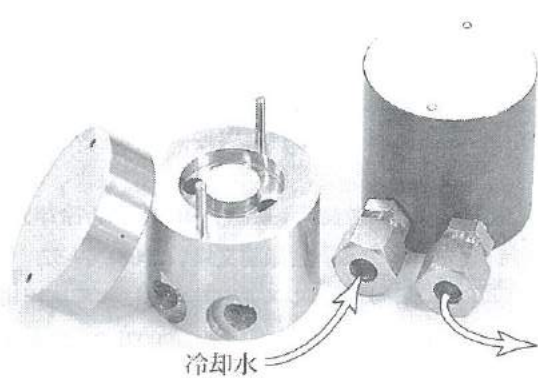


Fig. 17 Appearance and internal structure of the mold used for the heat cycle test

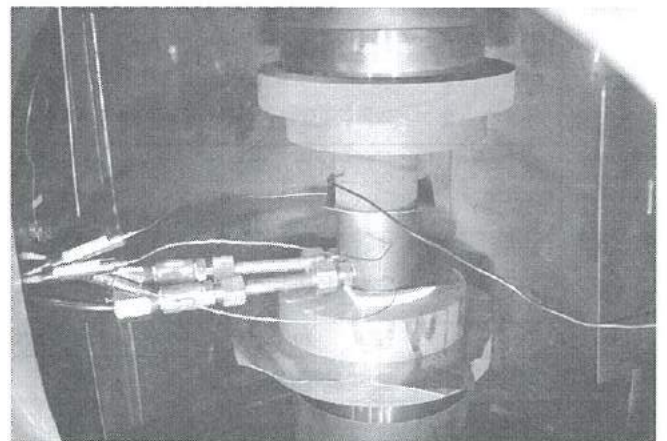


Fig. 18 Heat cycle test by SPS

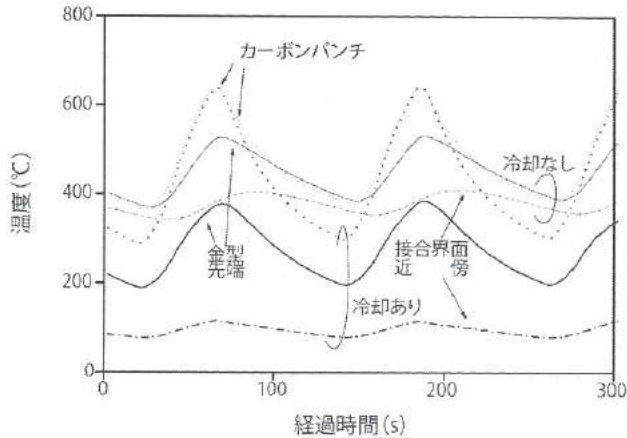


Fig. 19 Transition of the temperature during the heat cycle test

パンチが約 650°C となるよう SPS の電流を調整した。カーボンパンチ温度に着目すると、冷却がある場合は、冷却が無い場合に比べ短時間で温度が降下しているのが分かる。このことから、サイクルタイムの短縮が期待されるほか、金型先端の温度上昇を低く抑えることが期待できる。

このような熱サイクルを 10 回繰り返した後、超音波弾性率測定装置にて接合面中央部の状態を確認した結果を Fig. 20 に示す。熱サイクル試験後には、試験前に見られなかった接合面からの超音波の反射が確認されるようになった。これは、接合界面に隙間があることを表しており、熱応力によって接合部に割れが発生したと考えられる。接合によって製作される金型を設計する際には、接合面に発生する熱応力について十分に考慮しなければならないと言える。

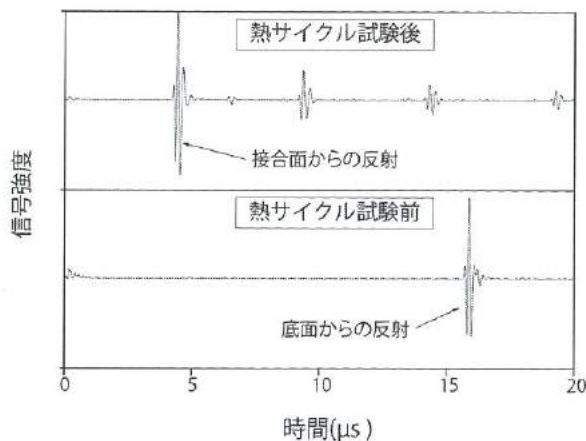


Fig. 20 Result of ultrasonic flaw detection

4. 結言

接合により自由形状の冷却水流路を有した金型を製作するため、SKD61 相当材を用いて SPS 法、HP 法による接合の基礎実験を行った。その結果、以下の結論が得られた。

(1) 接合条件を以下のようにすると接合強度が高くなる傾向が確認された。

接合面粗さ: 小 / 接合温度: 高 / 保持圧力: 高
ただし、接合温度を高く、あるいは保持圧力を高くするにつれて、接合前後の試料の変形(縮み)も大きくなった。

(2) 接合した試験片の曲げ試験を行った後、破面の SEM 観察を行うと、母材と比較して凹凸が少なくなっていることが確認された。これは、接合界面の拡散が十分でないことが考えられ、母材同等の強度、伸びを得るためには、より拡散が進行するような条件で接合を行う必要がある。

(3) 上記を目的として試みた接合方法が 2 ステップ法であるが、SPS の 2 ステップ法で接合した試料の硬さを 51 ~ 52HRC に調整し引張試験を行ったところ、引張強度については母材が 1824MPa に対し 1871MPa、伸びについては母材が 18.8% に対し 14.3% となり、今回作製した試料のうちで最も良好な接合特性になっていることが分かった。

(4) 同じ接合条件では接合強度は同等であるが、SPS 法は HP 法に比べ伸びが大きく、接合面の信頼性が高かった。これらの差異の解明については、今後の課題としたい。

(5) 最も良好な接合が可能であった SPS の 2 ステップ法で冷却水流路を有した金型を試作し、SPS 装置を用いた熱サイクル試験により冷却流路の効果を確認した。試験後に一部接合面不良が確認されたことから、実際の応用には接合面に生じる熱応力を十分考慮する必要がある。

謝辞 本研究の遂行にあたり、工業技術センター本保主任研究員には、ESCA による界面分析に多大な協力を頂いた。ここに、記して謝意を表します。

参考文献

- (1) 日経ものづくり, 渡辺铸造所掲載記事, March(2008), 56-58.
- (2) 大中逸雄, 三田村良典, 森勝, 杉山明: 新冷却方式金型の開発, 日本ダイカスト会議論文集, (2008), 49-52.
- (3) 宮坂好人, 唐沢均: パルス通電接合体による応用事例・その 2, 第 7 回 SPS 研究会講演要旨集, (2002), 36-37.
- (4) 宮坂好人: SPS パルス通電固体接合法とその応用事例, 第 5 回 SPS 研究会講演要旨集, (2000), A7-9.

IV. 局部加熱によるプラスチック表面の高機能化

Development of plastic with high functional surface

吉田 康子

YOSHIDA Yasuko

寺澤 孝志

TERASAWA Takashi

佐伯 和光

SAEKI Kazumitsu

柿内 茂樹

KAKIUCHI Shigeki

横山 義之

YOKOYAMA Yoshiyuki

高林 外広

TAKABAYASHI Sotohiro

Abstract

Plastic is utilized in various fields. But there are some weakness (e.g. abrasion resistance, weather-resistance, gas barrier property, chemical resistance etc.). Various surface processing and surface modification are carried out for redeeming plastic defect and providing some function on plastic surface. There are sputtering methods, hard coating technologies, plating and so on.

In this study, microwave heating is carried out in a metal film deposited by sputtering on the plastic substrate. It is known that metal film is heated, and plastic is not heated by the microwave irradiation. By heating only metal film selectively, it is expected that the adhesion between plastic substrate and metal film is improved, and the high-temperature curing coating material is used for plastic substrate without deformation.

1. 緒言

現在プラスチックは、安価で軽量、また容易に成形が可能であるという利点から、自動車や電気・電子部品、建築・住宅等の工業用途や、日用雑貨品等の一般用途まで生活の様々な場面で使用されている。しかし一方では、ガラスや金属に比べ耐擦傷性や耐候性、耐薬品性等の点で劣るという欠点も持ち、それらを補う為に様々な表面処理が行われている。

表1に代表的な表面処理方法として塗装、スパッタリング法、真空蒸着法、めっき法を選び、その特徴について比較した。表より、スパッタリング法や真空蒸着法では平面のみにしか成膜できないため複雑形状には不向きである。密着性の点では、真空蒸着法などに比べればスパッタリング法は比較的良好と言われているが、プラスチックに対する金属の密着性は一般的に悪い。また塗装についても特にポリエチレン (PE) やポリプロピレン (PP) 等のオレフィン系のプラスチックでは密着性が悪いためプラズマ処理やプライマーが使用されているのが現状である。どの表面処理

方法にも一長一短があり、すべてを満たす表面処理方法は現在のところ見当たらない。

バルク金属と異なり、金属の粉体や薄膜はマイクロ波加熱が可能であることは以前から知られていた。90年代終わり頃からマイクロ波照射による加熱効果が指摘され、その関心が高まった⁽¹⁾。しかしながら、金属薄膜の加熱にマイクロ波を利用するという試みの報告は少なく、加熱メカニズムについても不明な点が多い。プラスチック基板上の金属薄膜を加熱する方法としては、従来から行われている外部熱源を使用する間接加熱もあるが、同時に基板も加熱されてしまうので利用することはできない。一方マイクロ波を用いた場合は、プラスチック基板は加熱されることはないため、金属薄膜のみを優先的に加熱することが可能である。金属薄膜のみを直接的に加熱するため、プラスチック基板の溶融・変形を抑えることができる。

そこで、本実験ではプラスチック表面に、耐薬品性、耐摩耗性等を付与することを目的とし、プラスチック基板上に成膜した金

表1 プラスチックの表面処理法の特徴の比較

Table 1 Characteristics of plastic surface treatment.

	複雑形状	膜厚コントロール	コスト	密着性	膜の均一性
塗装	◎	×	◎	△	×
スパッタリング法	×	◎	△	○	◎
真空蒸着法	×	○	△	△	◎
めっき法	◎	○	○	△	○

属薄膜のみをマイクロ波加熱することが可能か検討を行った。金属薄膜のみを加熱することにより、金属とプラスチックの密着性を向上させると共に、基板の変形を生じることなく従来プラスチックに使用できなかった高温焼付け用の塗料の使用が可能になると期待される。

2. 電磁波加熱

< 2. 1 > 電磁波加熱の種類

電磁波加熱には、表 2 に示すように誘導加熱と誘電加熱がある。それぞれ加熱に使用する電磁波の周波数が異なり、加熱に比較的低い周波数を用いる前者は金属の加熱や焼付けに使用される。一方、後者は誘導加熱に比べ高い周波数を用いた加熱方法で、一般には水等の誘電体（絶縁体）の加熱に用いられる。

図 1 に誘電加熱の原理を示す。マイクロ波の電界を誘電体に印加すると誘電体内部の電子やイオンなどの荷電体の移動により分極が生じ、正負の極性双極子が電界の方向に向きを揃えようとする。1 秒間に何百万回も極性が入れ替わる高周波交流の電界中では電界の反転に追従しようとする双極子が激しい運動をしようとし、分子相互の摩擦熱により誘電体が発熱する。

今回使用するマイクロ波は、2.45GHz の電磁波であり、一部表皮効果を利用して微細粒子の焼結等に使用されているが、バルク金属の加熱には電磁波遮蔽や放電等が起るために使用できないとされている。

表 2 電磁波加熱の種類

Table 2 Characteristics of various electromagnetic waves.

大分類	小分類	使用周波数	用途
誘導加熱	低周波誘導加熱	50/60Hz	金属の熔融
	高周波誘導加熱	~500 kHz	金属の焼入れ
誘電加熱	誘電加熱 (高周波加熱)	1MHz ~300MHz	誘電体(絶縁体)の加熱
	マイクロ波加熱	300MHz ~30GHz	

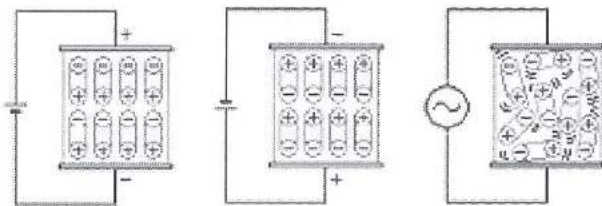


図 1 誘電加熱の原理

Fig.1 Principle of dielectric heating.

< 2. 2 > マイクロ波の侵入深さ

文献⁽¹⁾より 2.45GHz のマイクロ波の進入深さは、Ti 表面では 1.9μm、Au 表面では 1.5μm 侵入するとの報告がある。このことから、数十ナノメートルの薄膜であれば電磁波が侵入し、金属の加熱は可能であると推測される。

< 2. 3 > マイクロ波加熱による薄膜の加熱原理

マイクロ波による加熱については下記の式 (1) に示されるように伝導による損失、誘電損失、磁性損失の和で表される。水のような溶媒の加熱については誘電損失によるものが主であるが、金属の発熱については電子の伝導による損失の寄与が大きいと考えられる⁽²⁾。

$$P = 1/2 \sigma |E|^2 + \pi f \epsilon_0 \epsilon'' |E|^2 + \pi f \mu_0 \mu'' |H|^2 \quad (1)$$

P : 単位体積あたりのエネルギー損失 [W/m]

E : 電場 [V/m]

H : 磁場 [A/m]

σ : 電気伝導度 [S/m]

f : 周波数 [s^{-1}]

ϵ_0 : 真空の誘電率 [F/m]

ϵ'' : 誘電損失

μ_0 : 真空の透磁率 [H/m]

μ'' : 磁気損失

本実験では金属にマイクロ波を照射することから、伝導によるマイクロ波のエネルギー損失の寄与が大きいと考えられる。

図 2 にマイクロ波によるプラスチック上の金属薄膜の加熱のイメージを示す。作製した試験片にマイクロ波を照射すると、マイクロ波は金属薄膜を透過し、金属薄膜中では渦電流が発生し、ジュール熱が生じ金属が発熱する。これにより表面に塗装を施した場合、塗膜が加熱され、硬化する。

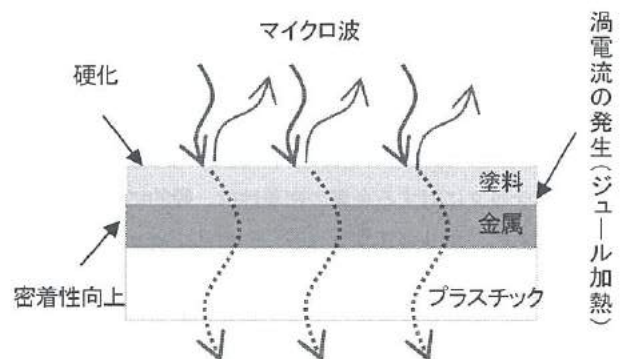


図 2 マイクロ波によるプラスチック上の金属薄膜の加熱イメージ

Fig.2 Schematic image of metal thick film on plastic substrate by microwave heating.

3. 実験方法

< 3. 1 > 材料の検討、実験手順

実験手順を図 3 に示す。本実験ではプラスチック基板として、これまで塗装が困難であった PE、PP を用いた。まず基板(50mm×50mm×1mm)をアルコール洗浄した後、膜厚制御のしやすいスパッタリング法により金属薄膜を作製した。成膜する金属には、Ni-Cr、Ta、Al を選び抵抗率の違いによる比較を行い、また金属以外の導電材料の比較として ITO(Indium Tin Oxide)を選び実験を行った。各膜厚は接触型表面粗さ計(マール製、ペルトメータ)にて測定した。塗料はスピコート(ナノテック製、SC200)を用いて行った。塗料は抗菌用塗料(オキツモ製、FK-18、180℃硬化型)、脱臭用塗料(オキツモ製、DS-400、280℃硬化型)、フッ素系塗料(オキツモ製、NA-501-BL、380℃硬化型)を使用した。今回用いた 3 種類の塗料いずれも硬化温度が PE、PP の耐熱温度(PE: 70~110℃、PP: 100~140℃)以上であり、通常の方法ではプラスチック基板上には硬化させることができない。マイクロ波加熱は一般家庭でも使用されている出力可変型の電子レンジ(松下電器産業製、NE-T150)を使用し、100W、150W、300W、500W で出力を変化させて検討した。また、電磁波のエネルギーを減衰させるため、100cc の水を入れたカップ上に試験片を置いて加熱を行った。

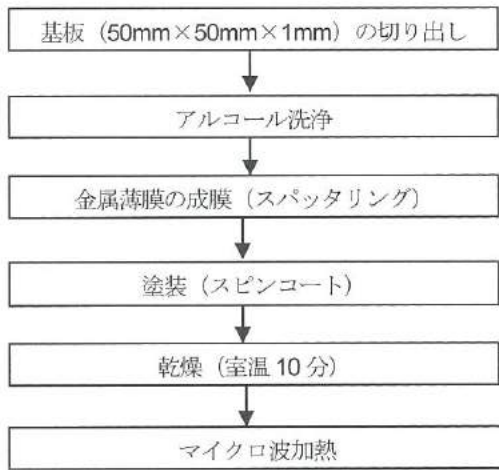


図 3 マイクロ波加熱実験手順

Fig.3 Preparation process of specimen.

< 3. 2 > 密着性試験

金属及び塗料の密着性を確認するためにクロスカット後、テープ剥離試験(JIS K5600-5-6に準拠)を行った。

< 3. 3 > 耐熱性試験

一定時間煮沸した後、< 3. 2 > に従い密着性試験を行った。

< 3. 4 > 金属表面温度の測定

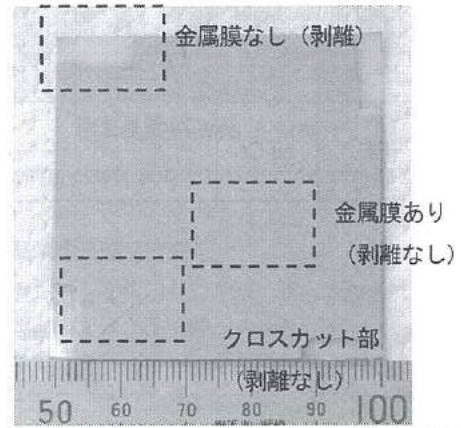
プラスチック基板上に成膜した金属薄膜にサーモラベル(日油技研工業製、50~250℃)を貼り付け、ラベルの変色により昇温を

確認した。

4. 結果及び考察

< 4. 1 > 塗料の硬化

図 4 は基板 PE 上に、Ni-Cr 膜(膜厚: 13nm、体積抵抗: $1.31 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$)を成膜し、抗菌用塗料を塗布した時のマイクロ波加熱を行った試験片表面である。試験片端部の Ni-Cr 膜のついていない部分では塗膜は容易に剥離してしまった。一方、Ni-Cr 膜のある部分では密着性はよく、クロスカット試験においても剥離は見られなかった。このことから Ni-Cr 膜のある部分のみで塗料が硬化すると共に、プラスチック基板/金属/塗料の各々の間の密着性もよいことが分かった。



※試験片条件/基板: PE、金属: Ni-Cr(膜厚: 13.3nm)、塗料: 抗菌用塗料

図 4 マイクロ波加熱後の試験片

(PE/Ni-Cr(膜厚: 13nm、体積抵抗: $1.31 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$)/抗菌用塗料)

Fig.4 Specimen after microwave heating.

< 4. 2 > 耐熱性試験

基板、金属、塗膜の耐熱性を調べた結果を表 3 に示す。これより、マイクロ波加熱した試験片については煮沸時間に関わらず塗膜の剥離はなく、密着性が大変良好であることが分かった。

表 3 耐熱性試験結果

Table 3 Results of heat run test.

煮沸時間(分)	塗料抗菌用塗料 (マイクロ波加熱)
5	剥離なし
10	剥離なし
15	剥離なし
30	剥離なし
60	剥離なし
120	剥離なし

< 4. 3 >加熱時間と塗料重量変化

塗料の乾燥状態を確認するため、表 4 に示す条件で塗布した塗料の重量変化の測定を行った。図 5 に各々を比較したグラフを示す。

図より推奨硬化条件 (380°C×30 分) では、塗料重量は 30 分後、約 63%減少した。一方、マイクロ波加熱を行うと、プラスチック基板上の塗料重量は約 4 分で推奨硬化条件と同等まで減少した。室温で 30 分放置では 20%程度の重量の減少が見られた。マイクロ波加熱では短時間で推奨硬化条件と同等の効果が得られることが分かった。

表 4 重量変化測定の試験片条件
Table 4 Specimen condition for weight measurement.

	基板	金属	塗料	加熱方法
①	ガラス	-	フッ素系塗料	380°C
②	PE	Ni-Cr		マイクロ波加熱
③				室温

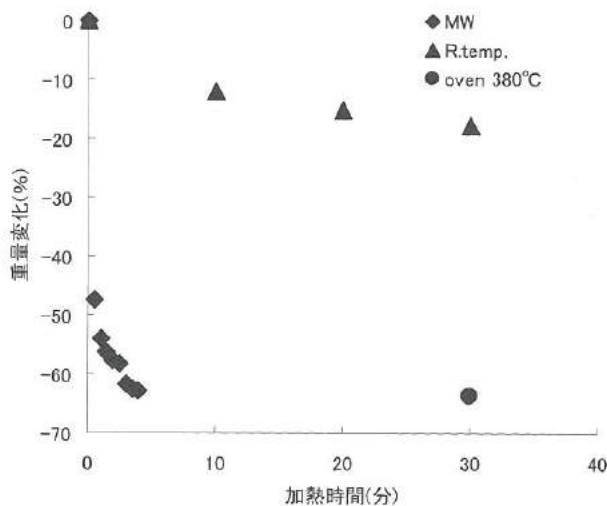


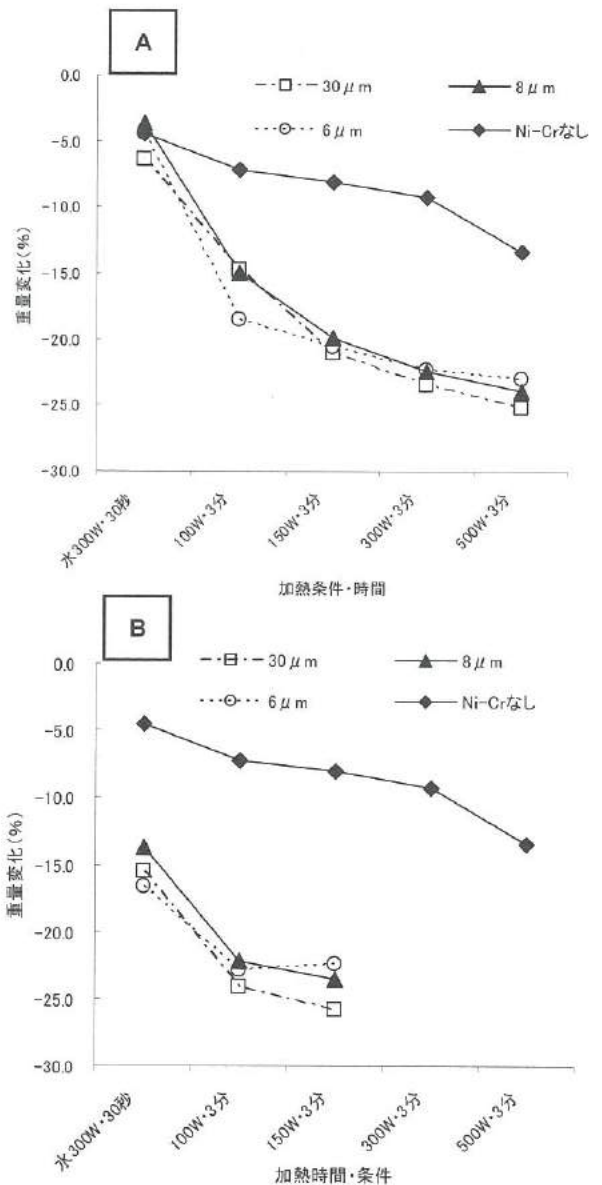
図 5 塗料の重量変化

Fig.5 Weight changes of coating material.

< 4. 4 >金属膜厚と塗料重量変化

金属の膜厚による塗料の重量変化について調べた。図 6 の A、B に金属 (Ni-Cr) 膜厚 6.7nm、及び 13.3nm の試験片を用い、塗膜厚、金属膜厚を変化させたときの結果を示す。

図より Ni-Cr 膜がない試料の場合は、マイクロ波加熱を行っても Ni-Cr 膜のある試料の場合の半分程度しか重量変化しなかった。このことから、Ni-Cr 膜がプラスチック基板上に成膜されていないと、マイクロ波加熱による加熱効果が得られにくいことが分か



※試験片条件/基板:PE、金属:Ni-Cr、塗料:抗菌用塗料

図 6 金属膜厚と塗料重量変化

Fig.6 Relationship between metal thickness and weight changes.

った。また、マイクロ波加熱による重量変化の傾向は塗膜厚に依存しないことが分かった。

Ni-Cr 膜厚 6.7nm の場合、段階的に出力を上げていくと共に重量減少は大きくなり、500W×3 分間の加熱乾燥を終了した時点で約 25%重量減少した。一方、Ni-Cr 膜厚 13.3nm の場合では、150W×3 分間の加熱の時点で既に約 25%重量減少した。それぞれのグラフを比較すると、水上 300W×30 秒間の加熱乾燥の時点で Ni-Cr 膜厚 6.7nm では約 4%の重量減少しか見られなかったが、Ni-Cr 膜厚 13.3nm では約 15%の重量減少が見られ、Ni-Cr 膜厚 13.3nm の試験片の方が重量減少が大きく現れていることが分かった。ま

たNi-Cr 膜厚 13.3nm の試験片を 150W×3 分間加熱した際にはプラスチック基板の溶融がみられており、試験片全体が高温まで加熱されていることが確認された。

以上のことから、Ni-Cr 膜厚を厚くすることによって金属表面が加熱されやすくなり、塗料重量の変化も大きくなると共にプラスチック基板全体が加熱されることがわかった。

< 4. 5 > Ni-Cr 膜厚とマイクロ波加熱

表5にNi-Cr 膜厚とマイクロ波加熱による塗料の硬化の関係を示す。○は加熱により塗料が硬化したことを示す。なお、膜厚はスパッタ時間より推定した。

表 5 Ni-Cr 膜厚と塗料の硬化

Table 5 Relationship between hardening effect and thickness of coating material.

膜厚(nm)	塗布後の MW 照射 (100W×30 秒)
0	× (硬化せず)
1.7	× (硬化せず)
3.3	× (硬化せず)
6.7	○
13.3	○
20	○
26.7	○
33.3	○
40	○
50	○
60	○
66.7	× (火花を発生する)
105	× (火花を発生する)
133	× (火花を発生する)
200	× (火花を発生する)

※試験片条件/基板:PE、金属:Ni-Cr(膜厚:0~200nm)、マイクロ波加熱時間:30 秒、塗料:抗菌用塗料

表より、Ni-Cr 膜厚 3.3nm までは試験片表面が十分昇温されず、塗料は硬化しなかった。一方、Ni-Cr 膜厚が 66.7nm 以上になると試料表面から放電し、発火した。これは Ni-Cr 膜 に比べプラスチック基板の熱膨張係数が大きく、マイクロ波加熱により温度が上昇すると、Ni-Cr 膜に引張応力が生じる。Ni-Cr 膜厚が 66.7nm 以上では膜中に亀裂が発生しその部分から、電子が放出され火花を発生すると考えられる。また Ni-Cr 膜厚が 3.3nm 以下では十分な発熱が得られないため、塗膜は硬化しなかったものと考えられる。以上のことから、Ni-Cr 膜を用いた場合は適正な膜厚は 6.7nm 以

上 60nm 以下であることが分かった。

図7はマイクロ波加熱により基板が溶融した試験片である。適切な加熱条件で加熱を行わないと図のように基板が溶融し火花により塗膜が焦げてしまう場合があることが分かった。

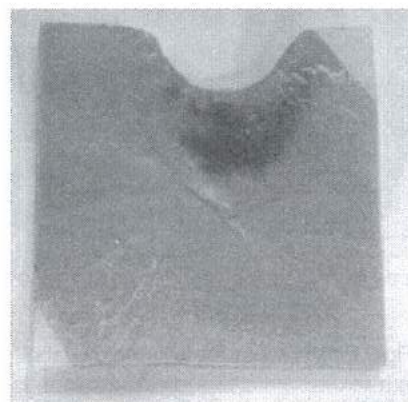


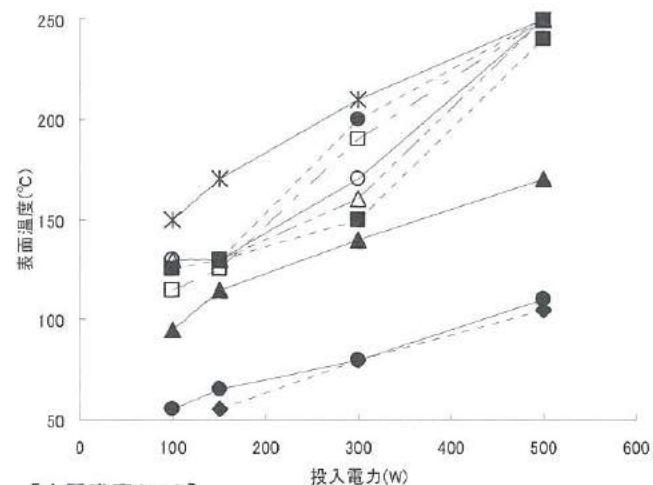
図 7 基板が溶融した試験片

Fig.7 Melting plastic substrate after microwave heating.

< 4. 6 > 金属薄膜表面温度測定

図8にサーモラベルを使用してNi-Cr 膜の表面温度を測定した結果を示す。比較のため、塗装膜上の温度測定も行った。図9はサーモラベルを貼り付けて測定した試験片である。

図8上ではNi-Cr 膜がない試料でも温度上昇を示しているが、PE ではマイクロ波による加熱・上昇が生じないことから、サーモラ



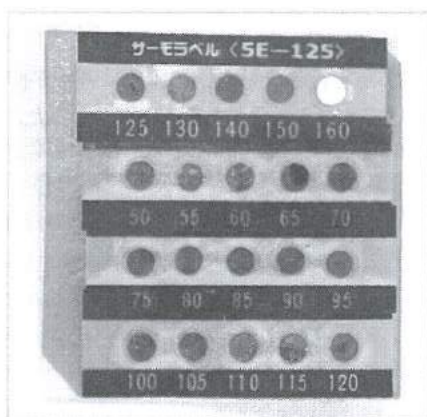
【金属膜厚 (nm)】

- ◆ - 0
- ● - 3.3
- ▲ - 6.7
- □ - 13.3
- * - 20
- ● - 20(塗装上)
- ■ - 26.7
- △ - 33.3
- ○ - 50

※試験片条件/基板:PE、金属:Ni-Cr(U~66.7nm)、マイクロ波加熱時間:30 秒

図 8 マイクロ波加熱時の Ni-Cr 膜表面温度

Fig.8 Surface temperature of Ni-Cr on substrate under microwave heating.



※150の表示まで変色していることから150℃まで昇温していると考えられる。

図9 温度測定サンプル

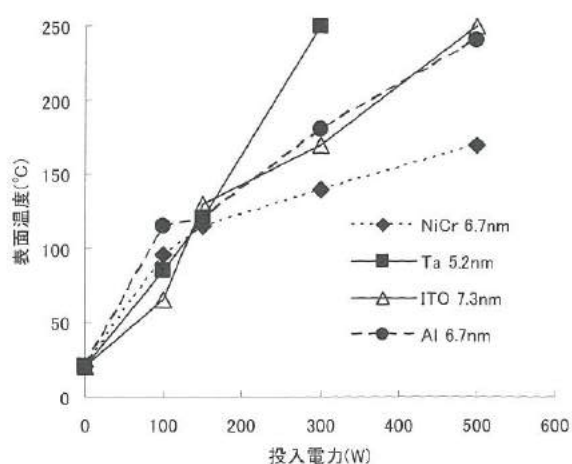
Fig.9 Plastic substrate with thermo label.

ベル自身の温度変化と見なすことができる。確認のためサーモラベルのみの加熱を行ったところ、同様の結果が得られた。Ni-Cr膜3.3nmの場合についても同様の理由により、マイクロ波加熱はない。Ni-Cr膜が6.7nmの場合には500Wのマイクロ波照射で170℃まで加熱された。Ni-Cr膜が13.3nm以上の場合には500Wのマイクロ波照射で250℃以上加熱された。なおデータのバラツキはみられるもののNi-Cr膜厚が大きいほど温度上昇が大きいことが分かった。これらのことから、6.7nm以上のNi-Cr膜ではマイクロ波照射により加熱されることが確認された。また、これは表5の結果とも一致する。

<4. 7> 金属の種類と表面温度

金属の種類と表面温度の関係について検討した。

金属にはNi-Cr、Ta、Alを用いた。また、透明導電材料であるITOについても調べた。表6に各材料の膜厚と体積抵抗値、図10



※試験片条件/基板:PE、マイクロ波加熱時間:30秒

図10 導電材料毎の投入電力と表面温度の関係

Fig.10 Relationship between electric power and surface temperature of every conductive material.

に各試料における投入電力と表面温度の関係を示す。図より、Taでは300Wで250℃に達し、Al、ITOでは500Wで250℃に達した。式(1)に示すようにマイクロ波による加熱は、より抵抗の低い材料の方が発熱するが、今回の実験では体積抵抗値による温度上昇の差は見られなかった。

表6 導電材料の膜厚と体積抵抗

Table 6 Relationship between volume resistance and thickness of conducting material.

基板	導電材料	膜厚 (nm)	体積抵抗(Ωcm)
PE	Ni-Cr	6.7	2.24×10^{-1}
	Ta	5.2	2.71×10^{-3}
	Al	6.7	8.35×10^{-5}
	ITO	7.3	8.43×10^{-3}

5. 結言

本実験ではプラスチック表面に、耐薬品性、耐摩耗性等を付与することを目的とし、プラスチック基板上に成膜した金属薄膜のみをマイクロ波加熱することが可能か検討を行った。金属薄膜のみを加熱することにより、金属とプラスチックの密着性を向上させると共に、基板の変形を生じることなく従来プラスチックに使用できなかった高温焼付け用の塗料の使用を試みた。その結果得られた知見を以下に示す。

- ① マイクロ波照射により、プラスチック基板上の金属薄膜を選択的に加熱することで、塗料が加熱・硬化され、密着性の良い塗膜が成膜できる。
- ② Ni-Cr膜の場合では6.7nm以上60nm以下で金属表面の加熱が可能である。
- ③ 投入電力量が大きいほど金属表面温度が上昇し、また金属膜厚が大きい方が加熱されやすい。
- ④ マイクロ波加熱による塗膜の重量変化は塗膜厚に依存しない。
- ⑤ 導電材料の種類に関わらず、試料表面を高温まで加熱することができる。

文献

- (1) 吉川昇: までりあ, **48** (2009), 3-10.
- (2) 滝沢博胤他: までりあ, **45** (2006), 577-580.

V. 酵母を利用した和漢薬の薬理作用の解析 および測定デバイスの開発

Analyses of Pharmacological Effect for Natural Medicine Using Yeast
and the Development of Measuring Devices

日出嶋 宗一, 堀井 雅恵, 高田 耕児, 浅田 峯夫,
HIDESHIMA Souichi, HORII Masae, TAKATA Koji, ASADA Mineo,
横山 義之, 鍋澤 浩文, 藤城 敏史, 谷野 克巳
YOKOYAMA Yoshiyuki, NABESAWA Hirofumi, FUJIKI Satoshi, TANINO Katsumi

Abstract

Most of Japanese and Chinese medicines are derived from natural product such as plants and they include many kinds of chemicals. Therefore their pharmacological mechanisms are complicated and remain incompletely understood. The purpose of this study is to develop the electrochemical device for convenient and rapid method to analyze pharmacological effect using easily-handled budding yeast. Charge transfer resistance (R_{ct}) and resistance of solution (R_s) were measured on yeast culture medium by AC impedance method using suitable electrode and solution for each measurement. As yeast proliferated, R_{ct} increased due to adsorption of some metabolic proteins to the electrode and R_s decreased due to increase of ionic metabolite. Then R_{ct} and R_s were measured on the yeast culture medium that included various concentration of extracted essence from several natural medicines to examine their effect to yeast proliferation. Measurements of both R_{ct} and R_s showed that extracts of *Glycyrrhiza uralensis* and *Coptis japonica* var. *major* inhibited yeast proliferation. But effects of *Paeonia suffruticosa* on yeast proliferation were different between R_{ct} and R_s .

1. 緒言

近年、和漢薬の薬効が見直され研究が盛んになっている。しかし、和漢薬の多くは植物などの自然物に由来し、多数の化学成分が混在しているため、その作用は複雑であり、詳細な薬理効果が明らかになっていないものが多い。また、和漢薬は産地によってその成分、薬効に違いがある。これまで、和漢薬の薬効を評価するためには動物実験が行なわれていたが、評価に多大な時間と労力を要する上に、最近では世界各国において動物実験が禁止される方向にあり、動物実験に代わる和漢薬の評価方法の模索が必要であった。

そこで、小動物の代わりとして人間の遺伝子と40%以上が類似し、真核生物のモデルとしてよく研究されている酵母に着目し、和漢薬が酵母の活性に及ぼす影響を電気化学的に捉える検討をした。電気化学的な測定法の中で、安価で簡便かつ生物に与える影響が少ないことが予想される交流インピーダンス法を選んだ。これまで、交流インピーダンス法による細胞毒性や刺激応答を検出するセンサの開発が行なわれている⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。しかし、これらは電極

上の細胞形態変化によるインピーダンスの変化を捉えており、その応用は付着系の細胞に限られているため、酵母のような浮遊系の細胞の活性を測定できる新しい手法の開発が必要である。

本報告ではまず、交流インピーダンス法で酵母の活性を捉えることができるか検討し⁽⁵⁾、次に、種々の和漢薬が酵母の活性に及ぼす影響について検討した。最後に、酵母の増殖にともなう交流インピーダンスの変化の原因について考察を加えた。

2. 実験方法

<2. 1>酵母の培養

酵母は、大きさが $5\mu\text{m}$ 程度の単細胞の微生物である。本研究では、パン酵母やビール酵母などと同じ系統の酵母であるサッカロマイセス・セレビシエ(*Saccharomyces cerevisiae*)を用いた。また、酵母の培養にはYM液体培地を用いた。その組成は、グルコース10g/L、ペプトン5g/L、酵母エキス3g/L、麦芽エキス3g/Lである。図1は酵母の増殖の様子を示す。12時間後、36時間後と時間が経過するにつれ、酵母が増殖している。

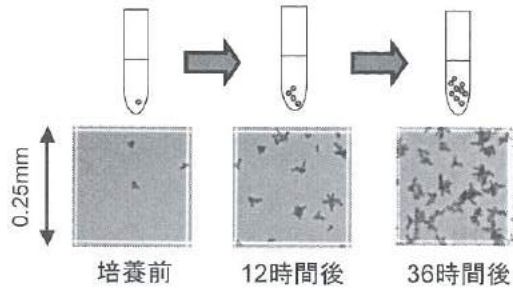


図1. 酵母の増殖の顕微鏡画像

Fig.1. The microscopic images of yeast growth.

< 2. 2 > 和漢薬の抽出法

市販されている和漢薬の乾燥品 10g をミルで粉碎し、メタノール 150mL を加え、加熱還流を 1 時間行い、冷却後上清をろ過した。この操作を 3 回繰り返す、ろ液を減圧蒸留後凍結乾燥して和漢薬エキスの粉末を得た。抽出した和漢薬は甘草 (カンゾウ: *Glycyrrhiza uralensis*)、黄連 (オウレン: *Coptis japonica var. major*)、升麻 (ショウマ: *Cimicifuga simplex*)、牡丹皮 (ボタンピ: *Paeonia suffruticosa*) の 4 種類である。

< 2. 3 > 交流インピーダンス法

交流インピーダンス法は、周波数を変化させて電極間のインピーダンスを求める方法で、微小電圧で電解液の電気的特性を測定できるため、酵母に与える影響は少ないことが予想される。図 2、図 3 は、電解液と電極が接しているときの電極間の電荷分布図とその等価回路図を示す。一般に、電極と液体界面には電極表面と逆符号の電荷が同量充填された電気二重層が形成される。この電気二重層は電解液の濃度にもよるが、厚さが数~数十 nm 程度の層であり、電荷をためることからキャパシタ C_{dl} のような性質をもっている。また、電気二重層と電極の界面では電子の受け渡しが行われ、このときの抵抗が電荷移動抵抗 R_{ct} である⁽⁶⁾。一方、電極間には電解液の電気伝導にともなう溶液抵抗 R_s と誘電体としてのバルク容量 C_b が存在する。

電極表面の吸着物質の影響を受ける電荷移動抵抗は、電解液のイオン濃度を高めることによって、電極界面部のインピーダンス Z_{int} を溶液部のインピーダンス Z_{sol} より大きくすることで測定が容易になる。一方、溶液中のイオン量の影響を受ける溶液抵抗は、溶液部のインピーダンス Z_{sol} を電極界面部のインピーダンス Z_{int} より大きくすることで測定が容易になる。図 4 はその概要を示す。

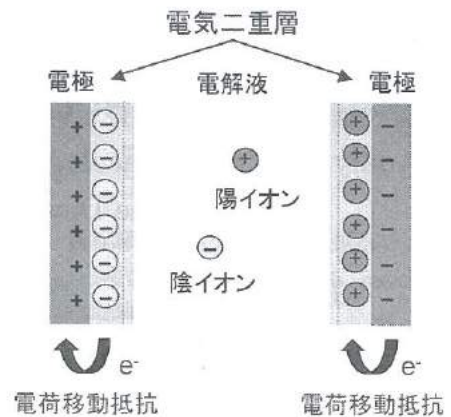


図2. 電極間の電荷分布図

Fig.2. Distribution of charge at electrode / electrolyte interface.

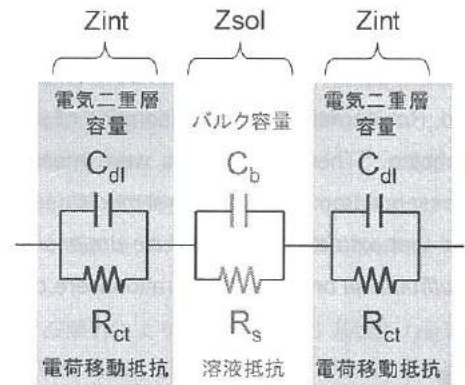


図3. 等価回路図

Fig.3. Equivalent circuit of electrode / electrolyte interface.

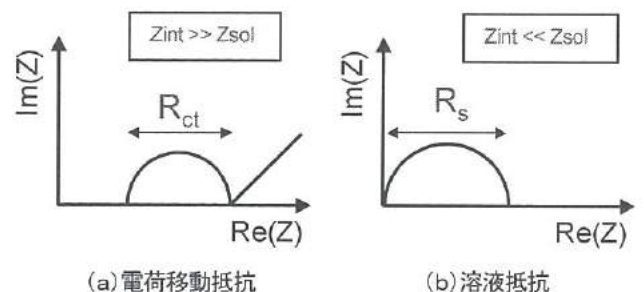


図4. 複素インピーダンス・プロット

Fig.4. Nyquist plots for (a) charge transfer resistance and (b) solution resistance.

< 2. 4 > 電荷移動抵抗の測定

電荷移動抵抗の測定においては、YM 液体培地で前培養した酵母を新鮮な YM 液体培地で 1000 倍希釈し、24°C で振盪培養したものを測定液とした。図 5 は、電荷移動抵抗の測定に使用した電極チップの概要を示す。図に示す面積 1.4mm² の 1 対の金電極上に液滴保持用ホルダーを設置し、測定液をホルダーに 12 μL 滴下する。5 分後に電極反応を起こしやすくするため 10mM の K₃[Fe(CN)₆] / K₄[Fe(CN)₆] を 3 μL 添加 (終濃度 2mM) した。測定には Solartron 社製 1260/1287 型を使用し、印加電圧は 50mV とした。周波数 10Hz-600kHz 間の複素インピーダンス・プロットから電荷移動抵抗を求めた⁽⁷⁾⁻⁽⁹⁾。

< 2. 5 > 溶液抵抗の測定

溶液抵抗の測定においては、イオン濃度を下げるために YM 液体培地で前培養した酵母を 1% グルコース溶液で 33 倍希釈し、24°C で振盪培養したものを測定液として用いた。測定容器には、Agilent 製 16452A 型を用いた。電極は、対向型円板構造となっており面積が 11.3cm²、電極間距離 1mm で、電極、容器とも材質はコバルトである。図 6 は測定電極の構造を示す。測定容器に試験液を 2mL 滴下し、Agilent 製 4294A 型を使用して前項と同じ印加電圧 50mV で交流インピーダンスを測定した。周波数 40Hz - 1MHz 間の複素インピーダンス・プロットから溶液抵抗を求めた。

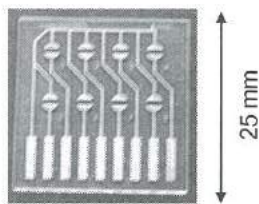


図5. 電荷移動抵抗測定用電極チップ
Fig.5. Electrode for Rct measurement .

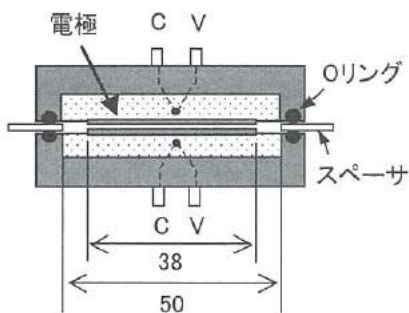
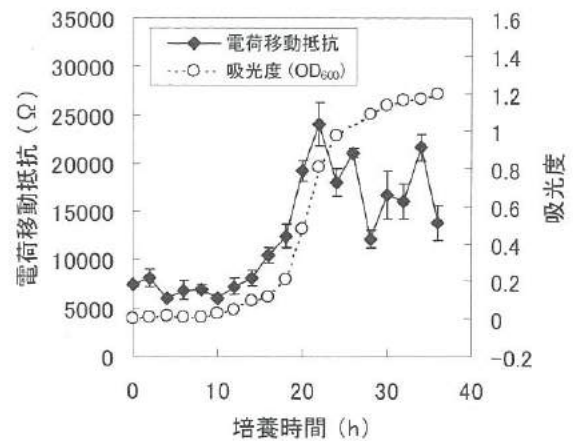


図6. 溶液抵抗測定用電極
Fig.6. Electrode for Rs measurement.

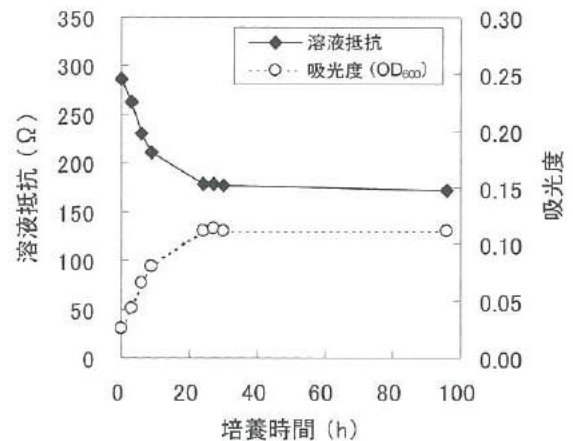
3. 実験結果

< 3. 1 > 酵母の増殖過程におけるインピーダンス測定

電荷移動抵抗の測定においては、前培養した酵母を YM 培地で 1000 倍希釈して振盪培養し、培養開始から 36 時間後まで 2 時間おきに培養液の交流インピーダンスを測定した。また、それと同時に分光光度計を用いて 600nm における吸光度 (OD₆₀₀) を測定した。溶液抵抗の測定においては、前培養した酵母を 1% グルコース溶液で 33 倍希釈して振盪培養し、培養開始から 100 時間後まで培養液の交流インピーダンスと OD₆₀₀ の時間変化を測定した。それぞれの測定結果の複素インピーダンス・プロットから、電荷移動抵抗 R_{ct} および溶液抵抗 R_s を求めた。図 7(a) は、酵母の増殖過程における YM 培地培養液の電荷移動抵抗および吸光度を、図 7(b) はグルコース培養液の溶液抵抗および吸光度を示す。



(a) 電荷移動抵抗 Rct



(b) 溶液抵抗 Rs

図7. 酵母の増殖過程におけるインピーダンス測定

Fig.7. Impedance change in yeast proliferation.

図 7(a)より、酵母培養液の電荷移動抵抗は、培養開始後 22 時間までは時間の経過とともに増加し、培養液中の酵母の数を示す吸光度の変化と同様の傾向を示した。培養開始後 24 時間以降は、吸光度はほぼ一定になり、酵母の数は飽和に達しているが、電荷移動抵抗は不安定になり、吸光度と傾向が一致しなかった。これは、酵母の増殖に伴い、電極が吸着物質で過度に覆われたため測定値が不安定になったか、あるいは、測定を阻害する成分が増加したことなどが考えられる。

一方、図 7(b)より、グルコース培養液の溶液抵抗は、時間の経過とともに減少した後、培養開始後 24 時間以降は一定となった。グルコース培養液の吸光度は、時間の経過とともに増加した後、培養開始後 24 時間以降は一定となっており、溶液抵抗の変化と吸光度の変化は対応している。

以上のことから、酵母の増殖を電荷移動抵抗の増加、溶液抵抗の減少として捉えることができた。

< 3. 2 > 和漢薬エキスによる酵母の増殖抑制効果 (濃度依存性)

増殖に伴って R_{ct} が増加、 R_s が減少することを利用して、和漢薬エキスによる酵母の増殖抑制効果を調べた。前培養した酵母を 0、0.01、0.05、0.1、0.15、0.2mg/mL の和漢薬エキスを含んだ YM 培地またはグルコース溶液で 1000 倍あるいは、33 倍に希釈して 24°C で振盪培養し、22 時間後に培養液の交流インピーダンスを測定した。それぞれの測定結果を複素インピーダンス・プロットし、 R_{ct} 、 R_s を求めた。

図 8 は、YM 培地に添加した和漢薬エキスの濃度に対する電荷移動抵抗の変化を示す。図中では、22 時間培養後の R_{ct} から培養前の R_{ct} を差し引いた ΔR_{ct} を用いた。カンゾウ、ボタンビでは、エキスの濃度が高くなるに従って ΔR_{ct} が減少している。オウレンでは、0.01mg/mL でも電荷移動抵抗の増加がかなり抑えられ、0.1-0.2mg/mL の濃度では、培養前とほとんど変化がなかった。ショウマエキスでは、 ΔR_{ct} に濃度による違いはなかった。すなわち YM 培地に溶解したカンゾウ、ボタンビ、オウレンエキスには酵母に対する増殖抑制効果があると考えられ、特にオウレンエキスには顕著な抑制効果が認められた。

図 9 は、グルコース培地に添加した和漢薬エキスの濃度に対する溶液抵抗の変化を示す。図中では、溶液抵抗の逆数である導電率 κ を用いて、22 時間培養後の κ から培養前の κ を差し引いた $\Delta \kappa$ で示した。ショウマ、ボタンビでは、 $\Delta \kappa$ は、どの濃度でもほぼ一定で、酵母の増殖抑制効果は見られなかったが、カンゾウ、オウレンでは、酵母の増殖抑制効果が顕著に認められた。

カンゾウ、オウレンでは電荷移動抵抗、溶液抵抗の両方で酵

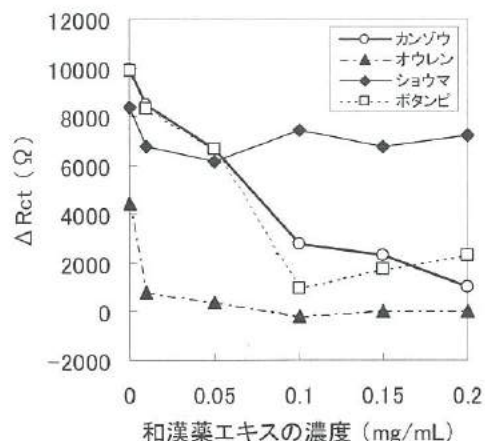


図8. 和漢薬エキスの濃度に対する電荷移動抵抗の変化
Fig.8. Changes in ΔR_{ct} depending on concentration of natural medicine.

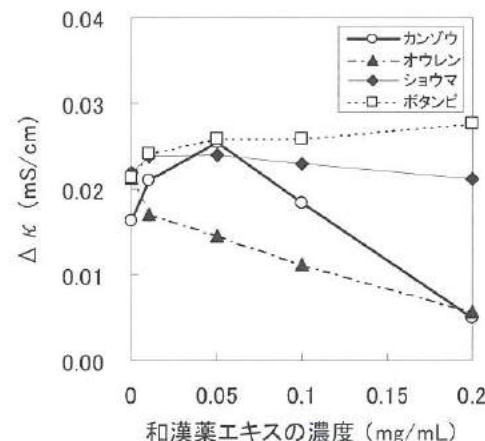
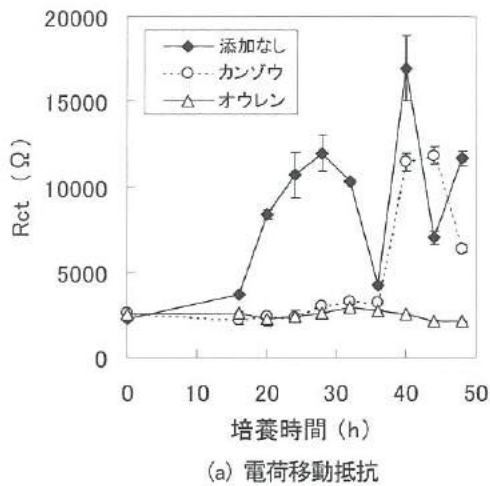


図9. 和漢薬エキスの濃度に対する溶液抵抗の変化
Fig.9. Changes in $\Delta \kappa$ depending on concentration of natural medicine.

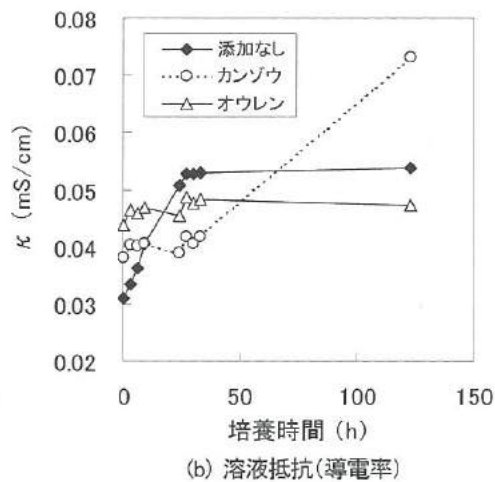
母の増殖抑制効果が見られたが、ボタンビでは、電荷移動抵抗で増殖抑制効果が認められたのに対し、溶液抵抗では増殖抑制効果が認められなかった。これは測定溶液の組成が異なるためと考えられる。YM 培地は酵母の増殖に必要な養分が十分含まれているのに対し、グルコース培地はそれら養分が不足している。

< 3. 3 > 和漢薬エキスによる酵母の増殖抑制効果 (時間変化)

和漢薬エキスによる酵母の増殖抑制の時間変化を調べるために、増殖抑制効果の見られたカンゾウ、オウレンについて、0.2mg/mL で YM 培地またはグルコース培地に溶解して培養し、電荷移動抵抗と溶液抵抗の時間変化を測定した。



(a) 電荷移動抵抗



(b) 溶液抵抗(導電率)

図10. 和漢薬エキスが酵母の増殖過程に及ぼす影響

Fig.10. Effect of natural medicine on yeast proliferation.

図10(a)はYM培地での電荷移動抵抗の測定結果を示す。カンゾウエキスでは、36時間後まではほとんど増殖が抑えられていたが、40時間から電荷移動抵抗が上昇した。オウレンエキスにおいては、48時間後も酵母の増殖が抑制されていた。なお、添加なしの結果において32時間後から測定値が不安定になったのは、前述の図7における現象と同様である。図10(b)はグルコース培養液での溶液抵抗の測定結果を示す。カンゾウエキスでは、33時間までは増殖が抑制されていたが、123時間では添加なしの培養液より増殖していた。オウレンに関しては123時間後も増殖が抑えられていた。

和漢薬の種類によって酵母の増殖抑制効果の時間変化に違いがあることが電荷移動抵抗および溶液抵抗の測定結果から示された。これらの測定は、薬効のメカニズムを調べるのに有効であると考えられる。

4. 考察

＜4. 1＞酵母増殖にともなうRet増加の原因

図7(a)より、酵母の増殖にともなうRetが増加することが示されたが、酵母の大きさは、約 $5\mu\text{m}$ で電気二重層に対して極端に大きく、電極上の酵母が電荷移動抵抗に影響を及ぼしているとは考えにくい。すなわち、酵母の数の増加とは別の現象を測定している可能性がある。図11は、新鮮なYM培地、酵母培養液、培養液の上清、新鮮なYM培地で再懸濁した酵母におけるRetの比較を示す。上清でも培養液と同様の高いRetの値が得られ、酵母を再懸濁したものでは、新鮮なYM培地と同様の低い値を示した。このことから、Retの増加は、電極上の酵母の数の増加によるものではなく、酵母の増殖に伴って代謝物が増加し、電極に吸着したことによるものと考えられる。

そこで、酵母培養液中に金電極に吸着する物質があるかを調べるために、培養液の上清をQCM(Quartz Crystal Microbalance)により測定した。図12に示すように、酵母培養液の上清を添加すると水晶振動子の振動数が減少したことから、培養液の上清には電極に吸着する物質が含まれていると考えられる。

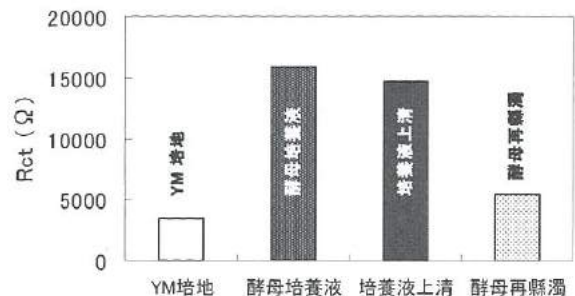


図11. 培地、酵母培養液、培養液上清、再懸濁液のRetの比較
Fig.11. Comparison of Rct for fresh medium, yeast culture medium, supernatant of culture medium and re-suspension.

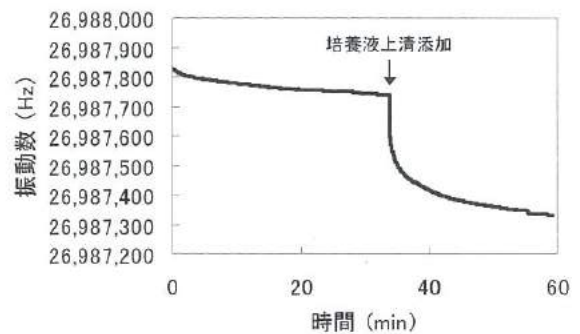


図12. QCMによる酵母培養液上清の測定

Fig.12. QCM measurement of supernatant of yeast culture medium.

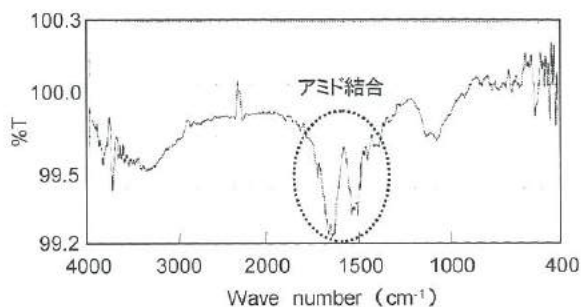


図13. 吸着した培養液上清の成分の赤外分光分析(RAS法)

Fig.13. IR analysis (RAS method) for adsorbed component of supernatant of yeast culture medium.

次に、その吸着性の物質が何かを調べるために、金電極に培養液を滴下し、5分後に洗浄、乾燥したものを赤外分光分析のRAS法を用いて解析を行った。図13より、 $1630\text{--}1650\text{cm}^{-1}$ のC=O伸縮と $1520\text{--}1550\text{cm}^{-1}$ のN-H変角というアミド結合を示す2本のピークが見られることから、金電極にアミノ酸または蛋白質が吸着しているのではないかと考えられる。

< 4. 2 > 酵母増殖にともなう R_s 減少の原因

図7(b)より、酵母培養液の溶液抵抗が時間の経過とともに減少していることが示された。溶液抵抗はイオン濃度の変化によって増減することから、溶液抵抗が減少した原因は酵母のイオン性代謝物が増加したことによるものと考えられる。そこで、イオン

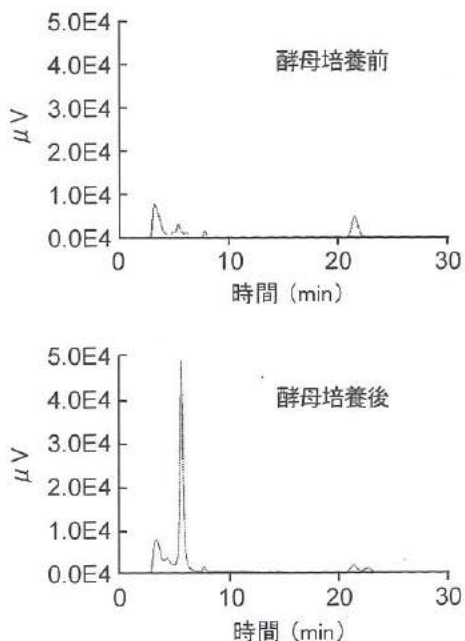


図14. 酵母培養液上清のイオンクロマトグラフィによる測定

Fig.14. Ion chromatogram of supernatant of yeast culture medium.

性の代謝物が増加しているかを調べるためにイオンクロマトグラフィにより解析を行った。図14はその結果を示す。酵母培養前の培養液と比較すると、酵母培養後の培養液では保持時間6分のところに高いピークが現れたことから、酵母を培養することで溶液内のイオンが増加したことがわかる。このイオンとしては有機酸などが考えられる。

5. 結言

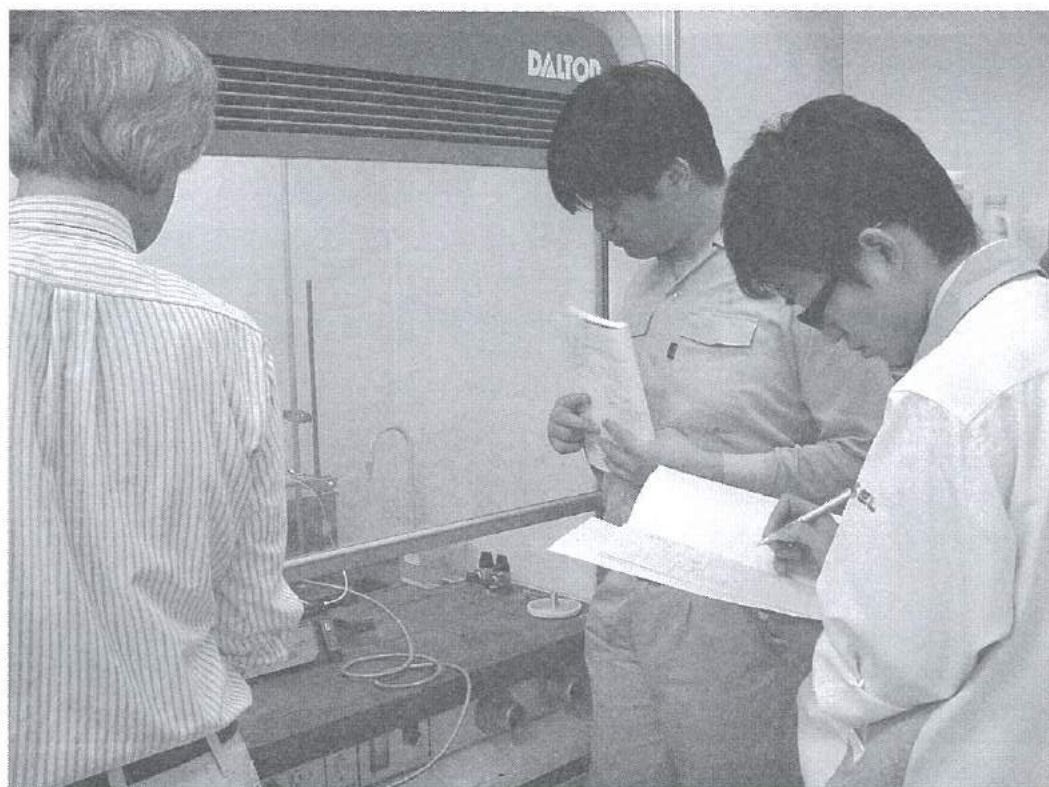
酵母の活性および和漢薬の薬理作用と酵母の活性の関係を電気的に測定することを目的として、酵母培養液の交流インピーダンスについて検討した結果、以下の結果が得られた。

- (1) 酵母の増殖を電荷移動抵抗の増加、および溶液抵抗の減少として捉えることができた。
- (2) 電荷移動抵抗の測定では、酵母の吸着性の代謝物の増加を、溶液抵抗の測定では、酵母のイオン性の代謝物の増加を測定することができた。特に吸着性の代謝物は、アミノ酸または蛋白質であると考えられる。
- (3) 和漢薬の添加が酵母の増殖に及ぼす影響を交流インピーダンス法により測定することができた。特にカンゾウ、オウレンで顕著な増殖抑制効果が認められ、また、その効果の時間変化についても捉えることができた。

文献

- (1) K.Solly et al., "Application of Real-Time Cell Electronic Sensing (RT-CES) Technology to Cell-Based Assays", *ASSAY and Drug Development Technologies*, 2 (4), 363 (2004).
- (2) Y.A. Abassi et al., "Label-free, real-time monitoring of IgE-mediated mast cell activation on microelectronic cell sensor arrays", *Journal of Immunological Methods*, 292, 195 (2004).
- (3) 小林雅明, "交流インピーダンス測定による肝由来細胞株中の薬物代謝物酵素反応の検出", *日置技報*, 26 (1), 1 (2005).
- (4) 小林雅明, "培養細胞測定システムを用いた細胞増殖能のリアルタイム測定", *日置技報*, 27 (1), 1 (2006).
- (5) 高田耕児 他, "酵母を利用した和漢薬の薬理作用の測定", 平成20年度電気関係学会北陸支部連合大会講演論文集, D-38
- (6) 新編電気化学測定法 (電気化学協会) p47
- (7) Y.Akagi et al., "Development of a ligation-based impedimetric DNA sensor for single-nucleotide polymorphism associated with metabolic syndrome", *Electrochimica Acta*, 51, 6367 (2006)
- (8) 深沢正樹 他, "メタボリック症候群関連遺伝子検出装置の開発", 平成18年度若い研究者を育てる会研究論文集, p31
- (9) 常川直子 他, "交流インピーダンス法によるタンパク質検出装置の開発", *Chemical Sensors*, 23 Supplement B, 127 (2007)

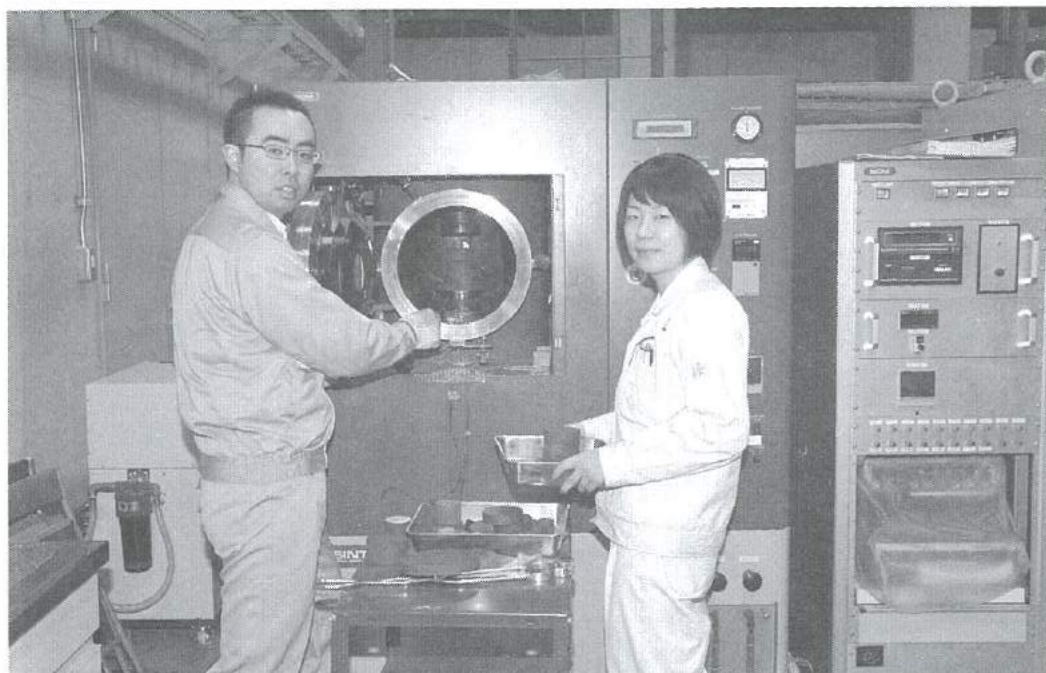
「マイクロリアクタによる反応制御方法に関する研究」グループの研究活動風景



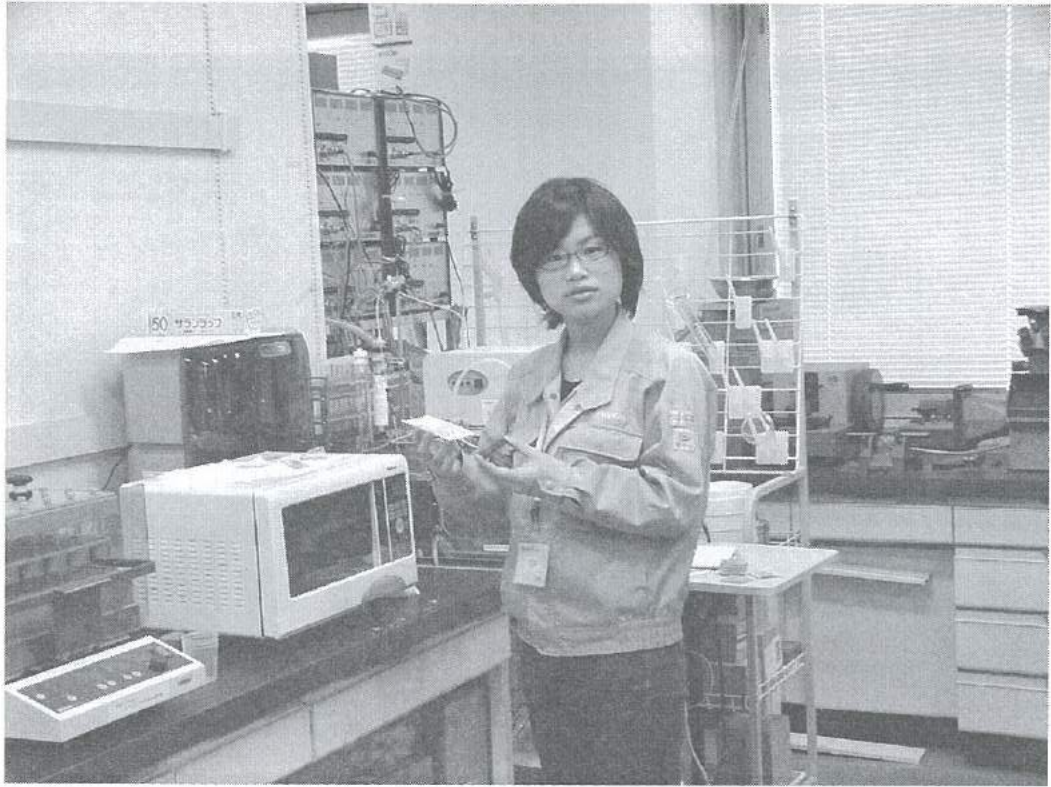
「空中超音波を用いた空間温度計測システムの研究」グループの研究活動風景



「ダイカスト金型材料の接合技術の開発」グループの研究活動風景



「局部加熱によるプラスチック表面の高機能化」グループの研究活動風景



「酵母を利用した和漢薬の薬理作用の解析および測定デバイスの開発」グループの研究活動風景



「若い研究者を育てる会」の研究活動の足跡

- 22年間の研究テーマ数：144テーマ（昭和62年度～平成20年度）
- 参加研究員延べ人数：290名（指導機関の研究員を除く）

☆昭和62年度（第1回）研究テーマと研究参加者（3テーマ、12名）

1. 複合材料の開発—金属粉末・樹脂複合材料による射出成形用簡易金型材料の開発
竹本要一（㈱タカギセイコー）、田上輝次（東洋化工㈱）、長柄 勝（長柄鉄工㈱）
◎指導機関：工業技術センター富山研究所（現機械電子研究所）
2. 金属化合物単結晶の作製とその応用開発—中高温用サーミスタの開発
岡崎誠一（北陸電気工業㈱）、加藤昌憲（日本鋼管㈱）、滝川義弘（燐化学工業㈱）
堀田 孝章（立山科学工業㈱）
◎指導機関：工業技術センター富山研究所（現機械電子研究所）
3. フレキシブルハンドの開発—介護ロボット用アームの試作
石崎 浩・滝森幸浩（タカノギケン㈱）、茨木正則（北日本電子㈱）、西田信孝（㈱タカギセイコー）
山田俊一（エルコー㈱、現コーセル㈱）
◎指導機関：工業技術センター富山研究所（現機械電子研究所）

☆昭和63年度（第2回）研究テーマと研究参加者（6テーマ、21名）

1. フレキシブルハンドに関する研究—ロボット用アームの試作（Ⅱ）
石崎 浩・滝森幸浩（タカノギケン㈱）、茨木正則（北日本電子㈱）
窪池義文（エルコー㈱、現コーセル㈱）、滝脇優治（㈱タナカエンジニアリング）
◎指導機関：工業技術センター富山研究所（現機械電子研究所）
2. ZnO系セラミックス薄膜に関する研究—圧電音響素子の開発
小西孝浩（タカノギケン㈱）、小町秀彦（㈱タカギセイコー）、滝川義弘（燐化学工業㈱）
平能 司（㈱和泉電気富山製作所）
◎指導機関：工業技術センター富山研究所（現機械電子研究所）
3. Co-Metal系アモルファス軟磁性薄膜に関する研究
越浜哲夫（㈱不二越東富山製鋼所）
◎指導機関：工業技術センター富山研究所（現機械電子研究所）
4. 樹脂・ファイバー複合材バネに関する研究
池田秀男（㈱タカギセイコー）、上段一徳（東洋化工㈱）、長柄 勝（長柄鉄工㈱）
柳原 潔（㈱黒田精型）
◎指導機関：工業技術センター富山研究所（現機械電子研究所）
5. Pb系セラミックス薄膜に関する研究—光シャッター及び赤外線センサの開発
中溝佳幸（北陸電気工業㈱）、水谷里志（立山電化工業㈱）、山田義昭（東洋化工㈱）
宮沢進一（吉田工業㈱、現YKK㈱黒部工場）、山本直樹（NKK（日本鋼管㈱）富山製造所）
◎指導機関：工業技術センター富山研究所（現機械電子研究所）
6. 障害者のための学習機能を有するマンマシンシステムの研究—機能的電気刺激のための上肢機能シミュレータの研究開発
古瀬正浩（㈱インテック）、堀井 孝（エルコー㈱、現コーセル㈱）
◎指導機関：高志リハビリテーション病院

☆平成1年度(第3回)研究テーマと研究参加者(6テーマ、19名)

1. 樹脂・ファイバー複合材に関する研究

池田秀男・高柳敏信(株)タカギセイコー、上段一徳(東洋化工株)、長柄 勝(長柄鉄工株)
柳原 潔(株)黒田精型

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所

2. ZnO系セラミックス薄膜に関する研究—圧電薄膜音響光学素子の開発

小西孝浩(タカノギケン株)、滝川義弘・煙田不二男(燐化学工業株)、平能 司(株)和泉電気富山製作所

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所

3. 焦電型赤外線センサに関する研究—RFマグネトロンスパッタ法によるチタン酸鉛薄膜の作製

山田義昭(東洋化工株)、吉田孝一(株)タカギセイコー、吉野正浩(吉田工業株、現YKK株)

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所

4. Co-Nb-Zrアモルファス軟磁性薄膜に関する研究

越浜哲夫(株)不二越、西田達也(北陸電気工業株)、前坂昌春(エルコー株、現コーセル株)

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所

5. 障害者のための学習機能を有するマンマシンシステムの研究—機能的電気刺激のための上肢機能シミュレータの研究開発

古瀬正浩(株)インテック、堀井 孝(エルコー株、現コーセル株)

◎指導機関:高志リハビリテーション病院

6. 超音波メガネの研究

中村 亮(北日本電子株)、中山正明(株)和泉電気富山製作所

◎指導機関:富山大学工学部

☆平成2年度(第4回)研究テーマと研究参加者(7テーマ、16名)

1. 磁性薄膜の応用に関する研究—倍周波型磁気センサの開発

越浜哲夫(株)不二越、高島 誠(エルコー株、現コーセル株)

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所

2. 仕上げ面粗さ自動測定装置の開発に関する研究

高柳敏信(株)タカギセイコー、田村正行(吉田工業株、現YKK株)、柳原 潔(株)黒田精型

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所、富山県立大学工学部

3. 圧電シートを用いた簡易超音波診断装置の開発に関する研究

尾畑哲史(株)和泉電気富山製作所、山田義昭(東洋化工株)

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所

4. 拡散型光導波路を用いた音響光学素子に関する研究

煙田不二男(燐化学工業株)、若林成喜(北陸電気工業株)

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所

5. 画像による寸法計測に関する研究

石黒哲也(株)タナカエンジニアリング、窪池義文(エルコー株、現コーセル株)

・西浦慎一・村井哲雄(株)タカノギケン

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所

6. 超音波杖の開発

中村 亮(北日本電子株)、堀登紀男(株)和泉電気富山製作所

◎指導機関:富山大学工学部

7. 障害者のための学習性を有するマンマシンシステムの研究—完全埋め込み型機能的電気刺激システムの研究
土田隆一（立山科学工業株）
◎指導機関：高志リハビリテーション病院

☆平成3年度（第5回）研究テーマと研究参加者（7テーマ、14名）

1. 強誘電体薄膜の応用に関する研究—光書き込み型メモリの開発
玉川 勤（北陸電気工業株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所
2. 仕上げ面粗さ自動測定装置の開発に関する研究
桜栄和則（株タカギセイコー）、田村正行（吉田工業株、現YKK株）、柳原 潔（株黒田精型）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山県立大学工学部
3. 画像による円筒内面検査装置の開発に関する研究
荒木満男（株タナカエンジニアリング）、西浦慎一（株タカノギケン）、
山本達生（エルコー株、現コーセル株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所
4. 圧電シートを用いた簡易超音波診断装置の開発に関する研究
尾畑哲史（株和泉電気富山製作所）、山田義昭（東洋化工株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所
5. 薄膜微細加工技術の研究
飴井俊裕（エルコー株、現コーセル株）、竹端精己（株不二越）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所
6. 視覚障害者のための音声点字変換装置に関する研究
岩田雅明（北日本電子株）、島野英明（株インテック）
◎指導機関：富山大学工学部
7. 障害者のための学習性を有するマンマシンシステムの研究—完全埋め込み型機能的電気刺激システムの研究
土田隆一（立山科学工業株）
◎指導機関：高志リハビリテーション病院

☆平成4年度（第6回）研究テーマと研究参加者（6テーマ、12名）

1. マイクロマシンに関する研究
白石信行（コーセル株）、新谷哲也（北陸電気工業株）、吉井靖岳（株タナカエンジニアリング）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所
2. 薄膜微細加工技術の研究—トランスの試作
伊勢寿夫（コーセル株）、戸田雅規（株不二越）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所
3. 形状測定装置の開発に関する研究
野末昌朗（立山アルミニウム工業株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所
4. 透明プラスチック製品の欠陥検査装置の開発
大岩秀徳（三協アルミニウム工業株）、長峰浩幸（株タカギセイコー）、本堂 裕（株斎藤製作所）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所
5. 短音節認識による音声一点字変換装置に関する研究
北喜靖規（北日本電子株）、島野英明（株インテックシステム研究所）
◎指導機関：富山大学工学部

6. 完全埋め込み型機能的電気刺激システムの研究

土田隆一（立山科学工業株）

◎指導機関：高志リハビリテーション病院

☆平成5年度（第7回）研究テーマと研究参加者（6テーマ、12名）

1. 機能性膜の微細加工に関する研究—磁気式回転センサおよび温度抵抗素子の試作

伊東 守（コーセル株）、森田智之（北陸電気工業株）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

2. マイクロマシンに関する研究

川西和昭（三協アルミニウム工業株）、後藤 肇（コーセル株）、佐々木啓充（株タナカエンジニアリング）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

3. 有機電子材料に関する研究

雨野孝信（株タカギセイコー）、堀田正人（東洋化工株）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

4. リン酸塩系セラミックス固体電解質に関する研究

黒川寛幸（北陸電気工業株）、山口 睦（磷化学工業株）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

5. RIMのCAEに関する研究

杉田孝嗣（三協アルミニウム工業株）、中村和禎（株タカギセイコー）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

6. 障害者のための屋内環境制御装置の開発に関する研究（I）

五十嵐隆治（立山アルミニウム工業株）

◎指導機関：高志リハビリテーション病院

☆平成6年度（第8回）研究テーマと研究参加者（6テーマ、16名）

1. 視覚システムを持つ移動ロボットの開発

小山直人（株タカギセイコー）、寺本正夫・杉谷 健（コーセル株）

中村厚平（エヌアイシ・オートテック株）、松田英雄（株タナカエンジニアリング）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

2. 機能性薄膜と半導体の複合素子の開発

高柳 毅（コーセル株）、田村雅英（北陸電気工業株）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

3. リン酸エッチング液の基礎研究

山口 睦（磷化学工業株）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

4. 傾斜機能膜素子の開発

市川良雄（富山軽金属工業株）、福本 滋（北陸電気工業株）、三松克次（株タカギセイコー）

山下慎也（株タナカエンジニアリング）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

5. 3次元入力デバイスの開発—（バーチャルリアリティ用）

細木文夫（三協アルミニウム工業株）、横山 大（長岡技術科学大学）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

6. 障害者のための屋内環境制御装置の開発に関する研究 (2)

五十嵐隆治 (立山アルミニウム工業株)、米谷庄一 (三協アルミニウム工業株)

◎指導機関：高志リハビリテーション病院

☆平成7年度 (第9回) 研究テーマと研究参加者 (8テーマ、15名)

1. 視覚システムを持つ移動ロボットの開発 (2)

大浦真司 (三協アルミニウム工業株)、高田謙一 (コーセル株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

2. 金属製品の鍛造成形シミュレーションに関する研究

永森和久 (株)タナカエンジニアリング)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

3. 電子回路用ウェットエッチング液の開発

山口 陸 (燐化学工業株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

4. 形状記憶合金薄膜を用いたマイクロアクチュエータの開発

高橋伸忠 (株)タカギセイコー)、能村輝一 (北陸電気工業株)、山下慎也 (株)タナカエンジニアリング)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

5. 微動機構による機械の高度化の研究

佐野仁一 (東洋化工株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

6. 薄膜超磁歪素子の研究

酒井隆正 (コーセル株)、谷上英樹 (北陸電気工業株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

7. レドックス型太陽発電システムの開発

市川良雄・大橋伸一 (富山軽金属工業株)、三井清隆 (株)タナカエンジニアリング)

長谷川益夫 (富山県林業技術センター木材試験場)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

8. 障害者のための屋内環境制御装置の開発に関する研究 (3)

五十嵐隆治 (立山アルミニウム工業株)

◎指導機関：高志リハビリテーション病院

☆平成8年度 (第10回) 研究テーマと研究参加者 (6テーマ、15名)

1. 機能性薄膜を用いたマイクロポンプの研究

三松克次・笹島和明 (株)タカギセイコー)、田島正康 (株)タナカエンジニアリング)

田中 篤 (北陸電気工業株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

2. 鍛造成形の簡易シミュレーションに関する研究

松井裕昭 (株)タナカエンジニアリング)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

3. レドックス型太陽発電システムの開発 (2)

市川良雄 (富山軽金属工業株)、田畑裕信 (中越合金鑄工株)、三井清隆 (株)タナカエンジニアリング)

長谷川益夫 (富山県林業技術センター木材試験場)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

4. 複数のロボットによる協調制御の研究

金田淳也（コーセル㈱）、森田裕之（立山アルミニウム工業㈱）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山県立大学工学部

5. 多孔質シリコンの形成に関する研究

石川秀人（北陸電気工業㈱）、安田純子（コーセル㈱）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

6. 蓄光性蛍光膜の開発

佐野仁一（東洋化工㈱）、二見泰雄（三協アルミニウム工業㈱）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山大学工学部

☆平成9年度（第11回）研究テーマと研究参加者（6テーマ、18名）

1. レドックス型太陽発電システムの開発（3）

市川良雄（富山軽金属工業㈱）、田畑裕信（中越合金鋳工㈱）、野中義夫（㈲トヤマ技術開発研究所）

長谷川益夫（富山県林業技術センター木材試験場）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

2. 複数のロボットによる協調制御の研究（2）

森田裕之（立山アルミニウム工業㈱）、渡辺暁信（㈱タナカエンジニアリング）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山県立大学工学部

3. 生活環境用臭センサの開発

垣内由美子（コーセル㈱）、角谷哲哉（北陸電気工業㈱）、小島理敬（三協アルミニウム工業㈱）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山大学工学部

4. 電力変換用圧電セラミックストランズの開発

堀井一宏（コーセル㈱）、柳川 新（立山科学工業㈱）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

5. 局所的レーザー処理による形状記憶合金膜アクチュエータの開発

丹保哲也（北陸電気工業㈱）、野上拓也（㈱タナカエンジニアリング）、山田浩美（東洋化工㈱）

滝川健太郎（金沢大学工学部）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

6. 電気自動車の開発

坂本雅美（㈱斎藤製作所）、高橋 聡（㈱タナカエンジニアリング）、藤木和幸（㈱タカギセイコー）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

☆平成10年度（第12回）研究テーマと研究参加者（6テーマ、11名）

1. 圧電素子を用いた制振機構の研究

稲垣 聡（北陸電気工業㈱）、渡辺暁信（田中精密工業㈱）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

2. コーティング工具の密着性向上に関する研究

野上拓也（田中精密工業㈱）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

3. 生活環境用においセンサの開発（2）

星野昌則（コーセル㈱）、南 政克（北陸電気工業㈱）、山田浩美（東洋化工㈱）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山大学工学部

4. 電気自動車の開発 (2)

坂本雅美 (株) 齊藤製作所

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

5. 微細放電加工の研究

太田光則 (株) 齊藤製作所、橋本 明 (田中精密工業株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山県立大学工学部

6. 電磁シールド材の基礎研究

高橋伸忠 (株) タカギセイコー、福田隆之 (コーセル株)

◎指導機関：工業技術センター中央研究所

☆平成11年度 (第13回) 研究テーマと研究参加者 (8テーマ、14名)

1. エンジンの動弁機構における構造解析及び強度評価

島村和彦 (田中精密工業株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

2. コーティング工具の密着性向上に関する研究 (2)

高田智哉 (田中精密工業株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

3. 深層水及び藻類を利用した太陽光発電の基礎研究

東堂浩次 (コーセル株)、坂本雅美 (株) 齊藤製作所、長谷川益夫 (木材試験場)、小善圭一 (水産試験場)

◎指導機関：工業技術センター中央研究所

4. 山岳遭難者探索システムの探索性能向上に関する研究

前田智博 (立山科学工業株)、高瀬 洋 (県警察本部)

◎指導機関：工業技術センター中央研究所

5. インテリジェントにおいセンサの開発

小森一哉 (北陸電気工業株)、石川勝巳 (コーセル株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山大学工学部

6. 微細放電加工の研究 (2)

太田光則 (株) 齊藤製作所

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山県立大学工学部

7. 機能性高分子を用いたアクチュエータの開発研究

小中稔正 (YKK株)、山田浩美 (東洋化工株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

8. プラスチック上のハードコーティング技術の研究

高橋伸忠 (株) タカギセイコー

◎指導機関：工業技術センター中央研究所

☆平成12年度 (第14回) 研究テーマと研究参加者 (5テーマ、8名)

1. 「ANSYS」を使用した動的機構解析の応用

島村和孝 (田中精密工業株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

2. インテリジェントにおいセンサーの開発 (2)

小森一哉 (北陸電気工業株)、谷口真也 (コーセル株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山大学工学部

3. 高摩擦係数材料の開発

高田智哉 (田中精密工業株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

4. 木粉末を配合したプラスチックリサイクル材の研究

酒井康弘 (株タカギセイコー)、前田健二 (立山アルミニウム工業株)

◎指導機関：工業技術センター中央研究所

5. 低温駆動型小型燃料電池の開発に関する基礎研究

高橋雄一 (コーセル株)、山田浩美 (東洋化工株)

◎指導機関：工業技術センター中央研究所

☆平成13年度(第15回)研究テーマと研究参加者(8テーマ、14名)

1. 滑雪板(着雪防止版)の開発

河井牧夫 (田中精密工業株)、高橋伸忠 (株タカギセイコー)、野田耕司 (三協アルミニウム工業株)

石井 雅 (富山県土木部)

◎指導機関：工業技術センターP J・中央研究所

2. 分子機能材料を用いた光電池の研究開発

濱口 誠 (コーセル株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

3. 高摩擦係数材料の研究(2)

高田智哉 (田中精密工業株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

4. 木粉末を配合したプラスチックリサイクル材料の研究

酒井康弘 (株タカギセイコー)、前田健二 (立山アルミニウム工業株)

◎指導機関：工業技術センター中央研究所、富山県立大学工学部

5. ダイレクトメタノール小型燃料電池の開発

小出哲雄 (コーセル株)、坂本雅美 (株斉藤製作所)

◎指導機関：工業技術センター中央研究所・機械電子研究所、富山大学工学部

6. 体質診断用DNAチップと測定装置の開発

水島昌徳 (立山科学工業株)、川上浩美 (東洋化工株)

◎指導機関：工業技術センターP J・機械電子研究所

7. マイクロマシニング技術による2軸型シリコンピエゾ抵抗式加速度センサの開発

桑原大輔 (北陸電気工業株)

◎指導機関：工業技術センターP J・機械電子研究所、富山大学工学部、J S T

8. アルミ表面解析技術の高度化に関する研究

澤井 崇 (武内プレス工業株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

☆平成14年度(第16回)研究テーマと研究参加者(8テーマ、13名)

1. ダイレクトメタノール小型燃料電池の開発(2)

石見雅美 (株斉藤製作所)、稲澤直子 (コーセル株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山大学工学部

2. 生活習慣病等体質診断用DNAチップと評価機器の開発(2)

碓井洋平 (立山科学工業株)、水原 崇 (コーセル株)、米嶋勝宏 (東洋化工株)

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所・P J・中央研究所

3. MEMSを応用した高精度温度センサの開発
今村徹治（北陸電気工業株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所・P J、富山大学工学部
4. アルミ飲料容器の形状評価手法の開発
清水 歩（武内プレス工業株）
◎指導機関：工業技術センター中央研究所・P J
5. 超小型(20cc 前後)4サイクルエンジンの開発
杉森雅一（エヌアイシ・オートテック株）、中西智英（田中精密工業株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所
6. 滑雪機構の改善に関する研究
河井牧夫（田中精密工業株）、野田耕司（三協アルミニウム工業株）
◎指導機関：工業技術センターP J・中央研究所
7. 圧電トランスを用いたマイナスイオン発生装置の開発
山田英子（立山科学工業株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所
8. 有機材料を用いた排ガス吸着材料の検討
酒井康弘（株タカギセイコー）
◎指導機関：工業技術センター生活工学研究所、機械電子研究所

☆平成15年度（第17回）研究テーマと研究参加者（6テーマ、9名）

1. ダイレクトメタノール小型燃料電池の開発（3）
石見雅美（株齊藤製作所）、魚谷一成（コーセル株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山大学工学部
2. 生活習慣病等体質診断用DNAチップの検出精度向上に関する研究（3）
碓井洋平（立山科学工業株）、中山 均（コーセル株）、中林俊幸（東洋化工株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所・中央研究所
3. 薄膜超低温特性抵抗器の開発
桑原大輔（北陸電気工業株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所、富山大学工学部
4. 小型穴加工システムの開発
手嶋成市（株タカギセイコー）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所・中央研究所
5. 超小型4サイクルエンジンの開発（2）
花崎 大（田中精密工業株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所・中央研究所
6. インクジェット法による電子部品作製に関する基礎研究
増山智英（立山科学工業株）
◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

☆平成16年度（第18回）研究テーマと研究参加者（7テーマ、12名）

1. 大型色素増感太陽電池の開発
廣田和也（株タカギセイコー）
◎指導機関：工業技術センター中央研究所

2. 交流法を用いたバイオセンサの開発

米澤久恵（コーセル株）、碓井洋平（立山科学工業株）、深沢正樹（立山マシン株）
宝泉重徳（東洋化工株）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所・中央研究所、富山県新世紀産業機構

3. インクジェット用機能性インクの開発

松田杏子（立山科学工業株）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所

4. 小型燃料改質器を用いた燃料電池の開発

澤田篤宏（コーセル株）、石見雅美（株齊藤製作所）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所・中央研究所

5. 薄膜超低温度特性抵抗器の開発（2）

桑原大輔（北陸電気工業株）

◎指導機関：工業技術センター中央研究所・機械電子研究所、富山大学工学部

6. 環境適応型インテリジェント窓の開発

堀 剛文・松田 力（立山アルミニウム工業株）

◎指導機関：工業技術センター中央研究所

7. 高摩擦係数材料の研究（3）

上田修一（田中精密工業株）

◎指導機関：工業技術センター中央研究所・生活工学研究所・機械電子研究所

☆平成17年度（第19回）研究テーマと研究参加者（7テーマ、10名）

1. 小型燃料改質器を用いた燃料電池の開発（2）

小杉京平（コーセル株）、太田光則（株齊藤製作所）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所・中央研究所

2. 交流法を用いたバイオセンサの開発（2）

上谷聡史（コーセル株）、深沢正樹（立山マシン株）、中田守人（東洋化工株）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所・中央研究所、富山県新世紀産業機構

3. 薄膜超低温度特性抵抗器の開発（Ⅲ）

津幡 健（北陸電気工業株）

◎指導機関：工業技術センター中央研究所・機械電子研究所、富山大学工学部

4. 圧電材料による起電力素子の研究

猪田明宏（立山科学工業株）

◎指導機関：工業技術センター中央研究所・機械電子研究所

5. 高摩擦係数材料の研究（Ⅳ）

山下剛史（田中精密工業株）

◎指導機関：工業技術センター機械電子研究所・生活工学研究所・中央研究所

6. インクジェット技術の応用研究

田中裕美（立山科学工業株）

◎指導機関：工業技術センター中央研究所・機械電子研究所

7. 大型色素増感太陽電池の開発（2）

廣田和也（株タカギセイコー）

◎指導機関：工業技術センター中央研究所

☆平成18年度(第20回)研究テーマと研究参加者(9テーマ、11名)

1. メタボリック症候群検出装置の開発

三宅正浩(コーセル株)、深沢正樹(立山マシン株)

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所、富山県新世紀産業機構

2. マイクロTASチップの開発

嶋 将伸(コーセル株)

◎指導機関:工業技術センター中央研究所・PJ推進担当・機械電子研究所

3. 陽極酸化皮膜を用いたナノ構造体の開発

清水裕也(㈱タカギセイコー)

◎指導機関:工業技術センター中央研究所・機械電子研究所・PJ推進担当

4. インクジェット法による電子回路パターンの作製

篠原おりえ、田中裕美(立山科学工業株)

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所・中央研究所

5. 小径穴の仕上げ加工

高岡利尚(田中精密工業株)

◎指導機関:工業技術センターPJ推進担当・中央研究所・機械電子研究所

6. ナノポーラス構造薄膜の作製とセンサーへの応用研究

中野貴之(北陸電気工業株)

◎指導機関:工業技術センター中央研究所・機械電子研究所、富山大学工学部

7. 高温耐熱型サーミスタの開発

山野 博(立山科学工業株)

◎指導機関:工業技術センター中央研究所・機械電子研究所

8. 超小型指向性アンテナの開発

徳島達也(立山科学工業株)

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所・中央研究所

9. 機械部品の洗浄に関する研究

杉森雅一(エヌアイシ・オートテック株)

◎指導機関:工業技術センター機械電子研究所・中央研究所・PJ推進担当

☆平成19年度(第21回)研究テーマと研究参加者(8テーマ、10名)

1. 電子回路用ウェットエッチング液の研究

曾根宏信(燐化学工業株)

◎指導機関:富山県立大学工学部、工業技術センター中央研究所

2. 肉盛りステライトの硬さに影響を与える溶接条件の研究

田中隆尚(田中精密工業株)、長柄大介(長柄鉄工株)

◎国立大学法人富山大学芸術文化学部、富山県工業技術センター中央研究所・PJ推進担当

3. インクジェット法を用いたアンテナの作製

廣島大三(立山科学工業株)

◎富山県工業技術センター機械電子研究所・中央研究所

4. 燃料電池用超小型水素発生器の開発

川端基裕(コーセル株)、遠藤 亮(三協立山アルミ株)

◎富山県工業技術センター機械電子研究所

5. **三次元座標測定機における測定信頼性向上に関する研究**
中橋秀記（立山マシン㈱）
◎富山県工業技術センター中央研究所・企画管理部
6. **ナノポーラス構造薄膜の作製とセンサーへの応用研究（2）**
石橋孝裕（北陸電気工業㈱）
◎富山県工業技術センター中央研究所・機械電子研究所
7. **陽極酸化皮膜を用いたナノ構造体の応用研究**
清水裕也（㈱タカギセイコー）
◎富山県工業技術センター中央研究所・機械電子研究所・P J 推進担当
8. **マイクロTASチップの開発（2）**
石村和雄（コーセル㈱）
◎富山県工業技術センター中央研究所・機械電子研究所・生活工学研究所

☆平成20年度（第22回）研究テーマと研究参加者（5テーマ、8名）

1. **マイクロリアクタによる反応制御方法に関する研究**
大橋裕之（燐化学工業㈱）、梅原洋平（コーセル㈱）
◎富山県工業技術センター中央研究所・機械電子研究所・生活工学研究所
2. **空中超音波を用いた空間温度計測システムの研究**
正源浩之（コーセル㈱）、木下正之（立山科学工業㈱）
◎富山県工業技術センター中央研究所・機械電子研究所・生活工学研究所
3. **ダイカスト金型材料の接合技術の開発**
花崎裕美（田中精密工業㈱）、古川万晃（㈱タカギセイコー）
◎国立大学法人富山大学芸術文化学部、富山県工業技術センター中央研究所・P J 推進担当
4. **局部加熱によるプラスチック表面の高機能化**
吉田康子（㈱タカギセイコー）
◎富山県工業技術センター機械電子研究所・中央研究所
5. **酵母を利用した和漢薬の薬理作用の解析および測定デバイスの開発**
日出嶋宗一（立山マシン㈱）
◎富山県工業技術センター機械電子研究所

○ 会 員 企 業

平成21年3月18日現在（50音順）

	企 業 名	代表者名	運営委員	電話番号
1	エヌアイシ・オートテック(株)	西川 浩司	西川 武	076-422-2578
2	コーセル(株)	町野 利道	福村 恵一	076-432-8963
3	(株)斉藤製作所	斉藤 恵三	岡島恵美子	076-468-2727
4	三協立山アルミ(株)	川村 人志	宇野 清文	0766-20-2366
5	(株)タカギセイコー	笠井 千秋	松島 純治	0766-24-5621
6	タカノギケン(株)	高野 啓良	瀧森 幸浩	076-455-2525
7	武内プレス工業(株)	武内 繁和	駒井 義時	076-441-1856
8	立山科学工業(株)	水口昭一郎	森 喜代志	076-483-3088
9	立山マシン(株)	宮野 兼美	能島 信行	076-483-4130
10	田中精密工業(株)	田中 一郎	河本 通郎	076-451-5600
11	東洋化工(株)	中田 守人	村井 文雄	076-475-2125
12	長柄鉄工(株)	長柄 勝	長柄 勝	0766-22-3170
13	北陸電気工業(株)	津田 信治	山本 肇	076-467-1111
14	磷化学工業(株)	皆川 淳	大深 哲也	0766-86-2511

事務局：(財) 富山県新世紀産業機構内 〒930-0866 富山市高田529 TEL:076-444-5607(宮本)

○ 研 究 会 員

氏 名	所 属	役 職	学 位	電話番号
統括研究幹事 谷野 克 巳	工業技術センター	所 長	工学博士	0766-21-2121
研究幹事 岩 坪 聡	工業技術センター中央研究所	副主幹研究員	工学博士	0766-21-2121
角 崎 雅 博	工業技術センター企画管理部	部 長	工学博士	0766-21-2121
佐 山 利 彦	工業技術センター機械電子研究所	副主幹研究員	工学博士	076-433-5466
杉 森 博	工業技術センター機械電子研究所	機械システム課長	工学博士	076-433-5466
高 林 外 広	工業技術センター機械電子研究所	副主幹研究員	工学博士	076-433-5466
丹 保 豊 和	富山大学大学院理工学研究部	准教授	工学博士	076-445-6727
長 柄 毅 一	富山大学芸術文化学部	准教授	工学博士	0766-25-9111
藤 城 敏 史	工業技術センター機械電子研究所	所 長	工学博士	076-433-5466
二 口 友 昭	工業技術センター中央研究所	加工技術課長	工学博士	0766-21-2121
升 方 勝 己	富山大学大学院理工学研究部	教 授	工学博士	076-445-6714
松 田 敏 弘	富山県立大学工学部	教 授	工学博士	0766-56-7500

○ 歴 代 会 長 (会長人事は会員企業内持ち回り。2代目からは任期2年)

初代会長 飴 久晴 (昭和62年度～平成4年度)	2代会長 高木 正明 (平成5年度～平成6年度)
3代会長 中田 守人 (平成7年度～平成8年度)	4代会長 野村 正也 (平成9年度～平成10年度)
5代会長 田中 一郎 (平成11年度～平成12年度)	6代会長 武内 繁和 (平成13年度～平成14年度)
7代会長 斉藤 恵三 (平成15年度～平成16年度)	8代会長 水口昭一郎 (平成17年度～平成18年度)
9代会長 町野 利道 (平成19年度～)	

○ 顧 問 (50音順)

石坂 誠一 (富山国際大学・名誉学長)
 龍山 智榮 (国立大学法人富山大学理事・副学長)
 東保喜八郎 ((財) 富山県新世紀産業機構参与)
 南日 康夫 ((財) 富山県新世紀産業機構科学技術コーディネータ)
 宮本 孝 ((財) 富山県新世紀産業機構専務理事)

(様式1)

「若い研究者を育てる会」入会申込書

企業名（事業所名）
代表者名
住所・電話番号・ファクシミリ番号 〒 TEL : FAX :
連絡担当者所属・役職・氏名・E-mail address
上記のとおり貴会へ入会を申し込みます。 平成 年 月 日 企業名（事業所名） 印 「若い研究者を育てる会」殿

◎「若い研究者を育てる会」では会員企業を随時募集しています。

- ・申し込みは郵送またはファクシミリにてお願いします。
- ・申し込み用紙は本票をコピーしてご利用ください。
- ・その他不明な点は事務局へお問合わせください。

☆申し込み先

〒930-0866 富山市高田529

(財) 富山県新世紀産業機構

「若い研究者を育てる会」事務局

TEL 076-444-5607

FAX 076-444-5630

発 行 者	若い研究者を育てる会
	〒930-0866 富山市高田529 (財) 富山県新世紀産業機構 プロジェクト推進課内
発行責任者	富山県工業技術センター 藤城 敏史 高林 外広 谷野 克巳
発行年月日	平成21年3月18日
印 刷 所	富山スガキ株式会社

*無断転載を禁ずる。非 売 品。