

筑波大学 技術報告

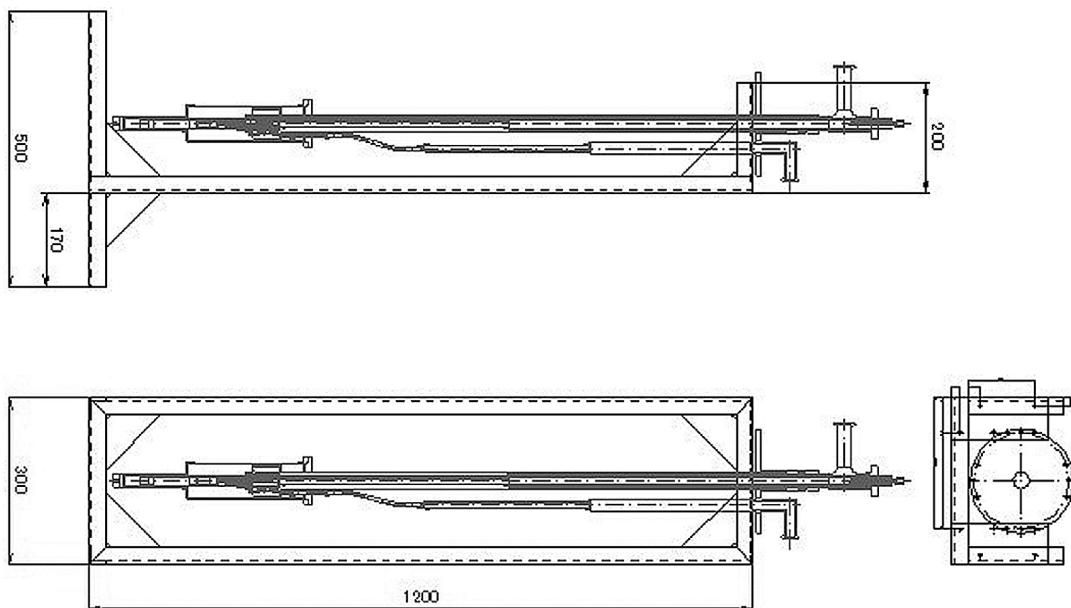
No. 37

TECHNICAL REPORT, UNIVERSITY OF TSUKUBA

2017

第16回筑波大学技術職員技術発表会報告集

<http://www.tech.tsukuba.ac.jp/2016/>



『筑波大学技術報告』No.37 の発刊によせて

本学では、技術職員の業績や活躍を広く学内外に紹介すること等を目的として、『筑波大学技術報告』を長年継続して発刊してきており、本年度は No.37 が発刊される運びとなりました。

本報告書は「第 16 回筑波大学技術職員技術発表会」(平成 29 年 3 月 8 日開催)における発表論文等及び技術職員からの投稿論文により構成されております。これは、教育・研究支援活動に携わる多忙な日常業務の中で、本学の技術職員が創意工夫をこらした、長時間にわたる研鑽や努力の成果報告です。

本発表会は、準備段階において技術発表会への積極的な参加・発表の奨励・啓発や学外者の参加を呼びかける広報活動など技術発表会の開催や運営に関して大きな努力が払われてきています。その努力の賜物と思いますが、今回の発表会では、理工学から生命、医学という広い分野において、教育から研究、情報、管理運営という幅広い内容について、さらに超ベテランから採用 1 年目の方の発表など実に幅広の構成となりました。本学の技術職員らしい豊かな内容となったと思います。

さて、多くの技術職員が協力して進める全学的活動として「夏休み自由研究お助け隊」があります。平成 16 年から一部の技術職員の方々の自発的な社会貢献活動として始まりましたが、その後、多数の技術職員の方々の参加協力によって多くの実績を上げています。「夏休み自由研究お助け隊」に参加した生徒が自由研究に関わるコンテストで受賞するなど学外の認知度も高まっています。本年度は全学技術委員会などで「夏休み自由研究お助け隊」の位置付けについて議論を行い、「技術発表会」にならった実施体制・運営体制の再構築をいたしました。本技術発表会についても、目的と実績を見ながら効率的に PDCA サイクルをまわしていきたいと思えます。大学を取り巻く環境が大きく変わる中で、技術職員の活動のあり方や体制についても、しっかり議論し、合理的な見直しを進めていく必要があります。

本報告書の刊行により、本学技術職員の業績を広く学内外に紹介し、各方面より忌憚のない御意見や、御指導、御助言、激励等を頂くことができると願っています。技術職員の育成と技術力を一層向上させるために、各方面の御支援をよろしくお願い致します。

平成 29 年 3 月 筑波大学 副学長・理事(研究担当) 三明康郎

目 次

『筑波大学技術報告』No.37 の発刊によせて

三明 康郎 筑波大学副学長・理事（研究担当）…………… i

技術発表会報告集

数理物質系技術室における、環境・安全・化学に関する業務報告

～一年目の技術職員の今後のために振り返る～

瀧澤 智恵子 筑波大学数理物質系技術室…………… 1

手作り実験装置によるバイオエタノールの水蒸気改質反応

ー平成 27 年度科研費奨励研究の成果報告と実験技術の応用ー

伊藤 伸一 筑波大学数理物質系技術室…………… 7

アルミ溶接架台の製作及び、溶接条件の検討

小川 祐生 筑波大学研究基盤総合センター技術室…………… 15

化学物質リスクアセスメントツールの開発

藤井 邦彦 筑波大学総務部リスク・安全管理課

中村 修 九州工業大学安全衛生推進室…………… 19

分析部門の取り組みおよび機器の利用例

茅野 尚子 筑波大学研究基盤総合センター…………… 24

式根島ステーションを拠点にした海洋酸性化研究の展開

土屋 泰孝・佐藤 壽彦・品川 秀夫・柴田 大輔

筑波大学下田臨海実験センター…………… 28

つくば臨床医学研究開発機構（T-CReDO）中央管理ユニットの紹介

ー研究事務局の視点からー

小野瀬 恵里子・田畑 美奈子

筑波大学医学医療系技術室…………… 30

教育関係共同利用拠点への取り組み

金井 隆治・正木 大祐・佐藤 美幸

筑波大学生命環境系技術室菅平高原実験センター…………… 36

学生実習のカラム更新時の試行について

阿部 まゆみ・大里 和美

筑波大学医学医療系技術室 教育部門 医学類実習担当…………… 40

医学情報基盤室の業務紹介 ーインターネットインシデント対応の一例ー

樺山 綾子・安達 苗生美・大神 宏路

筑波大学医学医療系技術室（医学情報基盤室）…………… 44

技術報告

廃水中メチル化有機ヒ素化合物のキレート樹脂への吸着・脱着及び共沈分離

柏木 保人 筑波大学総務部リスク・安全管理課 47

木材製品における最適な面取り形状の検討

田所 千明 筑波大学生命環境系技術室 52

第16回筑波大学技術職員 技術発表会報告集

開催日：2017年3月8日
会場：筑波大学総合研究棟B 公開講義室



筑波大学技術職員技術発表会公式ウェブサイト
<http://www.tech.tsukuba.ac.jp/2016/>

数理工物質系技術室における、環境・安全・化学に関する業務報告

～一年目の技術職員の今後のために振り返る～

瀧澤 智恵子

筑波大学数理工物質系技術室

〒305-8573 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

数理工物質系技術室における業務を報告する。

環境・安全についての業務は職場巡視、リスクアセスメントの集計、危険物貯蔵所での立会、PCB 含有コンデンサの廃棄に関する業務があった。化学については、応用理工学類の化学実験、物理工学域の化学実験室の立ち上げ、ガラス工作といった業務があった。またいくつかの講習も受講した。これらの業務で学んだことを報告する。

キーワード：環境・安全、化学

1. はじめに

私は平成 28 年 4 月 1 日付けで筑波大学に採用された。数理工物質系技術室の配属となり、環境・安全と化学の担当となった。【環境・安全】の面と【化学】の面よりこの一年の業務を報告する。この一年は業務を覚え、慣れることで必死であった。この報告をすることで今年度の活動内容を振り返り、今後に繋がりたいと願い、報告する。

2. 環境・安全に関する業務

2.1 職場巡視

労働安全衛生法関連の法令に基づき、職場巡視を行っている。衛生管理者の巡視は法令で週に一度行うことが定められている。その一環として、数理工物質系技術室工学班としては月に 1 度、1 回に 10～30 部屋を巡視している。

私は安全衛生担当者として巡視に参加している。巡視での主なチェック項目は

- ・ 整頓
- ・ 棚等の転倒や落下の防止
- ・ ボンベの固定
- ・ 配線
- ・ 通路は 80 cm 以上確保されているか
- ・ ドラフトの点検記録があるか
- ・ 酸欠防止の対策はあるか、等

である。指摘事項の多いこととしてはボンベや棚の固定がされていないことや、テーブルタップが床に直置きされていることがある。テーブルタップについては漏水が起きたときのことを想定して注意を促している。殆どの部屋では、その場で改善されている。ボンベや棚の固定についての具体的な相談は技術室でも行っている。酸欠防止については、液体窒素や液体ヘリウムのデュワーがある部屋において、酸素モニターがあるか、または換気の工夫をしているかを確認するようにしている。酸素モニターにつ

いては、私は寒剤を用いる実験室すべてに常備されるのが望ましいのではないかと考えている。しかし予算として厳しいという声も聞く。その際は最低限、寒剤使用時には対策をとって実験をするよう伝えるようにしている。

2.2 リスクアセスメントの実施について

平成 26 年 6 月 25 日に公布され、平成 28 年 6 月 1 日施行の法律の改正があり、労働安全衛生法施工令別表第 9 に掲げる物質物質(平成 28 年 6 月 1 日時点で 640 物質)のリスクアセスメントが義務化された。

この改正の背景には、大阪府内の印刷事業場で起きた、胆管がんの問題がある。これは化学物質の使用により発症したといわれている。その時は原因とされる化学物質は規制の対象になっていなかった。そのため安全確保の措置がとられていなかった。規制のある化学物質と、規制のない化学物質とでは、一見規制のない化学物質の方が安全だと思いがちである。しかし規制のない化学物質は、有害性がまだ認知されていないために規制の対象となっていないという可能性がある。規制対象外の化学物質を使用するより、規制のある化学物質を規制の範囲内で行うことの方が安全である場合もある。そのため一定の危険性・有害性が確認されている化学物質について、リスクアセスメントの実施が義務付けられることとなった。

実施義務は大学にも適用され、筑波大学でもリスクアセスメントを実施することになった。数理工物質系技術室では数理工物質系のリスクアセスメント調査票の取りまとめを行った。取りまとめをした際、寄せられた質問とリスク・安全管理課の回答には以下のようなものがあつた。

- Q. リスクアセスメントの回答は実験室ごとに行うこととなっている。しかし薬品は使う実験室と保管する部屋が異なるケースがある。ある部屋では一部の薬品を別の部屋から持ってきて使っている、という場合もある。それらの場合、使用する場所と保管場所のどちらで回答するのか？
- A. リスクアセスメントの調査票は、薬品の取扱に伴う危険性・有害性のリスクについて評価するものなので、基本的には使用する場所について回答する。危険性については、保管時の混触危険なども考えられるが、今回の調査では有害性がメインとなっている。
- Q. 同じ試薬瓶を複数の部屋で保管ではなく、使用する場合、複数の実験室に記載するのか？
- A. はい。極端な話、保有量 3 トン、2 つの部屋で 1 トンずつ使用という場合、片方の部屋しかリスクアセスメントをやらないというのはおかしいため。

Q. リスクアセスメントの調査の B 票について、「リスクアセスメント対象の 640 物質のうち、常時使用する化学物質（量の目安は年間使用量 0.5 kg、試薬ビン 1 本程度以上）について、記入してください。」と説明されている。ここでいう「常時使用」という言葉は、その後のカッコ内の使用量の目安以上であれば「常時使用」に該当するという意味か？ 保管量が数 kg あっても、年間の使用量が 0.5 kg 以内であれば調査対象外ということか？

A. その通りである。0.5 kg は試薬ビン (0.5 kg、又は 500 ml) 1 本以上で、仮に 1 日 10 g 使用すると年間 50 日以上なので、大学では常時使用になると想定している(常時使用の定義は今回の場合)。

調査依頼は数理物質系の教員全員に周知した。該当物質なしの場合はなしの連絡を依頼した。同じ研究室などで一名が代表者となっている場合は他の共同利用者の名前を記入してもらうようにした。その結果、回答率は 100% を達成した。

2.3 危険物貯蔵所立会

毎週月曜日の 11:40 より危険物貯蔵所での立会を行っている。利用者は数理物質系物質工学域のうち、管理を希望している実験室である。

実際に管理している危険物は平成 28 年 11 月現在以下の第 4 類の溶剤である。

- ・ ジエチルエーテル (特殊引火物)
- ・ 酢酸エチル (第 1 石油類 非水溶性)
- ・ ヘキサン (第 1 石油類 非水溶性)
- ・ アセトン (第 1 石油類 水溶性)
- ・ メタノール (アルコール類)
- ・ エタノール (アルコール類)

危険物貯蔵所の入り口には落ち葉が溜まることもあるので、大掃除も行った(図 1)。

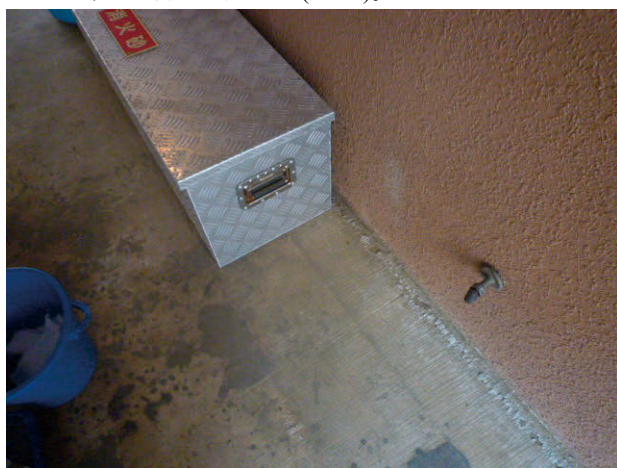


図 1. 掃除後

他にも有機溶剤使用時の注意を促す貼り紙の掲示や SDS ファイルを常備するといった安全喚起の活動も行った(図 2)。

また今年も危険物貯蔵所へ消防署の立入検査があった。指摘事項は特になかったが、貯蔵量をどのように管理しているかという質問があった。貯蔵量は、定期的に残量をはかりで量り、エクセルで管理していることを説明した。

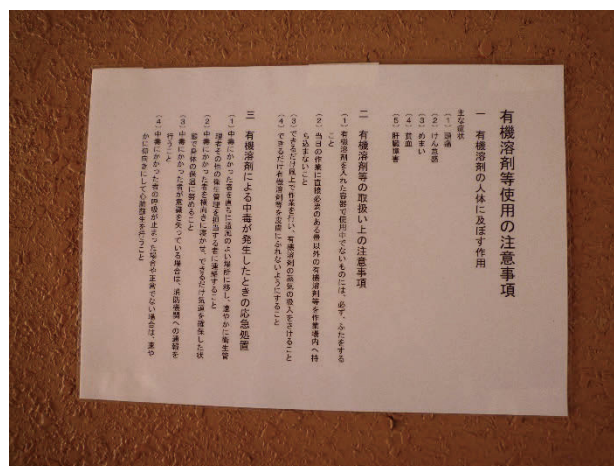


図 2. 有機溶剤使用時の注意についての掲示

2.4 PCB 含有コンデンサの処理

廃棄物の中に PCB(ポリ塩化ビフェニル)が含有している可能性があった。PCB はかつてコンデンサなどによく使われていた。しかしその後毒性があることから製造中止となった化学物質である。

今回の廃棄物は製造年が 1967 年のペーパーコンデンサであった(図 3)。その当時はまだ PCB が使われていた時期であったため、微量に含まれている可能性があった。そのため、そのまま廃棄ができなかった。メーカーに PCB を含有している製品であったかどうかを問い合わせた。しかし含有する可能性はあるものの、詳細は不詳であった。それで、いくつかの分析会社に問い合わせ、その中の一社に PCB の含有量の分析調査を依頼した。その結果、380 mg/kg が含有していることが分かった。その結果を受け、リスク・安全管理課に報告した。これは平成 28 年度に新規に見つかった低濃度 PCB 廃棄物として平成 29 年度に茨城県知事に保管届出を提出することとなった。



図 3. PCB 含有コンデンサ

3. 化学に関する業務

3.1 化学実験

職務の中に応用理工学類の 1 年生を対象とした秋学期の実験の授業である「化学実験」の技術サポートの仕事がある。

この実験では以下の 13 テーマを行っている。

- 第1回:実験心得と簡単なガラス工作(攪拌棒等)
- 第2回:モール塩の合成
- 第3回:モール塩の組成決定(定性分析)
- 第4回:モール塩の結晶水の定量分析
- 第5回:モール塩中の硫酸イオンの定量分析
- 第6回:モール塩中の鉄イオンのキレート滴定
- 第7回:イオン交換法によるモール塩中のアンモニウムイオンの定量分析
- 第8回:鉄-1、10-フェナントロリン錯体の電子スペクトル
- 第9回:中和滴定
- 第10回:メチルレッドのpKa
- 第11回:染料合成
- 第12回:ポリアクリルアミドの合成
- 第13回:酸化還元滴定(過酸化水素の分解反応速度)

春学期に全13回の予備実験を行い、写真や注意点をまとめたレポートを作成した。この実験の前半は第2回で調製したモール塩の結晶を定性分析、定量分析を行うものである。私が第2回で合成したモール塩の結晶を図4に示す。



図4. 化学実験予備実験で調製したモール塩結晶

予備実験の他に、試薬や消耗品などの在庫の確認と補充も行った。

秋学期は実際に学生に行う実験の技術的サポートを担当している。実験前の準備、実験中の巡回、実験終了後のノートディスカッション、実験後の後片付けの確認、廃液処理等を行っている。

3.2 理工学域化学実験室の立ち上げ

数理物質系理工学域共用の化学実験室立ち上げを行っている。ドラフトが4台あるため、まずドラフトを点検した。するといくつか問題があることが判明した。

・ファンベルト

屋上の排風機のファンベルトが緩んでいた。またファンベルトの型式も合っていなかった。

ファンベルトの交換の際に、交換中にドラフトを動かす人がいると危険である。初めはドラフトに「点検中・使用禁止」の貼り紙をし、屋上にあった電源を落としておけば大丈夫だと考えた。しかし屋上の電源を落とすだけで本当にドラフトが作動しないか

を試した。すると屋上の電源を落としても、実験室のドラフト運転ボタンを押すと、ドラフトと屋上のファンは動いた。ファンベルトの交換や点検時は、安全を考えると、二人以上で作業することが望ましい。一人はドラフトの前において、もう一人が屋上で作業をし、PHSなどの連絡手段も確保しておくことが一番確実だと分かった。

交換前のファンベルトは歯車の構造でないのに、噛み合わせのあるファンベルトが用いられていた(図5)。今回はVベルトA型(型番:RA37)を用いた。



図5. 緩み、型式も異なっていたファンベルト

ファンベルトは小さいプーリーにはめ、大きいプーリーに引っ掛けて、大きいプーリーを回してはめ込む。大きいプーリーを回すときは万一動き出したときに手を持っていかれないよう、プーリーに指を引っ掛けないと教わった。



図6. ファンベルトの交換

・ダクトのさび

屋上のダクトがさびていたため、塩化ビニール系防食テープを巻いた。厚み0.4mm、幅75mm、長さ10mのテープを購入し、2か所を巻いて1本と3/4くらい使用した。テープを巻くときは引張り気味にしてテンションをかけながら巻くとぴったり巻くことができ、また巻き終わりを下向きにして終わらせると、今後雨水が浸水しにくいという助言を受けた。



図 7. さびていたダクト



図 10. 柄の長いほうきでの清掃風景



図 8. 補修後のダクト

・スクラバ内部の泥の蓄積
スクラバの内部に泥が溜まっていた。pH 試験紙で中性であることを確認した後、スクラバの内部の掃除をした。除去した泥の一部を図 9 に示す。



図 9. 除去した泥の一部

初めのころは柄杓ですくい取っていた。できるだけ水を切っていたが、泥が浮いているため、水分もかなり混入した。

またスクラバの奥のほうの泥にも難航した。色々試した結果、最終的に柄が長く、横幅も長いホウキで掻き出すのが一番都合がよかった(図 10)。

ドラフトの他にも床の張替えの打ち合わせや不要物品、古い試薬の廃棄、整理も行っている。また実験室の安全な利用のための運用規則についても試行錯誤しながら作成した。運用規則は、実際に運用しながら修正をしていくつもりである。

例えば鍵の保管の適切な管理が検討項目として挙げられた。誰がいつ、どのような作業を行っているかを安全のため把握しておきたい。しかしその他の仕事もあるため、つきっきりでは居られないのが現実でもある。また夜中の緊急時などで、急きよ部屋を開ける必要が生じる事態も考える。試薬があることから、部屋に誰も人がいないときに鍵を開放することも避けたい。そこで現在のところ、基本的には管理者から鍵を貸し出し、貸出の記録をとり、緊急時に事務室に鍵を預けることにしている。

また試薬をどのように管理するかという問題もある。基本として「試薬管理は場所というより研究グループ単位での取りまとめである」という方針をとっている。それゆえ試薬は各研究室で管理することとしている。ただし消防法等に抵触しないよう、実験で用いる試薬の種類と量を把握しておく必要はあると考えている。

また共用実験室としての課題もある。例えば別の研究室の人が、よく知らない試薬を誤った方法で取扱って起きる事故を防止するにはどのようにしたらいいのかといったことがある。

3.3 ガラス工作

化学実験でガラス工作の授業がある。また化学実験の授業で用いるガラス器具もある。さらに今後技術職員として携わる実験でガラス工作を必要とする場面が出てくるかもしれない。それらのことよりガラス工作のスキルを身につけたいと強く願っている。しかし私は今までほとんどガラス工作をしたことがなかったため、なかなか上達していないのが現状である。しかし、ガラス工作はまさに「技術」であり、技術職員としては是非上達したいと強く思っている。10月に研究基盤総合センター 工作部門にて、ガラス工作の基本の講習を受けた。ガラスの折り方、引き伸ばし、曲げ、T字継ぎなどを教わった。ガラス工作にはかなり俊敏な動作ができるようになることが必要だということが分かった。講習時に作製したガラス器具を図 11 に示す。

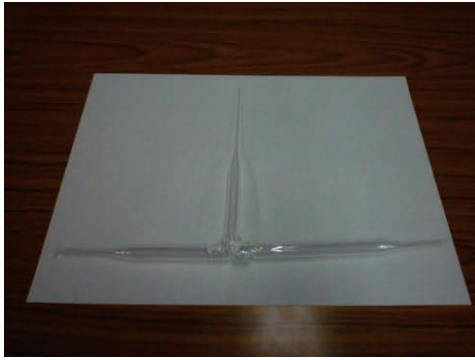


図 11. 講習で作成したガラス工作物

講習を受けた際に、ガラス工作の上達はやればやるほどできるようになるというアドバイスを受けた。ガラス工作をするためにはガラス工作を行う環境を用意する必要があった。まずガスが使える実験室を検討した。化学実験で使うガラス器具を製作することから、化学実験を行っている実験室の準備室で使う許可を受けた。都市ガスはもともと入っている部屋であったが、酸素ポンペを新たに購入して設置した。ポンペの固定や配管のパーツの銀ろう付け、スウェジロックの使い方等、今後も技術職員として必要となりうる技術を教わった。新しく設置したガラス工作の設備を図 12 に示す。ガラス工作を上達のためのアドバイスがある方からは是非ご助言賜りたい。

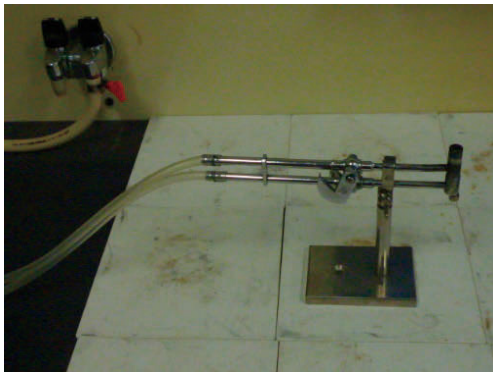


図 12. 新たに設置したガラス工作用バーナー

3.4 受講した講習

今年度は以下の講習を受講した。

- 第二種作業環境測定士登録講習
今年第二種作業環境測定士の国家試験に合格したため、実技基礎講習、計算基礎講習、登録講習を受講した。作業環境測定士の資格は国家試験に合格した後、資格取得のための登録講習を受講する必要がある。登録講習の講習後、実技試験と筆記試験の修了試験がある。事前に実技基礎講習を受講することで実技試験は免除になる。また作業環境評価のための計算には統計の計算が含まれる。その計算方法を習得するため計算基礎講習を受講した。修了試験に合格することができ、資格を取得できた。この資格取得のための勉強では化学分析についての知識も得ることができた。
- 化学安全スクーリング

日本化学会主催の、化学安全スクーリング 2016～化学実験室における安全管理指導者の養成～という講習会に参加した。講義内容は

- 安全の基本
- 事故例と教訓
- 化学物質の潜在エネルギー危険性と安全な取扱
- 化学物質における混合危険と具体的事例
- 廃棄物の安全管理
- 実験室と実験器具・装置の安全
- 化学物質の毒性と予防及び救急
- 化学物質のリスクアセスメント
～安衛法改正と手法の紹介～
- 実験研究における安全管理と危機管理
であった^[1]。実験室における危険について具体的な話を聴講し、大変有意義な講習であった。
- 危険物取扱者保安講習
甲種危険物の資格は取得済みであったが、4月から危険物貯蔵所の立会の業務についたため、「新たに危険物の取扱作業に従事する危険物取扱者は、従事することとなった日から1年以内に受けること」とされている危険物保安講習会を聴講した。主に
 - 危険物関係法令の改正概要
 - 危険物施設や危険物災害の現況
 - 危険物規制の概要
についての講習を受けた^[2]。

4. 今後について

今年は様々な技術を教わった一年となった。大学は1年サイクルで回っていく業務が多いと予測する。しかし中には数年に一度しか行わない作業もある。できる限り教わったことを記録に残して、色々な技術を身に着けたいと心にかけている。しかし、身に着けそびれたことも多々あるだろうと思う。技術職員の業務は安全、場合によっては命にもかかわる業務が多々含まれている。それは私に被害があるだけでなく、学生を含む周りの方々に影響が及ぶことも考えられる。

それゆえ、もし私の知識不足等で誤ったことをしていたら、叱咤し、正しい知識・技能をご教授いただければ幸いである。今後もベストを尽くして、一日も早く大学に貢献できる技術職員として成長していきたい。

謝辞

この一年、私のOJT担当をしてくださった数理物質系技術室の伊藤伸一氏に業務について、きめ細やかなご指導を受けた。物理工学域化学実験室立ち上げのための整備で数理物質系技術室の渡辺英一郎氏にご助力いただいた。ガラス工作については研究基盤総合センター 工作部門の明都茂氏、門脇英樹氏にご指導いただいた。深く感謝申し上げます。

参考文献

- [1] 日本化学会 環境・安全推進委員会主催 化学安全スクーリング 2016 -化学実験室における安全管理指導者の養成-にて配布のテキスト。
- [2] 一般財団法人 全国危険物安全協会編、危険物取扱者保安講習テキスト 危険物の保安管理 一般編

Report for the environment, safety and chemistry
in the Technical Service Office for Pure and Applied Sciences
-First year review of a newly employed technical staff-

Chieko Takizawa

Faculty of Pure and Applied Sciences, Technical Service Office for Pure and Applied Sciences,
University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8573 Japan

This is to report the environment, safety and chemistry duties of the Technical Service Office for Pure and Applied Sciences. These include safety patrol of laboratories, risk assessment of chemicals and guidance of chemical experiments including glass work to the under graduate students.

Keywords: environment, safety, chemistry

手作り実験装置によるバイオエタノールの水蒸気改質反応

—平成 27 年度科研費奨励研究の成果報告と実験技術の応用—

伊藤 伸一

筑波大学数理物質系技術室

〒305-8573 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

手作りの実験装置による、ロジウム-ニオブ系触媒を用いたエタノールの水蒸気改質反応を行った。ロジウム触媒にニオブを添加し、高温焼成したのち水素還元した触媒は、ニオブを添加していないロジウム触媒よりもエタノール転化率が増大し、主生成物として水素、一酸化炭素、メタン、アセトアルデヒドが生成した。昇温還元法による実験から、ロジウムとニオブが強く相互作用していることがわかった。本報告は、製作した実験装置について紹介し、平成 27 年度科研費奨励研究の成果について述べる。また、実験技術の応用例についても述べる。

キーワード: 固定床流通式触媒反応装置、エタノール水蒸気改質反応、ロジウム-ニオブ系触媒、強い金属-酸化物相互作用 (SMOI)、強い金属-担体相互作用 (SMSI)

1. はじめに

技術職員の職務は部局によって大きく異なり、また、部局内でも個々に異なっている。筆者の場合、採用当時 (80 年代) は教室系技術職員として研究室に配属され、職務内容は学類については 1 年次の化学実験と 3 年次の物質工学専攻実験、学系については特定の専門分野の教官に指導を受けながら職務を行ってきた。その中で培ってきたものはいろいろあるが、なかでも実験装置の製作については数多く行ってきた^[1-8]。それは、教官からの要請であったのだが、一時期などは科研費などの外部資金が複数採択されて、一年中装置製作にかかわったこともあった。実験装置は主に固体触媒を用いる反応装置で、ガス導入系、反応系、分析系に分けられる。それぞれの部分に必要な部品を配置している。その実験装置の用途は一般的ではないので、当然ながら市販品はない。専門的に製作・販売する会社もあるが、特注品であるから価格はかなり高額なものになる。したがって、自作が普通であった。また、自ら製作する上で必要なことを多く学ぶことができた。そして、先端的な研究の現場においては、安全で正確・迅速に結果が得られることが重要であり、そのように実験装置を製作することは筆者のモットーとするところでもある。本報告では、触媒化学分野で用いられている実験装置 (固定床流通式触媒反応装置、昇温還元装置、高真空吸着量測定装置) について述べた後、それらの実験装置を用いて行った平成 27 年度科研費・奨励研究「ロジウム-ニオブ系触媒を用いたエタノールの水蒸気改質反応」の成果について述べる。また、最近になって筆者の製作した実験装置を用いた、ある研究への応用例についても述べる。

2. 実験装置と実験方法

実験装置を製作する場合、設計する段階でどのような実験を行うかはわかっているが、実際に形にするととなると、いくつか検討すべきことがある。列挙してみると、

設置する場所はどこか

電源 (单相 100 V、三相 200 V) をどこからとるか
ガス配管の場合は、ガスボンベをどこに置くか
どのように配管するか

安全対策 (ボンベスタンドの固定やガス検知器)
場所を余計に取らないよう立体的に組み立てる
操作性を考えて各部品を配置する

修理の際のアクセスの良さ、などである。

上記のことすべてに完璧をきたすことは設置する実験室の状況などから難しいこともあるが、より良い状態で実験者 (学生・大学院生) が実験できるように製作することが重要である。

2.1 常圧固定床流通式触媒反応装置

常圧固定床流通式触媒反応装置は、固体触媒を反応器の中央に置き、反応ガスまたは反応液を流通させ反応させる装置である。Fig. 1 にその概要を、Fig. 2 に写真を示した。供給ガスは、触媒の前処理用の水素ガスと、エタノールの水蒸気改質反応のキャリアガスとしてのアルゴンである。それぞれ、フィルター、マスフローコントローラー (MFC または TMC)、チェックバルブ (逆止弁)、ストップバルブを通し反応器へ導く。反応はキャリアガスとしてアルゴンを流し、反応器入り口付近にマイクロシリンジポンプにより反応液であるエタノール水溶液 (14wt%EtOH/H₂O) を連続的に供給する。ここからサンプリングバルブを経由したガスクロマトグラフまでは反応の原料と生成物が液化しないようリボンヒーターでパイプを覆い保温する。反応の原料及び生成物はアルゴンによりサンプリングバルブへ運ばれ、内容積が 1.00 cc のサンプリング管を通り石鹼膜流量計へ導かれたのち排気される。一方、サンプリングバルブにはガスクロマトグラフのキャリアガスであるアルゴンが導入されている。サンプリングバルブを 60 度回すとキャリアガスはサンプリング管の中を通り、そのとき 1.00 cc の反応生成物ガスをガスクロマトグラフへ運ぶ。ガスクロマトグラフ内ではカラムによりガスが分離され検出される。

常温で液体のエタノール、アセトアルデヒド、水などは、保温しているサンプリングバルブによりサンプリングし、Porapak Q カラムで分析される。一方、

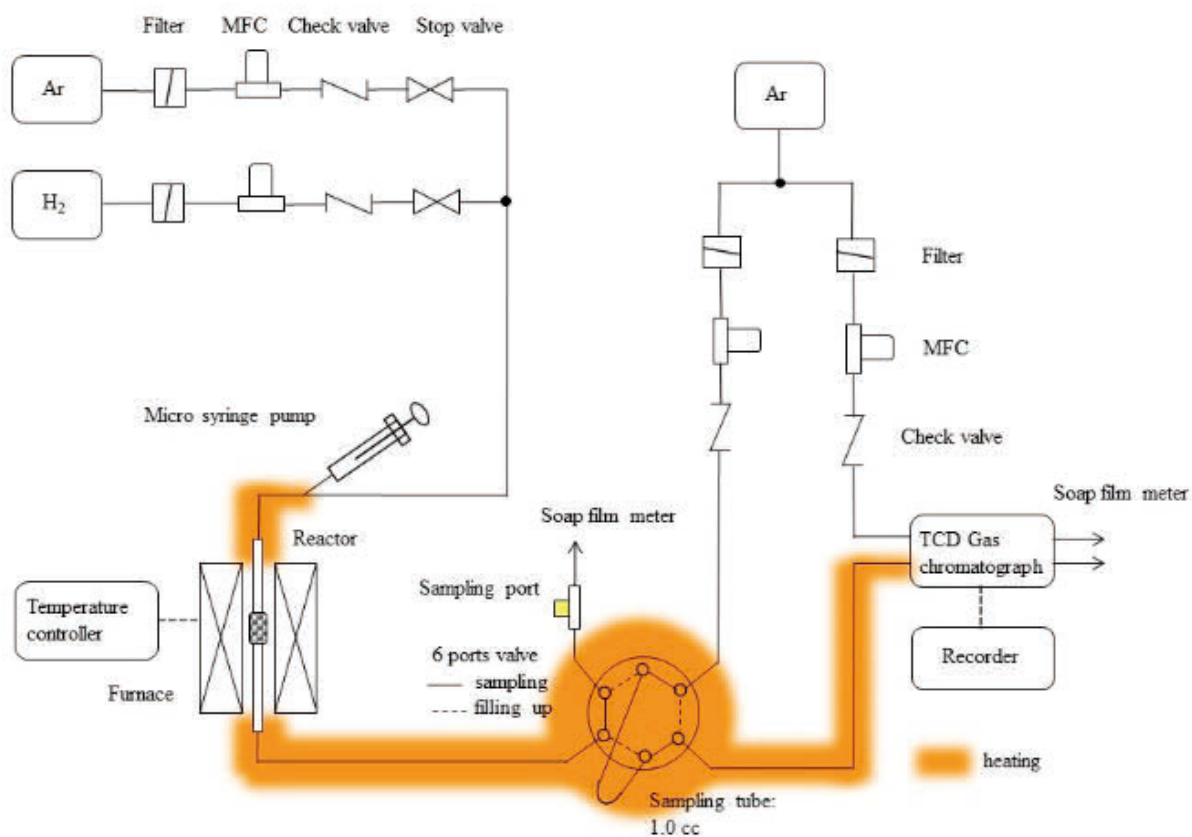


Fig. 1 Fixed-bed flow reactor system for the atmospheric pressure.



Fig. 2 Fixed-bed flow reactor system.

その他のガス成分はサンプリングポートからシリンジで採取し、Molecular Sieve 5A により分析される。
 実験は反応の前処理として、触媒を反応管中 300 °C、水素気流中 (25 mL min⁻¹) で 1 時間処理を行った。エタノールの水蒸気改質反応の条件は次の通りである。

反応のキャリアガス：アルゴン、18.75 mL min⁻¹
 14.0wt%エタノール水溶液：3.0 μL min⁻¹
 触媒量：100 mg
 ガスクロマトグラフの分析条件は次の通りである。
 キャリヤガス：アルゴン、30 mL min⁻¹
 カラム温度：120 °C、TCD 温度：140 °C
 TCD カレント：60 mA
 カラム：Porapak Q, Molecular Sieve 5A

反応物である 14wt%エタノール水溶液は、バイオエタノールのモデル反応液として調製したものである。この溶液のエタノール濃度は、でんぷんなどが発酵してできる濃度に近い。触媒活性の指標として、エタノール転化率 (Ethanol conversion) を次の式から計算した。

$$\text{転化率(\%)} = \frac{\text{反応したエタノール量}}{\text{供給したエタノール量}} \times 100$$

また、反応生成物の組成については、ガスクロマトグラフによる検出量から、1 分当たりの生成量を算出した。

2.2 高真空吸着量測定装置

触媒のキャラクタリゼーションとして、水素吸着量、CO 吸着量を測定する必要がある。触媒を前処理後にガスを吸着させ、吸着量から金属分散度などを測定するもので、高真空が必要とされる。Fig. 3 に高真空吸着量測定装置の概要を、Fig. 4 に写真を示した。真空ポンプは、油回転ポンプ（ロータリーポンプ）と油拡散ポンプ（オイルディフュージョンポンプ）である。油拡散ポンプはガラス製で、ロータリーポンプや圧力計などを除けばすべてガラス製である。2 つのポンプと液化窒素トラップを使用することで、到達真空度は 1×10^{-7} Torr (1 Torr = 133.3 Pa)になる。真空から常圧までの反応に用いることができ、常圧であればガスクロマトグラフによりガス分析が可能である。触媒の 200 mg を吸着セル内にはかり取り、真空排気（室温）したのち、前処理として水素を数 100 Torr 導入し、300 °C で 1 時間還元処理を行った後、300 °C で真空脱気を 1 時間行った。水素吸着量測定は、室温で水素を導入し 1 時間後の気相の圧力（吸着平衡圧が 2~8 Torr）とセル内容積から吸着量を計算した。水素の可逆吸着量測定は、室温で真空排気を 10 分間行った後、水素を導入して同様に行った。CO 吸着量測定は、水素吸着量測定後、300 °C 真空脱気を行った後、室温で CO を導入し、水素吸着量測定と同様に行った。また、CO 可逆吸着量測定も同様に行った。

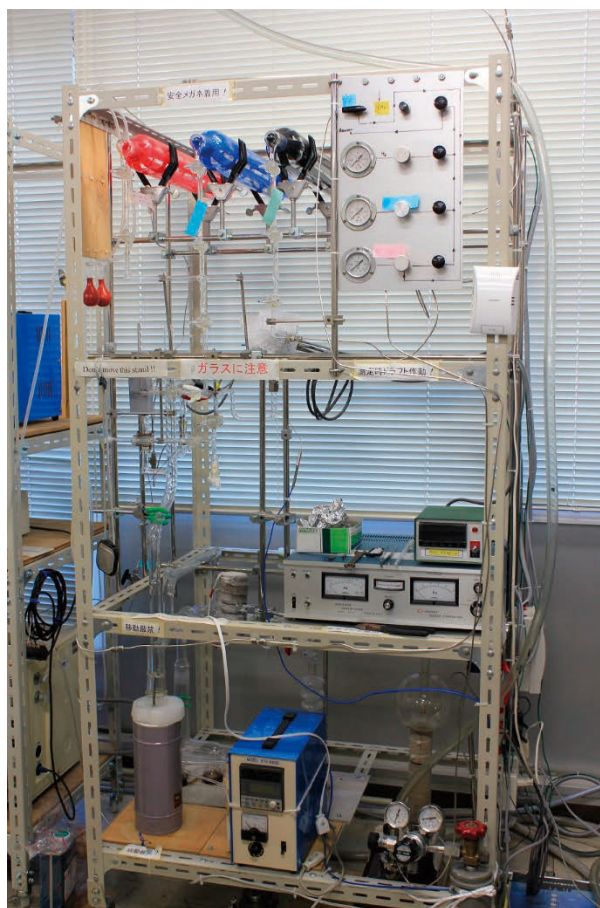


Fig. 4 High vacuum experimental apparatus for adsorption measurements.

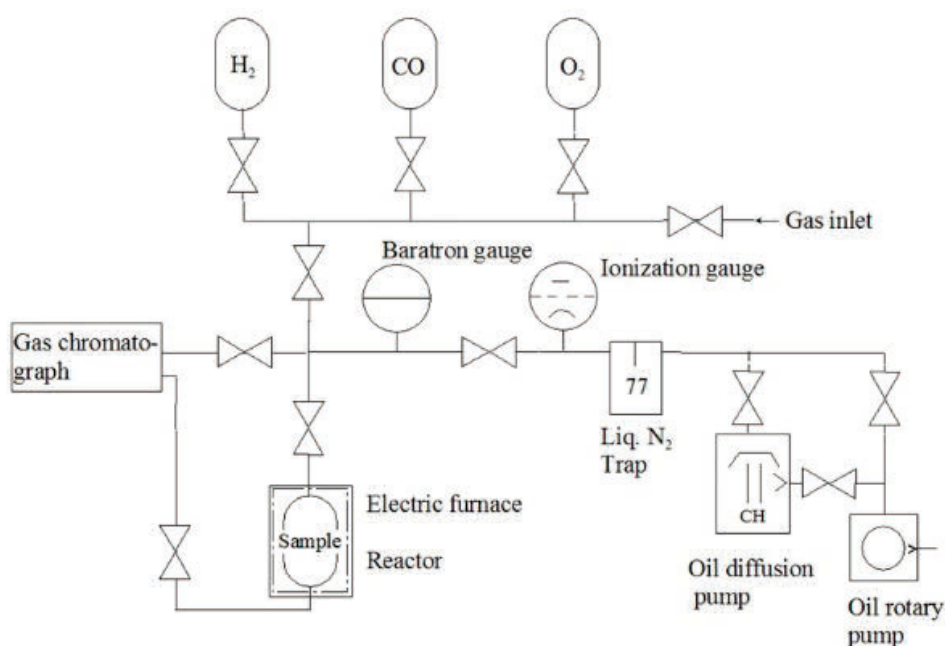


Fig. 3 High vacuum experimental apparatus for adsorption measurements.

2.3 昇温還元装置

昇温還元法 (Temperature-programmed reduction: TPR) は固体触媒の還元特性を明らかにする方法で、アルゴンベースの 5%水素ガス (5% H_2/Ar) を一定流量 (例えば 30 mL min^{-1})、反応器に入れた触媒 (50~100 mg) に通過させ温度を一定速度 ($5\sim 10 \text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$) で昇温していく方法である (Fig.5)。流出したガスは、TCD ガスクロマトグラフの検出器に導入する。また、5% H_2/Ar ガスを同じ流量、検出器のリファレンス側に導入する。ある温度で、触媒が水素により還元されると、水素が一部消費され、その分の差が還元ピークとして得られるものである。ガスクロマトグラフのカラムに Molecular Sieve 5A が充填されていれば、還元反応によって生成した水のトラップとしてそのまま使える。また、TCD に導入する前段階でトラップを設置しておくのもよいし、筆者はこれらの方法を推奨する。還元ピーク面積から水素消費量が見積もられる。基準として、2% CuO/SiO_2 を還元した際のピーク面積の値を用いた。

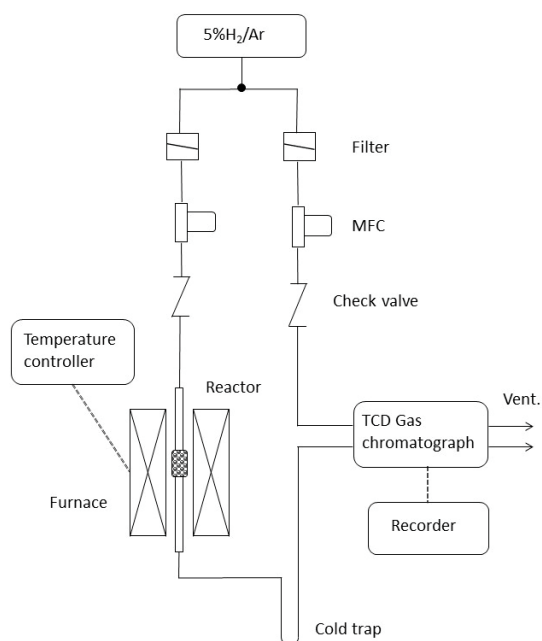


Fig. 5 The apparatus for temperature-programmed reduction (TPR).

2.4 触媒調製

触媒は含浸法で調製した。 SiO_2 担体 (JRC-SIO-12) は触媒学会参照触媒委員会より提供していただいた。硝酸ロジウム ($\text{Rh}(\text{NO}_3)_3$ の硝酸酸性溶液)、シュウ酸ニオブピルアンモニウム ($(\text{NH}_4)_3[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]$) を前駆体として用い次のように調製した。

Rh/SiO_2 : SiO_2 担体に硝酸ロジウム溶液を含浸 (incipient wetness) し、 $110 \text{ }^\circ\text{C}$ で一晩乾燥後、 $500 \text{ }^\circ\text{C}$ 空気焼成 3 時間行った。Rh 担持率は 0.94wt%。

$\text{Nb-Rh}/\text{SiO}_2$: SiO_2 担体に硝酸ロジウム溶液を含浸 (incipient wetness) し、 $110 \text{ }^\circ\text{C}$ で一晩乾燥後、シュウ酸ニオブピルアンモニウム溶液を含浸・乾燥後、 $700 \text{ }^\circ\text{C}$ で空気焼成 3 時間行った。Rh 担持率は 0.94wt%、Nb/Rh = 8。

3. 実験結果

3.1 エタノールの水蒸気改質反応

実験は常圧固定床流通式触媒反応装置を用いた。Fig. 6 に各触媒を用いたエタノールの水蒸気改質反応のエタノール転化率の反応温度依存性を示した。 Rh/SiO_2 触媒では、 $200 \text{ }^\circ\text{C}$ 付近からエタノールが反応し始め、反応温度 $300 \text{ }^\circ\text{C}$ では、エタノール転化率 (Ethanol conversion) は約 20% になった。一方、 $\text{Nb-Rh}/\text{SiO}_2$ 触媒では $140 \text{ }^\circ\text{C}$ 付近から反応が始まり、 $300 \text{ }^\circ\text{C}$ においては、エタノール転化率は 65% にまで増大した。ここでは示していないが、 SiO_2 担体に Nb のみを担持したものでは、これらの温度範囲では全く活性を示さなかった。以上のことから、 Rh/SiO_2 触媒に Nb を添加することで、その両者の相互作用によりエタノールの改質反応が顕著に促進された。

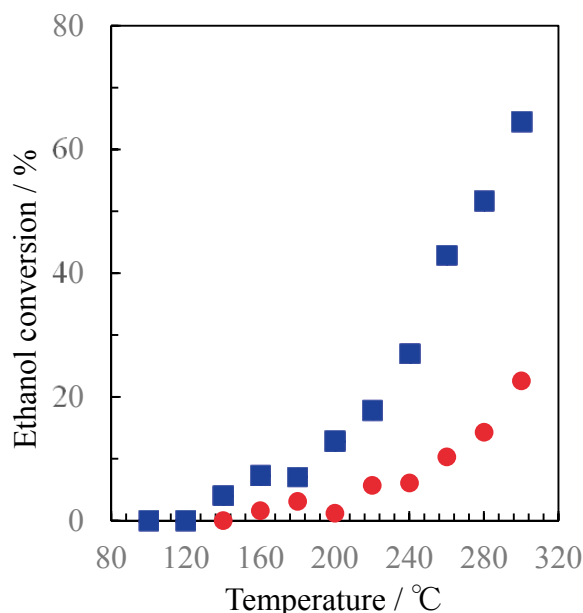


Fig. 6 The temperature dependence of ethanol conversion for steam reforming of ethanol.

■: Nb-Rh/SiO₂, ●: Rh/SiO₂

$240 \text{ }^\circ\text{C}$ における反応生成物の組成を Fig. 7 に示した。 Rh/SiO_2 触媒では、生成物は水素、一酸化炭素、二酸化炭素、メタンであった。一方、 $\text{Nb-Rh}/\text{SiO}_2$ 触媒では、それぞれの生成速度はエタノール転化率が増加したように増加しているが、特徴的なことはアセトアルデヒドが検出されたことである。エタノールの水蒸気改質反応は次のいくつかの反応が含まれる。

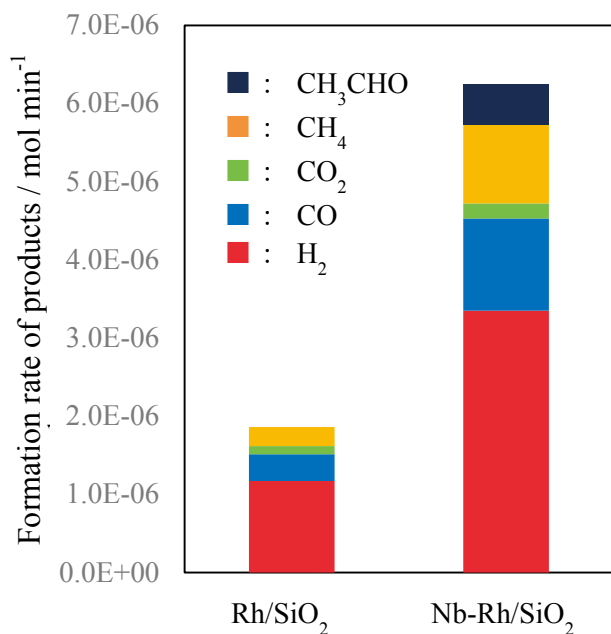
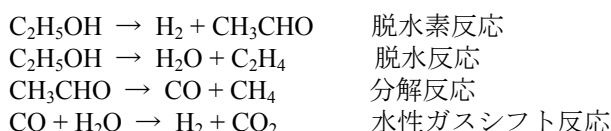


Fig. 7 Products distribution of steam reforming of ethanol at 240 °C.



Nb-Rh/SiO₂ 触媒については、エタノールからの脱水素反応が促進されたことを示していると同時に、生成したアセトアルデヒドの分解が抑制されていることを示している。Rh/SiO₂ 触媒においてもアセトアルデヒドは、その過程で生成するであろうが、直ちに一酸化炭素とメタンに分解され、さらに一酸化炭素の一部は水と反応し（水性ガスシフト反応）、二酸化炭素へ酸化されたと考えられる。反応生成物である水素は燃料電池用の燃料として重要である。また、アセトアルデヒドは工業原料としてこれも重要である。あとで述べるように Rh と NbO_x との相互作用によるものであるが、触媒の調製法を工夫することで、より生成物選択性の高い触媒を得ることが可能であると考えられる。

3.2 昇温還元法による触媒特性

室温から 650 °C までの Rh/SiO₂ 触媒、Nb-Rh/SiO₂ 触媒の昇温還元法の実験結果を Fig. 8 に示した。Rh/SiO₂ 触媒では、100 °C 付近に Rh の還元ピークが見られた。一方、Nb-Rh/SiO₂ 触媒では、200 °C 付近と 400 °C 付近に還元ピークが見られた。200 °C 付近のピークは Rh の還元によるものと考えられる。400 °C 付近のピークはおそらく Nb 酸化物が還元していると考えられる。比較のために用いた 700 °C 空気焼成後の Nb/SiO₂ については、この温度領域では還元が見られなかった。Nb-Rh/SiO₂ 触媒については、Rh の還元が高温側にシフトしており、また Nb 酸化物の還元が起きていることから、この触媒においては Rh と Nb 酸化物が強く相互作用していると考えられる。

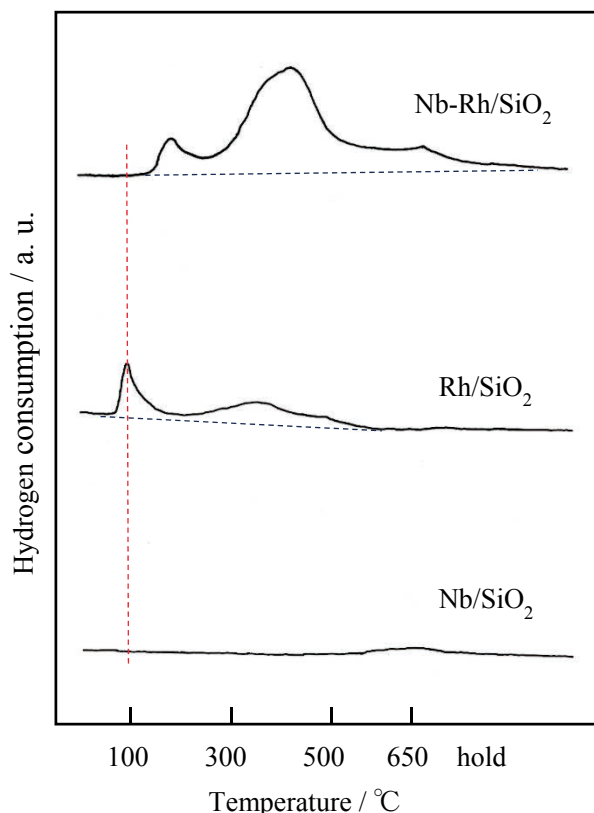
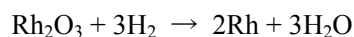


Fig. 8 The reduction profile of Nb-promoted and un-promoted Rh/SiO₂.

この実験に用いた Nb-Rh/SiO₂ 触媒中に Rh は 8.95×10^{-6} mol、Nb は 7.16×10^{-5} mol ある。Rh がすべて還元されると、その時の水素消費量は次の式から Rh 量の 1.5 倍の 1.34×10^{-5} mol となる。



Nb-Rh/SiO₂ 触媒の 650 °C までに消費した水素量はピーク面積から 2.29×10^{-5} mol であったことから、 9.5×10^{-6} mol の水素が Nb 酸化物の還元消費されたと考えられる。

3.3 触媒の水素および CO 吸着量測定

担持貴金属触媒については、その微粒子径が小さいほど、利用効率が上がることから、その分散度を測定することが重要である。詳細は他の書籍を参考にされたい^[9]。

Rh/SiO₂ 触媒の水素吸着量は不可逆吸着量が 6.35×10^{-6} mol、可逆吸着量が 5.65×10^{-6} mol であった。CO 吸着量については、不可逆吸着量が 1.38×10^{-5} mol、可逆吸着量は 2.05×10^{-6} mol であった。これに対して、Nb-Rh/SiO₂ 触媒では、水素吸着量は不可逆吸着量が 9.90×10^{-7} mol、可逆吸着量は 1.89×10^{-6} mol、CO 吸着量については、不可逆吸着量が 1.24×10^{-6} mol、可逆吸着量は 1.61×10^{-6} mol であった。今回の報告では、XRD や TEM による Rh 微粒子の粒子径がわからないが、これまでの研究から Rh/SiO₂ 触媒

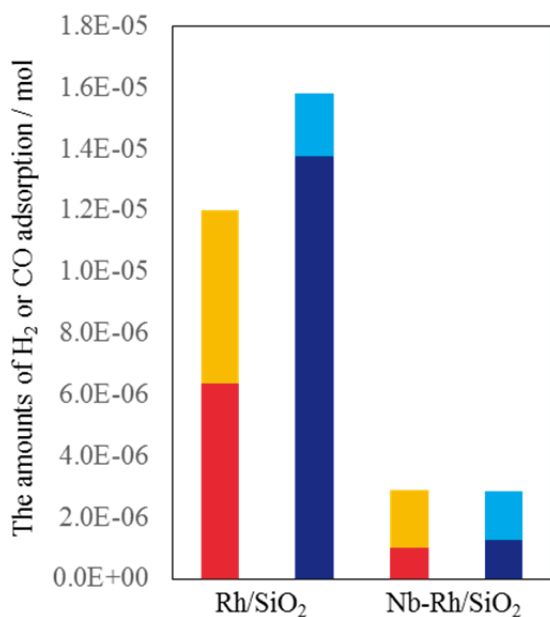


Fig. 9 The amounts of H₂ adsorption or CO adsorption in 1 g of catalyst at room temperature after H₂ reduction at 300 °C for 1 h followed by evacuation at 300 °C for 1 h.

■ : irreversible adsorption of H₂, ■ : reversible adsorption of H₂, ■ : irreversible adsorption of CO, ■ : reversible adsorption of CO.

については、微粒子径と水素吸着量あるいは CO 吸着量は良い相関がある。また、Nb を添加した Rh/SiO₂ 触媒では、水素吸着量あるいは CO 吸着量は抑制される (Rh の微粒子径に対してかなり少ない) ^[10]。今回の実験でも、Nb-Rh/SiO₂ 触媒の水素吸着量あるいは CO 吸着量が抑制されており、Rh と NbO_x との強い相互作用が働いていると考えられる。

4. 実験技術の応用

Fig. 3 では、高真空吸着量測定装置にガスクロマトグラフが接続されている。サンプリングバルブを追加して、反応装置内で生成したガスを分析することが可能である。実際にガスクロマトグラフで分析するには、吸着セル内は常圧にして使用する (ガラス製の装置なので高圧は不可)。例えば、試料に反応ガスが循環して流通するように循環ポンプ (ガラス製のもので市販品もある) を設置すれば、閉鎖循環系反応装置となる。この方法のほかに最近になって吸着測定用セルを工夫し、反応生成ガスの少量 (たとえば 0.5 cc) をサンプリングし、ガスクロマトグラフで分析できるようにした。Fig. 10-12 にそのサンプリングポートの様子を示した。このガラス製吸着セルは、筆者が作ったもので市販のテーパジョイント (硼ケイ酸ガラス) を購入しガラス工作技術によって外径 6 mm の枝管をつなぎ、そこへ 6 mm-3 mm 用の径違いユニオンを取り付けた。6 mm の側は、テフロンフェールでガラス管を締め付け、3 mm 側にはフェールの代わりにセプタム (ガスクロマトグラフのインジェクションポートに使われ

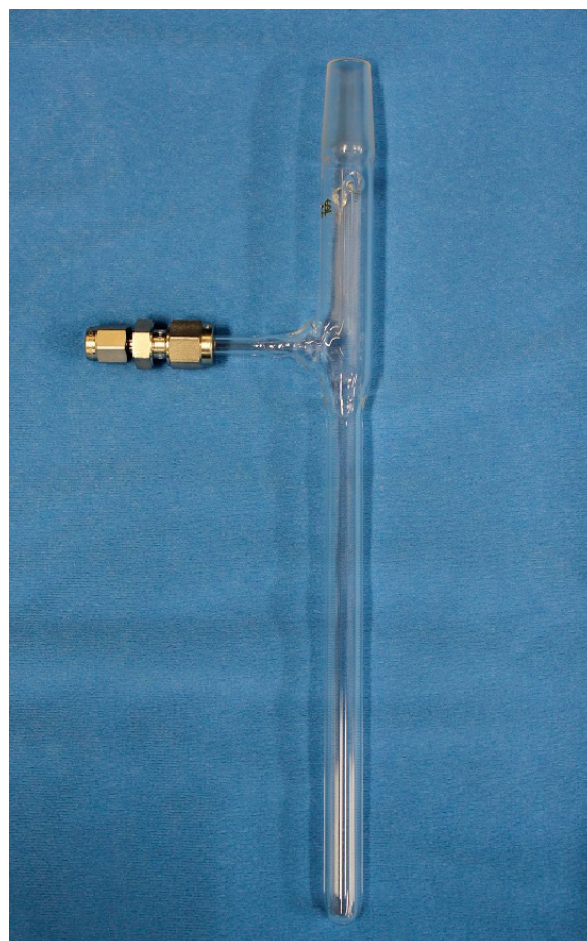


Fig. 10 A gas sampling port of the adsorption apparatus using a metal fitting (union).

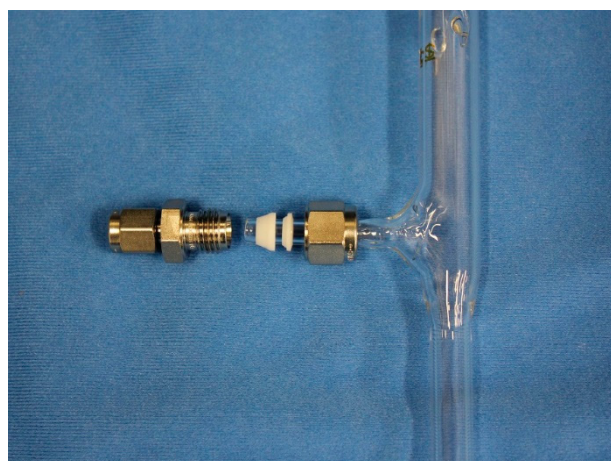


Fig. 11 Connection of metal union to a glass tube with plastic (PTFE) ferrule.

るゴム栓) を入れ気密にした。この仕掛けは、材料があれば、ガラス工作を含めて数時間でできるものである。吸着セル内に試料 (触媒) を入れ、反応させるガスを導入し、セルを電気炉 (これも手作り) ^[7] で覆い、加熱して反応させることができる。一定時間後に、このサンプリングポートにガス用シリンジを刺し、内部のガスを一定量抜き取ってガスクロ



Fig. 12 A septum in a metal union.

マトグラフで分析することができる。注意点として、シリンジの針を刺し込むさいに、ガラス管側をしっかり押さえておかないと、装置を構成しているガラス配管の一部が割れてしまう。ただ、手作り装置の場合の良い点は、自分で作ったものであるから修理も可能であること、しかも、比較的短時間で費用もあまりかからないことである。この仕掛けを使った実際の応用例として、ある教員から依頼された試料の触媒としての機能を見出すことができた。この報告書を執筆している現時点で、その研究成果が論文として投稿されているところである。したがって、今は詳しいことが書けないが、この報告書が発行される頃には論文として成果が公表されているであろう。

5. おわりに

本報告では、筆者がこれまでに製作してきた実験装置のいくつかと、それを用いた反応実験、測定実験について述べてきた。研究支援においては、簡単で費用もあまりかからず、迅速に正確で再現性の良

い結果が得られる実験装置あるいは実験技術の提供が重要であると考えている。筆者はこれを研究のフットワークが良いものと呼んでいる。もちろん、安全に利用できるものであることは言うまでもないが。これらの技術が後輩たちにわかりやすく伝えられれば筆者の喜びである。また、研究支援においては、多くの先生方のお力添えがあつてのことである。かつてお世話になった先生方は筑波大学では内島俊雄先生、国森公夫先生、永長久彦先生、水林博先生、そして富重圭一先生（現・東北大学）に感謝申し上げます。また、技術面においてはすでに退職された齋藤静夫氏、今もご助言をいただいている室井光裕氏、皆川雄功氏に感謝申し上げます。最後に現在お世話になっている数理物質系の中村潤児先生、近藤剛弘先生、数理物質系技術室長の伊藤雅英先生、室長補佐の佐々木正洋先生ならびに齋藤一弥先生に感謝申し上げます。本報告は、平成 27 年度科研費・奨励研究 (15H00294) の成果の一部として発表した。

参考文献

- [1] 伊藤伸一, 多目的反応装置の試作, 筑波大学技術報告, No.6 (1986) 51-56.
- [2] 伊藤伸一, 高周波放電プラズマを利用した触媒反応装置の試作, 筑波大学技術報告, No.9 (1989) 7-12.
- [3] 伊藤伸一, 赤外発光測定用分子線真空反応装置の試作, 筑波大学技術報告, No.10 (1990) 9-15.
- [4] 伊藤伸一, 水蒸気改質反应用気化器付き触媒反応管の試作, 筑波大学技術報告, No.21 (2001) 19-25.
- [5] 伊藤伸一, 担持貴金属触媒の低温 (180 K) からの昇温還元法 (TPR), 筑波大学技術報告, No.29 (2009) 20-23.
- [6] 伊藤伸一, 金属酸化物添加担持白金触媒によるエタノールの水蒸気改質反応 - 反応装置の製作と触媒活性試験結果 -, 筑波大学技術報告, No.31 (2011) 1-7.
- [7] 伊藤伸一, 超硬質ガラス製高真空吸着測定・昇温脱離 (TPD) 測定装置の製作, 筑波大学技術報告, No.33 (2013) 14-21.
- [8] 伊藤伸一, T 型ユニオンを使ったガスサンプリングポート, 筑波大学技術報告, No.36 (2016) 47-50.
- [9] 菊地英一, 射水雄三, 瀬川幸一, 多田旭男, 服部英, 「新しい触媒化学」, 三共出版, 東京.
- [10] S. Ito, T. Fujimori, K. Nagashima, K. Yuzaki, K. Kunimori, Catal. Today 57 (2000) 247-254.

Steam reforming of ethanol over a rhodium-niobium catalysts
by a hand-made experimental apparatus
— Report of Kakenhi-Shorei kenkyu (KAKENHI Grant number 15H00294)
in 2015 and application of the experimental technique —

Shin-ichi Ito

Technical Service Office for Pure and Applied Sciences, Faculty of Pure and Applied Sciences,
University of Tsukuba, 1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8573 Japan

Steam reforming of ethanol was performed using 14wt% EtOH/H₂O as a reactant instead of real bio-ethanol by hand-made experimental apparatuses. Niobium-promoted Rh/SiO₂ catalyst was calcined at high-temperature (700 °C) in the air followed by H₂ reduction at 300 °C. This catalyst showed higher performance compared with un-promoted Rh/SiO₂ catalyst. The ethanol conversion was increased to 3 times higher than that of the un-promoted Rh/SiO₂ catalyst at 240 °C. The products were mainly hydrogen, carbon monoxide, methane and acetaldehyde. These results were due to strong interaction between Rh and niobium oxides. And the author described an application of the hand-made experimental apparatuses for other experiment.

Keywords: Fixed-bed flow reactor, ethanol steam reforming, rhodium-niobia catalysts, strong metal-oxide interaction (SMOI), strong metal-support interaction (SMSI)

アルミ溶接架台の製作及び、溶接条件の検討

小川 祐生

筑波大学研究基盤総合センター 工作部門

〒305-8572 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

工作部門に加工・組立依頼のあった希釈冷凍機の、組立・調整用アルミニウム架台の製作を筆者の TIG 溶接技能向上を兼ねて行った。

キーワード：アルミニウム、TIG 溶接

1. はじめに

溶接をはじめとする接合技術は、自動車・船舶・航空・宇宙産業などあらゆる分野で用いられ、我々の生活を支える必要不可欠な技術であり、我々工作部門でも様々な依頼を達成するうえで必須の技術でもある。

しかしながら、溶接法や材料の特性などは技術書やインターネットを用いれば探すことは可能であるのに対し、材料ごとの接合条件の選定は個々に蓄積された経験や技術により決定されることが多く、最初の条件設定に時間がかかることに問題を感じていた。

そこで、組立用架台を製作するに当たり確認した溶接条件をアルミ架台の設計構想と合わせて報告する。

2. アルミニウムの性状

材料としてアルミニウムを使用するに当たり、特徴の確認を行った。以下にその特徴を示す。

2.1 素材としての特徴

- (1) 軽量である
- (2) 再生が容易である
- (3) 低温特性に優れている
- (4) 耐食性が良い
- (5) 熱伝導性が良い
- (6) 真空特性が良い(ガスの放出が小さい)
- (7) 非磁性体である

などの特性・特徴が挙げられる。

上記のような特性・特徴を生かし、車両・船舶・

医療・LNG 貯蔵タンクなど様々な用途に使用されている。

2.2 溶接部材としての特徴

アルミニウムは一般的に接合性が良いとされている。

これは溶接、ろう付け、圧接が容易に行えるためだが、同時に問題も抱えている。

以下に問題とその対策を示す。

(1) 融点が低く(約 660 °C)、熱伝導性が良い

アルミ自体の比熱・溶融潜熱が大きく、熱伝導が良いため熱が逃げやすい。したがって局所的な加熱が難しく多量の熱を供給する必要がある。

結果材料全体の温度が上がり、溶け落ちやすく、溶融プールが広がりやすくなるため、トーチの送り速度を変える、パルスを使用するなどの対策を行う必要がある。

(2) 表面に頑固な酸化被膜(Al_2O_3)を形成する

大気中に放置するだけで形成され、融点が約 2000 °C と高い。

良い溶接を行うためには、これを事前に除去するか、TIG 溶接のクリーニング作用で除去する必要がある。

(3) 溶接割れ(変形)が発生しやすい

原因としてはアルミニウムの熱膨張係数、凝固収縮率が大きいことが挙げられる。

また、溶接条件(電流、溶接速度、溶加材)が適当か確認する必要がある。

(4) 溶接金属部にブローホールを発生しやすい

アルミニウム合金の溶接金属は水素を溶解する。これが凝固するとき溶解度が激減し、凝固が早いために放出できなかった水素が残留する。これをブローホールと言い、強度の低下などを招く。

基本的には水素源を絶つことが対策となり、空気を巻き込まないようにすることなどが挙げられる。

3. アルミ架台の設計・製作

今回材質は先に決まっていたため、比較的手に入りやすく、フレームとして利用されることが多い A6063_等辺アングルを材料として選定した。

3.1 架台の設計

設計するうえで下記のことを考慮した。

(1) 希釈冷凍機の取付位置

(2) 希釈冷凍機の重量

これは取付フランジまでの高さが約 1150 mm あり、部品の合計重量が約 20 kg あるため、座屈やバランスを見る必要があるためである。

図 1 に設計した架台図面を示す。安定性のために脚を長くし、後転防止のために背部にアングルを溶接する。

また、以下に座屈荷重の計算値を示す。今回の架台では脚は動かないものと仮定し、直上より荷重をかけた場合の値を導出した。

使用材料:A6063_30*30*t5 の各種数値を示す。

$$L = 1200 \text{ mm}$$

$$E = 68600 \text{ N/mm}^2$$

$$I = 22163.8 \text{ mm}^4$$

$$A = 275 \text{ mm}^2$$

l:アングル長さ

E 縦弾性係数

I:断面二次モーメント

A 断面積

座屈荷重 [N]

$$P_k = \pi^2 (EI/L^2)$$

座屈応力 [N/mm]

$$\sigma_k = \pi^2 \{E/(L/k^2)\}$$

L:座屈長さ(l/n)

n:定数_柱端:自由・固定(0.25)

k:断面二次半径($\sqrt{I/A}$)

計算結果

$$P_k = 2.605 \times 10^3 \text{ N}$$

$$\sigma_k = 9.474 \text{ N/mm}$$

つまり直上より荷重をかけた場合、1 本のアングルだけでも座屈は起きないと判断できる。

ただし、今回は溶接架台であり、溶接部の強度によっても変化するため、あくまでも参考値として考慮する。

3.2 予備実験

前項_2.2 でも述べた通り、アルミニウム溶接は難点が多い。

そのため実際の製品の製作に入る前に試験片による予備実験を実施し、適切な溶接条件を求めた。今回の溶接では、アルミニウム溶接で一般に使用される交流 TIG 溶接法を用いた。

使用した試験片は、製品材料となる A6063 と同じ溶加材を使用できる A5052 とした。

使用材料:A5052_100 mm*20 mm*t5 mm

100 mm*50 mm*t5 mm

また今回の実験では周波数の変化による溶接ビードの違いについても確認した。

(1) 溶接機は、Panasonic 製インバータ制御交流/直流 TIG 溶接機 “WX-300” を使用した。

(2) 電極棒は、消耗の少ない純タングステン電極_φ 3.2 mm を使用した。

(3) 溶加材(溶接棒)は、製品材料(A6063)と実験材料(A5052)との整合性から、A5356-BY を使用した。

実験の結果とビード外観を表 1、並びに表 2 に示す。

表 1 は、下記の条件下での周波数ごとの外観を並べたものである。最も溶け込みが浅くなっている周波数が 20Hz であると考えられ、同時に終端部が比較的きれいに終わっていることから、クレータ電流は適切かと考えられる。

表 2 は比較的溶け込みの浅かった周波数で、パルス電流値を変化させたときの外観である。パルスを使用しなかった結果も合わせて示す。比較すると、10 Hz、150 A で引いたときにビード、溶け込みが良好に見える。

この実験を参考にパラメータを設定し、溶接作業を進めることとする。

3.3 架台製作

(1) 機械加工

フレームを突合せて溶接するために、汎用フライスでアングルの先端を 45° 角に切削を行った。

直角を正確に出すために、ワイヤー放電加工機で補強用プレートを製作した。

(2) 溶接作業

(ア) 機械加工の終了した部品は、脱脂作業を行った。特に溶接部分は、溶接を安定させるために念入りに処理を行った。

(イ) 脚以外の仮付けを行う。

接合部分を直角クランプで挟み込み仮付けを行い、スコヤで確認し適宜修正をした。

(ウ) 四角の形状を作り終えたら補強用プレートを四隅に仮付けする。

作業中動くことの無い様に、クランプでアングルと固定して仮付けを行った。

(エ) 四角く仮付けしたフレームを本溶接する。

過熱を防ぐために、溶接場所を入れ替えながら作業を行う。

(オ) 架台上下部の脚を溶接する。

直角クランプで挟めない場所は、耐熱煉瓦などの重しで固定しながら作業を行う。

完成した架台を写真 1 に示す。筆者が全体重(55 kg)をかけてぶら下がったが架台は歪むことなく、倒れることはなかった。

表 1. 実験結果_周波数によるビード外観







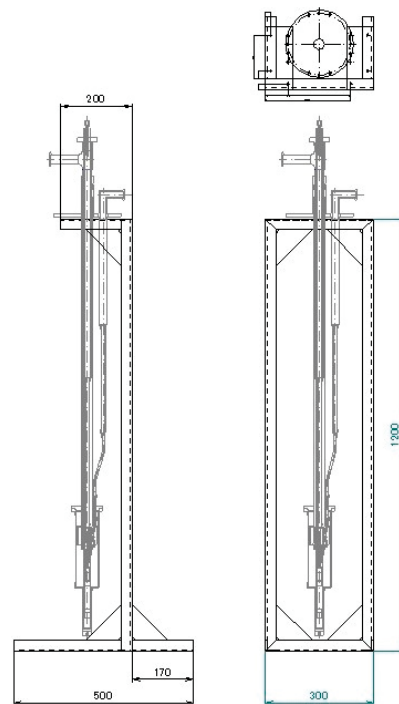
周波数 [Hz]	ビード外観
5	
10	
20	
40	
50	
100	

図 1. 架台図面



溶接条件

- 初期電流:10 A
- ベース電流:60 A
- パルス電流:125 A
- クレータ電流:10 A
- アルゴン流量:9 L/min

表 2. 実験結果_周波数とパルス電流の比較








	パルス未使用	10 Hz	20 Hz
パルス電流 100 A			
パルス電流 125 A			
パルス電流 150 A			



写真 1. 架台外観図



写真 2. 補強板溶接外観図

4. まとめ

今回製作した架台は実際に組立に使用され、架台上でのろう付けや調整を行えるだけの安定性も保つことができた。架台としての役割は果たしているものと判断できる。

その一方で、歪みが発生し上下脚の平行が取れていないと感じる。これは写真 2 のように溶接部が密集していることから、様々な方向より熱が入ったことによるものと考えられる。溶接の順番を変更し、歪みを矯正できるよう工程を見直す必要がある。

今回の実験内容では、周波数の変化による性状の違いを確認したが、板厚などの初期条件が変われば当然結果も大きく変わってくる。

また、突合せ部は 45° 角にカットし溶接を行っ

たが、他にも切欠き方は存在している。溶接難度・仕上がりの良さなど、他の溶接条件の確認も含めて再び実験の機会を持ちたいと考えている。

謝辞

今回の設計・製作においてご助力いただきました、研究基盤総合センター工作部門堀三計准教授、工作部門内田豊春殿に感謝致します。

参考文献

- [1] 財団法人軽金属協会編、アルミニウムハンドブック (2009)
- [2] 内田豊春、アルミニウム合金製ヘリウム容器の製作、技術報告 No11(1991)58-60

Production of aluminium welding frame and examination of welding conditions

Yuki Ogawa

Research Facility Center for Science and Technology
Engineering Workshop Division, University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8572 Japan

Keywords: Aluminium, Gas Tungsten Arc Welding

化学物質リスクアセスメントツールの開発

藤井 邦彦^{a)}、中村 修^{b)}

^{a)} 筑波大学総務部リスク・安全管理課〒305-8577 茨城県つくば市天王台 1-1-1

^{b)} 九州工業大学安全衛生推進室〒804-8550 福岡県北九州市戸畑区仙水町 1-1

概要

平成 28 年 6 月の改正労働安全衛生法施行に伴い、化学物質のリスクアセスメントが義務化された。健康障害防止のリスクアセスメントは、一般的に作業環境中の化学物質濃度とその物質のばく露限界を比較することにより行う。しかし、測定には手間と費用がかかることや、測定方法やばく露限界が定められていない対象物質も存在する。そこで、コントロールバンディングおよび数理モデルを用いた簡易にリスクアセスメントを行えるツールを開発した。

キーワード: リスクアセスメント、コントロールバンディング、数理モデル

1. はじめに

平成 28 年 6 月に労働安全衛生法が改正された。この改正により、労働安全衛生法施行令別表第 9 に掲げる物質(平成 28 年 6 月 1 日時点で 640 物質)について、容器又は包装へのラベル表示、安全データシート (SDS) の交付、およびリスクアセスメントが義務化された。これに伴い、厚生労働省は化学物質等による危険性又は有害性等の調査等に関する指針を策定した¹⁾。化学物質のリスクアセスメントには、爆発・火災防止と健康障害防止の 2 種類があるが、特に注意すべきなのはリスクを把握しにくい健康障害防止であると言える。

指針では、リスクを見積もる方法として以下を挙げている。

- ① 危険や健康障害が発生する可能性とその重篤度を考慮する方法
- ② 化学物質によるばく露の程度と有害性の程度を考慮する方法
- ③ ①または②に準じる方法

各項目について具体的には以下をそれぞれ実施する。すなわち、①では発生可能性や重篤度を尺度・数値化し表や加算・乗算などによりリスクを見積もる方法、またはコントロールバンディングによる方法、②では作業環境測定の測定値や数理モデルによる気中の物質濃度とばく露限界¹⁾を比較する方法、③では労働安全衛生法関係法令(有機溶剤中毒予防規則、特定化学物質障害予防規則、鉛中毒予防規則および労働安全衛生規則第 4 章等)の各条文を確認する方法をそれぞれ挙げている。なお、コントロール

バンディングおよび数理モデルによる評価方法については後述する。

指針に掲げられた上記リスクアセスメント方法のうち、②の作業環境測定や③の法令の確認では具体的に実施すべき事項が定められているものの、その化学物質数は対象物質である 640 物質中のごく一部である。多くのリスクアセスメント対象物質では、気中濃度の測定方法が確立されていないことや、ばく露限界が定められていないことから、これらの物質では他の方法を用いてリスクアセスメントを行う必要がある。

そのための手段として、厚生労働省では、国際労働機関 (International Labour Organization, ILO) のコントロールバンディングの翻訳およびウェブアプリケーション化による公開²⁾や、中央労働災害防止協会の開発したコントロールバンディング方法の資料を公開している³⁾。この中央労働災害防止協会の方法については、福井大学工学部の技術職員がウェブアプリケーション化し一般に公開している⁴⁾。

本学では、改正労働安全衛生法への対応のため、実験室ごとに化学物質の種類と量を調査し、その結果に応じて、作業環境測定、簡易測定、コントロールバンディングおよび数理モデルのうちいずれかを推奨するリスクアセスメント方法として実施することとなった。しかし、ウェブアプリケーションでは結果の表示までに時間がかかることや、同時アクセス数の制限により、複数の研究室が同時にはリスクアセスメントができなくなる可能性があること、また、数理モデルによる評価は、数式に不慣れな教職員や学生にとっては敷居が高いことが考えられた。さらに、労働安全衛生法の改正によるリスクアセスメントの義務化は、化学物質の危険有害性を知るための手段であり、本来の法改正の目的はその後の対策にある。従って、リスクアセスメント自体は可能な限りコストをかけずに行うことが望ましいと言える。そこで、これらの問題のクリアを目的としたパーソナルコンピュータ (PC) 用のリスクアセスメントツールの開発を行った。

2. リスクアセスメント方法とその原理

2.1 健康障害防止のリスクアセスメント

先に述べた通り、健康障害防止のリスクアセスメントでは、ばく露限界と、実際の実験室中の化学物質の濃度とを比較することによって行う。比較の結

¹⁾ ばく露限界とは、激しくない労働強度で 8 時間労働した場合に、ほとんどすべての人に健康障害が起きないとされる気中の化学物質濃度のことであり、日本では日本産業衛生学会が勧告している許容濃度、米国では米国産業衛生専門家会議 (ACGIH) が勧告している閾値 (TLV-TWA) がある。単位は mg/m³ や ppm で表される。

^{a)} E-mail: fujii.kunihiko.ga@un.tsukuba.ac.jp

²⁾ http://anzeninfo.mhlw.go.jp/ras/user/anzen/kag/ras_start.html

³⁾ <http://www.mhlw.go.jp/bunya/roudoukijun/anzeneisei14/dl/kagaku3.pdf>

⁴⁾ http://roukan2.ad.u-fukui.ac.jp/risk_assessment/RA_system.php?type=site0

果、実験室中の化学物質濃度がばく露限界を超える場合には健康障害が起きる確率が高くなるため、ばく露防止のための対策を講じる必要がある。

以下に今回作成したツールに実装したコントロールバンディングと数理モデルによる評価方法の概略について示す。

2.2 コントロールバンディング

コントロールバンディングとは、主にばく露限界の定められていない化学物質や、簡易にリスクアセスメントを行う場合に用いるツールで、化学物質の有害性、揮発・飛散性、取扱量からリスクの大きさをランク分けして評価する方法である。今回開発したツールでは、中央労働災害防止協会が開発した方法（管理目標となる職業性ばく露限界が設定されていない場合で作業環境測定値等の実測値がない場合^[2]）を用いた。本法では、化学物質の SDS に記載されている GHS (化学品の分類および表示に関する世界調和システム, The Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals) 分類の健康有害性の分類結果からばく露限界に対応する濃度として管理目標濃度を求め、この濃度と化学物質の沸点、使用温度、作業時間・頻度、揮発・飛散性、取扱量、換気状態、および作業方法をパラメータとして求めた実験室中の化学物質濃度を比較してリスク評価を行う。

2.3 数理モデル

数理モデルでは、ばく露限界と作業中に蒸発散した化学物質量が既知または推定可能な場合に計算式から化学物質の気中濃度を推定する方法である。数理モデルでは、いくつかの計算方法があるが、本ツールでは元厚生労働省化学物質国際動向分析官の柳川行雄氏が開発したボックスモデルによる方法⁵を氏の許可のもと利用した。

この方法では、化学物質の気中濃度を使用した物質の蒸発散量を作業時間中の実験室の換気量で除して計算し、この結果とばく露限界を比較することによりリスク評価を行う。詳しい計算方法については

氏のウェブサイトに掲載されている。

3. リスクアセスメントツールの開発

3.1 プラットフォームと使用言語

厚生労働省や福井大学のように、近年はウェブアプリケーションが主流となってきている。ウェブアプリケーションは、サーバー上で起動しているプログラムにウェブブラウザからアクセスして利用するため、Windows や macOS などのオペレーティングシステム (OS) を選ばないことや、起動しているプログラム自身は一つであることからプログラムのバージョンアップによる配布について気を使わなくて良いことなどの利点がある。しかし、一方では常にサーバー上でプログラムを走らせておく必要があるため、同時アクセスによる負荷およびサーバーやプログラム本体のセキュリティ対策について対応する必要があり、さらに専用サーバーを用意している場合には、ハードウェアや OS の定期的な更新が必要となるなどプログラム開発とは別の負担が大きい。特に個人による自作プログラムの場合、保守まで含めた運用のできる人材が必要であり、継続性が問題となっている。

このような問題から、本ツールではスタンドアロン型のデスクトップアプリケーションを開発することとした。プラットフォームはユーザー数の多い Windows、使用言語は C# とし、開発には Visual Studio 2015 を使用した。現在、Visual Studio ではストアアプリと呼ばれる Universal Windows Platform (UWP) アプリと Classic Windows Form アプリの 2 種類が開発できる。UWP アプリは今後の主流となっていくと思われるが、未だ UWP アプリを利用できない Windows7 のユーザーも多いことから、Classic Windows Form アプリで開発することにした。対応 OS は、2016 年 4 月現在でサポート期間中である Windows Vista 以降とした。



図 1. リスクアセスメントツールの画面

⁵ http://sr-yanagawa.sakura.ne.jp/document/pdf/20160518_yanagawa_1zonemodelIRA.pdf

2. 使用条件設定
1で選択した化学物質の使用条件等を入力し、リスク判定ボタンをクリックします

物性
融点: 85 °C
沸点: 125 °C
引火点: 138 °C
発火点: N/A °C

作業条件
使用温度: 20 °C
状態: 固体
作業時間: /日
作業頻度: /週

揮発性・飛散性
 多: 微細な軽い粉体
 中: 結晶状・顆粒状
 少: 壊れやすいペレット
※液体では沸点と使用温度から自動的に選択されます

取引量
 多: ton
 中: kg
 少: g

換気状態
 高度な密閉設備
 密閉設備
 局所排気装置(囲い式)
 局所排気装置(外付け式)
 全体換気(自然換気含む)
 換気なし

作業方法
 作業者の手足・作業着に使用物質による汚染がある
 吹き付け作業等使用物質の散布があり、発生源に動的な動きがある(スプレー噴霧など)

有害性レベル(物質のハザード格付け H₂L₂) 5 S
 有害性レベルから見た管理目標濃度: 0.001未満 mg/m³
 ばく露レベル(8h-EEL修正済 EL1) --- (-)
 8時間の推定ばく露濃度の範囲: --- mg/m³
 8時間の推定ばく露レベル 8h-EEL ---
 取引量カテゴリー ---
 揮発性・飛散性カテゴリー ---
 作業方法による修正 8h-EEL修正 ---
 作業時間・作業頻度による修正 8h-EEL修正 ---

【注意事項】
 本リスク評価手法は、中央労働災害防止協会のJISHA方式を採用・利用しております。
 ※詳細なフラックボックス化を所望する場合は、本プログラムを利用する大学等機関の安全衛生所長等担当者へ、[中央防衛大学の研究の受渡](#) を推奨します(筑波大学では受講済です)。

リスクレベル RL

 結果の見方
 リスク判定

2. 使用条件設定
1で選択した化学物質の使用条件等を入力し、リスク判定ボタンをクリックします

物性
密度(d): 1.122 g/cm³
分子量(M): 71.08
ばく露限界(L): ACGIH TWA: 0.03mg/m³

計算結果
 1日当たりの発塵量(w): --- g
 気化した時の体積(V): --- L
 推定空気中濃度(C): --- ppm
 修正後の許容濃度(D): --- ppm
 許容濃度との比(r): ---
 判定結果(R): ---

作業条件等
 作業温度(T): 20 °C
 換気量(O): m³/h
 1日の作業時間(W): 18時間
 作業中の発塵量(m): mL
 換気状態(r): 局所排気装置の利用
 安全係数(s): 10

リスクレベル RL

 結果の見方
 リスク判定

【注意事項】
 このボックスモデルで行えるリスク評価は、呼吸による吸入ばく露(評価のみ)です。したがって、経皮吸収のばく露には対応していません。また、評価にあたり以下の条件を満たす必要があります。
 ・使用量ではなく、揮発等により発塵した化学物質の量が既知である、または推測できる
 ・換気装置等による室内の換気量が既知である、または推測できる
 また、本モデルは、柳川行雄氏(元・厚労省化学物質対策課 化学物質国際動向分析官)が作成したボックスモデルを基に許可の下、改良して利用させていただきました。
 詳細については、[こちら](#)の資料をご覧ください。他にも安全衛生に関する記事をR₁₀執筆されています。
[実務家のための産業保健のサイト](#)

図 2. リスクアセスメントのパラメータ入力および結果表示画面
コントロールバンディング (左) および数理モデル (右)

3.2 画面デザイン

画面のデザインに当たっては、物質名、物性、GHS 分類、法規、リスクアセスメントに必要なパラメータ、および結果等の情報を一画面で見られることを目標とした。近年の Windows PC の解像度を調べたところ、タブレット端末を除き WXGA⁶ (1,280 × 800 ドット) 以上のものが多いことから、このサイズに収まる 1,266 × 730 ドットでデザインした。ウィンドウ左半分に法規および GHS 分類データ、画面右に物質検索、パラメータ入力、およびリスクアセスメント結果を表示するようにした(図 1)。

後からリスクアセスメント方法を追加できるように、物質選択画面、法規および GHS 分類表示欄は共通とし、コントロールバンディングと数理モデルの各リスク評価方法はタブで切り替えて表示するようにした(図 2)。また、コンボボックス、ラジオボタンおよびチェックボックスを用い、ユーザーの入力負担をできるだけ軽くするように心がけた。

3.3 化学物質データベースと選択方法

前述の通り、コントロールバンディングでは SDS に記載されている情報をリスク評価に用いる。しかし、1 物質ずつ SDS を確認しながら GHS の分類、物性および管理目標濃度等を入力することは多品種の化学物質を取り扱う大学の研究室では大変な労力を伴う。そこでリスクアセスメント対象物質のデータベースを整備することにした。

GHS 分類のデータは平成 18 年より製品技術基盤機構から政府による GHS 分類結果として HTML および Excel の両形式で提供されている⁷。そこで、Excel ファイルをダウンロードし、マクロを利用して GHS 分類データを抽出した。なお、開発時点では 1 物質 1 シートで記載されており、全てのデータをそろえるためには、平成 18 年度分より各年度のデータをダウンロードおよびマージした

上で抽出を行う必要があった。しかし、平成 28 年 11 月 16 日に公表された全年度のデータでは、項目ごとに全物質のデータが 1 シートにまとめられ、より取扱いやすい形で公開されている。

抽出した GHS 分類データに試薬メーカーが提供している SDS 等から物性・法規データ、および日本作業衛生学会が勧告しているばく露限界値^[3]を加えて物質データベースとした。

アプリケーション上ではコンボボックスを用い、化学物質の CAS 番号または物質名にて物質を検索できるようにした。化学物質を検索・選択するとその物質に対応する GHS 分類、物性、ばく露限界、法規等の各データをデータベースから抽出し表示する。なお、物質名については、ユーザーの利便を図るため、部分一致でも検索が可能となるようにプログラムコードを追加した。また、物質データベースに収録されていない物質についても評価できるように GHS 分類等を手動入力できるようにした。

3.4 GHS 分類項目の自動表示

GHS 分類のうち、GHS 絵表示 (9 種類)、注意喚起語 (危険または警告の 2 種類)、および危険有害性情報 (物理・化学的危険性、健康有害性および環境有害性の 3 種類)については GHS 分類結果により自動的に決まる⁸。そこで、これらの表示については物質データベースには組み込まず、GHS 結果から計算するプログラムコードを追加し、データベースのコンパクト化を図った。

3.5 リスクアセスメント結果の表示

コントロールバンディングおよび数理モデルの両評価方法の結果は、I~IV の 4 段階のリスクレベルとして示すようにした。リスクレベル I および II は、許容可能なリスク、リスクレベル III および IV は許容できないリスクである。前者では現在の作業環境を保ちリスクを低く抑えること、後者ではばく露防止対策を行い、リスクを低減することがそれぞれ

⁶ Wide eXtended Graphics Array, 画面解像度の規格

⁷ http://www.safe.nite.go.jp/ghs/ghs_download.html

⁸ http://anzeninfo.mhlw.go.jp/user/anzen/kag/ghs_class.html

れ求められる。一般的にばく露防止対策についてはメッセージボックスで示すようにした。また、リスクレベルに応じたあんしーくん(仮)の顔アイコンを表示し、視覚的にリスクレベルを分かりやすくした。

リスクアセスメント結果は CSV (comma-separated values) テキストファイルとして出力し、結果を再利用できるようにした。

3.6 更新機能の実装

スタンドアロン型アプリケーションの問題点として、各ユーザーがダウンロードしたバージョンの管理が難しいことがあげられる。特に GHS 分類結果は毎年更新されていることや、プログラム上にバグがあった場合、間違ったりリスクアセスメント結果を表示してしまう可能性があることから更新機能は必須である。近年のスマートフォンアプリおよび Mac や Windows などの一部のアプリについてはストアを利用した自動更新機能が備わっているが、本アプリケーションのような Classic Windows Form アプリではその機能を自前で用意する必要がある。

そこで更新確認機能を実装した。アプリケーションは、起動時に環境安全管理室のウェブサイト上に設置したバージョン番号が書かれたテキストファイルを読み込み、アプリケーション自身のバージョンと比較する。バージョンが異なる場合には更新のアラートを出し、ダウンロードページを表示するようにした。なお、ネットワークに接続していない PC でアプリケーションを起動した場合には定期的に更新促すアラートを出すようにした。

4. 公開後の状況について

本アプリケーションは学内を除き積極的な一般公開はしていないが、大学等環境安全協議会実務者連絡会⁹等を通じ、関係者へは SNS や会合等で紹介している。

そこで、利用実態についてダウンロード数を調べた。ダウンロード数は環境安全管理室ウェブサイトのアクセスログから推定した。ログ閲覧プログラムではアプリケーションファイル (zip ファイル) へのアクセスログが取れなかったため、ダウンロードページにアクセスしたホスト数について重複を除いて計数し、ダウンロード数とした。集計期間はアプリケーション公開日の 2016 年 7 月 19 日から 2016 年 12 月 1 日とした。

集計の結果を表 1 に示す。全アクセス数は 1,384 アクセスで、そのうち検索エンジンおよび同一ホストからのアクセスを除いたユニークアクセス数は 403 アクセスであった。大学・研究機関のうち、本学のユニークアクセス数は 57 であり、多くの研究室が本アプリケーションを利用してリスクアセスメントに取り組んでいることが考えられた。また、本学以外の大学・研究機関は 54 機関であり、これらの機関では同一機関で数十のユニークアクセスのある期間もあり、本アプリケーションがリスクアセスメント方法として有効に活用されているものと考えられた。

表 1. アプリケーションのダウンロード数

種別	機関数	DL 数
大学・研究機関	55	294
官公庁	3	3
民間企業等	27	29
一般アクセス (プロバイダ)	--	77
合計		403

5. おわりに

化学物質リスクアセスメントの義務化によって、大学はもちろん、多くの企業で法律への対応を行っている。本アプリケーションはその対応方法として有効に活用されていると考えられる。今後は有機溶剤中毒予防規則や特定化学物質障害予防規則等の掲示や、物質ごとの危険有害性表示をグラフィカル表示・印刷する機能等を実装し、教育ツールとしても活用できるように改良したいと考えている。

しかし、はじめにでも述べた通り、本年 6 月の法改正で真に必要なことはリスクアセスメントではなくその後のリスク低減対策であると考えられる。従って、今後はリスクアセスメントツールの提供だけでなく実効性のあるリスク低減対策についても指導・情報の提供をしていきたい。

謝辞

本ツールの開発に当たり、許容濃度の電子データを提供いただきました筑波大学総務部リスク・安全管理課シニアスタッフの柏木保人氏、貴重な情報の提供および助言をいただきました東京工業大学大学マネジメントセンター特任教授の橋本晴男氏、数理ボックスモデルの利用を快諾いただきました元厚生労働省化学物質国際動向分析官の柳川行雄氏、そしてかわいらしいアイコンを作成いただきました総務部リスク・安全管理課の直江かをり氏に深く感謝いたします。

参考文献

- [1] 厚生労働省通知 (基発 0918 第 3 号), 化学物質等による危険性又は有害性等の調査等に関する指針について (2015)
<http://www.mhlw.go.jp/file/06-Seisakujouhou-11200000-Roudoukijunkyouku/0000098259.pdf>
- [2] 中央労働災害防止協会 (2016) 『テキスト化学物質リスクアセスメント』中央労働災害防止協会
- [3] 産業衛生学会, 許容濃度等の勧告 (2016 年度), 産業衛生学会誌 58(5) (2016) 181-212.
https://www.jstage.jst.go.jp/article/sangyoisei/58/5/58_S16001/_pdf

⁹ <http://www.daikankyo-eng.org/public/>

Development of Chemical Risk Assessment Tool

FUJII, Kunihiko^{a)}, NAKAMURA, Osamu^{b)}

^{a)}Division of Risk Management, Department of General Affairs, University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8577 Japan

^{b)}Safety and Health Promotion Office, Kyushu Institute of Technology,
1-1 Sensui-cho, Tobata-ku, Kitakyushu, Fukuoka, 804-8550 Japan

A new Industrial Safety and Health Act have been enforced on June 1, 2016. This law make employers obligatory to evaluate the physicochemical and health risk ascribable to chemical agents. In a general way, aerial concentration of the chemical agent is compared with its exposure limit on the evaluation of the risk on the health problem. But there are many agents that have not been established the method of measuring or the exposure limit. In this case, it should be assessed by estimating hazard and toxicity.

In this report, development of the chemical risk assessment application using control banding and mathematical model is described.

Keywords: Risk assessment, Control banding, Mathematical model

分析部門の取り組みおよび機器の利用例

茅野 尚子 ^{a)}

筑波大学研究基盤総合センター技術室

〒305-8577 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

研究基盤総合センターの分析部門では、個々の研究室や部局では維持が困難な分析装置の共用化の推進と技術支援を行なっている。平成 25 年からはオープンファシリティ推進室の web システムを導入し、共用設備のさらなる利用促進を目指した。また、平成 27 年からは学外利用者の利用の受け入れも開始した。

本稿では web システム導入後の機器の利用状況について報告する。加えて、分析部門における機器の利用例を紹介する。

キーワード: オープンファシリティ、分析機器、共同利用、委託分析

1. はじめに

科学分析において、分析機器は必要不可欠なものである。近年、科学技術の発展に伴い、分析機器も高性能化・多機能化が進み、その分析効率や精度の向上は、研究や教育の発展に繋がることは言うまでもない。しかし、その反面、機器の利用者には、装置の購入費用だけでなく、その後の高額な維持管理費や、分析に関する複合的な知識と経験が必要とされる。このような装置を全て個々の研究室や部局で管理することは、容易ではない。

分析部門は、昭和 51 年に設立（当時：分析センター）されて以降 40 年間にわたり、分析機器を大学の資産として維持管理し、学内の研究従事者や学生への研究・教育支援を行なってきた。平成 25 年度からは、文部科学省の進める設備サポートセンター整備事業により発足されたオープンファシリティ推進室の事業の中核的存在として共同利用・委託利用の促進に努めている。

オープンファシリティとは、筑波大学が保有する研究設備の有効活用を図ることにより、最先端の機器を容易に利用し、研究成果に結びつけることができるようにするシステム¹である。分析部門がこのオープンファシリティ事業と連携することにより、大きく変わった点として、『web システムの導入』が挙げられる。これまでは紙媒体で受け付けてきた、利用申請、機器予約、委託申込など、全て web システムを通すこととなった。

また、平成 27 年度からはこのオープンファシリティを通して、学外からの利用者にも対応できるよう、機器および委託内容の公開を行なった。

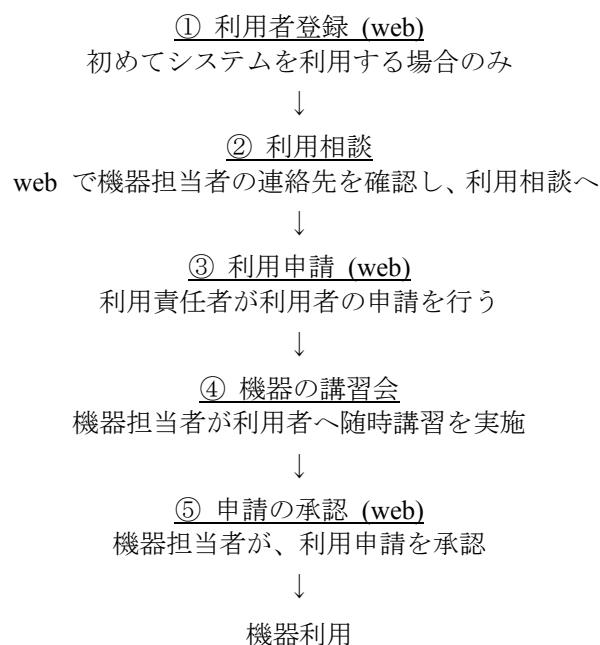
2. 分析部門の利用方法

分析部門には、機器の利用方法として 2 つのパターンがある。機器の取扱講習会を受け、自身で分析を行う「共同利用」と、利用者が作成した試料を技術職員が代理で測定を行う「委託分析」である。ここでは、学内利用者の場合の利用までの流れを紹介する。

（学外の方の場合には別途 HP をご参照ください。²⁾

2.1 共同利用

「共同利用」として分析部門の機器を利用する場合、利用者は主に以下の 5 つのステップを踏む必要がある。



機器の予約は、学内ネットワークを使うことで、随時入力・確認することができる。また、予約確定の都度、利用者と機器担当者に自動メールが配信される。これらの機能により、利用者はリアルタイムで機器の予約を確認することができる。また、機器担当者は、いつ誰がどの装置を使用するのか、随時、把握することができ、機器の管理や利用者へのフォローにも非常に有用である。

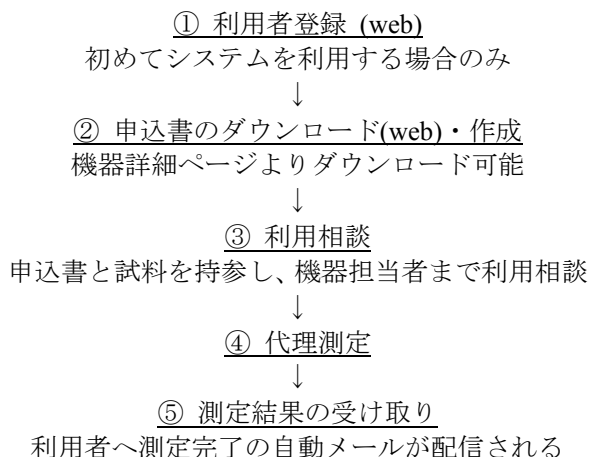
^{a)} E-mail: chino.naoko.gf@un.tsukuba.ac.jp Tel: 029-853-2508.

¹ <https://openfacility.sec.tsukuba.ac.jp/>

² <http://openfacility.sec.tsukuba.ac.jp/public/riyou/>

2.2 委託分析

「委託分析」を利用する場合は、主に以下のよう
なステップである。



利用者は、システムより分析待ち状況を確認することができる。また、機器担当者は利用者が、いつ、何検体の試料を持ってくるのかなどを知ることができる。

以上のように、web システムを使うことにより、利用者と機器担当者の両者が、様々な情報を web から取得・確認できるようになった。

3. 分析部門の利用状況

3.1 学内利用者の利用状況

分析部門は平成 25 年度からオープンファシリティーのシステムを導入している。そこで本項では、システム導入後の分析部門の利用状況について報告する。比較対象の年度として、システム導入前の平成 23 年度と、システム導入から約 2 年半が経過した平成 27 年度の共同利用の利用者情報を用いた。

まず、機器の利用者とその利用責任者（利用負担金振替者）に着目した（表 1）。利用者数はシステム導入前の平成 23 年度（H23）が 391 人であったのに対し、導入後の平成 27 年度（H27）は 467 人であり、平成 23 年度と比較して、約 20%の増加が見られた。また、利用責任者は主に利用者の指導教員に当たることが多いことから、登録された利用責任者数を利用研究室数と考えた。利用責任者数を利用研究室数と考えると、その数は平成 23 年度と比較して、約 1.5 倍増加した。

表 1. 利用者数および利用研究室数

	利用者	利用研究室 (利用責任者※)	利用件数	利用時間
H 23	391 人	73	4,018 件	16,081h
H 27	467 人	110	5,433 件	16,677h

※ 利用責任者数を利用研究室数とみなす

次に、利用者の所属部局に着目した（表 2）。平成 23 年度の利用者の所属は、数理物質系、生命環

境系、医学医療系、体育系、システム情報系の 5 つであった。平成 27 年度も利用者の大半が数理物質系や生命環境系であることに変わりはない。しかし、上記 5 つの部局に加え、芸術系、図書館情報メディア系、附属病院、国際統合睡眠医科学研究機構研究部門の 4 つの部局が新規で加わった。その利用者数は未だ少数ではあるが、オープンファシリティーを通じて、分析部門が、さらに広範囲の系を含む部局で利用されるようになったことが伺える。

表 2. 利用者の所属部局

	H23	H27
数理物質系	256	275
生命環境系	122	165
医学医療系	6	6
体育系	5	5
システム情報系	2	5
芸術系	0	2
図書館情報メディア系	0	1
附属病院	0	6
国際統合睡眠医科学研究機構研究部門	0	2

このように、利用者数や利用研究室数の増加だけに留まらず、利用者の所属部局が拡大していることから、大学内の多くの組織において、機器の共同利用が求められていることが分かった。また、オープンファシリティーを通じて、広く、分かりやすく機器が公開されることによって、その効果はさらに広がっている。

3.2 学外利用者の利用状況

平成 27 年度からは、随時、学外の共同利用・委託利用の受付が開始されている。平成 28 年 11 月時点で、15 の企業・大学および研究機関からの利用があった。これまでの共同利用、委託利用を合わせた総利用件数は 63 件であり、利用時間にして 317 時間程度の利用があった。利用者の多くが茨城県内または茨城近郊からの利用者である。

以下に一覧として示す機関において、14 機器の共同利用と 3 機器の委託利用があった（表 3）。

表 3. 学外利用者の所属機関と利用件数

	H27 年度	H28 年度
化学メーカー	19	16
食品メーカー	0	5
製紙メーカー	1	1
印刷メーカー	3	3
国立・私立大学	3	6
研究機関	5	0
その他	0	1

以上のことから、機器の共同利用や委託分析は学内だけでなく、学外機関からも需要があるということが分かった。

今後も学内外からの幅広いニーズに対応できる体制を維持したい。

4. 共同利用機器および委託分析の利用例

4.1 共同利用機器と委託利用の種類

分析部門には現在、学内向けに共同利用可能な機器として 24 台の装置と、委託利用可能な装置が 5 台登録されている。さらに学外向けには、共同利用可能な装置として 23 台、委託利用が可能な装置が 11 台登録されている (表 4)。

表 4. 共同利用機器・委託利用一覧

略称	学内		学外	
	共同※ ¹	委託	共同※ ¹	委託
NMR600	○	○	○	○
NMR500	○	○	○	○
NMR400	○		○	
ESR	○		○	
GCMS	○		○	
ICP-MS	○		○	○
MALDI	○		○	
ESI	○		○	
EPMA	○		○	○
高輝度 X 線	○			
SPM	○		○	
共焦点	○		○	
FT-IR	○		○	
UV	○		○	
蛍光分光	○		○	
デジタル旋光	○		○	
ICP-8100	○		○	○
ICP-7300	○		○	○
原子吸光	○		○	
熱分析	○		○	○
電気化学	○		○	
動的光散乱	○		○	
比表面積	○		○	○
元素分析※ ²		○		○
元素分析※ ³		○		○
アミノ酸		○		○

※ 1. 共同利用、※ 2. C, H, N のみ、※ 3. S, Br, Cl, I

次項では、上記の分析機器のうちいくつかの機器において、利用例を紹介する。

4.2 NMR の利用例

核磁気共鳴装置 (NMR) とは、原子核の核磁気共鳴を利用して、物質の構造や状態を非破壊で分析できる装置である。(図 1) 分析部門には 3 種類の NMR が設置されており、それぞれ、600MHz、500MHz、400MHz の磁場を持つ。主に分子構造解析や未知の化学物質の同定に利用されることが多い。

この機器が活躍する分野は非常に広く、有機化学・無機化学・生化学・製薬・新素材・石油化学など多岐にわたる。分析部門でも NMR は例年、利用率が一番高い装置である。



図 1. 左から NMR500, 600, 400

4.3 ICP 発光(8100,7300), ICP-MS の利用例

分析部門には、2 台の誘導結合プラズマ発光分光分析装置 (ICP-8100 と 7300)、1 台の誘導結合プラズマ質量分析装置 (ICP-MS) が設置されている。(図 2) これらの装置は、高周波誘導結合プラズマに試料を導入した後、発光分析では、励起された発光を検出し、質量分析では、イオン化させた原子を質量分析計に導入して定量を行っている。

ICP-8100 はシーケンシャル型と呼ばれ、波長分解能が高く、土壌抽出液等の高マトリックスの試料の測定に適している。ICP-7300 はマルチ型と呼ばれ、多元素を一度に測定することができる利点がある。

ICP-MS は、測定可能な濃度範囲が ppm から ppt まで幅広く、ICP 発光では検出が難しい微量元素の測定も可能である。加えて、多元素同時測定や同位体比の測定も可能である。利用例としては、飲料水の重金属汚染分析や医薬品の不純物の検出などが挙げられる。

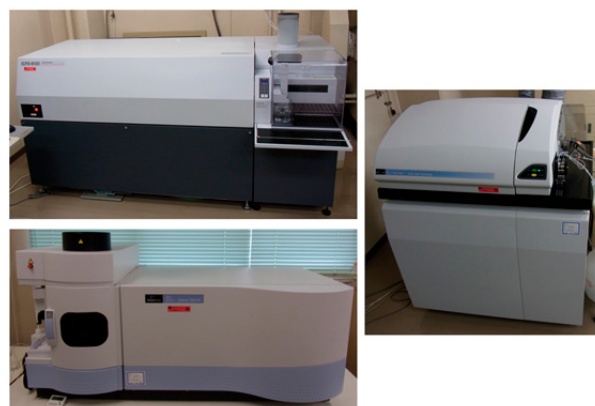


図 2. ICP-8100 (左上), ICP-7300 (左下), ICP-MS (右)

4.4 EPMA の利用例

電子プローブマイクロアナライザー (EPMA) は、個体試料の表面に電子線を照射し、SEM 像を観察しながら、発生した特性 X 線の波長と強度を測定し、非破壊で微小部位の元素分析を行うことができる装置である。(図 3) また、EPMA は WDS であり、EDS や EDX と比較して、波長の分解能が優れており、微量の元素であっても正確な定量分析を行うことができる。本装置は FE の電子銃を搭載している為、タングステンの電子銃と比べ、電子線を細く絞ることが可能である。これにより更に微小な領域の分析や観察を行うことが可能である。

分析部門では、合金や岩石、土壌切片に含まれる元素の検出と分析に用いられることが多いが、その他、生物試料の分析にも用いられる。

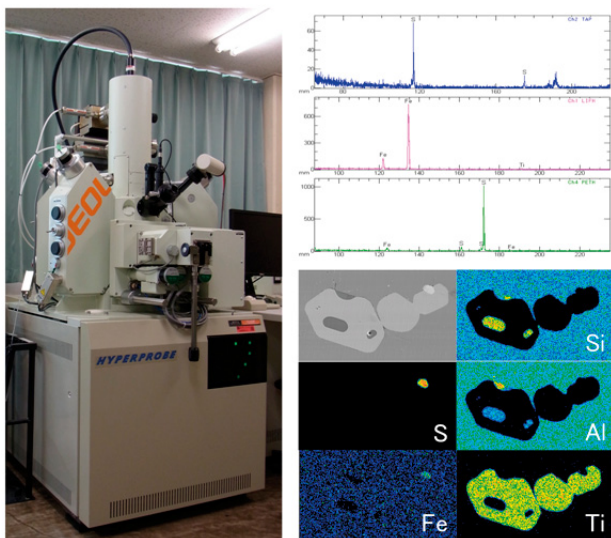


図 3. EPMA とその分析例

4.5 SPM の利用例

走査型プローブ顕微鏡 (SPM) とは、探針と試料の間に作用する様々な物理量を検出し、3 次元的な表面形状の観察や物性分析を行う装置である。(図 4) 常に探針と試料を接触させ、形状像や摩擦像を同時に取得できる AFM や、間欠的に試料と接触させることで、柔らかい試料の形状像を取得する DFM の機能がある。その他、電流同時 AFM、SSRM、KFM、

MFM 等の機能も有している。さらに、液中、真空、温湿度などの環境制御も可能である。

分析部門での利用としては、主に AFM、DFM であり、電極表面や薄膜などの表面観察のために用いられることが多い。

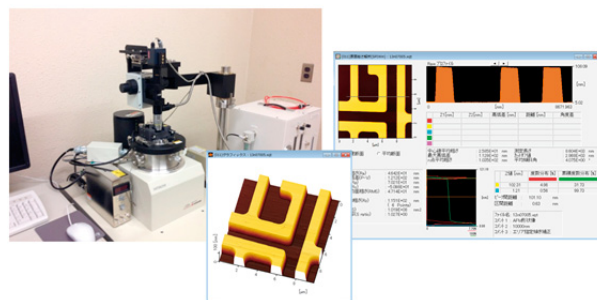


図 4. SPM とその分析例

5. まとめ

高性能化・多機能化が進む分析機器の管理には、高額な維持費や専門的な知識と経験が必要とされることが少なくない。このような背景から、各分析機器の専門的知識を有する技術職員が適切に分析機器を管理している分析部門のような共用設備の需要は、以前にも増して大きくなっている。文部科学省の設備サポートセンター整備事業により、分析機器の共用化が推進されていることから、分析部門の果たす役割は期待・注目度が高いものである。

共用設備の需要や期待が増していく中、利用者の要望も多様になっていくと考えられる。それらに対応すべく、技術職員は適切な機器管理と知識・技術の向上に努めなければならない。そして、より多くの利用者に、分析部門を利用できて良かったと言ってもらえるよう、研究・教育の発展に貢献していきたい。

謝辞

本報告にあたり、研究基盤総合センター長 新井達郎教授および、研究基盤総合センター副センター長 中谷清治教授に深く御礼申し上げます。また、オープンファシリティ推進室の青木克裕様、佐々木絢子様、大吉達也様には日頃より分析部門のサポートをして頂いておりますこと、深く感謝申し上げます。

Activities of Chemical Analysis Division and Example of Research Support by Open Facility System

Naoko Chino

Technical Service Office for Research Facility Center for Science and Technology, University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8577 Japan

Keywords: Open Facility, Analysis Equipment, Shared Use, Job Request

式根島ステーションを拠点にした海洋酸性化研究の展開

土屋 泰孝、佐藤 壽彦、品川 秀夫、柴田 大輔

筑波大学下田臨海実験センター

〒415-0025 静岡県下田市 5-10-1

概要

下田臨海実験センターの研究グループは、2015年に伊豆諸島の式根島において、海底から二酸化炭素(CO₂)が湧き出しているCO₂シープを発見した。CO₂シープは、海洋酸性化が進んだ環境であると考えられ、酸性化が海洋生態系に与える影響を調べることができる環境として、世界中で大いに注目されている。当センターでは、式根島にステーションを設け、CO₂シープの詳細な研究を行っている。

キーワード : CO₂ シープ、海洋酸性化、式根島、地球化学

1. はじめに

CO₂の増加が地球温暖化を引き起こすことは広く知られているが、近年大気に放出されたCO₂の一部が海に吸収されて起こる海洋酸性化も注目されている。CO₂が海に溶け込むことによって、海水のpHが低下し、最近のpHの低下は過去1億年の中でも最大であると予測されている。pH低下が海洋生態系に及ぼす影響を明らかにすることは、CO₂増加によって海洋酸性化が進行した将来の海を知る上で非常に重要である。下田臨海実験センターの研究グループは伊豆諸島の式根島でCO₂シープを発見し^[1]、これは世界で4か所目であり、温帯太平洋では世界初のCO₂シープである(図1)。式根島では御釜湾と足付海岸の2か所でCO₂の噴出が確認されており、これまでの調査からどちらも海洋酸性化の研究に有用であることが明らかにされている。

遠隔地での研究は、長期滞在ができない、機器を持ち込めない、サンプルの運搬に時間がかかってしまうなど、詳細なデータを得るために不可欠な部分で制約を受けることが多い。そのため、当センターでは式根島に研究および宿泊施設を兼ね備えたステーションを立ち上げ(図2)、海洋酸性化に関する様々な研究に乗り出している。また、日本の研究施設のみならず、イギリスやイタリアなど海外の研究者との国際共同研究も始まっている。

2. 研究

2.1 船舶を利用した調査

下田臨海実験センターから研究調査船「つくばⅡ」で式根島に行く場合もあり、調査地点に直接向かって潜水調査などを行う(図3)。また、ステーションへの機器等の運搬も迅速に行うことができ、スムーズな調査が可能である。また、和船「あかね」を用いてpHの測定、採水を調査地点で網羅的に行うことで、調査地点のpHの変動をマッピングした。

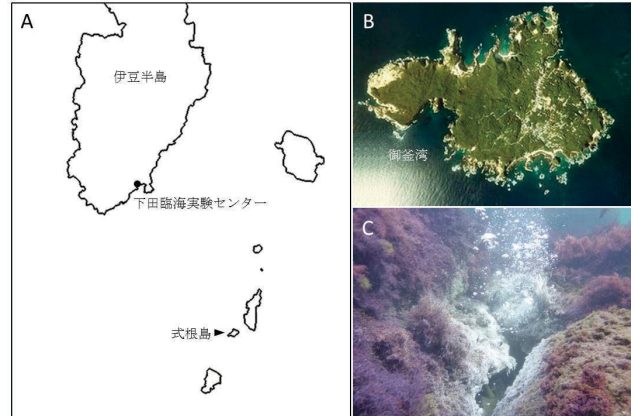


図1. A : 式根島の地図. B : 式根島. C : CO₂の噴出.



図2. 式根島ステーションの開所式.



図3. 「つくばⅡ」を用いた潜水調査.

さらに、研究地点とコントロール地点で同時刻の状況を比較する場合に、「つくばⅡ」と「あかね」の両方で調査を行うことで、2地点で同時に同様の調査を遂行することも可能である。



図 4. スキューバ潜水によるセンサー取り付け用の檣の設置。

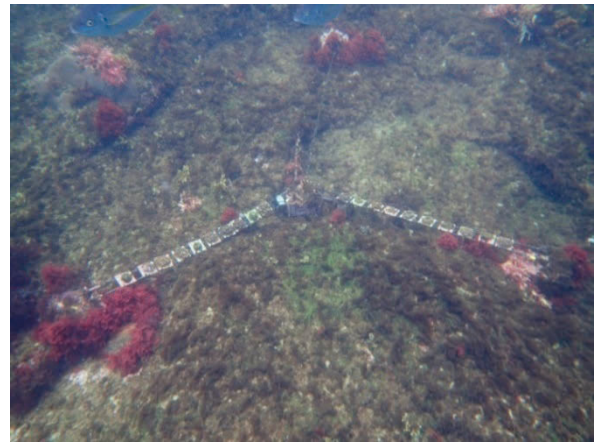


図 5. 御釜湾に移植されたサンゴ。

2.2 潜水およびシュノーケリングによる調査

実験群とコントロール群で定期的に pH や水温等の変化をモニタリングして比較することは、海洋酸性化の状況を把握する上で重要である。そのため、檣状の土台を作成し、それに各センサーを取り付け、スキューバ潜水により海底に設置した。岩盤への固定は、水中用ドリルで岩盤に穴を開け、アンカーボルトによって行った(図 4)。定期的にセンサーを回収し、データ抽出を行っている。

また、酸性化がサンゴに及ぼす影響を調べるため、プレートに接着したサンゴを両地点に移植したこと(図 5)や、付着板を固定して付着生物の調査などを行った。

海底の状況を比較するため、チェイントランセクト、およびポイントインターセプトランセクトによる海底起伏の調査やキャノピーの高さの調査も行った。生物相の調査も始まっており、両地点において魚類個体群の調査や、コドラートを用いたフジツボなどの生物群集の調査も行っている。

The development of ocean acidification research using the station on Shikine Island(Japan)

Yasutaka Tsuchiya, Toshihiko Sato, Hideo Shinagawa, Daisuke Shibata

Shimoda Marine Research Center, University of Tsukuba,
5-10-1 Shimoda, Shizuoka, 415-0025 Japan

A research group from the Shimoda Marine Research Center has located a natural CO₂ seep on the island of Shikine, suitable for ocean acidification research. Although other seeps have been located in the world, this site represents the first to be situated in the temperate Pacific Ocean. The marine ecosystems at this site have had a lifetime of exposure to elevated levels of CO₂ allowing the research group to study them under natural conditions. The seeps also provide a unique opportunity to study how natural marine ecosystems may adapt and how organisms may acclimatise after life-long exposure to high CO₂. The station was set up on Shikine Island specially in order to allow the research group to utilise this valuable resource for researching the effects of ocean acidification. The research group, along with collaborators from around the world, are currently using a combination of field surveys and *in situ* experiments in order to understand the effects of rising CO₂ levels on marine ecosystem.

Keywords: CO₂ seep, Ocean acidification, Shikine Island, Geochemistry

3. まとめ

CO₂の増加が続くことで、未来の海では CO₂が海水に溶け込み pH が低下し、酸性化が進むことが考えられる。式根島の CO₂シープは、酸性化が進んだ未来の海を想定することができる。そのため、その周辺の生態系全体に対する海洋酸性化の影響を自然条件下で調べることで、生態系を構成する生物種の増減や絶滅の危険性などを予測することが可能になる。以上のように、式根島の CO₂シープは地球規模での海洋酸性化の影響解明に大きく貢献でき、そこに位置する式根島ステーションは、今後もそれらの研究において中心となる施設であり、様々な研究に柔軟に対応できることが必要である。

参考文献

- [1] S. Agostini, S. Wada, K. Kon, A. Omori, H. Kohtsuka, H. Fujimura, Y. Tsuchiya, T. Sato, H. Shimagawa, Y. Yamada, K. Inaba, Geochemistry of two shallow CO₂ seeps in Shikine Island (Japan) and their potential for ocean acidification research, *Regional Studies in Marine Science*. 2 (2015) 45-53.

つくば臨床医学研究開発機構（T-CReDO）中央管理ユニットの紹介

— 研究事務局の視点から —

小野瀬恵里子、田畑美奈子

筑波大学医学医療系技術室

〒305-8575 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

つくば臨床医学研究開発機構（Tsukuba Clinical Research & Development Organization, T-CReDO）中央管理ユニットでは、筑波大学医学医療系及び附属病院において実施される医師主導臨床試験、医師主導治験等の実施を各方面から支援しています。今回、臨床研究と T-CReDO に関する簡単な説明と、多施設共同臨床試験の支援実施内容を筆者らが担当する業務を中心にして紹介し、展望を述べます。

キーワード： T-CReDO、研究事務局、多施設共同臨床試験

1. 臨床研究および治験、臨床試験とは

医学の進歩のためには人を対象とする臨床研究を実施し、医薬品や医療機器の安全性と効果・治療方法などの科学的根拠（Evidence-Based Medicine：EBM）を検証していく必要があります。臨床研究の中でも、何らかの介入を行い、医療における疾病の予防方法、診断方法及び治療方法の改善、患者の生活の質の向上などを目的として実施する研究が臨床試験です（図 1 参照）。臨床試験は、臨床研究の中でも人を対象として、ある特定の医学的条件に合致する将来の患者に対して最適な治療法を明らかにするために実施する計画的実験です。治験は、臨床試験の中でも医薬品の製造（輸入）承認または承認事項の一部変更を申請するために実施するものです。医師主導治験と企業主導治験があります。臨床研究中は、被験者の人権の保護、安全の保持及び福祉の向上に対する配慮が、科学的および社会的利益よりも優先されます。ニュルンベルク綱領、ヘルシンキ宣言、ベルモントレポートなどをはじめ、数々の倫理指針が出されています。わが国内で治験を実施する際には、「医薬品の臨床試験の実施の基準：Good Clinical Practice（GCP）省令」、臨床試験を実施する際には「人を対象とする医学系研究に関する倫理指針」に従うことが求められています。^[1]

実施には、研究者によるリサーチクエスションの確立と実施体制として、「GCP 省令」や「人を対象とする医学系研究に関する倫理指針」などの関係法令、試験デザインやプロトコルの作成、各種委員会の設置、研究資金の確保、研究協力施設の選定、被験者のリクルート、モニタリング、データマネジメント、生物統計学、記録の保管、監査などの専門知識と技術支援が求められています。

2. 日本の臨床研究の現状

医療の質の向上に資する臨床研究は医学系研究の中でも重要な研究領域ですが、わが国では基礎研究と比較して重要視されて来ませんでした。2008 年から 2011 年までの 4 年間における主要論文への掲載数で評価した国際比較によると基礎研究は世界第 4 位ですが、臨床研究は第 25 位であり、日本の臨床研究には非常に大きな課題があります。^[2]

そこで、文部科学省、厚生労働省において臨床研究を推進することの重要性が認識されると共に臨床研究活性化の取り組みが進み、全国の主要医療機関・大学において臨床研究の基盤である支援体制が整備されつつあります。



図 1. 臨床研究とは

3. つくば臨床医学研究開発機構（T-CReDO）の組織について

T-CReDO は、医学医療系と附属病院が協同し、主に企業主導治験を支援してきた附属病院の旧臨床研究推進・支援センターと主に医師主導臨床試験や医師主導治験を支援してきた医学医療系の旧次世代医療研究開発・教育統合（Critical Path Research and Education Integrated Leading, CREIL）センターを統合再編して平成 27 年 6 月 1 日に設立されました。医療技術に関する研究成果の育成と臨床開発等実用化に向けた支援、臨床試験等の実施の支援、医療技術の開発を目指す若手研究者の育成や臨床研究に関わる研究者の生涯教育・研修の実施などを、本学の他学系を含む研究組織及び筑波研究学園都市を中心とする国立研究開発法人・製薬会社の研究所などと協同して取り組んでいます。以下に T-CReDO の組織図を示します（図 2）。

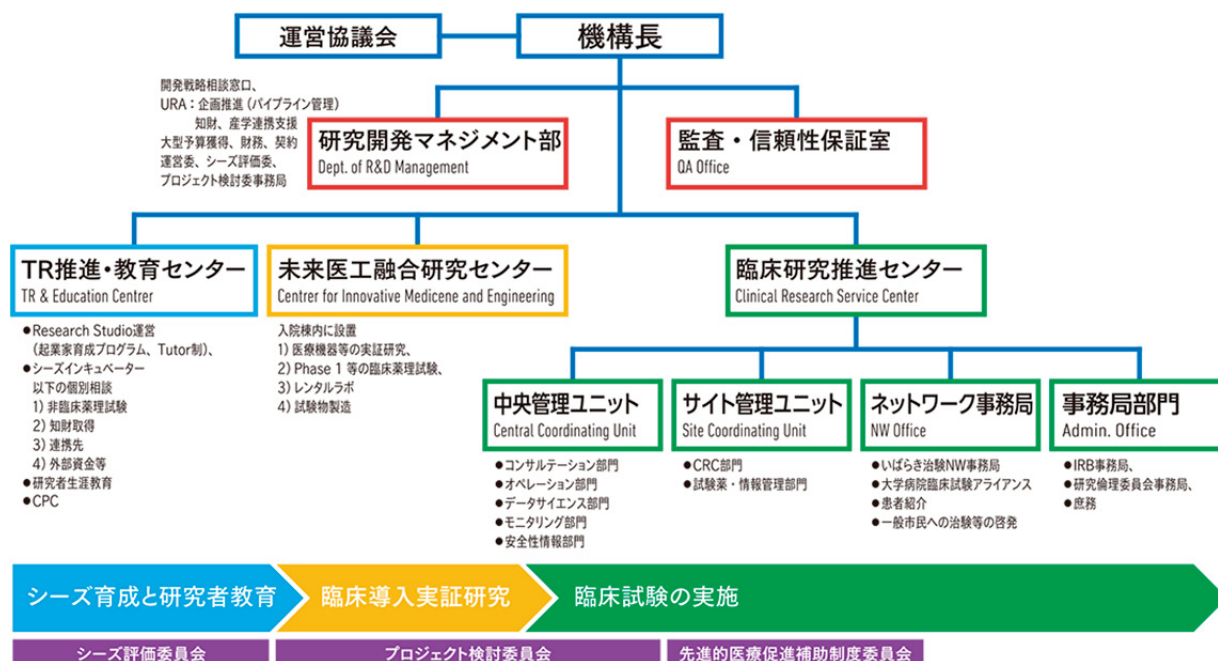


図 2. T-CReDO 組織図

4. 中央管理ユニットの部門紹介と業務内容について

中央管理ユニットでは他の部門と連携しながら、主に医学医療系の教員を研究責任者として実施する全国規模の多施設共同試験から単施設の臨床試験および医師主導治験まで多様な試験を運営・管理し、弾力的に支援しています。中には、他施設の医師を研究責任者とする多施設共同試験の運営・管理のみを支援するプロジェクトもあります。

中央管理ユニットには、製薬企業などでの研究開発経験者、データ解析専門家である生物統計家、治験コーディネーター（CRC）、理学療法士など、臨床研究の経験が豊富で多様なバックグラウンドを持つ教員 4 名と職員 11 名が在籍しており、お互いに尊重しあい、業務を分担・連携して、プロジェクトの計画から管理、高品質なデータ収集と解析を実施し、旧 CREIL 時代から数えると 80 以上のプロジェクトを支援しています。^[3]

4.1 コンサルテーション部門

コンサルテーション部門では、研究実施計画を立てる段階において、診療上の疑問であるクリニカルクエスチョンをより具体化・明確化したリサーチクエスチョンに構築するための助言などをします。研究プロジェクトの開発および薬事戦略、臨床研究のプロトコル作成などに関するコンサルテーションを行います。

4.2 オペレーション部門

プロジェクトマネージャーを中心として、プロジェクトの進捗管理、施設対応支援、委託研究契約・資金管理など、プロジェクトの運営に関する業務を支援します。各プロジェクトの研究事務局は、事務的な実務を担当しています。

4.3 生物統計部門

プロジェクトの統計解析および、統計家の視点からのプロトコル作成を支援します。生物統計解析に関する相談を受け、研究デザインやサンプルサイズ的设计、評価項目の選定などを助言します。

4.4 データマネジメント部門

プロジェクトのプロトコル作成、電子症例報告書（EDC:Electronic Data Capture）の開発、データマネジメントやデータの保管、解析用データセットの作成などを支援します。また、データ管理に関する相談を受けています。

4.5 モニタリング部門

支援プロジェクトの品質管理と保証のためにモニタリングを実施し、プロトコルからの逸脱・不正が無いかを確認し、逸脱・不正が見つかった場合は改善を要求します。また、モニタリング方法に関する相談を受けています。

4.6 安全情報部門

支援プロジェクトの安全性情報管理を行います。研究期間中に発生した、重篤な有害事象の報告の管理や報告書の保管をします。

5. 多施設共同臨床試験とは

大規模な臨床試験は数多くの患者を対象として、多施設共同で同一プロトコルに基づいて実施されます。単施設で実施する臨床試験と異なり、研究責任者はプロトコルを作成後、先ず研究参加施設を広くリクルートする必要があります。全国から、その試験に該当する患者が集まると予想される医療機関の医師に対して研究計画の説明をし、研究への参加協力を

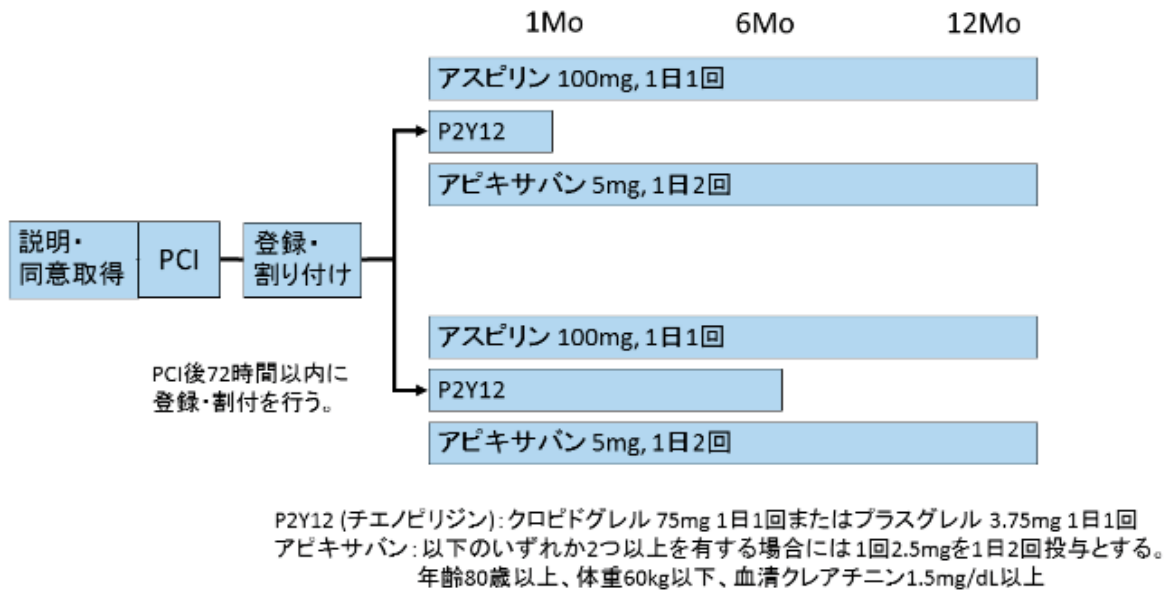


図 3. SAFE-A 研究デザイン

依頼します。

全国の医療機関と同一プロトコルで実施することで生じる雑多な研究事務局業務も、T-CReDO 中央管理ユニットにおいて支援しています。

6. SAFE-A 研究事務局の業務内容

研究事務局の業務内容を「心房細動を合併する冠動脈疾患症例に対するアピキサパン併用下 DAPT 投与期間に関する医師主導臨床研究 (SAFE-A)」というプロジェクト支援を例に紹介します。

6.1 SAFE-A study について

SAFE-A study の研究代表施設は本学の循環器内科、研究資金提供者は外資系の製薬会社、全国から合計 72 施設の医療機関が参加しています。目標症例数は 600 例、研究期間はおよそ 30 カ月、研究デザインは多施設前向き無作為化オープンラベル比較試験の大規模医師主導型多施設共同臨床試験です。既存薬の組み合わせにより安全で有効な治療法を見出すことを目的としています。

心房細動 (AF) を合併している患者の冠動脈の血行を再建するために冠動脈の狭窄部位を拡張する術法である経皮的冠動脈インターベンション (PCI) 後の治療は、抗血小板薬 [アスピリン+ (クロピドグレル or プラスグレル)] の 2 剤併用療法 (DAPT) + 経口抗凝固薬の 3 剤併用療法を、6 カ月間実施することが推奨されています。しかしこの推奨は、出血リスクと虚血性イベント発生の抑制とのバランスを適切に反映しているのか、アピキサパンという新規経口抗凝固薬を使用した場合、DAPT 期間を 1 カ月に短縮した方が、出血リスクを抑え、心筋梗塞、

脳卒中、全身塞栓症の発生を抑制するなど安全で、有効性を保てるのではないかとこの研究デザインが作成されました。年齢、性別、病気のタイプやこれまでの治療歴などをもとに決められた参加基準に沿った患者に対して、研究の内容を説明し、文書による同意を得られた患者のみが被験者となります。研究者は PCI 治療後、1 年間、通常の外来診察・治療に加えて指定された服薬状況の確認、血液検査所見、有害事象、出血性合併症などの評価項目を観察・記録し EDC に入力します。研究期間中あるいは終了後、被験者に副作用などの健康被害が起こった場合は速やかに診察と治療が受けられます。また、安全確保のために研究者の判断で研究を中止したり、被験者の意思で研究参加への同意を撤回することが可能です。^[4]

研究事務局の業務は研究代表者の指示のもと、プロジェクトの進捗と研究費の管理を中心に支援します。図 3 に SAFE-A study の研究デザインを、図 4 に研究開始までに研究事務局が実施する主な支援業務を示します。

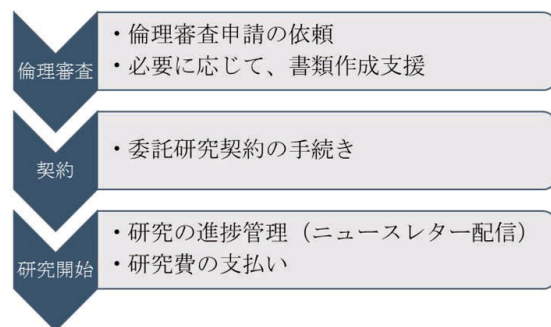


図 4. 研究開始までの主な事務局業務

	研究施設	倫理審査用資料送付	←に対する反応	倫理委員会承認連絡	倫理審査結果通知書の受領	契約手続開始	契約書合意	説明文書同意書受領	EDCアカウント登録完了	研究資料送付	登録開始
1	A病院	2015/9/7		2016/3/16	2016/3/24	2016/3/18	2016/3/22	2016/3/24	2016/4/25	2016/3/24	
2	B病院	2015/9/7	2015/10/5	2015/10/5	2015/10/9	2015/10/6	2015/10/14	2015/10/19	2015/11/30	2015/11/20	2016/2/19
3	C病院	2015/9/7		2015/9/18	2015/9/29	2015/9/24	2015/10/1	2015/10/22	2016/1/13	2015/11/20	
4	D病院	2015/9/7	2015/9/9	2016/2/26		2016/2/29		2016/10/14			
5	E病院	2015/9/7			2015/10/23	2015/10/23	2016/1/27	2015/10/23	2016/3/30	2016/3/29	2016/6/29
6	F病院	2015/9/7			2015/11/9	2015/11/9	2015/11/20	2015/11/27	2015/12/11	2015/12/3	2016/4/6
7	G病院	2015/9/7		2016/3/29	2016/4/15	2016/3/29	2016/4/4	2016/4/15	2016/4/18	2016/4/18	2016/7/12
8	H病院	2015/9/7			2015/11/24	2015/11/24	2015/11/25	2015/11/25	2015/12/11	2015/11/27	2016/7/14
9	I病院	2015/9/7	2015/12/3	2016/3/17	2016/3/28	2016/3/18	2016/3/28	2016/4/13	2016/4/5	2016/4/14	2016/8/9
10	J病院	2015/9/7		2015/11/6	2015/11/12	2015/11/12	2015/11/12	2015/11/12	2015/11/30	2015/11/20	2016/5/26
11	K病院	2015/9/7			2016/1/5	2015/12/17	2015/12/17	2016/1/18	2016/1/26	2016/1/20	2016/10/28
12	L病院	2015/9/7	2015/9/15		2015/10/8	2015/10/13	2015/10/14	2015/10/9	2015/11/25	2015/11/20	2016/5/27
13	M病院	2015/9/7			2016/1/12	2015/12/11	2015/12/18	2016/1/12	2016/1/20	2016/1/13	2016/4/5
14	N病院	2015/9/7	2015/10/23		2015/11/25	2015/11/25	2015/12/1	2015/12/8	2016/1/13	2015/12/10	
15	O病院	2015/9/7		2016/3/7	2016/3/9	2016/3/1	2016/3/7	2016/3/18	2016/4/6	2016/3/18	2016/5/18
16	P病院	2015/9/7	2015/10/30		2015/12/25	2015/12/25	2016/1/4	2015/12/28	2016/1/26	2016/1/7	
17	Q病院	2015/9/7	2015/10/2	2015/10/2	2015/10/13	2015/10/5	2015/10/13	2015/10/23	2015/11/30	2015/11/20	2016/4/13
18	R病院	2015/9/7		2015/10/7	2015/10/14	2015/10/14	2015/10/19	2015/10/20	2015/11/30	2015/11/20	2016/10/11
19	S病院	2015/9/7	2015/9/10		2015/11/25	2015/11/25	2015/11/26	2015/11/25	2015/12/14	2015/11/27	2016/1/7
20	T病院	2015/9/7		2015/11/10	2015/11/12	2015/11/12	2015/11/24	2015/11/12	2015/12/24	2015/11/27	2016/9/20

図5. SAFE-A study進捗管理票

6.2 キックオフミーティング・研究会の開催支援

多施設共同臨床試験においては、開始時期に合わせてプロジェクトの概要や目的、日程、研究費、管理方法などを周知し、プロジェクトの成功を導くために協力体制を強化し、参加施設を支援するためにキックオフミーティングを開催します。研究者が集まりやすい学会学術集会などを利用して「関連会議」という枠組みの中で開催されます。研究開始後も、進捗の中間報告や研究開始後に生じる問題点や質疑に答えるため研究会の実施を支援します。研究参加施設の研究者に、開催のお知らせ、出欠の確認、当日の機器の予約、軽食の手配、配布資料の準備等を支援しました。

6.3 研究参加施設の倫理審査申請の依頼

研究開始前に研究参加施設は、先ずそれぞれの医療機関内に設置されている「倫理審査委員会」において、研究実施の可否について倫理的・科学的観点から審査を受ける必要があります。筑波大学附属病院における倫理審査の承認を受けた後、研究参加施設の研究責任者に対して、倫理審査申請に必要なプロトコル、患者説明文同意書・同意撤回書の見本、本学の倫理審査承認書の写し、臨床研究保険証書の写しなどの資料を送付し、申請手続きの実施を依頼します。提出書類作成が膨大、煩雑であるため、研究施設によって手続きが進まない場合や支援の依頼があった場合は提出書類作成の支援をしました。

6.4 委託研究契約締結について

本学と研究資金を供与する製薬会社との間で共同研究契約を締結します。参加施設に対しては、それぞれ倫理審査承認後、本学との間で委託研究契約締結の手続きを進めます。研究経費の支払い方法、機密保持・個人情報の取り扱い、重篤な有害事象の発生、健康被害の補償と賠償、研究成果の帰属と公表、

記録等の保持、損害賠償などの内容を記載した、委託研究契約書（案）を参加施設の契約担当部門に提示し、双方において契約内容に合意を得るまで交渉します。T-CReDO 研究開発マネジメント部と連携を取り、本学の分任契約担当役を附属病院長として交渉を進めました。

6.5 症例ファイルについて

症例ファイルとは、研究に使用する資料や書類等を1つのファイルに綴じ込んだものです。ファイルの構成は、研究実施計画書、研究デザイン・スケジュールの図、有害事象報告フロー図と報告書の書式及び報告書（例）、薬剤添付文書、SAFE-A study Q&A 集、EDC システム操作説明書・EDC 入力上の注意、スクリーニング名簿、患者説明文書・同意書、スクリーニングシート、ワークシート、同意撤回書などです。

6.6 研究進捗管理と促進について

72 施設の医療機関が同じプロトコルで研究するとなると、施設毎の進捗度には大きな差が出てきます。そこで、施設毎の研究の進捗管理を徹底し、プロジェクトに遅れが出ない様に、遅れが見られる施設には、電話やメールで連絡を取り、必要な施設には適した時期に最適な支援を実施していくことが重要です。図5に進捗管理票の一部を示します。

6.7 研究参加施設への連絡（ニュースレター配信など）

研究参加施設の研究者と研究協力者に対して、定期的にニュースレターを作成し、配信しました。主な目的は、研究の促進と品質の確保です。内容は、研究の進捗状況の報告や安全性情報、研究実施上の注意事項等を中心とした構成としています。他施設の進捗状況を知るとは、研究者にとっては良い刺激となり、モチベーションアップにつながると期待しています。モニタリング部門と連携し、研究の品

質の確保のため、ある施設で起こったプロトコル逸脱例などをいち早く全施設で共有し、同様の逸脱が起こることを未然に防ぐことを目的とし、ニュースレターに掲載しています。研究の進捗の節目には、研究代表者からの挨拶等を不定期に配信しています。

6.8 研究の安全性の確保について

有害事象とは、試験薬などの投与を受けた患者・被験者に生じたあらゆる好ましくない医療上の出来事を指し、試験薬・試験機器との因果関係は問いません。中でも、重篤な有害事象とは、①死亡・死に至るもの、②治療のための入院または入院期間の延長、③永続的または顕著な障害・障害の恐れ、④先天異常を来たすもの、⑤その他医学的に重要な状態と判断されるものであり、研究参加施設から重篤な有害事象の発生報告が挙げられた場合、プロトコルに応じた対処を指導・支援します。また、発生した重篤な有害事象を定期的に効果安全性評価委員会へ報告し、「研究継続の是非」の検討を依頼し、全研究参加施設に対しても重篤な有害事象報告をメールにて配信し共有しました。

6.9 研究費の管理について

本学とスポンサーである製薬会社との間で、共同研究契約書を締結し、研究費の供与を受けています。多施設共同臨床試験の研究参加施設と本学との間で、子契約となる委託研究契約書を締結します。これら、2種の契約書の内容に基づいて附属病院総務部企画管理課と連携し、研究費の管理を実施します。研究費は、マイルストーン支払（研究の進捗の節目ごとに請求）と請求書に応じた支払い（契約書に記載された特化した用途に限る）の2つに分かれています。研究費の請求時期に資料を整え、T-CReDO 研究マネジメント部と連携し請求手続きを実施します。研究参加施設に対しては、研究の進捗に応じて、半年ごとに各医療機関に研究費の支払いの手続きを実施します。

7. 工夫したことについて

研究事務局の業務において、患者登録数の伸び悩み（研究の遅延）への対処が最も大きな課題です。研究開始の準備が整っているにも拘らず、研究が進まない医療機関に対して、アンケートを実施し、研究の実施が遅れている原因を調査しました。主な理由として、「該当する症例がない」「診療業務、他の研究などが多忙」「研究支援者がいない」が挙がりました。医療機関の1つの診療科、研究医師において、複数の臨床試験、治験に参加しているケースも多く、研究者は、診療・教育という業務があり多忙である中で、本プロジェクトに対するモチベーションを高く保ってもらふ工夫が必要です。ニュースレターを毎週1回定期的に配信し、常にプロジェクトを意識してもらえるように、また研究がスムーズに進むように、提案・お願いをしました。その中で、ニュースレターに「返信」する形で、問い合わせや

支援の依頼を受け、こまめな連絡が研究者の支援に繋がることを実感しました。また研究者は多忙なので、電話連絡をすることを躊躇してしまうことがありますが、電話での対話が「問題解決につながる。」ことを多く経験しました。

新たな研究参加施設のリクルートと研究の支援のために、研究者が参集する学術集会において、SAFE-A study ブースを設置し、ポスターを掲示し、興味がある様子の研究者に研究概要の説明と資料配布を実施しました。

8. 今後の課題と展望について

SAFE-A 研究事務局では研究参加施設の倫理審査申請における提出書類作成の支援を実施しました。本来は自施設で対応すべき業務ですが、医療機関毎の研究者の臨床試験の経験と実績は様々であり、多忙を極める医師による研究のスムーズな進捗のためにやむを得ない支援だと考えました。そのためにも、研究事務局の業務を遂行する上で、必要な知識とスキルの習得などに精進する必要があります。「人を対象とする医学系研究に関する倫理指針」、「GCP 省令」など各種省令や法令は、改訂され続けるものであり、常に改訂点を業務遂行においてアウトプットしていくことが求められます。筆者らは、職歴として臨床研究に関わる業務の経験が浅いので、まずは、中央管理ユニット内のスタッフに信頼されるように、また遅滞なくスピーディーな業務を遂行できるように、さらなる専門的な知識などを身につけることが重要であると考えています。

また、T-CReDO の今後の課題として、筑波大学内で開催する臨床研究の実施に関する研修の充実と機会の拡充がなされて、研究者の育成が強化されることも急務と感じています。また、医師はEBMに基づいた医療を実施する立場であると同時に、EBMを構築していく立場でもあるので、医学類のカリキュラムにおいても、臨床研究に関して系統的に学ぶ機会があることが必要ではないかと感じています。

T-CReDO 中央管理ユニットに対する全国の大学・医療機関、製薬会社など第三者から信頼を得ることも重要な課題です。常に第三者からの評価と臨床研究に関わることへの責任感を肝に銘じて業務を遂行する必要があります。T-CReDO が第三者から高評価を得て信頼される組織となることで、本学で実施する臨床研究に対する研究資金の提供やT-CReDO への支援依頼が増加することが期待されます。研究事務局の業務は、他施設との関わりが非常に多い部署です。異なるプロジェクトにおいて、再度お世話になる医療機関も多く、職員間の信頼関係を築くことの重要性を感じています。ただし、臨床研究を取り巻く研究者、患者、研究資金提供者、T-CReDO など関係者の立場は様々ですが、最も大事な「臨床研究は患者のために実施している。」ことだけは忘れてはならないと考えます。

9. 謝辞

本報告書を執筆するに当たり、T-CReDO 中央管理ユニットの橋本幸一先生、藤江敬子先生を始めとして中央管理ユニットの職員の方々には貴重なご指導・ご意見を賜りました。この場を借りまして深く感謝申し上げます。

参考文献

- [1] JSCTR 認定 GCP パスポート®教本
- [2] 医薬産業政策研究所 辰巳邦彦「主要基礎・臨床医学論文掲載数も国際比較」政策研ニュース No.35(2012年3月)
- [3] 筑波大学つくば臨床医学研究開発機構 HP; <http://www.s.hosp.tsukuba.ac.jp/t-credo/kikou/soshiki.htm>
- [4] Hoshi T, et al. Rationale and design of the SAFE-A study: SAFety and Effectiveness trial of Apixaban use in association with dual antiplatelet therapy in patients with atrial fibrillation undergoing percutaneous coronary intervention. *J Cardiol* (2016), <http://dx.doi.org/10.1016/j.jjcc.2016.06.007>

The introduction of Central Coordinatory Unit, T-CReDO (Tsukuba Clinical Research & Development Organization), University of Tsukuba. A role of study coordinatory center

Eriko Onose, Minako Tabata

Technical Service Office for Medical Science , University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8575 Japan

教育関係共同利用拠点への取り組み

金井 隆治、正木 大祐、佐藤 美幸

筑波大学生命環境系技術室(菅平高原実験センター)

〒386-2204 長野県上田市菅平高原 1278-294

概要

菅平高原実験センター(以下：センター)は 2013 年 8 月に文部科学省教育関係共同利用拠点に認定された。センターでは実習利用者にアンケートを行い、実習環境の整備や、今後の実習に役立てている。我々技術職員は、施設・設備のメンテナンス等の環境整備や実習補助等でサポートしている。

本報告では技術職員の教育関係共同利用拠点活動への取り組みについて報告する。

キーワード：教育関係共同利用拠点

1. はじめに

文部科学省に、教育関係共同利用拠点制度という制度がある。これにより、国公立大学における教育に係る施設は、教育上支障がない場合は、他大学も利用することができ、その施設が大学教育の充実に特に資するときは、教育関係共同利用拠点として、文部科学大臣の認定を受けることができる。この制度は、大学の機能別分化の促進や大学間ネットワークの構築を進めるうえで大きな役割を果たすものである。各大学には、自らの強みを持つ分野へ取り組みを集中・強化するとともに、他大学との連携を進めることによって大学教育全体としてより多様で高

度な教育を展開していくために、この制度の活用が期待されている。

センターは 2013 年 8 月 2 日に、教育関係共同利用拠点「ナチュラルヒストリーに根ざした森と草原の生物多様性教育拠点」(以下：拠点)に認定された(2018 年 3 月 31 日まで)。それに伴い、全国の国公立大学によるセンターの利用促進を図ってきた。

具体的には、① 全国の国公立大学に所属する学部生・院生への実習および特講の公開、② 他大学の実習へのセンターフィールドおよび施設の提供、③ 他大学生の卒業論文、修士・博士論文研究のためのセンターフィールドおよび施設の提供やセンター教員による連携研究指導などを行ってきた。

2. 利用者アンケート

公開実習や受託実習を重ねるうちに実習利用者の要望や感想を聞く機会がほとんどないことに気付いた。そのため、下田臨海実験センターで使われている公開臨海・臨湖実習アンケート用紙を参考に試作版を作成し、2015 年 3 月の実習で試験的にアンケートを実施した。その後設問に改良を施し、2015 年 4 月から本格的に実施した。

アンケート用紙として公開実習用(図 1)と受託実

平成28年度 筑波大学菅平高原実験センター
公開実習アンケート

この度は、当センターでの公開実習にご参加いただきありがとうございます。今後の公開実習や当センターの設備などを改善する上で参考とさせていただきます。アンケートにご協力をお願いします。

(○で囲む)

1. 所属大学は？ 筑波大学 他大学

2. この実習があることを、どのようにして知りましたか？ (○で記入)

① インタビ
② 所属大学の教員に勧められた
③ 先輩や友人に勧められた
④ 当センターのホームページ
⑤ 公開実習のポスターやリーフレット
⑥ その他

3. 公開実習に期待していたこと、またメリットと考えたことは何ですか？(複数可) (○で記入)

① 異なる自然環境、生物に接することができる
② 旅行と単位取得が同時にできる
③ 他大学の学生と交流できる
④ 自大学に開講されていない授業を履修できる
⑤ 自大学にも開講されているが、復修履修できる
⑥ その他

4. 上記期待に対する結果はどうでしたか？ (○で囲む)

期待以上 期待通り まあまあ 期待外れ

5. 実習実施期日・季節・期間についての希望 (○で記入)

1) 実施期日
① 現行のままで良い
② 別の期日の方が良い

2) 実習期間
① 長すぎる
② 適当である
③ 短い

3) 実施期間についての要望など

6. 実験棟の設備や器具について(宿泊棟以外で) (○で囲む)

① 実習室は整備されていたか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
② 実習器具は充実していたか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
③ 実習環境は良好であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
④ トイレは快適であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
⑤ 出入り口に問題はなかったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い

その他、設備や器具について問題点や要望など

7. 宿泊について (○で囲む)

① 共同の宿泊生活は快適であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
② 宿泊室は整備されていたか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
③ 寝具は清潔であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
④ 経費は適当であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
⑤ 食事内容は適当であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
⑥ お風呂は快適であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
⑦ トイレは快適であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
⑧ 空間は快適であったか(寒い、暑い等)	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い

その他、宿泊について問題点や要望など

8. 公開実習のポスターなどを各大学に送付しています。ポスターなどを見ましたか？このような情報を有意義だと思えますか？ (○で囲む)

① ポスターなどを見たことがあるか(下記参照)	見た	見なかった
② このような情報は有意義だと思うか	有意義	改善の余地あり

9. 今回受講した公開実習を選択した理由を書いてください。

10. 実習の参加手続きについて問題はありましたか？例えば「書場が面倒」「情報が不足している」等、改善すべき要望があれば書いて下さい。

11. 当センターのホームページにアクセスしたことがあり、内容について意見があれば書いて下さい。

12. 今回参加した公開実習について、受講後の感想を書いて下さい。

13. 公開実習について要望や意見があれば、自由に書いて下さい。



実習名： _____
 記入日：平成28年 月 日
 *特別な要望およびご意見がある場合には、差し支えなければ名称を書いてください。
 名前： _____

ご協力、ありがとうございました



図 1 公開実習用アンケート

この度は、当センターをご利用いただきありがとうございます。今後の当センターの設備などを改善する上で参考とさせていただきます。アンケートにご協力をお願いします。

1. 実験棟の設備や器具について (〇で囲む)

① 実習室は整備されていたか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
② 実習器具は充実していたか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
③ 実習環境は良好であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
④ トイレは快適であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
⑤ 出入口に問題はなかったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い

その他、設備や器具について問題点や要望など

2. 宿泊について (〇で囲む)

① 共同の宿泊生活は快適であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
② 宿泊室は整備されていたか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
③ 寝具は清潔であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
④ 経費は適当であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
⑤ 食事内容は適当であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
⑥ お風呂は快適であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
⑦ トイレは快適であったか	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い
⑧ 空調は快適であったか(寒い、暑い等)	とても良い	良い	普通	悪い	とても悪い

その他、宿泊について問題点や要望など

3. 当センターを利用している感想、意見、要望など自由に書いてください。

4. 当センターは教育関係共同施設となっており、公開実習のポスターなどを各大学に送付しています。ポスターなどを見ましたか？このような情報は有意義だと思いますか？ (〇で囲む)

① ポスターなどを見ましたか？(下記参照)	見た	見なかった
② このような情報は有意義だと思うか	有意義	改善の余地あり

他大学の公開実習を受講したことがある方は、「受講した理由」と「その実習をどのようにして知ったのか」教えてください。

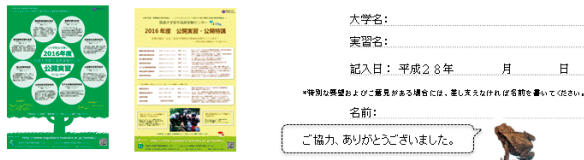


図 2 受託実習用アンケート

習用(図 2)の 2 種類を使用した。設問が多くなりすぎず、記述も少なくなるように工夫している。

アンケート内にある公開実習とは、筑波大学が主催している実習で、他大学主催の実習は受託実習となっている。特別聴講学生とは公開実習に参加した他大学生を指している。

以降がアンケート結果を一部抜粋したものである。アンケートは任意提出となっているため提出率は 100% ではない。以下に出てくる数値は実数である。一部の設問は特別聴講学生の意見のみを取り上げている。

回答数	筑波大学	他大学	(うち特別聴講学生)	計
H28	136	116	22	252
H27	119	135	26	254

図 3 所属大学は

回収率が 100% ではないので参考程度であるが、筑波大学と他大学の利用人数に大きな差は見られなかった(図 3)。公開実習の利用者のうち 15% 程度が特別聴講学生となっている。

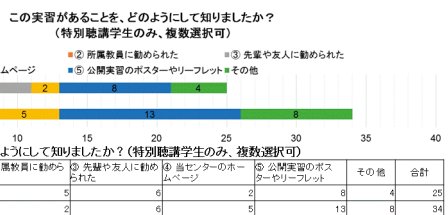


図 4 この実習があることを、どのようにして知りましたか

ポスターやリーフレットによる効果が高いが、Twitter などの SNS を利用した広報活動も効果が高そうである(図 4)。

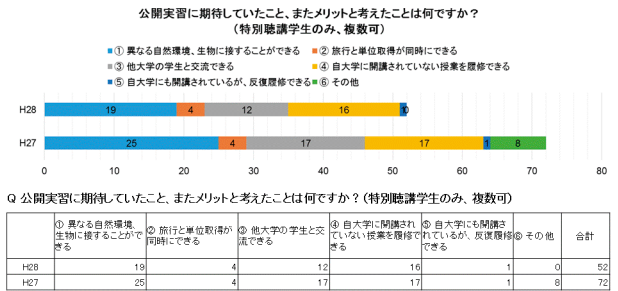


図 5 公開実習に期待していたこと、またはメリットと考えたことは何ですか

特別聴講学生は生物関係に関心がある場合がほとんどで、自大学と異なる環境や科目の勉強が期待されている(図 5)。また他大学の学生と交流が図れる点も重視されている。

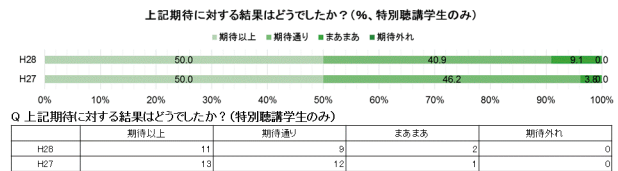


図 6 上記に対する結果はどうでしたか

「期待以上」や「期待通り」といった回答が多く、良い実習を提供できている(図 6)。

実習の開催時期等に関する設問は様々な要望が記入されていた。時期に関して、公開実習は多くが夏季休業中に計画され、短期間に集中するため変更や調整はかなり難しい。次年度の日程調整も難航し

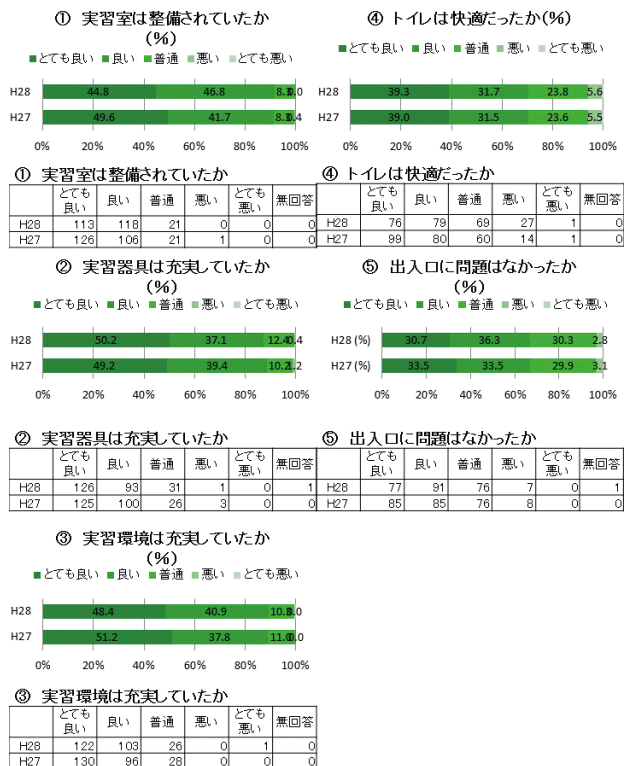


図 7 実験棟の設備や器具について

ている。このような状態ではあるが、実習によって開催時期の変更を検討している。

実習室や実験器具、実習環境は「普通」以上の回答がほとんどだった(図 7)。実習室は定期的に清掃し、プロジェクターを設置するなど学習環境の向上に努めている。実験機器に関してはピンセットや捕虫網など破損しやすいものは更新している。また実習用のノートパソコン(6 台)を購入し、顕微鏡は順次更新していく計画である。トイレと出入口に関する問いには「悪い」や「とても悪い」が目立った。センターの建物の多くは建築から 40 年近く経過していて、筑波大学の施設の中でもかなり古い部類に入る。特にトイレは普段使用している校舎や住宅との比較となるため厳しい評価になっている。出入口は 2 ヶ所あり、実習によって使い分けるなど工夫しているが、施錠の問題もあり簡単に改善できない。

施設面では網戸の要望が多くあった。宿泊棟の網戸は改善できたが、実験研究棟の網戸はまだである。トイレも以前から改修申請を行っているが厳しい状況である。



図 8 宿泊について

「悪い」または「とても悪い」が前の設問より多く見られた(図 8)。宿泊施設も築 40 年近いため、一般的なホテル等と比較すると厳しい評価になっている。宿泊施設のトイレはアスベスト除去のための改装工事が行われたため、少し良い結果になっている。

生活環境の悪化は参加者の不満にもつながりやすいため、改善できるよう積極的に取り組んでいる。これまでに網戸の修理、乾燥機の更新、布団と枕のクリーニング、ドライヤーの設置などを実行した。また、入浴時間の延長もした。

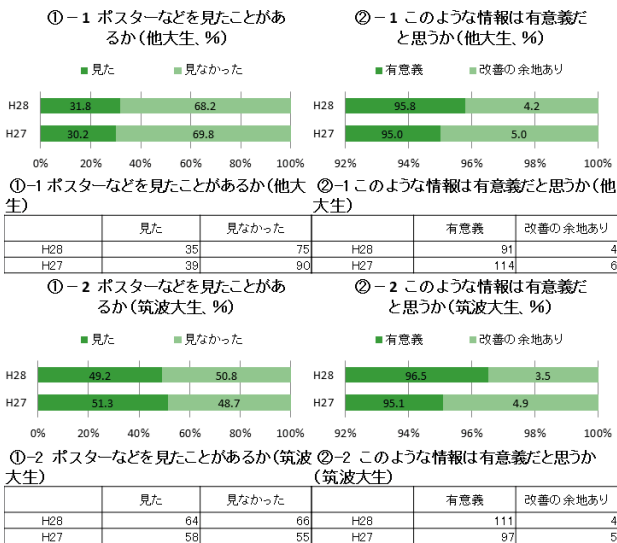


図 9 ポスターを見ましたか、このような情報を有意義だと思いますか

ポスターは有意義だったようで、今後の広報活動でも効果が期待される(図 9)。

記述式の設問には様々な要望が記入されていた。すべてを掲載することは出来ないため抜粋している。

H28	学校を遠くまでいけないこと。 成績証明書の出発が必要なこと。 窓口もわかっていないし、情報が少なかつた。 書類を出してから風邪可能のお知らせが来るまで時間があって不安になった。お知らせ期日をついていただくと安心すると思う。
H27	情報がもう少しあると良い(スケジュール、施設の写真、食事内容、前回の実習内容、など)。 書類作成が面倒だった。

図 10 実習の手続きについて問題はありませんでしたか

やはり大学ごとに申し込み方法が違うようで、学生にとっては負担になっている(図 10)。情報発信や連絡等についても速やかに対応できるように検討している。

H28	植物分類(特に樹木の分類)用の辞書が数多くあって、見やすく、勉強になりました。 他の専門の先生の話も聞けたらもっといいなと思いました。 虫が多かったです。 寒いです。 もっと高い頻度で冬、春休み等でも実習を行ってほしい。 毎日リスやハナバズなどたくさん多様な生物をみかけることができ、楽しかったです。
H27	思っていたより質問しやすい雰囲気でも良かったので、もっとその点をアピールしても良いと思います。 ガイド線で服装のアドバイスがもう少し詳しくあれば寒害に対応できたと思う。 虫が多いのが気になった。 トイレに音響をつけてほしい。

図 11 その他

その他としてまとめた意見の中には、虫が多い・寒いなど環境に関するものが多くあった(図 11)。HP や SNS による情報発信を充実させ、センターの環境や情報を利用者に直ぐに届けられるようにしたい。特別聴講学生からは申込手続きの簡略化の要望がある。大学間の手続きの違いがあり、解決が

難しい問題の一つであるが、継続して取り組んでいく。

このアンケートは改訂版を作成し、来年度も実施予定である。

3. その他

センターが拠点としての活動を活発に行えるよう、技術職員は様々な面からサポートしている。

一つは施設・設備のメンテナンス等の環境整備である。これは以前から変わらず行っていることであるが、利用者の幅が増えたため、特に秋から春の寒さの厳しくなる期間は暖房面や除雪作業等、よりきめ細やかな対応が必要になった。

講義室と実習室には天井つりさげ式のプロジェクターとスクリーンを設置した。また棟内のインターネット環境を改善するために無線 LAN システムも段階的に導入していて、屋外(ススキ草原)でも利用できるように整備を進めている。無線 LAN システムは林内でも使用できるようになるのが目標である。



図 12 タワー利用のための安全講習

次に実習へのサポートがある。昨年度完成した林冠観測タワー(以下：タワー)を初めて使用したのは本年度の海山連携公開実習である。タワーの利用および維持管理は技術職員が多く関わっている。タワーの使用には事前講習、ハーネス・カラビナ等の命綱の適正な使用、使用前後の報告が必要となり、その対応を技術職員も行っている(図 12)。タワーの研究利用は行われていたが、実習での利用は無かった。そのため、それまでに研究利用した数グループの情報と自ら行った模擬実習での経験を生かし、良い対応ができた。

ススキ草原を使用した実習では、実習調査地の検討および設定、予備実験の実施、事前準備、実習での植物の採集・同定作業(図 13)等のサポートを行っている。アカマツ林内の実習ではツリークライミングや毎木調査のサポートも行っている。



図 13 植物の同定作業の様子

また、実習でセンター外に出ることもある。今までは公用車と教職員の自家用車を使用し送迎を行っていたが、2年前に本部のマイクロバスが移管され、技術職員が中型免許を取得した。このマイクロバスにより、教職員の自家用車を使用する必要が減った。海山連携実習では菅平・下田間の移動に使用している。

この他に宿泊施設で食事の配膳、宿泊室や浴室の清掃補助等も行っている。

4. まとめ

来年度は認定期間の最終年度となり、再認定にむけ申請を行う予定である。

昨年度にはセンター独自で、外部識者による中間評価を実施した。拠点活動の成果を認めていただき、同時に多くのアドバイスを受けた。

上記のアンケートとアドバイスを参考にこれからの拠点活動をサポートしていきたい。

5. 謝辞

本稿をまとめるにあたり、アンケートの集計データを提供していただいた筑波大学菅平高原実験センター・佐藤幸恵助教および勝山麻里子支援員はじめ菅平高原実験センター教職員の皆様に助言いただきました。深く感謝いたします。

Activities for Center of Excellence for Education

Ryuji Kanai, Daisuke Masaki, Miyuki Sato

Technical Service Office for Life and Environmental Sciences, Sugadaira Montane Research Center,

University of Tsukuba

1278-294 Sugadairakogen, Ueda, Nagano, 386-2204, Japan

Keywords: Cener of Excellence for Education

学生実習におけるカラム更新時の試行について

阿部 まゆみ、大里 和美

筑波大学医学医療系技術室 教育部門 医学類実習担当

〒305-8572 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

学生実習を新たに構築するには、狙い通りの結果が出るか、実習時間内に収まるかを確認するため、事前に何度も実験を繰り返し、綿密な準備を行う。使用する機器の更新の際にも、同様の確認作業が必要である。機種を選定のためにデモ機を借りたり、最小単位で購入したりして予備実習を行い、その後の実習に必要な数を揃えるのが理想である。

しかし、1990 年から使っているカラムの更新の際は、ほぼ同等品(後継品)であったため、全く確認することなく購入してしまった。

購入は 2012 年度のことであったが、翌年の実習前の予備実験において、学生実習には不適切だという事がわかり、いずれは使うことになるとはいえ、当面の間使用を見合わせるという事になった。

今年度、学生数が増えたこともあり、デモ用としてそのカラムを使わらざるを得なくなった。その際に、思いがけず不具合の解決の糸口が掴めたので、その経緯を報告する。

キーワード:学生実習、カラムクロマトグラフィー、ゲル濾過

1. はじめに

医学類の 1 年次の医学の基礎コース・分子細胞生物学で行なわれている実習に、カラム濾過によるタンパク質の分離がある。

この実習は 1980 年から始まり、今に至っている。

ゲル濾過法とは、ゲルを詰めたカラムで分子量の違いにより物質を分離する方法である。

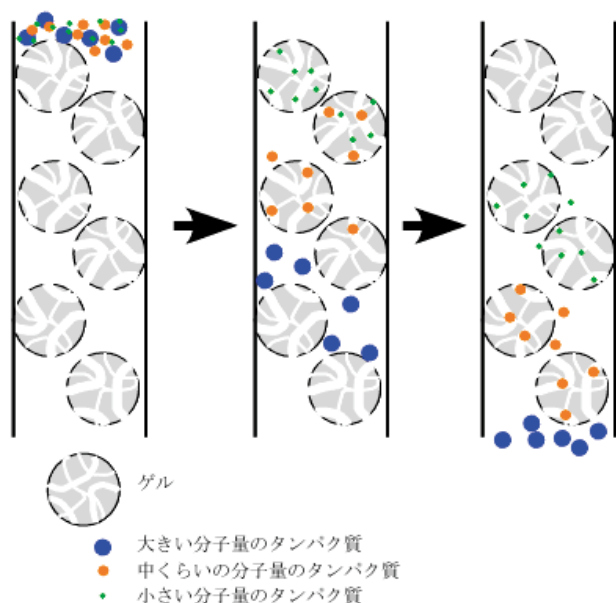


図 1. ゲル濾過の概略図

多糖類の一種デキストランを架橋して、三次元の網目構造を持った小粒子(商品名 Sephadex)を膨潤させたものをカラムに詰めて用いる。大きい分子程早く、分子が小さくなるにつれ遅く溶出する。なぜならば、中または小分子は通過の際に拡散してゲルの粒子内に入り、行程が長く遅れて溶出されるが、大きい分子は入れずに素通りするため、より早く溶出されるのである(図 1)。Sephadex の網目の大きさには種々あり、それぞれ分画範囲が異なる(表 1)。

表 1. Sephadex の種類

名称	分画範囲
Sephadex G-10	< 700
G-15	< 1,500
G-25	1,000 ~ 5,000
G-50	1,500 ~ 30,000
G-75	3,000 ~ 80,000
G-100	4,000 ~ 150,000

本学生実習では、Sephadex G100 を用い、分子量 200 万の Blue dextran、43,000 の Egg Albumin、12,400 の Cytochrome c、255 の DNP-L-Alanine を混合したサンプルを注入し分離させている。分子量の大きい物質から流れ出てくる溶出液を順次採取し、280nm と、410nm の波長で吸光度を測定させる。それぞれの物質の溶出位置をグラフに書かせ、課題として『分子量〇〇〇のタンパク質は何処に溶出されるか?』を予測させている。

実習は 2 人 1 組で行わせる。カラムにゲルを詰めるところから始めて、50mM リン酸 Buffer(以下リン酸 Buffer)が、三角フラスコからチューブを介して、自動的に流れ落ちるような装置を組ませる(図 2)。

ゲルは粉末の状態の販売されている。まず精製水で 24 時間かけて膨潤させ、そのあとリン酸 Buffer で 2~3 日間かけて置換したものを使用する。

実際は毎年新しいゲルを使用する訳ではなく、保存したものを再利用している。保存には数日かけて精製水に置換した後、防腐剤として 0.01%のアジ化ナトリウムを加えて冷蔵している。

サンプルは

DNP-L-Alanine(黄色) 48mg
Blue dextran(青色) 120mg
Cytochrome c(茶色) 300mg
Egg Albumin(無色) 1,200mg

を 50mM リン酸 Buffer 12mL に溶かしたものである。このサンプルを作製する手順は、まず 12mL の 50mM リン酸 Buffer を 30mL ビーカーに入れ、上から順にスターラーで静かに攪拌しながら溶かし込んで行く。出来上がった溶液は冷凍保存する。

この実習に限らず、学生実習の前には必ず、機器のチェック、実習ガイドラインに記載された手順や

手技、作製した試薬の確認を目的として予備実験を行っている。

また、本実習ではゲルの詰め方(パッキング)とサンプルの注入方法のデモを、技術職員が行っている。

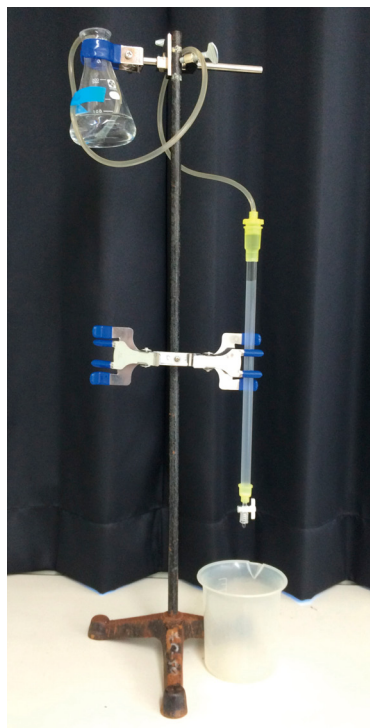


図 2. カラムクロマトグラフィー実験装置

2. カラムの変遷

1980 年当初のカラムは、内径 10mm のガラス管の片側の先端を細く加工し、その先にシリコンのチューブを接続、そちら側を底部とし、チューブはピンチコックで閉じていた。上部は中央に細いガラス管を通したゴム栓で蓋をし、そのガラス管を通じて Buffer を流していた。ゲルの流出を防ぐために、ガラス管の底にはガラスウールを敷くという、今にして思えば、指導に相当の労力を費やしていた実習であった。残念ながら数年前に廃棄してしまい、現物は手元にない。

1990 年からは、市販のカラム (BIO-RAD 製) に器具を一新した。カラムもキャップもコックもセットであつたもので、導入費用はかなりの額になったが、操作性が格段に向上し、手技の間違ひも激減して実習終了時刻が明らかに早くなった。

しかし、20 年以上使用すると、カラムも経年劣化により、接合部分から外れてしまい、使用出来なくなったものが多くなった。実習中にキャップを外すつもりで、接合部がとれてしまい、実験のやり直しをした事例もあった。

2012 年度の年度末に後継のカラムを購入し、2 度目のリニューアルをすることになった。

写真で見ても判るように、従来のカラムに比べてキャップ部分とコック付近の素材が透明になっていて、操作が判りやすいのでは、と期待された。

2013 年の秋学期の実習に備えて、事前に行った予備実験で新規購入したカラム (以下 New カラム) を使用したところ、溶出速度が著しく遅いこと

が判明した。具体的な数値の記録は残っていないが、従来のカラムより、1.5 倍程の時間がかかったと記憶している。

この結果に対して担当教員より、New カラムへの更新は当面見合わせるよう指示がされた。

本実習では濾液を 1mL ずつ試験管に採取させている。予め 1mL が何滴かメスシリンダーで計測させるのだが、およそ 17~18 滴になる。これを 30 本程採取するため、溶出速度が実習時間を左右することになる。カラム底部のフィルターは、使用を重ねる毎に壊れたゲルによって目詰りを起こし、それが溶出速度を下げ的原因となると考えられるため、この時点では新品での溶出速度の遅さはフィルターの仕様の変更のためかと思われた。



図 3. 旧カラム (左)、New カラム (右)

3. NEW カラムの DÉBUT

2013 年の段階では、旧カラムが学生グループ数以上あったため、当面それだけで実習をする事が出来た。

毎年、旧カラムは壊れて、少しずつ減っていった。それに反して毎年定員増で学生数は増えていった。

2016 年、旧カラムと学生のグループ数とが同じになり、とうとう 2012 年に購入した New カラムをデモで使わなければならなくなった。



図 4. 壊れたカラム

予備実験で New カラムを使用したところ、やはり、かなり溶出速度が遅いことが確認された。

ゲルをパッキングする段階から、溶出の遅さは顕著で、実習中のデモ用だけとしても、かなり問題があると思われた。

ところが、予備実験の 1 本目の採取から後半にすすむにつれて、徐々に流速が速くなっていったのである。最初は 120 秒以上かかっていたのが、20 本を過ぎる辺りでは、100 秒程になった。これは条件にも依るのだが、従来のカラムとほぼ同等の溶出速度であった。

このことから、数時間湿らせておけば、溶出速度がある程度担保出来るのではないかと推察し、デモに使用する New カラムに前日からリン酸 Buffer を入れておくことにした。

翌日の実習時のデモでは、やはり溶出速度が遅い印象はあったが、さほど影響なくデモを終えることが出来た。

学生実習は 1 学年を 3 つに分けて、3 週間で 3 項目をローテーションする形式で行なわれている。つまり 3 回同じ実験を繰り返すことになっている。

初回の実習が終わった後に、全ての器具の洗浄をするのだが、水道水で濯いだ際に、新旧のカラムの流れ方にあまり差がないような印象があった。

残り 2 回の実習でも、遅くとも前日からカラムにリン酸 Buffer を入れてデモを行ったが、2 回とも問題なく終わることができた。最終的にカラムを洗浄した際に、注意深く新旧の差を観察した結果、まったく差がないことが確認されたのである。

4. 今後について

New カラムであるが、次年度の学生数が今年度と変わらなければ、敢えて導入しないつもりである。しかし、何らかの要因で New カラムを学生に使用させる場合には、一斉に更新したいと考えている。

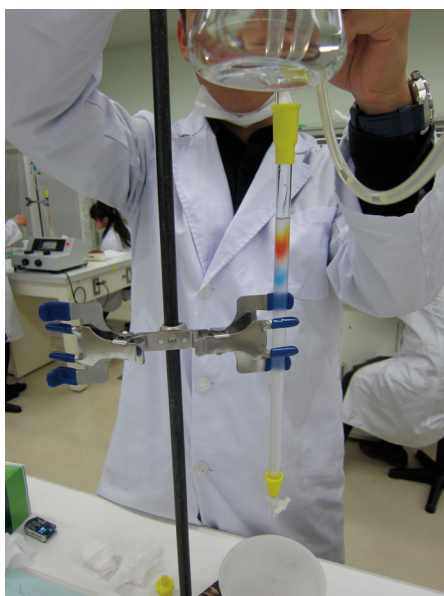


図 5. 実習風景 1

その際には、リン酸 Buffer 等で湿らせてから学生に提供する、あるいは流速が担保できるまで事前に何度か洗浄する、ことが必要であろう。

今回のことは経験したことが全てであって、文献などの裏付けはない。詳しい取扱説明書等には記載されていたことかもしれないが、購入時の添付の説明書では確認ができなかった。今後使う度毎に溶出速度が速くなることを望むものである。

5. おわりに

New カラムを使用する事になった場合、これまでより溶出に 1.5 倍以上の時間がかかることを覚悟していたので、今回の結果は僥倖であった。

実際、学生実習において、一度試して良い結果でなかった場合、もう一度復活することはまず無い。

今回は代替品がないこともあり、不適を承知で敢えて使用した結果、解決の方向性を見出すことが出来た。

学生実習の場合、準備には時間的制約があるため、問題が起きた時に、解決を模索する余裕があまり無い。今回もカラムの数が足らなくなってから、対策を考えたものであり、予備実験の段階で方向性が見いだせたのは幸運だったといえる。

6. 謝辞

本実習をご担当下さり、熱心に学生の指導にあたって下さっている、医学医療系分子細胞生物学の水野智亮助教、須田恭之助教、木村雄一助教にこの場をおかりして深く御礼申し上げます。

参考文献

筑波大学医学群医学類 医学の基礎 (上) 実習ガイドライン 第 43 回生用 コース#3 分子細胞生物学 - 細胞と遺伝子- タンパク質 (2016)



図 6. 実習風景 2

On trial at column renewal for student practice

Mayumi Abe, Kazumi Osato

Technical Service Office for Medical Sciences, University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8577 Japan

Keywords: student practice, column chromatography, gel filtration

医学情報基盤室の業務紹介

-インターネットインシデント対応の一例-

権山 綾子、安達 苗生美、大神 宏路

筑波大学医学医療系技術室

〒305-8575 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

医学情報基盤室の業務は、主に、1.医学サブネットの維持管理およびトラブル対応、2.医学医療系Web サイト（の一部）とメールサーバの維持管理、3.医学地区に導入されているセキュリディドシステムの維持管理、4.医学コンピューター室の維持管理、及び大型プリンター印刷サービス、である。

医学情報基盤室は、技術職員の所属部局であるが、医学サブネット委員会の内部組織でもある。その為、医学地区で発生したインターネットインシデントが起きた時、速やかに対応処理しなければならない。

今回は、1.の中で、最近問題になっているインターネットインシデントへの対応を紹介する。

キーワード：インターネット、インシデント、コンピュータウイルス

1. はじめに

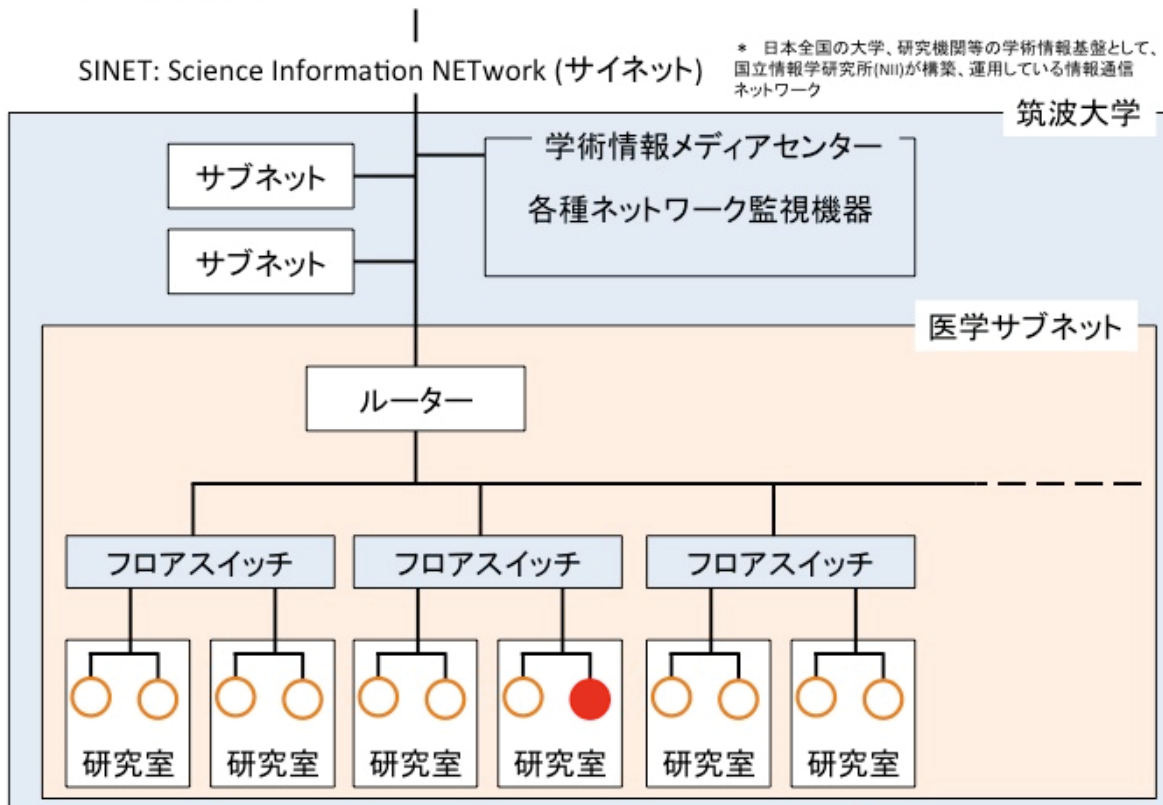
最近、教育関係者がデジタルデータを紛失する、あるいは流出させるニュースに事欠かない。その一端となるコンピューターウイルスの侵入経路は、様々である。

- ・ 知人や業者、省庁を装ったメールに添付ファイルとして送られてくる。
 - ・ USB メモリーなどの外部データ保存機器が媒介する。
 - ・ 無料ソフトを装う。
 - ・ Web サイトを閲覧しただけで感染する。
- などがある。

コンピューターウイルスに感染した機器の影響も多種多様である。

- ・ コンピューターを起動できなくする。
- ・ ハードディスクに保存されたデータを破壊、あるいは暗号化し本来の利用者が開けなくなる。

医学サブネットの概略図



○ 端末：(コンピューター、プリンター、無線ルーター、ネットワークハードディスク、など) ● 不審な通信を行っている端末

・ 怪しいメッセージを画面上に表示させる。

などは、まだ判り易い。

データ（メールのアドレス帳、写真、文書ファイルなど）を外部に送信する、遠隔操作によって他のコンピューターを攻撃するのに利用される、などの場合は、感染コンピューターの利用者が気付かないことがほとんどである。

但し、管理されたネットワークでは、不審な通信として感知できる場合もある。

医学情報基盤室では、学術情報メディアセンターをはじめとした各部局と協力して、インシデントに対応している。

以下、平成 28 年 6 月に医学サブネットで発生した事例を報告する。

作業者の氏名が入っていない用件は、医学情報基盤室の技術職員が対応している。

1 日目

大学外部から本学情報基盤課経由で医学サブネット委員会宛に、「不審なサイトにアクセスを繰り返す端末が医学地区内のネットワークに存在していて、なおかつインターネットバンキングに関連したマルウェア（コンピューターウイルスの一種）に感染している可能性が高い」との情報が入った。

ルーターの通信情報（ログ）を解析し、アクセスを繰り返す端末の物理アドレスを調べ、学術情報メディアセンターに依頼して、どのフロアスイッチのどのポートに接続しているかを特定した（讃岐勝先生）。

ポート番号と部屋の対応表を元に、不審端末の存在する部屋を訪問するも、部屋の使用者が不在だったため、フロアスイッチから該当の部屋に繋がっている LAN ケーブルを抜いた。

2 日目

部屋を訪問し、在室していた教員から事情聴取した。

知人を装っていたメールの添付ファイルを不審に思わずに開封したら、感染した模様。受信したメール及び端末の動作ログを確保した（讃岐勝先生）。

次に、USB にて持参した別種のアンチウイルスソフトを実行した。

スキャンしたファイルのうち、感染ファイルを駆除した。インストールされている McAfee LiveSafe も実行した。感染ファイルの検出は無かったので、様子を見るために LAN に接続した。

午後、再び不正アクセスがあったことを確認した（讃岐勝先生）。該当ユーザーの部屋に伺い、不在だったため、フロアスイッチと部屋を繋ぐ LAN ケーブルを抜いた。

3 日目

該当ユーザから連絡があり、在席中だということで部屋に赴いて作業を開始した。コンピューターの動作をチェックしたところ、アンチウイルスソフトが削除した筈のコンピューターウイルスが稼働していて、駆除しきれていなかったことを確認した。

利用者の了承を得て、アンチウイルスソフトを本大学で契約している Symantec Endpoint Protection に変更した。

インストールした時点で、上記ウイルスが隔離されたことのメッセージが表示された。

その後、一時的にネットワークに接続させて定義ファイルを更新し、またネットワークから隔離して再起動させた。

再起動後、完全スキャンを実行したら、1 日目には検出されなかった別種のコンピューターウイルス（トロイの木馬）を複数ファイルで検出した。

再度、再起動後、アクティブスキャン（完全スキャン）を実行し、問題のないことを確認した。

* 週末を挟んだため、作業日が飛んでいる。

6 日目

コンピューターをネットワークに接続したところ、Endpoint Protection が マルウェアを検知、処置後に強制再起動がかかった。

Microsoft Safety Scanner、Spybot、F-Secure でスキャン実行したが、両方ともウイルスやマルウェアの類は検知されなかった。

7 日目

6 日目に Endpoint Protection が駆除したマルウェアは、感染 PC をネットに繋いだことで既設置のバックドアから呼び込まれた可能性を考慮して、コンピューターのリカバリを提案し、利用者本人が作業した（讃岐勝先生）。

レポートを取りまとめ（讃岐勝先生）、情報セキュリティインシデント対応チーム（筑波大学 ISIRT）に提出した（浅野美礼先生）。

2. 補足

同年 9 月にも、医学サブネット内から不審な通信を起こすインシデントが発生しており、3 日後に報告書を提出している。

3. 考察

医学情報基盤室スタッフとして、インシデント発生件数を減らすために、日頃の注意喚起と万が一発生した時の的確な対応を心掛けたい。

一方、サーバーやルーター、コンピューターからの情報収集や解析は、ボランティアで協力している教員が本来の業務の合間を縫って作業している状態である。医学情報基盤室所属の技術職員および技術専門職員は、教員の指示に現場へ赴いての説明やアンチウイルスソフトの実行などの補助作業を行っている。なお、医学情報基盤室スタッフのコンピュー

ターウイルスへの対応は、一般ユーザーとほぼ同程度の情報収集能力であり、より詳細な対応を求められた場合、サーバー管理を委託している業者や上記の教員らと相談している。

4. 謝辞

浅野美礼先生（医学医療系 准教授：医学情報基

盤室室長）
市川政雄先生（医学医療系 教授：医学医療系広報・情報委員会委員長）
讃岐勝先生（医学医療系 助教）
大神明子（シニアスタッフ：医学情報基盤室勤務）
照井直人（医学医療系 特命教授）

Introduction of the Medical Information Technology Office, University of Tsukuba: An Example of Internet Incident Response

Ayako Kabayama, Naomi Adachi, Hiromichi Oogami

Technical Service Office for Medical Sciences, University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8575 Japan

Keywords: Internet, Incident, Computer Virus

技術報告

廃水中メチル化有機ヒ素化合物のキレート樹脂への吸着・脱着及び共沈分離

柏木 保人

筑波大学総務部リスク・安全管理課

〒305-8577 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

筑波大学無機系廃液処理施設の維持管理のために、廃水中のメチル化ヒ素化合物のフッ素キレート樹脂への吸着・脱着分離挙動及び水酸化鉄(III)沈殿、水酸化ランタン(III)沈殿への共沈分離挙動を検討した。また、メチル化ヒ素化合物のこれら分離挙動に基づいて無機ヒ素化合物とメチル化ヒ素化合物の簡易な分別定量法を考案した。

キーワード: メチル化有機ヒ素化合物、キレート樹脂、吸脱着、共沈分離

1. はじめに

大学における実験系廃棄物として排出されるヒ素化合物は無機態ヒ素化合物ばかりでなく有機態ヒ素化合物も排出される。排出されている有機態ヒ素化合物の大部分は電子顕微鏡の試料作製時に使用されるジメチルアルシン酸(カコジル酸)である。そこで、筑波大学無機系廃液処理施設におけるヒ素化合物の処理技術とヒ素化合物の廃水分析技術の観点から、ppb レベルのメチル化ヒ素化合物(ジメチルアルシン酸、モノメチルアルソン酸)のフッ素キレート樹脂への吸着・脱着挙動、水酸化鉄(III)沈殿及び水酸化ランタン(III)沈殿の各々への共沈分離挙動を検討した。その結果、廃水中の ppb レベルのジメチルアルシン酸はフッ素キレート樹脂に定量的に吸着除去されたが、モノメチルアルソン酸は 71 %の低い吸着率であった。また、水酸化ナトリウム水溶液を用いるフッ素キレート樹脂の通常の再生条件ではメチル化ヒ素化合物は定量的に脱着しなかった。他方、共沈分離挙動の検討においては、無機態ヒ素化合物(III、V)は水酸化鉄(III)沈殿、水酸化ランタン(III)沈殿へ定量的に共沈分離されたが、メチル化ヒ素化合物については水酸化鉄(III)沈殿、水酸化ランタン(III)沈殿の両方の沈殿への共沈率が極めて低かった。これらのメチル化ヒ素化合物の廃水試料からの分離挙動に基づいて廃水中のヒ素化合物を無機態ヒ素化合物とメチル化ヒ素化合物に分別定量する簡易な方法を考案した。

2. 実験

2.1 装置

日立製 Z8200 又は 2010 型偏光ゼーマン原子吸光度計に同社製パイロ化グラファイトチューブを取り付け使用した。試料の注入には同機のオートサンプラーを用いて 20 μ l を注入し、ピーク高さから吸光度を求め、炉内標準添加法でヒ素濃度を求めた。原子吸光度計の操作条件を表 1 に示した。pH の

測定には堀場製 F-7AD 又は F-53 型 pH メーターを使用した。

表 1. 黒鉛炉原子吸光度計の操作条件

Analytical line	193.7	nm
HCL current	12 mA	; EDL power 4.3 W
Slit width	1.3	nm
Argon gas flow	200 ml/min	(30ml/min in atomizing)
Cuvette	pyrolytic graphite tube	(C HR or type A)
Drying	80 – 140 °C	40sec
Ashing	140 – 800 °C	20sec
	800 °C	20sec
Atomizing	2500 °C	5sec
Cleaning	2600 °C	4sec
Cooling		10sec

2.2 試薬

メチル化ヒ素化合物標準液：ジメチルアルシン酸(DMA)は和光純薬製($(\text{CH}_3)_2\text{AsO}_3\text{Na}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$)を使用し、モノメチルアルソン酸(MMA)は Quick らの方法で無機ヒ素(III)から MMA($\text{CH}_3\text{AsO}_3\text{Na}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$)を合成して使用した¹⁾。メチル化ヒ素化合物の各々は水に溶解してヒ素として 1000 $\text{mg}\cdot\text{dm}^{-3}$ に調整した。ヒ素(III)標準液(1000 $\text{mg}\cdot\text{dm}^{-3}$)： As_2O_3 (Merk 製)を 4 % (w/v)水酸化ナトリウム溶液に溶解した後、硫酸(1+10)を加えて微酸性にして水を加えて 1000 ml にした。ヒ素(V)標準液(1000 $\text{mg}\cdot\text{dm}^{-3}$)： $\text{Na}_2\text{AsO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (和光純薬製)を水に溶解して 1000 ml にした。キレート樹脂：ユニチカ製のフッ化物イオン吸着キレート樹脂ユニセレック UR-3700S を使用した。共沈捕集剤：塩酸を微量加え FeCl_3 を溶解し調整した 0.5 % (w/v)鉄(III)水溶液、 La_2O_3 を少量の硝酸で溶解して調整した 0.5 % (w/v)ランタン(III)水溶液を使用した。硝酸、硫酸は有害金属測定用、塩酸はヒ素分析用を用いた。その他の試薬は特級品を用いた。水はイオン交換樹脂を通してから蒸留したものを用いた。

2.3 全ヒ素の黒鉛炉原子吸光定量操作

化学形態が異なっているヒ素化合物の各々を同じ黒鉛炉原子吸光感度にするために測定試料に化学修飾剤として $\text{Mg } 300 \text{ mg}\cdot\text{dm}^{-3}$ 、 $\text{Pd } 300 \text{ mg}\cdot\text{dm}^{-3}$ を共存させて黒鉛炉原子吸光測定を行い、試料中の全ヒ素量を定量した²⁾。

2.4 吸着操作

カラム長 300 mm、内径 8 mm 又はカラム長 70 mm、内径 10 mm のテフロンコック付きガラス製液体クロマトグラフ管に適量のキレート樹脂をスラリー状態にして充填し、次にテフロンコック付き分液ロートに入れた適量の ppb レベルのメチル化ヒ素を含有する水試料を一定の速さでキレート樹脂カラムに滴下して吸着分離実験を行った。キレート樹脂充填カラムを通液後の試料液をビーカーに受け、通液後の試料中の全ヒ素を黒鉛炉原子吸光定量し、最初の水試料中に含む全ヒ素量との差からキレート樹脂への吸着量を求めた。

2.5 脱着操作

カラム長 70 mm、内径 10 mm のテフロンコック付きガラス製液体クロマトグラフ管に充填した適量のキレート樹脂にメチル化ヒ素を吸着し、次にカラム上部に付けたテフロンコック付き分液ロートから水酸化ナトリウム水溶液を一定の速さで流下して脱着した。流出液をメスフラスコに受けて、一定数の分画を行って、各分画液中の全ヒ素を黒鉛炉原子吸光定量し、脱着挙動を測定した。

2.6 共沈殿分離操作

適量の廃水試料をビーカー 300 ml に入れてから水を加えて液量を約 100 ml にする。次に共沈捕集剤の鉄(III)又は La(III)を 10 mg 加えてからマグネチックスターラで攪拌を始める。10 % (w/v) 水酸化ナトリウムを加えて pH を調整して約 20 分間攪拌して水酸鉄(III)沈殿又は水酸化ランタン(III)沈殿を生成し、廃水試料中のヒ素化合物を各々の共沈捕集剤の水酸化物沈殿に共沈する。攪拌を止めて約 30 分静置し、ニトロセルロースメンブランフィルター (0.45 μm 、直径 47 mm) を用いて吸引ろ過してから、沈殿とフィルターを元のビーカーに入れる。次に別のニトロセルロースメンブランフィルターを半分に取り水で湿らせてから吸引ろ過に用いたガラスファネルに付着した沈殿をふきとり、元のビーカーに入れる。硝酸 2 ml をビーカー壁を洗いながら加え、ビーカーを時計皿で覆いながらホットプレートを用いて加熱し、沈殿とニトロセルロースメンブランフィルターを完全に溶解する。溶解液とビーカー洗液をメスフラスコ 25 ml に移してから標線まで水を入れ、黒鉛炉原子吸光測定に供する。

3. 結果と考察

3.1 メチル化ヒ素の吸着挙動

3.1.1 DMA 吸着へのキレート樹脂量の影響

内径 10 mm、カラム長さ 70 mm のガラス製液体クロマトグラフ管にフッ化物イオン吸着キレート樹脂充填量を変えた時にヒ素として $0.01 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ の DMA 水溶液 100 ml を毎時約 100 ml の通液の速さで通し、吸着後水中の全ヒ素濃度測定からキレート樹脂への DMA の吸着率を調べ、図 1 に示した。

樹脂量が 1.5g 未満 (充填層の高さ約 35 mm 未満) であると DMA が十分にキレート樹脂に接触しないことがわかった。また、使用したフッ素キレート樹脂はスルホン型のポリスチレンにジルコニウムを担持しているため DMA がジルコニウムに配位して吸着されていると考えられる³⁾。

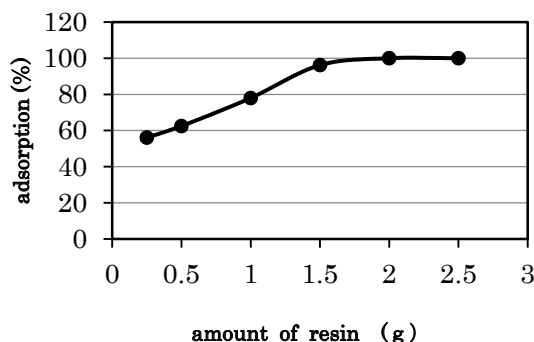


図 1. DMA 吸着率へのキレート樹脂量の影響

3.1.2 MMA のキレート樹脂吸着挙動

内径 10 mm、カラム長さ 70 mm のガラス製液体クロマトグラフ管にフッ化物イオン吸着キレート樹脂 2 g を充填し、ヒ素として $0.01 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ の MMA 水溶液 100 ml を毎時約 100 ml の通液の速さで通し、吸着後の水試料中の全ヒ素濃度測定からキレート樹脂への MMA の吸着率を調べたところ 71~82 %であった。このように DMA が定量的に吸着分離される条件でも MMA が低い吸着率を示す原因としては、MMA が DMA に比べて非対称な分子構造であることがキレート樹脂内でのジルコニウムとの錯形成への阻害原因の一つになっていると考えられる。

3.1.3 キレート樹脂塔による DMA 除去

フッ化物イオン吸着キレート樹脂 $8.5\text{g} (8 \text{ mm}^{\phi} \times \text{約 } 190 \text{ mm}, \text{約 } 10 \text{ ml})$ を充填した内径 8 mm、カラム長さ 300 mm の液体クロマトグラフ管にヒ素として $0.5 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ の DMA 水溶液 100 ml を毎時約 100 ml の通液の速さで通し、吸着後水中の全ヒ素濃度を原子吸光定量したところ不検出であり DMA 全量がフッ化物イオン吸着キレート樹脂に吸着したことが分かった。この通液の速さは無機系廃液処理施設に設置しているキレート樹脂塔の通液の速さ毎時 200 L に相当することから $0.5 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ 程度の DMA は無機系廃液処理施設設置のキレート樹脂塔 (樹脂容量約 100 L、写真 1) で吸着除去されることがわかった。そこで、新品キレート樹脂を充填した写真 1 の実際のキレート樹脂塔に $0.072 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ の DMA が含まれる実廃水約 7 m^3 (処理バッチ名称 21-B1) をキレート樹脂吸着処理したところ全ヒ素濃度は $0.006 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ にまで低下し、無機系廃液処理施設のキレート樹脂塔でも DMA が除去されたことを確認した。



写真 1. 無機系廃液処理施設キレート樹脂塔

3.2 キレート樹脂からメチル化ヒ素の脱着

カラム長 70 mm、内径 10 mm のテフロンコック付きガラス製液体クロマトグラフ管に充填した 2 g のキレート樹脂にメチル化ヒ素を吸着し、次にカラム上部に付けたテフロンコック付き分液ロートから水酸化ナトリウム水溶液を一定の速さで流下して脱着した。流出液をメスフラスコに受けて、一定数の分画を行って、各分画液中の全ヒ素を黒鉛炉原子吸光定量し、脱着挙動を測定した。

3.2.1 キレート樹脂からの DMA 脱着挙動

ヒ素として $0.01 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ の DMA 水溶液 100ml を毎時約 100 ml の通液の速さで通して吸着後（全ヒ素として $1 \mu\text{g}$ ）に 1 M NaOH 液 2 ml をテフロンコック付き分液ロートから滴下して溶出液を 10 ml メスフラスコに受けて 1 分画とした。各分画 10 ml メスフラスコに水を標線まで加えてから各分画液中の DMA 量を黒鉛炉原子吸光定量した。1M NaOH 液 20 ml で脱着した時の脱着率は 91 %であった。図 2 に DMA の溶出挙動を示した。二つの溶出ピークが出現したことから DMA は二つの異性体からなっていることが示唆されている。

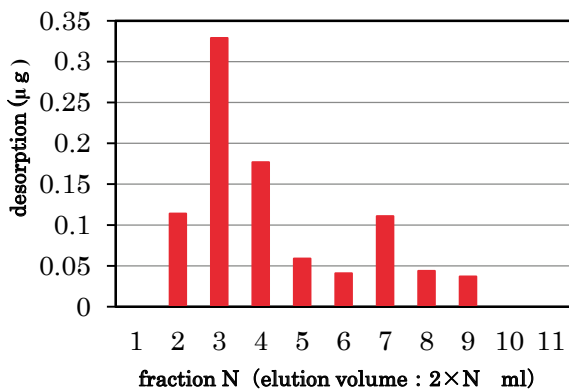


図 2. DMA の脱着挙動

3.2.2 キレート樹脂からの MMA 脱着挙動

ヒ素として $0.01 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ の MMA 水溶液 100 ml を毎時約 100 ml の通液の速さで通して吸着後（全ヒ素として $0.71 \mu\text{g}$ ）に 1 M NaOH 液を用いて 3.2.1 と同様に MMA を脱着した。図 3 に MMA の溶出挙動を示した。

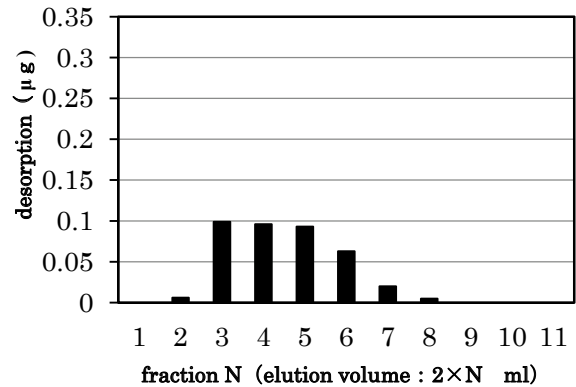


図 3. MMA の脱着挙動

1 M NaOH 液 20 ml で脱着した時の脱着率は 60 %であった。DMA と比べて MMA は脱着率も低かった。そこで、溶出液として 1 M NaOH に 20 mM エチレンジアミン四酢酸塩を添加して脱着を行うと、脱着率が 86 %まで上昇した。しかし、DMA のように定量的な吸着・脱着は認められなかった。

3.3 水酸化鉄(III)共沈分離

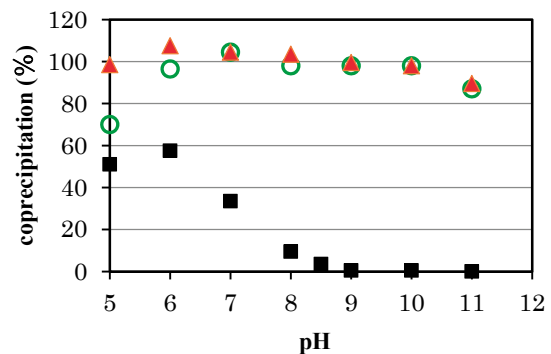


図 4. 水酸化鉄(III)共沈率への pH の影響

人工廃水：ヒ素 $1 \mu\text{g}$ を含む 200 ml (2 % Na_2SO_4); Fe(III)添加量: 10 mg ; ▲:As(V), ○:As(III), ■:DMA

水酸化鉄(III)共沈によるヒ素(V)、ヒ素(III)、DMA の各々の人工廃水からの共沈分離への pH の影響を調べ、図 4 にそれらの結果を示した。無機態ヒ素であるヒ素(V)、ヒ素(III)は pH 7~10 の範囲で定量的な共沈率であった。しかし、DMA は pH 6 近傍で約 53 %の最大共沈率を示したが、不完全な捕集しかできないことが分かった。無機系廃液の有害金属は水酸化鉄(III)共沈操作により有害金属を捕集して除害処理・不溶化処理を実施していることから、有機態ヒ素 DMA の処理困難性を顕著に示す結果である。また、pH 10 近傍では、無機態ヒ素である

ヒ素(V)、ヒ素(III)は定量的に共沈分離されるが、DMA は共沈分離されず、無機態ヒ素の選択分離が認められる。

3.4 水酸化ランタン(III)共沈分離

水酸化ランタン(III) 共沈によるヒ素(V)、ヒ素(III)、DMA、MMA の各々の人工廃水からの共沈分離への pH の影響を調べ、これらの結果を図 5 に示した。無機態ヒ素 (V、III) は pH 9~13 の範囲で定量的な回収率であった。しかし、有機態ヒ素については、DMA については pH 7~13 の範囲で全く共沈されなかった。MMA は pH 12 以上で回収率 5 %未満であった。このことから、水酸化ランタン共沈を pH 12 以上で行うことにより無機態ヒ素とメチル化ヒ素とを定量的に分別できることがわかった。

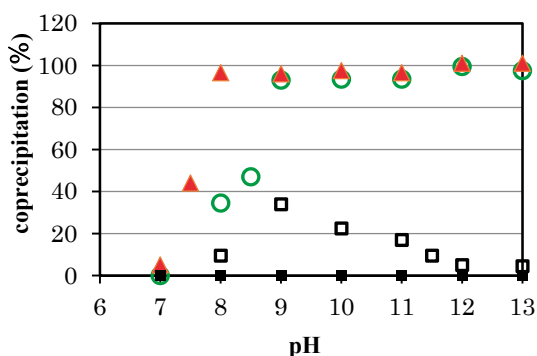


図 5. 水酸化ランタン(III) 共沈率への pH の影響
人工廃水：ヒ素 1 μ g を含む 200ml (2 % Na₂SO₄) ;
La(III) 添加量： 10mg ; ▲ :As(V), ○ :As(III),
■:DMA, □:MMA

3.5 無機ヒ素と有機ヒ素の簡易分別定量

3.4 に示した水酸化ランタン共沈での無機ヒ素とメチル化ヒ素の共沈挙動の検討結果から、有機態ヒ素化合物としてはメチル化ヒ素化合物に限定されてしまうが、簡易に無機ヒ素と有機ヒ素を分別定量する方法を考案した。具体的な分別定量操作は、まず廃水試料を工場排水試験法 JIS K-0102 に示すように酸性処理をしてから 2.3 の黒鉛炉原子吸光定量により全ヒ素濃度を定量する。次に、廃水試料について 3.4 の水酸化ランタン共沈分離後に黒鉛炉原子吸光定量を行い無機ヒ素(V、III)を選択的に定量する。メチル化有機ヒ素は、全ヒ素定量値から選択的無機ヒ素定量値を差し引いた値として求める。

3.6 無機系廃液処理施設維持管理への適用

表 2. 無機ヒ素とメチル化ヒ素の簡易分別定量結果

Sample name(Volume)	Total As* mg·dm ⁻³	As(v,III)† mg·dm ⁻³	Organic As mg·dm ⁻³
Batch 28-A1(8 m ³)	0.24	N.D.	0.24
Batch 21-A1(7 m ³)	0.11	0.002	0.11
Waste Tank19-G(0.5 m ³)	2.45	1.89	0.56
As container No.1(0.01 m ³)	1.42	1.44	N.D.
As container No.2(0.01 m ³)	32.8	50.9	—
As container No.3(0.01 m ³)	19.4	25.9	—

*:Dilution / Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry(AAS)

† : La(OH)₃ Coprecipitation / Graphite Furnace AAS ; N.D: not detected

無機系廃液処理施設の維持管理のために実施している工程管理分析に 3.5 の無機ヒ素と有機ヒ素の簡易分別定量法を適用した結果を表 2 に示した。

一連の無機系廃液処理工程が終了した処理水中にヒ素が検出される場合は、すべてメチル化有機ヒ素であった。また、水酸化ランタン共沈殿分離/黒鉛炉原子吸光定量結果が不検出であるか、又は痕跡量である場合はメチル化有機ヒ素が DMA のみで存在している場合に再現されることから、処理水中の有機ヒ素は DMA と断定できる。

高濃度のヒ素が含有し、しかも懸濁物質が多く含有している廃水試料の場合には、懸濁物質の影響により希釈処理の際に希釈倍数以上に濃度低下が起き、有機ヒ素の簡易分別が出来なかった。希釈の際に懸濁物質の影響を受けないように懸濁物質の可溶化処理操作を検討する必要があることが分かった⁵⁾。

4. 結言

先に著者は、水酸化ランタン共沈と還元蒸留後の黒鉛炉原子吸光定量による廃水試料中の無機態ヒ素と有機態ヒ素の分別定量法を提案した⁴⁾。しかし、この方法で使用する還元蒸留法では有機ヒ素を毒性の強いクロロアルシン類として気化分離していることと、還元蒸留操作時に硫化水素が発生し分析化学の安全管理経験の乏しい分析者が実施することが難しいことがあった。そこで、先行の分別定量法を改良することを目的として、メチル化有機態ヒ素がフッ化物イオン吸着用のキレート樹脂に定量的に吸着することを無機系廃液処理施設の工程管理分析の経験から確認できたことに着目して、メチル化有機態ヒ素分離法の新しい知見を得るために基礎的な検討を行った。その結果、メチル化ヒ素のうち DMA はフッ化物イオン吸着用のキレート樹脂に定量的に吸着・脱着したが、MMA は定量的で十分な吸着・脱着は確認できなかった。これらのことから有機態ヒ素が DMA に限定できると分かっている時にはフッ化物イオン吸着用のキレート樹脂を使用して約 5 倍吸着濃縮できる可能性を示唆する結果を得た。

本検討での水酸化鉄(III)共沈での無機態ヒ素、メチル化ヒ素の分離挙動の検討結果から、水酸化鉄(III)共沈でも pH 10 近傍で無機態ヒ素の選択的分離性が新たに確認できた。しかも、この pH 10 で行う水酸化鉄(III)共沈を無機ヒ素の選択分離操作としている報告は見当たらない。

無機系廃液処理施設における廃水中の重金属処理において、カドミウム、水銀、鉛などの有害重金属の通常の沈殿除去に最も効果的な pH は 10 であることから⁶⁾、有害重金属除去の最適 pH ではメチル化ヒ素が除去されないことも明確に意味している。これらの知見から、実験室等において廃液の分別ミスに起因して発生する ppb レベルの有機ヒ素の除去対策としてフッ化物イオン吸着用キレート樹脂塔の活用が不可欠であることもわかった。

最後に、pH 12 以上で行う水酸化ランタン共沈法を無機系廃液処理施設維持管理のための工程管理分析に適用した。これらの結果から水酸化ランタン共沈法を用いた分別定量法は、無機ヒ素とメチル化ヒ

素とりわけ DMA との簡易分別定量法として有効であることが確認できた。

参考文献

- [1] A.J.Qick,R.Adams:*J.Am.Chem.Soc.*,42,805(1922).
- [2] 小田中芳次, 俣野修身, 後藤真康: 分析化学 (Bunseki Kagaku), vol.28, 517 (1979).
- [3] 山田悦, 中島寛子, 長岡正浩, 布施泰朗: 水処理技術, vol.45, 15 (2004).
- [4] 柏木保人, 国府田悦男, 山下祐彦: 分析化学 (Bunseki Kagaku), vol.50, 187 (2001).
- [5] 工場排水試験法 JIS K 0102:2013, p.44, 「5. 試料の前処理」
- [6] 柏木保人, 中村以正: 大学等廃棄物処理施設協議会編, “大学等における廃棄物処理とその技術”, p.186, 4.5 凝集沈殿法” (1988).

Separation behaviours of methylated arsenic compounds from wastewater by adsorption and desorption on chelating resin and coprecipitation

Yasuto Kashiwagi

Office of Risk and Safety Management, University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8577 Japan

Removal of inorganic and methylated arsenic compounds from inorganic aqueous wastes at the inorganic liquid wastes treatment facility of the University of Tsukuba was investigated. In particular, I studied separation behaviours of methylated arsenic compounds from wastewater using fluoride anion chelating resin, and coprecipitation of inorganic arsenic(III,V) and methylated arsenic compounds (dimethylarsenic acid, monomethylarsonic acid) with Iron(III) hydroxide and Lanthanum(III) hydroxide as collectors. As a result, I developed a simply selective determination of inorganic arsenic compounds(III,V) and dimethylarsenic acid in wastewater by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry. Moreover, I confirmed the removal of ppb level of methylated arsenic compounds (especially, dimethylarsenic acid) from wastewater is effectively completed using fluoride anion chelating resin.

Keywords: Methylated arsenic compound, Fluoride anion chelating resin, Coprecipitation, Iron(III) hydroxide, Lanthanum(III) hydroxide, Wastewater, Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

木材製品における最適な面取り形状の検討

田所 千明

筑波大学生命環境系技術室

〒305-8572 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

木材を用いた製品には怪我の予防や使用時の不快感を無くすために面取りがされている。これまで、面取りの量や形については経験や慣習により現場での大まかな作業が行われてきた。使用者が望む面取りの形状はどのようなものが良いか、面取り量や角を構成する両側面の仕上げ性状および樹種の違いから官能試験により基礎的なデータを求めた。結果は以下のとおりであった。

- ・面取りがない場合、不快と感じる割合は男性で 57 %、女性で 69 % だった。特に若年世代で男性は低く女性は高かった。

- ・面取りを 0.5 mm した場合、男性で 10 %、女性で 13 % の不快率となり、面取り効果があった。面取り量は 0.5 mm 以上あると、人や側面の仕上げ状態および樹種の違いに拘わらず、不快を和らげる効果があると考えられた。

- ・面取りをすると男性は少しの量でも効果があるが、女性はより多くの面取りをするか樹種ごと（キリ等）に対策（研磨紙研磨等）を加える必要があると考えられた。

- ・面取りがない場合の側面仕上げの違いによる不快率は、丸鋸仕上げが 1.6 倍鉋仕上げよりも大きかった。

- ・樹種による違いでは、面取りがない場合は広葉樹材はキリを除いて男女の不快率の差は少ないが、針葉樹材やキリは女性が多かった。男女とも密度の高い順に概ね不快率も増した。面取りをした場合、女性は特にシラカシで効果が高くキリでは低かった。桐たんすに代表されるキリが特に女性に不快感を与えていることが特徴的だった。

キーワード：木材、面取り、感触

1. はじめに

様々な製品には安全性やデザインのため、面取り加工がされている（図 1）。面を取ることで、物に表情が生まれ質感が向上し、手に馴染みやすく

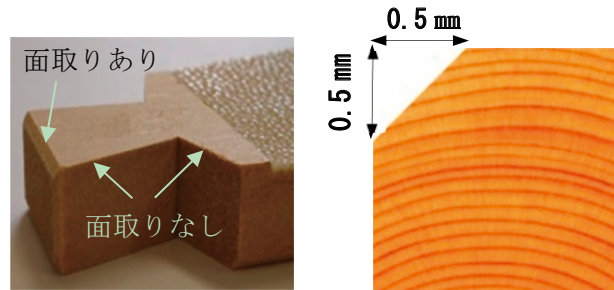


図 1. 面取り例（鉋皮おろし）と 0.5 mm の角面取り

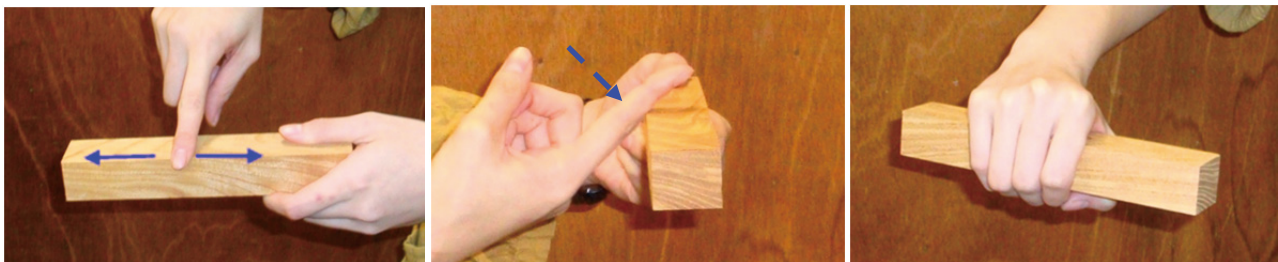
なる。日本工業規格では危険防止のために部材にまるみを持たせる必要があるとしている。

近年、海外メーカーによる、面取りのない鋭利な角を持つ木材製品を見かけるようになった。木材のカドはササクレや棘が生じやすく怪我の原因となりやすい。面取り加工は重要な工程だが、これまで適切な面取りに関するデータが少なかった。そこで今回、木材の面取りについて必要かどうかまた、必要な場合どの程度が良いか、樹種や面取り量および角を構成する側面の仕上げの違いから官能試験により求めた。

2. 実験

供試材は広葉樹のシラカシ、ケヤキ、カツラ、キリ、針葉樹のパイン、スギの 6 樹種とし、大きさを 32 × 28 × 200 mm とした。長軸方向の 4 面を丸鋸盤および超仕上げ鉋盤で仕上げ、ルータで角面に面取りした。面取り量を 0、0.3、0.5 mm の 3 種とし、計 36 種類の試験片を製作した。被験者は若年層（30 歳未満）、中年層（30 歳以上 49 歳以下）、高齢層（50 歳以上）の男女で 3 グループに分け、官能試験を行った（図 2）。

試験は A：指の腹側で試験片の角を左右に撫でる。B：指の背側で角を軽く叩く。C：普通に握る。A、B、C どれか一つでも角が「不快である」と感



A：指の腹側で試験片の角を左右に撫でる

B：指の背側で角を叩く

C：握る

図 2. 官能試験

じたものを選び集計した。得られた結果より不快数の占める割合を不快率とした。また、不快率の減少の著しいものを面取り効果が大きいものと判断した。なお、試験片の重さ(470g)を統一するためにあらかじめ錘を試験片内部に入れ調整した。

3. 結果

3.1 面取りがない場合の不快率について

○男女の違い(図3)。

・面取り加工がないと不快率は男性が57%、女性が69%だった。女性がより多く不快を示した。

○世代の違い(図4)

・平均では世代間の違いは小さかったが、若年男女間での差が大きく女性は男性の約2倍であった。

○側面加工の違い(図5)

・側面の丸鋸仕上げと超仕上げ鉋盤の違いでは男女とも丸鋸仕上げに高い不快率(鉋仕上げの1.6倍)を示し、特に女性が男性に比べ2割近く多かった。

○樹種の違いによる不快率について(図6)

・シラカシが丸鋸、鉋仕上げとも最も多く不快を示し、針葉樹材よりも広葉樹が多かった。

・広葉樹材はキリを除き密度の高い順に不快率が多かった。

・広葉樹材はキリを除き男女間の差は小さかったが、キリや針葉樹材は女性が高い不快率を示した。

◎面取りがない場合の不快率についてのまとめ

・若年男女の不快率の差については、男性はあまり触覚に対する反応が小さく女性はより鋭敏に反応す

るためと考えられる。丸鋸仕上げではざらついた側面が影響したと考えられる。桐たんすに代表されるキリ材が特に女性に不快感を与えていることが特徴的だった。

3.2 面取りをした場合の不快率について

○男女の違いについて(図7)

・男性は面取りなしに比べ0.3mmの面取りで約37%、0.5mmでは47%減少し、不快率は10%になった。

・女性は同じく33%と56%にそれぞれ減少し0.5mmの面取りで不快率は13%になった。

○世代の違い(図8)

・3世代で同じ割合の減少幅を示し、面取りなしで70%程度あった不快率が面取り0.3mmで30%台、0.5mmで10%台に減少した。

○側面加工の違い(図9)

・丸鋸と鉋ともに同じ割合で減少した。面取りなしでは不快率の両者の差が30%近くあったが0.5mmの面取りでは丸鋸と鉋が同程度になった。

○男女の違いによる樹種別の不快率(図10、図11)

・面取り量の増加による不快率の減少の幅には樹種の違いによる開きがあった。

・男性は女性に比べ面取り量の増加による不快率の

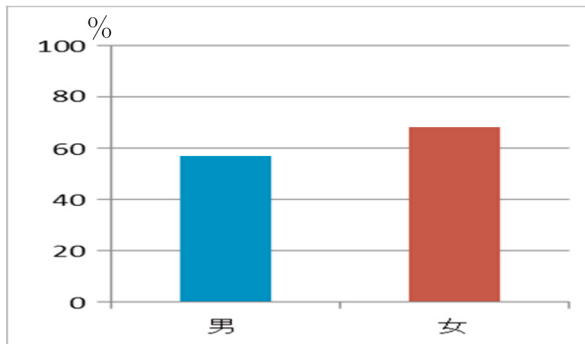


図3. 面取りがない場合の男女の不快率

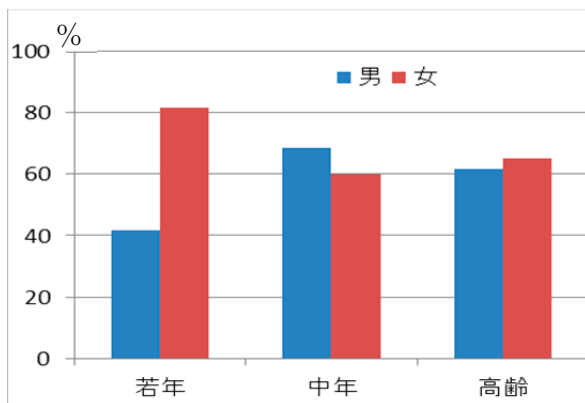


図4. 面取りがない場合の世代の違いによる不快率(男女の違い)

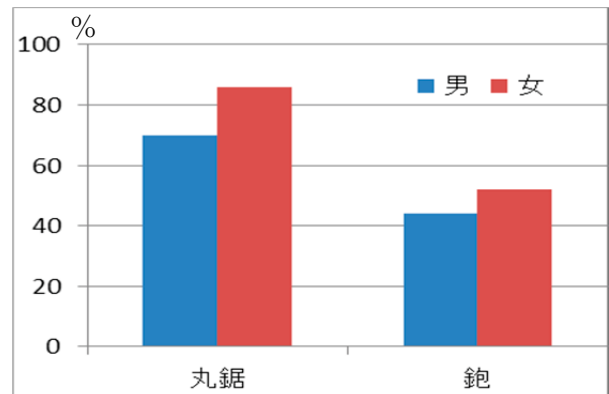


図5. 面取りがない場合の側面加工の違いによる不快率(男女の違い)

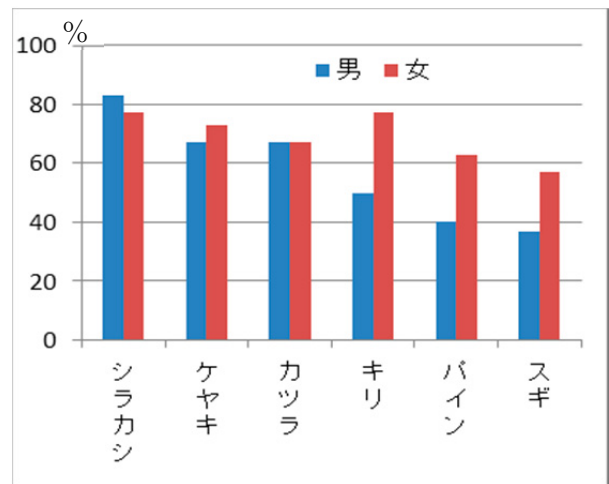


図6. 面取りがない場合の樹種の違いによる不快率

減少が概ね大きかった。

- ・女性では樹種ごとの減少幅にバラツキがあった。特にシラカシで面取りなしでは 78 % だったが、0.3 mm の面取りでは不快率が 23 % に 0.5 mm では 0 % であった。

- ・キリは他の樹種に比べ男女とも面取り量が増えても不快率が下がらなかった。

○側面加工における世代別男女別の不快率 (図 12、図 13)

- ・丸鋸仕上げでは面取り 0.3 mm は鉋仕上げに比べ不快率が高かったが 0.5 mm では同じ割合になった。また、高齢男性と若年女性は面取り 0.5 mm で不快率が 0 % だった。

- ・鉋仕上げでは面取りなしが若年女性で際立って高かった。若年男性と中年女性は面取り量が増えても不快率の減少は小さかった。

○面取り量の違いによる側面加工における世代別女性のシラカシとキリの不快率 (図 15、図 16)

- ・丸鋸仕上げのシラカシはすべての世代の女性が不快だが面取り 0.5 mm で不快率は 0 % になった。キリは若年女性の不快率が低かった。

- ・鉋仕上げのシラカシは 0.3 mm で不快率が 0 % になった。キリは丸鋸仕上げと同じような不快率の減少だった (面取り効果が少ない)。

◎面取りをした場合の不快率についてのまとめ
樹種による男女の不快率の減少幅の違いが目

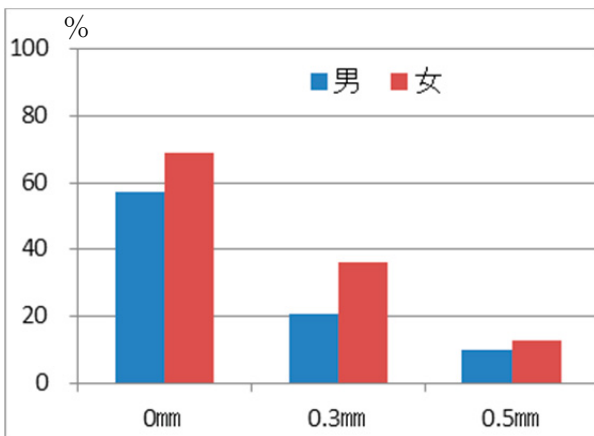


図 7. 面取り量の違いによる男女の不快率

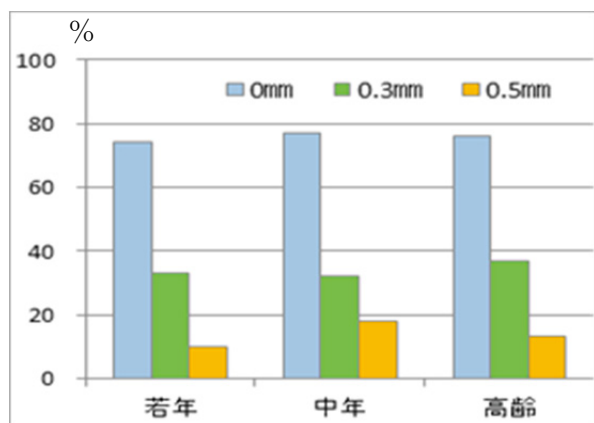


図 8. 面取り量の違いによる側面加工別の不快率

立った。男性は少しの面取りでも効果があるが、女性はいちより多くの面取りをするか樹種別 (キリ等) に加工法 (研磨紙研磨等) を加える必要があると考えられる。

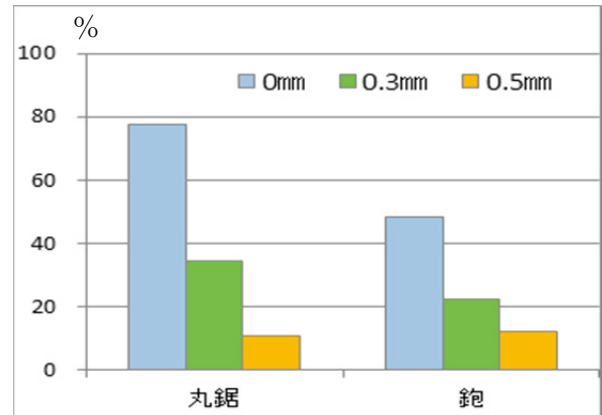


図 9. 面取り量の違いによる側面加工別の不快率

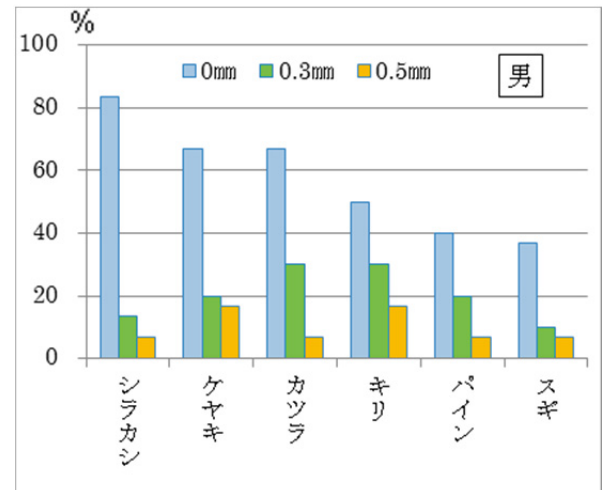


図 10. 面取り量の違いによる樹種別の不快率 (男)

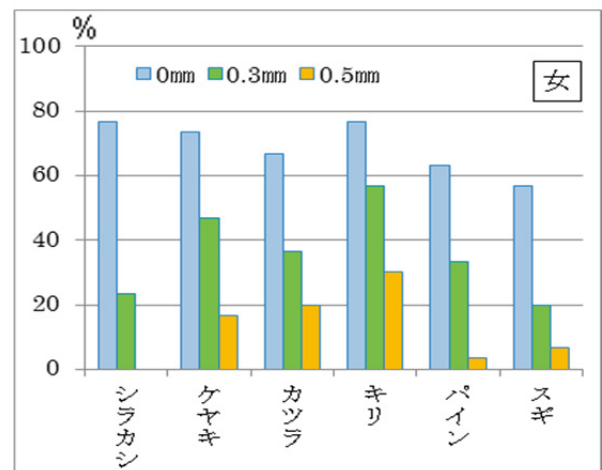


図 11. 面取り量の違いによる樹種別の不快率 (女)

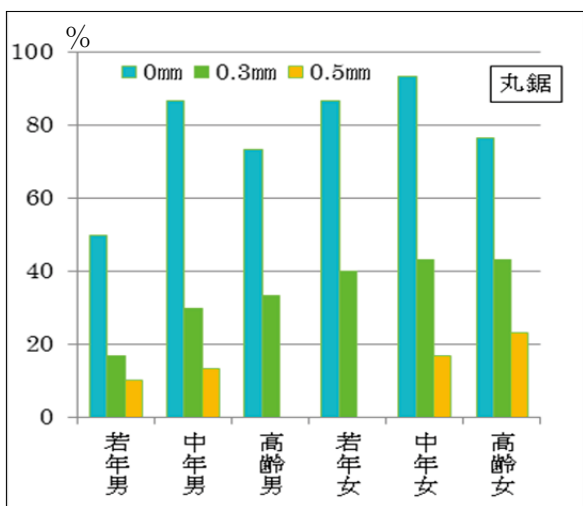


図 12. 面取り量の違いによる側面加工(丸鋸)における世代別男女別の不快率

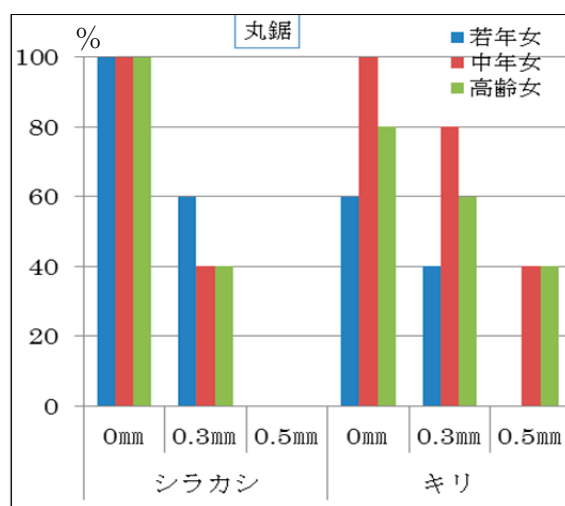


図 14. 面取り量の違いによる側面加工(丸鋸)における世代別女性の不快率

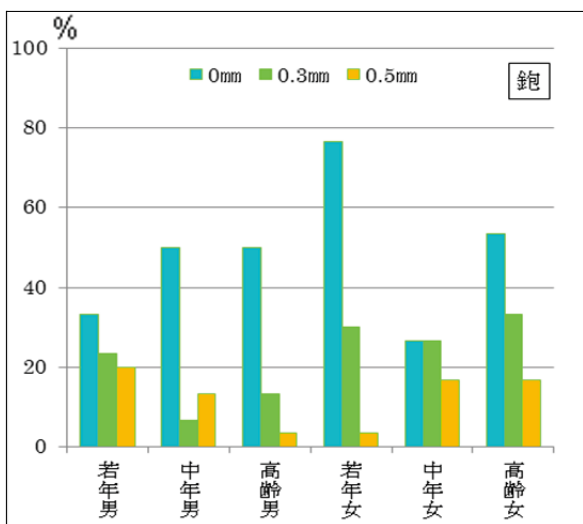


図 13. 面取り量の違いによる側面加工(鉋)における世代別男女別の不快率

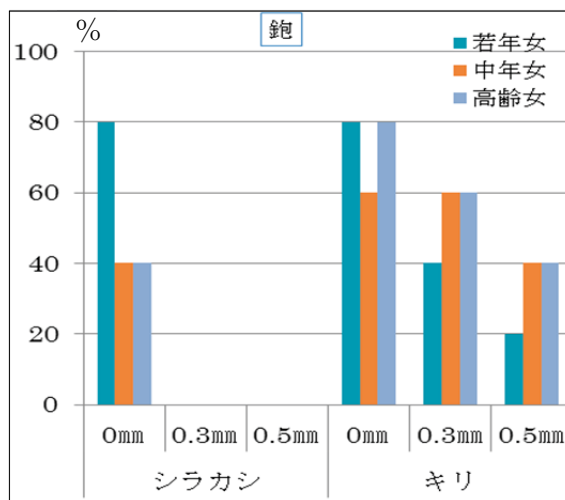


図 15. 面取り量の違いによる側面加工(鉋)における世代別女性の不快率

4. まとめ

海外で安価に生産された品が身近に増え、コストダウンを余儀なくされる製造現場では面取り工程も省略される傾向にある。しかし今回の実験により丸鋸仕上げだけの製品でも面取りをすることにより不快感を減らせることが分かった。また、木製品を身近で使う頻度が多い女性が特定の樹種の性状により

敏感に反応することが分かった。今回は刃物による面取りと側面仕上げだったが、研磨紙による研磨が行われるとより不快感は減ると考えられる。

謝辞

本研究は平成 21 年度科学研究費補助金奨励研究(21925016)により行われました。ここに記し感謝いたします。

The Investigation of optimum chamfered shape in wood products

Chiaki Tadokoro

Technical Service Office for Life and Environmental Sciences, University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8572 Japan

Keywords: wood, chamfer, feel