

岡山県工業技術センター報告

(Report of Industrial Technology Center of Okayama Prefecture)

第 47 号

令和 3 年 8 月

岡山県工業技術センター

目次 / CONTENTS

【 報 文 / PAPER 】

1 旋削における主分力の時系列解析を用いた工具摩耗監視	余田 裕之 綱分 友春 亀山 寛司 清水 毅 中山 唯	1
Monitoring of tool-wear by time-series analysis of principal force in turning operation	Hiroyuki YODEN Tomoharu TSUNAWAKI Kanji KAMEYAMA Tsuyoshi SHIMIZU Yui NAKAYAMA	

【 技術資料 / TECHNICAL REPORT 】

1 カチオン化綿布におけるヨウ素染着量と草木染着量の相関 Correlation between Iodine Sorption and Natural Dye Sorption in Cationized Cotton Fabric	國藤 勝士 Katsushi KUNITOU	5
2 清酒製造場由来の野生酵母のアルコール発酵能 Alcohol fermentation ability of wild yeast derived from manufacturing setting of sake brewery	伊藤 一成 谷野 有佳 三宅 剛史 Kazunari ITO Yuka TANINO Tsuyoshi MIYAKE	8
3 デニム生地 of 表面特性評価に及ぼす摩擦方向の影響 Effect of friction direction on surface characterization of denim fabrics	松本 侑子 Yuko MATSUMOTO	12
4 純鉄およびS20Cへの高温窒化処理の適用 Application of High Temperature Nitriding on Pure Iron and S20C steel	築山 訓明 Kuniaki TSUKIYAMA	14
5 スマート鍛造プロセスを適用したクロム鋼の切削加工特性 Cutting characteristics of chrome steel using smart forging process	築山 訓明 綱分 友春 余田 裕之 勝田 智宣 内田 清 林 祥次 Kuniaki TSUKIYAMA Tomoharu TSUNAWAKI Hiroyuki YODEN Tomonori KATSUTA Kiyoshi UCHIDA Shoji HAYASHI	16
6 モータの極数と溝数が偏心時のコギングトルクに与える影響 Effect of the number of poles and slots of motor on cogging torque during eccentric rotation	勝田 智宣 Tomonori KATSUTA	18
7 16マイクロホン法垂直入射透過損失測定 of 有限要素法を用いたシミュレーション FEM simulation of normal-incidence sound transmission loss measurement with sixteen-microphone method	眞田 明 中川 博 Akira SANADA Hiroshi NAKAGAWA	20
8 構造物に印加された加振力の推定 Estimation of Excitation Forces to Structure	辻 善夫 眞田 明 村上 浩二 Yoshio TSUJI Akira SANADA Koji MURAKAMI	22

9 一様乱数を用いた畳み込みニューラルネットワークの蒸留 Distillation of Convolutional Neural Networks with Uniform Random Numbers	平田 大貴 Daiki HIRATA	24
10 ハロイサイトによるプラスチックの難燃性向上 Improving fire retardancy of plastic by using halloysite	日笠 茂樹 甲加 晃一 梅原 智直 岡崎 健一 城石 知紀 Shigeki HIKASA Kouichi KOUKA Tomonao UMEHARA Kenichi OKAZAKI Tomonori SHIROISHI	27
11 蛍光X線分析に用いる石灰標準試料の作製 Preparation of lime standard samples for X-ray fluorescence analysis	藤井 英司 古谷 充章 Eiji FUJII Mitsuaki FURUTANI	29
12 ブタジエンゴムの伸張下におけるナノ力学物性測定 Measurement of nanomechanical properties of butadiene rubber under elongation	石田 拓也 幕田 悟史 岩蔭 仁 中嶋 健 Takuya ISHIDA Satoshi MAKUTA Hitoshi IWABUKI Ken NAKAJIMA	33
13 セルロースナノファイバー (CNF) 複合材料におけるマクロ分散性評価 手法の開発 Evaluation of the dispersibility of cellulose nanofibers (CNFs) in polymer composites	幕田 悟史 石田 拓也 平田 大貴 笹田 昌弘 田中 達也 岩蔭 仁 Satoshi MAKUTA Takuya ISHIDA Daiki HIRATA Masahiro SASADA Tatsuya TANAKA Hitoshi IWABUKI	35
14 LANケーブルのコネクタ部からの近端クロストーク計測 Near End Crosstalk Measurement at a Connector in a LAN Cable	渡辺 哲史 若槻 友里 若尾 和正 林 洋之 Tetsushi WATANABE Yuri WAKADUKI Kazuo WAKAO Hiroyuki HAYASHI	37
15 車載用全固体リチウム二次電池の現状と課題 Current Status and Issues of All-Solid-State Lithium Secondary Batteries Mounted in a Vehicle	常定 健 Takeshi TSUNESADA	40
16 Arイオンボンバード処理がアルミニウム合金とエポキシ樹脂の接着性 に与える影響 Effect of Argon ion bombard treatment on adhesion between aluminum alloy and epoxy resin	中西 亮太 山本 航平 大宮 祐也 Ryota NAKANISHI Kohei YAMAMOTO Yuya OMIYA	43
17 深度カメラを用いた非接触牛体測定システムの開発 Development of the non-contact cattle body shape measurement system using depth cameras	岩田 和太 Kazuhiro IWATA	46

【 外部発表 】

(誌上発表)

- | | | |
|--|---|----|
| 1 麴菌の品質は「表情」次第？ | 伊藤 一成 | 49 |
| 2 岡山県工業技術センターにおける薄膜の機械特性評価～ナノインデンテーション～ | 國次 真輔 | |
| 3 二酸化塩素水溶液によるポリエチレンテレフタレート板に収着したクルクミンの脱色 | 松本 侑子
岩舘 仁
竹原 淳彦
福崎 智司 | |
| 4 射出成形条件がLLDPE / PA6系ポリマーブレンドの相構造と力学特性に与える影響 | 日笠 茂樹 | |
| 5 無通風箱培養法による試験製麴技術の開発と応用 | 伊藤 一成
谷野 有佳
五味 勝也
狩山 昌弘
三宅 剛史 | 50 |

(口頭発表)

51 ~ 54

報 文

旋削における主分力の時系列解析を用いた工具摩耗監視

Monitoring of tool-wear by time-series analysis of principal force in turning operation

余田裕之・綱分友春・亀山寛司¹・清水毅²・中山唯²

Hiroyuki YODEN, Tomoharu TSUNAWAKI, Kanji KAMEYAMA, Tsuyoshi SHIMIZU and Yui NAKAYAMA

キーワード 工具摩耗 / 主分力 / 時系列解析 / 尖度 / 短時間フーリエ変換

KEY WORDS Tool wear / Principal force / Time-series analysis / kurtosis / Short-Time Fourier Transform

要 旨

本研究では冷間金型用合金工具鋼の旋削加工時に、工具にかかる主分力を周波数や統計解析することによって、工具摩耗の監視と寿命予測の可能性について検討を行った。実験の結果、主に逃げ面の摩耗が進行するような緩やかな加工において、その摩耗状態を良好に監視可能となり、工具寿命予測の可能性が示唆された。

1 はじめに

工具の摩耗状態は形状精度や加工面粗さに影響を与える要因の1つである¹⁾。しかし、現在多くの加工現場では、工具寿命の判断は切りくずや工具の見た目、音・振動などによるものが多く感覚的である。また、このようなノウハウの継承さえ行われていない現場も多く、工具寿命までの時間や加工個数といった結果のみを画一的に使用して、工具交換を行っている。そのため、工具が寿命に達していない場合も多く、コストダウンの妨げとなっている。このような課題に対し、近年、加工中の工具摩耗状態をリアルタイムで監視して寿命判定・予測を行うことへの要求が高まっている。一方で、工具摩耗そのものを加工中に観察するのは困難なため、従来から力や加速度などのセンサを用いて摩耗状態を推定する研究が多くなされている^{2,3)}。これらの研究においては、得られた信号の平均値やふれ（標準偏差）のみを解析・検討しているものも多く、工具摩耗に伴う信号の時間的変化や加工状態を詳細に検討した研究は少ない。

そこで我々はこれまでに、主分力の周波数解析（STFT：Short-Time Fourier Transform）を利用して、工具摩耗変化の見える化に関する研究を行ってきた。その結果、すくい面や逃げ面がともに摩耗してチップングするような激しい加工条件下では、チップング前の特徴的な振動を検出可能であり、この解析手法を利用すれば、寿命前に工具交換をうながすことが可能になると報告してきた^{4,7)}。

本報告ではこれまでの激しい条件とは違い、主に逃げ面が摩耗する比較的緩やかな条件下で冷間金型用合金工具鋼を切削実験した。その際の主分力をSTFTや統計解析することによって、加工中の微小な工具摩耗変化のリアルタイムでの監視を試みた⁸⁾。

2 実験方法

表1に加工条件を示す。これまでの研究ではノン

コート⁹⁾の超硬工具を用いることによって、工具摩耗の進行を加速させ、チップングなどの突発的な事故を積極的に発生させてきた。その上でこの解析手法が加工現象を正確に監視可能か、検討を行ってきた。本報告では、工具のコーティングをCVDに変更し、主に逃げ面が摩耗する緩やかな加工条件下において解析手法のさらなる検討を行った。

図1に実験装置を示す。NC旋盤（滝澤鉄工所製、TAC-510）の工具台に切削動力計（Kistler製、9129AA）を設置し、側面切削時の主分力を測定した。この信号をこれまで行ってきたSTFTと、統計値の1つである尖度を用いて解析を行った。これらは、どちらも音声や機械振動などの信号解析で利用される手法であり、時間的に変化する信号の解析や監

表1 被削材と加工条件

被削材	SKS93 (φ66.7→48.7 mm×300 mm)
工具	超硬(CNMG120404MQ) CVD コート(TiCN+AL ₂ O ₃ +TiN)
切削速度	270 m/min.
送り速度	0.25 mm/rev.
切込み量	0.25 mm
切削油	なし(ドライ)

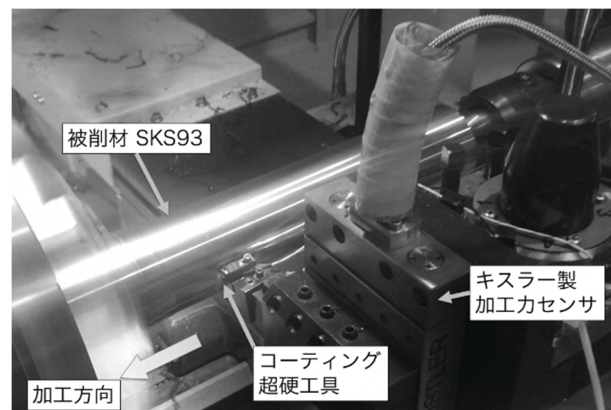


図1 NC旋盤での加工実験の様子

¹ 中国職業能力開発大学校, ² 岡山県産業振興財団

視に向いている⁹⁻¹¹⁾。1つ目のSTFTは主分力信号を極短時間で連続抽出し、フーリエ変換する手法である。なお、窓関数はHamming、サンプリング間隔 6.25×10^{-5} 秒(16 kHz)、FFT長1024、ウインドウ長1024、オーバーラップ長512の条件で解析を行った。

STFTの結果は、横軸に時間・縦軸に周波数を取り、得られた各時間のスペクトルをベースライン：黒色、ピーク：白色で表現すると、スペクトログラムというグラフとして得られる⁹⁾。これを用いて、工具摩耗に伴う主分力の時間的変化を詳細に検討することが可能となる。

2つ目の尖度は主分力信号の確率密度関数と正規分布とのずれの度合を示す指標であり、式(1)で表現される、平均値まわりの4次のモーメントである。ここで、 n はデータ数、 X_i は各時間での主分力、 \bar{X} はその平均値、 σ は標準偏差であり、3を引くのは正規分布の場合の尖度の値を0にするためである¹²⁾。

$$\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{X_i - \bar{X}}{\sigma} \right)^4 - 3 \quad (1)$$

尖度が0以上の場合は、主分力信号が正規分布より尖った分布を持ち、平均値の近くに信号が集中していることを示す。尖度が0の場合は、正規分布と同じ分布である¹⁰⁻¹²⁾。尖度の計算は、主分力を0.25秒ごとに抽出して計算し、その平均値を結果とした。この手法で判定した工具寿命と、工具観察・加工面性状結果から判定した工具寿命とを比較することにより、本手法の有用性を確認した。

なお、工具観察と逃げ面摩耗幅 V_B の計測にはレーザ共焦点顕微鏡(オリンパス製, LEXT-4000)を用い、刃先から 45° の俯瞰で観察し、すくい面と逃げ面工具摩耗を同時に確認した。また、被削材

の加工面性状の測定には走査型白色干渉計(zygo製, NEXVIEW2)を用いた。

3 結果と考察

3.1 工具寿命の確認

はじめに、加工距離に対する工具摩耗と加工面性状の2点から工具寿命の確認を行った。図2に加

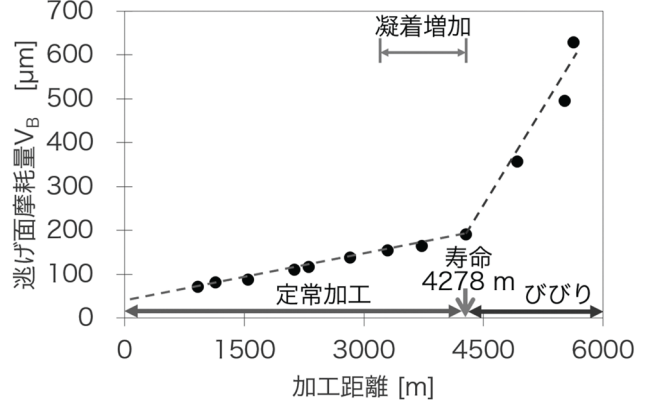


図2 加工距離と逃げ面摩耗幅 V_B

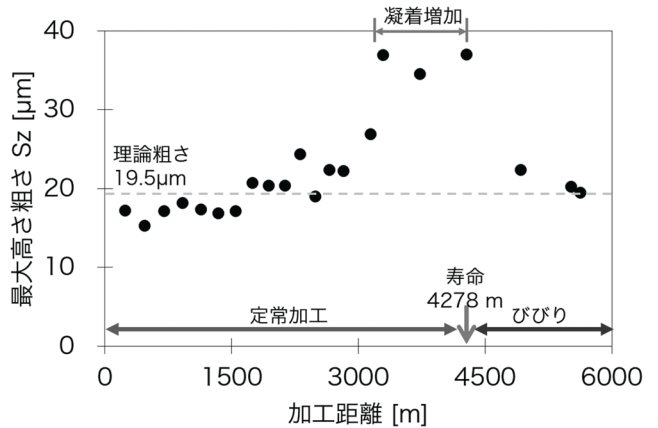


図3 加工距離と加工面の最大高さ粗さ S_z

	加工距離 920 m 逃げ面摩耗 $V_B=71 \mu\text{m}$	4278 m $V_B=191 \mu\text{m}$	5626 m $V_B=628 \mu\text{m}$
加工面性状	 工具Rが良好に転写 $S_z=18.1 \mu\text{m}$	 転写性・粗さ不良, 凝着 $S_z=37.0 \mu\text{m}$	 びびりと火花発生, 凝着少 $S_z=19.5 \mu\text{m}$
工具摩耗	 すくい面 逃げ面 300 μm	 主に逃げ面摩耗が進行 すくい+逃げ面摩耗が進行 凝着	 すくい+逃げ面摩耗が進行

図4 加工距離と加工面性状・工具摩耗

工距離に対する逃げ面摩耗幅 V_B を示す。図から明らかのように、加工開始から加工距離4278 mまで、主に逃げ面が直線的に摩耗し、それ以降は逃げ面の摩耗が急激に進行することが分かった。

図3に加工距離に対する加工面の最大高さ粗さ S_z を示す。図の点線は加工条件から計算した理論粗さ $19.5 \mu\text{m}$ を示している。加工開始から加工距離3143 mまでは距離に応じて増加傾向を示すが、理論粗さと近い値であることから、概ね理論通りの切削加工が行われたと考えられる。一方、加工距離3294 m以降では、 S_z が急激に増加し、およそ4500 m以降は再び理論粗さ付近まで減少することが確認できた。

図4に代表的な加工距離920 m (初期)、4278 m (中期)、5626 m (終期)での加工面性状と工具摩耗を示す。加工面性状は色で高さを表現しており、白色が高い箇所 (山部)、黒色が低い箇所 (谷部)を示している。この山谷はいわゆるツールマークである。

ここで図2~4の結果を用いて加工距離に応じた現象の変化について検討する。加工開始から加工距離3143m (初期)は、逃げ面の摩耗が進行するものの工具摩耗は十分小さい。このときの加工面は図4の加工距離920 mで示したように、ツールマークが一定で、かつ、山や谷も大きく変動していないことと、粗さ S_z が理論粗さに近いことから、工具Rが良好に転写される、切削加工の理論通りの加工が行われたと考えられる。

次に加工距離3294から4278 m (中期)は、逃げ面摩耗の直線的な増加傾向は変わらないが、摩耗の進行に伴って加工現象が徐々に変化し、図4の4278 mの場合で示したように、凝着が生成・脱落する領域である。この凝着物の生成によって加工面の一部が深く除去され、さらに凝着物が加工面に脱落したことが、加工面の最大高さ粗さ S_z が急激に増加する原因であると考えられる。

最後に、切削距離4278~5626 mまで(終期)は、こ

れまでの逃げ面摩耗にすくい面摩耗が加わっている領域である。この領域では、加工時にはびびりと火花が発生し、加工距離に応じて徐々に顕著に認識できるように変化していった。加工面は図4の5626 mの場合で示したように、谷部が一様に深く除去されている一方で、山部はほとんど失われており、転写性は不良であった。このため、粗さ S_z の数値自体は減少したものの、切削加工の理論から考えると正常な加工ではない状態であると言える。以上の結果から加工距離4278 mを工具寿命と考えた。

3.2 主成分の周波数・統計解析を用いた工具寿命の推定とその有効性の確認

次に、3.1節で得られた工具寿命4278 mと主成分の周波数解析や統計値を用いた手法から得られる寿命とを比較し、有効性の確認を行った。図5に代表的な加工距離における、主成分とその周波数解析 (STFT) および尖度を示す。まずSTFTに着目すると、どの段階でも振動している周波数は同じである。しかし、その色 (パワー) は例えば2 kHzや4 kHzに着目すると、暗灰色から灰色、一部では白色を示していることから、工具摩耗の進行に伴って、その振動のパワーが増加していることがわかる。

また、図6に加工距離にともなう主成分の平均値と標準偏差の変化を示す。ここで図のエラーバーは比較しやすくするため、 $\pm 3\sigma$ とした。主成分は加工距離に応じて加工開始から直線的に増加し、4143 m以降はその傾向が増大し、さらに、標準偏差がびびりによって初期と比較して1.5~2倍程度に増加することが確認できた。

次に、加工現場への展開について検討を行う。これまでの研究では、工具摩耗が激しい加工条件や突発的な事故 (チッピング) の見える化には、STFTから得られるスペクトログラムが有効であることを報告してきた。一方で、本報告のように工具摩耗が緩やかな場合、STFTだけでは検出が難しい場合もある。そこで、例として図6の主成分の平

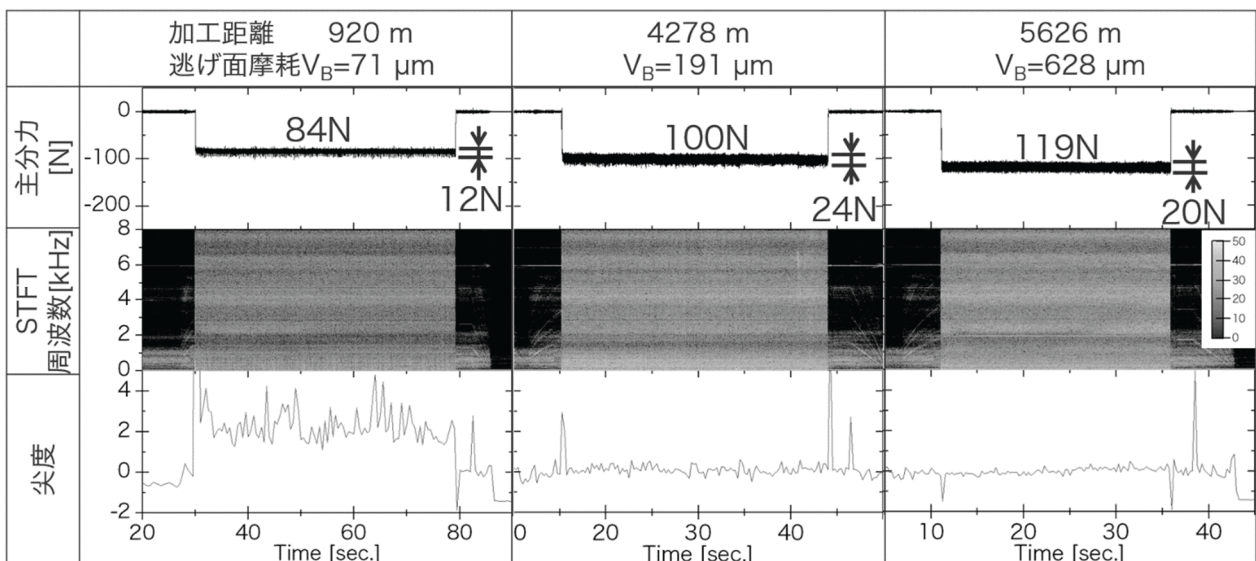


図5 加工距離と主成分力・周波数解析・尖度

均値を100 N、標準偏差を10 N以上のように、工具寿命のしきい値をうまく設定できれば、寿命(4143 m)の手前で工具交換を促すことが可能となる。しかし、本報告では図6に示したように主分力の変化が乏しく、しきい値の設定が非常に難しい。さらに、このしきい値は使用するセンサ・物理量(力や加速度)・被削材・工具・加工条件・加工機などを1つでも変更すると、容易に変動するため、再取得の必要がある。しかし、このようなしきい値の再取得は加工現場では実用的ではない。そこで、条件変更の影響を受けにくい無次元の統計値を利用して、寿命の監視精度と汎用性の向上を図った。

図7に加工距離と主分力から計算した尖度の変化を示す。直線近似した傾向から、加工距離の増加にともなって、尖度が2.1付近から徐々に減少し、4255 mで0となることが確認できる。この4255 mは直線近似に用いた領域によって、4024~4255 mまでの値となった。また、4255 m以降は0から0.4の間でほぼ横ばいとなる。これは図5や図6において、信号の標準偏差が大きくなっていることと連動している。しかし、標準偏差は変化量が小さいため、寿命を検出する指標には不向きである。一方、尖度は、工具摩耗に伴う加工現象の微小な変化を感度良く検出可能であることが分かる。

ここで、3.1節で粗さや工具観察から得た工具寿命4278 mとSTFTや特に尖度の値から得られる工具寿命4255 mとは良く一致している。また、ばらつきの4024~4255 mは工具寿命4278 mよりも前であり、安全側である点も本手法の有用性を示している。

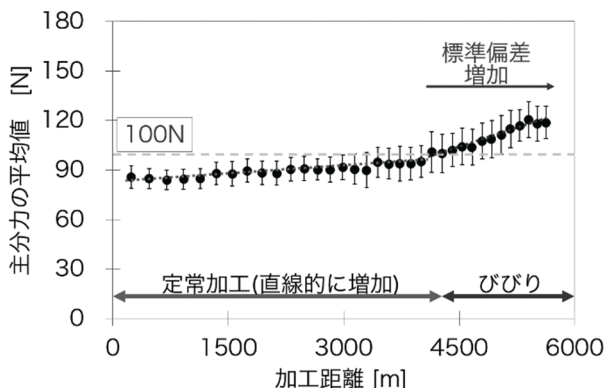


図6 加工距離と主分力の平均値(エラーバー $\pm 3\sigma$)

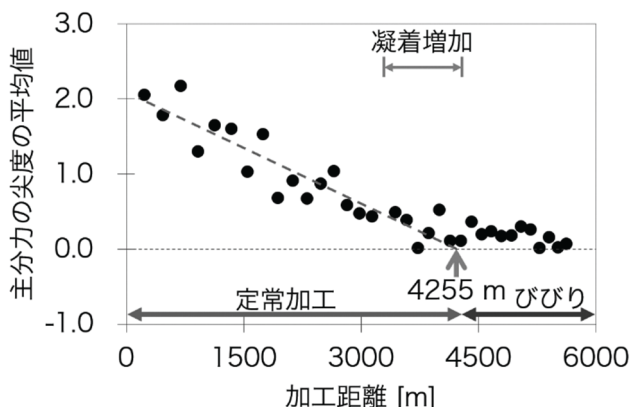


図7 加工距離と主分力の尖度の平均値

ると言える。さらに現場において、例えば尖度のしきい値を0.2のように設定すれば、より安全側での運用が可能となると思われる。

以上の結果から、主分力のSTFTや統計の解析手法を用いて、工具の摩耗状態を良好に監視することが可能となった。今後さらに条件を変えて検証し、工具摩耗をリアルタイムにとらえながら工具寿命の検出精度と汎用性が向上させるために基礎データを蓄積していく予定である。

4 まとめ

本研究では、主に逃げ面が摩耗するような緩やかな条件下で冷間金型用合金工具鋼の切削実験を行い、その主分力をSTFTや統計値を用いて解析した。実験の結果、本解析手法は主に逃げ面摩耗が進行するような加工においても、その摩耗状態を良好に監視可能となり、工具寿命予測の可能性を示すことができた。

参考文献

- 1) 狩野勝吉著. 難削材・新素材の切削加工ハンドブック. 工業調査会, 2002, 493p.
- 2) 狩野勝吉. データで学ぶ超耐熱合金切削の基礎技術とトラブル対策(1) 難削材切削の現状と課題. 機械の研究, 2019, vol.71, no.2, p.145-155.
- 3) 宋東烈ほか. 切削加工の異常診断手法(第2報). 群馬県産業技術センター研究報告. 2003.
- 4) 余田裕之ほか. “チタン合金の切削加工現象の評価に関する研究”. 2019年度精密工学会春季大会学術講演会 講演論文集, 2019, p.634-635.
- 5) 余田裕之ほか. “難削材の切削加工における金属組織と工具摩耗に関する研究”. 日本機械学会中国四国支部第57期講演会講演論文集, 2019, SS52.
- 6) 余田裕之ほか. “短時間フーリエ解析を利用した加工現象の見える化と炭素工具鋼加工時の工具摩耗との関連”. 岡山県工業技術センター報告. 2019, 45, p.36-39.
- 7) 余田裕之ほか. “周波数解析した加工力を用いた工具摩耗状態の見える化”. 日本機械学会中国四国支部第58期講演会講演論文集, 2020, SS23.
- 8) 余田裕之ほか. “加工力の統計値を用いた工具摩耗状態の監視と寿命判定”. 2021年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, 2021, p.141-142.
- 9) 石光俊介. “サウンドデザイン論(8) 音をデザインし製品価値を高めるには”. 機械の研究. 2020, Vol.72, no.2, p.115-120.
- 10) 吉川孝雄ほか著. 機械の力学. コロナ社, 1987, pp.223-235.
- 11) 井上剛志ほか. “非破壊検査技術の最新動向 振動診断”. 設計工学. 2014, vol.49, no.11, p.578-586.
- 12) JIS Z 8101-1:2001.

技術資料

カチオン化綿布におけるヨウ素染着量と草木染着量の相関

Correlation between Iodine Sorption and Natural Dye Sorption in Cationized Cotton Fabric

國藤勝士

Katsushi KUNITOU

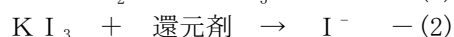
キーワード カチオン化綿／染着量／ヨウ素溶液／草木染料

KEY WORDS Cationized cotton fabric／Dye sorption／Iodine solution／Natural dye

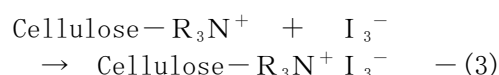
1 はじめに

草木染料はサステナブルな染料として注目されているが、綿にほとんど染着されないため、カチオン化(綿に四級アンモニウム基を化学的に結合)が前処理として一般に行われる¹⁾。ところが、四級アンモニウム基は紫外～可視～近赤外の波長範囲に特長的な吸収が無い²⁾ため、どのくらい綿がカチオン化されたかを測色計や分光光度計で定量評価することがこれまで困難であった。綿布の一部を染色し、染料染着量によってカチオン化量を推定する方法²⁾があるが、試験に使用した箇所は草木染色に利用できない問題があった。

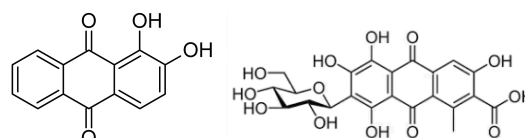
ヨウ素溶液はヨウ素(I₂)とヨウ化カリウム(KI)との混合により作製されるオレンジ色(KI₃)水溶液である(式1)。またヨウ素溶液のオレンジ色は、各種還元剤で容易に無色のヨウ化物イオン(I⁻)へと還元される(式2)。



これらの薬剤を使用してヨウ素溶液(I₃⁻)着色量にてカチオン化(R₃N⁺)を定量(式3)できれば、試験に使用した箇所も還元処理後に草木染色に利用でき、また綿布全体をヨウ素染色することでカチオン化不良箇所やカチオン化ムラ発見等、染色トラブル防止としての活用も期待できる。



本研究では、各濃度でカチオン化した綿布を作製し、綿布カチオン化量のヨウ素染色による評価及び草木染料の一つである茜及びコチニール(図1)の染色に及ぼす影響について検討した結果を報告する。



茜(アリザリン) コチニール(カルミン酸)

図1 茜、コチニールの主色素成分

2 実験方法

2.1 試料

カチオン化剤は洛東化成工業(株)製のカチオテックMRC、被染物である綿布は(一財)日本規格協会の綿添付白布を使用した。ヨウ素は和光純薬工業(株)製の特級、ヨウ化カリウムは関東化学(株)製の鹿一級、チオ硫酸ナトリウム5水和物はナカライテスク(株)製特級試薬を用いた。草木染料は(株)田中直染料店のインド茜液22、コチニール液EX10を使用した。

2.2 カチオン化綿布の作製

綿布 11.0 g を各濃度(10~100 g/L)のカチオテックMRC、3.3 g の水酸化ナトリウムを混合した 165 mL(浴比 1:15)溶液に投入し、赤外線ポット染色試験機(UR・MINI-COLOUR)にて室温で15分間、その後80℃で30分間処理した。ポットから綿布を取り出し、水洗後に2 g/Lの酢酸溶液(浴比 1:20)にて40℃、20分間中和処理して試料とした。

2.3 ヨウ素染色及び還元処理

各濃度でカチオン化した綿布を JIS K 1420 に従って作製した N/10 ヨウ素溶液の 20 倍希釈液(浴比 1:50)に投入した。赤外線ポット染色試験機にて50℃で5分処理した後、軽く水切りし、乾燥して試料とした。

還元処理は 5 g/L のチオ硫酸ナトリウム液(浴比 1:50)にヨウ素染色後の綿布を投入し、40℃で1分処理した。処理後に水洗、乾燥して試料とした。

2.4 草木染色

各種濃度のカチオン化綿布またはヨウ素染色－還元処理後のカチオン化綿布を100%o. w. f. (on the weight of fiber)の草木染料液を加えたの染料液(浴比1:30)に投入した。赤外線ポット染色試験機にて70℃で20分処理し、水洗、乾燥して試料とした。なお本試験ではカチオン化の影響調査を目的としたため媒染処理は行わなかった。

2.5 染着量評価

コニカミノルタ(株)製の分光測色計CM-3600dを用いて400-800nmの反射率を測定し、Kubelka-Munk関数により、濃色性の指標であるTotal K/S値を算出することにより染着量を評価した。

3 結果と考察

図2にカチオン化綿布のヨウ素染色及び染色後に還元処理した綿布の染着量を示す。カチオン化剤量0g/Lはカチオン化処理をしていない綿布を示す。カチオン化処理無しの綿布ではほとんど着色されなかったが、カチオン化剤量増加に伴って、染着量の増加が確認された。また得られた染色試料を還元処理したところ、すべての試料で無色(Total K/S値がほぼ0)となった。チオ硫酸ナトリウムによって綿布に染着したオレンジ色のヨウ素が無色のヨウ化物イオンに変化したためと考えられる。なおヨウ素染色した綿布を室温放置すると、すべてのカチオン化綿布において徐々に退色した。特にカチオン化処理無し(0g/L)の綿布は、2週間程度で無色となった。ヨウ素は昇華性物質であることから、染着したヨウ素は徐々に昇華して消失

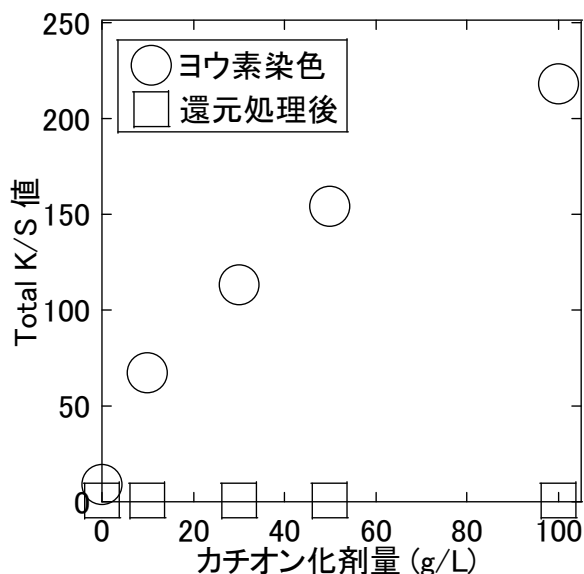


図2 カチオン化綿布のヨウ素染着量

したと推察される。染着量測定においてはヨウ素の昇華による影響を考慮する必要があることが分かった。

図3に草木染料の染着量に及ぼすヨウ素染色の影響を示す。横軸をヨウ素染着量、草木染着量を縦軸とし、未ヨウ素染色のカチオン化綿布の染着量を○、ヨウ素染色及び還元処理を行ったカチオン化綿布の染着量を◇で表した。

検討の結果、コチニールでは染着量とヨウ素染着量とで直線関係が得られ、また還元処理後のカチオン化綿布においてもほぼ同程度の染着量となることが確認された。一方、茜では染着量とヨウ素染着量とで直線関係を示したが、ヨウ素染着量が高いカチオン化綿では還元処理後のカチオン化綿布において染着量の低下が認められた。茜、コチニールの主色素成分はそれぞれアリザリン、カルミン酸である。カルミン酸はアニオン性のカルボキシル基を有しているため、カチオン性の四級アンモニウム基とイオン結合し、還元処理後も同程度の染着量を示したと考えられる。一方、茜の主色素成分であるアリザリンはアニオン性の官能基を有していない。ヨウ素染色－還元処理を行うとヨウ化物イオンや未反応のチオ硫酸イオン等のイオンが発生する。これらのイオンが四級アンモニウム基とイオン結合し、茜の染着を阻害することで染着量を低下させたと推察される。

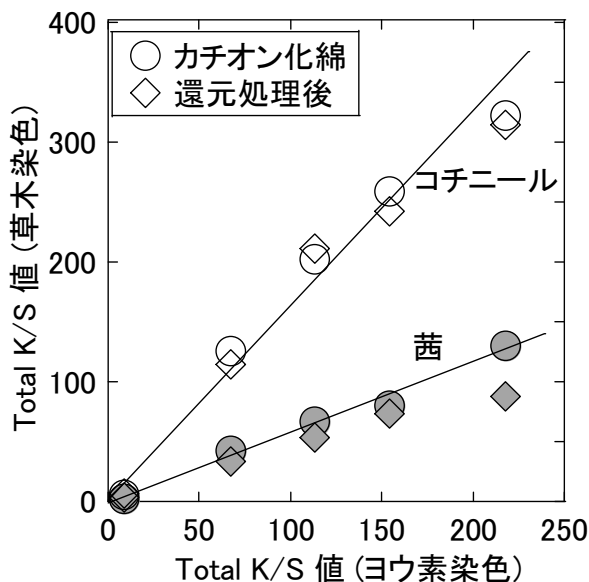


図3 草木染料の染着量に及ぼすヨウ素染色還元処理の影響
(未ヨウ素染色のカチオン化綿布を○でヨウ素染色及び還元処理を行ったカチオン化綿布の染着量を◇と表記)

茜、コチニールともにヨウ素染着量と直線関係が得られたことから、綿布のカチオン化量と

の相関関係は示されたが、実用化においてはヨウ素染色－還元処理によって生じる染着量低下に対する対策を考慮する必要があることが分かった。

4 まとめ

カチオン化綿布のヨウ素染色及び草木染色を行った。ヨウ素染着量はカチオン化剤量増加に伴って増加し、還元処理で無色に戻すことができた。またヨウ素染着量は草木染料(茜、コ

チニール)染着量と相関関係を示したが、茜ではヨウ素染着量が高いカチオン化綿においてヨウ素染色及び還元処理後で染着量が低下した。

4 参考文献

- 1) 齋藤和夫. 草木染めの実際と問題点. 繊維製品消費科学, 2013, 54(9), p. 811-815.
- 2) 王梦琴, 王树根. 棉纤维阳离子化的简易定量检测方法. 纺织学报, 2016, 37(4), p. 75-79.

清酒製造場由来の野生酵母のアルコール発酵能

Alcohol fermentation ability of wild yeast derived from manufacturing setting of sake brewery

伊藤一成・谷野有佳・三宅剛史

Kazunari ITO, Yuka TANINO and Tsuyoshi MIYAKE

キーワード 野生酵母 / アルコール発酵能 / 細胞増殖

KEY WORDS wild yeast / alcohol fermentation ability / cell proliferation

1 はじめに

清酒製造現場において、野生酵母が存在することは知られており、水を使用することの多い作業場では野生酵母が広く分布している^{1,2)}。清酒製造は各工程の作業が開放系で行われるため、万が一製造中にもろみで野生酵母が多数を占めるようなことになれば、腐造や劣化の原因となる。したがって、現場環境に存在する野生酵母を排除し、清酒酵母のみを活動させることが求められる。そこで各清酒製造場では、製造初期の酒母工程で乳酸を添加し酸性環境を作り出したり、その後の仕込工程では段仕込みによる急激な酸の希釈を防いでありして、酸に耐性のある清酒酵母を選択的に増やし活動を促している。また、発酵が進みアルコールが高濃度になることも、野生酵母の活動を抑制する一因となっている。

これまでに我々は同一清酒製造場から採取した野生酵母を同定し、その酵母菌叢³⁾と糖⁴⁾、酸⁵⁾、アルコール耐性⁶⁾について報告した。こうした野生酵母の性質について詳しく把握しておくことは、適切な発酵管理を行う意味において重要な情報となる。本報では、採取した野生酵母のアルコール発酵能について調べたので報告する。

2 実験方法

供試菌には、岡山県内の一清酒製造場で採取した同定済みの野生酵母³⁾から選択した菌株（5種、9株）を使用した（表1）。対照菌株として、清酒酵母のきょうかい701号（K701）、きょうかい901号（K901）、岡山県が保有する白桃酵母HN2株を使用した。

前培養は麴エキス（Brix10°）5 mLを試験管に分注し、これに酵母を1白金耳植菌した後、30°Cで2日間静置培養した。本培養は新たな麴エキス10 mLに、細胞数が初発 1×10^6 個/mLとなるように前培養物を加え、20°Cで14日間静置培養した。

試料は菌体を除くため遠心分離（8,000×g、10分）と、フィルター（孔径0.02 μm）ろ過で得た。アルコール（エタノール）量は、F-キットエタノー

表1 出現率と使用菌株

菌名	出現率	使用菌株
<i>Wickerhamomyces anomalus</i>	53.0%	10-9-1 11-A-6-1
<i>Saccharomyces cerevisiae</i>	31.3%	T1 11-A-19-2
<i>Candida famata</i>	6.3%	10-1-1 10-1-2
<i>Candida guilliermondii</i>	6.3%	H1 H2
<i>Candida valida</i>	3.1%	11-B-19-3

ル（ロシュ・ダイアグノスティックス）を用いて測定した。併せてサンプリング時には、培養物をよく攪拌した後、トーマ血球計算盤を用いて、細胞数をカウントした。

3 結果と考察

図1に清酒酵母3株（K701、K901、HN2）の7日目と14日目のアルコール（エタノール）生産量と1 mL当たりの細胞数を示す。7日目で3%程度、14日目で5~6%とアルコールが生産された。このときの細胞数は7日目で、いずれも10倍強の増加が見られたが、14日目にはあまり増加していなかった。したがって、麴エキスに含まれる糖分は、7日目頃までには菌体の増殖とアルコール発酵の両方に、培養後期ではアルコール発酵へ優先的に利用されたことが窺える。この傾向はHN2でより顕著であった。清酒酵母と同じ*Saccharomyces cerevisiae*として同定された野生酵母（T1株、11-A-19-2株：図2）も、清酒酵母と良く似たアルコール生産量と細胞数増加であった。

Wickerhamomyces anomalus（10-9-1株、11-A-6-1株：図3）のアルコール生産量は、7日目が1%以下、14日目でも3%足らずと、清酒酵母に比べ半分程度の生産量であった。一方細胞数は、7日目で 10^8 個/mLと清酒酵母よりも多く、14日目にかけてはほぼ一定になっていた。今回試験した野生酵母の中では、比較的高いアルコール生産能をもつ菌種であった。*W. anomalus*は、清酒酵母と比べ高いアルコール濃度には弱い、低アルコール濃度であれば

清酒酵母よりも良く生育する結果を得ている⁵⁾。今回のアルコール生産能試験では、7日目の低アルコール濃度の時には生育が良かったが、14日目にはアルコール濃度が高くなってきたために、細胞増加が抑制された可能性がある。

Candida famata (10-1-1株、10-1-2株：図4) と *Candida guilliermondii* (H1株、H2株：図5) は、清酒酵母と同等の細胞増殖が見られたものの、14日目においてもほとんどアルコールを生産しなかった。実際、培養中に起泡もほとんど確認されなかったため、両菌種ともアルコール発酵はほとんど行わず、糖分は細胞増殖やアルコール発酵以外の代謝に利用されていることが考えられた。両菌種ともに *W. anomalus* よりもアルコール耐性は低く、

生育速度も遅いことが分かっている⁵⁾。そのため、14日目以降にも生育がさらに進むと推定される。

Candida valida (11-B-19-3株：図6) のアルコール生産量は、清酒酵母よりは少なかったものの、*C. famata*や*C. guilliermondii*と比較すると特に7日目で多かった。培養中には起泡が見られ、アルコール発酵が行われていることを確認している。また、細胞増殖も14日目以降さらに増加しそうな傾向だった。これについては、*C. valida*は清酒酵母ほどではないがそれに準じたアルコール耐性を持つことが分かっており、少なくとも数%のアルコール濃度では良好に生育することができる⁵⁾。したがって、糖分がアルコール発酵に加え細胞増殖にも十分に利用されたことが考えられる。

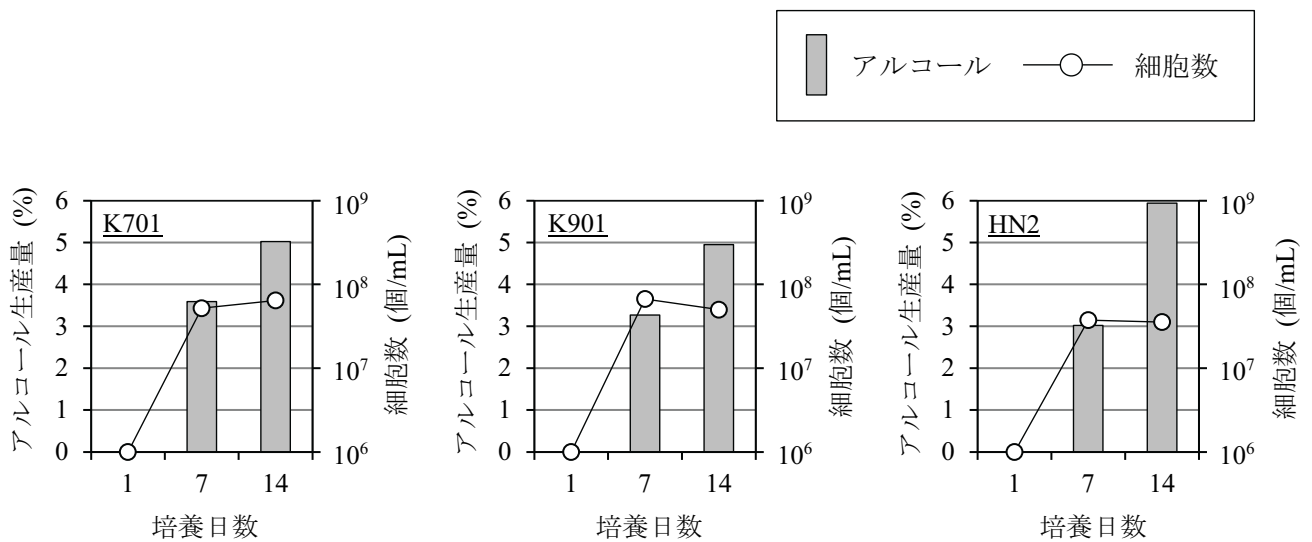


図1 清酒酵母のアルコール生産量

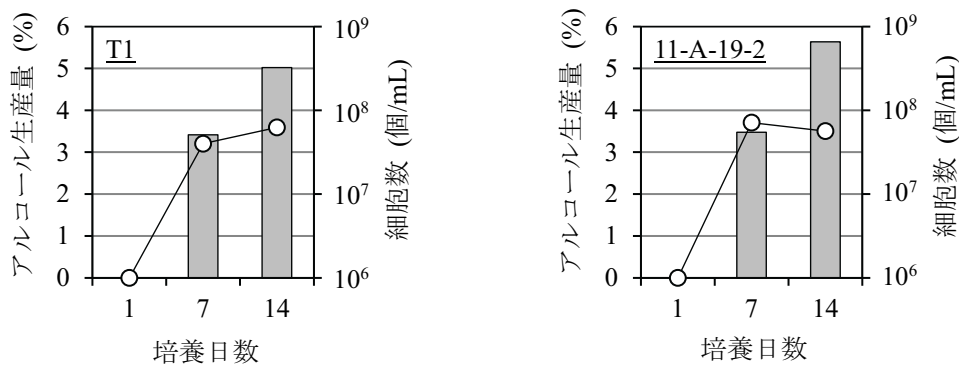


図2 *S. cerevisiae* のアルコール生産量

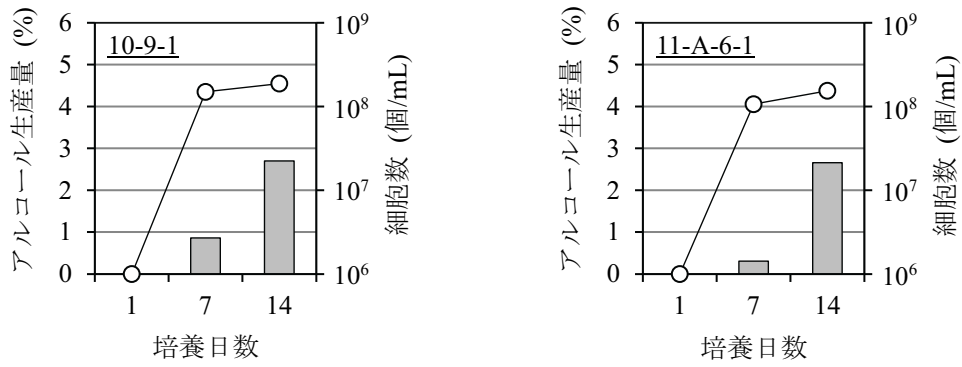


図3 *W. anomalus* のアルコール生産量

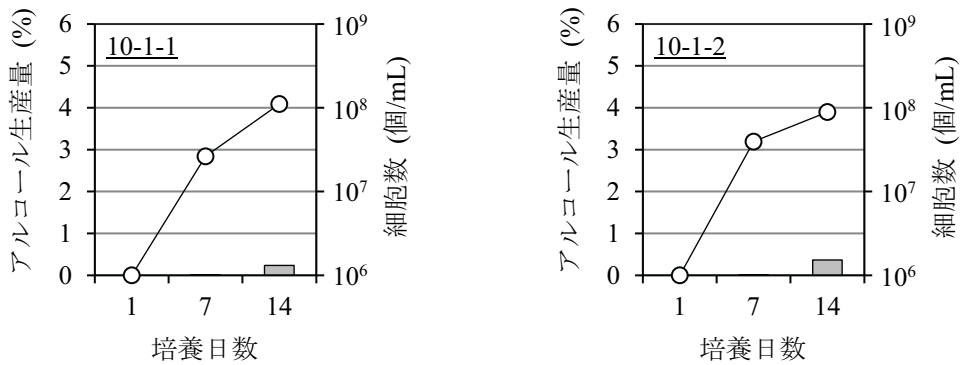


図4 *C. famata* のアルコール生産量

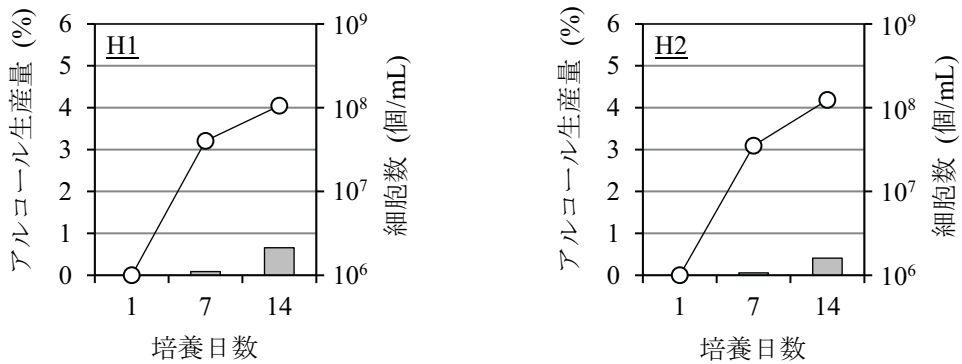


図5 *C. guilliermondii* のアルコール生産量

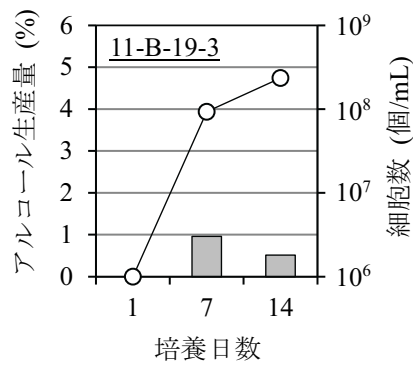


図6 *C. valida* のアルコール生産量

以上、本研究で試験した株を総合的に見てみると、清酒酵母と同じ *S. cerevisiae* である T1 株と 11-A-19-2 株は、清酒酵母と同様のアルコール発酵能があることが確認できた。これらは、製造現場で使用している清酒酵母が野生化した可能性もあると考えられる。清酒製造は目的に合った香味を持つ清酒に仕上げるために、特定の株で発酵を行うことがほとんどであり、野生化した清酒酵母の混入は避けるべきである。また今回試験した、*W. anomalus*、*C. famata*、*C. valida* については、アルコール発酵能は小さかったものの、清酒酵母を超える細胞増殖が見られたため、清酒酵母が多数となる前にこれらの野生酵母の活動を抑えることが必要である。

4 まとめ

これまで各試験を実施した野生酵母について総括すると、1つの清酒製造場からだけでも、多種多様な野生酵母が存在することが確認できた。したがって、他の清酒製造場を含めると、さらに多くの菌種が存在する可能性が高い。また、同じ菌種と同定された株においても、その性質が微妙に異なることも散見されている^{4,6)}。

適切な清酒製造管理のためにも、製造場の菌叢とそれらの特徴を把握しておくことは重要である。

こうした情報は、製造現場における野生酵母存在の意識をより高め、実際に野生酵母の混入リスクに対してどのような作業に取り組むか、具体的な対策を施すことが可能になることから、今後もこうした野生酵母の調査は、他の清酒製造場も含めて継続的に必要だと思われる。

参考文献

- 1) 菅間誠之助. 酒造場の汚染はなぜ起こるか. 日本醸造協会雑誌. 1967, 62(9), p.927-935.
- 2) 菅間誠之助, 大内弘造, 加藤邦昭, 麻生直次郎, 川崎恒. 酒造場酵母について (第8報). 日本醸造協会雑誌. 1967, 62(9), p.1022-1028.
- 3) 伊藤一成, 谷野有佳, 三宅剛史. 清酒製造場から単離した野生酵母の同定. 岡山県工業技術センター報告. 2018, 44, p.7-9.
- 4) 伊藤一成, 谷野有佳, 三宅剛史. 清酒製造場由来の野生酵母の耐糖性. 岡山県工業技術センター報告. 2019, 45, p.21-24.
- 5) 伊藤一成, 谷野有佳, 三宅剛史. 清酒製造場由来の野生酵母の耐アルコール性. 岡山県工業技術センター報告. 2019, 45, p.27-30.
- 6) 伊藤一成, 谷野有佳, 三宅剛史. 清酒製造場由来の野生酵母の耐酸性. 岡山県工業技術センター報告. 2020, 46, p.18-21.

デニム生地 of 表面特性評価に及ぼす摩擦方向の影響

Effect of friction direction on surface characterization of denim fabrics

松本 侑子

Yuko MATSUMOTO

キーワード デニム / 綾織り / 摩擦方向 / 摩擦特性 / 表面粗さ

KEY WORDS Denim / Twill / Friction Direction / Friction Characteristics / Surface Roughness

1 はじめに

デニムは、綾組織で織られた厚手の織物で、浮いた経糸によって、図1aの写真のように、表面に斜めの模様が現れる。この模様を斜紋線と呼ぶ。斜紋線を有する非対称な表面は、触れる方向によって、異なる風合いを与えると推察される。

繊維製品の風合いを客観的に評価する手法として、KES (Kawabata Evaluation System) が広く知られている。これは、風合いに関連するとされる低荷重域での布の基本力学特性と表面特性を測定するシステム^{1), 2)} のことである。布の風合いには、様々な変形に対する布の非線形挙動がすべて影響している²⁾ ことから、風合いの評価には、KESで測定する種々の変形 (引張り、せん断、曲げ、圧縮) に対する基本力学特性や表面特性に、布の重量と厚みを加えた計16個のパラメータ^{1), 2)} が用いられる。

本研究では、デニム生地に触れる方向が風合いに及ぼす影響を調査することを目的に、デニム生地の経糸方向、緯糸方向、斜紋線に平行な方向、斜紋線に垂直な方向の4方向についてKESを用いて評価を試みる。本稿では、16個のパラメータの内、表面特性に関わるパラメータ (MIU、MMD、SMD)^{1), 2)} を測定した結果について報告する。

2 実験方法

試料は13.5 ozのデニム生地 (3/1右綾) を使用した。同一の生地から経糸方向、緯糸方向、斜紋線に対し平行方向、斜紋線に対し垂直方向の計4方向の測定をおこなうため、それぞれの方向について各5箇所から、測定方向が長辺になるように270 mm × 30 mmの大きさの試料を採取し、表面特性を評価した。図1bに測定方向を示す。図中の斜線は斜紋線を表しており、経糸方向、緯糸方向、斜紋線に対し平行方向、斜紋線に対し垂直方向をそれぞれWarp方向、Weft方向、Twill方向、v_Twill方向とした。デジタルマイクロスコープ (株式会社キーエンス、VHX-500) を使い、試料表面を観察した。表面特性は、20°C、65%RHの環境で、粗さ/摩擦感テスター (カトーテック株式会社、KES-SESRU) を用いて評価した。試料は図2aのように設置し試料の片側に張力が20 gf/cmになるようにおもりをつけた。摩擦接触子サイズは10 mm × 10 mm (図2b)、粗さ接

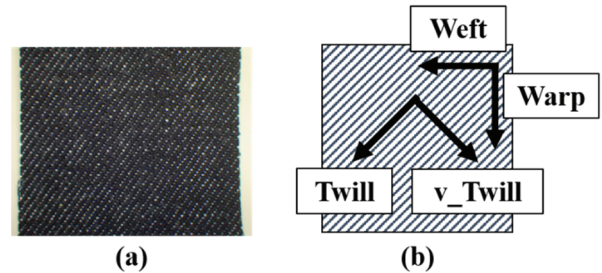


図1 (a) デニム生地の外観写真, (b) 測定方向. (b) 図中の斜線は生地表面の斜紋線を示す.

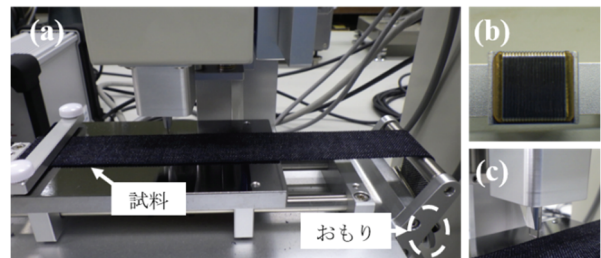


図2 測定方法. (a) 試料の設置, (b) 摩擦接触子, (c) 粗さ接触子.

触子サイズは0.5 mm × 5 mm (図2c) のものを用いた。測定は摩擦、粗さともに標準条件でおこない、特性値MIU、MMD、SMDを得た。MIUは平均摩擦係数、MMDは摩擦係数の平均偏差、SMDは表面粗さの平均偏差である。一般に、MIUが大きいほど滑りにくく、MMDが大きいほど滑らかさが低くざらつきが大きい、そして、SMDが大きいほど表面の凹凸が大きいことを示す。各方向5箇所を測定した平均を測定値とした。結果について、一元配置分散分析を行い、有意となった場合、多重比較検定 (Scheffe法) を行った (Kaleida Graph version 4.5、有意水準5%)。

3 結果と考察

図3に各試料表面のデジタルマイクロスコープ像を示す。接触子の移動方向が画像の上下方向になるように、試料を設置し観察した。画像中に示した白線は粗さ測定に用いた接触子の幅 (5 mm) を示しており、測定では白線で示した幅の接触子が生地の上を図3の画像における上下の向きに移動する。本実験で使用した生地は、3/1の綾組織で、経

糸が多く表面に浮いていることと斜紋線が特徴であることから、経糸と斜紋線の方に留意して接触子の移動方向（摩擦方向）を決定した。摩擦方向と表面の関係について、Warp方向は経糸が摩擦方向に沿って配置されているのに対し、Weft方向は、摩擦方向に沿わずに配置されていた。そして、斜紋線はWarp方向、Weft方向ともに摩擦方向に対して斜めに配置されていた。また、Twill方向、v_Twill方向では経糸は摩擦方向に対し斜めに配置されているが、斜紋線はTwill方向では摩擦方向に沿って配置され、v_Twill方向は摩擦方向に沿わずに配置されていた。図3より、同一の生地であっても、方向によって表面の構造が異なることを確認した。

図4に各方向の特性値を示す。粗さ測定において、v_Twill方向はレンジオーバー (R.O.) がみられたため、得られたSMDの信頼性は低いと判断し、図4cではR.O.と表記した。摩擦特性 (MIU、MMD) について、一元配置分散分析を実施したところ、どちらも有意となり、摩擦方向が摩擦特性に影響することが示唆された (MIU: $p=0.0004$, MMD: $p<0.0001$)。そこで、多重比較検定を行った。その結果、MIUは、Warp方向vs. Weft方向、Twill方向vs. v_Twill方向間、Weft方向vs. Twill方向間で差が有意となった。MMDは、Warp方向vs. Weft方向、Twill方向vs. v_Twill方向、Weft方向vs. Twill方向、Warp方向vs. v_Twill方向間で差が有意となった。Weft方向やv_Twill方向は、Warp方向やTwill方向よりもMIUとMMDが大きい傾向があると考えられた。SMDは分散分析を実施しなかったが、v_Twill方向でレンジオーバーしたことや図4cの結果からMIUやMMDと同様の傾向があると考察している。以上の結果及び考察から、摩擦方向によって表面特性が異なることが示唆された。摩擦方向が経糸方向または斜紋線に平行方向である場合、同じ生地でもMIU、MMD及びSMDが小さく、すべりやすく滑らかで凹凸が小さい傾向があるが、摩擦方向が緯糸方向または斜紋線に垂直方向である場合、MIU、MMD及びSMDは大きくなり、他の方向に触れる場合と比べてすべりにくく、ざらつきや凹凸が大きい傾向があると考えられた。また、図4cでv_Twill方向の値が大きいと推察されることから、表面粗さには、斜紋線の影響が大きいと考えられた。図3及び図4の結果から、摩擦方向による表面特性への影響は、経糸の浮きや斜紋線の向きなど、組織の特徴に由来すると考察しているが、詳細についてはさらなる検討が必要である。

4 まとめ

デニム生地の経糸方向、緯糸方向、斜紋線に対し平行方向、斜紋線に対し垂直方向の4方向について、表面特性 (MIU、MMD、SMD) を測定し、摩擦方向の影響を調査した。その結果、摩擦方向によってMIU及びMMDが異なることが明らかとなった。今後は、布の基本力学特性についても測定方向の影響の検討を行っていく予定である。

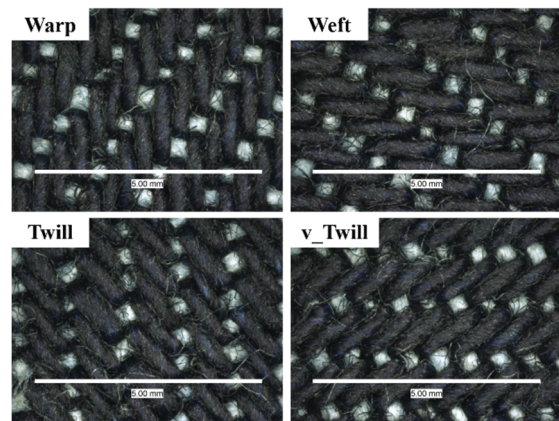


図3 試料表面のデジタルマイクロスコープ像。図の上下方向が接触子の進行方向。図中の白線は粗さ接触子の幅(5 mm)を示す。

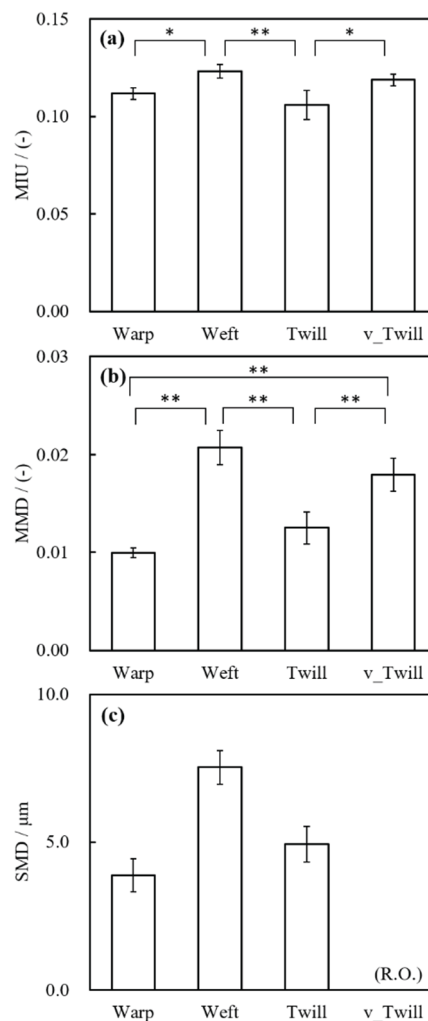


図4 摩擦方向における表面特性への影響。値は各方向について5回測定した平均値±SD値を示す(* $p<0.05$, ** $p<0.01$)。 (a) MIU, (b) MMD, (c) SMD。

参考文献

- 川端季雄. KES-F システムとその応用. 繊維学会誌(繊維と工業). 1991, 47(11), p.624-628.
- 川端季雄. 布の風合いとその客観評価システムの開発について. 色材. 1991, 64(3), p.156-163.

純鉄および S20C への高温窒化処理の適用

Application of High Temperature Nitriding on Pure Iron and S20C steel

築山 訓明

Kuniaki TSUKIYAMA

キーワード 高温窒化 / 組織 / 硬さ

KEY WORDS High temperature nitriding / Microstructure / Hardness

1 はじめに

表面改質技術は、熱処理・化学処理・被覆処理などを施すことにより組成や構造を変化させ、材料表面に母材とは異なる性質を付与する技術である。熱処理による表面改質技術では、高炭素マルテンサイトの形成を利用した浸炭焼き入れ法¹⁾や、合金窒化物による析出強化を利用した窒化処理²⁾がある。前者は浸炭雰囲気下で900°C以上に加熱し、熱処理後に焼入れを行う相変態を伴う熱処理であるため、熱処理ひずみが大きくなる。一方、窒化処理法は500~550°C付近で熱処理を行うことが多く、相変態を伴わない析出物を利用した硬化法であるため、熱処理ひずみは小さいが、窒素の拡散に時間を要するため、処理時間が長くなる。これらの問題点を解決する熱処理として、共析温度以上で窒化処理を行い、窒化処理後に焼入れを行う浸室焼入れ法が開発され、工業的に利用され始めている。一方、過去の報告例では、縦型炉での実験や油を用いた焼入れを行った報告が多い^{1),2),3)}が、操業ラインに組み込むこと等を目指すのであれば、自動化しやすい横型炉での処理や、管理しやすく後処理(洗浄等)が要らない水を用いて焼入れを行った際の挙動についても調査する必要があると考えられる。

そこで本報告では、純鉄および機械構造用鋼であるS20Cを対象に、横型炉を使用し、700°CにおいてNH₃/H₂混合雰囲気中で熱処理を行った後に水焼入れを行い、組織と硬度分布に及ぼす処理時間の影響について調査した結果を述べる。

2 実験方法

供試材には、純鉄およびS20Cを用い、それぞれ20 mm×25 mm×3 mmおよびφ15 mm×100 mmに切り出し、前者はエメリー紙(#500)を用いた湿式研磨、後者は旋盤加工を行った後、アセトン洗浄を行った。高温窒化(以下、浸室と表記)処理には、炉心管内径50 mmである、雰囲気制御型金属熱処理炉(株)モトヤマ製)を用いた。装置の外観を図1および熱処理履歴を図2に示す。試料を炉内に導入し、真空引きを行った後、N₂ガスによる雰囲気置換を行った。N₂置換した後、700°Cまで昇温した後、試料温度が700°Cに達するまで、窒素雰囲気下で30分の均熱処理を行った。試料温度が700°Cに達した時点でNH₃/H₂混合ガスを導入し、60~300分の種々の時間

で浸室処理を行った後、試料冷却室(写真矢印部)に移動させ、室温の水中に焼入れを行った。なお、冷却時の大気暴露を防ぐため、冷却室内をN₂ガスで置換を行った。炉内導入ガス流量は1 L/minとし、導入アンモニア割合は15%に調整した。ここでの導入ガス組成は、マスフローコントローラーにより制御した。処理後の試料を長手方向に切断して樹脂埋めした後、切断面をエメリー紙(#320~#2400)により湿式研磨した後、ダイヤモンド研磨(9、6 μm)により鏡面に仕上げ、5%ナイトール溶液を用いて組織を現出させ、光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡を用いて組織観察を行った。硬度分布測定にはマイクロビッカース(HM-200、(株)ミットヨ製)を用い、加重0.49 Nで測定した。

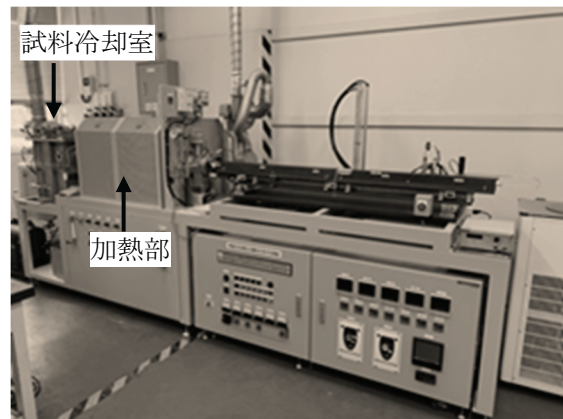


図1 雰囲気制御型金属熱処理炉外観写真

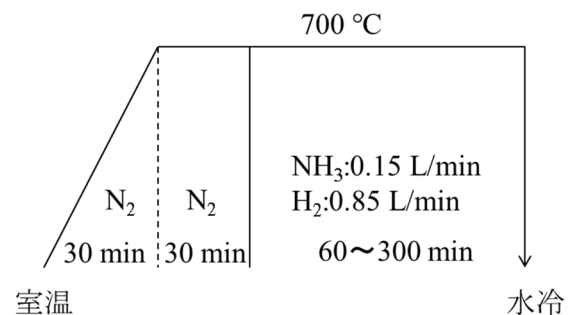


図2 熱処理履歴

3 結果と考察

図3に(a)純鉄_浸室処理60分、(b)純鉄_浸室処理時間300分および(c)S20C_浸室処理300分を行った後、焼入れを行った試料の断面組織写真および断面硬度

プロファイルを示す。図中破線で示すように、いずれの試料とも試料表面と内部(母相:フェライト)で組織の明瞭な境界が確認できる。これは、浸室処理によって試料表面から窒素が拡散し、フェライト相からオーステナイト相へ変態しうる窒素濃度に達した領域において、母相からオーステナイトが生成し、それを焼入れることにより母相との間に明瞭な境界をもつマルテンサイト相が生成したためだと考えられる。マルテンサイト/フェライト境界の位置に着目すると、表面から(a)約20 μm 、(b)約110 μm および(c)約100 μm の深さで確認できる。横型炉においても、浸室処理時間の制御により、マルテンサイト(オーステナイト)の厚さが制御可能であることが示唆された。次に、各図中白矢印で示すように、表面に近い箇所において多数の黒点を確認できる。これはオーステナイト中の固溶窒素が鋼中で凝集し、窒素ガスとなる際に生成したボイドであると考えられる³⁾。

硬度分布について、最高硬度を示した以降、内部にかけて硬度が減少し、マルテンサイト/フェライト境界で急激に硬度が減少する。なお、純鉄の最大硬度は800HV程度、S20Cのそれは約850HVを示した。一方、(a)では試料最表面で最高硬度を示したのに対し、(b)および(c)は表面近傍の硬度が低下している。(a)と(b)ならびに(c)の組織の大きな違いは、表面近傍に生じているボイドのサイズと量(頻度)であることから、表面近傍の硬度低下は、ボイド生成によるものと考えられる。

以上に述べたように、横型炉を使用し、冷媒に水を用いた熱処理でも、従来の報告と同様の組織・硬度が得られることがわかった。一方、今回は単純形状であったために問題とならなかったが、水冷の場合には焼割れが発生する可能性もあるため、試料形状や焼入れ温度を変えた熱処理を行う等、今後も継続して検討を行う予定である。

4 まとめ

純鉄およびS20Cを対象に、700 $^{\circ}\text{C}$ において NH_3/H_2 混合雰囲気中で浸室処理を種々の時間行った後に水焼入れを行い、組織と硬度分布に及ぼす処理時間の影響について調査した結果、以下の結言を得た。

1. 純鉄を1時間ならびに5時間の浸室処理を行うと、前者は表面から約20 μm 、後者は約110 μm の深さまでがオーステナイト相が生成し、それを水焼入れすることで硬質なマルテンサイト相が得られ、その最高硬度はどちらも約800HVを示した。

2. S20Cを5時間浸室処理した後水焼き入れを行うと、約100 μm の硬化層が得られ、その最高硬度は約850HVを示した。

3. 冷媒に水を用いた焼入れを行った場合でも、表面にマルテンサイト相が形成し、高硬度表面が

得られた。

参考文献

- 1) 渡辺輝興. 浸炭と浸窒の新たな概念と実際. 初版, アグネ技術センター, 2013, 176p.
- 2) (社)日本熱処理技術協会/日本金属熱処理工業会編. 熱処理技術入門. 第7版, 大河出版, 2017, p.256-261.
- 3) 千葉真, 宮本吾郎, 古原忠. 純鉄の浸室焼入れ組織. 日本金属学会誌. 2012, vol. 76, no. 4, p.256-264.

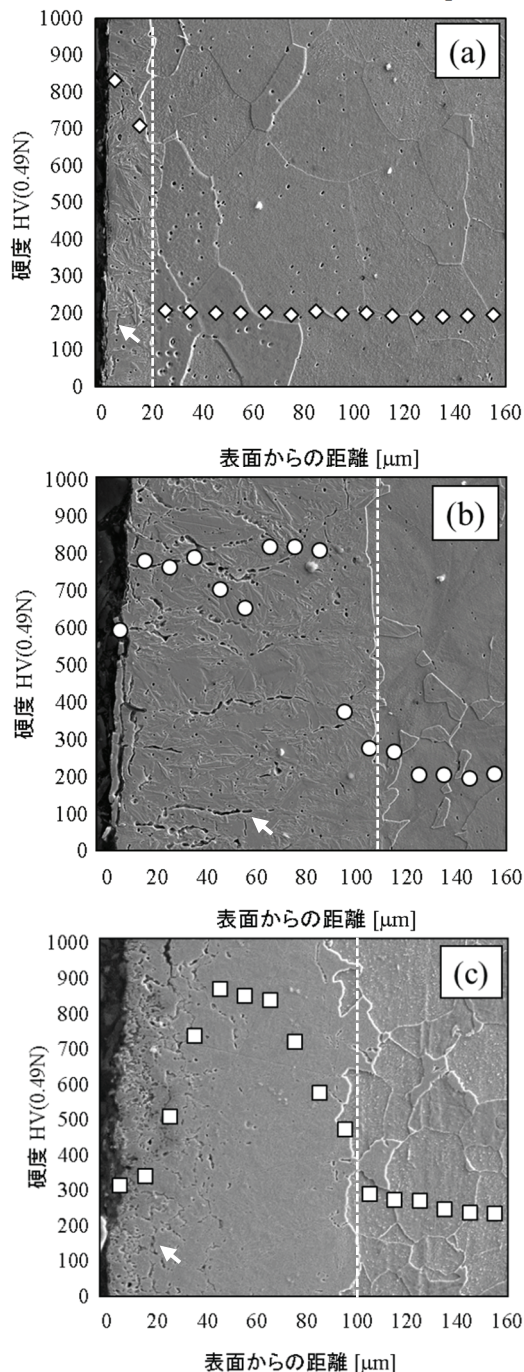


図3 浸室処理後に水焼き入れを行った試料の断面組織写真および断面硬度プロファイル; (a)純鉄_60分処理、(b)純鉄_300分処理、(c)S20C_300分処理

スマート鍛造プロセスを適用したクロム鋼の切削加工特性

Cutting characteristics of chrome steel using smart forging process

築山 訓明・綱分 友春・余田 裕之・勝田 智宣・内田 清¹・林 祥次¹

Kuniaki TSUKIYAMA, Tomoharu TSUNAWAKI, Hiroyuki YODEN,
Tomonori KATSUTA, Kiyoshi UCHIDA and Shoji HAYASHI

キーワード スマート鍛造プロセス / 工具摩耗 / 工具転写性 / クロム鋼 / 熱間鍛造
KEY WORDS Smart forging process / Tool wear / Tool transferability / Chrome steel / Hot forging

1 はじめに

熱間鍛造とは、金属材料を1200°C程度まで加熱し、目的形状に成形する方法である。この成形後に熱処理を行うことで、金属組織を均質化し、機械的特性の優れた製品を製作することができる。しかしながら、2度の加熱が必要であり、高コストかつエネルギー消費が大きくなる問題があった。

これらを解決するため、株式会社川上鉄工所と共同で、スマート鍛造プロセスの開発を行ってきた¹⁾。本プロセスは、熱間鍛造工程と熱処理工程を同一ライン内で行うことにより、1度の加熱で製品を製作できる。これによって、従来の方法より低コスト・省エネルギーを実現できた。さらに、従来の方法と同様に金属表面から内部まで目的に応じ、均一な組織(硬さ)に制御可能である。このような利点はあるものの、製作された材料の切削加工特性については、これまであまり評価がなされていない。

そこで本報告では、クロム鋼に対しスマート鍛造プロセスを適用した材料(以下、スマート鍛造材と示す)の切削加工特性を検討するため、従来の方法による鍛造工程で製作した材料(以下、従来材と示す)を比較対象として、工具摩耗と加工面性状の評価を行った。

2 実験方法

表1は、加工条件を示す。被削材のクロム鋼は、硬度の違いが切削加工特性に与える影響を抑制するため、硬度が同程度のものを使用した。また、工具摩耗を積極的に発生させ、2つの材料の違いを明確にするため、ホルダの1箇所のみをノンコート¹⁾の超硬工具チップを取り付けてドライ加工を行った。

図1は、実験の様子を示す。NCフライス盤(エンシユウ製、SEV-DX)を使用し、切削距離を32 m~128 m(1~4パス)まで正面フライス加工を行った。また、32 m(1パス)加工するごとに、次の2つより切削加工特性の評価を行った。

1つ目は、共焦点レーザ顕微鏡(オリンパス製、LEXT-4000)を用いて、工具の逃げ面摩耗幅(以下、摩耗幅 V_B と示す)を評価した。2つ目は、走査型白色干渉計(zygo製、NEXVIEW2)を用いて、被削材の加

工面性状の評価を行った。このときの測定箇所は、1パス中での加工面粗さの変化を確認するため、例えば、1パス目は8、16、24 mのように8 mごとの3箇所¹⁾で測定を行った。なお、切削加工距離とそれに伴う工具摩耗・加工面性状の変化を逐次評価するため、被削材・工具ともに同一のものを使用した。

3 実験結果と考察

3.1 工具摩耗

はじめに、図2は切削距離128 m(4パス)加工後の摩耗幅 V_B を示す。どちらも大きなチップングを起こすことなく、摩耗が進行したことが確認できた。また、摩耗幅 V_B は、スマート鍛造材が40 μm 、従来材が53 μm であり、スマート鍛造材の方が小さいことがわかった。

次に、図3は摩耗幅 V_B と切削距離の関係を示す。図から明らかなように、どちらの材料も切削距離の増加にしたがって、摩耗幅 V_B が増加することがわかった。また、すべての切削距離において摩耗幅 V_B は、スマート鍛造材の方が従来材より小さくなることがわかった。

以上のことから、いずれの材料も工具には大き

表1 加工条件

工具	超硬(SPEN423TN)ノンコート
切削速度	224 m/min.
送り量	0.07 mm/tooth
切込み量	2.0 mm
切削距離	32、64、96、128 m(1~4パス)
切削油	なし(ドライ)

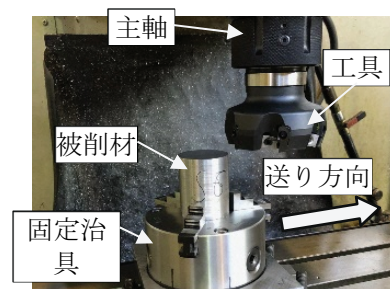


図1 NCフライス盤での加工実験の様子

¹⁾ 株式会社川上鉄工所

なチッピングは発生しないが、工具摩耗はスマート鍛造材の方が従来材より小さいことがわかった。

3.2 加工面性状

図4は、加工面粗さと切削距離の関係を示す。なお、加工面粗さの指標に用いた算術平均粗さSaは、測定面から算出される基準(平均)面に対して、各点の高さの差の絶対値を平均化したものである。図より、スマート鍛造材は、切削距離の増加にしたがって、加工面粗さが増加傾向になることがわかった。一方、従来材は、加工開始から40 mまではスマート鍛造材よりも加工面粗さが大きいものの、48 mで一旦小さくなり、その後は再び増加傾向になることが確認できた。

図5は、切削距離112 mでの加工面性状を示す。この図は、加工面の高低を $\pm 3.0 \mu\text{m}$ の範囲で表しており、白色は山部を、黒色は谷部となる。図から、スマート鍛造材は、明暗の切り替わりが規則正しく並んでいるが、これは山と谷が交互に形成されていることを意味する。この山谷はツールマークと呼ばれるが、明瞭に確認できるとともに、送り量 0.07 mm/tooth と同じピッチになっている。これらのことから、スマート鍛造材の工具転写性は非常に良好と言える。一方、従来材は、明暗の切り替わりが不明瞭で山谷の規則性、つまりツールマークの確認が困難である。さらに、図の破線部に示すようなむしれが発生したことから、工具転写性はよくないと考えられる。図4で示した112 mにおいて、加工面粗さが従来材の方がスマート鍛造材より小さいのは、このようなむしれが発生し、加工面粗さの山部が一部欠けたことが原因と考えられる。

ここで、スマート鍛造材は、3.1節で述べたように切削距離に応じて摩耗幅 V_B は増加するものの、

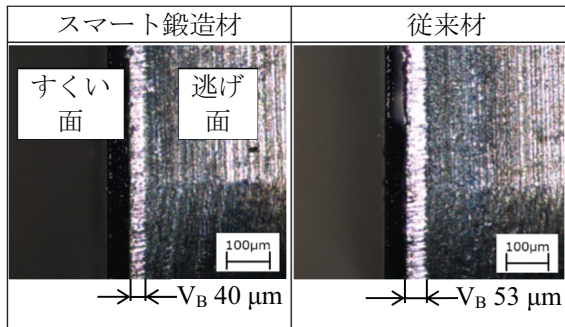


図2 切削距離128 m加工後の摩耗幅 V_B

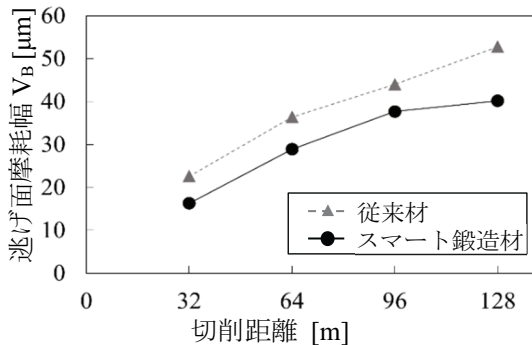


図3 摩耗幅 V_B と切削距離の関係

図5に示すように加工終期の112 mにおいても工具転写性がよい。そのため、工具の切れ刃形状がそのまま加工面に転写されるという理論に近い状態で加工が終始進行したと考えられる。一方、従来材において、加工面粗さが一旦小さくなった切削距離48 mの加工面性状を確認したところ、一部にむしれが発生し、工具転写性の悪化が始まっていたことがわかった。このむしれにより、以降の加工面粗さは従来材の方がスマート鍛造材より小さくなったと考えられる。

以上のことから、加工面粗さは、工具転写性の悪化により、従来材の方がスマート鍛造材より小さくなる場合がある。しかし、切削加工の重要な要素である工具転写性は、スマート鍛造材が従来材より非常に良好であることがわかった。

4 まとめ

本報告では、スマート鍛造材と従来材に正面フライス加工を行い、切削加工特性の評価を行った。その結果、スマート鍛造材は従来材よりも工具摩耗と工具転写性に優れていることが示唆された。今後は、工具摩耗と加工面性状に違いが発生した要因について検討を行っていく。

謝辞

本研究の一部は、岡山県産業廃棄物処理税より助成を受けて実施した内容であり、ここに謝意を表します。

参考文献

- 1) 築山訓明, 内田清, 林祥次. “スマート鍛造品の結晶粒成長挙動”, 日本鉄鋼協会第63回・日本金属学会第60回中国四国支部講演大会概要集, 2020.

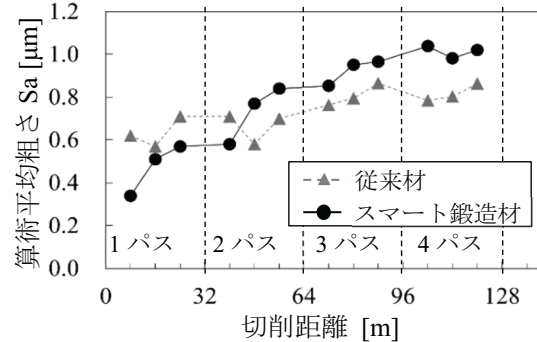


図4 加工面粗さと切削距離の関係

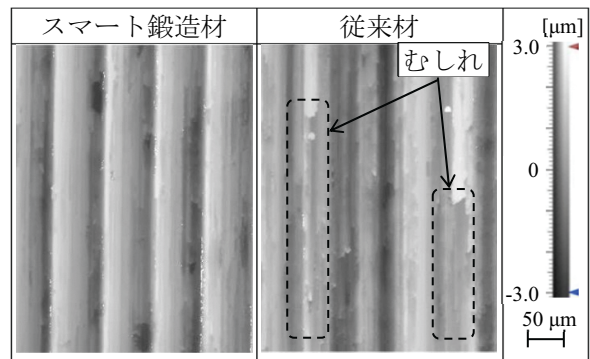


図5 切削距離112 mでの加工面性状

モータの極数と溝数が偏心時のコギングトルクに与える影響

Effect of the number of poles and slots of motor on cogging torque during eccentric rotation

勝田智宣

Tomonori KATSUTA

キーワード モータ / 磁界解析 / コギングトルク / 偏心

KEY WORDS Motor / Magnetic field analysis / Cogging torque / Eccentricity

1 はじめに

近年、モータは解析技術によって、小型化、高効率化、低振動化など、性能が著しく向上している。一方、振動・騒音に影響を与える無負荷時のトルクむらであるコギングトルクは、一般的にその波形の振幅で評価する。そのため、出力トルクのように波形の平均値での評価とは異なり、解析と実機で誤差が生じやすい。この誤差要因として、これまでに部品や組立精度¹⁾、電磁材料の異方性²⁾を課題として、多くの研究がされてきている。しかし、モータの極数や溝数が偏心時のコギングトルクに与える影響について検討された例は少ない。

そこで本報告では、永久磁石同期モータを例にとり、偏心を大まかに3つに分類し、そのうち2つについて磁界解析を用いて検討を行った。

2 解析方法

2.1 解析モデル

解析を行ったのは、アウターロータで20極18溝の集中巻表面磁石型の同期モータである。表1は、解析したモデルの仕様と偏心量を示す。解析に使用するモデルは、偏心を計算するため、一般的な対称性を考慮した部分モデルではなく、360°のフルモデルである。一方、コギングトルク波形の正確性を期すため、ギャップ近傍のメッシュは細分化を行っている。これらに伴う解析時間の増大のため、モータは軸の傾斜を考慮しない2次元の断面解析に限定した。

2.2 偏心の種類

表2は、回転軸に対して、ロータやステータの中心軸の位置関係の違いによる偏心を検討した3パターンを示す。図1は、その模式図を示す。図中の色が薄いロータは、180°回転した状態を示す。

はじめに、Case Aは、回転軸に対してロータの中心軸は一致しているが、ステータの中心軸が位置ずれている偏心である(表2では「不一致」と記載)。この状態では、ギャップの最小距離は一定で、ロータは同じ位置のまま、ステータの中心軸とずれた状態で回転する。次に、Case Bは、回転軸に対してロータの中心軸に位置ずれがあるが、ステータの

中心軸は一致している偏心である。この状態でロータが回転すると、ギャップの最小距離は一定だが、その位置は常に変わり続ける。最後に、Case Cは、回転軸に対してロータとステータの中心軸のどちらも一致しない偏心である。この状態では、他の2つのケースと異なり、ギャップの最小距離とその位置も常に変化し続ける。

以上の3種類において、ギャップの最小距離が一定のCase AとCase Bについて、ロータを1回転させた解析を実施し、回転角36°(電気角1周)と回転角360°(1回転)で、偏心による影響を検討した。

3 解析結果

はじめに、図2は、Case Aのコギングトルク波形

表1 モータ仕様と偏心量

ロータ	アウター
巻線方式	集中巻き
極数	20
溝数	18
ステータ外径	242 mm
積厚	45 mm
ギャップ	1 mm
偏心量	0(偏心なし), 0.1, 0.2 mm

表2 回転軸との位置関係

Case	A	B	C
ロータの中心軸	一致	不一致	不一致
ステータの中心軸	不一致	一致	不一致

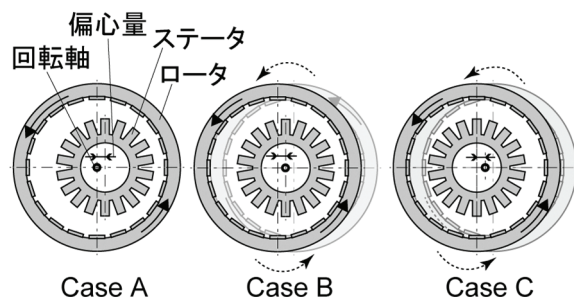
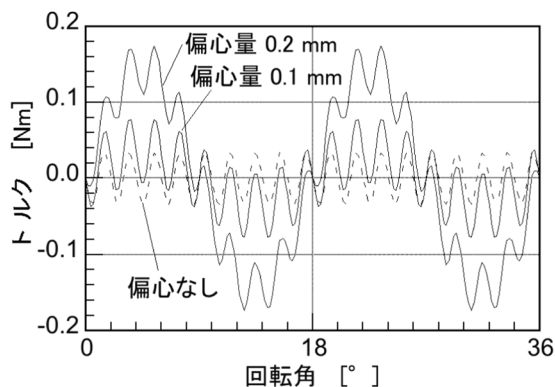


図1 偏心の模式図

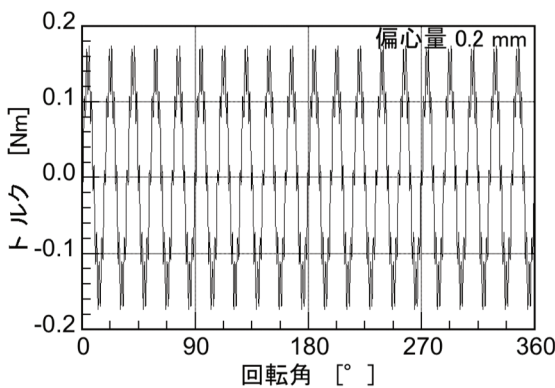
を示す。ここで、一般的にモータの極数と溝数の最小公倍数が、1回転したときのトルクの波数になる。解析するモータは、20極18溝であるため、その最小公倍数の180が1回転時のトルクの波数、つまり2°ピッチのトルク波形が発生するはずである。図2(a)の回転角36°のトルク波形から、偏心の有無にかかわらず、前述の通り2°ピッチになっていることがわかる。一方、偏心がある場合は、回転角18°のうねりが2つあり、偏心量が増えると、そのうねりは大きくなっていることが確認できる。次に、図2(b)の回転角360°のトルク波形では、偏心量0.2 mmのみを示すが、回転角18°のうねりは、そのままのピッチ、大きさで、全部で20個のうねりがあることがわかった。

次に、図3は、Case Bのコギングトルク波形を示す。図3(a)の回転角36°では、Case Aと同様の傾向で、偏心の有無にかかわらず、2°ピッチのトルク波形になり、偏心量が増えると、うねりは大きくなっている。また、Case Aの図2(a)と比較すると、偏心量0.1、0.2 mmともに同程度のうねりの大きさになっているものの、回転角20°で1つだけになっている。次に、図3(b)の回転角360°では、回転角20°ピッチのうねりが、大きさが変わらず、全部で18個があることがわかった。

以上のことから、ギャップの最小距離が一定の場合、偏心によるトルクのうねりの大きさは、同程度になる。



(a) 回転角 36°



(b) 回転角 360°

図2 Case Aのコギングトルク波形

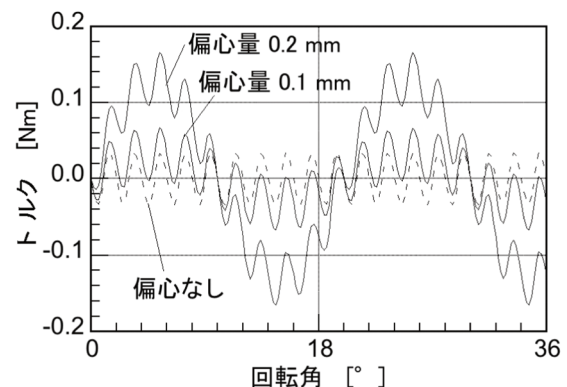
一方、回転角360°におけるうねりの数は、回転軸とロータの中心軸が一致しているCase Aでは20個で、ロータに設置された磁石の極数と同数になる。また、回転軸とステータの中心軸が一致しているCase Bでは18個で、ステータの溝数と同数になる。なお、本報告の20極18溝のモータ以外に、4極12溝、4極24溝の2つのモータについても磁界解析を用いて偏心を検討したところ、同様の傾向があることを確認している。このことから、偏心の影響を受けるコギングトルクのうねりの数は、極数や溝数と密接な関係があると考えられる。

4 まとめ

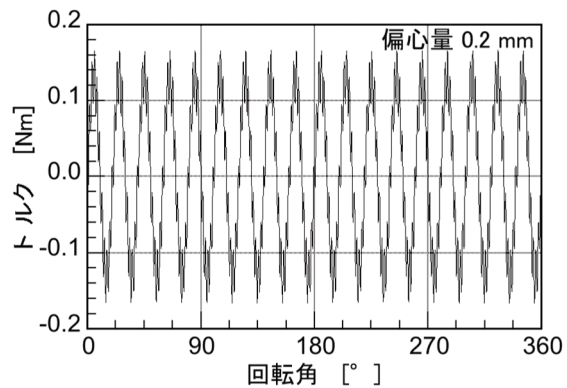
偏心におけるギャップの最小距離が一定の場合、トルク波形のうねりの大きさは、偏心状態に関わらず同程度になるが、その数(ピッチ)は極数や溝数に依存する。今後、磁力の観点から本原因の究明、ならびに回転軸に対してロータとステータの中心軸のどちらも一致しない場合の偏心についても検討を進める。

参考文献

- 1) 服部哲弥, 坂下善行, 山田隆. 永久磁石型モータの回転子偏心を考慮した解析. 電気学会静止器研究会資料. 2006, vol. SA-06, no. 16-33, p. 73-78.
- 2) 大穀晃裕, 山口信一, 都出結花利, 藤原耕二, 高橋則雄. 無方向性電磁鋼板の磁気異方性に起因する永久磁石モータのコギングトルクの検討. IEEJ Trans. IA. 2006, vol. 126, no. 12, p. 1712-1721.



(a) 回転角 36°



(b) 回転角 360°

図3 Case Bのコギングトルク波形

16 マイクロホン法垂直入射透過損失測定 の有限要素法を用いたシミュレーション

FEM simulation of normal-incidence sound transmission loss measurement with sixteen-microphone method

眞田 明・中川 博¹

Akira SANADA and Hiroshi NAKAGAWA

キーワード 垂直入射音響透過損失 / 16 マイクロホン法 / 有限要素法

KEY WORDS Normal-incidence sound transmission loss / Sixteen-microphone method / Finite element method

1 はじめに

音響管を用いて材料の遮音性能の測定を行う方法がASTM E 2611に規定されている。この方法は、4本のマイクロホンを用いて、音波が材料に垂直に入射する場合の透過損失（垂直入射透過損失）を計測するものである。この測定法の上限周波数は、管径に依存し、高い周波数まで計測するには細い管を用いる必要がある。しかしながら、管径が細いと試験体径も小さくなり、試験体のばらつきや取り付けの影響が大きく測定結果に表れる問題が生じる。このため、なるべく大きい試験体で高い周波数まで計測を行いたいというニーズがある。一方、我々はこれまでに音響管による垂直入射吸音率測定において、8本のマイクロホンを用いることで、従来の約3倍の高周波数まで計測可能な方法を提案した¹⁾。この方法は、音響管内部の音場の対称性と音響モードの節を利用したもので、多数存在する管内の音響モードから垂直進行成分を分離計測する。本研究では、この垂直入射吸音率測定と同様の原理を用いることで、垂直入射透過損失についても高周波数まで計測する方法を提案する。透過損失を測定するには、音源側8本、透過側8本の合計16本のマイクロホンを用いる（ここでは、これを16マイクロホン法と呼ぶ）。まずは、有限要素法による数値解析を用いて、提案方法により、垂直入射透過損失が計測可能なことを明らかにした。以下に、検討結果について示す。

2 16 マイクロホン法垂直入射透過損失計測および有限要素法解析

図1に垂直入射透過損失測定の概要を示す。(a)は従来法、(b)は本研究で提案する16マイクロホン法を示す。装置では、音響管の一方の端にスピーカユニットを取り付け、音を管内に放射する。試験体は、管の長手方向の中央付近に設置する。

従来の垂直入射透過損失測定では、試験体より音源側の2点と透過側の2点の合計4点にマイクロホンを配置して計測を行う。垂直入射透過損失は、

試験体表面の音圧、粒子速度と試験体裏面の音圧および粒子速度の関係を表す伝達マトリクス（ 2×2 の行列）から求めることができる。伝達マトリクスは、4点の音圧を、吸音終端条件と開放条件の2つの条件について計測することで計算する。

高周波数まで透過損失を計測するには、計測を行う4つの断面（図1(b)中の断面A～D）のそれぞれにおいて4本のマイクロホンを中心に対して90度ごとに配置し（マイクロホンは、音響中心が(0, 1)モードの節位置に一致するように設置）、4本のマイクロホンの信号の足し合わせを行う。この処理により、斜めに進行する音波が存在するような条件においても垂直進行成分を分離計測することができる（(4, 0)モードのカットオン周波数未満¹⁾）。

この測定法の有効性を確認するため、有限要素法(FEM)による数値解析を用いて検討を行った。解

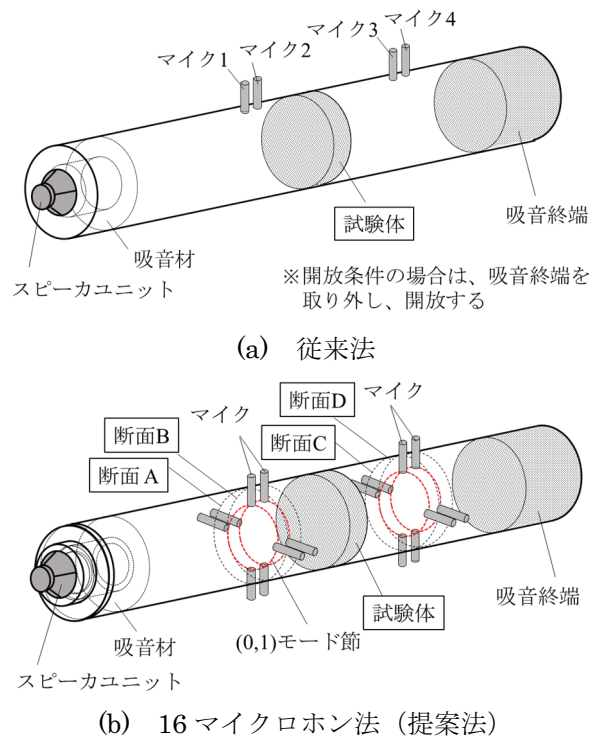
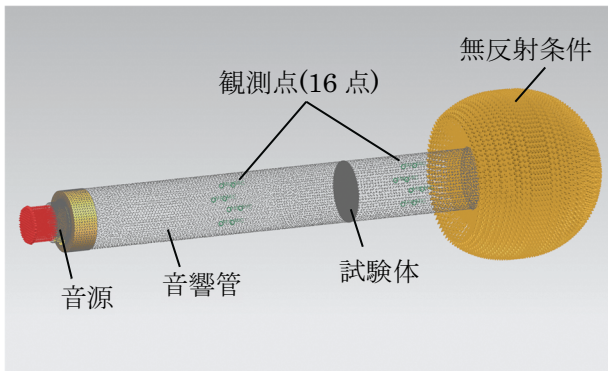
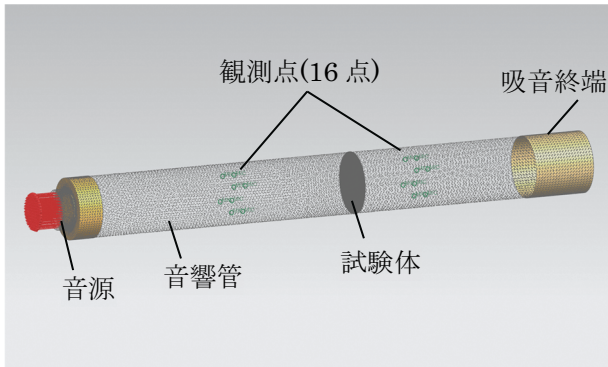


図 1：垂直入射法透過損失測定概要

¹ 日本音響エンジニアリング(株)



(a) 開放条件モデル



(b) 吸音終端モデル

図2：有限要素計算モデル

析にはシーメンスSimcenter3Dを用いた。計算に用いた有限要素モデルの例を図2に示す。図は直径100 mmの音響管で、(a)は開放条件の場合、(b)は吸音終端条件の場合のモデルである。開放条件の場合は、無限空間への放射を模擬するため、音響管の開口部の周辺に球状の空間を定義し、その球表面に無反射条件を設定した。一方の吸音終端条件では、厚さ100 mmの多孔質吸音材を設定した。観測点はマイクロホン位置の16点に設定し、透過損失は、観測点の音圧から提案法により算出した。

試験体が非通気弾性板の場合は、弾性板は構造モデルとして別に定義し、音響モデルと連成して解析を行った。弾性板のモデルには、ソリッド要素を用い、まず、実固有値解析を行った。弾性板の周囲は管内壁に固定されていると考え、固定支持とした。連成解析の実行時には、構造モデルに実固有値解析結果を読み込み、モード座標系を用いた。多孔質吸音材の場合は、試験体はJohnson-Champoux-Allardモデルにより、実測したポロシティ、流れ抵抗などの特性を用いて多孔質媒質として定義した。

3 計算結果および理論値との比較

厚さ1 mmの塩化ビニル板の透過損失の計算結果を図3に、厚さ25 mmのメラミン樹脂フォームの場合の結果を図4に示す。図3には、音響管内部に設置した周辺固定弾性板の透過損失の理論計算値²⁾を同時に示す。また、図4には伝達マトリクス法に

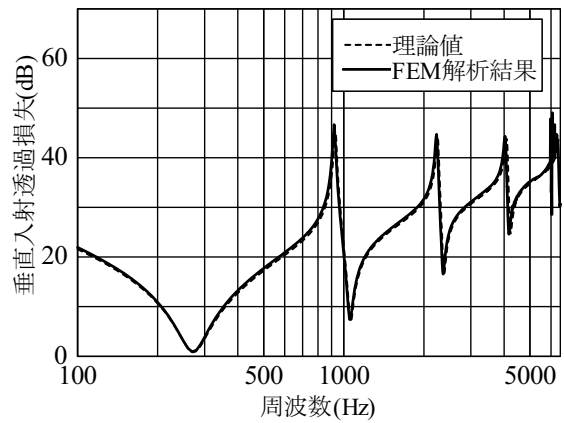


図3：透過損失計算結果（1 mm厚、塩化ビニル板）

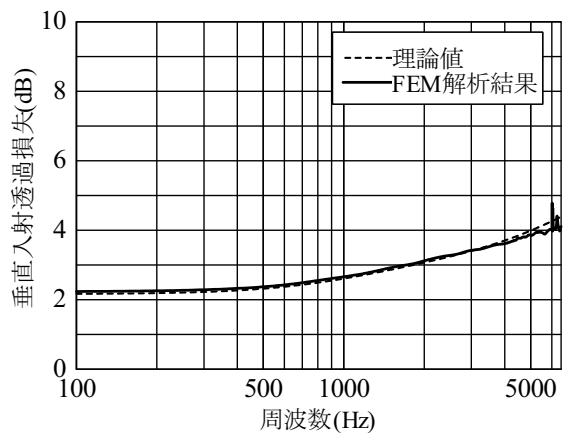


図4：透過損失計算結果
(25 mm厚、メラミン樹脂フォーム)

よって計算した多孔質吸音材の透過損失の理論値（骨格振動は無視）も示す。どちらの計算結果も、(4, 0)モードのカットオン周波数（φ100 mmの音響管で約5.8 kHz）未満で理論値とよく一致しており、有限要素法による解析モデルの有効性が確認できた。以上の結果より、16マイクロホン法垂直入射透過損失測定法により、透過損失測定が高周波数まで可能なことが明らかになった。

4 まとめ

16本のマイクロホンを用いて垂直入射透過損失測定を高周波数まで計測する手法を提案し、有限要素法による数値解析により、その有効性、実現可能性を示した。計算結果が、弾性板と多孔質吸音材について理論値と一致することを確認した。今後、実際に測定装置を試作し、実験的に検証を行う予定である。

参考文献

- 1) Sanada, A.; Iwata, K.; Nakagawa, H. Extension of the frequency range of normal-incidence sound absorption coefficient measurement in impedance tube using four or eight microphones. *Acoustical Science and Technology*. 2018, 39(5), p. 335-342.
- 2) 眞田 明. 音響管を用いた透過損失評価法における試料サイズの影響. 岡山県工業技術センター報告. 2005, no.31, p. 23-27.

構造物に印加された加振力の推定

Estimation of Excitation Forces to Structure

辻 善夫・眞田 明・村上 浩二¹

Yoshio TSUJI, Akira SANADA and Koji MURAKAMI

キーワード 加振力推定 / 回転工具
KEY WORDS Input force estimation / Rotating tool
1 はじめに

機械加工分野において、工場の稼働率向上を目的として、加工現象を可視化し、加工時の異常の検知や予防保全を行う研究が近年盛んに行われている。エンドミルによる加工時の工具把持部の振動加速度をセンシングし、工具の異常などをモニタする装置においては、現在、回転加速度、もしくは並進方向加速度を信号として取得できるものがある。しかし、工具先端に作用する力を検知できれば、異常検出において、より有用な信号を取り出すことができると考えられる。

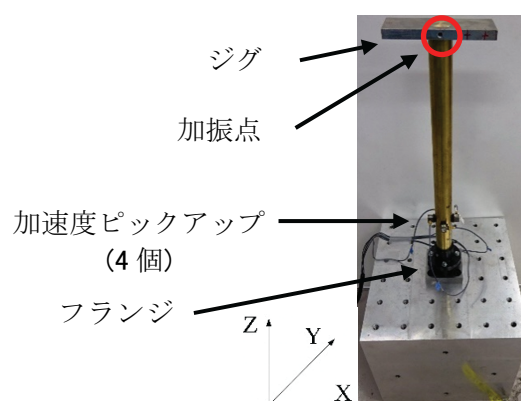
これまでに、自動車や圧縮機の低騒音化を目指して、力が作用する点付近の加速度情報を用いて、加振力を推定する研究が行われている^{1),2)}。そこで、本研究では、工具把持部に設置した複数の加速度センサから工具先端に加わる変動力を検知する手法の開発を目的とする。

令和2年度は、工具把持部の簡易モデル構造を試作し、静止構造物に加えた並進加振力の推定実験を行った。以下にその内容を報告する。

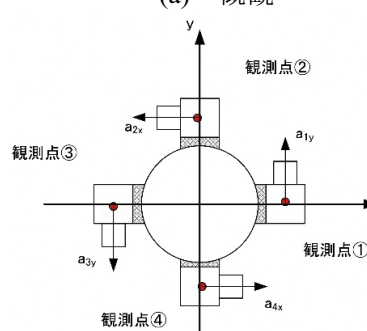
2 静止体加振用実験システム

図1に製作した実験システムを示す。一辺が300 mmのアルミ製ブロックの上面に、フランジを介して直径30 mm、長さの400 mmの真鍮製ロッドを固定した。ロッドに並進方向の加振力、および回転トルクを加えるため、ロッド先端に加振用ジグを取り付けた。また、図1(b)のようにロッド下端から100 mmの高さのロッド表面に4個の1軸加速度センサ（ブリュエル・ケアー製 4508B-001）を90°おきに接着した。加速度の計測方向は、センサ接着点を含む水平面における各接着点でのロッド接線方向である。信号の測定には、FFTアナライザ（B&K製 PULSE 3560D、計測周波数：1600 Hz、ライン数：6400ライン、計測時間：4 秒、計測窓：無し、平均回数:10回）を用い、加振はインパルスハンマ（B&K製 8206-001）を用いた。

加速度ピックアップを図1(b)のように配置した場合、構造物に印加された力とトルク \mathbf{F}_{FT} (F_x : x方向の力、 F_y : y方向の力、 T : トルク) は式(1)のよう



(a) 概観



(b) 加速度ピックアップ配置（上方から）

図1 実験システム

に、加速度の和と差を用いて推定することができる。ここで、 H_x 、 H_y は、事前に測定した、観測面におけるXY軸方向の加速度の力に対する周波数応答関数（以下、FRF。加振力に対する構造物の振動のし易さを示す）、 H_r は回転加速度のトルクに対するFRFである。

$$\mathbf{F}_{FT} = \begin{bmatrix} F_x \\ F_y \\ T \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{2} H_x^{-1} (-a_{2x} + a_{4x}) \\ \frac{1}{2} H_y^{-1} (a_{1y} - a_{3y}) \\ \frac{1}{4} H_r^{-1} (a_{1y} + a_{2x} + a_{3y} + a_{4x}) \end{bmatrix} \quad (1)$$

¹ (株)山本金属製作所

3 実験結果

観測点①と観測点③は原点に対して対称な位置に設置しており、本報告ではY軸方向のみに加振力を印加しているため、ここでは加振力 F_y と観測点①での加速度 a_{1x} とY軸方向の力に対するFRF H_y を用いて、力の推定を行った。また、インパルスハンマのチップの種類が加振力推定に与える影響を調べるため、硬質プラスチックチップ、およびそれよりも硬いアルミチップの2種類を用いた。

図2(a)に、アルミチップおよび硬質プラスチックチップを用いた際のFRFを、それぞれ点線と実線で示す。図2(b)に、各チップ使用時の加振力と加速度間のコヒーレンスを同様に点線と実線で示す。コヒーレンスは入力と出力間の関係の強さを0~1で表し、互いに無関係であれば0となる³⁾ため、FRFの計測信頼性を表す。また、図3に、ある試行においてそれぞれのチップを用いてロッドを加振した際の、加振力のパワースペクトルの測定値を点線、推定値を実線で示す。

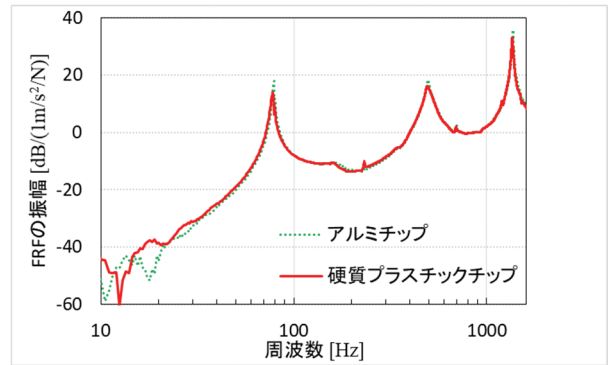
図2(a)より、30Hz以下の周波数帯域においては、チップによるFRFの変化が見られた。また、図2(b)より、アルミチップを用いた場合、同様の周波数帯域でコヒーレンスが硬質プラスチックチップを用いた場合に比べて小さくなり、計測信頼性が低下した。この理由として、硬質プラスチックと比較して硬いアルミチップを用いた場合には、構造物とチップの接触時間が短くなり、高周波数帯域まで加振できるため、周波数当たりのエネルギー密度、すなわち図3のパワースペクトルが低下する³⁾ことが考えられる。さらに、図2(a)のFRFより、この付近の周波数帯域には構造物の固有振動数が存在しないため、構造物が振動しにくく、加速度計測値のSN比が悪化することも理由として考えられる。

図3より、硬質プラスチックチップを用いた方が、低周波数帯域において加振力の推定誤差が小さかった。これは、上述のように、式(1)において推定に用いるFRFの計測信頼性が、低周波数帯域で高いことが原因と考えられる。また、高周波数帯域においては、チップの種類によらず推定誤差は小さかった。ただし、硬質プラスチックチップを用いた場合には、図3(b)のように高周波数帯域で加振力が減少しており、より高周波数帯域まで加振力を高精度に推定するには、硬いチップを用いて計測したFRFと組み合わせること等が必要であると考えられる。

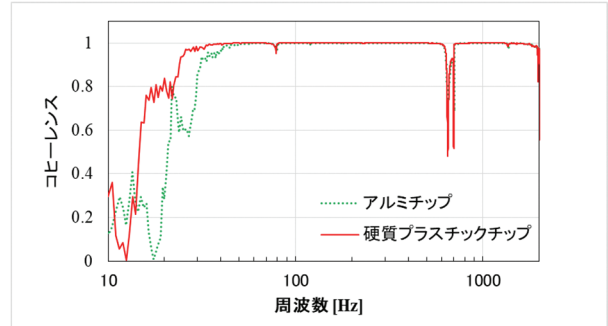
4 まとめ

工具先端に作用する加振力を推定することを目的として、加速度センサを装着した片持ち構造の静止構造物に対して、加振実験を行い、周波数ドメインでの加振力の推定を行った。その結果、FRFの測定精度が、加振力の推定精度に影響を与えることを確認した。今後、ロッド回転時にロッド先端部に加えられる力を推定する予定である。

参考文献

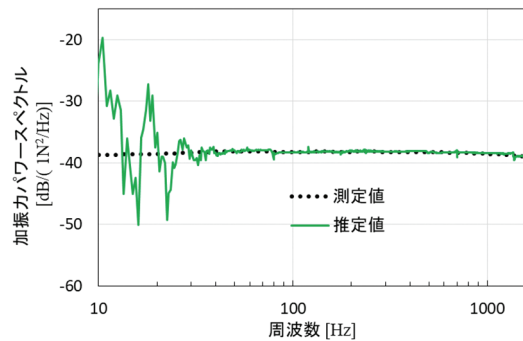


(a) 周波数応答関数

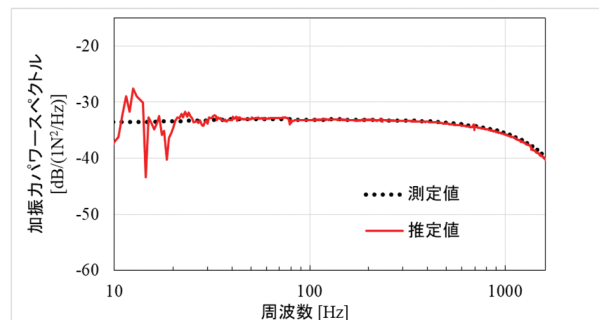


(b) コヒーレンス

図2 周波数特性



(a) アルミチップ



(b) 硬質プラスチックチップ

図3 加振力

- 1) 小林樹幸, 振動問題における入力同定と誤差評価に関する研究. 首都大学東京, 2011, 博士論文.
- 2) 久保田 馨, 吉村 卓也, 福井 健二, 稼働中の圧縮機の内部機構に発生する加振力の同定. Dynamics & Design Conference 2016, 2016.
- 3) 長松昭男, モード解析入門, コロナ社, 2012.

一様乱数を用いた 畳み込みニューラルネットワークの蒸留

Distillation of Convolutional Neural Networks with Uniform Random Numbers

平田大貴

Daiki HIRATA

キーワード 畳み込みニューラルネットワーク / 蒸留 / Cifar10
KEY WORDS Convolutional neural network / Distillation / Cifar10

1 はじめに

近年、ディープラーニングが大きな注目を集めており、世界中で盛んにディープラーニングに関する研究が行われている。ディープラーニングは、画像認識、物体認識、音声認識、自然言語処理、異常診断、データ生成、回帰分析など様々な分野に応用することができ、画像認識、物体認識や自然言語処理のタスクにおいて、サポートベクターマシン(SVM)などの従来の機械学習手法と比べて優れた精度を示す傾向にある。しかしながら、その内部パラメータ数の多さから学習・判別処理に長い時間がかかることやメモリ消費量が膨大になるのが欠点である。

本研究では、画像認識や映像認識などに利用されるディープラーニングモデルの一つである畳み込みニューラルネットワーク(Convolutional Neural Network; CNN)のモデルの軽量化に関する検討を行っている。モデルの軽量化には様々な手法が考えられるが、今回は、サイズの大きなモデルから小さなモデルに学習内容をコピーする、蒸留¹⁾と呼ばれる手法を利用している。これによって、パラメータ数の少ないモデルの精度を向上させられるため、判別処理時間やメモリ消費量の削減に繋げることができる。本検討では、画像データセットから取得できない入出力の組み合わせをモデルに学習させるために、一様乱数を用いて蒸留を行った。本稿では、この手法により、小サイズのCNNモデルの画像の分類精度が、蒸留を使わない従来の方法で学習を行った同構造のCNNモデルより向上することを示す。

2 使用モデルとデータの処理手順

精度の検証には、Cifar10データセットを使用した。学習の流れを図1に示す。通常、蒸留の手法では学習済みの教師モデルにデータセットを入力し、その入力と出力を新たなデータセット

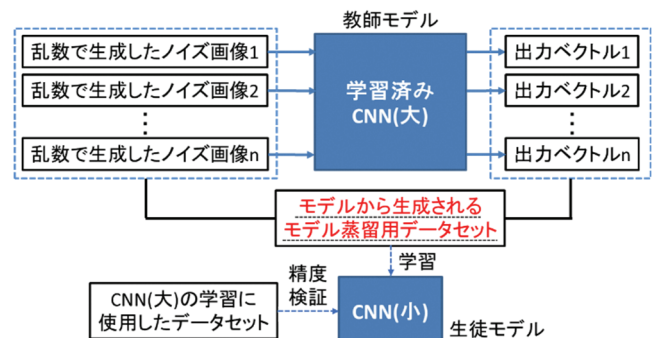


図 1 モデル蒸留の流れ

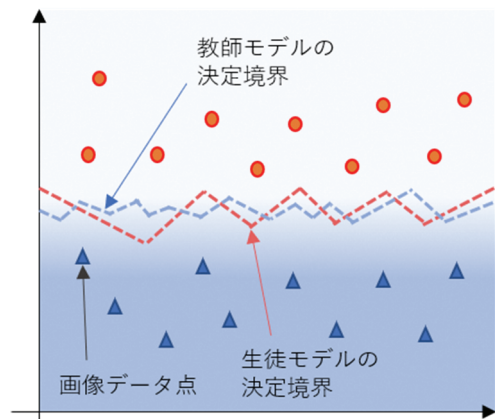


図 2 画像データによる蒸留の決定境界

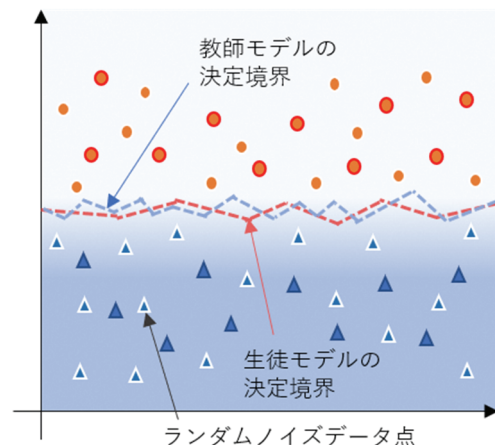


図 3 ランダムノイズによる蒸留の決定境界

として生徒モデルに学習させるが、本研究では、入力に画像のデータセットではなく、一様乱数から生成される32 pixels×32 pixels×3 channelsのランダムノイズを使用した。このランダムノイズをCifar10の学習済みモデルに入力し、生成されたランダムノイズデータセットを生徒モデルに学習させた。生徒モデルの精度検証にはCifar10データセットを利用した。また、教師モデルの出力をより正確に再現するため、生徒モデルにはドロップアウト等を導入せずに学習を行った。

画像データを用いて蒸留を行った場合の決定境界のイメージを図2、ランダムノイズを用いて蒸留を行った場合の決定境界のイメージを図3に示す。図2のように、画像データによる蒸留では、データセット内のデータ数が限られており、教師モデルのもつ決定境界を生徒モデルへ正確に学習させることが難しいと想定される。そのため、本研究では、入力データのすべてのパターンを取りうるランダムノイズを利用して教師モデルから新たなデータセットを生成し、生徒モデルの学習に利用した。学習に使用したランダムノイズデータの枚数は、Cifar10の枚数に合わせた50,000枚×100 epochsの計5,000,000枚である。

教師モデルにはCifar10の認識精度が79%程度の学習済みモデルを使用した。教師モデルのモデル構造は、畳み込み3層→Max Pooling→畳み込み3層→Max Pooling→全結合層2層とした。また、生徒モデルのモデル構造は、畳み込み1層→Max Pooling→全結合層2層とした。蒸留ありの学習処理では、生徒モデルにCifar10を30 epochs事前学習させた後、教師モデルから生成したランダムノイズデータセットを100 epochs学習させ、計130epochsの学習とした。また、学習において、最適化アルゴリズムはAdamを使用し、ハイパーパラメータの初期値は、 $\alpha=0.001$ 、 $\beta_1=0.9$ 、 $\beta_2=0.999$ 、 $\epsilon=10^{-7}$ とした。また、110 epochsのタイミングで $\alpha=0.0001$ に変更した。生徒モデルも同様のパラメータとしたが、提案蒸留法の α のみ15 epochsごとに0.05倍の更新とした。ここで、 α は学習量を調整するための学習率、 β_1 、 β_2 はモーメント推定のための指数関数的減衰、 ϵ はゼロ除算を防ぐための小さな正の数である。損失関数は、出力の分布が教師データの分布とどれだけ離れているかを評価するKullback-Leibler Divergenceを使用した。

3 結果と考察

蒸留なし生徒モデルの学習精度グラフを図4、従来蒸留法による生徒モデルの学習精度グラフを図5、提案蒸留法による生徒モデルの学習精度

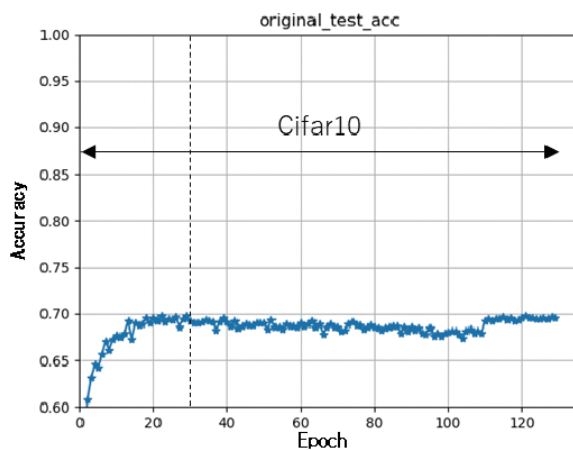


図4 蒸留なし生徒モデルの学習精度

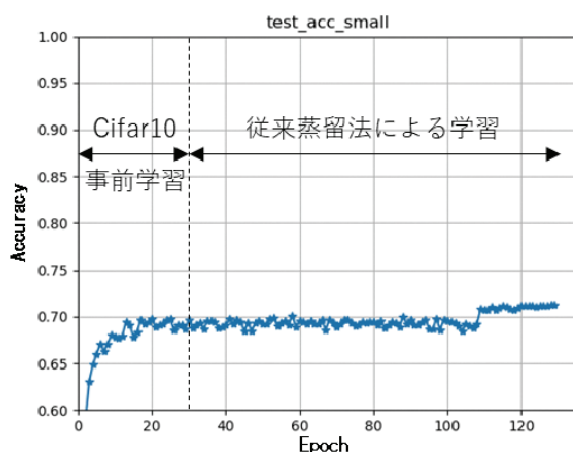


図5 従来蒸留法による生徒モデルの学習精度

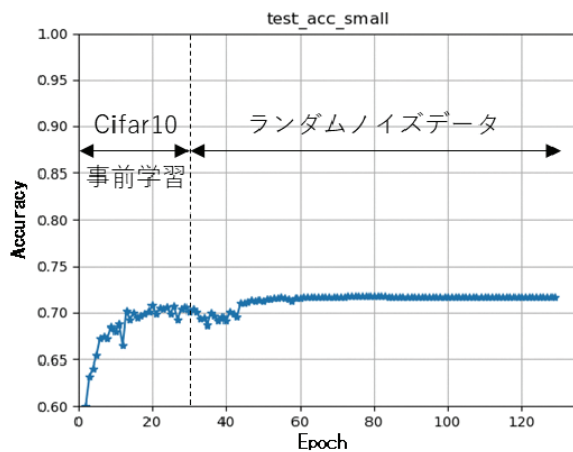


図6 提案蒸留法による生徒モデルの学習精度

グラフを図6に示す。学習精度とは、モデル学習時のデータ認識の正答率であり、この値が大きいほどモデルの性能が高いことを示す。130 epochsの時点で、蒸留なし生徒モデルの精度は70%程度、従来蒸留法は72%程度、提案蒸留法は72%程度の結果となった。上記より、提案蒸留法を用いることで、蒸留なしの学習法に比べ、精度が2%程度向上していることがわかる。しかしながら、教師モデル構造と生徒モデル構造の組み合わせによっては精度改善の効果が得られな

い場合があった。そのため、今後、さらに多くの組み合わせによる効果検証が必要であると考えられる。また、提案蒸留法と従来蒸留法の比較では、精度はほぼ同じであったが、提案蒸留法のほうがわずかに高い結果となった。

4 まとめ

一様乱数によるランダムノイズを用いた蒸留を行い、Cifar10分類において、小規模モデルで数%程度の精度の改善を確認した。また、従来蒸留法と提案蒸留法の比較では、提案蒸留法の精度がわずかに上回る結果となったが、130 epochs以降の精度変化については確認しておらず、今後、より正確な精度比較を行う予定である。今後の課題は、上記に加えて、Cifar10以外のデータセットによる精度計測、教師モデルと生徒モデルの構造を変更しての検証などが挙げられる。また、入出力の組み合わせのみをデータセットとして学習に使用するのではなく、畳み込みによる特徴マップをデータセットの一部として採用し、生徒モデルに学習させる手法を検討している。

参考文献

1) Ilija Radosavovic, Piotr Dollár, Ross Girshick, Georgia Gkioxari, Kaiming He, “Data Distillation: Towards Omni-Supervised Learning”, 2017, arXiv: 1712.04440.

ハロイサイトによるプラスチックの難燃性向上

Improving fire retardancy of plastic by using halloysite

日笠 茂樹・甲加 晃一・梅原 智直¹・岡崎 健一¹・城石 知紀¹

Shigeki HIKASA, Kouichi KOUKA, Tomonao UMEHARA, Kenichi OKAZAKI, Tomonori SHIROISHI

キーワード ハロイサイト / フィラー / プラスチック / 難燃性

KEY WORDS Halloysite / Filler / Plastics / Fire retardancy

1 はじめに

近年、火災予防などの日常生活における安全への関心が高まりつつあり、高分子材料に対して、燃えにくいこと(難燃性)がしばしば求められている。従来、高分子材料の難燃化には、臭素化合物を中心としたハロゲン系難燃剤が広く用いられてきた。しかしながら、ハロゲン系難燃剤には、燃焼時に有毒なハロゲン化水素を発生する等の課題がある。そのため、ハロゲンを含まない難燃剤(ノンハロゲン難燃剤)への期待が高まりつつある。

その中で、水酸化マグネシウム(Mg(OH)₂)や水酸化アルミニウム(Al(OH)₃)などの金属水酸化物は、発生するガスが水蒸気のみであるために安全性の高い難燃剤として知られている。これら金属水酸化物は、難燃性を発揮するためには多量の配合を必要とするという短所を有するが、リン系難燃剤との併用によって添加量を削減可能である^{1,2)}。しかしながら、リンは、資源量の限界が懸念されており、リンの使用量抑制が望まれている。この金属水酸化物 / リン系難燃剤の処方に対し、他のフィラーの併用によって難燃性が向上すれば、リン系難燃剤の使用量が抑制され得る。

本研究の目的は、金属水酸化物 / リン系難燃剤を用いたプラスチックの難燃処方において、リン系難燃剤である赤リンあるいはレゾルシノールビス-ジフェニルホスフェート(RDP)の一部をフィラーで置換したうえで、難燃性を維持・向上することである。

マトリックス樹脂としては、軟質プラスチック材料として広く知られているエチレン-酢酸ビニル共重合体(EVA)を用いた。また、フィラーとしてハロイサイトを用いた。ハロイサイトは、その化学組成が含水ケイ酸アルミニウム(Al₂Si₂O₅(OH)₄·2H₂O)で、平板状のカオリンと同じ組成でありながら、形状は長さ約1000 nm、内径約15 nmの大きさのチューブ構造である。ハロイサイトは、このチューブ形状のためにプラスチックの補強に高い特性を示すことが期待できるが、また、後に詳述するように、難燃性向上への寄与も期待できるためである。

¹ (株) ファイマテック

2 実験方法

マトリックスとしてエチレン-酢酸ビニル共重合樹脂(EVA、EVAFLFEX EV360、三井・デュボンポリケミカル(株)製)を用いた。金属水酸化物として水酸化アルミニウム(Al(OH)₃、CL-303、住友化学(株))および水酸化マグネシウム(Mg(OH)₂、ジュンマグ4S、(株)ファイマテック)を用いた。これらはともに、平均粒子径が約4 μmのものであり、EVA中での良好な分散のためにステアリン酸で表面処理したものである。リン系難燃剤として赤リン(試薬一級、キシダ化学(株))及びレゾルシノールビス-ジフェニルホスフェート(RDP、顧客企業より供給されたためメーカー不明)を用いた。ハロイサイトとして、アメリカ合衆国ユタ州産のものを用いた。

これらの材料を表1(a)、(b)に示す比で配合混練した。混練は電熱ロール(Laboratory Mill、関西ロール(株))を用い、80 °Cで7分間行った。次に、プレス機(SFA-37、(株)神藤金属工業所)を用い、100 °Cで10分間の加熱プレス成形の後、1分間の冷却を行い、厚さ3 mmの成形板を作製した。

表1 配合処方

(a)EVA/Al(OH)₃/赤リン/
ハロイサイト複合材料

材料	重量分率 (wt%)
EVA	55
Al(OH) ₃	35
赤リン	0~10
ハロイサイト	0~10

(b)EVA/Mg(OH)₂/RDP/
ハロイサイト複合材料

材料	重量分率 (wt%)
EVA	45
Mg(OH) ₂	45
RDP	0~10
ハロイサイト	0~10

リン系難燃剤(赤リン or RDP) +
ハロイサイト = 10 wt%

この試料に関して、酸素指数の測定(ON-2 Meter、スガ試験機(株))をJIS K7201-2に準じて行った。酸素指数とは、窒素と酸素の混合気体中において燃焼が継続する最低限度の酸素濃度のことである。そのため、この数値が高い材料は、燃焼し難い材料と判断される。

3 結果と考察

図1に、EVA/Al(OH)₃/赤リン/ハロイサイト複合材料の酸素指数を示す。赤リンとハロイサイトの合計は10 wt%である。赤リンの一部をハロイサイトで置換することによって、酸素指数が向上した。しかしながら、全量をハロイサイトで置換すると全量が赤リンである場合と比較して酸素指数が低下した。次に、図2に、EVA/Mg(OH)₂/RDP/ハロイサイト複合材料の酸素指数を示す。この複合材料においても、RDPとハロイサイトの合計は10 wt%である。RDPの一部をハロイサイトで置換することによって、酸素指数が向上した。しかしながら、全量をハロイサイトで置換すると全量がRDPである場合よりも高いもののハロイサイト/RDP=75/25と比較して酸素指数がやや低下した。なお、EVA単独では、燃焼しやすいために酸素指数の測定を行えなかった。

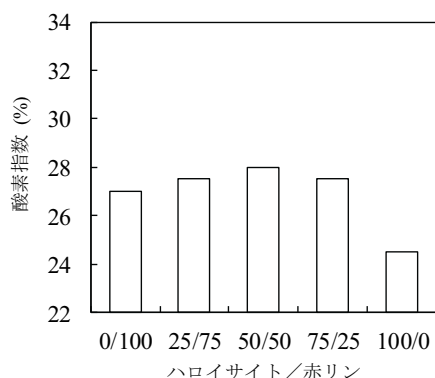


図1 EVA/Al(OH)₃/赤リン/ハロイサイト複合材料の酸素指数

EVA = 55 %、Al(OH)₃ = 35 %
赤リン + ハロイサイト = 10 %

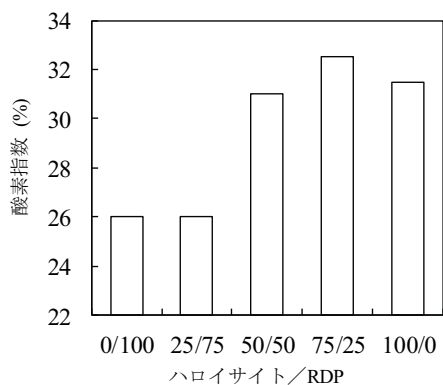


図2 EVA/Mg(OH)₂/RDP/ハロイサイト複合材料の酸素指数

EVA = 45 %、Mg(OH)₂ = 45 %
RDP + ハロイサイト = 10 %

このハロイサイト置換による難燃性の向上は、以下のメカニズムによると考えられる。プラスチックの難燃化では、Al(OH)₃やMg(OH)₂などの金属水酸化物は燃焼時の加熱によって吸熱分解し、水蒸気を放出する。この吸熱によって、燃焼プラスチックを冷却するとともに、金属水酸化物の分解によって発生した水蒸気がプラスチックの分解により発生した可燃性ガスを希釈し、燃焼場への燃焼ガス供給を断つことで、燃焼連鎖反応を停止させるというものである。

また、固相において燃焼時にプラスチック表面に形成された炭化層が燃焼場からプラスチックへの伝熱とプラスチックから生じた分解ガスの拡散を断つことで、燃焼連鎖反応が停止する³⁾。このとき、リン系難燃剤は、燃焼中にポリリン酸に変化して炭化層(チャー)と複合化することによって、チャーをより強固にする。このような金属水酸化物/リン系難燃剤系に、更に、ハロイサイトが存在すると、ポリリン酸がより耐熱温度の高いポリリン酸アルミニウムになることが報告されている。以上より、ハロイサイトの添加は、より耐熱温度の高いチャーの形成に寄与したと考えられる。

ところで、図1に示すEVA/Al(OH)₃/赤リン/ハロイサイト複合材料と図2に示すEVA/Mg(OH)₂/RDP/ハロイサイト複合材料とでは、概ね、EVA/Mg(OH)₂/RDP/ハロイサイト複合材料の方がハロイサイトによる酸素指数向上効果が顕著であった。この理由は明確には示されないが、Al(OH)₃の分解温度が約200°C、Mg(OH)₂の分解温度が約330°Cと無機難燃フィラーの分解温度が異なる⁴⁾ことやリン系難燃剤が異なることなどが影響していると考えられる。

4 まとめ

EVAの難燃化において、金属水酸化物(Al(OH)₃またはMg(OH)₂)/リン系難燃剤の難燃処方にハロイサイトを併用することで、リン系難燃剤の使用量を削減し、酸素指数を向上させた。

参考文献

- 1) 技術情報協会編. “難燃メカニズムと高難燃効果の設計指針”. 難燃剤の最適処方と燃焼試験. 第1版, 東京都, 技術情報協会, 2011, p. 15, ISBN978-4-86104-388-8.
- 2) 矢崎文彦. プラスチック添加剤基礎講座: 難燃剤(その2). 工業材料. 2012, vol. 60, no. 11, p. 66-73.
- 3) 技術情報協会編. “難燃メカニズムと高難燃効果の設計指針”. 難燃剤の最適処方と燃焼試験. 第1版, 東京都, 技術情報協会, 2011, p. 4-7, ISBN978-4-86104-388-8.
- 4) フィラー研究会編. “難燃剤”. フィラー活用辞典. 第1版, 東京都, 大成社, 1994, p.224.

蛍光 X 線分析に用いる石灰標準試料の作製

Preparation of lime standard samples for X-ray fluorescence analysis

藤井 英司・古谷 充章

Eiji FUJII, Mitsuaki FURUTANI

キーワード 石灰 / 湿式分析 / 定量分析 / 蛍光 X 線分析

KEY WORDS Lime / Wet analysis / Quantitative analysis / X-ray fluorescence analysis

1 はじめに

石灰石は、主に炭酸カルシウムから成る鉱物であり、工業用、医薬用、食品用、建材用、化成品用等、様々な用途で利用されている。岡山県北に位置する新見地区は、良質な石灰石が採掘できる日本有数の産地の一つである。各石灰製品は、用途に応じた成分含有量の規格が設けられているため、石灰製造企業は、品質管理として、日本産業規格 (JIS M 8850、JIS R 9011) に従い、石灰の定量分析を行う必要がある^{2,3)}。新見地区で採掘される石灰石は、純度が高く良質であるため、微量な成分分析については、高精度な分析が求められる。従来の湿式分析法は、分析時間が長く、さらに熟練が必要とされる。蛍光X線分析装置を用いた機器分析では、従来の湿式分析法と比較して、迅速・簡便に行うことが可能となるため、石灰製造企業からの需要は高い。しかし、蛍光X線分析により正確な定量分析値を求めるためには、分析対象に近い組成比から成り、成分含有量が既知である標準試料が必要となる。蛍光X線分析用の石灰の標準試料は、現在、市販されていないため、独自に標準試料を用意する必要がある。しかし、石灰の主成分である酸化カルシウム (CaO) は98%以上 (ig. lossを除く) を占め、酸化アルミニウム (Al₂O₃) や二酸化ケイ素 (SiO₂)、酸化鉄 (Fe₂O₃) のような他の成分は微量で、かつ偏在しているため、蛍光X線分析で検量線を作成した際に良好な直線性の検量線が得られない場合が多く、従来の湿式分析法で求めた成分値を更に高精度化する必要がある。そこで前年度、高精度で行うことができる湿式分析手法を確立した。本研究では、この手法を用い、正確な成分分析値を付した標準試料を作製することを目的とした。

2 実験方法

全国各地より天然で採掘された石灰石試料を用意した。石灰石試料を粉砕し、150 μmの篩で分級し、篩下を50 mLの秤量瓶に採取し、110 °Cで24時間乾燥させた。乾燥後、乾燥剤の無いガラスデシケータ内で放冷し、試料とした。

前報と同様な分析方法により、ig. loss (強熱減量)、CaO、MgO、Al₂O₃、SiO₂、Fe₂O₃の分析を行った⁴⁾。

本研究では、P (リン) とSr (ストロンチウム) についても、追加で分析を行い、全8項目に対して、定量分析を行った (250 mLのメスフラスコに定容)。誘導結合プラズマ発光分光分析装置 (ICP、サーモフィッシャーサイエンティフィック製; iCAP6500) により測定を行い、P₂O₅とSrOについては、下記に示す計算式で酸化物に換算した。ICPによる各元素の分析波長は、Fe: 259.940 nm、Al: 308.215 nm、Mg: 279.079 nm、Si: 251.611 nm、P: 178.287 nm、Sr: 407.771 nmを用いた。

・P量の算出

石灰石試料中に含まれるP量は、次の式により算出した。

$$P_2O_5 = \left(C \times \frac{250}{1000000} \times \frac{M.W._{P_2O_5}}{M.W._P \times 2} \right) \times \frac{1}{m} \times 100$$

ここで、

P₂O₅: 酸化リンの含有率 (%)

C: ICPによる測定値 (ppm)

m: 試料の質量 (g)

M.W._{P₂O₅}: 酸化リンの分子量283.89 (-)

M.W._P: リンの分子量30.97 (-)

・Sr量の算出

石灰石試料中に含まれるSr量は、次の式により算出した。

$$SrO = \left(C \times \frac{250}{1000000} \times \frac{M.W._{SrO}}{M.W._{Sr}} \right) \times \frac{1}{m} \times 100$$

ここで、

SrO: 酸化ストロンチウムの含有率 (%)

C: ICPによる測定値 (ppm)

m: 試料の質量 (g)

M.W._{SrO}: 酸化ストロンチウムの分子量103.63 (-)

M.W._{Sr}: ストロンチウムの分子量87.62 (-)

3 結果

表1から表10に各石灰石試料の湿式分析の結果を示す。微量に含まれる元素についても、正確な定量値を求めるため、測定データは小数点以下3

桁までを示している。石灰石試料ごとに分析を行った回数が異なるのは、分析値のデータのばらつきや不採用となるデータが生じたためである。Total量が100%から±1%以上外れている分析結果、および他の分析結果と明らかに違う値を示した分析結果は除外した。また、分析値が0%（未検出）である分析結果も除外した。約6%のSiO₂を含有していた試料Eについては、不溶残渣の影響のため、改良した本分析手法⁴⁾を用いてもデータのばらつきが大きく、採用できる分析値は3回分であったが、すべての試料について、少なくとも3回以上の定量値を求めた。

表1 試料Aの各定量値 (%)

	1	2	3	4	5
ig. loss	43.497	43.381	43.533	43.619	43.641
CaO	55.227	55.214	55.258	55.058	55.235
MgO	0.317	0.353	0.319	0.391	0.405
SiO ₂	0.197	0.205	0.170	0.194	0.184
Al ₂ O ₃	0.019	0.022	0.019	0.021	0.031
Fe ₂ O ₃	0.023	0.026	0.023	0.027	0.029
P ₂ O ₅	0.035	0.037	0.034	0.014	0.017
SrO	0.011	0.007	0.011	0.008	0.015
Total	99.326	99.245	99.367	99.332	99.557

表2 試料Bの各定量値 (%)

	1	2	3	4
ig. loss	43.351	43.421	43.528	43.569
CaO	54.892	55.120	55.043	55.602
MgO	0.600	0.604	0.595	0.605
SiO ₂	0.092	0.082	0.110	0.093
Al ₂ O ₃	0.049	0.049	0.045	0.047
Fe ₂ O ₃	0.016	0.015	0.016	0.017
P ₂ O ₅	0.010	0.010	0.021	0.014
SrO	0.009	0.009	0.010	0.011
Total	99.019	99.310	99.368	99.958

表3 試料Cの各定量値 (%)

	1	2	3	4
ig. loss	43.433	43.475	43.509	43.718
CaO	55.774	55.563	55.561	55.781
MgO	0.147	0.147	0.144	0.136
SiO ₂	0.064	0.076	0.169	0.104
Al ₂ O ₃	0.011	0.014	0.011	0.008
Fe ₂ O ₃	0.017	0.018	0.022	0.016
P ₂ O ₅	0.039	0.040	0.010	0.012
SrO	0.020	0.020	0.020	0.018
Total	99.505	99.353	99.446	99.793

表4 試料Dの各定量値 (%)

	1	2	3	4	5
ig. loss	44.284	44.239	44.245	44.294	44.366
CaO	50.589	50.950	50.464	50.602	50.375
MgO	3.942	4.004	4.088	4.013	4.573
SiO ₂	0.221	0.201	0.192	0.264	0.256
Al ₂ O ₃	0.021	0.019	0.020	0.023	0.026
Fe ₂ O ₃	0.027	0.028	0.029	0.032	0.032
P ₂ O ₅	0.035	0.042	0.046	0.042	0.045
SrO	0.032	0.030	0.030	0.030	0.028
Total	99.151	99.513	99.114	99.300	99.701

表5 試料Eの各定量値 (%)

	1	2	3
ig. loss	40.746	40.805	40.802
CaO	51.098	51.030	51.400
MgO	0.412	0.415	0.420
SiO ₂	6.081	6.103	6.158
Al ₂ O ₃	0.494	0.519	0.512
Fe ₂ O ₃	0.319	0.319	0.323
P ₂ O ₅	0.194	0.195	0.196
SrO	0.028	0.029	0.028
Total	99.372	99.415	99.839

表6 試料Fの各定量値 (%)

	1	2	3	4
ig. loss	43.574	43.567	43.651	43.552
CaO	55.541	55.743	55.060	55.412
MgO	0.337	0.336	0.348	0.352
SiO ₂	0.006	0.016	0.013	0.024
Al ₂ O ₃	0.003	0.003	0.002	0.002
Fe ₂ O ₃	0.005	0.006	0.003	0.003
P ₂ O ₅	0.020	0.020	0.019	0.020
SrO	0.007	0.007	0.007	0.007
Total	99.493	99.698	99.103	99.372

表7 試料Gの各定量値 (%)

	1	2	3	4	5
ig. loss	43.656	43.701	43.781	43.741	43.883
CaO	55.511	55.060	55.376	55.066	54.667
MgO	0.344	0.335	0.334	0.333	0.376
SiO ₂	0.072	0.029	0.036	0.058	0.044
Al ₂ O ₃	0.011	0.021	0.019	0.021	0.019
Fe ₂ O ₃	0.034	0.035	0.034	0.034	0.035
P ₂ O ₅	0.012	0.012	0.012	0.012	0.002
SrO	0.020	0.020	0.021	0.020	0.022
Total	99.660	99.213	99.613	99.285	99.048

表8 試料Hの各定量値 (%)

	1	2	3	4
ig. loss	42.264	42.210	42.166	42.145
CaO	53.786	53.733	53.614	53.810
MgO	0.211	0.211	0.213	0.215
SiO ₂	3.042	3.069	3.028	2.889
Al ₂ O ₃	0.257	0.260	0.259	0.247
Fe ₂ O ₃	0.162	0.162	0.163	0.164
P ₂ O ₅	0.031	0.032	0.032	0.038
SrO	0.015	0.015	0.015	0.015
Total	99.768	99.692	99.523	99.523

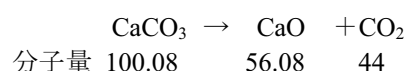
表9 試料Iの各定量値 (%)

	1	2	3	4	5
ig. loss	43.231	43.319	43.203	43.280	43.246
CaO	54.929	54.968	55.021	55.419	55.419
MgO	0.407	0.412	0.405	0.412	0.452
SiO ₂	0.810	0.858	0.826	0.803	0.807
Al ₂ O ₃	0.102	0.108	0.104	0.106	0.111
Fe ₂ O ₃	0.046	0.046	0.045	0.045	0.049
P ₂ O ₅	0.048	0.049	0.050	0.045	0.047
SrO	0.021	0.020	0.020	0.021	0.017
Total	99.594	99.780	99.674	100.131	100.148

表10 試料Jの各定量値 (%)

	1	2	3	4	5
ig. loss	42.523	42.496	42.427	42.430	42.523
CaO	53.181	53.371	53.398	53.496	53.277
MgO	0.821	0.849	0.838	0.851	0.845
SiO ₂	2.042	2.014	1.997	1.989	2.032
Al ₂ O ₃	0.454	0.429	0.451	0.423	0.458
Fe ₂ O ₃	0.119	0.123	0.121	0.124	0.122
P ₂ O ₅	0.057	0.060	0.061	0.062	0.061
SrO	0.020	0.020	0.021	0.021	0.021
合計	99.217	99.362	99.314	99.396	99.339

表11に、表1～10に示した各定量値を平均した成分分析値を示す。石灰の成分分析の場合、主成分がCaOであり、化学式はCaCO₃となる。CaCO₃の純度が100%の場合、ig. lossを含めると、



となることより、CaOの最大成分分析値は56.04%であり、ig. lossの最大値は43.96%となる。表11に示すように、CaOの下限値は50.596%（試料D）であり、上限値は55.670%（試料C）である。また、ig. lossの下限値は40.784%（試料E）であり、上限値は44.286

（試料D）であり、比較的、成分分析値に幅を持たせることができた。試料Dのig. loss値は、最大理論値である43.96%より大きい。試料DのCaOの含有量が低く、MgOの含有量が他の試料と比較して約4%と大きいことより、43.96%以上の値であっても問題ないと思われる。

石灰の分析で重要視されるMgO、SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃の成分値に関しても、ばらつき幅が大きく良好な標準試料を作製することができた。

4 まとめ

本研究では、JIS R 9011を基に独自の手法を加え、石灰石試料中のig. loss、Ca、Mg、Si、Al、Fe、P、Srの湿式分析を行った。湿式分析は一試料につき複数回行い、ばらつきが大きい分析回は除外し、少なくとも3回以上の定量値を確定させた。10種類の標準試料について、成分分析値を確定させることができ、今後、機器分析（蛍光X線分析）に応用できることが期待される。

参考文献

- 1) 日本石灰協会技術委員会ハンドブック分科会編. 石灰ハンドブック. 日本石灰協会, 1992. p.653.
- 2) JIS M 8850:1994. 石灰石分析方法.
- 3) JIS R 9011:2006. 石灰の試験方法.
- 4) 藤井英司ほか. 湿式分析による石灰の定量分析手法の改良. 岡山県工業技術センター報告. 2020, 46, p.6-9.

表 11 蛍光 X 線分析に用いる石灰標準試料の成分分析値 (%)

試料	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
ig. loss	43.534	43.467	43.534	44.286	40.784	43.586	43.752	42.196	43.256	42.480
CaO	55.198	55.164	55.670	50.596	51.176	55.439	55.136	53.736	55.151	53.345
MgO	0.357	0.601	0.144	4.124	0.416	0.343	0.344	0.213	0.418	0.841
SiO ₂	0.190	0.094	0.103	0.227	6.114	0.015	0.048	3.007	0.821	2.015
Al ₂ O ₃	0.022	0.048	0.011	0.022	0.508	0.003	0.018	0.256	0.106	0.443
Fe ₂ O ₃	0.026	0.016	0.018	0.030	0.320	0.004	0.034	0.163	0.046	0.122
P ₂ O ₅	0.027	0.014	0.025	0.042	0.195	0.020	0.010	0.033	0.048	0.060
SrO	0.010	0.010	0.020	0.030	0.028	0.007	0.021	0.015	0.020	0.021

ブタジエンゴムの伸張下におけるナノ力学物性測定

Measurement of nanomechanical properties of butadiene rubber under elongation

石田拓也・幕田悟史・岩薮 仁・中嶋 健¹

Takuya ISHIDA, Satoshi MAKUTA, Hitoshi IWABUKI, Ken NAKAJIMA

キーワード ナノ力学物性 / 原子間力顕微鏡 / JKR 弾性率 / 不均一性

KEY WORDS Nanomechanical properties / AFM / JKR elastic modulus / Heterogeneity

はじめに

ゴム材料は、柔らかく、伸縮するといった特性から幅広い分野で使用されている。しかし、ゴムの特性を決定付ける架橋構造や補強構造は現在でも議論の対象であり、具体的には定まっていない。そのため、ゴム材料の開発は、経験則に基づいた試行錯誤による部分が大きく、莫大な時間と労力が必要となる。このような高コストな開発手法から脱却し、効率的な開発手法に転換するには、ゴムの構造を理解し、構造に基づく理論的な開発手法をとる必要がある。

ゴムの構造については、これまでにパルス法 NMR などの分光学的手法によりその不均一性が研究されてきた。近年、ゴムの構造を可視化する技術として、原子間力顕微鏡(AFM)によるナノメートルオーダーでの力学物性評価技術が進展し、架橋構造や補強構造の不均一性が可視化できるようになった。特に、伸長下におけるイソプレンゴムの弾性率像は、不均一構造が顕在化した状態となることが報告されている¹⁾。

本研究では、イソプレンゴムと同様に単純な分子構造をもつブタジエンゴムを対象とし、伸張下におけるナノ力学物性測定を試みた結果を報告する。

実験方法

1. 試料の作製

原料ゴムには、シス含量 98 wt.% のポリブタジエン(BR)(UBEPOL BR 150L 宇部興産(株)製)を用い、架橋剤には硫黄を用いた。その他配合剤として、酸化亜鉛、ステアリン酸、加硫促進剤として CBS(N-Cyclohexyl-2-benzothiazole sulfenamide)、老化防止剤として、TMQ(Polymerized 2,2,4-trimethyl-1,2-dihydroquinoline)を用いた。これらを 6 インチオープンロールにより混練した後、160°C で 28 分間プレス架橋して 1 mm 厚みの架橋ゴムシートを得た。

2. ナノ力学物性測定用試料の作製

剃刀を 2 枚重ね、その間に所定の厚みのスぺーサ

ーを挟んだ打ち抜き刃を作製し、1 mm 厚みの架橋ゴムシートから短冊状試料を得た。

ナノ力学物性測定は表面分析であり、表面にゴムの配合剤の一部が析出すると、正常な測定が困難となる。そのため、あらかじめ析出する成分を抽出し除去する必要がある。抽出溶媒として、アセトン、シクロヘキサン、トルエンを検討した。アセトンおよびシクロヘキサンにより処理した試料は未抽出成分が表面に析出し、ナノ力学物性測定が困難だったが、トルエンで処理した試料は測定可能であり、試料の変質もみられなかった。そこで、抽出溶媒をトルエンとし、23°C で 7 日間浸せきすることで抽出を行った。トルエンから取り出した試料は 24 時間真空乾燥した。

伸張試料は AFM 測定用治具に短冊状試料を所定の伸張比に伸張した状態で固定することで作製した。伸張比は 100%、200%、400% とした。治具に固定した試料をクライオミクロトームにより -120°C に冷却した後、ダイヤモンドナイフで切削し、ナノ力学物性測定が可能な平滑面を作製した。

伸張結晶性を有するゴムの場合、伸長状態で冷却することにより結晶化を起し、室温に戻しても結晶が融解することなく残る場合がある²⁾。そこで、熱処理による結晶の融解を行った。熱処理条件は、真空下で温度を 40~50°C とし、時間を 3~12 時間とした。

3. ナノ力学物性測定

ナノ力学物性測定は、Nanoscope V Controller、MultiMode 8 (Bruker 社製)を用い、試料の 5×5 μm(256×256 点)の範囲を PeakForceQNM モードによりフォースマッピング測定を行った。各フォースカーブ測定の押し込み、引き離し速度は 1 kHz とし、押し込み量は 2 nN とした。カンチレバーは Bruker 社製 ScanAsyst-Fluid を用いた。カンチレバーのばね定数(k)は熱雑音スペクトルから求める手法により求めた。探針の曲率半径(R)は装置付属のソフトウェアでブラインドリコンストラクション法により求めた。本研究で用いたカンチレバーの k は 1.96~2.20 N/m、 R は 18~20 nm だった。測定は試料

¹ 東京工業大学物質理工学院

の再結晶化を防ぐため、40°Cに設定したサンプルヒーター上で行った。このとき、試料の表面温度は約30°Cだった。取得したフォースカーブをJKR弾性体接触理論に基づき解析し、JKR弾性率(E)を算出した³⁾。

結果と考察

各伸張比におけるJKR弾性率像を図1(a)に示す。いずれの伸張比においても、弾性率の高い部分と低い部分が不均一に分散した構造をとることがわかった。伸張比の増加に伴い、分離した構造が明瞭に観察されるようになった。この伸張下でみられる構造はゴムの不均一構造を反映したものであると考えられる。図1(a)のJKR弾性率像をヒストグラムに変換した結果を図1(b)に示す。100%伸長試料では低弾性率部分と高弾性率部分の差が小さく、一峰性のヒストグラムとなったが、200%、400%試料では、低弾性率部分と高弾性率部分の差が大きくなり、二峰性のヒストグラムとなった。200%、400%のヒストグラムで見られる高弾性率側のピーク値は伸張比の増加に伴って大きく増加したが、低弾性率側のピーク値の増加量は小さかった。この結果は、ゴムの不均一な

構造として、伸張により弾性率が急激に増加する成分と緩やかに増加する成分が存在することを示していると考えられる。

まとめ

伸張下におけるナノ力学物性測定手法によりブタジエンゴムの不均一構造を観察することができた。得られたJKR弾性率像と他の測定で得られる物性値（例えば、パルス法NMRの分子運動性や引張試験の巨視的な応力）との関係性を明らかにすることで、ゴムの不均一構造について新たな知見が得られると考えられるので、今後、検討する予定である。

参考文献

- 1) 野村 竜生, 梁 曉斌, 岩 露仁, 青山 拓磨, 伊藤 万喜子, 浦山 健治, 中嶋 健. 日本レオロジー学会誌. 2020, vol. 48, no. 2, p. 85-90.
- 2) Goeritz, D.; Kiss, M. Rubber Chemistry and Technology. 1986, vol. 59, no. 1, p. 40-45.
- 3) Fujinami, S. et al. Journal of Polymer Science Part B Polymer Physics. 2019, vol. 57, no. 18, p. 1279-1286.

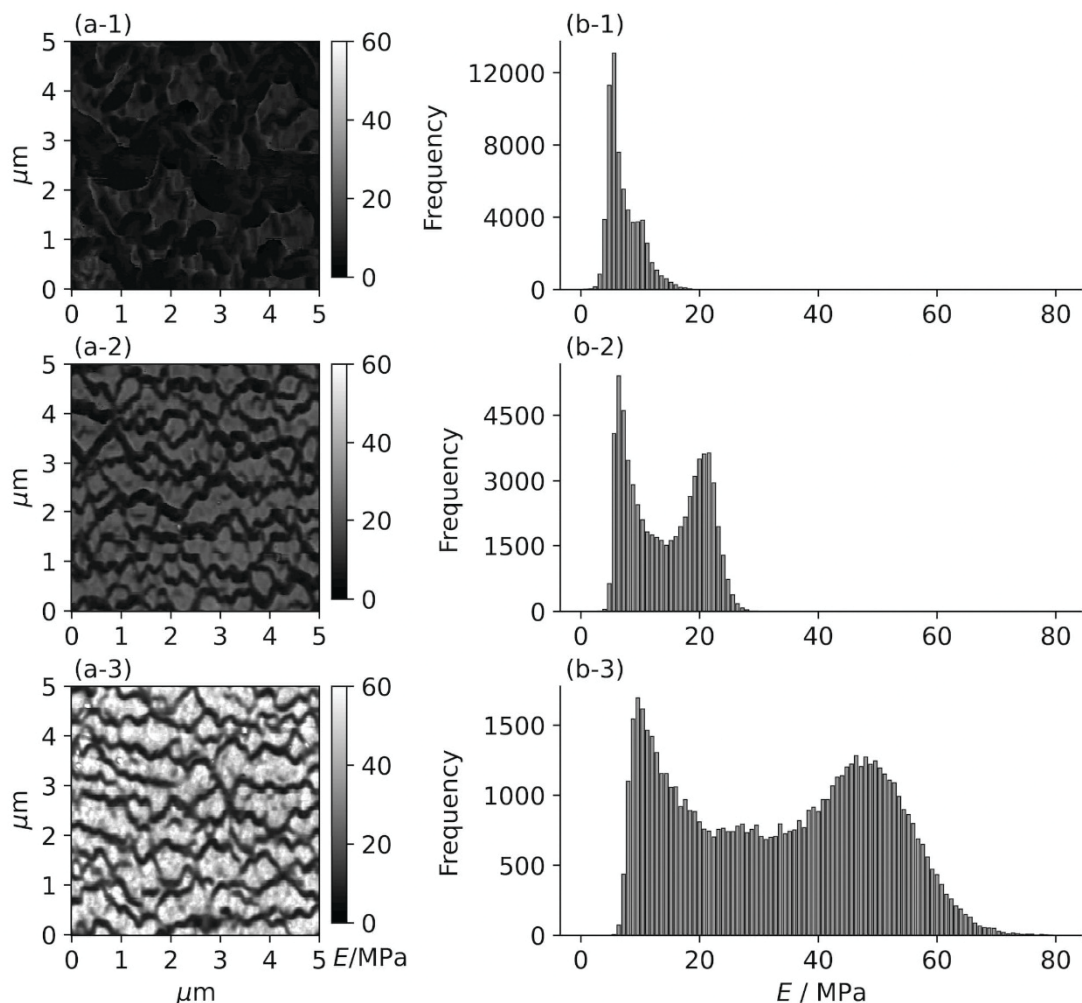


図1 各伸張比におけるJKR弾性率像(a)とヒストグラム(b), (1) 100%、(2) 200%、(3) 400%

セルロースナノファイバー（CNF）複合材料における マクロ分散性評価手法の開発

Evaluation of the dispersibility of cellulose nanofibers (CNFs) in polymer composites

幕田 悟史・石田 拓也・平田 大貴・笹田 昌弘¹・田中 達也¹・岩薮 仁

Satoshi MAKUTA, Takuya ISHIDA, Daiki HIRATA, Masahiro SASADA, Tatsuya TANAKA
and Hitoshi IWABUKI

キーワード セルロースナノファイバー / 複合材料
KEY WORDS Cellulose nanofibers / Composites

1 はじめに

植物を原料とするセルロースナノファイバー（CNF）は、持続可能な材料であること、未利用バイオマス資源の有効活用につながることで、少量の添加で高い補強効果が期待されることなどから、ゴム・プラスチックへの添加材として研究開発が進められている。しかしながら、CNF複合材料の実用化においては、分散性の改善という大きな課題が存在する。ナノ材料の持つ高い比表面積を有効に活用するためには、単繊維レベルでの高い分散が望ましいと考えられるが、CNFは親水性が高いため、親油性である多くの高分子材料中に分散させることは難しい。CNFはまた、繊維間に働く強い相互作用のため、乾燥工程や複合化工程において不可逆的な凝集を生じる。一般的に複合材料中に数十マイクロからミリサイズの大きい凝集が存在すると、応力集中による破断の原因となり得る。材料設計、プロセス設計を行う上では、物性のみならず、このような分散性を系統的、定量的に評価することが求められる。

分散の評価には、スケールに応じて種々の手法が用いられる。一般に、高分解能の観察法になるほど視野は狭くなり、したがって広範囲にわたり不均一に分散するマクロな凝集を定量的に評価することは難しくなる。大スケールの評価に適した手法として光学（あるいは偏光）顕微鏡、X線CTがある。CNFの繊維幅は化学解繊で3-4 nm、機械解繊で~100 nmである。仮に理想的な分散が得られたとすれば、これらの装置の分解能よりも小さいため観測されない。しかし分解能を超える大きさの分散不良が存在すればその画像が得られるため、面積や体積を算出することで分散状態の定量が可能である。特にX線CTは3次元分散状態の定量評価が可能である強力なツールである。しかしながら両者

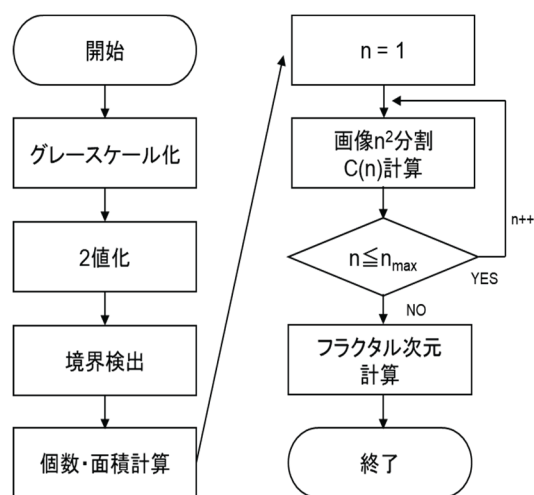


図 1：画像処理のフローチャート

とも観察範囲は数ミリ角程度と比較的小さく、観察エリアによる誤差を平均化するためには複数回の試行が必要である。

本研究では、広範囲にわたってCNF/ゴム複合シートの分散性を短時間で定量評価する手法について検討した。汎用のスキャナでシートの全体像をデジタル画像として取り込み、コンピュータ処理により解析する手法を考案した。

2 実験方法

ゴムシートの画像取り込みには、汎用のドキュメントスキャナを使用した。取り込みの解像度は600 dpi (dot per inch) とした。これは1ピクセルが42 μm四方になる計算である。スキャナの分解能についてはサイズ既知のモデル図（50 μm径の円）が認識できることで確認した。プログラミング言語Pythonと画像処理ライブラリOpenCV2を使用して、スキャン画像から分散状態を2つの方法で定量化するプログラムを作成した。1つはCNFの凝集塊の面積の合計値が、複合材の全面積に占める割合で

¹ 同志社大学理工学部

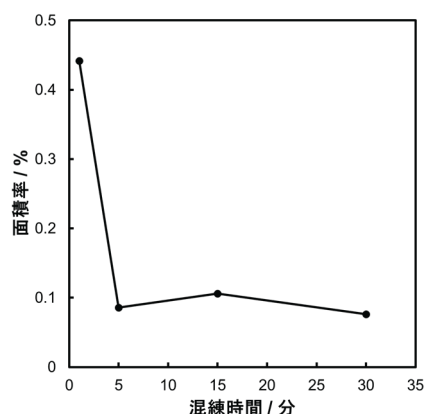


図 2：CNF/ゴムの混練時間と混練後ゴムシート内の CNF 面積率の関係

ある。もう1つはフラクタル次元である。図1に簡略化したフローチャートを示す。フラクタル次元は画像を n^2 個に等分割し、横軸に $1/n$ 、縦軸に $C(n)$ を両対数プロットした際に得られる直線の傾きに-1を乗じた値で定義される。ただし $C(n)$ は、それぞれの分割画像内における面積率の標準偏差を、平均面積率で除した値である。画像を分割して個々のセグメントの凝集面積率の標準偏差を算出すると、分散性が高く均一に分布している場合は、分割数を多くしたときには標準偏差はより低い値を示す。一方で分散が悪い場合には分割数が少ないときに偏りが強調され標準偏差は大きくなる。したがって、 $\log(C(n))$ を $\log(1/n)$ に対してプロットすると、分散性の高いサンプルほど傾きが急に、つまりフラクタル次元が大きくなる。

セルロースナノファイバーは市販品を使用した (BiNF-i-s WMa-10100、10 wt%、(株) スギノマシン)。CNFスラリーに*tert*-ブチルアルコール (特級、関東化学 (株)) を加え、遠心分離とデカンテーションを繰り返すことで、溶媒置換を行った。アルコールに分散したCNFは凍結後、減圧下で1週間乾燥させた。乾燥CNFは家庭用ミキサーで細断して粉末状にした。得られた粉末CNF0.24 gとエチレンプロピレンゴム (EPDM) (三井EPT X-3012P、三井化学 (株)) 48 gとを100℃の密閉式混練機で所定時間混練した。混合物は165℃でプレスして2 mm厚のシートに成型した。

3 結果と考察

図2に混練時間と凝集の面積率の関係を、図3には混練時間とフラクタル次元との関係をそれぞれ示す。混練1分では高い面積率を示したが、5分では大きく減少した。その後15分、30分ではほぼ横ばいとなった。今回複合ゴムシートの作製には、混練物のほぼ全量を使用している。また、スキャナによる広範囲画像化により、シートの全体を分析対象としている。さらにシートは透明性が高く、表面のみ

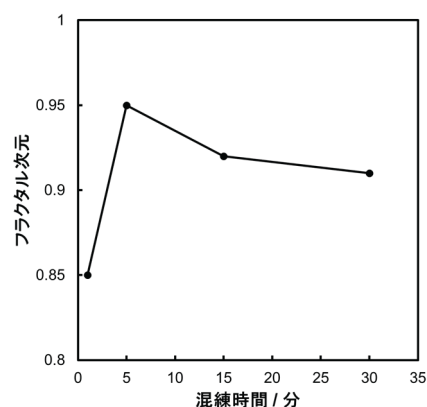


図 3：CNF/ゴムの混練時間と混練後ゴムシート内 CNF のフラクタル次元の関係

ならず内部や裏面に存在する凝集も観察することができる。すなわち、混練に使用したCNF全てがカウントされることとなり、従来法のような観察範囲により生じるばらつきは問題とならない。サンプル間で面積率が変動する要因は、混練による分散のためスキャナの分解能 (およそ50 μm) よりも細分化された場合、厚み方向への重なりがあり過少評価される場合、厚み方向の形状が失われることに対する誤差がある場合が考えられる。このうちCNFの重なりについては、シート面積が厚みに対して十分大きく、CNFの添加量も少ないため無視できると考えられる。凝集の体積と投影面積にもある程度の相関があるとすれば、面積率は分散性を反映しているものとして扱うことができる。したがって、図2からは混練1分から5分にかけてCNFの分散が大きく改善することが読み取れる。

フラクタル次元については1分から5分で大きく上昇したことから (図3)、マクロ分散性の改善が示唆された。一方で混練5分以降、フラクタル値は緩やかに下降した。これはCNFがさらに微細化された結果、観測可能な凝集体の個数が減少し、少数の凝集がまばらに点在する様子を反映したと考えられる。

4 まとめ

CNFとEPDMの複合ゴム材料について、スキャナでゴムシートをデジタル画像化しコンピュータで処理を行うことにより、広範囲におけるマクロ分散性を評価した。混練時間を変量して分散を比較したところ、混練5分までの間に分散性が改善されることが凝集面積率、フラクタル次元から示唆された。混練5分以降の挙動についてはマイクロな分散も含めたさらなる検証が必要である。

参考文献

- 1) 水野善久ほか. 複合材料内部のフィラー分散状態評価へのフラクタル次元の応用. 材料. 1993, 42(478), p.836-842.

LANケーブルのコネクタ部からの近端クロストーク計測

Near End Crosstalk Measurement at a Connector in a LAN Cable

渡辺哲史, 若槻友里, 若尾和正*, 林洋之*

Tetsushi WATANABE, Yuri WAKADUKI, Kazuo WAKAO* and Hiroyuki HAYASHI*

キーワード 漏話/LANケーブル/イーサネット/コネクタ/伝送線路

KEY WORDS Crosstalk/LAN cable /Ethernet/Connector/Transmission line

1 はじめに

教育現場におけるIT活用のため、文部科学省はGIGA SCHOOL構想として学校へのIT設備の導入を進めている。この構想では、生徒1人に1台の端末を用意し、インターネットに接続可能な通信設備の敷設工事を行う。GIGASCHOOL構想の標準仕様書では、基幹の通信路は10 Gbpsのケーブルを敷設することとなっており、この標準仕様に沿って施工されることが多い。この工事においては、現場でコネクタ加工を行うが、この加工の品質が悪いケーブルによって通信障害が発生することが問題となっている。

2 研究目的

現在、先に述べた現場施工の問題を解決するため、工場においてコネクタ加工したケーブルを使用することを検討しており、自動加工が可能な新しい構造のコネクタの開発を進めている。このコネクタは従来のコネクタと異なる内部形状のため、従来のコネクタと高周波電気特性が異なることが懸念される。このため、このコネクタを用いたLANケーブルに対して電気的特性を評価することが必要である。LANケーブルの特性評価項目[1]は多数あるが、このうち、コネクタ部分が大きく影響すると思われるものは、反射減衰量 (RL) および近端クロストーク (NEXT) である。そこで、今回はコネクタ部分に起因するRLおよびNEXTを評価するシステムを構築した。

3 測定システムの構築

LANケーブルは4対 (8本) の導線からなるケーブルであり、1000 BASE-Tおよび10G BASE-Tでは4対の全てを同時に双方向の通信で使用している。今回計測するRLは、ある対から送信された信号が、その対の送信側に反射して戻ってくる量で

ある。また、NEXTは送信した信号が送信側の他の対へ戻ってくる量である。従って、今回の計測においては、受信側での計測は不要であり、送信側の4対の計測のみを行えばよい。今回の計測にはKeysight P5024A (6ポート) を使用した。測定すべき信号線は8本あるため、図1に示すようにRFスイッチで切り替えることにより8本の線に接続した。このように接続すると、RFスイッチを切り替えて2回の測定を行うことにより、D3-D4間のNEXT以外の項目は測定可能となる。

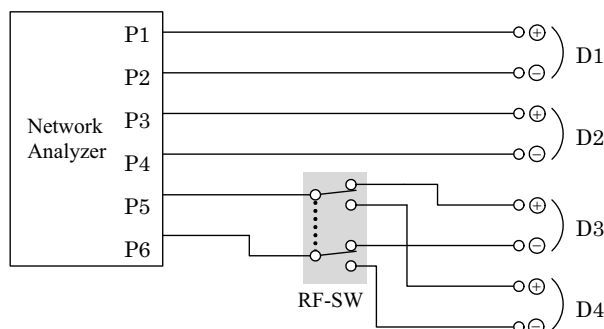


図1 ネットワークアナライザのポート拡張

図1に示すD1-D4の各ポート対は図2に示すようにLANコネクタの端子に割り付けた。この場合、D3, D4はコネクタの両端で離れているためこの間のNEXTは最も小さいと推定される。このため、今回の測定では省略しても問題ないと考えた。

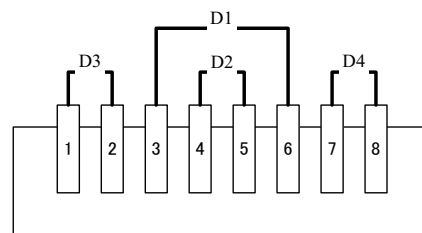


図2 コネクタ端子へのポートの割り付け

* サンワサプライ(株)

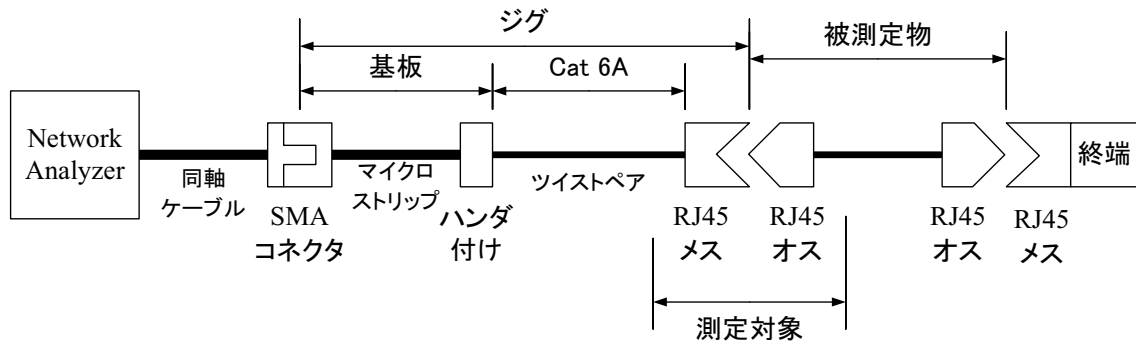
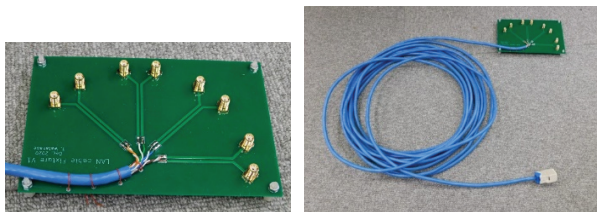


図3 測定構成図

次に、コネクタ部分のみの影響を計測する方法について検討する。RL, NEXTはケーブル上での様々な点からの反射の総和である。この反射はその反射点までの距離に応じた往復の走行時間が経過した反射波として観測される。すなわち、特定の点での反射波は経過時間によって分離することが可能である。これを実施する機能として、ネットワークアナライザのタイムゲート機能がある。今回はこの機能を用いて、目的とするコネクタ部からの反射波のみを抽出した。

これを実施するための測定系を図3のように構築した。一般的に、反射は接続点で発生する。反射波を分離するためには想定される発生点がある程度離す必要がある。

ネットワークアナライザの出力端子は同軸ケーブルであるが、これをLANコネクタに変換することが必要である。一般的には両コネクタの変換基板をジグとして用いて短い距離で接続を行うが、この場合には変換基板で生じた反射とコネクタ部で生じた反射を分離する事ができない。そこで、図4(a)に示すように同軸コネクタとLAN用のケーブルを接続する基板を作製し、その先に10mのケーブルで離してメスコネクタを接続する形のジグを作製した(図4 (b))。



(a) 変換基板 (b) ジグ全体

図4 LANケーブル接続ジグ

また、被測定LANケーブルには両端にコネクタが付いているが、この2つも分別して考える必要があるため、被測定LANケーブルも5m以上のものを対象として測定を行う。今回の測定では、測定器に近い側のコネクタのみを評価し、反対側のコネクタの評価はケーブルを逆につなぎ替えるこ

とによって行う。今回の測定系全体の様子を図5に示す。

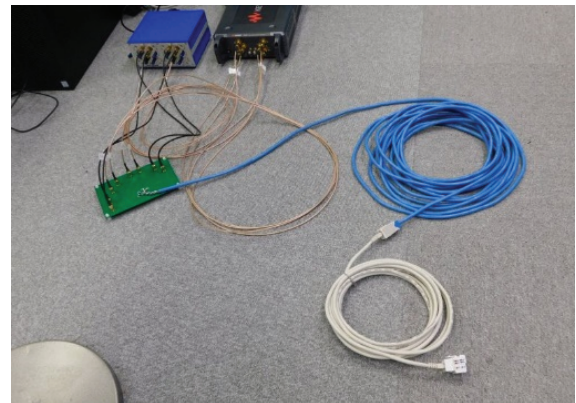


図5 測定系全体

4 測定方法

10G BASE-Tでは伝送帯域は500 MHzである。このため、今回の測定では、測定周波数を1 MHz-1 GHzとしており、この500 MHzまでの範囲(以下の図の左半分)が評価の対象となる帯域である。

ネットワークアナライザを用いた測定では、受信した信号から不要な要素を排除して目的の信号のみを抽出する手法が重要である。そのために、下記のような手順で補正を行った。

- (1) 変換基板までの同軸ケーブル部について、通常行われている SOLT (Short-Open-Load-Through) 校正によりケーブル部の影響を補正する。
- (2) 図3の構成でジグ部分までを接続し、その先端部を開放とする。この場合のRL, NEXT測定結果の一部を図6に示す。左側がD1のRL、右側がD1からD2へのNEXTである。ジグ先端での反射波以外の反射波が影響し、細かい周期で波打っていることがわかる。
- (3) タイムドメイン機能により、ジグ先端のコネクタ部で生じた反射波の到達時刻を観測し、この時刻近傍の反射波のみを抽出するようにタイムゲートを設定する。この状態での測定値を図7に示す。目的外の反射波が除去され、比較

的平坦な特性となっていることがわかる。

- (4) ジグ先端が開放であるため、RLは0 dBとなるはずであるが、図7では周波数の増加に伴い減衰が大きくなっている。これはジグのケーブル部分による減衰と考えられる。これを補正するためこの減衰を銅損であると仮定し、Port Extensionの機能で補正した。その結果を図8に示す。RLは全帯域で概ね0 dBに補正された。

以上の補正を行うことにより、図3に示す測定対象部のみに起因したRL, NEXTを測定する。

なお、ネットワークアナライザで計測されるSパラメーターはRL, NEXTの定義とは異符号となり、値が小さいほど特性が良いことを表す。また、上記の補正値はポート対毎に異なるため、D2 - D4の各々に対して異なる補正のパラメーターを設定することが必要である。

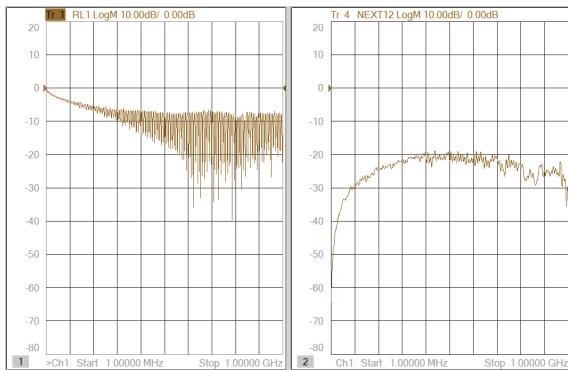


図6 ジグのみ接続, 補正なし 測定値

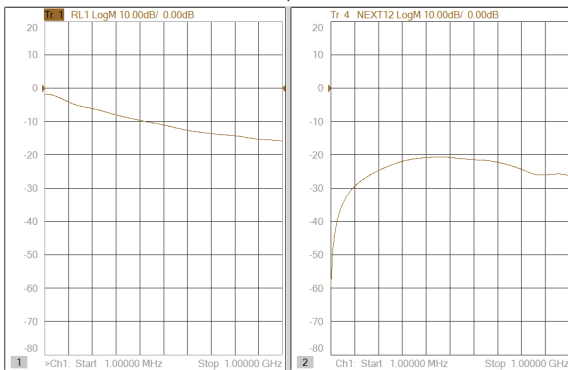


図7 ジグのみ接続, gate設定 測定値

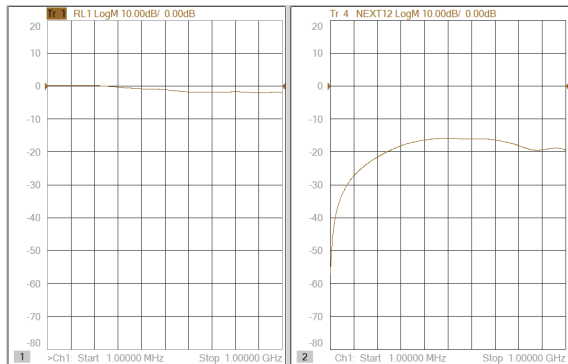


図8 ジグのみ接続, 減衰補正 測定値

5 測定例

市販のLANケーブルを図3に示す構成に従って図5に示すように配置した際のRL, NEXTの測定結果の一部を図9, 10に示す。図9は測定法の(1)の同軸ケーブルの校正のみを行った場合の測定結果である。多数の反射波により細かな周期で波打っており、特性の評価は困難である。図10は前節で示した全ての補正を行った場合の測定結果である。大きな暴れがなく、比較的平坦な特性となっている。

なお、今回測定したRL, NEXTはコネクタ部に起因するもののみであるため、ケーブル全体での評価を行う文献[1]の規格値と直接比較することはできないため、複数の測定結果で相対評価を行う必要がある。

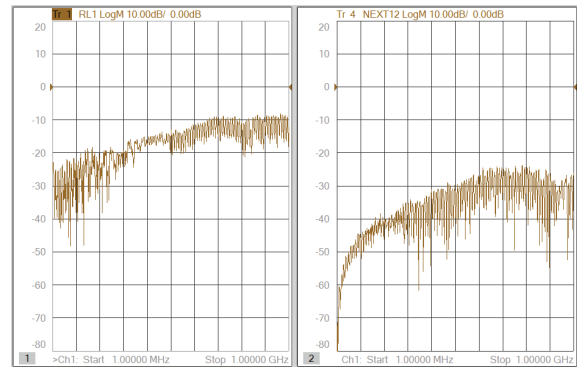


図9 ケーブル接続, 補正なし 測定値

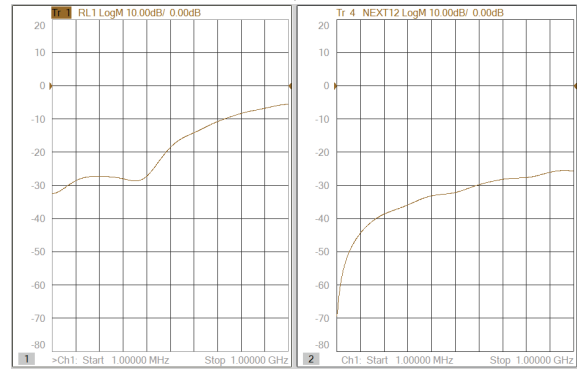


図10 ケーブル接続, 補正後 測定値

6 結論

LANケーブルの片側のコネクタ部のみに起因するRL, NEXTの測定は、今回作製した測定ジグ及び補正方法を用いることにより測定可能となった。今後は、この計測システムを用いて新規開発したコネクタの特性を従来のコネクタと比較することにより評価する予定である。

参考文献

- 1) JIS X 5150 : 2016. 構内情報配線システム

車載用全固体リチウム二次電池の現状と課題

Current Status and Issues of All-Solid-State Lithium Secondary Batteries Mounted in a Vehicle

常定 健

Takeshi TSUNESADA

キーワード 脱炭素社会 / リチウムイオン電池 / 硫化物系固体電解質
KEY WORDS Decarbonized Society / Lithium-Ion Battery / Sulfide-Based Solid Electrolyte

1 はじめに

地球温暖化対策としての「脱炭素」の流れが世界的に加速するなか、政府はカーボンニュートラルを実現する戦略において、2030年代半ばまでに、軽自動車や商用車を含めたすべての新車を電動車にする方針を示した。電動化を実現するために、電気自動車（EV）とガソリン車の経済性が同等になるとされる車載電池価格1万円/kWh以下を2030年までの早期に達成し、2030年以降、更なる蓄電池性能の向上が期待される次世代電池の実用化を目指すとしている¹⁾。

炭素を負極、リチウムイオン含有の金属酸化物を正極とし、“電解質に有機電解液を用いたリチウムイオン電池(Lithium-Ion Battery; LIB)”（以下、“現行LIB”と表記する）は、2019年にノーベル化学賞を受賞した吉野彰氏らによって開発された技術であり、これまで日本企業が研究開発の先頭に立ってきた。市場調査によれば、2035年の駆動用二次電池における世界市場の全体規模は、2019年比7.4倍の20兆円程度と見込まれている²⁾。しかしながら、「EV競争、車載電池シェアは中韓が圧倒」との報道³⁾があるように、民生用だけでなく、車載用LIBでも日本勢は劣勢になっている。「製品は海外製でも、製品を構成する部材は日本製」という時代もあったが、昨今は、正極材、負極材、電解質、セパレータのLIB主要4部材においても、中国企業は需要増を追い風に急成長し、従来は輸入に頼っていた一部の部材においても国産化率が既に9割を上回った（4部材のなかで国産化が最も遅れていたセパレータでも輸入代替を実現した）とのレポート⁴⁾が出されている。

このような厳しい国際競争環境のなか、次世代電池として期待されるのが、電解質に無機固体物質を用いることにより、可燃性の有機溶媒フリーで安全性を高めた全固体リチウム二次電池である。なかでも硫化物系固体電解質は、常温での可塑性を有しており、かつ、酸化物系と比較してリチウ

ムイオン伝導率が高く、有機電解液系をも上回る。また、硫化物系固体電解質の研究は、日本が先頭に立っている分野でもある。

しかしながら、全固体リチウム二次電池が、現行LIBに置き換わる存在なのかどうかは今のところ未知数である。そこで本研究では、硫化物系固体電解質を用いた車載用全固体リチウム二次電池に関して、国際競争力を高めるうえで必要となる課題の抽出を試みた。

2 新技術の動向分析

現行LIBは、他の二次電池より高いエネルギー密度を有しているが、電解質に可燃性の有機電解液を用いているため、異常発熱による発火の事故が相次ぐなど、安全性に問題があった。2016年にLGPS系(リチウム・ゲルマニウム・リン・硫黄)固体電解質が有機電解液系を上回るリチウムイオン伝導性を示すことが報告され、一気に研究が加速した。これにより電池のさらなる高出力化が可能になり、EV充電時間が10分以下になるような超急速充電の実現可能性が高まった。超急速充電が可能になれば、EVの普及を推進する大きなメリットになる。全固体リチウム二次電池のなかで最も現行LIBに近い形は、図1に示すような全固体リチウムイオン電池である。

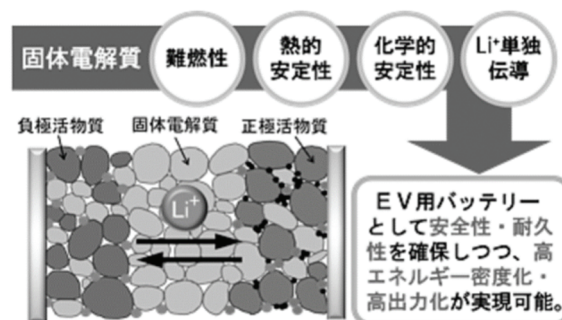


図1 全固体リチウムイオン電池の構造⁵⁾
出典：新エネルギー・産業技術総合開発機構

全固体リチウムイオン電池は、現行LIBの電解液を固体に置き換えた電池であり、固体電解質は抗酸化性に優れるため、高い作動電圧でも安定であり、電池の電圧が上がれば、それだけ、電池容量（以下、容量と表記する）が増す。また、発火の危険がないことから、過電圧防止システムを簡略化できる可能性がある。さらに、全固体電池は電極と固体電解質を何層にも重ねることが可能なので、バッテリー内部で単電池を並列につないだり、直列につないだりすることができる。液漏れの心配もないので、バッテリー筐体を現行LIBよりも小型化できるものと期待される。

現在、全固体リチウムイオン電池は実用化に向けても着実に進んでいる。日立造船株式会社は、世界で初めて、宇宙空間で全固体リチウムイオン電池の実用化に向けた実証実験を開始し⁶⁾、2021年3月には、世界最大級の全固体電池を開発したとして脚光を浴びた。

3 新技術の課題抽出

全固体電池だけに注目すれば、車載電池として採用される日も近いように思われるが、現行LIBも着実に進化し続けていることにも注目しなければならない。現行LIB搭載車の安全性は日々向上しており、ガソリン車より危険だとは言えないレベルに近づきつつある。また、全固体リチウム二次電池も絶対に安全だというわけではなく、空気中の水分と反応して有毒な硫化水素が発生するという問題を抱えており、電池パッケージには堅牢な封止加工が必要とされる。

前述のとおり、高出力化が期待される全固体電池であるが、車載用バッテリーにおいて最も重要な課題は大容量化である。大容量バッテリーを製造するためにはエネルギー密度を高める必要があり、充放電で移動可能なリチウムイオンの量を増やさなければならない。図1に示したモデルのように電解質を液体から固体に置き換えただけでは、エネルギー密度の大幅な向上は期待できない。

高いエネルギー密度を得るためには、固体電解質が dendrite（樹状突起）の成長を抑制できるという特徴を活かして、負極をリチウム金属にすることが有効である。これにより、現行LIBに用いられている炭素（黒鉛やハードカーボン等）が不要になる。安定的調達が難しくなる可能性もある良質な天然黒鉛、もしくは、エネルギー消費量が多く高価な人工黒鉛を使用しないことは、電池価格低下の一助になり得る。黒鉛と比べて、リチウム金属は10倍以上の理論容量密度があるため、負極のリチウムには20 μm未満の薄膜が採用されるものと推察される（薄膜でなければ充放電に伴う厚みの変化が大きくなり過ぎ、剥離等を生じる）。

この厚さのリチウム箔を圧延法で量産するのは難しく、リチウム薄膜を電池として組み立てていくプロセスは全固体電池の生産において新たに構築しなければならない技術的課題である。それに加えて、リチウムは空気（窒素と水蒸気）に触れると窒化物（その分解物である水酸化物）を生成するため、リチウム金属表面に何らかの処理を施さなければ、電池セルの封止までのプロセスを真空やアルゴン雰囲気下で行わなければならない。

さらに、現行LIBとの競い合いにおいて全固体電池に求められているのは、大容量化だけではない。EV普及の最大の障壁は、航続距離を伸ばそうとすればするほど電池コストが増して、車の価格が高くなってしまふことにある。ユーザーニーズから考えると、車載用の次世代電池に求められる最大の要望は、電池のkWh単価を下げることにあると言っても過言ではない。全固体電池の価格が現行LIBより高くても、高出力で安全性の高い電池として高級車に搭載されるかもしれない。しかし、それでは、いつになっても高コスト状態から脱却できず、競争力のない製品になってしまう懸念がある。高級車だけでなく、軽自動車や商用車を含めたすべての自動車の電動化を推進するという「脱炭素」の観点から考えるならば、車載電池の価格を下げ、EVの普及を後押しすることが最重要課題になる。ただ、EVの普及が進めば、電池の生産量が増えるとともに素材の消費量も増えるため、原材料の安定供給に困難が生じ得る。十分な量の原材料を調達することができなければ、結果として、電池価格の上昇を招く。現行LIBでは、コバルトの使用量を減らしたタイプ（正極：高Niの三元系）でも、材料費は生産コストの約2倍であり、正極材が材料費の4割以上を占める⁷⁾。したがって、正極材の調達コストが製品全体の価格に大きな影響を及ぼす。現行LIBには、表1に示すタイプの正極材が多く用いられている。

表1 現行LIB正極材の種類と特徴⁸⁾

正極材	組成	特徴
ニッケル系 (LNO、LNCA)	LiNiO ₂ 、 LiNiCoAl O ₂	・高容量、安全性課題 ・車載用（テスラ）
コバルト系 (LCO)	LiCoO	・高価、民生用
三元系 (NCM)	LiNiCoMnO ₂	・バランス型。コバルト使用量削減へ技術開発 ・車載用（LG、Samsung）
マンガン系 (LMO)	LiMnO	・安全、低容量 ・車載用（旧型リーフ）
リン酸鉄系 (LFP)	LiFePO ₄	・安全だが低容量 ・車載用（中国、EVバス）

出典：（独）石油天然ガス・金属鉱物資源機構

最近、テスラ（モデル3標準グレード）に中国製のリン酸鉄系バッテリーが採用されるなど、電池パッケージの効率化によりリン酸鉄系の採用が急

速に広がっている。リン酸鉄系正極材は比較的安価であり、耐久性にも優れている。さらに、異常時の発熱を抑制できるため、現行LIBでも十分な安全性を確保できる。このことから、新たな研究開発や設備投資をしてまで、現行LIBを全固体電池に置き換える必要性があるとは言い難い。

これに対抗する素材としてはマンガンがある。マンガンもリン酸鉄同様、安価な素材であるが、現行LIBでは、電池の温度が上昇すると、マンガンが電解液に溶出し劣化するのが難点であった。全固体電池が現行LIBを置き換える形で市場を席捲するには、マンガンを主成分にした正極が望ましい（ただし、マンガン単独では結晶構造が不安定である）。マンガンはコバルトやニッケルに比べて経済可採埋蔵量が多く、他国の資源囲い込み戦略の影響を受けにくい利点もある。

現在、マンガン系正極材の研究開発に関して、現行LIBに搭載されている一般的な電極材料よりも高い電圧を生み出す $\text{LiNi}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$ が注目されている。これまで、全固体電池においては、 $\text{LiNi}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$ が放電状態、 $\text{Li}_{+0}\text{Ni}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$ が充電状態であると考えられていた。しかし、不純物を含まない電極／電解質界面を作製すると、リチウムの含有量が2倍である $\text{Li}_{+2}\text{Ni}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$ を放電状態、 $\text{Li}_{+0}\text{Ni}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$ を充電状態として使えることを東工大らが明らかにした⁹⁾。これが実用化されれば、充放電に使えるリチウムイオンの量は2倍になる。全固体電池では、5 V程度の高い電圧をかけても電解質が分解しない（現行LIBは4 V程度まで）、負極をリチウム金属にすることができる。今後、 $\text{LiNi}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}\text{O}_4$ に代表されるLi過剰型正極材を用いた、高電位作動型の大容量全固体リチウム二次電池の実現が期待される。

これまでに紹介した素材とは全く別の正極材として、硫黄系が注目されている。硫黄は原油の脱硫で得られる資源で、国内の鉱物にも多く含まれており、安価である。硫黄は絶縁体であるが、炭素系導電助剤との複合化により、導電性を付与する研究開発が進んでいる。これまで、リチウム金属を負極、硫黄を正極にしたLi-S二次電池では、有機電解液に正極の硫黄（多硫化物）が溶け出してしまい、充放電サイクル寿命が非常に短かった。全固体電池では有機電解液を使用しないため、多硫化物の溶出問題が解決され得る。一方で、全固体電池の固体電解質／電極界面は体積変化に弱い（界面剥離を起こせば、電子もイオンも移動できない）ことから、充放電時の体積変化が非常に大きい硫黄系正極材を、長期使用が求められる車載用に採用するのは容易ではない。それ故、イノベーションが期待される研究分野でもある。

4 まとめ

本研究では、車載電池に焦点を当て、現行LIBのドミナントデザインとの比較により、全固体リチウム二次電池が国際競争力を高めるうえで必要となる課題の抽出を試みた。全固体電池の技術的課題に関して、極言すれば、次の3点に絞られる。

- ・負極リチウム薄膜の製造
- ・大容量化が可能な正極材の選択
- ・負極、正極と固体電解質の界面制御

長期にわたって国際的競争力を維持し続けるためには、技術的課題の解決とともに、電池向け鉱物資源の安定的確保も非常に重要である。

脱炭素社会の実現において、全固体リチウム二次電池は、車載用だけでなく、再生可能エネルギーの普及に伴う電力需給のバランス調整にも用いられることが予想され、その場合にも、電池の価格を下げるのが最も重要な課題になる。世界的な普及とともに日本企業が国際競争力を失っていた太陽電池産業と同様の状況に陥らないためにも、「ハイエンドに逃げる」のではなく、「ボリュームゾーンを獲る」ことが求められる。

参考文献

- 1) 第6回成長戦略会議配布資料。2050年カーボンニュートラルに伴うグリーン成長戦略。経済産業省，2020，p.30.
- 2) 富士経済グループプレスリリース。“自動車向け二次電池（駆動用・補機用）の世界市場の調査結果”。(株)富士経済，2020，第20071号.
- 3) サンケイビズニュース。“EV競争、車載電池シェアは中韓が圧倒”。(株)産経デジタル，2021，3月1日掲載記事.
- 4) ジェトロ海外ビジネス情報 地域・分析レポート。新エネルギー車で追いかける中国企業、電池分野でも急成長。(独)日本貿易振興機構，2019.
- 5) NEDO 事業紹介。“先進・革新蓄電池材料評価技術開発（第2期）”。(国研)新エネルギー・産業技術総合開発機構，2018.
- 6) 嶋田貴信，星野 健，内藤 均他。全固体リチウムイオン電池の研究開発。第36回宇宙エネルギーシンポジウム，2017，レポート番号10.
- 7) 日経クロステックニュース。“2050年までの主役はLi-S系か、車載用はフッ化物系に革新”。(株)日経BP，2020，12月21日掲載記事.
- 8) JOGMEC 石油・天然ガスレビュー。電気自動車(EV)・天然ガス自動車普及の課題と燃料需給への影響。(独)石油天然ガス・金属鉱物資源機構，2018，9月号 (Vol.52, No.5)，p.23.
- 9) 東工大ニュース。“全固体電池の界面不純物制御により電池容量を2倍に”。国立大学法人東京工業大学，2021，1月26日公開.

Ar イオンボンバード処理が アルミニウム合金とエポキシ樹脂の接着性に与える影響

Effect of Argon ion bombard treatment on adhesion between aluminum alloy and epoxy resin

中西 亮太・山本 航平¹・大宮 祐也¹

Ryota NAKANISHI, Kohei YAMAMOTO, Yuya OMIYA

キーワード アルゴンイオンボンバード処理 / 接着性 / 接着仕事 / 化学結合状態
KEY WORDS Argon ion bombard treatment / Adhesion / Work of adhesion / Chemical bond state

1 はじめに

近年、自動車産業などの輸送機械をはじめとした機械産業において、燃費性能の向上や二酸化炭素排出量削減を目的とした軽量化への動きが活発になってきている。これまで、自動車部品における接合においては、ボルトやリベットを用いた締結による機械的接合が中心であった。その場合、部品点数が増えることから重量化となり、軽量化を図るために接着接合に切り替える動きが高まっている。しかしながら、接着接合は機械的接合と比較して、接着強度が弱いことから高強度化が求められている。Arイオンボンバード処理は、一般的に母材とコーティング膜における界面の密着性向上のために用いられる。金属と樹脂の接着接合においても界面におけるはく離が生じることから、界面の接着性向上を目的として本手法の適用を試みた。ここで、Arイオンボンバード処理は、高周波プラズマでArガスをイオン化し、それを金属表面にたたきつけて洗浄する方法である。本研究では、Arイオンボンバード処理時間がアルミニウム合金(以下、Al)とエポキシ樹脂との引張せん断応力に与える影響を調査した。また、接着性に寄与する接着仕事と最表面の元素の定量値に着目し、引張せん断応力との関係も求めた。

2 実験方法

本実験に用いたAl合金は、自動車や航空機にも利用されるA6061とした。接着剤は、3M社の一液加熱硬化型接着材を使用した。

表面処理として、マルチアーク PVD 装置 (Physical vapor deposition : 日新電機製 M-500C) を用いて、装置内圧力を 0.5 Pa の Ar 流量 50 ccm、バイアス電圧を 500 V に設定して、Ar イオンボンバード処理を行った。ここで処理時間は、5、60、180、300 sec とした。接着接合強度の評価には、図 1 に

示す単純重ね合わせ接着接手を用いた。接着方法は、接着剤を塗布した被着体を専用の治具にはめ込み固定し、393 K で 7200 sec 乾燥させた。オートグラフを用いて、単純重ね合わせ接着接手の接着接合強度を測定した。引張速度は、1 mm/min とした。

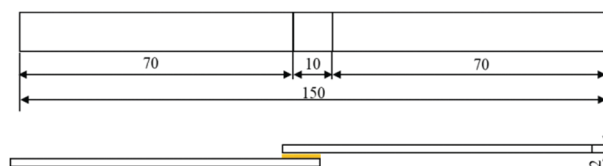


図 1 単純重ね合わせ接着継手

Ar イオンボンバード処理後の Al 合金とエポキシ樹脂との接着仕事については、式(1)¹⁾により

$$W_A = 2(\sqrt{\gamma_S^D \cdot \gamma_A^D} + \sqrt{\gamma_S^P \cdot \gamma_A^P}) \quad (1)$$

求めた。ここで、 W_A の値が大きいほど Al 合金とエポキシ樹脂との間で強い化学的結合をなすことを示している。

基材の分散成分 γ_S^D と極性成分 γ_S^P は、純水とジヨードメタンの 2 種類の試薬液を用いて、式(2)²⁾により求めた。

$$\frac{(1+\cos\theta)\gamma_L}{2\sqrt{\gamma_L^D}} = \sqrt{\gamma_S^D} \sqrt{\frac{\gamma_L^D}{\gamma_L^P}} + \sqrt{\gamma_S^P} \quad (2)$$

表 1 に試薬液の表面自由エネルギーを示す。 θ は、純水とジヨードメタンで測定した Al 合金表面の接触角の値である。同様にエポキシ樹脂の分散成分 γ_A^D と極性成分 γ_A^P も式(2)より求めた。

表 1 試薬液の表面エネルギー

	γ_L^D (mJ/m ²)	γ_L^P (mJ/m ²)	γ_L (mJ/m ²)
純水	21.8	51.0	72.8
ジヨードメタン	50.8	0	50.8

¹ 岡山大学 工学部 機械システム系学科

光電子分光分析装置(以下、XPS(X-ray photoelectron spectroscopy): アルバック・ファイ製 VersaProbeIII)を用いて、化学結合状態³⁾を調査した。XPSを用いて、最表面における元素の定性、定量値および化学結合状態について、表2に示す条件により評価した。分析ではワイドスキャン(0-1100 eV)とナロースキャンを行った。ナロースキャンで得られた強度比から相対感度係数を用いて半定量値の算出を行った。

表 2 XPS の測定条件

X線管球	Al(1486.6eV)単色化
X線出力	25W
X線脱出角度	45度
測定領域	約100 μm径

3 実験結果

図 2 に処理時間と引張せん断応力の関係を示す。本結果から、未処理は19 MPaであり、300 secでは29 MPaとなり、引張せん断応力は1.5倍向上した。このことから、Ar イオンボンバード処理を行うことで、引張せん断強度が高くなるのがわかり、接着強度を向上させる一つの方法として、本処理法の有効性が確認できた。なお、はく離した箇所については、いずれの試料において、界面ははく離となった。

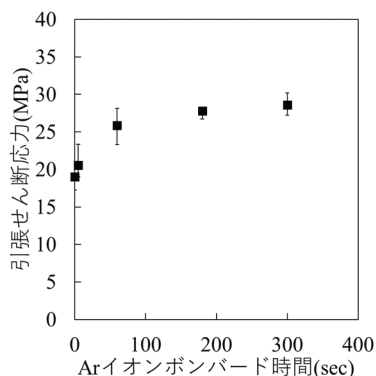


図 2 処理時間と引張せん断応力の関係

図 3 に処理時間と接着仕事の関係を示す。未処理において、接着仕事は、70 mJ/m²であったが、処理を行うことで85 mJ/m²まで向上した。

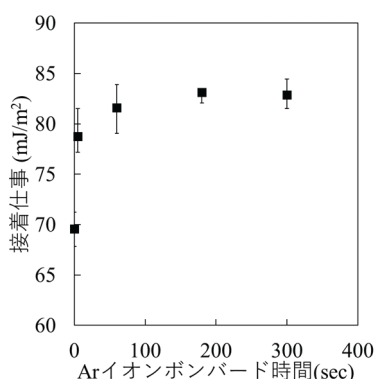


図 4 に引張せん断応力と接着仕事の関係を示す。引張せん断応力と接着仕事の間に関係性があることがわかった。引張せん断応力が向上した理由として、接着仕事が高いことからAl表面が活性であり、エポキシ樹脂との間で強い化学結合が起こったためと考えられる。

XPSを用いて、ワイドスキャンを行い、いずれの試料においても炭素(以下、C)、酸素(以下、O)、Alが顕著に検出された。それらの元素について、ナロースキャンを行い、定量値を算出した。

図 5 に処理時間と各元素の定量値の関係を示す。未処理と比較して、Ar ボンバード処理後のC量は最大で74%減少した。O量は最大で56%、Alは50%増加した。本結果から、処理により、表面のコンタミが除去され、Alあるいは酸化アルミニウム(以下、Al(Oxide))が露出したと考えられる。

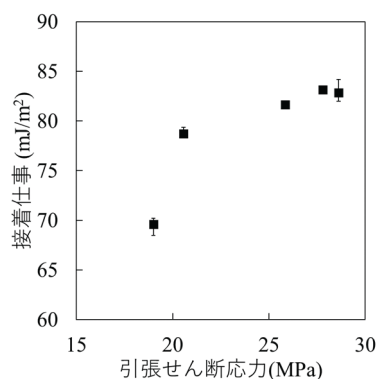


図 4 引張せん断応力と接着仕事の関係

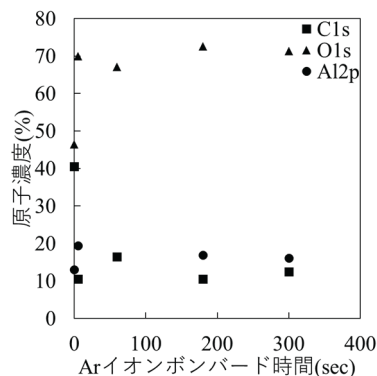


図 5 処理時間と各元素の定量値の関係

図 6 に接着仕事と Al(Oxide)、Al(metal)の定量値の関係を示す。なお、Al(Oxide)と Al(metal)の定量値は、ナロースキャンにより得られたAlのスペクトルを波形分離することで求めた。Al(Oxide)と Al(Metal)に着目した理由としては、エポキシ樹脂との接着に大きく寄与すると考えたためである。この結果から、Al(Oxide)の増加に伴い、接着仕事が高くなる傾向を示した。接着仕事と Al(Metal)との間に関係性は得られなかった。

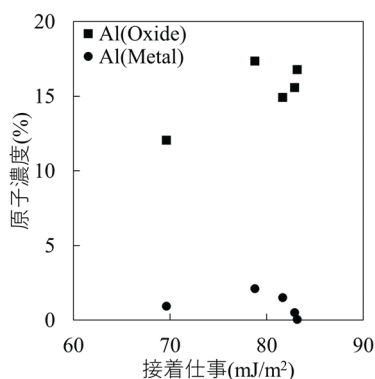


図 6 接着仕事と Al(Oxide)、Al(Metal)の定量値の関係

以上のことから、Ar ボンバード処理を行うことで、表面のコンタミが除去され、それにより Al(Oxide) が最表面に露出することで、表面が活性化し、引張せん断応力が高くなったと推察される。

4 まとめ

Ar イオンボンバード処理を行うことで、Al 合金とエポキシ樹脂の引張せん断応力が高くなった。本処理法は接着強度を向上させる一つの方法として、有効であることがわかった。

参考文献

- 1) 安岡哲夫, 竹田智, 星光, 杉本直, 岩堀豊. チタン合金及びCFRPに種々の表面処理を施した場合の濡れ性と表面形状評価及び接着接合継手強度. 宇宙航空研究開発機構研究開発資料. 2017, p.1-24.
- 2) Rabel, W. ; Einige Aspekte der Benetzungstheorie und ihre Anwendung auf die Untersuchung und Veränderung der Oberflächeneigenschaften von Polymeren. Farbe u. Lack.1971, vol.77, p.997-1006.
- 3) 日本表面科学会編. X線光電子分光法. 丸善株式会社, 1998, 129p.

深度カメラを用いた非接触牛体測定システムの開発

Development of the non-contact cattle body shape measurement system using depth cameras

岩田 和大

Kazuhiro IWATA

キーワード 深度カメラ / パイソン / オープン3D / 畜産

KEY WORDS Depth Camera / Python / Open3D / Livestock

1 はじめに

和牛繁殖農家では和牛子牛の資質向上を図るため、子牛の発育を調査し、飼養管理をする必要がある。しかし現在の牛体測定は、子牛の捕獲および保定に重労働と時間を要し、牛の衝突を受けるなど作業者の危険も伴う。そこで本研究では、深度カメラを用いることで、非接触で牛の3次元形状を測定し、そこから体長、胸幅、腹幅、胸深さ、腹深さを計算する牛体測定システムを開発する。

2 測定原理

牛体測定システムの測定原理を図1に示す。牛の右半身を三方向から深度カメラで撮影する。これにより牛の腹回りと背中回りを含めた3次元データを取得できる。取得した3つの3次元データを座標変換することで、1つの統合した3次元データを構築し、これを対称コピーすることで、牛の全身の3次元形状を作ることができる。3次元形状は点群データなので、体長、胸幅、腹幅、胸深さ、腹深さの計算に必要なベクトル長さが得られる。

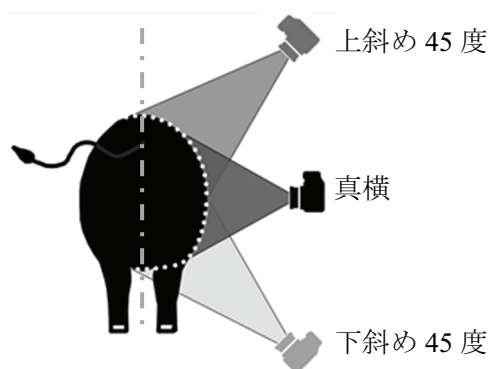


図1：牛体測定システムの原理

3 牛体測定システムの構築と実験結果

牛体測定システムのデータ処理にはPythonにより作成したプログラムを用いた。作成するプログラムのフローチャートを図2に示す。点群処理と座標変換にはPythonの拡張モジュールであるNumPyとOpen3Dを用いた。また、3次元データを取

得するための深度カメラはIntel RealSense Depth Camera D455を3台用い、1280 pixel × 720 pixelのPLY(Polygon File Format)データをプログラムに入力する。

実験の対象となる肉牛模型の外観を図3に示す。この肉牛模型の右側面を対象に、図1に示す3つの方向から点群データを取得した。取得した点群データを奥行き距離に応じたグレースケール表示にした結果を図4に示す。白が近くで黒が遠くを示している。

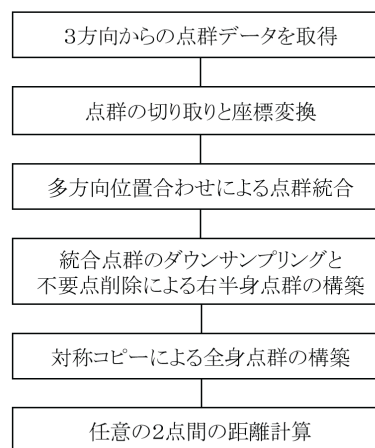


図2：プログラムのフローチャート

取得した点群データを用いて肉牛模型の右半身点群を構築するため、Open3Dの多方向位置合わせ関数による点群データの統合を行った²⁾。3つの点群をある程度必要な点群のみに範囲を切り取った後、真横から撮影した点群を基準として、斜め方向から撮影した点群に座標変換を加えた。これにより大まかに点群の位置を合わせたうえで多方向位置合わせを実行し、位置合わせによる計算負荷を抑えている。位置合わせ後の点群を図5に示す。

統合した点群は点の密度が一定ではないため、5 mmでダウンサンプリングして点の間隔を一定にし、必要ではない壁と机、土台を削除することで、肉牛模型の右半身点群を抽出した。右半身のみの点群を図6に示す。

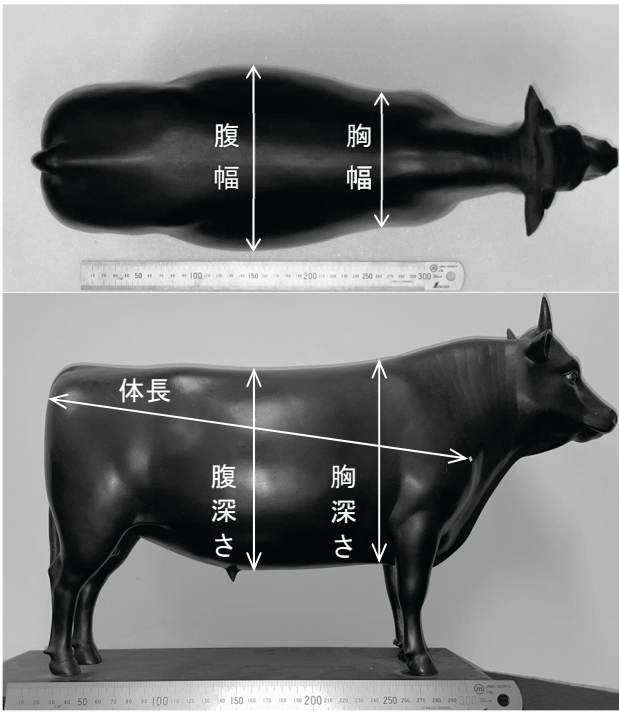


図3：肉牛模型の外観

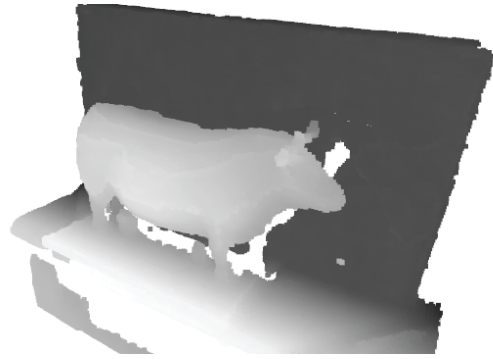


図5：多方向位置合わせにより統合した点群

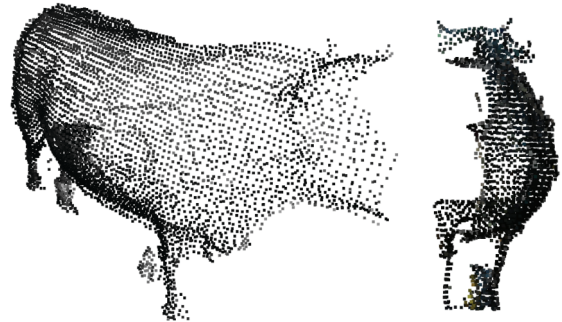


図6：肉牛模型の右半身点群



(a) 上斜め45度から撮影



(b) 真横から撮影



(c) 下斜め45度から撮影

図4：深度カメラより取得した点群

右半身の点群を肉牛模型中央で対称コピーし、肉牛模型全身の点群を構築した。また、この点群の任意の点をクリックすることで2点間の距離を計算するプログラムを作成した。肉牛模型の全身点群と選択点を図7に、プログラムにより計算された選択点座標と点間距離を図8に、図3の肉牛模型を実測した距離との比較を図9に示す。実験の結果、実測と牛体測定システムとの差はすべて±5%以内に収まっている。この差の原因は、5mmダウンサンプリングによる点数削減と、カメラの奥行き精度±2%によるものと考えられる。

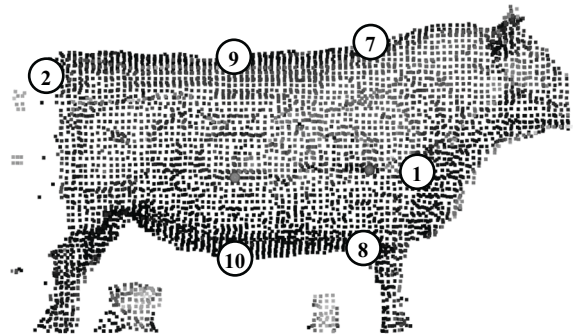
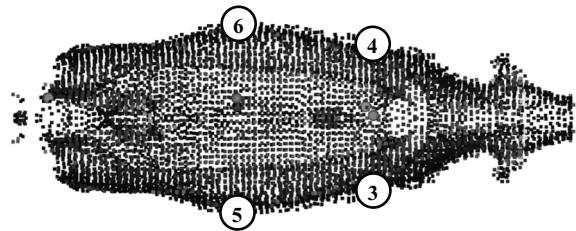


図7：肉牛模型の全身点群と抽出点


```

Anaconda Prompt (anaconda3) - python new2.py
① 抽出点 #7232 座標は[ 0.1158461 -0.01076031 -0.41604542 ]
② 抽出点 #100 座標は[-0.18526978 0.06701502 -0.44857725 ]
③ 抽出点 #3658 座標は[ 0.07717078 -0.00861847 -0.52288638 ]
④ 抽出点 #7677 座標は[ 0.07717078 -0.00861847 -0.40711362 ]
⑤ 抽出点 #1690 座標は[-0.03217287 -0.01475218 -0.5413769 ]
⑥ 抽出点 #6977 座標は[-0.03217287 -0.01475218 -0.3886231 ]
⑦ 抽出点 #1003 座標は[ 0.0783722 0.09593364 -0.46286091 ]
⑧ 抽出点 #6586 座標は[ 0.07213423 -0.07148861 -0.45564293 ]
⑨ 抽出点 #3591 座標は[-0.0324173 0.08414522 -0.44875357 ]
⑩ 抽出点 #1557 座標は[-0.03178271 -0.0795088 -0.45573881 ]
①-② 体長は 0.3126948935870503 m です
③-④ 胸幅は 0.11577275249041208 m です
⑤-⑥ 腹幅は 0.1527537920897829 m です
⑦-⑧ 胸深さは 0.1676938327899179 m です
⑨-⑩ 腹深さは 0.16380426199954987 m です

```

図 8：選択点座標と 2 点間距離

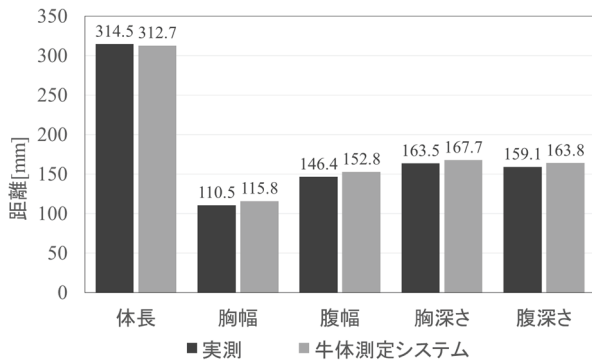


図 9：実測と牛体測定システムの比較

4 まとめ

深度カメラを用い、3方向から取得した点群データを統合することで、複雑な三次元形状の任意の2点間距離を計算できるプログラムを作成した。

実測との比較の結果、距離が概ね一致していたことから、深度カメラによる非接触の牛体測定システムを構築できたといえる。

今後は自動的に中央対称面を計算、抽出点の取得ができるアルゴリズムを構築し、実際の子牛に適用することを目指す。

参考文献

- 野英二編. “牛体測定”. 酪農ジャーナル電子版酪農 PLUS+. 2018-04-27. <https://rp.rakuno.ac.jp/archives/knowledge/188.html>, (参照 2020-5-11).
- Choi, Sungjoon; Zhou, Qian-Yi; Koltun, Vladlen. “Robust reconstruction of indoor scenes”. Proceedings of the IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, Boston, MA, USA, 2015-06-07/12., p.5556-5565

外部発表

誌 上 発 表

1. 麹菌の品質は「表情」次第？

(生物工学会誌 Vol. 98, No. 7 令和 2 年 7 月)

伊藤一成

生物工学会誌（日本生物工学会和文誌）編集委員より、同誌バイオメディア欄へ紹介記事の執筆を依頼された。同欄は生物工学に関わる様々な分野の話題やトピックスを、学生もしくは専門外の研究者へ発信するコーナーである。そこで、醸造分野に関連する話題として、麹の破精具合と吟醸酒の関係について平易に紹介する。

2. 岡山県工業技術センターにおける薄膜の機械特性評価～ナノインデンテーション～

(材料試験技術 第 65 巻 3 号 令和 2 年 7 月)

國次 真輔

岡山県工業技術センターにおいて“表面改質“に関わる研究開発を遂行する上で最も重要な計測アイテムとなっているナノインデンターを取り上げ、DLC などの薄膜におけるナノインデンテーション評価事例や公設試ラウンドロビンテストの取り組み、またその他のインデンテーション装置の紹介および計測における注意点など解説した。

3. 二酸化塩素水溶液によるポリエチレンテレフタレート板に収着したクルクミンの脱色

(食品加工技術 第 40 巻 第 2 号 令和 2 年 12 月)

松本侑子、岩路 仁、竹原淳彦、福崎智司*

(*三重大学大学院生物資源学研究科)

二酸化塩素水溶液を用いて、ポリエチレンテレフタレート (PET) 板に収着したクルクミンの脱色をおこなった。脱色は二酸化塩素濃度と反応時間に依存して大きくなった。さらに、弱酸性亜塩素酸ナトリウム水溶液による脱色を調べた結果、脱色は水溶液中の二酸化塩素濃度に依存することがわかった。亜塩素酸ナトリウム水溶液によるクルクミンの脱色には、二酸化塩素の影響が大きいことが示唆された。

4. 射出成形条件が LLDPE / PA6 系ポリマーブレンドの相構造と力学特性に与える影響

(日本接着学会誌 Vol. 57, No. 2 令和 3 年 2 月)

日笠茂樹

食品包装フィルムの回収品を模した LLDPE/ポリアミド 6 (PA6) ブレンドに関して、射出成形温度が相構造や力学特性に与える影響を検討した。射出温度の変化に伴って、PA6 粒子の形状や大きさは、顕著に変化した。射出温度 170℃では、PA6 粒子の形状や大きさは、射出成形前のストランドと同様であった。しかしながら、射出温度 190℃以上では PA6 の形状やサイズが、その温度によって変化した。一方、弾性率、引張降伏応力及び衝撃強度は射出温度の変化に伴ってわずかに変化したのみであった。LLDPE/ポリアミド 6 (PA6) ブレンドへのマレイン酸変性 PP (MPP) の添加は、PA6 粒子径を顕著に小さくした。一方、このマレイン酸変性 PP (MPP) の添加は、弾性率や引張降伏強度をわずかに変化させ、衝撃強度を顕著に向上させた。この LLDPE/PA6/MPP 三元ブレンドでは、射出温

度による力学特性の変化は、LLDPE/PA6 二元ブレンドよりも、一層小さかった。このように、MPP の添加は力学特性の向上と安定の双方に寄与した。

5. 無通風箱培養法による試験製麴技術の開発と応用

(日本醸造協会誌 116 巻 3 号 令和 3 年 3 月)

伊藤一成、谷野有佳、五味勝也*、狩山昌弘**、三宅剛史

(*東北大学、**(株)フジワラテクノアート)

岡山県工業技術センターでは、微生物による有用物質生産の手法として固体培養に着目し、さまざまな方面への応用展開を目指し研究を行っている。本研究グループはこれまでに、試験的な固体培養法の問題を解決する新たな無通風箱培養法を構築し、解析が難しかった固体培養における麴菌の生育や酵素生産に関する重要な知見を得てきた。これらは、醸造協会誌読者にとって非常に関心度が高い内容で興味を抱いている研究であるということから、解説記事の執筆を依頼された。本稿では、無通風箱培養法の考案とその特性、および本法の応用として行った米麴の試験製麴を中心に紹介する。

口 頭 発 表

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
1	一軸伸長下にある架橋イソプレンゴムの不均一粘弾性	○ 中嶋 健 ¹ 野村 竜生 ¹ 伊藤 万喜子 ¹ 梁 晁斌 ¹ 青山 拓磨 ² 浦山 健治 ² 岩 露 仁	日本ゴム協会 2020 年次大会	R2.5.22
2	EPDMの塩素劣化における劣化層形成挙動の予測	○ 石田 拓也 岩 露 仁 福崎 智司 ³	マテリアルライフ学会第31回研究発表会	R2.7.9
3	岡山県工業技術センターにおける薄膜の機械特性評価～ナノインデンテーション～	○ 國次 真輔	第282回・第283回材料試験技術シンポジウム	R2.8.21
4	スマート鍛造品の結晶粒成長挙動	○ 築山 訓明 内田 清 ⁴ 林 祥次 ⁴	金属第60回鉄鋼63回中国四国支部講演大会	R2.8.24
5	8マイクロホン法垂直入射吸音率測定におけるマイクロホンによる散乱の抑制法	○ 眞田 明 中川 博 ⁵	Dynamics&Design Conference 2020	R2.9.1
6	SiC ターゲットを用いたアンバランスマグネトロンスパッタリング法によるシリコンカーバイド膜の形成	○ 坂井 駿斗 ⁶ 戸谷 陽文 ⁶ 針谷 達 ⁶ 滝川 浩史 ⁶ 金子 智 ⁷ 國次 真輔	令和2年度電気・電子・情報関係学会東海支部連合大会	R2.9.3
7	同軸ガス供給パルスアークプラズマジェットガンを用いたDLC 膜の作製	○ 富永 凌也 ⁶ 針谷 達 ⁶ 大浦 曜 ⁶ 滝川 浩史 ⁶ 國次 真輔 金子 智 ⁷ 権田 英修 ⁸	令和2年度電気・電子・情報関係学会東海支部連合大会	R2.9.3
8	HF-HiPIMS 法を用いた DLC 膜の成膜速度	○ 福江 紘幸 ⁹ 中谷 達行 ⁹ 岡野 忠之 ¹⁰ 黒岩 雅英 ¹⁰ 國次 真輔 太田 裕己 ¹¹ 米沢 健 ¹¹	表面技術協会第142回講演大会	R2.9.10
9	セルロースナノファイバーによるゴムの補強	○ 幕田 悟史	日本ゴム協会関西支部若手発表交流会	R2.9.18
10	円管状フィンを設置した水平加熱面上の自然対流熱伝達	○ 下山 力生 浅田 拓真 ¹² 山田 寛 ¹² 堀部 明彦 ¹²	日本機械学会熱工学カンファレンス2020	R2.10.10

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
11	テクスチャリングと大面積電子ビーム照射の併用による接着継手の強度向上	○ 豊田 健二 ¹² 中西 亮太 大宮 祐也 ¹² 篠永 東吾 ¹² 塩田 忠 ¹² 岡田 晃 ¹² 藤井 正浩 ¹²	接着学会第16回関西支部若手の会	R2.10.16
12	地域企業の技術支援による産業振興－地方公設研究機関と産総研の連携－	○ 中村 修	研究・イノベーション学会第35回年次学術大会	R2.11.1
13	無通風箱培養法を利用した固体培養における麹菌の生育と酵素生産に関する研究	○ 伊藤 一成	日本生物工学会西日本支部大会（第5回講演会）	R2.11.14
14	連続混練押出機を用いたセルロースナノファイバー添加ゴム複合材料の分散混練に関する研究	○ 江南 勇汰 ¹³ 田中 達也 ¹³ 笹田 昌弘 ¹³ 遠藤 貴士 ¹⁴ 幕田 悟史	第28回機械材料・材料加工技術講演会	R2.11.19
15	8マイクロホン法垂直入射吸音率測定におけるマイクロホンの影響について	○ 眞田 明 中川 博 ¹	日本音響学会11月度建築音響研究会	R2.11.20
16	CNFとEPDMの乾式混練に温度が及ぼす影響	○ 幕田 悟史 江南 勇汰 ¹³ 岩路 仁 笹田 昌弘 ¹³ 田中 達也 ¹³	第31回エラストマー討論会	R2.11.26
17	亜鉛合金めっき鋼板の組織に及ぼす熱処理条件の影響	○ 築山 訓明 下津 晃治 ¹⁵ 村岡 賢	第22回関西表面技術フォーラム	R2.12.3
18	HiPIMS法の印加電圧パルス波形が成膜速度に及ぼす影響	○ 福江 紘幸 ⁹ 中谷 達行 ⁹ 岡野 忠之 ¹⁰ 黒岩 雅英 ¹⁰ 國次 真輔 太田 裕己 ¹¹ 米沢 健 ¹¹	第22回関西表面技術フォーラム	R2.12.4
19	小径長尺チューブ内壁へのダイヤモンドライクカーボン成膜と酸素プラズマ処理による表面構造の生体模倣	○ 今井 裕一 ^{16,9} 國次 真輔 神田 一浩 ¹⁷ 和田里 章悟 ¹² 逢坂 大樹 ¹² 藤井 康宏 ¹² 大澤 晋 ¹² 中谷 達行 ⁹	第22回関西表面技術フォーラム	R2.12.4
20	CNF塗布によるテキスタイルインクジェット印刷技術の高付加価値化	○ 國藤 勝士 難波 眞 ¹⁸	日本繊維機械学会中国支部研究及び事例発表会	R2.12.18

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
21	偏心状態が異なるモータのコギングトルクに関する解析	○ 勝田 智宣	第29回MAGDAコンファレンスin大津	R2.12.22
22	よくわかるDLC物性分析	○ 國次 真輔	第2回日本医用DLC研究会	R3.2.11
23	パルス法NMRによる材料診断	○ 岩薨 仁	日本ゴム協会関西支部技術講習会	R3.3.3
24	非ラテックス系ゴムのCNF補強	○ 幕田 悟史	日本ゴム協会関西支部技術講習会	R3.3.3
25	Biomimetic diamond-like carbon coating on an inner wall of small-diameter long-sized tube by oxygen plasma treatment	○ 今井 裕一 ^{16,9} 神田 一浩 ¹⁷ 藤井 康宏 ¹² 逢坂 大樹 ¹² 大澤 晋 ¹² 國次 真輔 中谷 達行 ⁹	ISPlasma2021/ IC-PLANTS2021	R3.3.7
26	エッジ画像とグレースケール画像を用いた段階的超解像モデル	○ 平田 大貴 高橋 規一 ¹²	電子情報通信学科2021年総合大会	R3.3.9
27	加工力の統計値を用いた工具摩耗状態の監視と寿命判定	○ 余田 裕之 綱分 友春 亀山 寛司 ¹⁹ 清水 毅 ²⁰ 中山 唯 ²⁰	2021年度精密工学会春季大会 学術講演会	R3.3.16
28	DLC 高速成膜のための同軸ガス供給パルスアークプラズマジェット源の開発	○ 針谷 達 ⁶ 富永 凌也 ⁶ 大浦 曜 ⁶ 滝川 浩史 ⁶ 鈴木 耕拓 ²¹ 國次 真輔 権田 英修 ⁸	第68回応用物理学会春季学術講演会	R3.3.16
29	He/CO混合ガスを用いたRFプラズマCVD法による水素フリーDLC膜の作製	○ 針谷 達 ⁶ 大浦 曜 ⁶ 富永 凌也 ⁶ 滝川 浩史 ⁶ 鈴木 耕拓 ²¹ 國次 真輔	第68回応用物理学会春季学術講演会	R3.3.16
30	イメージング質量分析を用いた米麴内タンパク質分布の可視化	○ 谷野 有佳 伊藤 一成 五味 勝也 ²² 狩山 昌弘 ²³ 三宅 剛史	日本農芸化学会2021年度大会	R3.3.18
31	製麴工程における麴菌FibCの発現と酵素遺伝子発現との関わり	○ 伊藤 一成 谷野 有佳 五味 勝也 ²² 狩山 昌弘 ²³ 花房 裕子 三宅 剛史	日本農芸化学会2021年度大会	R3.3.18

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
32	麹菌固体培養による日本ワインパミ ス成分の高機能化	○ 奥川 日菜乃 ¹² 橋本 敦子 ¹² 三宅 剛史 伊藤 一成 谷野 有佳 山下 秀行 ²⁴ 中川 拓郎 ²⁴ 平野 幸司 ²⁵ 仁戸田 照彦 ¹² 神崎 浩 ¹²	日本農芸化学会2021年度大会	R3.3.18
33	麹菌固体培養によるオリーブ葉成分 の高機能化	○ 橋本 敦子 ¹² 奥川 日菜乃 ¹² 三宅 剛史 伊藤 一成 谷野 有佳 山下 秀行 ²⁴ 内田 真美 ²⁴ 三木 翔平 ²⁴ 吉田 靖弘 ²⁶ 徐 恵美 ²⁶ 菊池 敬一 ²⁶ 仁戸田 照彦 ¹² 神崎 浩 ¹²	日本農芸化学会2021年度大会	R3.3.18
34	キトサンナノファイバー-リン酸カ ルシウム複合体の交流電解析出	○ 照井 真志 ¹² 吉岡 朋彦 ¹² 藤井 英司 早川 聡 ¹²	日本セラミックス協会2021年 年会	R3.3.25
35	Extension of frequency range of the eight- microphone method in normal-incidence sound absorption coefficient measurement	眞田 明 ○ 中川 博 ⁵	Symposium on the acoustics of poro-elastic materials (SAPEM 2020+1)	R3.3.29

- | | | |
|-------------------------|-------------------|------------------|
| 1 東京工業大学 | 2 京都工芸繊維大学 | 3 三重大学 |
| 4 (株)川上鉄工所 | 5 日本音響エンジニアリング(株) | 6 豊橋技術科学大学 |
| 7 (地独)神奈川県立産業技術総合研究所 | | |
| 8 オーエスジーコーティングサービス(株) | | 9 岡山理科大学 |
| 10 東京電子(株) | 11 ケニックス(株) | 12 岡山大学 |
| 13 同志社大学 | | |
| 14 (国研)産業技術総合研究所 中国センター | | 15 (株)アステア |
| 16 ストローブ(株) | 17 兵庫県立大学 | 18 ニッセンファクトリー(株) |
| 19 中国職業能力開発大学校 | 20 (公財)岡山県産業振興財団 | |
| 21 (公財)若狭湾エネルギー研究センター | | 22 東北大学 |
| 23 (株)フジワラテクノアート | 24 (株)樋口松之助商店 | 25 (株)果実工房 |
| 26 日本オリーブ(株) | | |

岡山県工業技術センター報告第 47 号

令和 2 年度版（2020 年度版）

令和 3 年 8 月発行

（2021 年 8 月発行）

岡山県工業技術センター

〒701-1296

岡山県岡山市北区芳賀 5301

TEL 086-286-9600(代表)

FAX 086-286-9630

URL <https://www.pref.okayama.jp/site/kougi/>

技術内容についてのお問い合わせは kougi-info@pref.okayama.lg.jp まで

無断転載を禁ずる