

岡山県工業技術センター報告

(Report of Industrial Technology Center of Okayama Prefecture)

第 48 号

令和 4 年 8 月

岡山県工業技術センター

目次 / CONTENTS

【 報 文 / PAPER 】

- | | | |
|---|---|---|
| 1 ICP支援スパッタリング法を用いたNi-Cr窒化膜の作製 | 國次 真輔
綱分 友春 | 1 |
| Processing of Ni-Cr nitride films using ICP assisted sputtering process | Shinsuke KUNITUGU
Tomoharu TSUNAWAKI | |

【 技術資料 / TECHNICAL REPORT 】

- | | | |
|---|--|----|
| 1 インジゴによる各種ビニロン布の染色
Dyeing of various vinylon fabric with indigo | 國藤 勝士
Katsushi KUNITOU | 7 |
| 2 デニム生地 of 引張り特性についての考察
Consideration on the tensile properties of denim fabrics | 松本 侑子
Yuko MATSUMOTO | 9 |
| 3 麴の破精部分における白色度の違い

Difference of whiteness on the <i>haze</i> area in <i>koji</i> | 谷野 有佳
竹内 赴登
伊藤 一成
三宅 剛史
Yuka TANINO
Hayato TAKEUCHI
Kazunari ITO
Tsuyoshi MIYAKE | 11 |
| 4 高温窒化処理による純鉄の耐食性改善
Improvement of Corrosion Resistance of Pure Iron by High Temperature Nitriding | 築山 訓明
Kuniaki TSUKIYAMA | 13 |
| 5 IoT技術を用いた河川の遠隔モニタリングに関する検討
Development of river monitoring system using IoT technology | 松岡 大樹
Hiroki MATSUOKA | 15 |
| 6 マグネシウム合金の陽極酸化皮膜に対する反応染料を用いた染色

Dyeing with reactive dye on the anodized oxide film of magnesium alloy | 岡野 航佑
水戸岡 豊
藤原 浩市
Kousuke OKANO
Yutaka MITOOKA
Kouiti FUJIWARA | 17 |
| 7 スマート鍛造プロセスを適用したクロムモリブデン鋼の被削性評価技術

Machinability-Evaluation Method of Cr-Mo Steel Applied with Smart-Forging Process | 余田 裕之
築山 訓明
内田 清
林 祥次
Hiroyuki YODEN
Kuniaki TSUKIYAMA
Kiyoshi UCHIDA
Shoji HAYASHI | 19 |
| 8 垂直入射吸音率測定における緩支持の影響の補正方法

Correction method of normal-incidence sound absorption measurement in the case of using loosely-supporting impedance tube | 眞田 明
藤本 望夢
中川 博
Akira SANADA
Nozomu FUJIMOTO
Hiroshi NAKAGAWA | 21 |

9 打撃試験による締め付けトルク不良検出に関する研究	辻 善夫 眞田 明 藤本 望夢 村上 浩二 Yoshio TSUJI Akira SANADA Nozomu FUJIMOTO Koji MURAKAMI	24
Research on detection of tightening torque failure by impact test		
10 加速度信号からの構造物に作用する力とトルクの推定	藤本 望夢 辻 善夫 眞田 明 村上 浩二 Nozomu FUJIMOTO Yoshio TSUJI Akira SANADA Koji MURAKAMI	26
Estimation of force and torque on a cylindrical structure from acceleration signals		
11 ハロイサイトとリン系難燃剤の併用によるエポキシ樹脂への難燃性の付与	甲加 晃一 日笠 茂樹 梅原 智直 岡崎 健一 城石 知紀 Kouichi KOUKA Shigeki HIKASA Tomonao UMEHARA Kenichi OKAZAKI Tomoki SHIROISHI	28
Imparting fire retardancy to epoxy resin by using combination of halloysite and phosphorus fire retardant		
12 適応的しきい値処理による弾性率像の2値化	石田 拓也 岩落 仁 中嶋 健 Takuya ISHIDA Hitoshi IWABUKI Ken NAKAJIMA	31
Binarization of elastic modulus map by adaptive thresholding		
13 CNF凍結乾燥のスケールアップ検討	幕田 悟史 長谷 朝博 遠藤 貴士 岩落 仁 Satoshi MAKUTA Asahiro NAGATANI Takashi ENDO Hitoshi IWABUKI	33
Study on the Scale up for Lyophilization of CNF		
14 920MHz帯電波吸収体測定用アンテナの開発	渡辺 哲史 渋谷 和輝 山田 敦志 荻野 哲 Tetsushi WATANABE Kazuki SHIBUKAWA Atsushi YAMADA Satoshi OGINO	35
Development of an Antenna for Measurement of Electro-Magnetic Absorbers at 920 MHz Band		
15 静的ヘッドスペース法による高沸点成分のGC/MS分析	常定 健 Takeshi TSUNESADA	38
GC/MS analysis of high-boiling components by using the static headspace method		
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 (Arイオンボンバード処理後の大気暴露時間依存性)	中西 亮太 山本 航平 大宮 祐也 Ryota NAKANISHI Kohei YAMAMOTO Yuya OMIYA	41
Effect of argon ion bombard treatment on adhesion between aluminum alloy and epoxy resin (Dependence on Air Exposure Time after Argon Ion Bombardment Treatment)		
17 非接触牛体測定システムの開発と子牛の測定	岩田 和大 堀川 寛通 Kazuhiro IWATA Hiromichi HORIKAWA	43
Development of the non-contact cattle body shape measurement system and measuring calves		

【 外部発表 】

(誌上発表)

1 湿式ジェットミルを用いたセルロースナノファイバー表面への銀ナノ粒子の固定化	古谷 充章 藤井 英司 小倉 孝太	47
2 Extension of frequency range of the eight-microphone method in normal-incidence sound absorption coefficient measurement by eliminating influence of the first radial mode	眞田 明 藤井 英司 中川 博	
3 繊維製品の抗菌活性測定へのカロリメトリー法による生育遅延時間解析法の適用	高橋 和宏	
4 Effect of filter cloths on relationship between fatty acids and ethyl esters during automatic pressing of sake	谷野 有佳 伊藤 一成 花房 裕子 三宅 剛史	48
5 Immobilization of Silver Nanoparticles on the Surface of Cellulose Nanofibers using High-Pressure Wet-Type Jet Mil	古谷 充章 藤井 英司 小倉 孝太	
6 相容化材の主鎖構造がLLDPE/PA6/相容化材系ポリマーブレンドの力学特性に与える影響	日笠 茂樹	
7 亜塩素酸ナトリウム水溶液および二酸化塩素水溶液によるEPDMの引張特性の劣化	岩路 仁 石田 拓也 福崎 智司	49
8 ポリプロピレン系複合材料の引張特性に及ぼす無水マレイン酸変性ポリプロピレンの添加効果	甲加 晃一 日笠 茂樹 織田ゆかり 川口 大輔 田中 敬二	
9 短パルスレーザによるマグネシウム合金の染色	水戸岡 豊 岡野 航佑	50
10 8マイクロホン法による広帯域垂直入射吸音率測定	眞田 明	

(口頭発表)

51 ~ 55

報 文

ICP 支援スパッタリング法を用いた Ni-Cr 窒化膜の作製

Processing of Ni-Cr nitride films using ICP assisted sputtering process

國次 真輔, 綱分 友春

Shinsuke KUNITSU, Tomoharu TSUNAWAKI

キーワード スパッタリング法 / アモルファス / 耐食性 / 硬度 / 残留応力

Keyword Sputtering process / Amorphous / Corrosion resistance / Hardness / Residual stress

要 旨

高い耐食性および耐摩耗性が必要となる射出成型機用部材の表面改質技術の開発を行った。フッ化物イオン (F⁻イオン) への耐食性を有し、高硬度かつ引張応力を持つ新規のニッケルクロム窒化物 (Ni-Cr-N) 膜の作製を目的として、ICP (誘導結合プラズマ) 支援によるスパッタリング法を用いて成膜した結果、成膜速度を低下させることなく、10 GPa 以上の硬度と -1 GPa 程度の圧縮残留応力を備えた微細結晶の面心立方格子 (fcc) 構造を有する Ni-Cr-N 膜の成膜が可能となった。さらに、F⁻イオン中における分極測定の結果、Ni 基超合金であるハステロイ C よりも貴の浸漬電位を有し、優れた耐食性を持つ皮膜であることが判明した。

1. はじめに

近年、SDGs やカーボンニュートラルの実現をめざし、自動車など輸送機器のモノづくりにおいて様々な軽量化の取り組みが行われており、中でも金属材料より軽量のスーパーエンジニアリングプラスチック複合材料への代替の開発が盛んに行われている。性能向上のために無機粉体やファイバーが多く添加されている。その複合樹脂部品の成形には、主に射出成形法や押出成形法が用いられる。金型やスクリーンなどの成形機を構成する部材には、高い耐摩耗性と優れた耐食性が要求される。例えばフッ素系樹脂の成形の場合、樹脂が溶解する際に腐食性の高いガスが発生するため、部材には耐食性の高いハステロイ C など Ni 基合金が用いられる。しかしながら、ハステロイ合金は比較的軟質であるため、フィラーやファイバーによるアブレーション摩耗に弱く、耐摩耗性に問題がある。これらの Ni 基合金は非常に高価であるため、コスト低減や生産性の向上の観点から、めっきなどの表面処理をした汎用鉄鋼金型材の採用が求められている。表面処理として Ni めっきや無電解 Ni-P めっきなど Ni 系皮膜が用いられることが多いが、耐食性が十分ではない。これは、皮膜の引張りによる残留応力が皮膜内部の亀裂を誘発・進展させ、基材へのパスを形成してしまうからである。したがって、耐食性の向上には、パスとなる欠陥を減らし、さらに皮膜に引張りではなく圧縮の残留応力をいかに付与させるかがポイントとなる。

スパッタリング法は、めっきに比べコストや生産性に劣るが、低温で緻密な皮膜を形成する

ことができる真空成膜法である。しかしながら、工具や金型に用いられるハードコーティングは、密着性や成膜速度が優位なイオンプレーティング法が主体となっている。また、スパッタリング法はイオンプレーティング法に比べ蒸発材料金属およびガスである窒素のイオン化率が低いため、窒素を含有した皮膜の形成は容易ではない。一方、プラズマのイオン化率を増加させる方法として、ICP (誘導結合プラズマ) 支援によるスパッタリング法が知られている。節原らは、低インダクタンスアンテナ (LIA) 構造を有する誘導結合プラズマ電極を考案し、プラズマ密度とエネルギー効率の向上、基材のプラズマダメージの低下、皮膜の均一性、成膜速度の向上を可能とした。また、アンテナ構造が単純であることからスケールアップが容易で、生産性および量産性の向上が期待できる。我々は、これまでに、この ICP 支援スパッタリング法を用いて、非導電性の樹脂材料表面に 100℃以下で DLC(ダイヤモンドライクカーボン)膜を形成させることに成功した²⁾。

本研究は、耐フッ素ガスの耐食性と高硬度・圧縮の残留応力を兼ね備えた新規の Ni 系合金窒化膜の開発を目的として、ICP 支援スパッタリング法を用いて Ni-Cr 窒化物膜の作製を行い、膜の組成と構造、硬さと残留応力、F⁻イオンに対する耐食性を評価したので報告する。

2. 実験方法

2.1. 成膜装置と成膜条件

成膜は、3 インチマグネトロンスパッタリング

源の外周に低インダクタンスアンテナ (LIA) を有した誘導結合プラズマ (ICP) 源 (イー・エム・ディー製) を配置したハイブリッドスパッタリング成膜装置を用いた。その概要を図 1 に示す。ターゲットには、明浄金属(株)製の非磁性 Ni-Cr 合金 (Ni:80 at%, Cr:20 at%) を用意した。それぞれ 1) Ar 中でのスパッタ成膜法 (SPT in Ar)、2) Ar/N₂ 混合ガスでの反応性スパッタ成膜法 (SPT in Ar/N₂)、3) Ar/N₂ 混合ガス中での ICP 支援スパッタ成膜法 (ICP-SPT in Ar/N₂) を用いて作製した。ターゲット-基板間 (T-S) 距離は 100 mm とし、基板にはマイナスの DC バイアス電圧を印加した。基板は 2 rpm で回転させた。成膜条件および膜厚と成膜速度を表 1 に示す。基板を回転せずに行った予備実験の結果を元に、窒素含有率が高くなる Ar と N₂ の流量を決定した。基板は、SUS304 板 (25 mm 角×5 mm)、SUJ2 ディスク (20 mm Φ×5 mm)、SKH51 板 (13 mm 角×5 mm)、Si ウェハ短冊 (応力測定 50 mm×10 mm×0.75 mm) を用意した。

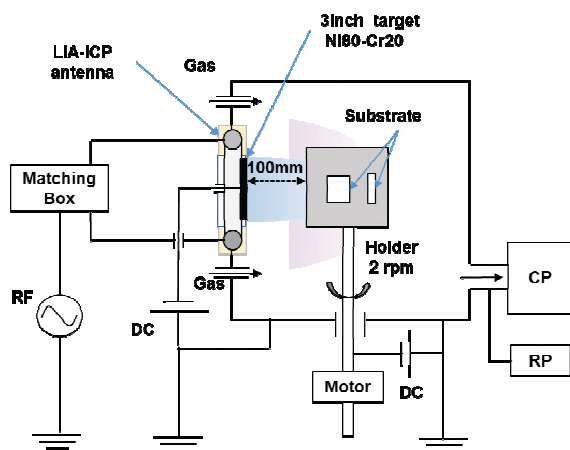


図 1 ICP 支援スパッタリング装置概略図

2.2. 膜の評価

膜の組成は、EPMA (日本電子製 JXA-8500F) を用いた ZAF 補正による定量分析より決定した。結晶構造は、XRD (リガク製 Multiflex) を用いて決定した。X 線出力は 40 kV - 40 mA で、薄膜のみの情報を得るため、入射角 $\theta = 1.5^\circ$ と固定し 2θ 測定を行った。膜の硬さは、ナノインデンテーション (Hysitron 製 Triboindenter TI-950) を用い、基板硬さの影響を受けない押し込み領域における硬さの平均値とした。膜の応力は、Si 基板上に成膜し、成膜前後の基板の反りを表面形状測定器 (小坂研究所製 Surfcoeder ET4000A) で計測し、その差分から Storny 式を用いて算出した。F⁻イオンに対する耐食性は、0.5 wt%NaF 水溶液中での分極測定により評価した。分極測定の詳細を図 2 に示す。

3. 結果および考察

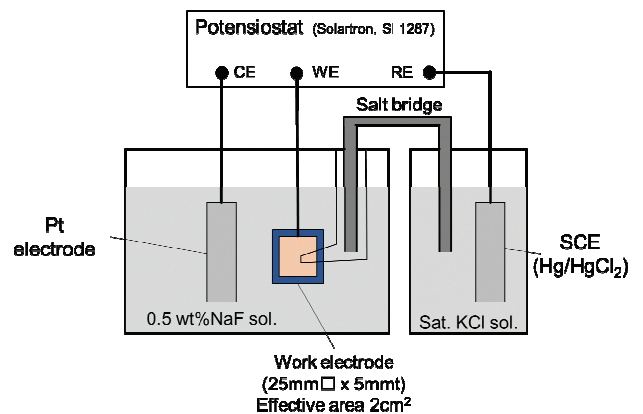


図 2 NaF 水溶液による分極測定の概略図

表 1 成膜条件および膜厚と成膜速度

	Ni-Cr by SPT in Ar	Ni-Cr-N by SPT in Ar/N ₂	Ni-Cr-N by ICP-SPT in Ar/N ₂
Target	80at% Ni - 20at% Cr		
SPT Power (W)	460	460	460
Gas flow (sccm)	Ar = 20	Ar / N ₂ = 32 / 8	Ar / N ₂ = 28 / 12
Pressure (Pa)	0.5	0.5	0.5
ICP Power (W)	-	-	750
Substrate bias (V)	-75	-75	-75
Substrate bias (A)	0.09	0.09	0.26
Deposition time (min)	135	180	120
Temperature (°C)	56	57	132
Film thickness (μm)	2.4	2.0	1.9
Deposition rate (nm/min)	17.8	11.1	15.8

3.1. 成膜性および組成と構造

まず成膜性について着目すると、表 1 に示すように、成膜速度は、Ar のみのスパッタでは金属モードとなる 17.8 nm/min であるのに対し、Ar/N₂ 混合ガス流通下の反応性スパッタリング (SPT in Ar/N₂) では、11.1 nm/min へ著しく低下した。これは、窒素の導入により反応性モードへ移行したことによると考えられる。一方、ICP 支援スパッタ法 (ICP-SPT in Ar/N₂) では、15.8 nm/min と、反応性モードではなく金属モードと同等の高速成膜となること分かった。

得られた皮膜の組成を図 3 に示す。いずれの膜も金属成分は、ターゲット組成が反映された組成比よりもやや低い値となった。これは、Ni

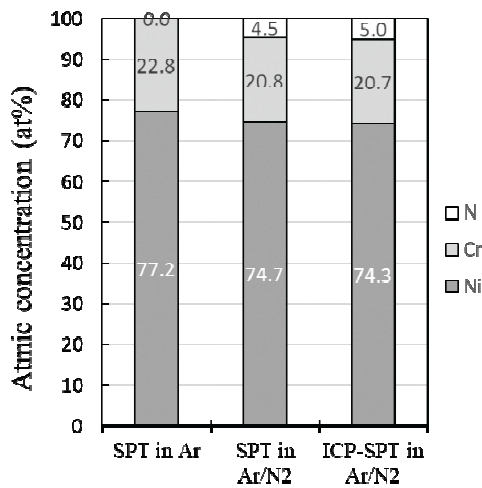


図 3 膜の組成 (EPMA による定量値)

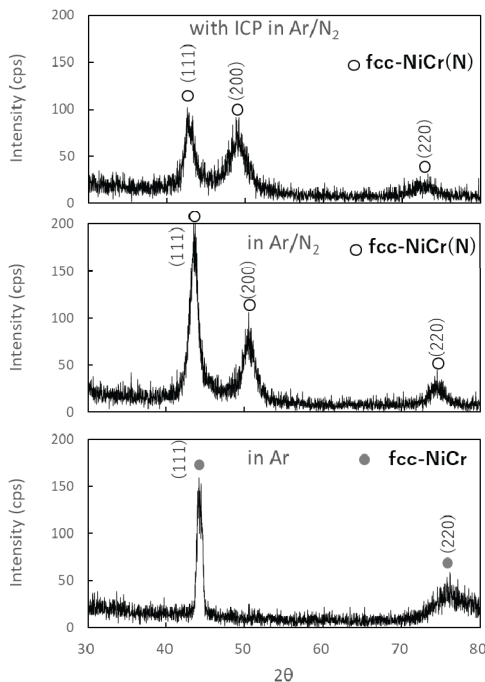


図 4 X 線回折図 ($\theta = 1.5$ 固定)

と Cr のスパッタリングレートの違いが起因していると考えられる。Ar/N₂ 混合ガス中で作製した皮膜は、4.5 at% の窒素を含有していることが分かった。ICP 支援スパッタリング法の場合、5.0 at% とさらに多くの窒素を含有していることが示された。これらは、ICP による窒素のイオン化率の増大に伴い、窒素イオンと金属原子との反応が促進されたためと考えられる。

X 線回折結果を図 4 に示す。Ar のみの通常スパッタリング法で作製した膜は、面心立方格子 (fcc) 構造を有する Ni(100) に由来するシャープなピークと Ni(220) によるブロードなピークが観察された。Ar/N₂ 混合ガス中では、(200) 由来の回折ピークが認められた。ICP 支援による膜は、すべてのピークが低角度側にシフトし、さらにそのピーク強度が減少していることがわかる。それぞれの膜の (111) ピークに着目し、その格子面間隔 d および半価幅 (FWHM : Full Width at Half Maximum) とその値から見積もられる結晶子サイズ (Crystallite size) を図 5 と図 6 にそれぞれ示す。この図から、(111) の格子面間隔 (d 値) は、ICP-SPT in Ar/N₂ > SPT in Ar/N₂ > SPT in Ar

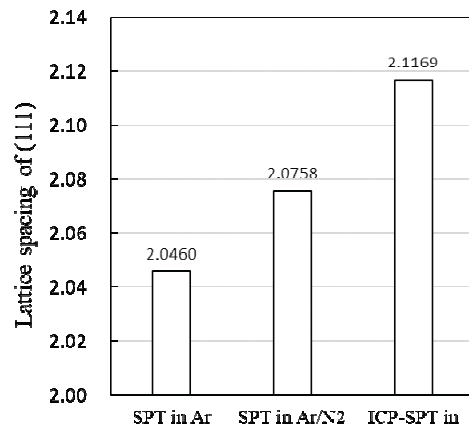


図 5 (111) の格子面間隔

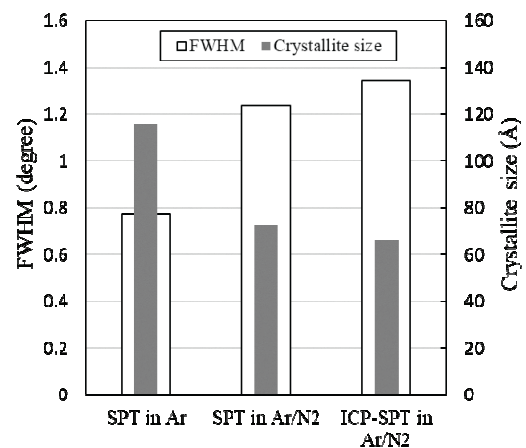


図 6 半価幅および結晶子サイズ

の順に大きくなった。これはこの順に窒素が増加（図 3）しており、fcc-Ni(Cr)の格子間に窒素が侵入することで格子間隔が増加したと考えられる。図 6 に示すように、さらに半価幅 (FWHM) から見積もられる結晶子サイズは、SPT in Ar/N₂ < ICP-SPT in Ar/N₂ < SPT in Ar の順に減少した。これは、窒素の導入により粒成長が阻害されたため、微結晶構造となったと考えられる。

以上のことから、非磁性 Ni-Cr ターゲットを用いた ICP 支援スパッタリング法により、成膜速度を落とすことなく、微細結晶の窒素含有した fcc 構造を有する Ni-Cr-N 膜を作製することが可能となった。

3.2. 膜の硬さと残留応力

作製した薄膜の硬さおよび残留応力を図 7 および図 8 にそれぞれ示す。代表的な耐フッ素 Ni 基超合金である Hastelloy C-276 の硬さ H_{IT} は、4.9 GPa であるのに対し、Ni-Cr 合金の通常のスパッタ膜は 8.0 GPa と高い硬度を示したものの、膜の残留応力は引張りを示す +0.51 GPa であった。一方、Ar/N₂ 中で作製した膜は、硬さが 9.6 GPa と増加し、ほぼ応力がゼロに近い -0.04 GPa を示

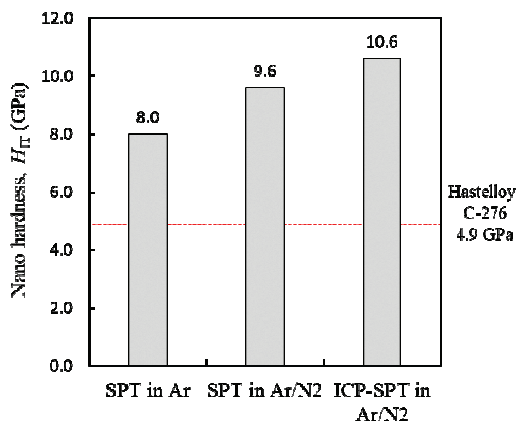


図 7 ナノインデンテーション硬さ

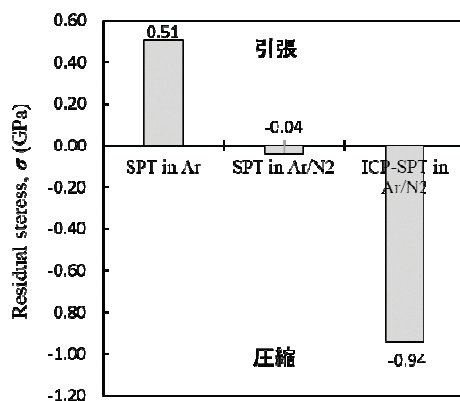


図 8 膜の残留応力

した。さらに、ICP 支援スパッタ法により作製された膜の硬さは 10.6 GPa、残留応力は -0.94 GPa の圧縮応力となることが判明した。したがって、残留応力の付与により、亀裂の発生および進展を抑制が可能と考えられることから、耐食および耐摩耗性の改善が期待できる。

3.4. F イオンに対する耐食性

分極測定結果を図 9 に示す。比較として、汎用鉄鋼金型材 SKD61 および Ni 基合金である Hastelloy C の結果も示す。浸漬電位は、鉄鋼合金である SKD61 の -0.344 V と比べてスパッタ法を用いて作製した皮膜は全て貴となり、アノード側の電流も著しく減少していることから、耐食性の向上が認められた。浸漬電位は、Ar スパッタ膜が -0.133 V であったが、Ar/N₂ 中での膜は -0.213 V となり Hastelloy C とほぼ同等の電位を示した。ICP 支援スパッタによる膜は、Hastelloy よりも貴の -0.133 V を示し、さらにアノード電流も一桁程度小さくなったことから、非常に優れた耐食性を有することが示された。いずれの膜も、0.5 V 付近から急激な電流の立ち上がりが見られる。これは、Hastelloy C にも見られており、F イオンによる孔食の影響が考えられる。

分極試験測定後の表面の二次電子像を図 10 に示す。低倍 (2,000 倍) の観察では、基材由来の線条痕が観察されているが、大規模な腐食は認められない。一方、高倍 (10,000 倍) では、いずれの膜も微細な粒状の結晶が観察されており、粒界部がはっきりと確認できた。わずかではあるが、ICP 支援の膜が孔食とみられる黒色の斑点が観察されているものの、皮膜が欠落するよう

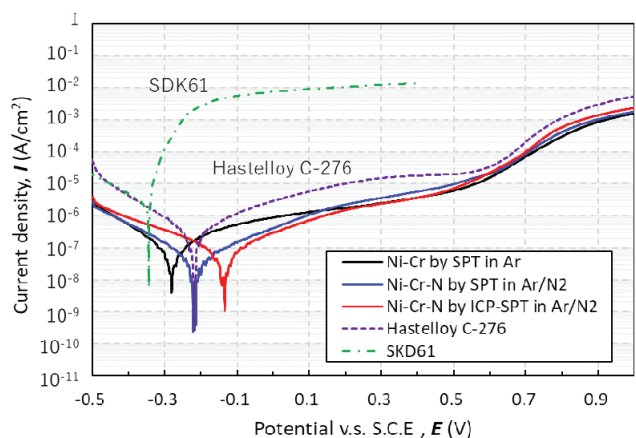


図 9 0.5wt%NaF 水溶液中での分極測定結果

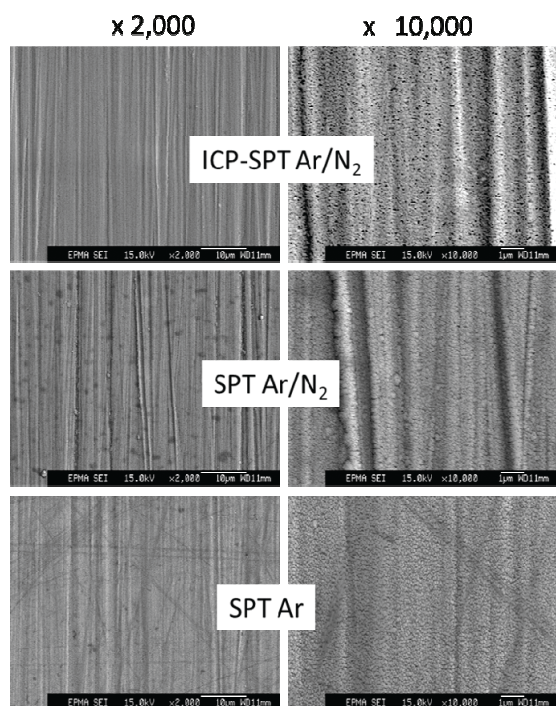


図 10 0.5 wt%NaF 水溶液中の分極測定後の表面形態

な腐食は見られなかった。

以上のことから、Ni-Cr 合金ターゲットを用いたスパッタ膜はいずれも高い耐食性を示し、とりわけ ICP 支援スパッタ法で作製された膜は、浸漬電位が最も高く、耐食性に優れていることがわかった。

4. まとめ

Ni-Cr 合金ターゲットを用いた耐フッ素性を有する高硬度皮膜の作製を目的として、ICP 支援スパッタリング法を用いて新規 Ni-Cr-N 膜の作製を行った結果、次の知見を得た。

- ・成膜速度を低下させることなく、10 GPa 以上の硬度と-1 GPa 程度の圧縮残留応力を備えた fcc 構造の Ni-Cr 窒化膜の成膜が可能となった。

- ・皮膜は、優れた F イオン耐食性を有するハステロイ C よりも貴の浸漬電位を有し、腐食電流も抑制できることから、F イオンに対して優れた耐食性を持つと考えられる。

以上のことから、本研究で得られた新規 Ni-Cr-N 皮膜が、フッ素樹脂材料の射出成型機のスクリーやガイド、リングなどの部材への新

たな表面改質膜として適用が期待される。成形におけるメンテナンスの向上といった生産性の向上だけでなく、高機能スーパーエンプラ材料が金属代替材料として採用されやすくなり、省エネルギー社会の実現への貢献が期待できる。

しかしながら、近年、複合材料に添加されるファイバーや無機フィラーの添加量が増加しており、さらに高硬度が要求されている。したがって、さらに高硬度かつ耐食性を兼ね備えた表面改質技術が必要不可欠と考える。

参考文献

- 1) 節原裕一、 J. Plasma Fusion Res. 87、 24 (2011)
- 2) 國次真輔、中西亮太、岡山県工業技術センター報告、 (2017).

技術資料

インジゴによるビニロン布の染色

Dyeing of vinylon fabric with indigo

國藤勝士

Katsushi KUNITOU

キーワード ビニロン／インジゴ／染色／Total K/S／染色堅牢度
KEY WORDS Vinylon／Indigo／Dyeing／Total K/S／Colorfastness

1 はじめに

ポリビニルアルコール(PVA)系繊維であるビニロンは1950年に日本において工業化された合成繊維である。学生服や作業服用途として当初は使用されていたが、その後登場したポリエステルに置き換わり、現在では衣服分野にはほとんど使用されていない。一方、ビニロンは他合成繊維と比較して高強力、高弾性、低伸度、耐薬品性に優れる特徴を有しており、その特徴からロープや漁網、またアスベスト代替としてのコンクリートやセメント補強材等、産業資材用途として広く使用されている¹⁾。産業資材用途では染色をほとんど行なわないが、ビニロンの高強力特性を活かしたリュックや鞆などへの製品需要が近年高まっており、高染着量、高染色堅牢度染色も求められるようになっていく。本研究では、岡山県の繊維産業であるジーンズの主染料「インジゴ」を用い、各種ビニロン布への染色および各種染色堅牢度測定結果を報告する。

2 実験方法

2.1 試料

染料のインジゴはDystar製の合成インジゴ(Dystar Indigo Gran)、被染物のビニロン布はビニロン製造企業より提供を受けた一般ビニロン(以降、レギュラータイプと表記)と高強力ビニロン(以降、高強力タイプと表記)を使用した。レギュラータイプは湿式紡糸、高強力タイプは有機溶剤中での紡糸と異なる紡糸機構により作製したビニロン繊維である。その他助剤として、ハイドロサルファイトはキシダ化学(株)製の化学用(85%)、水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウムはナカライテスク(株)製特級を使用した。過ホウ酸ナトリウムは三菱ガス(株)製の「ペルボン」を使用した。

2.2 染色方法

2.2.1 ストックバット液の作製

インジゴ2.0 g、ハイドロサルファイト2.0 g、水酸化ナトリウム1.5 gを50 mLの容器に入れ、窒素雰囲気下で60℃、15分攪拌した。室温まで冷却してストックバット液とした。

2.2.2 ビニロン布の染色

染色ポットに炭酸ナトリウム10 g/L、ハイドロサルファイト50 g/Lの混合溶液150 mLに布3.0 g(浴比1:50)を投入し、0.1~5 %o.w.f.(on the weight of fiber)濃度となるようストックバット液を加えた。赤外線ポット染色試験機((株)テクサム技研製、UR MINI-COLOUR)にてビニロン布を各温度で30分染色した。布を取り出した後、5 g/L 過ホウ酸ナトリウム150 mL中、90℃、20分間酸化処理した。石けん溶液中、40℃、30分間ソーピングし、水洗、乾燥して試料とした。

2.3 染着量

コニカミノルタ(株)製の分光測色計CM-3600dを用いて400-800 nm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。

2.4 染色堅牢度

摩擦、洗濯、汗、耐光の染色堅牢度は対応する日本産業規格(JIS)に従って評価した。

- ・摩擦堅牢度 JIS L 0849 摩擦試験機Ⅱ形
- ・洗濯堅牢度 JIS L 0844 A-2 法
- ・汗堅牢度 JIS L 0848
- ・耐光堅牢度 JIS L 0842 第3露光法

3 結果と考察

図1に染料濃度一定下(5 %o.w.f.)における染色温度の影響を示す。Total K/S値は濃色性の指標として用いられ、数値が大きいほど濃色に染まっていることを表している。レギュラータイプ、高強力タイプいずれのタイプにおいても温度上昇とともに染着量(Total K/S)は増加し、80

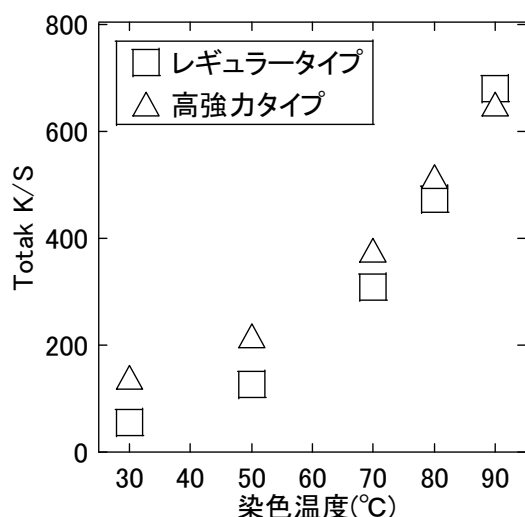


図1 染色温度の影響 (染料濃度 5 %o.w.f.)

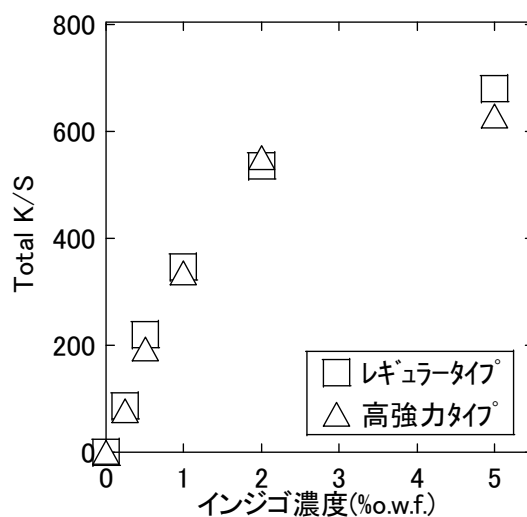


図2 染料濃度の影響 (染色温度 90°C)

℃以上ではほぼ同等の染色挙動を示した。ポリエステル等の合成繊維ではガラス転移温度(Tg)以上において、温度上昇とともに染着量が増加することが知られている。その理由として、繊維が可塑化され繊維内部への染料拡散が促進されるためとされている。ビニロンのTgは65～85℃であることから、他合成繊維と同様の染着機構により濃色化したと推察される。

図2に染色温度90℃における染料濃度の影響を示す。いずれの染料濃度においても染着量はほぼ同量であり、ビニロンタイプによる染着量差はほとんど認められなかった。ビニロンタイプによるインジゴ染色への影響はほとんど生じないことが分かった。

表1に染料濃度2%o.w.f.、染色温度90℃にて染色したビニロン布の各種染色堅牢度結果を示す。数値は高いほど汚染や変退色が少ないことを示しており、汚染もしくは変退色が全く無い場合は5級(耐光堅牢度は8級)と表記する。

測定の結果、洗濯、汗、耐光堅牢度は高かったが、摩擦堅牢度はレギュラー、高強力いずれのタイプも低かった。インジゴは繊維表面に付着しやすい特性がある。低摩擦堅牢度の原因はソーピングで表面付着インジゴを十分に除去できなかったためと推察される。

4 まとめ

各種ビニロン布のインジゴ染色を行い、下記結果を得た。

- ・染色温度上昇に伴って染着量は増加した。
- ・レギュラータイプ、高強力タイプいずれも同じ染色挙動を示した。
- ・洗濯、汗、耐光堅牢度は高かったが、摩擦堅牢度は低かった。

5 参考文献

- 1)竹野入正利. 6. ビニロンについて. 繊維製品消費科学,2016, 57(11),p.810-815.

表1 各種ビニロン布の染色堅牢度 (染料濃度2%o.w.f.、染色温度90℃)

		レギュラータイプ	高強カタイプ
摩擦	乾燥	2	1 - 2
	湿潤	2	3
洗濯	綿	4 - 5	4 - 5
	毛	4 - 5	4 - 5
	変退色	4 - 5	4 - 5
汗	綿	5	5
	酸性		
	毛	4 - 5	4 - 5
	変退色	4 - 5	4 - 5
	アルカリ		
	性		
	綿	5	5
	毛	4 - 5	4 - 5
	変退色	4 - 5	4 - 5
耐光		4級以上	4級以上

デニム生地 of 引張り特性についての考察

Consideration on the tensile properties of denim fabrics

松本 侑子

Yuko MATSUMOTO

キーワード デニム / KES / 引張り特性

KEY WORDS Denim Fabrics / Kawabata Evaluation System (KES) / Tensile Properties

1 はじめに

ジーンズの材料には一般的にデニムと呼ばれる綾織り生地が用いられる。ジーンズの製造工程は大きく分けて、紡績、染色、製織、整理加工、縫製、そして洗い加工の工程がある。中でも、生地 of 風合いに大きく影響すると考えられるのは整理加工と洗い加工である。整理加工は、製織前に経糸につけた糊剤の除去、防縮、斜行防止や生地表面 of 毛羽の除去などを目的として製織後に行う加工であり、洗い加工は消費者 of 好む風合いにするため縫製後に行う加工のことである。ジーンズの風合いはこれら複数の工程 of 組合せによって生まれるため、消費者に好まれる風合い of ジーンズを開発するためにジーンズ of 特性に影響を与える因子を把握しておくことは重要である。しかし、これらの工程は分業で行われることが多く、風合いに関わる生地特性 of 変化を詳細に調査することは困難である。

そこで、本研究では、デニム生地 of 特性を理解することを目的に、Kawabata Evaluation System (KES) を用いて生地 of 特性を考察した。KESは、繊維製品 of 風合いに関連するとされる低荷重域での布 of 基本力学特性と表面特性を測定するシステム^[1,2]であり、繊維布 of 特性評価に一般的に用いられている。これまでに、KESで表面特性を評価し、デニム生地表面は摩擦方向によって異なる摩擦特性を有することを報告した^[3]。

本稿では、KESによる引張り特性 of 測定結果及び電子顕微鏡による観察結果からデニム生地 of 引張り特性について考察したので報告する。

2 実験方法

試料は綿100% of 13.5 oz of デニム生地（整理加工あり）^[3]を使用した。走査電子顕微鏡（SEM、株式会社日立ハイテク、S-3400N）を用いて試料 of 表面及び断面を観察した。断面作製には、片刃剃刀を用いた。経糸方向 of 断面試料は裏地を、緯糸方向 of 断面試料は表地を上にして上から下に剃刀で切断し作製した。試料観察は低真空条件（加速電圧：10 kV、真空度：10 Pa、反射電子検出器）で行った。

長さ15 cm、幅20 cmに生地を裁断し、引張り試験用 of 試料とした。引張り方向は試料 of 長さ方向とし、引張り方向が生地 of 経糸方向、緯糸方向となる

ように各方向について準備した（ $n = 3$ ）。20°C、65%RH of 環境で、引張りせん断試験機（カトーテック株式会社、KES-FB1-A）を用いて標準条件（引張り速度：0.2 mm/s、試料幅：20 cm、上限荷重：500 gf/cm、つかみ間隔：5 cm）で引張り試験をおこなった。得られた応力と歪み of 関係から、3つのKES特性値（ LT 、 WT 、 RT ）が算出された。それぞれの算出式^[4]を以下に示す。

$$LT(-) = 2(WT) / \varepsilon_m F_m$$
$$WT(\text{gf} \cdot \text{cm} / \text{cm}^2) = \int_0^{\varepsilon_m} F d\varepsilon$$
$$RT(\%) = (\int_{\varepsilon_m}^0 F d\varepsilon / WT) \times 100$$

LT ：引張り of 直線性

WT ：引張りエネルギー

RT ：引張りレジリエンス

$\varepsilon(\%)$ ：引張り歪み、 $\varepsilon_m(\%)$ ： ε of 最大値

$F(\text{gf} / \text{cm})$ ：単位幅あたり of 引張り力

$F_m(\text{gf} / \text{cm})$ ： F of 最大値

一般に、 LT が小さいほど布は初期に伸び柔らかく、 WT が大きいほど布は良く伸びる場合が多い^[4]。また、 RT が大きいほど布は回復性が高いことが知られている^[4]。各方向3試料 of 特性値 of 平均を算出し、測定結果とした。

3 結果と考察

図1に生地 of 表面と断面 of SEM像を示す。図1a、cより経糸は糸を構成する繊維同士が密集していることがわかった。一方、図1eでは図1cで示した経糸断面に比べて繊維間に空隙が多く観察された。図1aでは確認されなかったが、図1b、cでは経糸断面 of 緯糸に接している箇所 で付着物が観察された。生地を構成している糸よりも高い輝度で検出されており、糸と異なる組成 of 付着物であるとわかった。図1dでは画像中で水平方向に見えている経糸に付着物が観察された。緯糸断面には一部被さるように付着物が見られた箇所があったが、断面を拡大した図1eでは付着物は確認されなかった。断面を作製する際に緯糸断面は画像中 of 上から下（表地側から裏地側）に剃刀を使ったことから緯糸の上にあった経糸 of 付着物が付着したと考えられる。デ

ニム生地の製織前に経糸にのみ糊剤をつける工程がある。図1aでは付着物が確認されないことから製織後の整理加工で多くは除去されたと考えられるが、図1b、cの付着物は製織前に経糸に使用された糊剤の残留であると考察した。さらに、糸断面の繊維の集合の様子からも、経糸は緯糸よりも繊維同士が密着しており糊剤の存在が示唆された。

図2に応力と歪みの関係、表1に引張り測定結果より得られたKES特性値を示す。図2について、横軸は引張り歪み、縦軸は単位幅あたりの引張り力であり、試料を上限荷重まで伸張後、回復させたときの一連の変形挙動を示している。グラフはどちらも伸張曲線の下に回復曲線が描かれるヒステリシスを示したが、経糸方向（図2I）と緯糸方向（図2II）の結果では異なる挙動を示した。 ε_m の平均値は経糸方向が5.69%、緯糸方向が3.51%で経糸方向の方が大きかった。 LT は力と歪みの関係がどの程度直線に近いかわかり、その算出式から、 LT は伸張曲線が下に凸の場合1以下となり、上に凸の場合は1より大きくなる。本稿で測定した生地は、どちらの方向も LT が1に近い値を示したが、特に経糸方向は1以上であった。経糸方向は伸張初期に比較的大きな力が必要であることがわかった。 WT は ε_m と同様の関係を示し、経糸方向のほうが大きかった。 RT は伸張時のエネルギーに対する回復されるエネルギーの割合であり、緯糸方向の方が大きかった。以上の結果から、本稿で測定したデニム生地の引張り変形挙動は、引張り方向によって特徴が異なっており、経糸方向は緯糸方向よりもよく伸びるが伸張初期に比較的大きな力が必要である一方、緯糸方向は経糸方向より伸びないが回復性が高いことがわかった。引張り方向によって特性が異なる要因のひとつとして、経糸の付着物の影響が考えられ、さらに、その付着物は図1より製造工程で使用する糊剤であると考察している。また、生地特性にはその生地を構成する経糸と緯糸の両方が影響すると考えられ、経糸の付着物の影響は緯糸方向の結果にも影響を与えていることが推察される。ジーンズ用途のデニム生地は縫製後の洗い加工や消費者の手に渡った後の繰り返しの洗濯によっても糊剤の付着量が変化すると想定されるため、糊剤の生地特性への影響はさらに詳細に調査する必要がある。

4 まとめ

KESによるデニム生地の引張り測定で得られた応力と歪みの関係や特性値より、経糸方向と緯糸方向の変形挙動が異なることが明らかとなった。また、デニム生地の引張り特性において、経糸に付着した糊剤が影響する可能性が示唆された。

参考文献

- 1) 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.
- 2) 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.

- 3) 松本侑子. デニム生地の表面特性評価に及ぼす摩擦方向の影響. 岡山県工業技術センター報告. 2021, 47, p.12-13.
- 4) テキスタイル科学研究会. KES 特性値(パラメータ)を用いるテキスタイルの風合い・外観・快適性客観評価式. 一般社団法人 日本繊維機械学会, 2015, p.3.

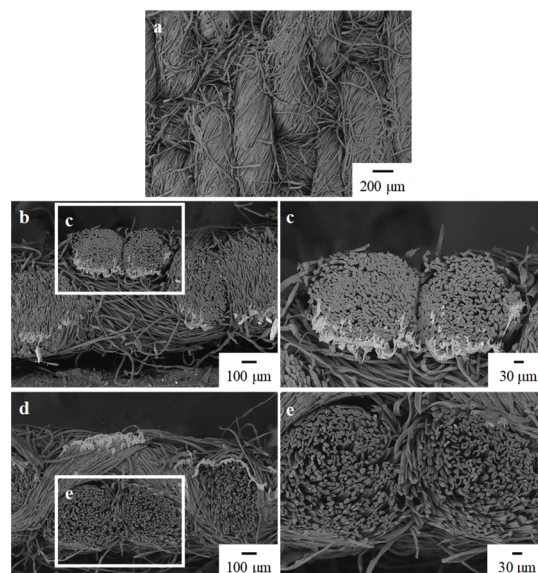


図1 測定試料のSEM像

a 生地表面、b、c 経糸断面、d、e 緯糸断面
aは画像の上下方向が経糸方向、b、c、d、eは画像の上側が表地側、下側が裏地側を示す

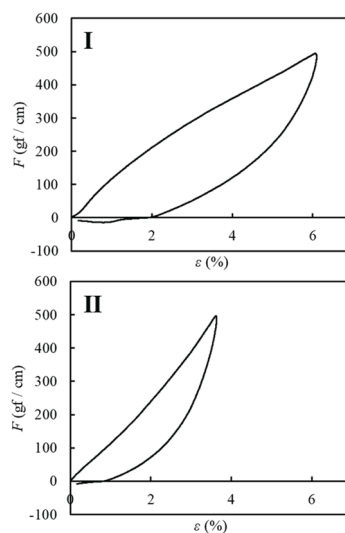


図2 応力と歪みの関係 (n = 3 のうちの一例)

I 経糸方向、II 緯糸方向

表1 測定結果

	LT (-)	WT (gf・cm/cm ²)	RT (%)
経糸方向	1.15	16.1	44.1
緯糸方向	0.924	8.07	56.5

麴の破精部分における白色度の違い

Difference of whiteness on the *haze* area in *koji*

谷野有佳・竹内赴登・伊藤一成・三宅剛史

Yuka TANINO, Hayato TAKEUCHI, Kazunari ITO, and Tsuyoshi MIYAKE

キーワード 麴 / 破精 / 白色度 / デジタルマイクロスコープ

KEY WORDS *Koji* / *Haze* / Whiteness / Digital microscope

1 はじめに

古くから「一麴、二酛、三造り」と言われてきたように、麴は清酒製造の中で重要な要素である。麴の品質評価指標として、酵素力価が重要視されており、糖化酵素やタンパク質分解酵素の力価を測定することで、目的とする品質の麴に合った酵素力価の強さや酵素バランスを保持しているかを確認する。しかしながら、酵素力価の分析は、結果が得られるまでに時間を要する上、製造現場で全ての試料を測定することは物理的にも困難であり、出麴時の酵素力価だけでは麴がどのような経過を辿って出来上がったのかを知ることができない。そのため、リアルタイムに肉眼で確認できる別の品質評価指標である「破精」が多用されている。破精とは、麴菌が蒸米に増殖して白く見える現象のことであり、米表面における麴菌の増殖を「破精回り」、米内部の増殖を「破精込み」と呼ぶ。これら破精の状態が酵素生産やそのバランスに影響を与えることが認識されており、杜氏は製麴中の品温経過に加えて、破精の状態を目視で確認しながら、目的の品質に合った麴になるように適切な品温や水分の管理を行っている。

これまでに我々はデジタルマイクロスコープを用いた破精の客観的な評価法を確立している²⁾。この方法では、麴粒の画像をデジタルマイクロスコープで取得後、画像処理ソフトを用いて破精部分の白色度の閾値を設定し、麴粒ごとの破精部分の割合を算出することで、これまで難しかった破精の数値化を可能にした。この方法を用いて麴の評価をする過程で新たな知見が得られたため、報告する。

2 実験方法

麴は、岡山県内の複数の清酒製造会社で製麴された大吟醸用麴を使用した。

麴粒の画像をデジタルマイクロスコープ (DSX500; Olympus) により、全て同一の条件 (露出時間: 1.00 ms、ISO感度: 200、落射照明なし、明視野/暗視野MIXモード) で撮影し、画像処理ソフト (Olympus Stream; Olympus) を用いて16ビットの白黒画像に変換後、白色度 (範囲: 0–65,535) を計測した。また、画像処理ソフトを用いて麴粒表面の面積値と各白色閾値以上の面積値を取得し、麴粒の

全面積に対する各白色閾値以上の面積の割合を算出した。

3 結果と考察

我々が確立した破精の評価法では、走査電子顕微鏡 (SEM) を用いて菌糸や米組織の崩壊を確認し、デジタルマイクロスコープ画像とSEM画像を比較しながら破精部分と非破精部分を区別する白色閾値を設定する。白色閾値を破精回りで約36,000、破精込みで約40,000の値で区切れば、破精部分として断定することができた²⁾。この値は破精部分との境目を設定する白色閾値であり、それ以上の閾値については検討していなかった。肉眼で破精を見た際には同じ白色に見えていても、SEMで観察すると菌糸の状態や米組織の崩壊、消化性に差が見られることがあるという過去の報告³⁾ から、肉眼では判別できない白色度の違いがある可能性を考え、白色閾値を変更して破精回りに差がみられるかを調べることにした。図1に麴粒ごとに白色閾値を変更した結果を示す。左からデジタルマイクロスコープで取得した画像、白色閾値35,000、45,000、55,000以上の部分を黒色で色付けた画像を示した。破精回りを数値化して評価するときの白色閾値に近い35,000以上では、どの麴粒も、黒色部分が麴の破精回り部分 (麴粒表面の白い部分) とほぼ一致し、黒色部分が破精回り部分を示していることがわかる。白色度の違いについて、麴1–4は白色閾値を上げていくと、白色閾値45,000以上で黒色部分が減少し、白色閾値55,000以上になると、黒色部分が消失した。一方、麴5–8は白色閾値45,000以上でも、黒色部分が破精部分から少し減少した程度で、麴1–4に比べて多く残っていた。さらに、麴5–8は白色閾値55,000以上でも黒色部分が残っていた。このことから、これまで肉眼では同じ白色と認識していた麴の中でも、粒毎に白色度に差があることがわかった。

黒色部分の面積の全面積に対する割合を算出したところ、破精回り部分とほぼ一致する白色閾値35,000以上の面積の割合は、白色度の低い麴 (麴1–4) で平均64.7%、高い麴 (麴5–8) で平均67.4%であり、ほとんど差はみられなかった (表1)。一方で、白色閾値45,000以上の面積の割合は、白色度

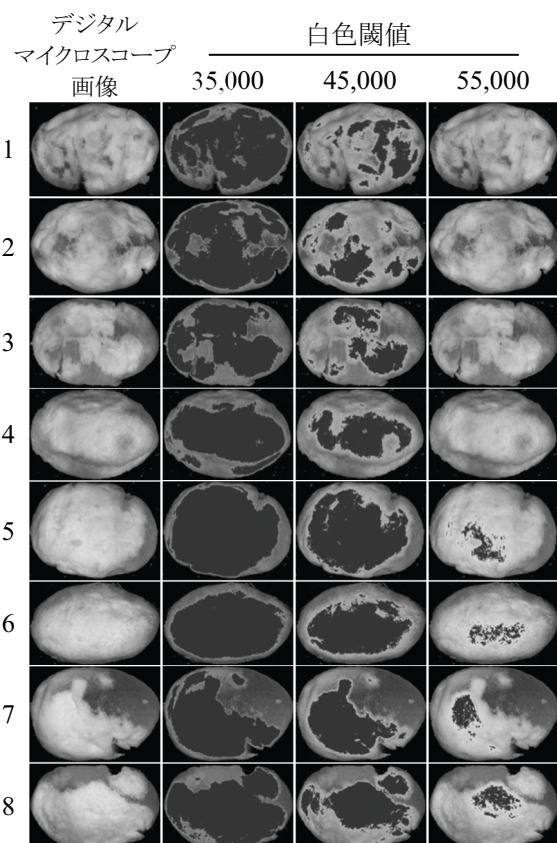


図1 麴の白色度の違い

の低い麴（麴1-4）で平均24.1%、高い麴（麴5-8）で平均45.4%であり、大きな差がみられた（表1）。

表1 全面積に対する各白色閾値以上の面積の割合

	35,000	45,000	55,000
1	67.5	21.2	0
2	71.1	21.1	0
3	58.4	23.3	0
4	61.8	30.7	0
平均	64.7	24.1	0
5	76.3	57.7	5.5
6	70.5	48.8	6.0
7	53.4	35.2	6.0
8	69.3	39.9	7.5
平均	67.4	45.4	6.3

また、必ずしも破精回りの多い麴（白色閾値35,000以上の割合が高い麴）の白色度が高いわけではないことがわかった。例えば、麴7のように、白色閾値35,000以上の割合は今回示した麴の中で最も低い53.4%である一方で、白色閾値55,000以上の割合が6.0%と、少ない破精回りでも白色度が高い粒もみられた。

過去の知見と我々のこれまでの研究から、破精の進行について、まず菌糸が米表面に伸長し、そ

の先端から糖分解酵素が多量に分泌され、それにより米組織が崩壊、その間隙に菌糸が入り込み、米内部へ侵入すると推察している。この菌糸の伸長と糖分解酵素の生産、米組織の崩壊が表面から繰り返されることで、菌糸がより米内部へと入り込んでいき、破精込みが進行すると考えている。つまり、破精込みが進行すると、米内部に間隙が多くなり、表面での光の拡散も大きくなると考えられる。そのため、表面における白色度の強弱は、麴表面付近の菌糸や米組織の崩壊だけに起因するのではなく、麴内部の構造も反映している可能性が推測された。今後、白色度の異なる部分の破精込み具合や米組織の崩壊具合との関係を精査する必要がある。

4 まとめ

これまでデジタルマイクロスコープによる破精回りの評価において、一定の白色閾値で区切って数値化を行い、評価していた。しかしながら、今回、肉眼では同じ白色に見える破精部分において、白色度に違いがあることを見出した。今後、白色度の違いと破精込みや米組織の崩壊との関連を明らかにしていく予定である。

参考文献

- 1) 柳内敏靖ほか. 製麴における種もやしの差異. 日本醸造協会誌. 1993, 88 (7), p.559-564.
- 2) Ito, K. et al. Quantitative evaluation of haze formation of koji and progression of internal haze by drying of koji during koji making. J. Biosci. Bioeng., 2017, 124 (1), p.62-70.
- 3) 吉井美華ほか. 走査電子顕微鏡による麴の観察. 日本醸造協会誌. 2001, 96 (12), p.806-813.

高温窒化処理による純鉄の耐食性改善

Improvement of Corrosion Resistance of Pure Iron by High Temperature Nitriding

築山 訓明

Kuniaki TSUKIYAMA

キーワード 高温窒化処理 / 組織 / 耐食性

KEY WORDS High temperature nitriding / Microstructure / Corrosion resistance

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。耐食性改善を目的とする表面処理には、材料の表面を金属膜で被覆する「めっき」、電解処理により酸化皮膜を付与する「陽極酸化処理」、鉄窒化物の薄い化合物層を利用する「軟窒化」などがある。軟窒化では、窒素と炭素を金属表面から拡散させ、表面に化合物を形成させる。この化合物は、硬質かつ高耐食性を有していることが知られているが、酸化処理を補足的に行なうことで、さらなる耐食性向上も可能となっている¹⁾。一方で、この化合物は非常に脆い組織であるため、後加工の難しさや、剥離しやすいなどの課題がある。さらに、ガスを使用する「ガス軟窒化」や塩浴中にて処理を行う「塩浴軟窒化」では、前者はアンモニア、窒素に加え、温室効果ガスである二酸化炭素を、後者はシアン塩・シアン酸塩・炭酸塩を主成分とする塩浴を使用するため、環境や人体に負荷が大きいことも課題として挙げられる。

本報告では、二酸化炭素を使用せず、金属表面から窒素を浸入・拡散させる「高温窒化処理」(以下、浸室処理)に着目し、それを純鉄に適用することにより、耐食性改善を試みた結果について述べる。

2 実験方法

供試材には純鉄を用い、20 mm×25 mm×3 mmに切り出し、前処理として850℃のAr雰囲気中にて120 minの焼きなまし処理後、エメリー紙(#500)を用いた湿式研磨、アセトン洗浄を行った。浸室処理には、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い、炉内温度を700℃まで昇温し、試料温度が700℃に達するまで30分の均熱処理を行った。均熱処理後、NH₃/H₂混合ガスを導入し、60分間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(浸室焼入れ材)。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。浸室処理では、窒化ポテンシャル(NP)を制御すること

により、鋼中に拡散する窒素濃度を変化させることを試みた。すなわち、炉内導入ガス流量を2 L/minで固定し、導入アンモニア割合を10%、20%、30%(以下、各条件をNP:低、NP:中、NP:高と表記)とし、浸室処理を行った。ここでの導入ガス流量は、マスフローコントローラーにより制御した。浸室焼入れ材の表面組織の同定は、X線回折測定(Smart Lab、(株)リガク製))により行った。耐食性試験では、塩水噴霧試験(CAP-90、スガ試験機(株)製)を所定時間実施し、水洗、乾燥後、表面観察(S9D、ライカマイクロシステムズ(株)製)を行った。本報告では、腐食発生までに要した累積時間にて耐食性を評価した。

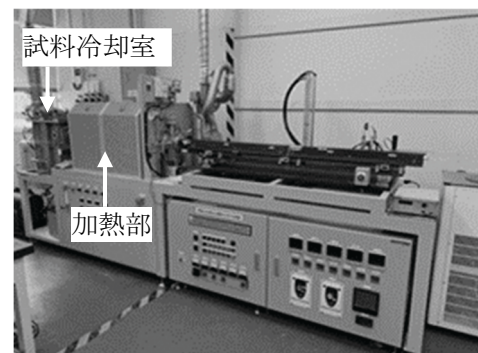


図1 雰囲気制御型金属熱処理炉外観写真

3 結果と考察

図2に浸室焼入れ材のX線回折結果を示す。図より、NP:低では、表面組織はbccに帰属される回折ピークが確認された。また、NP:中の場合ではfcc、NP:高の場合は主に窒化物とbccに帰属されるピークが確認され、NPの変化に伴い、表面組織が変化していることがわかる。浸室焼入れは、浸室処理時の窒素の拡散により、表面組織を純鉄の母相であるフェライト(bcc相)からオーステナイト(fcc相)へ変態させ、これを急冷することでマルテンサイト(bcc相)を得る熱処理法である²⁾。ただし、鋼中窒素濃度が高く、マルテンサイト変態温度が室温以下の場合、冷却後もオーステナイトは残存する。これらと過去の結果²⁾より、図2中のbcc、fccは、それぞれマルテンサイトとオーステナイトであり、浸室焼入れ材の表面組織は、NP:低ではマルテンサイト、NP:中ではオーステナイトであると推察される。また、

NP:高では窒化物相とbcc相が形成しているが、これは窒化物相の形成に伴い、鋼中への窒素の拡散が抑制され、オーステナイト中の窒素濃度が上昇せず、水冷時にマルテンサイト変態が生じたためだと考えられる。

図3に未処理材(純鉄)および浸室焼入れ材の塩水噴霧試験後の外観写真を示す。塩水噴霧試験開始4分後に未処理材およびNP:低の試料で腐食が発生した(図中○箇所)。次いで10分後にNP:高、40分後にNP:中で腐食が発生している。一般的に、窒素は耐食性向上効果を有していることが知られている³⁾。しかし、浸室焼入れで表面組織にマルテンサイトを形成させても、純鉄と比較し、腐食発生開始時間に差はみられなかった。一方、表面組織をオーステナイトにすると、腐食発生開始時間が大幅に遅延した。これより、オーステナイトが安定するような高濃度の窒素を鋼中に固溶させれば、耐食性を改善させ得ることが示唆された。また、NP:高では、表面に窒化物が形成しているにもかかわらず、腐食発生開始時間は遅延しているが、その効果は小さかった。これは、浸室処理時に形成した窒化物層の厚さが薄いことや、浸室処理から冷却間で大気暴露を避けたため、酸化皮膜の形成を抑制したこと等が要因として考えられる

4 まとめ

純鉄を対象に、700℃において窒化ポテンシャルの異なる雰囲気下で浸室処理後、水焼入れを行い、XRDによる組織の同定と塩水噴霧試験による耐食性試験を行った結果、以下の結言を得た。

1. 窒化ポテンシャルを変化させることにより、冷却後の表面組織は変化し、窒化ポテンシャルが低いとマルテンサイトとなるが、ポテンシャルを増加させることにより、オーステナイトや窒化物

となる。

2. 表面組織の異なる試料を作製し、塩水噴霧試験による腐食発生時間を比較したところ、純鉄と比べ、表面組織がマルテンサイトでは同程度、オーステナイトや窒化物を形成した場合では遅延した。

3. 浸室処理において、その後の焼入れ工程でマルテンサイト変態が生じないだけの十分な窒素を固溶させ、表面組織をオーステナイトにすることにより、低級鋼でも耐食性改善効果が得られる可能性が示唆された。

参考文献

- 1) 花澤均. 酸化物を活用した表面改質. 第4回熱処理セミナー, 2007.
- 2) 築山訓明. 純鉄および S20C への高温窒化処理の適用. 岡山県工業技術センター報告. 2021, 47, p14-15.
- 3) 高瀬孝夫. 鋼の表面硬化法としての窒化. 鉄と鋼. 1980, vol. 66, no. 9, p.1423-1434.

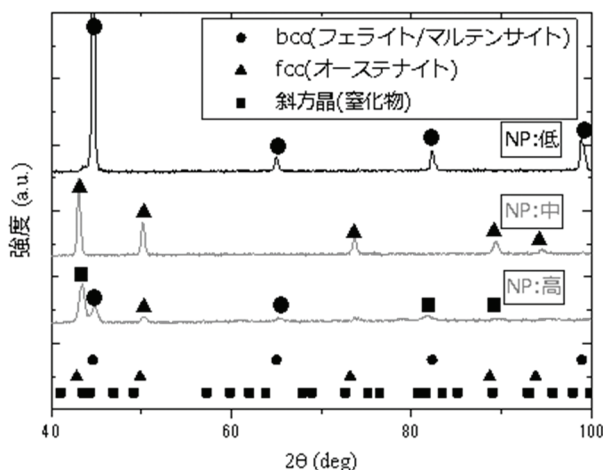


図2 浸室焼入れ材の表面 XRD 測定結果

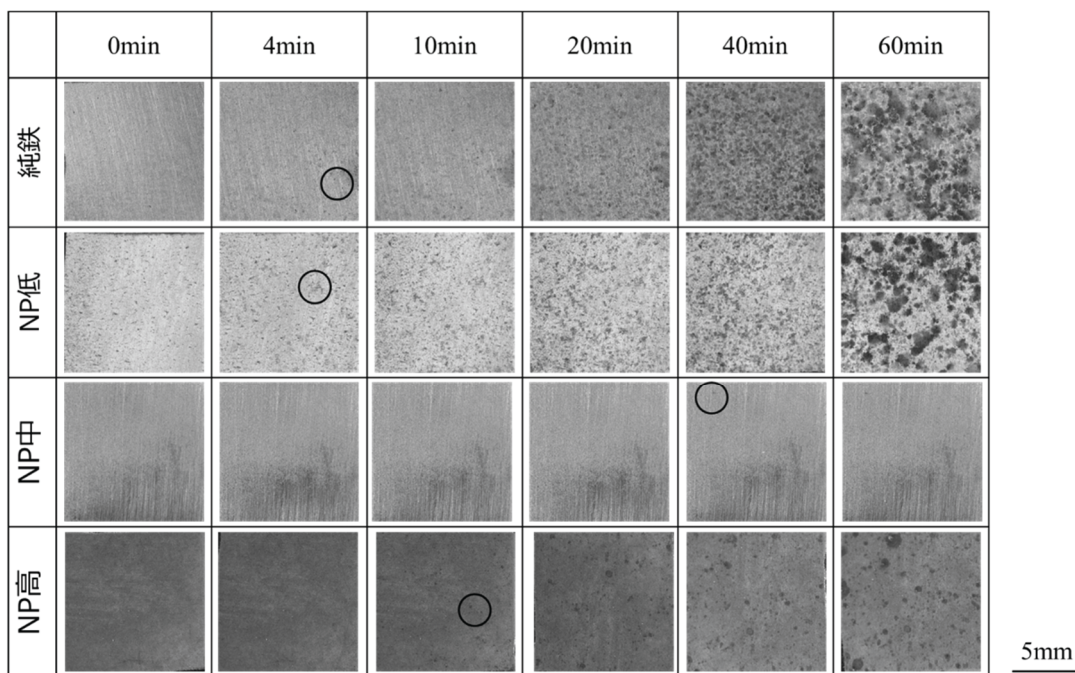


図3 未処理材および浸室焼入れ材の塩水噴霧試験後の外観比較

IoT 技術を用いた河川の遠隔モニタリングに関する検討

Development of river monitoring system using IoT technology

松岡 大樹

Hiroki MATSUOKA

キーワード DX / IoT / モニタリング / 遠隔測定

KEY WORDS Digital transformation / Internet on Things / Monitoring / Telemetry

1 はじめに

河川や海洋の水温は漁業を行う上で非常に重要な情報である。アユの遡上は河川水温が10℃～17℃になると始まるとされ¹⁾、漁獲高や水産資源管理の観点から継続的な観測が必要とされている。

本県水産研究所では、岡山県内の主要河川水温を測定している。測定間隔は30分で、1日の平均水温を算出しホームページにて公開している²⁾。測定に用いているデータロガーは通信機能を持たないため、経時変化をリアルタイムで把握できないという問題がある。また、鮎の遡上調査なども職員による目視計数が行われており³⁾、作業の効率化が求められている。

近年、I/OポートとBluetooth、Wi-Fiといった通信機能を備えたワンボードコンピュータであるRaspberry Piに代表されるIoT機器の普及が進んでいる。これらのIoT機器を用いてICT技術を活用した漁業のDXに関する研究開発が様々なところで推進されている⁴⁾⁵⁾。

本報では、鮎の遡上調査に必要となる河川での水温データ取得を目的として、河川水温の遠隔モニタリングシステムを構築した。安価で入手性のよいRaspberry Piを活用し、4GLTE回線を利用して水温データを遠隔地に送信することで、実際に鮎が遡上する河川において、魚道中での水温測定試験を行った。

2 システムの構築

システムの構成を図1に示す。システムには、Raspberry Piシリーズの小型低消費電力であるRaspberry Pi Zero WH(以下RPI)を使用した。水温測定には、1-wire温度センサDS18B20を使用した。本報では、このセンサ本体をφ8mmのステンレス管に封入し防水処理した後、2mの配線を引き出した製品を使用した。電源は市販のモバイルバッテリーとした。通信にはモバイルWi-Fiを使用し、4GLTE回線を利用した。図2にシステムの外観を示す。システムは簡易密閉処理がされた525×381×187 mmのプラスチックコンテナに収納されている。実験は、岡山市東区を流れる吉井川流域にある鴨越堰にて行った。鴨越堰は、水産研究所により鮎の遡上調査が行われている場所である¹⁾。図3、図4にこのシステムの設置状態を示す。システムを鴨越堰右

岸の魚道付近に設置し、増水時の流失を防止するため、コンクリートに打ち込まれたアイボルトとスチールロープで接続した。岸壁からセンサを水中に下ろし、水深1 m付近の水温を測定した。

水温の測定は午前11時から午後3時までとした。測定間隔は5分とし、測定時間と測定温度をRPIのストレージであるSDカード内にcsvファイルで保存した。また、1時間に一回の間隔でリアルタイムの水温をメール本文に記入し送信した。

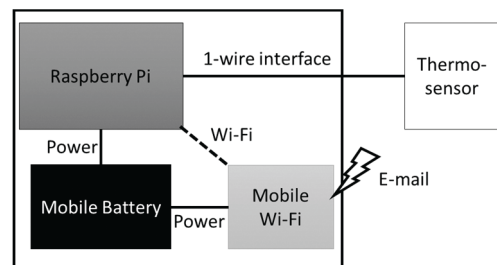


図1 遠隔モニタリングシステムの概要

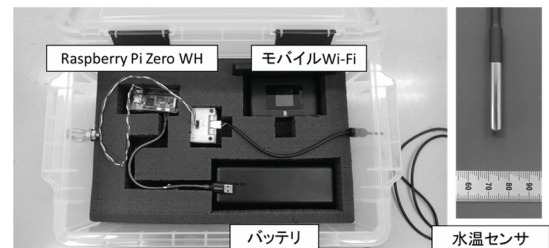


図2 試作したシステムの外観

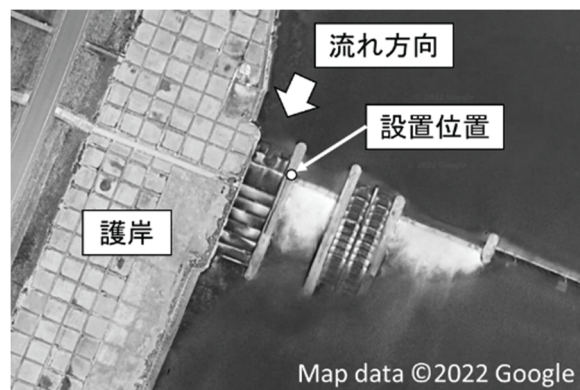


図3 鴨越堰におけるシステムの設置位置

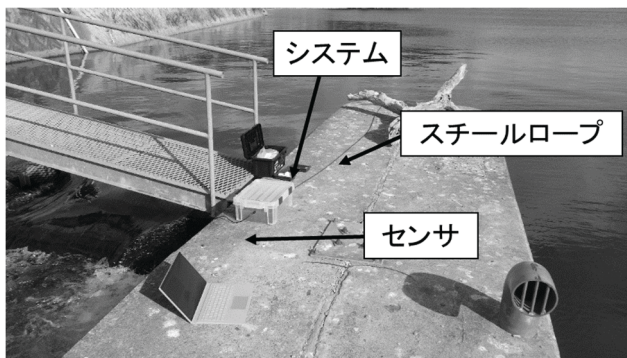


図 4 鴨越堰におけるフィールド試験の様子

3 フィールド試験と結果

図5に本システムで測定した水温ならびに水産研究所で測定した水温を示す。試験当日（2022年1月中旬）の最高気温は6.3℃、天気は曇りであった。測定時間内における2つのセンサの温度差は最大で0.3℃であった。これは、センサの測定精度の範囲内の誤差であり、水産研究所の測定結果とほぼ同程度の結果を得られた。また、実験時間内においてすべてのメールが問題なく送信できることを確認した。

表1に、今回使用したDS18B20と水産研究所が使用するデータロガーの性能比較を示す。専用装置であるデータロガーは精度、分解能ともDS18B20より性能は高い。DS18B20の性能で鮎の遡上に及ぼす水温変化の検知可否について文献調査を行ったところ、鮎の種苗生産現場では1℃から5℃程度の温度範囲で水温管理を行っており⁶⁾、海洋と河川の水温差が1.4℃程度になると鮎の遡上が本格的となる⁷⁾ことがわかった。以上により、鮎の遡上に影響を及ぼす水温変化を検知するだけの性能を有しているものと推定される。

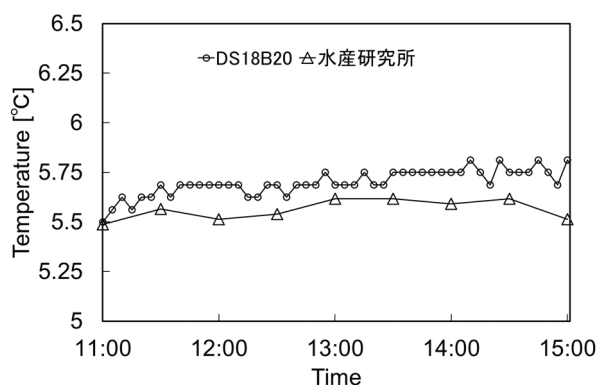


図 5 鴨越堰における水温の測定結果

表 1 使用した水温センサの性能比較

	DS18B20	水産研究所
測定範囲	-10℃～85℃	-40℃～70℃
測定精度	±0.5℃	±0.2℃
測定分解能	0.0625℃	0.02℃

4 まとめ

漁業や水産資源管理のDXを目的として、安価で入手性の良いIoT機器を用いて、河川水温遠隔モニタリングシステムの構築を行った。RPIを用いたシステムにより、岡山市東区を流れる吉井川流域の鴨越堰に設置された魚道内の水温を測定し、メールによりリアルタイムのデータを送信した。水産研究所の測定したデータと比較して、現在運用している方法と同等の測定データを、遠隔地にてリアルタイムで取得することができた。

謝辞

水温測定データの提供ならびに鴨越堰での実験にご協力いただいた、岡山県農林水産総合センター水産研究所の山下泰司専門研究員に謝意を表します。

参考文献

- 1) 萱野泰久ほか.岡山県における近年のアユ遡上状況,岡山水試報,2000,15,p.39-42
- 2) 岡山県の河川水温
www.pref.okayama.jp/page/391217.html
- 3) 近藤ほか.吉井川におけるアユの産卵場と流下に係る問題. 岡山県農林水産総合センター水産研究所報告,2013,28,p.35-38.
- 4) 南雄也ほか. IoT 技術を用いたスマート漁業実現への取り組み. システム/制御/情報, 2021, 65.1,p.7-12.
- 5) 市村康ほか.ラズベリーパイを活用した漁業者向けリアルタイムモニタリングシステム. 日本水産工学会学術講演論文集,2017, pp. 146-149.
- 6) 加藤豪司ほか. アユ種苗生産における水温管理の実態調査.魚病研究, 2019,54.2p.40-42.
- 7) 鈴木靖ほか.水温の将来変化がアユの遡上時期に及ぼす影響について. 土木学会論文集,2014, 70(4), p. 1213- 1218.

マグネシウム合金の陽極酸化皮膜に対する 反応染料を用いた染色

Dyeing with reactive dye on the anodized oxide film of magnesium alloy

岡野 航佑・水戸岡 豊・藤原 浩市*

Kousuke OKANO, Yutaka MITOOKA, Kouiti FUJIWARA

キーワード マグネシウム合金 / 陽極酸化処理 / 反応染料

KEY WORDS Magnesium alloy / Anodizing / Reactive dye

1. はじめに

金属材料に対する黒色化処理は、反射防止性、意匠性および熱伝導性の付与を目的に行われている¹⁾。特に光学部品の筐体は、高い防眩性が要求されるため、材料表面には高い反射防止性が必要である。近年、有望な軽量化材料であるマグネシウム合金において、染色処理法の確立が強く要求されている。同じ軽金属材料であるアルミニウム合金の陽極酸化皮膜は染色処理が従来から使用されており、光学部品、車両内装部品および電子機器に使用されている。この皮膜表面は、直径約100 Åの微細な細孔が均一に存在する構造である。染色処理では、クロム等の金属元素を含む金属錯塩アゾ染料が用いられ、この染料分子は皮膜との静電的な力により表面に吸着し、細孔内へ定着し表面を染色する²⁾。しかし、マグネシウム合金の陽極酸化皮膜は、直径数μmの孔が不均一に存在する構造であるため、この染料を用いた染色処理が困難であった。

本研究では、衣料用繊維における官能基と化学結合を形成する反応染料³⁾を使用し、リン酸塩陽極酸化処理を施したマグネシウム合金皮膜の染色処理を行い、得られた試料について表面の色彩、反射率、および皮膜断面について評価した。

2. 実験方法

基板は、AZ91Dマグネシウム合金 (3 mm¹×20 mm^w×100 mm¹ 以下AZ91D) を使用した。リン酸塩陽極酸化処理は堀金属表面処理工業 (株) にて行われた。この処理において、AZ91Dを前処理として洗浄した後、リン酸塩を含む電解浴において定電流電解を行った。電解後、表面調整処理としてAZ91Dを希硝酸に浸漬させた。以下では、この処理を施した試料を「陽極酸化処理材」と表記する。

反応染料は、Remazol Black HI-GRN(ダイスタージャパン (株) 製)を使用した。以下では、この染料を「Remazol」と表記する。初めに、Remazolを60 °Cの蒸留水に攪拌溶解し、陽極酸化処理材を10 min浸漬させた。この溶液に60 °Cの炭酸ナトリウム水溶液を添加してアルカリ性へ調整し、さらに30 min浸

漬させた。なお、この時点における浸漬液中の炭酸ナトリウムの濃度は40 g/Lであり、本時点の浸漬液を染浴と定めた。浸漬後、蒸留水およびエタノールにて洗浄し、乾燥させた。図1に、本研究におけるRemazolを用いた染色過程の概略を示す。以下では、染色処理を施した試料について、染浴におけるRemazol濃度に応じ「1.0 g/L」、「2.0 g/L」および「4.0 g/L」と表記する。

染色処理後の試料表面について、分光測色計 (コニカルミノルタ (株) 製、CM-3600d) にて、表面の色彩を色相、明度および彩度により表すマンセル表色系で測色し、マンセル表色系で示された測定結果と最も色相の近い色彩の定規⁴⁾を用いて評価した。

試料表面の反射率は、紫外・可視・近赤外分光光度計 (島津製作所 (株) 製、UV-3600、以下、分光光度計) を用いて評価した。測定における波長域は可視光領域である300-800 nmとした。

また、皮膜中における Remazol の分布を確認するため、染色表面に対して断面方向からの観察を行った。断面試料の作製は、断面試料作製装置 (日本電子 (株) 製、IB-09020CP) を用いた。また、電界放出型電子プローブマイクロアナライザー (日本電子 (株) 製、JXA-8500FS、以下 EPMA) を用いて観察ならびに成分分析を行った。

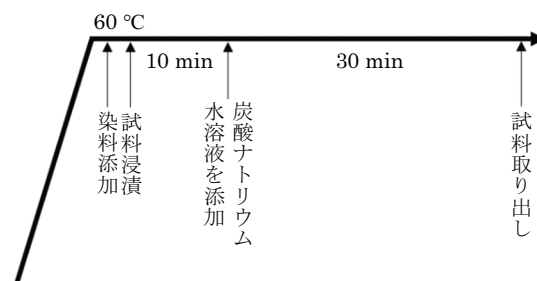


図1 Remazol を用いた染色過程

3. 結果と考察

図2は、陽極酸化処理材および染色処理を施した試料の外観写真である。染色処理により表面は

* 堀金属表面処理工業(株)

変色し、その色は Remazol 濃度の増加に従い濃くなった。陽極酸化処理材は灰白色であるが、1.0 g/L、2.0 g/L および 4.0 g/L は紺、濃紺および黒であった。

マンセル表色系で測定した 4.0 g/L の色彩は 7.7RP 1.6/0.3 であった。この色相と最も近い色彩の定規⁴⁾と比較すると、その表面はおおよそ黒であることが認められた。

図 3 は、分光光度計により測定した陽極酸化処理材および染色処理を施した試料の反射率である。染色した試料の反射率は、陽極酸化処理材に比べ測定した全範囲にて低減した。特に 700 nm 近傍以下の広範囲の可視光領域にて 10 %以下であった。これは、染色により試料表面の色彩が変化したためであると推察される。以上より、Remazol を用いて染色した試料は広い可視光領域にて低い反射率を有することを確認した。

図 4(a)、および図 4(b)は陽極酸化処理材、および 4.0 g/L の皮膜断面における反射電子像、図 4(c)は 4.0 g/L における面分析結果である。反射電子像では、淡い色彩の領域ほど元素番号が大きい元素を含むことを表している。陽極酸化処理材 (図 4(a)) では、母相上に存在する陽極酸化皮膜の表面に、これとは組成の異なる層が確認できた。この層は 4.0 g/L (図 4(b)) も同様に認められるため、染色処理以前に形成されたと考えられる。以下では、これを「最表層」と表記する。

図 4(c)は、4.0 g/L の皮膜断面における面分析結果である。母相より Mg、陽極酸化皮膜から Mg と O が認められた。また、Remazol に含まれる染料の化学構造に由来する S が、最表層に濃化した。なお、陽極酸化処理材の面分析において、S はほとんど認められなかった。これら結果より、染色処理による皮膜表面の発色は、最表層へ Remazol が浸透することに起因すると考えられる。

4. まとめ

本研究では、マグネシウム合金の陽極酸化皮膜に対する反応染料を用いた染色処理を試み、得られた試料の色彩、反射率、および皮膜断面を調査した。ここで得られた結果は、下記の通りである。

- 1) Remazol を用いて、陽極酸化皮膜を染色することに成功した。また、染料濃度が 4.0 g/L の染浴において、皮膜表面は極めて黒に近かった。
- 2) 染色した試料は、広範囲の可視光領域にて低い反射率を示した。
- 3) 染色処理を施した陽極酸化皮膜の最表層より、Remazol に含まれる S を検出したことから、皮膜表面の発色は、Remazol が最表層へ浸透することが原因であると推測される。

参考文献

- 1) 中野賢三, 古賀弘毅, 蔭山和宏, 大和洋吉, 御船隆. マグネシウム合金の黒色化成処理における L-システイン添加の効果. 福岡県工業技術センター研究報告. 2020, Vol. 30, p.41-44.
- 2) Kenji HARA. Dyeing and Light Fastness of Aluminium. Journal of the Surface Finishing Society of Japan. 2010, Vol. 61, no. 11, p.743-746.
- 3) 今田邦彦. 染色技術者のための染料科学(その 3). 繊維機械学会誌. 2002, Vol. 55, no. 3, p.119-126.
- 4) 日本色研事業(株). マンセルシステムによる色彩の定規 拡充版. 2008.

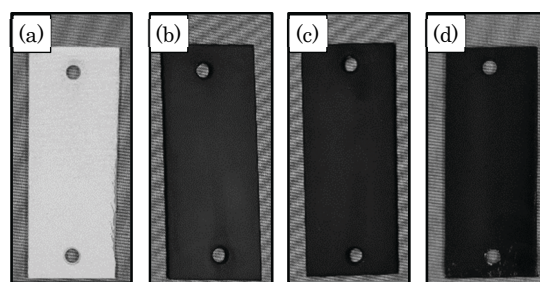


図 2 試料の外観写真
(a)陽極酸化処理材 (b)1.0 g/L (c)2.0 g/L (d)4.0 g/L

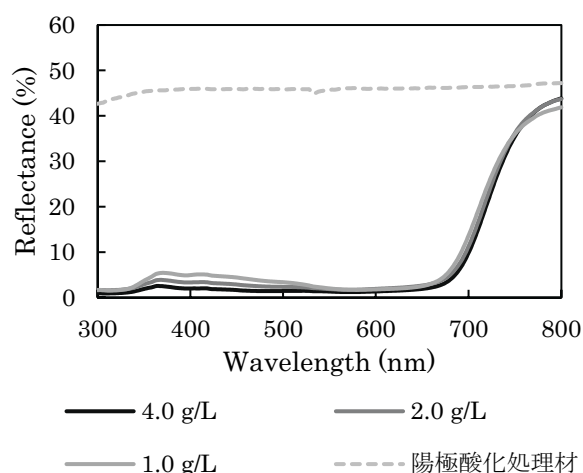


図 3 陽極酸化処理材の反射率に及ぼす Remazol 濃度の影響

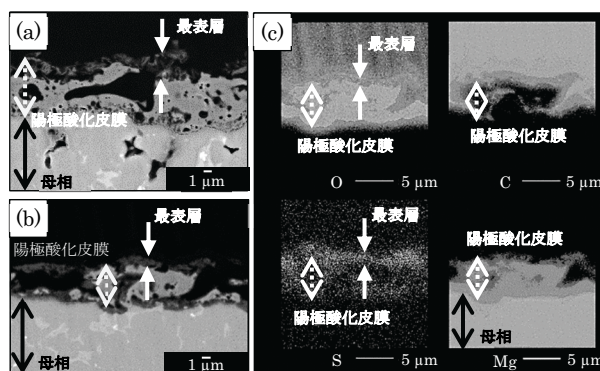


図 4 断面観察の結果 (a) 陽極酸化処理材 (b) 4.0 g/L (c) 4.0 g/L 面分析結果

スマート鍛造プロセスを適用した クロムモリブデン鋼の被削性評価技術

Machinability-Evaluation Method of Cr-Mo Steel Applied with Smart-Forging Process

余田裕之・築山訓明・内田清¹・林祥次¹

Hiroyuki YODEN, Kuniaki TSUKIYAMA, Kiyoshi UCHIDA and Shoji HAYASHI

キーワード スマート鍛造プロセス / 主分力 / ヒストグラム / 工具摩耗 / 加工面性状
KEY WORDS Smart-Forging Process / Principal Force / Histogram / Tool-Wear / Surface Properties

1. はじめに

自動車用鍛造品には、強靱性・耐疲労性と同時に、被削性（工具寿命・加工面性状）・寸法や形状の精度が求められている^{1,2)}。これらの性能を満たすため、従来のプロセスでは、鍛造後再加熱し、焼準処理を行っている³⁾。しかし鍛造と熱処理の2回の加熱は時間・設備・資源・環境負荷などの面から非効率であった。

そこで株式会社川上鉄工所と岡山県工業技術センターは共同でスマート鍛造プロセスに関する研究・開発を行ってきた^{4,6)}。スマート鍛造プロセスとは、連続熱処理炉で1度の加熱で鍛造と熱処理を行うことによって、要求される上記の機械的性能を低コスト・高効率で実現する技術である。

これまでの研究では、本プロセスが与える金属組織への影響について検討を行ってきた^{7,8)}が、その被削性については詳細に検討していなかった。

そこで本報告では、スマート鍛造材（S材）と従来プロセスで作製した焼準材（N材）を被削材として、NCフライス盤を用いたミリング加工実験を実施し、主分力・加工面性状・工具摩耗の観点から被削性の評価を行った⁹⁾。その際、得られる主分力は断続的であり、その詳細な解析手法についてはあまり多く研究されていなかったため、その解析手法についても報告を行う。

2. 実験方法

表1に被削材と加工条件を示す。本研究では工具摩耗の差を明確にするため、ノンコート超硬工具を用いてドライ加工試験を行った。また、主分力の解析を簡単にするため、工具ホルダには1つのみ工具チップを取付けた。

図1に実験装置を示す。NCフライス盤（エンシェウ製、SEV-DX）のテーブル上に切削動力計（Kistler製、9257B）を設置し、その上に取付けた3爪チャックで円筒状の被削材を固定した。被削材は熱処理履歴の異なる各3種類（S1、S3、S6、N1、N3、N6）を用いた。また、各ブリネル硬さHBはS1:151、S3:167、S6:181、N1:204、N3:172、N6:179であった。加工はテーブルを左から右へ送り、被削材の上面

を加工する工程を1パスとして、20パス行った。

次に、主分力の解析方法について説明する。図2に本研究で得られた主分力を工具3回転分程度まで時間的に拡大して示す。ミリング加工は断続切削のため、エアカット中の主分力は0である。このことから、単純な平均値では、図中の点線で示したように、かなり低い値となる。そのため、1パス中の主分力を代表した値とは言えない。そこで、本研究では1パス中の被削性を高い信頼性をもって評価するため、そのヒストグラムから得られる最頻値（図中の一点鎖線）を用いることとした。この値は、主分力の最大値に近い値となることから、1パス中の被削性を十分に示すと考えられる。

なお、被削材の加工面性状は、走査型白色干渉計（zygo製、Nexview NX2）を用いて、20パス加工した後の被削材の中心を3.1×3.1mmの領域で測定した。また、20パス加工した後の工具の逃げ面摩耗幅V_Bの計測にはレーザ共焦点顕微鏡（オリンパス製、LEXT OLS-4000）を利用した。

表1 被削材と加工条件

被削材	クロムモリブデン鋼 ($\phi 46 \times 75$, S1, S3, S6, N1, N3, N6)
工具	ノンコート超硬工具 UX30 (SPEN423TN)
切削速度	224 m/min.
主軸回転数	713 rpm.
送り速度	50 mm/min. (=0.07 mm/tooth)
切込み量	2 mm×20 パス
切削油	なし(ドライ)

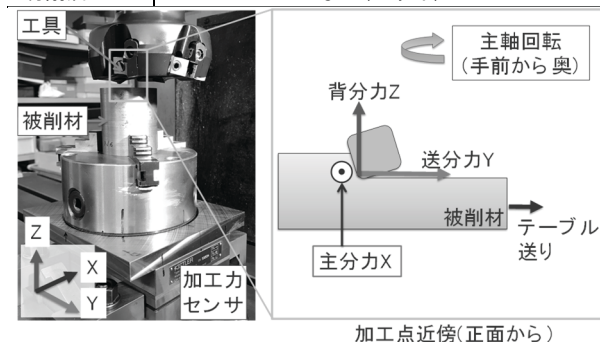


図1 フライス盤での加工実験の様子

1: (株)川上鉄工所

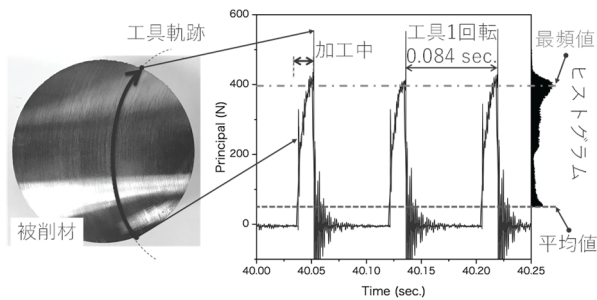


図2 主分力とヒストグラムを利用した解析方法

3. 結果と考察

図3に加工パスに対する主分力の最頻値を示す。N材は一樣に増加傾向であるのに対し、S材は概ね横ばいであることが分かった。その結果、加工初期ではN材の主分力が低いものもあるものの、13パス以降は、全てのN材の主分力が全てのS材の主分力を上回ることが確認できた。

図4に20パス加工後の表面粗さRzおよび代表的な加工面性状を示す。S材と比較して、N材のいずれもRzが大きいことが確認できた。このRzの不良は、断面プロファイルと、目視による観察結果が白濁していたといったことから、むしろによるものと考えられる。一方、S材はツールマークが一定で、かつ、断面プロファイルの山や谷も大きく変動していないことから、N材と比較して良好な切削が行われたことが分かった。また、N材の加工面のむしろは1パス目から目視で確認できたことから、自動車用鍛造品に求められる加工面性状の観点からもS材の被削性が良好であると考えられる。

図5に20パス加工後の工具の逃げ面摩耗幅 V_B と代表的な工具観察結果を示す。どちらも逃げ面が主に摩耗する定常的な加工現象であったが、N材と比較してS材の工具摩耗が約半分であることが確認できた。主分力の増加傾向も含めて検討すると、N材を加工した場合、工具摩耗の進行が早く、これが工具摩耗幅の差として現れたと考えられる。

また、図3の傾向から、今回実験を行っていない20パス以降では、この工具摩耗の差はより拡大していくと考えられる。工具摩耗は製品の寸法・形状精度にも影響を与える¹⁰⁻¹¹⁾ことから、S材の方がこれらの性能も優れていると思われる。

4. まとめ

本研究では、スマート鍛造材の被削性について、ミリング加工実験を行い、その際の主分力・加工面性状・工具摩耗の観点から検討を行った。実験の結果、従来プロセスで作製したN材と比較して、S材が良好な被削性を示すことが確認できた。

参考文献

- 1) 内田清, TMCP によるギアシャフト鍛造品の材質制御技術(スマート鍛造プロセス)の開発(第1報), JFA, APRIL, No.58 (2017)
- 2) 内田清, TMCP によるギアシャフト鍛造品の材質

制御技術(スマート鍛造プロセス)の開発(第2報), JFA, JULY, No.59 (2017)

- 3) 横山明宜, 「元素から見た鉄鋼材料と切削の基礎知識」, 日刊工業新聞社 (2012)
- 4) 肌焼鋼用の熱間鍛造品の製造方法, 特願 2010-294734
- 5) 鍛造物及びその製造方法, 特願 2013-27282
- 6) 温度調節装置, 特願 2013-027281
- 7) 築山訓明, 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)
- 8) 築山訓明, 岡山県工業技術センター報告 (2021)
- 9) 余田裕之, 2022 年度精密工学会春期大会学術講演会公演論文集, p33-34 (2022)
- 10) 狩野勝吉, 「難削材・新素材の切削加工ハンドブック」, 工業調査会 (2002)
- 11) 余田裕之, 岡山県工業技術センター報告 (2019)

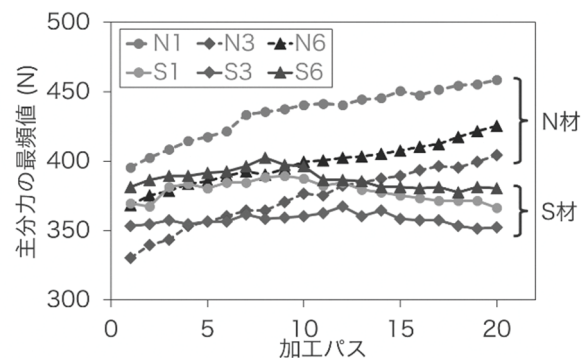


図3 加工パスに対する主分力の最頻値変化

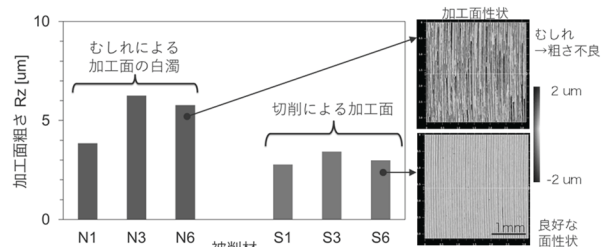


図4 加工面粗さRzと加工面性状

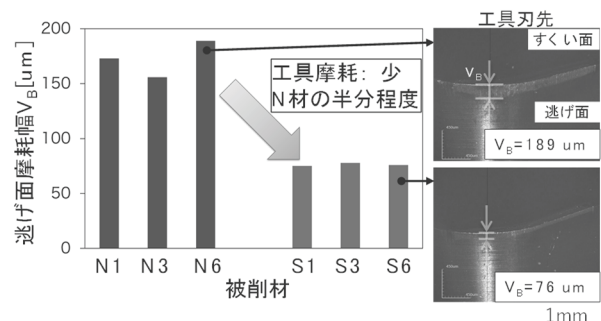


図5 加工後の工具の逃げ面摩耗幅 V_B と工具刃先

垂直入射吸音率測定における緩支持の影響の補正方法

Correction method of normal-incidence sound absorption measurement in the case of using loosely-supporting impedance tube

眞田 明・藤本 望夢・中川 博¹

Akira SANADA, Nozomu FUJIMOTO and Hiroshi NAKAGAWA

キーワード 垂直入射吸音率測定 / 緩支持法 / 有限要素法 / 8 マイクロホン法

KEY WORDS Normal-incidence sound absorption coefficient measurement / Loosely-supporting impedance tube measurement / Finite element method / Eight-microphone method

1 はじめに

吸音材料の吸音性能の評価には、残響室法吸音率と垂直入射吸音率の2つが主に用いられる。残響室法吸音率は、残響室を用いて測定され、あらゆる方向から音波が材料に入射する際の吸音性能を表すが、10~12 m²と大きな試験体を必要とする¹⁾。これに対して、垂直に音波が入射する際の吸音性能を表す垂直入射吸音率の測定には音響管が用いられ、比較的小さいサイズの試験体（一般に直径100 mmや30 mm程度の円柱状）で測定可能である²⁾。このため、吸音材料開発時の性能評価などに広く用いられている。

ただし、垂直入射吸音率測定では音響管を用いるために、材料によっては材料骨格の曲げ振動が吸音特性に影響する問題がある。このことから、曲げ振動の影響を低減するために、試験体ホルダ部分の径を音響管より若干大きくして試験体を挟み込む緩支持法が提案されている。しかしながら、緩支持法を適用した場合、管径が一部分大きくなることから、測定結果に影響があることが知られている。

本研究では、垂直入射吸音率測定における緩支持部での管断面積の変化による影響を補正する方法について検討を行った。この断面積変化の影響は高周波数ほど大きいと考えられることから、著者らがこれまでに開発した高周波数まで垂直入射吸音率の測定が可能な8マイクロホン法³⁾においては、断面積変化による影響がより問題となると考えられる。断面積変化の補正法については、これまでも木村ら⁴⁾によって、特性インピーダンス、伝搬定数、および等価実効密度、等価体積弾性率の補正法が提案されている。本研究では、同様の手法を用い、試験体表面の比音響インピーダンスおよび吸音率への影響の補正方法について検討した。また、8マイクロホン法における補正の効果について計算シミュレーションにより検証した。以下に結果を示す。

2 理論

図1に緩支持法を採用した音響管の模式図を示す。音響管の断面積は S_1 、緩支持部の断面積は S_s とし、試験体の厚みを d 、空気層の深さを L とする。

多孔質吸音材の背後に空気層を設けた場合（緩支持なし）の試験体表面の比音響インピーダンス Z は次式で表される⁵⁾。

$$Z = Z_c \frac{-iZ_b \cot kd + Z_c}{Z_b - iZ_c \cot kd} \quad (1)$$

ただし、 Z_c は材料の特性インピーダンス、 k は材料中の波数で伝搬定数 γ と $k = -i\gamma$ の関係がある。 Z_b は材料背面の比音響インピーダンスを表し、空気層を設ける今の場合、次式で表すことができる。

$$Z_b = -iZ_0 \cot k_0 L \quad (2)$$

ここで、 Z_0 は空気特性インピーダンス、 k_0 は空気中の波数である。

式(1)から分かるように、試験体表面の比音響インピーダンスは、空気層の比音響インピーダンス Z_b （試験体裏面における比音響インピーダンス）に対して単純な関係にはなっておらず、試験体の特性インピーダンスと伝搬定数によって影響を受ける。つまり、空気層の断面積変化によるインピーダンス変化が材料表面の比音響インピーダンスに与

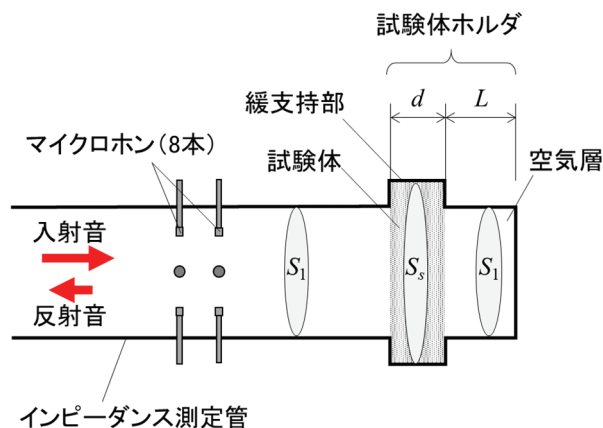


図 1：緩支持法の概要

¹ 日本音響エンジニアリング(株)

える影響は、測定対象の材料によって異なる。したがって、空気層部分の断面積変化による影響の補正には、試験体自体の特性インピーダンスと伝搬定数が必要となる。

このことから、まず、断面積変化を考慮して材料の特性インピーダンス、伝搬定数を求め、その結果から垂直入射吸音率を算出する方法を検討した。特性インピーダンスおよび伝搬定数の算出には、2Cavity法⁹⁾を用いる。2Cavity法では、1つの試験体に対して、空気層を2条件変えて測定し、その際の試験体表面の比音響インピーダンスの測定結果から、両者を算出する。2Cavity法における緩支持の影響の補正方法については、木村らが緩支持部の断面積変化を考慮した方法を提案しており⁴⁾、彼らの求めた式から補正された特性インピーダンス Z_c と伝搬定数 γ は次式で記述することができる。

$$Z_c = \frac{S_s}{S_1} \sqrt{\frac{Z_1 Z_2 (Z_{b1} - Z_{b2}) - Z_{b1} Z_{b2} (Z_1 - Z_2)}{(Z_{b1} - Z_{b2}) - (Z_1 - Z_2)}} \quad (3)$$

$$\gamma = \frac{1}{2id} \ln \left(\frac{Z_1 + Z_c}{Z_1 - Z_c} \frac{Z_{b1} - Z_c}{Z_{b1} + Z_c} \right) \quad (4)$$

ただし、 Z_1 、 Z_{b1} は、それぞれ1つ目の空気層の条件による試験体表面の比音響インピーダンス、および空気層の比音響インピーダンスである。また、 Z_2 、 Z_{b2} は、それぞれ2つ目の空気層の条件による試験体表面の比音響インピーダンス、および空気層の比音響インピーダンスである。

式(3)、(4)を文献⁹⁾の2Cavity法で得られる特性インピーダンスおよび伝搬定数の式と比較すると、次式の関係があることが分かる。

$$Z_c = \frac{S_s}{S_1} Z'_c \quad (5)$$

$$\gamma = \gamma' \quad (6)$$

ただし、 Z'_c 、 γ' は、それぞれ緩支持時に補正を行わず求めた特性インピーダンスおよび伝搬定数である。つまり、補正した特性インピーダンスは補正を行わずに求めた値の S_s/S_1 倍であり、また、伝搬定数は管断面の変化には影響を受けず、補正の必要がない。このことから、補正された試験体表面の比音響インピーダンス Z は、式(5)および式(1)より、

$$Z = \frac{S_s}{S_1} Z_c \frac{-iZ_b \cot kd + \frac{S_s}{S_1} Z'_c}{Z_b - i \frac{S_s}{S_1} Z'_c \cot kd} \quad (7)$$

となる。したがって、式(7)を用いることで、緩支持を行った状態で補正せずに計測した特性インピーダンスと伝搬定数により、本来の(緩支持を行っていない状態の)試験体表面の比音響インピーダンスを求めることができる(任意厚さ材料、空気層の試験体について算出可能)。

反射率 R は、試験体表面の比音響インピーダンス Z より、次式により求めることができる。

$$R = \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} \quad (8)$$

そして、垂直入射吸音率 α は次式で求められる。

$$\alpha = 1 - |R|^2 \quad (9)$$

3 計算シミュレーション

前章の方法の有効性について検証するため、有限要素法による数値解析を行った。試験体は厚さ20 mmのメラミン樹脂フォームとした。音響管の解析モデルを図2に示す。音響管は8マイクロホン法³⁾による測定を模擬したモデルとした。マイクロホンの位置に観測点(8点)を定義し、その位置の音圧を計算した。また、音響管の直径は100 mmとし、緩支持部の直径は106 mmとした。なお、試験体として定義したメラミン樹脂フォームは、緩支持の影響についてのみ検討するため、骨格は振動しない(Rigid)と考え、Johnson- Champoux- Allardモデルを用いてモデル化を行った。

空気層20 mmと空気層40 mmの2つの場合について計算を行い、8マイクロホン法によって、材料表面の比音響インピーダンスを算出した。その2つの比音響インピーダンスから、材料の特性インピーダンスおよび伝搬定数を2Cavity法により算出した。

空気層20 mmの場合と空気層40 mmの場合の材料表面の比音響インピーダンスの計算結果をそれぞれ図3、図4に示す。比音響インピーダンスは、緩支持の場合、緩支持がない場合と比較して、絶対値が小さくなっている。これは断面積変化の影響である。また、約4,000 Hz以上の帯域で細かい乱れが見られる。これは、緩支持部の影響により、高次の音響モードである(0, 1)モードが発生したと考えられる。これらの結果を用いて算出した特性インピーダンスの結果を図5に示す。図5には、緩支持なしの場合、緩支持の場合(補正なし)、緩支持の断面積変化を補正した場合の結果を示す。結果を見ると、緩支持の場合(補正なし)は、特性インピーダンスの絶対値が小さく算出されることが分かる。これに対して補正を行うと、概ね緩支持なしの場合の特性インピーダンスに一致していることが分かる。

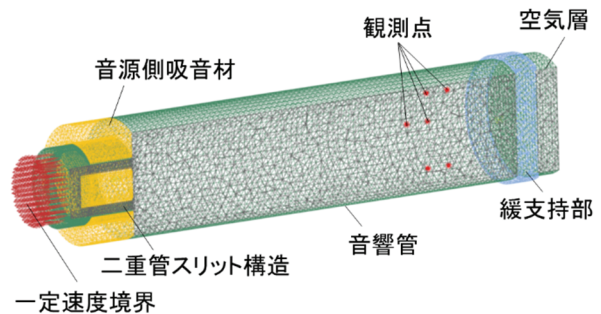


図2：有限要素計算モデル（断面図）

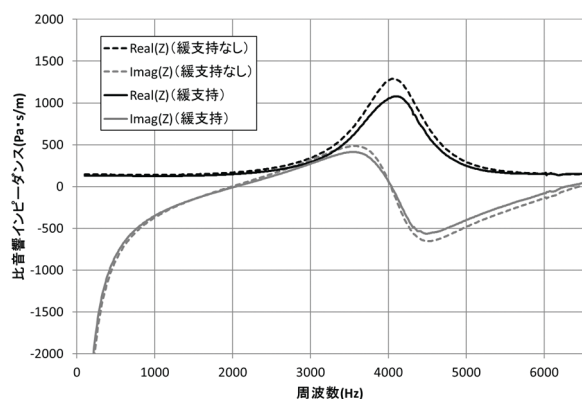


図 3：比音響インピーダンス計算結果
(空気層 20 mm)

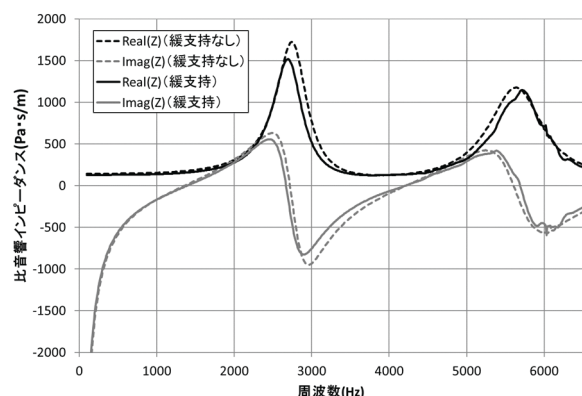


図 4：比音響インピーダンス計算結果
(空気層 40 mm)

図6に垂直入射吸音率の計算結果を示す。結果は、厚さ20 mmのメラミン樹脂フォームについて、空気層40 mmを設けた場合である。結果を見ると、約4,000 Hz以上の周波数で、(0, 1)モードの影響による乱れが見られるものの、それ以下の周波数帯域においては、緩支持を行った場合でも緩支持なしの場合に近い吸音率が得られていることが分かる。

4 おわりに

垂直入射吸音率測定において緩支持法を適用した際の管断面積変化の影響を補正する方法について理論的に検討し、8マイクロホン法の場合について計算シミュレーションにより補正の効果を明らかにした。直径100 mmの音響管では、2マイクロホン法の場合、測定上限周波数は約2,000 Hz、8マイクロホン法の場合、約5,800 Hzである³⁾。8マイクロホン法において緩支持を適用すると、4,000 Hz以上では緩支持部での(0, 1)モードの発生により吸音率の測定結果に乱れが生じるものの、補正を行うことで2マイクロホン法よりも高い周波数帯域まで、より正確な吸音率の測定が可能となることが分かった。今後、実験による確認を実施する予定である。

参考文献

- 1) JIS A1409:1998.残響室法吸音率の測定方法。
- 2) JIS A1405-2:2007.音響管による吸音率及びイ

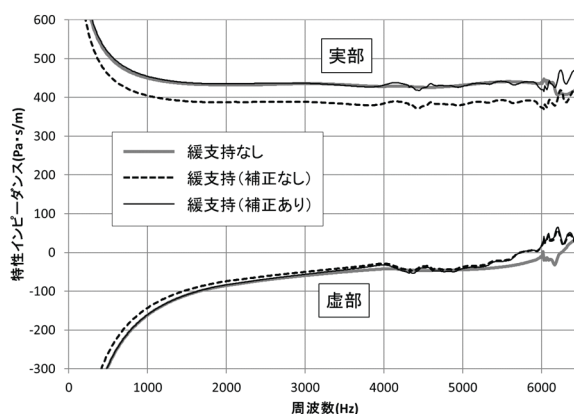


図 5：特性インピーダンス計算結果
(メラミン樹脂フォーム)

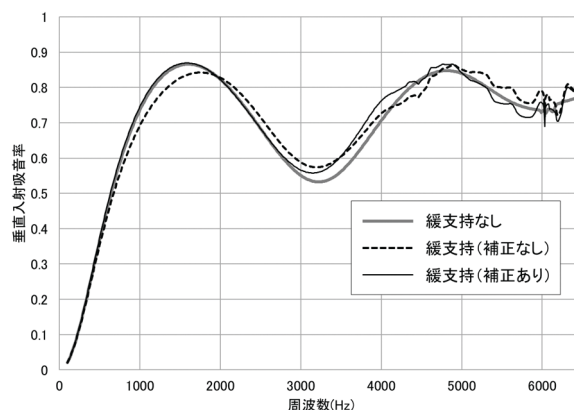


図 6：垂直入射吸音率計算結果
(メラミン樹脂フォーム空気層 40mm)

ンピーダンスの測定—第2部：伝達関数法。

- 3) Sanada, A.; Nakagawa, H. Extension of frequency range of the eight-microphone method in normal-incidence sound absorption coefficient measurement by eliminating influence of the first radial mode. *Acoust. Sci. & Tech.* 2021, 42 (3), p. 125-133.
- 4) 木村正輝, 佐藤利和, 山口道征. “各種多孔質材料の音響特性-(第 63 報) 29φ音響管による緩支持法音響管計測-”, 日本音響学会講演論文集. 2016-3-9/11. 日本音響学会, 2016, p. 1069.
- 5) Allard, J. F.; Atalla, N. *Propagation of sound in porous media*. 2nd ed., John Wiley & Sons, 2009, 18p.
- 6) Utsuno, H.; Tanaka, T.; Fujikawa, T.; Seybert, A. F. Transfer function method for measuring characteristic impedance and propagation constant of porous materials. *J. Acoust. Soc. Am.* 1989, 86 (2), p. 637-643.

打撃試験による締め付けトルク不良検出に関する研究

Research on detection of tightening torque failure by impact test

辻 善夫・眞田 明・藤本 望夢・村上 浩二¹

Yoshio TSUJI, Akira SANADA, Nozomu FUJIMOTO, Koji MURAKMI

キーワード パワースペクトル / ハンマリング / 異常検知 / 締め付けトルク

KEY WORDS Power spectrum / Hammering / Defect detection / Tightening torque

1 はじめに

筐体内にセンサが存在する電子・電気機器の多くは、センサを搭載した基板をネジ等で筐体に固定している。振動の大きさに応じて出力値が変動する加速度センサやひずみセンサ等を搭載している際には、基板の締め付けトルクが不十分な場合、振動伝達特性が変化し、正しいセンサ値を得られない恐れがある。トルク管理を行えば、この種のトラブルは回避できるが、トルク管理以外の方法で簡易に基盤の取り付け状態を管理することが可能であれば有益であると考えられる。

供試体に加えた加振力を入力、供試体の任意点の振動加速度を出力とした際の入出力信号を同期収録すれば周波数伝達関数が算出でき、固有振動数、減衰、位相を算出可能である。さらに供試体の複数点に対して周波数伝達関数を算出する実験モード解析を実施すれば、各モードの振動モード形状が明らかとなり¹⁾、振動伝達特性の変化の検出に有効である。そのため、ボルト軸力がボルト曲げモードの固有振動数に与える影響に注目して、ボルト緩みを検出する研究²⁾などが行われている。

しかしながら、製品内部のセンサ信号を直接計測することが困難である等の理由により、入出力信号の同期計測ができない場合には位相の計測ができず、振動モード形状を算出することができない。ただし、入出力信号のパワースペクトルを算出してそれらの比を求めれば、周波数応答関数の振幅を得ることができ、固有振動数、減衰の算出が可能である。

本報告では、筐体内部の基板に加速度センサを搭載する振動計測器において、筐体をインパルスハンマで加振した際に計測した非同期入出力信号を用いて固有振動数、減衰を算出し、それらから基板締め付けトルクの異常を検出する手法について検討した。以下にその内容を報告する。

2 実験システム

2.1 実験システムの構成

図1に実験に用いた供試体の内部構造イメージを示す。加速度センサが搭載された基板はM2ボルト（ナベ頭、スチール製、標準締め付けトル

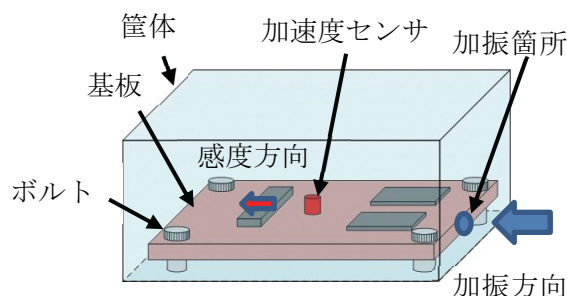


図 1 実験系のイメージ

ク:18cNm)で筐体に固定されている。筐体側面を加速度センサの感度方向と一致する方向（水平方向）にインパルスハンマで加振した。ここで、加速度センサ出力電圧データと加振力データは別の計測器で測定されるため、データ間の同期はとれていない。サンプリング周期は加速度については44.1kHz、加振力は52.1kHz、収録データ長は加速度については30ms、加振力は7.9msである。

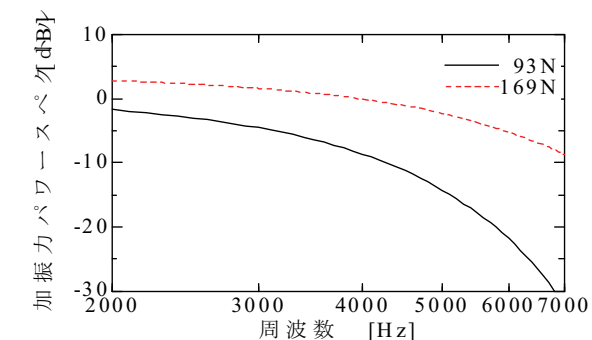
2.2 加振力ー加速度センサの出力比に関する検討

締め付けトルクを18cNmとし、試行を複数回行った際の加振力および加速度センサ出力電圧のパワースペクトルを図2に示す。加振力の最大値が93Nの場合を黒実線、169Nの場合を赤点線で示す。図2(b)に示す加速度センサ出力電圧のパワースペクトルにおいて、共振周波数と考えられるピーク周波数は両試行において概ね一致しているが、パワースペクトルの大きさや形状は一致しなかった。これは、図2(a)に示すように試行ごとに加振力パワースペクトルが異なるためであり、加速度センサ出力電圧のパワースペクトルのみで供試体の振動伝達特性を評価することは困難であることが分かる。

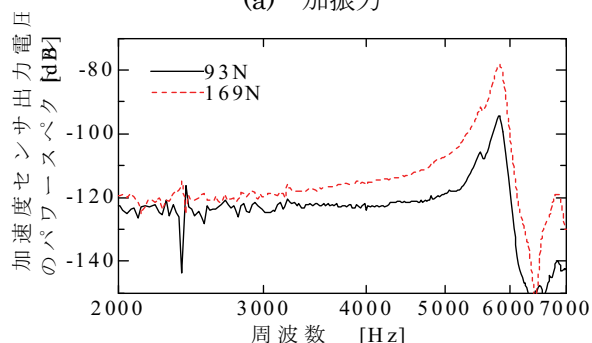
図3に、加速度センサ出力電圧のパワースペクトルを加振力パワースペクトルで除した値（以下、加振力ー加速度センサの出力比）を示す。なお、周波数分解能を加速度センサ出力電圧のパワースペクトルのものと揃えるため、加振力パワースペクトルにおいて内挿処理を行った。図より、加振力ー加

¹ (株)山本金属製作所

速度センサの出力比は加振力の大きさにらず、広い周波数帯域において同形状となり、供試体の振動伝達特性を示す指標として有効であることを確認した。



(a) 加振力



(b) 加速度センサの出力電圧

図2 パワースペクトル

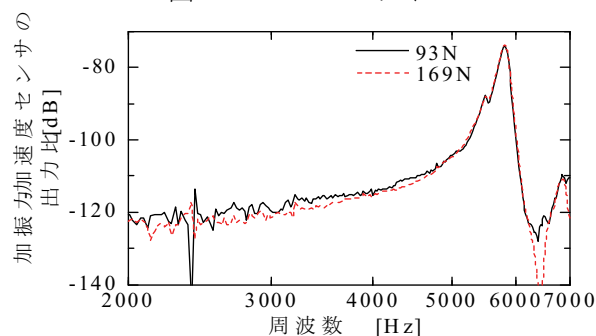


図3 加振力-加速度センサの出力比

2.3 締め付けトルクが振動伝達特性に与える影響

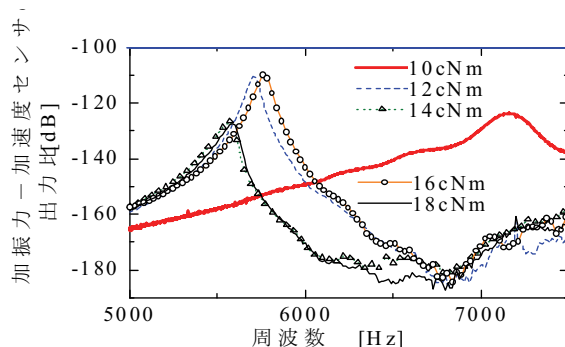
基板締め付けトルクが供試体の共振周波数、減衰に与える影響を検討するため、締め付けトルクを10,12,14,16,18cNmに設定した後、ハンマリングした際の加振力-加速度センサの出力比を算出した。ハンマリングの試行回数は各5回である。

図4(a)に加振力-加速度センサの出力比、図4(b)、図4(c)に加振力-加速度センサの出力比から算出した固有周波数、減衰を示す。ここで、固有周波数、減衰は、M2ボルトに対する標準締め付けトルクである18cNmの場合の各値で除して正規化を行った。締め付けトルクが10cNmの場合、標準締め付け状態に比べ固有周波数が約1.3倍、減衰が約2.1倍となり、締め付けトルクが12cNm以上の場合との差異が大きい。これは、筐体への基板の締め付けが不十分となり、標準締め付け状態とは異なる振動モードが

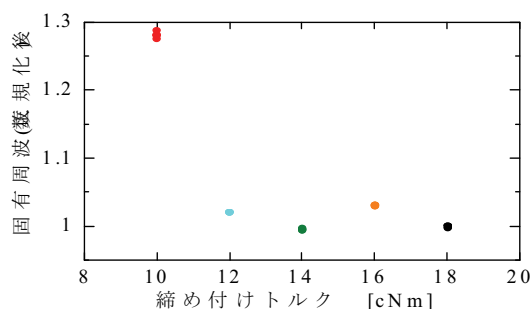
生じたことが予想される。このような振動モードの一つとして、軽量の基板が筐体と一体とならずに単体で振動し、基板と筐体との摩擦が増大するモードが考えられる。これらのことから、実験に用いた供試体においては、締め付けトルクは少なくとも12cNm以上必要であると考えられる。

3 まとめ

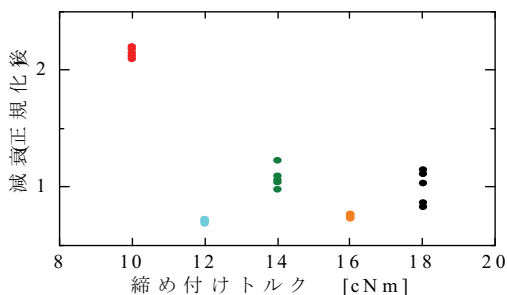
筐体に加わる振動に応じた値を出力するセンサ等を含蔵する計測器において、簡易的にネジの締め付けトルク異常を評価する手法を検討した。打撃試験によって得られる加振力-加速度センサの出力比に注目した結果、加振力-加速度センサの出力比から算出した固有振動数や減衰の、簡易的な締め付けトルク不良指標値としての可能性を示した。



(a) 加振力-加速度センサの出力比



(b) 共振周波数



(c) 減衰

図4 加振力-加速度センサの出力比に締め付けトルクが与える影響

参考文献

- 1) 長松昭男, モード解析入門, コロナ社, 2012
- 2) N.Hosoya, et al: Measurement, 162, 107914 (2020)

加速度信号からの構造物に作用する力とトルクの推定

Estimation of force and torque on a structure from acceleration signals

藤本 望夢・辻 善夫・眞田 明・村上 浩二¹

Nozomu FUJIMOTO, Yoshio TSUJI, Akira SANADA, Koji MURAKAMI

キーワード 入力同定 / 振動 / 回転工具

KEY WORDS Input identification / Vibration / Rotating tool

1 はじめに

エンドミルによる加工時の振動を利用した予知保全や異常検知のために、回転工具のホルダ内に加速度センサを配置した装置が開発されている¹⁾。この装置は並進および回転方向の加速度信号のセンシングが可能であるが、さらに加工時の切削力やトルクのセンシングができれば、異常原因の解明など異常検知の高度化が期待できる。このことから、我々は加速度信号から回転中の構造物先端に加わる力やトルクを推定する手法の開発に取り組んでいる^{2,3)}。さらに、回転中の構造物に作用する力やトルクの推定が可能になると、風力タービンのプロペラに生じる突風やバードストライクによる衝撃力、電車や車の車軸に生じるロードノイズの推定など様々な分野への応用が期待される⁴⁾。

本報告では、加速度信号から構造物に作用する力とトルクを時間領域で推定する手法を提案し、基礎的検討として静止した円柱片持ちばりに作用する加振力の推定を行った。

2 実験方法

2.1 提案する推定手法

構造物先端にかかる加振力を入力、加速度応答を出力とした線形システムを考えた際に、加速度信号から加振力を推定することは、出力から入力を推定する逆問題となる。また、断面寸法が長さ比べて小さいとき、曲げ振動とねじり振動は分離できるため、X方向の力とY方向の力およびトルクはそれぞれ独立した単入力単出力の線形システムとみなせる。したがって、それぞれの逆システムのインパルス応答を求め、これと加速度センサ値と畳み込むことによりXとY方向の力およびトルクの推定値が得られる。ここで、逆システムのインパルス応答を逆フィルタとする。

図1のように加速度センサは配置されており、4つの加速度センサ値の加算と差分演算により並進および回転方向の加速度信号を取得する。

次に、入出力信号から逆フィルタを時間領域で算出する方法について述べる。線形システムにおいて入力 $F(n)$ は、式(1)のように逆フィルタ h_{inv} と出

力 $a(n)$ の畳み込み形式で表せる。ただし、 $n < 0$ のとき $a(n) = 0$ である。

$$F(n) = \sum_{\tau=0}^{M-1} a(n-\tau)h_{inv}(\tau) \quad (1)$$

入出力信号のデータ数はN組、逆フィルタの係数はM個とする。式(1)の時系列信号をマトリクス表示し、最小二乗法を適用して h_{inv} について解くことで逆フィルタが求められる⁵⁾。

$$h_{inv} = (A^T A)^{-1} A^T F \quad (2)$$

ここで、 h_{inv} は逆フィルタの係数ベクトル ($M \times 1$)、 F は入力信号からなるベクトル ($N \times 1$)、 A は出力信号で構成される行列 ($N \times M$) であり、次式で表される。

$$\begin{cases} h_{inv} = [h_{inv}(0) \ h_{inv}(1) \ \cdots \ h_{inv}(M-1)]^T \\ F = [F(0) \ F(1) \ \cdots \ F(N-1)]^T \\ A = \begin{bmatrix} a(0) & 0 & \cdots & 0 \\ a(1) & a(0) & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & & \vdots \\ a(N-1) & a(N-2) & \cdots & a(N-M) \end{bmatrix} \end{cases} \quad (3)$$

以上より、本研究ではXとY方向の力およびトルクに関して、それぞれ逆フィルタを算出する。

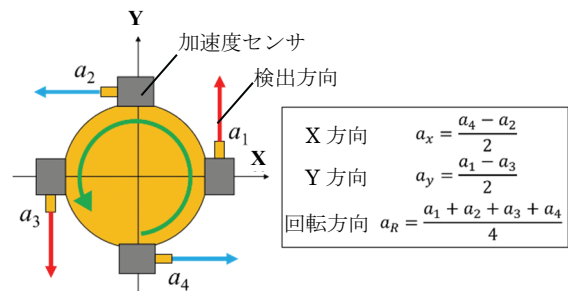


図1 加速度信号の検出と算出方法

2.2 実験システム構成

図2は加振力推定の実験システム構成である。実験対象には直径30 mm、長さ400 mmの真ちゅう製の丸棒をブロックに固定した片持ちばりを用いた。図2(a)のように丸棒先端にはインピーダンスヘッドを固定するためのフランジを取り付けており、インピーダンスヘッドと小型加振機は駆動棒を介して接続している。図2(b)は4つの1軸加速度センサ

¹ (株)山本金属製作所

(B&K, 4508B-001)を配置した様子であり、固定端から100 mmの位置に配置した。加振には小型加振機 (B&K, 4809)、力の検出にはインピーダンスヘッド (B&K, 8001) を用いた。計測にはFFTアナライザ (B&K, PULSE 3560D) を用い、サンプリング周波数は4096 Hzとした。なお、信号処理にはMATLAB (MathWorks, ver.2021a) を用いた。

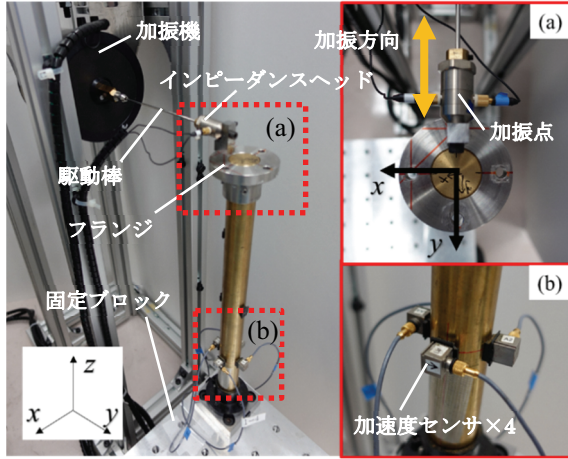


図2 加振力推定のための実験システム

3 結果と考察

入出力信号から逆フィルタを算出し、加振力の推定を行った。逆フィルタは小型加振機によりスイープサイン波形を生成し、インピーダンスヘッドの力信号を入力、加速度センサ信号を出力として式(2)から算出したものを用いた³⁾。また、スイープサイン波形は1 Hzから2000 Hzの周波数範囲のものを用いた。

推定する力信号には、工具刃物が被削材に接触時の信号を模擬したハーフサイン信号 (500 Hz) を使用した。ここで、2.2節の実験システムで真ちゅう丸棒が工具、加振点が被削材に対応している。図3に加振点と推定目標となる測定値の算出式を示す。ここで、 F_{exp} はインピーダンスヘッドで計測した力、 θ_r は力の作用方向とX軸のなす角度 (作用角度)、 R はインピーダンスヘッドとフランジを接続する治具の回転中心から丸棒の軸までの距離を示す。ハーフサイン信号は測定開始から0.1秒後に印加し、測定時間は3秒とした。図3の加振点をX軸となす角 45° の方向 (点線矢印) に加振した。この時に取得した加速度信号と逆フィルタを畳み込むことにより、XとY方向の力およびトルクの推定値を求めた。

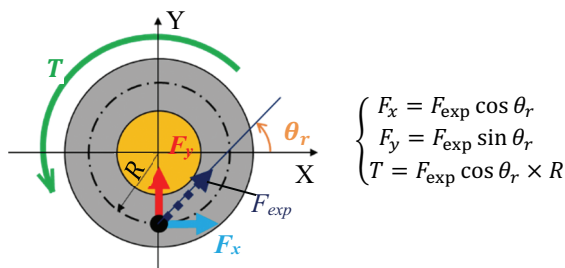


図3 加振方法と推定目標の算出式

図4にハーフサイン波形を入力した際のX方向の力、Y方向の力、トルクの推定値と測定値を示す。0.100から0.101秒のハーフサイン信号を良好に推定できていることを確認した。0.101秒以降に測定値の変動はセンサのノイズであるため、推定の誤差は逆フィルタの算出に用いた入出力信号に含まれるノイズの影響と考えられる。また、これらの誤差は逆フィルタのフィルタ係数の数を最適化することで改善できると考える。さらに、作用角度の推定値は目標値 45.0° に対して 42.4° であった。誤差の要因は駆動棒を介して加振しているため、丸棒の設置による加振方向のずれと考えられる。

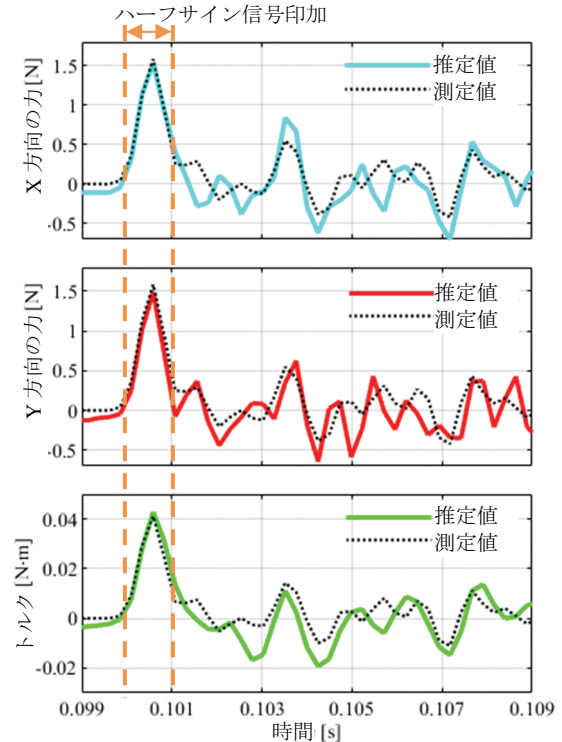


図4 加振力の推定結果

4 まとめ

回転中の構造物に作用する力やトルクを推定することを目的として、入出力信号から算出した逆フィルタと加速度信号を畳み込む手法を提案した。静止した円柱片持ちばりにハーフサイン信号を入力した加振実験より、XとY方向の力およびトルクの推定に加えて、力の作用方向の推定も可能であった。今後は本手法を回転中の構造物に適用し、加振力の推定を行う予定である。

参考文献

- 1) 山本ほか. 砥粒加工学会誌. 2020, 64(2), pp.91-97.
- 2) 辻ほか. 岡山県工業技術センター報告. 2021, 47, p.22-23.
- 3) 藤本ほか. 計測自動制御学会システムインテグレーション部門講演会論文集. 2021, pp.3228-3231.
- 4) K. Maes et al. Mechanical System and Signal Processing. 2016, 77-76, pp.592-611.
- 5) 鈴木ほか. 日本音響学会誌. 1989, 45(1), pp.44-50.

ハロイサイトとリン系難燃剤の併用によるエポキシ樹脂への難燃性の付与

Imparting fire retardancy to epoxy resin by using combination of halloysite and phosphorus fire retardant

甲加 晃一・日笠 茂樹・梅原 智直¹・岡崎 健一¹・城石 知紀¹

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

キーワード ハロイサイト / フィラー / エポキシ樹脂 / 難燃性 / 耐熱性

KEY WORDS Halloysite / Filler / Epoxy resin / Fire retardancy / Heat resistance

1 はじめに

高分子材料の多くは易燃性であるため、通常、難燃剤の添加が必要とされる。高分子材料の難燃剤として、従来、ハロゲン系難燃剤が広く用いられてきた。しかし、ハロゲン系難燃剤は、燃焼時に有毒ガスを発生することから「有害物質の使用禁止令（RoHS指令；2006）」により電気電子機器での臭素系難燃剤の使用が規制された。そのため、臭素系難燃剤等に代わる非ハロゲン系難燃剤としてリン系難燃剤が注目されている^{1,2)}。しかし、リン系難燃剤は高価であること、リン資源は枯渇が懸念されていることから、リン系難燃剤の使用量の減量化が求められている。

これまで著者らは、粘土を構成する粘土鉱物のひとつで、陶磁器や耐火物の原料などに利用されているハロイサイト（ $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 15×1,000 nm, ナノチューブ構造）をフィラーとして熱可塑性樹脂のエチレン-酢酸ビニル共重合体にリン系難燃剤とともに添加することで、それぞれ単独で使用情况よりも難燃性が向上することを見いだした³⁾。また、製品の用途拡大のためには、加熱による物性の変化が起これにくい耐熱性の向上も重要である。

本研究では、電子部品の封止剤として用いられているエポキシ樹脂に対して、リン系難燃剤およびハロイサイトを単独ならびに併用で添加した場合の難燃性および耐熱性について検討した。

2 実験方法

エポキシ樹脂の主剤として、ビスフェノールA型エポキシ（jER828、三菱ケミカル株式会社製）を硬化剤として、4,4'-メチレンジアニリン（MDA、東京化成工業株式会社製）を用いた。有機リン系難燃剤として、9,10-ジヒドロ-9-オキサ-10-フォスファフェナントレン-10-オキサイド（DOPO、東京化成工業(株)製）を用いた（有効リン量約14%）。フィラーとして、ハロイサイト（(株)ファイマテック製、DRAGONITE™）を用いた。表1に、本実験における配合処方の方考え方を示す。ただし、UL94燃焼試験を行い易くするために、基本的なDOPOの配合量は燃焼継続を確認できる2.6 wt%とした。

表1 試料の内訳

略称	内容
Neat	エポキシ樹脂のみ (難燃剤未添加)
基準	Neat + DOPO 2.6 wt% (有効リン量 0.4 wt%)
倍量	Neat + DOPO 5.2 wt% (有効リン量 0.8 wt%)
ハロイ	Neat + ハロイサイト 2.9 wt%
ハロイ併用	Neat + DOPO 2.6 wt% + ハロイサイト 0.4 wt%

表2に、表1の考え方に基づく試料の配合を示す。この配合に基づいて、原料を混合、攪拌した。次に、80℃にて2時間加熱した後、さらに160℃にて2時間加熱してエポキシ樹脂を硬化させた。硬化させた厚さ3 mmの板材から、UL94燃焼性試験、酸素指数（LOI）測定及び示差走査熱量（DSC）測

¹(株)ファイマテック

定用の各種試料を切り出した。

難燃性の評価はUL94燃焼試験（JIS K 6911 5.24.2 B法に準拠した装置）及び酸素指数測定（ON-2 Meter、スガ試験機株式会社製）にて行った。前者は、炎に対して試料を垂直に配置して、試料5個全てに対して、10回の接炎による残炎燃焼時間と無炎燃焼時間を合わせた時間（総燃焼時間）を結果とした。後者は、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を酸素指数として評価した。また、耐熱性の指標として示差走査熱量計（DSC Q200、ティー・エイ・インスツルメント・ジャパン株式会社製）でガラス転移温度（ T_g ）を測定した。この時、昇温速度は $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ とし、2回目の昇温時のプロファイルから T_g を算出した。

表2 試料の配合

	Neat (wt%)	基準 (wt%)	倍量 (wt%)	ハロイ (wt%)	ハロイ併用 (wt%)
jER828	78.7	76.7	74.7	76.5	76.4
MDA	21.3	20.7	20.1	20.6	20.6
DOPO	-	2.6	5.2	-	2.6
ハロイ サイト	-	-	-	2.9	0.4

3 結果及び考察

表3に、総燃焼時間とLOI及び T_g の結果を示す。総燃焼時間は短いほど、LOIは高いほど難燃性が優れており、 T_g は高いほど耐熱性が優れている。

まず、総燃焼時間に係わるUL94燃焼試験の結果について述べる。未添加（Neat）及びハロイサイトのみを添加した試料（ハロイ）は消火しなかったため規格外（難燃性無し）と評価した。DOPOを基準量添加した試料（基準）の総燃焼時間は82秒、DOPOを倍量添加した試料（倍量）の総燃焼時間は70秒であった。一方、DOPOとハロイサイトを併用した試料（ハロイ併用）の総燃焼時間は18秒と著しく短かった。この結果から、エポキシ樹脂においてもDOPOとハロイサイトの併用により難燃性が向上することが示された。

次にLOIの結果について述べる。ハロイのLOIは26.5 %でありNeatの27.0 %と同等の値であった。基準のLOIは32.5 %とNeatよりも増加し、DOPOの添加量を増やすと

LOIは34.5 %まで増加した（倍量）。ハロイ併用のLOIは34.5 %であり、倍量と同等だった。この結果から、ハロイサイトを併用することでDOPOの添加量を削減できることが明らかとなった。

ハロイサイトの内部表面にはアルミノール AlOH^+ （酸点）が存在する。樹脂中に酸点が存在すると燃焼時に樹脂の分解が促進され、難燃性と密接に関係する炭化層（チャー）の形成に寄与するが、低分子量成分の生成は燃焼を促進するという側面もある。これらの相反する作用が同時に働くため、ハロイサイトのみでは難燃性が向上しないと考えられた。DOPOとハロイサイトを併用した場合は、DOPO中のリンが低分子量成分の炭素のチャー化を促進するため、難燃性が向上すると考えられた。

後に T_g の結果について述べる。ハロイの T_g は $154\text{ }^{\circ}\text{C}$ でNeatの T_g である $177\text{ }^{\circ}\text{C}$ よりも著しく低下した。基準の T_g は $168\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、倍量の T_g は $153\text{ }^{\circ}\text{C}$ とDOPOの添加量に依存して T_g は低下した。ハロイ併用の T_g は $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ とNeatの T_g よりも低下するが、倍量の T_g よりも高温であった。このことから、ハロイサイトとDOPOを併用することで、DOPOの問題点だった耐燃性の低下をある程度抑制できることが示された。

表3 難燃性および耐熱性の結果

	Neat	基準	倍量	ハロイ	ハロイ併用
総燃焼時間 (秒)	-	82	70	-	18
LOI (%)	27.0	32.5	34.5	26.5	34.5
T_g ($^{\circ}\text{C}$)	177	168	153	154	160

4 まとめ

エポキシ樹脂/ハロイサイト複合材料の難燃性と耐熱性を評価した。その結果、ハロイサイトとリン系難燃剤を併用すると総燃焼時間は大幅に短縮、LOIは増大するなど難燃性の向上が確認され、リン系難燃剤の添加による T_g の低下は、ハロイサイトとの併用で改善された。

参考文献

- 1) 大槻勝一. リン系縮合型難燃剤の進歩. マテリアルライフ学会誌. 2002, 14(4), p.181-183.

- 2) 清水辰也. ハロゲンフリーイントメッセント系
難燃剤の特長と適用事例. 日本ゴム協会誌.
2019, 92(6), p.218-222.
- 3) 日笠茂樹ほか. ハロイサイトによるプラスチックの難燃性向上. 岡山県工業技術センター報告.
2020, 47, p.27-28.

適応的しきい値処理による弾性率像の2値化

Binarization of elastic modulus map by adaptive thresholding

石田拓也、岩路 仁、中嶋 健¹

Takuya ISHIDA, Hitoshi IWABUKI, Ken NAKAJIMA

キーワード ナノ力学物性 / 原子間力顕微鏡 / 弾性率 / 不均一性 / 2 値化

KEY WORDS Nanomechanical property / AFM / elastic modulus / Heterogeneity / Binarization

1 はじめに

ゴム材料の開発は、ゴムの構造が不明であることから実験先行型の開発手法になることが多い。この開発手法の場合、試行錯誤が必要なことから多くのコストがかかる。この問題を解決するには、ゴムの構造を解明し、理論先行型の開発手法へ転換する必要がある。ゴムの架橋構造は不均一であることは分かっているが、どのような不均一性があるかはいまだ明らかになってない。このような不均一性を解析する手法として、ナノ触診原子間力顕微鏡(AFM)がある。この手法は、カンチレバーの先端にあるナノスケールの探針で試料を変形させ、荷重と変形量の関係(フォースカーブ)を2次元平面で得る手法であり、フォースカーブを試料に適した接触力学モデルにより解析することで弾性率像が得られる。この手法を伸長状態のゴムに適用することで不均一構造が顕在化した弾性率像が得られることが報告されている。ゆえに、伸長下にあるゴムのナノ触診AFM測定で得られる弾性率像から不均一架橋構造の詳細に迫ることができると考えている。

不均一性を有する弾性率像の解析方法として、2値化が挙げられる。一般的な2値化の流れは、最初に、弾性率像をヒストグラムに変換し、ヒストグラムを2成分のガウス分布でカーブフィットする。次に、各分布の交点からしきい値を求める。最後に、しきい値を弾性率像に適用する。この一連の処理により2値化像を得ることができる。しかし、各分布の弾性率が近い場合、重なり合う領域が多くなるため、各分布の中間に位置する領域の2値化があいまいになり、不明瞭な2値化像となる。そこで、適応的しきい値処理に着目した。適応的しきい値処理とは像中の各ピクセル近傍の所定領域における平均値や中央値をしきい値として設定することでしきい値像を構築し、そのしきい値像を用いて2値化する方法である。本研究では、ヒストグラムのカーブフィットによる2値化と適応的しきい値処理による2値化を行い、それぞれの2値化結果を比較した結果を報告する。

2 実験方法

2.1. 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℃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。

2.2. ナノ触診 AFM 測定用試料の作製

ナノ触診AFM測定に影響を及ぼす配合剤を除去するために、架橋ゴムシートをトルエンに浸せきし、23℃で7日間静置した。トルエンは期間中に計5回交換した。トルエンから取り出したシートは風乾後、真空下で24時間乾燥した。シートの切断には、2枚重ねの剃刀(76カミソリ、フェザー安全剃刀(株)製)の間に所定の厚みのスペーサーを挟んだ打ち抜き刀を用いて、長さ30 mm、幅1 mm、厚さ0.3 mmの短冊状試料を得た。短冊状試料をエタノールで洗浄した後、400%伸長した状態で治具に固定することでAFM測定用試料とした。AFM測定用試料は真空下で16時間静置後、測定に供した。

2.3. ナノ触診 AFM 測定

ナノ触診AFM測定は、Nanoscope V Controller、MultiMode 8 (Bruker 社)を用い、試料の $2 \times 2 \mu\text{m}$ (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、押し込み力は2 nNとした。カンチレバーはScanAsyst-Fluid(Bruker 社)を用いた。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²⁾。

2.4. 適応的しきい値処理

適応的しきい値処理による2値化には、プログラミング言語 python の画像処理ライブラリ scikit-imageを用いた³⁾。各画素におけるしきい値の

¹ 東京工業大学

計算範囲は上下左右に15画素の範囲(つまり 31×31 画素)とし、その範囲の平均値をしきい値として、しきい値像を構築した。弾性率像としきい値像の各画素で2値化を行い、2値化像を得た。

3 結果と考察

図1に400%伸長の弾性率像のヒストグラムを示す。ヒストグラムは高弾性率側に歪んだ分布となった。このヒストグラムを2つのガウス分布でカーブフィッティングし、それぞれの分布の交点をしきい値とした。しきい値は5.7 MPaとなった。

図2に弾性率像、ヒストグラムから求めた2値化像、適応的しきい値処理により求めた2値化像を示す。伸長方向は紙面上下方向である。ヒストグラムから求めた2値化像は、弾性率の高い領域と低い領域に分かれてはいるが、中間的な弾性率を示す領域(中間領域)で2値化が機能せず、どちらかの領域に偏った状態となった。そのため、各領域が局在したムラの多い2値化像となった。適応的しきい値処理で求めた2値化像は、中間領域において、弾性率の差がわずかであるにも関わらず、高弾性率領域と低弾性率領域を明瞭に分離することができた。そのため、適応的しきい値処理で求めた2値化像はムラの少ない2値化像となった。

図3にヒストグラムからカーブフィットで求めた分布と適応的しきい値処理で求めた分布を比較した結果を示す。それぞれの分布の最頻値、分率はほぼ同じだった。しかし、分布の形状は2値化方法により異なり、適応的しきい値処理で求めた高弾性率領域の分布の形状は高弾性率方向に歪んだ分布となった。

4 まとめ

弾性率の差の小さい不均一な弾性率分布をもつ弾性率像の場合、適応的しきい値処理による2値化は不均一構造を把握するための有効な手法であると考えられた。しかし、適応的しきい値処理により得られる2値化像は計算範囲や計算方法によって変化する。したがって、中間領域をムラなく分離するための最適な条件を見出すことが重要である。

参考文献

- 1) 野村ほか. ナノレオロジー原子間力顕微鏡と動的粘弾性測定で調べた一軸伸長下の架橋イソプレングムの不均一粘弾性. 日本レオロジー学会誌. 2020, 48(2), p.85-90.
- 2) Fujinami, So. et al. Analytical methods to derive the elastic modulus of soft and adhesive materials from atomic force microscopy force measurements. J. Polym. Sci. B. Polym. Phys. 2019, 57(18), p.1279-1286.
- 3) van der Walt, S. et al. scikit-image: image processing in Python. Peer J. 2014, 2, e453.

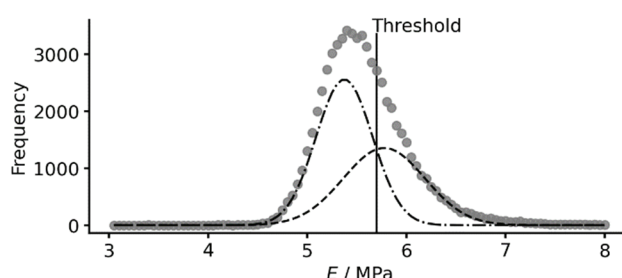


図1 400%伸長ゴムの弾性率像のヒストグラム

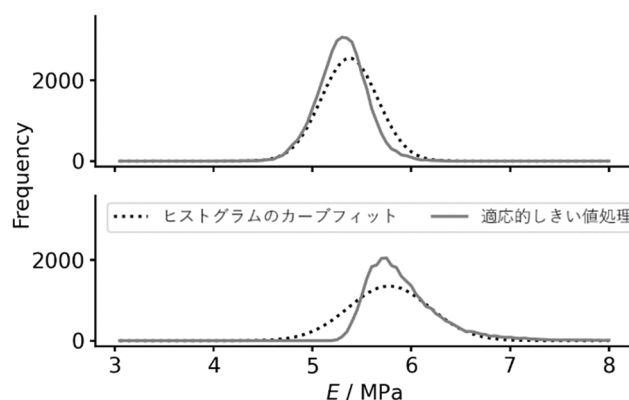


図3 各2値化法で求めた低弾性率成分(上)、高弾性率成分(下)の分布の比較

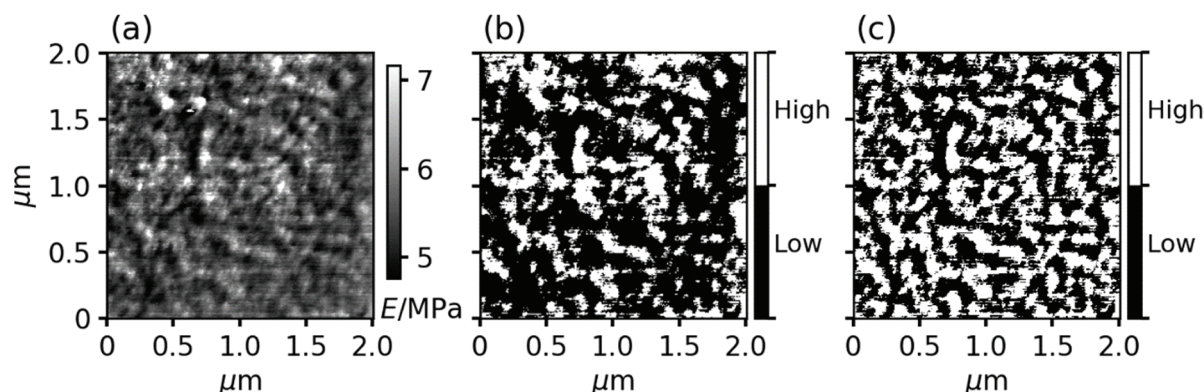


図2 400%伸長ゴムの(a)弾性率像, (b)ヒストグラムによる2値化像, (c)適応的しきい値処理による2値化像

CNF 凍結乾燥のスケールアップ検討

Study on the Scale up for Lyophilization of CNF

幕田 悟史・長谷 朝博¹・遠藤 貴士¹・岩路 仁

Satoshi MAKUTA, Asahiro NAGATANI, Takashi ENDO, Hitoshi IWABUKI

キーワード セルロースナノファイバー / 凍結乾燥

KEY WORDS cellulose nanofiber / freeze dry

1 はじめに

セルロースナノファイバー (CNF) は水中で製造され、乾燥すると強固に凝集する性質を持つため、固形分数パーセントの水分散体 (スラリー) として流通している。一方でCNFと高分子 (プラスチック、ゴム) の複合材料は、水溶性プラスチックやラテックスゴムなどの一部例外を除き、乾式の混練によって作製される。CNFのポテンシャルを十分に生かした複合材料とするためには、CNFの凝集を抑制することが必須であり、スラリーからCNFを凝集させずに乾燥する技術が重要となる。

CNFに含まれる水を $tert$ -ブチルアルコールに置換して凍結乾燥すると、比較的凝集の少ない乾燥物を得られることが知られている。溶媒置換は遠心分離とデカンテーションにより行われる。しかし、セルロースは吸水性が高く、特にCNFは解繊により表面積が大きくなっているため、遠心分離で十分に固液分離させることは難しい。すなわち、CNFの溶媒置換の効率は著しく悪く、置換を達成するためには遠心分離を繰り返す必要がある。これには多量のアルコールが必要であり、同じ量の廃液も出ることから、コストや環境負荷が非常に高い。この手法をスケールアップして工業的に応用することは現実的ではなく、試験的な混練に必要な数十グラムの乾燥CNFでさえ得ることは困難である。

スケールアップが可能と考えられるCNFの乾燥法としては、CNFスラリーとオイルを混合して熱乾燥する方法¹⁾を始め、樹脂粉末と混合する方法²⁾、酸化亜鉛と混合する方法³⁾、高級アルコールと混合する方法⁴⁾などが報告されている。しかし、いずれの手法も乾燥体中に分散剤などの第三成分が含まれるため、CNFが高分子に及ぼす影響を研究する目的には適さない。純粋なCNFを乾燥した例は多くないが、磯貝らはTEMPO (2,2,6,6-tetramethylpiperidine-1-oxyl) 酸化CNFを用い、水と $tert$ -ブチルアルコールの混合溶媒 (アルコール比率20wt% - 50wt%) からの凍結乾燥で、BET比表面積が300 m²/g以上のエアロゲル作製に成功している⁵⁾。本研究ではこの混合溶媒を用いた手法についてのスケールアップを

検討した。バッチあたり固形分100 g超の乾燥を行い、得られた乾燥CNFの評価を実施した。

2 実験方法

CNFスラリー (BiNF-i-s BMa-10010、長繊維、10wt%) は株式会社スギノマシンから購入した。 $tert$ -ブチルアルコール (>98.0%) は関東化学株式会社から購入した。凍結乾燥は、水とアルコールの混合溶媒で行った。CNFスラリーに $tert$ -ブチルアルコールを添加し、CNF:水:アルコール重量比が1:9:3のCNF分散体を調製した。均一に混合するよう、遊星ミキサー (マゼルスター KK-VT300、倉敷紡績株式会社、自転625 rpm、公転1420 rpm) で10分間攪拌した。混合物はステンレスバットに薄く展開した。バットを液体窒素に浸漬し、さらにバット中に液体窒素を注ぐことで、混合物を急速凍結した。凍結した混合物は、バットごと凍結乾燥機 (FDU-2100 + DRC-1100、東京理化工機株式会社) に入れ、庫内を真空排気し7日間乾燥した。家庭用小型ミルで粉碎してから分析に供した。また比較サンプルとして、アルコール未添加で急速凍結したもの、遠心分離の繰り返しにより水をアルコールに置換した後急速凍結したものを、それぞれ少量作製し、減圧下で乾燥した。

電解放出型の走査型電子顕微鏡 (FE-SEM、SU8220、株式会社日立ハイテクノロジーズ) を用いて、乾燥CNFの形態観察を行った。試料は観察前に白金コーティングによる導電処理を行った。加速電圧3.0 kVにて2次電子像を取得した。乾燥CNFのBET比表面積の測定には比表面積/細孔分布測定装置 (BELSORP-max2、日本ベル株式会社) を用いた。試料は室温、高真空下 (<10⁻⁴ Pa) で一晩乾燥したものを使用した。窒素の吸着は液体窒素温度 (およそ77 K) で行った。

3 結果と考察

本実験の仕込み量はCNF固形分120 gであり、従来のアルコール置換法と比較するとおよそ100倍のスケールアップとなる。ここで使用した $tert$ -ブチルアルコールは360 gである。仮に従来のアルコール置換法で同量の乾燥を行うとすると、アルコー

¹ 産業技術総合研究所

ル必要量は27.6 kgと見積もられる。したがって本実験でのアルコール使用量は従来法の77分の1であり、大幅なコストダウンとなった。凍結乾燥後のサンプルは、白色の塊（ブロック状）であったが、わずかな力で容易にほぐすことができた。さらにミルで粉碎すると、非常に嵩高い粉末状となった。

図1に乾燥CNFのFE-SEM像を示す。(A)は今回スケールアップにより得られたアルコール添加サンプル、(B)、(C)はアルコールを添加せずに、または従来のアルコール置換でそれぞれ作製した比較サンプルである。水から直接凍結乾燥した場合、大部分は細孔がふさがったシート状となっており、独立した繊維はほとんど見られない。一方でアルコール添加、またはアルコール置換により凍結乾燥した場合、直径100 nm以下の繊維が空間を保って存在している様子が確認できた。両者の間で明確な差は見られなかった。CNFスラリーの凍結においては、氷晶の周りにCNFが膜状の凝集を形成することが報告されている⁶⁾。またKasraianらは水と*tert*-ブチルアルコールの混合溶媒において示差走査熱量分析で詳細な検討を行い、アルコール比率が20wt%前後で共晶点となり、凍結時の結晶サイズが顕微鏡で観察できなくなるほど小さくなることを報告している⁷⁾。今回用いた比率が共晶点に近いと、結晶サイズが小さくなり凍結時の凝集を抑制できたものと考えられる。さて、このような混合溶媒系では溶媒濃度の不均一性も凝集の一因になり得る。即ちアルコール濃度の低い部分で、凝集が起こりやすくなる。ここでは自転運動と公転運動による高い攪拌力が得られる遊星ミキサーを用いたため、粘度の高いCNF存在下でも水とアルコールがほぼ均一に混合され、凝集の抑制に寄与しているものと考えている。

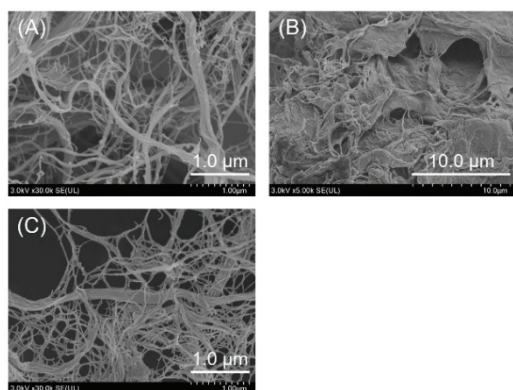


図1 FE-SEMで観察した乾燥CNFの形態 (A) アルコール添加(本手法) (B) アルコール未添加 (C) アルコール置換(従来法)

BET比表面積は数百ミリグラムと多くのサンプル量で測定するため、電子顕微鏡観察と比較してサンプル全体の平均情報を反映していると考えられる。CNFのBET比表面積は主に繊維の幅に関する情報を与えるが、凝集度合いの評価にも使用可能である。すなわち、凝集により細孔が閉塞したり、

塊を形成したりすると、ガス吸着サイトが減少しBET比表面積は小さくなる。表1に凍結乾燥したCNFのBET比表面積をまとめる。アルコールを添加してから凍結乾燥したCNFのBET比表面積は、未添加の場合と比較して大きく上昇した。アルコールによって凝集が抑制されたものと考えられる。これはFE-SEMで観察した形態とも一致する。また、アルコール置換によって少量を乾燥したCNFよりはBET比表面積値はやや小さかったため、部分的な凝集が生じたと推察される。

表1 凍結乾燥したCNFのBET比表面積

	BET比表面積 m ² /g
アルコール添加(本手法)	88
アルコール未添加	8.4
アルコール置換(従来法)	102

4 まとめ

高分子との乾式混練が可能となるように、CNFスラリーの乾燥について検討した。従来はスラリー中の水を*tert*-ブチルアルコールで置換してから凍結乾燥を行っていたプロセスを、少量のアルコールを添加してから凍結乾燥を行うプロセスに置き換え、また従来の100倍の規模で乾燥を行った。従来法と比較してアルコールの消費量を77分の1に抑え、省コスト化を達成した。乾燥CNFのFE-SEM像からは、乾燥後もナノ構造を維持していることが示された。BET比表面積は従来法より低下しており、乾燥プロセスに起因する部分凝集が示唆されたが、それでもなお凝集の抑制効果は高い水準であった。

参考文献

- 1) 丸五ゴム工業株式会社ほか. 重合体組成物の製造方法及び重合体組成物用添加剤の製造方法. 特開 2013-133363. 2013-07-08.
- 2) Iwamoto, Shinichiro. et al. Solid-state shear pulverization as effective treatment for dispersing lignocellulose nanofibers in polypropylene composites. *Cellulose*. 2014, 21, p.1573-1580.
- 3) Hirase, Ryuji. et al. Development of powdering method for cellulose nanofibers assisted by zinc oxide for compounding reinforced natural rubber composite. *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*. 2020, 3, p.100005.
- 4) Noguchi, Toru. et al. Cellulose nanofiber-reinforced rubber composites prepared by TEMPO-functionalization and elastic kneading. *Compos. Sci. Technol.* 2021, 210, p.108815.
- 5) Nemoto, Junji. et al. Simple Freeze-Drying Procedure for Producing Nanocellulose Aerogel-Containing, High-Performance Air Filters. *ACS Appl. Mater. Interfaces*. 2015, 7, p.19809-19815.
- 6) Sekine, Yurina. et al. Eco-friendly Carboxymethyl Cellulose Nanofiber Hydrogels Prepared via Freeze Cross-Linking and Their Applications. *ACS Appl. Polym. Mater.* 2020, 2, p.5482-5491.
- 7) Kasraian, Kasra. et al. Thermal Analysis of the Tertiary Butyl Alcohol-Water System and Its Implications on Freeze-Drying. *Pharm. Res.* 1995, 12, p.484-490.

920MHz帯電波吸収体測定用アンテナの開発

Development of an Antenna for Measurement of Electro-Magnetic Absorbers at 920 MHz Band

渡辺哲史, 渋川和輝*, 山田敦志*, 荻野哲**

Tetsushi WATANABE, Kazuki SHIBUKAWA*, Atsushi YAMADA and Satoshi OGINO*

キーワード 電波吸収体／指向性／対数周期ダイポールアンテナ

KEY WORDS Electro-Magnetic Absorber／Directivity／Log-Periodic Dipole Antenna

1 はじめに

無線ICタグの進化により、920MHzの無線タグが広く使われるようになってきている。この利用に際しては、混信等を防ぐために適切な電波到達範囲を設定する必要があり、電波吸収体が必要とされるケースが増えている。このための電波吸収体の評価を当センターでも行っているが、測定精度に課題があり、その改善が必要である。

2 研究目的

現在、920MHz帯の電波吸収体の吸収測定は電波暗室内に図1に示す配置で行っている。ここで、測定には実線で示す経路の電磁波のみを測定することが必要であるが、破線で示すアンテナ間の直接結合の伝播波も受信している。従来はこの影響をネットワークアナライザのタイムゲート機能を用いて低減しているが、その効果は十分とはいえない。そこで、指向性の鋭いアンテナを使用することによってこの影響を低減することを試みた。

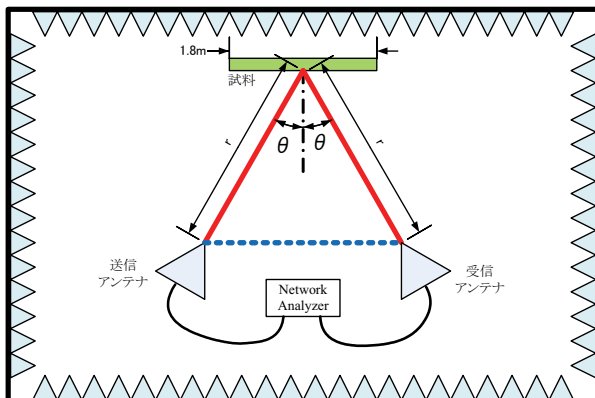


図1 電波吸収体測定セットアップ

3 アンテナ設計・製作

これまでは、図2に示すSchwarzbeck社製UHALP 9108 A(以下、従来アンテナと記す)を使用してきた。この従来アンテナは250MHz-2400MHzの帯域を持つ広帯域な汎用アンテナであり、かなり広い指向性を持つアンテナである。EMI計測用としては指向性が広い方が適しているが、吸収体測定に用いる場合には、指向性は鋭いほうが望ましい。そこで、この従来アンテナと同じ構造の対数周期ダイポールアンテナ(LPDA: Log Periodic Dipole Antenna)で指向性の鋭いアンテナを作製することとした。

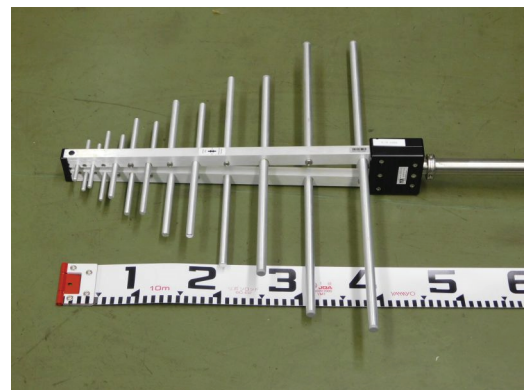


図2 従来アンテナ

このアンテナ構造は、エレメント長、エレメント間隔が等比数列となっており、この比が1に近いほど鋭い指向性となる傾向がある。アンテナの設計は文献¹⁾を参考にし、エレメント間の比を0.96とした。周波数範囲を750MHz - 1500MHzに絞ることによって同程度のサイズで製作できた。製作したアンテナを図3に示す。同寸法のアンテナを2本作製し、送信・受信の双方に使用した。

* 松陽産業(株), **(株)新日本電波吸収体

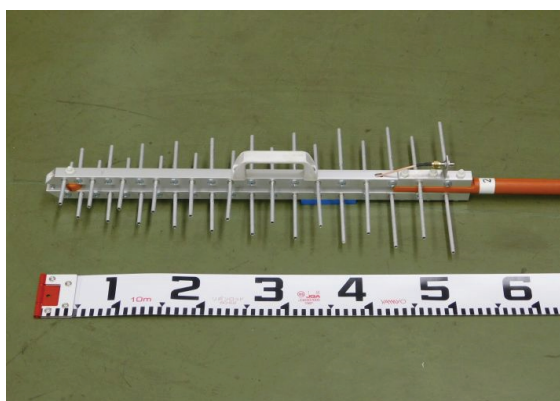
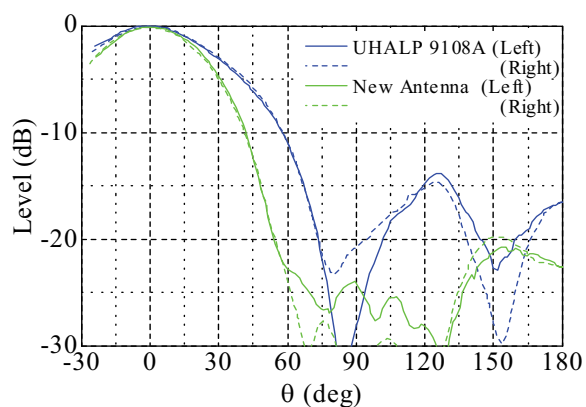


図3 新規開発アンテナ

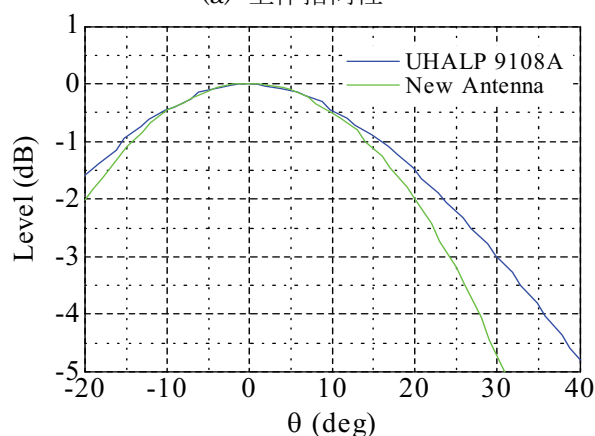
4 アンテナ特性評価

4.1 指向性評価

今回作製したアンテナと、従来アンテナについて920MHzにおける指向性を測定した。その結果を図4に示す。



(a) 全体指向性



(b) 主ローブ指向性

図4 920MHz E面 指向性

通常、アンテナの指向性は半値角で表され、図4(b)の-3dBとなる角度で評価する。従来アンテナでは30度、新規アンテナでは24度であり、若干狭くなっている程度である。一方、今回の種目である直接結合に注目すると、入射角 θ に対して直接結合時の角度は $90-\theta$ となる。一般的に用いる θ

は15,30,45度であり、この場合の直接結合の指向性は表1となる。新規アンテナでは従来アンテナより指向性が鋭くなっており、直接結合が抑制される結果が得られた。

表1 直接結合の指向性

結合角	従来アンテナ	新規アンテナ
45度	-6 dB	-12 dB
60度	-11 dB	-23 dB
75度	-22 dB	-27 dB

4.2 タイムドメイン評価

これまで直接波の低減を行うために行ってきたタイムドメインでの評価についても検討した。

今回は反射面のサイズの影響等を考慮しなくて良いように、同種のアンテナを対向させ(図5)、伝搬特性のタイムドメイン評価を行った。

この場合、アンテナ間を直接伝搬する波と床面を反射して到達する波が観測されるはずである。従来アンテナおよび新規アンテナを用いて、アンテナ高を変化させた場合の測定結果を図6に示す。

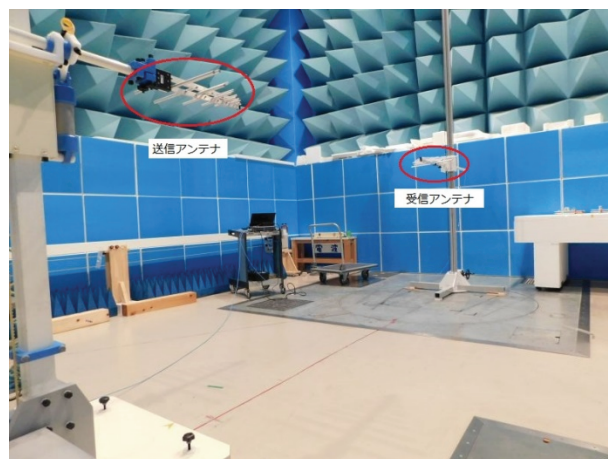
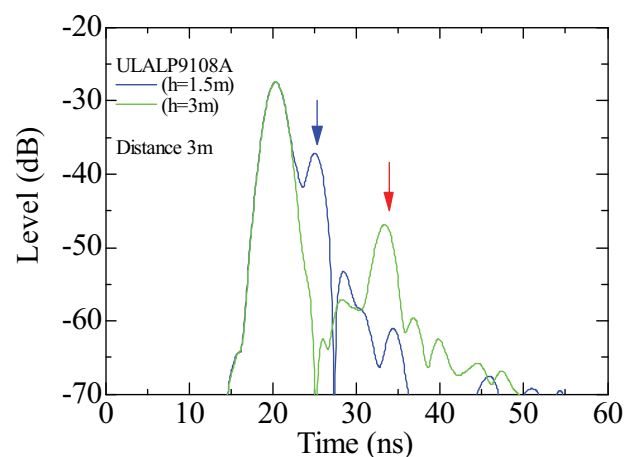
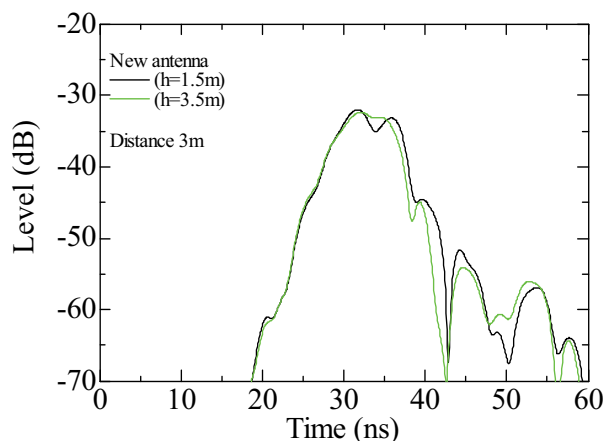


図5 アンテナ対向測定



(a) 従来アンテナ



(b) 新規アンテナ

図6 タイムドメイン 伝播波形

図6(a)では、伝搬する経路長の差に応じた時間差で到達するパルスが確認できる(図中 矢印)。一方、図6(b)においては、アンテナの高さの変化に対して波形の変化が顕著ではない。指向性が鋭いため、反射波の影響が小さいことも考えられるが、分離そのものが困難な状況となっている。図6(a)においては、単独のパルスを5nS程度の幅で切り出すことが可能であるが、図6(b)では、単独のパルスを切り出すには10nS以上の幅が必要である。このため、アンテナ高さ1.5m においては4nS程度遅れて到達する反射波がこのパルスの中に埋もれてしまい、分離不可能な状況となっている。

従って、今回制作したアンテナでは、従来のアンテナに比べてパルス幅が広く観測されており、

タイムゲートによる不要波の分離は従来アンテナに比べて困難となっている。

パルス幅が広がる原因としては、各エレメントの分担する周波数が狭くなり、同じ周波数範囲で大きな位相変化を生じたことが原因ではないかと考えられる。現状この測定では、アンテナの手前のコネクタ部においてSOLT(Short-Open-Load-Thru)校正を行っているが、マイクロ波帯で良く用いられている空間TRL(Thru-Reflect-Line)校正を行うと、アンテナ部の位相変化を補正することができ、タイムドメイン機能におけるパルス幅を圧縮した測定ができるのではないかと推測される。今後、空間TRL校正が適用可能か検討を行う予定である。

6 結論

920MHz帯の電波吸収体測定の精度改善を目指して新規アンテナを開発した。このアンテナは指向性が鋭くなるように設計し、製作した。その結果、鋭い指向性が確認され、直接結合が大きく抑制される特性が得られた。一方、タイムドメイン計測においてはパルス幅が広がる特性となり、タイムゲート機能による不要波分離は困難な状況となった。今後は、空間TRL校正を用いてこの状況の改善を検討し、実際の電波吸収体評価に利用したいと考える。

参考文献

- 1) 佐藤源貞ほか, “アンテナ理論とその応用”, pp.286-293, ミマツデータシステム.

静的ヘッドスペース法による高沸点成分の GC/MS 分析

GC/MS analysis of high-boiling components by using the static headspace method

常定 健

Takeshi TSUNESADA

キーワード 変動係数 / 分析法バリデーション / 2,4,6-トリクロロアニソール
KEY WORDS Coefficient of Variation / Method Validation / 2,4,6-Trichloroanisole

1 はじめに

ガスあるいは加熱することでガスになる化合物の分析に関しては、ガスクロマトグラフ質量分析計 (Gas Chromatography/Mass Spectrometry; GC/MS) が頻用される。GC/MSの試料導入法には様々な新手法が考案されてきたものの、基本的な導入法として、液体試料を直接、注入口に入れて瞬間気化させる手法(以下、液打ちと表記する)が現在でも最もよく用いられる。しかし、試料に難揮発性成分が含まれている場合、液打ちによるMSイオン源の汚染が懸念されるため、前処理として油脂等の難揮発性成分を除去する必要がある¹⁾。しかし、どのような夾雑物が混入しているか分からない試料の場合、測定対象物質と難揮発性成分の完全な分離は困難である。その解決法のひとつに、静的ヘッドスペース (Static Head Space; SHS) がある。

SHS法は、(液体・固体)試料を密閉容器に入れ、容器上部空間のガスを採取して分析する手法であり、採取したガスをGC/MSにより測定することで、試料に含まれる揮発性化合物の分析ができる(以下、本分析法をSHS-GC/MSと表記する)。用水・排水中の揮発性有機化合物の試験には、SHS-GC/MS法がJISに採用されており²⁾、採取した水を25~60℃に加熱して揮発性物質を分析する。しかしながら、水試料のSHS試験では、加熱温度を100℃以上にできないため、気相に移行しにくい水中の高沸点成分は分析が困難である。また、SHS-GC/MSは固体試料の試験にも利用されるが、残留溶剤等の高揮発性物質を分析対象にする事例が多い^{3,4)}。このように、SHS-GC/MSは総じて低沸点成分を分析対象にする測定法だと言える。

SHS法では密閉容器に存在するガスの一部しかGC/MSに導入できないため、一般的に言えば、SHS法は感度の高い分析ではない。感度を上げるために試料量を増やすこともできるが、溶剤を含む試料の場合、加熱時に溶剤が気化して容器内の圧力が上がり過ぎて装置に負荷がかかる。このため、試料量を増やすためには、溶剤を事前に除去しておくことが望まれる。また、高沸点成分を分析す

るためには、試料温度を100℃以上にすることが望ましく、その場合、酸化されやすい化合物は、密閉容器内の酸素によって別の化合物に変化してしまう可能性がある。化合物の酸化や、酸化による化合物の分解等は、SHS法の信頼性を損なうため、溶剤を除去する際には、密閉容器内の酸素を除去しておくことも重要になる。

本研究では、ガス置換分析として、容器内ガスを置換して密閉する方法の最適化を図ったうえで、油脂との分離が難しく、極微量で異臭を感じる高沸点化合物として知られる2,4,6-トリクロロアニソール(TCA)を測定対象物質にして繰り返し測定を行い、シリンジ方式によるSHS法の分析妥当性について検証した。

2 実験

2.1 試薬

試薬には、富士フイルム和光純薬(株)標準品の2,4,6-トリクロロアニソール(TCA)、及び2,4,6-トリクロロアニソール-d3(TCA-d3)を用いた。また、溶剤のヘキサンには、同社特級品を用いた。

2.2 試料の調製

5×100 mmに切った水分計用ガラス繊維シートを入れたバイアルとセプタム付き専用キャップをポリエチレン手袋に入れて、ポリエチレン手袋の手首の部分にヒートシーラーで密閉した。これを容量250 mlの棒フィルター付きガス洗浄瓶(蓋に棒フィルター付きガラス管を備えた洗浄瓶)の中に入れて後、ポリエチレン手袋の中指の先端を切り、その切り口から、洗浄瓶の蓋にあるガラス管

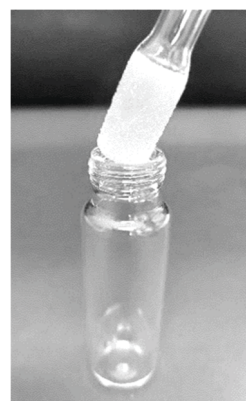


図1 ガラス管の棒フィルター部とバイアルの位置関係

を差し込んで、ガラス管の棒フィルター部とバイアルを、図1に示す位置関係にて密着させた。洗浄瓶は50℃の湯浴中に置いた。流量1 L/分で一定時間、高純度ガス(窒素、二酸化炭素、ヘリウム)をガラス管に流してバイアル内のガス置換を行った後、ポリエチレン手袋の中で、セプタム付き専用キャップをバイアルに装着した。

TCA分析においては、前述の調製法に以下の操作を加えた。ポリエチレン手袋の中指の先端を切った後、ガス置換をする前に、TCA(濃度 0.1 mg/l)とTCA-d3(濃度 0.2 mg/l)溶解のヘキサノール溶液を、後述のガラス繊維シートに100 µl滴下した。

2.3 ガラス繊維シートの活用

SHS-GC/MS分析の感度を高めるためには、可能な限り試料量を増やすことが望ましい。しかし、大量の溶剤をバイアルに入れると、加熱時にバイアル内のガス圧が高くなり過ぎてガス漏れを起こす。高沸点成分の分析では、測定対象物質が溶剤の揮発とともに揮散する可能性が低いため、溶剤を測定前に揮発させることが有効である。ただし、大量(約100 µl)の試料をバイアルに滴下する場合、溶剤の揮発後に析出する乾固物の位置や状態が、試料の滴下のしかたによって大きく異なり、再現性が低下する。

そこで、5×100 mmに切った水分計用ガラス繊維シートを、図2に示した形でバイアルに入れ、このガラス繊維シート山折りの頂上部に試料を滴下した。



図2 バイアルとガラス繊維

2.4 GC/MSの分析条件

分析には、多機能オートサンプラMPS、ヘッドスペースサンプラ(ゲステル社)、7890Bガスクロマトグラフ(アジレント社)、5977B質量選択検出器(アジレント社)で構成される装置を用いた。試料の調製を行った後、表1に示すSHS-GC/MSの分析条件にて測定を行った。

表1 SHS-GC/MS の分析条件

SHS条件	200℃, 10分, 振とう有(シリンジ温度 150℃)
試料容器	専用ヘッドスペースバイアル(容量 20 ml)
注入口	シングルテーパーライナー(容量 870 µl)
注入量	250~1000 µl(ガス置換分析は1000 µl)
キャリアガス	ヘリウム(カラム流量 2.6 ml/分)
スプリット比	100:1(ガス置換分析), 2:1(TCA分析)
カラム	Agilent J&W DB-WAX (60 m×0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 µm)
カラム温度	40℃(5分)→5℃/分→140℃(0分)→10℃/分 →240℃(15分)
MS測定条件	SIM/Scan(35~350) 同時取り込み
SIM設定値	m/z = 32(酸素), 210(TCA), 217(TCA-d3)

3 結果と考察

3.1 ガス置換分析

ガスの種類を変えてガス置換分析を行った場合の容器内酸素濃度を表2に示す。表2に示した酸素濃度(体積百分率)は、ガス置換をしないときのバイアル内ガス(空気)の酸素濃度を21%として算出した。置換ガスがヘリウムの場合、バイアル内の酸素濃度はあまり低下しない傾向にあることから、ヘリウムは置換ガスに適していなかった。置換ガスが二酸化炭素の場合、窒素に比べてバイアル内の酸素濃度はより早く低下したが、時間の経過とともにガス置換効果が低下して、置換30分後では、窒素のほう

表2 ガス置換分析の結果

置換時間 (分)	置換ガス	酸素濃度(%)			
		He	N ₂	CO ₂	50% CO ₂
1		6.2	4.8	2.8	2.0
2		4.7	2.3	1.1	1.3
3		3.7	1.5	0.73	1.0
5		3.6	0.94	0.58	0.58
10		3.3	0.64	0.57	0.24
30		3.1	0.32	0.36	0.22

が、バイアル内の酸素濃度は低くなった。

このことは、空気よりは、重い二酸化炭素が素早くバイアル内を満たす一方で、バイアル底部に滞留した残留酸素が除去されにくくなっているものと推察される。そこで、素早くバイアル内を満たしやすい二酸化炭素と拡散性のよい窒素の混合ガスを用いたところ、ガス置換速度も速く、到達し得る酸素濃度も低くなった。

この結果から、本実験に用いる置換ガスは窒素と二酸化炭素の等モル混合ガスとした。酸素濃度は低ければ低いほどよいが、測定時間を短くする必要もあるため、ガス置換時間は10分とした。

3.2 TCA分析

表3に、TCA-d3を内部標準物質にしたTCAの繰り返し測定における変動係数を示す。絶対強度はTCA強度の値、相対強度はTCA-d3に対するTCAの強度比の値である。表3で明らかなように、相対強度では、すべての注入量で変動係数1%以下という良好な結果が得られており、注入量の影響は大きくない。一方、絶対強度では、最も変動係数の小さい注入量(1000 µl)においても、変動係数は10%以上であり、定量分析として信頼のある結果とは言えない。本結果はスプリット比を低く設定(2:1)した測定であるが、高スプリット比でも同様の傾向がみられる。

GC/MSの定量分析では、測定対象物質の重水素標識化合物を用いた内部標準法が一般的であり、本結果もその有効性を示している。しかし、すべての測定対象物質に対して重水素標識体が入手で

るとは限らず、ひとつの内部標準物質で複数の類似化合物を定量できれば分析作業の簡便化につながる。そこで、絶対強度においても可能な限り、変動係数を小さくすることが望まれる。

表3 変動係数に及ぼすガス注入量の影響

注入量 (μl)	変動係数(%)	
	絶対強度	相対強度
250	42.4	1.0
500	30.4	0.5
1000	17.7	0.4

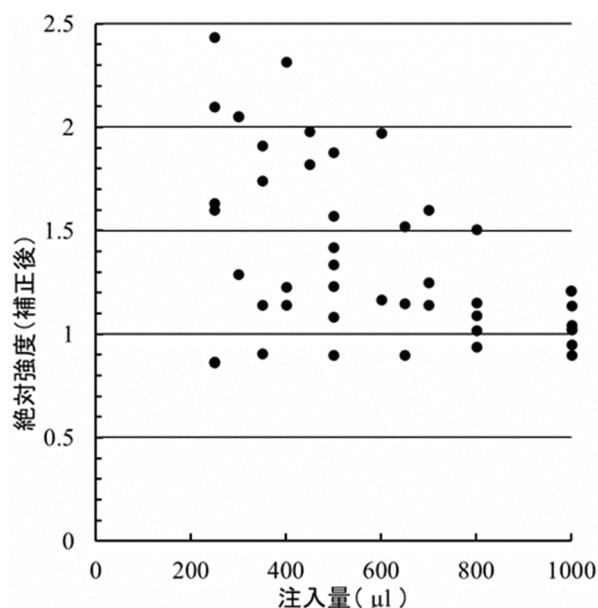


図3 絶対強度(補正後)に及ぼすガス注入量の影響

図3には、表3で変動係数の算出に使用したデータ(注入量 250, 500, 1000 μl)に、他の注入量で求めたデータを加えて、注入量とTCA絶対強度の関係を示す。なお、TCAの絶対強度は、一定注入量当たりの強度になるよう補正を行っている。

ガス注入量を変えた実験の結果、図3に示したように、絶対強度の誤差を小さくするためには、可能な範囲でガス注入量を大きくしたほうが良いとの知見が得られた。ただし、ライナー容量を大幅に超過するガスを注入すると、セプタム等の汚染の問題を生じるため、1000 μl を超える注入量は設定しなかった。

シリンジ方式によるSHS法の場合、加温状態のシリンジを用いてガスを注入するため、シリンジのガスタイプ性の観点から、注入量には一定程度の誤差が生じるものと推定される。しかし、それだけの要因では、図3に示した大きな誤差が発生するとは考えにくい。

手動の液打ちにおいては、シリンジ注入速度にばらつきが出ることで、絶対強度に誤差を生じる

ことが経験的に知られている。これは、試料ガスとキャリアガスの混合状態における再現性の低さ(濃度むら)が原因だと考えられている。SHS法においても、液打ちと類似の現象が起こっており、試料ガスとキャリアガスの混合状態における再現性の低さがスプリット比に影響を与え、絶対強度のばらつきを増大させていると考えられる。ガス注入量をライナー容量程度に大きくした場合、ガス注入直後、ライナー内の大部分が試料ガスのみに満たされるため、試料ガスとキャリアガスの混合状態における再現性の低さが回避される。このことが、カラム入口でのガス混合状態の再現性を高めて、スプリット比を安定させるものと推察される。

4 結論と今後の課題

シリンジ方式のSHS-GC/MSによる高沸点成分の分析法を確立するために、バイアルのガス置換分析、及びTCAの繰り返し測定を行った。ガス置換分析では、バイアル内の酸素濃度を効率的に下げするために、窒素と二酸化炭素の混合ガスを用い、その有効性を確認した。TCA分析では、ガス注入量を大きくすることで、測定誤差を小さくできることが明らかになった。

今後の展望としては、本分析法を様々な試料に応用していくために、本分析法で可能な高沸点化合物とは、沸点がどの程度の範囲の化合物なのかを明らかにしておく必要がある。高沸点化合物を含む実試料の分析においては、検出感度の更なる向上、マトリックス効果の削減、メモリーとして残留する汚染物質の除去など、様々な問題があるものと思われる。これらについては、今後の課題としたい。

参考文献

- 1) 根本 了他. GC/MS(SIM)による農作物中 110 農薬の一斉分析法. 食品衛生学雑誌, 2000, 41 巻 4 号, p.233.
- 2) 日本工業規格. 用水・排水中の揮発性有機化合物試験方法. JIS K 0125, 2016.
- 3) 吉田 泉他. ヘッドスペース GC/MS 法によるベビーフードおよび粉ミルク中のフランの迅速改良定量法. 食品衛生学雑誌, 2007, 48 巻 4 号, p.83.
- 4) 尾崎麻子他. ヘッドスペース-GC/MS による食品用ラミネートフィルム中の残留有機溶剤の分析. 食品衛生学雑誌, 2019, 60 巻 4 号, p.73.

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 (Arイオンボンバード処理後の大気暴露時間依存性)

Effect of argon ion bombard treatment on adhesion between aluminum alloy and epoxy resin
(Dependence on Air Exposure Time after Argon Ion Bombardment Treatment)

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 / 引張せん断応力

KEY WORDS Argon ion bombard treatment / Adhesion / Work of adhesion / Tensile shear stress

1 はじめに

近年、CO₂排出量の増加による地球温暖化が問題となっている。日本のCO₂の総排出量うち、輸送機器からの排出量は20 %程度を占めており、輸送機器における燃費性能の向上やCO₂の排出量削減を目的とした軽量化への動きが高まっている。これまで、輸送機器部品の接合においては、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。この場合、部品点数が多くなることから軽量化が困難なため、より一層の軽量化を目的とした接着接合のマルチマテリアル化の動きが高まっている。しかしながら、マルチマテリアル化は機械的接合と比較して、接着接合強度が低いため高強度化が求められている。

表面処理の1つに、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表面を活性化させるArイオンボンバード処理がある。そこで、接着接合強度の向上を目的として、軽金属と樹脂の接着接合に本処理法の適用を試みた。昨年度は、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について報告したり。本年度は、処理効果の継続時間を把握することを目的として、Arイオンボンバード処理した試料の大気中での暴露時間と引張せん断応力の関係について検討した。

2 試料および測定・実験方法

本実験に用いた Al 合金および接着剤は、自動車や航空機にも利用される A6061 および、エポキシ樹脂系の 3M 社製一液加熱硬化型接着材を使用した。Al における Ar イオンボンバード処理は、マルチアーク PVD 装置 (Physical vapor deposition : 日新

電機製 M-500 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、3 min で行った。恒温恒湿器(大気暴露 : 20 °C、30 %)を用いて、Al の処理後の暴露時間を 30、120、240、360、1440(1 日)、2880(2 日)、4320 min(3 日)とした。

処理前後の表面粗さは、触針式粗さ測定機((株)小坂研究所 ET4000AK31)を用いて測定した。続いて、接触角測定器を用いて、ジヨードメタンと純水を滴定し、接触角を測定した。測定した接触角の値を用いて、接着仕事を算出した。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継手を用いた。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 120 min 乾燥させた。単純重ね合わせ接着継手の接着接合強度は、万能材料試験機((株)島津製作所 オートグラフ)を用いて測定した。引張速度は、1 mm/min とした。

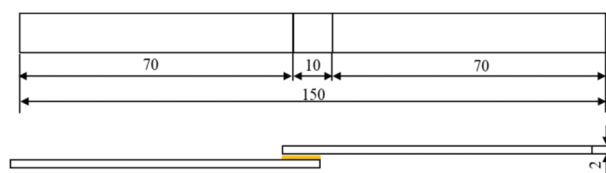


図1 単純重ね合わせ接着継手

3 実験結果と考察

Arイオンボンバード前後の表面粗さRaを測定した結果、処理前では0.2 μm、処理後では0.18 μmであった。この結果から、処理前後の表面粗さの変化は、ほとんどなかった。したがって、Arボンバード処理後の表面粗さの変化が接着仕事および引張せん断応力に与える影響は小さいと考えられる。図2に暴露経過時間と接着仕事の関係を示す。未処理では、接着仕事は70 mJ/m²であったが、処理することで最

¹ 岡山大学 工学部 機械システム系学科

大85 mJ/m²まで向上した。30 min後に接着仕事は大きく減少するもののそれ以降は、緩やかな減少傾向となった。なお、大気中に3日間暴露した試料においても接着仕事は、未処理より高い値を維持した。これより、活性な面が維持されていると考えられる。

図3に暴露経過時間と引張せん断応力の関係を示す。未処理において引張せん断応力は17 MPaであったが、処理後の暴露時間30 minでは、26 MPaを示し、未処理の1.5倍程度向上した。また、大気中に3日間暴露した試料について、引張せん断応力は処理直後(30 min)と同程度の値を示した。このことから、大気中に3日間暴露した試料においても、高い引張せん断応力を維持することがわかった。図4に接着仕事と引張せん断応力の関係を示す。大気中に3日間暴露した試料が高い引張せん断応力を維持した理由として、未処理よりも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。なお、経過時間における引張せん断応力の違いについては、今後、調査する予定である。

4. まとめ

Arイオンボンバード処理効果の継続時間を把握することを目的として、処理した試料の大気中での暴露時間と引張せん断応力の関係について調査した。

1. 表面粗さRaを測定した結果、処理前では0.2 μm, 処理後では0.18 μmであったことから、Arボンバード処理後の表面粗さの変化が接着仕事および引張せん断応力に与える影響は小さいと考えられる。
2. 大気中に3日間暴露した試料においても引張せん断応力は未処理よりも高かった。また、接着仕事においても、同様であった。

参考文献

- 1) 中西亮太ほか, 岡山県工業技術センター報告, 2021, 47, p.43-45.

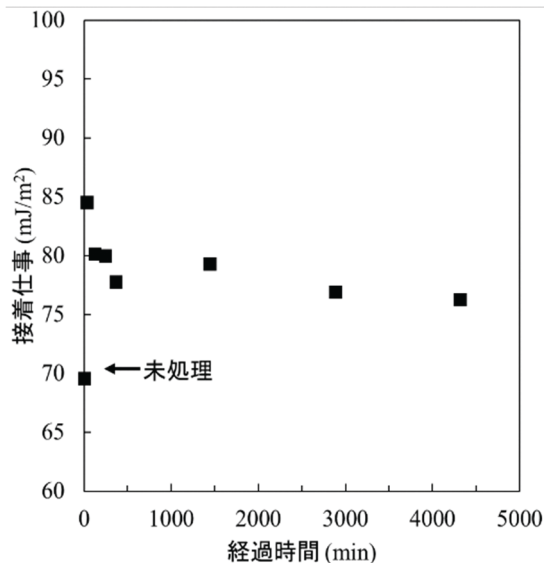


図2 暴露時間経過後の接着仕事

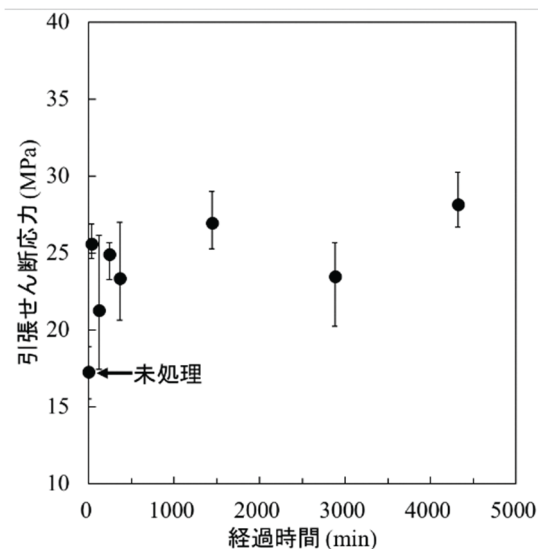


図3 暴露経過時間と引張せん断応力の関係

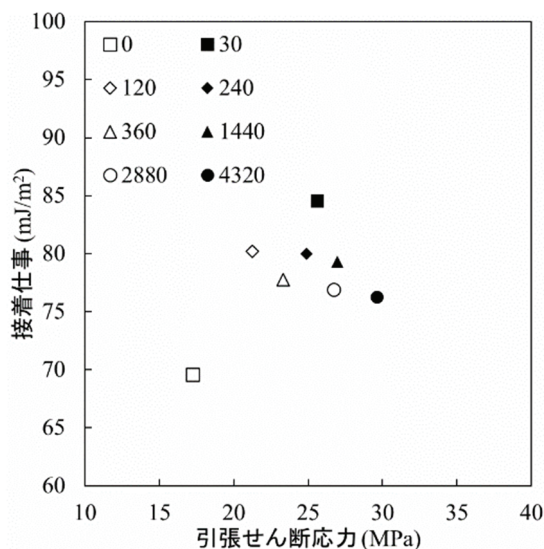


図4 接着仕事と引張せん断応力

非接触牛体測定システムの開発と子牛の測定

Development of the non-contact cattle body shape measurement system and measuring calves

岩田 和大・堀川 寛通¹

Kazuhiro IWATA, Hiromichi HORIKAWA

キーワード 深度カメラ / Python / Open3D / 畜産
KEY WORDS Depth Camera / Python / Open3D / Livestock

1 はじめに

家畜市場の子牛の価格は、体重と体型が重要な決定因子であるため、日々発育を調査し、飼養管理をする必要がある¹⁾。しかし、繁殖農家のほとんどは精度が低い体重推定尺のみを用いており、測定自体も牛の衝突を受けるなど、作業者の危険を伴う。そこで、本研究では安全に牛体の正確な形状を取得することを目的に、非接触牛体測定システムの開発に取り組んでいる。3つの深度カメラを用いることで、非接触で牛の3次元形状を取得し、そこから体高、十字部高、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構築した。そして、子牛30頭を対象に、体尺計と本システムを用いて測定した結果を比較したので報告する。

2 非接触牛体測定システムの詳細

牛体測定システムは3つの深度カメラと測定用PCで構成される。本システムのカメラ配置を図1に示す。牛の右半身を同一平面の三方向から深度カメラで撮影し、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。上側の第2カメラは背中回りを撮影しやすくなるようにブームアームで牛に近づけるように配置した。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、これを中央対称面で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。

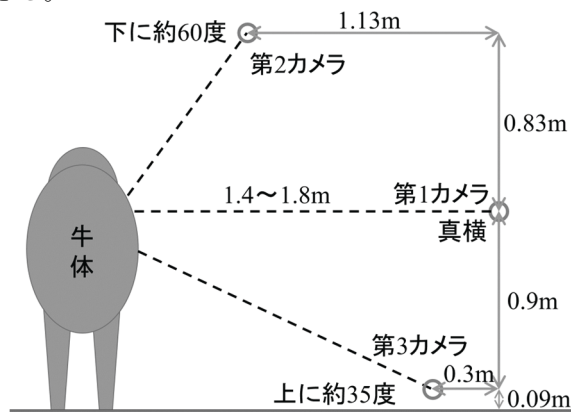


図1：牛体測定システムのカメラ配置

3次元形状は点群データなので、体高、十字部高、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。測定項目となる7か所の長さの位置を図2に示す。

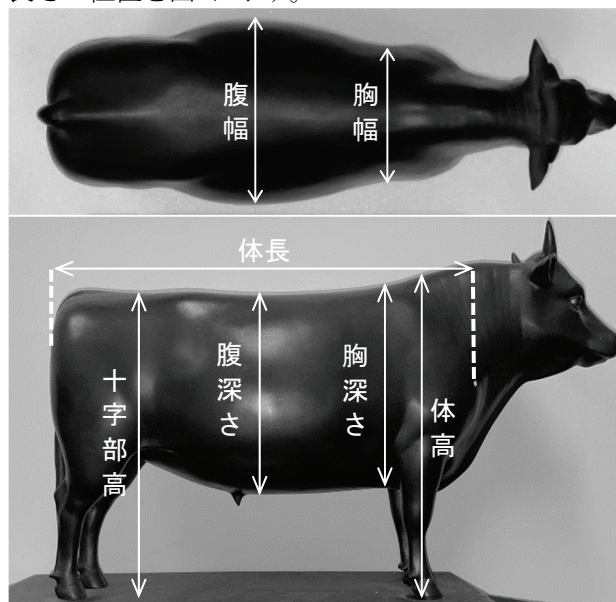


図2：牛体の測定項目の位置

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台使い、取得できた3つのPLY(Polygon File Format)データをプログラムに入力することとした。点群のノイズ除去や切り取り、多方向位置合わせのアルゴリズムは、昨年度に作成した肉牛模型用のプログラムを子牛用に改修して使用した²⁾。

3 子牛の測定と比較

開発した牛体測定システムを用いて、岡山県農林水産総合センター畜産研究所で飼育している子牛30頭を撮影し、得られた全身の点群データから、体高、十字部高、体長、胸幅、腹幅、胸深さ、腹深さを計算した。構築した牛体測定システムと測定

¹岡山県農林水産総合センター

環境を図3に示す。また、図4に耳票番号6129：美恵北安を撮影した際の取得画像を示す。左側がRGB画像、真ん中が深度画像、右側が赤外画像であり、上段が第2カメラ、中段が第1カメラ、下段が第3カメラの画像である。

図4の深度画像を基に点群統合して得られた右半身データを中央対称面に対称コピーした全身点群を図5に示す。この全身点群の特徴点を選択し、体高、十字部高、体長、胸幅、腹幅、胸深さ、腹深さのベクトル長さを計算した。体長、体高、胸幅を体尺計(ノギス等)で測定した実測結果と非接触牛体測定システムで計算した結果の比較を図6, 7, 8に示す。実線は誤差0%、長破線は誤差 $\pm 5\%$ 、破線は誤差 $\pm 10\%$ 、点線は誤差 $\pm 20\%$ 、二重線は誤差 40% を示す。比較の結果、体高、十字部高など鉛直方向の長さは、 $+5\%$ 前後の誤差で精度よく測定できることが分かった。水平方向の長さである体長は、 $\pm 10\%$ の誤差で測定できることが分かった。誤差の要因は牛の姿勢が曲がっていることなどが考えられる。胸幅と腹幅は最大で 40% もの誤差が出る結果となった。これらは奥行き方向の長さなので、中央対称面の設定ミスが誤差に直結する。この対称面は、筆者が右半身点群から目視で中央と推察した点を2個選択して生成している。そのため、子牛の姿勢や傾きによっては、正確な対称面および全身点群を作ることは困難である。これにより、奥行きが不正確な全身点群が生成され、誤差が大きくなったと考えられる。

4 まとめ

非接触で牛体を測定するシステムを開発し、実際の子牛に使用した結果、目標としていた寸法の測定ができた。今後は、精度向上のために、カメラを増やして左半身の撮影も同時に行う予定である。

参考文献

- 1) 野 英二 監修.” 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).
- 2) 岩田 和大 “深度カメラを用いた非接触牛体測定システムの開発” 2021 年度センター報告

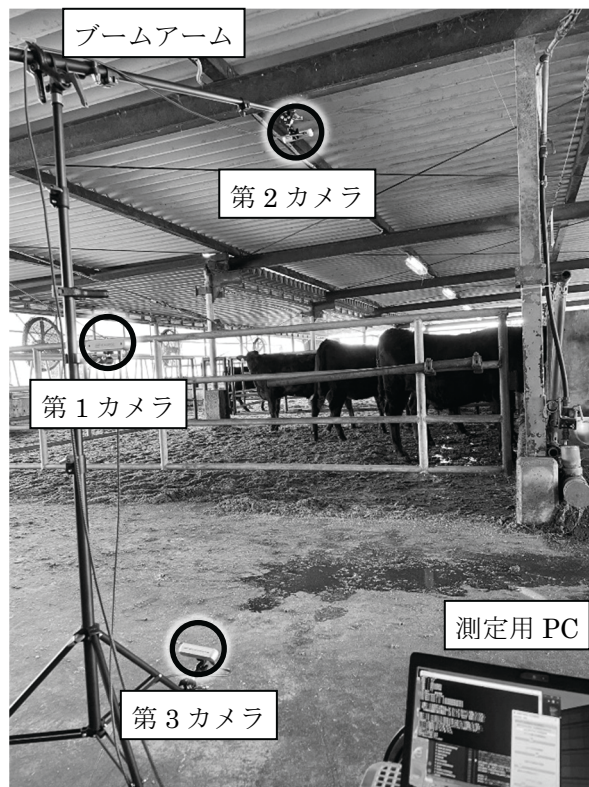


図3：牛体測定システムと測定環境

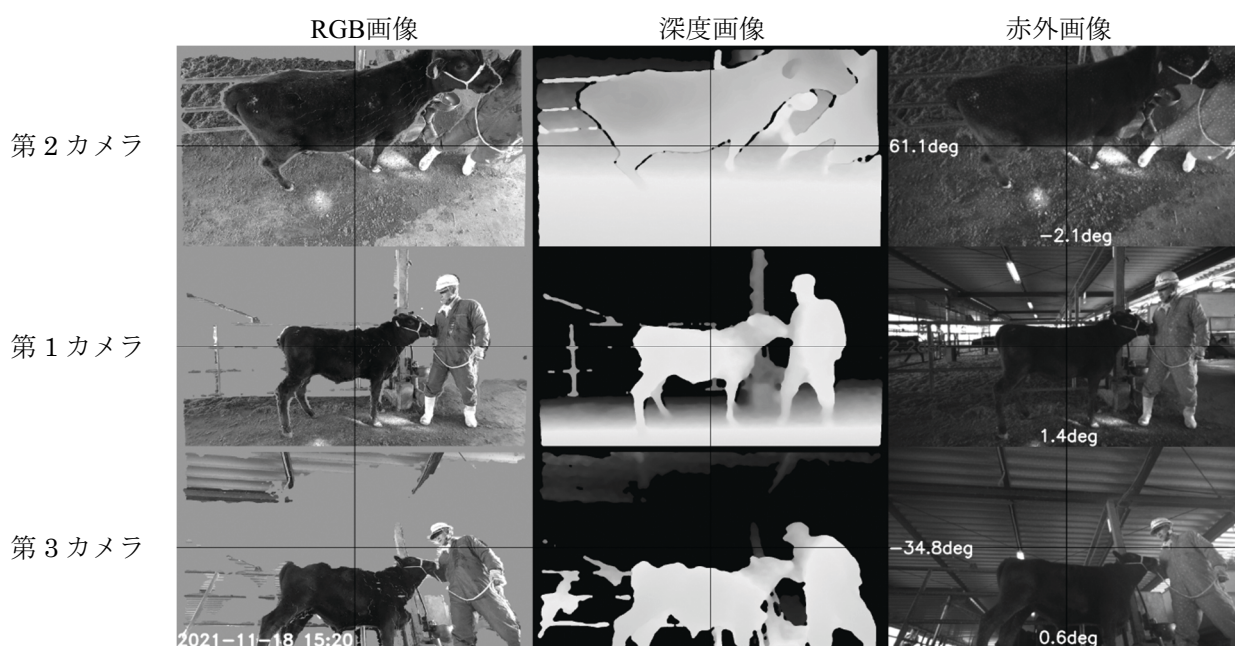


図4：測定で得られた画像(左下は撮影日時、角度は各カメラのロール角とピッチ角)

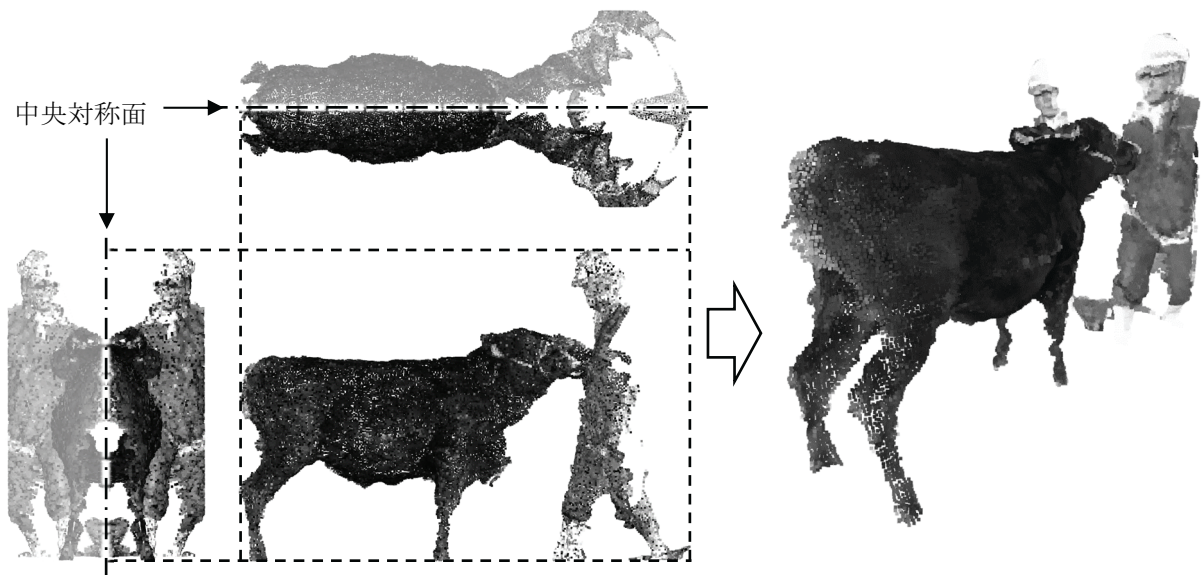


図5：右半身点群の対称コピーによって得られた全身点群(耳票番号6129：美恵北安)

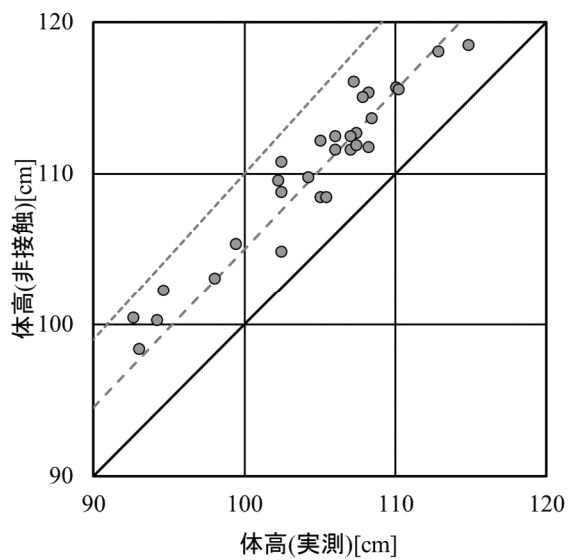


図6：体高の測定値比較

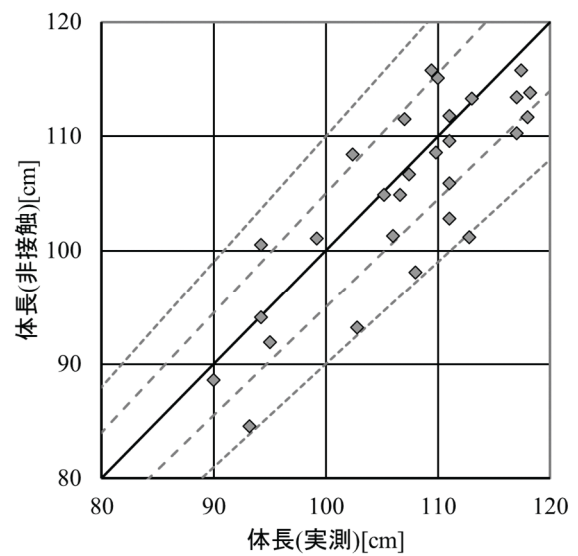


図7：体長の測定値比較

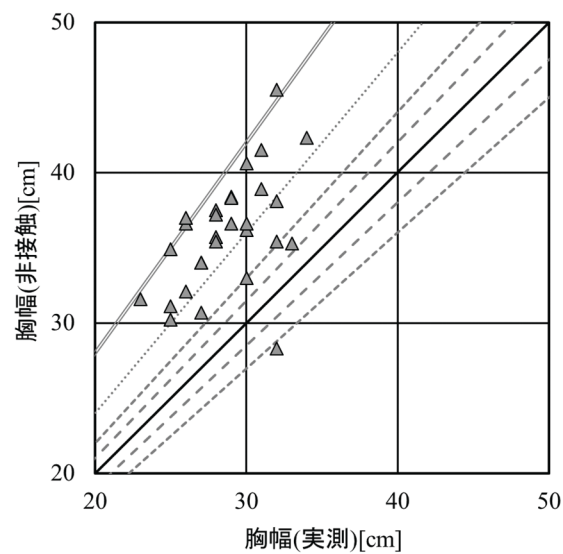


図8：胸幅の測定値比較

外部発表

誌 上 発 表

1. 湿式ジェットミルを用いたセルロースナノファイバー表面への銀ナノ粒子の固定化
(材料 70 巻, 5 号 令和 3 年 5 月)

古谷 充章、藤井 英司、小倉 孝太* (*(株)スギノマシン)

天然バイオマス素材であるセルロースナノファイバー (CNF) の高機能化を目的として、銀粒子との複合化に関する検討を行った。CNF と硝酸銀水溶液の混合懸濁液を湿式ジェットミルで処理することにより、CNF の表面上に銀粒子を固定化させることに成功した。湿式ジェットミルでの処理条件を変更することにより、粒子サイズおよび固定化量を制御できることを見いだした。

2. Extension of frequency range of the eight-microphone method in normal-incidence sound absorption coefficient measurement by eliminating influence of the first radial mode

(Acoustical Science and Technology 42 巻, 3 号 令和 3 年 5 月)

眞田 明、中川 博* (*日本音響エンジニアリング(株))

音響管を用いて垂直入射吸音率を測定する場合、その測定上限周波数は、垂直進行平面音波のみが伝播する条件で決まる。そこで、著者らは、これまでに 8 本のマイクロホンを用い、音響管の対称性を利用することで、(1, 0)、(2, 0)モードの高次音響モードが伝播する周波数域まで垂直入射吸音率を計測する実用的な方法を提案した。本論文では、さらに高い周波数まで計測するため、従来提案方法の測定上限周波数を決定する(0, 1)モードの影響を除去する方法を提案する。(0, 1)モードの除去には、2 つの方法を用いる。一つは、(0, 1)モードの節位置とマイクロホンの音響中心が一致するように、マイクロホンを管内に挿入する方法であり、これにより(0, 1)モードが検知されないようにする。もう一つは、(0, 1)モードを励振する原因となる音源を、(0, 1)モードが発生しない構造とするものである。これには、(0, 1)モードの節位置に設けたスリットを用いる。数値解析および実験により、これらの方法の有効性について示す。

3. 繊維製品の抗菌活性測定へのカロリメトリー法による生育遅延時間解析法の適用
(日本防菌防黴学会誌 49 巻, 5 号 令和 3 年 5 月)

高橋 和宏

繊維製品の抗菌性の定量的評価法として、JIS L 1902:2015 では、菌液吸収法、トランスファー法、菌転写法が規定されている。これらの方法では、試験布からの生菌の洗い出しと、洗い出された生菌の計数により抗菌活性が測定される。洗い出し操作と計数

操作は煩雑な操作であるため、精度の高い計測をするためには操作者の熟練を要する。本研究では、カロリメトリー法を利用した生育遅延解析法を菌液吸収法による抗菌活性測定に適用したところ、洗い出し操作なしで抗菌活性測定ができることが明らかとなった。またカロリメトリーで得られた熱生成曲線は装置付属のソフトウェアを利用することで数分～10分で解析できた。以上のことから、この方法を適用すれば、省力的に抗菌活性測定が可能となると考えられた。また生菌数の計数に要する消耗資材の削減と測定精度の向上も期待された。

4. Effect of filter cloths on relationship between fatty acids and ethyl esters during automatic pressing of sake

(Food Science and Technology Research 27 巻, 3 号 令和 3 年 5 月)

谷野 有佳、伊藤 一成、花房 裕子、三宅 剛史

清酒の香気は酒質を決定づける重要な因子であり、清酒製造過程で香気のバランスが崩れるとオフフレーバーが目立つ要因になるといわれている。発酵終了後に醪を搾り清酒と酒粕に分ける上槽工程において、種々の香気成分、特にエステル類が減少し、官能評価が悪化する可能性が広く認識されている。そこで、上槽工程で使用する濾布に吸着、残存する成分を調べた結果、脂肪酸エチルエステルを含む多くのエステル類が検出され、その吸着レベルは布の材質によって異なっていた。また、上槽前後の酒中の脂肪酸、脂肪酸エチルエステル量を調べた結果、上槽により、脂肪酸はあまり減少しないが、脂肪酸エチルエステルは減少することが明らかとなった。これは中鎖、長鎖脂肪酸エチルエステルに顕著であった。脂肪酸エチルエステルと比較して、脂肪酸の香りは不快な香りと感じることが多いため、上槽後に脂肪酸エチルエステルに対する脂肪酸の割合が増加したことが、上槽工程による官能評価の悪化の一因となっている可能性が示唆された。

5. Immobilization of Silver Nanoparticles on the Surface of Cellulose Nanofibers using High-Pressure Wet-Type Jet Mil

(Materials Transactions 62 巻, 10 号 令和 3 年 9 月)

古谷 充章、藤井 英司、小倉 孝太* (*(株)スギノマシン)

天然バイオマス素材であるセルロースナノファイバー (CNF) の高機能化を目的として、銀粒子との複合化に関する検討を行った。CNF と硝酸銀水溶液の混合懸濁液を湿式ジェットミルで処理することにより、CNF の表面上に銀粒子を固定化させることに成功した。固定化させた銀粒子は、平均粒子サイズが 2.1～3.5 nm であり、非常に均一な粒度であることが分かった。湿式ジェットミルでの処理条件を変更することにより、粒子サイズおよび固定化量を制御できることを見いだした。

6. 相容化材の主鎖構造が LLDPE/PA6/相容化材系ポリマーブレンドの力学特性に与え

る影響

(日本接着学会誌 57 巻, 9 号 令和 3 年 9 月)

日笠 茂樹

LLDPE / PA6 / 相溶化材ブレンドは積層フィルムをリサイクルしたプラスチックのモデルとして、注目されている。本研究の目的は、LLDPE / PA6 / 相溶化材ブレンドに関して、相溶化材がブレンドの相構造や力学特性に与える影響を明らかにすることである。構造の異なる非極性の主鎖と、極性官能基としての無水マレイン酸を有する数種の相溶化材を用いた。相溶化材は、LLDPE 中に分散する PA6 粒子を微細化し、また、衝撃強度を顕著に向上させた。この微細化や衝撃強度に関して、無水マレイン酸変性 SEBS (SEBS-g-MA) が、特異的に高い効果を示した。これら相溶化材の無水マレイン酸含有量はほぼ近似していることから、相溶化材の主鎖分子構造が LLDPE / PA6 / 相溶化材ブレンドの粒子径や衝撃強度に大きく影響したと推察された。

7. 亜塩素酸ナトリウム水溶液および二酸化塩素水溶液による EPDM の引張特性の劣化

(日本ゴム協会誌 94 巻, 11 号 令和 3 年 11 月)

岩路 仁、石田 拓也、福崎智司* (*三重大学大学院生物資源学研究科)

亜塩素酸ナトリウム (NaClO_2) 水溶液および二酸化塩素 (ClO_2) 水溶液が EPDM の力学特性に及ぼす影響について検討した。 NaClO_2 水溶液、 ClO_2 水溶液は EPDM 表面に Cl 元素および O 元素が拡散した劣化層が形成し、劣化層の硬化によって 100% 伸長応力 S100 が増大し、劣化層で生じるき裂が起点となって引張強度 TB と破断伸び EB が低下した。 NaClO_2 水溶液および ClO_2 水溶液による劣化層の形成は主に ClO_2 の拡散によると考えられ、非解離型 HClO_2 の寄与も考えられた。浸せきした水溶液の種類に関わらず、酸素が拡散した劣化層の厚さ DO によって、S100、TB、EB の変化を整理でき、DO は物理的な切り欠きの深さと等価と見なせることを明らかにした。

8. ポリプロピレン系複合材料の引張特性に及ぼす無水マレイン酸変性ポリプロピレンの添加効果

(日本接着学会誌 58 巻, 1 号 令和 4 年 1 月)

甲加 晃一、日笠茂樹、織田ゆかり*、川口 大輔*、田中 敬二* (*九州大学)

ポリプロピレン (PP) / 無水マレイン酸変性ポリプロピレン (PP-g-MA) / フィラー 3 元系複合材料における引張降伏応力 (σ_y) と PP-g-MA / フィラー界面の相互作用との関係を検討した。フィラーとして、同程度の平均粒子径を有する球状シリカ (SiO_2) または球状アルミナ (Al_2O_3) を用いた。 Al_2O_3 系の σ_y は、 SiO_2 系のそれよりも大きくなった。

また、洗浄後の PP-g-MA / フィラー 2 元系複合材料の熱重量測定を行ったところ、

Al₂O₃上の吸着鎖の熱分解に由来する重量減少の程度は、SiO₂上のそれよりも大きかった。これより、PP-g-MA/Al₂O₃ 界面において、より厚い吸着層が形成されていることが明らかとなった。これは、PP-g-MA と Al₂O₃ の相互作用が、PP-g-MA と SiO₂ のそれよりも強いことで説明できる。したがって、PP-g-MA/フィラー界面での相互作用が強くなると、PP/PP-g-MA/フィラー3 元系複合材料の σ_y は大きくなると考えられる。

9. 短パルスレーザーによるマグネシウム合金の染色

(レーザー加工学会誌 29 巻, 1 号 令和 4 年 1 月)

水戸岡 豊、岡野 航佑

アルミニウムの陽極酸化(アルマイト)皮膜は、デザイン性に優れた染色が可能であり、様々な部材に適用されている。アルマイト皮膜の染色には、酸性染料が使用されている。アルマイト皮膜表面には 10-30 nm の微細な孔が均一に形成されており、吸着した粒径数 nm の染料はその孔内へ拡散し、イオン結合や酸析により定着することで着色する。

他方、マグネシウムは軽量の構造材料として有望視されており、電子機器フレームに多用されていることから、デザイン性を向上させる染色が強く要求されている。しかし、マグネシウムの陽極酸化処理では火花放電を伴うため、皮膜に形成される孔は数 μ m の複雑な形状をしており、酸性染料では染色はできない。

そこで、本研究では、Q スイッチ・短パルスレーザー照射を前処理とし、酸性染料によるマグネシウム合金の染色を試みた。レーザー照射による合金表面の変化を観察するとともに、レーザー照射条件および染色条件が及ぼす染色性への影響を調査し、染色メカニズムについて検討した。

10. 8 マイクロホン法による広帯域垂直入射吸音率測定

(日本音響学会誌 78 巻, 2 号 令和 4 年 2 月)

眞田 明

音響管を用いて垂直入射吸音率を測定する場合、その測定上限周波数は、垂直進行平面音波のみが伝播する条件で決まる。そこで、著者らは、これまでに 8 本のマイクロホンを用い、音響管の対称性を利用することで、垂直進行平面音波 ((0, 0)モード) 以外に、斜め進行波に相当する (1, 0), (2, 0), (0, 1), (3, 0) 次の高次モードが伝播する領域でも、垂直入射吸音率を測定する方法 (8 マイクロホン法) を提案した。8 マイクロホン法による垂直入射吸音率測定装置と従来の 2 マイクロホン法による装置の大きな違いは、マイクロホンの数が 8 本であることの他に、マイクロホンを管内に挿入していること、マイクロホンの信号の可算処理が行われること、音源に二重管スリットが用いられていることである。この 8 マイクロホン法により、従来の約 2.89 倍の周波数まで垂直入射吸音率を測定可能である。本記事では、8 マイクロホン法の測定原理および数値解析と実験からその有効性について検証した結果について紹介する。

口 頭 発 表

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
1	ブタジェンゴムの不均一構造の伸張による変化	○ 石田 拓也 岩 露 仁 中嶋 健 ¹	日本ゴム協会2021年次大会	R3.5.20
2	DLCコーティングによる樹脂の摩擦摩耗特性への影響	○ 大西 博子 ² 石原 修二 ² 國次 真輔	トライボロジー会議2021春東京	R3.5.24
3	アルミニウム合金の電解砥粒研磨に伴う残留応力変化	○ 築山 訓明 村上 浩二 ³ 河合 真二 ³	金属第61回鉄鋼64回中国四国支部講演大会	R3.8.24
4	ドライアイスジェットによる砥石表面のインプロセス洗浄を用いたCFRPの高能率ドライ研削	○ 山崎 一志 ⁴ 岡崎 真吾 ⁴ 児玉 紘幸 ⁴ 余田 裕之 ⁴ 大橋 一仁 ⁴	2021年度砥粒加工学会学術講演会 (ABTEC2021)	R3.9.1
5	交流電場を用いた炭酸カルシウムの電解析出	○ 吉岡 朋彦 ⁴ 三木 麻由美 ⁴ 藤井 英司 片岡 卓也 ⁴ 早川 聡 ⁴	日本セラミックス協会第34回秋季シンポジウム	R3.9.3
6	ステンレス鋼に吸着したタンパク質のアルカリ洗浄過程における亜塩素酸ナトリウムの添加効果	○ 高橋 和宏 福崎 智司 ⁵	日本防菌防黴学会第48回年次大会	R3.9.8
7	シリコーンゴム透過性を利用した非解離型次亜塩素酸の抽出と殺菌への応用	○ 嶋田 千里 ⁵ 中路 彩弥 ⁵ 吉田 ずぎる ⁵ 福崎 智司 ⁵ 岩 露 仁	日本防菌防黴学会第48回年次大会	R3.9.8
8	パッチ形吸音構造の吸音特性	○ 眞田 明 小野 裕行 ⁶ 藤本 望夢	日本機械学会機械力学・計測制御部門Dynamics and Design Conference 2021	R3.9.13
9	ホウ素中性子捕捉療法のためのBPA-フェニルアラニンの合成とインビトロ評価	○ 加藤 仁菜 ⁴ 小橋川 共夢 ⁴ 木村 祥彦 藤井 英司 上田 真史 ⁴	日本薬学会第18回次世代を担う若手のためのフィジカル・ファーマフォーラム	R3.9.15
10	電解Ni/Snめっき皮膜の摩擦特性に及ぼすCu基板の千鳥形状加工の影響	○ 三宅 佑汰 ⁷ 福田 忠生 ⁷ 尾崎 公一 ⁷ 福田 千紗 ⁸ 西村 宜幸 ⁸ 水戸岡 豊	表面技術協会第144回講演大会	R3.9.16

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
11	チタン合金表面へのDLC処理による 生体材料への適用	○ 西村 直之 ⁹ 國次 真輔 大八木博文 ¹⁰ 沖原 巧 ⁴ 青木 薫 ⁹ 植村 健 ⁹ 斎藤 直人 ⁹	表面技術協会第144回講演大会	R3.9.16
12	麹菌固体培養による日本ワインパミ ス成分の高機能化（第2報）	○ 奥川日菜乃 ⁴ 橋本 敦子 ⁴ 三宅 剛史 伊藤 一成 谷野 有佳 山下 秀行 ¹¹ 中川 拓郎 ¹¹ 平野 幸司 ¹² 仁戸田照彦 ⁴ 神崎 浩 ⁴	日本農芸化学会2021年度西日 本・中四国・関西支部合同大会	R3.9.25
13	スリットを有する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 ⁴ 山田 寛 ⁴ 磯部 和真 ⁴ 堀部 明彦 ⁴	日本機械学会熱工学カンファ レンス2021	R3.10.9
14	試験製麹法における米麹の構造観察 と乾燥の影響	○ 伊藤 一成 谷野 有佳 五味 勝也 ¹³ 狩山 昌弘 ¹⁴ 三宅 剛史	第73回日本生物工学会大会	R3.10.27
15	公的研究機関のアウトカム評価	○ 中村 修 小林 直人 ¹⁵	研究・イノベーション学会 第36回年次学術大会	R3.10.30
16	High-Rate DLC Deposition by Using Ar/C ₂ H ₂ Plasma Jet in Combination with Substrate-Stage Discharge	○ 針谷 達 ¹⁶ 大浦 曜 ¹⁶ 坂東 隆宏 ¹⁶ 滝川 浩史 ¹⁶ 権田 英修 ¹⁷ 國次 真輔	42nd International Symposium on Dry Process (DPS 2021)	R3.11.18
17	ナノ触診原子間力顕微鏡で観察した ブタジェンゴム表面の定伸張下にお ける経時変化	○ 石田 拓也 岩路 仁 中嶋 健 ¹	第32回エラストマー討論会	R3.11.24
18	高分子結晶に拘束された非晶質の構 造解析	○ 岸本 瑞樹 ¹⁸ 竹中 幹人 ¹⁸ 岩路 仁	第32回エラストマー討論会	R3.11.24
19	浸室焼入れ材の耐食性に及ぼす熱処 理条件の影響	○ 築山 訓明	第23回関西表面技術フォー ラム	R3.11.25
20	反応染料を用いたMg合金陽極酸化皮 膜の染色	○ 岡野 航佑 水戸岡 豊 藤原 浩市 ¹⁹	第23回関西表面技術フォー ラム	R3.11.25

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
21	High efficiency dry grinding of CFRP using in-process cleaning of wheel surface by dry ice jet	○ 山崎 一志 ⁴ 岡崎 真吾 ⁴ 児玉 紘幸 ⁴ 余田 裕之 ⁴ 大橋 一仁 ⁴	The 23rd International Symposium on Advances in Abrasive Technology (ISAAT 2021)	R3.11.30
22	Biomimetic Diamond-like Carbon Coating on a Lumen of Small-diameter Long-sized Tube Functionalized by Oxygen Plasma Treatment	○ 今井 裕一 ²⁰ 中谷 達行 ²¹ 神田 一浩 ²² 國次 真輔 ⁴ 藤井 康宏 ⁴ 逢坂 大樹 ⁴ 大澤 晋 ⁴ 内 富夫 ²⁰	MRM2021 Materials Research Meeting	R3.12.13
23	深度カメラを用いた非接触牛体測定システムの開発	○ 岩田 和大 堀川 寛通 ²³ 窪田真一郎	第22回計測自動制御学会システムインテグレーション部門講演会 (SI2021)	R3.12.15
24	逆フィルタによる加速度センサ値からの円柱構造物に作用する加振力推定	○ 藤本 望夢 辻 善夫 眞田 明 吉村 卓也 ²⁴ 村上 浩二 ³	第22回計測自動制御学会システムインテグレーション部門講演会 (SI2021)	R3.12.15
25	カーボン強化マグネシウム合金の開発と実用化	○ 橋本 嘉昭 ²⁵ 日野 実 ²⁶ 水戸岡 豊	軽金属学会中国四国支部70周年事業	R4.2.1
26	医療用DLC膜のためのアーク抑制型HiPIMS法による膜特性制御技術の開発	○ 福江 紘幸 ²¹ 中谷 達行 ²¹ 岡野 忠之 ²⁷ 黒岩 雅英 ²⁷ 國次 真輔 ⁴ 太田 裕己 ²⁸ 米澤 健 ²⁸	第3回OUSフロンティアセミナー	R4.2.25
27	アルゴンイオンボンバード処理が接着接合強度に及ぼす影響	○ 山本 航平 ⁴ 中西 亮太 大宮 祐也 ⁴ 塩田 忠 ⁴ 藤井 正浩 ⁴	日本機械学会中国四国支部第60期総会・講演会	R4.3.4
28	隙間を有する円管状フィンを水平加熱面上に設置した場合の自然対流熱伝達	○ 浅田 拓真 ⁴ 堀部 明彦 ⁴ 山田 寛 ⁴ 磯部 和真 ⁴ 下山 力	日本機械学会中国四国支部第60期総会・講演会	R4.3.4
29	Relationship between discharge characteristics and film density in DLC film deposition using HF-HiPIMS method	○ 福江 紘幸 ²¹ 中谷 達行 ²¹ 岡野 忠之 ²⁷ 黒岩 雅英 ²⁷ 國次 真輔 ⁴ 太田 裕己 ²⁸ 米澤 健 ²⁸	ISPlasma 2022 / IC-PLANTS 2022	R4.3.6

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
30	ICP支援スパッタリング法によるNi系窒化膜の作製	○ 福江 紘幸 ²¹ 中谷 達行 ²¹ 岡野 忠之 ²⁷ 黒岩 雅英 ²⁷ 國次 真輔 ²⁸ 太田 裕己 ²⁸ 米澤 健 ²⁸	第145回表面技術協会講演大会	R4.3.8
31	HF-HiPIMSプロセスにおける放電電流特性の最適化によるDLC膜密度制御	○ 福江 紘幸 ²¹ 中谷 達行 ²¹ 岡野 忠之 ²⁷ 黒岩 雅英 ²⁷ 國次 真輔 ²⁸ 太田 裕己 ²⁸ 米澤 健 ²⁸	第145回表面技術協会講演大会	R4.3.8
32	8マイクロホン法による広帯域垂直入射吸音率測定	○ 眞田 明	日本音響学会2022年春季研究発表会	R4.3.9
33	マイクロフロー精密合成法による白金ナノ粒子の作製	○ 木村 祥彦 藤井 英司	日本セラミックス協会2022年年会	R4.3.11
34	熱処理コンテスト	○ 小野 祐作 ²⁹ 築山 訓明	日本熱処理技術協会第12回中部支部講演大会	R4.3.14
35	大吟醸酒の上槽工程による脂肪酸及び脂肪酸エチルエステルの変化	○ 谷野 有佳 伊藤 一成 竹内 赴登 花房 裕子 三宅 剛史	日本農芸化学会2022年度大会	R4.3.15
36	製麹工程におけるタンパク質分解酵素遺伝子の発現とそれに関わる転写因子の挙動	○ 伊藤 一成 谷野 有佳 竹内 赴登 五味 勝也 ¹³ 狩山 昌弘 ¹⁴ 三宅 剛史	日本農芸化学会2022年度大会	R4.3.15
37	ワインパミスの麹菌固体培養における熱水処理の影響	○ 奥川日 菜乃 ⁴ 橋本 敦子 ⁴ 三宅 剛史 伊藤 一成 谷野 有佳 山下 秀行 ¹¹ 中川 拓郎 ¹¹ 平野 幸司 ¹² 仁戸田照彦 ⁴ 神崎 浩 ⁴	日本農芸化学会2022年度大会	R4.3.15

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
38	オリーブ葉の麹菌固体培養における 蒸煮処理の影響	○ 橋本 敦子 ⁴ 奥川日菜乃 ⁴ 三宅 剛史 伊藤 一成 谷野 有佳 山下 秀行 ¹¹ 内田 真美 ¹¹ 三木 翔平 ¹¹ 吉田 靖弘 ³⁰ 徐 恵美 ³⁰ 菊池 敬一 ³⁰ 仁戸田照彦 ⁴ 神崎 浩 ⁴	日本農芸化学会2022年度大会	R4.3.15
39	ランダムノイズ蒸留法によるCNNモ デルの高精度化	○ 平田 大貴	電子情報通信学会2022総合大 会	R4.3.15
40	スマート鍛造プロセスを適用したク ロムモリブデン鋼の加工性に関する 研究	○ 余田 裕之 築山 訓明 内田 清 ³¹ 林 洋二 ³¹	2022年度精密工学会春季大会 学術講演会	R4.3.15

- | | | |
|------------------------|------------------|--------------|
| 1 東京工業大学 | 2 (株)三井E&Sマシナリー | 3 (株)山本金属製作所 |
| 4 岡山大学 | 5 三重大学 | 6 三乗工業(株) |
| 7 岡山県立大学 | 8 オーエム産業(株) | 9 信州大学 |
| 10 (株)プラズマイオンアシスト | 11 (株)樋口松之助商店 | 12 (株)果実工房 |
| 13 東北大学 | 14 (株)フジワラテクノアート | |
| 15 日本学術振興会ロンドン研究連絡センター | | 16 豊橋技術科学大学 |
| 17 オーエスジーコーティングサービス(株) | | 18 京都大学 |
| 19 堀金属表面処理工業(株) | 20 ストロープ(株) | 21 岡山理科大学 |
| 22 兵庫県立大学 | 23 岡山県農林水産総合センター | 24 東京都立大学 |
| 25 日本マテリアル(株) | 26 広島工業大学 | 27 東京電子(株) |
| 28 ケニックス(株) | 29 東豊精機(株) | 30 日本オリーブ(株) |
| 31 (株)川上鉄工所 | | |

岡山県工業技術センター報告第 48 号

令和 3 年度版（2021 年度版）

令和 4 年 8 月発行

（2022 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