

ISSN 0386-149X

岡山県工業技術センター報告

(Report of Industrial Technology Center of Okayama Prefecture)

第 52 号

令和 8 年 7 月

岡山県工業技術センター

目次

技術資料

1 リサイクルインジゴの染色特性	國藤 勝士 岡本 有未 清水 雅士*	・・・	1
2 織物の風合い評価に関する研究 (2) -試験布の採取箇所がせん断特性に与える影響-	松本 侑子	・・・	3
3 浸室焼入れした SPCC の組織および硬さ分布	築山 訓明	・・・	5
4 PTFE 粒子を活用したマグネシウム合金陽極酸化皮膜におけるトライボロジー特性の向上	岡野 航佑 水戸岡 豊 藤原 浩市 渡辺 浩介	・・・	7
5 伝導性ノイズ対策のためのノイズ源モデル化	渡辺 哲史 岡崎 奨太	・・・	9
6 ブロー成形による広帯域吸音構造の開発	藤本 望夢 眞田 明 高田 卓	・・・	12
7 伸長その場 AFM 観察による CB 充填ゴムの亀裂発生位置の可視化	石田 拓也 八木 駿 岩路 仁	・・・	14
8 岡山県産農業廃棄物を用いたバイオマスナノファイバーの作製	藤井 英司 古谷 充章	・・・	16
9 PP 表面の大気圧 N ₂ プラズマ処理による不安定性と低分子量成分の生成に関する研究	中西 亮太 松岡 大樹 綱分 友春	・・・	18
10 機械学習を用いたアユ人工産卵場遠隔モニタリング画像の確認作業軽減に関する検討	松岡 大樹	・・・	21
11 井戸洗い前後の井戸水に存在する細菌の調査	伊藤 一成 竹内 赴登 谷野 有佳 三宅 剛史	・・・	23
12 大吟醸の上槽工程におけ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 三宅 剛史	・・・	25

*HP にカラー原稿を掲載しています。

<https://www.pref.okayama.jp/site/kougi/812364.html>

Contents

TECHNICAL REPORT

1 Dyeing properties of recycled indigo	Katsushi KUNITOU Yumi OKAMOTO Masashi SHIMIZU	• • •	1
2 Study on evaluation of fabric hand (2) -Effect of sampling point of fabrics on shear properties-	Yuko MATSUMOTO	• • •	3
3 Microstructure and hardness distributions of high temperature nitriding and quenched SPCC steel	Kuniaki TSUKIYAMA	• • •	5
4 Improvement of tribological properties of anodized films on magnesium alloys utilizing PTFE particles	Kousuke OKANO Yutaka MITOOKA Kouichi FUJIWARA Kousuke WATANABE	• • •	7
5 Modeling method for reducing conductive emissions	Tetsushi WATANABE Shota OKAZAKI	• • •	9
6 Development of a blow-molded broadband sound absorber	Nozomu FUJIMOTO Akira SANADA Suguru TAKATA	• • •	12
7 Visualizing crack initiation sites in carbon black-filled rubber via in situ AFM observation under uniaxial stretching	Takuya ISHIDA Suguru YAGI Hitoshi IWABUKI	• • •	14
8 Fabrication of biomass-derived nanofibers using agricultural waste from Okayama Prefecture	Eiji FUJII Mitsuaki FURUTANI	• • •	16
9 Research on the instability and formation of low-molecular-weight species on atmospheric N ₂ plasma modified PP surface	Ryota NAKANISHI Hiroki MATSUOKA Tomoharu TSUNAWAKI	• • •	18
10 Reducing Manual Image Inspection in Remote Monitoring of Ayu Restored Spawning Grounds Using Machine Learning	Hiroki MATSUOKA	• • •	21
11 Research of bacteria present in well water before and after the well cleaning	Kazunari ITO Hayato TAKEUCHI Yuka TANINO Tsuyoshi MIYAKE	• • •	23
12 Change of fatty acids and fatty acid ethyl esters after filtration of finished main mash in daiginjo	Yuka TANINO Kazunari ITO Hayato TAKEUCHI Tsuyoshi MIYAKE	• • •	25

外部発表

誌上発表

1 短パルスレーザー利用による金属表面の接合力向上	水戸岡 豊	・・・	27
2 短パルスレーザー利用によるマグネシウムの藍染	水戸岡 豊	・・・	27
3 分子運動性の分布によるゴム材料の熱酸化の解析 (第1報) Multiple-quantum NMR を用いた加硫イソプレンゴムの熱酸化 による劣化の評価	八木 駿 岩路 仁 石田 拓也	・・・	28
Amino acid profile affecting the lactic acid bacteria community in kimoto seed mash at various brewing years	Hayato Takeuchi Kazunari Ito Yuji Miyake Yuka Tanino Shuzo Watanabe Kouzo Watanabe Tsuyoshi Miyake	・・・	28

口頭発表

技術資料

リサイクルインジゴの染色特性

Dyeing properties of recycled indigo

國藤 勝士・岡本 有未・清水 雅士*

Katsushi KUNITOU, Yumi OKAMOTO, Masashi SHIMIZU

キーワード リサイクルインジゴ／天然藍／合成インジゴ／綿／染色
KEY WORDS Recycled Indigo/ Natural Indigo/ Synthetic Indigo/ Cotton/ Dyeing

1 はじめに

インジゴはデニム生地を使用される青色染料である¹⁾。また、デニムに用いられる綿糸は、ロープ染色機により連続染色する独特な手法で製造される²⁾。ロープ染色では、数千メートルの綿糸を数百から千本以上同時に染色するが、ロープの始終部位など、製品として使用できないインジゴ染色綿糸が一定量発生し廃棄処分されている。染色業界ではこうした廃棄物の低減や利用が求められている。

マイクロバイオフィクトリー(株)(以降、MBF と記載)は廃棄インジゴ染色綿糸等を原料とし、酵素により綿糸(セルロース成分)を分解することで、再生インジゴ染料として回収した「リサイクルインジゴ」を開発している³⁾。

本研究では、MBF製造の「リサイクルインジゴ」の染色特性を明らかにすることを目的に、染着量および色相評価により、天然藍および合成インジゴと比較した結果を報告する。

2 実験方法

2.1 試料

本研究で使用した染料・試薬を表1に示す。MBF提供のリサイクルインジゴは懸濁液であったことから、吸引ろ過後の固形分を回収・乾燥し、粉末状にして実験に使用した。

表1 使用した染料・試薬

染料・試薬	メーカー
リサイクルインジゴ	MBF(株)提供 懸濁液
天然藍	洛東化成工業(株) 2IN-AI
合成インジゴ	ダイスター社 Indigo Pure Gran
水酸化ナトリウム	関東化学(株) 特級
炭酸ナトリウム	ナカライテスク(株) 特級
綿布(カナキン3号)	(一財)日本規格協会

*マイクロバイオフィクトリー株式会社

2.2 実験条件

2.2.1 ストックバット液

各種インジゴ粉末 2 g、水酸化ナトリウム 1.5 g、ハイドロサルファイト 2 g を 50 mL の蓋付き容器に入れ、窒素雰囲気下で 60 °C、20 分処理してインジゴ還元液を作製した。容器を室温まで冷却し、ストックバット液とした。

2.2.2 染色

10×30 cm の綿布 (2.8 g) を、10 g/L 炭酸ナトリウムおよび 50 g/L ハイドロサルファイト溶液 140 mL (浴比 1:50) の染色ポットに投入し、ストックバット液から 1~10% o.w.f. 濃度となるよう染色ポットに加えた。赤外線ポット染色試験機((株)テクサム技研製、UR MINI-COLOUR)を用いて 30 °C、30 分染色した。染色後、綿布を取り出し、マングル絞りを行った後、30 分間空気酸化させた。0.5%石けん液、40 °C、30 分の条件でソーピングを行い、水洗、乾燥して試料とした。

2.3 染色布評価

コニカミノルタ(株)製の分光測色計 CM-3600d を用いて、波長 400~800 nm の反射率を測定し、染着量 (Total K/S 値) および色相 (a* 値、b* 値) を算出した。

3 結果と考察

図1に各種インジゴの染着量 (Total K/S 値) を示す。リサイクルインジゴの染着量は天然藍と比較すると、いずれの染料濃度においてもほぼ同程度であった。一方、合成インジゴとの比較では、いずれの濃度においても染着量は低いことが分かった。

本試験で使用した合成インジゴは90%以上の純度である一方、天然藍の純度は様々である⁴⁾。今回用いた天然藍はインド藍であり、文献等を参考にすると50%前後の染料純度と推測される。リサイクルインジゴの染着量が天然藍と同程度であったことより、リサイクルインジゴの染料純度は天然藍とほぼ同程度であると推察される。また、リサイクルインジゴは天然藍や合成インジゴと同様に、染料濃度の増加に伴って染着量も増加する傾向が

確認された。リサイクルインジゴに含まれる未分解の綿残渣や酵素等の不純物は、本染色条件において綿への染色を阻害していないと考えられる。

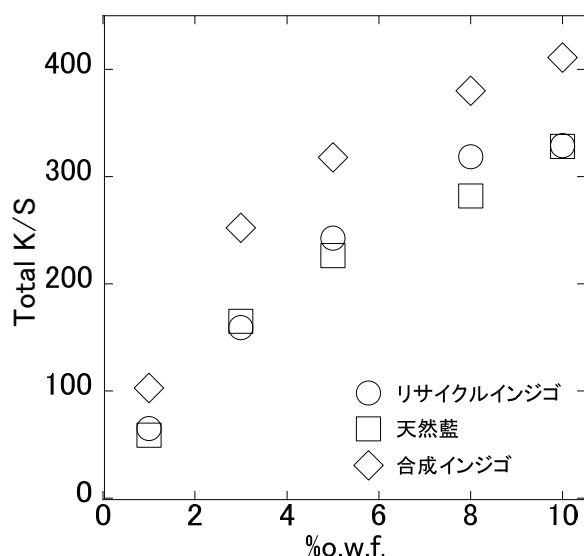


図1 各種インジゴの染着量(Total K/S 値)

図2に各種インジゴの色相(a^* 値、 b^* 値)を示す。 a^* 値は正值で赤色、負値で緑色を示し、 b^* 値は正值で黄色、負値で青色を示す。 a^* 値、 b^* 値はいずれも、数値の絶対値が大きいほど濃色であることを示している。また、マーカー横の数値は染色液中のインジゴ濃度(% o.w.f.)を示している。

測定の結果、リサイクルインジゴは低染料濃度では a^* 値、 b^* 値ともに負値を示し、3% o.w.f.以上の染料濃度では、染料濃度の増加に伴って a^* 値、 b^* 値も増加する傾向を示すことが確認された。これは、染料濃度の増加に伴い、染色布の色が赤味増加、青味減少となることを意味している。

天然藍および合成インジゴと比較すると数値の相違は認められるものの、リサイクルインジゴとほぼ同様の色相変化挙動を示すことが分かった。数値の相違は、リサイクルインジゴに含まれるインジゴ以外の物質が綿布を着色したために生じたと推察される。

以上の結果から、リサイクルインジゴは天然藍や合成インジゴと同等の染色方法で染色可能であり、色相変化もほぼ傾向であることが確認された。さらに染料濃度により染着量を制御可能であることも確認できた。

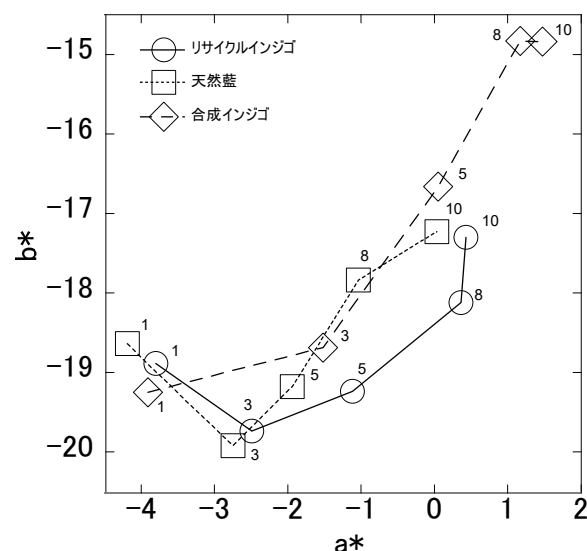


図2 各種インジゴの色相(a^* 値、 b^* 値)

4 まとめ

リサイクルインジゴの染色特性を染着量および色相により評価し、天然藍および合成インジゴと比較した結果、以下の知見が得られた。

- ・染着量は天然藍とほぼ同挙動を示した。合成インジゴより低かったが、これは染料純度の影響と考えられた。
- ・色相の数値に若干の相違が認められたものの、天然藍および合成インジゴとほぼ同等の色相変化挙動を示した。

本研究は岡山県産業廃棄物処理税により実施した。

参考文献

- 1) 坂川哲雄ほか. あい染色の動向 I. 染色工業, 1984, 19(5), p. 288-292.
- 2) 坂川哲雄ほか. バット染料の新応用技術 V. 染色工業, 1987, 35(5), p. 199-225.
- 3) 清水雅士. 大阪発バイオベンチャー: "バイオものづくり"への挑戦. 研究・イノベーション学会年次学術大会講演要旨集, 2023, 38, p. 1087-1090
- 4) Abera Kechi Kabish et al. The Importance of Natural Indigo Dye and Its Revitalization and Ethiopian Potential for Indigo Growing. *Adv. Mater. Sci. Eng.*, 2023, p.1-8.

織物の風合い評価に関する研究（2）

-試験布の採取箇所がせん断特性に与える影響-

Study on evaluation of fabric hand (2)

-Effect of sampling point of fabrics on shear properties-

松本 侑子

Yuko MATSUMOTO

キーワード 織物の風合い / 採取箇所 / 織物 / せん断特性

KEY WORDS Fabric hand / Sampling point / Fabrics / Shear properties

1 はじめに

近年、繊維製品の風合いを評価する手法として、低荷重域の布の基本力学特性を測定することが広く用いられている。生地を破壊するまでの大きな荷重域の特性については、JISL1096:2010 織物及び編物の生地試験法²⁾に、生地の両端から150 mmを除いて試験片を採取することが示されている。しかし、低荷重域の布の基本力学特性については、生地の採取箇所は指定されておらず、採取箇所が測定結果に与える影響は明らかになっていない。これまでに、平織物を用いて低荷重域の曲げ特性、引張り特性への採取箇所の影響を調査し、曲げ特性では採取箇所の影響は小さいこと、引張り特性では両端150 mmを除いて採取した試料は同様の引張り特性であるのに対し生地の両端から採取した試料は最大伸び率が小さいことを報告した³⁾。

本研究では場所を変えて採取した平織物を用いて、低荷重域の布のせん断特性における採取箇所の影響を調査した。

2 実験方法

試料は前報と同一の試験片³⁾を用いた。JISL0803に準拠した試験用添付白布綿（カナキン3号）の反物から、図1に示した5カ所より約210×210 mmの生地を採取し、4辺から均等に糸を抜いて200×200 mmの試験片とした。なお、試料1と5については、斜行の影響により緯糸方向の幅を200 mm確保できなかったため、それぞれ幅199 mm、197 mmとして試験に供した³⁾。各試料について、引張りせん断試験機（KES-FB1-A、カトーテック製）を用いてつかみ間隔は50 mmで、経糸方向、緯糸方向の順に各方向1回のせん断試験（せん断張力10 gf/cm、せん断角 $\pm 8^\circ$ ）をおこなった。図2にせん断試験の模式図と測定の様子を示す。得られたせん断力とせん断角の関係から、せん断角 $0.5^\circ \sim 2.5^\circ$ 間の勾配よりせん断剛性 G 、せん断角 0.5° 、 5° における変形過程と回復過程のせん断力の差からヒステリシス $2HG$ 、 $2HG5$ を求めた。試験片の採取およびせん断試験は 20°C 、 $65\%\text{RH}$ の条件下で実施した。

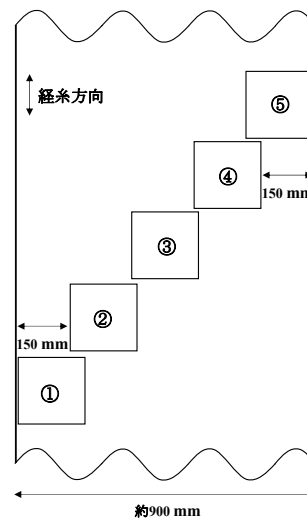


図1 試験片の採取箇所³⁾

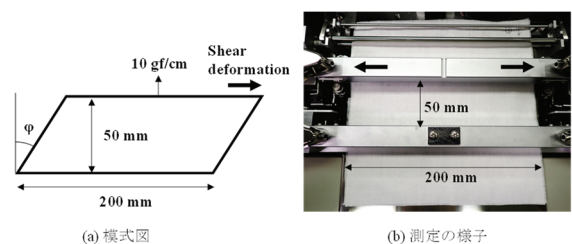


図2 せん断試験の模式図(a)と測定の様子(b)

3 結果と考察

採取場所による試験片の特徴について、前報より、両端から150 mmを除く生地の中央から採取した試料2、3、4は経糸と緯糸の交錯角は約 90° で、試料1、5よりも組織の歪みが小さく均一であることが確認されている³⁾。図3に試料2、3、4のせん断試験結果を示す。経糸方向、緯糸方向ともに3試料のせん断角とせん断力の関係は同様であり、低荷重

域における特性の評価において、両端から150 mmを除く生地 of 採取が安定した測定結果をもたらすことを確認した。これより、試料2、3、4を中央部とし、試料1、5と比較を行うこととした。特性値は、試料2、3、4の平均値と標準偏差 (σ) を算出し、 $\pm 2\sigma$ の範囲外の測定値となった場合に差があるとみなした。中央部のグラフは代表して試料3のデータを示した。図4に試料1、3、5のせん断試験結果、表1にせん断特性値を示す。一般的に、 G が大きいほどせん断変形しにくく、 $2HG$ が大きいほどわずかなせん断変形による回復性が悪く、 $2HG5$ が大きいほど布は大きなせん断変形による回復性が悪いことを示す。経糸方向、緯糸方向ともに試料1、5のグラフは試料3と大きく異なった。試料3では、正負のせん断角とせん断力の関係は同様であったのに対し、試料1、5は、せん断角による異方性が確認され、正のせん断角とせん断力の関係および負のせん断角とせん断力の関係は異なった。特性値は、中央部に比べて試料1、5は G が大きく、 $2HG$ は小さく、そして $2HG5$ は大きくなった。生地 of 端から採取した試験片は、せん断変形しにくく、わずかなせん断変形の回復性は良いが、大きなせん断変形による回復性が悪いことがわかった。両端から採取した試料1、5でせん断剛性が大きくなった要因について、経糸と緯糸が斜行し、交錯角が中央部の 90° と異なった³⁾ ことによる影響と考察した。交錯点における糸間の摩擦やつかみ間隔間における糸の伸びが変化することが複合的に影響していると考えられる。また、せん断角とせん断力の異方性についても斜行の影響が大きいと考えられるが、詳細についてはさらに検討が必要である。

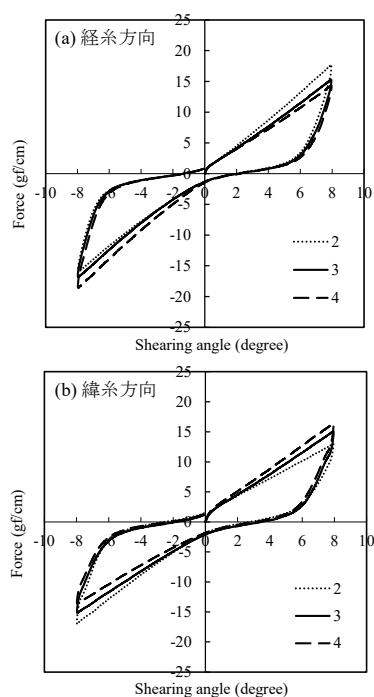


図3 試料2、3、4のせん断試験結果

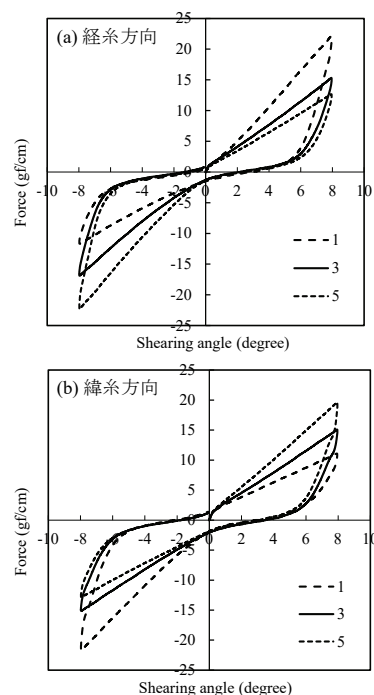


図4 試料1、3、5のせん断試験結果

表1 せん断特性値

試料	経糸方向		
	$G(\text{gf/cm/degree})$	$2HG(\text{gf/cm})$	$2HG5(\text{gf/cm})$
中央部 $\pm 2\sigma$	1.73 ± 0.09	2.48 ± 0.16	8.52 ± 0.33
1	1.75	2.32	8.74
5	1.84	2.32	9.16

試料	緯糸方向		
	$G(\text{gf/cm/degree})$	$2HG(\text{gf/cm})$	$2HG5(\text{gf/cm})$
中央部 $\pm 2\sigma$	1.60 ± 0.01	3.50 ± 0.05	8.40 ± 0.14
1	1.74	3.44	8.99
5	1.78	3.37	8.91

4 まとめ

平織物について両端150 mmを除いて採取した試料は同様のせん断特性を示すが、生地 of 両端から採取した試料は中央部に比べて G が大きく、 $2HG$ は小さく、そして $2HG5$ は大きくなった。織物 of せん断特性 of 安定した評価のためには両端150 mmを除いた試験片 of 採取が望ましいことを明らかにした。

参考文献

- 1) 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 of 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.
- 2) JIS L1096:2010 織物及び編物 of 生地試験方法, 日本規格協会.
- 3) 松本侑子, 織物 of 風合い評価に関する研究-試験布 of 採取箇所が曲げ特性と引張り特性に与える影響-, 岡山県工業技術センター報告, 51, pp. 9-11, 2025

浸室焼入れした SPCC の組織および硬さ分布

Microstructure and hardness distributions of high temperature nitriding and quenched SPCC steel

築山 訓明

Kuniaki TSUKIYAMA

キーワード 浸室焼入れ / 組織 / 硬さ分布

KEY WORDS High temperature nitriding and quenching / Microstructure / Hardness distributions

1 はじめに

鉄鋼材料の表面硬化処理法として広く利用されている浸炭焼入れおよび浸窒焼入れは、炭素もしくは窒素の拡散と、それに伴う相変態を利用する表面硬化熱処理法である。浸炭焼入れでは、約900℃の高温域でアセチレン(C_2H_2)などの浸炭性ガスを用い、炭素をオーステナイト中に浸入・拡散させた後、急冷により表面組織に高炭素マルテンサイトを形成させ耐摩耗性を向上させる。一方、浸窒焼入れは窒素の拡散による反応を利用する点は似ているが、Fe-N系では A_1 点が592℃付近と低いことが特長である。 A_1 点とは、共析変態が生じる温度であり、この温度以上でオーステナイトが安定に存在できる。Fe-C系の A_1 点が727℃であり、実用上はオーステナイト化のために900℃程度まで加熱する必要があるのに対し、Fe-N系では700～800℃の比較的低温でもオーステナイト化が可能である。このため、 NH_3 を窒素の供給源としてオーステナイト中に窒素を固溶させ、急冷することで高窒素マルテンサイトが得られる。このように、浸炭焼入れと比較し、浸窒焼入れは低温で処理できることから、熱処理ひずみの抑制が期待できるだけでなく、 CO_2 を排出しない NH_3 を利用することで、温室効果ガス排出量を低減できることも利点である。以上の利点から、当センターでは浸窒焼入れの適用拡大に向けた研究を推進しており、これまでに純鉄やステンレス鋼を対象とした基礎検討を通じて、鋼種に応じた最適な浸窒処理条件の選定が必要であることを示してきた^{1),2)}。その上で、本報告では冷間圧延鋼板(SPCC)を対象鋼種とした。SPCCは安価で加工性・成形性に優れ、歯車やシャフトなどの機械部品にも広く使用されている。しかし、低炭素鋼であるため、焼入れのみでは硬さが得られず、耐摩耗性向上のため、浸炭焼入れなどの表面硬化処理が施されることが多い。一方、SPCCを対象とした浸窒焼入れに関する従来報告では、主に750℃付近での処理が多く、得られる硬化層厚さが100～150 μm 程度となっている³⁾。そこで本研究では、より厚く硬い浸窒層の形成を目的とし、従来よりも高温でありながら浸炭焼入れよりも低温となる800℃かつ NH_3 濃度を変化させた浸窒焼入れを実施し、得られた金属組織と硬さ分布について検討し

た結果について報告する。

2 実験方法

供試材には、SPCC(サイズ: 20×100×t3 mm)を用いた。図1に熱処理プロセスを示す。炉内温度が一定になるまでの時間や炉内導入ガスの条件はこれまでの研究と同様に N_2/NH_3 混合ガスを使用し、導入ガス中 NH_3 濃度は30%とした¹⁾。この浸窒処理後に水焼入れをおこない、浸窒焼入れ試料を作製した。作製した試料を長手方向の中央で切断・樹脂包埋し、切断面をエメリー紙(#220～#4000)による湿式粗研磨後、ダイヤモンド(6 μm)による仕上げ研磨をおこない、断面観察用の試料とした。この試料に対し、5%ナイトール腐食液を用いて組織を現出させ、光学顕微鏡(Eclipse LV100ND、(株)ニコン製)を用いて組織観察をおこなった。さらに、マイクロビッカース(HM-200、(株)ミツトヨ製)を用い、硬さ分布測定を実施した。このときの試験荷重は0.05kgfとし、表面から50 μm 間隔で硬さを測定した。なお、最表面の硬さは、表面から20 μm の位置で測定した。硬さのばらつきを考慮し、各深さで硬さ試験を7回実施し、算出した5点の平均値を各深さの硬さとした。

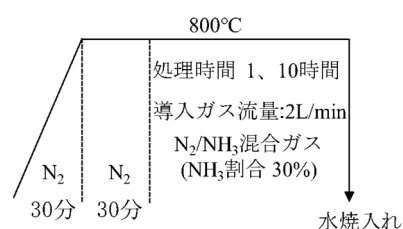


図1. 熱処理プロセス

3 結果と考察

図2に、熱処理温度800℃で1時間または10時間の浸窒処理後に焼入れをおこなった試料の断面組織を示す。図中の破線は包埋樹脂と試料の境界、一点鎖線は浸窒層と母相の境界を示している。本研究では、窒素の拡散により相変態が生じた領域を浸窒層と定義した。得られた浸窒層厚さは、1時間処理で約100 μm 、10時間で約260 μm であった。従来報告例³⁾では、1時間で約70 μm 、9時間で140 μm の浸窒層が得られており、本研究では、従来報告よりも(1.4倍以上の)厚い浸窒層が得られた。

従来報告では熱処理温度750℃・NH₃濃度が5%であったのに対し、本研究では熱処理温度800℃・NH₃濃度を30%と、より高温かつ高NH₃濃度で処理を行っている。表面窒素濃度は、一般に窒化ポテンシャルで整理され、ガス中NH₃濃度が高いほど窒化ポテンシャルは増大する。その結果、ほぼ同等の処理時間で比較した際に、本研究の方が、多くの窒素がSPCCに供給され、より厚い浸窒層が得られたものと考えている。

図3に、各試料の断面硬さ分布を示す。図中○および□は本研究の結果(NH₃濃度30%、1時間および10時間)、点線および一点鎖線は従来報告(NH₃濃度5%、1時間および9時間)の結果である³⁾。従来報告では熱処理時間にかかわらず、最高硬さは約800HVであったのに対し、本研究の最高硬さは1時間で約920HV、10時間で約850HVと、いずれも従来報告を上回る最高硬さが得られ、550HV以上を満たしていた。ただし、本研究では焼戻し処理をおこなっていないため、焼戻しにより、どの程度硬さが低下するかについて、今後、検討する必要がある。

表1に、各熱処理における最高硬さと表面からの位置および浸窒層厚さを示す。この時、浸炭焼入れ・焼戻し後に要求されることの多い550HV以上の硬さを示す領域を浸窒層厚さとした。従来報告の値はグラフから読み取ったものであるが、浸窒層厚さ(図3中実線)は、従来報告では1時間で50 μm～100 μm、9時間で100 μm～150 μmであった。一方、本研究では1時間で100 μm～150 μm、10時間で150 μm～200 μmと、いずれも従来報告より厚い浸窒層が得られた。これらの値は図2で観察された浸窒層/母相の境界位置と概ね一致しており、浸窒層が焼入れにより硬化したことを示している。次に、図3

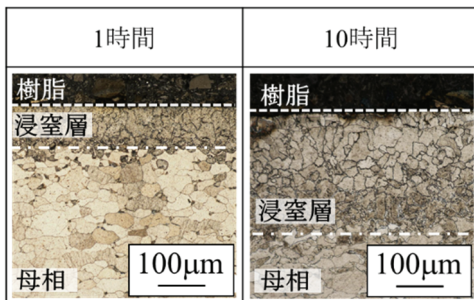


図2. 800℃で1時間および10時間浸窒処理後に焼き入れしたSPCCの断面組織

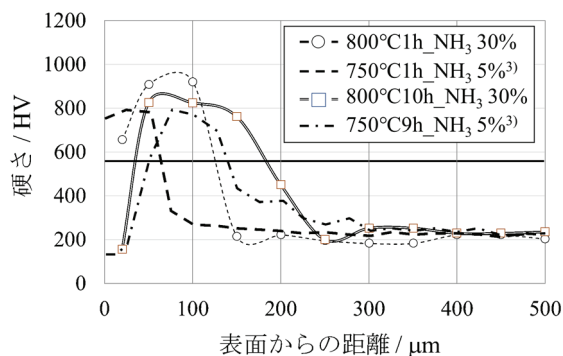


図3. 断面硬さ分布の比較

の表面近傍(深さ20 μm)の硬さに着目すると、1時間および10時間のいずれにおいても表面硬さが低下しており、特に10時間では母材と同程度まで硬さが低下していた。この原因を明らかにするため、表面近傍の詳細な組織観察を実施した。図4は、浸窒処理10時間後に焼入れした試料の、浸窒層内における表面近傍を拡大した断面写真であり、図中の一点鎖線は浸窒層内におけるフェライト/マルテンサイトの境界を示している。浸窒処理では、材料表面から窒素が浸入・拡散することで母相フェライトがオーステナイトへと変態し、急冷により硬質なマルテンサイトが生じる。したがって、本来フェライトは最表面には形成されないはずである。しかし、脱窒が生じることでオーステナイト中に固溶した窒素濃度が低下し、最表面組織がフェライトとなり、硬さまで低下したものと考えられる。

4 まとめ

本報告では、SPCCを対象に、浸窒焼入れを施し、それにより形成する組織観察と硬さ分布測定を行った。従来報告と比較し、熱処理温度を50℃上昇させ、800℃1時間の熱処理を施すことにより、実用上要求されやすい550HV以上の硬さで、100 μm以上を形成させられることが示された。また、処理中NH₃濃度を上げることで、焼入れで生じるマルテンサイトの硬さを短時間で上昇させられる可能性が示唆された。

参考文献

- 1) 築山訓明. 浸窒焼入れによって形成される組織におよぼす試料サイズの影響. 岡山県工業技術センター報告.2024, 50, p12-p13.
- 2) 築山訓明. 純鉄およびSUS430における焼入れに影響を及ぼす浸窒処理条件の比較. 岡山県工業技術センター報告.2025, 51, p16-p17
- 3) 浸窒焼入れによる鉄鋼材料の表面改質技術. 山形県工業技術センターシーズ集, https://yrip.jp/wp-content/uploads/2021/12/R2_2kinzoku_sintitu.pdf, (参照 2026-06-01).

表1. 各熱処理条件での最高硬さと位置・浸窒層厚さ

熱処理条件 温度・時間・NH ₃ 濃度	最高硬さー 表面からの位置	浸窒層厚さ (550HV以上)
750℃1時間_5% ³⁾	800HVー 20 μm	50～100 μm
800℃1時間_30%	920HVー 50 μm	100～150 μm
750℃9時間_5% ³⁾	800HVー 90 μm	100～150 μm
800℃10時間_30%	810HVー 100 μm	150～200 μm



図4. 800℃-10時間で浸窒焼入れしたSPCCの表面近傍の拡大断面組織

PTFE 粒子を活用したマグネシウム合金陽極酸化皮膜の トライボロジー特性の向上

Improvement of tribological properties of anodized films on magnesium alloys utilizing PTFE particles

岡野 航佑・水戸岡 豊・藤原 浩市*・渡辺 浩介*

Kousuke OKANO, Yutaka MITOOKA, Kouichi FUJIWARA, Kousuke WATANABE

キーワード マグネシウム / 陽極酸化処理 / ポリテトラフルオロエチレン
KEY WORDS Magnesium / Anodizing / Polytetrafluoroethylene (PTFE)

1 はじめに

実用金属材料において最も密度が小さいマグネシウム合金は、輸送機器部品への適用が拡大しており、摺動を伴う部材への展開も期待されている。マグネシウム合金は腐食しやすいため、その実用製品には耐食性の向上が不可欠となる。加えて、摺動を伴う部品では表面の摩擦係数の低減も求められる。これらの要求に対し、リン酸塩陽極酸化処理²⁾およびDLC(Diamond Like Carbon)コーティング³⁾などの表面処理を活用したトライボロジー特性の向上が検討されてきた。

岡山県工業技術センターにて開発されたリン酸塩陽極酸化処理は、マグネシウム合金表面に耐食性のある酸化皮膜(以下、リン酸塩陽極酸化皮膜)を形成する。この処理はマグネシウム合金製の輸送機器部品およびレジャー部品などに広く適用されてきた⁴⁾。この酸化皮膜は耐摩耗性にも優れる一方、鉄鋼材料との摩擦係数は0.7~0.8 と高く²⁾、表面の低摩擦化が摺動部品への適用に向けた課題である。金属材料表面の低摩擦化手法の一つとして、ポリテトラフルオロエチレン(Polytetrafluoroethylene 以下、PTFE)粒子をその酸化皮膜表面に固着させる湿式処理がある⁵⁾。

過去、岡山県工業技術センターにおいて、マグネシウム合金のリン酸塩陽極酸化皮膜に対して同様の処理を試みたが、PTFE粒子は皮膜表面の一部にしか固着せず、摩擦係数の低減効果は試験初期に限られた⁶⁾。この原因として、PTFE粒子および酸化皮膜との静電的相互作用が不十分であり、粒子の固着が限定的であった可能性が考えられる。

本研究では、正または負のゼータ電位を示すPTFE粒子を用いて、マグネシウム合金のリン酸塩陽極酸化皮膜への固着挙動を調査し、粒子が固着した酸化皮膜のトライボロジー特性を評価した。

2 実験方法

基板にはAZ31マグネシウム合金板(50 mm×30 mm 板厚3 mm)を使用した。既報⁷⁾を参考としてリン酸塩陽極酸化処理を行い、表面にリン酸塩陽極

酸化皮膜を形成させ、試料とした。試料はPTFE粒子が分散した懸濁液に浸漬し、水洗した後、送風乾燥した。PTFE粒子には懸濁液中で表面ゼータ電位の異なる2種類を用いた。以降、懸濁液への浸漬処理は「潤滑処理」と表している。

試料のトライボロジー特性は多機能摩擦摩耗試験機(Rtec-Instruments社製, MFT-4000)で評価した。往復摺動試験にて行い、高炭素クロム軸受鋼鋼球((株)天辻鋼球製作所製 以下、鋼球)に対する試料の摩擦係数を計測した。試料表面および断面の観察には電子プローブマイクロアナライザ(日本電子(株)製, JXA-iPH200F 以下、EPMA)を用い、断面研磨処理には断面試料作製装置(日本電子(株)製, IB-19530CP)を使用した。

3 結果と考察

図1は潤滑処理前後でのリン酸塩陽極酸化皮膜表面および断面の反射電子顕微鏡像である。

図1(a)および図1(b)は潤滑処理前の皮膜を示しており、リン酸塩陽極酸化皮膜の厚みは約10 μm で、直径数 μm の孔を有する多孔質構造である。これらの孔は絶縁破壊に伴う火花放電および発生したガスにより形成される⁴⁾。

図1(c)および図1(d)は正に帯電するPTFE粒子を用いた潤滑処理後の皮膜である。表面に存在する直径1 μm 以下の球体は、固着した粒子である。皮膜表面および内部において、それら粒子の固着はごく少量であった。

図1(e)および図1(f)は負に帯電するPTFE粒子を用いた潤滑処理後の皮膜である。粒子は皮膜全面に固着し、その量は正に帯電する粒子よりも多い。断面反射電子像より、固着した粒子は皮膜と異なる輝度の領域として見られ、それらは皮膜の凹凸に沿って分布し、孔の底部にも存在した。元素マッピングより、その領域はフッ素の分布とおおよそ一致していた。このため、負に帯電する粒子は数 μm 厚の層として皮膜表面に固着し、開口する孔を介して皮膜内部にも存在した。

図2は基材および潤滑処理前後のリン酸塩陽極

*堀金属表面処理工業(株)

酸化皮膜の摩擦係数である。

図2(a)は基材であるマグネシウム合金の摩擦係数であり、鋼球との摺動において0.4程度を示していた。図2(b)は潤滑処理前の陽極酸化皮膜の摩擦係数であり、試験初期において摩擦係数は約0.9まで増大した後、約0.4まで低下し、以降の変動は小さかった。これらの変化は、初期には陽極酸化皮膜の凹凸により高い摩擦係数を示すが、摩耗により皮膜が消失し、基板との摩擦に変化したためと考えられる。

図2(c)は正に帯電するPTFE粒子を用いた潤滑処理後の皮膜の摩擦係数である。それらは潤滑処理前と大差なく、摩擦係数の低下はおおよそ認められなかった。このことから、正に帯電する粒子の固着量は不十分であり、トライボロジー特性への寄与は小さいと考えられる。

他方、図2(d)に示した負に帯電するPTFE粒子を用いた皮膜において、摩擦係数は約0.1を維持しており、その値は1/5以下まで低減した。なお、摩擦係数の低下は約24時間維持されることを確認している。図1(f)でも示したように、粒子は孔内部にまで固着しており、容易には剥離しない潤滑層を形成したと考える。

これらのことから、負に帯電したPTFE粒子は皮膜との間に生じた静電引力によって固着が促進されるのに対し、正に帯電した粒子では静電反発が大きく、固着が抑制されたと考えられる。

4 まとめ

本研究では、正または負のゼータ電位を示すPTFE粒子を用いて、マグネシウム合金のリン酸塩陽極酸化皮膜への固着挙動を調査し、粒子が固着した酸化皮膜のトライボロジー特性を評価した結果、以下の結論を得た。

- 1) マグネシウム合金のリン酸塩陽極酸化皮膜について、正に帯電するPTFE粒子の固着はわずかである一方、負に帯電する粒子は表面全体に固着し、開口する孔を介して皮膜内部にも存在した。
- 2) 負に帯電するPTFE粒子を固着させたリン酸塩陽極酸化皮膜について、鋼球に対する摩擦係数は低減し、トライボロジー特性の向上が認められた。他方、正に帯電するPTFE粒子において、その効果はおおよそ確認できなかった。

参考文献

- 1) 小島陽. 高性能マグネシウム合金の新展開. 軽金属. 2008, 58(10), p.526-548.
- 2) 日野実, 村上浩二, 西條充司, 引野修次, 金谷輝人. リン酸塩陽極酸化処理した AZ91D マグネシウム合金の摩擦摩耗特性. 軽金属. 2010, 60(6), p.282-287.
- 3) 曙絃之, 鈴木秀人. 積層 DLC 被膜による AZ91 マグネシウム合金の摩擦摩耗特性と疲労信頼性の改善. 軽金属. 2007, 57(5), p.197-202.
- 4) 日野実, 村上浩二, 西條充司, 金谷輝人. マグネシウム合金の新しい陽極酸化処理. 表面技術.

2007, 58(12), p.767-773.

- 5) 金子秀昭, 田島薫, 市川宏. アルミニウム陽極酸化皮膜上の PTFE 電着被膜の潤滑性. 表面技術. 2007, 58(7), p.430-434.
- 6) 日野実, 村上浩二, 堀誉裕, 金谷輝人. AZ91D マグネシウム合金のトライボロジー特性に及ぼすリン酸塩・アンモニウム塩混合溶液からの陽極酸化処理および PTFE 粒子複合化の影響. 表面技術. 2014, 65(12), p.610-614.
- 7) 日野実, 村上浩二, 水戸岡豊, 平松実, 住岡誠二, 金谷輝人, 西條充司. AZ91D マグネシウムダイカスト板材の引張強さに及ぼす環境調和型陽極酸化処理の影響. 2006, 70(11), p.912-917.

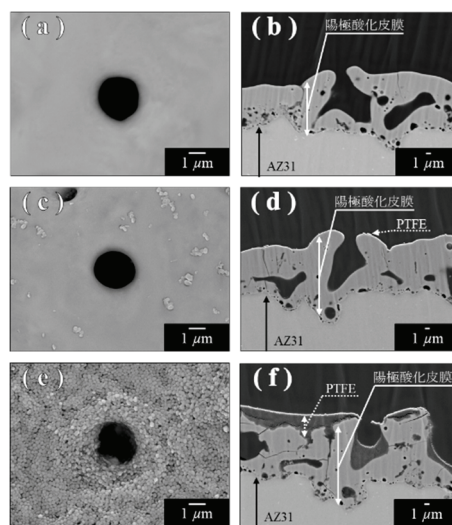


図1 潤滑処理前後におけるマグネシウム合金陽極酸化皮膜の表面および断面反射電子像 (a),(b) 潤滑処理前、(c),(d) 正に帯電する PTFE 粒子での潤滑処理後、(e),(f) 負に帯電する PTFE 粒子での潤滑処理後

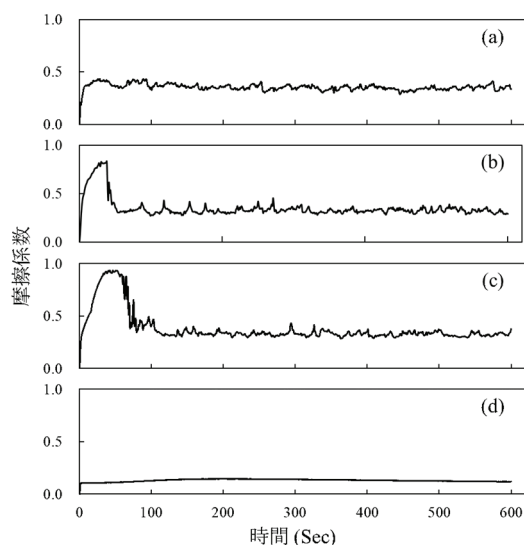


図2 基材および潤滑処理前後のリン酸塩陽極酸化皮膜の摩擦係数 (a) 基材、(b) 潤滑処理前の陽極酸化皮膜、(c)正に帯電する粒子での潤滑処理後、(d) 負に帯電する粒子での潤滑処理後

伝導性ノイズ対策のためのノイズ源モデル化

Modeling method for reducing conductive emissions

渡辺 哲史・岡崎 奨太*

Tetsushi WATANABE, Shota OKAZAKI

キーワード 伝導性雑音 / ノイズ低減 / モード分離 / ノイズ源モデル

KEY WORDS Conductive noise / Noise suppression / Mode Separation / Noise source model

1 はじめに

多くの電気製品は電気用品安全法等に基づき、電磁ノイズが規制されている。この規制では、大部分の機器に対して伝導性雑音測定が課されている。伝導雑音測定は被測定機器(EUT)の線路に重畳して放出されるノイズであり、近年のスイッチング電源等においては重要な測定項目である。この伝導雑音を低減させるためには電源端子に対策素子を付加する。このために用いる対策部品としてどのような素子を用いれば過不足なく対策できるかは試行錯誤によることが一般的であり、対策に要する工数が課題となっている。そこで、この対策部品の効果を回路シミュレーションによって予測するため、EUTから発生する伝導雑音をモデル化することを検討した。今回はその初期モデルとして、モード分離したモデル化について検討した。

2 モデル化手法

2.1 モード分離したノイズ源

一般的な単相電源に接続される機器の場合、電源線を対称線路として扱うことができ、この線路を伝搬する信号は同相モード(common mode)と差動モード(differential mode)の2つの固有モードに分離することができる。

L線の電位を V_L 、N線の電位を V_N としたとき、差動モード、同相モードの電圧を V_D 、 V_C と表すとき、下記のように定義できる。

$$V_D = V_L - V_N \quad (1)$$

$$V_C = (V_L + V_N)/2 \quad (2)$$

また、逆に各線の電圧は

$$V_L = V_C + V_D/2 \quad (3)$$

$$V_N = V_C - V_D/2 \quad (4)$$

と書き表すことができる。式(3)(4)より、ノイズ源モデルは図1のように表現することが可能である。今回はこのノイズ源モデルについて検討する。

2.2 測定ノイズのモード分離法

一般的な伝導雑音測定においては、規格¹⁾で定められたLISN(疑似電源回路網、図2)を用いて、 V_L 、 V_N の高周波成分を順次測定する。しかし、 V_L 、 V_N は非定常な信号であるため、時間的に異なる測定

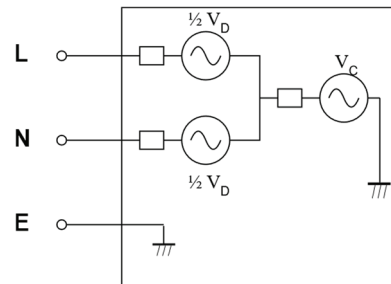


図1 ノイズ源モデル

値で式(1)(2)を適用することはできない。そこで、 V_L 、 V_N を同時に計測するため、図3に示すDual Port LISN(以下DP-LISN)を作製した。これを用いて2つの出力信号をオシロスコープによって直接波形データとして取得する。この波形データを式(1)(2)によって各モード電圧として計算した。

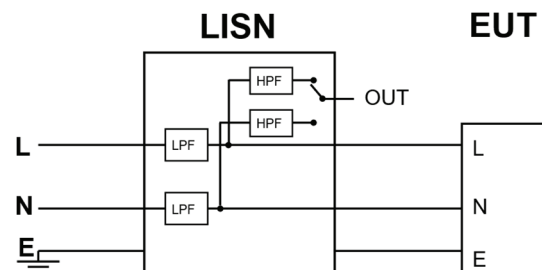


図2 規格で定められた LISN

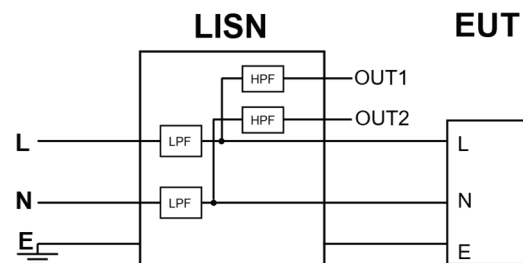


図3 Dual Port LISN

* オーニット株式会社

3 測定結果および考察

今回、モデル化対象としてオーニット株式会社の製造する誘電体バリア放電方式のオゾン発生器を用いた。このオゾン発生器は、主たる高压電源およびこれに接続される放電素子と、その他の制御回路から成る。今回は、単純な回路を対象としたモデル化の検証のため、図4に示すように給電を2系統に分け、高压電源部とこれに放電素子を接続した部分のみとなるAC1を対象として測定した。

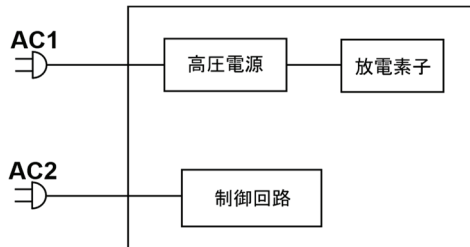


図4 被測定機器 ブロック図

V_L 、 V_N はオシロスコープを用いて測定し、今回の測定では、サンプリング周波数50MHzで500000点を記録した。記録した V_L 、 V_N のうち、特徴的な一部を図5に示す。

図5中の V_L 、 V_N は周期約20 μ sの正弦波にスパイク状の波形が重畳している波形であった。正弦波状の波形は V_L と V_N で逆相であった。また、スパイク状の波形は同一極性であるように見受けられた。

高压電源のスイッチング周波数は約50kHzであるため、この正弦波状の波形は高压電源に由来すると推定される。また、放電素子での放電電流は非常に短時間のパルス波形が非定常に発生するため、スパイク状の成分は放電素子における放電電流に由来すると推定される。

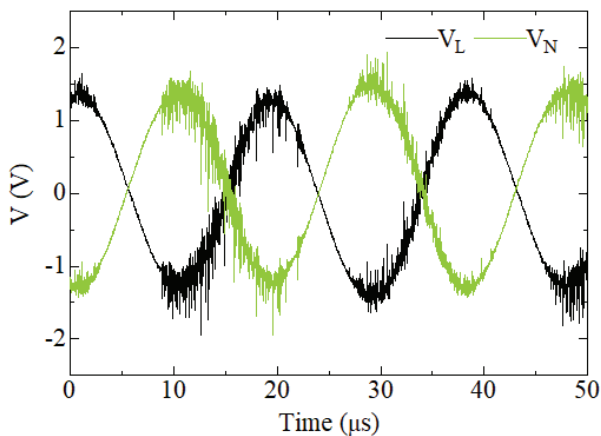


図5 各線路電圧

記録した V_L 、 V_N から(1)(2)式によって V_D 、 V_C を計算した。図5と同じ区間の波形を図6に示す。

図6において、周期約20 μ sの正弦波状のノイズは V_D のみに見られ、スパイク状のノイズは V_C のみに見られた。

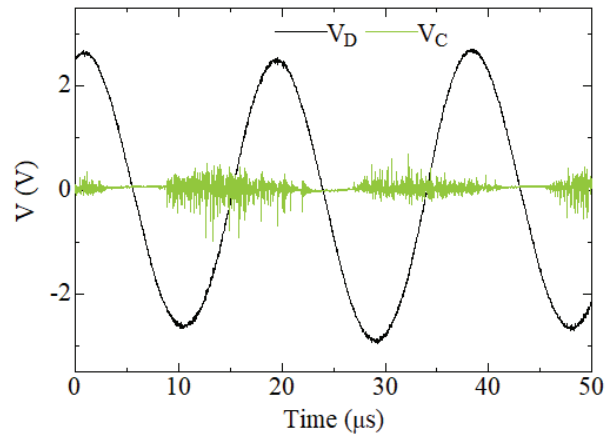
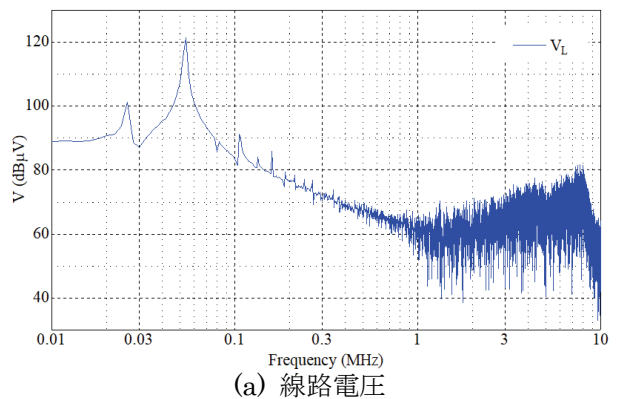
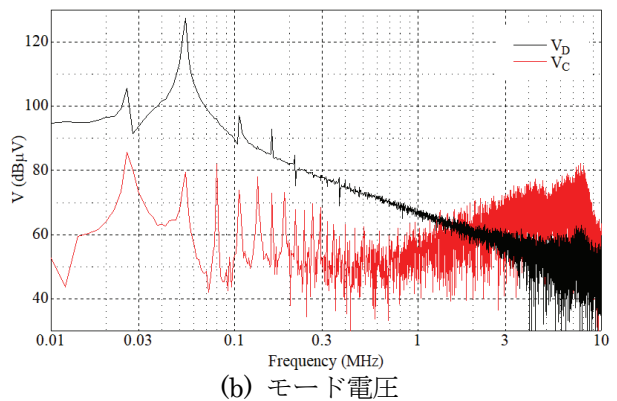


図6 各モード電圧

次に、 V_L 、 V_D 、 V_C の記録した波形全体をフーリエ変換した結果を図7に示す。図7(a)の線路電圧は、図2の規格測定での測定結果に対応する。図7(b)のモード毎のスペクトルが今回の図3の測定系で初めて得られた結果である。



(a) 線路電圧



(b) モード電圧

図7 電圧スペクトル

図6より V_D は20 μ sの周期的な波形であるため、図7(b)では、50kHzの成分が主となり、そのN/2倍の高調波がピークとして見られた。図6の V_C では同じ周波数成分が顕著には見られなかったが、図7(b)を見ると、レベルは低い50kHzのN/2倍の周波数成分が V_C にも見られた。

図6のスパイク状のノイズは拡大すると100ns程度の幅のパルスであり、図7(b)においては5MHz程

度で大きな値を持つ広帯域なスペクトルとして現れた。この成分は V_C が V_D より大きくなっており、2MHzから9MHzの範囲において顕著であった。

今回のノイズ源においては、図7(a)で見られるスペクトルのうち、1MHz以下は V_D が優位で、2MHz以上は V_C が優位であることが確認された。ノイズ対策部品では、同相モード・差動モードに効果のある部品は異なっているため、このモード判別と周波数帯域を適切に組み合わせることによって、効果的なノイズ対策素子の選定が期待できる。

4 まとめ

今回対象とした機器では、ノイズ源をモード毎に分離することができ、モード毎のノイズ源として表現する手法を確立した。今後は、このモデル化されたノイズ源に対して、対策部品による低減効果を予測することを検討する。

参考文献

- 1) CISPR 16-1-3: 無線妨害及びイミュニティ測定装置並びに測定方法の仕様書—第 1-2 部: 無線妨害及びイミュニティ測定装置—伝導妨害測定のための結合装置, Ed. 2.0, 2014.

ブロー成形による広帯域吸音構造体の開発

Development of a blow-molded broadband sound absorber

藤本 望夢・眞田 明・高田 卓*

Nozomu FUJIMOTO, Akira SANADA and Suguru TAKATA

キーワード 吸音 / ヘルムホルツ共鳴 / 板振動 / 連成効果 / ブロー成形

KEY WORDS Sound absorption / Helmholtz-resonator / Plate vibration / Coupling effect / Blow-molding

1 はじめに

入射する音波の波長よりも小さい構造から構成される音響メタマテリアル吸音体が盛んに研究されている¹⁾。これらの吸音体の多くは、多数の共鳴系や共振系を組み合わせた複雑な三次元構造を有しており、主に3Dプリンタによって製作されている。そのため、実用化の際に生産効率や製造コストが課題になることが予想される。

我々は孔あき表面板の板部材の振動を活用することで、従来のヘルムホルツ共鳴に加えて板振動の吸音効果を付与した広帯域吸音構造を提案してきた^{2,3)}。この構造は、共鳴と板振動の連成効果を利用することで、共鳴単体あるいは板振動単体の吸音特性よりも広帯域な吸音特性を示す。また、ヘルムホルツ共鳴器と同じ単純構造のため、成形金型を用いた樹脂加工による低コストかつ高い生産効率での製造が可能である。

一般的な樹脂成形技術にブロー成形がある。ブロー成形は、成形機から射出された中空樹脂を金型で挟み、樹脂内部に空気を吹き込むことで樹脂を金型に押し付けた後、金型を冷却し、脱型してから、所望の形状を得る樹脂加工法である。

本研究では、このブロー成形を用いて広帯域吸音構造体を試作した。垂直入射吸音率測定を行い、試作した構造の吸音特性を評価した。

2 吸音原理と設計指針

2.1 吸音原理

図1に連成効果を利用した吸音構造の概要を示す。共鳴に加えて弾性板の振動を考慮するため、2自由度系として扱う。孔部空気と弾性板は空洞部の空気ばねを介して接続されており、2つの振動系が連成する。共鳴器と弾性板の共振周波数が近接した際、弾性板は共鳴器に対して動吸振器のように機能する。このとき、共鳴器単体や板振動単体では得られない広帯域な吸音特性が実現される。

2.2 定点理論を用いた設計の概要

構造表面の比音響インピーダンスを Z_s 、空気の実特性インピーダンスを Z_0 として、その音響インピーダンス比 $z^+ = Z_s/Z_0$ に関する垂直入射吸音率 α は

次式で表される。

$$\alpha = 1 - \left| \frac{z^+ - 1}{z^+ + 1} \right|^2 \quad (1)$$

式(1)より、 $z^+ = 1$ のとき $\alpha = 1$ となり、音波の反射がない完全吸音となる。すなわち、広帯域な吸音特性を実現するためには、広い周波数範囲にわたって構造表面の比音響インピーダンスを空気の実特性インピーダンスに整合させる必要がある。

我々は、動吸振器の最適設計理論である定点理論⁴⁾に基づき、広帯域吸音構造の設計手法を提案している²⁾。図2に音響インピーダンス比の計算例を示す。なお、横軸は周波数 f を共鳴周波数 f_{Helm} で正規化している。短破線は弾性板の減衰 η をゼロ、長破線は減衰を無限大としたときの音響インピーダンス比である。また、実線は提案手法を用いて設計した構造の音響インピーダンス比である。

設計指針として、図2中の減衰に依存しない2点（定点）における音響インピーダンス比の振幅を等しくし、その定点で極値を持つように設計する。この条件から、共鳴器と弾性板の共振周波数比および弾性板の損失係数を適切に設計することで、図2に示すように構造表面の比音響インピーダンスを広帯域で空気の実特性インピーダンスに整合させることができる。その結果、垂直入射条件において吸音帯域の拡大が実現される。

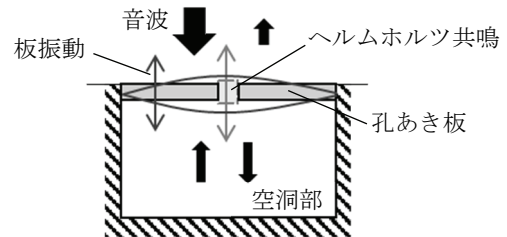


図1 広帯域吸音構造の概要図

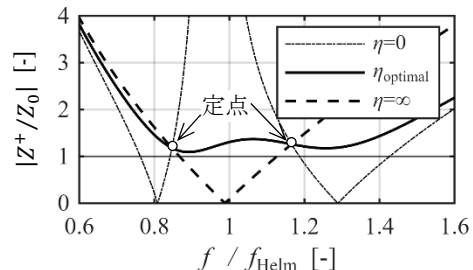


図2 音響インピーダンス比の振幅

*みのる化成株式会社

3 吸音構造体の設計と試作

3.1 理論モデルを用いた設計

吸音構造体は1000 Hz付近に吸音ピークを持ち、成形加工性から振動板の板厚を1.0 mm程度として設計した。材料物性には市販のブロー成形材料のものを使用した。設計の結果、吸音構造体を構成する孔あき板は、38.0 mm角の正形状、板厚0.9 mmとした。このとき、板振動の1次モード共振周波数は、有限要素法による固有値解析から943 Hzであった。また、2.2節に述べた設計手法から、孔の直径を10.0 mm、表面板背後の空洞部長さを25.5 mmとした。このとき、ヘルムホルツ共鳴の共鳴周波数は理論モデル⁵⁾より883 Hzであった。

図3に設計した吸音構造体の垂直入射吸音率の計算結果を示す。共鳴と板振動の連成効果を利用した際の垂直入射吸音率(実線)は、板振動のみ(短破線)およびヘルムホルツ共鳴のみ(長波線)の場合と比較して広帯域な吸音特性を示した。孔径が10 mmと比較的大きい場合、通常のヘルムホルツ共鳴器では孔内部の減衰が小さいため、図3に示すように吸音ピークが小さくなる。一方で、提案構造では、大きな孔径であっても連成効果を利用することで高い吸音特性を示した。

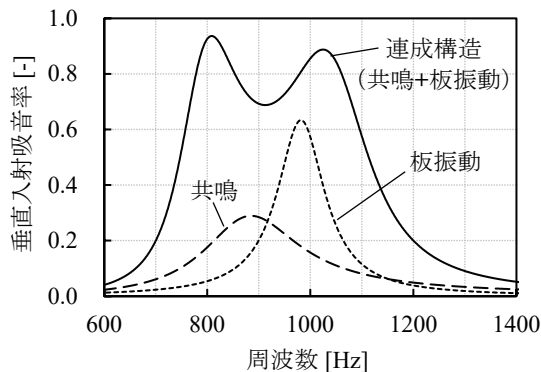


図3 垂直入射吸音率の計算結果

3.2 ブロー成形による試作

ブロー成形金型を製作し、ブロー成形により3.1節で設計した吸音構造体を試作した(図4)。試作した構造は中空の台形ブロック形状であり、外寸法は底面49.0 mm角、高さ24.0 mmである。上面中央に直径10.0 mmの貫通孔を後加工した。

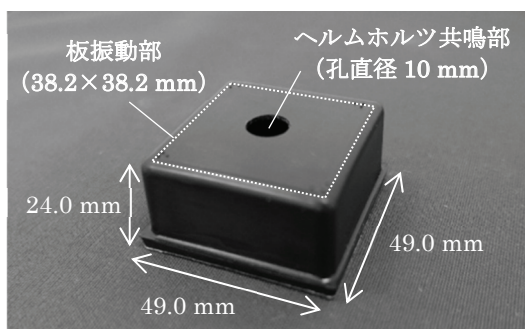


図4 ブロー成形により試作した吸音構造体

4 吸音特性の評価

垂直入射吸音率測定を実施し、試作した吸音構造体の性能を評価した。測定には、正方形断面(103 mm角)の音響管を用い、同一条件で成型した4個の吸音構造体を音響管の底に配置して測定した。

図5は垂直入射吸音率の測定結果である。比較のため、図3に示した連成構造の理論値も示す。測定結果から、試作した構造体が広帯域な吸音特性を有することを確認した。図5より、測定値と理論値を比較すると、吸音ピークにおいて吸音率に約0.1の差異があり、700 Hz以下および1200 Hz以上の吸音率の小さい帯域において測定値が大きいことを確認した。しかしながら、吸音帯域が拡大する傾向は理論値と同様であり、試作した構造体においてヘルムホルツ共鳴と板振動の連成効果が生じていると推察される。吸音ピークにおける誤差の要因としては、試作した構造の板厚や空洞部などの形状誤差により共鳴や板振動の共振周波数がずれたことや、設計時に考慮していない側面部による構造減衰が考えられる。また、吸音率が小さい帯域の誤差は、音響管自体が有する減衰の影響である。

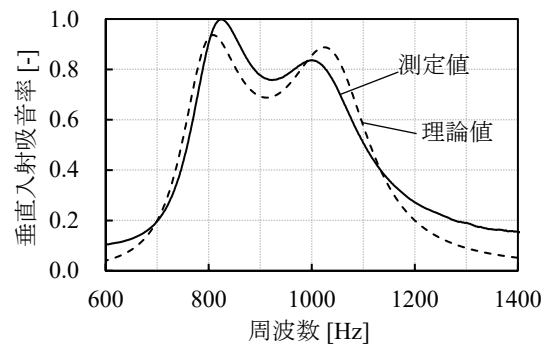


図5 垂直入射吸音率の測定結果

5 まとめ

本研究では、ブロー成形によりヘルムホルツ共鳴と板振動の連成効果を利用した吸音構造体を試作し、その吸音特性を評価した。垂直入射吸音率の測定結果から、広帯域な吸音特性が得られることを確認した。さらに、理論値と測定値を比較した結果、理論値の全体的な傾向を測定値においても確認した。これにより、ブロー成形で試作した構造体において連成効果が生じていると推察される。今後は、さらなる広帯域化を実現するための構造について検討を進める予定である。

参考文献

- 1) 山本. 日本音響学会誌. 2023, 79(8), p.397-403.
- 2) Fujimoto et al. The 52nd International Congress and Exposition on Noise Control Engineering. 2023, No.2-P-9.
- 3) Fujimoto et al. The 20th Asia-Pacific Vibration Conference. 2024, No.5312.
- 4) 背戸. 動吸振器とその応用. コロナ社, 2010, p.159.
- 5) 藤本他. 岡山県工業技術センター報告. 2024, 50, p.18-19.

伸長その場 AFM 観察による CB 充填ゴムの亀裂発生位置の可視化

Visualizing crack initiation sites in carbon black-filled rubber
via in situ AFM observation under uniaxial stretching

石田 拓也、八木 駿、岩路 仁

Takuya ISHIDA, Suguru YAGI, Hitoshi IWABUKI

キーワード 原子間力顕微鏡 / 亀裂 / カーボンブラック / 酸化
KEY WORDS AFM / Crack / Carbon black / Oxidation

1 はじめに

ゴム材料はタイヤやシール材など幅広い工業製品に用いられており、軽量で柔軟でありながら大きな変形に耐える特性によって、社会インフラの安全を支える重要な材料である。一方、ゴムは分子鎖内に不飽和結合をもつことから環境の影響を受けやすい。熱、酸素、オゾン、紫外線などの因子に加え、繰り返し変形や応力集中によって、化学的および物理的な変化が複合的に進行する。その結果、材料内部または表面に微小欠陥が生じ、亀裂として顕在化する。亀裂は外力や環境負荷の下で進展し、疲労破壊や突発的破断の起点となるため、亀裂発生初期段階を理解することは、製品寿命の予測や信頼性設計の観点から極めて重要である。

しかし、亀裂はナノ～マイクロスケールで局所的に発生し、変形中に時間発展するため、従来手法でその生成過程を直接追跡することは難しかった。特に、充填剤を含む補強ゴムはフィラーが不均一に分散した構造をとるが、このような構造において亀裂がどの領域で生成するかを直接観察した例はない。そこで本研究では、伸長下でのその場ナノ触診原子間力顕微鏡 (AFM) 測定を用い、変形過程における表面形態 (高さ像) と局所弾性率分布 (JKR 弾性率) を同時に取得することで、亀裂形成を可視化し、亀裂発生箇所を明らかにすることを目的とした。

2 実験方法

2.1 試料の作製

試料の配合を表1に示す。原料ゴムにはシス含量 98 wt.% のポリブタジエン (BR) (UBEPOL BR 15 0L、UBEエラストマー (株) 製) を用い、充填剤として HAF 級カーボンブラック (CB) (N330) を 10 重量部配合した。その他の配合剤として、硫黄、酸化亜鉛、ステアリン酸、加硫促進剤 CBS (N-Cyclohexyl-2-benzothiazole sulfenamide)、老化防止剤 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で混練した後、160°C で所定時間プレス加硫し、厚さ 1 mm の加硫ゴムシートを得た。

表 1 配合表

	重量部
ブタジエンゴム	100
CB (HAF)	10
ステアリン酸	1
酸化亜鉛	2
硫黄	1
加硫促進剤 (CBS)	1
老化防止剤 (TMQ)	0.5

2.2 ナノ触診 AFM 測定

AFM 用試料は、ゴムシートを 2 枚の剃刀 (76 カミソリ、フェザー安全剃刀 (株) 製) の間にスパーサーを挟んだ打ち抜き刀で切断して採取した。観察面は試料断面とした。得られた短冊状試料をエタノールで洗浄し、乾燥後に AFM 用ジグに 100% 伸張した状態で固定した。その後、試料を真空下で 1 時間以上静置し安定化させてから、大気中における AFM 測定に供し、経時変化を調査した。

ナノ触診 AFM 測定は、Nanoscope V Controller、MultiMode 8 (Bruker 社製) を用い、試料の $2 \times 2 \mu\text{m}$ (256×256 点) の範囲を PeakForce QNM モードによるフォースマッピング測定により行い、高さ像と弾性率像を計測した。各フォースカーブ測定の測定周波数 (押し込み、引き離し速度) は 1 kHz とした。カンチレバーは ScanAsyst-Fluid (Bruker 社製) を用いた。カンチレバーのばね定数 (k) は熱雑音スペクトルから求める手法により求めた。カンチレバー先端の探針の曲率半径 (R) は装置付属のソフトウェアでブラインドリコンストラクション法により求めた。本研究で用いたカンチレバーの k は $1.2 \sim 1.6 \text{ N/m}$ 、 R は $17 \sim 26 \text{ nm}$ であった。取得したフォースカーブは JKR 弾性体接触理論を基にした JKR 線形近似法により解析し、JKR 弾性率を得た。

3 結果と考察

図1に、高さ像(a)およびJKR弾性率像(b)の経時変化を示す。伸長方向は紙面横方向である。高さ像(a)に着目すると、観察開始直後には比較的平坦であった表面に、時間の経過とともに局所的な凹み(陥没構造)が出現し、次第にその面積が増大した。この陥没構造は、伸長下で材料表層に生じた欠陥が開口し、亀裂開口部として顕在化したことを示す。同一視野で同時取得したJKR弾性率像(b)では、像中に点在する高弾性率領域がCB凝集体に対応している。陥没構造の形成・成長に伴い、陥没部近傍では弾性率のコントラストが変化し、亀裂開口部に対応する領域で弾性率の低下が観測された。これは、材料が軟化したことを意味するものではなく、JKR解析が「平坦な試料表面と球状探針の接触」を仮定しているのに対し、亀裂縁のような急峻な斜面では実際の接触形態が斜面接触となり、接触面積や押し込み深さの解釈に誤差が生じるためと考えられる。すなわち、幾何学的要因に起因する測定アーチファクトが、弾性率低下として像に現れている可能性が高い。

一方で、亀裂開口部の底面に相当する領域では、弾性率像において高弾性率なCB粒子の存在が示された。これは、表層近傍に埋在していたCBが、亀裂の開口に伴う表層の剥離・変位によって露出したことを意味する。

また、この陥没構造は真空中で静置した試料では観察されず、大気中に暴露することで形成されることから、伸長による応力負荷と大気中酸素による酸化が同時に作用する力学的酸化劣化によって亀裂が誘起されたと考えられる。

亀裂の発生位置はCB-ゴム界面における剥離ではなく、CB近傍の応力集中領域が観察された。ま

た、CB凝集塊においても亀裂は発生していないことから、亀裂の起点はフィラー周辺の界面そのものに局在するのではなく、構造的に応力集中しやすい領域において欠陥が生じ、開口していく可能性が高い。この結果は、少なくとも本研究で用いた配合および伸長条件下では、CB粒子がバウンダーを介してゴムマトリックスと比較的強固に結合しており、界面剥離が起こりにくいことを示唆する。つまり、亀裂は材料中で相対的に弱く、かつ伸長によって応力が集中しやすい箇所において形成され成長していくと考えられる。

4 まとめ

本研究では、伸長下その場ナノ触診AFMを用いてCB充填ゴムの亀裂発生位置を直接可視化した。高さ像の経時変化から陥没構造(亀裂開口部)の形成を確認し、同一視野の弾性率像によりCB粒子分布との対応関係を評価した。その結果、本条件下では、亀裂の起点はCB-ゴム界面ではなく、CBにより形成される応力集中領域であることが明らかとなった。また、亀裂の誘起には伸長応力と大気中酸素が同時に作用する力学的酸化劣化の関与が示唆された。

参考文献

- 1) Fujinami, S. et al. Analytical Methods to Derive the Elastic Modulus of Soft and Adhesive Materials from Atomic Force Microscopy Force Measurements. *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.* **2019**, 57 (18), 1279–1286.

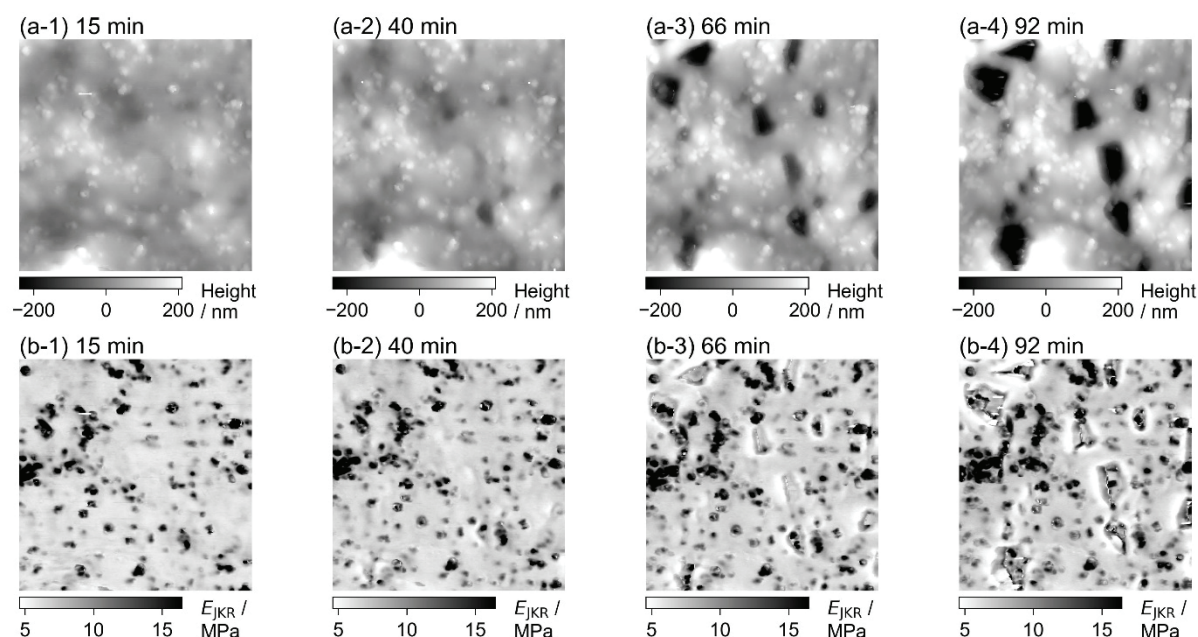


図1 CB充填ゴムの100%伸長下における高さ像(a)とJKR弾性率像(b)の経時変化。スキャン範囲は $2\mu\text{m}$ 角であり、伸長方向は横方向。

岡山県産農業廃棄物を用いた バイオマスナノファイバーの作製

Fabrication of biomass-derived nanofibers using agricultural waste from Okayama Prefecture

藤井 英司・古谷 充章

Eiji FUJII and Mitsuaki FURUTANI

キーワード 農業廃棄物 / バイオマスナノファイバー / バイオリファイナリー
KEY WORDS Agricultural waste / Biomass nanofiber / Biorefinery

1 はじめに

近年、SDGsやカーボンニュートラルの観点から、農業残渣や産業副産物を高付加価値化するバイオリファイナリーへの関心が高まっている。岡山県は白桃、マスカット、い草など農産物の国内有数の生産・加工地であるが、これらの生産・加工工程で発生する大量の廃材の多くは焼却処分されており、処理コストおよび環境負荷の低減が喫緊の課題となっている。

い草はセルロース、ヘミセルロース、リグニンを高含有するリグノセルロース系バイオマスであり、マスカット皮においても細胞壁多糖の80%以上がセルロースで占められている²⁾。これらは軽量・高強度、透明性、生分解性などの優れた特性を有するセルロースナノファイバー (CNF) の有望な原料候補として期待されている。現在、CNFの多くは木材パルプを原料として製造されているが、農業残渣や未利用バイオマスを原料としたCNF製造への関心も高まっている。稲わら、竹、バガスなどを原料とするリグノセルロースナノファイバー (LCNF) の製造研究は増加傾向にあるが、植物固有の構造・化学組成がLCNFの収率、形態、物性に与える影響については体系的な検討が十分に行われていない。

本研究では、い草とマスカット皮廃材を原料として機械解繊によるバイオマスナノファイバーの製造を試み、得られた繊維体の形態・構造解析を通じて、各農業廃棄物のナノファイバー原料としての可能性を検討した。

2 実験方法

い草廃材20 gを超純水500 mLに浸漬し、超音波洗浄機 (BRANSON製、BRANSONIC3510) を用いて5時間洗浄した。洗浄後、洗液を除去し、超純水1 Lを加えてフードプロセッサー (Panasonic製、MX-X301) を用いて粗粉碎した。マスカット皮は、含水試料36 gに超純水1 Lを加え、同様にフードプロセッサーを用いて粗粉碎した。得られた各試料の懸濁液をディスクミル (増幸産業製、SUPER MASSCOLLOIDER MKCA6-2) により、50パス処理し、摩砕した。摩砕後の試料は、凍結乾燥、または溶媒置換後に超臨界CO₂乾燥 (以下、超臨界乾燥と

称する) (臨界点乾燥装置: Leica製、EM CPD300) の2条件で乾燥し、各種評価に供した。溶媒置換は、遠心分離 (2990×g, 5 min) により固形分を沈降させて上清を除去した後、50、70、99.5 wt%エタノール (富士フイルム和光純薬 (株) 製、試薬特級) に逐次置換した。各濃度での置換後、150 rpmで2時間、振とうして溶媒と試料を混和した。99.5 wt%エタノールへの置換は3回繰り返した。

形態観察は、各乾燥試料をカーボンテープで試料台に固定し、オスミウムコーター (フィルジェン (株) 製、OPC60A) で導電性オスミウム薄膜をコーティングした後、電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM、(株) 日立ハイテク製、SU8220) を用いて行った (測定モード: SE (UL)、加速電圧: 2 kV)。比表面積は、窒素ガス吸着法により、ガス吸着量測定装置 (VERDER製、BELSORP MAX X) を用いて算出した。

3 結果と考察

図1に、各乾燥方法で処理したい草試料のFE-SEM観察像を示す。凍結乾燥試料は、100 μmを超える巨大な凝集塊を多数形成していたが (図1A)、その表面には、繊維状構造を確認できた (図1B)。しかし、繊維同士が接着している形態であった。超臨

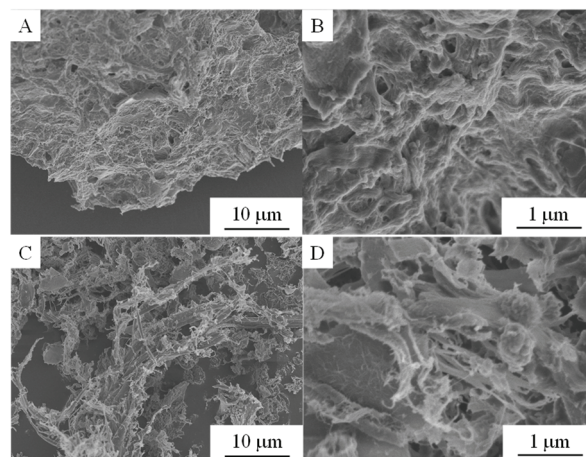


図1 乾燥した粉碎い草のFE-SEM像
(A, B) 凍結乾燥 (C, D) 超臨界乾燥

界乾燥試料は凍結乾燥試料と比較して凝集が抑制されており、幅1–3 μm の繊維が確認でき（図1C）、繊維表面や繊維端面では、さらに解繊された数十nm幅の繊維が形成していることを確認した（図1D）。しかし、得られた繊維は繊維幅の分布が広く、解繊が十分に進行していない可能性が示唆された。

図2に、各方法で乾燥させたマスカット皮のFE-SEM観察像を示す。凍結乾燥試料は、い草の凍結乾燥試料と同様に100 μm を超える巨大な凝集塊を形成していた（図2a）。凝集塊の表面は、繊維状の構造はほとんど確認されず、凹凸もい草試料と比較して平滑であった（図2b）。超臨界乾燥試料は、凝集塊を形成しているが、その表面にはフィブリル化表面構造が確認できた（図2c）。繊維同士の凝集は凍結乾燥試料と比較して大幅に抑制され、約10 nm幅の繊維が複雑に絡み合う構造が確認された（図2d）。超臨界乾燥試料の繊維幅はい草試料と比較して均一であり、解繊はい草と比較してマスカット皮の方が進行しやすいことが示唆された。

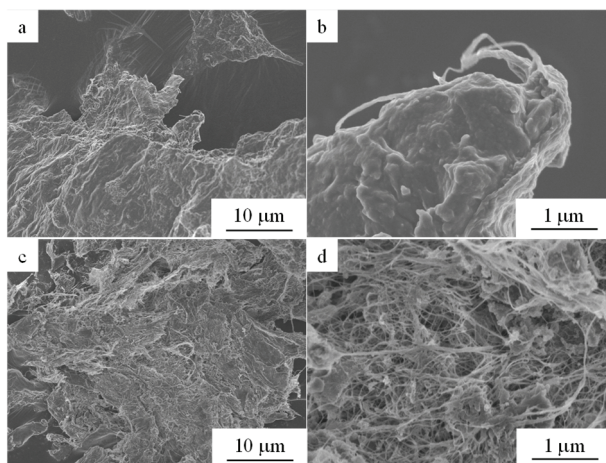


図2 乾燥した粉砕マスカット皮のFE-SEM像
(a, b) 凍結乾燥 (c, d) 超臨界乾燥

図3に各試料の比表面積測定結果を示す。い草の凍結乾燥試料は8.2 m^2/g 、超臨界乾燥試料は75.9 m^2/g であり約9倍の差が認められた。マスカット皮の凍結乾燥試料は0.1 m^2/g 、超臨界乾燥試料は173.4 m^2/g であり、超臨界乾燥試料は凍結乾燥試料の1000倍以上の比表面積を示した。各超臨界乾燥試料を比較すると、マスカット皮はい草より高い比表面積を示し、図1および図2のFE-SEM観察結果と整合した。

凍結乾燥では、凍結過程において試料中の成分が凝集しやすいことが知られており、超臨界乾燥と比較して顕著な凝集塊が形成される。そのため図1および図2で観察されて凝集塊の形成につながり、比表面積の大幅な低下を引き起こしたと考えられる。加えて、い草やマスカット皮中にはセルロース以外にも、タンパク質、糖質、水溶性食物繊維などが含まれており、機械解繊によってこれらの成分は分散媒中に溶出する^{1,2)}。超臨界乾燥では乾

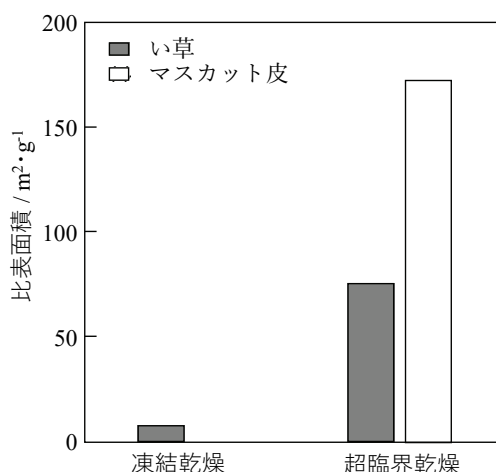


図3 各乾燥試料の比表面積

燥前にエタノール溶媒置換を行い、溶出成分の大部分が除去されるため、繊維状態を維持でき、比表面積の値が高くなったと考えられる。一方、凍結乾燥では溶媒置換を行わないため、これらの成分が共存した状態で凍結・乾燥される。その結果、共存成分がバインダーとして作用し、繊維間凝集がさらに促進されたと推察される。さらに、マスカット皮はい草と比較して糖類含有量が高いため、より凝集が進行したと推察される²⁾。

4 まとめ

本研究では、岡山県産のい草およびマスカット皮廃材を原料として、ディスクミルによる機械解繊プロセスのみを用いたバイオマスナノファイバーの作製を検討した。化学処理を施すことなく、単純な機械解繊のみによってナノオーダーのナノファイバーが形成されることを明らかにした。マスカット皮由来のナノファイバーは、高い比表面積（173.4 m^2/g ）を有しており、増粘剤や機能性成分を保持するキャリアとしての応用が期待される。い草由来のナノファイバーは微細化の進行が不十分であったが、セルロース構造を維持していると考えられ、樹脂複合材料における構造補強材としての適性が示唆される。機械解繊により分散媒中に農産物成分を抽出できることから、有用成分の効率的な抽出も可能であり、農業廃棄物のバイオリファインリープロセスにおいて機械解繊は有効な手段である。今後は、解繊過程で溶出する成分の化学的特性を明らかにし、これらをバインダーや機能性付与材料として再利用する循環型製造プロセスの構築を目指す。

参考文献

- 1) 森田 洋, 化学と工業, 2016, 69, p.1032–1034
- 2) 加藤陽治, 奈良一寛, 元村佳恵, 弘前大学教育学部紀要, 2004, 91, p.67–74

謝辞

本研究に使用したマスカット皮は四代目五果苑よりご提供いただいた。ここに記して謝意を表する。

PP 表面の大気圧 N₂ プラズマ処理による不安定性 と低分子量成分の生成に関する研究

Research on the instability and formation of low-molecular-weight species on
atmospheric N₂ plasma modified PP surface

中西 亮太・松岡 大樹・綱分 友春

Ryota NAKANISHI, Hiroki MATSUOKA, Tomoharu TSUNAWAKI

キーワード ポリプロピレン / 大気圧 N₂ プラズマ / 低分子量成分の生成 / X 線光電子分光法

KEY WORDS Polypropylene / Atmospheric pressure nitrogen plasma / Formation of low-molecular-weight species / X-ray photoelectron spectroscopy

1 はじめに

近年、異種材料間の接着技術は多くの分野で重要な課題となっており、特にアルミニウム (Al) とポリプロピレン (PP) といったマルチマテリアル構造では、接着強度の向上が強く求められている。

PP は非極性ポリマーである一方、Al 表面は酸化膜により高い極性を示す。この極性の不一致により両者の表面自由エネルギーには大きな差が生じ、界面相互作用が十分に得られないため、両材料の接着は本質的に困難である。この課題に対し、これまでに大気圧窒素 (N₂) プラズマ処理を用いた PP 表面の改質を試み、その表面について評価してきた¹⁾²⁾。

これまでの研究では、大気圧 N₂ プラズマ処理により一定の接着強度向上が得られる一方、溶着した試料を大気中に長時間置くと接着強度が低下する傾向が確認されている。この低下要因を明らかにするためには、大気圧 N₂ プラズマ処理によって PP 表面にどのような化学的変化が生じているかを把握する必要がある。一般に、プラズマ処理ではコンタミネーション除去や官能基導入に加えて C-C 結合の切断が生じることが報告³⁾⁴⁾されており、この分子鎖切断は表層の機械的安定性を低下させ、界面破壊の起点となっている。既報⁴⁾では、プラズマ処理後の表面に対して、メタノール洗浄を行った後の水の接触角変化 (低分子化合物の分散・溶解) や真空中や大気圧下に放置した際の表面酸素濃度の変化 (揮発) を測定することにより C-C 結合の切断が生じていることを確認している⁴⁾。

これまでの研究により、Air や O₂ を用いた大気圧プラズマ処理では酸化反応と同時に分子鎖切断が進行することが報告³⁾⁴⁾されているが、酸素の影響を低減できると考えられる N₂ ガスを用いたプラズマ処理においては、同様の観点からの報告はほとんど見当たらない。そこで本研究では、N₂ ガスを用いた大気圧プラズマ処理を行い、PP 表面で分子鎖切断が生じているかどうかを検証することを目的として、処理後の試料を純水に浸漬した場合 (低分子化合物の分散) および 150°C で加熱した場合 (揮発) について、接触角測定および X 線光電子分光分析 (XPS) により表面化学状態の変化を評価し、表層に生成した低分子量成分の有無を調査した。

2 実験方法

大気圧プラズマ装置を用いて PP 表面に N₂ プラズマ処理を施した。原料ガスには純度 99.99% の N₂ ガスを使用し、PP 表面に対してプラズマ処理した。処理条件は、ノズルと試料表面の距離を 3 mm に設定し、処理時間を 30、60、90、120、180 秒の 5 条件とした。

大気圧 N₂ プラズマ処理後の試料に対して、表面状態の変化を評価するため、次の処理を行った。純水を用いて処理試料を 600 秒間浸漬した。熱プレス機を用い、150°C に加熱したプレート上に処理試料を 300 秒間保持した。これらの試料 (大気圧 N₂ プラズマのみ、純水への浸漬後、加熱後) について、接触角測定器を用いて純水に対する接触角を測定し、濡れ性の変化を評価した。XPS 測定については、大気圧 N₂ プラズマ処理時間 180 秒の試料を対象とし、表面の化学結合状態および元素組成の定量評価を行った。

3 実験結果

図 1 に、大気圧 N₂ プラズマ処理、純水浸漬後、加熱後の各試料に対する純水接触角の測定結果を示す。

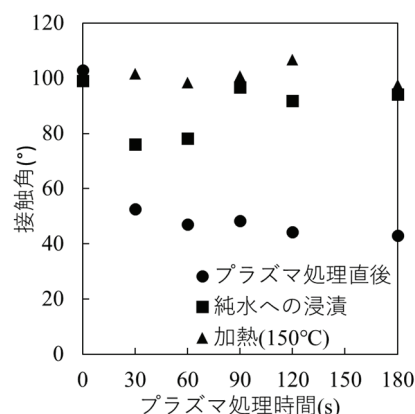


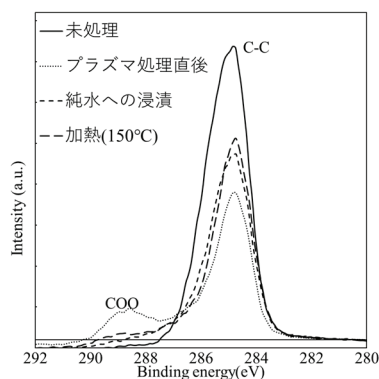
図 1 純水に対する接触角

未処理 PP の接触角は約 100° で疎水性を示した。一方、プラズマ処理を施すと 30 秒の処理で接触角は 50° まで低下し、その後の処理時間ではほとんど

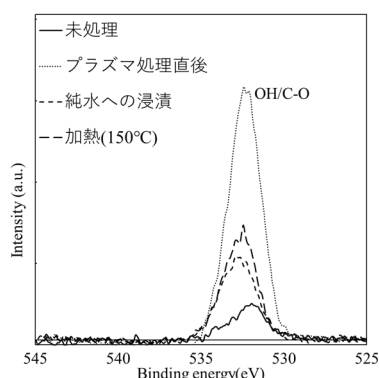
ど変化しなかった。この結果は、PP 表面に極性官能基が導入され、表面が親水化したことを示す。

純水への浸漬後の試料では、90 秒以上プラズマ処理した場合には接触角が約 100°となり、表面が疎水性に戻った。一方、30 秒および 60 秒処理試料では、浸漬後の接触角はそれぞれ 53°から 76°、47°から 78°への変化にとどまり、完全な疎水性まで戻るには至らなかった。

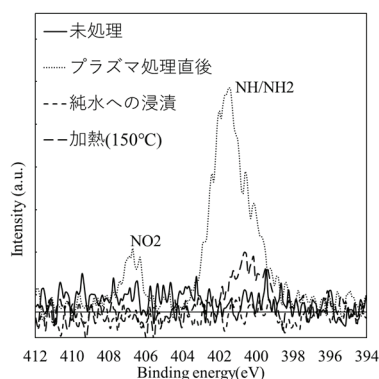
さらに、加熱後の試料では、いずれのプラズマ処理時間において接触角が未処理と同程度まで戻った。これは、プラズマ処理により導入された極性官能基の多くが熱処理によって揮発し、表面が疎水性へ戻ったことを示唆している。



(a) C1s スペクトル



(b) O1s スペクトル



(c) N1s スペクトル

図 2 XPS による化学結合状態

図 2 に示す XPS スペクトルでは、プラズマ処理直後の試料において、C1s では COOH、O1s では OH/C-O、N1s では NH/NH₂ および NO₂ に対応するピークが確認され、プラズマ処理により酸素・窒素

を含む官能基が導入されたことがわかった。一方、純水への浸漬後および加熱後の試料では、これら官能基由来のピークは大きく減少したものの、C1s の C-C 成分は未処理より低く、O1s では OH/C-O 成分が残存していることが確認された。

表 1 に示す元素組成では、プラズマ処理直後に酸素および窒素量の増加が確認された。純水への浸漬後および加熱後の試料では官能基の多くが除去されているにもかかわらず、酸素量は未処理 PP より高い値を示し、加熱後の試料では窒素量の増加も認められた。これらの結果は、官能基が減少しても酸素・窒素含有成分の一部が表面に残存していると考えられる。

表 1 XPS により得られた各元素の定量値

Atomic(%)	炭素	酸素	窒素
未処理	95.7	3.6	0.7
プラズマ処理	67	27.4	5.6
純水への浸漬	87.8	11.5	0.7
加熱(150°C)	85.3	12.8	1.9

4 考察

純水への浸漬後の試料では、プラズマ処理直後に観察された COOH、NH/NH₂、NO₂ の官能基に由来するピークが大きく減少した。一方で、O1s スペクトルには OH/C-O 成分が残存しており、酸素含有成分が完全に除去されたわけではないことが確認された。著者らは、PP 表面への極性基導入量が N₂ プラズマ処理時間に依存して増加することを報告している³⁾。また、N₂ プラズマ処理により C-C 結合が切断される場合、その結果として生成する低分子量成分の量も処理時間に依存して増加すると考えられる。これらを踏まえると、処理時間の増大に伴い PP 分子当たりの極性基導入数が増加し、90 秒以上の処理では、水中へ分散するのに十分な極性基導入と低分子量成分の生成が進行したと推察される。

加熱後の試料においても、接触角と XPS 分析の結果から N₂ プラズマ処理直後に導入された官能基の多くが減少し、親水性が低下した。150 °C は PP の融点 (約 165 °C) を下回るため、この温度域では主鎖の再配向や大規模な構造緩和は生じない。それにもかかわらず官能基が減少したことは、表面に存在していた官能基を含む低分子量成分の一部が熱的に脱離したことを示唆する。このことは、プラズマ処理により生成した化学的に不安定な成分が熱処理によって選択的に除去されたことを示すものである。

180 秒処理試料では純水への浸漬や加熱により接触角が未処理の接触角まで戻った一方で、XPS 分析では酸素が約 10% 残存した。この濡れ性の挙動と酸素残存量の関係は現時点では明確でなく、今後さらに詳細な評価が必要である。

以上の 純水への浸漬後の結果と加熱後の結果から、N₂ ガスを用いた大気圧プラズマ処理の場合でも、PP 表面に低分子量成分が生成した可能性が示唆された。

5 まとめ

本研究では、N₂ ガスを用いた大気圧プラズマ処理後の PP 表面において分子鎖切断が生じているかを検証することを目的とし、接触角測定および XPS 分析により表面化学状態を評価した。

その結果、PP 表面では N₂ プラズマ処理による分子鎖切断により低分子量成分が生成し、表面が脆弱化している可能性が示唆された。N₂ プラズマ処理した PP/Al 接合では、この脆弱層が界面の安定性および信頼性を低下させ、溶着後に長時間経過した試料における強度低下の一因となった可能性が有る。

本研究では、酸化反応の影響を抑える目的で N₂ プラズマ処理を採用したが、処理後の PP 表面には酸化に由来する低分子量成分が生成された。これは、プラズマガスに酸素を含まない条件であっても、空気中から混入した酸素が反応に関与した可能性を示している。酸素による酸化は分子鎖切断を促進し、表面の不安定化を招く要因となるため、その影響を抑制することは改質層の安定化に不可欠である。したがって、PP 表面での分子鎖切断を抑え、より安定かつ耐久性の高い改質層を形成するためには、酸素混入を最小限に抑えた新たな大気圧プラズマ処理手法の確立が求められる。

参考文献

- 1) 中西亮太. カルボキシル基を深さ方向に導入したポリプロピレンの表面自由エネルギーに関する研究. 岡山県工業技術センター報告. 2024, 50, p.9-11.
- 2) 中西亮太ほか. 窒素プラズマ処理を施した PP 表面の X 線光電子分光法による表面化学構造解析. 岡山県工業技術センター報告. 2025, 51, p.39-40.
- 3) 稲垣訓宏. 高分子材料のプラズマ処理と最近の動向. 日本ゴム協会誌. 1994, 67, p.469-476.
- 4) 小川俊夫. プラスチックの表面処理と接着. 日本接着学会誌. 2002, 38, p.295-305.

機械学習を用いたアユ人工産卵場遠隔モニタリング画像の 確認作業軽減に関する検討

Reducing manual image inspection in remote monitoring of Ayu restored spawning grounds
using machine learning

松岡 大樹

Hiroki MATSUOKA

キーワード 機械学習 / エッジ AI / 遠隔モニタリング
KEY WORDS Machine Learning / Edge AI / Remote monitoring

1 はじめに

岡山県では、アユ資源の回復を目的として、自然河川に人工産卵場を整備する取組が進められている。その効果把握のため、水中カメラによる状況確認が行われているが、カメラの頻繁な回収や撮影画像の確認に多くの時間を要することが課題であった。著者はこれらの課題に対応するため、小型・軽量で安価かつ入手性の高いシングルボードコンピュータを用いたアユ産卵場遠隔モニタリングシステム（Monitoring system for Ayu Restored Spawning Ground, 以下MARS）を構築し¹⁾、産卵のために出現したアユの姿を撮影し、外部へ送信することに成功している。この結果、現地での回収作業負担は軽減されたが、送信された多数の画像を目視で確認する作業は依然として大きな負担となっている。

MARSでは、設置環境に応じて5～10秒間隔で水中画像を撮影するため、1か月の運用で60,000枚を超える画像が得られる。撮影画像には、漂流物付着による視界不良や露光不良等、観察に適さないものも含まれる。そのため、目視確認不要な画像を判別できれば、確認作業の軽減が期待できる。ここで、屋外の水中環境で撮影された画像には、水の揺らぎ、露光状態の変動、濁度の変化などが含まれるため、一律の閾値を用いる従来の画像処理アルゴリズム²⁾では安定した判別が難しいため、新しい画像処理アルゴリズムが必要となる。

近年、機械学習技術を用いた画像判別の実用性が向上している。なかでも畳み込みニューラルネ

ットワーク（Convolutional Neural Network: CNN）は、画像の局所的かつ階層的な特徴を抽出して分類できることから、このような環境変動を含む画像の判別に適している。まず、魚影の有無を判別するモデルの構築に取り組んだが、実用的な精度が得られなかったことから、段階的に取り組む必要があると考えられる。そこで本研究では、MARS上で実行可能な軽量なCNNモデルを用いて、撮影画像を分類し、確認作業の優先順位付けに利用する一次スクリーニング手法を検討した。

2 実験方法

2.1 MARS の構成

MARSはRaspberry Pi 3A+を中心に構成され、電池により独立稼働する。取得した画像データは電子メールに添付して送信される。送信先のニーズは、全画像の蓄積を重視する専門機関から、速報性を重視する現場利用者まで幅広い。このため、外部サーバや高性能PCに依存せず、MARS内で一次的な判別を行える構成には意義がある。

2.2 機械学習

MARS の処理能力を考慮すると、魚影の位置を特定するオブジェクト検出よりも、画像全体を対象とするクラス分類CNNの方が現実的であると考えた。学習データは、過去の実験で得られた約30,000枚の画像からランダムに1,800枚を抽出し、画像全体の状態に基づいてClear（透明）、Turbid（濁り）、Debris（異物付着）、無効画像の4区分に目視でラベリングした。ラベリング結果は、Clear 498枚、Turbid 993枚、Debris 232枚、無効画像 77枚であった。図1に各ラベルの例を示す。無効画像は、サンプル数が少なく、かつ画像特徴のばらつきが大きいため、独立したクラスとして学習させると収束を妨げる可能性がある。そこで本研究では、無効画像を学習対象から除外し、無効画像を除く3クラス分類モデルを構築した。したがって、無効画像が入力された場合、3クラスのいずれかに分類される。

CNNモデルには、モバイル端末向けの軽量モデルであるMobileNetV3-Smallを用いた。ImageNetで事前学習済みの重みを初期値として、前述の3クラ

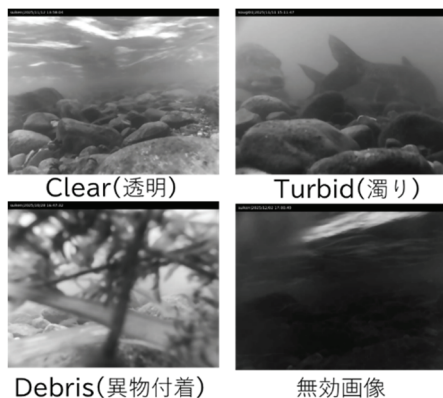


図1 ラベリングした画像の例

ス分類に適応させる転移学習を行った。学習には Python の機械学習フレームワーク PyTorch (2.2.2) および画像処理ライブラリ torchvision (0.17.2) を用い、CPU 上で実行した。学習条件は、エポック数 20、バッチサイズ 16、学習率 0.001 とした。

2.3 MARS 上での実行可能性の検証

Raspberry Pi 上で PyTorch を直接実行することは困難であるため、学習済みモデルを ONNX (Open Neural Network Exchange) 形式に変換し、ONNX Runtime を用いて推論を行った。推論には、新たにランダム抽出した 300 枚の画像を用いた。

3 結果と考察

3.1 機械学習結果

図 2 に学習時の Loss の推移を示す。Train Loss は学習の進行に伴い低下した。一方、Validation Loss は 11 epoch 以降でわずかに増加しており、過学習の兆候が一部みられたものの、概ね良好に学習できたと判断した。

3.2 モデルの検証

図 3 に検証結果の混同行列を示す。Clear 102 枚のうち 7 枚が Turbid に、Turbid 200 枚のうち 13 枚が Clear に誤分類された。一方、Debris は比較的高精度に分類された。全体精度は 93.3% であり、一次スクリーニング用途として一定の実用可能性が示された。Clear と Turbid の間で一定の誤分類がみられた要因としては、両者の境界が連続的であり、ラベリング時の判断基準に曖昧さが含まれることが考えられる。今後、ラベリング基準の明確化やデータの追加により、さらなる精度向上が期待される。

また、学習データを目視確認したところ、魚影が確認された割合は Turbid で 45.3%、Clear で 20.7% であった。すなわち、Turbid は魚影出現の可能性が相対的に高い一方で、Clear にも一定割合の魚影が含まれる。このため、本研究では分類結果を用いて画像を破棄するのではなく、確認作業の優先順位付けを目的としたラベル付与に用いることが妥当であると考えた。さらに、Debris が高い精度で検知できることから、異物付着の発生を早期に把握し、速やかな除去対応につなげられる可能性がある。

3.3 Raspberry Pi 上での推論

図 4 に、Raspberry Pi 上で推論を行った際の各予測クラスに対する確信度を示す。確信度が 1 に近いほど、モデルがその予測に対して高い確信を持つことを意味する。図中の丸印は、箱ひげ図における外れ値を示す。Debris は高い確信度で分類される傾向があり、次いで Turbid、Clear の順であった。

分類傾向は検証時と同様であり、Clear と Turbid の混同が一部みられた。なお、目視で無効と判断した 9 枚はすべて Debris に分類された。したがって、無効画像の取り扱いは今後の課題である。1 枚あたりの推論時間は最大 313 msec、平均 139 msec であった。本モデルは MARS の撮影間隔内で実行可能であり、MARS 上での一次スクリーニング処理に

適用できる見込みが得られた。

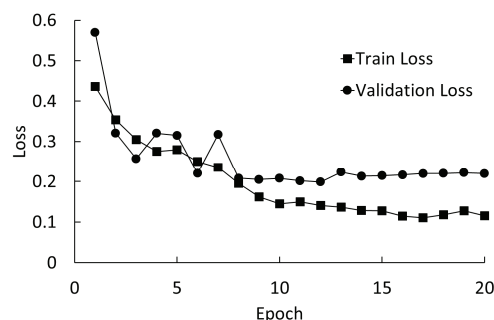


図 2 PC 上での学習結果

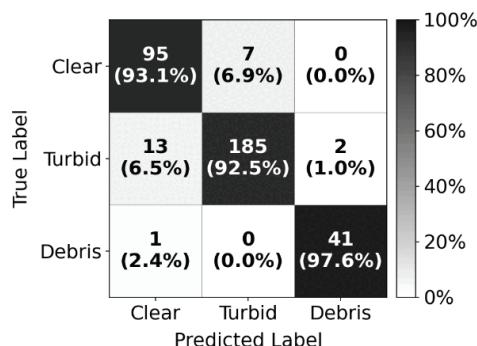


図 3 PC 上での検証結果 (混同行列)

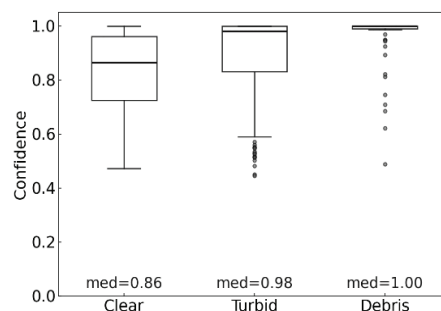


図 4 Raspberry Pi 上での推論結果の分布

4 まとめ

MARS における画像確認作業の負荷軽減を目的として、機械学習による一次スクリーニングを検討した。MobileNetV3-Small を用いた 3 クラス分類モデルにより全体精度 93.3% を得、Raspberry Pi 3A+ 上で平均 139 msec で推論可能であることを確認した。本手法は魚影の直接判定ではなく、画像状態に基づく確認優先度付けのための一次スクリーニングとして有効と位置付けられる。今後は実環境での運用評価と無効画像への対応を進める。

本研究は岡山県農林水産総合センター外部知見活用型・産学官連携研究事業により実施されました。

参考文献

- 1) 松岡大樹ほか. 環境調査を目的とした遠隔モニタリングシステムの長時間連続運転に関する検討. 岡山県工業技術センター報告, 2024, 50, p14-15
- 2) 小枝正直, 上田悦子, 中村恭之. OpenCV による画像処理入門. 講談社, 2022

井戸洗い前後の井戸水に存在する細菌の調査

Research of bacteria present in well water before and after the well cleaning

伊藤 一成・竹内 赴登・谷野 有佳・三宅 剛史

Kazunari ITO, Hayato TAKEUCHI, Yuka TANINO, Tsuyoshi MIYAKE

キーワード 井戸水 / 微生物管理 / 細菌

KEY WORDS Well water / Control of microorganisms / Bacteria

1 はじめに

清酒において、約80%以上を占める水の品質は重要であるだけでなく、各製造工程で大量の水を使用することから、良質な水源の確保は欠かせない。岡山県では、一部で上水を利用する製造場もあるものの、豊富な伏流水のもと、多くの製造場が井戸水を使用している。井戸水は清酒製造において、微生物汚染リスクを低減する目的で、酒造期に入る前に井戸洗いを行い、水質検査後に使用されるのが一般的である。残留塩素のない井戸水にはわずかながら微生物が存在しており、生もと造りのような蔵付きの細菌を活用した伝統的な製造法では、こうした細菌の一部が、仕込水として利用する井戸水に由来するとされている¹⁾。

したがって、井戸水に存在する細菌の履歴を把握することは、開放系で行う各製造工程における微生物管理上、非常に重要であるが、井戸洗い前後の詳細な細菌履歴は不明であることがほとんどである。そこで、県内の一製造場の井戸水について、井戸洗い前後の細菌の調査を行った。

2 実験方法

2.1 試料

岡山県内の一清酒製造場において、酒造期に入る前段階での井戸水について、井戸洗い前（2024年9月中旬）と洗い後の井戸水（2024年11月下旬）をそれぞれ採取し、試料とした。なお井戸洗いは2024年11月上旬に、次亜塩素酸ナトリウムを用いて行われた。

2.2 細菌の単離

採取した試料250 mLをフィルター（孔径0.02 μm ）で吸引濾過しフィルター上に細菌を濃縮付着させた後、そのフィルター面を、1% CaCO_3 を含む抗微生物培地表面に接着させ植菌した。これを3回繰り返し、1試料につき3枚の培地で培養（30℃で数日静置）を行った。生育した各コロニーは、その形状や特徴ごとにグループ化し、それぞれのコロニー数から存在割合を求めた。そして、各グループからランダムに数個の単一コロニーを新たな抗微生物培地へ植菌し、単菌化し、そのグループの代表株とした。

2.3 菌種の同定

得られた代表菌株について、マトリックス支援レーザー脱離イオン化飛行時間型質量分析計

（Matrix-assisted laser desorption/ionization-time of flight mass spectrometry : MALDI-TOF MS）を用いた、プロテオミクスフィンガープリンティング（PMF）による同定を実施した。別途培養した菌体から、以下の通りエタノール・ギ酸抽出法により前処理を行い、タンパク質を抽出した。1白金耳量程度の菌体を300 μL の蒸留水に懸濁し、99.5% エタノール900 μL を加え良く攪拌した後、17,900 $\times \text{g}$ で2分間遠心分離を行い、上清を除去した。沈殿物に70% ギ酸を20 μL 加え強く混和した後、等量のアセトニトリルを加え混和した。遠心分離後、上清をターゲットプレートに1 μL 載せ、乾燥後1 μL のHCCA（ α -cyano-4-hydroxy cinnamic acid）マトリックス溶液（ブルカー・ダルトニクス社）をのせ乾燥させた。質量分析にはMALDI-TOF MS（ブルカー・ダルトニクス社, Autoflex speed-OK）を用いた。測定用ソフトウェアflexControlでマススペクトルを取得後、同定解析ソフトウェアMALDI Biotyper（ブルカー・ダルトニクス社）により、菌種を決定した。

3 結果と考察

本研究で採取した井戸水は、井戸洗い前後共に1 mL中に一般細菌100個以下という水質基準を満たしており、試料原液からは調査ができる程の細菌を検出できなかった。そこで、フィルター濃縮と複数回の植菌により可能な限り多くの細菌を単離した。コロニー形状の違いでグループ化し取得した代表菌株について菌種の同定を試みた。PMFによる同定結果を表1に示す。そのグループごとの菌種と存在割合は、井戸洗い前を図1、井戸洗い後を図2に示している。PMFによる同定では解析可能なマススペクトルが取得できたものの、データベースにヒットせず同定不可となった菌株が一定数存在していた。それでも井戸洗い前の試料の細菌は多種多様な菌種で構成されていることが分かった。同定できた菌種でみると、放線菌の*Streptomyces misionensis*が30%以上を占めており、次いで*Bacillus*属、*Pseudomonas*属と続いた。これらは、いずれも土壌や水など広く自然界に存在する、ごく一般的な細菌である。この他に検出された*Cellulosimicrobium cellulans*はセルロース分解に関与する細菌で、植物残渣や発酵食品に存在例がある。*Peribacillus simplex*も土壌や植物、食品からも検

出されている。このように、井戸洗い前の試料からはいずれも自然界に普遍的に存在する菌種が多様に検出された。

一方、井戸洗い後の試料から同定できた菌種は *Pseudomonas* 属のみで、これらを合わせると90%以上を占めていたことから、井戸洗いによって、多様に存在していた菌種が淘汰されたことがうかがえた。しかしながら、井戸洗い後では井戸洗い前とは異なる菌種（*Pseudomonas vancouverensis* と *Pseudomonas chlororaphis* ssp *chlororaphis*）が検出された。本研究で対象とした井戸は、水脈が良く水の流れが常にあるため、このような菌種の変化が生じたのではないと思われる。*Pseudomonas* 属はおおよそどの菌種でも、自然環境中に多く存在する属であるが、これらの菌種が示す特性（特に生もと

造りなどで重要視される硝酸還元能など）の違いを評価する必要があると考えている。

4 まとめ

清酒製造現場で仕込水として利用されている井戸水について、井戸洗い前後の細菌の調査を行ったところ、その多くが自然界に普遍的に存在する菌種であった。そして、多様な菌種が存在していた井戸洗い前に対し、井戸洗い後では菌種の多様性が減少しており、井戸洗いによる細菌の変化を確認することができた。今後は、通年で井戸水に含まれる細菌を調査する予定である。

参考文献

- 1) 芦沢長：日本醸造協会雑誌, 58, 1212-1215 (1963).

表1 井戸洗い前後の試料から得られた代表菌株の同定結果

井戸洗い前		井戸洗い後	
株 No.	菌種	株 No.	菌種
6-I9_A	<i>Pseudomonas corrugata</i>	6-I11_E	<i>Pseudomonas vancouverensis</i>
6-I9_B	<i>Streptomyces misionensis</i>	6-I11_F	同定不可
6-I9_C	<i>Bacillus thuringiensis</i>	6-I11_H	<i>Pseudomonas chlororaphis</i> ssp <i>chlororaphis</i>
6-I9_D	<i>Pseudomonas chlororaphis</i>	6-I11_I	同定不可
6-I9_E	同定不可	6-I11_J	<i>Pseudomonas chlororaphis</i> ssp <i>chlororaphis</i>
6-I9_F	<i>Cellulosimicrobium cellulans</i>	6-I11_K	同定不可
6-I9_G	同定不可	6-I11_L	同定不可
6-I9_H	<i>Streptomyces cinereoruber</i>		
6-I9_I	同定不可		
6-I9_J	<i>Bacillus cereus</i>		
6-I9_K	同定不可		
6-I9_L	同定不可		
6-I9_M	<i>Peribacillus simplex</i>		

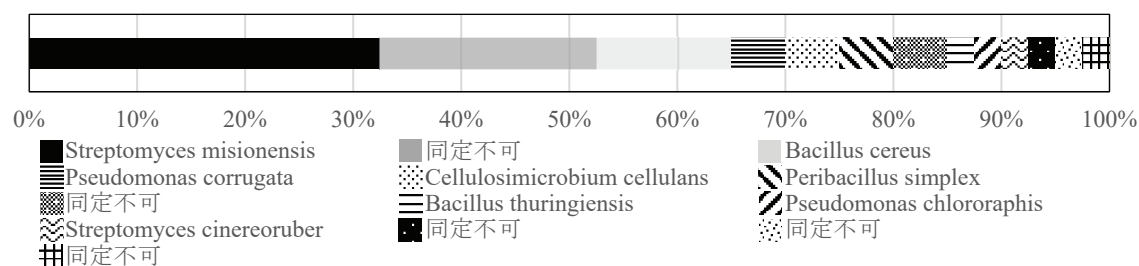


図1 井戸洗い前に含まれる各菌種の割合

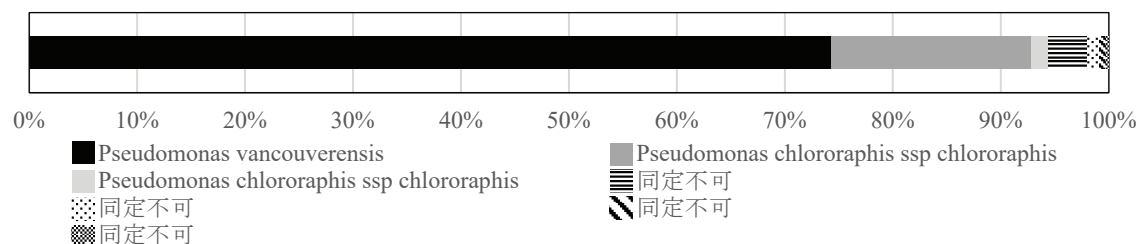


図2 井戸洗い後に含まれる各菌種の割合

大吟醸の上槽工程における

脂肪酸及び脂肪酸エチルエステルの変化

Change of fatty acids and fatty acid ethyl esters after filtration of finished main mash in *daiginjo*

谷野 有佳・伊藤 一成・竹内 赴登・三宅 剛史

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

キーワード 大吟醸 / 脂肪酸 / 脂肪酸エチルエステル / ガスクロマトグラフィー質量分析

KEY WORDS *Daiginjo* / fatty acid / fatty acid ethyl ester / GC/MS

1 はじめに

清酒の香気成分は酒質を決定づける重要な因子の一つであるが、長い清酒製造工程の過程で香気成分のバランスが崩れ、酒質が低下する可能性が認識されている。清酒製造工程には、アルコール発酵が完結した後にもろみを搾り、清酒と酒粕に分ける上槽工程があり、その方法には、袋吊り、槽搾り、自動圧搾機などがある。圧力の有無や、素材の違いはあるが、いずれの方法においても酒袋やろ布といった布が介在している。製造現場では、この上槽工程において、香気成分が減少する、オフフレーバーがつくなどの官能的な変化が広く認識されており、上槽工程における香気成分の変化についての科学的な解明が求められている。

酒袋 (綿製) を用い、圧力をかけずに重力のみで搾る袋吊りでの上槽は、手間と時間がかかり、収量も少ないことから、限られた高級酒にのみ使用される方法である。槽搾りは、酒袋 (綿製/化学繊維製) を用いる点は同様であるが、酒袋を並べ、圧力をかけて搾る方法であり、手作業が多く、手間がかかる伝統的な上槽方法である。一方で、自動圧搾機は、ろ布 (化学繊維製) を用いて、大量のもろみを一度に処理することができ、より強い圧力をかけて搾るため、効率的で経済的であることから、一般的に使用されている。これらの異なる上槽方法による酒質の違いは、官能的には認識されているが、科学的に検証した報告は少ない。長井ら¹⁾は槽搾りと自動圧搾機において、圧力の上昇に伴い、吟醸香が減少し、遊離脂肪酸が増加する傾向があること、特に槽搾りの最大圧力時に吟醸香が減少することを報告している。また、我々は、上槽工程に使用する布の素材により、香気成分の残留レベルが異なること、さらに、自動圧搾機による上槽 (初期) によって、清酒の主要な香気成分である脂肪酸エチルエステル (FAEE) とその前駆体であり、オフフレーバーとなり得る脂肪酸 (FA) のバランスが変化することを報告している²⁾。本研究では、大吟醸の袋吊りと自動圧搾機を用いた上槽の違いを評価するため、揮発性成分を分析し、FAとFAEEを解析した。

2 実験方法

2.1 試料

山田錦 (精米歩合: 35%)、清酒酵母としてK1801/K901を用いて製造された大吟醸2本を試料とし、もろみの遠心分離 (4,500 × g、10分) により得た液体画分を上槽前試料、綿製酒袋を使用した袋吊り後の試料と、ポリエチレンテレフタレート (PET) 製ろ布を使用した自動圧搾後の試料を、それぞれ上槽 (袋吊り) 後試料、上槽 (自動圧搾機) 後試料とした。上槽後試料は、酒粕や圧力の影響を最小限にするため、上槽初期のものを試料とした。

2.2 揮発性成分の分析

揮発性成分の分析は谷野らの方法²⁾により行った。つまり、Dynamic headspace (DHS) モジュール/MPS2オートサンプラー (GERSTEL) を用いて、揮発性成分をDHS法によりCarbopack B&Xチューブ (エタノールは破過) に、Full evaporation DHS (FEDHS) 法によりTenax TAチューブに順次吸着させた。吸着した成分をTDU2/CIS4加熱脱着導入システム (GERSTEL) によりガスクロマトグラフィー質量分析計 (Agilent 7890B/5977B; Agilent) に導入し、Agilent DB1カラム (Agilent) により分離、分析を行った。カプロン酸メチルを内部標準とし、各FA、FAEEに特徴的なイオンを選択し、そのイオンクロマトグラムから内部標準に対する相対強度を算出した。

3 結果と考察

大吟醸1のFA、FAEEをそれぞれ図1、図2に、大吟醸2のFA、FAEEをそれぞれ図3、図4に示す。微量のFA、FAEEはドットの棒グラフと第2軸で示した。主要な吟醸香であるカプロン酸エチル (炭素数6) とその前駆体のカプロン酸において、2本の大吟醸ともに上槽方法の違いがみられた。大吟醸1において、自動圧搾機でのみカプロン酸エチルが減少し、カプロン酸はどちらの上槽方法でも変化がなかった。大吟醸2においても自動圧搾機でのみカプロン酸エチルが減少し、カプロン酸はどちらの上槽方法でも減少していた。カプロン酸エチルと同様にフルーティな香りを付与するカプリル酸エチル (炭素数8) に関して、2本の大吟醸でカプロン

酸エチルと同様の傾向がみられ、自動圧搾機でのみ、カプリル酸エチルが減少していた。これらのことから、自動圧搾機による上槽の方が、フルーティな香りであるFAEEのFAに対する比が減少し、官能評価に影響を与える可能性が示唆された。

長鎖のFA、FAEEは、微量ではあったが、パルミチン酸（炭素数16）を除き、上槽方法による違いはみられなかった。大吟醸1では、長鎖FAEEは減少し、長鎖FAは変化がなかった一方で、大吟醸2では、長鎖FAEE、FAともに減少傾向がみられた。この2本の大吟醸の違いは、微量ではあるが、大吟醸2の方が長鎖FA、FAEEが多かったためではないかと推察している。

我々は、以前、上槽工程に使用する布の素材について、綿の方が化学繊維よりも香气成分の残留が少ないことを報告している²⁾。本研究において、綿製酒袋を使用した袋吊りの方が、PET製ろ布を使用する自動圧搾機よりFAEE、FAの減少が少なく、以前の報告と一致する結果となった。さらに、自動圧搾機による上槽後（初期）にFAEEとFAのバランスが変化することも報告しているが²⁾、本研究で、袋吊りではそのバランスの変化が少ないことが明らかとなった。

上槽工程において、香气成分は布以外にも、粕へ吸着することが報告されている^{3,4)}。また、長井らは上槽圧力による影響も報告している¹⁾。本研究では、異なる2つの上槽方法において、布の影響を知るため、粕や圧力の影響が少ない上槽初期の試料を用いたが、今後は粕や圧力を含めた複合的な上槽工程の香气成分の変化について明らかにしていきたいと考えている。

4 まとめ

本研究は、大吟醸の綿製酒袋を使用した袋吊りによる上槽とPET製ろ布を使用した自動圧搾機による上槽におけるFA、FAEEの変化の違いについて評価した。フルーティな香りで見られるカプロン酸エチルやカプリル酸エチルは自動圧搾機でのみ減少し、袋吊りでは減少がみられなかった。その前駆体のFAは減少するものもあったが、その減少レベルはFAEEより小さく、自動圧搾機による上槽では、袋吊りよりもFAEEとFAのバランスが変化し、官能評価に影響を与える可能性が示唆された。

参考文献

- 1) 長井隆ほか. 上槽中における製成酒の香气成分および遊離脂肪酸の挙動. 日本醸造協会誌. 2020, 115 (12), p.769–776.
- 2) Tanino, Y., et al. Effect of filter cloths on the relationship between fatty acids and ethyl esters during automatic pressing of sake. Food Sci. Technol. Res. 2021, 27 (3), p.417–428.
- 3) 山下美由紀ほか. もろみ上槽工程における高級アルコールおよびエステル類の動向について. 日本醸造協会誌. 1983, 78 (12), p.949–953.
- 4) 伊藤清ほか. 清酒もろみ中の香气成分と米成分

との相互作用及び米粒への吸着について. 日本醸造協会誌. 1987, 82 (4), p.289–293.

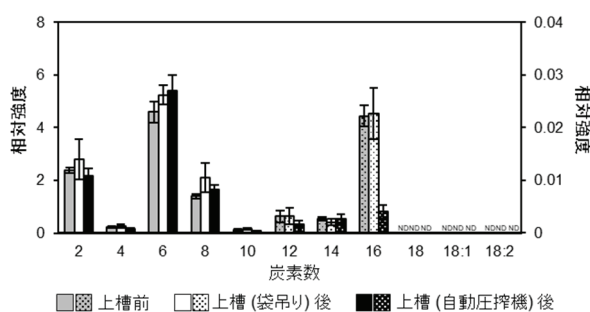


図1 大吟醸1のFA

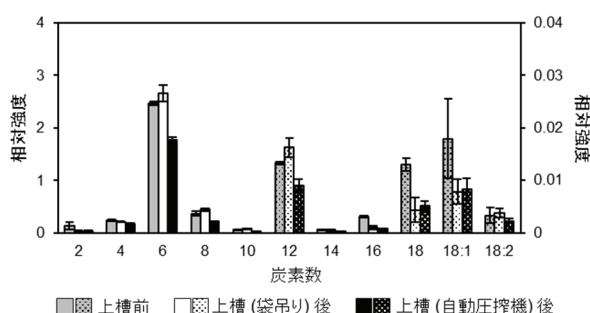


図2 大吟醸1のFAEE

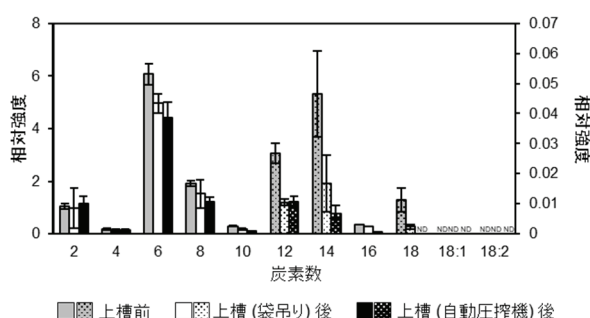


図3 大吟醸2のFA

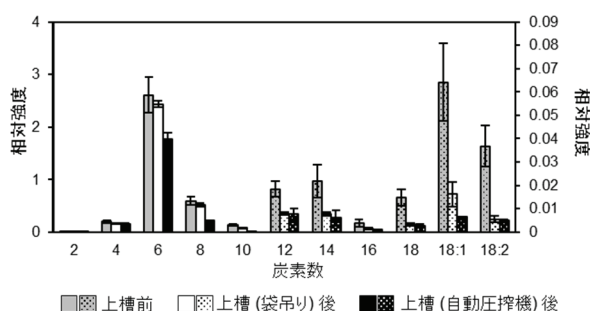


図4 大吟醸2のFAEE

外部発表

誌 上 発 表

1. 短パルスレーザー利用による金属表面の接合力向上

(レーザー加工学会誌 Vol.32 No.2 令和7年6月)

水戸岡 豊

環境およびエネルギーの観点から、自動車の燃費改善は大きな課題となっている一方で、車両重量は年々増加する傾向にある。特に、車体は車両重量のおよそ40%を占めるため、その軽量化技術の開発は重要となっている。現在、自動車業界では、異なる材料を適材適所で使いこなして軽量化を図るマルチマテリアル化が進んでおり、その中でも、構造接着技術が注目されている。しかしながら、欧米の自動車メーカーと比較して、日本メーカーでの接着の適用は進んでおらず、接合強度の向上および接合品質の安定が課題となっている。岡山県工業技術センターの短パルスレーザー利用による金属表面の高表面自由エネルギー化に関する研究を行っており、接着を含めた接合への展開を紹介した。

2. 短パルスレーザー利用によるマグネシウムの藍染

(色材協会誌 98巻10号 令和7年10月)

水戸岡 豊、岡野 航佑

本論文では、短パルスレーザー照射を利用したマグネシウムの藍染について検討した。マグネシウムは軽量化材料として輸送機器分野での実用化が進められている一方で、意匠性の付加に課題が残されている。とりわけマグネシウムでは、安定した酸化皮膜の形成が困難なため、従来の染色技術の適用が難しい。ここでは、レーザー照射によってマグネシウム表面に形成される微細な凹凸構造および酸化層を活用し、インジゴの定着性と色彩特性を検証した。その結果、レーザー照射条件の違いによって染色度合いが変化し、加工密度の制御により色調の調整が可能となった。電子顕微鏡観察により、染料は照射部に形成された酸化マグネシウムの空隙層に選択的に定着することが明らかとなったことから、染色メカニズムの一端を解明するに至った。本プロセスは、マスク作製や湿式処理を必要とせず、意匠性を付加できる新たな金属染色技術となりうる。

3. 分子運動性の分布によるゴム材料の熱酸化の解析 (第1報)

Multiple-quantum NMR を用いた加硫イソプレンゴムの熱酸化による劣化の評価

(日本ゴム協会誌 第98巻11号 令和7年11月)

八木 駿、岩路 仁、石田 拓也

ゴムの化学的な架橋は、実用に耐え得る力学物性や物理的特性を発揮する上で不可欠である。しかしながら、高温環境下での使用によって熱酸化することで、化学的架橋の量や状態が変化し、それに伴って力学物性の変化が生じる。架橋ゴムは架橋の疎密を有するネットワーク構造とその欠陥からなる不均一構造であり、それらの構造は熱酸化によってさらに複雑化すると予想される。本研究では、熱酸化した加硫イソプレンゴム (IR) の Multiple-Quantum NMR (MQ NMR) 法による測定を乾燥および膨潤状態で実施し、測定で得られる残余双極子相互作用の分布による加硫 IR の熱酸化挙動の特徴、および分布の中央値 D_m 、ネットワーク成分の量 F_A や分布の広がり QD にも注目して、力学特性との関係を検討した。結論として、熱酸化に伴う架橋網目鎖切断によるダングリング鎖の増大、および架橋点の減少が明らかとなり、分子鎖の切断や架橋点の減少は空間的に均一には起こらず、未劣化状態にあるネットワーク構造が徐々に減少することを示した。また、 D_m と 100%モジュラス S_{100} との関係について、ネットワーク成分の質 (D_m) のみでなくその量 (F_A) も考慮した $F_A \times D_m$ を用いることで S_{100} との相関が向上することを見出した。加えて、ネットワーク構造の架橋の粗密が大きいほど破壊特性が低下することを明らかにした。

4. Amino acid profile affecting the lactic acid bacterial community in kimoto seed mash at various brewing years

(Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry Volume 89, Issue 12 令和7年12月)

Hayato Takeuchi, Kazunari Ito, Yuji Miyake, Yuka Tanino, Shuzo Watanabe*, Kouzo Watanabe*, Tsuyoshi Miyake (*白菊酒造(株))

清酒製造において生酛造りは、乳酸菌の乳酸生成により雑菌や野生酵母が淘汰され、清酒酵母の純粋培養を達成する昔ながらの製法である。代表的な生酛の菌叢は、初期の硝酸還元菌の活動に続いて *Leuconostoc mesenteroides* などの球状乳酸菌から、中期にかけて *Lactobacillus sakei* などの桿状乳酸菌へと微生物菌叢が遷移すると報告されている。しかし、これらの乳酸菌種や遷移を伴わない生酛も多数報告されており、このような乳酸菌遷移の多様性を引き起こす要因は、明らかとなっていない。そこで我々は、乳酸菌群に影響を及ぼす要因を明らかにするため、同一の酒造場において4年間に渡り生酛の乳酸菌叢と成分変化を調べた。その結果、乳酸菌叢の遷移と生酛中の成分変化は、酒造年度ごとに全く異なることがわかった。さらに、生酛から単離された乳酸菌の生物学的特徴を評価し、成分変化との関係性について検討したところ、生酛中に不足したアミノ酸が、乳酸菌に要求される必須アミノ酸として、菌叢の遷移パターンに影響を与える可能性が示唆された。そこで、一部のアミノ酸濃度を調整した合成培地中で、乳酸菌の共培養試験を行った結果、一部の乳酸球菌の挙動が、トリプトファンやチロシンによって支配されていることを明らかにした。また、乳酸菌の代謝活性が、生酛中の有機酸組成や、一部の遊離アミノ酸に反映されている可能性を示した。

口頭発表

No.	題目	発表者	所属	発表会名	年月日
1	パルス法 NMR によるゴムの状態評価	○ 岩路 仁	高分子材料科	日本ゴム協会第153回ゴム錬り研究分科会	R7.4.17
2	パルス法 NMR による高分子材料の診断技術	○ 岩路 仁	高分子材料科	高分子学会25-INMR研究会	R7.5.9
3	フィンのある水平発熱板の熱伝達と旋回を伴う自然対流	○ 下山 力生 KIM Junsug 山田 寛 磯部 和真 堀部 明彦	基盤技術創成科 岡山大学大学院 岡山大学大学院 岡山大学大学院 岡山大学大学院	第62回日本伝熱シンポジウム/HTSJ国際伝熱シンポジウム	R7.5.14
4	全時間領域 Gauss 展開によるゴム-中空粒子界面の評価	○ 八木 駿 岩路 仁 平 加奈子	高分子材料科 高分子材料科 日本ゼオン (株)	日本ゴム協会2025年年次大会	R7.5.19
5	原子間力顕微鏡によるオゾンクラックの観察	○ 石田 拓也 八木 駿 岩路 仁 中嶋 健	高分子材料科 高分子材料科 高分子材料科 東京科学大学	日本ゴム協会2025年年次大会	R7.5.20
6	スピンスピン緩和のガウス展開による中空粒子充填 EPDM の解析	○ 平 加奈子 名取 慧 岩路 仁 八木 駿	日本ゼオン (株) 日本ゼオン (株) 高分子材料科 高分子材料科	日本ゴム協会2025年年次大会	R7.5.20
7	銀ナノ粒子／セルロースナノファイバー複合体を用いた抗菌加工ジーンズの開発	○ 松本 侑子 岡本 有未 藤井 英司 前田 進悟 近藤 兼司 小倉 孝太	繊維加工科 繊維加工科 機能材料科 豊和 (株) (株) スギノマシン (株) スギノマシン	日本繊維機械学会第78回年次大会	R7.6.6
8	小型通気式固体培養装置を用いた麹菌固体培養によるオリブ葉成分の微生物変換	○ 木村 光喜 辰巳 七海 伊藤 一成 谷野 有佳 竹内 赴登 渡邊 淳 山下 秀行 吉田 靖弘 徐 恵美 菊地 敬一 深野 夏暉 原 唯史 仁戸田 照彦 神崎 浩	岡山大学大学院 岡山大学 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 (株) 島津製作所 (株) 樋口松之助商店 日本オリーブ (株) 日本オリーブ (株) 日本オリーブ (株) 岡山大学大学院 (株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 (株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 岡山大学大学院	おかやまバイオアクティブ研究会第66回シンポジウム	R7.6.27
9	Investigation of elongation-induced structural changes of vulcanized butadiene rubber by AFM nanomechanics	○ 石田 拓也 岩路 仁 梁 曉斌 中嶋 健	高分子材料科 高分子材料科 東京科学大学 東京科学大学	The 19th Pacific Polymer Conference (PPC19)	R7.7.8
10	CNF／銀ナノ粒子複合体のグリーン合成手法の改良	○ 藤井 英司 古谷 充章 木村 祥彦	機能材料科 技術支援科 機能材料科	セルロース学会第32回年次大会	R7.7.10 R7.7.11
11	サステナブルファッション実践企業を支援する	○ 國藤 勝士	繊維加工科	第54回消費科学講座	R7.7.25
12	パッチ型吸音構造の吸音原理および吸音特性に関する研究	○ 眞田 明 藤本 望夢 小野 裕行	計測制御科 計測制御科 三乗工業 (株)	日本機械学会 Dynamics and Design Conference 2025	R7.8.26

No.	題目	発表者	所属	発表会名	年月日
13	ヘルムホルツ共鳴と板振動を組み合わせた吸音ライナの開発	○ 藤本 望夢 真田 明 長井 健一郎 久保 凱 高田 卓 坪井 裕之	計測制御科 計測制御科 宇宙航空研究開発機構 宇宙航空研究開発機構 みのる化成 (株) みのる化成 (株)	日本機械学会 Dynamics and Design Conference 2025	R7.8.26
14	プラスチック/フィラー複合材料の力学特性	○ 甲加 晃一	機能材料科	第210回フィラ ー研究会	R7.8.29
15	CFRP の乾式研削性能に及ぼす結合剤の影響	○ 重名 優輝 余田 裕之 児玉 紘幸 大橋 一仁	岡山大学大学院 精密加工科 岡山大学大学院 岡山大学大学院	2025 年度砥粒 加工学会学術 講演会 (ABTEC2025)	R7.9.3
16	窒素ガス大気圧プラズマ処理による PP の表面改質と AI との接着強度に関する研究	○ 中西 亮太 綱分 友春	基盤技術創成科 基盤技術創成科	表面技術協会 第152回講演会	R7.9.10
17	麹菌固体培養によるワインバミス成分の微生物変換	○ 松井 翔吾 岡 深雪 藤田 彩楓 三宅 剛史 伊藤 一成 谷野 有佳 竹内 赴登 山下 秀行 平野 幸司 深野 夏暉 原 唯史 仁戸田 照彦 神崎 浩	岡山大学大学院 岡山大学 岡山大学 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 (株) 樋口松之助商店 (株) 果実工房 岡山大学大学院 (株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 (株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 岡山大学大学院	第77回日本生 物工学会大会	R7.9.10
18	Microbial conversion of corn gluten meal constituents through <i>Aspergillus</i> solid state fermentation using an airflow-type rotary solid-state fermenter for laboratory use	原 唯史 深野 夏暉 妹尾 佐都子 ○ ジトバックディシユ 三宅 剛史 伊藤 一成 谷野 有佳 竹内 赴登 山下 秀行 仁戸田 照彦 神崎 浩	岡山大学大学院 (株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 (株) フジワラテクノアート (株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 (株) フジワラテクノアート 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 (株) 樋口松之助商店 岡山大学大学院 岡山大学大学院	第77回日本生 物工学会大会	R7.9.10
19	SPCC の浸窒焼入れ組織に及ぼす熱処理温度・時間の影響	○ 築山 訓明	金属材料科	日本金属学会 2025 年秋期第 177回講演大会	R7.9.18
20	アルミナ／セルロースナノファイバー複合体の交流電気泳動堆積におけるポリドーバミン層の効果	○ 吉岡 朋彦 高田 ひな呼 藤井 英司 都留 寛治 片岡 卓也 早川 聡	岡山大学 岡山大学 機能材料科 福岡歯科大学 岡山大学 岡山大学	日本セラミッ クス協会第38 回秋季シンポ ジウム	R7.9.19

No.	題目	発表者	所属	発表会名	年月日
21	麹菌固体培養によるオリーブ葉成分の微生物変換ーアミノ酸量の変化ー	○ 木村 光喜 辰巳 七海 三宅 剛史 伊藤 一成 谷野 有佳 竹内 赴登 山下 秀行 吉田 靖弘 徐 恵美 菊地 敬一 深野 夏暉 仁戸田 照彦 神崎 浩	岡山大学大学院 岡山大学 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 (株) 樋口松之助商店 日本オリーブ (株) 日本オリーブ (株) 日本オリーブ (株) 岡山大学大学院 岡山大学大学院 岡山大学大学院	日本農芸化学 会2025年度関 西・中四国・ 西日本支部合 同大会	R7.9.19
22	弱酸性亜塩素酸水溶液を含浸した不織布の殺菌作用と拭き取り洗浄性	○ 高橋 和宏 福岡 智司	企画推進科 三重大学大学院	日本防菌防黴 学会第52回年 次大会	R7.9.25
23	過酸化水素を用いたアルカリ洗浄における炭酸水素イオンの洗浄活性化剤としての役割	○ 福岡 智司 鈴木 万穂 岡崎 文美 高橋 和宏	三重大学大学院 三重大学大学院 三重大学大学院 企画推進科	日本防菌防黴 学会第52回年 次大会	R7.9.25
24	フィン付き水平発熱板からの旋回流による熱伝達挙動	○ KIM Junsug 堀部 明彦 山田 寛 磯部 和真 堀部 明彦 下山 力生	岡山大学大学院 岡山大学大学院 岡山大学大学院 岡山大学大学院 岡山大学大学院 基盤技術創成科	日本機械学会 熱工学コンフ アレンス2025	R7.10.5
25	結晶表面を修飾した PP と Al 界面の接着性向上に関する分子動力学計算	○ 中西 亮太 綱分 友春	基盤技術創成科 基盤技術創成科	第21回日本接着 学会関西支部	R7.10.8
26	Effect of Polydopamine Layer on AC Electrophoretic Deposition of Alumina/Cellulose Nanofiber Composites	○ 吉岡 朋彦 高田 ひな呼 藤井 英司 都留 寛治 片岡 卓也 早川 聡	岡山大学 岡山大学 機能材料科 福岡歯科大学 岡山大学 岡山大学	Electrophoretic Deposition VIII	R7.10.13
27	回転工具に作用する加振力の推定	○ 辻 善夫 藤本 望夢 真田 明 村上 浩二 松田 亮 廣田 義明	計測制御科 計測制御科 計測制御科 (株) 山本金属製作所 (株) 山本金属製作所 (株) 山本金属製作所	産業技術連携促進 会議報告書・エ レクトロニクス部 会報告技術分科 会第18回音・振動研 究会	R7.10.16
28	架橋アクリルゴム内でのポリフッ化ビニリデンの結晶化挙動	○ 筒井 俊成 大坂 昇 八木 駿 岩路 仁	岡山理科大学 岡山理科大学 高分子材料科 高分子材料科	2025年繊維学 会秋季研究発 表会	R7.10.27
29	パルス法NMRによる材料診断とゴム練りへの応用	○ 岩路 仁	高分子材料科	日本ゴム協会第 307回ゴム技術 シンポジウム	R7.10.29
30	平均粒子径の異なるシリカを配合したポリプロピレンの熱膨張挙動	○ 幕田 悟史 藤原 和子 藤井 英司 甲加 晃一	機能材料科 機能材料科 機能材料科 機能材料科	第30回フィラー シンポジウム	R7.11.10
31	樹脂/フィラー複合材料の衝撃強度に及ぼすフィラーの影響	○ 日笠 茂樹	機能材料科	第30回フィラー シンポジウム	R7.11.10

No.	題目	発表者	所属	発表会名	年月日
32	歯列矯正ワイヤーのアルミナ／セルロースナノファイバーコーティングと審美性改善	○ 吉岡 朋彦 高田 ひな呼 藤井 英司 松本 侑子 丸太 道人 都留 寛治 片岡 卓也 早川 聡	岡山大学 岡山大学 機能材料科 繊維加工科 福岡歯科大学 福岡歯科大学 岡山大学 岡山大学	第47回日本バイオマテリアル学会大会	R7.11.11
33	麹菌の固体培養に関する研究について	○ 伊藤 一成	醸造食品科	糸状菌分子生物学コンファレンス若手のワークショップ	R7.11.16
34	岡山県工業技術センターが保有する形状測定機の紹介	○ 余田 裕之	精密加工科	第3回先進加工技術力向上セミナー	R7.11.19
35	PTFE 粒子を活用したマグネシウム合金陽極酸化皮膜におけるトライボロジー特性の向上	○ 岡野 航佑 水戸岡 豊 藤原 浩市 渡辺 浩介 尾崎 公一	金属材料科 金属材料科 堀金属表面処理工業（株） 堀金属表面処理工業（株） 岡山県立大学	第27回関西表面技術フォーラム	R7.11.20
36	金属担持バイオマテリアル合成技術を基盤とした医薬品の開発	○ 藤井 英司 西村 泰光	機能材料科 川崎医科大学	第13回IT推進合同フォーラム・ライフサイエンス技術交流会	R7.11.28
37	IoT 技術を活用した水産資源遠隔モニタリングシステムに関する検討	○ 松岡 大樹	基盤技術創成科	産業技術連携推進会議製造プロセス部会IoTものづくり分科会2025	R7.12.4
38	レーザ光による加工プロセスの高度化・高機能化に関する研究	○ 水戸岡 豊	金属材料科	2025年度中国地域公設試験研究機関功績者表彰	R7.12.5
39	研究シーズの実用化に向けた岡山県における産学官連携事例	○ 三宅 剛史	醸造食品科	令和7年度第2回中国地域産総研技術セミナー	R7.12.8
40	浸窒焼入れの利用拡大に向けた熱処理条件の検討	○ 築山 訓明	金属材料科	関西金属表面処理若手研究者連絡会議	R7.12.11
41	リサイクルポリプロピレンの耐候性評価事例	○ 川野 道則 浦部 匡史 上野 俊英	技術支援科 技術支援科 (株) 旭ポリスライダー	令和7年度日本繊維機械学会中国支部研究及び事例発表会	R7.12.12
42	天然ゴムとセルロースナノファイバーの複合化事例	○ 幕田 悟史	機能材料科	令和7年度日本繊維機械学会中国支部研究及び事例発表会	R7.12.12
43	パルス法 NMR のスピン-スピン緩和挙動のガウス展開による高分子材料の分子運動性評価	○ 平 加奈子 岩路 仁 八木 駿 名取 慧	日本ゼオン（株） 高分子材料科 高分子材料科 日本ゼオン（株）	第3回NMR シンポジウム	R7.12.12
44	ゼータ電位測定による DLC 表面の特性評価について	○ 國次 真輔	精密加工科	日本医用DLC研究会2025年度冬の勉強会	R8.1.7
45	岡山県のデニム産業を技術で支援する	○ 國藤 勝士	繊維加工科	日本技術士会中国本部岡山県支部1月例会	R8.1.17
46	音とは？防音技術とは？ ー知っているようで知らない音に関するお話ー	○ 眞田 明	計測制御科	ORIC勉強会	R8.1.22

No.	題目	発表者	所属	発表会名	年月日
47	示差走査熱量計の理論解析と装置校正	○ 幕田 悟史	機能材料科	日本ゴム協会関西支部第6回若手発表交流会	R8.2.13
48	触媒機能を付与したマイクロリアクターによる銀ナノ粒子の合成	○ 木村 祥彦 藤井 英司	機能材料科 機能材料科	日本セラミックス協会2026年年会	R8.3.5
49	多様な製麹経過が再現可能な試験製麹法	○ 伊藤 一成 谷野 有佳 竹内 赴登 五味 勝也 狩山 昌弘 三宅 剛史	醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 東北大学大学院 (株) フジワラテクノアート 醸造食品科	日本農芸化学会2026年度大会	R8.3.10
50	オリーブ葉を基材とする麹菌固体培養で生じる微生物変換の精査	○ 木村 光喜 辰巳 七海 三宅 剛史 伊藤 一成 谷野 有佳 竹内 赴登 山下 秀行 吉田 靖弘 徐 恵美 菊地 敬一 深野 夏暉 原 唯史 仁戸田 照彦 神崎 浩	岡山大学大学院 岡山大学 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 (株) 樋口松之助商店 日本オリーブ (株) 日本オリーブ (株) 日本オリーブ (株) (株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 (株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 岡山大学大学院	日本農芸化学会2026年度大会	R8.3.10
51	<i>Aspergillus</i> solid state fermentation of corn gluten meal using an air flow type rotary solid-state fermenter for laboratory use to evaluate changes in constituents through microbial biotransformation	原 唯史 深野 夏暉 妹尾 佐都子 ○ ジトバックディ ジリュ 三宅 剛史 伊藤 一成 谷野 有佳 竹内 赴登 山下 秀行 仁戸田 照彦 神崎 浩	(株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 (株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 (株) フジワラテクノアート (株) フジワラテクノアート 岡山大学大学院 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 醸造食品科 (株) 樋口松之助商店 岡山大学大学院 岡山大学大学院	日本農芸化学会2026年度大会	R8.3.10
52	ふねを用いた上槽工程の香気成分分析	○ 谷野 有佳 竹内 赴登 常定 健 伊藤 一成 三宅 剛史	醸造食品科 醸造食品科 繊維加工科 醸造食品科 醸造食品科	日本農芸化学会2026年度大会	R8.3.11
53	生酛における酒造年度ごとの成分変化と多様性	○ 竹内 赴登 伊藤 一成 三宅 祐治 谷野 有佳 渡邊 秀造 渡邊 醇造 三宅 剛史	醸造食品科 醸造食品科 白菊酒造 (株) 醸造食品科 白菊酒造 (株) 白菊酒造 (株) 醸造食品科	日本農芸化学会2026年度大会	R8.3.11
54	チューブ内腔面に成膜した DLC 膜のプラズマ処理によるゼータ電位変化	○ 國次 真輔 中谷 達行 今井 裕一	精密加工科 岡山理科大学 (株) ストロープ	表面技術協会第153回講演大会	R8.3.11
55	ポリプロピレンを使用した低損失プリント配線板の開発	○ 渡邊 哲史 常定 健 藤原 和子	計測制御科 繊維加工科 機能材料科	第40回エレクトロニクス実装学会 春季講演大会	R8.3.12

No.	題目	発表者	所属	発表会名	年月日
56	2次元理論モデルによるバッチ型吸音構造の吸音特性に関する研究	○ 眞田 明 藤本 望夢 萩原 淳之	計測制御科 計測制御科 三乗工業（株）	日本音響学会第155回（2026年春季）研究発表会	R8.3.17
57	ヘルムホルツ共鳴と板振動の連成効果を利用した樹脂成形製の吸音構造の開発	○ 藤本 望夢 眞田 明 高田 卓 坪井 裕之	計測制御科 計測制御科 みのる化成（株） みのる化成（株）	日本音響学会第155回（2026年春季）研究発表会	R8.3.17

岡山県工業技術センター報告第 52 号

令和 7 年度版（2025 年度版）

令和 8 年 7 月発行

（2026 年 7 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