

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 42 号

平成 28 年 7 月

岡山県工業技術センター

目次 / CONTENTS

【 報 文 / PAPER 】

- | | | |
|--|---|---|
| 1 プレーットの捻りモードを用いた移動機構に関する研究
Research on a movement mechanism using a twist mode of a plate | 岩田 和大
辻 善夫
眞田 明
Kazuhiro IWATA
Yoshio TSUJI
Akira SANADA | 1 |
| 2 プリント回路基板上の信号の多重反射モード変換がコモンモード放射に与える影響
Effect on Common-mode Radiation of Multiple Reflection and Mode Conversion of Signal on Printed Circuit Board | 若槻 友里
渡邊 哲史
眞田 明
豊田 啓孝
Yuri WAKADUKI
Tetsushi WATANABE
Akira SANADA
Yoshitaka TOYOTA | 6 |

【 技術資料 / TECHNICAL REPORT 】

- | | | |
|---|---|----|
| 1 食品製造装置の洗浄性評価のための試験用汚れの設計
Preparation of Test Soil for the Assessment of Cleanability of Food-Processing Equipment | 浦野 博水
Hiromi URANO | 11 |
| 2 マイクロ化学プロセスによる酸化インジウムスズ前駆体ナノ粒子の連続合成
Continuous synthesis of indium tin oxide nanoparticles in a micro-chemical process | 藤井 英司
古谷 充章
川端 浩二
Eiji FUJII
Mitsuaki FURUTANI
Koji KAWABATA | 14 |
| 3 ステアリン酸で表面処理したセルロース粉末の性質
Properties of Cellulose Powder Coated with Stearic Acid | 藤井 英司
川端 浩二
日笠 茂樹
Eiji FUJII
Koji KAWABATA
Shigeki HIKASA | 16 |
| 4 清酒に含まれる苦味ペプチドの熟成による減少
Reduction of bitter-tasting oligo-peptides in Sake by maturation | 伊藤 一成
三宅 剛史
Kazunari ITO
Tsuyoshi MIYAKE | 18 |
| 5 一過硫酸塩化合物を利用したインジゴの脱色
Decolorization of Indigo Dye by Monopersulfate Compound | 國藤 勝士
Katsushi KUNITOU | 20 |
| 6 SEBSブレンドの機械的特性
Mechanical Properties of SEBS Blends | 甲加 晃一
藤原 和子
西 勝志
日笠 茂樹
Kouichi KOUKA
Kazuko FUJIWARA
Katsushi NISHI
Shigeki HIKASA | 23 |
| 7 EPDM内部への次亜塩素酸の拡散挙動の濃度依存性
Concentration Dependence of Diffusion of Hypochlorous Acid into Ethylene Propylene Diene Terpolymer | 石田 拓也
岩薮 仁
福崎 智司
Takuya ISHIDA
Hitoshi IWABUKI
Satoshi FUKUZAKI | 26 |

8 アルゴンイオンビームで研磨した断面のナノ力学物性測定 Nanomechanical Property Measurement for Cross Section Polished by Argon Ion Beam	石田 拓也 岩蔭 仁 Takuya ISHIDA Hitoshi IWABUKI	28
9 CVA法によるDLCの内面コーティングにおける成膜性 Deposition property for DLC internal coating using CVA-method	國次 真輔 余田 裕之 中西 亮太 若江 倫生 中谷 達行 Shinsuke KUNITSUGU Hiroyuki Yoden Riyouta NAKANISHI Michio Wakae Tatsuyuki NAKATANI	30
10 電気化学測定法を用いたステンレス鋼の腐食疲労における腐食ピット 発生過程の検出 Detection of Corrosion Pit Initiation Process of Corrosion Fatigue in Stainless Steels by Electrochemical Measurement Method	村岡 賢 余田 裕之 Ken MURAOKA Hiroyuki Yoden	33
11 アルミニウム合金の陽極電解で得られる表面形状ならびに微細構造 Surface profile and microstructure obtained by anodic electrolysis in aluminum alloys	築山 訓明 村上 浩二 Kuniaki TSUKIYAMA Koji MURAKAMI	35
12 微小孔が耳栓の遮音特性に与える影響について Effect of micro orifice of an earplug on sound insulation characteristics	眞田 明 高祖 英樹 Akira SANADA Hideki TAKASO	39
13 モーメント印加装置における並進力キャリブレーション Calibration of Force Measured by Developed Moment Excitation Device	辻 善夫 眞田 明 Yoshio TSUJI Akira SANADA	41
14 水平加熱面上の自然対流熱伝達に発熱二重円管が及ぼす影響 Effect of Heated ducts on Natural Convection Heat Transfer from Horizontal Heated Surface	下山 力生 堀部 明彦 春木 直人 Rikio SHIMOYAMA Akihiko HORIBE Naoto HARUKI	43
15 テキストマイニング活用のための特許情報変換プログラム Patent information conversion program to use Text mining	山田 充 上野 覚 Mitsuru YAMADA Satoru UENO	45
16 小型ワンボード・マイコン用GUI制御ライブラリの開発 Development of GUI control library for small one-board microcomputer	三輪 昭生 Akio MIWA	47
17 電磁シールド評価における効率的な電磁界シミュレーション設定方法 Effective Settings of Electromagnetic Simulator for the Calculation of Electromagnetic Shielding	渡邊 哲史 Tetsushi WATANABE	50
18 持続的な水素利用のあり方に関する一考察 A Note on the Sustainable Use of Hydrogen Utilized in a Rational Way	常定 健 兒子 英之 永山 則之 Takeshi TSUNESADA Hideyuki NIGO Noriyuki NAGAYAMA	52

【 外部発表 】

(誌上発表)

- | | | |
|--|-------------------------------------|----|
| 1 円筒発熱体を設置した場合の水平発熱面まわりの自然対流熱伝達 (諸因子が及ぼす影響) | 下山 力生・堀部 明彦
春木 直人・佐野 吉彦
白澤 昇太 | 55 |
| 2 冷間金型鋼へのPVDコーティングのための前処理と下地処理 | 國次 真輔 | 55 |
| 3 機器分析による食品混入異物・残留臭気検査 | 竹原 淳彦 | 56 |
| 4 Effect of alloying elements and generation of hydrogen gas on zincate treatment and electroless nickel-phosphorus plating of aluminum alloys | 村上 浩二・日野 実
永田 教人・金谷 輝人 | 56 |
| 5 Change in enzyme production by gradually drying culture substrate during solid-state fermentation | 伊藤 一成・五味 勝也
狩山 昌弘・三宅 剛史 | 57 |
| 6 次亜塩素酸によるゴム製シール材の劣化機構 | 岩蔭 仁 | 57 |
| 7 岡山県工業技術センター 金属・加工グループにおける研究事例の紹介 | 窪田 真一郎 | 58 |
| 8 スピン-スピン緩和によるゴムの網目鎖濃度と不均一性の解析 | 岩蔭 仁 | 58 |
| 9 岡山県における酒造用原料米の品質調査への取り組み(玄米糊化温度による蒸米消化性の予測) | 三宅 剛史・伊藤 一成 | 59 |
| 10 ポリエチレンスワブ棒を用いた拭き取りによる固体表面上の付着細菌数の測定精度の実験的検証 | 浦野 博水・大村 宏之
福崎 智司 | 59 |
| 11 オゾンガスを利用したステンレス鋼の表面処理と超親水化 | 高橋 和宏 | 60 |
| 12 次亜塩素酸によるEPDMの劣化に関する研究 第4報 解離型次亜塩素酸によるカーボンブラック充填EPDM架橋物の劣化機構 | 石田 拓也・岩蔭 仁
福崎 智司 | 60 |
| 13 米麴を用いた古くて新しいそやし水製造 | 伊藤 一成・辻 麻衣子
三宅 剛史 | 61 |
| 14 食品製造機器の衛生構造の評価のための簡易試験用汚れの調製 | 浦野 博水・大村 宏之
福崎 智司 | 61 |
| 15 アセトアルデヒドの分解とクロロホルムの生成に及ぼす次亜塩素酸ナトリウム水溶液のpHの影響 | 竹原 淳彦・常定 健
福崎 智司 | 62 |
| 16 次亜塩素酸ナトリウムに起因するエチレンプロピレンゴムの劣化を抑制する水酸化物イオンの役割 | 石田 拓也・岩蔭 仁
福崎 智司 | 62 |
| 17 研究グループ紹介 | 勝田 智宣 | 63 |
| 18 ステアリン酸で表面処理したセルロースナノファイバーの作製とその性質 | 川端 浩二・藤井 英司
日笠 茂樹 | 63 |

19 PP/HIPS/相容化剤ブレンド材料のモルフォロジーが機械的特性に及ぼす影響	甲加 晃一・藤原 和子 日笠 茂樹・西 勝志	64
20 X線回折	村上 浩二	64
21 ダイヤモンドライクカーボン複合膜のインデンテーション	國次 真輔	65
22 人の意味理解能力とテキストマイニングの大量データ処理技術とを融合した特許文献のハイブリッドクラスタリング手法	上野 覚・山田 充	65
23 Connector Model for Use in Common-mode Antenna Model Used to Estimate Radiation from Printed Circuit Boards with Board-to-board Connector	若槻 友里・渡邊 哲史 豊田 啓孝・古賀 隆治 五百旗頭 健吾・ 和田 修己	66
24 岡山から世界へ 次世代自動車技術の進化を発信	勝田 智宣	66
(口頭発表)		67 ~ 74

報

文

プレートの捻りモードを用いた移動機構に関する研究

Research on a movement mechanism using a twist mode of a plate

岩田 和大・辻 善夫・眞田 明

Kazuhiro IWATA, Yoshio TSUJI and Akira SANADA

キーワード 共振駆動 / 移動機構 / 有限要素法解析

KEY WORDS Resonant drive / Movement mechanism / Finite element method analysis

要 旨

本研究では、共振現象によって自走を行う2種類の試作モデルを用いて、プレートの捻りモードを用いた移動機構の開発・最適化を行った。製作した試作モデルは、プレート中央に固定した偏心ロータを回転させ、それによって発生させた遠心力により、剛体モードとプレートの同相捻りモードを励振、合成し、プレートの後端部に傾いた楕円軌跡を描かせることで床面を蹴り、推進力を得る機構である。この移動機構の最適化のため、試作モデルについて動作解析を行い、得られた知見から新たな改良モデルを製作した。改良したモデルは最高速度が2倍に増加し、自走現象が発生する周波数範囲が広がることを確認した。また、高速カメラによる動作解析から、後端部が路面を後ろ斜めに蹴り続けるような軌跡を確認した。

1 はじめに

近年、圧電材料や振動解析の発達に合わせて、共振現象を利用した精密位置決め機構やアクチュエータの研究・開発が盛んに行われている[1]。圧電体は力が強く応答性も高いが、変位量が小さいため、重量物を高速に動かすような場合においては、あまり適さない。

本研究では、加振源に圧電体ではなく偏心ロータによる遠心力を用いることで、重量物に適用できる移動機構の実現を目的とする。この移動機構は動力均平機の前進運動を参考としている[2]。動力均平機は苗床を均平にする農業機器であり、高速回転する偏心錘により上下振動し、土壌を踏み固める。この均平機の下部プレートを同相捻りモードで振動させた時、後端部が傾いた楕円軌跡となり、地面を蹴ることで推進することがこれまでの研究で分かっている。しかし、この移動機構は最適化の検討がされておらず、構造や材料など、どのパラメータが前進速度に寄与しているか分かっていない。そのため本研究では、動力均平機を模した小型モデルを試作し、駆動メカニズムに与える構造の影響について動作解析を用いて検討した。また、その結果を基に自走速度を向上させた新しいモデルを製作した。以下にその内容について報告する。

2 駆動原理

本報告で提案する移動機構は偏心ロータの回転により加振され、同相の捻りモードを励振させる。ここでプレートの後端部に着目すると、

偏心ロータの回転により発生する剛体モードと、同相の捻りモードが合成されることで、図1に示すような傾いた楕円軌跡となる。

本論文では動力均平機を単純化した小型モデルを用いて、同相捻りを用いた移動機構の動作解析を行った。

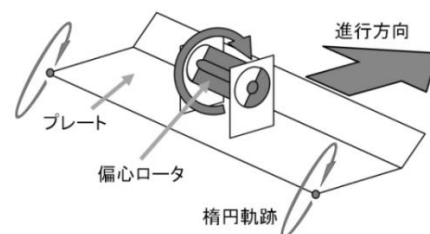


図1 駆動原理

3 PET 製試作モデルを用いた実験

プレートの捻りモードを用いた移動機構の動作原理解明のための小型モデルを製作した。最初に数値解析による形状の検討を行い、同相捻りモードが励振されることを確認した後、小型モデルを試作し、走行実験を行った。

3.1 FEM を用いた固有値解析

動力均平機を参考とし、形状を単純化した解析モデルを図2に示す。プレートの左右両端に長さ370 mmのアルミニウム製のコの字型のチャンネル材を取り付けることで、プレートのねじり振動に対する質量慣性モーメントを増加させ、モード変形が発生しやすい構造とした。また、重心位置と加振位置を高くすることで捻りモード

を発生させやすくするため、偏心ロータをプレート上50 mmに設置した。材料は切断・曲げ加工が容易なPETとし、前端部の16 mmを45° 曲げることで、プレート長辺に関する曲げモードが起こりにくい構造とした。

解析には汎用解析ソフトNX10(Siemens PLM Software)を用い、PETのヤング率は2.1GPa、ポアソン比は0.4、密度は1280 kg/m³とする。このモデルで固有値解析を行った結果を図3に示す。

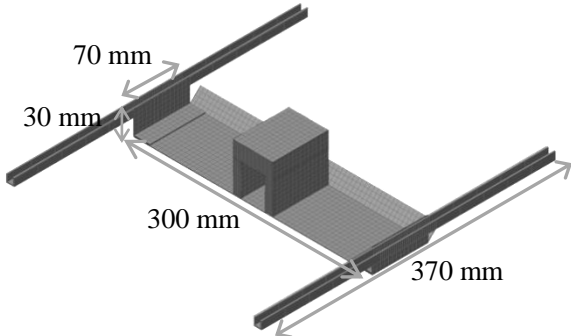


図2 有限要素法解析モデル

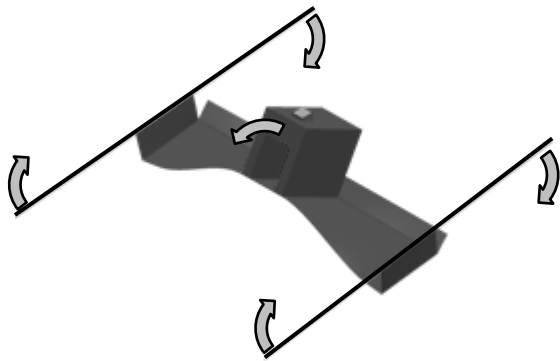
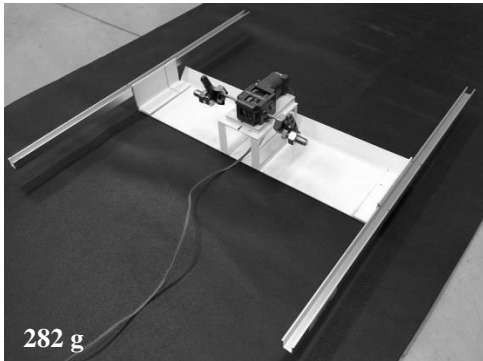


図3 同相捻りモード(固有振動数14.1 Hz)

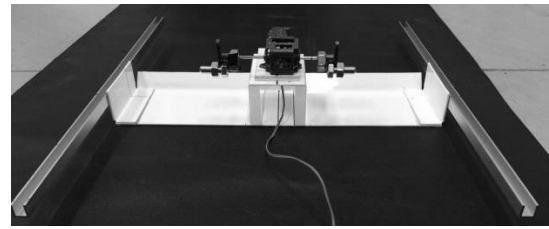
解析結果より、14.1 Hz付近で同相捻りモードが励振され、この固有値周波数近傍に他のモード変形が無いことから、自走速度が増加することが期待できる。

3.2 試作モデルの製作と走行実験

前節の結果を基に製作した試作モデルの外観を図4に示す。



(a) 全体



(b) 背面

図4 製作した試作モデルの外観

プレート中央部には解析モデルと同じく合計質量が約100 gとなるようにDCモーター(マブチモーター製 FA130-RA)、シングルギアボックス4速タイプ(TAMIYA製)、偏心錘を配置した。DCモーターの回転数はPWM方式により制御可能である。また、偏心錘の偏心量は850 g・mmとした。

ハンマリングによる共振点計測を行ったところ、解析結果とほぼ等しい14 Hzにおいて、同相捻りモードの共振を確認した。

製作した小型モデルを用いて自走速度の計測を行った。実験の様子を図5に示す。

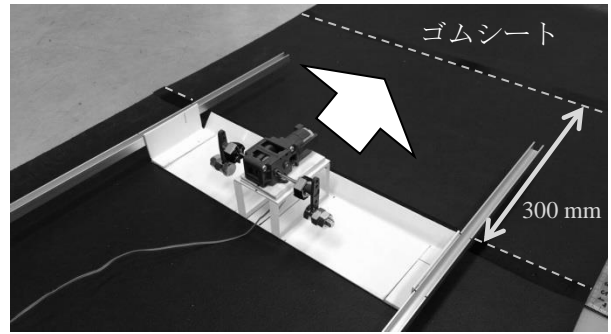


図5 走行試験概観

実験は各回転周波数において3回計測を行い、それらの平均を自走速度とした。走行面は柔軟で摩擦力の大きいゴムマットとし、この面上を300 mm進むのに要した時間を計測し、速度を算出した。実験の結果を図6に示す。

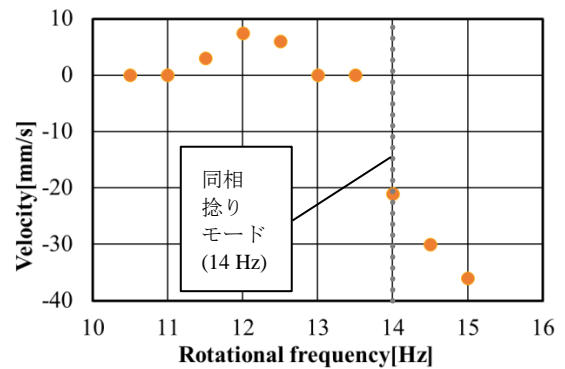


図6 回転周波数と自走速度の関係

同相捻りモードが励振されるより低い回転周

波数11.5 Hzを超えた時に、自走が確認できた。また、同相捻りモードの固有振動数(14 Hz)付近においては、高速で後退する現象が見られた。前進後退時の詳細な挙動を確認するため、高速カメラによる動作解析を行った。

3.3 高速度カメラによる動作解析

駆動中の試作モデルを高速度カメラで撮影し、動作解析によりプレートの前後端の移動軌跡を算出した。偏心錘の回転周波数は同相捻りの固有振動数近傍の11 Hzから15 Hzまで1 Hz毎に計測した。図7に動作解析を行った前端部と後端部の追従点を、図8にゴム床面を振動中の代表的な軌跡を示す。右側は後端部の軌跡、左側は前端部の軌跡、1メモリは1 mmである。

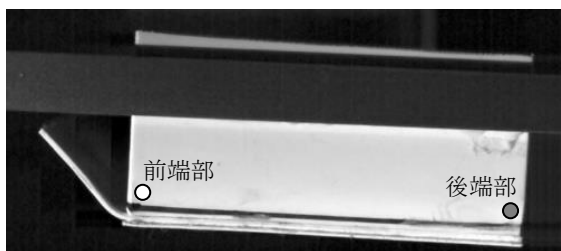


図7 側面から撮影した動作解析における追従点

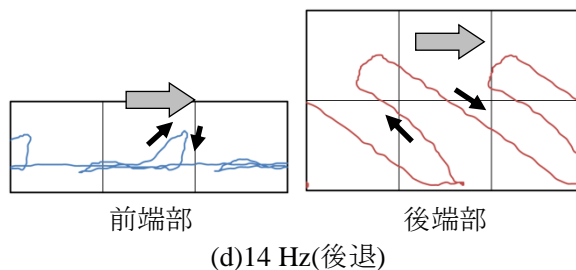
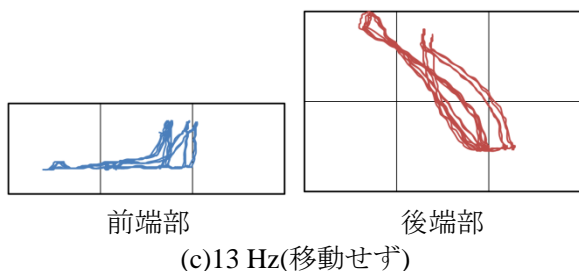
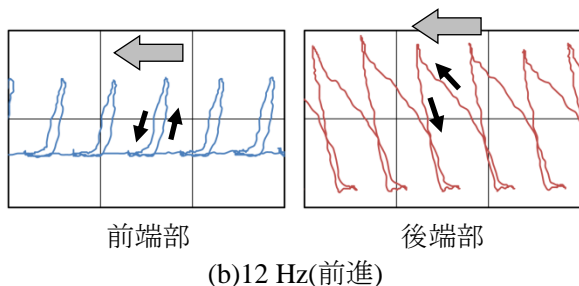
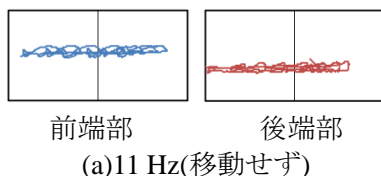


図8 走行時におけるプレート前後端部の軌跡

12 Hz以降において同相捻りモードと剛体モードの合成による傾いた楕円軌跡が確認でき、これにより12 Hz近傍において自走現象が発生していると考えられる。

また、13~15 Hzにおいて停止もしくは後退する理由として、プレート中央部の同相捻りが大きく影響していると考えられる。プレート中央部はプレート両端の楕円軌跡を水平反転させた軌跡を描くため、遠心力の増大によりプレート両端より大きく変形すると、意図した方向と反対方向への推進力となる。13 Hzでは両端部の推進力と、中央部の逆方向の推進力が同程度となったため、自走現象が見られなかったと考えられる。また、14 Hz付近においてはプレート中央部の変形が両端部より大きくなり、逆方向への推進力が両端部より大きくなったことで後退したと考えられる。

試作モデルは中央部と両端部が極端に重く、捻りモードに対する質量慣性モーメントが大き過ぎたため後退したと考えられる。そのため、同相捻りモードを用いた移動機構の高効率化には全体の重量バランスと、プレート中央下面の振動を走行面に伝えない構造が有効であると考えられる。

4 金属製改良モデルを用いた実験

前章の考察より、重量バランスや剛性、構造を考慮したステンレス鋼板およびアルミニウム製の改良モデルを製作した。

4.1 改良モデルの設計と製作

新たに設計した金属製改良モデルの解析モデルと固有値解析の結果を図9、10に示す。実際の動力均平機の形状を参考にしており、動力均平機の縦横高さ厚みを5分の1に縮小した形状とした[2]。プレートは厚さ0.4 mmのステンレス鋼板とし、左右両端に長さ300 mmのアルミニウム製のコの字型チャック材を取り付けることで、プレート捻りモードに対する質量慣性モーメントを上昇させている。また、偏心錘の偏心量は60 g・mmとした。

両後端部の推進力が効率よく走行面に伝わり、後退現象を抑えるように、両端の下面に幅10 mm長さ50 mm高さ3 mmのPET板を取り付け、中央部を浮かせている。また、ギアボックスとモーターを縦に置き重心を高くすることで、プレート両後端部がより傾いた楕円軌跡を描くモード変形となった。

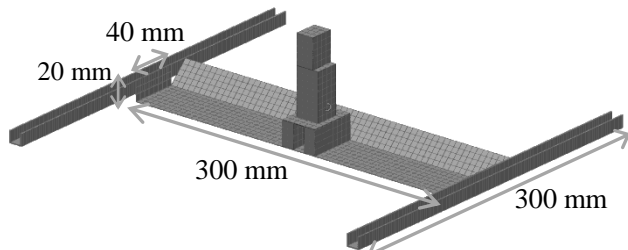


図9 有限要素法解析モデル(改良モデル)

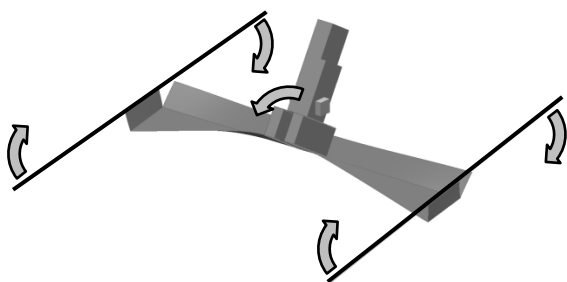
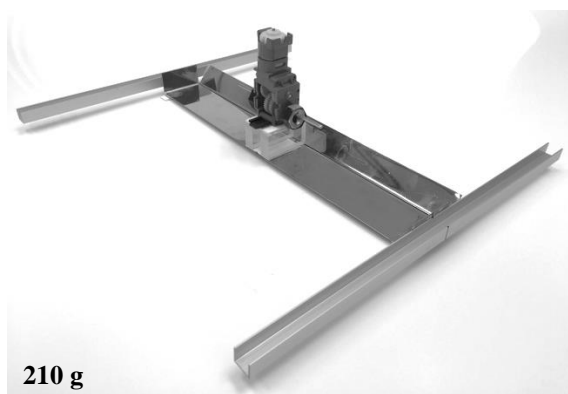
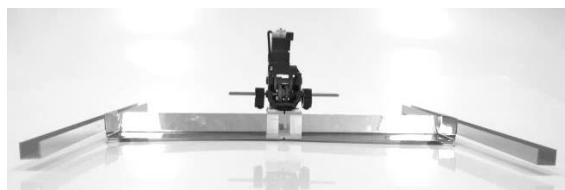


図10 同相捻りモード(固有振動数 19.8 Hz)

製作した改良モデルの外観を図11に示す。プレートはステンレス鋼板に曲げ加工を施して製作した。ハンマリングによる共振点計測を行い、同相の捻りモードの固有振動数が解析結果とほぼ等しい19 Hzであることを確認した。



(a) 全体



(b) 背面

図11 金属製改良モデルの外観

4.2 自走速度計測

改良モデルによる自走速度の計測を行った。計測条件は前章と同じとした。実験の結果を図12に示す。同相捻りモードより低い15 Hzから17.5 Hzにおいて自走現象を確認した。17.5 Hzのとき最高速度17 mm/sを示した。前節の試作機と比較すると、最高速度が向上し、自走可能周波数範囲が拡大した。また、同相捻りモードの固有振動数近傍の高周波数帯域における後退時の速度が抑制された。以上のことから、改良点の有効性を確認した。

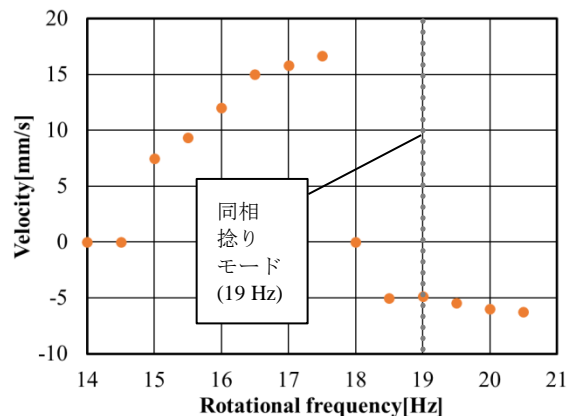


図12 回転周波数と自走速度の関係

4.3 高速度カメラによる動作解析

走行時における高速度カメラ映像から前後端部の動作解析を行った。追従点は前章と同等の箇所とした。図13にゴム床面上を走行中の代表的な軌跡を示す。右側は後端部の軌跡、左側は前端部の軌跡、1メモリは0.5 mmである。これらの結果から、前進時にはより傾いた楕円軌跡が発生したため、速度が増大したと考えられる。また、後退時には傾いた楕円軌跡が発生しなくなったことが確認できる。

5 まとめ

プレートの同相捻りモードを利用した移動機構を有する小型モデルを試作し、自走実験と動作解析から自走速度向上と後退現象抑制のための構造について考察した。その結果を基に、新たに設計・改良した金属製モデルを製作した。従来のモデルと比較すると、約2倍の速度向上と広い範囲での自走現象、共振周波数付近における後退速度減少を確認した。今後は重心位置や偏心量の最適化を行うことでさらなる自走速度向上を目指すとともに、重心移動や複数加振点による旋回運動を実現したい。

参考文献

- 1) T. Ichihara, T. Kanda, K. Suzumori, "Design and Evaluation of Low-profile Micro Ultrasonic Motor"

Using Sector Shaped Piezoelectric Vibrator”,
 IEEE/RJS 2008 International Conference on Intel-
 ligent Robots and Systems, (2008) pp.588-59

2) 辻善夫; 眞田明, 岩田和大, 金島秀幸 “振動モ-
 ードに着目した苗床均平機の自走メカニズム
 に関する研究” 日本機械学会論文集 Vol. 82,
 No. 838

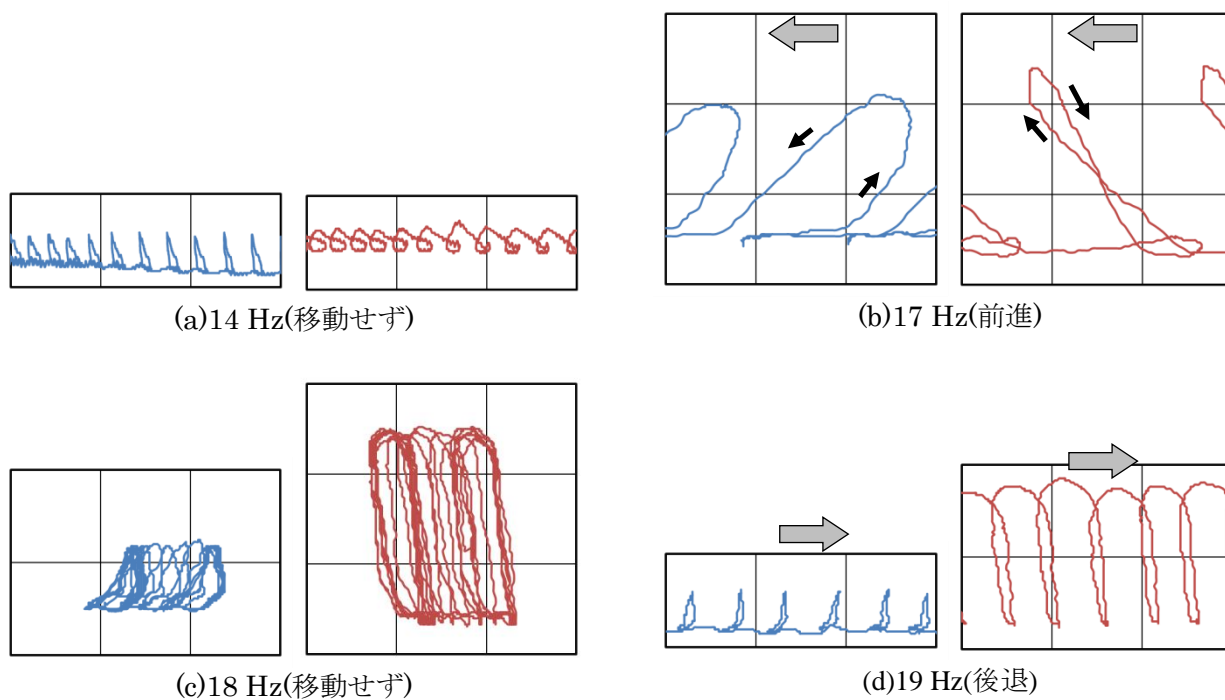


図13 走行時におけるプレート前後端部の軌跡

プリント回路基板上の信号の多重反射・モード変換が コモンモード放射に与える影響

Effect on Common-mode Radiation of Multiple Reflection and Mode Conversion
of Signal on Printed Circuit Board

若槻 友里・渡邊 哲史・眞田 明・豊田 啓孝¹

Yuri WAKADUKI, Tetsushi WATANABE, Akira SANADA and Yoshitaka TOYOTA

キーワード 電磁的両立性 / コモンモード / コモンモードアンテナモデル / モード変換
KEY WORDS EMC / Common-mode / Common-mode antenna model / Mode conversion

要 旨

これまで、コモンモードアンテナモデルを用いてプリント回路基板から生じるコモンモード放射を計算する際、モデルに与える信号電圧には信号の多重反射やモード変換の影響を考慮していなかった。本報告では、これらの影響について、コネクタ接続プリント回路基板を試験構造とする三次元電磁界解析と伝送線路解析の結果を比較して検討した。その結果、最大で3 dB程度電圧の変動が生じることが分かった。信号の多重反射とモード変換を考慮した信号電圧を用いることで、コモンモードアンテナモデルの計算精度が改善すると考える。

1 はじめに

電子機器から生じる電磁ノイズは、機器の設計・開発において重要な問題の一つであり、他の機器へ干渉することがないように、限度値が規格によって厳しく定められている。機器が生じる主要な電磁ノイズの一つにコモンモード放射と呼ばれる放射性の雑音がある。電子機器の開発においては、設計の早い段階からコモンモード放射を予測し、これを低減するようにフロントローディングな設計を行うことで、その後の試作やノイズ対策にかかるコストを削減できる。

これまでに我々は、プリント回路基板 (Printed Circuit Board: PCB) から発生するコモンモード放射を、基板設計の初期段階で予測するための簡易モデルを提案してきた。この簡易モデルは、コモンモード放射の発生メカニズムに基づいて構築する等価アンテナモデルであり、我々はコモンモードアンテナモデルと呼んでいる²⁾。本報告では、コモンモードアンテナモデルの計算精度改善を目的とした検討を行った。

PCBのコモンモード放射を計算機上での三次元電磁界解析によって予測する際、PCBの構造を微細なメッシュに分割する詳細モデルでは大きな計算コストがかかる。これに対し、等価アン

テナモデルであるコモンモードアンテナモデルは、PCB上の伝送線路のコモンモードのみ考えることでモデルを簡略化し、計算コストを小さくする²⁾。線路におけるコモンモードの発生については、線路の平衡度に着目し、その変化点において伝送モードの変換が生じてコモンモードが励振されると考える³⁾。したがって、コモンモードアンテナモデルには、放射の要因となる箇所や放射に影響を与える構造を特定しやすい利点もある。

これまで我々は、単純な形状の2枚の平面PCBがコネクタを介して接続された構造を試験基板として検討を行ってきた。コネクタ接続に起因するコモンモード放射⁴⁾についても、コモンモードアンテナモデルを適用して放射量の予測計算が可能であることを示した^{5,6)}。

コモンモード放射の主な要因となるのは平衡度の異なる線路の接続である³⁾。例としてコネクタ接続PCBを挙げると、コネクタとPCBの接続点である。この点で線路の平衡度が変化し、伝送モードの変換が生じてコモンモードを励振する^{5,6)}。2節で後述するが、モード変換によるコモンモード励振の大きさには、線路の信号電圧が深く関わっている。信号電圧は、線路上での信号の多重反射や、モード変換の影響によって変動する。これらの影響についてはこれまで未検討であった。

本報告では、線路の信号電圧に対する信号の

¹ 岡山大学

多重反射やモード変換の影響を、コネクタ接続PCBを試験構造として三次元電磁界解析と伝送線路解析によって検討した。その結果から、コモンモードアンテナモデルでこれらの影響を考慮すると、どの程度モデルの計算精度改善が見込めるか述べる。

2 モード変換によるコモンモード励振

2.1 PCB上の線路の伝送モードとモード変換

PCB上の線路を、信号線・帰路面・システムグラウンドの3導体系で考えると、この系には2つの伝送モードが存在する。その一つをノーマルモードと呼び、信号線と帰路面を逆相に電流が流れるモードである。もう一つをコモンモードと呼び、コモンモードでは信号線と帰路面を同相に電流が流れ、その帰路電流はシステムグラウンドを流れる。

全コモンモード電流に対して、信号線を通流するコモンモード電流の割合を電流配分率 h で表す²⁾。 h は線路の平衡度を表すパラメータとなる。 h はPCBの断面構造から二次元の電磁界解析によって求めることができる。

ここで h の異なる線路の接続を考える。線路1、線路2の電流配分率をそれぞれ h_1 、 h_2 とすると、その接続点におけるノーマルモード及びコモンモードの電圧・電流は図1のように表すことができる。線路1側のノーマルモード電圧・電流をそれぞれ V_{n1} 、 I_{n1} とし、線路2側では V_{n2} 、 I_{n2} とする。同様にコモンモード電圧・電流は V_{c1} 、 I_{c1} 、 V_{c2} 、 I_{c2} と表す。線路1、2の接続点におけるノーマルモード電圧を V_{na} 、コモンモード電流を I_{ca} とする。

線路1、線路2の接続点では h の不連続が生じる。これにより、線路1と線路2の間でコモンモード電圧とノーマルモード電流の差 ΔV_c 、 ΔI_n が発生する³⁾。これらはノーマルコモンモード間のモード変換励振源となる。すなわち ΔV_c はノーマル

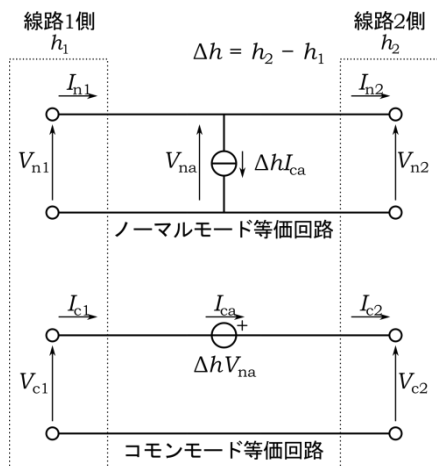


図1 ノーマルコモンモード間のモード変換

モードからコモンモードへの変換として、 ΔI_n はコモンモードからノーマルモードへの変換として働く。 ΔV_c 、 ΔI_n は次式で表される³⁾。

$$\Delta V_c = \Delta h V_{na}$$

$$\Delta I_n = \Delta h I_{ca}$$

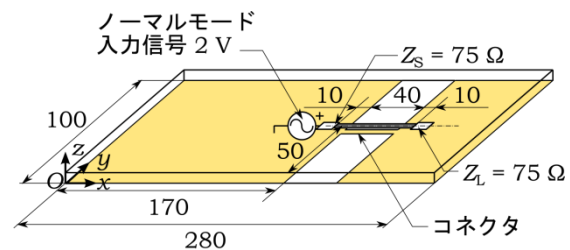
ただし、 $\Delta h = h_2 - h_1$ である。 Δh が大きいほど、ノーマルモードとコモンモード間のモード変換量も大きいことが式(1)、式(2)から分かる。

式(1)から、コモンモードは $\Delta h V_{na}$ によって励振され、PCB上にコモンモード電流が流れる。コモンモード電流は信号線と帰路面で同相であるため、このときPCBはアンテナとして働き、外部への放射が発生する。PCBをこのような等価アンテナと見なしたモデルを、我々はコモンモードアンテナモデルと呼んでいる²⁾。

2.2 コネクタ接続PCBのコモンモードアンテナモデル

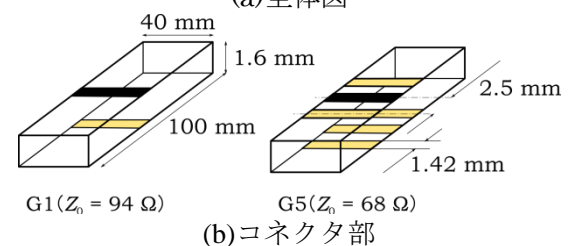
図2に本報告で用いた試験基板を示す。図2(a)は全体図である。試験基板は2層(信号線・帰路面)のPCBでマイクロストリップ線路を構成する。送信側と受信側のPCBを接続するコネクタ部は、PCB上にパターンで形成した直線コネクタとした。コネクタのピン長は40mmである。線路の特性インピーダンス Z_0 は75Ωで設計した。送端の入力抵抗 Z_s と、受端の負荷抵抗 Z_L は Z_0 と整合させた。入力はノーマルモードで振幅値2Vの正弦波とした。試験基板に対して図2(a)に示すように座標系を取る。

図2(b)に直線コネクタの構造を示す。コネクタ部の h と特性インピーダンス Z_0 にのみ着目し、議



Units in mm
Dielectric $\epsilon_r = 4.3$, $Z_0 = 75 \Omega$

(a)全体図



(b)コネクタ部

図2 試験基板(コネクタ接続PCB)

論を簡単にするためにこのような簡易な構造でコネクタを模した。

本報告では、 h と Z_0 の異なるG1、G5の2種類のコネクタを用いた。G1は、信号ピンとグラウンドピンが1本ずつで、互いに向き合った構造である。G5は、1本の信号ピンを5本のグラウンドピンが囲む構造である。コネクタの h はG1で0.5、G5で0.11である。 Z_0 は、G1で94 Ω 、G5で68 Ω である。 h 、 Z_0 は二次元の電磁界解析によって求めた。

図3に試験基板(図2)のコモンモードアンテナモデルを示す。モデルはアンテナエレメントとそれを励振する起電力で構成される。本報告の検討では特に起電力の方に注目している。

先にアンテナエレメントについて簡単に説明する。コモンモードアンテナモデルのアンテナエレメントは、PCB部分では帰路面と同形の平面アンテナに簡単化できる²⁾。コネクタ部分については、実際のコネクタ部と同等のインダクタンス L_c を持つワイヤエレメントで表す⁶⁾。本報告で用いた直線コネクタの場合は構造が非常に簡単であるため、コネクタの等価半径を用いる簡易な計算式^{7, 8)}によって L_c を求めた。 L_c はG1で29.5 nH、G5で21.7 nHである。

アンテナの起電力について説明する。2.1節で述べたことから、コネクタ接続PCBでは送端側、受端側それぞれのコネクタの接続点において、ノーマルモードからコモンモードへのモード変換 $\Delta h_a V_{na}$ 、 $\Delta h_b V_{nb}$ が生じ、アンテナの起電力として働く^{5, 6)}。 Δh_a 、 Δh_b は信号伝搬方向(+ x 方向)を正方向としたときの接続点におけるコネクタとPCBの h の差である。 V_{na} 、 V_{nb} は接続点でのノーマルモードの信号電圧を表す。

表1に、試験基板(図2)のコモンモードアンテナモデルの h と Δh_a 、 Δh_b を一覧で示す。信号伝搬方

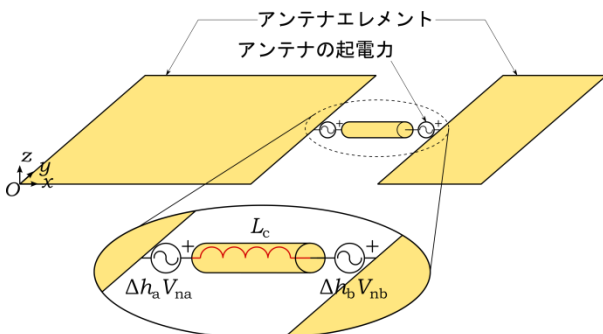


図3 コモンモードアンテナモデル

表1 モデルの電流配分率

Connector	h	$-h_a$	$-h_b$
G1	0.50	0.49	-0.49
G5	0.11	0.10	-0.10

向のコネクタとPCBの h の差は、G1で $\Delta h_a = 0.49$ 、 $\Delta h_b = -0.49$ である。G5では $\Delta h_a = 0.10$ 、 $\Delta h_b = -0.10$ となった。G1の方がG5に比べてモード変換量が大きい設計である。

2.3 V_{na} 、 V_{nb} の与え方とモデルの計算精度

従来のコモンモードアンテナモデルにおいて、モード変換 $\Delta h_a V_{na}$ 、 $\Delta h_b V_{nb}$ として与えるパラメータのうち、 V_{na} 、 V_{nb} については位相差のみ考慮し、振幅値は線路への入力電圧から変化しないものと仮定していた。すなわち、線路での信号の多重反射、及び2.1節で述べたコモンモードからノーマルモードへのモード変換 $\Delta I_n = \Delta h I_{ca}$ の影響を無視していた。

しかし、現実にはコネクタとPCBの特性インピーダンス Z_0 の不整合による多重反射が生じている。試験基板(図2)では、G1($Z_0 = 94 \Omega$)の場合反射係数 $\Gamma = 0.11$ 、G5($Z_0 = 68 \Omega$)の場合 $\Gamma = -0.049$ 程度の反射が起こる。

また、コモンモードからノーマルモードへのモード変換についても、コネクタとPCBの接続部において生じる。モード変換の影響はコネクタとPCBの h の差 Δh_a 、 Δh_b に依存する。これら多重反射とモード変換の影響を考慮することがモデルの計算精度改善につながると考える。

3 多重反射・モード変換の V_{na} 、 V_{nb} への影響

3.1 V_{na} 、 V_{nb} の三次元電磁界解析・伝送線路解析

線路での多重反射、及びモード変換の V_{na} 、 V_{nb} への影響を評価するため、図2に示す試験基板の三次元電磁界解析と伝送線路解析を行い、結果を比較した。解析モデル・解析方法について説明する。

まず、試験基板(図2)の詳細モデルによる三次元電磁界解析を行い、 V_{na} 、 V_{nb} を求めた。詳細モデルでは、図2に示す試験基板の信号線、誘電

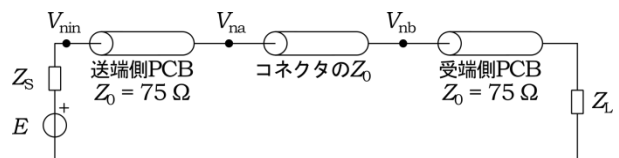


図4 多重反射を考慮した伝送線路モデル

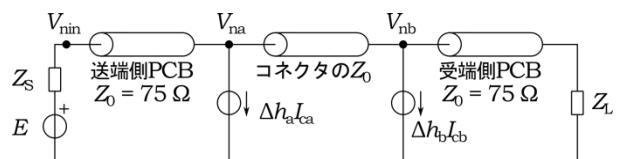


図5 多重反射とモード変換を考慮した伝送線路モデル

体、コネクタ部の構造等をそのままモデル化している。以降この詳細モデルを実構造モデルと呼ぶ。実構造モデルの三次元電磁界解析は、有限積分法に基づく市販の解析ソフトCST MW STUDIOを用いて行った。

次に、線路での多重反射のみ考慮した伝送線路モデルを用いて、試験基板の伝送線路解析を行った。伝送線路モデルを図4に示す。送端側・受端側のPCBをそれぞれ $Z_0 = 75 \Omega$ の伝送線路で表し、コネクタ部についてもコネクタと同じ Z_0 を持つ伝送線路として表現した。伝送線路解析は、CST MW STUDIO付属の回路解析ツールを用いて行い、 V_{na} 、 V_{nb} を求めた。

最後に、線路での多重反射と、コネクタとPCBの接続点におけるコモンモードからノーマルモードへのモード変換の影響の両方を考慮したモデルを用いて、試験基板の伝送線路解析を行った。伝送線路モデルを図5に示す。PCBとコネクタ部の表現については、図4と同様である。それに加え、コネクタ両端の接続点それぞれに、コモンモードからノーマルモードへのモード変換励振源 $\Delta h_a I_{ca}$ 、 $\Delta h_b I_{cb}$ を配置した。接続点におけるコモンモード電流 I_{ca} 、 I_{cb} は、前述の実構造モデルの三次元電磁界解析を行う際に併せて求めた。 I_{ca} 、 I_{cb} を図6に示す。伝送線路解析には多重反射のみ考慮したモデルと同じ回路解析ツールを用い、 V_{na} 、 V_{nb} を求めた。

3.2 解析結果

図7に解析結果を示す。図7(a)がG1の結果、図7(b)がG5の結果である。 V_{na} 、 V_{nb} それぞれについて、実構造モデルと各伝送線路モデルの解析結果を比較した。解析結果は V_{na} 、 V_{nb} とも線路への入力電圧 V_{nin} に対する比で示している。

図7(a)のG1の結果に着目する。従来のコモンモードアンテナモデルでは、 V_{na} 、 V_{nb} は線路の入力電圧から振幅値が変動しない ($V_n / V_{nin} = 0 \text{ dB}$)

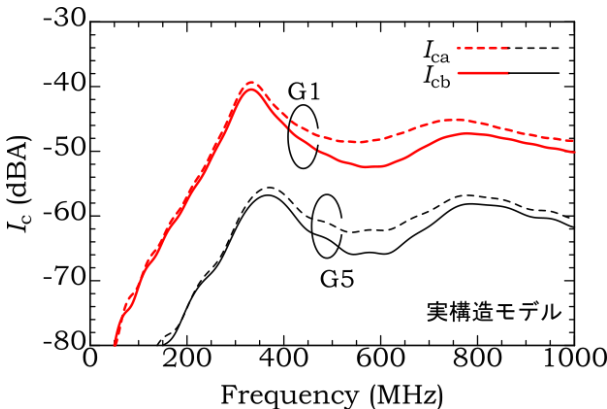
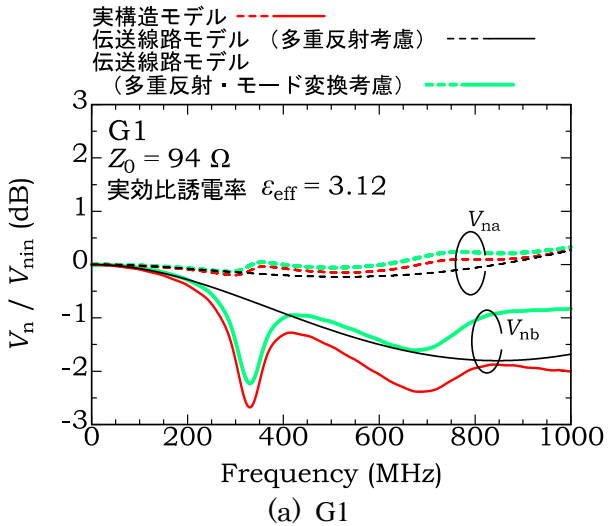


図6 コネクタ-PCB 接続点のコモンモード電流

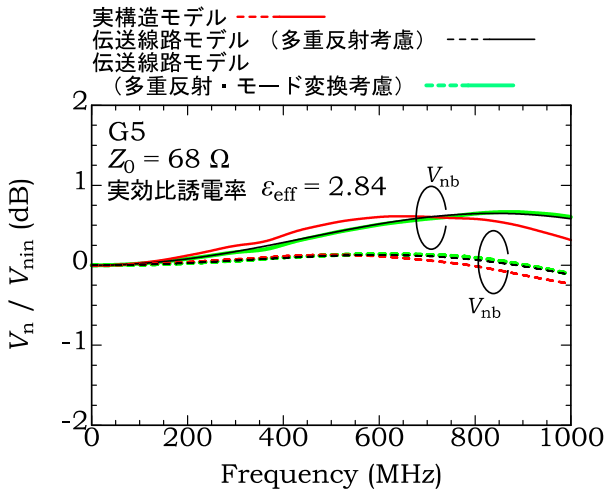
と仮定していたが、実構造モデルの解析結果から、最大で3 dB程度の変動があることが分かる。

特に V_{nb} で変動が大きく、200 MHz付近から1000 MHzにかけて全体的にレベルが下がっているのは、線路の多重反射の影響である。一方、300 MHz、700 MHz付近でのディップは、コモンモードからノーマルモードへのモード変換の影響と考える。これらのディップが生じる周波数は、図6に示したコモンモード電流のピーク周波数とほぼ一致している。実構造モデルと伝送線路モデルの誤差については、伝送線路モデルではコネクタ部分を構造によらず単純な線路と置いたことが原因と考えている。多重反射とモード変換を考慮して求めた V_{na} 、 V_{nb} を用いることで、コモンモードアンテナモデルでこれらの影響を含めた解析が可能になり、計算精度としても2~3 dB程度改善すると考える。

図7(b)のG5の結果については、多重反射のみ考慮した場合と、多重反射とモード変換の両方を考慮した場合でほとんど違いはなかった。G5で



(a) G1



(b) G5

図7 解析結果

はG1と比較してPCBとの接続点における Δh が小さく、図6に示すコモンモード電流を見てもG1に比べて20 dB程度電流が小さいことが分かる。そのためモード変換 $\Delta h_a I_{ca}$ 、 $\Delta h_b I_{cb}$ の影響も小さくなり、 V_{na} 、 V_{nb} の変動はほとんどが多重反射によるものと考ええる。

4 まとめ

本報告では、信号電圧に対する多重反射とモード変換の影響について、コネクタ接続PCBを試験構造とする三次元電磁界解析と伝送線路解析の結果を比較して評価した。従来のコモンモードアンテナモデルでは、信号電圧の振幅値は入力電圧から変動しないと仮定していた。しかし、解析結果から最大で3 dB程度電圧の変動が生じることが分かった。特に変動の大きいG1の場合、200 MHzから1000 MHzにかけて全体的に電圧が低下しているのは多重反射の影響であり、300 MHz・700 MHz付近でのディップはモード変換の影響であった。これらを考慮した信号電圧を用いることで、コモンモードアンテナモデルの計算精度が改善すると考える。

参考文献

- 1) D. Berg, M. Tanaka, Y. Ji, X. Ye, J. L. Drewniak, T. H. Hubing, R. E. DuBroff, and T. P. V. Doren: Proc. Int. IEEE Symp. Electromagnetic Compatibility, 135(2000)
- 2) T. Watanabe, H. Fujihara, O. Wada, R. Koga, and Y. Kami: IEICE Trans. Commun., E87-B, 2327(2004)
- 3) Y. Toyota, K. Iokibe, L. R. Koga, and T. Watanabe: APEMC2011, 676(2011)
- 4) M. Leone and V. Navratil: IEEE Trans. Electromagn. Compat., 47, 219(2005)
- 5) 貞利章文, 酒井陽平, 渡辺哲史, 豊田啓孝, 五百旗頭健吾, 古賀隆治, 和田修己: 信学技報, EMCJ2007-9, 49(2007)
- 6) Y. Wakaduki, T. Watanabe, Y. Toyota, K. Iokibe, L. R. Koga, O. Wada: IEICE Trans. Commun., E99-B, 695(2016)
- 7) H. Uchida, "Fundamentals of coupled lined and multiwire antennas", Sasaki Printing and Publishing Company(1967)ch. 7
- 8) C. R. Paul, "Introduction to electromagnetic compatibility", John Wiley & Sons, New York(1996)ch. 6

技 術 資 料

食品製造装置の洗浄性評価のための試験用汚れの設計

Preparation of Test Soil for the Assessment of Cleanability of Food-Processing Equipment

浦野 博水

Hiromi URANO

キーワード 拭き取り法 / 操作基準 / カゼインナトリウム / タンニン酸

KEY WORDS Swab method / Standard operating / Sodium caseinate / Tannic acid

1 はじめに

近年、食品業界における衛生管理の必要性・重要性の意識が高まる中、食品製造装置や食品加工機器・器具の洗浄性（洗いやすさ）や抗汚染性（汚れにくさ）などの衛生構造を評価するための簡易的な試験法の確立が強く望まれている。

現在、EHEDG (European Hygienic Engineering & Design Group) が提示する洗浄性評価手法¹⁾は、操作が煩雑であるうえ、再現性を得るために高度なスキルを要求されるという課題がある。一方、我が国においては、食品機器の洗浄性を検証する標準試験法は対応の遅れから未だ定められていない。

本研究では、食品製造装置などの洗浄性の評価に焦点を絞り、そこで使用する試験用汚れの調製を検討した。試験用汚れに望まれる特性としては、食品成分であること、どこでも安価に入手可能な成分で構成されること、調製が容易であること、汎用的な分析機器で定量できること、衛生構造の不良や洗浄力不足が残存量として明確に反映されることが挙げられる。試験用汚れでは、EHEDG の試験方法で用いられる酸乳汚染物を参考にして、乳タンパク質成分を主成分とした。さらに固着性の向上を狙い、タンパク質との収斂作用のあるタンニン酸を加えた。試験用汚れをステンレス鋼表面に塗布し、種々の温度で加熱することにより、固着度を変化させた。洗浄は、界面流動を伴わない浸漬洗浄を行った。洗浄後の清浄度の評価には、拭き取り法とタンパク質の比色定量法を採用した。本稿では、洗浄評価系における試験用汚れの残存挙動を紹介する。

2 実験方法

2.1 試薬と材料

試験用汚れを構成する物質として、市販の低脂肪加工乳（日本酪農協同株）、 β -ラクトグロブリン（ β Lg；ナカライテスク株）、カゼインナトリウム（鹿一級；関東化学株）、タンニン酸（鹿一級；関東化学株）を用いた。次亜塩素酸ナトリウムは、

約6%の遊離有効塩素（FAC）を含有する試薬（和光純薬工業株）を用いた。その他の試薬は市販品（特級）を用いた。

硬質表面として、ステンレス鋼（SUS 304）のNo.4仕上げ（表面粗さ： $<0.6 \mu\text{m}$ ）の平板（ $50 \times 50 \times 1 \text{ mm}$ ；大阪サニタリー株）を用いた。

拭き取りには、先端部がポリエチレン（PE）製のスワブ棒（以下、スワブ棒と表記）を用いた²⁾。

2.2 試験用汚れの調製

イオン交換水を用いて、2.5% (w/v) β Lg水溶液、2.5% (w/v)カゼインナトリウム水溶液、0.5% (w/v)タンニン酸水溶液を調製した。低脂肪加工乳は、市販品をそのまま使用した。

まず、低脂肪加工乳、 β Lg水溶液、カゼインナトリウム水溶液の各々をタンニン酸水溶液と等量ずつ混合した。これらのタンパク質含有水溶液を試験用汚れの原液とした。各試験用汚れ原液 $10 \mu\text{l}$ をマイクロピペットを用いてステンレス鋼板表面に滴下し、直径約 20 mm となるように塗り広げた。汚れを塗布したステンレス鋼板を $40 \text{ }^\circ\text{C}$ の乾燥器内（大気雰囲気）で 16 時間乾燥して汚れ付着試料とした。さらに、汚れの固着度を変化させるために、上述の乾燥試料を再度 $40 \sim 140 \text{ }^\circ\text{C}$ の乾燥器内（大気雰囲気）で 2 時間加熱処理した。いずれの試料も、ステンレス鋼表面の付着汚れは付着痕として十分に視認できる状態であった。

2.3 洗浄実験

一般に、機器構造に起因するデッドスペースや液体滞留部の把握には水洗浄が実施され、洗浄性の評価にはアルカリ洗浄が実施される。そこで、洗浄液として、水洗浄にはイオン交換水（pH 5.7）、アルカリ洗浄には 0.1 M 水酸化ナトリウム水溶液（pH 13）、塩素併用アルカリ洗浄には次亜塩素酸ナトリウム（遊離有効塩素濃度 $1,000 \text{ mg/l}$ ）を含む 0.1 M 水酸化ナトリウム水溶液を（pH 13）用いた。 $25 \text{ }^\circ\text{C}$

に保温した各洗浄液 150 ml 中に汚れ付着ステンレス鋼板を 2 時間浸漬し静置した。浸漬洗浄後、ステンレス鋼板を静かに取り出し、500 ml 容ビーカー中に入れた 500 ml のイオン交換水中 (25 °C) に移してすすぎ処理を行った。すすぎ後、ステンレス鋼板を 40 °C で 24 時間乾燥した。

2.4 残存汚れの定量

洗浄前後のステンレス鋼板上の汚れは、著者ら²⁾が標準化した拭き取り法により定量した。スワブ棒の先端部に 60 µl の 0.1 M 水酸化ナトリウム水溶液を吸水させ、汚れ塗布部を対象に拭き取り操作を行った。スワブ棒の押しつけ力は、タンパク質が熱変性していることを考慮して約 2,000 mN とした。

タンニン酸と各タンパク質試料との混合液および低脂肪加工乳の定量は、標準物質として牛血清アルブミン (BSA ; ナカライテスク株) を用いて Lowry-Folin 法により測定した。比色定量に及ぼす加熱温度の影響を検討した予備実験では、40 °C での乾燥汚れの発色値を基準定量値とすると、40 ~ 130 °C の範囲では、検出率≒1 で定量値に影響はなかったが、140 °C では検出率は 0.74 に減少した。この結果から、140 °C で加熱処理した試料の定量値を 0.74 で除することにより検出率の補正を行った。

汚れの残存率は、「残存タンパク質量」/「初期付着タンパク質量」×100 (%) で算出した (n=4~6)。

3 結果と考察

3.1 低脂肪加工乳とタンニン酸の混合物

Fig.1 に、低脂肪加工乳とタンニン酸の混合物汚れを付着させたステンレス鋼板を種々の温度で加熱処理した後、水洗浄およびアルカリ洗浄を行ったときの加熱温度と汚れの残存率の関係を示す。水洗浄の場合 (Fig.1A)、汚れの残存率は、加熱温度が 40 ~ 60 °C の範囲では約 5 % であったが、80 °C で 19 %、100 °C で 60 %、さらに 120 °C 以上では 89 ~ 97 % まで著しく増加した。アルカリ洗浄の場合 (Fig.1B)、汚れの残存率は 40 ~ 120 °C 範囲では 2% 以下であったが、130 ~ 140 °C では 38 ~ 46 % に増加した。

なお、低脂肪加工乳のみをステンレス鋼板に塗布して 40 °C で乾燥した場合、水洗浄およびアルカリ洗浄後の残存率はいずれも検出限界以下 (< 1 µg) となり、浸漬洗浄のみで完全に除去された。

乳の加熱処理の場合、70 ~ 110 °C でホエータンパク質の熱変性が、125 °C 以上では主要タンパク質成分のカゼインの熱変性が起こり、不溶化と凝集が促進され固体表面への析出が顕著となる。加えて、タンニン酸の共存により、不溶性のタンパク質・タンニ

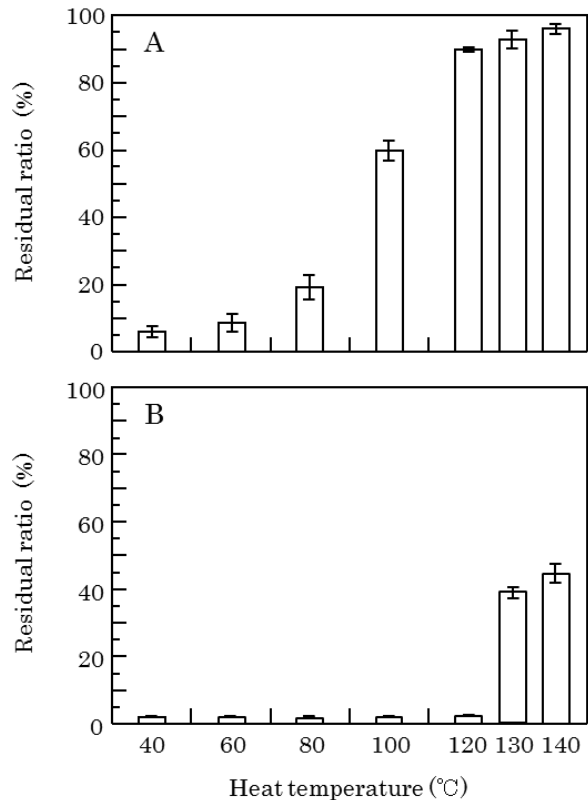


Fig.1 各温度で加熱処理した低脂肪加工乳とタンニン酸混合物を水洗浄(A)およびアルカリ洗浄(B)した場合の残存率

ン酸複合体が形成され、固体表面への固着度がさらに増加する。そのため、130 ~ 140 °C では、アルカリによる浸漬洗浄 (OH⁻の洗浄作用のみ) では十分に除去できない固着汚れに変化したと考えられる。

このように、低脂肪加工乳は入手しやすいタンパク質系汚れの原料となり得るが、加工乳原料の生乳の成分変動を考慮すると、より単純化した組成で汚れを構成することが望ましい。そこで、乳タンパク質の成分としてホエータンパク質である βLg と乳タンパク質の約 80 % を占めるカゼインの利用を試みた。なお、カゼインは水に不溶性 (乳中ではエマルジョンとして分散) であるため水溶化処理したカゼインナトリウムを使用した。

3.2 βLg とタンニン酸の混合物

Fig.2 に、βLg とタンニン酸の混合物を付着させたステンレス鋼板を種々の温度で加熱処理した後、水洗浄およびアルカリ洗浄を行ったときの加熱温度と汚れの残存率の関係を示す。水洗浄の場合 (Fig. 2A)、汚れの残存率は、加熱温度に依存して徐々に増加する傾向を示しており、βLg の熱変性が起こり始める温度帯 (60 ~ 70 °C) と一致する挙動を示した。140 °C では、残存率は 100 % となり、水洗浄では全く除去できない汚れに変化した。

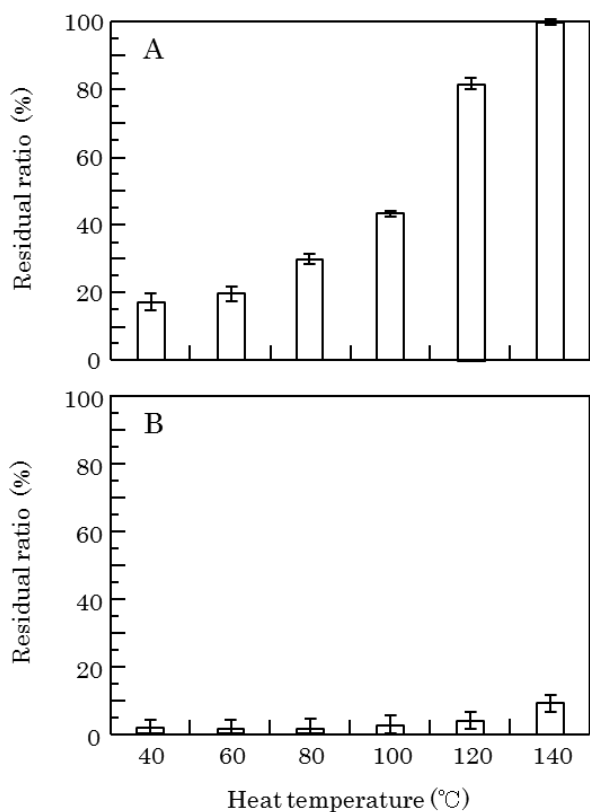


Fig.2 各温度で加熱処理した β Lg とタンニン酸混合物を水洗浄(A)およびアルカリ洗浄(B)した場合の残存率

一方、アルカリ洗浄における残存率は一様に低く、140 °Cにおいても 10 %程度となり、アルカリ洗浄単独でも比較的容易に除去できる汚れであることがわかった (Fig.2B)。低脂肪加工乳とタンニン酸の混合物の結果と比較すると、130~140 °Cにおける高い残存率は β Lg の熱変性に起因するものではないことがわかった。

3.3 カゼインナトリウムとタンニン酸の混合物

Fig.3 に、カゼインナトリウムとタンニン酸の混合物を付着させたステンレス鋼板を種々の温度で加熱処理した後、水洗浄およびアルカリ洗浄を行ったときの加熱温度と汚れの残存率の関係を示す。水洗浄では (Fig. 3A)、汚れの残存率は 80~100 °C の間で顕著に増加した。カゼインは、100 °C 以下での加熱には安定であることから、タンニン酸との結合により熱安定性が減少して不溶化したことが考えられた。アルカリ洗浄 (Fig. 3B) では、汚れの残存率は 40~100 °C の範囲で 3%程度であったが、120 °C で 7%、130~140 °C で 30~35% に増加した。

以上の加熱温度と残存率の関係は、低脂肪加工乳とタンニン酸の混合物の結果ときわめて類似していた。このことから、カゼイン-タンニン酸結合体の加熱物の固着性が乳タンパク質の残存率を支配して

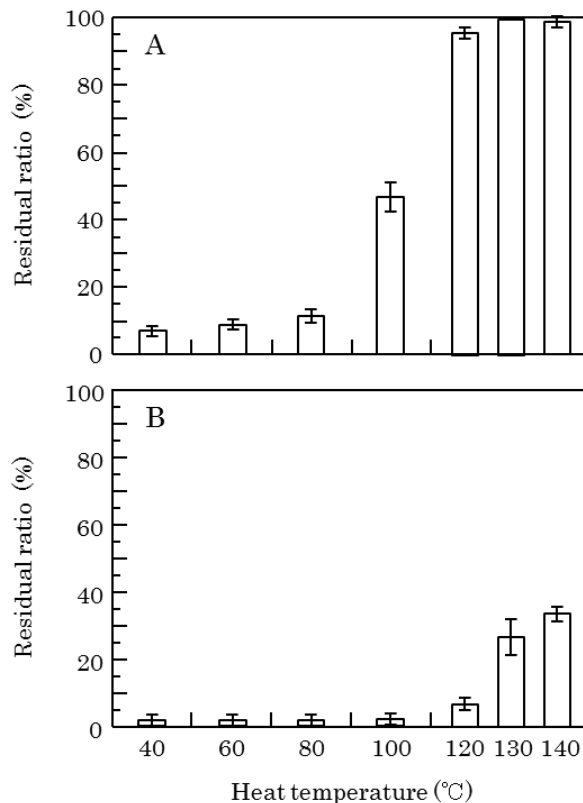


Fig.3 各温度で加熱処理したカゼインナトリウムとタンニン酸混合物を水洗浄(A)およびアルカリ洗浄(B)した場合の残存率

いると考えられた。

次亜塩素酸ナトリウム (遊離有効塩素濃度 1,000 mg/l) を併用したアルカリ洗浄において、カゼインナトリウムとタンニン酸の混合物は、加熱温度 (40~140 °C) に関わらず検出限界以下まで除去された (結果未掲載)。カゼインナトリウム-タンニン酸加熱物は、強力かつ適切な洗浄力を選択すれば、完全に除去することが可能な汚れであることも確認できた。

まとめ

以上の結果から、カゼインナトリウムとタンニン酸の混合物の付着加熱物は、調製法も容易なうえ、界面流動を伴わない浸漬洗浄の作用力不足が残存量として反映されることから、試験用汚れとしての汎用性が高いと思われる。カゼインナトリウム-タンニン酸の試験用汚れとふき取り法による清浄度評価は、食品製造機器の衛生構造を自主検証するための標準的な試験法となりうると思われる。

参考文献

- 1) EHEDG Document No.2 (3rd edition) (2007)
- 2) Urano, H., and Fukuzaki, S.; *Biocontrol Sci.*, 38, 211-218. (2010).

マイクロ化学プロセスによる 酸化インジウムスズ前駆体ナノ粒子の連続合成

Continuous synthesis of indium tin oxide precursor nanoparticles in a micro-chemical process

藤井 英司・古谷 充章・川端 浩二

Eiji FUJII, Mitsuaki FURUTANI and Koji KAWABATA

キーワード マイクロリアクター / 酸化インジウムスズ / ナノ粒子
KEY WORDS Micro Reactor / Indium Tin Oxide / Nano-particle

1 はじめに

セラミックス・金属の粉末材料は、粒子サイズや結晶構造、および粒子形状を制御することにより、様々な粒子特性を向上させることが期待できる。本研究で用いたマイクロ化学プロセスとは、微細加工技術によって作製されたマイクロ空間、およびマイクロ流路を有する各種マイクロデバイスから構成される生産システムであり、その特徴として、混合・熱交換・拡散等の効率が高いことが挙げられる。その特徴を適切に利用することにより、合成する粒子サイズ・粒度均一性・表面状態などを精密に制御することが可能である。現在までに、我々はマイクロ化学プロセスを利用した無機粒子の精密合成条件等に関する研究を行ってきた^{1,2)}。中でも、連続流通式マイクロリアクターを用いて酸化スズ粒子の合成に関する検討を行った結果、バッチ式合成方法では作製困難であったナノサイズの酸化スズ粒子の作製に成功し、さらに粒度均一性を高めることが出来ることを見出した³⁾。本研究では、フラットディスプレイパネル・有機EL・太陽電池等の透明電極材料として、幅広く用いられている酸化インジウムスズ (ITO) の合成を検討することを目的とした。ITO は、酸化インジウム (In_2O_3) と酸化スズ (SnO_2) を 9:1 程度の割合で複合させた酸化物材料であるため、酸化スズの合成条件を基にして、連続流通式マイクロリアクターによる ITO ナノ粒子の合成条件の検討を行った。

2 実験方法

In_2O_3 と SnO_2 のモル比が 9:1 になるように、塩化インジウム (III) 四水和物 ($\text{InCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) と塩化スズ (IV) 五水和物 ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) を混ぜ合わせた水溶液を調製した。また、混合後の pH が 10 になるようにアンモニア水溶液を調整した。アンモニア水溶液をマイクロポンプにより SUS チューブ ($\phi 1 \text{ mm}$) に 5 ml/min で送液し、所定反応温度 (150 ~ 450°C) に設定した電気炉内を流通させ、高温に保持した。そのアンモニア水溶液に、塩化スズ・塩化インジウム混合水溶液を 5 ml/min で送液し、マイクロミキサーにより瞬時に攪拌し、そのまま

所定反応温度で一定時間、電気炉内を流通させ、反応溶液を回収した。得られた溶液から遠心分離により沈殿物のみを回収し、超純水による洗浄操作を行い、ペースト状の試料を得た。得られたペースト状の試料を凍結乾燥させ、評価試料とした。得られた粉末試料の結晶相を粉末 X 線回折測定 (XRD : Rigaku 製、SmartLab、管電圧 45 kV、管電流 200 mA、スキャン速度 $4^\circ/\text{min}$ 、ステップ幅 0.02°) により同定した。試料の形態観察は、透過型電子顕微鏡 (TEM : JEOL 製、JEM-2100、加速電圧 200 kV) により行った。粒子サイズは、TEM 写真より 100 個の粒子を測長し平均粒子サイズを算出した。熱重量分析 (TG-DTA : SII 製、TG/TDA7300) は、昇温速度 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ で 1050°C まで昇温し、測定を行った。

3 結果

反応温度を 150°C から 450°C まで 50°C 毎に変え、合成した試料の X 線回折パターンを図 1 に示す。いずれの合成温度においても、 InOOH 相 (JCPDS 17-0549) に帰属されるピークのみが現れ、 In_2O_3 や SnO_2 に帰属される他のピークは見られなかった。また、いずれの反応温度においても、ブロードなピークであったことから、試料はナノ粒子であると推測される。

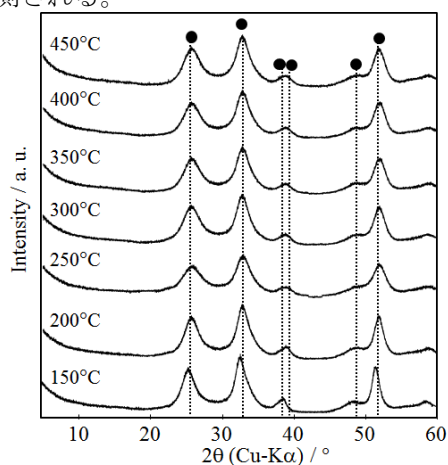


図 1 温度を変えて合成した試料の X 線回折パターン (●:InOOH)

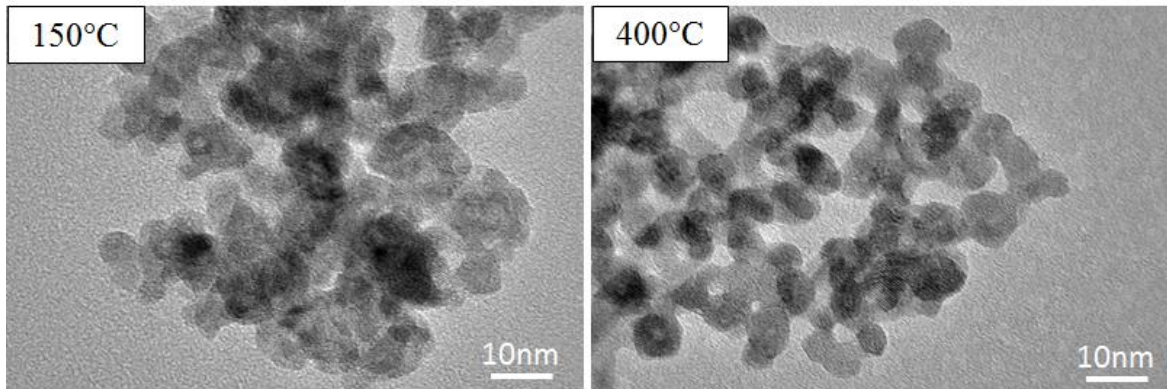


図2 反応温度 150°C (左) と 400°C (右) で合成した試料の TEM 観察写真

150°C と 400°C で合成して得られた試料の TEM 写真を図 2 に示す。150°C で合成した試料は、はっきりとした粒子形状になっていない箇所もあったが、400°C で合成した試料は、球状の粒子形状となり、粒度均一性が高いシングルナノサイズの粒子が合成されていることを確認した。

図 3 に各温度で合成した試料の粒子サイズを示す。150°C の合成温度では、粒子形状がばらつき、比較的大きいサイズ (約 10 nm) であったが、合成温度の上昇に伴い、粒子形状は球状となり、粒子サイズの均一性が高くなり、粒子サイズも小さくなった。400°C で合成した試料の粒子サイズは約 6.3 nm であった。一般的なバッチ式合成方法の場合、熟成時間を含め、数時間以上要して、温度とイオン濃度等、化学的に平衡な溶液状態を作り出すが、マイクロ反応場を用いる本手法では、2液が混合した際、瞬時に化学的に平衡な溶液状態を作り出すことができたため、合成時間が 10 分間程度で、効率良く、粒度が均一なシングルナノ粒子を合成できたと思われる。

図 4 に 400°C で合成した試料の TG 曲線を示す。200°C 以下の温度域で見られる水分 (吸着水および結晶水) の減少と 200~600°C の温度域で見られる水酸基の脱離に起因する減少の 2 段階の重量減少が確認された。この結果より、200~600°C で熱処

理することにより、InOOH 相から In₂O₃ 相へ相転移すると思われる。すなわち、熱処理時の雰囲気等を制御することで、本実験で作製した ITO 前駆体 (InOOH) から ITO へ相転移させることが可能であると推察される。

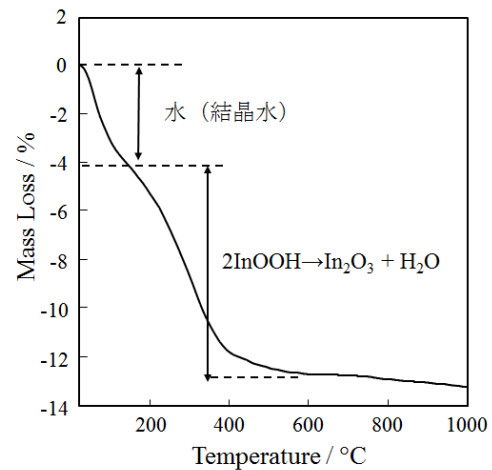


図4 400°C で合成した試料の TG 曲線

4 まとめ

粒度均一性が高いナノサイズの ITO 前駆体 (InOOH) 粒子を連続的に合成できることを見出した。本手法は、全工程が約 10 分間で、連続的に合成できるため、実用的な合成手法であると思われる。今後、ITO 相へ転移させるため、得られた前駆体の還元熱処理条件を検討する予定である。

5 参考文献

- 1) E. Fujii, K. Kawabata, Y. Nakazaki, Y. Tanizawa, Y. Shirotsuki, S. Hayakawa and A. Osaka: J. Ceram. Soc. Japan, **119**, p.116 (2011)
- 2) E. Fujii, K. Kawabata, Y. Shirotsuki, S. Hayakawa and A. Osaka: J. Ceram. Soc. Japan, **123**, p.101 (2015)
- 3) 藤井英司、川端浩二：岡山県工業技術センターセンター報告第 40 号, 12 (2013)

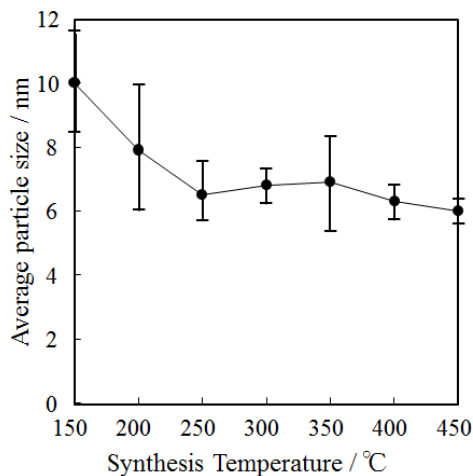


図3 各温度で合成した試料の粒子サイズ

ステアリン酸で表面処理したセルロース粉末の性質

Properties of Cellulose Powder Coated with Stearic Acid

藤井 英司・川端 浩二・日笠 茂樹

Eiji FUJII, Koji KAWABATA and Shigeki HIKASA

キーワード セルロース / 表面処理 / ステアリン酸 / 疎水性
KEY WORDS Cellulose / Surface treatment / Stearic acid / Hydrophobicity

1 はじめに

木質バイオマスは、地球上で最も豊富な再生型資源であり、カーボンニュートラルや地球温暖化防止、森林資源の維持や管理、林業振興や雇用創出など、さまざまな観点から利活用が期待されている¹⁾。著者らは、真庭バイオマス集積基地(岡山県真庭市)において、木粉およびリグノセルロースナノファイバー製造を行う林工一体型モデル工場の実現と樹脂複合材料の実用化を目的として、木質バイオマスの微粉碎によるバイオマスフィラーの開発を行っている。今までに、湿式微粉碎システムにより、繊維幅500 nm以下のナノファイバーが得られることを実証した²⁾。樹脂と複合する場合、樹脂が疎水性に対して、木粉やナノファイバーは親水性を示すため、お互いが馴染みにくい課題が生じる。その解決策として、相溶化剤の添加や脂肪酸による表面処理が報告されている³⁾。

そこで本研究では、バイオマスフィラーのモデルとして、セルロース粉末を用い、その疎水化処理の最適化を目的とし、ステアリン酸による表面処理を行い、その物性を評価した。

2 実験方法

セルロース粉末(KCブロック, W-400G; 日本製紙(株))に対して、ステアリン酸(試薬特級; 和光純薬工業(株))による表面処理を乾式および湿式で行った。乾式法は、セルロース粉末10 gに対して、0~20 mass%ステアリン酸を混合後、蓋付容器に投入して120°Cで4 h熱処理を行い、表面処理セルロース粉末を得た。湿式法は、セルロース粉末10 gに対して、0~20 mass%ステアリン酸を溶解させた2-プロパノール溶液を300 g添加した後、エバポレーターにより50°Cで減圧乾燥を行った。

試料を20 MPaで一軸加圧成形し、ペレットを作製した後、接触角測定装置(DropMaster 500; 協和界面科学(株)製)を用いて、水の接触角を測定した。接触角は、水の滴下3秒後を測定値とした。示差熱-熱重量測定装置(TG-DTA, EXSTAR TG/DTA7300; (株)日立ハイテクサイエンス製)を用いて、室温~500°C, 昇温速度5°C・min⁻¹, 窒素ガス雰囲気下の条件で熱分析を行った。

3 結果および考察

湿式法または乾式法で作製した表面処理セルロース粉末のステアリン酸処理量と水の接触角の関係を図1に示す。同じ処理量で比較すると、湿式または乾式処理で得られた試料の接触角は、ほぼ同程度の値を示した。未処理セルロース粉末の接触角は43°であるのに対して、1 mass%処理粉末の接触角は55~56°を示した。処理量の増加と共に接触角は増加し、15~20 mass%処理粉末の接触角は約90°を示した。湿式および乾式処理ともに、セルロース粉末はステアリン酸による表面処理により疎水化されることが分かった。

セルロース粉末に対して、0~10 mass%ステアリン酸を乾式処理した表面処理セルロース粉末のTG-DTA測定を行った。図2に表面処理セルロース粉末のDTA曲線を示す。DTA測定より、1 mass%処理粉末は、ステアリン酸の融点が明瞭に現れないのに対して、2~10 mass%処理粉末では67°C付近にステアリン酸の融点と思われる吸熱ピークが現れた。また、処理量の増加にともない、融点と思われる吸熱ピークが大きく現れた。また、300~360°Cにはセルロースの熱分解と思われる吸熱ピークが見られた。ステアリン酸を表面処理した場合に融点が現れない

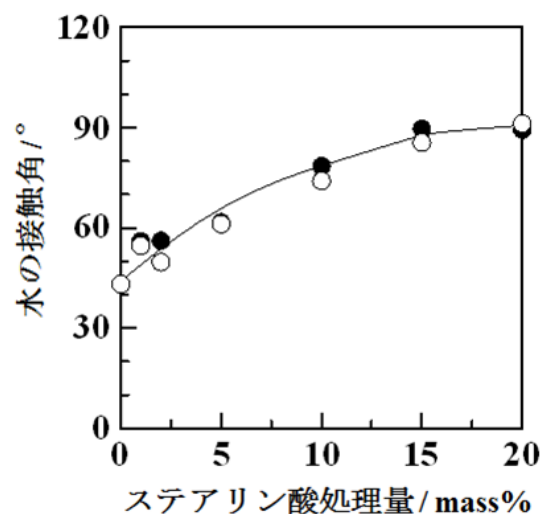


図1 ステアリン酸処理量と水の接触角の関係
●: 乾式, ○: 湿式

ことは、ステアリン酸はセルロースと化学的反応を起こしていることを示唆している⁴⁾。したがって、1 mass% 処理粉末中のステアリン酸は、セルロースと物理的に混合している状態ではなく、セルロース粉体表面上に化学的に吸着していると推察される。また、2~10 mass% 処理粉末では、ステアリン酸は、セルロース粉体表面上に化学的に吸着しているものと、物理的に吸着しているもの、2 種類の状態で存在していると思われる。

ここで、ステアリン酸の処理量と処理状態の関係について考察する。ステアリン酸の単分子吸着量 W_m を以下の式 (1) により求めた。

$$W_m = S / ((S_0 \times 10^{-18}) \cdot (6.02 \times 10^{23})) \quad (1)$$

W_m : セルロース粉末におけるステアリン酸の単分子吸着量 (mol·g⁻¹)

S_0 : ステアリン酸 1 分子あたりの占有面積 (nm²)

S : セルロース粉末の比表面積 (m²·g⁻¹)

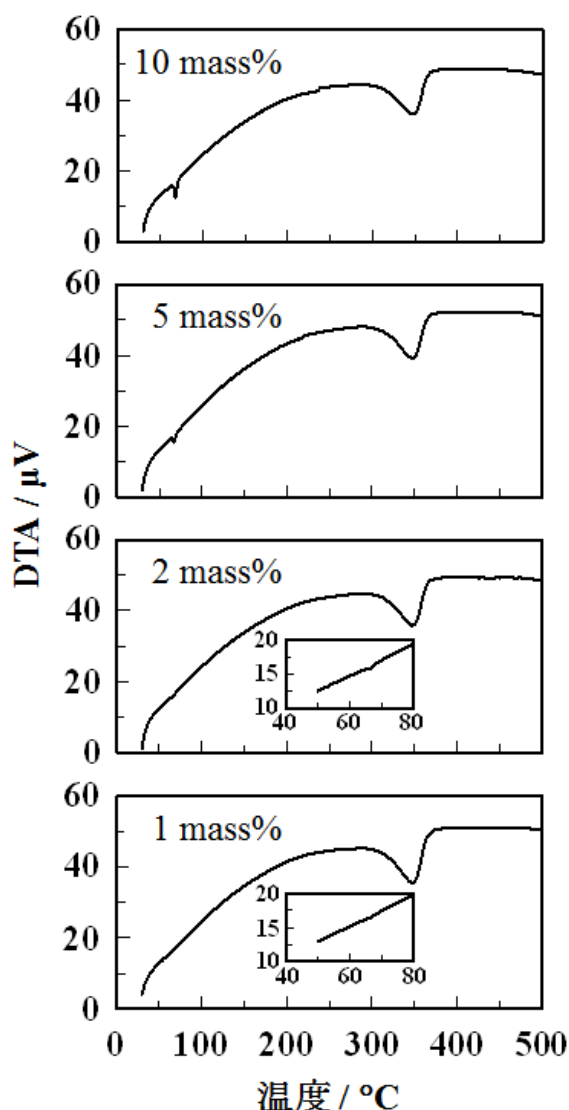


図2 表面処理セルロース粉末の DTA 曲線

$S_0=0.208$ (nm²)³⁾, $S=2.5$ m²·g⁻¹ を入れて W_m を算出した後、さらにステアリン酸の分子量 (284.48 g·mol⁻¹) を掛けて、ステアリン酸の単分子吸着量 (%) を求めた結果、0.6 mass% となった。ステアリン酸分子がセルロース表面において、今回用いた占有面積を有しているかは不明ではあるが、1 mass% のステアリン酸処理量では、大部分が単分子層吸着しているため、化学吸着状態になっていると思われる。処理量 2~10 mass% では、ステアリン酸の大部分が、多分子層吸着の状態となることから、ステアリン酸の融点が発現したものと考えられる。樹脂と複合するために、ステアリン酸で表面処理したセルロース粉末を作製する場合、過剰に処理したステアリン酸を含んでいると 67°C 付近に融点を有することから樹脂複合体の物性低下が懸念される。したがって、あらかじめセルロース粉末の比表面積を測定した後、単分子層吸着量に相当するステアリン酸で表面処理することが、最適な処理条件であると推察する。

4 まとめ

ステアリン酸で表面処理したセルロース粉末を作製して、その物性を評価した。その結果、同じ処理量で比較すると、湿式法と乾式法で作製した試料の水の接触角は同程度を示した。未処理セルロース粉末の接触角は 43° であるのに対して、1 mass% 処理粉末の接触角は 55~56° を示したことより、ステアリン酸を表面処理することで疎水化されることがわかった。

ステアリン酸の存在状態を DTA 曲線より調べた結果、1 mass% ステアリン酸処理の場合、ステアリン酸の大部分は単分子層吸着の状態にあり、ステアリン酸は化学吸着しているのに対して、それ以上の処理量を添加した場合、多分子層吸着の状態になり、化学吸着と物理吸着が生じているものと推察された。処理量の観点から考えた最適な処理条件は、あらかじめセルロース粉末の比表面積を測定した後、単分子層吸着量に相当するステアリン酸を表面処理することであると思われる。

参考文献

- 1) 木口実, 大平辰朗, 吉田貴紘, 林徳子, 山田竜彦, 季刊森林総研, 25, 2 (2014).
- 2) 川端浩二, 藤井英司, 山本顕弘, 東山慎吾, 八代田素己, セルロース学会第 20 回年次大会講演要旨集 (P048) (2013).
- 3) 日笠茂樹, 藤原和子, 日本接着学会誌, 49, 120 (2013).
- 4) 矢吹達美, 上野覚, 川端浩二, 岡山県工業技術センター報告, 20, 3 (1994).

清酒に含まれる苦味ペプチドの熟成による減少 Reduction of bitter-tasting oligo-peptides in Sake by maturation

伊藤 一成・三宅 剛史
Kazunari ITO and Tsuyoshi MIYAKE

キーワード 生もと / 苦味ペプチド / 熟成
KEY WORDS *kimoto* / bitter-tasting oligo-peptides / maturation

1 はじめに

生もと酒母を用いた製成酒は、香味に幅があり熟成によってバランスが整う酒として広く認識されている。近年では、生もと酒母においてポリペプチドの蓄積からアミノ酸が高生成されることで、製成酒にペプチドが高蓄積することが示されている¹⁾。一方で、日本酒に含まれる6-13鎖のオリゴペプチドが苦味ペプチドとして同定された²⁾。これらは、酵素分解されずに残存した米グルテリン酸性サブユニットのN末端配列に由来するもので、炭素ろ過により取り除かれる。しかし通常、原酒には閾値以上の濃度で存在することから、官能的な特徴に大きな影響をおよぼしていると考えられる。さらに近年は、火入れを行わず生のままで貯蔵したり、炭素ろ過を行わない商品も増えてきている。そこで本研究では、ペプチドの蓄積が多いとされる生もと製成酒について熟成による苦味ペプチドの動向を調べた。

2 方法

2.1 試料の調製

精米歩合58%の雄町を使用し岡山県内で製造された生もと製成酒の原酒を試料として用いた。そして、上槽後と火入れを行わず4℃で1年間貯蔵した後に成分分析を行った。50 mlの試料を、メンブレンフィルター(アドバンテック, DISMIC 0.2 μm)でろ過した後、分子量3000以下のペプチドを分離するため、遠心分離限外ろ過(Millipore, Microcon Ultracel YM-3)を行い、ろ液から固相抽出(ウォーターズ, Oasis HLB)によりペプチド画分を分離し、遠心エバポレーターで濃縮した。その後、処理前体積の1/250になるように0.1%ギ酸に溶解、定溶しペプチド分析用の分析試料とした。

2.2 ペプチド分析

タンデム四重極型質量分析UPLC/MS/MSシステム(ウォーターズ)で行なった。カラムはACQUITY UPLC BEH130 C18 column(2.1x100 nm, 1.7μm)を

使用し、注入量10 μl、流速0.2 ml/min、分離時間60 minの条件で、アセトリトリルが直線的に0%から50%になるようにグラジエント設定した。ペプチドの1価イオンが検出される条件(コーン電圧90 V)でMS分析を行い、約600-1600 m/zの分子イオンを検出することができた。そしてコリジョン電圧30-120 Vの間でMS/MS分析によるアミノ酸のフラグメントイオンが確認できた36成分をペプチド成分として同定し、これらの総和を全オリゴペプチド量とし、アンジオテンシン相当量に換算して、試料に含まれる重さ(mg/l)とした。

2.3 その他成分の分析

糖の分析は、蒸発散乱光で検出するAlliance 2695/ELSDシステム(ウォーターズ)と High-Performance Carbohydrateカートリッジカラム(ウォーターズ)を用いたグラジエント法(アセトリトリル/水)により行った。アミノ酸の分析は、JLC500/Vアミノ酸分析計(日本電子)を用いて行った。有機酸の分析は、Prominence有機酸分析システム(島津製作所)とShim-pack SCR-102Hカラム(島津製作所)を用いてポストカラム法により行った。

3 結果

本研究ではこれまでに報告されている苦味ペプチド5成分(表1)の総和を苦味ペプチド量とした。1年間の低温貯蔵により、苦味ペプチドを含む全オリゴペプチドが半分以下に減少した(図1)。上槽後は酸性ペプチダーゼ等で分解しきれなかったペプチドが多量に存在するが、長期間貯蔵することで残存するペプチダーゼが徐々にペプチドに作用して分解したためと考えられる。一方糖分は、上槽後には4割程度あったオリゴ糖の多くがグルコースにまで分解されていた(図2)。同様に原酒に残存するグルコアミラーゼやαグルコシダーゼなどの作用によるものであると考えられる。有機酸はやや減少するもの

表1 清酒に含まれる苦味ペプチド

No.	アミノ酸配列	分子量	検出分子イオン (m/z)
1	<QLFNPS	687.0	687.7
2	<QLFNPSTNP	999.1	1000.1
3	<QLFNPSTNPWH	1322.4	1323.4
4	<QLFNPSTNPWHSP	1506.6	1507.6
5	<QLFGPNVNPWHNP	1501.6	1502.6

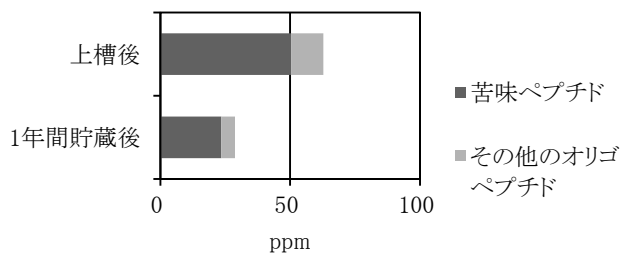


図1 オリゴペプチド

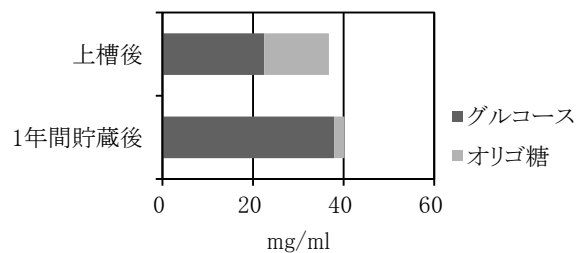


図2 糖分

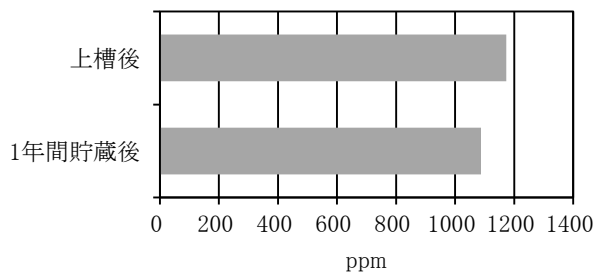


図3 総有機酸量

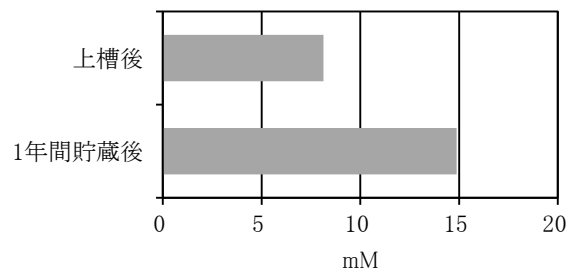


図4 総アミノ酸量

の大きな変動は見られなかった(図3)。アミノ酸は約2倍に増加していた(図4)。これらのアミノ酸はペプチドの分解により生成したと考えられる。なお、有機酸、アミノ酸の各成分比はともに上槽後と貯蔵後でほぼ変化がなかった。

4 まとめ

ペプチドの蓄積が多い生もと製成酒(生原酒)を1年間低温熟成させると、苦味ペプチドが約半分にまで減少することが分かった。これに起因しアミノ酸が増加することもあわせ、生もと製成酒の熟成による官能的な特徴に寄与していると思われる。苦味ペプチドの分解にはペプチダーゼが寄与していると考えられることから、火入れの有無を含めた残存酵素活性の程度や成分変化への影響などについて精査する必要がある。また、長期の貯蔵(熟成)は時に好ましくない香味の劣化をもたらすことから、炭素ろ

過などとの併用により、香味のバランスを見た苦味ペプチドの低減に努めることが重要であると思われる。また、搾りはじめのあらばしりは荒々しくフレッシュな味わいであるが、搾り終わりの圧力を十分にかけた責めになると濃厚な味わいが増す。このように同じ原酒でも味が異なり、その原因の1つがペプチドであると思われる。今後はこれらの状態における苦味ペプチド量の変化も把握することが必要になるであろう。

参考文献

- 1) 溝口晴彦, 原昌道: 日本醸造協会誌, 105, 124-138 (2010)
- 2) Hashizume K, Okuda M, Numata M, Iwashita K: Food Sci. Technol. Res., 13, 270-274 (2007)

一過硫酸塩化合物を利用したインジゴの脱色

Decolorization of Indigo Dye by Monopersulfate Compound

國藤 勝士

Katsushi KUNITOU

キーワード インジゴ/デニム/オキソン®/塩化ナトリウム/脱色

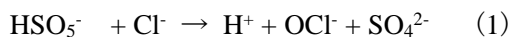
KEY WORDS Indigo/Denim/Oxone®/Sodium Chloride/Decolorization

1 はじめに

インジゴで染色したジーンズは、洗濯や経年使用によって色落ちする特性を有している。このため、使用に従って全体もしくは部分的に変色し、ヴィンテージ調の色合いとなる。また洗い加工によって強制的に色落ちさせ、最初からヴィンテージ調の色合いとすることも行われている。

ジーンズの色落ち(ブリーチ)加工方法として、次亜塩素酸ナトリウム等の酸化剤を用いて、インジゴ染料を化学的に分解する方法が一般的に適用されている¹⁾。次亜塩素酸ナトリウムは熱や光等によって分解が促進される性質があり、使用中はもちろんのこと保管中においても有効塩素濃度が低下する。このため、有効塩素濃度の管理はブリーチ加工の良否に関わる重要な要素となっている。

一方、一過硫酸塩化合物(デュポン社、オキソン®)はオレフィンのエポキシ化²⁾、アルデヒドの酸化³⁾等、有機合成化学分野において広く使用されている強力な酸化剤である。また塩化物イオンを含む水溶液中では下記反応で塩化物イオンを次亜塩素酸イオンへと酸化することが報告されている⁴⁾。



一過硫酸塩化合物と塩化物イオンとの反応で生成した塩素をジーンズ(デニム)の脱色に利用できれば、必要な時に必要量の塩素を提供できるため、ブリーチのコントロールが容易になることが期待される。

そこで本研究では、ブリーチ加工における一過硫酸塩化合物の適用可能性を図るため、インジゴ染料懸濁液の脱色速度に及ぼす一過硫酸塩化合物と塩化ナトリウム濃度の影響について詳細に検討した結果を報告する。

2 実験方法

2.1 試料

インジゴはダイスター社の Indigo Pure Gran、一過硫酸塩化合物は和光純薬工業(株)より購入したデュポン社のオキソン®(2KHSO₅・KHSO₄・K₂SO₄)、塩化ナトリウムは和光純薬工業(株)の特級試薬を使用した。またデニムはインジゴ染料で染色した綿100%綾織生地(Total K/S= 447.7)を使用した。

2.2 インジゴ懸濁液の脱色

100 ml のガラスビーカーに蒸留水 100 ml、インジゴ 0.01 mmol (0.1 mmol/l 相当)を加え、インジゴ懸濁液を作製した。インジゴ懸濁液をアドバンテック東洋(株)製、ウォーターバス LB-260 中に浸漬し、所定温度となるよう調整した後、一過硫酸塩化合物 1 mmol (10 mmol/l 相当)、塩化ナトリウム 0.1, 0.2, 0.5 mmol (1, 2, 5 mmol/l 相当)を加え十分に攪拌した。インジゴ濃度は(株)島津製作所製、紫外可視分光光度計 UV3600 を用いて、660 nm の吸光度を測定することにより吸光度比として定量した。また脱色速度は 660 nm の吸光度から一次反応速度式(2)から導いた速度定数 k によって評価した。

$$\ln(A_1/A_0) = -k t \quad (2)$$

k : 速度定数 (h⁻¹)

t : 反応時間 (h)

A_0 : 初期吸光度

A_1 : 各時間における吸光度

2.3 デニム生地の脱色

100 ml のガラスビーカーに蒸留水 50 ml、一過硫酸塩化合物 5 mmol を加え、アドバンテック東洋(株)製、ウォーターバス LB-260 中に浸漬し 50 °C となるよう調整した。塩化ナトリウム 5 mmol を加えよく攪拌した後、

デニム生地(4×4 cm、約 0.6 g)を 5 分浸漬した。デニム生地を取り出し、水洗・乾燥させて試料とした。

3 結果と考察

図 1 に一過硫酸塩化合物-塩化ナトリウム混合水溶液におけるインジゴの脱色を示す。塩化ナトリウムと一過硫酸塩化合物を混合した系および塩化ナトリウム、一過硫酸塩化合物単独で使用した系について検討した。検討の結果、塩化ナトリウムもしくは一過硫酸塩化合物のみ添加した水溶液ではインジゴは全く脱色しておらず、酸化剤である一過硫酸塩化合物単独でインジゴは脱色しないことがわかった。また一過硫酸塩化合物濃度 10 mmol/l と一定とし、塩化ナトリウム濃度を変えたところ、塩化ナトリウム濃度が増加するに伴っ

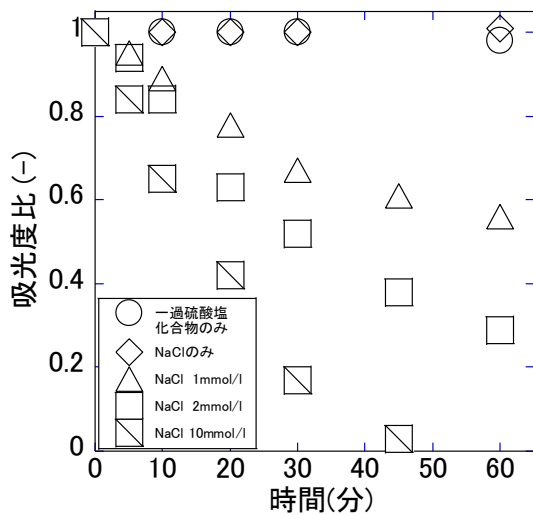


図 1 一過硫酸塩化合物-塩化ナトリウム混合水溶液におけるインジゴの脱色

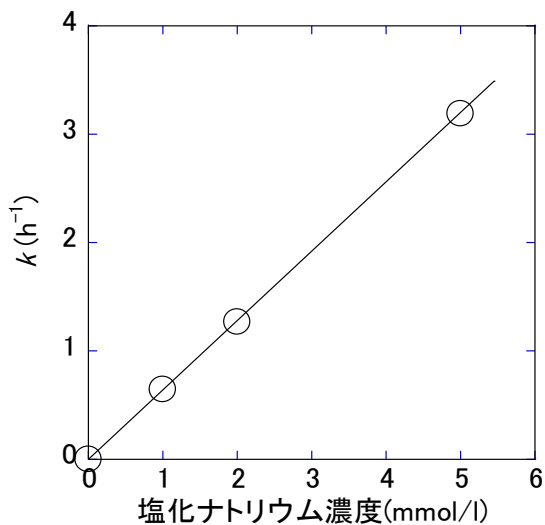


図 2 インジゴの脱色速度に及ぼす塩化ナトリウム濃度の影響

て脱色が加速することが確認された。

図 2 よりインジゴ脱色速度と塩化ナトリウム濃度との関係を反応速度定数 k にて解析した。その結果、脱色速度と塩化ナトリウム濃度は比例関係を示すことがわかった。一過硫酸塩化合物濃度は一定であることから、インジゴの脱色は一過硫酸塩化合物と塩化ナトリウムとの反応によって生成した次亜塩素酸イオンによって進行したと推察される。

図 3 に各温度におけるインジゴの脱色を示す。また温度と脱色速度の関係として、 k の対数($\ln k$)と絶対温度の逆数($1/T$)として解析した結果を図 4 に示す。一過硫酸塩化合物濃度および塩化ナトリウム濃度はそれぞれ 10 mmol/l、5 mmol/l とした。

30~60 °Cの温度範囲において、インジゴの脱色は温度の上昇とともに加速した。60 °C

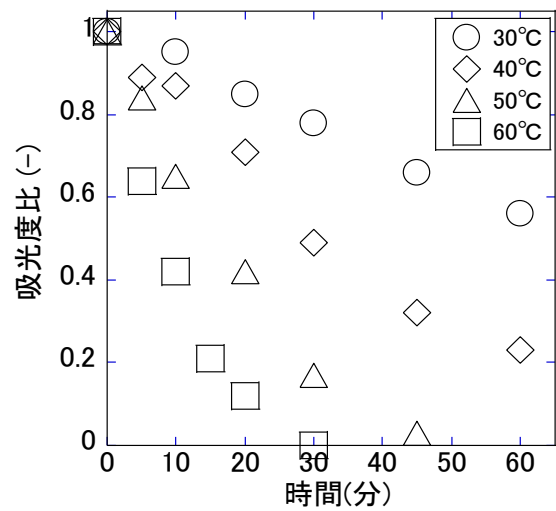


図 3 各温度におけるインジゴの脱色

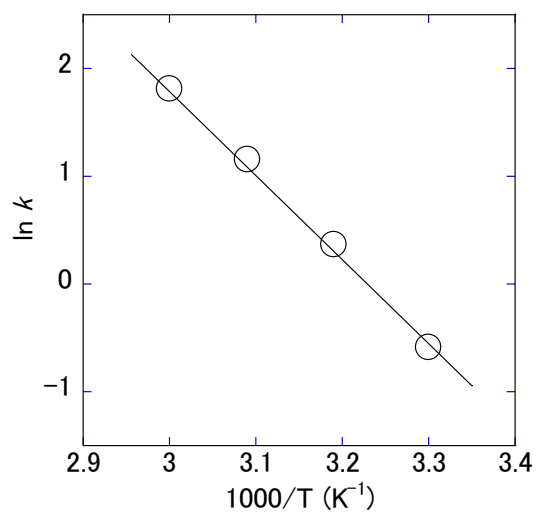


図 4 インジゴ脱色速度に及ぼす温度の影響

では 30 分でインジゴ懸濁液は無色となることが確認された。また反応速度を解析したところ、アレニウス式に従う直線関係を示すことがわかった。Tang⁵⁾ や Saputra⁶⁾ らは一過硫酸塩化合物をマンガン酸化物やコバルト酸化物と混合させる方法を適用し、染料やフェノールの分解がアレニウス式に従うことを報告している。これらの報告は、一過硫酸塩化合物からラジカル活性種を生成する反応機構であるが、一過硫酸塩化合物と塩化ナトリウムを混合する本方法も同様な温度依存性を有することがわかった。

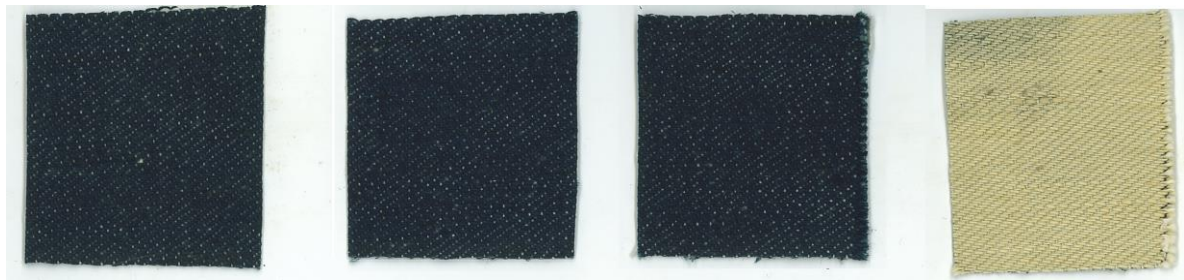
図 5 にデニム生地の脱色試験結果を示す。一過硫酸塩化合物のみ、もしくは塩化ナトリウムのみを添加した水溶液ではデニム生地は脱色されなかったが、一過硫酸塩化合物と塩化ナトリウムを混合した水溶液ではデニム生地はほぼ無色まで脱色された。インジゴ懸濁液と同様な結果がデニム生地でも再現可能であることが確認された。本試験は水溶液中にデニム生地を浸漬したため、全体的な脱色となったが、捺染等で部分的な付与を行うことで模様柄脱色への適用も可能と考えられる。

4 まとめ

一過硫酸塩化合物(オキシソ®)と塩化ナトリウムの混合によるインジゴ懸濁液の脱色について検討した。インジゴは一過硫酸塩化合物単独では脱色されなかったが、一過硫酸塩化合物と塩化ナトリウムを混合させた水溶液では脱色されることが確認された。インジゴの脱色速度は一次反応速度式に従っており、塩化ナトリウム量と比例関係、アレニウス式に従う温度依存性を示した。さらに本反応はデニム生地の脱色にも適用可能であることがわかった。

参考文献

- 1) 高尾逸郎："繊維製品の染色洗い加工", 高尾逸郎編(2005), p.10
- 2) B. R. Travis, M. Sivakumar, G. O. Hollist and B. Borhan : *Org. Lett.*, 1031 (2003)
- 3) N. Hashimoto and A. Kanda : *Org. Process Res. Dev.*, 405 (2002)
- 4) C. A. Delcomyn, K. E. Bushway and M. V. Henley : *Environ. Sci. Technol.*, 40, 2759 (2006)
- 5) D. Tang, G. Zhang and S. Guo : *J. Colloid. Interface. Sci.*, 454, 44 (2015)
- 6) E. Saputra, S. Muhammad, H. Sun, H. Ang, M. O. Tade and S. Wang : *J. Colloid. Interface. Sci.*, 407, 467 (2013)



未処理

一過硫酸塩化合物のみ

NaCl のみ

一過硫酸塩化合物+ NaCl

図 5 デニム生地の脱色試験

SEBS ブレンドの機械的特性

Mechanical Properties of SEBS Blends

甲加 晃一・藤原 和子・西 勝志・日笠 茂樹

Kouichi KOUKA, Kazuko FUJIWARA, Katsushi NISHI, Shigeki HIKASA

キーワード プラスチック / ブレンド / 相容化剤 / 機械的特性
KEY WORDS Plastic / Blend / Compatibilizer / Mechanical Property

1 はじめに

プラスチック材料は、自動車、家電製品など多くの分野で大量に使用・廃棄されており、その有効利用のために、マテリアルリサイクルが注目されている。しかしながら、未だ十分に普及していない。その理由として、回収プラスチックは既にブレンド化されており、期待した特性、特に衝撃特性を得にくい。

これまで、我々はポリプロピレン(PP)/耐衝撃性ポリスチレン (HIPS)ブレンドに、相容化剤としてポリスチレン-*block*-ポリ(エチレン-*co*-ブテン)-*block*-ポリスチレン(SEBS)を添加することで、衝撃強度が向上することについて報告を行った¹⁾。しかしながら、PP/HIPS/SEBS 3相となると、SEBSがPP、HIPSにどのように作用するのかは不明な点が多い。

そこで、今回、PP/HIPS/SEBSブレンドの基礎的知見として、PP/SEBS、HIPS/SEBSブレンドの弾性率と衝撃強度を評価した。

2 実験方法

2.1 材料

マトリックスポリマーとして、以下に示すブロックPPあるいはHIPSを用いた。ブロックPPは、サンアロマー(株)製のPM671Aであり、HIPSは、PSジャパン(株)製のH8672である。

また、分散相として、以下に示す旭化成ケミカルズ(株)製の試作品である各SEBSを用いた。SEBS-1は、スチレン/(エチレン・ブチレン)(R) = 18/82であった。SEBS-2は、R=30/70であった。SEBS-3は、R = 67/33であった。

配合は、体積分率(ϕ_e)にてPP/SEBS、HIPS/SEBS共に= 100/0、95/5、90/10、85/15、80/20、75/25、70/30 (vol% / vol%)とした。

2.2 試験片の調製

複合材料の調製は、二軸押出機を用いて行った。混合されたPPとSEBS、あるいはHIPSとSEBSを

二軸押出機(TEX30 α 、L/D = 42、(株)日本製鋼所)に投入して190°C、200 rpmで混練し、複合材料を得た。得られた複合材料を水冷後ペレット化し、80°Cの送風乾燥機で4時間乾燥した。次に、力学特性用試験片を射出成形機(J50E II、(株)日本製鋼所製)を用いて作製した。射出温度をホッパーからノズルに向けて、190、210、220、230°Cとし、金型温度を45°Cとした。

2.3 機械的特性試験

機械的特性試験を温度23°C、湿度50%の恒温恒湿室内で行った。試験片にはJIS K7171²⁾に準じた短冊型試験片(長さ80 mm、幅10 mm、厚さ3 mm)を用いた。曲げ試験を速度2 mm \cdot min⁻¹、支点間距離50 mmの測定条件で、万能材料試験機(インストロン5583型、インストロンジャパンカンパニイリミテッド製)を用いて行い、得られた応力-歪み曲線の初期勾配より、弾性率を算出した。また、シャルピー衝撃試験をJIS K7111-1³⁾に準じた衝撃試験機(DG-UB、東洋精機製作所(株)製)を用いて行った。ハンマーの秤量は2 Jとした。

3 結果

図1に、各ブレンドの弾性率とSEBSの体積分率(ϕ_e)との関係を示す。(a)は、PP/SEBS、(b)は、HIPS/SEBSである。PP/SEBSの場合、 $\phi_e = 15$ vol%以上になると、SEBS-1系、SEBS-2系とSEBS-3系とは異なる挙動を示した。SEBS-1系およびSEBS-2系の弾性率は、 ϕ_e の増大とともに低下した。一方、SEBS-3系の弾性率は、 ϕ_e が増大しても徐々に向上した。また、HIPS/SEBSの場合、SEBS-1系およびSEBS-2系の弾性率は、 ϕ_e の増大とともに低下した。しかし、SEBS-3系の弾性率は、SEBS-1系およびSEBS-2系と比較して、 ϕ_e が増大しても、少しの低下に留まった。

また、図2に、ブレンドの衝撃強度と ϕ_e との関係を示す。(a)は、PP/SEBS、(b)は、HIPS/SEBSである。

PP/SEBS の場合、 $\phi_e = 5 \text{ vol}\%$ において既に、ブレンドの衝撃強度は、PP 単体と比較して、3 倍から 4 倍程度と著しく向上した。さらに、 ϕ_e が増大すると、SEBS-1 系および SEBS-2 系の衝撃強度は向上した。しかし、SEBS-3 系の衝撃強度は、 $\phi_e = 15 \text{ vol}\%$ 以上になると低下した。また、HIPS/SEBS の場合、 $\phi_e = 15 \text{ vol}\%$ 以上になると、ブレンドの衝撃強度挙動が異なり、以下のものであった。 ϕ_e の増大とともに、SEBS-1 系および SEBS-2 系の衝撃強度は向上したが、SEBS-3 系の衝撃強度は徐々に低下した。

4 考察

図 1(a)より PP 単体の弾性率は 1072 MPa であり、図 1(b)より HIPS 単体の弾性率は 2406 MPa であった。また、SEBS-1 の弾性率は 16 MPa、SEBS-2 の弾性率は 107 MPa、SEBS-3 の弾性率は 1215 MPa であった。PP/SEBS では、PP 単体よりも弾性率の低い SEBS-1 および SEBS-2 の添加は、弾性率を低下させた。しかし、PP 単体よりも弾性率の高い SEBS-3 の添加は、弾性率をほとんど低下させなかった。一方、HIPS/SEBS では、SEBS-1、SEBS-2 および SEBS-3 いずれの弾性率も、HIPS 単体よりも低かった。そのため、SEBS の添加によって弾性率は低下すると考えられる。

次に、衝撃強度の変化は以下のように考えられる。PP/SEBS では、5 vol%と 10 vol%添加において、ブレンドの衝撃強度が向上する理由として、島相となる SEBS の微粒子化が推測される。また、 $\phi_e = 15 \text{ vol}\%$ 以上において、SEBS-3 の添加が衝撃強度を低下させる理由は明確でないが、ブレンド全体の剛性が向上していることと何らかの関係があると思われる。一方、HIPS/SEBS では、弾性率の低下が最も小さくなる SEBS-3 の添加のみが、衝撃強度の向上に寄与していない。

さらに、衝撃強度と弾性率とのバランスをみるために、図 1 および図 2 を基に、各ブレンド材料の衝撃強度と弾性率との関係を図 3 に示す。(a)は PP/SEBS、(b)は HIPS/SEBS である。PP/SEBS の場合、SEBS-3 系では、PP 単体と比較して、弾性率がほとんど低下せずに、衝撃強度が向上する。しかし、SEBS-1 系および SEBS-2 系では、衝撃強度が向上するも弾性率が大きく低下する。一方、HIPS/SEBS の場合、SEBS-3 系では、弾性率はやや低下するが、衝撃強度は向上しない。また、SEBS-1 系および SEBS-2 系では、弾性率は大きく低下するが、衝撃強度は大きく向上する。このような変化が起きる理由は明らかではないが、今後の検討課題としたい。

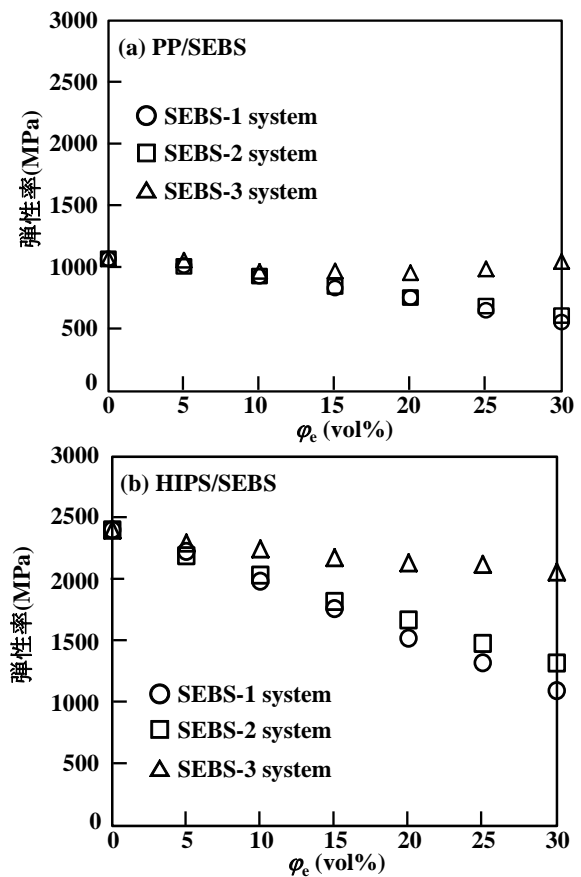


図 1 各ブレンドの弾性率と ϕ_e との関係

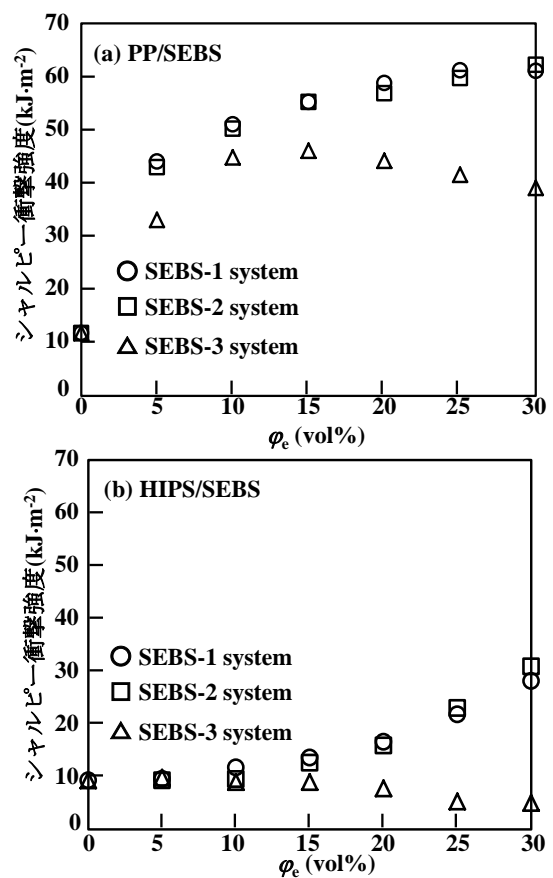


図 2 各ブレンドのシャルピー衝撃強度と ϕ_e との関係

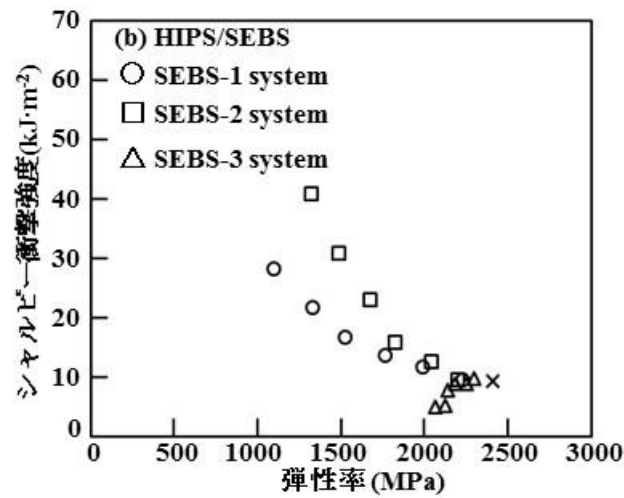
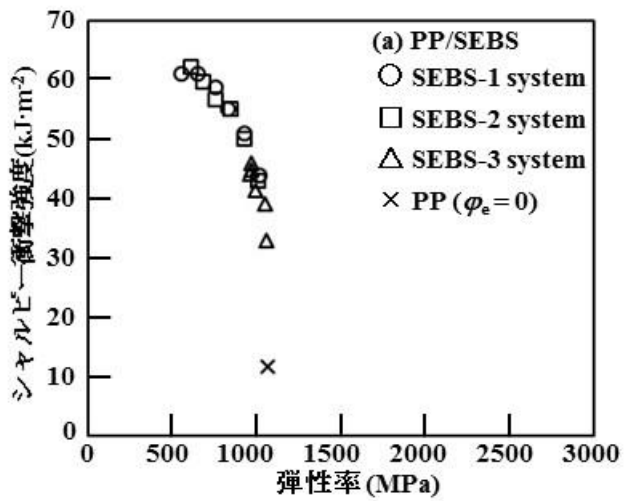


図3 各ブレンドのシャルピー衝撃強度と弾性率との関係

5 まとめ

分散相の弾性率の違いは、ブレンドの弾性率および衝撃強度に影響を与えていた。今後、モルフォロジーを観察して、特に、ブレンドの衝撃強度に関する機構を明らかにする予定である。

参考文献

- 1) 甲加晃一, 藤原和子, 西勝志, 日笠茂樹, 岡山県工業技術センター報告, **41**, 26 (2015).
- 2) JIS K7171
- 3) JIS K7111-1

EPDM 内部への次亜塩素酸の拡散挙動の濃度依存性

Concentration Dependence of Diffusion of Hypochlorous Acid into Ethylene Propylene Diene Terpolymer

石田 拓也・岩薮 仁・福崎 智司¹

Takuya ISHIDA, Hitoshi IWABUKI, Satoshi FUKUZAKI

キーワード 次亜塩素酸 / エチレンプロピレンゴム / 拡散

KEY WORDS Hypochlorous acid / Ethylene propylene diene terpolymer / Diffusion

1 はじめに

次亜塩素酸ナトリウム(NaOCl)は強い酸化作用を有することから、食品産業において殺菌、洗浄に汎用されているが、各種シール、ガスケット、O-リング類に広く用いられているエチレンプロピレンゴム (EPDM) を劣化させることが問題となっている。我々は、次亜塩素酸の解離状態により劣化現象が異なることを見出し、これまでに、EPDM内部に拡散する遊離有効塩素 (Free Available Chlorine: FAC)が非解離型のHOClであり、FAC濃度(C_{FAC})の増加と温度の上昇に伴い、ClおよびO元素の拡散深さ(D_{Cl} および D_O)が増加すること²⁾、 D_{Cl} と D_O の増加に伴い、EPDMの強度が低下することを明らかにしてきた³⁾。一般的に材料の劣化は形態変化により判断することが多いが、HOClが拡散したEPDMは形態変化を伴わずに、強度が低下する³⁾。このことは、予兆なく材料が破壊する可能性があることを示している。破壊を未然に防ぐには、材料のHOClに対する耐久性に加えて、HOClの拡散挙動を把握する必要がある。本研究では、一定温度条件下で C_{FAC} を変化させたHOCl水溶液にEPDM試験片を浸せきし、拡散挙動の濃度依存性を明らかにした。

2 実験方法

2.1 試験片の作製

エチレン含量54%、ジエン含量4.5%のEPDM (JSR製 EP22)にHAF級CB (N330)を60重量部、架橋剤 (DCP) 2重量部を配合し、オープンロールによる混練後、438 Kで20分間プレス架橋して約1 mm厚さの架橋ゴムシートを作製した。シートを14 mm×100 mmの短冊状に切り取り、試験片とした。

2.2 試験片の浸せき

市販のNaOCl水溶液に0.2 Mリン酸緩衝液を加

えて、 $C_{FAC}=125\sim 1000$ ppm となるように希釈した。希釈溶液のpHはHCl水溶液を添加することで微調整し、4.5(HOClがほぼ100%)とした。調製した溶液1 Lに、EPDM試験片を浸して密栓し、アルミ箔で遮光して296 Kの恒温室で静置した。所定時間経過後、浸せき液から試験片を取り出し、試験片の一部を採取し、再び浸せきした。この操作を繰り返すことで、浸せき時間の異なる試料を得た。採取した試料は蒸留水で洗浄後、真空乾燥を行った。

2.3 試料断面におけるCl元素分布の測定

試料断面のCl元素の深さ方向分析を電子線プローブマイクロアナライザー (EPMA; 日本電子(株)製JXA-8500FS)の線分析により行った。測定条件は加速電圧15 kV, ビーム電流50 nAとした。異なる位置で9回測定を行い、得られたデータを積算することでCl元素の深さ方向の分布を得た。 DCl の値は、Cl元素の特性X線強度の低い平坦領域において、平均(μ)と標準偏差(σ)を求め、X線強度が $\mu + 3\sigma$ を下回った深さとした。

3 結果と考察

図1に各 C_{FAC} の試験液に浸せきした試料の DCl と浸せき時間の関係を示す。 DCl と浸せき時間は両対数グラフ上で線形関係となったことから、その関係を(1)式のべき乗則により、最小二乗近似を行った。

$$D_{Cl} = K \cdot t^n \dots (1)$$

D_{Cl} : 拡散深さ[μm], t : 浸せき時間[h], K, n : 定数

すべてのサンプルにおいて、相関係数は0.99以上となった。(1)式による近似で得られた各濃度における K, n を図2, 3に示す。 C_{FAC} の増加に伴い、 K は増加し、最小二乗法による線形近似の結果、 $K = 9.91 \times 10^{-3} \times C_{FAC}$ となった。 n は濃度依

¹三重大学大学院 生物資源学研究所

存性が見られず、一定であり、 $n = 0.46 \pm 0.03$ となった。これらの K, n を(1)式に代入することで、296 Kにおける拡散深さの予測式(2)を求めた。

$$D_{Cl} = 9.91 \times 10^{-3} \times C_{FAC} \times t^{0.46} \quad \dots (2)$$

図4に $C_{FAC} = 50, 100, 500, 1000, 2000$ ppmにおける D_{Cl} の経時変化を(2)式から求めた結果を示す。 $C_{FAC} = 50$ ppmとして400時間浸せきした時の D_{Cl} は7.8 μm と浅い。これを実際に測定しようとしても、EPMAの空間分解能は μm オーダーであることから、短時間の浸せきで精度良く D_{Cl} の経時変化を測定することはできない。(2)式を用いることで、長時間浸せきした場合の予測も可能となり、例えば、 $C_{FAC} = 50$ ppmで1年間(8760 h)浸せきしたときの D_{Cl} は32.3 μm となる。このように、拡散挙動の濃度依存性を見出すことにより、低濃度条件下での拡散挙動の予測が短時間で可能と

なる。さらに、拡散挙動と力学物性の相関関係を明らかにすれば、耐久性評価も可能になると考えられる。

4 まとめ

C_{FAC} を変化させた試験液に試験片を浸せきし、Cl元素拡散深さの経時変化を測定した。その結果から、HOClの拡散挙動の濃度依存性が明らかとなり、任意の濃度での拡散挙動の予測が可能となった。

参考文献

- 1) 岩薨仁, 石田拓也, 福崎智司: 日本ゴム協会誌, **86**, 125 (2013)
- 2) 石田拓也, 岩薨仁, 福崎智司: 日本ゴム協会誌, **87**, 107 (2014)
- 3) 岩薨仁, 石田拓也, 福崎智司: 日本ゴム協会誌, **88**, 75 (2015)

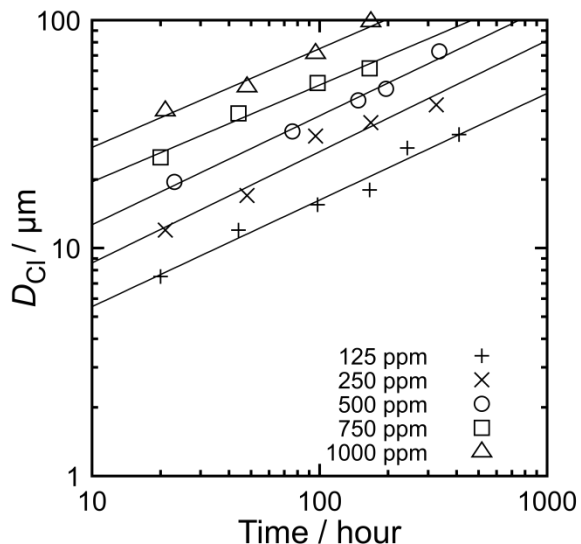


図1 各 FAC 濃度(C_{FAC})における Cl 元素拡散深さ(D_{Cl})と浸せき時間の関係

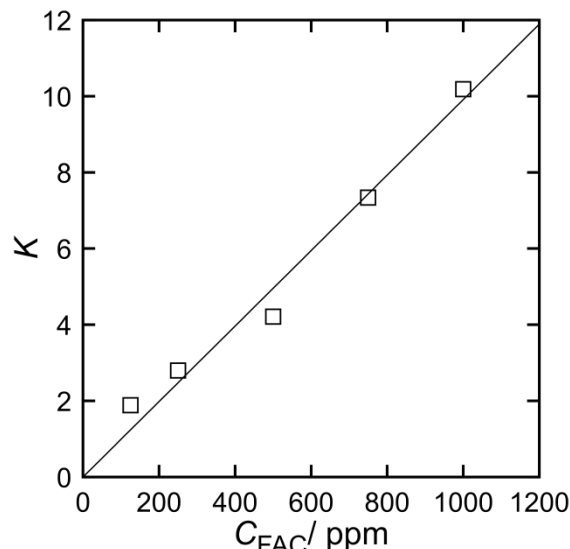


図2 FAC 濃度(C_{FAC})と K の関係

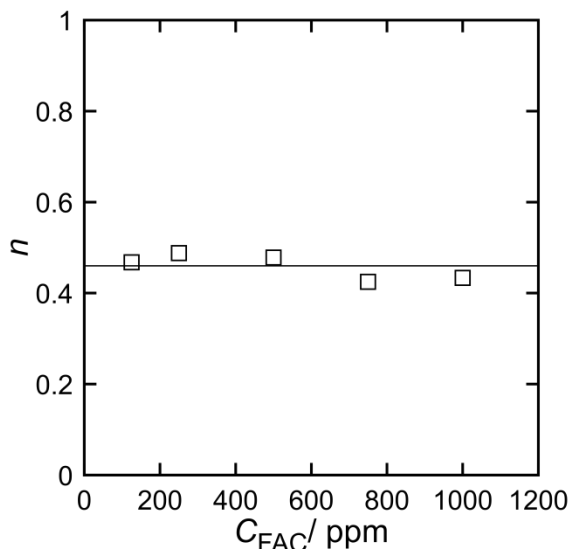


図3 FAC 濃度(C_{FAC})と n の関係

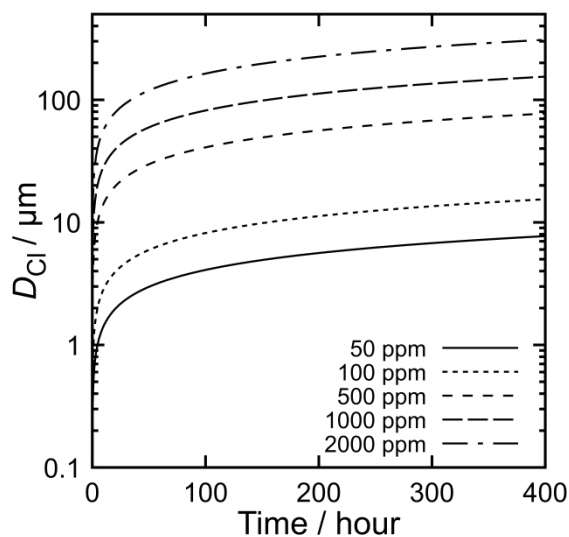


図4 各 FAC 濃度(C_{FAC})における Cl 元素拡散深さ(D_{Cl})と浸せき時間の予測結果

アルゴンイオンビームで研磨した断面の ナノ力学物性測定

Nanomechanical Property Measurement for Cross Section Polished by Argon Ion Beam

石田 拓也, 岩藤 仁

Takuya ISHIDA, Hitoshi IWABUKI

キーワード クロスセクションポリッシャ / AFM / ナノ力学物性 / ヤング率

KEY WORDS Argon ion beam / Atomic force microscopy / Nanomechanical property / Young's modulus

1 はじめに

近年、ナノメートルオーダーのフィラー(ナノフィラー)を充填した高分子複合材料についての研究が盛んに行われており、特に原子間力顕微鏡(AFM)を用いたナノ力学物性測定¹⁾はナノスケールでの力学物性についての情報が得られる測定法として注目されている。複合材料のナノスケールでの形態と力学物性を同時に得られるツールとして、ナノ力学物性測定は今後さらに発展していくことが予想される。

AFMでナノ力学物性測定をする際、試料には平滑な面が求められる。表面のわずかな凹凸でも、サンプル形状由来の欠陥(アーティファクト)となり、測定を正常に行うことができない。現状では、マイクロトームを用いた凍結切削による試料の作製が行われているが、切削時の応力によるフィラーの脱落や高硬度フィラーの影響による切削不良などの問題が生じる。他の断面作製装置として、アルゴンイオンビームによるスパッタリング現象を利用したクロスセクションポリッシャ(CP)が挙げられる。CP加工は切削時に応力が加わらないことが特徴であり、マイクロトーム加工に比べて簡便に平滑な断面を得ることができる。

本研究では、マイクロトームおよびCPで作製したカーボンブラック(CB)充填ゴムの断面に対して、AFMによるナノ力学物性測定を行った。それぞれの加工法で作製した試料のヤング率を比較した結果を報告する。

2 実験方法

2.1 試料の作製

エチレン含量54%、ジエン含量4.5%のEPDM(JSR製 EP22)にHAF級CB(N330)を20重量部、架橋剤(DCP)を2重量部、ステアリン酸を1重量部配合し、オープンロールによる混練後、438 Kで20

分間プレス架橋して約1 mm厚さの架橋ゴムシートを作製した。

CP加工には日本電子(株)製IB-09020CPを用いた。加工は室温で行い、加速電圧は3 kVと5 kVとし、試料断面を得た。マイクロトームによる凍結切削には、Leica Microsystems社製REICHERT ULTRACUT S/FC Sを用いた。加工温度は-85°Cとした。

2.2 ナノ力学物性測定

AFM測定は、Bruker社製Nanoscope V Controller、MultiMode 8を用い、2次元(128×128点)のフォースマッピング測定を行った。カンチレバーはオリンパス(株)製のOMCL-AC240TS-C3を用いた。ばね定数(k)を装置付属のソフトウェアのサーマルチューニング法から求めた。探針の曲率半径(R)は以下の方法で求めた。最初に、装置付属のソフトウェアのブラインドリコンストラクション法により探針形状を再現した。次に、得られた探針形状に対して放物線近似を行い、放物線の頂点における曲率円の半径を R とした。探針の押し込み深さは5 nmとし、走査範囲は2 μm とした。

2.3 解析

試料変形量(δ)と荷重(F)の関係(フォースカーブ)の例を図1に示す。図1の破線が押し込み過程

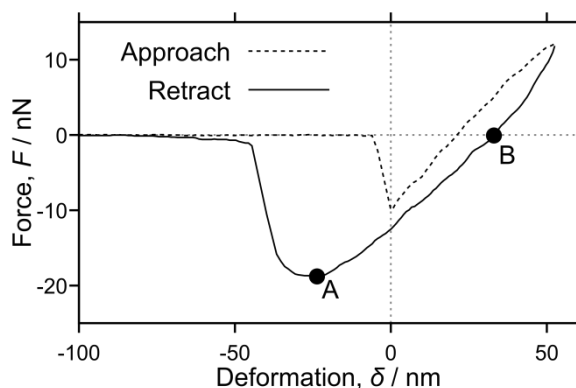


図1 試料変形量(δ)と荷重(F)の関係

であり、表面間力により探針先端が接触した点を δ の原点としている。そこから所定の荷重まで押し込み、実線の引き離し過程に移る。弾性率の解析モデルは凝着の影響を考慮したJKR接触理論を適用し、解析は2点法により行った¹⁾。2点法によるヤング率(E)の求め方を以下に示す。図1の実線において、凝着力と弾性応答による斥力がつりあう点Bの変形量を δ_0 とし、凝着力が最大となる点Aの変形量を δ_1 、凝着力を F_1 とし、ポアソン比を ν とすると E は以下の式で表せる。

$$E = \frac{3}{4}(1 - \nu^2) \left(\frac{1 + \sqrt[3]{16}}{3} \right)^{3/2} \frac{-F_1}{\sqrt{R(\delta_0 - \delta_1)^3}}$$

本研究では、ポアソン比はゴム材料であることから0.5とした。解析プログラムを汎用性の高いExcelで作成し、 $128 \times 128 = 16,384$ 点で同様の解析を行った。

3 結果と考察

図2、3、および4に、5kVでCP加工、3kVでCP加工、およびマイクロトーム加工によって作製した断面のフォースマッピング測定から求めたヤング率像を示す。図2では、周期的な筋状構造が観察された。この構造はイオンビーム痕による凹凸の影響だと考えられる。図3でも、筋状構造

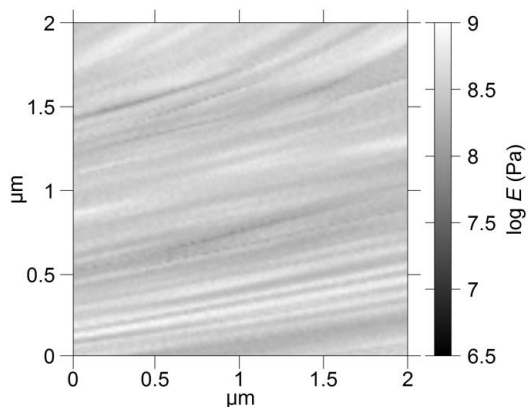


図2 CP 5 kV 加工試料のヤング率像

が観察されたが、その間隔は5 kV加工よりも大きかった。図4のマイクロトーム加工では、CP加工では不明瞭だった充填剤のCBとゴムの差が明瞭に観察された。図5にヤング率のヒストグラムを示す。ヤング率はCP加工により増加し、さらに加速電圧の増加に伴い増加した。イオンビームによる化学変化は放射線照射と同様の機構で起こり、EPDMの場合、架橋反応が進行する^{2, 3)}。そのため、CP加工により高ヤング率化し、加速電圧の高い5 kV加工では、3 kV加工よりも架橋反応がより進行し、高ヤング率化したと考えられる。

4 まとめ

マイクロトームとCPにより、CB充填ゴムの断面を作製した。断面のナノ力学物性を測定した結果、CP加工によりヤング率が高くなることが判明した。

参考文献

- 1) 中嶋健, 劉浩, 伊藤万喜子, 藤波想: J. Vac. Soc. Jpn., 56, 258 (2013)
- 2) 日置辰視: 色材協会誌, 62, 153 (1989)
- 3) 町末男: 日本ゴム協会誌, 52, 115 (1979)

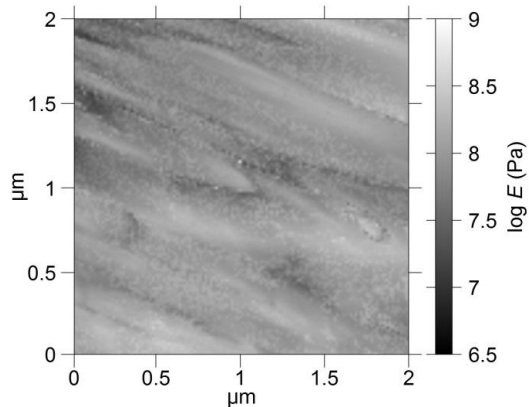


図3 CP 3 kV 加工試料のヤング率像

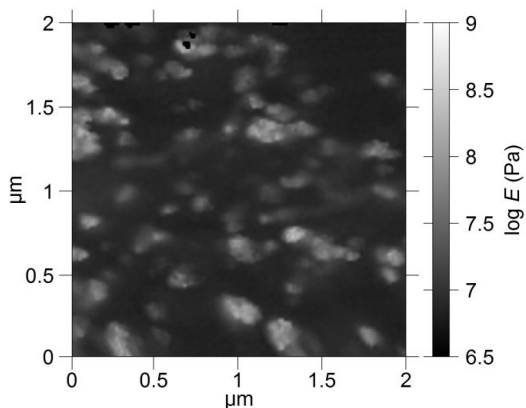


図4 ミクロトーム加工試料のヤング率像

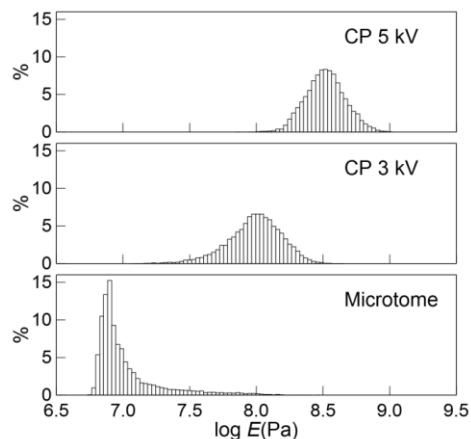


図5 各試料のヤング率のヒストグラム

CVA 法による DLC の内面コーティングにおける成膜性

Deposition property for DLC internal coating using CVA-method

國次 真輔, 余田 裕之, 中西 亮太, 若江 倫生¹, 中谷 達行¹

キーワード ダイヤモンドライカーボン/カソードイックアーク/水素化テトラヘッドアルモルファスカーボン/内面コーティング
Keyword DLC/Dental implant/Cathodic Arc Ionplating/ta-C:H/ Internal coating

1. 緒言

DLC 成膜において、グラファイトを出発原料とした PVD (物理蒸着) 法は、ターゲット表面で発生したイオンやクラスターが直線的にターゲットから基材へ輸送されるため、三次元形状を有する金型基材の深溝や配管の内面へのコーティングは不可能とされている。一方、CVD (化学蒸着) 法は、複雑形状の金型に適用されるように、PVD 法と比較して付き回りが良いとされる。我々は、カソードイックアーク法 (Cathodic Vacuum Arc Ion-plating, CVA 法) により、これまであまり検討されてなかった水素ドープした ta-C (ta-C:H) 膜を取り上げ、CH₄ ガスの導入により水素含有の高硬度 DLC 作製について検討を行ってきた。PVD 法の一つである CVA 法に CH₄ ガスを導入することにより、プラズマ中での CH_x イオンの振る舞いは CVD 法的となることが予想され、複雑形状物への付き回りの向上が期待できる。

一方、パルス直流電源は、異常放電による皮膜のダメージの低減や電源の損傷を防止する目的で、用いられてきつつある。

本研究では、CVA 法による ta-C および ta-C:H の内面コーティングにおいて、基板パルス電圧および CH₄ ガス導入が、皮膜の付き回りについてどのように影響があるか検討したので報告する。

2. 実験方法

成膜はカソードイックアークイオンプレーティング装置 (日新電機製:M500) を使用した。付き回り性評価治具は、成膜後の各評価を考慮して、25 mm×35 mm×30 mm の SKD11 鋼基材の上面に、25 mm×10 mm×10 mm の溝を加工したものを用意した (図 1)。その溝を覆うように 2 mm 厚の鏡面研磨仕上げ SUS304 基板を固定し、これを自公転治具にセットした。成膜時間は 45 min とし、CH₄ ガス流量を変化させた。ターゲットには高純度グラファイトを用い、基板バイアス電圧は、直流 (DC) または直流パルス (Pulsed DC) を印加した。成膜

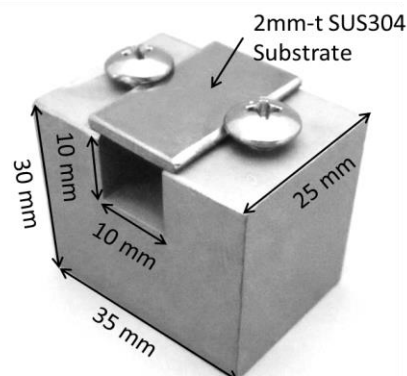


図 1 付き回り性評価治具

後に SUS 基板を取り外し、外観観察および FIB 断面加工後の断面の SIM 観察を FIB 装置 (Hitachi 製 FB-2100) により行った。炭素結合性はラマン分光測定装置 (nanophoton 製 RAMAN11) により評価した。

3. 結果および考察

成膜した試料の外観および開口部中心から 7.5 mm 内部における FIB 断面 SIM 像 (観察角度 45 度) を表 1 に示す。外観像からどちらの試料も開口部付近から干渉膜が観察されており、急激に膜厚が低下しているものの、基板の中心まで皮膜の形成が確認できた。30 ccm の CH₄ を導入した試料の方が、中心部に向けて大きく皮膜が形成されていることがわかる。皮膜の厚さは、CH₄ を導入していない試料 (ta-C) は 153 nm であるのに対し 30 ccm の CH₄ 導入した試料 (ta-C:H) は 218 nm と厚膜化されており、付き回りが向上していることが確認できた。さらに皮膜の表面状態は、粗大なドロップレットはほとんど存在しておらず、CH₄ 導入によって数十 nm オーダの粒子分布が減少した。ターゲットのアーク放電により発生するドロップレットは直進性が高い為に基板内面への到達が困難となり、さらに CH₄ の導入によって、微小なドロップレットはプラズマ中での CH₄ と化学反応したことにより減少したと考えられる。

図 2 は膜厚の開口部からの距離に対する変化を

¹ 岡山理科大学 科学技術研究所

表1 外観およびFIB断面SIM像

	CH ₄ 導入せず	CH ₄ 導入 (30 ccm)
外観		
FIB断面SIM像 (開口部中心から7.5mm付近)		

示している。開口部からの距離が 12.5 mm が中心である。いずれの試料も開口部から距離の増加、すなわち中心に近づくにしたがって、膜厚が減少していることがわかる。CH₄未導入の基板バイアスが直流とパルス印可の試料を比較すると、パルスの印可により各位置で膜厚は増加した。その増加率は中心に近づくほど増加傾向にある。これは、基板バイアスのパルス化することで表面に蓄積された正電荷が解放されたことにより、内部まで炭素イオンが到達し易くなったためと考えられる。これに CH₄を導入することで、さらに膜厚の増加が認められた。これらのことから、基板バイアスのパルス化および CH₄の導入が、内面コーティングにおける付き回り性を向上させることが示された。

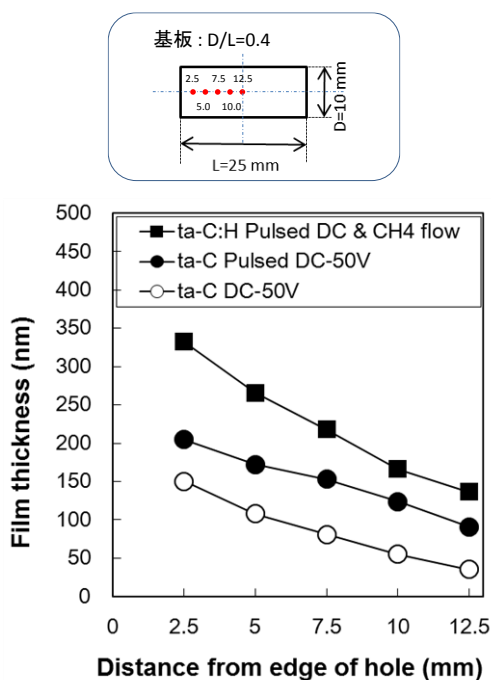


図9 膜厚の開口部からの距離変化

次に、膜質の変化を調べる為にラマン分光を行った。図3に CH₄ガスを導入していない ta-C 試料 (Pulsed DC -50V) のラマンスペクトルの基板位置による違いを示す。開口部の付近からの距離の増加と共に、1560 cm⁻¹ 付近に見られるグラファイト構造に由来する G バンドピークは低波数側にシフトし、さらに 1330 cm⁻¹ 付近に見られるグラファイト構造の欠陥に由来する D バンドピークは、その強度が増加した。これは中心に近いほど、皮膜の残留応力が解放され、sp³ 結合比が変化したと考えられる。

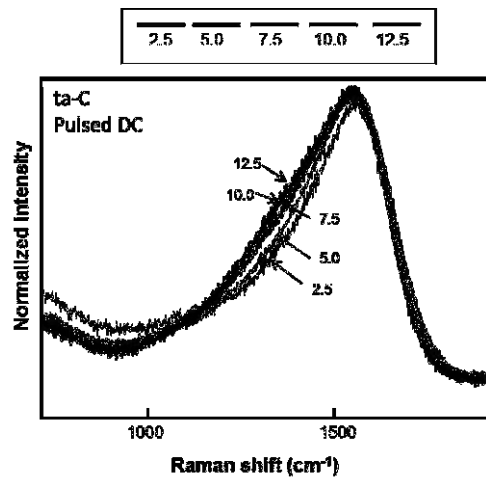


図3 基板バイアスをパルス化して作製した ta-C 膜のラマンシフト

図4に、CH₄を導入していない DC バイアス 0, -50, -100V およびパルス DC -50V 試料と、CH₄導入パルス DC-50V の試料について、ラマンスペクトルのカーブフィッティングにより得られた D バンドと G バンドピークの比 (I_D/I_G) を示す。I_D/I_G 比は sp²クラスターサイズや sp³ 結合比と関連があるとされ、G ピークのシフトは sp³ 結合比や内部応力の変化を示すと考えられており²⁾、DLC の微妙な膜質の変化を示す指標として用いられている。まず、DC 0V の試料は、距離によって膜質がほとんど変化してことがわかる。しかしながら、基板バイアスがかけられないために硬質な ta-C でなく a-C (アモルファスカーボン) 膜となる。バイアス電圧によるイオン衝撃の影響を受けていないためであると考えられる。DC -50V の印可では、開口部から 5 mm 付近までの膜質は変化し、中心部ではほぼ DC 0V と同質となっており軟質化が予想される。DC -100V の場合、さらに膜質の変化が大きくなった。これらのことから、DC 印可の場合、膜質は基板位置による影響が大

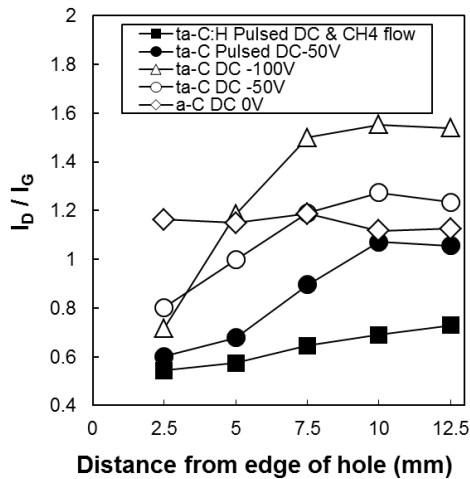


図4 I_D/I_G の開口部からの距離変化

大きく、膜質の制御が困難となる。一方、基板バイアスのパルス化した試料は、パルスを印加していない試料に比べて、表面から7.5 mmまでの領域で変化量が小さくなっていることがわかる。パルス化により表面近傍の正電荷が緩和され、イオン電流が流れやすくなったためと考えられる。さらにCH₄導入した試料は、表面近傍と基板中心部への I_D/I_G の変化量が他の試料と比較して小さくなった。このことは、他の条件と比較して、内部への膜質の変化量が小さいことを示唆している。

4. まとめ

CVA法を用いたta-Cおよびta-C:Hの内面コーティングにおいて、基板バイアスのパルス化とCH₄導入が、成膜速度の向上、表面状態の向上および膜質の安定化が図られることがわかった。したがって、金型や部品など三次元形状物への成膜性を飛躍的に向上させると期待できる。

参考文献

- 1) T. Nakatani, K. Shiraishi and S. Kunitsugu, J. Photopolymer. Sci. Tech., **28**, (2015) 471.
- 2) J. Robertson: Master. Sci. Eng. R, **37**, 129-281(2002)

電気化学測定法を用いたステンレス鋼の 腐食疲労における腐食ピット発生過程の検出

Detection of Corrosion Pit Initiation Process of Corrosion Fatigue in Stainless Steels
by Electrochemical Measurement Method

村岡 賢・余田 裕之
Ken MURAOKA, Hiroyuki YODEN

キーワード 腐食疲労 / 電気化学ノイズ / 腐食ピット
KEY WORDS Corrosion Fatigue / Electrochemical Noise / Corrosion Pit

1 はじめに

一般的な耐食性材料として建築用部材や自動車用部品、化学プラント等に用いられているステンレス鋼は、腐食環境下においては、非腐食環境下での疲労破壊による材料寿命よりも破壊強度が低下する腐食疲労を生じることが知られている。腐食性環境（酸性ガス雰囲気、海水、酸性溶液など）では、長期にわたり繰り返し応力を受ける場合、大気雰囲気の半分程度の応力で破断する。この対策として多くの研究機関より、応力と破断までの繰り返し回数の実測データが報告され、材料選定の際の目安となっている¹⁾。しかし、腐食疲労での“き裂発生起点”となる腐食ピット発生機構については、リアルタイムでの観察が困難であることから、まだ知見は少ない。

一方、腐食による破壊現象である応力腐食割れの検出に電気化学測定法の一つである電気化学ノイズ法が注目されており、現象の解析に大いに役立っている。この手法は、腐食環境下の金属表面において酸化反応と還元反応の平衡から生じる腐食電位が、ステンレス鋼のような不働態皮膜を有する金属において、応力による皮膜の破壊と再生成により、その電位にノイズを生じさせる現象を捉えるものである。さらに、このノイズ波形を分類することで、金属表面での腐食の進行状態を知ることが可能である。この手法を腐食疲労に応用することで、き裂発生初期過程の解析が進むと考えられる³⁾。

本研究では、ステンレス鋼の腐食疲労での“き裂発生初期過程”の解析を目的に、電気化学ノイズ法により疲労試験中の電位ノイズを測定し、き裂発生につながる腐食ピット発生挙動の検出を目指した。

2 実験方法

供試材として、市販のフェライト系ステンレス鋼（SUS430）の板材を用いた。試験片は平行部長さ 40 mm、幅 7 mm、厚さ 1.5 mm のダンベル状平板試験片に加工し、表面を SiC 研磨紙#1500 にて研磨した。得られた試験片は試験液に接する部分について、平行部中央の接液露出部（7 mm×10 mm の二面）以外をシリコーン樹脂により被覆した。

腐食疲労試験は、電磁方式疲労試験機（インストロン製 E10000 型）を用い、以下の条件にて行った。腐食環境は、容積 300 ml のポリプロピレン製腐食試験槽を 200 ml の 5%NaCl 水溶液で満たした。試験速度 70 Hz、最大試験荷重 350 MPa、応力比 $R(\sigma_{\min}/\sigma_{\max})$ は 0.1 とし、室温にて試験を行った。

電気化学ノイズ測定は以下の条件にて行った。ポテンショスタット（PS、プリンストンアプライドリサーチ製、VersaSTAT4-100）を用い、試験片電極（WE）に対して、参照電極（RE、Ag/AgCl）、対極（CE、Pt 板）を試験槽へ固定し、疲労試験中の試験片の浸漬電位を 0.5 s 間隔で計測した。試験装置概略図を図 1 に示す。

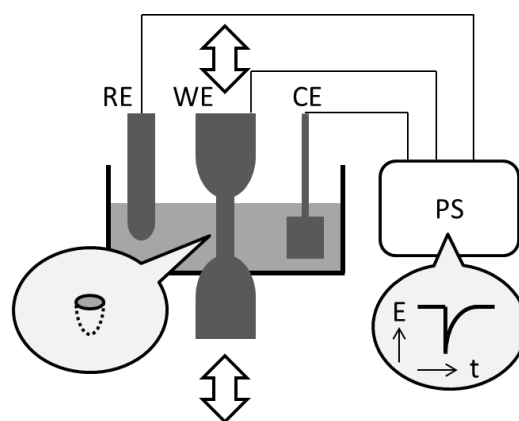


図 1 腐食疲労における電気化学ノイズ測定の概略図

3 結果および考察

図2に SUS430 での最大応力 200 MPa から 350 MPa における腐食疲労試験時の浸漬電位変化を示す。サイクル荷重の開始直後では電位が低下し、同時に多数の電位ノイズの発生が確認された。これらは試験片のひずみに伴う表面の不働態皮膜の破壊と再生も伴うものと考えられる。電位の降下が緩やかになる 1.0×10^6 サイクル以降で、比較的低荷重である 200 MPa および 300 MPa では電位は 0 V 近傍で一定となるが、50 mV 程度の低下幅を有する電位ノイズが数カ所確認された。それに対し 350 MPa では、電位ノイズが頻出し、降下幅も 100 mV 程度のものが確認された。また、試験開始直後の電位ノイズと異なり、回復までの時間が比較的長い電位ノイズが多数確認された。電気化学ノイズ測定における電位ノイズ波形の分類³⁾に従えば、これらは急速な移行と電位停滞後の緩やかな回復を示すタイプのノイズに分類出来ることから、局部腐食に対応するものと思われる。また、試験後の試料表面の SEM 観察より、350MPa では、低荷重で確認されなかった直径 2 μm 程度の腐食ピットを多数確認できたことから、これらの局部腐食に対応するノイズは、高負荷荷重下における試料表面での微小な腐食ピットの発生時に生じたと考えられる。

以上より、ステンレス鋼を用いた腐食疲労試験において電気化学ノイズの測定から、高荷重負荷での腐食疲労環境では、電気化学ノイズの測定から、疲労破壊につながる腐食ピットを検出出来ると考えられる。このことから波形解析を進めることにより、この手法でき裂発生初期過程を検出でき、腐食疲労における破壊リスク評価の精度が向上すると考えられる。

4 まとめ

フェライト系ステンレス鋼での腐食疲労において電気化学ノイズ法により、電位ノイズから腐食疲労破壊の初期過程である微小腐食ピット発生過程の検出可能性を示唆した。今後は、この手法を用いた、腐食疲労リスク評価の精度向上を目指す。

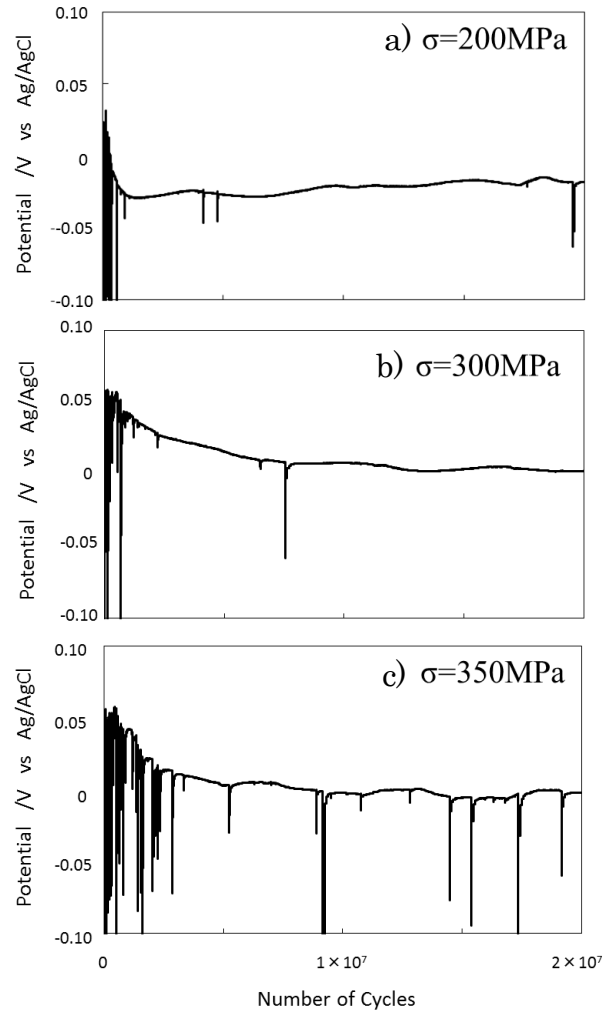


図2 SUS430の5%NaCl水溶液中における腐食疲労試験での電位変化
繰り返し荷重 a)200 MPa
b)300 MPa
c)350 MPa

参考文献

- 1) 小田原修,小荒井満,大沼正彦,桜井輝雄,千葉三正,池内準:東北工業技術試験所報告,**15**, 43(1982)
- 2) 金聖敏,宮澤正純,江原隆一郎,大津孝夫:日本材料強度学会誌,**40**, 35(2006)
- 3) 井上博之:材料と環境,**52**,444(2003)

アルミニウム合金の陽極電解で得られる 表面形状ならびに微細構造

Surface profile and microstructure obtained by anodic electrolysis in aluminum alloys

築山 訓明, 村上 浩二

Kuniaki TSUKIYAMA, Koji MURAKAMI

キーワード アルミニウム合金 / 陽極電解 / 微細構造

KEY WORDS Aluminum alloy / Anodic electrolysis / Microstructure

1 はじめに

アルミニウム合金は比強度・ casting性・加工性・リサイクル性など、多くの優れた特性を有しており、輸送機器への利用が進められている。アルミニウム合金の利用がホイールに用いられる場合には、機械的特性のみならず、高い意匠性（光輝性または光沢度）および耐食性が要求される。これらは、製品の高付加価値化に必須である。

アルミニウム合金の表面に意匠性や耐食性を付与する方法には様々あり、前者はバフ研磨・化学研磨など、後者は塗装やめっき処理などの手法が挙げられる。しかし、ホイールの様な複雑形状部品に対して、鏡面に近いような高い意匠性を付与するには、効率の低下と費用の増加を招く。また、塗装やめっきについては、費用の増加に加え、リサイクルの際に塗膜の剥離が必要など、リサイクル性の低下も問題となる。これらの処理に対し、陽極電解では、処理対象物を電解液中に浸漬するため、複雑形状にも対応可能である。さらに、塗装やめっき処理のような塗膜を付与するのではなく、被処理金属の化学反応を利用しているため、リサイクル性の観点からも有効な手法である。

本報告では、実用アルミニウム合金の圧延材を対象とし、電解研磨および陽極酸化処理を行う際の電圧を制御し、得られた表面の光沢度・表面形状・微細構造について調査した結果を述べる。

2 実験方法

供試材には、A1050-H24, A2017-T351, 圧延板（厚さ 3mm）を使用した。以後、これらを`A1050`、`A2017`と表記する。圧延方向を長手方向として、20mm-25mm に切断した試験片に対し、炭化けい素耐水研磨紙(SiC)#600 を用いて試験片の両面を機械研磨した。その後、片面のみを#1000~#2400 を用いて研磨し、この研磨面を評価面とした。以後、この試料を「機械研磨試料」と表記する。

電解研磨液には、硫酸：りん酸 = 5：5（体積

比）の溶液を用い、試料を陽極として、電圧 15V で 600s の電解研磨(以下`EP`と表記)を行った。陰極にはカーボン板を用い、液温を 338K として、試料の上下揺動ならびに溶液攪拌を行った。以後、この試料を「電解研磨試料」と表記する。

陽極酸化液はリン酸塩水溶液および硫酸アルミニウム水溶液を用いて陽極酸化処理を行った。以後、これらを`PAN`および`SAN`と表記する。電解条件は、PAN については電圧 40V で 180s、SAN については電圧 10V および 25V で 1800s の処理を行った。以後、これらの試料を「陽極酸化試料」と表記する。

機械研磨試料および電解研磨試料の表面に対し、入射角 60° での光沢度測定および、共焦点走査型レーザ顕微鏡による明視野観察ならびに形状測定を行った。また、電解研磨試料および陽極酸化試料の断面組織については、アルゴンイオン線加工により微細構造観察用断面を作製し、電界放射型走査電子顕微鏡(FE-SEM)による反射電子像(組成モード、以後`BEI-CMP`と表記)観察を行った。

3 結果と考察

図 1 は、(a) A1050 および (b) A2017 に対し、SiC#1000 研磨で仕上げた機械研磨試料および電解研磨試料の表面形状プロファイルを高速フーリエ変換(以下、FFT と表記)し、得られたパワースペクトルである。図中右上の数値は、機械研磨後および EP 後の光沢度測定結果の値である。表面形状を評価する方法として、断面形状(Primary, P)に Gaussian フィルターを作用させ、うねり成分(Waviness, W)と粗さ成分(Roughness, R)に分解し、最大高さや算術平均など、各種形状パラメータを求める方法が挙げられる。P を W と R に分解する際には、カットオフ波長を設定する必要があるが、その設定により形状パラメータの値は変化する。ここでの目的は、EP による平滑化の評価を定量的に行う事であり、凹凸波長に対するフーリエ成分の減少量により

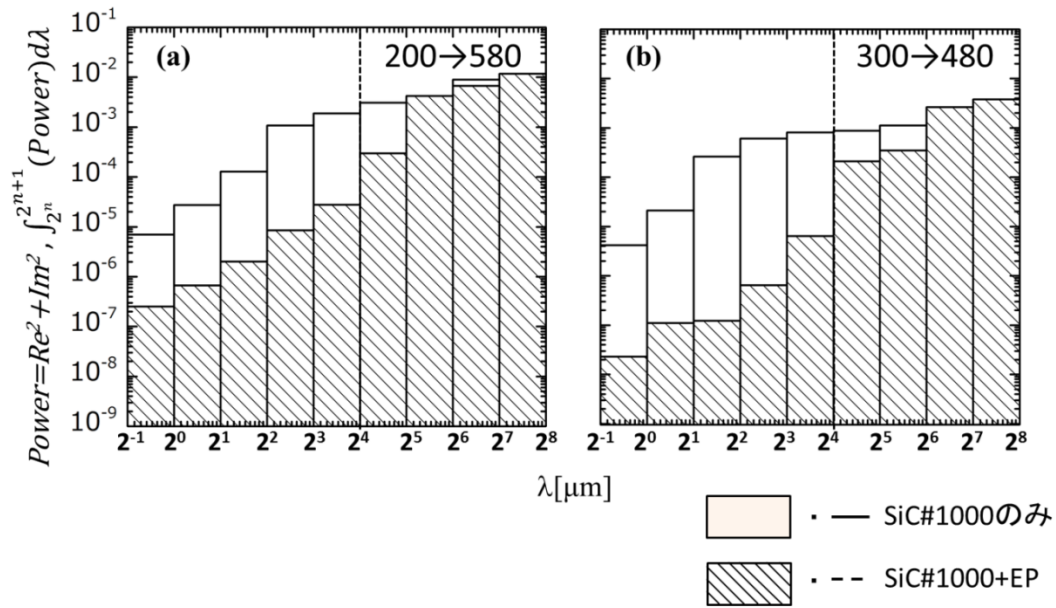


図 1. 機械研磨および電解研磨後に得られた表面形状プロファイルの FFT パワースペクトルおよび光沢度変化; (a) A1050, (b) A2017.

議論することとした。図 1 より、EP を行うことにより波長が約 $2^4 \mu\text{m}$ 以下の領域においてパワー(複素フーリエ成分の絶対値の二乗)が 2 桁程度低下する一方、これよりも長波長領域では、その減少量は低下する。すなわち、EP は波長 $2^4 \mu\text{m}$ 以下の凹凸成分の除去には効果的であり、これにより光沢度が上昇する。一方、長波長の凹凸成分の除去は困難であることがわかる。この結果より、機械研磨時に $2^4 \mu\text{m}$ よりも長波長の凹凸成分を適切に除去することで、より光沢度の高い表面が得られることを示唆している。

図 2 に A1050 を対象に、(a) EP のみ、(b) EP + PAn、(c) EP + SAn、(d) EP + PAn + SAn を行った表面の断面 FE-SEM BEI-CMP 像を示す。SAn の電解電圧は 25 V である。(d) は EP 後に PAn 次いで SAn、2 度の陽極酸化処理を行った。図 2 (a) では、Al 母相の表面に固体膜が形成される一方、金属間化合物 (InterMetallic Compound, 以後 'IMC' と表記) が表面に露出している箇所では固体膜が薄い、または固体膜が確認されない領域も存在する。EP 時には固体膜と粘性膜の生成が重要である。前者は、アルミニウム表面における酸の酸

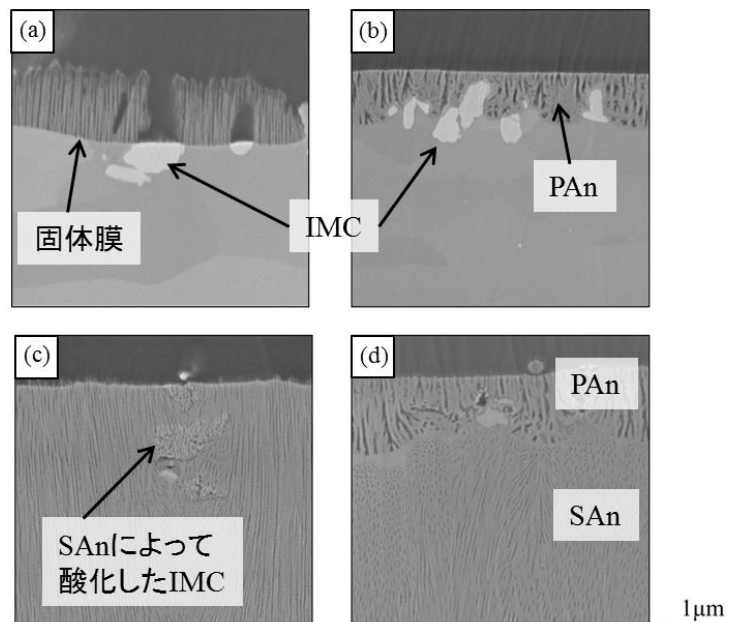


図 2. A1050 の陽極電解後の表面の断面 FE-SEM BEI-CMP; (a) EP, (b) EP+PAn, (c) EP+SAn(25V), (d) EP+PAn+SAn(25V).

化作用による酸化膜の生成および溶解現象が生じる。これらの現象の平衡関係が保たれることにより、光沢のある平滑な面が得られる。後者は被膜が溶解する際の、金属塩の溶解液中への拡散速度を緩慢にする作用があり、これにより、溶解速度の不均一が解消され、平滑な研磨面が得られる。

図2(b), (c), (d)では、固体膜が観察されず、最表面に陽極酸化膜が存在している。これより、EPの際に形成された固体膜は陽極電解時に溶解・消失すると考えられる。前述したように、固体膜はIMC上では形成し難いが、陽極酸化膜ではそのような傾向は確認されない。陽極酸化膜の形態について、使用する溶液による変化の差がみられ、PAnでは疎、SAnでは密な被膜が形成している。これに加えIMCの分解の様子にも差がみられ、PAnの際には分解せず、SAnの際に変質する様子が確認された。

図3はA1050に対しEPに次いでPAnを行い、異なる電圧でSAnを行った試料の断面FE-SEM BEIである。SAnの電解電圧は、(a) 25V、(b) 10Vである。形成する陽極酸化膜の厚さは、電解電圧の影響を大きく受けることがわかる。また、

最表面ではPAnによる疎な陽極酸化膜が形成され、その下層にSAnによる密なそれが形成される。SAnについて、(a)では一様な厚さの陽極酸化膜が形成しているのに対し、(b)では局所的に形成している。このことから、PAnにより形成される陽極酸化膜の下層に、SAnにより陽極酸化領域が形成される現象は以下の機構によるものと考えられる。

i) PAnにより形成した陽極酸化膜内部を硫酸イオンが移動し、母相まで到達するが、硫酸イオンの移動速度は均一ではなく、特定の領域において高い移動度を示す。

ii) 高易動度領域を硫酸イオンが移動し、母相に達した箇所において、SAnによる酸化被膜が形成される。その結果、PAnによる陽極酸化膜と基板との間に、SAnによる陽極酸化領域が不均一に形成される。

iii) 上記ii)で形成した陽極酸化領域が広がり連結することで、一様な厚さの陽極酸化膜が形成される。その際、硫酸イオンが浸透する箇所にIMCが存在すると、硫酸イオンとIMCの間で化学反応が起こり、IMCは酸化物に変化する。

図4は、EP、PAn次いでSAnを行った際、表面に形成される微細構造の模式図である。

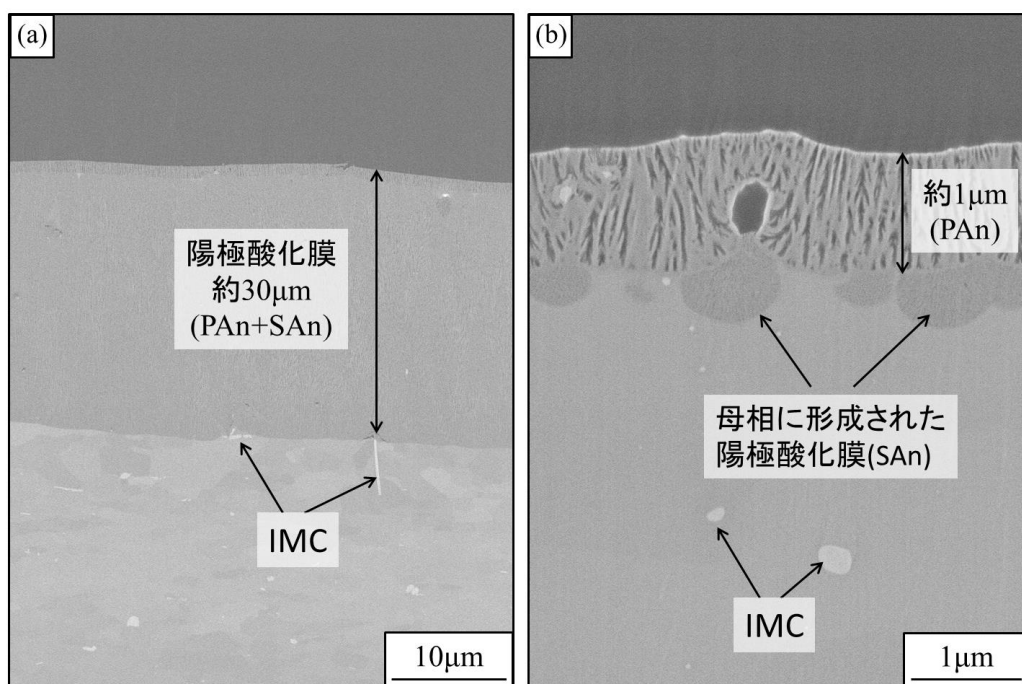


図3. SAn処理の電解電圧を変化させたA1050の陽極電解後の表面の断面FE-SEM BEI-CMP; (a) SAn 25V, (b) SAn 10V.

4 まとめ

実用アルミニウム合金に対し、硫酸・りん酸混合液による電解研磨、リン酸塩水溶液および硫酸アルミニウム水溶液を用いた陽極酸化処理を電圧により制御し、得られた表面の光沢度、表面形状、微細構造を調査した。電解研磨の効果を波長成分で整理したところ、短波長(約 $2^4 \mu\text{m}$ 以下)の凹凸成分の除去には効果的であるが、長波長成分の除去は困難であることを示した。良好な電解研磨面を得るためには、電解研磨前

に長波長成分を除去することが望ましい。陽極酸化処理について、溶液により酸化被膜の密度が異なることを示した。また、めっき処理とは異なり、処理を行った順に、表面から内部に向かって陽極酸化膜が成長することを示した。

本研究の一部は、岡山県産業廃棄物処理税に依った。

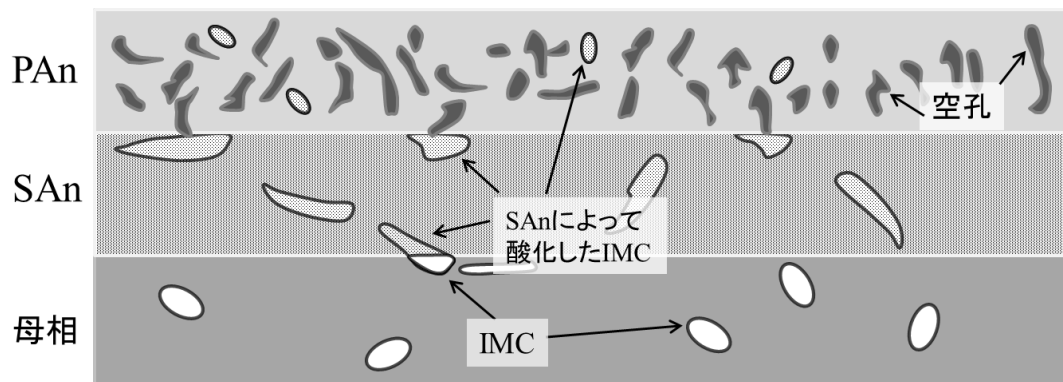


図 4. 陽極電解によって形成される表面微細構造の模式図.

微小孔が耳栓の遮音特性に与える影響について

Effect of micro orifice of an earplug on sound insulation characteristics

眞田 明・高祖 英樹¹

Akira SANADA, Hideki TAKASO

キーワード 微小孔 / 遮音特性 / 耳栓

KEY WORDS Micro orifice / Sound insulation characteristics / Earplug

1 はじめに

騒音環境下での作業時、就寝時、航空機などでの移動時において、耳に伝わる音を低減するために耳栓が広く使用されている。耳栓には、様々なタイプのものが市販されており、全周波数帯域を対象にしたもの、話し声を透過させるもの、突発音を低減するものなど音響特性に機能性を持たせたものも多く見られる。しかしながら、その実際の音響特性や遮音原理については、十分に検討されていないのが実状である。

そこで、本研究では、微小な孔を用いた耳栓について、その基本的な音の透過原理と遮音特性を実験と計算により明らかにした。以下にその内容を報告する。

2 実験

本来、耳栓は周囲の騒音の遮断を目的としているが、話し声などの必要な音は聞こえることを特徴としたものがある。微小な孔を用いた耳栓では、その孔径などを調整することで音の透過量を変化させる。図1に微小孔を有する耳栓の代表的な構造の模式図を示す。このタイプの耳栓では入射した音が特性調整用プラグに設けられた微小孔（微小オリフィス）を通過し、外耳道内に進入し、鼓膜に到達する構造となっている。孔径が異なるプラグを複数用意しておけば、必要に応じて耳栓の特性を選択可能である。

まず、実験的に微小孔の音響特性について検討した。耳栓の評価はJIS T8161に規定される被験者による方法や人工耳（イヤーマシミュレータ）による方法が用いられるが、ここでは耳栓の孔の物理的な音響特性のみを評価するため、図2に示すような単純な鉄製円筒で構成されたカプラを用いた評価を行った。カプラには、1/4インチマイクロホンを挿入し、カプラ内部の音圧を計測した。また、本研究では、耳栓構造の内、微

小孔部分のみの特性を検討するため、実際の耳栓に用いられている微小孔を有する特性調整用プラグの性能評価を行った。孔径の異なる2種類のプラグ（プラグA：孔径約0.1mm、プラグB：孔径約0.17mm）を対象とした。カプラから1mの位置にスピーカを配置し、ホワイトノイズにて音を発生した。また、参照用のマイクロホンをカプラ横に設置し、カプラ内部のマイクロホンとの音圧比を算出した。

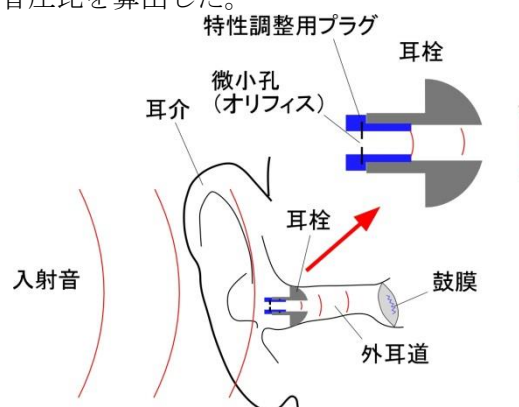


図1 微小孔を有する耳栓

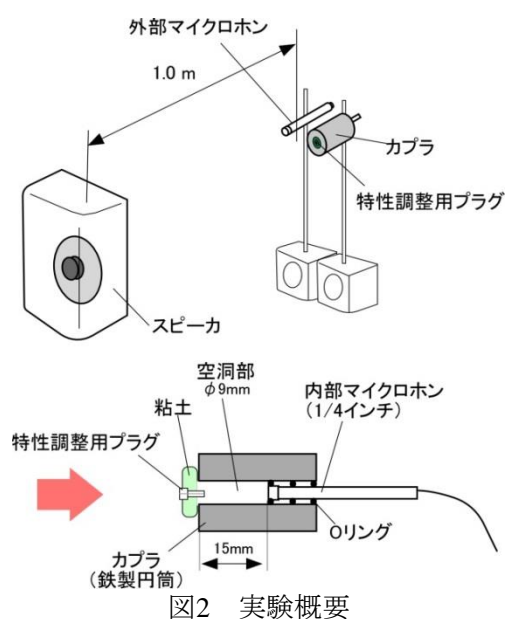


図2 実験概要

¹ エーイー・ザ・サウンドカンパニー

3 理論および実験結果との比較

音波が微小孔を透過する場合の計算モデルを図3に示す。断面Aが孔表面（耳栓表面）、断面Bが孔の背後面、断面Cが鼓膜面を表している。ここでは、耳栓内部の音波通路は無視し、孔背後は鼓膜面まで一定の断面積であると仮定する。このときの孔部分の空気の運動方程式は、次式で表すことができる。

$$s\rho l' \frac{d^2x}{dt^2} + c \frac{dx}{dt} = p_A s - p_B s \quad (1)$$

ただし、 s は孔断面積、 ρ は空気密度、 c は孔部分の粘性抵抗、 p_A および p_B は、図2中の断面Aおよび断面Bにおける音圧である。また、 l' は、

$$l' = l + \delta_e + \delta_i \quad (2)$$

であり、 δ_e 、 δ_i は、それぞれ外部および空洞部の管端補正值を表し、次式である。

$$\delta_e = \frac{8}{3\pi} a, \quad (3)$$

$$\delta_i = 0.48\sqrt{s} \left(1 - 1.25 \frac{a}{r} \right) \quad (4)$$

鼓膜面の振動が外耳道の音に影響を与えないと仮定して、外耳道内の音場を求め、B面での体積速度の連続性を考慮し、式(1)の運動方程式を解くと、入射音圧に対する鼓膜面での音圧の比を次式で表すことができる。これを耳栓での遮音性能と定義する。

$$R[\text{dB}] = 10 \log_{10} \left| \frac{S}{s} \frac{j \sin kL}{Z_0} \left(\rho l' j \omega + \frac{c}{s} + \frac{s}{S} \frac{\cos kL}{j \sin kL} Z_0 \right) \right| \quad (5)$$

ただし、 S は外耳道部分の断面積、 k は波数、 j は虚数単位、 Z_0 は空気の特性インピーダンスを表す。

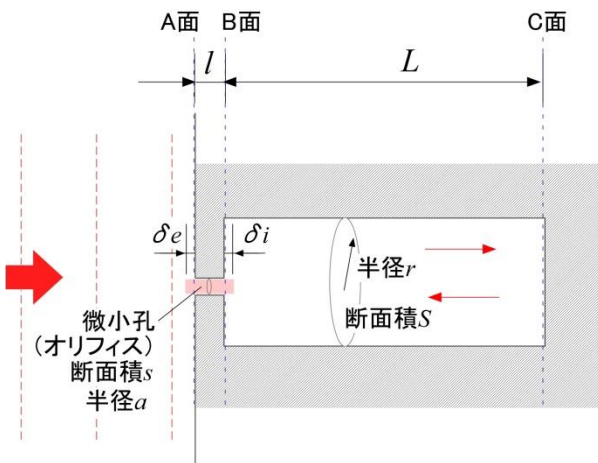


図3 計算モデル

図4に実験結果および計算結果を示す。なお、計算に用いた粘性抵抗値は、流れ抵抗測定器（Mecanum社、SIG2011）を用いて、各プラグの流れ抵抗を実測した値から求めた。実験結果及び計測結果は、10kHz以下の帯域において、どちらの孔径のプラグに対してもよく一致しており、理論的に求めた式が妥当であることが確認できた。また、微小孔を用いた耳栓は、高周波数になるほど損失が大きく、高い音に有効であることが分かった。また、その損失は、孔径が小さいほど、孔の粘性抵抗値が大きいほど大きくなり、周波数に対する増加率は、損失が10dB以上の範囲ではほぼ同一であることが分かった。なお、10kHzより高い周波数は、実験と計算結果が一致していないが、これはプラグを固定した粘土を透過する音などが影響したものと考えられる。

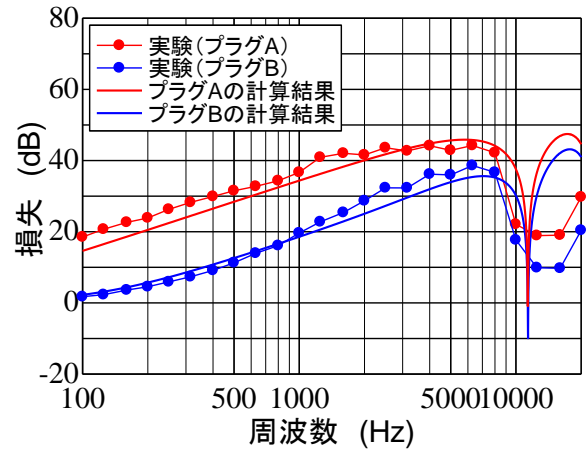


図4 実験結果および計算結果

4 まとめ

微小な孔を用いた耳栓について、その基本的な音響特性および遮音原理を計算および実験により明らかにした。微小孔を用いることで、低周波数では音を透過し、高い周波数で音を減衰させる特性を持たせることができる。また、遮音性能の大きさは、孔部分の粘性抵抗値や孔径により大きく変化することが分かった。導出した理論式を用いることで、10kHz以下の領域では所望の特性となるように孔径などを設計することができるようになった。今後は、他のタイプの耳栓構造についても、遮音原理などについて検討していく予定である。

参考文献

- 1) U. Ingard, J. Acoust. Soc. Am. 25(6),1037 (1953)

モーメント印加装置における並進力キャリブレーション

f

Calibration of Force Measured by Developed Moment Excitation Device

辻 善夫・眞田 明

Yoshio TSUJI and Akira SANADA

キーワード 実験モード解析／モーメント加振／回転自由度

KEY WORDS Experimental Modal Analysis / Moment Excitation / Rotational Degree of Freedom

1 はじめに

近年、機器の小型、軽量化が急速に進み、機器は振動しやすくなっている。これにともない設計試作段階において、機器の振動伝達特性を把握し、振動対策を施す重要性が高まっている。しかし、複雑な機器では、振動伝達特性を有限要素法によって精度良く予測することは困難である。

そのため、振動予測精度の向上を目的として、機器を構成する構造物の振動伝達特性（いわゆる周波数応答関数）の測定に関する研究が行われている。これらの研究の中で、並進力とモーメントをそれぞれ印加した場合の周波数伝達関数を正確に測定する手法が望まれている。この要求を満足する手法として、例えば構造物にT型治具を接続し、治具をハンマで加振する方法が試みられている¹⁾。しかし、この方法は治具の質量が構造物に付加され、構造物の振動特性が変化するため、測定結果の補正処理が必要となる問題点がある。

そこで、我々は、構造物に吸着させたモーメント印加装置を捻った後、吸着力を急激に低減させて構造物を解放することにより、付加質量の影響なく並進力とモーメントを同時に印加できる簡便な手法を考案した²⁾。

しかし、本手法を用いて構造物の周波数伝達関数を測定したところ、測定結果の信頼性に課題があった。その原因の一つとして、本装置の実際の使用環境と異なり、静的荷重を装置に加えてキャリブレーションを行った事が考えられる。このため、これまでに、まず、動特性を考慮したモーメントのキャリブレーションを行った結果、信頼性のある印加モーメントの測定周波数帯域は 100 Hz までであった。

本研究では、動特性を考慮した並進力のキャリブレーションを行うことにより、更なる測定値の信頼性向上を図る。

2 キャリブレーション手法

印加モーメントのキャリブレーション時と同様に、質量が既知である剛体を加振し、その剛体の運動の測定値から逆算した印加並進力と、モーメント印加装置によって測定した並進力を比較することにより、本装置のキャリブレーションを行った。

剛体には、図 1 に示すような錘 (S45C、一辺の長さ 0.05 m の立方体、固定用フックと加速度センサを含めた重さ $m=1.06$ kg) を用いた。この錘上面の四隅にフックを取り付け、ゴムバンドを用いて天板から吊した。錘の上面に、1 軸加速度センサを取り付けた。

並進力を印加するに当たり、まずフレームに固定した装置の吸着力を発生させた。次に、錘を徒手で下方に引き下ろし、錘の底面を装置に吸着させた。その後、印加装置の電磁石を消磁し、吸着力を急減させることで、錘にステップ状並進力を印加した。錘はゴムバンドの復元力により振動後、基準状態で静止した。

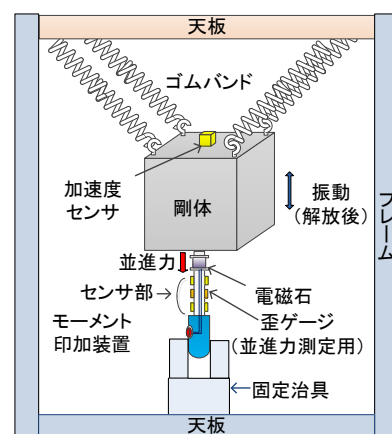


図 1 キャリブレーション実験環境

この際の錘の加速度 $a(t)$ を加速度センサにより計測する。印加並進力を $F(t)$ 、ゴムバンドによる復元力を無視すると、錘の運動方程式は式 (1) となる。

$$F(t) = ma(t) \quad (1)$$

式(1)をフーリエ変換して得られる式(2)の左辺はアクセランス周波数応答関数の逆数、つまり動質量となる。

$$\frac{F(\omega)}{A(\omega)} = m \quad (2)$$

よって、実験により得た周波数応答関数の逆数が錘の質量に等しくなるように、モーメント印加装置のセンサ感度を調整することで、キャリブレーションを行うことができる。

錘の引き下げ距離が長い場合にはバネの復元力が大きくなり、錘を解放した際に激しく振動して系の非線形性が現れる。また、電磁石の印加電流が大きい場合、消磁後も錘が磁石のように振る舞う残留磁化の程度が大きく、吸着力を発生する。この吸着力が錘の復元力よりも大きい場合、消磁後も錘が解放されない。これらの現象を避けるため、電磁石に印加する電流を小さくしたうえで、錘の引き下げ距離を短くした。

3 実験結果

図2に、ある試行時における印加並進力と錘の加速度をフーリエ変換した結果を示す。図2(a)において、印加並進力は80 Hz程度まで右下がりの直線状のスペクトルとなり、錘にステップ状の並進力を印加したことが確認できる。図2(b)において、加速度スペクトルの2.5 Hz付近にピークがみられるが、これは錘を吊ったゴムバンドの共振の影響と考えられる。

図3の黒実線に、9試行の加振データから最小二乗法によって算出した調整後の動質量と周波数の関係を示す。図中の赤い一点鎖線は、式(2)右辺から求めた理論値を示す。青い破線は2変数（ここでは並進力と加速度）の因果関係の強さを示すコヒーレンス（0～1の値をとり、1に近いほど因果関係が強い）である。実験値は15 Hz～50 Hzの周波数帯域でほぼ平坦となり、コヒーレンスも1に近い値を示した。このことから、動質量が平坦となる周波数帯域の測定値を用いてキャリブレーションを行うことで、この周波数帯域において信頼性の高い並進力の測定が可能となった。

また、この周波数帯域の広帯域化を行うためには、電磁石とセンサ部の結合部の高剛性化、電磁石の軽量化等によって、モーメント印加装置の固有振動数を増大する必要がある。

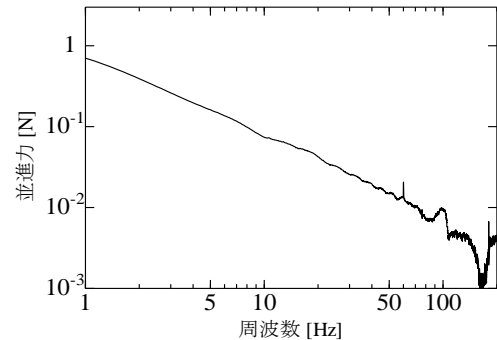
4 まとめ

モーメント印加装置の測定信頼性を向上させるため、物理特性が既知の剛体を本印加装置で加振し、動特性を考慮して並進力計測値のキャリブレ

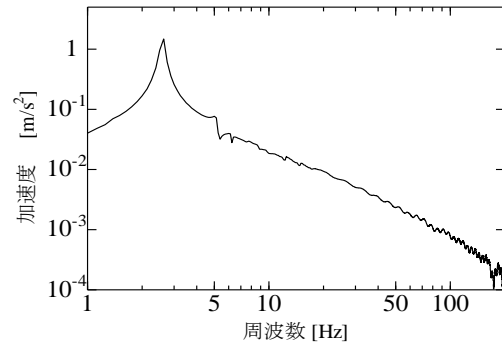
ーションを行った。今後、これまでに行った本装置のモーメントのキャリブレーション結果と組み合わせて構造物の振動特性測定を行う事で、本装置による回転自由度を考慮した周波数伝達関数の計測信頼性の向上を目指す予定である。

参考文献

- 1) 細矢直基, 吉村卓也: “構造物の回転自由度に関する周波数応答関数の推定(自己FRF推定法の提案と基礎的検討)”, 機論, 67-657, C (2001), 1470-1477
- 2) 辻善夫, 眞田明: ”吸着型モーメント印加装置の性能向上に関する研究”, Dynamics and Design Conference 2010
- 2) 辻善夫, 眞田明: ”モーメント印加装置のキャリブレーション”, 岡山県工業技術センター報告第41号, 22 (2015)



(a)並進力



(b)加速度

図2 周波数スペクトル

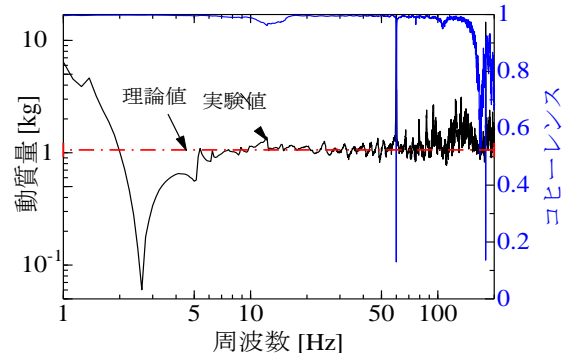


図3 動質量とコヒーレンス

水平加熱面上の自然対流熱伝達に 発熱二重円管が及ぼす影響

Effect of Heated ducts on Natural Convection Heat Transfer from Horizontal Heated Surface

下山 力生・堀部 明彦*・春木 直人*

Rikio SHIMOYAMA, Akihiko HORIBE and Naoto HARUKI

キーワード 自然対流熱伝達 / 水平発熱面 / 発熱二重円管

KEY WORDS Natural Convection Heat Transfer / Horizontal Heated Surface / Heated Annular Duct

1 はじめに

電子機器では、小型化および高性能化に伴い発熱密度が急速に増大していることから、高効率な冷却手法の開発が盛んに行われている。その中でも、無騒音で動力を必要としない自然空冷の高効率化が注目されている。しかし、排気が容易な鉛直面と比べて、水平な発熱面の放熱促進に向けた資料は十分に得られていない。

そこで、本研究では煙突効果を水平発熱面の冷却に適用するための基礎研究として、発熱二重円管を鉛直方向に配置する影響について実験的に検討する。本報告では水平発熱面と発熱二重円管の間隔(以下、間隔と略す)が及ぼす影響について述べるとともに、単一の発熱円管との違いについて比較検討する。

2 実験装置および方法

外気が流入しない閉空間内に図1の実験装置を設置し、評価を行った。水平発熱面は、直径 $d=155$ mm の銅箔ヒータを用い、 720 W/m^2 で等熱流束加熱した。発熱二重円管はアルミパイプ(高さ $H=50$ mm、外筒内径 $D_o=155$ mm、内筒内径 $D_i=84$ mm) をステンレス箔ヒータで加熱し、ワイヤで吊した。内外筒に印加する電力は各発熱面からの放射および外筒外面からの熱損失を考慮し、各発熱面の対流熱流束を 110 W/m^2 に調整した。間隔は $h=3\sim 20$ mm で変化させた。水平発熱面の局所温度 T_r は発熱面中心から半径方向への距離を r とし、所定の位置で測定した。周囲空気温度 T_∞ は閉空間内で、十分に離れた水平発熱面と同程度の高さの温度とした。いずれの温度においても、30 s 間隔で1時間以上平均した値で評価した。そのため、周囲空気温度 T_∞ は外気温度に伴って変化するが、熱伝達の評価に用いる各測定点との温度差が一定になることを確認している。

空気流れの可視化は、2D-PIV システムにて測定した。可視化測定に用いる発熱二重円管は、可視

* 岡山大学大学院

化の妨げになるアルミパイプおよび断熱材の一部を切り欠き、アルミパイプの外側に沿って透明フィルムヒータを巻き付けて加熱する構造とした。測定はトレーサ粒子を仕切られた空間内に充満させ、熱的平衡状態に到達した後に開始した。

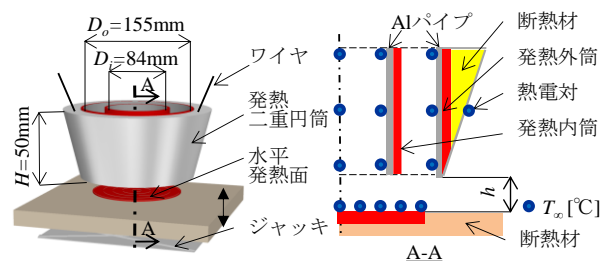


図1 実験装置

3 結果および考察

3.1 流動特性

図2(a)および(b)に間隔 h が 20 mm および 3 mm の平均速度ベクトル分布を示す。図2(a)では発熱二重円管から誘引された空気は水平発熱面に沿って流れ、内筒内部および内外筒間を上昇して排出された。一方、図2(b)では内筒内部および内外筒間に逆流が生成された。誘引空気流量の減少とともに上昇流が内外筒のそれぞれの内側に引き寄せられ、各空間の圧力が低下したためと考える。瞬時の速度ベクトル分布を観察すると、内外筒間では図2(b)と概ね同様な流れで時間的な変動は小さい。しかし、内筒内部では時間経過とともに逆流の相互干渉、水平発熱面に衝突する逆流および内筒内面に沿った上昇流が不規則に見られた。

図2以外の条件において、間隔 h が 10 mm の場合には内外筒間だけに逆流が生成された。また、間隔 h を 5 mm まで減少させると、内外筒間だけでなく、一時的に内筒内部にも逆流が生じた。よって、逆流は間隔 h の減少に伴って、内外筒間、内筒内部の順に生成・発達することが分かった。

3.2 熱伝達特性

局所熱伝達率 α_r は、次式から算出した。

$$\alpha_r = q_b / (T_r - T_\infty) \quad (1)$$

ここで、水平発熱面の対流熱流束 q_b は、印加した熱量から断熱材への熱損失および解析的に算出した放射伝熱量を差し引いて求めた。図3に局所熱伝達率 α_r と中心からの距離 r の関係をそれぞれの間隔 h について示す。逆流が生じない場合には、局所熱伝達率 α_r は水平発熱面の端部で最大値を示し、中心からの距離 r の低下に伴い減少した。水平発熱面近傍を流れる空気温度が中心方向に近づくに伴って上昇したためと考える。一方で、中心付近では増大した。端部からの流入空気が中心付近で衝突合流することが要因と考える。内外筒間だけに逆流が生じる流動パターンにおいて、局所熱伝達率 α_r は内筒内部だけでなく、内外筒間においても逆流が生じない場合と同傾向を示した。内外筒間では逆流よりも温度が低い端部からの流入空気の影響が支配的であることが分かった。全領域に逆流が生成する結果において、内筒内部では局所熱伝達率 α_r は逆流なしの場合よりも増大した。よって、内筒内部に生じる逆流は、中心付近で流入空気が衝突合流する効果よりも熱伝達促進に寄与することが明らかになった。

円筒構造の違いが熱伝達特性に及ぼす影響について検討する。図4に水平発熱面の平均熱伝達率 α_m と間隔 h の関係を示す。図中には二重円筒とともに対流伝熱量が二重円筒の全対流伝熱量と同程

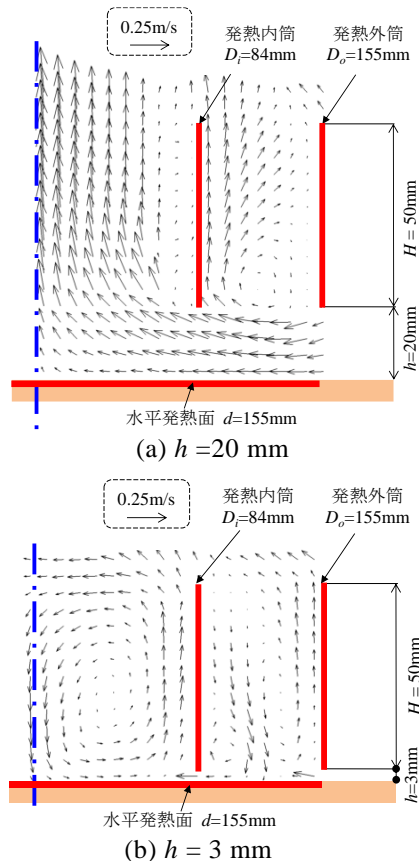


図2 速度ベクトル分布

度な単一円筒の結果を示した。二重円筒の平均熱伝達率 α_m は単一円筒と同様に、間隔 h の減少に伴って概ね増大した。この原因は、水平発熱面近傍の空気流速が間隔 h の低下とともに増加するためと考える。内筒内部で逆流が生じない条件では平均熱伝達率 α_m は単一円筒と比べて高い値を示し、間隔 h の増加とともにその差は顕著になった。これは内筒の設置によって、伝熱面積が増大して誘引空気量が増加するとともに、外気が水平発熱面近傍を中心付近まで誘引されるためと考える。全領域に逆流が生じる場合には単一円筒と比べて大きな差は見られなかった。これは、二重構造にすることで水平発熱面に衝突する空気温度が上昇する影響と円筒内部の空気流速が増大する効果が同程度になったことが考えられる。

4 まとめ

発熱二重円筒を設置した水平発熱面の自然対流熱伝達は各発熱体の間隔の減少に伴って増大すること、および発熱円筒を二重構造にすることで、熱伝達は促進されることが明らかになった。今後、他の因子の影響についても検討し、流動状態が判別できる条件および熱伝達特性を整理する。

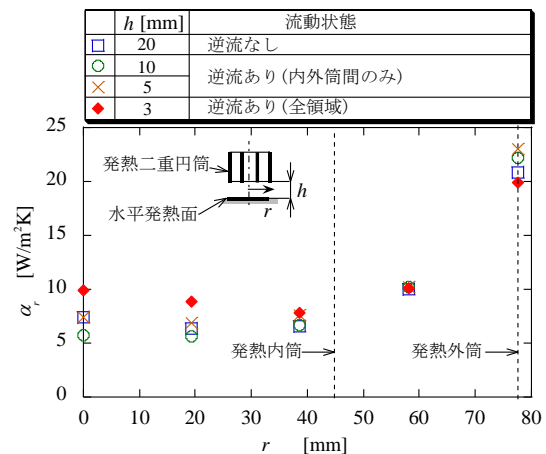


図3 局所熱伝達特性

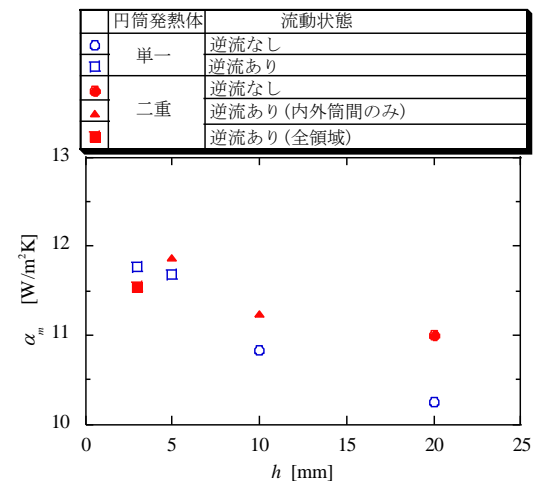


図4 単一円筒との比較

テキストマイニング活用のための特許情報変換プログラム

Patent information conversion program to use Text mining

山田 充・上野 寛

Mitsuru YAMADA, Satoru UENO

キーワード 特許情報 / テキストマイニング / データ変換

KEY WORDS Patent information / Text mining / Data conversion

1 はじめに

ビッグデータ時代を背景に、特許庁は平成27年3月23日より、意匠及び商標を含む特許情報を手軽に提供するため、検索機能、ユーザインターフェイス、ダウンロード機能を充実させた新しいサービスとして、「特許情報プラットフォーム (J-PlatPat) ¹⁾」(以降 J-PlatPat)を開始した。

今回は、特許情報を企業の競争力強化に利用するために、そのサービスを利用して得られる特許情報にテキストマイニング技術を適用するための変換プログラムを試作し、サンプル事例により機能を検証したので報告する。

2 特許情報の活用方法

Web上に公開されている特許情報をテキストマイニングで分析し利用する場合、図1の手順となる。まずデータ収集として、

- ①収集内容の決定
- ②検索機能を利用した情報収集
- ③ダウンロード

次に分析の前処理として、

- ④必要な部分の抽出
- ⑤テキストマイニング用データへの変換

最後に

- ⑥テキストマイニングによる分析
- ⑦図表による結果の可視化

となる。今回は、データ収集には市販プログラム「DIP-J Classic 2015 Type300」²⁾(以降、DIP-J Classic)、分析にはフリーソフトの「KH-Coder」³⁾を使用し、

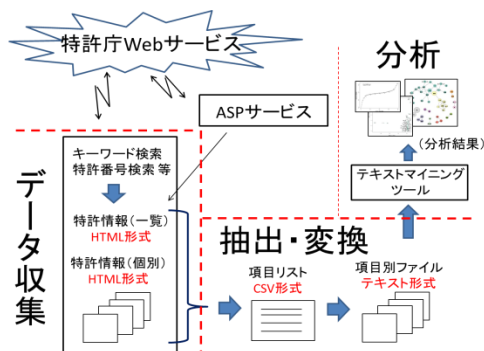


図1：特許情報の利用

その間を繋ぐための抽出・変換処理を試作プログラムで実現し、テキストマイニングによる特許

情報の分析を可能にした。

DIP-J ClassicはDJSOFT社が提供する専用ソフトウェアで、連続で最大300件の特許情報を一度にダウンロードすることができる。検索機能もあり、J-PlatPatが用意する検索機能と併用することで、効果的なデータ収集ができる。また、KH-Coderは、立命館大学の樋口耕一氏が開発したテキストマイニングのためのフリーソフトで、クラスター分析や多次元尺度構成法、自己組織化マップ、共起ネットワークなど各種の多変量解析が可能である。入力はテキスト形式、出力は図(画像データ)と表(CSV形式)であり、結果データの2次利用にも適している。

この2つのソフトウェアを効率的に利用するために、DIP-J Classicの出力データから任意のキーワードや項目内容などを検索キーにして、必要な情報だけを抽出し、KH-Coderに入力可能な形式に変換するプログラムを作成した。

3 変換プログラム

プログラムの作成には、前述の2つのソフトウェアとの親和性の良さを考慮し、オープンソース・フリーソフトウェアで統計解析向けのプログラミング言語である「R言語」⁴⁾⁵⁾を採用した。

3.1 項目によるデータの抽出

DIP-J Classicで自動収集された特許情報データの構造を図2(a)に例示する。J-PlatPatから入手できる特許情報は、その1件ごとに、例えば「公報種別」や「発明の名称」、「発明者」、「要約」など、項目別に内容が整理され記述されている。そこで、集められた特許がどのような特徴や傾向を持つかを分析するため、その特許情報に対して、項目ごとにデータを並べ替え、その中からキーワードを抽出する横断的(「串刺し」的)な集計をし、ファイル単位に整理した。ただし「要約」については、さらに深い分析を行うため、全文を取り纏めた。

3.2 データ変換

KH-Coderに渡すデータ構造を図2(b)に示す。全ての項目について、内容を列挙した「全項目.CSV」ファイルと絞り込みのキーとした任意の項目別(「要約」を除く)の集計結果をCSV形式に変換し、「要約」については特許ごとにテキスト形式でファイル化して独立させた。KH-CoderではHTMLの

<H1>～<H5>タグが利用できるので、テキスト形式ファイル中での整理に利用している。

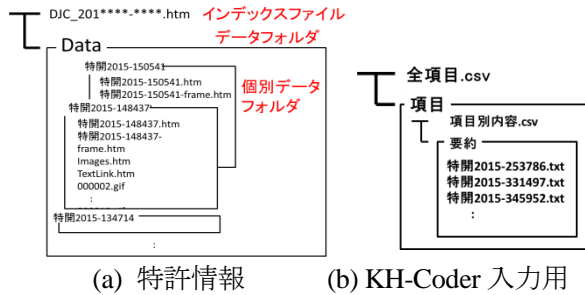


図2：データ構造

4 事例による検証実験

4.1 分析課題の設定

試作プログラムの機能を検証するために、次のような課題を設定した。

(分析対象とする特許情報)

「セラミックス接合」(Fターム4G026)に関して2004年以降に出願数の増加が認められる国内上位2社の特許のうち、各特許情報の「要約」と「請求項」の類似度が高い2つのクラスターについて、それらに分類された特許22件が対象。

(課題)

それぞれのクラスターに分類された特許情報が示す技術内容が「どの技術分野」について「発明が解決しようとする課題は何か」を、各クラスターの特徴としてまとめて要約すること。

4.2 分析・可視化

対象とした特許情報22件について、「技術分野」、「発明が解決しようとする課題」の項目に出現する語句に着目し、テキストマイニングにより特許内容の特徴を可視化するため、対応分析グラフおよび自己組織化マップ、共起ネットワークを作成した。図3に共起ネットワークを示す。

4.3 分析結果

可視化した図表を参照することで、それぞれのクラスターに属する特許情報の特徴をまとめることができ、次のように要約できた。

(三菱マテリアルの特許)

「大電流、高電圧を制御するパワー半導体装置に係る発明であって、金属板とセラミックス基板が確実に接合され、熱サイクル信頼性が高く、安価で、ヒートシンク付きパワーモジュール用基板及びこれを備えたパワーモジュールの製造方法を目的とした発明である。」

(イビデンの特許)

「排ガス処理用触媒担体に用いるハニカム構造体に係る発明であって、高比表面積のアルミナ等の担体に触媒成分を高分散、熱エージングに強く、熱衝撃や振動に対する強度も高いハニカム構造体の作製を目的とした発明である。」

この要約内容の確からしさを検証するため、全対象特許の全文を読み、全ての内容を目視で確認

したところ、「技術分野」および「解決しようとする課題」に関して、本手法で導かれた内容と類似しており、妥当であったことが確認できた。

以上、公開された特許情報を有効利用するための分析手法について、テキストマイニングを活用する一連の手順での分析手法の妥当性および抽出・変換の試作プログラムの動作が検証できた。

5 おわりに

今回、公開されている特許情報を企業の競争力強化に有効利用するための特許分析手法として、テキストマイニングを活用する手法を提案し、市販ソフトウェアおよびフリーソフトウェアと組み合わせ、データを抽出・変換するプログラムを作成することで、対象とする特許情報の全文を目視することなく、その内容の分析・可視化を実現した。ただし、この手法で特許情報を活用するには、対象とする特許の絞り込み検索や着目する項目の抽出方法、テキストマイニングを活用した可視化表現の種類や統計的手法の活用など、多くのノウハウが必要になる。

今後は、本提案手法にさらに必要になるプログラムの作成・改良に加えて、様々な事例へ適用することによってノウハウを蓄積することも必要であると考えている。

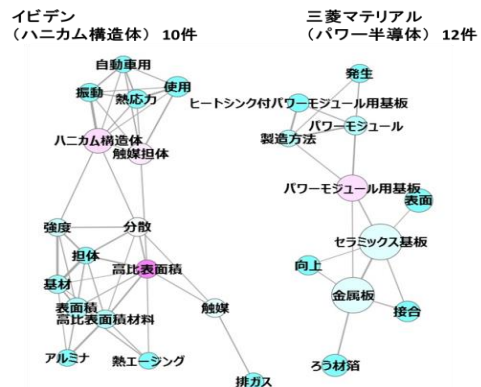


図3：分析結果の可視化(共起ネットワーク)

参考文献・URL：

- 1) <https://www.j-platpat.inpit.go.jp/>
- 2) <http://www.djsoft.co.jp/products/djc.html>
- 3) <http://khc.sourceforge.net/>
- 4) 石田基広,Rによるテキストマイニング入門, 森北出版,(2008)p.45
- 5) 高橋知己,プログラミング R 基礎からグラフィックスまで,オーム社,(2008)p.67
- 6) <https://patent-i.com/ja/index/>

小型ワンボード・マイコン用

GUI 制御ライブラリの開発

Development of GUI control library for small one-board microcomputer

三輪 昭生

Akio MIWA

キーワード ラズベリーパイ / ジャバ / プロセッシング
KEY WORDS Raspberry Pi / Java / Processing

1 はじめに

近年、小型低消費電力マイコンボードが安価に入手できるようになった。その中でもOSS(Open-source software)をベースとして開発されたマイコンボードRaspberry Pi[1]が注目を集めている。安価で入手し易く、多くの技術情報が公開されているので、組込み分野でもこれを活用しようとする動きが活発である。

しかしながら、このRaspberry Piでの制御プログラム開発には、従来のUnixのシステム開発と同等の知識と技術が要求され、特にGUI(Graphical User Interface)を含む開発は難しい。

そこで、Processing[2]という初心者向けに作られたJava[3]ベースの統合開発環境から利用可能なGUIとハードウェアの制御ライブラリを開発した。

2 システムの開発

2.1 ハードウェア

今回の開発では、Raspberry Piシリーズ中の上位機種で図1のモデルを使用した。そのスペックを表1に示す。

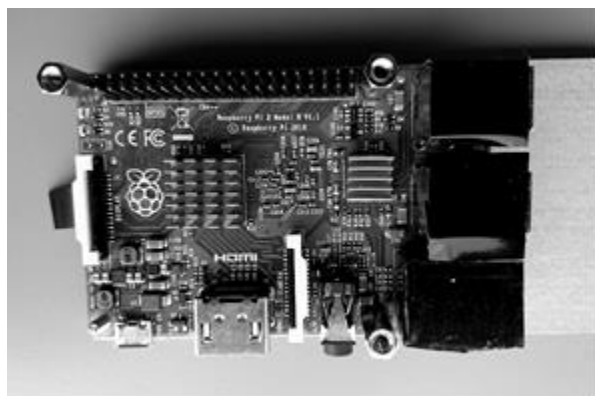


図 1: Raspberry2 Model B V1.1 2014

外部との入出力には、図2に示すSeedStudio社

のGroveシステムのセンサーやデバイスを使用した。これらは、4線で統一された規格になっており、必要に応じて自由に付け替えることが可能である。

表 1: Raspberry 2 のスペック

Raspberry 2 Model B	
CPU	ARM Cortex-A7 4 コア
クロック	900-1000MHz
処理性能	1186 MIPS /1core at 1.0 GHz
メモリ	1GB
USB 2.0	4 ポート
ネットワーク(RJ45)	1 ポート

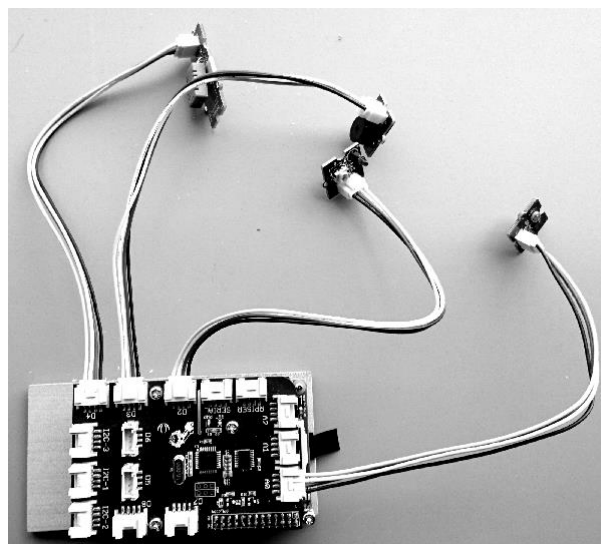


図 2: Groveシステム

(ア)開発に使用したソフトウェア

今回は、以下のOSを使用し、Java言語で開発を行った。

基本OS RASPBIAN JESSIE Kernel version:4.1

開発言語 java version "1.8.0"

開発環境 Processing 3.0.1

拡張ライブラリ Pi4j 1.0

Javaから、RaspberryPiのハードウェアを制御するためのライブラリ

2.3 開発したライブラリ

今回、このRaspberry Pi上でのシステム開発を支援するために、JavaのSwingをベースとしたGUIライブラリとハードウェアを制御するためにPi4J[4]を使って入出力ライブラリを作成した。

これらを拡張ライブラリとしてProcessing3.0に組み込み、Raspberry Piのアプリケーションを開発できる環境を構築した。その構成を図3に示す。

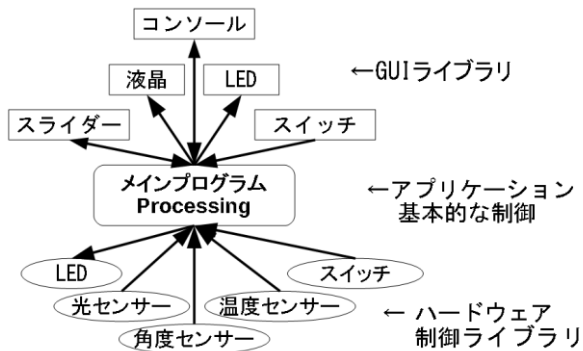


図 3: ライブラリ構成

この図の矢印は、制御命令や信号の向きを表現しており、内側への矢印は入力、外側への矢印は出力、双方向の矢印は入出力である。これらは自由に組み合わせることができ、様々なシステムの構築が可能となる。

3 開発したシステムの評価

今回作成したライブラリを用い、Processing上で以下の評価用プログラムを作成した。

1. GUI スイッチのオン、オフの状態変化に連動して、外部緑色 LED の点灯と消灯を行う。(図 4)
2. 外部の照度センサーと温度センサーの値を読み込み、それを GUI 液晶に表示する。また、その値の変化をスライダーに連動させる。(図 5)
3. 照度、角度、温度センサーの値を読み込み、リアルタイムで GUI コンソールに表示する。また、これら 3 つのセンサーの中から任意の 1 つを GUI ボタンを使って選択し、その値を GUI 7 セグ表示器に表示することができる。(図 6)

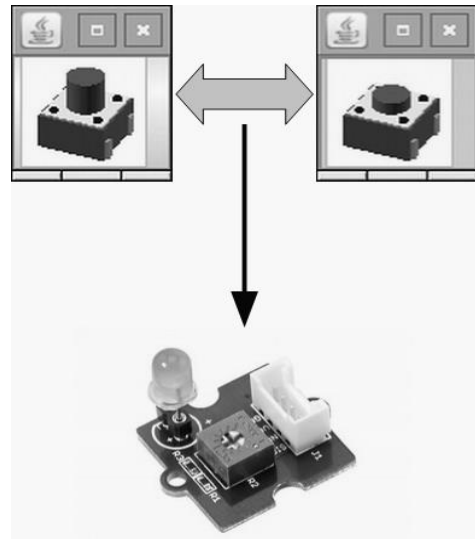


図 4: GUI スイッチから入力で LED を点灯

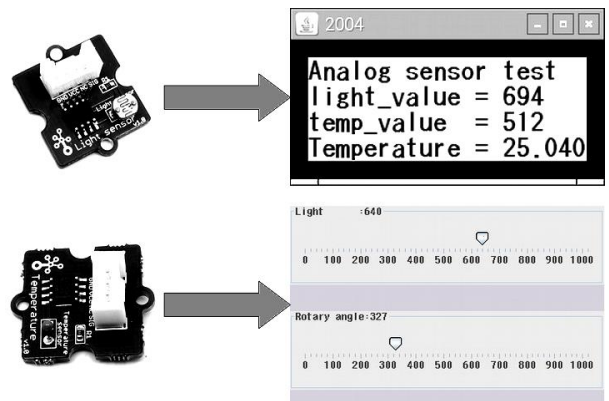


図 5: センサーの出力を GUI コンソールに表示

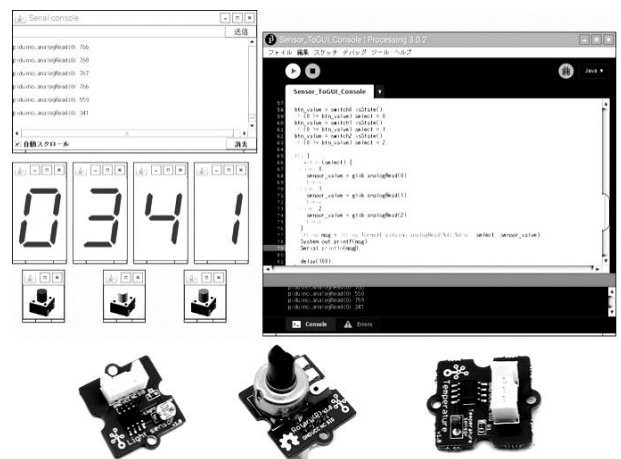


図 6: センサーからの入力のGUI表示と切替え

いずれも、使用するライブラリの初期化後、制御ループに外部入力の取り込みとデータ処理した結果を出力するコードを追記するだけで、比較的短時間でGUIを含むプログラムを構築することができた。

4 まとめ

今回、Processing(Java)を使用して、Raspberry Piのデバイスを直接コントロールするライブラリと、その操作や表示に必要なGUIライブラリの作成し、それらを用いてテストプログラムを作成した。これらのGUIを含むテストプログラムは、簡易な記述で、比較的短時間に開発ができた。

また、今回、作成したテストプログラムは、センサーからの情報の変化をリアルタイムで表示できるので、計測分野等への応用が可能である。

現在はアクセスできるハードウェアデバイスが限られているが、アクセス対象のデバイスの情報とファイル名の設定により、ライブラリの追加が可能なので、対応できるデバイスの数を増やしていきたい。

参考文献

- 1) Raspberry pi <https://www.raspberrypi.org/>
- 2) Processing <https://processing.org/>
- 3) Java <http://www.oracle.com/technetwork/java/index.html>
- 4) Pi4J <http://pi4j.com/>

電磁シールド評価における効率的な 電磁界シミュレーション設定方法

Effective Settings of Electromagnetic Simulator for the Calculation of Electromagnetic Shielding

渡邊 哲史

Tetsushi WATANABE

キーワード 電磁両立性／電磁シールド／電磁界シミュレーション／抵抗膜
KEY Electromagnetic compatibility (EMC)／Electromagnetic shielding
WORDS Electromagnetic field simulation /Resistive plate

1 はじめに

東北大震災以降、省エネルギーについての機運が高まり、大電力機器におけるインバーターの利用が広がっている。このインバーター機器は、原理的に比較的低い周波数のノイズを発生する機器であり、そのノイズ対策の一つとしてシールド技術の必要性が増している。

シールド技術については、材料の性能のみならず、どのような構造で利用するかについての技術が重要である。この技術開発にあたっては、試行錯誤的な試作・測定では非効率であるため、電磁界シミュレーションと組み合わせることにより、効率的な開発が期待されている。

2 目的

従来、無線通信等の高い周波数でのシールドにおいては、シールド材料は理想的な金属として扱えばよかったが、低い周波数においては、シールド材料そのものの性能を考慮して検討する必要がある。この要素を含んだ検討は従来あまり行われてこなかったため、この点についての基礎的な検討が必要である。

今回は、平成27年度導入した3次元電磁界シミュレーションシステムの性能を把握するため、理論的に計算可能な基礎的な問題に対して、正確性および効率的な計算を行うための設定方法について検討した。

3 評価法

今回検討に用いたものは、図1に示す1次元モデルである。解析空間の外縁部はx軸方向が吸収境界、y軸方向が電気壁、z軸方向が磁気壁となっている。これは、yz方向に対して無限に広がる空間にx軸方向に電磁波が伝搬する状態

と等価である。この空間内で左端P1より電磁波を発生させ、右端P2に到達する電磁波を観測する。空間の中央yz面に厚さ d [mm]の導電材料を配置し、導電材料のシールド効果としてP1で発生させた電力 p_1 とP2で観測された電力 p_2 の比 p_2/p_1 をシールド効果(SE)とした。

今回の電磁界シミュレーションにはCST社のMicrowave Studio 2015を使用した。この解析ソフトウェアは有限積分法およびTLM法を用いた時間領域シミュレーションと有限要素法を用いた時間領域シミュレーションが可能である。各手法での検討を行ったが、本報告では有限積分法を用いた時間領域シミュレーションの結果についてのみ示す。計算に使用したPCはCPUがXEON E5-2660v3(2.6GHz 10コア)×2個のものである。

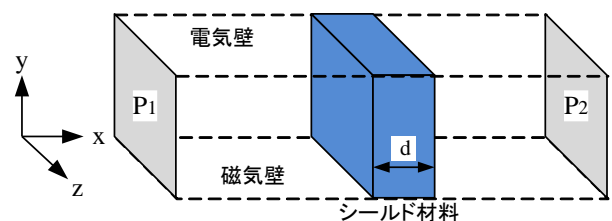


図1 解析対象モデル

4 評価結果および解析設定方法の最適化

4.1 理論的シールド効果

今回議論する中心となる比較的低い周波数では、導電材料の厚さ d は波長 λ に比して遥かに小さなものとなる。このため、抵抗膜近似が成り立ち、

$$SE = 20 \log \left| \frac{2 + Z_0 \sigma d}{2} \right| \quad [\text{dB}] \quad (1)$$

と近似される[1]。ただし、 Z_0 は空間のインピー

ダンス(377[Ω]), σ は導電率, d は導体厚みを表す。
 今回の解析対象の1例として、 $\sigma = 100$ [S/m], $d = 1$ [mm]の場合、シールド効果 SE は 26.0[dB]と計算される。

4.2 電磁界シミュレーション結果

図1の解析モデルに対して、下記の表1の条件でシールド効果を計算した(図2)。最下段は導電材料を入れない場合の比較用の計算条件である。式(1)より、SE は周波数に依存せず、 σ と d の積によって決定される。このため、 σd の値が一致するように組み合わせを決定した。

表1 解析条件

	d [mm]	σ [S/m]	Δy [mm]	Δt [ps]	T [s]
(a)	0.1	1000	0.2	0.5	1911
(b)	1	100	0.7	1.6	324
(c)	2	50	1	2	60
(d)	5	20	1.6	3	29
(e)	10	10	2	3.2	29
none	—	0	10	8	7

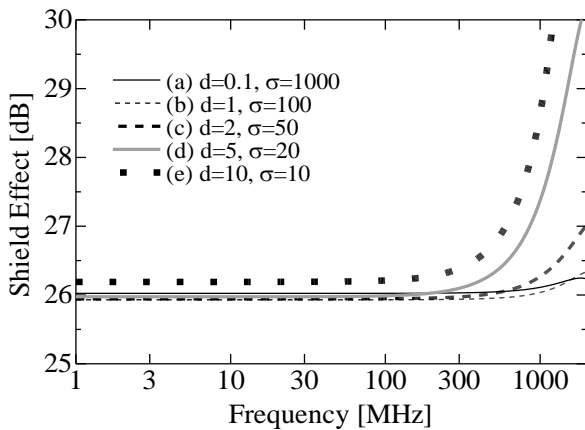


図2 シールド計算結果

図2より、(a)-(e)いずれのモデルにおいても理論値である 26.0 [dB]に極めて近い値で計算されていることが確認できる。しかし、 d が増大すると、 $d \ll \lambda$ の薄膜近似が適用できなくなり理論値から差を生じることがわかる。 $f=300$ [MHz]において $\lambda=1$ [m]であるから、図2より(d)の $d/\lambda=1/200$ 程度から近似誤差が増大していることがわかる。

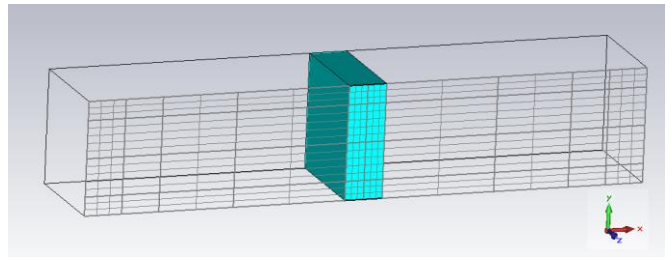


図3 セル分割

4.3 計算時間に関する考察

今回利用したシミュレーション手法では、モデルは直方体のセルに分割される(図3)。 y, z 方向には σ に応じて細かく分割され、表中 Δy で示す寸法に分割された。今回の条件では $\Delta y = \Delta z$ となる。また、時間領域のシミュレーションでは時間ステップ Δt ごとの値を計算する。 Δt はセルサイズに従って小さくなる。また、 Δt が減少すると必要な計算ステップ数が増加する。計算時間 T は総セル数、計算ステップ数に比例するため、 $\Delta y, \Delta t$ の減少に伴い計算時間 T は増加する。

従って、同じシールド効果の計算結果となる(a)-(e)において、 σ の値が小さな条件ほど計算時間は短縮される。

この結果を逆に用いると、シールド材料の真の σ を用いる代わりにより値の小さな σe で代用し、厚さ d を式(2)を満たす d_e に置き換えることによって、効率的に等価な計算が可能となる。

$$\sigma d = \sigma e d_e \quad (2)$$

なお、図2の結果より、薄膜条件として d_e は λ の1/1000程度以下に抑えておくことが必要である。

5 結論

電磁界シミュレーションによってシールド効果の計算を行う場合、抵抗膜の計算においてはCST Microwave Studioでは十分な精度で計算可能であることが確認された。また、計算量を低減するためには、導電率を減らした等価モデルに置換することが有効であると確認された。

今後は、より実用的な形状でシールド効果のシミュレーションを行い、実測との比較による検証を行っていきたい。

参考文献

- 1) 畠山健一ほか, "初めて学ぶ電磁遮へい講座", p.57, 科学技術出版, 2013.

持続的な水素利用のあり方に関する一考察

A Note on the Sustainable Use of Hydrogen Utilized in a Rational Way

常定 健・兒子 英之・永山 則之

Takeshi TSUNESADA, Hideyuki NIGO and Noriyuki NAGAYAMA

キーワード 水素 / 燃料電池 / 経済合理性 / 連鎖モデル

KEY WORDS Hydrogen / Fuel cell / Economic rationality / Chain-linked model

1 はじめに

2014年6月、資源エネルギー庁は水素・燃料電池戦略ロードマップを公表し、同年7月には、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）が水素エネルギー白書を取りまとめた。また同年12月に、トヨタ自動車一般消費者向けとしては世界初となる燃料電池自動車MIRAI（ミライ）を発売したことにより、水素社会実現への期待が国内で高まった¹⁾。水素社会の実現は、我が国のエネルギー資源調達における中東依存度の低下や、自動車・社会インフラ等に関連する産業の国際競争力強化に寄与するだけでなく、地域産業の振興にもつながるのではないかと期待されている。

しかしながら、水素社会の実現に関しては、コストや安全性の面からその実現に懐疑的な声もあり、特に、海外からは批判的な意見も表明されている²⁾。米国では、ブッシュ政権時代の2002年から燃料電池自動車と水素社会の構築を目的として、政府が補助金を出して本格的な開発支援を行ってきたものの、大きな成果が上らなかったという経緯があり、燃料電池自動車にネガティブなイメージがある。日本においても水素社会の実現に失敗し、ガラパゴス化するのではないかと意見もある。

拙速に水素エネルギーの利用拡大を推進して失敗した場合、負の遺産が大きく残ってしまうことが予想されるため、水素社会の展開においては、経済合理性が成り立つ成功を積み重ねていき、利用者、事業者、国・地方自治体など、関係者全員にとって有意義となるモデルを構築すべきだとの提言がされている³⁾。

2 リニアモデルの限界

水素関連ビジネスにおいては、企業間や産学官の連携が重要になる。その例として、トヨタ自動車、本田技研工業のような日本を代表する大手企業でも、水素ステーションの建設が進まなければ、燃料電池自動車を普及させることは

困難であることが挙げられる。一方、燃料電池自動車普及しなければ、水素ステーションの経営が成り立たないことから分かるように、水素サプライチェーン全体を考慮に入れる必要がある。また、多くの地方にとって、自動車産業が地域に与える波及効果は非常に大きいため、燃料電池自動車普及するかどうかによって、地域における水素関連ビジネスの環境は大きく変化する。しかし、燃料電池自動車の研究開発をさらに進めていっても、水素ステーションが普及しないために、販売台数があまり伸びない可能性もある。つまり、燃料電池自動車単独の製品開発では、開発費に見合った収益を得られない懸念がある。研究開発費を投じればリターンがあるだろうという発想では、「技術で勝ってビジネスで負ける」ことになりかねない。

一般的な新製品開発プロセスとしては、リニアモデルと呼ばれる手法が知られている（図1）。

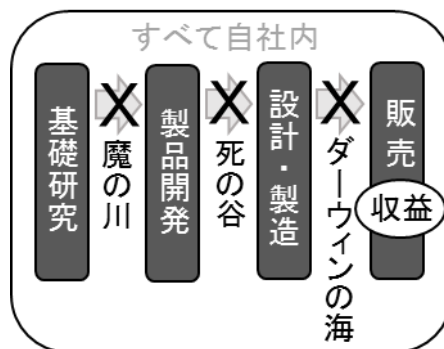


図1 リニアモデルに基づく製品開発プロセス

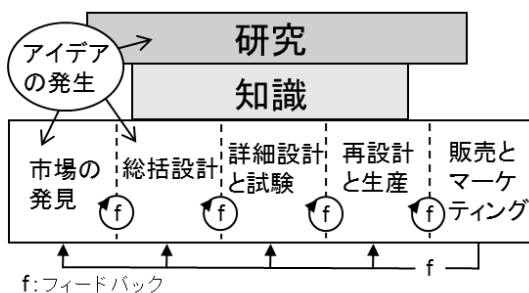
これは、イノベーションを生む製品開発プロセスを「基礎研究」→「製品開発」→「設計・製造」→「販売」という直線的な時間の流れのなかで捉える方法である。リニアモデル型開発は自社及び企業グループ内で行うことを原則としており、開発の出発点となる基礎研究を中央研究所が担うという体制が一般的であった。しかし、製品開発があたかも一方向に進むかのように捉える考え方は批判の対象になっている⁴⁾。

経済産業省の委託調査によると、「従来のリニア型イノベーションモデルが適用できない新しい状況が生まれ、適応できない」との質問に対し、95.1%の企業が、1990年代中盤以降はそのような状況であると回答した（研究開発投資の大きな企業が対象）⁵⁾ ことから分かるように、研究開発の環境が1990年代に激変したことが窺える。

リニアモデルにおいて次の段階に発展しない障壁は、「魔の川」「死の谷」「ダーウィンの海」と呼ばれている。「魔の川」とは、基礎研究からはじまる研究開発プロジェクトが製品開発へと進めるかどうかの関門のことである。従来から基礎研究のすべてが製品開発に進めたわけではないが、この関門を乗り越えられなければ、基礎研究だけでプロジェクトが終わることになる。「死の谷」とは、製品開発段階へと進んだプロジェクトが、製造段階、つまり事業化の段階へ進めるかどうかの関門のことである。この関門を乗り越えられなければ、そこでプロジェクトが死んでしまうことから、「死の谷」と呼ばれる。事業化前には、すべてのプロジェクトにおいて採算性を判断することになるが、事業化しても成果の出ないプロジェクトが多くなれば、事業化には一層慎重にならざるを得ない。「ダーウィンの海」とは、事業化後、既存商品や他企業を相手にした厳しい競争が待ち受ける状況を指す。最終的には、利益（収益から費用を引いたもの）を得られるかどうかで、事業化したプロジェクトの成否が具体的に決まることとなるが、顧客のニーズをつかむことは年々困難になっており、経営環境は厳しくなっている。コモディティ化した製品の開発サイクルはどんどん短縮化してきていることから、少ない予算でしかも短期間で研究開発を行う必要性が高まっている。

3 ノンリニアモデル型研究開発

リニアモデルに替わる製品開発プロセスとしては、Klineが提唱した連鎖モデルが参考になる⁶⁾（図2）。



出典：Stephen J. Kline の連鎖モデルをもとに科学技術振興機構 研究開発戦略センターが作成（一部抜粋）
図2 連鎖モデルに基づく製品開発プロセス⁶⁾

リニアモデルとは異なり、連鎖モデルにおける「研究」は、製品開発の出発点として位置づけられるものではない。連鎖モデルにおける製品開発プロセスは、「市場の発見」→「製品の設計」→「生産」→「販売」という一連の流れを指しており、「研究」は製品の設計や生産に関するものに限定されず、製品開発プロセス全体を包括するものである。つまり、連鎖モデルにおいては、市場の発見や製品のマーケティング・販売方法も研究対象に含まれており、技術開発だけではない。また、連鎖モデルにおける「研究」は主要プロセスのなかに組み込まれてはいない。「研究」は主要プロセスを俯瞰する位置にあり、主要プロセスが持つ問題点を明らかにし、その問題点を解決する役割も担っている。

連鎖モデルにおける「研究」によって、確実に利益を得られる製品開発が可能になるというわけではない。しかし、水素関連の事業を行うときには、自社プロジェクトが水素サプライチェーンのなかでどのような位置づけにあるのかを「研究」することが望ましいものと思われる。

4 水素サプライチェーン

2015年の産業競争力会議ワーキンググループのなかで「2020年頃に向けた新たなエネルギーシステムの構築」における水素利活用の方向性が示されている⁷⁾（図3）。

図3の①にある「副生水素」はエネルギーの有効利用にもなり得る手法である。山口県周南市では、ソーダ工業において副生する水素を利活用する事業が行われている。鉄鋼業の副生水素（コークス炉ガスの水素濃度は約50%。他にメタンや一酸化炭素等を含む）とは異なり、ソーダ工業の副生水素は高純度なので精製が容易である。このような取組みは、環境対策と省エネルギーの両面から注目されるが、その水素は何に使うべきだろうか。家庭用定置型燃料電池（エネファーム）の投入燃料は主に都市ガス（天然ガス）であり、水素に置き換えるメリットはあまりないので、当面、水素の有効な販売先は水素ステーションであると思われる。

現在、いくつかの地方自治体において、太陽光や風力など再生可能エネルギーの電力を用いて水の電気分解を行い、得られた水素を水素ステーションに供給する事業を検討・実施している（図3の②）。岡山県内でも、倉敷市が2017年度、太陽光発電由来の水素を供給する水素ステーションの運用を開始する計画である⁸⁾。このような試みは燃料電池自動車の普及を促進し、二酸化炭素を排出しない水素を利用する社会づくりを進めるという意味で意義深いものである。

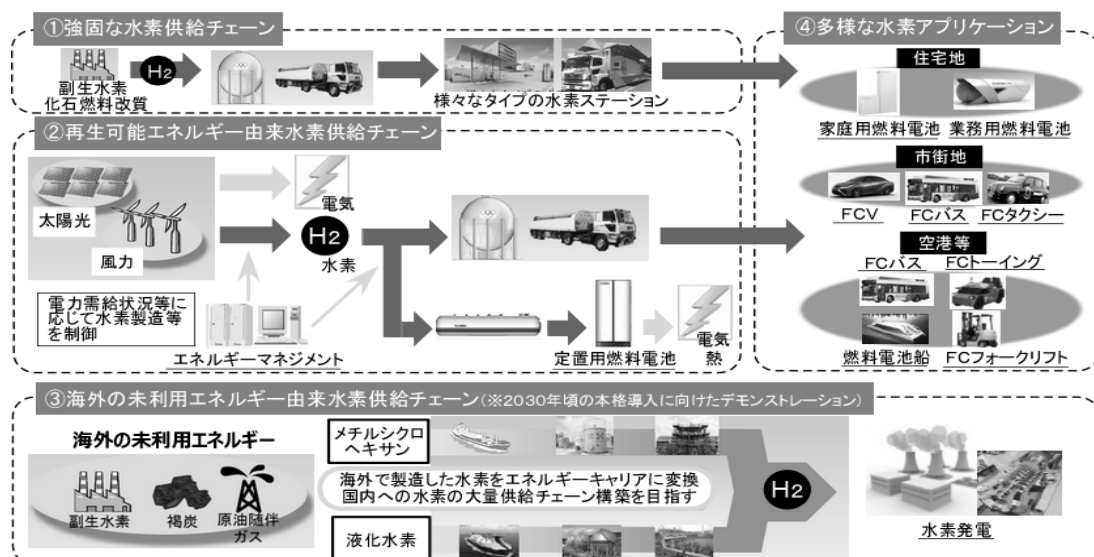


図3 再エネ由来水素等の利用～2020年頃に向けた新たなエネルギーシステムの構築～⁷⁾

しかし、多くの水素ステーションにおいて、燃料電池自動車の普及を待っているだけでは、運営費を捻出するほどの稼働率にはならないだろう。例えば、水素ステーションに非常用電源としての純水素型燃料電池を設けることで停電時でも水素ステーションが稼働できるようにし、緊急時には周辺施設に電力を供給することも考えられる。加えて、電力需要ピーク時に電力を供給することで周辺施設の契約電力を下げる事ができれば、一般料金より高めの価格設定で電力を販売できるかもしれない。燃料電池自動車と水素ステーションの普及が「鶏が先か、卵が先か」というジレンマに陥らないためにも、燃料電池自動車へ燃料を供給する用途以外で、経済合理性を有する水素ステーションの利活用法を検討すべきだろう。

最後に、図3の③に示された水素発電については、水素の大量消費を進めるうえでは有意義だと考えられるものの、発電用燃料として大量の水素を輸入することを想定するならば、他の燃料に比べて輸入水素の輸送効率が良くないという問題点がある⁹⁾。

5 まとめ

水素社会の本格的な到来は、少なくとも2020年以降であろう。水素関連事業を検討する場合、従来のリニアモデルに従った研究開発により新製品を開発しても、利益を得られるほどの需要を見いだせない可能性がある。市場の発見から販売までの一連のプロセス内に研究を位置づけるのではなく、水素サプライチェーン全体が俯瞰できる場所に研究を置くことで、市場にマッチした事業を開始できる可能性が高まるものと考えられる。

参考文献

- 1) 水谷 仁編：” Newton 別冊 社会をかえる新時代のエネルギー技術 水素社会の到来・核融合への夢”，ニュートンプレス (2015)
- 2) 2014年7月25日プレスリリース：” フロスト&サリバン：水素は21世紀の代替エネルギー源にはなり得ない”，フロスト&サリバン ジャパン (2014)
- 3) 遠山浩二：” 水素エネルギーの利用拡大を目指して～ Hydrogen Hype (一時の盛り上がり) に終わらせないために～”，マネジメント・ニューズレター 視点, 99, ローランド・ベルガー (2014)
- 4) R. Rothwell: "Successful industrial innovation: critical factors for the 1990s", R&D Management, 22(3), 221(1992)
- 5) 研究産業協会：” 我が国の産業技術開発力に関する実態調査”，平成15年度 経済産業省委託調査報告書 (2003)
- 6) 文部科学省：” 平成18年版科学技術白書” (2006) p. 44
- 7) 資源エネルギー庁配付資料：” 2020年頃に向けた新たなエネルギーシステムの構築～集中型と分散型システムとが調和したエネルギーシステムへの変革～”，日本経済再生本部 産業競争力会議 改革2020ワーキンググループ, 第3回 (2015)
- 8) ” 倉敷市 水素ステーション設置へ”，山陽新聞, 4月1日朝刊 (2016)
- 9) 常定 健, 兒子英之, 永山則之, 名取 隆：” 物質・エネルギー収支からみた輸入水素の輸送効率に関する比較研究”，研究・技術計画学会年次学術大会講演要旨集, 30 (2015)

外 部 発 表

誌上発表

1. 円筒発熱体を設置した場合の水平発熱面まわりの自然対流熱伝達（諸因子が及ぼす影響）

（日本機械学会論文集 81 巻 824 号 平成 27 年 4 月）

下山 力生, 堀部 明彦*, 春木 直人*, 佐野 吉彦*, 白澤 昇太*

(*岡山大学大学院)

—要旨—

本研究は煙突効果を利用した機器冷却の基礎研究として、円筒発熱体が上方に配置された場合の水平発熱円板まわりの自然対流熱伝達において、水平発熱面の熱流束、円筒発熱体の高さおよび内径が及ぼす影響について実験的に検討を行った。結果として、逆流が生成されない、もしくは逆流が生成されても水平発熱面まで侵入しない場合では水平発熱面のヌッセルト数は水平発熱面の修正レイリー数、円筒発熱体の修正レイリー数および無次元高さ、水平発熱面まで侵入する場合には水平発熱面の修正レイリー数を関数とした無次元整理式を導出した。

2. 冷間金型鋼への PVD コーティングのための前処理と下地処理

（メカニカル・サーフェス・テック 2015.No.025 平成 27 年 4 月）

國次 真輔

—要旨—

岡山県工業技術センターでは、県内外から寄せられる金型の寿命向上への要望に対応するために、金型への PVD コーティングに関する研究開発を行っている。これまでに、カソードアーキオンプレATING法での CrN 成膜において、密着性の向上に及ぼす基材の種類の影響、ボンバードの条件の検討、皮膜の配向性の影響について知見を得てきた。さらに、これらの問題を解決しうる新たな基材の下地処理法を提案しており、これらの一部について紹介した。

3. 機器分析による食品混入異物・残留臭気検査

(食品加工技術 平成 27 年 4 月)

竹原 淳彦

—要旨—

近年、「食の安心・安全」に関する事故・事件が相次いで発生しており、消費者の不安を増長させてしまうことから、未だに異物混入や異臭等のクレームの発生件数は高い推移を保っている。これらのクレーム品は、観察や嗅ぐだけではわからないことが多く、機器分析を用いて異物の材質や臭い物質を調べることで、その混入した原因を推測することが可能となる。本稿では、検査の目的や異物・異臭の種類、検査法に触れたのち、最もよく用いられる分析機器であるフーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR) およびエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置 (EDX) を使用した異物同定法およびヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析計 (HS-GC/MS) を用いた臭気測定法について紹介した。

4. Effect of alloying elements and generation of hydrogen gas on zincate treatment and electroless nickel-phosphorus plating of aluminum alloys

(Materials Transactions Vol 56, No 5 (2015) 平成 27 年 5 月)

村上 浩二, 日野 実*, 永田 教人**, 金谷 輝人***

(*広島工業大学, ** サーテック永田, *** 岡山理科大学)

—要旨—

アルミニウム合金へのめっきを行う場合には、不働態化を避けるための前処理として、活性化ならびに亜鉛置換が施される。合金中の添加元素 (マグネシウム・シリコン・銅・亜鉛等) は、これらの処理に対して大きく影響し、腐食孔の形成ならびに亜鉛粒子の形態を変化させる。また、無電解ニッケル-りんめっき膜の密着強度は、合金元素の種類によって大きく変化し、本報告では、亜鉛置換膜の形成過程と無電解めっき膜剥離面の状態を調査した結果ならびに、密着性低下の機構について述べた。

マグネシウムならびにシリコンが存在する場合、不働態膜が均一かつ容易には消失しないため、粗大な亜鉛が析出する。過多の亜鉛は、その後の無電解ニッケル-りんめっきにおいて水素ガス発生を招き、めっき皮膜の密着強度が低下した。一方、銅ならびに亜鉛を含む合金の場合、薄く均一な亜鉛置換皮膜が形成され、めっき初期の水素ガス発生が抑制されることで、めっき膜の密着強度が大きく向上した。

5. Change in enzyme production by gradually drying culture substrate during solid-state fermentation

(Journal of Bioscience and Bioengineering VOL119 No. 6, 674-677, 2015, 平成 27 年 6 月)

伊藤 一成, 五味 勝也*, 狩山 昌弘**, 三宅 剛史

(*東北大学大学院, **フジワラテクノアート)

—要旨—

固体培養法は酵素や有用物質の大量生産にとって適した手法である。それら生産性に関わる重要なパラメーターの 1 つとして培養基質中の自由水が挙げられる。例えば清酒製造においては麴造り後期の乾燥によるグルコアミラーゼの生産性上昇、味噌製造においては水分補充によるプロテアーゼの生産性上昇が挙げられる。さらに、培養期間中に培養基質を乾燥させることにより様々な酵素の生産性が向上する。これらはいずれも経験的に知られている事であり、培養期間中に培養状態を均一に変化させることが困難であるため、科学的データに基づく報告は無い。本研究では均一培養を可能にした無通風箱培養法を採用し、培養期間中における培養基質の水分含量の変化と酵素の生産性に関して精査した。培養器となる無通風箱の外側の湿度を低下させることで内部の培養基質の水分含量が低下することを確認した後、培養期間中に培養基質の水分含量を低下させ菌体量と酵素活性を測定した。その結果、適度に乾かすことにより酵素生産性の上昇が見られ、乾かしすぎると逆に低下した。この時、菌体量はほとんど変わらなかったため、水分量の低下が遺伝子発現等に影響を与えることにより、酵素生産性に違いが見られたと推察された。

6. 次亜塩素酸によるゴム製シール材の劣化機構

(調理食品と技術 平成 27 年 6 月)

岩路 仁

—要旨—

次亜塩素酸ナトリウム (NaOCl) は、強力な酸化作用とその持続性から、食品産業において設備・機器、食材、用水等の殺菌、洗浄、漂白操作に汎用されており、食の安全性を確保する上で欠かすことができないが、 NaOCl 水溶液によるゴムの劣化が問題となっている。岡山県工業技術センターでは、エチレン-プロピレン-ジエン三元共重合体 (EPDM) の劣化について、弱酸性からアルカリ性の pH 領域における次亜塩素酸 (HOCl) の解離平衡成分、すなわち非解離型 HOCl と解離型 OCl^- の存在比率に注目して研究を進めている。本稿では、 HOCl の化学的性質に基づいた反応機構、“黒粉”や“墨汁化”といった顕在的な劣化現象の再現、EPDM 表面に形成される劣化層と劣化層が材料強度に及ぼす影響などについて紹介する。

7. 岡山県工業技術センター 金属・加工グループにおける研究事例の紹介
(砥粒加工学会誌 平成 27 年 7 月)

窪田 真一郎

—要旨—

中国・四国地方の公的研究機関で行われている研究のうち、地域の活性化に資する情報を提供するために、岡山県工業技術センター金属加工グループにおける研究を紹介した。

主に、医療関連分野、自動車分野、電子機器分野で利用されている実用技術について解説した。

8. スピン-スピン緩和によるゴムの網目鎖濃度と不均一性の解析
(日本ゴム協会誌 第 88 巻第 7 号(2015) 平成 27 年 7 月)

岩路 仁

—要旨—

パルス法 NMR によるスピン-スピン緩和の解析では、緩和の時定数として得られるスピン-スピン緩和時間 (T_2) が材料の分子運動性に相関する。さらに材料が分子運動の異なる複数の T_2 成分からなる不均一構造である場合、各 T_2 成分の存在比の定量評価も可能であり、ゴムの全体構造の把握も可能となる。岡山県工業技術センターでは ^1H パルス法 NMR によるスピン-スピン緩和の解析によって、種々の架橋ゴムが網目成分と欠陥成分からなる不均一構造であることを示すと同時に、その不均一性に網目鎖濃度、補強性充填剤、温度、変形、膨潤などの各種因子が及ぼす影響について研究を進めてきた。その結果として開発された網目鎖濃度の評価法は、加硫条件の設定や品質管理の標準的な手法として、ゴム製造業に広く普及しており、補強からの独立性から材料設計の最適化にも応用されている。また、網目構造の不均一性の認識とその評価法の開発は、ゴムの網目構造や充填剤の補強効果の解明において貢献している。

9. 岡山県における酒造用原料米の品質調査への取り組み

(玄米糊化温度による蒸米消化性の予測)

(日本醸造協会誌 第110巻 第9号 623-627, (2015)平成27年9月)

三宅 剛史, 伊藤 一成

—要旨—

酒造初期において新米の酒造適正を把握するため各地で酒造適性分布が行われるが、現在の酒米分析方法では手間がかかるため間に合っていない面がある。特に、晩生品種については、収穫後から使用までの期間が短いため迅速な分析法が求められている。晩生品種・雄町の生産地である岡山県では、平成20年から雄町と山田錦を中心として玄米の糊化温度測定を実施し、迅速に酒造適性把握している。本稿では、岡山県における玄米糊化温度をもとにした蒸米消化性の予測への取り組みについて紹介する。

10. ポリエチレンスワブ棒を用いた拭き取りによる固体表面上の付着細菌数の測定精度の実験的検証

(防菌防黴学会誌 Vol. 43, No7 (2015)平成27年7月)

浦野 博水, 大村 宏之 *, 福崎 智司**

(*日本食品機械工業会, **三重大学大学院)

—要旨—

ステンレス鋼板に付着した *Escherichia coli* を対象に、先端がポリエチレン (PE) 製のスワブ棒を用いた拭き取りによる菌数の測定精度を検証した。拭き取られた *E. coli* の総菌体数は、菌体内のタンパク質の定量値から概算した。PE スワブ棒先端部に吸収された菌体からのタンパク質の抽出は、0.1%SDS を含有する 0.1M 水酸化ナトリウム水溶液中で15分間湯煎煮沸することにより行った。寒天平板培地でのコロニー形成数 (CFU) から求めた菌体数とタンパク質抽出量の間には、良好な相関性が得られた。拭き取り操作は、PE スワブ棒に吸水させる湿潤液として 0.9%食塩水を用いて、約 1,100 mN の押しつけ力で20秒間行った。その結果、PE スワブ棒を用いた拭き取りにより、少なくとも $0.1 \sim 4.1 \times 10^8$ CFU の付着菌数が、96.5%の高い回収率をもって精度良く測定できていることが確認された。

11. オゾンガスを利用したステンレス鋼の表面処理と超親水化

(塗装工学 平成 27 年 9 月)

高橋 和宏

—要旨—

室温での O_3 処理によりステンレス鋼粒子の表面電荷密度が変化し、タンパク質と表面の間の親和性が低下すること、 O_3 の有機物分解作用により付着有機物の揮発除去と残存有機物の離脱性が向上すること、加熱 O_3 処理により、ステンレス鋼表面が超親水性になることを概説した。

12. 次亜塩素酸による EPDM の劣化に関する研究 第 4 報

解離型次亜塩素酸によるカーボンブラック充填 EPDM 架橋物の劣化機構

(日本ゴム協会誌 第 88 巻第 9 号(2015) 平成 27 年 9 月)

石田 拓也, 岩薮 仁, 福崎 智司*

(* 三重大学大学院)

—要旨—

温度を変化させた pH10 の次亜塩素酸ナトリウム溶液にカーボンブラック充てん EPDM 架橋物を浸せきし、劣化機構の解明を試みた。pH10 では遊離有効塩素(FAC)のほとんどは解離型の次亜塩素酸イオン($OC1^-$)として存在する。EPDM を 500 ppm の溶液に 7 日間浸せきした結果、 $OC1^-$ の酸化作用により pH と FAC 濃度が低下した。この変化は 323 K で顕著であり、323 K の浸せき後の試験液にはカーボンブラックが浮遊した。X 線光電子分光(XPS) 分析の結果、313 K と 323 K では EPDM 表面に C-C1、C-O 結合が形成されていることが分かった。電子線プローブマイクロアナリシス(EPMA)の結果、277~303 K では C1 と O の拡散は起こらなかったが、313 K 以上では C1 と O が拡散したことが分かった。323 K で浸せきした EPDM は、表面が水により膨潤するようになった。これらの結果は $OC1^-$ による EPDM の酸化開裂反応が 323 K で顕著に起こったことを示しており、表面の架橋密度の低下が原因だと考えられる。また、pH の低下に伴い、 $OC1^-$ が $HOCl$ となったため、EPDM への C1 と O の拡散が生じたと推測される。

13. 米麴を用いた古くて新しいそやし水製造

(日本醸造協会誌 第110巻 第10号 670-677, (2015) 平成27年10月)

伊藤 一成, 辻 麻衣子*, 三宅 剛史

(*株式会社辻本店)

—要旨—

現在普及している速醸酏や生酏系酒母の原型とされる菩提酏は、速醸酏の技術が全国に普及したのと同時に姿を消したとされている。近年、奈良県において菩提酏の製造メカニズムが解析され、菩提酏を用いた清酒が再現復活している。これと同時期に岡山県内の蔵元において、独自の方法で製造したそやし水を使用する酏造りが確立されていた。本稿では、このそやし水の解析から明らかになったことを解説する。

14. 食品製造機器の衛生構造の評価のための簡易試験用汚れの調製

(防菌防黴学会誌 Vol. 43, No11 (2015) 平成27年11月)

浦野 博水, 大村 宏之*, 福崎 智司**

(*日本食品機械工業会, **三重大学大学院)

—要旨—

洗浄性の観点から機器の衛生構造を評価するために用いる簡易な試験汚れの調製方法を検討した。試験用汚れの成分として、タンニン酸と乳タンパク質（低脂肪加工乳、 β -ラクトグロブリン、カゼインナトリウム）の混合物を主要成分として用いた。この混合物をステンレス鋼表面に塗布し、40～140℃の温度で加熱処理することにより溶解度と離脱性を制御した。界面流動を伴わない浸漬洗浄を行い、洗浄後の残存量を拭き取り法とタンパク質定量法を用いて測定した。乳タンパク質のうち、高温で加熱したカゼインナトリウム／タンニン酸の混合汚れが、静的浸漬洗浄のみの作用力の不足を残存量として反映するうえで、最も簡単な組成で適した汚れであった。さらに、ポリフェノール系色素であるクルクミンを混合汚れに添加することにより、タンパク質定量法で測定した残存量と分光法で測定した残存量に良好な相関性が得られた。カゼインナトリウム／タンニン酸の加熱混合汚れは、機器の洗浄性を評価するための試験手法における試験用汚れとして利用できると考えられる。

15. アセトアルデヒドの分解とクロロホルムの生成に及ぼす

次亜塩素酸ナトリウム水溶液の pH の影響

(環境管理技術 33 巻 6 号 2015 年 12 月)

竹原 淳彦, 常定 健, 福崎 智司*

(*三重大学大学院)

—要旨—

pH 5.0~12.0 に調整した次亜塩素酸ナトリウム水溶液中でのアセトアルデヒドの分解挙動とクロロホルムの生成量の関係を調べた。次亜塩素酸ナトリウム水溶液の pH の増加すなわち非解離型の次亜塩素酸イオンの増加に伴い、アセトアルデヒドの分解速度および分解率が上昇した。24 時間反応させてアセトアルデヒドを完全に分解させた後、水溶液中のクロロホルム量を測定した結果、pH 5.0~6.0 の酸性領域では、0.006~0.031 mg/l と極めて低い濃度であったが、pH 8.5~12.0 のアルカリ性領域においてクロロホルムの生成量は著しく増加し、pH 11.0 の時に最大の 10.5 mg/l となった。この結果から、アセトアルデヒドの分解およびクロロホルムの生成には OCl^- と OH^- の両イオンが大きく寄与していることが示された。

16. 次亜塩素酸ナトリウムに起因するエチレンプロピレンゴムの劣化を

抑制する水酸化物イオンの役割

(防菌防黴学会誌 Vol. 43, No12 (2015) 平成 27 年 12 月)

石田 拓也, 岩路 仁, 福崎 智司*

(*三重大学大学院)

—要旨—

適度な高温条件下で次亜塩素酸ナトリウム (NaOCl) 水溶液中でのカーボンブラック (CB) 充填エチレンプロピレンゴム (EPDM) の劣化を pH 10~13 の範囲で研究した。EPDM 試験片を pH 10 の NaOCl 水溶液に浸漬した結果、 NaOCl 水溶液は CB 粒子と有機炭素成分により黒濁した。さらに、 NaOCl 水溶液の pH と遊離有効塩素濃度は著しく減少した。これは、次亜塩素酸イオン (OCl^-) の酸化作用に起因していた。これらの変化は、pH を 13 まで増加させると極端に小さくなった。pH 10 と 11 では、EPDM 内部への Cl と O の拡散が見られたが、pH 12 以上ではこれらの元素の大きな拡散は起こらなかった。pH 10~12 で浸漬した EPDM の表面にのみ C-Cl 基と C-O 基が形成され、pH 13 では形成されていないことがわかった。以上の結果は、 OCl^- による EPDM の劣化が高濃度の水酸化物イオンによって抑制されたことを示した。

17. 研究グループ紹介

(電気学会 2015 年 12 月号 ニュースレター 平成 27 年 12 月)

勝田 智宣

—要旨—

岡山県が取り組む電気自動車プロジェクトのグループ紹介である。工業技術センターの紹介に始まり、次世代自動車の研究開発グループの紹介、最後にプロジェクトの成果概要である。

18. ステアリン酸で表面処理したセルロースナノファイバーの作製とその性質

(Journal of the Society of Inorganic Materials, Japan 23, 30-33 (2016)平成 28 年 1 月)

川端 浩二, 藤井 英司, 日笠 茂樹

—要旨—

ステアリン酸で乾式表面処理したセルロースナノファイバーCNFを作製して、その性質を調べた。セルロース粉末を湿式ディスクミルで粉碎した後に、凍結乾燥してCNF乾燥体を得た。未処理CNFの接触角は 43° であるのに対して、5mass%表面処理CNFの接触角は 73° を示しており、CNF乾燥体に対して、乾式でステアリン酸を表面処理することで疎水化されることが分かった。CNFに表面処理されたステアリン酸の状態を、DTA曲線より調べた結果、単分子層吸着量を処理した場合にはステアリン酸は化学吸着しているのに対して、多分子層吸着量を処理した場合には化学吸着と物理吸着の状態をとっているものと推察された。処理量の観点から考えた最適な処理条件は、予めCNFの比表面積を調べた後、単分子層吸着量に相当するステアリン酸を乾式処理することであると推察された。

19. PP/HIPS/相容化剤ブレンド材料のモルフォロジーが機械的特性に及ぼす影響

(日本接着学会誌 平成 28 年 01 月)

甲加 晃一, 藤原 和子, 日笠 茂樹, 西 勝志

—要旨—

ポリプロピレン/耐衝撃性ポリスチレン/相容化剤ポリマーブレンド材料について、相容化剤の添加とモルフォロジーおよび機械的特性との関係を検討した。相容化剤として、スチレン含有量の異なる 3 種類のポリスチレン-*block*-ポリエチレンブテン-*block*-ポリスチレントリブロック共重合体(SEBS)を用いた。また、SEBS を体積分率 0.05 から 0.3 まで添加した。モルフォロジーに関して、SEBS のスチレン含有量が異なる場合、SEBS の少量添加においても、分散体の粒子径が異なった。また、機械的特性の中でも、特に、衝撃強度に関して、SEBS のスチレン含有量が少ない場合、SEBS の体積分率 0.1 までは、ブレンド材料の衝撃強度は徐々に向上し、体積分率 0.15 になると著しく向上した。一方、SEBS のスチレン含有量が多い場合、SEBS の体積分率 0.1 までは、ブレンド材料の衝撃強度は徐々に向上したが、体積分率 0.15 になると徐々に低下した。

20. X 線回折

(めっき技術 平成 28 年 1 月)

村上 浩二

—要旨—

物質の結晶構造ならびに結晶方位の異方性を評価することが可能な X 線回折法について、測定原理を解説するとともに、めっき膜の構造に関する評価事例を紹介した。

21. ダイヤモンドライクカーボン複合膜のインデンテーション

(材料試験技術 平成 28 年 01 月)

國次 真輔

—要旨—

計装化押し込み試験機を用いて、SUS304 基板上に作製した DLC/CrN 複合皮膜とアルミ合金上に作成した Ni-P めっき/DLC 複合皮膜に対して、 Berkovich 型ダイヤモンド圧子の深い押し込みによって生じるはく離および破壊挙動について調査を行った。高荷重の押し込みにおいて Pop-in と呼ばれる現象は、多層膜界面での剥離挙動を定量的に示しており、DLC 膜の信頼性評価としてその活用が期待される。

22. 人の意味理解能力とテキストマイニングの大量データ処理技術とを融合した特許文献のハイブリッドクラスタリング手法

(技術と経営 第 588 号 平成 28 年 2 月)

上野 覚, 山田 充

—要旨—

大量の特許文献をクラスタリングする手法として、人の意味理解能力とテキストマイニングの大量データ処理技術との融合によるハイブリッドクラスタリング手法を提案した。これはテキストマイニングを活用して特許文献群中に基準文献を設け、この文献の技術内容を目視により把握し、これらに基づき設定したクラスターの技術内容を用いて特許文献群のクラスタリングを行う手法である。この手法をデジタルカメラの特許文献群に適用した結果、類似性の高い特許文献群では有効であることが分かった。

23. Connector Model for Use in Common-mode Antenna Model Used to Estimate Radiation from Printed Circuit Boards with Board-to-board Connector

(IEICE Transactions on Communications VOL. E99-B, NO. 3 MARCH 2016 平成 28 年 3 月)

若槻 友里, 渡辺 哲史, 豊田 啓孝*, 五百旗頭 健吾*, 古賀 隆治*, 和田 修己**

(*岡山大学, **京都大学)

—要旨—

本論文ではインダクタンスを考慮したコネクタのコモンモードアンテナモデルを提案する。コモンモードアンテナモデルはプリント回路基板から生じるコモンモード放射の計算に特化した等価モデルで、計算に必要なリソースが少なく低コストのモデルである。過去の研究では、2枚のプリント回路基板を接続するコネクタに起因する放射を計算するためのコネクタモデルを提案し、放射量については実用的な精度で求められることを示した。コネクタのピン配置を変えた場合の検討についても、放射量の変化についてはこれまでのモデルで表現できていたが、しかし放射のピーク周波数の変化については表現できていなかった。

本論文ではコネクタモデルを改良し、コネクタの実効インダクタンスを考慮したアンテナエレメントを用いる。水平に接続したプリント回路基板を対象に改良モデルの計算精度を評価し、垂直接続基板を用いて実測との比較を行った。その結果、改良したコネクタモデルでは、コネクタのピン配置による放射のピーク周波数変化を表現でき、実測値と比較しても誤差 3 dB 以内の実用的な計算精度を得ることができた。

24. 岡山から世界へ 次世代自動車技術の進化を発信

(工業教育 No. 61 (2015 年) 平成 28 年 3 月)

勝田 智宣

—要旨—

現在、岡山県が取り組んでいる電気自動車プロジェクトの研究開発グループが開発したインホイールモータを紹介する。このモータのオンボードやインホイール、インナロータやアウトロータの違い、設計や製作、車体への取付け構造などについて解説する。また、本プロジェクトの成果として、このモータを組み込んだ試作車の「OVEC-ONE」と「OVEC-TWO」の特徴と性能を紹介する。

口 頭 発 表

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
1	Research on Drive Mechanism of Leveling Machine for Seeding Bed	○ 岩田 和大 辻 善夫 眞田 明 金島 秀幸 ¹	The 6th International Conference on Manufacturing, Machine Design and Tribology	H27.4.23
2	発熱円筒を有する水平加熱面上の自然対流熱伝達	下山 力生 堀部 明彦 ² 春木 直人 ² 佐野 吉彦 ² ○ 白澤 昇太 ²	中四国熱科学・工学研究会 平成27年度第1回総会・講演会	H27.5.16
3	プレートの捻りモードを用いた移動機構に関する研究	○ 岩田 和大 辻 善夫 眞田 明	ロボティクス・メカトロニクス講演会2015 in Kyoto	H27.5.18
4	ナノ触診AFMによるPP/EPDM系TPVの研究	○ 梁 曉斌 ³ 藤波 想 ³ 伊藤万喜子 ³ 中嶋 健 ³ 岩露 仁 藤原 和子	日本ゴム協会2015年年次大会	H27.5.21
5	ナノ触診AFMによるエラストマーの不均一構造の解析V	○ 中嶋 健 ³ 熊谷 明美 ³ 岩露 仁 伊藤万喜子 ³ 藤原 和子	日本ゴム協会2015年年次大会	H27.5.22
6	Mg ならびに Ti 合金に関する岡山県工業技術センターの取組み	○ 村上 浩二 築山 訓明 相良 伸幸 ⁴ 橋本 嘉昭 ⁵ 二宮百合香 ⁵ 内田 清 ⁶ 林 祥次 ⁶ 川上 朋弘 ⁶ 日野 実 ⁷ 金谷 輝人 ⁸	日本機械学会 材料力学部門 hcp分科会	H27.5.28
7	インサート材を用いたプラスチックと異種材料のレーザ接合技術	○ 水戸岡 豊	レーザ協会173回研究会	H27.5.29
8	円筒発熱体を設置した水平発熱面の自然対流熱伝達(水平発熱面の寸法効果)	下山 力生 堀部 明彦 ² 春木 直人 ² 佐野 吉彦 ² ○ 白澤 昇太 ²	第52回日本伝熱シンポジウム講演	H27.6.4
9	SEBSの添加がPP/HIPSモルフォロジーおよび物性に及ぼす影響	○ 藤原 和子 甲加 晃一 西 勝志 日笠 茂樹	第53回日本接着学会年次大会	H27.6.19
10	付着微生物に対するクロスの拭き取り性能評価法の提案	○ 松本 侑子 高橋 和宏 浦野 博水	日本繊維製品消費科学会2015年年次大会	H27.6.28

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
11	EPDMの配合条件が解離型次亜塩素酸による劣化に及ぼす影響	石田 拓也 ○ 岩 蒨 仁 福崎 智司 ⁹	マテリアルライフ学会 第26回 研究発表会	H27.7.3
12	アルミニウム合金の電解研磨に伴う表面形状変化	○ 築山 訓明 村上 浩二 ¹⁰ 永田 教人 ⁸ 金谷 輝人 ⁷ 日野 実	第7回軽金属学会 中国四国支部講演大会	H27.7.4
13	車載用アルミニウム合金-エンジンアリングプラスチック接合技術の開発	○ 永田 教人 ¹⁰ 村上 浩二 ⁷ 日野 実 ⁸ 金谷 輝人	第7回軽金属学会 中国四国支部講演大会	H27.7.4
14	Al-Ge系合金の疲労強度に及ぼす表面析出組織と水素の影響	○ 金谷 輝人 ⁸ 永田 教人 ¹⁰ 日野 実 ⁷ 村上 浩二 ⁸ 中川 惠友 ¹¹ 堀川敬太郎	第7回軽金属学会 中国四国支部講演大会	H27.7.4
15	マグネシウム合金へのカーボン添加と機械的特性	○ 金乙 貴洋 ⁷ 日野 実 ⁷ 橋本 嘉昭 ⁵ 水戸岡 豊 ⁸ 村上 浩二 ⁸ 金谷 輝人	第7回軽金属学会 中国四国支部講演大会	H27.7.4
16	Ti-4Fe-7Al合金の焼戻しに伴う耐食性の向上	○ 石川 高史 ² 井尻 政孝 ² 竹元 嘉利 ² 村上 浩二	第7回軽金属学会 中国四国支部講演大会	H27.7.4
17	工業用純アルミニウムの陽極酸化処理に伴う表面組織変化	○ 築山 訓明 村上 浩二 ¹⁰ 永田 教人 ⁸ 金谷 輝人 ⁷ 日野 実	金属第55回・鉄鋼第58回 中国四国支部講演大会	H27.8.19
18	陰極真空アーク蒸着による歯科インプラント用ta-C:H薄膜の開発	○ 中谷 達行 ⁸ 國次 真輔	電気学会プラズマ研究会	H27.8.19
19	PET樹脂に収着したクルクミンの脱色に及ぼす次亜塩素酸ナトリウム水溶液のpHの影響	○ 竹原 淳彦 福崎 智司 ⁹	日本防菌防黴学会第42回年次大会	H27.9.2
20	簡易試験用汚れを用いた洗浄性評価 ～T字配管構造の場合～	○ 浦野 博水 大村 宏之 ¹² 福崎 智司 ⁹	日本防菌防黴学会第42回年次大会	H27.9.2
21	次亜塩素酸	○ 浦野 博水	日本防菌防黴学会第42回年次大会 シンポジウム	H27.9.2
22	付着微生物に対するクロスの拭き取り結果におよぼす吸水量と拭き取り方向の影響	○ 松本 侑子 高橋 和宏 浦野 博水	日本防菌防黴学会第42回年次大会	H27.9.2
23	蛍光色素含有汚れと蛍光検出法を用いた洗浄性の評価	○ 大萱宗一郎 ⁹ 幡野 玲 ⁹ 田中 礼士 ⁹ 福崎 智司 ⁹ 浦野 博水	日本防菌防黴学会第42回年次大会	H27.9.2

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
24	ステンレス鋼に付着したタンパク質および微生物に対する亜塩素酸ナトリウムの洗浄効果の動力学的解析	○ 高橋 和宏 田中 礼士 ⁹ 福崎 智司 ⁹	日本防菌防黴学会第42回年次大会	H27.9.2
25	ゴムの配合が次亜塩素酸による劣化層形成に及ぼす影響	○ 岩 蒨 仁 石田 拓也 福崎 智司 ⁹	日本防菌防黴学会第42回年次大会	H27.9.2
26	ステンレス鋼表面へのムチンの吸着挙動と洗浄除去特性	○ 村田 奈穂 ⁹ 高橋 和宏 ⁹ 田中 礼士 ⁹ 福崎 智司 ⁹	日本防菌防黴学会第42回年次大会	H27.9.2
27	電解次亜水を用いた空間清浄機の空中浮遊菌・付着菌に対する殺菌効果	牧村 祥子 ⁹ 高橋 和宏 ⁹ ○ 田中 礼士 ⁹ 福崎 智司 ⁹	日本防菌防黴学会第42回年次大会	H27.9.2
28	Underwater oil wettability of porous TiO ₂ surface prepared on Ti substrate	○ 西本 俊介 ² 太田 岬 ² 藤井 英司 ² 亀島 欣一 ² 三宅 通博 ²	First International Symposium on Recent Progress of Energy and Environmental Photocatalysis	H27.9.3
29	音響透過におけるモード間連成現象およびその応用について	○ 眞田 明	日本騒音制御工学会 秋季研究発表会	H27.9.11
30	フィルタードアーク蒸着DLC膜の100℃近傍の成膜温度依存性	○ 藤井 裕真 ¹³ 今井 貴大 ¹³ 宮本 優 ¹³ 針谷 達 ¹³ 須田 善行 ¹³ 滝川 浩史 ¹³ 田上 英人 ¹⁴ 神谷 雅男 ¹⁴ 瀧 真 ¹⁵ 長谷川祐史 ¹⁵ 辻 信広 ¹⁵ 金子 智 ¹⁶ 安井 治之 ¹⁷ 國次 真輔 ¹⁸ 川口 雅弘 ¹⁸ 三浦 健一 ¹⁹	第62回応用物理学会 秋季学術講演会	H27.9.13
31	チタニア・シリカ複合薄膜表面の水における油濡れ性	○ 佐野 由汰 ² 西本 俊介 ² 藤井 英司 ² 亀島 欣一 ² 三宅 通博 ²	日本セラミックス協会 第28回秋季シンポジウム	H27.9.17
32	小仕込みモデルを用いた生もと酵母における酒母の有機酸代謝特性	○ 伊藤 一成 三宅 剛史	日本農芸化学会2015年度 中四国・西日本支部合同大会	H27.9.18
33	CVA法を用いた医療用ta-C:H膜における電流・電圧特性と膜質の関係	○ 中谷 達行 ⁸ 若江 倫生 ⁸ 藤井 雅貴 ⁸ 國次 真輔	表面技術協会第132回講演大会	H27.9.22

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
34	アルミニウム合金へのめっき皮膜の密着性評価	○ 日野 実 ⁷ 村上 浩二 金谷 輝人 ⁸	材料学会 第152回 破壊力学部門 委員会	H27.9.24
35	成膜温度制御によるフィルタード アーク蒸着DLC の膜質変化	○ 藤井 裕真 ¹³ 今井 貴大 ¹³ 宮本 優 ¹³ 針谷 達 ¹³ 須田 善行 ¹³ 滝川 浩史 ¹³ 田上 英人 ¹⁴ 神谷 雅男 ¹⁴ 瀧 真 ¹⁵ 長谷川祐史 ¹⁵ 辻 信広 ¹⁵ 金子 智 ¹⁶ 安井 治之 ¹⁷ 國次 真輔 ¹⁸ 川口 雅弘 ¹⁸ 三浦 健一 ¹⁹	電気・電子・情報関係学会 東海支部連合大会	H27.9.28
36	物質・エネルギー収支からみた輸入 水素の輸送効率に関する比較研究	○ 常定 健 児子 英之 永山 則之 名取 隆 ²⁰	研究・技術計画学会第30回年次大会	H27.10.10
37	Investigation of Thermal Environment at Grinding Point of CFRP	○ 谷 良祐 ² 大橋 一仁 ² 吉川 満雄 窪田真一郎 塚本 真也 ²	LEM21 (The 8th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century)	H27.10.18
38	CVA法を用いたta-C:H薄膜の作製 とそのキャラクタリゼーション	○ 國次 真輔 中谷 達行 ⁸	日本真空学会機能性薄膜部会 ナノ・キャラクタリゼーション専門 部会第5回研究会	H27.10.23
39	発熱する二重円管が水平加熱面の 自然対流熱伝達に及ぼす影響	○ 下山 力生 堀部 明彦 ² 春木 直人 ² 白澤 昇太 ²	日本機械学会 熱工学カンファレンス2015	H27.10.24
40	マテリアルリサイクルに向けての PP/HIPSブレンドの研究	○ 甲加 晃一 藤原 和子 西 勝志 日笠 茂樹	プラスチック成形加工学会 成形加工シンポジア'15	H27.11.2
41	結晶性セルロースをナノファイバー として充填したPVAコンポジット の特性	○ 小野 史彰 ²¹ 岡田 賢治 ²² 浦部 匡史	プラスチック成形加工学会 成形加工シンポジア'15	H27.11.2
42	電気化学ノイズ測定を用いたフェ ライト系ステンレス鋼の腐食疲労 き裂発生過程の解析	○ 村岡 賢	腐食防食学会 2015年度秋期講演大会 第62回材料と環境討論会	H27.11.5
43	炭酸カルシウムで表面被覆したセ ルロース粉末の作製とその性質	○ 川端 浩二 藤井 英司 日笠 茂樹	無機マテリアル学会 第131回学術講演会	H27.11.6

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
44	超硬質レニウム炭窒化物の体積弾性率	○ 安井 望 ⁸ 平井 正明 ⁸ 財部 健一 ⁸ 岡田 卓 ⁸ 山崎 大輔 ²³ 小島 洋平 ²⁴ 大藤 弘明 ²⁵ 國次 真輔 ²⁵ 中野 智志 ²⁵	第56回高圧討論会	H27.11.10
45	無電解 Ni-Pめっきしたアルミニウム合金の疲労強度に及ぼす表面析出物と水素の影響	○ 金谷 輝人 ⁸ 永田 教人 ⁸ 福原 実 ⁸ 中川 恵友 ⁸ 村上 浩二 ⁸ 日野 実 ⁷ 堀川敬太郎 ¹¹	日本機械学会 第23回 機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2015)	H27.11.15
46	ダイヤモンドライクカーボン(DLC)薄膜の密着性の評価方法について	○ 國次 真輔	日本真空学会2015年11月研究例会	H27.11.17
47	ポリプロピレン/フィラー複合材料に関して界面の接着が疲労特性に及ぼす影響	○ 甲加 晃一 日笠 茂樹	第23回フィラーシンポジウム	H27.11.19
48	Active control of sound transmission through a panel with feedforward and feedback control	○ 眞田 明 田中 信雄 ²⁶	The 16th Asia Pacific Vibration Conference	H27.11.24
49	アルミニウム合金の耐食性に及ぼす陽極酸化処理の影響	○ 築山 訓明 村上 浩二 永田 教人 ¹⁰ 金谷 輝人 ⁸ 日野 実 ⁷	第17回関西表面技術フォーラム	H27.11.26
50	不溶性アノードがZn-Ni-シリカ複合めっきの耐食性に及ぼす影響	○ 中野 充 ⁷ 宮本 万里 ⁷ 小林 恭久 ⁷ 日野 実 ⁷ 村上 浩二 村岡 賢 平松 実 ²⁷ 金谷 輝人 ⁸	第17回関西表面技術フォーラム	H27.11.26
51	金属と樹脂の接着力に関する基礎的研究-①-計算による評価-	○ 稲垣 淳 ²⁸ 中西 亮太 末岡 浩治 ²⁸	日本接着学会 第11回若手の会	H27.11.27
52	金属と樹脂の接着力に関する基礎的研究-②-実験による評価-	○ 中西 亮太 稲垣 淳 ²⁸ 川野 道則 末岡 浩治 ²⁸	日本接着学会 第11回若手の会	H27.11.27

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
53	車載用アルミニウム合金-エンジンアリングプラスチック接合技術の開発	○ 永田 教人 ¹⁰ 井端 千恵 ¹⁰ 村上 浩二 築山 訓明 日野 実 ⁷ 桑野 亮一 ⁷ 金谷 輝人 ⁸ 永田 員也 ²⁹	第17回関西表面技術フォーラム	H27.11.27
54	マグネシウム合金チップへのカーボン修飾と疲労特性	○ 山中 将伍 ⁷ 金乙 貴洋 ⁷ 松下 将大 ⁷ 日野 実 ⁷ 橋本 嘉昭 ⁵ 水戸岡 豊 村上 浩二 金谷 輝人 ⁸	第17回関西表面技術フォーラム	H27.11.27
55	Relationship between current-voltage characteristics and film quality in medical ta-C:H film using CVA method	○ 若江 倫生 ⁸ 國次 真輔 中谷 達行 ⁸	The 9th Asia-Pacific International Symposium on the Basics and Applications of Plasma Technology (APSPT-9)	H27.12.10
56	Application of DLC as ePTFE for artificial blood vessel material	○ 藤井 雅貴 ⁸ 國次 真輔 中谷 達行 ⁸	The 9th Asia-Pacific International Symposium on the Basics and Applications of Plasma Technology (APSPT-9)	H27.12.10
57	The relationship between characteristics of DLC film and electron temperature measured by optical emission spectroscopy	○ 滝澤 一樹 ³⁰ 國次 真輔	The 9th Asia-Pacific International Symposium on the Basics and Applications of Plasma Technology (APSPT-9)	H27.12.12
58	金属と樹脂の接着性に関する研究-①- -第一原理計算による吸着エネルギーの評価-	○ 稲垣 淳 ²⁸ 中西 亮太 末岡 浩治 ²⁸	日本接着学会 第14回産官学接着若手フォーラム	H27.12.18
59	金属と樹脂の接着性に関する研究-②- -第一原理計算と実験による接着力の比較-	○ 中西 亮太 ²⁸ 稲垣 淳 ²⁸ 川野 道則 末岡 浩治 ²⁸	日本接着学会 第14回産官学接着若手フォーラム	H27.12.18
60	超音波処理された酸化チタン表面の水における油の濡れ性に表面形態が及ぼす影響	○ 森 裕一 ² 西本 俊介 ² 藤井 英司 亀島 欣一 ² 三宅 通博 ²	日本セラミックス協会 第54回セラミックス基礎科学討論会	H28.1.8
61	エラストマーからなるインサート材を用いたプラスチックと異種材料のレーザ接合技術	○ 水戸岡 豊	レーザー学会学術講演会 第36回年次大会	H28.1.11
62	岡山県工業技術センターにおける繊維研究	○ 國藤 勝士	繊維学会2016学術ミキサー	H28.1.22
63	ダイヤモンドライクカーボン薄膜のインデンテーション	○ 國次 真輔	第266回材料試験技術シンポジウム 「材料試験とトライボロジー」	H28.1.28

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
64	アルミニウム合金への陽極電解で得られる表面微細構造・表面形状・耐食性	○ 築山 訓明 村上 浩二 ¹⁰ 永田 教人 ⁸ 金谷 輝人 ⁷ 日野 実 ⁷	金属学会・鉄鋼協会中国四国支部 第34回若手フォーラム	H28.2.19
65	EPDM内部への次亜塩素酸の拡散挙動予測と耐久性評価	○ 石田 拓也 岩路 仁 福崎 智司 ⁹	マテリアルライフ学会 第20回春季研究発表会	H28.2.29
66	Deposition and Characterization of Medical ta-C:H Film using Arc Discharge in CH ₄ /Ar Gas Mixtures	○ 國次 真輔 ⁸ 若江 倫生 ⁸ 中谷 達行 ⁸	ISplasma2016/IC-PLANTS2016	H28.3.6
67	Characterization of Fluorinated Diamond-Like Carbon Films Prepared by Using T-shaped Filtered Arc Deposition System	○ 今井 貴大 ¹³ 藤井 裕真 ¹³ 須田 善行 ¹³ 滝川 浩史 ¹³ 神谷 雅男 ¹⁴ 瀧 真 ¹⁵ 長谷川 祐史 ¹⁵ 辻 信広 ¹⁵ 金子 智 ¹⁶ 國次 真輔 ¹⁸ 川口 雅弘 ¹⁸	ISplasma2016/IC-PLANTS2016	H28.3.6
68	Deposition and Characterization of Medical ta-C:H Film using Arc Discharge in CH ₄ /Ar Gas Mixtures	○ 國次 真輔 ⁸ 若江 倫生 ⁸ 中谷 達行 ⁸	ISplasma2016/IC-PLANTS2016	H28.3.6
69	水平加熱面上の自然対流に対する加熱二重円管の影響	○ 山本 諒馬 ² 下山 力生 ² 堀部 明彦 ² 春木 直人 ² 白澤 昇太 ²	日本機械学会中国四国学生会 第46回学生員卒業研究発表講演会	H28.3.9
70	吸着型モーメント印加装置による計測の妥当性検証	○ 辻 善夫 眞田 明	日本機械学会中国四国支部 第54期講演会	H28.3.14
71	酸化チタン薄膜の表面改質とセルフクリーニング特性	○ 西本 俊介 ² 友野 宏昭 ² 亀島 欣一 ² 三宅 通博 ² 藤井 英司	日本セラミックス協会 2016年年会	H28.3.16
72	CVA法を用いて作製したta-C:H膜のナノインデンテーション	○ 國次 真輔 ⁸ 若江 倫生 ⁸ 中谷 達行 ⁸	表面技術協会第133回講演大会	H28.3.23
73	CVA法を用いたta-C:H成膜に及ぼすパルスバイアスの影響	○ 若江 倫生 ⁸ 國次 真輔 ⁸ 中谷 達行 ⁸	表面技術協会第133回講演大会	H28.3.23
74	DCスパッタリングを用いた人工血管用ePTFEへのDLC薄膜の作製	○ 藤井 雅貴 ⁸ 中谷 達行 ⁸ 國次 真輔 ² 藤井 泰宏 ² 大澤 晋 ²	表面技術協会第133回講演大会	H28.3.23

No.	題 目	発 表 者	発表会名	年月日
75	セルロースの特異的反応場を利用した銀ナノ粒子の合成	○ 古谷 充章 藤井 英司	日本セラミックス協会 2016年年会	H28.3.28
76	Vibrio parahaemolyticusの不活化に及ぼす弱酸性での亜塩素酸ナトリウムの速度論的解析	○ 高橋 和宏 田中 礼士 ⁹ 福崎 智司 ⁹	日本水産学会 28年度春期大会	H28.3.28

1 みのる産業(株)

2 岡山大学

3 東北大学

4 堀金属表面処理工業(株)

5(株)STU

6(株)川上鉄工所

7 広島工業大学

8 岡山理科大学

9 三重大学

10(株)サーテック永田

11 大阪大学

12(一社)日本食品機械工業会

13 豊橋技術科学大学

14 北九州工業高等専門学校

15(株)オンワード技研

16 神奈川県産業技術センター

17 石川県工業試験場

18(地独)東京都立産業技術研究センター

19(地独)大阪府立産業技術総合研究所

20 立命館大学

21 おかやまバイオマスイノベーション創造センター

22 倉敷芸術科学大学

23 岡山大学地球物質科学研究センター

24 愛媛大学地球深部ダイナミクス研究センター

25(国研)物質・材料研究機構

26 首都大学東京

27 オーエム産業(株)

28 岡山県立大学

29 富山県立大学

30 三井造船(株)

岡山県工業技術センター報告第42号

平成27年度版（2015年度版）

平成28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

FAX 086-286-9630

URL <http://www.pref.okayama.jp/sangyo/kougi/>

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

無断転載を禁ずる