

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 37 号

平成 23 年 7 月

岡山県工業技術センター

目次 / CONTENTS

【 報 文 / PAPER 】		1
1 硬質表面付着タンパク質の定量のための拭き取り操作法の標準化 Standardization of Swab Method for the Quantitative Assay of Protein Adsorbing on Hard Surfaces	浦野博水・福崎智司 Hiromi URANO, Satoshi FUKUZAKI	3
2 次亜塩素酸ナトリウムの洗浄・殺菌効果に及ぼす温度の影響 Effect of Temperature on the Cleaning and Disinfecting Actions of Sodium Hypochlorite	福崎智司・浦野博水・ 高橋和宏・山田貞子・ 高木明彦 Satoshi FUKUZAKI, Hiromi URANO, Kazuhiro TAKAHASHI, Sadako YAMADA, and Akihiko TAKAGI*	9
3 外来電磁波に対する熱電対アンプの誤動作の診断手順 Diagnosis Procedure of Errors on Thermocouple Amplifier against External Electromagnetic Wave	渡辺哲史 Tetsushi WATANABE	14
【 技術資料 / TECHNICAL REPORT 】		19
4 ロープ染色による草木染めに関する検討 Study on Natural Dyeing with Rope-Dyeing Machine	國藤勝士・前田進悟 Katsushi KUNITOU and Shingo MAEDA	21
5 四軸織物複合材料の単層板における曲げ特性 Flexural Properties of Tetra-Axial Woven Fabric Composites on Lamina	甲加晃一・岩落仁 Kouichi KOUKA, Hitoshi IWABUKI	23
6 ポリプロピレン複合材料における分散相とそのモルフォロジーが力学特性に及ぼ Influence of dispersant and morphology on mechanical properties for Polypropylene composite	日笠茂樹 Shigeki HIKASA	26
7 木質バイオマス由来ナノファイバーの分散性に関する検討 Examination of dispersity on nano-sized fiber prepared by wood biomass	川端浩二・小野史彰・ 藤井英司・常定健・ 福崎智司 Koji KAWABATA, Fumiaki ONO, Eiji FUJII, Takeshi TSUNESADA and	28
8 高純度マグネシウム陽極酸化皮膜のレーザー除去 Removal of Anodized Layer on High-purity Magnesium by Laser Irradiation	村上 浩二・水戸岡 豊・ 日野 実・西本 克治 Koji MURAKAMI, Yutaka MITOOKA, Makoto HINO, Katsuji	30
9 CA法により作製したCr-Mo-N膜の機械的特性および表面特性 Evaluation of Mechanical and Surface Property of Cr-Mo-N Coatings prepared by CA method	國次真輔・中西亮太 Shinsuke KUNITSUGU and Ryouta NAKANISHI	32

10	レーザ切断におけるツールパスが加工品質におよぼす影響 An influence of tool path design in laser cutting on finished quality	窪田 真一郎, 永山則之, 浅原 美則 Shinichirou KUBOTA, Noriyuki NAGAYAMA, Minoru ASAHARA	34
11	配管内走行ロボットの視覚機能に関する研究 —撮影画像の幾何学的変換によるカメラ視点の変換— Study of Visual Function of the Pipe-Inspection Snake-Robot —View-point Rectification by Geometric Transformation of Images—	藤原 久永・鈴木 康一・ 脇元 修一 Hisanaga FUJIWARA, Koichi SUZUMORI*, Shuichi WAKIMOTO*	36
12	吸着型モーメント印加装置の性能向上に関する研究 Research on Performance Improvement of Sticking Type Moment Excitation Device	辻 善夫・眞田 明 Yoshio TSUJI and Akira SANADA	38
13	煙突効果を用いた自然空冷機構 Natural Air-Cooled Device by the Chimney Effect	下山力生・眞田 明 Rikio SHIMOYAMA and Akira SANADA	40
14	ランダム入射条件でのアクティブ遮音制御実験 Experimental results of active sound transmission control in the case of random incidence	眞田明・辻善夫・ 東山孝治・田中信雄 Akira SANADA, Yoshio TSUJI, Kouji HIGASHIYAMA and Nobuo TANAKA	42
15	3次元動態解析と手術ガイドを応用した新規人工関節手術システム(第2報) Development of Cutting-edge Operative Guiding System for Artificial Joint Replacement Powered by 3-Dimensional Motion Analysis and Surgical Template(2nd report)	永山則之 Noriyuki NAGAYAMA	44
16	筋電測定装置のRTコンポーネント化とそれを応用した訓練システムの開発 Development of RT components for a myoelectric signal measuring and a myoelectric bio-feedback training system	三輪 昭生・梶谷 勇・ 神徳 徹雄 Akio MIWA, Isamu KAJITANI* and Tetsuo KOTOKU*	46
17	Snめっき皮膜でのウィスカ成長に及ぼすPbの影響 Effect of lead on the whisker growth on electroplated tin film	日野 実・村上 浩二・ 水戸岡 豊 Makoto HINO, Koji MURAKAMI, and Yutaka MITOOKA	48
18	車いす座位保持パッドの開発 Development of seating support for wheelchair	椋代弘・永山則之 Hiroshi MUKUDAI, Noriyuki NAGAYAMA	50
	【 外部発表 】		52
	(誌上発表)		54
1	ステンレス鋼に付着したタンパク質の定量評価における拭き取り法の操作条件と有効性	浦野博水、大村宏之、 福崎智司	54
2	PP/エラストマー/CaCO ₃ 三元複合材料の衝撃特性とモルフォロジーに及ぼすエラストマーの併用の効果	日笠茂樹、永田員也、 中村吉伸	54
3	Development of Laser Surface Treatment with Excellent Corrosion Resistance and Conductivity Performance on Magnesium Alloy Products	日野 実、水戸岡 豊、 村上浩二、西本克治、 金谷輝人	54

4	インサート材を用いた1050アルミニウム板-ポリプロピレン樹脂板レーザー接合に及ぼすアルミニウムの表面状態の影響	日野 実、水戸岡 豊、村上浩二、浦上和人、永瀬寛幸、金谷輝人	55
5	りん酸塩陽極酸化処理したAZ91Dマグネシウム合金の摩擦摩耗特性	日野 実、村上浩二、西條充司、引野修次、金谷輝人	55
6	短パルスレーザーによるニトリルゴム表面への微細形状付与	水戸岡 豊、日野 実、浅沼千尋、片山竜雄	55
7	エチレンプロピレングムへの次亜塩素酸の浸透と拡散に及ぼすカーボンブラック	岩路 仁、福崎智司	56
8	Effect of pH on the Adsorption and Desorption of Human Serum Albmin at Titanium-Water Interfaces	高橋和宏、福崎智司	56
9	PP/エラストマー/CaCO ₃ 複合材料の力学特性に及ぼすCaCO ₃ 粒子径の効果	日笠茂樹、永田員也、中村吉伸	57
10	NaCl型窒化物の表面エネルギーに関する第一原理計算	中西亮太、國次真輔、末岡浩二	57
11	Suppression of Guard-Trace Resonance by Matched Termination for Reducing Common-Mode Radiation	渡辺哲史、松嶋 徹、豊田啓孝、和田修己、古賀隆治	57
12	PP/エラストマー/CaCO ₃ 複合材料においてモルフォロジーが力学特性に及ぼす影響	日笠茂樹、永田員也、中村吉伸	58
13	固体表面上の Escherichia coli に対する次亜塩素酸水溶液の超音波霧化の殺	浦野博水、福崎智司	58
14	スピン-スピン緩和のガウス展開による天然ゴムの素練りの解析	岩路 仁、村上浩二、日笠茂樹、西 勝志	59
15	マグネシウム合金へのりん酸塩浴からのプラズマ電解処理による表面熱処理	日野 実、村上浩二、西條充司、引野修次、金谷輝人、辻川正人	59
16	りん酸塩電解液による陽極強化処理を施した高純度マグネシウムに対するレーザー照射	水戸岡豊、村上浩二、日野 実、西本克、金谷輝人	59
17	PP/エラストマー/フィラー複合材料の力学特性に関するエラストマーおよびフィラーの効果	日笠茂樹、永田員也、中村吉伸	60
18	硬質表面に付着したトリオレインの定量評価における拭き取り法の操作因子	浦野博水、大村宏之、福崎智司	60
19	めっき皮膜-基板界面の微細構造評価ならびに制御技術	村上浩二、日野 実、水戸岡 豊、岡野雅子、宮本吾郎、高見沢政男、中井清真、金谷輝人	61
20	Influences of Morphology on Mechanical Properties of Polypropylene/Elastomer/CaCO ₃ Ternary Composites	日笠茂樹、永田員也、中村吉伸	61
21	Snめっきのウイスカ成長に及ぼす恒温恒湿試験による雰囲気湿度の影響	日野 実、村上浩二、水戸岡 豊、村岡 賢、高見沢政男	62
22	Fabrication of hydroxyapatite with controlled morphology in a micro-reactor	藤井英司、川端浩二、中崎義晃、谷澤祐二、城崎由紀、早川 聡、尾坂明義	62

23 Uniform culture in solid-state fermentation with fungi and its efficient enzyme production

伊藤一成、河瀬朋華、 62
産本弘之、五味勝也、
狩山昌弘、三宅剛史

(口頭発表)

64 ~ 72

報 文

硬質表面付着タンパク質の定量のための 拭き取り操作法の標準化

Standardization of Swab Method for the Quantitative Assay of Protein Adsorbing on Hard Surfaces

浦野博水・福崎智司

Hiromi URANO and Satoshi FUKUZAKI

キーワード 拭き取り法 / 付着タンパク質の定量 / ローリーフォリン法 / 操作条件の標準化
KEY WORDS Swab method / Quantitative assay of protein / Lowry-Folin assay / Standardization
of operating condition

要 旨

付着タンパク質の定量評価を目的として、ステンレス鋼に付着した種々の濃度の牛血清アルブミン (BSA) を対象に拭き取り操作の条件を検討した。本研究で用いた Lowry-Folin assay の試薬に反応しないポリエチレン (PE) 先端部とポリプロピレン (PP) 軸部から成る拭き取り棒を用いた。拭き取り操作は、PE 先端部の湿潤液として 0.1M NaOH 溶液を用い、800~1400 mN で 20 秒間行った。PE 先端部に回収したタンパク質は、溶離液としての 0.1% ドデシル硫酸ナトリウムを含有する 0.1M NaOH 溶液中で効率的に溶出できた。その結果、1~700 µg の BSA が回収率 97% で定量化できた。得られた操作条件の実施により、40~120 °C で加熱された卵アルブミン (EA) に対しても良好な再現性をもって 92% 以上の回収率で検出することができ、基本的な拭き取り操作としての実効性が示された。

1 はじめに

食品の製造現場では、設備や機器の洗浄・殺菌操作と清浄度の維持管理に多大な労力と注意が払われている。特に、製品の二次汚染と密接に関係する製品が直接接触する機器表面の清浄度については、定期的な検査が要求されている。清浄度の測定結果は、清浄度の確認、機器の衛生構造、洗浄・殺菌条件の妥当性や実効性を示す重要な科学的根拠となる。

現在、清浄度の簡易測定法として、綿棒などの拭き取り棒(スワブ棒)を用いて表面の汚れを回収し、回収した汚れ中の特定成分(ATP やタンパク質)を汚染指標として定量分析する拭き取り法¹⁻⁴⁾が広く採用されている。しかしながら、汚れを回収する拭き取り操作の基準が十分に示されていないことから、実際の製造現場では作業者の経験に依存した操作が行われており、そのため作業者間での結果のばらつき(回収率や定量範囲の相違、再現性に欠ける等)が大きいという課題が残されている。拭き取り法を清浄度の標準的な検査法とするためには、回収率が高く、再現性に優れた基本的な拭き取り操作条件を設定する必要がある。

本研究では、ステンレス鋼表面に人為的に付着さ

せたタンパク質を対象として、回収率ならびに再現性に優れた拭き取り操作条件の検討とその検証を行った。タンパク質の定量法には、ビュレット法⁵⁾や色素結合法⁶⁾よりも定量範囲が上限・下限とも広い Lowry-Folin assay⁷⁾を採用し、あわせて Lowry-Folin assay の反応試薬に不活性な樹脂製のスワブ棒を使用した。拭き取り操作の因子として、スワブ棒の先端部を濡らす湿潤液、スワブ棒に加える力、拭き取りの時間、スワブ棒からタンパク質を溶出する溶離液について検討し、標準的な拭き取り操作条件を選定した。さらに、選定した拭き取り条件の実効性を検証した。

2 実験方法

2.1 材料と試薬

タンパク質汚れのモデル物質として、拭き取り操作因子の検討には牛血清アルブミン (BSA ; Lot No. M7N9870 ; ナカライテスク(株))を用い、選定した操作条件の検証実験には食品由来タンパク質である低精製卵由来アルブミン (EA ; Albumin, CHIKEN EGG, Grade V, Lot No. 31K7025 ; シグマアルドリッチジャパン(株))を用いた。ステンレス鋼には、No. 4 仕上げ

(表面粗さ： $<0.6\ \mu\text{m}$)のSUS 304の平板(SUS板； $50\times 50\times 1\ \text{mm}$ ；大阪サニタリー金属協同組合)を用いた。BSAの検出試薬としてFolin-Ciocalteu phenol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。スワブ棒は、先端部と軸部の材質が各々異なる市販の3製品を用意した：① [先端] ポリエチレン(PE) / [軸] ポリプロピレン(PP)(ATS-SOFT；株アズワン)、② [先端] 綿 / [軸] 紙(AP-6；株アズワン)、③ [先端] 綿+レーヨン / [軸] 紙(P752D；日本綿棒株)。このうち、Lowry-Folin assayで用いる試薬との反応性が極めて小さいPE(先端)とPP(軸)からなるPE/PPスワブ棒を選定し、拭き取り操作に使用した(結果参照)。

2.2 タンパク質付着ステンレス鋼板の作製

イオン交換水にBSAまたはEAを任意量溶解して $0.005\sim 8\ \text{g/l}$ の水溶液を調製した。マイクロピペットを用いてSUS板上にBSA溶液またはEA溶液を $0.1\ \text{ml}$ 滴下し、直径約 $20\ \text{mm}$ となるように塗り広げた($0.5\sim 800\ \mu\text{g BSA or EA/plate}$)。このSUS板を $40\ ^\circ\text{C}$ の乾燥器内(大気雰囲気)で24時間乾燥してタンパク質付着SUS板とした(図1A)。

回収率に及ぼす付着タンパク質の被加熱温度の影響を検討するために、EA付着SUS板($50\ \mu\text{g/plate}$)をさらに $40\sim 150\ ^\circ\text{C}$ の乾燥器内(大気雰囲気)で2時間加熱処理して、加熱処理SUS板を調製した。

2.3 拭き取り操作

PE/PPスワブ棒先端部の水の吸水飽和量は $71.3\pm 2.4\ \mu\text{l}$ ($n=10$)であった。表面から再溶出したタンパク質を含む湿潤液が拭き取り面に残ると回収率は低下することから、PE先端部への湿潤液の供給量は吸水飽和量の約85%に相当する $60\ \mu\text{l}$ に統一した。先端

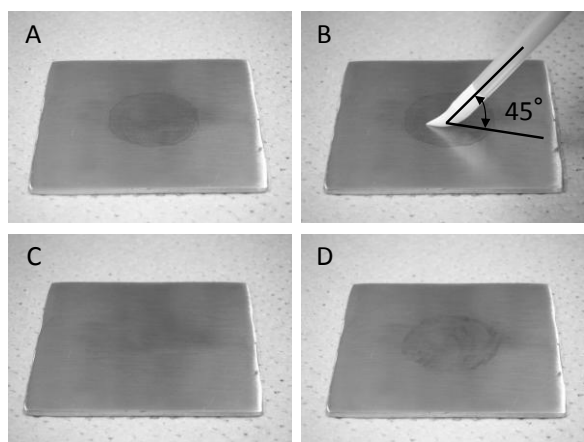


図1 拭き取り操作の概要 (A) タンパク質付着SUS板、(B) 拭き取り操作中、(C) 拭き取り操作終了、(D) 拭き取り操作終了(不十分な場合)

部は、湿潤液を供給しない場合、湿潤液としてイオン交換水を供給した場合、 0.1M NaOH 溶液(NaOH溶液)を供給した場合の3条件とした。

拭き取り操作は、スワブ棒の先端部をタンパク質付着SUS板に対して約 45° の角度を保ち、約 $1100\ \text{mN}$ ($110\ \text{gf}$)の力で押しつけ(F_p)、擦りつけるように往復運動させて行った(図1B)。約20秒間の操作後、タンパク質付着痕が視認できなくなった時点で拭き取りを終了した(図1C)。拭き取りが不十分な場合、付着痕は視認できる程度に残存した(図1D)。 F_p は、BSA付着SUS板を電子秤の上に乗せ、拭き取り操作を行うことにより測定した。

1回目の拭き取り操作の後、拭き取り残したBSA量またはEA量の確認作業として、NaOH溶液を湿潤液とした2回目の拭き取り操作を行った。

2.4 回収タンパク質の定量

拭き取り操作で回収されたタンパク質(BSA、EA)の分析条件の検討をおこなった。スワブ棒先端部からタンパク質を溶出させるための溶離液として 0.1M NaOH 溶液 $1\ \text{ml}$ を入れた試験管に拭き取り後のスワブ棒を入れ、試験管ミキサーにて15秒間十分に攪拌した後、脱着平衡に達するまで先端部を4時間浸漬した。また、疎水性である先端部からのタンパク質の溶出効率の向上を目的として、NaOH溶液にドデシル硫酸ナトリウム(SDS)を 0.1% (w/v)添加した溶離液($0.1\% \text{ SDS/NaOH}$)においても同様の操作を行った。その後、NaOH溶液 $1\ \text{ml}$ (溶出タンパク質)とスワブ棒(未溶出タンパク質)を対象にLowry-Folin assay⁷⁾を行い、波長 $750\ \text{nm}$ における吸光度(Abs._{750})を測定して、拭き取り回収したタンパク質量を算出した。

3 結果と考察

3.1 PE/PPスワブ棒の選定

表1に、PE/PPスワブ棒のLowry-Folin assayに用いる試薬との反応性を示す。比較のため、綿/セルローススワブ棒、綿+レーヨン/セルローススワブ棒の反応結果も例示した($n=6$)。スワブ棒自体の反応性は、拭き取り操作後のタンパク質定量系のブランク値に相当するため、微量の付着タンパク質を精度良

表1 Lowry-Folin assayに対するスワブ棒の反応性

スワブ棒		Abs._{750}^*		BSA相当量(μg)	
先端部	軸部	平均	標準偏差	平均	標準偏差
ポリエチレン	ポリプロピレン	0.013	0.001	0.77	0.14
綿	紙	0.141	0.059	28.8	14.2
綿+レーヨン	紙	0.281	0.115	66.5	33.9

*各スワブ棒6本の結果

く検出するためには、反応性およびそのばらつきがともに小さいことが望ましい。PE/PP スwab棒の反応性は、Abs.₇₅₀ で 0.013 ときわめて小さく、標準偏差 (SD) は 0.001 とばらつきも小さかった。これらの値は、BSA 相当量に換算して 0.77 μg (SD=0.14) であった。一方、綿/紙swab棒および綿+レーヨン/紙swab棒の反応性は、BSA 相当量で各々 29 μg (SD=14.2) および 67 μg (SD=33.9) であり、比較的大きい反応性とばらつきをもつことがわかった。以上の結果から、本定量系に適したswab棒としてPE/PP swab棒を選定した。

3.2 拭き取り操作による検出

0.5~800 μg のBSAを付着させたSUS板を対象に、PE/PPswab棒を用いた拭き取り試験を行った ($F_p=1100$ mN)。図2Aに、付着量10~800 μg での付着量と検出量の関係を示す。NaOH溶液およびイオン交換水を湿潤液として用いたときの線形最小二乗法によるデータ適合の結果を図中に各々破線と直線で示す。NaOH溶液の場合、10~700 μg の範囲で良好な直線関係が得られた。破線の傾きから、平均の回収率は87.2%、相関係数は0.999と算出された(高い相関係数は良好な再現性を意味する)。しかし、付着量800 μg では拭き取り残しが認められ、回収率は81.2%に減少した。イオン交換水の場合、付着量が10~250 μg の範囲では良好な直線関係(回収率85.2% ; 相関係数0.999)が得られたが、付着量が400 μg を超えると検出量が徐々に減少し、500 μg 以上の付着量では約360 μg を上限とする検出量に止まった。湿潤液を使用しない場合、初期付着量に関係なくBSA検出量は8 μg 以下であり、SUS板上の付着BSAをほとんど拭き取

り回収することができなかった(図1D)。図2Bに、付着量0.5~10 μg での付着量と検出量の関係を示す ($F_p=1100$ mN)。図中の破線と直線は、図2Aにおける各々NaOH溶液とイオン交換水を湿潤液としたときのデータ線形最小二乗法の結果を示している。この微量付着量の範囲においても、湿潤液を使用すれば、その種類(NaOH溶液 or イオン交換水)に関係なく良好な直線性が得られた。低濃度側の検出限界値として従来の拭き取り法よりも一桁小さい値となる付着量が0.5~2.0 μg のごく微量な範囲でも、付着BSAの存在を明確に検出できることがわかった。この領域では、検出量にばらつきが大きくなる傾向があるが、これはswab棒自体の反応性とBSA付着操作におけるばらつきにも由来すると考えられる。なお、本研究における付着量0.5~2.0 μg は、単位面積あたりの付着量に換算すると約1.6~6.4 mg/m²に相当するが、これは、BSA分子の単分子層吸着と同桁の値である⁸⁻⁹⁾。

一般に、BSAはステンレス鋼に対し不可逆的に吸着する¹⁰⁻¹¹⁾。不可逆吸着したBSAは、水洗浄(中性領域の水)では容易に脱着せず、NaOH溶液などの強アルカリ性溶液による洗浄が必要となる。しかし、イオン交換水を湿潤液としたswab棒による摩擦により、0.5~250 μg の範囲では良好な直線性をもってBSAの回収を行うことができた。一方で、湿潤液を使用しなければ、付着BSAの有意な回収はできなかった。この結果は、swab棒の摩擦によりBSA分子がステンレス鋼表面から離脱しswab棒に移行するためには、連続相となる水の存在が不可欠であることを示している。また、250 μg 以上の範囲では、湿潤液がイオン交換水の場合は回収率が徐々に減少し

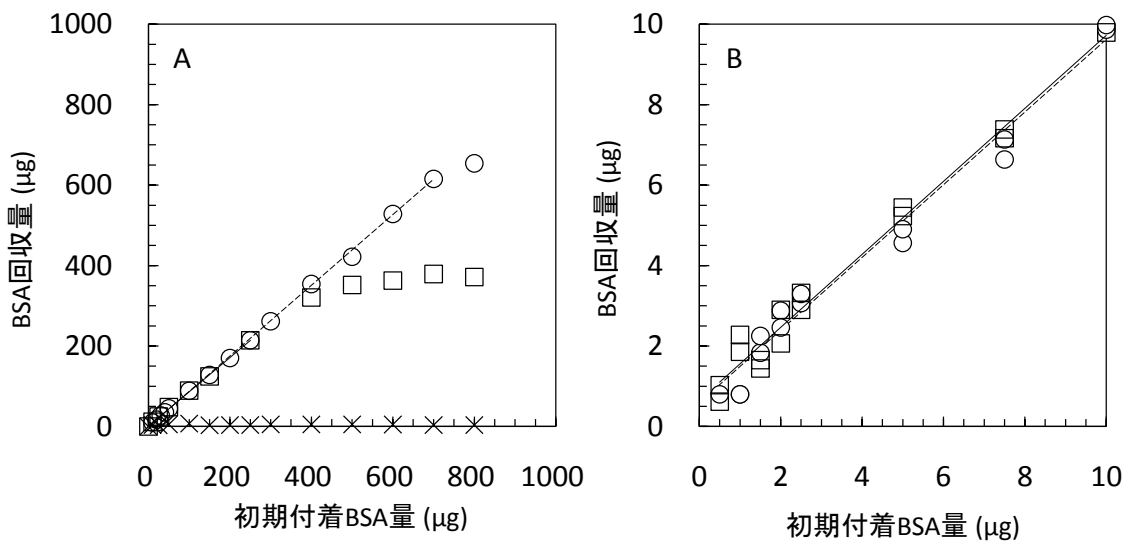


図2 初期付着BSA量とBSA回収量の関係(初期付着BSA量:(A) 10~800 μg 、(B) 0.5~10 μg 、湿潤液条件; ○: 0.1M NaOH溶液、□: イオン交換水、×: 湿潤液無し(乾燥状態))

たが、NaOH溶液の場合では高い回収率を維持することができた。このことから、アルカリ (OH⁻) はBSAの高濃度溶出と再付着防止 (溶液中への安定保持) に寄与していると考えられる¹²⁾。

図2Aおよび図2Bの付着量2~700 μgの実験系において、NaOH溶液を湿潤液として1回目の拭き取り実験終了後、同一の試験板に対して繰り返し同様の拭き取り操作を行った。その結果、2回目の拭き取り操作ではBSAは全く検出されなかった (結果未掲載)。図2Bの結果から、少なくとも0.5 μg程度のBSAが残留していれば十分に検出可能であることから、拭き残したBSA量は多くとも0.5 μg程度以下で無視できる量であると判断した。また、拭き取り操作時間を20秒以上に設定しても、回収率は向上しなかった。

3.3 溶離液の検討

上記の実験では、PE/PS スワブ棒からの BSA の溶出のために、0.1M NaOH 溶液中に 4 時間浸漬し、回収率 85~87%の結果を得るにとどまった (図 2)。そこで、回収率の向上および溶出時間の短縮を目的に、溶出液への陰イオン界面活性剤である SDS の添加効果を検討した。BSA 付着 SUS 板 (50 μg/plate) を対象に、NaOH を湿潤液として拭き取り操作を行い ($F_p = 1100$ mN)、スワブ棒からの BSA の溶出挙動を比較した。図 3 に、NaOH 溶液および 0.1% SDS/NaOH 溶液を溶離液として用いた場合の回収率におよぼす溶出時間の影響を示す。NaOH 溶液の場合、BSA の溶出は緩慢であり、回収率 87.0%に達するには 4 時間以上を要した。一方、0.1% SDS/NaOH 溶液では 5 分間の溶出時間で回収率は 93.0%に達し、その後 2 時間以上で最大値の 97.0%を得た。また、0.1%の SDS

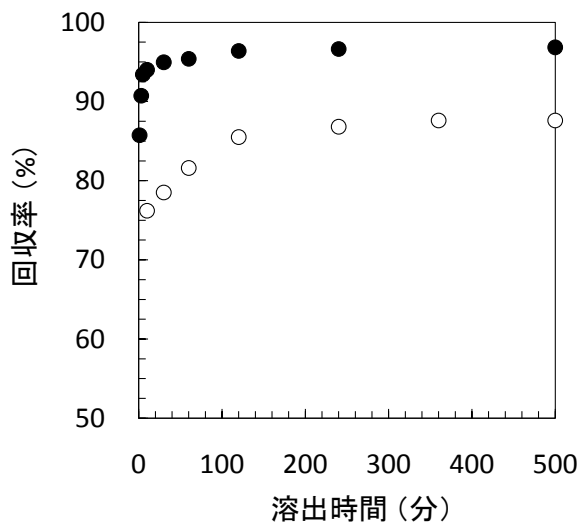


図3 回収率におよぼす溶出時間の影響 (溶離液条件; ○: 0.1M NaOH溶液、●: 0.1% SDS/0.1M NaOH溶液)

はLowry-Folin assayによるBSAの検出を妨害しないこともわかった。0.1%SDSによる疎水性のPE先端部とNaOH溶液の界面張力の低下効果 (界面活性効果) の結果、濡れ性が向上しBSAの溶出が迅速かつ効率的に起こったと考えられた。

3.4 スワブ棒の押しつけ力 (F_p) の影響

回収率に及ぼす F_p の影響を、 $F_p = 150 \sim 1400$ mN (約 15~140 gf) の範囲で検討した。BSA付着SUS板 (50 μg/plate) に対して、NaOH溶液およびイオン交換水を湿潤液として拭き取り操作を行ったときの回収率におよぼす F_p の影響を図4に示す (溶離液: 0.1% SDS/NaOH)。NaOH溶液を湿潤液とした場合、200 mNの弱い力でも回収率は91.0%と高く、800~1400 mNで回収率97.0%を得ることができた。イオン交換水の場合、100 mNの場合を除き、NaOH溶液で得られた結果とほぼ一致していた。このように、付着BSAの拭き取りには、必ずしも大きな押しつけ力を必要としないことがわかった。以上の結果から、BSA (標準タンパク質)、ステンレス鋼 (基材)、Lowry-Folin assay (検出法) を用いて得られた拭き取り操作条件を表2に示した。

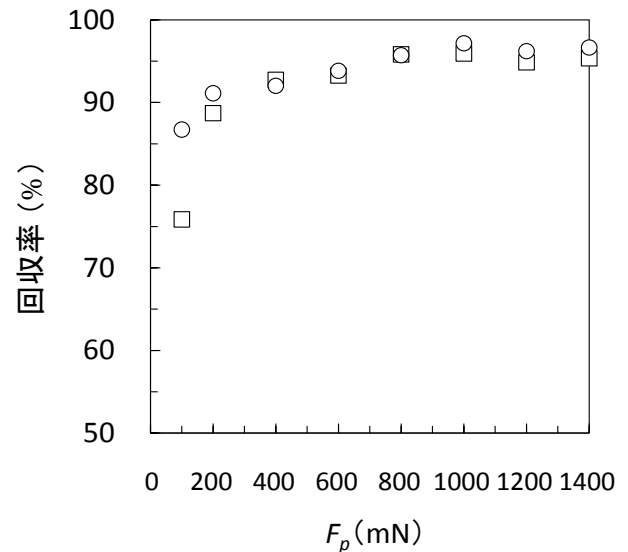


図4 回収率におよぼすスワブ棒の押しつけ力 (F_p) の影響 (湿潤液条件; ○: 0.1M NaOH溶液、□: イオン交換水)

表2 選定した拭き取り条件

スワブ棒	PE (先端) / PP (軸) スワブ棒
湿潤液	0.1M NaOH溶液 (60 μl: 平衡吸水量の85%程度)
スワブ棒押しつけ力 (F_p)	1100 mN
スワブ棒の角度	45° (任意)
拭き取り時間	20秒
溶離液	0.1% SDS含有0.1M NaOH溶液
溶離時間	5分

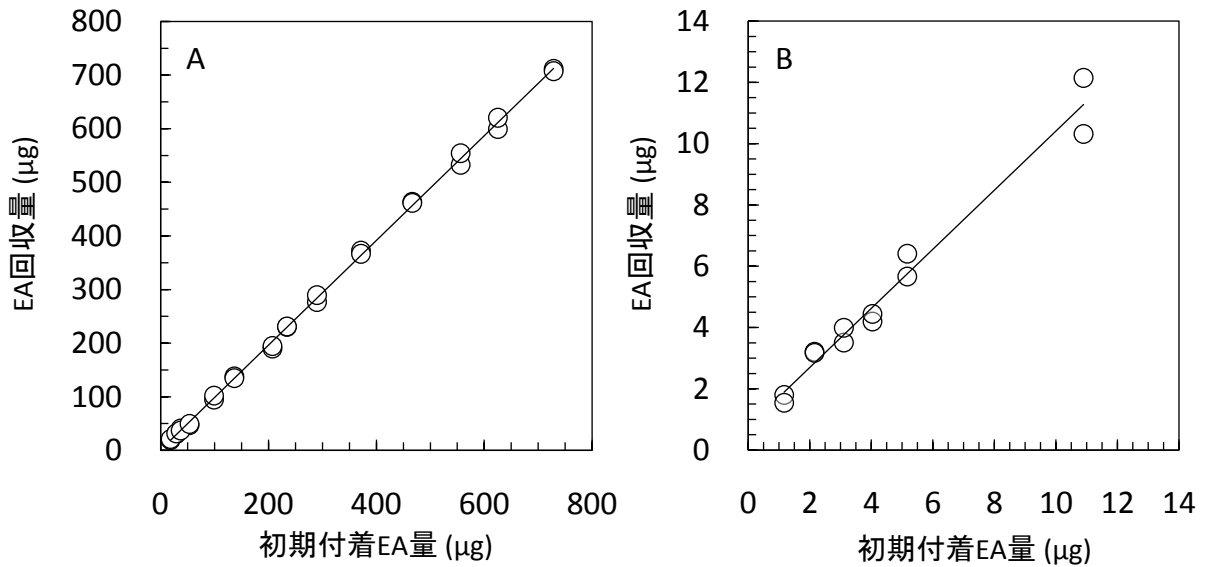


図5 初期付着EA量とEA回収量の関係 (初期付着量 : (A) 20~720 µg、(B) 1~11 µg、拭き取り条件は表2参照)

3.5 食品タンパク質を用いた検証実験

低精製卵由来アルブミン (EA) を付着させたSUS板を対象に、選定した拭き取り操作条件 (表2) で拭き取り実験を行った。図5Aに、20~720 µgの範囲における付着量と検出量の関係を示す。BSAの場合と同様に、きわめて良好な直線関係が得られた。線形最小二乗法による解析の結果、回収率は97.7%、相関係数は0.999と算出された。同様に、1~11 µgの低濃度範囲においても高い回収率 (≒100%) と良好な直線性 (相関係数 : 0.999) が得られることが確認された (図5B)。また、湿潤液を使用しなければ、付着EAはほとんど回収できなかった (< 8 µg) (結果未掲載)。このように、付着・残留しやすいタンパク質の一つであるEAに対しても、単分子層吸着のレベルまで検出可能であることが確認できた。

実際の現場では、付着後のタンパク質が熱に晒されることは珍しくない。そこで、EA付着SUS板 (50 µg/plate) を、さらに40~150 °Cで2時間加熱した後、選定した条件で拭き取り操作を行った。図6に、加熱温度と回収率の関係を示す。40~120°Cの範囲では、回収率は温度の上昇に伴い97.0%から92.0%まで緩やかに低下する傾向が見られたが、高い回収率が維持できていた。しかし、回収率は135°Cで83.0%、150°Cでは35.0%まで著しく低下し、目視でも拭き取り残しが認められた。

一般に、タンパク質は熱により脱水縮合を起こし、分子内の高次構造の変化 (熱変性) や分子間の結合が変化し、疎水化や水への溶解性の低下が起こる¹⁴⁾。例えば、120°Cを超える温度で加熱 (2時間) された

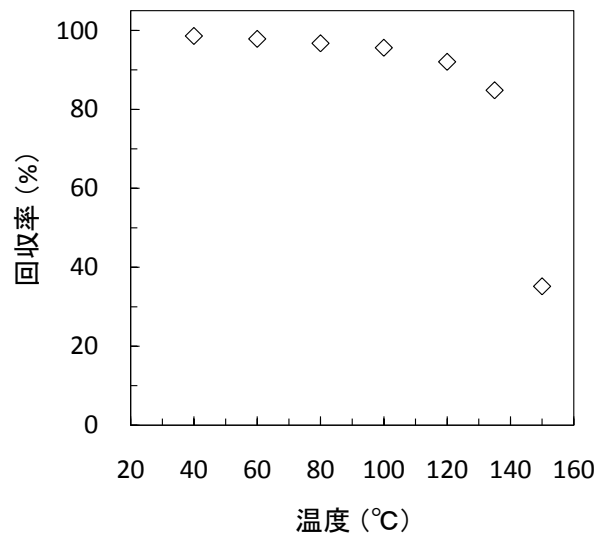


図6 付着EAの回収率におよぼす加熱温度の影響 (拭き取り条件は表2参照)

付着BSAは、タンパク質の溶解効果に優れる0.1 M NaOH溶液に対してもほとんど溶解しなくなることがわかっている¹⁵⁾。おそらく、150°CではEA分子に熱変性等が起こり、選定した拭き取り条件では回収できない固着汚れに変質したため、回収率が著しく低下したのではないかと推測される。このことから、本標準拭き取り条件による検出・評価は、軽度 (120°C、2時間) の熱変性タンパク質に対して有効であるが、乾燥した状態で120°Cを超える熱履歴を受けた重度に熱変性した付着タンパク質に対しては適さないことが示唆された。

4 まとめ

ステンレス鋼に付着したタンパク質を対象として、拭き取り操作条件と回収率、再現性および定量範囲を検討し、以下の結果を得た。

- (1) PE/PPスワブ棒の湿潤液は媒体として不可欠であり、平衡吸収量の85%程度を吸水させることで、良好な拭き取り操作を行うことができた。
- (2) タンパク質検出法としてLowry-Folin assayを採用し、0.1M NaOH溶液を湿潤液として用いた場合、少なくとも1~700 µg のBSAおよびEAに対して、高い拭き取り回収率(97%)と相関係数(>0.999)、すなわち再現性が得られた。低濃度側の検出限界値として従来の拭き取り法よりも一桁小さい高感度測定が可能であった。
- (3) 溶離液として用いた0.1M NaOH溶液に陰イオン界面活性剤であるSDS(0.1%)を添加することにより、PE先端部からのタンパク質の溶出効率を高めることができた。
- (4) スワブ棒の押しつけ力を800~1400 mNとすることで、回収率97.0%を得ることができた。
- (5) 選定した拭き取り操作条件(表2参照)の実施により、40~120°Cの範囲で加熱処理されたEAに対しても92~97%の回収率で検出することができた。(軽度の熱変性タンパク質に対して有効であることが確認できた。)

本研究で得られた結果は、拭き取り法を用いて広い濃度範囲の付着タンパク質を高い回収率と再現性をもって測定するための、基本的な操作条件とその有効性を示すものである。

参考文献

- 1) 川崎 晋, 山中俊介, 川本伸一: 日本食品微生物学会誌, **23**, 230 (2006).
- 2) 南條正仁: 防菌防黴, **33**, 473 (2005).
- 3) 沼間雅之: 有害微生物管理技術第 I 巻, フジテクノシステム (2000) p. 956
- 4) 羽毛田 靖: 防菌防黴, **25**, 457 (1997).
- 5) A. G. Gornall, C. J. Bardawill and M. M. David: *J. Biol. Chem.*, **177**, 751 (1949).
- 6) M. M. Bradford: *Anal. Biochem.*, **72**, 248 (1976).
- 7) O. H. Lowry, N. J. Rosebrough, A. L. Farr and R. J. Randall: *J. Biol. Chem.*, **193**, 265 (1951).
- 8) S. Fukuzaki, H. Urano and K. Nagata: *J. Ferment. Bioeng.*, **80**, 6 (1995).
- 9) W. Norde and C. E. Giacomelli: *J. Biotechnol.*, **79**, 259 (2000).
- 10) K. Takahashi and S. Fukuzaki: *Biocontrol Sci.*, **11**, 61 (2006).
- 11) T. Sakiyama, K. Tanino, M. Urakawa, K. Imamura, T. Takahashi, T. Nagai and K. Nakanishi: *J. Biosci. Bioeng.*, **88**, 536 (1999).
- 12) L. K. Koopal: *Neth. Milk Dairy J.*, **39**, 127 (1985).
- 13) S. Fukuzaki, A. Takehara and K. Takahashi: *Biocontrol Sci.*, **11**, 167 (2006).
- 14) F. S. M. Van Kleef: *Biopolymers*, **25**, 31 (1986)
- 15) H. Urano and S. Fukuzaki: *J. Food Prot.*, **64**, 108 (2001)

次亜塩素酸ナトリウムの洗浄・殺菌効果に及ぼす 温度の影響

Effect of Temperature on the Cleaning and Disinfecting Actions of Sodium Hypochlorite

福崎智司・浦野博水・高橋和宏・山田貞子・高木明彦*

Satoshi FUKUZAKI, Hiromi URANO, Kazuhiro TAKAHASHI, Sadako YAMADA, and Akihiko TAKAGI*

キーワード 次亜塩素酸ナトリウム／洗浄・殺菌／温度依存性

KEY WORDS Sodium Hypochlorite／Cleaning and disinfection／Temperature dependence

要 旨

ステンレス鋼に不可逆吸着した牛血清アルブミン(BSA)の除去および *Pseudomonas fluorescens* の殺菌における次亜塩素酸ナトリウム(NaOCl)の作用を種々の温度で解析した。遊離有効塩素(FAC) 600 mg/L 含有する pH 9.0 の NaOCl 水溶液を洗浄液として用いたときの BSA の除去速度および除去効率は、20°C から 60°C に上昇するとともに増加したが、70~80°C では徐々に減少した。2.5 mg FAC/L を含有する pH 5.7 および 7.6 の NaOCl 水溶液による *P. fluorescens* の殺菌処理では、生菌数の対数相対減少値は FAC 濃度と時間の積に依存し、殺菌速度は 15°C から 40°C に上昇するとともに増加した。BSA の除去(k^{OC1})および *P. fluorescens* の殺菌(k^{HOCl})に対する一次速度定数は、いずれも Arrhenius 型の温度依存性を示した。 k^{OC1} および k^{HOCl} に対する見掛けの活性化エネルギーは、各々約 30 および 60 kJ/mol と概算された。

1 はじめに

現在、食品や医薬品の製造工場や保健介護施設において、洗浄と殺菌の目的でもっとも汎用されている薬剤は次亜塩素酸ナトリウム(NaOCl)である^{1, 2)}。次亜塩素酸ナトリウムの利便性は、理想的な殺菌剤の要件を数多く満たしていることに加えて、漂白、脱臭そして優れた洗浄作用を有していることである。

希釈した NaOCl 溶液中では、pH5~10 の範囲において非解離型である次亜塩素酸(HOCl)と次亜塩素酸イオン(OCl⁻)の間に解離平衡が存在する³⁾。



これまでの研究で、次亜塩素酸ナトリウムの殺菌効果は、水溶液中での非解離型次亜塩素酸(HOCl)の濃度に依存し⁴⁻⁶⁾、洗浄効果は解離型 OCl⁻の濃度に依存することが知られている⁶⁻⁸⁾。

次亜塩素酸ナトリウムの洗浄・殺菌作用は、いずれも HOCl/OCl⁻分子の Cl (酸化数+1) の強力な酸化力に依存している⁹⁾。酸化反応の進行は、種々の外的環境因子の影響を受ける。たとえば、化学反応速度は熱によって促進されることから、HOCl/OCl⁻の酸化反応に基づく作用力も熱との併用で増加することが期待できる。ここで、洗浄

(汚れの除去)や殺菌(菌の死滅)のように複雑なメカニズムで進行する反応系では、系全体の律速となる素過程の熱依存性が温度の影響を強く反映することとなる。したがって、NaOCl 溶液を用いた洗浄および殺菌の進行過程を種々の温度にて速度論的に解析することにより、各操作の熱依存性や系のどの過程が律速となっているかを知ることができる。

本研究では、タンパク質が不可逆吸着したステンレス鋼とバイオフィーム形成菌を対象として、次亜塩素酸ナトリウムの洗浄・殺菌効果に及ぼす温度の影響を動力的に解析した。そして、洗浄および殺菌の速度に対して得られた見掛けの活性化エネルギー(E_a)から、律速となる過程が拡散反応あるいは化学(酸化)反応のいずれの特徴を示すのかを考察した。

2 実験方法

2.1 材料と供試菌株

タンパク質には牛血清アルブミン(BSA)、細菌には *Pseudomonas fluorescens* NBRC14160 を用いた。ステンレス鋼の基材には SUS 316L の微粒子 (ca. 9 μm ; 0.39 g/m²; ニラコ株)を用いた。NaOCl は、市販の有効塩素 6% NaOCl 溶液(和光純薬株)を用いた。FAC 濃度は DPD 法で測定した¹⁰⁾。

* 岡山県立大学

P. fluorescens は、Luria-Bertani (LB) 培地 (pH 7.0) にて 30°C で培養した。保存用凍結培養液 (10% グリセロール含有 LB 培地) 40 μ L を 4mL の LB 培地に接種して 24 時間前培養した後、この培養液を 100 mL の同培地に接種して 24 時間振とう培養した。この培養液から集菌し (15,000 \times g, 10 min)、生理食塩水 (0.85% NaCl) で 2 回洗浄した後、再度生理食塩水に懸濁した。*P. fluorescens* の生菌数は、10 倍希釈系列から寒天平板培養法に供して 35 \pm 1°C で 40~48 時間培養し、形成されたコロニー数 (Colony Forming Unit: CFU) から算出した¹⁰⁾。菌懸濁液の初発菌数は 2.0 \times 10⁹ CFU/mL であった。

2.2 BSA 吸着・洗浄実験

ステンレス鋼粒子への BSA の吸着は、25mL のガラス製バイアル瓶にステンレス鋼粒子 1.25g と BSA 溶液 (3 g/L) 5 mL を入れ、密栓後、湯浴中で 2 時間振とう接触 (40°C, 140 rpm) させて行った¹¹⁾。吸着平衡に達した後、遠心分離 (2,300 \times g, 10min) によりステンレス鋼粒子を回収した。回収ステンレス鋼粒子を 10⁻³ M KNO₃ 溶液 5 mL で 3 回すすぎ洗浄 (懸濁・遠心分離) 後、40°C で 1 日乾燥させて試料とした。

洗浄実験には、pH 9.0 に調整した NaOH 溶液および有効塩素濃度 (AC) 600 mg/L の NaOCl 溶液 (約 97% が OCl⁻) を用いた。BSA が吸着したステンレス鋼粒子 1 g をステンレス鋼製カラム (内径 4 mm \times 長さ 50 mm) に充填させた後、カラムを恒温槽内 (20~60°C) に鉛直方向に設置した。洗浄液は、HPLC 用定量ポンプにより、カラム底部より 0.3 mL/min の流速で供給した。カラム出口から排出される洗浄液を経時的に分取した。各分画中の BSA 量を全有機炭素 (TOC) 分析計にて測定した⁷⁾。

2.3 *P. fluorescens* の殺菌実験

殺菌実験は、pH 5.7 に調整した 1mM 2-morpholinoethanesulfonic acid (MES) 緩衝液中で行った (約 98% が HOCl)。MES 緩衝液 4.75 mL と *P. fluorescens* 菌懸濁液 0.25 mL を 15 mL のポリプロピレン (PP) 製試験管に入れて、任意の温度 (15~40°C) に調整した湯浴中で 10 分間振とう保温 (60rpm) した (初発生菌数: 1.0 \times 10⁸ CFU/mL)。次に、MES 緩衝液で AC 濃度 1,000 mg/L に調整した次亜塩素酸ナトリウム溶液 0.0125 mL を PP 試験管に添加し、振とう保温 (60 rpm) して殺菌処理を開始した (殺菌 FAC 濃度: 2.5 mg/L)。殺菌処理開始後、経時的に 0.01mL の試料をサンプリングし、0.99 mL の 0.1 mM リン酸緩衝液 (pH 7.2) 入り PP 試験管に移した。この液を、直ちに 10 倍希釈系列で希釈調整し、寒天

平板培養法に供して形成されたコロニー数から生菌数を算出した¹⁰⁾。

3 結果

3.1 NaOCl 洗浄に及ぼす温度の影響

図 1 に、pH 9.0 に調整した NaOH 溶液および NaOCl 水溶液 (FAC: 600 mg/L) を用いた洗浄における BSA の脱着速度に及ぼす温度の影響を示す。グラフは、洗浄時間に対して残存 BSA 量の自然対数値 ($\ln \Gamma$) をプロットしたものである。

図 1A に、20, 40, 60°C での NaOH 洗浄における BSA の脱着曲線を示す。BSA の脱着はきわめて緩慢であり、温度の影響もきわめて小さかった。20~60°C の範囲では、いずれの温度ともほぼ直線的な脱着に近似することができた (30, 50°C の結果は未掲載)。グラフの傾きから一次脱着速度定数 (k^{OH}) は 0.0323 min⁻¹ (20°C)、0.0480 min⁻¹ (30°C)、0.0760 min⁻¹ (40°C)、0.0905 min⁻¹ (50°C)、0.152 min⁻¹ (60°C) と求められた。

NaOCl 水溶液の場合、温度の増加とともに、脱着が起り始めるまでの誘導期間の短縮と脱着速度の増加が見られた (図 1B)。洗浄速度を定量的に評価するために、BSA 分子の脱着が OH⁻ と OCl⁻ の作用により独立かつ同時に起こっていると仮定し、(1) 式の脱着モデルを解析に用いた⁷⁾ :

$$\ln \Gamma = \ln \{ \exp(\ln \Gamma_0^{\text{OH}} - k^{\text{OH}} t) + \exp(\ln \Gamma_0^{\text{OCl}} - k^{\text{OCl}} t) \} \quad (1)$$

ここで、 t は洗浄時間、 Γ は時間 t での BSA の

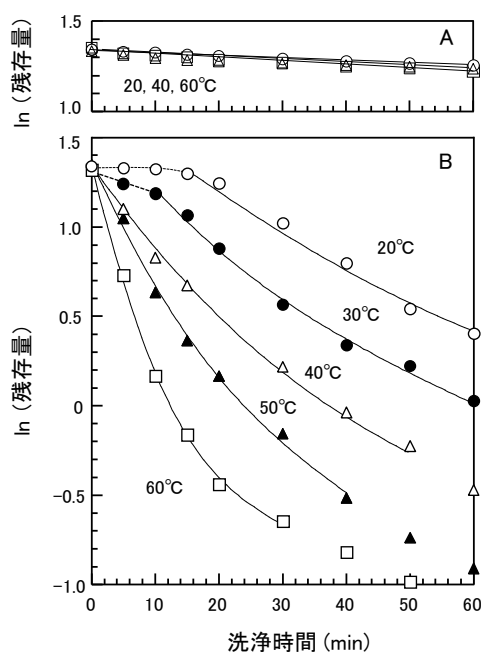


図1 次亜塩素酸ナトリウム水溶液を用いた洗浄におけるステンレス鋼からのBSAの離脱速度に及ぼす温度の影響
(A) NaOH溶液 (pH 9)
(B) NaOCl水溶液 (pH 9, 600 mg FAC/L)

残存量、 Γ_0 は $t = 0$ での初発 BSA 濃度、 k は Γ に関する一次脱離速度定数、添え字 OH と OCl は、各々 OH⁻ と OCl⁻ の作用による脱着を意味する。ここで、速い脱着と遅い脱着が、各々 NaOCl と NaOH による作用によって起こっていると仮定し、 k^{OCl} と k^{OH} とおき、 k^{OH} に NaOH 洗浄で求めた速度定数値を(1)式に代入して解析した。図 1B の各測定点を結ぶ実線は、(1)式と非線形最小二乗法を用いて解析した結果である(良好な適合性を示す初期領域のみに適用)。解析の結果、温度が 20°C から 60°C に増加すると、 k^{OCl} は 0.0323 min⁻¹ (20°C) から 0.152 min⁻¹ (60°C) へ 4.7 倍増加した。

図 2 は、図 1 の解析で得られた k^{OCl} の Arrhenius プロットである。良好な直線関係が得られており、 k^{OCl} は Arrhenius 型の温度依存性を示すことがわかった。グラフの傾きから、見掛けの活性化エネルギー(E_a)は 30.4 kJ/mol と概算された。これは、20°C から 60°C の範囲において、洗浄温度が 10°C 上昇する毎に k^{OCl} は約 1.45 倍増加することを意味する。

一方、60°C を超える過剰な加温は、逆に OCl⁻ の洗浄作用を徐々に減少させ、特に 80°C での脱着速度の低下は顕著であった(結果未掲載)。加熱による FAC 濃度の減少は見られなかったことから、BSA 分子が 60°C 以上の温度で加熱されて熱変性を起こしたために、洗浄効率が低下したのではないかと推測される¹²⁾。

3.2 NaOCl 洗浄に及ぼす温度の影響

NaOCl のような速効性のある消毒剤による微生物の不活化においては、消毒剤の濃度と作用時間が不活化効率を決める主要な変数となる。ここでは、不活化過程を速度論的に解析するためのモデルとして、Chick-Watson の法則を用いた¹⁾：

$$\log(N/N_0) = -k^{HOCl} C_{AC} T \quad (2)$$

ここで、 N_0 は初発菌数、 N は時間 T における生菌数、 C_{AC} は NaOCl の FAC 濃度、 k^{HOCl} は一次不活化速度定数である。

図 3 に、*P. fluorescens* を pH 5.7 に調整した次亜塩素酸ナトリウム溶液(FAC 濃度: 2.5 mg/L)

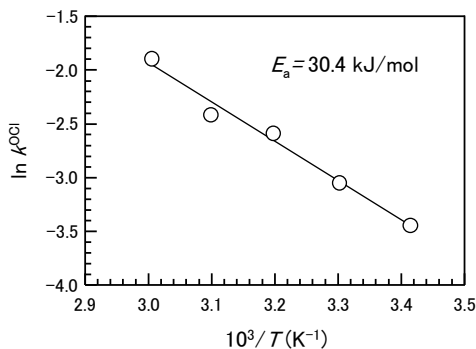


図2 k^{OCl} 値のアレニウスプロット

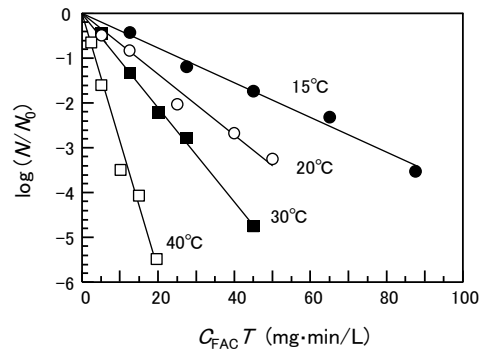


図3 次亜塩素酸ナトリウム水溶液を用いた *P. fluorescens* の殺菌における温度の影響 (pH 5.7, 2.5 mg FAC/L)

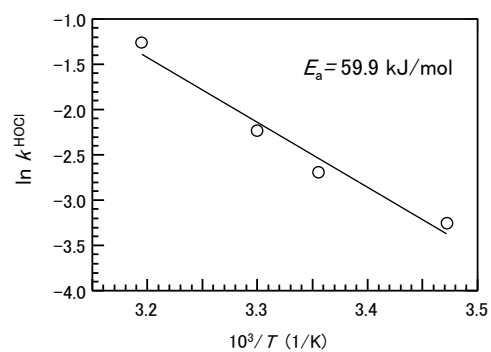


図4 k^{HOCl} 値のアレニウスプロット

で殺菌処理をした時の $\log(N/N_0)$ vs $C_{FAC} T$ の関係を示す。いずれの温度においても、(2)式に従って直線的な生残曲線が得られており、温度が増加するとともに不活化速度が大きくなることがわかった。グラフの傾きから、 k^{HOCl} は 15°C から 40°C に増加すると 0.0295 min⁻¹ から 0.212 min⁻¹ へ 7.2 倍増加した。

図 4 は、図 3 で得られた k^{HOCl} の Arrhenius プロットである。良好な直線関係が得られており、 k^{HOCl} も Arrhenius 型の温度依存性を示すことがわかった。グラフの傾きから、 E_a は 59.9 kJ/mol と概算された。これは、15°C から 40°C の範囲において、殺菌温度が 10°C 上昇する毎に k^{HOCl} は約 2.2 倍増加することを意味する。

4 考察

4.1 OCl⁻ の洗浄動力学

従来、NaOCl 溶液の洗浄力は、共存する NaOH (OH⁻) の作用に起因すると考えられていた。最近になり、OH⁻ 濃度が低い pH 10 以下の領域において、親水性および疎水性硬質表面に吸着したタンパク質の除去率は、OCl⁻ の濃度に依存することが明らかとなった^{7, 8)}。本研究においても、弱アルカリ性溶液(pH 9)中での OCl⁻ の作用により良好な

BSA の除去が起こった (図 1)。 OCl^- は、タンパク質分子鎖のアミノ酸残基 ($-\text{NH}_3^+$) と反応してクロラミンを形成し、続いて窒素中心ラジカル種を形成して段階的にタンパク質分子鎖を酸化分解することが知られている^{13, 14)}。洗浄液として用いた NaOCl 水溶液 (pH 9.0, 600 mg FAC/L) 中では、 OCl^- 濃度は約 0.011 M であり、40°C で得られた k^{OCl} 値は 0.0760 min^{-1} であった。以前の著者らの研究では、同様の洗浄対象物 (BSA-ステンレス鋼) に対して 0.01 M の NaOH 洗浄 (40°C) で得られた k^{OH} 値は 0.0390 min^{-1} であり¹⁵⁾、 NaOCl 洗浄の 1/2 程度に過ぎない。40°C での 0.01 M NaOH 洗浄では BSA の加水分解は起こらないことから、 OH^- と OCl^- の洗浄力の差は、 OCl^- の酸化分解作用に起因すると考えられる。一方、ペクチンや細菌の場合、その分子鎖や細胞組織に顕著な酸化分解が起こらなくても、 OCl^- の濃度に依存して脱着は進行することも示されている^{6, 7)}。おそらく、 OCl^- は分解作用を発揮する一方で、固液界面では OH^- の作用と同様に吸着置換作用によって吸着物質を脱着させているのではないかと考えられる。

一般に、アルカリ洗浄における吸着置換の速度は、 OH^- の吸着反応と BSA の脱着反応に支配されており、ステンレス鋼- NaOH 溶液間の境膜における拡散移動が律速となる。 OH^- と熱の併用効果は、固液界面においては、溶液の粘性の低下と拡散速度の増加、そして汚れ層の膨潤と溶解時間の短縮にあると考えられている。ステンレス鋼表面に不可逆吸着した BSA や牛乳汚れの NaOH 洗浄 (0.05~0.1 M) における温度の影響を検討した研究では、洗浄初期に得られる一次脱着速度定数は Arrhenius 型の温度依存性を示し、 E_a 値は 27~35 kJ/mol であると報告されている^{11, 16, 17)}。これらの E_a 値は、従来の化学反応で得られる値 (> ca. 40 kJ/mol) と比較すると相対的に小さい値であり、 OH^- の作用に基づく洗浄の律速段階が拡散過程であることを示している。

本研究における NaOCl 洗浄 (pH 9.0) の場合、温度の効果は、まず脱着誘導期間の短縮、すなわち BSA 層の膨潤として現れた (図 1)。そして、その後の BSA の脱着速度は温度に依存して増加した。得られた E_a は 30.4 kJ/mol であり、ステンレス鋼表面に不可逆吸着した BSA と牛乳汚れの NaOH 洗浄で得られた E_a 値 (27~35 kJ/mol) とほぼ一致していた。これらの事実は、固液界面における OCl^- の洗浄機構は、化学反応過程よりも拡散過程が律速となっていることを示唆している。

4.2 HOCl の殺菌動力学

NaOCl 水溶液の殺菌力は、全 FAC 濃度ではなく HOCl 濃度に依存することが種々の実験系において実証されている⁴⁻⁶⁾。 HOCl の強力な殺菌力は、

HOCl 分子の生体膜透過能に起因すると理解されている⁶⁾。*P. fluorescens* 細胞の最外部の周囲には外膜と細胞壁があり、その内側に形質膜がある。外膜と細胞壁はイオンや低分子量の親水性分子を容易に透過させるが、形質膜はリン脂質二重層を基本構造としており、イオン等の極性分子の透過を妨げる。そのため、 OCl^- はこの形質膜を透過することができない。一方、 HOCl は低分子であるうえ電氣的に中性であることから、受動拡散により形質膜を透過する。細胞の内部に進入した HOCl は、一部 OCl^- に解離した後、求核性部位である二重結合部、鉄-硫黄中心、プリンおよびピリミジンの塩基、アミン、アミノ基、スルフヒドリル ($-\text{SH}$) 基等を選択的に酸化する^{18, 19)}。例えば、大腸菌に対する HOCl の酸化ストレスにおいては、 $-\text{SH}$ 酵素の触媒活性の低下、グルタチオンのような抗酸化性物質の減少、そしてヌクレオチド塩基の塩素化誘導体を生成して DNA の損傷が起こることが報告されている^{18, 20, 21)}。

これまでの NaOCl 殺菌に関する研究では、*Mycobacterium* spp. (pH 7)²²⁾ や *Bacillus subtilis* spore (pH 6, 11)^{23, 24)} に対する一次不活化速度定数は Arrhenius 型の温度依存性に従うことが知られており、 E_a 値は各々 70.5 kJ/mol (文献から著者らが算出)、45.3 kJ/mol、79.5 kJ/mol と概算されている。これらの E_a 値 (45~80 kJ/mol) は、おおよそ化学反応の熱依存性に相当する値といえる。本研究においても、*P. fluorescens* の殺菌 (pH 5.7) に対して得られた k^{HOCl} は Arrhenius 型の温度依存性を示し、 E_a 値は 59.9 kJ/mol であり化学反応レベルであった。すなわち、 HOCl の *P. fluorescens* 細胞内への透過 (拡散過程) は、相対的に速やかに起こり、その後の細胞内での酸化反応による損傷過程が殺菌機構の律速となっているものと推測される。おそらくは、細胞内での抗酸化性物質による防御作用の存在が、 HOCl による致死効果を遅らせているのであろう。

4 まとめ

次亜塩素酸ナトリウムの酸化作用に起因する洗浄および殺菌速度は、いずれも Arrhenius 型の温度依存性を示した。そして、得られた見掛けの活性化エネルギーから、洗浄作用は OCl^- の拡散が律速過程であり、殺菌作用は細胞内での HOCl による化学 (酸化) 反応が律速であることが示唆された。 NaOCl 水溶液と適度な熱の併用により、洗浄および殺菌効果が増強されることが確認された。

参考文献

- 1) Parish, M. E., Beuchat, L. R., Suslow, T. V., Harris, L. J., Garrett, E. H., Farber,

- J. N., and Busta, F. F. : *Comp. Rev. Food Sci. Food Safety*, 2, 161 (2003).
- 2) Rutala, W. A., and Weber, D. J. : *Clin. Microbiol. Rev.*, 10, 597 (1997).
 - 3) Morris, J. C. : *J. Phys. Chem.*, 70, 3798 (1966a).
 - 4) Brazis, A. R., Leslie, J. E., Kabler, P. W., and Woodward, R. L. : *Appl. Microbiol.*, 6, 338 (1958).
 - 5) Fair, G. M., Morris, J. C., Chan, S. L, Weil, I., and Burden, R. P. : *J. Am. Water Works Assoc.*, 40, 1051 (1948).
 - 6) Fukuzaki, S., Urano, H., and Yamada, S. : *J. Surface Finish. Soc. Jpn.*, 58, 465 (2007).
 - 7) Urano, H., and Fukuzaki, S. : *Biocontrol Sci.*, 10, 21 (2005).
 - 8) 竹原淳彦, 福崎智司: *食科工*, 54, 553 (2007).
 - 9) Wojtowicz, J. A. : *In Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, vol. 5, 3rd ed. (Mark, H. F., Othmer, D. F., Overberger, C. G., Seaborg, G. T., and Grayson, M. eds.), pp. 580-611, John Wiley & Sons, New York (1979).
 - 10) Urano, H., Ishikawa, H., and Fukuzaki, S. : *J. Biosci. Bioeng.*, 102, 457 (2006).
 - 11) Takahashi, K., and Fukuzaki, S. : *Biocontrol Sci.*, 11, 61 (2006).
 - 12) Steim, J. M. : *Arch. Biochem. Biophys.*, 112, 599 (1965).
 - 13) Hawkins, C. L., and Davies, M. J. : *Biochem. J.*, 332, 617 (1998).
 - 14) Hawkins, C. L., and Davies, M. J. : *Biochem. J.*, 340, 539 (1999).
 - 15) 福崎智司 : *山陽技術雑誌*, 54, 4 (2007).
 - 16) Jennings, W. G. : *J. Dairy Sci.*, 42, 1763 (1959).
 - 17) Jennings, W. G. : A kinetic approach to detergent synergism. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 40, 17 (1963).
 - 18) Albrich, J. M., McCarthy, C. A., and Hurst, J. : *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, 78, 210 (1981).
 - 19) Rosen, H, and Klebanoff, S. : *J. Biol. Chem.*, 257, 13731 (1982).
 - 20) Thomas, E. L. : *Infect. Immun.*, 25, 110 (1979).
 - 21) Dukan, S., and Touati, D. : *J. Bacteriol.*, 178, 6145 (1996).
 - 22) Dantec, C. L., Duguet, J.-P., Montiel, A., Dumoutier, N., Dubrou, S., and Vincent, V. : *Appl. Environ. Microbiol.*, 68, 1025 (2002).
 - 23) Page, M. A. : University of Illinois, Thesis (2003).
 - 24) Sagripanti, J.-L., and Bonifacino, A. : *Appl. Environ. Microbiol.*, 62, 545 (1996).

外来電磁波に対する熱電対アンプの誤動作の診断手順

Diagnosis Procedure of Errors on Thermocouple Amplifier against External Electromagnetic Wave

渡辺 哲史

Tetsushi WATANABE

キーワード 電磁両立性／イミュニティ試験／診断手順／外来電磁波／熱電対アンプ
KEY WORDS Electromagnetic compatibility (EMC)／Immunity test／Diagnosis procedure／
External electromagnetic wave／Thermocouple Amplifier

要 旨

熱電対温度測定に用いるアンプ回路の放射イミュニティ試験において、内部の電子回路の動作をモニタリングしながら試験を行なう耐性診断システムを用いての診断手順を検討した。外部から電磁波を照射した際の出力部および機器内部各部の電圧を測定した。誤動作との相関性の高いポイントを対象に直接高周波信号を注入してオペアンプICの高周波応答特性を突き止めた。次に、改良のための高周波入力電圧の限度値を決定し、これに基づき改良した回路の動作検証を行なった。その結果、本研究で提案する手順に従って診断すれば、誤動作原因の解明、対策指針の決定、対策効果の確認が行えることが明らかとなった。

1 はじめに

近年、電子機器の安全性について社会的な関心が高まるなか、外来の電磁波に対して電子回路が十分な耐性を持つことが必須要件となっている。電磁波耐性試験の代表的なものが放射イミュニティ試験¹⁾である。この試験では、電波暗室内において、電子機器に対して強力な電磁波を照射し、正常な動作が維持できるか確認を行なう。試験中はこの中に人が立ち入ることはできないため、動作の確認は通常、監視カメラにより行なう。しかし、カメラによる監視では、誤動作が発生したことを認知することはできるが、その原因を特定することは困難である。このため、耐性向上のための改良を行うには多くの試行錯誤を行なっているのが現状である。

これまでの試験事例では、高周波の電気信号と全く無縁なアナログ回路において誤動作が発生することが多く見られた。その一例として挙げられるのが、熱電対による温度測定回路である。この回路では、1mV程度の微弱なセンサ信号を計測する必要があり、特に、センサ信号をアナログ信号レベルに増幅する熱電対アンプ部において、外来電磁波の影響が発生する傾向が強い。

昨年度までの研究により、誤動作の原因究明を目的とした放射イミュニティ耐性診断システム(図1)を提案した。このシステムでは、被試験機器の内部の電気回路から直接信号を取り出し動作状況をモニタリングすることを意図している。た

だし、このシステムを効果的に活用するためには、各種の電子回路に応じて誤動作の診断手順を構築していく必要がある。

本研究では、熱電対アンプ回路を対象に、電子回路の誤動作原因の究明および改良を行なうための基本となる診断手順について検討した。

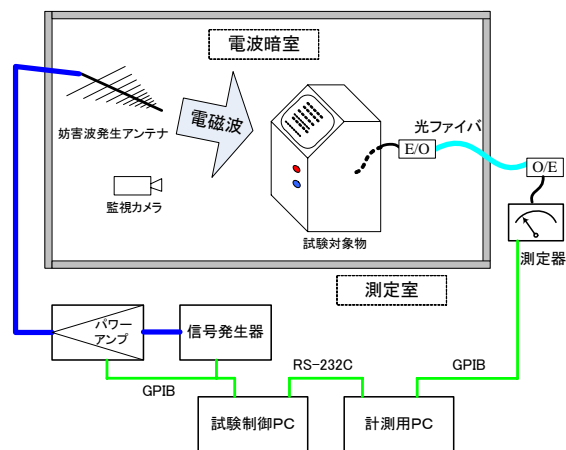


図1 放射イミュニティ耐性診断システム

2 実験方法

2.1 試験対象回路

2.1.1 基本増幅回路

図2に、試作した増幅回路の概略を示す。基本的な回路構成として、一般的なオペアンプICを用いた非反転増幅回路とした^{2,3)}。このアンプの出力に直流電圧計を接続することによって、温度に換

算可能な電圧が測定できる。CN1は熱電対への接続部、CN3が出力端子である。また、内部の動作を観測するポイントとしていくつかの観測ポイントを予め用意しており、その一つとして、オペアンプICの+側入力端子がCN2である。アンプの利得は250倍とし、10mV/°Cの出力となる様に設計した。温度測定は基本的には静的な測定であり、高速な変化は生じないので、C2によって1次の低域通過フィルタを構成し高周波のノイズ成分を増幅しない様に設計した。今回の回路ではカットオフ周波数が約400Hzである。本実験では、9V電源を使用したため、出力は±3V程度の範囲で正常動作が期待される。これは、室温に対して±300°C程度の範囲が測定できることを意味する。

また、図中のFはノイズ対策用のフィルタを表している。おり、初期状態ではフィルタを使用しないで直結としている。

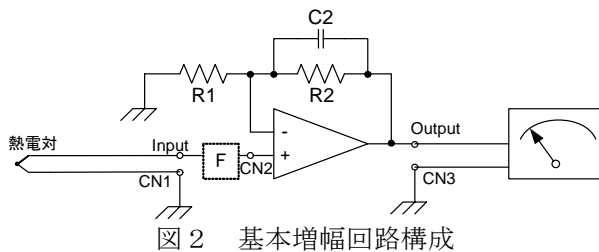


図2 基本増幅回路構成

2.1.2 被試験回路の設計

上記の増幅回路(図2)に電源部等の周辺回路を付加した試験回路を設計した。図3に、試験回路のプリント基板のレイアウトを示す。

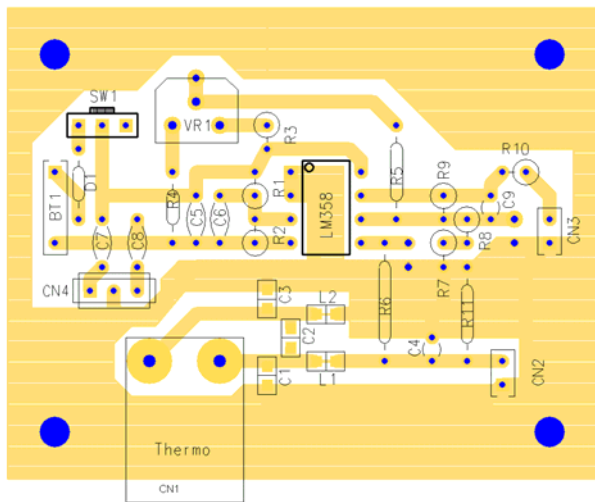


図3 試験基板レイアウト

2.1.3 回路増幅率の確認

実際に製作した回路の増幅率が設計どおりとなっているかどうかを確認するため、入力信号として10mV_{p-p}(±100°Cに相当)をCN1に入力し、このときの出力端子CN3における交流振幅

を測定し、その比をゲインとして算出した(図4)。図4の破線は全ての回路素子の動作が理想的である場合の設計上の計算値である。測定の結果、100kHz未満では設計どおりの性能であることを確認した。しかし、100kHz以上の周波数では設計どおりの性能を示さなかった。これは、使用したオペアンプICのGB積が1MHzであることから、100kHz以上の周波数に対してICの動作が追従できていないためであると考えられた。特に、イミューニティ試験で照射する電磁波の周波数(=回路内に侵入するノイズの周波数)80~1000MHzの範囲においてオペアンプICは全く応答していないと推定される。

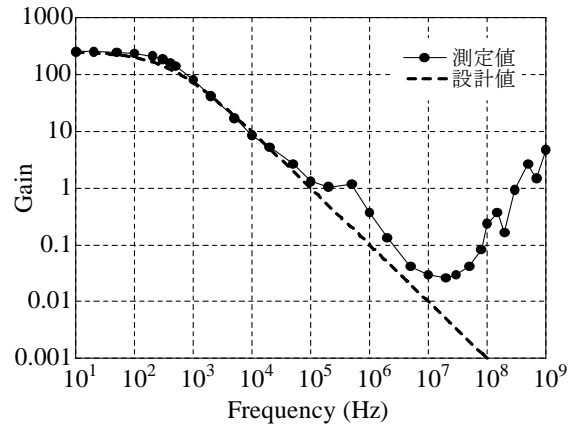


図4 熱電対アンプの周波数特性

図4の結果は交流入力に対して同じ周波数での出力振幅を示しているが、イミューニティ試験で発生する誤動作は交流の入力に対して直流電圧が出力される現象である。今回の測定では同時に直流の出力電圧も確認したが、上記の周波数範囲全体において10mV_{p-p}の入力に対して直流の出力変動はほぼ測定限界に近い1mV程度以下であり、大きな直流電圧変動は観測されなかった。したがって、一般的な設計・動作検証としては、高周波の入力に対して出力の変動は見られず、誤動作は発生しないと推定できる回路挙動と判断した。

3 誤動作診断手順

図1のシステムを用いて、以下の手順に従って誤動作原因の究明および改良を行った。

(1) 現状確認

試験基板の入力コネクタCN1に熱電対プローブを接続し、外部より電磁波(水平偏波の電界1V/m)を照射した。誤動作が起こるかどうか監視するために、アンプの動作結果である出力コネクタCN3にE/O変換器を接続して直流出力電圧の変化を電波暗室外で測定した。また、回路内部の電圧測定として、複数の測定ポイントの電圧をE/Oプローブを通して測定した。次に、測定ポイントのうち、誤動作と高周波電圧増加の相関の高いポイントを抽出した。

(2) 因果関係の検証

電磁波を照射した際には、複数の点において、同時に異常な計測値が観測される場合があるため、これらの複数の異常値に対して因果関係を特定する必要がある。これを特定するため、一般の実験室において、原因と思われるポイントに直接高周波信号を注入して、結果と思われるポイントに誤動作現象が現れるかどうかによって検証した。

(3) 限度値計測

特定された因果関係に従って、原因となるポイントへの注入される高周波信号のレベルを変化させ、許容される出力変化に収めるための限度値を測定した。

(4) 対象回路改良および効果の確認

原因となるポイントへの高周波信号を限度値以下に抑制するように対象回路へ改良を施し、再び図1のシステムを用いて、誤動作が生じていないか確認すると共に、原因となる点の電圧を測定し、(3)で決定した限度値以下であることを確認した。

4. 結果および考察

4.1 イミュニティ試験結果

図5に、CN3における直流出力電圧の変化 (ΔV_o) を示す。この試験においては、試験中に温度変化はほとんど生じないため、電磁波の照射による ΔV_o は 0V であることが期待される。しかし、100MHz 付近の電磁波を照射した際に出力電圧が -2.6V まで変化した。この電圧変化は、-260℃ に相当する大きな変化である。

また、回路内部の複数の測定ポイントにおいて電圧を測定した結果、オペアンプICの入力端子CN2において出力の異常と最も相関性の高い変化が見られた。図6に、CN2に誘起された高周波電圧 (V_i) の測定結果を示す。100MHz付近の周波数において、103dBuV (125mV) のピーク値が観測された。さらに、図5と図6を比較すると、200MHz付近においても大きな電圧が観測されるという相関性のある周波数特性が見られた。

したがって、CN2に到達した高周波電圧がオペアンプICを経てCN3への直流電圧出力として現れたと推定した。

4.2 因果関係の検証

前節で推定した因果関係を明らかにするため、一般実験室において、CN2端子に直接高周波信号を注入し、CN3端子に現れる直流電圧を測定した。図7(a)に、100MHzにおけるCN2入力電圧(V_i)とCN3出力電圧(ΔV_o)の関係を示す。図6においてCN2に誘起された V_i に相当する 125mV の入力電圧時に着目すると、 ΔV_o は -2.5V であった。この ΔV_o 値は、100MHzにおける図5の結果

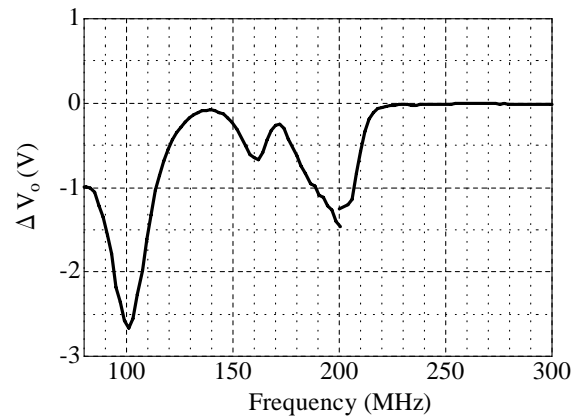


図5 CN3 端子イミュニティ試験結果

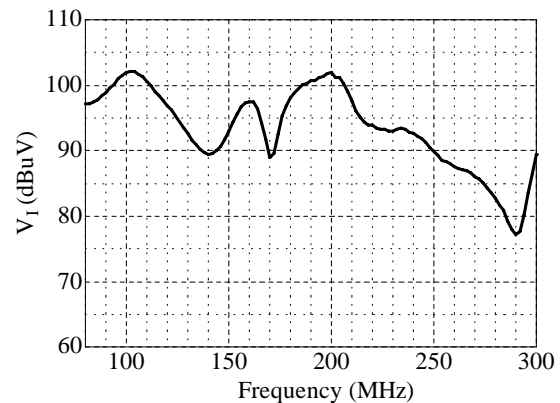


図6 CN2 端子電圧測定結果

(-2.6V) とよく一致している。すなわち、この結果は CN2 端子に注入された高周波電圧によって CN3 に直流電圧を生じたことを示しており、前節で推定した誤動作の発生過程の推定は妥当であったことが確認された。

誤動作の発生メカニズムについては明らかではないが、半導体の非線形性に起因すると見られる影響によって歪み成分が直流電圧として出力されたのではないかと推定される。

4.3 入力限度値の決定

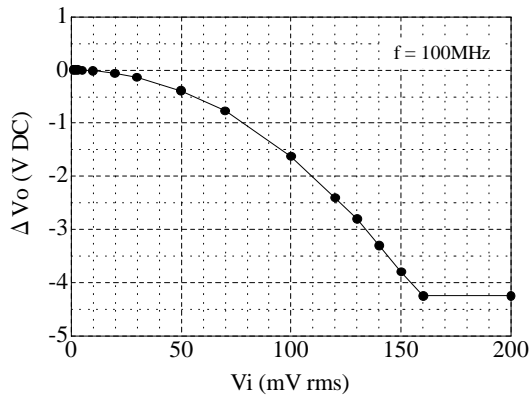
図7(a)の測定結果を両対数でプロットすると、図7(b)のような直線的な関係が得られた。この図より、100MHzの電磁波照射における V_i (mV) と ΔV_o (mV) の関係式を導いた。

$$\Delta V_o = -0.16 V_i^2 \quad (1)$$

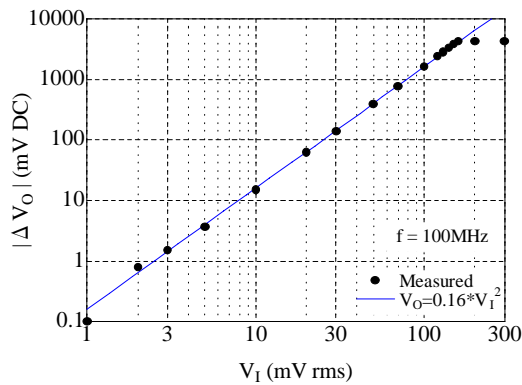
(1)式の比例係数 (-0.16) に関して、ここでは詳細は割愛するが、同型番の異なるオペアンプ IC を使用した回路においてもほぼ同じ結果が得られており (結果掲載せず)、オペアンプの内部回路に依存して決定される因子であると考えられた。

今回の試験回路に対して、出力変動の許容値を温度指示値偏差 10℃以内と設定した場合、 $|\Delta V_o| < 100\text{mV}$ が要求仕様となる。(1)式又は図7(b)より、この要求仕様を満たすためには $V_i < 25\text{mV}$ (88dBuV) とする必要がある。したがって、

100MHz の電磁波照射における CN2 端子での入力限度値は 88dBuV と決定された。



(a) 実数表記



(b) 対数表記

図 7 高周波振幅応答特性 測定結果

4.4 対策の実施および対策効果の確認

図 8 に、対策用に用いたフィルター回路を示す。検討方法として、(1) C4 100pF (C と表記) または(2)C2,C4 100pF, L1,L2 (LC と表記) のチップインダクタを実装した 2 通りの方法で行った。ここで、チップインダクタは 100MHz において約 330Ω のインピーダンスを持つ素子である。

図 9 に、CN3 における ΔV_o を示す。100MHz においては、(1)C のみ(2)LC のいずれの場合も ΔV_o は 0.03V 以下となっており、目標仕様をクリアすることができた。しかし、(1)C のみの場合、80MHz において ΔV_o は約 0.5V となっており、要求仕様を満たさなかった。

図 10 に、CN2 に誘起された V_i の測定結果を示す。(1)C のみの場合、80MHz において V_i が 90dBuV 以上を示しており、入力限度値である 88dBuV を超える結果となった。一方、(2)LC の場合、100MHz 付近において V_i は 88dBuV 以下であり設定条件を満たした。従って、前節で設定した限界入力値は妥当であると言える。また、限界入力値 88dBuV までの差 (6~10 dB) が本回路の誤動作に対するマージンに相当することを示している。

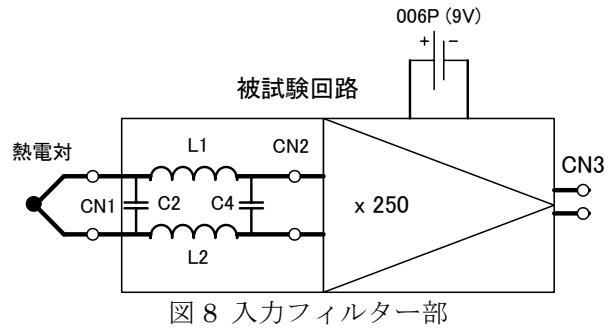


図 8 入力フィルター部

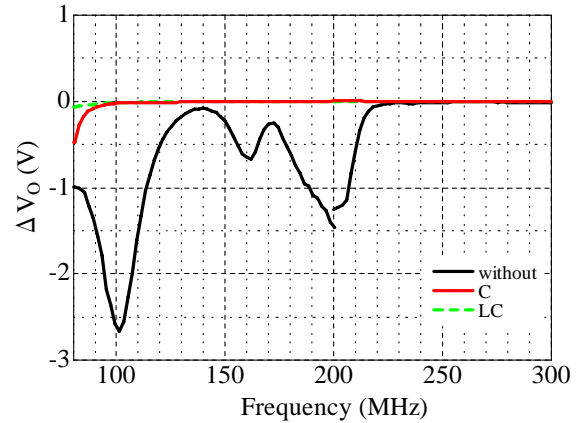


図 9 対策後 CN3 端子イミュニティ試験結果

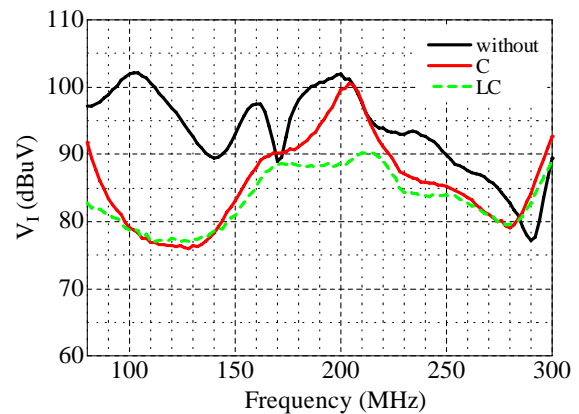


図 10 対策後 CN2 端子入力電圧測定結果

5. 結論および今後の計画

熱電対アンプに対する放射イミュニティ試験において、昨年度提案した放射イミュニティ耐性診断システムを用い、提案する手順に従って改良を行なうことによって、誤動作原因の解明、対策基準値の決定、対策効果の確認が行えることが明らかとなった。特に、内部回路の電圧を測定することにより、誤動作に対するマージンを把握することも可能となった。これは、従来の試験システムでは検証が非常に困難であった点であり、今回のシステムを用いる大きなメリットである。

今後は、当センターに受託研究等として持ち込まれる電子機器の EMC 対策に際し、本診断手順を適用することによって製品のイミュニティ耐性レベルを確実に向上させることが期待できる。

参考文献

- 1) IEC61000-4-3 (JIS C 61000-4-3) 放射無線周波数電磁界イミュニティ試験
- 2) 高橋久, 菊池清明, ”図解・使えるセンサ回路設計法”, 総合電子出版社, pp.47-53, 2003.
- 3) 松井邦彦, ”センサ応用回路の設計・製作”, CQ出版社, pp.24-54, 1990.

技 術 資 料

ロープ染色による草木染めに関する検討

Study on Natural Dyeing with Rope-Dyeing Machine

國藤勝士・前田進悟

Katsushi KUNITOU and Shingo MAEDA

キーワード ロープ染色機／中白染色／ラックダイ／綿糸

KEY WORDS Rope-dyeing machine / Ring dyeing / Rac dye / Cotton fiber

1 はじめに

岡山県と広島県が位置する三備地域は、ジーンズに代表されるデニム関連の製造業が集積しており、ここで生産されるデニム製品の品質は、国内外で非常に高い評価を受けている。

一般的にジーンズに使用されるデニム生地は、ロープ染色やシート染色という方法により作製された中白糸が使用される¹⁾。中白糸は糸の中心部が染まっていない糸であり、摩擦によって表面の染まっている部分が擦れると中心の白い部分が見えるようになる。ジーンズでは、洗い加工によって色落ち感を出すことで付加価値を高めていくが、この色落ち感を創出するために中白糸は必要不可欠なものとなっている。

一方、草木染めは自然由来の染料として近年、工業化に向けた取り組みが行われている²⁾。草木染めでは通常、数分の浸染・媒染の操作を繰り返すため、糸の中心部まで染まり、中白染色糸とはならない。草木染めにより中白染色糸が作製できれば、草木染めジーンズへの展開が期待される。

本研究では、草木染料としてラックダイを使用し、ロープ染色法による中白染色について検討した。

実験方法

2.1 試料

ラックダイは洛東化成工業(株)製の7LA-HPG(抽出液)を使用した。カチオン化剤は洛東化成工業(株)製のカチオテック MRC、水酸化ナトリウムはナカライテクス(株)製の特級試薬を使用した。媒染剤として、硫酸アルミニウムカリウムは和光純薬工業(株)製、硫酸銅はナカライテクス(株)製のそれぞれ特級試薬を使用した。また被染物としての綿糸は永井織布(株)製の7番糸を使用した。

2.2 染色方法

2.2.1 カチオン化処理

25gの綿糸を90℃の蒸留水で30分間処理した後、10%のカチオン化剤溶液200mLに浸漬した。赤外線加熱式ポット染色試験機(テクサム技研(株)製、UR・MINI-COLOUR)を用いて80℃15分処理した後、溶液中に100g/Lの水酸化ナトリウム10mLを添加し、さらに80℃30分間処理した。室温まで冷却し、糸を取り出して1%酢酸溶液で中和後、60℃1分間の湯洗、20℃1分間の水洗をそれぞれ1回ずつ行い、乾燥させた。

2.2.2 ロープ染色

カチオン化処理した綿糸をロープ染色試験機(辻井染機工業(株)製、IDT-300型)を使用して、60℃20秒湯洗した。その後、2%濃度のラックダイ溶液30Lに各温度(30、50、70℃)で20秒間浸漬した。所定回数(1、3、6回)染色した後、60℃20秒の湯洗、20℃20秒の水洗をそれぞれ1回ずつ行った。最後に巻取機で巻き取り、乾燥器(60℃)にて乾燥した。

2.2.3 媒染

染色した綿糸を2%の硫酸アルミニウムカリウムもしくは硫酸銅溶液200mLに浸漬し、赤外線加熱式ポット染色試験機(テクサム技研(株)製、UR・MINI-COLOUR)を用いて60℃10分処理した。60℃1分間の湯洗、20℃1分間の水洗をそれぞれ1回ずつ行い、乾燥させて試料とした。

2.3 染着状態の評価

コニカミノルタ(株)製、分光測色計CM-3600dにより400～800nmの反射率を測定し、Kubelka-Munk関数を用いてTotal K/S値を算出することにより染色糸の染着量を評価した。さらに各波長の反射率からa*b*値を算出し、色相を評価した。また染色糸をパラフィンで包埋してマイクロトームにて断面を切り出し、中白の状態について評価した。

3 結果と考察

図1にカチオン化処理の影響を示す。カチオン化処理を施していない綿糸では染色回数を増加させてもラックダイはほとんど染着しなかったが、カチオン化処理を施した綿糸では染色回数の増加に伴って染着量が増加することが確認された。ラックダイはラッカイン酸を色素母体とする染料であり、セルロース系繊維に対する染着力は低いことが知られている。カチオン化により綿繊維が正イオンを有するようになり、ラックダイとイオンの結合して染着可能となったと考えられる。また染色された糸の断面を観察したところ、図2のように糸の中心部が染着していない中白状態であることが確認された。従来の浸染方法では染色時間が数分と長いいため、糸の中心部まで染まってしまうが、ロープ染色では染色時間が数十秒と短いことが特徴である。このため、糸中心部まで染料が到達することができず、インジゴ染料のロープ染色と同様に中白の染着状態となったと推察される。

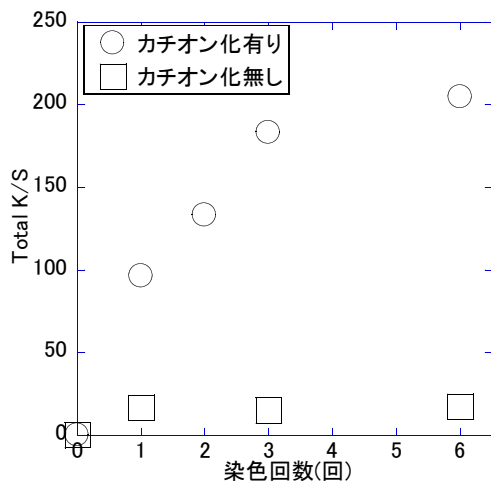


図1 カチオン化処理の影響

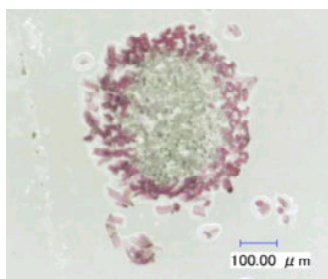


図2 ロープ染色した糸の断面観察

図3にラックダイの染着量に及ぼす染色温度の影響を示す。染色温度30℃と比較すると、50℃、70℃において若干の染着量の増加が確認されたが、染色温度と染着量とに明確な有意差は認められなかった。いずれの染色温度においても染色回数の増加に伴って染着量の増加していることから、染着量は染色回数により調整可

能であることがわかった。

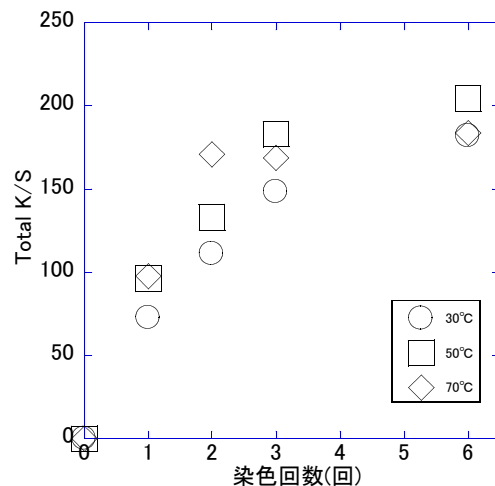


図3 染色温度の影響

表1に染色糸をアルミニウムおよび銅イオンで媒染した結果を示す。草木染めでは一般にアルミ、銅などの金属イオンで後処理(媒染)して、染料の固着を行う。その際、使用する金属イオンの種類によって色相が大きく変わることが知られている。本試験においても、媒染によってa*, b*値が大きく変わることが確認され、一般の草木染めと同様に媒染処理により色相が変化することが示された。しかしながら、アルミ媒染では染着量(Total K/S)が半分以下となった。糸からの染料溶出が確認されており、アルミニウムはカチオン化綿糸に染着したラックダイの媒染剤として適さないことがわかった。

表1 各染色糸の媒染による色相変化

	a*	b*	Total K/S
未媒染	27.1	5.9	182.9
アルミ媒染	20.3	-5.3	60.3
銅媒染	10.7	-1.67	168.2

4 まとめ

ラックダイを使用して、綿糸のロープ染色を行った。その結果、綿糸をカチオン化することで中白状態の染色糸を作製可能であることが確認された。また媒染処理により色相が変化することが確認された。今後は様々な草木染料について検討するとともに、染色堅牢度や洗い加工性など実用面での検討を進めていく予定である。

参考文献

- 1) 坂川哲雄, 渡辺弘, 広田昭治: 染色工業, 35, 199(1987)
- 2) 今井健, 他: 京都市産業技術研究所繊維技術センター研究業務報告書, 111 (2004)

四軸織物複合材料の単層板における曲げ特性

Flexural Properties of Tetra-Axial Woven Fabric Composites on Lamina

甲加晃一・岩薨仁

Kouichi KOUKA, Hitoshi IWABUKI

キーワード 四軸織物/ 炭素繊維 / 複合材料/ 単層板/ 曲げ弾性率

KEY WORDS Tetra-axial woven fabrics/ Carbon fiber / Composites/ Lamina/ Flexural modulus

1. はじめに

近年、化石資源の大量消費に伴う地球温暖化・資源枯渇が、深刻な問題となっている。そのため、輸送機器においても部材の軽量化によるエネルギー消費の削減が強く求められており、軽量・高強度を有する炭素繊維強化複合材料の輸送機器部材への適用が注目されている。炭素繊維強化複合材料では、一方向繊維強化材が多く使用されているが、力学的異方性¹⁾、層間剥離²⁾等の課題がある。これらの課題を解決するためには、強化材として織物の利用が有効と考えられる。

岡山県内にある明大(株)製の四軸織物(図1)は、タテ糸、ヨコ糸、及びタテ糸とヨコ糸に対して $\pm 45^\circ$ 方向にナナメ糸を有する織物であり、従来の平織物(二軸織物)と比較して、引張強さや弾性率の力学的等方性、および耐引裂性に優れた特徴を有する。³⁾しかしながら、四軸織物複合材料については、十分な知見が得られておらず、積層板はもとより、単層板での特性すら、未だ明らかにされていない。

一般に、織物複合材料の力学特性の評価は、長尺試験片を用いて行われることが多く、力学的異方性を評価する場合、試験方向ごとに試験片の採取を行わなければならない。したがって、詳細な角度依存性を求めようとすれば、それに伴って試験片も多く必要となる。複合材料のロットが異なると、その影響も考慮しなければならず、実際には詳細な角度依

存性の評価は難しい。そこで、本研究では、円形試験片による力学特性の評価を試みた(図2)。円形試験片であれば、試験方向を変えるだけで角度依存性を詳細に評価でき、同一試験片を用いるので、ロット間の差も考える必要はない。しかしながら、円形試験片については、JISなどの規格には定められておらず、試験の妥当性については検討を要する。

本報告では、積層板の曲げ特性を考える上で基礎となる、四軸織物複合材料の単層板の曲げ特性を、円形試験片を用いて詳細に評価し、JIS規格に準用した長尺試験片と比較した結果について報告する。

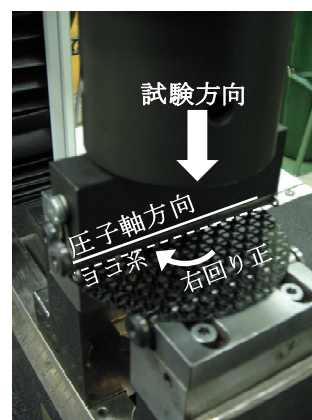


図2 円形試験片による3点曲げ試験

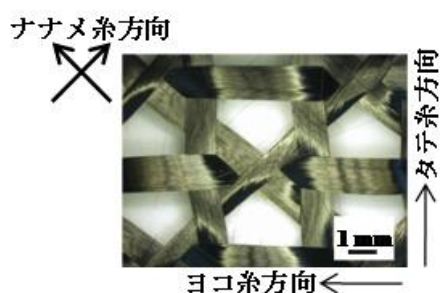


図1 四軸織物の外観

2. 実験方法

2.1 試料

強化材として、明大(株)製の炭素繊維四軸織物、及び炭素繊維二軸織物を用いた。炭素繊維四軸織物の単位面積当たりの重量は 227 g/m^2 、織物密度 タテ糸 $314 \times$ ヨコ糸 $314 \times$ 左ナナメ糸 $220 \times$ 右ナナメ糸 220 本/m であった。炭素繊維二軸織物については 200 g/m^2 、タテ糸 $484 \times$ ヨコ糸 484 本/m であった。織物に使用された炭素繊維は、東邦テナックス(株)製 HTS40-3k であった。

マトリックスとなるエポキシ樹脂としては、ナガセケムテックス(株)製の主剤 XNR6815、硬化剤

XNH6815 を用いた。

2.2 成形加工

複合材は Vacuum Assisted Resin Transfer Molding 法により成形した。厚さ 0.5 mm の空間内に強化材単層を設置して、その周囲を-100 kPa 程度の減圧下にした後にエポキシ樹脂を注入し、織物に含浸させた。次に、室温で 24 h、80°C で 2 h、100°C で 2 h、硬化させて炭素繊維四軸織物複合材料の単層板(四軸織物 CFRP 単層板)、炭素繊維二軸織物複合材料の単層板(二軸織物 CFRP 単層板)を成形した。四軸織物 CFRP 単層板の繊維充填率(V_f)は 29 vol% であり、二軸織物 CFRP 単層板の V_f は 46 vol% であった。その後、(株)スギノマシ C03025NN-AB(V)型アプレシブジェットカッタ NC により成形体を試験片形状に加工した。

2.3 3点曲げ試験

2.3.1 円形試験片

Instron 製 3382 型材料試験機を用いて、3点曲げ試験を行った。円形試験片の寸法は、半径 35 mm であり、厚さは四軸織物 CFRP 単層板では 0.45 mm、二軸織物 CFRP 単層板では 0.25 mm であった。圧子軸方向と円形試験片のヨコ糸が一致した角度を 0° として、右回りに 0° から 90° 、左回りに 0° から -90° 、 15° 間隔にて角度を変えて試験を行った(図 2)。試験速度は 1 mm/min、支点間距離は 50 mm、圧子および支点の半径は 5 mm とした。

2.3.2 長尺試験片

JIS K 7017 に準用した 3点曲げ試験を、Instron 製 3382 型材料試験機を用いて行った。長尺試験片の寸法は幅 25 mm、長さ 100 mm とした。圧子軸方向と長尺試験片のヨコ糸が一致した角度(長尺試験片の長さ方向とタテ糸が一致した角度)を 0° とし、右回りに 0° 、 45° 、 90° にて試験片を採取した。試験速度は 1 mm/min、支点間距離は 80 mm、圧子および支点の半径は 5 mm とした。

3. 結果

3.1 3点曲げ試験

図 3 に、四軸織物 CFRP 単層板(円形試験片)についての荷重-変位曲線を示す。四軸織物 CFRP 単層板では、 0° 、 45° 、 90° での各荷重-変位曲線の傾きは、同程度であった。図 4 に、二軸織物 CFRP 単層板(円形試験片)についての荷重-変位曲線を示す。二軸織物 CFRP 単層板では、 45° での荷重-変位曲線の傾きは 0° 、 90° での傾きと比較して、大幅に低下した。四軸織物と二軸織物 CFRP 単層板では、 V_f が

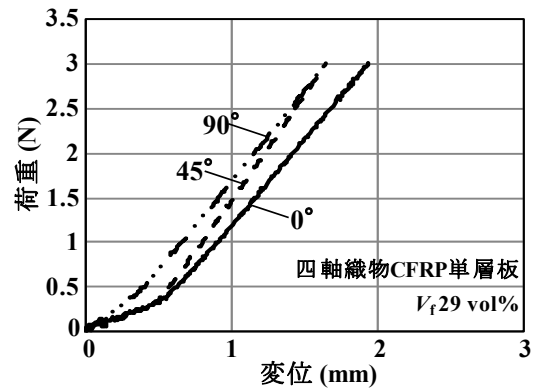


図 3 四軸織物 CFRP 単層板(円形試験片)についての荷重-変位曲線

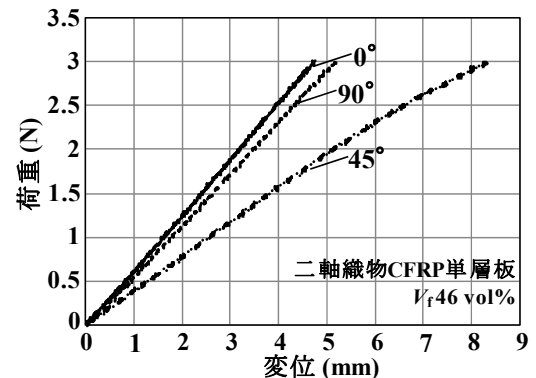


図 4 二軸織物 CFRP 単層板(円形試験片)についての荷重-変位曲線

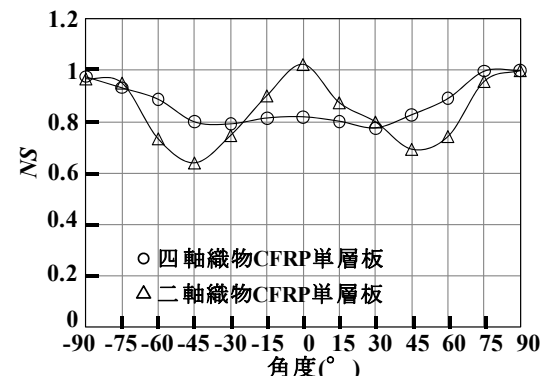


図 5 四軸織物および二軸織物 CFRP 単層板(円形試験片)における NS の角度依存性

表 1 四軸織物および二軸織物 CFRP 単層板における NS、NE の角度依存性 (円形試験片、長尺試験片)

	角度	NS	NE
		(円形試験片)	(長尺試験片)
四軸織物 CFRP 単層板	0°	0.82	0.78
	45°	0.83	0.80
二軸織物 CFRP 単層板	0°	1.02	0.96
	45°	0.68	0.65

異なり、曲げ弾性率に対応する荷重-変位曲線の傾きによって直接比較することはできないので、荷重-変位曲線の傾きを式(1)によって規格化した。

$$NS = S_{\theta} / S_{90} \quad (1)$$

ここで、 NS は円形試験片の傾きの規格値、 S_{θ} は各角度での荷重-変位曲線の傾き、 S_{90} は 90° での傾きである。

図5に、四軸織物および二軸織物CFRP単層板(円形試験片)における NS の角度依存性を示す。二軸織物CFRP単層板では、 $\pm 45^{\circ}$ において、 NS が0.6から0.7程度まで低下した。一方、四軸織物CFRP単層板では、各角度における NS の低下は0.8程度までに留まっていた。

3.2 3点曲げ試験の検証

長尺試験片においては、応力-ひずみ曲線での曲げ弾性率を規格化した。式(2)に算出法を示す。長尺試験片における縦軸での傾きの規格値は、各角度での曲げ弾性率を、 90° での曲げ弾性率で除して規格化したものである。

$$NE = E_{\theta} / E_{90} \quad (2)$$

ここで、 NE は長尺試験片での傾きの規格値、 E_{θ} は各角度での曲げ弾性率、 E_{90} は 90° での曲げ弾性率である。表1に、 0° および 45° における四軸織物および二軸織物CFRP単層板の NS および NE を示す。各角度において、 NS と NE はほぼ一致した。

4. 考察

図5より、四軸織物CFRP単層板は、二軸織物CFRP単層板と比較して、特に 45° での曲げ弾性率の低下が小さく、四軸織物のナナメ糸の効果による力学的等方性が示される結果となった。一方、 0° と 90° の曲げ弾性率は、二軸織物CFRP単層板では同等であるが、四軸織物CFRP単層板では 0° の方が低くなった。四軸織物の織物組織は、ヨコ糸上にナナメ糸が交錯され、そのナナメ糸の左右隣においてヨコ糸下にタテ糸が交錯しており、ナナメ糸とタテ糸の交錯点は一致していない(図1)。交錯点の位置による、タテ糸とヨコ糸の拘束状態やナナメ糸との相互作用が異なるので、四軸織物CFRP単層板の3点曲げ試験では、 0° と 90° の曲げ弾性率に差を生じたと推測される。さらに、交錯点の影響以外にも、織物密度、糸のうねりの影響も考慮することで、四軸織物CFRP単層板での曲げ特性をより詳細に説明できると考えられ、今後、検討を行う予定である。

また、JIS規格に準用した長尺試験片と、円形試験片での曲げ弾性率の角度依存性は同様な傾向を示す結果となった(表1)。この結果は、円形試験片につい

て得られた測定結果の妥当性を示すものと考えられる。

5. まとめ

四軸織物CFRP単層板での傾きの規格値の角度依存性を円形試験片により評価し、長尺試験片と比較した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) 四軸織物CFRP単層板での曲げ弾性率の角度依存性は、二軸織物CFRP単層板よりも小さかった。
- (2) JIS規格に準用した長尺試験片と、円形試験片の曲げ弾性率の角度依存性は同様な傾向を示した。

これらの知見をもとに、今後、四軸織物CFRP積層板での力学特性を明らかにしていく予定である。

参考文献

- 1) 植村益次, 福田博: “ハイブリッド複合材料”, シーエムシー出版, p67, (2002)
- 2) 日本機械学会編: “先端複合材料”, 技報堂出版, p198 (1994)
- 3) 川野道則, 光石一太, 小河原一正, 小河原通弘 : 繊維機械学会誌, 47, 96 (1994)

ポリプロピレン複合材料における分散相とそのモルフォロジーが力学特性に及ぼす影響

Influence of dispersant and morphology on mechanical properties for Polypropylene composite

日笠茂樹

Shigeki HIKASA

キーワード ポリプロピレン / 衝撃強度 / エラストマー / フィラー
KEY WORD Polypropylene / Impact strength / Elastomer / Filler

1 はじめに

ポリプロピレン(PP)は、安価で高性能なことから最も広く用いられているプラスチック材料の1つである。このPPに耐衝撃性を改善するためのエラストマーと、剛性(弾性率)を改善するためのフィラーとを添加したPP/エラストマー/フィラー三元複合材料は、優れた機械特性を有し、幅広く利用されている。

ところで、このPP/エラストマー/フィラー三元複合材料では、モルフォロジーが力学特性に大きく影響を与える¹⁾。モルフォロジーとして、1)エラストマーとフィラーとが独立してPP中に分散する独立粒子分散モルフォロジー(図1a)、2)フィラーをコアとし、エラストマーをシェルとするコアシェル粒子がPP中に分散するコアシェル粒子モルフォロジー(図1b)、の2種類が考えられる²⁾。本報では、この三元複合材料について、フィラー添加が衝撃強度を大きく向上させることならびに他の力学特性に与える影響について報告する。

2 実験方法

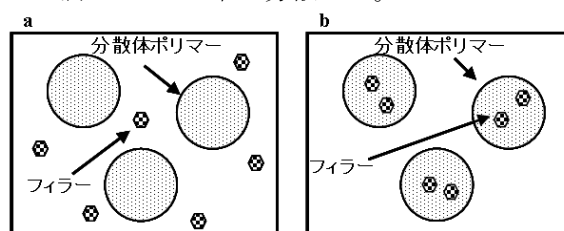
マトリクスは、ホモPP(PM600A、MI=8、サンアロマー(株))を用いた。フィラーとして、炭酸カルシウム(CaCO₃; カルシーズ P、平均粒子径160nm、神島化学工業(株))を用いた。エラストマーとしてSEBS(試作品D-12、旭化成ケミカルズ(株))、カルボキシル基変性SEBS(C-SEBS; 試作品C-14、同上)を用いた。PP、エラストマー、CaCO₃を二軸押出機にて混練(160-210℃)し、射出成形機(190-230℃)にて試験片を作製した。力学特性の測定は、JIS K7113、K7171、K7110に準じて行った。

3 結果と考察

3.1 モルフォロジー

エラストマーとして極性基を有するC-SEBSを用いると、CaCO₃量が少ない場合にはCaCO₃はC-SEBSに内包され、コア-シェル粒子を形成したが、CaCO₃量が多くなると内包限界量を越えたCaCO₃粒子はPP中に分散していることが走査電子顕微鏡観察(SEM)結果より明らかとなった³⁾。一方、非極性のSEBSを用いた場合、SEBSとCaCO₃

とが独立してPP中に分散した。



独立粒子分散モルフォロジー コアシェル粒子分散モルフォロジー

図1 マトリクス/エラストマー/フィラー三元複合材料の代表的なモルフォロジー。

3.2 弾性率

図2にPP/C-SEBS/CaCO₃複合材料のCaCO₃体積分率(ϕ_f)と弾性率の関係を示す(C-SEBS体積分率(ϕ_e)はフィラー添加の力学特性への影響が最も明確に表れた0.17である)。 $\phi_f < 約 0.05$ では弾性率がほぼ一定であった。 $\phi_f < 0.05$ ではCaCO₃粒子がC-SEBSに内包されているためと考えられる。一方、 $\phi_f > 約 0.05$ では ϕ_f とともに弾性率がゆるやかに上昇した。これはC-SEBSの内包限界量を越えたCaCO₃がPP中に分散しはじめたからと考えられる。このようなコアシェル粒子分散複合材料の弾性率に関しては、既報にて提案したコアシェル粒子を含む複合材料の弾性率に関する式

(Nielsen式の修正)を適用すると、詳細なモデル化が可能であった²⁾。一方、独立分散モルフォロジーを形成するPP/SEBS

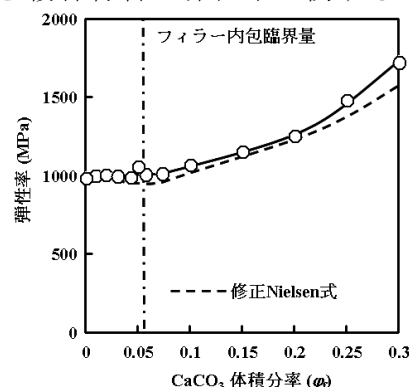


図2 PP/変性SEBS/CaCO₃複合材料のCaCO₃体積分率(ϕ_f)と弾性率の関係 ($\phi_e = 0.17$)

式に従って ϕ_f とともに変化した³⁾。

3.3 引張降伏応力

図3に、PP/SEBS/CaCO₃ および PP/C-SEBS/CaCO₃ 三元複合材料の ϕ_r と引張降伏応力との関係を示す ($\phi_e=0.17$)。独立分散モルフォロジーを形成する PP/SEBS/CaCO₃ 複合材料(●)の引張降伏応力は Pukanszky 式に従って ϕ_r の増加とともに徐々に低下した。部分コア-シェル分散モルフォロジーを形成する PP/C-SEBS/CaCO₃ 複合材料(○)の引張降伏応力は ϕ_r の増加とともに低下するものの Pukanszky 式よりも高かった。

コア-シェル粒子分散系では、内包された CaCO₃ 粒子は C-SEBS 粒子を補強する。そのため、マトリクス PP から CaCO₃/C-SEBS 粒子への応力伝達は C-SEBS 単独粒子へのそれよりも大きくなる。また、PP/CaCO₃ 界面剥離によって PP 中の CaCO₃ 粒子は降伏応力を低下させる

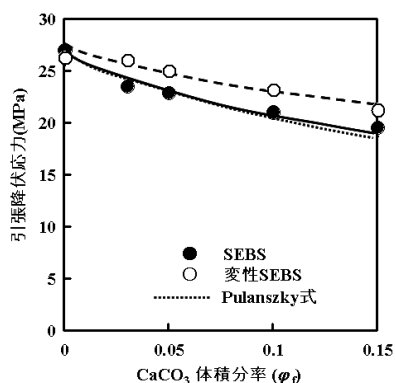


図3 PP/(変性)SEBS/CaCO₃複合材料のCaCO₃体積分率(ϕ_r)と引張降伏応力の関係

作用が抑制されたと考えられる。

3.4 アイゾット衝撃強度

図4に CaCO₃ 体積分率(ϕ_r)とアイゾット衝撃強度の関係を示した(エラストマー(SEBS or C-SEBS)体積分率(ϕ_e)=0.17)。PP/SEBS/CaCO₃ 複合材料(●)では、CaCO₃ 添加に従って衝撃強度が大きく向上した。一方、PP/C-SEBS/CaCO₃ 複合材料(○)では、 $\phi_r \leq 0.05$ の範囲では衝撃強度は CaCO₃ の添加によってほとんど向上せず、 $\phi_r > 0.05$ の範囲では大きく向上した。3.1に記したように、PP/SEBS/CaCO₃ 複合材料においては PP 中に SEBS と CaCO₃ 粒子が各々個別に分散しているのに対し、PP/C-SEBS/CaCO₃ 複合材料においては、 $\phi_r \leq$ 約 0.05 では CaCO₃ 粒子が C-SEBS 中に内包され、 $\phi_r >$ 約 0.05 では、限界量($\phi_r = 0.05$)を超える CaCO₃ 粒子はマトリクス PP 中に分散していた。これらのことから、エラストマー(SEBS or C-SEBS)に内包されずにマトリクス PP 中に分散している CaCO₃ 粒子が衝撃強度の向上に大きく寄与することが示唆される。

図5はアイゾット破壊面近傍における試験片内部の破壊状態である。配合組成は PP/SEBS/CaCO₃=75.7/17/7.3 (v/v)である。写真より、CaCO₃ 粒子の周りにボイドが確認された。このようなボイドは凍結破断面による相構造観察時には確認されておらず、衝撃破壊によって生じたものである。このことは、PP/SEBS/CaCO₃ 三元複合材

料では破壊面の近傍において、アイゾット試験時、試験片内部にてマトリクス / CaCO₃ 界面が剥離し、CaCO₃ 粒子の周囲にボイドが発生したことを示して

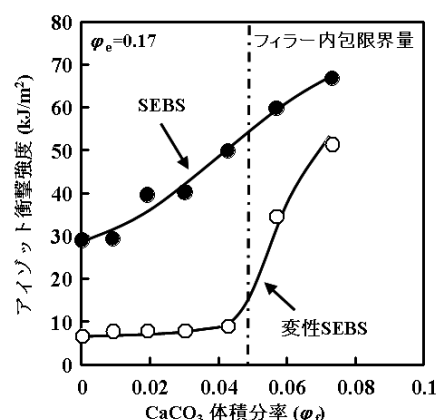


図4 PP/(変性)SEBS/CaCO₃複合材料のCaCO₃体積分率(ϕ_r)とアイゾット衝撃強度の関係

いる。これらの結果から、多数のボイドによって、材料中でのマクロな応力集中が緩和され、延性がより顕著になったこと、また、その結果、衝撃時に負荷されたエネルギーが消費されて衝撃強度が向上したと考えられる。

$\phi_r = 0.073$

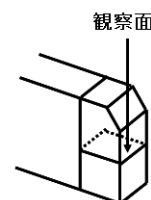
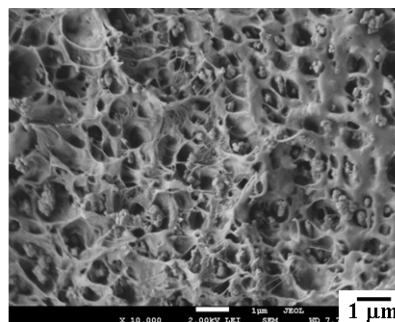


図5 PP/SEBS/CaCO₃ (75.7/17/7.3, v/v)複合材料でのアイゾット衝撃試験片内部の破壊状態

4 まとめ

PP/エラストマー/ フィラー三元複合材料のモルフォロジーと力学特性の関係について検討した。その結果、コア-シェル粒子を形成する PP/C-SEBS/CaCO₃ 複合材料の弾性率挙動は、エラストマーが内包フィラーに補強されることを考慮すると説明可能であった(修正Nielsen式)。また、PP/C-SEBS/CaCO₃ 複合材料の引張降伏強度 Pukanszky 式からの予測値よりもやや高かった。これは、フィラーの一部が C-SEBS に内包されるためである。また、衝撃強度に関しては、マトリクス PP 中に分散している粒子が衝撃強度の大幅な向上に寄与していることが示唆された。

参考文献

- 1) F. Striker and R. Mulhaupt: *J. Appl. Polym. Sci.*, **62**, 1799 (1996)
- 2) 日笠茂樹, 永田員也, 中村吉伸: 日本接着学会誌, **45**, 220 (2009)
- 3) 日笠茂樹, 永田員也, 中村吉伸: 高分子論文集, **67**, 615 (2010)

木質バイオマス由来ナノファイバーの分散性に関する検討

Examination of dispersity on nano-sized fiber prepared by wood biomass

川端浩二・小野史彰・藤井英司・常定健・福崎智司

Koji KAWABATA, Fumiaki ONO, Eiji FUJII, Takeshi TSUNESADA and Satoshi FUKUZAKI

キーワード ディスクミル / ナノファイバー / バイオマス / 分散性
KEY WORDS Disk mill / Nano-sized fiber / Biomass / Dispersity

1 はじめに

近年、再生可能な木質バイオマス由来のセルロース素材を石油代替¹⁾あるいは新規機能性材料²⁾~⁵⁾として有効利用するための研究が活発に行われている。ナノオーダーまで解繊したセルロースファイバーは低線熱膨張係数や高弾性率を示し、アラミド繊維に匹敵する優れた特性を有することが知られている。最近、セルロースナノファイバーを樹脂と複合化してその特性を活かした様々な機能性(安全, 高強度, 低熱変形性, 軽量, 透明など)を付与させた複合材料の開発が進められている⁶⁾。

木質バイオマスを出発原料としたセルロースナノファイバーの調製は、ボールミルやディスクミルなどの粉砕機を使用して湿式法による粉砕で行われている⁷⁾。しかしながら、その粉砕過程では微細化と同時に生成した微細粉砕物の再凝集が生じる(セルロースは水素結合を形成しやすいため、微細化の進行と共に容易に凝集する性質を有する)。また、木質バイオマスの粉砕においては、その中に含まれているヘミセルロースやリグニンなどの接着性のある成分により凝集を促進する場合がある⁷⁾。これらの要因によってナノファイバーのサイズや分散性が不均一であると、ナノファイバーを含有させた樹脂複合材料の性能の低下に繋がる懸念される。また、分散性を向上させる(=凝集しにくくする)ことで、脱水による粉砕物の水分量のある程度削減出来るため、運搬等の取扱いも容易になることが期待できる。

以上の観点に基づいて、本研究では木質バイオマスの微粉砕時に界面活性剤などの添加剤を加えることでナノファイバーの分散性を改善させる検討を試みた。

2 実験方法

木質バイオマス原料として、ひのき間伐材から製造されたひのきチップ(真庭バイオマス集積

基地製)を使用した。カッティングミル(マイクロマイスター 3M7-40; 増幸産業(株))によって湿式粉砕を行った。ひのきチップが約 5mass%となるように加水後、籠形カッティングヘッド(目開き 1.0mm)でラフカット処理(5000rpm)後、精密カッティングヘッド(L-100, 開口部 0.8mm)でマイクロカット処理(8000rpm)を行い、0.5~3 mm 程度の粗粉砕物を得た²⁾。この粗粉砕物を吸引ろ過によって脱水した後 50 °C で減圧乾燥を行った。得られた粗粉砕物 2 g に蒸留水 200 ml および添加剤 0.2 g を加え、70~80 °C で 1 時間攪拌した。添加剤として、グアニジン(和光純薬工業(株))およびレシチン(大豆由来, 和光純薬工業(株))を用いた。この粉砕前処理物をディスクミル(スーパーマスコロイダー MKCA6-2; 増幸産業(株))によって 15 回連続処理(砥石#120, 1000 rpm, 接触回転)を行い、ナノファイバー分散液を調製した。比較として、同様の方法で添加剤を使用せずナノファイバー分散液を得た。

比表面積測定装置(BELSORP-max; 日本ベル(株))を用いて BET 多点法により比表面積を求めた。レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置(LA-950V2; 堀場製作所)により平均粒径を求めた。ナノファイバーの形態観察を FE-SEM(JSM-7500FA; 日本電子(株))で行った。沈降挙動を比色管(容量 50ml)を用いて観察した。

3 結果及び考察

各粉砕物の比表面積を測定した結果、無添加の粉砕物の比表面積は $170\text{m}^2\text{g}^{-1}$ であった。それに対して、グアニジン及びレシチンを添加した場合の比表面積は、それぞれ、 $182\text{m}^2\text{g}^{-1}$ 及び $184\text{m}^2\text{g}^{-1}$ であった。粒度分布測定の結果、無添加粉砕物の平均粒径は $0.2 \mu\text{m}$ であった。グアニジン及びレシチンを添加した場合の平均粒径は、それぞれ、 $1.3 \mu\text{m}$ 及び $0.2 \mu\text{m}$ となっていた。添加物を使用した場合の比表面積及び平均粒径は、無添加の

粉碎物と同程度の値を示した。

FE-SEM によってナノファイバーの形態観察を行った結果を図 1 に示す。無添加粉碎物 (図 1 a) は 50 ~ 300nm 程度のファイバー径であり、部分的に 1 μ m 以下程度の団子状のファイバー凝集塊が見られた。添加剤としてグアニジンを加えた場合 (図 1 b) は、ファイバー径が 10 ~ 80nm 程度であり、ファイバー凝集塊はほとんど確認されなかった。レシチンを添加した場合 (図 1 c) については、ファイバー径が 10 ~ 70nm 程度であり、ファイバー凝集塊はほとんど確認されなかった。グアニジン及びレシチンの添加により、セルロースファイバーの微細化が進行し、凝集塊が減少したファイバー粉碎物が得られることが分かった。

比色管を用いて沈降挙動の観察を行った結果を図 2 に示す。無添加及びグアニジン添加により得られたナノファイバー分散液は 6 時間後には沈降し始めた。一方、レシチン添加した場合は 168 時間後でもごくわずかに沈澱が確認出来る程度でほとんど変化が認められなかった。レシチン添加の場合、長時間にわたって沈降することなくナノファイバー分散液は安定な状態を保持していることから、水中でのナノファイバーの分散性が向上することが分かった。グアニジンの添加により図 2 に示す沈降挙動が発現するのは、グアニジンがセルロースマイクロフィブリル (微小繊維) 間に入り込んで比較的強い水素結合を形成することで凝集を促進したためと推察される。一方、レシチンはセルロースマイクロフィブリルに直接吸着することで乳化作用による O/W 型のエマルジョンを形成し、分散性が向上したのではないかと考えている。

4 まとめ

木質バイオマスのディスクミル微粉碎時にグアニジン及びレシチンを添加して、形態観察及び沈降挙動の観察を行った。その結果、グアニジン及びレシチンの添加により、ファイバー凝集塊が少なくなり微細化が進行していた。グアニジン添加の場合は、未添加と同様の沈降挙動を示すのに対して、レシチン添加の場合は水中でのナノファイバーは沈降することなく安定化しており、分散性が向上することが分かった。

参考文献

1) 村上克治, 井上宏之, 矢野伸一, 滝村 修, 澤山茂樹: 廃棄物資源循環学会論文誌, 20, 74(2009)

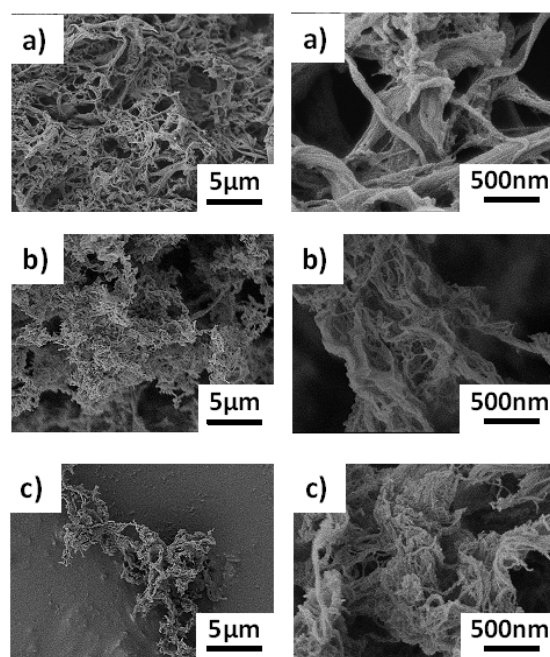


図 1 各粉碎物試料の FE-SEM 写真
a) 無添加, b) グアニジン添加, c) レシチン添加

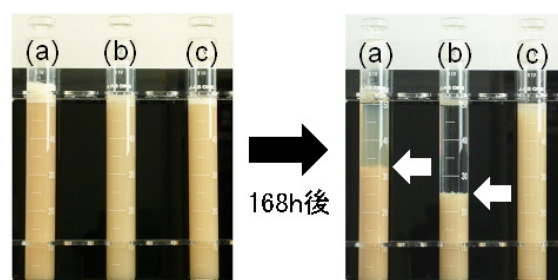


図 2 各ナノファイバー分散液の沈降挙動写真
(a) 無添加, (b) グアニジン添加, (c) レシチン添加

- 2) H. Yano, S. Nakahara : J. Mater. Sci., 39, 1635(2004)
- 3) S. Iwamoto, A. N. Nakagaito, H. Yano, M. Nogi : Appl. Phys., A81, 1109(2005)
- 4) H. Yano, J. Sugiyama, A. N. Nakagaito, M. Nogi, T. Matsuura, M. Hikita, K. Handa : Adv. Mater., 17, 153(2005)
- 5) A. N. Nakagaito, H. Yano : Appl. Phys., A80, 155(2005)
- 6) S. J. Eichhorn et al. : J. Mater. Sci., 45, 1-33(2010)
- 7) 遠藤貴士: シンセシオロジー, 2, 310(2009)

高純度マグネシウム陽極酸化皮膜のレーザー除去

Removal of Anodized Layer on High-purity Magnesium by Laser Irradiation

村上 浩二・水戸岡 豊・日野 実・西本 克治*

Koji MURAKAMI, Yutaka MITOOKA, Makoto HINO, Katsuji NISHIMOTO*

キーワード レーザ / 除去 / マグネシウム / 陽極酸化

KEY WORDS Laser / Removal / Magnesium / Anodization

1 はじめに

軽量で剛性が高く、放熱性、防振性、電磁波シールド性およびリサイクル性に優れるマグネシウム合金は、携帯電話、デジタルカメラ、ノート型パーソナルコンピュータをはじめとする電子機器の筐体に適用されている。しかしながら、中国等からの低価格品の攻勢により、電子機器用マグネシウム筐体の製造を取巻く環境は非常に厳しく、高品質・低コスト化が緊急の課題となっている。さらに、マグネシウムは他の実用金属よりも腐食しやすいため、長期間の使用に際しては、十分な防錆能力を有する表面処理が必要不可欠である。

一方、電子機器筐体の表面処理では、内蔵される電子回路の帯電を防止するため、皮膜の導電性が要求される。現在は導電性を有する化成処理が広く適用されているが、皮膜の導電性と耐食性は相反する関係にあり、化成処理皮膜は防食性能に乏しく、マグネシウム合金の防食処理として十分ではない場合がある¹⁾。これまでに著者らが開発したマグネシウム合金向け環境調和型陽極酸化処理は、その優れた防食性および塗膜密着性より、輸送機器を中心に適用されている。しかし、この処理で得られる皮膜は絶縁性のため、電子機器筐体への適用に大きな障害となっている。

そこで、本研究では、マグネシウム合金製筐体への導電性付与を目的とし、絶縁性である陽極酸化皮膜に対するレーザー除去加工の可能性について検討した。陽極酸化皮膜の融点が 2,000 K 以上であるのに対し、マグネシウムの融点は 923 K であるため、溶接・切断をはじめとする熱加工に近い条件のレーザー照射では、マグネシウム陽極酸化皮膜の除去は不可能と考えられる。そこで、単パルスあたりのエネルギーが高い Q スイッチパルス発信機から発生する極短パルス幅のレーザー光を用いた。

2 実験方法

基板には、高純度純マグネシウム (99.9%) 板を使用した。基板にアルカリ洗浄・酸洗浄を施した後、リン酸塩ならびにアンモニアを主とした

水溶液中で、所定の電圧に達するまで定電流電解を行い、膜厚 5 μm の陽極酸化皮膜を得た。

上記の陽極酸化皮膜に対して、表 1 に示す条件のレーザー照射を行った。熱源として、レーザーマーカ(ミヤチテクノス(株)製 ML-7111A)を用いた。レーザーの出力を 25 A、熱源走査速度を 100 mm/s に設定し、周波数を 5, 10, 50, 100 kHz の 4 水準で変化させた。

レーザー除去後の導電性について、低抵抗率計(三菱化学(株)製 ロレスターEP)を用いて評価した。その際、測定部位の接触面積は 1 mm²、荷重は 0.59 N とした。レーザー照射領域の表面・断面について、光学顕微鏡および電界放射型電子プローブマイクロアナライザ(日本電子(株)製 JXA-8500FS 以下 FE-EPMA)を用いて観察した。

表 1 レーザ照射条件

波長 [nm]	1064
焦点距離 [mm]	165
照射径 [μm]	40
焦点外し距離 [mm]	0
レーザー出力 [A]	25
走査速度 [mm/s]	100
周波数 [kHz]	5, 10, 50, 100

3. 結果

図 1 は、周波数に対する試料表面の外観変化(光学顕微鏡像)である。陽極酸化皮膜は本来灰色であったが、レーザー照射によって変色し、5 および 10 kHz では金属光沢が現れた。一方、50 および 100 kHz では、茶色に変色するのみであった。5, 10, 50 kHz の場合、レーザー照射部は良好な導電性(抵抗 1 Ω 以下)を示したが、100 kHz の場合には導電性が得られなかった。

図 2, 3 は、レーザー照射部表面・断面の反射電子像(組成像)である。5, 10 kHz の場合には、レーザー照射部が未照射部に対して凹部となり、FE-EPMAによる元素分析で酸素量が大きく低下したことから、陽極酸化皮膜が除去されたと考えられる(図 2(a) (b), 図 3(a) (b))。一方、50 kHz の場合、レーザー照射部において皮膜の除去と同時に、新たな突起が確認された。この突起は最

*アーク岡山(株)

大で約 100 μm であり、陽極酸化皮膜の膜厚を大きく上回る。FE-EPMA による元素分析から、この突起物を構成する元素は酸素・マグネシウム・リンであった。このことから、レーザ照射により熔融した皮膜の一部が、凝固時に凝集し、前述の突起が発生したと考えられる。また、100 kHz の場合には、レーザ照射による有意な形状変化は見られなかった。周波数の上昇につれて皮膜の除去能力が低下する原因は、1 パルスあたりのピークパワー密度が低くなるためと考えられる。

4 まとめ

本研究では、高純度マグネシウム陽極酸化皮膜に対するレーザ除去加工の可能性を検討した。マグネシウムよりも高融点の陽極酸化皮膜を除去するため、極短パルス幅のレーザ光を用い、周波数を変化させて加工した結果、5, 10 kHz では、レーザ照射部で陽極酸化皮膜がほぼ完全に除去された。50 kHz では、皮膜は除去される一方で新たに突起物が生じ、100 kHz では皮膜が除去されなかった。また、5, 10, 50 kHz の場合、レーザ照射部は良好な導電性を示したが、100 kHz の場合には導電性が得られず、皮膜の除去(形態変化)と導電性はよく一致した。

陽極酸化皮膜が除去された部分の耐食性は低下するが、この皮膜は犠牲防食機能ならびに自己再生機能を有することが確認されている²⁾。これらの特性を引き出す除去方法を考案することにより、長期間にわたる導電性と防食性の保証が可能と期待される。

対象となる電子機器筐体の厚さは数 mm で、導電性確保に必要な皮膜の除去領域は数 mm^2 程度である。加工領域・精度・速度の観点から、機械加工による陽極酸化皮膜除去よりも、レーザ除去は極めて有効であり、100 mm/s 以上の加工速度で、精度数十 μm の精密除去が可能である。また、非接触加工およびロボットによる自動化が可能であることから、極めて生産性・信頼性の高い工法として期待出来る。

参考文献

- 1) マグネシウム技術便覧 ; 日本マグネシウム協会編, pp. 330. (2000).
- 2) 水戸岡 豊, 村上 浩二, 日野 実, 金谷 輝人, 西本 克治 ; 「りん酸塩陽極酸化を施した高純度マグネシウムへのレーザ照射」レーザ加工学会 投稿中 (2011).

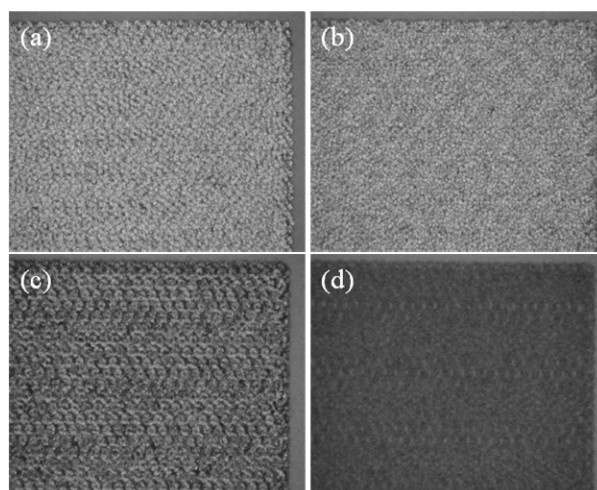


図 1 レーザ除去後の表面光学顕微鏡像
(a) 5 kHz, (b) 10 kHz, (c) 50 kHz, (d) 100 kHz

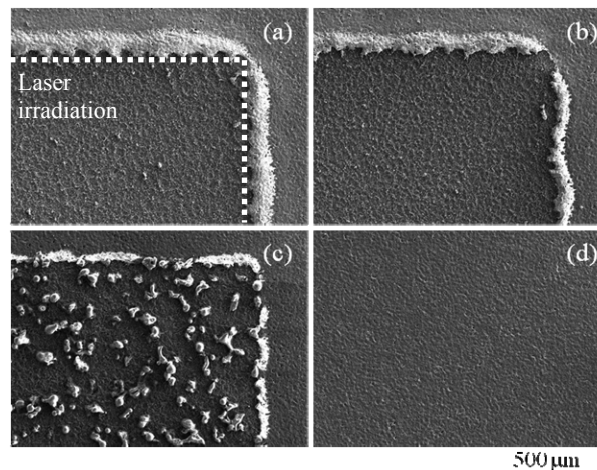


図 2 レーザ除去後の試料表面の反射電子像
(a) 5 kHz, (b) 10 kHz, (c) 50 kHz, (d) 100 kHz

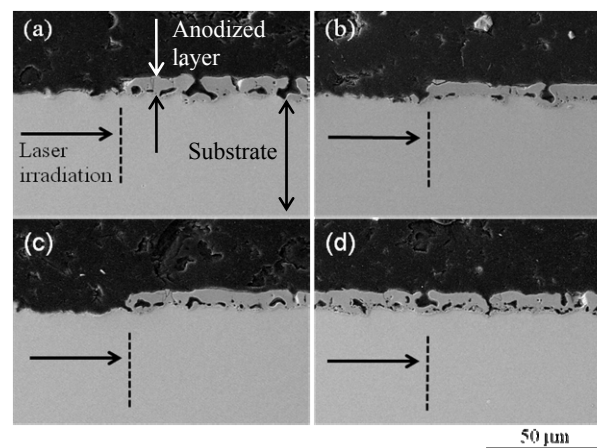


図 3 レーザ除去後の試料断面の組成像
(a) 5 kHz, (b) 10 kHz, (c) 50 kHz, (d) 100 kHz

CA 法により作製した Cr-Mo-N 膜の機械的特性および表面特性

Evaluation of Mechanical and Surface Property of Cr-Mo-N Coatings prepared by CA method

國次真輔・中西亮太

Shinsuke KUNITSUGU and Ryouta NAKANISHI

キーワード 硬質皮膜 / PVD / CA 法 / 硬さ / 接触角
KEYWORDS Hard coating / PVD / CA method / Hardness / Contact angle

1 はじめに

ゴムやプラスチックの射出成形などの金型成形において、金型コーティングは、金型寿命を延ばす為に高い機械的特性と、優れた離型性を兼ね備えておかなければならない。我々は離型性に優れた新規な金型コーティングの開発を目的として、これまで金型コーティングとして多く利用されている CrN に、第三元素として Mo 添加した CrMoN 膜の作製を CA (カソードイオンアークイオンプレーティング) 法により試みた。CrMoN 膜の結晶構造を調べると共に機械的特性としてマイクロビッカース硬さを、また表面特性として純水接触角の評価を行ったので報告する。

2 実験方法

成膜には陰極アーク放電形イオンプレーティング装置 (日新電機製 M500C) を用いた。ターゲットに高純度 Cr および Mo を用い、基板には鏡面研磨した SKD11 相当鋼を用いた。基板を自公転治具で回転させながら、Cr と Mo ターゲットをそれぞれ別々のカソードで同時にアーク放電させて成膜を行った (図 1)。

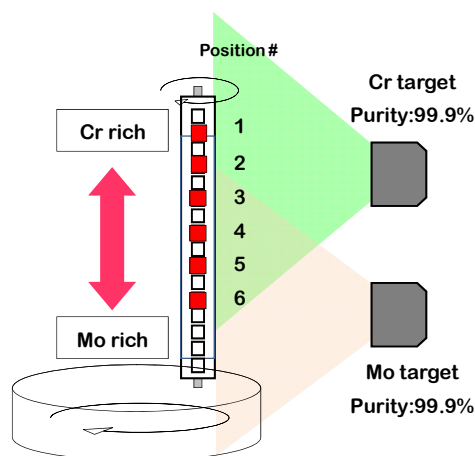


図 1 CrMoN 膜成膜の概略図

基板設置位置により組成の異なる 6 つの皮膜を得た。得られた皮膜について FE-EPMA による組成分析および XRD による結晶構造の同定を行った。機械的特性はマイクロビッカース硬さ試験により評価した。膜厚が $5\mu\text{m}$ 以上であるため、押し込み深さが 500nm 位 (ダイヤモンド四角錐圧子の場合、圧痕サイズが押し込み深さの約 7 倍から判断可能) までなら、基材の影響を受けない。表面特性は、成膜後試料を真空チャンバーから取り出し、3 時間大気中に放置した後、純水接触角を測定し評価した。

3 結果及び考察

表 1 に示すように成膜した 6 つの皮膜組成は、全てほぼ $(\text{Cr}+\text{Mo}):\text{N}=1:1$ となっており、Mo 比 ($\text{Mo}/(\text{Cr}+\text{Mo})$) が $0.26\sim 0.79$ と異なる 6 つの試料を作製できた。

表 1 CrMoN 膜の組成 (at%)

Position #	Cr	Mo	N	Mo/(Mo+Cr)
1	0.37	0.13	0.50	0.26
2	0.31	0.17	0.52	0.35
3	0.26	0.21	0.52	0.45
4	0.21	0.27	0.52	0.56
5	0.17	0.32	0.51	0.66
6	0.10	0.39	0.51	0.79

図 2 に X 線回折スペクトルを示す。いずれの膜も立方晶 (NaCl 型構造) で CrN(200) に優先配向した構造が主体となっているが、Mo 比が 0.56 より多い試料では徐々に六方晶 MoN とと思われる回折ピークの強度が増加した。

図 3 に FIB (フォーカスドイオンビーム装置) により加工した CrMoN 膜 (Mo 比=0.45) の断面 SIM (Scanning ion microscope: 走査イオン顕微鏡) 像を示す。断面から膜厚が約 $5\mu\text{m}$ (縦スケールは横の 1.414 倍) であることが判る。表面には CA 法特有のドロップレットがほとんど観察されていない。これはターゲット周囲に配置された電磁コイルを持

つ特殊カ

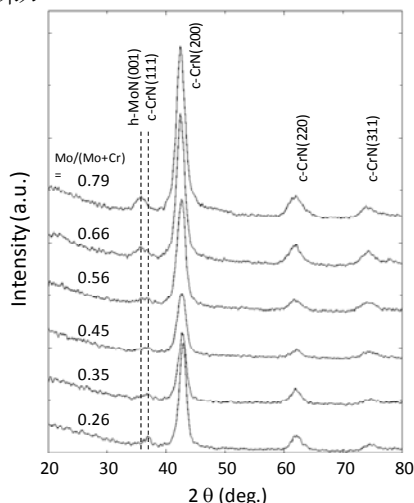


図2 CrMoN膜のX線回折スペクトル

ソード (3S カソード) の効果によるものである。しかし、スパッタ法やホロカソード法ほどの平滑性は得られていない。断面は結晶の面方位によるコントラストが示されており、数十～終百 nm 程度の柱状組織が観察される。図2のXRDの結果から示されるように、表面方向に(200)面が優先的に成長している微細柱状組織で構成されていると考えられる。

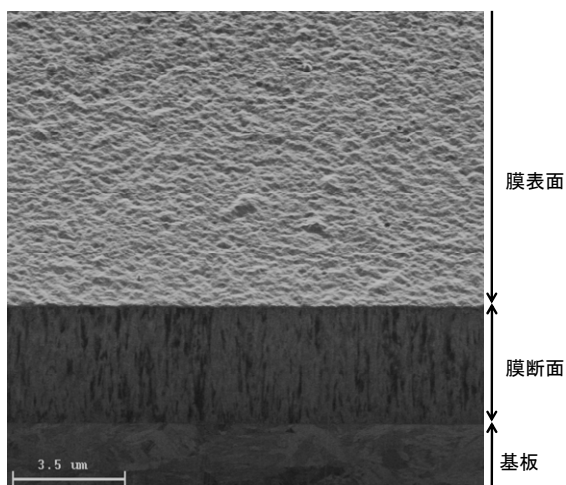


図3 CrMoN膜(Mo比=0.45)断面SIM像

次にCrMoN膜のマイクロビッカース硬さを図4に示す。Mo比が0.35の時、最高の2610HV0.025を示し、Mo比増加と共に単調に低下した。Crを添加せずに同条件で作製した六方晶MoNの硬さは1680HVであり、また立方晶(NaCl型)CrNは1980HVであり、これらと比較して高硬度化しており、優れた機械的特性を持つことが判った。

CrMoN膜の純水に対する接触角の測定を行った。成膜直後から1時間は、いずれの膜も純水に対して完全ぬれの状態となった。しかし、放置時間の経過と共に有限な接触角を示すようになり、28時間後に

はいずれの膜もほぼ80度前後となった。本来、セラミックスや金属の表面は高い表面エネルギーを有しているが、高真空チャンバーから取り出した直後から大気中の酸素による酸化および二酸化炭素や炭化水素の付着により、撥水表面へと変化する為である。接触角は、成膜後3～6時間において、Mo比の違いにより大きな差異が生じた。図5に真空チャンバーから取り出して3時間経過後の接触角を示す。Mo比が0.35の膜で最高の50度となり、Mo比0.56では40度まで低下し、再び増加した。ここでMo比が0.56までのNaCl型構造単相のCrMoN膜での変化に注目すると、Mo比と硬さの変化と同じ様に、Mo比0.35で最も硬く、高撥水となっている点が注目される。

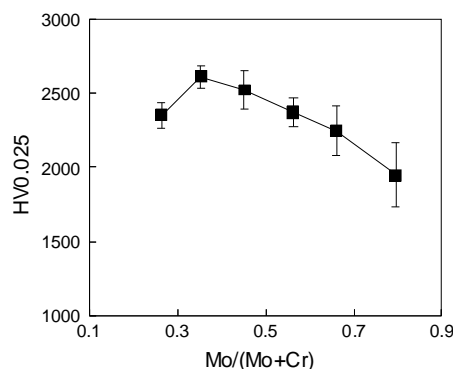


図4 CrMoN膜のマイクロビッカース硬さ (エラーバーは標準偏差)

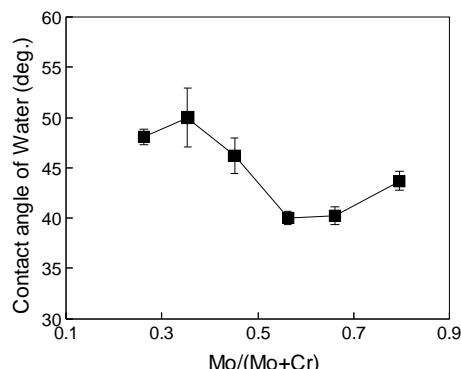


図5 CrMoN膜の成膜3時間後の純水接触角 (エラーバーは標準偏差)

4 まとめ

CA法によりCrMoN膜を作製し、その機械的特性及び表面特性について調査した結果、Mo比が0.56までは単相のNaCl型CrMoNの成膜に成功し、Mo比が0.35の時、2610HV0.025と高い機械的特性を有していることが判った。また、安定状態での表面の純水接触角は変化を示さなかったが、安定化するまでの接触角はMo比により異なった。

レーザー切断におけるツールパスが加工品質におよぼす影響

An influence of tool path design in laser cutting on finished quality

キーワード：ツールパス / レーザ切断 / Ni-Ti 合金 / ステント

KEYWORDS: Tool path/ Laser Cutting/ Ni-Ti alloy/ Stent

窪田 真一郎, 永山則之, 浅原 美則*

Shinichirou KUBOTA, Noriyuki NAGAYAMA, Minoru ASAHARA

1. 緒言

Ni-Ti 合金製ステントは柔軟性に優れていることから、消化管や血管の屈曲部における大きな変形に対して、フレキシブルに適合することができる。さらに、これらの利点は、脳血管などのように細かく枝分かれした部位の治療にも有効であると考えられており、開発ならびに実用化が進められている¹⁾。筆者らは、これまでの取り組みで Co-Cr 合金製ステントの試作工程について実験的検討を行い、市販品レベルの品質を有する表面処理技術を確立した²⁾。Co-Cr 合金製ステントの試作においては、仕上げ工程である電解研磨処理により、表面を滑らかにするとともに、レーザー切断時に形成されるシャープエッジを除去することが可能であった。

現在取り組んでいる Ni-Ti 合金製ステントは、頸動脈など大きく変形する部位への適用が進められていることから、柔軟性を重視した形状設計が行われる³⁾。網目形状の作製を行うレーザー切断工程においては、被加工物である金属チューブが薄肉であること、また形状が微細かつ複雑であることから、加工条件やツールパスの定義など考慮すべき点が多い。特に、柔軟性を重視したステントは、網目が大きい形状、言い換えれば、レーザー切断によって切り抜く面積が広いため、ツールパスの設定が仕上がりにおよぼす影響が大きい。

そこで、本研究では、網目形状の切断工程において、特定の位置に発生した切断不良に着目し、その原因について検討を行った。

2. 実験方法

本実験では、レーザー加工装置として Stent Cutter System2002(LPL System Inc. 製)を使用した。本装置は、YAG レーザ発振器、光学系ならびに駆動部から構成されている。YAG レーザ発振器は、パルス発振方式である。駆動部は、直線ならびに回転機構を組み合わせたものであり、NC プログラムにより制御される。またツールパスは、網目形状の展開図を元に CAM を用いて設計される。

Fig.1 は加工部近傍の概要図である。被加工物である Ni-Ti 合金製チューブは、先端付近を図中の

bushing に保持されることで、偏芯を抑制した加工が可能である。また、ノズルを通してレーザー光と同軸で加工点近傍にアシストガスが供給される。本実験では、アシストガスとして O₂ を使用した。本装置では、レーザー照射部近傍に水を供給する機能を有している。被加工物である Ni-Ti 合金製チューブの一端から供給し、加工部近傍に向かって水を流している。これは、照射されたレーザー光がチューブ上側を貫通した後、下側へのダメージを抑制するためである。被加工物として、φ2.5mm、厚さ 0.2mm の Ni-Ti 合金製チューブ（古河テクノマテリアル社製 NT-N）を使用した。

3. 実験結果

Fig.2 は、Ni-Ti 合金製チューブに対してレーザー切断により作製した網目形状を示す。Fig.2(a) においては、白線内に示した部分において切断不良が生じ、切り屑が付着している。比較として、図 2(b) に通常の切断状態を示す。図から分かるように、切り屑の付着もなく良好な切断結果が得られている。

Fig.3 は、Fig.2(a) における切断不良時のツールパスについて示したものである。Fig.3(A) は、加工途中の状態を模式的に示したものである。図中の白色部分は、レーザー加工により切り抜かれた領域であり、灰色部は未加工の部分を示している。Fig.3(B) は、切断不良部分を拡大したものである。切断は、p1-p2-p3-p4 の順に進行するが、本実験に

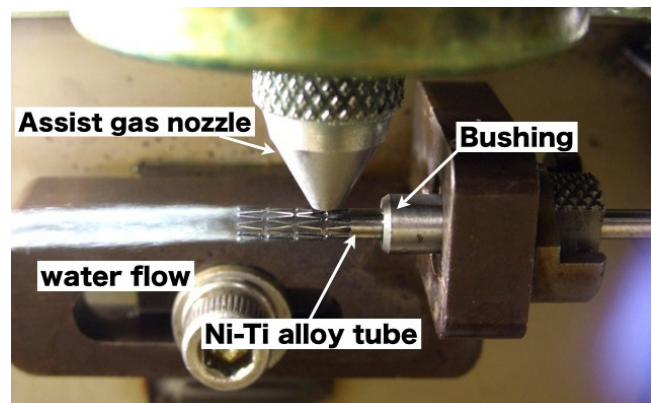


Fig.1 Experimental setup

* (有) ビジネスプロデュース

においては、特に p2-p3 間 (約 0.5mm) において切断不良が発生する傾向が多かった。これら局所的に切断不良が起こる要因の一つとして、網目加工の進行にともなって切断部近傍のチューブの剛性が低下し、生じたたわみによる焦点位置のずれによるものと考えた。

Fig.4 は、Fig.3 に示した p1-p4 間のツールパスを用いて、焦点距離を変化させながら、切断を行ったときの加工結果を示したものである。本実験においては、切断幅が最小となる位置を焦点 (Just focus) とした。なお厚さ 0.2mm の Ni-Ti 合金製チューブに対しては、切断幅は 50 μ m であった。その位置から、0.05mm ずつ焦点を変化させた場合、0.15mm において切断不良が発生した。これらの結果から、加工中に、焦点位置が 0.1 ~ 0.15mm 変位した場合、切断不良が生じると考えられる。そこで、網目加工中の形状に対して、アシストガスに起因する荷重を加えたときの変位量について解析を行った。

Fig.5 は、境界条件の概要図を示したものである。長さ 8mm の Ni-Ti 合金製チューブの一端を固定端とし、網目加工中の形状に対して、上方からアシストガスに起因する荷重を加えた場合を想定した。図中の "Force area" は、アシストガスのノズル部 (ϕ 0.76mm) である。その領域に圧力を加えたときの変位について有限要素解析を行った。なお、使用した解析システムは MSC 社製 Marc2010 であり、" Mechanical shape memory alloy mode" にて計算した。

Fig.6 は、Fig.3 における切断不良が生じた形状に対して荷重を加えたときの、加工部近傍の変位についてのシミュレーション結果を示したものである。ここでは、照射位置が Fig.3 における p1-p2 間にある場合を示している。シミュレーション結果より、 ϕ 0.76mm の範囲に 50MPa の圧力を加えた場合、その範囲内にかかる力は約 10N であり、その直下においては約 0.1mm 変位した。p2-p3 間では約 60 μ m、p3-p4 間では約 30 μ m であり、同じ圧力を加えても変形量は少ない計算結果となった。これは、網目加工部から遠ざかるにしたがって、チューブの剛性が増すためであると考えられる。これらのシミュレーションの妥当性を検証するためには、アシストガスの流量、流速の測定が不可欠であり、今後の検討課題である。

参考文献

- 1) 角田方衛ほか: "金属系バイオマテリアルの基礎と応用" 株式会社アイピーシー (2000) 491.
- 2) 窪田真一郎ほか: ステント開発におけるテクノロジー, 精密工学会誌, 73, 5(2007), 515.
- 3) 滝和郎: "頸動脈ステント留置術" メジカルビュー社 (2008),69.

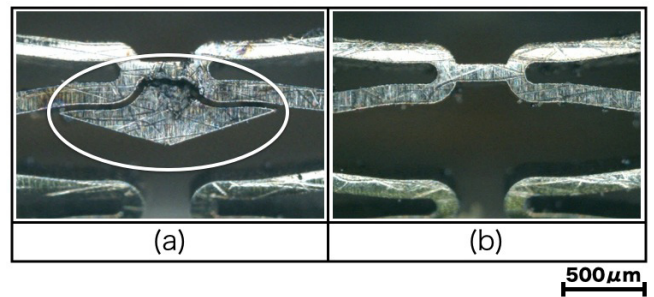


Fig.2 Exsamples of insufficient cutting process for Ni-Ti alloy tube

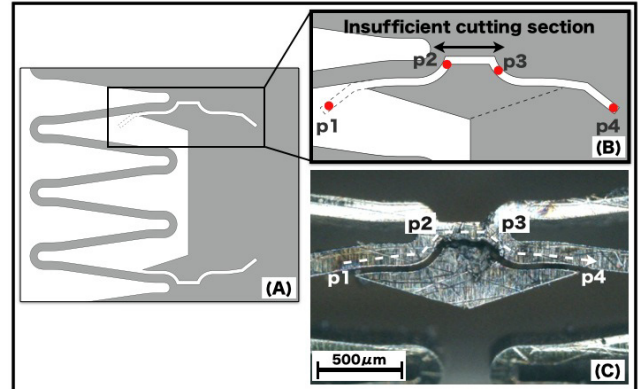


Fig.3 Desing of cutting path for making micro mesh

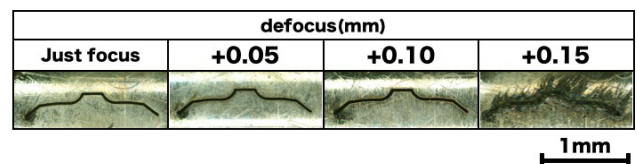


Fig.4 Effect of focal position on cutting result

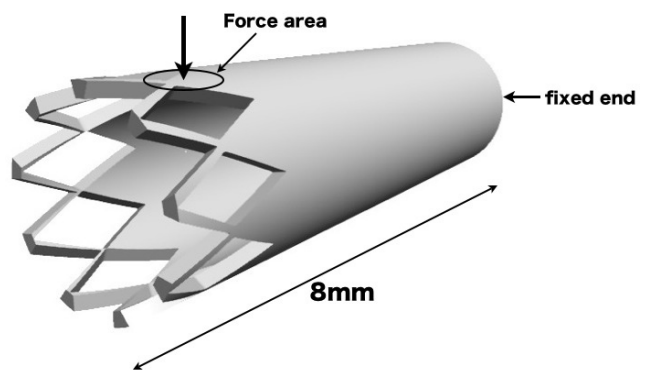


Fig.5 Boundaly conditions of simulation

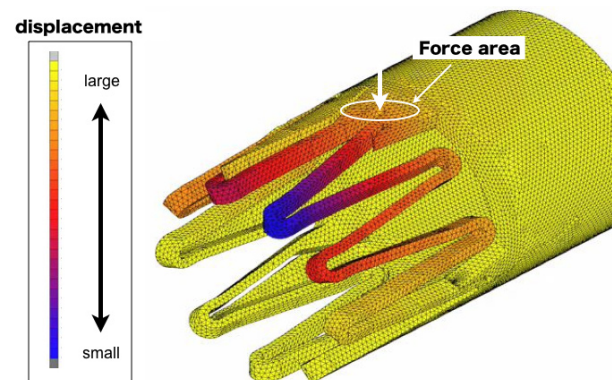


Fig.6 Simulation result of displacement

配管内走行ロボットの視覚機能に関する研究

—撮影画像の幾何学的変換によるカメラ視点の変換—

Study of Visual Function of the Pipe-Inspection Snake-Robot
—View-point Rectification by Geometric Transformation of Images—

藤原 久永・鈴木 康一*・脇元 修一*

Hisanaga FUJIWARA, Koichi SUZUMORI*, Shuichi WAKIMOTO*

キーワード 配管内検査 / ヘビ型ロボット / 視覚機能 / 透視投影

KEY WORDS Pipe inspection / Snake robot / Vision / Perspective projection

1 はじめに

配管内検査を目的として、岡山大学鈴木研究室と共同で、配管内を走行するヘビ型ロボットの作成を進めている。このロボットは、独自の走行機能により、煩わしい調整を必要とすることなく配管内を走行することが可能となる。しかし反面、カメラの激しい動きがもたらされるため、検査などの用途に用いるのが難しいという問題が生じる。本研究では、画像処理の技術を用いることによりこうした問題に対処することを試みる。具体的には、カメラで撮影した複数の画像列から、カメラ視点を固定した一枚の画像を合成する。本稿では、異なるカメラ視点から撮影した複数の画像列から、カメラ視点を固定した画像を合成する。

2 視点の異なる画像の統合

配管内を走行するヘビ型ロボットは、ロボットの駆動方式のため激しく動く。そのため、撮影された画像は人間にとって必ずしも見易いものとはならない。そこで、撮影した一連の画像を合成して、擬似的に静止した画像を作成する。この際、カメラの動きがカメラ中心に対する回転だけであれば、この合成は張り合わせだけで済む。しかし実際には、回転に加え並行移動が加わる。並行移動が加わると単に張り合わせただけでは整合性のある画像が合成されない。異なるカメラ視点で撮影された画像の統合を行うには、並行移動成分の影響を除去する必要がある。

本年度の研究では、撮影対象が平面から構成されていると仮定し、撮影対象を真正面から見た画像を復元した後、張り合わせを行う。この際、異なる画像間で同じ特徴どうしの対応付けが必要である。これは大きな問題であるが、本年度の研究ではシーン中に抽出し易い特徴を配置することでこの問題をとりあえず回避する。

2.1 カメラキャリブレーション

カメラで撮影した画像列から、カメラ視点を固定した画像を再構成するためには、まずカメラキャリブレーションが必要になる。カメラで捉えた画像は、撮影対象が異なると違ってくるのは言うまでもないが、同じ撮影対象であっても、カメラの姿勢・特性が異なると違ってくる。このカメラの姿勢・特性を算出する操作がカメラキャリブレーションである。カメラキャリブレーションを行う方法にはいくつかの方法が提案されている。

本研究で用いるカメラは、画角の広い、すなわち焦点距離の短いレンズを装着したものである。このような焦点距離の短いレンズで撮影した画像は、画像周辺部に歪みが観察される。異なる視点の画像を合成する際に、この周辺部の歪みは大きな問題となる。レンズ歪みまで考慮に入れたカメラキャリブレーションの方法は多くはなく、Tsaiの方法²⁾とZhangの方法³⁾がよく知られている。本研究では、Zhangの方法を用いて、レンズ歪みを含めてカメラキャリブレーションを行った。

2.2 透視投影の逆変換

透視投影(Perspective Projection)は、近くの方が大きく、遠くの方が小さく見える効果で、絵画の世界では投影法とも呼ばれる。この効果があると、同じ対象物が視点の移動により、異なった大きさ・形状で観察されるため、単純な張り合わせでは視点の異なる画像どうしの合成が行えない。

この問題に対し透視投影の逆変換、すなわち撮影した平面を真正面から見た画像に復元することで対処する。なお、本来この逆変換のパラメータは、異なる画像間の同一の特徴どうしの対応付けにより求めるものであるが、現時点でこの対応付けが実現できていない。そこで、撮影対象となるシーン中に抽出と対応付けが容易な特徴を配置することでパラメータ算出を行った。図1および図2は、あるシーンを異なるカメラ視点か

*岡山大学

ら撮影した画像である。これらの画像に対して、透視投影の逆変換を行った結果が、それぞれ図3と図4である。レンズ歪みの影響も補正されている。

2.3 視点の異なる画像の張り合わせ

透視投影の逆変換を行うことで、撮影対象となった平面を真正面から見た画像が得られる。こうして得られた、透視投影の逆変換を行った結果である図3と図4を張り合わせることでより統合を行った結果が図5である。異なる視点から撮影した画像の張り合わせを行うことが可能となること分かる。

3 まとめ

ヘビ型ロボットに搭載したカメラで、異なる視点から撮影した画像を統合する方法を示した。本年度の研究では、撮影対象は平面であるとしたが、実際には配管表面は円筒曲面となる。そこで、曲面を平面に展開する変換がさらに必要となる。また、画像中に複数の画像間に対応付けが可能となる特徴が安定に抽出できる仮定も設けている。実際に配管内部を撮影することを考えるとこの仮定は現実的ではない。そこで、異なる画像間で抽出された特徴の対応付けを行うことが必要となる。これらの課題は次年度の研究で取り組む予定である。

参考文献

- 1) K.Suzumori, S.Wakimoto, and M.Takata: "A Miniature Inspection Robot Negotiating Pipe of Widely Varying Diameter," IEEE International Conference on Robotics and Automation, pp.2735-2740, (2003)
- 2) R.Y.Tsai: "A Versatile Camera Calibration Technique for High-accuracy 3D Machine Vision Metrology using Off-the-shelf TV Cameras and Lenses", IEEE Journal of Robotics and Automation, Vol.3, No.4, pp.323-344 (1987)
- 3) Z.Zhang: "A Flexible New Technique for Camera Calibration", IEEE trans. Pattern. Anal. Mach. Intelli., Vol.22, No.11, pp.1330-1334 (2000)

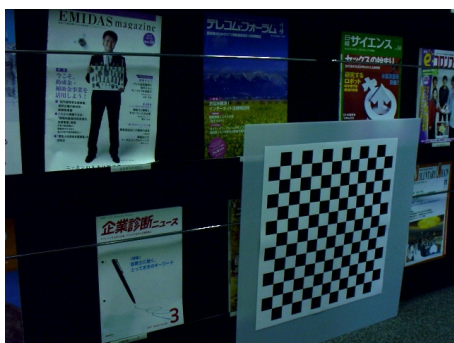


図1 入力画像(I)



図2 入力画像(II)

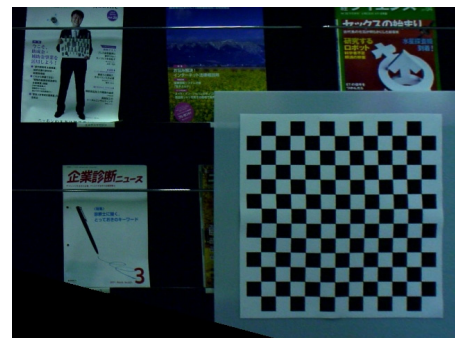


図3 図1に対する透視投影逆変換結果

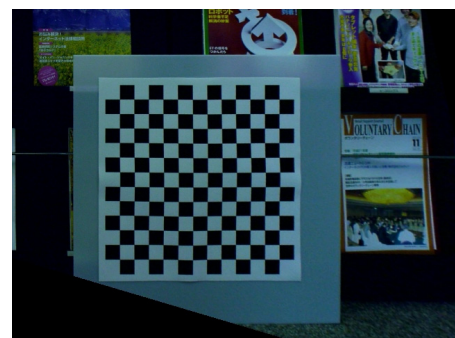


図4 図2に対する透視投影逆変換結果

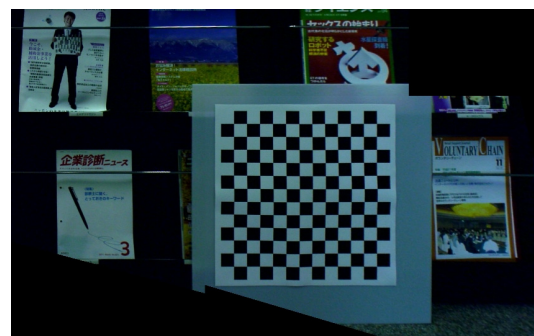


図5 図3と図4を張り合わせた結果

吸着型モーメント印加装置の性能向上に関する研究

Research on Performance Improvement of Sticking Type 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、機器は振動し易くなっている。これにともない設計試作段階での振動対策の重要性が高まっている。しかし、接続部を含む複雑な構造物の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指して加振実験を行い、振動伝達モデルのモデル精度の向上を目指す研究が行われている。

加振実験を行ってモデル精度を高めるためには、構造物に並進力とモーメントをそれぞれ加えた場合について、構造物の振動特性を表す周波数応答関数 (FRF) を、測定する必要がある。モーメントを印加するには、例えば構造物に T 型治具などを接続し、治具をハンマで加振する方法などが試みられている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。また、構造物に治具を取り付けるための加工が必要になる。

そこで、我々は、構造物に質量を付加しない簡便なモーメント印加法を新たに考案し、実験結果からその有効性を示した²⁾。しかし、本装置は測定周波数範囲の上限がセンサ部固有振動数に制限されることと、計測した並進力の S/N 比が小さいという課題があった。

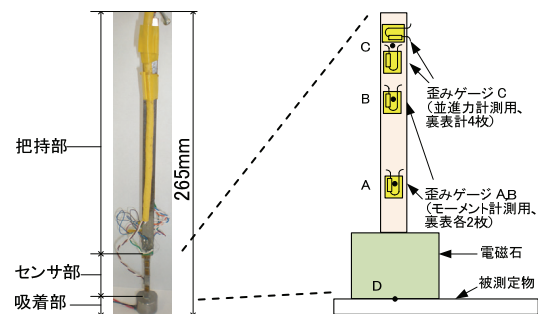
本稿では、これらの課題を解決するため、センサ部固有振動数と、モーメントや並進力を算出するために必要なセンサ部ひずみ量に与えるセンサ部材質、形状の影響について検討を行った。

2 モーメント印加装置

図 1 に試作したモーメント印加装置を示す。この装置は、電磁力により構造物に吸着する吸着部と、モーメントを計測するセンサ部、人間の手によって力を作用させる把持部からなる。モーメントを印加するには、図 2 のようにまず吸着力を発生させて構造物に吸着部を吸着させた状態で、計測者が把持部を捻る事によって構造物表面にモー

メントと並進力をあらかじめ印加する。次に、スイッチにより吸着力を急激に解放することにより、構造物に図のような逆ステップ状のモーメント、および並進力を印加する。この装置を使えば、モーメント印加に際して治具を一切取り付けなくても、構造物そのものの振動特性を計測できる。

歪みゲージによりセンサ部の歪みを計測することにより、構造物に印加したモーメントと並進力を算出する。センサ部には図 1 (b) のように、点 A、B に作用するモーメント M_A 、 M_B を計測するため、センサ部両側面に 2 枚ずつ計 4 枚のひずみゲージを貼り付けた (2 ゲージ法)。また、供試体に印加される並進力を計測するため、センサ部両側面にさらに 4 枚の歪みゲージを貼り付けた (4 ゲージ法)。



(a)装置全景 (b)センサ部拡大図

図 1 吸着型モーメント印加装置

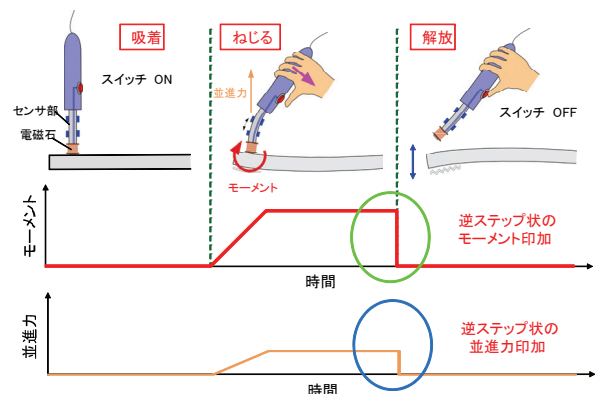


図2 モーメント印加方法

図3に、計測者が把持部を捻る際にセンサ、供試体に発生するモーメント、力を示す。センサ部の点A,Bで計測した2点のモーメント値を式(1)に代入することにより、供試体表面に印加したモーメント M を算出する。

$$M = \frac{L_B M_A - L_A M_B}{L_B - L_A} \quad (1)$$

ここで、 L_A 、 L_B は供試体表面から歪みゲージ中心位置までの距離である。

これまでに、本装置を片持ち梁の振動特性計測に用いた結果、計測値は有限要素法により求めた解析値に良く一致しており、本計測法の有効性を確認した。しかし、測定周波数範囲がセンサ部固有振動数に制限されることと、並進力のS/N比が小さいという課題が生じた。

3 装置の性能向上に関する考察

本装置の測定周波数範囲を広め、計測並進力のS/N比を向上させるため、センサ部固有振動数、モーメントや並進力に対するセンサ部ひずみ量に与えるセンサ部材質、形状の影響について検討を行った。

本装置を片持ち梁と見なすと、片持ち梁の n 次固有振動数 ω_n は式(2)で与えられる³⁾。

$$\omega_n = \lambda_n \frac{h}{l^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2)$$

ここで、 λ_n : 次数に応じた係数、 l : 梁の長さ、 b : 幅、 h : 厚さ、 E : ヤング率、 ρ : 密度である。また、この梁に並進力 F が働いた際の歪み ε_F は4ゲージ法を用いる場合、

$$\varepsilon_F = 2(1+\nu) \frac{F}{Ebh} \quad (3)$$

モーメントが働いた際の歪み ε_M は2ゲージ法を用いる場合、

$$\varepsilon_M = \frac{6F_H L_H}{Ebh^2} \quad (4)$$

で求められる⁴⁾。ここで、 ν : ポアソン比、 F_H, F : 測定者が加えた力のうち、供試体に対して、それぞれ水平方向の分力と垂直方向の分力、 L_H : 供試体表面から把持位置までの距離である。

まず、センサ部形状に注目すると、センサ部長さ l を短くすることで固有振動数が高まる事が分かる。また、センサ部の幅 b 、厚み h を小さくすることで歪み量が増大し、S/N比の向上が見込まれる。

次に、材料の材質に注目すると、式(2)より比強度 (E/ρ) が大きいほど固有振動数が高くなる。しかし、ヤング率 E は固有振動数、測定感度に対してトレードオフの関係にあり、測定状況に応じ

て調整する必要がある。表1に数種類の材質に対する固有振動数、並進力に対するひずみ ε_F について比較した。各値は現在センサ部に用いている鉄の固有振動数、ひずみによって正規化した。表より、センサ部材質をアルミニウムやマグネシウムに変えることで固有振動数がほぼ変わらず、S/N比が向上することが見込まれる。

4 まとめ

これまでに開発した付加質量の無い簡便なモーメント印加、計測装置において、計測性能に与える装置センサ部材質、寸法の影響について検討を行った。その結果、以下のことが明らかとなった。

- ・センサ部長さを短くすることで固有振動数が上昇し、センサ部幅、厚みを小さくすることでS/N比が向上する

- ・比強度が大きいほど固有振動数が上昇し、柔らかい材料ほどS/N比が向上する

今後、これらの点の他、機械的強度を考慮して装置の改良を行う予定である。

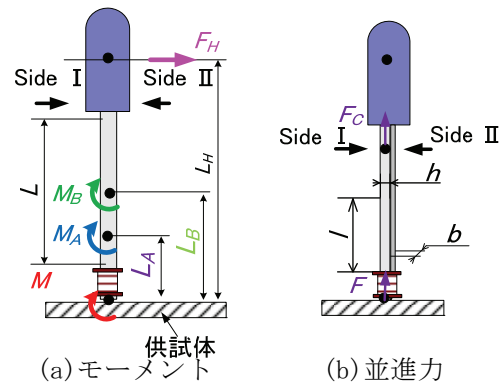


図3 計測方法

表1 センサ材質が計測性能に与える影響

材質	密度 ρ [$\times 10^3 \text{kg/m}^3$]	ヤング率 E [GPa]	固有振動数 (対鉄比)	ひずみ (対鉄比)
鉄	7.9	205	1.0	1.0
チタン	4.4	106	1.0	1.9
アルミニウム	2.7	69	1.0	3.0
マグネシウム	1.8	40	0.9	5.1
鋳鉄	7.2	100	0.7	2.1
チタン	4.6	106	0.9	1.9
ポリ塩化ビニル	1.4	3	0.3	68

参考文献

- 1) 細矢直基, 吉村卓也: 周波数応答関数測定における付加質量の影響補正, 機論, 72-713, C (2006) 37-44
- 2) 辻 善夫, 眞田 明: 吸着型モーメント計測装置に関する研究, 岡山県工業技術センター報告, 36, 59 (2010)
- 3) 小堀与一: 実用振動計算法, 工学図書 (1979) 197
- 4) 高橋賞, 河合正安: ひずみゲージによるひずみ測定入門, 大成社 (2009) 53

煙突効果を用いた自然空冷機構

Natural Air-Cooled Device by the Chimney Effect

下山力生・眞田 明

Rikio SHIMOYAMA and Akira SANADA

キーワード 自然空冷 / 煙突効果 / 電子機器

KEY WORDS Natural air cooling / Chimney effect / Electronic instrument

1 はじめに

近年、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。このため放熱対策に関する研究が盛んに行われている。中でも、ファンなどを用いる強制空冷と比較して信頼性、静寂性などが優れている自然空冷が改めて注目されている。しかし、自然空冷は効率が一般的に低いことが問題であった。このため、冷却効率を向上させる目的で煙突効果を利用する方法が期待されている。

そこで、本研究では、煙突効果を利用した高効率な自然空冷機構の開発を行うにあたり、その基礎資料として、代表的な設計条件である発熱面と煙突部の間隔および発熱面の発熱量が冷却効率に及ぼす影響を数値解析にて検討する。

2 煙突効果

図1において、垂直加熱平板まわりの流れでは、発熱面から空気が暖められて生じた密度差による浮力を駆動力とした上昇流が発生する。一方で、発熱面を煙突構造にした場合では、煙突内部の空気が上昇すると煙突内部が負圧になり、煙突下部から外気を誘引する流れが発生する。このようなメカニズムで煙突を通過する流量が増大する現象を煙突効果と呼び、自然対流熱伝達の促進などに活用されている。

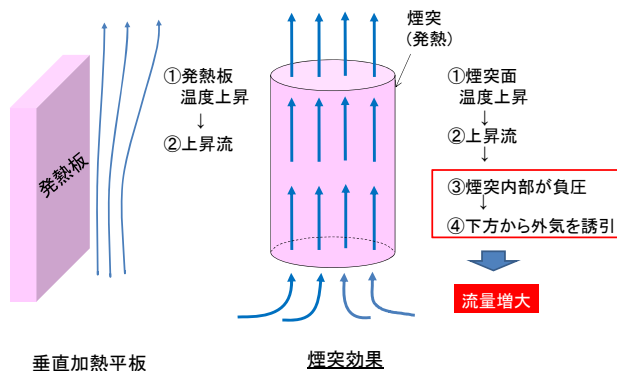


図1 煙突効果

3 解析手法および結果・考察

3.1 自然空冷機構

図2に本研究で検討した自然空冷機構を示す。この構造は、水平な発熱面の上方に煙突部を設け、それらの四隅を直方体のブロックで接続することで発熱面の熱を煙突部に伝える。これにより、煙突内部の空気が暖められ、煙突効果が生じる。煙突部は外形が100mmの立方体で、底面は100×100mmの大きさである。なお、流体は空気、構造物は全て銅製で板厚6mmの条件で解析を行った。

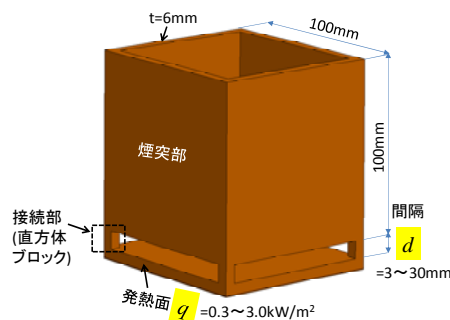


図2 煙突構造

3.2 流動特性

煙突を設置しない水平な発熱面の場合と煙突を設置した場合の速度ベクトル分布を図3(a)および図3(b)に示す。ここで、それぞれの発熱面の大きさは同じサイズとし、発熱面に与える熱流束もそれぞれ 0.5 kW/m^2 とした。煙突を設置した場合の発熱面と煙突部の間隔 d は10mmとした。なお、流れ場は、中心軸に対称な構造であることから中心断面の半領域のみ示した。図3(a)および(b)において、発熱面から上昇する流れは、煙突を設置しても抑制されることなく、逆に増大する結果を示した。また、煙突を設けた場合における発熱面へ流入する空気流速は、煙突を設置しない場合と比較して大きい値を示した。これらのことから、煙突効果の実現されていることが理解できる。

図4(a)および(b)は、発熱流束 $q = 3.0 \text{ kW/m}^2$ にお

いて、発熱面と煙突部の間隔 d が 30mm および 10mm の場合における速度ベクトル分布を示す。発熱面と煙突部の間隔 d が 30mm の場合では、周囲からの流入は、発熱面への流入とともに発熱面から少し離れた領域にある煙突下部を周り込む流れが支配的になった。一方で、発熱面と煙突の間隔 d を 10mm と狭くすることで、発熱面へ流れが集中し、空気流速が増加していることが分かる。

煙突高さ h が 100mm で発熱面と煙突部の間隔 d が 10mm の場合において、発熱流束 q に対する煙突入口、煙突中心高さおよび煙突出口における空気流速の関係を図 5 に示す。いずれの位置においても、発熱流束 q の増加とともに空気流速は増大する結果となった。この原因は、発熱流束 q の増加に伴って、接続部を通じて煙突部に伝わる熱量も大きくなることから、煙突効果により流速が増大したことが考えられる。次に、それぞれの位置における流速の違いを観察すると、煙突出口、煙突入口、煙突中心の順で大きい値を示した。これは、大気開放されている煙突出口および煙突入口に対して、発熱する煙突部側面で囲まれた煙突中心では、浮力が大きくなることから最も大きい値を示したものとする。また、煙突出口の流速は、煙突入口と比較して流路断面が大きいことから低い値が得られたことが理解できる。

3.3 熱伝達特性

図 6 は、発熱面と煙突部の間隔 d に対する平均熱伝達率 α_m の関係をそれぞれの発熱流束 q について示した。平均熱伝達率 α_m は、いずれの発熱流束 q においても、発熱面と煙突部の間隔 d の増加に伴って $d=5\sim 10\text{mm}$ 付近で極大値を示し、それ以降減少する傾向が見られた。これは、図 4(a) で示したように、発熱面と煙突部の間隔 d が大きすぎると煙突効果によって誘引される周囲空気が発熱面付近に流れにくくなるため、熱伝達が低下したものである。これに対して、発熱面と煙突部の間隔 d が小さくなると煙突入口の流れ抵抗が増大し、流入量が減少することが考えられる。これらのことから、発熱面と煙突部の間隔 d は熱伝達が最大となる最適な値があることが分かった。また、発熱流束 q の増加とともに平均熱伝達率 α_m は増大した。この原因は、図 5 に示したように発熱流束 q の増加に伴って煙突効果による周囲空気の誘引量が增大することから理解できる。

4 まとめ

高効率な放熱機構の開発に向けた基礎資料として、発熱面と煙突部の間隔および発熱面の発熱量が冷却効率に及ぼす影響について検討した。結果として、冷却効率は、発熱量の増加とともに増大するが、発熱面と煙突部の間隔には最適な値が存在することが分かった。

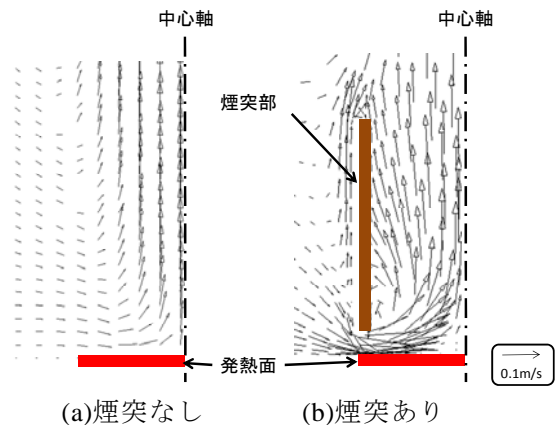


図 3 速度ベクトル分布 (煙突の有無)

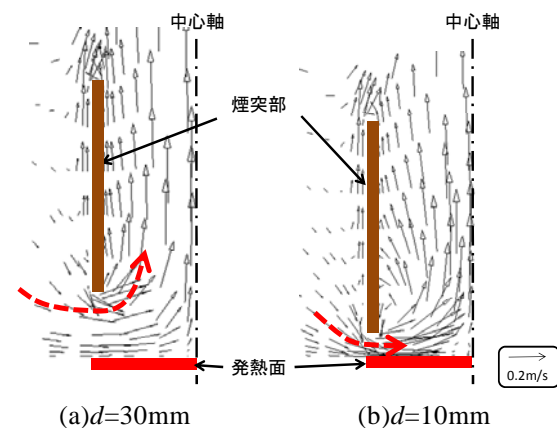


図 4 速度ベクトル分布 (d の影響)

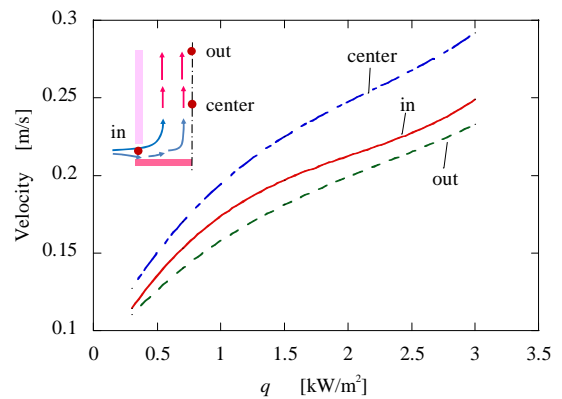


図 5 空気流速と発熱流束の関係

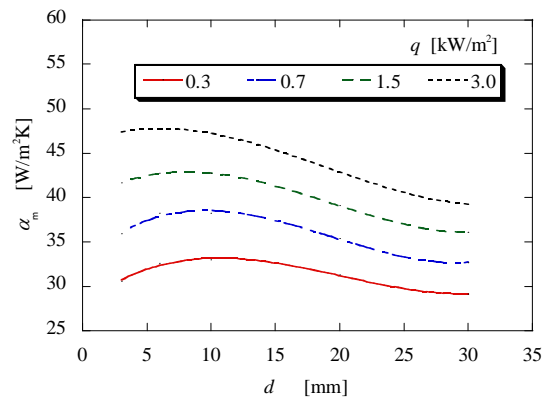


図 6 熱伝達特性

ランダム入射条件でのアクティブ遮音制御実験

Experimental results of active sound transmission control in the case of random incidence

眞田 明・辻 善夫・東山孝治*・田中信雄**

Akira SANADA, Yoshio TSUJI, Kouji HIGASHIYAMA and Nobuo TANAKA

キーワード 能動遮音制御／ランダム入射／振動制御／LMS アルゴリズム

KEY WORDS Active sound transmission control / Random incidence / Vibration control / LMS algorithm

1 はじめに

壁面の遮音性能は一般に重量に依存する。このため、高い遮音効果を得ようとする、重い構造となってしまう、機器の軽量化の大きな障害となっている。このことから、能動的に壁面の振動をコントロールし、軽い構造で大きな遮音効果を得る研究が行われている。我々は、これまでに効率的に透過音を抑制可能な制御手法について検討し、4つのアクチュエータを最適に配置することで、大きな制御効果が得られることを計算シミュレーションおよび実験によって明らかにした¹⁾。ただし、実験においては、単純な垂直入射の場合のみしか効果の検証ができておらず、実際の使用条件に近い斜入射やランダム入射の場合については、制御効果を実証できていなかった。斜入射の場合、偶数次モードが励振されるため、制御効果が悪化する可能性が計算から示されており、実験的な確認を必要としていた。そこで、今回、ランダム入射条件での制御実験を行うこととした。ランダム入射条件は、すべての入射角度における斜入射の結果を足しあわせた条件に相当することから、ランダム入射条件で制御効果が得られれば、単一の入射角度で音が斜めに入射した場合にも制御効果が得られることを示す。ランダム入射条件での実験を行うため、残響室を音源室として用いた。以下に、得られた結果を示す。

2 実験システム

図1に実験システムの概要を示す。実験では、音源室として残響室、受音室として無響室を用いた。我々がこれまでに行った過去の研究と同様に、透過音を抑制するため、フィードフォワード制御により、パネルの振動をアクチュエータを用いて制御した。エラー信号は、無響室側のパネルから

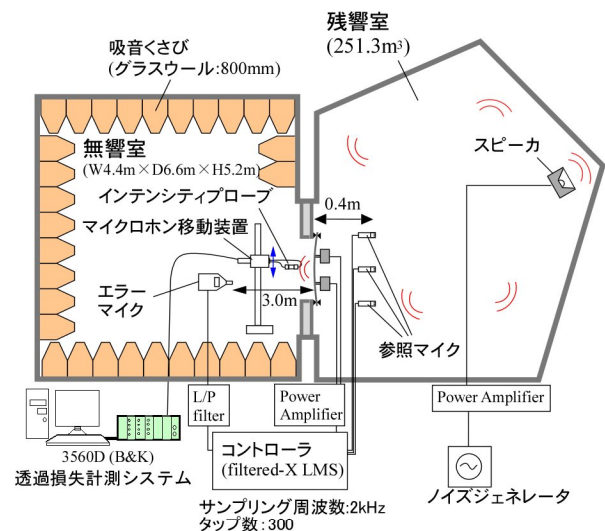


図1 実験システム概要

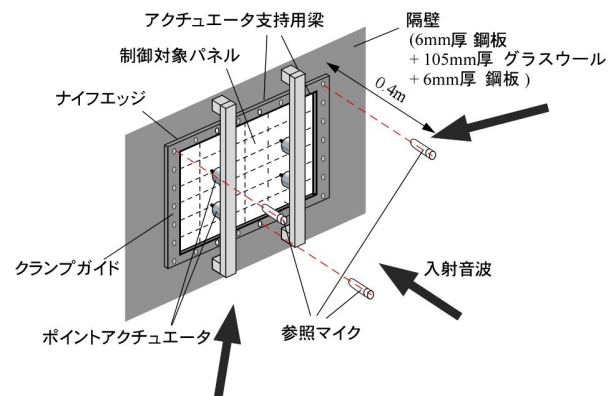


図2 マイク配置

3m離れた位置に設置したマイクロホンにより取得した。

残響室は、すべての点においてエネルギー密度が等しく、かつ音響エネルギーの伝搬方向があらゆる方向に等確率である音場²⁾(拡散音場)を近似的に実現するための部屋である。このような性質を有しているため、残響室を音源室として用いた場合、参照信号の取得に工夫が必要である。

* 倉敷化工 (株)

** 首都大学東京システムデザイン学部

一般に、フィードフォワード制御を行う場合、以下の2点を満たす必要がある。

- 1) パネル振動と参照信号の間の関連度（コヒーレンス）が高いこと。
- 2) 参照信号の検出から信号処理、制御力印加までにかかる時間が、参照信号取得位置からパネルに音波が到達する時間よりも短いこと（因果律を満たすこと）。

残響室を用いる場合は、まず 1) の条件を満たすために、参照信号を取得するマイクロホンを残響室内のパネルに近い位置に設置する必要がある。これは、残響室ではスピーカーから発生した音は残響室内で反響してパネルに入射するため、参照マイクとパネルの距離が離れるとコヒーレンスが低下するためである。また、2) の条件を満たすためには、あらゆる方向から到達する音波をセンシングできるように、パネルからある程度離れ、パネルを囲む位置に複数のマイクロホンを設置する必要がある。上記2つの条件は、パネルからの距離について、相反するものとなっていることから、実験的に制御効果をもっとも高くなる位置を選定した。

以上のことと信号処理を行うコントローラ(DSP)の処理能力などから、実験においては、図2に示すような3点にマイクロホンを設置し、実験を行った。実験では、3入力1出力のFiltered-x LMS アルゴリズムを用いた。タップ数は300、サンプリング周波数は2kHzとした。また、遮音性能の評価指標として、次式で表される挿入損失(IL)を測定した。

$$IL = 10 \log(W_0 / W_1) \quad (1)$$

ただし、 W_0 は制御対象パネルがない状態で無響室側に通過してくる音響パワーであり、 W_1 はパネルやアクチュエータを取り付けた状態での透過音響パワーである。

3 実験結果

我々がこれまでに提案した最適な4点にアクチュエータを配置する方法を用いた場合について制御実験を行った。挿入損失の測定結果を図3に示す。また、比較のため垂直入射条件での測定結果を図4に示す。ただし、垂直入射の場合は、参照信号は、ノイズジェネレータから直接取得した。

測定結果を見ると、ランダム入射条件の場合、230Hz以下の低周波数領域で制御効果が得られている。この領域においては、斜め入射の場合に懸念された偶数次モードによる制御効果の低下の影響は現れておらず、実用上十分な制御効果が得られている。これにより、我々がこれまでに提案した制御手法の有効性が実証された。ただし、垂直入射の場合は、400Hz付近まで制御効果が得られ

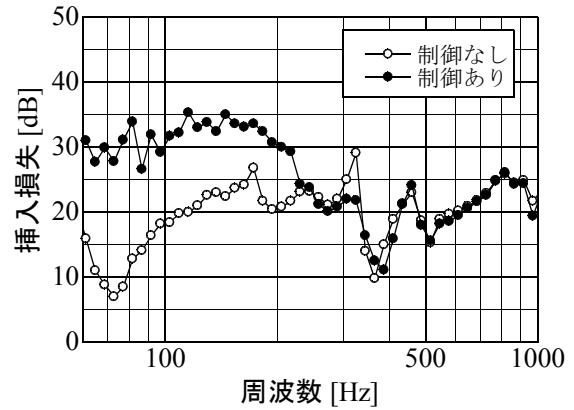


図3 ランダム入射時の挿入損失測定結果

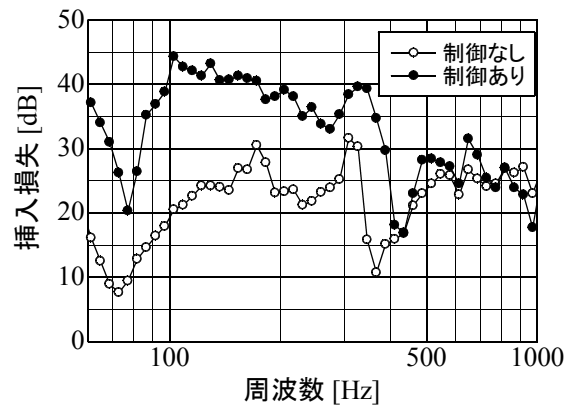


図4 垂直入射時の挿入損失測定結果

ており、ランダム入射の場合は、垂直入射の場合よりも効果が低周波数領域に限定されている。また、制御効果の大きさも垂直入射の場合より若干低くなっている。これは、高周波数では波長が短く、高いコヒーレンスを確保することが難しかったこと、また、マイクロホンの数が少なく、全方向からの音波をセンシングできていなかったことが原因と考えられる。マイクロホンの数を増やし、配置を最適化することで、より高い周波数まで制御効果を得ることが可能となる考えられる。

4 まとめ

我々が過去に提案したアクティブ遮音制御法について、ランダム入射条件での実験を行い、制御効果について検証した。この結果、ランダム入射条件においても十分な制御効果が得られ、本制御手法の有効性が実証できた。

文献

- 1) 眞田, 東山, 田中: 日本機械学会論文集 C, 75-758, 2686-2694 (2009)
- 2) 日本音響学会編: "音響用語辞典", コロナ社 (2003) p.70

3次元動態解析と手術ガイドを応用した新規人工関節手術システム (第2報)

Development of Cutting-edge Operative Guiding System for Artificial Joint Replacement Powered by
3-Dimensional Motion Analysis and Surgical Template(2ndreport)

永山則之

Noriyuki NAGAYAMA

キーワード 有限要素法／3次元動態解析／人工関節

KEY WORDS Finite element method／3-Dimensional motion analysis／Artificial joint

1 はじめに

変形性関節症など骨・関節疾患の治療方法として、人工関節置換術が行われている。例えば、人工膝関節手術では、患部の骨切りを行い、金属製の大腿骨コンポーネントと頸骨コンポーネントを埋め込み、両コンポーネント間にポリエチレンインサートを挿入して関節機能を回復させる。

このような人工関節手術において、平均10～15年程度とされる人工関節を更に長寿命なものにする、術後関節可動域を広げる、関節の安定性を増す、などの必要性があげられている。これらの目的を達成するには、人工関節のデザイン・材質はもちろん、患者の骨に対する人工関節の設置位置の精度も重要となる。

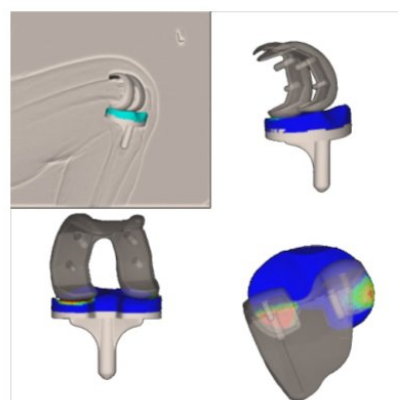
本研究では、3次元データを用いた術前計画システムを作製し、それに基づいて安価・迅速・高精度手術を実現する患者別手術ガイドの設計製造システムを構築し、さらに、3次元動態解析を用いて術後のモニタリングを行うシステムを開発する。これにより、人工関節による関節機能の回復及び人工関節の長寿命化を実現し、患者の積極的な社会参画を永続的に支援することを目的としている。

本報告書は、上記目的を達成するために行われた、平成22年度地域イノベーション創出研究開発事業「3次元動態解析と手術ガイドを応用した新規人工関節手術システム」に関して、岡山県工業技術センターが担当した、3次元動態解析を基にした有限要素解析の実施についての成果である。術前計画に対する術後の関節の3次元動的な動きとそれに伴う人工関節の応力分布を把握することは術後成績を評価する上で重要である。

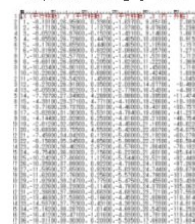
2 3次元動態解析と有限要素解析

3次元動態解析は、撮影した透視X線動画により取得した画像に投影された人工関節のシルエットと、人工関節3次元CADモデルを使用して、2D／3Dレジストレーションにより人工関節の挙動を解析するものである。3次元動態解析により、患者の姿勢とともに変化する人工関節の各コンポーネントのX、Y、Z各軸方向の並進と各軸周りの回転データを得ることができる。

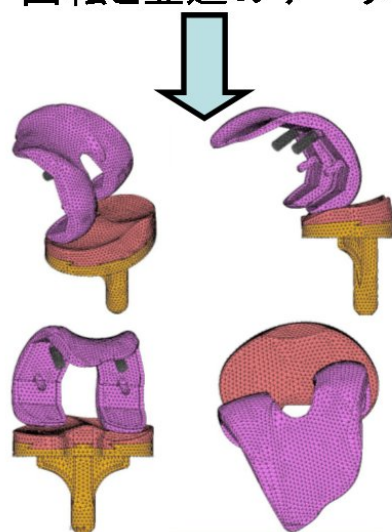
図1に動態解析と有限要素法の関係を示す。動態解析で得られた回転と並進のデータを有限要素解析の境界条件として与え、人工関節に負荷される応力分布を解析する。



動態解析



回転と並進のデータ



有限要素解析

図1 動態解析と有限要素法

3次元CADデータをもとに人工関節の有限要素を作成した。有限要素として四面体1次要素を用いた。頸骨下部から鉛直上向きに300Nの荷重を負荷した。各部分の材料定数は表1に示すとおりである。

表1 材料定数

	ヤング率 MPa	ポアソン比
大腿骨コンポーネント	110000	0.34
ポリエチレンインサート	1000	0.30
頸骨コンポーネント	110000	0.34

3 解析結果

有限要素解析ではスクワット動作についてポリエチレンインサートの応力解析を行った。

図2と図3に2名の患者について膝を約90°曲げた状態での結果を示す。左側の2枚の図は動作解析の結果で、左上図が動作解析システムを用いてレントゲン画像と人工膝関節のCADモデルをマッチングさせた図で、左下図が大腿骨コンポーネントとポリエチレンインサートとの接触の程度を示した図である。右側の3枚の図は、有限要素解析の結果で、右上図と右中図は変形図を示しており、右下図はポリエチレンインサートの応力分布を示している。

左下図の動作解析システムによる接触の程度を示す図では、ポリエチレンコンポーネントの右上に接触の程度の高い箇所が見られる。右下図の有限要素解析による応力分布図でもポリエチレンコンポーネントの右上に応力の高い部分が見られる。

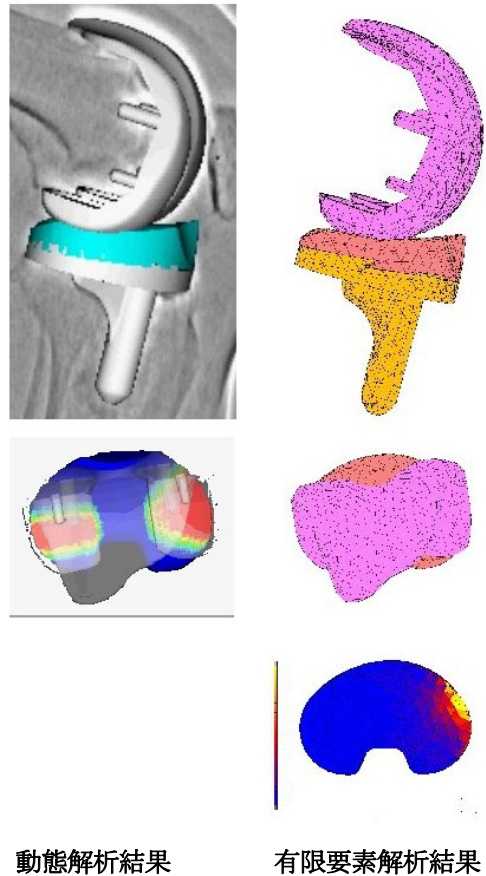


図3 解析結果 (Bさん)

4 まとめ

3次元動態解析で得られた人工関節の動きのデータを有限要素解析の境界条件にして、人工関節の応力解析を行った。

膝関節は回転とともに並進を伴う独特の運動形態を呈する。術後の膝関節動態を実際の患者の動きから3次的に把握し、それらの動きのデータを用いて有限要素解析で人工関節に負荷される応力解析を行うことは、術後成績を評価し人工関節の応力を低減する上で重要である。解析例を増やし術前計画に反映させることで、人工関節のさらなる長寿命化に役立つと思われる。

今後、手術データベースの構築に向けて臨床例を増やし、術前計画で抽出されるパラメータと、3次元動態解析及び有限要素解析結果との相関性について検討し、手術支援システムの高度化を目指す。

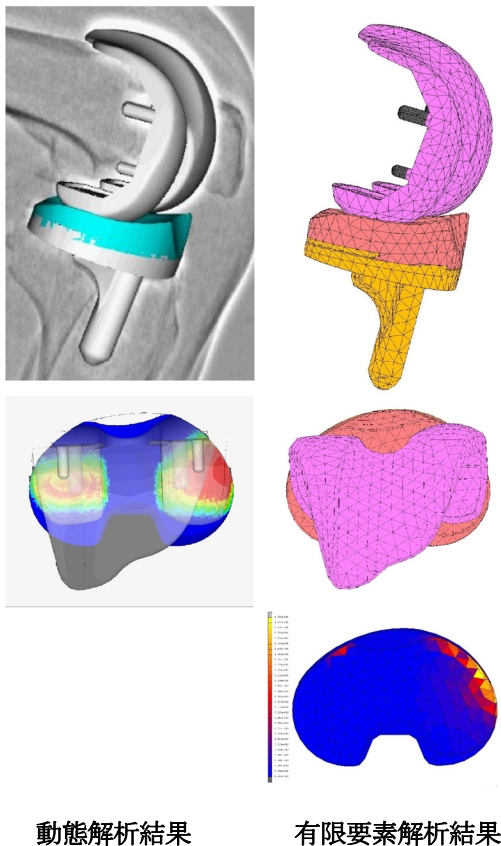


図2 解析結果 (Aさん)

筋電測定装置の RT コンポーネント化と それを応用した訓練システムの開発

Development of RT components for a myoelectric signal measuring
and a myoelectric bio-feedback training system

三輪 昭生・梶谷 勇*・神徳 徹雄*

Akio MIWA, Isamu KAJITANI* and Tetsuo KOTOKU*

キーワード 筋電, バイオフィードバック, トレーニング, RT ミドルウェア, ジャバ
KEY WORDS Myoelectric, Bio-feedback, Training, RT-middleware, Java

1 はじめに

近年、日本国内の高齢人口の増加に伴って福祉機器の需要が高まり、その市場規模は拡大している¹⁾。しかし、その購入の原資は公的な資金に依存する場合が大部分であり、我が国の財政悪化に伴い、医療福祉関連の予算規模も抑制されている。そのため高額な製品は公的な助成制度の適用を受けにくい状況にある。

そこで我々は、開発コストの低減と開発期間の短縮を目的として、RT(Robot Technology)ミドルウェア²⁾という、モジュール単位でロボットを効率よく開発するための基盤ソフトウェア技術を用い、様々な福祉機器で共通に用いることのできる要素技術をハード、ソフトを一体としてモジュール化する研究開発に取り組んだ。

筋電とは、筋活動時に観測される電位変化であり、侵襲的に測定して診断などに用いたり、非侵襲的に皮膚表面で測定し、動作解析、ユーザインタフェースやトレーニングなどに用いられている。トレーニングに用いる際は、測定した筋電情報を患者に対して、視覚的、あるいは聴覚的に分かりやすくフィードバックして筋活動を意識させることにより、トレーニング効果を高めることを目指す。例えば、上肢切断者が筋電義手を使用するためのトレーニング³⁾や、脳卒中後遺症のリハビリテーション⁴⁾など、様々な活用方法が試みられている。

既にこのような筋電フィードバックには専用のデバイスは存在しているが、それらは固定的なシステムであるため、多様なニーズに合わせたトレーニングシステムを安価に構成することは容易ではない。

そこで本研究では、ニーズに合わせたトレーニング環境を容易に構築できるように(1)入力、(2)処理、(3)出力に関するプログラム部品群(RT コンポーネント群)を作成した。これらの RT コンポーネントに加え、既存の様々な RT コンポーネントを組み合わせることで、多様なニーズに合わせた拡張性の高い訓練システムを容易に構築することが可能である。

本稿では、筋電義手使用時の操作訓練を想定したトレーニングシステムを報告する。

2 方法

2.1 開発システム

システムの開発には、以下のソフトウェアを用いた。

統合開発環境: NetBeans IDE 6.9.1

(Build 201011082200)

RT ミドルウェア: OpenRTM-aist-1.0.0.jar

開発言語:

Java(TM) SE Runtime Environment 1.6.0

OpenRTM-aist Java: 1.0.0-RELEASE

2.2 使用機器

以下の機器を使用して、RT コンポーネントの作成した。

小型筋電計(メディエリア企業組合)

小型マルチ生体アンプ Medi-104M

サンプリング: 4ch1000Hz

USB オーディオインタフェース

クリエイティブメディア社 SB-EZREC

アナログ入力: 16bit/48kHz/2ch

ライン入力端子: RCA/3.5mm ステレオミニ

シリアルサーボモータ

ベストテクノロジー社 Dynamixel AX-12+

保持トルク 15kgf・cm (at 12V 1.5A)

3 開発した RT コンポーネント

3.1 入力 RT コンポーネント(筋電検出)

市販の高額な AD コンバータの代わりに、パーソナルコンピュータ(PC)などで標準的に用いられているオーディオのライン入力を用いて、筋電信号を PC に取り込む RT コンポーネントを作成した。

筋電計のアナログ出力を USB オーディオのライン入力に接続し、2ch, 8kHz のサンプリングを 1/16 秒毎に行い、入力データを集計して Output から出力する RT コンポーネントを作成した。サンプリングした筋電波形の表示結果を図 1 に示す。この波形表示は別スレッドでリアルタイムに行うことができる。また、時系列方向に波形表示を拡大縮小することができる。

* 独立行政法人 産業技術総合研究所

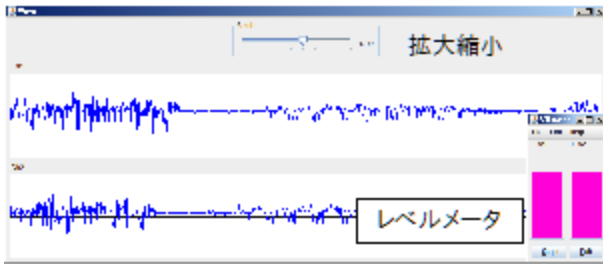


図 1 筋電検出コンポーネントに表示された筋電波形

3.2 処理 RT コンポーネント(データの記録・再生)

本 RT コンポーネントは、受信データをスルーすると同時に、データとそのタイムスタンプを記録し、そのデータを CSV 形式で保存することができる。逆に、CSV 形式のデータファイルを読み込み、それを記録されたタイムスタンプに合わせてデータを時系列で送出する再生用 RT コンポーネントも併せて作成した。これらの RT コンポーネントをシステムに組み込むことで、データの解析やデバッグに利用したり、記録された履歴に従って機器の動作を再現することができる。

3.3 出力 RT コンポーネント(シリアルサーボモータ)

Java Communications API の RXTX ライブラリをベースにして、シリアルサーボモータをコントロールする RT コンポーネントを作成した。32 ビットで構成された送出コードの上位 16 ビットにシリアルサーボの ID 番号、下位 16 ビットにサーボモータの設定位置を与えることで、位置決めを行うことができる。また、動作確認用 LED の点灯と消灯が可能である。

4 訓練システム

筋電義手³⁾では、前腕部の断端部に残る掌屈筋群と背屈筋群からそれぞれの筋電を検出し、その結果を義手の手先の開閉操作に反映させる。このため、患者は、筋群を個々に収縮弛緩できることが重要であり、そのためのトレーニングが必要である。

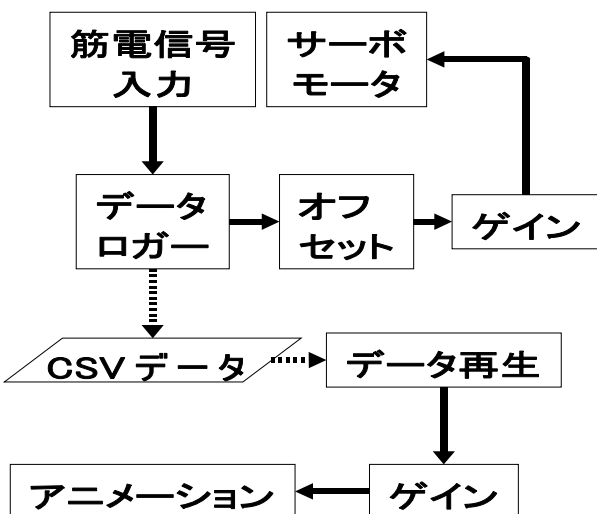


図 2 システム構成

図 2 は、筋電義手の操作訓練を想定したシステムのブロック線図である。筋電測定 RT コンポーネントとシリアルサーボ RT コンポーネントを組み合わせて構成した。患者が筋収縮量を調整することでサーボモータを制御したり、筋出力の経時変化を時系列データとして収集することができる。また、収集した時系列データを PC 画面上のアニメーションとして再生することで、患者の動きを再確認することができる。

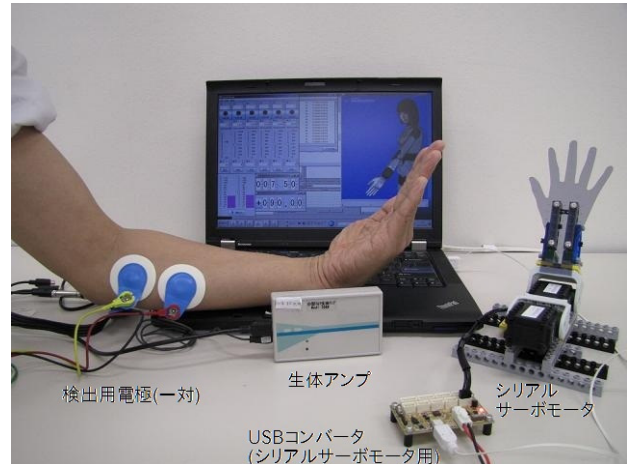


図 3 筋電義手の訓練システム

図 3 に実証システムの写真を示す。掌屈筋群上の皮膚表面に一对の検出用電極、肘の部分に参照電極を張り付け、手首の掌背屈を行うことによって、サーボモータの動きを操作する。また、必要に応じて背屈筋群上の皮膚表面にも電極を付けてトレーニングを行う。このように、サーボモータの動きを見ながらトレーニングを行うことが出来るため、効率のよい訓練の実施が期待できる。

5 まとめ

RT ミドルウェアという共通プラットフォーム上で利用できる筋電信号の測定とサーボモータの制御に用いる RT コンポーネントを Java で作成した。また、それと併せて、制御、表示、記録に必要な RT コンポーネント群を作成した。

そして、これらを組み合わせて、筋電の測定やリハビリ訓練用のシステムのモデルを構築した。

今後は、これらの RT コンポーネントを応用したリハビリ装置の製品化に取り組む予定である。

参考文献

- 1) 後藤芳一: "離陸する福祉機器ビジネス", 通産省医療・福祉機器産業室編, 日本経済新聞社(1997)
- 2) 安藤慶昭: "初心者のための RT ミドルウェア入門 - OpenRTM-aist-1.0.0 とその使い方 -", 日本ロボット学会論文誌, 28(5), 550 (2010)
- 3) 陳隆明: "筋電義手訓練マニュアル", 全日本病院出版会(2006)
- 4) Wolf S. L.: "Electromyographic Biofeedback Applications to Stroke Patients", Physical Therapy, 63, 1448 (1983)

Sn めっき皮膜でのウィスカ成長に及ぼす Pb の影響

Effect of lead on the whisker growth on electroplated tin film

日野 実・村上 浩二・水戸岡 豊

Makoto HINO, Koji MURAKAMI, and Yutaka MITOOKA

キーワード Sn めっき / Pb 移動 / ウィスカ成長

KEY WORDS Electroplated tin film / Lead transfer / Whisker growth

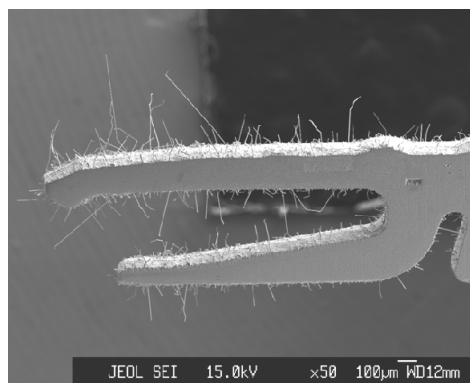
1 はじめに

低コストではんだ濡れ性に優れた Sn-Pb めっきが、これまで電子デバイスのコネクタなどの接合部位に適用されてきたが、EU 有害物質規制における Pb 規制によって Pb を使用しない代替めっき技術の確立が切望されている。このような背景の下、Sn めっきが低コストではんだ濡れ性に優れた皮膜として有望視される一方で、Sn めっきからは図 1 に示すウィスカが発生し、端子間での短絡の要因となることから、現在、このウィスカがダウンサイジングされた電子デバイスへの適用に大きな障害となっている。Sn 皮膜中に Pb を 5mass%以上共析させることでウィスカ成長が抑制されることが知られており、これまで著者らは、Sn-Pb めっきでのウィスカ成長に及ぼす Pb の影響を調べ、ウィスカ成長の抑制には常温で起こる Pb の物質移動(拡散)が深く関与していることを報告した^{1,2)}。

本研究では、リン青銅基板に対し、Sn、Sn-Pb 単層めっきおよび Sn/Sn-Pb 二層めっきを行い、GD-OES、XPS による表面・界面の状態を調べ、Pb の挙動を明らかにすると共に、ウィスカ成長に対する Pb の抑制メカニズムを考察した。

2 実験方法

基材には、リン青銅シート材(板厚 0.2mm)を用いた。Sn めっきは強酸タイプのアルカノールスルホン酸浴を、Sn-Pb めっきは Sn 浴中に Pb イオンを添加し、定電流で陰極電解を行った。Sn-Pb めっき皮膜の Pb 共析量は 10mass%であった。図 2 に示す Sn、Sn-Pb 単層および Sn/Sn-Pb 二層めっきを作製した。ウィスカの発生状況は FE-SEM によって観察し、はんだ濡れ性はメニスコグラフを用いたゼロクロスタイムによって評価した。また、各皮膜の Sn および Pb の分布状態を GD-OES により調べるとともに、XPS による最表面の状態分析を行った。



100µm

図 1 Sn めっきコネクタからのウィスカ発生

Sn:2µm	Sn-10%Pb:2µm	Sn:2µm
Substrate	Substrate	Sn-10%Pb:0.5µm
		Substrate

図 2 各種試験片の構成

3 結果と考察

図 3 には、図 2 に示した各試料について、めっき後、自然放置 1 年後の表面 SEM 観察結果を示す。Sn 単層めっき膜では 100µm を超えるウィスカが観察され、その他、多数のノジュールも認められた。Sn-Pb 単層めっき膜は Sn 単層膜で観察されるノジュールとともに、最長 20µm の針状ウィスカが確認されたが、ウィスカ長および発生密度は Sn 単層膜のそれよりも低い。

一方、Sn/Sn-Pb 二層膜では、単層膜と同様に多数のノジュールが観察され、最長 15µm の針状ウィスカが発生した。このウィスカ観察結果から、Sn 皮膜中への Pb 共析は、ウィスカ成長を抑制させ、さらに 0.5µm 厚の Sn-Pb 膜による多層化は、ウィスカ成長の抑制に寄与することがわかった。

図 4 には、Sn/Sn-Pb 二層膜におけるめっき直後の GD-OES による深さ方向分析結果を示す。なお、Pb の移動を明確にするため、ここでは上層

の Sn めっき厚を $5\mu\text{m}$ に設定した。Sn/Sn-Pb 二層膜に基づく Pb が Cu 基板と Sn 皮膜間に存在し (図 4 (a))、さらに表面側を拡大した図 4 (b) から、表面側に約 10nm の Pb 濃化層の存在を確認することができた。この最表面の Pb は、Cu 基板と Sn 皮膜間に存在する Sn-Pb 膜中の Pb が常温下であるにもかかわらず、Sn 膜中を極短時間で表面まで移動することによって形成されたと考えられる。

図 5 には、Sn-Pb および Sn/Sn-Pb 二層膜について、XPS による Pb4f ピークのナロー分析結果を示す。Sn-Pb 単層膜では、Pb が金属状態と酸化状態で存在する。しかし、Sn/Sn-Pb 二層膜では、酸化状態を示すピークは認められず、Pb が金属状態でのみ存在した。このように両者は最表面の Pb の状態が大きく異なることが判明した。この要因として、Sn-Pb 単層膜での酸化状態の Pb は、めっき後、表面に存在する Pb が酸化されることで形成される一方で、Sn/Sn-Pb 二層膜では、めっき直後には表面に存在する Sn が酸化され、その後、Pb が Sn 皮膜中を表面まで移動 (拡散) するため Pb は金属状態のみで存在すると推測され、この結果は前述の GD-OES における Pb の移動を反映している。

これまで Sn めっき膜に生成する酸化皮膜の状態がウイスカ成長と密接に関連していることを報告し、その中で酸化皮膜が薄く脆弱な場合、ウイスカ成長が抑制されることを明らかにした³⁾。ここで明らかになった Sn/Sn-Pb 二層膜での Pb の表面移動は、上層の Sn めっき膜表面に金属状態の Pb を形成させ、その表面に存在する Pb が酸化皮膜を脆弱化し、ウイスカ成長に対して抑制作用をもたらすものと推測される。なお、Sn/Sn-Pb 二層膜のはんだ濡れ性について、表 1 に示したゼロクロスタイムが Sn 単層膜のそれに比べ約 1/4 に低下したが、このはんだ濡れ性の向上は、酸化皮膜の脆弱化を支持する結果となっている。さらにこの金属状態の Pb は Sn-Pb 単層膜においても二層膜と同様に検出されることから、皮膜中に共析した Pb も表面側に移動し、ウイスカ成長の抑制に寄与するものと思われる。

4 おわりに

Sn/Sn-Pb 二層めっきより、ウイスカ成長に対する Pb の抑制メカニズムを検討した結果、Pb は常温下であるにもかかわらず Sn 皮膜中を短時間で表面まで移動したと推測される。この最

表面層の Pb に関しては、最表面に金属状態として存在する。この最表面の Pb が Sn めっきに生じる酸化皮膜を脆弱化させ、それによってウイスカ成長が抑制されると推測した。

参考文献

- 1) 高見沢政男, 仲 俊秀, 日野 実, 村上浩二, 水戸岡豊, 仲井清眞: 日本金属学会誌, 72, (2008) 229-234.
- 2) 村上浩二, 岡野雅子, 日野 実, 高見沢政男, 仲井清眞: 日本金属学会誌, 72 (2008) 648-656.
- 3) 村上浩二, 日野 実, 高見沢政男, 仲井清眞: 日本金属学会誌, 72, (2008) 168-175.

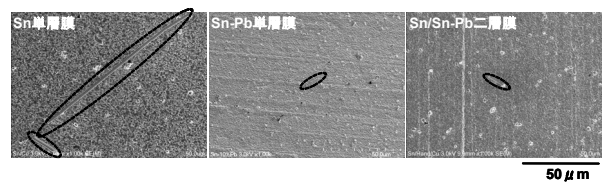


図3 各種試験片でのウイスカ発生状況

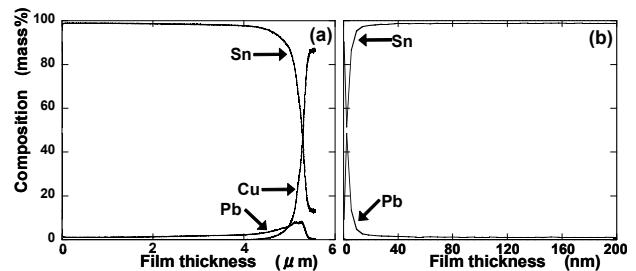


図4 GD-OES によるデプスプロファイル (a) Sn/Sn-Pb 二層膜 (b) 表層側拡大

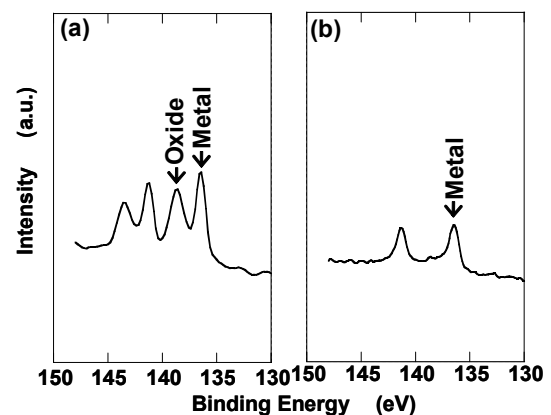


図5 XPS による Pb4f ピークのナロースペクトル (a) Sn-Pb 単層膜 (b) Sn/Sn-Pb 二層膜

表 1 各試験片のゼロクロスタイム

試験片	Sn 単層めっき	Sn-Pb 単層めっき	Sn/Sn-Pb 二層めっき
ゼロクロスタイム(s)	2.5	0.5	0.7

車いす座位保持パッドの開発

Development of seating support for wheelchair

椋代 弘・永山則之*

Hiroshi MUKUDAI, Noriyuki NAGAYAMA

キーワード 車いす／座位保持装置／人体モデル／有限要素解析／接触圧力

KEY WORDS Wheelchair / Seating support / Human model / Finite element method / Contact pressure

1 はじめに

障害や高齢のために歩行能力が低下し車いすを利用する人にとって、座位状態を適正に保つことは快適性、安全性、さらに医学的な面からも重要である。座位状態を構成する座面の接触圧力（座面圧力）や座位姿勢は、座面の構造、形状、材質により影響を受ける。特に、座面圧力の増加は身体に不快感や痛みを与え、血行不良や褥瘡発生の原因となる。

そこで、座面にかかる荷重を分散し、座面圧力を低減するために、様々な車いす用パッドやクッションが提供されている。しかし、個人個人の状態に十分対応できる物は少なく、現場で手作りのパッドを使用して対応している場合が多い。この場合、手作り品であるため再現性や耐久性に劣る欠点がある。

当所では、このような、従来品が持つ欠点を補い、座面圧力低減効果のある新たな座面パッドの開発に取り組んできた。平成 21 年度には、座面圧力低減を目的に、人体モデルを用いた有限要素解析等により、新たな座位保持構造を提案した¹⁾。

平成 22 年度は平成 21 年度に提案した座位保持構造をもとに、大、小、2 種類の座面パッドを試作し、実際の介護現場で、年齢の異なる障害者に対して座面圧力低減効果を検証した。

2 試作した座位保持パッド

試作した座位保持パッドを図 1 に示す。ベースクッションの背面には、体幹を左右から支持する背面パッドを配し、座面には臀部を下面と側面から支えるパッド A 及び下肢部を同じく下面と側面から支えるパッド B をそれぞれ左右に配し、座面中央前方に交差足を防止するパッド C を備えている。パッド A、B、C を総じて座面パッドとする。各パッドは面ファスナーで固定され位置調節が可能であり、体型の異なる使用者に対し、パッド位置の最適化が可能になっている。

大、小、各座面のサイズはそれぞれ、幅 36cm × 奥行き 37cm、幅 28cm × 奥行き 28cm である。

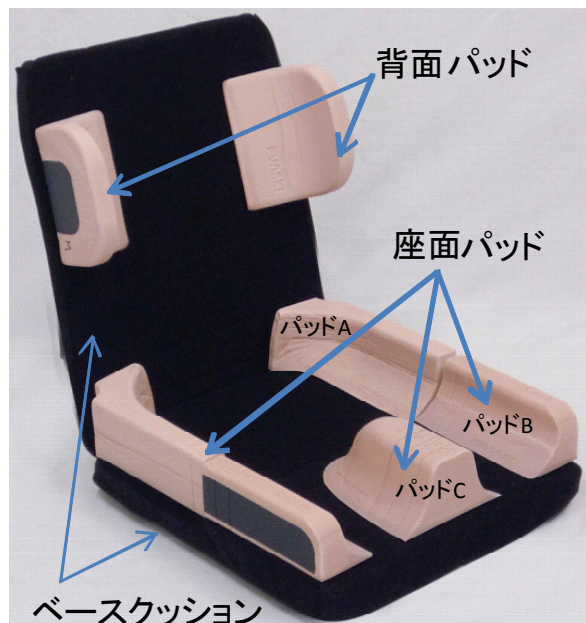


図 1 試作した座位保持パッド

座面両端に配しているパッドの上部幅は平行部で 3cm とした。パッドの高さ、長さは前年度のシミュレーション結果をもとに適正值に設定した。

3 座面圧力測定

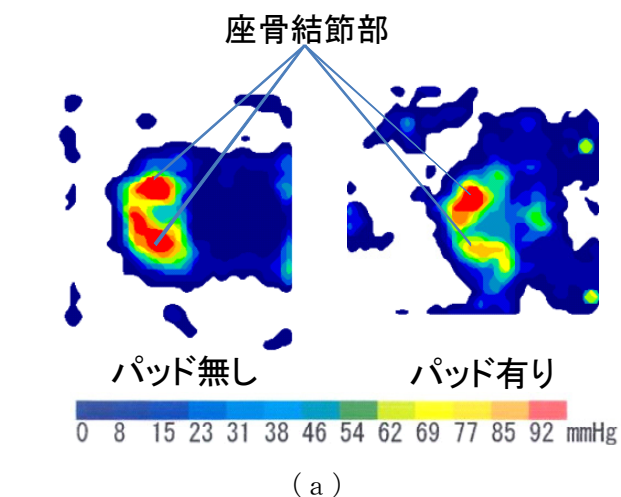
試作した大、小 2 種類の座面パッドを介護施設で使用し、座面圧力を測定した。被験者は 5 才から 18 才の障害者 4 名である。それぞれ、座面パッドがない場合とある場合とで測定し、座面圧力の低減効果を検証した。

測定にはニッタ製接触圧力測定装置 BIG-MAT を使用した。座面パッド無しの場合、車いすに直接圧力測定装置のシート状センサーを設置し、被験者が着座した。座面パッド有りの場合

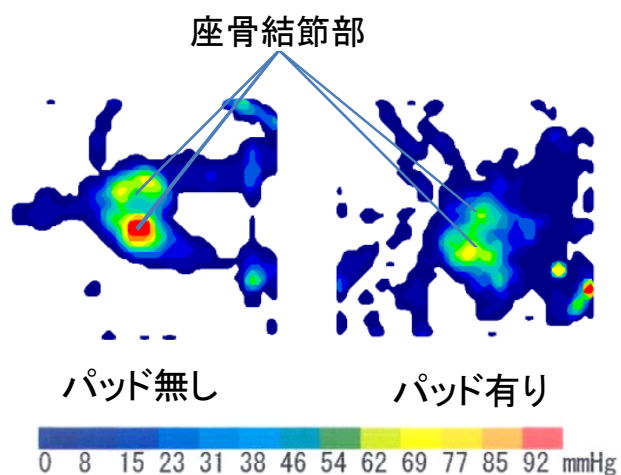
は、被験者の体型に合わせて、パッドA、B、Cの位置を微調整した後、パッド上にセンサーを設置して着座した。

4 結果

図2に、座面圧力測定のための代表的な結果を示す。どちらのサイズの座面パッドにおいても、座面圧力分布が均等化されるとともに、最高圧力の低減が見られる。



(a)



(b)

図2 座面パッドの有無による座面圧力分布変化 (a):大座面パッド、被験者1 (b):小座面パッド、被験者4

座面圧力分布測定から得られた最高圧力値を各被験者毎に整理した結果を表1に示す。

表から明らかなように、何れの被験者の結果とも、座面パッドを用いることで、最高座面圧力値は低下している。

座面パッドを使用した場合は臀部から下肢にかけての両側面を下方と側面から支持するため、人体と座面との接触面積が増えると同時に、体重を座骨結節部のみではなく、臀部左右部分で

も支持しており、座骨結節部への圧力集中を緩和している。

表1 各被験者の最高座面圧力値

被験者	座面サイズ	最高座面圧力値(mmHg)	
		パッド無	パッド有
1(女6才)	大	140	122
2(女18才)	大	229	190
3(女8才)	大	132	115
4(女5才)	小	139	77

被験者の障害の程度や、パッドサイズの不適合によっては、狙い通りの座圧低減効果のみられない事例もあった。今後は、障害の程度による矯正効果の検証、長時間着座時の姿勢変化、それに伴う座面圧力の変化を評価する必要がある。それらの結果を踏まえ、さらに改良を加えることで、より良い車椅子座位保持パッドの開発に繋げていきたい。

参考文献

- 1) 椋代 弘,永山則之:岡山県工業技術センター報告,36,67,(2010)

外 部 発 表

誌上発表

1. ステンレス鋼に付着したタンパク質の定量評価における拭き取り法の操作条件と有効性

(防菌防黴 38 巻 4 号 2010 年 4 月)

浦野博水、大村宏之*、福崎智司

(* (社) 日本食品機械工業会)

ステンレス鋼に付着した種々の濃度の牛血清アルブミン (BSA) または卵アルブミン (EA) の定量評価を目的として、拭き取り操作の条件を検討した。本研究で用いた Lowry-Folin 法の試薬に反応しないポリエチレン先端部とポリプロピレン軸部から成るスワブ棒を用いた。拭き取り操作は、PE 先端部の湿潤液として 0.1M NaOH 溶液を用い、800~1400 mN で 20 秒間行った。PE 先端部に回収されたタンパク質は、溶離液として 0.1%ドデシル硫酸ナトリウムを含有する 0.1M NaOH 溶液中で効率的に溶出された。その結果、少なくとも 1~700 μg のタンパク質が回収率 97% で定量化できた。湿潤液は、ステンレス鋼からのタンパク質の回収に不可欠であることがわかった。40~120°C で加熱された EA に対しても 92%以上の回収率で検出できたが、それ以上の温度の加熱では回収率は著しく減少した。以上の結果は、実効性の高い拭き取り法を実施するための基本的な操作条件とその有効性を示すものである。

2. PP/エラストマー/CaCO₃ 三元複合材料の衝撃特性とモルフォロジーに及ぼすエラストマーの併用の効果

(高分子論文集 67 巻 4 号 2010 年 4 月)

日笠茂樹、永田員也*、中村吉伸**

(*旭化成ケミカルズ(株)、**大阪工業大学)

PP/エラストマー/フィラー3元コンポジットにおいて、2種類の熱可塑性エラストマーを併用し、モルフォロジーと力学特性に及ぼす効果を検討した。EOR と SEBS を併用した場合、EOR がコア、SEBS がシェルのコア-シェル構造のエラストマー粒子と CaCO₃ 粒子とが各々独立にマトリクス PP 中に分散していた。

衝撃強度は CaCO₃ 粒子の添加によって大きく向上した。エラストマーの影響は、SEBS \geq SEBS/EOR > EOR の順であった。衝撃特性には、エラストマーと CaCO₃ 粒子によるモルフォロジーが大きく影響していた。

3. Development of Laser Surface Treatment with Excellent Corrosion Resistance and Conductivity Performance on Magnesium Alloy Products

(Materials Science Forum Vols. 654-656 2010年5月)

日野 実、水戸岡 豊、村上浩二、西本克治*、金谷輝人**

(*アーク岡山(株)、**岡山理科大学)

リン酸塩陽極酸化皮膜の一部をレーザにより除去することで、耐食性と導通性の両立できるマグネシウム合金製電子機器筐体への新たな表面処理技術の開発を試みた。その結果、レーザによる皮膜の除去加工は、耐食性と導電性の両者を兼ね備えた新しい表面処理技術として有効性が明らかになった。

4. インサート材を用いた1050アルミニウム板-ポリプロピレン樹脂板レーザ接合に及ぼすアルミニウムの表面状態の影響

(軽金属 60巻5号 2010年5月)

日野 実、水戸岡 豊、村上浩二、浦上和人*、永瀬寛幸**、金谷輝人**

(*早川ゴム(株)、**岡山理科大学)

インサート材を用いた1050アルミニウム板-ポリプロピレン樹脂板レーザ接合に及ぼすアルミニウム合金の表面状態の影響について検討した結果、アルミニウム表面の表面粗さおよび化学状態が接合強度に影響することが判明した。さらにアルミニウムとインサート材の接合機構として水素結合が支配因子であることを明らかにした。

5. リン酸塩陽極酸化処理したAZ91Dマグネシウム合金の摩擦摩耗特性

(軽金属 60巻6号 2010年6月)

日野 実、村上浩二、西條充司*、引野修次**、金谷輝人**

(*堀金属表面処理工業(株)、岡山理科大学)

AZ91Dマグネシウム合金に対して、リン酸塩陽極酸化処理およびタイプの異なる陽極酸化処理であるDow17法ならびに市販されているリン酸マンガン系化成処理を施した後、往復摺動タイプ摩擦摩耗試験を行い、マグネシウム合金の摩擦摩耗特性に及ぼす各種表面処理の影響を検討した結果、リン酸塩陽極酸化処理皮膜が、他の処理皮膜に比べ、著しく耐摩耗性に優れていることを明らかにした。

6. 短パルスレーザによるニトリルゴム表面への微細形状付与

(レーザ加工学会誌 17巻3号 2010年7月)

水戸岡 豊、日野 実、浅沼千尋*、片山竜雄*

(*内山工業(株))

ゴム材料のトライボロジー特性の向上を目的として、短パルスレーザーによるニトリルゴム表面への微細形状の付与および制御について検討し、レーザー加工条件によるディンプル形状、ディンプル加工品のトライボロジー特性について調査した。

その結果、短パルスのレーザーを用い、照射条件を調整することで、ゴム表面への微細形状の付与および制御が可能となり、摩擦係数低減、凝着抑制等のトライボロジー特性の向上が確認された。

7. エチレンプロピレンゴムへの次亜塩素酸の浸透と拡散に及ぼすカーボンブラックの影響

(防菌防黴 38 巻 7 号 2010 年 7 月)

岩薮 仁、福崎智司

次亜塩素酸ナトリウム (NaOCl) 水溶液中におけるエチレンプロピレンゴム (EPDM) への遊離有効塩素 (FAC) の浸透と拡散に及ぼすカーボンブラック (CB) の影響について研究した。CB の充てんによって、EPDM 表面近傍における Cl 濃度は顕著に増大した。一方、CB 充てん EPDM の内部における Cl 濃度は純ゴムのそれと同等かわずかに高い程度であった。CB 表面への FAC の親和性の高い吸着は、EPDM への FAC の浸透を促進するが、EPDM 内部への FAC の拡散は妨げることが明らかとなった。

8. Effect of pH on the Adsorption and Desorption of Human Serum Albumin at Titanium-Water Interfaces

(表面技術 61 巻 7 号 2010 年 7 月)

高橋和宏、福崎智司

チタン粒子へのヒト血清アルブミン (HSA) の吸脱着挙動に及ぼす pH の影響について調べた。HSA の飽和吸着量 (Γ_{sat}) は pH に依存した。 Γ_{sat} の最大値は HSA の零電荷点付近の pH で得られた。この pH 値で HSA の固有粘度が最小になる、すなわち HSA が最もコンパクトな形態をとることが明らかとなった。これは HSA 分子の占有体積が吸着量を規定することを示す結果である。吸着初期 pH7.4 で調整した HSA が吸着したチタン粒子の表面電化密度曲線から、チタン表面がマイナス電荷を帯びている場合でも HSA のカルボキシル基が吸着に関与していることがわかった。HSA のイオン性の官能基とチタンの表面水酸基間の可能性のある相互作用について、吸着に伴う pH 変化 (H^+ を放出するのか、取り込むのか) から考察した。チタン表面からの HSA の脱着は pH に依存し、アルカリ側の pH、特に pH11 以上で顕著であることが確認された。HSA のイオン性の官能基とチタンの表面水酸基との間相互作用には様々な相互作用があるが、その相互作用は OH⁻ の洗浄作用により減少した。

9. PP/エラストマー/CaCO₃ 複合材料の力学特性に及ぼす CaCO₃ 粒子径の効果

(日本接着学会誌 46 巻 7 号 2010 年 7 月)

日笠茂樹、永田員也*、中村吉伸**

(*旭化成ケミカルズ(株)、**大阪工業大学)

本研究は、マトリクス/エラストマー/フィラー3 元複合材料において、異なるエラストマー添加量において、フィラー粒子径が力学特性に及ぼす影響を明らかにするものである。

ポリマーが脆性破壊する領域(エラストマー量が少ない)では、CaCO₃の粒子径が大きくなるのにもなって衝撃強度がゆるやかに低下した。一方、ポリマーが延性破壊する領域(エラストマー量が多い)では、衝撃強度は平均粒子径 500 nm で最大値を示し、それ以下の平均粒子径では、粒子径が小さくなるにつれてゆるやかに低下した。また、平均粒子径が 900 nm を越えると大きく低下した。このように、CaCO₃ 粒子径が複合材料の衝撃強度に及ぼす影響は、ポリマーの破壊の様子により大きく異なった。

10. NaCl 型窒化物の表面エネルギーに関する第一原理計算

(表面技術 61 巻 7 号 2010 年 7 月)

中西亮太、國次真輔、末岡浩二*

(*岡山県立大学)

第一原理計算を用いて、NaCl 型窒化物の表面エネルギーを計算した。まず、表面緩和や不純物の吸着がない理想的な表面について、CrN 単結晶の表面エネルギーの面方位依存性を計算した。同様の計算を TiN, VN, ZrN, TaN, NbN 単結晶について行った。さらに、より現実に近い表面を扱うことを前提に、表面緩和および 0 原子の吸着に関する計算も行った。その結果、CrN 単結晶の各結晶面の表面エネルギーは、(100)面の表面エネルギーが最も低いことがわかった。各金属窒化物における(100)面と(110)面の表面エネルギーは、すべての金属窒化物において、(100)面の方が低い値であることがわかった。計算した金属窒化物について(100)表面エネルギーを比較すると、CrN(100)の表面エネルギーが最も低い結果が得られた。また、金属窒化物(100)表面における 0 原子の吸着エネルギーに関しても、CrN の吸着エネルギーが最も低かった。

11. Suppression of Guard-Trace Resonance by Matched Termination for Reducing Common-Mode Radiation

(IEICE Transactions on Communications, Vol. E93-B, No. 7, pp. 1746-1753 2010. 7)

渡辺哲史、松嶋 徹*、豊田啓孝**、和田修己*、古賀隆治**

(*京都大学、**岡山大学)

電子機器の開発において、不要電磁波を抑制することが大きな課題となっている。特に、グラ

ンド幅の狭いマイクロストリップ構造による高速信号伝送では、大きなコモンモード放射が観測される。これを低減する手法として我々は、ガードトレースによる放射低減に注目してきた。このガードトレースを使用する際には、ガードトレース上の共振を抑制するため多くのビア接続が必要と考えられてきた。我々は、このビア接続を減らす方法として、ガードトレースの両端点にのみビア接続を配置し、終端抵抗を挿入することによってガードトレースの共振を抑制し、ガードトレースによるコモンモード放射の低減効果を維持する手法を提案した。また、実際に基板を製作し測定することによって提案方法の有効性を検証した。

12. PP/エラストマー/CaCO₃ 複合材料においてモルフォロジーが力学特性に及ぼす影響

(プラスチック成形加工学会誌 22 巻 8 号 2010 年 8 月)

日笠茂樹、永田員也*、中村吉伸**

(*旭化成ケミカルズ(株)、**大阪工業大学)

PP をマトリクスとし、エラストマーおよびフィラーを分散させた PP/エラストマー/フィラー 3 元複合材料は、弾性率と衝撃強度を両立させることができ、優れた力学特性を示す。本稿では、コアシェル粒子分散モルフォロジーにおいて、弾性率に関する新たな理論式を提案した。また、この式によって算出された弾性率と実験によって得られた弾性率を比較することによって、フィラー粒子が弾性率に与える影響を考察した。さらに、引張降伏応力に関する Pukanszky 式と実測値を比較することによって、モルフォロジーが引張降伏応力に及ぼす影響を考察した。

13. 固体表面上の *Escherichia coli* に対する次亜塩素酸水溶液の超音波霧化の殺菌効果

(防菌防黴 38 巻 9 号 2010 年 9 月)

浦野博水、福崎智司

メンブレンフィルターおよび寒天栄養培地上の *Escherichia coli* の殺菌における pH 調整次亜塩素酸ナトリウム (NaOCl) 水溶液の超音波霧化の効果を限定空間内で検討した。遊離有効塩素 (FAC) 2-4 mg/l を含有する pH 6, 10 の NaOCl 水溶液を 3 ml/min で霧化し、フィルター除菌圧縮空気 0.01 m³/min で噴霧した。NaOCl 水溶液の霧化微細粒子と直接接触させることにより、フィルター上での *E. coli* の生残率は FAC 濃度と曝露時間の積に依存して減少した。*E. coli* の死滅速度は、最終 pH における非解離型である HOCl の濃度に依存することがわかった。3 桁以上の対数値減少は、15 分間以内の曝露で達成することができた。寒天培地上の *E. coli* に対してフィルター上と同等の殺菌効率を得るためには、FAC を 440-520 mg/l に増加する必要がある。以上の結果から、HOCl 含有水溶液の空間霧化は、固体表面、特に有機物汚れのな

い表面の消毒に効果的であることが示された。

14. スピン-スピン緩和のガウス展開による天然ゴムの素練りの解析

(日本接着学会誌 46 巻 9 号 2010 年 9 月)

岩路 仁、村上浩二、日笠茂樹、西 勝志

天然ゴム (NR) の素練りによる構造変化をパルス法 NMR によるプロトンのスピン-スピン緩和によって解析した。従来のスピン-スピン緩和の解析では、成分ごとにスピン-スピン緩和時間 T_2 とその分率 F 、ワイブル係数 W ($1 \leq W \leq 2$) が得られるが、解析の客観性と W の解釈に問題を抱えている。そこで、スピン-スピン緩和の減衰曲線 $M(t)$ を、ガウス型の減衰 ($W=2$) の重ね合わせとみなし、計算プログラムによって緩和スペクトルを求めることを検討した。得られた緩和スペクトルから再構成した $M(t)$ と、実測の $M(t)$ の一致は良好であり、作成した計算プログラムの妥当性が示された。素練りにともなう緩和スペクトルの変化から、素練りによって末端鎖と緩やかな絡み合いが増加し、分子運動が活発になることが明らかとなった。本研究で検討した新規手法によって、スピン-スピン緩和の解析におけるあいまいさが解消され、従来手法との併用によって、さらに多くの情報を得ることができると考えられる。

15. マグネシウム合金へのリン酸塩浴からのプラズマ電解処理による表面熱処理

(熱処理 50 巻 5 号 2010 年 10 月)

日野 実、村上浩二、西條充司*、引野修次**、金谷輝人**、辻川正人***

(*堀金属表面処理工業(株)、**岡山理科大学、***大阪府立大学)

Al 添加量を変化させた各種マグネシウム合金に対してリン酸塩を主成分とした電解液中で陽極電解を行い、絶縁破壊時に発生する放電を利用した表面熱処理を試みた結果、電解処理による放電は、母材の表面近傍を加熱し、金属組織を変化させることがわかった。その際、アルミニウムを過飽和に固溶した AZ61 および AZ91D 合金材では、電解処理での加熱によるアルミニウムの固溶と 50nm 以下の微細な β 相 (Mg₁₇Al₁₂) の析出によって機械的性質を改善させることができた。一方、低アルミニウム量の AZ10 や AZ31B 合金材では、同じ電解処理でも機械的性質は変化せず、これらの結果は Mg-Al 二元系状態図とよく一致した。

16. リン酸塩電解液による陽極強化処理を施した高純度マグネシウムに対するレーザー照射

(レーザー加工学会誌 17 巻 3 号 2010 年 10 月)

水戸岡豊、村上浩二、日野 実、西本克*、金谷輝人**

(*アーク岡山(株)、**岡山理科大学)

マグネシウム合金に対し、長時間にわたって導電性と防食性の両方を付与できる表面処理技術を確立するために、陽極酸化処理を施した高純度マグネシウム鋳造材に対するレーザ照射について検討した。

短パルスのレーザ照射により絶縁性の皮膜を除去することで、導通性の確保が可能となった。また、皮膜の有する犠牲防食および皮膜再生の機能を利用することで、レーザ照射部の防食性を維持することも可能となった。

17. PP/エラストマー/フィラー複合材料の力学特性に関するエラストマーおよびフィラーの効果

(高分子論文集 67 巻 11 号 2010 年 11 月)

日笠茂樹、永田員也*、中村吉伸**

(*旭化成ケミカルズ(株)、**大阪工業大学)

ポリプロピレン(PP)/エラストマー/フィラー複合材料について、エラストマーおよびフィラー添加が力学特性に及ぼす影響を検討した。この 3 元複合材料中では、SEBS 粒子と CaCO_3 粒子とが独立して PP 中に分散していた。PP/SEBS ブレンドが脆性破壊する SEBS の体積分率が 0.12 以下においては、添加する CaCO_3 粒子径が小さくなるのにもなって、衝撃強度はゆるやかに向上した。一方、PP/SEBS アロイが延性破壊する SEBS の体積分率が 0.17 以上においては、平均粒子径 120~900 nm の CaCO_3 粒子を添加すると衝撃強度が顕著に向上した。また、平均粒子径 1200 nm の CaCO_3 粒子を添加すると衝撃強度は向上しなかった。このような衝撃強度の顕著な向上は、衝撃時に PP/ CaCO_3 界面の剥離によってボイドが形成され、歪みの集中が緩和されるためであることが示唆された。

18. 硬質表面に付着したトリオレインの定量評価における拭き取り法の操作因子

(防菌防黴 38 巻 11 号 2010 年 11 月)

浦野博水、大村宏之*、福崎智司

(* (社)日本食品機械工業会)

ステンレス鋼およびポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 表面に付着したトリオレインの定量評価を対象に、拭き取り法の実効性に影響する因子を検討した。溶離液として用いたジクロロペンタフルオロプロパン (DCPFP) に耐性のある綿・レーヨン (CR) 先端部と紙軸部から成る CR スワブ棒を用いた。CR スワブ棒の湿潤液として 0.1% NaCl 溶液を用いることにより、より効率的な拭き取り操作 (200 mN, 20 秒間) がステンレス鋼および PTFE に対して実施できた。この時、少なくとも 50~4,200 μg のトリオレインが精度良く定量化でき、回収率は 54~68%であった。

この比較的低い回収率は、CR スワブ棒先端部に回収されたトリオレインの CCPFP 中での低い抽出効率(74%)に起因していた。湿潤液の使用・不使用による拭き取り操作の実効性は、Young-Dupré の式から算出したトリオレインの除去に要する疑似仕事量と相関性があった。

19. めっき皮膜-基板界面の微細構造評価ならびに制御技術

(まてりあ 49 巻 12 号 2010 年 12 月)

村上浩二、日野 実、水戸岡 豊、岡野雅子、宮本吾郎*、高見沢政男**、中井清眞***、
金谷輝人****

(*東北大学、**オーエム産業(株)、***愛媛大学、****岡山理科大学)

銅基板上のすずめっき皮膜ならびにアルミニウム合金上の亜鉛置換・無電解ニッケル-りんめっき皮膜について、めっき皮膜-基板界面の微細構造が、皮膜の特性に与える影響を述べた。すずめっき皮膜からは、時間の経過とともにウイスカ(針状結晶)が発生し、この原因は、皮膜のすずと基板の銅が反応して形成される金属間化合物(Cu_6Sn_5)に起因する圧縮ひずみである。化合物の三次元形態ならびにその周辺の変形を評価することで、微視的不均一性がウイスカ発生の原因となっていることを示した。無電解ニッケル-りんめっき皮膜の密着性は、その前処理である亜鉛置換の条件によって大きく変化し、薄く均一な亜鉛置換皮膜が形成されることで、めっき皮膜の密着性が向上する。密着性低下の原因は、めっき時に亜鉛が溶解することによる水素のガス発生であり、亜鉛が過剰に析出した場合、めっき皮膜と基板との間に多数の空隙が形成されることを示した。

20 . Influences of Morphology on Mechanical Properties of Polypropylene/Elastomer/ CaCO_3 Ternary Composites

(Composite Interfaces Vol.18 No.1 2011 年 1 月)

日笠茂樹、永田員也*、中村吉伸**

(*旭化成ケミカルズ(株)、**大阪工業大学)

ポリプロピレン(PP)/エラストマー/フィラー3 元複合材料のモルフォロジーと力学特性の関係について検討した。フィラーとして平均粒子径 $0.16 \mu\text{m}$ の炭酸カルシウムを用いた。エラストマーとして SEBS を用いた場合は、PP マトリックス中にフィラーと SEBS 粒子がそれぞれ独立して分散した独立分散モルフォロジーを形成し、エラストマーとしてカルボキシル変性 SEBS (C-SEBS) を用いた場合は、フィラーが C-SEBS に包含されたコア-シェル粒子分散モルフォロジーを形成した。

PP/C-SEBS/フィラー系の弾性率は、エラストマーが内包フィラーに補強されることを考慮した修正 Nielsen 式による予測値と一致した。また、引張降伏応力は、Pkanzsky 式からの予測値よりもやや高かった。これは、フィラーの一部が C-SEBS に内包されるためである。

独立分散モルフォロジーの場合、アイゾット衝撃強度はフィラーの添加によって大きく向上した。破壊表面の観察から、衝撃時にノッチ近傍でフィラーの周囲にボイドが形成されて歪みの集中が緩和されるためであることが分った。

21. Sn めっきのウイスカ成長に及ぼす恒温恒湿試験による雰囲気湿度の影響

(表面技術 62 巻 1 号 2011 年 1 月)

日野 実、村上浩二、水戸岡 豊、村岡 賢、高見沢政男*

(*オーエム産業(株))

42アロイ基板に対してSn単層めっきおよびSn/Cu二層めっきを行い、ウイスカ発生および成長に及ぼす腐食雰囲気の影響を調べ、ウイスカ生成要因を考察した結果、腐食雰囲気下では、大気放置よりもウイスカ成長が抑制されることが判明した。なお、腐食によって生成する酸化皮膜とSn-Cu間における拡散の促進が、ウイスカ抑制に寄与していることを明らかにした。

22. Fabrication of hydroxyapatite with controlled morphology in a micro-reactor

(Journal of the Ceramic Society of Japan 119 巻 2 号 2011 年 2 月)

藤井英司、川端浩二、中崎義晃*、谷澤祐二*、城崎由紀**、早川 聡**、尾坂明義**

(* (株)ナノキューブジャパン、**岡山大学)

生体インプラント材料としてや、タンパク、細胞などの吸着・分離材として用いられているヒドロキシアパタイト (HAp) は、粒子形状、粒子サイズや結晶配向性を制御することにより、特異的吸着性能を発現させることが出来る。本報文では、マイクロリアクターを用いて2種類の反応溶液の界面を制御し、HAp粒子のサイズや形状を制御できる合成条件等の検討を行った。合成時の pH, 流速, 反応温度とマイクロ流路を適切に組み合わせることにより、粒子の形状、サイズを制御することができることを見出した。

23. Uniform culture in solid-state fermentation with fungi and its efficient enzyme production

(Journal of Bioscience and Bioengineering 111 巻 3 号 2011 年 3 月)

伊藤一成、河瀬朋華*、産本弘之、五味勝也**、狩山昌弘*、三宅剛史*

(* (株)フジワラテクノアート、東北大学大学院)

糸状菌を固体培養法で培養すると、タンパク質(酵素)が高生産されることが知られている。しかし、培養基質が固体のため移動性が低いことに加え、増殖に伴い発生する発酵熱により、不均一な培養状態になることが問題となっており、しばしば再現性の低下を引き起こしてきた。そこで我々は、基質全体を均一で最適な培養状態に保つこと

を可能にさせるため、蒸気のみを透過する膜を装着した木製の箱(無通風箱)を構築した。この無通風箱を使用した培養では従来型のトレイ培養に比べ、基質全体の品温と水分含量が再現性良くほぼ均一となった。また、培養後の出麹重量はほぼ一定となり、培養期間中よく乾燥している事を示した。簡便な方法で行なうことができる無通風箱培養は、潜熱を持った蒸気により、培養期間中に基質全体の温度と水分含量を正確に調節できるというこれまでにない特徴を持っていた。併せて、従来型のトレイ培養より高い酵素生産性も示した。この構築した無通風箱による培養法が、今後の固体培養におけるスタンダードな手法になりうると結論づけた。

口頭発表

No.	題 目	発表者	発表会名	年月日
1	マグネシウム合金へのプラズマ電解による表面熱処理	○日野 実 村上浩二 西條充司 ¹ 金谷輝人 ²	第69回日本熱処理技術協会講演大会	H22.5.12
2	リン酸塩陽極酸化処理したAZ系マグネシウム合金の耐食性に及ぼすCa添加の影響	○齋藤敦志 ² 引野修次 ² 金谷輝人 ² 村上浩二 日野 実 西條充司 ¹	軽金属学会 第118回春期大会	H22.5.22
3	アルミニウム - すず合金からのウィスカ発生・成長	○村上浩二 日野 実 金谷輝人 ²	軽金属学会 第118回春期大会	H22.5.23
4	Gas Storage in Soft One-Dimensional Nano-Tunnels with Trifluoromethylated Walls by Induced-Fit of Serration Structure	○片桐利真 ³ 高橋 聡 ³ 田中康裕 ³ 片岡啓介 ³ 川端浩二 服部義之 ⁴ 金子克美 ⁴ 宇根山健治 ³	10th International Conference on Fundamentals of Adsorption	H22.5.25
5	超短パルスレーザーを用いたCFRPのレーザー加工	○三瓶和久 ⁵ 藤田雅之 ⁶ 染川智弘 ⁶ 水戸岡 豊	第73回レーザ加工学会講演会	H22.5.25
6	インサート材を用いた熱可塑性CFRPと異材のレーザ接合	○水戸岡 豊 日野 実 金谷輝人 ²	第73回レーザ加工学会講演会	H22.5.25
7	PP/エラストマー/フィラー複合材料の相構造と力学特性の関係	○日笠茂樹 永田員也 ⁷ 中村吉伸 ⁸	第59回 高分子学会年次大会	H22.5.27
8	フィラー添加によるPP/エラストマーブレンドの強靱化	○日笠茂樹 永田員也 ⁷ 中村吉伸 ⁸	第21回 プラスチック成形加工学会年次大会	H22.6.2
9	鶏卵白アルブミンの構造形成におけるS-S結合の役割	○石丸隆行 ⁹ 田中美穂 ⁹ 伊藤一成 松富直利 ⁹	日本農芸化学会中 四国支部 第回27回講演会	H22.6.5
10	陽極酸化処理したマグネシウム合金の耐食性および導通性に及ぼすレーザ処理の影響	○日野 実 水戸岡 豊 村上浩二 西本克治 ¹⁰ 金谷輝人 ²	第18回マグネシウム技術研究発表会	H22.6.10
11	pH制御次亜塩素酸ナトリウム水溶液の空間霧化による施設環境の殺菌	○浦野博水 福崎智司 竹原淳彦 高橋和宏	国際食品工業展 アカデミックプラザ	H22.6.11

12	Al合金の結晶粒微細化に及ぼす微量添加元素及び熱処理の影響	○金谷輝人 ² 中川恵友 ² 村上浩二 日野 実 水戸岡 豊	日本鉄鋼協会・日本金属学会中国四国支部 第39回材質制御研究会	H22.6.18
13	すずめっき皮膜ならびにアルミニウム-すず合金からのすずウイスカ発生	○村上浩二 日野 実 水戸岡 豊 高見沢政男 ¹¹ 仲井清眞 ¹²	日本鉄鋼協会・日本金属学会・中国四国支部 第39回 材質制御研究会	H22.6.18
14	EMIフィルタ設計への適用を目的とした電子レンジ内蔵インバータの線形等価回路モデル構築	○五百旗頭健吾 ³ 渡辺哲史 崎山一幸 ⁴⁷ 齋藤義行 ⁴⁷ 豊田啓孝 ³ 古賀隆治 ³	電子情報通信学会 眼鏡電磁工学研究会	H22.6.18
15	PP/エラストマーブレンドの衝撃強度に対するフィラー添加効果	○日笠茂樹 永田員也 ⁷ 中村吉伸 ⁸	第48回 日本接着学会年次大会	H22.6.24
16	ヒノキの揮発成分と繊維への移り香に関する分析	○常定 健 川端浩二 福崎智司 光石一太	日本繊維製品消費科学会2010年度年次大会	H22.6.26
17	四軸織物強化炭成形体の曲げ特性	○光石一太 甲加晃一 藤原和子	日本繊維製品消費科学会2010年度年次大会	H22.6.26
18	炭粉末を用いた樹脂成型体の蓄熱特性	○藤原和子 光石一太	日本繊維製品消費科学会2010年度年次大会	H22.6.26
19	快適性を向上させた雨カップ「ハイ・カップ」の開発と実用化	福山照芳 ¹³ 松尾義輝 ¹⁴ ○國藤勝士 角倉健一郎 ¹⁵ 光石一太	日本繊維製品消費科学会2010年度年次大会	H22.6.26
20	マグネシウム部材への陽極酸化+レーザーハイブリッド処理	○日野 実 水戸岡 豊 村上浩二 西本克治 ¹⁰ 金谷輝人 ²	第2回軽金属学会中国四国支部講演大会	H22.7.10
21	アルミニウム-すず二元系合金からのすずウイスカ発生・成長形態	○村上浩二 日野 実 金谷輝人 ²	第2回 軽金属学会中国四国支部 講演大会	H22.7.10
22	電解コンデンサリード線接続部のウイスカについて	○村上浩二 日野 実 金谷輝人 ²	エレクトロニクス実装学会第29回 Snウイスカ研究会 JIEP	H22.7.14
23	恒温恒湿環境下でのSnめっきウイスカの成長挙動	○日野 実 村上浩二 高見沢政男 ¹¹	2010年度 関西表面技術シンポジウム	H22.7.21
24	リン酸塩陽極酸化処理したMg合金	○斎藤敦志 ²	日本鉄鋼協会・日	H22.8.10

	の耐食性に及ぼすCa添加の影響	金谷輝人 ² 日野 実 村上浩二 西條充司 ¹	本金属学会 中国 四国支部講演大会	
25	無電解Ni-Pめっき処理した希薄Al-Si系合金の疲労特性	○平岡隼人 ² 横溝大地 ² 金谷輝人 ² 中川恵友 ² 村上浩二 日野 実	日本鉄鋼協会・日 本金属学会 中国 四国支部主催講演 大会	H22.8.10
26	Al-Zn系合金に於けるジンケート皮膜の形態・形成過程に及ぼすZnの影響	○横溝大地 ² 村上浩二 日野 実 金谷輝人 ²	日本鉄鋼協会・日 本金属学会 中国 四国支部主催講演 大会	H22.8.10
27	Al/ポリプロピレン樹脂異材接合に及ぼす表面粗さの影響	○松山億希 ² 金谷輝人 ² 水戸岡 豊 日野 実 村上浩二 山田功作 ¹⁶	日本鉄鋼協会・日 本金属学会 中国 四国支部主催講演 大会	H22.8.10
28	大面積電子ビームを用いた人工股関節表面へのクレータ付与	○余田裕之 吉川満雄 藤原邦彦 ¹⁷	ABTEC 2010	H22.8.27
29	岡山県工業技術センターにおける精密加工への取り組み	○窪田真一郎 余田弘之 勝田智宣 吉川満雄	2010年度 砥粒加工学会学術講演会 (ABTEC2010)	H22.8.27
30	サンドブラストを利用したステントに対するR形状付与の試み	○窪田真一郎 浅原美則 ¹⁸	2010年度 砥粒加工学会学術講演会 (ABTEC2010)	H22.8.27
31	Fatigue Strength of Al-evaporated Al-Zn Alloys with High Zn Concentration	○金谷輝人 ² 中川恵友 ² 榊原 精 ³ 村上浩二 日野 実 西田典秀	Proceedings of the 12th international Conference of Aluminium Alloys	H22.9.6
32	閉空間場における静粛場生成	○岩本宏之 ¹⁹ 田中信雄 ¹⁹ 眞田 明	日本機械学会 2010 年度年次大会	H22.9.6
33	カソードアークイオンプレーティング法により作製したCr-Mo-N膜の機械的特性および表面特性評価	○國次真輔 中西亮太	表面技術協会 第1 22回講演大会	H22.9.6
34	カソードアークイオンプレーティング法による作製したCrN膜の膜特性	○中西亮太 國次真輔	表面技術協会 第1 22回講演大会	H22.9.6
35	Laser joining of different materials between aluminum and plastic using insert materials	○日野 実 水戸岡 豊 村上浩二 浦上和人 ¹⁶ 金谷輝人 ²	The 12th International Conference of Aluminum Alloy s	H22.9.6

36	高圧蒸気殺菌に対するステンレス鋼の耐食性	○村中武彦 ²⁰ 稲田和典 ²⁰ 福田 匠 ²⁰ 中村健二 ²¹ 高橋和宏	表面技術協会第122回講演大会	H22.9.7
37	能動制御型防音BOXに関する研究	○眞田 明 東山孝治 ²² 田中信雄 ¹⁹	Dynamics and Design Conference 2010	H22.9.15
38	吸着型モーメント印加装置の性能向上に関する研究	○辻 善夫 眞田 明	Dynamics and Design Conference 2010	H22.9.15
39	PP/SEBS/CaCO ₃ 複合材料の衝撃強度とCaCO ₃ 粒子サイズの関係	○日笠茂樹 永田員也 ⁷ 中村吉伸 ⁸	第59回 高分子討論会	H22.9.16
40	A study of subsidence of cervical cages after anterior cervical fusion by using finite element analysis (FEA)	○高橋広幸 ²³ 大田快児 ²⁴ 熊野 潔 ²⁴ 梅林 猛 ²⁴ 熊野 洋 ²⁵ 村山千寿子 ²³ 陳 猷 ⁹ 永山則之	第17回脊椎・脊髄神経手術手技学会	H22.9.17
41	車椅子座位保持装置の開発	○椋代 弘	第18回日本介護福祉学会大会	H22.9.19
42	実信号マザーウェーブレットを用いた筋電信号からのパルス検出とその応用	○三輪昭生 大西謙吾 ²⁶ 藤原久永 戸田 浩 ²⁷ 章 忠 ²⁷ 高木朋夫 ²⁸	第25回生体・生理工学シンポジウム	H22.9.25
43	細菌細胞が付着したポリエチレンテレフタレートボトルの洗浄における乳化剤と次亜塩素酸ナトリウムの効果	○高橋和宏 宇野久仁子 福崎智司	日本防菌防黴学会 第37回年次大会	H22.9.28
44	次亜塩素酸によるエチレンプロピレンゴムの劣化	○岩路 仁 福崎智司	日本防菌防黴学会 第37回年次大会	H22.9.28
45	耐侯試験によるリユースPETボトルの物性変化に関する基礎的検討	○福崎智司 竹原淳彦 岩路 仁 浦部匡史 小沢一郎 ²⁹ 東 直輝 ²⁹ 山森澄恵 ²⁹	日本防菌防黴学会 第37回年次大会	H22.9.29
46	代理汚染物を用いた誤用リユースPETボトルの洗浄性および残留性の検討	○竹原淳彦 常定 健 福崎智司 小沢一郎 ²⁹ 東 直輝 ²⁹ 山森澄恵 ²⁹	日本防菌防黴学会 第37回年次大会	H22.9.29
47	次亜塩素酸水溶液の噴霧における表面付着細菌の殺菌効果	○浦野 博水 福崎智司	日本防菌防黴学会 第37回年次大会	H22.9.29

			中国四国支部	
48	酸化チタン含有Zn-Ni合金めっき皮膜の光触媒活性に及ぼす腐食生成物の影響	○村岡 賢 日野 実	第57回 材料と環境討論会	H22.10.21
49	遊星ボールミルにより得られた微粉碎木粉の性状評価	○川端浩二 岡野雅子 ³⁰ 常定 健 藤井英司 福崎智司	第3回化学工学3支部合同徳島大会	H22.10.24
50	密閉筐体内における水平平行加熱平板まわりの自然対流熱伝達	○下山力生 堀部明彦 ³¹ 春木直人 ³¹ 真田 明	日本機械学会熱工学コンファレンス2010年	H22.10.30
51	燃費向上に貢献する短パルスレーザを用いたゴム材料の表面テクスチャ	○水戸岡 豊 日野 実 浅沼千尋 ³ 山本智久 ³ 片山竜雄 ³	中国経済産業国先進環境対応車に係わる技術シーズ発信会	H22.11.1
52	2枚の反射鏡からなる全方位内視鏡の開発	○竹家章仁 ³² 勝田智宣 ³³ 山口智貴 ³³ 橋詰匠 ³⁴ 石川貴一朗 ³⁴ 瀧口純一 ³²	日本光学会年次学術講演会	H22.11.9
53	Joining Mechanism between Aluminum and Polypropylene Resin Using Insert Materials by Laser Irradiation	○日野 実 水戸岡 豊 片山 聖二 ³⁵	The International Symposium on Visualization in Joining & Welding Science through Advanced Measurements and Simulation	H22.11.12
54	インサート材を用いたプラスチック-異材のレーザ接合	○水戸岡 豊 日野 実 金谷輝人 ²	成形加工シンポジウム'10	H22.11.12
55	CaCO ₃ 粒子サイズがPP/SEBS/CaCO ₃ 複合材料の衝撃強度に及ぼす影響	○日笠茂樹 永田員也 ⁷ 中村吉伸 ⁸	プラスチック成形加工学会 第18回秋季大会	H22.11.12
56	平衡度不整合理論に基づくコモンモード等価アンテナの入力インピーダンスに注目したプリント回路基板からの放射量計算、	若槻友里 ³ 豊田啓孝 ³ 五百旗頭健吾 ³ 古賀隆治 ³ 渡辺哲史	第12回 IEEE広島支部学生シンポジウム	H22.11.13
57	短パルスレーザによる陽極酸化処理したマグネシウム合金の除去加工	○日野 実 水戸岡 豊 村上浩二 西本克治 ¹⁰	(社)軽金属学会第119回講演大会	H22.11.13

		金谷輝人 ²		
58	ポリプロピレン複合材料の強靱性に与えるフィラー粒子径の影響	○日笠茂樹 永田員也 ⁷ 中村吉伸 ⁸	第18回フィラーシンポジウム	H22.11.16
59	カーボンナノチューブを配合した熱媒体の温度特性	○光石一太 児子英之 國藤勝士 藤原和子	第31回日本熱物性シンポジウム	H22.11.18
60	静脈弁不全に対する経皮的治療を目的とした人工静脈弁の開発	○森山真樹 ⁸ 馬屋原 渉 ⁸ 新開裕樹 ⁸ 窪田真一郎 外波弘之 ⁸	第48回 日本人工臓器学会 大会	H22.11.18
61	ケーブル接続された送受信機器のモード等価回路と同定	○豊田啓孝 ³ 渡辺哲史 五百旗頭健吾 ³ 古賀隆治 ³	電子情報通信学会 眼鏡電磁工学研究会	H.22. 11.19
62	Co-Cr-Mo合金表面へのマイクロクレータ付与による摺動性能評価	○余田裕之 吉川満雄 藤原邦彦 ¹⁷	日本機械学会 第8回生産加工・工作機械部門講演会	H22.11.20
63	YAGレーザーによる微細切断加工におけるツールパスが加工品質におよぼす影響	○窪田真一郎 永山則之 浅原美則 ¹⁸	日本機械学会 第8回 生産加工・工作機械部門講演会	H22.11.20
64	四軸織物複合材料の機械的特性に関する研究	○甲加晃一 岩路 仁 光石一太 小河原敏嗣 ³⁶	55th FRP CON-EX2010	H22.11.26
65	酸化黒鉛層間化合物から作製されるグラフェン・金属(銅,コバルト,ニッケル) ナノ粒子ハイブリッド材料の合成	○後藤和馬 ² 橋本英樹 ² 藤井英司 衣本太郎 ² 河合 涼 ² 石田祐之 ²	第37回 炭素材料学会年会	H22.12.1
66	短パルスレーザーによるマグネシウム陽極酸化皮膜の除去加工と耐食性	○板谷一智 ² 金谷輝人 ² 西本克治 ¹⁰ 水戸岡 豊 村上浩二 日野 実	表面技術協会関西支部 第12回関西表面技術フォーラム	H22.12.2
67	リン酸塩陽極酸化処理したAZ61マグネシウム合金の耐食性に及ぼすCa添加の影響	○黒川慶太 ² 齋藤敦志 ² 金谷輝人 ² 西條充司 ¹ 村上浩二 日野 実	表面技術協会関西支部 第12回関西表面技術フォーラム	H22.12.2
68	グラファイト表面における金属原子の安定性に関する第一原理計算	○信江年哉 ²⁸ 末岡浩治 ²⁸	表面技術協会関西支部 第12回関西	H22.12.2

		日野 実 高見沢政男 ¹¹	表面技術フォーラム	
69	アルミニウム-マグネシウム-亜鉛合金への亜鉛置換ならびに無電解ニッケル-りんめっき	○大原 聡 ² 村上浩二 日野 実 金谷輝人 ²	第12回関西表面技術フォーラム	H22.12.2
70	次亜塩素酸の解離状態がEPDMに及ぼす影響	○石田拓也 岩 蒨 仁 藤原和子 福崎智司	日本ゴム協会 第22回エラストマー討論会	H22.12.2
71	スピンスピン緩和のガウス展開によるゴムの伸長挙動の解析	○岩 蒨 仁 村上浩二	日本ゴム協会 第22回エラストマー討論会	H22.12.2
72	超微粒子酸化亜鉛を用いた架橋系の検討	○浦部匡史 石田拓也 劉 浩 ³⁷ 藤波 想 ³⁷ 中嶋 健 ³⁷	日本ゴム協会 第22回エラストマー討論会	H22.12.2
73	アルミニウム casting 材の光輝性に及ぼす表面処理の影響	○永田教人 ³⁸ 金築秀樹 ³⁹ 河合定夫 ³⁹ 村上浩二 日野 実	表面技術協会 第12回関西表面技術フォーラム	H22.12.3
74	アルミニウム-すず合金表面のウイスカ発生・成長	○村上浩二 水戸岡 豊 日野 実 金谷輝人 ²	表面技術協会 第12回関西表面技術フォーラム	H22.12.3
75	レーザー光によるマグネシウムスクラップ品のリサイクル技術の開発	水戸岡 豊 ○日野 実 橋本嘉昭 ⁴⁰	表面技術協会 第12回関西表面技術フォーラム	H22.12.3
76	短パルスレーザーを用いた表面テクスチャによるゴム特性の制御	○水戸岡 豊 浅沼千尋 ⁴¹ 山本智久 ⁴¹ 片山竜雄 ⁴¹	第74回レーザー加工学会講演会	H22.12.6
77	レーザー光を用いたマグネシウム市中層のリサイクル	○水戸岡 豊 日野 実 村上浩二 橋本嘉昭 ⁴	第74回レーザー加工学会	H22.12.7
78	アルミニウム casting 品の光輝性に及ぼす表面処理の影響	○日野 実 村上浩二 永田教人 ³⁸ 金築秀樹 ³⁹ 河合定夫 ³⁹	日本 casting 工学会 中国四国支部 研究発表会	H22.12.9
79	岡山県工業技術センターの”音”関連技術の紹介	○川野道則 眞田 明 下山力生	日本繊維機械学会 中国支部 研究及び事例発表会	H22.12.9
80	車椅子座位保持装置の開発	○椋代 弘 永山則之 舟木美砂子 ⁴⁸	日本繊維機械学会 中国支部平成22年度研究及び事例発表会	H22.12.9

81	木質バイオマス由来ナノファイバーの分散性に関する検討	○小野史彰 川端浩二 藤井英司 常定健	第49回セラミックス基礎科学討論会	H23.1.11
82	粉碎処理によるセルロースの形態制御	○川端浩二 岡野雅子 ³⁰ 小野史彰 常定健 藤井英司 福崎智司	第49回セラミックス基礎科学討論会	H23.1.11
83	CoCr合金および純銅における引張り塑性変形挙動に及ぼす予圧縮の影響	○山本真平 ³ 清水一郎 ³ 馮海全 ¹⁸ 浅原美則 ¹⁸ 山下修蔵 ¹⁸ 永山則之	日本金属学会・日本鉄鋼協会 中国四国支部 第22回「若手フォーラム」	H23.2.23
84	ナノ・キューブ・タングステン担持ドーナツ状シリカ	○藤井英司 川端浩二 岡野雅子 ³⁰ 中崎義晃 ³⁰ 水野剛嗣 ⁴⁴	第36回セラミックスに関する顕微鏡写真展	H23.3.16
85	CA法により作製したCr系硬質皮膜の離型性評価	○國次真輔 中西亮太	表面技術協会 第123回講演大会	H23.3.17
86	マグネシウム合金へのレーザーリン酸塩陽極酸化ハイブリッド加工	○日野実 水戸岡豊 村上浩二 西本克治 ¹⁰ 金谷輝人 ²	表面技術協会 第123回講演大会	H23.3.18
87	マグネシウムスクラップ品リサイクルへのレーザー技術の応用	○日野実 水戸岡豊 村上浩二 橋本嘉昭 ⁴⁰ 金谷輝人 ²	表面技術協会 第123回講演大会	H23.3.18
88	自動車ホイール向け鋳造用アルミニウム合金への電解研磨による光輝性付与	○村上浩二 日野実 永田教人 ³⁸ 金築秀樹 ³⁹ 河合定夫 ³⁹ 金谷輝人 ²	表面技術協会 第123回講演大会	H23.3.18
89	アルミニウム-すず二元系合金表面からのウイスカ発生・成長形態とその機構	○村上浩二 水戸岡豊 日野実 金谷輝人 ²	表面技術協会 第123回講演大会	H23.3.18
90	腐食環境下におけるSnめっきのウイスカ発生・成長挙動	○日野実 村上浩二 水戸岡豊 村岡賢 高見沢政男 ¹¹	日本金属学会 2011年春季講演大会 (第148回)	H23.3.26
91	二元系アルミニウム合金上の亜鉛置換・無電解めっき皮膜の特性	○村上浩二 日野実 横溝大地 ²	日本金属学会 2011年春季大会	H23.3.26

		金谷輝人 ²		
92	鋳造用アルミニウム-マグネシウム-亜鉛系合金上の亜鉛置換・無電解めっき皮膜の特性	○村上浩二 日野 実 大原 聡 ² 金谷輝人 ²	日本金属学会 2011年 春季大会	H23.3.26
93	金属材料表面に形成したバイオフィルムの洗浄殺菌による制御	○福崎智司	日本鉄鋼協会第161 回春季講演大会	H23.3.26
94	材料表面への微生物の付着・増殖	○福崎智司	日本鉄鋼協会第161 回春季講演大会	H23.3.26
95	新規固体培養法での酵素生産経過	○伊藤一成 五味勝也 ³⁷ 狩山昌弘 ⁴⁵ 三宅剛史	日本農芸化学会 2 011年度大会	H23.3.27
96	熱硬化性樹脂用フィラーMgOの熱伝導性に関する研究	○児子英之 光石一太 米田龍央 ⁴⁶ 西田直人 ⁴⁶ 椋木和彦 ⁴⁶ 白石秀男 ⁴⁶	日本化学会第91春 季年会(2011)	H23.3.28

- | | | |
|-----------------|-----------------|--------------------|
| 1 堀金属表面処理工業(株) | 2 岡山理科大学 | 3 岡山大学 |
| 4 千葉大学 | 5 (株)レーザックス | 6 (財)レーザー技術総合研究所 |
| 7 旭化成ケミカルズ(株) | 8 大阪工業大学 | 9 山口大学 |
| 10 アーク岡山(株) | 11 オーエム産業(株) | 12 愛媛大学 |
| 13 (有)オール重設工事 | 14 (社)山陽技術振興会 | 15 スミクラ(株) |
| 16 早川ゴム(株) | 17 ナカシマメディカル(株) | 18 日本ステントテクノロジー(株) |
| 19 首都大学東京 | 20 山口県産業技術センター | 21 三和産業 |
| 22 倉敷化工(株) | 23 東京大学 | 24 新横浜スパインクリニック |
| 25 多摩北部医療センター | 26 東京電機大学 | 27 豊橋科学技術大学 |
| 28 岡山県立大学 | 29 (株)エコサポート | 30 (株)ナノ・キューブ・ジャパン |
| 31 岡山大学大学院 | 32 三菱電機(株) | 33 長崎菱電テクニカ |
| 34 早稲田大学 | 35 大阪大学 | 36 明大 |
| 37 東北大学 | 38 (株)サーテック永田 | 39 光軽金属工業(株) |
| 40 日本サーモケミカル(株) | 41 内山工業(株) | 42 岡山コケの会 |
| 43 宇宙航空研究開発機構 | 44 CBC(株) | 45 (株)フジワラテクノアート |
| 46 宇部マテリアルズ(株) | 47 パナソニック(株) | 48 アイ・ソネックス(株) |