

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 49 号

令和 5 年 7 月

岡山県工業技術センター

## 目次

### 【 報 文 】

|                         |                |   |
|-------------------------|----------------|---|
| 1 全周撮影による非接触牛体測定システムの開発 | 岩田 和大<br>堀川 寛通 | 1 |
|-------------------------|----------------|---|

### 【 技術資料 】

|  |  |    |
|--|--|----|
| 1 タンニン酸添加によるポリビニルアルコールの不溶化                   | 國藤 勝士  | 7  |
| 2 アイロン掛け条件がストレッチデニム生地 of 引張り特性に及ぼす影響         | 松本 侑子  | 9  |
| 3 白色度の異なる麴の走査電子顕微鏡観察                         | 谷野 有佳<br>竹内 赴登<br>伊藤 一成<br>三宅 剛史                   | 11 |
| 4 アユ産卵場整備における遠隔モニタリングシステムの検討                 | 松岡 大樹<br>山下 泰司                                     | 13 |
| 5 マグネシウム合金上の陽極酸化皮膜に対する前処理が染料の染色性に与える影響       | 岡野 航佑<br>水戸岡 豊<br>藤原 浩市<br>渡辺 浩介<br>打越 素夫<br>高垣 英幸 | 15 |
| 6 切削工具の異常検出と寿命予測に関する研究                       | 余田 裕之  | 17 |
| 7 正方形断面音響管による垂直入射吸音率測定                       | 眞田 明<br>藤本 望夢                                      | 19 |
| 8 振動試験実施時における多重監視の適用                         | 辻 善夫<br>中田 泰史                                      | 21 |
| 9 一様乱数と中間出力層を用いた畳み込みニューラルネットワークの圧            | 平田 大貴  | 23 |
| 10 プラスチック/ハロイサイト複合材料の引張り特性および難燃性の検討          | 甲加 晃一<br>日笠 茂樹<br>梅原 智直<br>岡崎 健一<br>城石 知紀          | 25 |
| 11 ナノ触診AFMによるCB充填加硫ブタジエンゴムの一軸伸長による不均一構造変化の観察 | 石田 拓也<br>八木 駿<br>幕田 悟史<br>岩舘 仁<br>中嶋 健             | 27 |
| 12 ゴム/セルロース複合材中のセルロース配向評価                    | 幕田 悟史<br>八木 駿<br>藤井 英司<br>石田 拓也<br>岩舘 仁            | 29 |
| 13 920MHz帯電波吸収体測定システムの開発                     | 渡辺 哲史<br>荻野 哲                                      | 31 |
| 14 加熱脱着法による未知化合物含有溶液のGC/MS分析                 | 常定 健   | 34 |
| 15 官能基を導入したポリプロピレンの表面自由エネルギーに関する分子動力学計算      | 中西 亮太  | 37 |
| 16 畳（稻わら畳床）の圧縮特性評価                           | 川野 道則<br>山村 恒平<br>永山 則之                            | 40 |

## Contents

### 【 PAPER 】

- 1 Development of the non-contact cattle body shape measurement system using full-body imaging Kazuhiro IWATA 1  
Hiromichi HORIKAWA

### 【 TECHNICAL REPORT 】

- 1 Insolubilization of polyvinyl alcohol solution by addition of tannic acid Katsushi KUNITOU 7
- 2 Effects of ironing conditions on tensile properties of stretch denim fabrics Yuko MATSUMOTO 9
- 3 Observation of *koji* having different whiteness using scanning electrochemical microscopy Yuka TANINO 11  
Hayato TAKEUCHI  
Kazunari ITO  
Tsuyoshi MIYAKE
- 4 Study of remote monitoring system in artificial spawning area for Ayu Hiroki MATSUOKA 13  
Yasushi YAMASHITA
- 5 Effect of pretreatment on dyeability for anodizing film on magnesium alloy Kousuke OKANO 15  
Yutaka MITOOKA  
Kouichi FUJIWARA  
Kousuke WATANABE  
Motoo UCHIKOSHI  
Hideyuki TAKAGAKI
- 6 Research of failure detection and life prediction in cutting tool Hiroyuki YODEN 17
- 7 Normal-incidence sound absorption measurement in the case of using a square cross-section impedance tube Akira SANADA 19  
Nozomu FUJIMOTO
- 8 Application of multiple monitoring on vibration test Yoshio TSUJI 21  
Yasushi NAKADA
- 9 Compressing convolutional neural networks with uniform random Daiki HIRATA 23
- 10 Study for tensile property and fire retardancy of plastic / halloysite composites Kouichi KOUKA 25  
Shigeki HIKASA  
Tomonao UMEHARA  
Kenichi OKAZAKI  
Tomoki SHIROISHI
- 11 Observation of heterogeneous structural evolution by uniaxial stretching for CB-reinforced vulcanized butadiene rubber with AFM nanomechanics Takuya ISHIDA 27  
Suguru YAGI  
Satoshi MAKUTA  
Hitoshi IWABUKI  
Ken NAKAJIMA
- 12 Evaluation of cellulose orientation in rubber/cellulose composites Satoshi MAKUTA 29  
Suguru YAGI  
Eiji FUJII  
Takuya ISHIDA  
Hitoshi IWABUKI
- 13 Development of the measurement system of electro-magnetic absorbers at 920 MHz band Tetsushi WATANABE 31  
Satoshi OGINO
- 14 GC/MS analysis of a solution containing unknown compounds by thermal desorption method Takeshi TSUNESADA 34
- 15 Molecular dynamics calculation of surface free energy of Ryota NAKANISHI 37
- 16 A study on compression properties of tatami (Straw TATAMIDOKO) Michinori KAWANO 40  
Kohei YAMAMURA  
Noriyuki NAGAYAMA

## 【 外部発表 】

(誌上発表)

- |   |   |    |
|---|---|----|
| 1 熱処理を施したチタン合金における切削加工現象の可視化  | 松岡 大樹   | 43 |
| 2 Single-Step Synthesis of Silver Nanoparticles Supported on Cellulose Nanofiber Using a High-Pressure Wet-type Jet Mill and their Catalytic Activities   | Eiji FUJII<br>Mitsuaki FURUTANI<br>Yoshihiko KIMURA<br>Kota OGURA                       |    |
| 3 フェムト秒レーザによるプラスチックの表面および濡れ性の変化   | 水戸岡 豊<br>中西 亮太  |    |
| 4 高圧湿式ジェットミルを用いた銀ナノ粒子/キトサンナノファイバー複合材料の作製とその抗菌特性   | 藤井 英司<br>古谷 充章<br>高橋 和宏<br>木村 祥彦<br>小倉 孝太   | 44 |
| 5 Visualization of polypeptides including fragmented $\alpha$ -amylase in rice <i>koji</i> grains using mass spectrometry imaging                         | Yuka TANINO<br>Kazunari ITO<br>Katsuya GOMI<br>Masahiro KARIYAMA<br>Tsuyoshi MIYAKE     |    |
| 6 Fabrication of Silver Nanoparticles / Chitosan Nanofibers Composite Material Using a High-Pressure Wet-Type Jet Mill and their Antibacterial Properties | Eiji FUJII<br>Yoshihiko KIMURA<br>Kazuhiro TAKAHASHI<br>Mitsuaki FURUTANI<br>Kota OGURA |    |
| 7 ポリプロピレン系複合材料の力学特性に及ぼす無水マレイン酸変性ポリプロピレンの酸価および体積分率の効果  | 甲加 晃一<br>日笠 茂樹<br>織田 ゆかり<br>川口 大輔<br>田中 敬二  | 45 |
| 8 蓋麴法と箱麴法における米麴周辺環境の違い  | 谷野 有佳<br>下山 力生<br>勝尾 晃久<br>岡崎 達郎<br>竹内 赴登<br>伊藤 一成<br>宮下 晃一<br>三宅 剛史                    |    |
| 9 相容化材中の変成基グラフト量がLLDPE/PA6/相容化材ブレンドの相構造や力学特性に与える影響  | 日笠 茂樹   | 46 |
| 10 環境影響を低減したパルス法NMRによる熱酸化した厚肉ゴムの局所的な引張特性の予測   | 岩蒨 仁<br>三宅 祐矢<br>小林 一磨  |    |
| 11 セルロースナノファイバー素材の界面制御技術を利用した金属ナノ粒子との複合化に関する研究  | 藤井 英司   |    |

(口頭発表)

47 ~ 51



報 文



# 全周撮影による非接触牛体測定システムの開発

Development of the non-contact cattle body shape measurement system using full-body imaging

岩田 和太・堀川 寛通\*

Kazuhiro IWATA, Hiromichi HORIKAWA

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

## 要旨

本研究では、精度が低く危険を伴う体重推定尺に代わる非接触牛体測定システムを開発することを目的としている。アルミフレーム構造と5つの深度カメラ、分析用PCを使用して、牛の腹回り全周の3次元形状を非接触で取得し、姿勢や傾きによらない測定システムを構築した。本システムは、Pythonの外部ライブラリであるNumPyとPandas、SciPy、Open3Dを用いて点群処理と座標変換、断面形状の抽出、寸法計算を行っており、初期設定用GUIにより容易にパラメータ変更を行える。41頭の子牛を対象に、牛体測定器／骨盤計と本システムを用いて子牛の体型を測定し、その結果を比較することで、システムの有用性を評価した。比較の結果、本システムは臀部の測定不十分等による誤差はあるが、概ね高精度で測定できており、安全で実用的な非接触牛体測定システムとして有用である。

## 1 はじめに

子牛の市場価格は、その体重と体型が重要な決定因子であるため、日々の発育調査と飼養管理が必要である<sup>1)</sup>。しかしながら、多くの繁殖農家は、図1に示すような精度が低い体重推定尺しか使用しておらず、測定自体も牛との衝突など、作業者の危険を伴う<sup>2)</sup>。このような問題に対処するため、センターでは非接触牛体測定システムの開発に取り組んでいる。2021年度までの研究によって、牛の右半身を深度カメラで撮影し、対称コピーすることで全身の形状データを取得することに成功しているが、牛の姿勢や傾きによって、測定の誤差が大きくなるのが問題であった。

そこで本研究では、5つの深度カメラを用いて牛の腹回り全周の3次元形状を非接触で取得し、姿勢や傾きによらない高精度な体型測定を目的とする。また、41頭の子牛を対象に、牛体測定器／骨盤計と当システムを用いて子牛の体型を測定し、その結果を比較することで、システムの有用性を評価した。



図1 KM式黒毛和種子牛体重推定尺<sup>2)</sup>

## 2 測定システム

本研究では、牛の正確な体型を非接触で測定するために、アルミフレーム構造とそれに配置された5つの深度カメラ、および、測定用PCから構成される牛体測定システムを開発した。カメラ配置は図2に示されるように、牛の全身を同一平面の5方向から撮影し、腹回りと背中回りを含む3次元データを取得できる。取得した5つの3次元データを、点对平面ICPアルゴリズムを用いた多方向位置合わせにより結合し、統合した1つのデータとして牛の全身の3次元形状を構築する。

3次元形状は座標を持つ点が集まった点群集合であるため、任意の2点間距離である体高、十字部高、体長、胸幅、腹幅、胸深、腹深の長さ(以下、測定項目)をベクトル計算によって得る。測定項目となる7か所の2点間ベクトル位置を図3に示す。

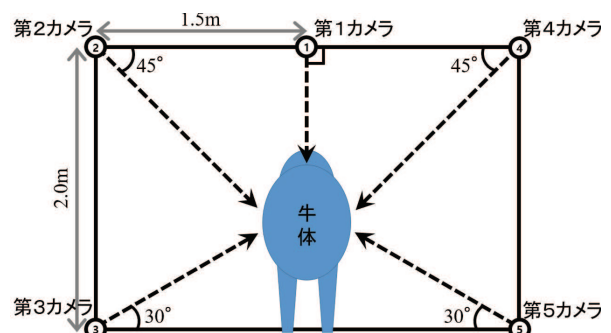


図2 牛体測定システムのカメラ配置

\*岡山県農林水産総合センター



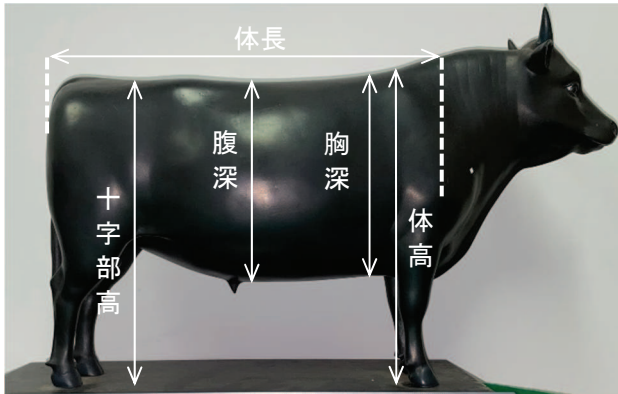
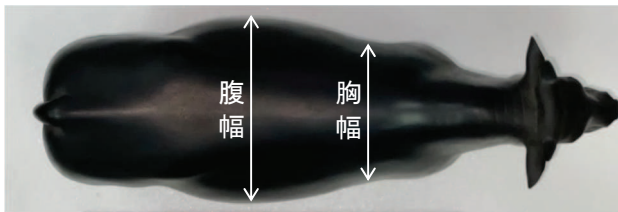


図3 牛体の測定項目の2点間ベクトル位置

点群処理と座標変換にはPythonの外部ライブラリであるNumPyとPandas、SciPy、Open3Dを用いた。また、3次元データを取得するため、深度カメラ(Intel RealSense Depth Camera D455)を5台用い、取得した5つのPLY(Polygon File Format)データをプログラムに入力した。点群の読み込みやノイズ除去、切り取り、多方向位置合わせ、ベクトル計算を行うプログラムは、2021年度に作製した牛体測定用プログラムを改修して用いた<sup>3)</sup>。2022年度は、胸と腹の断面抽出、凸包による胸囲・腹囲計算機能を追加し、初めてシステムを操作する人でも測定パラメータを容易に変更できるように、PySimpleGUIライブラリによる初期設定用GUIを作成した。GUIの画面を図4に示す。



図4 初期設定用GUI

### 3 測定および考察

図5に示す測定環境および開発した牛体測定システムを用いて、岡山県農林水産総合センター畜産研究所で飼育している子牛を撮影した。2023年1月13日に9頭、2月24日に32頭の計41頭の測定を行

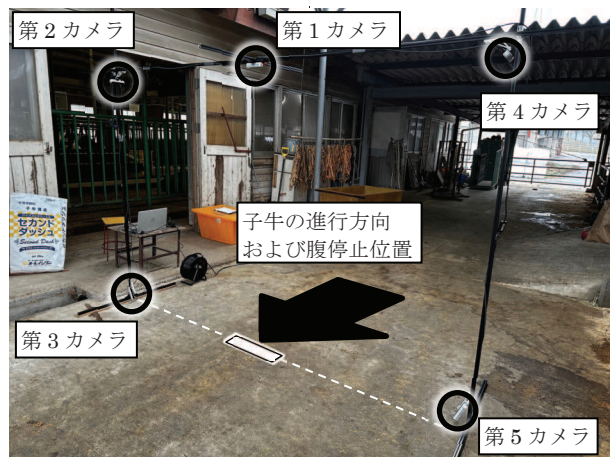


図5 測定環境および牛体測定システム

った。1月13日は測定数時間前に、2月24日は測定を行う直前に牛体測定器／骨盤計および軽量台を用いた実測を行った。実測の様子と使用した牛体測定器具を図6に示す。実測に要した時間は1頭当たり4分弱であった。2月は実測終了直後に子牛を本システム中央に保定し、測定を行った。本システムでは1ボタンで5つの深度カメラによる同時撮影が可能であり、撮影に数秒、プログラムによる点群処理・分析に2分程度を要する。点群処理および分析は5つの点群データを読み込むことで後日にまとめて実施可能である。図7に子牛(耳票番号6231:ももおか8)における取得画像を示す。左側がRGB画像、右側が深度画像である。測定用PCにはこの画像がリアルタイムで表示されているため、牛の位置や姿勢を常時確認しながら撮影が可能である。

図7の深度画像を基に得た5つの点群データとそれらを多方向位置合わせにより統合し、全身点群データとした画像を図8に示す。多方向位置合わせは、まず第2カメラと第4カメラで得た点群データを基準となる第1カメラの点群と統合し、次に第3カメラと第5カメラで得た点群データを統合することで、全身点群データを構築する。各カメラの点群データは5色で色分けており、測定点がどのカメラによって得られたかを容易に判別できる。この全身点群データの中から操作者が目視で特徴点を描出し、測定項目を算出する。算出値の例を図9に示す。

測定項目を骨盤計と牛体測定器で測定した実測値と、体重を計量台で測定した実測値の相関図を図10、本システムによる測定値との比較を図11、12に示す。比較の結果、体高、十字部高など鉛直方向の長さの割合差は、+5%程度であり、精度よく測定できることが分かった。これは深度カメラ自体の測定誤差数%によるものと考えられる。水平方向の長さである体長は、-10%の割合差で測定できることが分かった。

寸法差の要因の1つは、肩位置の選択ミスが考えられる。実測時には手の感覚を基に肩位置を確認できるが、本システムにおける点群表示の目視だけでは肩位置を正確に指定することは困難である。

要因の2つ目は、子牛の臀部がカメラの画角から外れる場合が多く、臀部周辺の点群データが不足し、正確な最後端点を選択できないことである。そのため、全体的に体長は実測値よりも短く測定される傾向があったと考えられる。また、胸幅と腹幅は最大で30%の割合差が生じた。この主要因として考えられるのは、長くカールした牛の冬毛の影響である。体尺計では毛を押さえながら測定できるため表皮間の距離を測定可能であるが、本システムでは深度カメラが冬毛表面をとらえてしまうため、実測よりも大きく測定される傾向があると考えられる。

以上の結果から、ある程度の割合差は存在するが、要因を加味すれば高い精度で寸法測定ができるため、少人数かつ短時間で寸法測定できる本システムは非常に有用であるといえる。

#### 4 まとめ

非接触で牛体を測定するシステムを開発し、実際の子牛に適用した結果、牛体測定器を用いた従

来の方法では少なくとも4名以上の作業人数であったのに対し、少人数かつ短時間で高精度な体型測定が可能となった。今後は、機械学習を用いることで、本システムの測定値に加え、測定時期、雌雄の情報等を考慮できる高精度な非接触体重推定システムを開発する予定である。

#### 参考文献

- 1) 野 英二 監修. ”牛体測定 “. 酪農ジャーナル 電子版 酪農 PLUS+ . 2018-04-27. <https://rp.rakuno.ac.jp/archives/knowledge/188.html> , (参照 2020-5-11).
- 2) 富士平工業株式会社 畜産機器 総合カタログダウンロード(PDF版) 14.測定・登録機器 [https://www.fujihira.co.jp/seihin/chk/all\\_catalog/Split/14%20Measuring%20identification%20instruments%20167\\_176.pdf](https://www.fujihira.co.jp/seihin/chk/all_catalog/Split/14%20Measuring%20identification%20instruments%20167_176.pdf) (参照 2023-4-6).
- 3) 岩田和大ほか. 非接触牛体測定システムの開発と子牛の測定. 岡山県工業技術センター報告. 2022, 48, p.43-45.



図6 実測の様子と使用した牛体測定器具<sup>2)</sup>

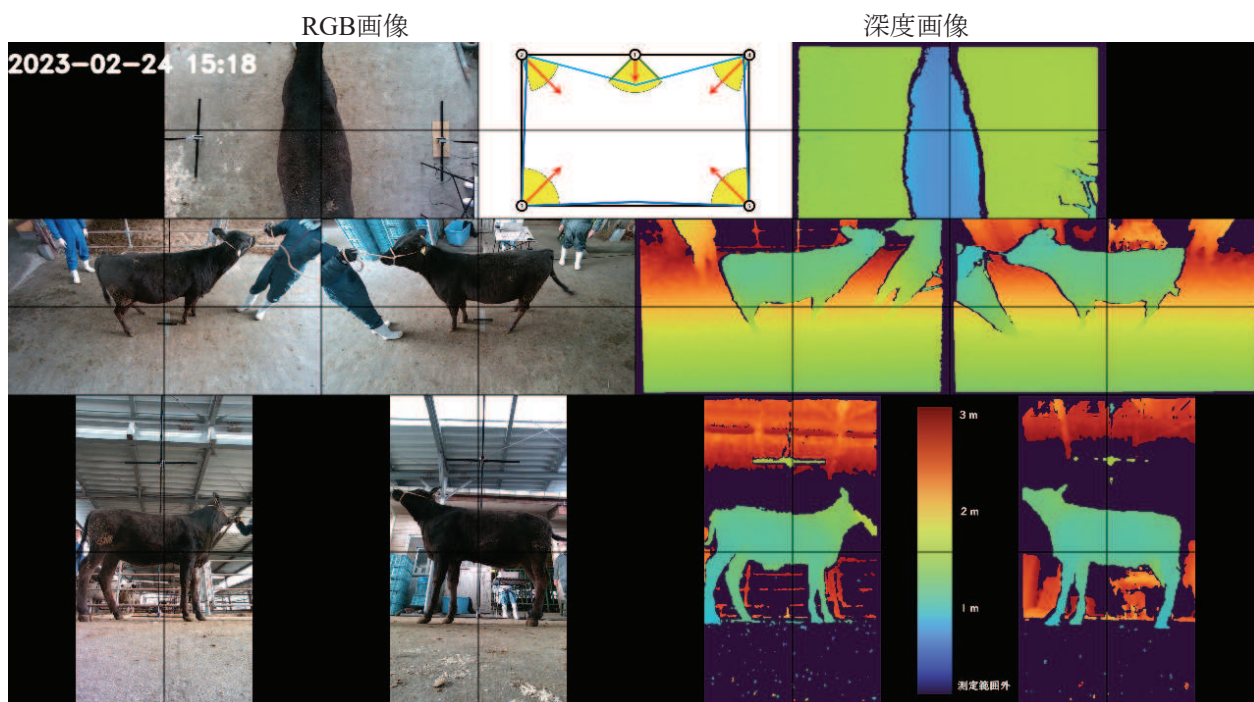


図7 子牛における取得画像 (左: RGB画像、右: 深度画像)

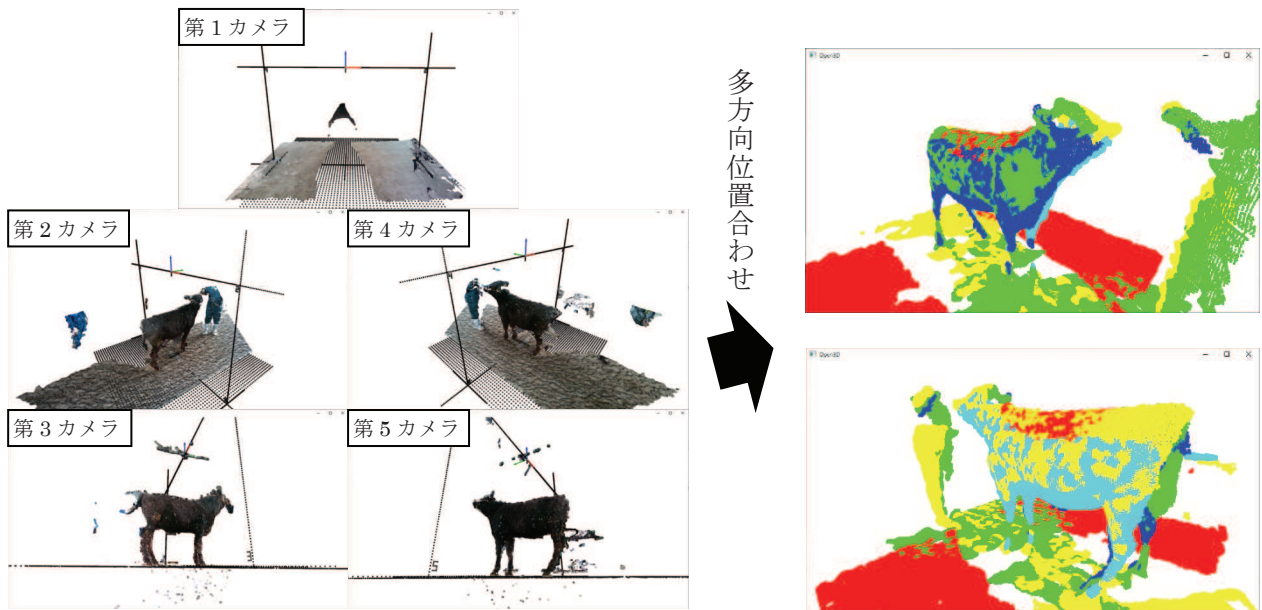


図8 各深度カメラで得た点群データと、それらを統合した全身点群データ

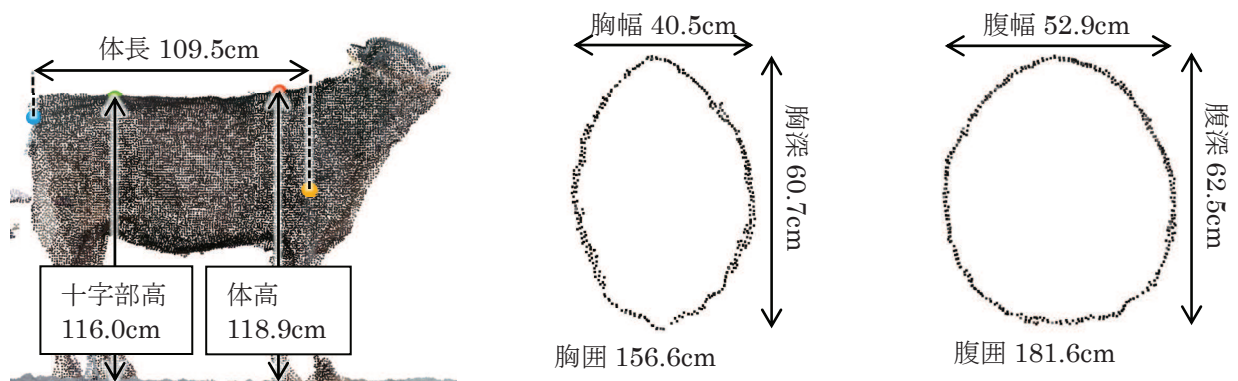


図9 全身点群から得られた測定項目寸法と胸・腹断面の例

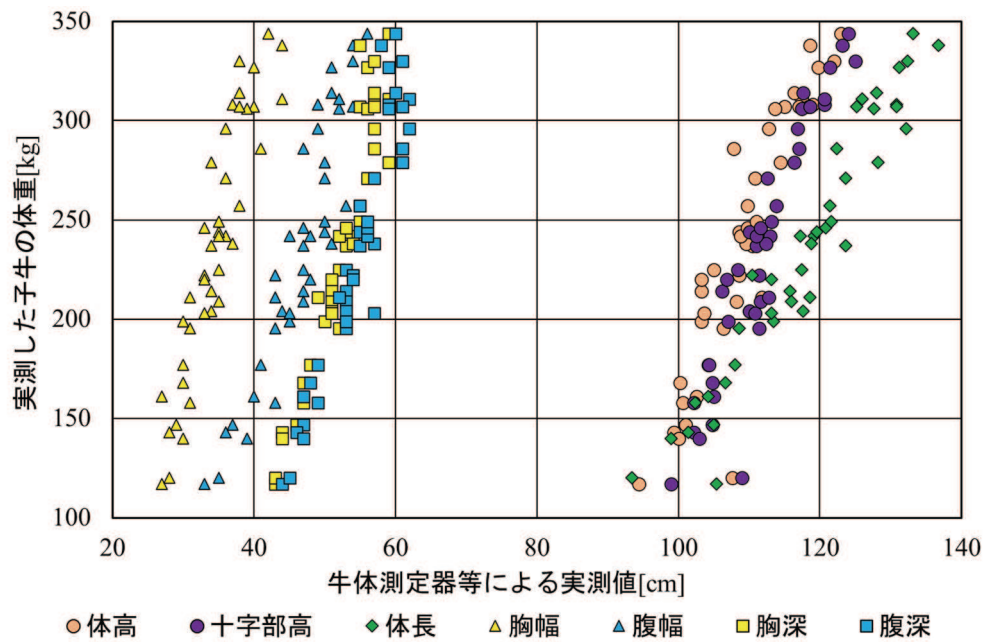


図10 子牛の体重と牛体測定器等による実測値の相関図

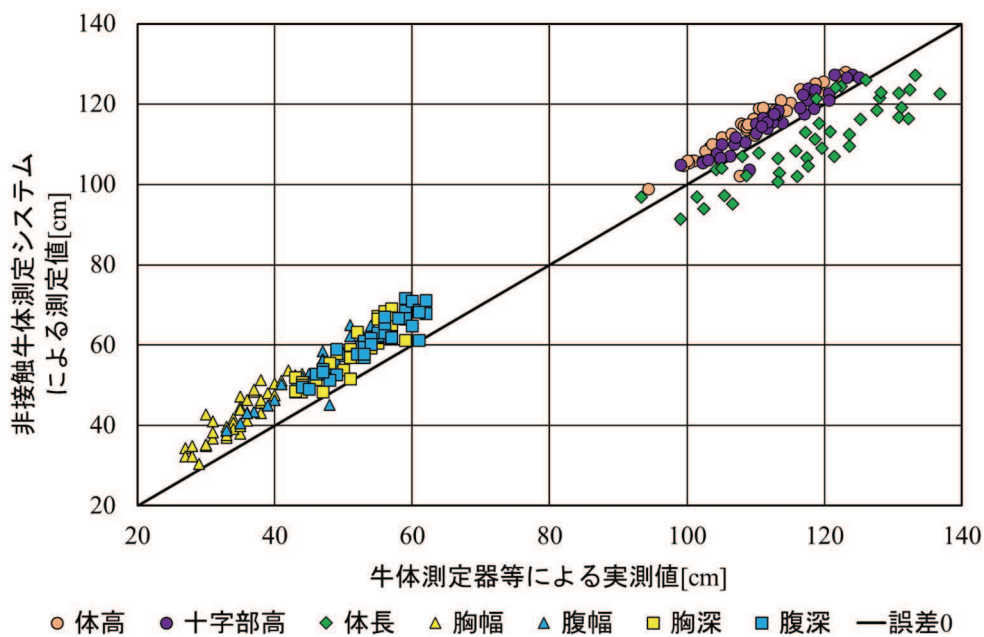


図11 牛体測定器等による実測値と非接触牛体測定システムによる測定値との比較

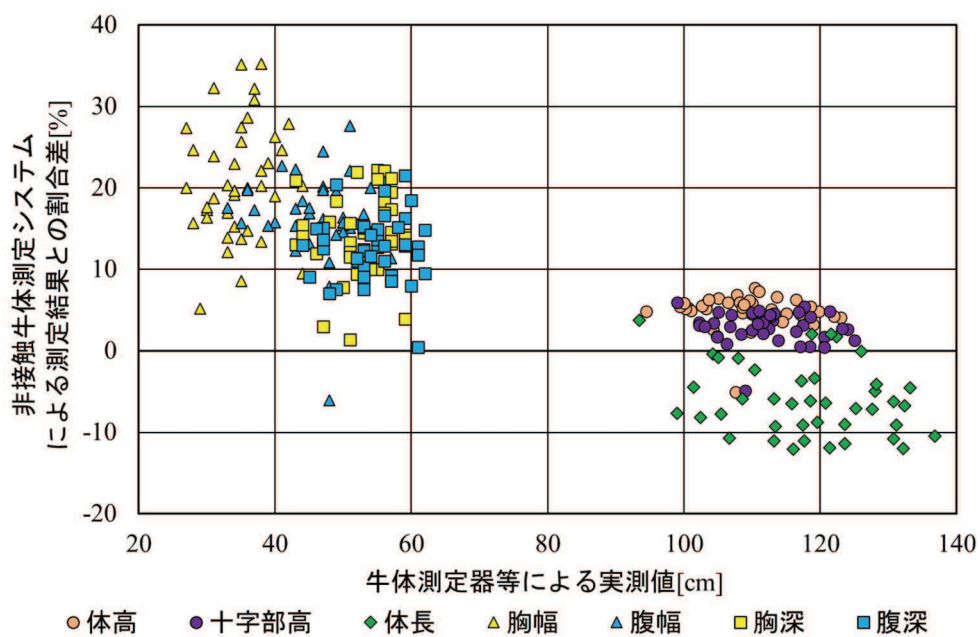


図12 牛体測定器等による実測値を基準とした非接触牛体測定システムによる測定値との割合差



# 技術資料



# タンニン酸添加によるポリビニルアルコールの不溶化

## Insolubilization of polyvinyl alcohol solution by addition of tannic acid

國藤 勝士・浦上 博之\*

Katsushi KUNITOU, Hiroyuki URAKAMI

キーワード タンニン酸／ポリビニルアルコール／不溶化／精練／染色  
KEY WORDS Tannic acid／Polyvinyl alcohol／Insolubilization／Scouring／Dyeing

### 1 はじめに

織物の製造工程においては、製織時の糸切れを防止するため、経糸にはサイジング剤としてデンプン、ポリビニルアルコール(PVA)、ワックスなどの添加剤が付与されている。これらの添加剤は染色工程の前に除去しておく必要がある。染色工程の前に行うサイジング剤除去工程は精練と呼ばれ、精練で使用した水は一般的な工程では排水として処理される。

本研究においてサステナブル染色の一手法として、精練後の水をそのまま染色工程に利用する方法を試みている。多くの染料では染色可能であるものの、一部の染料において、薬液が凝集する問題が生じていた。その問題解決のため、排水成分等の調査を行っていた過程で、タンニン酸とPVA溶液を混合すると白濁(不溶化)する現象を見いだした。このことから、サイジング剤に含まれるPVAとタンニン酸の凝集が示唆された。

そこで本稿ではPVAとタンニン酸の不溶化現象を解明するため、温度、時間の影響を検討し、反応速度との関係について考察した結果を報告する。

### 2 実験方法

#### 2.1 試料

タンニン酸は関東化学(株)製試薬、PVAは和光純薬工業(株)製試薬(重合度約1500)を使用した。

#### 2.2 実験条件

0.5% PVA溶液50 mLを各温度に調整した後、5%タンニン酸溶液1 mL(50 mg・0.05%相当)を添加した。所定時間経過後、(株)島津製作所製の紫外可視分光光度計UV3600を使用して、660 nmの吸光度を測定し、不溶化(白濁)度合いの指標として定量した。

また、不溶化は時間経過とともに増加したこ

とから、一次反応速度式(1)から導いた速度定数 $k$ を求めた。

$$\ln(Ax/A_{24}) = -kt \quad \dots (1)$$

$k$ : 速度定数 ( $\text{min}^{-1}$ )

$t$ : 処理時間 (min)

$Ax$ : 各時間の吸光度

$A_{24}$ : 80°C24時間処理後の吸光度

### 3 結果と考察

図1に60°C PVA溶液に各濃度のタンニン酸添加直後の吸光度を示す。測定波長(660 nm)はJIS K 0101(工業用水試験方法)9.2透過光濁度試験に準じて決定した。また、タンニン酸を添加すると直ちに白濁したため、添加約20秒後の測定値を示した。測定の結果、タンニン酸濃度の増加に伴って、比例的に吸光度も増加することが確認された。タンニン酸とPVAとの相互作用によりPVAが不溶化したと推察される。高分子のPVAと低分子のタンニン酸(組成式

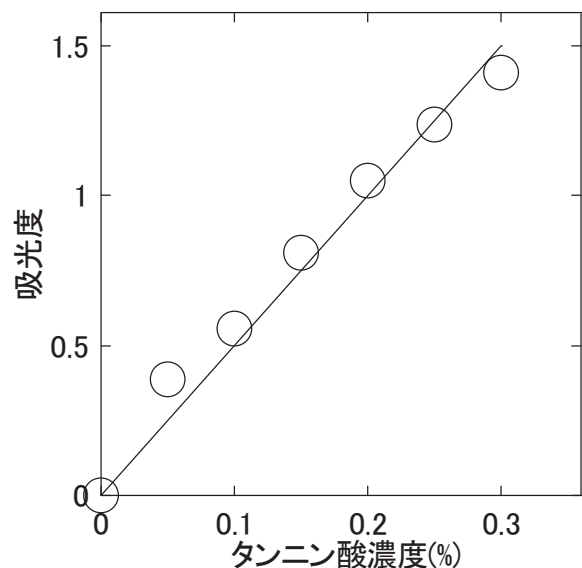


図1 タンニン酸濃度の影響

\* (株)浦上染料店



C<sub>76</sub>H<sub>52</sub>O<sub>46</sub> (分子量 1701.19)との組み合わせであることから、濃度増加による沈殿(吸光度低下)が懸念されたが、0.05~0.3%の範囲では沈殿は認められず、比例関係は保たれることが分かった。

図2に時間経過に伴う吸光度変化を示す。いずれの温度においてもタンニン酸添加直後に不溶化が確認された。また吸光度は時間の経過とともに増加した。また吸光度増加量は温度上昇に伴って増加した。PVAの不溶化は温度と時間とに相関があることが示唆された。

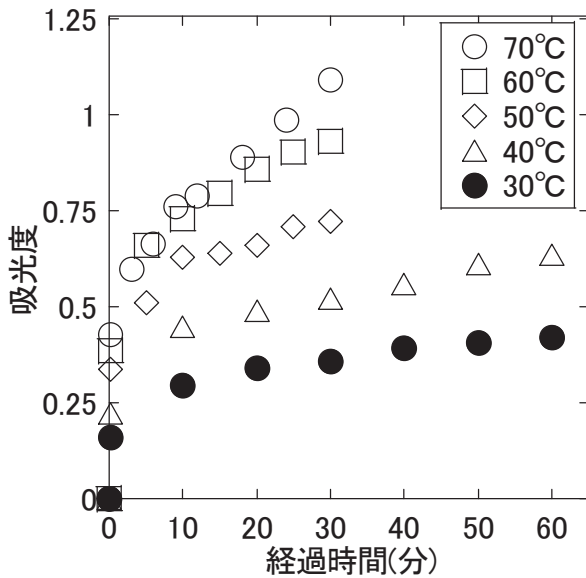


図2 経過時間による吸光度変化

表1に式(1)より求めた各温度における一次反応速度定数  $k$  を示す。反応速度を求めるためには吸光度の最大値が必要となる。本研究では、80°C 24 時間処理した試料の吸光度 ( $A_{24} = 3.01$ ) を最大値として解析した。その結果、すべての温度について、PVAの不溶化は式(1)に示した一次反応速度に従うことが確認され、速度定数  $k$  は温度上昇に伴って増加することが分かった。

| 温度(°C) | $k$ (min <sup>-1</sup> ) × 10 <sup>3</sup> |
|--------|--|
| 30     | 5.43                                       |
| 40     | 7.03                                       |
| 50     | 12.30                                      |
| 60     | 13.84                                      |
| 70     | 21.30                                      |

図3に不溶化反応の温度依存性をアレニウスプロットにて解析した結果を示す。アレニウス式はスヴァンテ・アレニウスが提案した、ある温度における化学反応速度を予測する式であり、アレニウス式に従う反応であれば、縦軸  $\ln k$ 、横軸  $1/T$  でプロットして直線関係を得ることができる。

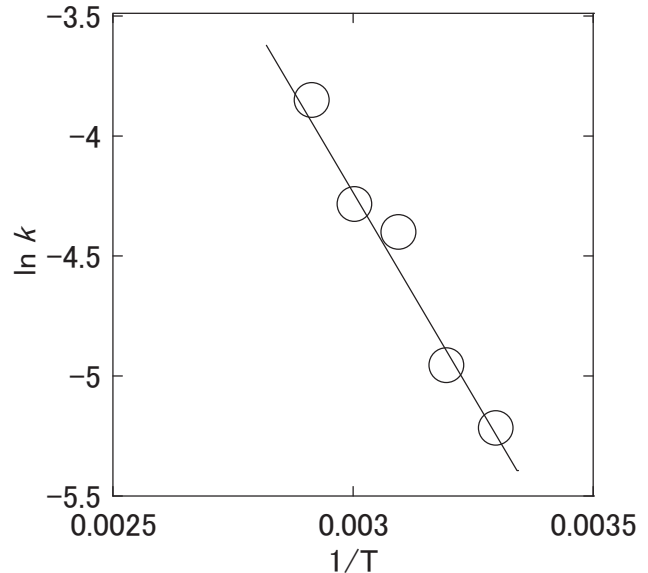


図3 不溶化反応の温度依存性

解析の結果、本反応はアレニウス式に従う直線関係であることが分かった。このことより、PVAの不溶化は、温度依存性を有する反応であることが示された。

#### 4 まとめ

吸光度測定の結果、PVAとタンニン酸が凝集して不溶化(白濁化)することを確認した。また、タンニン酸濃度、処理温度、時間について検討して以下の結果を得た。

- ・タンニン酸 0.05~0.3%の範囲では添加濃度と吸光度は比例関係を示した。
- ・温度上昇に伴って、吸光度は増加した。またいずれの温度においても時間経過とともに吸光度は増加した。
- ・吸光度増加は一次反応速度式に従った。
- ・反応速度はアレニウス式に従うことが確認された。

# アイロン掛け条件が ストレッチデニム生地の引張り特性に及ぼす影響

Effects of ironing conditions on tensile properties of stretch denim fabrics

松本 侑子

Yuko MATSUMOTO

キーワード ストレッチデニム生地 / KES / 引張り特性 / アイロン掛け

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

## 1 はじめに

衣服の外観維持のために、アイロン掛けは家庭においても一般的に行われる手段である。その条件については、回復不可能な損傷を起こさない最も厳しい処理に関する情報が製品に直接またはラベルで示されている<sup>1)</sup>。表示するアイロン掛け条件の選定に必要な性能は、主に寸法変化率及び染色堅ろう度(変退色・汚染)であり、適切なアイロン底面の上限温度も、主に上記2つの評価結果をもとに示されている。

ストレッチジーンズのデニム生地には、経糸に綿糸、緯糸にポリウレタンを数%含んだカバーリング糸を用いることが多い。この緯糸のポリウレタンがストレッチデニム生地の伸縮性を担う因子のひとつである。しかし、ポリウレタンは、水や熱により、その性質が変化することが知られていることから<sup>2)</sup>、ストレッチジーンズにおいては、アイロン掛けを行う際に、寸法変化率や染色堅ろう度などの外観に加えて、物理特性への影響にも注意が必要である。

そこで、本研究では、一般家庭で行う衣服管理を想定し、家庭用アイロンを用いたアイロン掛けがストレッチデニム生地の物理特性に及ぼす影響を明らかにすることを目的に、設定温度およびスチームの有無が生地の引張り特性に及ぼす影響について基礎的な検討をおこなった。家庭でのアイロン掛けにより生じた特性変化は、消費者の感覚によって評価されることから、繊維の風合い評価に一般的に用いられている Kawabata Evaluation System (KES) を用いて引張り特性を評価した<sup>3)</sup>。また、ポリウレタンは、ストレッチデニムの緯糸に含まれることから、緯糸方向の引張り特性について調査した。

## 2 実験方法

試料はストレッチデニム生地(綿95%、ポリウレタン5%、10 oz、整理加工あり)を使用した。長さ方向が緯糸方向になるように、長さ15 cm×幅20 cmの生地を採取した。

アイロン掛けには、約1.5 kg/214 cm<sup>2</sup>の家庭用ス

チームアイロン(パナソニック製、NI-U700)を用いた。温度は、低(カタログ値:約85~120°C)、中(同:約140~160°C)、および高(同:約180~200°C)に設定し、1往復約3秒間かけて、アイロンを図1のように引張り方向(緯糸方向)に対して手動で平行移動(約10 cm/s)することにより、試料のおもて面に3往復のアイロン掛けを行った。スチームの有無については、アイロンに約300 mLの水を給水し、約1.8 kg/214 cm<sup>2</sup>のアイロンを用いて、温度条件は高、スチームありの設定で同様に試料のおもて面を3往復した。

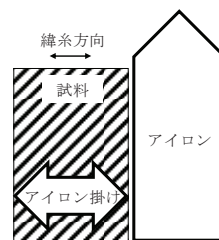


図1 アイロン掛けのイメージ

引張り特性は、引張りせん断試験機(カトーテック株式会社製、KES-FB1-A)を用いて標準条件(引張り速度:0.2 mm/s、試料幅:20 cm、最大引張り力:500 gf/cm、つかみ間隔:5 cm)で測定した(n=1)。一定速度で試料の長さ方向に最大引張り力まで伸張し、その後同速度で回復したときの引張り力*F*と伸び率 $\varepsilon$ の関係から、引張りの直線性*LT*、引張りエネルギー*WT*、引張りレジリエンス*RT*、および最大引張り力500 gf/cmまでの伸び率 $\varepsilon_{500}$ を得た。それぞれの算出式<sup>3)</sup>を以下に示す。

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

*LT*: 引張りの直線性  
*WT*: 引張りエネルギー  
*RT*: 引張りレジリエンス  
 $\varepsilon$  (%): 伸び率、 $\varepsilon_m$  (%):  $\varepsilon$ の最大値  
*F* (gf/cm): 単位幅あたりの引張り力  
*F<sub>m</sub>* (gf/cm): *F*の最大値

一般的に、 $LT$ が小さいほど布は初期に伸び柔らかく、 $WT$ が大きいほど布は良く伸びる場合が多く、 $RT$ が大きいほど布の回復性が高いことが知られている<sup>3)</sup>。

アイロン掛けおよび引張り特性の評価は20°C、65%RHの環境で行った。なお、評価は試料を測定環境に24時間以上静置した後、実施した。

### 3 結果と考察

#### 3.1 設定温度の影響

図2に設定温度を変えてアイロン掛けした試料の引張り力 $F$ と伸び率 $\varepsilon$ の関係を示す。全ての条件でアイロン掛けなしの結果とグラフがほぼ一致した。表1に図2の関係から得られた $LT$ 、 $WT$ 、 $RT$ 、および $\varepsilon_{500}$ を示す。設定温度に関わらず全ての値はアイロン掛けなしの結果と同様であった。このことから、3往復のアイロン掛けでは、設定温度による引張り特性への影響は小さいと考えられた。

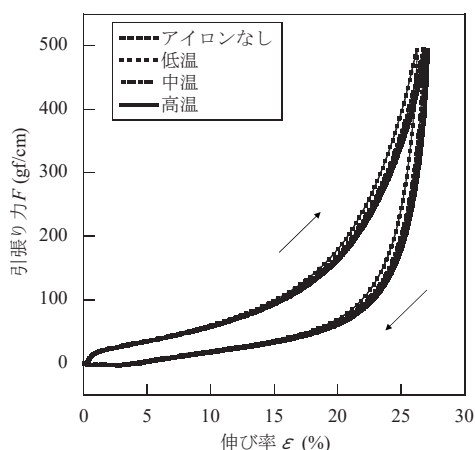


図2 設定温度による引張り力と伸び率の関係

表1 各温度でアイロン掛けした試料の引張り特性

|        | $LT$ (-) | $WT$<br>(gf·cm/cm <sup>2</sup> ) | $RT$ (%) | $\varepsilon_{500}$ (%) |
|--------|----------|----------------------------------|----------|-------------------------|
| アイロンなし | 0.515    | 34.3                             | 48.2     | 26.9                    |
| 低温     | 0.513    | 33.3                             | 47.6     | 26.2                    |
| 中温     | 0.512    | 34.0                             | 47.5     | 26.8                    |
| 高温     | 0.513    | 34.4                             | 47.0     | 27.1                    |

#### 3.2 高温スチームの影響

図3に高温スチームアイロン掛けをした試料の引張り力 $F$ と伸び率 $\varepsilon$ の関係、表2に図3から得られた各種特性値を示す。 $F$ 毎に $\varepsilon$ を比較すると、50 gf/cm程度までは、 $\varepsilon$ の増加の仕方はほぼ一致していたが、 $F$ が大きくなるに従い高温スチームありのほうが $\varepsilon$ は大きくなった。表2より、高温スチームアイロン掛けによって、 $LT$ がやや低下し、 $\varepsilon_{500}$ と $WT$ は大きくなった。また、 $RT$ も僅かに低下した。これらの結果より、引張り力が小さい時の特性はアイロン掛けなしと変わらないが、引張り力が大きくなる

と、高温スチームアイロン掛けをした生地のほうが伸張しやすく、伸び率も大きくなることがわかった。 $LT$ が低下したことも、このことが影響したと考えられる。また、 $RT$ の結果より、回復性はやや低下したことがわかった。図2の結果で、同じ温度条件でもスチームなしでは引張り特性に影響が見られなかったことを考慮すると、ストレッチデニム生地へのアイロン掛けは、熱だけでは、生地特性に影響を与えるほどの負荷にはなりにくい、そこにスチームによる水の影響が付与されると、生地が伸びやすく変化すると考えられる。

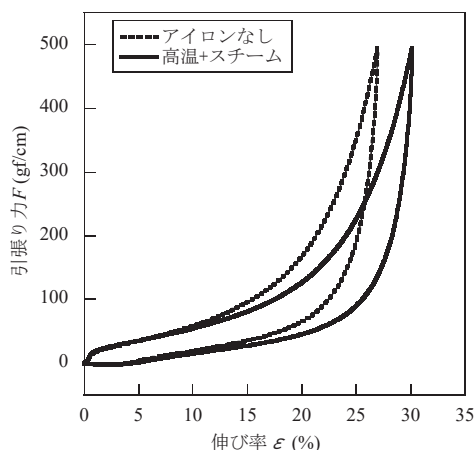


図3 高温スチームアイロン掛けによる引張り力と伸び率の関係

表2 高温スチームアイロン掛けした試料の引張り特性

|         | $LT$ (-) | $WT$<br>(gf·cm/cm <sup>2</sup> ) | $RT$ (%) | $\varepsilon_{500}$ (%) |
|---------|----------|----------------------------------|----------|-------------------------|
| アイロンなし  | 0.515    | 34.3                             | 48.2     | 26.9                    |
| 高温+スチーム | 0.509    | 38.0                             | 45.3     | 30.1                    |

### 4 まとめ

家庭用アイロンを用いてストレッチデニム生地のおもて面にアイロン掛けを行い、アイロンの設定温度およびスチームの有無が生地の引張り特性に及ぼす影響を検討した。その結果、スチームなしの場合では、設定温度は引張り特性に大きな影響を与えないことが示唆された。一方、スチームありの場合では、スチームなしの同温度の処理の場合と比較して、生地が伸びやすくなる傾向があることがわかった。

#### 参考文献

- 1) JIS L0001:2014. 繊維製品の取扱いに関する表示記号及びその表示方法.
- 2) 秋葉光雄. ポリウレタンの劣化と安定化. 日本接着学会誌. 2004, 40(6), p.241-252.
- 3) テキスタイル科学研究会. KES 特性値 (パラメータ) を用いるテキスタイルの風合い・外観・快適性客観評価式. 一般社団法人 日本繊維機械学会, 2015, p.3.

# 白色度の異なる麴の走査電子顕微鏡観察

Observation of *koji* having different whiteness using scanning electrochemical microscopy

谷野 有佳・竹内 赴登・伊藤 一成・三宅 剛史

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

キーワード 麴 / 破精込み / 白色度 / 走査電子顕微鏡

KEY WORDS *Koji* / *Haze-komi* / Whiteness / Scanning electron microscope

## 1 はじめに

清酒製造において、麴は酵母の発酵に必要な栄養素を供給する役割を担っていることから、麴の品質は酒質に大きな影響を与える。一般的に麴の品質評価では、麴の酵素力価の測定と「破精」の観察が行われる。酵素力価の測定では、糖化酵素やタンパク質分解酵素の力価を測定することで、目的とする酒質の麴に合った酵素量やその適切な酵素バランスを有しているか確認することができる。しかしながら、酵素力価の測定は、結果が得られるまでに時間を要する上、製造現場で全ての試料を測定することは非現実的である。そのため、製造現場では、リアルタイムに肉眼で確認できる「破精」の観察が麴の品質評価として多用されている。麴菌が蒸米に増殖し、菌糸と米の崩壊によって光が乱反射するために白く見える部分を破精という。そして米表面における麴菌の増殖を「破精回り」、米内部における増殖を「破精込み」と呼ぶ。これら破精の状態が酵素生産やそのバランスに影響を与えることが認識されており<sup>1)</sup>、杜氏は製麴中の品温経過に加えて、破精の状態をリアルタイムに目視で確認しながら、目的の酒質の麴になるように適切な品温や水分の管理を行っている。

これまでに我々はデジタルマイクロスコープを用いた破精の客観的な評価法を確立している<sup>2)</sup>。この方法では、麴の破精部分の白色度（範囲：0-65,535）に閾値を設定し、麴粒ごとの破精部分（白色度が閾値以上となる領域）の割合を算出することで、これまで難しかった集団としての破精の数値化を可能にした。我々は、この方法を用いて麴表面の観察を行う過程で、肉眼では同じ白色に見えても、白色度が異なる麴が存在することを見出した<sup>3)</sup>。吉井らは肉眼では同じ白色に見えても、菌糸や米組織、消化の状態に差がみられることがあることを報告している<sup>4)</sup>。そこで、我々が見出した白色度の異なる麴粒についても走査電子顕微鏡（SEM）を用いて、菌糸、米組織、消化の状態を観察した。

## 2 実験方法

麴粒の観察には、前報<sup>3)</sup>において、デジタルマイクロスコープで観察した麴粒を用いた。麴粒内で白色度55,000以上の部分がない麴粒を白色度の低

い麴粒、白色度55,000以上の部分がある麴粒を白色度の高い麴粒とした。さらに、各麴粒を低真空SEM（S-3400N; 日立ハイテクノロジー）により、全て同一の条件（加速電圧:15 kV、圧力: 30 Pa、クールステージ: -10°C）で観察した。

## 3 結果と考察

白色度の低い麴粒を図1、白色度の高い麴粒を図2に示す。

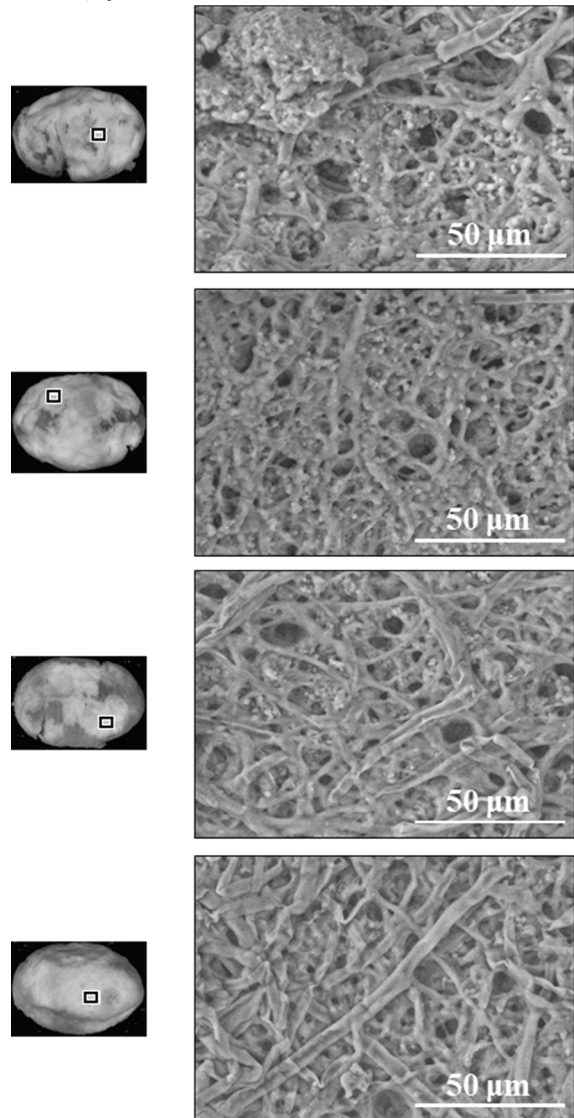


図1 白色度の低い麴粒表面のSEM観察像

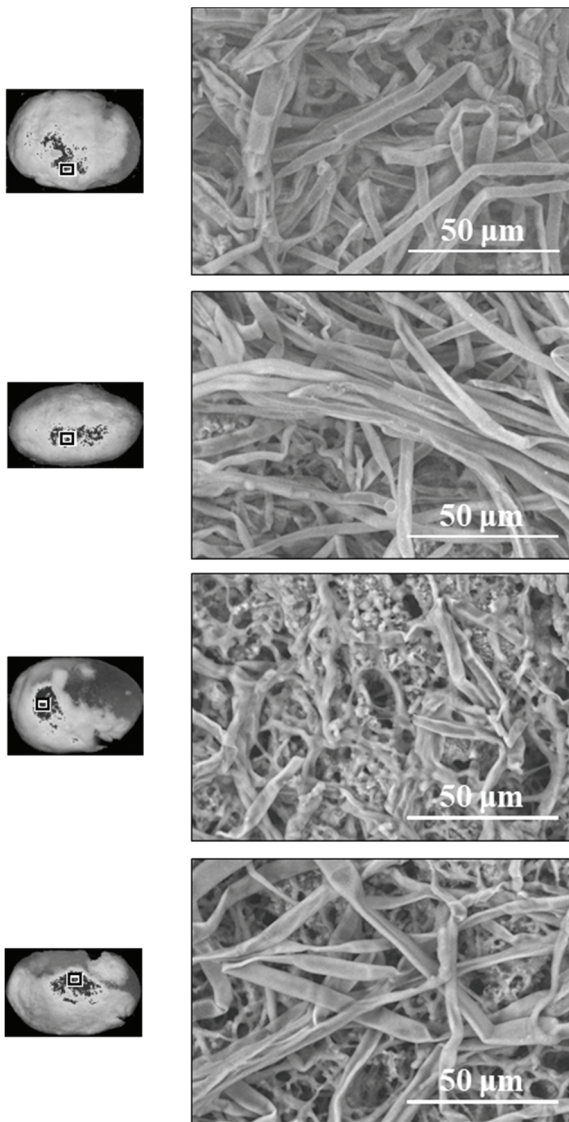


図2 白色度の高い麴粒表面のSEM観察像

図1、2の左に麴粒のデジタルマイクロスコープ画像（白色度55,000以上の部分を濃灰色で色づけ）、図1、2の右に麴粒中の黒枠内を観察した低真空SEM画像を示した。白色度の低い麴粒では、白色度55,000以上の部分は見られないため、麴粒内で最も白色度が高い部分を観察した。

いずれの麴粒でも、破精の部分において、麴菌の菌糸が麴表面をしっかりと覆っている様子が観察された。菌糸の太さに着目すると、白色度の低い麴粒では菌糸が全体的に細く、それら菌糸同士が絡み合っていた。一方、白色度の高い麴粒では菌糸が太くなっている傾向が観察された。米の消化残渣を比較すると、白色度の低い麴粒では、各麴粒で差はあるものの、米の消化残渣が多く見られ、麴表面の間隙は小さかった。白色度の高い麴粒では、米の消化残渣が少なく、米組織の崩壊がより進んでいると考えられ、麴表面の間隙が大きくなっていた。白色度の高い麴粒は、菌糸の太さや米組織の崩壊に多少のばらつきはあるものの、いずれの麴粒でも麴表面の間隙は、白色度の低い

麴粒に比べて大きかった。これらのことが、光の乱反射を促進し、白色度が高い要因となると考えられる。

今回の観察から、麴表面の白色度は菌糸の太さや米の消化と関連があることが確認された。菌糸が太いことと米の消化が進むことの因果関係は、有無も含めて現段階では不明であるが、こうした菌糸の3次元的な構造の違いも白色度に影響していると考えている。

#### 4 まとめ

我々は、前報において肉眼では同じ白色に見える破精部分でも、白色度に違いがあることを見出した。今回、白色度の異なる麴粒を低真空SEMにより観察し、白色度が異なると、菌糸の太さや、麴表面の米組織の崩壊の様子が異なることを示した。

麴表面の菌糸が太く、米の消化が進んでおり、内部でしっかりとした菌糸叢がみられる麴は、破精込みが良いことが報告されている<sup>4)</sup>。そのため、今後は白色度と破精込みの関係を検討していく予定である。

#### 参考文献

- 1) 柳内敏靖ほか. 製麴における種もやしの差異. 日本醸造協会誌. 1993, 88 (7), p.559-564.
- 2) Ito, K. et al. Quantitative evaluation of haze formation of *koji* and progression of internal haze by drying of *koji* during *koji* making. J. Biosci. Bioeng., 2017, 124 (1), p.62-70.
- 3) 谷野有佳ほか. 麴の破精部分における白色度の違い. 岡山県工業技術センター報告. 2022, 48, p.11-12.
- 4) 吉井美華ほか. 走査電子顕微鏡による麴の観察. 日本醸造協会誌. 2001, 96 (12), p.806-813.

# アユ産卵場整備における遠隔モニタリングシステムの検討

## Study of remote monitoring system in artificial spawning area for Ayu

松岡 大樹・山下 泰司\*

Hiroki MATSUOKA, Yasushi YAMASHITA

キーワード DX / 遠隔モニタリング / アユ / ラズベリーパイ

KEY WORDS Digital Transformation / Remote monitoring / *Plecoglossus altivelis* / Raspberry Pi

### 1 はじめに

アユは重要な水産資源であるが、全国的に漁獲高が減少しており、岡山県でも平成10年以前より漁獲高が1/5ほどに減少している<sup>1)</sup>。そのため資源の回復を図るための取り組みとして産卵場の整備が行われており、産卵面積の拡大がふ化仔魚の増大に繋がることが確認されている<sup>2)</sup>。現在、水中カメラによるアユの出現状況調査により産卵状況を確認しているが、現地でのカメラの設置やデータ回収作業に時間を要する点が課題となっていた。

近年デジタル機器を活用して、働き方を変えていく取り組み（DX化）が様々な分野で始まっている。この取り組みはオフィスや工場などの閉鎖環境から、野外などの一次産業分野まで広がり始めている<sup>3,4)</sup>。そのためDX化技術をうまく活用すれば、前述の課題を解決できると考えられるが、これらの機器は、通常、数百万円～1,000万円程度するため、一次産業分野でのDX化の取り組みはハードルが高い。近年、市販のデジタル機器は性能が向上しているため、これらの機器を組み合わせ、遠隔地でもアユの出現状況調査を行うことが出来るシステムを構築すれば、低コストで現地での作業量を減少出来ると考えられる。

本研究では、市販のデジタル機器を組み合わせで作製したシステム本体（画像の録画・動画変換・送信・電源供給）を防水ボックスに収納し、水中カメラと接続したシステムを試作し、産卵場に出現するアユの動画の遠隔地へのセミリアルタイム送信を試みた。送信された動画からアユの群れが確認出来たこと、システム本体への浸水がなく、約一ヶ月間の実環境での使用できたことから、本システムの一定程度の有効性を確認したので報告する。

### 2 システムの試作

試作したシステムの構成を図1に示す。画像の撮影、処理、送信にはRaspberry Pi 4B (Raspberry Pi Foundation) を使用した。電源は市販のポータブル電源 (Anker, Powerhouse 200) を使い、12Vシガーソケット出力を電源管理モジュール (メカトラックス, Slee-pi3) に供給した。通信には、LTEルーター (キャセイトライテック, CTL-006) とプリペイド

SIM (b-mobile、NTT Docomo回線) を使用した。水中カメラは、Picamera V2 (Raspberry Pi Foundation) をステンレス製の防水ケースに納め構成した。カメラを除くシステム本体はABS樹脂製防水ケース (タカチ電気工業, BCAP304018T, 400×300×180 mm) に納めた。システムと水中カメラは、カメラ長距離伝送モジュール (ザインエレクトロニクス, THSER101) を用いて、LANケーブルにより接続した。

魚影を撮影しデータを送信するプログラムは、Python3.7を用いて作成した。写真撮影および動画変換にはOpenCVを使用した。写真 (解像度800×600, JPEG) を2秒間隔で撮影し、300枚撮影完了後タイムラプス動画 (解像度640×480, 30 fps, mp4) に変換する。その後、動画ファイルを電子メールに添付し送信した。

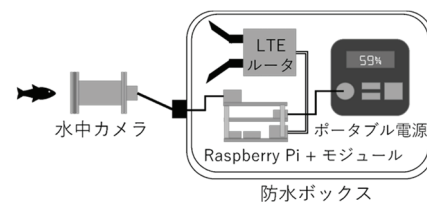


図1 試作したシステムの構成

### 3 フィールド試験

試作したシステムの有効性を検証するため、アユ産卵場整備現場 (旭川下流域、岡山市中区西川原付近) でフィールド試験を行った。図2にシステム設置の概要とその様子を示す。旭川下流域は潮の満ち引きの影響を受け1m以上水深が変化するため、満潮時でも浸水しない川の中州に打ち込んだ鋼管杭に装置本体を固定し、ケーブルを15m延長してカメラを水中に固定した。

試験は産卵場整備の日程に合わせて、令和4年10月18日から11月27日までの40日間とした。この期間アユの出現が見込まれる正午から、日没により撮影が出来なくなる17:00まで、システムを稼働させた。40日間の試験期間中、バッテリー消耗による10日間の無稼働期間とソフトウェアバグ修正のため6日間の停止期間があったため、全期間中の完全稼働日数は24日間であった。

\*岡山県農林水産総合センター水産研究所

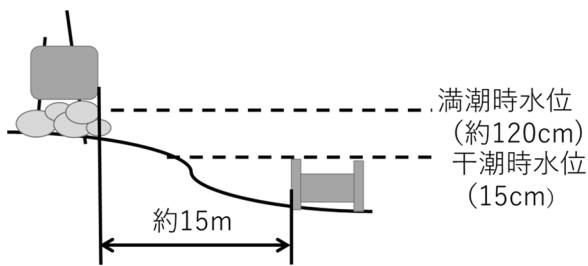


図2 システム設置の概略図と設置の様子

#### 4 結果

図3に遠隔地（岡山県工業技術センター、岡山県農林水産総合センター水産研究所、旭川南部漁業協同組合）に送信されたタイムラプス動画から切り出したアユの魚影を示す。撮影開始から2週間後の10月29日に、初めてアユの魚影撮影に成功し、その後は断続的にアユの魚影を確認した。

システムを一日につき5時間30分稼働－18時間30分待機のサイクルで運用した時のバッテリー寿命は3日間（72時間）であった。従って、試験期間中、3日～4日毎に現地におもむきバッテリー交換（10回）を行う必要があったものの、現地での毎日のカメラの設置とデータ回収作業と比べると明らかに作業量は減少した。

試験期間中、満潮と降雨により川が増水したものの、システム本体への浸水や水中カメラの損傷は認められず、また、ソフトウェアの深刻な障害も発生しなかった。これらのことから、今回試作したシステムが、40日間という短い期間ではあるが、実環境中でも有効に作動することが確認された。

図4に試験終了直後の水中カメラの外観を示す。本体は藻で覆われているが、防水の破れや本体の破損はなく、健全な状態を保っていることが確認された。しかし、これらの藻がカメラのレンズを覆った場合は撮影が困難になることが予想されるため、より長時間の連続モニタリングを実施する場合にはこれらの対策が必要と考えられる。

今回の研究では、市販のデバイスを組み併せて作製したシステムと水中カメラを併せて使用し、遠隔地でアユの出現を確認できるシステムを開発した。本システムを活用することで、現地での毎日

の作業から3～4日毎のバッテリー交換となり省力化出来た。また本システムを活用することでコストが1/10～1/100程度に削減されるため、一次産業分野でDX化を進めやすくなると考えられた。

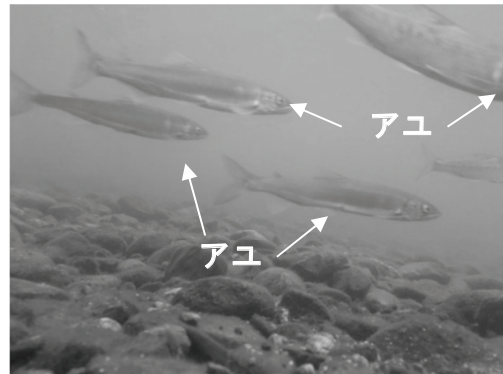


図3 撮影されたアユの画像（10/30撮影）



図4 試験終了直後の水中カメラの外観

#### 5 まとめ

DX化による一次産業での省力化の取り組みのモデルとして、アユの出現状況調査の遠隔モニタリングシステムを構築し、このシステムの有用性をアユ産卵場整備現場におけるフィールド試験により確認した。本システムはバッテリーを内蔵しており、野外の様々な場所で活用できる。本システムを活用することで一次産業分野でも、低導入コストで、遠隔モニタリングによる迅速な結果の確認と省力化とが達成できると考えられる。今回得られた知見を今後のDX支援機器の開発に活用していきたい。

#### 謝辞

本研究は岡山県農林水産総合センター令和4年度外部知見活用型・産学官連携研究事業にて行われました。フィールド試験の場を提供いただいた、旭川南部漁業協同組合に感謝申し上げます。

#### 参考文献

- 1) 岡山県. 岡山県水産振興プラン 2022. 2022, p.13.
- 2) 岡山県農林水産総合センター水産研究所. アユの産卵場造成マニュアル. 2022, p.8.
- 3) 南 雄也ほか. IoT 技術を用いたスマート漁業実現への取り組み. システム/制御/情報, 2021, 65(1), p.7-12.
- 4) 手塚尚明ほか. 撮影手法を用いたノリ・アオノリ養殖場における食害種の出現記録. 日本水産学会誌. 2023, 89(1), p.34-48.

# マグネシウム合金上の陽極酸化皮膜に対する前処理が 染料の染色性に与える影響

Effect of pretreatment on dyeability for anodizing film on magnesium alloy

岡野 航佑・水戸岡 豊・藤原 浩市\*・渡辺 浩介\*・打越 素夫\*\*・高垣 英幸\*\*\*

Kousuke OKANO, Yutaka MITOOKA, Kouichi FUJIWARA, Kousuke WATANABE,  
Motoo UCHIKOSHI and Hideyuki TAKAGAKI

キーワード マグネシウム合金 / 陽極酸化皮膜の前処理 / 陽極酸化皮膜の剥離 / アニオン系染料 / テープはく離試験

KEY WORDS Magnesium alloy / Pretreatment for anodizing film / Peeling of anodizing film / Anionic dye / Tape peeling test

## 1 はじめに

金属材料表面には、反射率の低減および意匠性の付与を目的に黒色化処理が行われる。陽極酸化処理を施したアルミニウム（アルマイト）は、染色処理による多彩なカラーリングが可能な材料として知られている。アルマイト皮膜の表面には直径約10 nmの細孔が均一に存在しており、黒色化処理に使用する金属錯塩アゾ染料はこの孔に拡散・浸透し、イオン結合や酸析によって定着する。

近年、軽量化材料として有望なマグネシウム合金は意匠性を要する電子機器フレームへの応用が進んでおり<sup>2)</sup>、その表面を染色する技術の確立が求められている。しかし、マグネシウム合金上の陽極酸化皮膜は金属錯塩アゾ染料を用いた染色が困難なため、染色性（染まりやすさ）の向上を目指した前処理や他種の染料の検討が進められている。

著者らは、希硝酸による前処理およびアニオン系染料を用いた染色処理により、マグネシウム合金上の陽極酸化皮膜の黒色化に成功した<sup>3)</sup>。しかし、染色した陽極酸化皮膜表面は、テープはく離試験により剥がれ退色することが実用上の課題となっていた。

そこで、本研究では、マグネシウム合金上の陽極酸化皮膜について染色可能かつテープはく離しない表面へ改質する新たな前処理法について検討した。

## 2 実験方法

供試材は、AZ91Dマグネシウム合金板（50×25×2 mm）にリン酸塩陽極酸化処理を行ったものとした。前処理として、0.5分間または15分間酸性水溶液への浸漬処理を行った（以降、0.5 min 材および15 min 材）。

染色処理にはアニオン系染料（(株)日本化学工業所 製）を用い、これを攪拌溶解しアルカリ性に調整した水溶液を染浴とした。各試料は30 °Cの染浴

へ15分間浸漬した後、温水ですすぎ風乾した（以降、染色品）。

染色品の陽極酸化皮膜の密着性は、JIS H8504のテープはく離試験を参考に行い、目視観察にて評価した。試験前後の色彩の変化は、分光測色計（コニカルミノルタ(株)製 CM-3600）を用いて測定し、L\*a\*b\*表色系において明度を表すL\*値で評価した。明暗の指標であるL\*値は、0に近いほど黒色であり完全拡散反射の白色では100となる。染色の程度は、A5052アルミニウム合金板にアルマイト処理を行い、黒色染料にて染色処理した試料（以降、黒色アルミ）のL\*値と比較により確認した。

皮膜の深さ方向の断面における染料の分布は、電界放出型電子プローブマイクロアナライザー（日本電子(株)製 JXA-iHP200FL 以降、FE-EPMA）で観察した。断面試料作製には、クロスセクションポリッシャー（日本電子(株)製 IB-09020CP）を用いた。

## 3 結果と考察

図1は、前処理した供試材における染色処理後の外観写真である。0.5 min 材の表面は、わずかに染色された灰白色（L\*値 57.8）で、15 min 材の表面は黒色（L\*値 20.1）であった。一方、写真では示していないが、前処理後の供試材のL\*値は73.9

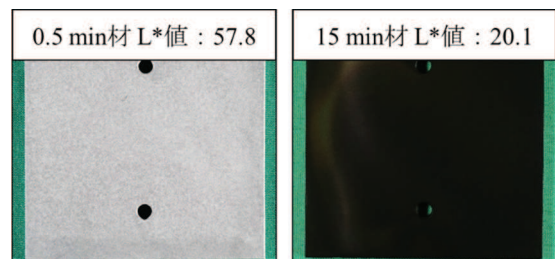


図1 染色処理後の外観写真

\* 堀金属表面処理工業(株) \*\* 日化(株) \*\*\* (株)日本化学工業所



であり、0.5 分間または 15 分間の前処理による色調変化は目視では確認出来なかった。この結果から、0.5 分間と 15 分間の前処理は皮膜に染色性を付与し、その効果は前処理時間に依存することがわかった。また、黒色アルミの L\*値は 20.6 であり、15 min 材の L\*値はこれと同等であった。このことから、15 分間の前処理により、皮膜表面へ実用上十分な染色性を付与できると考えられる。

図 2 にテープはく離試験後の 15 min 材とテープの外観写真を示す。図 2(a)の白線の囲み部はテープを貼った領域に対応している。図 2(a)の退色は目視により確認できず、テープ側への付着物も見られなかった。試験前後の L\*値はそれぞれ 20.1 および 20.7 と大きな差は認められなかった。これらの結果から、染色可能かつテープはく離しない表面を形成できたと考えている。

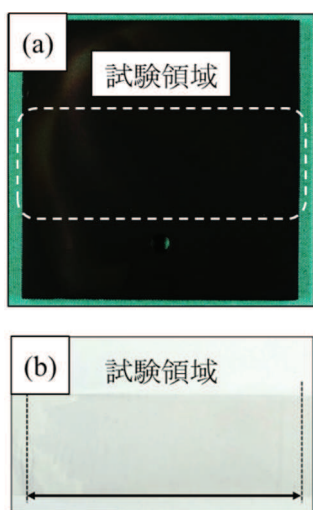


図 2 テープはく離試験後の試料とテープの外観写真  
(a) 15 min 材 (b) 試験後のテープ表面

図 3 に 15 min 材の断面を FE-EPMA により観察した反射電子像と元素マップを示す。図 3(a)は陽極酸化皮膜の最表面における反射電子像であり、各

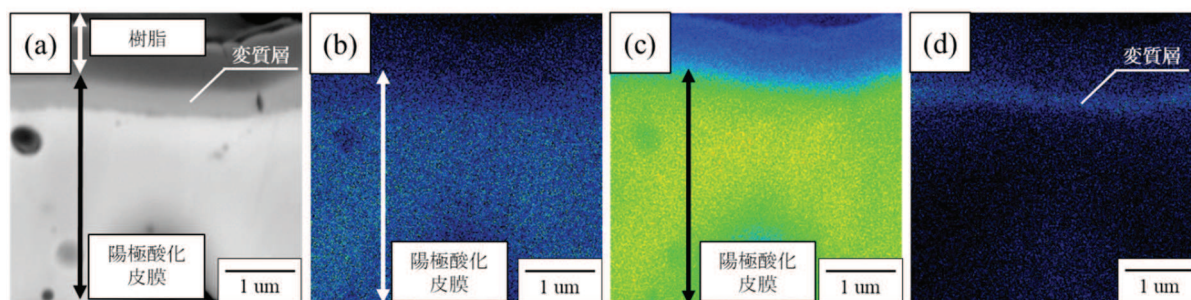


図 3 15 min 材の断面を FE-EPMA により観察した反射電子像と元素マップ  
(a) 反射電子像 (b) 酸素 (c) マグネシウム (d) 硫黄

元素マップと対応する。この図から、最表面には内部の陽極酸化皮膜と輝度が異なる幅約 0.4  $\mu\text{m}$  の領域が存在することが確認された（以下、変質層）。

図 3(b)、(c)および(d)はそれぞれ酸素、マグネシウムおよび硫黄の元素マップである。酸素およびマグネシウムの分布は陽極酸化皮膜に対応する(図 3(b)、(c))。また、アニオン系染料の化学構造には硫黄が含まれるため、その分布は染料の染着箇所を示している(図 3(d))。図 3(b)および(c)より、変質層には酸素とマグネシウムが分布していることから、この変質層は陽極酸化皮膜の一部と考えられる。さらに図 3(d)より、変質層は硫黄の分布と一致するため、染料は陽極酸化皮膜に形成された変質層内に存在すると見られる。ここでは省略するが、前処理のみ行った供試材について同様の分析をおこなったところ、反射電子像から陽極酸化皮膜の最表面に変質層の形成が確認されたものの、硫黄は確認されなかった。以上のことから、アニオン系染料は前処理により形成された変質層に浸透し染着していると考えられた。

#### 4 まとめ

本研究では、マグネシウム合金上の陽極酸化皮膜に、酸性水溶液を用いた新たな前処理を行うことで、アニオン系染料で染色可能になること、染着された陽極酸化皮膜はテープはく離試験にて退色しないことを確認した。このマグネシウム合金の染色後の L\*値は黒色アルミと同程度であることから実用上十分な染色性が付与されたと考えられる。変質層の耐食性やその構造には未解明な点が多く、これらについては今後の検討課題としたい。

#### 参考文献

- 1) 原健二. アルミニウムの染色と耐光性. 表面技術. 2010, 61(11), p.743-746.
- 2) 日野実. マグネシウム合金の表面処理. 表面技術. 2020, 71(3), p.205-211.
- 3) 岡野航佑, ほか. 反応染料を用いた Mg 合金陽極酸化皮膜の染色. 第 23 回関西表面技術フォーラム要項集. 2020, p.17-18.

# 切削工具の異常検出と寿命予測に関する研究

## Research of failure detection and life prediction in cutting tool

余田 裕之

Hiroyuki YODEN

キーワード 主分力 / 工具摩耗 / 異常検出 / 寿命予測 / データサイエンス

KEY WORDS Principal force / Tool wear / Failure detection / Life prediction / Data science

### 1 はじめに

近年、加工現場へのIoT機器の普及に伴って、加工機に設置した各種センサから取得したデータが、機械の異常診断や不具合対策に活用されてきている<sup>1)</sup>。この技術は、切削工具の異常検出や寿命予測への適用が期待されているが、リアルタイム性が求められるため、実用化の難易度が非常に高い。

我々は以前よりリアルタイムで加工現象を見える化する技術に取り組んできた<sup>2)</sup>。例えば、加工力センサで取得した主分力に対して、尖度などの統計値やSTFT (Short-Time Fourier Transform) といった周波数解析を用いることによって、工具摩耗の把握と寿命の予測を行い、実際の測定値と比較することで、解析手法の精度を検証してきた。

本報告では、これらの手法とは異なる観点で加工現象を見える化するため、データサイエンスの手法の一つである、クラスタリングと機械学習 (k-means法およびk-近傍法) を用いて、工具の異常検出と、工具摩耗の把握による寿命予測について検討した。これらの検討の内、現象を明確に示した結果について報告を行う。

### 2 実験方法

図1にNC旋盤を用いた側面加工試験の模式図を示す。図に示すスローアウェイ工具先端にかかる加工力を工具ホルダに設置した加工力センサ (Kistler, 9129AA) にて、3成分 (主分力・背分力・送分力) に分けて取得し、主分力と背分力を評価対象とした。

次に、加工条件を表1に示す。本実験ではノンコート超硬工具を使用し、1パスの加工中に工具が急激に摩耗し、チッピングするような厳しい条件を選定した。これにより、加工開始から工具寿命に至るまでの加工力の変化を短時間で取得することが可能である。

本報告では機械学習法として、教師データなしのk-means法と、教師ありのk-近傍法を用いた<sup>3)</sup>。はじめに、加工実験で取得した主分力と背分力の分布に対し、k-means法を用いて、工具の摩耗状態をクラスタリングした。その後、工具寿命前後での状態を良好に区別できるか検討することで、工具の異常検出の可能性を確認した。

最後に、主分力に対して、k-近傍法を適用することによって、工具寿命のしきい値を検討し、予測を行った。

### 3 実験結果

図2に、加工開始から工具寿命に至るまでの主分力と背分力の変化を示す。図から、加工開始後、約18秒間は安定した加工状態 (定常加工) であるが、その後、チッピングにより、加工力が著しく変化して工具寿命に至る。図2 (a) より、主分力は加工開始直後が約250 N (平均値) であったのに対し、寿命直前では約350 N程度まで増加した。背分力も時間の経過とともに約100 N (平均値) まで増加した。一方、主分力のふれ (標準偏差) は定常加工の範囲内では大きな変化は見られなかったが、背分力は時間の経過とともにふれが大きくなることが分かった。これは工具が徐々に摩耗し、いわゆる切れ味が低下したためと思われる。

図3に、図2 (a) で示した主分力を横軸、図2 (b) で示した背分力を縦軸としたときの加工力の分布

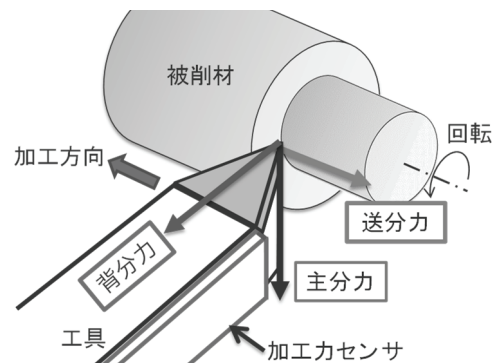


図1 旋削加工の模式図

表1 加工条件

| Material          | SKS93 (60~70x300mm) |
|-------------------|---------------------|
| Cutting Tool      | ノンコート超硬工具           |
| Cutting Speed     | 270 m/min.          |
| Feed Rate         | 0.25 mm/rev.        |
| Cutting Depth     | 0.5 mm              |
| Cutting Direction | Side Face Cutting   |

を示す。図において、主分力が200~400 Nで、背分力が0~250 Nが定常加工の領域である。一方、その右上の、主分力が400~700 N、背分力が250~600 Nの領域では、工具寿命後の状態である。定常加工の領域と比較して、分布が広がっているのは、びびりによって加工力のふれが増加したためである。このように、加工力の分布から、定常加工と工具寿命後の領域を識別可能である。

次に、定常加工と工具寿命後の領域を機械的に識別するため、k-means法を用いて境界の計算を行った。計算結果を図3に破線で示す。この破線より下であれば、未加工部は含まれるが、定常加工と言える。一方、破線より上であれば工具寿命後の異常状態となり、両者を識別できる。以上の結果から、加工条件が同じであれば、新たに加工を行い、その加工力の分布を図3上に逐次プロットし、破線より上になった瞬間に異常状態と判定し、工具交換を促すことができると考えられる。

ここまで異常検出について取り組んだが、以降は工具の寿命予測についてk-近傍法を用いた検討を行った。まず、図2 (a) に示すように、新品工具における初期の主分力データ3000個 (0.19秒分) を教師データ (基準) とした。次に、それ以降の主分力の教師データからのずれ量を正規化距離dとして計算した。

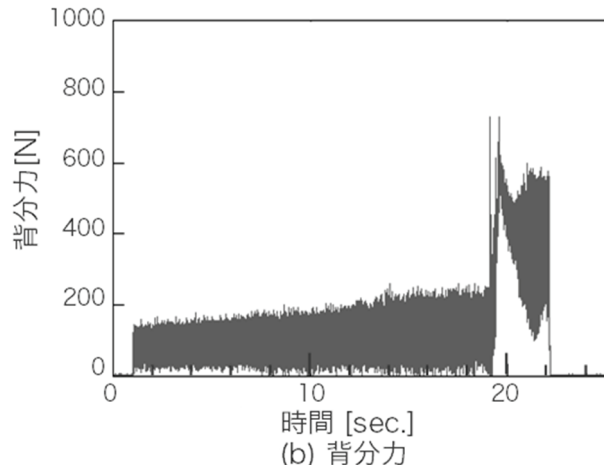
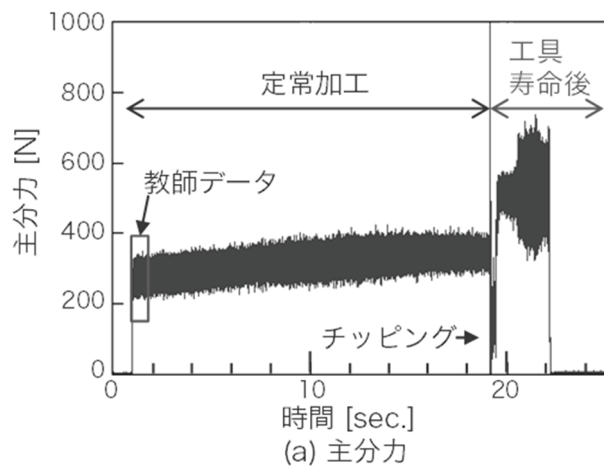


図2 主分力と背分力

図4に、主分力をk-近傍法で計算した結果を示す。図から、加工時間の経過とともに、正規化距離dが徐々に増加し、およそ0.2で工具寿命となり、これ以降は、びびりにより、dが急増することが分かった。そのため、新たに加工を行った場合、徐々に増加するdが、例えば0.18となった瞬間に加工を一旦停止し、工具を新品に交換することによって、効率的な加工を行うことが可能となる。

以上の結果から、k-近傍法による適切なしきい値設定によって、工具寿命の予測、さらには、交換時期の提案も可能と考えられる。

#### 4 まとめ

本報告では、工具の異常検出と寿命予測に活用するため、クラスタリングと2種類の機械学習について検討を行った。実験の結果、クラスタリングとk-means法は工具の異常検出に、k-近傍法は工具の寿命予測に対して有用であることを見いだした。今後、解析条件や未解析の背分力や送り分力についても検討し、高度化を目指す。

#### 参考文献

- 1) 石光俊介. 機械の研究. 72(2), 2020, p.115-120.
- 2) 余田裕之. 精密工学会誌. 89(1), 2023, p.58-59.
- 3) Peter Bruce 他. データサイエンスのための統計学入門. 第2版, オライリージャパン, 2020, p.248-259., p.310-319.

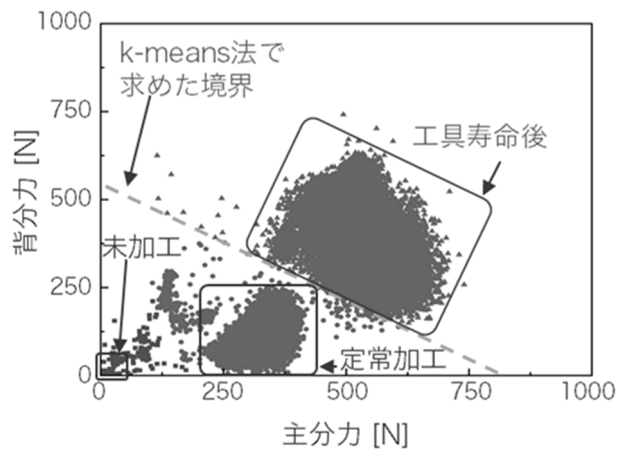


図3 加工力の分布とk-means法から求めた境界線

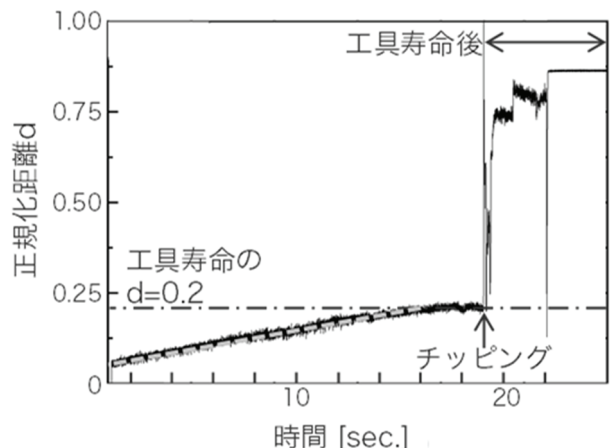


図4 k-近傍法による正規化距離の計算結果

# 正方形断面音響管による垂直入射吸音率測定

Normal-incidence sound absorption measurement in the case of using a square cross-section impedance tube

眞田 明・藤本 望夢

Akira SANADA and Nozomu FUJIMOTO

キーワード 垂直入射吸音率測定 / 8マイクロホン法 / インピーダンス測定管 / 縮退

KEY WORDS Normal-incidence sound absorption coefficient measurement / Eight-microphone method / Impedance measurement tube / Degeneracy

## 1 はじめに

吸音材料の垂直入射吸音率の測定には、JIS A1405-2に規定された2本のマイクロホンを用いる伝達関数法<sup>1)</sup> (以降、2マイクロホン法と呼ぶ) による装置が広く用いられている。ただし、この測定法は音響管内部に垂直進行平面波のみが存在する周波数帯域での測定を前提としており、高い周波数まで計測するには細い管を用いる必要がある。しかし、細い管を用いると試験体の管壁への取り付けの影響などのため、測定精度が低下する問題があった。このことから、我々は円形断面のインピーダンス測定管 (音響管) に対して、8本のマイクロホンを用いて高周波数まで計測可能な測定法 (以降、8マイクロホン法と呼ぶ) を提案した<sup>2)</sup>。

一方、近年、ヘルムホルツ共鳴や膜振動などを利用して特異な音響特性を得る吸音構造についての研究が盛んに行われている。これらの構造物の垂直入射吸音率の評価には、その周期性や開口率などを正確に考慮するために、正方形断面の音響管を用いる必要がある。例えば、格子状に孔が配列された多孔板の吸音率を測定する場合、円形断面音響管では、構造に合わせて試料をカットできないため、周辺部分が中央部分と異なる特性となり正確な評価とならない。

そこで本研究では、正方形断面の音響管に8マイクロホン法を適用し、高い周波数まで計測する手法の開発に取り組んだ。正方形断面の音響管においても、高周波数での吸音率の計測原理は円形断面音響管と同様である。ここでは、正方形断面の音響管の場合に生じる2つの音響モードの縮退<sup>3)</sup>の影響を考慮して、測定上限周波数について検討する。

## 2 理論

図1に、正方形断面の音響管に8マイクロホン法を適用した場合の模式図を示す。マイクロホンは、試験体から一定距離( $s$ )離れた2つの断面について4本ずつ用いられ、断面各辺の中央に設置されるとする。また、音源 (スピーカ) は試験体と反対の端面の中央に設置されている。

ここで、正方形断面の音響管を対象とする前に、より一般的な場合として矩形断面の音響管

について考える。このときの管断面方向の $(m, n)$ 次音響モードのモード関数 $\Psi_{mn}$ および固有振動数 $f_{c(m,n)}$ は次式で表すことができる。

$$\Psi_{mn}(x, y) = A_{mn} \cos \frac{m\pi}{a} x \cos \frac{n\pi}{b} y \quad (1)$$

$$f_{c(m,n)} = \frac{C}{2} \sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2} \quad (2)$$

ただし、 $A_{mn}$ は定数、 $a, b$ はそれぞれ矩形断面の長辺および短辺の長さ、 $C$ は音速を表す。 $(m, n)$ 次モードは、固有振動数より高い周波数で伝搬可能となる。垂直入射吸音率を測定するには、斜め進行波に相当する高次モードを除去して、 $(0, 0)$ モード (垂直進行平面波) の成分のみを計測する必要がある。

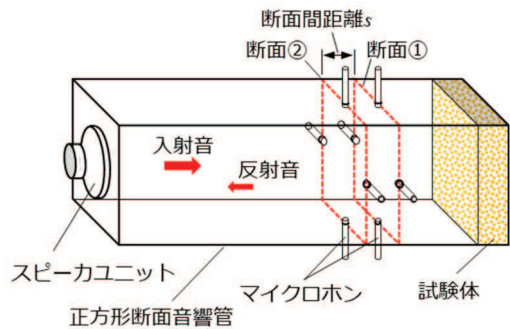


図1 正方形断面音響管による8マイクロホン法垂直入射吸音率測定の概要

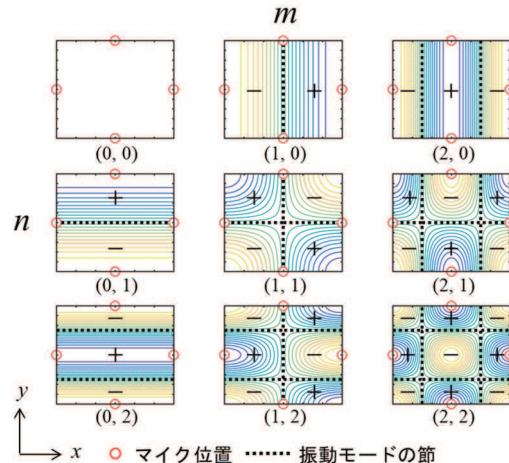


図2 矩形断面音響管の音響モード

図2に、矩形音響管のモード関数の形状を表す。図中の丸印はマイクロホン位置である。8マイクロホン法では、一つの断面の4点に設置したマイクロホンの信号を足し合わせる処理を行う。これにより、高次モードの影響がキャンセルされ、垂直進行平面波の成分のみを抽出できる<sup>2)</sup>。矩形断面の音響管の場合、図2のモード形状から、(1, 0), (0, 1), (1, 1), (2, 0), (0, 2), (2, 1), (1, 2)モードがキャンセルされる。

次に、正方形断面の音響管について考える。正方形断面音響管の場合、例えば、(2, 0)と(0, 2)モードのように2つのモードの固有振動数が同一となる(縮退する)場合がある。この場合、モード関数は一意に決定できず、任意定数 $\gamma$ を含んだ次式のように記述できる<sup>3)</sup>。

$$\Psi_{mn} = A_{mn} \left( \cos \gamma \cos \frac{m\pi}{a} x \cos \frac{n\pi}{a} y + \sin \gamma \cos \frac{n\pi}{a} x \cos \frac{m\pi}{a} y \right) \quad (3)$$

$\gamma$ の値を変えた場合の(2, 0)モードのモード関数を図3に示す。音源が図1に示すように管断面の中央に設置される場合、 $\gamma = \pi/4$ の場合のようなモードがその固有振動数付近で大きく励振される。この時、わずかに音響管やマイクロホン配置に非対称性があると、節の位置がずれ、4つのマイクロホンの信号を足し合わせても(2, 0)モードの影響がキャンセルされない。実際の音響管においても完全な対称性を実現するのは難しいことから、(2, 0)モードの影響が残り、垂直進行平面波のみの抽出

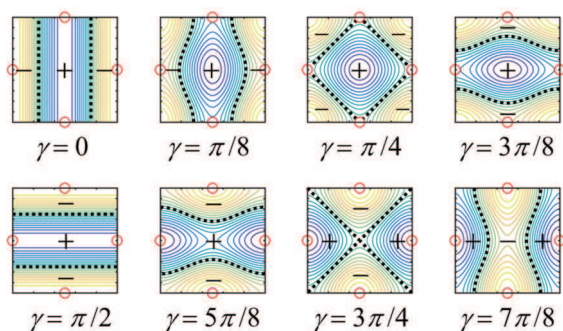


図3 縮退した場合の(2, 0)モード

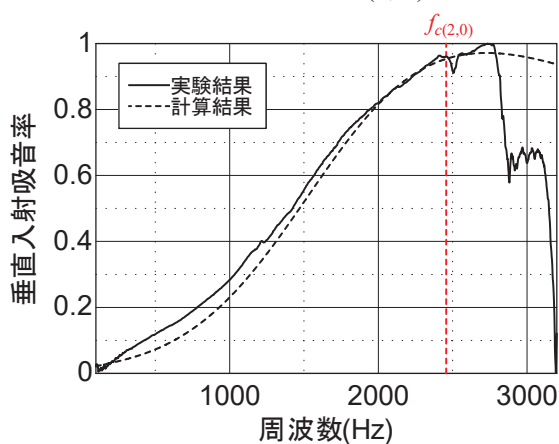


図4 実験結果および計算結果

が困難となる。このことから、正方形断面の音響管に8マイクロホン法を適用する場合、(2, 0)モードの固有振動数  $f_c = C/a$  が測定上限周波数となると考えられる。なお、(1, 0), (0, 1), (1, 1)モードは中央に節があることから音源によって大きく励振されず、問題とならない。

### 3 実験および計算

正方形断面音響管を用いた8マイクロホン法の測定上限周波数について確認するため、垂直入射吸音率測定を行った。実験では、内寸が141 mm × 141 mmの正方形断面音響管を製作した。管断面形状やマイクロホン配置以外の構成は参考文献<sup>2)</sup>と同様である。内寸から決定される測定上限周波数は、2マイクロホン法では、(1, 0)モードの固有振動数より1228 Hz、8マイクロホン法の場合は2457 Hzである。厚さ20 mmの吸音ウレタンフォームについての測定結果を図4に示す。ここでは比較のため、実測した材料の流れ抵抗などのビオパラメータから伝達マトリクス法により計算した結果も示す。計算結果は、無限サイズの材料の場合に相当する。

実験結果は、約2500 Hzまで計算結果によく一致しており、理論的な測定上限周波数まで計測できていることが分かる。以上の結果から、正方形断面音響管を用いた8マイクロホン法では、測定上限周波数が(2, 0)モードの固有振動数によって決まることを確認した。

### 4 おわりに

正方形断面音響管に8マイクロホン法を適用した場合の垂直入射吸音率の測定上限周波数を明らかにした。正方形断面音響管の場合、縮退した(2, 0)モードと(0, 2)モードが音源により大きく励振されるため、(2, 0)モードの固有振動数が測定上限周波数となることを示した。この結果、従来の2マイクロホン法の2倍の測定上限周波数まで計測可能であることが明らかになった。本研究では均一な多孔質吸音材料を対象としたが、共鳴や膜振動による吸音など、ビオパラメータによる予測が困難な対象においても高周波数まで吸音特性の実測が可能である。これにより、本測定手法は高性能吸音構造の開発などで有用と考えられる。

マイクロホンの設置位置や音源などを最適化することで、より高い周波数まで計測できる可能性があり、今後検討する予定である。

#### 参考文献

- 1) JIS A1405-2:2007. 音響管による吸音率及びインピーダンスの測定—第2部：伝達関数法。
- 2) Sanada, A. et al. Extension of frequency range of the eight-microphone method in normal-incidence sound absorption coefficient measurement in impedance tube using four or eight microphones. *Acoust. Sci. & Tech.* 2018, 39(5), p.335-342.
- 3) 近藤恭平. 振動論. 培風館, 1993, p.202.

# 振動試験実施時における多重監視の適用

## Application of multiple monitoring on vibration test

辻 善夫・中田 泰史\*

Yoshio TSUJI, Yasushi NAKADA

キーワード 振動試験 / 異常検出  
KEY WORDS Vibration test / Anomaly detection

### 1 はじめに

製品の振動耐久性は、振動試験機を用いて使用環境を模した振動を供試体に加え、評価を行う場合が多い。試験時間の短縮のため、実使用より大きな加速度条件や、供試体の固有振動数（共振条件）で試験を行う場合もある。この場合、供試体は激しく振動して大騒音を発生し、作業環境が悪化するケースが多く、供試体近傍に待機して供試体の外観変化や発生の異常を監視することは困難である。

試験中に供試体が破損する等の不具合が発生した場合、試験を中断して供試体の補強等の対策を施し、早期に再試験を行うことが望まれる。また、不具合を見逃して加振を継続した場合、供試体や治具の飛散、振動試験機への接触等の恐れがある。そのため、最近では振動試験機の制御器にセンサ信号を監視する機能を備えているものもある。

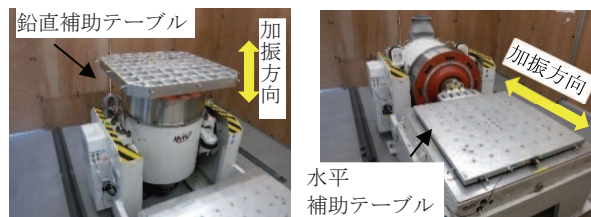
本研究では、試験中における供試体の加速度信号に加え、供試体の歪みも監視する振動試験の多重監視について検討した。以下にその内容を報告する。

### 2 実験システム

#### 2.1 振動試験機

図1に使用した振動試験機(IMV(株)製、J230)の外観を示す。図中の補助テーブルに治具を介して供試体を固定する。水平補助テーブルへの供試体方向を90 deg変えて固定することにより、供試体の前後方向および左右方向に加振することができる。

振動試験機の制御器(IMV(株)製 K2)には加速度信号の他、他のセンサからの電圧信号を入力することが可能である。振動試験機制御用加速度ピックアップはテーブルを目標加速度で加振するためのフィードバック信号として使用しており、供試体が激しく共振してステージ加速度を目標値に制御することが困難な場合に、振動試験機を自動停止するためにも用いる。この場合、加速度ピックアップの値と目標加速度との偏差が閾値(メーカー初期値は目標値の± 6 dB)を超えると、振動試験機を停止する。一方、供試体が損傷した場合にも、振動試験機を自動停止する必要があるが、損傷が



(a)鉛直加振時 (b)水平加振時

図1 振動試験機

局所な場合、前記機能では自動停止しない場合もある。損傷によって供試体の機械強度が変化した場合、特定箇所の加速度や応力が変化するため、これらの箇所に加速度ピックアップや歪みゲージを設置して監視することにより、供試体に生じる変化に応じて振動試験機を停止させることが可能となる。

#### 2.2 供試体

図2に本研究で用いた供試体およびセンサの配置図を示す。供試体は曲げを有する異径金属パイプが連結した形状をなしており、片端を長尺治具にボルト固定し、他端をゴム製部品を介して治具に固定した。パイプの中間部付近を金属プレートに溶接し、プレートを治具にボルト固定した。

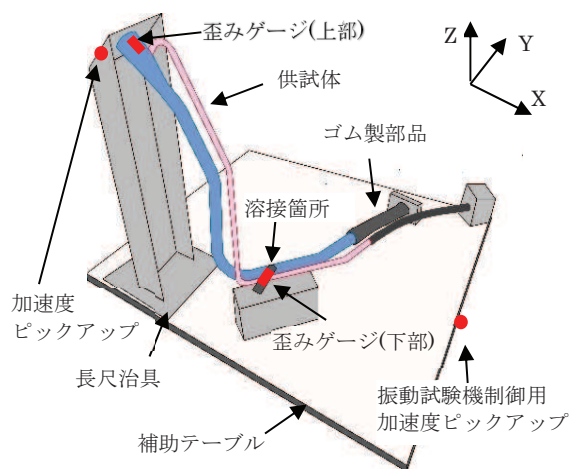


図2 供試体およびセンサの配置図

\* (株)アステア

供試体の構造および固定方法から、損傷発生時に変化が現れ易いと考えられる、長尺治具上部に加速度センサ(ブリュエル・ケアー製、4393)を設置した。設置の容易さから、X方向加振時には加速度ピックアップの感度軸を加振方向に対して45 deg程度傾けて設置しており、実際の加速度より約3割小さく計測される。Y方向加振時には、加速度ピックアップの感度軸の方向を調整し加振方向と一致させたため、加速度ピックアップ設置箇所の加速度を計測可能である。また、供試体の上部固定端付近と溶接箇所付近に1軸歪みゲージ((株)共和電業製、KFG-1-120-C1-11L1M2R)を貼り付け、動歪みアンプ((株)共和電業製、DPM-913B)を介して制御器に入力した。

センサ設置箇所の振動特性は加振周波数や加振方向によって異なるため、加振方向におけるセンサ値の初期値は異なる。このため、各加振方向に1 min程度加振した際に計測される加速度、歪み量を基準値とし、式(1)のように基準値から±6 dBの値を閾値とした。信号値が基準値の200%以上または50%以下に変動した場合、振動試験機が停止する。

$$dB値 = 20 \log \frac{\text{信号値}}{\text{基準値}} \quad (1)$$

なお、加振波形は加速度  $49 \text{ ms}^{-2}$ 、周波数20 Hzの正弦波とし、加振時間はXYZ各方向とも約27 hとした。

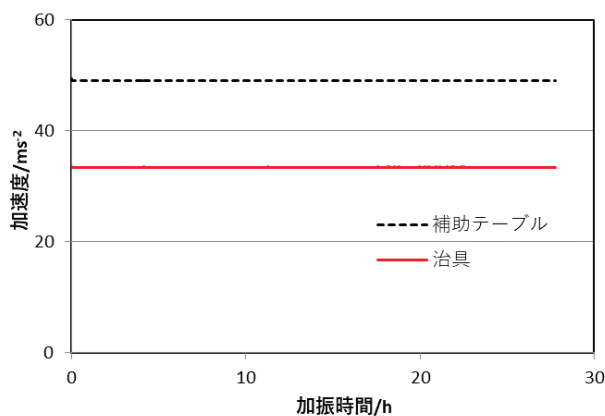
### 3 実験結果

図3にX方向加振時、図4にY方向加振時の補助テーブルと長尺治具上部の加速度実効値、および供試体の上部固定端付近の歪み(上部歪み)と溶接箇所付近の歪み(下部歪み)の実効値の経時変化を示す。X方向加振時は、加振時間の経過とともに下部歪みには34%程度変化が生じた。これは加振に伴う供試体の局所的な振動特性変化による影響と推測される。Y方向加振時は、監視信号に大きな変化は生じなかった。なお、Z方向加振時にも監視信号に大きな変化は生じなかった(表記省略)。

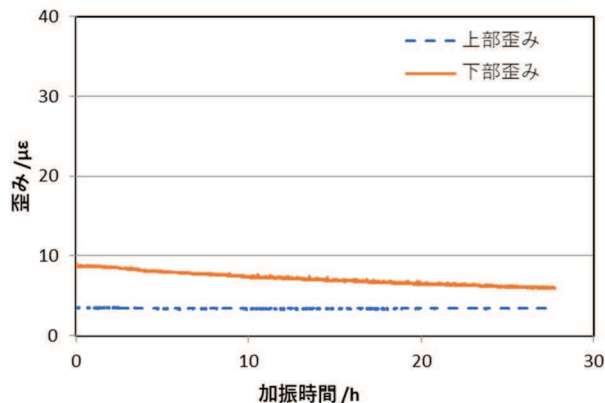
3方向への加振中、監視信号の変動は閾値内に収まり、振動試験機は緊急停止することなく試験は正常に終了した。試験終了後に確認したところ、治具および供試体に破断等の大きな変化は生じなかった。なお、故意に大きな振動を加えた場合に振動試験機が自動停止することを確認している。

### 4 まとめ

振動試験において、複数のセンサ情報を用いて供試体の変化を多重監視し、長時間の振動試験を安全に実施出来ることを確認した。また、供試体に現れる僅かな変化を監視し、早期に不具合を検出することにより、試験時間の短縮に繋がると考えられる。

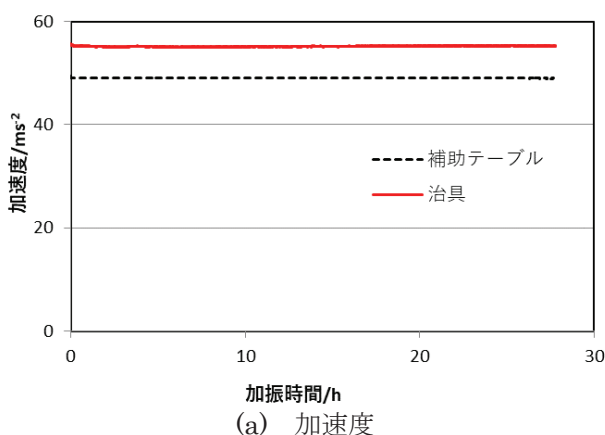


(a) 加速度

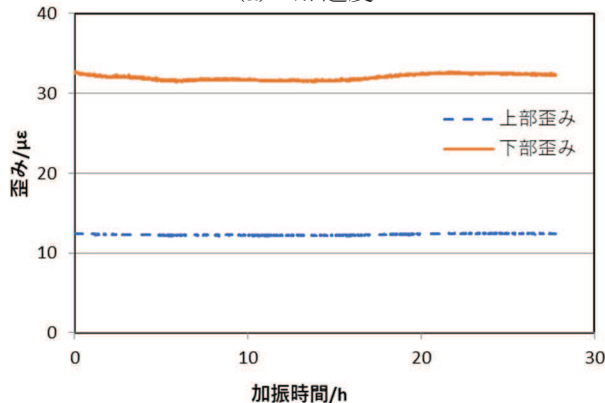


(b) 歪み

図3 監視信号の経時変化(X方向加振時)



(a) 加速度



(b) 歪み

図4 監視信号の経時変化(Y方向加振時)

# 一様乱数と中間出力層を用いた 畳み込みニューラルネットワークの圧縮

Compressing Convolutional Neural Networks with Uniform Random Numbers and Intermediate Output Layer

平田 大貴

Daiki HIRATA

キーワード 畳み込みニューラルネットワーク / 蒸留 / Cifar-10  
KEY WORDS Convolutional Neural Network / Distillation / Cifar-10

## 1 はじめに

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

本研究では、画像認識や映像認識などに利用されるディープラーニングモデルの一つである畳み込みニューラルネットワーク(Convolutional Neural Network; CNN)のモデルの軽量化に関する検討を行った。主にモデルの軽量化には、枝刈り、量子化、蒸留の3手法が存在するが、今回は、蒸留と呼ばれるサイズの大きな学習済みモデル(教師モデル)がもつ情報を小さなモデル(生徒モデル)に学習させる手法を対象とした<sup>1)</sup>。この手法により、パラメータ数の少ないモデルの推定精度を向上させることができ、判別処理時間やメモリ消費量の削減に繋がる。本検討では、従来蒸留の構造に対し、画像データセットへのノイズ付与と生徒モデルに中間の出力層を追加することで蒸留を行った(提案蒸留)。本稿では、この提案蒸留によって学習させた生徒モデルの推定精度が、従来蒸留や蒸留を用いない従来学習法によって学習させた同構造のCNNモデルより向上することを示す。

## 2 使用モデルとデータの処理手順

学習と推定精度の検証には乗り物や動物など10種類の物体のカラー画像データを集めたCifar-10データセットを使用した。Cifar-10データセットの学習用データは50000枚、テスト用データは10000枚である。提案蒸留による学習の流れを図1に示す。従来の蒸留学習では、教師モデルにデータセットを入力し、それによって得られた入力と出力の組

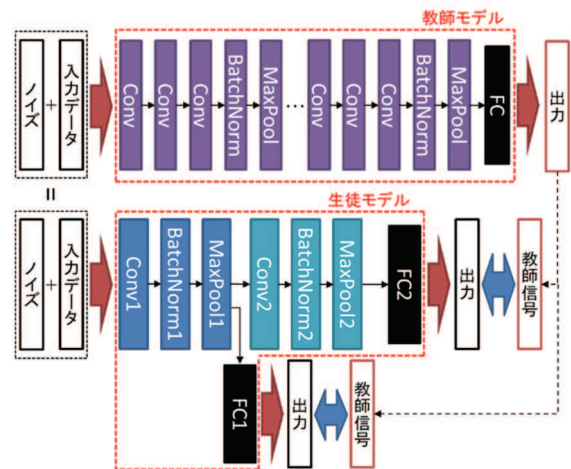


図1 提案蒸留の流れ

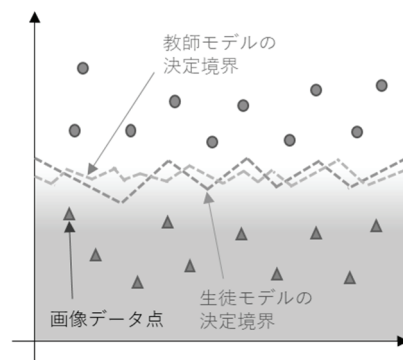


図2 従来蒸留による決定境界のイメージ

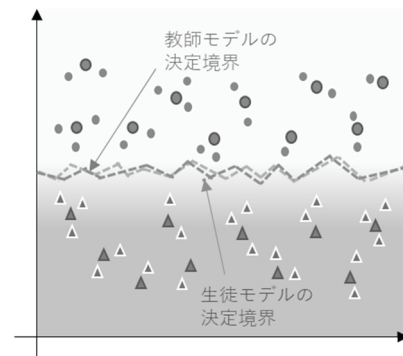


図3 提案蒸留による決定境界のイメージ



を生徒モデルに学習させる。本研究では、入力するデータセットにランダムノイズを付与し、それによって教師モデルから得られた出力を生徒モデルの中間出力FC1と最終出力FC2に与えることで学習を行った。また、教師モデルの決定境界をより正確に学習させるため、生徒モデルにはモデルの過学習を防止するドロップアウト等の構造を導入せずに学習を行った。

従来蒸留による決定境界のイメージを図2、提案蒸留による決定境界のイメージを図3に示す。図2のように、従来蒸留では学習対象が画像データ点のみしか存在しておらず、学習できる情報が限られている。そのため、生徒モデルが教師モデルの決定境界を正確に学習することが難しいと考えられる。そこで、提案蒸留では、図3のように、入力データへのノイズ付与により画像データ点の周囲に新しいデータ点を生成し、より正確に教師モデルの情報を生徒モデルに学習させることを狙いとした。また、中間出力層であるFC1を導入して学習させることで、より教師モデルに近い特徴量をConv1の段階で生徒モデルに生成させることを狙いとした。

教師モデルには、Cifar-10の推定精度が86.6%の学習済みCNNモデルを使用した。教師モデルは、畳み込み×3→Batch Normalization→Max Poolingを3回繰り返し2層の全結合層(FC)へ入力する構造とした。生徒モデルの構造は、図1の通りであり、FC1とFC2はそれぞれ2層の全結合層である。FC1を利用した学習ではモデルの前半部分の学習を、FC2を利用した学習ではモデルの全体部分の学習を行う。

蒸留を利用した学習では、事前学習として蒸留を用いない学習法で生徒モデルにCifar-10を30 epochs学習させ、その後、蒸留を行った。ランダムノイズは蒸留の開始時から±(最大値)の範囲で一様乱数を用いて付与した。最大値は初期値を5として、10 epochsごとに5増加させた。学習において、最適化アルゴリズムはAdamを使用し、ハイパーパラメータの初期値は、 $\alpha=0.001$ 、 $\beta_1=0.9$ 、 $\beta_2=0.999$ 、 $\epsilon=10^{-7}$ とした。また、110 epochsのタイミングで $\alpha=0.0001$ に変更した。ここで、 $\alpha$ は学習率、 $\beta_1$ 、 $\beta_2$ はモーメント推定のための指数関数的減衰、 $\epsilon$ はゼロ除算を防ぐための小さな正の数である。損失関数は、出力の分布が教師データの分布とどの程度一致しているかを評価する Kullback-Leibler Divergenceを使用した。

### 3 結果と考察

図4は、従来学習法（蒸留を用いない学習法）で生徒モデルを学習させた場合の検証データの推定精度である。従来学習法では、75%程度の推定精度となった。また、図5は、蒸留学習で生徒モデルを学習させた場合の検証データの推定精度である。中間出力層なし提案蒸留は中間出力層を使用せず学習させた場合の提案蒸留、中間出力層あり提案蒸留は本稿で詳細を述べた提案蒸留である。従来

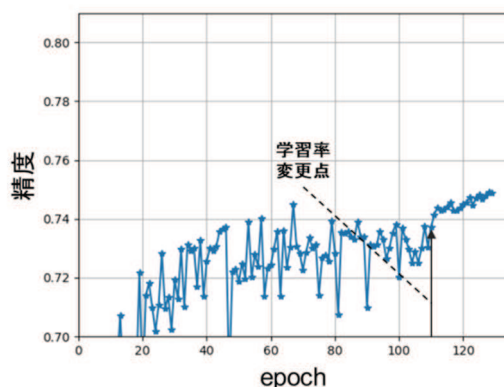


図4 従来学習法による生徒モデルの推定精度

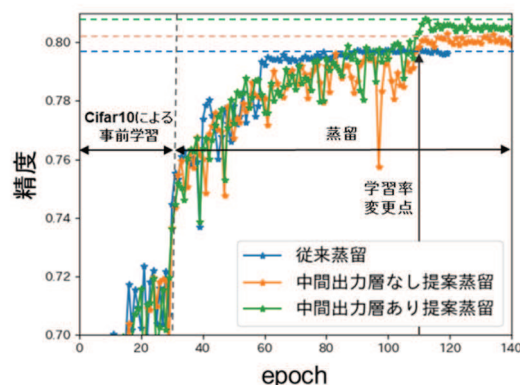


図5 蒸留による生徒モデルの推定精度

学習法と事前学習では、生徒モデルの中間出力層FC1は使用していない。結果として、提案蒸留による推定精度が最も高く、次に中間出力層なしの提案蒸留、従来蒸留の順となった。この結果から、入力データへのノイズ付与と中間出力層を用いた学習はそれぞれ蒸留のパフォーマンスを向上させることがわかった。これにより、CNNモデルを圧縮し、圧縮モデルの推定精度を向上させることができた。

### 4 まとめ

入力データへのノイズ付与と中間出力層を利用した蒸留手法を提案した。提案蒸留を用いてモデルを学習させることで、従来蒸留に比べて生徒モデルの推定精度が向上することを示した。これにより、CNNモデルを高精度で圧縮することができた。今後の課題としては、教師モデルと生徒モデルの構造を変更しての推定精度の比較、ノイズ強度と更新頻度を変更しての推定精度の比較、Cifar-10以外のデータセットを利用した推定精度の比較が挙げられる。

### 参考文献

- 1) Ilija Radosavovic, Piotr Dollár, Ross Girshick, Georgia Gkioxari, Kaiming He. Data Distillation: Towards Omni-Supervised Learning. arXiv.org e-Print archive, 2017, CoRR/1712.04440. <https://arxiv.org/abs/1712.04440>, (accessed 2022-05-02).

# プラスチック/ハロイサイト複合材料の 引張特性および難燃性の検討

Study for tensile property and fire retardancy of plastic / halloysite composites

甲加 晃一・日笠 茂樹・梅原 智直\*・岡崎 健一\*・城石 知紀\*

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

キーワード ハロイサイト / フィラー / エチレン酢酸ビニル共重合体 / 引張特性 / 難燃性

KEY WORDS Halloysite / Filler / Ethylene-vinyl acetate copolymer / Tensile property / Fire retardancy

## 1 はじめに

近年、ダイオキシンなどの環境問題が注目される中、優れた難燃効果を有するだけでなく、低有害性の難燃剤の開発に関心が集まっている。このような状況下、難燃剤の非ハロゲン化の動きが活発になっている。代替難燃剤には、無機系難燃剤、リン系難燃剤、シリコン系難燃剤などがあるが、リン系難燃剤が高い伸びを示している<sup>1)</sup>。しかし、リン系難燃剤は、高価かつ資源の枯渇が懸念されているため、代替難燃剤が模索されている。

これまで、我々は、プラスチックにリン系難燃剤と共にハロイサイト(HS)というフィラーを添加することで、リン酸系難燃剤の使用量を半減できることを報告している<sup>2)</sup>。HSの化学組成は $Al_2Si_2O_5(OH)_4 \cdot 2H_2O$  (含水ケイ酸アルミニウム)であり、長さ約1000 nm、内径約15 nmの大きさのチューブ構造である。添加したHSが凝集した場合は応力集中を招き破壊の起点となるため、力学特性を低下させることが懸念される。

そこで、本研究では、HSに分散性の向上を目的とした添加剤処理を行い、これらをポリマーに添加した際の力学特性(引張特性)の変化について検討するとともにこれらの処理の難燃性に及ぼす影響を調べた。

## 2 実験方法

プラスチックとして、エチレン酢酸ビニル共重合体(EVA) (エバフレックス360、三井・ダウポリケミカル(株)製)を用いた。添加剤として、ポリカルボン酸アンモニウム(PCA) (SNディスパーサント5468、(株)サンノプロ製)、ステアリン酸(SA) (ルナック S-70V、花王(株)製)を用いた。フィラー系難燃剤として、水酸化マグネシウム(MH) (ジュンマグ4S、(株)ファイマテック製)とHS (DRAGONITE、(株)ファイマテック製)を用いた。

リン系難燃剤として、レゾルシノールビス-ジフェニルホスフェート(RDP) (CR-733S、大八化学工業(株)製)を用いた。

HSは、体積基準に基づいたメディアン径が、1 μm程度のものを用い、分散性向上のためのPCA処理試料(HS<sub>PCA</sub>)と、PCA処理とSA処理の二重処理試料(HS<sub>PCA+SA</sub>)の2種類の試料を用いた(表1)。

表1 HS 試料の内訳

| 略称                   | 内容                            |
|----------------------|-------------------------------|
| HS <sub>PCA</sub>    | PCA2.7 wt%を処理したHS             |
| HS <sub>PCA+SA</sub> | PCA2.7 wt%およびSA9.1 wt%を処理したHS |

表2に、引張特性試験用の試料の内訳を示す。引張特性試験用の試料として、EVA単体、EVAにHS<sub>PCA</sub>を添加した系(T(HS<sub>PCA</sub>))、EVAにHS<sub>PCA+SA</sub>を添加した系(T(HS<sub>PCA+SA</sub>))の3種類のものを用いた。

表2 引張特性試験用の試料の内訳

| 略称                       | 内容   |
|--------------------------|--|
| EVA単体                    | EVAのみ  |
| T(HS <sub>PCA</sub> )    | EVA / HS <sub>PCA</sub> = 80 / 20 (wt% / wt%)    |
| T(HS <sub>PCA+SA</sub> ) | EVA / HS <sub>PCA+SA</sub> = 80 / 20 (wt% / wt%) |

表3に、難燃性試験用の試料の内訳を示す。難燃性試験用の試料として、EVAにMHおよびRDPを添加した系(HSなし)、EVAにMH、RDPおよびHS<sub>PCA</sub>を添加した系(F(HS<sub>PCA</sub>))、EVAにMH、RDPおよびHS<sub>PCA+SA</sub>を添加した系(F(HS<sub>PCA+SA</sub>))の3種類のものを用いた。

\* (株)ファイマテック

表3 難燃性試験用の試料の内訳

| 略称                       | 内容   |
|--------------------------|--|
| HSなし                     | EVA / MH / RDP = 45 / 45 / 10<br>(wt% / wt% / wt%)                                 |
| F(HS <sub>PCA</sub> )    | EVA / MH / RDP / HS <sub>PCA</sub> = 45 / 45 / 5 / 5<br>(wt% / wt% / wt% / wt%)    |
| F(HS <sub>PCA+SA</sub> ) | EVA / MH / RDP / HS <sub>PCA+SA</sub> = 45 / 45 / 5 / 5<br>(wt% / wt% / wt% / wt%) |

引張特性試験および難燃性試験用の試料は、表2および3の配合で原料を熱ロールにて、60から70℃にて混練した。次に、混練物を100℃にて熱プレス成形した後、冷却プレスを行い、板材を作製した。引張特性試験では、厚さ1mmの板材を打ち抜いて試験片を作製した。難燃性試験では、厚さ3mmの板材から切り出して、試験片を作製した。

引張特性試験は、温度23℃、湿度50%の恒温恒湿室内にて、万能材料試験機（AUTOGRAPH-Xplus 100kN、株式会社島津製作所製）を用いて行った。測定条件は、チャック間距離50mm、試験速度50mm・min<sup>-1</sup>である。得られた応力-ひずみ曲線の最大値から、引張強さ(σ<sub>m</sub>)を評価した。また、応力-ひずみ曲線の破断点から、引張破壊呼びひずみ(ε<sub>ib</sub>)を評価した。

難燃性の評価はUL94V燃焼試験（JIS K 6911 5.24.2 B法に準拠した装置）および酸素指数(LOI)測定（ON-2 Meter、スガ試験機製）にて行った。UL94V燃焼試験では、地面に対して試験片を垂直に配置して、試験片5個全てに対して、10回の接炎による残炎燃焼時間と無炎燃焼時間を合わせた時間(総燃焼時間)を結果とした。LOI測定では、窒素と酸素の混合気体中において、燃焼が継続する最低限度の酸素濃度をLOIとした。

### 3 結果及び考察

表4に、引張特性試験の結果を示す。HS<sub>PCA</sub>試料とHS<sub>PCA+SA</sub>試料の添加によって、σ<sub>m</sub>はEVA本体の27MPaから24MPaに低下した。また、ε<sub>ib</sub>はEVA本体の824%から683%（T(HS<sub>PCA</sub>））または724%（T(HS<sub>PCA+SA</sub>））へ低下した。これらの結果は、HS<sub>PCA</sub>試料とHS<sub>PCA+SA</sub>試料の添加により力学特性が低下したことを意味する。

今回の引張特性試験では、フィラー系難燃剤であるMHおよびリン系難燃RDPを添加せず、HS添加の力学特性に対する影響を拡大して見るためにHS試料の添加量を20wt%とした。20wt%のHS<sub>PCA</sub>試料またはHS<sub>PCA+SA</sub>試料を添加してもσ<sub>m</sub>はおおよそ10%の低下に、ε<sub>ib</sub>はそれぞれ17%または12%の低下に留まった。難燃性用途での使用量が5wt%の添加量（表3）であることを考慮すると、力学特性の低下

は限定的であると考えられた。HS<sub>PCA</sub>試料とHS<sub>PCA+SA</sub>試料の違いはε<sub>ib</sub>の違いとして現れた。これはPCAとSAの二重で処理することによりPCA単独処理よりも分散性が向上したことによると考えられた。

表4 引張特性試験の結果

| HS試料量 (wt%) | 略称                       | σ <sub>m</sub> (MPa) | ε <sub>ib</sub> (%) |
|-------------|--------------------------|----------------------|---------------------|
| 0           | EVA単体                    | 27                   | 834                 |
| 20          | T(HS <sub>PCA</sub> )    | 24                   | 683                 |
|             | T(HS <sub>PCA+SA</sub> ) | 24                   | 724                 |

表5に、難燃性試験の結果を示す。HSなし（RDP単独）は、完全に燃焼し、UL94V試験では規格外（難燃性無し）となった。F(HS<sub>PCA</sub>)とF(HS<sub>PCA+SA</sub>)の総燃焼時間は2秒および11秒であった。これは、F(HS<sub>PCA</sub>)よりも、F(HS<sub>PCA+SA</sub>)の方が燃えやすい（低難燃性）であることを意味する。また、LOIは24.5%（HSなし）から31.0%（F(HS<sub>PCA</sub>））および30.5%（F(HS<sub>PCA+SA</sub>））に増加した。これらの結果から、RDPと同量（5wt%）のHS<sub>PCA</sub>またはHS<sub>PCA+SA</sub>を添加するとRDP単独（10wt%）の場合より、難燃性が向上することが確認された。LOIの値は未処理のHSを添加した時の既報のLOI値（約31%）<sup>2)</sup>と同程度であることから、これらの処理のLOI値への影響は無いと考えられた。HS<sub>PCA</sub>とHS<sub>PCA+SA</sub>を比べるとLOIは同程度であったが、総燃焼時間は5倍以上延長した。これはSAが燃焼しやすい高級脂肪酸であるためPCA単独処理の場合よりも難燃性が低下したと考えられた。

表5 難燃性試験の結果

| HS試料量 (wt%) | 略称                       | UL94V試験の総燃焼時間 (s) | LOI (%) |
|-------------|--------------------------|-------------------|---------|
| 0           | HSなし                     | -                 | 24.5    |
| 5           | F(HS <sub>PCA</sub> )    | 2                 | 31.0    |
|             | F(HS <sub>PCA+SA</sub> ) | 11                | 30.5    |

### 4 まとめ

HS<sub>PCA</sub>試料とHS<sub>PCA+SA</sub>試料の添加による力学特性の低下が限定的であること、処理による難燃性の低下が見られないことを確認した。

HSの分散性と難燃性の両立に関しては、今後の検討課題としたい。

#### 参考文献

- 1) 大槻勝一. リン系縮合型難燃剤の進歩. マテリアルライフ学会誌. 2002, 14(4), p.181-183.
- 2) 日笠茂樹ほか. ハロイサイトによるプラスチックの燃焼性向上. 岡山県工業技術センター報告. 2021, 47, p.27-28.

# ナノ触診 AFM による CB 充填加硫ブタジエンゴムの一軸伸長による不均一構造変化の観察

Observation of heterogeneous structural evolution by uniaxial stretching for CB-reinforced vulcanized butadiene rubber with AFM nanomechanics

石田 拓也・八木 駿・幕田 悟史・岩路 仁・中嶋 健\*

Takuya ISHIDA, Suguru YAGI, Satoshi MAKUTA, Hitoshi IWABUKI, Ken NAKAJIMA

キーワード 原子間力顕微鏡 / ナノ力学物性 / カーボンブラック / 補強 / JKR 弾性率像 /  
KEY WORDS AFM / Nanomechanical / Carbon black / Reinforcement / JKR elastic modulus map

## 1 はじめに

ゴム材料は階層構造をもつ材料として知られている。したがって、ナノスケールの構造を制御することでマクロスケールの物性を制御する技術が確立できれば、高性能なゴム材料の開発の実現が期待できる。そのためには、第一に、ナノスケールの構造を評価する技術が確立する必要がある。近年、原子間力顕微鏡(AFM)を用いた力学物性計測技術(ナノ触診AFM)が開発され、ナノスケールでの構造と物性の情報を同時に得られるようになった<sup>1)</sup>。本研究では、この手法を用いて、静的変形下におけるナノスケールの構造と物性を把握することを目的とし、CB充填加硫ブタジエンゴムの1軸伸長下における弾性率像の変化を調査した。

## 2 実験方法

### 1. 試料の作製

原料ゴムはシス含量98 wt.%のポリブタジエン(BR)(UBEPOL BR 150L 宇部興産(株)製)とし、充填剤にはカーボンブラック(CB, HAF級)を用いた。その他配合剤として、硫黄、酸化亜鉛、ステアリン酸、加硫促進剤としてCBS(N-Cyclohexyl-2-benzothiazole sulfenamide)、老化防止剤としてTMQ (Polymerized 2,2,4-trimethyl-1,2-dihydroquinoline)を用いた。これらを6インチオープンロールにより混練した後、160°Cで所定時間プレス加硫して1 mm厚みの加硫ゴムシートを得た。

### 2. 引張試験

精密万能試験機((株)島津製作所製 オートグラフAG-Xplus)により、試料の応力と歪みの関係を計測した。測定試料にはリング状試験片(内径8 mm、外径10 mm、厚み1 mm)を用いた。引張速度を5 mm/minとした。

### 3. ナノ触診 AFM 測定

ナノ触診AFM測定に影響を及ぼす配合剤を除去

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

ナノ触診AFM測定は、Nanoscope V Controller、MultiMode 8(ブルカー・ジャパン(株)製)を用い、試料の2×2 μm(256×256点)の範囲をPeakForceQNMモードで測定した。各フォースカーブ測定の押し込み、引き離し速度は1 kHzとし、押し込み力は2 nNとした。カンチレバーはScanAsyst-Fluid(ブルカー・ジャパン(株)製、ばね定数0.7 N/m)を用いた。取得したフォースカーブをJKR弾性体接触理論に基づき解析し、JKR弾性率を算出した<sup>2)</sup>。

## 3 結果と考察

CB充填量を0, 40重量部とした試料(CB-0, CB-40)の応力歪み曲線を図1に示す。CBの充填によって応力が増加したことから、CB-40は充填剤による補強効果の発現した試料であることが確認できた。

図2に各伸長比における(a) JKR弾性率像と(b)高さ像を示す。伸長方向は上下方向である。0%のJKR弾性率像で、弾性率の高い領域が点在している。この高弾性率領域は、CBとそのCBに結合したバウンドラバーであると考えられる。また、この高弾性率領域の弾性率は伸長比の増加に伴って増加し、特に300%以上では、伸長方向と平行な方向に筋状の高弾性率領域が数多く形成された。また、伸長によって高さ像も変化した。0%と100%を比較すると、100%はより凹凸の激しい構造となった。300,400%

\* 東京工業大学

まで伸長すると異方性が現れ、高さの高い領域、低い領域がそれぞれ伸長方向に伸びた構造が形成された。

筋状の高JKR弾性率領域について詳しく調べるため、400%伸長のJKR弾性率像中のCBを黒色でマスク処理した像を図3に示す。CBの区別には、凝着エネルギー像を用いた<sup>3)</sup>。CB-40のCB体積分率が17.4%であるため、凝着エネルギーの下位17.4%をCBが存在する領域として黒色でマスクした。図3からCBが凝集した領域で筋状の高弾性率領域が形成されていることが分かる。加えて、CB間を結ぶように筋状の高弾性率領域が形成されている。CB-40の応力歪み曲線(図1)において、400%は大きく応力が増加した伸長比であるため、筋状の高弾性率領域の形成が巨視的な応力の増大をもたらしている可能性がある。筋状の高弾性率領域の周囲に着目すると、CBは弾性率がそれほど大きくない領域にも存在することが確認できる。つまり、すべてのCBが1軸伸長において、筋状構造を形成するのではなく、部分的なCB間の筋状高弾性率領域の形成が応力の増加に寄与していると考えられる。

#### 4 まとめ

CB 充填加硫ブタジエンゴムの1軸伸長下における弾性率像の変化を調査した。筋状の高弾性率領域が300%以上で形成された。300%以上は巨視的な応力も大きく増加している状態であるため(図1)、CB周囲に形成される筋状の高弾性率領域の形成はCBによる補強効果と関係があると推測できる。

#### 参考文献

- 1) Nakajima, K. et al. Nano-Palpatation AFM and Its Quantitative Mechanical Property Mapping. *Microscopy*. 2014, 63(3), p.193–208.
- 2) Fujinami, S. et al. Analytical Methods to Derive the Elastic Modulus of Soft and Adhesive Materials from Atomic Force Microscopy Force Measurements. *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*

2019, 57(18), p.1279–1286.

- 3) Liang, X. et al. Reinforcement mechanism of carbon black-filled rubber nanocomposite as Revealed by Atomic Force Microscopy nanomechanics. *Polymers*. 2021, 13(22), 3922.

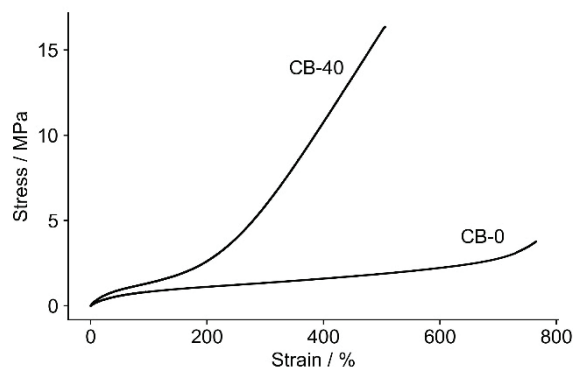


図1 応力歪み曲線

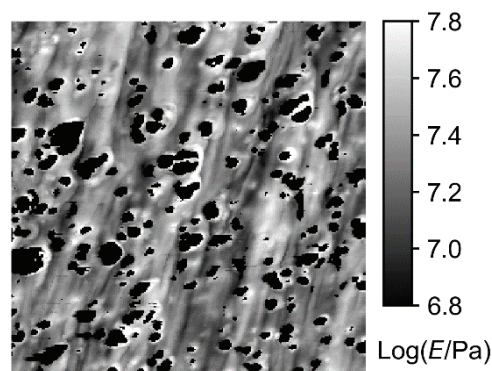


図3 CBを黒色でマスク処理したJKR弾性率像(CB-40の400%伸長)、スキャンサイズは2 μm

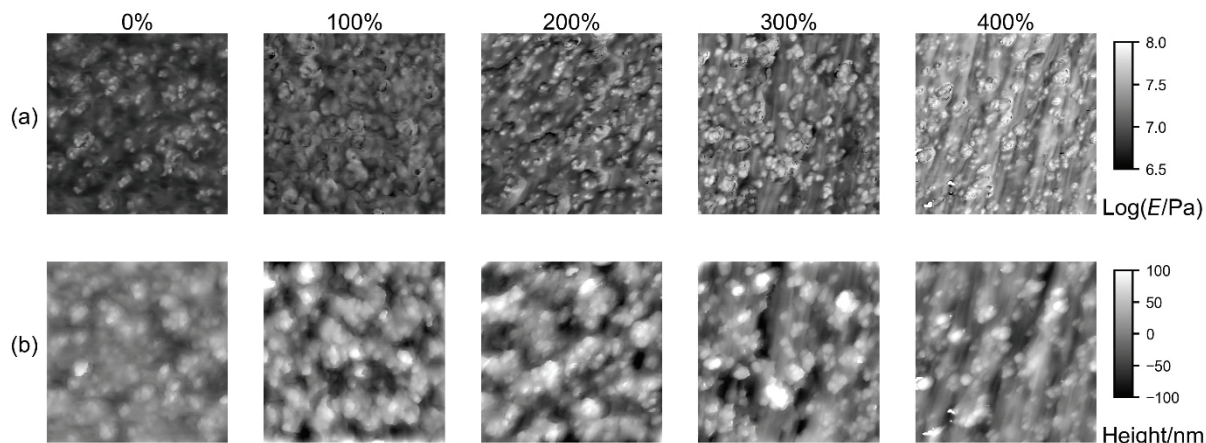


図2 CB-40の各伸長比における(a)JKR弾性率像,(b)高さ像、スキャンサイズは2 μm

# ゴム/セルロース複合材中のセルロース配向評価

## Evaluation of the cellulose orientation in rubber/cellulose composites

幕田 悟史・八木 駿・藤井 英司・石田 拓也・岩藤 仁

Satoshi MAKUTA, Suguru YAGI, Eiji FUJII, Takuya ISHIDA, Hitoshi IWABUKI

キーワード セルロース繊維 / ゴム複合材料 / 配向 / X線回折

KEY WORDS Cellulose fiber / Rubber composite / Orientation / X ray diffraction

### 1 はじめに

持続可能なバイオマス資源として、セルロース材料の活用が近年注目されており、その一つにゴムとの複合化が挙げられる。オープンロールで加工したセルロース繊維配合ゴム材料は、その強度に異方性を持つことが知られている<sup>1)</sup>。すなわち、ロール圧延方向 (RD) への負荷に対する強度が高く、逆に横方向 (TD) へは柔軟である。これはゴム中のセルロースの配向によるものだと考えられている。したがって、セルロースの配向を制御することが、材料設計において重要な要素となる。

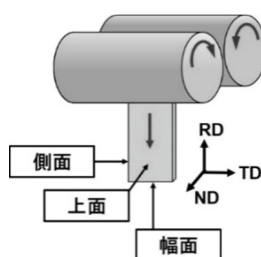
高分子複合材中のセルロース配向の評価については、電子顕微鏡やX線CTを用いた分析手法が活用されている<sup>2)</sup>。しかし、前者は観察範囲がマイクロメートル程度と狭く局所的な情報しか得られない、後者は分解能が低くナノオーダーの繊維には適用できない、などの問題点がある。

X線回折 (XRD) は結晶の異方性に関する情報が得られるため、配向の直接的な評価が可能である。X線照射面積はミリ~センチメートル程度であるため、試料全体の平均的な情報が得られると考えられる。また、ナノ繊維への応用も可能である。しかし、高分子複合材中のセルロースを、配向評価の目的で分析した事例はほとんど見られない。そこで本技術資料では、セルロース繊維を配合したモデルゴム試料を作製し、XRDによるセルロースの配向評価の手法を検討した。

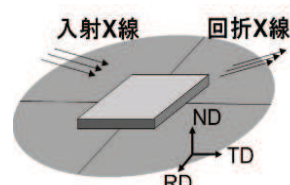
### 2 実験方法

エチレンプロピレンジエンゴム (EPT X-3012P、三井化学株式会社、エチレン72wt%、ジエン3.6wt%)、粉末セルロース (KCブロックW-100G、日本製紙株式会社、平均粒子径37 μm)、架橋剤ジクミルパーオキサイド (パークミルD、日油株式会社) を密閉式混練機で混練後、オープンロールに2または10回通し、1 mm厚のシート状に加工した。その後165°Cにてプレス架橋を行った。これらのセルロース複合ゴムをそれぞれ2pass、10passと呼ぶこととする。プレス時間は、架橋試験により得られた90%架橋時間を採用した。セルロースのアスペクト比は、粉末のSEM像を計測した結果、平均7.5であった。セルロースを配合しないblankゴムも同様に作製した。ゴムシートの方角と面の名前は、図1 (A) のように定

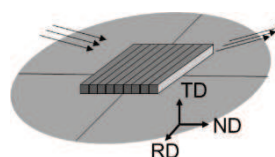
(A) 方位の定義



(B) 上面測定



(C) 側面測定



(D) 幅面測定

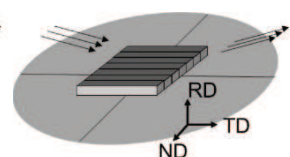


図1 オープンロール加工の模式図とゴムシートの方角の定義、およびXRD測定時の試料の設置方法。ただし、RD: Rolling Direction、TD: Transverse Direction、ND: Normal Direction。

表1 モデル試料の配合、ロール通し回数、および異なる方向 (RD、MD) の100%引張伸長応力 ( $S_{100}$ ) の測定結果と標準偏差 (n=3)。

|                      | 2pass          | 10pass         | blank          |
|----------------------|----------------|----------------|----------------|
| ゴム (phr)             | 100            | 100            | 100            |
| セルロース (phr)          | 20             | 20             | 0              |
| 架橋剤 (phr)            | 0.8            | 0.8            | 0.8            |
| ロール通し回数 (回)          | 2              | 10             | 10             |
| $S_{100}$ (RD) (MPa) | 2.27<br>±0.025 | 2.39<br>±0.076 | 1.32<br>±0.025 |
| $S_{100}$ (TD) (MPa) | 2.14<br>±0.029 | 2.06<br>±0.017 | 1.32<br>±0.024 |

義する。架橋シートからRDおよびTDの方向にJIS6号試験片を打ち抜き、材料試験機 (オートグラフAG-100kNXplus、株式会社島津製作所) により100%伸長応力 $S_{100}$ を求めた。架橋ゴムシートのXRD測定には、X線回折装置 (SmartLab、株式会社リガク) を用いた。試料を図1 (B) ~ (D) に示すように設

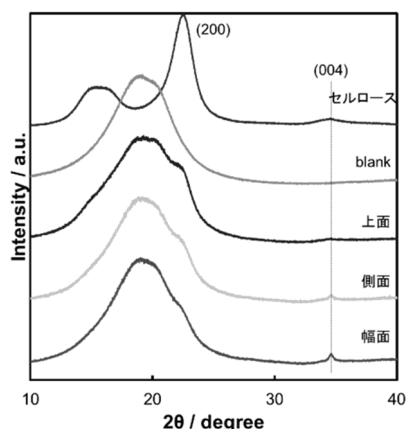


図2 異なる面方向で測定した10passのX線回折プロファイルの変化。

置し、シート各面の回折プロファイルを取得した。この際、試料は適宜重ねて、X線の照射面積 ( $2\theta=10^\circ$  のとき約  $10\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ ) より大きくなるようにした。参照のセルロース粉末は、プレスで錠剤状に成型して測定した。

### 3 結果と考察

表1にモデル試料の作製条件および引張物性を示す。blankでは、RD方向とTD方向の $S_{100}$ は同じ値を示し、等方的であった。セルロースを20 phr配合した複合材の $S_{100}$ はblankより大きくなり、TD方向よりRD方向の $S_{100}$ が大きくなる異方性を示した。ロール通過により、セルロース繊維はRD方向へ配向したと考えられる。2passより10passの方がRD方向とTD方向の $S_{100}$ の差が大きく、異方性は大きかった。

図2にセルロース粉末、blank、および異なる面方向で測定した10passのX線回折プロファイルを示す。参照のセルロース粉末では、(200)面 ( $2\theta=22.5^\circ$ ) や (004)面 ( $2\theta=34.6^\circ$ ) などのピークが見られた。ここで、(200)面はセルロース繊維軸に対して平行な面、(004)面は繊維軸に対して垂直な面(輪切りの面)である<sup>3)</sup>。blankのゴムは、 $20^\circ$ 前後に大きなピークが観測された。これは非晶ハローおよびエチレン結晶のピークだと考えられる。複合材のプロファイルは、概ねセルロースとゴムのピークを足し合わせた形状となったが、上面、側面、幅面でピーク高さに差が見られた。X線の入射角 $\theta$ と検出器の角度 $2\theta$ が等しくなるようにスキャンする反射測定においては、高さ方向に面間隔を持った結晶面(試料台と平行な結晶面)が観測される。ここでは

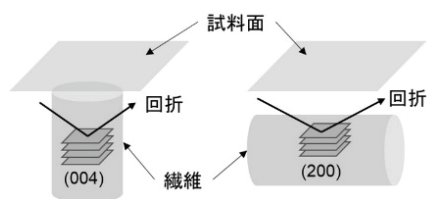


図3 セルロース繊維の試料面に対する方向関係と、回折を生じる結晶面。

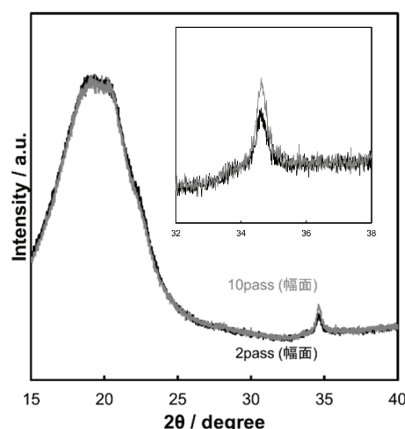


図4 2pass (黒色) および10pass (灰色) の幅面X線回折プロファイルの比較。挿絵は拡大図。

試料台と平行に試料を設置しているため、セルロース (004) 面は、試料面に対して、セルロース繊維が垂直に立っているときに観測され、(200) 面は、試料面に対して繊維が平行に寝ているときに観測される(図3)。(004)面からの回折強度は上面測定、側面測定、幅面測定の順で強くなった。一方、(200)面は幅面測定、側面測定、上面測定の順で回折強度が増大した。これらの結果から、セルロース繊維の主な配向方向はRD方向であること、ただし完全な配向ではなく、TD方向に向いているものも存在すること、さらにND方向に配向したセルロース繊維はほとんど存在しないことが判明した。

図4に、2passと10passの幅面測定における回折プロファイルを示す。ゴムの非晶の量は変化しないと考えられるので、 $20^\circ$ 前後のゴムによるピークを用いて強度を規格化している。規格化後の(004)面のピークは、10passの方が高かった。これは、RD方向と平行なセルロース繊維が、10passでより多く存在していることを示しており、10passの方が引張物性の異方性が大きい結果と一致した。

### 4 まとめ

ゴム/セルロース複合材のX線回折測定により、セルロースの配向を評価する手法を検討した。異なる面方向の $2\theta/\theta$ 測定から、配向方向の情報が得られることが分かった。しかし $2\theta/\theta$ のプロファイルは、試料面に対して平行な結晶面だけを観測しており、傾いている繊維の存在は反映していないなど、定量的な配向評価は難しい。今後、さらに定量性の高い評価手法の検討を行う予定である。

### 参考文献

- 1) 長谷朝博. セルロースナノファイバー強化ゴム材料の特徴とその応用. 日本ゴム協会誌. 2017, 90(2), p.30-35.
- 2) Awal, Abdul et al. Themorheological and mechanical properties of cellulose reinforced PLA bio-composites. Mechanics of Materials. 2015, 80, p.87-95.
- 3) 杉山淳司. セルロースの結晶構造 - 歴史的な展開. 繊維学会誌. 2006, 62(7), p.183-187.

# 920MHz帯電波吸収体測定システムの開発

Development of the measurement system of electro-magnetic absorbers at 920 MHz band

渡辺哲史・荻野哲\*

Tetsushi WATANABE and Satoshi OGINO\*

キーワード 電波吸収体／指向性／対数周期ダイポールアンテナ  
KEY WORDS Electro-Magnetic Absorber／Directivity /Log-Periodic Dipole Antenna

## 1 はじめに

無線ICタグの進化により、920MHzの無線タグが広く使われるようになってきている。この利用に際しては、混信等を防ぐために適切な電波到達範囲を設定する必要があり、電波吸収体が必要とされるケースが増えている。このための電波吸収体の評価を当センターの電波暗室で行ってきたが、セットアップにかなりの手間がかかるため、その簡略化が求められていた。

## 2 研究目的

従来、電波吸収体の測定はシステム試験室において、図1に示すアーチ状アンテナマストを用いて行っていた。このシステムは、試料は水平な台の上に設置するだけであり、入射角はアンテナマストのコントローラーによって変更できるため、簡単に測定ができる。しかし、使用するホーンアンテナ(EMCO社製 3115)等の制限により、2GHz-15GHzの範囲しか信頼できる測定ができないため、今回対象としている920MHz帯の電波吸収体

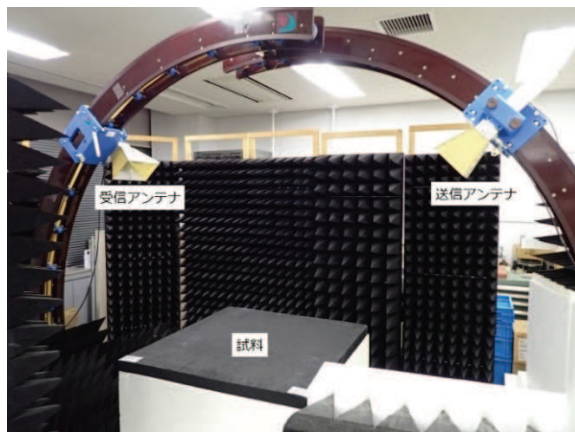


図1 アーチ状アンテナマストを用いた電波吸収体測定の様子

の測定は、電波暗室内に図2に示すように機器を配置して測定していた。この配置では、試料を垂直

に配置する必要があり、試料の転倒に配慮する必要がある。また、送・受信アンテナは電波暗室本来の測定に用いる配置とは大きく異なっているため、所定の位置に配置するためには複数人を要する等の問題があった。そこで、試料を水平に台の上に設置するのみで測定できる図1の測定の方が望ましい配置である。

図1のシステムで信頼できる測定が出来ない主な原因は、ホーンアンテナの特性である。そこで本研究では、図1のシステムで920MHz帯吸収体の測定が可能なアンテナの作製について検討した。そして、製作したアンテナを用いて図1のシステムで測定した際に、図2のシステムでの測定と同等の結果が得られるかどうかを確認した。

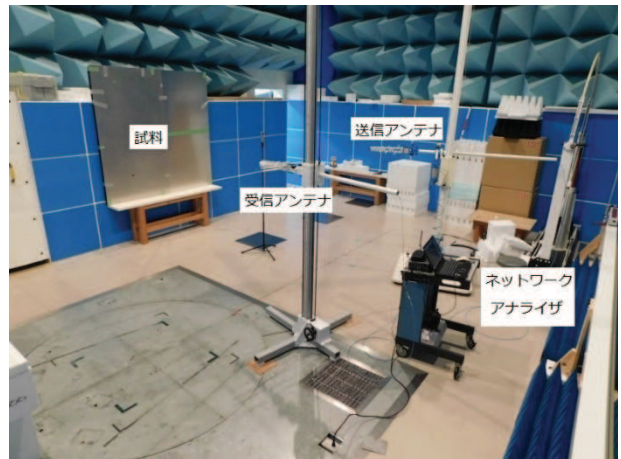


図2 電波暗室における吸収体測定の様子

## 3 アンテナ設計・製作

図2の測定構成において、昨年度、この図2の測定に最適化したアンテナを作製した(図3;以下昨年度アンテナと呼ぶ<sup>1)</sup>)。このアンテナは、概ね狙い通りの特性が得られたが、エレメントの取り付け精度に問題があると考えられた。そこで、本検討では、エレメントの配置が正確にできるように、プリント配線板(PCB)上にアンテナを形成するこ

\* (株)新日本電波吸収体



ととした。この場合、エレメントの配置、寸法の精度は0.1mm以下で製作可能である。今回作製したアンテナ(以下PCBアンテナと呼ぶ)を図5に示す。PCBの基材の誘電率の影響で昨年度アンテナよりもやや小さくなっている。

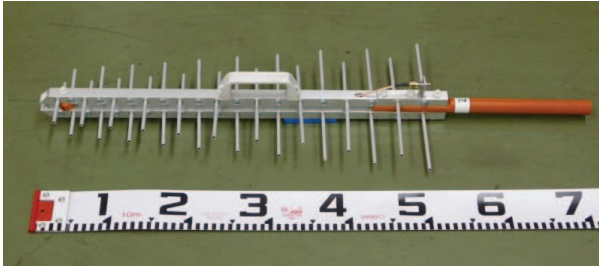


図3 昨年度アンテナ

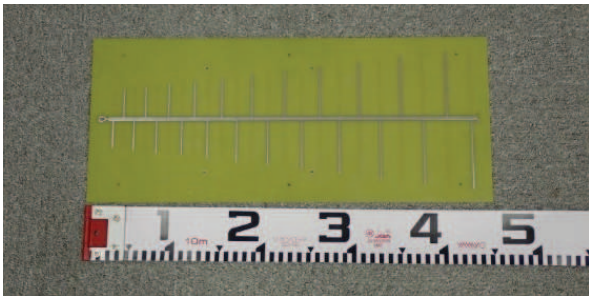


図4 PCB アンテナ

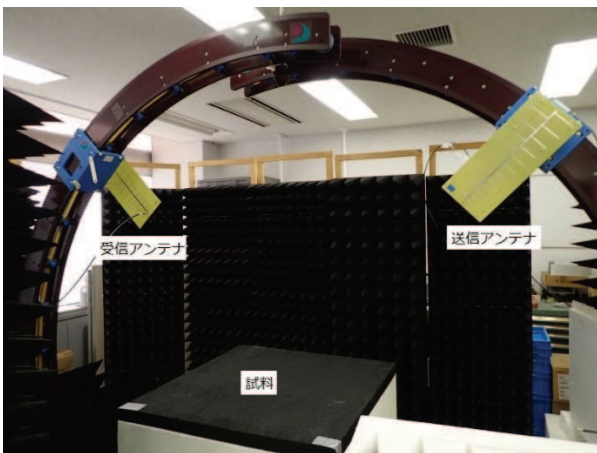


図5 アーチ状アンテナマストに PCB アンテナを用いた吸収体測定の様子

また、昨年度アンテナは、電波暗室のアンテナマストに取り付けるように後部のバーで固定する構造としたが、今回作製するPCBアンテナは基板全体で固定ジグが取り付けられるため、多様な取り付けジグに適用可能と考えられる。図1に示すアーチ状アンテナマストに標準で付属している取り付けジグではPCBアンテナを取り付けることはできないため、木および樹脂素材でアンテナ取り付けジグを作製し、図5のように取り付けた。

#### 4 アンテナ指向性評価

電磁波吸収測定時のアンテナと試料の配置を模式的に表したものが図6である。測定で使用する

電磁波の経路を太実線で示す。これに対して、アンテナ間を直接結合する破線の伝播経路も存在する。この経路の電磁波は測定誤差となるため、抑制することが必要である。入射角 $\theta$ の測定では、直接結合の電波の発射角度は $90-\theta$ となる。一般的に用いる $\theta$ は15,30,45度であり、この場合、直接結合の角度は45-75度となる。

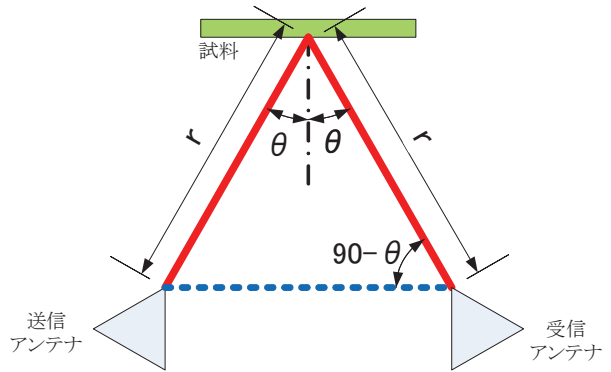


図6 電磁波吸収測定アンテナ配置

各アンテナの900MHzにおける指向性を図7に示す。ホーンアンテナは仕様の周波数範囲外であるが比較のため測定した。

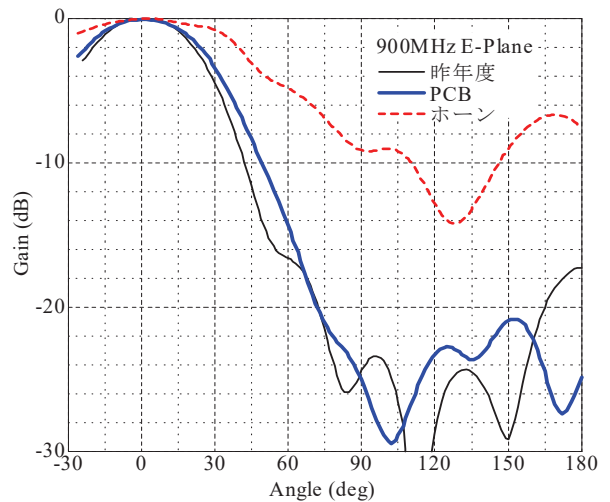


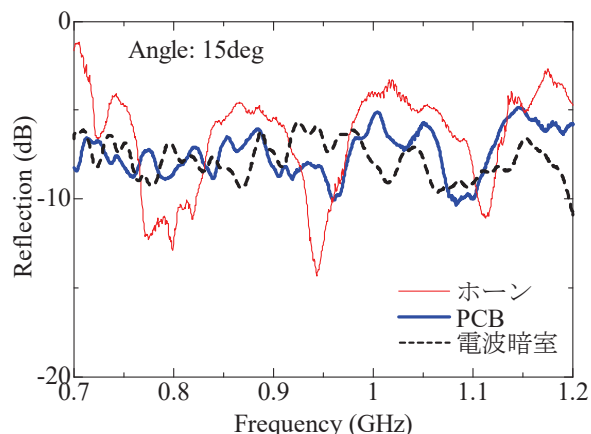
図7 アンテナ指向性

先に説明したとおり、図7において、45-75度におけるGainが小さなアンテナが今回の測定に適したアンテナであり、-10dB程度以下であれば十分であると考えられる。PCBアンテナおよび昨年度アンテナは十分に低いGainであり、この測定に適したアンテナであると評価できる。一方、ホーンアンテナはこれよりも大きな値となっており、測定精度が確保できない要因であると考えられる。

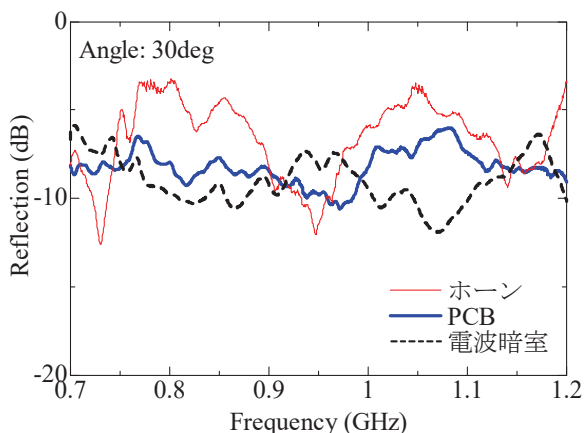
#### 5 電磁波吸収測定精度評価

今回作製したアンテナを用いて、サンプルの電波吸収体を用いて、電磁波吸収量を測定し、他の

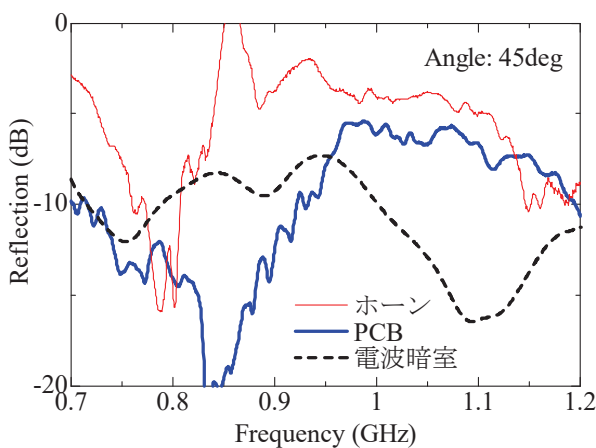
測定セットアップの場合と比較した。



(a) 入射角 15度



(b) 入射角 30度



(c) 入射角 45度

図8 電磁波吸収量 測定比較

比較対象としては、電波暗室において、図2に示す配置で昨年度アンテナを用いて測定した結果と、図1に示すように本来の測定帯域を外れて測定した場合である。この比較を図8に示す。

今回用いた電波吸収体は図1および図5の写真に存在する試料である。その吸収特性は、広帯域の吸収体であり、原理的に鋭い吸収のピークを持たない比較的平坦な周波数特性であることが事前にわかっている。

図8(a),(b)においては、ホーンアンテナを用いた場合にはかなり大きな変動が見られるが、PCBアンテナを用いた場合には、その幅が小さくなっている。これは、図7に示した指向性特性のため、ホーンアンテナの場合、アンテナ間の直接結合により干渉が生じ、見かけ上、吸収量が増減しているが、PCBアンテナではこれが軽減されたためと考えられる。電波暗室での測定値とPCBアンテナを用いた図5の測定では、周波数変動の幅は同程度であり、信頼性のある測定値であると考えられる。

一方、図8(c)では、いずれのアンテナを用いても大きな変動となっており、信頼性が低いと考えられる。一般的に入射角の大きな場合の測定では精度よく測定することは困難である。この原因は様々に考えられるが、アンテナの指向性のみではなく、試料までの距離、試料のサイズ等も関係していると考えられる。これらについては、今後測定条件等について検討する必要があると考える。

従って、図5の測定系を用いることにより、入射角15度,30度では、信頼できる、すなわち精度の確保できた測定が可能であると考えられる。

## 6 結論

従来、アーチ状アンテナマストを用いて920MHz帯の電波吸収体測定を行う場合には精度が低く実用的でなかったが、今回作製したアンテナを用いることによって、入射角30度以下では実用的な精度で測定ができるようになった。入射角45度の場合については、今後検討が必要である。

今回構築したシステムでは、これまで電波暗室を用いて行っていた920MHz帯の電波吸収体測定に比較して、測定が簡便に、安全に行うことが可能である。今後の電波吸収体評価では、このシステムを利用していく予定である。

## 参考文献

- 1) 渡辺哲史 ほか. 920MHz帯電波吸収体測定用アンテナの開発. 岡山県工業技術センター報告. 2022, 48, p.35-37.

# 加熱脱着法による未知化合物含有溶液の GC/MS 分析

GC/MS analysis of a solution containing unknown compounds by thermal desorption method

常定 健

Takeshi TSUNESADA

キーワード 準揮発性有機化合物 / 構造解析 / 分析法バリデーション / レスベラトロール

KEY WORDS Semi-Volatile Organic Compounds / Structural Analysis / Method Validation / trans-Resveratrol

## 1 はじめに

ガスクロマトグラフ (Gas Chromatograph; GC) は試料中の成分の少なくともその一部が、分離に用いられる温度で十分な蒸気圧を持つ場合に使用される分析法である<sup>1)</sup>。化合物がカラム使用温度で十分な蒸気圧を持つ場合、その化合物を含有する溶液のGC分析が可能であり、特に、検出器を質量分析計 (Mass Spectrometer; MS) にしたGC/MSは、未知化合物を分離・同定する有力な手法である。

GC/MSによる溶液の分析では、液体インジェクション (液打ち) が最も一般的な手法であるが、未知化合物の分析においては、溶液に含まれる不揮発成分が装置にダメージを与える可能性があるため、適した方法であるとは言えない。静的ヘッドスペース (Static Head Space; SHS) 法では、ピアル内には不揮発成分が残るため、液打ちより装置にダメージを与えにくい。前報において<sup>2)</sup>、SHS法による高沸点成分の分析例を紹介したが、SHS法では装置の温度に制限があるため、化合物によっては、揮発性 (蒸気圧) が不足して不検出になる事例もあった。液打ち以外で高沸点成分のGC/MS分析を試みるにあたり、SHS法よりも装置を高温にできる手法として知られているものに、加熱脱着 (Thermal desorption; TD) 法がある。

## 2 測定原理

一般的なTD法においては、吸着剤を充填した捕集管に空気中の揮発性物質を吸着させた後、吸着成分をGC/MSに導入する<sup>3)</sup>。捕集管の吸着成分をそのままGC/MSに導入するのではなく、更にもう一段、捕集管を設けることで、高分離分析が可能になる (はじめに吸着成分をトラップする捕集管を一次捕集管、一次捕集管から加熱脱着した成分をトラップする捕集管を二次捕集管と呼ぶ)。一次捕集管より内径が小さい二次捕集管を急速加熱させることにより、吸着成分を短時間で揮発させてGC/MSに試料導入することができる。TD法では設定温度を300℃以上にすることができるため、SHS

法と比較して、揮発性の低い化合物の分析が可能になるものと期待される。

そこで本研究では、主に空気中のガス分析に用いられるTD法を溶液分析に応用して、高沸点化合物のひとつであるトリアセチルレスベラトロールを含む未知化合物含有溶液のGC/MS分析を試みた。ここでは、TD法を溶液分析に適用するため、一次捕集管に液体吸収用のガラス繊維を入れて、被検試料 (溶液) を一次捕集管に液打ち (オートインジェクション) することで分析を行った。本手法により、試料に存在する不揮発成分が一次捕集管 (一部は二次捕集管) に残留することで、装置へのダメージが軽減されるものと期待される。被検試料溶液に含まれるトリアセチルレスベラトロールは、GCで検出可能な化合物としては、揮発性が極めて低い分析対象と言える。沸点が揮発性有機化合物 (VOC) よりも高く、一部の分子が気化しない状態で存在する化合物は準揮発性有機化合物 (Semi-Volatile Organic Compounds; SVOC) と呼ばれ、装置内に吸着しやすい特性を持つ。このことから、試料の残留が、その直後に行う分析に及ぼす影響を考慮に入れた測定条件について検討した。

## 3 実験方法

### 3.1 試料の調製

トリアセチルレスベラトロールには、東京化成工業(株)製の試薬を用いた。また、溶剤として使用するトルエン及びジメチルホルムアミド (DMF) には、それぞれ、富士フィルム和光純薬(株)製の特級、関東化学(株)製の有機合成用試薬を用いた。トリアセチルレスベラトロール (試薬) 5 mgをトルエン 0.8 mlに溶解し、DMFで1 mlにメスアップして被検試料とした。

### 3.2 GC/MSの分析条件

分析装置は、多機能オートサンプラ (ゲステル(株)製MPS)、一次捕集管を加熱するTD装置 (ゲステル(株)製TDU2)、二次捕集管を加熱するTD装置

表1 TD-GC/MS 分析条件

|        |  |
|--------|--|
| 試料注入量  | 1~6 $\mu$ l (一次捕集管へ注入)   |
| 溶剤注入量  | 0~5 $\mu$ l (試料注入後、一次捕集管へ注入)                                     |
| 一次捕集管  | ガラス繊維入りガラスライナー   |
| TDU2条件 | 40°C→320°C, 10分 (一次捕集管加熱時)                                       |
| 二次捕集管  | Tenax TA充填ガラスライナー  |
| CIS4条件 | 120°C→300°C, 10分 (二次捕集管加熱時)                                      |
| キャリアガス | ヘリウム (カラム流量 2.0 ml/分)  |
| スプリット比 | 約 2:1 (CIS4 Low Split モード)                                       |
| カラム    | Agilent J&W DB-1<br>(30 m $\times$ 0.25 mm i.d., 膜厚 1.0 $\mu$ m) |
| カラム温度  | 40°C(3分)→270°C(0分)→2°C/分<br>→325°C(8分)                           |
| MS測定条件 | Scanモード (m/z 35~600)   |

(ゲステル(株)製CIS4)、アジレント・テクノロジー(株)製7890Bガスクロマトグラフ、アジレント・テクノロジー(株)製5977B質量選択検出器で構成される。MPSの使用により、一次捕集管への液打ちが可能である。はじめに、被検試料を一次捕集管に注入し、続いて溶剤(トルエン)を一次捕集管に注入した。被検試料と溶剤の合計が6  $\mu$ lになるように溶剤の注入量を調整した。他の条件は、表1に示すTD-GC/MS分析条件にて測定を行った。

#### 4 結果と考察

##### 4.1 注入量漸増法による定性分析

試料の注入量(試料量)を1  $\mu$ l から順次、増やしていったときの測定結果を図1に示す。複数のピークがある理由については、4.2で考察する。図1で明らかのように、試料量1, 2  $\mu$ lではピークが検出されないのに対し、試料量3  $\mu$ lでは微小なピークが確認され、試料量4  $\mu$ l以上では、試料量が増えると

ともにピーク強度が急激に増加した。一般的にクロマトグラフィーにおいては、試料量とピーク強度には比例関係があり、GC/MSでも同様である。しかし、本分析では、この比例関係は認められず、試料量3  $\mu$ l以下では感度不足となったのに対し、試料量4  $\mu$ lは定性分析における最適となった。

SVOCの場合、試料量が少ないと、装置内のコールドスポットやデッドボリュームに吸着して検出器まで達しないため、ピークの検出が困難になることがある。一定の吸着量を超えると、吸着量超過分が検出されるようになるため、急激にピーク強度が増すことになる。どの程度の吸着量があるかは、化合物、装置、温度条件によって異なる。また、同一条件、同一装置であっても、直前に行った分析の影響を受けることもある(メモリー効果)。このため、SVOCの分析においては、1回の測定では不十分であることが多い。そこで、被検試料の注入量を漸増させる測定法を採用することで、試料量が多すぎることによる装置へのダメージを回避し、かつメモリー効果の影響を受けない分析が可能になったものと考えられる。

##### 4.2 マススペクトルによる構造解析

GC/MSでは、電子イオン化 (Electron Ionization ; EI) によるマススペクトルのライブラリー検索が可能で、それにより未知化合物の同定ができる。しかし、全ての化学物質がライブラリー登録されているわけではないため、ライブラリー検索で未知化合物が同定できない場合もある。そのようなときでも、マススペクトルの分子イオンとフラグメントイオンを解析することで、分子の開裂のしかたを推定して、構造解析できる場合もある。

図2に、被検試料の主要ピーク①~⑤のマススペクトルを示す。ピーク②は、2つのピークが重なり合っているが、この近接2ピークのマススペクトルほぼ同じであり、異性体の関係にあると考えられるため、同一ピークとみなした。

ライブラリー検索では、スペクトルのピーク一致率はヒット率 (%) で示され、ヒット率 80%以上が化合物を確定する目安とされる。ピーク①のライブラリー検索 (NIST) の結果、

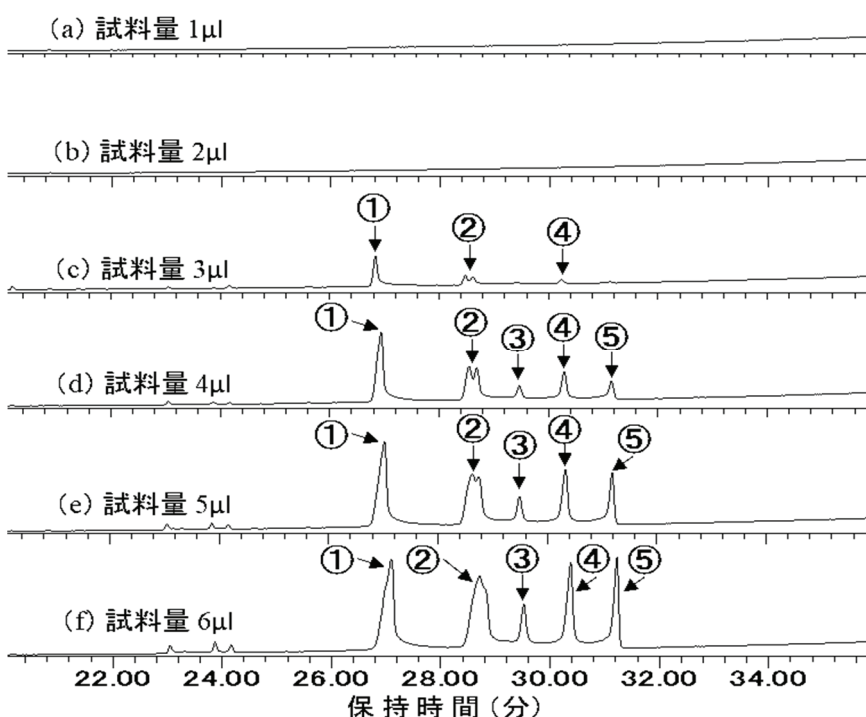


図1 被検試料のトータルイオンクロマトグラム

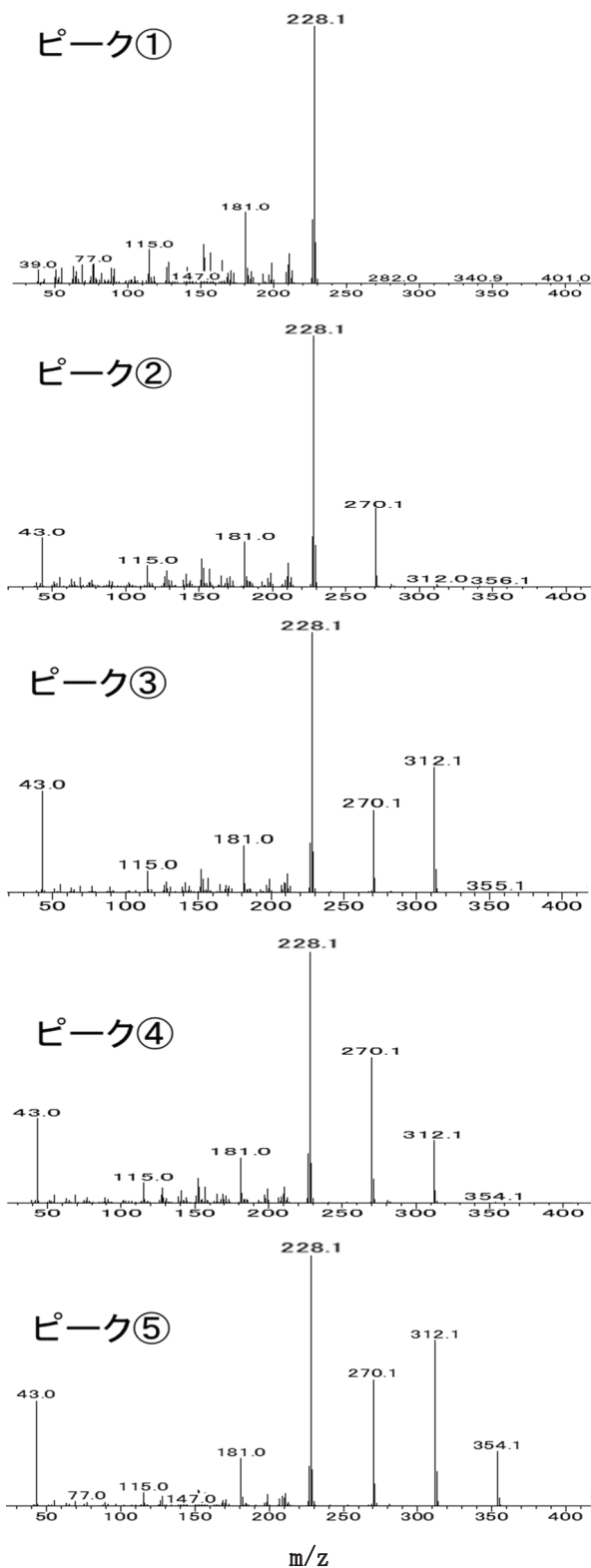


図2 ピーク①～⑤のマススペクトル

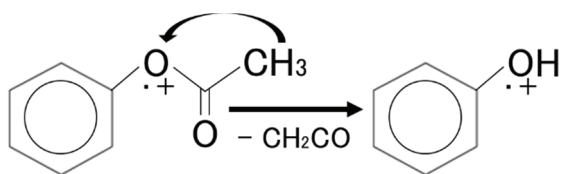


図3 アセチル基からのケテンの脱離

ヒット率が80%を超える化合物は存在しなかったため、ライブラリー検索だけではピーク①の化合物を同定することはできなかった。ピーク②～⑤についても同様であった。

そこで、マススペクトルによる構造解析を試みた。ピーク①～⑤のマススペクトルを比較すると、すべてが類似していることに気づく。ピーク②～⑤の基準ピーク（最大強度ピーク）は、ピーク①の分子イオンピーク（ $m/z$  228.1）と一致していることから、ピーク②～⑤の化合物は、ピーク①の化合物の誘導体ではないかと推察される。ピーク②～⑤には、ピーク①には見られないフラグメントイオンとして、 $m/z$  43.0のイオンピークがある。これは、アセチル基（ $\text{CH}_3\text{CO}-$ ）の分子量に一致する。また、ピーク⑤の分子イオンピーク（ $m/z$  354.1）から $m/z$  42を減じたものが、ピーク③・④の分子イオンピーク（ $m/z$  312.1）であり、これらの分子イオンピークから $m/z$  42を減じたものが、ピーク②の分子イオンピーク（ $m/z$  270.1）である。さらに、ピーク②の分子イオンピークから $m/z$  42を減じたものが、ピーク①の分子イオンピークである。これらのことから、ピーク②～⑤は、ピーク①のアセチル誘導体ではないかとの推測が成り立つ。なお、アセチル基は、図3に示すような水素転移を伴って、分子量42のケテン（ $\text{CH}_2\text{CO}$ ）として脱離するものと考えられる。

この解析に基づいて、ピーク①のライブラリー検索結果（ヒット率上位の10物質）を見直してみたところ、アセチル誘導体をつくり得る官能基（水酸基・アミノ基）を複数有している化合物は、*trans*-Resveratrolしかなかったため、ピーク①はレスベラトロール、ピーク②～⑤はそのアセチル誘導体であると推察された。

## 5 まとめ

本研究では、トリアセチルレスベラトロールを含有する試薬を用いて、TD法を溶液分析に応用したGC/MS分析を試みた。試料の注入量を漸増させる分析を行った結果、装置へのダメージを懸念して測定を断念していたかもしれない未知化合物含有溶液のGC/MS分析において、ルーチン法となり得る新しい測定法を示すことができた。

## 参考文献

- 1) 原 昭二訳. 入門クロマトグラフィー (第2版). 東京化学同人, 1988, p.32.
- 2) 常定 健. 静的ヘッドスペース法による高沸点成分のGC/MS分析. 岡山県工業技術センター報告, 2022, 第48号, p.38.
- 3) 水・大気環境局大気環境課作成. 有害大気汚染物質測定方法マニュアル. 環境省, 2019 (改訂).

# 官能基を導入したポリプロピレンの 表面自由エネルギーに関する分子動力学計算

Molecular dynamics calculation of surface free energy of polypropylene with functional groups

中西 亮太

Ryota NAKANISHI

キーワード 分子動力学計算 / 表面自由エネルギー / 官能基 / ポリプロピレン

KEY WORDS Molecular dynamics calculation / Surface free energy / Functional groups / Polypropylene

## 1 はじめに

輸送機器業界では、低炭素社会の実現に向けて電気自動車の開発が進められており、車体の構造材や部品の軽量化による航続距離の延長が望まれている。金属材料と樹脂材料を複合化するマルチマテリアル化は軽量化に有効な技術である。現在、アルミニウム(Al)/熱硬化性炭素繊維複合材料(CFRP)による構造材が実用化されているが、熱硬化性CFRPは高価で再利用不可で成形性が悪いという課題がある。熱可塑性のポリプロピレン(PP)は安価で再利用可能で成形性が良く、さらに熱硬化性CFRPよりも軽量であるため、これに代わる樹脂として期待できる。しかしPPはAlと比べて表面自由エネルギーが低く、Al/PPの接着が難しいという現状がある。一般に、親水性の官能基の導入によりPPの表面自由エネルギーが増加することが知られているが、どのような官能基をどれくらい導入すれば良いかは不明であった。

そこで、本研究では分子動力学計算を用いて、簡易表面モデルにより、官能基の種類、分子鎖中の位置、官能基の個数、量体数を変化させて、表面自由エネルギーの相対比較を試みた。

## 2 計算方法

PPの表面自由エネルギーは、分子動力学計算を用いて算出した。本計算に用いたソフトウェアは、ダッソー・システムズ・BIOVIA社のForcite Plusである。

官能基の種類、分子鎖中の位置、官能基の個数を変化させた場合の簡易表面モデルにおける表面自由エネルギーの計算方法を以下に示す。

図1に2000量体のPP(アイソタクチック構造)の計算モデルを示す。ここで、両端は $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ (頭)と $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_3$ (尾)である。この構造の末端あるいは中間に、アルデヒド基、カルボキシル基、ケトン基、水酸基の同一官能基を2個導入した。図2にアルデヒド基を末端もしくは中間に導入した構造の一例を示す。表1に官能基を導入した位置と種類を示す。以下に計算方法と表面自由エネルギーの算出方法を示す。ここで、PPの最表

面は、急冷により非結晶構造をとると考えられることから、本シミュレーションにおいても非結晶構造を計算対象とした。

- (1) 非結晶構造の表面自由エネルギーを算出するために、図1に示した計算モデルを1辺500 nmの立方体セルの中心に1つ配置し、セルとモデルをフリーにして構造最適化を行った。ここで、非結合間相互作用の計算には静電相互作用項にEwald法を採用し、ファンデルワールス項にcut offを1.25 nmとしたAtom based法を採用した。また、本計算では、x、y、z軸について周期境界条件を設定している。
- (2) 最適化後の構造を用いて、設定温度433 K、時間ステップ0.1 fs、トータル計算時間2 psで等温定圧計算(NTP)後、さらに433 K、1.0 fs、60 psでNTP計算により緩和を行った。これにより、PPの非結晶構造の簡易表面モデルを作製した。
- (3) (2)で緩和した構造を用いて、式(1)により表面自由エネルギーを算出した。

$$E = ((E_{\text{bulk}} - E_{\text{surface}}) / 2A) \times 1000 \quad (1)$$

$E$ は表面自由エネルギー( $\text{mJ}/\text{m}^2$ )、 $E_{\text{bulk}}$ はバルクのエネルギー、 $E_{\text{surface}}$ は20 nmの真空スラブを導入した表面のエネルギー、 $A$ はセルの表面積である。なお、表面自由エネルギーはx、y、z軸方向について各々算出し、その平均とした。

量体数を変化させた場合の簡易表面モデルにおける表面自由エネルギーの計算方法を以下に示す。量体数が63、125、250、500、1000、2000、3000のPP(アイソタクチック構造)の両末端に官能基を導入し、上記(1)、(2)、(3)の順で計算を行った。

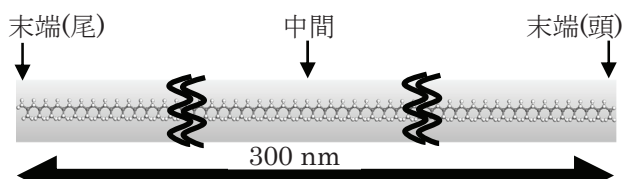


図1 2000量体のPP(アイソタクチック構造)の計算モデル

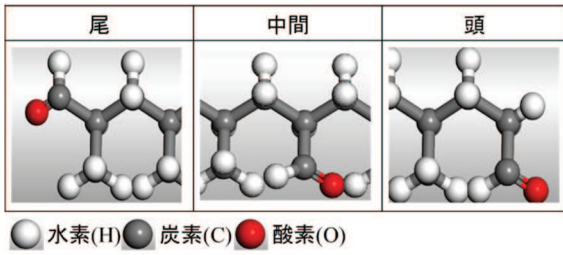


図2 アルデヒド基を末端もしくは中間に導入した構造の一例

表1 官能基を導入した位置と官能基の種類

| 側鎖1級(R-C <sup>+</sup> H <sub>3</sub> )        | 主鎖2級(R-C <sup>+</sup> H <sub>2</sub> -R') | 主鎖3級(R-C <sup>+</sup> H-R'<br>R'') |
|---|---|------------------------------------|
| 水酸基(末端・中間)<br>アルデヒド基(末端・中間)<br>カルボキシル基(末端・中間) | 水酸基(末端・中間)<br>ケトン基(中間)                    | 水酸基(中間)                            |

### 3 結果と考察

図3に官能基(アルデヒド基、カルボキシル基、ケトン基、水酸基)をPPの両末端あるいは中間に2個導入した場合の表面自由エネルギーを示す。

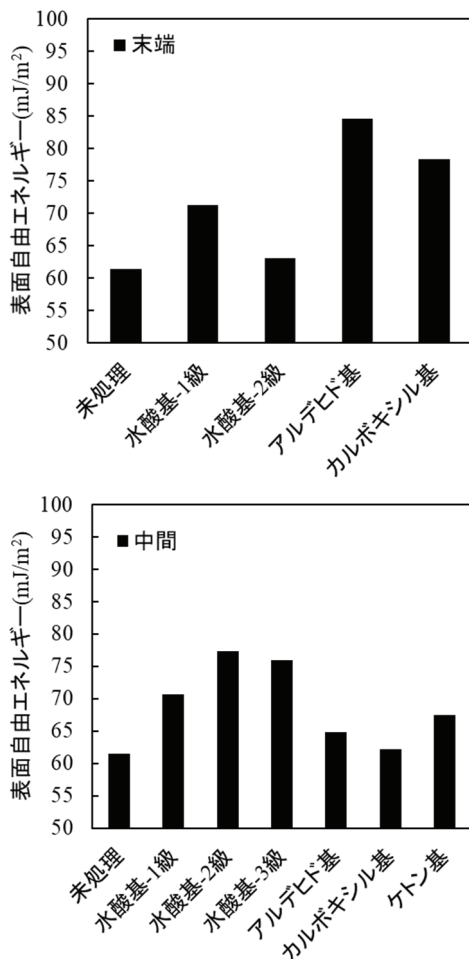


図3 官能基をPPの両末端あるいは中間に2個導入した場合の表面自由エネルギー

ここで、表面自由エネルギーの値が大きいほどAIとの相互作用が強い、つまり接着性が強いと考

える。図3の結果から、両末端にアルデヒド基を導入したPPは、未処理PPと比較して、表面自由エネルギーは1.4倍高かった。続いて、両末端がカルボキシル基および中間が水酸基のPPにおいても、同等の結果が得られた。接触角の測定により得られたPPの表面自由エネルギーは、約28 mJ/m<sup>2</sup>である<sup>1)</sup>。一方、分子動力学計算により得られた未処理のPPの表面自由エネルギーは、約60 mJ/m<sup>2</sup>となった。この詳細は不明であるが、計算値と文献値において表面自由エネルギーに差が生じた一つの要因として、分子動力学計算で扱う表面と実表面との平滑性の差があると推察している。本研究では、表面自由エネルギーの相対変化について議論しているため、計算値と文献値の差が本研究の結果に及ぼす影響は小さいと考えている。

図3の結果より、本計算結果において、アルデヒド基の表面自由エネルギーが最も高かったことから、以降の計算ではアルデヒド基の導入位置、導入官能基数を変化させて、表面自由エネルギーへの影響を調べた。

アルデヒド基(2個)の導入位置を図4に(黒丸がアルデヒド基)この時の表面自由エネルギーの計算結果を図5に示す。図5の黒線は、未処理PPの表面自由エネルギーを示す。いずれの位置に官能基を導入しても未処理PPより表面自由エネルギーが高くなり、官能基の導入により接着性の向上が期待できる結果になった。さらにアルデヒド基を末端に近い部位に導入するほど、表面自由エネルギーは高くなる傾向を示した。

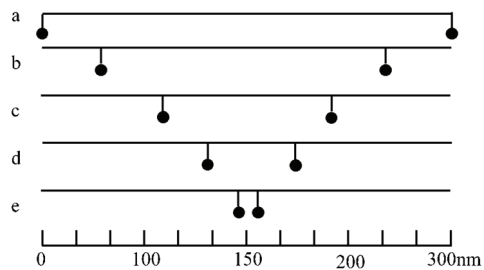


図4 2個のアルデヒド基の導入位置

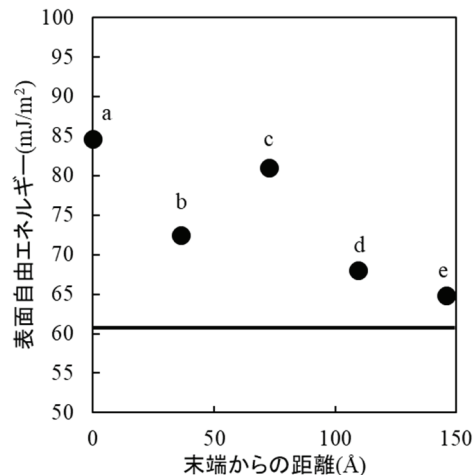


図5 アルデヒド基の導入位置と表面自由エネルギーの関係

アルデヒド基の導入位置と導入数を図6に、この時の表面自由エネルギーの計算結果を図7に示す。3個以上のカルボキシル基を導入する場合は、等間隔で導入した。1つ以上のカルボキシル基を導入すると、未処理PPより表面自由エネルギーが高くなる結果が得られた。本計算結果において、官能基が1個の場合、表面自由エネルギーは末端(頭)79 mJ/m<sup>2</sup>、末端(尾)65 mJ/m<sup>2</sup>、中間76 mJ/m<sup>2</sup>となり、官能基が2個で最も高い85 mJ/m<sup>2</sup>となった。その後、官能基の導入数が増えるほど表面自由エネルギーは低下する結果となった。

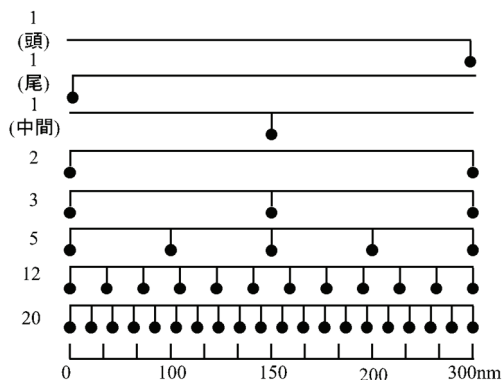


図6 アルデヒド基の導入位置と導入数

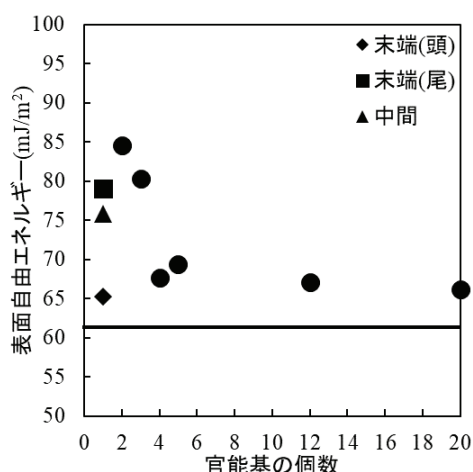


図7 アルデヒド基の官能基数と表面自由エネルギーの関係

両末端にアルデヒド基を2個導入したPPの分子量(量体数)図8に、この時の表面自由エネルギーの計算結果を図9に示す。本計算結果において、1000量体において、最も表面自由エネルギーが高くなる結果が得られた。分子量が極端に小さい場合や2000量体よりも大きい場合は、表面自由エネルギーが低くなる結果となった。

分子動力学計算の結果から、PP簡易表面モデルにおいて、分子構造の違いが表面自由エネルギーに影響を与えることが示唆された。官能基を末端に導入することで、表面自由エネルギーが高い傾向を示した。この理由として、緩和後のPPの非結晶構造の結果から、アルデヒド基はPPの分子内部に

入り込むことなく、表面に存在したためと考えられる。本報告では、アルデヒド基を中心とした結果であったが、今後はカルボキシル基や水酸基についても同様の計算を行う予定である。

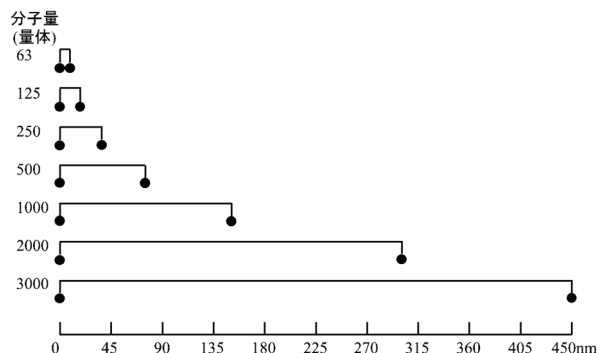


図8 両末端にアルデヒド基を2個導入したPPの分子量(量体数)

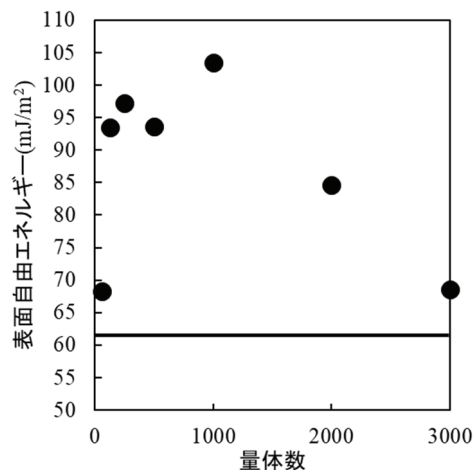


図9 両末端にアルデヒド基を2個導入したPPの分子量(量体数)と表面自由エネルギーの関係

#### 4 まとめ

本研究では分子動力学計算を用いて、簡易表面モデルにより、表面自由エネルギーの相対比較を試みた結果、PP表面について、分子構造の違いが表面自由エネルギーに大きな影響を与えることが示唆された。今後は、プラズマ処理やUV処理を行い、実際の官能基変化の分析とシミュレーション解析を併用し、Al/PPの接着強度の向上を目指したい。

#### 参考文献

- 1) 角田光雄. ポリマー表面の物理化学. *Physical Chemistry of Polymer Surface*. 1968, 17(196), p.680-687.



# 畳（稲わら畳床）の圧縮特性評価

## A study on compression properties of tatami (Straw TATAMIDOKO)

川野 道則・山村 恒平\*・永山 則之

Michinori KAWANO, Kohei YAMAMURA, Noriyuki NAGAYAMA

キーワード 畳 / イグサ / 敷物 / 稲わら / 圧縮特性  
KEY WORDS Tatami / Rush / Rug / Rice straw / Compression properties

### 1 はじめに

「畳」の表記は、古くは古事記にみられ、日本の気候風土に合わせて形態を変えながら今日に続く、歴史の長い敷物<sup>1-3)</sup>である。近代に急速に普及し1994年の5000万畳程度<sup>4)</sup>でピークを迎え、その後減少が続いているものの、現在も1000万畳程度<sup>5)</sup>供給されている。現代の建材としての畳は、厚さ50mmの畳床(表1)に、綿糸や麻糸を経(タテ)としイグサなどを緯(ヨコ)とした織物である畳表と、細幅の織物である畳へり地とを縫い付けたものが一般的であり、組み合わせにより多様な畳が存在する。中でも昭和の頃に主流であった、稲わら畳床にイグサの畳表を使用した畳(以下わら床畳)は、当時プロ野球選手が素振りの練習をしたという逸話が残っており、足裏感覚を磨くために有利な特性を持つと考えられる。

足裏の感覚には表面形状や摩擦抵抗の影響が大きいと考えられるが、本研究では接触面積等に影響する局所的な変形挙動に着目し、足の指と指以外など接触部の大きさを考慮して、大小の圧子を用いた圧縮特性の評価を行った。

### 2 実験方法

試料は、比較としてのループパイルカーペット(厚さ6mm、単位面積あたりの質量4.2kg/m<sup>2</sup>)、プラスチックフォームマット(10mm、0.8kg/m<sup>2</sup>)と使用済みわら床畳(48mm、14kg/m<sup>2</sup>)を用いた(図1)。十分に大きい試料に対し、直径100mmの円柱(φ100)と直径20mmの円柱(φ20)を圧子とし、精密万能試験機(AG-Xplus50kN、島津製作所)を用いて押し込みによる圧縮試験を行った。圧縮試験条件としては、まず、2mm/minの変位制御で、圧子の単位面積当たりの荷重が19N/cm<sup>2</sup>となるまで負荷した後に除荷する予備圧縮を2回行った。その後、1秒間あたり0.4N/cm<sup>2</sup>の荷重制御で、20N/cm<sup>2</sup>までの負荷時と除荷時の荷重-変位曲線を得た。なお、20N/cm<sup>2</sup>の目安として、成人男性のかかと周辺(接地面積38cm<sup>2</sup>)<sup>7)</sup>に760N負荷した状態に相当する。変形の目安を得るための数値解析には、有限要素法汎用ソフトMSC.Marcを用いた。

表1 畳床の種類<sup>6)</sup>

| 区分                    | 記号     | 材料および構造(単位面積当たりの質量)   |
|-----------------------|--------|---|
| 稲わら畳床                 | 特級     | WR-S 稲わらを材料として6層以上で構成したもの。(17.0kg/m <sup>2</sup> )                            |
|                       | 1級     | WR-1 稲わらを材料として6層以上で構成したもの。(16.0kg/m <sup>2</sup> )                            |
|                       | 2級     | WR-2 稲わらを材料として6層以上で構成したもの。(15.0kg/m <sup>2</sup> )                            |
|                       | 3級     | WR-3 稲わらを材料として4層以上で構成したもの。(14.0kg/m <sup>2</sup> )                            |
| ポリスチレンフォームサンドイッチ稲わら畳床 | PS-C20 | 押出法ポリスチレンフォーム断熱材20mmを芯材とし、上下を稲わらで構成したもの。(11.5kg/m <sup>2</sup> )              |
|                       | PS-C25 | 押出法ポリスチレンフォーム断熱材25mmを芯材とし、上下を稲わらで構成したもの。(10.5kg/m <sup>2</sup> )              |
|                       | TB-C30 | 押出法ポリスチレンフォーム断熱材30mmを芯材とし、上下を稲わらで構成したもの。(9.5kg/m <sup>2</sup> )               |
| タタミボードサンドイッチ稲わら畳床     | TB-C20 | タタミボード20mmを芯材とし、上下を稲わらで構成したもの。(14.0kg/m <sup>2</sup> )                        |
|                       | TB-C25 | タタミボード25mmを芯材とし、上下を稲わらで構成したもの。(13.5kg/m <sup>2</sup> )                        |
| 建材畳床                  | I形     | KT-II タタミボードを主な材料として構成したもの。(12.3kg/m <sup>2</sup> )                           |
|                       | II形    | KT-III タタミボードと押出法ポリスチレンフォーム断熱材とを主な材料として、2層に構成したもの。(3.5~6.8kg/m <sup>2</sup> ) |
|                       | III形   | KT-K タタミボードと押出法ポリスチレンフォーム断熱材とを主な材料として、3層に構成したもの。(5.7~6.8kg/m <sup>2</sup> )   |
|                       | K形     | KT-N 押出法ポリスチレンフォーム断熱材を主な材料として構成したもので、裏面にかまち補強材をもつもの。(2.7kg/m <sup>2</sup> )   |
|                       | N形     | KT-N 押出法ポリスチレンフォーム断熱材を主な材料として構成したもので。(2.7kg/m <sup>2</sup> )                  |



図1 試料外観

### 3 結果と考察

図2にループパイルカーペットの結果を示すが、φ20、φ100でほぼ同じ曲線となった。このことから、ループパイルが厚さ方向に作用する独立したバネとして働いていると考えられ、厚さ方向の弾性が支配的な異方性材料であることが確認できた。

\* (株)大島屋

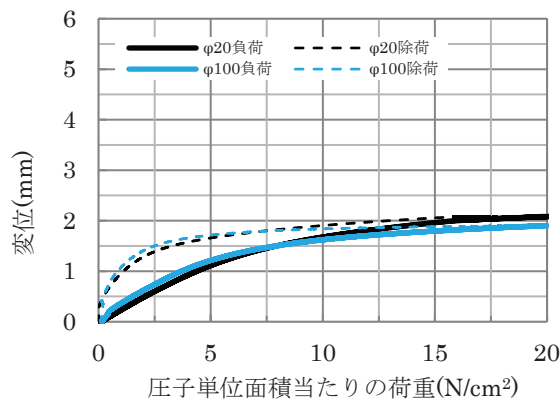


図 2 ループパイルカーペットの圧縮曲線

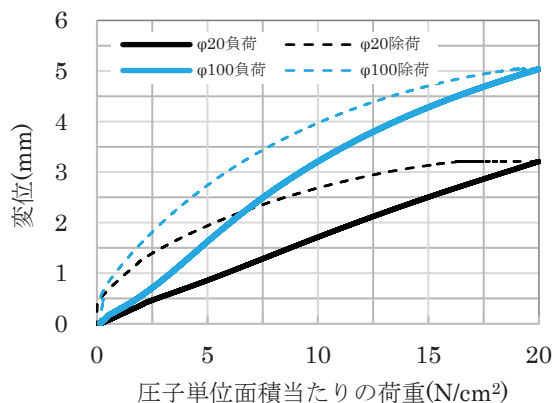


図 3 プラスチックフォームマットの圧縮曲線

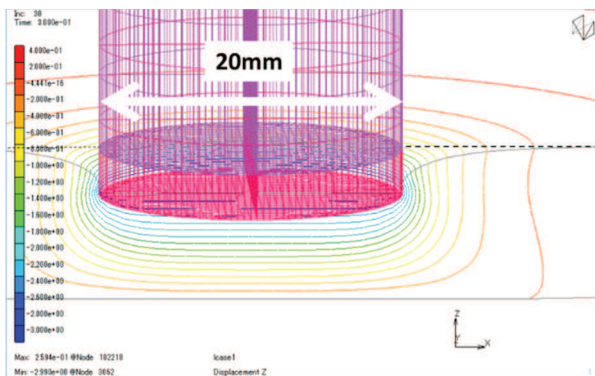


図 4 等方性材料の有限要素解析結果

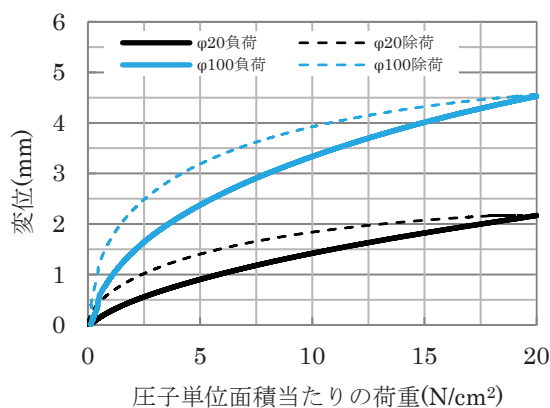


図 5 畳（稲わら畳床）の圧縮曲線

次に、図3にプラスチックフォームマットの結果を示す。φ20では、5 N/cm<sup>2</sup>での変位はループパイルカーペットとほぼ同じ1 mm程度であるが、荷重に対する変位が直線的に増加し、20 N/cm<sup>2</sup>での変位は3 mm程度となった。また、同じ変位になる圧子の単位面積当たりの荷重に注目すると、φ20はφ100の2倍程度であることが分かった。

プラスチックフォームマットの変形の目安を得るため、実験値と近くなるヤング率0.3MPa、ポアソン比0.3の等方性材料をφ20で3 mm変位させたときの有限要素法解析結果を示す(図4)。圧子の外側5 mmを超える範囲まで変形することがわかった。

最後に、図5にわら床畳の結果を示す。φ20でループパイルカーペットと似た曲線、φ100ではプラスチックフォームマットに近い曲線となり、プラスチックフォームマットに比べ、φ20とφ100の違いはさらに大きくなった。これは、わら床畳は、管状材料の稲わらやイグサを積層したものであることから、管の軸方向の弾性が高いという異方性が影響していると考えられる。また、同じ変位になる圧子の単位面積当たりの荷重に着目すると、φ20はφ100の5倍程度であった。

#### 4 まとめ

ループパイルカーペット、プラスチックフォームマットとわら床畳について、各々特徴のある変形挙動を示すことがわかった。また、異なる大きさの圧子を用いることで、変形挙動の違いをより明確に表現できることがわかった。

本研究は、受託研究“素振り用い草敷物の物性評価”で行いました。

#### 参考文献

- 1) 平井ゆかほか. 畳と畳を支えるシステムの開発と普及についての文献に関する研究. 住総研研究年報. 2021, 27, p. ke263-274.
- 2) 平井郁子. 畳の歴史と畳表の変化. 大妻女子大学家政系研究紀要. 2011, 47, p. 121-126.
- 3) 田村雅紀, 建材への道のり Vol.14 藁草編. 建材試験情報. 2022, 58(9-10), p. 48-50.
- 4) 野口真弓ほか. 中国からの畳表の輸入急増が国内の産地に与えた影響と政策対応. 農林業問題研究. 2006, 42, p. 207-210.
- 5) 農林水産省. 令和3年産「い」の作付面積. 収穫量及び畳表生産量(主産県). 2020-10-19, [https://www.maff.go.jp/j/tokei/kekka\\_gaiyou/tokutei\\_sakumotu/r3/igusa/index.html](https://www.maff.go.jp/j/tokei/kekka_gaiyou/tokutei_sakumotu/r3/igusa/index.html)
- 6) JIS A5901:2018. 稲わら畳床及び稲わらサンドイッチ畳., JIS A5902:2004. 畳., JIS A5914:2018. 建材畳床.
- 7) 西種子田弘芳. 足跡に関する研究Ⅱ 扁平足判定法の比較. 鹿児島大学教育学部研究紀要. 自然科学編. 1984, 36, p. 53-64.



# 外部発表



## 誌 上 発 表

### 1. 熱処理を施したチタン合金における切削加工現象の可視化

(チタン 70 巻, 2 号 令和 4 年 4 月)

松岡 大樹

難削材であるチタン合金は、航空機材料として使用される場合、熱処理により高強度化され、加工性が悪化する。本報では、熱処理されたチタン合金(Ti-6Al-4V)に対して、ドライ加工における高速度カメラを用いた加工現象の可視化を行った。この可視化により、使用する超硬合金工具の種類によって、切りくず排出性が変化することが明らかになった。さらに表面粗さの評価をすることにより加工条件の最適化が可能となった。

### 2. Single-Step Synthesis of Silver Nanoparticles Supported on Cellulose Nanofiber Using a High-Pressure Wet-type Jet Mill and their Catalytic Activities

(Materials Transactions 63 巻, 5 号 令和 4 年 5 月)

藤井 英司、古谷 充章、木村 祥彦、小倉 孝太\* (\* (株)スギノマシン)

天然バイオマス素材であるセルロースナノファイバー (CNF) の高機能化を目的として、銀粒子との複合化に関する検討を行った。CNF と硝酸銀水溶液の混合懸濁液を湿式ジェットミルで処理することにより、CNF の表面上に銀粒子を固定化させることに成功した。固定化させた銀粒子は、平均粒子サイズが約 3.8 nm であり、非常に均一な粒度であった。銀の触媒活性を検討した結果、市販されている銀粒子の触媒活性より優れていることがわかった。

### 3. フェムト秒レーザーによるプラスチックの表面および濡れ性の変化

(レーザー加工学会誌 29 巻, 2 号 令和 4 年 6 月)

水戸岡 豊、中西 亮太

フェムト秒レーザーをプラスチック材料表面に照射し、微細形状の付与による濡れ性の制御を試みた。レーザー照射条件によるプラスチック表面の濡れ性の変化を調査するとともに、表面の形状および化学状態を詳細に観察し、濡れ性に与える影響について考察した。

レーザー照射により、プラスチック表面の濡れ性および表面自由エネルギーを簡単に変化させることができた。このとき、変化の挙動は、プラスチックの極性に依存し、表面の化学状態よりも形状に大きな影響を受けることが明らかになった。

#### 4. 高圧湿式ジェットミルを用いた銀ナノ粒子／キトサンナノファイバー複合材料の作製とその抗菌特性

(Journal of the Society of Materials Science, Japan 71 巻, 6 号 令和 4 年 6 月)

藤井 英司、木村 祥彦、高橋 和宏、古谷 充章、小倉 孝太\* (\* (株)スギノマシン)

天然バイオマス素材であるキトサンナノファイバー (ChNF) の高機能化を目的として、銀粒子との複合化に関する検討を行った。ChNF と硝酸銀水溶液の混合懸濁液を湿式ジェットミルで処理することにより、ChNF の表面上に銀ナノ粒子を担持させた複合材料を作製することに成功した。また、その複合材料の優れた抗菌特性を解明した。

#### 5. Visualization of polypeptides including fragmented $\alpha$ -amylase in rice koji grains using mass spectrometry imaging

(Journal of Bioscience and Bioengineering 134 巻, 1 号 令和 4 年 7 月)

谷野 有佳、伊藤 一成、五味 勝也\*、狩山 昌弘\*\*、三宅 剛史

(\*東北大院農、\*\* (株)フジワラテクノアート)

米麴の品質を科学的に評価し、解明することが清酒の品質向上に繋がると考えられる。我々はイメージング質量分析を用いて米麴内のタンパク質分布を評価した。米麴の凍結切片を作製し、イメージング質量分析を行った結果、米麴特異的なシグナル ( $m/z$  4,660、6,140、8,170、11,840) が検出された。そのうち  $m/z$  11,840 タンパク質の N 末端アミノ酸配列が  $\alpha$ -アミラーゼの N 末端配列と一致したことから、 $m/z$  11,840 タンパク質は  $\alpha$ -アミラーゼ断片であると考えられた。この  $\alpha$ -アミラーゼ断片は製麴後期にみられ、同時期から米麴の  $\alpha$ -アミラーゼ活性の増加が緩慢になっていた。このことから  $\alpha$ -アミラーゼの断片化は製麴後期の活性増加の鈍化に寄与している可能性が示唆された。本研究では、イメージング質量分析を用いた米麴内でのタンパク質分布を示すとともに、 $\alpha$ -アミラーゼが製麴中に断片化していることを明らかにした。

#### 6. Fabrication of Silver Nanoparticles / Chitosan Nanofibers Composite Material Using a High-Pressure Wet-Type Jet Mill and their Antibacterial Properties

(Materials Transactions 63 巻, 12 号 令和 4 年 10 月)

藤井 英司、木村 祥彦、高橋 和宏、古谷 充章、小倉 孝太\* (\* (株)スギノマシン)

天然バイオマス素材であるキトサンナノファイバー (ChNF) の高機能化を目的として、銀粒子との複合化に関する検討を行った。ChNF と硝酸銀水溶液の混合懸濁液を湿式ジェットミルで処理することにより、ChNF の表面上に銀ナノ粒子を担持させた複合材料を作製することに成功した。また、その複合材料の優れた抗菌特性を解明した。

## 7. ポリプロピレン系複合材料の力学特性に及ぼす無水マレイン酸変性ポリプロピレンの酸価および体積分率の効果

(日本接着学会誌 59巻, 1号 令和5年1月)

甲加 晃一、日笠 茂樹、織田 ゆかり\*、川口 大輔\*、田中 敬二\* (\*九州大学大学院)

ポリプロピレン(PP)/無水マレイン酸変性ポリプロピレン(PP-g-MA)/フィラー3元系複合材料の力学特性に及ぼすPP-g-MAの酸価および体積分率の影響を検討した。フィラーとして、球状のシリカ( $\text{SiO}_2$ )またはアルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )を用いた。複合材料のヤング率は、PP-g-MAの酸価および体積分率にほとんど依存しなかったが、引張降伏応力( $\sigma_y$ )は依存し、系中の無水マレイン酸濃度( $C_{MA}$ )で整理できた。 $\text{SiO}_2$ 系複合材料の $\sigma_y$ は $C_{MA}$ とともにわずかに増加したが、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 系複合材料の $\sigma_y$ は $C_{MA}$ とともに著しく増加した後、一定値に到達した。走査電子顕微鏡観察より、 $\text{SiO}_2$ 表面上には分子鎖吸着層は形成されず、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 表面上には形成されることを明らかにした。吸着層厚から見積もった $\text{Al}_2\text{O}_3$ 表面を被覆するのに要する $C_{MA}$ は、 $\sigma_y$ が一定値に到達する際の $C_{MA}$ とよく対応した。シャルピー衝撃強度の $C_{MA}$ 依存性も $\sigma_y$ と同様に吸着層の影響を考慮することで説明できた。

## 8. 蓋麴法と箱麴法における米麴周辺環境の違い

(日本醸造協会誌 118巻, 2号 令和5年2月)

谷野 有佳、下山 力生、勝尾 晃久\*、岡崎 達郎\*、竹内 赴登、伊藤 一成、  
宮下 晃一\*、三宅 剛史 (\*宮下酒造(株))

製造現場における製麴法の違いについて理解を深めるために、蓋麴法と箱麴法について麴周辺環境の計測評価を実施し、その品質を評価した。その結果、箱麴法で箱内の空間温度が品温より明らかに低い経過をとるのに対し、蓋麴法では、蓋内の空間温度は品温に近い高い経過をとることが確認できた。加えて、蓋麴法では蓋内の空間湿度が、箱麴法よりもかなり高く推移していた。

このような製麴状態の違いが出麴時の品質に反映されていた。水分含量は蓋麴法の方が高くなっていた一方で、菌体量は蓋麴法の方が低くなっていた。状貌は箱麴法の方がより進んでおり、いずれの酵素力価も箱麴法の方が高かったが、GA/A比は蓋麴法の方が高くなっていた。さらに、使用時の麴の品質評価から、箱麴法では出麴後時間が経ってもあまり大きな変化はないが、蓋麴法では出麴後に乾燥が進むとともに、状貌(ハゼ回りと消化)が進み、酵素力価も増加することがわかった。



9. 相容化材中の変成基グラフト量が LLDPE/PA6/相容化材ブレンドの相構造や力学特性に与える影響

(日本接着学会誌 59 巻, 2 号 令和 5 年 2 月)

日笠 茂樹

積層フィルムをリサイクルしたプラスチックのモデルブレンドとして、LLDPE/PA6ブレンドに、相容化材として無水マレイン酸(MA)変性ポリプロピレン(PP-g-MA)を加えた。PP-g-MA 中の MA 含有量やブレンド中の PP-g-MA 量がブレンド材の相構造や力学特性に影響を与えた。PP-g-MA 中の MA 基と PA6 中のアミド基との相互作用によって、LLDPE 中に分散する PA6 粒子が微細化された。この PA6 粒子径に影響する最も重要な因子は、ブレンド中に含まれる MA 量と PA6 量の比であった。PP-g-MA によって衝撃強度が顕著に向上した。一方、引張降伏応力はわずかに向上し、弾性率はほとんど変化しなかった。

10. 環境影響を低減したパルス法 NMR による熱酸化した厚肉ゴムの局所的な引張特性の予測

(日本ゴム協会誌 96 巻, 3 号 令和 5 年 3 月)

岩路 仁、三宅祐矢\*、小林一磨\*(\*倉敷化工(株))

カーボンブラックを含む実用配合の厚物ゴムを熱劣化させ、表面と内部から採取したゴムシートについて引張試験と膨潤溶媒を使用しない乾燥状態でのパルス法 NMR 測定を行い、厚さ方向で異なるゴムの引張特性をスピン-スピン緩和挙動から予測する手法について検討を行った。NMR パラメータを用いた多変量解析の結果、網目成分のワイブル係数(架橋密度のムラを表す)と網目成分のスピン-スピン緩和時間(架橋密度に相関する)によって高精度の予測が可能であることを示した。

11. セルロースナノファイバー素材の界面制御技術を利用した金属ナノ粒子との複合化に関する研究

(Colloid & Interface Communication 48 巻, 1 号 令和 5 年 3 月)

藤井英司

天然バイオマス素材であるセルロースナノファイバー(CNF)の高機能化を目的として、銀粒子との複合化に関する検討を行った。ChNF と硝酸銀水溶液の混合懸濁液を湿式ジェットミルで処理することにより、CNF の表面上に銀ナノ粒子を担持させた複合材料を作製することに成功した。

## 口 頭 発 表

| No. | 題目   | 発表者  | 所属  | 発表会名   | 年月日     |
|-----|--|--|---|--|---------|
| 1   | Functionalization of an Inner-Wall of Diamond-Like Carbon Coated Small-Diameter Long-Sized Tube by Oxygen Plasma Treatment | ○ 今井 裕一<br>中谷 達行<br>國次 真輔<br>神田 一浩<br>藤井 康宏<br>逢坂 大樹<br>大澤 晋<br>内 富夫 | ストローブ(株)<br>岡山理科大学<br>精密加工科<br>兵庫県立大学<br>岡山大学<br>岡山大学<br>岡山大学<br>ストローブ(株) | MRS Spring<br>2022   | R4.5.23 |
| 2   | 加硫ブタジエンゴムの伸長下における分子運動の不均一性   | ○ 岩路 仁<br>石田 拓也<br>中嶋 健  | 高分子材料科<br>高分子材料科<br>東京工業大学  | 日本ゴム協会<br>2022 年次大会  | R4.5.30 |
| 3   | 加硫ブタジエンゴムの伸長下におけるナノ触診原子間力顕微鏡観察   | ○ 石田 拓也<br>岩路 仁<br>中嶋 健  | 高分子材料科<br>高分子材料科<br>東京工業大学  | 日本ゴム協会<br>2022 年次大会  | R4.5.31 |
| 4   | 新型音響管の紹介   | ○ 中川 博<br>眞田 明   | 日本音響エンジニアリング(株)<br>計測制御科  | 制振工学研究会／計測・評価技術分科会<br>／第 56 回音響管計測 WG2 会議                          | R4.7.21 |
| 5   | 分光エリブソを用いた DLC 膜の評価事例  | ○ 國次 真輔  | 精密加工科   | 第 18 回偏光計測研究会  | R4.7.29 |
| 6   | 浸室焼入れを施した純鉄の曲げ特性   | ○ 築山 訓明  | 金属材料科   | 金属第 62 回<br>鉄鋼第 65 回<br>中国四国支部<br>講演大会                             | R4.8.23 |
| 7   | Extension of frequency range of the sixteen-microphone method in normal-incidence sound transmission loss measurement      | ○ 中川 博<br>眞田 明   | 日本音響エンジニアリング(株)<br>計測制御科  | Inter-noise<br>2022  | R4.8.24 |
| 8   | HF-HiPIMS プロセスを用いた DLC 膜のラマン分光法による炭素結合評価   | ○ 福江 紘幸<br>中谷 達行<br>岡野 忠之<br>黒岩 雅英<br>國次 真輔<br>太田 裕己<br>米澤 健         | 岡山理科大学<br>岡山理科大学<br>東京電子(株)<br>東京電子(株)<br>精密加工科<br>ケニックス(株)<br>ケニックス(株)   | 第 146 回表面<br>技術協会講演<br>大会  | R4.9.6  |
| 9   | パッチ形吸音構造の垂直入射吸音率特性   | ○ 眞田 明<br>藤本 望夢<br>小野 裕行   | 計測制御科<br>計測制御科<br>三乗工業(株)   | 日本機械学会<br>機械力学・計測制御部門<br>Dynamics and Design<br>Conference<br>2022 | R4.9.6  |
| 10  | 逆フィルタによる回転中の構造物に作用する加振力推定  | ○ 藤本 望夢<br>辻 善夫<br>眞田 明<br>吉村 卓也<br>村上 浩二                            | 計測制御科<br>計測制御科<br>計測制御科<br>東京都立大学<br>(株)山本金属製作所                           | 日本機械学会<br>機械力学・計測制御部門<br>Dynamics and Design<br>Conference<br>2022 | R4.9.8  |

| No. | 題目   | 発表者   | 所属   | 発表会名   | 年月日                          |
|-----|--|---|--|--|------------------------------|
| 11  | GD-OES および XPS による DLC 膜の評価・ISO 規格の活用  | ○ 國次 真輔   | 精密加工科  | (一社)DLC 工業会 2022 年度講演会   | R4.9.9                       |
| 12  | Formation of Thick DLC Films Using Gas-Jet Plasma CVD Method with Ar/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Mixed Gas   | ○ 針谷 達<br>大浦 曜<br>坂東 隆宏<br>滝川 浩史<br>國次 真輔<br>権田 英修          | 豊橋技術科学大学<br>豊橋技術科学大学<br>豊橋技術科学大学<br>豊橋技術科学大学<br>精密加工科<br>オーエスジーコーティングサービス(株)             | The 22nd International Vacuum Congress (IVC-22)  | R4.9.12                      |
| 13  | 安定した麴造りー無通風箱培養法を利用した試験製麴技術の開発と応用ー  | ○ 伊藤 一成   | 食品・繊維科   | 第 109 回酒造製造技術セミナー  | R4.9.15-11.14<br>期間中オンデマンド配信 |
| 14  | Effect of Mixture Ratio of Ar Gas and C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Gas on Gas-Injection Pulsed Plasma CVD Method for Ultra-High-Rate DLC Deposition | ○ 大浦 曜<br>針谷 達<br>長田 直人<br>坂東 隆宏<br>滝川 浩史<br>國次 真輔<br>権田 英修 | 豊橋技術科学大学<br>豊橋技術科学大学<br>豊橋技術科学大学<br>豊橋技術科学大学<br>豊橋技術科学大学<br>精密加工科<br>オーエスジーコーティングサービス(株) | 11th International Conference on Reactive Plasmas / 2022 Gaseous Electronics Conference (ICRP-11/GEC 2022) | R4.10.5                      |
| 15  | 水平加熱円板上に隙間のある円管状のフィンを設けた場合の自然対流熱伝達   | ○ 下山 力生<br>堀部 明彦<br>山田 寛<br>磯部 和真<br>森本 龍介                  | 計測制御科<br>岡山大学<br>岡山大学<br>岡山大学<br>岡山大学  | 日本機械学会熱工学コンファレンス 2022  | R4.10.8                      |
| 16  | PEEK 表面への DLC 処理による生体材料への適応検討  | ○ 白田 悠<br>國次 真輔<br>斉藤 直人<br>西村 直之                           | 信州大学<br>精密加工科<br>信州大学<br>信州大学  | 第 37 回日本整形外科基礎学術集会   | R4.10.14                     |
| 17  | 公設研における地域産業発展に資する研究開発マインドの醸成   | ○ 中村 修<br>加島 健二   | 所長<br>次長   | 研究・イノベーション学会<br>第 37 回年次学術大会   | R4.10.30                     |
| 18  | 岡山の地域資源を活用した繊維製品の開発  | ○ 國藤 勝士   | 食品・繊維科   | 第 29 回秋季セミナー   | R4.11.1                      |
| 19  | ガドリニウム含有セラノスティックス用ナノ粒子の磁気共鳴画像診断における造影能評価   | ○ 加藤 潤<br>松浦 栄次<br>木村 祥彦<br>藤井 英司<br>上田 真史                  | 岡山大学<br>岡山大学<br>機能材料科<br>食品・繊維科<br>岡山大学  | 第 61 回薬学会中四国支部学術大会   | R4.11.5                      |
| 20  | ジーンズストレッチ性に関する新規評価指標の提案  | ○ 松本 侑子<br>窪田真一郎  | 食品・繊維科<br>応用技術部長   | 2022 年繊維学会秋季研究発表会  | R4.11.9                      |
| 21  | マグネシウム合金陽極酸化皮膜の染色における前処理の影響  | ○ 岡野 航佑<br>水戸岡 豊<br>藤原 浩市<br>渡辺 浩介<br>打越 素夫<br>高垣 英幸        | 金属材料科<br>金属材料科<br>堀金属表面処理工業(株)<br>堀金属表面処理工業(株)<br>(株)日本化学工業所<br>(株)日本化学工業所               | 第 24 回関西表面技術フォーラム  | R4.11.17                     |

| No. | 題目   | 発表者   | 所属   | 発表会名  | 年月日      |
|-----|--|---|--|---|----------|
| 22  | レーザー照射を利用した金属材料のインジゴ染め                       | ○ 岡野 航佑<br>水戸岡 豊                                    | 金属材料科<br>金属材料科                                   | 第24回関西<br>表面技術フォーラム                               | R4.11.17 |
| 23  | 浸窒処理条件が純鉄の組織に及ぼす影響                           | ○ 築山 訓明   | 金属材料科  | 第24回関西<br>表面技術フォーラム                               | R4.11.18 |
| 24  | 無通風箱培養法を利用した製麺工程の科学的評価に関する研究                 | ○ 谷野 有佳   | 食品・繊維科   | 日本生物工学会<br>西日本支部<br>大会(第6回<br>講演会)                | R4.11.26 |
| 25  | プラスチック/フィラー複合材料の力学特性                         | ○ 甲加 晃一<br>藤原 和子<br>日笠 茂樹                           | 機能材料科<br>機能材料科<br>機能材料科                          | プラスチック<br>成形加工学会<br>第30回秋季<br>大会成形加工<br>シンポジウム'22 | R4.11.29 |
| 26  | 分子動力学計算による官能基を付与したポリオレフィン系樹脂の表面自由エネルギーに関する研究 | ○ 中西 亮太   | 基盤技術創成科  | 第18回日本<br>接着学会関西<br>支部若手の会                        | R4.11.30 |
| 27  | 交流電気泳動堆積法を用いた歯科矯正ワイヤーへの無機有機複合体の作製            | ○ 吉木 佑実<br>片岡 卓也<br>吉岡 朋彦<br>藤井 英司<br>都留 寛治<br>早川 聡 | 岡山大学<br>岡山大学<br>岡山大学<br>食品・繊維科<br>福岡歯科大学<br>岡山大学 | 日本セラミックス協会中国<br>四国支部主催<br>第28回ヤングセラミスト<br>ミーティング  | R4.12.10 |
| 28  | 構造物に作用する加振力推定の高精度化のための逆フィルタ係数の検討             | ○ 藤本 望夢<br>辻 善夫<br>眞田 明<br>村上 浩二<br>吉村 卓也           | 計測制御科<br>計測制御科<br>計測制御科<br>(株)山本金属製作所<br>東京都立大学  | 第23回計測<br>制御学会シス<br>テムインテグ<br>レーション部<br>門講演会      | R4.12.14 |
| 29  | 非接触牛体測定システムの開発と子牛の測定                         | ○ 岩田 和夫<br>堀川 寛通                                    | 基盤技術創成科<br>岡山県農林水産総合センター                         | 第23回計測<br>制御学会シス<br>テムインテグ<br>レーション部<br>門講演会      | R4.12.16 |
| 30  | 加硫ブタジエンゴムの伸長下における分子運動の不均一性に及ぼすカーボンブラックの影響    | ○ 八木 駿<br>石田 拓也<br>幕田 悟史<br>中嶋 健<br>岩露 仁            | 高分子材料科<br>高分子材料科<br>高分子材料科<br>東京工業大学<br>高分子材料科   | 第33回エラス<br>トマー討論会                                 | R4.12.15 |
| 31  | フィラー分散評価を目的としたフラクタル解析条件の探索                   | ○ 幕田 悟史<br>石田 拓也<br>八木 駿<br>岩露 仁                    | 高分子材料科<br>高分子材料科<br>高分子材料科<br>高分子材料科             | 第33回エラス<br>トマー討論会                                 | R4.12.15 |
| 32  | CB 充填ブタジエンゴムの不均一構造解析に基づく補強効果の考察              | ○ 石田 拓也<br>幕田 悟史<br>八木 駿<br>岩露 仁<br>中嶋 健            | 高分子材料科<br>高分子材料科<br>高分子材料科<br>高分子材料科<br>東京工業大学   | 第33回エラス<br>トマー討論会                                 | R4.12.16 |
| 33  | パッチ型吸音構造の吸音原理および特性                           | ○ 眞田 明  | 計測制御科  | 日本機械学会<br>第121回振動・<br>音響研究会                       | R4.12.16 |

| No. | 題目  | 発表者   | 所属  | 発表会名  | 年月日      |
|-----|---|---|---|---|----------|
| 34  | 畳の圧縮特性評価  | ○ 川野 道則<br>山村 恒平  | 技術支援科<br>(株)大島屋   | 日本繊維機械<br>学会中国支<br>部、日本繊維<br>製品消費科学<br>会中・四国支<br>部共催研究及<br>び事例発表会 | R4.12.16 |
| 35  | 細胞足場材料としてのセルロースナノファイバー<br>と細胞モデルの交流電気泳動堆積                       | ○ 奥家 就平<br>片岡 卓也<br>吉岡 朋彦<br>藤井 英司<br>早川 聡                            | 岡山大学<br>岡山大学<br>岡山大学<br>食品・繊維科<br>岡山大学  | 日本セラミッ<br>クス協会第 61<br>回基礎科学討<br>論会                                | R5.1.8   |
| 36  | アルミナ/キトサンナノファイバー複合体の交流<br>電気泳動堆積と歯科応用                           | ○ 吉木 佑実<br>片岡 卓也<br>吉岡 朋彦<br>藤井 英司<br>都留 寛治<br>早川 聡                   | 岡山大学<br>岡山大学<br>岡山大学<br>食品・繊維科<br>福岡歯科大学<br>岡山大学                                  | 日本セラミッ<br>クス協会第 61<br>回基礎科学討<br>論会                                | R5.1.8   |
| 37  | 計算を利用した赤外吸収スペクトルの帰属   | ○ 幕田 悟史   | 高分子材料科  | 日本ゴム協会<br>関西支部第 3<br>回若手交流発<br>表会                                 | R5.2.10  |
| 38  | NH <sub>3</sub> 処理による表面特性の向上と成膜性につい<br>て                        | ○ 國次 真輔   | 精密加工科   | 日本医用<br>DLC 研究会<br>第 4 回総会研<br>究会                                 | R5.3.1   |
| 39  | HF-HiPIMS 法を用いた DLC 成膜における発光分<br>光法によるプラズマ診断                    | ○ 福江 紘幸<br>中谷 達行<br>岡野 忠之<br>黒岩 雅英<br>國次 真輔<br>太田 裕己<br>米澤 健          | 岡山理科大学<br>岡山理科大学<br>東京電子(株)<br>東京電子(株)<br>精密加工科<br>ケニックス(株)<br>ケニックス(株)           | 第 147 回表面<br>技術協会講演<br>大会   | R5.3.7   |
| 40  | HF-HiPIMS 法を用いた DLC 成膜におけるパルス<br>幅が炭素結合に及ぼす影響                   | ○ 石原 誠也<br>福江 紘幸<br>中谷 達行<br>岡野 忠之<br>黒岩 雅英<br>國次 真輔<br>太田 裕己<br>米澤 健 | 岡山理科大学<br>岡山理科大学<br>岡山理科大学<br>東京電子(株)<br>東京電子(株)<br>精密加工科<br>ケニックス(株)<br>ケニックス(株) | 第 147 回表面<br>技術協会講演<br>大会   | R5.3.7   |
| 41  | 交流高電圧プラズマ CVD 法を用いたステンレス<br>細管内腔への DLC 成膜における周波数が化学結<br>合に及ぼす影響 | ○ 三宅 孝昌<br>福江 紘幸<br>清水 一郎<br>中谷 達行<br>國次 真輔<br>本川 正規<br>松岡 秀雄         | 岡山理科大学<br>岡山理科大学<br>岡山理科大学<br>岡山理科大学<br>精密加工科<br>ジーエルサイエンス(株)<br>ジーエルサイエンス(株)     | 第 147 回表面<br>技術協会講演<br>大会   | R5.3.7   |
| 42  | HF-HiPIMS 法を用いた DLC 膜の X 線光電子分<br>光法による化学結合評価                   | ○ 福江 紘幸<br>中谷 達行<br>岡野 忠之<br>黒岩 雅英<br>國次 真輔<br>太田 裕己<br>米澤 健          | 岡山理科大学<br>岡山理科大学<br>東京電子(株)<br>東京電子(株)<br>精密加工科<br>ケニックス(株)<br>ケニックス(株)           | 第 147 回表面<br>技術協会講演<br>大会   | R5.3.8   |

| No. | 題目                                    | 発表者  | 所属   | 発表会名                 | 年月日     |
|-----|---------------------------------------|--|--|----------------------|---------|
| 43  | 分割的蒸留学習による CNN モデルの高精度化               | ○ 平田 大貴  | 計測制御科  | 2023 年電子情報通信学会総合大会   | R5.3.8  |
| 44  | 交流電気泳動堆積法を用いたアルミナ/セルロースナノファイバー複合体の作製  | ○ 高田ひな呼<br>吉岡 朋彦<br>片岡 卓也<br>藤井 英司<br>都留 寛治<br>早川 聡  | 岡山大学<br>岡山大学<br>岡山大学<br>食品・繊維科<br>福岡歯科大学<br>岡山大学   | 日本セラミックス協会 2023 年年会  | R5.3.9  |
| 45  | 生酩育成初期における酒造年度ごとの乳酸叢                  | ○ 竹内 赴登<br>谷野 有佳<br>三宅 祐治<br>渡邊 秀造<br>三宅 剛史<br>渡邊 醇造<br>伊藤 一成  | 食品・繊維科<br>食品・繊維科<br>白菊酒造(株)<br>白菊酒造(株)<br>企画推進科<br>白菊酒造(株)<br>食品・繊維科   | 日本農芸化学会 2023 年度大会    | R5.3.14 |
| 46  | イメージング質量分析により可視化した麴粒内ポリペプチド分布の経時的変化   | ○ 谷野 有佳<br>伊藤 一成<br>竹内 赴登<br>五味 勝也<br>狩山 昌弘<br>三宅 剛史   | 食品・繊維科<br>食品・繊維科<br>食品・繊維科<br>東北大学<br>(株)フジワラテクノアート<br>企画推進科   | 日本農芸化学会 2023 年度大会    | R5.3.14 |
| 47  | ワインパミスの麴菌固体培養による果皮及び種子成分の微生物変換        | ○ 藤田 彩楓<br>奥川日菜乃<br>橋本 敦子<br>三宅 剛史<br>伊藤 一成<br>谷野 有佳<br>山下 秀行<br>中川 拓郎<br>平野 幸司<br>仁戸田照彦<br>神崎 浩   | 岡山大学<br>岡山大学<br>岡山大学<br>企画推進科<br>食品・繊維科<br>食品・繊維科<br>(株)樋口松之助商店<br>(株)樋口松之助商店<br>(株)果実工房<br>岡山大学<br>岡山大学   | 日本農芸化学会 2023 年度大会    | R5.3.15 |
| 48  | 小型通気式固体培養装置を用いた麴菌固体培養によるオリーブ葉成分の微生物変換 | ○ 辰巳 七海<br>橋本 敦子<br>奥川日菜乃<br>三宅 剛史<br>伊藤 一成<br>谷野 有佳<br>竹内 赴登<br>山下 秀行<br>内田 真美<br>三木 翔平<br>吉田 靖弘<br>徐 恵美<br>菊池 敬一<br>深野 夏暉<br>仁戸田照彦<br>神崎 浩 | 岡山大学<br>岡山大学<br>岡山大学<br>企画推進科<br>食品・繊維科<br>食品・繊維科<br>食品・繊維科<br>(株)樋口松之助商店<br>(株)樋口松之助商店<br>(株)樋口松之助商店<br>日本オリーブ(株)<br>日本オリーブ(株)<br>日本オリーブ(株)<br>岡山大学<br>岡山大学<br>岡山大学 | 日本農芸化学会 2023 年度大会    | R5.3.15 |
| 49  | パッチ型吸音構造の吸音特性(共鳴周波数について)              | ○ 眞田 明<br>藤本 望夢<br>小野 裕行   | 計測制御科<br>計測制御科<br>三乗工業(株)  | 日本音響学会 2023 年春季研究発表会 | R5.3.16 |



---

## 岡山県工業技術センター報告第 49 号

令和 4 年度版（2022 年度版）

令和 5 年 7 月発行

（2023 年 7 月発行）

岡山県工業技術センター

〒701-1296

岡山県岡山市北区芳賀 5301

TEL 086-286-9600(代表)

FAX 086-286-9630

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

---

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

無断転載を禁ずる