

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 35 号

平成 21 年 7 月

岡山県工業技術センター

目次 / CONTENTS

| | | |
|---|--|----|
| 【 報 文 / PAPER 】 | | 1 |
| 1 高濃度オゾンガスによるステンレス鋼繊維不織布の耐食性の改善と易洗浄化処理 Improvement of Corrosion Resistance and Facilitation of Cleaning of Nonwoven Fabric of Stainless Steel Fiber by Highly-Concentrated Gaseous Ozone | 福崎智司・高橋和宏・小池国彦 Satoshi FUKUZAKI, Kazuhiro TAKAHASHI, Kunihiko Koike | 3 |
| 2 疑似鋭敏化ステンレス鋼表面とタンパク質の相互作用 Interaction between Pseudo-Sensitized Stainless Steel Surfaces and Protein | 福崎智司・高橋和宏・浦野博水・竹原淳彦 Satoshi FUKUZAKI, Kazuhiro TAKAHASHI, Hiromi URANO, Atsuhiko TAKEHARA | 7 |
| 3 電子機器の外来電磁波に対する耐性強化手法の確立 — 放射イミュニティ耐性診断システムの構築 — A Improving Method of Electric Apparatus against Immunity Test of Radio Wave | 渡辺哲史 Tetsushi WATANABE | 11 |
| 【 技術資料 / TECHNICAL REPORT 】 | | 15 |
| 3 生もと酒母からの乳酸菌の分離 Isolation of Lactic Acid Bacteria from Kimoto Sake Base | 伊藤一成・三宅剛史・利守忠義 Eiji FUJII, Koji KAWABATA, Ken MURAOKA | 17 |
| 4 炭素複合カルシウム化合物粉末のSO _x ガス吸着特性 SO _x Gas Adsorption Properties of Carbon-Hybridized Calcium Compound Powder | 藤井英司・川端浩二・村岡 賢 Hiroyuki YODEN, Mitsuo YOSHIKAWA | 19 |
| 5 活性炭入り不織布の臭気ガス吸着特性 Adsorption Properties of Odorous Gases to Nonwoven Fabrics Containing Active Chacoal | 常定健・川端浩二・福崎智司・光石一太 Takeshi TSUNESADA, Koji KAWABATA, Satoshi FUKUZAKI, Kazuta MITSUISHI | 21 |
| 6 エラストマーシートを用いた異種プラスチックのレーザ接合 Laser Joining of Plastic and Different Plastic with Elastomer Sheet | 水戸岡 豊・村上浩二・日野 実・浦上和人 Yutaka MITOOKA, Koji MURAKAMI, Makoto HINO, Kazuto URAKAMI | 23 |
| 7 2017アルミニウム合金への亜鉛置換処理とめっきの密着性 Zincate Treatment and Adhesion of Electroless Nickel-phosphorus Plating on 2017 Aluminum Alloy | 村上浩二・日野 実・水戸岡 豊 Koji MURAKAMI, Makoto HINO, Yutaka MITOOKA | 25 |
| 8 樹脂成形金型における離型性評価試験法の開発 Development of test of Mold Releasing Property for Polymer Molding | 國次真輔 Shinsuke KUNITSUGU | 27 |

| | | | |
|----|---|--|----|
| 9 | YAGレーザーによるMg-Al 異材接合 Dissimilar Welding of Mg and Al Alloys by YAG Laser | 日野 実・村上浩二・ 水戸岡 豊・村岡 賢・ 國次真輔 Makoto HINO, Koji MURAKAMI, Yutaka MITOOKA, Ken MURAOKA, Shinsuke KUNITSUGU | 29 |
| 10 | 電子ビーム照射が高純度チタンに与える影響に関する研究 Study on Effect of Electron Beam Irradiation on High Purity Titanium | 勝田智宣・宇野義幸・ 村上浩二 Tomonori KATSUTA, Yoshiyuki UNO, Koji MURAKAMI | 31 |
| 11 | レーザー切断面における酸化膜の除去 Removal of Oxide Layer Generated by Laser Cutting | 窪田真一郎・中谷達 Shinichirou KUBOTA, Tatsuyuki NAKATANI | 33 |
| 12 | 大面積電子ビームを用いた人工股関節骨頭へのマイクロクレータ付与 Micro-Craters on the Artificial Head Made of Co-Cr-Mo Alloy with Large Area Electron Beam Irradiation | 余田裕之・吉川満雄 Hiroyuki YODEN, Mitsuo YOSHIKAWA | 35 |
| 14 | 有限要素法を用いた姿勢保持装置の開発 Development of Body Support for Bed by Using Finite Element Method | 永山則之・椋代 弘 Noriyuki NAGAYAMA , Hiroshi MUKUDAI | 37 |
| 15 | アクティブ照明を用いた物体固有の色情報の獲得 Intrinsic Color Acquisition by Active Illumination | 藤原久永 Hisanaga FUJIWARA | 39 |
| 16 | 密閉筐体内の多段水平発熱板の自然空冷技術 Natural Air Cooling for Horizontal Heated Plates in an Enclosure | 下山力生・真田 明 Rikio SHIMOYAMA, Akira SANADA | 42 |
| 17 | ステップ状モーメントのパワースペクトル計測手法 Power Spectrum Measurement Technique of Step Moment | 辻 善夫・真田 明 Yoshio TSUJI, Akira SANADA | 44 |
| 18 | 圧電フィルムを用いた能動制御型防音BOX Sound Insulation Box with Active Sound Transmission Control using Piezoelectric Film | 真田 明・辻 善夫・ 東山孝治・田中信雄 Akira SANADA, Yoshio TSUJI, Kouji HIGASHIYAMA, Nobuo TANAKA | 46 |
| 19 | ポリケトン系ポリマーアロイの開発 Development of poly ketone polymer alloy | 日笠茂樹・岩舘 仁 Shigeki HIKASA, Hitoshi IWABUKI | 48 |
| 20 | 数値解析による四軸織物強化コンポジット材料の引張挙動 Tensile Behavior of Tetra-axial Woven Fabrics Composites by Numerical Method | 光石一太・甲加晃一・ 川野道則・常定 健・ 永山則之 Kazuta MITSUISHI, Kouichi KOUKA, Michinori KAWANO, Takeshi TSUNESADA, | 50 |
| 21 | 超臨界流体による電解質膜へのフラレーンの注入に関する検討 | 前田進悟・國藤勝士・ 藤井英司 | 52 |

| | | |
|--|--|----|
| Fixtation of Fullerene on Electrolyte Film in Supercritical Carbon Dioxide | Shingo MAEDA, Katsushi KUNITOU, Eiji FUJII | |
| 22 ロープ染色におけるインジゴ染着状態に関する研究 Study on Dyeability of Cotton Fiber with Indigo Dye in Rope-Dyeing | 國藤勝士・川井眞治・ 花野俊正・前田進悟 Katsushi KUNITOU, Shinji KAWAI, Toshimasa HANANO, Shingo MAEDA | 54 |
| 23 インジゴ染色機構を利用した銀担持綿布の作製 Preparation of Silver-loaded Cotton Cloth Based on Indigo Dyeing Mechanism | 國藤勝士・前田進悟 Katsushi KUNITOU, Shingo MAEDA | 57 |
| 24 MWCNTがEPDM の分子運動性に及ぼす影響 Effect of MWCNT on Molecular Mobility of EPDM Investigated by Pulsed NMR | 浦部匡史・岩路 仁・ 永田員也・犬飼茂樹・ 植木宏之・曲尾 章・ 野口 徹・遠藤守信 Masashi URABE, Hitoshi IWABUKI, Kazuya NAGATA, Shigeki INUKAI, Hiroyuki UEKI, Akira MAGARIO, Toru NOGUCHI, Morinobu ENDO | 59 |
| 25 Java によるシリアルサーボモータの制御 The control of the serial servomotor by Java | 三輪昭生 Akio MIWA | 61 |
| 【 外部発表 】 | | 65 |
| (誌上発表) | | 67 |
| 1 Effects of Alloying Elements on Characteristics of Anodic Oxidized Coatings in Various Mg-Al-Zn series Alloys | 日野 実・村上浩二・ 西條充司・金谷輝人 | 67 |
| 2 Analysis of Pigment Compositions in Various Monascus Cultures | 三宅剛史・河野勇人・ 野崎信行・産本弘之 | 67 |
| 3 Mechanism of Corrosion Protection of Anodized Magnesium Alloys | 村上浩二・日野 実・ 仲井清眞・小林千悟・ 西條充司・金谷輝人 | 67 |
| 4 モード励振法を用いたアクティブ遮音制御に関する研究 —パワーモードによる制御メカニズムの解明および実験による検証— | 眞田 明・田中信雄 | 68 |
| 5 Laser Joining of Different Materials Using Insert Material | 水戸岡豊・日野 実・ 永田員也・浦上和人・ 藤田和也・高田 潤 | 68 |
| 6 Deformation of Lead-Free Tin Plating and Growth of Whiskers | 村上浩二・日野 実・ 高見沢政男・仲井清 | 68 |
| 7 インサート材を用いたプラスチック—金属接合における金属表面の影響 | 水戸岡 豊・日野 実・ 浦上和人 | 69 |

| | | |
|---|------------------------------------|----|
| 8 リン酸塩電解液を用いた陽極酸化処理によるAZ91Dマグネシウム合金への防食性付与 | 村上浩二・日野 実・平松 実・仲井清眞・小林千悟・西條充司・金谷輝人 | 69 |
| 9 硬質表面からのトリオレインの除去における無機塩の界面での役割 | 浦野博水・福崎智司 | 69 |
| 10 超精密切削技術を用いた小型ODV用ミラーの開発 | 勝田智宣・横溝精一・宇野義幸・竹家章仁・瀧口純一・橋詰 匠 | 70 |
| 11 すずおよびすず-鉛めっき皮膜におけるウイスカ発生・抑制機構 | 村上浩二・岡野雅子・日野 実・高見沢政男・仲井清眞 | 70 |
| 12 各種アルミニウム合金上への無電解Ni-Pめっき皮膜の密着性に及ぼすジケート処理の効果 | 日野 実・村上浩二・水戸岡 豊・村岡賢・古川亮介・金谷輝人 | 71 |
| 13 すずめっき皮膜/銅基板界面の微視的不均一性評価 | 村上浩二・宮本吾郎・岡野雅子・日野 実・高見沢政男・仲井清 | 71 |
| 14 Snめっき皮膜中のPbの表面移動とウイスカ成長 | 日野 実・村上浩二・水戸岡 豊・見沢政男・仲 俊秀・仲井清眞 | 71 |
| 15 Mechanism of Generation and Growth of Whiskers on Tin Electroplating | 村上浩二・日野 実・高見沢政男・仲井清 | 72 |
| 16 ステンレス鋼表面へのリン酸イオンの吸着と洗浄性に及ぼす影響 | 高橋和宏・福崎智司 | 72 |
| 17 Snめっき皮膜へのレーザー溶融処理 | 日野 実・水戸岡 豊・村上浩二・高見沢政男・ | 72 |
| 18 すずめっき皮膜のウイスカ発生・成長に対するレーザー照射の効果 | 水戸岡 豊・村上浩二・日野 実・高見沢政男・高田 潤 | 73 |

(口頭発表)

74 ~ 86

報 文

高濃度オゾンガスによるステンレス鋼繊維不織布の耐食性の改善と易洗浄化処理

Improvement of Corrosion Resistance and Facilitation of Cleaning of Nonwoven Fabric of Stainless Steel Fiber by Highly-Concentrated Gaseous Ozone

福崎智司・高橋和宏・小池国彦*

Satoshi FUKUZAKI, Kazuhiro TAKAHASHI, and Kunihiko Koike

キーワード 高濃度オゾンガス／ステンレス鋼繊維不織布／洗浄／耐食性の改善

KEY WORDS Highly-concentrated gaseous ozone／ Nonwoven fabric of stainless steel／ Cleaning
／ Improvement of corrosion resistance

要 旨

ステンレス鋼繊維不織布を高濃度オゾンガス(15 vol%)で60分間通気処理することにより、ステンレス鋼繊維不織布から純水中に溶出する金属量は、未処理不織布と比較して、約70%も減少した。タンパク質が吸着したステンレス鋼繊維不織布を15 vol%オゾンガスで30分間通気処理すると、吸着タンパク質は水洗浄やアルカリ洗浄によって容易に除去することができた。また、ステンレス鋼繊維不織布に捕捉されたカビ*Penicillium chrysogenum*および*Alternaria alternata*は、15 vol%オゾンガスの1分間の通気処理により完全に死滅した。以上の結果から、高濃度オゾンガスをステンレス鋼繊維不織布に通気することにより、耐食性の改善と洗浄・殺菌が同時に行えることが確かめられた。

1 はじめに

近年、ステンレス鋼繊維を焼結して作られる不織布が、プロセス流体の清澄化技術や集塵用のフィルター(HEPA, ULPA)等に使用されている^{1, 2)}。ステンレス鋼繊維不織布は、有機膜と比較してコストは高いが、耐食性、耐熱性、耐薬品性、強度等に優れているため、薬品洗浄や蒸気滅菌が繰り返し可能で、再生可能な膜として利用されている。

一方、高品質の精製水(超純水)を取り扱うプラントでは、微量な金属イオンの溶出の管理やステンレス鋼表面との反応による着色化の制御が必要とされている^{3~6)}。従来、ステンレス鋼の板材や配管の内面処理については機械研磨、電解研磨、電解複合研磨等の検討がなされてきたが、ステンレス鋼繊維不織布の表面改質については十分な検討は行われていない。また、ステンレス鋼繊維の表面では、プロセス流体中の溶質成分の吸着や捕捉された微生物が残留し、膜の目詰まりや局所的な腐食・汚染を引き起こす要因となるため⁷⁾、定期的な洗浄・殺菌による再生処理法の確立が求められている。

これまでの研究で、オゾンガス処理がステンレ

ス鋼の表面に厚い酸化皮膜を形成させるのに有効であること^{8, 9)}有機物を酸化分解してその後の薬液洗浄を容易にすること¹⁰⁾、そして優れた殺菌効果を有することが知られている¹¹⁾。オゾンガス処理は、基本的には常温での接触酸化であるため、不織布のような複雑形状の部材にも容易に適用できると考えられる。

本研究では、15 vol%に濃縮した高濃度オゾンガスを用いて、ステンレス鋼繊維不織布の耐食性の向上、ステンレス鋼繊維不織布に吸着したタンパク質の洗浄除去の促進ならびに捕捉した真菌(カビ)の殺菌に及ぼす効果について検討した。

2 実験方法

2.1 材料と供試菌

ステンレス鋼繊維不織布は、Bekaert製のBekipor ST 40BL3(材質:SUS 316L;ろ過粒度:40 μm;空隙率 84%)を用いた。不織布は、直径20mmの円形状(約0.1g)に切り抜いた後、アセトン、エタノール中で20分間ずつ超音波洗浄した後に実験に供した。また、真菌(カビ)の殺菌試験では、菌体を捕捉するために、ろ過粒度の小さいBekipor ST 3DL4(材質:SUS 316L;ろ過粒度:3.3 μm;空隙率 72%)を使用した。タンパク質は、ナカライテスク(株)製の牛血清アル

*岩谷産業株式会社

ブミン(BSA; F-V)を用いた。殺菌試験の供試菌として、*Penicillium chrysogenum* NBRC8649 と *Alternaria alternata* NBRC6587 を用いた。

2.2 オゾン処理

15 vol%オゾンガスは、純酸素(99.999%)を原料として高濃度オゾンガス発生装置 (AP-3000;岩谷産業株) で生成した 30 vol%オゾンガスを貯蔵用容器に導入させた後、酸素ガスで希釈して調整した。

表面改質、タンパク質の洗浄除去、カビの殺菌の各々を目的としたオゾン処理では、ステンレス鋼繊維不織布をオゾン発生装置と連結したステンレス鋼製の処理配管内に装着した後、大気圧、室温にて 15 vol%オゾンガスを 0.1 ml/min の流速で配管内に導入して曝露させた。処理時間は、表面改質で 60 分、付着タンパク質の前処理で 30 分、殺菌処理で 1 分とした。オゾン濃度の影響を見るため、表面改質と付着タンパク質の前処理の場合は、0.2~5 vol%オゾンガスでの処理も行った。

2.3 金属イオンの溶出

オゾンガス処理を施したステンレス鋼繊維不織布および未処理の不織布を各々2枚ずつ用意し、各々の不織布1枚を、0.1 dm³のテフロン製ボトルに入れた超純水(比抵抗値:18.3 MΩ・cm)0.02 dm³中に浸漬した(n=2)。このテフロンボトルに蓋をした後、80°Cで3日間静置保持した。純水中に溶出した金属イオンは、誘導結合プラズマ発光分析法(ICP)で分析した⁹⁾。

2.4 タンパク質の吸着・洗浄除去実験

ステンレス鋼繊維不織布への BSA の吸着は、0.05 dm³のガラス製ビーカに 0.03 dm³の BSA 溶液(3.0 g/dm³, pH 5.2)と不織布を入れ、振とう接触(40°C, 2 h, 60 rpm)させて行った(n=2)。吸着後、不織布を取り出し、0.03 dm³のイオン交換水(pH 5.7)で2度洗浄(40°C, 10 min, 60 rpm)した後、40°Cで16時間乾燥させて試料とした。

洗浄実験は、0.05 dm³のガラス製ビーカに 0.03 dm³の 0.1M NaOH 溶液と BSA が吸着した不織布を入れ、振とう保温(40°C, 2 h, 60 rpm)して行った(n=2)。洗浄後、NaOH 溶液中に脱離した BSA 量と不織布に残留した BSA 量は全有機炭素(TOC)分析法で測定した¹²⁾。初期吸着量は、脱離量と残存量の合計値(460 μg/g fabric)とした。

オゾンガス処理による易洗浄化効果を検討する実験では、BSA が吸着した不織布を 0.2 vol%および 15 vol%オゾンガスで 30 分間前処理した後、イオン交換水および 0.1M NaOH 溶液を用いた洗浄を行った。

表 1 純水中におけるステンレス鋼繊維不織布からの金属イオンの溶出量に及ぼすオゾンガス処理の効果

| ステンレス鋼不織布 (ST 40BL3) | 金属成分(μg/g fabric) | | | |
|-------------------------|-------------------|-----|----|----|
| | Fe | Cr | Ni | Mo |
| オゾン未処理 | 124 | ND* | 46 | ND |
| 5 vol% オゾン処理 | 118 | ND | 42 | ND |
| 15 vol% オゾン処理 | 42 | ND | 7 | ND |

*ND: 検出せず

2.5 カビの殺菌試験

P. chrysogenum と *A. alternata* は、各々ポテトデキストロース平板寒天培地(Difco)にて 20 日間培養(定常期)した後、菌体(菌糸+孢子)を滅菌済み竹串で掻き取り、0.01 dm³の生理食塩水(0.1% Tween80 含有)に懸濁した(孢子:10⁴~10⁵個/10⁻³dm³)。次に、ステンレス鋼繊維不織布を滅菌済みろ過器に装着し、不織布上に菌液を 2×10⁻³ dm³ 滴下して吸引ろ過することにより孢子を定着させた。各処理条件につき 1 菌株あたり 3 枚ずつの菌体定着不織布を準備した(n=3)。以上の操作は、すべてクリーンベンチ内で行った。

孢子が定着した不織布をオゾン発生装置と連結したステンレス鋼配管内に装着し、15vol%オゾンガスを 0.1 dm³/min の流速で 1 分間配管内に導入して処理した。ブランク試験として、酸素ガス(0.1 dm³/min、1 分間)での処理も行った。処理後、不織布を取り出して 0.01 dm³の生理食塩水(0.1% Tween80 含有)に浸し、ボルテックスで攪拌することにより孢子を洗い出した。この洗い出した孢子液の希釈系列(1~1/10⁵)を調製し、ポテトデキストロース培地を流し入れて混積培養した。27°Cで5日間培養後、集落(コロニー)を形成させた。生菌数は、不織布1枚あたりのコロニー形成単位(Colony Forming Unit: CFU)で評価した。

3 結果と考察

3.1 金属溶出の低減化

表 1 に、ステンレス鋼繊維不織布を、80°Cで3日間、超純水中に浸漬したときの金属イオンの溶出量を示す。未処理およびオゾン処理不織布とも、Fe と Ni が溶出金属として検出された。15 vol%オゾンガス処理を施すことにより、溶出金属量に著しい減少が見られており、未処理ステンレス鋼と比較すると、溶出量は約 70%も減少した。一方、5 vol%オゾンガス処理では、金属溶出の低減効果はほとんど見られなかった。高濃度オゾンガス処理によりステンレス鋼繊維の最表層に耐食性の高い酸化皮膜が形成され、その結果金属の溶出が減少したものと考えられた⁹⁾。

表2 ステンレス鋼繊維不織布に吸着したBSAの洗浄除去に及ぼすオゾンガス前処理の効果

| 洗浄条件 | BSA量 ($\mu\text{g} / \text{g fabric}$) | | | 除去率* (%) |
|----------------------------|--|-----|-----|----------|
| | 除去 | 残存 | 消失 | |
| オゾン未処理 | | | | |
| 水洗浄 | ND** | 460 | — | 0 |
| 0.1M NaOH洗浄 | 328 | 132 | — | 71.3 |
| オゾン前処理 | | | | |
| 0.2 vol% オゾン + 水洗浄 | 77 | 346 | 37 | 24.9 |
| 0.2 vol% オゾン + 0.1M NaOH洗浄 | 365 | 54 | 41 | 88.3 |
| 15 vol% オゾン + 水洗浄 | 255 | 80 | 125 | 82.6 |
| 15 vol% オゾン + 0.1M NaOH洗浄 | 327 | 5 | 128 | 98.9 |

*BSAの初期吸着量を 460 $\mu\text{g}/\text{g fabric}$ と仮定して除去率を算出

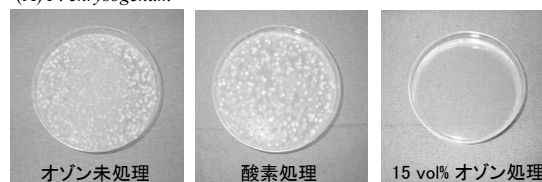
**ND: 検出せず

3.2 吸着タンパク質の除去

BSA が吸着したステンレス鋼繊維不織布を高濃度オゾンガスで事前に処理することにより、その後の水洗浄およびアルカリ洗浄における BSA の除去にどのような効果を及ぼすのかを検討した。表 2 に、BSA 吸着不織布 (460 $\mu\text{g}/\text{g fabric}$) を 0.2 vol% および 15 vol% オゾンガスで 30 分間前処理した後、イオン交換水を用いた水洗浄、0.1M NaOH 溶液を用いたアルカリ洗浄を実施したときの、BSA の除去量と除去率を示す。オゾン未処理の場合、ステンレス鋼繊維に吸着した BSA は水洗浄ではまったく除去されなかった。これは、BSA がステンレス鋼繊維表面に不可逆吸着していることを意味している。0.1M NaOH 溶液を用いたアルカリ洗浄では、328 $\mu\text{g}/\text{g fabric}$ の BSA を除去できたが、除去率は約 71%にとどまった。一方、0.2 vol% オゾンガスで前処理を行うことにより、水洗浄で 77 $\mu\text{g}/\text{g fabric}$ (全体の 17%)、アルカリ洗浄で 365 $\mu\text{g}/\text{g fabric}$ (79%) の BSA が除去された。また、15 vol% オゾンガス前処理の後では水洗浄で 255 $\mu\text{g}/\text{g fabric}$ (55%)、アルカリ洗浄で 327 $\mu\text{g}/\text{g fabric}$ (71%) の BSA が除去された。

ここで、BSA の初期吸着量と比較すると、0.2 vol% および 15 vol% オゾン処理を施した系では、洗浄による除去量と残存量の和が、各々 37~41 $\mu\text{g}/\text{g fabric}$ (8~9%)、125~128 $\mu\text{g}/\text{g fabric}$ (27~28%) も低いことになり、これらの BSA 量が回収されず消失した結果となった。この消失分は、おそらくオゾン酸化により二酸化炭素として揮発除去された炭素量に相当するものと考えられる¹²⁾。したがって、タンパク質の除去という観点から、除去量と消失量の合計量から除去率を算出して比較した。すると、オゾン前処理と除去率の間には、

(A) *P. chrysogenum*



(B) *A. alternata*

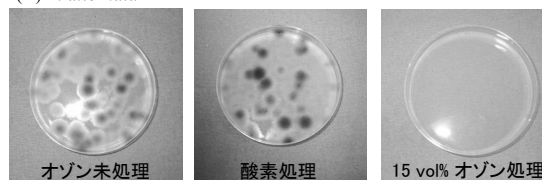


図1 各種処理後のステンレス鋼繊維不織布の洗い出し液を栄養培地で培養したときの *P. chrysogenum* と *A. alternata* の生育集落

表3 15vol%オゾンガスによるステンレス鋼繊維不織布に補足されたカビの殺菌

| 殺菌処理 | 生菌数 (CFU/fabric) | |
|---------------|-----------------------|---------------------|
| | <i>P. chrysogenum</i> | <i>A. alternata</i> |
| オゾン未処理 | 7.5×10^4 | 1.8×10^4 |
| 酸素処理 | 1.7×10^4 | 1.0×10^4 |
| 15 vol% オゾン処理 | $< 10^*$ | < 10 |

* < 10 : 検出せず

明確なオゾン濃度に対する依存性が見られた。15 vol% オゾン前処理と水洗浄の組み合わせでは、82.6%の除去率が得られており、これはアルカリ洗浄単独の除去率(71.3%)よりも高い値であった。さらに、15 vol% オゾン前処理とアルカリ洗浄では 98.9%とほぼ完全な除去率が達成された。タンパク質分子はオゾンの酸化作用により分解されて低分子化されることから¹³⁾、高濃度オゾンガスで分解された BSA の分子鎖断片が水洗浄、アルカリ洗浄で容易に除去された結果と考えられる。高濃度オゾンガスと水洗浄の組み合わせは、従来のアルカリ剤を主体とする薬品洗浄の代替技術として、さらにはオンサイトで再生処理技術として有望である。

3.3 カビの胞子に対する殺菌効果

図 1 に、未処理、酸素処理および 15 vol% オゾンガス処理後に不織布から洗い出した液を栄養培地で培養したときの *P. chrysogenum* と *A. alternata* の生育集落の写真を示す。オゾン未処理および酸素処理の場合はいずれの菌株とも集落が形成しているが、15 vol% オゾン処理の場合は集落の形成が見られなかった。

表 3 に、集落数から算出した各菌株の生菌数を示す。未処理不織布には、*P. chrysogenum* が

7.5×10^4 (CFU/ fabric)、*A. alternata* が 1.8×10^4 (CFU/ fabric) の生菌数が検出された。酸素処理を施した結果、いずれの菌株ともわずかな生菌数の減少が見られたが、未処理不織布と同じ桁数の生菌数が検出された。一般に、殺菌剤や抗菌剤の効果の発現は、二桁以上の生菌数の減少が目安となっている¹⁴⁾。したがって、酸素処理で見られた生菌数の減少は、通気処理により不織布に捕捉された菌体が脱落したことによるものと考えられ、酸素処理では殺菌効果は認められなかったと判断できる。一方、15 vol% オゾンガス処理を1分間行った不織布は、いずれの菌株ともコロニーの形成は全く認められず (<10 CFU/fabric)、完全な殺菌が行えたことがわかった。

オゾン処理による完全殺菌を確認するため、オゾン処理して洗い出し操作を行った後の不織布そのものをポテトデキストロース培地にのせて培養した。その結果、*P. chrysogenum* および *A. alternata* の菌株とも菌糸の生育が認められなかった。図2に、*P. chrysogenum* を補足した不織布の培養例を示す。したがって、洗い出し操作で脱離せず不織布に残存している菌体も、15vol%オゾン処理により完全に死滅していることが確認された。

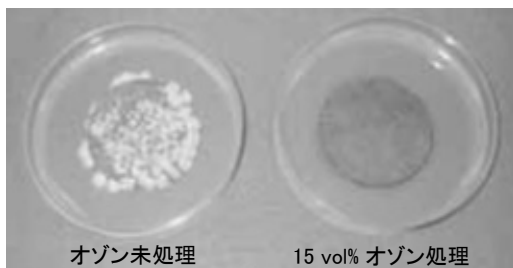


図2 洗い出し操作後のステンレス鋼繊維不織布を栄養培地で培養したときの*P. chrysogenum*の生育集落

オゾンの殺菌機構は、オゾンが微生物細胞の細胞壁および形質膜を構成する物質を酸化分解することによって構造や機能を破壊することに起因すると考えられている^{15~17)}。当然、殺菌効果はオゾンガス濃度に依存することになる。一般に、食品工場における環境気相中のカビの殺菌には、オゾンガス濃度 $5 \times 10^{-5} \sim 5 \times 10^{-3}$ vol% で1~3時間の処理が行われているが、得られる殺菌効率は必ずしも良くない¹⁸⁾。本研究のように密閉系での処理であれば、15 vol%の高濃度オゾンガスの使用が可能であり、わずか1分間の処理で完全な殺菌を達成することが可能である。

4 まとめ

15 vol%の高濃度オゾンガス処理の効果を検討した結果、ステンレス鋼繊維不織布の耐食性の向上と洗浄・殺菌の促進に有効性であることを確認した。特に、薬剤耐性の強いカビをわずか1分間の処理により完全に死滅させることができた。高濃度オゾンガスを用いた処理は、ステンレス鋼不織布のオンサイトで耐食性の改善と洗浄・殺菌に有望な技術と思われる。

参考文献

- 1) 渡辺敦夫, 原田三郎, 石川 幹: 食品膜技術, p. 153 (光琳, 1999)
- 2) 作田恭一: 工業材料, 48, 26 (2000)
- 3) P. H. Banes; Pharm. Eng., 10, 41 (1990)
- 4) O. Suzuki, N. Douglas, and M. Inoue: Pharm Technol., 22, 66 (1998)
- 5) G. R. Menon: BioPharm., 3, 40 (1990)
- 6) J. C. Lee, I. C. Chen, and C. Hu: IEEE Trans. on ED-35, 2268 (1988)
- 7) 福崎智司, 渡辺敦夫; 食品膜技術, p. 294 (光琳, 1999)
- 8) K. Koike, G. Inoue, T. Takata, and T. Fukuda: Jpn. J. Appl. Phys., 36, 7437 (1997)
- 9) S. Fukuzaki, A. Takehara, K. Takahashi, M. Hiramatsu, and K. Koike: 表面技術, 54, 1034 (2003)
- 10) J. B. Mudd, R. Leavitt, A. Ongun, and T. T. McManus: Atmos. Environ., 3, 669 (1969)
- 11) G. Moore, C. Griffith, and A. Peters: J. Food Prot., 63, 1100 (2000)
- 12) K. Takahashi, K. Koike, and S. Fukuzaki: Biocontrol Sci., 8, 87 (2003)
- 13) H. Urano and S. Fukuzaki: J. Food. Prot., 64, 108 (2001)
- 14) 日本工業標準調査会; 抗菌加工製品—抗菌性試験法・抗菌効果 JIS Z2801:2000 (日本規格協会, 2000)
- 15) V. K. Matus, M. A. Matynova, A. M. Mel'nikova, and S. V. Konev: Dokl. Akad. Navuk BSSR, 33, 277 (1989)
- 16) V. K. Matus, G. V. Kaler, A. M. Mel'nikova, and S. V. Konev; Biophysica, 32, 477 (1987)
- 17) C. Nebel: Public Works, 112, 86 (1981)
- 18) 内藤茂三: 日食微誌, 11, 11 (1994)

疑似鋭敏化ステンレス鋼表面とタンパク質の相互作用

Interaction between Pseudo-Sensitized Stainless Steel Surfaces and Protein

福崎智司・高橋和宏・浦野博水・竹原淳彦

Satoshi FUKUZAKI, Kazuhiro TAKAHASHI, Hiromi URANO, and Atsuhiko TAKEHARA

キーワード 疑似鋭敏化／タンパク質の吸着／洗浄／クロム析出物

KEY WORDS Pseudo-sensitization／ Protein adsorption／ Cleaning／ Chromium precipitates

要 旨

316L ステンレス鋼粒子を、減圧下にて 700°C で 100 時間加熱処理して疑似鋭敏化処理した結果、ステンレス鋼粒子の表面に Cr の析出物が形成された。疑似鋭敏化ステンレス鋼粒子の見掛けの表面電荷密度 (σ_{app}) は、処理前と比較して塩基性の性質を示した。牛血清アルブミン (BSA) の吸着量は、処理前の粒子と疑似鋭敏化粒子の間に有意差はなかった。一方、0.1M 水酸化ナトリウムを用いた回分洗浄および連続洗浄において、疑似鋭敏化粒子からの BSA の除去率は著しく減少する結果となった。この極度に低下した洗浄性は、鋭敏化処理による σ_{app} の著しい増加に起因することが示された。疑似鋭敏化粒子を、減圧下にて 1,050°C で 1 時間加熱して溶体化処理した結果、Cr 析出物が再び固溶され、表面化学組成と σ_{app} は未処理粒子の表面状態に戻った。溶体化処理粒子は、未処理粒子と同等の洗浄性を示した。

1 はじめに

オーステナイト系ステンレス鋼は、食品や医薬品分野をはじめ、電子・半導体、化学、船舶、原子力等の分野において、機械装置、タンク類、配管系、バルブ、筐体等の基材として広く用いられている。これは、ステンレス鋼がさびにくい鋼であることをはじめとして、加工性、強度、経済性、無毒性等の点で他の材料にはない優れた特性を有していることによる。一方、オーステナイト系ステンレス鋼の短所として、溶接や高温運転により母材が鋭敏化温度域 (500~850°C) で一定時間加熱されるか、加熱後緩やかに冷却され、この温度域に一定時間保持されることにより、結晶粒界部に Cr 析出物 (炭化物等) が生成して粒界近傍 (熱影響部) に Cr 欠乏層が生じることが挙げられる^{1, 2)}。鋭敏化した材料は、耐食性が著しく低下するばかりでなく、汚染性を増加させ、洗浄性にも劣ることが経験的に知られている³⁻⁶⁾。耐食性低下の対策として、鋭敏化材料を 1050°C 付近まで加熱して Cr 析出物を固溶させる固溶化熱処理 (溶体化処理) を行うことが有効であるが¹⁾、洗浄性の改善にも有効であるか否かは、これまで十分に検討されていない。

本研究では、固液界面での吸・脱着特性に焦点をあてるため、低炭素鋼 (L 材) であるステンレス鋼 SUS 316L の微粒子を用いて、疑似鋭敏化処理および溶体化処理によるステンレス鋼の酸化皮膜の化学組成と表面電荷特性の変化、ならびにタン

パク質の吸着相互作用や洗浄性への影響について検討した。

2 実験方法

2.1 材料と試薬

ステンレス鋼は SUS 316L の微粒子 (比表面積: 0.37 m²/g) を、タンパク質は牛血清アルブミン (BSA; ナカライテスク(株)) を用いた。

2.2 疑似鋭敏化処理と溶体化処理

疑似鋭敏化処理は、ステンレス鋼粒子 50g を磁性るつぼに入れ、10⁻⁵Torr まで減圧した加熱炉内にて 700°C で 100 時間保持した。その後、炉を徐冷した (10°C/min)。

溶体化処理は、鋭敏化熱処理粒子 20g を磁性るつぼに入れ、10⁻⁵Torr まで減圧した加熱炉内にて 1050°C で 1 時間保持した。その後、炉を開放して処理粒子を 500°C 以下まで急冷した (90°C/min)。

2.3 付着・洗浄実験

BSA の吸着実験は、25 ml のガラス製バイアル中に 5 ml の BSA 溶液 (3g/l, pH 5.2, 10⁻³ M KNO₃) と 1.25 g のステンレス鋼粒子を入れ、40°C で 2 時間振とう (140 rpm) して行った。

回分式洗浄実験は、BSA が吸着したステンレス鋼粒子 1 g と洗浄液 (0.1M NaOH) 5 ml を 25 ml のガラス製バイアルに入れ、密栓した後、湯浴中で 2 時間振とう (40°C, 140 rpm) して行った。

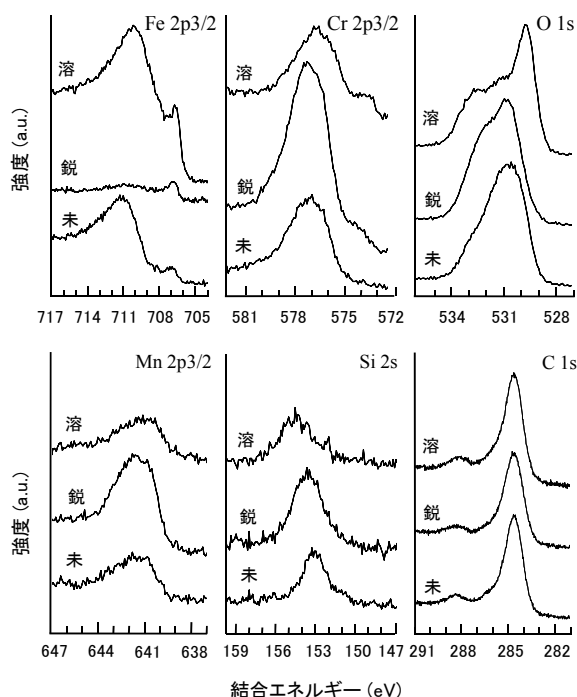


図1 未処理、疑似鋭敏化処理、溶体化処理ステンレス鋼粒子のXPSスペクトル (*Arエッチング処理なし)

表1 未処理、疑似鋭敏化処理、溶体化処理ステンレス鋼粒子の不動態化皮膜の化学組成*

| ステンレス鋼 | 成分 (atom %) | | | | | | | | |
|---------|-------------|-----|-----|-----|------|-----|------|-----|------|
| | Fe | Cr | Ni | Mo | O | Mn | Si | Ca | C |
| 未処理 | 5.2 | 4.8 | 0.3 | 0.2 | 59.2 | 1.5 | 7.0 | 0.4 | 21.4 |
| 疑似鋭敏化処理 | 1.2 | 9.4 | 0.3 | 0.2 | 57.1 | 3.0 | 10.3 | 0.4 | 18.1 |
| 溶体化処理 | 9.3 | 4.7 | 0.9 | 0.6 | 56.0 | 1.6 | 7.3 | 0.1 | 19.5 |

*Arエッチング処理なし

連続式洗浄実験は、BSA が吸着したステンレス鋼粒子 1 g をステンレス鋼製カラム (内径 4 mm × 長さ 50 mm) に充填しカラムオープン内 (40°C) に垂直に設置した後、0.1M NaOH 溶液を 0.25 ml/min の流速でカラム底部から供給して行った。

2.4 分析方法

ステンレス鋼粒子の最表面の化学組成は X 線光電子分光分析 (JPS-9200; 日本電子株) で、見掛けの表面電荷密度 (σ_{app}) は電位差滴定法で⁷⁾、BSA は Lowry-Folin 法で測定した⁸⁾。

3 結果と考察

3.1 表面での Cr 析出物の生成と固溶

図 1 に、未処理ステンレス鋼粒子、疑似鋭敏化処理粒子、疑似鋭敏化粒子を溶体化処理した粒子の最表面の主元素の XPS スペクトルを示す。最も顕著な変化は、Fe2p3/2 と Cr2p3/2 のスペクトルに現れた。すなわち、疑似鋭敏化処理により Fe³⁺酸

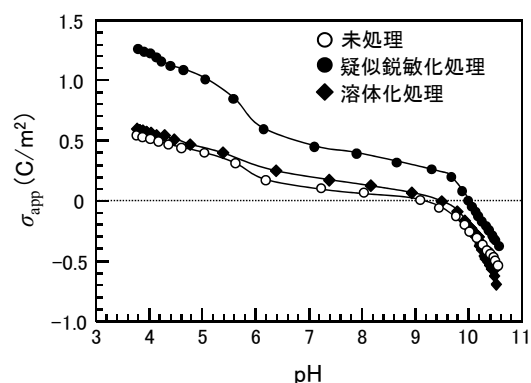


図2 未処理、疑似鋭敏化処理、溶体化処理ステンレス鋼粒子の見掛けの表面電荷密度 (σ_{app})

化物に帰属するピーク (710.9 eV) は消失し、溶体化処理によって再び出現した。一方、Cr³⁺に帰属するピークの位置は、疑似鋭敏化処理により 576.9 eV (酸化物) から 577.5 eV にシフトするとともに、ピーク強度が著しく増加した。しかし、溶体化処理によって Cr のピーク位置および強度は未処理粒子とほぼ同等な状態に戻った。

表 1 に、未処理、疑似鋭敏化処理、溶体化処理粒子の最表面の化学組成を示す。未処理粒子の化学組成と比較すると、疑似鋭敏化処理により Cr 含量の増加と Fe 含量の減少が見られた。このような変化は、鋭敏化の特徴的な現象の一つである¹⁾。Cr の表面濃縮に関しては、疑似鋭敏化処理粒子の C1s のスペクトルには Cr 炭化物 (Cr_xC_y) のピーク (282.5 ~ 283.0 eV) は見られなかった (図 1)。一般に、L 材でないステンレス鋼の場合は Cr 炭化物が生成することから^{1, 2)}、L 材の表面には炭化物ではない Cr 析出物が生成したことが示唆された。また、疑似鋭敏化により Mn (MnO ~ MnO₂) と Si (SiO₂) の含量も増加した。一方、溶体化処理粒子の化学組成は、Fe の濃縮を除けば未処理粒子とほぼ一致していた。このように、溶体化処理を施すことによって、疑似鋭敏化処理で表面に濃縮した Cr 析出物が固溶し、最表面の化学組成が元の未処理粒子の状態に改質されることがわかった。

3.2 表面電荷特性の変化

図 2 に、未処理ステンレス鋼粒子、疑似鋭敏化処理粒子、溶体化処理粒子の σ_{app} 曲線を示す。未処理粒子の見掛けの零電荷点 (pzc_{app}) は 9.1 (pH 単位) であった。疑似鋭敏化処理により、pH 3~10 の範囲において正の σ_{app} 値が増加し、 pzc_{app} は 10.0 へ移動した。これは、(i) 表面に生成した Cr 析出物が高い正の σ_{app} を有するか、(ii) 強塩基性を示す MnO の表面濃度の増加に起因しているのではないかと考えられる。一般に、Cr 酸化物 (Cr₂O₃) に富んだステンレス鋼は、正・負の σ_{app} 値が小さく、 pzc_{app} は

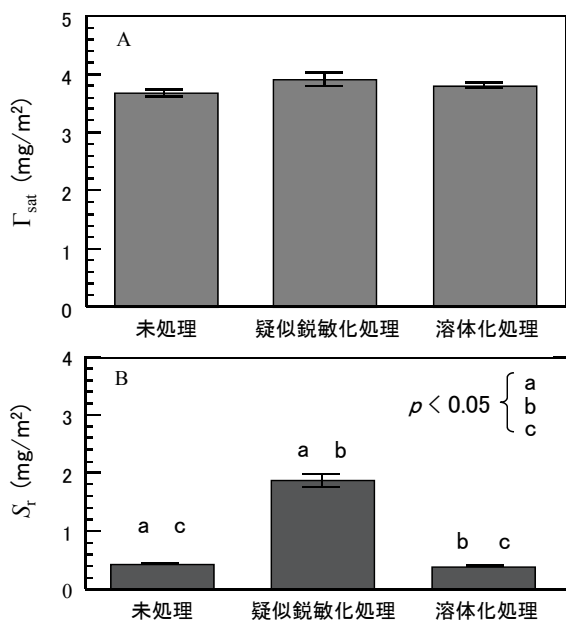


図3 未処理、疑似鋭敏化処理、溶体化処理ステンレス鋼粒子に対するBSAの飽和吸着量(Γ_{sat})とアルカリ洗浄(0.1M NOH)後の残存量(S_r)

6.0~6.8 に位置することが知られている⁹⁻¹¹⁾。これらの結果は、疑似鋭敏化処理により表面に濃縮したCrは酸化物皮膜としてではなく、析出物として存在していることを示唆している。

一方、疑似鋭敏化粒子を溶体化処理した結果、正の σ_{app} 値は減少し、 pzc_{app} は9.5へ移動するなど、未処理粒子と類似の σ_{app} 曲線に戻った。このような σ_{app} 曲線の変化は、溶体化処理によってCr析出物やMnOが粒内に固溶したことに起因すると考えられる(表1参照)。

3.3 BSAの吸着と相互作用

BSAの吸着親和性に及ぼす鋭敏化処理と溶体化処理の影響について検討した。未処理ステンレス鋼粒子、疑似鋭敏化処理粒子、溶体化処理粒子に対するBSAの飽和吸着量(Γ_{sat})は、各々3.61±0.15、3.90±0.22、3.72±0.13mg/m²であった(図3A)。いずれの吸着量にも有意差は見られなかった($p < 0.05$)。

一方、BSAが飽和吸着した各粒子を0.1M NaOH溶液で回分洗浄処理した後の残存量には顕著な変化が見られた(図3B)。未処理、疑似鋭敏化処理および溶体化処理粒子での残存量(S_r)は、各々0.39±0.03、1.87±0.23、0.32±0.01mg/m²であり、いずれの残存量にも有意差が見られた($p < 0.05$)。疑似鋭敏化処理粒子では、BSAの Γ_{sat} は変化しないものの、アルカリ洗浄では除去されにくい強固な吸着が起こっていることが示唆された。一般に、タンパク質は親水性の固体表面に対して

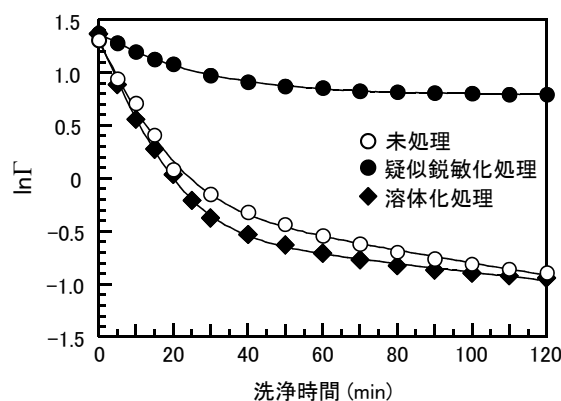


図4 アルカリ洗浄(0.1M NOH)における未処理、疑似鋭敏化処理、溶体化処理ステンレス鋼粒子からのBSAの脱着曲線

カルボキシル基を向けた配向で吸着する傾向が強いため、正に帯電した固体表面には強い相互作用力で吸着することになる^{8, 12-14)}。おそらくは大きな正の σ_{app} を有する疑似鋭敏化処理粒子では、BSA分子鎖の負に帯電したカルボキシル基との静電的な相互作用が強くなるため、BSAが強固に吸着するのではないかと考えられる。この理論に従うと、溶体化処理によりCr炭化物やMnOを固溶し、正の σ_{app} を未処理粒子と同等なレベルまで低下させたことが、 S_r を大きく減少させる要因であったと解釈できる。

3.4 BSAの脱着速度論

図4に、未処理ステンレス鋼粒子、疑似鋭敏化処理粒子、溶体化処理粒子にBSAを一定量吸着させた後、0.1M NaOH溶液で連続洗浄したときのBSAの脱着曲線を示す。未処理粒子におけるBSAの脱着と比較すると、疑似鋭敏化処理粒子ではアルカリ洗浄におけるBSAの脱着はきわめて緩慢であり、脱着速度は著しく小さいことがわかった。一方、疑似鋭敏化処理粒子を溶体化処理した結果、脱着速度や脱着効率は、未処理粒子とほぼ同等なレベルまで改善された。未処理粒子、疑似鋭敏化処理粒子、溶体化処理粒子における洗浄終了時の残存量は、各々0.41、2.21、0.39mg/m²であった。

著者らは、脱着速度を定量的に評価するために、吸着タンパク質分子の脱着が速度論的に2種類の機構(速い脱着と遅い脱着)で起こると仮定し以下の脱着モデルを誘導して解析に用いている¹⁵⁾：

$$\ln \Gamma = \ln \{ \exp(\ln \Gamma_0^f - k^f t) + \exp(\ln \Gamma_0^s - k^s t) \} \quad (1)$$
ここで、 t は洗浄時間、 Γ は時間 t でのBSAの残存量、 Γ_0 は $t = 0$ での初発BSA吸着量、 k は Γ に関する一次脱着速度定数、添え字 f と s は、各々速い脱着と遅い脱着を意味する。 k^f と k^s は、各々洗浄初期と後期の脱着速度を主として反映する。

図4の各測定点を結ぶ実線は、(1)式と非線形

表2 (1) 式の適合で得られた速度論定数

| ステンレス鋼 | Γ_0 | Γ_0^f | Γ_0^s | k^f | k^s |
|---------|----------------------|--------------|--------------|----------------------|---------|
| | (mg/m ²) | | | (min ⁻¹) | |
| 未処理 | 3.73 | 2.92 | 0.81 | 0.092 | 0.0059 |
| 疑似鋭敏化処理 | 3.96 | 1.71 | 2.25 | 0.046 | 0.00018 |
| 溶体化処理 | 3.85 | 3.27 | 0.65 | 0.099 | 0.0039 |

最小二乗法を用いて解析した結果であり、脱着データと良好な適合性を示した。表 2 に、解析の結果得られた速度論定数を示す。疑似鋭敏化処理粒子に対して得られた k^f と k^s は、未処理粒子と比較すると、各々 2 倍および 33 倍も小さいと算出された。また、溶体化処理粒子に対して得られた k^f と k^s は、未処理粒子とほぼ同等であった。以上の結果から、アルカリ洗浄によるステンレス鋼表面からの BSA の除去は、疑似鋭敏化によって平衡論および速度論の両面において著しく低下することがわかった。

4 まとめ

316L ステンレス鋼粒子を疑似鋭敏化の状態にした結果、表面に Cr 析出物が形成された。疑似鋭敏化処理粒子の σ_{app} は、未処理の粒子と比較して、より塩基性の性質を示した。BSA の吸着量は、未処理粒子および疑似鋭敏化処理粒子の間に有意差はなかったが、0.1M NaOH を用いた回分洗浄および連続洗浄において、疑似鋭敏化粒子からの BSA の除去率は著しく低下した。この極度に低下した洗浄性は、鋭敏化処理による σ_{app} の著しい増加に起因することが示された。疑似鋭敏化粒子を溶体化処理した結果、Cr 析出物は再び固溶され、表面化学組成と σ_{app} は元の粒子の状態に戻った。その結果、溶体化処理粒子は、未処理粒子と同等の洗浄性に改善されることがわかった。

参考文献

- 1) Davis, J. R.: *In Corrosion of weldments*, (Davis, J. R., ed.), pp. 1-12, ASM International, Materials Park, OH (2006)
- 2) Osozawa, K.: 防食技術, **22**, 268-273(1973)
- 3) European Hygienic Equipment Design Group: Trends Food Sci. Technol., **4**, 306-310 (1993)
- 4) Videla, H. A. and Characklis, W. G.: Intl. Biodeter. Biodegrad., **29**, 195-212 (1992).
- 5) Walsh, D., Seago, J., and Williams, L.: *In Corrosion/92*, Paper No. 155. NACE International, Houston, Texas (1992).
- 6) Walsh, D., Willis, E., and VanDiepen, E.: *In Corrosion/94*, Paper No. 612. NACE International, Houston, Texas (1994)
- 7) Lowry, O. H., Rosenbrough, N. J., Farr, A. L., and Randall, R. J.: J. Biol. Chem., **193**, 265-275 (1951)
- 8) Fukuzaki, S., Urano, H., Hiramatsu, M., and Takehara, A.: Biocontrol Sci., **6**, 87-94 (2001)
- 9) Fukuzaki, S., Takehara, A., Takahashi, K., Hiramatsu, M., and Koike, K.: 表面技術, **54**, 1034-1042 (2003)
- 10) Fukuzaki, S., Urano, H., Hiramatsu, M., and Takehara, A.: Biocontrol Sci., **6**, 95-101 (2001)
- 11) Takahashi, K. and Fukuzaki, S.: 表面技術, **57**, 290-295 (2006)
- 12) Fukuzaki, S., Urano, H., and Hiramatsu, M.: 表面技術, **49**, 915-916 (1998)
- 13) 福崎智司: 防菌防黴, **32**, 203-213 (2004)
- 14) 福崎智司, 平松 実, 生貝 初, 高橋和宏, 山田貞子: 表面技術, **57**, 220-225 (2006)
- 15) Urano, H. and Fukuzaki, S.: J. Colloid Interface Sci., **252**, 284-289 (2002)

電子機器の外来電磁波に対する耐性強化手法の確立

— 放射イミュニティ耐性診断システムの構築 —

A Improving Method of Electric Apparatus against Immunity Test of Radio Wave

Construction of Diagnostic System for Radiated Electromagnetic Field Immunity Test

渡辺 哲史

Tetsushi WATANABE

キーワード 電磁波感受性／イミュニティ／IEC 規格／診断法／誤動作

KEY WORDS Electromagnetic susceptibility / Immunity / IEC standard / Diagnostics / Malfunction

要 旨

放射イミュニティ試験においては、通常、誤動作の確認はカメラによる外観検査のみしかできない。ここでは、誤動作の有無の確認は可能であるが、その原因の調査には不十分である。この原因究明のため、放射イミュニティの試験環境下で被試験機器の内部動作状態を確認するシステムを構築した。このシステムは、試験状態に与える影響を小さくするため、内部の電気信号を光信号に変換して伝送し、電波暗室外で動作状態をモニタリングするシステムである。このシステムの性能確認として、単純な試験基板を用いて誘起される電圧の理論値と測定値を比較し、両者が一致することを確認した。従って、試験状態に与える影響が小さいことが確認できた。

1 はじめに

近年、電子機器は広範囲に利用されており、それらの機器が意図したとおりに動作しなかった場合に社会に与える影響は非常に大きい。その誤動作の原因には様々なものがあるが、電磁ノイズに起因すると推定されるものも多く存在する。社会的に大きく取り上げられた現象としては、エレベーターの扉動作異常、飛行機の操縦システムの制御不能などが挙げられ、病院等での携帯電話の使用規制、航空機内での電子機器の利用制限もこれらの誤動作に由来する。

現在、電子機器に対してはこれらの誤動作を生じない高い信頼性が要求され、そのためのテストが行なわれている。高信頼性を確保するための耐電磁ノイズ性能評価試験はその影響が懸念される外来電磁ノイズの種類によって多種の試験が存在し、法律によって規制されているものや各企業・業界団体によって自主的な基準で試験を行なっているものがある。今回の研究テーマに挙げている IEC 61000-4-3 で規定される放射イミュニティ試験¹⁾も耐電磁ノイズ性能を評価する試験の 1 つであり、EU 域内への輸出にはほぼ必須の試験項目²⁾である。

この試験は図 1 に示す試験システムを用いて、外部と隔離された電波暗室内において、被試験機器に対して強い電波を照射し、誤動作が発生しないか確認を行なう試験である。

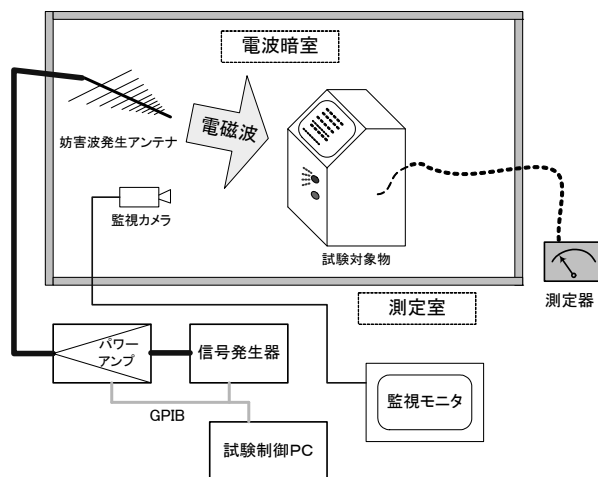


図 1 一般的な放射イミュニティ試験システム

2 目的

現状の試験法においては、試験機器の動作は電波暗室内に設置したカメラを用いて確認する。このため、可動部分の動作の状況、表示パネルの表示内容、エラー等を示すランプの点灯などについて確認を行ない、誤動作の判定を行なう。異常が発生したかどうかの確認には、これらの状態のモニタリングのみでよいが、誤動作が発生した場合には、何が原因で発生したかを確認して、被試験機器を改修する必要がある。一般的に、電子機器の動作状態を確認するには、その内部の電子回路に対して直接プローブを当てて計測器による動作

状況の確認が必要となる。しかし、この試験においては、電波暗室内は強電界下にあり、人体に対する安全性が危惧されるため、試験中電波暗室内に立ち入ることはできない。また、図1中破線で示すように試験対象機器から配線を引き出して動作状態をモニタリングすることも考えられるが、この引き出した配線が試験電波を引き込み、試験状態が変化することが懸念されるため、望ましくない。

そこで、本研究においては、このようなモニタリングのための接続の影響を極力排除しながら、被試験機器の内部状態をモニタリングできるシステムを構築し、これを用いた効率的な誤動作原因調査の手法を確立することを目指す。

3 放射免疫耐性診断システムの構築

今回構築するシステムのブロック構成図を図2に示す。前節で述べたとおり、内部状態の確認に際して金属ケーブルを電波暗室外に引き出す場合には、そのケーブルを通じて外来電波を被試験機器に引き込んでしまう懸念がある。これを回避するためには、電波暗室外に引き出すケーブルを非導電製のものとするしかない。そこで、被試験機器内の電気信号を、その機器の直近において光信号に変換し、光ファイバを用いて電波暗室外に引き出す方法が考えられる。測定室において、光信号を電気信号に復元することにより通常の測定器を用いて動作状態を確認することができる。

放射免疫試験においては、通常、80MHz-1000MHzの範囲において、約250の周

波数で試験を行なう必要がある。この試験周波数と被試験機の内部信号を取り出した測定器の結果を併せて記録する必要があるため、強電界の発生系と内部状態の計測系を組み合わせた試験システムとする必要がある。

このIEC 61000-4-3に適合した試験を行なうためには、それぞれの周波数に対して適切なアンテナへの供給電力を予め行なったキャリブレーション測定の結果に基づき調整する必要がある。この規格どおりの試験を行なうための制御には市販の試験プログラムを利用し、これに独自の変更を行なった特別仕様のプログラムを外注作成した。

一方、被試験機器に対する観測装置は、試験対象機器毎に変化し、状況に応じて修正することが必要となるため、予め仕様を決定して外注作成することができない。そこで、電磁波を放射する部分に関しては、市販の試験プログラムをベースとして外部よりの制御コマンドによって試験の設定・進行を制御し、別のコントローラーによって被試験機器からの観測データを取り込み、試験の進捗状況とあわせて記録を行なうこととした。この診断システム全体を制御するプログラムについては自作することにより、試験対象に応じた臨機応変な対応が可能となり、様々な測定項目に対する影響評価が可能となる。

1台のコントローラーによってこの2つのプログラムを実行することも原理的には可能であるが、それぞれのプログラムの稼動するWindowsにおいては複数のプログラムが動作する際のリソースの競合問題などが発生することが懸念されるため、

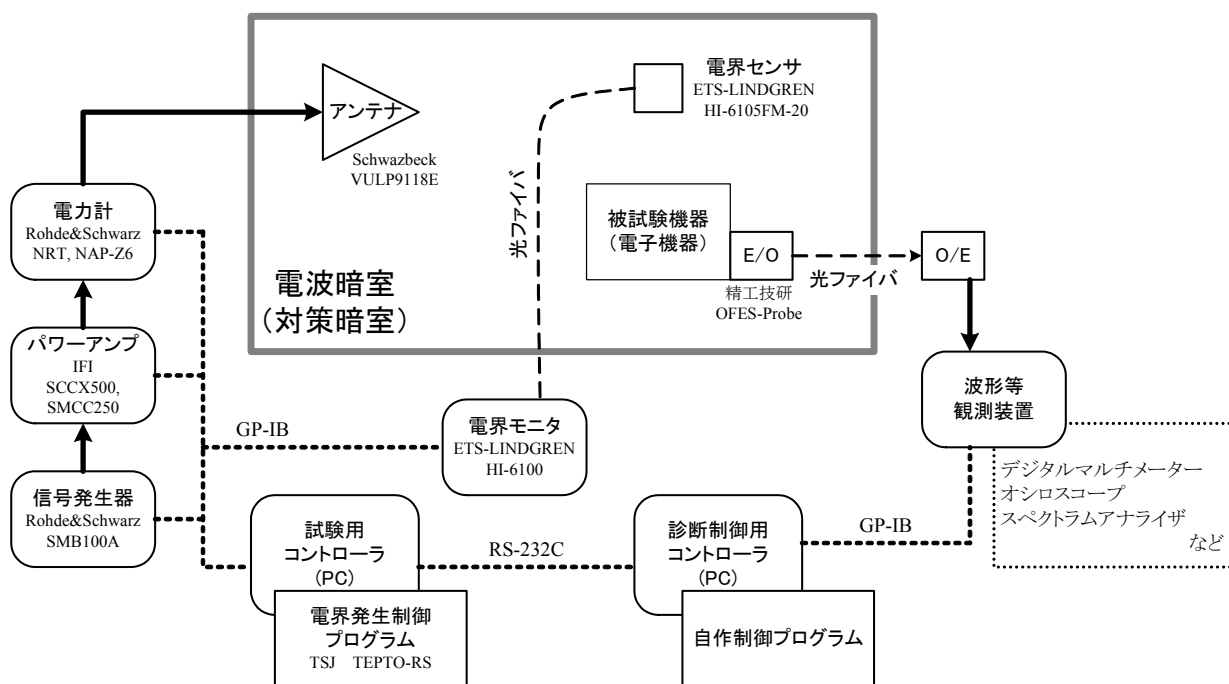


図2 放射免疫耐性診断システム ブロック構成図

異なるコントローラ上で実行し、2つのプログラム間の通信は RS-232C のシリアル通信によって行なうこととした。

4 システムの性能確認

4.1 光伝送システムの伝送特性

今回導入した E/O、O/E 変換部に対する基本的な性能を確認した。E/O 部は図 3 に示す外形であり、電気光学結晶により入射したレーザー光の偏波面を加えた電界に応じて回転させるものである。このため、電源が不要で小型である。この伝送系の周波数特性を図 4、振幅特性を図 5 に示す。

図 4 より、今回使用した光伝送システム(OEFS)は、実験に使用する 80MHz から 1000MHz に亘って偏差 6dB 程度の比較的平坦な特性であることが確認できる。同軸ケーブル(5D-FB)と比べると周波数特性は大きく異なっており、単純な近似式は適用できないため、計測システムではこの特性の実測値を用いて補正を行なうこととした。

図 5 より、光伝送システムに使用可能な入力電圧の範囲が確認できる。30dB μ V 程度が使用できる下限であり、機器仕様より 107dB μ V が最大入力であるため、この間の 70dB 程度が利用可能なダイナミックレンジであることがわかる。

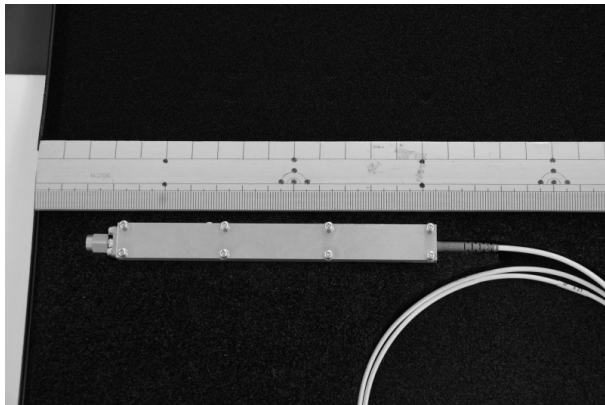


図 3 E/O 変換部 外観

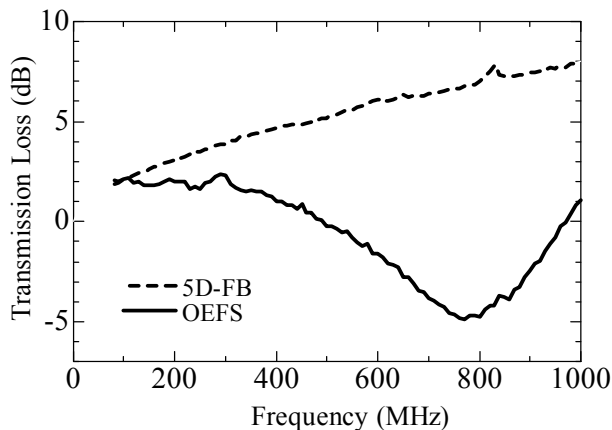


図 4 光伝送システム 伝送周波数特性

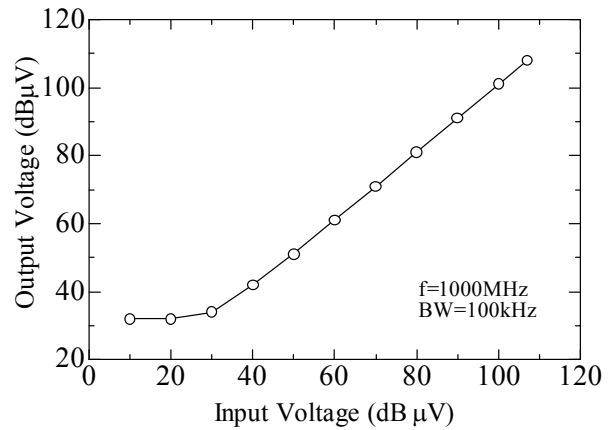


図 5 光伝送システム 入出力振幅特性

4.2 試験基板の感受性測定

いくつかの基本的な構造のプリント回路基板に対して、電磁波を照射した際の基板上的線路に誘起される電圧の測定値と理論値を比較した。今回は、コモンモードの発生が大きい基板構造(図 6)に対する誘起電圧の実験結果を示す。

一般的に、ノイズ放射が大きくなるような欠陥を持った構造では、外来ノイズに対する感受性も高く、誤動作の原因となりやすい。今回構築したシステムでは、このような問題となる構造を探索することが主たる目的であるため、きれいな基板構造ではなく、欠陥を含んだ構造において正確な計測が行なえるかを評価することが必要である。このため、図 6 に示す基板を用いた。この基板は、2 層基板で表面にはマイクロストリップ構造の信号線が 1 本配置されている。裏面は図 6 に示した範囲全体がグラウンド面となっており、コネクタ側の一部は十分に幅の広いグラウンド面であるが、その先の部分は幅の狭い不十分なグラウンド面である。

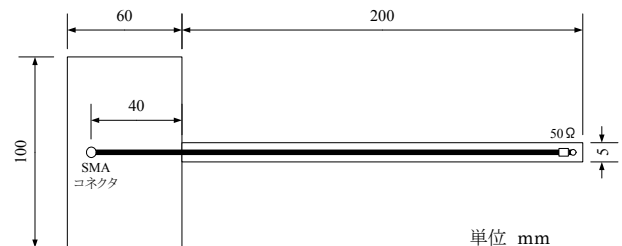


図 6 試験基板

この基板を図 7 に示すように配置し、表 1 に示す条件で SMA コネクタに誘起される電圧を測定した。その結果を図 8 に示す。

表 1 試験条件

| | |
|----------|--------------|
| 基板(中心)位置 | 床面より 0.9m 上方 |
| 基板の向き | 基板表面が電界照射面 |
| 試験電界強度 | 3V/m |
| 電界の向き | 水平偏波 |

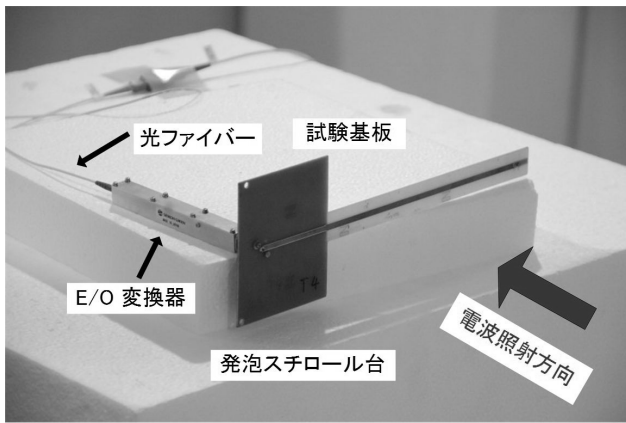


図 7 試験配置

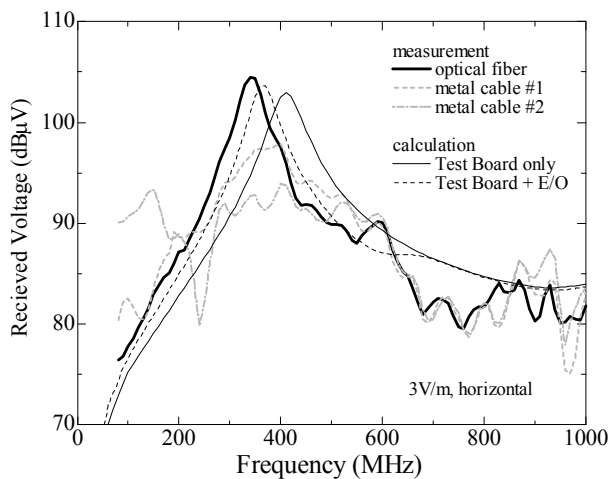


図 8 試験基板の感受性測定結果

電圧を測定するためのケーブルとして、金属製の同軸ケーブルを用いた場合と E/O 変換器を通して光ファイバにより接続した場合を測定した。同軸ケーブルによる測定では、同じケーブルを異なった引き回しを行なうことにより 2 回の測定を行なった。その結果、300-400MHz 近辺に観測されたピーク電圧において、光ファイバ接続と同軸ケーブル接続の場合で値が 10dB 以上異なっており、また、同軸ケーブル接続ではケーブルの位置によって測定値が 5dB 程度変化していることがわかる。これは、同軸ケーブルがこの感受性測定に影響を及ぼしているためである。

次に、試験基板に対する感受性の理論的検討を行う。理想的なマイクロストリップ構造であれば、文献 3 に従って照射される電界による誘起電圧の計算が可能であるが、今回の試験基板においては構造的な欠陥に起因する誘起電圧が主となるため、このような理論的導出は困難である。そこで、アンテナへの供給電圧とプリント基板上の回路に誘起される電圧に相反性があることを利用した。

今回実験に使用したプリント基板からのノイズ放射は過去の研究⁴⁾より図 9 に示すコモンモードモデルからの放射として計算可能である。このモ

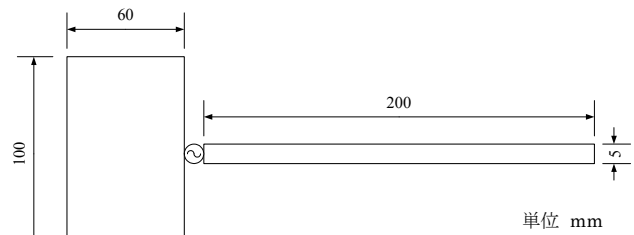


図 9 試験基板のコモンモードモデル

デルからの放射の解析結果および送信アンテナのアンテナ係数より上記の相反性を利用してプリント基板上の誘起電圧を計算した。また、E/O 変換器自体も金属ケースに収められているため、この影響も懸念される。そこで、この部分もコモンモードモデルに含めた場合についても同様に計算を行なった。これらの結果も図 8 に示した。この計算による誘起電圧と光ファイバ接続による測定結果はピークレベルがほぼ等しいことがわかる。また、計算において、E/O 変換部分を考慮に入れることによって、そのピーク値を与える周波数がほぼ一致していることが確認できる。今回の測定システムでは、E/O プロブを含めることによって理論解析どおりの測定が可能であることが確認できた。従って、E/O プロブもわずかな影響を与えているが、従来のケーブル接続に比べるとはるかに低い影響に抑えられていることが確認できた。

5 結論

今回構築した放射イミュニティ耐性診断システムにおいては、試験環境下にあるシステムに対する外来電波の影響を正確に捉えることができ、また、この観測のための接続が試験に与える影響は小さいことが確認できた。

今後は、このシステムを実際の電子回路に適用できるようにプローブ部についての検討を行い、さらに、誤動作の原因を探求する手順の確立を進めていく予定である。

参考文献

- 1) IEC 61000-4-3: 2002 (JIS C 61000-4-3:2005), "放射無線周波電磁界イミュニティ試験"
- 2) 日本規格協会 編, "CE マーキング入門", 日本規格協会, 1995
- 3) 上芳夫, "EMC における伝送回路理論とその展開", 電子情報通信学会誌 B, Vol. J90-B, No. 11, pp.1070-1082, 2007.
- 4) 渡辺哲史ほか, "EMCJ 不平衡度変化に基づくコモンモードアンテナモデルを用いたプリント回路基板のコモンモード放射予測の高速計算法", pp.35-40, EMCJ 2005-16, Vol. 105, No.81, 電子情報通信学会技術報告, 2005.

技 術 資 料

生もと酒母からの乳酸菌の分離

Isolation of Lactic Acid Bacteria from Kimoto Sake Base

伊藤一成・三宅剛史・利守忠義*

Kazunari ITO, Tsuyoshi MIYAKE and Tadayoshi TOSHIMORI*

キーワード 生もと / 乳酸菌

KEY WORDS Kimoto / Lactic acid bacteria

1 はじめに

伝統発酵食品である清酒は、現代に至るまで長年培ってきた杜氏の経験と勘に頼った製造が行なわれており、製品の品質が安定しないことが問題になっている。清酒の品質を安定にする、あるいは品質を向上させるための1つの方法として、醸造に関連する微生物管理の向上が挙げられる。これら微生物の特性の把握と改良は清酒製造の場において、問題解決のための一つの重要な指標である。

清酒製造において、古来からの製法である生もと造りは、硝酸還元菌、乳酸菌、酵母と3つの微生物が関与する。生もと酒母作りは、乳酸菌を自然から取り込み、乳酸を作らせ酸性にすることで環境中に存在する雑菌や野生酵母を淘汰し、目的酵母の純粋培養を達成している。しかし、これまでの伝統的な生もと造りにおいては自然増殖する乳酸菌に頼っていたことが適切な微生物群の管理を困難にし、品質が不安定になる一因になっていた。そこで、この問題を解決するため、実際の生もと酒母から乳酸菌の同定を試み、その寄与を検討することを目的とした。

2 方法

2.1 生もと酒母からの生酸菌の分離

酒造現場から採取した生もと酒母(前暖気期)を適時希釈後 MRS(1%CaCO₃)培地に混釈し、30°Cで5日間の嫌気培養を行なった。そして生酸によるクリアゾーンが現れた生育コロニーから生酸菌を分離取得した。

2.2 乳酸菌の同定

グラム染色、カタラーゼ試験、顕微鏡による形状の観察を行ない、乳酸菌の特徴を持つか比較した。乳酸菌の種類をアピ 50CH キットにより酸の

産生を見て同定した。

3 結果

3.1 生酸菌の同定

MRS(1%CaCO₃)培地による嫌気培養の結果、39株の生酸菌を分離取得した。それらの性状を確認したところ、すべてグラム陽性の桿菌または球菌でカタラーゼ陰性であったため、乳酸菌であると思われた。分離した39株の乳酸菌を改めてMRS(1%CaCO₃)培地で嫌気培養を行ない、生育と生酸力について調べたところ、①桿菌(中)で生酸力が中弱のもの6株、②桿菌(短)で生酸力が強のもの11株と中のもの15株、③球菌(連)で生酸力が弱のもの7株に大きく分けられた。今回試料とした生もと酒母に存在した乳酸菌はおよそ3種類で桿菌(短)群が優勢(試料採取時)であった。

3.2 乳酸菌の同定

分類した乳酸菌のうち、それぞれ代表的な菌株(桿菌(中)で生酸力が中弱のもの2-6株、桿菌(短)で生酸力が強のもの2-2、2-4、2-5株と中のもの2-11、2-13株、球菌(連)で生酸力が弱のもの2-7株)を選び、アピ 50CHにより同定を行なった。その結果、これら桿菌のすべてが *Lactobacillus curvatus*、球菌は *Leuconostoc mesenteroides* に同定された(表1)。

一般的に生もと酒母に寄与する乳酸菌は前期に *L. mesenteroides*、後期に *L. sakei* であると言われている。しかしながら近年ではこれ以外の乳酸菌(*Leuconostoc citreum* など)による生もと酒母も報告されており、生もとに寄与する乳酸菌の多様性が考えられる¹⁾。今回の同定菌株(桿菌)が、一般的な *sakei* でなく *curvatus* に分類されたが、*curvatus* は系統上 *sakei* の近縁種とされる。そしてメリビオースを資化しないことから *curvatus* であると確認できる(*sakei* はメリビオースを資化する)。一方球菌は、*mesenteroides* ssp *dextranicum*1 に分類され、

* 利守酒造

ショ糖を資化しデキストランを生成したことから *dextranicum* と確認できた。

4 まとめ

生もと造りは古来の清酒製造であるが、杜氏の勘と経験によるところが大きく、清酒の品質を安定させることは難しい。そこで、実際の生もと酒母に関与する微生物を単離し、特徴をつかむことで、安定した品質の清酒を得ることができると考えた。本研究ではまず、生もと造りに特徴的に関

わる生酸菌を酒母より単離した。単離した生酸菌は、様々な試験から乳酸菌であることが分かった。今後この生もと造りに寄与する乳酸菌の挙動、特性を調べることで、微生物管理の向上が期待でき、品質を安定させることができるようになると思われる。

参考文献

- 1) 黒瀬直孝, 浅野忠男, 川北貞夫, 垂水彰二: 生工学会誌, 82, 183-190 (2004)

表1 分離乳酸菌の同定

桿菌: *Lactobacillus curvatus ssp curvatus* (99.9%)

| ct | GLY | ERY | DARA | LARA | RIB | DXYL | LXYL | ADO | MDX |
|-----|-----|-----|------|------|------|------|------|-----|-----|
| - | - | - | - | - | + | - | - | - | - |
| GAL | GLU | FRU | MNE | SBE | RHA | DUL | INO | MAN | SOR |
| + | + | + | + | - | - | - | - | - | - |
| MDM | MDG | NAG | AMY | ARB | ESC | SAL | CEL | MAL | LAC |
| - | + | + | - | - | + | + | - | + | - |
| MEL | SAC | TRE | INU | MLZ | RAF | AMD | GLYG | XLT | GEN |
| - | + | - | - | - | - | | - | - | - |
| TUR | LYX | TAG | DFUC | LFUC | DARL | LARL | GNT | 2KG | 5KG |
| - | - | - | | - | - | - | - | - | - |

球菌: *Leuconostoc mesenteroides ssp mesenteroides/ dextranicum 1* (97.1%)

| ct | GLY | ERY | DARA | LARA | RIB | DXYL | LXYL | ADO | MDX |
|-----|-----|-----|------|------|------|------|------|-----|-----|
| - | - | - | - | + | + | + | - | - | - |
| GAL | GLU | FRU | MNE | SBE | RHA | DUL | INO | MAN | SOR |
| + | + | + | + | - | - | - | - | ? | - |
| MDM | MDG | NAG | AMY | ARB | ESC | SAL | CEL | MAL | LAC |
| - | + | + | + | + | + | + | + | + | ? |
| MEL | SAC | TRE | INU | MLZ | RAF | AMD | GLYG | XLT | GEN |
| + | + | + | - | - | + | | - | - | + |
| TUR | LYX | TAG | DFUC | LFUC | DARL | LARL | GNT | 2KG | 5KG |
| + | - | - | | - | - | - | + | ? | ? |

炭素複合カルシウム化合物粉末の SO_x ガス吸着特性

SO_x Gas Adsorption Properties of Carbon-Hybridized Calcium Compound Powder

藤井英司・川端浩二・村岡 賢

Eiji FUJII, Koji KAWABATA and Ken MURAOKA

キーワード カルシウム / 石灰 / TEM / ガス吸着材 / 炭素
KEY WORDS Calcium / Lime / TEM / Gas adsorbent / Carbon

1 はじめに

一般的なごみ焼却場では、排煙に含まれる有害酸性ガスを 200°C 程度まで冷却した煙道中で水酸化カルシウム粉末や活性炭により吸着し、浄化されたガスのみ大気中に排出する。この工程で使用された水酸化カルシウム粉末や活性炭などのガス吸着材は、有害酸性ガス成分、ダイオキシン類および重金属などの有害物質を多量に含んでいるため、産業廃棄物として埋め立て処分されている。近年、厳しい環境基準を設けたことにより、吸着材の使用量も増加しているため、埋め立て処分場の確保の問題も生じ始めている。このような理由により、有害酸性ガス吸着材として使用されている水酸化カルシウムの高機能化が期待されている。

現在までに、酸化カルシウム、水酸化カルシウムおよび炭酸カルシウムのようなカルシウム化合物粉末の表面上にアルミナやシリカなどの第 2 成分を担持させることにより、ガス吸着特性が向上することを明らかにしてきた^{1), 2)}。本報では、一次粒子表面に細孔を付与することにより、吸着特性に関わる最大の因子である比表面積を増加させる技術の検討を行った。その方法として、高い比表面積を付与させやすく、現在、排煙処理材として用いられている活性炭の材質である炭素との複合化に着目し、炭素材料による表面への被覆処理条件を検討した。また、その炭素被覆により、カルシウム化合物粉末が有する酸性ガス吸着特性に及ぼす影響を評価した。

2 実験方法

炭素被覆原料にはポリビニルアルコール (PVA : 重合度 : 約 500, 和光純薬工業製) を用いた。所定量の PVA を溶解させた水溶液 (100ml) に水酸化カルシウム (CSH: 宇部マテリアルズ製, 平均粒径 2 μ m, 純度 99.99%) を 10g 添加し, 30 分間 60°C でスターラーによりかくはん混合した。

真空エバポレーターにより混合溶液から水分を除去した後, 100°C で 2 時間乾燥した。得られた乾燥粉末を乳鉢により解砕した後, 窒素雰囲気下, 各温度で 2 時間熱処理した。作製した試料の比表面積, 形態観察および SO_x ガス吸着特性について評価を行った。

3 結果および考察

図 1 に 2.5mass%PVA を添加した水酸化カルシウム粉末の各温度での熱処理後の比表面積を示す。原料として用いた水酸化カルシウム粉末の比表面積は 3.1m²・g⁻¹であった。400°C 以下での熱処理では, 比表面積は 4m²・g⁻¹程度であったが, 500~700°C での熱処理によって急激に増加し, 400°C 以下の約 10 倍である 40m²・g⁻¹程度になった。800°C の熱処理では, 再び, 比表面積の減少が見られた。X 線回折測定の結果より, 400°C と 500°C の熱処理による結晶相の違いはほとんど見られず, 原料の水酸化カルシウムは熱分解し, 酸化カルシウムを主とした結晶で構成されていた。さらに TG 測定の結果より, 400°C ではまだ炭化反応が進行中で

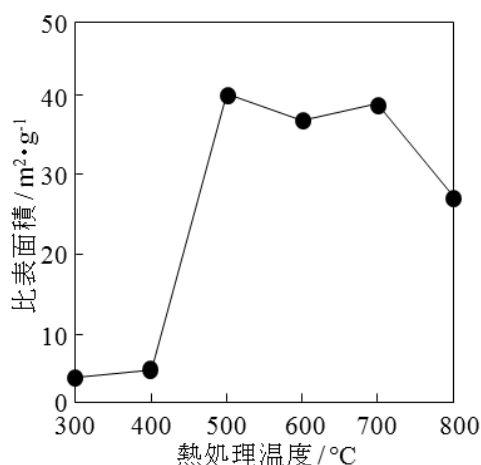


Fig. 1 2.5mass%PVA を含有した試料の各熱処理温度における比表面積

あり、500°Cになると大部分のPVAの炭化反応が終了していた。PVAを添加せず、500°Cで熱処理のみ行った試料の比表面積は $22.6\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ であった。この現象は水酸化カルシウムの相変化に伴った粒子サイズの減少によるものであると思われる。従って、比表面積を $22.6\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ から $40\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 程度まで増加させた要因が、PVAの炭化現象であると考えられる。800°Cでの熱処理では、比表面積は低下していたが、これは酸化カルシウム結晶の粒成長によるものであると思われる。以上、PVAを添加することにより、比表面積が増加したカルシウム化合物粉末を作製できることが明らかとなり、その添加効果が最も現れる熱処理温度は500°Cであることがわかった。

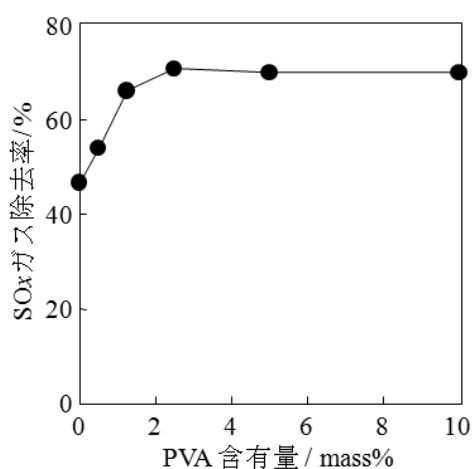


Fig. 2 PVA 含有量の違いによる SOx ガス除去率への影響

図2にPVA添加量を0~10mass%にし500°Cで熱処理した試料によるSOxガス除去率を示す。PVAを添加していない試料のSOxガス除去率は46%であったが、PVAを添加することによりSOxガス除去率が上昇する傾向が見られた。2.5mass%まではPVA添加量の増加とともにSOxガス除去率も上昇したが、2.5mass%以上では、ほぼ一定の値を示した。以上の結果より、水酸化カルシウムにPVAを添加して500°Cで熱処理することにより、SOxガス吸着特性は向上することが分かった。

図3に2.5mass%PVAを添加した水酸化カルシウム粉末を500°Cで2時間熱処理した試料のTEM写真を示す。1次粒子の大きさは約300nmであり、原料として用いた水酸化カルシウム粒子の大きさではない。X線回折測定結果とTEM観察の結果より、酸化カルシウム相を主とした水酸化カルシウムと炭酸カルシウム相が混在した粒子であると

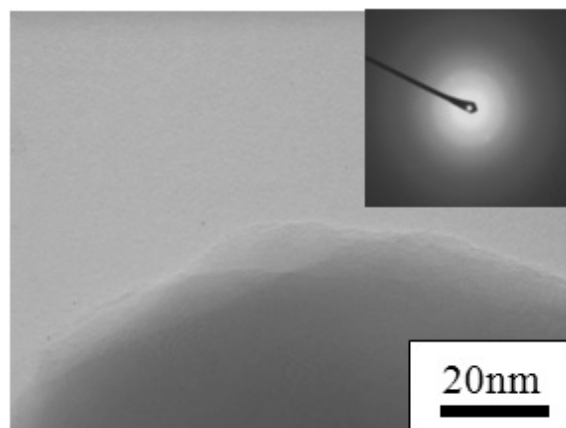


Fig. 3 2.5mass%PVAを添加し、500°Cで熱処理した試料のTEM写真と電子線回折パターン

思われる。その粒子表面には、炭化したPVAと思われるnmオーダーの層構造が被覆し、その炭化層は非晶質であることが電子線回折パターンより明らかとなった。このように、酸性ガスとの反応性を示さないPVA原料であるが、炭化物としてカルシウム化合物粒子の表面上にnmオーダーで被覆処理することにより、カルシウム化合物粉末の特性を維持したまま、酸性ガスとの反応性を向上させることが可能であることを明らかとした。吸着特性が向上した原因として、一次粒子表面の炭化層が有している細孔容量の増加に伴う比表面積増加効果が考えられる。

4 まとめ

有害酸性ガスを除去するために使用されている水酸化カルシウムの吸着特性向上を目的に、炭素との複合化についての検討を行った。PVAを添加し、水酸化カルシウム粉末表面への炭素被覆処理を行った。その結果、PVAが炭化する500°Cで熱処理することにより、水酸化カルシウム相が主に酸化カルシウム相に相転移しているものの、比表面積が急激に増加し、粉末表面にnmオーダーの炭化層を形成していることが明らかとなった。さらに、比表面積の増加に伴い、SOxガスの吸着特性が向上することが明らかとなった。

参考文献

- 1) K. Muraoka, H. Yoshimatsu, S. Ueno, H. Sato, Y. Miura: J. Ceram. Soc. Japan, 110, 293 (2002).
- 2) K. Muraoka, T. Deguchi, H. Yoshimatsu, J. Tamura, M. Matsuda, M. Miyake: J. Ceram. Soc. Japan, 112, S1384 (2004).

活性炭入り不織布の臭気ガス吸着特性

Adsorption Properties of Odorous Gases to Nonwoven Fabrics Containing Active Chacoal

常定 健・川端浩二・福崎智司・光石一太

Takeshi TSUNESADA, Koji KAWABATA, Satoshi FUKUZAKI and Kazuta MITSUISHI

キーワード 活性炭／不織布／臭気ガス／ガス吸着特性／ガス検知管
KEY WORDS Active charcoal / Nonwoven fabric / Odorous gas / Gas adsorption property / Gas detector tube

1 はじめに

室内環境に関する居住者の関心が高まる中、室内のVOC(揮発性有機化合物)や臭気ガスを除去する素材として活性炭や炭を配合した製品が注目されている。特に、活性炭を配合した不織布は、その取り扱いやすさから、空気清浄フィルター、マスクや寝具など、VOCや臭気ガスを除去する目的に幅広く使用されている。活性炭の脱臭機能については多くの報告^{1,2)}があるものの、活性炭を配合した市販の不織布がどのような種類のVOC及び臭気ガスを吸着するのか、また、製品によるVOC及び臭気ガス吸着性能の差異について比較検討されることは少なかった。

そこで本研究では、マスクに用いられている活性炭入り不織布について、サンプリングバッグを用いた臭気ガスの吸着性能試験を試みた。製品の吸着性能比較を行うために、不織布の試料面積と臭気ガス除去率の関係を求めた。

2 実験

2.1 試料

試料には市販されているマスクの生地4種類(A～D、A～Cは活性炭入り)を用いた。被検試料の面積を1、10、100cm²とし、プラスチック袋から開封後、すぐに測定を行った。

2.2 吸着試験用ガスの調製

硫化水素、アンモニア、アセトアルデヒド、トルエン、酢酸の5種類の臭気ガスについて、それぞれ吸着試験を行った。吸着試験用ガスの調製にあたって、硫化水素については、高圧ボンベガス(バランスガスは窒素)を、アンモニアについては水溶液の試薬を、トルエンと酢酸については液体(希釈なし)の試薬を用いた。アセトアルデヒドについては、液体(希釈なし)の試薬とこれを蒸留水で希釈したものをを用いた。これらを容量が約20Lの樹脂製サンプリングバッグ(以下、20Lテドラーバッグと称する)に、規定量(表1に記載)を注入した後、室内空気(23℃、相対湿度約50%)を送り込

表1 吸着試験用ガスの調製

| 臭気ガス | 吸着試験用試料の状態 | 濃度 | 20Lテドラーバッグへの注入量 |
|----------|------------|--------|-----------------|
| 硫化水素 | ガス | 200ppm | 10 L |
| アンモニア | 水溶液 | 28% | 10 μL |
| アセトアルデヒド | 液体 | 99% | 3 μL |
| | 水溶液 | 30% | 10 μL |
| トルエン | 液体 | 99% | 10 μL |
| 酢酸 | 液体 | 99.9% | 6 μL |

み、常圧で可能な限り20Lテドラーバッグを膨らませた。この20Lテドラーバッグを室内(23℃)に約4時間静置した後、吸着試験に用いた。

2.3 臭気ガス吸着試験

一辺を開口した5Lテドラーバッグに被検試料を入れ、開口部を熱融着した。被検試料の入った5Lテドラーバッグ内の空気を可能な限り除去した後、20Lテドラーバッグ内の吸着試験用ガスを、常圧で可能な限り、5Lテドラーバッグ(内容積約4.5L)に入れた。吸着試験用ガスを5Lテドラーバッグに入れたときを実験開始時とし、実験開始時から5時間経過後に、ガス検知管を用いてガス濃度を1回測定した。ブランクとして、被検試料なしで吸着試験用ガスを入れた5Lテドラーバッグ内のガス濃度を、実験開始時と5時間経過後に測定した。ガス検知管はそれぞれのガス専用で、測定結果が決められた濃度範囲に入る種類のものをを用いた。

3 結果と考察

3.1 臭気ガスとガス吸着特性の関係

表2に、各不織布における、試料面積別の臭気ガス除去率を示す。臭気ガス除去率は式(1)により求めたものである。

$$\text{臭気ガス除去率(\%)} = (1 - A/B) \times 100 \quad (1)$$

A: 5時間後の被検試料ガス濃度(ppm)

B: 5時間後のブランク試料ガス濃度(ppm)

臭気ガスの種類と臭気ガス除去率の関係をみると、吸着しやすいガスと吸着しにくいガスのある

ことがわかった。アセトアルデヒドは試料面積10 cm²の全試料について全く吸着しなかったことから、吸着しにくいガスであると言える。一般的に脱臭用の活性炭単体でも、アセトアルデヒドは吸着しにくいガスの1つである。アセトアルデヒドについては、吸着試験用ガスの調製にあたって、液体(希釈なし)と水溶液の2種類を用いたが、どちらもほぼ同じ結果であった。アセトアルデヒド以外の臭気ガスについては水分の影響について確認していないが、吸着試験用ガスの調製における水分添加の有無は、臭気ガス除去率に大きな影響を与えないものと思われる。

硫化水素、トルエン、酢酸は、試料面積10cm²において、すべての活性炭入り不織布が15%を超える臭気ガス除去率であることから、吸着しやすいガスであると言える。また、これらの臭気ガスの試料別除去率は、不織布A>不織布B>不織布Cであった。一方、アンモニアの試料別除去率は、硫化水素、トルエン、酢酸とは逆の傾向を示した。すなわち、表2に示したように、アンモニアの試料別除去率は、不織布C>不織布B>不織布Aであった。アンモニアは、塩基性ガスという点で他の臭気ガスと区別できることから、不織布Cに用いられている活性炭表面は、比較的、酸性であるものと推察される。

これらの結果から、市販の活性炭入り不織布の臭気ガス吸着性能は、臭気ガスの種類によって大きく異なり、吸着させたい臭気ガスが明確な場合には、その臭気ガスについての除去率を確認しておくことが有効であると考えられる。

3.2 試料面積とガス吸着性能の関係

いずれの臭気ガスについても、試料面積が大きくなれば臭気ガス除去率が高くなる傾向がみられた。不織布AとBの硫化水素及びトルエン除去率をみると、試料面積100cm²の結果では、不織布AとBのどちらが硫化水素及びトルエン除去性能の点で優れているかは判別できなかった。しかし、試料面積1、10cm²の結果における硫化水素及びトルエン除去率を比較することにより、不織布Bに比べて、不織布Aの硫化水素及びトルエン吸着特性が優れていることがわかった。一方、アセトアルデヒドについては、試料面積100cm²の結果により、不織布Bに比べて不織布Aが優れていることがわかった。このように、試料面積を変えて臭気ガス除去率を求めることは、不織布のガス吸着性能比較に有効であるものと考えられる。

4 まとめ

サンプリングバッグ検知管法により、活性炭入り不織布の臭気ガス吸着性能を測定した結果、吸着しやすい臭気ガスと吸着しにくい臭気ガスのあることがわかった。これらはどのようなタイプ

の活性炭をどの程度配合しているかによるものと思われるが、活性炭入り製品の消費者への信頼を高めるためには、脱臭に適するガスの種類を表示していく必要がある。さらに、活性炭入り製品が臭気ガスをどのくらい吸着できるかについて、臭気ガス別に示すことが望まれる。

参考文献

- 1) 立本英機, 安部郁夫監修: “活性炭の応用技術”, テクノシステム(2000)
- 2) 真田雄三, 鈴木基之, 藤本 薫編: “新版 活性炭—基礎と応用—”, 講談社サイエンティフィク(1992)

表2 不織布の臭気ガス除去率
(試料面積とガス濃度を除いて、単位は%)

| ガスの種類とガス濃度 ^{※1)} | | 試料面積(cm ²) | | |
|---------------------------|--------------------------------|------------------------|------|--------|
| | | 1 | 10 | 100 |
| 試料名 | | | | |
| 硫化水素 | ガス濃度 80ppm | | | |
| | A | 23 | 98 | 100 |
| | B | 5 | 30 | 100 |
| | C | 0 | 16 | 86 |
| | D | 0 | 0 | 0 |
| アンモニア | ガス濃度 実験開始時112ppm 5時間後103ppm | | | |
| | A | 0 | 2 | 34 |
| | B | 0 | 5 | 68 |
| | C | 0 | 36 | 99 |
| | D | 0 | 0 | 0 |
| アセトアルデヒド | ガス濃度 ^{※2)} 75(80)ppm | | | |
| | A | 0(0) | 0(0) | 40(41) |
| | B | 0(0) | 0(0) | 20(23) |
| | C | 0(0) | 0(0) | 7(8) |
| | D | 0(0) | 0(0) | 0(0) |
| トルエン | ガス濃度 46ppm | | | |
| | A | 11 | 78 | 100 |
| | B | 0 | 63 | 100 |
| | C | 0 | 35 | 98 |
| | D | 0 | 0 | 0 |
| 酢酸 | ガス濃度 65ppm | | | |
| | A | 23 | 92 | 98 |
| | B | 14 | 88 | 97 |
| | C | 8 | 66 | 95 |
| | D | 0 | 0 | 5 |

※1)アンモニアを除き、ブランク試料の実験開始時と5時間後のガス濃度は同じであったため、ガス濃度として表記。アンモニアについては、ブランク試料の実験開始時と5時間後のガス濃度が異なったため、両方を別に表記。

※2)カッコなしの数字は液体(希釈なし)による調製ガスを用いて測定した結果。カッコ内の数字は、30%水溶液による調製ガスを用いて測定した結果。

エラストマーシートを用いた 異種プラスチックのレーザー接合

Laser Joining of Plastic and Different Plastic with Elastomer Sheet

水戸岡 豊・村上 浩二・日野 実・浦上 和人*

Yutaka MITOOKA, Koji MURAKAMI, Makoto HINO and Kazuto URAKAMI*

キーワード エラストマー / 異種材料 / レーザ溶着 / せん断強度

KEY WORDS Elastomer / Different material / Laser welding / Shear strength

1 はじめに

自動車などを中心とした輸送機器産業では、CO₂削減のために部材の軽量化が強く望まれており、プラスチックの適用範囲が拡大している。これに伴いプラスチックの接合技術の重要性が増している。特に、最近ではプラスチック-異種材料(金属、セラミックス、異種プラスチック等)接合の要望も強い。

プラスチック同士の接合法としては、熱板、振動、超音波およびレーザー等の各種溶着法が確立されている。中でも、レーザー溶着法は高い生産性を有することから注目されており、実用化が進んでいる。他方、プラスチックと異種材料の接合では、接合材間の物性差が問題となり、上記の溶着法では接合できない。そのため、現在の異種材料接合の多くは、接着あるいは機械的締結により行われている。しかし、これらのプロセスは作業面とコスト面での負担が大きいことから、代替の接合技術の確立が強く望まれている。

これまでに、筆者らは、エラストマーシートを接合材間に用いることにより、プラスチック-金属のレーザー接合が可能であることを示した¹⁾³⁾。本研究では、エラストマーシートを用いたポリプロピレン-異種プラスチックのレーザー接合の可能性を検討した。得られた接合品の接合強度、はく離モードおよび接合界面の状態を調査し、エラストマーシート-プラスチック間の接合メカニズムを考察した。

表1 レーザ接合条件

| | |
|---------------------|---------------------|
| Wavelength | 808 nm |
| Focusing distance | 100 mm |
| Spot diameter | 600 μm |
| Exposure mode | CW |
| Defocusing distance | 12 mm |
| Exposure angle | 0° |
| Laser power | 50 W |
| Scanning speed | 5, 10, 20 or 40 m/s |

*早川ゴム株式会社

2 実験方法

接合材として、ポリプロピレン(新神戸電機(株)製 厚さ2 mm、以下PP)、66ナイロン(旭化成ケミカルズ(株)製 厚さ3 mm、以下PA)、ポリアセタール(旭化成(株)製 厚さ2 mm、以下POM)、ポリメチルメタクリレート(三菱レイヨン(株)製 厚さ2 mm、以下PMMA)およびポリエチレンテレフタレート(筒中プラスチック工業(株)製 厚さ2 mm、以下PET)を用いた。エラストマーシートとしては、スチレン系熱可塑性エラストマーをシート状に成形したものを用いた。未変性からなるものをシートA、COOH基変性からなるものをシートBとした。シートAおよびシートBは、レーザー吸収率を向上させるためにレーザー吸収色素を1 mass%添加しており、808 nmでのレーザー吸収率はそれぞれ65%および95%である。

接合材の間にエラストマーシートを挟み込み(PP/エラストマーシート/プラスチック)、表1に示す条件でPP側からレーザー照射を行った。熱源としては、半導体レーザー(Laser Line社製LDF600-1000; 最大出力: 1 kW)を用いた。レーザーの出力を50 W一定とし、熱源の走査速度を5、10、20および40 mm/sの4水準で変化させた。

せん断試験により接合強度を評価した。せん断試験は、万能試験機(インストロン製 3382、クロスヘッドスピード: 5 mm/s)にて行った。せん断試験後、試験片の外観およびはく離面を目視および実体顕微鏡により観察した。

界面の接合状態については光学顕微鏡および電界放射型電子プローブマイクロアナライザ(日本電子(株)製 JXA-8500FS、以下FE-EPMA)および透過電子顕微鏡((株)日立製作所製 H-800、以下TEM)により観察した。

3 結果

従来の溶着法では、PPに対してPA、POM、PMMAおよびPETは溶着不可であった。異種プラスチック間の相溶性があるかを示す指標として溶解度パラメーター (Solubility Parameter、以

下 SP 値) が提案されている。Fedors 法により算出された SP 値は、PP の 8.01 cal/cm^3 に対し、PA、POM、PMMA および PET はそれぞれ 10.5、9.6、10.0 および 12.3 cal/cm^3 である。異種プラスチック同士は、SP 値がよほど接近していないと相溶しないことが知られている。

シート B を用い走査速度 10 mm/s で接合した接合品断面の反射電子像を図 1 に示す。エラストマーシート-PP、PA、PMMA および PET 間については、未接合部のない良好な接合が得られた。一方、図 1(b)のエラストマーシート-POM 間の接合界面近傍に気泡の発生や POM の割れが確認された。これは、POM が熱分解したため生じたと推測される。

走査速度に対するせん断強度の変化について、シート A およびシート B の結果をそれぞれ図 2(a)および図 2(b)に示す。

PP-PP 接合は、シートの種類によらず高いせん断強度が得られ、すべての接合品で PP が破断した。せん断荷重は最高値に達した後、徐々に低下するが、PP とシートは強固に接合されたままであった。せん断試験後、接合部-未接合部界面に著しい白化が確認された。この部分の劣化によってせん断強度が低下したと判断できる。また、走査速度により接合幅に差があるにも関わらず、せん断強度はあまり変化しない。これは、強固に接合した場合、せん断のモーメント以外に回転のモーメントが加わり、接合強度が接合部-未接合部界面で決定されるためである。

PP-PA 接合では、シート A を用いた場合、せん断強度は最高で 500 N 程度であり、はく離面からシート-PA 間の界面破壊であることが確認された。他方、シート B を用いた場合、せん断強度は著しく向上した。せん断強度は、5、10 および 20 mm/s の走査速度で PP あるいは PA が材料破断した。はく離面から、シート B は PP と PA の両方に付着しており、シートの凝集破壊であることを確認した。

PP に対する POM、PMMA および PET の接合では、シートの種類によってせん断強度に有意な差はなく、強度は最高で $300 \sim 800 \text{ N}$ 程度であった。破断後、いずれの試料でもシートは PP 側へ付着しており、シート-下部材プラスチック間の界面破壊であることが確認された。POM、PMMA および PET 側ではエラストマー成分の染込みが確認できる程度であった。

本実験ではエラストマーシートを用いることで、PP に対して上記の異種プラスチックはいずれも接合可能となった。せん断試験の結果から、エラストマー-プラスチック間の接合パターンは次の 3 種類に分かれた。

パターン 1.シートによらず母材破断

パターン 2.シートによる接合強度差(シート A では接合強度 $700 \sim 900 \text{ N}$ 、シート B では母材破断)
パターン 3.シートによらず接合強度 $300 \sim 800 \text{ N}$

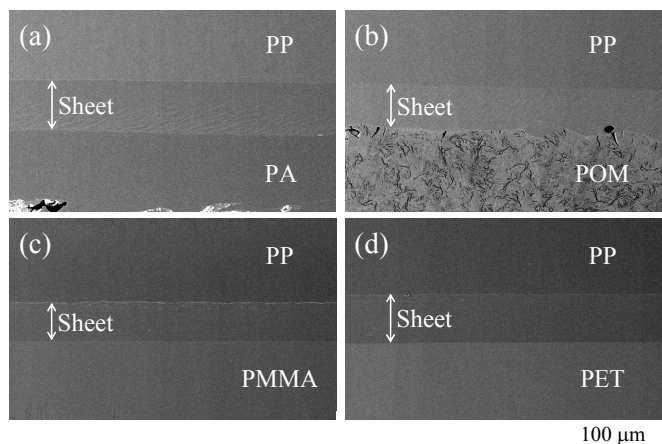


図 1 PP-異種プラスチック接合の断面組成像:
(a) PP-PA、(b) PP-POM、(c) PP-PMMA、(d) PP-PET

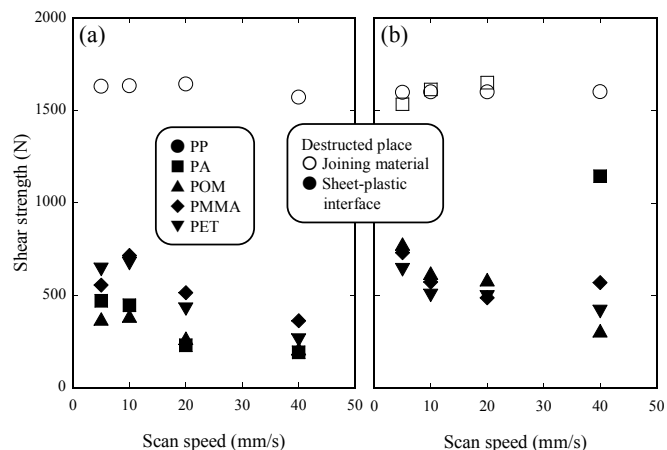


図 2 走査速度に対する PP-異種プラスチック接合のせん断強度の変化

4 まとめ

以上、エラストマーシートを用いることによって、従来不可能であった PP と異種プラスチックの接合が可能となった。その際、エラストマー-プラスチック間の相溶あるいは相互作用があれば接合特性は向上する。相溶系の組み合わせは限定されるため、官能基変性による相互作用を利用することは接合対象の拡大に有効である。

参考文献

- 1) Yutaka Mitooka, Kazuya Nagata, Makoto Hino, Journal of Japan Laser Processing Society, **14-4**, (2007), 40-44.
- 2) Yutaka Mitooka, Makoto Hino, Kazuto Urakami, Journal of Japan Laser Processing Society, **15-3**, (2008), 186-190.
- 3) Yutaka Mitooka, Makoto Hino, Koji Murakami, Kazuto Urakami, Jun Takada, Teruto Kanadani, to be published in Journal of Japan Institute of Light Metal.

2017 アルミニウム合金への亜鉛置換処理とめっきの密着性

Zincate Treatment and Adhesion of Electroless Nickel-phosphorus Plating on 2017 Aluminum Alloy

村上 浩二・日野 実・水戸岡 豊

Koji MURAKAMI, Makoto HINO and Yutaka MITOOKA

キーワード アルミニウム / 亜鉛置換 / 無電解めっき / 密着強度

KEY WORDS Aluminum / Zincate treatment / Electroless plating / Adhering strength

1 はじめに

Al とその合金は、大気中の酸素によって緻密で強固な不動態酸化皮膜を表面に形成するため、基板表面に形成されるめっき皮膜の密着性を確保するための前処理が重要となる。一般には、Zn と Al との置換反応を利用した前処理(亜鉛置換処理)を行い、亜鉛皮膜上にめっきが施される。

著者らは、これまでに 1050Al について、亜鉛置換処理条件が無電解 Ni-P めっき皮膜と基板との密着強度に与える影響を調査し、余剰に置換析出した Zn は、その後の無電解めっき時に過剰の水素ガスを発生させ、めっき皮膜と基板との界面における不結合部の発生をもたらすことを示した¹⁾。1050Al に対する亜鉛置換皮膜の最適な厚さは約 10 nm と考えられ、これを得るためには Fe を添加した亜鉛置換液による 2 回処理が有効である^{2,3)}。

一方、添加元素を多く含む Al 合金では、亜鉛置換皮膜の形成過程が上記と異なると予想される。ここでは、Al よりも貴な元素である Cu を主に含む 2017Al 合金に対して、基板表面に形成される亜鉛置換皮膜の形成過程、ならびに無電解 Ni-P めっきを行った場合の皮膜/基板界面構造について報告する。

2 実験方法

基板には JIS A2017P-T3 圧延材を使用した。圧延方向を長手方向として、基板を 30×10 mm に切断した後、その片面に耐水研磨紙ならびにダイヤモンド研磨粒を用いて鏡面仕上げを施し、既報²⁾の条件で硝酸-フッ酸による酸洗に続き、亜鉛置換処理を行った。ここで、水酸化ナトリウム水溶液に酸化亜鉛を溶解させたものを基本亜鉛置換液⁴⁾として使用するとともに、これに Fe 錯イオン(日本表面化学(株)製 ベース F, ベース R)を Zn : Fe = 40 : 1 (原子比)となる様に調整した Fe 添加亜鉛置換液を用いた。表面・断面評価用試料は、1 回ならびに 2 回亜鉛置換処理を 30 s 行った基板に対して、無電解 Ni-P めっき(日本カニゼン製 SD200-1, A)を 363 K において 30 s 行った。

基本ならびに Fe 添加亜鉛置換液による 1, 2 回処理を行った基板に対して、上記の無電解 Ni-P めっきを 5.4 ks 行い、これに 30 μm の電解 Cu めっきを施した後、

既報¹⁾の要領で 90°剥離試験を行い、めっき皮膜と基板との密着強度を測定した。剥離面に対して、電子プローブマイクロアナライザ(JEOL 製 JXA-8100)を用いて表面観察・分析を行った。

亜鉛置換処理を行った基板について、冷陰極電界放出型走査電子顕微鏡(日立製 S-4700)を用いて表面形態を観察するとともに、熱陰極電界放出型 Auger 電子分光装置(JEOL 製 JAMP-7830F)を用いて、分析領域 150×150 μm で Ar イオンエッチングによる深さ方向の濃度変化を測定した。エッチング速度は、SiO₂換算で 10 nm/ks である。無電解 Ni-P めっき皮膜と基板との界面構造評価に対しては、クロスセクションポリリッシャ(JEOL 製 SM-09010)を用いて作製した試料を、FE-SEM を用いて観察した。

3 結果と考察

図 1 は、90°剥離試験によって求めた密着強度である。無処理のものに比べて、基本液による亜鉛置換処理を行ったものでは、密着強度が数倍に増加した。一方、Fe 添加液を用いた場合の密着強度は無処理材と比較して 2 桁以上高く、特に 2 回処理を行ったものでは密着強度がさらに高いため、剥離の際に皮膜が破断し、測定不可となった。

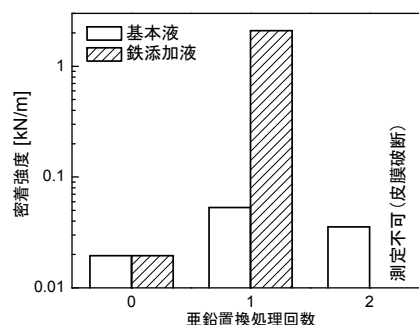


図 1 めっき皮膜の密着強度

図 2 は、上記剥離面(皮膜側)の反射電子像ならびに Al 分布である。前処理の酸洗で生じた腐食孔部分にめっき皮膜が入り込み、その部分が皮膜側で凸形状として観察される。基本液の場合(図 2(a)-(d))、Al ならびに Cu はこの凸部で検出されるのみで、その他の平坦部では検出されない。Fe 添加液を用いた場合(図

2(e)-(h))、Alは平坦部でも検出され始めるとともに、基板側表面では基板の延性破壊を示すディンプル模様が観察された(図3(a))。図3(b)は、剥離面の皮膜側でEPMA定量分析を行った結果のAl濃度、図3(c)は基板側のNi濃度である。皮膜側のAl濃度は、Fe添加液による処理、即ち高い密着強度が得られた場合で特に高い値を示すのに対し、基板側のNi濃度は処理条件による変化が小さい。さらに、Fe添加液の場合には2回処理によって密着強度が増加する一方、基板側のNi濃度が減少することは、めっき皮膜と基板との界面強度の上昇に伴い、界面での破壊から基板側での延性破壊へと破壊形態が移行したことを示す。

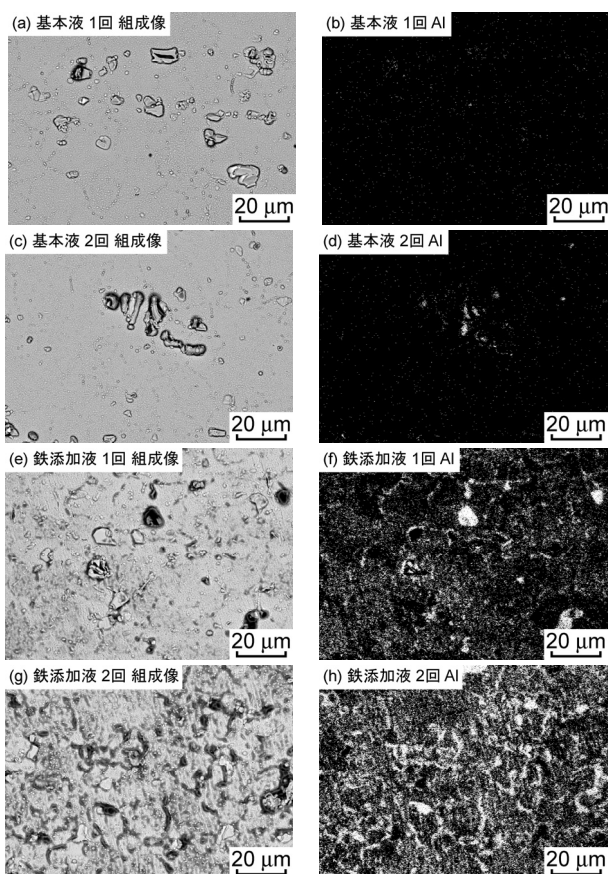


図2 剥離面(皮膜側)の組成像ならびにAl分布

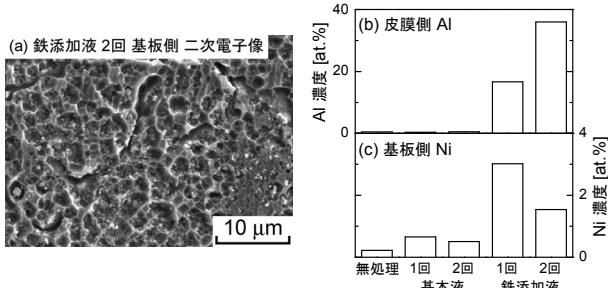


図3 剥離面の二次電子像ならびに定量分析値

図4は、亜鉛置換表面の深さ方向濃度変化である。基本液による2回処理の場合(図4(a))、Znは表面から約20nmの部分まで存在するのに対して、Fe添加液の場合(図4(b))では、亜鉛置換皮膜と基板との界面に

Feが濃化し、Znは最表面数nmの領域に存在する。既報の1050Alにおいて、亜鉛置換皮膜の厚さが約10nmの時に、めっき皮膜と基板との間で高い密着強度が得られたのと同様、2017Al合金についても、薄い亜鉛置換皮膜を得ることがめっき皮膜の密着強度を向上させるために重要である。

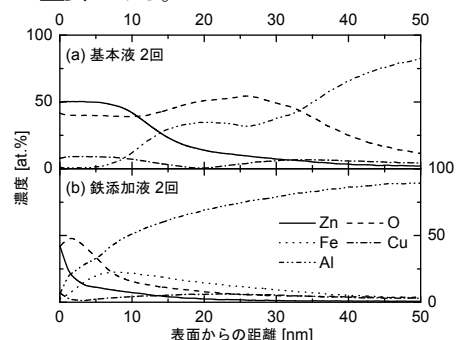


図4 亜鉛置換処理表面の深さ方向濃度変化

図5は、無電解Ni-Pめっき後の断面二次電子像である。基本液による2回処理の場合(図5(a))、めっき皮膜と基板との間に1050Alの場合に見られた顕著な空隙は存在しない。Fe添加液による2回処理の場合(図5(b))も同様であるが、めっき皮膜と基板との界面に介在する層の状態が異なっており、密着強度との関係を論ずる上では、今後この界面についての詳細な検討が必要である。

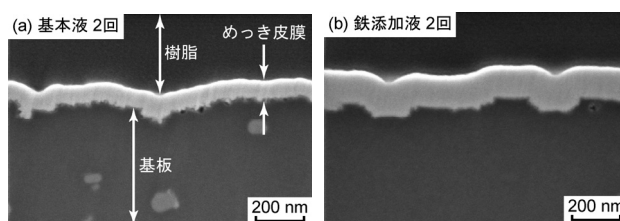


図5 無電解Ni-Pめっき後の断面二次電子像

4 まとめ

2017Al合金への無電解Ni-Pめっきについて、亜鉛置換処理無しならびに基本液による処理では十分な密着強度が得られない。Fe添加液による2回処理で約数nmの亜鉛置換皮膜を形成させると、基板とめっき皮膜との界面強度が急激に増加し、剥離時の破壊形態は基板の延性破壊へ移行する。界面の強度をめっき皮膜と基板との間に存在する空隙のみで議論することは困難であり、界面を構成する層について詳細な調査が必要である。

参考文献

- 1) 村上浩二, 日野実ら: 第110回 軽金属学会 講演発表概要集, 299 (2006)
- 2) 村上浩二, 日野実ら: 第108回 軽金属学会 講演発表概要集, 269 (2005)
- 3) 村上浩二, 日野実ら: 第109回 軽金属学会 講演発表概要集, 143 (2005)
- 4) 安住和久, 瀬尾真浩: 表面技術, 47, 6, 529 (1996)

樹脂成形金型における離型性評価試験法の開発

Development of test of Mold Releasing Property for Polymer Molding

國次真輔

Shinsuke KUNITSUGU

キーワード 樹脂成形 / 金型コーティング / PVD / 離型性
KEYWORDS Polymer molding / Hard coating / PVD / Mold releasing property

1 はじめに

金型とは、材料の塑性または流動性の性質を利用して、材料（金属、ゴム、プラスチック、粉末、など）を成形加工して製品を得るための金属製の型である。金型の性能としては、成形物の寸法に係わる金型の加工精度、多量の成形加工に耐えうる金型の耐久性はもちろんのこと、成型物を金型からスムーズに取り出すための「離型性」も重要である。金型の離型性が悪いと、成形不良、成形の中断など、生産に大きな影響を及ぼす。一般的に、金型の離型性を確保するために、液状（例えば油）の「離型剤」を型に噴霧する。しかし、離型剤を用いると、成形後の洗浄が必要になったり、離型剤噴霧による環境悪化が問題になる。また、薬の錠剤など、離型剤が使用できない場合も多い。

金型の耐久性向上には、金型用金属材料の改良に加え、PVD（Physical Vapor Deposition：物理蒸着法）によるセラミック（TiN、CrN など窒化物）コーティングが効果的であり、種々の金型等で応用が進んでいる。このセラミックコーティングは高分子成形物の「離型性」向上にも繋がる場合があり、ゴム成形金型やプラスチック成形金型、溶融紡糸ノズルの一部でその有効性が報告されている。金型コーティングは成形する材料が異なると離型性に差がでることから、コーティング材料の選定が特に重要であるが、現在は試行錯誤によって決定されているため、最適な選定を行うことが非常に困難になっている。そこで我々は、効率の良い材料選定を行うために、成形材を溶融樹脂に限定した上で、安価で迅速かつ簡便な離型性評価法について検討を行った。

射出成形や溶融紡糸などの溶融樹脂の成形では、樹脂は溶融温度以上に加熱された状態で金型表面と接触することになるので、簡易の評価法といえども、その状態を再現しなくてはならない。そこで我々は、樹脂を溶解させる熱源としてレーザー光を用いることを考えた。レーザーは高エネルギーを瞬時かつ局所的に照射できるので、①試料を小さくできる、②試料作製時間を大幅に短縮できる、③サンプル

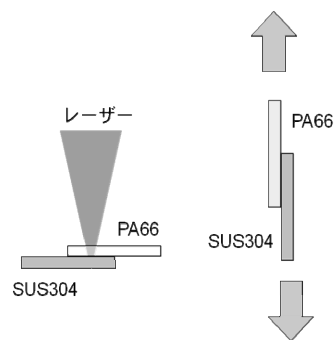
(n) 数を増やすことによる試験結果の精度向上できる、などが期待できる。

樹脂成形における離型不良性とは、成形時間とともに成形品を金型から引き抜く際に必要な力が増加したり、成形品に不具合を生じたりする現象を指すが、これを評価する指標の一つとして、成形品を金型から引き抜く力すなわち離型力を用いることとした。試験は、樹脂と金型基材にレーザー光を照射して付着させ、引張試験機によりその付着力を計測して行った。

2 離型性評価

2.1 剪断によるレーザー付着強度試験

供試材として PA66 板と SUS304 板を取り上げ、レーザー光を用いてこれらを付着させた試料の剪断による付着強度試験を行った。レーザー照射および引張試験の模式図を図 1 に示す。PA66 板と SUS304 板を $3\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で重ね合わせ、PA66 板側からレーザー光照射した。半導体レーザー（Laser line 社製 LDF600-1000）を用い、デフォーカスによりスポット径を調節し、レーザー出力 250W で 5 秒照射した。その結果、PA66 板に約 9mm 径の溶融スポットが形成され、PA66 板と SUS304 板が付着した試料を作製できた。引張試験機により剪断付着強度の評価を行った結果、引張試験機に試料を設置する際に付着した試料が剥がれるなど不具合が生じたり、また、測定された引張強度のばらつきを示す変動係数は



(a) レーザ照射図 (b) 剪断強度試験図
図 1 剪断によるレーザー付着強度試験の模式図

42%と非常に大きくなったことから、再現性の良い正確な評価が困難であることがわかった。

2.2 引張によるレーザ付着強度試験

見かけ上樹脂と金属基材が垂直方向の付着力が検出可能で、かつ、試料設置の際、剥離が起こらないように考慮した新ジグを設計・作製し、引張によるレーザ付着強度試験を行った。その模式図を図2に示す。

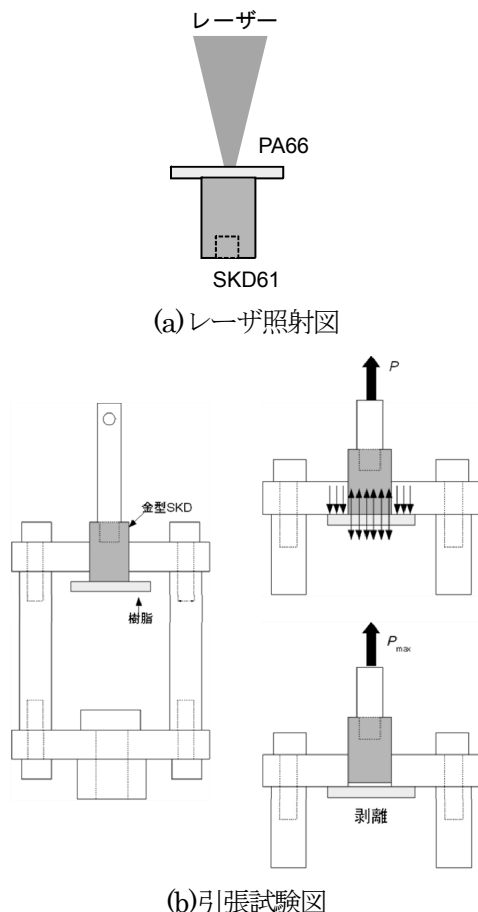


図2 引張によるレーザ付着強度試験の模式図

新ジグによる試験には基板として金型鋼であるSKD61材を用いた。新ジグによりPA66板とSKD61基材をレーザ溶着させた試料の引張試験による付着強度を図3に、その変動係数を図4に示す。SKD61基材の溶着面について研磨により表面粗さの異なる3つの試料を用意し比較を行った。この図から新ジグを用いると、板材試料の剪断による付着強度と比較して、ばらつきが大きく改善されており、表面の粗さによる付着強度の差もばらつき以上の差として示すことができ、新ジグの有効性が示された。

図5に三次元表面形状測定器（小坂研究所製ET4000AK31）により測定した基材の表面の三次元表面凹凸像を示す。研磨による状痕が観察され、表面粗さは粗い順に $R_z=3.16, 0.67, 0.45 \mu\text{m}$ であった。

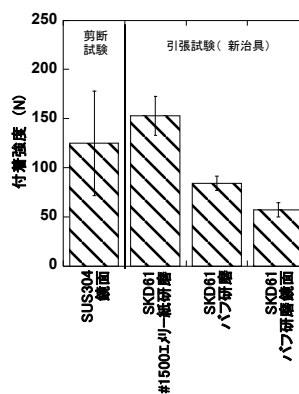


図3 レーザ付着強度

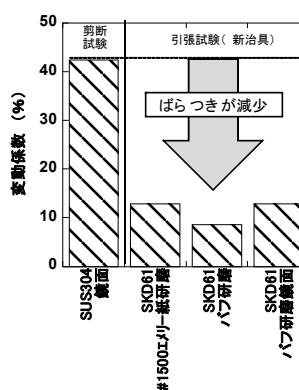


図4 レーザ付着強度試験の変動係数

図3より、付着強度は表面の粗さが低下するにしたがって低下することがわかった。これは、粗さの増加により投錨効果（アンカー効果）が向上したのか、レーザ光の吸収が向上し樹脂の融融温度が上昇したか、あるいはそれらの相乗効果によると考えられる。

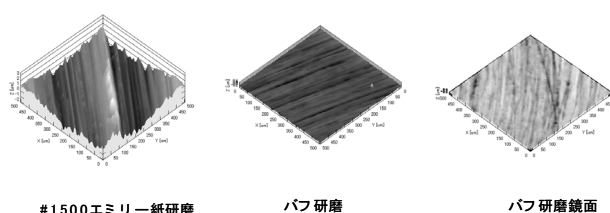


図5 表面形状測定器による三次元表面凹凸像

3 まとめ

樹脂と金型の離型性を評価するために、レーザ光を用いて樹脂と金属を付着させ、引張方向での付着力を測定できる治具により、迅速かつ再現性のよい試験法を考案した。これにより、これまで困難であった樹脂と金型基材表面との付着強度の測定が、簡便かつ迅速に精度よく評価することが可能となった。PVD-CrNやTiNなどの金型コーティング材と各種樹脂との離型性評価を行うことで、新規な離型性に優れたコーティング材の探索が可能となる。

YAG レーザによる Mg-Al 異材接合

Dissimilar Welding of Mg and Al Alloys by YAG Laser

日野 実・村上 浩二・水戸岡 豊・村岡 賢・國次真輔

Makoto HINO, Koji MURAKAMI, Yutaka MITOOKA, Ken MURAOKA and Shinsuke KUNITSU

キーワード 異材接合 / マグネシウム / アルミニウム / YAG レーザ

KEY WORDS Dissimilar welding / Magnesium / Aluminum / YAG Laser

1 はじめに

近年、自動車産業を中心にレーザを熱源に用いた溶接が盛んに行われている¹⁾。特に YAG レーザは、得られるビームの波長が 1.06 μm であり、ファイバーによる伝送が可能のため、ロボットなどを用いることによって容易に自動化ができるとともに 3 次元複雑形状に対しても対応できるというメリットがある。

一方、大気汚染や温暖化に伴う異常気象などの環境破壊が地球規模で広がりつつある中、1997 年 12 月、先進国および市場経済移行国の温室効果ガス排出の削減目標を定めた京都議定書が採択され、各国に対してそれぞれ削減目標が示された。日本および EU では、京都議定書に基づき、各産業で温室効果ガスの削減に努めており、特に自動車を中心とした輸送機器関連では、現在、燃費向上を目的とした車両の軽量化が重要な課題となっている。車両の軽量化を実現させるためには様々な材料を組み合わせることで車体を構成する“ハイブリッド構造”が有望であるが、このハイブリッド構造を実現するためには異種材料間での接合が必要不可欠で、異種材料の組み合わせに対して信頼性のある接合技術の開発が望まれている。特にマグネシウム合金は、実用金属の中では最も軽量の構造材料として、その適用が急速に拡大している²⁾。

そこで、本研究では、異材接合の組み合わせとして AZ31B マグネシウム合金と A5052 アルミニウム合金を取り上げ、YAG レーザによる重ね溶接について検討した。

2 実験方法

供試材には、表 1 の化学組成を有する AZ31B マグネシウム合金および A5052 アルミニウム合金のシート材を用いた。試験片のサイズは、厚さ

表 2 溶接条件

| | | |
|--------|-----------|-------|
| レーザ | レーザパワー | 2.5kW |
| | 焦点はずし距離 | 0 |
| | 走査速度(m/分) | 1~7 |
| シールドガス | | Ar |

3mm, 50 \times 70mm である。実験には、YAG レーザ装置(最大出力 3kw)を用いた。実験条件を表 2 に示す。接合状況を調べるために溶接後のビード外観およびビード部の組織観察を行った。また、X 線マイクロアナライザによるビード部断面での元素マッピングを行った。

3 結果と考察

A5052 アルミニウムシート材を上部にセットし、レーザ照射を行った結果、表 2 に示した条件では全く溶込みが得られなかった。一方、マグネシウムシート材を上部にセットした場合には、走査速度 1~5m/分までは板厚を貫通する溶融領域を得ることができたが、それよりも走査速度が速い場合には溶融はするものの、下面にまで達す溶融は得られなかった。このように同一条件下でもアルミニウム合金とマグネシウム合金ではレーザに対する溶込みが大きく異なっており、これは、主に試料表面でのレーザ光の反射率の違いによって生じているものと思われる。

図 1 には、マグネシウムシート材を上部にセットした場合のレーザ溶接時の状況を示す。レーザ照射を開始するとともに激しくスパッタが発生し、また、走査速度が遅い場合、入熱量の増加に伴い、より多くのスパッタが発生した。

図 2 には、各条件によりマグネシウムシート材に形成されたビード部外観を示す。各走査速

表 1 化学組成(mass%)

| | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | Others total | Al |
|-------|-------|-------|--------|------|------|------|------|----|--------------|------|
| AZ31B | 0.014 | 0.003 | 0.0004 | 0.83 | bal. | 0 | 0.85 | 0 | 0 | 2.87 |
| A5052 | 0.09 | 0.27 | 0.04 | 0.1 | 2.47 | 0.22 | 0.01 | 0 | 0.03 | bal. |

度でレーザー照射時に発生したスパッタに対応する付着が認められる。走査速度3および5m/分では、ビード部に割れは発生しないが、1m/分にして、入熱量が増加すると割れが発生した。なお、走査速度1および3m/分では、両者間で接合が得られたが、それよりも走査速度が速い場合には接合することができなかった。

図3には、両者のシート間で接合が得られた走査速度1および3m/分でのFE-EPMAによる接合部断面SEIならびにBEI像およびMg, Al, Zn, O元素マッピング結果を示す。走査速度1m/分ではビード部に割れが発生しており、外観観察の結果と一致している。また、このビード部では、MgおよびAlの両元素が分布していることから金属間化合物 $Mg_{17}Al_{12}$ (β 相) が形成され、そのため脆く割れが発生したものと思われる。なお、ビード部の一部には濃度の異なる部分が認められることから、 β 相以外の化合物相も生成している可能性がある。

一方、走査速度3m/分では、マグネシウムとアルミニウムの界面付近で、一部、化合物が形成され、両者が冶金的に結合していることがわかる。また、ビード部全体に前述の1m/分で認められたMgおよびAlが分布しないことから、脆い金属間化合物の生成が抑制され、そのためビード部で割れが発生しないと考えられる。

4 おわりに

YAG レーザによる AZ31B マグネシウム合金-A5052 アルミニウム合金の重ね溶接を検討した結果、入熱量が多い場合には金属間化合物 $Mg_{17}Al_{12}$ (β 相) が形成され、脆く割れが発生する一方で、走査速度を速め、入熱量を抑制することで、ビード部での金属間化合物の生成が著しく減少し、その結果、割れのない良好な接合を得ることができた。

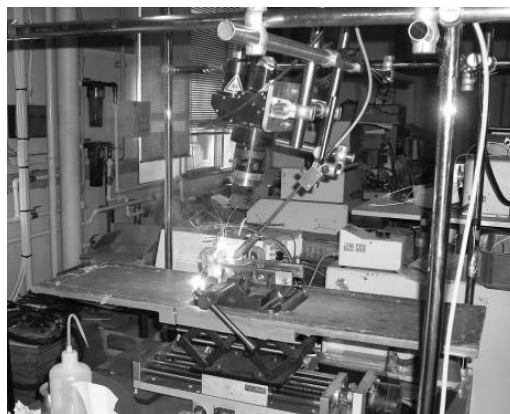


図1 レーザ溶接の状況

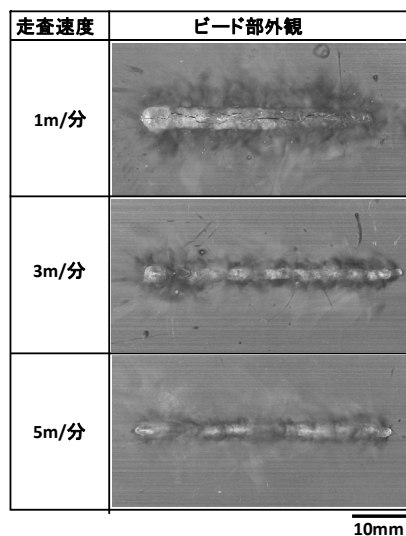


図2 ビード部の外観写真

参考文献

- 窪田恵一, 石野寿則, 戸川拓哉, 森田浩之, 鈴木良和, 沖野圭司, 武中浩朗, 鷲尾邦彦, 山根毅司: レーザ熱加工研究会誌, 7-1, 5(2000)
- 日野 実, 平松 実, 村上浩二, 西條充司, 金谷輝人: 軽金属, 56, 386(2006)

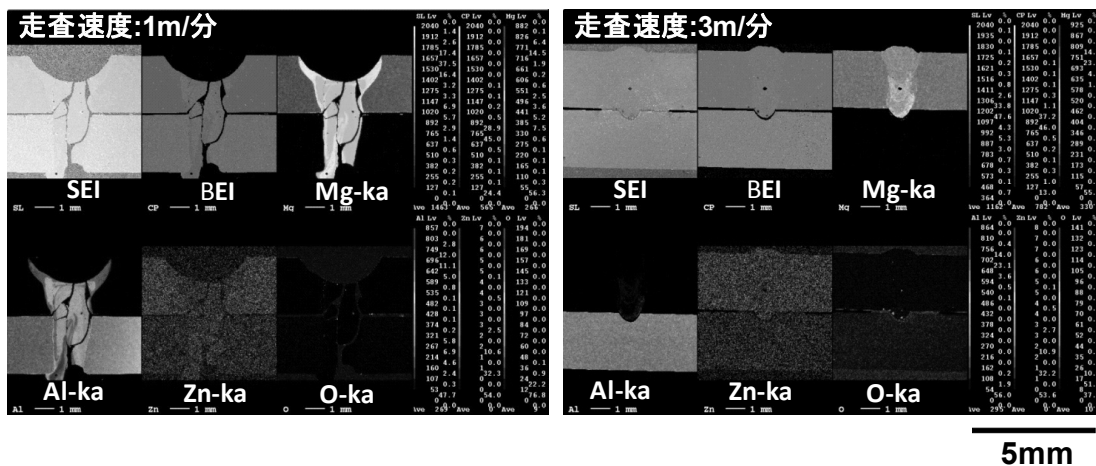


図3 FE-EPMAによる接合部断面SEM, BEI像およびMg, Al, Zn, O元素マッピング結果

電子ビーム照射が高純度チタンに与える影響に関する研究

Study on Effect of Electron Beam Irradiation on High Purity Titanium

勝田智宣・宇野義幸*・村上浩二

Tomonori KATSUTA, Yoshiyuki UNO, Koji MURAKAMI

キーワード 大面積電子ビーム照射 / 表面仕上げ / 結晶構造 / 高純度チタン

KEY WORDS Large-area Electron Beam Irradiation / Surface roughness / Micro structure / High purity titanium

1 はじめに

鏡面を得る新たな方法として、電子ビーム照射を用いた大面積電子ビーム装置が1993年に宇野らによって開発された¹⁾。これはExplosive Electron Emission(EEE)という原理を応用し、高密度の電子ビームを約 $\phi 60\text{mm}$ の領域に対して、一括で照射できる特徴を有する装置である。この装置は照射条件によって、従来の研磨加工と比較して非常に高能率で表面粗さを改善させることが可能であることに加えて、材料の耐食性を飛躍的に向上させられる等の特徴を有する。

この大面積電子ビーム装置を用いた研究は岡田、宇野らによって多く行われ²⁾⁴⁾、チタン合金に対してもその有効性が見出されてきた³⁾。本報では、大面積電子ビーム照射が高純度チタンに与える影響について、照射前後の表面粗さや結晶構造変化に対して、実験的検討を行った。

2 実験方法

表1は、実験に用いた高純度チタン(純チタン: TB JIS 2)の化学成分を示す。純チタンは、遷移金属で低温では六方最密構造(hcp)の $\alpha\text{-Ti}$ であるが、1158Kで体心立方構造(bcc)の $\beta\text{-Ti}$ に同素変態し、融点は1941Kである。

電子ビームを照射する高純度チタンの試験片は、超硬合金工具を用いて旋削加工によって作製した。その大きさは分析の都合上、 $\phi 20\text{mm}$ 、厚さ3mmである。また表2は、電子ビームの照射条件である。照射回数は0(未照射)、15、30、50回の4通りを比較した。1回の照射時間は2-3 μs であり、0.2Hz(5秒間に1回)で試料に照射される。

3 実験結果

3.1 照射回数と表面粗さ

図1は、電子ビームの照射回数と表面粗さの関係を示す。図から明らかなように照射前では表面粗さは

Ra0.42 μm であったが、照射回数が増加するにつれて表面粗さが改善され、照射回数50回では表面粗さはRa0.06 μm となった。これは照射回数が増加するにつれて照射エネルギーの総量が増加し、材料表面の溶融量が多くなったためと考えられる。このことから、高純度チタンの表面粗さの改善には電子ビーム一括照射が非常に有効であることが明らかとなった。

3.2 X線回折による結晶構造の同定

電子ビーム照射による高純度チタンの結晶構造の変

表1 化学成分

| N | C | H | Fe | O | Ti |
|------|------|------|------|------|------|
| 0.03 | 0.08 | 0.01 | 0.15 | 0.15 | Bal. |

表2 照射条件

| | |
|------------|-----------------------|
| エネルギー密度 Ed | 8.7 J/cm ² |
| 加速電圧 V | 30 kV |
| 照射回数 N | 0, 15, 30, 50 回 |
| 照射時間 Dp | 2-3 μs / 回 |
| 照射頻度 Fp | 0.2 Hz |
| ビーム直径 Db | 60 mm |

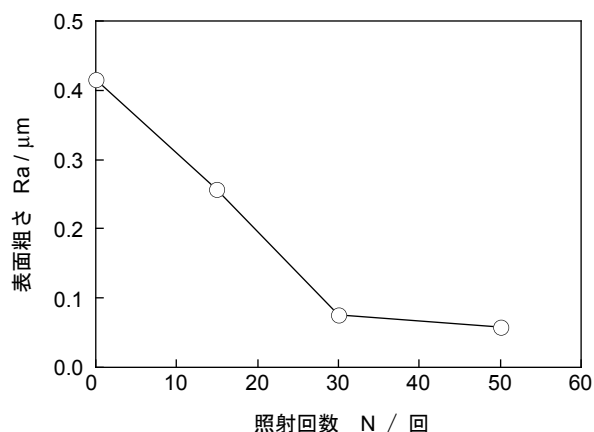


図1 表面粗さと照射回数の関係

* 岡山大学大学院

化を調べるため、X線回折装置(Rigaku社製RINT)を用いて検討を行った。X線の入射角は 0.2° である。図2は、照射回数の違いによるX線回折強度を示す。図より明らかなように、照射前では α -Tiであるhcp構造のピークのみであり、照射回数15回においても α -Tiのhcp構造のみであった。しかしながら、照射前ではhcp構造(0002)のピークはhcp構造(10 $\bar{1}$ 1)より大きかったのに対し、15回の照射後にはhcp構造(10 $\bar{1}$ 1)のピークの方がhcp構造(0002)より大きくなっている。また、30回の照射回数では β -Tiであるbcc構造のピークが出現し、さらに照射を続けると、50回では β -Tiのbcc構造のピークは低下した。

このように、 β -Tiであるbcc構造のピークが出現したり、低下したりするのは以下のように考えられる。電子ビームの照射エネルギーによって金属表面は熔融し、照射終了とともに急冷される。そのため、凝固時には晶出した β -Tiが α -Tiに同素変態するが、一部に変態できなかった β -Tiが残留するものと考えられる。50回の照射回数では β -Tiのbcc構造のピークが減少したが、これは照射エネルギーが大きいこと、試験片表面だけでなく試験片内部まで高温になり、冷却速度が低下したことにより起因すると考えられる。つまり照射回数が30回の場合と比較して、50回の照射回数場合は徐冷されるため、 β -Tiが少なくなったものと推測される。一方、照射回数が15回では β -Tiが出現しなかった理由としては、照射回数が少ないことから照射エネルギーの総量が少ないため、Tiの熔融量、すなわち β -Tiの発生量が少なく、検出できなかったものと考えられる。

4 まとめ

本研究では大面積電子ビーム一括照射による高純度チタンの微細組織の変化について検討した。得られた結論は以下の通りである。

- (1) 高純度チタンの表面粗さの改善には、大面積電子ビームの照射が有効である。
- (2) 本来hcp構造の α -Tiである高純度チタンは電子ビーム照射によって熔融し、凝固時に高温相であるbcc構造である β -Tiの一部が残留する。

参考文献

- 1) 宇野義幸, 岡田晃, 藪下法康, 植村賢介, Purwadi RAHAJO: 大面積パルス電子ビームによる金型の仕上げと表面改質, 電気加工技術, **27**, 86(2003)12-17.
- 2) 岡田晃, 宇野義幸, 藪下法康, 植村賢介, Purwadi RAHAJO: 大面積電子ビームによる金型加工面の高能率仕上げに関する研究(第1報), 精密工学会誌, **69**, 10(2003)1464-1468.
- 3) 岡田晃, 宇野義幸, 仁科圭太, 植村賢介, Purwadi RAHAJO, 佐野定男, 虞 戦波: 大面積電子ビームによる金型加工面の高能率仕上げに関する研究(第2報), 精密工学会誌, **71**, 11(2005)1399-1403.

- 4) 岡田晃, 石田太輔, 飯尾敦雄, 宇野義幸, 藤原邦彦, 土井憲司: 大面積電子ビームによる手術器具用ステンレス鋼の表面仕上げ, 2007年精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (2007)75-76.
- 5) 岡田晃, 宇野義幸, 植村賢介, Purwadi RAHAJO: 大面積電子ビームによる生体用チタン合金の高能率表面仕上げ, 電気加工技術, **28**, 89(2004)9-14.

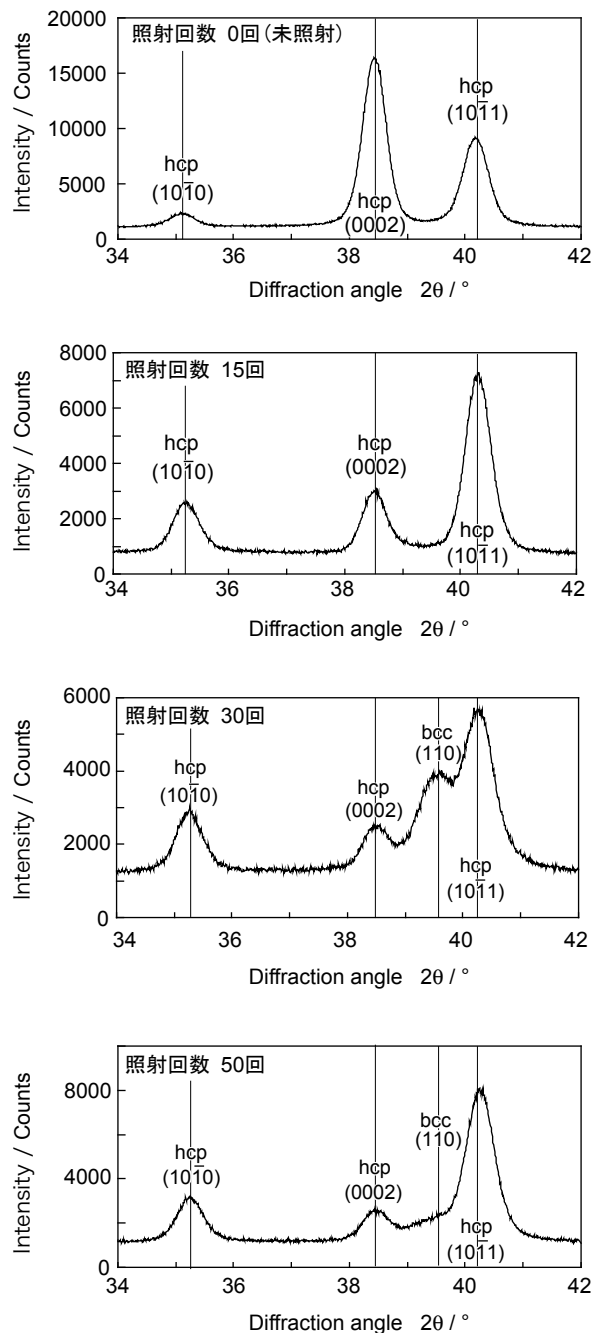


図2 照射回数の違いによるX線回折強度

レーザー切断面における酸化膜の除去

Removal of Oxide Rayer Generated by Laser Cutting

窪田真一郎・中谷達行*

Shinichirou KUBOTA・Tatsuyuki NAKATANI*

キーワード レーザ切断 / NiTi 合金 / YAG レーザ / ステント

KEYWORDS Laser cutting/ NiTi alloy/ YAG laser/ Stent

1 はじめに

一般に、狭心症等の治療に用いられる冠動脈用ステントは、拡張時にバルーンを用いる“balloon expandable”タイプである。一方、胆管ならびに頸動脈用ステントは、NiTi合金の形状記憶ならびに超弾性機能を利用した“self expandable”タイプである¹⁾。これは、留置箇所にて拘束を解くことによって自ら元の形状に復元し、狭窄部を拡張し支持するものである。また、NiTi合金製ステントは柔軟性に優れていることから、消化管や血管の屈曲部における大きな変形に対して、フレキシブルに適合することができる。さらに、これらの利点は、脳血管などのように細かく枝分かれした部位の治療にも有効であると考えられており、開発ならびに実用化が進められている。著者らは、これまでの研究で、CoCr合金製ステントの試作工程について実験的検討を行い、市販品レベルの品質を有する表面処理技術を確立した²⁾。中でも、レーザー切断面の酸化膜を除去するための化学エッチング処理は、電解研磨後の形状精度や切断面の仕上がり品質に大きく影響をおよぼすことから、非常に重要な工程の一つといえる。

そこで本研究では、NiTi製ステントの試作技術の確立を目的として、CoCr合金への処理方法をNiTi合金へ応用し、レーザー切断時に発生する酸化膜の除去を試みた。

2 実験方法

本実験で使用したNiTi合金チューブは古河テクノマテリアル製NiTi合金チューブ(NT-N)であり、常温において超弾性機能を発現させるように調整されたものである。チューブ外寸は外径2.5mm、肉厚0.2mm、全長1mである。また、形状記憶合金の温度特性に大きく影響するマルテンサイト変

態温度の一つであるAf温度(逆変態終了温度)は6°Cである。

本実験では、酸化膜の除去を目的として化学エッチング処理を試みた。エッチング液はCoCr合金製ステントの試作工程に使用したものをNiTi合金用に調整した。サンプルをエッチング液に浸漬し、処理時間を5、10、20分間と変化させて除去の状態について調べた。図1は、本実験で使用した評価用サンプルの外観図である。φ2.5mmのNiTi合金チューブからLPL社製ステントカッターシステム2002を用いて作製した。本サンプルは、セル部やリンク部など実際のステント形状を含んだものであり、全長4.2mm、セル幅160μm、リンク幅90μm、最小の切断幅は50μmである。ここでは、アシストガスとしてCoCr合金製ステントと同様にO₂を使用している。またサンプル表面は、チューブの段階で研削仕上げが施されており、円周方向に研削条痕が観察される。図中の(a)ならび(b)は表面処理における観察箇所を示している。図1(a)は、セル部の表面であり、良好な切断形状が得られている。図1(b)は、直線状にカットしたときの切断面である。図より、切断部の裏面における再凝固物の付着が観察される。

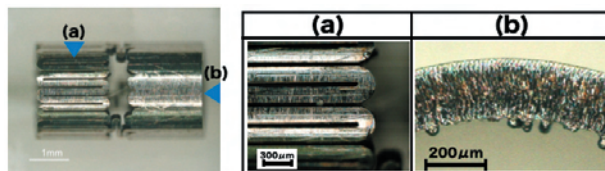


図1 評価用サンプルの外観

3 実験結果

図2は、エッチング液にサンプルを浸漬し、処理時間を変化させたときのレーザー切断面を示したものである。図から明らかなように、5分間エッチングを行った切断面は、酸化膜の残留が顕著であり、ほとんど除去されていない。エッチング時

* トーヨーエイテック株式会社

間が長くなるにしたがって、酸化膜は除去され、母材表面が観察される。20分間エッチングを行った場合は、酸化膜がほぼ除去された。また、処理面には5分、10分では見られなかった黒色の点状のものが観察される。

図3は、図2で示したエッチング面（処理時間20min.）のSEM像である。図2においてエッチング面に発生していた黒色の点状のものは小孔であることが分かる。これは化学エッチング工程で局所的に腐食が進行したと考えられる。

図4は、図2のエッチング面に対して電解研磨を行ったときの処理面である。なお研磨時間は15分間とした。図より、酸化物の残留が顕著である5分間エッチングしたサンプルにおいては、エッチングにより露出した母材部分のみが研磨される。10分間エッチングした場合は、研磨面の面積が増えるが、部分的に酸化物が残留しており、品質としても不十分である。20分間エッチングしたサンプルでは、酸化物がほとんど除去されていることから、全体的に電解研磨が施されている。しかしながら、エッチング処理において発生した小孔が研磨面にも残留することから、研磨品質としては十分ではなかった。

図5は、電解研磨後のセル部近傍の表面状態を示したものである。なお研磨時間は15分間である。エッチング時間が5分間のサンプルの場合、明確な輪郭線が観察される。これは、5分間のエッチング処理における切断面に酸化膜が多く残っていることから、研磨がほとんど行われておらず、レーザー切断時の形状精度がほぼ維持されているためである。一方、表面においては比較的良好な光沢面が生成されている。10分間エッチングを行ったサンプルの場合は、輪郭線において凹凸が顕著である。これは、図2からも明らかなように酸化膜の一部が残留しており、これがエッチングにおける“マスク”として機能した結果、場所によって研磨の不均一が生じたためである。20分間処理したサンプルについては、ほぼ酸化膜が除去されているが、部分的に輪郭線上で凹凸が観察される。

以上のように、エッチング時間を長くすると、酸化物を除去できる一方、研磨しろまで除去されることから研磨後の形状精度を維持することが非常に困難となる。

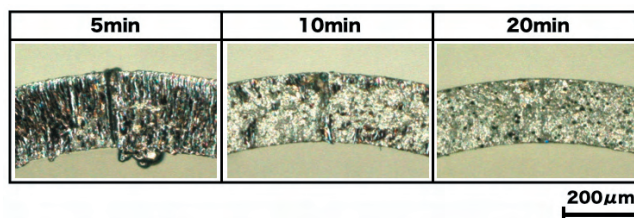


図2 レーザ切断面に対する化学エッチング処理

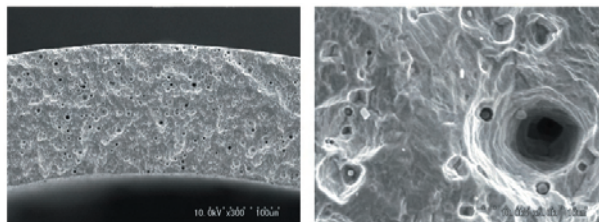
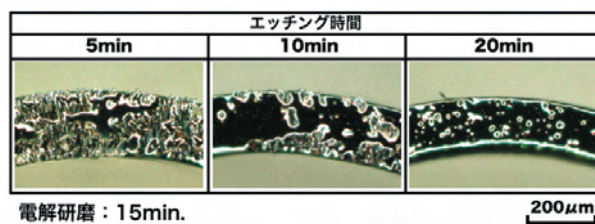


図3 エッチング後(20min)のレーザー切断面のSEM像



電解研磨：15min.

図4 電解研磨後のレーザー切断面

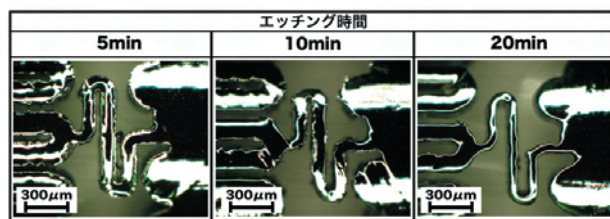


図5 電解研磨後のセル部近傍の表面状態

4 まとめ

NiTi合金チューブに対してレーザー加工を行ったときの酸化膜の除去について検討した。その結果、化学エッチング処理により、酸化膜の除去は可能であった。しかしながら、処理時間が長くなるにしたがい、エッチング面には局所的に小孔が発生し、電解研磨後も残留した。また、酸化膜の除去が不完全な場合は、研磨後の形状精度に大きく影響する。今後、酸化膜の除去工程においては、化学エッチング処理に加えて、機械的な除去方法ならびに酸化膜を抑制するためのレーザー加工条件についても検討を行う予定である。

参考文献

- 1) 角田方衛ほか：“金属系バイオマテリアルの基礎と応用”株式会社アイピーシー（2000）p.491-495
- 2) 窪田真一郎ほか：ステント開発におけるテクノロジー，精密工学会誌，73，5(2007)，515-519

大面積電子ビームを用いた人工股関節骨頭への マイクロクレータ付与

Micro-Craters on the Artificial Head Made of Co-Cr-Mo Alloy with Large Area Electron Beam Irradiation

余田裕之・吉川満雄

Hiroyuki YODEN, Mitsuo YOSHIKAWA

キーワード 大面積電子ビーム照射/Co-Cr-Mo 合金/マイクロクレータ

KEY WORDS Large-area electron beam irradiation/Co-Cr-Mo alloy/Micro-craters

1 はじめに

現在、人工股関節の耐用年数は15年程度とされており、患者への負担を軽減するためにさらなる長期耐用化が望まれている^{1), 2)}。従来、人工股関節の長期耐用化は摺動部の表面粗さおよび形状精度を向上することによって行われてきた。しかし、摺動面の表面粗さが数ナノメートルであっても、人工股関節の長期耐用化は達成されていない。このため近年、機械加工・エッチングやスパッタリングといった様々な手法を用いて骨頭表面に機能性パターンを付与することにより、摺動部の潤滑性能を向上させることによって、人工股関節の長期耐用化を目指す試みがなされている^{3), 4)}。しかし、これらのパターン形状は生体関節の摺動部の軟骨表面が持つ形状(例えば直径25 μm 深さ2.5 μm)と比較して大きいことに加え、機械加工やエッチングによるパターン加工には数時間から数日程度必要であり、マイクロクレータ実現の障害となっている。

そこで本報告では、生体関節表面がもつ形状に近いマイクロクレータを人工股関節の骨頭表面に高効率で作製するため、超精密加工後の骨頭に大面積電子ビーム照射と研磨を用いた手法について提案を行う。

2 実験手法

図1に本実験で使用した大面積電子ビーム装置(Sodic : CRS-SOLO)の概略を示す⁵⁾。本装置は、まずアノード電極に約5kVの電圧を印加し、チャンバー内に導入したアルゴンガス(0.05Pa)をイオン化する。次に、カソード電極に20~30kVの負の加速電圧を印加することにより、カソード付近に電子が生成される。この電子がプラズマ内を通過することによりさらに加速される。これによって、最大直径60mmの範囲で高い電流密度を持った電子ビーム照射が可能となる。

クレータの分布数と直径の制御を可能にするため、1照射および総照射エネルギーをパラメータとして、

Co-Cr-Mo合金の板材に電子ビーム照射実験を行った。1照射あたりのエネルギーはあらかじめカロリメータで測定し、その平均値を用いた。また、総照射エネルギーは(1照射あたりのエネルギー) \times (照射回数)とした。照射によって作製したクレータの数と直径は、3次元表面構造解析顕微鏡(ZYGO: NewView5000)による表面測定結果を画像解析することにより算出した。なお、測定領域は2.88mm \times 2.15mmであった。また、4測定点の解析結果の平均を実験結果とした。

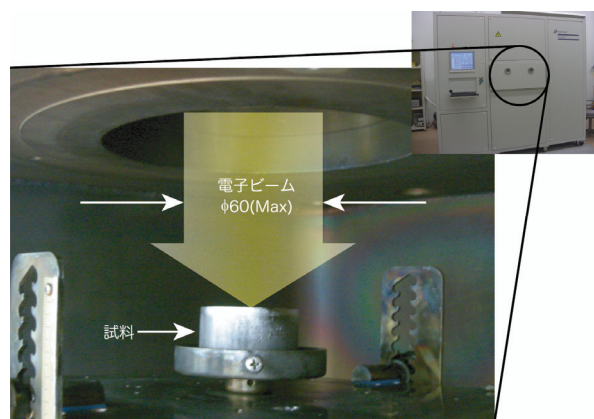


図1 大面積電子ビーム装置

次にマイクロクレータを付与したCo-Cr-Mo合金製ピンを超高分子量ポリエチレン(UHMWPE)製のプレート上で、生理食塩水中にて1軸運動の摩擦摩耗試験を行い、摩擦係数を測定した。試験時間は4時間であり、試験終了直前で定常状態での摩擦係数4点の平均値を測定値とした。表1に各ピンのビーム照射条件と面積比を示す。1照射あたりのエネルギーを5.7J/cm²に固定し4種類の照射回数にて照射後、研磨を行ったピン4つと、比較のため照射回数10回で未研磨のピンおよび電子ビーム未照射で研磨のみを行ったピン計6種類を用いた。ここで、面積比とは測定領域の全クレータ面積を測定

領域(2.88mm×2.15mm)で除した値である。この面積比は4箇所の測定結果の平均値を用いた。

3 実験結果

図2に3次元表面構造解析顕微鏡で測定したマイクロクレータの3次元プロファイルと断面形状の一例を示す。様々な直径のクレータがランダムに分散していることが確認できる。この結果から、摺動方向による影響のない潤滑性能の向上が期待できる。図2に示した例ではクレータ深さは0.6~3.0 μm程度であった。照射条件を変化させてもクレータの最大深さは10 μm程度であった。

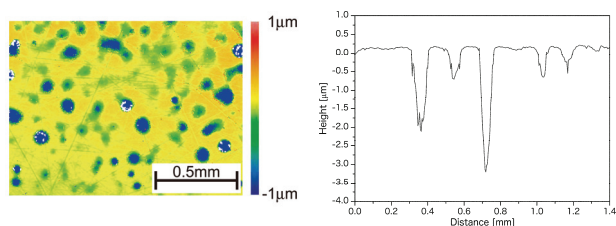


図2 マイクロクレータの分布例と断面形状例

図3に総照射エネルギーとマイクロクレータ数の関係を示す。これは1照射あたりのエネルギーが1.45~8.86 J/cm²までの9種類にて照射を行った場合の結果である。特に1照射あたりのエネルギーが1.45 J/cm²の場合には照射回数を増加させてもマイクロクレータは形成されなかった。このときの結果は水平軸上の点として示した。一方、1照射あたりのエネルギーが1.5 J/cm²以上の場合、総照射エネルギーに応じて、測定領域6.19mm²あたりのマイクロクレータ数は40個から300個まで変化した。総照射エネルギーが100 J/cm²以下ではクレータ数はエネルギー増加に伴って減少し、100 J/cm²以上では再び増加傾向を示すため、照射工程の高効率化のために総照射エネルギーは100 J/cm²以下とした。このとき、マイクロクレータの平均直径は30 μmから80 μmの範囲であった。

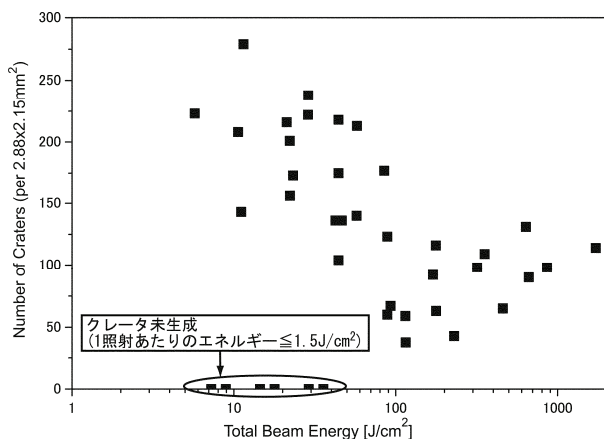


図3 総照射エネルギーとクレータ数

表1にCo-Cr-Mo合金製ピンの加工条件、面積比および平均摩擦係数を示す。電子ビーム照射後に研磨を行った場合の摩擦係数は未研磨の場合の半分と良好であった。この摩擦係数悪化の原因はクレータ作製時に2次的に生成する高さ数μmのマイクロスパイクであると考えられる。電子ビーム照射後にマイクロスパイク除去のため、研磨が必要であることが分かる。ビーム照射を行った場合の摩擦係数はビーム未照射の場合と比較して良好であることから、マイクロクレータによってCo-Cr-Mo表面の潤滑性能が向上していることが確認できた。照射した条件同士の比較では15回照射の場合が悪化したため、最適な照射回数は5から10回と決定した。これは総照射エネルギーでは30~60 J/cm²に相当する。なお、このビーム照射条件での照射時間は約10分であり、従来のパターン作製と比較して高効率であるといえる。

表1 摺動試験用ピンの加工条件と摩擦係数

| 加工条件 | 面積比(%) | 平均摩擦係数 |
|------------|--------|--------|
| 照射 5回+研磨有 | 10.26 | 0.052 |
| 照射 10回+研磨有 | 9.33 | 0.054 |
| 照射 15回+研磨有 | 6.46 | 0.081 |
| 照射 10回+研磨無 | — | 0.113 |
| 研磨のみ | — | 0.085 |

4 まとめ

電子ビーム照射によって、Co-Cr-Mo合金製骨頭表面に直径30~80 μm、最大高さ10 μmのマイクロクレータを作製した。マイクロクレータは1照射あたりのエネルギーが1.5 J/cm²以上の場合、作製可能であった。また、ピンオンディスク摩擦摩耗試験の結果から、総照射エネルギーの最適値は30から60 J/cm²であった。

参考文献

- 1) 村上輝夫 編著: "生体工学概論", コロナ社 (2006) pp.157-171
- 2) 岡崎義光: "インプラント用金属材料の標準化動向および破損等の不具合解析", 金属, Vol.77 No.2(2007) pp.187-193
- 3) 勇田 敏夫, 西村 生哉, 家納 大次郎, 斉藤剛, 鈴木 富太, 田中 守: 特開 2003-4043
- 4) 濱田 忠彦, 安永 裕司: 特開 2008-54809
- 5) 宇野義幸, 岡田晃, 大面積電子ビームによる表面改質・鏡面加工技術, 機械の研究, 58, 3(2006), 339

有限要素法を用いた姿勢保持装置の開発

Development of Body Support for Bed by Using Finite Element Method

永山則之・椋代 弘

Noriyuki NAGAYAMA, Hiroshi MUKUDAI

キーワード 有限要素法/ベッド/姿勢保持装置/接触圧

KEY WORDS Finite element method/Bed/Body support/Contact pressure

1 はじめに

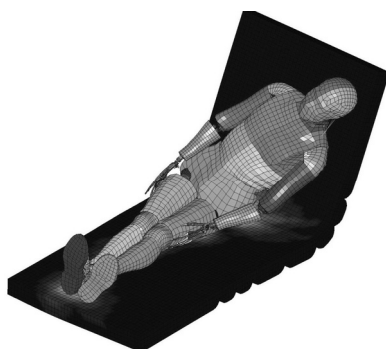
障害のため、あるいは高齢のためにベッドを利用せざるを得ない人たちにとっては、ベッド上での日常生活の部分がどうしても増えてくる。常に横たわっているばかりではなく、車椅子やトイレへの移乗、背もたれを起こして読書や食事を行うことも重要な生活場面である。

そういった中で、背もたれを起こす動作に伴う人体への悪影響が指摘されている。背もたれの上げ下ろしに伴う人体の押さえつけと引っ張り、身体の移動、腹部の圧迫、嚙下障害、上半身の倒れ等である。特に上半身の左右への倒れは、頸部をベッド脇の手すりに挟む場合があり、非常に危険である。死亡事故も発生している。

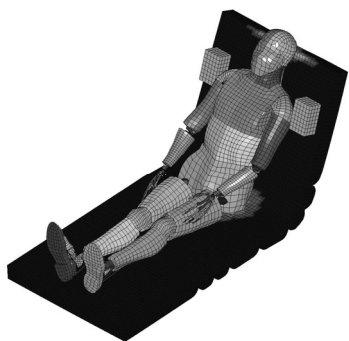
そこで、ベッドマットレスに装着して上半身の倒れを防止する姿勢保持装置を開発し、試作品の評価を行ったので報告する。

2 有限要素法による解析

上半身の左右への倒れは、背もたれを起こしたときに起こりやすいので、背もたれ角度 70° を想定した。図1(a)は体が傾いたときの、図1(b)は体が傾いていないときの有限要素法による解析モデルをそれぞれ示す。



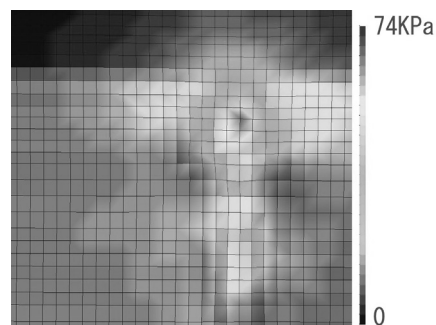
(a) 体が傾いたとき



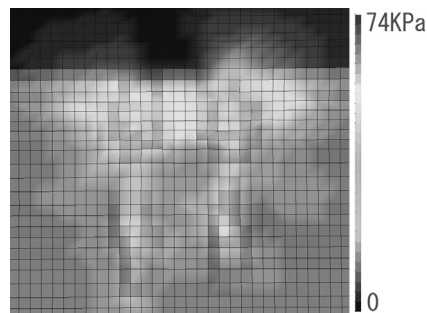
(b) 体が傾いていないとき

図1 背もたれ角度 70° での解析モデル

図2はそれぞれの状態で、お尻部分のマットレスの応力分布図を示す。図2(a)を見るとモデルが左に傾いているため、左側のお尻の部分に応力の高いところが現れているだけでなく、左の太ももにも応力の高いところがある。それに比べ、図2(b)では体が傾いていないため、左右均等に応力が負荷している。また、体が傾かなくなることで応力の最大値は 74KPa から 61KPa に減少している。応力 40KPa 以上の領域は体が傾いたとき 64cm^2 、体が傾いていないとき 32cm^2 となり、体が傾かなくなることで、応力が高い領域も減少する。



(a) 体が傾いたとき



(b) 体が傾いていないとき

図2 背もたれ角度 70° でのマットレスの応力分布

3 開発した姿勢保持装置

開発した姿勢保持装置を、背もたれを起こしたベッドマットレスに装着した様子を図3に示す。

装着に当たってまず倒れ防止のL型パッドを固定するベースを背もたれ部分にベルト止めする。ベース表面は面ファスナーが固定できる素材である。次に面ファスナーを底面に装着したL型パッドを患者の両脇または両肩を挟むように固定する。L型パッドは形状保持のために硬質プラスチックの型板とクッション性のあるウレタン素材、それらを包み込む通気性のある立体メッシュ構造のカバーにより構成されている。L型パッドの幅は 16cm 、高さは 12cm である。さらに上半身が前方に倒れるときは

L型パッドの側面にベルトを装着して胸を抱える構造としている。図3にはこのベルトは示していない。



図3 開発した姿勢保持装置

4 試験評価

姿勢保持装置を使用しないときと使用したときの測定結果を示す。患者はベッド背上げ時に上半身が左に傾く傾向のある、身長161cm、体重57kgの成人女性である。試験用ベッドにポリエステル繊維素材マットレスを装着し、背もたれ角度0°から15°、30°、45°、60°、70°と起こした時の上半身の左右方向への倒れとその時の座面接触圧力分布を測定した。

姿勢保持装置を使用しないときでは、背もたれ角度0°から45°までは上半身の左右方向への倒れは見られなかった。背もたれ角度60°にて上半身右体側の垂直線からの傾きは30°となり、背もたれ角度70°で上半身右体側の垂直線からの傾きは40°となった。姿勢保持装置を使用しないときの背もたれ角度70°での状態を図4(a)に示す。

これに対し姿勢保持装置を使用したときでは、背もたれ角度0°から70°まで上半身の左右方向への倒れは見られなかった。この時パッドは患者の両肩を挟むように装着している。姿勢保持装置を使用したときの背もたれ角度70°での状態を図4(b)に示す。



(a) 姿勢保持装置を使用しないとき



(b) 姿勢保持装置を使用したとき

図4 背もたれ角度70°での状態

図5に、圧力センサーによる座面接触圧力分布状態と最高接触圧力値を示す。座面接触圧力分布については45°までは姿勢保持装置を使用しないときと使用したときでほぼ同等であり、60°、70°については姿勢保持装置を使用したときに高い圧力分布部位が少ない。

5 測定値と有限要素法の結果との比較

図2の有限要素法による背もたれ角度70°でのマットレスの応力分布と比較するため、図5の圧力センサーによる背もたれ角度70°での座面接触圧力分布を見る。

姿勢保持装置を使用しないときでは、患者の上半身は左に傾くため左側のお尻だけでなく、左側の太ももにも接触圧力の高い部分がある。姿勢保持装置を使用したときでは、左右均等に接触圧力が分布している。また、姿勢保持装置を使用しないときの最高接触圧力値112mmHgは姿勢保持装置を使用したときに109mmHgになっている。接触圧力92mmHg以上の領域は、姿勢保持装置を使用しないときで27cm²、姿勢保持装置を使用したときで12cm²となり、姿勢保持装置を使用することで、高い接触圧力を示す部位は減少する。

背もたれ角度70°で姿勢保持装置を使用したときに、最高接触圧力値が低下し、高い接触圧力を示す部位が減少するという測定結果は、先に示した背もたれ角度70°での有限要素法による解析結果で、体が傾かなくなることで、応力の最大値が低下し、応力が高い領域も減少する傾向と、同様の傾向を示している。

| 姿勢保持装置 | 使用しないとき | 使用したとき | mmHg |
|-----------------------|---------|--------|-------------|
| 0° 最高接触圧力値 (mmHg) | 46 | 53 | 92 以上 92 |
| 15° 最高接触圧力値 (mmHg) | 50 | 43 | |
| 30° 最高接触圧力値 (mmHg) | 53 | 56 | |
| 45° 最高接触圧力値 (mmHg) | 76 | 76 | |
| 60° 最高接触圧力値 (mmHg) | 109 | 99 | |
| 70° 最高接触圧力値 (mmHg) | 112 | 109 | 0 |

図5 座面接触圧力分布状態と最高接触圧力値

6 まとめ

今回開発した姿勢保持装置については身体の倒れ防止、ずれ防止の効果が期待でき、最高接触圧力値の低減についても若干ではあるが、期待できる。さらに、接触部分が偏って高い圧力部位が増加することも防止できる。

アクティブ照明を用いた物体固有の色情報の獲得

Intrinsic Color Acquisition by Active Illumination

藤原 久永

Hisanaga FUJIWARA

キーワード 物体固有色 / マシンビジョン / アクティブ照明

KEY WORDS Intrinsic Color / Machine vision / Active illumination

1 はじめに

物体の色情報は、コンピュータ視覚による物体認識に際して重要な手がかりになり得るものである。しかしながら、実際には物体の色情報は不変な情報ではなく、置かれた環境に依存して見え方の異なるものとなる。このため、色情報は非常に扱いにくいものとされ、物体認識等に活用されることが少ない。

しかしながら、例えばトマトの生育度合はトマトの色と相関があることが報告されており¹⁾、実際に人間がトマトの収穫を行なう際にもトマトの色を手掛かりに収穫するかどうかの判断が行なわれている。このように物体の色情報を外界の影響を受けることなく正確に判別することは重要である。

本論文では、照明光の色をアクティブに変化させることにより、物体固有の色情報を獲得する方法を提案する。提案する方法は、照明としてプロジェクターを用い、対象物体を照明色を変えて複数回撮影し、その画像を合成することにより、置かれた環境中の環境光の影響を取り除いた物体固有の色情報を入力するものである。

2 アクティブ照明を用いた色情報獲得の方法

本論文では次のような記号を用いる。

λ 光の波長

$E(\lambda)$ カメラ照明の分光分布

$E_a(\lambda)$ 環境光の分光分布

$S(\lambda)$ 物体表面の分光反射率

$R(\lambda)$ センサーの分光感度

ここで環境光とは、物体表面に入射する光のうち、撮影者が対象を撮影するために用いた特別な照明(カメラ照明と呼ぶ)から直接入射された光以外のものをすべてをさすものとする。光には線形な性質が成り立つことを利用すると、物体表面の入射する光の総量は $E(\lambda) + E_a(\lambda)$ と表すことができ、センサーで観測される光の情報 I は次式で表される²⁾。

$$I = \int E_a(\lambda)S(\lambda)R(\lambda)d\lambda + \int E(\lambda)S(\lambda)R(\lambda)d\lambda \quad (1)$$

ここで、物体表面の色を識別するために、分光感度の異なる3種類のセンサー $R_c(\lambda)$, $c = R, G, B$ を用いて

$$I_c = \int E_a(\lambda)S(\lambda)R_c(\lambda)d\lambda + \int E(\lambda)S(\lambda)R_c(\lambda)d\lambda \quad (2)$$

なる3種類の信号 I_R, I_G, I_B (三刺激値)を用いて色の識別を行う方法が一般に用いられている方法である。しかしながら、 $c = R, G, B$ と変化させた時入力される I_R, I_G, I_B には環境光 $E_a(\lambda)$ を含んだ項が含まれており、環境光の影響を受けたものとなっていることが分かる。

式(1)から、 $R(\lambda)$ を固定して $E(\lambda)$ を操作した場合、出力 I がどう変化するかは物体表面の分光反射率 $S(\lambda)$ だけに依存する。これに対して、 $E(\lambda)$ を固定して $R(\lambda)$ を操作した場合には、出力 I は $S(\lambda)$ だけでなく環境光 $E_a(\lambda)$ にも依存したものになる。このことから、物体表面に固有の情報 ($S(\lambda)$) をより正確に捉えるには、センサー ($R(\lambda)$) でなく、物体を照らす照明 ($E(\lambda)$) の方こそを操作するべきであることが分かる。

ここで注意すべきこととして、カメラに用いられる CCD(または CMOS) の暗電流³⁾の問題がある。暗電流とは、入射光がなくても発生する電荷のことで、CCD や CMOS などの固体撮像素子に特有のものである。暗電流の存在のためセンサー出力は、入射光がなくても画素値が 0 にならない、すなわち光量が弱い部分では、リニアな出力が得られない問題がある。この問題のため、単純にカメラ照明のオン・オフを行うことにより照明光の変化を作り出す方法は、環境光 $E_a(\lambda)$ がカメラ照明 $E(\lambda)$ に比べて著しく弱い場合には正しい色評価が行えない。

$$I'_c = \int E_a(\lambda)S(\lambda)R(\lambda)d\lambda + \int E_c(\lambda)S(\lambda)R(\lambda)d\lambda \quad (3)$$

本論文では、単純にカメラ照明のオン・オフを行う代わりにカメラ照明の色を変えて複数回撮影した画像を用いることにより環境光の影響を取り除く方法を提案する。照明色を変えることは、照明の分光分布 $E(\lambda)$ の分布の形を変えることに対応する。照明光の色を変化させることにより、式 (2) の代わりに式 (3) を得る。プロジェクターをカメラ照明として用いた場合、式 (3) の c は他の設定に影響を与えることなく任意に変化させることができるが、本研究では $c = W, M, C, Y$ と変化させることにする。 W は白、 M はマゼンダ、 C はシアン、 Y は黄を表す。光の加色混合では、 $W = R + G + B$, $M = R + B$, $C = B + G$, $Y = G + R$ という関係が成り立つため、

$$I'_W - I'_C = \int E_R(\lambda)S(\lambda)R(\lambda)d\lambda \quad (4)$$

$$I'_W - I'_Y = \int E_B(\lambda)S(\lambda)R(\lambda)d\lambda \quad (5)$$

$$I'_W - I'_M = \int E_G(\lambda)S(\lambda)R(\lambda)d\lambda \quad (6)$$

となることを容易に得ることができる。いずれの式も右辺は $E_a(\lambda)$ を含んでいないため、環境光 ($E_a(\lambda)$) の影響は除かれていることが分かる。単純に照明のオン・オフを行う方法と比べ、本研究で提案する照明色を変化させる方法は、環境光が著しく弱い場合もそうでない場合と同じように一貫した処理を行うことができることに利点がある。

なお、ここで得られる色情報は $S(\lambda)R(\lambda)$ に対応したものであり、純粹に $S(\lambda)$ だけに対応したものではないが、あらかじめ色の分かった対象で校正を施しておくことにより、物体固有の色情報 ($S(\lambda)$) を得ることができる。

3 実験

本章では、提案方法により環境光の影響を除くことができることを確認する実験を行う。本実験では、赤・黄・緑・青色にペイントされた木製の積木を、白色壁を背景として配置したシーンを対象として用いた。カメラには Sony XCD-X700 8 ビットモノクロカメラ。カメラ照明として使用するプロジェクターには Sanyo Pro-X を用いた。このシーンに対し、青色 LED スポット照明、赤色 LED スポット照明、緑色 LED スポット照明、100W 白熱電灯を用いて色の異なる環境光を作り出した。これら LED 照明は、対象物体から約 3m 離れたところに、カメラと対象物体を結ぶ線に対して約 45° 傾いた位置から対象物体を照らすように配置した。100W 白熱電灯は、対象物体から見てカメラとほぼ同方向に、約 1.5m 離して配置した。こうして 4 種類の異なる色および強度を持つ環境光を人工的に生成した。

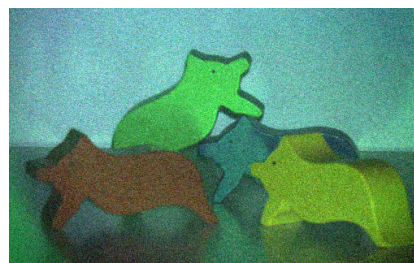
カメラおよびカメラ照明は対象物体から約 2m 離れたところに配置し、4 通りの環境光毎に、カメラ照明の照明色を白・マゼンダ・シアン・黄の 4 通りに変化させて、4 回撮影を行った。撮影した 4 枚の画像に対して、式 (4) ~ (6) の左辺の計算を適用することにより、RGB の値を求める。

こうして求めた RGB の値の、赤領域・緑領域・青領域・黄領域の平均の値を表示したものが表 1 である。なお、赤領域・緑領域・青領域・黄領域は、それぞれの色にペイントされた積木内部の領域であり、手で領域の選択を行った。環境光の違いにもかかわらず、各色領域毎に算出された RGB 値がほぼ等しいものとなっていることが分かる。次に、RGB をベクトルとして見た場合の、ベクトルのなす角度を評価した。可能な組み合わせは全部で 24 通りあり、この 24 組のうちで最大の値は 3.25 度、平均は 1.48 度となった。

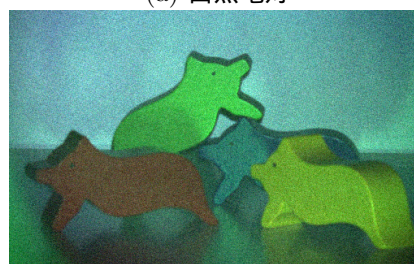
以上の結果を視覚的に確認したものが図 1 である。図 1 は、得られた RGB 値を RGB 画像に変換して表示したものである。ただし、表 1 から明らかな通り、得られた RGB 値は小さい値であるため、このまま RGB 画像に変換しても意味のある画像とはならない。そこで、すべての RGB 値を単純に 7 倍した上で RGB 画像に変換して表示したものが図 1 である。図 1 では、環境光が 100W 白熱電灯 (a)、赤色 LED (b)、緑色 LED (c)、青色 LED (d) のすべての場合の結果を表示している。なお、図 1 で白色の壁が白色に見えないのは、カラーバランス調整を行っていないためである。図 1 の結果は、信号成分とともにノイズも 7 倍に増幅されているため、ノイズが多

表 1: 求められた RGB 値の平均

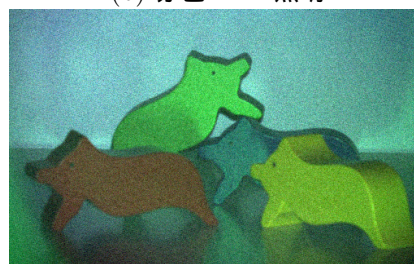
| 赤領域 | | | |
|-----------|------|------|------|
| 環境光 | R 値 | G 値 | B 値 |
| 白熱電灯 | 13.8 | 11.3 | 7.3 |
| 赤色 LED 照明 | 12.8 | 11.4 | 7.9 |
| 緑色 LED 照明 | 13.4 | 12.0 | 7.7 |
| 青色 LED 照明 | 13.3 | 11.8 | 7.5 |
| 緑領域 | | | |
| 環境光 | R 値 | G 値 | B 値 |
| 白熱電灯 | 9.8 | 24.9 | 11.6 |
| 赤色 LED 照明 | 8.7 | 23.8 | 10.2 |
| 緑色 LED 照明 | 8.9 | 24.0 | 10.4 |
| 青色 LED 照明 | 9.3 | 24.1 | 10.7 |
| 青領域 | | | |
| 環境光 | R 値 | G 値 | B 値 |
| 白熱電灯 | 7.5 | 18.2 | 15.9 |
| 赤色 LED 照明 | 6.5 | 18.3 | 15.4 |
| 緑色 LED 照明 | 6.7 | 18.3 | 15.5 |
| 青色 LED 照明 | 6.9 | 18.3 | 15.6 |
| 黄領域 | | | |
| 環境光 | R 値 | G 値 | B 値 |
| 白熱電灯 | 16.0 | 23.5 | 6.1 |
| 赤色 LED 照明 | 14.8 | 24.4 | 6.9 |
| 緑色 LED 照明 | 15.7 | 25.1 | 6.4 |
| 青色 LED 照明 | 16.1 | 24.9 | 6.4 |



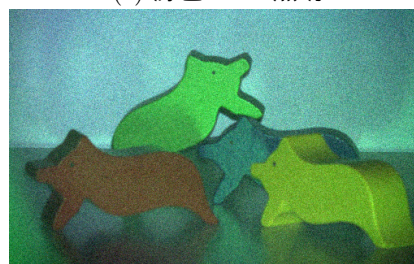
(a) 白熱電灯



(b) 赤色 LED 照明



(c) 緑色 LED 照明



(d) 青色 LED 照明

図 1: 環境光の影響が除かれた結果画像

いことを除けば、環境光の違いに関わらず、ほぼ同一の画像となっている。このことから、環境光の影響が取り除かれることにより環境光の影響を受けない同一の画像、すなわち物体固有の色情報が得られていることが分かる。

4 まとめ

本論文では、環境光の影響を取り除き、物体固有の色情報を獲得する方法を提案した。

参考文献

- 1) R.Arias, T.-C. Lee, L.Logendra and H. James: Journal of Agri. Food Chem., 48, 1697(2000)
- 2) 三宅洋一 (編): “分光画像処理入門”, 東京大学出版会 (2006) p.4
- 3) 竹村裕夫: “CCD カメラ技術入門”, コロナ社 (1997) p.80

密閉筐体内の多段水平発熱板の自然空冷技術

Natural Air Cooling for Horizontal Heated Plates in an Enclosure

下山 力生・眞田 明

Rikio SHIMOYAMA and Akira SANADA

キーワード 自然空冷 / 多段水平発熱板 / 密閉筐体 / 電子機器

KEY WORDS Natural air cooling / Horizontal Heated plates / Enclosure / Electronic instrument

1 はじめに

電子機器の発熱密度の増大にともない、電子機器の冷却に関する研究が盛んに行われている。その中でも、信頼性、メンテナンス性、静寂性などの観点から自然空冷が注目されている。一方、機能やデザイン上の理由で、発熱素子が搭載されたプリント基板などを水平に複数段配置するケースが増えてきている。しかし、このようなケースについて、発熱体からの放熱メカニズムが十分に解明されていないことから、製品の開発時に熱対策で試行錯誤を繰り返さなければならないのが現状である。

そこで、本研究では、熱設計の設計指針を得ることを目的とし、円筒筐体内に配列された発熱体の自然空冷特性について検討している。ここでは、筐体内の循環空気の流動状態および発熱体の冷却効率に発熱体の配置が及ぼす影響について報告する。

2 実験装置および方法

本研究で用いた実験装置を図1に示す。実験装置は、アクリル製円筒筐体(内径 $R=160\text{mm}$ × 高さ $H=160\text{mm}$)、発熱体、および冷却面である銅板から構成される。発熱体は、直径 100mm 、厚さ 15mm の断熱材の両表面に二重らせん形状の加工を施した銅箔ヒータ(厚さ $30\mu\text{m}$)を接着しており、冷却面から $h_1(25\sim 80\text{mm})$ 、 120mm の位置に2段設置した。加熱条件は、それぞれの面に 1.5W 通電することにより等熱流束とした。また、冷却面温度 T_c は 25°C 一定とした。半径方向の発熱体中心からの距離 r における局所発熱面温度 T_r は、熱電対を所定の位置に取り付けて測定した。所定の位置の冷却効率を表す局所熱伝達率 α_r は、放射による熱移動および筐体からの熱損失を差し引いた発熱体片面当たりの発熱量を Q 、発熱体の表面積を A として式 $\alpha_r=Q/A(T_r-T_c)$ にて定義した。なお、輻射による熱移動量は、各面の温度および放射率の測定値から熱流体解析ソフト(STAR-CD : DTRM モデル)にて算出した。

流れの可視化計測は、2D-PIV システム(西華産業製)を用いた。筐体内部に充滿させたトレーサ粒子にパルスレーザーを照射し、発光した粒子の輝度分布の移動量から図1に示す範囲において速度ベクトルを求めた。

3 実験結果および考察

3.1 筐体内空気流れの可視化

図2(a)に発熱体1段目の冷却面までの距離 h_1 が 80mm の場合の可視化結果を示す。発熱体から冷却面への循環流は、発熱体の中心付近で衝突・合流しながら2段目から1段目へと発熱体に沿って、乱れなく上昇した。

次に、発熱体1段目の冷却面までの距離 h_1 を 40mm と小さくした場合の結果を図2(b)に示す。図2(b)において、上部領域は不安定な状態となり渦が観察された。この渦は時間経過とともに生成や端部から発熱体中心方向への移動を繰り返していた。この原因としては、中間領域の空間高さが大きくなったことから、発熱体2段目上面から発熱体1段目下面への上昇流が大きくなり、中間領域からの流れが上部領域へ流入する。そのため、この上部領域への流入が発熱体1段目上面から冷却面への上昇流と互いに干渉することで渦運動が生成するものと考えられる。また、空間高さが同じである下部領域の流動状態においては、発熱体1段目高さ h_1 の変化に大きな影響を受けなかった。

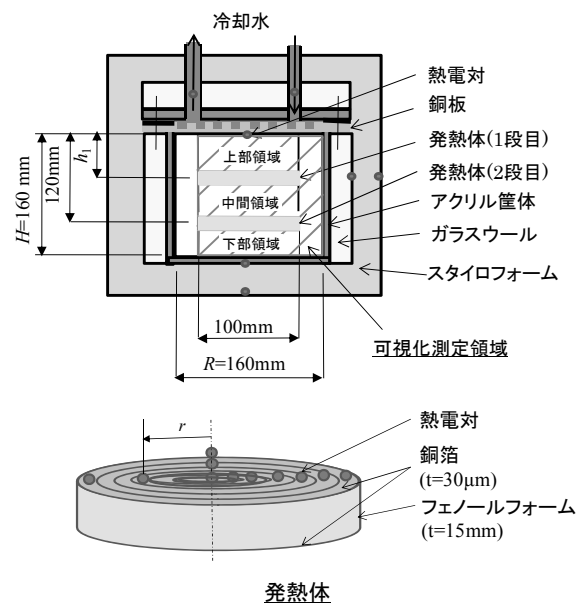


図1 実験装置

3.2 熱伝達率

図3に冷却面から発熱体1段目までの距離 h_1 をパラメータとした局所熱伝達率 α_r と発熱体中心からの距離 r の関係を発熱体1段目上面について示す。 $h_1=50\text{mm}$ 以下の場合では、 $h_1=60, 80\text{mm}$ と比較して局所熱伝達率 α_r は全体的に増加、特に発熱体中心付近で増大する傾向を示した。これは、図2(b)で考察した渦運動によって冷却面との熱交換が活発になり、熱伝達が促進したものと考えられる。

発熱体1段目の冷却面までの距離 h_1 が40mmの場合の発熱体1段目下面および2段目上下面の局所熱伝達率 α_r と距離 r の関係を図4に示す。発熱体2段目上面、および発熱体2段目下面において、いずれの場合においても、局所熱伝達率 α_r は、距離 r の増加とともに単調に増大している。これは、発熱体端部から中心方向へ層流状態で流れていることから、空気温度が筐体側面で最も低く中心に向かって上昇しているためと考えられる。一方、発熱体1段目下面では、発熱体中心付近で局所熱伝達率 α_r は極大値を示した。これは、発熱体2段目上面から上昇する過程において、上昇流が周囲空気によって冷却され、発熱体1段目下面中央付近に衝突するためと考えられる。

図5に冷却面から発熱体1段目までの距離 h_1 と局所熱伝達率 α_r を面積平均した平均熱伝達率 α_m の関係を示す。発熱体1段目高さ h_1 が $45\text{mm} < h_1 < 60\text{mm}$ の範囲では、発熱体1段目上面の平均熱伝達率 α_m は発熱体1段目高さ h_1 の減少とともに増加している。この範囲では上部領域の空間高さの低下とともに渦運動が盛んになって熱伝達が促進されていることが考えられる。一方、 $h_1 < 45\text{mm}$ まで小さくすると、中間領域からの上昇流の上部領域への侵入が抑制されるため、平均熱伝達率 α_m は低下する結果となった。また、渦運動が生じない $60\text{mm} < h_1 < 80\text{mm}$ の範囲では、平均熱伝達率 α_m は発熱体1段目高さ h_1 の減少とともに上部領域空間が大きくなることから、僅かであるが増大する傾向を示す結果となった。発熱体1段目下面および2段目上面の平均熱伝達率 α_m において、発熱体1段目高さ h_1 が増加する場合には、中間領域の空間高さが狭くなり流れが抑制されるため減少した。発熱体2段目下面の平均熱伝達率 α_m についても、発熱体1段目高さ h_1 の増加に伴い低下した。これは、発熱体1段目高さ h_1 の増加が下部領域の流動状態に大きな影響を及ぼさないが、他の発熱面の熱伝達が低下することから、下部領域を循環する空気の温度が上昇しているためと考えられる。

4 まとめ

発熱体の設置高さが自然対流熱伝達に及ぼす影響について検討を行い、筐体内の空気流動特性および発熱体周りの自然空冷特性を明らかにした。また、循環空気の渦運動を利用することにより熱伝達が大きく促進できることが分かった。

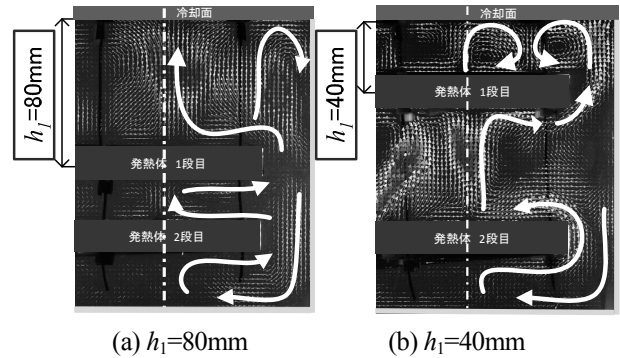


図2 流れの可視化 (発熱体高さ h_1 の比較)

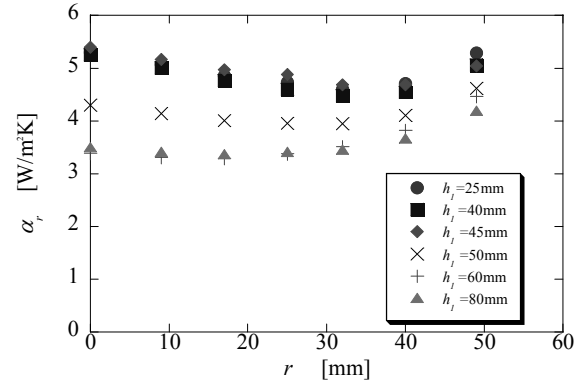


図3 局所熱伝達率と発熱体中心からの距離 (発熱体1段目上面)

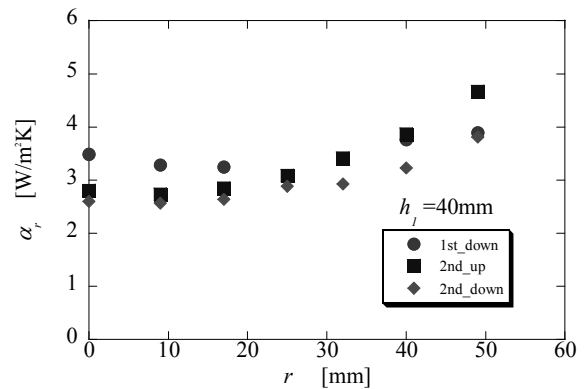


図4 局所熱伝達率と発熱体中心からの距離 (発熱体1段目下面、発熱体2段目上下面)

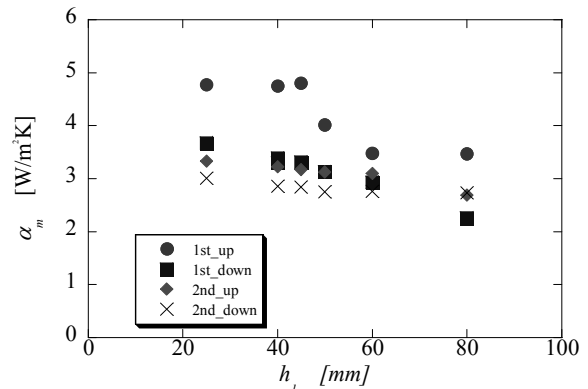


図5 各面の平均熱伝達率と発熱体1段目高さ

ステップ状モーメントのパワースペクトル計測手法

Power Spectrum Measurement Technique of Step Moment

辻 善夫・真田 明

Yoshio TSUJI and Akira SANADA

キーワード モード解析／モーメント加振／ステップ加振法

KEY WORDS Modal analysis / Moment excitation / Step relaxation

1 はじめに

現在、機器の小型、軽量化が進み、機器は振動し易くなっている。このため、製品の設計試作工程で振動特性を解析し、低振動化対策を行う必要がある。試料の振動特性は、試料に加わる加振力（並進力と回転力（モーメント））を入力、試料の応答（加速度、角加速度）を出力として求めた周波数応答関数（FRF）によって評価する。

モーメントを印加する方法として、例えば試料にT型治具などを接続し、治具をハンマで加振する方法が研究されている。しかし、この方法では治具の質量が試料に付加され試料の振動特性が変化するため、FRF算出時に補正処理²⁾が必要となり、簡便で高精度なモーメント印加方法は現在までのところ確立されていない。

そこで本研究では、試料に新たな質量を付加しない簡便なモーメント印加、計測手法を実現するため、図1のような装置を考案した。この装置は、電磁力等により試料に吸着力発生部を吸着させた状態で、計測者が力作用部を捻る事によって試料表面にモーメントをあらかじめ印加する。次に、スイッチにより吸着力を急激に解放することにより、試料に図2のような逆ステップ状のモーメントを印加する。装置が試料表面から離れるまでは、試料に印加するモーメントに対応したモーメントがセンサ部に発生するため、センサ部の歪みを計測することにより、試料に印加したモーメントを算出する。

この装置による印加モーメントは、時間窓内の初期値と最終値が一致しない。このような信号に対してFRF算出過程で行われる高速フーリエ変換（FFT）を行うと、その結果得られるパワースペクトル（PS）には誤差が多く含まれることが知られている。これまでに、ステップ状並進力を入力としたFRF算出に対して、入出力信号をハイパスフィルタ（HPF）に通過させる事が誤差低減に有効である³⁾ことが報告されている。よって本報告では、

ステップ状モーメントのHPF処理がPS算出誤差に及ぼす影響について数値解析と実験により検討した結果を示す。

2 数値解析による検討

単位ステップ関数をフーリエ変換して得られる値を用いたPS（解析解）と単位ステップ信号（サンプリング周波数 16kHz、サンプリング数 16k点）を数値解析ソフト MATLAB でFFT処理して得られるPSを比較する。MATLABにおいては、単位ステップ信号をそのままFFT処理した場合と、HPF（カットオフ周波数 $f_c=11.5\text{Hz}$ 、10次バターワースフィルタ）を適用した後にFFT処理した場合のPSを図3に示す。HPFを用いない場合には時間窓の影響によりPSは解析解から大きく異なる。これに対してHPFを用いる場合、PSは15Hzから

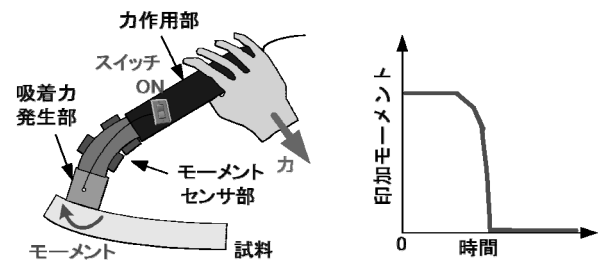


図1 モーメント印加装置

図2 印加モーメント

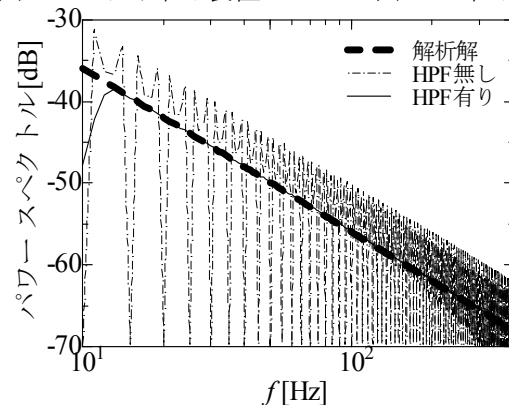


図3 パワースペクトル

2,000Hz の間で解析解にほぼ一致している。以上の結果から、ステップ状モーメントの HPF 処理によって PS 算出時の誤差が著しく低減されることが明らかとなった。

3 実験による検証

考案した装置では、センサ部に作用するモーメントから、試料に印加したモーメントを推定する。このため、図 4 に示すセンサ部を模擬した梁にステップ状モーメントを印加し、そのモーメント信号を FFT 処理して得られる PS 計測手法における HPF 処理の有効性を実験により検証する。

梁（鋳鉄製 5mm×5mm×100mm（紙面水平方向）、片持ち時固有振動数 418Hz）の片端を壁に固定し、他端に紐で錘を吊した後、紐を切断することによって梁の点 A に生じるステップ状のモーメント信号を計測する。この計測値に対して MATLAB により HPF 処理を行い PS を算出する。

図 5 に示す計測モーメントの時間波形より、梁には逆ステップ状のモーメントのみでなく、減衰振動のモーメントも生じる事が分かる。

図 6(a) に HPF を用いない場合、図 6(b) に HPF を用いた場合の PS を示す。HPF を用いない場合、時間窓の影響により PS に乱れが生じている。これに対し、HPF を適用することにより、20Hz から 100Hz 付近まで解析解に近い PS が得られた。

また、図中に表れた 300Hz 付近をピークとする PS の増加は、図 5 で減衰振動波形として現れた梁の固有振動の影響によるものである。このため、この影響が大きく現れる周波数範囲では、試料に与えたモーメントの PS を正しく計測する事ができない。これらのことから、今回の梁をセンサ部に用い、HPF 処理を行えば、モーメント印加に対する試料の 20Hz～100Hz までの FRF が計測できると思われる。また、さらに固有周波数の高い梁をセンサ部に用いれば、より高周波域まで PS を計測可能であると推察される。

4 まとめ

振動特性の計測精度向上を目指し、付加質量の無い簡便なモーメント印加、計測装置を考案した。数値解析と実験から、HPF 適用により、考案装置によって試料に印加するステップ状モーメントを計測できることを明らかにした。今後、HPF 処理を適用して考案装置による試料の振動特性計測を行う。

参考文献

- 1) 長松昭男, 大熊政明: 部分構造合成法, 培風館 (1991)
- 2) 細矢直基, 吉村卓也: 周波数応答関数測定における付加質量の影響補正, 日本機械学会論文集

C 編, 72, 713 (2006)

- 3) 白井正明, 石野和成, 池内皎隆: ステップ加振法と部分構造合成法による橋りょう用動吸振器の効果予測, 日本機械学会論文集 C 編, 50, 452 (1984)

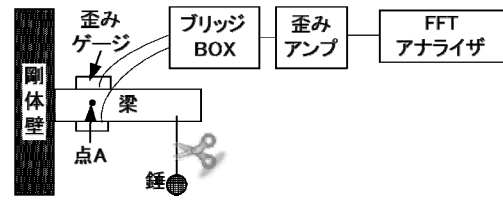


図 4 実験装置

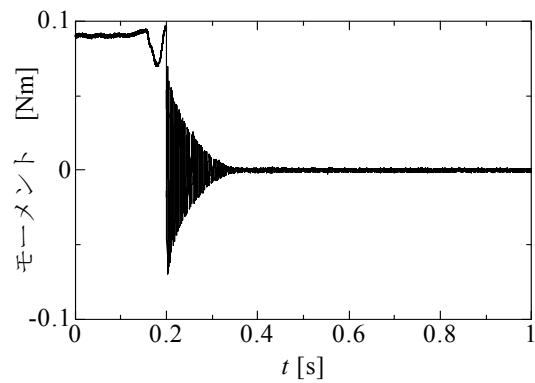


図 5 時間波形

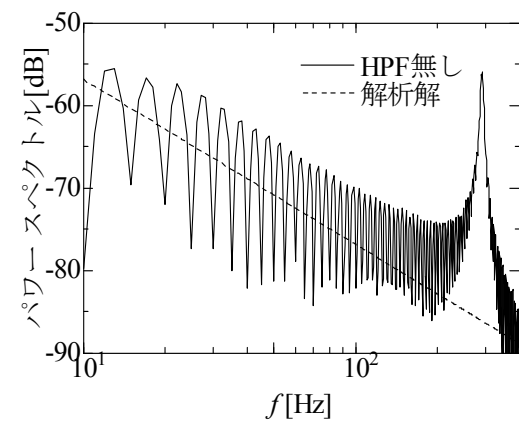


図 6(a) パワースペクトル (計測値: HPF 無し)

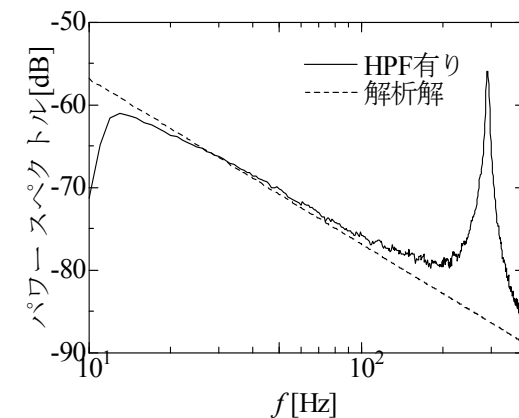


図 6(b) パワースペクトル (計測値: HPF 有り)

圧電フィルムを用いた能動制御型防音 BOX

Sound Insulation Box with Active Sound Transmission Control using Piezoelectric Film

眞田 明・辻 善夫・東山孝治*・田中信雄**

Akira SANADA, Yoshio TSUJI, Kouji HIGASHIYAMA and Nobuo TANAKA

キーワード 能動遮音制御／防音 BOX／パワーモード／圧電フィルム

KEY WORDS Active sound transmission control /Sound insulation box /Power mode /Piezoelectric film

1 はじめに

半導体製造装置や精密計測機器などの高精度化が益々進展する中、それらの精密機器が周辺の音によって振動し、精度低下などの問題を引き起こすケースが増えている。周辺の音の影響を低減するには、対象精密機器を防音 BOX 内部に納め、外部の音を遮断する対策が行われる。ただし、低周波数の音は透過し易いため、十分な遮音効果を得るには、防音 BOX の壁を重くする必要がある。このことから、周辺装置からの音が低周波数成分を多く含んでいる場合、BOX 全体重量が数百キロを超える場合もあり、設置場所や設置方法が限定される問題が発生する。

そこで、著者らは能動制御を用いて壁面を透過する低周波数の音を抑制し、軽い構造で内部を静寂化する能動制御型防音 BOX の開発を進めてきた。従来は、BOX 内部に設置したマイクロホンの信号を用いて壁面の振動を制御していたが、マイクロホンと BOX 内部の機器とが干渉するなどの問題があった。そこで、本研究では、BOX 内部の音を検知するのではなく、圧電フィルムを用いることで壁面の振動を検知する方法により、透過音を抑制する制御法の検討を行った。本報告では、圧電フィルムを用いた能動制御型防音 BOX を試作し、実験を行った結果から、圧電フィルムを用いる場合の利点や問題点について検討した結果を示す。

2 能動制御実験

本研究では、圧電フィルムとして PVDF(ポリビニリデン)フィルムを用いた。PVDF フィルム

はピエゾセラミック等と比較して、軽量かつ柔軟で加工性が良いという特徴を有していることから、特定の振動分布を計測するセンサなどへの応用¹⁾に有効である。図 1 に実験システムの概要を示す。ここでは、基本的な制御手法の確立が目標であることから、防音 BOX の上部 1 面のみを制御対象とした。音の波長よりもパネルサイズが十分小さい低周波数において、パネルを透過する音は 1 次のパワーモード²⁾の影響が支配的である。このため、1 次のパワーモードをセンシングして、これを抑制できれば大きな制御効果が得られる。そこで、本研究では、PVDF フィルムを図 2 に示すような形状にカットすることでパワーモードセンサとし、パネルの長手方向の中心線上に貼り付けた。パワーモードセンサの設計には田中らの方法¹⁾を用い、低周波数で効果を得るため、設計周波数を 100Hz とした。

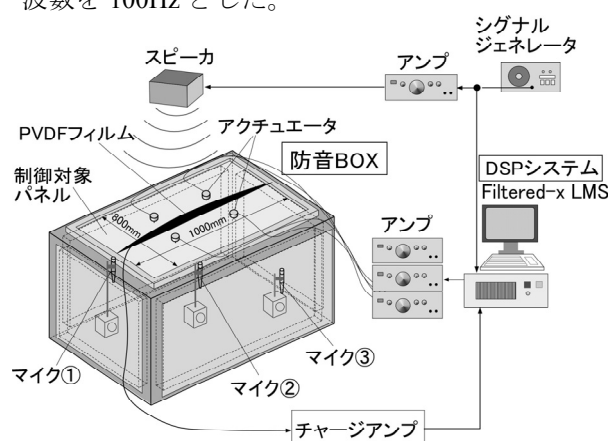


図 1 実験の概要

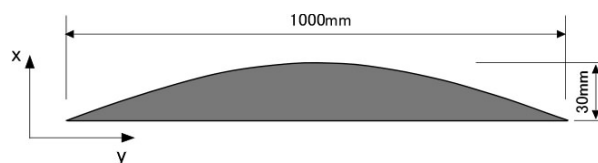


図 2 PVDF フィルムによる 1 次パワーモードセンサの形状

* 倉敷化工 (株)

** 首都大学東京システムデザイン学部

パネルの加振には、慣性型アクチュエータを 4 つ用いた。アクチュエータの配置は、著者らが考案した参考文献(3)の方法により決定した。

制御対象のパネルは厚さ 5mm のアルミ板とし、単純支持条件となるようにナイフエッジで挟み込む構造とした。それ以外の壁面(側壁)は上面と比べて十分高い遮音性能となるように二重壁構造とした。制御方法は、適応フィードフォワード制御とし、エラー信号として PVDF フィルムからの信号を用いた。制御アルゴリズムは、Filtered-X LMS を用いた。シグナルジェネレータによって 800Hz 以下のホワイトノイズを発生させ、スピーカから音を放射した。スピーカは、パネル中央上部、パネルから約 0.8m の位置に下向きに設置した。参照信号は、シグナルジェネレータの信号を直接用いた。サンプリング周波数、タップ数は、それぞれ 3kHz、1000 とした。また、制御効果を評価するために、図1に示すように BOX 内に3つのマイクロホン配置した。

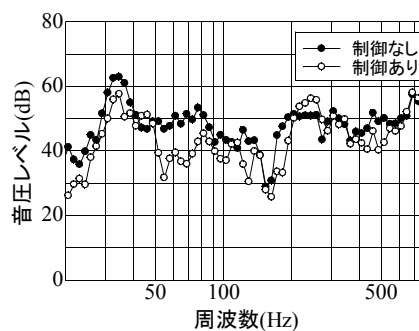
3 実験結果

BOX 内部の音圧レベルの実験結果を図 3 に示す。(a)、(b)、(c)は、それぞれ評価用マイク①、②、③の測定結果である。この結果を見ると、200Hz 以下の低周波数で制御効果が得られており、PVDF フィルムの信号をエラー信号として用いる方法により、理論どおりに制御効果が得られることが実証された。また、すべてのマイク位置で概ね音が抑制されており、PVDF フィルムを用いた場合、BOX 内全体の音が低減できることが分かった。

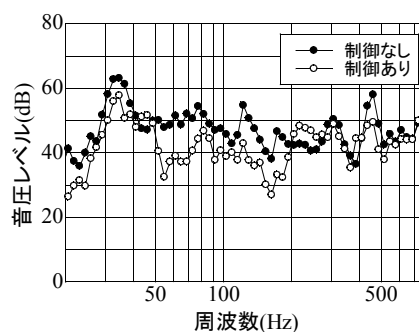
ただし、実験結果において、40 ~ 50Hz 及び 200 ~ 260Hz で制御することで音が大きくなる現象が見られる。まず、40 ~ 50Hz については、(1,2)モードなどの(奇数,奇数)次以外の振動モードの影響と考えられる。長方形パネルの中心に対称な4点にアクチュエータを配置する現在の制御方法では、理論的に(奇数,奇数)次モードしかコントロールできない。このため、(奇数,偶数)、(偶数,奇数)、(偶数,偶数)次モードによる音は抑制できない。今後、(奇数,奇数)次モード以外の振動モードにも対応できる制御方法を検討する必要がある。また、200 ~ 260Hz の制御効果の悪化については、フィルム形状(設計周波数:100Hz)が1次のパワーモードの形状からずれたためと考えられる。パワーモードの形状のずれによる制御効果の悪化を防ぐには、制御対象周波数を低周波数に限定するなどの対策が必要である。

4 まとめ

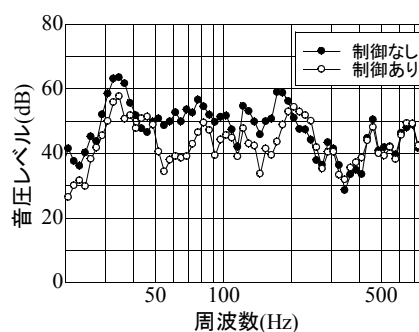
PVDF フィルムを用いたパワーモードセンサを能動制御型防音 BOX に適用することで、BOX 内部全体



(a) 評価用マイクロホン①



(b) 評価用マイクロホン②



(c) 評価用マイクロホン③

図 3 防音 BOX 内部音圧レベル実験結果

の音を抑制可能であることを実証した。BOX 内部にマイクロホンを設置する必要がなくなれば、機器への干渉がなくなり、また、構造も簡単になるため能動制御型防音 BOX の実用化に有効と考えられる。

文献

- 1)田中ら：日本機械学会論文集 C, 60-573, 16461653 (1994)
- 2)眞田, 田中：日本機械学会論文集 C, 74-741, 1287-1294 (2008)
- 3)Akira Sanada, Nobuo Tanaka: Proceeding of The 9th International Conference on Motion and Vibration Control, (2008)

ポリケトン系ポリマーアロイの開発

Development of poly ketone polymer alloy

日笠茂樹・岩路 仁

Shigeki HIKASA and Hitoshi IWABUKI

キーワード ポリケトン / ポリエーテルエステルアミド / ポリマーアロイ / 力学特性

KEY WORDS Poly ketone / Poly ether ester amide / Polymer alloy / Mechanical properties

1. はじめに

プラスチック構造材料において、弾性率、引張降伏応力や衝撃強度などの力学特性や実用耐熱性は重要な特性である。ポリケトン (PK) は、優れた力学特性と耐熱性を示すが、衝撃強度が十分でないという短所を有している。この PK マトリックスに、分散相としてポリエーテルエステルアミド (PEEA) を添加した PK/PEEA アロイを調製した。このアロイの衝撃強度はマトリックスよりも大幅に向上した。

2. 実験方法

PK(エチレン-プロピレン- α -酸化炭素共重合体)はShell社製Carilon(D26HM100;融点220°C)を用いた。PEEAは三洋化成製ペレスタットNC6321を用いた。PK/PEEAアロイは235°Cにて二軸押出機を用いて調製した¹⁾。物性測定用試料は出口温度240°Cにて射出成型機を用いて調製した。物性試験はJIS K7171 (曲げ弾性率)、K7161 (引張降伏強度)、K7110 (アイゾット衝撃強度)に準じ23°Cにて行った。吸湿量依存性試験においては、真空乾燥器にて50°C48時間乾燥したサンプルを吸湿量0%とし、50%RH、23°Cあるいは100%RH、23°Cの環境中にて所定時間調湿しながら重量増加を測定し、吸湿量を算出し、各測定試料とした。走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察は液体窒素中凍結破断面を用い、40%酢酸水溶液を用いたエッチングにて PEEA を溶出除去した後観察した。

3. 結果及び考察

図1にPK/PEEA=90/10wt%アロイのSEM観察結果を示す。酢酸にてPEEAを溶出させたため、PEEAのあったところは空孔として観察される。PK/PEEAアロイではPEEAは数百nmの島相としてPK中に均一に分散しており、非相溶系アロイであることが確認された。

PK/PEEAアロイの弾性率と衝撃強度のPEEA分率による変化を図2に示す。PKの弾性率は約2000MPaであった。PEEA量20wt%程度までは、弾性率はほとんど変化しなかった。衝撃強度については、PK単独では9kJ/m²であったものが、PEEA=5wt%では18kJ/m²、10wt%では24kJ/m²と少量のPEEAの添加によって大きく向上した。ポリマーにエラストマー成分を添加した非相溶アロイでの衝撃強度の飛躍的な向上はポリアミドなどでも知られており²⁾、衝撃が加えられた際の空孔生成がその理由とされている。今回のPKについても同様の理由ではないかと考えられる。

二元系アロイの引張降伏応力について図3に示す。引張降伏応力はPEEA配合比の増加とともにやや低下した。これは、柔軟成分であるPEEAには引張降伏時に応力が十分に伝達されなかったからと考えられる。

ポリケトンは、カルボニル基をその主鎖中に有しており、大気中に静置しておくだけでも吸湿し、その力学特性が変化する可能性が考えられる。また、PEEAは、吸湿性が非常に高い。そのため、PK/PEEAアロイも吸湿により力学特性が変化する可能性が考えられる。そこで吸湿について検討した。50%RH、23°C雰囲気中での吸湿量の経時変化を図4に示す。初期の吸湿は大きいですが、1ヶ月~2ヶ月程度の状態調節でほぼ平衡状態に達した。

このような吸湿挙動を示すアロイの力学特性が吸湿量によって受ける影響を検討した。ここでは、より多湿環境下での使用も考慮し、100%RH、23°C雰囲気中での吸湿サンプルも加えて測定を行った。図5に衝撃強度の吸湿量依存性を示す。PK/PEEA=90/10(wt)アロイの衝撃強度は乾燥状態では23kJ/m²であったものが吸

湿によって 70kJ/m^2 まで向上した。PK の単体も吸湿によって衝撃強度が若干向上しているが、PK/PEEA アロイはその変化が顕著であった。また、図 6 に弾性率の吸湿量依存性を示す。弾性率は吸湿に伴って徐々に低下した。この際、PEEA 添加量 0~10wt%までは、吸湿に伴ってほぼ同様の弾性率変化を示した。一方、PEEA 添加量が 20wt%まで増加すると、初期弾性率がかなり大きく低下するするためか、同一挙動とはならなかった。次に、図 7 に引張降伏応力の吸湿量依存性を示す。PK においては吸湿により降伏応力の明らかな低下が確認された。PK/PEEA アロイについては、吸湿により若干の引張降伏応力の低下が観察されたが、その程

度はわずかであった。このように吸湿により力学特性が変化する理由としては、水分がポリマーの水素結合を弱め、ポリマーを柔軟にさせたためと考えられる。

4. まとめ

ポリケトンとポリエーテルエステルアミドとアロイ化することによって弾性率をほぼ維持したままで高い衝撃強度を示す複合材料を作製できた。この複合材料は吸湿によって力学特性の変化を示し、衝撃強度がより一層高くなった。

- 1) 永田ら；第 55 回高分子討論会予稿集、Vol55、No2、P 4286 (2006)
- 2) S. Wu；J. Appl. Polym. Sci., Vol35, 549 (1988)

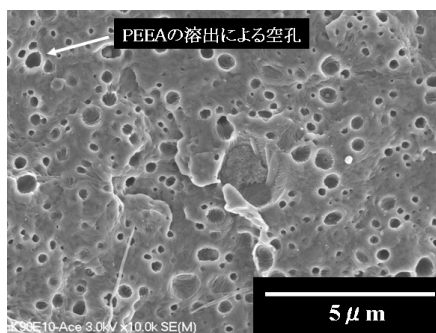


図1 PK/PEEA=90/10(wt%)アロイの相構造
酢酸エッチング後

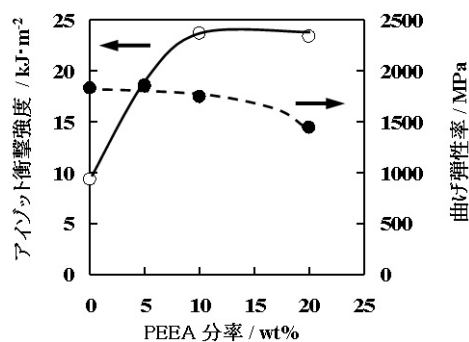


図2 衝撃強度、弾性率のPEEA分率依存性

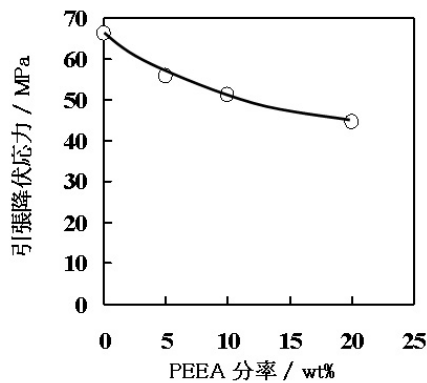


図3 引張降伏応力のPEEA分率依存性

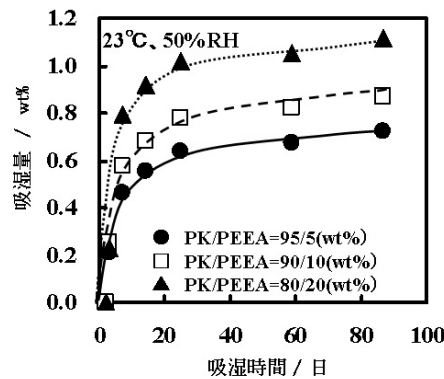


図4 ポリマーアロイ吸湿量の経時変化

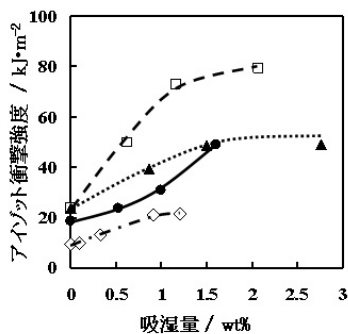


図5 衝撃強度の吸湿量依存性

- ◇ PK/PEEA=100/0(wt%)
- PK/PEEA=95/5(wt%)
- PK/PEEA=90/10(wt%)
- ▲ PK/PEEA=80/20(wt%)

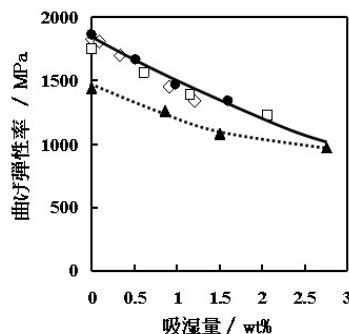


図6 曲げ弾性率の吸湿量依存性

- ◇ PK/PEEA=100/0(wt%)
- PK/PEEA=95/5(wt%)
- PK/PEEA=90/10(wt%)
- ▲ PK/PEEA=80/20(wt%)

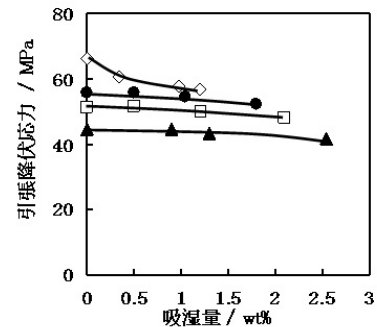


図7 引張降伏強度の吸湿量依存性

- ◇ PK/PEEA=100/0(wt%)
- PK/PEEA=95/5(wt%)
- PK/PEEA=90/10(wt%)
- ▲ PK/PEEA=80/20(wt%)

数値解析による四軸織物強化コンポジット材料の引張挙動

Tensile Behavior of Tetra-axial Woven Fabrics Composites by Numerical Method

光石一太、甲加晃一、川野道則、常定 健、永山則之

Kazuta MITSUIISHI, Kouichi KOUKA, Michinori KAWANO, Takeshi TSUNESADA
And Noriyuki NAGAYAMA

キーワード：四軸織物／コンポジット材料／引張挙動／CAE

Key Words：Tetra-axial woven fabrics／Composite materials／Tensile Behavior／CAE

1. はじめに

産業資材繊維を核とした岡山県の繊維産業は、岡山や倉敷の県南地域を中心に産業集積地を形成して、地場繊維産業の振興に貢献してきた。しかしながら、ここ十年来では、中国、韓国、東南アジア地域の開発力や競争力の高揚の中で、県内基幹企業における県内生産の減少や生産拠点の空洞化が随所で見受けられる。そこで、アジア他地域との差別化、高付加価値化、ユーザー側からの要求に対応するため、産業資材繊維分野における新規な製品開発が急務となっている。

このような状況の中で、産業資材繊維用の新規素材として「四軸織物」が登場してきた。本織物は、タテ糸、ヨコ糸、および左右のナナメ糸で構成されているのが特徴的である(図1)。タテ糸のみである引揃糸、タテ糸とヨコ糸のみで構成されている平織物(以下、二軸織物)と比較して、四軸織物では、形態安定性、バイアス方向の強度改善、耐引裂性、耐クリープ性、耐衝撃性向上、曲面形成能等に革新性がある。

ここでは、数値解析を用いて四軸織物強化コンポジット材料(シート状)の引張変形挙動について評価した概要について述べる。

2. 実験方法

2.1 材料

本実験に使用したナイロン織物は、二軸織物(平織物、旭化成株式会社 ナイロン 66 マルチフィラメント糸、線密度 140mg/m、密度：タテ糸 24.1 本/インチ×ヨコ糸 24.1 本/インチ、重量 278 g/m²)、および四軸織物(素材は、二軸織物と同一、密度：タテ糸 10 本/インチ、ヨコ糸 10 本×右ナナメ糸 14.0 本/インチ、×左ナナメ糸 14.0 本/インチ、重量 286 g/m²)。樹脂には、ポリ

塩化ビニルフィルム(東ソー株式会社)を用いた。

2.2 織物強化コンポジット材料の数値解析

数値解析による織物強化コンポジット材料の引張変形挙動について検討した。Computer Aided Engineering (CAE) を実施するに当たり、評価対象であるコンポジット材料に適用する基礎的理論や測定した材料物性について検討を加えた。弾性率の理論に関しては、異方性弾性体のモデルを応用し、バイアス方向の試験片に対して、引張荷重一変位曲線の評価を実施した。

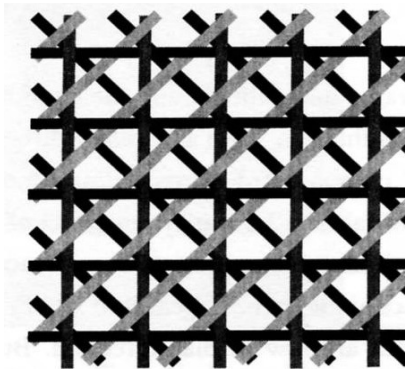


図1 四軸織物の外観

3. 結果および考察

3.1 有限要素法による構造解析

一般化された Hook 則は、次式で記述される。

$$\epsilon_i = S_{ij} \sigma_j \quad (i, j = 1, 2, 3 \dots 6)$$

ϵ_i はひずみ成分、 σ_j は応力成分、 S_{ij} はコンプライアンス成分を表す。次に、本解析に使用した座標系に対して平面応力場を仮定すると、コンプライアンス成分 S_{ij} は、次式のように 9 個で決定される。

$$\bar{\varepsilon}_i = \bar{S}_{ij} \sigma_j \quad (i, j = 1, 2, 6)$$

なお、 $i, j = 1$ はX軸（タテ方向）、 $i, j = 2$ はY軸（ヨコ方向）、 $i, j = 6$ はX-Y面のせん断を表す。タテ方向と採取方向のなす角度を θ とすると採取方向の各コンプライアンス成分は以下となる。

$$\bar{S}_{11} = S_{11} \cos^4 \theta + (2 S_{12} + S_{66}) \cos^2 \theta \sin^2 \theta + S_{22} \sin^4 \theta$$

$$\bar{S}_{12} = (S_{11} + S_{22} - S_{66}) \cos^2 \theta \sin^2 \theta + S_{12} (\sin^4 \theta + \cos^4 \theta)$$

$$\bar{S}_{22} = S_{22} \cos^4 \theta + (2 S_{12} + S_{66}) \cos^2 \theta \sin^2 \theta + S_{11} \sin^4 \theta$$

$$\bar{S}_{66} = (S_{11} + S_{22} - S_{12}) \sin^4 2\theta + \cos^4 2\theta / S_{66}$$

ここで、 S_{11} ：タテ方向の引張弾性率の逆数、 S_{22} ：ヨコ方向の引張弾性率の逆数となる。なお、バイアス方向の引張弾性率は、 $\theta = \pi/4$ の時の S_{11} または S_{22} で代用可能である。

織物強化コンポジット材料において、荷重—変位曲線を予測するには上記コンプライアンス成分を求めた後、有限要素法解析を実施することにより、変位の計算が可能となる。その後、有限要素法により得られた荷重から荷重—変位曲線を求めることができる。

有限要素法解析に際しては、以下の手順に従い計算を実行した。① 部材の形状を決定する。ここでは、シートを対象とした。② 試験片モデルを設定した後、メッシュモデルを定めて要素分割を行い、節点の三次元座標を求める。③ 面内方向では、平面応力場を仮定した直交異方性、厚さ

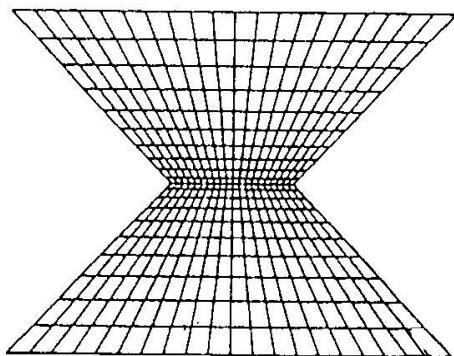


図2 有限要素メッシュモデルの形状

方向では等方性を仮定して、織物を積層する構造モデルを設定した。ここでは、樹脂／織物／樹脂の3層構造により計算を実施した。

図2には、本実験に用いた有限要素メッシュモデル（3次元アイソパラメトリック）の形状を示した。上辺の長さ100mm、中央部の最短長さ30mm、上辺の中心と下辺の中心の長さ75mmである。解析ソフトは、Marc (Marc Analysis Research Co.) を用い、要素数1200、節点数1764とした。

3. 2 数値解析の一例

ナイロンマルチフィラメントで構成された二軸織物および四軸織物の基布（厚さ0.2mm）とポリ塩化ビニル（厚さ0.4mm）を用いた織物強化コンポジット材料（厚さ1mm）の事例を示す。織物強化コンポジット材料から、図2に示した試験片を切り出し、引張試験を実施して荷重—変位曲線を作成した。

図3には、二軸織物および四軸織物強化コンポジット材料のバイアス方向における初期の引張変形挙動を示した。ここでは、伸び率7%までの引張挙動であるが、四軸織物の伸び率に対する荷重勾配が二軸織物に比べて約70%増加している点が認められ、バイアス方向における四軸織物の強度改善が期待できる。有限要素法による計算値を図中の太線で示したが、変形初期での実測値と計算値との良好な一致が認められ、今回設定した構成式の有効性が検証できた。

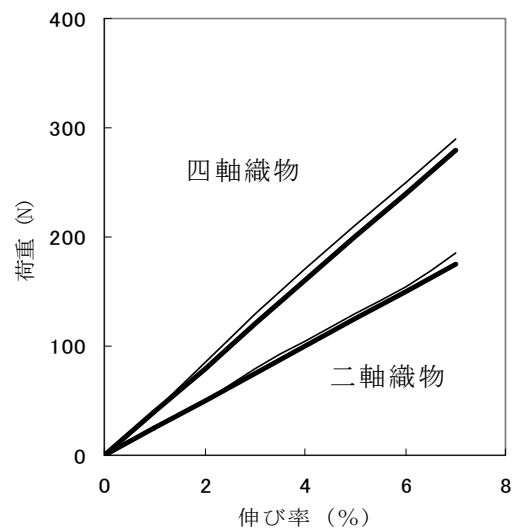


図3 織物強化コンポジット材料におけるバイアス方向の荷重—伸び率曲線（細線：実測値、太線：有限要素法による計算値）

超臨界流体による電解質膜へのフラーレンの注入に関する検討

Fixtation of Fullerene on Electrolyte Film in Supercritical Carbon Dioxide

前田進悟・國藤勝士・藤井英司

Shingo MAEDA, Katsushi KUNITOU and Eiji FUJII

キーワード 超臨界二酸化炭素／電解質膜／フラーレン

KEY WORDS Supercritical carbon dioxide／Electrolyte film／Fullerene

1 緒言

地球環境問題や今後のエネルギー問題を解決可能な手段の一つとして、水素エネルギーの利用が注目され、水素を利用した発電システムである燃料電池は今後のキーテクノロジーと期待されている。なかでも固体高分子型燃料電池は、小型、低温作動および高出力密度という利点を有し、様々な分野での利用が期待されている。しかしながらこの燃料電池の心臓部に使用される電解質膜は、溶剤に対する膨潤時の強度や耐熱性に課題があり、早急な改良が求められている。そこでこれら問題点解決のため、電解質膜と炭素材料であるフラーレンとの複合化の可能性について検討した。

2 実験

2.1 試料

高分子電解質膜としては、ナフィオン112（膜厚0.002インチ、アルドリッチより購入）を使用した。フラーレンC60は、SES Research社製（純度99.5%）を精製せずにそのまま実験に用いた。

2.2 フラーレンC60の溶解試験

ナフィオンフィルムを膨潤可能な溶媒と推測される各種極性溶媒（エタノール、アセトン、テトラヒドロフラン、N-メチルピロリジノン（NMP））を使用し、フラーレンC60の溶解性について確認した。

2.3 超臨界処理方法

実験に使用した装置の概略を図1に示す。フィルム膨潤剤により前処理したナフィオンフィルム0.03gおよびフラーレンC60のo-ジクロロベンゼン（ODCB）濃度2%溶液1mlを、あらかじめ処理温度（80℃）に加熱した高压容器に入れた。その後ストップバルブ6を開きポンベ圧により2MPaまで昇圧後、1時間保持した。その後高压ポンプにより圧力20MPaまで炭酸ガスを導入し、1時間処理した。

処理終了後ストップバルブ8を開き、系内の圧力を大気圧まで降圧後、高压容器より試料を取り出した。処理したフィルムは、エタノールによる洗浄後、室温で風乾した。

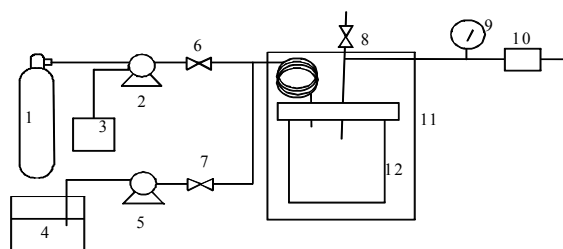


図1 実験装置
1:炭酸ガス 2:高压ポンプ 3:ポンプヘッド冷却機
4:共溶媒 5:共溶媒ポンプ 6~8:ストップバルブ
9:圧力計 10:背圧弁 11:恒温槽 12:高压容器

2.4 電解質膜の評価

得られたフィルムの表面状態を走査型電子顕微鏡（SEM）により評価した。また耐熱性をセイコーインスツルメント（株）製TG-DTAにより評価した。

3 結果および考察

3.1 フラーレンC60の溶解結果

これまでに報告されているとおり、極性溶媒であるエタノール、アセトンおよびテトラヒドロフランに対して、フラーレンC60はほとんど溶解しないことが確認された。しかしながら極性溶媒のうちNMPに対しては、溶解性を示すことがわかった（図2）。またODCBおよびNMPのフラーレンC60



ODCB溶液 NMP溶液
図2 フラーレンC60の溶解結果

溶液中に、10%程度エタノールを添加しても、フラーレンC60の析出は起こらないことがわかった。そこでナフィオンフィルムの膨潤剤として、エタノールおよびNMPを使用し、フラーレンC60のODCB溶液からフラーレンC60のナフィオンフィルムへの注入について検討した。

3.2 フラーレンC60のナフィオンフィルムへの注入結果

図3に今回の検討により得られたナフィオンフィルムの状態について示す。比較として、超臨界流体を使用せず、オープン中80℃で加熱処理により注入処理した結果（加熱処理）も示した。

加熱処理の系においては、未処理のフィルムと

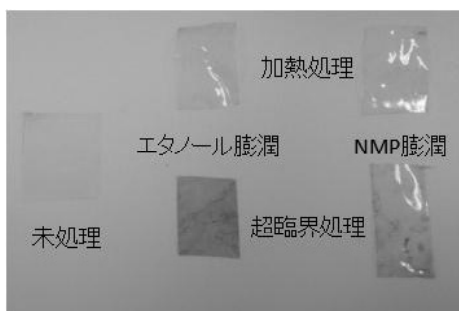
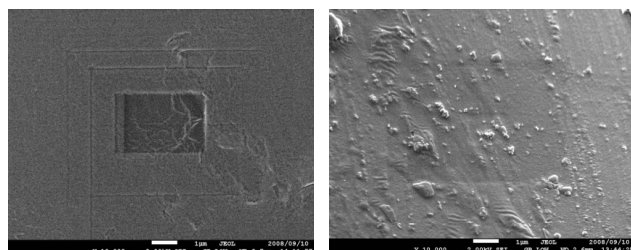


図3 フラーレンC60の注入結果

ほとんど変化が無く、フラーレンC60はほとんど注入されていないものと推察される。これに対し、超臨界二酸化炭素流体により処理した系においては、特にエタノールでフィルム膨潤処理を行った場合にフィルムの着色が認められ、フラーレンC60の注入が起こっているものと考えられる。NMPにより膨潤させた試料において、着色の程度はわずかであり、エタノール膨潤に比べフラーレンC60の注入量が少なかったものと推察される。これはナフィオンフィルムの膨潤度が、エタノールで膨潤させた時に比べ小さいことが要因であると考えられる。

またSEMにより表面状態を観察したところ、エタノールで膨潤処理したフィルムにおいてフラーレンC60は数 μm 以下の大きさでフィルム中へ分散しているのに対し、NMPで膨潤処理したフィルムでは、数十 μm 以上の大きさでフラーレンC60は分散していることが確認された。詳細は不明であるが、フラーレンC60の溶剤に対する溶解度の影響であるものと考えられる。

図4にナフィオンフィルムのSEM観察結果を示す。



未処理ナフィオンフィルム
フラーレン注入ナフィオンフィルム (エタノール膨潤)

図4 SEM観察結果 (×20,000)

未処理ナフィオンフィルムは観察時の電子線による劣化が激しいのに対し、フラーレンを注入したフィルムでは、電子線の劣化が抑制されていることが確認された。これはフィルム中へのフラーレン注入に伴うフィルム物性の向上効果であると考えられる。電子線に対する劣化抑制に伴い、熱特性の向上が期待される。そこでTG-DTAにより、フラーレン注入ナフィオンフィルムの熱特性について解析した。結果を表1に示す。

表1 TG-DTAによる処理フィルムの耐熱性評価結果

| 試料 | 熱分解温度 (°C) |
|---------------|------------|
| 未処理ナフィオンフィルム | 412.1 |
| エタノール膨潤処理フィルム | 432.7 |
| NMP膨潤処理フィルム | 422.1 |

エタノール膨潤処理後フラーレンを注入したフィルムでは、未処理フィルムに比べ、熱分解温度が約20℃高温化することがわかった。NMP膨潤処理フィルムにおいても若干の高耐熱化が達成されているが、エタノール膨潤処理フィルムに比べその程度は小さいことが確認された。これはナフィオンフィルム中でのフラーレンの分散状態と存在量の違いによる影響であると推察される。

4 まとめと今後の予定

超臨界流体によるナフィオンフィルムへのフラーレンC60注入に関する検討を実施し、以下のことが確認された。

- エタノールによりナフィオンフィルムを前処理することにより、超臨界二酸化炭素中でフラーレンC60の注入が可能であることがわかった。またその存在状態は、数 μm 以下の不均一な分散状態であることが確認された。
- エタノールで膨潤処理したフィルムは、耐熱性が約20℃向上することがわかった。

以上のことからナフィオンフィルムの課題とされている耐熱性の改良に、フラーレンC60の注入が有効であることが確認された。今後さらに均一な分散方法について検討を行う予定である。

ロープ染色におけるインジゴ染着状態に関する研究

Study on Dyeability of Cotton Fiber with Indigo Dye in Rope-Dyeing

國藤勝士・川井眞治*・花野俊正*・前田進悟

Katsushi KUNITOU, Shinji KAWAI, Toshimasa HANANO and Shingo MAEDA

キーワード インジゴ／ロープ染色／中白染色／温度／張力

KEY WORDS Indigo / Rope dyeing / Ring dyeing / Temperature / Tension

1 はじめに

ジーンズなどのデニム製品に使用される染色糸は、主としてロープ染色法といわれる糸の連続染色により製造されている。ロープ染色法により作製された染色糸は繊維内部まで染料が浸透しない中白の状態となり、洗い加工処理による色落ち感を創出できるという特性が付与される¹⁾。染色糸の中白の状態は、デニムの色落ち感に影響を与えるため、中白度合いを制御することで、従来にないデニム製品を開発することが期待される。これまで中白の状態を制御する方法として、溶液の pH を 11 以下に調整する方法が報告されている²⁾。しかしながら、インジゴの染色では一般にアルカリ剤として水酸化ナトリウムを使用しているため、溶液の pH を 11 以下に制御することは容易ではない。また制御のために緩衝液を使用すれば、緩衝液成分を余分に添加する必要があり、コストの上昇を招く一因ともなる。

本研究では中白度合いを制御する因子として、染色時の染色温度および糸張力(繊維方向の張力)に着目し、濃色性の指標となる Total K/S 値および中白度合いに及ぼす影響について検討した。

2 実験方法

2.1 試料

染料はダイスター社製の合成インジゴ(Dystar Indigo Gran)、助剤はヒドロサルファイト(キシダ化学(株)製、一級 85%)、水酸化ナトリウム(和光純薬工業(株)製、一級)を使用した。また被染物は 7 番綿糸を使用した。

2.2 染色試験

①染色液の作製

インジゴ 90 g、ヒドロサルファイト 81 g、水酸化ナトリウム 72g を 1.8L の蒸留水に加え、

窒素雰囲気下で 60℃、15 分攪拌した。その後、室温まで冷却し、インジゴストックバット溶液とした。その後、染色槽に約 30L の敷水(ヒドロサルファイト 1.0 g/L、水酸化ナトリウム 0.5 g/L)およびインジゴストックバット液 1.8L(インジゴ 3 g/L に相当)を入れ染色液とした。

②染色試験

図 1 にインジゴロープ染色試験機(辻井染機工業(株)製、IDT-300 型)の概要を示す。巻出機より送り出された綿糸は湯洗槽(90℃)、水洗槽(20℃)、染色槽(15～80℃)を各々 20 秒間で通過後、マングル絞りを経てエアリングゾーンに送られ、インジゴの酸化定着が行われる。この工程を 3 回繰り返した後、引き続きソーピング槽(60℃)、水洗槽(20℃)に各々 20 秒間通過させ、最後に巻取機で巻き取り、乾燥器(60℃)にて乾燥した。この間、綿糸にはダンサーロールにより繊維方向に張力(糸張力)が加えられる(図 1)が、糸張力はダンサーロールへの荷重(ダンサーウェイト)によって制御することから、本報告では糸張力に替えてダンサーウェイトを変数とした。

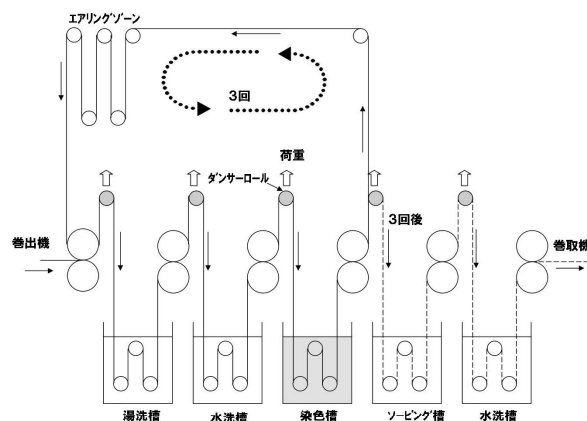


図 1 本試験で使用したインジゴロープ染色機

* : 日本綿布(株)

2.3 染色物の評価

クラボウ(株)製の分光測色機により 380 ~ 780nm の分光反射率を測定し、Kubelka-Munk 関数から濃色性の指標である Total K/S 値に換算することによって色濃度を評価した (Total K/S 値が大きいほど色濃度が濃いことを示す)。糸断面はデジタルマイクロスコープ((株)キーンエンス製、VHX-500)を用いて観察し、繊維半径(R)および染料浸透長(L)を μm 単位で測定した。断面写真から中白度合いを式 $(R - L) / R$ により求めた。染色糸 5ヶ所の測色結果により、Total K/S 値および $(R-L)/R$ の平均値と標準偏差を評価した。

3 結果と考察

図 2 に Total K/S 値、図 3 に中白度合いに及ぼす染色温度の影響を示す (エラーバーは標準偏差を示す)。Total K/S 値は 40 °C を境として急激に減少することが確認された。インジゴは低温染着型の染料であることが知られており¹⁾、このために 40 °C 以上の染色温度において温度の上昇に伴い Total K/S 値が減少したもの

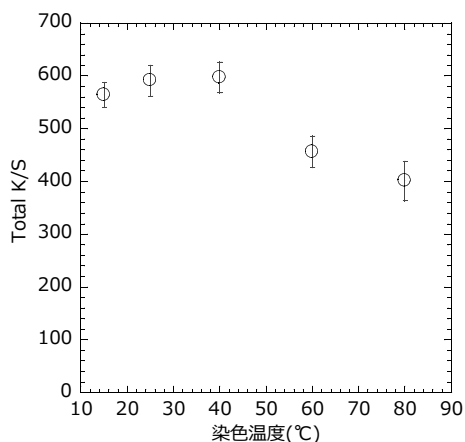


図 2 Total K/S 値に及ぼす染色温度の影響 (ダンサーウェイト 4.1kg)

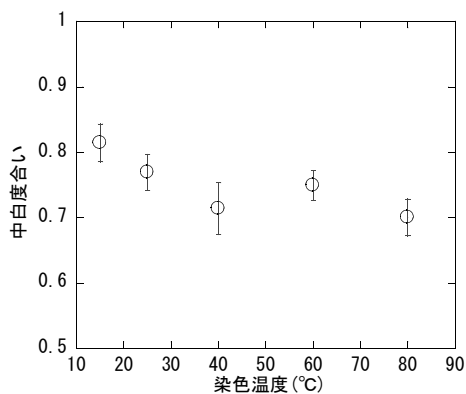


図 3 中白度合いに及ぼす染色温度の影響 (ダンサーウェイト 4.1kg)

と考えられる。また中白度合いは温度の上昇とともに減少したが、40 °C 以上ではほとんど変化しないことが確認された (図 3)。40 °C 以下では染料の繊維への浸透速度が遅いため、表面での染着にとどまり、中白度合いが増加したものと推察される。また 40 °C 以上では繊維への浸透速度が増加することが予想されるが、糸にかかる張力によって糸内部の空隙が小さくなり、染料の糸内部への浸透が物理的に抑制されたため、結果的に変化がなかったものと考えられる。

図 4 に Total K/S 値、図 5 に中白度合いに及ぼすダンサーウェイトの影響を示す。ダンサーウェイトの増加とともに Total K/S 値は若干低下し、中白度合いは若干増加する傾向を示したが、有意差を認めるほどではなかった。今回の染色条件 (ダンサーウェイト 2.3 ~ 8.4kg) においては、は Total K/S 値および中白度合いの制御因子とはならないと考えられた。

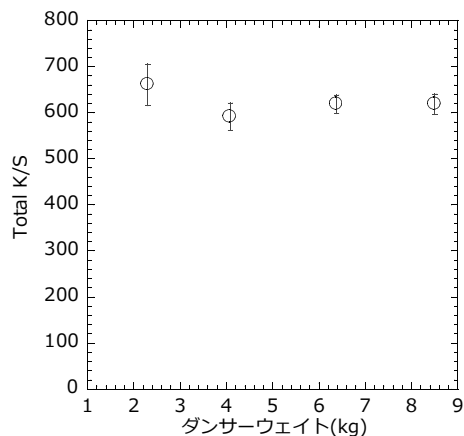


図 4 Total K/S 値に及ぼすダンサーウェイトの影響 (染色温度 25 °C)

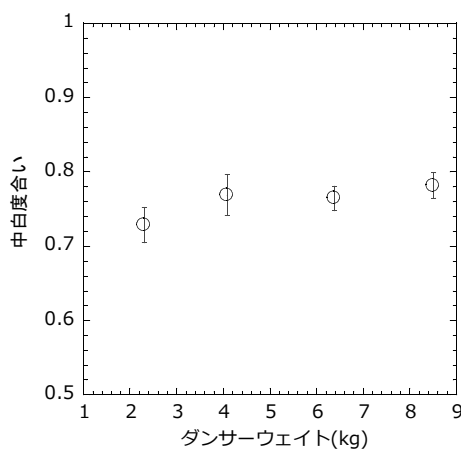


図 5 中白度合いに及ぼすダンサーウェイトの影響 (染色温度 25 °C)

4 まとめ

ローブ染色における Total K/S 値および中白度合いに及ぼす染色温度、ダンサーウェイトの影響について検討した。その結果、染色温度は Total K/S 値や中白度合いに大きく影響を与えたが、ダンサーウェイトは今回検討した範囲では Total K/S 値、中白度合いともにほとんど影響を与えないことがわかった。今後引き続き各

種染色条件と Total K/S 値や中白度合いとの関係について検討する。

参考文献

- 1) 坂川哲雄, 渡辺弘, 広田昭治, *染色工業*, **35**, 199 (1987).
- 2) J. N. Etters and P. A. Annis, *Book Pap Int Conf Exhib AATCC*, **1989**, 20.

インジゴ染色機構を利用した銀担持綿布の作製

Preparation of Silver-loaded Cotton Cloth Based on Indigo Dyeing Mechanism

國藤勝士・前田進悟

Katsushi KUNITOU and Shingo MAEDA

キーワード インジゴ／銀担持／還元／綿／摩擦堅牢度

KEY WORDS Indigo / Silver loading / Reduction / Cotton / Rubbing fastness

1 はじめに

インジゴはジーンズや藍染め製品に使用される染料であり、このインジゴは銅や亜鉛等の金属と反応し、インジゴ金属錯体を形成することが知られている¹⁾。既報において、金属として銅に着目し、インジゴ銅錯体を綿布上で反応させ、銅を担持した綿布を作製した²⁾。金属を綿布に担持することにより、金属の有する抗菌性や消臭性等の機能性を保持した従来にないインジゴ染色製品が創出されることが期待される。

本研究では新たな金属素材として銀に注目し、インジゴとの反応を利用した綿布への銀担持について検討した。当初はインジゴと銀との錯体化による担持方法を検討したが、銀は銅と同様なインジゴ錯体を作製することが困難であった。このため、別手法として還元インジゴ(ロイコインジゴ)の還元力を利用し、綿布上で銀イオンを還元させ銀粒子として担持させる方法を適用した。

インジゴはそのままの状態では綿布に染着しないため、還元剤を使用して還元状態のインジゴ(ロイコインジゴ)を作製する必要がある。通常はロイコインジゴとして綿等の布に染着され、空気中の酸素に接触することで、元のインジゴに酸化されて固着する。ロイコインジゴが染着した綿布は還元剤を担持した綿布と同等と見なせる(図1)。

本試験では綿布へ銀を担持し、その担持状態について検討した結果について報告する。

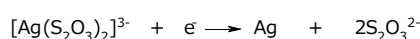
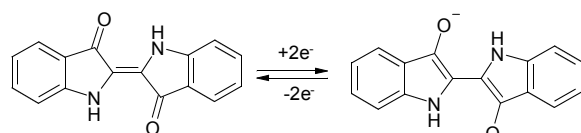


図1 インジゴおよび銀イオンの酸化還元機構

実験方法

2.1 試料

試料はダイスター社製の合成インジゴ(Dystar Indigo Gran)、また被染物は(財)日本規格協会より購入した綿添付白布を使用した。硝酸銀は和光純薬工業(株)製、水酸化ナトリウムはナカライテクス(株)製、チオ硫酸ナトリウムは関東化学(株)製のそれぞれ特級試薬を使用した。

2.2 銀の担持方法

文献記載³⁾の方法により約 1.9g/L の銀を含有するチオ硫酸銀イオン(硝酸銀/チオ硫酸/水酸化ナトリウム)溶液 100mL を作製し、その溶液中にロイコインジゴを染着させた綿布 1g を浸漬させた。約 1 分後に布を取り出し、水洗して試料とした。

2.3 銀担持綿布の評価

綿布に担持されたインジゴ染着量、銀担持量、摩擦堅牢度について、それぞれ下記操作により評価した。

- ①インジゴ染着量：試料 0.5g を切り出し、ジメチルホルムアミドにより綿布に染着したインジゴを抽出した。抽出液を紫外可視吸光度計((株)島津製作所製、UV-3600)を用いて、605nm の吸光度を測定することによりインジゴ染着量を定量した。
- ②銀担持量：試料 0.5g を乾式分解した後、誘導結合プラズマ発光分析装置((株)島津製作所製、ICPS-7500)により定量した。
- ③銀の状態：X 線回折装置((株)リガク製、RINT 2000/PC)により染色布を測定し、回折図から綿布に担持した銀の状態を評価した。
- ④摩擦堅牢度：JIS L 0849 に準じた試験を行い、乾燥および湿潤状態の白綿布に付着した銀量を②と同操作にて定量した。

3 結果と考察

ロイコインジゴが染着した綿布をチオ硫酸銀イオン溶液に浸漬したところ、ほぼ瞬間的に布の色が黄色から黒色へと変化した。黒色となった綿布を水洗しても、綿布から色成分はほとんど溶出しなかった。銀イオンはほぼ瞬間的にロイコインジゴと反応して、綿布内に水不溶性の状態として存在していることが示唆された。

作製された銀担持綿布を X 線回折により解析したところ、回折図から綿布の結晶構造を示すセルロース I と Ag^0 の結晶構造が観察された。このことから綿布中の銀は銀粒子として担持されていることが確認された(図2)。

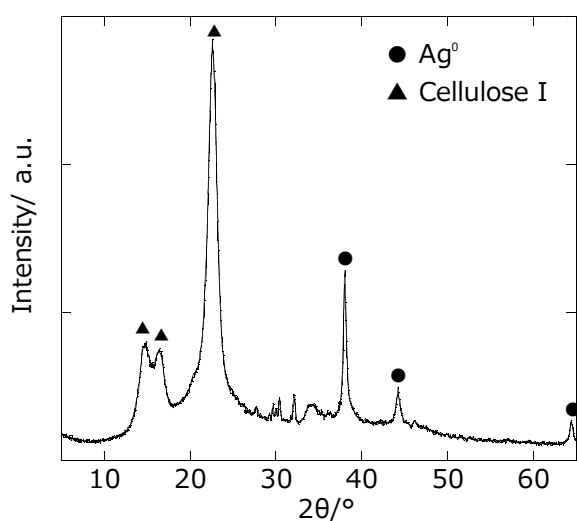


図2 本試験により作製された銀担持綿布の X 線回折図

担持された銀がロイコインジゴとの反応によって生じたものか確認するため、インジゴ染着量と銀担持量との関係について検討した(図3)。その結果、インジゴが染着してしない綿布では銀はほとんど担持されておらず、銀の担

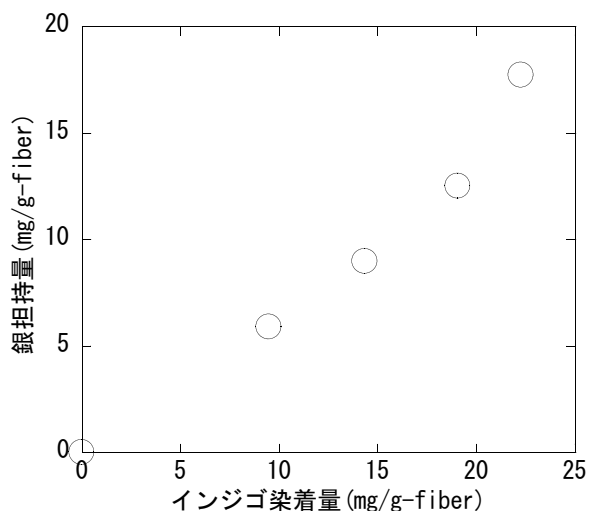


図3 インジゴ染着量と銀担持量との関係

持量は綿布に染着されたインジゴ量にほぼ比例して増加することがわかった。さらに担持された銀量はインジゴ 1mol に対して約 2mol に相当することが確認された。これらの結果から、本系で使用したチオ硫酸銀イオンは綿布に付着したアルカリや還元剤とはほとんど反応せず、ロイコインジゴの酸化反応に共役して銀粒子として担持されたことが確認された。

担持された銀の堅牢性を調べるため、摩擦堅牢度試験を適用して白綿布に移行した銀量を評価した。硝酸銀を使用した系を比較例として、それぞれ担持された銀量が 19mg/g-fiber とほぼ同一となるように調製した。

検討の結果、白綿布が乾燥状態、湿潤状態ともに白綿布への移行量は、硝酸銀と比較して 1/4 以下に減少することが確認された。硝酸銀はアルカリと反応して容易に酸化銀を生成することが知られている。硝酸銀を使用した場合、銀イオンの多くが綿布表面に付着したアルカリと反応し、綿布表面で多くの銀が担持された状態となったと推察される。このために硝酸銀を使用した系では摩擦により多くの銀が白綿布へ移行したものと考えられる。一方のチオ硫酸銀を使用した本系では綿布内部に染着したインジゴと反応して担持されたことにより、白綿布へ移行した銀量が減少したものと推察される。

表1 摩擦により白綿布に移行した銀量($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)

| | チオ硫酸銀(本) | 硝酸銀(比較例) |
|----|----------|----------|
| 乾燥 | 2.3 | 12.5 |
| 湿潤 | 4.9 | 22.2 |

4 まとめ

インジゴとの反応を利用した綿布への銀担持について検討した。銀はロイコインジゴの還元力を利用することにより、銀粒子として綿布に担持され、その担持量はインジゴ量とほぼ比例することがわかった。また担持された銀の摩擦堅牢度は硝酸銀を使用して担持した系と比較して高いことがわかった。

今後は銀を担持した綿布の機能性(抗菌性、消臭性)について検討する。

参考文献

- 1) K. Kunz, *Ber.*, **55B**, 3688 (1922).
- 2) 國藤勝士、前田進悟, *岡山県工業技術センター報告*, **33**, 38 (2007).
- 3) 寺嶋久史、坂口嘉人、加藤弘, *染色工業*, **44**, 175 (1996).

MWCNT が EPDM の分子運動性に及ぼす影響

Effect of MWCNT on Molecular Mobility of EPDM Investigated by Pulsed NMR

浦部匡史・岩路 仁・永田員也*¹・犬飼茂樹*²・植木宏之*²・曲尾 章*²・野口 徹*²・遠藤守信*³

Masashi URABE, Hitoshi IWABUKI, Kazuya NAGATA*¹,
Shigeki INUKAI*², Hiroyuki UEKI*², Akira MAGARIO*², Toru NOGUCHI*², and Morinobu ENDO*³

キーワード カーボンナノファイバー／EPDM／ナノコンポジット／分子運動性
KEY WORDS Carbon nanofiber／EPDM／Nano composite／Molecular mobility

1 はじめに

マルチウォールカーボンナノチューブ (MWCNT) は高弾性率・高アスペクト比などの特徴を有しており、様々な材料との複合化により高強度・高耐熱性などの特性をもつ材料を与えることが知られている。しかしながら、その補強の機構については不明な部分が多い。一方、パルス法 NMR 測定はエラストマー内部の分子運動性に関する知見を与える手法であり、我々は特にハーンエコー法によるパルス法 NMR 測定で分子運動性を網目鎖成分と非網目鎖成分に分離することで物理的性質などとの相関が得られることを報告してきている^{1,2)}。

今回、エチレンプロピレンゴム (EPDM) 中にフィラーとして MWCNT を分散させた MWCNT / EPDM 複合材中の EPDM の分子運動性について、¹H パルス法 NMR を用いて調べ、カーボンブラック (CB) の場合との比較を行うことで、MWCNT が EPDM の分子運動性に与える影響について検討した。また、同時に MWCNT が EPDM の過酸化物架橋に及ぼす影響についても調査した。

2 実験

MWCNT / EPDM 複合材は、EPDM (JSR (株) 製, エチレン含量 59wt%, ジエン含量 4.5wt%) と MWCNT (昭和電工 (株) 製 VGCF (直径約 130nm), VGCF-S (直径約 80nm)) とを、オープンロールを用いて混練して作製した。比較用に HAF-CB (東海カーボン SEAST 3 (算術平均粒子径 28nm)) を用いて、CB / EPDM 複合材を同様の手順で作製した。また、これらの無架橋試料と共に、DCP (日油 (株) 製, Bis(1-methyl-1-phenylethyl) peroxide (98%)) 2phr を用いて、175°C で 20 分架橋した架橋

試料と、EPDM 純ゴムで DCP 量を 0.5~5phr の間で変量して架橋密度を変化させた試料を作製した。

パルス法 NMR 測定は日本電子製 JMN-MU25 (観測核; ¹H, 共鳴周波数; 25MHz) を用いてハーンエコー法によりおこなった。非常に短い T_2 成分である T_{2SS} ($T_2 < 10^{-4}$ s) の観測についてはソリッドエコー法を用いた。

3 結果と考察

MWCNT / EPDM 無架橋試料中の EPDM の分子運動性を、¹H パルス法 NMR を用いて調べた結果を以下に示す。無架橋試料を用いることで、架橋の効果を排除し、複合材中での MWCNT と EPDM 間の相互作用のみを見積もることができる¹⁾。ハーンエコー法により観測した EPDM のスピンエコーの信号強度 $M(t)$ は、MWCNT 系と CB 系のいずれの系においても、下記の式 (1) に従って長い緩和時間成分 (T_{2HL}) と、短い緩和時間成分 (T_{2HS}) の 2 成分に分離できた。 M_0 は $t = 0$ のときの $M(t)$, F_{HL} , F_{HS} はそれぞれの成分の分率にあたる³⁾。本報では分子運動性と関連が大きい緩和時間 T_2 の変化について述べる。

$$M(t)/M_0 = F_{HL} \cdot \exp\left(-\frac{t}{T_{2HL}}\right) + F_{HS} \cdot \exp\left(-\frac{t}{T_{2HS}}\right) \quad (1)$$

図 1 と図 2 にそれぞれ T_{2HS} , T_{2HL} の値とカーボン添加量との関係を示す。図 1 より、 T_{2HS} においては MWCNT 系と CB 系の間に極端な差異はみられない。一方、 T_{2HL} においては、MWCNT 系は CB 系よりも少ないカーボン添加量で大きな影響を受け、短くなっていることがわかる (図 2)。短い緩和時間成分 T_{2HS} はエラストマー中の網目鎖分子と、長い緩和時間成分 T_{2HL} は非網目鎖分子にそれぞれ関

*1 旭化成ケミカルズ (株)

*2 日信工業 (株)

*3 信州大学

与しているため、MWCNT と非網目鎖との相互作用が大きいことが推測される。

一方、ソリッドエコー法による測定では、バウンドラバーの存在を示す短い T_2 成分(T_{2SS})が CB 系の場合では観測されたが、MWCNT 系については観測されなかった。このことは MWCNT 系では CB 系の場合とバウンドラバーの状態が異なっていることを示唆している。

また、 T_{2HS} が網目鎖濃度と関係があることを用いて、MWCNT が EPDM の過酸化物架橋反応に及ぼす影響について検討を行った結果を表1に示す。EPDM 純ゴムの架橋密度変量試料の $1/T_{2HS}$ の値と、MWCNT 系と CB 系の架橋試料について測定した $1/T_{2HS}$ の値を比較したところ、CB 系では EPDM の過酸化物架橋反応を阻害する傾向が見られたが、MWCNT 系では架橋反応を阻害しないことが明らかとなった。

4 まとめ

高剛性・高弾性が要求されるゴム部品への応用が期待される MWCNT / EPDM 複合材について、複合材中の EPDM の分子運動性を、パルス法 NMR を用いて調べた結果、以下のことが明らかとなった。

MWCNT 系、CB 系ともに、EPDM は網目鎖と非網目鎖に關与する 2 成分に分離された。MWCNT 系においては、CB 系よりも少ないカーボン添加量で非網目鎖の分子運動性が大きく低下することがわかった。

また、網目鎖の分子運動性から、CB 系は EPDM の過酸化物架橋反応を阻害するが、MWCNT 系では架橋反応を阻害しないことが明らかとなった。

参考文献

- 1) 岩露 仁, 永田員也, 野口 徹, 山田英介: 日本ゴム協会誌, **76**, 429 (2003)
- 2) 岩露 仁, 永田員也, 野口 徹, 山田英介: 日本ゴム協会誌, **79**, 551 (2006)
- 3) 福森 健三: 豊田中央研究所 R&D レビュー, **28**, 11 (1993)

(謝辞) 本研究の一部は、大学発事業創出実用化研究開発事業「MWCNT ゴムセルレーションナノアロイの創成と応用開発」の一環として NEDO の助成の下に行われました。関係者各位に感謝いたします。

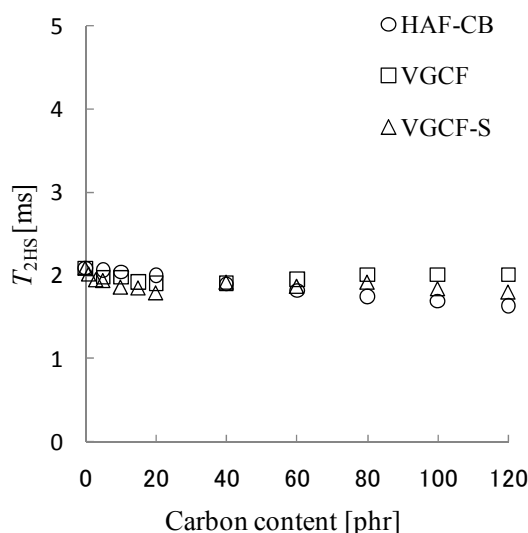


図1. T_{2HS} とカーボン添加量の関係

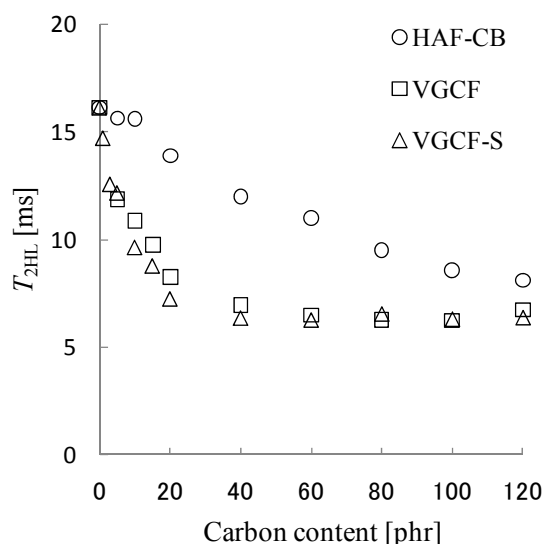


図2. T_{2HL} とカーボン添加量の関係

表 1. MWCNT が EPDM の架橋に与える影響

| EPDM / DCP 変量系 | | | | | |
|-------------------------------|------|------|------|------|------|
| DCP [phr] | 0.5 | 1 | 2 | 3 | 4 |
| $1/T_{2HS}$ [ms^{-1}] | 0.81 | 1.01 | 1.33 | 1.59 | 1.78 |
| EPDM / DCP (2phr) / CB 変量系 | | | | | |
| CB (HAF) [phr] | 20 | | 60 | | |
| $1/T_{2HS}$ [ms^{-1}] | 1.24 | | 1.15 | | |
| EPDM / DCP (2phr) / MWCNT 変量系 | | | | | |
| VGCF-S [phr] | 20 | | 60 | | |
| $1/T_{2HS}$ [ms^{-1}] | 1.35 | | 1.33 | | |
| VGCF [phr] | 20 | | 60 | | |
| $1/T_{2HS}$ [ms^{-1}] | 1.32 | | 1.35 | | |

Java によるシリアルサーボモータの制御

The control of the serial servomotor by Java

三輪 昭生

Akio MIWA

キーワード Java / PWM / シリアル サーボ モータ
KEY WORDS Java / PWM / Serial servo motor

1 はじめに

これまでのサーボモータは、PWM(Pulse Width Modulation)方式で制御されるものが多く、これらの制御はCPUの負荷が大きく、モータ数に比例してケーブル数が増加するなどの問題があった。

そこで、これらの問題を解決するために、安価なシリアルサーボモータが販売されるようになってきた。このモータは、信号線を通じてCPUと接続することで、パケット通信により、動作角度を設定したり、現在の状態をモニタすることが可能となる。これらの機能によりCPUリソースを消費せず、Daisy Chainで連結できるので配線を簡素化できるという特徴を持つ。

今回は、このサーボモータの評価とテスト環境を構築するために、Javaを用いて制御用のプログラムを作成した。

2 開発, 実行環境

開発には、WindowsXP上に導入したJavaを使用した。開発環境とツールのバージョンを以下に示す。

開発環境

Microsoft Windows XP 5.1; MS932; ja_JP (nb)

開発ツール

java version "1.6.0_13"(build 1.6.0_13-b03)

NetBeans IDE 6.5.1 (Build 200903060201)

Java/Communications API ライブラリ

RXTX 2.1-7r2 ライセンス: LGPL v 2.1

ruby 1.8.7 (2008-08-11 patchlevel 72)

[i386-cygwin]

使用機材

シリアルサーボモータは、ベストテクノロジー社のDynamixel AX-12+[1]を使用した。

CPUとサーボモータの接続には、ベストテクノロジー社のDynamixel コンフィギュレータ[2]を使用した。これは、信号レベルの変換と電源供給を行うためのもので、USBコネクタでコンピュータに接続でき、コンピュータ側からは、シリアル接続の機器として認識される。図1に接続図を示す。

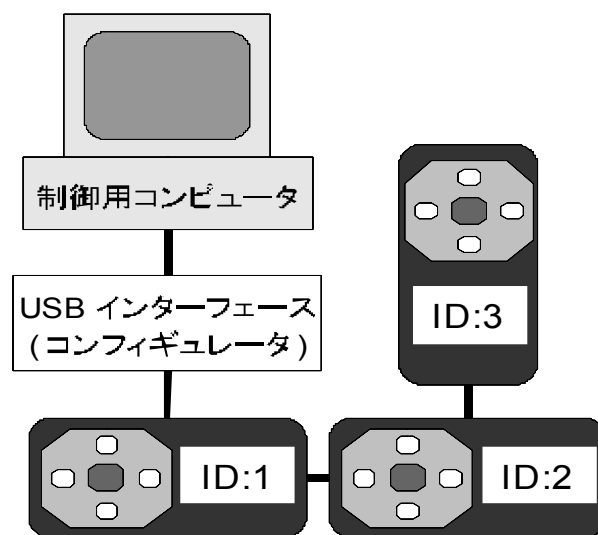


図1 シリアルサーボモータ接続図

3 開発したツールの解説

今回は、最初にベースとなる機能を持つcore.classを開発し、それを呼び出す形で、term.class, script.class, Rconsole.class, mps2sv.classという4つのアプリケーションを開発した。その構成を図2に示す。

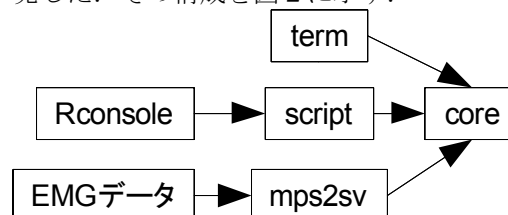


図2 クラスの構成図

3.1 core.class

シリアルポートを初期化し、コマンドとデータの送受信を行うクラスである。Java Communication API仕様[3]に従って実装されたRXTXライブラリ[4]を使って、シリアル通信の初期設定を行い、その後、サーボモータとの送受信を行う。シリアルポートの接続パラメータは以下のように設定した。

ボーレート:38400bps データ長 :8bit
パリティ :なし ストップビット:1bit
フロー制御:なし

表1 コマンドの一覧表

| | |
|----------|--|
| 1.WRITE | サーボID 書き込みアドレス 設定値 |
| | サーボモータに設定値を書込む. その値は、即時反映される. |
| 2.REG | サーボID 書き込みアドレス 設定値 |
| | WRITE コマンドと同じくサーボモータに 設定値を書込むが、次のACTION コマンドを 受け取るまで待機させる. |
| 3.ACTION | サーボID |
| | REG コマンドで値を書込まれ、待機状態の サーボモータを実行状態にする. |
| 4.READ | サーボID 読み込みアドレス 設定値 |
| | サーボモータに設定値を読み込む. |
| 5.PING | サーボID |
| | サーボモータの存在を確認する. |
| 6.BYE | 引数なし |
| | このターミナルプログラムを終了する. |
| 7.WAIT | 停止時間(ms) |
| | ms単位で時間を指定して待機状態となる. |
| 8.PAUSE | 引数なし |
| | Enterキーが入力されるまで待機状態となる. |
| 9.ECHO | メッセージ文字列 |
| | 引数の文字列を表示する. |

また、サーボモータで制御に使用する 49 個のアドレスが準備されているが、それらは、以下のように異なった性質のものが混在している。

- アドレスのデータ幅は、1 または 2 byte.
- 読み書き可能アドレスと読み出し専用アドレスが混在する.
- データ範囲が限定されている.

これらを、テーブル形式のデータにまとめて定義し、必要に応じて、このテーブルを参照しながら、必要なアドレスへの読み書きを行う仕様とした。このテーブルを参照した際に該当するアドレスがなかったり、条件を満たさないデータ(データ範囲を超えるもの、読み出し専用アドレスへの書き込み)を指定された場合は、エラー処理を行った。

3.2 term.class

ターミナルとして、CUI 形式の対話的インターフェイスを提供し、ID を指定することで1 個 1 個のコマンドを個々のサーボモータに送ることができる。これにより、個々のサーボモータに値を設定したり、動作確認を行うことができる。また、逆に、個々のサーボモータの設定値を読み出すことで、状態の確認をすることができる。現在、表 1 の 1~6 までのコマンドを実装しており、必要に応じて、拡張が可能である。

3.3 script.class

一連のコマンドをテキストファイルに記述しておき、それを読み込み、順次実行するためのプログラムである。複数のサーボモータを連続して動かし、一連の動作確認を行うために利用する。

基本的には、term.class と共通のコマンドを実行可能で、これに表 1 の 7.wait, 8.pause, 9.echo の 3 つのコマンドを追加した。

wait は、1ms 単位の待ち時間を与えるもので、それぞれのサーボの動作タイミングの調整を行うことが可能となる。pause は、Enter キーが入力されるまで、待機状態となる。また、echo は、引数の文字列を表示するものである。

これらは単純なコマンドではあるが、上手に組み合わせることで、ステップ実行などのマイコンのデバッグに近い操作を行うことが可能となる。

3.4 Rconsole.class

前述の script で作成したコマンドは、原始的なコードだけで構成されており、これらの機能だけで、プログラミングを行うと、次のような問題がある。

- 毎回、サーボモータの角度を整数値に変換する必要がある。
- 制御構造がなく、変数も使えない。

そこで、動的プログラミング言語 Ruby[5]を使って、必要なコマンド群を生成する方法を検討した。

まず、Ruby で、サーボモータの機能をまとめたクラスを定義し、そのクラスを実体化してから、個々の機能呼び出すと、それに対応するサーボモータのコマンドを出力するスクリプトを作成した。また、整数値から角度、角度から整数値への変換ルーチンも作成した。また、安全のため、このルーチンには、設定角度が、動作範囲を超える場合は、エラーメッセージを表示して停止するようにした。このクラスを呼び出して、必要なメソッドを呼び出すことで、サーボモータを操作するための一連のコマンド列を出力できる。また、ruby が持つ for, while, each など制御構造や条件分岐を行うための if 文などを利用できる。

図 3 は、ruby を使った制御プログラムの一例である。これは肘と肩のサーボモータを定義し、水平状態から 90° まで、10° ずつ動かすためのコードである。このコードから、Rconsole.class という変換プログラムを使って出力された結果が、図 4 のサーボモータ用のコマンド群である。この出力されたコードは、前述の script.class によって、実行が可能である。このように、可読性の高いコードから、制御用のコードを生成することが可能となった。

3.5 mps2sv.class

今回、試作したシステムは、将来的に節電義手への応用を考えている。

そこで、模擬的に作成した筋電位のデータに同

期して、サーボモータを駆動するためのアプリケーションを試作した。3000Hz でサンプリングした屈筋と伸筋の筋電位パルスを1対として時系列に保存した模擬データ(図5)を用意し、以下の処理方法でサーボモータを制御した。

- 1) 50ms 分の屈筋と伸筋の筋電位パルスを読み込み、それぞれのパルス数をカウントする。
- 2) 屈筋と伸筋のパルス数の比較を行い、その差分値を求める。
- 3) もし、屈筋側のパルス数が多ければ、この差分値に比例した出力を、サーボモータを屈曲方向に動かす命令を送出する。
- 4) もし、伸筋側のパルス数が多ければ、この差分値に比例した出力を、サーボモータを伸展方向に動かす命令を送出する。
- 5) 差分値が0であれば、何もしない。

このプログラムを用いて、実際のサーボモータに信号を送出し制御を行ったところ、定期的に出される信号に同期して動くことを確認した。

4 まとめ

シリアルサーボモータの評価とテストを行うために、ターミナル形式で対話的に個々のコマンドを実行できる Java アプリケーションを開発した。また、これらの一連のコマンドをまとめてテキスト形式で記述しておき、逐次実行できる Java アプリケーションも開発した。さらに、スクリプト言語の ruby を利用して、複雑な動作をプログラムできるようにクラス定義を行い、この ruby スクリプトから、サーボのコマンドに変換するツールを作成した。

これらを利用することで、基本的なサーボモータの動作確認、動作範囲の設定、動作タイミングの調整などにつかえることを確認した。さらに、筋電義手の制御への応用を考え、模擬的な筋電位のデータに同期して、実際のサーボモータを動かせることを確認した。

まだ、機能的に不足している部分があるので、基本コマンドを充実させ、ruby のクラス定義の拡張することで、より使いやすい環境になるように改良を続けていきたい。

参考文献

- [1]Dynamixel AX-12+ マニュアル
<http://www.besttechnology.co.jp/download/INETPDF/BTX030%20AX-12.pdf>
- [2]Dynamixel コンフィギュレータ
<http://www.besttechnology.co.jp/download/INETPDF/BTE068%20DXConfC.pdf>
- [3]Java/Communications API ライブラリ
<http://java.sun.com/products/javacomm/>
- [4]RXTX : serial and parallel I/O libraries supporting Sun's CommAPI
<http://www.rxtx.org/>

[5]動的プログラミング言語 Ruby
<http://www.ruby-lang.org/>

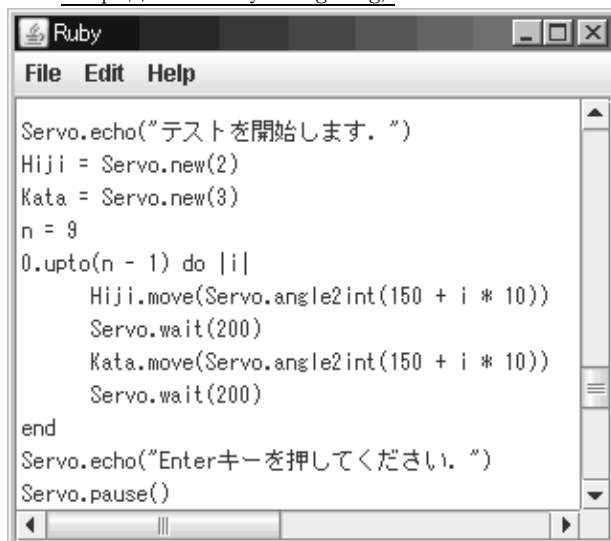


図3 rubyによる制御プログラム

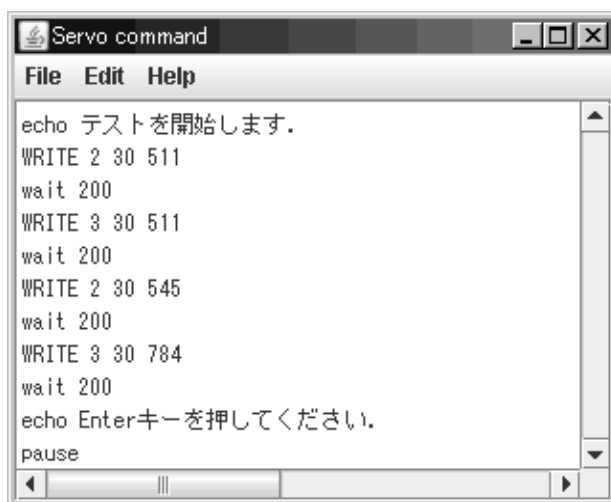


図4 サーボモータコマンドへの変換結果

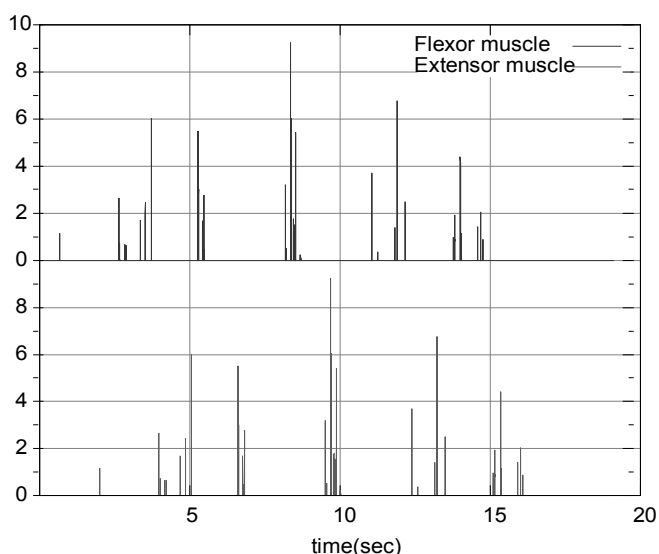


図5 筋電の擬似パルス信号 上段:屈筋,下段:伸筋

外 部 発 表

誌上発表

1. Effects of Alloying Elements on Characteristics of Anodic Oxidized Coatings in Various Mg-Al-Zn series Alloys

(Materials Transactions 49 巻 5 号 2008 年 5 月)

日野実、村上浩二、西條充司*、金谷輝人**

(*堀金属表面処理工業(株)、**岡山理科大学)

マグネシウム合金に対してりん酸塩をベースとした環境調和型陽極酸化処理を行い、得られる皮膜およびその耐食性に及ぼす合金化元素の影響を検討した。その結果、陽極酸化皮膜へのアルミニウム添加量の影響は軽微であり、耐食性は、アルミニウム合金量の低い AZ10 合金が劣っており、AZ61 合金を除きアルミニウム合金量が増加するにつれ、耐食性が向上することがわかった。なお、腐食試験より、アルミニウム合金量によって酸化皮膜の防食機構が異なることが示唆された。

2. Analysis of Pigment Compositions in Various Monascus Cultures

(Food Science and Technology Research 14 巻 2 号 2008 年 5 月)

三宅剛史、河野勇人、野崎信行、産本弘之

紅麹菌が生産する色素はアザフィロン系の色素を含む混合物である。紅麹色素中でこれまでに同定されている 11 の化合物について同時分析を行ったところ、これらの成分組成には菌株や培養条件などの違いによる大きな多様性があることが判った。例えば *M. pilosus* NBRC4520 株をポテトデキストロース培養したときに培養液中に生産される色素の主成分はキサントモナシン A とモナスコルブリンであった。また、細胞のエタノール抽出液はより多くのモナシンやアンカフラビンを含んでいること、窒素源の種類が生産される色素成分の組成に影響を及ぼすことが明らかになった。さらに *M. pilosus* NBRC4520 株から分離したロバスタチンと色素を高生産する変異株 MK-1 は大量のルプロパンクタミン、モナスコルブラミン、モナシン、イエロー II を生産することが明らかになった。

3. Mechanism of Corrosion Protection of Anodized Magnesium Alloys.

(Materials Transactions 49 巻 5 号 2008 年 5 月)

村上浩二、日野実、仲井清眞*、小林千悟*、西條充司**、金谷輝人***

(*愛媛大学、**堀金属表面処理工業、***岡山理科大学)

高純度マグネシウム・ASTM AZ31B, AZ91D マグネシウム合金の陽極酸化処理に関し、皮膜の生成ならびに防食性の発現機構について、電気化学特性評価ならびに電子顕微鏡観察を用いて議論し

た。陽極酸化処理を行うことで、全ての合金において浸漬電位が卑側へ移行するとともに、塩水噴霧試験では陽極酸化皮膜を除去したキズ部においても腐食生成物が顕著に観察されなかったことから、陽極酸化皮膜が犠牲防食機能を有することが判明した。また、キズ部には酸素・マグネシウム・アルミニウム・りんからなる皮膜が再生するため、優れた防食作用が得られることを示した。

4. モード励振法を用いたアクティブ遮音制御に関する研究

—パワーモードによる制御メカニズムの解明および実験による検証—

(日本機械学会論文集 C 編 74 巻 741 号 2008 年 5 月)

眞田明、田中信雄*

(*首都大学東京)

近年、軽い構造によって遮音性能を得るため、能動制御を用いて透過音を制御する研究が行われている。我々はこれまでに、(1,3) モードを励振することで遮音性能を向上させる方法について提案し、計算と実験から低周波数で大きな効果が得られることを示した。本研究では、音響パワーモードの観点から制御効果を検証し、詳細な制御メカニズムを明らかにする。これによって能動遮音制御における加振方法の重要性と本手法の有効性を示す。

5. Laser Joining of Different Materials Using Insert Material

(Smart Processing Technology 2 巻 2008 年 6 月)

水戸岡豊、日野実、永田員也、浦上和人*、藤田和也*、高田潤**

(*早川ゴム(株)、**岡山大学)

軽量化を目的としたプラスチックの適用が進み、プラスチック接合技術が重要となっている。近年、生産性の高いレーザ溶着法が注目され、一部実用化されているが、接合領域が狭い、接合条件が厳しいおよび被接合剤が制限される(透過+非透過で同種のプラスチック同士)等の問題がある。本研究では、インサート材を用いることで、上記問題の解決を図るとともに、被接合材に応じたインサート材調節を行うことで、従来の溶着法では困難であった異種材料接合の実現を試みた。本報告では、インサート材を用いた本接合法と従来技術の比較、相溶性・極性を利用したプラスチック-金属接合について紹介する。

6. Deformation of Lead-Free Tin Plating and Growth of Whiskers.

(Smart Processing Technology 2 巻 2008 年 6 月)

村上浩二、日野実、高見沢政男*、仲井清眞**

(*オーエム産業(株)、**愛媛大学)

銅基板上のすずめっき皮膜に見られるひげ結晶（ウヰスカ）について、X線回折法による相同定・残留応力測定を行うとともに、走査・透過電子顕微鏡観察を用いて、その発生機構を調査した。基板とめっき皮膜との界面には、不均一な形態の銅・すず金属化合物が形成され、それに伴って残留応力が増加するとともに、小塊（ノジュール）の発生・ウヰスカの成長が起こる。すずめっき皮膜の変形によって導入される転位ならびに回復・再結晶過程の解析から、金属間化合物の発生によって生じた不均一なひずみの一部は消滅するが、残留成分によってエネルギー勾配が生じ、すずの物質移動が起こる結果、ウヰスカが成長することが示唆された。

7. インサート材を用いたプラスチック-金属接合における金属表面の影響

（レーザ加工学会誌 15号3号 2008年7月）

水戸岡豊、日野実、浦上和人*

(*早川ゴム(株))

軽量化を目的としたプラスチックの適用が進み、プラスチック接合技術が重要となっている。これまで、インサート材を用いたレーザ接合技術を提案し、被接合材間の物性差を緩和するようなインサート材を設計することで、異種材料接合が可能となることを示した。本研究では、インサート材を用いたプラスチック-金属接合に接合性に対する金属表面の影響を調査し、その内容について報告した。

8. りん酸塩電解液を用いた陽極酸化処理による AZ91D マグネシウム合金への防食性付与

（軽金属 58巻8号 2008年8月）

村上浩二、日野実、平松実、仲井清眞*、小林千悟*、西條充司**、金谷輝人***

(*愛媛大学、**堀金属表面処理工業(株)、***岡山理科大学)

マグネシウム合金の陽極酸化処理に関し、皮膜の生成ならびに防食性の発現機構について、電気化学特性評価ならびに電子顕微鏡観察を用いて議論した。陽極酸化皮膜は、非晶質のマトリクスと、数百nmの酸化マグネシウム・スピネルの微結晶からなり、この皮膜は基板に対して犠牲防食機能を有することが判明した。皮膜の形成機構としては、電解液中の火花放電による熔融・蒸発に続いて、電解液自体による急冷で非晶質の皮膜が形成されると考えられ、この過程を酸化マグネシウム-酸化アルミニウムの2元系状態図によって説明した。

9. 硬質表面からのトリオレインの除去における無機塩の界面での役割

（日本防菌防黴学会誌 36巻8号 2008年8月）

浦野博水、福崎智司

ステンレス鋼およびポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 表面からのトリオレインの除去に及ぼす塩化ナトリウムと水酸化ナトリウムの影響について、pH3~12 の範囲で、界面張力の側面から研究した。イオン交換水を用いた水洗浄後、ほぼ同量のトリオレイン分子がステンレス鋼と PTFE 表面に残存した。親水性であるステンレス鋼表面のトリオレインの残存量は、イオン交換水に NaCl と NaOH を添加することにより著しく減少した。一方、疎水性の PTFE 表面では、残存量に顕著な変化は起きなかった。トリオレイン-洗浄液界面の界面張力 (γ_{ow}) は、NaCl と NaOH の併用によって 24.6mN/m から 8.0mN/m に低下することが見出された。NaCl と NaOH の共働効果は、洗浄液中でのステンレス鋼に対するトリオレイン滴の接触角 (θ) をも大きくしたが、トリオレインと PTFE の θ には影響を及ぼさなかった。トリオレインの残存量は、Young-Dupre の式から算出したステンレス鋼-洗浄液界面での脱着に要する疑似仕事量と相関していた。以上の結果は、NaCl と NaOH の洗浄力は、界面活性作用に起因することを明らかにしている。

10. 超精密切削技術を用いた小型 ODV 用ミラーの開発

(精密工学会誌 74 巻 8 号 2008 年 8 月)

勝田智宣、横溝精一、宇野義幸*、竹家章仁**、瀧口純一**、橋詰匠***

(*岡山大学、**三菱電機(株)、***早稲田大学)

広視野光学系の ODV は 2 枚の鏡とレンズによって、前方 180° 以上の視野を持ち、画像歪みが小さいという特徴を有している。これを小型化できれば、医療や工業分野への応用が可能である。そこで被削材をアルミニウムとして、加工条痕が反射特性に与える影響や薄肉部の鏡面切削やミラーの保持方法を検討し、小型 ODV 用ミラーの作製に成功した。

11. すずおよびすず-鉛めっき皮膜におけるウイスカ発生・抑制機構

(日本金属学会誌 72 巻 9 号 2008 年 9 月)

村上浩二、岡野雅子、日野実、高見沢政男*、仲井清真**

(*オーエム産業(株)、**愛媛大学)

銅基板上のすずおよびすず-鉛めっき皮膜に見られるひげ結晶 (ウイスカ) について、その発生・成長・抑制機構を調査した。めっき皮膜中の鉛は、外部応力もしくは銅-すず化合物の発生による内部応力に対して、高ひずみ領域から低ひずみ領域へと拡散するとともに、めっき皮膜表面の酸化皮膜を脆弱にする。これにより、小塊 (ノジュール) の発生が促進され、ウイスカの成長が抑制されることが判明した。また、ウイスカ周辺の微細組織を三次元的に可視化するとともに、銅-すず化合物周辺のひずみ分布を二次元的に可視化することで、めっき皮膜内の不均一性がすずの拡散とウイスカ形成に影響することを示した。

12. 各種アルミニウム合金上への無電解 Ni-P めっき皮膜の密着性に及ぼすジンケート処理の効果

(軽金属 第 58 巻 10 号 2008 年 10 月)

日野実、村上浩二、水戸岡豊、村岡賢、古川亮介*、金谷輝人*

(*岡山理科大学)

各種アルミニウム合金上への無電解 Ni-P めっき皮膜の密着性に及ぼすジンケート処理の効果について検討した。その結果、1 回ジンケート処理+5%硝酸浸漬後に残存する金属状態の亜鉛はアルミニウムとの拡散によって生じると推測した。この極表面の Al-Zn 合金層が、表面に生成する酸化皮膜を均一にするとともに脆弱化し、不動態化を抑制することによって 2 回ジンケート処理では、この脆弱な酸化皮膜が均一に溶解し、次いで起こるアルミニウムと亜鉛の置換反応も瞬時に終了するため、薄く均一な亜鉛皮膜が形成されると推測した。

13. すずめっき皮膜/銅基板界面の微視的不均一性評価

(表面技術 59 巻 12 号 2008 年 12 月)

村上浩二、宮本吾郎*、岡野雅子、日野実、高見沢政男**、仲井清眞***

(*東北大学)、**(株)オーエム産業(株)、***愛媛大)

銅基板上のすずめっき皮膜から発生するひげ状結晶(ウイスカ)について、その発生・成長機構を、めっき皮膜と基板との協会に形成される金属間化合物(Cu₆Sn₅)の不均一性に注目して議論した。不均一性の評価には、マイクロトーム加工と集束イオン線観察による三次元可視化、ならびに結晶方位解析による変形測定を用い、金属間化合物の不均一生成に伴う平均一変形が、ウイスカならびにその根元結晶粒の成長に与える影響について述べた。

14. Sn めっき皮膜中の Pb の表面移動とウイスカ成長

(表面技術 59 巻 12 号 2008 年 12 月)

日野実、村上浩二、水戸岡豊、高見沢政男*、仲俊秀*、仲井清眞**

(*オーエム産業(株)、**愛媛大学)

Sn、Sn-Pb 単層および Sn/Sb-Pb、Sn-Pb/sn 二層めっきを用い、Pb の挙動を明かにすると共に、ウイスカ成長に対する Pb の抑制メカニズムを調べた。その結果、Sn/Sn-Pb 二層めっきにおいて、皮膜と基板の界面に存在する Pb はめっき後、直ぐに Sn 皮膜中を最表面まで移動し、この最表面の Pb がウイスカ成長の抑制に寄与することが判明した。

15. Mechanism of Generation and Growth of Whiskers on Tin Electroplating.

(Materials Transactions 49 卷 12 号 2008 年 12 月)

村上浩二、日野実、高見沢政男*、仲井清眞**

(*オーエム産業(株)、**愛媛大学)

銅基板上のすずめっき皮膜から発生する針状結晶（ウィスカ）について，電子顕微鏡ならび X 線回析による調査を行い，その発生機構を述べた。ウィスカの発生状況は，めっき後数日で発生する金属間化合物（ Cu_6Sn_5 ）の不均一性ならびにめっき皮膜表面の酸化皮膜の不均一性によって変化し，不均一性が高い場合に，多数の長いウィスカが発生した。ウィスカの成長には，すずの移動が必要であり，これはめっき皮膜内に形成される残留応力勾配に起因する拡散が主要因であると考えられることから，ウィスカは低応力領域で発生し，ウィスカ根元結晶粒での原子空孔の消滅・生成の繰り返しによって，ウィスカが断続的に成長すると述べた。

16. ステンレス鋼表面へのリン酸イオンの吸着と洗浄性に及ぼす影響

(防菌防黴誌 36 卷 12 号 2008 年 12 月)

高橋和宏、福崎智司

ステンレス鋼粒子の洗浄性に及ぼすリン酸塩水溶液処理の影響を研究した。ステンレス鋼表面に対するリン酸イオンの吸着親和性は，静電的相互作用にしたがって，弱酸性領域で増加した。リン酸イオンは，ステンレス鋼粒子の塩基性表面水酸基に単座配位複合体を形成して結合していることが示唆された。0.1M NaOH溶液を用いた回分および連続洗浄の結果，リン酸塩処理粒子からのBSAの除去効率率は，リン酸塩未処理粒子よりも顕著に高いことが確認された。また，洗浄初期におけるBSAの脱着速度は，リン酸塩処理粒子の方が未処理粒子よりも2倍大きかった。以上の結果から，リン酸イオンの吸着によって，ステンレス鋼表面の塩基性水酸基へのBSAの吸着が妨げられた結果，BSAの吸着力が低下し，洗浄性が向上したと結論付けた。

17. Sn めっき皮膜へのレーザ溶融処理

(表面技術 60 卷 2 号 2009 年 2 月)

日野実、水戸岡豊、村上浩二、高見沢政男*、西村宣幸*

(*オーエム産業(株))

Sn めっきに対して半導体レーザによる皮膜の溶融処理を試み，その有用性を検討した。その結果，レーザ処理は，リフロー処理では実現できない急速加熱によって化合物層の組織制御を可能にするとともに，ウィスカ抑制，良好なはんだ濡れ性ならびに部分的な溶融が可能なプロセスとして有用性が示唆された。

18. すずめっき皮膜のウヰスカ発生・成長に対するレーザー照射の効果

(日本金属学会誌 73 卷 3 号 2009 年 3 月)

水戸岡豊、村上浩二、日野実、高見沢政男*、高田潤**

(*オーエム産業(株)、**岡山大学)

これまでの研究から、ウヰスカ発生・成長の抑制には、めっき後の早い段階で、めっき皮膜－基板界面を金属間化合物で覆うことが有効であると考えており、その手法としてめっき皮膜に対してレーザー照射を検討した。その結果、レーザー照射により、めっき皮膜－基板界面を金属間化合物で被覆でき、時間経過後もウヰスカは発生しなかった。

口頭発表

| № | 題 目 | 発 表 者 | 発 表 会 名 | 年 月 日 |
|---|--|--|---|-------------------|
| 1 | High-Impact Property of Polyketon/ Polyamide-6 Alloys investigated by TEM, SAXS, DSC, Raman, and Solid-State NER | ○浅野 敦志 ¹ 西岡麻依子 ² 加藤 淳 ² 高橋 洋平 ² 澤部 壽宏 ² 荒尾 正純 ² 佐藤 成男 ² 佐藤 秀紀 ² 和泉 俊弘 ² ドロズドバ オルガ ² 石川 大輔 ² 長谷川利則 ² 岡村 健生 ² 永田 員也 ³ 日笠 茂樹 岩蔭 仁 | THE 235th ACS National Meeting (2008) | H20. 4. 9 |
| 2 | すず系めっき皮膜におけるウイスカ発生・成 長・抑制機構 | ○村上 浩二 日野 実 高見沢政男 ³ | ナノプレーティング研究会 第 25 回例会 | H20. 4.16 |
| 3 | Growth and its Mechanism of Whiskers from Tin Electroplating on Copper | ○村上 浩二 日野 実 高見沢政男 ³ 仲井 清真 ⁴ | 2nd International Symposium on Tin Whiskers | H20. 4.24 ～ 25 |
| 4 | 環境対応によるマグネシウム合金の陽極酸化 処理 | ○日野 実 村上 浩二 西條 充司 ⁵ 仲井 清真 ⁴ 金谷 輝人 ⁶ | 軽金属学会第 114 大会 | H20. 5.10 |
| 5 | 陽極酸化処理した AZ 系マグネシウム合金の 防食性 | ○引野 修次 ⁶ 日野 実 村上 浩二 西條 充司 ⁵ 金谷 輝人 ⁶ | 軽金属学会第 114 大会 | H20. 5.10 ～ 11 |
| 6 | AZ 系マグネシウム合金への陽極酸化処理に よる微細組織変化 | ○村上 浩二 日野 実 引野 修次 ⁶ 金谷 輝人 ⁶ 西條 充司 ⁵ | 軽金属学会第 114 大会 | H20. 5.10 ～ 11 |
| 7 | Common-Mode Radiation of Combined Boards Deduced from the Common-Mode Antenna Model | ○鳥越 誠 ⁷ 貞利 章文 ⁷ 渡辺 哲史 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 五百旗部健吾 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ 和田 修己 ⁸ | The 3rd Pan-Pacific EMC Joint Meeting | H20. 5.15 |
| 8 | A Model of Signal Propagation along a Microstrip Line Crossing over a Slit in Ground Plane for Waveform Simulation | ○石田 慎子 ⁷ 松嶋 徹 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 渡辺 哲史 ⁷ 五百旗部健吾 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ | The 3rd Pan-Pacific EMC Joint Meeting | H20. 5.16 |

| | | | | |
|----|---|--|---|-------------------|
| 9 | Machining Method of Small Optical Mirror for Medical ODV Using Ultraprecision Lathe | ○勝田 智宣 横溝 精一 ⁷ 宇野 義幸 ⁹ 竹家 章仁 ⁹ 瀧口 純一 ⁹ 橋詰 匠 ¹⁰ | European Society for Precision Engineering and Nanotechnology 10th Anniversary International Conference | H20. 5.18 ～ 20 |
| 10 | The Development of Trial Manufacturing Process for Co-Cr Alloy Stent with YAG Laser | ○窪田真一郎 横溝 精一 浅原 美則 ¹¹ 岸本 卓 ¹¹ 山下 修蔵 ¹¹ | European Society for Precision Engineering and Nanotechnology 10th Anniversary International Conference | H20. 5.21 |
| 11 | 3-component デザイン人工足関節の開発と検証 | ○山本慶太郎 ¹² 勝呂 徹 ¹³ 中村 卓司 ¹³ 宮崎 芳安 ¹³ 高亀 克典 ¹³ 窪田 綾子 ¹³ 永山 則之 ¹² 蔵本 孝一 ¹² | 第 81 回日本整形外科学会 学術総会 | H20. 5.23 |
| 12 | マグネシウム合金ダイキャストと展伸材の摩擦 攪拌接合 | ○森重 大樹 ¹⁴ 辻川 正人 ¹⁴ 東 健司 ¹⁴ 高杉 隆幸 ¹⁴ 日野 実 | 日本鑄造学会 152 回全国講 演会 | H20. 5.24 |
| 13 | 摩擦攪拌による鑄造マグネシウム合金の組織 変化 | ○森重 大樹 ¹⁴ 辻川 正人 ¹⁴ 東 健司 ¹⁴ 日野 実 平田 智丈 ¹⁵ | 日本鑄造学会 152 回全国講 演会 | H20. 5.24 |
| 14 | Al/Mg 異種金属接合における FSW 条件の影響 | ○川口 敦士 ¹⁴ 森重 大樹 ¹⁴ 辻川 正人 ¹⁴ 東 健司 ¹⁴ 日野 実 平田 智丈 ¹⁵ | 日本鑄造学会 152 回全国講 演会 | H20. 5.24 |
| 15 | Zr 基バルク金属ガラスのレーザによる結晶化 | ○行友 良平 ¹⁴ 辻川 正人 ¹⁴ 日野 実 木村 久道 ¹⁶ 井上 明久 ¹⁶ | 日本鑄造学会 152 回全国講 演会 | H20. 5.24 |
| 16 | すずめっき部材に対するレーザリフロー処理 の検討 | ○水戸岡 豊 日野 実 高見沢政男 ³ 高田 潤 ⁷ | 第 70 回レーザ加工学会 | H20. 5.27 |
| 17 | 半導体レーザによるアルミニウム-樹脂異材 接合 | ○日野 実 水戸岡 豊 村上 浩二 | 第 70 回レーザ加工学会 | H20. 5.27 |
| 18 | インサート材を用いたレーザ接合技術の開発 | ○水戸岡 豊 日野 実 浦上 和人 ¹⁷ 高田 潤 ⁷ | 第 70 回レーザ加工学会 | H20. 5.27 |

| | | | | |
|----|----------------------------------|---|------------------------|-----------|
| 19 | ポリケトン/ポリアミドポリマーアロイの高次構造とダイナミクス解析 | ○西岡麻依子 ² 高橋 洋平 ² 澤部 壽宏 ² 北野 律子 ² 迎 光男 ² 佐藤 秀紀 ² 加藤 淳 ² 永田 員也 ³ 日笠 茂樹 岩路 仁 浅野 淳志 ¹ | 第 57 回高分子学会年次大会 (2008) | H20. 5.28 |
| 20 | ポリケトン/ポリアミドポリマーアロイの相分離構造 | ○加藤 淳 ² 須田 敬也 ² 磯田 綾乃 ² 島貫 純一 ² 西岡麻依子 ² 高橋 洋平 ² 長谷川利則 ² 和泉 俊弘 ² ドロズドバ オルガ ² 永田 員也 ³ 日笠 茂樹 岩路 仁 浅野 敦志 ¹ | 第 57 回高分子学会年次大会(2008) | H20. 5.28 |
| 21 | ポリケトン/ポリアミドポリマーアロイのマイクロ相分離構造-2 | ○長谷川利則 ² 加藤 淳 ² 西岡麻依子 ² 佐藤 秀紀 ² 高橋 洋平 ² 澤部 壽宏 ² ドロズドバ オルガ ² 石川 大輔 ² 和泉 俊弘 ² 永田 員也 ³ 日笠 茂樹 ³ 岩路 仁 浅野 敦志 ¹ | 第 57 回高分子学会年次大会(2008) | H20. 5.28 |
| 22 | ポリケトン/ポリアミドポリマーアロイにおけるナノ構造の評価 | ○高橋 洋平 ² 西岡麻依子 ² 澤部 壽宏 ² 荒尾 正純 ² 迎 光男 ² 佐藤 秀紀 ² 加藤 淳 ² 永田 員也 ³ 日笠 茂樹 岩路 仁 浅野 敦志 ¹ | 第 57 回高分子学会年次大会(2008) | H20. 5.28 |
| 23 | ポリケトン/ポリアミドポリマーアロイの機械的特性 | ○日笠 茂樹 岩路 仁 西岡麻依子 ² 加藤 淳 ² 澤部 壽宏 ² 高橋 洋平 ² 佐藤 秀紀 ² 浅野 敦志 ¹ 永田 員也 ³ | 第 57 回高分子学会年次大会 (2008) | H20. 5.28 |

| | | | | |
|----|---|---|---|-------------------|
| 24 | 姿勢保持機能を強化した車椅子用クッションの開発 | ○椋代 弘 原田 光章 ¹⁸ 舟木美砂子 ¹⁹ 稲員 健裕 ¹⁹ | 第 83 回日本医療機器学会 大会 | H20. 5.31 |
| 25 | すずならびにすず-鉛めっき皮膜におけるウィスカ発生・抑制機構 | ○村上 浩二 日野 実 高見沢政男 ³ | 平成 20 年度 第 1 回表面 物性研究会 | H20. 6. 6 |
| 26 | Design Rationale and Kinematic Postoperative Functional Assessment of Total Knee Arthroplasty Reproducing Anatomic Geometry | ○山本慶太郎 ¹² 勝呂 徹 ¹³ 中村 卓司 ¹³ 宮崎 芳安 ¹³ ScottoA.Banks ²⁰ 永山 則之 | 15th Congress of the European Rheumatism and Arthritis Surgical Society | H20. 6. 7 ～ 8 |
| 27 | Determination of Grounding Location for Guard Trace Reduce Common-mode Radiation | ○松嶋 徹 ⁷ 渡辺 哲史 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 五百旗部健吾 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ 和田 修己 ⁸ | International Conference on Electronics Packaging (ICEP)2008 | H20. 6.11 |
| 28 | Effects Zincate Treatment on Adhesion of Electroless Ni - P Coating onto Various Aluminum Alloys | ○日野 実 村上 浩二 水戸岡 豊 村岡 賢 金谷 輝人 ⁶ | INTERFINISH2008-17 th World Congress & Exposition | H20. 6.16 |
| 29 | Improvement of fatigue strength of Al-Zn alloys by Al-evaporation | ○金谷 輝人 ⁶ 西條 充司 ⁶ ²¹ 出村 健司 ²¹ 西田 典秀 村上 浩二 日野 実 | INTERFINISH2008-17 th World Congress & Exposition | H20. 6.16 |
| 30 | First-Principles Calculation on the Stable Structure and Adhesive Strength of Plated Ni/Fe (100) or Cu/Fe(100) Interfaces | ○中西 亮太 ²² 末岡 浩治 ²² 芝 世式 ²² 日野 実 村上 浩二 村岡 賢 | INTERFINISH2008-17 th World Congress & Exposition | H20. 6.17 |
| 31 | Inspection of Smooth Metallic Surface Using Complex Discrete Wavelet Transform | ○任 全卿 ²³ 章 忠 ²⁴ 三宅 哲夫 ²⁴ 藤原 久永 ²⁴ 今村 孝 ²⁴ | Third International Conference on Innovative Computing Information and Control(ICICIC2008) | H20. 6.19 |
| 32 | 炭製品の臭気ガス吸着試験 | ○常定 健 川端 浩二 前田 進悟 光石 一太 | 繊維製品消費科学会 2008 年年次大会 | H20. 6.21 ～ 22 |

| | | | | |
|----|---|--|---|-------------------|
| 33 | ポリケトン系ポリマーアロイの機械特性 | ○日笠 茂樹 岩路 仁 永田 員也 ³ 西岡麻依子 ² 加藤 淳 ² 澤部 壽宏 ² 高橋 洋平 ² 佐藤 秀紀 ² 浅野 敦志 ² | 第46回日本接着学会年次大会 | H20. 6.26 |
| 34 | ロードマップを活用した実用化研究の生産性向上マネジメント | ○上野 覚 | 産学官連携学会第6回大会 | H20. 6.26 ～ 27 |
| 35 | Effect of MWCNT on Molecular Mobility of EPDM Investigated by Pulsed NMR | ○浦部 匡史 岩路 仁 永田 員也 ³ 犬飼 茂樹 ²⁵ 植木 宏之 ²⁵ 曲尾 章 ²⁵ 野口 徹 ²⁵ 遠藤 守信 ²⁶ | Carbon 2008 | H20. 7.16 |
| 36 | Thermal and Mechanical Properties of CNT/Natural Rubber Composites | ○佐野 治之 ²⁷ 小森 佳彦 ²⁷ 村岡 清繁 ²⁷ 溝口 哲朗 ²⁷ 岩路 仁 浦部 匡史 永田 員也 ³ 植木 弘之 ²⁵ 曲尾 章 ²⁵ 野口 徹 ²⁵ 遠藤 守信 ²⁶ | Carbon2008 | H20. 7.16 |
| 37 | コモンモードアンテナモデルによるコネクタ接続されたプリント回路基板からの放射電磁波予測(その2)～インダクタンスの考慮によるコネクタ部モデルの改良～ | ○若槻 友里 ⁷ 鳥越 誠 ⁷ 渡辺 哲史 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 五百旗部健吾 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ | 電子情報通信学会 環境電磁工学研究会 | H20. 7.17 |
| 38 | POROUS GRAPHITE OXIDE CONTAINING NANOPARTICLES | ○後藤 和馬 ⁷ 森重 國光 ⁶ 川端 浩二 ⁷ 河田 卓也 ⁷ 石田 祐之 ⁷ | ポストコンファレンス Carbon 2008 in Kyoto | H20. 7.19 |
| 39 | Experimental Validation of Imbalance Difference Model to Estimate Common-Mode Excitation in PCBs | ○豊田 啓孝 ⁷ 松嶋 徹 ⁷ 五百旗部健吾 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ 渡辺 哲史 | 2008IEEE International Symposium on Electromagnetic Compatibility | H20. 8.18 ～ 22 |
| 40 | Prediction of the Common-mode Radiated Emission from the Board to Board Interconnection through Common-mode Antenna Model | ○鳥越 誠 ⁷ 貞利 章文 ⁷ 渡辺 哲史 ⁷ 五百旗部健吾 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ 和田 修己 ⁸ | 2008IEEE International Symposium on Electromagnetic Compatibility | H20. 8.18 ～ 22 |

| | | | | |
|----|---|---|---|-------------------|
| 41 | 無通風箱培養法による麹菌の酵素生産特性 | ○河瀬 朋華 ²⁸ 三宅 剛史 産本 弘之 ²⁹ 武部 英日 ²⁹ 五味 勝也 ¹⁶ 狩山 昌弘 ²⁸ | 第 60 回日本生物工学会 | H20. 8.27 ～ 29 |
| 42 | 多層型吸音材料の吸音特性予測 | ○川野 道則 光石 一太 真田 明 下山 力生 | 第 17 回繊維連合研究発表 会 | H20. 8.28 ～ 29 |
| 43 | インジゴ染色加工を利用した繊維への金属担 持技術 | ○國藤 勝士 前田 進悟 | 第 48 回染色化学討論会 | H20. 8.28 ～ 29 |
| 44 | 石灰を使用した無機汚泥リサイクル技術 | ○川端 浩二 藤井 英司 村岡 賢 | 第 3 回 夢の融合 産・学 ・官研究マッチング ～中国四国エリアのセラミ ックス技術～ | H20. 8.29 |
| 45 | 超臨界流体による電解質膜へのフラーレンの 注入 | ○前田 進悟 | 化学工学会 第 40 回秋季 大会 | H20. 9.24 |
| 46 | すずめっき皮膜からのウイスカ発生における 物質移動・エネルギー変化・ひずみの関係 | ○村上 浩二 日野 実 宮本 吾郎 ¹⁶ 高見沢政男 ³ | 表面技術協会 第 118 回講 演大会 | H20. 9. 1 ～ 3 |
| 47 | Sn めっき皮膜中での Pb の物質移動とウイス カ成長 | ○日野 実 村上 浩二 水戸岡 豊 ³ 仲 俊秀 ³ 高見沢政男 ³ 仲井 清真 ⁴ | 表面技術協会 第 118 回講 演大会 | H20. 9. 1 |
| 48 | A7075 基盤上に作製した DLC/Ni-P 複合処理 皮膜の密着性 | ○國次 真輔 日野 実 野村 博郎 ³⁰ | 表面技術協会第 118 回講演 大会 | H20. 9. 1 |
| 49 | Java による両耳分離聴検査ソフトの開発 | ○三輪 昭生 福田章一郎 ³¹ | 日本人間工学会聴覚コミュ ニケーション部会 第 3 回 聴覚コミュニケーション研 究会 | H20. 9. 6 |
| 50 | すずめっき皮膜におけるウイスカ発生機構 | ○村上 浩二 日野 実 高見沢政男 ³ | SURTECH2008 | H20. 9.10 ～ 12 |
| 51 | トリオレインの除去に及ぼす無機塩の影響 | ○浦野 博水 福崎 智司 | 日本防菌防黴学会 第 35 回年次大会 | H20. 9.11 ～ 12 |
| 52 | チタン表面への人血清アルブミンの吸・脱着 に及ぼす p H の影響 | ○高橋 和宏 福崎 智司 | 日本防菌防黴学会 第 35 回年次大会 | H20. 9.11 ～ 12 |
| 53 | 次亜塩素酸ナトリウムの洗浄効果に及ぼす温 度の影響 | ○福崎 智司 ³² 山田 貞子 ²² 高木 明彦 | 日本防菌防黴学会 第 35 回年次大会 | H20. 9.11 ～ 12 |
| 54 | 擦式アルコール製剤の細菌付着に与える影 響 | ○山本 恭子 ³³ 岩沢 篤郎 ³⁴ 浦野 博水 福崎 智司 | 日本防菌防黴学会 第 35 回年次大会 | H20. 9.11 ～ 12 |

| | | | | |
|----|---|--|--|-------------------|
| 55 | アルミナに吸着したタンパク質汚れのアルカリ洗浄に及ぼす酸素系酸化剤の効果 | ○竹原 淳彦 福崎 智司 | 日本防菌防黴学会第35回 年次大会 | H20. 9.11 ～ 12 |
| 56 | Investigation of Excitation Methods in Active Control of Sound Transmission through a Thin Planar Structure | ○真田 明 田中 信雄 ³⁵ | The 9th International Conference on Motion and Vibration Control | H20. 9.15 ～ 18 |
| 57 | 電子ビーム照射が純チタンの微細組織に与える影響 | ○勝田 智宣 宇野 義幸 ⁷ 村上 浩二 | 2008 年度精密工学会秋季 大会 | H20. 9.17 |
| 58 | 酸化チタン含有 Zn-Ni 系合金めっき被膜の耐食性評価 | ○村岡 賢 日野 実 | 第 55 回材料と環境討論会 | H20. 9.17 |
| 59 | マイクロ化学プロセスによるヒドロキシアパタイトナノ粒子の調製 | ○藤井 英司 川端 浩二 ³⁶ 中崎 義晃 ³⁶ 谷澤 祐二 ³⁶ 松本 章裕 ⁷ 早川 聡 ⁷ 尾坂 明義 ⁷ | 日本セラミックス協会 第 21 回秋季シンポジウム | H20. 9.18 |
| 60 | 化学修飾シリカゲルの調製とその水蒸気吸着特性 | ○川端 浩二 藤井 英司 村岡 賢 | 日本セラミックス協会 第 21 回秋季シンポジウム | H20. 9.18 |
| 61 | Effect of Specimen Thickness on Aging and Fatigue Strength of Al-Zn Alloys. | ○金谷 輝人 ⁶ 中川 恵友 ⁶ 村上 浩二 日野 実 | 11th International Conference on Aluminum Alloys | H20. 9.22 ～ 25 |
| 62 | Effects of Alloying Elements on Zincate Treatment of Aluminum Alloys. | ○村上 浩二 日野 実 金谷 輝人 ⁶ 長村 光造 ³⁷ | 11th International Conference on Aluminum Alloys. | H20. 9.22 ～ 26 |
| 63 | Laser Joining of Different Materials between Aluminum and Plastic Using Insert Materials | ○日野 実 水戸岡 豊 村上 浩二 永田 員也 ³ 金谷 輝人 ⁶ 高田 潤 ⁷ | 11th International Conference on Aluminum Alloys | H20. 9.22 ～ 26 |
| 64 | 疑似鋭敏ステンレス鋼表面とタンパク質汚れの相互作用 | ○福崎 智司 高橋 和宏 | 日本鉄鋼協会第 156 回秋季 講演大会 | H20. 9.23 ～ 25 |
| 65 | AZ 系マグネシウム合金の微細組織に及ぼす陽極電解処理の影響 | ○日野 実 村上 浩二 西條 充司 ⁵ 金谷 輝人 ⁶ | 日本金属学会第 143 回秋期 大会 | H20. 9.23 |
| 66 | すずめっき皮膜に対するレーザー照射の検討 | ○水戸岡 豊 日野 実 村上 浩二 高見沢政男 ³ 高田 潤 ⁷ | 日本金属学会 2008 年秋期 (第 143 回) 大会 | H20. 9.23 ～ 25 |

| | | | | |
|----|--|---|--|-------------------|
| 67 | ポリケトン／ポリアミド系ポリマーアロイの機械的特性と相構造 | ○日笠 茂樹 岩路 仁 永田 員也 ³ 西岡麻依子 ² 加藤 淳 ² 澤部 壽宏 ² 高橋 洋平 ² 佐藤 秀紀 ² 浅野 敦志 ² | 第 57 回高分子討論会 | H20. 9.24 |
| 68 | ポリケトン/ポリアミドポリマーアロイの特異な相分離構造と機械特性 | ○加藤 淳 ² 西岡麻依子 ² 高橋 洋平 ² 須田 敬也 ² 澤部 壽宏 ² 浅野 敦志 ¹ 日笠 茂樹 岩路 仁 | 第 57 回高分子討論会 | H20. 9.24 |
| 69 | ポリケトン／ポリアミドポリマーアロイの相分離構造の分析(3) | ○長谷川利則 ² 加藤 淳 ² 西岡麻依子 ² 高橋 洋平 ² 澤部 壽宏 ² 石川 大輔 ² 北野 律子 ² 浅野 敦志 ¹ 日笠 茂樹 岩路 仁 | 第 57 回高分子討論会 | H20. 9.24 |
| 70 | S n ウィスカー核生成・成長機構 | ○仲井 清眞 ⁴ 阪本 辰顕 ⁴ 辻 圭祐 ⁴ 小林 千悟 ⁴ 高見沢政男 ³ 村上 浩二 日野 実 | 日本金属学会第 143 回秋期大会 | H20. 9.25 |
| 71 | 円筒型照明装置を模擬した管内の自然対流熱伝達 | ○下山 力生 真田 明 堀部 明彦 ⁷ | 日本機械学会岡山講演会 | H20.10.22 |
| 72 | 高生産性新ホットスタンピング技術 (第 3 報) | ○田邊 章宏 ⁷ 馬場 英明 ⁷ 瀬沼 武秀 ⁷ 武元 嘉利 ⁷ 日野 実 | 自動車技術会 2008 年秋季大会 | H20.10.24 |
| 73 | レーザ照射された Zr 基バルク金属ガラスの摩擦摩耗特性 | ○行友 良平 ¹⁴ 辻川 正人 ¹⁴ 日野 実 木村 久道 ¹⁶ 井上 明久 ¹⁶ | 日本鑄造工学会第 153 回全国講演大会 | H20.10.26 |
| 74 | Surface Modification of Tool Steel, High-purity Titanium and Magnesium-Aluminum-Zinc Alloy by Irradiation of High-dose Large-area Electron Beam. | ○村上 浩二 勝田 智宣 | 17th International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering Congress 2008 | H20.10.27 ～ 30 |
| 75 | High-Efficiency Heat Treatment Using Large Area Electron Beam for Ultra-Precision Cutting of Co-Cr-Mo Alloy | ○余田 裕之 村上 浩二 吉川 満雄 | 17th International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering Congress 2008 | H20.10.28 |

| | | | | |
|----|---|---|--|-------------------|
| 76 | Evaluation of the Surface Charge Properties of TiO ₂ by Using a Potentiometric Titration Methodology | ○児子 英之 光石 一太 高田 潤 ⁷ | International Symposium on Surface Science and Nanotechnology(ISSS-5) | H20.11. 9 ～ 13 |
| 77 | The Optimal Design of Implant for Improving Bone Quality in the Implant Surroundings Based on Stress Analysis | ○野山 義裕 ¹² 永山 則之 ¹² 蔵本 孝一 ¹² 中野 貴由 ³⁸ | International Conference on Advanced Structural and Functional Materials Design | H20.11.10 ～ 12 |
| 78 | 洗浄・殺菌に関する基礎知識（その1）-洗浄のメカニズム- | ○福崎 智司 | 平成 20 年度製造環境における微生物汚染と対策に関する基礎講座 | H20.11.11 |
| 79 | A Model for Nucleation of Tin Whisker through Dislocation Behavior | 仲井 清真 ⁴ ○坂本 辰頭 ⁴ 小林 千悟 ⁴ 西川 知英 ⁴ 高見沢政男 ³ 日野 実 | International Conference on Advanced Structural and Functional Materials Design 2008 | H20.11.11 |
| 80 | 次亜鉛素酸による洗浄・消毒機構と細菌の損傷 | ○福崎 智司 | 第 29 回日本食品微生物学会学術総会 | H20.11.12 |
| 81 | AZ マグネシウム合金の疲労特性に及ぼす陽極酸化処理の影響 | ○引野 修次 ⁶ 中新 茂樹 ⁶ 西條 充司 ⁵ 日野 実 村上 浩二 ⁶ 金谷 輝人 ⁶ | 軽金属学会第 115 回秋期大会 | H20.11.14 |
| 82 | インサート材を用いた半導体レーザーによるアルミニウム-樹脂異材接合 | ○日野 実 水戸岡 豊 村上 浩二 高田 潤 ⁷ 金谷 輝人 ⁶ | 軽金属学会第 115 回秋期大会 | H20.11.15 |
| 83 | 難削材の仕上げ加工を目的とした大面積電子ビーム照射による熱処理の提案 | ○吉川 満雄 余田 裕之 村上 浩二 横溝 精一 ¹² 藤原 邦彦 ¹² 蔵本 孝一 ¹² | 2008 年度精密工学会中国四国支部 愛媛地方学術講演会 | H20.11.15 |
| 84 | YAG レーザを利用したステントの試作 | ○窪田真一郎 横溝 精一 | 2008 年度精密工学会中国四国支部 愛媛地方学術講演会 | H20.11.15 |
| 85 | 混練法による層状フィラー/SEBS 系ナノコンポジットの形成 | ○日笠 茂樹 永田 員也 ³ | 第 16 回フィラーシンポジウム | H20.11.19 |
| 86 | コモンモード放射低減のための抵抗付加によるガードトレース共振抑制 | ○福塚 優子 ⁷ 松嶋 徹 ⁷ 渡辺 哲史 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 五百旗部健吾 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ | IEEE 広島支部学生シンポジウム | H20.11.21 ～ 23 |

| | | | | |
|----|---|--|-----------------------------------|-------------------|
| 87 | 伝送線路の電力伝搬モデルを用いた帰路面にスリットを有するプリント回路基板の信号品質解析 | ○石田 慎子 ⁷ 松嶋 徹 ⁷ 渡辺 哲史 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 五百旗部健吾 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ | IEEE 広島支部学生シンポジウム | H20.11.21 ～ 23 |
| 88 | 1 GHz を超える電波暗室評価に用いられるサイト VSWR 法の有効性の検証 | ○大西 章太 ⁷ 渡辺 哲史 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 五百旗部健吾 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ | IEEE 広島支部学生シンポジウム | H20.11.21 ～ 23 |
| 89 | ポリケトン/ポリアミドポリマーアロイの高次構造とダイナミクス解析 | ○西岡麻依子 ² 高橋 洋平 ² 澤部 壽宏 ² 荒尾 正純 ² 須田 敬也 ² 迎 光男 ² 長谷川利則 ² 加藤 淳 ² 浅野 敦志 ¹ 日笠 茂樹 岩蔭 仁 | 第 17 回ポリマー材料フォーラム | H20.11.28 |
| 90 | ポリケトン/ポリアミドポリマーアロイにおけるナノ構造評価 | ○高橋 洋平 ² 西岡麻依子 ² 澤部 壽宏 ² 荒尾 正純 ² 須田 敬也 ² 迎 光男 ² 長谷川利則 ² 加藤 淳 ² 浅野 敦志 ¹ 日笠 茂樹 岩蔭 仁 | 第 17 回ポリマー材料フォーラム | H20.11.28 |
| 91 | 加熱オゾン処理による金属製マイクロリアクターの乾式洗浄 | ○福崎 智司 高橋 和宏 浦野 博水 ⁷ 小野 努 ⁷ | 2008 年度日本防菌防黴学会 | H20.11.29 |
| 92 | すずめっき皮膜からのウィスカ発生における局所変形とエネルギー変化 | ○村上 浩二 日野 実 宮本 吾郎 ¹⁶ 高見沢政男 ³ | 第 10 回関西表面技術フォーラム | H20.12. 2 ～ 3 |
| 93 | アルミニウム合金中の添加元素が亜鉛置換処理に及ぼす影響 | ○牛尾 将志 ⁶ 村上 浩二 日野 実 金谷 輝人 ⁶ | 第 10 回関西表面技術フォーラム | H20.12. 2 ～ 3 |
| 94 | 陽極酸化による AZ 系マグネシウム合金の機械的性質の変化 | ○中新 茂樹 ⁶ 引野 修次 ⁶ 金谷 輝人 ⁶ 西條 充司 ⁵ 日野 実 村上 浩二 | 表面技術協会関西支部主催 第 10 回関西表面技術フォーラム | H20.12. 2 |

| | | | | |
|-----|-------------------------------------|--|--|------------------|
| 95 | 第一原理計算を用いためっき皮膜/金属基板の密着性予測技術の開発 | ○中西 亮太 ²² 末岡 浩治 ²² 芝 世武 ²² 日野 実 村上 浩二 村岡 賢 | 表面技術協会関西支部主催 第10回関西表面技術フォーラム | H20.12. 2 |
| 96 | インサート材を用いたアルミニウム-樹脂レーザ接合に及ぼす表面形状の影響 | ○永瀬 寛幸 ⁶ 金谷 輝人 ⁶ 水戸岡 豊 村上 浩二 日野 実 | 表面技術協会関西支部主催 第10回関西表面技術フォーラム | H20.12. 2 |
| 97 | アルミニウム合金へのジンケート処理とその効果 | ○日野 実 村上 浩二 水戸岡 豊 村岡 賢 金谷 輝人 ⁶ | 表面技術協会関西支部主催 第10回関西表面技術フォーラム | H20.12. 3 |
| 98 | Snめっきからのウイスカ発生とPb共析による表面変化 | ○仲 俊秀 ³ 高見沢政男 ³ 日野 実 村上 浩二 水戸岡 豊 | 表面技術協会関西支部主催 第10回関西表面技術フォーラム | H20.12. 3 |
| 99 | MWCNTの配向と複合材の物性 | ○岩路 仁 村上 浩二 浦部 匡史 ²⁵ 野口 徹 ²⁵ 遠藤 守信 ²⁶ | 第20回エラストマー討論会 | H20.12. 3 |
| 100 | 酸化グラファイトを用いた白金ナノ粒子を含む多孔質炭素材料の開発 | ○後藤 和馬 ⁷ 森重 國光 ⁶ 川端 浩二 藤井 英司 ⁷ 河田 卓也 ⁷ 石田 祐之 ⁷ | 第35回炭素材料学会年会 | H20.12. 3 |
| 101 | すず系めっき皮膜におけるウイスカ発生・抑制機構 | ○村上 浩二 | 第22回 エレクトロニクス実装学会 Sn ウイスカ研究会 | H20.12. 8 |
| 102 | インサートを用いた異種材料接合の接合メカニズム | ○水戸岡 豊 日野 実 ¹⁷ 浦上 和人 ⁷ 高田 潤 ⁷ | 第71回レーザ加工学会 | H20.12. 8 ～ 9 |
| 103 | すずめっき皮膜に対するレーザ照射の効果 | ○水戸岡 豊 村上 浩二 日野 実 高見沢政男 ³ 高田 潤 ⁷ | 第71回レーザ加工学会 | H20.12. 8 ～ 9 |
| 104 | 炭・炭製品の臭気ガス吸着性能に関する評価方法 | ○常定 健 川野 道則 光石 一太 | 日本繊維機械学会中国支部・(社)日本繊維製品消費科学会中四国支部共催 平成20年度研究及び事例発表会 | H20.12.11 |
| 105 | 車椅子座り心地に及ぼす姿勢保持装置の効果 | ○椋代 弘 | 日本繊維機械学会平成20年度 中国支部 研究及び事例発表会 | H20.12.11 |

| | | | | |
|-----|---|---|---|-------------------|
| 106 | 吸音特性予測ソフトの紹介 | 下山 力生 ○川野 道則 光石 一太 真田 明 | 日本繊維機械学会平成 20 年度 中国支部 研究及び 事例発表会 | H20.12.11 |
| 107 | Osteoblastic Cell Adhesion on Micro-patterned Titania Layers | ○川西 孝治 ⁷ 歸山 亜弓 ⁷ 城崎 由紀 ⁷ 早川 聡 ⁷ 尾坂 明義 ⁷ 藤井 英司 川端 浩二 | 日本セラミックス協会基礎 科学部会第 47 回セラミッ クス基礎科学討論会 | H21. 1. 9 |
| 108 | Synthesis and Characterization of Wetchemically Derived Magnetite-HAp Hybrid Nanoparticles | 早川 聡 ⁷ ○松本 章裕 ⁷ 都留 寛治 ⁷ 尾坂 明義 ⁷ 藤井 英司 川端 浩二 | The 33rd International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites | H21. 1.19 |
| 109 | Sn めっきにおけるウィスカ発生メカニズムと Pb の抑制作用 | ○高見沢政男 ³ 村上 浩二 日野 実 仲井 清眞 ⁴ | 日本金属学会中国四国支部 主催第 17 回若手フォーラ ム | H21. 1.29 |
| 110 | Design Rationale for Total Ankle Arthroplasty Using a 3-component Prostheses Design | ○山本慶太郎 ¹² 勝呂 徹 ¹³ 中村 卓司 ¹³ 宮崎 芳安 ¹³ 高亀 克典 ¹³ 窪田 綾子 ¹³ 永山 則之 | 55th Annual Meeting of the Orthopaedic Research Society | H21. 2.22 ~ 25 |
| 111 | めっき皮膜の三次元可視化 | ○村上 浩二 | 鉄鋳協会自主フォーラム (3D/4D フォーラム) 研究 会 | H21. 3. 5 |
| 112 | AZ 系マグネシウム合金の耐食性に及ぼす陽 極酸化処理の影響 | ○引野 修次 村上 浩二 日野 実 西條 充司 ⁵ 金谷 輝人 ⁶ | 日本金属学会中国四国支部 主催第 18 回若手フォーラ ム | H21. 3. 9 |
| 113 | 両端のみでピア接続を行うガードトレースに よるコモンモード放射低減法 | ○渡辺 哲史 松嶋 徹 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 和田 修己 ⁸ 古賀 隆治 ⁷ | 第 23 回エレクトロニクス 実装学会春季講演大会 | H21. 3.12 |
| 114 | アクティブカラー照明を用いた物体固有の色 情報の獲得 | ○藤原 久永 | 電子情報通信学会 画像工 学研究会 | H21. 3.16 |
| 115 | 二元系アルミニウム合金中の添加元素が亜鉛 置換処理に与える影響 | ○村上 浩二 日野 実 牛尾 将志 ⁶ 金谷 輝人 ⁶ | 表面技術協会 第 119 回講 演大会 | H21. 3.16 ~ 18 |
| 116 | Sn めっき皮膜へのレーザー照射とその効果 | ○日野 実 水戸岡 豊 村上 浩二 高見沢政男 ³ 西村 宣幸 ³ | 表面技術協会 第 119 回講 演大会 | H21. 3.17 |

| | | | | |
|-----|--|--|--|-------------------|
| 117 | コモンモードアンテナモデルを実基板に適用するための検討ーアンテナエレメントの取り扱いについてー | ○福増 圭輔 ⁷ 渡辺 哲史 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 五百旗部健吾 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ | 電子情報通信学会 2009 年 総合大会 | H21. 3.17 ～ 20 |
| 118 | 差動伝送線路におけるコモンモード抑制のための平衡度制御 | ○松嶋 徹 ⁷ 渡辺 哲史 ⁷ 豊田 啓孝 ⁷ 古賀 隆治 ⁷ 和田 修己 ⁸ | 電子情報通信学会 2009 年 総合大会 | H21. 3.17 ～ 20 |
| 119 | 第一原理計算による Cr 系材料の表面エネルギー計算 | ○國次 真輔 中西 亮太 末岡 浩治 | 表面技術協会第 119 回講演 大会 | H21. 3.18 |
| 120 | 軽金属へのレーザ技術の適用 | ○水戸岡 豊 村上 浩二 日野 実 金谷 輝人 ⁶ | 社会連携研究推進事業シン ポジウム (軽金属学会中国 四国支部協賛) | H21. 3.19 |
| 121 | マグネシウム合金への陽極酸化処理とその応用 | ○日野 実 村上 浩二 西條 充司 ⁵ 金谷 輝人 ⁶ | 社会連携研究推進事業シン ポジウム (軽金属学会中国 四国支部協賛) | H21. 3.19 |
| 122 | アルミニウム合金への亜鉛置換および無電解 Ni-P めっきにおける被膜の密着強度と表面・界面構造との関係 | ○村上 浩二 日野 実 金谷 輝人 ⁶ | 社会連携研究推進事業シン ポジウム (軽金属学会中国 四国支部協賛) | H21. 3.19 |
| 123 | 真空蒸着ならびにめっきで作製したすず皮膜からのウイスカ発生 | ○村上 浩二 日野 実 高見沢政男 ³ 仲井 清真 ⁴ | 日本金属学会 2009 年春期 大会 | H21. 3.28 ～ 30 |
| 124 | Sn めっき皮膜中での Pb の高速移動によるウイスカ抑制効果 | ○日野 実 村上 浩二 水戸岡 豊 高見沢政男 ³ 仲井 清真 ⁴ | 日本金属学会 2009 年春期 大会 | H21. 3.28 |
| 125 | 第一原理計算を用いた皮膜/金属基板密着性予測技術の開発 | ○中西 亮太 ²² 末岡 浩治 ²² 芝 世式 ²² 日野 実 村上 浩二 村岡 賢 | 日本金属学会 2009 年春期 大会 | H20. 3.28 |

- | | | |
|-----------------------|--------------------|--------------------------|
| 1 防衛大学校 | 2 日産アーク | 3 旭化成ケミカルズ |
| 4 オーエム産業 | 4 愛媛大学 | 5 堀金属表面処理工業 (株) |
| 6 岡山理科大学 | 7 岡山大学 | 8 京都大学 |
| 9 三菱電機(株) | 10 早稲田大学 | 11 (株)日本ステントテクノロジー |
| 12 ナカシマメディカル(株) | 13 東邦大学 | 14 大阪府立大学 |
| 15 大阪府立産総研 | 16 東北大学 | 17 早川ゴム (株) |
| 18 介護老人保健施設 | 19 アイ・ソネックス(株) | 20 University of Florida |
| 21 極東ポンプ | 22 岡山県立大学 | 23 瀋陽理工大学 |
| 24 豊橋科学技術大学 | 25 日信工業(株) | 26 信州大学 |
| 27 SRI 研究開発(株) | 28 フジワラテクノアート(株) | |
| 29 (株)イングレディア・ソリューション | 30 松山技研(株) | 31 川崎医療福祉大学 |
| 32 (財)岡山県産業振興財団 | 33 園田学園女子大学 | 34 昭和大学藤が丘病院 |
| 35 首都大学東京 | 36 (株)ナノ・キューブ・ジャパン | 37 (財)応用科学研究所 |
| 38 大阪大学 | | |