

『地場伝統産業への応用を指向した 銅合金粉末によるレーザ積層造形技術の開発』

ものづくり研究開発センター デジタルものづくり課 主任研究員 山本 貴文

CONTENTS

01 研究紹介

地場伝統産業への応用を指向した銅合金粉末によるレーザ積層造形技術の開発

02 含水セルロースナノファイバーの乾燥処理に関する研究

03 血中循環腫瘍細胞による新たな癌医療に関する研究

04 レーザによる異材接合

05 バイオマスを原料としたナノファイバーを使った化粧品原料開発

06 液中プラズマ発生機構を備えた高圧湿式ジェットミルのナノ粒子分散特性

07 ナノファイバーを用いた医療用材料の開発

08 サイズで分離するマイクロ流路チップの開発

09 超音波接合における接合材の振動特性に関する研究

10 技術レポート

燃焼性試験について

11 マイクロX線光電子分光装置について

12 受賞者・表彰者のご紹介

テクノシンポジウム 2018 報告

技

術情報誌第125号(2019年2月発行)をお届けします。

「研究紹介」(pp.1-9)では、H29年度の研究成果を中心に、ものづくり研究開発センター、生活工学研究所、機械電子研究所から9テーマを紹介します。「技術レポート」(pp.10-11)では、当センターが保有する設備による試験方法についてご紹介します。

最後に、今年度の当センター研究職員の受賞者・表彰者のご紹介とテクノシンポジウム2018のご報告をさせていただきます(p.12)。

富山県の伝統的な工芸技法を取り入れて金属3Dプリンティングの新たな可能性を見出すことを目的に、高岡地域で铸造材として広く使用されている青銅(Cu-10 wt%Sn)のレーザ積層造形技術の開発を行ったところ、铸造材を遥かに上回る高密度体(相対密度:99.9%以上)を得ることに成功しました。

その活用事例として、レーザ積層造形で製作した板材に彫金や着色などの伝統的な技法で加飾した試作品と、伝統工芸品である「花器」への適用例を紹介します。高密度な青銅造形体は、铸造材と同様な加飾が可能であることが分かります。また、铸造では作製困難な、薄肉の格子構造が幾何学的に配列された特殊形状の花器が製作できました。このように、金属3Dプリンティングにより製作された複雑形状の金属構造体に、当地域に長年蓄積された優れた伝統工芸技法を組み合わせることで、従来にない、新たな付加価値を備えた三次元構造体の創出が可能となりました。



彫金や着色などの伝統的加飾例



デザイン協力: A-PLUS 代表 相川 繁隆

金属3Dプリンティング技術の伝統工芸品である「花器」への適用例

1. はじめに

セルロースナノファイバー (CNF) は、木質パルプ等から作製した天然由来の高分子材料であり、その高い物性を活かした樹脂複合材料の研究が進められています。CNF は親水性の材料であるため、疎水性の熱可塑性樹脂との複合化が困難です。そのため、含水 CNF の乾燥処理に関する研究が進められています。

本研究ではセルロース混合可塑化成形装置を用いた含水 CNF の乾燥処理方法について検討を行いました。

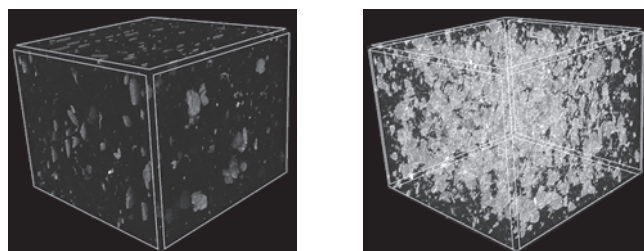
2. 含水 CNF の乾燥処理方法

セルロース分子は多くの水酸基を持つため、乾燥処理すると水素結合により CNF 同士が凝集します。CNF と樹脂の複合材料において凝集物は材料内で欠陥となり強度低下を起こすなど、CNF の補強材料としての優れた物性を活かせなくなるため、凝集させない乾燥処理の方法や前処理が必要となります。

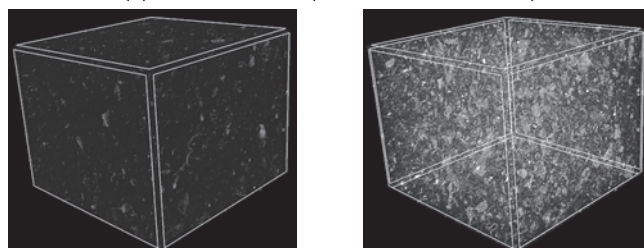
本研究では、乾燥処理の方法としてセルロース混合可塑化成形装置 (株式会社エムアンドエフ・テクノロジー製、MF-1001R) を用いました。この装置は、複数の回転羽根を最高 3000rpm で回転させ、材料を衝突させ摩擦熱により材料を乾燥させることのできる装置です。この装置を用いることで、含水 CNF 同士を衝突させ含水 CNF を分散させながら乾燥処理することができます。また、前処理として含水 CNF の凝集を防ぐことのできる分散剤を添加しました。分散剤はステアリン骨格を持つ分散剤 (分散剤 A) とエステル系の分散剤 (分散剤 B) の 2 種類を用いました。

3. X 線 CT 装置による CNF 分散状態の評価

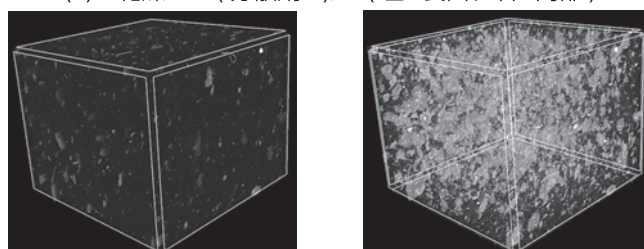
乾燥処理した CNF (乾燥 CNF) とポリプロピレン (PP、株式会社プライムポリマー製、H700) の複合材料を作製し X 線 CT 装置 (ブルカー ジャパン株式会社製、SKYSCAN 1272) を用いて CNF の分散状態を評価しました。このとき、乾燥 CNF と PP の混練にはセルロース混合可塑化成形装置を、複合材料の成形には小型射出成形機を用いました。また、乾燥 CNF の含有率は乾燥 CNF の重量で複合材料の重量に対して 5% としました。図 1 は作製した乾燥 CNF/PP 複合材料を X 線 CT 装置で分析して得られた複合材料内部の CNF 及び樹脂の様子を示しています。(a) には乾燥 CNF/PP 複



(a) 乾燥 CNF/PP (左: 表面、右: 内部)



(b) 乾燥 CNF (分散剤 A)/PP (左: 表面、右: 内部)



(c) 乾燥 CNF (分散剤 B)/PP (左: 表面、右: 内部)

図 1 複合材料の X 線 CT 分析結果

合材料、(b) には乾燥 CNF (添加剤 A)/PP 複合材料、(c) には乾燥 CNF (添加剤 B)/PP 複合材料の X 線 CT 像をそれぞれ示しています。また、X 線 CT 分析は複合材料の内部 1mm x 1mm x 1mm の範囲で行っており、(a) ~ (c) の左側の CT 像は分析範囲表面の樹脂と CNF の状態を、右側の CT 像は分析範囲内部の CNF の状態を示しています。

解析結果より、乾燥 CNF/PP 複合材料、乾燥 CNF (添加剤 B)/PP 複合材料、乾燥 CNF (添加剤 A)/PP 複合材料の順に複合材料内の CNF の凝集物の大きさが小さくなっていることが分かります。特に、乾燥 CNF (添加剤 A)/PP 複合材料では大きな凝集物がほとんど観察されないため、添加剤 A は CNF の凝集防止効果が高いと考えられます。

4. おわりに

含水 CNF に分散剤を添加し、セルロース混合可塑化成形装置を用いて乾燥処理した乾燥 CNF と PP の複合材料の CNF 分散状態を X 線 CT 分析したところ、分散剤 A は CNF の凝集防止効果が高いことを確認しました。

1. はじめに

2018年ノーベル医学生理学賞が癌免疫の研究に授与され、癌克服の機運は世界においてこれまでになく高まっています。また国レベルでは、癌ゲノム医療による個別化・精密化医療の実現が強力に推進されており、癌免疫などの原理に基づく治療を最適に利用すべく、研究も進んでいます。癌は、たとえ同じ臓器でも個々の患者さんごとに大きく異なり、進行経過・治療経過において多様に変化します。よってこのような癌医療の実現には、患者さんから必要時に繰り返し癌細胞を採取し解析することは極めて重要ですが、現状ではそれを可能にする手段はありません。

2. 血中循環腫瘍細胞による癌細胞採取

身体から癌細胞を採取する困難さは、腫瘍に直接アクセスし切除する際の負担の大きさや危険性に起因します。一方、体内に癌ができると、そこから漏れ出た癌細胞が血液に混じることが古くから知られ、最近の研究ではそれは癌発生の初期から起こっていることが分かっています。このような細胞は血中循環腫瘍細胞 (Circulating Tumor Cells; CTC) と呼ばれ、それを単離できれば通常の採血で癌細胞採取できます。しかしCTCは血中濃度が極端に低い (1mLあたり数個の場合も) ため、単離が困難で医療での利用はできませんでした。そこで近年、CTC単離技術は広く世界で検討され、様々な単離装置・デバイスの開発が進んでいます。筆者らもそのような検討の中で、マイクロ流体デバイスと機能化表面とを組み合わせた“ポリマーCTCチップ”を開発しています。このチップは、スライドガラスサイズのプレート上に数万本の微細なポストを配し (図1)、その表面に癌細胞表面分子 (抗原) と選択的に結合する分子 (抗体) を固定し、そこに患者さんの血

液を流してCTCを捕捉します (図2、3参照)。本チップは (1) 癌細胞捕捉効率が高い (2) 種々の癌において癌細胞を捕捉できる (3) 光硬化樹脂技術により低コストで提供可能、などの特長を有し、世界でも例のないチップであることを既に論文発表しています (Ohnaga, T. et al. Sci Rep. 8, 12005 (2018)、Ohnaga, T. et al. Mol Clin Oncol. 4, 599 (2016))。

3. ポリマーCTCチップの癌医療への応用

ポリマーCTCチップは、既に県内企業で製造しており、またチップに血液検体を流すシステムも開発し、それらを県内商社から販売しています。そして現在、ポリマーCTCチップは国内の大学病院に提供され、癌医療への応用について筆者らと共同研究を進めています。CTCに関する一般的な知見から、その血中濃度が低いと治療が効いており予後も良いことが知られていますが、本チップを用いた乳癌 (富山大学第2外科)、大腸癌 (東京大学消化器内科、順天堂大学下部消化管外科)、前立腺癌 (日本医科大学泌尿器科)、悪性胸膜中皮腫 (産業医科大学第2外科) の検討において同様な結果を得ています。このことは、CTC血中濃度を継続的に計測することにより、手術、抗癌剤治療等の有効性を容易にモニタリングできるようになることを示しています。悪性胸膜中皮腫の検討では、2年を超える期間でこのようなモニタリングを行い、その有用性を確認しています (Yoneda, K. et al. Cancer Science doi: 10.1111/cas.13895)。一方、癌ゲノム医療のためのCTC遺伝子解析については、現在、東京大学消化器内科と共同して検討しています。本チップから癌細胞1個を回収し、特定の遺伝子の増幅、解析ができることを既に確認しており、今後、より広範な解析を実用的にできるよう検討を進めます。

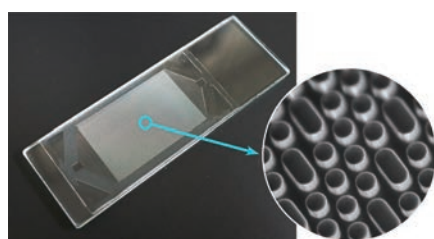


図1 ポリマーCTCチップ

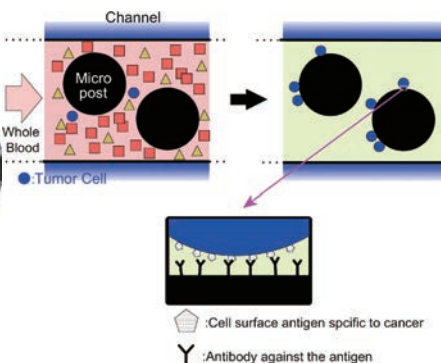


図2 癌細胞捕捉原理

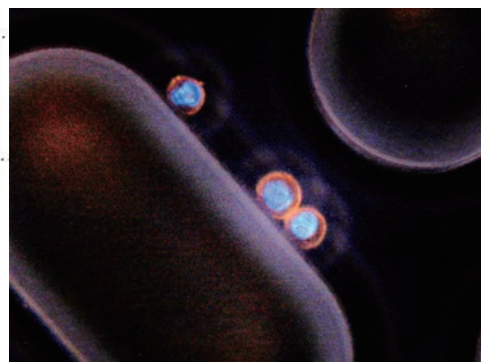


図3 チップに捕捉された癌細胞

1. はじめに

金属と樹脂との接合方法として、レーザーによる接合が注目されています。本研究では、アルミニウムとPET樹脂との接合の検討を行いました。金属側からレーザーを照射し金属の発熱により樹脂を熔融させ接合しますが、レーザー出力が大きいほど、照射点数が多いほど高い結合力が得られることなどをこれまで確認しています。レーザーが金属板を貫通するものは、そうでないものに比べ高い結合力を示すものが見られました。本研究紹介では貫通箇所数による結合力の変化について紹介します。

2. アルミ板とPET板の重ね接合

厚さ3mmのPET板を下側、厚さ1mmのアルミ板を上側に設置し治具で固定し、アルミ板側よりレーザーを5箇所照射しました。照射条件により貫通箇所を0点から5点設けました。

レーザー照射面の状態の一例を図1に示しますが、アルミ面貫通箇所からは、樹脂が噴出し樹脂側は発泡状になっていることがわかります。貫通2点以上では、接合面はほぼ全域溶着が認められます。

接合力を引張せん断試験で評価した結果を図2に示します。貫通箇所数0に比べ貫通箇所数1では、結合力が大きく向上し点数が多いほど接合力は増大することがわかります。最大荷重が1,200Nを越えたものの多くでは、図3に例を示すよう樹脂が割れて破断しました。樹脂単体を引張った時の最大荷重は3,000N程度であり、伸びや絞りも認められますが、レーザー接合体の場合、伸びや絞りは見られず、最大荷重も小さく樹脂が劣化していると言えます。このため、レーザーによる溶着での結合力は、もとの素材強度よりも低下した素材強度で決定され、本実験の場合最大1,600N程度であると考えられます。

3. ブラインドリベット結合との比較

一般的な結合法であるブラインドリベット継手の引張せん断試験結果と比較しました。リベットは径4.8mm、材質はアルミでせん断荷重が2,200Nのものを使用しました。引張せん断試験結果は、フランジをアルミ側にした場合1,191N、PET側にした場合1,314Nとなり、貫通箇所3箇所以上とすることでブラインド

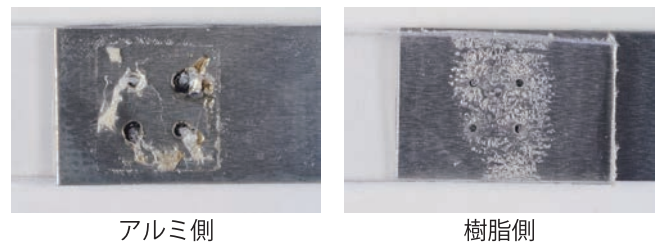


図1 レーザ照射面の状態(4点貫通)

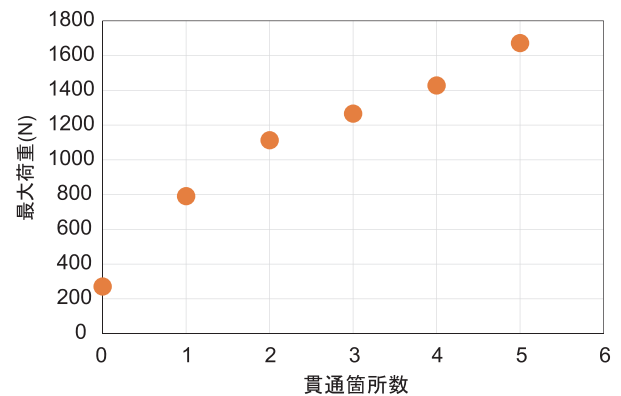


図2 貫通箇所数と引張せん断力の変化



図3 引張せん断試験後の試験片(例:4点貫通)

リベット結合を上回ることがわかりました。

4. おわりに

レーザーによるアルミとPETとの接合において、アルミを貫通させるようにレーザー照射すると結合力を大きく向上させることと、3点以上の貫通でブラインドリベット継手に対し高い結合力が得られることがわかりました。レーザー結合は、ブラインドリベット継手に対しスペース的な制約が少ないため、外観が気にならない箇所の置き換えが可能な接合法であると考えられます。

1. はじめに

セルロースをはじめとするバイオマスナノファイバーは、プラスチックなどの補強材としての用途開発が行われています。これらのナノファイバーは、水分散体で供されることが多く、化粧品に添加することで、触感や肌水分への効果があることが分かってきました。シルクナノファイバーは、肌の保湿、毛髪の保護などの機能性と共により高級感の付与が期待できる材料です。

とやまナノテククラスターで行っていた化粧品に添加できるナノファイバー開発では、セルロースナノファイバー (CNF) に類似した構造を持つシルクナノファイバー懸濁液 (SNF) を作製し、効果を検討しました。

2. シルクナノファイバー (SNF) とは

図1は、SNFの外観とFE-SEMでの画像です。シルクをナノファイバー形状に解繊すると、水中で沈殿せず懸濁液の状態になりました。バイオマスを水分散ナノファイバーにすると、攪拌・混合時の凝集体が減り、液性製品への添加が容易になります。

表面積計測は、 $100\text{m}^2/\text{g}$ 以上とCNFと同レベルでした。FE-SEMの画像解析の結果からもシルクが解繊出来たことを確認出来ました¹⁾。

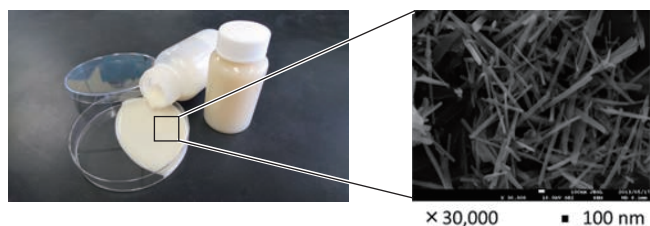


図1 SNFの外観とFE-SEMによる電顕写真

3. シルクナノファイバーの化粧品への添加効果

バイオマス由来のSNFは、増粘剤と併用することで、粘性付加が可能です。特にCNFに添加することで、天然原料由来の増粘剤でシルクが持つ機能性を生かした化粧品の開発も期待できます。図2は、SNFとCNFの混合体の流動曲線です。SNFと同濃度のシルク粒子を入れた増粘体と比較をしました。SNFとCNFの混合体の粘性は、ナノファイバー同士の絡み合いで増粘作用が働いたと考えられます。

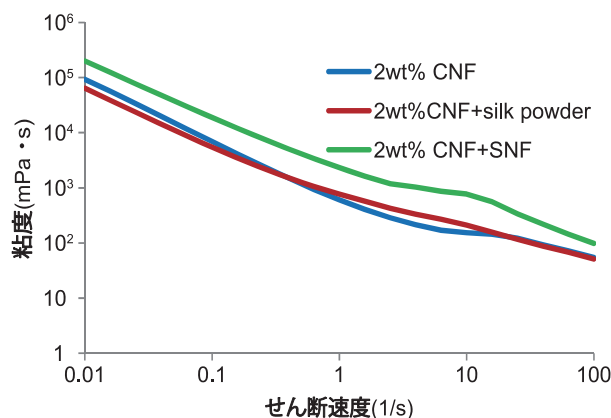


図2 SNF + CNFの混合体の流動曲線

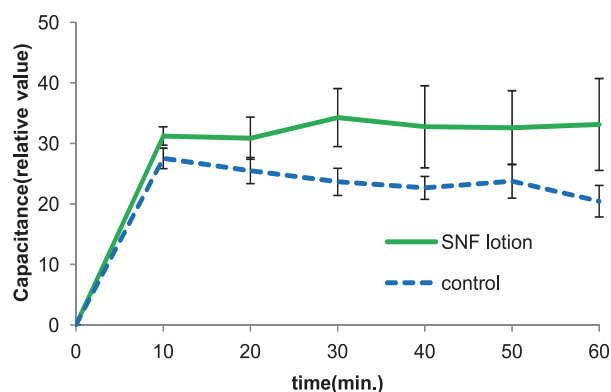


図3 SNF添加乳液の水分量変化

また、カルボマーとSNFの混合体でも、増粘作用が確認出来、SNFの添加で、増粘剤を減らすことも期待できます。

SNF添加乳化粧品でシルクの皮膚への水分保持能、高親和性を検証しました。図3は、SNF添加乳液と未添加乳液での肌水分量の変化になります。

塗布直後に水分量は上昇しましたが、SNF添加乳液は、未添加乳液よりも高い肌水分値を保持し、60分間の測定時間中での変化も小さくなりました。また、塗りごごちも違和感がなく、肌への親和性も確認出来ました。

4. おわりに

CNFをメインとしたバイオマス由来のナノファイバーは、今回紹介した分野に限らず、多くの応用が期待される材料であると思われます。

参考文献

- 1) K. Kondoh et al.: J. Soc. Cosmet. Chem. Jpn. (accepted)

1. はじめに

ナノ粒子は、粒子径が可視光の波長よりも小さく、体積に比べて著しく大きい比表面積を持つため、製品の透明化、高性能化に向けて様々な研究が進められています。しかし、ナノ粒子は、凝集体を形成しやすいため、取り扱いが難しい材料です。

本研究では、ナノ粒子用の分散装置として高圧湿式ジェットミルと液中プラズマ技術の複合装置（以下、OHP チャンバー）を開発し、その分散特性を検証しました。

2. OHP チャンバーの概要

図1に装置全体の概略図を、図2にOHP チャンバーの概略図を示します。OHP チャンバーは、凝集したナノ粒子を高圧湿式ジェットミルで機械的に分散した後、液中プラズマで粒子に斥力を付与することにより、再凝集を抑制し、ナノ粒子の効率的な分散を図っています。また、OHP チャンバーでは、高圧湿式ジェットミルのキャビテーション現象で発生する気泡を利用することで、電気伝導率が低い超純水（ $18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ）のような液体中にも液中プラズマを発生させることが可能です。

3. OHP チャンバーの分散特性の検証

OHP チャンバーの分散特性を検証するため、酸化チタンナノ粒子を用いて分散実験を行いました。この実験は、①現行の高圧湿式ジェットミル（液中プラズマなし）と、②OHP チャンバー（液中プラズマあり）の2条件で行い、粒度分布測定およびゼータ電位測定結果を比較することで分散特性を評価しました。各条件の測定結果を表1に示します。

粒度分布測定では、OHP チャンバーで処理した酸化チタンの D_{50} 値は 75nm となり、現行装置で処理したのものよりも約 25% 小さくなることがわかりました。また、ゼータ電位においても、OHP チャンバーの方が現行装置よりゼータ電位の絶対値が 2 倍大きくなることがわかりました。以上の結果より、OHP チャンバーは、現行装置よりも分散性能に優れており、粒子に斥力を付与できるため、凝集したナノ粒子を効率的に分散できました。

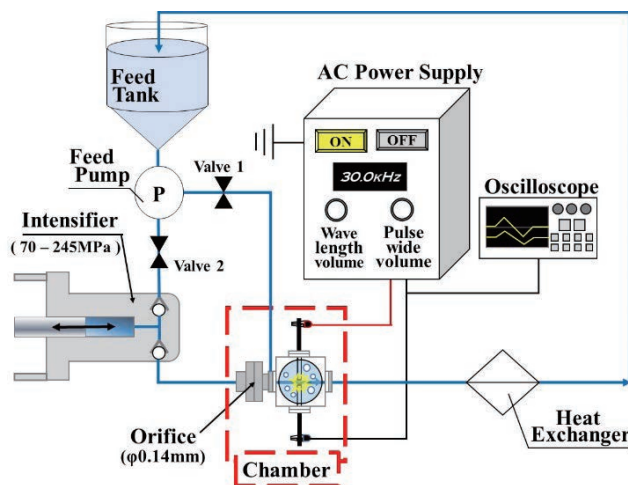


図1 実験装置の概略図

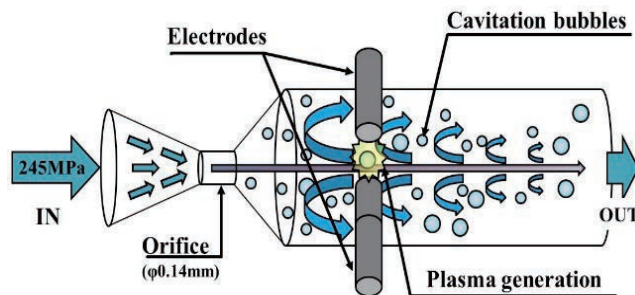


図2 OHP チャンバーの概略図

表1 粘度分布およびゼータ電位測定結果

	粘度分布 (D_{50} 値, nm)	ゼータ電位 (絶対値, mV)
未処理	3,800	9
現行装置* (液中プラズマなし)	101	11
OHP チャンバー* (液中プラズマあり)	75	22

※噴射圧力: 245MPa, 処理回数: 30回

4. おわりに

本研究では、ナノ粒子用の分散装置として OHP チャンバーを開発しました。また、凝集した酸化チタンナノ粒子を用いて分散特性を検証しました。各種分析の結果、OHP チャンバーは、現行の高圧湿式ジェットミルより優れた分散特性を有していることがわかりました。

1. はじめに

高齢化の進展に伴い、医薬品産業分野における貼付剤の市場は拡大基調にあり、繊維業界にとっても重要なターゲットとなっています。本研究では、特に高齢者層を中心としたニーズに対応するため、皮膚への負担軽減を目的とし、「使用時はめくれて剥がれることなく、剥がす際には皮膚への刺激がより少ない」ナノファイバーを用いた医療用材料について、前田薬品工業株式会社と共同で開発しました。

2. ナノファイバー貼付剤の製造

エレクトロスピンニング法を用いて、ナノファイバー不織布を紡糸し、その表面に粘着成分を含んだ薬剤層を薄層塗膏することによって、ナノファイバー貼付剤を製造しました。

得られたナノファイバー貼付剤は、従来のテープ剤やパップ剤と比較すると薬剤層が少量で、基材部分を含んだ膜厚は市販品の半分以下に抑えることができました。実際に人の肌に貼付すると、関節部の皮膚伸縮に対応し、特に手の背屈時に生じる皺の一本一本にまで追従することが確認できました(図1)。



a 掌屈時 b 背屈時
図1 ナノファイバー貼付剤の手首貼付写真

3. ナノファイバー貼付剤の評価試験

《剥離強度試験》

開発したナノファイバー貼付剤について、皮膚への負担を評価するために剥離強度試験を行いました。ナノファイバー貼付剤を100mm x 25mmに切り出して試験片とし、試験片を平滑な金属板に貼り付け、剥離角度180度、剥離速度300mm/minの条件で剥離力を測定しました。立ち上がりの初期値を除いて剥離力の平均値を決定し、剥離強度(N/25mm)としました。

《伸縮耐久試験》

伸縮時の剥がれにくさを評価するために伸縮耐久試験を行いました。

ナノファイバー貼付剤を40mm x 100mmのサイズ

に切り出して試験片とし、シリコン製のシートに貼付した後、ゴムシートの両端をデマッチャ試験機に固定し、30%伸張、120回/minの速度で、10,000回伸縮を繰り返しました(図2)。試験後、試験片がシートから離脱した時の回数や、10,000回伸縮後の捲れ具合から剥がれにくさを評価しました。

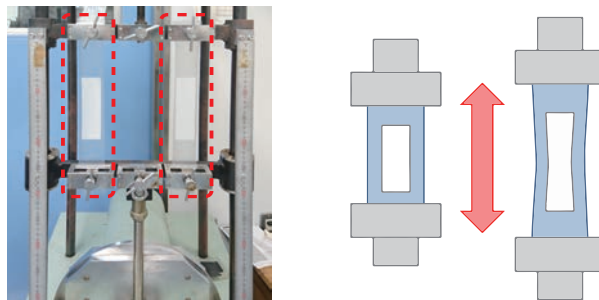


図2 伸縮耐久試験による剥がれにくさの評価

表1 評価試験結果

	ナノファイバー貼付剤	既製品パップ剤	既製品テープ剤
テープ厚 μm	105 ~ 115	1,300 ~ 1,400	550 ~ 600
剥離強度 N/25mm	0.1	0.6	0.5
連続伸縮 耐久性	◎ 変化なし	× 約2,300回で完全離脱	△ 端全体に大きな捲れ

《試験結果》

上記の試験について、ナノファイバー貼付剤の他に市販品のパップ剤及びテープ剤についても同様の試験を行い、比較しました(表1)。試験の結果、ナノファイバー貼付剤は従来品と比べて薄いだけでなく、剥離強度を約1/5に抑えられていることを確認しました。これは、基材に用いるナノファイバー不織布が極薄かつ柔らかく、優れたドレープ性と伸縮性を有する事により、少量の粘着成分でも人の肌面に密着する為であると考えられます。

また、連続伸縮に対しても従来品と比較して高い耐久性を示し、ナノファイバー貼付剤が高い密着性と追従性を持つことを確認する事が出来ました。

4. おわりに

本研究では、ナノファイバー不織布を基材に用いた貼付剤を実際に作成し、評価することによって、本基材が医療用材料への高い適性を示していることを実証しました。

1. はじめに

粒子をそのサイズで分離する技術は、幅広い分野で利用できます。中でも Deterministic Lateral Displacement (DLD) の原理に基づいたマイクロ流路チップによる分離法は、様々なサイズの粒子 (0.1 ~ 1,000 μm 程度) を、目詰まりを抑えて連続的にサイズ分離できるという利点を持っています。本研究では、DLD を利用した低コストなマイクロ流路チップとデバイスを開発し、その応用例として、血液中の細胞を分離する実験を行いました。

2. チップの開発

DLD の原理を図 1 に示します。流路には微細な柱が林立しており (柱の間隔は G)、その柱が一行ごとに d だけシフトしています。しきい値より小さい粒子は “柱の間を縫うように” 流れの方向に対して平行に進むのに対し、しきい値より大きい粒子は、 “小回りがきかず柱にぶつかって” 斜めに進みます。これにより粒子をサイズで分離します。開発したチップの外観と

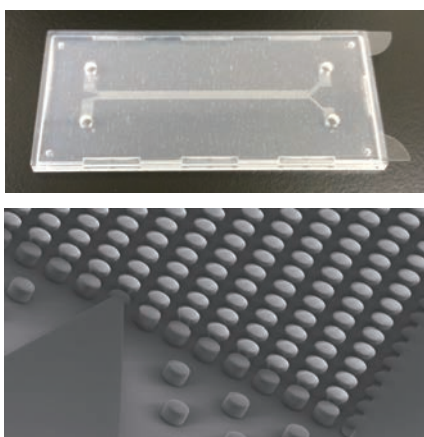
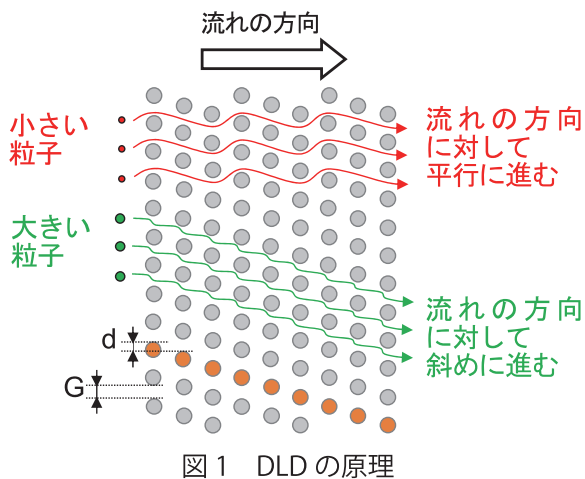


図 2 チップの外観、電子顕微鏡像

流路の走査型電子顕微鏡像を図 2 に示します。微細な柱を多数有する低コストなチップ、また、片手で持ち運び可能な低コストなデバイスを開発することができました。

3. 細胞分離実験

細胞分離実験では、チップの一方の入口から血液と培養細胞を混ぜた試料を、もう一方の入口から緩衝液を送液しました。図 3 上に示すように、血液が上側半分を、緩衝液が下側半分を、きれいに分かれて流れます。この中で、培養細胞 (サイズが大きい) は、DLD の原理により斜めに進み、図 3 下に示すように一番下までシフトして、緩衝液側から回収されます。チップから出てきた血液と緩衝液を調べたところ、培養細胞の 95% ~ 99% が緩衝液側に回収できていること、白血球 (赤血球よりサイズが大きいいため混入しやすい) の混入が少ないこと (0.1% 未満) がわかりました。

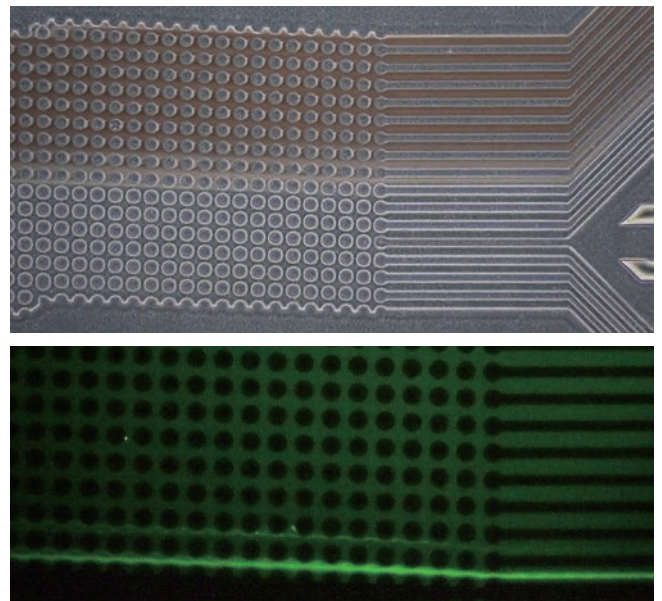


図 3 細胞分離実験

(上は明視野像、下は蛍光像、細胞はあらかじめ蛍光染色済)

4. おわりに

粒子をそのサイズで分離することのできる低コストなチップとデバイスを開発しました。また、それを利用して血液中の細胞を分離することができました。このチップは、例えば、がん転移の原因となる血液中のがん細胞を血液から分離するために利用できると考えられます。また、医薬品・化粧品等様々な分野でのサイズ分離にも応用可能です。

1. はじめに

超音波接合は、低コスト、短時間接合、自動ラインに組み込み可能などの利点がある接合方法ですが、その実用例のほとんどが薄物形状、軟質金属同士の接合での利用に留まっています。

そこで、本研究では、加振材を厚物部品形状や硬質材料とした場合のホーン形状を含む接合方法を検討し、接合の可能性について調査しました。特にここでは、アルミニウム押し出し材をベースに様々な部品が複合化し、多様な性能を要求される建材に注目し、建材分野において表面処理アルミニウムとして多用されている Al-Mg-Si 系合金 A6063S の平板を固定材とした同種材料接合および異種材料接合を検討しました。

なお、本研究は、「若い研究者を育てる会」との共同研究として実施した研究です。

2. アルミリベット接合

平板へのリベットの接合では、加振材の厚さに相当する軸長さが非常に大きいことから、接合界面にホーンの振動が十分に伝わらず、接合が困難になると考えられます。そこで、加振材をアルミリベットとし、A6063S 平板への接合を検討しました。

リベット接合用ホーンとして、内側に円柱空間を有するホーンを作製し、この空間にリベット軸部を黄銅製中空ロッドとともに挿入して、加振しました(図1)。

接合試験の結果、加圧力 400N、800N では、加振時間に対し強度が大きく増加する傾向がみられ、一部の加振時間条件においては、加振材の引張強さ規格値(55MPa 以上 95MPa 以下)に近い値または同等値を示しました。接合面積は加圧力 100N、200N と比較して小さくなったことから、接合面積を大きくできれば、実用的な接合力が得られると考えられます(図2)。

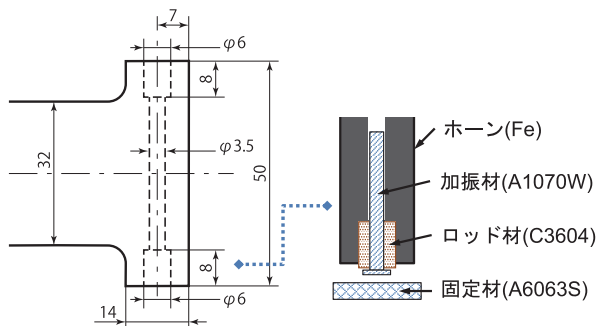


図1 リベット接合用ホーン

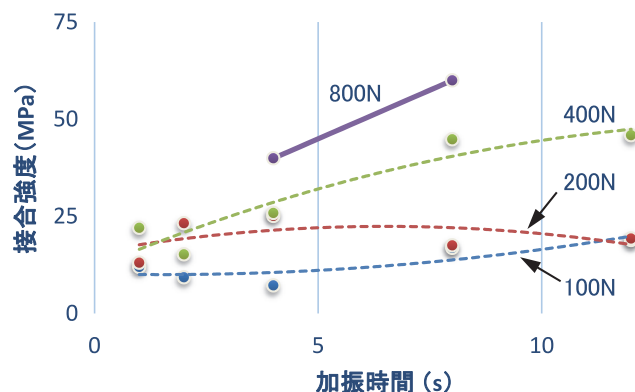


図2 リベットの接合強度の測定結果

3. セラミックスビーズ接合

建材製品において、アルミニウム部材にセラミックス部品を接合することにより、耐摩耗性等を付与できると考えられることから、A6063S 平板へのセラミックス(アルミナ、ジルコニア)の超音波接合を検討しました。

ここで、セラミックスを加振する場合、ホーンのローレットの加振材への食い込みが期待できず、ホーンの破損にもつながる可能性が高いことから、加振材の形状については、接合界面において点接触による加圧力の集中が期待できるビーズ(球体)として、これを加振するため、円すい形状の穴を有するホーンを試作して、接合を試みました。

接合試験の結果、ビーズ単独では、接合可となる接合条件を見出すことができませんでした。固定材との接触面が平面となるように研磨加工を行ったビーズでは、特に低加圧力の条件において、平均出力(ホーンの振動エネルギーを加振時間で割って求め、平均化した値)は改善しました。このことから、加工した平面により加振時にビーズの回転が抑制され、接合界面での摩擦状態が改善したと考えられます。

また、加振材と固定材の間へインサート材を挿入することによる接合改善の可能性を調査した結果、接合に至る水準が確認され、インサート材が厚いほど接合可であった場合の強度が高くなる傾向が見られました。

4. おわりに

アルミリベット、セラミックスビーズを加振材とする超音波接合の可能性を調査した結果、いずれも実用的な接合強度が得られる可能性が確認されました。

1. はじめに

繊維製品やプラスチックなどの高分子材料は、身の回りに多く用いられていますが、一般的に燃えやすく、製品に対し不用意に材料や素材を選択すると、火災や事故の原因になります。このため、JIS規格では、繊維生地や繊維製品の燃焼性や、プラスチックの燃焼性の試験方法が規定されています。ここでは、生活工学研究所で実施可能な燃焼性試験について解説します。

2. 45°燃焼性試験

JIS L 1091「繊維製品の燃焼性試験方法」に基づく試験機です。試験片支持棒に試料(生地)を固定し、45°傾けた状態で試料の下面(A-1法:マイクロバーナ法、A-2法:メッセルバーナ法)、または上面(B法:表面燃焼試験)から指定されたバーナで規定時間加熱し、この時の燃焼面積や残炎時間、残じん時間等から燃焼性の区分を測定します。

加熱によって溶融する繊維製品においては、コイル内に試料を挿入し、コイル内の試料の最下端にバーナ



図1 45°燃焼性試験機

表1 JIS規格と消防法の用語の違い

	JIS L 1091	消防法
残炎時間	着火源(バーナ)を取り去った後、炎を上げて燃えている時間	
残じん時間	炎が消えてから、赤熱が持続する時間	バーナを取り去ってから、燃える状態がやむまで
燃焼/炭化面積	燃焼面積	炭化面積

の炎をあて、何回で規定された長さが溶融し燃焼するかにより燃焼性の区分を測定します(D法:接炎試験)。

本試験方法は、消防法に基づく防炎性試験と同等の試験機のため予備試験としても用いることができます。なお、JISと、消防法の表記は一部異なりますのでご注意ください(表1)。

3. 酸素指数燃焼性試験

JIS L 1091「繊維製品の燃焼性試験方法」E法(酸素指数法試験)およびJIS K 7201「プラスチック-酸素指数による燃焼性の試験方法-」に対応した試験機です。

ガラスの燃焼円筒内に、指定サイズに切り出した試料を垂直に立て、円筒内に所定の酸素濃度になるよう、酸素と窒素の流量を調整して流し、試料片の上端から点火し、既定の燃焼時間又は燃焼長さが持続して燃焼し続けるかを測定する方法です。この作業を複数回繰り返し、既定の時間または燃焼長さが燃え続けるのに必要な最低限の酸素濃度から燃焼性を評価します。

JIS L 1091とJIS K 7201では、試験回数、計算方法等に一部違いがありますが、いずれの規格でも試験可能です。



図2 酸素指数燃焼性試験機

4. その他の燃焼性試験

上記の燃焼性試験機の以外に、ものづくり研究開発センターには、プラスチック材料等の遅燃性・難燃性を評価する国際的な規格であるUL94(HB、V、5V、VTM、HBF/HF)の試験が実施可能な「燃焼性評価試験機」も保有しています。詳細については、技術情報誌 vol.124 p.12 を参照ください。

1. はじめに

X線光電子分光分析は、試料表面にX線を照射し、放出される光電子のエネルギーを測定することにより、極表面に存在する元素組成を分析する方法です。X線をプローブとして用いるので、試料の損傷やチャージアップが少なく、金属をはじめセラミックや有機物など絶縁体の分析にも利用されます。

2. マイクロX線光電子分光装置の構成

マイクロX線光電子分光装置の構成を図1に示します。X線源はエネルギー線幅の狭いAl K_α (1,487eV)が利用されています。また、照射X線の集光により100～10μm φの微小領域の測定が可能です。試料から放出された光電子を、高分解能で測定するために静電半球型アナライザーで分光し、マルチチャンネルディテクターで検出されます。イオン銃を備えており、深さ方向の元素濃度の測定も可能です。光電子の測定のため分析室は超高真空に保たれています。表面から数nm程度のみ光電子が固有のエネルギーを持つため、極表面からの元素情報が得られます。

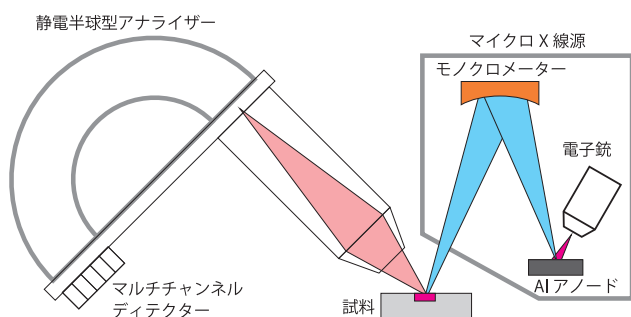


図1 マイクロX線光電子分光装置の構成

3. マイクロX線光電子分光装置での測定

マイクロX線光電子分光装置を利用した、主な測定方法について説明します。

(1) 定性分析

表面に存在する元素の種類を同定する方法です。原子の内殻電子の結合エネルギーは固有の値をもつので、検出された光電子のエネルギーと対照することにより同定します。特定ピークの強度と相対感度を利用して、簡易定量も行うことができます。図2は、表面酸化したシリコン・ウエハーの定性分析例です。

(2) 深さ方向分析 (デプス分析)

イオン銃によるエッチングと特定の元素の測定を繰

り返し、深さ方向の元素濃度を分析する方法です。通常、シリコン酸化膜のエッチング速度を参考値としますが、元素や化合物によってエッチング速度が異なります。図3は、表面酸化したシリコン・ウエハーの深さ方向分析例です。

(3) 状態分析

原子の内殻電子の結合エネルギーが、結合状態によって化学シフトすることにより、化合物の種類等の化学的結合状態を分析することができます。精度よく状態分析するためには、結合状態の特定、およびピーク位置、ピーク形状などの情報が必要です。

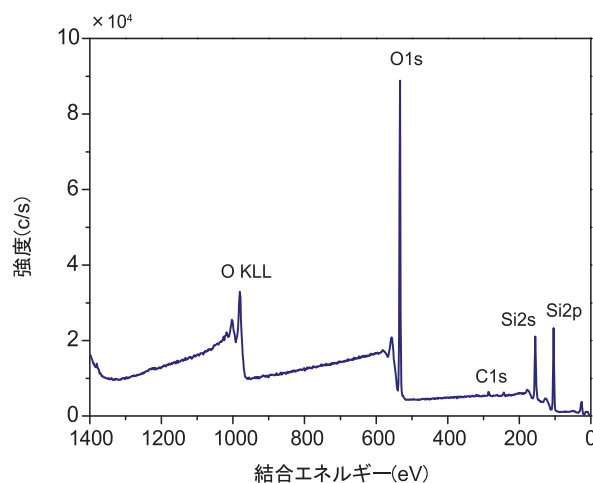


図2 定性分析

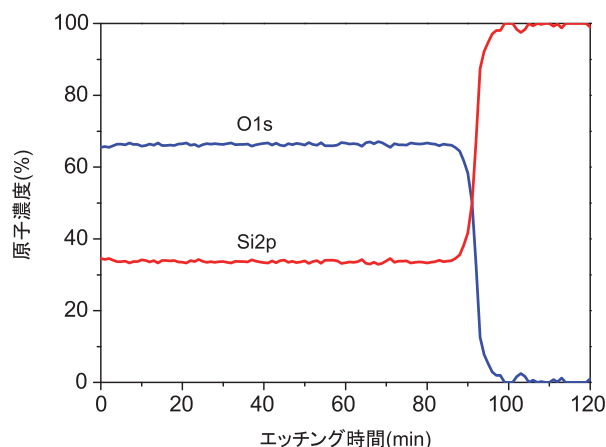


図3 深さ方向分析

4. おわりに

機械電子研究所では、公益財団法人 JKA 平成 30 年度機械振興補助事業により、マイクロX線光電子分光装置が更新される予定です。当装置による具体的な測定につきまして、お気軽にご相談ください。

《平成30年度 受賞者・表彰者のご紹介》

★中部科学技術センター会長賞★



当センター企画管理部、鍋澤浩文副主幹研究員の研究「ドライエッチング法による難加工材の微細加工とマイクロ流体素子等への応用」が、平成30年度中部公設試験研究機関研究者表彰において、中部科学技術センター会長賞(研究功績者)を受賞いたしました。

半導体の微細パターンを形成する際に、プラズマ中のイオンやラジカルと半導体表面の物理化学的反応を利用したドライエッチング法は、フォトリソグラフィと並ぶ基盤技術に位置づけられています。鍋澤浩文副主幹研究員は、この加工法を圧電材や樹脂、更には金属の微細加工に応用するため、エッチング装置の開発や加工レシピの検討を行い、光デバイスやマイクロ流体素子、射出成形用金型への応用可能性を示しました。

★富山県優良職員表彰★



当センターものづくり研究開発センター、山岸英樹主任研究員が、富山県職員表彰規定に基づき平成30年度優良職員表彰を受賞いたしました。

金属材料の新たな表面硬化処理技術やマグネシウム合金の高強度成形技術を開発するとともに、これらの技術を用いた製品の品質評価のため、超音波を応用した非破壊評価方法を開発しました。さらに、一連の成果を応用し県内企業に技術移転するため、経済産業省の大型研究開発助成事業に応募して研究資金を獲得し、県内企業との連携により共同研究を行い実用化に到達しました。

山岸英樹主任研究員の研究成果は、今年度から実施している「とやまアルミコンソーシアム」の基盤技術にもなっており、本県ものづくり産業の発展に大いに貢献しました。

★ファイラー研究会技術奨励賞★



当センターものづくり研究開発センター、水野渡課長の研究「バイオマスファイラーを活用した複合材料の開発」が、平成30年度ファイラー研究会技術奨励賞(相馬賞)を受賞いたしました。

米どころの富山県では、多量に発生するもみがらの有効利用が求められています。本研究では、セルロース混合可塑化成形装置を用いてもみがらと樹脂を複合化し、射出成型用材料を開発することを試みました。もみがら/樹脂複合材料について、もみがらの配合割合や粉砕方法、樹脂のグレードと機械的特性、成形性、耐熱性、寸法安定性等の関係を求めました。この結果、もみがらは、機械的特性、耐熱性、寸法安定性等に優れた樹脂充填材(ファイラー)であることを見出しました。

◆テクノシンポジウム2018報告◆

富山県産業技術研究開発センターテクノシンポジウム2018は平成30年7月31日(火)に開催され、平成29年度の研究成果など9テーマについて研究発表が行われました。新規設備の紹介として、①「高混練二軸押出機の設備紹介と応用事例」②「X線ナノCTの原理および非破壊観察と3D解析」③「品質評価のための振動試験と大型振動試験による試験事例」のテーマで各メーカーの担当者を招いて事例解説をしていただきました。研究発表終了後には、平成29年度の新設ラボ・設備の見学紹介を行いました。