

富山県産業技術研究開発センター
Toyama Industrial Technology Research and Development Center

CONTENTS

表紙

01 ウイスキーの本場英国で特許を取得した世界初の鑄造製蒸留器

研究紹介

- 02 CFRPの切削加工における内部欠陥評価
- 03 人工光合成に関する研究I
- 04 セルロースナノファイバーシート成形技術の開発
- 05 薄膜2次電池の開発

技術レポート

06 CAEアプリの振動試験現場での活用

お知らせ

- 07 米国オレゴン州訪問団の視察受入について
中高生ものづくり産業技術魅力探検事業について
- 08 国際会議レポート・表彰者の紹介

技 術情報誌133号(2023年3月発行)をお届けします。

<表紙の写真について>

株式会社老子製作所(高岡市)、若鶴酒造株式会社(砺波市)と富山県産業技術研究開発センターが共同開発した「高岡銅器の伝統技術による世界初の銅合金鑄造製ウイスキー蒸留器ポットスチル」に関する特許が、このたびウイスキーの本場英国において権利化されました。(令和4年9月14日付け)。この発明は、世界で初めての鑄造によるウイスキー蒸留器ポットスチルの製品化に関するものです。伝統産業である高岡銅器の高い鑄造技術により、従来の技術では困難であった鉛フリー銅合金による大型鑄造を実現することができました。

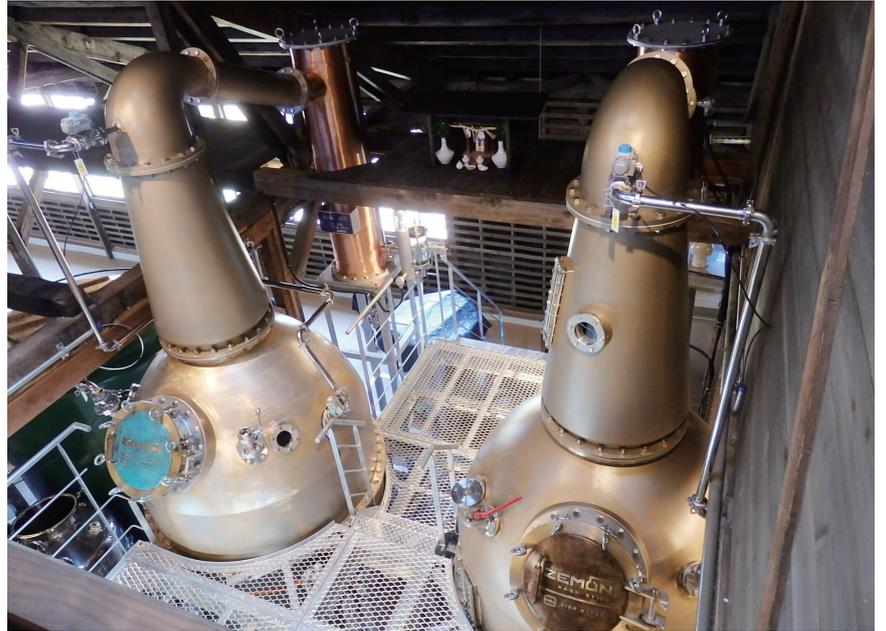


写真:鑄造製ポットスチル「ZEMON」

Point 1 50年以上の長寿命
鑄造により板厚を厚くできるため、ウイスキーの蒸留中の銅の消耗に対し長寿命

板金製 (4mm)	鑄造製 (10mm以上)
約20年	50年以上

雑味となる硫黄成分を銅と化学反応させて除去

Point 2 鉛フリー銅錫合金
銅の硫黄除去効果と錫のまろやか効果

Cu (銅)	Sn (錫)

両効果が発揮できる金属組織を形成

Point 3 短納期・形状自在

- ・製作の工程が少ない
- ・型により形状の再現が容易
- ・形状に制限が少ない

(エルボ部の原型)

Point 4 省エネ効果

蒸留効率 約188% (約2倍)
エネルギー効率向上

LPガス1kgでの蒸留量 (L)

従来蒸留器 2018	ZEMON 2019
5.0	9.0

Point 5 材質による酒質の調整
蒸留器の材質(合金成分) 新たなパラメータ

銅合金製は純銅製よりも良好な酒質となる!(不快な香りが低減)

世界的な専門家から高評価を受ける

研究紹介

CFRPの切削加工における内部欠陥評価

ものづくり研究開発センター 機能素材加工課 主任研究員 川堰 宣隆

1. はじめに

炭素繊維強化プラスチック（CFRP）は、高強度でありかつ軽量な材料であることから、航空、宇宙、自動車など様々な分野で使用されています。CFRPを切削加工する際には、仕上げ面性状やデラミネーションなどの表面欠陥が課題となります。また内部でも加工力によってクラック発生などの懸念がありますが、表面からの直接観察は困難です。

本研究では、CFRPをエンドミル加工したときの内部欠陥の状態を明らかにするためにX線CTを活用し、加工方法や繊維の方向を変化させたときの内部欠陥の変化について検討しました。

2. 実験条件および方法

被削材には、厚さ0.2mmのプリプレグを45°ごとに回転させて積層し、成形した、厚さ2.4mmの疑似等方性CFRPを使用しました。加工方式はアップカットとし、繊維方向を図1に示すように定義しました。加工後の試料の内部欠陥の評価には、ナノフォーカスX線CTを使用しました。

3. 実験結果

図2は、両端部が0°方向のCFRPを加工したときの試料内部のX線CT像です。繊維方向によって、内部欠陥の状況は大きく変化します。繊維方向が0°方向や135°方向の場合、内部欠陥は観察されません。45°方向の場合、深さ最大57 μ mまで内部クラックが生じます。また表層では炭素繊維の破断や変形など、多くの欠陥が見られました。90°方向の場合、45°方向よりもその発生領域は小さいものの、表層での繊維の破断、加工終了部での繊維の変形やクラックの発生が見られました。これらの内部欠陥は同一方向の繊維層のみで生じており、他の繊維層への伝播は見られませんでした。

単一方向材の結果¹⁾と比較すると、内部欠陥の方向依存性は同様ですが、その発生深さは小さくなります。疑似等方材では繊維方向が変化する箇所ですぐに工具軸方向の欠陥の進展が阻害され、その発生領域が切込み方向にも拡大しにくくなるといえます。

角度依存性について詳細に検討するため、繊維方向を図2から15°傾けた試料を用いて加工したところ、表面欠陥および内部欠陥は小さくなりま

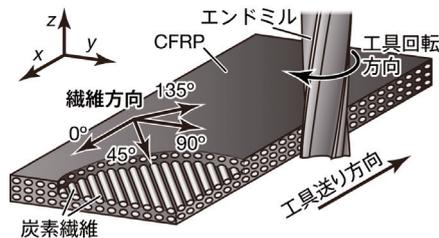


図1 CFRPのエンドミル加工の模式図

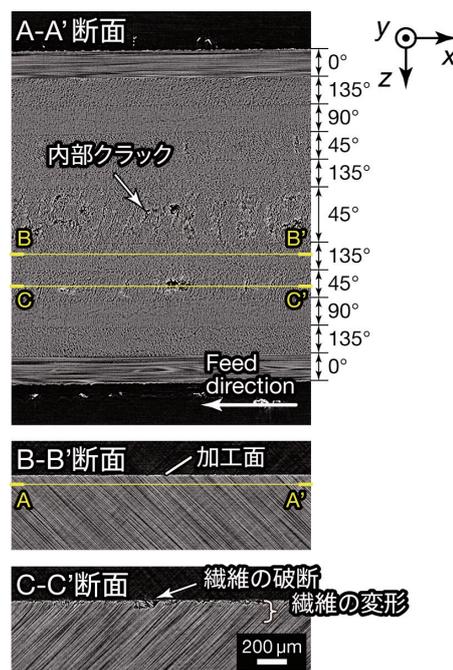


図2 加工後のCFRP内部のX線CT像

した。すなわち、繊維方向の影響を考慮したうえで、加工方向や繊維方向を設定することで、内部欠陥や表面欠陥を抑制できることを示しています。

4. おわりに

本研究では、エンドミル加工した疑似等方性CFRPの内部欠陥の生成について、X線CTを用いた評価を行いました。その結果、その内部欠陥は、単一方向材のそれと比較して小さくなり、また加工方向に対する繊維の方向を最適化することで、内部欠陥や表面欠陥を小さくできることがわかりました。

参考文献

- 1) N. Kawasegi, *Prec. Eng.*, 60, 257-264 (2019)

人工光合成に関する研究 I

ものづくり研究開発センター 製品・機能評価課長 寺澤 孝志

1. はじめに

起源をおよそ20億年前に遡る植物において、その機能である光合成は、太陽光をエネルギー源とし、二酸化炭素 (CO₂) と水から糖と酸素を合成しています。気候変動対策、エネルギー問題、持続可能な産業基盤づくりが叫ばれる中、CO₂を有用な工業原料に変換する技術の開発が求められています。

自然と調和した持続可能な光合成システムの開発を目的に、本研究では、光合成を模した人工的なシステムで、光、CO₂と水から有機物を合成 (人工光合成) することを目標としました (図1)。

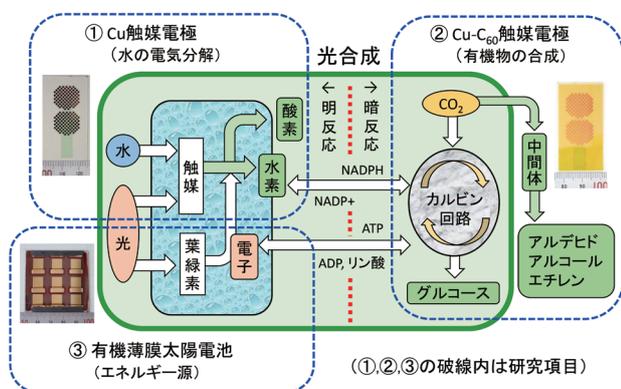
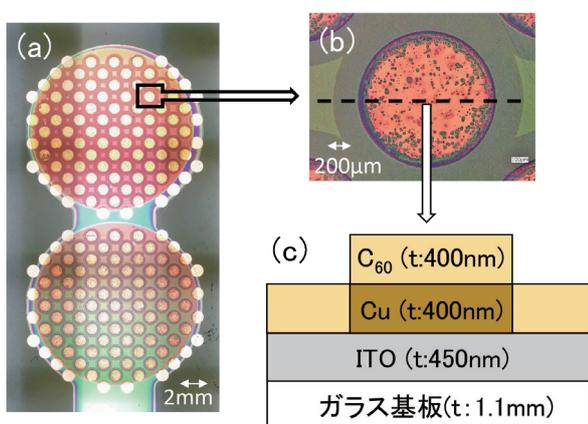


図1 光合成と人工光合成の対応

2. 有機合成のための触媒電極の開発

触媒電極の設計、作製は、CO₂を出発物質とする炭素数1の化合物の合成またはこれらを原料とした有機化合物の合成であることや、触媒に求められる高活性¹⁾、高選択性を考慮して行いました (図2)。

図2 ITO-Cu-C₆₀触媒電極の外観と構造
(a)外観, (b)拡大像, (c)断面模式図

3. 電気化学的有機合成と生成物の分析

電気化学的有機合成は、ITO-Cu-C₆₀触媒電極を動作電極とし、ポテンシostat/ガルバノスタット (1278A; ソーラトロン) を用いて定電位電解法で行いました。電解液は、0.2[M/L]の炭酸水に、緩衝液 (20×SSC; シグマ) を加えたものを使用しました。生成物は、ガスクロマトグラフ (GC-2010; 島津製作所) での分析により、アセトアルデヒド (CH₃CHO)、メタノール (CH₃OH)、ジクロロエチレン (C₂H₂Cl₂) であることがわかりました (図3)。

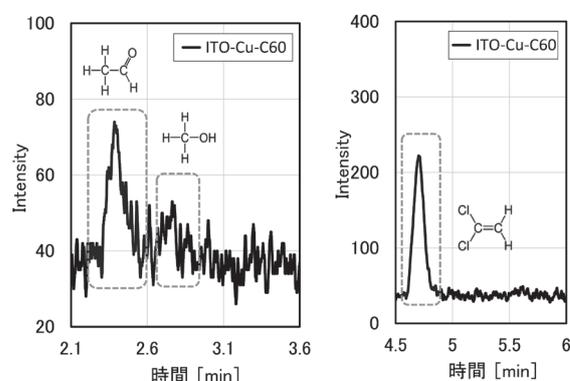


図3 生成物のガスクロマトグラフ分析

4. 有機薄膜太陽電池モジュール

有機薄膜太陽電池 (OPV)²⁾ において開放電圧、短絡電流密度の向上を目指しモジュール化に取り組んだ結果、電気化学的有機合成におけるCO₂の還元に必要な起電力 (≒1V) に目処が立ちました。

5. おわりに

二酸化炭素 (CO₂) を原料にITO-Cu-C₆₀触媒電極を用いて電気化学的有機合成を行ったところ、セトアルデヒド等の有機化合物を確認しました。また、人工光合成に必要なエネルギー源についてはOPVモジュールの可能性を示しました。引き続き、高選択性と高収率性を備えた触媒電極、および人工光合成システムを検討していく予定です。

参考文献

- 1) Y. Song, et al., *Chemistry Select*, 1, 6055-6061 (2016)
- 2) 寺澤ら, 富山県工業技術センター研究報告, 26, 132-133 (2012)

研究紹介

セルロースナノファイバーシート成形技術の開発

生活工学研究所 生活資材開発課 主任研究員 丹保 浩行

1. はじめに

植物由来のセルロースナノファイバー（CNF）は、環境負荷の少ない持続型資源であり、軽量や低熱膨張等の特徴を有しています。太陽電池やセンサ等の電子デバイスの基板には、透明性や平坦性に優れているガラスが使用されています。しかしながら、折り畳みという課題が、無機ガラスにはあります。CNF水懸濁液からCNFシート（紙）を形成するとき、CNF同士の凝集を制御することは困難で、しわが形成されました。本研究では、横方向プレスを用いることで、しわの発生を抑制するCNFシート成形について検討しました。

2. CNFシートの成形

図1に横プレス法の概要を示します。CNF水懸濁液を減圧ろ過することにより、ゲル状CNF膜をメンブレンフィルター上に形成しました。このゲル状CNF膜の表面にシリコンモールドを接触させ、室温大気中で重力方向に対して垂直方向にプレスしました。続いて、110℃でプレスしました。それから、モールド及びメンブレンフィルターから剥離することによりCNFシートを成形しました。

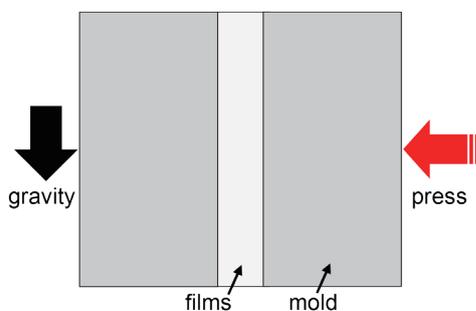


図1 横方向プレスを用いたCNFシート成形の概略図

3. CNFシートの評価

横プレス法で成形したCNFシートの光学像を図2に示します。図2 (a) と図2 (b) は、3cm × 3cmと4cm × 4cmのモールドを用いて横プレス成形したCNFシートです。図2 (a) より、CNFシートの外周付近に4本の直線が観察されました。モールドと同じサイズの四角形が描かれるため、CNFシートはプレス成形されたことがわかりました。線より外周側はモールドサイズが小さいため、プレス成形されていません。一方、モールド端に

より形成される直線は、図2 (b) に示すCNFシートからは観察されませんでした。モールドは、ゲル状CNF膜より大きいいため、CNFシート全体がプレス成形されたことがわかりました。プレスされていない領域では、自然凝集で生じるしわのあるCNFシートは形成されますが、圧力を印加されてモールドと接触している領域ではCNF同士の自然凝集に伴う変形が抑制された状態でCNFシートは成形されていると考えられます。

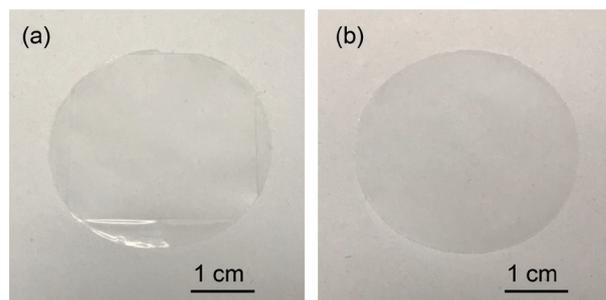


図2 寸法(a)3cm×3cmと(b)4cm×4cmのモールドを用いて成形したCNFシートの光学像

CNFシートの透過スペクトルを示します（図3）。CNFシートの厚みが減少するにつれて、透過率は増大することが確認されました。シート厚5μmのCNFシートの透過スペクトルは、波長550nmにおいて透過率90%を示しました。

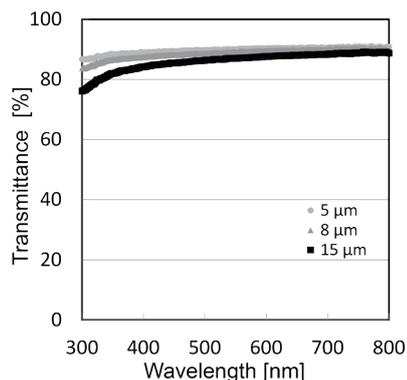


図3 CNFシートの透過スペクトル

4. おわりに

横プレス法を用いてCNF水懸濁液からCNFシートを成形しました。生分解性や生体適合性が高いセルロースはカーボンニュートラルな素材であり、ナノファイバーシートは折り畳めることから、フレキシブル基板としての利用が期待されます。

薄膜2次電池の開発

機械電子研究所 電子デバイス技術課 副主幹研究員 角田 龍則

1. はじめに

今日リチウムイオン2次電池は、高出力電源として小型携帯情報端末から自動車などの大型輸送機器にわたる様々な製品に採用されています。なかでも、次世代の電池として注目を集めている固体電解質2次電池は、電解液がないためリチウムイオンのみが移動する電池であり、放電特性の劣化が起きにくいと言われています。この固体電解質とは、従来の電池における電解液とセパレータの機能を併せもつ無機材料であり、硫化物系と酸化物系に分類することができます。図1にそれぞれの特徴を示します。

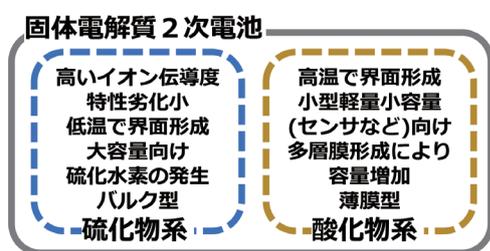


図1 固体電解質2次電池の特徴

硫化物系電解質は、自動車などの大容量電池向けに開発が進んでおり、酸化物系電解質は、積層電子デバイスの生産技術を応用し、センサ等の小型電子機器の電源として実用化が進められています。そのような固体電解質2次電池において負極に使われるシリコンは、充放電による膨張収縮によって、微粉化が進行し界面剥離してしまうことが知られています。

そこで本研究では、銅負極を使用した薄膜2次電池を作製し、その特性を評価しました。

2. 気相法による薄膜2次電池の作製

各層はスパッタリング法で成膜し、ガラス基板上に正極側の集電電極を形成した後、マスクを変えながら正極（コバルト酸リチウム）、固体電解質（窒化リン酸リチウム）、負極（銅）の3層を連続成膜しました。



図2 装置内スパッタリングターゲット(左)とガラス板上に成膜した薄膜2次電池外観(右)

作製した多層膜の深さ方向の元素分析と断面SEM観察の結果から、各層の膜構造は図3のとおりであることがわかりました。

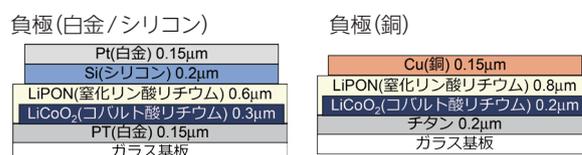


図3 薄膜2次電池の膜構造（負極ありと負極なし）

3. 薄膜2次電池の電池特性

得られた多層膜の充放電特性を、レート3C（放電1回あたり20分）で測定しました。図4は、充放電特性と初期容量からの変化率（各サイクルの測定容量を初期容量で除算した値）です。銅負極の場合、その容量は約 $10\mu\text{Ah}/\text{cm}^2$ 、2.5V付近でやや平坦な領域を示す放電曲線が得られました。電池容量は約100サイクルで初期の8割まで減少しましたが、400サイクル以降も5割の容量を維持しました。白金/シリコン負極と比較して放電電圧は低くなりますが、容量維持率は大幅に改善できました。

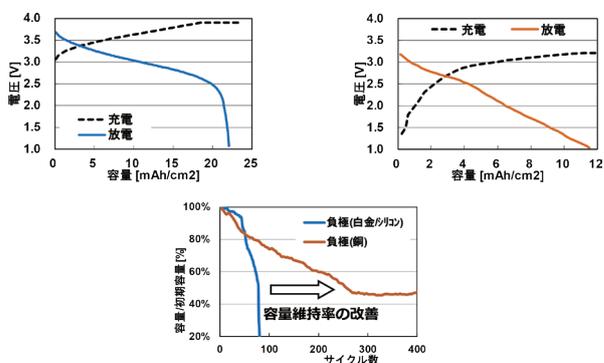


図4 薄膜2次電池の充放電特性(上)と容量変化(下)

4. おわりに

本研究では、スパッタリング法により正極、電解質、負極および集電電極を成膜し、電解液を使用しない薄膜2次電池を試作しました。その結果、各層を連続成膜したことで負極を銅にしたことにより、充放電サイクル特性を大幅に向上させることができました。今後は、電池特性の改善を目指して電極保護膜などの検討を進める予定です。

CAEアプリの振動試験現場での活用

機械電子研究所 機械情報システム課 副主幹研究員 清水 孝晃

1. はじめに

振動試験を行う時には、事前に次の観点で試験実施の可否を検討します。

- ① 試験機的能力範囲であるか。
- ② 試験体と試験機中心の偏心が許容範囲であるか。
- ③ 試験治具が試験条件（振動の強さ、振動数範囲）に適したもののか。

これらの中で③は判断が難しくかつ試験を安全に正確に実施するうえで重要な観点です。この判断のツールとしてCAEを用いることが有効です。強度や共振点をコンピューター上に構築したモデルにより計算する方法ですが、専用ソフトが必要でありそれを動かすコンピューターも高性能のものが要求され簡単に導入し利用できるものではありません。

機械電子研究所に令和2年度導入された複合材料デザインシステムに含まれるCAEソフトCOMSOLには、CAEの解析モデルを解析アプリに展開する機能があります。作成した解析アプリは、ライセンス外の環境においても汎用のPC上で起動し、どこでも計算を行うことが可能です。この解析アプリ作成機能を、振動試験治具の共振点解析に応用した事例を紹介いたします。

2. 作成したCAEアプリ

単純形状を組み合わせた物体の寸法や材料特性を指定することにより固有振動数を計算します。

モデルの一例を図1に示します。300mm角の立方体治具とその上部にプレート、プレート上に中央と左右の3か所に錘を搭載した形状です。プレートと錘は各寸法、ヤング率、密度を指定することが可能です。解析は固有振動数解析を行い、低い振動数から3ヶ求め、振動数とその時の変形表示を表示します。

3. CAEアプリの検証

COMSOLでの計算結果と、解析アプリでの計算結果を比較しました。

中央の錘だけを有し左右が無いモデルとし、アプリにおいて左右の錘の密度を 0.1kg/m^3 と小さくして疑似的に表現しましたが表1の計算結果のように大きな違いは見られず実用に耐えうると判断できます。

表1 計算結果

ツール	固有振動数 (Hz)		
アプリ	397.6	401.1	670.3
COMSOL	397.6	401.1	670.1

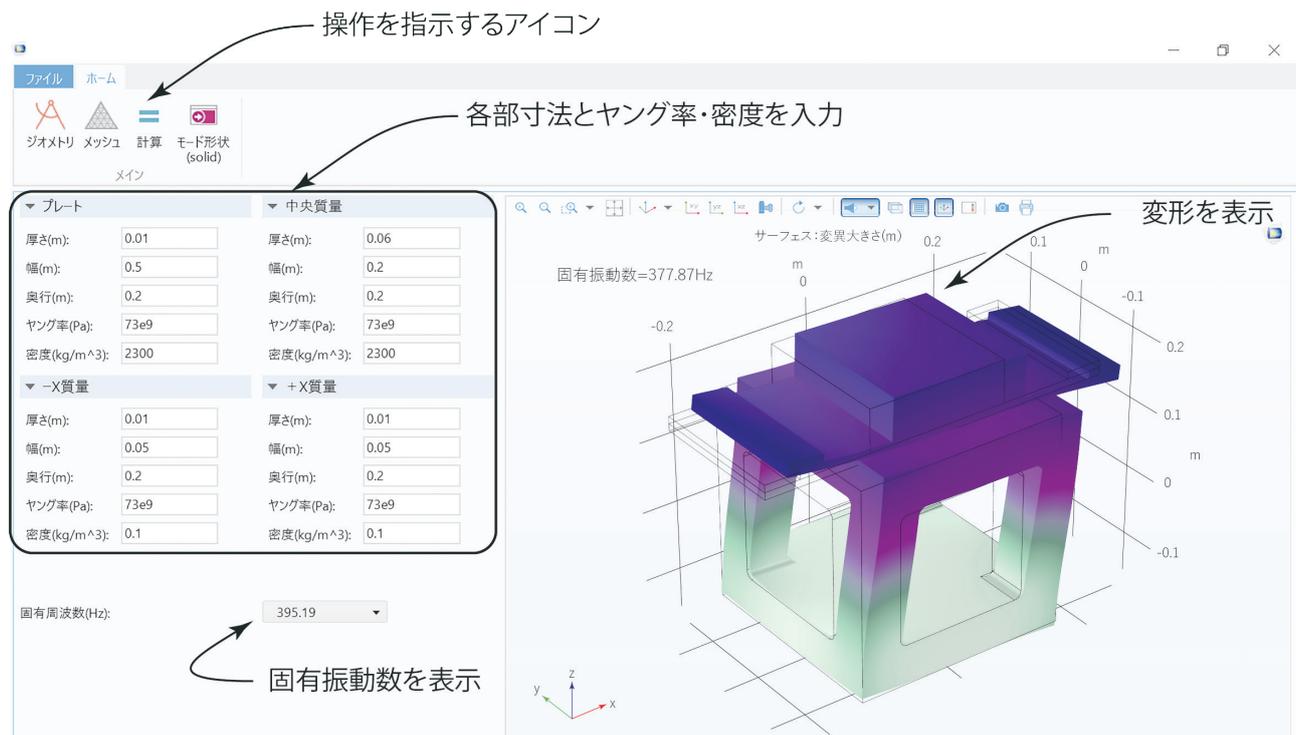
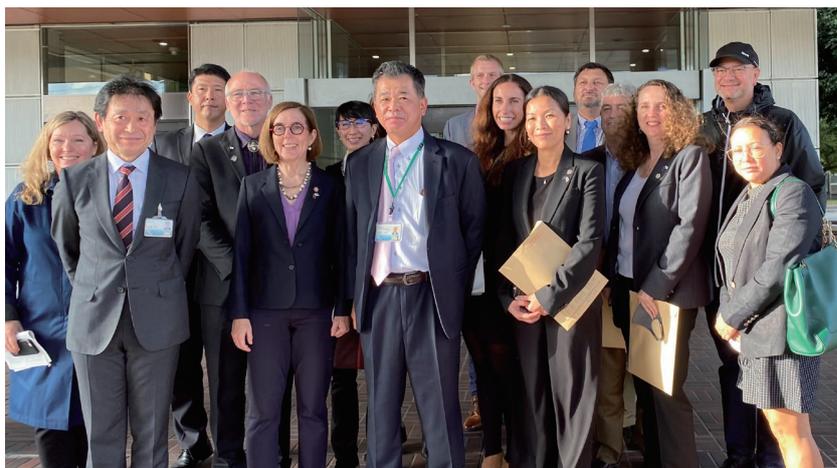


図1 作成したCAEアプリ

訪問団・見学者の受入について

米国オレゴン州訪問団の視察受入について

富山県と米国オレゴン州は友好提携締結30周年を迎えました。これまで以上に自治体間の経済的・文化的な交流を深め、双方にとってより良い友好関係を促進することを目的として、ケイト・ブラウン米国オレゴン州知事（集合写真の左から5人目。中央は高林センター所長、左から2人目は水野ものづくり研究開発センター長。）をはじめとする訪問団が来県されました。県内視察の一環として、令和4年10月24日にもものづくり研究開発センターをご訪問いただき、デジタルものづくりラボ、製品機能・環境負荷評価ラボ、高機能素材ラボ、CNF製品実証試作ラボ等の先端設備を見学されました。



中高生ものづくり産業技術魅力探検事業について

県内の中高生が職場見学を通して、ものづくり企業と産業支援機関について理解を深め、ものづくり技術のすばらしさや面白さへの関心を高めてもらうことを目的に、富山県中学生ものづくり教育振興会（富山県機電工業会内）と連携して中高生ものづくり産業技術魅力探検事業を実施しました。

生徒の皆さんには、産業技術研究開発センターの仕事や、県の産業の特徴、次世代産業育成のための取組みについて学んでいただきました。

講義の後は、製品に振動を加えて製品の寿命を評価する「大型振動試験機」や、乗用車をはじめとする大型製品に温度・湿度・日射を与えて、自然環境を再現し耐久性を評価する「自然環境負荷システム」、切削加工では作製が難しい複雑な形状の金属部品を造形する「3Dプリンター」など、「計測・分析・評価」や「研究開発」で利用される最先端設備を見学していただきました。

本年度は、富山県内の中学校5校を受け入れ、参加者数は、生徒、教員を合わせて100名でした。見学は「産技研における新型コロナウイルスに対するStage 1対応」により、各班最大5名にて行いました。



お知らせ

国際会議レポート・表彰者の紹介

NNT2022に参加して

機械電子研究所 電子デバイス技術課 副主幹研究員 横山 義之

1. はじめに

2022年10月5日～7日に、富山国際会議場にて行われたThe 22nd International Nanoimprint and Nanoprint Technology Conference (NNT2022)に参加いたしました。この会議は、ナノインプリント技術に関する装置技術、プロセス技術、材料技術からデバイス応用までの全てを網羅する国際会議で、ナノインプリント技術の最先端の成果が報告される中心的な国際会議となっています。ナノインプリントとは、樹脂をモールド（金型）と基板で挟み込み、ナノメートル（10億分の1メートル）オーダーのパターンを転写する微細加工技術です。ナノ構造を持つ製品を低コストで量産できる微細加工技術として期待されており、現在、半導体デバイス、ストレージメディア、バイオ、光学部材など多方面の分野で、実用化への取り組みが進んでいます。

2. 会議概要

会議では、ナノインプリントに関する最新の研究内容が60件発表され、活発な討論が行われました。開催国である日本以外の海外からも、オンラインを利用して数多くの参加・発表があり、この研究分野の関心

の高さが感じられました。

注目を集めた発表としては、最先端の半導体チップ製造に向けたナノインプリント技術の開発状況、ナノ空間における樹脂の流動シミュレーションを活用したナノインプリントプロセスの改良、連続大量生産のためのロール転写方式のナノインプリント装置の開発、ナノインプリントによって転写された高アスペクト比のナノ突起の抗菌性発現に関するもの等がありました。

企業からの展示も多く、均一プレスや均一剥離機構を搭載し大幅な欠陥低減を実現した最新のナノインプリント装置、ナノインプリント用石英モールドや樹脂材料等の部材、モスアイ構造を利用した低反射光学フィルム等の応用製品が多数紹介されていました。

3. おわりに

本会議に参加し、最先端のナノインプリント技術について学ぶことができました。今後も、様々な微細加工技術の世界的な動向に注視しながら、種々の電子・光学・バイオデバイスの研究開発に取り組んでいきたいと思えます。

令和4年度中部公設試験研究機関研究者表彰
“中部科学技術センター会長賞（研究功績者）”

ものづくり研究開発センター、川堰宣隆主任研究員の研究「機能性表面（テクスチャ）を有する切削工具の開発と産業への展開」が、公益財団法人中部科学技術センター主催の令和4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。

切削加工では工具・被削材間に摩擦が生じ、加工特性に大きな影響を及ぼします。そこで、工具の摩擦特

性を改善する新たな手法として、表面にマイクロ・ナノメートルオーダーの微細なテクスチャを有する切削工具を開発しました。これによって、工具・被削材間の摩擦が減少し、切削力の低下、工具寿命の改善、凝着の抑制や仕上げ面の改善など、工具の加工性能を大きく改善できることを明らかにしました。本技術は、富山県内ならびに国内で広く行われている各種切削工具に適用可能なものであり、工具技術および加工技術の高度化が期待されます。