

ISSN 0914-2207

REPORT OF THE
TOYAMA INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER

Nº 25 2011

富山県工業技術センター研究報告

富山県工業技術センター

富山県工業技術センター研究報告書

目 次

I	プロジェクト推進担当研究報告	1
II	中央研究所研究報告	9
	◇材料技術課	
	◇加工技術課	
	◇評価技術課	
III	生活工学研究所研究報告	69
	◇製品科学課	
	◇生産システム課	
IV	機械電子研究所研究報告	101
	◇機械システム課	
	◇電子技術課	

I プロジェクト推進担当

□戦略的基盤技術高度化支援事業

一般自動車用高品質耐食性マグネシウム鍛造ホイールの量産化技術の開発	1
プロジェクト推進担当	山岸英樹
加工技術課	富田正吾, 柿内茂樹
ワシマイヤー(株)	(財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

□科学研究費補助金

機能性表面を有する切削工具の開発と応用に関する研究	2
プロジェクト推進担当	川堰宣隆

□一般研究

横波超音波を用いた金属疲労非破壊評価技術に関する研究	3
プロジェクト推進担当	山岸英樹
評価技術課	佐々木克浩

□企業との共同研究

難削材加工用エンドミルの開発	5
プロジェクト推進担当	川堰宣隆
本田精密工業(株)	本田拓也

アルミニウム合金とマグネシウム合金の鍛造接合技術の開発	6
プロジェクト推進担当	山岸英樹
企画情報課	住岡淳司
加工技術課	富田正吾, 柿内茂樹
ワシマイヤー(株)	餅川昭二, 島崎浩一, 竹田孝一

アルミニウム合金とマグネシウム合金の鍛造接合における不活性ガスシールドによる接合強度向上に関する研究	7
プロジェクト推進担当	山岸英樹
企画情報課	住岡淳司
加工技術課	富田正吾, 柿内茂樹
ワシマイヤー(株)	餅川昭二, 島崎浩一, 竹田孝一

ファインセラミックスを使用した打錠成型用臼の開発	8
プロジェクト推進担当	山岸英樹, 川堰宣隆
(株)ビー・エム・プロダクツ	黒川正博

一般自動車用高品質耐食性マグネシウム鍛造ホイール 量産技術の開発

プロジェクト推進担当 山岸英樹^{*}、加工技術課 富田正吾 柿内茂樹、材料技術課 山崎太郎、
ワシマイヤー株式会社、財団法人富山県新世紀産業機構（管理法人）

1. はじめに

F1 レースに用いられているマグネシウム鍛造ホイールは、一般乗用車向けにおいても国内外自動車メーカーからその開発が望まれているが、鍛造技術、機械的性質及び耐食性を含めた量産安定化技術に問題があり実現されていない。本研究（戦略的基盤技術高度化支援事業）では、低コスト多段鍛造法並びに表面切削及び表面処理の組み合わせによる高品位耐食性付与技術を開発することにより、マグネシウム合金鍛造ホイールの量産技術を確立し、現在流通していない高付加価値製品を市場に投入することを目指すものである。

富山県工業技術センターでは、上記市販車用ホイールの開発において、最適な鍛造加工条件及び表面処理技術確立に資する為、疲労強度を含めた各種機械的性質、金属組織及び化学成分についての評価試験を実施した。

2. 結果ほか

高強度で均一な品質を得るために、アルミホールで既に量産化している技術である成形鍛造前のプレ鍛造を行いその金属組織観察を行った。図1に鋳造ビレット及び本前処理を行ったブランク材の光学顕微鏡による金属組織写真を示す。処理材は動的再結晶により結晶粒及び化合物相が微細で均質な素材となる。このようにブランク材の段階で機械的性質を調整しておくことで、成形鍛造で得られるホイールの品質が向上する。図2に耐食性向上を狙い各種条件で表面処理を施したプレ鍛造材の回転曲げ疲労試験結果を示す。断面組織観察、化学成分分析及びその他機械的性質試験のほか、塩水噴霧試験の結果も総合し、最適な表面処理条件について検討を行った。これら評価試験の結果、目標とする結晶粒微細化を達成する鍛造加工条件に見通をつけ、また実用化の面で特にキーとなる耐食性向上のための表面処理の選定についても概ね絞り込むことができた。

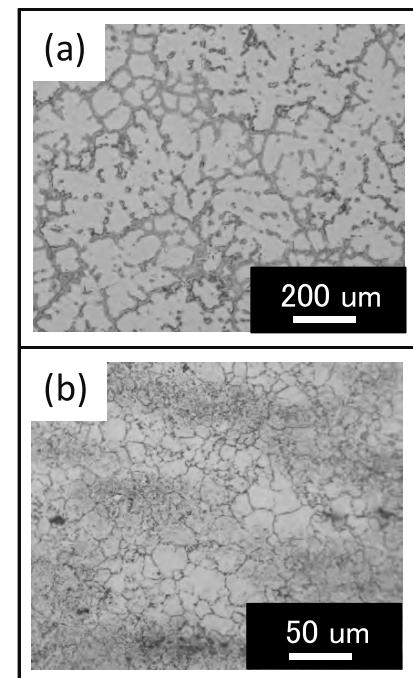


Fig. 1 Optical microscopy images of the (a) as cast material and (b) as pre-forged material.

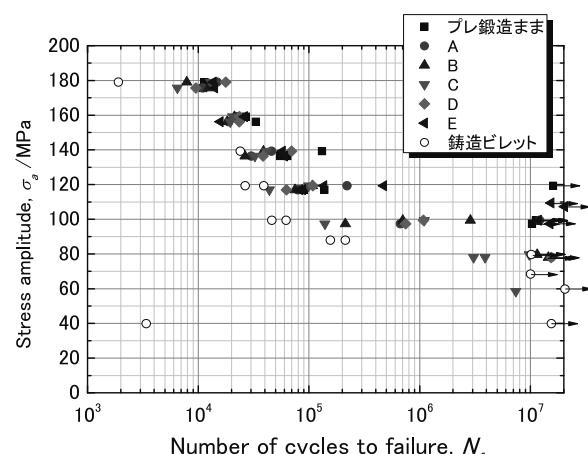


Fig. 2 SN plots of the various surface treatment materials.

< 詳細は H22 年度戦略的基盤技術高度化支援事業成果報告書を参照のこと >

*現 産学官連携推進担当

機能性表面を有する切削工具の開発と応用に関する研究

プロジェクト推進担当 川堰宣隆*

1. はじめに

本研究は、工具表面にマイクロ・ナノメータオーダの微細なテクスチャを作製し、そこで発現する摩擦の低下の作用を応用することで、優れた加工性を持った切削工具を開発することを目的としている。これまでの実験では、工具すぐい面の十分な領域にテクスチャを作製してきた。テクスチャ作製の高効率化およびその原理について検討するうえで、テクスチャが最も有効な領域を明らかにする必要がある。

本報では、テクスチャの作製領域を変化させた実験を行い、その影響について検討した。

2. 実験方法および条件

テクスチャの作製には、フェムト秒レーザを使用した。テクスチャを作製する幅を $100\text{ }\mu\text{m}$ 一定とし、切れ刃から $100\text{ }\mu\text{m}$ ごとに位置を変化させた。テクスチャの方向は、切りくず排出方向に対して垂直とした。実験では超硬工具と DLC コーティングを行った超硬工具(以下、DLC 工具とよぶ)を使用し、アルミニウム合金 A5052 の旋削加工を行った。

3. 実験結果および考察

図1と図2は、それぞれ超硬工具と DLC 工具を用いて、テクスチャの位置を変化させた場合の切削抵抗である。また、図3は、テクスチャを $100\text{--}200\text{ }\mu\text{m}$ の領域に作製したときの SEM 観察像である。コーティングのない工具の場合、工具切れ刃部でその効果は最も小さい。テクスチャの位置が $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上になると、その値は一定となった。コーティングのない工具では、工具表面に被削材の凝着が多く見られた(図3(a))。切れ刃周辺では凝着の影響が大きく現れ、テクスチャの効果が現れにくい。また工具・被削材間の接触距離は長く、テクスチャの効果が広く分布したと考える。

DLC 工具の場合、テクスチャが切れ刃付近の場合に切削抵抗が最も小さく、切れ刃から離れるにつれて、その値は増加した。テクスチャの位置が $300\text{ }\mu\text{m}$ 以上になると、その値はテクスチャのない場合と同様となった。すなわち、テクスチャによる効果は切れ刃付近で最も大きく、本実験条件下では切れ刃から $300\text{ }\mu\text{m}$ までの領域でその効果が現れることがわかる。

4. おわりに

本報では、テクスチャの作製位置を変化させた実験を行

*現 加工技術課

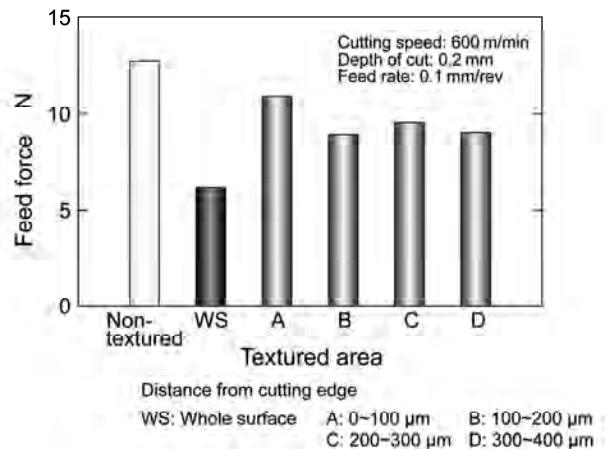


Fig. 1 Changes in cutting force using noncoated tools textured on various distance from cutting edge.

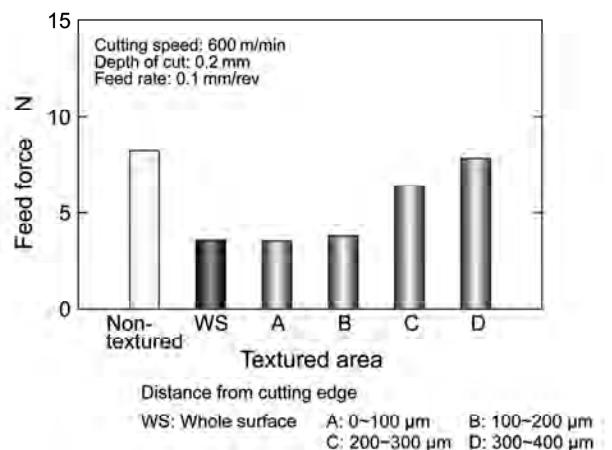


Fig. 2 Changes in cutting force using DLC-coated tools textured on various distance from cutting edge.

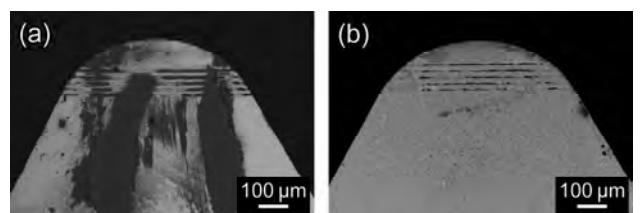


Fig. 3 SEM image of (a) noncoated and (b) DLC coated tools with the texture. The textures were patterned on $100\text{--}200\text{ }\mu\text{m}$ area from the cutting edge.

った。その結果、テクスチャの位置によってその効果は異なり、DLC 工具の場合に切れ刃から約 $200\text{ }\mu\text{m}$ までの領域で強い効果が現れることがわかった。

本研究は科学研究費補助金若手研究(B)を受けて行われたことを記して、お礼申し上げます。

横波超音波を用いた金属疲労非破壊評価技術の開発

プロジェクト推進担当 山岸英樹[※]、 評価技術課 佐々木克浩

1. 緒言

サステイナブル社会構築のための素材として、その利用拡大が期待されるマグネシウム及びマグネシウム合金の展伸材は、結晶構造に由来する常温での限られたすべり系及び強い集合組織形成のため、機械的性質の異方性が強く、生産技術上の問題点（難塑性加工性）ほか、設計段階において十分にその疲労強度が見込めない点からも構造部材としての活用があまり進んでいない。

超音波パルス法を用いて、疲労過程中の力学特性をモニタリングすることで疲労損傷挙動を把握することができれば、非破壊検査技術の観点から上述の問題の一端を解決できるほか、材料科学の観点からも、マグネシウムの持つ複雑な変形機構の解明に資する重要な情報を提示してくれるものと考えられる¹⁻³⁾。

2. 実験方法

99.95 wt %のマグネシウム押し出し材($t=5.5\text{ mm}$)において、油圧サーボ疲労試験機を用い繰り返し引張荷重($R=0$)を与える。任意の疲労サイクルにおいて横波及び縦波超音波により板厚方向に各音速を取得することで、低サイクル疲労及び高サイクル疲労の進行に伴う各種弾性率を算出した。また、断面組織観察及び硬さ等の材料試験、並びに両疲労モードの挙動比較により、疲労進行に伴う力学特性の変化要因について検討した。

3. 実験結果および考察^{2,3)}

3. 1 疲労過程の力学特性

図1に両疲労モードの疲労度に対する横波音速及(a)び各種弾性率挙動(b-e)を示す。なお、図中いずれのデータも横波の偏向面は荷重方向に平行である。疲労の進行に伴いヤング率及び剛性率は大きく低下した。一方、ポアソン比及び体積弾性率は疲労と共に増加するが、低サイクル疲労では破壊直前に大きく低下する傾向を示した。また同じ疲労度であっても低サイクル疲労の方が、高サイクル疲労より大きな変化量となる。なお、本図に

は示さないが、横波の音速低下量は縦波よりも極めて大きくなり（結果ポアソン比の増加となる）、また偏向面を荷重方向に平行とした場合の方が、垂直にした場合よりも大きな低下となることが分かった。

3. 2 力学特性の挙動要因

破面及び断面組織観察より、粒界が非常に脆弱な疲労損傷形態であることが分かった。横波と縦波の伝播モード依存性及び横波の音響異方性から、本材の疲労過程における極端な力学特性低下の要因として、粒界欠陥の発達が理解できた。なお、硬さと相関のある体積弾性率の増加は加工硬化により、またその低サイクル疲労における破壊直前の急激な低下は音波の伝播経路における巨視的な疲労き裂の影響を受けたものである。

本材の変形機構領域図から、上記欠陥の形成要因として粒界拡散及びへき開が考えられる。その変形機構を検討するため、音速の低下が粒界欠陥の発達に比例したものと仮定し、疲労負荷1サイクル当たりの音速低下量($\angle V/N$)と0.2%耐力で規格化した駆動応力の関係から、低サイクル疲労における本欠陥の発達機構に対する応力指数nを算出したところ $n=5.6$ となった。すなわち、単純な粒界拡散律速($n \approx 1$)ではなく、へき開が本力学特性低下の主たるモードであることが示唆された。

4. 結言

超音波パルス法によりマグネシウムの疲労過程における力学特性を評価し、さらに応力指数を求めることでその変形機構を提示したことは、非破壊検査技術としての有用性だけでなく、本材の利用拡大を推し進めるための新たな評価法及び知見になったと考えられる。

「参考文献」

- 1) H. Yamagishi, M. Fukuhara and A. Chiba: Metallurgical and Materials Transactions, **41A** (2010) pp. 2010-2151.
- 2) H. Yamagishi, M. Fukuhara and A. Chiba: Materials Transactions, **51** (2010) pp. 1255-1263.
- 3) H. Yamagishi, M. Fukuhara and A. Chiba: Materials Transactions, **51** (2010) pp. 2025-2032.

*現 産学官連携推進担当

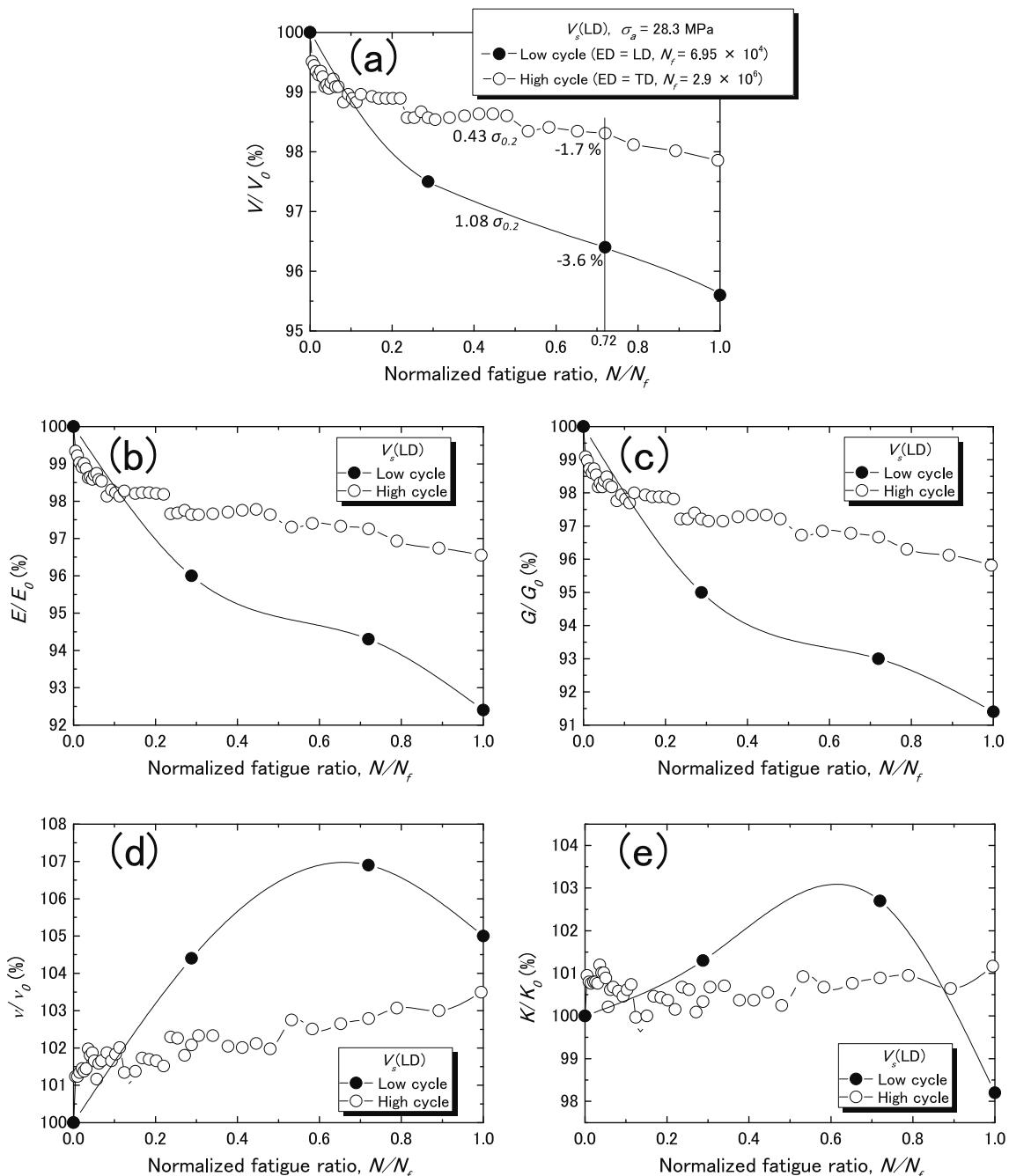


Fig. 1 Change ratios during the low- and high-cycle fatigue in the (a) shear wave velocity, (b) Young's modulus, (c) shear modulus, (d) Poisson's ratio, and (e) bulk modulus with the normalized fatigue ratio, N/N_f . The deflected surfaces of the shear waves were aligned in the LD.

キーワード：非破壊評価、超音波、金属疲労、力学特性、マグネシウム

Nondestructive Evaluation of Fatigue Using Ultrasonic Shear Waves

Project promoter; Hideki YAMAGISHI, Evaluation section; Katsuhiro SASAKI

The mechanical behaviors of extruded pure magnesium during high- and low- cycles fatigue at room temperature were investigated using ultrasonic reflection methods with longitudinal and shear waves. The sound velocities and calculated mechanical properties, Young's and shear moduli, decreased by a large percentage with an increased number of cycles. However, Poisson's ratio and bulk modulus increased before a macroscopic crack occurred. The fatigue stress amplitude was normalized using 0.2 % proof strength to provide a reasonable figure for the mechanical property degradation that would accompany the development of void defect mainly caused by cleavage crack. The damage phase data were determined using optical microscopy, scanning electron microscopy, and Vickers hardness tests.

難削材加工用エンドミルの開発

プロジェクト推進担当 川堰宣隆^{*}, 本田精密工業(株) 本田拓也

1. はじめに

チタン合金は、比重、比強度、耐熱性、耐食性等の点で優れた材料と知られており、現在、航空機産業をはじめとした様々な分野で需要が増している。一方、チタン合金の機械加工になると、切れ刃の先端に極めて高い応力がかかり、チッピングを生じやすい。また、その低い熱伝導率から、工具には切削熱が蓄積されやすい。これらの要因によって、工具には著しい摩耗が生じる。このため、チタン合金は難削材として知られている。高能率な加工を行うためには、工具形状を最適化し、耐摩耗性等の点で優れた工具の開発が必要となってくる。

本研究では、チタン合金加工用エンドミルとして、とくに大径の工具開発について検討を行った。

2. 実験結果

エンドミル加工では、工具摩耗と同時に切りくずの排出挙動が重要となってくる。そこで本研究では、とくに切りくず排出挙動の改善について検討を行った。図1は、使用したエンドミルの写真である。工具には、本田精密工業製ウェーブエンドミルを使用した。本エンドミルは、切れ刃に独自の形状を有しており、これによって切削抵抗の低減や切りくず排出性の改善を期待できる。

実験では、従来品のエンドミルに対して、とくに工具溝形状およびすくい角を変化させて加工を行い、その影響について検討した。

図2は、工具の溝形状を変化させたときの工具寿命の比較である。従来品の工具寿命を1として、その変化割合を示した。実験では、チタン合金の側面加工を行い、工具摩耗が基準に達するまでの距離を比較した。改善品の工具を用いた場合、工具のチッピングおよび摩耗量は減少し、工具寿命は長くなった。切りくずの排出状況を観察した結果、長時間にわたって安定した排出挙動を示していた。また、切りくず形状を観察したところ、そのカール半径は小さくなっていた。すなわち、切りくずの形状の変化によりその排出性が改善され、チッピング等の摩耗が抑制されたと考える。これによって、工具の長寿命化が可能であった。



Fig. 1 View of an endmill used in the experiments.

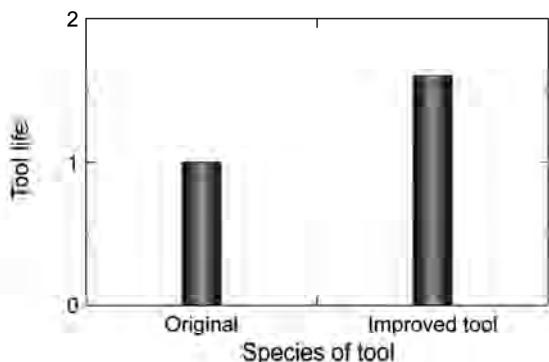


Fig. 2 Comparison of the tool life at various pitches of waviness.

3. おわりに

本研究では、チタン合金加工用のエンドミルの開発を行った。その結果、工具形状の最適化によって、とくに切りくずの排出性が改善され、工具の長寿命化が可能であった。今後は、さらなる工具の改善について検討する。

*現 加工技術課

アルミニウム合金とマグネシウム合金の鍛造接合技術の開発

プロジェクト推進担当 山岸英樹^{*1}、企画情報課 住岡淳司^{*2}、加工技術課 富田正吾 柿内茂樹、
ワシマイヤー株式会社 餅川昭二 島崎浩一 竹田孝一

1. はじめに

省エネルギー化の観点から、軽量効果の高いマグネシウム合金の利用拡大が望まれている。しかしながら一般のマグネシウム合金は耐食性や強度の問題でそのまま利用するには制約が大きい。化成処理等の表面処理に関しても、現時点ではマグネシウム合金を一般に広く普及させるに十分なものはないと言える。そのため、軽量で広く実用化されているアルミニウム合金とのテラードブランク的発想の接合部材、あるいはアルミニウム合金を被覆したクラッド材としての利用が考えられる。究極的には、軽量であるが耐食性や強度に問題のあるマグネシウム合金を、高耐食性また高強度化の調整が比較的容易なアルミニウム合金で完全に被覆するような接合技術が望まれると考えられる。

アルミニウム合金とマグネシウム合金の冶金的接合技術には、拡散接合法や摩擦攪拌接合(FSW)法がある。しかしながら、従来の拡散接合法では、その接合部の引張強さは高々30 MPa程度であり強度が非常に小さい。また通常、本法は酸化膜の影響により接合が困難となることから、減圧あるいは不活性ガス雰囲気において加工しなければならないほか、数十分から数時間の加圧保持時間を要するため、強度および生産性の観点から実用性に乏しい。一方、回転工具の摩擦熱により固相状態で練り混ぜ(塑性流動)、部材を一体化させるFSW法では、上述の拡散接合法に比較し、高強度(引張強さ約115 MPa)を得られる報告がなされている¹⁾。しかしながら、本法もその接合原理から、実用的には線あるいは点接合に限られる問題を抱える。広域な面接合には時間がかかり量産対応は困難であるほか、3次元曲面及び厚肉内部の面接合は不可能である。

我々は、上記問題を解決するための新たなアルミニウム合金とマグネシウム合金の接合手法として、鍛造法を用いた「短時間加工での高強度な面接合技術」の開発について、平成20年度より取り組んでいる。すなわち、上記従来技術を凌駕し、実用に資する高強度な

接合技術を確立することとするものである。

2. 結果ほか

加工条件等の最適化により、引張り強さ約155 MPaを達成した。本継手強度は純マグネシウム展伸材相当であり、通常得られる拡散接合の約5倍、またFSW法の約1.3倍となる。

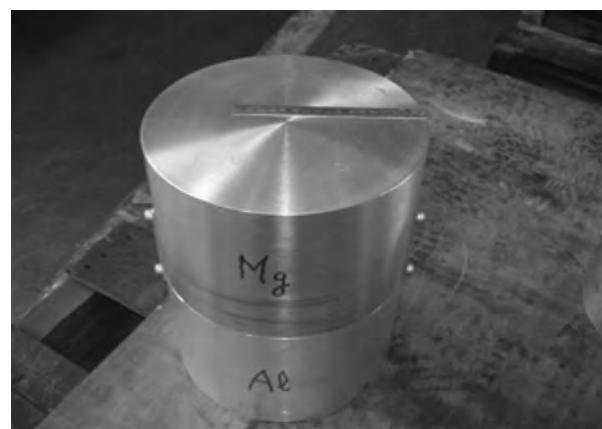


Fig. 1 Cast billet before forging.



Fig. 2 Appearance of the forging process.

「参考文献」

1) Naotsugu Yamamoto et al.:

Materials Transactions, 50 (2009) pp. 2833-2838.

*1現 産学官連携推進担当、*2現 材料技術課

アルミニウム合金とマグネシウム合金の鍛造接合における 不活性ガスシールドによる接合強度向上に関する研究

プロジェクト推進担当 山岸英樹^{*1}、企画情報課 住岡淳司^{*2}、加工技術課 富田正吾 柿内茂樹、
ワシマイヤー株式会社 餅川昭二 島崎浩一 竹田孝一

1. はじめに

アルミニウム合金とマグネシウム合金を適当なインサート材を用いて、大気中熱間鍛造法により接合を行うと、短時間の加工プロセスでありながら、微細な塑性流動界面及び良好な拡散層の形成により、引張強さにおいて摩擦攪拌接合（FSW）法を上回る高強度な接合界面を得ることができる¹⁾。

本接合法では、比較的活性なマグネシウム合金側の接合界面が破壊にクリティカルとなるため、脆弱な酸化層の形成を抑制することで、さらなる接合強度向上が見込まれる。アルゴン雰囲気中で本加工を行うことでその可能性を検討した。

2. 結果及び今後の予定

不活性ガスシールドによる脆弱な酸化層の成長抑制が接合強度向上に寄与する影響を評価する目的であったが、形成された接合界面の酸化層の厚みは大気中のプロセスとほぼ差異が無いことを確認した。図1に大気中及びアルゴン雰囲気中加工プロセスにおける接合界面法線方向に走査したX線マイクロアナライザ（EPMA）による酸素の線分析結果を示す。場所による若干のバラツキはあるが、どちらも半値幅は概ね同程度であった（特性X線の発生領域で決まる分解能以下）。むしろ図1では大気中プロセスの方がピークはシャープである。これらに特に有意差が無かった要因として、本加工プロセスではその接合界面は大気がほぼ遮断された状態で、かつ塑性流動によりある程度新生面と拡散反応が生じていることが考えられる。このことは断面の組織観察及び化学成分面分析からも確認ができる。すなわち、本法はガスシールドが不要であり、安価な量産技術として都合が良いことが示された。

本加工技術の実用化に向け、今後は各種アルミニウム合金とマグネシウム合金について最適加工条件を精

査し、加工条件マップの整備をさらに進めていく必要がある。例えば、現在は比較的肉厚のある部材を想定した研究成果を得ているが、今後はその加工範囲を薄肉の精密電子機器にも対応できるように広げていくなどの必要がある。一方、この良好な拡散層については、ナノスケールでの観察及び構造解析を行い、その接合メカニズムを明らかにすることで、さらなる強度向上が見込まれる。これについて、今後はFIB-TEM法を用いて評価を進める予定である。

本技術は、自動車分野だけでなく、鉄道車両や航空宇宙産業などの他輸送機器分野のほか、電機・機械産業、また今後さらなる需要の増大が見込まれる介護福祉や医療分野などにおいても新規商品開発及び事業展開の可能性を持つ。具体的な用途・製品としては、機械設備等における筐体やフレームなど比較的大きな構造部材（軽量化の要求が高く製造コストを吸収できるもの）や、車椅子や杖、シャワーチェアなど直接人が操作するような介護用具等（軽量効果が大きな付加価値を生むもの）を想定している。

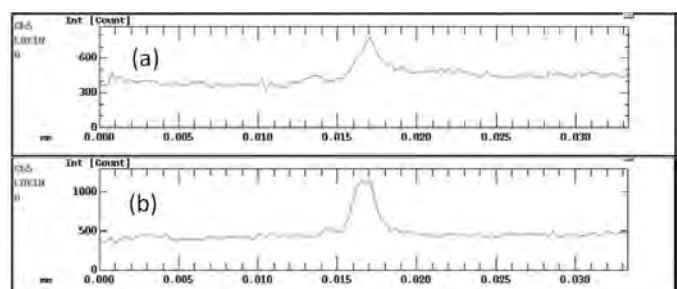


Fig. 1 EPMA line analyses of the welding interface in the magnesium alloy side. (a) in air and (b) in argon processes.

「参考文献」

- 1) 特願 2010-133451

<詳細は財團法人富山県新世紀産業機構 H22年度新商品・新事業創出公募事業 成果報告書を参照のこと>

^{*1}現 産学官連携推進担当、^{*2}現 材料技術課

ファインセラミックスを使用した打錠成型用臼の開発

プロジェクト推進担当 山岸英樹^{※1} 川堰宣隆^{※2}、
株式会社ビー・エム・プロダクツ 黒川正博

1. はじめに

現在、自動打錠成型用臼には主に工具鋼が使用され、ユーザーの要望によっては硬質メッキの施工や機械的性質に優れた超硬材が用いられている。しかしながら、薬剤にはカルシウム等を主原料とした高硬度のものや、酸性の高いものが用いられることがあることから、機械的性質や耐食性において、さらに優れた臼が求められている。

イットリアを分散固溶させたイットリア安定化ジルコニア(YSZ)は、酸化イットリウムを添加することで、常温における結晶構造を安定化させたものである。これは硬さ、化学的安定性など多くの優れた特性を示すものであるが、セラミックスの弱点である韌性にも優れた材料であるとされており¹⁾、上記問題を抱える従来臼に置き換える可能性を有する。すなわち、長寿命及び清浄度に対する高信頼性が期待できる。また通常、金型では防鏽の為、油紙等で保管する必要があり、使用の際に洗浄が必要で手間が多いが、その点セラミックスでは管理工数も減る。これらの背景から、実際に自動打錠成型用臼を YSZ(東ソー(株)製粉末)で試作し、実機試験によりその実用可能性を検討した。

2. 結果ほか

図1に実機9,000ショット後の工具鋼製臼(SKD11にハードクロムメッキしたもの)及びYSZ製臼の共焦点レーザー顕微鏡 LSMによる表面形態の観察結果を示す。また図2にそのLSM観察位置における打錠垂直方向の表面粗さ測定結果(平均算術粗さ R_a 及び最大高さ R_z)を示す。工具鋼では打錠杵(SKD11にハードクロムメッキしたもの)の摺動に伴う摩耗痕が明瞭に生じたが、セラミックスでは摩耗痕はほとんど生じておらず、良好なトライボ性能を示すことを確認した。また成形される錠剤品質には問題はなく、その他、焼結した臼素材の基本的な力学特性や成分にも問題ないことを性能試験により確認している。今後さらに耐久試験及び性能試験を進めることでデータを蓄積し、本セラ

ミックス製臼の実用化を図る予定である。

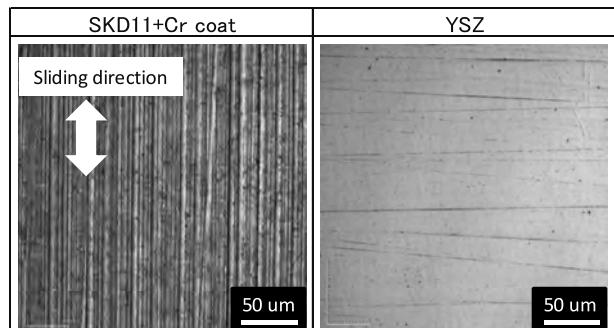


Fig. 1 Laser scanning micrograph of the surface aspects after the actual machine shots.

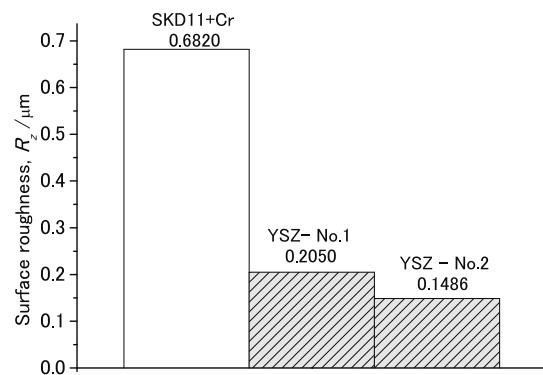
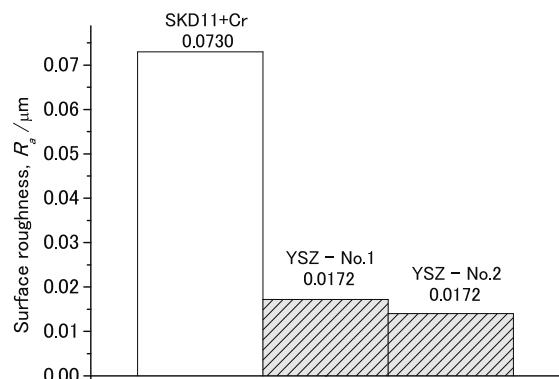


Fig. 2 Surface roughness after the actual machine shots.

「参考 URL」

- 1) <http://www.tosoh.co.jp>

^{※1}現 産学官連携推進担当、^{※2}現 加工技術課

II 中央研究所

□戦略的基盤技術高度化支援事業

精密鋳造プロセス高度化のための新たな凝固組織制御技術の開発 ······ 9

加工技術課 柿内茂樹, 富田正吾
プロジェクト推進担当 山岸英樹, 川堰宣隆
評価技術課 林 千歳
(株)ヨネダアドキャスト, (株)浪速鍛工, (株)石金精機
(国)富山大学, (財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

電子ビーム微細溶融加工による医薬・医薬部品用金型の表面機能化技術の開発 ······ 10

加工技術課 柿内茂樹, 富田正吾
プロジェクト推進担当 山岸英樹, 川堰宣隆
(株)北熱, (株)齊藤製作所, 三晶エムイーシー(株)
(国)富山大学, (財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

高透磁率材料を構造部材に用いた大型超高真空容器の製造技術の開発 ······ 11

加工技術課 富田正吾, 柿内茂樹
プロジェクト推進担当 山岸英樹
(株)VICインターナショナル, コンチネンタル(株)
(財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

□科学技術振興機構

安心・安全のための移動体センシング技術——生活分野における移動体センシングの研究—— ···· 12

材料技術課 塚本吉俊
評価技術課 奈須野雅明
生活工学研究所 高松周一
(国)東京大学大学院医学系研究科森 武俊

□イノベーションシステム整備事業

個の免疫医療システムの基盤開発 ······ 14

加工技術課 小幡 勤
材料技術課 大永 崇
評価技術課 奈須野雅明
(国)富山大学医学薬学研究部 岸 裕幸, 村口 篤
(株)エスシーワールド 高見幸子

□科学研究費補助金

ナノファイバー／ウェップのトライボロジー評価に関する研究 ······ 15

中央研究所 榎本祐嗣
(国)信州大学繊維学部 金 翼水, 渡邊 圭(大学院)

高効率ハイスループット抗原特異的抗体産生細胞スクリーニングチップの研究開発 ······ 17

加工技術課 小幡 勤
(国)富山大学医学薬学研究部 岸 裕幸
関東学院大学 小岩一郎

反応性イオンエッティング法によるポリマー表面のモフォロジー制御とその応用 ······ 18

加工技術課 鍋澤浩文

血液中の微量な腫瘍細胞を捕捉するマイクロチップの高性能化に関する研究 ······ 19

材料技術課 大永 崇
加工技術課 小幡 勤
(国)富山大学医学薬学研究部 嶋田 裕, 岸 裕幸

窒化チタン複合表面改質膜の結晶配向制御による耐磨耗性向上 ······ 20

加工技術課 岩坪 聰
富山県立大学 春山義夫, 堀川教世
YKK(株) 河村新吾, 石井淳哉

□フロンティア研究推進事業

微粒子化技術を応用した環境にやさしい木材保存剤の開発 ······ 21

加工技術課 岩坪 聰
農林水産総合技術センター 栗崎 宏, 鈴木 聰
富山県立大学 楠井 隆史

□大学連携先端研究事業

スクリーン印刷法による色素増感太陽電池の開発 ······ 23

評価技術課 角田龍則
企画管理部 二口友昭
機械電子研究所 寺澤孝志

血中浮遊癌細胞を単離できるマイクロ流体チップシステムに関する研究 ······ 25

材料技術課 大永 崇
加工技術課 小幡 勤
(国)富山大学医学薬学研究部 嶋田 裕, 岸 裕幸

□海洋深層水非水産分野利用研究

海洋深層水からのレアメタル回収技術の開発 ······ 27

評価技術課 奈須野雅明, 九曜英雄

□一般研究

機能性マイクロチップの開発と応用 ······ 29

材料技術課 大永 崇
加工技術課 小幡 勤

軽金属ダイカスト用崩壊性中子の開発	31
評価技術課	林 千歳
材料技術課	土肥義治, 山崎太郎
企画情報課	石黒智明
無線センサネットワークによる行動と状況理解に関する研究	33
材料技術課	塚本吉俊
加工技術課	小幡 勤
生活工学研究所	高松周一
機械電子研究所	浅田峯夫
光透過性GFRPの開発	35
材料技術課	早苗徳光
生活工学研究所	金丸亮二
複数の超音波信号による同時距離計測システムに関する研究	37
評価技術課	佐々木克浩
加工技術課	岩坪 聰
材料技術課	塚本吉俊
機械電子研究所	釣谷浩之
ナノシード粒子を応用した高密度薄膜の作製	39
加工技術課	岩坪 聰, 小幡 勤
プロジェクト推進担当	川堰宣隆
マイクロリアクター技術による高選択的酸化反応の開発	41
材料技術課	山崎茂一
プロジェクト推進担当	川堰宣隆
機械電子研究所	横山義之
生活工学研究所	山崎泰之
ビスマス系セラミックス材料を用いたマイクロ圧力センサの耐高温化の研究	43
評価技術課	角田龍則
企画管理部	二口友昭
加工技術課	小幡勤
機械電子研究所	坂井雄一
酸化チタン薄膜を利用したメタライズ技術の開発	45
評価技術課	奈須野雅明
企画情報課	本保栄治
水素を用いた熱流量可変伝熱板の開発研究	47
評価技術課	関口徳朗, 奈須野雅明, 九曜英雄

熱電対マイクロアレイの開発	評価技術課 加工技術課	奈須野雅明 小幡 勤	49
□調査研究			
三次元測定機用検査器の開発	加工技術課 立山マシン(株)	吉田 勉, 鍋沢浩文 広地信一	51
□若手研究者育成支援共同研究			
CMM(三次元測定機)用簡易検査器の開発	加工技術課 (国)富山大学芸術文化学部 若い研究者を育てる会	吉田 勉, 鍋沢浩文 長柄毅一 立山マシン(株) 広地信一	52
高耐磨耗性を有する熱可塑性樹脂複合材料の開発	材料技術課 評価技術課 プロジェクト推進担当 企画情報課 材料技術課 若い研究者を育てる会	早苗徳光 関口徳朗 山岸英樹 住岡淳司 土肥義治 田中精密工業(株) 須田 誠	53
□企業との共同研究			
機能性材料のプラズマエッチングと新規プラズマ源に関する研究開発	加工技術課 立山マシン(株)	鍋澤浩文 浅地豊久	54
エンジン部品用セラミックス膜の摩耗過程及び膜質制御に関する研究	加工技術課 大同工業(株)	岩坪 聰 奥村善雄, 打田洋樹	55
MEMS デバイスに関する研究	加工技術課 評価技術課 ヤマハ(株)	小幡 勤 奈須野雅明 奥宮保郎	56
MEMS 技術を用いたジャイロセンサの試作と特性評価に関する研究	加工技術課 評価技術課 (株)ワコー	小幡 勤 奈須野雅明 角谷哲哉	57

微細成形用 PP 系樹脂の基本物性把握とマイクロ流体チップへの応用	58
材料技術課	大永 崇
加工技術課	小幡 勤
(株) リッヂエル	堀田裕二
(国) 横浜国立大学	笹倉由貴江
スクリーン印刷法による色素増感太陽電池の開発に関する研究	59
評価技術課	角田龍則
企画管理部	二口友昭
機械電子研究所	寺澤孝志
(株) 立山科学工業	森喜代志, 若林 傑, 本田憲市
鋼管基礎杭と建築物の鉄骨柱を接合する機械式継ぎ手の構造と強度評価	60
加工技術課	吉田 勉
(株) 田定工作所	田 益久
圧電材料用卓上型プラズマエッティング装置の開発	61
加工技術課	鍋澤浩文
立山マシン(株)	浅地豊久
(国) 新潟大学	安部 隆
せん断力検出可能なローコスト触覚センサの研究開発	62
加工技術課	小幡 勤
(株) オーギヤ	水島昌徳, 高木茂王
各種マグネシウム合金の陽極酸化による特性改善技術の展開	63
加工技術課	柿内茂樹, 富田正吾
プロジェクト推進担当	山岸英樹
(株) 高松メッキ	能登谷久公
(株) サンメタル	林 孝宏, 松林直樹
SUSへのエラストマーの接合	64
企画情報課	石黒智明
材料技術課	早苗徳光, 山崎太郎
評価技術課	林 千歳
プラスチック工業会(タカギセイコー, 三晶 MEC, リッヂエル, 戸出化成)	
高遠赤外線放射率纖維の開発	65
加工技術課	岩坪 聰
美濃顔料化学	各務真一
□ベンチャー創成等支援共同研究	
導電ラバーと樹脂フィルム基板からなる静電容量型入力センサの研究	66
加工技術課	小幡 勤
(株) オーギヤ	水島昌徳, 高木茂王

広帯域電磁波シールド繊維の開発 ······ 67

加工技術課

岩坪 聰

評価技術課

佐々木克浩

日本エレテックス(株)

建部則久

精密鋳造プロセス高度化のための新たな凝固組織制御技術の開発

加工技術課 柿内茂樹, 富田正吾

プロジェクト推進担当 山岸英樹※, 川嶋宣隆※※, 評価技術課 林千歳※

株式会社ヨネダアドキャスト, 株式会社浪速鍛工, 株式会社石金精機

国立大学法人 富山大学, 財団法人 富山県新世紀産業機構 (管理法人)

1. 緒言

コバルト-クロム-モリブデン(以下, CCM)合金は耐食性, 耐摩耗性, 生体適合性が優れていることから, 例えは, 人工関節部材として利用されているが, 加工硬化性が著しく難切削材料であるため, 切削・研磨加工は困難を要し, コスト高の一因となっている。また, CCM 合金-樹脂摺動部では, CCM 合金に内在する炭化物が樹脂に損傷を与えるため, 問題となる場合が報告されている。従来の切削加工では, 内在しているこれらの炭化物を取り除くのは困難であると考えられるため, 本研究では, 電子ビーム(以下, EB)およびレーザビーム(以下, LB (YAG レーザ))により表面を僅かに溶融させて, 表面性状を改善する方法について検討した(目標値: $R_a=0.05 \mu\text{m}$)。H21 年度の研究では, 表面溶融加工部の各種調査(表面形状測定, 凝固組織観察, 硬さ試験)の結果と加工プロセスの違いによる表面改質部の特性の相違について検討した。その結果, 1 パス照射後の EB のビード高さ(以下, Pt)と LB(多重反射ミラーによりビーム幅を約 8 mm²に調整)の Pt を比較すると, EB の場合は, 0.6~13 μm ($I_{EB}=0.5\sim5 \text{ mA}$, $v=6\sim48 \text{ m/min}$ ($D_p=0.01\sim0.08 \text{ mm}$)), LB の場合は, 約 13~14 μm ($P=1 \text{ kW}$, $v=1\sim1.5 \text{ m/min}$)であった。EB, LB を面状に照射した場合の溶融部の表面粗さのパラメータとしては, Pt とパス間の距離が影響を及ぼすため, LB による表面粗さの改善は困難と考えられた。そこで本年度の研究では, EB 照射後の表面粗さの改善の可能性を調査するために, (1) 照射エネルギー密度を低下させて溶融池内の対流を小さくすることを目的に, 焦点はずし量, ビーム電流を変化させて, EB 面状, 線状処理を行い, EB 照射後の表面粗さとの相関関係について検討した。(2) 実製品モデルとして骨頭モデルを取り上げ, EB-3D 照射試験を行った。

2. 実験方法

供試材料としては, C 量が異なる 2 種の CCM 合金鋳造材を用いた。平板状試験材の場合, $30\times30\times5^t \text{ mm}$ を SiC ペーパにより表面性状を調整した。骨頭モデルの場合, NC 旋盤により外形を加工し EB-3D 照射試験に供した。

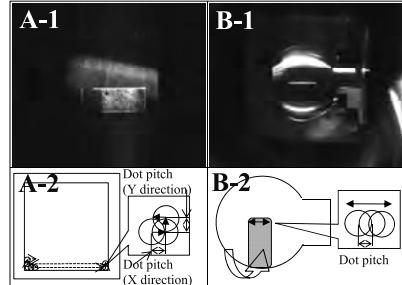


図 1 EB 照射試験中の外観写真と模式図
(A-1, 2: EB 面状処理, B-1, 2: EB-3D 処理)

※現 産学官連携推進担当、※※現 加工技術課

EB 照射試験では, 平板状試験材の場合, 焦点はずし量とビーム電流を変化させて, EB 面状処理(図 1, A-1, 2)した。骨頭モデル試験材の場合, 試験材の一端を固定して, 加工幅 10 mm で EB を往復させながら試料を回転させた(図 1, B-1, 2)。

3. EB 照射試験材の表面性状

図 2 に High C 材に対して, EB 面状照射した場合の算術平均粗さ(以下, R_a)におよぼすビーム電流と焦点はずし量の関係を示す。ドットピッチが 0.02 mm, ビーム電流が 1 mA の場合, ジャストフォーカスで EB 照射した場合, $R_a=0.084 \mu\text{m}$, 焦点ずらし量を+5 mm にした場合, $R_a=0.045 \mu\text{m}$ になった。また, 最も R_a が小さかった EB 条件の線状処理時のビードの高さは $Pt=1.17 \mu\text{m}$ であった。図 3 に骨頭モデルの切削加工部と, EB-3D 照射した表面の粗さ曲線と R_a を示す。 $R_a=0.113 \mu\text{m}$ の切削加工部表面に対して EB-3D 照射すると, EB 照射面は $R_a=0.153 \mu\text{m}$ になり, R_a は増加した。 $R_a=0.483 \mu\text{m}$ の切削加工部表面に対して EB-3D 照射すると, EB 照射面は $R_a=0.368 \mu\text{m}$ に減少した。 $R_a=0.746 \mu\text{m}$ の切削加工部表面に対して EB-3D 照射すると, $R_a=0.315 \mu\text{m}$ に減少した。骨頭モデルの場合, EB 単独のプロセスでは, 目標の表面粗さを達成することができなかったが, 研磨工程の省力化への可能性が示された。

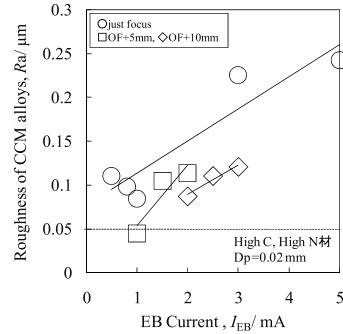


図 2 EB 照射部の算術平均粗さにおよぼすビーム電流と焦点はずし量の関係

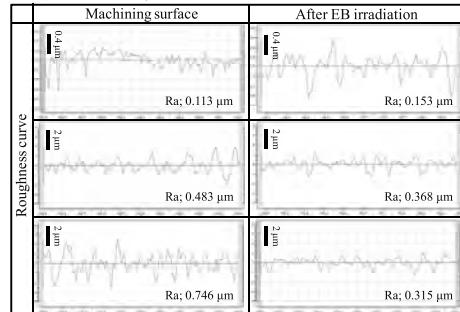


図 3 EB-3D 照射試験前後の粗さ曲線と算術平均粗さ

($I_{EB}=1 \text{ mA}$, $D_p=0.02 \text{ mm}$, 回転速度 $97.8^\circ/\text{min}$)

<詳細は H22 年度戦略的基盤技術高度化支援事業成果報告書を参照>

電子ビーム微細溶融加工による医薬・医薬部品用金型の表面機能化技術の開発

加工技術課 柿内茂樹, 富田正吾, プロジェクト推進担当 山岸英樹*, 川堰宣隆***
株式会社 北熱、株式会社 斎藤製作所、三晶エムイーシー 株式会社
国立大学法人 富山大学、財団法人富山県新世紀産業機構 (管理法人)

1. 緒言

本研究は、H22年度 経済産業省戦略的基盤技術高度化支援事業による委託研究 (H21年度～3カ年)である。H21年度の研究では、一般的によく知られている2種の鉄鋼の平板試験材料に対して、2つのEB照射パターンでEB加工して、溶融部の形態におよぼすEB照射条件の影響と表面性状におよぼすEB加工パラメータの影響について検討した。その結果、EB線状照射の場合、ビーム電流の増加にともない、SKD61、SUS304の溶融領域は拡大し、ビードの高さ Ptは増加した。EB面状照射した場合、同一ドットピッチにおいて、ビーム電流を1mAから2mAに増加させると、算術平均粗さ (以下、Ra)は0.189 μmから0.315 μmに増加した。一方、同一ビーム電流においては、ドットピッチの増加にともない Raは増加する傾向を示すことが明らかになった。しかしながら錠剤用や樹脂製品用金型に対してEBを照射する場合、3Dモデルの照射パターンが不可避である。また、EBの照射経路によっては、EB加工面に形成されるテクスチャが変化することが予想される。そこで本年度の研究では、オーステナイト系ステンレス鋼SUS304のパイプ試験材料に対して、EBの照射条件、照射パターンを変化させてEB-3D照射し、加工面に形成されるテクスチャ形態について検討した。

2. 実験方法

供試材料としては、外径φ10mm、内径φ9mm、長さ50mmのオーステナイト系ステンレス鋼SUS304を用いた。図1にEB-3D照射試験の概略図を示す。本実験では、パイプ材の一端をチャックで固定し、回転させながらEBを照射している。EBの照射パターンはドット状テクスチャの場合、ドットの重なりが無いようにEBを照射するために、照射ドット間の距離(ドットピッチ:Dp)を0.2mmとした。螺旋状テクスチャの場合、EBの照射位置を固定して、試験材料を回転させながら、一方向に片道移動および往復移動させて加工した。表1にはEB-3D照射条件を示した。EB-3D照射試験後、表面観察、断面観察により、表面加工部の表面形態および溶融領域について検討した。

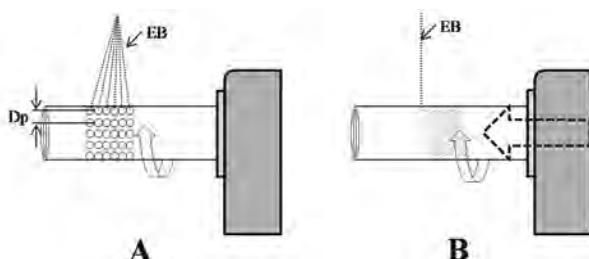


図2 EB-3D照射試験の模式図

(A: ドット状テクスチャ, B: 螺旋状テクスチャ)

*現 産学官連携推進担当、**現 加工技術課

表1 EB-3D照射条件

	照射パターン	Dp (mm)	f (kHz)	I _{EB} (mA)	F (mm/min)	備考
No.1	(EB 偏向)	0.2	10	8	-	-
No.2		0.2	10	12	-	-
No.3	(EB 連続)	-	-	0.8	4800	往復
No.4		-	-	1.2	9600	往復
No.5		-	-	0.8	4800	片道
No.6	-	-	-	0.8	9600	片道

3. 実験結果

図2にEB-3Dドット照射部表面のSEM像を示す。ビーム電流8mA(No.1), 12mA(No.2)のいずれにおいてもEB照射部には凹凸が形成されており、ビーム電流8mAで照射した場合、円周方向、長さ方向のいずれに対しても、直径が約150μmのドット状の凹凸がほぼ規則的に形成された。一方、ビーム電流12mAでEBを照射した場合、隣り合うドット状の凹凸が連結した部分が認められた。これはEBの溶融領域が、EBの移動距離(DP=0.2mm)を超えてしまったため生じたものと考えられる。なおドット中心部の深い溶け込みが得られた部分の溶け込み深さは、ビーム電流が8mAの場合は約17μm、ビーム電流が12mAの場合は約40μmであった。図3にEB-3D螺旋状照射部表面のSEM像を示す。いずれの試験材も円周方向に線状の溶融痕が認められた。片道照射(図3: No.5, No.6)の場合は線状痕が連続しているが、往復照射(図3: No.3, No.4)の場合は、溶融痕の間が短く、2種類の螺旋状溶融痕が一部交差していた。

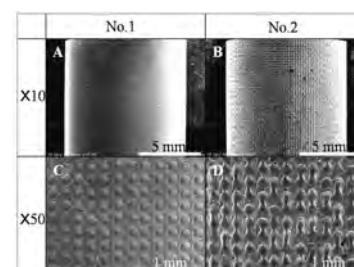


図2 EB-3Dドット照射部表面のSEM像
(No.1: I_{EB}=8mA, No.2: I_{EB}=12mA)

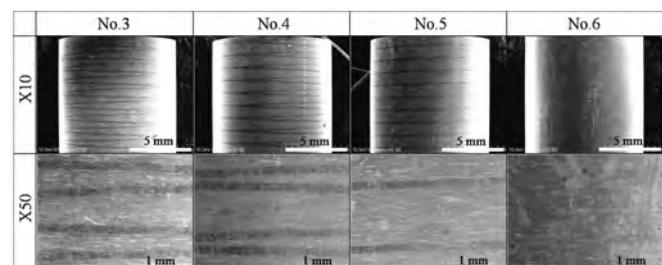


図3 EB-3D螺旋照射部表面のSEM像
(No.3, 4: 往復照射, No.5, 6: 片道照射)
<詳細はH22年度戦略的基盤技術高度化支援事業成果報告書を参照>

高透磁率材料を構造部材に用いた大型超高真空容器の製造技術の開発

加工技術課 富田正吾, 柿内茂樹

プロジェクト推進担当 山岸英樹*

株式会社 VIC インターナショナル, コンチネンタル株式会社

財団法人 富山県新世紀産業機構 (管理法人)

1. 緒言

ナノテクノロジー開発競争において、物質のナノ構造解析等に利用される光電子分光装置などでは、分解能向上のために地磁気の影響を抑える要求がある。そのため、超高真空容器をステンレス合金製から高透磁率材料（パーマロイ）への転換が求められている。本研究では、難塑性加工で溶接施工法が未確立のパーマロイを超高真空容器部材として利用するための低コストな製造加工技術の開発を目指す。工業技術センターでは、薄板パーマロイ材に適した溶接施工法の開発を目標に H22 年度はティグ溶接トーチの開発及び溶接性の調査検討を実施した。

2. 実施内容

パーマロイ材及びパーマロイ材とステンレス鋼の異種金属の溶接施工を実現するための主な研究実施内容は、以下のとおりである。

- i) 2重シールド TIG 溶接トーチの設計・製作
- ii) 2重シールド TIG 溶接施工法の開発
- iii) 手動 YAG レーザ溶接施工法の開発

3. 研究成果

図 1 に試作した 2重シールドトーチの外観およびトーチ先端部を示す。図 2 に 2重トーチ先端部の構造の模式図を示す。電極を同心円状に取り囲むように内側と外側に独立してシールドガスを流す機構となっている。

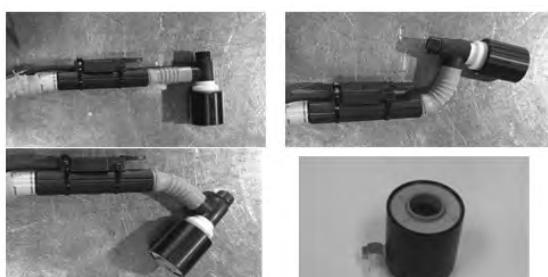


図 1 試作 2重シールド溶接トーチの外観

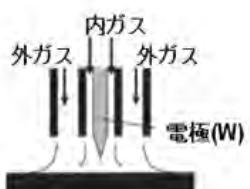


図 2 2重シールドトーチの構造

図 3 にパーマロイ材の TIG 溶接継手の断面マクロ組織を示す。2重シールドトーチの場合、低電流(低入熱)

で裏波ビードが形成されることが示された。

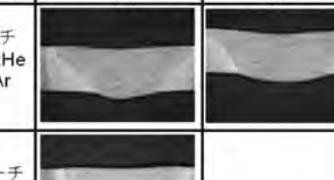
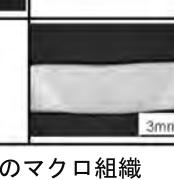
Permalloy, t=3mm, v=100mm/min			
溶接電流(A)	80	85	90
2重トーチ Center:He Outer:Ar			
通常トーチ He			

図 3 パーマロイ材の TIG 溶接部のマクロ組織

図 4 に裏波ビードが形成された継手の溶接部ミクロ組織を示す。欠陥はなく健全な溶接継手が形成出来た。

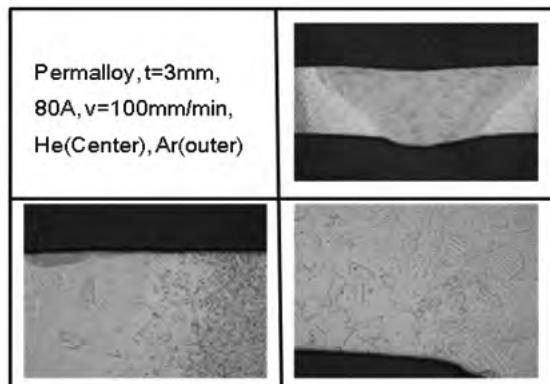


図 4 溶接部のミクロ組織

図 5 に YAG レーザ溶接継手の断面マクロ組織を示す。ワインカップ状の溶け込み形状を示し、裏面まで貫通していたが、底部に微小なブローホールが形成されていた。

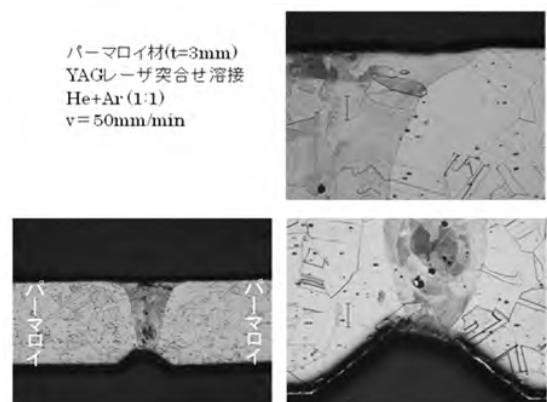


図 5 YAG レーザ溶接部のミクロ組織

H22 年度は 2重トーチの製作と溶接性を検討し、最適溶接条件を見出した。

<詳細は H22 年度戦略的基盤技術高度化支援事業成果報告書を参照>

*現 産学官連携推進担当

安心・安全のための移動体センシング技術

—高齢者異変検知予測システムの開発—

材料技術課 塚本 吉俊 評価技術課 奈須野雅明 生活工学研究所 高松 周一*

東京大学大学院医学系研究科 森 武俊

1. 緒言

人口の高齢化の進行とともに、一人暮らしや介護を必要とする高齢者が増加している。特に独居高齢者の場合、日常の安全や健康管理の面で適切な支援が求められている。これまで、焦電型赤外線センサを用いた高齢者見守りシステムによる継続的なセンサデータの解析によって、起床、就寝等の生活事象や部屋の滞在傾向から、健康異変の把握について検討してきた¹⁾。

一方、異常の早期発見と利用者個々の状態に合わせた安心・安全な見守りサービスの実現のため、高齢者の生活状況を適切に把握することが求められている。そこで、実際の高齢者の生活データを解析することにより、日常の行動状態とその変化や異変を把握する指標について検討を行った。

2. データ収集システム及び解析手法

高齢者見守りシステムの構成を、図1に示す。本システムは独居高齢者を対象としており、寝室及び日常よく使う部屋に焦電型赤外線センサを設置し、検知回数をユーザ毎の時系列データとしてサービスセンターで蓄積している。本研究では、個別解析に使用許諾を得たモニタ9名の、また一般的な傾向分析にはモニタを含む利用者184名のデータを統計処理して用いた。

解析では、寝室や居間などに設置される滞在系センサと、廊下、玄関などに設置される移動系センサに分類し、検知したセンサの数と種類から各時刻の滞在・移動の状態を決める。次に、検知が継続している間の平均検知回数を求め、検知強度とする(図2)。同様に、移動時と滞在時の検知強度を求め、統計的処理を行う。

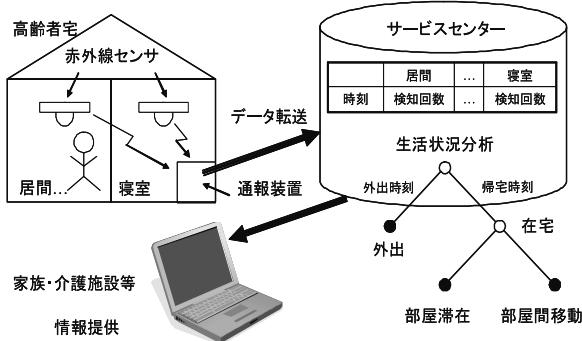


図1 高齢者見守りシステム

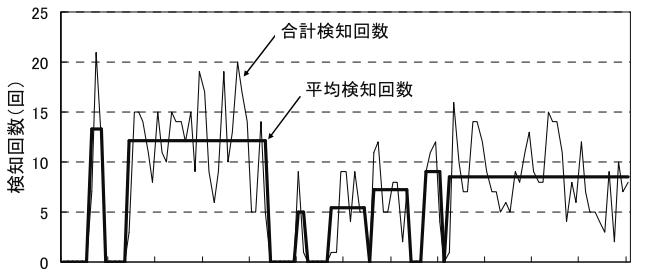


図2 検知強度

3. 在宅高齢者の長期蓄積データの解析

3.1 経年・季節変動

モニタのうち1名（ユーザA）は、2002年2月1日から2009年11月30日までのデータ蓄積がある。この間の単位時間検知回数（=1日の総検知回数／総検知時間）の推移を、図3に示す。グラフから季節変動が認められるが、年単位で見れば、同時期に同じような検知傾向を示している。一方、長期的な視点に立てば、近似直線が示すとおり単位時間検知回数が年々低下しており、体力低下をとらえていると考えられる。

3.2 健康異変時の検知例

このユーザは、2006年1月中旬に体調不良があったことが判明している。図4(a)は、2006年1月1日から3ヶ月間の寝室滞在時の検知強度を示したものである。図4(a)の丸で囲んだ部分は、日中にも寝室滞在がみられ、体調不良の時期にあたる。さらに、図4(b)に示す2005年と比較すると、体調不良後も約1ヶ月程度、朝の寝室滞在時間が長くなっている。本格的な回復には期間を要していたことがデータからも読み取ることが

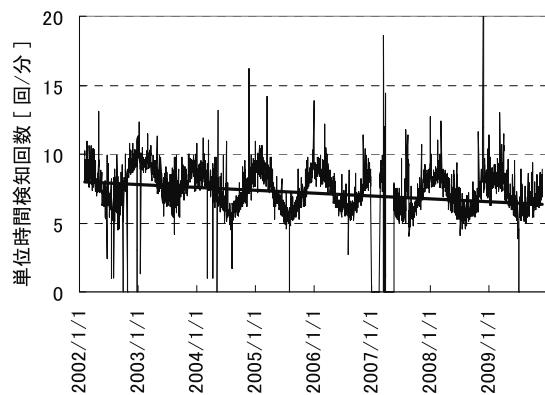


図3 単位時間検知回数の経年推移

*現 企画管理部

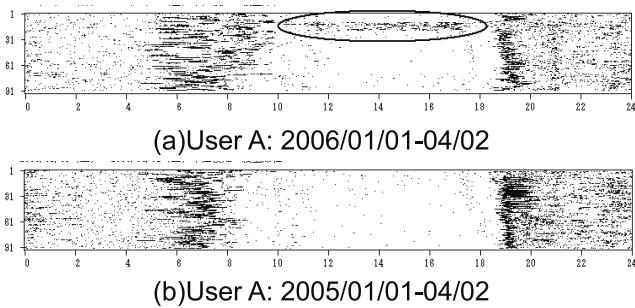


図4 寝室での検知状況

できる。寝室での行動は睡眠と関連が深いことから、注目すべき事象の一つとしている。本事例のように、寝込むような状態ではないものの以前とは異なる検知が現れる場合もあることから、1ヶ月や1年前といった過去との比較も重要といえる。

4. 認知症ユーザの行動モデル

認知症の場合、睡眠障害等で夜間も行動（徘徊）する例が多くあることが知られている。図5(a)は健常者、図5(b)は認知症の利用者、図5(c)(d)はモニタ期間中に認知症を発症した利用者の1ヶ月分の検知発生時刻と継続時間を分析した例を示す。健常状態では昼と夜の違いが明瞭で、夜間は寝返りやトイレに起きるといったことに起因する検知が見られる。一方、認知症の発症状態では、比較的短時間の検知が昼夜を問わず見られる。また、廊下や玄関等の部屋以外の場所で検知が多く見られることで共通している。行動発生状況を継続的に分析することにより、睡眠障害や徘徊等の認知症の周辺症状の進行が把握可能となる。

5. まとめ

実稼働中の高齢者見守りシステムの赤外線センサの検知データから、各時刻における検知強度を計算し可視化することにより、動きの度合いに応じた生活パターンが把握できるようになった。行動の発生時刻と継続時間を解析することにより、健常者と徘徊を伴う認

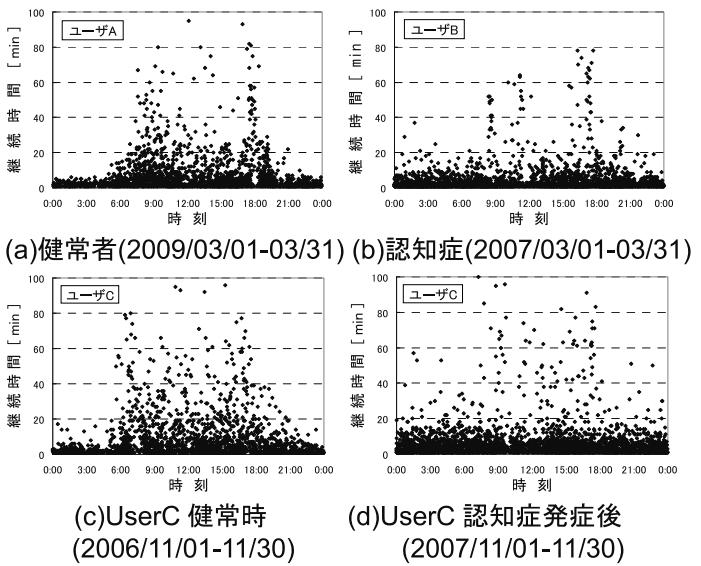


図5 行動発生状況の分析

知症の利用者のそれぞれの行動パターンの特徴が発見できた。また、長期のデータ蓄積をもとに、過去との比較から例えば体調不良からの回復といった注目事象の推移が読み取れることがわかった。

高齢者の見守りは、医療、福祉介護、生活支援の各サービス提供者が相互に連携する必要がある。定期的な訪問や電話による安否確認では、過去の健康状態や異変の把握が難しいため、データ解析や異変の分析により得られる情報を共有し、活用することが重要な意味をもつと考えている。

今後、わかりやすい結果の提示方法の確立とともに、適切な支援提供技術の確立により、地域で独居高齢者を見守る仕組みづくりのツールとして機能開発を行う予定である。

謝辞 本研究は、科学技術振興機構戦略的創造研究推進事業(JST/CREST)『安心・安全のための移動体センシング技術』の支援を受けて行った。

「参考文献」

- 1) 塚本吉俊、高松周一、池谷薰、森武俊: 高齢者生活データの可視化と生活状況の把握. 第27回日本ロボット学会学術講演会予稿集, pp 2C1-04, 2009.

キーワード：赤外線センサ、データ可視化、生活パターン、異常検知

Moving Object Sensing Technology for Security and Safety

Central Research Institute; Yoshitoshi TSUKAMOTO, Masaaki NASUNO

Human Life Technology Research Institute; Shuuichi TAKAMATSU

The University of Tokyo; Taketoshi MORI

With the analysis of the output data of the pyroelectric infrared sensors which was installed in the house of the elderly people living alone, the beneficial index which discovers the abnormality of life was discovered. Comparing the strength of everyday detections of the sensor throughout a year revealed that it is able to decipher a sign of decline in physical strength of elderly under monitoring. The change of health status, for example nighttime wandering, could be grasped, using the statistical analysis of the strength of the sensor detection data when moving.

個の免疫医療の基盤開発

(能動型マイクロウェルアレイチップの開発、チップ用樹脂材料開発)

加工技術課 小幡 勤 材料技術課 大永 崇 評価技術課 奈須野雅明

富山大学医学薬学研究部 岸 裕幸 村口 篤 株式会社エスシーワールド 高見幸子

1. 緒言

本研究では、ウイルスや癌に特異的なTリンパ球を同定し、感染症や腫瘍に対抗する能力を持ったT細胞を選別する細胞チップ技術を確立し、抗原特異的抗体開発技術と合わせて個々の患者の病態に迅速に対応した個の免疫医療システムを実現することを目指している。これまでに開発したシリコンベースのチップからより効果的なチップの開発を行う。

2. 試作と評価

2.1 能動型マイクロウェルアレイチップの開発

これまでのシリコンチップ型細胞チップは、寸法精度に優れるものの細胞をアクティブに誘引するような機能が無いために細胞利用率（投入した細胞がマイクロウェルに収容される割合）が10~30%とよくなかった。存在の少ない抗原特異的抗体産生細胞を得るには、できるだけ多くの細胞をチップ上に配置しクリーニングする必要がある。そこで本研究では、チップ上に薄い磁性膜を配置し、磁気修飾した細胞を播種することで強制的にチップ上に細胞を配置する構造を作製した。磁性膜は、電気めっき技術によりニッケル膜を成膜、チップ下に設置したネオジム磁石によって、磁束をスポット上に加工した磁性膜へ集中させることで効率よく細胞が誘引されるようにした。

本チップによる細胞利用率評価を行い、従来のシリコンチップと比較した結果がFig. 1である。シリコン型の細胞利用率が10%程度であるのに比べ、新型チップでは

90%程度とほぼ投入した細胞がトラップされていることがわかる。本チップでは、すでに開発済みのISAAC法にも対応しており、シリコンチップよりも低コストで高性能な細胞チップを実現することができた。

2.2 チップ用樹脂材料開発

免疫医療システムを幅広く普及させるためには、低コストで量産可能なチップシステムが必要となる。とくにディスポーザブルな利用がされる医療用途では重要なポイントとされる。

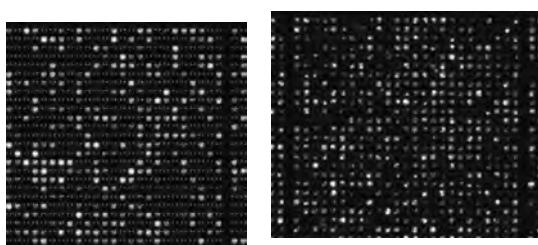
本研究では、抗体親和性（スクリーニング性能）の高い樹脂を開発し、将来の大量生産にも対応できる新規材料を検討した。

新たに開発した樹脂材料は、材料表面への官能基導入が可能であり、それによって抗体固定化能などのスクリーニング性能を高められる表面特性を向上させた(Fig. 2)。またこの樹脂は紫外線で硬化する光硬化性樹脂であることから、高速かつ低コストなチップ製造プロセスを実現可能であり、検査用途など安く大量に必要なアプリケーションなどへの展開が期待される。

3. 結言

今年度はプロトタイプの開発に目処がつき、実際のスクリーニングプロトコルに耐えうる試作品が完成した。今後、事業化を含め量産技術等の開発を進めていく。

本研究は、平成22年度地域イノベーションクラスタープログラム（グローバル型）「ほくりく健康創造クラスター」の研究の一部として行われた。



(a) Silicon: 11.8% (b) Hybrid: 92.7%

Fig. 1 Comparison of Utilization.
(= Trapped cells / Seeded cells)



Fig. 2 Antibody labeled fluorochrome bind to the resin surface.

ナノファイバー／ウェップのトライボロジー評価に関する研究

中央研究所 榎本 祐嗣, 信州大学繊維学部 金 翼水, 渡邊 圭 (大学院)

1. 緒言

エレクトロスピンニング（以下 E.S.）法によるナノ不織布は透湿防水テキスタイル、クリーン環境用ワイパークロスなど産業応用に期待が大きい。これに伴い、ナノファイバーの強度評価やナノ不織布のトライボロジー評価が必要とされる、本研究は、H21～H23 年度の科学研究費 基盤研究（B）にもとづくもので、H22 年度は次の実験研究を実施した。

- 1) 試作したナノファイバー強度試験機を改良し、3 点負荷試験を実験解析する
- 2) E.S.法によるナノウェップの拭取り摩擦試験
- 3) JIS 規格にもとづくナノファイバー不織布の摩擦帶電試験

2. 実験方法

2.1 試験の概要

H21 年度、㈱レスカと共同して製品化した超極細ファイバーフラット試験機に 3 点負荷のできる治具を取り付け、9.8mN の予負荷を与えたポリエチレンファイバー（ファイバー径 : $17.89 \pm 1.15 \mu\text{m}$ ）の破断強度とヤング率のファイバー径依存性を測定した。またナノウェップの拭き取り摩擦試験のため Fig.1 の試験装置（新東科学：ポータブル触感計、Type33）を導入し、疎水性ならびに親水性ポリウレタンナノ不織布の摩擦試験を行った。さらに JIS L 1094 5.2 摩擦帶電圧測定法により疎水性 PU ナノ不織布の帶電性試験を行った。



Fig.1 Portable tactile meter (Heidon Type 33, SHINTO Scientific Co. Ltd.)

3. 実験結果および考察

3.1 ポリエチレンファイバーの 3 点負荷試験^{1,2)}

次式から破断強度とヤング率を求めた。Fig. 2 において、応力 σ は、

$$\sigma = F'/A, \quad F' = F/(2\cos\theta)$$

ヤング率 E は、

$$E = \sigma/\epsilon, \quad \epsilon = (L'-L)/L, \quad L' = (L^2 + \delta^2)^{1/2}$$

と表せる。

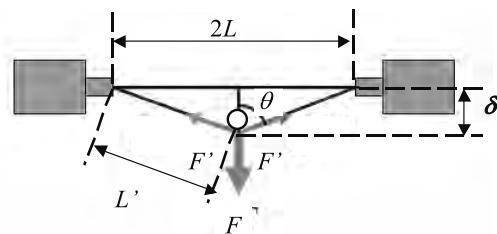


Fig. 2 Parameters for determination of fracture stress and Young's modulus in three-point flexural test.

破断強度 S とヤング率 E のファイバー径 d 依存性を Fig.3 に示す。ファイバー径が細くなるほど、 S , E ともに大きくなる。これはファイバー径が細くなれば結晶性の高い芯部の割合が増すことによると考えられる。データに合う実験式として次の式および R^2 値を得た。

$$S = 466d^{1.973}, \quad R^2 = 0.948$$

$$E = 6193d^{1.745}, \quad R^2 = 0.765$$

なお、点線は、単軸引張り試験の結果を示す。

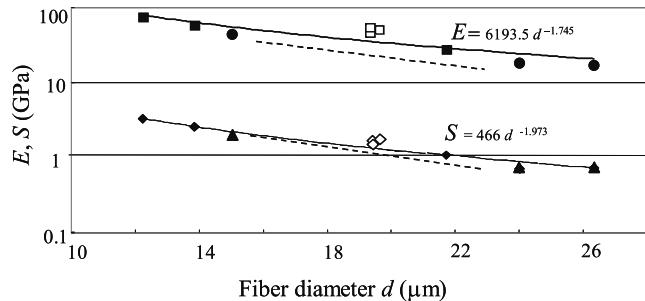


Fig.3 Relationship of E and S as a function of d for polyethylene fiber in tree-point test.

3.2 PU ナノファイバー不織布拭取り摩擦試験

ワイパークロスとして市販品テクノワイパー

CRN500（株式会社テクノス：ポリエステル 60%、ナイロン 40%）ならびに ES 法で作製した疎水性ポリウレタンナノファイバー不織布、および親水性ポリウレタンナノファイバー不織布の 3 種類をガラス板およびシリコンウェハを相手に摩擦試験した。

代表例としてシリコンウェハと相手材としたときの摩擦係数の測定結果を Fig.4 に示す。

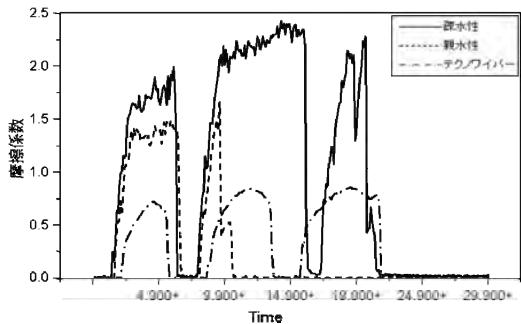


Fig.4 Friction coefficient of PU nanofibers against silicon wafer in room air.

撥水性のポリウレタンファイバーは弾性糸で、シリコンウェハに対して PU ナノ不織布の摩擦係数は試験した不織布のなかで最も高く、荷重とともに増える傾向にある。この高摩擦と荷重依存性は素材自

身のヒステリシスロスに因っていると考えられる。一方、親水性のポリウレタン不織布は、疎水表面ならびに親水表面間の非親和性のため疎水性 PU に比べ 25% 近い摩擦係数の低下がみられた。

3.3 JIS 規格 (JIS L 1094 5.2) 準拠の帶電試験

帶電試験開始直後に PU ナノファイバー不織布は 1300-2000V の値を示したが、不織布の強度不足のため直ちに破損し、規定の時間の試験ができなかった。

4. 結言

3.2 ならびに 3.3 の実験から、PU ナノファイバー不織布の低摩擦化とナノファイバー不織布に適した軽い荷重用の帶電試験法が今後の課題であることが分かった。

「参考文献」

- 1) Y. Enomoto, R. Takayanagi, M. Nagase, Y. Noda, Y. Tamaki, I.S. Kim, Y. Okawara, Y. Kaga, Y. Osawa and T. Takahashi, Development of a versatile tester for ultra-fine fibers, *J. Textile Eng.*, **57**, 15-20 (2010).
- 2) Y. Enomoto & I.S. Kim, Mechanical Properties Evaluation of Nanofiber/webs, *Key Engineering Materials*, **464**, 20-23 (2011).

キーワード：エレクトロスピニング、ナノファイバー、ナノ不織布、引張り試験

Tribological Study of Electro-spun Nano-fiber/webs

Central Research Institute, Y. ENOMOTO,

Shinshu University, Faculty of Textile Science and Engineering, I.S. KIM & K. WATANABE

In order to evaluate mechanical and tribological properties of ultra-fine fibers/webs, following tests were conducted:

- 1) Three-points flexural tests of polyethylene microfiber using a tensile tester (FITRON® NFR-1000; Rhesca Co. Ltd.)
- 2) Tactile tests of polyurethane (PU) nanofiber webs using a portable tactile meter (HEIDON® Type 33; SINTO Scientific Co. Ltd). The PU fibers tested were both hydrophobic and hydrophilic.
- 3) Frictional electrification of PU nanofiber webs based on JIS L 1094 5.2

The results were summarized as follows:

- 1) Both the breaking stress S and the Young's modulus E decreased as the fiber diameter increased possibly because of the skin-core structure in which the skin is composed of a deformable shish-kebab structure.
- 2) The friction coefficient of hydrophilic PU web μ is $\mu=1.0\text{-}1.3$, which is lower than that of hydrophobic PU ($\mu=1.6\text{-}2.0$).
- 3) The PU nanofiber web was electrified at the voltage of +1300-2300V at the initial stage of sliding.

高効率ハイスループット抗原特異的抗体産生細胞

スクリーニングチップの研究開発

加工技術課 小幡 勤

富山大学医学薬学研究部 岸 裕幸 関東学院大学 小岩一郎

1. 緒言

本研究では、ウイルスや癌に特異的なリンパ球を同定し、感染症や腫瘍に対抗する能力を持ったリンパ球を選別する細胞チップ技術を検査用途などへの応用展開を行うために高効率で高いスループットを有する細胞チップを開発した。

2. 試作と評価

2.1 スクリーニングチップの開発

本研究では、2種類のチップを開発している。一つは、従来のマイクロウェルアレイ型でマイクロウェルの底に磁性膜を有する構造となっている。これによって、従来のシリコンチップのように一つのウェルに一つの細胞を再現性よく配列することが可能である。もう一方はマイクロウェルを有さない磁気スポット型であり低成本での製作が可能になっている。前者は工業技術センター、後者は関東学院大学小岩研究室を中心に開発を行った。

開発したスクリーニングチップは、安価なガラス基板をベースとし、めっき技術による磁性スポットによって構成されている。磁性スポットは、ニッケル膜あるいはFe系の軟磁性膜であり電気めっきによる成膜により磁性を有する。この磁性スポットを磁界にさらすことによって磁石からでた磁束が磁性スポットへ集中す

る。よってこのチップ上に磁気ビーズなどで修飾した細胞を滴下すると磁束にそって細胞が配列される。

2.2 スクリーニングチップの評価

チップの評価は、 $6\mu\text{m}$ 径の磁気ビーズにより行っている。磁気ビーズ濃度は 1×10^6 個/ mL 程度に調整して、マイクロピペットにてチップ上に播種、PBS で軽く洗浄を行う。Fig. 1 は磁気ビーズを収容させたウェルを有するチップで、各ウェルに磁気ビーズが配列されていることが確認できる。Fig. 2 はウェルのないタイプのトラップの様子である。磁性スポット径が大きいと複数の磁気ビーズがトラップされる傾向にあるが、磁気ビーズ径よりも小さい $5\mu\text{m}$ 程度の大きさにすると各スポットに 1 つのビーズが捕獲されることが確認できた。

3. 結言

細胞をスクリーニングが可能で安価で工数の少ないチップの開発に成功した。従来の微細加工技術にめっき技術を融合することで、高効率で高い性能を有するスクリーニングチップを実現した。今後材料の選定など性能の向上を目指していく。

本研究は、平成 22 年度日本学術振興会・科学研究費補助金基板研究 C の研究として行われた。

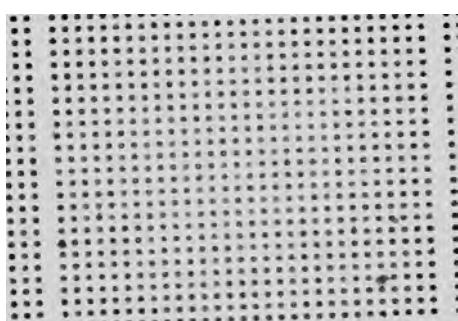


Fig. 1 Magnetic beads based evaluation
(Well type)

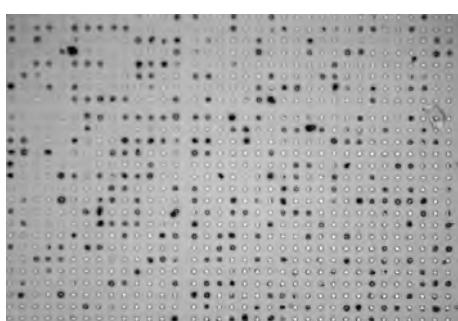


Fig. 2 Magnetic beads based evaluation
(Magnetic-spot type)

反応性イオンエッティング法によるポリマー表面のモフォロジー制御とその応用

加工技術課 鍋澤浩文

1. 緒言

マイクロ流体素子デバイスの素材として期待されているポリマーに、サブミクロンオーダーの微細構造を精密かつ局所的に構築できれば、吸着性や濡れ性を制御でき、複雑な流体制御や生体高分子を利用した高感度分析への展開が可能になる。本研究では、バイオチップの基材として利用されるアクリルプレート上に、微粒子の単層を配列する手法について検討した。また、微粒子を配列させた基材を反応性イオンエッティング法により微細加工を行い、可視光に対する光透過特性の測定を行った。

2. 実験方法

2.1 微粒子の単層配列について

微粒子の懸濁液を、平滑な基材上に滴下すると、ある条件下においては、溶媒の蒸発とともに、微粒子間に横毛管力が作用し、自己集積化が促進される。この現象を利用して、アクリル基材（厚さ 2mm）に、直径 3 μm のポリスチレン微粒子（直径 3 μm ）を大面積で配列させる条件について検討した。直径 3mm の貫通孔を持つ PDMS ダイアフラムを基材上に自己接着させ、0.1 wt.%から 0.5 wt.% の範囲で濃度調整した微粒子懸濁液を 2 μl 滴下させることにより、微粒子単層配列の最適条件を求めた。

2.2 ポリマー微細アレイ構造の光透過特性

直径 2.5mm の範囲で単層に配列したポリスチレン微粒子をエッティングマスクとして用い、磁場支援型ドライエッティング装置にて、反応性イオンエッティングを行った。エッティング条件は、75mol%O₂-CF₄（総流量 10 sccm）、ステージ温度 0°C、RF 電力 50W で一定とし、エッティング時間が及ぼす微細アレイ構造の可視光に対する光透過特性を計測した。

3. 実験結果および考察

3.1 微粒子の単層配列について

Fig. 1 は、濃度 0.3 wt.% の懸濁液を用いたときの、微粒子配列写真を示している。円周部は多層になっているが、中央の直径 2.5mm 以上の領域については、単層で微粒子

を配列させることができた。また、この濃度以下の場合、空隙率が大きくなり、この濃度を超える場合は、多層になる領域が大きくなることを確認した。

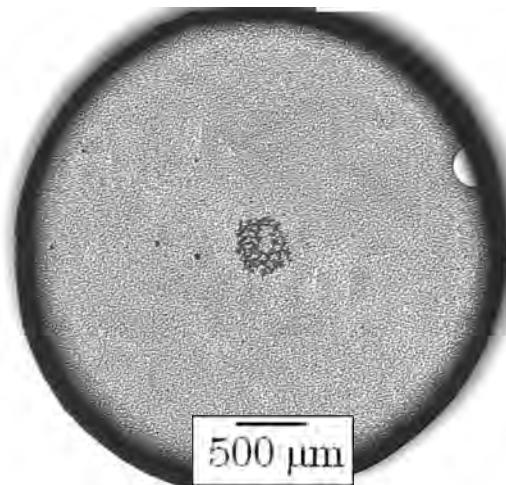


Fig.1 A hexagonally close-packed monolayer of polystyrene spheres on PMMA plate.

3.2 ポリマー微細アレイ構造の光透過特性

エッティング時間の増加に伴い、微細構造の透過率が減少することを確認した。エッティング時間 3 分以内（微細構造高さ 1.2 μm ）では、全ての波長領域で 80%以上の透過率であるが、15 分を超えると 20%以下にまで減少した。これは微細構造のサイズが、エッティング時間とともに増大し、表面での乱反射が大きくなるためと考えられる。

4. 結言

溶媒蒸発を利用した微粒子の配列手法について検討し、直径 2.5mm 程度の範囲で単層に微粒子を配列させ、エッティング試料として供することができた。今後は、特定の局所に微粒子を配列する手法についても取り組んでいき、バイオデバイスの応用につなげていきたい。

謝 辞

本研究は、独立行政法人日本学術振興会科学研究費補助金（基盤研究(C) 研究課題番号 : 22510132）の助成を得て実施されたことを記し、謝意を表する。

血液中の微量な腫瘍細胞を捕捉するマイクロチップの高性能化に関する研究

材料技術課 大永 崇 加工技術課 小幡 勤

富山大学大学院医学薬学研究部 嶋田 裕、岸 裕幸

1. はじめに

最近、癌患者の血液から極微量に含まれる癌細胞を単離する方法が開発され¹⁾、癌の研究や治療への応用が期待されている。この単離方法では、シリコンウエハを加工したマイクロ流体チップの流路に、血中には存在しない癌細胞表面のタンパク質の抗体を固定化し、そこに血液を流して癌細胞を捕捉する。このような方法では捕捉効率に対してマイクロ流路構造、流速が影響し、これら因子は既にコンピューターシミュレーションなどで検討されている。一方、細胞捕捉はミクロには抗原タンパク質と抗体の分子間相互作用に基づくが、この点に注目した検討はなされていない。

そこで本研究では、このような分子間相互作用に影響する抗体固定化状態を変えることにより、細胞捕捉効率を高めることを検討する。従来のような平面的な固定化(図1a)に対し、表面グラフトポリマーに固定化して(図1b)抗体の量や空間分布、分子運動性を高めることで、抗原-抗体の分子間相互作用形成を促進することをねらいとする。

2. 実験方法

文献¹⁾と同等の構造を有するマイクロ流体チップを設計し、シリコン鋳型を用意して筆者らが開発した光硬化性樹脂および成形方法によりマイクロ流体チップ成形した。光硬化性樹脂にエポキシ基を有するモノマーを配合することにより、チップ表面には反応基を設けた。次にこの反応基とポリアクリル酸とを反応させることにより、

マイクロ流路に表面グラフトポリマーを生やした。さらに表面グラフトポリマーのカルボキシル基を利用し、活性エステル化剤を用いて抗EpCAM抗体を固定化した。

このようにしたチップをホルダ、ポンプなどからなる送液システムに取り付け、癌細胞捕捉試験を行った。癌細胞は食道癌の細胞株であるKYSE220(嶋田先生所有)を用いた。送液は、濃度40万個/mlの細胞懸濁液を用意して流量1ml/hの条件で行い、約1.5ml流した。

3. 実験結果

上記のように抗体固定化したチップと通常の平面状に固定化したチップとを送液後に観察すると、前者では多数の細胞が捕捉されていた(図2)のに対し、後者ではほとんど細胞が認められなかった。抗体固定化状態により細胞捕捉効率が変わると考えられるので、今後さらに固定化条件を広げると共に定量化を検討する。

「参考文献」 1) S.Nagrath et al.: Nature 450(2007)1235

「謝辞」 本研究は科研費(基盤研究(C):22500422)の助成を受けたものである。

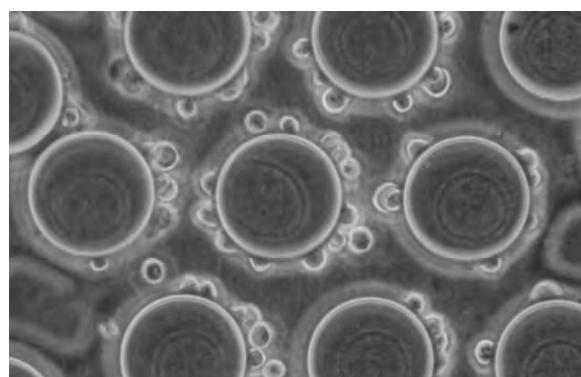


図2 グラフトポリマーにより抗体固定化したチップの細胞捕捉

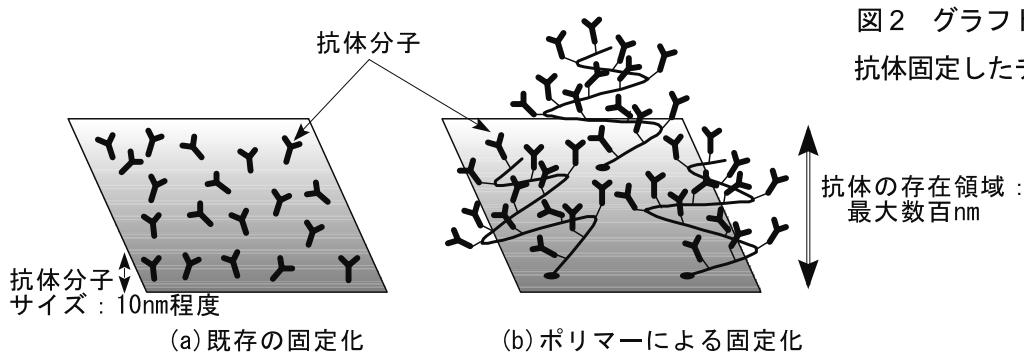


図1 マイクロ流路表面における抗体分子の固定化状態

窒化チタン複合表面改質膜の結晶配向制御による耐摩耗性向上

加工技術課 岩坪 聰、富山県立大学 春山義夫、堀川教世、YKK(株) 河村新吾、石井淳哉

1. はじめに

切削工具や冷間加工の金型には、摩擦摩耗の低減による寿命の向上が求められている。例えば自動車用構造鋼板として主流となりつつある高張力鋼であるハイテン(高張力)鋼板の成形プレス用金型はまだ非常に短寿命であり、その寿命延長技術の開発が急務となっている。そのため、TiNに代表される硬質薄膜による表面改質処理の重要性は非常に高い。鉄鋼基材を窒化処理したものに窒化チタン被覆をする複合表面改質は、耐摩耗性を高めるための有効な方法であり、これまで基材の窒化処理後に焼戻し処理をすることにより、顕著な耐摩耗性向上効果があることを明らかにしてきた^[1]。この技術の応用においては、膜の特性のみならず、基材となる材料との密着性や硬さの違いなど、膜と基材との様々な関係を明らかにしなければ、実用上の特性向上は見込めない。そこで本研究では、窒化チタン複合表面改質膜の製膜方法やバイアス電圧等の製膜条件を改良して、膜の緻密化と結晶配向を制御した膜を作製した。その膜の摩擦摩耗試験等による性能評価を行い、膜構造やその幾何的特性が磨耗特性に及ぼす影響因子を検討した。

2. 実験方法及び結果

工具材料として良く使用されている合金工具鋼 SKD61を鏡面研磨し、プラズマ光輝窒化処理装置とHCD型イオンプレーティング装置を用いてTiN膜を作製した。その後、水素雰囲気中で焼戻し処理を行い、イオンプレーティングでTiN被膜を形成した試験片を作製し、その特性を調べた。摺動試験はマイクロスラリージェットエロージョンMSE試験機と摩擦摩耗試験機を用いて評価した。

TiN膜の配向性の制御するために、膜成長を一端切らす方向で基材を回転した状態で膜堆積するもの(C-coating)、基材への入射の方向を固定し単に回転させて変化させて膜堆積するもの(N-coating)で、膜を作製した。つまり、堆積粒子の斜め入射効果により膜成長過程を変化させた。

作製した膜の配向性はX線回折にて分析した。C-coatingは(200)面の回折ピークが高いのに対し、N-coatingは細密面である(111)面の回折ピークが高いものが多く(111)面の(200)面に対する回折強度比 $R_{(111)/(200)}$ は、C-coatingでは0.1~0.7、N-coatingでは0.07~300の範囲で、粒子の入射方法によって膜の配向性制御が可能であることが分かった。

次に作製した膜を、SEMとEBSDにて微細構造の分析を行った。図1に結晶の配向比率が異なる $R_{(111)/(200)}$ が3.9と112の膜のSEM像を示す。X線回折から求められる結晶子の大きさは28~34nm程度でほぼ同じであったが、EBSDから求められる大きさは、 $R_{(111)/(200)}$ が3.9より112の方が細かく、約600nmから300nmに減少するこ

とが分かった。つまり、 $R_{(111)/(200)}$ が大きい膜は、面内方向で微結晶化しているために、高い細密配向の状態が実現できていることが分かった。

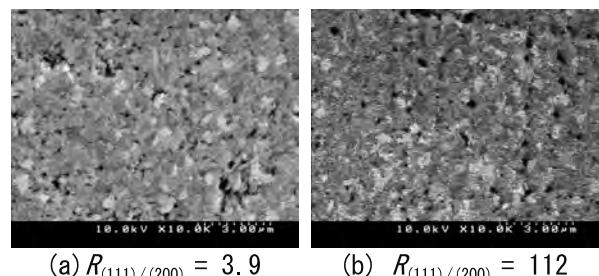


図1 配向状態の異なるTiN膜表面のSEM像

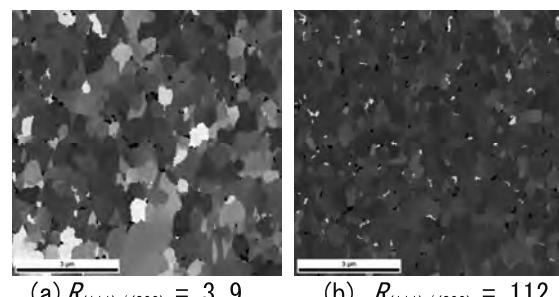


図2 配向状態の異なるTiN膜表面のEBSD像
(黒い部分が(111)の配向している結晶粒を示す。)

作製した膜の硬さをナノインデンテーション法にて、測定した。膜の塑性硬さを示すHVは2300~2600の範囲の値を示し、(111)面の多いものが少し硬くなる傾向があった。また、(200)面が多くなる膜では軽荷重で測定値がばらつく傾向があった。

作製した膜の摩耗試験の結果は、 $R_{(111)/(200)}$ が50以下ではマイクロチッピングで摩耗が進行した後に、スクラッチングが発生して進行し、膜寿命に至った。一方、 $R_{(111)/(200)}$ が100以上の場合は、マイクロチッピングのみで摩耗が進行して、膜が消滅して膜寿命に至った。スクラッチングは、すべり方向に垂直に膜厚さ方向に発生した亀裂が膜と基材との界面に沿ってすべり方向下流側に進展するので、これが発生すると急速に膜が消滅することが分かった。これが発生しにくい配向性の膜が膜寿命の大幅な延長につながる。また、微結晶化している方がスクラッチングも発生しにくくなると考えられる。

以上のことから、膜表面に膜内部にすべりを誘導する(200)配向面をなるべく発生させず、微結晶化する処理が、安定な摺動特性を得るために不可欠であると考えることができた。

(参考文献)

- [1] 石井・春山 etc, トライボロジスト, 54, 3, 209-216, (2009)

微粒子化技術を応用した環境にやさしい木材保存剤の開発

加工技術課 岩坪 智、農林水産総合技術センター 栗崎 宏、鈴木 聰
富山県立大学 楠井 隆史

1. はじめに

地球温暖化対策として、森林の炭素吸収機能や木材の炭素貯留機能の活用が注目されている。しかしながら、木材が腐朽やシロアリにより短期間で劣化すると、炭素貯留期間が大幅に減少する問題が指摘されている。これを防ぐには、木材保存剤による処理が効果的である。現在、木材保存剤は難溶性銅化合物をアミン等で水溶化したタイプが主流であるが、木材にアミン臭が残ることや、雨水により銅が溶出するなど問題があった。そのため、アメリカなどでは銅微粒子を用いた新薬剤が注目され始めている。本研究では、コスト的にも実用的な高圧湿式ジェットミル法を用いた微粒子化技術により、金属微粒子の粒径制御を行い、作製された金属粒子の径と防腐防蟻性、耐溶脱性、木材への浸透性との関係を解明し、耐久性、環境適合性などの品質に優れた微粒子型木材保存剤を開発した。

これまで、銀や銅などの金属微粒子が腐朽菌に対し効果の有ることを明らかにしてきた。一方、それらを木材保存剤として使用するためには、木材の道管内部にそれら粒子の薬剤を注入する必要があり、道管の大きさよりも十分に小さな微粒子を作製しなければならない。また、その分散状態も注入処理にとって非常に重要なパラメータであり、道管より大きい粒子が少しでもあるとそれが目詰まりをおこし、粒子がそれ以上内部に侵入しなくなると考えられる。つまり、表面から浅い処理しかできないことになる。これでは、長期間に及ぶ効果が期待できないことになる。そこで、安価な銅をベースとした粒度の分布が木材注入に適したシャープなナノ粒子溶液からなる処理剤の作製を試みた。

2. 実験及び結果

2.1 銅微粒子剤の防腐防蟻性と粒子粒径の関係解明

銅複合微粒子を CSD(Chemical Solution Deposition)法で作製した。その後、作製した粒子の水溶液を高圧湿式ジェットミル法 HJM で、粉碎・微粒化処理を行った。噴射圧は 245MPa とした。水溶液中の粒度分布は、日機装社製のレーザードップラー方式の粒度分布計 UPA-UZ152 を用いて測定した。図 1 に作製した代表的な酸化銅粒子の粒度分布を示す。(a)は酸化銅単独の粒子作製後で、その面積平均径 MA(Mean Area Diameter)は、約 3200 nm の大きな 2 次粒子を形成していることが分かった。これを超音波による微粒化処理を行っても大きな変化はなかった。それに HJM 処理を行うことで(b)に示すように MA を約 1000 nm まで減少させることができた。しかしながらこの径では、数千 nm 程度とされる木材の道管に、作製した粒子薬剤を深く浸入させることはできない。そこで酸化銅粒子の凝集を妨げるために、この系に SiO_2 微粒子を添加した。その結果、(c)に示すよ

うに、約 300 nm と 2000 nm の 2 つに分布のピークを持ち、全体の平均を示す MA が 750 nm の銅複合微粒子を作製することができた。その後 HJM 処理を行うことで、(d)に示すように、MA が 185 nm の酸化銅粒子を作製することができた。この処理により、粒度分布の最大径も 1000 nm 以下とすることができます、木材注入に伴う目詰まりも防ぐことができると考えられる。この処理方法で MA が 150~1500 nm の粒子を作製した。

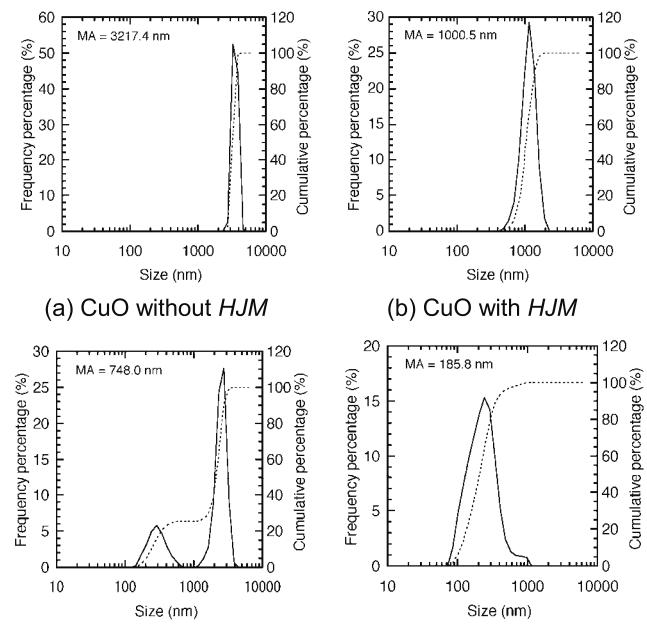


Fig.1 CuO particle size distribution for high-pressure jet milling process HJM.

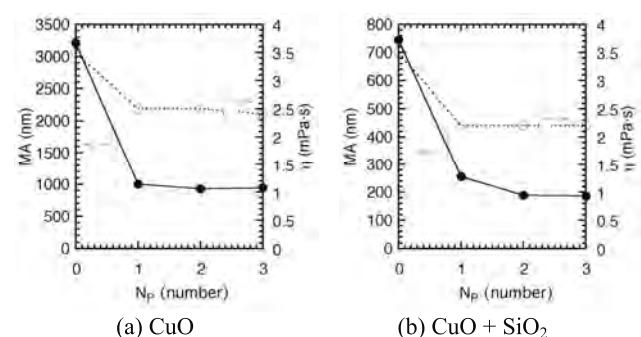


Fig.2 Dependence of particle size MA and coefficient of viscosity η on process number N_P of HJM.

一方、木材への注入処理を行う場合、液の粘度も重要なパラメータとなる。管内に流れる流体は、ハーゲン・ポアズイユの法則に従い、その流速は管径の 4 乗に比例し、粘度に反比例することが知られている。そのため、木材のような管径が小さくなる場合には、液の粘度が、

その流動に非常に大きく影響すると考えられる。図2に、HJM処理を行った0.1 mol/lの濃度の溶液のMAと粘度 η の変化を示す。(a)は銅単粒子の場合、(b)は銅シリカ複合粒子の場合を示し、 N_p は処理回数を示してある。一回の処理にて、十分なMAの減少があるとともに、 η も3.4から2.3 mPa·sへと小さくなることが分かった。つまり、HJMに適した粒子を作製することで、1回の処理で微粒化処理が完了し、処理の低コスト化が可能になることが分かった。以上の結果から、HJM処理により粒子の最大径を1000 nm以下とすることと、そのMAの値を185.8~1000の範囲に制御した銅系微粒子が作製できることが分かった。次にこの溶液を県産スギ材の注入処理に適用し^{1,2)}、以下の項目について検討した。

2.2 銅微粒子剤の環境影響の解明

作製した銅系微粒子剤を注入処理した木材が屋外で雨に打たれた場合、あるいは処理材を水辺で使用した場合、処理材から大量の銅が水へ溶出すると、環境への悪影響が懸念される。そこで、このような状況を想定した溶脱試験を行って、処理材から水へ溶脱する銅の量を測定し、環境影響を評価した。

2.3 県産材に対する銅微粒子の浸透特性の解明

微粒子剤が長期にわたってその防腐効果を持続するためには、その粒子が木材内部に深く浸透しないなければならない。微粒子剤を注入した木材内部の銅分布を、微小蛍光X線装置で分析した。その結果を図4に示す。上部が木材表面で、その部分から注入処理を行った。白い部分が、銅が検出された場所を示している。HJM処理を行っていないMAが3000 nmの溶液を使用した注入処理の場合、銅が木材表面で詰まり、木材内部に深く浸入していないことが分かった。特に木目の有る部分では、全く注入されないことが分かった。一方、HJM処理によりMAを1000 nm以下にしたものは、銅が数cm程度、木材内部に浸入することが分かった。



(a) CuO solution without HJM (b) CuO solution with HJM
Fig.3 Cu mapping of impregnated woods analyzed by micro XRF.

図4に、京都大学生存圈研究所生活・森林圏シミュレーションフィールド(LSF)にて、注入木材のシロアリに対するフィールドテストを行った結果を示す。試験期間は途中で0.7年後である。注入処理を行っていない木材には、木材内部に食害がみられたが、(b)の酸化銅のMAが1000 nm以下の注入木材では、そのような箇所は無かった。



(a) Blank (b) Impregnated woods
Fig.4 Photographs of field test for termites.

2.4 銅微粒子剤の高濃度化技術と分散安定化技術の開発

現段階で試作している微粒子剤は、難溶性銅をアミンなどで水溶化した従来の銅系薬剤の原液より成分濃度が低く、実用化を進める上では薬剤の運搬・包材コストの点で不利である。つまり、銅微粒子の高濃度化を図る必要がある。一般に、安定な分散状態を得るためにには、粒子間の静電反発領域が必要となるが、微粒化が進むほどその空間が多くなるために、その濃縮には限界がある。木材注入に不可欠な最大粒子系は約1000 nmと考えられるため、この条件を満たすように高濃度化を図った。製造条件の調整によって、銅微粒子剤の濃度を1から2mol/l程度まで高濃度化できる可能性を見付けた。また、無機系分散助剤の配合により、分散安定性が向上することも明らかにした。

今後、液の分散性に関して、実際の防腐処理工場で行われている繰り返し注入などの安定性についても検討する必要があり、長期間にわたる試験の継続と作製した粒子溶液の製品応用を展開していく予定である。

「参考文献」

- [1] 岩坪聰、尾塩岳治、土屋敬幸、「複合粒子の粉碎及び分散方法」、特願2009-168792
- [2] 岩坪聰、栗崎宏、「木材注入用防腐防蟻処理粒子液の作製方法」、特願2010-196232

キーワード：抗菌、木材保存、ナノ粒子、細菌、銅

Development of environment conscious wood preservative by application of atomization

IWATSUBO Satoshi, KURISAKI Hiroshi, SUZUKI Satoshi, KUSUNOKI Takashi

Solution of containing particles of CuO and SiO₂ were prepared by chemical solution deposition (CSD). The secondary particle size was controlled in the range between 160 and 1000 nm by high-pressure wet-type jet mill process HJM. Wood preservative for decay fungus and termites was prepared from the solution. Woods were treated with the solution containing particles of the various sizes. Field test for termites was carried out. The woods treated by the solution of containing particles size smaller than 1000 nm showed high efficacy against termites.

スクリーン印刷法による色素増感太陽電池の開発

評価技術課 角田龍則 企画管理部 二口友昭 機械電子研究所 寺澤孝志

1. 緒言

太陽光発電はバックアップ電源や非常用の携帯電源として需要がある。その中でも色素増感太陽電池（DSSC）は、半導体が吸収することができない太陽光に多く含まれる可視光を色素で光増感したものであり、その量産性の高さから次世代の太陽電池として期待されている。シリコン系太陽電池と比べると変換効率では劣るが製造プロセスにおいて優位な点が多く、コスト削減や信頼性の向上などの研究が大学や企業で進められている。本研究では白金が使用されている対向電極に代わる材料として、カーボン材料を採用しスクリーン印刷法で形成した色素増感太陽電池を作製しその評価を行った。

2. 実験方法

カーボンペーストには活性炭素、カーボンファイバー、カーボンブラック、樹脂などを混合したものを使用した。

図1に活性炭素とカーボンファイバーのSEM画像を示す。使用した活性炭素は、表面に数十 nm 程度の巣状構造を持ち比表面積が $2000\text{m}^2/\text{g}$ 程度と通常の活性炭素と比べても非常に大きい。また、触媒作用のパラメータとして重要な活性点を多く持つと考えられる材料である。カーボンファイバーは直径 100nm 長さが 10 μm 程度の棒状の繊維であり、気相成長法によって作製され導電率が高く、また界面での密着性が良いという特徴がある。

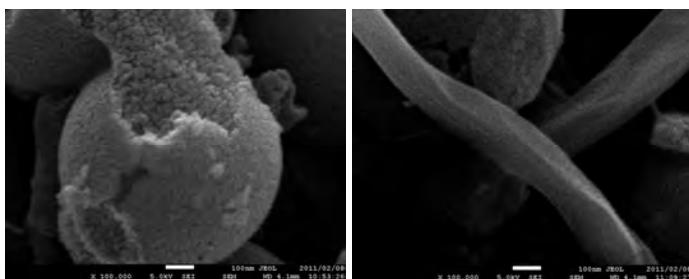


Fig. 1 SEM micrograph of activated carbon and carbon fiber.

カーボンブラックは導電性に優れる材料であり、同様にSEMで確認したところその形状はおよそ一辺が100nmの粒状であった。

これらと樹脂および有機溶媒を攪拌混合しペーストを作製して、そのペーストを金属基板にスクリーン印刷し180°Cで硬化させた。カーボン膜の抵抗率と比表面積およ

び硬度などを測定した。またそのカーボン膜を色素増感太陽電池の対向電極に使用して I-V 特性を測定した。

3. 結果と考察

表1はいくつかの対向電極の抵抗率とそれを用いて作製した太陽電池の変換効率を示す。図2はそのI-V曲線である。

Table 1 Sheet resistance and conversion efficiency of DSSC with carbon counter electrodes.

対向電極 材料	白金	活性炭素 + カーボン ファイバー	活性炭素 + カーボン ブラック	活性炭素
抵抗率 ($\Omega \text{ cm}$)	1×10^5	17	42	74
変換効率 (%)	6.5	6.1	5.3	3.2

電極に使用するカーボン系材料の中ではカーボンブラックと活性炭素を混合した場合と比べてカーボンファイバーと活性炭素を混合した場合、より抵抗率が小さくなり変換効率も高くなることを確認した。カーボンブラックとカーボンナノファイバーはそれぞれ 10% 添加した。

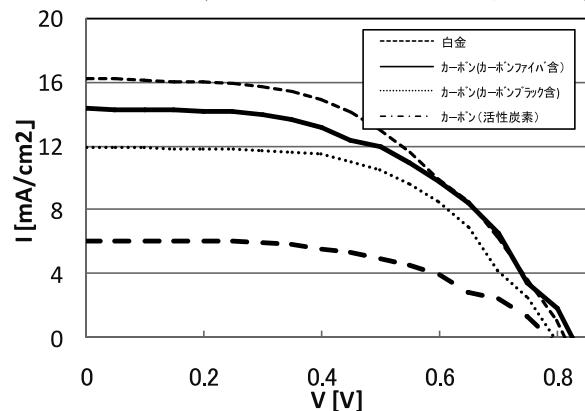


Fig. 2 I-V curves (Platinum and carbon counter electrode).

なお白金対向電極はFTO膜付ガラス上にスパッタ法で製膜した。

次にもっとも高い変換効率を示したカーボンファイバーと活性炭素の比率を変えて対向電極を作製した。図3はその対向電極のSEM画像を示す。SEM画像からファイバーを添加していない活性炭素と樹脂のみのものは隙間なく活性炭素が繋がった密な構造になっており、ファイバーを添加しているものは活性炭素を繋ぐようにカーボンナノファイバーが付着している。また、ファイバー

の添加量を増やすにしたがって活性炭素間に隙間ができ密度が低下していることがわかる。

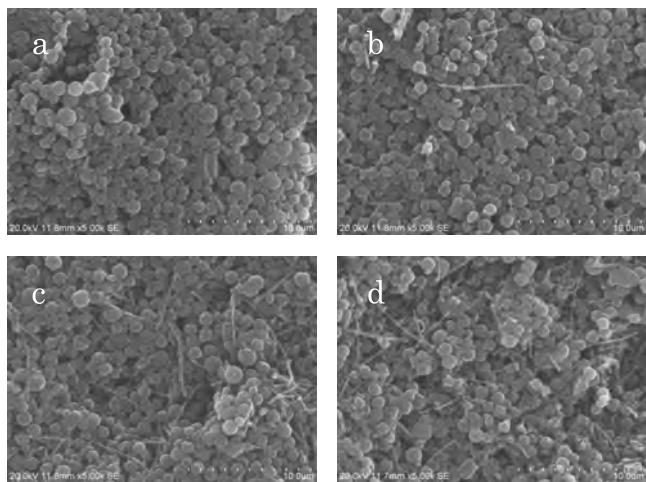


Fig. 3 SEM micrograph of activated carbon with carbon fiber
(a:b:c:d = 0 : 5 : 15 : 25%).

ガラス基板上に厚さ 40μm 程度の厚膜を作製しテープ剥離試験を行った。図 4 は剥離試験後のサンプル画像である。今回は剥離しやすい条件で行ったためすべての条件で剥離が見られたが、添加量 15% の時最も剥離が少なく比較的高い強度を得られた。

このような、いくつかの異なる形状の材料を混合する構造は、導電ペーストに使用されているフィラーや光電極側の酸化チタン膜に応用した例があり¹⁾、球形の活性炭素に棒状のカーボンナノファイバーを添加することによって導電率や膜強度の向上を確認できた。最後に、成膜したカーボン電極を用いた太陽電池の変換効率を測定した。図 5 は変換効率とカーボンファイバー添加量の関係を示す。変換効率は、添加量 15% の時にもっとも大きな値を示した。これは図 3 の SEM 画像からわかるようにファイバーの添加量を増やすことによって活性炭素が充てんされていない空間ができ密度が小さくなってしまうため、対向電極の比表面積が減少し抵抗率とトレードオフの関係になった結果であると考えている。

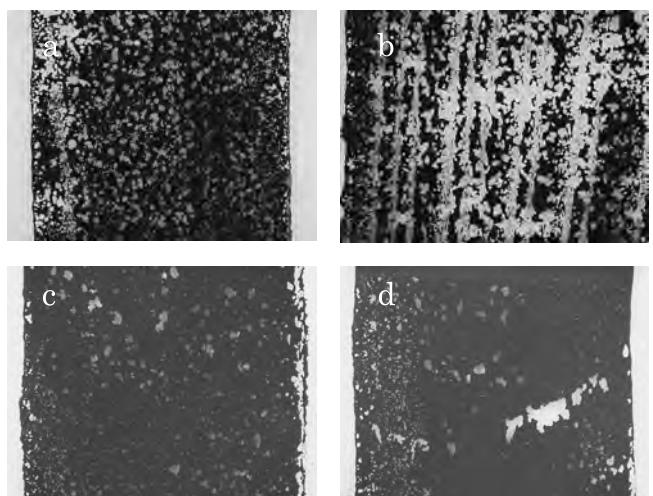


Fig. 4 Micrograph of peeling examination samples of activated carbon with carbon fiber (a:b:c:d = 0 : 5 : 15 : 25%)

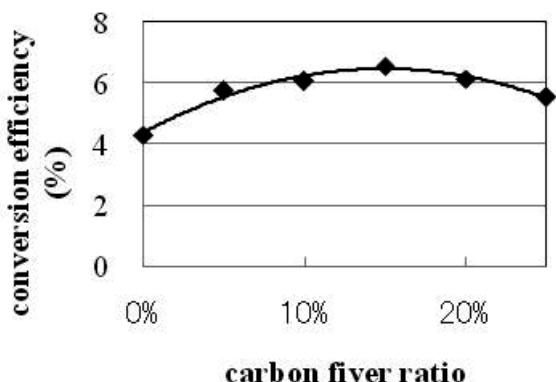


Fig. 5 Relationship between conversion efficiency of carbon counter electrodes and carbon fiber ratio.

4. 結言

以上のような実験結果から、対向電極の材料および構造設計をすることができた。そのカーボン対向電極を用いた太陽電池の変換効率は、白金対向電極のものと比較して 9 割程度であった。

「参考文献」

- 1) Y. Suzuki : Ceramics 45(2010) No.7, p. 528

キーワード：色素増感太陽電池、電極、カーボン、スクリーン印刷

Development of the dye-sensitized solar cell with carbon counter electrode by screen-printing
Tatsunori KAKUDA, Takashi Terasawa and Tomoaki FUTAKUCHI

In this study, we try to develop the low cost DSSC by using carbon in substitution for platinum, and by screen-printing method. The counter electrode was formed with the activated carbon, carbon fiber, carbon black and resin. As a result, the carbon electrode conversion efficiency was around 90% in comparison with the platinum.

血中浮遊癌細胞を単離できるマイクロ流体チップシステムに関する研究

材料技術課 大永 崇 加工技術課 小幡 勤

富山大学大学院医学薬学研究部 嶋田 裕、岸 裕幸

1. はじめに

癌の治療や研究において、癌細胞を直接解析する重要性が認識されてはいるものの、その採取は大きな身体的負担が伴うことなどから一般に容易ではない。一方、近年の研究により、癌の初期段階から末梢血中に癌細胞が存在することが明らかにされており¹⁾、このような血中の細胞を単離できれば癌細胞を容易に採取できる。しかし血中の癌細胞濃度は極めて低いため、通常の分離技術では血液が大量に必要となり、現状では実質的に癌細胞の単離は不可能となっている。

最近、少量の血液から効率よく癌細胞を単離する方法として、マイクロ流体チップを利用した手法が研究されている²⁾。シリコンウェハを加工したマイクロチップの流路に、血中には存在しない癌細胞表面のタンパク質の抗体を固定化し、数mlの血液を流して癌細胞を捕捉する方法(図1参照)が開発されている。

本研究は、上記研究をもとに工業技術センターのマイクロチップ研究と富山大学の癌、免疫研究とを融合し、より高性能な血中浮遊癌細胞を単離できるマイクロ流体チップ(CTCチップ)を開発することを目標に開始した。細胞捕捉効率の向上、チップの大量供給・コストダウンなどについて検討し、併せて安全に血液を送液し細胞の捕捉・同定ができるチップシステムの開発を行ったので、以下に報告する。

2. マイクロチップ作製とチップシステム開発

文献²⁾のチップ構造を参考にしてフォトマスクを用意し(外注による)、工技センター設備で樹脂チップ成形のための鋳型(シリコン製)を作成した。次にこの鋳型を用い筆者らが開発した光硬化性樹脂および成形方法によ

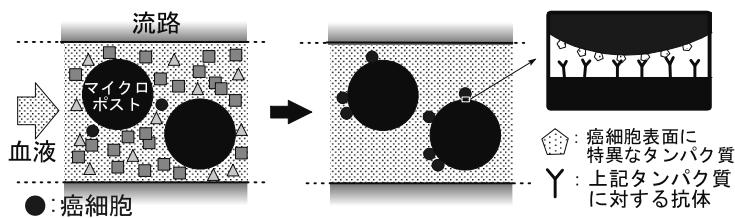


図1 マイクロチップによる癌細胞捕捉

り CTCチップを作製した。得られたチップの外観および拡大像を図2に示す。細胞捕捉のためのマイクロポストが格子状に規則正しく配列した構造が認められ、チップ構造が問題なく成形できることを確認した。ここで用いた成形法では、1サイクルが数分程度で原材料費も安価なため、チップの大量供給・コストダウンが可能である。

このようにして得たCTCチップに蓋をして送液チューブ等を接続するためにチップホルダを開発し特許出願した(特願2011-055871号、図5参照)。さらにポンプ、振動機(サンプル搅拌用)、蛍光位相差顕微鏡、カメラシステムなどを組み合わせ、サンプル液を送液し細胞の捕捉・同定ができるチップシステムを開発した(図3参照)。

3. 抗体固定化と癌細胞捕捉試験、血液送液試験

チップへの抗体固定化方法として(1)物理吸着(2)表面官能基との共有結合(3)表面ポリマーとの共有結合、について検討した。蛍光標識抗体を用いて蛍光強度より抗体固定化量を評価したところ(3)が最も多かったので、以下では(3)の方法を用いた。

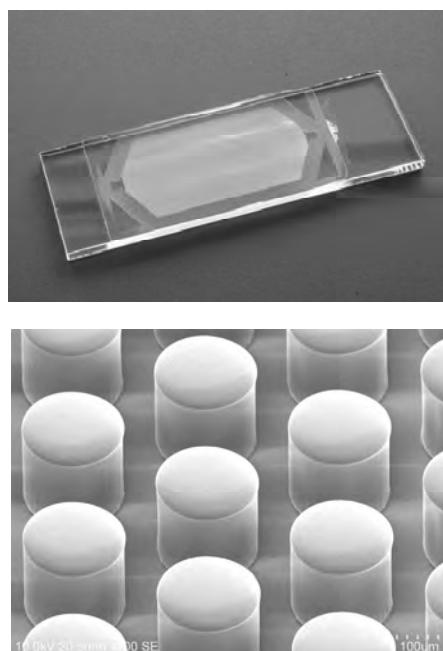


図2 CTCチップの外観と拡大像



図3 チップシステム概観

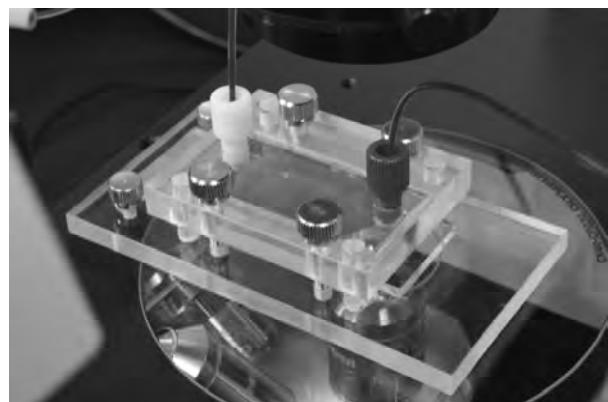
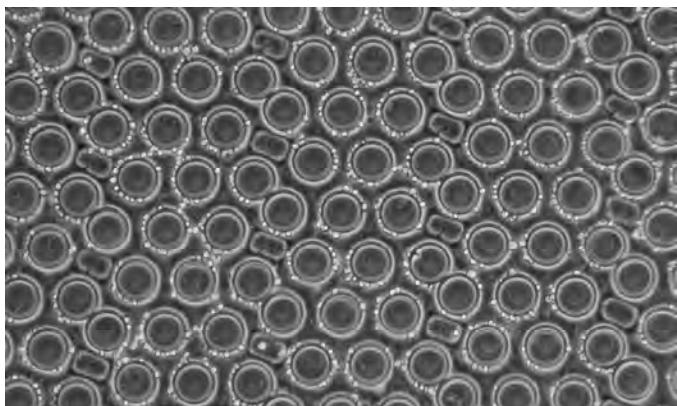
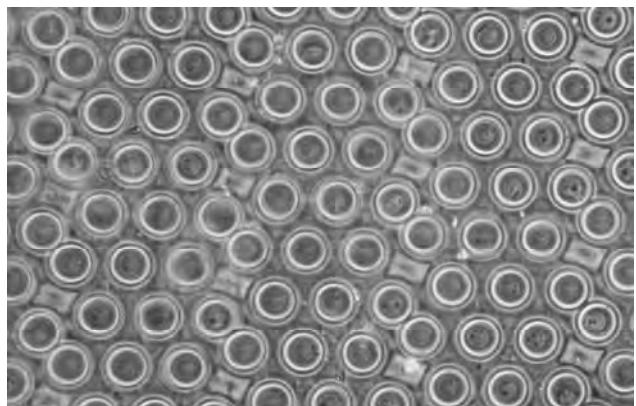


図5 健常者血液の送液試験



(a)抗 EpCAM 固定



(b)抗体なし

図4 癌細胞懸濁液送液後の CTC チップ拡大像

癌細胞捕捉用の抗体として抗 EpCAM 抗体を固定化した CTC チップを行い、チップシステムにより癌細胞捕捉試験を行った。癌細胞は食道癌の細胞株である KYSE220 (嶋田先生所有) を用いた。濃度 40 万個／ml の細胞懸濁液を用意し、流量 1ml/h で約 1.5ml 送液した後のチップを観察した結果を図 4 に示す。抗体を固定した場合にはマイクロポストの周囲に多数の細胞が捕捉される（図 4 a）のに対し、抗体がない場合には細胞がほとんど認められなかつた（図 4 b）。このように抗体とマイクロ構造を組み合わせた CTC チップにより癌細胞が捕捉できることが確認できたので、現在、抗体固定化方法やチップ構造の面から、捕捉の効率化検討を継続している。

CTC チップの血液に対する適合性を評価するために、健常者の血液を用いた送液試験を行っている（図 5 参照）。これまでの結果から、CTC チップには血液成分の付着は

少ないが、チップ構造によっては付着物が蓄積してしまう場合があるので、現在、血液の抗凝固処理やマイクロ構造の面から改良を行っている。

4.おわりに

本研究では上記検討の後に、健常者血液／癌細胞株混合系での細胞捕捉試験を経て、患者血液を用いた臨床テスト（富山大学倫理委員会の承認取得済み）を予定しており、早期の実用化を目指している。

「参考文献」

- 1) J.Kaganoi, Y.Shimada et al.:
British Journal of Surgery **91**(2004)1055
- 2) S.Nagrath et al.:
Nature **450**(2007)1235

海洋深層水からのレアメタル回収技術の開発

評価技術課 奈須野雅明 角田龍則 関口徳朗 九曜英雄
中央研究所 榎本祐嗣

1. 緒言

海水中には様々な鉱物資源が存在し、その量は陸上の埋蔵量より大きいと推測されており、海水からのレアメタルの回収には大きな期待が寄せられている。中でもリチウム電池の電極材料として注目を集めているリチウムは、海水中では濃度は約 0.1~0.2mg/L と低いが、海水全体では 2,300 億トンもの膨大な量が存在することになり、陸上の推測埋蔵量 990 万トンをはるかに凌ぐ¹⁾。また、他のレアメタルに比べれば濃度が高く、海水からの回収で最も経済的に成り立つレアメタルであると考えられている。

現在、マンガン酸化物系のリチウム吸着剤を中心に、海水からのリチウム回収が検討されてきているが、吸着速度が小さく実用化のレベルには達していない。

そこで本研究では、リチウム吸着剤の吸着速度を高めるために、吸着剤を微細化し、吸着表面積を飛躍的に増大させることを試みるとともに、この微細化吸着剤を用いた新規なリチウム捕集材を考案し、深層水を含めた海水からのリチウム回収技術の実用化を目指す。

本年度は、図 1 の概念図で示すように、超高压で粒子同士を衝突させ微粒化する湿式微粒化法を用いたリチウム吸着剤の微細化の可能性について検討したので報告する。

また、リチウム吸着剤粒子を用いた捕集材モジュールを製造するために捕集材担体にリチウム吸着剤を固定化しなければならないが、吸着性能を最大限に発揮するために吸着剤の表面積をなるべく減少させず固定化する必要がある。そのために、本研究ではバインダーを用いずに熱プレスでリチウム吸着剤を直接ポリフェニルサルファイド(PPS)繊維表面に固定化する方法について検討したので併せて報告する。

2. 実験方法

2.1 湿式微粒化法によるリチウム吸着剤の微細化

使用したリチウム吸着剤は戸田工業(株)製 マンガン酸リチウム HPM-6050 である。微細化には、スギノマシン(株)製スターバースト ミニを用い、リチウム吸着剤を

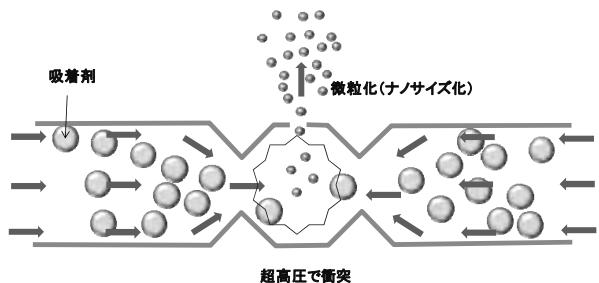


図 1 超高压微粒化法の概念図

100g/L になるようにエタノールに加えたものを圧力 200MPa で処理した。粒径は、微細化処理後、直ちにレーザー回折散乱式粒度分布測定装置で測定した。

2.2 热プレス法

熱プレスは、アズワン製熱プレス機 AH-1T を用いた。PPS 繊維は布状になったものを使用し、リチウム吸着剤は前出の微細化前のマンガン酸リチウムを使用した。リチウム吸着剤をエタノールでスラリー化して PPS 繊維布に塗布し、熱プレス機でプレスした。300kgf で加圧しながら加熱を開始し、プレス板温度が 280°C となったところでプレスを終了した。冷却後、エタノール中で超音波洗浄し、余分な吸着剤を除去した。

3. 結果

3.1 吸着剤の微細化

湿式微粒化法でリチウム吸着剤を微細化した結果を表 1 に示した。平均粒径 10.2μm の吸着剤は 1 回の処理で 2.1μm まで一気に微細化されるとともに、偏差も小さく

表 1 湿式微粒化法による吸着剤の微細化

処理回数/回	平均粒径/μm	標準偏差/μm
0	10.2	3.7
1	2.1	0.7
3	2.1	0.7
5	2.1	0.7
7	1.9	0.6
10	1.7	0.6

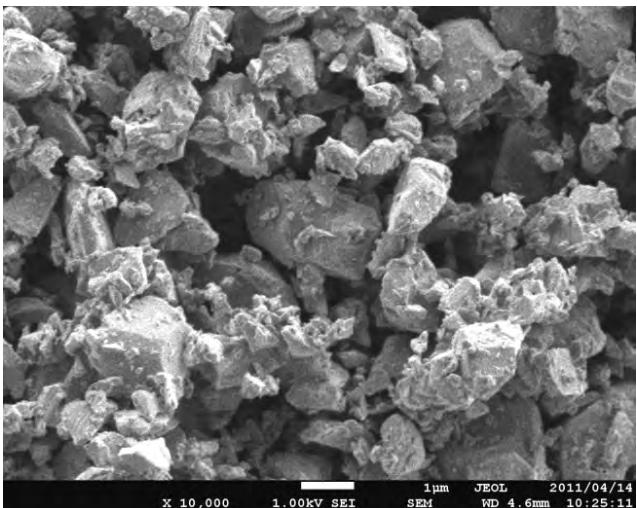


図2 湿式微粒化法により微細化された吸着剤

処理回数:10回 倍率:10,000倍

なり粒度が揃うことがわかった。さらなる微細化のために処理回数を増やしてもさほど粒径は変化せず、徐々に小さくなり、10回の処理回数でも平均粒径は1.7μmまでにしかならなかった。しかしながら、50gのリチウム吸着剤を1回処理する時間は5分と短く、マンガン酸リチウム系吸着剤の有効な微細化方法であることがわかった。

また、10回処理時の吸着剤のSEM写真を図2に示した。粒子はいずれも角を持つ形状であり、粒子同士がぶつかって劈開したことが分かる。

3.2 熱プレスによるPPS繊維への固定化

PPS繊維は、優れた耐薬品性や耐熱性を持つPPS樹脂から製造されており、約280°Cの高い融点を持つ。この融点温度で、各種PPS繊維布（フェルト、綾織組織、朱子織組織）とリチウム吸着剤をプレスしたところ、繊維布に吸着剤が固定化されることが確認できた。固定化量は布の組織構造によって異なるが、今回使用した布では、1g当たり0.25~0.4gの吸着剤が固定化された。図3に繊維断面のSEM写真を示した。繊維表面にリチウム

キーワード：海洋深層水、レアメタル、リチウム、回収、吸着剤、マンガン酸リチウム

Development of Recovery System of Rare Metal from Deep Seawater

Evaluate Technology Section; Masaaki NASUNO, Tatsunori KAKUDA, Noriaki SEKIGUCHI, Hideo KUYO

Central Research Institute; Yuji ENOMOTO

Lithium manganese oxide adsorbent for Li⁺ has been micronized to ca. 1μm by using Ultra high-pressure homogenizer in order to increase the recovery rate of Lithium from seawater. And to make adsorbent modules for practical use, the fixation method of lithium manganese oxide on Polyphenylene Sulphide textile was investigated. In result, the heat press has been considered to be good method on condition that pressure was 300kgf and the temperature was 280degreee, melting point. It was observed by electron microscope that adsorbents was wedged well on surface of Polyphenylene Sulphide fiber.

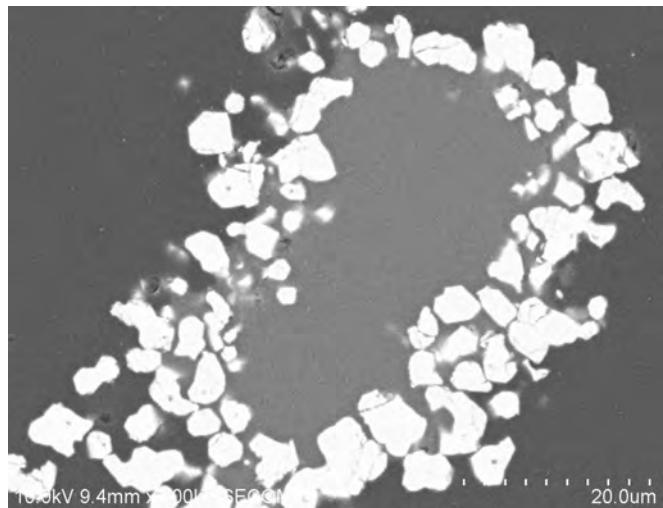


図3 PPS繊維に固定化された吸着剤

基材：フェルト状PPS繊維布

吸着剤が喰い込み固定化されていることが分かる。

3. 結言

海水からレアメタルの一つであるリチウムの回収速度の向上を目的に、リチウム吸着剤であるマンガン酸リチウムの微細化を試みたところ、超高压湿式微粒化法を用いることにより、1μm程度の大きさまで容易に微細化できることがわかった。

また、捕集材モジュールを製造するため、リチウム吸着剤と担体であるPPS繊維への固定化方法について検討したところ、融点温度で熱プレスすることによりリチウム吸着剤を繊維表面上に固定化できることがわかった。

今後、微細化したマンガン酸リチウム吸着剤を用い、海水からのリチウム吸着速度を測定するとともに、捕集材モジュールの吸着性能や耐久性について検討を進める。

「参考文献」

- 1) Science & Technology Trends, December(2010)

機能性マイクロチップの開発と応用

材料技術課 大永 崇 加工技術課 小幡 勤

1. はじめに

近年、微細な流路や液だめ等からなるマイクロ流体チップが開発され、医療検査や環境分析などへの応用の期待から、様々なアプリケーションに関する研究がなされている。筆者らもこれまでに、射出成形や光硬化を用いて樹脂の微細構造形成法を確立し、この方法により製造したマイクロ流体チップ等が既に県内企業により製品化されている。

さらに筆者らは、マイクロ流体チップのミクロな構造の機能を利用するだけでは十分な応用ができないと考え、マイクロ流路表面自体を機能化することを検討している。流路表面に機能分子を固定し、そこに機能分子が捕捉できる物質（＝目的物）を含む液体を流すことにより、目的物を流路表面に捕捉・濃縮でき（図1参照）、さらには検出するようにもできる。機能分子としては抗体、酵素、ポリペプチド、DNA、クラウンエーテル、ポルフィリン、発光分子など様々なものが既に知られており、目的に合わせた表面機能設計が可能である。また機能分子は一般に高価なため、このようなミクロな環境で利用できれば、機能分子の新たなアプリケーション開発にも繋がる。

本研究ではこれらの樹脂微細構造形成法、表面機能化方法を応用して、汎用的な機能性マイクロチップを製作した。さらにこのようなチップにおいて表面に抗体を固定化し、マイクロ流路を流れる液体から、抗原抗体反応を利用して細胞を捕捉することを試みたので、以下に報告する。

2. 機能性マイクロチップの製作

長さ 10,000μm、深さ 50μm、幅 10,30,50,100μm の 4 本

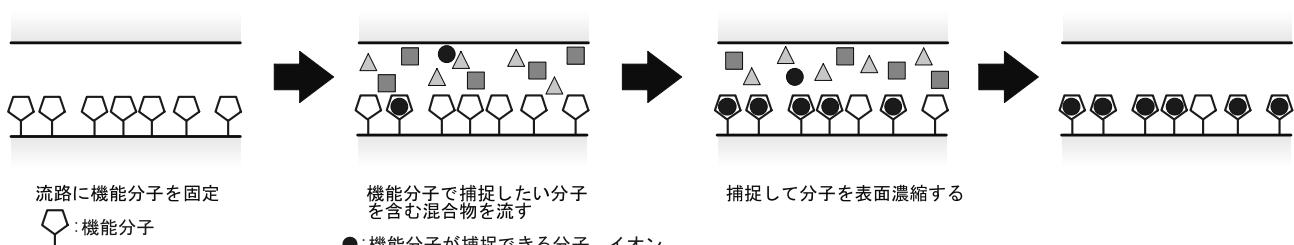
の直線流路が平行に並んだパターンのマイクロチップを設計し、それに対応するシリコン鋳型を用意した。この鋳型を用い、既に開発している光硬化性樹脂および成形方法（特開 2011-46853 参照）により上部が開いたマイクロ流路からなるマイクロチップ部品を作製した。光硬化性樹脂には、微細構造体の表面に反応基を導入するために、エポキシ基を有するモノマーを混合した。

このようにして得たマイクロチップ部品には、後で流路表面に機能分子を固定するため、および蓋を接合するために、表面のエポキシ基を利用してポリアクリル酸をグラフトした。

次に上記マイクロチップ部品に蓋をしてマイクロ流体チップとするために、蓋として PP 系樹脂からなる 15mm 角で厚さ 1mm のシートを用意した。シートには流路の注入・排出口として位置合わせをして直径 1mm の穴を開けた。このようにしたシートに、上記マイクロチップ部品と接着剤なしで接合できるよう、ラジカル重合により表面にポリグリジルメタクリレートをグラフトした（特開 2008-115305 を使用）。

以上で用意したマイクロチップ部品および蓋を加熱圧着して、マイクロ流体チップとし、さらに送液用のチューブを接続した（図2 参照）。このマイクロチップは種々のアプリケーション開発等に使用できると考えられるので、特許出願した（特願 2010-216093）。

チューブに小型ダイヤフラムポンプを接続して蒸留水を送液し、マイクロ流路に漏れや詰まりがないことを確認した後に、流路への抗体固定化を行った（図2 参照）。固定化は流路表面のポリアクリル酸を利用し、カルボキ



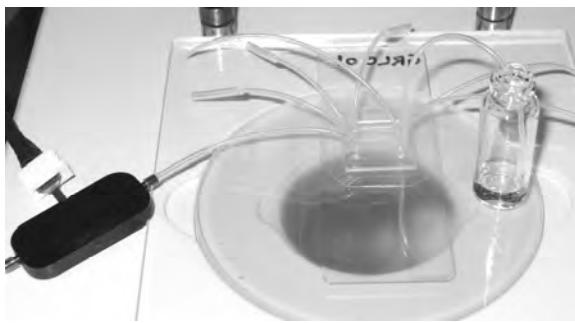


図2 作製したマイクロチップと送液の様子

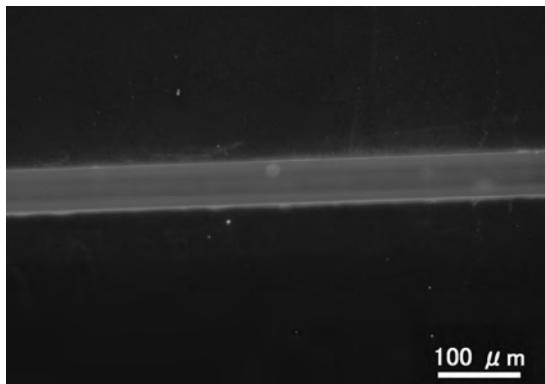


図3 蛍光標識抗体を固定化した流路

シリ基を活性エステル化し抗体と反応させて行った。Cy3 標識抗体を固定化した流路の蛍光観察像を図3に示す。Cy3 による赤い蛍光発光が認められ抗体固定が確認された。

3.抗原抗体反応を利用した細胞捕捉

上記のようにして用意したマイクロ流体チップの幅100μm の流路に、細胞表面の抗原タンパク質に結合する抗体を固定化し、細胞捕捉を試みた。細胞は表面にEpCAM (上皮細胞接着分子) を有する癌細胞株 (KYSE220、富山大学 嶋田先生所有) を用意し、抗体は抗EpCAM を用いた。

マイクロ流路に細胞懸濁液を流すと、流速が速い場合

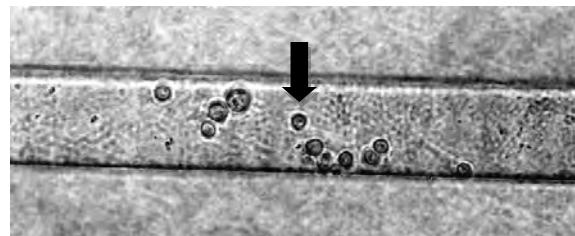


図4 マイクロ流路に捕捉された癌細胞

には細胞が流れるだけであったが、流速を徐々に落としていくと流路表面に付着する細胞が認められた。図4はその様子を示しており、浮遊して流れる細胞（矢印で示した）がある一方で、流路壁に付いて移動しない細胞が認められる。抗体を固定化しない流路では同じ流速でも細胞の付着は認められず、これらの結果から抗体により細胞が捕捉できることが確認された。

「謝辞」

本研究推進にあたり数多くのご指導を頂きました富山大学大学院医学薬学研究部 嶋田裕先生、岸裕幸先生に深く感謝致します。

キーワード：マイクロ流体チップ、機能分子、抗体、細胞、捕捉

Development and Application of Functional Micro-fluidic Chips

Takashi OHNAGA and Tsutomu OBATA

Novel functional micro-fluidic chips were developed. The chips were comprised of polymeric microstructures and were made quickly and easily with light-curing processes using resins at low cost. Since the resins included monomers having a reactive group, the surface of channels in the chip could covalently bond to specific molecules which provided the chips functionalities. We demonstrated to apply the chips to capturing tumour cells which expressed EpCAM and were flowing through the channel. If EpCAM antibodies were bonded to surfaces of the channel as the specific molecule, a part of the cells were observed to become immobile on the channel at a small flow rate during the flow test. However the immobilization never occurred without the antibodies.

軽金属ダイカスト用崩壊性中子の開発

評価技術課 林 千歳*, 材料技術課 土肥 義治, 山崎 太郎, 企画情報課 石黒 智明

1.はじめに

著者らは、これまでにアルミニウム合金ダイカスト用の崩壊性中子として、水溶液が中性の塩類に耐火物を配合して熔解し、流し込み成型により製作する方法を提案した。このアルミニウム合金用の崩壊性中子をマグネシウム合金に適用すると、塩の水溶液によりマグネシウム合金が腐蝕することから、新たにマグネシウム合金用の崩壊性中子として、水溶液が塩基性の炭酸塩系混合塩を用いることを検討した。

2. 実験方法及び結果

本研究では、凝固温度範囲が 710-750°C となる $K_2CO_3-Na_2CO_3$ 系混合塩に、 $Ca(OH)_2$ 粒子を配合して製作した中子試験片 20 種について検討を行った。Fig. 1 に $K_2CO_3-Na_2CO_3$ 系混合塩の平衡状態図¹⁾ を示す。

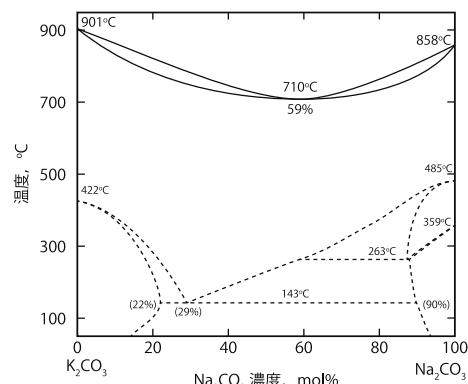


Fig. 1 $K_2CO_3-Na_2CO_3$ 系混合塩の平衡状態図

2.1 試験片の作成

強度評価や铸造試験に用いる中子は、 $\phi 25 \times 150mm$ の丸棒とし、この中子の周囲を鋳ぐるることによって $\phi 40mm$ の円筒状試験片を作成し、中子としての特性評価を行うこととした。

中子は、 $Ca(OH)_2$ をあらかじめ添加した所定の配合の混合塩を液相線温度 +50°C で熔解後、300°C に予熱した金型（試験片 3 個取り）に流し込み、約 40s 保持後金型から取り外して製作した。その後、エックス線探傷を行い、内部の引け巣の状態等を確認したほか、直径および湯口部を除いた長さを測定し、寸法精度を評価した後、抗折強度の測定に供した。

その後、寸法精度に優れ、抗折強度試験結果等が良

好なもの 4 種を選定し、マグネシウム合金の铸造（重力铸造）用試験片を作成した。

2.2 鑄造試験

铸造は 730°C まで昇温した AZX911 合金 (1% 程度 Ca 添加した AZ91D) を、除滓後ともに 300°C に予熱した中子、金型を用いて行った。铸造後に、試験片を高さ 10mm のリング状に切り出し切断面を研磨した後、苛性アルカリ水溶液中に浸漬して中子を溶解除去し、铸造品の中子と接触した部分の外観観察、組織観察及び表面状態の観察を行った。中子、铸造試験片、および铸造用金型の外観を Fig. 2 に示す。

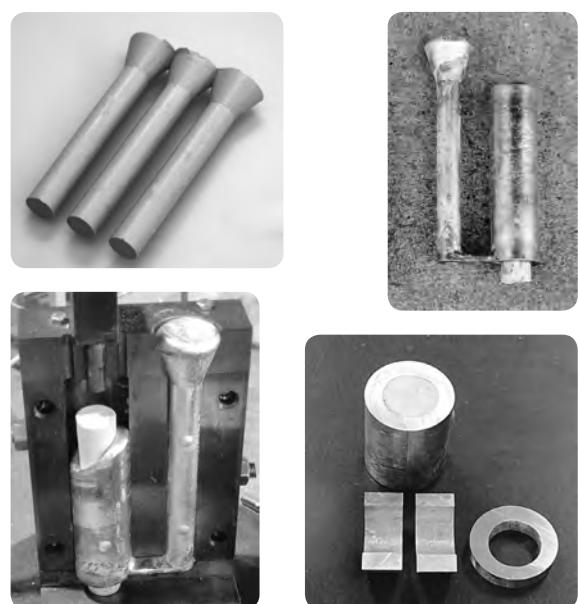


Fig. 2 中子、铸造試験片、および铸造用金型の外観

左上: 中子 (3 個取り)、右上: 鑄造試験片

左下: 鑄造用金型 (説明用のため注湯を途中で中止している。)

右下: 切断した铸造試験片、および中子を除去した铸造試験片

3. 実験結果

3.1 中子の強度

製作した中子試験片は、曲げ試験を各試料 3 回行い抗折力を求めた。ダイカスト法では、中子の抗折強度が概ね 20MPa 以上であれば铸造時熔湯の圧力に耐えることがわかっているが、本研究においても、20MPa 以上の抗折強度を示しており、ダイカスト法への適用可能性が示された。まれに強度の低い試料があったが、エックス線探傷の結果、造型時に巻き込まれた気泡や凝固収縮によるクラックの存在が原因であることがわ

* 現 企画管理部産学官連携推進担当

かり、中子取りは「押上げ」の方案を採用し造型時のガスの巻き込みの低減を図るほか、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ の配合量をさらに増加させ、凝固時の収縮を減少させる必要があるものと考えられる。Fig. 3 に試験片のエックス線透視像を、Fig. 4 に抗折試験を行った試料の破断面の SEM 像を示す。炭酸塩は、イオン結晶であるため延性がほとんど無く、劈開破面を呈している。

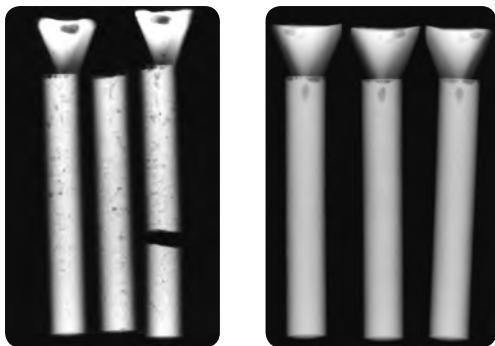


Fig. 3 造型した中子の X 線透視像

左：巻き込まれた空気による気泡や亀裂が確認できる。
右：抗折強度が高い値を示した試験片。湯口付近に若干収縮がある。

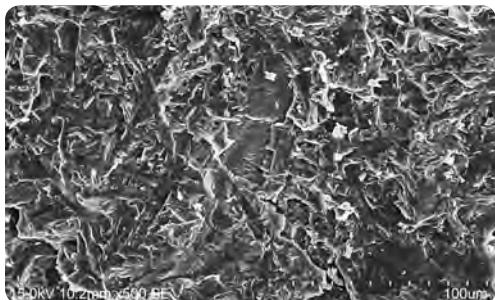


Fig. 4 抗折試験での破断面の SEM 像

3.2 鋳造試験の結果

鋳造後に中子を除去し、中子に接していた面を観察したところ、すべて金属光沢があり中子と反応した形跡は認められなかった。また、SEM 観察の結果、いずれの試験片においても鋳造品表面には多数のカルシウム化合物が認められるが、中子との反応や中子が熔

融した痕跡は確認できず、本研究による中子は、反応性や耐熱性の点からマグネシウム合金鋳造用に適するものであることがわかった。Fig. 5 に鋳造試験片の中子と接触していた箇所付近の断面の SEM 像を示す。

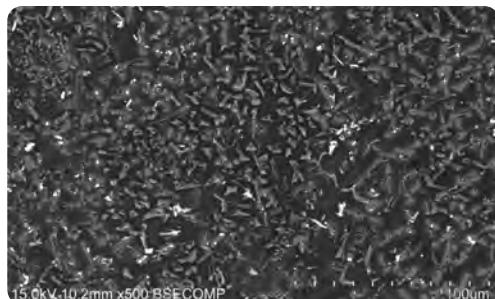


Fig. 5 中子と接触していた箇所付近の断面の SEM 像

Fig. 6 に、鋳造試験片の切断後に研磨した部分の表面の SEM 像を示す。本研究の方法によれば、鋳造品の表面に不動態皮膜が形成され、腐蝕させること無く中子の溶解除去が可能であることがわかる。

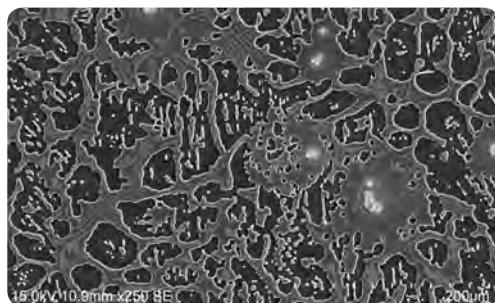


Fig. 6 中子除去後の鋳造品表面(研磨面)の SEM 像

4.まとめ

マグネシウム合金ダイカスト用中子材料の候補として炭酸塩系混合塩を評価したところ、十分な強度、耐熱性、および低い反応性を有することがわかった。

参考文献

- 1) J. Sangster, et. al., Special Report to the Phase Equilibria Program, American Ceramic Society, pp. 197-203 (1987)

キーワード：マグネシウム合金、ダイカスト、崩壊性中子、無機塩

Development of the Collapsible Core for the Magnesium High Pressure Die-casting

Chitoshi HAYASHI, Yoshiharu DOI, Taro YAMAZAKI, and Tomoaki ISHIKURO

We proposed the collapsible core for aluminum alloy die-castings manufactured by melting and casting neutral salt with refractories. Since the Magnesium alloy corroded by neutral salt solutions on occasions when the collapsible core for these aluminum alloys was applied to a Magnesium alloy, the carbonates were examined as a collapsible core for Magnesium alloys. As a result, it was found that the collapsible core for Magnesium alloys created from carbonates have sufficient strength and heat resistance, and low reactivity.

無線センサネットワークによる行動と状況理解に関する研究

材料技術課 塚本 吉俊
生活工学研究所 高松 周一*

加工技術課 小幡 勤
機械電子研究所 浅田 峰夫

1. 緒言

安心・安全で快適な生活支援のため、これまで、高齢者の見守り支援として、赤外線センサを用いた在室状況の確認という間接計測から異常検知を試みてきたが、健康管理支援や生活習慣の改善指導には、より正確な生活情報のセンシングが求められている。

そこで、家庭内に設置されネットワーク化された種々のセンサ情報から生活者の行動状態と生活空間状況の認識システムの開発研究を進めている。今年度は、複数の無線センサノードに接続された加速度センサや温度センサのデータを計測、解析するシステムについて検討を行った。

2. 無線モジュールを用いたセンサデータ取得

2.1 開発システムの概要

運動する人や移動する物体のリアルタイム計測、屋内の広域にセンサが散在するような計測では、複数のセンサとのデータ通信が必要となる。昨年度は、Zigbee規格に準拠した無線モジュール（XBee Series1:Digi International 製）2台を用いた対向通信によるデータ収集システムの開発を行ってきたが、本年度は、3台のセンサノードに対して1対多通信によるデータ収集システムの開発を行った。図1にシステムの概念を、図2にセンサノードを示す。接続センサは、小型3軸加速度センサ（浅草ギ研製 AS-3ACC-3 : 1.5Gと6.0G）と温度センサ（LM35DZ : 0~100°C）とし、センサ部は15mm×20mm×厚さ5mmに仕上げた。

管理用PCからのコマンドによりセンサノードを制御するため、ノードにAVRマイコン（Arduino-UNO）を用い、制御用ソフトウェアを製作し組み込んだ。計

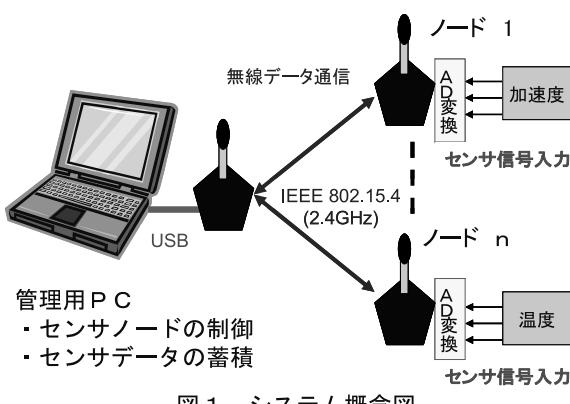


図1 システム概念図

測データは、ノードあたり3ch分のアナログ入力値を10bitAD変換し、管理情報を付加した16バイト固定とした。無線モジュールと管理用PC、及び無線モジュールとセンサノードマイコン間のシリアル通信の条件は速度19200bps、フロー制御なしとした。また、通信速度をもとに各ノードのデータ送出タイミングを制御したところ、20Hz(50ms間隔)でセンサノード3台分の計測データをリアルタイム収集可能となった。

一方、管理用PCには各センサノードからのデータが交互に受信されるため、受信データを一時ファイルに保存し、ノード番号をもとに分離する手法をとった。図3に制御ソフトウェアの画面例を示す。

2.2 センサノードにおける時刻同期

複数のセンサノードを用いる場合、計測時刻を同期させる必要がある。無線モジュールの電波到達距離(30m程度)では、各ノードはほぼ同時に制御コマンドを受信すると考えられることから、本研究では、計測開始コマンドを受信した時点からの経過時間を内部

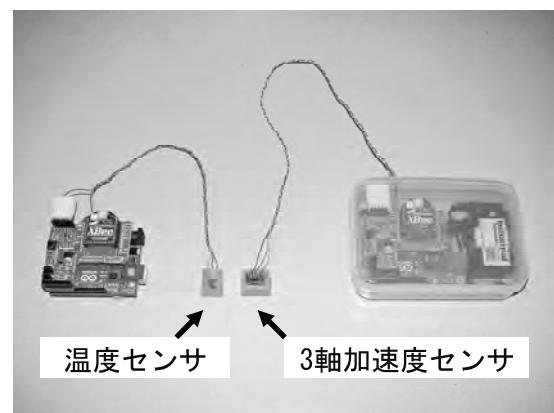


図2 センサノード



図3 制御ソフトウェア

*現 企画管理部

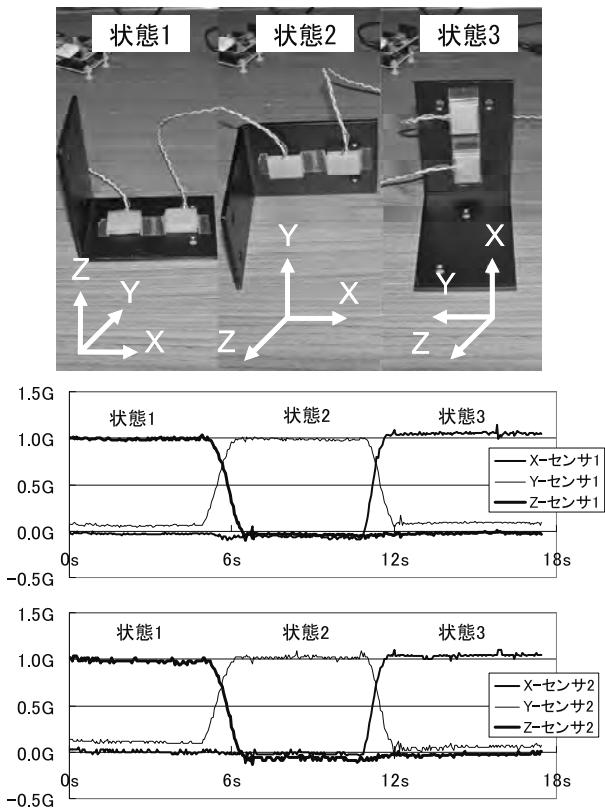


図 4 取得データ解析事例

タイマーで管理し、測定間隔を制御した。

図 4 は、別々のノードに接続した 2 個の加速度センサを同一の試験体に貼付し、X,Y,Z 軸周りに回転させたときの計測データである。図から、時刻同期が取られていることが確認できた。

一方、図 5 は 50ms 間隔で 60 秒間計測したときの、取り込み遅延の発生状況を調べた結果である。マイコンの内部処理の影響によると考えられる遅延（サンプリング間隔が 1ms 長くなる現象）が周期不定で約 7 秒に一回発生していた。このため、3 つのノード間では最大 2ms の時間ずれが発生することがわかった。

3. 計測実験例

図 6 は、椅子に着席、離席したときの背もたれの温度とフレームの 3 軸合成加速度の計測例である。加速

キーワード：センサネットワーク、加速度センサ、IEEE 802.15.4、データ解析、生活行動

Research of Grasping Behavior and Life Circumstance using Wireless Sensor Network

Central Research Institute; Yoshitoshi TSUKAMOTO, Tsutomu OBATA
Human Life Technology Research Institute; Shuuichi TAKAMATSU
Machinery and Electronics Research Institute; Mineo ASADA

To analyze activities of daily living and that environment, the data analysis system have been developed using the radio modules which connects the accelerating sensor or the temperature sensor. The communication program makes that the data of the sensor which is remotely by controlling remote radio modules, is transmitted to the host computer secure, and analyzes that. The element of the data acquisition system which uses wireless sensor network was constructed.

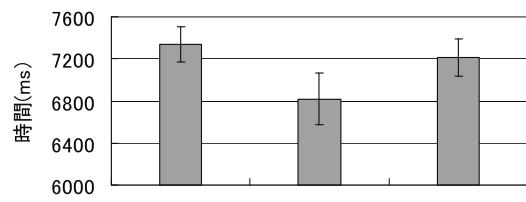


図 5 遅延発生タイミング

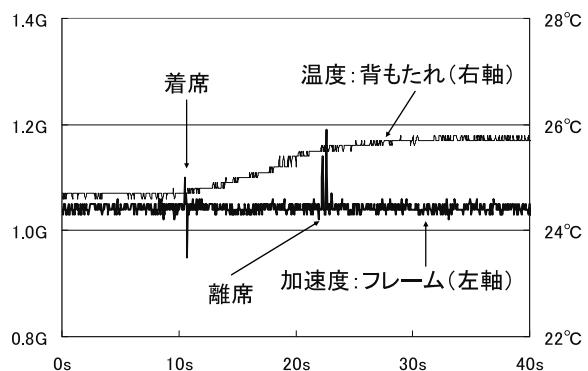


図 6 温度と加速度の同時計測実験例

度センサが着席時の振動を検知してからひとの体温により背もたれ温度が上昇し、離席後は上昇が止まるという現象が観測できる。このように既知の行動とセンサ検知の特徴を収集蓄積し、学習手法等を適用すれば、計測データからの行動推定が可能になると考えられる。

4. まとめ

人の日常生活行動やものの動きを解析するため、3 軸加速度センサと温度センサを入力とし、複数の無線モジュールを用いた遠隔データの収集と解析を行うシステムを開発した。センサノードにマイコンを導入し、管理パソコンから制御し、データの管理と通信の安定を図った。これにより、無線ネットワークによるセンサデータ収集の基盤技術が構築された。

今後、このデータ収集システムを用い、衣服と人体の動きの同時計測やひとの睡眠と覚醒の推定の研究を進めるとともに、接続センサの種類や数を増やすことにより空間状況を認識する研究開発につなげたい。

光透過性 GFRP の開発

材料技術課 早苗徳光* 生活工学研究所 金丸亮二

1. 緒言

GFRP (Glass-Fiber Reinforced Plastics) は主にガラス繊維と不飽和ポリエステル樹脂で構成される材料で、ユニットバスなど住宅の水回り製品を中心に利用されている。しかし近年では、慢性的な低価格競争や熱可塑性樹脂等他材料との競合など、GFRP 業界は厳しい状況にあり、機能付加等による商品の差別化、新分野への展開による新たな需要の創出が急務となっている。そこで本研究では、従来にない機能として GFRP に高い光透過性を付与することを目的に、反応性希釈剤組成の調整および酸化ジルコニウムナノ粒子の配合により、不飽和ポリエステル樹脂の屈折率を調整する方法について検討したので報告する。

2. 実験方法

2.1 使用材料

不飽和ポリエステル樹脂は、市販の不飽和アルキドと反応性希釈剤を重量比 4:6 で混合し作成した。反応性希釈剤には、スチレン (St) とメタクリル酸 2-ヒドロキシエチル (HEM) を重量比 10.0~2.8 の範囲で混合したものを使用した。

酸化ジルコニウムナノ粒子 (ZrO_2) としては、市販の 30% 分散液 (ZrO_2 粒径 3~5nm、溶媒 MEK) を使用し、不飽和ポリエステル樹脂へ所定量混合後、室温下 48 時間静置し分散液の溶媒を除去する方法で配合した。

ZrO_2 を配合する場合、分散剤として 3-メタクリロキシプロピルトリメトキシランを ZrO_2 重量の 10wt% 相当量添加した。

ガラス繊維は、市販のガラスクロスを用いた。

硬化剤は、メチルエチルケトンパーオキサイド系を用い、不飽和ポリエステル樹脂に対し重量比 100:1.5 で配合した。

GFRP 試験片はハンドレイアップ法により作成し、ガラスクロス 1ply、50mm × 50mm × 1mm の平板形状とした。成形温度は 40°C、硬化温度は 85°C、硬化時間は 5 時間とした。

2.2 試験および測定方法

光透過性の評価は、可視光域 (400~800nm) における全光透過率および散乱透過率を測定し、散乱率 = 散乱透過率 / 全光透過率 と定義し指標とした。各透過率は、積分球付分光光度計により測定した。

3. 実験結果および考察

3.1 反応性希釈剤組成による屈折率調整

図 1 に、反応性希釈剤組成の異なる GFRP の波長と散乱率の関係を示す。St:HEM = 7:3 の場合に、500~800nm の広い波長範囲において散乱率が小さな値となり、ガラス繊維と不飽和ポリエステル樹脂の屈折率が一致していると考えられる。しかし、500nm 以下では散乱率が大きく、透明感は高いものの青～紫色の光が散乱しているのが目視的にも観察された。これはガラス繊維と不飽和ポリエステル樹脂では屈折率の波長依存性：アッペ数が異なるためと考えられる。使用している材料の屈折率とアッペ数は、ガラス繊維が 1.56 と 58、St 重合体は 1.59 と 38、HEM 重合体は 1.49 と 57 (Lorentz-Lorenz 式による推算値)、不飽和アルキドは未知であるが、構造が類似の樹脂の値¹⁾ より、屈折率 1.56、アッペ数 40 前後と推測される。複合系の屈折率、アッペ数は各材料の体積分率に依存することから、ガラス繊維に対して屈折率を合わせる配合を行うとアッペ数は小さくなり、逆にアッペ数を合わせると屈折率が小さくなる。また、ガラス繊維が比較

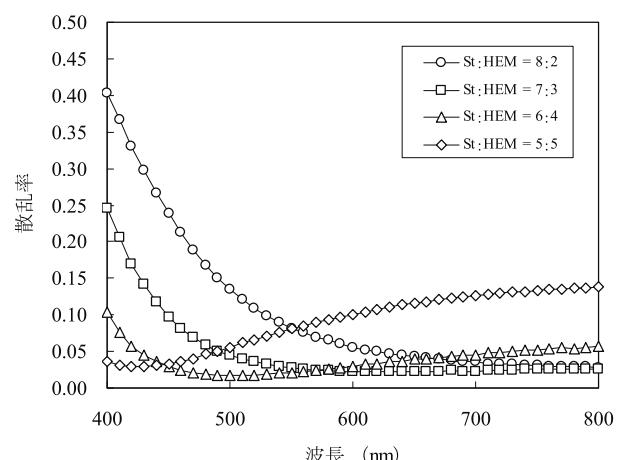


図 1 反応性希釈剤組成の異なる GFRP の散乱率

*現 生活工学研究所 製品科学課

的高屈折率・高アッベ数であるのに対し、高分子材料では必ず屈折率とアッベ数はトレードオフの関係にあり、高屈折率・高アッベ数の材料は見あたらないのが現状である。従って、反応性希釈剤の組成や種類を変えるだけでは可視光域全体の光透過性を高めることは極めて困難であることが明らかとなった。

3.2 ZrO₂ナノ粒子配合による屈折率調整

近年、高分子材料中に金属酸化物ナノ粒子を分散させることにより透明性を保持したまま屈折率を制御する技術が検討されている³⁾。金属酸化物の中でも、ZrO₂はアッベ数が 35 で St と同程度であるものの屈折率が 2.11 と極めて大きいため、少量の配合でも屈折率を調整できる可能性がある。そこで、ZrO₂の配合によって St 量を減らし、不飽和ポリエステル樹脂のアッベ数低下を抑制することを検討した。

図 2 に、ZrO₂配合割合 20wt%で、反応性希釈剤組成の異なる GFRP の散乱率を示す。図より、St : HEM=3 : 7 付近が最も広い波長範囲で散乱率が小さくなっている。ZrO₂の配合による St 量の低減が可能とわかった。この結果を、図 1において最も散乱率の小さい St : HEM = 7 : 3 の場合と比較すると、500~800nm 間では散乱率が 0.01 程度大きいものの、500nm 以下の散乱率は小さくなっている。一定の効果が確認できた。ZrO₂の配合割合を増やすことで一層改善できると考えられるが、20wt%配合時でも不飽和ポリエステル樹脂の粘度はかなり高く成形しにくい状況であるため、更に配合量を増やすことは困難と思われる。

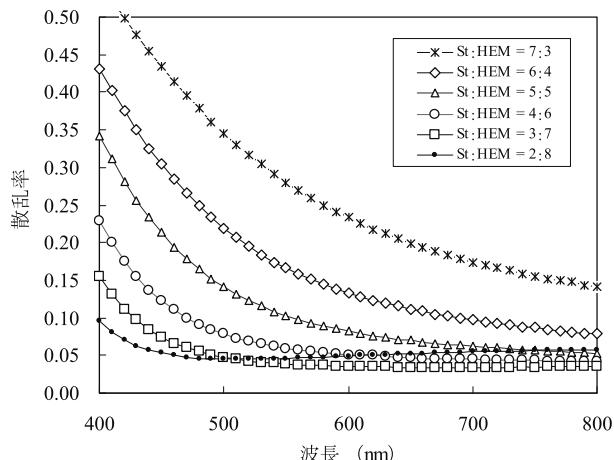


図 2 ZrO₂20wt%配合時の反応性希釈剤組成の異なる GFRP の散乱率

4. 結言

GFRP に光透過性を付与することを目的に、不飽和ポリエステル樹脂の屈折率をガラス繊維に近づける方法について検討した。その結果、ZrO₂を配合するとともに反応性希釈剤の配合比を最適化することにより、両者間ににおける屈折率波長依存性の差を軽減でき、より広い波長範囲で光透過性を向上させることができた。

「参考文献」

- 1) “化学便覧応用化学編 改訂 5 版” 日本化学会編、丸善 (1995)
- 2) “光学用透明樹脂における材料設計と応用技術” 技術情報協会 (2007)

キーワード：不飽和ポリエステル樹脂、ガラス繊維、屈折率、波長依存性、光透過性

Development of Transparent GFRP

Norimitsu SANAE, Ryoji KANAMARU

We tried to control the refractive index and the wavelength dependence of unsaturated polyester resins to improve the light transmittance of glass-fiber reinforced plastics (GFRP), by blending styrene(St) and 2-hydroxyethylmethacrylate(HEM) as the monomer in various ratios, and by mixing zirconia(ZrO₂) nanoparticles. As a result, it was possible to improve the light transmittance of GFRP at shorter wavelength region below 500nm, when monomers St and HEM were blended in the ratio of 3:7(weight), and ZrO₂ nanoparticles were mixed 20wt% in the unsaturated polyester resin.

複数の超音波信号による同時距離計測システムに関する研究

評価技術課 佐々木克浩, 加工技術課 岩坪 聰

材料技術課 塚本 吉俊, 機械電子研究所 機械システム課 釣谷 浩之

1. 緒言

空気中の超音波を用いた距離計測は、簡便・安価な特徴があり、ロボット用障害物検知センサなど広く用いられている。その応用で広領域を測定する場合には多くの超音波センサを時分割で動作させるため、センサ数の増加に伴い測定時間が長くなってしまう。その対策に関して複数センサを同時に利用するため、送波用センサごとに異なる変調を駆動信号に施し、受波側でそれらを識別する方法が提案されている^{1,2)}。変調を施す際には広帯域のセンサが求められるが、低感度かつ高価である。一方、汎用センサは高感度で安価の特徴を持つが、狭帯域特性であるため上記提案手法の適用が簡単ではない。

そこで本報では、汎用の超音波センサを用いた同時距離計測に適した変調信号に関して検討した。

2. システムと2値位相偏移変調信号の特性

空中超音波システムをFig. 1(a)に示す。送波用センサに汎用センサ(日本セラミック社, T/R40-16)を用いる。受波用センサは、周波数帯域を広げるため、近年安価に市販され感度も高いシリコンマイク(Knowles Electronics, SPM0404UD5)を用いる。任意波形発生装置からの信号(40kHz)により送波用センサを駆動し、受波信号はオシロスコープでA/D変換(サンプリング周波数1MHz)される。そのデータをパソコンに取り込み、相関演算などを行う。

駆動信号に符号系列の情報を与え、駆動信号と受波信号の相関演算から各信号を識別する。0と1の符号を位相の0と π にそれぞれ対応させる2値位相偏移変調信号が主に広帯域のセンサを用いてよく検討されている^{1,2)}。2値位相偏移変調信号(Fig. 1(b))により汎用センサを駆動した場合の受波信号をFig. 1(c)に示す。同図より、汎用センサの狭帯域特性により受波信号は駆動信号と異なり、これにより両信号間の相関特性が低下する。符号系列のビット数を増やせば、相関特性を改善できるが、超音波距離計測では、測定可能範囲・計算量などの観点から駆動信号のパルス幅を長くできない制約がある。以上を考慮し、4ビットの少ない符号系列による2値位相偏移変調信号を設定し、以下検討した。

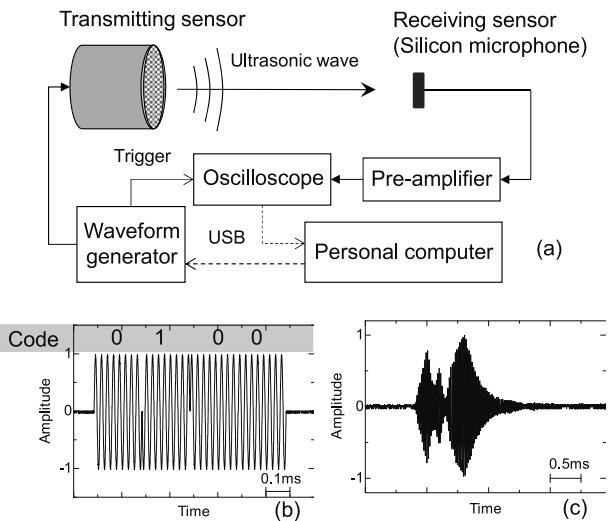


Fig. 1 (a) System. (b) Binary coded phase shift keying signal (Driving signal) and (c) its received wave signal.

3. 変調信号の検討実験

3.1 振幅変調の導入

4ビットの符号系列の中で、3ビット以上同様の符号系列が生じない“0100”と“0001”を選択し(それぞれCode1, Code2と定義)，1ビットあたり8波の正弦波を割り当てる。Code1のときの駆動信号と受波信号はそれぞれFig. 1(b)および(c)と同様である。Code1の駆動信号と受波信号の自己相関関数をFig. 2(a)に、Code1の駆動信号とCode2の受波信号の相互相関関数をFig. 2(b)に示す(自己相関関数の最大値で正規化)。自己相関関数が最大の時刻から超音波の伝搬距離が求められる。また、自己相関関数と相互相関関数の最大値間で閾値を設定することで、異なる2信号の識別が可能となる。同図より、相互相関関数は約0.8であり、2信号の識別が困難である。これは、同じ符号が続くときに送波用センサの狭帯域特性により波形が大きく立ち上がり、その際に相互相関関数が大きくなつたためと考えられる。この対策のため、相関演算に用いる駆動信号は変えず、センサを駆動する信号について、Fig. 3に示すように同じ符号が続く時間帯の振幅を小さくすることとした。その振幅の変調率をCode1の場合は k_1 、Code2の場合は k_2 と定義した。Code1の駆動信号とCode2の受波信号の相互相関関数の最大値を M_{12} 、Code2の駆動

信号と Code1 の受波信号の場合のそれを M_{21} と定義し, $M_{12} + M_{21}$ が最小となる k_1 と k_2 を検討した結果を Fig.4 に示す。同図より, $k_1=0.6$, $k_2=0.5$ のとき $M_{12} + M_{21}$ が最小となり, M_{12} , M_{21} ともに 0.6 未満に低減できた。Fig. 2(a) と Fig. 4 (b) より, 自己相関関数のサイドローブの最大値は振幅変調を導入したほうが大きいが, その値は 0.6 未満であるため 2 信号の識別には影響が少ないと考えられる。

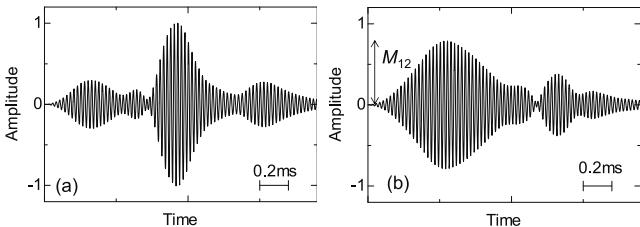


Fig. 2 (a) Auto-correlation of Code1. (b) Cross-correlation between Code1 (driving signal) and Code2 (received wave).

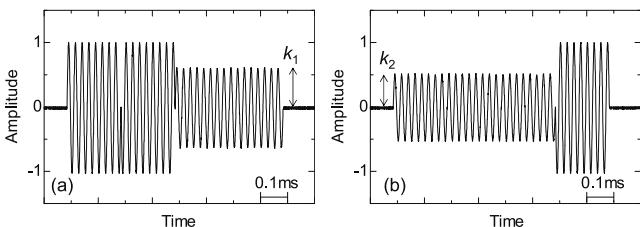


Fig. 3 Driving signal with amplitude modulation for (a) Code1 and (b) Code2.

3.2 二周波数の導入例

超音波センサは利用可能な周波数が限られるが, 上記手法と相補的に 50kHz の周波数も利用することを試みた。50kHz の場合も同様に k_1 および k_2 を設定し, 40kHz の Code1 の駆動信号と 50kHz の各受波信号との相関演算を行った結果を Fig. 5 に示す。同図より, 相互相関関数を最良で 0.2 程度まで低減できている。実環境では, 相互相関関数が高い信号の組み合わせはセンサを離して設置するなど, 設置位置を考慮するとより効果的と考えられる。

キーワード：複数超音波, 2 値位相偏移変調, 振幅変調, 相関関数, 距離計測

A System for Simultaneous Measurement of Distance Using Multiple Ultrasonic Wave Signals

Katsuhiro SASAKI, Satoshi IWATSUBO, Yoshitoshi TSUKAMOTO and Hiroyuki TSURITANI

To improve ability to identify different ultrasonic wave signals, an amplitude-modulation was newly introduced into binary coded phase shift keying signals. In addition, double frequencies of ultrasonic waves were also introduced. As a result, we demonstrated a possibility that four different ultrasonic wave signals can be used simultaneously with signals modulated by small number of code sequences of 4-bits.

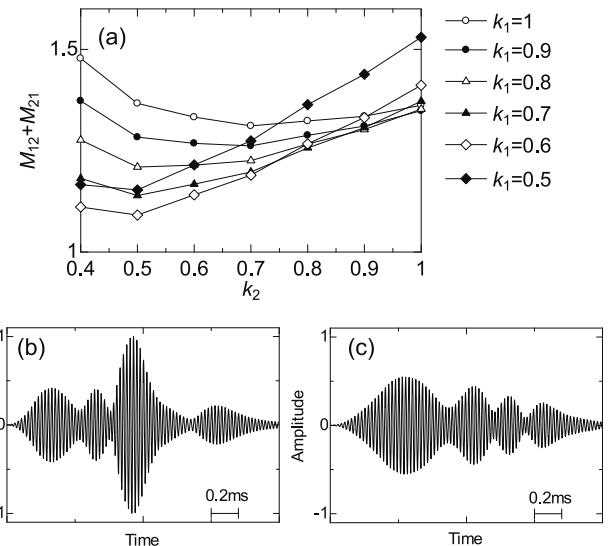


Fig. 4 (a) $M_{12} + M_{21}$ for various k_1 and k_2 values. (b) Auto-correlation of Code1 and (c) Cross-correlation between Code1 and Code2 for $k_1=0.6$, $k_2=0.5$.

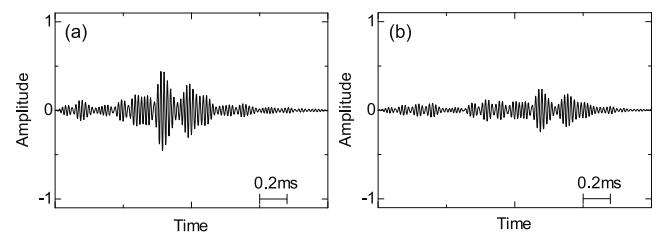


Fig. 5 (a) Cross-correlation between Code1 for 40 kHz and Code1 for 50 kHz. (b) Cross-correlation between Code1 for 40 kHz and Code2 for 50 kHz.

4. 結言

4 ビットと少ない符号系列の 2 値位相偏移変調信号を用いながらも, 4 つの超音波信号を同時に利用できる可能性が得られた。今後は, 反射型のシステムにおいて同時距離計測を検討することが課題である。

「参考文献」

- 1) 橋爪他, 電子情報通信学会論文誌, AJ93-A, 5 (2010) 341.
- 2) 犬伏他, 電子情報通信学会論文誌, AJ90-A, 6 (2007) 517.

ナノシード粒子を応用した高密度薄膜の作製

加工技術課 岩坪 聰 小幡 勤、プロジェクト推進担当 川堰宣隆*

1. はじめに

ナノ粒子はその広い表面積から、バルクに比べて非常に特異的な性質を持っている。この性質は触媒や抗菌性材料に適した構造である。中でもコア-シェル構造体は、材料の表面のみが利用できるユニークな構造を持っているため、高価な材料を使用してもその使用量を抑えることが可能で、安価に高性能な材料を作製することができる^[1-2]。しかしながらその材料を粉体として直接使用することは少なく、膜中に含浸させるなど膜として表面にコートして使用することが多い。これまでその固定化方法として、ゾル-ゲル膜やウレタン・アクリル系塗料など様々な膜を検討してきた。ゾル-ゲル膜は無機の膜で化学的安定性に優れる特長を有しているが、硬い膜を得るために300°C以上の高温での処理が必要になるなど、実用上大きな問題を含んでいた。一方、ウレタン・アクリル系塗料は、作業性には優れるものの、硬い膜を作製しにくい問題があった。この解決として、塗料に機能性をもつ硬いセラミックスナノ粒子を均一に分散させることで、その機能性とともに、耐久性に優れた膜とすることができる。例えば、メッキ膜にナノダイヤモンドを分散させて、硬く耐久性のある膜とする研究も行われているが、その中でも粒子を均一に分散させることが課題となっている。本研究では、抗菌性に優れた銀系コア-シェル型ナノ粒子を、塗膜に均一に分散させることで、耐久性を上げるために硬くするとともに、銀のもつ抗菌性の機能も発揮できる膜を作製した。作製した膜の機械的特性は、鉛筆引掻き試験とナノインデンテーション試験にて評価し、分散状態をパラメータとしたナノ粒子添加による膜の機械的特性について検討した。

2. 実験方法及び結果

アクリル樹脂系エマルジョン塗料が銀複合セラミックス粒子と相性がいいので、これをベースにナノ粒子分散塗膜を作製した。抗菌性に関しては、昨年度の報告で述べてある。

図1に、使用したナノ粒子の粒度分布を示す。(a)は超音波処理によって微粒化された粒子で、その面積平均径MA(Mean Area Diameter)が210.8 nmの分散液、(b)はその後、噴射圧が245MPa高压ジェットミル処理にて、MAを90.3 nmまで微粒化した粒子の分布を示している。処理法の改良によって、超音波でもMAがサブミクロンになったので、この粒子を塗膜に添加した膜の機械的特性を測定した。膜はアクリル板(PMMA)の上にコーティングした。

図2と3に、JIS K5400の鉛筆引掻き試験に基づき、9H鉛筆を用いて試験を行ったときの、膜表面の引掻き痕を示す。(a)は基板であるPMMA表面、(b)はアクリル樹脂塗膜の引掻き痕を示している。アクリル樹脂塗膜の鉛筆硬度は3H程度であり、9Hでは大きな剥離が認めら

れ、基板であるPMMAにも引掻き痕が観察された。図3に、粒子の分散状態を様々に変化させて作製した塗膜の場合の引掻き痕を示す。(a)は塗膜への添加時と、その後の乾燥固化過程で、凝集体の発生がみられない分散の良い状態の膜、(b)は添加時、あるいは乾燥固化過程で凝集が起きた膜の代表例を示してある。(a)は目視の状態で引掻き痕がほとんど分からぬが、光学顕微鏡で観察した場合に、一部に薄く痕が観察される程度であった。一方、粒子の凝集が起きた(b)では十分な膜強度が得られず、9Hの引掻き試験後の表面には大きな痕が観察された。この膜は大きな粒子も観察されている。この結果から、塗料に粒子を添加する場合、乾燥過程を含めて、均一な分散が確立していないと膜を補強することができないことが分かった。

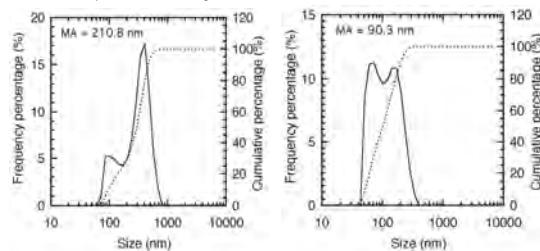
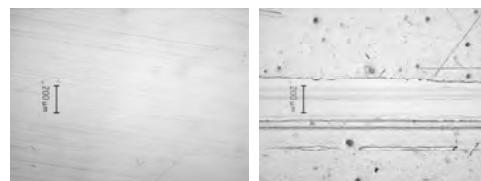
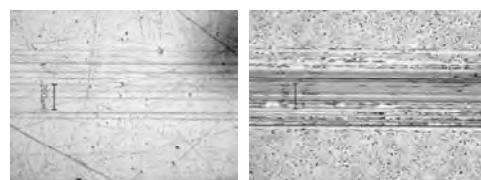


Fig. 1 Size distribution of ceramics nano particles with Ag.



(a) PMMA substrate (b) Film of acrylic paint

Fig. 2 Optical images of PMMA substrate and damage scratched by the pencil of 9H hardness for acrylic paint.



(a) good dispersion (b) bad dispersion

Fig. 3 Damages scratched by the pencil of 9H hardness for acrylic paint with nano size ceramics.

次により詳細な機械的特性を評価するために、作製した膜のナノインデンテーション試験を行った。試験機として、フィシャーインストルメント社のHM-500を使用した。圧子はビックカース圧子を用いた。基板を含めて全体的な評価として、最大荷重100 mNでの試験、また膜評価のために0.1 mNで試験を行い、膜のマルテンス硬さHM、ヤング率E_{IT}、クリープC_{IT}を求めた。

図4に、PMMA基板とアクリル樹脂塗膜の圧痕の光学像を示す。基板には、四角錐のビックカース圧痕が明確

に観察されるが、(b)の樹脂ではそれが薄くなっていた。これは、膜が弾性回復しているためであり、膜が余り硬くないことを示している。図5に図3に示した分散状態の良い膜(a)と、凝集体が発生した膜(b)の圧痕の光学像を示す。(a)の分散に優れた膜は塗膜そのものも弾性もあり、薄い圧痕像しか観察できなかった。一方、(b)には膜表面に多くの凝集体があり、この粒子を含んだインデンテーション試験を行っていることが分かる。

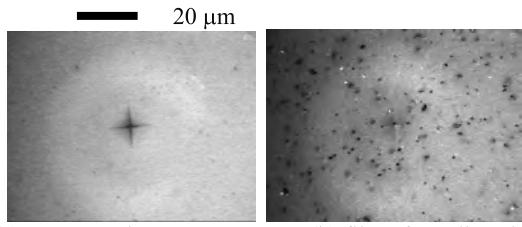


Fig. 4 Vickers indentations of PMMA substrate and film of acrylic paint.

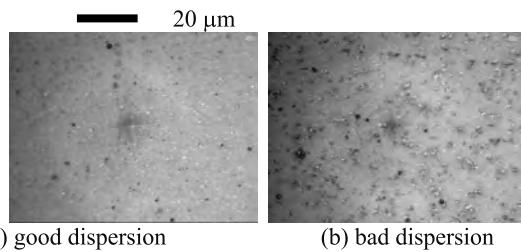


Fig. 5 Vickers indentations of acrylic paint with nano ceramics.

図6に、PMMA基板、塗膜、粒子混合塗膜の荷重変位曲線とそれから求められるHMの深さ依存性を示す。荷重増加時の粒子混合塗膜とPMMA基板がよく似た変化を示し、荷重除去過程では、混合塗膜と塗膜がよく似た変化を示すことが分かった。混合塗膜のHMは200~240 MPaの範囲にあり100 nmから1500 nmの範囲で基板より少し硬くなっていることが分かった。これは硬いセラミックス膜が、基板に押込まれたことにより生じるもので、硬い膜をコートしたとしても、基板以上の硬さHMは得られないことが分かった。一方、塗膜そのもののHMは100 nmで20 MPaと非常に小さく、その変化が2000 nmまで続いている。この深さが塗膜の厚みを示している。

荷重を0.1mNにした場合、その押込み深さは約100~300 nmであるから、この機械的特性が膜の値とを考えることができる。表1にその値を示す。HVはビッカース硬さを、 h_{\max} は最大押込み深さである。PMMA基板と粒子混合塗膜の E_{IT} は、3800~4100 MPaの範囲であるのに対し

て、塗膜と粒子分散が悪い E_{IT} は、約5000 MPaと大きな値を示した。一方、それら塗膜の C_{IT} は10%と大きいことから、膜には粘性があることになり、中に硬化しきれていない領域が存在していることを示している。つまり、混合塗膜はセラミックスの硬い性質と塗膜そのものの高い弾性率の2つの特性を持ち、分散状態を良くすることで、セラミックス的な特性が強く現れることが分かった。

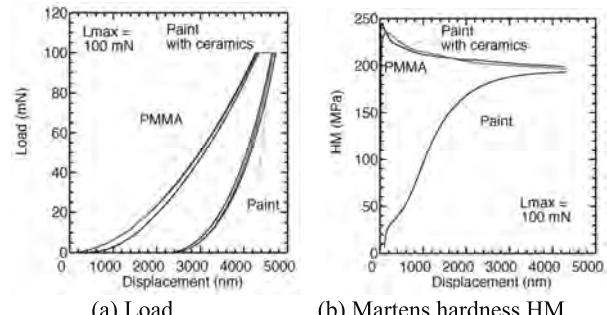


Fig. 6 Indentation curve of films coated by paint with ceramics.

Table 1 Mechanical properties of PMMA and films coated by paint.

	HM (MPa)	HV	E_{IT} (MPa)	C_{IT} (%)	h_{\max} (nm)
PMMA	221.9	38.0	3811	4.1	97
Paint with ceramics on good dispersion	193.7	25.7	4099	6.8	111
Paint with ceramics on bad dispersion	38.5	3.5	5180	10.2	293
Paint	28.9	2.5	5014	10.0	335

3.まとめ

機能性粒子の塗膜への応用に関して、乾燥過程を含めて分散が確立していることが重要であることが分かった。その状態で作製された膜は、セラミックスの特性が多く現れ、鉛筆硬度で9H以上の値を有し、塗料の5倍以上の硬さが得られた。今後、抗菌性硬質塗膜としての応用を展開していく予定である。

「参考文献」

- [1] 岩坪 聰、綿引 正則、“銀複合ナノ粒子の抗菌特性と岩盤浴への応用”, 日本防菌防黴学会第35回年次大会, 12pa-55 (2008)
- [2] 岩坪 聰、住岡 淳司、“銀複合ナノ粒子の二次粒子径制御とその抗菌特性の変化”, 日本防菌防黴学会第36回年次大会, 15Pa-21 (2009)

キーワード：ナノ粒子、銀、塗膜、薄膜作製、分散、ナノインデンテーション

Preparation of height density films applied nanoparticles

IWATSUBO Satoshi, OBATA Tsutomu, KAWASEGI Noritaka

Nanoparticles of ceramics core-shell structure with Ag were prepared. The particles size was smaller than 218 nm. The particles and acrylic paint were mixed under the condition of good dispersion. The films with ceramics of nanoparticles were coated on PMMA substrate using the paint. The mechanical properties of the films were measured by the scratch test on JIS JIS K5400 and nano indentation. The dispersion state during hardening process was also very important. For the film hardened on the good dispersion, the hardness was higher than 9H, and Martens hardness HM was 193 MPa.

マイクロリアクター技術による高選択的酸化反応の開発

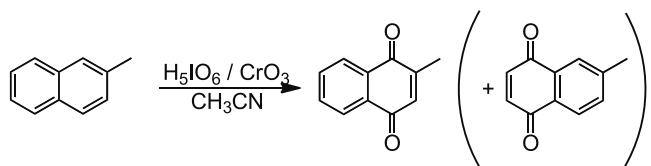
材料技術課 山崎茂一 プロジェクト推進担当 川堰宣隆^{*1}

機械電子研究所 横山義之 生活工学研究所 山崎泰之

1. 緒言

マイクロリアクターは、フラスコ反応に替わる新しい研究ツール、さらには化学生産プロセスを革新する次世代ツールとして期待され、活発に研究が進められている。

[1] 本研究ではマイクロリアクターを用いて、クロム酸を触媒とし過ヨウ素酸を酸化剤とした 2-メチルナフタレンの酸化反応による、ビタミン K₃ (2-メチル-1,4-ナフトキノン) の合成について検討した。以前この反応を通常のフラスコ反応で検討した際は[2]、得られるビタミン K₃ の収率は最高で 61%止まりであったが、今回この反応をマイクロリアクターを用いて行ったところ、目的生成物の収率の向上が見られたので、詳細に検討した結果について報告する。



Scheme 1

2. 実験

送液にはシリンジポンプを、ミキサーとして高速液体クロマトグラフ用のY字型流路の樹脂製 3 方ジョイントを用い、これらをテフロンチューブで繋いだ。(Fig. 1) 生成物の収率はガスクロマトグラフ分析により求めた。

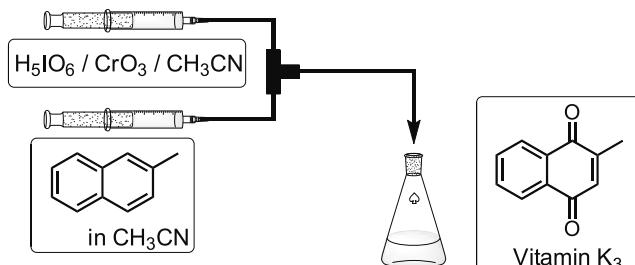


Fig. 1 Microreactor used in the synthesis of vitamin K₃.

3. 結果と考察

フラスコ反応において、酸化剤や触媒の量、各試薬の添加方法等、種々検討したがビタミン K₃ の収率を 60%程度以上に向上させることはできなかった。[2] マイクロ

リアクターを用いた反応系において、内径 0.5mm の Y 字型流路の樹脂製 3 方ジョイントをミキサーとして用い、一方の流入口から酸化剤である過ヨウ素酸と触媒であるクロム酸を溶解したアセトニトリル溶液 (H_5IO_6 : 0.11M) を、もう一方の流入口から 2-メチルナフタレンのアセトニトリル溶液 (0.5M) をシリンジポンプを用いて注入したところ (2-メチルナフタレン: CrO_3 : H_5IO_6 = 1: 0.15: 5)、25°C、滞留時間 30 分で 2-メチルナフタレンはほぼ消失し、ビタミン K₃ が 75% の収率で得られ、フラスコ反応の場合と比べ大幅な収率の向上が見られた。同時に、メチル基のない方の環が酸化されたキノンが 4% 副生したが (Scheme 1)、このときの 2 つの生成キノンの割合は 95:5 であり、バッチ反応の場合とその生成比に変化は見られなかつた。[2]

この反応では、2 つの液がミキサー部で混合した直後に白っぽい析出物が生成する。これは、過ヨウ素酸 H_5IO_6 が還元されたヨウ素酸 HIO_3 であり、ヨウ素酸のアセトニトリル中での溶解度が低いため、析出してしまうと考えられる。このため、マイクロリアクターの運転を続けているとやがて流路の目詰まりが起こり、反応を続けられなくなってしまった。そこで、ミキサー部分を超音波洗浄機に浸漬して反応を行ったところ (1 分毎に超音波を ON/OFF)、流路の目詰まりは解消され、長時間の反応が可能となることがわかった。

この反応を、流路内径の異なる 3 方ジョイントをミキサーとして用いて検討した。内径 1mm のミキサーを用いた場合でも、ビタミン K₃ の収率は 75% であり、内径 0.5mm のミキサーの場合と変わらない結果が得られた。一方、内径 0.2mm のミキサーを用いた場合には、超音波洗浄機を使用しても流路の目詰まりが起こってしまい、継続的な反応を行うことができなかつた。

析出物による目詰まりを解消する目的で、アセトニトリルに少量の水を加えた反応を検討してみた。[過ヨウ素酸／クロム酸／アセトニトリル溶液]に加える水の量を、アセトニトリルに対し 0.5%、1%、2% と変化させたところ、反応中の析出物の量は減少してゆき、2% ではほとん

*1 現 加工技術課

Table 1. Oxidation of 2-methylnaphthalene in wet CH₃CN.[a]

wet CH ₃ CN	Convn % [b]	Vitamin K ₃ % [b]
—[c]	>99	75
0.5% H ₂ O	88	64
1% H ₂ O	61	41
2% H ₂ O	21	10

[a] 2MN/CrO₃/H₅IO₆=1/0.15/5. The reaction mixture was stirred additionally for 1h after residence time. [b] Determined by GC. [c] Commercial acetonitrile was used as received.

ヨウ素酸由来の析出物は見られなくなった。しかし、水の量が増えるに従い、反応速度は遅くなり、かつ目的生成物の収率は低下してしまい (Table 1)、水の添加は解決とはならなかった。

マイクロリアクターを用いて、他のアレン類の酸化反応についても検討してみた。結果を Table 2 にまとめた。ナフタレン類はいずれもマイクロリアクターを用いた方がバッチ反応の場合に比べ収率の向上は見られたものの、2-メチルナフタレンの場合ほどの大幅な向上ではなかった。アントラセンとフェナントレンの場合は、マイクロリアクターを使うことによって 10%以上の収率の向上が見られ、アントラセンでは 99%と非常に高い収率でアントラキノンが得られた。

4. まとめ

クロム酸を触媒とし過ヨウ素酸を酸化剤とした 2-メチルナフタレンの酸化による、ビタミン K₃の合成を、マイクロリアクターを使用して検討した。その結果、バッチ反応に比べ大幅に収率を向上させることができた。また、アントラセンやフェナントレンの酸化でも、マイクロ

キーワード：マイクロリアクター、2-メチルナフタレン、ビタミン K₃、クロム酸、過ヨウ素酸

Synthesis of Vitamin K₃ by Chromium Oxide-Catalyzed Oxidation of 2-Methylnaphthalene Using Continuous Flow System

Shigekazu YAMAZAKI, Noritaka KAWASEGI, Yoshiyuki YOKOYAMA and Yasuyuki YAMAZAKI

Chromium(VI) oxide-catalyzed oxidation of 2-methylnaphthalene to 2-methyl-1,4-naphthoquinone (vitamin K₃, menadione) with periodic acid using continuous flow system was examined. The oxidation in standard glassware afforded the quinone in 61% yield, while 75% of the quinone was obtained by the catalytic oxidation using continuous flow system.

Table 2. Oxidation of arenes using microreactor.[a]

Substrate	Product	Yield %	
		Batch[b]	Flow[c]
		44	50
		70	76
		79	87
		85	99
		85	96

[a] Substrate/CrO₃/H₅IO₆=1/0.15/5. [b] Isolated yield from ref. [2]. [c] Determined by GC.

アクターの利用により大幅な収率向上を達成することができた。

「参考文献」

- [1] 吉田潤一, 管 誠治, 永木愛一郎, 有機合成化学協会誌, **2005**, 63, 511.
- [2] S. Yamazaki, *Tetrahedron Lett.*, **2001**, 42, 3355.

ビスマス系セラミックス材料を用いたマイクロ圧力センサの耐高温化の研究

評価技術課 角田龍則 企画管理部 二口友昭 加工技術課 小幡勤 機械電子研究所 坂井雄一

1. 緒言

近年、圧電体と電極の膜を成膜したシリコン基板をエッティングすることによって、キャビティ構造を実現したフィルタや圧力センサなどの電子部品が、製品化され市場に投入されている。このような電子部品は、それぞれ従来のものより高性能であり、特に圧力センサにおいては 800°C 以上の高温に耐えることができるよう設計されている。その使用用途は、排気ガス浄化用の白金触媒性能を評価するために必要な高温下での圧力測定である。現在も電子部品メーカー各社で低コスト化を主な目的として商品開発が進められている。本研究では、このような高温使用が可能な電子部品の圧電体材料として、安価に作製でき高機械的品質係数を有する、ビスマス系セラミック材料を使用して素子を作製し、その圧電特性を測定した。

2. 実験方法

固相反応により合成された $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ 粉末にエチルセルロース系のビヒクルを加え 3 本ロールで混練することによりスクリーン印刷用厚膜ペーストを作製した。 $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ 粉末は、従来の仮焼方法によって合成した¹⁾。基板には厚み 200 μm のジルコニア基板を用いた。この上に白金ペーストをスクリーン印刷し、1200°C 60min 焼成して下部電極を作製した。さらに $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ ペーストを印刷し、所定温度で 60min の焼成を行った。このプロセスを 2 回繰り返し、20~30 μm 厚の厚膜を形成した。上部電極は銀ペーストを印刷し、850°C で 10min の焼成により作製した²⁾。

3. 実験結果

断面 SEM 観察よりジルコニア基板上の白金下部電極上に $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ 厚膜が緻密に形成されていることを確認した。図 1 はその断面画像を示す。層状のセラミックスが積層して厚膜を形成していることがわかる。また X 線回折測定により $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ セラミックスが基板上に成

膜されていることを確認した。図 2 はその回折特性を示す。回折スペクトルのピーク変化から、焼成温度の上昇に伴って配向が進んでいることがわかった。

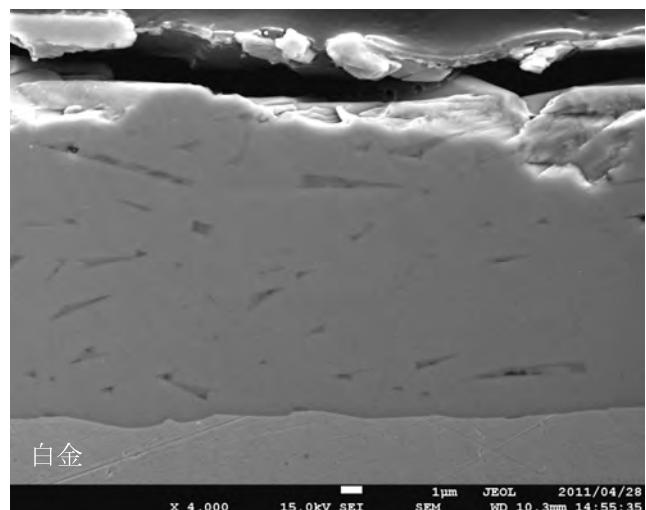


Fig. 1 SEM micrograph of cross sectional surface of the $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ thick film on Pt.

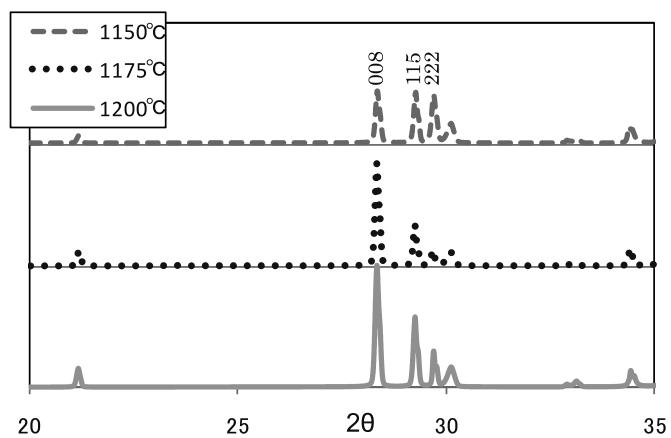


Fig. 2 X-ray diffraction patterns of the $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ thick films.

またインピーダンスアナライザーを用いて 1MHz で誘電特性を測定した。表 1 に焼成温度毎の誘電特性と抵抗率を示す。

Table 1 Firing temperature, dielectric constant, resistivity, remanent polarization and curie point of bismuth ceramics thick films.

組成	$\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$			$\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$
焼成温度 °C	1150	1175	1200	1130
誘電率	140	120	130	180
比抵抗 Ωcm	3.2×10^{10}	1.9×10^{11}	7.5×10^{10}	1.0×10^{12}
残留分極値 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$	3.0	1.8	0.4	6.2
Tc °C	850°C以上			790

作製した厚膜は厚み 25μm 程度で、誘電率はおよそ 130 とビスマス系セラミックスとしては良好な値であった。また比抵抗は $10^{11}\Omega\text{cm}$ 程度であり、厚膜は 200kV/cm の電界印加が可能であった。

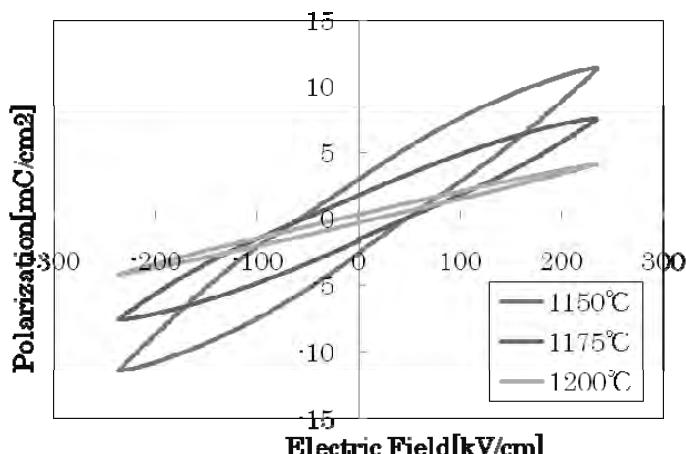


Fig. 3 The polarization-electric field hysteresis curves.

また P-E ヒステリシスを測定し、強誘電体特性を持つことを確認できた。図 3 は焼成温度ごとの P-E ヒ

テリシス曲線を示す。焼成温度が上昇するに従い残留分極値 P_r が減少していることを確認した。S-E ヒステリシスは測定できなかった。 $\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ と比較して³⁾ 残留分極値が小さいため、同様に d 定数が小さく変位の測定限界未満であったためと考えられる。Tc は 850°C 以上と $\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ と比較しても高い値が得られた。分極後、そのインピーダンス特性を確認したが、小さな位相の変化が確認できる程度で明確な共振波形を得ることはできなかった。

4. 結言

$\text{Bi}_2\text{TiOTaO}_9$ 系セラミックス厚膜をスクリーン印刷法によって、ジルコニア基板上に形成することができた。厚膜の断面 SEM 画像と X 線回折の結果から、焼成温度の上昇に伴い配向が進んでいることを確認した。誘電率は約 140、比抵抗は $10^{11}\Omega\text{cm}$ であった。組成の変更によって Tc は従来セラミックスより改善されたが他の圧電特性は低下してしまった。今後、電気特性の改善のため再度材料設計を行い、その後圧力応答の評価を行いたい。

「参考文献」

- 1) T. Futakuchi, T. Kakuda, Y. Sakai, T. Iijima and M. Adachi: Key Eng. Mater., 350 (2007), p. 115
- 2) T. Futakuchi, T. Kakuda, Y. Sakai, S. Kakiuchi and M. Adachi: Key Eng. Mater., 388(2009), p.187
- 3) T. Kakuda, T. Futakuchi, T. Obata, Y. Sakai and M. Adachi: Asian Ceramic Science for Electronics 3 and Electroceramics in Japan12, Vol19, p.50

キーワード：圧電体、厚膜、Bi 系セラミックス

Improvement of durability for high temperature of micro pressure sensor using by bismuth based thick films ceramics

Tatsunori KAKUDA, Tsutomu OBATA, Yuiti SAKAI and Tomoaki FUTAKUCHI

$\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ thick films were prepared by screen printing and firing using Pt bottom electrodes and ZrO_2 substrates. High resistivity and dense structure of the thick films were obtained. From X-ray diffraction patterns of the $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ thick films, as firing temperature rises, the c-axis preferred orientation peaks rises. The Curie points are 850°C or more.

酸化チタン薄膜を利用したメタライズ技術の開発

評価技術課 奈須野雅明 企画情報課 本保栄治

1. 緒言

一般的に樹脂の無電解めっきには樹脂の表面とめっき金属間の密着力を保つため、硫酸や六価クロム酸を含む酸溶液を用いて樹脂表面にミクロな凹凸を形成（エッチング工程）し、密着力のあるめっき皮膜加工を行っている。しかし、六価クロム酸は工程内においての使用規制はないが、WEEE/RoHs 指令や ELV 指令等の対象物質に該当し、環境負荷が少なく安全性の高い代替方法が望まれている。本研究では、低温性スパッタリング法による多孔性柱状酸化チタン膜（以下 TiO₂ 膜）を基板との密着層として活用し、その光触媒機能によりめっき触媒金属を還元析出することで、無電解めっきプロセスの触媒化工程の合理化を図ることを目的に検討（図 1 参照）を行った。

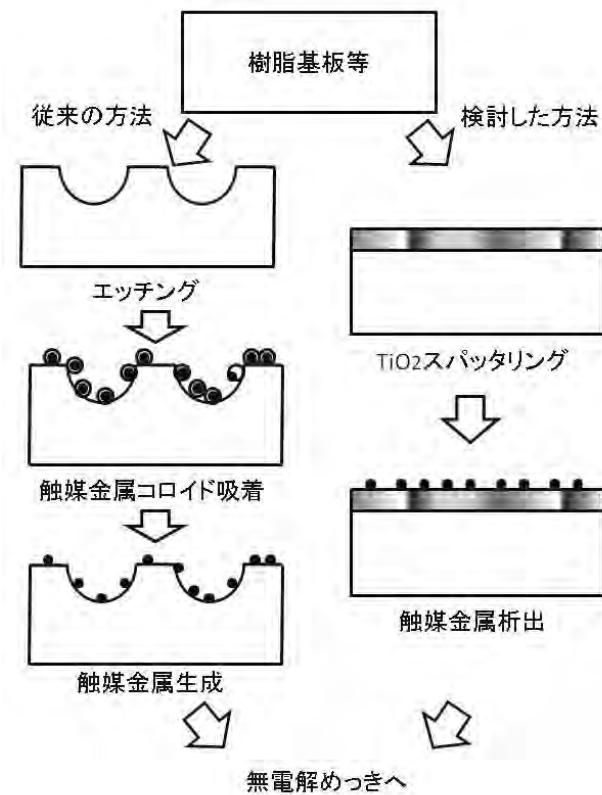


図 1 従来法と検討した方法比較

2. 実験方法および実験結果

2.1 無電解めっき膜の作製および密着性の評価

無電解めっき膜の作製のために、ガラス基板上に TiO₂

膜を 100nm 堆積し、次に、無電解めっき用触媒金属析出のため、硝酸銀水溶液(0.1mol/l)中に浸漬させ、紫外線ランプ(10W×2, 0.5mW/cm²)を 20 分間照射（図 2 参照）し、TiO₂ 膜上に銀を析出後、中性中リンタイプ無電解 Ni めっき（リンデン 203-H）浴 70°Cで 1 時間浸漬したところ、Ni 膜が形成された。

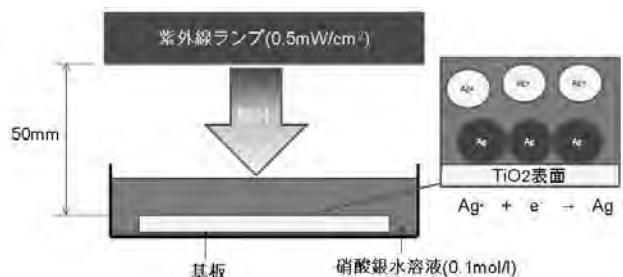


図 2 紫外線照射による Ag の析出実験模式図

形成された Ni めっき膜の密着状況を調べるため、膜断面を電界放出型走査型電子顕微鏡で観察した結果を図 3 に示す。写真からは、ガラス基板上に膜厚約 100nm の酸化チタンが堆積し、さらにその上に膜厚約 200nm の Ni めっきが密接に積層堆積している様子がわかる。

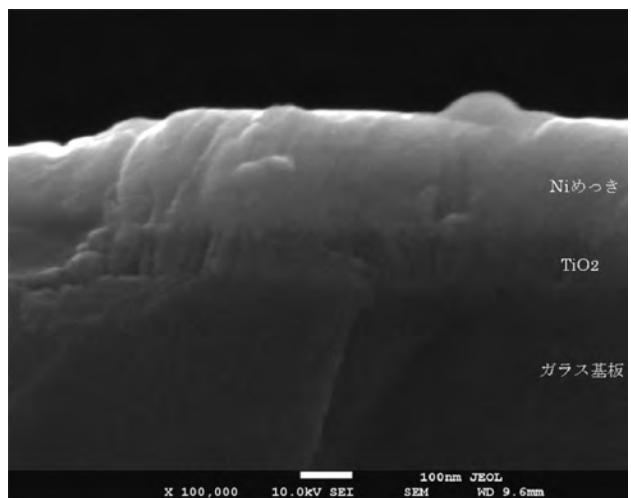


図 3 Ni めっきの断面図の写真

次に、めっき膜の付着性を調べるためにクロスカット法（JIS K 56005-6(ISO2409)に準拠）を実施した。切り込みの格子カットパターンは 1mm ピッチ 6×6 とした。図 4 にテープ剥離試験前後の写真を示す。カットの縁も完全に

滑らかであり、どの格子の目にもはがれなく、付着性は良好であり(試験分類中最も良好な分類)、同方法によるNiめっき膜の有用性が示された。

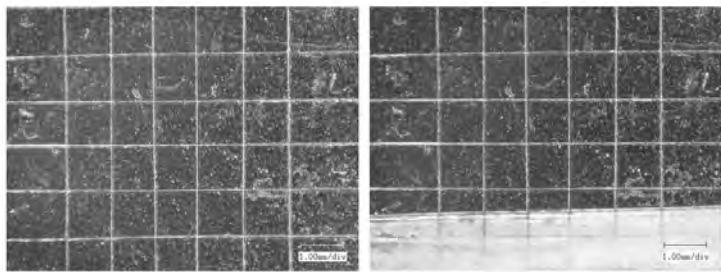


図4 付着性試験めっき表面写真 左:試験前 右:試験後

2.2 触媒金属の析出量の評価

光触媒による銀の析出量に対する無電解めっきの析出速度等を調べるために、硝酸銀水溶液中における紫外線照射の還元反応により銀が析出した際、 TiO_2 膜表面が黒色化する現象を利用し、Agの析出量を可視光透過率にて間接的に測ることを試みた。試料の条件を表1に、測定結果を図5に示す。可視光透過率はいずれも紫外線照射時間とともに低下する傾向がみられた。また、紫外線照射前の透過率も TiO_2 の堆積時間によって低くなるが、低下の幅も大きくなっている。これは、酸化チタン膜厚の増加とともに膜の表面積が大きくなり、Agの析出量が増えていることが要因として考えられる。

表1 作製試料および試験条件

TiO_2 膜厚	A:20nm B:40nm C:60nm D:80nm
UV照射時間	0,15min,30min,45min,60min
UV照射強度	0.5mW/cm ²
硝酸銀水溶液濃度	0.1mol/l

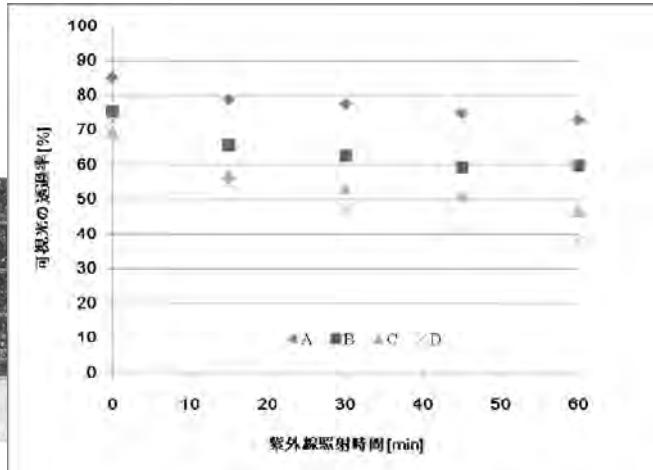


図5 Ag析出による可視光透過率の影響

3. 結言

本研究では、スパッタリング成膜による光触媒性酸化チタン膜を利用し、無電解めっきする手法について検討を行った結果、無電解Niめっき膜が形成可能であることを確認した。今後、触媒銀の析出量とめっきの成膜レート、膜厚と密着力を詳細に調べるとともに、難めつき樹脂等へ応用、微細加工のパターニングによる光機能デバイスについての応用を検討する。

「参考文献」

1)斎藤 囲他 共著 新めっき技術 工業調査会

キーワード：光触媒、スパッタ、無電解めっき

Development of electroless deposition by photocatalytic titanium dioxide film
Evaluation Technology Section; Masaaki NASUNO, Eiji HONBO

Generally electroless deposition for the plastics is etched by strong oxidizing agents, for the improvement of adhesion strength between the deposited metal and plastics substrate. However, this process is not environment friendly because of using hazardous etchant such as CrO₃, so the substituting method is required. Therefore, we tested the electroless deposition using nano-column structured photocatalytic titanium dioxide film on glass substrate by MF sputtering method. As a result, it was confirmed that the nonelectrolyte was able to be plated, and the process was omission by the photocatalytic.

水素を用いた熱流量可変伝熱板の開発研究

評価技術課 関口徳朗 奈須野雅明 九曜英雄

1. 緒言

エネルギーは動力や電力など様々な形で利用されるが、最終的には熱に変わる。エネルギーの有効利用の観点から、高温の熱から常温の熱になるまでコジェネレーションのようにカスケードを利用する場合や、工場や家庭などの排熱や温排水、自然界では温泉熱や太陽熱など、地域に広く散在する低温熱から動力や発力を再生させる技術が注目されている。これらシステムでは利用する熱の流れは水や油などの液体の流体が媒体とされる場合が多い。これら流体による熱利用システムは複雑で小型化が困難である。本研究ではこのような熱利用システムの伝熱経路に流体を用い、熱の流れを可変制御できるコンパクトな伝熱板の可能性について検討した。

図1に本研究で試作した伝熱板の概念図を示す。伝熱板は、2枚のアルミ板の中に水素と窒素の混合ガスを封入し、その中の水素ガス分圧を変化させることによって、伝熱板全体の熱伝導を変化させるものである。水素の熱伝導率(0.172 W/m·K)は窒素の熱伝導率(0.0234 W/m·K)に比べ7倍近く高く熱を伝えやすい気体である。これを混合気体にしたときの熱伝導率の変化を計算プログラム^[1]によって求めたものを図2に示す。図より混合ガスの熱伝導率は0.172~0.0234 W/m·Kの間ほぼ直線的に変化させられることがわかる。また、容器内の水素分圧を変化させる手段として、固体高分子電解膜を用いた水素ポンプが考えられる。^[2]このポンプは電気化学的に水素を移動させることから、混合ガスであっても水素のみを選択的に移動させることができ、混合ガス中の分圧を変化させるのに適する。

今回は、伝熱板を試作し充填ガスと熱伝導の変化についての実験を行った。

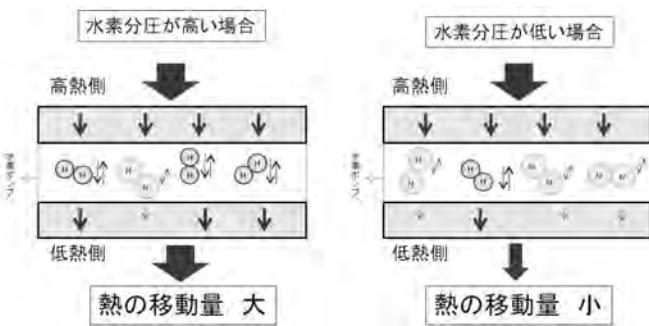


図1 熱伝導率可変伝熱板の概念図

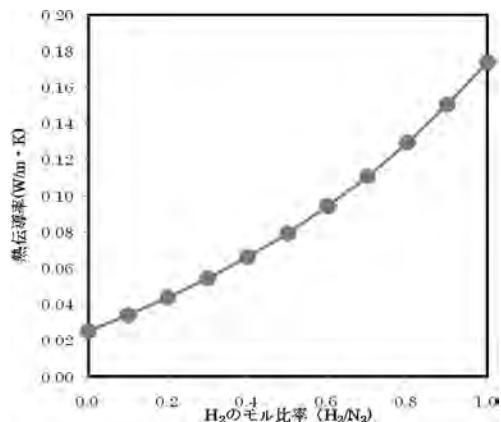


図2 水素分圧による熱伝導率変化 [計算値]

2. 結果と考察

図3に試作した伝熱板の写真を示す。伝熱板は直径80mm、厚さ0.5mmのアルミ板2枚の間に、外径80mm、内径60mm、厚さ5mmのシリコンゴムを挟み、混合ガスを充填する空間を設けた。またこれらを内径60mmのステンレスフランジで固定した。この時アルミ板とフランジ間はシリコンゴムで断熱した。

図4に本実験に用いた装置の概略図を示す。伝熱板内部には水素、窒素ボンベより所定の割合となるようにガスを導入し、ヒートガンを用いて伝熱板下部が180°Cとなるように調整した。その後伝熱板上部の温度変化を測定し、伝熱板上部が30°Cになった時点から80°Cになるまでの時間を計測した。

図5に水素ガスのみ導入し圧力変化させた場合の伝熱板上部の温度変化のグラフを示す。図より水素ガスのみの場合は圧力を変化させても温度変化に大きな差は見

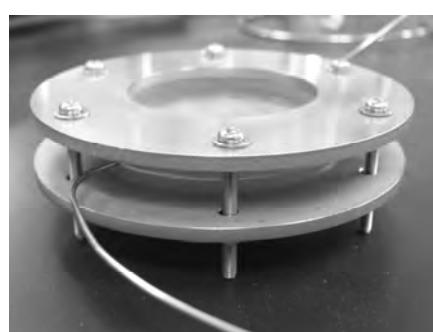


図3 試作した伝熱板

*現 材料技術課

**現 生活工学研究所

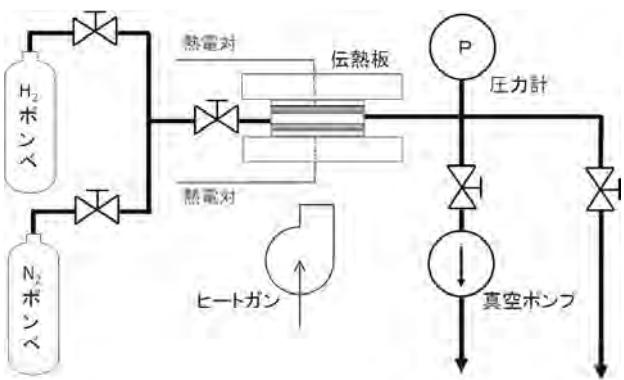


図4 実験装置概略図

られなかつた。

また、図6に全体で内圧が0.1MPaとなるように各ガスを導入したときの伝熱板上部の温度変化のグラフを示す。図より窒素ガスのみ導入した場合には80°Cに上昇するまで347秒要したが、混合ガスで窒素と水素の分圧がそれぞれ0.05MPaの場合は304秒、水素ガスのみ導入した場合は255秒と、水素ガスを導入することで伝熱板上部の温度変化が速くなることがわかつた。

これらの結果より、純ガスの場合では圧力を変化させても熱の移動に変化は見られないが、混合ガスでは分圧を変えることで熱の移動を操作できることがわかる。

3. まとめ

水素ガスと窒素ガスの混合気体を用いた熱流量可変伝熱板を試作し、伝熱板内部の混合ガスの分圧を変化させ、その時の温度変化について実験をおこなつた。その結果、水素のみの圧力変化では差が見られなかつたが、窒素との混合ガスの分圧を変化させることで熱流量を変化させられることを確認した。ただし今回の実験では、伝熱板の真空時の気密性を確保できず、構造自体の熱伝導の影響を見積もれていない。今後は使用材料を含め、伝熱板の構造の見直しが必要になると思われる。

キーワード：伝熱板、水素、熱伝導率、水素ポンプ

Development of Heat Transfer Plates with Variable Heat Flow Using Hydrogen

Noriaki SEKIGUCHI, Masaaki NASUNO and Hideo KUYO

Using hydrogen and nitrogen, the heat transfer plates with variable thermal conductivity has been developed. Internal heat transfer plates are filled with a mixture of hydrogen and nitrogen gas. And the conduction of heat were measured at varying partial pressure of hydrogen. The result confirmed that the heat flow can be varied. In addition, pure hydrogen, the change in heat flow due to changes in pressure could not be measured.

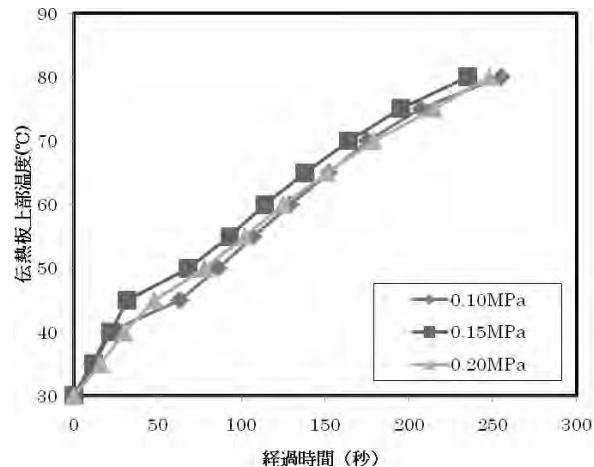


図5 水素圧変化による伝熱板上部の温度変化

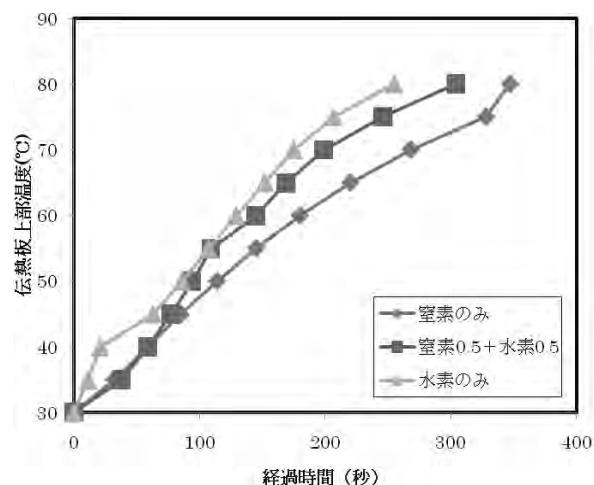


図6 窒素混合による伝熱板上部の温度変化

「参考文献」

- [1] 混合ガスの物性値計算 Ver1.03, Maymay, 2004
- [2] 関口ほか, 富山県工業技術センター研究報告, 2004 , 18, 78

熱電対マイクロアレイの開発

評価技術課 奈須野雅明 加工技術課 小幡勤

1. 緒言

生体組織、臓器等が凍結により長期保存が可能となれば、移植用臓器の需要供給バランスの解消等につながり再生医療産業は大きく進むことが予想される。しかし現状では、凍結保存可能なものは生殖細胞等一部のものに限られ、多く生体組織、器官、および臓器等では、凍結障害や均一な冷却速度が保ちにくいことなどから確立には至っていない。本研究では、個々の細胞や組織間の凍結温度差をモニタリングすることにより、再現性や歩留まりの向上に寄与できないかと考え、低温かつ極小領域の温度分布計測を可能とするマイクロアレイ開発の検討を行った。温度の計測手法としては、測温の微細化、温度範囲、および精度よりT型の薄膜熱電対(T型:銅-コンスタンタン(以下Cu-CuNi合金))が適当と考え、その熱起電力特性の評価と、半導体微細加工技術を用いた微細化プロセスの検討を行った。

2. 実験方法および実験結果

2.1 薄膜熱電対の試作と熱起電力特性の評価

T型薄膜熱電対の熱起電力特性を評価するため、ガラス基板上に図1の様に切り抜き加工したポリイミド樹脂フィルム(厚さ125μm)をマスクとして用いて、Cuを0.4μm、同マスクを反転してCuNi合金を0.4μmスパッタ蒸着し作製した。線幅の減少に伴う熱起電力の傾向を調べるため、線幅(1, 3, 5mm)が異なるマスクを用いて試験熱電対を作製した。図2に熱起電力の評価実験の模式図を示す。試験熱電対とともに基準とするT型熱電対を2対恒温槽の中に入れ、恒温槽内の温度および熱起電力を測定した。恒温槽内は-50°Cから+50°C間を1時間毎10°Cステップでを行い、サンプリングは定温維持状態のときに行った。試験熱電対はT型の補償導線でデータロガーに接続した。

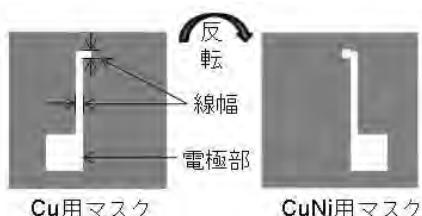


図1 ポリイミド樹脂マスク概要

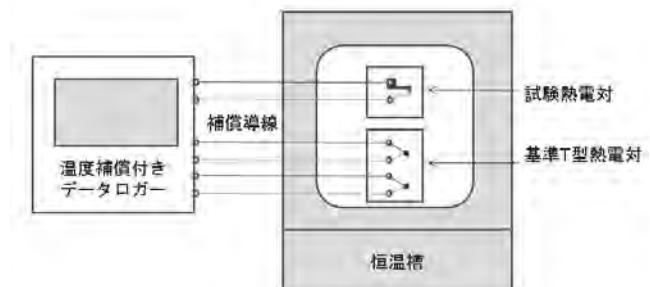


図2 热起電力評価特性測定の模式図

計測結果を図3に示す。横軸は基準熱電対で計測した恒温槽内の温度、縦軸は温度差によって生じた熱起電力を示す。零接点温度補償をしていないことから原点は通っていない(外気温は27°CでJISの規準熱起電力より約-1mV全体的に熱起電力が低い)が、ミリ単位の線幅では熱起電力の低下は見られず、市販品と遜色ない結果が得られた。熱電対個体差については、熱起電力は最大で22μV(温度換算にして約0.6°C)の差、平均は17μV(同約0.5°C)であった。原因としては、恒温槽外の温度を一定に保っていないこと、基準熱電対の許容誤差、および恒温槽内の循環送風の影響などが挙げられる(恒温槽内温度分布と基準補償温度の精度が±0.5°C)。今後、熱電対の微細化に伴い熱起電力の低下も予想されることから、それらの外乱を低減する計測手法が必要と思われる。

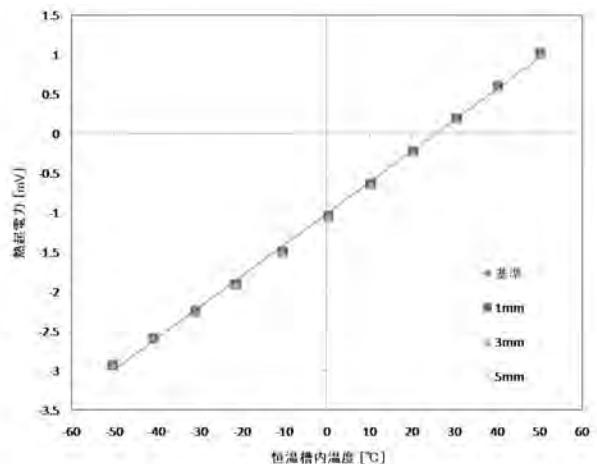


図3 热起電力特性の評価

2.2 微細加工技術を用いた熱電対の試作

フォトリソグラフィーによる半導体微細加工技術を用

いて線幅を変えた薄膜型熱電対のマスクを設計し、試作を行った。設計したパターンは、4種の線幅で、2対ずつの 2×4 のアレイ状($400, 200, 100, 50\mu\text{m}$)に作製した。図4にその加工プロセス概要を示す。パターニングには、エッチングプロセスが省略でき、低コストでのチップ作製が期待できるリフトオフ法(レジスト膜上の金属部分等を除去してパターニング)を採用した。Cuにおいては、基板であるガラスとの密着性が低く、リフトオフによるパターニングが困難であったため密着層としてCrを 50nm 程度堆積した。試作したチップの表面写真を図5に示す。

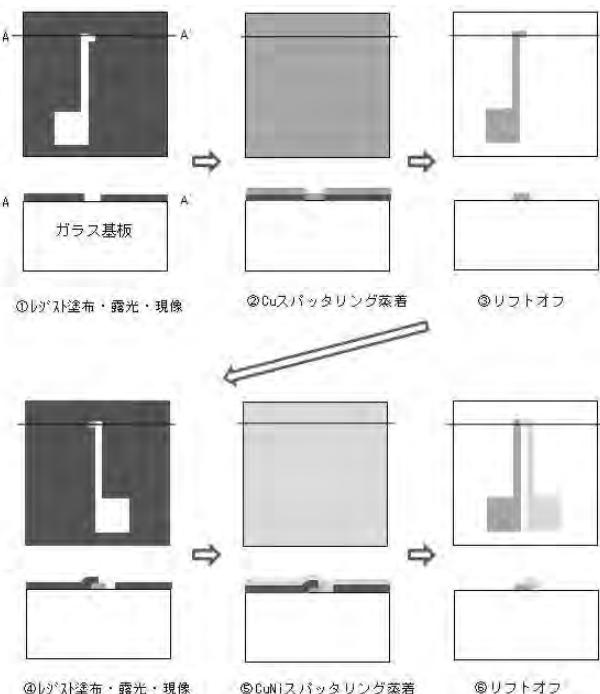


図4 加工プロセス概要

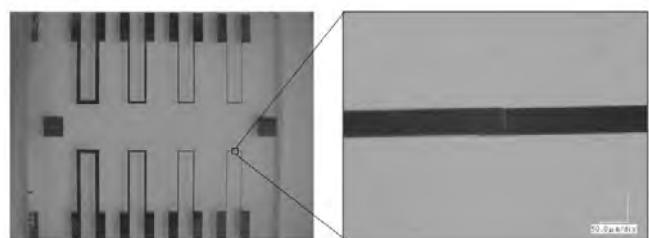


図5 試作した熱電対アレイの表面写真

設計したパターンは左から線幅 $400, 200, 100, 50\mu\text{m}$ であり、上下対で構成した。先と同様に熱電対アレイの熱起電力特性の計測を試みたが、熱電対の熱起電力の測定電圧が微弱なため計測ができなかった。原因としては、配線の断面積の低下と配線距離を長く設計したことによる内部抵抗値の増加、加熱プロセスによる金属の酸化の影響等が起因したものと考えている。今後、設計および加熱プロセス加工を見直しつつ、評価を行う。

3. 結言

細胞・組織間の凍結現象観測のために、T型薄膜熱電対を試作し、特性評価を行った。また、半導体微細加工技術を用いて試作を行った。その結果、熱電対の線幅がミリスケールでは市販品と比べ遜色ない精度が確認でき、微細加工ではリフトオフ法により線幅 $50\mu\text{m}$ までが作製可能となった。今後、熱電対測温部のさらなる微細化、表面保護膜の検討、熱起電力、熱応答速度を評価し、マイクロアレイチップの開発を進める。

キーワード：薄膜熱電対、スパッタリング、フォトリソグラフィー、マイクロアレイ

Development of thin film thermo-couple microarray

Evaluate Technology Section; Masaaki NASUNO, Tsutomu OBATA

We tried to develop Type T thin film thermocouples for monitoring of frozen cells. The thermoelectromotive power of the samples were measured in the range of -50°C to 50°C . As a result, the characteristic of enough accuracy was able to be confirmed in the millimeter-scale. Moreover, minimum-width $50\mu\text{m}$ is possible in using photolithography

三次元測定機用簡易検査機の開発

加工技術課 吉田 勉*、鍋沢浩文

立山マシン 広地信一

1. 諸 言

JIS 規格 (JIS B7440-2) では、受入検査、もしくは、定期検査での実施について、ステップゲージによる指示精度の検査、マスター ボールによるプロビング誤差の検査の実施及びその方法について規定している。

同規格の付属書 A では、三次元測定機の精度をステップゲージ、ブロックゲージ以外の長さ基準器を用い、日常的に点検を行うことが望ましい、としている。

本研究では、三次元測定機の日常点検に使用する検査機の開発を目的とする。

2. 三次元測定機用簡易検査機の繰り返し性評価実験

図 1 に示す構成部材 CFRP、基準球ベアリング鋼球からなる試作検査機を指示精度の高い三次元測定機（カールツァイク社 UPMC850CARAT）を用い、繰返し性を検討した。

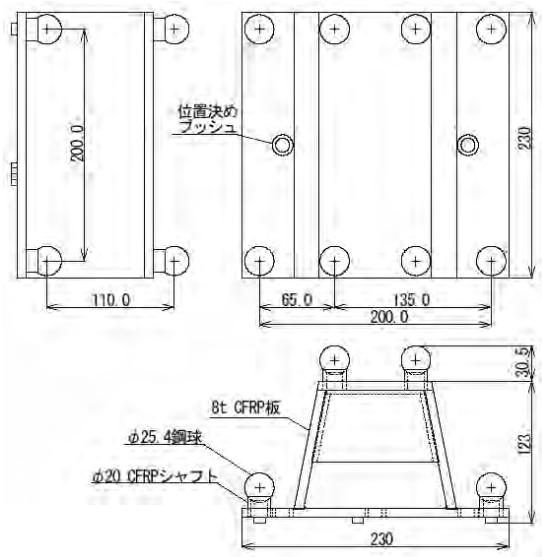


図 1 検査器の概略図

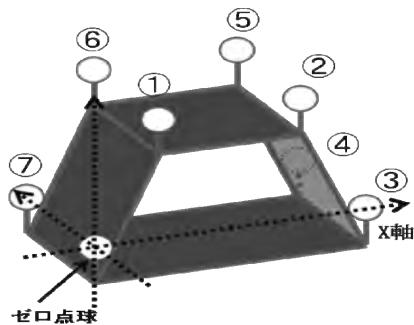


図 2 検査機の基準球位置・測定物座標系の設定

図 2 に示すように、検査機基準球の番号を付け、ワーク座標系を設定した。図 3 に示す三次元測定機測定

* 現 評価技術課

エリア内に検査機を設置した。測定機の機械軸に対して、ゼロ点球、3 番球の中心を通る直線の平行が $\pm 0.1\text{mm}$ になるよう検査機のアライメント調整を行った。8 個の基準球に対して、極 1 点赤道上 4 点プロビングによる球測定を 3 回繰り返して行い、その中心座標値を算出した。

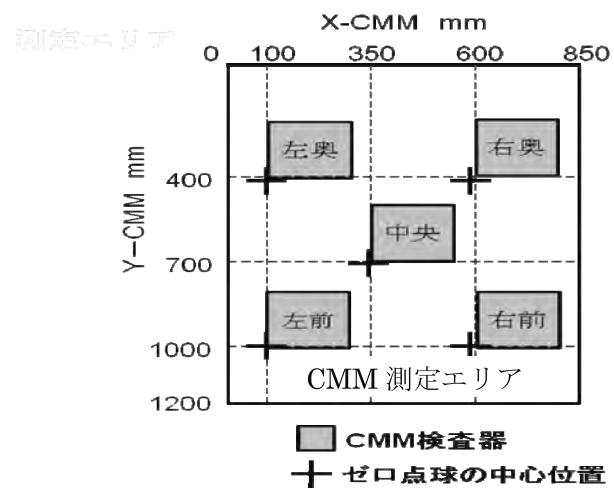


図 3 検査機の繰り返し性測定実施箇所

3. 実験結果及びまとめ

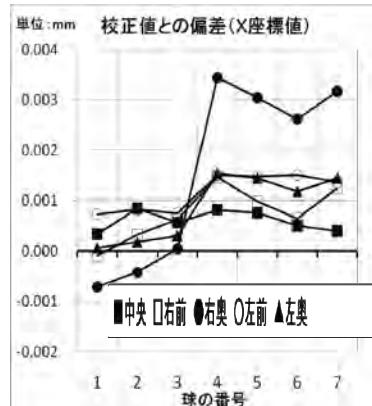


図 4 検査機の繰り返し性測定実施箇所による相異

3 回繰り返し測定した結果の平均と校正値との偏差 (X 座標) をグラフ化したものを図 4 に示す。図から、右奥の球 4～球 7 の X 座標 値で $3\mu\text{m}$ を超える偏差が認められた。また、この箇所でブロックゲージ測定を行い、結果が $0.5\mu\text{m}$ 以内に収まるこことを確認した。

開発した検査機で、指示精度の高い三次元測定機の運動誤差が検出されることが確認された。

CMM（三次元測定機）用簡易検査機の開発

加工技術課 吉田 勉*、鍋沢浩文、若い研究者を育てる会

1. 諸 言

JIS 規格 (JIS B7440-2) では、受入検査、もしくは、定期検査での実施について、ステップゲージによる指示精度の検査、マスターボールによるプロビング誤差の検査の実施及びその方法について規定している。

同規格の付属書 A では、三次元測定機の精度をステップゲージ、ブロックゲージ以外の長さ基準器を用い、日常的に点検を行うことが望ましい、としている。

本研究では、三次元測定機の日常点検に使用する検査機の開発を目的とする。

2. CMM(三次元測定機)用簡易検査機の試作

開発した検査器を図 1、図 2 に示す。本体は CFRP 製板材を貼り合わせた構造物で、上段と下段に各 4 個、計 8 個の球 (ベアリング鋼球 等級 5) を配置している。球は CFRP 製シャフトにて固定した。

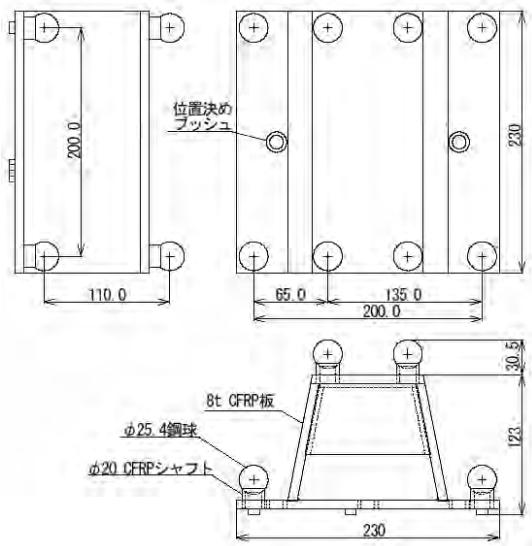


図 1 検査器の概略図

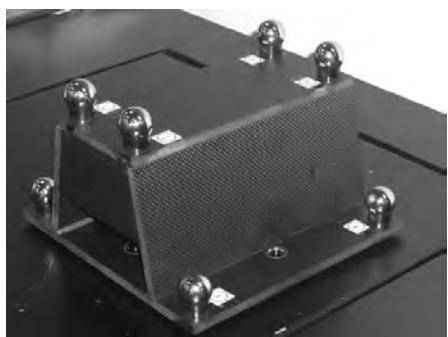


図 2 検査器の外観

*現 評価技術課

富山大学芸術文化学部 長柄毅一

立山マシン 広地信一

3. CMM(三次元測定機)用簡易検査機の校正と校正の不確かさ

開発した CCM 用簡易検査機を、指示精度の高い三次元測定機 (カールツアイ社 UPMC850CARAT) を用いて、校正を行った。校正值の不確かさをまとめたものを表 1 に示す。

表 1 校正不確かさ評価結果

構成要素	不確かさの要因	要素記号	評価タイプ
ブロックゲージ	比較校正	$\sigma(G)$	B
CMM スケール	熱膨張係数	$\sigma(C\alpha)$	B
	真球度	$\sigma(Sp)$	A
球	ブロックゲージと構成要素の熱膨張係数の差	$\sigma(Pa)$	B
球とシャフトの接合	ブロックゲージと構成要素の熱膨張係数の差	$\sigma(A1\alpha)$	B
シャフト	ブロックゲージと構成要素の熱膨張係数の差	$\sigma(Sa)$	B
シャフトと板材の接合	ブロックゲージと構成要素の熱膨張係数の差	$\sigma(A2\alpha)$	B
板材	ブロックゲージと構成要素の熱膨張係数の差	$\sigma(B\alpha)$	B
CMM	CMM の測定誤差	$\sigma(ECMM)$	A
全構成要素	経年変化量	$\sigma(Y)$	A

表 1 に示す各要因別に標準不確かさを算出し、算出された合成標準不確かさに、包含係数 ($k=2$) を乗じて得られた拡張不確かさは、 $0.93\mu\text{m}$ であった (経年変化量を除く)。

5. 結 言

JIS 規格付属書 A で推奨する、日常点検用 CMM 測定精度検査器を開発し、開発した検査器を指示精度の高い三次元測定機 (カールツアイ社 UPMC850CARAT) を用いて校正を行い、校正の不確かさについて検討した結果、包含係数 $k=2$ とした場合、拡張不確かさは $0.93\mu\text{m}$ (経年変化量を除く) となり、 $1\mu\text{m}$ 以下の良好な値となった。

検査器を 3 回繰り返し測定した場合の所要時間は 30 分程度で、日常点検に十分活用できることが確認された。

経年変化量を追跡調査することが今後の課題として残った。

(詳細は、平成 22 年度若い研究者を育てる会「研究論文集」に掲載。)

高耐磨耗性を有する熱可塑性樹脂複合材料の開発

材料技術課 早苗 徳光^{*1} 評価技術課 関口 徳朗 プロジェクト推進担当 山岸 英樹

企画情報課 住岡 淳司^{*2} 材料技術課 土肥 義治 若い研究者を育てる会 田中精密工業㈱ 須田 誠

1. 緒言

近年、排ガス規制や燃費基準に対応するために直噴エンジンを採用する自動車が増えてきているが、ガソリンの燃えカス(スス)の発生によるエンジン内部品の磨耗が問題視されている。そこで本研究では、ススオイル環境下、金属部品との摺動部においても耐磨耗性を有する材料を開発することを目的として、熱可塑性樹脂をベースに各種添加剤を配合した複合材料の磨耗特性評価を行い、どのような組成が効果的であるのか検討を行ったので報告する。

2. 実験方法

2.1 使用材料

ベース樹脂として、ポリアセタール樹脂など各種熱可塑性樹脂を用いた。添加剤としては、グラファイト、テフロン等のパウダーを用いた。

2.2 試験および測定方法

試験片は、二軸混練押出装置を用いて樹脂ペレットと添加剤を混練し、次いで圧縮成形装置により30mm×30mm×3mmに成形し作成した。混練は、温度250～340°C、軸回転数3～15rpm、時間10minで行った。圧縮成形は、温度300～340°C、加圧力200kgf/cm²、加圧時間10minの条件下で行った。ただし、ポリアミドイミド樹脂(PAI)については、厚さ1mmのアルミ板上に添加剤を混合したPAIワニスを塗布した後、300°Cで10分間処理し、30mm×30mmに切り出し、試験片とした。

耐磨耗性試験は、先端が角形状の圧子を一定荷重の下で垂直に接触させ、試験片を中心軸に対して回転させるチップオンディスク方式とした。試験機はオリエンテック社製摩擦磨耗試験機(FEM-III-EN)を使用し、試験条件は加圧力250kgf、滑り速度1.0m/sec、試験時間17分、80°Cエンジンオイル浸漬下で行った。圧子材質は軸受鋼(SUJ2、硬さHRC58～62・焼入れ焼き戻し)とした。

摩擦磨耗性能の評価指標としては、平均摩擦係数(試験開始後3分以降の平均値)および比磨耗量Vsによった。

*1 現 生活工学研究所、*2 現 材料技術課

3. 実験結果および考察

表1に、PAI複合材における各種添加剤の添加量と平均摩擦係数及び比磨耗量Vsを示す。いずれの添加剤についても今回実施した配合割合の範囲では、添加剤なしの場合に比較し、平均摩擦係数は同等もしくはやや小さく、比磨耗量Vsはおよそ1/2以下に低下するという結果になった。中でもシリカ(平均粒径1.5μm)を配合した場合、平均摩擦係数、比磨耗量Vsとともに少ない添加割合で小さな値を示し、添加割合にも敏感でないことから、良好な性能を安定的に発現できる可能性が示唆された。

表1 PAI複合材における添加剤量と平均摩擦係数及び比磨耗量Vs

添加剤	添加量(wt%)	平均摩擦係数	比磨耗量Vs($\times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$)
なし	-	0.068	5.34
グラファイト	5%	0.061	1.94
	10%	0.069	1.75
	20%	0.062	1.38
	40%	0.067	2.23
	5%	0.054	0.91
テフロン	10%	0.069	2.62
	20%	0.063	4.30
	40%	0.056	4.73
	5%	0.063	1.80
二硫化モリブデン	10%	0.057	0.73
	20%	0.050	1.55
	40%	0.049	2.06
	5%	0.068	2.97
アラミド	10%	0.068	1.78
	20%	0.057	1.84
	40%	0.058	1.63
	5%	0.055	1.06
シリカ (平均粒径1.5μm)	10%	0.062	1.07
	20%	0.070	1.26
	40%	0.067	1.72

4. 結言

PAIをベース樹脂に使用した場合、多くの種類の添加剤で摩擦係数及び比磨耗量の低減効果が認められ、特にシリカを添加したものに関しては、平均摩擦係数、比磨耗量ともに安定的に低減できることがわかった。今後は、長期間の使用を想定した試験条件での評価が必要である。(詳細は、平成22年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p.13～18を参照)

機能性材料のプラズマエッチングと新規プラズマ源に関する研究開発

加工技術課 銚澤浩文 立山マシン㈱ 浅地豊久

1. 緒言

圧電材料のような非半導体材料をプラズマエッチングで加工することにより、新しい圧電デバイスの開発促進が期待できる。しかし、圧電材料のドライエッチングは、化学的エッチングよりも、イオンエッチングが支配的であるため、エッチングマスクとしては金属材料を用いることが多く、加工プロセスを煩雑にしている。このような背景から、本研究では、レジストマスクを用いたドライエッチングの加工条件について基礎実験を行った。また、独自開発した小型ドライエッチング装置の新しいプラズマ源として、大面積化に適している誘導結合型プラズマ源を設置し、プラズマの生成領域について検討した。

2. 実験方法

2.1 レジストマスクを用いた水晶ドライエッチング

難加工材である水晶について、レジストマスクの適用可能性を見極めるため、反応ガスとしてシリコンエッチングのデポジション工程で用いられる C_4F_8 を用い、ドライエッチングを行った。エッチング条件は、加工時間 20 分、冷媒温度 0°C で一定とし、エッチング圧力と投入電力をパラメータに、エッチング速さを測定した。

2.2 誘導結合型プラズマ源の開発

サンプルステージ上方に、3 ターンの電磁コイルを用いて作製したプラズマ源を設置し、プラズマの生成実験を行った。ガスは、アルゴンを用い、コイルには 13.56MHz の高周波電源により 200W を給電した。エッチング圧力を変化させながら、プラズマの生成領域について詳細に調査した。

3. 実験結果および考察

3.1 レジストマスクを用いた水晶ドライエッチング

Fig. 1 は、 C_4F_8 プラズマを用いた水晶のエッチング特性を示している。10W の投入電力では、全ての圧力条件下でエッチングが進行せず、むしろデポジションが進行している。30W と 50W の場合は、1.3Pa でデポジションが進行し、それ以上の圧力条件ではエッチングが進行して

いる。このことは、プラズマ処理工程において、圧力と投入電力を変えるだけで、エッチングとデポジションの二工程を任意に切り替えられることを意味している。すなわち、圧力と投入電力をシーケンス制御することにより、水晶とレジストの加工選択比を向上させ、レジストを用いた水晶の深掘加工が可能になる可能性がある。

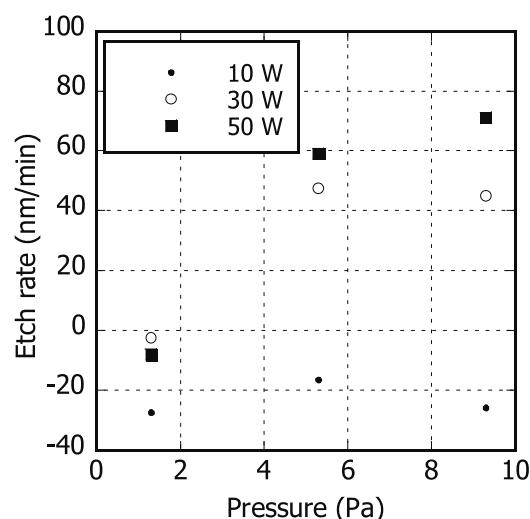


Fig.1 Etching property of quartz substrate using C_4F_8 plasma.

3.2 誘導結合型プラズマ源の開発

0.5Pa 以上の圧力領域でプラズマが生成され、特に 1.0Pa を超えると、磁場支援容量結合型プラズマ以上の発光強度を確認した。しかし、我々が目的とするイオンエッチングを主体とした低圧領域 (0.2Pa 以下) では、プラズマを維持することが困難になり、誘導結合型プラズマは、低圧条件下での異方性エッチングには適していないことがわかった。

4. 結言

レジストを用いた水晶のドライエッチングは、工程を簡易にするだけではなく、側壁の角度や表面粗さを制御することにより、デバイスの設計自由度を高める効果もあることから、今後も引き続き検討していく。また、誘導結合型プラズマについては、磁場支援型と組み合わせるなど、試料に応じて加工レシピを選定できるような装置開発につなげていきたい。

エンジン部品用セラミックス膜の摩耗過程及び膜質制御に関する研究

加工技術課 岩坪 聰、大同工業(株) 奥村 善雄、打田 洋樹

1. はじめに

環境問題の高まりから、自動車のエンジン部品各部には軽量化とともに、耐久性と信頼性を兼ね備えた表面処理が求められている。耐久性のある表面処理としては、硬く耐摩耗性に優れた韌性のあるセラミックス膜をコートすることが有効である。信頼性に関しては密着性や摩耗状況が重要になる。また、この膜を摺動部品に応用する場合、膜は単に硬ければ良いわけではなく、相手材との相性などその要因は複雑にわたることが多く、様々な試験や界面の分析が必要になる。

一方、エンジンの省エネルギー化によって、潤滑油であるエンジン油中の煤が、各種摺動部品の摩擦磨耗特性に大きな影響を与えることが問題になってきている。その現象解明を行うために、煤の摩耗試験特性に与える影響を検討し、それらの要因についても調べた。また、作製したセラミックス膜や基材にナノインテーション試験を行い、硬さやヤング率と摺動特性を関連づけ、その試験法の有効性についても検討した。

2. 実験方法及び結果

摺動試験は、油中に含まれる煤の量を無しの 0% と 0.4% 添加したもので比較を行った。摺動部の形態変化は、Zygo 社の NewView 7300 干渉顕微鏡を用いて評価した。

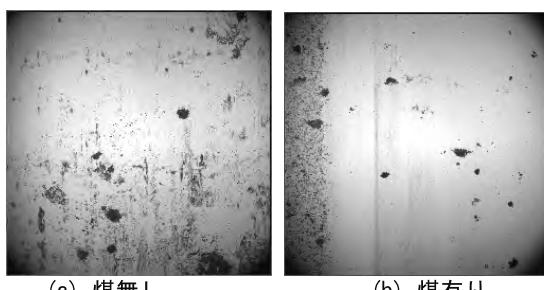


図 1 摺動試験後のセラミックス膜表面の光学像

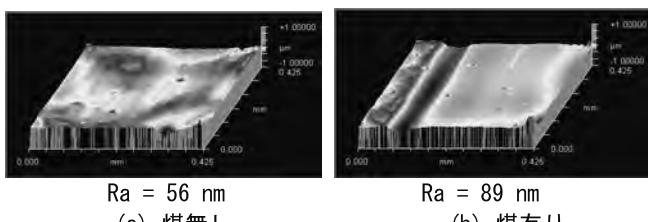


図 2 摺動試験後のセラミックス膜表面の平面補正後のトポ像

図 1 に摺動試験後のセラミックス表面の光学像を、図 2 に平面補正を行ったトポ像を示す。両図とも(a)が煤の無い状態の摺動面、(b)が煤のある場合の摺動面である。同じ条件で摺動試験を行っても煤のある場合には、摩耗速度が早く、表面は大きくあれることが分かった。特に

煤がある場合には、大きなひっかき痕の発生がみられ、その表面粗さ Ra は 56 から 89 nm へと倍近く上昇することが分かった。これは燃焼によって生成される硬さ HV が約 1500 の煤が初期状態の粗さ増大の原因であり、この粗さの増大が、相手材の表面粗さの上昇につながり、さらに摩耗速度が上昇して行くと考えられる。

次に、煤の添加により油の状態が変化することが考えられるために、摺動試験後の油の成分分析を行った。油中の煤の粒度分布に関しては昨年度行った分析結果から、煤は約 100 nm 程度の大きさに凝集していることが分かっている。試験後の煤入り油を、日立工機社の CS150NX 型超遠心機にて分離したサンプルを、蛍光 X 線にて元素分析を行った。ロータの回転速度は 140,000 rpm とした。図 3 に、超遠心処理前と後の分離した油の状態を示す。下の黒い部分が煤で、上の部分が油である。主成分が比重の軽い炭素である煤でも、超遠心技術により濃縮分離できることが分かった。その分離後の油と新油の元素濃度の変化を、蛍光 X 線 XRF を用いて調べた。

図 4 に摺動試験前後の油の X 線のエネルギースペクトラムを示す。両者とも潤滑油に含まれる代表的添加物である Zn、S などの元素が検出されたが、試験後の油では、Ca の濃度が非常に小さいことが分かった。Ca は添加剤の重要な成分で、この減少が硬い煤とともに、摩耗速度を速める原因になっている可能性のあることが分かった。

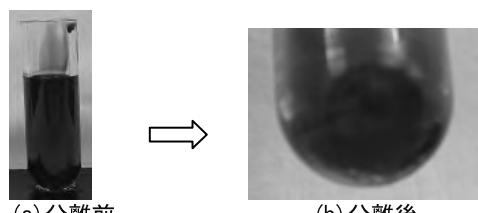


図 3 油中の煤の分離

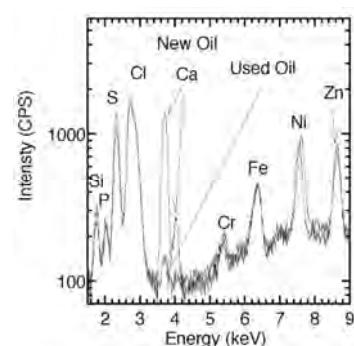


図 4 XRF 分析による油中の成分変化

「謝辞」

終わりに、超遠心に協力頂いた日立工機株式会社高橋かほる様に深く感謝致します

MEMS デバイスに関する研究

加工技術課 小幡 勤 評価技術課 奈須野雅明

ヤマハ株式会社 奥宮保郎

1. 緒言

小型・高機能化が進んでいるモバイル電子機器に使用されるセンサ等 MEMS デバイスにおいて、更なる小型化・低コスト化要求が高まっている。ウェハレベルパッケージング技術は、その一つの実現手段であるが、従来の基板に貫通配線を形成する方法は、製造コストが高価となるため、適用範囲が限定されていた。そこで、小型化と低コスト化とを両立できる MEMS 用ウェハレベルパッケージング技術を新規に開発した。MEMS 構造が形成されたウェハと封止用ウェハを接合するための接着層として、ポリイミド樹脂 (PI) を用い、接合用封止枠上に金属配線パターンを形成することで空隙の気密性とウェハ間配線の導通を実現した。

2. 接合ウェハ間の配線接続の試作

基板 1 (MEMS ウェハ) 及び基板 2 (封止用ウェハ) 上に図 1 及び図 2 に示す配線及び接合用樹脂 (ポリイミド) パターンを、作製して接合した。配線材料は Au/Ti (100nm/50nm) とし、スパッタ法により成膜した。また、接合部分の配線パターン幅は 50μm とした。

・基板 1 パターンニング

Au/Ti 成膜 → フォトリソ → Au/Ti エッチング → レジスト除去

・基板 2 パターンニング

PI パターンニング * → Au/Ti 成膜 → フォトリソ → Au/Ti エッチング → レジスト除去

*PI パターン 幅 50μm、高さ 5μm

・基板 1 と基板 2 の接合

接合条件 : 350°C / 31.5KPa, 10 分保持 (PI キュア 350°C)



Fig. 1 Substrate 1

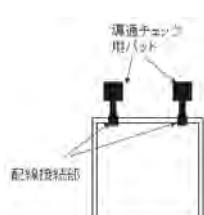


Fig. 2 Substrate 2

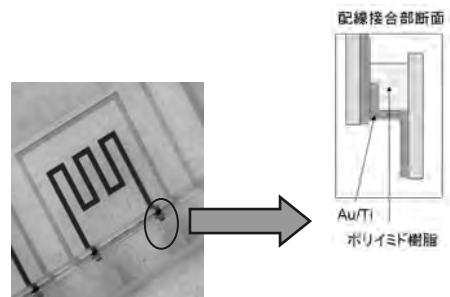


Fig. 3 Sample

・基板 1 と基板 2 の接合

接合条件 : 350°C / 31.5KPa, 10 分保持 (PI キュア 350°C)

試作は中央研究所マイクロマシン研究施設で実施した。

3. 評価

導通性の評価は、同一基板上に図 1 と図 2 のパターンを作製したものと、接合した試作品の抵抗値の測定結果を比較することで行った。どちらも 30Ω 前後と同じ値であったため、本接合方式の導通性が確認された。配線接続部の状態を断面から SEM 観察したところ Au-Au 界面で接合されている特定の部位があることが判った。気密性については、接合サンプルをフロリナートに浸漬後、金属顕微鏡での観察により評価した。フロリナートの染込みは無く、気密性があることを確認した。

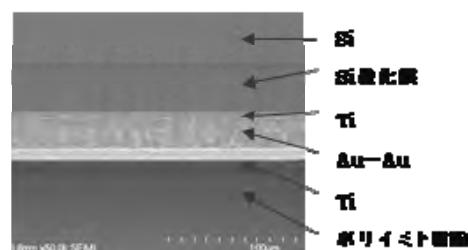


Fig. 4 Cross section of bonding sample

4. 結言

今回の試作実験により、ポリイミド樹脂を使ったウェハ接合を用いることで、気密性とウェハ間配線接続の導通を確認した。

ポリイミド樹脂接合は封止と配線接合も同時に実行できるため、小型化と低コスト化とを両立できる MEMS 用ウェハレベルパッケージング技術への応用可能性がある。

MEMS 技術を用いたジャイロセンサの試作と特性評価に関する研究

加工技術課 小幡 勤 評価技術課 奈須野雅明
株式会社ワコー 角谷哲哉

1. 緒言

MEMS 技術を応用したジャイロセンサは、その小型な筐体と LSI プロセスとの融合性に優れる特徴から、ゲーム機器だけでなく、最近ではスマートフォンに代表される携帯機器にも搭載されるようになってきた。そのセンサへの要求仕様は、より小型で多軸センシングが求められており、各社がその技術を競っている。

本研究は、3 軸を検出可能なジャイロセンサを試作し、その小型化に必要なプロセス等を見なすことなどを目的としている。

2. センサの試作

センサの試作は、富山県工業技術センター・MEMS 研究開発施設によりおこなった。シリコン基板をフォトリソグラフィ、エッチングなどを繰り返すことにより加工することで、目的のセンサを試作した。

3. 実験結果および考察

MEMS 型ジャイロの特性や歩留まりに大きく影響を与える Si Deep Etching 工程について検討を行い、作製プロセスの最適化を行った。その結果、図 1 に示すようにエッチングのテーパー角が約 3°程度で安定したエッチングができた。

ジャイロのダイボンドは、これまでシリコーン系の柔らかい接着剤を使用していたが、共振時に接着剤がエネルギーを吸収してしまい Q 値が低下して感度が低くなってしまうことがわかった。そこでダイボンドにエポキシ系の硬い接着剤を使用することにした。その結果高い感度を得ることができるようになった。

以上のように試作した MEMS 型ジャイロに手で角速度を印加することにより評価をおこなったところ、3 軸角速度を同時に干渉なく検出できることを確認した。リファレンスセンサの出力から、検出感度は 0.5~1.5mV/dps で良好な特性が得られた。

次に MEMS 型ジャイロの角速度温度特性を測定した。20°C で駆動周波数を最適点に調整した結果、感度温度特性は±2.1% で良好な特性が得られた。

4. 結言

MEMS 型ジャイロの作製条件を確立した。特性評価の結果、良好な特性が得られた。

今後、商品化に向けてさらなる特性改善を図っていく予定である。

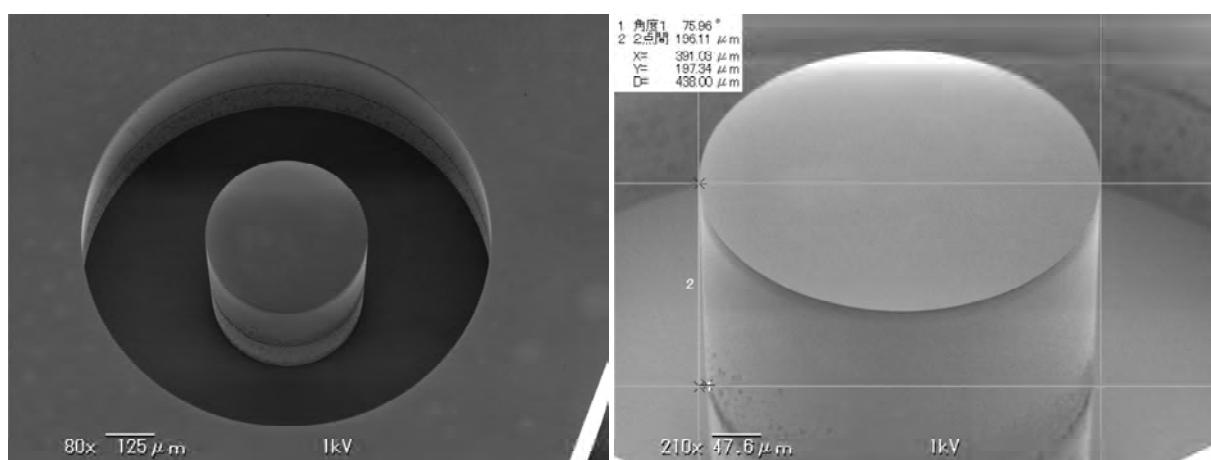


図 1. Si ディープエッチング後の SEM 写真

微細成形用 PP 系樹脂の基本物性把握とマイクロ流体チップへの応用

材料技術課 大永 崇 加工技術課 小幡 勤

株式会社リッセル 堀田裕二 横浜国立大学 笹倉由貴江

1. はじめに

これまでに筆者らが共同開発した微細成形用 PP 系樹脂をバイオ用途の製品に応用するために、樹脂の基礎物性を把握し、具体的な用途向けのマイクロ流体チップについて検討した。

樹脂の基礎物性として自家蛍光や生体分子の吸着性などを評価したところ、微細成形用 PP 系樹脂はこれら物性が市販のバイオ用品に使用されている樹脂よりも優れることが分かった。そこでこの樹脂の微細成形性や物性を活かしたバイオ用途として、血中浮遊癌細胞捕捉チップおよびタンパク質分解用酵素チップについて検討したので、以下に報告する。

2. 血中浮遊癌細胞捕捉チップ

このチップは癌患者の末梢血から簡単に癌細胞を単離するもので、癌の治療や研究のツールとして米国を中心に開発が進められている。開発品はシリコン製でコストや供給性に課題があると思われるが、樹脂化できれば広範な利用が見込まれる。成形の難易度が高い構造なので、ここでは材料まで遡って成形検討した。

材料の PP を変えて射出成形した時の微細構造の違いを図 1 に示す。成形では 100 μm 程度の多数の溝みに樹脂を充填し、樹脂の成形性が悪いと末端まで入らない（図 1 上）が、PP を選択することにより必要な円柱状の突起がほぼ形成できる（図 1 下）ことが分かった。図 1 下のチップを用い表面に癌細胞捕捉用の抗体を固定化し、送液

用のホルダーにセットして癌細胞株の懸濁液を流す試験を行い、現在、このチップの癌細胞捕捉性能について評価、改良を継続している。

3. タンパク質分解用酵素チップ

近年、疾病の指標となるバイオマーカーを探索する研究が盛んに行われている。バイオマーカーの多くはタンパク質であり、そのために多数のタンパク質試料を質量分析機により精密に解析することが求められている。このような質量分析では、事前のサンプル処理としてタンパク質を切断することが必要だが、バイオマーカーのような微量な試料をコントロールロスすることなく効率的に切断処理する方法は確立されていない。そこで本研究ではマイクロチップの特長を活かすべく、このような前処理用のタンパク質分解チップについて検討した。

はじめにチップ素材のプレートにタンパク質分解酵素を工技センターが開発した技術（特開 2010-216964）で固定化し、チトクロム c や BSA の分解試験を行った。チトクロム c を酵素固定化プレートに一定時間接触させた後に、HPLC 分析した結果を図 2 に示す。接触時間（消化時間）の増大とともにサンプルピークが消失して分解物ピークが出現し、5 時間程でチトクロム c が完全に分解できることを確認した。次にマイクロ流体チップを用いて同様に分解試験したところ、何れのタンパク質も完全に分解されることを確認し、流路サイズによる分解速度の相違など興味深い知見も得ている。

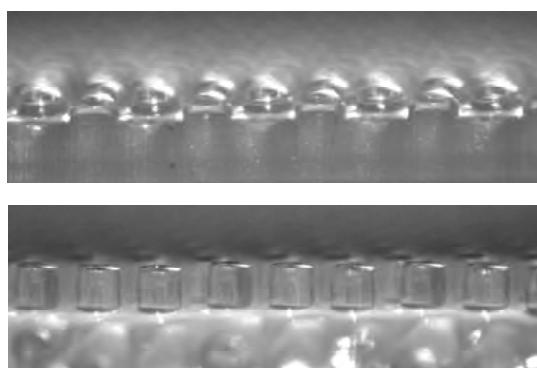


図 1 PP が異なる成形体の断面観察

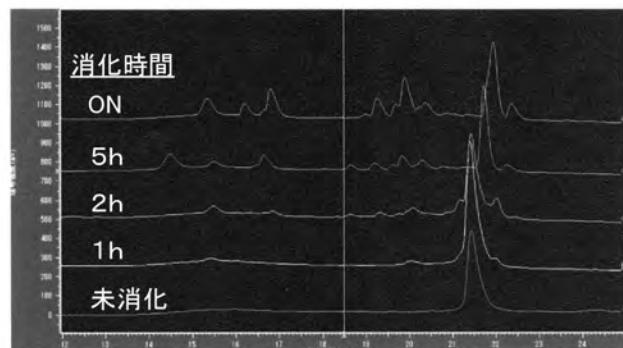


図 2 HPLC によるチトクロム c の酵素分解挙動

スクリーン印刷法による色素増感太陽電池の開発

評価技術課 角田龍則 企画管理部 二口友昭 機械電子研究所 寺澤孝志
株式会社立山科学工業 森喜代志 若林 傑 本田憲市

1. 緒言

色素増感太陽電池は太陽光に多く含まれる可視光を色素で光増感し電気エネルギーに変換できる電池であり、その量産性の高さから次世代の太陽電池として期待されている。シリコン系太陽電池と比べると変換効率では劣るが製造プロセスにおいて優位な点が多い。

本研究では白金が使用されている対向電極に代わる材料として、カーボン材料を採用しスクリーン印刷法で形成した色素増感太陽電池を作製しその評価をおこなった。

2. カーボン対向電極

対向電極用カーボン材料としてカーボンファイバー、カーボンナノチューブ、ケッテンブラックおよび活性炭を選択し、それらと樹脂および有機溶媒を攪拌混合しペーストを作製して、そのペーストを金属基板にスクリーン印刷し180°Cで硬化させた。

図1にカーボンナノチューブとケッテンブラックのSEM画像を示す。カーボンナノチューブは、直径100nm程度のチューブ状で、活性炭素と同じく触媒作用のパラメータとして重要な活性点を多く持つと考えられる材料である。またケッテンブラックは導電性カーボンブラックの一種で、少量で高い導電性が得られる材料である。その形状は一辺が30~50nmの粒状であり、中空構造をもつ。

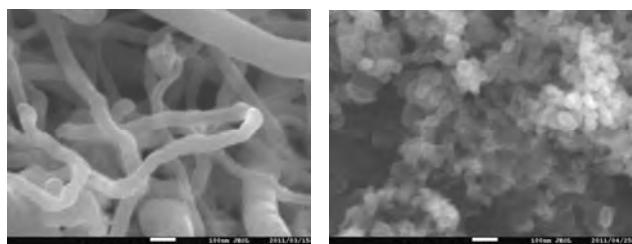


Fig. 1 SEM micrograph of carbon-nano-tube and carbon black.

作製した厚膜の抵抗率を測定し、また、そのカーボン膜を色素増感太陽電池の対向電極に使用してI-V特性を測定した。表1はいくつかの対向電極の抵抗率とそれを用いて作製した太陽電池の変換効率を示す。電極に使用するカーボン系材料の中ではカーボンファイバーと活性

炭素を混合した場合、より抵抗率が小さくなり変換効率も高くなることを確認した。白金対向電極はFTO膜付ガラス上にスパッタ法で成膜した。

Table 1 Sheet resistance and conversion efficiency of DSSC with carbon counter electrodes.

対向電極 材料	白金	活性炭素 + カーボン ファイバー	活性炭素 + カーボン ナノチューブ	活性炭素 + ケッテン ブラック	活性炭素
抵抗率 ($\Omega \text{ cm}$)	1×10^5	17	24	40	74
変換効率 (%)	6.5	6.1	4.4	3.7	3.2

3. 酸化チタン電極

酸化チタン光電極の高効率化を目的にオゾン水洗浄による有機物除去効果をグロー放電発光分光で評価した。洗浄は約130ppm濃度のオゾン水を焼成後の酸化チタン膜に直接噴射して行った。図2は洗浄時間と変換効率の関係である。またグロー放電発光分光により表面から炭素の濃度を測ることで、オゾン洗浄による炭素の除去効果を確認した。オゾン水による洗浄によって変換効率を1%強上げることができバラツキの小さい光電極を作製することできた。

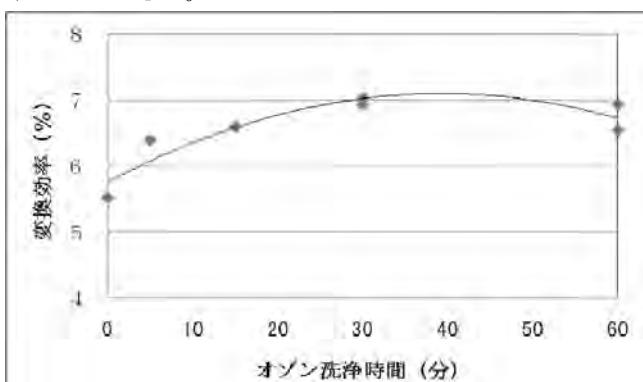


Fig. 2 The conversion efficiency as a function of ozone washing time for titan oxide electrodes.

4. 結言

以上のような実験結果から、最適な対向電極の材料および構造設計をすることができた。また光電極の洗浄により有機物の除去が可能となり変換効率の改善ができた。カーボン対向電極を用いた太陽電池の変換効率は、白金対向電極のものと比較して9割程度であった。

鋼管基礎杭と建築物の鉄骨柱を接合する機械式継手の構造と強度評価

加工技術課 吉田 勉*

田定工作所 田 益久

1. 諸言

従来、建築構造物（柱）と地中杭（鋼管）との接合は、通常現場溶接により実施される。しかしながら、現場溶接では、悪条件の中で溶接施工を強いられることがから、溶接された継手の強度品質は管理できない。

本研究では、強度品質の管理が可能な機械式継手を開発することを目的とした。

2. 機械式継手の構造

図1、図2は機械式継手（材質 STK490）並びに継手用クサビ（材質 S45C）である。図1の左上図の水平・垂直方向の2本の1点鎖線上にそれぞれ2個の継手用クサビを継手に配し、継手用クサビの穴に、ボルトを貫通させ、両端でナットにより締結することにより、2つの継手の接合がなされる。柱及び杭（材質 STK400 ϕ 165.2×t9）は、図1に示す ϕ 149.2mm の円柱部に挿入し、予め溶接され、継手が杭・柱に溶接された状態で、施工現場で用いられる。

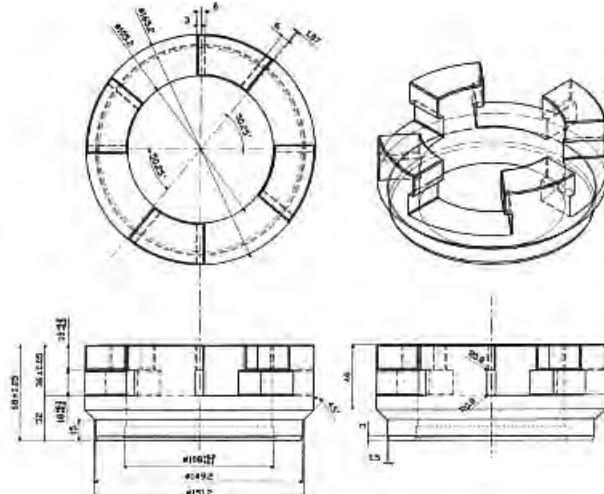


図 1 機械式継手

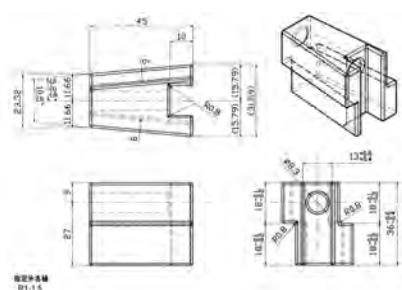


図2 繰手用クサビ

3. 曲げ試験及び曲げ試験結果

機械式継手の強度特性を調べるために、図3に示す供試体について4点曲げ試験を行った。図中の白抜き矢印は、載荷点である。

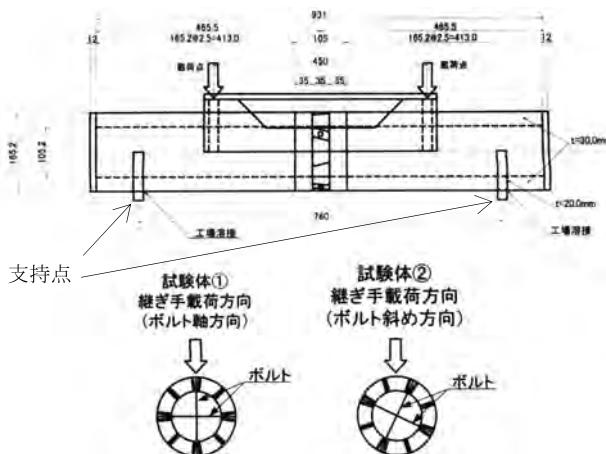


図3 曲げ試験供試体

曲げ試験を実施したところ、最大荷重は 92.5kN で破壊箇所は継手部であり、母材の鋼管に外観上の変形は認められなかった。

継手の曲げ強度を改善するため、継手に補強を行い、曲げ試験を実施したところ、最大荷重が 105.8kN に上昇した。破壊箇所は継手部であったが、母材である鋼管に著しい塑性変形が認められた。

4. 結 言

機械式継手の曲げ強度は、母材の曲げ強度を下回るものであった。補強を行うことにより、継手の曲げ強度が母材の曲げ強度に近くなることが確認された。

補強方法を改良することにより、母材と同等になる可能性はあると推察される。

機械式継手の補強方法の詳細内容については、記載を省略する。

今後は、機械式継手の補強方法の改良、並びに、新規構造の機械式継手とその強度特性について、検討を行う予定である。

*現 評価技術課

圧電材料用卓上型プラズマエッティング装置の開発

加工技術課 鍋澤浩文 立山マシン㈱ 浅地豊久 新潟大学 安部隆

1. 緒言

現在市販されているドライエッティング装置は、安価な製品においても 1 千万円程度であり、これらについては加工性能も生産設備に比して低く、実用向きではない。また、市販されている装置の大半が、シリコンなど半導体材料を対象にしており、微細化ニーズはあるものの、ドライエッティングが殆ど導入されていない圧電材料をターゲットにした製品は少ない。これらの背景から、圧電材料の微細加工に適した加工特性を持つ、小型で安価なプラズマエッティング装置の開発を目的とした。

2. 実験方法

2.1 エッティング装置の開発

エッティングチャンバーは、容積を 500ml に抑え、最大で 3 インチのウェハをセットできるように設計した。高プラズマ密度を形成し、チャンバーの半径方向で磁場の均一性を高めるように、磁場解析により磁石の配置を設計し、それに基づいて、ネオジウム磁石を用いたアーチ状の閉じ込め磁場をガラス天板上に配置した。

2.2 エッティングプロセスの開発

水晶基板の熱伝導を維持しながら、容易に着脱可能な基板の固定方法について検討した。具体的には、水晶基板を紫外線硬化型接着剤で、ガラスプレート上に固定し、ガラスプレートを装置ステージに固定することでエッティングする手法を試みた。エッティング条件は、反応ガス SF₆ (総流量 10sccm)、チャンバー圧力 0.2Pa で一定とし、ステージ温度、エッティング時間、RF 投入電力をパラメータに、基板の取り外しの可否及びエッティング速さの測定を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 エッティング装置の開発

Fig. 1 に、卓上型エッティング装置の外観を示す。加工推奨圧力の 10³Pa 台までの到達時間は約 20 分で、高速真空排気が達成されていることを確認した。また、わずか毎分数 cc 程度の反応ガス導入で、圧電材料のエッティング

に適した 0.5Pa 以下の圧力に到達することを確認した。更に、アルゴンガスを用いて、異常放電を起こさずにステージ近傍で、プラズマが生成することを確認した。



Fig.1 The desktop type RIE system.

3.2 エッティングプロセスの開発

10 分以下のエッティング時間であれば、投入電力を 80W(自己バイアス電圧-350V)まで上げても、エッティング後の試料を取り外しは容易であった。また、エッティング速さは従来の取り付け法と変わらないことを確認した。しかし、エッティング時間が 10 分を超えた条件の中には、試料を取り外しきれない場合があり、樹脂の塗布法や樹脂厚みなど、今後に課題を残した。

4. 結言

圧電材料を加工できる卓上型ドライエッティング装置の開発と、この装置に適用できるエッティングプロセスの開発について検討し、一定の成果を挙げることができた。今後は、エッティング実験を繰り返し、装置の完成度を高めていく予定である。

謝 辞

本研究は、財団法人富山県新世紀産業機構平成 22 年度新商品・新事業創出公募事業（課題番号：4）の助成を得て実施されたことを記し、謝意を表する。

せん断力検出可能なローコスト触覚センサの研究開発

加工技術課 小幡 勤 株式会社オーギヤ 水島昌徳 高木茂王

1. 緒言

ロボット分野において、把持力のみではなく「せん断力（滑り力）検出」機能が求められている。本研究においては、これまで開発してきたローコスト・超薄型の触覚センサをベースとし、当該センサにせん断力検出機能を付加した全く新しいセンサの研究開発を行う。

2. 試作と評価

センサヘッドは導電シリコンラバーとフォトリソグラフィー技術によりパターンニングされた Al 電極を形成した PET フィルムから構成される。センサヘッドの可動部には導電シリコンラバーをベース材として使用しているが、これと対向して静電容量を形成する PET 基板上を滑らせるため、接触面には PET フィルムを接着固定した。センサラバーの外形は $\phi 10\text{mm}$ 、厚さは 1.5mm である。PET フィルム基板については、検出部位が $\phi 12\text{mm}$ 、配線用フレキシブルケーブル部の長さは 40mm である。本構成にて XY 全方位にスライド可能なセンサヘッド（キートップ）を実現している (Fig. 1)。また XYZ 各軸を検出するために導電シリコンラバー可動部下には検出電極を 5 枚作製した。初期容量は、各極において約 3pF 、変化量は $+0.4\text{pF}$ であった。なお、せん断力検出においては、 $0\sim1.5\text{N}$

の範囲のみとしているが、 1.5N でせん断力検出可動域である 0.5mm に概ね達し、それ以上の荷重を加えるとセンサラバー外壁を押しつぶすように変形しリニアな出力特性が得られなくなってしまう (Fig. 2, 例 Output "Y+" など)。この各極からの静電容量変化を信号変換一合成ベクトル化して XYZ-3 軸の荷重方向を検出するセンサヘッドを実現した。

ソフトウェア開発については、センサヘッドの静電容量変化を電圧変化に変換する A/D 部作製と、A/D 変換後の信号を PC に USB 伝送するためのファームウェア作製、そして PC 上にてセンサ出力を分かりやすく表示するプログラム作製 (Fig. 3) の 3 系統の開発を行った。

3. 結言

今後、今年度開発した基本構造をベースとし、センサ出力の安定化と耐久性等信頼性の向上を狙ったセンサの開発を継続する。

本研究は、富山県新世紀産業機構「平成 22 年度高度技術実用化支援事業」により行われました。



Fig. 1 Sensor head



Fig. 3 Output monitor

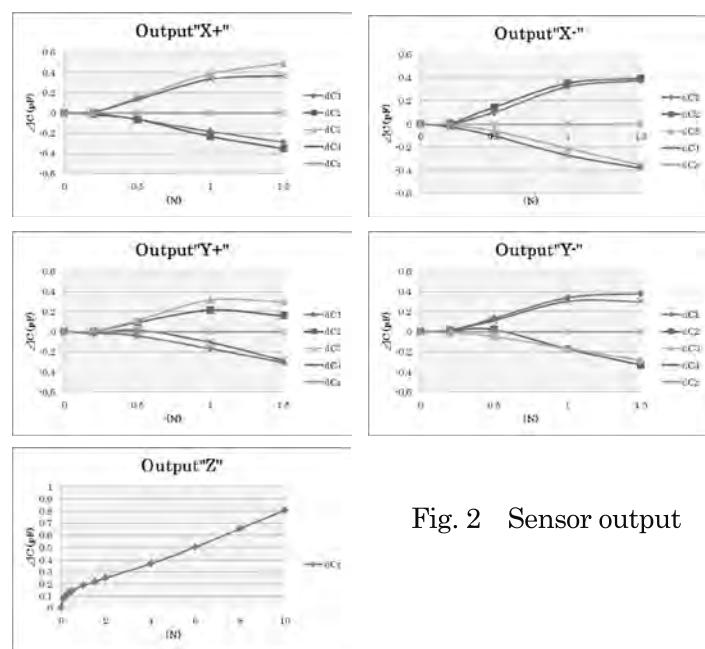


Fig. 2 Sensor output

各種マグネシウム合金の陽極酸化による特性改善技術の展開

加工技術課 柿内 茂樹, 富田 正吾, プロジェクト推進担当 山岸 英樹^{*}
株式会社 高松メッキ 能登谷 久公, 株式会社 サンメタル 林 孝宏, 松林 直樹

1. 緒言

マグネシウム(以下、Mg)合金は、比強度に優れています。軽量構造材料として注目されている。しかし非常に活性であり、大気中で容易に酸化しやすい。このため、陽極酸化、化成処理、塗装など種々の表面処理法により耐食性が補われています。一方、構造材料としてMg合金を使用する場合は、溶接・接合工程が不可避的課題である。近年では、固相接合法である摩擦攪拌接合(FSW)が注目されています。摩擦攪拌スポット接合(FSSW)では、接合部表面にナゲットが形成され、攪拌部には微細な結晶組織が形成されるが、これらが陽極酸化皮膜に与える影響についてはほとんど明確でない。そこで本研究では、市販のMg合金板に対して、FSSW接合と従来融接法であるTIG溶接を行い、組織の比較および陽極酸化後の外観に与える影響について検討を行った。

2. 実験方法

供試材料としては、市販のAZ31押出板材(板厚2~2.5 mm)を用いた。FSSWの場合、接合はロボット摩擦攪拌スポット接合装置(川崎重工業製)により行った。接合条件は、設定加圧力1.47~5.88 kN、回転数1750, 2000 rpm、加工時間6, 10 secとした。使用したツールはショルダー径φ12 mm、ピン径φ5 mm、ピン長さがおよそ4 mmである。なお、接合継手は重ね継手(板厚2.5 mm)とした。また、FSSW接合部との比較を行うためにTIG溶接を行った。TIG溶接の場合、接合継手は突合せ継手(板厚2 mm)とした。FSSWおよびTIG溶接後、外観観察、断面観察、断面の硬度分布測定を行った。またFSSWでは引張せん断試験を行い、試験後の破断部の観察を行った。

3. 実験結果

Fig.1に回転数2000rpmで、加圧力を変化させた場合のナゲット外観と引張せん断試験後の破断部近傍(接合面内側)の写真を示す。加圧力を3.92 kNから4.90 kNに増加させると、いずれの加工時間でも押込み径(加圧痕)が増大した(Fig.1-1, 2, 4, 5)、さらに加圧力を4.90 kNから5.88 kNに増加させると、ツール径(φ12 mm)とほぼ同等の押込み径になった(Fig.1-3, 6)。Fig.2に押込み径、残厚(ピンの侵入深さ)、引張せん断荷重におよぼす加圧力と加工時間の影響を示す。加圧力が増加するにつれて、残厚は減少する傾向を示した。加圧力5.88 kN、加工時間10 secの場合、引張せん断荷重は3.6 kNで、加工時間6 secと比較すると大きい。これはFig.1に示した破面写真で、加工時間10 sec(Fig.1-6-1, 6-2)の破面領域は6 sec(Fig.1-3-1, 3-2)のそれよりも破面領域(接合域)が広いためと考えられた。Fig.3に陽極酸化前後の外観写真を示す。FSSWの場合(Fig.3 A-1), ナゲットおよびその周囲に顕著な酸化は認められず、陽極酸化後(Fig.3 A-2)には

ほぼ一様な皮膜が形成された。TIG溶接のビード周囲は、熱影響による酸化が顕著で(Fig.3 B-1), 陽極酸化後にはTIGビード周囲には色ムラが生じていた(Fig.3 B-2)。Fig.4に各種接合部の断面組織写真を示す。FSSW接合部断面のナゲット中心には攪拌領域が認められ(Fig.4 A), その金属組織は母材と比較して微細で等軸的な動的再結晶組織(Fig.4 A-1)であった。一方、TIG溶接の場合は、Fig.4(A-2)のような微細な組織は認められず、ビード中央には空隙が認められた(Fig.4 B)。Fig.5にはFig.4で示した接合部断面の硬度分布を示した。FSSWの場合、母材から攪拌部に向かって硬さが増加する傾向を示した。TIG溶接部の硬さは母材の硬さと比較してほとんど変化は認められなかった。

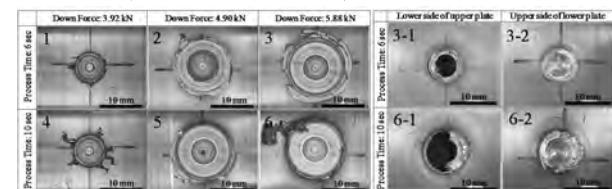


Fig.1 FSSW接合部の外観と引張せん断試験後の破壊部外観

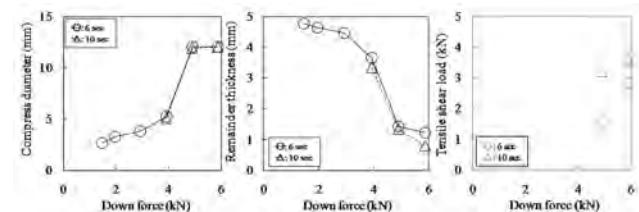


Fig.2 引張せん断荷重、押込み径、残厚に及ぼす加圧力と加工時間の影響 (AZ31EM-AZ31EM, 回転数2000 rpm)

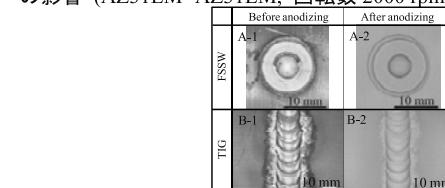


Fig.3 TIG溶接およびFSSW接合部の外観写真と陽極酸化後の外観写真 (A: TIG weld, B: FSSW)

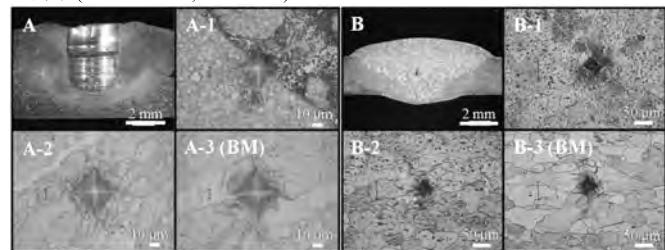


Fig.4 各種接合部断面組織写真

(A: TIG weld, B: FSSW (5.88 kN, 1750 rpm, 6sec))

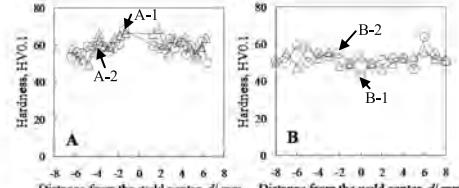


Fig.5 各種接合部断面の硬度分布

(A: TIG weld, B: FSSW (5.88 kN, 1750 rpm, 6sec))

SUSへのエラストマーの接合

企画情報課 石黒智明 材料技術課 早苗徳光^{※1}、山崎太郎 評価技術課 林 千歳^{※2}
プラスチック工業会（タカギセイコー、三晶 MEC、リッセル、戸出化成）

1. 緒言

SUS材は、耐食性や強さの観点から単独使用される場合も多いが、樹脂と組み合わせた応用も多い。例えば、携帯電話では、SUS板周辺部へ水密性を高めるためエラストマーが成形されている。この場合、SUS板は不活性でエラストマーとの濡れ性が悪いため、事前にSUS板表面へ樹脂膜を形成するなどの処理が施されている。

一方、我々は、陽極酸化したAl上へ樹脂を射出成形することで一体化した製品の作製が可能であることを確認した。この場合の接合機構は、陽極酸化皮膜孔への樹脂侵入によるアンカー効果であるものと考えている。

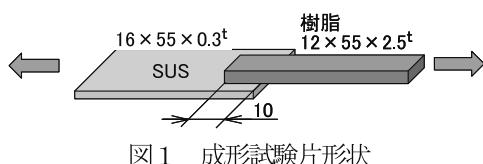
本研究では、Alの場合と同様に表面を粗面化・多孔質化したSUS板とエラストマーとの一体化成形加工技術の開発を目指す。

2. 実験方法及び条件

実験には、SUS材(16×55×0.3t)を用い、イソプロピルアルコールで洗浄後、電解エッチングし、エラストマーとの接合を試みた。電解エッチングには塩化第2鉄の水溶液を用い、直流で処理し粗面化した（これに伴い、多くの孔食が発生する）。粗面化したSUS板とエラストマーの接合には、熱プレス法と射出成形法を用いた。

前者は、2枚の粗面化SUS板の間に樹脂を挟み込み、エラストマーの融点以上の温度で熱プレスを行った。後者は、粗面化SUS板を金型内にセットし、この上へエラストマーの射出成形を行った（成形品形状：図1）。

接合材の強さは、試験速度10mm/minで引張せん断試験を行うことになった。また、試験後のエラストマー剥離面を光学顕微鏡で観察した。



3. 実験結果及び考察

図2に、熱プレス法と射出成形法による接合材の引張せん断強さの測定結果を示す。なお、横軸は、SUSのエッチング処理時間である。

図2より、せん断強さは、熱プレス法では約5MPa程度であったが、射出成形法ではその約1/10の0.4MPa程度であつ

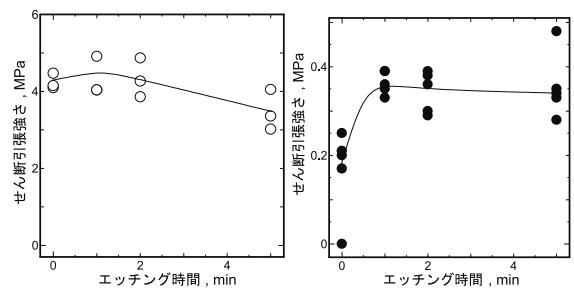


図2 剪断引張強さへのエッティング時間の影響

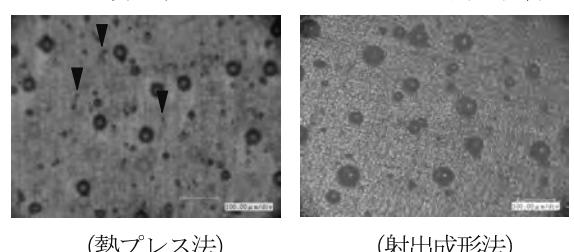


図3 試験後のエラストマー表面の光学顕微鏡写真

た。そして、バラツキはあるが、エッティング時間が長いほどせん断強さに低下傾向が見られた。熱プレス法の強さ5MPaは、実用上遜色のない値であるものと考えている。

射出成形法の強さがかなり小さくなった原因を調べるために、試験後のエラストマー剥離面の光学顕微鏡観察を行い、図3に示す。

熱プレス法の剥離面には、孔内に侵入した樹脂が引き伸ばされ、破断した様子が伺える（丸く見える点は、エラストマーが薄いために透けて見える裏側のSUS表面の孔食によるものである）。一方、射出成形法では、表面にSUS孔食を転写した丸い突起物が確認され、熱プレスの場合の変形・破断は見られない。このことから、射出成形法では、せん断応力以外にSUS表面に垂直な応力が働き、孔内からのエラストマーの引き抜きが起きたものと考えている。特に、エラストマーは、ゴム弾性を有し変形し易いために、引き抜きが生じ易いために、強度が小さくなつたものと考えられる。

4. 結言

SUS板を塩化第2鉄水溶液中で電解エッチング・粗面化し、エラストマーとの熱プレス接合、および、射出成形接合を試みた。その結果、孔内への樹脂侵入が確認され、また、熱プレス法ではほぼ満足のいく接合体が得られた。

※1：現 生活工学研究所 ※2：現 産学官連携推進担当

高遠赤外線放射率纖維の開発

加工技術課 岩坪 聰、美濃顔料化学 各務 真一

1. はじめに

纖維製品の機能性を高めるためには、快適性の向上が必要である。近年の省エネルギーの高まりから、暖かさと関連する機能性の向上が求められている。このパラメータとして、纖維製品の断熱性も重要であるが、遠赤外線放射率も重要なパラメータとなる。この特性向上のために、遠赤外線放射率の高いセラミックスを練り込んだ遠赤外線加工が着目されている。しかしながら、その量を定量的に評価されることはあまりなく、処理の再現性に乏しいのが現状であった。そこで本研究では、纖維に適した高い遠赤外線放射率を示すセラミックス材料の選定と、その粒子形状などを評価しながら、セラミックス塗布行程の最適化を行った。

2. 実験方法及び結果

塗布する纖維として、綿布をターゲットとした。遠赤外線放射率の測定は、日本電子製 JIR-E500 を用いた。測定温度は 40°C で評価し、波長 λ が 4~20 μm の範囲の放射率スペクトラムを測定した。

まず、使用するセラミックスの材料選定を行った。 TiO_2 、 SiO_2 、カーボン、ジルコン粉体をペレットに固めて、それらの放射率の測定を行った。図 1 にそれら材料の放射率スペクトラムを示す。 SiO_2 は広い範囲で、83% の放射率が得られた。 TiO_2 は 6~12 μm の範囲で 90% 以上の放射率が得られること分かった。一方、炭素は 70% 程度の放射率しか得られないことが分かった。(b) にジルコンの粒度による放射率の違いを示す。面積平均径 MA が 1000 と 5000 nm の粉体を固めたものを比較した。ジルコンはケイ酸塩鉱物で $ZrSiO_4$ の組成であるが、 λ が 10.5 と 16 μm と不純物と思われる吸収端が存在することが分かった。この材料は全体的に 70% 以上の放射率を持ち、その特性も粉体の径にあまり依存しないことが分かった。

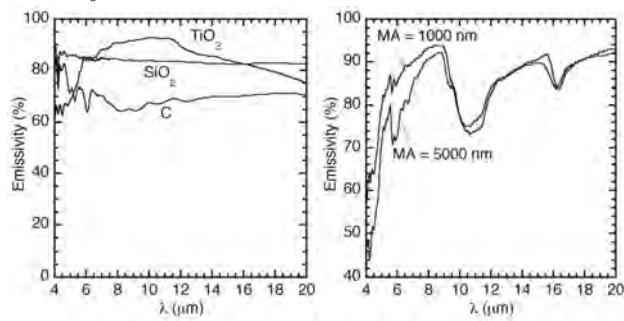


図 1 各種セラミックスの放射率スペクトラム

次に、これらの粉体を水溶媒としたスラリーに加工し、綿布をつけて、セラミックスを練り込んだ。放射率の上昇は、未処理布（ブランク）をベースに、比較を行った。

図 2 に使用した未処理の綿布の SEM 像を示す。綿布の

纖維は約 10 μm 程度あり、その表面が比較的滑らかであることが分かった。この表面に、セラミックス粉体を付着させるには、数 μm 以下の粉体を塗布する必要があると考えられた。そこで、2000 nm と約 100 nm の径の SiO_2 粉体のスラリーを用いて、塗布処理した綿布を作製した。図 3 に作製した綿布の放射率スペクトラムを示す。MA が 2000 nm の場合、その放射率は未処理布に対して、ほとんど変わらないが、MA が 100 nm のものは、約 3~4% の放射率の上昇があった。さらに、別の材料を添加することで、5% 以上の放射率を達成することができた。

図 4 に、 SiO_2 を塗布した綿の SEM 像を示す。低倍の (a) では綿纖維表面全体に均一に粉体が塗布されていることが分かった。(b) の高倍のものでは、纖維表面に 100 nm 程度の球状の SiO_2 粒子が多く吸着していることが確認できた。このような塗布状態にならないと、高い遠赤外線放射率が見込めないことが分かった。

今後、粒子の複合化を最適化し、さらに高い放射率の製品開発と、洗濯試験による評価を行っていく予定である。

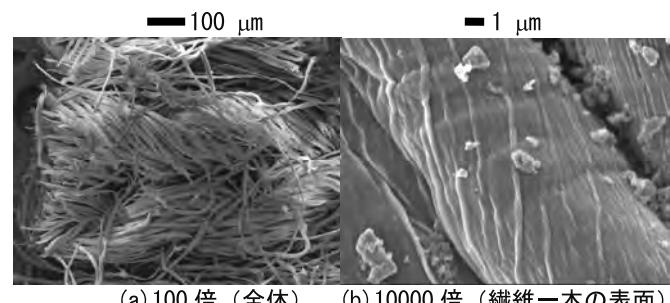


図 2 綿の SEM 像

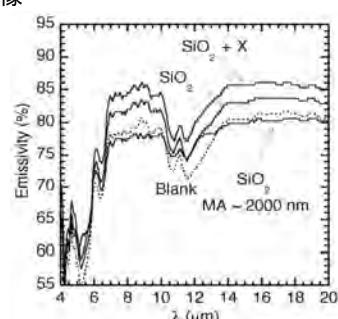
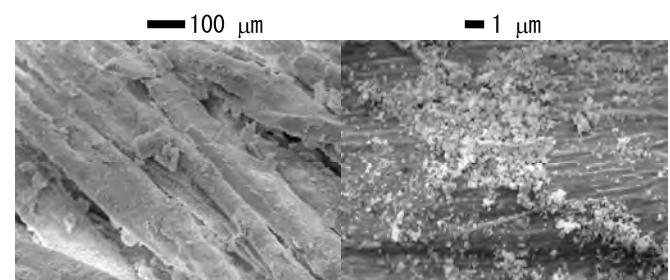


図 3 処理綿の放射率スペクトラム



導電ラバーと樹脂フィルム基板からなる

静電容量型入力センサの研究

加工技術課 小幡 勤 株式会社オーギヤ 水島昌徳 高木茂王

1. 緒言

近年では、携帯電話をはじめとして、ゲームコントローラやリモコンなど電子機器の高機能化・多様化に従い、薄く安価なアナログ入力センサが求められている。昨年度までの研究において、上記ニーズに応えるセンサの原理試作ならび量産化を意識した設計や耐久性試験を行ってきた。今年度は1測定点での入力検出のみではなく、多点での同時検出方式を確立し、将来的に実現を目指すマトリクス型触覚フィルム（多点検出触覚シート）のための予備開発を行う。

2. 試作と評価

本研究では、導電シリコンラバーと銀電極を形成したPETフィルムからなるセンサヘッド3個と汎用CPUにてCV変換できるようにした信号処理基板のみからなるセンサシステムを作製した。3個のセンサヘッドで検出される圧力は、CPUにてCV変換しUSBデータにてコンピュータへ転送し、表示ソフトウェアにて出力が目視できるようにした。

センサラバーは外径 ϕ 8mm、厚さ0.5mmとし、感圧部は中央から ϕ 6mmの範囲とした。PETフィルム基板は、検出部位がラバーと同径の ϕ 8mm、フレキケーブル部長さは40mmとしている。また、フィルム基板の銀電極配線形成側には50 μ m厚のPET基材のシールを貼付け、断線と銀マイグレーションを防止している。なお、信号処

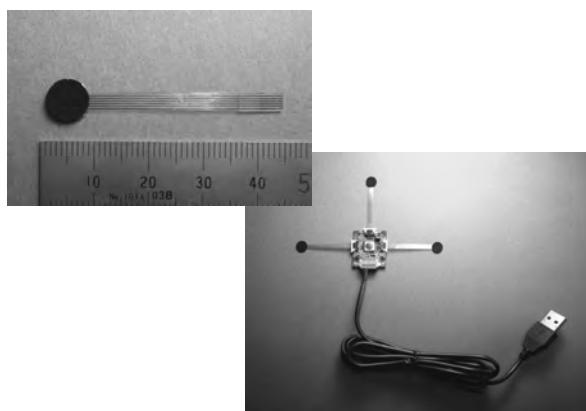


Fig. 1 Sensor head

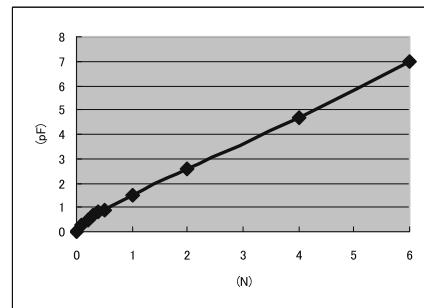


Fig. 2 Sensor output



Fig. 3 Sensor monitor

理基板へはFPCコネクタ6pinにて接続できるよう、センサの配線端はFPCケーブル規格としている(Fig. 1)。作製したセンサヘッドは、0~6Nの範囲で測定を行ったところ、初期容量が約8pF、変化量が+7pFで概ね安定していた(Fig. 2)。信号処理基板からは約2msecの間隔で3個のセンサヘッドの圧力信号を読みこみ、さらに各センサヘッドの配線部に作り込んだRef容量(無変化容量部)を各々読み込むようにして、約12msecで全センサの入力データを読み込む設定とした。この入力信号を10bitデータとしてUSB出力できるようファームウェアを作製した。また、PC上では各センサへの押圧をアナログバー表示できるソフトウェアも併せて作製している(Fig. 3)

3. 結言

現在使用している汎用CPUを使用した場合、9個のセンサを同時計測することが可能であるが、全センサからデータを読み込む際には約36msecの時間がかかるてしまい、ヒューマンインターフェースデバイスの応答速度としての限界に到達してしまう。更に多点を計測するためには、検出をマトリクススキャン方式とするなどの変更が必要であり、これを次年度の課題とする。

広帯域電磁波シールド纖維の開発

加工技術課 岩坪 聰、評価技術課 佐々木 克浩、日本エレテックス(株) 建部 則久

1. はじめに

近年の情報化社会において、機器に対しては誤動作を起こすノイズ対策、人体に対しては携帯電話などの有害な電磁波を広帯域にカットするフレキシブルな素材が求められている。その電磁波をカットする方法として、吸収体を用いる方法とシールド体を用いる方法がある。吸収体は厚みによる周波数依存性が大きく、周波数を選択する場合に有効である。一方シールド体には、電界の作用を用いる方法と、磁界を用いる方法の2種類がある。電界の場合、材料の自由電子による電磁波の反射により、その機能を実現するため、材料の選択幅が広いことと、広帯域の周波数に対応している。磁界の場合にはスピンを利用するため、初透磁率が高い磁性材料のみが適しているので、材料の選択幅が狭い。そのため、フレキシブルな素材を開発するためには、導電性の高い微細な金属を複合した纖維の開発と、それを織り込んだ耐久性のある布を作製することが有効である。特に、GHzまでの広帯域にわたる高周波特性向上させるためには、表皮効果の影響から、材料表面での低い抵抗値を示す構造が重要になってくる。そこで本研究では、金属複合纖維の開発とその織り方、さらに後処理法を検討することで、ギガ帯からミリ波帯まで広範囲に使用できる電磁波シールド布を開発した。

2. 実験方法及び結果

アクリル纖維にNiやCuメッキなどを施した不織布、約30μmの銅金属纖維からなる不織布と、導電性の炭素を中心材とした同軸構造のアクリル纖維からなる不織布、金属纖維を化学織にスパイラル状に巻き付けた纖維からなる布を作製し、それらの電磁波シールド特性をKEC法にて、また、シート抵抗は4端子法により測定した。

(a) 炭素を中心材とした同軸構造のアクリル纖維による不織布

図1に示す中心に導電性炭素をもつ同軸構造のアクリル纖維を示す。この減衰特性は約0dBとほとんど無かったが、それに1μm以上のCuあるいはNiの無電解メッキを施すことで、-50dB以上の減衰特性をもつシールド布を作製することができた。

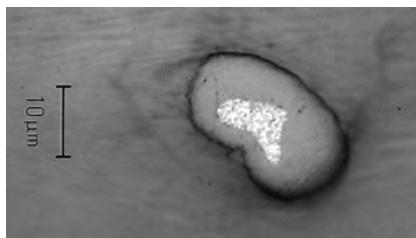
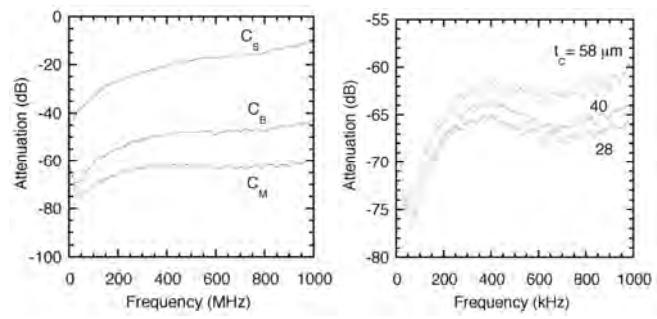


図1 アクリル纖維の断面

(b) スパイラル纖維と金属纖維により織られた布

図2に径の異なるスパイラル状金属を含む纖維によって織られた布のシールド特性を示す。金属纖維の径違いにより、減衰特性は-20dBから-60dBに変化した。一方、29μmの銅纖維からなる金属纖維は、-60dB以上の減衰特性を示すことが分かった。しかしながら、各纖維同士の電気的接触が点のために、表面酸化によりシート抵抗がミリオーム台から数オームへと急激に大きくなることが分かった。そのため図4に示すように、減衰特性が初期性能では-60dBの値であったが、その値が約-40dBに劣化した。そこで、各纖維の接触を点から面へ変化させるために、金属纖維のローラープレスを行った。その結果、図3に示すように材料の塑性により電気的接触が点から面へと変化し、5mΩの非常に低いシート値を得ることができた。そのときの減衰特性は1000MHzまでの範囲で-60～70dBと高い値を示した。

金属纖維を使用することで、1000MHzの範囲まで-60dBの減衰特性を示すシールド布を作製することができた。今後、これら製品を計測用テントなどの製品に応用していく予定である。



(a) C_S と C_B はスパイラル纖維
(C_M は金属纖維)

(b) C_M のロール後の厚み t_c をパラメータ

図2 スパイラル纖維と金属纖維のシールド特性

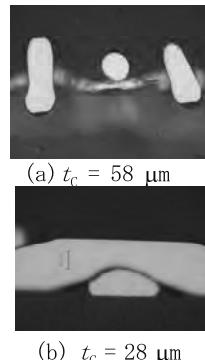
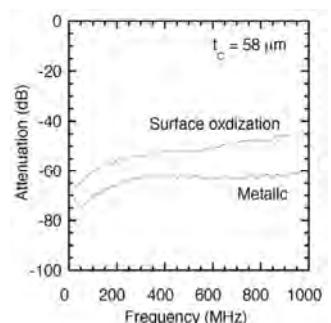


図3 金属纖維のプレス断面 図4 酸化によるシールド劣化



III 生活工学研究所

□戦略的基盤技術高度化支援事業

高密度・高伸縮性を併せ持つニッティング技術とナノテク融合による複合高機能性繊維用品の開発	69
製品科学課	金丸亮二
生産システム課	野尻智弘
中央研究所	榎本祐嗣
ケーシーアイ・ワープニット(株)、(株)今井機業場 平松産業(株)、(財)富山県新世紀産業機構(管理法人)	

□(独)科学技術振興機構(A-STEP)

褥瘡予防クッションの開発	70
製品科学課	石割伸一
(国)金沢大学	須釜淳子

□一般研究

複合化によるFRPのリサイクル技術に関する研究	73
生産システム課	水野 渡、佐伯和光
製品科学課	金丸亮二、高松周一
新高清掃(株)、丸和ケミカル(株)、富山県立大学	
ハイブリッド型スポーツ用具の開発	75
製品科学課	溝口正人、金丸亮二
生産システム課	羽柴利直
(国)金沢大学	飛田尚彦、田賀富之、米山 猛

ナノファイバーを用いた高機能繊維材料の開発	77
製品科学課	金丸亮二、溝口正人
生産システム課	野尻智弘、水野 渡
中央研究所	榎本祐嗣
(国)信州大学繊維学部	金 翼水、渡邊 圭

小型振動モータを使った褥瘡予防マットの開発	79
製品科学課	石割伸一

摩擦音測定装置の開発	81
生産システム課	羽柴利直
製品科学課	溝口正人

着心地の良い中・高年者用ファンデーションの開発	83
製品科学課	中橋美幸、金丸亮二
生産システム課	野尻智弘

ポリエチレングレードの識別に関する研究	生産システム課	佐伯和光、水野 渡	85
発汗時を考慮した高機能インナーウェアの開発研究	生産システム課	和田猛、野尻智弘	87
□調査研究			
樹脂成形における成形条件とモルフォロジーと力学的物性に関する研究	製品科学課	高松周一	89
繊維素材特性の体系的分類	生産システム課	西田公信	91
□企業との共同研究			
PCM 材料の基本性能および衣服への用途開発に関する研究	製品科学課	中橋美幸、高松周一 (株)ゴールドワインテクニカルセンター 水島 浩、坂田由美子	93
運動負荷と心拍数・最大酸素摂取量との関係に関する基礎研究	製品科学課 生産システム課 (株)ゴールドワインテクニカルセンター	中橋美幸、金丸亮二 佐伯和光 中村研二、水島 浩	95
車椅子用褥瘡予防クッションの開発	製品科学課 (株)マスオカ	石割伸一 桃井一昭	96
高弾性・高耐衝撃性フラットヤーンクロス積層体の開発	生産システム課 製品科学課 ダイヤテックス(株)	水野 渡、佐伯和光 金丸亮二 亀谷秀幸、田辺洋平、柳原孝広	98
防寒衣料に適した伸縮性素材の開発および防寒ウエアの開発	製品科学課 生産システム課 (株)ビエント	中橋美幸、金丸亮二 和田 猛 太田謙司、太田すみ	99

高密度・高伸縮性を併せ持つニッティング技術とナノテク融合による複合高機能性繊維用品の開発

製品科学課 金丸亮二 生産システム課 野尻智弘 中央研究所 榎本祐嗣

ケーシーアイ・ワープニット株式会社、株式会社今井機業場、平松産業株式会社

財団法人富山県新世紀産業機構 (管理法人)

1. 緒言

本研究は、H22年度 経済産業省戦略的基盤技術高度化支援事業による委託研究（平成22年度～24年度）である。スポーツ・アウトドア向けの衣料、あるいは屋外作業での作業衣において、“蒸れない”“動きやすい”等の快適機能を装備した衣料が求められているが、激しい運動あるいは厳しい環境時において、十分とは言えない現状である。そこで、本研究では、ニッティング技術とナノテク融合により機能性を向上させた、複合高機能性繊維用品の開発を行う。さらに、機能を阻害しない貼り合わせ技術と縫製技術の確立により、通気・透湿・防水・伸縮性という一見相反する性能を兼ね備えた、高感性・高機能性ウェアの開発を目的とする。

2. 開発概要および結果

2.1 高密度かつ伸縮性のあるテキスタイル開発

高密度かつ伸縮性のあるテキスタイルを開発するため、従来の高密度とされるサンプルを収集し、組織、糸使い、物性等の分析を行った。その結果を参考に、さらに高密度を実現する編地設計書を作成した。ニッティングは、ハイゲージトリコット機を使用することとし、それに合わせた原糸の選択及び整経作業を行った。以上により、従来のハイゲージニットに比べ 10～30%以上の高密度かつ同程度の伸縮性を有するニットを開発することができた。

2.2 ナノファイバーによる不織布の開発

エレクトロスピニング装置を用い、これまでにない高い透湿性と防水性を併せ持ち、かつ伸縮性の高いナノファイバー不織布の開発を行った。伸縮性を確保するため、樹脂はポリウレタンを使用し、紡糸は、実用的な幅（600mm 以上）と長さ（20m 以上）を確保するため、マルチノズル方式のエレクトロスピニング装置を用いた。目標とする性能を達成するため、樹脂の調合条件、エレクトロスピニング装置の設定条件、環境温湿度条件等を

振りながら、試作実験を行った。その結果、従来の透湿防水材料と比べ、高い透湿性と防水性を兼ね備えたナノファイバー不織布を開発することができた。

2.3 生地とナノファイバー不織布の貼り合わせ

前述のハイゲージニット及びナノファイバー不織布を、極力その性能を損なうことなく、かつ剥離強度の高い貼り合わせを行う技術について検討した。透湿防水性、伸縮性等の性能の低下を防ぐため、接着面積を減らし、かつ、それによる剥離強度低下を防ぐため、各種接着条件（接着剤の種類、配置方法、貼り合わせ温度等）を変更しながら実験を行い、最適接着条件について検討した。その結果、透湿性等の性能低下が低く、かつ十分な実用剥離強度を有する貼り合わせ技術を開発することができた。

2.4 貼り合わせ生地の縫製

前項で開発したニットとナノファイバー不織布の貼り合わせ生地の性能（透湿性、防水性、伸縮性等）を極力損なわず、かつ、十分な縫製部強度を有する縫製技術について検討した。手法としては、従来の縫製技術に加え、超音波融着や熱融着などによる無縫製技術を組み合わせる方法をとった。各種条件を振りながら、試験を行った結果、ほぼ目標とする性能を達成することができた。また、無縫製技術を活用することにより、縫い糸による縫い目部分の凹凸が解消され、さらに着用快適性をたかめることができた。

4. 結言

本年度は、各項目毎に研究開発を実施し、それぞれの工程において、ほぼ目標とする開発を行うことができた。今後は、全工程を通しての検証を実施するとともに、さらなる性能の向上をはかりつつウェアサンプルを作製し、最終製品としての性能向上をはかっていく。

褥瘡予防クッションの開発

製品科学課 石割 伸一 金沢大学 須釜淳子

1. 緒言

日本では人口の高齢化が進んでおり、脳溢血などの脳血管障害や、リウマチ等の骨や関節の病気で車椅子を利用する人が増えている。このほか、毎年およそ 5,000 人が交通事故などによって、脊髄損傷などの中枢神経系の障害を受けて、新たに車椅子利用者となっている。車椅子利用者には、いろいろなタイプの人達があり、必要とされる車椅子や車椅子用のクッションも多様である。しかし、共通しているのは、市販のクッションに対する褥瘡予防の性能、使いやすさ、使い心地に対して強い不満を持っていることである。たとえば、世界中で最も広く使われているLOHOクッションについては、クッションを利用する際、毎回の事前の調整を行わなければならず、この調整がまた難しい。たとえ、この調整がうまくいってもクッションに身体を十分に固定できない。そのため、座面が安定せず身体を動かしたときや、外部からの振動に対して身体が安定せず、身体が揺れてしまう。



写真1. LOHO クッション

このような欠点を克服するために、まず、樹脂粉末の混合物を袋詰めにしたクッションを考案した。このクッションは、混合物の持つ凝集性を利用して身体を支える構造のもので、通常は比較的硬く、身体をしっかりと支えることが出来る。しかし、圧力集中が起きたとき、あるいは一定時間が経過したときに、付属の圧力センサやタイマーの働きによって、振動モータでこのクッション内の混合物を加振させることができる。このクッションの内部の混合物は、この振動によって液状化して、柔らか

くなり、圧力集中を解消させることができる。これは、地震の時に起こる液状化現象をクッションに応用しようというものである。



写真2. 改良前の褥瘡予防クッション

2. クッションの抱える問題点と研究目標

これまで、このような振動による粉体等の液状化現象を利用した褥瘡（床ずれ）予防クッションを研究開発してきた。しかし、これまでのクッションは、2つの改善することが望ましい課題を抱えていた。1つ目は、クッションの中綿の比重が 1.2 度度あり、クッションを大きく厚く作ると重量が重くなることである。2つ目は、冬季などに使用する場合などでは、クッションが冷たくなる。このため、かなり厚手のカバーをつけなければ、臀部が冷える可能性がある。

これを改善するため、現在の樹脂粉末をマイクロバルーンと呼ばれる樹脂製風船（粒径が数十 μ のもの）に置き換えることを考えた。これにより、クッションの軽量化を図り、熱伝導率を低下させて臀部を冷やしにくい構造にできる。マイクロバルーンに水を混合したものを脱気させて得られた混合物も、振動させると流動化が起こることを確認している。この混合物は比重が小さくその値は 0.5 以下で、しかも熱容量および熱伝導性が小さい。このようにマイクロバルーンを樹脂粉体の代わりに利用することができれば、クッションを軽量にすることができる。クッションを軽量化できれば、マッサージ機能を持つ一般向けのクッションとしても、市場展開をすることができる。これは、一種のユニバーサルデザイン性を持った商品となる。

また、本研究は、金沢大学医学部保健学科の須釜淳子教授との共同研究を行い、この褥瘡予防クッションの除圧性能を他のクッションと比較する研究もおこなった。須釜先生は褥瘡予防用具の評価研究をされており、共同研究を行うことにより、より有用な褥瘡予防クッションの開発を目指すものである。

3. 褥瘡予防クッションの除圧性能（金沢大学との共同研究）

マイクロバルーンを従来の樹脂粉末の代わりに用いたクッションは当初の予想のとおり、過剰な流動性を持っており、上体および上体の動きを支えるための凝集力に基づく十分な‘硬さ’を持つことはできなかった。しかし、特許出願を予定しているある方式を採用すると、この欠点が改善されて、マイクロバルーンを用いた場合でも、十分上体や上体の動きを支えることが出来ることが分かった。

これにより、これまでのクッションの持っていた欠点であるクッションの重量を2.4kg（従来は、7~8kg）に減少させることができ、またクッションの冷たさも大幅に改善させることができた。このことにより、改善することが望ましい2つ課題は同時に解決することができた。

次に、この従来の欠点を克服した褥瘡予防クッションの除圧性能を他のクッションと比較する研究を行った。この研究は金沢大学と共同でおこなったもので、他のクッション（スポンジ状クッションであるリフレア、ジェルを内部に持つJAY J2クッション、ゴム製のセルを持つLOHOクッション）と除圧性能の比較を通して、褥瘡予防クッションの除圧効果を評価した。これらの比較するクッションは、世界じゅうで広く使われているものである。

4. 作製したクッションの性能の評価実験（金沢大学と共同研究）

このように新たな方式により作製したクッションとリフレア、JAY J2クッション、LOHOクッションとを、その除圧性能の観点で比較するため、金沢大学の須釜先生とともに、次のような実験を行った。

4.1 実験方法

車椅子に各クッションを敷いて、その上に圧力セン

サー・シートを敷いて、被験者に座ってもらう。40分間なるべく動かないようにして、その間の圧力変化を計測する。

4.2 実験結果

被験者は次の男女4人について、褥瘡予防クッション、リフレア、JAY J2クッション、LOHOクッションの4つについて行った。

40分間の間、座面の圧力分布を計測した。その間、同一の被験者に対して、各々のクッションを利用した時座面の圧力が32mmHg以上である面積を比較した。この32mmHgという圧力は、皮膚表面上にある毛細血管内の血圧であり、褥瘡の危険が生じる可能性のある圧力と考えられる。

表1. 被験者のデータ

被験者名	性別	体重(kg)	身長(cm)
A	女性	43	152
B	男性	72	160
C	男性	65	160
D	男性	60	165

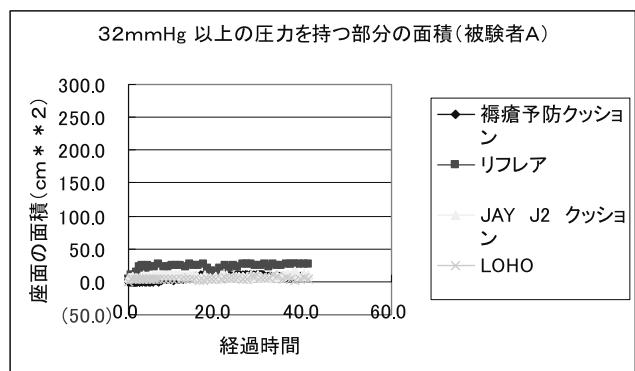


図1. 被験者Aの場合の32mmHg以上の圧力を持つ部分の面積

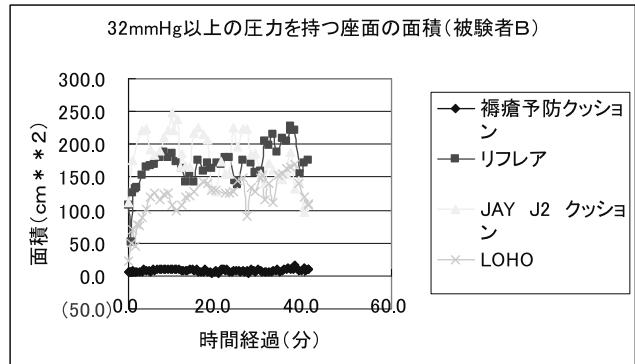


図2. 被験者Bの場合の32mmHg以上の圧力を持つ部分の面積

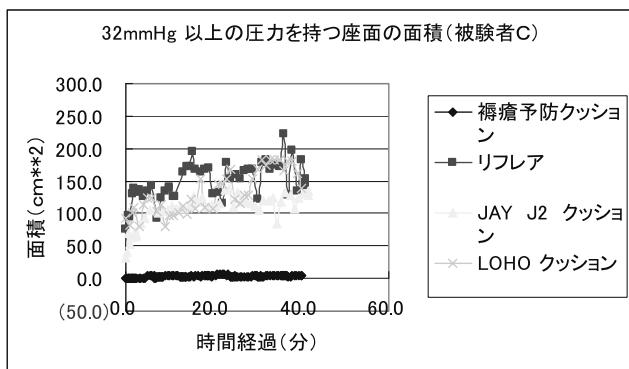


図3. 被験者Cの場合の32mmHg以上の圧力を持つ部分の面積

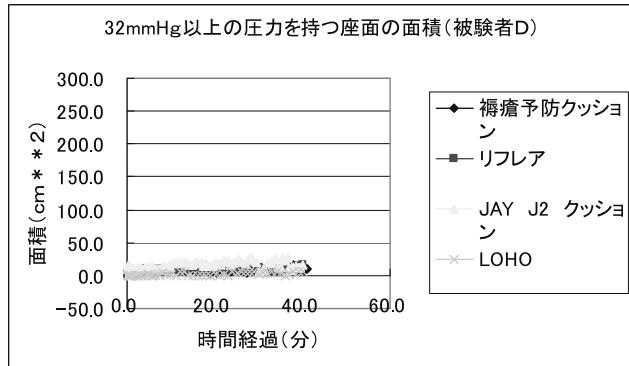


図4. 被験者Dの場合の32mmHg以上の圧力を持つ部分の面積

5. 考察

これらのデータから、褥瘡予防クッション以外の、リフレア、JAY J2 クッション、LOHO クッションについては、褥瘡に関する圧力値の一つの目安である 32 mm Hg の圧力値以上の値を持つ部分の面積は、同じクッションでも被験者毎に大きく異なっていることがわかる。この

ことが、これらの製品が事前にたくさんのアイテムの中から利用者にあったものを選ぶ必要があること、また使用前に圧力の調整が必要であることなどと符合している。この個人差は、大部分は体格差によるものと思われる。これに対して、研究開発した褥瘡予防クッションは、まったく事前の調整なしでも、4人の被験者とも 32 mm Hg 以上の値を持つ圧力分布は、他のクッションの場合と比べて同等な値か、または非常に小さい値となっている。このことは、この褥瘡予防クッションが他のクッションに比べてあまり体型体格差に関係なく、除圧性能を発揮できることを示している。

6. 結論

この研究の成果は、マイクロバルーンを用いたクッションが作製できたことである。これによりクッションの重量は少なくとも半分以下となった。加振装置を加えた重量でも、3kg 以下にすることが可能である。また、これにより熱容量と熱伝導率とが低下し‘冷え’の影響が小さくすることができた。このことを可能にしたのは、現在特許出願を予定しているある方法によるものであり、この方式が他のクッションに比べて体型体格差に依らない安定した除圧性能をもたらしているものと考えられる。今後は、この方式をさらに洗練させて多様な体型を持つ人に対しても、簡便かつ有効に除圧が出来るような仕組みを開発したい。

キーワード：褥瘡、クッション、車椅子、姿勢保持

Invention of cushion preventing from bedsore

Product Development Section; Shinichi ISHIWARI, Kanazawa Univ.; Junko SUGAMA

Our old cushion was made of mixture of resin powders and water sealed in nylon bag and vibrators equipped near the bag. Usually body pressures are supported by aggregation of mixture without vibration of vibrators. But when vibration is occurred, it liquefy mixture and make cushion to be transformable and disperse concentration of body pressures. This cushion is very unique and most suitable nature for cushion. But this cushion has two defects that are heavy and icy. This research was done for overcoming those difficulties.

New idea makes it possible to use a micro-capsule named ‘micro-balloon’ as trademark in stead of powders of polyvinyl chloride. It also makes our cushion to be lighter and less icy than before cushion. By co-research with Prof. Junko SUGAMA, it turned out that our new cushion has a good capacity of dispersion of concentration of pressure between body and cushion by comparison and verification of three cushions, Refrair, Jay J2 cushion, and the LOHO cushion.

複合化によるFRPのリサイクル技術に関する研究 —リサイクル材料を利用した舗装方法の開発Ⅱ—

生産システム課 水野 渡、佐伯 和光 製品科学課 金丸 亮二、高松 周一^{*1}

新高清掃株式会社、丸和ケミカル株式会社、富山県立大学

1. 緒言

新高清掃(株)と丸和ケミカル(株)はプラスチック系廃棄物を利用した人工碎石から製造した透水性インターロッキングブロックと、高吸水性樹脂を用いた保水ユニットを組み合わせることにより、透水性と保水性を兼ね備えた舗装方法開発した^{1), 2)}。この工法は、一体型コンクリート製床ユニットに保水ユニットを収納し、その上を透水性インターロッキングブロックで舗装するもので、夏場には10°C程度表面温度が低くなり、特別な装置や打ち水を必要とせずヒートアイランド対策として有効であることがわかった。しかし、コンクリート製床ユニットは新規開発となりコストを高める要因となるので、各種床ユニットを用いた試作品を作製し、実際に設置した場合の効果について評価をおこなった。さらにその結果を基に、既存のコンクリート製品を床ユニットに転用した試作品を開発し、生活工学研究所の人工気象室において性能を評価した。

2. 実験方法

2.1 使用材料

各種床ユニットを用いた試作品の設置に使用した材料は、新高清掃(株)が開発した透水性インターロッキングブロックと、丸和ケミカル(株)がこの舗装方法用に開発した保水材を使用し、表1に示す組み合わせの試作品を用意した。既存のコンクリート製品を床ユニットに転用した試作品には、透水性インターロッキングブロックと床ユニットとして石黒産業(株)製の壁面用ブロックを並べて使用した(図1)。

表1 各種床ユニットを用いた試作品と温度計測位置

番号	計測場所	備考
1	一体型コンクリート製新床ユニット(新ユニット)	透水性インターロッキングブロックの表面と裏面の2点を測定
2	保水材をプラスチックパレットに組み込んだユニット(プラスチックパレット)	透水性インターロッキングブロックの表面と裏面の2点を測定
3	保水材を再生プラスチックパレットに組み込んだユニット(再生パレット)	透水性インターロッキングブロックの表面と裏面の2点を測定
4	保水材をH鋼に組み込んだユニット(H鋼)	透水性インターロッキングブロック表面を測定
5	土表面	センサ深さ20mm
6	アスファルト表面	生活工学研究所駐車場
7	気温	センサ高さ300mm



図1 コンクリート製品を床ユニットに転用した試作品(左: 試験時、中央: スポンジ、右: 保水材とブロック)

2.2 試験および測定方法

各種床ユニットを用いた試作品の評価は、生活工学研究所の北側敷地に各試作品を敷設し、表1の状態で温度計測を行った。計測期間は、平成22年10月1日～平成22年10月10日である。既存のコンクリート製品を床ユニットに転用した試作品の評価は、人工気象室を真夏を想定した温度35°C・湿度40%RHの設定とすることを基本として測定した。この際、比較試料として非透水性インターロッキングブロックを同時に測定した。

3. 実験結果および考察

図2に各種床ユニットを用いた試作品を屋外設置した場合の10月2日の温度計測結果を示した。最高温度を示す13時付近の温度を見ると、高いものから、再生パレット(48°C)、プラパレット(47°C)、アスファルト(45°C)、新ユニット(42°C)、H鋼(42°C)、土表面(26°C)、気温(34°C)となった。図3にユニットの表面と裏面の温度の状態を示した。裏面の温度は14時30分前後で最高となり、表面の温度が裏面に伝導するための時間が必要なものと考えられた。裏面の温度は、再生パレット(44°C)、プラパレット(40°C)、新ユニット(34°C)となり、表面の温度の順と同様の傾向を示した。温度上昇前の朝の裏面温度は再生パレットが最も低いことから、再生パレットは、環境の影響を受けやすく日中「ヤケ込む」ことにより温度が上昇するものと考えられる。これは再生パレットでは、上面と下面を樹脂が覆い水分移動用の穴を開

*1 現 企画情報課

けて対応しているが、上面部分のプラスチックにより熱と水分の移動が妨げられることが要因と考えられる。また、プラパレットでは水分の保水性を向上させるためにユニット内の空隙を多孔質砂で埋めているが、この砂が断熱状態を作り水分の蒸散による冷却以上の温度上昇となるものと考えられる。このことから、ユニットを設計する際には、蒸散作用を促すための表面への水分の補給構造と表面部分の熱を逃がす構造が必要であることがわかった。

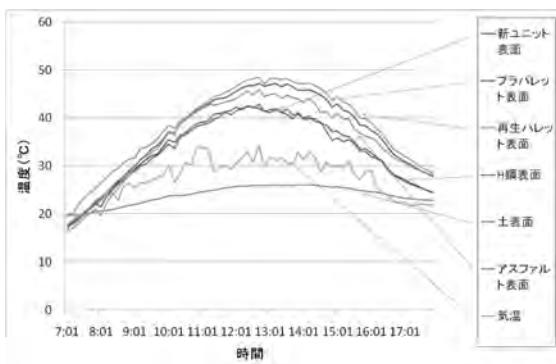


図2 10月2日の各試作品の温度計測結果

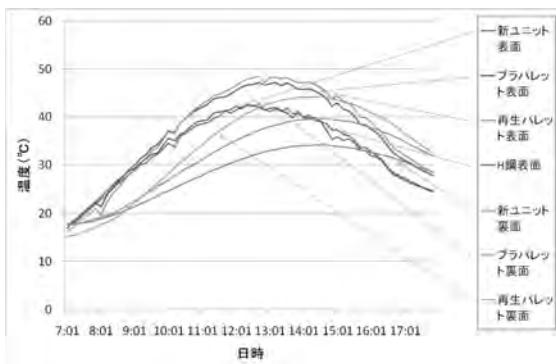


図3 10月2日の各試作品の表面と裏面温度の比較

既存のコンクリート製品を床ユニットに転用した試作品の人工気象室実験では、図4に示すように、表面温度は日射により急激に上昇するが、試作品の場合は非透水性インターロッキングブロックの場合に比べ日射後3時間で温度が6°C程度低くなった。打ち水前では、試作品は39°C、非透水性インターロッキングブロックでは45°Cとなった。打ち水後、表面

キーワード：リサイクル、熱可塑性樹脂、FRP、透水性インターロッキングブロック、保水材

Study on the recycling technology of fiber reinforced plastics by compounding - The development of paving by the recycling materials II -

Production Technology Section; Wataru MIZUNO Kazumitsu SAEKI Product Development Section; Ryoji KANAMARU and Shuichi TAKAMATSU

The paving that the water keep material was combined with the water permeability inter-locking block which made of waste plastics was developed. When a day shoots, the surface temperature of this paving was lowered in comparison with the asphalt paving and the non-water permeability inter-locking block. The depression effect of surface temperature occurs due to the movement of water and the heat conduction.

温度は大きく低下するが、非透水性インターロッキングブロックではその後打ち水から1時間以上経過し表面が乾燥すると温度の上昇が起きた。試作品は温度上昇の程度は非透水性インターロッキングブロックの場合に比べ小さく、打ち水後2.5時間で7.1°Cの温度差が生じた。このことから、既存製品を応用して比較的安価な製品を開発できる目処が立った。

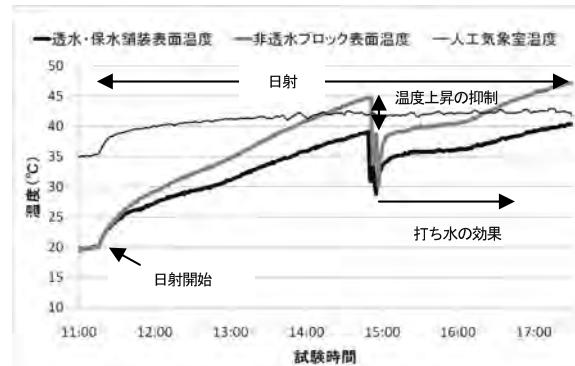


図4 各ブロックの表面温度の変化（人工気象室）

4. 結言

各種床ユニットを用いた屋外設置実験では、一体型コンクリート製床ユニットとH鋼を床ユニットに用いた場合に効果が見られ、ブロック表面への水分の補給構造と表面部分の熱を逃がす構造が必要であることがわかった。

既存のコンクリート製品を床ユニットに転用した実験から、既存製品を応用して比較的安価な製品を開発できることがわかった。

「参考文献」

- 1) 水野ほか: 富山県工業技術センター研究報告, No.23(2009), 84-85.
- 2) 水野ほか: 富山県工業技術センター研究報告, No.24(2010), 86.

「謝辞」

この研究の一部は、財団法人産業廃棄物処理事業振興財團 平成21年度産業廃棄物処理助成事業として実施しました。関係各位に深く感謝いたします。

ハイブリッド型スポーツ用具の開発

製品科学課 溝口正人, 金丸亮二 生産システム課 羽柴利直*

金沢大学 飛田尚彦, 田賀富之, 米山猛

1. 緒 言

ボールを打撃するスポーツ競技では、攻撃的なプレーだけでなくレシーブやパスなどの守備的動作を伴う種目があり、これらの用具には打撃特性に加えて操作性やボールコントロール性などの機能が求められる。

本研究では、攻守両面の用途を併せ持つ打撃用具を取り上げ、多機能な性能を有する用具開発を目的とする。本報では、フィールドホッケーのスティックを対象用具として、現状の用具物性や特徴を調べるとともに、振動特性や打撃試験による反発性能の結果から、機能向上を目指した設計の改善について検討した。

2. ホッケースティック

2-1 フィールドホッケー

競技では、1チーム11名の選手(うちゴールキーパー1名)がスティックでボールを操作して相手ゴールへの得点を競う。試合中には、ドリブル、パス、レシーブ、ショートなどの多彩な動作を伴い、選手には複雑かつ急激に変化する状況に的確に対応するためのスティック操作技能が要求されることから、スティック性能はパフォーマンスを左右する重要な要素となる。

2-2 スティックの概要

スティックの外観を図1に示す。主な用具規則として、重さが737g以下、厚みと幅が51mm以下、材質は金属以外であることなどが規定されている。長さに制限はないが、一般的には92~95mmが多用されている。

このようなスティックを使用して、重さと大きさが野球の硬式球とほぼ同じ樹脂製のボールを操作する。



Fig.1 Hockey stick

2-3 スティックの課題

これまでのスティックは伝統的・経験的な手法で設計されており、他の種目の用具に比べて科学的根拠に乏しいうえ、性能を示す数値データなどの情報が非常に少ないとから、競技者は主観的な感覚に頼って用具仕様を選択している。国内のホッケー人口は数万人といわれており、学童から社会人チームまでの幅広い競技層に対応した仕様の設定や、選択指標の最適化が望まれる。このためには、まず現状の用具仕様を精査することで問題点や改善点を把握する必要がある。

*現 機械電子研究所

3. スティック物性の調査

3-1 測定方法

現在市販されているスティックの中から、材質やタイプ別に分けた8本を抽出して試験に供した。各スティックの特徴を表す物性値として、質量、重心位置、慣性モーメント、打撃中心および振動特性を調べた。

慣性モーメントは振り子法による周期時間から求め、打撃中心は質量や重心位置から算出した。振動特性は、インパルスハンマ法により一次から三次までの各モードにおける伝達関数を30mmピッチで解析した¹⁾。

3-2 物性の測定結果と考察

各スティックの主な仕様と測定結果を表1に示す。

Table 1 Specification and properties of sample sticks

Stick No.	Material	Mass (g)	Length (mm)	Center of mass (mm)	Moment of inertia (kg·m ²)	Center of Impact (mm)	Profile	Type
1	FRP	522	927	564	0.197	235	Straight	Dribbler
2	FRP	558	927	593	0.238	182	Curved	Dribbler
3	FRP	570	927	594	0.238	203	Straight	Standard
4	FRP	523	927	550	0.192	233	Straight	Standard
5	FRP	559	927	552	0.217	191	Straight	Power hitter
6	FRP	544	927	563	0.220	174	Curved	Power hitter
7	Wood	705	927	567	0.287	177	Straight	Power hitter
8	Wood	561	927	550	0.217	190	Curved	Dribbler

3-2-1 慣性モーメント

表1より、グリップエンド周りの慣性モーメントは、0.192~0.287kg·m²であり、野球バットやゴルフクラブと同等かやや小さい値であった。近年は操作性を重視してやや小さくなる傾向がみられるが、ボール反発には不利となるため、適切な値を考慮する必要がある。

3-2-2 打撃中心

打撃中心とは、ボール打撃時にスティックの並進運動と回転運動が相殺されグリップ部への力学的な負荷が最小になる点であり、ボールの操作性と関連が深い。

表1より、ヘッド先端から174~235mmのシャフト部に位置しているが、実際にはこの部位での打撃はかなり困難であり、競技者の多くは先端部で打撃するためにボール反力の負荷を受けている。今後は、打撃中心位置をより先端部に近づけるための設計が望まれる。

3-2-3 振動特性

ホッケースティックは野球バットに比べて厚さが小さいため、打撃時には大きな振動が生じる。振動特性の測定結果の一例として、スティックNo.2のモード形状を図2に示す。打撃感触に関与する一次モードの節は先端から160mm付近にあり、この近傍で打撃すると振動が抑制され打感や反発に優れるが、打撃中心と同様に競技者にとって打撃が困難な部位であることから、振動抑制のため曲げ剛性などに改善の余地がある。

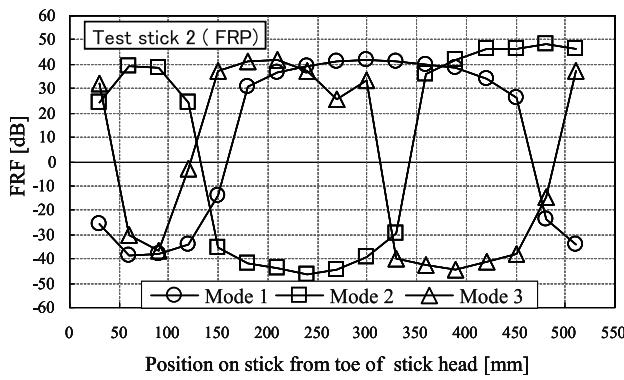


Fig.2 Mode shape of stick (No.2)

4. ボール打撃試験

4-1 実験方法

スティックの各部で打撃した際に、ボール初速度が最大になる位置(最大打撃点)を実験的に特定するとともに、打撃中心や振動特性との関係を検証するため、ゴルフ用スイングロボットによる打撃試験を行った。

打撃点はヘッド先端から180mmの位置を点0として、そこから両方向に30mmピッチでヘッド方向に4点、グリップ方向に4点の計9点とした。ヘッド先端速度を20m/sに設定し、各打撃点でのボール初速度をレーザ型センサにより測定した。概要を図3に示す。

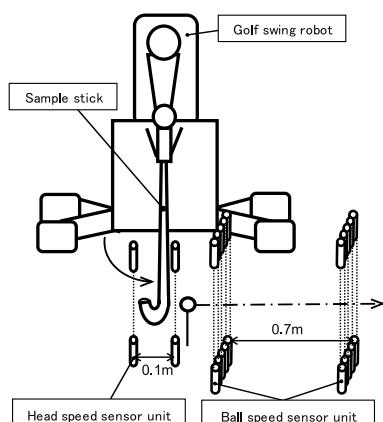


Fig.3 Experimental setup of robot hitting test

4-2 打撃試験結果

打撃結果の一例として、スティックNo.2の各点における

キーワード：スポーツ用具、フィールドホッケー、スティック、振動特性、打撃特性、

Hitting performance of field hockey sticks

Masato MIZOGUCHI, Ryoji KANAMARU, Toshinao HASHIBA
Naohiko TOBITA, Tomiyuki TAGA and Takeshi YONEYAMA

The purpose of this study is to investigate the hitting performance of the field hockey sticks. In this report, the basic physical properties such as moment of inertia, center of impact, bending stiffness, stiffness distribution and vibration property were measured in eight selected hockey sticks. Then, hitting test was carried out by using the golf swing robot in order to investigate the maximum hitting point which has close relationship to performance in shooting and passing actions. As a result, some basic and remarkable data of the stick properties were obtained as follows. (1) The moment of inertia and the center of impact depended on mass and center of mass. (2) The node of the first mode was around 160mm from the toe of the stick head. (3) In the robot test, the ball speed increased at the point of around 180mm than at the head where most players usually hit the ball.

るボール初速度の分布を図4に示す。ボール初速度は打撃点0の付近で最も大きくなる傾向がみられるが、これは打撃中心や振動の節とほぼ同じような位置であり、他のスティックでも概ね打撃点-1から1の間で極大値をとる傾向がみられた。

このような結果を一流選手は既に経験的に把握しており、攻撃時には最大打撃点で打つために低く屈んだ姿勢をとっている。しかしながら、身体負担が大きくケガの危険も伴ううえに競技の流れにも影響することから、安全性を考慮しながらプレーのパフォーマンスを高めるためにも、反発性が高いエリアをよりヘッド側に移行するような性能の改善が望まれる。

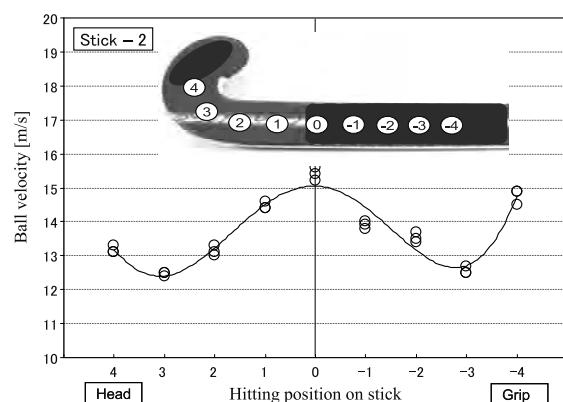


Fig.4 Ball velocity in each hitting position on stick

5. まとめ

攻守両面の性能が要求されるスポーツ用具の開発を目的として、フィールドホッケーを対象に市販のスティック物性や打撃特性を実験的に調べた。その結果、打撃性能やボール操作性からみた最適な打撃点はヘッドから離れたシャフト部分に位置しており、改善の余地があることがわかった。このため、3D-CADによる設計と解析を行いながら性能向上を図るために仕様を検討しており、この設計をもとに木製のスティックを試作してその物性と打撃特性の検証に着手している。

「参考文献」

- (1) 飛田他, 日本機械学会, スポーツ工学シンポジウム2010講演論文集, No. 10-53.

ナノファイバーを用いた高機能纖維材料の開発

製品科学課 金丸亮二、溝口正人 生産システム課 野尻智弘、水野渡

中央研究所 榎本祐嗣 信州大学纖維学部 金翼水 渡邊圭

1. 緒言

富山県ものづくり研究開発センターに設置された、エレクトロスピニング装置は、幅 600mm のナノファイバー不織布を連続的かつ安定的に製造できる。これにより、エレクトロスピニング方式によるナノファイバーの用途展開を大幅に広げることが可能となり、纖維業界を始め、様々な業界で各種製品への展開が期待されている。しかしながら、ナノファイバー化できる条件範囲はシングルノズル機と比べてかなり狭く、紡糸条件、樹脂の調合条件、環境条件などを正確に把握し、設定する必要がある。そこで、本年度は、ナノファイバー化できる各種条件を把握するとともに、高い透湿防水機能を付与する方策を探った。

2. 装置の概要および特徴

富山県ものづくり研究開発センターに導入したエレクトロスピニング装置の外観を、図 1 に示す。



図 1. エレクトロスピニング装置の外観

エレクトロスピニング装置の主な仕様は以下のとおり。
不織布最大幅 : 600mm
不織布最大長 : 連続式 20m 以上可能
纖 維 径 : 100~1000nm
生 産 速 度 : 5~100mm/min
加工可能樹脂 : 溶剤等に溶解可能な樹脂
(装置の特徴)
ノズル百数十本を要することにより、広幅長尺のナノ

ファイバー不織布を、高い精度で製造することができる。製造したナノファイバー不織布は、透湿防水性、高摩擦性、ワイピング性、抗菌性など、様々な機能を有しており、応用製品として、フィルター、透湿防水衣服、ワイピングクロス、各種医療素材等、様々な用途展開が期待されている。

3 ナノファイバー紡糸可能条件

導入したマルチノズル方式のエレクトロスピニング装置は、前項で述べたような特徴がある反面、ナノファイバー化できる条件は狭く、樹脂同士が融着してフィルム状になったり、あるいは纖維がナノサイズ化できなかつたりといった欠陥を生じる。そこで、ポリウレタン樹脂を用いて、ナノファイバー化する条件を、装置設定、樹脂、環境の各項目毎に探った。

3.1 装置設定条件

装置は、樹脂溶液を入れておくタンク部、ナノファイバーを離型紙に向けて噴出するノズル部、不織布化したナノファイバーを巻き取る巻き取り部に大別される。タンク部とノズル部はパーツに分解されており、まずは、このパーツを着実に組み上げて、セッティングする必要がある。主なセッティング作業手順は以下のとおり。

- ・タンク部容器の組み上げ、バルブパーツの組み上げ
- ・ノズルバーの組み上げ、ノズルピンの取り付け
- ・ノズルバーのバー受けへの取り付け
- ・タンク部とノズルバーをつなぐチューブの取り付け
- ・離型紙の巻き取り部へのセット

セッティング終了後、ナノファイバーの紡糸が可能となる。これまでの試作実験から、ナノファイバー化できる装置条件の目安は以下のとおり。

- ・付加電圧 : 25~40kV
- ・ノズルターゲット間距離 : 75mm 程度
- ・巻き取り速度 : 5~50mm/min

なお、不織布の製造終了後は、反対の手順でパーツ毎に分解するとともに、各パーツを確実に洗浄しておかなければなりません。

いと、安定したナノファイバーは製造できない。

3.2 樹脂溶液条件

ポリウレタン樹脂の場合、DMF（ジメチルホルムアミド）が溶液を作成するまでの基本溶剤となるが、DMF単体ではナノファイバー化できないことが多い。そこで、MEK（メチルエチルケトン）、トルエン、メタノール等を適宜ブレンドして溶液を作成する。安定したナノファイバー化には、確実に攪拌しムラがないことが重要である。必要に応じ、樹脂の乾燥や、攪拌時の加温等も行う。ナノファイバー化できる樹脂溶液条件の目安は以下のとおり。

- ・溶剤混合比：DMF、MEK使用 混合比 1:1 程度
- ・溶液の樹脂成分比率：10～17%
- ・樹脂溶液粘度：概ね 1,000MPa·s 以下

3.3 環境条件

安定したナノファイバーを得るためにには、温湿度の設定が重要である。ナノファイバー化できても、温湿度の変化により、纖維径や目付等にバラツキを生じるため、安定していることが最も重要である。ナノファイバー化できる温湿度条件の目安は、以下のとおり。

- ・環境温湿度条件：温度 20°C 前後 湿度 35～50%RH

4. 透湿防水シートの作製

前項で示した紡糸条件の目安は、ナノファイバー化を保証するものではないが、全ての条件が揃っていれば、ナノファイバー化できる可能性が高いことを示す。これらの条件を踏まえ、高い透湿防水効果を持つナノファイバー不織布の作製を目的に、さらに細かいセッティング

をした結果、表 1 に示す性能を有するサンプルを作成することができた。図 2 に、その電子顕微鏡写真を示す。

表 1 透湿防水性ナノファイバー不織布の性能

	測定値
目付	14.0g/m ²
厚さ	37 μm
通気度	0.4cc/cm ² /s
耐水圧	13,000mmH2O
纖維径	平均 300nm 程度

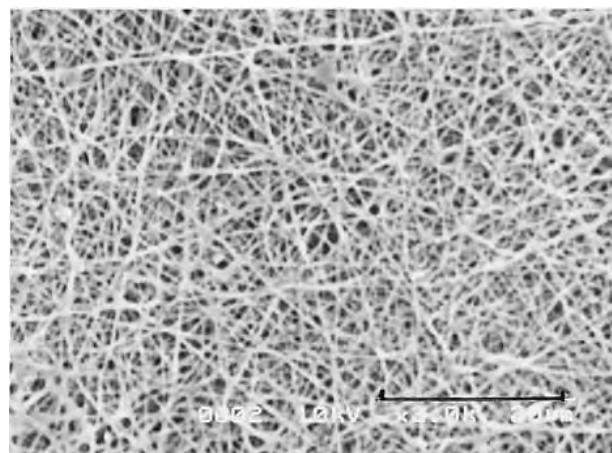


図 2 透湿防水性ナノファイバー不織布の電子顕微鏡写真

5. 結言

導入したエレクトロスピニング装置の、セッティングや紡糸条件をある程度把握するとともに、高い透湿防水性を有する不織布を試作することができた。今後はさらに、様々な機能を持つナノファイバー不織布の開発をはかっていく。

キーワード：ナノファイバー、エレクトロスピニング、透湿防水

Development of Highly Functional Textile Materials Using the Nanofiber

Ryoji KANAMARU, Masato MIZOGUCHI, Toshihiro NOJIRI, Wataru MIZUNO and Yuji ENOMOTO

Ick-Soo KIM and Kei WATANABE (Shinshu University)

We considered a nanofiber nonwoven fabric manufacturing process by electrospinning equipment of a multi-nozzle system. As a result, it was possible to find the condition that fiber can be made a nano scale. And more, we could apply its condition and develop a nanofiber nonwoven fabric with the high moisture penetration waterproof performance.

小型振動モータを使った褥瘡予防マットの開発

製品科学課 石割伸一

1. 緒言

脊髄損傷者、下肢が不自由な高齢者は、日常生活をおく上で車椅子を利用することが多い。ベッドから車椅子への移乗には、自らの力のみで出来る人もいるが、介助者が必要な場合も多い。日常生活には、このような車椅子利用者および介助者に大きい負担をかけるものであり、この負担の軽減のために、現在ベッド及び車椅子には、移乗を容易にするためにベッドと車椅子の高さを近づけるなどの数々の工夫がされた製品が開発されている。しかし、移乗を行うときには、臀部に局所的に剪断応力を中心とした圧力集中が起きやすく、これが原因でおきる褥瘡が発生しやすい。このための配慮が必要である。しかし、これら製品には褥瘡に対する配慮が十分でないことが多くの車椅子ユーザから強く指摘されている。

そこで、本研究では、この移乗時に生じる圧力を検知する圧力センサと振動板に設置した小型振動モータを多数ならべた平面状の振動装置をもつ褥瘡予防マットを作製し、これらの困難を解決しようと考えた。

2. 試作品の概要

2.1 使用材料

一辺が 25mm の正方形のポリエチル樹脂板に振動モータを固定し、同形のポリエチル樹脂板にタクトスイッチを用いた圧力センサを取りつけた。これら 2 つの樹脂板を数ミリの間隔あけてネジと樹脂性ワッシャーを用いて固定して一つの素子を作製した。この部品の内部にあけた数ミリの間隔の間に振動モータに電力を送るための電線と圧力スイッチのための電線をそれぞれ 2 本ずつ通して、これらの素子どうしを電気的に接続した。さらに、身体に直接触れる部分の上面にスポンジゴムを張り付けた。

また、これとは別にこの素子から、振動モータ回路を取り除いた圧力センサ機能のみを持つ素子も作製した。

これらの 2 種類の素子を、それぞれ 72 個ずつ作製し、縦横の方向に交互に並べ、電気的に接続して 12 行 12 列の圧力センサ機能を持つ加振装置を作成した。



図 1. 裏面から見た振動装置

裏面は、樹脂粉末が入っている袋と接する側である。中央部に圧力センサとそれから出ている配線が出ている。配線は、樹脂板の内側に配置されている。



図 2. 表面から見た振動装置

表面は人が座る面である。

上部の振動板に小型振動モータを埋め込み、さらにその上にスポンジゴムを張り付けている。

2.2 試作品の性能と問題点

この加振装置は、およそ一辺が 40 cm の正方形の形状をしたシート状のものとなった。

この振動板により、 $30 \mu\text{m}$ の粒径を持つ塩化ビニル粉末と水との混合物約 5 kg を封入した袋の上に置いて、加振したところ袋内の混合物が流動化した。また、実際の車椅子にこのクッションを設置し、圧力センサが体圧を感じて起動することを確認した。しかし、これを起動させるときに要する電圧は、6.0 ボルトであるが、その電流

は、5～6Aになった。この条件では、電力量が30～36ワットとなり、以前の製作していた振動板の消費電力量が5～6ワットであるのに対して著しく高い消費電力となっている。このため、現在このままの状態では製品化は難しいと考えている。

3. 結言

現在、世界各国で利用されている車椅子用のクッションに、通称LOHOクッションがある。本研究開発は、LOHOクッションよりも優れたクッションを創ることを究極の目標としている。LOHOクッションは広く使われているが、その構造がゴム製エアセルを用いているため、クッション使用前の圧力調整が難しいという欠点がある。また、横揺れなどに対して身体を安定的に支える機能が低く、身体や車椅子の揺れを感じて船酔いに似た感覚を訴える利用者も多い。

これに対して、本褥瘡予防クッションは、水に濡れた粒子の固体のような結合力と加振することにより生じる液状化現象を利用して、クッションに固体の持つ安定性と液体のもつ除圧性の両方を持つものである。このため、加振して流動化させることだけで、いつでも圧力の調整が可能である。また、流動化させていない状態では、クッション内部が個体であるため、LOHOクッションのような‘揺れ’がおこることが少ないと利点がある。

本研究は、この様な長所のあるクッションをより一層実用化に近付けるために、近年世界中で急速に普及している携帯電話に搭載されている振動モータを使って、褥瘡予防マットを作製できないかという着想に基づくものである。携帯電話に搭載されている小型振動モータは世界的には非常に巨大な市場を形成しており、性能および

価格面での競争が激しい。このため、このタイプの振動モータは、1個10円程度のコストで調達できる見込みで、この研究が実用化すれば、この部品を使用して、このマットの振動装置部分を非常に安価に作製することができる。このことは、車椅子用のクッションで競合すると考えられるLOHOクッションや、JAY J2クッションなどの高価な製品に対して、価格面でも対抗できることを意味する。

しかし、実際に試作してみるとこのような小型振動モータをたくさん使って同じ振動効果を得るためにには、かなり大きな電力が必要であることが分かった。このため、塩化ビニル樹脂粉末を水と混合して袋詰めしたものをクッションとする現在の方式では、製品化は難しいと考えられる。

しかし、このことは、これまで研究してきた比較的単純な袋に塩化ビニル粉末と水との混合物を封入しただけの場合に振動による流動化が起こしにくいだけで、例えば、塩化ビニル粉末の代わりにマイクロバルーンなどを用い、さらに現在研究中で特許出願予定のある方法を用いた場合は、あまり大きな振動エネルギーが必要でない可能性があり、これは今後の研究課題である。このため必ずしもこの方法が全く駄目であるとはいえない。別の形で復活してくる可能性もあると考えている。

「謝辞」

終わりに、本研究推進にあたり数多くのご助言をいただきました、金沢大学の須釜教授に深く感謝致します。

キーワード：車椅子 褥瘡 クッション 流動化

A wheelchair cushion preventing from being pressure ulcer by using small vibration motors

Product Development Section; Shinichi ISHIWARI

In transferring from a bed to a wheelchair, a patient would often be suffered a pressure ulcer because a shearing stress occurred at a boundary between a hip and a cushion. Our wheelchair cushion is equipped with 144 of pressure sensors, and could sense a shearing stress. If a sensor sense a shearing stress, it makes 72 of small motors vibrate mixtures of resin powders ($30\text{ }\mu\text{m}$ particle of polyvinyl chloride) and water in bag of cushion. The many small motors are bounded plainly and located upper side of cushion. The many small motors could vibrate the mixtures, and liquefy it. The liquefaction of the mixture surely decreases a shearing stress. In working these motors, the electric power are needed about 30～36watt. A next problem is diminution of this electric power.

摩擦音測定装置の開発(2)

生産システム課
製品科学課

羽柴 利直*
溝口 正人

1. 緒言

近年、寝室における寝巻きやシーツ等の生地の摩擦音、スポーツ動作時のウェアの摩擦音、喪服の摩擦音など、静かな環境における衣服の摩擦音が気になるという消費者の声を受けて、各繊維関連メーカーは、布帛の摩擦音の評価と低減対策に取り組んでいる。

布帛の摩擦音は比較的小さな音であるため、無響室のような静謐性の高い環境において測定する必要があり、測定時には摩擦音以外の音を測定に支障がない程度に抑制しなければならない。このため、従来は布帛を手で引いたり、布帛に取り付けたおもりを落下させて引いたりして摩擦する手法により摩擦音を測定していた。しかしこれらの方法では、摩擦音以外の音はほとんど発生しないものの、摩擦速度が一定にならないことや布帛の摩擦抵抗により摩擦速度が変わることが原因で測定値が大きくばらつくという問題があった。また、短時間に発生する音の非定常音解析を行う場合、定量的な評価が難しいという問題もあった。消費者への商品説明として、より説得力のある測定データを得るために、布帛の摩擦音を一定時間、安定的に持続させる方法による評価が必要である。

そこで、本研究では、定常音として定量的な測定が可能な摩擦音を発生させる装置を設計、試作したが、特に摩擦速度が大きくなると、装置の動作音が大きくなり、摩擦音の測定が困難であった。このため、装置設計の改良により、装置の動作音の低騒音化に取り組んだ。また、その性能評価のため、空運転時の動作音および布帛の摩擦音を測定して、装置の動作音が布帛の摩擦音の測定に及ぼす影響について検討した。

2. 実験方法

2. 1 装置設計の改良

これまでに試作した装置は、布帛を摩擦させる機構をもつ摩擦部、摩擦部を回転させる駆動部、発生した摩擦音を測定する測定部で構成される。このうち、装置の動作音の主な発生源は駆動部であり、この部分で発生した音が、摩擦音の測定に特に大きな影響を及ぼすところから、駆動部の低騒音化に取り組んだ。

駆動部の動力源としては、布帛の摩擦抵抗に対して安定的な回転運動をさせるために、ある程度のトルクと回転速度を確保する必要がある。このため、出力 40W のモーターと減速比 15 の減速機構を採用していたが、この構成では、モーターと減速機構の動作音が大きく、特に、摩擦速度が大きいときに、これらの部分から発生する騒音により、摩擦音の測定は困難であった。また、装置の摩擦部での摩擦速度は最大で約 1,000mm/sec であったが、歩行動作やランニング動作での布帛の摩擦を再現するには、1,000～2,500mm/sec 程度の摩擦速度を安定的に得ることが必要である。そこで、騒音源となっている減速機構を外し、これによるトルクの減少を補うため、出力 60W のモーターを採用することとした。これにより、減速機構から発生する騒音をなくすとともに、1,000～3,000mm/sec 程度の摩擦速度を安定的に得ることが可能になった。

駆動部のモーターから発生する騒音については、騒音源の直接的な対策は困難であるため、厚さ 1.5mm の金属板により、モーターを覆う遮音機構を採用して、このモーターの周囲に放射される騒音を抑制した。

また、駆動部で発生する動作音が摩擦音の測定に及ぼす影響を抑制するために、シャフトを延長することにより、駆動部を摩擦部および測定部から離した。

2. 2 装置の試作

改良設計により試作した装置の概要を図 1 に示す。

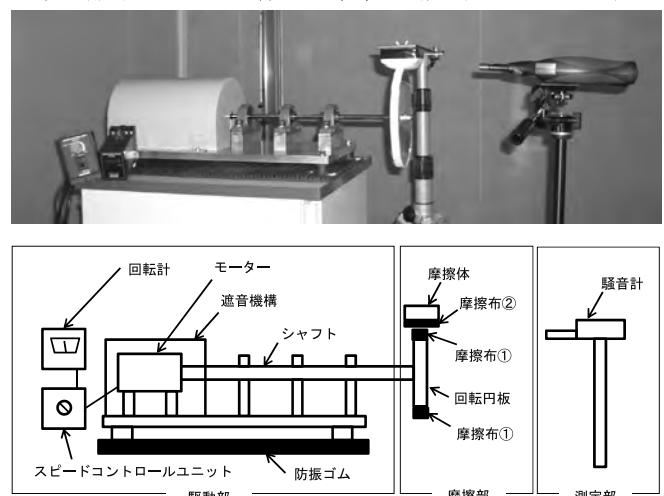


図 1 試作した摩擦音測定装置

*現 機械電子研究所

2. 3 装置の性能評価

試作した装置について、装置の動作音が布帛の摩擦音の測定に与える影響を調査するため、空運転時の動作音および綿布を摩擦したときの（装置の動作音を含む）摩擦音の音圧レベルを測定した。摩擦する綿布には、JIS L 1094（織物および編物の帶電性試験方法）に用いる綿摩擦布を用いた。測定条件には、摩擦速度がおよそ 1,000（モーターの下限速度）～3,000mm/sec の範囲で、摩擦部から測定部のマイクロホンまでの距離（測定距離）として 150mm, 300mm, 500mm の 3 条件を設定した。

3. 結果及び考察

装置の空運転時の動作音および綿布摩擦時に発生する音の音圧レベルの測定結果を図 2 に示す。

改良された装置の空運転時の動作音は、装置の低騒音化により、いずれの測定距離においても 42dB[A]以下となり、摩擦速度が大きくなても、改良前の装置のような動作音の急激な増大は見られなかった。

また、装置の空運転時の動作音と綿布摩擦時に発生する音の音圧レベルの差は、改良前の装置では、摩擦速度が小さく、測定距離が短い、限られた条件の場合にだけ大きな差が見られたが、改良後の装置では、いずれの測定距離、摩擦速度においても、およそ 13～18dB[A]の差があり、摩擦速度による摩擦音の音質の違いの分析、比較が可能になった。測定距離が大きい条件でも摩擦音を測定できることから、摩擦時における発生しやすい素材の評価において、測定部のマイクロホンを摩擦部から離して測定することも可能になった。

これらのことから、装置の大幅な低騒音化により、幅広い摩擦速度において、様々な組み合わせの布帛の摩擦音の測定が可能になったと言える。

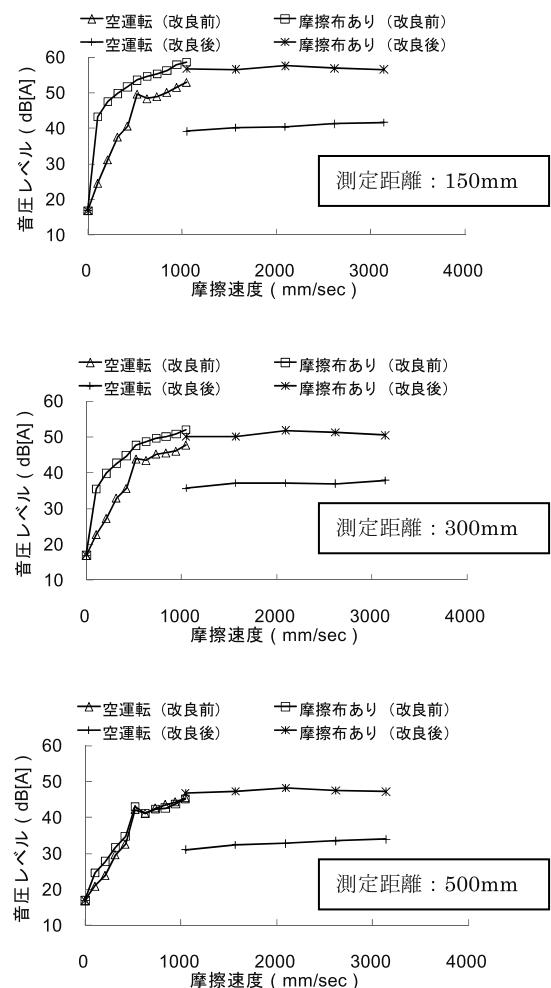


図 2 音圧レベル測定結果

4. まとめ

これまでに試作した布帛の摩擦音測定装置の設計を改良し、装置の低騒音化を実現した。この装置により、様々な布帛の組み合わせについて、摩擦音を幅広い摩擦速度で測定することが可能になった。

キーワード：摩擦音、布帛、音圧レベル、摩擦速度、動作音

Study on the fricative sound of cloth(2)

Production Technology Section ; Toshinao HASHIBA

Product Development Section ; Masato MIZOGUCHI

The aim of this study is to estimate the fricative sound of cloth. The apparatus which makes the constant fricative sound of cloth was improved in order to record the sound for analysis. The apparatus can rub the cloths continuously and steadily at speed from 1,000 to 3,000 mm/sec. As a result of the measurement of the sound, the noise of the apparatus was under 42dB[A] and it became possible to measure the fricative sound of cloth for analysis effectively.

着心地の良い中・高年者用ファンデーションの開発

製品科学課 中橋美幸, 金丸亮二 生産システム課 野尻智弘

1. 緒言

女性は、ボディラインを美しく整える目的でファンデーションを着用している。それらは、高弾性糸を用いたパワーストレッチ素材から構成されるものが多くみられ、身体を圧迫する衣服圧により目的性能を満たしている。しかしながら、高すぎる衣服圧は、女性の生理・心理に大きな影響を及ぼす。また、女性の生理・心理については、加齢とともに変化することが予測され、このことも考慮してファンデーションを設計することが必要である。

本研究では、ファンデーションの一つであるブラジャーを取り上げ、体型・体質や感覚の変化、身体機能の低下などを伴う中・高年齢層の女性が心身ともに快適に着用できるファンデーションを開発することを目的として行った。前年度までの研究結果に基づいて着用快適性を考慮したブラジャーを試作し、それらを着用したときの衣服圧分布と身体寸法変化、シルエット満足感について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 被験者

被験者として、年齢 40 歳代～70 歳代までの健康な女性 8 名を用いた。今回用いた被験者は、アンダーバストが 70cm～95cm、カップサイズが A カップ～D カップであり、できるだけ幅広い体型をもつ女性を対象とした。

2.2 試料および実験方法

前年度までの研究結果に基づいて試作したノンワイヤータイプのブラジャー（試料 T）、市販のシニア用でノンワイヤータイプのもの（試料 G）、被験者が日常着用しているブラジャー（試料 M）の計 3 種を試料として実験を行った。被験者は、実験室において適合サイズのブラジャーを着用し、姿見をみてシルエットに関する主観評価を行った。その後、日常の動きを想定した動作を行い、各動作時における衣服圧を測定した。測定動作は、座位一座位深呼吸一座位前傾一座位一立位一立位深呼吸一立位前傾一立位一立位両手挙手とした。衣服圧の測定には、衣服圧測定装置（株AMI 製）を用い、生地部分には直径 20 mm の円型センサ、テープ部分には T 型センサを用いた。

また、3 次元身体計測装置 ”クーゼット”（北陸エステアール（協）製）を用いて、3 種のブラジャー着用時と非着用時の身体の形状・寸法を立位で計測した。

2.3 シルエットの主観評価

Q1「ボリューム感がアップしたか」、Q2「トップ位置が高くなったか」、Q3「バストが内向きになったか」、Q4「脇がすっきりしたか」、Q5「背中がすっきりしたか」、Q6「全体的な満足感は得られたか」について、「全くそう思わない」を 1 点、「非常にそう思う」を 5 点として 5 段階評価で被験者に評価させた。

3. 実験結果および考察

3.1 衣服圧

立位時の衣服圧について、測定部位ごとに被験者平均を図 1 に示す。生地部分の a, f に比べて、それ以外のテープ部分では衣服圧が高い傾向がみられ、特に、ストラップの g では試料 G, M で約 3kPa と最も衣服圧が高かった。ストラップ g における試料 T の衣服圧は、試料 G, M の約 1/2 であり、それ以外のテープ部分においても 1.5kPa 以下と全体的に衣服圧が低いことがわかった。

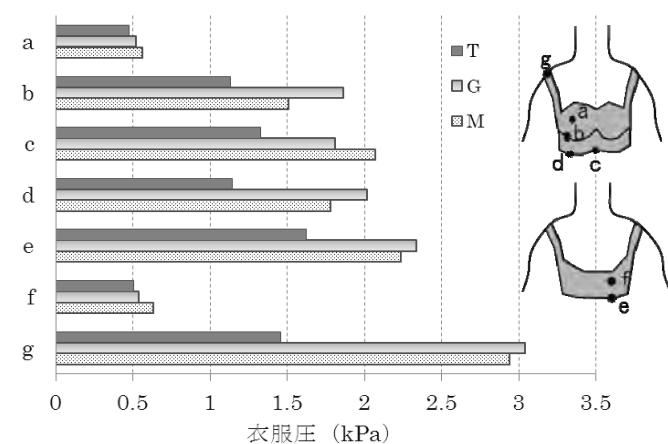


図 1 衣服圧分布（立位）

3.2 ブラジャー着用による身体寸法の変化

図 2 に、ブラジャー着用時のトップバストおよびアンダーバストの高さ (TB-H, UB-H)、各周径寸法 (TB-L, UB-L) について、非着用時からの変化量を示す。どの試料においても、ブラジャー着用によりトップバスト高さが 3～4 cm 高くなり、周径寸法が 3～4 cm 増加する傾向が

みられ、すなわち、試作ブラジャーTにおいても、市販品G, Mと同様に「寄せてあげて整えて」という補正効果をもつことがわかった。

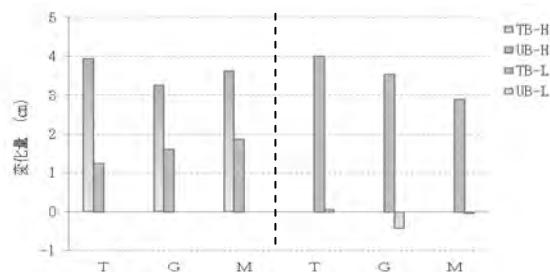


図2 ブラジャー着用によるトップバストおよびアンダーバストの高さ・周径寸法の変化

3.3 ブラジャー着用によるシルエット評価

図3に、ブラジャー着用時における3次元計測による背のボディラインの一例を示す。市販のブラジャーG, M着用時の脇・背のラインは、食い込みによる段差ができるのにに対して、試作ブラジャーTを着用した場合では、脇・背のラインに段差がなくすっきりして見えることがわかった。このことは、試作ブラジャーTがG, Mに比べて衣服圧が全体的に、特にテープ部分で低く抑えられていることと、被服面積が大きく設計されていることによるものと推察された。主観評価においても、試作ブラジャーT着用時の脇・背のすっきり感がG, Mに比べて

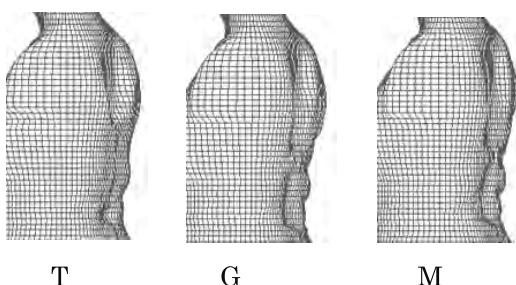


図3 背のボディライン（一例）

有意に高く評価され、このことが全体的な満足感や好みにもつながったのではないかと推察された（図4）。

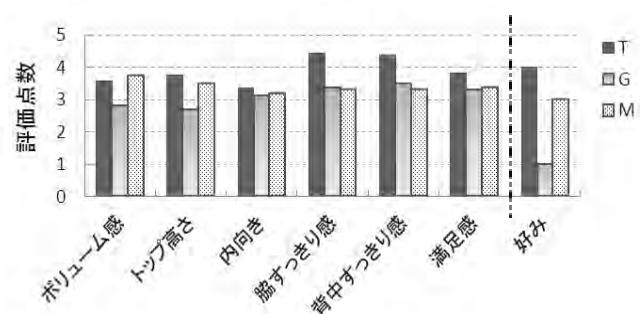


図4 シルエットの主観評価

4. 結言

体型・体质や感覚の変化、身体機能の低下などを伴う中・高年齢層の女性が心身ともに快適に着用できることを目指して試作したブラジャーの着用快適性について、市販品の場合と比較検討した。その結果、試作ブラジャーの衣服圧は、市販品に比べて全体的に低く、特に、局所的に圧が高くなるテープ部分においても1.5kPa以下と低いことがわかった。このことが、脇・背のシルエットラインをすっきりさせ、主観評価においても満足感が高く評価されることがわかった。また、試作ブラジャーは、全体的に衣服圧が低いにも関わらず、バストの補正効果は市販品と同程度であることがわかった。

「謝辞」

終わりに、本研究推進にあたり、実験試料の設計および提供、また、3次元身体計測装置”クーゼット”による計測とご指導をいただいた北陸エステアール協同組合の小林希弥様、寺西由樹江様に深く感謝致します。

キーワード：ブラジャー、中高年女性、衣服圧、3次元計測装置

Development of Comfortable Women's Foundation Garments

Product Development Section; Miyuki NAKAHASHI, Ryoji KANAMARU

Production Technology Section; Toshihiro NOJIRI

To obtain fundamental data for designing comfortable women's foundation garments, we analyzed brasserie factors that affect subjective feeling (compressive feeling, comfort and silhouette-satisfaction) and three dimensional measurements in terms of material, design, size and clothing pressure. Eight women were employed as subjects.

ポリエチレングレードの識別に関する研究

生産システム課 佐伯 和光、水野 渡

1. 緒言

プラスチックは国内は年間 1500 万トン以上生産されているが、近年では環境問題からそのリサイクルが必須の課題となっている。プラスチックのリサイクルにおいては、プラスチックを種類によって分別するだけではなく、再生品の特性を向上させるために、同一種類のプラスチックでも、その特性すなわちグレードによって分別する事も要求されている。なぜなら、再生品はそのグレードによって価格が大きく異なるからである。

ポリエチレンはプラスチックの中で最も汎用的であり、優れた基本物性を有しているため、極めて広範囲に渡って利用されている。しかしながら、ポリエチレンは用途によって異なる特性が要求されるために、高密度ポリエチレン(HDPE)、低密度ポリエチレン(LDPE)、直鎖状低密度ポリエチレン(LLDPE)などのグレードの製品が製造されている。そのため、リサイクルを推進するためにはポリエチレンをグレードごとに識別する技術が非常に重要である。

そこで本研究では、リサイクルに最も適した分析方法であるとされている近赤外スペクトル測定法を用いて、そのスペクトルからポリエチレンの 3 種類のグレードを簡易かつ迅速に識別する方法についての検討を行った。

2. 実験方法

2. 1 使用材料

試料は市販のポリエチレン 30 種類(HDPE: 12, LDPE: 11, LLDPE: 7)を使用した。近赤外スペクトル測定にはオプト技研製の Plascan を用い、1.1~2.2 μm 領域のスペクトルを測定した。

2. 2 スペクトルの前処理

- ① スペクトルデータをそろえるために、波長 1.1~2.2 μm 領域の 1200 点の実測スペクトルデータについて、最小値を 0、最大値を 1 となるように規格化。
- ② スペクトル内のノイズを除去するため、1200 点の規格化スペクトルを 10 点毎に平均をとり、120 点

のデータを作成。

- ③ ピークの先鋭化及びベースライン補正のために、120 点のデータを用いて 2 次微分スペクトルの計算を行い、絶対値の最大値が 1 となるように再度規格化。

3. 実験結果および考察

3. 1 スペクトルの特徴抽出

測定した全スペクトルに対して、分散統計処理を行った。その結果を図 1 に示す。図より 1.1~1.2 μm 、1.6~1.8 μm 付近のスペクトルが大きく変動していることが分かる。このことからこの波長範囲の近赤外スペクトルがポリエチレンの 3 種類のグレードの識別に大きく影響を与えると推測される。

3. 2 スペクトルの特徴抽出

上記で得られたスペクトルをニューラルネットワークで学習し、モデリングを作成した後、未知試料に対してポリエチレンのグレードの識別テストを行った。モデリングは 3 種類作成し、1 つのモデリングで 1 つのグレードのみを識別する手法を用いた。この手法によりグレードがブレンドされた材料の識別も可能となる。

その結果、全 30 種類のポリエチレンのグレードについてすべて的中し、100%の識別率となった。

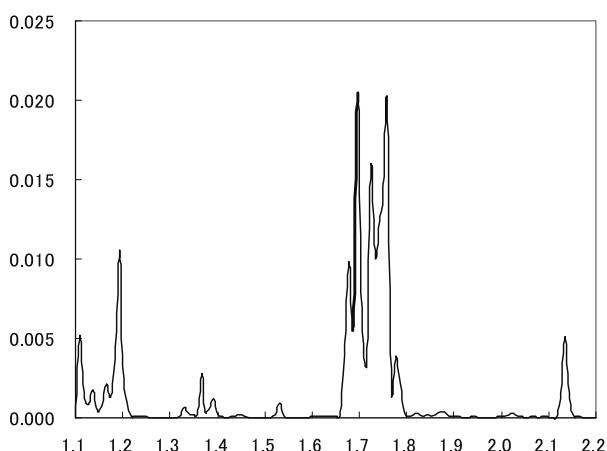


図 1 ポリエチレンの近赤外スペクトルの分散結果

次にポリエチレンの近赤外スペクトルのうちで、グレードの識別に最も影響を与える波長の解析を行った。モーデリングへ入力する近赤外スペクトルは0~1に規格化されている。そのため、ある波長の入力値を強制的に0~1へ変化させた場合、出力結果にどのように影響を与えるかを調べた。

図2にHDPEの識別に有効な波長の抽出結果を示す。図より1.70μmでは入力値を-1~1へ変化させると、出力値は0~1へと大きく変化しているのが分かる。そのため、この波長はHDPEの識別に大きく影響していると考えられる。一方波長1.72μmでは、入力値を変化させても、出力にはほとんど影響を与えていないのがよく分かる。そのため、この波長はHDPEの出力にはあまり影響をあたえないと考えられる。以上より、HDPEでは1.70, 1.71, 1.74, 1.75μmの4点のみの測定で識別可能である。

LDPE及びLLDPEについても同様の解析を行ったところ、表1に示す波長がポリエチレンのグレードの識別に有効であることが分かった。表より、近赤外スペクトルの波長範囲1.6~1.8μmの間で最小6点のピークのみを測定すれば、近赤外スペクトルとニューラルネットワーク解析を組み合わせてポリエチレンのグレードが識別可能であることが分かった。

4.まとめ

本研究では、近赤外スペクトルからポリエチレンの3

種類のグレードを識別する方法を検討したところ以下の知見を得た。

- ① 近赤外スペクトルからポリエチレンの3種類のグレードは識別可能である。
- ② 近赤外スペクトルの1.6~1.8μmの波長範囲で最小6点のピークの測定のみでポリエチレンのグレードの識別が可能である。

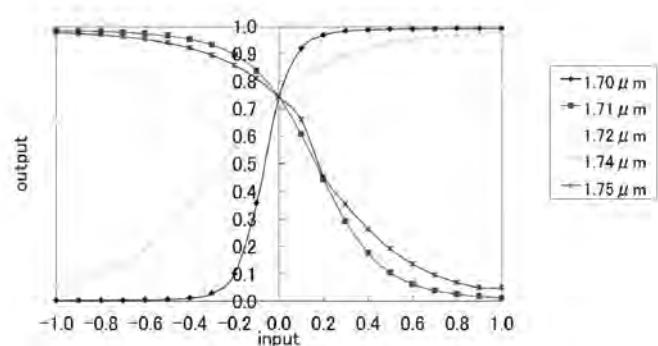


図2 HDPEの識別に有効なピーク

表1 ポリエチレンの識別に有効なピーク

	ピーク数	波長(μm)
HDPE	4	1.70, 1.71, 1.74, 1.75
LDPE	4	1.70, 1.71, 1.74, 1.75
LLDPE	6	1.69, 1.70, 1.71, 1.74, 1.75, 1.77

キーワード：ポリエチレン、グレード、識別、近赤外スペクトル

Discriminatin of polyethylene grades by near-infrared spectroscopy

Product Technology Section, Kazumitsu SAEKI, Wataru MIZUNO

In plastic recycling, it is required not only to discriminate among all types of plastics, but also to discriminate among all grades. For this purpose, a rapid and intact method has been developed for discriminating polyethylene grades by a near-infrared reflection spectra measurement. The near-infrared spectra in the 1.1-2.2 μm wavelength region was measured five times for each sample of 12 kinds of high-density polyethylene, 11 kinds of low-density polyethylene and 7 kinds of linear low-density polyethylene; a total of 150 spectra were obtained. Although only a small number of spectral data were used for training, a leave-one-out test of a neural-network analysis revealed an overall performance of 100% to discriminate high, low and linear low-density polyethylene samples. It is possible to discriminate of polyethylene grades only at six points of near-infrared spectra peaks.

発汗時を考慮した高機能インナーウエアの開発研究

生産システム課 和田猛 野尻智弘

1. 緒言

近年、生活全般にわたり省エネやエコ等への関心が高まっている。震災後は節電も含め更にその必要性・重要性が増している。このことは衣服においても同様である。例えば、発汗を伴うような蒸し暑い状況下でも地球環境に優しく、またヒトにも優しい快適な繊維製品の開発が強く求められている。

ゆとり量が大きく開口部が広い衣服を着用して、身体を動作させた場合、衣服の動搖による換気作用で衣服内の温度湿度が改善されることが、前年までの実験でわかった。

しかしその場合、発汗による皮膚表面の不快感が大きな問題となった。その原因は、ゆとり量の大きい衣服では、生地と体表面との接触面積が小さくなるため、生地の吸汗性能が妨げられるからであった。

そこで、吸汗性のインナーウエアと組合せ着用することで、問題を解決できるのではないかと考えた。

本研究では、身体にフィットして発汗時にもサラリとした着心地、通気性能にも優れ、身体の動作を妨げない高機能インナーウエアの開発を目的に試作を行った。また、ゆとり量の大きなアウターウエアと、試作インナーウエアとを組合せ着用させ、その効果について機能性能の評価・検討を行った。

2. 実験

(1) 試作インナーウエアの素材と加工について

前年、吸汗性と肌触り感等を考慮し、素材にはシャリ感のある麻の紡績糸を使用した。しかし、麻は伸縮性が小さいため、熱加工で収縮する特殊フィラメント糸と合わせ伸縮性能を付与した。また、ウエアとしてのフィット感を良くするために、横編みニット生地(天竺編)に編成し、裁断、縫製、収縮加工の工程で試作を行った。10Gと14Gの2種類を試作したが、10Gのものは肌がかなり透けてしまい、着用にはやや不向きと考え、本年は14G試作品のAを着用させた。

(2) 着用実験のウエアについて

比較評価の基準には、吸汗性・速乾性をうたったスポーツ用インナー市販品のBを選定した。素材は機能性ポリエステル100%である。

アウターはゆとり量の大きな上着とズボンとした。上着は前面ファスナー、七部丈筒袖、ラウンド型衿。ズボンは腰ゴムと紐で絞め、股上を深くした。また、ズボンにはスリットを設け、上着と肩の間にスペーサーを併用した。

アウターの織物材料は、富山県内企業が開発した織物で、ポリエステル糸を嵩高に撚糸、高密度、吸水性付与加工、凹凸表面のものである。

肩スペーサーは、県内生産の厚さ約1cmのダブルラッセル編地、表裏面とも約1cmの蜂巣状の編目、表裏面の繋ぎ糸はモノフィラメント糸を用いている。

写真1にインナーウエアA、Bを示す。写真2にアウター、スペーサーを示す。



写真1 インナーウエア
左(A) 右(B)

写真2 アウターと
スペーサー

(3) インナー、アウターの素材物性について

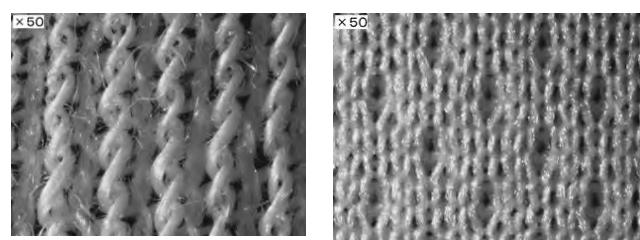
発汗時には、インナー素材の通気性能、吸水率等が重要となる。吸水率ではBに比較しAは約1/2程度と小さいが、Aは本実験の発汗量ではサラリとした肌触り感を保った。通気度はAとBでは、ほぼ同程度。アウターの通気度は小さいため、揺動による衣服内の換気効果が期待できる。保温率ではAがBの約2倍と高かった。

生地素材の主な物性測定結果を表1に示す。

また、AおよびBの生地表面の状態を写真3に示す。

表1 インナーA・B、アウターの素材物性

	組織	目付 g/m ²	通気度 cm ³ /cm ² /S	吸水率% ラーブ法	保温率% サーモボル
A	14G 横編	186	240.0	117	34.5
B	丸編二重	129	221.7	254	18.0
アウター	二重織	290	18.0	200	36.1



A (14G横編試作品)
B (市販品)
写真3 生地表面の拡大写真 (×50倍)

(4) 着用実験について

インナーA、Bを評価するため、アウターと組合せて被験者6名による着用試験を行った。

表2に示す実験プロトコルにより、温度25°C・湿度50%RHの環境および温度30°C・湿度60%RHの環境で軽度の運動を行ったときの心拍数の変化、1拍動毎の血圧変化などの生体情報および衣服内の温度・湿度の変化を計測した。実験中には着用感等のヒアリングも行った。なお、運動は足踏み運動とし、腕を左右に大きく振る動作を併せて行った。

<計測機器>

- ・1拍動毎の血圧：連続血圧測定装置（ケアンドエス社製）
- ・衣服内温度湿度：上半身 3 点（パイオニアセンサ）
- ・心拍数：キヤノンテック社製（解析ソフト：カルテックス）

<温湿度センサの取付け位置>

- ①胸部（みぞおち） ②脇部 ③背部

<被験者>

健康な女性6名

年齢：42～62歳（平均 54.8歳）

身長：151.0～162.5cm（平均 157.6cm）

体重：48.4～70.0kg（平均 59.7kg）

表2 実験プロトコル

温度 25°C 湿度 50%RH	健康チェック センサ取付け	20min
	椅座 安静	5 min
	立位 安静	5 min
	足踏み運動	5 min
	立位 安静	5 min
	椅座 安静	5 min
	実験室の移動	5 min
温度 30°C 湿度 60%RH	椅座 安静	5 min
	立位 安静	5 min
	足踏み運動	5 min
	立位 安静	5 min
	椅座 安静	5 min
温度 25°C 湿度 50%RH	実験室の移動	5 min
	椅座 安静	5 min
	健康チェック	10min

3. 結果と考察

(1) 衣服内の温度湿度変化について

脇部 湿度変化

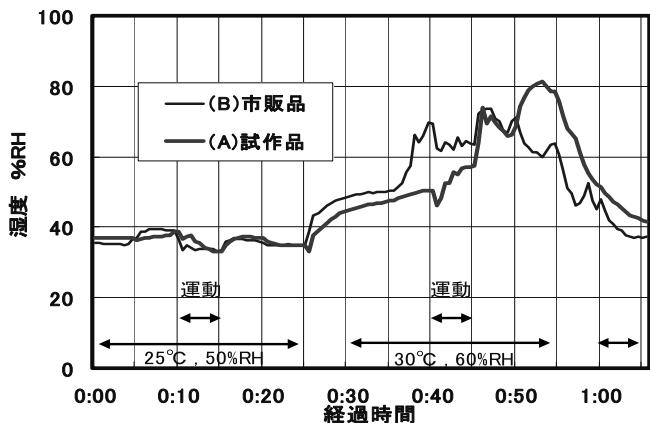


図1 A, Bの衣服内の温度変化

キーワード：発汗、インナーウエア、衣服内気候、着用感

Development research into inner high performance wear that considers perspiring

Production Technology Section Takeshi WADA, Toshihiro NOJIRI

We made the inner wear that had high performance for trial purposes. We combined, dressed those clothes to six female testees, and experimented. We conducted the experiment in two kinds of environments of (25°C・50%RH) (30°C・60%RH). As a result, it has been understood that the inner wear is effective for the improvement of the temperature humidity in clothes.

実験結果により、衣服内(皮膚表面)の温度湿度変化と着用感の関連性について検討を行った。

皮膚表面とインナーウエア間の温度湿度については、胸部・脇部・背部ともに後半の運動まではA、Bほぼ同程度であった。しかし、後半の運動以降ではA試作はB吸汗速乾ウエア市販品(機能性ポリエステル素材)よりも、温度・湿度ともやや高くなる特性を示した。

脇部 温度変化

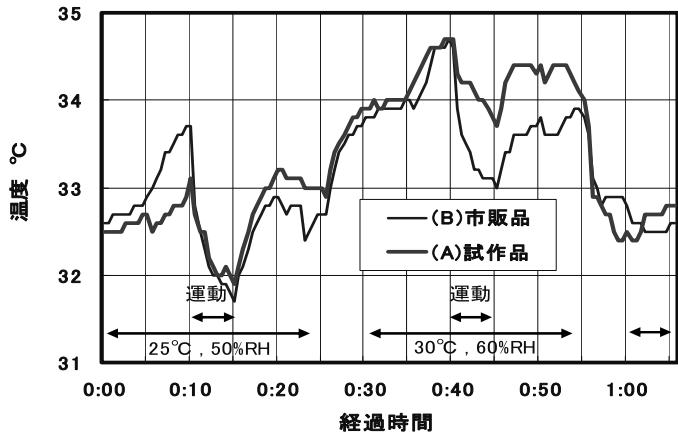


図2 A, Bの衣服内の湿度変化

(2) 衣服内温度湿度の個人差と着用感について

衣服内の温度湿度変化、発汗しやすい部位、発汗量等に個人差がみられた。しかし、インナーの着用感に関する官能評価ではBよりもAを良いと評価した被験者が多かった。

これは、インナーウエア生地の伸縮性の違いによる圧迫感からの着心地、素材の肌触り感、着丈長等のデザインの相違などに起因するものと考えられる。

4. まとめ

本研究のような、被験者による衣服の着用実験では、個人による差異が非常に大きく影響する。運動等による体温の上昇反応の違い、発汗のタイミングと発汗量、衣服内の温度湿度変化データが被験者そのものの個性を現している。

着用感、快適感という主観的な評価は勿論のこと、体温変化や発汗等の生理反応にも、個人による差異が大きく現れる。

被験者による着用実験、温度湿度の測定、生理反応の測定等も勿論重要ではあるが、より客観的な測定および評価方法が必要と思われる。

今後は、発汗マネキン等による客観的な衣服評価と、現実のヒトによる評価との関連付けが重要な課題であると思われる。

樹脂成形における成形条件とモルフォロジーと力学的物性に関する研究

製品科学課

高松周一*

1. 緒言

高分子材料の物性は、高分子材料の微細構造（モルフォロジー）に大きく依存すため、高分子材料のモルフォロジー観察は、物性を解析・研究する上で重要な解析手法となっている。

高分子材料のモルフォロジー観察は、透過電子顕微鏡（TEM）観察により行うが、電子染色剤（四酸化オスミウム $\text{OsO}_4^{1,2)}$ 、四酸化ルテニウム $\text{RuO}_4^{3,4})$ 等）によって電子密度を高め、超薄切片を調製することで、TEM 観察を行うのが一般的手法である。

本報では、代表的な非晶性樹脂を用い、成形条件が成型品のモルフォロジーにどの様な影響を与えるかを検討した。

2. 実験

2. 1 試料

試料は、標準及び透明グレードのアクリロニトリル-ブタジエン-スチレン(ABS)樹脂である。

2. 2 成形

樹脂成形は、ソディック社製スクリュープリプレンジャー式射出成形機 TR-150S を用い、保圧圧力を 10 及び 50MPa にて、長さ 200mm、幅 40mm、厚さ 2mm の試料を成形した

2. 3 包埋、電子染色

厚さ 2mm に成形されたシートの表層部、中心部、及びその中間部から樹脂充填方向に対し垂直方向に糸状に樹脂を切り出し、オスミウム酸 4% 水溶液の気相中において、60°C、3 時間染色した。

この試料をエポキシ樹脂包埋後、トリミング、面出しを行った。面出した薄切面に対して、オスミウム酸 4% 水溶液の気相中において、60°C、3 時間、次いで、 RuO_4 水溶液の気相中において、60°C、3 時間染色を行った。

2. 4 透過電子顕微鏡(TEM)試料作製

Reichert 社製 ULTRACUT UCT ミクロトームでダイヤモンドナイフを使用し、室温にて上記エポキシ樹脂包埋試料を厚さ 50nm 以下の超薄切片に切り出した。この切片を、カーボン膜の張られた TEM 観察用銅グリッド上に捕集し、TEM 観察用試料とした。

3. 結果と考察

図 1 は、低保圧成形した平板成形品の中心部から得られた TEM 像である。

オスミウムは不飽和ポリマー（ブタジエン:PB）を染色し、またルテニウムは選択的にラメラの非晶部を染色するために、TEM 像内では ABS 樹脂の PB 粒子、非晶部が黒く観察される。

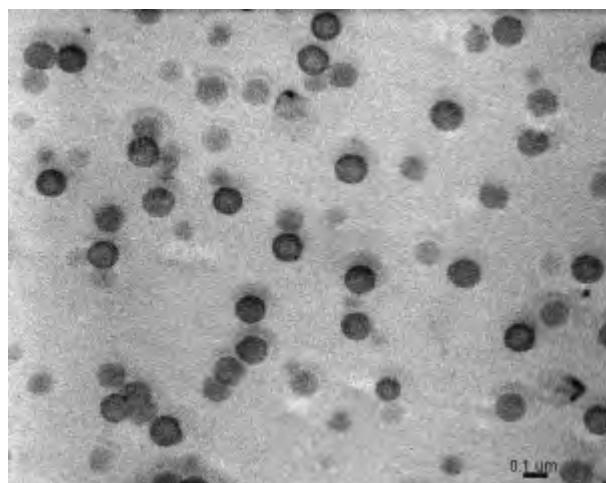


図 1 ABS 樹脂の TEM 像（中心部/低保圧）

PB 粒子は、平均粒径約 100nm で、かつ、ほぼ真円状で均一に分散しているのが確認できる。

図 2 は、高保圧成形した平板成形品の中心部から得られた TEM 像である。図 1 の TEM 像と比較して、PB 粒子が若干変形した状態で分散しているのが確認できる。

*現 企画管理部

TEM観察試料としたABS樹脂は、射出成形により成形されていることから、低保圧の場合、充填方向へのPB粒子の変形が起こることなく分散・固化し、高保圧の場合は、TEM像から充填方向は判断できないものの、保圧により充填方向への変形が起こったためと推察する。

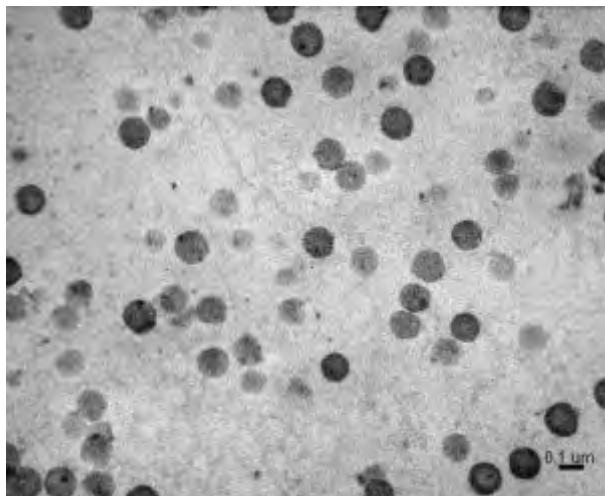


図2 ABS樹脂のTEM像（中心部／高保圧）

しかしながら、樹脂充填時にPB粒子が変形する剪断力を受けるものの、PB粒子が配向するまでの剪断力は受けていないと判断できる。

また、高保圧による分散粒子の平均粒径の低下が確認できなかったことは、今後の検討課題である。

図3は、低保圧成形した透明グレードABS樹脂平板成形品の中心部から得られたTEM像である。

PB粒子が確認されるものの、標準グレードのABS樹脂に比して粒径も小さいことと、粒子中に

アクリロニトリル、スチレンを含むためか、TEM像としては低コントラスト像の様に観察される。

これは、透明性を持たせるために添加された成分によるものと推察される。

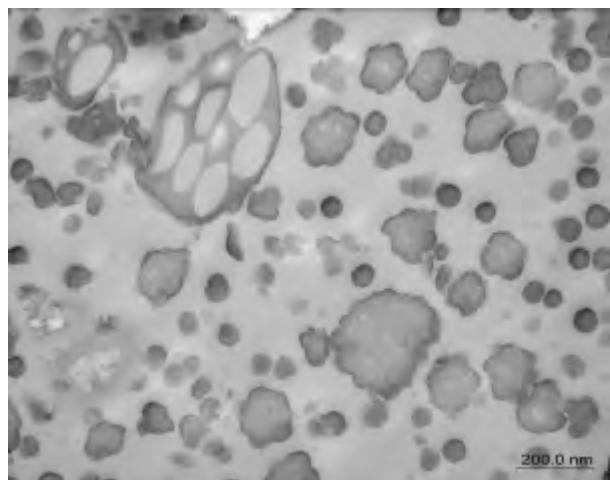


図3 透明グレードABS樹脂のTEM像
(中心部／高保圧)

謝辞

本研究の推進にあたり樹脂成形にご協力頂いた、三光合成株式会社 技術本部（当時）亀田隆夫氏に御礼申し上げます。

参考文献

- 1) E.H.Andrews and J.M.Stubbs, *J.R.Microsc. Soc.*, **82**, 221(1964)
- 2) K.Kato, *Polym. Eng. Sci.*, **7**, 38(1967)
- 3) J.S.Trent, J.I.Scheinbeim, and P.R.Couchman, *Macromolecules*, **16**, 589(1983)
- 4) J.S.Trent, *Macromolecules*, **17**, 2930(1984)

キーワード：モルフォロジー、TEM、電子染色、超薄切片法

Effect of Resin Molding Condition on Morphology and Properties of ABS

Shuichi TAKAMATSU

In order to investigate the effect of resin molding condition on morphology, TEM observations were made. As a result, it was clearly that the shape of the PB particles differed in the difference of packing pressure. It was also noted that TEM image contrast of transparent resin was low, and that the particle size was small compared to standard resin.

繊維素材特性の体系的分類

生産システム課 西田公信

1. 緒言

当地は、以前ほどではないにしても繊維産業が数多く集積している。合成繊維だけでなく絹や綿等の天然繊維素材も多く扱っている。しかし繊維技術や知識を持った人材が減少傾向にあることは否定できず、新しい人材育成のための手法が求められているところである。近年は、データベース用ソフトウェアの発展もめざましく、画像と文字情報を一体化したデータベースの構築も可能となってきている。

その技術を応用し、今回は各種の繊維素材の物理的、化学的特性を測定、観察し、それを体系的にまとめることにより、企業への指導業務（クレーム、混入、事故原因等）や人材育成に活用できる基礎的な資料とすることを意図した。

2. 方法

2. 1 データベースソフト

目的に合うデータベース条件として、画像と文字情報の一体化は当然として、検索やデータ追加、修正の容易性、およびレイアウト修正の容易性と他のデータベースとの連携のし易さとし、いくつかのソフトウェアから

FileMaker Pro11 (FileMaker 社)

を選択した。

2. 2 試料

今後の展開を考え、多くの素材から、糸、不織布、織物、編物、製品など収集した。

2. 3 測定観察項目

各試料の特性にあわせ、下記機器を使用した。

デジタルマイクロスコープ

電子顕微鏡

赤外分光光度計

分光光度計

非破壊試験機

万能試験機

各種（汗、洗濯、摩擦等）堅牢度測定機

3. 結果と考察

3. 1 収集試料

今回は基礎的なデータベース作成としたため、基本的なものについては、なるべく多くの素材を、各種の試験を行うに十分な大きさで取得するようしたが、特殊なものは小さめなものもある。

収集試料は、14 素材、60 種類で、混紡、交織、交縫品も含んでいる。また重複試料は除外した。

この中には、マイクロファイバー製品やフッ素繊維等の特殊素材も含まれている。

3. 2 観察測定項目

観察測定項目は多く設け、表面特性などを重視した素材は、画像による観察を主とするなど、各々の素材で必要な項目を設定して行った。

特殊な素材や小さいものについては、できる項目について行った。

3. 3 表示

図 1 にあるような表示状態になるが、化学的特性、物理的特性以外にも多くのテキスト情報を概要、備考欄に記入することができ、写真や図表（チャート図等）を現状では 3 枚まで掲載できるが、必要に応じて数を増やすことも容易にできる。

3. 4 その他

分類として素材や組織、加工法等にも考慮できるようにした。

4. 考察

今回の特徴として、電子情報だけでなく、実物のファイリングも行っており、いつでも観察データと実物のハンドリング差を体感できるように

なっている。

また、データベース構成の自由度が大きく、目的のあったものにすることが容易にできるため、技術指導用や工学的データを重視するといったことにも容易に変換でき、人材育成に拘らず、技術指導、消費科学的な技術相談、纖維加工技術の相違による物性の相違等を考える等のアレンジ方法により地域産業への寄与に関し、それぞれの目的に応じた資料作成が可能である。

ただ思った以上に纖維素材は多岐に充ちており、これでよしとする事はできないが、足掛かりとしてのものはでき、今後充実を図っていくことになる。

5. 結言

企業への指導業務（フレーム、混入、事故原因等）

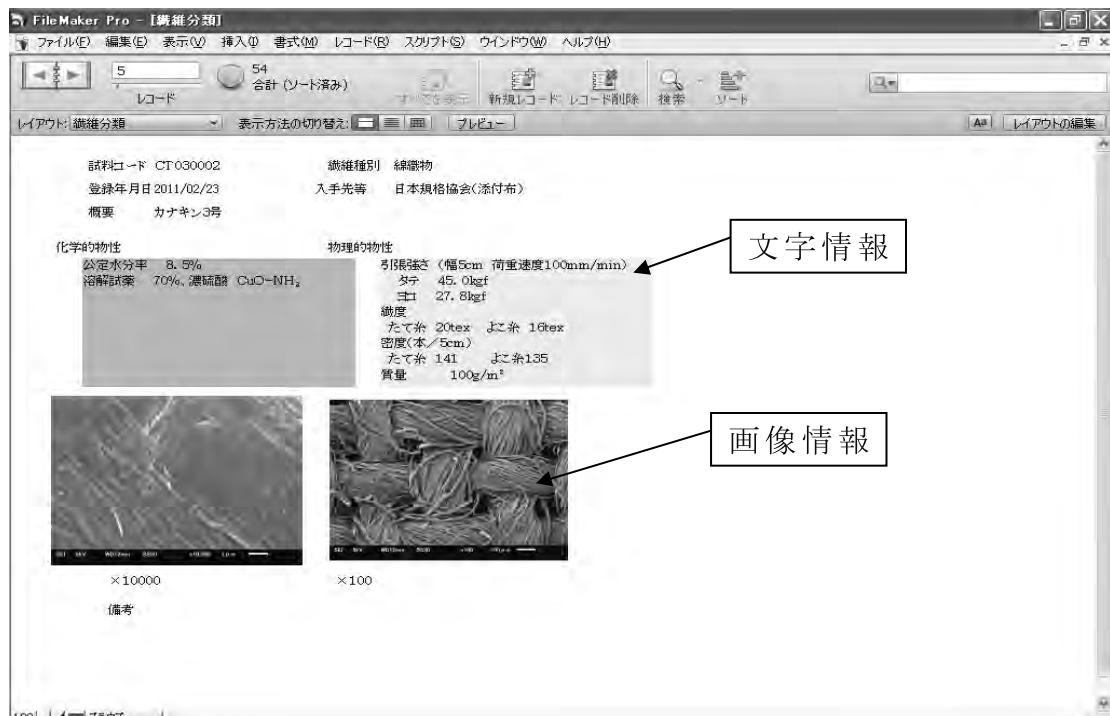


図1. 画面の一例

キーワード：纖維素材、データベース

Systematic classification of fiber material characteristic

Production Technoligly Section ; Masanobu NISHIDA

The engineer who has the fiber technology and knowledge is in the decreasing tendency, and for that, the new talent promotion technique requested widely. For this, the accumulation of wisdom was aimed at with data base software.

や人材育成に活用できる基礎的な資料とすると意図したことは、まだまだデータ数として少ないが、当所が今までに蓄積したデータを加えていくことにより解決できると考えている。

纖維知識に乏しい企業の若手人材の育成や各種纖維素材の特性が明示されていることから、目的にあつた製品開発や纖維加工の有効性を評価できるなど、その応用範囲は広く考えることが可能であるため有用性も広いと考えられる。

今後は、収集品の増大に勤めるが、纖維技術者でも特に鑑定の難しい、獣毛やセルロース系纖維、高価な素材の収集にも力を入れていく所存であり、また相談内容のデータベース化等により『智の蓄積』を図っていく。

PCM 材料の基本性能および衣服への用途開発に関する研究

製品科学課 中橋美幸, 高松周一
株式会社ゴールドワインテクニカルセンター 商品開発 水島 浩, 坂田由美子

1. 緒言

PCM（相転移材料）は、環境温度の変化により相変化することが知られており、融解熱として周囲の熱を奪ったり、また、凝固熱として熱を放出したりする。このような性質をもつ PCM を衣服等へ適用し、素材の表面温度を人の快適域に維持できると謳った製品が数多く市販されているが、その効能をなかなか体感できないという現状がある。

そこで本研究では、温熱的に快適な衣服設計を行うことを目的として、PCM の基本性能を明らかにし、衣服等への有効な活用が可能かどうか検討を行った。

2. PCM 材料の性能試験

2. 1 PCM 材料の基本性能について

マイクロカプセル化された PCM 材料（市販品）の中から、プレサーモ C-31 およびプレサーモ C-25（大和化学工業㈱製）を選択した。これらは、蓄熱剤である高級脂肪族炭化水素を芯物質としたマイクロカプセル剤で、高級脂肪酸族炭化水素が周囲の熱変化により吸熱と放熱を繰り返して温度制御する機能を有すると謳われている。

C-31 および C-25において、示差走査熱分析 (DSC) を行い、両者の融解・凝固反応の温度特性を測定した。結果を表 1 に示す。

表 1 C-31 および C-25 の融解・凝固反応温度

サンプル	反応	温度 (°C)		
		オンセット	ピーク	エンドセット
C-31	凝固 (放熱)	33.0	31.0	26.5
	融解 (吸熱)	33.0	35.5	38.0
C-25	凝固 (放熱)	24.0	21.0	15.0
	融解 (吸熱)	19.0	26.0	30.0

これらの結果から、C-31 では夏季の温度上昇を抑制する効果、C-25 では、年平均温度範囲内での温度下降を抑制する効果として製品への展開が可能ではないかと思われた。

2. 2 PCM 加工布の表面温度特性について

試験用サンプルとして、未加工布 blank (MH2690)、この表面にバインダーのみを塗布したもの、同様に、PCM を塗布したもの (MH2690 に 34g/m²塗布) を用いた。環境 10°C 35%RH の人工気象室内において、40°C の熱板および発砲スチロール (10°C) を用いて、サンプルの温度上昇・下降試験を行った。サンプル表面の温度測定には赤外線サーモグラフィを用い、

インターバル 1 秒で行った (TVS-500EX, NEC/AVIO 赤外線テクノロジー㈱製)。結果を図 1, 2 に示す。

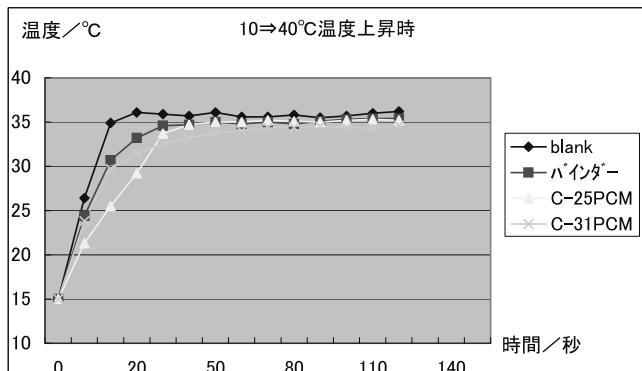


図 1 サンプル表面の温度変化 (吸熱反応)

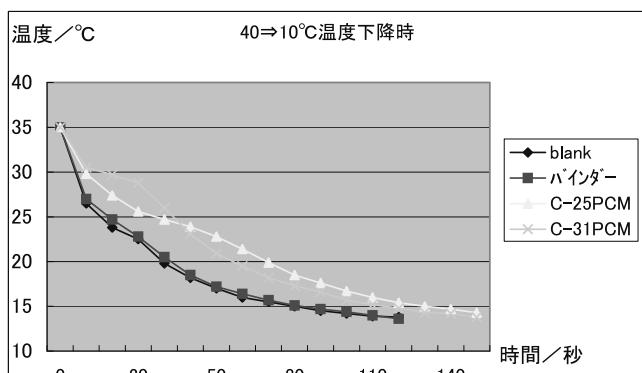


図 2 サンプル表面の温度変化 (放熱反応)

温度上昇試験では、サンプルを 10°C の発砲スチロール上で環境温に十分馴染ませた後、40°C 一定温に保つ熱板上に移動させ、表面温度を測定した (図 1)。その結果、プレサーモ C-31 で加工したサンプルは、バインダーのみのものと比較して、温度上昇時の吸熱反応により、環境温度 30-35°C 付近で温度上昇を 2-3°C 抑制する効果が確認できた。プレサーモ C-25 では、環境温度 25-35°C 付近で温度上昇を 5-6°C 抑制する効果が確認できた。

温度下降試験では、サンプルを 40°C の熱板上で十分安定させた後 (PCM が確実に液体状態)、10°C の発砲スチロールの板上に移動させ、サンプル表面の温度変化を赤外線サーモグラフィで測定した (図 2)。その結果、C-31 ではバインダーのみのものと比較して、温度下降時の放熱反応により、環境温度 30-20°C 付近で温度低下を 5-6°C 抑制する効果が確認できた。C-25 では、環境温度 25-15°C で温度低下を 5-6°C 抑制する効果が確認できた。

今回の測定結果では、PCMの融解、凝固による吸熱、発熱反応は確認できたが、PCMを相変化させるための条件として、最低でも5°C以上の環境温度変化が必要であることがわかった。完全に相変化させるためには10°C以上の温度変化が必要となる。また、PCMの温度変化に対する抑制作用は、今回の試験では、15~60秒間程度であり、効果時間として短いと思われた。効果時間を少しでも延長させるためには、今後、PCMの塗付量・方法についても検討する必要があると思われる。

3. PCM加工布を用いた被験者試験

今回の被験者による官能試験では、環境温度変化40°C→10°Cの温度下降時の試験を行った。

試料はアームカバーとグローブを用いた。表面にバインダーのみを塗付したアームカバーとグローブを右腕に、C-31を塗付したものを左腕に着用し、40°C 50%RH の人工気象室内に5分間安静にした(PCMが完全に液体状態)。その後、10°C 30%の人工気象室へ移動し、左右のアームカバーおよびグローブの表面温度を赤外線サーモグラフィで測定した。次に、左右の試料を逆転させ、右腕にC-31を塗付したもの、左腕にバインダーのみのものを着用して同様に温度測定を行った。

アームカバーの表面温度変化については、バインダーのみのものとC-31加工のものとではほとんど差がみられなかった。このことは、アームカバーが上腕部にフィットしているため皮膚温の影響を大きく受け、10°Cの環境下でもアームカバーの表面温度が低下せず、PCMの相変化による放熱反応が起らなかつたことが原因と考えられた。これに対して、グローブの表面温度変化では、バインダーのみのものに比べてPCM加工したものの方が、温度下降曲線がゆるやかとなることが確認できた(図3)。このことは、グローブと手の間にわずかな空間があることにより手甲の皮膚温が直接グローブに伝わらず、環境温度変化に伴うPCMの凝固(放熱)反応が起こったことによるものと思われた。また、図4に示すとおり、グローブ内の皮膚表面温度においてもバインダーのみのものよりPCM加工のものを着用した方が温度下降曲線はゆるやかとなることがわかった。しかしながら、被験者による官能評価では、左右各腕にバインダーのみのもの、PCMのものを着用した場合の温感評価に有意な差はみられなかった。

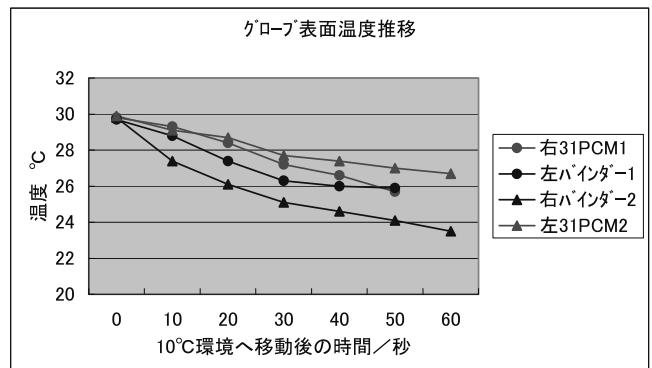


図3 グローブ表面の温度変化

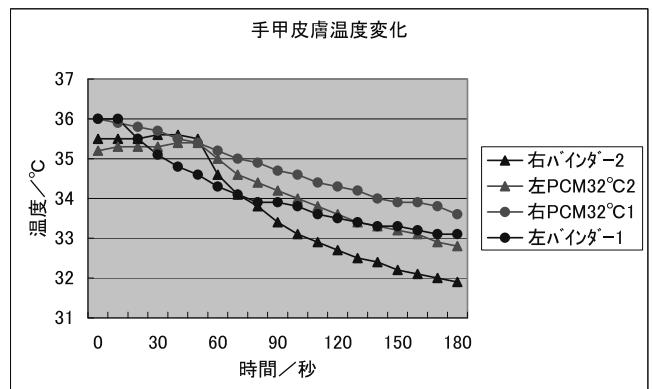


図4 手甲の皮膚表面温度の変化

4.まとめ

今回の実験では、プレサーモC-31およびC-25を用いた試験用サンプルの温度特性評価において、環境温の変化(40°C⇒10°C)に伴いPCMの相変化による発熱・吸熱反応は確実に確認できた。しかしながら、被験者試験ではPCMの相変化に伴う温度変化への抑制効果を官能評価において確認することは難しかつた。これらの結果から、今回用いたC-31およびC-25のような反応温度域をもつPCM材料を用いて衣料への展開を検討した場合、インナーなどの肌に密着して着用するものでは皮膚温の影響によりPCMが相変化することは難しいと考えられる。また、アウターなどで相変化が起こる条件下でも、効果時間、肌やインナーとの空間を考えると体感しにくいと考えられる。したがって、PCM材料を用いた衣服への展開は、既存品と同程度の反応温度域をもつものでは難しいが、人間の皮膚温と環境温との間の温度域で相変化するPCMを用いることにより、より温熱的に快適な衣服設計が可能であると思われた。

キーワード：PCM、相転移材料、吸熱反応、放熱反応

Study on the Development of Thermal Comfort Clothing with Phase Change Material (PCM)

GOLDWIN Technical Center; Hiroshi MIZUSHIMA, Yumiko SAKATA
Product Development Section; Miyuki NAKAHASHI, Shuichi TAKAMATSU

This study investigated the thermal properties of the phase change material (PCM) by differential scanning calorimetry in order to develop the thermal comfortable clothing. PCM moderated changes of the clothing temperature and skin temperature against sudden changes of temperature (10~40°C) in chamber.

運動負荷と心拍数・最大酸素摂取量との関係に関する基礎研究

—エネルギー消費を促進するウエアの開発—

製品科学課 中橋美幸, 金丸亮二 生産システム課 佐伯和光
株式会社ゴールドワインテクニカルセンター 中村研二, 水島 浩

1. 緒言

美容や健康への意識から、ダイエットを目的とした運動を行う人が増加している。しかしながら、忙しくて時間がない或いは運動習慣がない人にとってハードな運動を続けることは困難である。本研究では、日常運動で効率的にエネルギー消費を促進できるウエアを開発することを目的とし、考案したウエアの性能評価を行った。さらに、心拍数などを用いて日常簡易的に消費エネルギーを求める方法についても検討した。

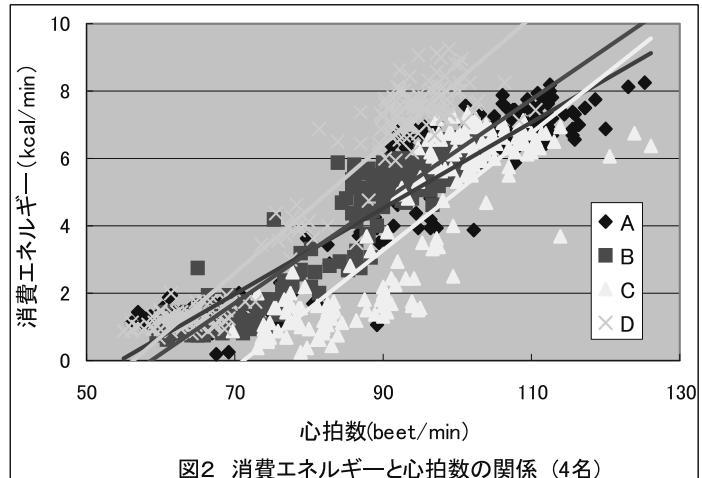
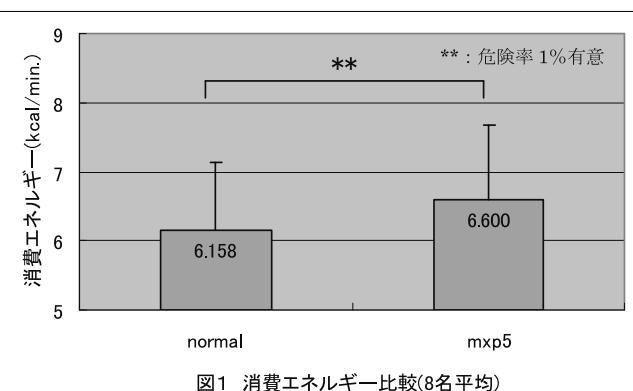
2. 実験方法

- (1) 環境条件 : $26^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$, 濡度 $40\% \pm 2\%$ (富山県工業技術センター生活工学研究所人工気象室内にて)
- (2) 運動 : 踏台昇降運動 (高さ 20cm, 速度 80 歩/分)
- (3) 測定項目 : 呼気ガス, 心拍数
- (4) 実験プロトコール : 被験者は人工気象室に 30 分以上前に入室し、実験環境に体を十分に慣らした後、座位安静 5 分間→踏台昇降運動 7 分間→座位安静 5 分間の順に行った。
- (5) 被験者 : 20~50 歳代の男性

3. 実験結果

(1) 衣服による負荷が消費エネルギーに及ぼす影響

臀部からハムストリングスにかけて樹脂プリントを施し、足上げ時に物理的な負荷がかかるように加工したインナーパンツ (右写真) を試作した。それらを着用して運動を行ったときのエネルギー消費量を算出し、



通常のパンツを着用した場合と比較した。その結果、運動時の消費エネルギーは、通常パンツ (normal) に比べ、負荷を加えたパンツ (MPX5) を着用した方が約 7% 有意に增加了 (図 1)。

(2) 心拍数と消費エネルギーとの関係

心拍数とエネルギー消費量との関係は個人によって異なるが、図 2 示すように、両者にはある程度の正の相関があることが確認できた (相関係数 = 0.75~0.93)。しかしながら、回帰直線から算出された消費エネルギーの計算値では、通常パンツと負荷パンツとの間に有意な差はなかった。

4. まとめ

(1) 衣服による負荷が消費エネルギーに及ぼす影響

インナーパンツにおいて、大腿部に物理的な負荷をかけることによって、踏台昇降運動時の消費エネルギーが有意に高まることが確認できた。

(2) 心拍数と消費エネルギーとの関係

心拍数と消費エネルギーとの間には正の相関が認められたものの、今回の実験では衣服や環境の違いを明確にすることはできないと推察された。

今後の課題として、負荷をかける部位・位置や強度を検討することにより、消費エネルギーをさらに増加させる衣服設計を考案するとともに、日常生活内で簡易的に消費エネルギーを求める方法を導出したい。

車椅子用褥瘡予防クッションの開発

生活工学研究所 製品科学課 石割 伸一 株式会社マスオカ 桃井 一昭

1. 緒言

車椅子用のクッションは、スポンジ製のリフレア、袋入りジェル（ゲル）をクッション内部に持つJAY J2クッション、多数のゴム製のチューブに空気を入れてクッションとしている通称 LOHO クッションが有名であり、これらのクッションは、日本国内だけでなく世界中で広く使われている。これらは、それぞれスポンジ、ジェル、ゴム製のエアチューブで身体を支えようとするものである。これに対して、我々が提案するクッションは、水と粉体や中空粉体との混合物を袋詰めにして、これらの袋自身の持つ張力と、混合物の凝集力を用いて身体を支えようとするものである。さらに褥瘡を予防するために、クッションにかかる体圧が集中したときにこの混合物を振動モータにより加振して流動化させて、この体圧の集中を解消させることを目指すものである。この原理をもつ車椅子用クッションを実現するために共同研究を行ない、この褥瘡予防クッションを試作した。

さらにこのクッションが市場でどのように評価されるかを調べるために、9月29日（水）～10月1日（金）までの間東京ビックサイトで開催された国際福祉機器展H.C.R.2010に出展した。これは、産業技術連携推進会議の医療福祉技術分科会の一つの出展物として展示したもので、併せてこの会議の主催するワークショップでこの研究を発表した。

2. 使用材料と試作品

この研究で使用したマイクロバルーンは熱可塑性樹脂の球状カプセルで、直径が $30\mu\text{m}$ 程度の大きさを持ち内部に炭化水素の気体を持っているもので、見かけの比重は約0.03である。褥瘡予防クッションの開発では、これまでクッションの中綿にはポリ塩化ビニルの樹脂粉末を利用していた。しかし、クッションの熱伝導率と熱容量を低下させ、さらに重量を低下させるためにこのマイクロバルーンを利用することにした。このマイクロバルーンと水とを混合し、脱気して袋詰めしたものをクッションとした。



図1. マイクロバルーンと水との混合物を袋詰めしたクッション

このクッションの重量はおよそ、2.5kgとなつた。これまでのように塩化ビニルの粉末を利用した場合は、そのクッションのもつ重量が6～7kgであったことから、その重量を半分以下にすることができた。

3. 国際福祉機器展での展示とワークショップでの発表

この国際福祉機器展には医療福祉技術分科会の分割された小間を借りて出展した。



図2. 出展風景（中央右下に褥瘡予防クッションと右端に展示品解説者）

来訪者は、いろいろな人がこのクッションに関心を示してくれたが、製造企業としては2社が関心を示してくれた。ユーザサイドとしては、老人ホームなどで介護をしている立場のひとから、電気を使って振動を与えるタ

イプのものは、高齢者の中には好まない人もいる。振動を与えるてもいいものを作つて欲しいとの意見が出た。これは、このクッションの前提条件を根本から覆すものであり、高齢者向けの福祉用品開発の難しさを感じさせた。

しかし、これとは別に交通事故などで脊椎損傷を負つて、車椅子を利用することになった人たちからは、「すぐに一つ欲しい。」とか、「実用化された時はすぐに知りたがりたい。」などと、言って貰うことが出来て、現段階としては非常に高い評価を受けた。



図3. 国際福祉機器展でのワークショップ

さらに、本研究の成果を国際福祉機器展で行われたワークショップでその研究内容を発表した。聴取者は、ほとんどが、車椅子利用者か、その介護者あるいは関係者で

あった。非常に熱心に聴講してもらい、「一言も聞きもらすまい」という雰囲気がつたわってくるような気がした。ここでもやはり脊椎損傷者からの製品化の要望が強く、「研究開発の進展状況を知るには、どうしたら良いか?」と言う質問を受けるくらいに、この研究の実用化が待ち望まれていることを実感することができた。

4.結言

このような試作品を作製し、国際福祉機器展に出展した結果、いろいろな貴重な意見や、助言およびこの研究開発を推し進めるための協力者を得ることができた。特に脊椎損傷患者の車椅子ユーザから非常に強い関心を持ってもらった。このように、車椅子を実際に利用している人からの熱烈な研究開発への期待と応援の声は、この研究の強いニーズを感じさせるもので、何としても実用化させたい。

5.謝辞

終わりに、本研究の推進および国際福祉機器展出展にご尽力いただきました、株式会社マスオカの増岡一郎社長、産業技術連携推進会議の医療福祉技術分科会の高橋昭彦さんに深く感謝致します。

キーワード：褥瘡、クッション、車椅子

Development of wheelchair cushion free form pressure ulcer

Product Development Section; Shinichi ISHIWARI, Masuoka Co. Kazuaki MOMOI

Wheel-chair cushion is developed by cooperative research with Masuoka Co. and the Industry Technology Center.

Its padding is made of mixtures of water and micro-capsule called as ‘micro-balloon’ enclosed in nylon bag. Usually, the padding is enough hard because of aggregation of water to support movements of upper body and his weight, but if vibration motors equipped beside the bag of cushion are activated, it brings the padding of cushion to be soft by an effect of liquefaction and disperse concentration of body pressures.

A trial product produced by this research was exhibited in Int. Home Care & Rehabilitation Exhibition 2010. There were many word encouraging us to continue and develop this research, and meetings with cooperators, approvals, and helpers of our future research.

高弾性・高耐衝撃性フラットヤーンクロス積層体の開発

生産システム課 水野 渡、佐伯 和光 製品科学課 金丸 亮二

ダイヤテックス株式会社 亀谷 秀幸、田辺 洋平、柳原 孝広

1. 緒言

近年、FRP や金属の代替材料として、ポリプロピレン等の熱可塑性樹脂の延伸糸（フラットヤーン）を使用した織物（クロス）の繊維構造を維持する条件で熱圧縮（プレス）する技術が注目されている。この技術による製品は、軽量・高強度・高耐衝撃性の特徴を活かして旅行用スーツケース等に使用されているが、今後自動車等の機械分野への展開が進むものと考えられる。ダイヤテックス（株）では、自社でフラットヤーン及びクロスを製造し、クロス粘着テープや人工芝、農業・産業用シートとして販売していることから、現有の技術を基にプレス技術を確立することで機械分野へ事業展開を行うことが期待できる。そこで、自社フラットヤーンクロスをプレスして得られる成形品の物性を測定し、事業展開に向けた基礎的な実験を行った。

2. 実験方法

2.1 使用材料

使用したフラットヤーンクロスを図 1 に示した。このクロスは、ポリプロピレンを主成分としている。



図 1 フラットヤーンクロス

2.2 成形および測定方法

成形品作製は、平板金型上にフラットヤーンクロスを所定枚数重ね、ホットプレス（東邦工業（株）製 100t ホットプレス）で加熱圧縮後、ハンドプレス（（株）東洋精機製作所製 ミニテストプレス）で冷却・固化し成形品を得た（図 2）。この際、ホットプレスの熱盤温度、加圧力、加圧時間及びハンドプレスの冷却盤温度、加圧力、

加圧時間を変化させた。

得られた平板成形品から試験片を切り出し、引張試験機（インストロンジャパン製 5567）で、曲げ最大強度、曲げ最大点変位、曲げ弾性率を測定した。また、衝撃試験機（（株）東洋精機製作所製 デジタル衝撃試験機）を用いてシャルピー衝撃強度を測定した。



図 2 ホットプレスとハンドプレス

3. 実験結果および考察

作製した成形品の形態の例を図 3 に示す。成形品は、クロスの状態が確認できる状態となっている。成形条件により、クロスの接着状態が変化するが、図のようなクロスが維持された状態の場合、延伸糸の強度と耐衝撃性が寄与して試験片の物性が向上することが確認できた。

また、箱形（90×130×30mm）の成形を行ったところ、側面部でフラットヤーンの破断が見られ、金型設計が重要であることが確認できた。



図 3 成形品の状態

防寒衣料に適した伸縮性素材の開発および防寒ウェアの開発

製品科学課 中橋美幸, 金丸亮二 生産システム課 和田 猛

株式会社ビエント 太田謙司, 太田すみ

1. 緒言

株ビエントでは、2008年より保温水着の開発・販売を行っている。それらの開発技術を応用することにより、本研究では、伸縮性や保温性を保ちながら、防風・防水性と透湿性を兼ね備えた防寒ウェアの開発を行った。

2. 伸縮性のある防寒衣料用素材の開発

伸縮性のある表地用素材3種(A, B, C)と裏地用素材1種との間に透湿性(P)および無透湿性フィルム(N)を用いて3層構造素材6種を試作した。試作した素材(洗濯前後)の各種物性評価をJIS規格に基づいて行った。図1に、ストレッチ性の結果(一例)を示す。一般的に用いられている他社透湿防水素材ではほとんど伸びないのでに対して、試作素材では、たて方向に20%前後、よこ方向では20~40%付近まで伸びることがわかった。また、試作素材の保温性評価について、KES-F7 II B型サーモラボ試験装置(カトーテック(株)製)を用いて行った結果、乾燥時では既存品と同程度であったが、湿潤時では、既存品よりも試作品の保温性が10%前後高いことがわかった。その他、図2に透湿度試験結果の一例を示すが、各物性評価において、試作素材は既存品と同等以上の性能をもつことが確認できた。

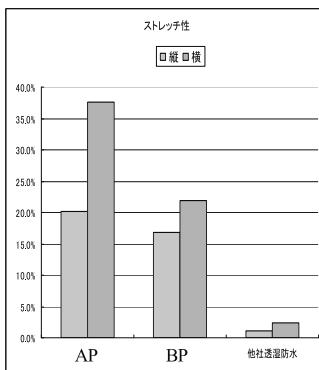


図1 素材のストレッチ性

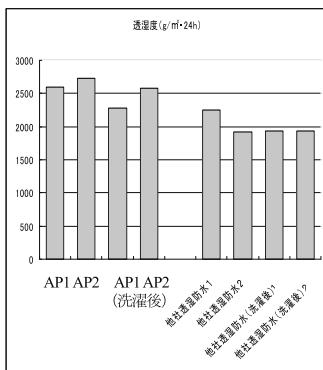


図2 素材の透湿度

3. 試作ウェアの保温性評価

試作素材を用いて防寒ウェアを試作し(図3)、5°C環境下における保温性および防風性について、サーマルマネキンを用いて評価した。その結果、試作ウェアの保温性

および防風性は、一般的に着用されている他社透湿防水素材のものよりも高いことがわかった(図4, 5)。



図3 試作ウェアのデザイン

	試作ウェア	他社透湿防水商品
送風なし		
送風あり		

図4 サーモグラフィによる衣服内温度比較

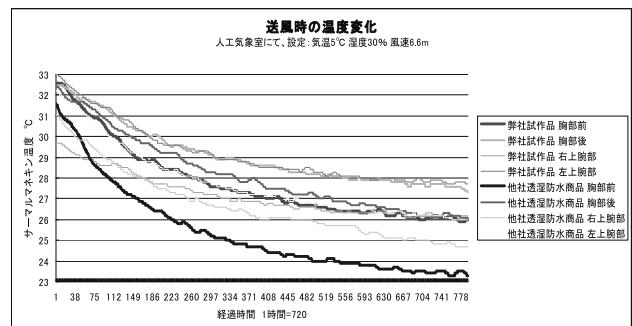


図5 送風によるサーマルマネキンの表面温度変化

4. 結言

伸縮性のある防寒衣料用素材および防寒ウェアを試作し着用性能を評価したところ、一般的に用いられている他社透湿防水商品と比較して、防水・防風・透湿性などの目的性能は同等以上であり、さらに他社にはないストレッチ性をもたらすことにより運動機能性に優れた防寒衣料の開発が可能であることが明らかとなった。

IV 機械電子研究所

□(独)科学技術振興機構「A-STEP」

刺激応答性イオン液体ゲルを用いたナノインプリント用レジストの開発 ······ 101
電子技術課 横山義之

□(独)科学技術振興機構「地域ニーズ即応型研究」

鉄道軌道安定化のための、有機纖維強化コンクリート構造体および安定化工法の開発 ······ 102
機械システム課 上野 実
中央研究所 九曜英雄
生活工学研究所 山崎泰之
東洋道路興業(株) 長橋孝次, 前川浩信, 梶谷公康

電気化学的手法による細胞活性測定システムの開発と和漢薬評価への応用 ······ 103
電子技術課 浅田峯夫, 高田耕児, 牧村めぐみ, 横山義之
中央研究所 鍋澤浩文
立山マシン(株) 内山英史, 能島信行
(国)富山大学 小松かつ子, 済木育夫

□科学研究費補助金

高密度実装基板の熱疲労損傷に対する放射光 CT を用いたヘルスモニタリング技術の開発 ······ 104
機械システム課 佐山利彦, 釣谷浩之
(財)高輝度光科学研究中心 上杉健太朗
富山県立大学 森 孝男

温度応答性高分子を用いた包接型 1 細胞アレイチップの開発 ······ 105
電子技術課 横山義之

□地球温暖化対策主要事業

太陽光利用大容量ポリマー電池システム開発事業 ······ 106
電子技術課 浅田峯夫
機械システム課 金森直希
企画管理部 住岡淳司
谷野技術士事務所, 伝統技術応用研究会

□共同研究(大学、団体等)

VHF 帯電波を用いた双方向通信機能搭載山岳ビーコンの実現 ······ 108
電子技術課 浅田峯夫
富山県立大学 岡田敏美
(株) サーキットデザイン 小宮山真康

□一般研究

ナノインプリント法を用いた刺激応答性ポリマーの微細加工技術の開発 ······ 109
電子技術課 横山義之, 高田耕児

高周波チューナブルデバイス用プリント基板材料の開発	111
電子技術課	坂井雄一
中央研究所	角田龍則
企画管理部	二口友昭
 X線マイクロ CT 技術の電子基板の信頼性評価および設計への適用	113
機械システム課	釣谷浩之, 佐山利彦
コーチャンネル(株)	岡本佳之, 高柳毅
(財) 高輝度光科学研究センター	上杉健太朗
富山県立大学	森 孝男
 ハイブリッド有機デバイスの開発	115
電子技術課	寺澤孝志
生活工学研究所	佐伯和光
 バイオ燃料生産微生物のスクリーニング法に関する研究	117
電子技術課	高田耕児, 浅田峯夫, 横山義之, 牧村めぐみ
中央研究所	鍋澤浩文
 ミニ合鴨群ロボットの開発	119
機械システム課	金森直希
電子技術課	浅田峯夫
 発光細菌を用いた環境モニタリングに関する研究	121
電子技術課	牧村めぐみ
富山県立大学	楠井隆史
 マイクロハンドリングシステムの開発研究	123
機械システム課	浦上 晃, 杉森 博
電子技術課	浅田峯夫, 横山義之
中央研究所	小幡 勤
 □調査研究	
屋内移動用駆動機構の開発	125
機械システム課	上野 実
生活工学研究所	羽柴利直
 □若手研究者育成支援共同研究	
自立型水質浄化浮遊物の開発	126
機械システム課	上野 実, 金森直希, 杉森 博
電子技術課	寺澤孝志
中央研究所	本保栄治, 奈須野雅明
若い研究者を育てる会	
北陸電気工業(株)	新川翔平
コーチャンネル(株)	高見和志

ミニロボット群による水田防除草システムの開発	127
機械システム課	金森直希, 上野 実
電子技術課	浅田峯夫, 角崎雅博
若い研究者を育てる会	
コーチャー(株)	上田将志
立山科学工業(株)	古川和明
CAEによる仮想振動試験の信頼性評価への適用	128
機械システム課	釣谷浩之, 金森直希, 杉森博, 佐山利彦
(株)カギセイコー	細川修宏
コーチャー(株)	澤田修平
□企業との共同研究	
タングステン、モリブデン製品の塑性加工のCAE解析に関する研究	129
機械システム課	佐山利彦
(株)アライドマテリアル	山崎繁一, 加藤昌宏
圧電体厚膜の形成とセンサー、アクチュエーターへの応用に関する研究	130
電子技術課	坂井雄一
中央研究所	角田龍則, 小幡勤
企画管理部	二口友昭
ヤマハ(株)	大久保美保, 名倉英彦, 松岡潤弥, 杉浦正浩
実用基板のはんだ接合部における熱疲労き裂進展への	
二次元シミュレーション技術の適用に関する研究	131
機械システム課	佐山利彦
コーチャー(株)	岡本佳之, 高柳 毅
廃油の廃棄処理機能付き液体容器の開発	132
機械システム課	上野 実, 浦上 晃
ジャパンパック(株)	長田宏泰, 長田光弘
□ベンチャー創成等支援共同研究	
Agめっき金属粉末のペースト化技術の開発	133
電子技術課	高田耕児, 横山義之
(有)アイクリエイト	

刺激応答性イオン液体ゲルを用いたナノインプリント用レジストの開発

電子技術課 横山義之

1. 緒言

温度や光、pH変化によって特性を変化させる刺激応答性ポリマーが、様々な分野で注目されている。これまでに、温度によって体積を変化させる温度応答性高分子に対して感光性を付与し、半導体フォトレジストのように、フォトリソグラフィー法で微細加工できる高分子「バイオレジスト」の開発を行ってきた。しかし、このレジストは、水存在下でしか温度による体積変化を発現できず、加工サイズもマイクロオーダーと大きいため、細胞チップのようなバイオ分野での利用に限られていた。

本研究では、熱ナノインプリント法を用いてナノオーダーの微細パターンを形成でき、長期の乾燥・真空中でも微細パターンを可逆的に変形できる温度応答性レジストの開発を試みた。これにより、バイオ分野だけでなく、光学・機械分野での利用が可能になると期待される。

2. 実験と結果

これまでに開発した光によってパターニングできるバイオレジストの化学組成を改良し、熱架橋性を新たに持たせることによって、熱ナノインプリント法で微細パターニングできるバイオレジスト溶液を調整した(図1)。

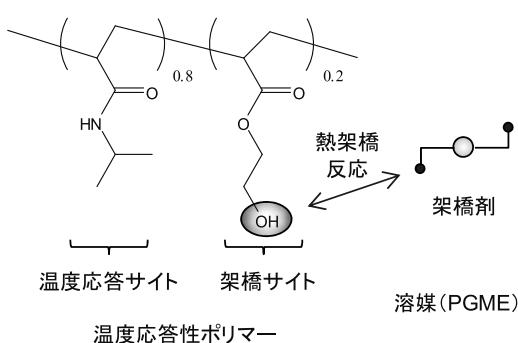


図1 ナノインプリント用バイオレジストの化学組成

調整したバイオレジスト溶液をガラス基板にスピンドルコートし薄膜を形成した。次に、熱ナノインプリント法を用いて微細な凹凸パターンを有するシリコン製モールド(金型)を押し当て、パターン転写を行った。その結果、50nm～150nmの微細なパターンが良好に転写されていることが確認できた(図2)。

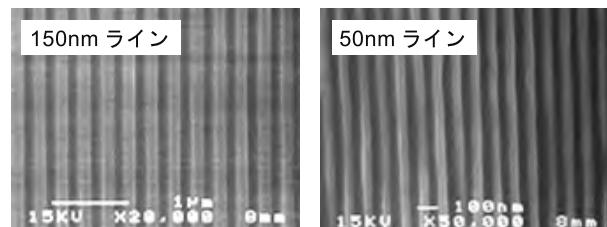


図2 热ナノインプリント法によって転写されたバイオレジストの微細パターンのSEM写真

また、これまでの水に替えて、イオン液体中におけるバイオレジストの温度応答性¹⁾について検討を行った。イオン液体は、室温でも液体で存在する塩で、蒸気圧が極めて低いため、長期の乾燥・真空中であっても揮発しない液体である。バイオレジストの微細な穴パターン($\phi 30\mu\text{m}$)の上に、1-Ethyl-3-methylimidazolium Bis(trifluoromethanesulfonyl)imideをイオン液体として滴下し、温度による形状の変化を観察した(図3)。その結果、イオン液体中でも、バイオレジストの微細パターンは、可逆的な体積変化を引き起こすことがわかった。

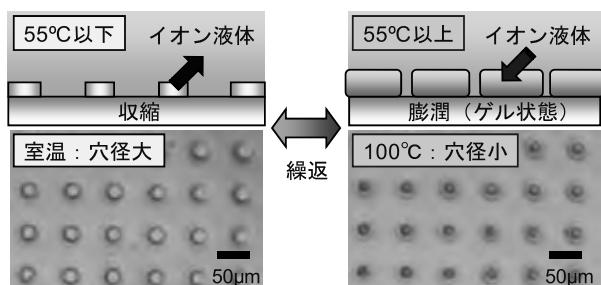


図3 イオン液体中のバイオレジストの温度応答性

今後は、ナノオーダーの微細パターンを可逆的に変形させ、可変機能を有する光学素子やナノアクチュエーターへの応用を試みていく予定である。

「参考文献」

1) T. Ueki and M. Watanabe, *Chem. Lett.*, **35** (2006) 964-965.

「謝辞」

本研究は、JST 研究成果最適展開支援プログラムA-STEP(探索タイプ)の助成を受けたものです。また、本研究推進にあたり数多くご指導を頂いた横浜国立大学渡邊教授に深く感謝致します。

鉄道軌道安定化のための有機纖維強化コンクリート構造体 および安定化工法の開発

機械システム課 上野 実 中央研究所 九曜英雄 生活工学研究所 山崎泰之
東洋道路興業㈱ 長橋孝次, 前川浩信, 梶谷公康

1.緒言

鉄道の線路は、在来線の90%にバラスト軌道が用いられている。この軌道は振動や騒音が少なく、補修が容易であるが、列車の振動により沈降し、定期的な保線作業が必要である。シーズとして、バラスト内に同程度の大きさのブロックを点在混入させるだけで、沈下を抑制できることが分かっている。このため、鉄道規格を満たす高強度コンクリートブロックの開発と、実物大軌道による沈降抑制効果と、実軌道での試験施工による検証を行い、軌道の安定化工法の開発を行った。

2.実験方法と結果

2.1 高強度コンクリートブロックの開発

従来から纖維補強材が用いられているが、混入量に対して十分な強度向上が望めない問題があった。このため、有機高強度纖維を熱可塑性樹脂で被覆し、この熱可塑性樹脂の特徴を利用し、纖維の周囲を砂で覆った砂粒担持纖維強化樹脂物品を開発した。これにより、コンクリートへの分散性が高く、接合性の高い補強纖維が開発できた。この補強纖維と韌性向上のためPVA強韌性型セメント系複合材料、分散性向上のためPP短纖維を、セメント、高強度用セメント混和剤、砂、減水剤、水からなる高強度モルタルに混入し、高強度纖維補強ブロックを作成した。この物性を評価したところ、曲げ強さ、圧縮強さは高強度モルタルと同程度でありながら、韌性、剛性、耐衝撃性を向上させた高強度コンクリートが開発できた。

2.2 実物大軌道試験による軌道沈降抑制効果の検証

(財)鉄道総合技術研究所日野土木実験所において、実物大軌道試験を行った。試験軌道は、まくらぎ下に高強度纖維補強ブロックを60mmの間隔で120個を設置したブロック混入軌道(図1)と、バラストのみ

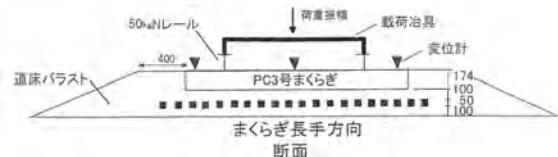


図1 試験軌道の概要

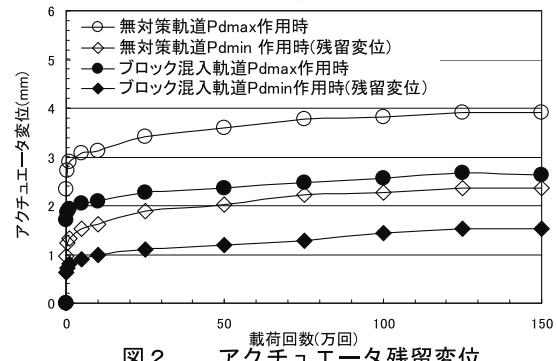


図2 アクチュエータ残留変位

の無対策軌道とした。この軌道に、8両編成の列車が120 km/hで1日に50列車通過した場合、約2年半分の輸送量に相当する150万回の荷重振幅を載荷した。この結果、残留変位は、無対策軌道が約2.4mmに対し、ブロック混入軌道は約1.6mmであった。(図2)これにより、高強度纖維補強ブロックを混入した軌道は、支持力を約3割高められたことがわかった。

2.3 実軌道での試験施工による効果の検証

日本貨物鉄道(株)隅田川駅において施工方法を検討した。(図3)その結果、高強度纖維補強ブロックは道床上に散布しただけでは混入は困難であるが、まくらぎ下までバラストをかき出し、ブロックを投入し、道床を元に戻してつき固めを行う方法により混入が可能なことが分かった。

【謝辞】本研究は(独)JST「重点地域研究開発推進プログラム(地域ニーズ即応型)」の成果です。



図3. 試験施工

電気化学的手法による細胞活性測定システムの開発と和漢薬評価への応用(2)

電子技術課 浅田峯夫, 高田耕児, 牧村めぐみ*, 横山義之 中央研究所 鍋澤浩文
立山マシン㈱ 内山英史, 能島信行 富山大学 小松かつ子 済木育夫

1. 諸 言

近年、和漢薬の薬効が見直され研究が盛んになっている。本研究では、酵母や動物細胞の細胞活性を迅速・簡便に測定するシステムの開発を行う。測定方法として特別な前処理を必要とせず、細胞に与えるダメージが小さい電気化学的手法を用いる。従来の濁度による増殖活性の測定では、生細胞と死細胞の区別ができなかったが、本研究では生細胞と死細胞が混ざった状態で生細胞の代謝を測定する方法を開発し、活性測定にかかる時間を短縮する。

2. 測定方法の検討

これまでの研究から、酵母の増殖中はイオン性代謝物が増加することによって溶液中のイオン濃度が増加することが分かっている。そこで、酵母の増殖をリアルタイム測定するために、図1に示すように溶液中に対向電極を挿入し、交流インピーダンス法によって溶液抵抗を測定する。昨年度とは異なる点として、電極に化学的に安定な白金を用いることでインピーダンス値の安定化を図った。先ず、容量10mLのプラスチック容器の中に、大きさ12mm×33mmの白金電極を7mm間隔で対向させて配置した測定セルを試作した。図2にNaCl水溶液の濃度と交流インピーダンスの測定結果を示す。図より、イオン濃度が増加するにしたがって溶液抵抗が減少する。溶液抵抗の測定において、酵母増殖中のイオン濃度の変化を捉えるためには、培養液のイオン濃度を下げる必要がある。そこで、YM液体培地で培養

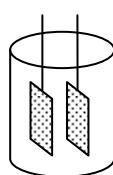


図1 測定用セル

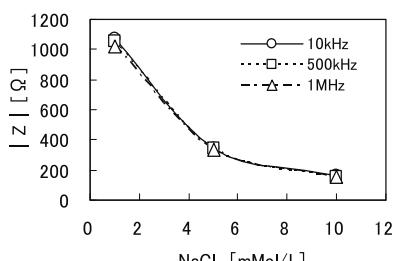


図2 NaCl溶液の交流インピーダンス

*現 生活工学研究所

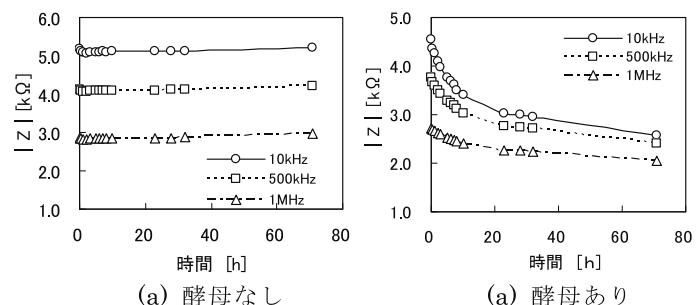


図3 酵母溶液のインピーダンス変化

した酵母を1%グルコース溶液で33倍希釈して用いた。図3に示すとおり、電解質（酵母なし培養液）において72時間交流インピーダンスがほぼ一定となった。また、酵母を入れた培養液では、1kHz～1MHzの周波数の中で6点を選んで交流インピーダンスを測定した。酵母の増殖に伴って溶液抵抗が減少する様子が分かる。特に、測定周波数が3～100kHzの範囲で溶液抵抗の減少の割合が大きくなつた。

3. 細胞活性測定システムの開発

細胞活性測定システムは、酵母の増殖の時間経過をPC画面上でグラフ化することを目的とする。測定用セルについては、小容量で異なる溶液の同時測定が行えるように多チャンネル化について検討した。その結果、容量5mLのプラスチック容器の中に、大きさ10mm×10mmの白金電極を5mm間隔で対向させて配置した測定セルで8ch構成とした。また、計測制御部は、これまでに開発されたDNA診断装置を参考にした。そこで、インピーダンス測定に関する試料測定セルの計測制御や測定結果のPC表示のためのプログラムを開発し、測定システムが正常に動作することを確認した。

本研究は(独)JST「重点地域研究開発推進プログラム（地域ニーズ即応型）」の成果です。

参考文献

- 1)JST「H22年度地域ニーズ即応型研究成果報告書」
- 2)若い研究者を育てる会「平成20年度研究論文集」
p31～36

高密度実装基板の熱疲労損傷に対する 放射光 CT を用いたヘルスモニタリング技術の開発

機械システム課 佐山利彦 釣谷浩之
(財) 高輝度光科学研究所 上杉健太朗 富山県立大学 森 孝男

1. はじめに

電子基板のマイクロ接合部に対して、その熱疲労現象（微細組織の変化や疲労き裂）を、放射光 X 線マイクロ CT を用いて観察し、その健全性を非破壊でモニタリングする技術を開発している。これまで、フリップチップや BGA のマイクロはんだバンプへの適用を試みてきた。本年度は、チップ部品のような複雑な形状を有する実際のはんだ接合部を対象として、その熱疲労き裂の発生、進展から破断に至る過程を、非破壊で 3 次元的かつ時系列的にモニタリングし、寿命評価を行った。

2. はんだ接合部における疲労き裂のモニタリング技術の開発

放射光研究施設 SPring-8 における放射光 X 線マイクロ CT を利用し、熱サイクル負荷によってはんだ接合部内に発生する疲労き裂を観察した。特に、屈折コントラスト法を併用することで、実際の空間分解能より小さい、 voxel (3 次元での画素) サイズの 1/10 以下の微小な開口量を有するき裂が検出可能となったことは、非破壊観察における大きな成果である。この手法を用いて同一のはんだ接合部を時系列的にモニタリングすることで、その疲労き裂の 3 次元的な進展状況が明らかにすることができた。なお、試験体として、FR-4 基板に 1005 サイズのチップ抵抗を鉛フリーはんだ (Sn-3.5Ag- 0.5Cu) で実装したものを用いた。

3. 疲労き裂の非破壊寿命評価技術の開発

さらに、疲労き裂の表面積を直接計測することによって、その余寿命を逐次推定することが可能となった。図 1 は、2 つの同一のはんだ接合部における

疲労き裂の進展過程を、き裂の表面積の変化で示す。はんだ接合部の形状は非常に複雑であるが、疲労き裂はほぼ一定の速度で進展していることが分かる。図より、平均の疲労き裂進展速度は、 $1.81 \times 10^2 \mu\text{m}^2/\text{cycle}$ と計算され、はんだ接合部が破断に至るまでのき裂進展寿命 N_p は、 $N_p = 2210 \text{ cycle}$ と評価された。さらに、き裂の発生寿命を考慮すると、熱サイクルによるはんだ接合部の全寿命 N_f は、 $N_f = 2880 \text{ cycle}$ と評価された。一方、SEM を用いた断面観察による平均疲労寿命は約 3000 cycle であり、本手法による寿命評価の正確さを裏付けるものであった。

4. まとめ

はんだ接合部における疲労き裂の非破壊観察技術を開発したことで、従来のモニタリング技術の枠組みを飛躍的に拡大することが可能となった。

謝 辞

本研究は、独立行政法人日本学術振興会科学研究費補助金（基盤研究(C)研究課題番号：21560108）の助成を得て実施されたことを記し、謝意を表する。

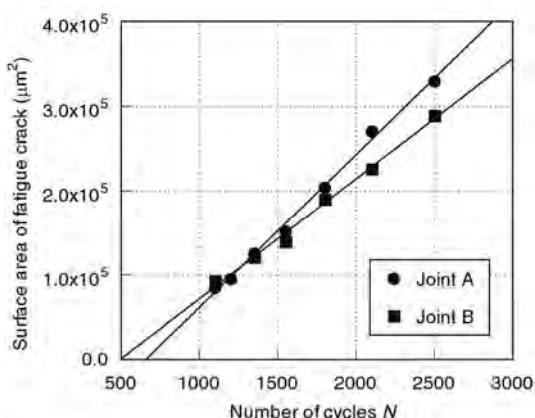


図 1. 疲労き裂の進展過程の例

温度応答性高分子を用いた包接型1細胞アレイチップの開発

電子技術課 横山義之

1. 緒言

これまでに、温度応答性高分子の特性の一つである体積が可逆的に変わること（収縮状態 \leftrightarrow 膨潤状態）を利用して包接型細胞チップの開発を行ってきた。このチップは、細胞がちょうど1個に入るサイズのチャンバー（穴パターン）を、温度応答性高分子を用いて基板上に多数アレイ状に形成したものである。チップ温度を低温（32°C以下）にすると、チャンバーを形成している温度応答性高分子が膨潤し、チャンバーの内径が狭まることによって、細胞をチャンバー内部で包接・固定することが可能となる。それに対し、チップ温度を高温（32°C以上）にすると、温度応答性高分子が収縮し、チャンバーの内径が拡がることによって、細胞をチャンバー内部に取り入れる、または、再び外部に取り出すことが可能となる。

本研究では、レーザーのスポット加熱を用いて特定の1細胞の出し入れが可能になる機能や、細いキャピラリーの突き刺しによる特定の1細胞への試薬の注入機能など、従来の包接型細胞チップの一層の高機能化を行った。

2. 実験と結果

レーザーの波長は、周囲の水に吸収されず、且つ、細胞に悪影響を与えない波長として、近赤外領域の光（784nm）を選択した。この近赤外レーザーを、顕微鏡の対物レンズを通して、直径10μmのスポット状に照射しながら、同時に、細胞チップの状態を観察できる光学系を構築した（図1）。また、細胞チップの温度応答性高分子には、近赤外光吸収剤としてカーボン微粒子を分散

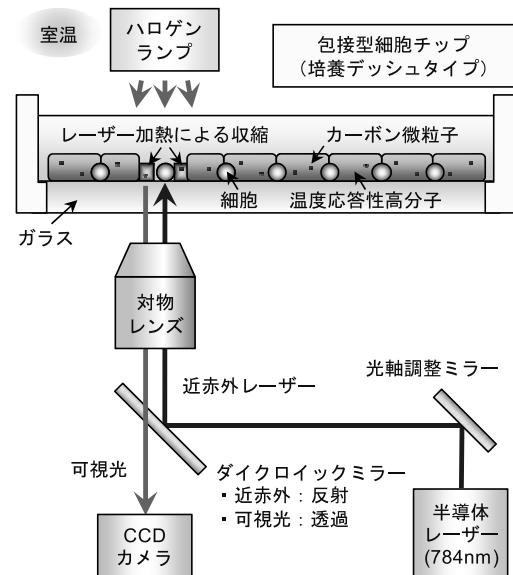


図1 近赤外レーザーのスポット照射光学系

させた。その結果、近赤外レーザーをスポット照射すると、狙った穴1個のみを開くことができた（図2）。この時のレーザー出力は、約2mWの低出力で十分であり、カーボン微粒子が効率よく近赤外光を吸収し、発熱体となっていることがわかった。

また、温度応答性高分子の膨潤時の柔らかさを調整し、細いキャピラリーを突き通せる柔らかさへと変更した。これにより、膨潤状態の温度応答性高分子に包まれしっかりと固定されている細胞に対しても、細いキャピラリーを突き刺し、直接、試薬を注入することができた。

「謝辞」

本研究は、科研費（若手B:21700496）の助成を受けたものである。

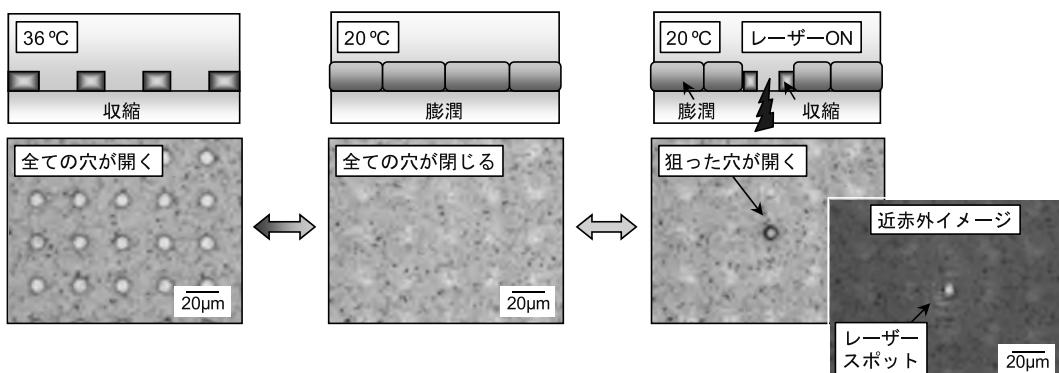


図2 近赤外レーザーによるスポット加熱を用いた包接型細胞チップの特定チャンバー開閉の様子

太陽光利用大容量ポリマー電池システム開発事業(2)

電子技術課 浅田峯夫, 機械システム課 金森直希, 企画管理部 住岡淳司*

谷野技術士事務所, 伝統技術応用研究会

1. 緒 言

近年, 新エネルギーに関する技術開発が盛んに行われておる, 官公庁や企業をはじめ一般家庭においても太陽光発電システムの導入が盛んになっている。本事業では, 太陽電池モジュールと環境に優しい軽量な電源である大容量ポリマーリチウムイオンバッテリーを組み合わせた電池システムの開発を行い, 実際に LED 蛍光灯, 太陽電池モジュール, バッテリーで構成する小型の LED 照明灯を試作し, 実証実験を行ったので報告する。

2. 試作電池システムの内容

図 1 に示すように, 43W タイプの太陽電池モジュールを建物屋上に設置した。バッテリーは, 以前に工業技術センターとマクセル北陸精器(現日立マクセル)と共同で開発し, 実用化しているフラット型大容量ポリマーバッテリーを用いた。これは, 固体電解質もしくはゲル状の電解質を用いた液漏れがないリチウムイオン 2 次電池となっている。1 セルの公称容量は 9.5Ah, 公称電圧は 3.6V である。これを 4 直列 2 並列(4S2P)に接続して電圧や容量を増加させ, 電池パックとして使用した。さらに, 電池の 1 セルの電圧, 過充電, 過放電を監視し, さらに電池パック全体の過電流保護回路を備えた充放電コントローラーを付加した。また, 実用性を考慮して

昼夜を区別する照度センサーや照明時間帯を設定するタイマーを附加した。図 3 に回路図を示す。



図 1 太陽電池モジュール(43W)

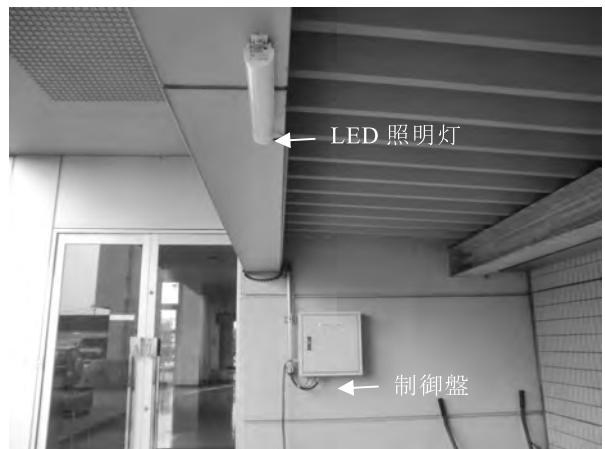


図 2 LED 照明灯の設置状況 (自転車置場)

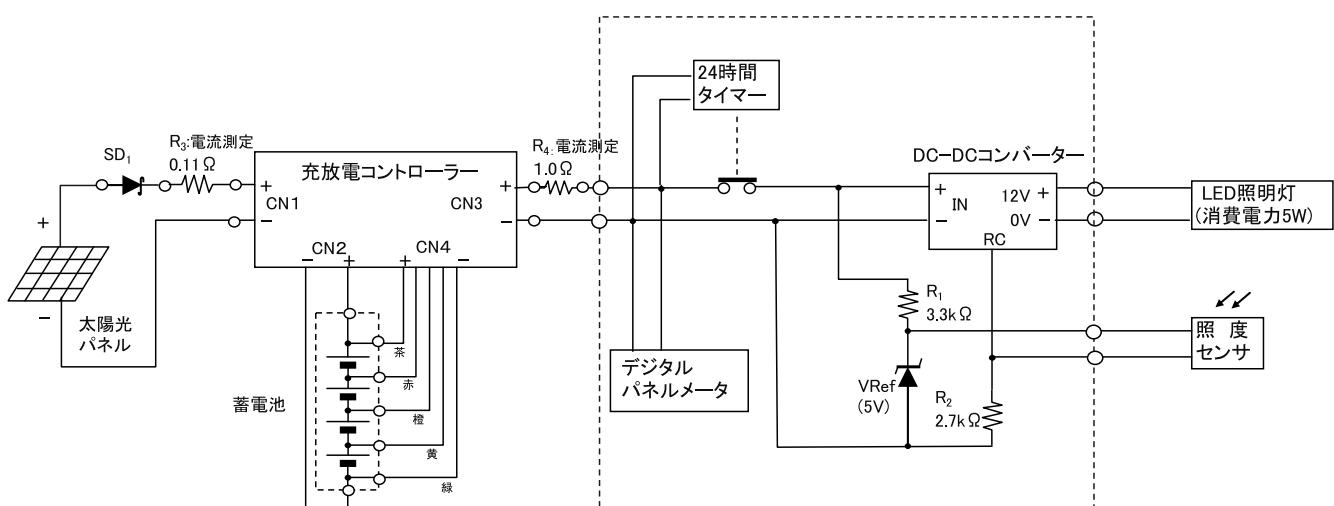


図 3 ソーラー型 LED 照明灯回路図

*現 中央研究所

3. 実験結果および考察

機械電子研究所の自転車置場で、1月～3月に実証実験を行なった（図2）。夜間の照明時間を午後5時から午後10時30分までの5時間30分に設定した。1月の日照時間は33.4時間と少なく、充放電コントローラーのトラブルも重なり途中で実験を中止した。一転して2月と3月は日照時間が120時間以上となり、毎日設定どおりの夜間照明を行なうことができた。

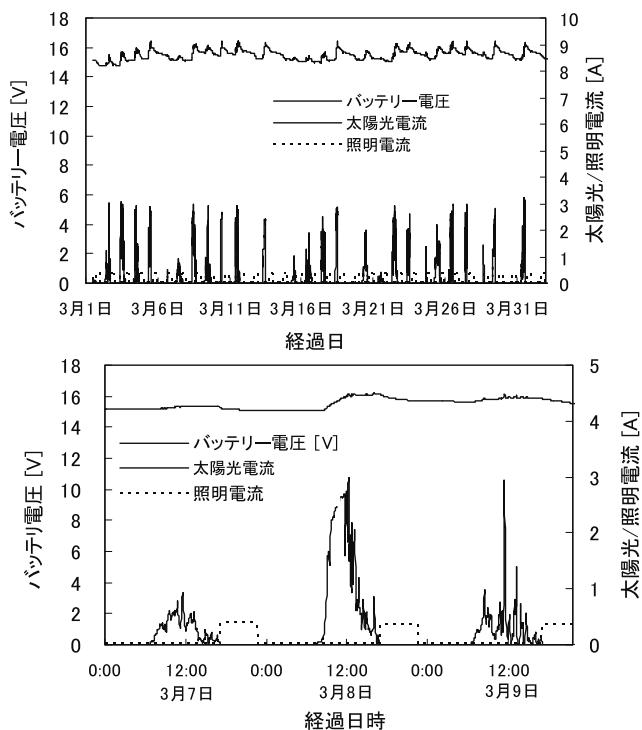


図5 3月7日～9日の状況

- 7日：雨時々曇り
- 8日：雨時々雪一時晴れ
- 9日：曇り一時雨のち雪

図4、5に、実証実験結果の一端を示す。リチウムイオンバッテリー電圧が常に14V以上を保っており、まだ照明時間に余裕がある。また、太陽光による充電時にはできるだけバッテリー接続負荷を軽減させた。このことにより、曇天時の充電電流を大きくすることができた。これは、曇天時の太陽電池の内部抵抗と負荷との分圧から、バッテリーに加わる電圧をより高くすることができたためと思われる。

4. 今後の課題

曇天時でも、太陽電池の発電電力を効率的に取り出してリチウムイオンバッテリーへ充電することを目的とするMPPT（最大電力点追従）充電コントローラーの組み込みや、人感センサーによる明暗設定、LED照明の間欠発振による照明の効率化などで、照明時間や連続不日照日数を増やす必要がある。また、LED光源の配列を含めたデザイン性の良い独立型LED照明灯についても課題である。

キーワード 太陽電池モジュール、LED照明灯、リチウムイオンバッテリー

Development of solar cell system using Li-ion polymer battery

Electronic engineering Section; Mineo ASADA

Mechanical system section; Naoki KANAMORI

Planning and information section; Junji SUMIOKA

Tanino consulting engineer office

The traditional technique applied research association

In order to promote of the environmental energy equipments, we fabricated the solar cell system using the large capacity Li-ion polymer battery (4S2P Pack). The main subjects of the system are reasonable price and the life time of Li-ion polymer battery.

VHF 帯電波を用いた双方向通信機能搭載山岳ビーコンの実現

電子技術課 浅田峯夫

富山県立大学 岡田敏美 株式会社サーキットデザイン 小宮山真康

1. 緒 言

本研究では、携帯電話など通信インフラが使えない山岳において、道迷いや遭難に遭遇した登山者の現在位置を速やかに特定し、救助を手助けするための通信機器「登山者電波位置探索システム MRLS:(Mountaineer's Radio Locating System)」の開発を行う。これまでの基礎研究¹⁾を元に、2年計画によるプロジェクト研究を行い、平成24年に商品化を目指とする。

2. 研究経過

開発する MRLS では、電波法を遵守した周波数、送信電力及びプロトコルを用いて、数 km の範囲での登山者の位置を計測することができ、また、1km 程度であれば双方向通信機能と GPS 位置計測機能により正確かつ迅速に登山者の位置を求めることができるようになる。初年度(平成22年度)では、この MRLS を実現するために以下の3ステップを踏んだ開発、実証実験、性能評価を行い、MRLS 技術モデルを完成させた。

第1ステップ(通信距離の確定)では、山岳において数 km の伝達距離を確保できるか否かを実証するための遠距離通信部を開発した。長野県の常念岳麓及び富山県の室堂付近での実証実験により、VHF(140-150MHz)帯、10mW の電波を用いることで3km 程度の通信距離を実現できることを確認した。

第2ステップ(双方方向通信機能)では、双方方向通信を最も合理的な方法で実現する方式を確定した。当初計画では、2波(150MHz 帯と 900MHz 帯)の併用を検討したが、150MHz 帯のみで双方方向通信を行うことができる发見し、これを実証実験で確認した。

第3ステップ(GPS 計測機能)では、登山者の現在位置を短時間で GPS 位置計測を行う機能を備えた登山者用の「携帯器」及び、捜索者が遭難者を探索する「探索器」を試作した。探索器に方向探知機能を追加すれば、万一、GPS 機能が使えないような状況においても、方向探知法により登山者の位置を遠隔から求めることができる。この機能は、次年度の研究開発の課題である。

以上の実証実験により、初年度目標である「MRLS 技術モデル」を完成させることに成功した。MRLS 技術モデルにおいて、登山者が救助を求める場合には、携帯器の {SOS} ボタンを押すだけで、登山者認証用の ID、及び GPS 計測された緯度・経度・高度情報が探索者に送信される。更に、探索者が SOS を受信した旨の情報を探索者側から携帯器へ送るので、登山者は安心して救助を待つことができる。



写真1 携帯器の外観



写真2 探索器の外観

参考文献

- 1) 岡田敏美「山岳遭難者の位置探索システム」(社)計測自動制御学会、計測と制御、Vol.48, No.10, 2009

ナノインプリント法を用いた 刺激応答性ポリマーの微細加工技術の開発

電子技術課 横山義之 高田耕児

1. 緒言

熱ナノインプリント法は、微細な凹凸パターンを形成したモールド（金型）を、加熱によって軟らかくした樹脂に押し当て、微細パターンを直接転写する成形技術である。比較的安価な装置でナノスケールの成形が行える次世代の加工技術として注目されている。

アクリル樹脂やポリスチレン、ポリ乳酸等の汎用的な樹脂に対して、精密射出成型では困難なナノレベルの微細形状を、熱ナノインプリント法により与えることができれば、反射防止フィルムや構造色を利用した彩色、微小レンズアレイ等の高付加価値な製品開発が可能になる。

また、外部刺激によって膨張 \leftrightarrow 収縮する刺激応答性ポリマーに対して、ナノレベルの微細形状を与えることができれば、ナノスケールでの動作が可能なアクチュエーターとして利用することができる。これまで掴めなかつたナノ粒子の捕捉や、ナノ流路チップにおける流体制御など、新しいナノデバイスの構築が期待される。

本研究では、初めに、汎用樹脂に対する転写技術の検討を行った。次に、得られた知見を利用して、熱ナノインプリント法によって微細加工できる温度応答性ポリマーを合成し、ナノアクチュエーターへの応用を検討した。

2. 実験方法

2.1 使用した汎用樹脂

ポリ乳酸、ポリスチレン、アクリル樹脂（ポリメチルメタクリレート）は、市販のプレート状（厚み 500μm）のものを用いた。ガラス転移温度 (T_g) を、熱分析装置 (SII, DSC7020) を用いて測定した結果、ポリ乳酸: 62.3°C、ポリスチレン: 79.9°C、アクリル樹脂: 109.2°C であった。

2.2 使用した刺激応答性ポリマー

温度によって体積を変化させる温度応答性ポリマー Poly(*N*-isopropylacrylamide) の化学構造を、熱ナノインプリント法で微細加工できるように有機合成により改良した (T_g : 99.6°C)。得られたポリマーをアルコール系溶剤に溶解し、ガラス基板にスピンドルコートすることで薄膜（厚み 10μm）を作製し、熱ナノインプリント実験に用いた。

2.3 熱ナノインプリントプロセス

微細形状の転写は、熱ナノインプリント装置 (Itrix, NanoimPro Type105) を用いて行った（図 1）。初めに、 T_g より約 20°C 高い温度まで樹脂を加熱し、軟化させた。次に、微細な凹凸パターンを有するシリコン製モールドを 5 MPa の圧力で 60 秒間押し込んだ。モールドは、事前にフッ素系高分子離型剤（ダイキン化成：Optool HD-1101Z）で表面処理を行った。温度応答性ポリマーへの転写の場合は、さらに高温（200°C）に上げ、膜内での熱架橋反応を進行させた。最後に、 T_g より約 20°C 低い温度まで樹脂を冷却し、モールドを引き抜いた。

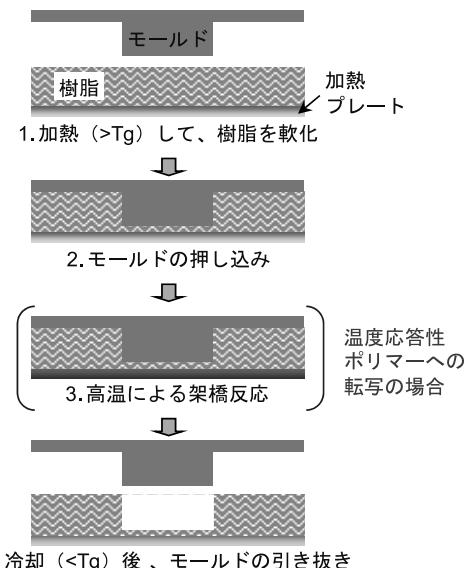


図 1 熱ナノインプリント法を用いた
微細形状の転写プロセス

3. 結果と考察

3.1 汎用樹脂への転写

図 2 に、熱ナノインプリント法を用いて微細形状を転写した汎用樹脂（ポリ乳酸、ポリスチレン、アクリル樹脂）の電子顕微鏡（SEM）写真を示す。可視光の波長とほぼ同じスケールの 500nm の微細なパターン（円柱、ホール、ライン）が良好に転写されていることが確認できた。その結果、光の干渉作用による鮮やかな虹色の構造色を樹脂に与えることができた（図 3）。

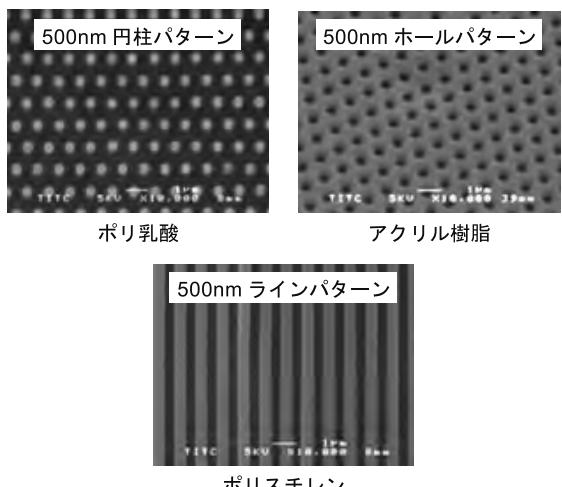


図2 热ナノインプリント法によって
転写された微細形状のSEM写真

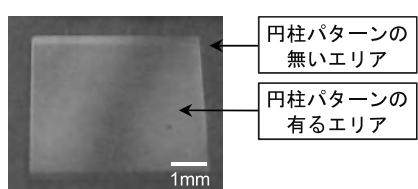


図3 微細構造による構造色の発現
(500nm 円柱パターンを有するポリ乳酸)

3.2 刺激応答性ポリマーへの転写

温度応答性ポリマーに対して、微細パターンの転写を行った結果、50nm～50μmの微細パターンを与えることができた。この温度応答性ポリマーは、イオン液体の存在下、低温（室温）では収縮し、高温（60°C以上）では周囲のイオン液体を取り込んで大きく膨潤する¹⁾。また、イオン液体は、真空中で揮発せず、SEM観察時のチャージアップを回避することができる²⁾。そこで、形成した微細パターンにイオン液体を含浸させ、SEMで観察しながら、電

子線スポット照射による局所加熱を利用して、特定箇所の体積変化を試みた（図4）。その結果、狙った箇所を可逆的に何度も膨張⇒収縮させることができた。

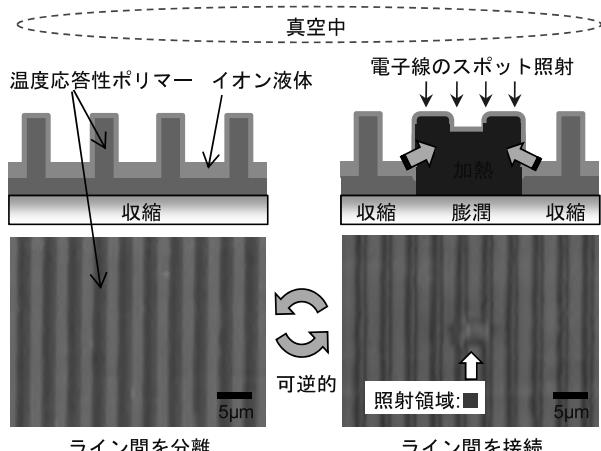


図4 電子線スポット照射による局所加熱を利用した
微細パターン（1μm ライン）の可逆的な変形の様子

4. 結論

汎用樹脂に対して、可視光の波長スケールの微細パターンを転写することができた。また、熱ナノインプリント法で微細加工できる温度応答性ポリマーを合成し、微細パターンを転写することができた。さらに、狙った箇所の微細パターンを可逆的に変形させることができた。

「参考文献」

- 1) T. Ueki and M. Watanabe, *Chem. Lett.*, **35** (2006) 964-965.
- 2) S. Arimoto et al., *Electrochim. Acta*, **53** (2008) 6228-6234.

「謝辞」

本研究推進にあたり数多くご指導を頂いた横浜国立大学渡邊教授に深く感謝致します。

キーワード：ナノインプリント、刺激応答性ポリマー、微細加工、ナノアクチュエーター

Development of Micro-fabrication Technology of Stimulus-responsive Polymer Using Nanoimprint Method

Electronic engineering Section, Yoshiyuki YOKOYAMA and Koji TAKATA

Thermal nanoimprinting is a fabrication technique whereby a mold with fine convex and concave patterns is pressed against a polymer film softened by heating in order to transfer the micropattern directly. This technique is now being investigated as a next-generation micro-fabrication technique that can form nano- to micro-scale patterns with relatively inexpensive equipment. In this study, we examined the transfer of nano- and micro-scale patterns onto general polymers (PMMA, PS and PLA) by thermal nanoimprinting. Moreover, we prepared a thermally cross-linkable stimulus-responsive polymer that could be nano- and micro-patterned by thermal nanoimprinting. The micro-patterns could be reversibly deformed through the swelling and shrinking of stimulus-responsive polymer with temperature change.

高周波チューナブルデバイス用プリンタブル材料の開発

電子技術課 坂井雄一 中央研究所 角田龍則 企画管理部 二口友昭

1. 緒 言

電子機器の小型化に伴い、機能の複合化、部品の内蔵化に関する技術が発達してきている。電子機器内部で用いられるキャパシタの容量を電気的に変更することができれば、チューナブルフィルターなどへの応用が可能となり、部品点数の削減に有効である。また、電子部品の作製に関し、電極で使用される貴金属の卑金属への置き換えや材料ロスの少ない作製工法に対する要望がある。本研究では、材料ロスの少ないスクリーン印刷法により、卑金属電極を有し、電圧による容量の変更が可能な高周波用チューナブルキャパシタを作製することを目的とする。今回は、材料として $\text{Ba}_{(1-x)}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ 系材料を選択し、卑金属電極に対応した組成と高いチューナビリティーを得るために組成について検討した。

2. 実験方法

BaTiO_3 , SrTiO_3 , MgCO_3 , CaCO_3 , SrCO_3 , BaCO_3 , MnO_2 を出発原料とし、 $\text{Ba}_{(1-x)}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$ ($x=0.3, 0.4$)に MnO_2 が $0.5\text{mol}\%$ と MgO , CaO , SrO , BaO が $y\text{ mol}\%$ ($y=1-4$)添加となるように秤量、混合し、 $1200^\circ\text{C}2\text{h}$ で仮焼、粉碎し、原料粉末を合成した。この粉末にエチルセルロース系のビヒクルと溶剤を混練し、スクリーン印刷用のペーストとした。基板にはジルコニア基板を用い、Niペーストを印刷、還元雰囲気にて $1370^\circ\text{C}1\text{h}$ の焼成を行うことで下部電極を形成した。この基板に作製したペーストをスクリーン印刷し脱バインダーの後、 $3\%\text{H}_2\text{-N}_2$ 雰囲気にて 1370°C で 2h の焼成を行った。印刷から焼成の工程を2回繰り返した後、Niペーストをスクリーン印刷し、還元雰囲気にて $1350^\circ\text{C}1\text{h}$ の焼成を行うことで上部Ni電極を形成した。焼成後の厚膜の厚みは約 $20\ \mu\text{m}$ であった。図1に $(\text{Ba},\text{Sr})\text{TiO}_3$ の単位格子の模式図を示す。Aサイトには Sr^{2+} もしくは Ba^{2+} が、Bサイトには Ti^{4+} が位置している。作製された厚膜については、X線回

折測定および電気特性測定による評価を行った。チューナビリティーは以下の式(1)にて計算した。

$$\text{Tunability } (\%) = \frac{C(0) - C(E)}{C(0)} \times 100 \quad (1)$$

C:キャパシタンス(F), E:印加電界(V/ μm)

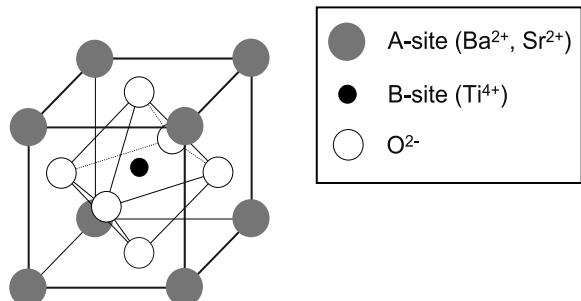


図1: $(\text{Ba},\text{Sr})\text{TiO}_3$ の単位格子模式図

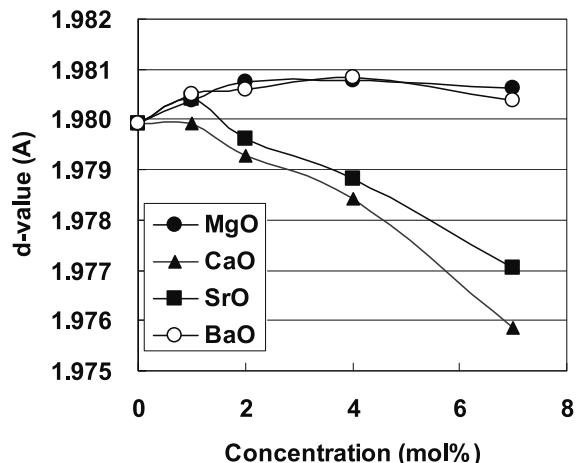


図2: d 値の酸化物添加量依存性

3. 実験結果、考察

$\text{Ba}(\text{Ti},\text{Zr})\text{O}_3$ 系材料において、 CaO , SrO , BaO の添加が耐還元性付与に有効であることが昨年度明らかになった¹⁾ことから、同じペロブスカイト構造を有する $\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{TiO}_3$ においても、2価の陽イオンの添加が耐還元性付与に有効と考え、 MgO , CaO , SrO , BaO の添加について検討した。無添加の厚膜は還元雰囲気での焼成によって還元し、電気特性の測定ができなかったが、 $1\text{mol}\%$ 以上添加したものは耐還元性を示した。図2に $\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{TiO}_3$ 系厚膜の200ピークの d 値の添加物依存性を示す。Shannonのイオン半径

によると、 Mg^{2+} のイオン半径は Ti^{4+} よりも大きく、 Ba^{2+} や Sr^{2+} よりも小さいことから MgO の添加量の増加に伴うd値の上昇は、 Mg^{2+} がBサイトに置換していることを示している。同様に考えると、 Ca^{2+} もしくは Sr^{2+} を添加した場合に、d値は添加量が少ないときは上昇し、添加量の増加に伴い減少に転じていることから、少量の添加では Ca^{2+} もしくは Sr^{2+} はBサイトに置換し、添加量が増えるとAサイトにも置換したものと考えられた。 Ba^{2+} の場合はAサイト、Bサイトどちらにも置換している可能性がある。 $BaTiO_3$ 系材料の還元は、マイナス電荷を伴う酸素空孔の形成が起源と言われており²⁾、2価の陽イオンがBサイトに置換することで、酸素空孔で発生したマイナス電荷を補償し、耐還元性が付与されたものと考えられた。そのため、いずれの添加物もBサイトへの置換が耐還元性付与のキーとなっている可能性が高く、 Ba^{2+} もBサイトに置換しているものと推察された。各添加物を4mol%添加した際のリーク電流特性を図3に示す。 MgO 添加した材料が最も低いリーク電流であった。そこで、 MgO の添加量と電気特性について詳細に検討したところ、2から4mol%の添加で大きなチューナビリティーを示すことが明らかとなった³⁾。さらに、耐還元付与のための添加物を2mol%の MgO に固定し、 $Ba_{(1-x)}Sr_xTiO_3$ ($x=0.3, 0.4$)のチューナビリティーを比較した。その結果を図4に示す。 $x=0.3$ では0.4よりも高いチューナビリティーを示した。 $x=0.3$ では2V/ μm といった比較的低い電圧でも約65%といった大きなチューナビリティーを示した。今後、焼成温度の低温度化やチューナブルフィルターへの応用を検討する。

キーワード：強誘電体、チタン酸バリウムストロンチウム、耐還元、ニッケル

Development of Printable Materials Suitable for High Frequency Tunable Devices

Yuichi SAKAI, Tatsunori KAKUDA, and Tomoaki FUTAKUCHI (Toyama Industrial Technology Center)

$Ba_{(1-x)}Sr_xTiO_3$ ($x=0.3, 0.4$) doped with MgO , CaO , SrO , or BaO thick films with Ni electrodes were prepared by screen printing. MgO , CaO , SrO , or BaO doping were effective for preventing $(Ba,Sr)TiO_3$ from reduction. The leakage current of $Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$ thick films doped with 4 mol% of MgO were lower than those of thick films doped with CaO , SrO , or BaO . The tunabilities of $Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$ and $Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$ thick films with MgO concentrations of 2 mol% at an electric field of 9 V/ μm were approximately 75% and 90%, respectively.

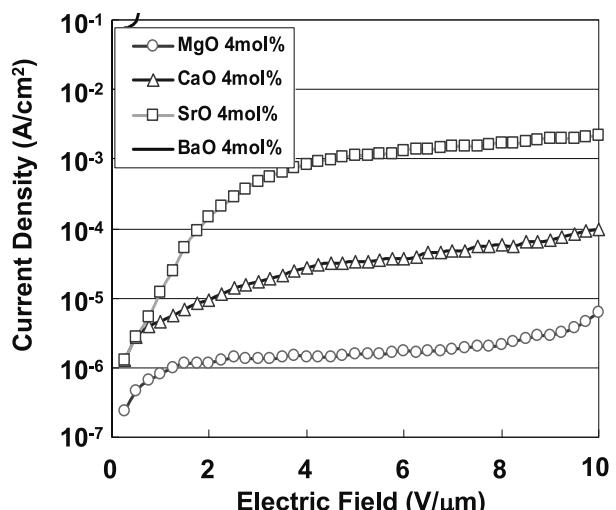


図3: MgO , CaO , SrO , BaO を4mol%添加した $Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$ 系厚膜のリーク電流特性

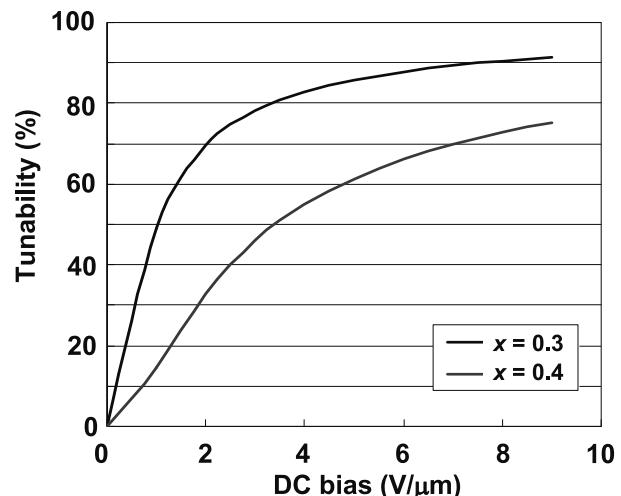


図4: $Ba_{(1-x)}Sr_xTiO_3$ 系厚膜($x=0.3, 0.4$)のチューナビリティー

「参考文献」

- 坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告23(2009)104.
- 村田製作所編:セラミックスコンデンサの基礎と応用, オーム社
- Sakai et al. : Jpn. J. Appl. Phys. **49** (2010)09MA12.

X線マイクロCT技術の電子基板の信頼性評価

および設計への適用

機械システム課 釣谷浩之 佐山利彦 コーセル（株） 岡本佳之 高柳毅
(財)高輝度光科学研究所センター 上杉健太朗 富山県立大学 森孝男

1. はじめに

現在、電子基板のマイクロ接合部の熱疲労損傷が、基板全体の信頼性に大きな影響を与える要因となっている。このため、エレクトロニクス産業界では、このようなマイクロ接合部の信頼性を非破壊で評価する手法の開発が強く求められている。有効な手法の一つとして、大型放射光施設 SPring-8において、放射光を用いた高分解能の X 線 CT 装置¹⁾（以下 SP- μ CT）を用いて、マイクロはんだ接合部の熱疲労き裂を非破壊で評価する技術の開発を行ってきた。これまで、典型的なマイクロ接合部の一例として、Sn-Pb 共晶はんだによって接合されたフリップチップ接合構造体を対象として、評価技術の開発を行ってきた。加えて、現在主流となってきた鉛フリーはんだによって接合された BGA 接合部についても、その熱疲労き裂の非破壊評価技術の開発を行ってきた。しかし、実際の基板では、フリップチップや BGA のような単純な接合部形状だけでなく、チップ部品接合部のように複雑な形状を持つはんだ接合部も数多く存在する。これまでも、チップ抵抗接合部に発生する熱疲労き裂の観察と抽出を試みてきたが、フィレット部分に発生するき裂の抽出に

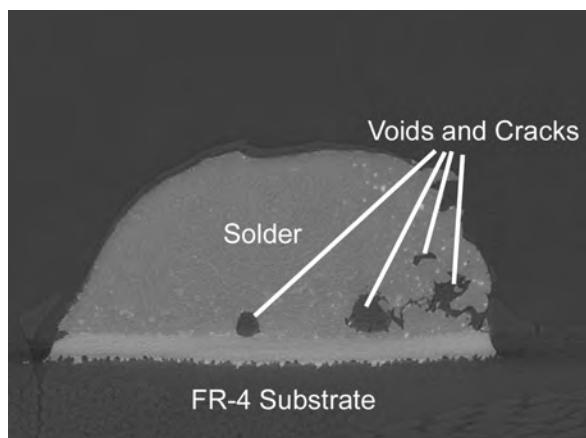
課題が残り、き裂の全体像を明らかにはできていなかった。今回この課題を解決し、フィレット部分も含めたき裂全体の抽出を試みた。

2. 試験方法

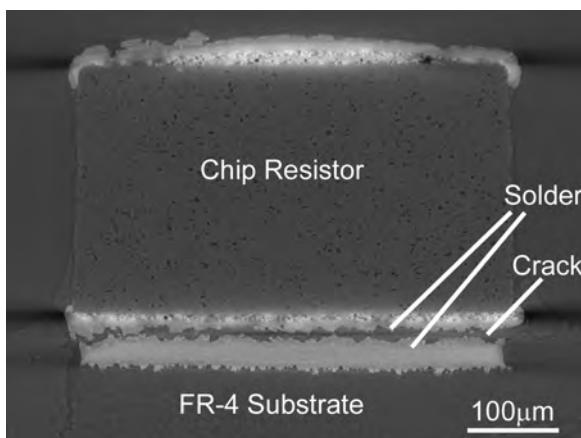
観察に用いた試験体は、長さ 1.0mm 幅 0.5mm のチップ抵抗が、FR-4 基板上に Sn-3.0wt%Ag -0.5wt%Cu 鉛フリーはんだによって接合されたものである。この試験体を厚さ 1mm × 幅 1mm × 長さ 10mm の柱状に加工したものを使用した。チップ抵抗接合部では、その接合部形状の複雑さから、X 線の照射方向によっては、透過量が十分でない場合があり、これが CT 画像の画質に影響する。今回は、最も透過量が少なくなる方向を避けるために、試験体を X 線の照射方向に対して、約 10° 傾けて撮影を行った。試験体に熱サイクル負荷を加えて、任意のサイクル数において、SP- μ CT を用いて観察を行った。

3. き裂の抽出結果

図 1 は、熱サイクル試験を 2500 サイクル実施した同一試験体のフィレット部とチップ部分の CT 画像を示す。



(a) フィレット部の CT 画像



(b) チップ部分の CT 画像

図 1 断面位置による CT 画像の画質の違い

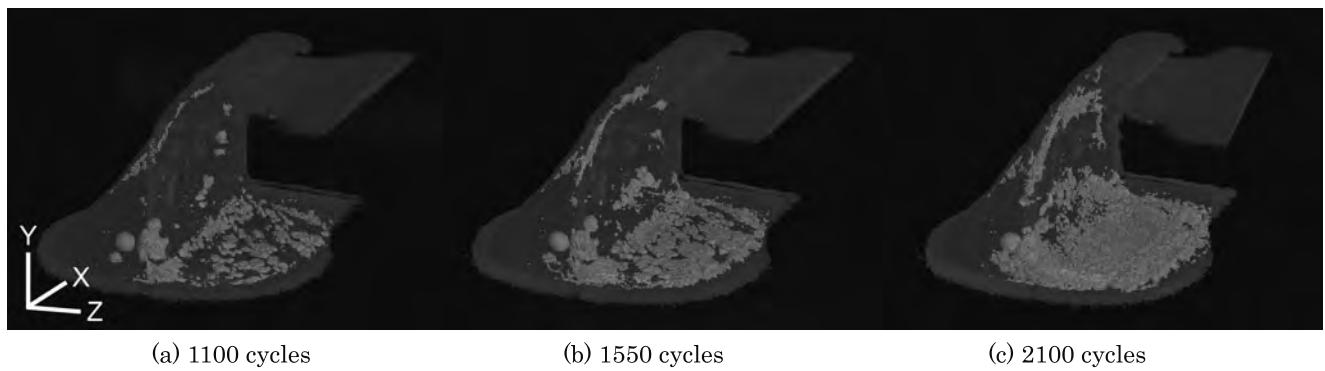


図 2 チップ抵抗接合部の疲労き裂の三次元画像

(a)は、フィレット部、(b)はチップ部分である。フィレット部とチップ下では、X線の透過方向による透過量の変化やX線の屈折による影響などから、同じはんだ部分やき裂部分でも明るさが異なっている。そこで、き裂の抽出に際しては、フィレット部、チップ下、及びその境界付近（チップ端面）でそれぞれ異なる閾値を用いてき裂の抽出を行った。

図2は、抽出した画像を元に作成したき裂の三次元画像を示す。(a)～(c)は、それぞれ、1100サイクル、1550サイクル、2100サイクルでのき裂の三次元画像を示している。いずれの図も、暗い灰色の部分が、はんだ接合部、電極、パッド部分を示している。明るい部分がき裂を示している。き裂を見やすくするためチップ部分は消去してある。図から、チップ下にき裂が進展するとともに、チップのコーナー付近と、チップ端面に近いフィレット部分からもき裂が進展していくことが見て取れる。このようなチップ部品接合部の熱疲労き裂進展過程の全体像は、断面観察などでは把握が非常に困難なもので

あり、この結果は、本手法の有効性を示している。

4.まとめ

SP- μ CTを用いてSn-Ag-Cu鉛フリーはんだによって接合されたチップ抵抗接合部において、フィレット部分も含めた、熱疲労き裂の全体像を非破壊で観察することが可能となった。今回き裂全体を抽出することが可能になったことで、き裂表面積を計測することが可能であり、このような計測値を用いてき裂進展過程について定量的な評価を行うことが可能となる。

謝辞

本研究におけるSP- μ CTを用いた放射光実験は、財團法人高輝度光科学研究所の支援（研究課題番号：重点産業利用課題2010A1720）を受け、SPring-8のビームラインBL20XUにおいて実施されたことを記し、謝意を表する。

「参考文献」

- 1) Uesugi, K. et al., *Nucl. Instr. Method.*, Sec.A, Vol. 467-468(2001), 853-856.

キーワード：鉛フリーはんだ、チップ部品接合部、熱疲労き裂、放射光、X線マイクロCT、表面実装

Application of Synchrotron Radiation X-ray Micro-tomography to Design and Evaluation of Reliability for Electronic Substrate

Hiroyuki TSURITANI, Toshihiko SAYAMA, Yoshiyuki OKAMOTO, Takeshi TAKAYANGI,
Kentaro Uesugi and Takao MORI

An X-ray micro-tomography system called SP- μ CT, which has a spatial resolution of 1 μ m, has been developed in SPring-8. In this work, SP- μ CT was applied to the nondestructive evaluation of fatigue crack propagation due to thermal cyclic loading in chip joints connected by Sn-3.0wt%Ag-0.5wt%Cu lead-free solder. Consequently, the obtained CT images clearly show the process of the crack propagation of the same solder joint.

ハイブリッド有機デバイスの開発

電子技術課 寺澤 孝志 生活工学研究所 佐伯 和光

1. 緒言

有機薄膜電界効果トランジスタ(Organic thin film Field Effect Transistor : O-FET)や有機薄膜太陽電池(Organic Solar Cell : O-SC)は、フレキシブルなデバイスの可能性や、プリンタブルで生産性に優れるなどの観点から、開発が進められている。O-FETは、液晶や有機ELなどの表示デバイス用の駆動トランジスタとして、O-SCは、携帯可能な小型電力貯蔵システムの太陽電池として期待されている。一方で、O-FETやO-SCは、性能が安定しないため、水蒸気や酸素から保護するガスバリア膜(Gas Barrier Film: GB-F)が必要である。

本研究では、O-FETとO-SCを試作し、GB-Fで被覆して特性の評価を行った。その結果、O-FETとO-SCの特性劣化を抑えることができたので報告する。

2. 実験方法

前年度は、図1に示すO-FETを試作し、新規のGB-Fの効果を確認した。開発したGB-Fは、成膜が容易な酸化シリコン(SiO₂)膜上にフッ素系单分子(FC)を化学結合させた複合膜である。

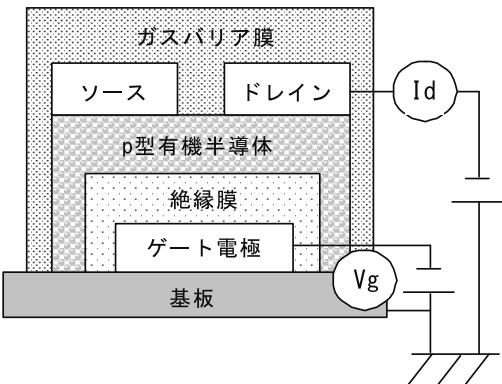


図1 有機薄膜電界効果トランジスタ(O-FET)の構造
ゲート電圧(V_g)とドレイン電流(I_d)の関係を調べた結果、電流値のon/off比は、I_{d(Vg=-30V)}/I_{d(Vg=0V)}=10²程度であった。温度85°C、湿度85%、暴露時間1hの加速寿命試験後では、I_{d(Vg=-30V)}/I_{d(Vg=0V)}=10³程度と特性は大幅に向上了。これは、FC膜による水分の遮蔽機能と、SiO₂膜によるp型有機半導体の安定化のためと考えている。

今年度は、図2に示すO-SCを試作し、O-FETで効果のあったGB-Fを用いて、安定性の向上を目指した。

O-SCは、有機半導体からなるpn接合に光を照射することでキャリアを生成させ、内部に生じる電場により外部に電力を取り出すデバイスである。O-SCの作製は以下のとおりである。

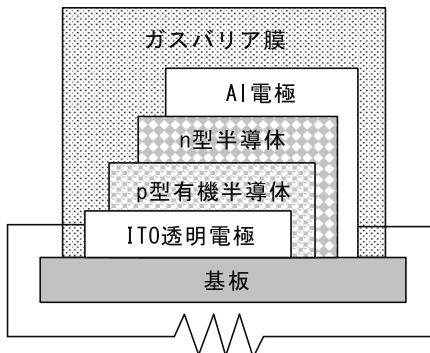


図2 有機薄膜太陽電池(O-SC)の構造

表面抵抗10ΩcmのITO透明電極付きガラス基板上に、p型有機半導体として、導電性高分子のポリアニリン(PAn)膜をスピンドルコート法で成膜した。膜厚は250nmとした。次に、n型半導体であるフラーレンC₆₀(C₆₀)を真空蒸着法で、300nm成膜した。最後に電極のアルミニウムを真空蒸着法で、200nm成膜した。O-SCは、空気中の水蒸気や酸素で機能の劣化が始まるので、ガスバリア膜で覆った後に特性を評価した。

3. 実験結果

作製したGB-Fは、①SiO₂(3μm、スペッタリング)、②SiO₂(3μm、スペッタリング)/FC(10nm、真空蒸着)である。また、pn接合界面の不安定さを解消すため、GB-F被覆後、140°C(30min)で熱処理したO-SCも準備した。

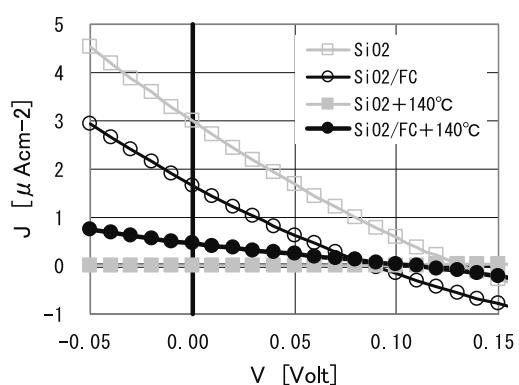


図3 ガスバリア膜(GB-F)で被覆したO-SCのJ-V特性

図3に示すように、熱処理をしたものはJ-V特性の低下が見られたが、後述するように、これはO-SC内の導電機構の変化によるもので熱処理の効果は認められている。また、熱処理後ではSiO₂/FC複合膜はSiO₂膜に比べ特性劣化の観点からは優位であった。

次に、O-SCの大きな損失要因の一つに各界面でのキャリアのトラップが挙げられる。そこでITO表面を酸素プラズマで処理しクリーニングした後、PAnを成膜して作製したO-SCについて、図4にJ-V特性を示す。

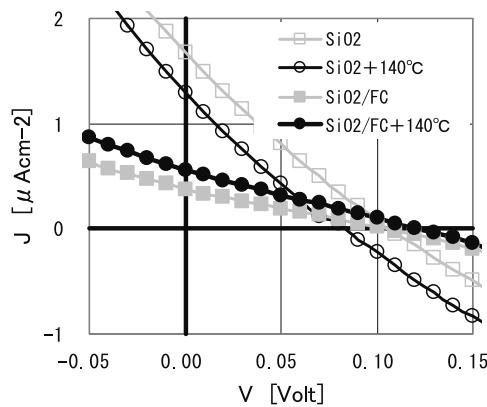


図4 ITO表面をプラズマ処理したO-SCのJ-V特性
作製直後のO-SCの特性は、GB-FにSiO₂膜、SiO₂/FC膜を用いたもの共に同様の特性を示した。SiO₂膜を用いたもので若干特性が良かった。熱処理後では、開放電圧V_{oc}が増加し、短絡電流J_{sc}が低下した。SiO₂/FC膜の方が、若干特性の劣化を抑えることができた。
図3、4の特性、O-SC、GB-Fの構成および機能処理を表1に示す。図3、4で見られた熱処理によるJ-V特性の違いを調べるために、光の波長毎の量子効率QE(出力電子数/光子数)を測定した。結果を図5に示す。作製直後のO-SCは、420nm、630nmに吸収ピークをもち、それぞれAl/C₆₀、ITO/PAn界面の特性を示しており、PAn/C₆₀界面がうまく機能していない事が判った。さらに、熱処理後は540nmのピークが出現しており

PAn/C₆₀界面形成が促進されたことが判った。これらは、GB-Fで被覆しO-SCを安定化することにより見えてきた現象であり、今後の発展に期待が持てる。

表1 O-SC、GB-Fの構成、機能処理とJ-V特性

O-SC	GB-F	plasma	熱処理	V _{oc} /V	J _{sc} /Acm ⁻²	FF	Eff
PAn/C ₆₀	SiO ²	—	—	0.13	3.0 × 10 ⁻⁶	22	86 × 10 ⁻⁶
PAn/C ₆₀	SiO ²	○	—	0.11	1.7 × 10 ⁻⁶	23	40 × 10 ⁻⁶
PAn/C ₆₀	SiO ²	—	○	0.02	0.1 × 10 ⁻⁶	23	1 × 10 ⁻⁶
PAn/C ₆₀	SiO ²	○	○	0.08	1.3 × 10 ⁻⁶	22	23 × 10 ⁻⁶
PAn/C ₆₀	SiO ² +FC	—	—	0.09	1.7 × 10 ⁻⁶	22	32 × 10 ⁻⁶
PAn/C ₆₀	SiO ² +FC	○	—	0.11	0.4 × 10 ⁻⁶	25	1 × 10 ⁻⁶
PAn/C ₆₀	SiO ² +FC	—	○	0.11	0.5 × 10 ⁻⁶	24	12 × 10 ⁻⁶
PAn/C ₆₀	SiO ² +FC	○	○	0.12	0.6 × 10 ⁻⁶	24	17 × 10 ⁻⁶

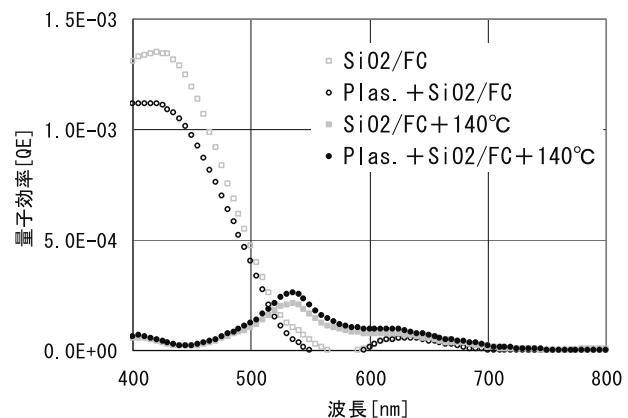


図5 量子効率の波長依存性

4. まとめ

有機薄膜太陽電池(O-SC)を、水蒸気や酸素から保護するためのガスバリア膜(GB-F)の開発を行った。併せて高性能化のための処理方法について検討した。O-SCを試作、新規のGB-Fで被覆し、特性評価を行った結果、安定性の確保と共に特性劣化を抑えることができた。

「参考文献」

- [1] A.Fujii *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys., **43**, (2004) No. 12, 8312.
- [2] T.Terasawa, JSAP, M&BE5, ABSTRACTS, A-P3 (Mar. 2009)

キーワード：有機薄膜電界効果トランジスタ、ガスバリア膜、ハイブリッドデバイス、環境試験

Development of Hybrid Organic Device

Takashi TERASAWA, Kazumitsu SAEKI

Gas barrier film for protecting Organic Solar Cell (O-SC) from steam and oxygen was developed. O-SC was produced experimentally, and it was covered in new gas barrier composite membrane. As a result of evaluation of O-SC in before and after of environmental test, it was possible to drastically hold characteristic degradation.

バイオ燃料生産微生物のスクリーニング法に関する研究

電子技術課 高田耕児 浅田峯夫 横山義之 牧村めぐみ* 中央研究所 鍋澤浩文

1. 緒言

バイオ燃料の生産性向上のためには微生物による発酵の効率化や酵素反応の効率化が重要であるため、活性の高い微生物や酵素の探索等の研究が行われている。多くの微生物の中から活性の高い微生物をスクリーニングするには、迅速・簡便に微生物の活性を測定する方法が必要と考えられる。本研究では、交流インピーダンス法により迅速・簡便に微生物の活性を測定する方法の開発を目指している。今年度は、あらたに電極チップを作製し、それを用いて酵母の増殖を測定した。

2. 実験方法

2.1 電極チップの作製

新しい電極チップの外観を図1に示す。96 ウェルプレートに挿入して測定できるように基板自体をくし型の形状とし、その先端には微細なくし型電極を設けた。くし型電極のライン&スペースはともに $50\mu\text{m}$ とした。ガラス基板は厚み 1.1mm の Corning 社 Eagle XG を用いた。電極作製は次のように行った。基板に付着した有機物を洗浄除去した後、Cr, Au の順にスパッタリングにより成膜した。Cr の膜厚は 50nm , Au の膜厚は 200nm とした。ポジ型レジストをエッチングマスクとし、Cr, Au それぞれのエッチング液にて電極をパターニングした。レジストを取り除いたのち、ドライフィルムレジストをマスクとしてサンドブラストによりくし型に加工した。

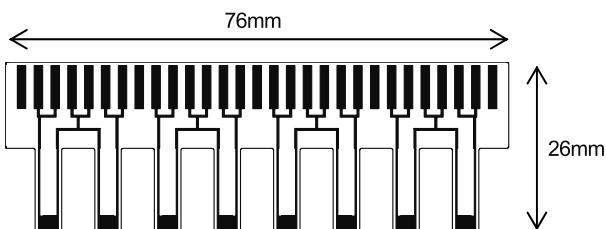


図1 作製する電極チップの形状

2.2 交流インピーダンス測定

96 ウェルプレートの各ウェルに YM 培地を $120\mu\text{L}$, 10mM の $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]/\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ を $30\mu\text{L}$ 入れて混合し、そこに電極を差し込んで測定した。インピーダンスマーター (HIOKI 社製 3532-80 型) を使用し、印加電圧 10mV

で周波数 $15\text{Hz}-1\text{MHz}$ 間を測定し、複素インピーダンスプロットから電荷移動抵抗 (R_{ct}) を求めた。

電極は使用後、硫酸過水（濃硫酸と過酸化水素水を 3 対 1 で混合したもの）で 5 分間処理した後、純水で洗浄し、乾燥して再利用した。

2.3 酵母の増殖の測定

微生物としては、エタノールを生産する微生物である酵母の増殖を測定した。以前の研究により^{1,2)}、電極と電気二重層との間で行われる電子の授受の起りにくさを表す電荷移動抵抗 (R_{ct}) を測定することにより、酵母の増殖が測定できることがわかっている。酵母を YM 培地で一晩培養した後、新鮮な YM 培地で 10 倍希釈し、1 時間経過したものに $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]/\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ を加えて測定した。

3. 実験結果および考察

3.1 電極チップの作製

図2に完成した電極チップの写真、図3にくし型電極部の電子顕微鏡写真を示す。サンドブラストによりガラス基板を望みの形状に加工できている。くし型電極のライン/スペースは端の電極では $42.6\mu\text{m}/55.8\mu\text{m}$, 中央の電極では $43.7\mu\text{m}/54.7\mu\text{m}$ であった。

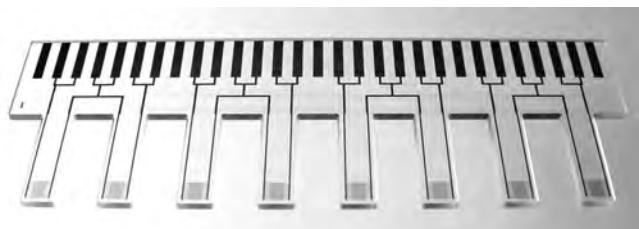


図2 作製した電極の外観写真

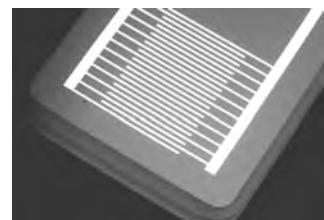


図3 電極の電子顕微鏡写真

3.2 交流インピーダンス測定

今回作製した電極チップと昨年度のチップで電荷移動

*現 生活工学研究所

抵抗を測定した結果を図4に示す。それぞれ同一チップ内の8個の電極で測定した。複素インピーダンスプロットでの半円の直径が電荷移動抵抗(R_{ct})となる。昨年度のチップでは、 R_{ct} がばらついているが、今回作製したチップではばらつきが抑えられているのがわかる。同一チップ内の8個の電極の測定値の標準偏差(平均値で割ったもの)をチップ間で比較したところ、昨年度のチップでは3枚のチップで測定した際の標準偏差が、0.119, 0.108, 0.111であるのに対し、新しいチップは0.032, 0.030, 0.065であり、大幅にばらつきが抑えられていた。これは、くし型電極とすることで、微量測定の感度が上昇したことと、96ウェルプレートに挿入して測定する形にしたこと、測定液の蒸発や電極間の干渉が抑えられたことによるものと考えられる。

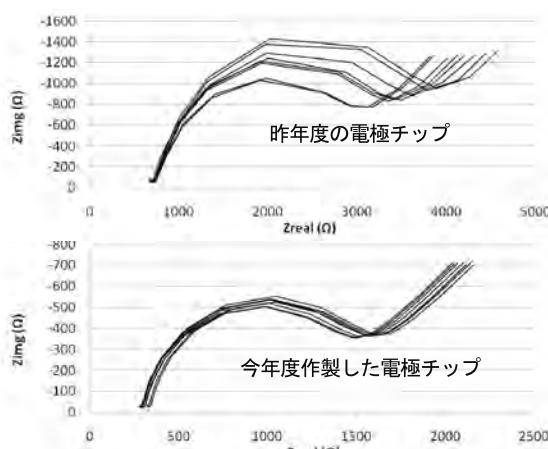


図4 電荷移動抵抗測定結果の比較

3.3 酵母の増殖の測定

YM培地と酵母を加えて1時間経過したYM培地を比較した結果を図5に示す。酵母の増殖により R_{ct} が大幅に

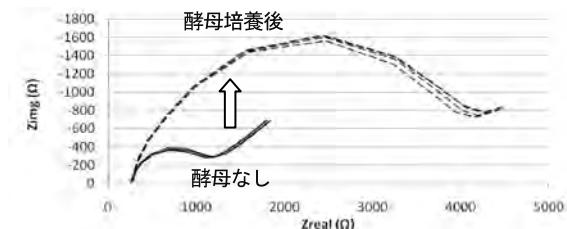


図5 酵母の増殖の測定

大きくなった。また、それぞれ4個の電極での測定値の標準偏差(平均値で割ったもの)はYM培地で0.026、酵母を含むYM培地で0.015とやはり測定値のばらつきが抑えられている。

4. 結言

電荷移動抵抗の測定精度を上げるために、新たに電極チップを作製し、それを用いて酵母の増殖を測定することができた。今後、電極を酵素で修飾するなどの方法によりさまざまな活性をもった微生物をスクリーニングする方法について検討していく。また、酵母の増殖に伴う電荷移動抵抗の増加の原理についてはまだわかっていない部分が多い。今後新しいチップでデータを蓄積することにより電荷移動抵抗増加の原理についても解明していく。

「参考文献」

- 1) M. Horii *et al.*
Chemical Sensors, **25** Supplement A (2009) 145-147
- 2) 日出嶋宗一他
第22回若い研究者を育てる会研究論文集 p31-36

キーワード：電気化学、インピーダンス、微生物、バイオ燃料

Research on Screening Methods for Microbes Producing Biofuels Using Electrochemical Measurements

Koji TAKATA, Mineo ASADA, Megumi MAKIMURA, Yoshiyuki YOKOYAMA, Hirofumi NABESAWA

To raise the efficiency of biofuel production, techniques for screening the microorganism with high activity could be powerful and a rapid method for measuring the cell activity is necessary to develop such a screening system. In this study, we developed a new electrode chip and investigated whether the cell activity could be measured by AC impedance method. Charge transfer resistance(R_{ct}) measured by newly developed chips is more precise than that measured by the previous chips, and R_{ct} of yeast culture medium was rapidly increased, suggesting that the increase of cell activity in fresh medium was monitored by R_{ct} measurement.

ミニ合鴨群ロボットの開発

機械システム課 金森直希

電子技術課 浅田峯夫

1. 緒言

水を張った水田に放出された複数のミニロボットが、自身近傍の水を水流により濁らせることによって防除草効果を發揮する分散型水田防除草システムを開発している。昨年度までに、水流を発生させ水を濁させる機構および水面を移動する機構として、草の切れ端やゴミなどに対して頑健な魚のヒレに倣った弾性振動翼を利用する機構の可能性を見出した。

本年度は、弾性翼の形状・動作パラメータの適切な組み合わせを調べ、弾性翼を駆動する機構を検討した後、その機構を組み込んだ1台のミニロボットを試作し、動作試験を行った。

2. 弾性翼の形状・動作パラメータの検討

濁水化のための強い水流を発生させることが可能な長方形平板型弾性翼の形状パラメータと駆動時の動作パラメータの適切な組み合わせを調べた。材質を耐候性のあるポリカーボネートとし、翼長については試作する濁水化ユニットの大きさを考慮して70mmに固定した。図1に示すように、土に見立てたガラスビーズを底に敷き詰めて水を張った水槽に弾性翼を斜め下方45deg(振動の中立点: $\theta=0$)に設置し、プーリーを介してモータで駆動した。回転軸に貼付したひずみゲージにより並進力と軸トルクを測定した。

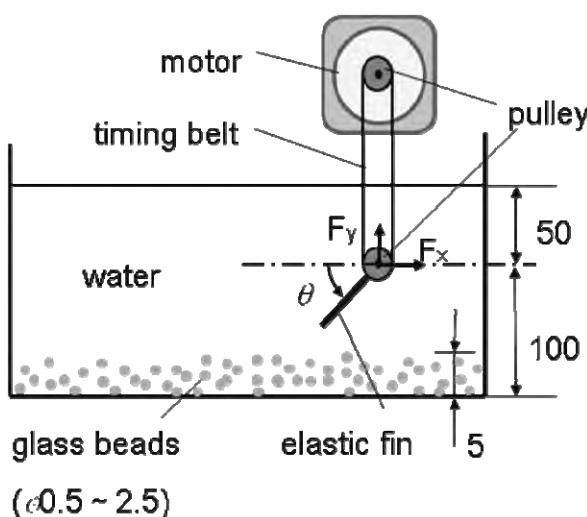


図1 弾性翼実験装置

表1に示したすべてのパラメータ組み合わせで水流発生実験を行った。水流の強さの評価は、図2のように、弾性翼を十分長い間動作させた後に露出する水槽底部の楕円状の露出部の長径で行った。なお、図2は最も長径が大きくなった実験ケース($W=40$, $t=1$, $f_n=2$, $\theta=\pm 45$)の実験結果である。このときの最大トルクは約1kgf·cmであり、最大動力は約1Wであった。

表1 試験パラメータ

形状	幅 W [mm]	40, 60 80
	厚さ t [mm]	0.5, 1
動作	振動数 f_n [Hz]	0.5, 1, 2
	振幅 θ [deg]	± 15 , ± 30 , ± 45

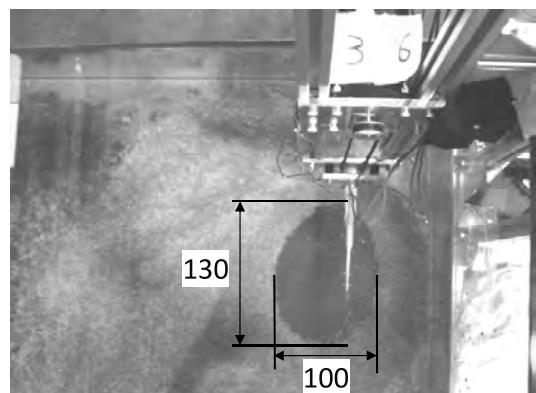


図2 弾性翼の発生水流により露出した水槽底部

3. ミニロボットの試作および動作試験

弾性翼とその駆動機構を組み込んだミニロボット1体の試作および動作試験を行った。試作機を図3に示す。弾性翼駆動部の電子回路と別途開発した小型可搬電源(3.7V, 2Ah)を収めた水密構造の円筒部の頂部に約100mm角の太陽電池(最大出力約1W)を設置した。円筒部の底面には3つの弾性翼駆動ユニットを120deg等配分で取り付けた。また、浮力調整と、弾性翼の振動動作中の機体の安定を保つために、弾性翼駆動ユニット上部3か所に浮きを設置した。弾性翼駆動ユニットは、樹脂ケースに密封したラジコンサーボモータの軸動力を磁気カップリングにより水没側に取り出して弾性翼を動かすことができる構造となっている。

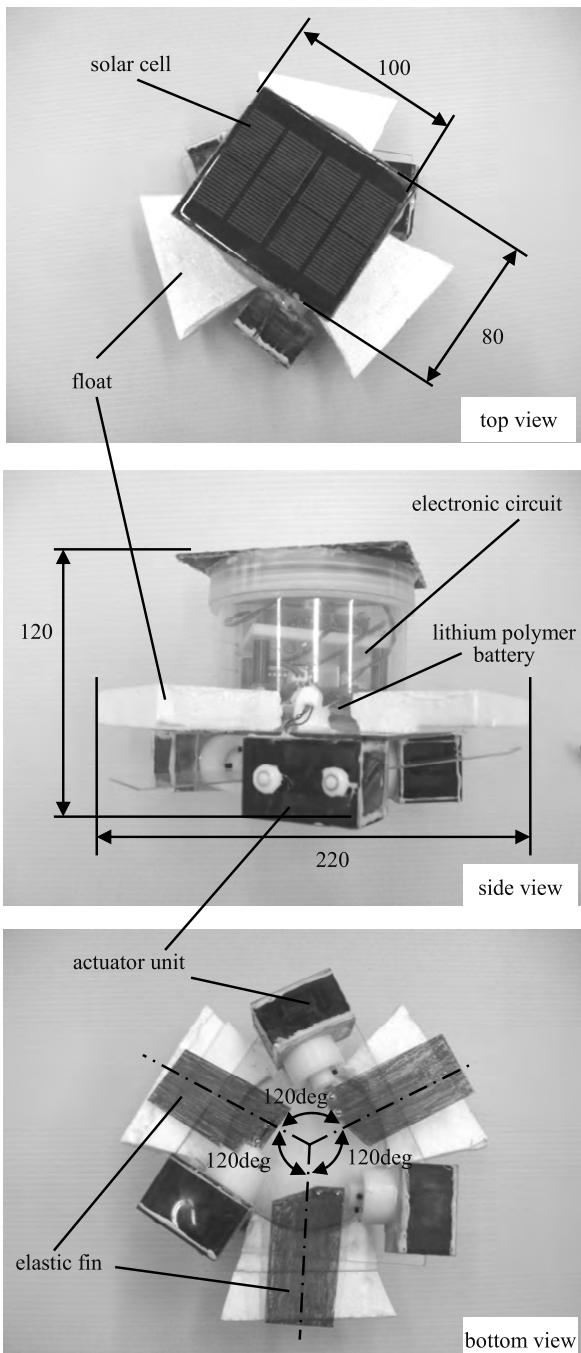


図3 試作ミニロボット

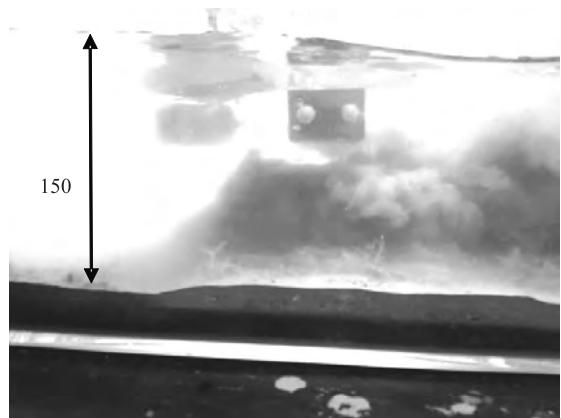


図4 試作機の発生水流による濁水化

4. 試作ユニットによる濁水化試験

実際の水田の土を敷いた試験水槽の中で濁水化ユニットを動作させたところ図4に示すように大きな水流を発生させ濁水化することが確認できた。また、水槽内をゆっくりと移動することも確認できた。

5. 結言

本研究では、水田の防除草を行うミニロボット群システムの開発を目的として、1台のミニロボットの試作および動作試験を行った。小型筐体の中に弾性翼とその駆動機構および太陽光利用の小型可搬電源を組み込んだミニロボットを試作し、実際の水田の土を入れた水槽内で試作ミニロボットを動作させたところ、十分な濁水化と水面内の移動ができることが確認できた。

「参考文献」

- 1) 福島ほか, 田面水の攪拌が雑草の発生に及ぼす影響, 雜草研究, Vol.48(別冊), (2003)
- 2) 田中ほか, 弾性ピッキング翼の解析, ながれ, Vol.20, (2001), pp.231-242.

キーワード：水田防除草，弾性振動翼

Development of group mini-robots for rice-duck farming

Mechanical system section: Naoki KANAMORI

Electronic engineering section: Mineo ASADA

This report describes the trial manufacture and the experiment of the mini robot for the distributed weeding system in the paddy field. We examined the appropriate parameter set of the elastic fin for the water current generation. And, we made the mini robot into which the elastic fin and the mobility power supply using the solar battery were built for trial purposes. The performance of the robot was confirmed by the water tank examination with the soil of paddy field.

発光細菌を用いた環境モニタリングに関する研究(2)

電子技術課 牧村めぐみ*

富山県立大学 楠井隆史

1. 緒言

環境中の重金属類や内分泌搅乱ホルモン、変異原物質等の有害化学物質が人体や生態系に及ぼす影響を総合的に評価できるバイオアッセイが注目されている。この方法は微生物や細胞を使って、有害物質に暴露した時の生存率・阻害率または死亡率等から毒性の評価をするものであり、多種類の化学物質を含む試料に対する有害性を、簡便・多検体同時にスクリーニングすることができる。

本研究では、環境中の様々な有害化学物質による総合的な急性毒性を、試料に NaCl の添加を必要としない淡水性発光細菌 (*Vibrio qinghaiensis* 以下 Q67) の発光阻害を測定して、即時にモニタリングすることを目的とした。今年度は比較のため海洋性発光細菌 (*Vibrio harveyi* 以下 NBRC15634) も用いて発光細菌の活性特性、発光阻害測定方法の検討を行った。また、毒性物質をそれぞれ任意の濃度純水または海水に溶かしたものサンプル液とし、毒物濃度による発光量の変化と、曝露時間による発光量の変化を調べた。

2. 実験方法

2.1 培地と発光細菌の培養

NBRC15634 の培養培地の組成を表 1 に示す。凍結保存してある NBRC15634 を寒天培地（表 1 の培地に寒天を 1.5% 添加）に塗布し、24℃で約 48 時間培養した。100mL の三角フラスコに培地を 30mL 入れ、寒天培地に発生したコロニーから 1 白金耳移植し、24℃で静置培養し、0 時間から 48 時間まで適宜、培養液の濁度 (Amersham Biosciences:GeneQuant pro) と発光量(東亜電波工業:AF-100)を測定した。

表 1 培養培地の組成

成分	量
Polypeptone	10g
Yeast Extract	2g
MgSO ₄ ·7H ₂ O	0.5g
Seawater	750mL
Distilled water	250mL

2.2 Q67 の発光阻害を用いた毒性評価試験

毒性物質として K₂Cr₂O₇, CuCl₂·7H₂O, ZnCl₂, 1,2-ジクロロエタン、ジクロロメタン、1,4-ジオキサンをそれぞれ任意の濃度純水または海水に溶かしたもの 990μl をサンプル液とし、これに培養液 10μl を添加して 0~30 分間定時に発光量を測定し、毒物濃度による発光量の変化と、曝露時間による発光量の変化を調べた。

3. 実験結果および考察

3.1 NBRC15634 の培養結果

図 1 に NBRC15634 を 24℃で静置培養し、0 時間から 48 時間まで適宜、培養液の濁度と発光量を測定した結果を示す。

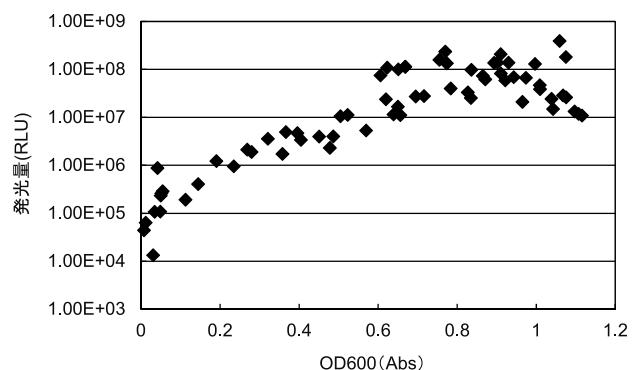


図 1 NBRC15634 の濁度と発光量の関係

図 1 より濁度 (OD₆₀₀) 0.6~1.0 付近でもっとも強い発光が得られ、その発光量は 1 日程度持続することが分かった。これより、毒性評価には培養時間 16H 前後で、OD₆₀₀ が 0.6~1.0 の培養液を試験液とし、その日の実験に用いることとした。

3.2 Q67 と NBRC15634 の発光阻害を用いた毒性評価試験結果

毒物濃度による発光量の変化を調べた結果を図 2~5 に示す。測定時間は曝露後 5 分。発光量の変化は式 1 から求められる発光阻害率で表した。

$$\text{発光阻害率}(\%) = \left(1 - \frac{\text{サンプル液の発光量}}{\text{コントロールの発光量}} \right) \times 100 \quad (\text{式}1)$$

*現 生活工学研究所

図2, 3より、1,4-ジオキサンはどちらの発光細菌とも同程度の濃度で発光を阻害したが、他の毒性物質はQ67のほうが感度がよく、より低濃度で発光を阻害した。図4, 5より、重金属に対しては、Q67は10倍以上の感度があった。

また、有機溶剤に対してはどちらの発光細菌とも、測定開始から5分経過すると一旦減少した発光量が徐々に回復することが分かった。これは、毒性物質によって発光細菌が死滅するのではなく、一時的に発光が阻害されているためと考えられる。

4. まとめ

環境中の様々な有害化学物質による総合的な急性毒性を、発光細菌の発光阻害を測定して即時にモニタリングすることを目的に研究を行った。毒性物質をそれぞれ任意の濃度純水または海水に溶かしたものサンプル液とし、発光量の変化を調べた結果、Q67は従来利用されているNBRC15634と比較すると感度がよく、特に重金属に対しては、10倍以上の感度があることが分かった。

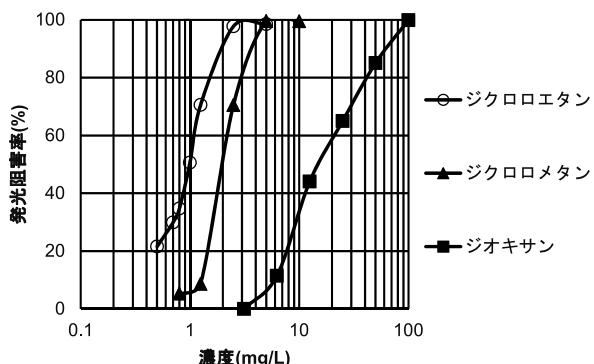


図2 有機溶剤によるQ67の発光阻害

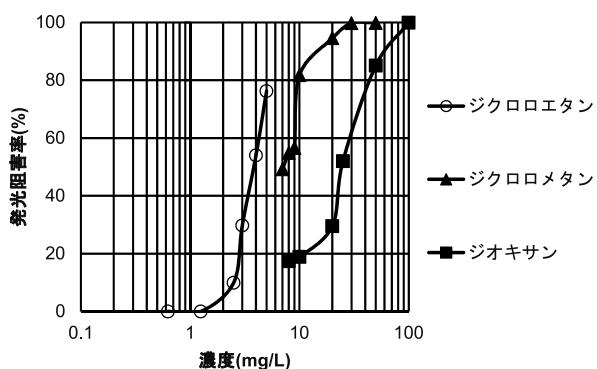


図3 有機溶剤によるNBRC15634の発光阻害

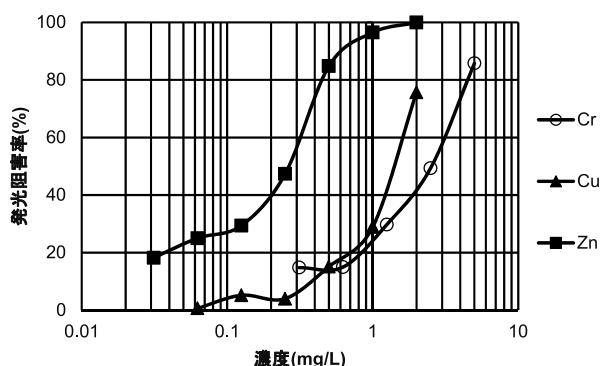


図4 重金属によるQ67の発光阻害

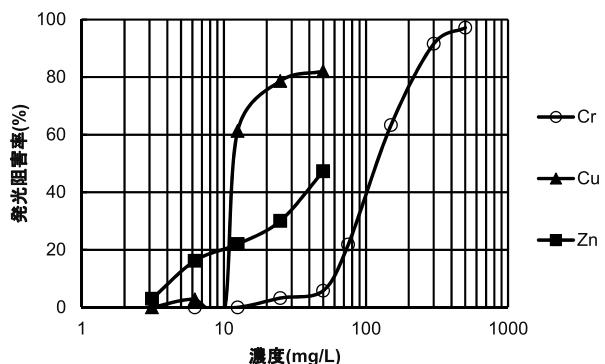


図5 重金属によるNBRC15634の発光阻害

キーワード：淡水性発光細菌、海洋性発光細菌、発光阻害、毒性物質、バイオアッセイ

Development of environmental monitoring by luminescent bacteria (2)

Electronic engineering Section; Megumi MAKIMURA

Toyama Prefectural University; Takashi KUSUI

In this study, the acute toxicity by hazardous chemicals was monitored at once measuring the relative light unit of luminescent bacteria.

Poisonous material was dissolved in arbitrary density pure water or seawater respectively. This solution was made a sample liquid, and the change in the amount of relative light unit was examined.

The sensitivity of Q67 was better than that of NBRC15634 used so far. Especially, it has been understood that there are ten times or more sensitivity for the heavy metal.

マイクロハンドリングシステムの開発研究(2)

機械システム課 浦上 晃* 杉森 博 電子技術課 浅田峯夫 横山義之 中央研究所 小幡 勤

1. 緒言

近年、細胞等のバイオ試料の操作、TEM・SEM試料をはじめとする分析用試料・不純物の操作等、様々な分野で顕微鏡の映像を元に行う微細作業が増加している。この場合、把持対象物は μm オーダーのものであり、人の手で直接操作することは容易ではないため、微細作業を行う際には一般的にマイクロマニピュレータが利用されている。しかしながら、操作者は顕微鏡の視覚情報のみで作業を行うため、マニピュレータが対象物を把持しているかいないかの判断が非常に困難であることが課題である。

そこで本研究では、把持したことを実際に触覚として感じることができる力フィードバック型マイクロマニピュレータの開発を目的とし、 μm オーダーの対象物でも操作者の実感覚に近い環境で作業を行うことのできるシステムを構築する。

2. 実験方法

昨年度、圧電素子を用いて開閉可能なマニピュレータ部分は作製済である。(本マニピュレータは、74Vの印加電圧で約 $200\mu\text{m}$ (計約 $400\mu\text{m}$) 駆動し、全閉するものである。) 今年度は、力フィードバック機能を含め

たマニピュレータ以外のシステムの作製を行った。

実際に操作者が扱うグリッパの変位量は 50mm と想定し、本研究では 0~50mm 変位させることで 0~10V の電圧が得られる変位センサを採用した。これを 10 倍のアンプを通してマニピュレータの圧電素子に接続し、グリッパを数 10mm 変位させるとマニピュレータが数 $100\mu\text{m}$ 駆動するシステムを考案した。

マニピュレータからの力フィードバックについては、ひずみゲージと ER 流体ブレーキを利用してすることとした。マニピュレータ先端に SUS304 薄板 (厚さ : 0.1mm) を加工して作製した対象物把持部分を取り付け、それにひずみゲージ (ゲージ長 : 1mm, 抵抗値 : 120Ω) を貼り付けた。操作者のグリッパには ER 流体ブレーキを連動させ、ひずみゲージブリッジ (組み方は 1 アクティブラインゲージ法 2 線式を採用。) からの出力電圧を 1000 倍のアンプを通して ER 流体ブレーキに流すこととした。すなわち「対象物把持部分である SUS 薄板がひずむ」 = 「マニピュレータに力が加わっている」という考え方とし、対象物把持部分がひずんだ分だけ操作者のグリッパが動きにくくなる (抵抗がかかる) ことを想定した。

図 1 に、本システムの概略図を示す。

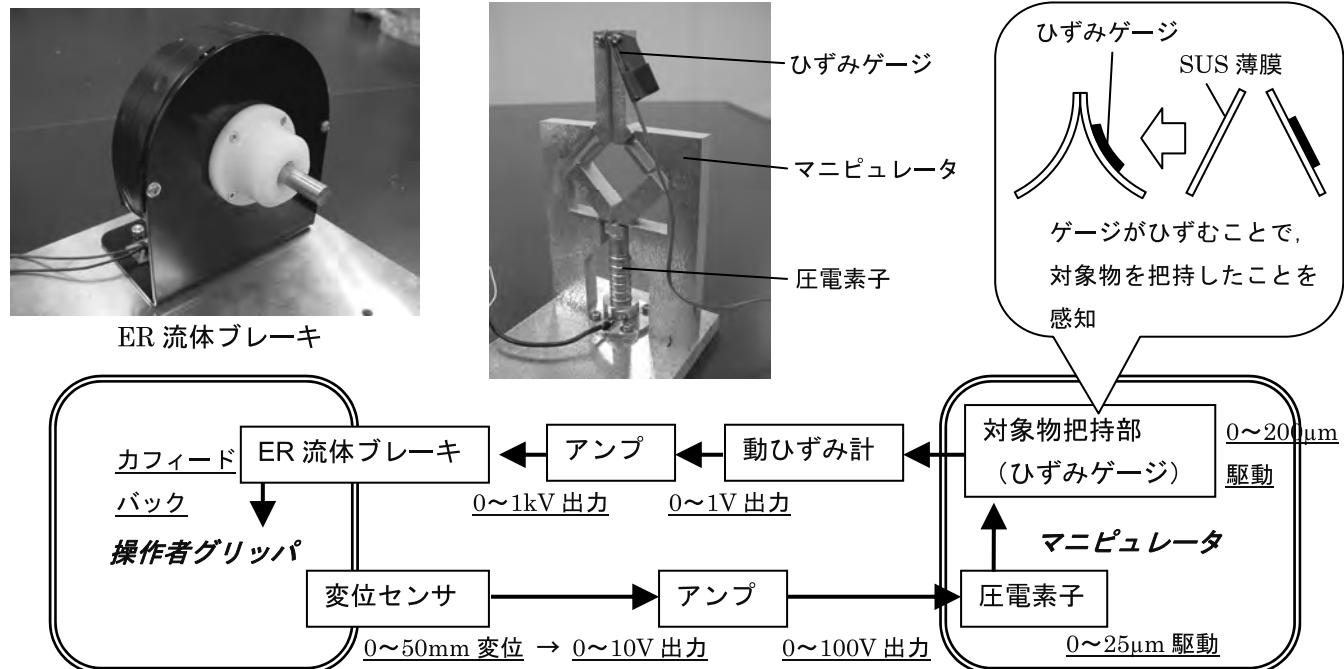


図 1 力フィードバックシステムの概略図

*現 商工企画課

3. 結果及び考察

マニピュレータの駆動システムについて、グリッパの変位量とマニピュレータの対象物把持部分の変位量との関係を図2に示す。図2からわかるように、操作者のマクロの動作（数10mm）に対して、マイクロ駆動（数10～数100μm）するマニピュレータが作製できた。

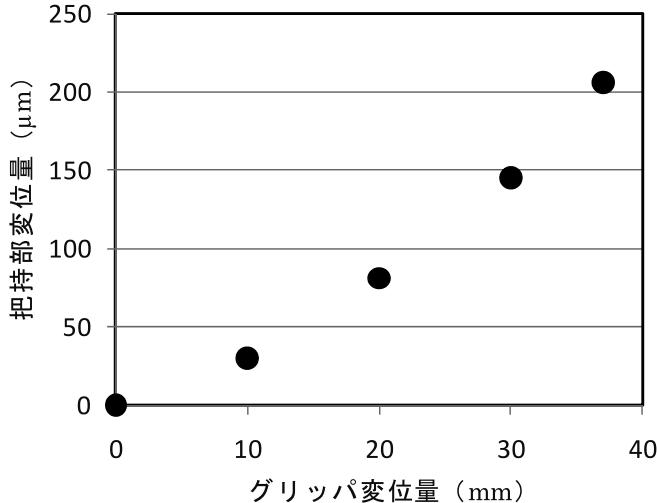


図2 グリッパ変位に対する把持部変位の変化

次に、マニピュレータからの力フィードバックシステムについて、SUS薄膜が対象物に触れた瞬間より薄膜がひずみ始め、そのひずみ量に相当する電圧がER流体ブレーキに印加していることを確認した。また、その電圧は、SUS薄膜の厚さ・取付け角度、ひずみゲージの種類、動ひずみ計の設定値等によって操作できること、すなわちフィードバックする力をある程度自由に制御できることを確認した。図3に、グリッパの変位量とグリッパを動かすために必要な力（重量）の関係の一例を示す。図3からわかるように、マニピュレータの対象物把持部がひずむまでは力は一定であるが、ひずみ始めてからは

グリッパを動かす力が徐々に大きくなっている。これより、対象物把持部が受けた力を手元（グリッパ）にフィードバックすることができたといえる。

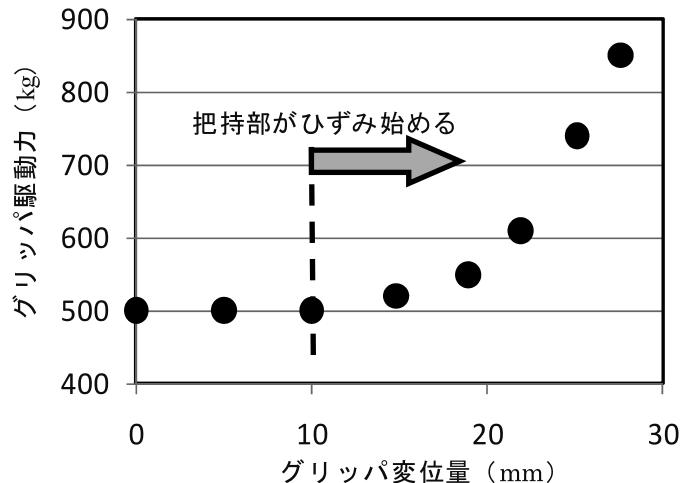


図3 グリッパ変位に対するグリッパ駆動力の変化

しかしながら、対象物を把持した後ER流体の粘度が高くなっているために、そのまま手を離してもグリッパの位置が元に戻らない（戻すためには、電圧を切る必要がある。）という問題がある。この点については、今後ロジックの再検討も含めて対策が必要である。

4. まとめ

本研究では、ひずみゲージ、RE流体ブレーキを用いることにより、マイクロマニピュレータが対象物を把持するほど、操作者の手元にその力をフィードバックするシステムを作製した。

ただし、把持した後にグリッパが元の位置に戻らない問題について、今後検討する必要がある。

キーワード : micro manipulator, force feedback, Strain gauge, Electrorheological Fluid

Development of Micro Handling System

Akira URAKAMI, Hiroshi SUGIMORI, Mineo ASADA, Yoshiyuki YOKOYAMA and Tsutomu OBATA

In this study, to develop the force feedback type micro manipulator that can actually feel the holding as a sense of touch, it aimed at the construction of the system that was able to work also with the object of the μm order in an environment near actually feeling of the operator. At current year, I made the system that fed back the power at hand of the operator by the holding of the micromanipulator of the object.

屋内移動用駆動機構の開発

機械システム課 上野 実 生活工学研究所 羽柴 利直*

1. 緒言

小径車輪(キャスター)を用いた介護機器や什器類は、僅かな段差が移動の障害となり、乗り越える際に什器類が傾いたり振動が加わるほか、移動に労力が必要となる。また、車輪にロックを掛けておかなければ、高齢者や要介護者が誤って身体を預けてしまった際に、不用意に動いてしまい転倒を招いたりといった問題がある。既存の住環境はもちろんのこと、バリアフリー化された施設や屋内においても、大小の段差は存在しており、これらの問題は避けられなかった。一方、住宅内の介護機器や、病室等で使用する什器類は、常に移動する必要はなく、室内等の狭い範囲で僅かな距離・時間のみ移動可能であれば良いものが多く、逆に機器使用時は動かないよう着床していた方が良いものが多い。このため空気浮上(エアーキャスター)技術を利用し、多少の凹凸や床面の材質に影響されずに、小さな力で多方向に移動可能となる屋内移動機構の開発を行った。

2. 設計・試作

重量物運搬等に用いられるエアーキャスター方式は、プロアファン等を用いてエアースカートの拡張並びに浮上をおこなっているが、住環境内で使用するには、運転時の騒音や気流による埃等の巻き上げが問題となる。本用途においては、常時浮上させる必要はないため、浮上のためにファンを用いず、機体と積載物の重量によりスカート内の空気が漏れ出すことにより消極的な半浮上状態を作り出す方法とした。これにより移動時の床面との摩擦抵抗を低減した。一方、停止状態からのスカートの拡張については、昨年度の結果から床面にスカートが密着した折りたたみ状態から機体を水平に保ったままリフトアップさせれば、ファンを用いなくてもスカートと床面の隙間からスカート内に空気が入り込み、自律的にスカート拡張ができることが分かっている。しかし、この場合負圧となったスカートを拡張するために、機体リフトアップ時に過大な駆動力が必要となり、負荷がかかりすぎるという問題があった。このため、スカート部に吸気

弁を設け、拡張時にはここから外気を取り込むことにより、この負荷の問題を低減した。リフトアップ時のアクチュエータには、駆動力と速度からエアシリンダを用い、動力源に小型炭酸ガスボンベを使用することによりリフトアップ回数の問題をクリアした。

プロアファンを用いたエアーキャスター方式であれば常にスカートが拡張しており、機体が一定以上傾くことはない。しかし、本機構ではスカートが半拡張状態で浮上することから、スカート内のエアーが半減した際、スカート一方が潰れて機体が傾きやすいといった問題があった。特にエアー半減状態ではピッチやロール角が大きくなり、安定性に欠けていた。このため、スカートを複数に分け、段差等により一部のスカート内のエアーが急激に漏れても、他方のスカートがエアーを保持し、ピッチ・ロールの問題を最小限とすることができた。

表1 仕様

機体サイズ	W460×D450×H105(225)mm
機体重量	6.5kg
可搬重量	3.0kg
スカートサイズ	(W220×D210mm) × 4
リフトアップ量	30mm
リフトアップ動力	CO ₂ ボンベ+エアシリンダ

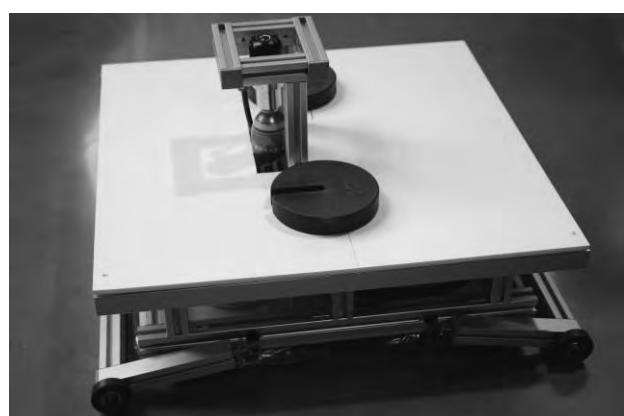


図1 機体外観(積載時)

3. まとめ

スカート部を複数配置することにより、消極的浮上状態で問題となっていた安定性が確保でき、吸気弁を設けることによりスカート拡張時の動力を低減できた。しかし、小型化した場合スカート内の空気容量が確保しにくくなることから、今後検討が必要と思われる。

* 現 機械電子研究所

光触媒による自立型水質浄化浮遊物の開発

機械システム課 上野 実, 金森直希, 杉森 博 電子技術課 寺澤孝志 中央研究所 本保栄治, 奈須野雅明

若い研究者を育てる会 北陸電気工業(株) 新川翔平 コーセル(株) 高見和志

1. 緒言

水質浄化には従来から、吸着、濃縮、焼却といった方法がとられているが、低濃度の汚染物質に対してはコストや効率面で困難がともなっている。これに対し、酸化チタン (TiO_2) 光触媒は、紫外光 (UV) を受けると強い酸化還元能を示し、汚染物質を水と二酸化炭素に分解することができる。本研究では、農業用ため池や池、沼などの小規模な静水・淡水領域における農薬や油脂等の汚染物質の水質浄化を目的に、太陽光のUVを利用し TiO_2 光触媒技術を用いた自立型水質浄化浮遊物の開発を行った。

2. 装置の試作・結果

2.1 光触媒膜の成膜

装置の素材には、破損時の環境安全性と加工性からアクリル樹脂を用いることとした。さらに、 TiO_2 光触媒の反応面積を確保するため、触媒面には紫外線透過型アクリル樹脂を用い、上下両面に触媒面を配置可能とした。 TiO_2 膜の成膜には、ポリカーボネート樹脂等へのスパッタリングによる成膜方法を用いた。なお、基板の前処理として、密着性の向上を意図し酸素プラズマによる親水処理を行った。

成膜した TiO_2 膜の光触媒作用をメチレンブルーの分解 (JIS R1703-2) により確認をおこない、さらに農薬(殺虫剤: 主成分フェニトロチオン)の分解により評価した。フェニトロチオン 100ppm を標準農薬液と定め、液量 30mL, TiO_2 膜面積 6cm², UV 強度 0.3mW/cm² として TiO_2 膜を付けた樹脂基板を 1 週間放置して分解試験を行った。判定には残留農薬検査キット (マイクロ化学技研

(株)製アグリケム) を用いた。図 1 に結果を示す。図 1 は左が標準農薬液に TiO_2 膜付 UV 透過型アクリル樹脂基板を投入したもの、中央が標準農薬液のみのもの、右が農薬の入っていない蒸留水である。 TiO_2 膜付 UV 透過型アクリル樹脂基板は、蒸留水と同じ程濃く発色し、標準農薬液のみは発色せず、検査キットの検出限界である 0.04ppm 以下まで分解されたことが確認できた。

2.2 機体の設計・試作

機体の形状は、太陽光の効率的な受光と水中での安定性を考慮して、機体中心部から放射状に花びらのように受光部を配置した花形モデルとした。また、光触媒面への酸素の供給と、単位時間当たりの光触媒面への接触水量の増加をねらい、傾斜させた花びら下部に、気泡の浮力を利用した推進機構を取り付け、回転運動を行う構造とした。図 2 に試作した装置を示す。外径約 ϕ 530mm, 高さ 232mm, 光触媒反応面の面積は、6 枚の表面裏面を合わせて 168×10^3 mm² となった。試作した装置を水槽内で浮遊させ、エアーポンプにより駆動させたところ、設計どおり回転駆動し、光触媒反応面へ水と酸素の供給が可能であることが確認できた。

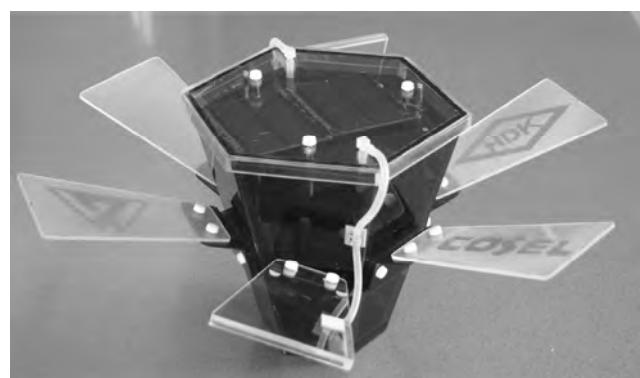


図 2. 試作装置

3. まとめ

小規模水域の水質浄化が可能な、回転機能を持ち、光触媒作用を用いた自立型水質浄化浮遊物のプロトタイプが作成できた。

詳細は、平成 22 年度 若い研究者を育てる会「研究論文集」p.25~30 を参照

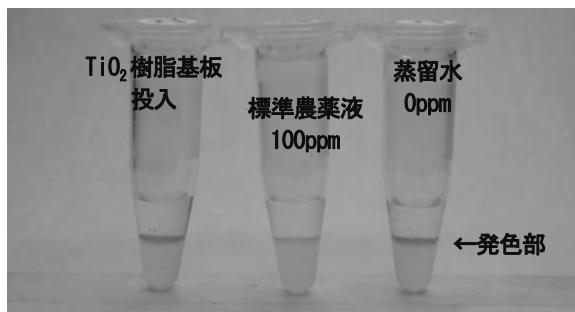


図 1. TiO_2 による農薬の分解

ミニロボット群による水田防除草システムの開発

機械システム課 金森直希 上野 実 電子技術課 浅田峯夫 角崎雅博
若い研究者を育てる会 (株)コーチセル 上田将志 立山科学工業(株) 古川和明

1. 緒言

水を張った水田に放出された複数のミニロボットが自身近傍の水を水流により濁らせることによって防除草効果を発揮する分散型水田防除草システムを開発している。ミニロボットにはそれぞれエネルギー的に自立して動作することが求められている。

そこで、本研究ではミニロボットの電源部として、太陽光から効率的にエネルギーを取得して蓄えるための小型可搬電源の検討および試作・試験を行った。

2. 太陽電池の出力特性を考慮した充電回路

検討する小型可搬電源はミニロボットに搭載されるため大きさの制限を受ける。ミニロボットの大きさは、水田の最も狭い間隔である株間を通り抜ける必要がある。そこで、用いる太陽電池モジュールの大きさを約100mm角(最大出力1W程度)とした。また、電力を蓄える二次電池にはエネルギー密度の高いリチウムポリマー電池(1セル)を用いることとした。

太陽電池には、取り出す電流値によって端子間の電圧値が変化するという特徴があるため、それを考慮して太陽電池の出力電力が常に最大となるよう制御しながら充電する充電制御回路を検討した。図1に示すように、太陽電池とリチウムポリマー電池の間に昇圧チョッパ(ブーストコンバータ)回路を設け、このチョッパ回路のスイッチングパルスのデューティー比をマイコンで調節する回路構成とした。

3. 充電回路の試作および充電実験

図1の充電回路およびプログラムを試作した。太陽電池には定格2V, 550mAのものを、リチウムポリマー電池には3.7V, 2000mAhのもの(PRT-08483)を用い、制御用マイコンにはPIC18F14K50を用いた。

市販の白熱ランプを用いて充電実験を行ったところ、太陽電池の受光量やリチウムポリマー電池の電圧にかかわらず常に太陽電池出力の最大電力点付近で充電す

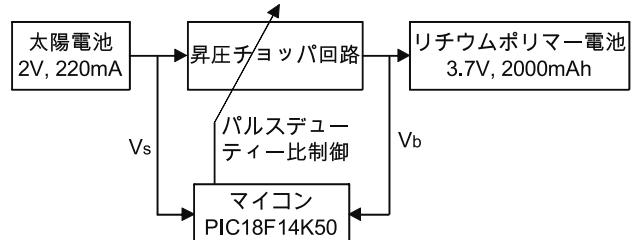


図1 昇圧チョッパ回路を用いた充電制御回路

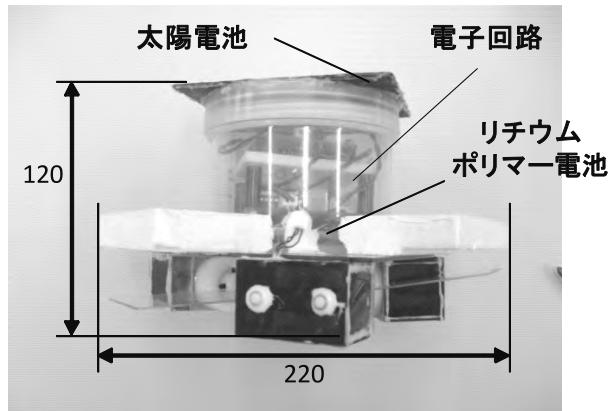


図2 試作小型可搬電源を組み込んだミニロボット

ることができた。本充電制御回路では、太陽電池の出力電圧を必ず昇圧して使用するため、発電電力が小さくとも充電に必要な電圧を確保することができた。とくに、暗い曇天のもとでは積算発電量に大きな差が生ずると考えられる。

4. 試作ミニロボットへの組み込み

試作した小型可搬電源を、別途開発中のミニロボットに図2のように組み込んで動作試験を行い、ミニロボットを稼働させることができた。

5. 結言

本研究では、ミニロボットの電源部として、太陽電池から効率的に電力を蓄えるための小型可搬電源の検討を行い、充電制御回路の試作・試験とミニロボットへ搭載しての動作試験を通して性能を確認した。
(詳細は平成22年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p.1~6を参照)

CAEによる仮想振動試験の信頼性評価への適用

機械システム課 釣谷浩之 金森直希 杉森博 佐山利彦
㈱タカギセイコー 細川修宏 コーセル(株) 澤田修平

1. 緒言

現在、自動車用部品などを中心として、振動負荷に対する厳しい信頼性が求められている。製品開発過程においては、信頼性を保証するために、実製品や構造モデルの振動試験による信頼性評価が広く行われている。しかし、振動試験には大きな時間とコストがかかるという問題がある。そこで、本研究では、CAE技術を用いて仮想的な振動試験を実施し、信頼性評価への適用を試みた。今回は、研究対象として電子基板上に多数の電子部品が実装された電源と、樹脂製の自動二輪車用グリップという2種類の異なる製品を使用した。

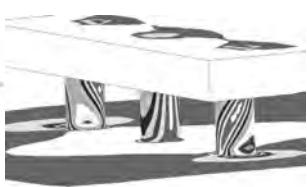
2. 電源基板への適用

まず、電源基板について、固有値解析を行った。表1は、実際の振動試験により得られた共振周波数と固有値解析によって得られた共振周波数を比較したものである。2次の周波数では、若干の違いがみられるものの、良く一致した結果が得られた。

図1は、周波数応答解析によって得られた相当応力の分布を示す。この相当応力を基に、最も応力が集中するはんだ接合部の寿命を推定したところ、周波数 10~150Hz、スイープ時間片道 90 秒、加速度 49m/s²の条件下、寿命は、66300hr と推定され十分な疲労強度を有すると予測された。

表1 振動試験と固有値解析の比較

振動モード	振動試験(Hz)	固有値解析(Hz)
1次モード	446	437
2次モード	668	679
3次モード	908	916



(a)全体図

(b)応力集中箇所の拡大図

図1 周波数応答解析による相当応力の分布

3. 樹脂製グリップへの適用

自動二輪車用樹脂製グリップについても、まず固有値解析を行い、実際の振動試験の結果と比較し、現実を良く再現する解析モデルの開発を行った。表2は、振動試験によって得られた共振周波数と、固有値解析によって得られた共振周波数を示す。2次の共振周波数までは非常に良い一致が得られている。

図2は、周波数応答解析から得られた相当応力の分布を示す。最も応力値の大きいボルト固定点付近を拡大してある。解析結果から疲労破壊が起きないと予想された条件では、実際の耐久振動試験においても疲労破壊は見られず、現実を良く再現する解析モデルを開発できた。

表2 解析と振動試験の共振周波数比較

振動モード	振動試験(Hz)	固有値解析(Hz)
1次モード	112	112
2次モード	200	202
3次モード	252	268



図2 製品の相当応力の分布

4. まとめ

本研究では、CAEを用いた仮想振動試験による信頼性評価における解析モデルの開発を、2つの具体的な製品を例にとって行った。いずれの製品の場合も、現実と良く一致するモデルを開発することができた。

(詳細は、平成22年度若い研究者を育てる会「研究論文集」に掲載済み。)

タングステン、モリブデン製品の塑性加工の CAE 解析に関する研究

機械システム課 佐山利彦 (株)アライドマテリアル 山崎繁一 加藤昌宏

1. はじめに

タングステンやモリブデンを焼結する際に発生する応力を低減するため、焼結中に収縮する過程を模擬した CAE 解析技術の開発を行った。ここでは、タングステン板の焼結について報告を行う。解析の対象物は、タングステン板と周辺の部材が複合して配置される。それを忠実に再現するため 3 次元モデルを構築し、炉内の温度分布に応じて収縮量に差が生じる過程をシミュレーションすることとした。開発した解析技術により、応力発生のメカニズムを推定しながら、応力低減策の検討を行うことができるようにした。

2. 解析方法

解析対象物は、粉末を介してタングステン板を積み重ね、上下には耐熱性の高い薄い金属板を配置したものである。これが焼結炉に投入され徐々に加熱されると、タングステンの焼結が徐々に進行し収縮が始まるが、炉内の温度分布に応じて収縮量に差が生じる。タングステン板の応力はこの過程で生じるため、解析の境界条件として、炉内の温度分布と昇温速度を反映させた温度条件を与え、素材が加熱された際の収縮過程を模擬する物性値として、予め試験片の焼結実験で測定した素材の収縮量を、温度依存の材料物性値として盛り込むようにした。解析ソフトは MSC 製 Marc を使用し、プリポストには同 Patran を使用した。作成した解析モデルの節点数は 99056、要素数は 84200 である。まず、熱伝導解析により対象物の温度分布を求め、その結果に基づいて応力解析を行い、炉内の温度変化に応じて

変化する対象物の応力状態を解析した。

3. 結果と考察

対象物が加熱中のある時刻での応力状態を図 1 に示す。この解析結果により、炉内の温度分布によりタングステン端部の温度が高くなつたため、端部とそれ以外の部分とで収縮量の差を生じ、タングステン板の側面に応力が発生することがわかつた。そして、この応力を低減するためには、タングステン板に生じる温度分布を緩やかにする配置が有効であることがわかり、実際にその効果が確認された。

4. まとめ

タングステン板を対象に、焼結の過程で生じる応力のシミュレーションを行つた。温度分布を緩やかにする配置検討ツールをして活用することができるようになり、解析で得た知見を実際の焼結プロセスに適用し、均熱の効果を確認することができた。

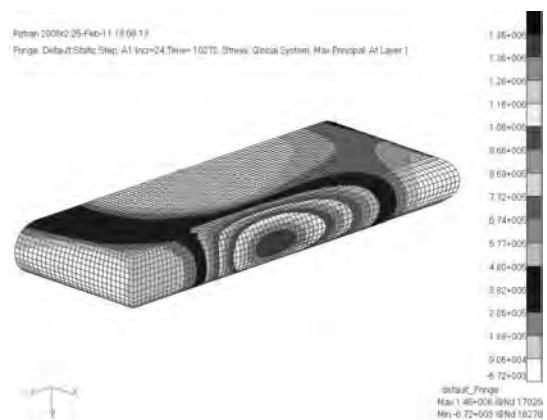


図 1. タングステン板の応力分布

圧電膜の形成とセンサー、 アクチュエーターへの応用に関する研究

電子技術課 坂井雄一 中央研究所 角田龍則 小幡勤 企画管理部 二口友昭
ヤマハ株式会社 大久保美保 名倉英彦 松岡潤弥 杉浦正浩

1. 緒 言

パターン形成の際にエッチングなどの複雑な工程が不要で、なおかつ量産向きの工法であるスクリーン印刷法による圧電体膜の作製について、昨年度は圧電膜材料の選定を行った¹⁾。今年度は、ペーストの印刷特性、使用基板材料を検討したのち、厚膜のパターン化と基板の大型化について検討した。

2. 実験方法

鉛系圧電材料の粉末とエチルセルロース系のビヒクル、溶剤を混合し、三本ロールで混練することによりスクリーン印刷用のペーストを作製した。セラミックス基板上に下部電極としてPt電極を形成した後、その上に圧電体ペーストをスクリーン印刷し、乾燥、脱バインダーの後、焼成した。印刷から焼成のプロセスを3回繰り返したのち、圧電体の上部にAuペーストをスクリーン印刷し、焼成することで上部電極を形成した。作製したペーストは、30°C、シェアレート24.5/sで粘度測定を行った。焼成後の圧電体は、X線回折測定、比誘電率、P-Eヒステリシス曲線の測定により評価を行った。

3. 実験結果

印刷用ペーストの粉末量、ビヒクル量、溶剤量などをパラメータとして組成を検討した。図1にペーストに占める粉末の重量比とペースト粘度の関係を示す。粉末重量比の増加とともに粘度が増加し、特に0.8以上で急激な上昇が見られた。粉末重量比が0.82以上のペーストでは100Pa·s以上となり、スクリーン印刷が困難であった。試作したペーストの中から本研究の目的にあった特性をもつペーストを選定した。また、使用する基板として4種類のセラミックス基板を用意し、圧電体厚膜の作製を行った。

4種類のうち3種類は、圧電膜焼成後の基板の変形や後工程の加工時のワレが発生したため、これら不具合の起こらない基板を使用することとした。さらに、アプリケーション利用が可能となるよう、選定したペーストと基板を用い、厚膜のパターン化と基板の大型化について検討したところ、図2のようなP-E曲線が得られる厚膜が得られた。このとき残留分極値 $P_r = 27 \mu C/cm^2$ 、比誘電率 $\epsilon_r = 1300$ 、 $\tan \delta = 0.06$ であった。これらは昨年度検討したテスト用の小型基板とほぼ同等の特性であった。今後、開発した厚膜の疲労特性の評価や応用製品についての検討を行う。

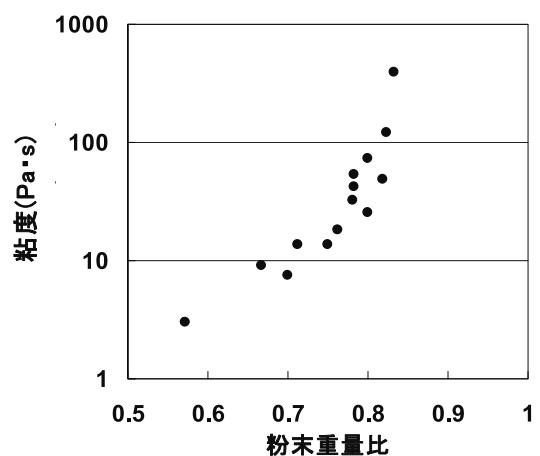


図1：粉末重量比とペースト粘度の関係

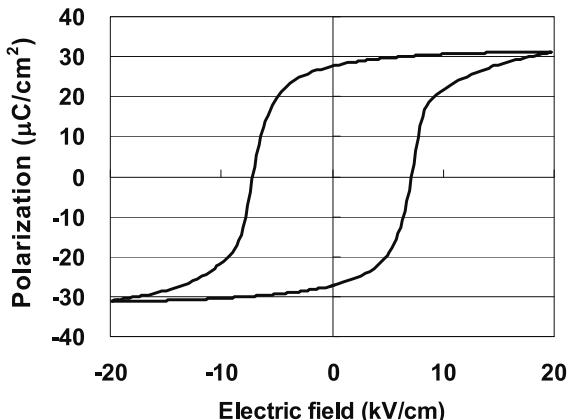


図2：作製した圧電体厚膜パターンのP-Eヒステリシス曲線

参考文献

- 1)坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告24(2010)116

実用基板のはんだ接合部における熱疲労き裂進展への 二次元シミュレーション技術の適用に関する研究

機械システム課 佐山利彦 コーセル（株）岡本佳之 高柳 豪

1. はじめに

発熱量が多い電源機器においては、はんだ接合部の信頼性を確保する上で、熱疲労損傷が最も重要な問題の一つである。そこで、CAEによる構造解析技術を適用して、疲労き裂の発生から、き裂の進展、さらには破断に至るまでの寿命推定技術を開発している。本研究では、効率よく疲労寿命を評価するために、2次元FEMモデルに基づくき裂進展解析技術を開発した。さらに、解析精度向上のために、放射光X線マイクロCTによる疲労き裂進展過程の観察も平行して行った。

2. 2次元FEMモデルによる疲労き裂進展解析

電子基板に実装されたチップ抵抗のはんだ接合部における疲労損傷を対象とし、疲労き裂の発生から破断に至るまでの全過程を解析によって評価した。疲労き裂進展解析においては、はんだ接合部における疲労損傷度を、Coffin-Manson則および線形累積損傷則を用いて評価し、破壊寿命に至った要素を解析モデルから削除していくという手法によってき裂を逐次進展させて行った。

これまで疲労き裂進展解析は、3次元FEMモデルに基づいて実施してきた。しかし、要素寸法が10μmオーダーの詳細な3次元モデルの場合は、高速のWSを用いても何日も解析に時間がかかり、熱衝撃加速試験と比較した場合の優位性に劣っていた。

そこで、代表的な2次元断面をFEMモデル化して解析する2次元の疲労き裂進展解析を行い、効率化を図った。図1は、疲労き裂の進展過程の一例を示す。得られた結果を以下にまとめる。

(1) 解析対象の一断面について一般化平面ひずみ要素を用いて2次元FEMモデルを作成すること

で、3次元モデルと比較して大幅な解析時間の短縮が可能となった。例えば、要素寸法を10μmとしてモデル化した場合、3次元モデルで70時間程度を必要としていた規模の解析を、2次元モデルでは約3時間で終了することができた。

(2) き裂進展解析の結果は、要素寸法に大きく影響されることが分っており、モデル全体の要素寸法を統一しておくことが、必要条件である。2次元FEMモデルの場合は、ほぼ一定寸法の要素で全体をモデル化することは比較的容易であり、モデル化の時間も短縮することが可能である。

3. 放射光X線マイクロCTを用いた疲労き裂の観察による解析の検証

解析と同じく、チップ抵抗を表面実装した基板を対象とした。放射光X線マイクロCTによって、疲労き裂の進展過程を直接観察し、解析結果を検証した。その結果、例えば、形状対称面を利用した対称モデルは成り立たないこと、またき裂の発生位置が解析とは異なることなどが明らかとなつた。今後は、検証結果に基づいて、解析モデルを再構築する。

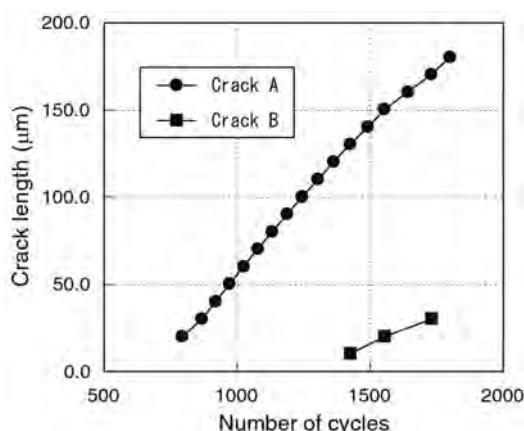


図1. き裂進展解析による疲労き裂長さの変化の例

廃油の廃棄処理機能付き液体容器の開発

機械システム課 上野 実, 浦上 晃*

ジャパンパック(株) 長田宏泰, 長田光弘

1. 緒言

現在、業務用の植物油の多くは一斗缶により輸送・保管されており、また使用後の廃油は同様に一斗缶に入れられ回収・処理されている。一斗缶は、品質管理上ワンウェイで処分され廃棄コストが掛かるほか、ユーザーの誤使用により熱いままの廃油を移し替えた際、一斗缶の表面に接触し火傷する危険があった。このため、多数の従業員が揚げ油を取り扱うファーストフード店やコンビニなどにおいては、これらの安全問題や、品質管理、環境問題、取り扱いのしやすさから、植物油を一回の使用量ごとに小分けしフィルム包装したピロー容器が採用されてきている。この場合、段ボール箱に複数のピロー包装容器をひとまとめにして輸送・保管することが可能であるが、廃油の処理には別途回収容器を用意する必要がある。このため、輸送用段ボール箱内にピロー包装と共に廃油回収処理用の液体容器(フィルム容器)を入れておき、ピロー包装取り出し後、内蔵したフィルム容器を広げることで、廃油の回収処理用の容器としても使用可能な段ボール容器の開発を行った。

2. 実験方法

廃油処理容器として使用する際、通常は油の温度が冷えてから、廃油容器に移し替えるが、ユーザーの誤使用により、熱いままの廃油を移し替えてしまうことが懸念される。この際、段ボール表面は段ボール内部の空気層により熱伝導率が小さいため、火傷の恐れはないが、フィルム容器の溶融やフィルム接着面の破断があった場合、事故の恐れがある。通常用いられるポリエチレンフィルムでは耐熱性が低いため、180°C程度の温度が想定される揚げ油の廃油容器としては安全面から使用できない。このため、ナイロン/ポリエチレンによる複層フィルムを用いることとした。袋作成時にはヒートシールにより両端部を熱融着させるが、耐熱性からナイロン層同士をヒートシールする必要がある。このため、従来ヒートシール困難と言われているナイロンフィルム同士のヒートシール条件(温度、圧力、加熱時間)について検討を行った。

3. 実験結果

ヒートシール時の圧力分布を圧力測定フィルムにより測定した。使用したヒートシール機は左右のエアシリンダーにより加熱開始から設定冷却温度までの間、加圧を保持する。シール機の幅の全域を使用してヒートシールを行う場合、加圧ムラによりほとんど加圧されていない部分があることが分かった。これに対し、シール機幅に対し半分度の幅のフィルムのヒートシールを行った場合 0.3~0.5MPa の範囲で比較的均一加えられることが分かった。

ヒートシール機の設定温度並びに加熱時間とヒートシール強度の関係を検討した。ヒートシール加工温度の許容範囲が広いポリエチレンフィルムと異なり、ナイロンフィルムは許容温度幅が狭いと言われており、低温度では剥がれを、高温度ではエッジ切れが生じる。このため設定温度並びに加熱時間を変化させ、JIS Z0238に基づき、ヒートシール強さを測定した。図1に試験後のシール部の状態を示す。ヒートシール条件により、シール不良

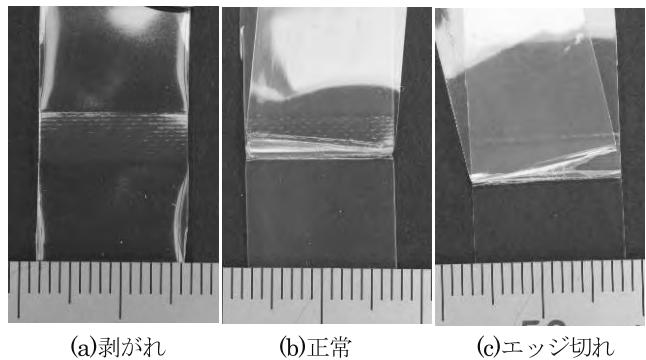


図1. シール状態

良(剥がれ、エッジ切れ)が見られたが、適切な条件の設定により、ユーザーの要求強度である 50N/15mm を満たすことが可能であった。

4. まとめ

ヒートシール可能な温度幅が狭くシール困難と見られていた、ナイロンフィルムにおいてもヒートシール可能であることが分かった。しかし、シール温度の適切な管理が必要であり、今後ヒートシール温度の精度向上を図っていきたい。

*現 商工企画課

Ag めっき金属粉末のペースト化技術の開発

電子技術課 高田耕児 横山義之
有限会社アイクリエイト

1. 緒 言

富山県とJST、アイクリエイトでは2007-2008年度の2年間、JSTの育成研究の研究助成を受けてPbフリーはんだのリフローはんだ付け用導電塗料を開発し、2008年に特許も共同で出願している。

この研究では2009年10月頃まではNiの世界リーダーであるインコ社製球形5μmのNi粉末にAgを15wt%めっきした金属粉末をペースト化し、はんだ付け用導電塗料をサンプルとして市場に供給していた。しかし、2006年にインコ社がバーレ社に買収され、2009年10月頃に業務の見直しが行われた結果、球形5μmのNi粉末は製造中止となつたため、AgめっきNi粉末の製造が困難となるとともに、はんだ付け用導電塗料の供給もほとんど不可能になり、はんだ付け用導電塗料の開発と供給は振り出しに戻ることとなつた（研究そのものが振り出しに戻ったと言っても過言ではない）。

このため、まず球形5μmのNi粉末の市場調査をしたところ、2010年に入つて、Niのソース源を変えたものを使用してノバメット社が球形5μmのNi粉末を市場に供給することとなつた。

しかし、ソース源が異なれば性状も異なり、Agめっきの付着具合などが異なるため、ペースト化と導電性、はんだ付け性に大きな影響を及ぼす。このため、めっきメーカー数社にNi粉末を供給し、Agめっきを委託して、Pbフリーはんだのリフローはんだ付け用導電塗料として使用可能かなどを評価することとした。

2. 実験結果の概要及び考察

表1はめっきメーカー各社に依頼して球形5μmのNi粉末にAgを15wt%めっきしてもらい、これらの粉末を用いて導電塗料化し、導電性及びPbフリーはんだのはんだ付け性を評価した結果の一例を示す。

- いずれの導電塗料も組成は以下のようになっている。
- (1) レゾール型フェノール樹脂=9wt%
 - (2) オレイン酸=1.5~2wt%
 - (3) AgめっきNi粉末=89wt%

表1. 評価結果の一例

めっき メーカー	体積抵抗率 ($\times 10^{-4}\Omega\cdot\text{cm}$)	はんだ 付け性
A社 A粉末	4.5	×
〃 B粉末	6.5	×
B社粉末	3.3	○
C社粉末	4.9	○
D社粉末	5.4	◎
E社粉末	5.6	○
F社粉末	9.1	×

(4) その他の材料=消泡剤及びPcなど適量添加

(5)攪拌方法=自公転式ミキサー

表1より、B社のめっき粉末の導電性は $3.3 \times 10^{-4}\Omega\cdot\text{cm}$ であり、他社のめっき粉末と比較して良好な導電性を示すとともに、Pbフリーはんだのリフローはんだ付け性も比較的良好であった。また、今回の研究では導電性とはんだ付け性は必ずしも一致しないことが明らかとなった。この原因として、Agめっきの表面性状やめっき粉末の凝集と分散性が考えられ、今後はめっきメーカーにこれらの課題解決を依頼して優れた導電性($1 \times 10^{-4}\Omega\cdot\text{cm}$)を示すはんだ付け用導電塗料を開発していきたい。

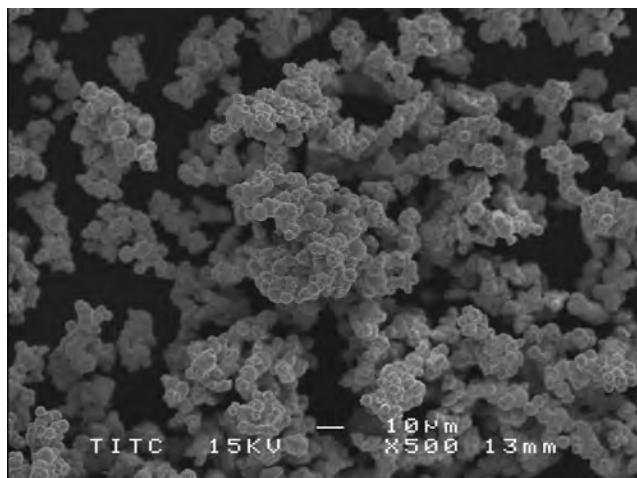


図1. めっき粉末凝集の一例

富山県工業技術センター研究報告

No25 2011

発行日 平成 23 年 7 月 29 日

発 行 富山県工業技術センター

中央研究所・産学官連携推進担当

〒 933-0981 高岡市二上町 150 番地

TEL 0766-21-2121 FAX 0766-21-2402

生活工学研究所

〒 939-1503 南砺市岩武新 35-1 番地

TEL 0763-22-2141 FAX 0763-22-4604

機械電子研究所

〒 930-0866 富山市高田 383 番地

TEL 076-433-5466 FAX 076-433-5472

編 集 富山県工業技術センター

企画管理部 企画情報課

〒 933-0981 高岡市二上町 150 番地

TEL 0766-21-2121 FAX 0766-21-2402

<http://www.itc.pref.toyama.jp/>
