

ISSN 0914-2207

REPORT OF THE  
TOYAMA INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER

Nº 26 2012

# 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	産学官連携推進担当研究報告	1
II	中央研究所研究報告	7
	◇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	77
	◇製品科学課	
	◇生産システム課	
IV	機械電子研究所研究報告	111
	◇機械システム課	
	◇電子技術課	

# I 産学官連携推進担当

## □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

産学官連携推進担当 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), (財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

## □一般研究

回折 SH 波を用いた線形及び非線形解析による金属疲労非破壊評価技術に関する研究 ······ 2

産学官連携推進担当 山岸英樹

評価技術課 佐々木克浩

積層造形技術の新製品開発への応用 ······ 4

産学官連携推進担当 林 千歳

材料技術課 土肥義治, 山崎太郎, 住岡淳司

## □企業との共同研究

ファインセラミックスを使用した識別可能なカラー臼の開発 ······ 6

産学官連携推進担当 山岸英樹

(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

産学官連携推進担当 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), (財)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する（当該年度は3年間の研究期間の中間年度）。

## 2. 結果

図1に鋳造ビレット及び鍛造加工後のホイールにおけるEBSD boundary mapを示す。最適化した加工条件により、初年度に比べ工数を大幅に削減しながら、目標とする結晶粒微細化を各部位で達成した（目標値30μmに対しホイール成形後は9~12μm）。これにより、引張及び衝撃試験は概ね目標値を満足し、実性能で重要な疲労強度（回転曲げ）も大きく向上させることができた（図2）。均質で強度信頼性の高い優れた組織制御技術の開発をほぼ終了した。

一方、耐食性被膜処理技術の開発については既にSST1000時間クリアしているものの、密着性試験に一部改善の余地がある。今後はFIB-TEM法などにより、界面構造と密着強度の相関を明らかにし、最適な処理加工技術の構築を図る必要がある。事業終了後、近々の製品販売に向け概ね順調に開発が進んでいる。

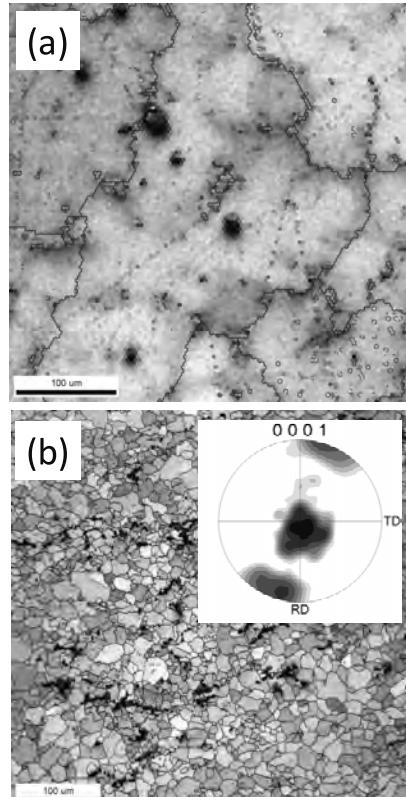


Fig. 1 EBSD analyses of the (a) cast billet and (b) forged wheel.

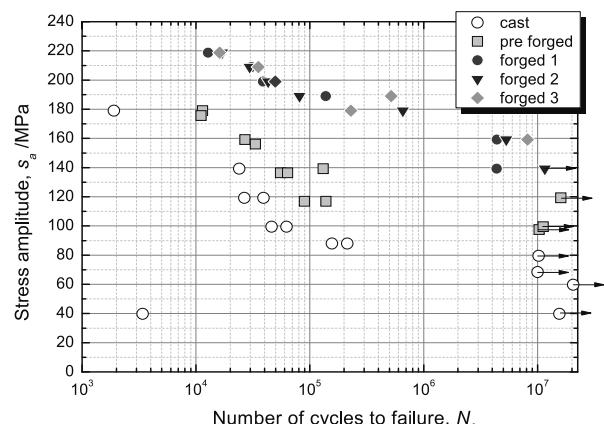


Fig. 2 SN plots of the various processing materials (under atmospheric condition).

< 詳細は H23 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 商工企画課

# 回折 SH 波を用いた線形及び非線形解析による金属疲労非破壊評価技術に関する研究

産学官連携推進担当 山岸英樹\*, 評価技術課 佐々木克浩

## 1. 緒言

金属疲労損傷を、超音波を用いて現場で簡便迅速に精度よく非破壊評価することができれば、工学的また社会的な価値は大変大きい。我々はこれまで主に非鉄金属を対象とし、回折 SH 波が残留応力場により支配的に屈折し、それが疲労 Stage I における進行と密接に関係することを示してきた<sup>1,2)</sup>。評価信頼性向上の為、転位運動に伴う高調波検出についてもさらに検討した。

## 2. 実験方法

焼鈍した SS400 圧延材( $t=5\text{ mm}$ )において、繰り返し引張荷重( $\sigma_a=172\text{ MPa}, R=0$ )を与え、任意の疲労サイクルにおいて、SH 波を表面近傍に回折させた透過波を取得することで、疲労進行に伴う線形解析<sup>1,2)</sup>及び  $\beta$  パラメータ<sup>3)</sup>による非線形解析を行った。ここで SH 波は、送受信周波数及びその角度の組み合わせを、5MHz-5MHz-19°, 5MHz-5MHz-21°及び 5MHz-10MHz-21°とした 3 つを用いた(図 1 にスリット試験<sup>1)</sup>によるこれらプローブの伝播特性を示す。). また、別途試験片により EBSD 及び TEM による転位組織評価を行った。

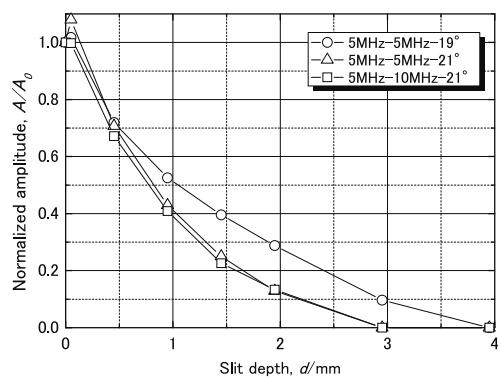


Fig. 1 Variation in normalized maximum amplitude as a function of slit depth.

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 線形項挙動

図 2 に鉄の音速に最適化された 5MHz-5MHz-19° のプローブにて取得された線形項挙動<sup>1)</sup>の結果を示す。疲労の進行と共に、伝播時間は遅延し、最大音圧は下がり、また音圧の減衰率は上下しながらも増加する傾向を示した。この挙動は評価に用いた 3 つのプローブで概ね同じであった。本試験において、疲労に伴う表面粗さが及ぼす影響は取得された変化量に対し極めて小さいこと、また反射波法で得られる横波音速が疲労の進行と共に増加傾向であったことから、これら線形項挙動は、表面近傍がすべり線の発達により圧縮残留応力側にシフトしていることを示していると考えられる。つまり伝播経路がより深部へシフトしている(屈折の音弹性効果<sup>1)</sup>)。

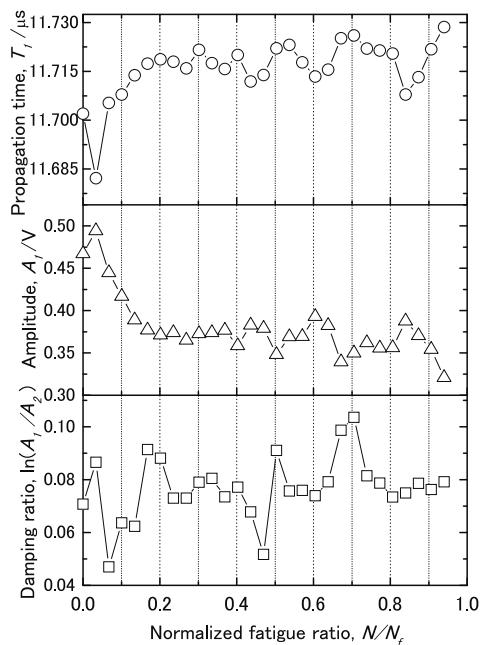


Fig. 2 Variations in propagation time, amplitude, and damping ratio as function of normalized fatigue ratio ( $N_f = 7.4 \times 10^5$  cycles).

### 3.2 非線形項挙動

超音波とそれにより駆動された材料内部の転位組織との相関量として、高調波成分を基本周波数成分の 2 乗で除した  $\beta$  パラメータ解析が知られている<sup>3)</sup>。これは主に縦波で得られているが、回折 SH 波で転位運動由來の高調波成分を検出できれば、表面検査により転位情

\* 現 商工企画課

報を抽出することができる。図3は、5MHz-5MHz-21°及び5MHz-10MHz-21°の2つのプローブを用いて取得された各受信波最大音圧から算出された $\beta$ 値の変化率である。疲労の進行と共に増加の傾向を示した。この $\beta$ 値は、FFTによるパワースペクトル解析により3つのプローブからそれぞれ単独に算出された基本波と2次高調波の関係においても全て同様な傾向であった。

図4に転位密度と相関のあることが示されているEBSDのKAMマップを示す(明るい部位が方位差大)。また図5に疲労前後のTEM像を示す。いずれも疲労の進行と共に転位組織が大きく増加していることを示している。用いた超音波に対する転位の可動性についてはこれらの解析で知ることはできないが、これらは転位組織と本非線形項との相関を強く支持するものである。

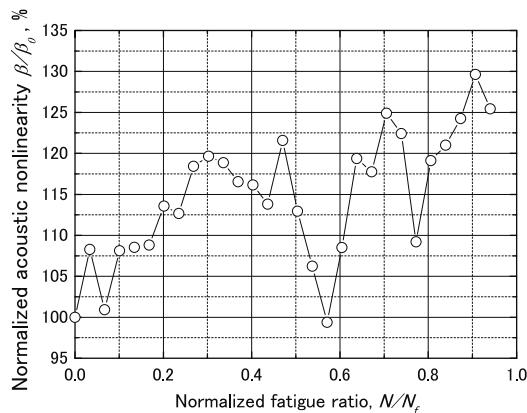


Fig. 3 Variation in normalized nonlinearity parameter as a function of normalized fatigue ratio obtained by a dual probe system ( $N_f = 7.4 \times 10^5$  cycles).

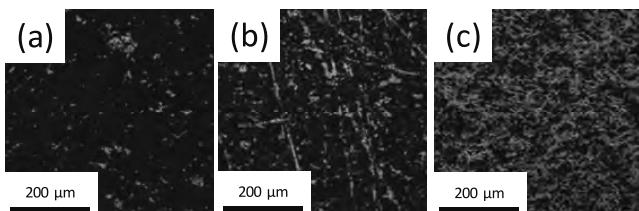


Fig. 4 EBSD kernel averaging maps of which cycles number of (a) 0, (b)  $2 \times 10^5$ , and (c)  $4.9 \times 10^5$  (fatigue failure).

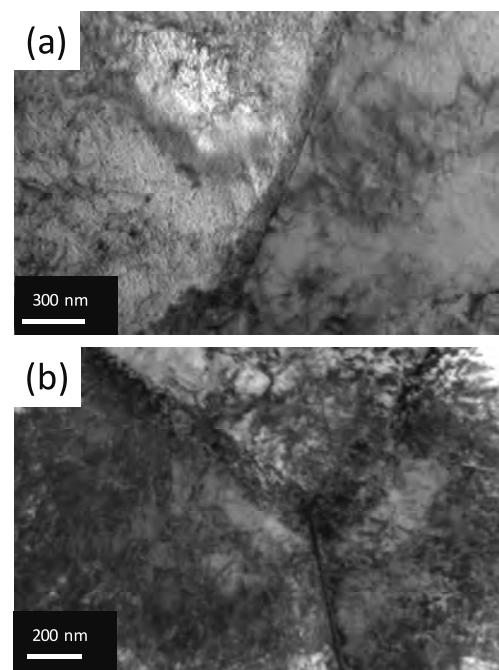


Fig. 5 TEM bright field images of (a) before test and (b) after fatigue failure ( $N_f = 4.9 \times 10^5$  cycles).

#### 4. 結言

回折SH波を用いた線形及び非線形解析により軟鋼の単軸引張疲労損傷過程を非破壊評価した。線形項においては格子歪が、また非線形項においては格子欠陥の影響が顕在化した。現場で部材の表面から疲労検知するための有効な検査方法を示した。

#### 「参考文献」

- 1) H. Yamagishi, M. Fukuhara and A. Chiba: Materials Transactions, **51** (2010) pp. 962-968.
- 2) H. Yamagishi, M. Fukuhara and A. Chiba: Metallurgical and Materials Transactions, **41A** (2010) pp. 2010-2151.
- 3) John H. Cantrell and William T. Yost: International Journal of Fatigue, **23** (2001) pp. 487-490.

キーワード：非破壊評価, SH波, 金属疲労, SS400

Nondestructive Evaluation of Fatigue Using Linear and Nonlinear Analyses of Diffracted SH Waves  
Cooperation promoter of industry-academia-government; Hideki YAMAGISHI, Evaluation section; Katsuhiro SASAKI

The acoustic behaviors of SS400 steel during fatigue damage at room temperature were investigated using ultrasonic transmission method with diffracted shear-horizontal waves (SH). The acoustic analyses of linearity and nonlinearity parameters indicate a correlation with residual-stress shift and dislocation pile-up, respectively. The damage phase data were determined using electron backscattering diffraction (EBSD) and transmission electron microscopy (TEM).

# 積層造形技術の新製品開発への応用

産学官連携推進担当 林 千歳, 材料技術課 土肥 義治\*, 山崎 太郎, 住岡 淳司

## 1.はじめに

当センターの積層造型装置は、樹脂粉末の薄い層にレーザを所定の断面形状に照射して粉末を硬化させた後、その上に0.1mmの粉末層を作製し、以後レーザ照射と粉末層作製を繰り返し造型を行うものである。

本研究では、本装置による造形体の造形の方向と機械的性質の関係、表面性状、および寸法精度等の基本的な特性の評価を行ったので、その概略を報告する。

## 2.実験方法

### 2.1 造形

試験片は、STL型式で形状データを作成し、エラー修正、造型エリア配置、スライスデータ作成を経て造形を行った。造型粉末はポリアミド12のPA2200を用いており、造型条件はTable 1のとおりである。その後、未焼結粉末の除去、サンドブラスト処理の後水洗し、20°C湿度25%で24h保持し乾燥し評価に用いた。

Table 1 積層造型の条件

Place	Laser Power W	Scan Speed mm/s	Beam Offset mm	Layer Thickness mm
Conture	16	1500	0.0	0.10
Hatching	21	2500	0.15	

### 2.2 試験片の形状と評価項目

引張試験片はJIS K7113の2号試験片に準じて作成し、引張試験の後、一部について破断面のSEM観察を行った。試験片の造形方向をFig. 1に示す。A,B,C群は、Z軸方向に45°ずつ方向を変えた3種、D群はZ軸に対して15°～75°の範囲を15°ずつ回転した4種を造形し、造形の方向と引張強度等の関係を評価した。またD群で、引張の方向と積層の方向が45°となる試験片を表面状態確認用に、造形直後およびサンドブラスト処理等の後の表面状態をSEMにより確認した。

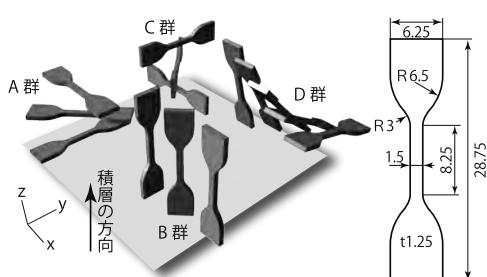


Fig. 1 引張試験片の寸法と造形の方向

さらに、Fig. 2に示す形状の試験片を作製し、当センターの大型X線CTにより輪郭形状をスキャンした後、CADデータと比較することで寸法精度の評価を行った。

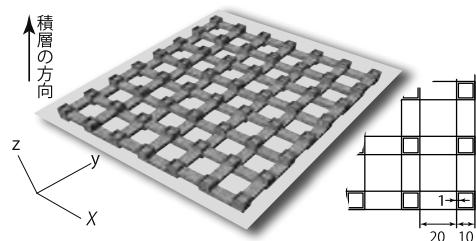


Fig. 2 水平方向の寸法精度評価用試験片の外観

## 3.実験結果

### 3.1 引張試験

Fig. 1のA～D群の位置で積層を行った試験片の各1例について、引張試験を行ったときの荷重-歪み線図をFig. 3に示す。

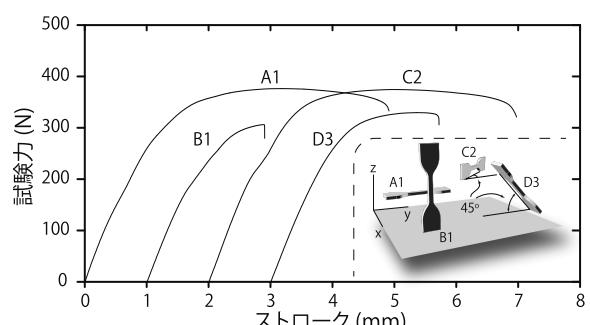


Fig. 3 引張試験結果

A群とC群の試験片は、造形時の配置によらず引張強度および伸びがほぼ一定となった。また、B群の試験片も、造形時の配置によらず同様に引張強度および伸びほぼ一定の値を示したが、A群およびC群に比べ引張強度は低く、十分な延性を示さずに破断している。一方、D群の試料は、引張強度および伸びとともにAおよびC群とB群との中間の値となっており、積層の方向と引張試験方向とのなす角に依存性が認められた。

Fig. 3に示すA1およびB1の位置で造形した引張試験片の試験後の破断面のSEM像を示す。A1の破面は、延性破壊であったことを示唆するディンプル状の様相を呈している。また、伸びが大きいため、試料

\* 現 企画管理部

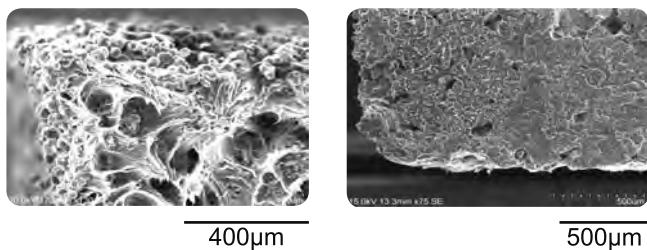


Fig. 4 引張試験片の破面の SEM 像 (左 : A1, 右 : B1)

が絞られ断面積が小さくなっている。一方、B1 の破面は、積層の層間で剥がれたような様相であり、絞りも少なく殆ど伸びずに破断したことがわかる。

A, B および D 群の試料 A について、造形の方向と引張の方向のなす角を  $\theta$  としたときの、角度 ( $\cos\theta$ ) と引張強度および伸びとの関係を Fig. 5 に示す。引張強度、伸びとともに異方性があることを示しており、積層造形装置での造形に際しては、模型の配置に注意を要する。

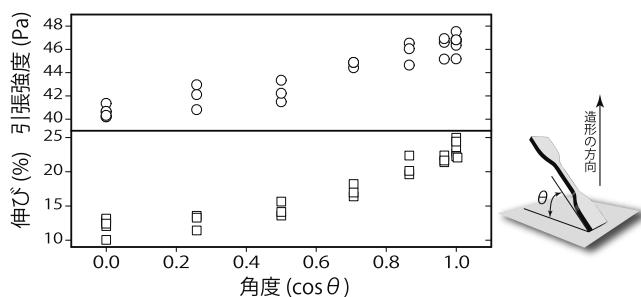


Fig. 5 造形の方向と引張強度および伸びとの関係

### 3.2 造形体の表面状態

造形後の状態、およびサンドブラスト、水洗、乾燥の後の造形体表面の SEM 像を Fig. 6 示す。

本装置は、レーザを照射することで材料粉末を熔融し造形を行うものであるが、造形直後では熔融部分の付近にある未熔融の粉末が多量に付着しているがわかる。また、サンドブラスト等により後処理を行うことで、付着した粉末が完全に除去され、滑らかな表面状態を得られることがわかった。

キーワード：積層造型、ポリアミド、寸法精度、異方性

Application of Additive Manufacturing Technoligy to the Development of the New Products

Chitoshi HAYASHI, Yoshiharu DOI, Taro YAMAZAKI, and Junji SUMIOKA

The mechanical properties and the surface state of the model manufactured by "Additive Manufacturing System" were investigated for the application to new product development. Since it was expected that the orientation of modeling would have large influence on these characteristics especially, the specimen was produced in the various modeling orientation and used for evaluation of tensile strength. Moreover, the dimensions of the produced parts were measured by X-rays CT, and comparison with measured value with CAD data, and the cause of the errors were examined.

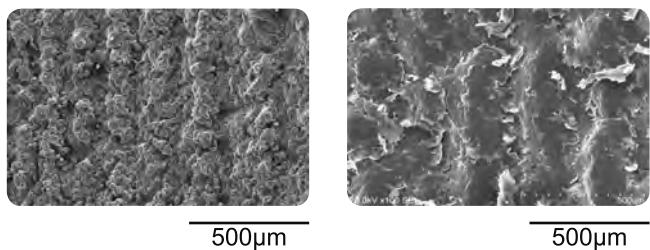


Fig. 6 造形直後 (左) と処理後 (右) の表面状態

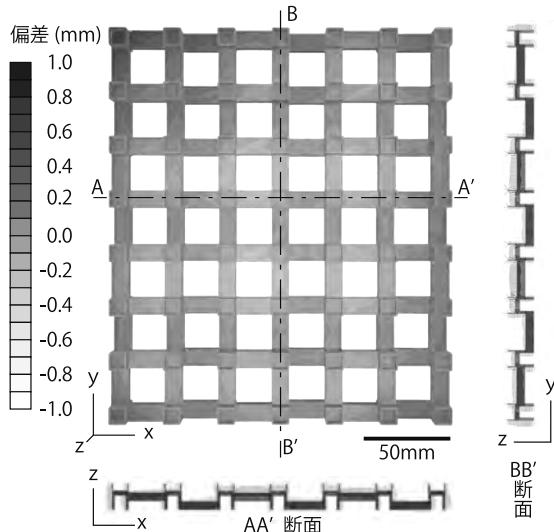


Fig. 7 CT 像による寸法精度評価の結果

### 3.3 寸法精度

X 線 CT による形状測定結果と試験片中央を基準とした寸法の偏差を、CT による 3D 画像の濃度差に置き換えたものを Fig. 7 に示す (CAD 上の面が測定結果の面よりも下にある場合、この 2 面の偏差を正の値で表している.). また、図の下・右には、それぞれ AA' 断面・BB' 断面の輪郭の位置のずれを、10 倍に拡大した直線で CT 再構成画像上に重ねて表した結果を併せて示す。Fig. 7 の 3D 画像では周辺部の色が濃く、中央部が 0.5 度程凸になるよう変形しており、XY 方向でも最大で 0.2% 程度、座標のずれがあることがわかった。

# ファインセラミックスを使用した識別可能なカラー臼の開発

産学官連携推進担当 山岸英樹\*

(株)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<sup>1)</sup>、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、金型では防錆の為、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。またカラー素材を用いれば、型の取り違え防止にも役立つ。これらの背景から、自動打錠成型用臼を YSZ(東ソー(株)製粉末)で試作し(図1:白、青、黒の三色)、実機試験によりその性能を検討した。

## 2. 結果

図2に生薬センナを用いた実機62,145ショット前後の工具鋼製臼(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による表面形態観察結果を示す。また図3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を示す。従来の工具鋼臼では打錠杵の摺動に伴う摩耗が大きく生じた。一方、試作したセラミックス臼では素材の差により、弾性率等の機械的性質や加工後の初期粗さが若干異なるものの、摩耗はほとんど生じていない結果となった。その他、本試作臼の打錠時粉吹き量も従来臼に比べ低減できており、本製品の優位性が示された。

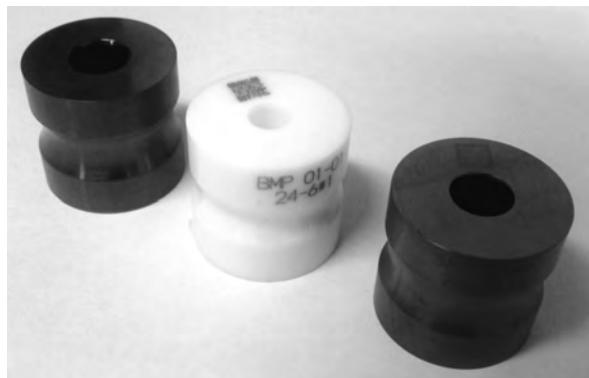


Fig. 1 Appearance of the experimental samples.

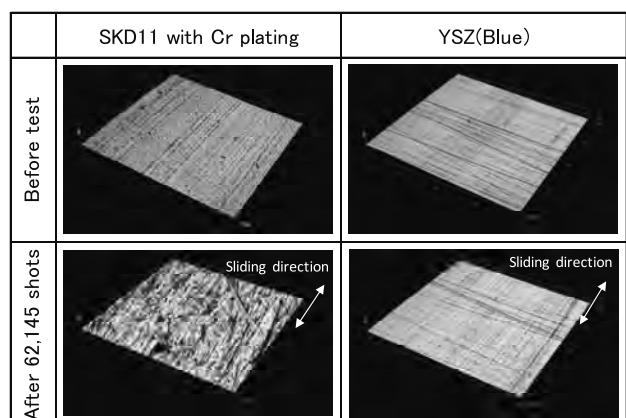


Fig. 2 Laser scanning micrograph of sliding surface before and after machine shots.

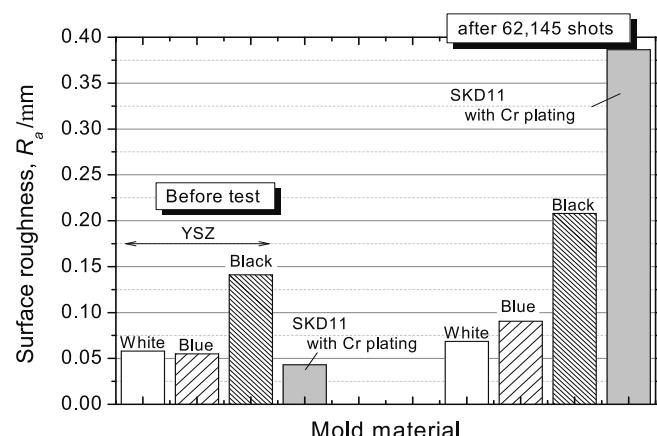


Fig. 3 Surface roughness before and after machine shots.

## 「参考 URL」

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

\* 現 商工企画課

## II 中央研究所

### □戦略的基盤技術高度化支援事業

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 ······ 7

加工技術課 柿内茂樹, 富田正吾, 川堰宣隆  
産学官連携推進担当 山岸英樹  
(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 ······ 8

加工技術課 富田正吾, 柿内茂樹  
企画管理部 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)

放電傾斜皮膜生成技術の最適化と高度化によるダイカスト金型表面処理技術の開発 ······ 9

材料技術課 土肥義治  
評価技術課 関口徳朗  
産学官連携推進担当 林千歳  
加工技術課 川堰宣隆  
企画情報課 石黒智明  
(株)松村精型 松村浩史, 林圭一, 佐々木宏介, 大濱康夫ほか  
(国)富山大学 升方勝己, 伊藤弘昭  
(財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

橋梁鋼構造物の施工現場における高力ボルト接合部への長期防錆金属溶射施工技術の開発 ······ 10

加工技術課 富田正吾, 柿内茂樹  
企画管理部 山岸英樹  
(株)リケン CKJV, (株)新免鉄工所  
(財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

高機能ロボットに用いる力覚センサの開発 ······ 11

評価技術課 角田龍則  
加工技術課 川堰宣隆  
材料技術課 土肥義治  
機械電子研究所 釣谷浩之  
企画管理部 二口友昭  
(株)ワコー, (株)ワコーテック, 藤堂工業(株), (株)シーイーシー  
富山県立大学, (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」

固体電解質を使用した色素増感太陽電池の開発 ······ 12

評価技術課 角田龍則  
機械電子研究所 寺澤孝志  
企画管理部 二口友昭

□(独)科学技術振興機構 「先端的低炭素化技術開発」

高煤濃度潤滑油の環境下での耐摩耗性摺動部材の開発	13
加工技術課	岩坪 聰
センター所長	榎本祐嗣
(財)機械振興協会	山口 誠, 梶村皓二, 藤塚将行
大同工業(株)	奥村善雄, 打田洋樹

□地域イノベーション戦略支援プログラム事業

個の免疫医療の基盤開発	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	岸 裕幸, 村口 篤

□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
センター所長	榎本 祐嗣
(国)信州大学	渡邊 圭, 金 翼水

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	16
加工技術課	小幡 勤
(国)富山大学	岸 裕幸
関東学院大学工学部	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	17
加工技術課	鍋澤浩文

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	18
加工技術課	川堰宣隆

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	19
加工技術課	岩坪 聰
富山県立大学	春山義夫, 堀川教世
Y K K (株)	河村新吾, 石井淳哉

血液中の微量な腫瘍細胞を補足するマイクロチップの高性能化に関する研究	20
材料技術課	大永 崇
加工技術課	小幡 勤
機械電子研究所	高田耕児
(国)富山大学	嶋田 裕, 岸 裕幸

## □住民生活に光をそそぐ交付金

ソーラーパネル一体型屋外用照明システムの製品開発	22
材料技術課	住岡淳司
産学官連携推進担当	林 千歳
機械電子研究所	浅田峯夫

放射電磁ノイズ対策に関する研究	23
評価技術課	佐々木克浩, 宮田直幸
材料技術課	塚本吉俊

ガスクラスタイオンビームを応用した超精密切削工具の開発	24
加工技術課	川堰宣隆, 清水孝晃

摩擦攪拌プロセスによる異種材料の接合及び複合材料創成の可能性調査研究	25
加工技術課	柿内茂樹, 清水孝晃, 富田正吾

ドレーン・カテーテル管理システムの研究開発	26
加工技術課	小幡 勤
材料技術課	塚本吉俊
評価技術課	佐々木克浩

新蓄光材による表示デバイスの開発	27
加工技術課	岩坪 聰
生活工学研究所	早苗徳光, 金丸亮二

## □富山県立大学「产学官連携研究」

航空機産業参入を目指した難作材部品製造技術の開発	28
加工技術課	川堰宣隆
富山県立大学	前田幸男, 岩井学
岩城工業(株)	

## □フロンティア研究推進事業

微粒子化技術を応用了した環境にやさしい木材保存剤の開発	29
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

血中浮遊癌細胞を単離できる捕捉するマイクロ流体チップシステムに関する研究	30
材料技術課	大永 崇
加工技術課	小幡 勤
機械電子研究所	高田耕児
(国)富山大学	嶋田 裕, 岸 裕幸

生体組織凍結保存システムの開発	32
評価技術課	奈須野雅明
加工技術課	小幡 勤
(国)富山大学	中村真人
□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 (II)	34
評価技術課	奈須野雅明, 角田龍則, 関口徳朗, 九曜英雄
センター所長	榎本祐嗣
□一般研究	
ナノシード粒子を応用した高密度薄膜の作製	36
加工技術課	岩坪 聰, 小幡 勤, 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 (2)	38
材料技術課	山崎茂一
加工技術課	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
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	40
材料技術課	塚本吉俊
加工技術課	小幡 勤
評価技術課	奈須野雅明
企画管理部	高松周一
機械電子研究所	浅田峯夫
高濃度オゾン水による低温直接接合技術の開発	42
加工技術課	小幡 勤
色素増感太陽電池用個体電解質の開発	44
評価技術課	角田龍則
機械電子研究所	寺澤孝志
企画管理部	二口友昭
微小領域における薄膜型熱センサの試作評価	46
評価技術課	奈須野雅明
加工技術課	小幡 勤
無線センサネットワーク用超音波計測システムに関する研究	48
評価技術課	佐々木克浩
材料技術課	塚本吉俊
機械電子研究所	浅田峯夫, 金森直希

超精密加工用工具の開発と応用に関する研究 ······ 50

加工技術課 川堰宣隆

機械電子研究所 杉森 博

ガス拡散電極を用いたアルミニウム陽極酸化電極の開発 ······ 52

評価技術課 関口徳朗, 奈須野雅明

材料技術課 石黒智明

パワーアシスト型ロボット技術の開発 ······ 54

加工技術課 清水孝晃

機械電子研究所 金森直希

ノイズ対策のための電磁波シミュレーションの研究 ······ 56

評価技術課 宮田直幸

#### □企業との共同研究

セラミックスコーティングによる高遠赤外線放射繊維の開発 ······ 58

加工技術課 岩坪 聰

美濃顔料化学(株) 各務真一

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 ······ 59

加工技術課 岩坪 聰

大同工業(株) 奥村善雄

航空機用高強度アルミニウム合金の押出し技術の開発 ······ 60

材料技術課 土肥義治

産学官連携推進担当 山岸英樹

加工技術課 川堰宣隆

ワシマイヤー(株) 餅川昭二, 竹田孝一, 嶋崎浩一

(国)富山大学 高辻則夫, 会田哲夫, 沖田真吾

ピエゾ抵抗素子の作製条件と評価に関する研究 ······ 61

加工技術課 小幡 勤

(株)ワコー 角谷哲哉

イオンビーム加工によるナノインプリントモールドの離型性向上 ······ 62

加工技術課 小幡 勤

材料技術課 大永 崇

(株)不二越 佐藤嗣紀

せん断力検出可能なローコスト触覚センサの研究開発 ······ 63

加工技術課 小幡 勤

(株)オーギャ 水島昌徳, 高木哲王

金属ナノ粒子作製とその構造評価方法に関する研究 ······ 64

加工技術課 岩坪 聰  
立山マシン(株) 篠原おりえ, 小倉 賢

ホローカソード型高密度プラズマ源の開発および微細パターン作製への応用 ······ 65

加工技術課 鍋澤浩文  
立山マシン(株) 浅地豊久  
(国)大阪大学 加藤裕史  
(国)新潟大学 安部 隆

SUSへのエラストマーの接合 ······ 66

企画情報課 石黒智明  
材料技術課 住岡淳司, 山崎太郎  
産学官連携推進担当 林 千歳  
富山県プラスチック工業会  
((株)タカギセイコー, 三晶 MEC(株), (株)リッセル, 戸出化成(株))

摩擦攪拌接合によるマグネシウム合金構造体作製と表面処理技術の開発 ······ 67

加工技術課 柿内茂樹, 清水孝晃, 富田正吾  
(株)高松メッキ 能登谷久公  
(株)サンメタル 林 孝宏, 松林直樹

ナノファイバーを薬物リザーバとする経皮吸収製剤の開発 ······ 68

評価技術課 九曜英雄, 関口徳朗  
生活工学研究所 金丸亮二  
ティカ製薬(株) 島谷隆夫, 深井伸恵, 松葉裕子, 伊東宏子

ルーバーフィルター型AIPによる高耐食性・高硬度テトラヘドラルDLC膜の開発と高機能樹脂加工への適用 ······ 69

加工技術課 富田正吾, 柿内茂樹  
産学官連携推進担当 山岸英樹  
(株)北熱 嶋村公二

環境改善機能を有するコンクリート補修用モルタルの開発 ······ 70

材料技術課 山崎茂一  
評価技術課 奈須野雅明, 九曜英雄  
(株)フリーダム 古村 崇

## □若手研究者育成支援共同研究

精密切削加工による表面機能創成に関する研究 ······ 71

加工技術課 川堰宣隆, 清水孝晃  
評価技術課 関口徳朗  
材料技術課 住岡淳, 土肥義治  
若い研究者を育てる会 (株)タカギセイコー 藤井美里

LED 照明の EMC・ノイズ対策に関する研究	72
評価技術課	佐々木克浩, 宮田直幸
材料技術課	塚本吉俊
機械電子研究所	浅田峯夫, 角崎雅博
若い研究者を育てる会 コーセル(株)	平田哲郎
CMM(三次元測定機)用簡易検査器の開発 2	73
加工技術課	吉田 勉
(国)富山大学	長柄毅一
若い研究者を育てる会 立山マシン(株)	広地信一
シリコンアーマチュアデバイスの研究開発	74
加工技術課	小幡 勤
(国)富山大学	丹保豊和
若い研究者を育てる会 立山科学工業(株)	木澤裕志, 北陸電気工業(株) 岩滝幸司
□ベンチャー創成等支援共同研究	
FSW ツールの表面機能化に関する研究	75
加工技術課	富田正吾, 柿内茂樹
産学官連携推進担当	山岸英樹
(株)北熱	田辺政哉



# 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, 産学官連携推進担当 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)

## 1. 緒言

本研究は、H23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。本研究の目的は、例えば、薬容器、注射薬シリジンジ、カテーテルバルーン等の射出成形、ブロー成形あるいはディッピング加工時に使用される金型の離形成向上のために、電子ビーム(以下EB)ドット制御加工を応用して、金型表面に微細なテクスチャを形成する技術を確立することを目的としている。これまでの研究では、EB微細溶融部の表面性状や溶融領域に及ぼすEB加工パラメータの影響およびEBの移動経路やビーム出力により被加工材表面に形成されるテクスチャの変化について検討した。本年度の研究では、EB表面テクスチャの効果について検討するために、種々のテクスチャを表面形成したSUSに対するポリプロピレン(PP)のぬれ性試験を実施した。

## 2. 実験方法

供試材料はSUS304(寸法: 20×20×5<sup>t</sup>), PP(M.P.: 144°C)を用いた。図1に静滴法による樹脂接触角測定装置の外観写真を示す。装置は、カメラ、光源、モニタ、チャンバーで構成した。本実験では、樹脂を液滴にした状態での滴下試験であるため、チャンバー内部にはヒーターが設置されており、変圧器によりヒーターの温度を調整した。なお、試験片の表面に熱電対を接触させて、データロガーにより試験片表面温度を記録した。図2にぬれ性評価試験のフローチャートを示す。本実験では、①基板の予熱、②樹脂試料設置および加熱、③溶融したPPを自重により基板表面に落下、④基板に着地後に時間および基板表面温度を計測、⑤着地後1minに溶融したPPの状態を撮影しぬれ角を測定、⑥10min加熱後、基板を取り出し空冷・樹脂固化、⑦外観撮影を行った。本実験では、樹脂試料が落下してから10min間の基板の表面温度を測定した結果、およそ200°Cでほぼ一定であった。また、試験雰囲気は大気中とした。なお、接触角は、左右2箇所の接触角を測定し、その平均値を求めた。EBの照射パターンは、ライン、格子、ドット、同心円とした。また、ぬれ角測定試験の比較材として、SiCペーパ(#80, #220)およびバフ研磨(ダイヤモンドペースト1μm)により、種々に表面性状を変化させた材料を用いた。



図1 静滴法による樹脂接触角測定装置の外観写真

\*現 商工企画課

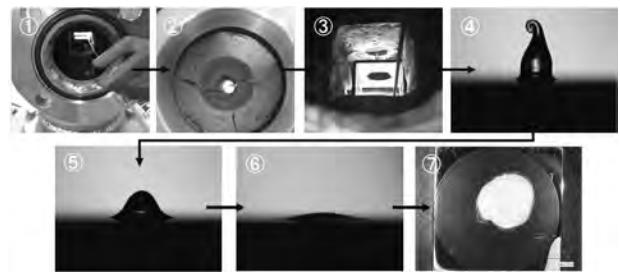


図2 ぬれ性試験のフローチャート

## 3. 実験結果

図3に湿式研磨材およびEB照射材の樹脂試料滴下後1minの接触角を示す。いずれの表面形態においてもPPはSUS304に対して良好なぬれ性( $\theta < 90^\circ$ )を示した。滴下後1min後の平均接触角は、湿式研磨面の場合は8~9°であり、EB照射面の場合は12~19°であった。図4に湿式研磨材およびEB照射材のぬれ性試験後(10min加熱後空冷・固化時)の外観写真を示す。いずれの試料においても、PPに焼けはほとんど認められなかった。鏡面研磨材のPPの流れは、ほぼ放射状に流れていた。一方、EB照射材の一部には、PPが不規則に流れしており、この結果は鏡面研磨材と比較して、PPの流れに障害が生じていることを示唆しており、種々の表面形態を与えた一部の試料では、液滴の流動性がテクスチャの方向や形状に影響を受けることが示唆された。

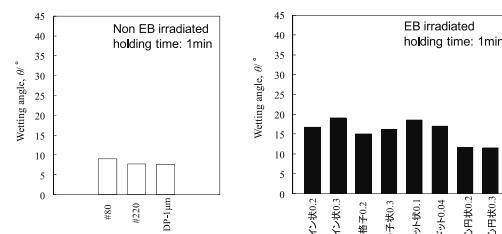


図3 湿式研磨材およびEB照射材の樹脂試料滴下後1minの接触角

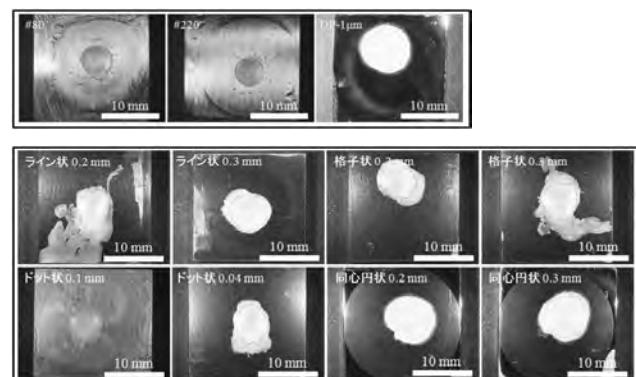


図4 各種テクスチャのぬれ性試験後(10min加熱後空冷・固化時)の外観写真

<詳細はH23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, 企画管理部 山岸英樹\*

(株)VIC インターナショナル 加納竹志, 竹内幸雄, コンチネンタル(株) 岡田幸雄, 下村俊之,  
(財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

## 1. 緒言

高透磁率材料(パーマロイ)の超高真空容器部材への適用を図るための要素技術として、薄板パーマロイに適した溶接施工法の開発及びその施工方法を実現するため、2重シールドティグトーチの開発及び性能評価試験を実施し、試作容器製作のための溶接施工条件を確立し、ドーム型容器部品を制作した。

## 2. 2重シールドティグ溶接トーチを用いた溶接評価

図1にトーチの構造とティグ溶接の治具の外観を示す。溶接は、パーマロイ合金( $t=3\text{mm}$ )の突き合わせ継手でインナーガスとしてArガスにHeガスを0,25,50,75及び100%の割合で混合したもの用いた。アウターガスはArガスとした。溶接条件は、溶接速度を100mm/min一定とし、溶接電流を50~110Aと変化させた。



図1 ティグ溶接実験の概況と溶接トーチの構造

図2に溶接電流90Aで50Ar+50Heガスシールドの条件での溶接ビード断面マクロ組織を示す。内部欠陥のない良好な溶接ビードが形成出来た。

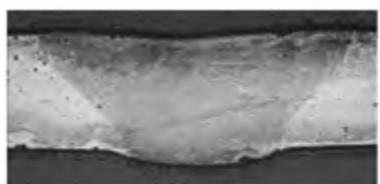


図2 溶接ビードの断面マクロ組織の例

図3に各シールドガスにおける溶け込み深さに及ぼす溶接電流の影響を示す。50Ar+50He混合ガスの場合、Arガス単独に比べて約1.6倍の溶け込み深さを

になることが示された。さらにHe混合比が高まるほど溶け込みは深くなった。

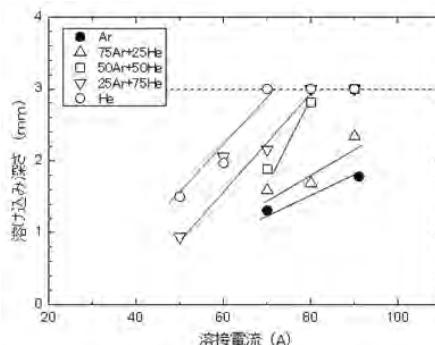


図3 溶け込み深さに及ぼす溶接電流の影響



図4 ドーム型モデルのティグ溶接施工とビード外観

図4に裏波ビードの形成条件で試作ドーム型モデルの施工状況とビード表面を示す。溶接は、ドーム材を一定速度で回転させながら溶接を行った。また、図5に溶接施工により試作したドーム型成形品及び大小の枝管を溶接した真空容器モデルを示す。



図5 試作ドーム型容器及び溶接構造枝管容器

溶接外観において溶接欠陥は発生せず、溶接施工することができた。

\*現商工企画課

# 放電傾斜皮膜生成技術の最適化と高度化による ダイカスト金型表面処理技術の開発

材料技術課 土肥義治\* 評価技術課 関口徳朗 産学官連携推進担当 林 千歳 加工技術課 川堰宣隆

企画情報課 石黒智明\*\* (株)松村精型 松村浩史 林圭一 佐々木宏介 大濱康夫ほか

(国)富山大学 升方勝己 伊藤弘昭 (財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

## 1. 緒言

自動車のエンジン部品等の多くはダイカスト金型により鋳造されており、従来から溶損による金型劣化の防止策として金型に窒化法に代表される表面処理を施している。しかしながら、耐溶損性や耐高温密着性が低いため、サイクルタイムは長く、かつ、金型寿命は短い。

本開発では、航空機エンジン部品皮膜処理技術である放電傾斜皮膜層生成法をダイカスト金型に適用するため、皮膜形成技術の最適化と高度化により、金型の耐溶損性や金型寿命の向上を実現する技術開発を行った。

## 2. 成果の概要

代表企業では、ロボット制御装置及び放電傾斜皮膜生成機との連動システムの開発を行い、自動連続運転が可能とした。しかも、従来の別ピース化した入れ子ではなく、一体物として任意の部位に表面処理が可能であり、大幅な表面処理工程の短縮を実現した。図1に放電傾斜皮膜生成法による金型部品の例を示す。



図1 放電傾斜皮膜生成法による金型部品の製作

表面皮膜材質の最適化を図るため、耐溶損性、密着性、耐摩耗性の評価を行った。

図2に、ウォータージェット加工機を用いたアブレシブ摩耗試験を行なった例を示す。放電傾斜皮膜としては、硬質セラミックス系の2種類(A及びB)の処理を行った。無処理の場合、広い範囲で激しく摩耗しているのに比べ、放電傾斜被膜処理によって大幅に摩耗が低減できる。特に、放電傾斜皮膜では優れた耐摩耗性が見いだされた。

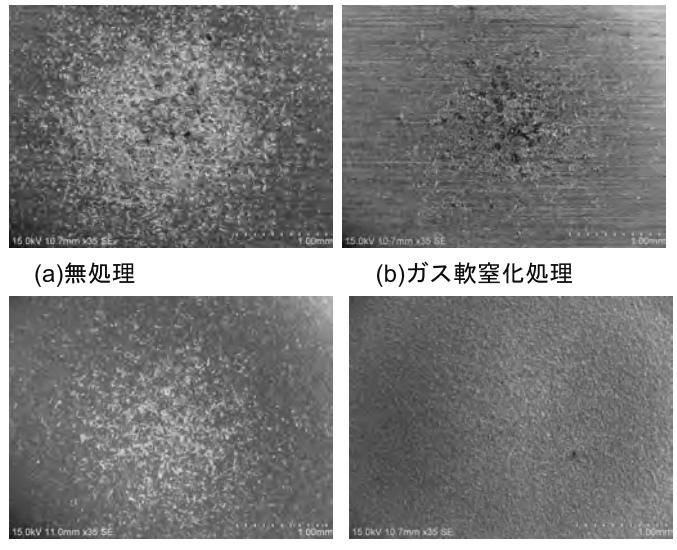


図2 アブレシブ摩耗試験後の皮膜表面の観察

さらに、皮膜の性能を調査した組成A及びBに対して、粉末原料から電極を作製する技術について検討した。試作には、真空中で加圧しながら急速加熱する通電加圧焼結法を適用した。種々の組成における焼結条件と密度との関係を整理し、市販電極同様の密度を有する電極成形条件を明らかとした。次に、試作電極を用いて、皮膜生成実験を行い、電極破損範囲と皮膜形成範囲を調べた。いずれの組成においても、目標値である10μmの皮膜に対応可能であることを確認した(図3)。

今後は、川下ユーザにおけるダイカスト工程での実用化試験を進めるとともに、種々のユーザニーズに対応した表面処理金型のサンプル提供と品質改良を行う予定である。



図3 試作電極による皮膜生成実験

(左：ダイス鋼への被覆 右：被覆後の概観)

（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 企画管理部, \*\* 現 機械電子研究所

# 橋梁鋼構造物の施工現場における高力ボルト接合部への長期防錆 金属溶射施工技術の開発

加工技術課 富田正吾, 柿内茂樹, 企画管理部 山岸英樹\*

(株)リケンCKJV 大橋一善, 吉田守, (株)新免鉄工所 新免信秀, 菅本俊介, (財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

## 1. 緒言

鉄塔・橋梁等の鋼構造物には長期防錆皮膜の金属溶射がなされているが、狭隘部のボルトへの溶射施工技術がなく鋼構造物全体の長期防錆が達成できなかった。本研究では、鋼橋等の鋼構造物建築におけるボルト接合部への高所作業現場での溶射を可能にする「溶融亜鉛めっき技術」及び「小型可搬溶射ノズルの開発による溶射施工技術」の確立を目指した。

## 2. 溶射可能な溶融亜鉛メッキ技術の開発

めっき皮膜の化学成分調整、被溶射面（めっき皮膜）への粗面化処理、溶射角度及び亜鉛めっき表面への一次防錆処理を施すことで、500hの梱包内保管後に10日間の屋外暴露を行っても4.0N以上の密着力があるAl-Zn及びAl-Mg溶射皮膜が得られた。また、ボルト締結後1ヶ月間の屋外暴露においても皮膜の膨れや剥離などは発生せず、良好な密着性のある溶射皮膜を形成することが出来た(図1)。



図1 ボルト締結一溶射処理1ヶ月の試験体

## 3. 小型可搬溶射ノズルの開発

溶射施工対象は締込後のボルト頭部及びナット部であり、通常の溶射ガンでは、溶射距離、角度の一定保持が困難な上、耐食性に優れた溶射皮膜を形成する事が不可能であった。高所現場において締込後のボルト頭部及びナット部の全面にムラなく均一に溶射施工するための溶射ガンの試作開発を行った。図2に試作小型ガンの外観と溶射施工状況を示す。



図2 現地狭隘部溶射施工用溶射ガンの外観

図3にAl-Mg溶射施工したボルト締結部の密着性・耐摩耗性を評価した結果を示す。繰り返し試験を行っても摩耗減量はほぼ一定であり、従来施工の場合に比べて安定した皮膜形成ができた。

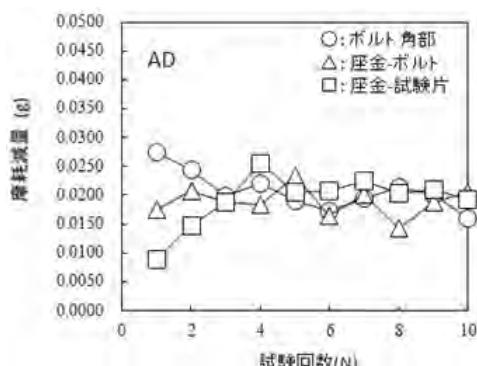


図3 ブラストエロージョン試験による溶射皮膜の性能評価

図4に長期暴露試験中の模擬ボルト締結評価モデルを示す。溶射施工は、試作した溶射ガンで行った。狭隘部のボルト締結部でも容易に溶射施工が可能となつた。



図4 暴露試験中の溶射施工した橋梁モデル

本開発により、施工現場でのボルト、ナット、座金などの複雑構造に対しても溶射が可能となつた。

\* 現 商工企画課

# 高機能ロボットに用いる力覚センサの開発

評価技術課 角田龍則\* 加工技術課 川堰宣隆 材料技術課 土肥義治\*\*

機械電子研究所 釣谷浩之 企画管理部 二口友昭\*

(株)ワコー、(株)ワコーテック、藤堂工業(株)、(株)シーイーシー、富山県立大学

(財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

## 1. 緒言

本研究開発は静電容量型6軸力覚センサのFA市場への普及をはかるため、センサ起歪体部品をプレス加工による製法とすることと、ロボットを制御するためのインターフェースやアプリケーションソフトウェアを用意することを主な目的として行われた。

工業技術センターでは、サンプルの信頼性評価とロウ付け接合による電気特性改善の実験をおこなった。

## 2. 信頼性評価

本センサが一般的な産業用製品の信頼性を有していることを確認するため、温度サイクル・疲労試験・引張強度試験・耐電磁ノイズなどのセンサに加わる外部環境に対する次の信頼性の評価を行った(表1)。

Table1. Reliability Testing

項目	回数・強度	評価内容
温度サイクル試験 0°C↔50°C	20cyc	温度変化の影響に対する耐性
疲労試験 定格荷重	10万回	繰り返し荷重への機械的耐性
引張強度試験	破壊まで	破壊荷重調査
放射エミッション測定		機器から放射される電磁波の測定
雷サージ試験	4kV	高電圧に対する耐性

温度サイクル試験の変化量は1.0%FS以下、疲労試験前後の出力変化量は、10%FS以下であり、ともに目標値を満足できた。

引張強度試験においてセンサをX方向に引張った場合、300Nでストップが機能し、それ以降は、荷重の増加にともなうセンサ出力の増加が抑えられることを確認できた。Z方向に引張った場合、500Nでストップが機能し、センサ出力の増加が抑えられた。他の軸については、6000N付近で出力異常となった。

放射エミッション測定において、センサを通電させた状態で放射される電波を測定したところ、産業用製品の規格値(CISPR11 CLASS\_A)は超えていないが垂直方向の偏

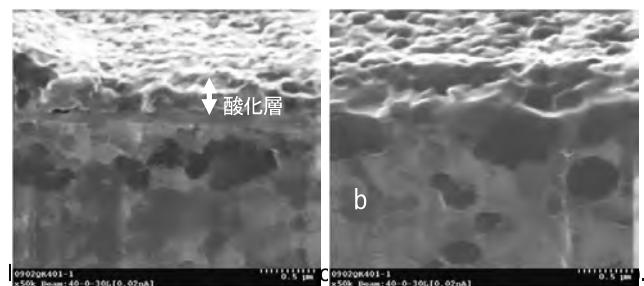
波が確認できた。これに対して通信線を完全にシールド材で覆うことで電波の放射は抑えられた。なお、センサそのものからはほとんど電波放射がないことも確認した。

雷サージ試験において、力センサの電力線(L1-L2間)に落雷などの高エネルギーを想定して4kVの電圧を印加した。印加後センサ特性を確認したところ異常は確認できなかった。

## 3. ロウ付け接合実験

本研究では、従来ネジでの組み付けを行っている部分をプレス接合に置き換えることを検討しており、さらにその部分にロウ付けをおこなうことで接合強度を増加させることを検討した。ロウ付けの方法はペーストを塗布したのち組み立てる置ロウでおこなった。結果として強固に接合することができ、接合した部材を用いて力覚センサの形態に組上げたところ、その信号出力特性から強度増加の効果が確認できた。しかし、650°Cでの加工やその時点で発生するシュウ酸フラックス成分の蒸散付着もあり、激しい表面酸化が発生した。

この表面酸化を抑えるためアルゴン雰囲気での焼成実験を行った。図1は加工後の金属表面の断面像を示す。大気中の熱処理では約0.2μm程度の酸化膜があり、アルゴン雰囲気の断面画像では酸化膜は確認できなかった。電気炉内のアルゴン置換が酸化膜の形成を抑制していることを確認できた。



## 4. 結言

以上のような実験結果から、作製したセンサが高い信頼性を持つことを確認できた。またロウ付けにより出力特性改善を実現することができた。

\*現 機械電子研究所, \*\*現 企画管理部

# 固体電解質を利用した色素増感太陽電池用の開発

評価技術課 角田龍則\* 機械電子研究所 寺澤孝之\*\* 企画管理部 二口友昭\*

## 1. 緒言

本研究では、色素増感太陽電池用電解質の印刷による形成、その光電気変換効率が6%以上であることを目的に電解液をゲル状にして酸化物粉末を添加したものを作製し、それを使用した色素増感太陽電池の評価をおこなった。酸化チタン膜の微細構造評価、色素吸着状態の評価をおこない、その後ゲル状電解質の評価をおこなった。

## 2. 実験方法

### 2.1 酸化チタン膜評価

集束イオンビーム加工機を用いて酸化チタン膜断面を加工し SEM および TEM 観察をおこなった。比表面積およびビッカース硬度を測定し、I-V 測定をおこなって変換効率との関係を考察した。図 1 は膜厚 70nm 程度の酸化チタン膜の断面 TEM 画像を示す。

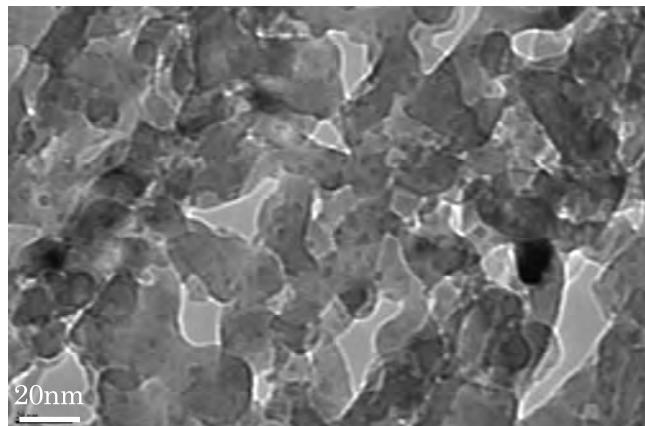


Fig. 1 TEM micrographs of titanium oxide films.

数十 nm の酸化チタン粒子がネッキングと呼ばれるくびれた構造でつながっていることがわかる。また焼成温度を上げることや塩化チタン水溶液による表面処理などによってネッキング幅が大きくなり、比表面積が減少し、膜硬度が増加していることを確認できた。表 1 は酸化チタン膜の加工条件と比表面積、ビッカース硬度を示す。

Table 1. Vickers hardness and surface area of the titanium oxide films.

加工条件	500°C焼成	550°C焼成	500°C焼成 +TiCl <sub>4</sub> 処理
比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	56	52 (-4)	50 (-6)
ビッカース硬度 (HV)	34	38 (+4)	46 (+12)

酸化チタン膜焼成後の塩化チタンや高濃度オゾン水によるトリートメント処理によって変換効率を改善させることができた

### 2.2 色素吸着状態評価

色素吸着時間と変換効率の確認をおこなった。所定の時間室温で色素(N719)を吸着させた酸化チタン膜を、水酸化ナトリウムを微量混ぜたエタノール溶液に 10 分浸漬し、その溶液の波長 313nm の吸光度を分光光度計により測定した。吸着溶液はアセトニトリル:t-ブタノール(1:1)溶液に

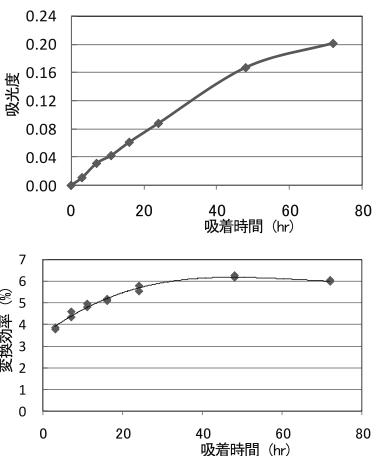


Fig. 2 Relationship between the absorbance and the adsorption time, the DSC conversion efficiency and the adsorption time.

0.3mM 色素を溶かしたものを使用した。図 2 は色素吸着時間に対する溶出液の吸光度とその酸化チタン膜を使用したセルの変換効率を示す。吸光度は吸着時間 50 時間を超えても増加した。変換効率は吸着時間 50 時間の時もっとも高い値を示した。50 時間を超えると色素の会合が発生し、変換効率に影響を及ぼしていると考えられる。

### 2.3 ゲル電解質評価

色素増感太陽電池用電解質としてアセトニトリルにポリフッ化ビニリデン、酸化亜鉛を加えたものを作製し電気特性を評価した。I-V 特性を測定した結果、変換効率 6.4% のセルが作製できた。標準電解液と比較すると、酸化亜鉛粉末を添加することで解放電圧が増加し、標準電解液の 9 割程度の変換効率が得られた。

## 3. 結言

酸化チタン膜および色素吸着状態の評価をおこない、さらに電解質のゲル化により太陽電池作製の作業性とその信頼性を向上させることができた。

\* 現 機械電子研究所, \*\* 現 企画管理部

# 高煤濃度潤滑油の環境下での耐摩耗性摺動部材の開発

加工技術課 岩坪 聰, センター所長 榎本 祐嗣

(財)機械振興協会 山口 誠, 梶村 皓二, 藤塚 将行, 大同工業(株) 奥村 善雄, 打田 洋樹

## 1. はじめに

近年、低炭素化社会へのひとつのソリューションとして、電気を動力源とする次世代自動車の開発が進められている。しかし、総消費電力の増大問題やインフラ整備等の点から、その普及拡大には時間を要し、順調に普及しても2020年には全体の約10%といわれている。一方で、現在主流のエンジン車の必要性が根強く残っていくと予想され、エンジン車における低燃費化は、低炭素社会の早期実現の必須課題である。低燃費化の取組みの一つとして直噴式省エネルギーエンジンがある。この方式は稀薄燃焼であることから原理的に多量の煤の発生が避けられない。この煤を除去するために、排気ガス循環装置の多量化等による対策が試みられているが、この方式では加速時などに一時的に多くの煤が発生し、エンジン油中へ混入することになる。この煤濃度が増大していくと、エンジン内摺動部品の摩擦増大による問題を引き起こすことが懸念されており、高煤濃度潤滑油でも耐えうる摩耗性能に優れた部材の開発が求められている。本研究では、煤による摩耗現象の解明を進めるとともに、高煤濃度環境で使用できる摺動部材料の設計の指針を明らかにすることを目的としている。

## 2. 実験方法及び結果

本研究では第1ステップとして、主に以下のサブテーマを実施する。

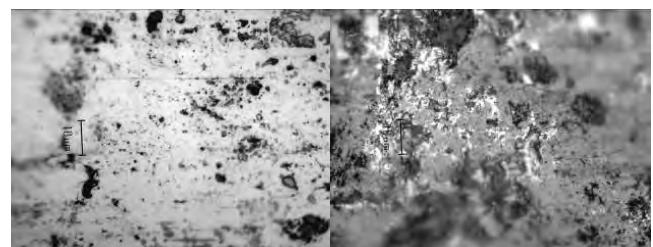
### (1) 高濃度領域を含む煤潤滑における炭化バナジウムと炭化クロム膜の摩擦摩耗メカニズムの解明

摩擦摩耗試験として、レスカ社フリクションプレイヤ(Model:FPR-2100)を導入し、種々の煤濃度油中の摩耗試験を行った。

試験条件は実機に近い最大500 MPaの高面圧とした。試験片は硬質皮膜処理したピン形状の円周面と鉄系材料の平面円板を摺動させる方式とした。このとき摺動面への油中煤の巻き込みが安定的に起こるように、治具等を設計した。

面圧と線速度を広範囲に変えたストライベック曲線を作成するために、接触潤滑、混合潤滑、流体潤滑状態の煤濃度による変化を評価している。そのなかで、煤の混入によって摩擦係数が上昇することや摩耗状態が大きく変化することが確認できている。

図1に実機試験後の摺動面の光学顕微鏡像を示す。試験片表面に多くの煤が凝着し、一般的な油膜を解し



(a) 煤無しの摺動面 (b) 煤ありの摺動面

図1 煤の有無の摺動面の状態

その他の要因解析として、硬質膜としての選択肢となる炭化物の熱特性を明らかにするために、バナジウム炭化物、クロム炭化物あるいはチタン炭化物等の熱分析を行った。

図2に疑似空気中で熱分析とその放出ガスのマス分析を行った結果を示す。 $V_8C_7$ は低温でも酸化し易いことが分かった。一方 $Cr_3C_2$ は、酸化が600°Cまで酸化が進行しなく安定であった。この熱的特性差が摺動特性に影響を与える可能性があると考えている。また、熱処理を施した膜の表面の機械的特性をナノインデンテーション法にて評価している。その結果、どちらも酸化により表面が柔らかくなることが分かった。

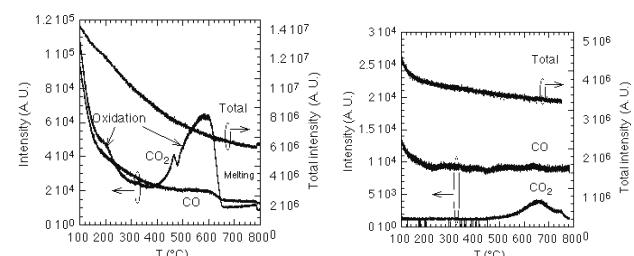


図2 疑似空気中で熱分析とその放出ガスのマス分析

### (2) 摺動表面層の機械的・物理的現象

硬質膜の摺動面をナノインデンテーション法にて評価した。煤が硬化していると推察される箇所が認められた。今後この部分の顕微ラマン分光等を行い、煤の状態変化を明らかにしていく。

以上の結果を総合し、煤による摩耗現象の解明と油中への煤混入が多くなっても対応できる新しい耐摩耗材料に求められる特性を明らかにしていく。

尚、本研究は独立行政法人科学技術振興機構からの先端的低炭素化技術開発の委託により実施された。

# 個の免疫医療の基盤開発

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

(国)富山大学 岸 裕幸 村口 篤

## 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標としている。これまでに開発しているシリコンベースのチップから強制的に細胞を配列可能なチップの開発をすることを目的としている。

## 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

シリコン製の細胞チップは、生産、寸法精度などがすぐれるものの、コストの問題や細胞の利用率に課題があった。昨年に引き続き磁気による細胞誘引を試み、生産工程の簡素化を検討した。従来は、厚膜レジストを加工して直径約10μmのマイクロウェルを作製し、その中に磁性めっき膜を形成していた。しかし、この方法によるとマイクロウェル底面の開口形状が不十分であったり、下地電極部分の清浄面が露出しない場合にめっきの成長がうまくいかないことがあった。そこで、めっきを確実におこなうために、薄いレジストによるパターンを形成して清浄面を確保してからめっきをおこない、その後厚膜レジストによるウェル形成をおこなうこととした。さらに基板上下地電極を從

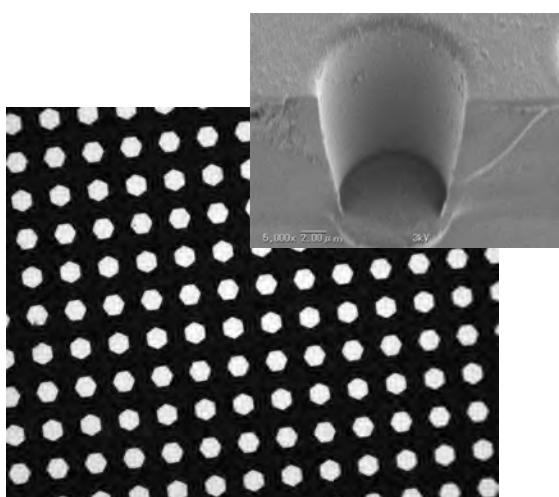


Fig. 1 Micro metal Plating on ITO and microwell

來の金属膜から透明電極に変更することによって、めっきパターンをマスクにセルフアライメントでウェルを形成でき、残渣が発生しにくい工程が設計可能となつた。透明電極は液晶ディスプレイなどで利用されるITO膜を選択した。ITO上のめっきは密着力が極端に劣ることから、適切な前処理、熱処理などを加えることでめっきが可能となつた。熱処理を終えためっき付基板は、約10~15μm厚のネガレジストを塗布し、裏面から露光することでめっき膜に光が遮られた部分は現像時に溶解するため磁性めっき膜上にマイクロウェルが円柱状に形成することができた(Fig.1)。

### 2.2 チップ用樹脂材料開発

チップ性能向上を目的にチップ用樹脂材料の改良を実施した。チップ感度に影響する樹脂表面の抗体固定化能は、そこにある官能基に強く影響されるため、樹脂に混合する官能基モノマーおよび樹脂表面にグラフトする官能基ポリマーに注目して検討した。その結果、カルボキシル基を有するポリマーを樹脂表面にグラフトすることにより、表面の抗体固定量を大きく高めてチップ感度を向上させられる可能性を見出した。

## 3. 結言

磁気を用いて細胞を配列する細胞チップの製造方法を検討した。新しく透明電極付基板の採用やセルフアライメントによるマイクロウェルを形成するプロセスによって歩留まりよく、チップの生産が可能となつた。

本研究の成果の一部については、特許を取得し、仏バイオ医薬企業(富山に日本法人を設立)への実施許諾をおこなつた。今後さらにニーズにあうようなチップへと進化させていく。

本研究は、平成23年度文部科学省 地域イノベーション戦略支援プログラム「ほくりく健康創造クラスター」によりおこなわれました。

# 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

センター所長 榎本祐嗣  
(国)信州大学 渡邊 圭, 金 翼水

## 1.はじめに

エレクトロスピンニング(以下ES)法で作成されるナノファイバー不織布は、高比表面積、高空隙率、および微細孔性等の特徴を有する。この性質を活用して、クリーンルーム内で使うワイピングクロスや、スキンケア用品などへの応用が期待される。このような用途には、拭清性や摩擦性の評価が必要になる。そこで本研究では、親水性、疎水性PUナノファイバー不織布の拭き取り摩擦特性・摩擦帶電性の実験評価を行った。

## 2.実験方法

ES法で作製した疎水性および親水性PUナノファイバー不織布(TOPTEC Co., Ltdより提供)、およびそれらをフッ素液(FS-1040TH-0.5、(株)フロロテクノロジー)に含浸処理した4種類(以下、それぞれPUo, PUi, PUof, PUifで著す)を用意した。また、摩擦材にはスライドガラスおよびSiウエハを用いた。とともに、ピラニア溶液(濃硫酸/過酸化水素水=2/1(v/v))で洗浄後、蒸留水で再洗浄し、エアダスターで乾燥した。またSiウエハの拭清性試験では平均粒径800nmアンダーのハスクレイ微粒子で汚染させたSiウエハも用いた。親水性—疎水性の摩擦への影響を調べるために、水滴の接触角を自動接触角計(CA-VP、協和界面科学(株))で測定した。接触角は、ガラス:28.0°±2.2, Siウエハ:47.5°±1.3, PUo: 138.6°±1.9, PUi:124.0°±0.8(水滴下直後)⇒約20秒後0°, PUof: 138.0°±1.6, PUif: 138.2°±0.3であった。

摩擦試験には、ポータブル触感計(TRIBOGEAR, TYPE33、新東科学株式会社)を用い、ガラスおよびSiウエハ相手に指で掴んだPU不織布で一方向に一回擦った。平均押し付け力は、W=0.88, 1.77, 2.84, 5.88Nとした。また、一部の試験で、表面電位計(TREK 541-1)を用いてW=0.98Nでの摩擦帶電性を調べた。

## 3.結果と考察

### 3.1 PUo, PUi ナノファイバー不織布の摩擦特性

PUiはガラスならびにSiウエハに対してW=0.88Nのとき摩擦係数 $\mu=1.25$ , 2.84N以上でPUi不織布が破れた。それに対してPUoでは相手材により摩擦係数の違いが見られ、ガラスの0.88Nで $\mu=2.75$ , 5.88Nで0.80, これに対してSiではW=0.88Nで $\mu=2.10$ , 5.88N

で $\mu=1.20$ であった。PUo不織布が破れることはなかった。これは、膜厚当たりの不織布強度がPUiはPUoの70%の強度しかないことが原因している。

ガラス、Siともに高い押し付け荷重になるほど摩擦係数が低い傾向を示した。この傾向は固体潤滑剤の摩擦に見られる傾向と同じで、高荷重になるほどファイバーの向きが摩擦方向に揃い、せん断抵抗が低下するためであると考えられる。

今回の実験範囲では、W=0.88Nでもファイバーの相手摩擦材への移着が観察された。ダストのワイピングには、より小さい押し付け力で行わなくてはならない。

### 3.2 ナノ粒子汚染したSiの摩擦

PUiが $\mu=0.90$ 、一方PUoは $\mu=1.20$ であった。ダストの拭き取り後に不織布のSEM観察を行ったところPUoがPUi不織布よりも多くナノ粒子を捕捉していた。粒子は親水性であるが、PUoに付着しやすく、このことが摩擦係数が高い結果となった。

### 3.3 フッ素処理の効果

PUoにフッ素処理すると、ガラスに対して処理のない場合に比べ、 $\mu=0.88N$ で $\mu$ 値は1/2に減る。高い押し付けW=1.76N以上で処理の影響なった。また、PUiはフッ素処理で高荷重でも破れにくくなつた。

### 3.4 摩擦帶電

PUo, PUi, PUif, PUofのガラスに対して摩擦初期に-120-250Vの帶電ピークが現れ、直ちに解消した。Siウエハに対しては、PUo, PUofが摩擦直後に-300V程度のピークを示したが、PUiはほとんどピークは見られなかつた。

本研究は、科研費#21360074の助成を受けたものである。  
(結論、文献略)

# 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

(国)富山大学 岸 裕幸 関東学院大学 小岩一郎

## 1. 緒言

身体の外から侵入したウィルスや異物などに対して、それを無毒化もしくは排泄などをおこなう生体機構が抗原抗体反応である。ここで抗原とはウィルスなどの異物、抗体とはそれを異物と認識するものである。これらの反応は免疫細胞が関与しておこることから、ある特定に抗原に対して抗体を発生させる免疫細胞をスクリーニングできれば、それをもとに効能がピンポイントで副作用も少ない抗体医薬をつくることができる。

本研究では、抗原抗体反応によってチップ上で免疫細胞の選別可能なデバイスを開発することが目的である。

## 2. スクリーニングチップの設計

本研究では、2種類のチップを検討した。一つは磁性膜によるスポットで細胞をトラップするもの、もう一つはそのスポット上にさらにマイクロウェルを形成したものである。スポットタイプのものは、細胞よりやや小さい径の $5\mu\text{m}$ の大きさ、マイクロウェルタイプのものは $10\mu\text{m}$ の大きさとした。さらに後者については、倒立顕微鏡に対応するために、透明電極基板上に透過形状の磁性膜を形成して、チップ下部からの細胞操作の観察が容易に出来るデザインとした。

## 3. 試作および結果

スポットタイプは、ポジレジストを利用してパターンを形成し、開口部から露出した下地電極に電解めっきで磁性膜を形成した。しかしながら、電極上のレジストの微量な残渣が原因と思われるめっき不良があり、所望の磁性スポットを得ることができなかつた。残渣の原因是、レジスト膜厚が $3\mu\text{m}$ に対し、パターンが $5\mu\text{m}$ 以下とアスペクト比がやや高めであることと、現像プロセスに問題があるものと考えられる。とくに現像プロセスにおいては、現像時の溶解物が純水リシスの際に、樹脂となって表面に再付着した可能性が高い。

マイクロウェルタイプは、ITO基板上に磁性めっきが必要であり、非常にめっきの密着性が悪い。レジスト残渣を完全に取り除き、酸による前処理と成膜後にアニ

ル処理をおこなうことで密着性の問題は解決した。またこれまで $10\mu\text{m}$ のベタパターンであったが、チップ裏側から観察できるように透過形状のパターンに変更をおこなった。従来と同様に磁性パターンを形成し、その上に透明なレジストを塗布した。マイクロウェルパターンは、フォトマスク上のアライメントパターンとめつきで形成したアライメントパターンを合わせることで、磁性膜の直上に形成されるようにした。アライメントパターンは $\pm 1\mu\text{m}$ 程度の合わせ精度が得られるようノギスに使われるバーニア目盛形状とした。それにより、正確に磁気スポット上にマイクロウェルを形成することが可能であった。

このマイクロウェルを用いて、細胞に模した樹脂ビーズに $250\text{nm}$ の磁気ビーズを修飾しチップ上に播種したところ、1秒程度でマイクロウェルにトラップされた。また、トラップされた樹脂ビーズを裏側から蛍光顕微鏡で観察したところ問題なく観察することができた(Fig.1)。

## 4. 結言

新しく倒立顕微鏡による観察に適したスクリーニングチップの試作に成功した。このチップを利用することで、医薬業界でスタンダードな倒立顕微鏡による作業が可能になることから、今後形状の最適化、抗体探索システムへの対応などを検討していく。

本研究は、平成23年度日本学術振興会・科学研究費補助金基盤研究Cとして行われた。

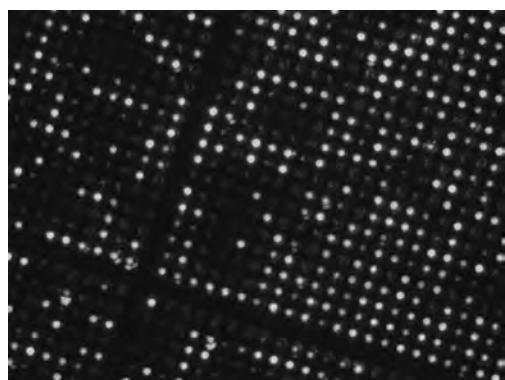


Fig. 1 Backside view

# 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

フッ素樹脂は、耐熱性や耐薬品性、難燃性など優れた長所を持っており、その中の一種であるテトラフルオロエチレン・パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合樹脂(以下:PFA)は、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)と特性が類似しているだけでなく、溶融成形ができることから、高質な被膜が得られる等応用範囲が広いことも知られている。このPFA表面に精密な微細構造を形成することが可能になれば、表面の濡れ性や吸着性を制御でき、半導体や自動車、電池などの各業界の高付加価値化に寄与するだけでなく、MEMSやバイオチップの新しい加工法としても期待できる。本研究では、機械加工やレーザ加工等では困難であったPFAプレート上へのサブミクロンからミクロンオーダーの微細加工を実現するために、反応性イオンエッティング法とコロイダルリソグラフィーを併用した手法について検討したので報告する。

## 2. 実験方法

### 2.1 微粒子の単層配列について

PFAは撥水性を有しており、微粒子懸濁液を滴下しても微粒子を単層配列することはできない。そこで、シリカ薄膜を形成したPFAプレート上に、移流集積法を用いた微粒子単層配列を試みた。PFAプレートに、直径3mmのスルーホールを有するPDMSメンブレンを自己接着させ、そこに直径3μmのポリスチレン懸濁液(濃度20万個/μL)を7μL滴下した。

### 2.2 PFAの反応性イオンエッティング

2.1のプレートを用いて、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%O<sub>2</sub>-CF<sub>4</sub>(総流量10sccm)、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形状変化を観察した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 微粒子の単層配列について

シリカ薄膜を形成することにより、表面エネルギーが

低減され、直径3mmの範囲でポリスチレン微粒子を単層配列することが可能になった。

### 3.2 PFAの反応性イオンエッティング

エッティング時間の増加に伴い、円柱から円錐台、円錐の形状変化を観察することができた。昨年度実施したアクリルに比較すると、エッチレートが高速でサイドエッティングが進行しないため、100nm以下の狭間隙を持つ微細構造アレイが得られた。これは、テフロン系樹脂が、イオン衝撃によるラジカル生成をエッティング起点とし、エッティングフラグメントから発生したフッ素ラジカルがエッティングに寄与するためと考えられる。

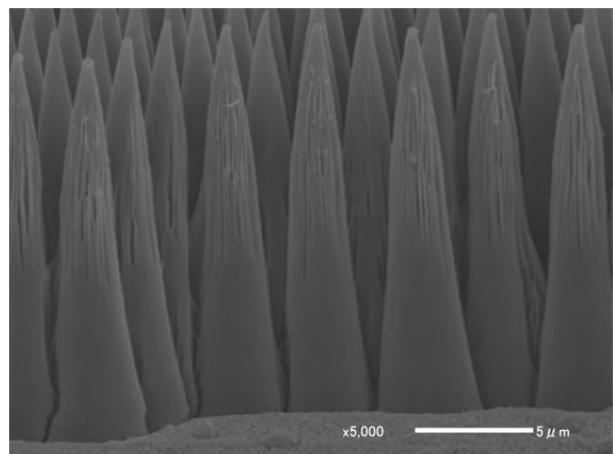


Fig. 1 The corn array structure formed on PFA plate by the use of 3.0 μm PS spheres as etching mask.

## 4. 結言

反応性エッティングを行い、PFAプレート上に微細構造アレイを形成する手法を開発した。今後は表面の特性を詳細に測定し、バイオデバイスへの応用に繋げていきたい。

## 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。

# 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

加工技術課 川堰宣隆

## 1. はじめに

本研究は、工具表面にマイクロ・ナノメータオーダー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<sup>1)</sup>。これまでの研究では、テクスチャによる効果は、工具・被削材間の接触面積の変化が強く影響していると考察した。一方、切削加工では高温高圧条件下での摩擦現象となるため、化学的な影響についても考慮する必要がある。

本報では、テクスチャによる化学的な効果について検討するため、各種雰囲気中での切削加工実験および摩擦摩耗試験を行った。

## 2. 切削実験

図1は、雰囲気ガスを変化させて切削実験を行ったときの送り分力である。被削材はアルミニウム合金A5052である。テクスチャの有無による切削抵抗の変化を比較すると、酸素濃度の高い空気、酸素の場合にテクスチャを作製した工具の切削抵抗の減少量が大きいのに対し、アルゴンの場合にその効果は小さい。この傾向は、テクスチャの存在による切りくず表面の酸化のしやすさに起因すると考える。酸素濃度の高い条件では、テクスチャの存在により切りくず新生面に酸素が供給されやすい。これによって酸化層が形成されやすく、摩擦が小さくなつたと考える。一方、アルゴン中では切りくず新生面は酸化しにくく、切りくず新生面と工具すくい面との摩擦となる。これによって、摩擦が減少しにくくなつたと解釈できる。これらの結果は、テクスチャによる効果が生じる要因の一つとして、化学的な効果が存在することを示唆している。

## 3. 摩擦摩耗試験

図2は、各種雰囲気中でボールオンディスク型摩擦摩耗試験を行ったときの、垂直荷重に対する摩擦係数の変化である。雰囲気がいずれの場合でも、テクスチャがない場合の摩擦係数は、テクスチャがある場合のそれよりも小さくなつた。本摩擦試験では、接触子と試料との接触領域が小さためと考える。テクスチャの有無による影響を比較すると、テクスチャがない場合

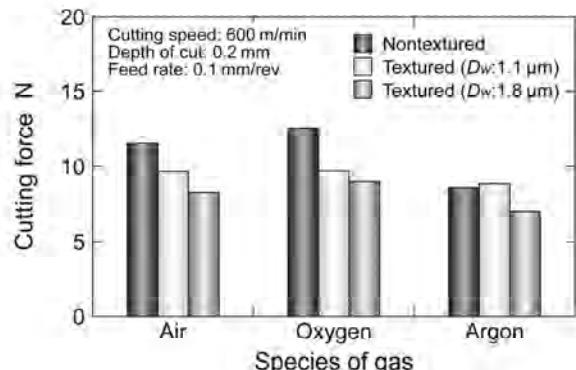


Fig. 1 Comparison of cutting forces for machining in various atmospheres.

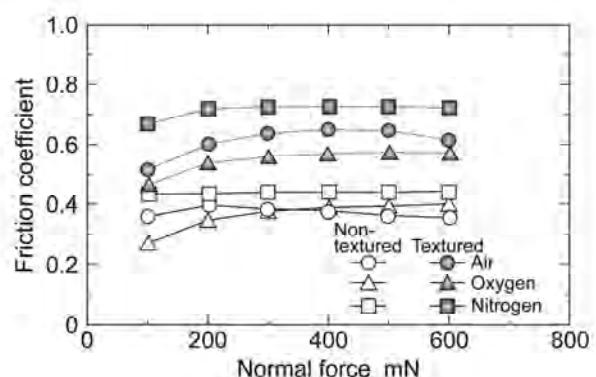


Fig. 2 Comparison of friction coefficients as a function of normal force in various atmospheres.

に雰囲気による摩擦係数の差は小さい。テクスチャを作製することで、その差は大きくなることがわかる。テクスチャを作製した場合、テクスチャが雰囲気ガスの供給を促しやすくなる。このため、その影響が強く表れるようになり、酸素の場合に摩擦係数が大きく減少したと考える。

## 4. おわりに

本研究では、テクスチャによる化学的な要因について検討するため、雰囲気を変化させた状態での加工実験および摩擦摩耗試験を行った。その結果、テクスチャによる効果が生じる要因の一つとして、化学的な作用が存在することがわかった。

## 参考文献

- 1) N. Kawasegi *et al.*, *Prec. Eng.*, 33 (2009) 248.

# 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と考えられる。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<sup>[1]</sup>。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。その膜のアルミニウム合金の金型の応用を図るために、リング・オン・ブロック摩擦摩耗試験等による性能評価を行い、膜構造と応力が磨耗特性に及ぼす影響因子について検討した。

## 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 試験機と摩擦摩耗動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方法(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方法(N-coating)で、膜を作製した。これらの方針は、堆積粒子の斜め入射効果により、膜成長過程を変化させるものである。

作製した膜の構造を X 線回折にて測定した。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、それぞれ C-coating で 0.1~0.7、N-coating で 0.07~300 の範囲であった。

膜の応力は、 $\sin^2\phi$  法により測定した。回折線は  $2\theta$  が  $127.06^\circ$  の(311)面を用いて、 $\phi_0$ 一定法で行った。測定された膜の応力は圧縮であり、その大きさは  $R_{(111)/(200)}$  が 3.9

の 1.7 GPa から、配向性が上がった  $R_{(111)/(200)} = 112$  になると、2.6 GPa へと上昇した。

次に作製した膜を、SEM 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。 $R_{(111)/(200)}$  が小さな C-coating は膜成長が回転によって中断されることと、大きな斜め入射効果により大きな方向性のある結晶粒が成長していることが分かる。そのため、図 2 に示す EBSD による結晶方位の分析では、(111)以外の(200)面を多く含んでいた。細密面である(111)配向している膜は、原子間距離が近いこともあり、大きな圧縮内部応力を示すことが分かった。アルミニウム合金との摩耗試験では、 $R_{(111)/(200)}$  が小さな膜では、スクラッチングによって膜の寿命に達するものが多かった。そのスクラッチングは、酸化および塑性流動を受け硬化したアルミニウム合金と硬質膜とのすべりにより生じたと考えられた。この時の引張応力について考察する。Smith らの式により、その応力値を概算すると 3 GPa になった。このことはすべりにより膜の引張応力がある程度の大きさになった場所で、スクラッチングが発生すると考えられ、膜の圧縮応力が高い膜の方が優れた摩耗特性を示すことが理解できた。この現象は柔らかい基材を用いた場合に、多く発生していたことから、基材との応力の関係はコーティング金型などへの実用化を図る上で、非常に大切であることが分かった。

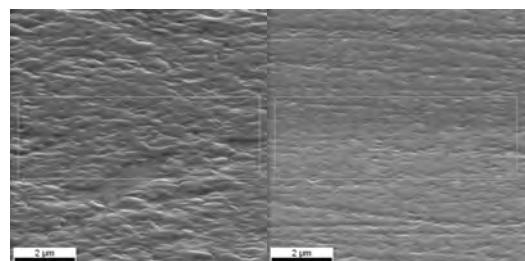


図 1 配向状態の異なる TiN 膜表面の SEM 像  
(a)  $R_{(111)/(200)} = 3.9$       (b)  $R_{(111)/(200)} = 112$

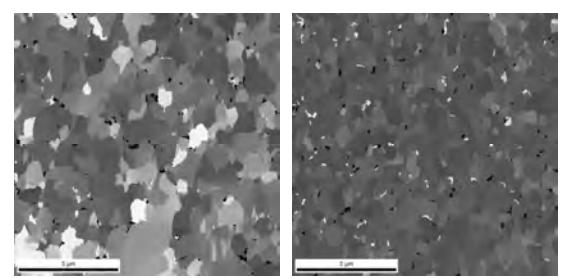


図 2 配向状態の異なる TiN 膜表面の EBSD 像  
(黒い部分が(111)の配向している結晶粒を示す。)

(参考文献)

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

# 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 機械電子研究所 高田耕児

(国)富山大学 嶋田 裕, 岸 裕幸

## 1. はじめに

別報(大学連携先端研究「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」)で述べたように、患者の血中に極めて希薄に流れる浮遊癌細胞(CTC)が注目されている。既に CTC を血液から単離する様々な方法が提案されているが<sup>1)</sup>、本研究ではそれらのなかでも CTC 捕捉性能にすぐれる CTC-chip に注目し、その高性能化について検討している。

筆者らが開発した CTC-chip では、ポリマー材料を使用することで、製造面において有利なだけでなく官能基導入による表面特性の制御が可能である。そこで本研究では、これまでにあまり注目されていない癌細胞の表面マーカーとチップ表面との分子間相互作用の面から高性能化を検討しており、既に異なる表面について細胞捕捉性能を比較している。これまでの検討においてはチップの捕捉映像から定性的に捕捉性能を見てきたが、本検討ではそれを定量化して捕捉率を求める手法を中心に検討したので報告する。

## 2. 癌細胞捕捉率の計測

既報<sup>2)</sup>および上記別報に従い、CTC-chip を用意して抗体固定、ホルダーセットを行い、ポンプを接続して送液準備した。細胞は食道がん由来の細胞株である KYSE220 を使用し、PBS または血液分画成分(単核球比重分画)

を媒体として所定の濃度に分散させ、サンプルとした。

サンプルの送液は毎時 1ml として一定で行った。

CTC チップの細胞捕捉率計測は、細胞濃度によって分けた方が効率的と考えられたので、以下の 2 つの細胞濃度のケースについて検討した。

### a. 高濃度(数万～数十万個/ml)の場合

サンプルの細胞濃度が高い場合、送液中のチップを顕微鏡観察すると捕捉が頻繁に起こる。従って観察視野内で短時間に統計的に十分なサンプル数(ここでは視野領域への流入細胞数と流出細胞数)が得られるので、それをもとに視野領域の細胞捕捉率を次の式から求めた。

### 細胞捕捉率(視野領域)

$$= (\text{流入細胞数} - \text{流出細胞数}) / \text{流入細胞数}$$

実際には図 1 の領域をビデオ撮影し、そこに流入する細胞数と流出する細胞数をそれぞれカウントして細胞捕捉率(視野領域)を求めた。次にその数値および視野領域のサイズをもとに、チップ全体の細胞捕捉率を計算により求めた。

### b. 低濃度(数十～数百個/ml)の場合

このケースでは、チップに 1 時間程度サンプルを送液しても顕微鏡視野の領域では細胞の流入や捕捉がほとんど起こらない。そこで、ここではチップ全体の流入細胞

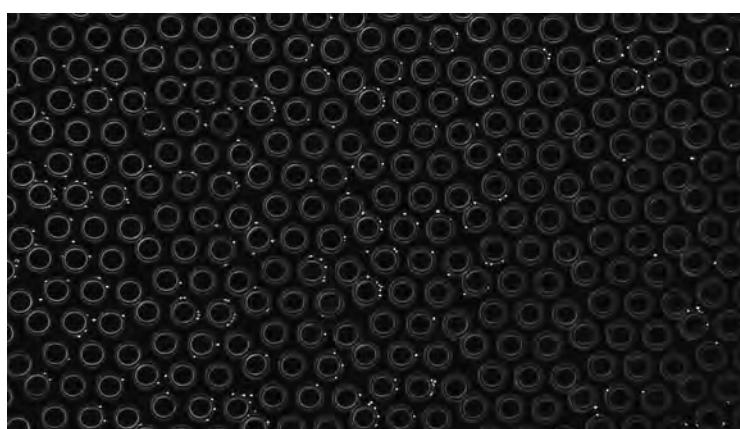


図 1 チップ上の顕微鏡視野領域  
(円の周辺に着いた微小な点が癌細胞)

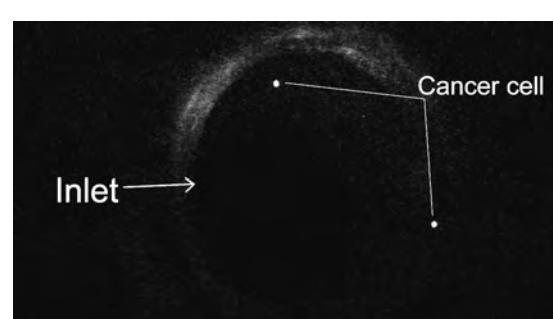


図 2 チップ入口に流入する  
蛍光標識した癌細胞

数と捕捉細胞数を直接求めて細胞捕捉率（＝捕捉細胞数／流入細胞数）を計算した。流入細胞数は、チップ入口に流入する細胞（予め蛍光標識した癌細胞を使用）のビデオ映像からカウントして求めた（図2参照）。捕捉細胞数は、サンプル送液後にPBSを流してチップを洗浄したあとでチップ全体を写真撮影し、得られたイメージからカウントして求めた（図3参照）。

### 3. 異なる表面の細胞捕捉率

簡易な上記aの方法により、CTC-chip表面の細胞捕捉分子（抗体）が表面に（1）2次元的に存在する場合と（2）3次元的に存在する場合（グラフトポリマーを介して表面に結合）について複数回捕捉率を求めた。その結果、（1）では何れもほぼ100%であったのに対し、（2）では0～98%と安定しなかった（媒体はPBS）。以前の検討<sup>3)</sup>では、逆に（2）の場合がよく捕捉し表面の捕捉分子も多かったので、今後この不一致について検討する。

（1）の場合については、上記bの方法で患者さんサンプルに近い濃度（100個/ml程度）でも捕捉率を求めた。

その結果、95%（媒体はPBS）および85%（媒体は血液分画成分）の捕捉率が得られ、方法aによる結果とほぼ一致すること、および本研究のCTCチップが十分に高い癌細胞捕捉能を有することを確認した。

### 4. おわりに

以上からCTC-chipの細胞捕捉性能を定量化できるようになったので、今後、上記の不一致や新たに設計した表面をもつチップの性能を検討し、チップ高性能化のための指針を明らかにすることを目指す。

### 「参考文献」

- 1) E. Dotan et al.: The Oncologist 14(2009) 1070
- 2) 富山県工業技術センター研究報告: 25(2011) 25
- 3) 富山県工業技術センター研究報告: 25(2011) 19

### 「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。

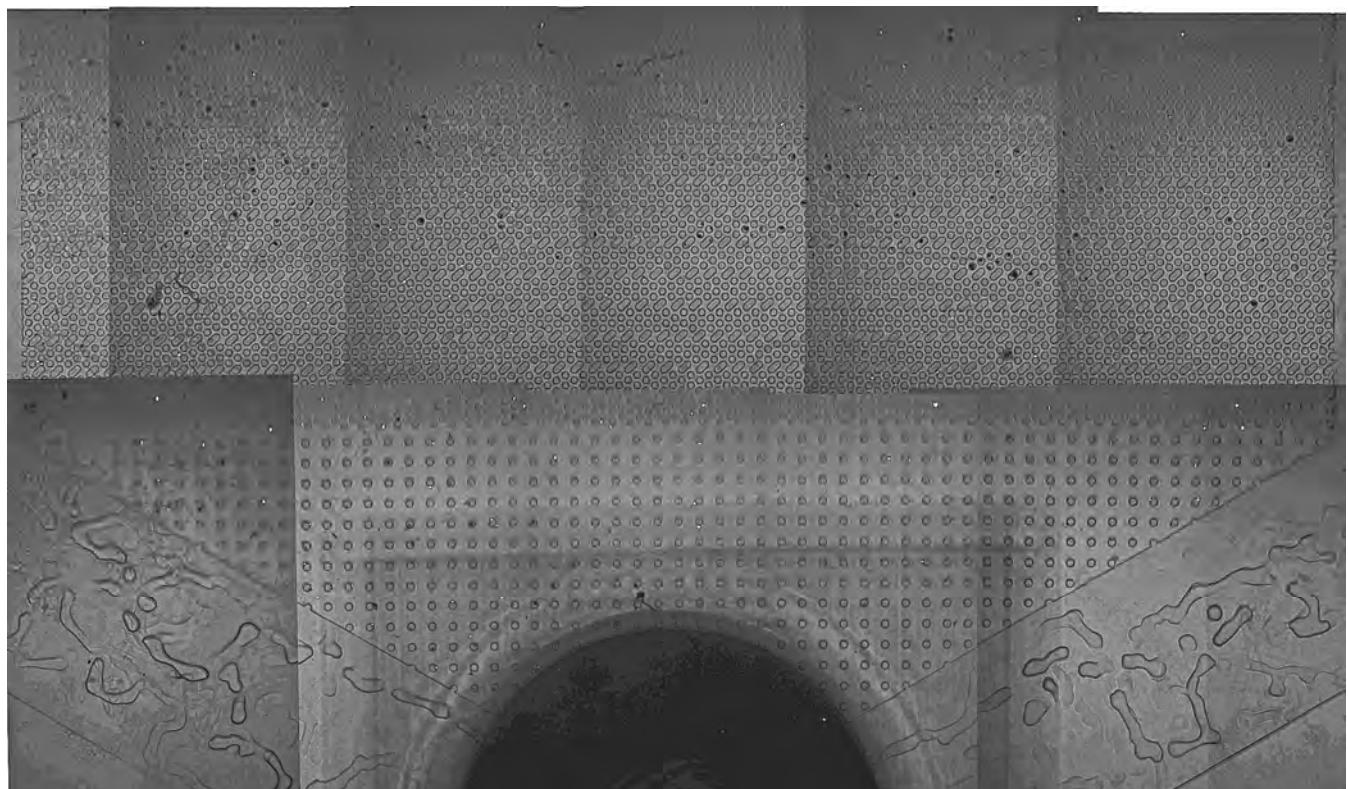


図3 チップ入口付近の細胞捕捉状態（微小な白い点が捕捉された癌細胞）

# ソーラーパネル一体型屋外用照明システムの製品開発

材料技術課 住岡淳司, 産学官連携推進担当 林 千歳, 機械電子研究所 浅田峯夫

## 1. 緒 言

昨今、特に震災以降の国内において、環境問題、原発関連の電力供給問題は大きく叫ばれており、省エネルギーは重要な課題となっている。その中で環境に配慮した太陽光発電システムは必要不可欠な技術として定着してきている。本研究では「太陽光利用大容量ポリマー電池システム開発<H21~22>」において、太陽電池とバッテリー、LED 照明をフラットパネル化し無配線照明システムとして試作された小型防犯灯について、より製品に近づけるべく具体的な用途を決定し、それに適合したデザイン開発及び試作を行った。

## 2. デザイン開発・試作

### 2.1 用途の決定

この小型防犯灯は、もともと「伝統技術応用研究会」の中で発案されたものであり、輸送しやすく、設置場所での組立工事も簡易、用途に応じて着脱も可能といったメリットがあるものの、具体的な用途が未決定のままであった。今回デザイン開発を進める上でまずは用途の決定が最優先事項であるため、フィールド調査や情報収集を重ねながら、再度研究会メンバーでのディスカッションを行った。最終的に、一般住宅用、住民の安心確保のための災害対策用、および土木・工事現場等の節電対策用としての用途を決定した。

### 2.2 デザイン開発

用途が決定したので、上記のメリットを考慮しながら、アイデアスケッチ、レンダリングの展開、3D-CADによるデザイン・設計・立体形状確認等、本照明システムのデザイン開発を行った。(図 1)

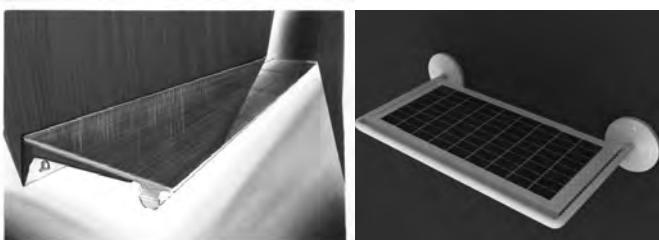


図 1 スケッチやレンダリングの一例

### 2.3 試作

さらにデザイン案に基づいて試作を行った。取り付け金具を工夫することで住宅の壁面と災害時や建築現場で使用される単管パイプの双方に取付けられるよう

配慮した。試作品として屋内展示用のモックアップモデルと屋外テスト用の実機モデルを試作した。(図 2)



図 2 屋外テスト用の実機モデル

このうち屋外用については照明時の内部の発熱状態を熱画像装置でチェックし安全面を確認した。(図 3)

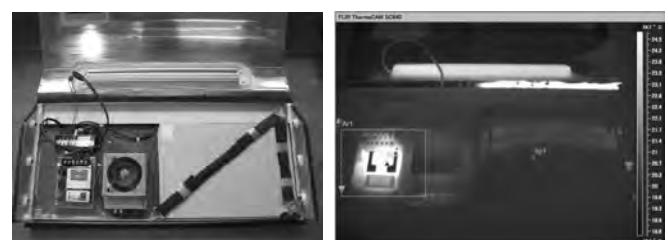


図 3 照明システム内部と照明時の発熱状態

## 3. まとめ

本照明システムのスケールやデザインによっては、スポーツ、レジャー、観光、町づくり、地域おこしなど、各分野へ広く応用可能と考える。また、金具のデザインによっては、銅器などの鋳造技術も取り入れるなど、伝統産業への応用も期待できる。今後協力企業において、さらに商品化の検討を進める。

### <参考文献>

- 1) 山田泰里 解説 (株)カースタイリング出版編  
car styling 別冊 Rhino 3D Modeling

- 2) Othmar Wickenheiser,

Swantje Kuhfuss-Wickenheiser  
CAR DESIGN STUDIES

### <謝辞>

終わりに、本研究の推進にあたり数多くのご助言、ご指導を頂きました谷野技術士事務所 谷野克巳氏ならびに伝統技術応用研究会メンバー企業の皆様に深く感謝致します。

# 放射電磁ノイズ対策に関する研究

評価技術課 佐々木克浩, 宮田直幸 材料技術課 塚本吉俊

## 1. 緒言

電気製品から放射される電磁ノイズの測定やノイズ対策関連に生かせる知見・事例の提示を目的とし、検討した2つの事例について報告する。

## 2. ノイズ対策（電磁波シールド）材の評価事例

放射電磁ノイズのシールド材として、シートやそれをチューブ状（ケーブル用）にしたものなどがある。シート状のシールド材の性能評価方法として、KEC法が知られている。KEC法では、図1(a)に示す送受信アンテナ間に試料がない場合を基準として、試料を挿入したときの減衰量を測定する。ここで、より小さな試料の評価が可能となれば、測定試料の制限が少なくなることや特定部位のシールド性能の把握が期待できる。簡易な追加のみでこれを実現するため、図1(a)に示すように開口の一辺 $a$ が短い金属プレート（厚さ0.8mm）を送受信アンテナ治具間に挿入することを試みた。市販されているシールド材（導電布）の試料A（表面抵抗率 $\rho_s: 0.02\Omega$ ）とB（ $\rho_s: 0.05\Omega$ ）について評価した結果をそれぞれ図1(b)と(c)に示す。 $a$ を変えることで結果は変わってしまっているが、評価可能性を探るうえでの知見のひとつが得られたと考えている。また、各試料とも10MHz～1GHzの範囲で60dB以上、最大で約80dBのシールド性能を有している事例を示せた。

## 3. 電源ケーブルからの放射ノイズ測定と対策事例

東日本大震災に起因する節電の影響もあって、省エネ効果などからLED照明が一層注目されている。一方、LED照明からの電磁ノイズによる（受信）障害などが報告されている。そこで本研究では、LED電球のノイズの電界強度を電波暗室で測定する。ここで、LED電球は電源ケーブルがノイズの主要放射源であり、電源ケーブルからの放射ノイズはサイトの電源のインピーダンスによって変化する。この対策として、電源インピーダンスを安定化するVHF-LISNが知られている。そこではじめに、当センターの10m法電波暗室と小型電波暗室を対象として、VHF-LISN(KNW-4601)の有無によるLED電球からのノイズ測定を行った（測定距離3m）。その結果（試験体AとB）を図2に示す（大地に対して垂直に配置した電源ケーブルからの放射ノイズに注目しているため垂直偏波のみ表示）。同図より、VHF-LISNを利用することで、70MHz付近の特性が両暗室で比較的近くなる傾向が見られた。

電球が複数点灯している実使用を想定した場合、放射ノイズが増加することが報告されており、他の電子機器への妨害が一層懸念される場合が示唆される。本研究では、このことと電源ケーブルがノイズの主要な放射源であることに注目し、実使用に応じた外付けに

よるノイズ対策も選択肢の一つと考え、その一例としてコモンモードフィルタを内蔵した対策ソケットを考案した。その効果を検討するため、VHF-LISNを用いて測定距離10mとして同様に測定した（2アンテナ法）。その結果を図3(a)に示す。同図より試験体AおよびBともに対策によりノイズレベルが低減されている。なお図2および図3(a)より、暗室や測定距離により測定結果が異なる（測定距離10mと3mのレベル差は理論上10dBであるが、そのようにならないなど）事例を示させており、この点に注意が必要なことを示唆している。最後に、電気用品安全法（電安法）で規定される雑音電力の測定を行った結果を図3(b)に示す。同図より、試験体AおよびBともに対策によりノイズレベルが低減され、許容値内となった。以上より、対策ソケットの効果とともに、外付け対策の一事例を示せた。

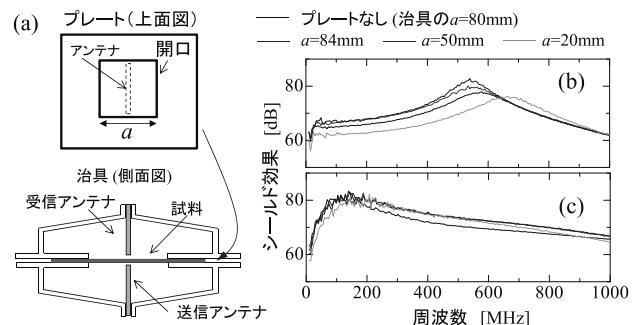
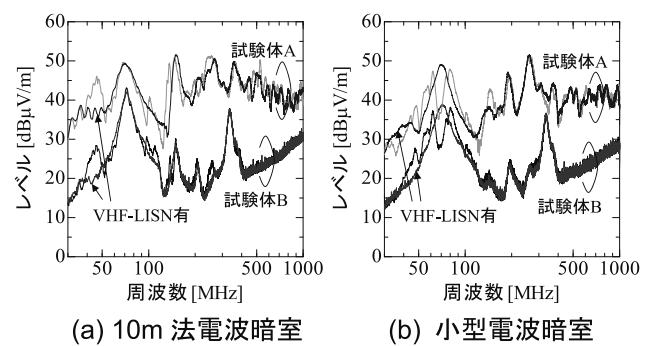


図1 電磁波シールド効果の評価結果例

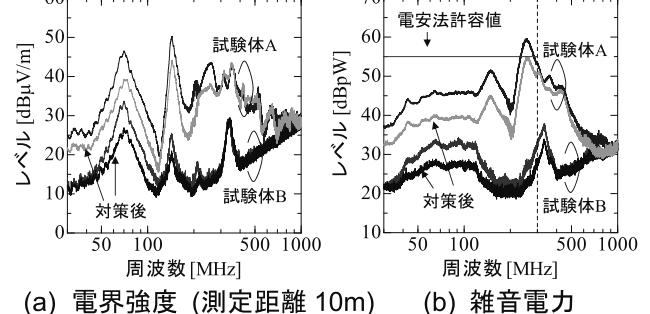
(a) 測定治具, (b) 試料Aと(c) 試料Bの結果



(a) 10m 法電波暗室

(b) 小型電波暗室

図2 VHF-LISN の有無時の電界強度測定結果  
(測定距離 3m)



(a) 電界強度 (測定距離 10m) (b) 雜音電力

図3 ノイズ対策の効果

# ガスクラスタイオンビームを応用した超精密切削工具の開発

加工技術課 川堰宣隆, 清水 孝晃

## 1. はじめに

超精密切削加工に用いる工具には、その刃立ちの良さや形状精度などの観点から単結晶ダイヤモンド工具が使用される。しかし鉄系材料などの加工においては、化学的摩耗の観点から単結晶ダイヤモンド工具を使用することができず、cBN 等の他の工具が用いられる。これらの工具では単結晶ダイヤモンドと比較して切れ刃部分の粗さが大きく、仕上げ面性状などの点で大きな問題があった。

本研究では、ガスクラスタイオンビームによる超平滑化技術を応用して、超精密切削加工用工具の平坦化技術について検討した。

## 2. クラスタイオンビーム

図 1 は、クラスタイオンビームの照射効果の模式図である<sup>1)</sup>。ガスクラスタイオンビーム (GCIB) は、数百～千個の気体原子・分子クラスタをイオン化、衝突させることによって、表面処理を行う技術である。これによって、表面の超平坦化、極浅イオン注入や薄膜形成などが可能である。本研究では、表面の超平坦化技術を応用した、表面粗さの改善について検討した。

## 3. 照射部の照射角度依存性

加工部表面形態の照射条件依存性について検討した。実験ではガス流量、照射時間を一定として、照射角度を変化させて GCIB 照射を行った。被照射材料は、cBN である。図 2(a)は、照射前の白色干渉計による表面像である。表面には凹凸観察され、その表面粗さは  $R_a$  0.18  $\mu\text{m}$  であった。同図(b)と(c)は、それぞれ照射角度(試料垂線とのなす角)  $0^\circ$  と  $70^\circ$  で照射した試料である。 $70^\circ$  と比較して  $0^\circ$  の場合に加工が早く進行し、より平坦化されていることが観察された。すなわち照射角度を  $0^\circ$  にすることで、表面性状を高能率に改善できることがわかった。

## 4. おわりに

本研究では、ガスクラスタイオンビームによる超平滑化技術を応用して、超精密切削加工用工具の平坦化

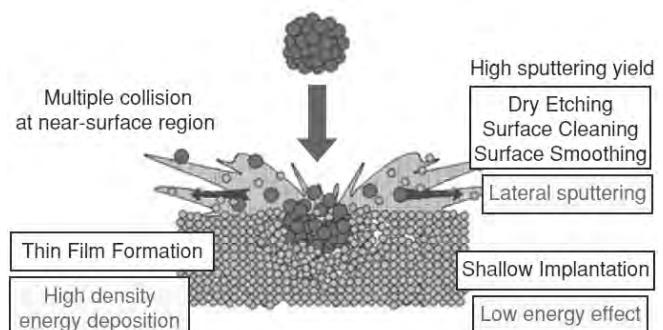


Fig. 1 Characteristics of the cluster ion beam<sup>1)</sup>.

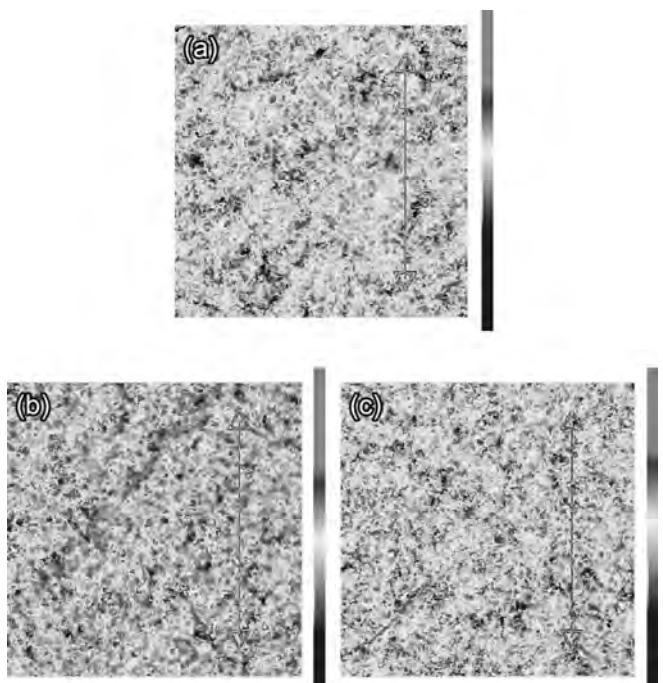


Fig. 2 Surface profile of GCIB irradiated cBN surface. (a) Nonirradiated area and irradiated area at the irradiation angle of (b)  $0^\circ$  and (c)  $70^\circ$ .

技術について検討した。今後は、更なる表面性状の改善について検討していく。

実験にご協力頂いた、(株) 不二越 佐藤嗣紀氏にお礼申し上げます。

## 参考文献

- 1) 佐藤 嗣紀: ガスクラスターイオンビーム(GCIB)による表面超平坦化加工, NACHI TECHNICAL REPORT, 22B2 (2006).

# 摩擦搅拌プロセスによる異種材料の接合および複合材料創生の可能性調査研究

加工技術課 柿内 茂樹, 清水 孝晃, 富田 正吾

## 1. 緒言

金属材料で構造体を作製する場合、その多くは接合工程を伴う。一方、マグネシウム(Mg)合金は、比強度が高く、構造材料として、優れた性質があるが、大気中で非常に活性であるため、従来の融接法では、イナートガスまたはフラックスで大気より遮断する必要があり、しかも溶接後のフラックス残渣は除去しなければならない課題がある<sup>1)</sup>。近年、これらの課題に対して、摩擦搅拌接合(FSW)のニーズが高まっている。FSW の主な加工パラメータとしては、接合速度や接合ツールの回転数が挙げられるが、パラメータの選択により、表面外観や接合欠陥の発生等、すなわち接合品質に影響を及ぼす。そこで本研究では、2種のMg合金をFSWの加工パラメータを変化させて接合して、接合部の特徴について検討した。

## 2. 実験方法

供試材料は、AZ31 押出材(三協マテリアル株式会社製、板厚約3 mm)と AZ91 鋳造材(板厚約3.6 mm)を用いた。接合条件は、回転数( $R$ )を 500~3000 rpm、接合速度( $v$ )を 100~1000 mm/min に変化させて接合した。接合長さは 200 mm、ツールを挿入した後の保持時間は 10 sec、ツール前進角は 3° で一定とした。ツールの形状は、ショルダーワークピース(φ12 mm)、ピット径 φ4 mm、ピット長さがおよそ 2.5 mm である。接合継手は突き合わせ継手とした。また、接合治具に熱電対(φ0.5 mm)を設置して、接合時の接合部底面の温度変化について検討した。接合試験後、外観観察、断面観察、硬度試験を行った。

## 3. 実験結果

Fig.1 に回転数( $R$ )と接合速度( $v$ )を変化させて接合した AZ31 接合部の外観および断面マクロ組織写真を示す。ショルダーの押込み量は 0.2 mm である。 $R=2000$  rpm,  $v=100$  mm/min(A)の接合部の外観は良好で、接合断面に欠陥は認められなかった。一方、 $R=1000$  rpm,  $v=100$  mm/min(B)の接合外観は著しく悪く、後退側(RS)の材料の一部が欠損した。 $R=500$  rpm,  $v=500$  mm/min(C)の接合外観は良好であるが、前進側(AS)の内部には、欠陥が生じていた。Fig.2 に AZ31 接合中の垂直荷重、水平荷重を示す。なお、いずれも  $v=100$  mm/min である。 $R=1000$  rpm から 2000 rpm に増加すると垂直荷重、水平荷重のいずれも減少した。一方、主軸モータ負荷は  $R$  の増加とともに増加する傾向を示した。 $R=1000$  rpm,  $v=100$  mm/min で接合した場合、荷重および主軸モータ負荷の増減が顕著で、この場合、接合部の外観は著しく悪い(Fig.1 B)。そこで Fig.3A にツールが接合長さ 100 mm を通過する際の接合部底面の温度変化( $v=100$  mm/min)について検討した。 $R$  が増加すると接合部底面の最大温度(以下、 $T_{max}$ )が増加した。Fig.3B に回転数および接合速度と接合部底面の最大温度( $T_{max}$ )の関係を示す。

$R=500$  rpm から 1500 rpm に増加すると  $T_{max}$  は顕著に増加した。また同一の  $R$  では  $v$  が増加すると  $T_{max}$  は減少した。一方、1500 rpm 以上に  $R$  を増加させても、 $T_{max}$  の顕著な増加は認められなかった。Fig.4 A に AZ31 と AZ91 の突き合わせ継手接合部の断面マクロ組織写真を示す。なお、 $R=1500$  rpm,  $v=100$  mm/min、ショルダーの押込み量は、AZ91 の板厚に対して 0.8 mm である。搅拌部には明瞭な欠陥は認められずオニオンリングが形成されており、健全な異材接合継手が作製できた。硬さ試験の結果(Fig.4 B))、AZ31-AZ91 搅拌部の硬さは、AZ31 の母材の硬さよりも増加し、AZ91 の母材部と比較して、ほぼ均一な硬さであった。

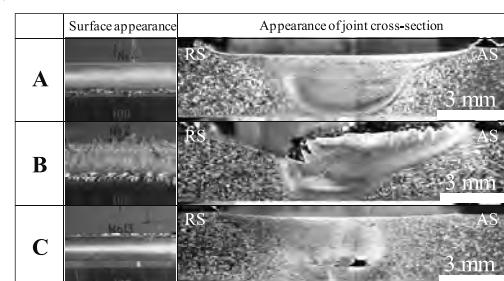
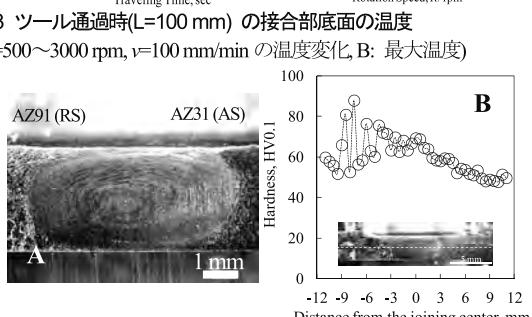
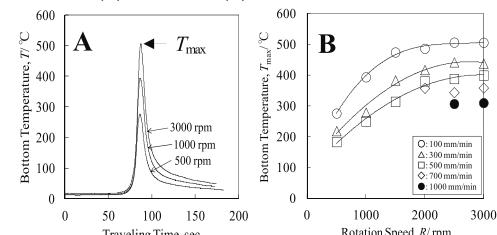
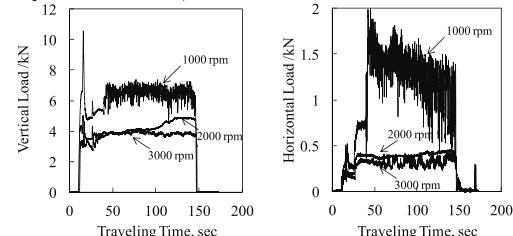


Fig.1 AZ31 接合部外観および断面マクロ組織写真  
(A:  $R=2000$  rpm,  $v=100$  mm/min, B:  $R=1000$  rpm,  $v=100$  mm/min,  
C:  $R=500$  rpm,  $v=500$  mm/min)



## 4. 参考文献

- Japan Welding Society: *Welding and Joining Handbook* (in Japanese), (Maruzen, Tokyo, 2003), pp.998-1007.

# ドレーン・カテーテル管理システムの研究開発

加工技術課 小幡 勤 材料技術課 塚本吉俊 評価技術課 佐々木克浩

## 1. 緒言

手術その他の治療のために、体内に様々なカテーテルチューブが挿入される。これらのカテーテルの装着状態は、体外に露出している部分での目視確認しかできず、体内の位置管理やカテーテルの抜けなどの移動はリアルタイムにモニタリングできていない。抜管事故は主に手術後の譲り受け状態で患者がライン類を抜いてしまう事例や、身体を動かすなどをした際に固定方法の問題で抜けてしまうなどがその原因の多くを占めている。本研究では、ドレーン・カテーテルの抜管モニタリングシステムに必要なセンサを試作、予備調査をおこなった。

## 2. 実験方法

### 2.1 ドレーン・カテーテル

カテーテルは、実際に医療現場で利用されているドレナージチューブ（径 2.35mm）と気管チューブ（径 9.4mm）を選択した。

### 2.2 センサと評価方法

カテーテルに取り付けるセンサは、2電極の静電容量型タッチセンサと極薄触覚センサを選択している。前者は、電極間での静電容量の変化を捉えることができ、後者は薄いフィルムに形成された電極と導電ゴムとの間での微小圧力を検出している。極薄触覚センサについては、株式会社オーギヤの超薄型触覚フィルムキット OTF-KA001-ES1 を採用し、気管チューブ周りに3個貼り付けた (Fig. 1)。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 静電容量型タッチセンサ

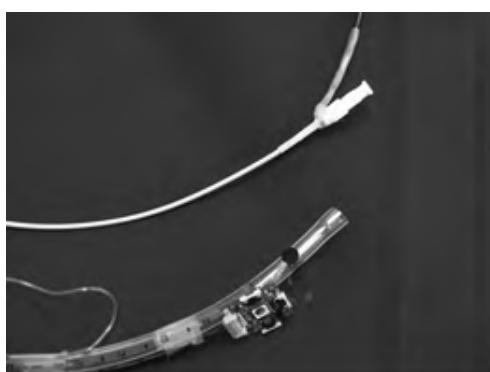


Fig. 1 Drain catheters with sensors

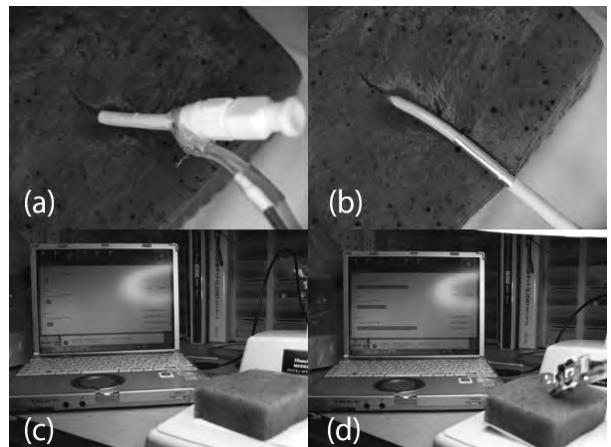


Fig. 2 Sensing test using Konnyaku  
(a) Touch sensor On (b) Touch sensor On: malfunction  
(c) Tactile sensor Off (d) Tactile sensor On

実験結果を Fig. 2 に示す。カテーテルのセンサ部をこんなにやくに抜き差しすると、挿入された際(a)にセンサが反応した。しかし、センサを抜いた後にこんなにやくに接触すると誤動作により On 状態(b)となった。本センサはカテーテルの抜けに対して反応がよかつたが、抜けた際ににかに接触してしまうと抜けていないという信号を出してしますことから、本仕様のままでは、今回求めるシステムには向かないことがわかった。

#### 3.2 極薄触覚センサ

センサからの出力は回路基板から USB 経由で PC へ送られる。こんなにやくへ挿入前(c)の状態をモニターした後に、挿入(d)すると 3 つのセンサが反応することが確認された。また、こんなにやくを動かすと出力が変化することから本センサによってカテーテル周りの圧力情報を得られていることがわかった。また本センサにおいては静電容量型タッチセンサのような誤動作は見られない。

## 4. 結言

カテーテルの抜管をモニターするセンサを2種類試作し、評価した。カテーテルとの接触をモニターする触覚センサを用いることで、タッチセンサのような誤動作が起きて、抜管時だけでなく身体のうごきなども同時にモニターできることがわかった。

# 新蓄光材による表示デバイスの開発

加工技術課 岩坪 聰, 生活工学研究所 早苗 徳光, 金丸 亮二

## 1. はじめに

停電時の安全確保や低炭素化社会の実現のため電気の使用しない蓄光式誘導表示の重要性が再認識されている。その多色化は避難誘導標識だけでなく、他のサインボードなどに応用できる。一般的に蓄光材料は、紫外線や可視光線などの励起光が消失した後も発光を続ける  $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu},\text{Dy}$  を主成分とした焼結体で、水の侵入に対して一部の元素が溶出する特性をもっている。そのため、使用環境に注意しないと蓄光性能が大きく劣化する。パッケージに関する対策が必要になる。また、蓄光材料を表示デバイスとして応用する場合、材料自身が発光するために材料への光励起ルートと光取出しルートでの低損失化が重要で、それらが小さいことが表示デバイスとしての高輝度化につながる。本研究ではそれらに検討を加えた高輝度サインボードを作製した。

## 2. 実験方法及び結果

蓄光材料には、 $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}, \text{Dy}$  を主成分とする緑色(発光ピーク波長 650 と 490 nm)の粉体と、 $\text{CaS}:\text{Eu},\text{Tm}$ (520 nm)を主成分の赤色とを用いた。緑の材料の励起波長は 200~450 nm、赤は 200~600 nm と赤色の方が広く、屋内での照明でも十分な励起が可能である。一方、 $\text{CaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}, \text{Nd}$ (450 nm)の青色の材料もあるが、この材料を発光させるには、それより短い紫外光が必要になる。その材料を屋内で使用するには、紫外 LED、ブラックライトの照明が必要になるために、省エネルギー型蓄光式誘導表示としての応用に適していないと考えられ、上記 2 色をベースにサインボード用の各色のペーストを作製した。

認識性の高い誘導表示用サインボードには、なるべく高輝度な発光が求められる。つまり、蓄光材料を使用する場合、励起光を効率よく内部に入れることができない。そこで図 1 に従来品のように一部を白濁した部分と透明化した緑色のボードを作製し、その発光特性を調べた。(a)は蛍光灯のもとでの屋内でのボードの写真を示し、上部が透明な部分、下部が白濁した部分である。透明な部分では緑色に加えて、材料が発光し黄緑に成っていることが分かる。その状態で照明を切ると(b)の様になり透明な部分は強く発光し、白濁している部分は弱い発光になっていることが明確に分かった。そこで、ANDO 社光パワーメータ AQ-1135E で中心波長の 520 nm の光エネルギーを測定した。屋内蛍光灯の光(120  $\mu\text{W}$ )で 10 分励起した後、試料面から 1 cm の距離で測定したところ、透明な部分は 840 nW に対し、白濁部は 420 nW と約半分のパワーしかなかった。このことは励起光のみならず材料からの発光も

効率よく外部に伝搬させるボード構造が非常に大切であることを示している。

この構造をベースに緑に対する赤の材料の混合率を 0, 10 と 50% に変化させた蓄光材料ペーストを原料とした蓄光矢印サインボードを試作した。

図 2 に作製した屋内照明光下での矢印サインボードを示す。赤からオレンジ、緑に色のサインボードが作製できた。図 3 に照明を落とした時のサインボードの発光と試作した誘導灯を示す。作製条件により様々な輝度のサインボードを作製することができた。右下のものが最も高い 1800 nW の輝度を示した。この方法で(b)の 20 cm 角の高輝度避難誘導標識を作製した。

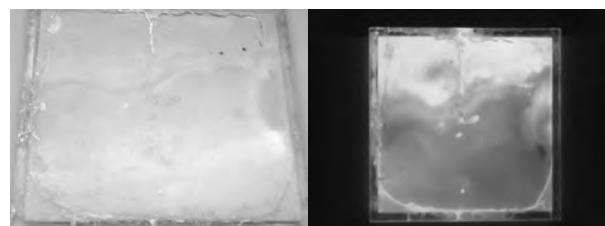


図 1 白濁したボードと透明ボードの発光特性

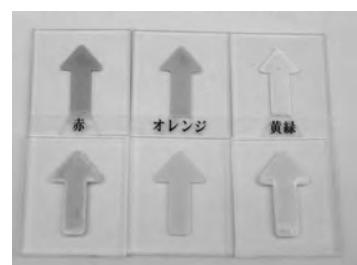
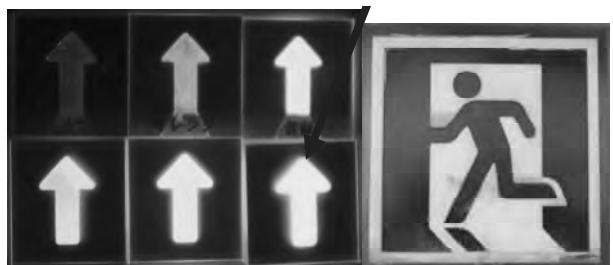


図 2 屋内照明光下での矢印サインボードの色

最も高輝度なパネル



(a)矢印のサイン (b)誘導灯  
図 3 暗部での各種サインボード発光色

## 3. まとめ

本研究では従来の緑系の色だけではなく、赤色やその中間色も加えた識別性の高い高輝度蓄光誘導灯デバイスが作製できた。今後様々なサインボードへと応用を図って行く。

# 航空機産業参入を目指した難削材部品 製造技術の開発

加工技術課 川堰宣隆, 富山県立大学 前田幸男, 岩井学, 岩城工業(株)

## 1. はじめに

航空機材料には、軽量化、高強度、耐熱性等の観点から CFRP、チタン合金、ニッケル基耐熱合金など様々な材料が使用される。しかし、これらの材料は難削材として知られており、通常の技術で高精度な加工を行うことは困難である。

本研究では、CFRP やチタン合金、ニッケル基耐熱合金等の難削材部品を高品質・高能率に加工するための実用的な製造技術について検討を行った。

## 2. CFRP 加工

CFRP 翼部品は薄肉部品であり、加工の際に変形やびびり振動による精度低下、工具寿命が問題となる。そこで図 1 に示すように、製品表面の反転型を作製して真空吸着・固定する反転型真空チャック治具を設計・製作した。作製した治具を用いて、CFRP 翼面モデルをボールエンドミルにより試加工した結果、翼面加工時の加工変形の抑制が可能であることを明らかにした。

## 3. チタン合金加工

チタン合金の加工では、加工時に生じるびびり振動が問題となる。そこでインペラー翼面先端などを加工する際に発生する、びびり振動の低減技術について検討した。図 2 は安定限界線図である。これより、びびり振動が発生しないように切削条件を最適化することで、加工速度を従来比 1.6 倍に高速化することができた。

## 4. 難削材加工の工具寿命向上技術

耐熱合金等の加工では、加工点の冷却および切りくずの噛み込みを抑制することが重要となる。そこで図 3 に示すように、工具すくい面と切くず間に高压クーラントを脈動供給し、切削分断・潤滑効果の向上させることで、工具寿命を従来比 1.7 倍に向上できた。

## 5. おわりに

本研究では、航空機関連の部品製造に必要な各種難削材加工技術の開発を行った。これより、各種材料の加工性を向上させることができた。

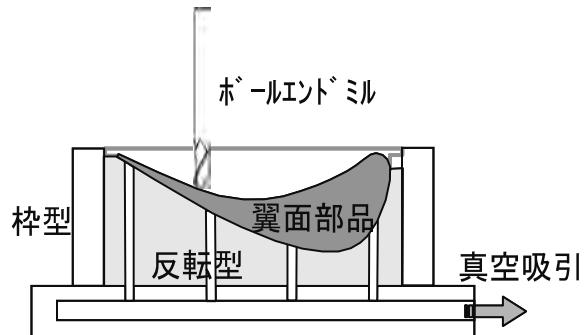


Fig. 1 Schema of a vacuum chuck used for machining CFRP.

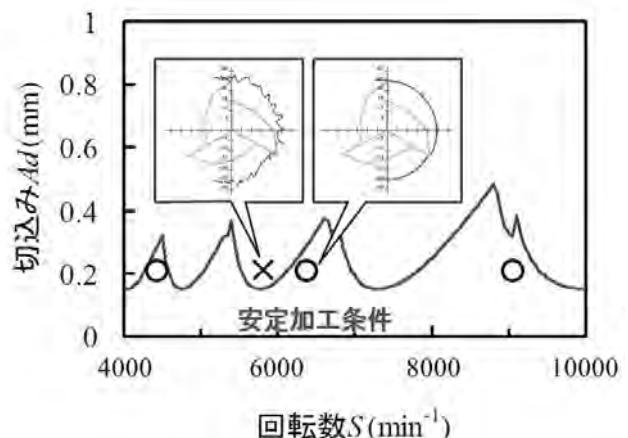


Fig. 2 Stability lobes diagram.

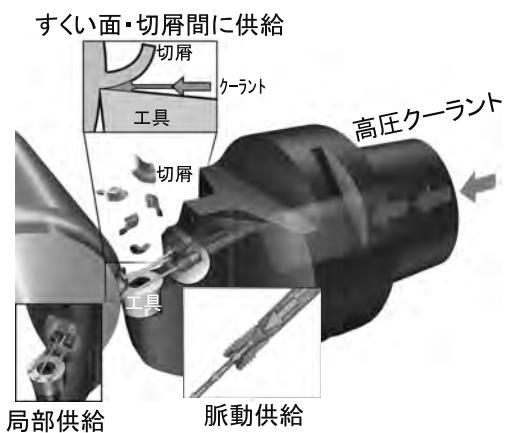


Fig. 3 Schema showing a lubrication method for difficult to cut material.

# 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 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

## 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た。それを主成分とした処理の開発と、木材注入技術によって、耐久性、環境適合性などに優れた木材を開発した。

## 2. 実験及び結果

### 2.1 防腐防蟻効果の高い銅微粒子製剤の検討

粒子の製造条件を調整しておよそ 100~1500 nm の粒径範囲の銅微粒子剤を試作した。粒径と性能の関係を検討するため、微粒子剤を県産スギ材に注入して防腐防蟻試験を実施した結果、オオウズラタケに対する防腐効力と粒径の間に関係がみられ、粒径が細かくなると効力は向上した。しかし、銅微粒子単独成分の製剤は、銅耐性菌オオウズラタケに対する効果が低く、また、耐候操作による効力低下も見られた。そこで、有機系防腐成分(DDAC)配合による補強を試みた結果、アミン銅製剤 ACQ と同程度の補強効果が認められた。

### 2.2 銅微粒子剤の耐溶脱性の解明と環境影響評価(県大)

銅微粒子剤を注入した木材を水に浸せきする溶出実験を行い、浸せき水の成分濃度を分析するとともに、各種水生生物を用いて環境影響評価を実施した。その結果、銅微粒子剤処理材から浸せき水へ溶出した銅の量は、従来の水溶化銅剤より低く、初回浸せき水では 1/20 以下であった。また、銅微粒子や銀微粒子の単味処方では、粒径を 1~2 μm から 100 nm 前後に微細化することによって溶出量は 1/3~1/18 に低下した。

銅微粒子剤処理材の浸せき水を用いた生物試験の結果、Cu 濃度が 5 kg/m<sup>3</sup> の木材では藻類やミジンコに影響を及ぼしたが、2.5 kg/m<sup>3</sup> 以下では無影響であった。銅粒子を複合化することで、さらに溶出量を低下させることができた。

### 2.3 県産材に対する銅微粒子剤の浸透特性の解明

製造条件を調整しておよそ 100~1500 nm の粒径範囲の銅微粒子剤を試作した。粒径と浸透性の関係を検討するため、微粒子剤を県産スギ材に注入して、材内の銅分布を、蛍光 X 線分析装置を用いてマッピング分析したところ、粒径 900 nm 以上の微粒子剤では銅が表層付近のみに偏在していたが、粒径が 260 nm 以下の微粒子剤では内部まで分布が拡大し、微細化による浸透性向上が確認された。

### 2.4 銅微粒子剤の高濃度化と安定分散技術の開発

銅微粒子剤を高濃度化するため、低濃度の銅微粒子剤から水を蒸発させる濃縮法を検討したが、2%以上に濃縮するとゲル化して極端に増粘する傾向があり、この方法では限界があることが分かった。そこで pH 調整とともにシリカを配合して製造した高濃度の粒子凝集液を粉碎処理することによって、Cu 換算 12.8%までの CuO 銅微粒子剤を試作できた。しかし、CuO 銅微粒子剤は常温 1 年保管で著しい粒径の増加がみられた。Cu(OH)<sub>2</sub> 銅微粒子剤のほうが CuO 銅微粒子剤より安定であった。

## 3.まとめ

微粒子を主成分とする薬液は、アミン銅製剤よりも溶出量が少なく、環境に優しいことが確認できたが、今後さらに長期の薬液の安定性と、実際の防腐処理工場で行われている繰り返し注入に対する安定性についても検討する必要がある。これらは長期間にわたる試験の継続が必要であるが、薬液の改良により実用化を図って行く。



図 1 試験地とシロアリ被害のない注入木材試験杭

## 「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 2010-19623

# 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 機械電子研究所 高田耕児

(国)富山大学 嶋田 裕, 岸 裕幸

## 1. はじめに

死因の大きな割合を占める癌について、診断や治療など臨床面から、また分子生物学的な基礎医学面から様々な研究が注力して行われている。近年このような研究において、患者の血中に極めて希薄に流れる浮遊癌細胞(CTC)が注目されており<sup>1)</sup>、米国を中心に様々な CTC 単離法が研究されている。そしてこれまでに比重やサイズの差に基づく分離法、抗体付磁性マイクロスフェアで分離する方法などが開発されてはいるものの、十分な性能および実用性を備える方法は未だ無い。最近、マイクロ流体デバイスと抗体とを組み合わせた新たな CTC 分離デバイス(CTC-chip)が提案され、その分離性能の高さなどから注目されている。ただし現状ではシリコン<sup>2)</sup>や PDMS(シリコーンゴム)<sup>3)</sup>でしか作製できないため、生産性、コストまた表面特性などの課題が多く実用化には至っていない。

筆者らはこれまでに、新たに開発した樹脂を用いた特殊な成形により、従来品の課題を解決した CTC-chipを開発し、緩衝溶液中の癌細胞株を捕捉できることを報告している<sup>4)</sup>。本年度はこの CTC-chip による(1)血液中の癌細胞捕捉、(2)捕捉性能の定量化、(3)臨床サンプル(患者さん血液)による捕捉試験、を目指し検討したので報告する。

## 2. CTC-chip の準備とサンプル送液方法

既報<sup>4)</sup>の方法に従い CTC-chip を成形した。得られたチップには以下のように抗体固定した。チップ表面をアルコールで濡らしたのちに PBS で置換し、余分な PBS を表面から除いた。PBS で濡れた表面に抗マウス IgG 抗体の PBS 溶液(濃度: 20μg/ml)を載せ、その上をカバーガラスで覆って溶液をチップ全面に押し広げた。このようにした CTC-chip を 4℃で一晩放置した。次に、チップ表面を PBS で数回洗浄したのち、余分な PBS を表面から除いた。この表面にマウス由来抗 EpCAM 抗体の PBS 溶液(濃度: 20μg/ml)を載せ、上記同様にカバーガラスで覆った。室温で 1 時間放置したのちにチップ表面を PBS

で洗浄した。以上のように本研究の CTC-chip は表面に接触するだけで抗体を固定化でき、また細胞捕捉用の抗体は抗マウス IgG 抗体で固定しているので、抗 EpCAM 以外の抗体も容易に使用可能である。

上で用意したチップを次に送液ホルダーにセットし、送液チューブを通してシリングポンプと接続した。この際、CTC-chip の流路や送液チューブ内が PBS で満たされ、バブルが残らないようにした。

サンプル送液は、送液チューブをチップ出口側にも接続して PBS を押し出しながらサンプル液に入れたのち、ポンプを吸引に切り替えて行った。サンプル流量は、毎時 1ml で一定とした。

## 3. 血液中の癌細胞捕捉

平成 22 年度までの検討から、CTC-chip は全血を流すと微細構造に血栓状の固体が蓄積して詰まりが生じることが分かっている。この解決を以下の 2 つのアプローチから試みながら、血液中の癌細胞捕捉試験を実施した。

3-1. 全血から血栓状の固体を除去するためのフィルターチップを開発し(図 1 参照)、これを CTC チップの前に直列に接続して先に全血をろ過することにより、詰まりを解消できた。そこで健常者の全血に癌細胞株(食道癌由来 KYSE220)を混合したサンプル(細胞濃度:  $2.5 \times 10^5$  個/ml)を用意して捕捉試験を行った。細胞を蛍光標識して試験中のチップを観察すると、チップに捕捉された

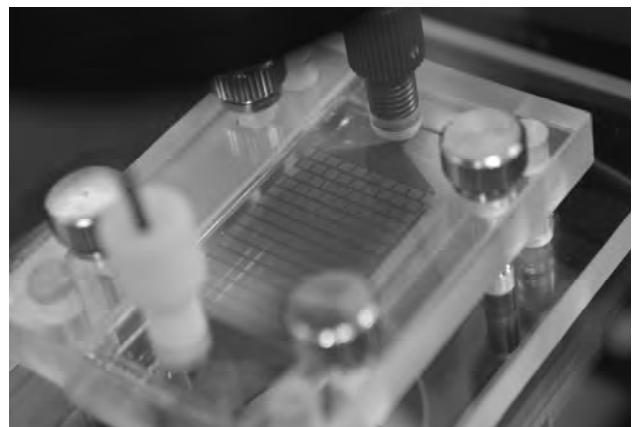


図 1 血液送液中のフィルターチップ

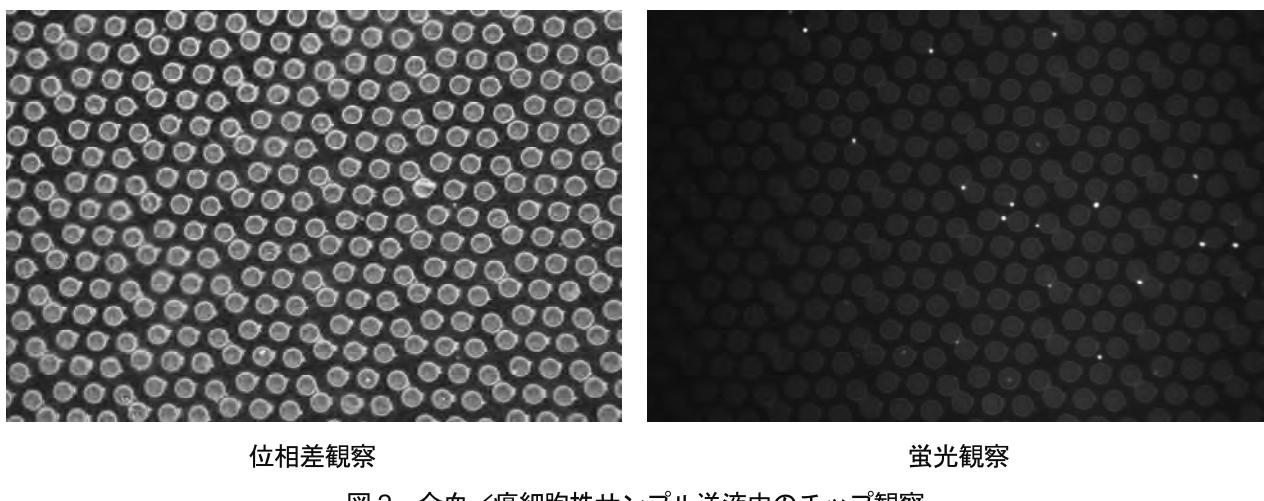


図2 全血／癌細胞株サンプル送液中のチップ観察

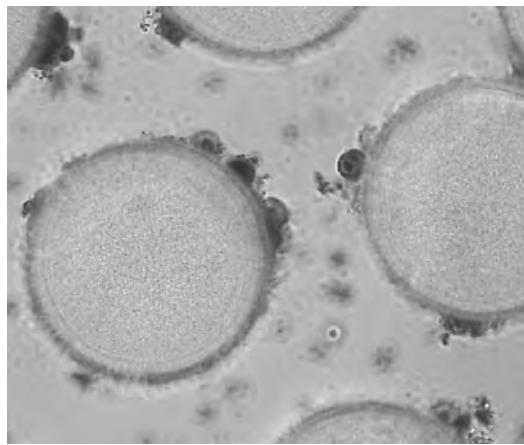


図3 ディフ・クイック染色された捕捉細胞

癌細胞が認められた（図2参照）。

3-2. 血液から単核球比重成分（癌細胞が存在した場合このフラクションに含まれる）を遠心分離で抽出して CTC-chip に流したところ、詰まりが生じないことが分かった。そこで健常者血液から得られたこの成分に 3-1 と同様に癌細胞株を混合して捕捉試験を実施したところ、チップに捕捉された癌細胞が認められた。さらに細胞をチップ上でディフ・クイック染色することにより、捕捉状態のままで細胞の詳細を観察できた（図3参照）。

#### 4. 癌細胞捕捉性能の定量化

CTC-chip の癌細胞捕捉能を定量化するための手法を検討した。臨床サンプルのような細胞濃度が低い場合は、送液中のビデオ映像とチップ全体のイメージからチップの流入細胞数と捕捉細胞数をカウントし（詳細は別報の科研費研究「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」を参照），捕捉効率（捕

捉細胞数／流入細胞数）を求めた。臨床サンプルでは上記 3-2 の方法で捕捉するので、健常者血液の分画成分に 100 個／ml 程度（臨床サンプルに近い癌細胞濃度）で癌細胞株を混合して試験したところ、約 85% の捕捉率を得た。本研究の CTC-chip が臨床サンプルに適用するのに十分な性能を有し、また他の CTC-chip や捕捉方法と比較しても高い捕捉率であることを確認した。

#### 5. 臨床サンプルによる捕捉試験

富山大学倫理委員会の承認を得て、医学薬学研究部第2外科の嶋田准教授のもとで、患者さんサンプルを使用した癌細胞捕捉試験を実施した。癌細胞と疑われる細胞を捕捉しているが、現在、細胞診から病理学的に同定する検討を慎重に進めている。

#### 6. おわりに

臨床サンプルによる試験は、別の科研費研究に引き継ぎ継続し、CTC-chip の実用化を進める。また CTC-chip により様々な癌細胞（癌幹細胞や上皮間葉転換した細胞など）を単離する研究<sup>5)</sup>が進んでおり、本研究のチップにおいてもそのような単離機能を付加することを目指す。

#### 「参考文献」

- 1) 「がんの浸潤・転移—基礎と応用—」高井義美 編 南山堂(2011)
- 2) S. Nagrath et al.: Nature 450(2007) 1235
- 3) M. N. Dicson et al.: Biomicrofluidics 5,034119(2011)
- 4) 富山県工業技術センター研究報告: 25(2011) 25
- 5) C. V. Pecot et al.: Cancer Discovery Dec.(2011) 580

# 生体組織凍結保存システムの開発

評価技術課 奈須野雅明 加工技術課 小幡勤  
(国)富山大学 中村 真人

## 1. 緒言

細胞の集合体である生体組織や臓器が生体機能を維持したまま凍結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、生体組織等の凍結保存技術の確立を目指し、マイクロ熱電対およびマイクロヒータからなる測温制御チップ、さらに、任意の冷却温度制御を可能とする凍結観察システムからなる凍結保存システムの開発を試みた。

## 2. 热電対チップの試作と評価

### 2.1 薄膜熱電対の試作評価

測温対象である細胞の大きさサイズ(10~30μm)の凍結過程を測温するため、線幅(10,20,30,40μm)の2対づつ8点のT型薄膜熱電対(+銅、-コンスタンタン(CuNi合金Cu55%,Ni45%))アレイを設計・試作した。試作には、約1インチ角の硝子基板(0.1mmおよび0.5mm)を用い、CuおよびCuNi合金を約200nmスパッタにて蒸着し、パターンングには、リフトオフ法で作製した。試作した熱電対チップを図1に示す。各種線幅毎の熱起電力の傾向を調べるために、試作熱電対および2対の市販のT型熱電対を恒温槽内に入れ、恒温槽内の温度および熱起電力を同時に測定した。恒温槽内は-50°C~+50°C間を1時間毎10°Cステップで行い、サンプリングは定温維持状態のときに行なった。なお、試作熱電対はT型補償導線を介して測定器に接続した。計測結果を図2に示す。

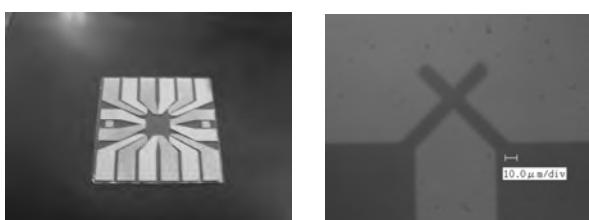


図1 試作した熱電対チップおよび測温部の拡大写真

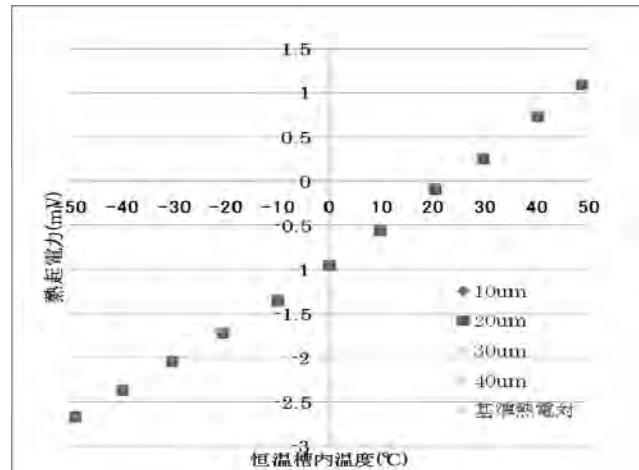


図2 試作薄膜熱電対の熱起電力特性

熱電対線幅の微細化に伴う熱起電力特性の変化はみられず、市販の熱電対と遜色のない線形性のものが得られた。

### 2.2 保護膜およびマイクロスケールの検討

CuやNi等重金属は生体組織細胞に対し、有害な影響が懸念されること、また、熱伝導率の違いにより、金属上が先に冷却されることを防止するため、スパッタによる石英硝子(SiO<sub>2</sub>)による保護膜を検討した。100nm程度堆積したものでは、透過性、および急速冷凍による耐性に問題はないことを確認した。次に、保護膜を成膜した薄膜熱電対を用いて細胞凍結監察を行なったところ、光源を下方より採光しているため、薄膜熱電対上では細胞の視認が不鮮明となった。(図3)

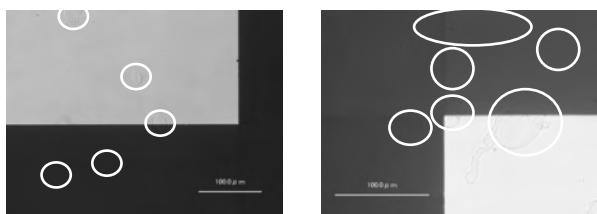


図3 热電対(黒色部分)上の浮遊細胞(丸枠内)の観察

そこで、凍結監察細胞の周囲の温度分布を測温する手法が観察には適当と考え光感光樹脂等によるマイクロスケールの試作を検討した。スケールを設計し、耐久性を

評価するため、両端に 2 対の熱電対を配し、その測温部直線上の中央位置に光感光樹脂等を用いて、 $20\mu\text{m}$  ピッチのマイクロスケールをパターニング、上下電極部ハードマスクで覆い  $\text{SiO}_2$  を  $100\text{nm}$  堆積し耐久性評価チップを試作した(図 4)。評価用チップをドライアイス、ヘキサンによる急速冷凍による耐久性を評価したところ、光感光樹脂の膜厚約  $3\mu\text{m}$  のスケールは、保護膜の  $\text{SiO}_2$  とともに剥離等もなく良好な結果が得られた。(図 5 参照)。

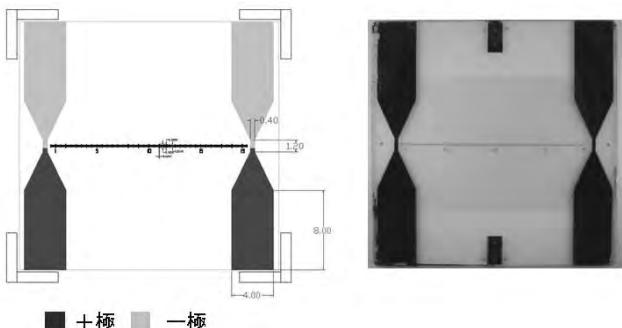


図 4 マイクロスケールの耐久性評価用チップ(左 CAD 図、右表面写真)

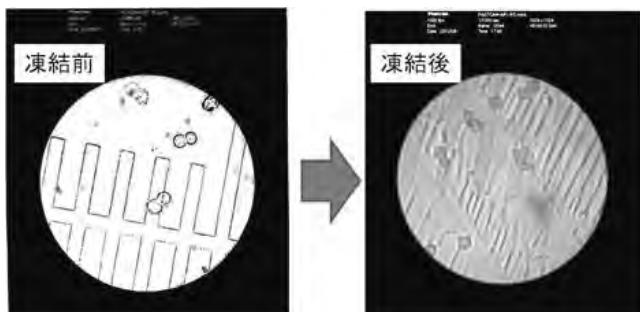


図 5 マイクロスケールの耐久性評価

### 2.3 凍結可視化装置の開発

低温域の温度制御機構の試作のため、スターリング式

冷却器(ツインバード工業社製、SC-UD08)、温調器(東邦電子社製、TTM-004R-A)、直流電源(コーチセル社製、PBA150F)等を用いて冷却装置を作製した。また、光源としては、LED ライト(澤木工房社製、FOLS-01/赤)を用いた。これらにより、PID 制御により、約-100°C までの任意の温度制御が可能となったが、冷却器の振動が観察の視認性の妨害が生じ、除振動対策等が課題として残る。

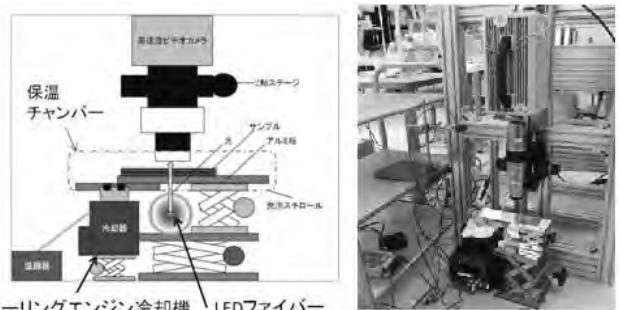


図 6 凍結可視化装置の模式図と外形写真

### 3. 結言

フォトリソグラフィーによる微細加工技術を用いて、線幅約  $10, 20, 30, 40\mu\text{m}$  の T 型薄膜熱電対を試作し、熱起電力特性を測定し、市販品と同程度の線形性をもつことを確認した。測温制御チップ用の保護膜や光感光樹脂によるマイクロスケールを試作および耐久性の評価を行った。凍結可視化装置については、スターリング式の冷却機構を採用し、-100°C 程度までの温度制御が可能となった。今後、チップ用の測温制御にマイクロヒータを組み、凍結保存の多点モニタリング等、冷却保存システムの微小震動等対策を行い、実用化を進める。

キーワード：生体組織、凍結保存、薄膜熱電対

Development of cryopreservation system of living cells and tissues

Evaluation Technology Section; Masaaki NASUNO, Tsutomu OBATA

Makoto NAKAMURA(University of Toyama)

The purpose of this study is development of the system that cryopreserved living cells and tissues for medical utilities. We tried to develop equipment observed and monitored temperature of the cryopreservation process by Type T thin film micro-

# 海洋深層水からのレアメタル回収技術の開発(Ⅱ)

評価技術課 奈須野雅明 角田龍則 関口徳朗 九曜英雄  
センター所長 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、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、海水からのリチウム回収技術の実用化を目指す。

前報では、超高压湿式微粒化法によりマンガン酸リチウムの微細化の可能性について調べたが、本研究ではさらに検討を加え、表面積を測定するとともにリチウムの吸脱着について調べた。また、吸着剤を使用した樹脂捕集剤の作製を試みたので報告する。

## 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㈱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㈱製スターバースト ミニを用い、リチウム吸着剤を 100g/L になるように水や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。また、比表面積はガス吸着法により測定した。

### 2.2 吸脱着試験

リチウムの脱着は、マンガン酸リチウム 0.25g を所定濃度の塩酸溶液 250ml に入れ、所定時間攪拌後、ICP 法にてリチウム濃度を測定することにより調べた。リチウ

ムの吸着は、0.1M 塩酸溶液で 24 時間リチウムを溶出したマンガン酸を蒸留水で十分に洗浄したものを用いた。マンガン酸 0.1 g を 1,000ml の 10ppm リチウム溶液(pH8.0, 0.1M NH<sub>4</sub><sup>+</sup> buf.) に加えて攪拌し、24 時間経過後、溶液のリチウム濃度を ICP で測定した。

### 2.3 PVC 捕集剤

ポリ塩化ビニル(PVC)捕集剤は以下のとおり作製した。PVC4~6 g を 60~90ml のジメチルホルムアミド(DMF)に加熱溶解し、マンガン酸リチウム 20g を加えて攪拌した。これをビューレットに入れ、1 分間で 60~120 滴の速度で凝固液(メタノール 250ml+水 250ml) に滴下して凝固させた後、水で十分に洗浄し、捕集剤を得た。

PVC 捕集剤のリチウム脱着は、ウェット状態の捕集剤を用い、1g の捕集剤を 200ml の 0.1M 塩酸溶液に入れて攪拌し、所定時間後のリチウム濃度を ICP で測定した。

## 3. 結果

### 3.1 吸着剤の微細化

湿式微粒化法でマンガン酸リチウムを微細化した結果を表 1 に示した。平均粒径 10.2μm であったものは、高圧での衝突によって微細化されるが、分散溶液としてエタノールを用いた方が水の場合よりも微細化されることが分かった。また、微粒子化したマンガン酸リチウムの比表面積をガス吸着法で測定したところ、図 2 に示したとおり、粒径が小さくなるにつれて急激に表面積が大きくなり、平均粒径 1.7μm で約 7 倍大きくなった。

表 1 湿式微粒化の処理回数と粒径分布

処理回数(回)		0	1	3	5	7	10
平均粒径(μm)	エタノール	10.2	2.1	2.1	2.1	1.9	1.7
	水		4.1	3.6	—	—	—

### 3.2 リチウムマンガン酸のリチウム吸脱着

使用したマンガン酸リチウムは X 線回折から、組成は Li<sub>0.72</sub>H<sub>0.28</sub>Mn<sub>1.8</sub>O<sub>4</sub> と推測された。これを塩酸処理するとリ

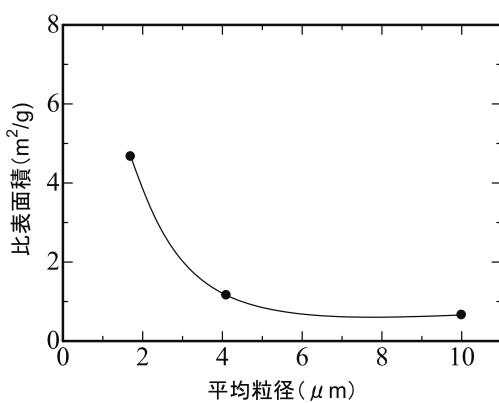


図1 湿式微粒化法により微細化された吸着剤の比表面積

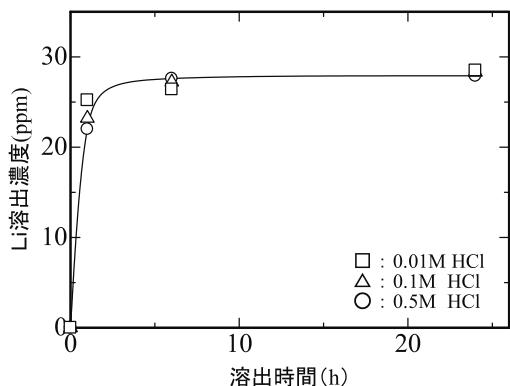


図2 リチウムマンガン酸からのLiの溶出

チウムは図2に示すように1時間でほぼ溶出した。マンガン酸リチウムのリチウム含有量は4.4%であるが実際に溶出した量は3.7%であり、全リチウムの85%が溶出された。また、図3にマンガン酸リチウムの酸処理前後のX線回折結果を示したが、塩酸処理することにより、ピークが高角度側にシフトした。これは、リチウムが溶出し水素に置き換わることにより結晶構造が縮まるこによるものである。酸処理を施しリチウムが溶出した吸着剤を用いて、海水と同じpH8でリチウムの吸着試験を行ったところ、理論的には1gのマンガン酸で37mgのリチウムを吸着できるはずであるが、実際には5%にあたる。

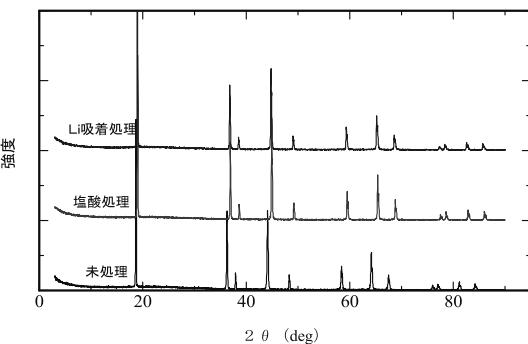


図3 マンガン酸リチウム吸着剤のX線回折

2mgのリチウムしか吸着することができなかった。

### 3.2 PVC 捕集剤

化学的に安定なポリ塩化ビニルを連結剤したマンガン酸リチウム含有PVC捕集材を作製した。PVC6g, DMF60ml, マンガ酸リチウム20gの条件でマンガ酸リチウムが均一に分散した捕集剤を作製することができた(図4)。



図4 PVC 捕集剤

この捕集剤は溶剤の抜けた孔のために多孔質状となっており、塩酸処理によるリチウムの溶出は5時間程度でほぼ溶出し終わり放出量は全リチウムの75%であった。これは、マンガ酸リチウムの粉末を使用した場合に比べても遜色ない値であった。

### 3. 結言

微細化することによりマンガ酸リチウムの表面積を大幅に大きくすることができた。また、リチウムの吸脱着について調べたところ、粉末及び樹脂捕集剤とも酸処理でリチウムの脱着は容易であったが、吸着量は非常に小さく、今後、原因を解明すべく更なる検討が必要である。

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  $\text{Li}^+$  has been micronized to ca.  $1\mu\text{m}$  by using Ultra high-pressure homogenizer in order to increase the recovery rate of Lithium from seawater. The specific surface of micronized adsorbent of  $1.7\mu\text{m}$  was  $4.7\text{m}^2/\text{g}$  and seven times higher than original one. The desorption of lithium were investigated by both powdered manganese oxide and granulated one with PVC. Lithium was desorbed easily by treatment with HCl solution. But adsorption of lithium was very low and capacity in pH8 same as sea water, was 2mg-lithium/g.

# 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 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。しかしながら、表面活性の高さから非常に凝集しやすい特性も持っている。このナノ粒子を製品応用する場合、その凝集体をうまく微粒化・分散させる技術が不可欠である。ナノ粒子を作製する方法には、大きな粒子を粉碎してナノ粒子とするブレークダウン法と、化学的に原子を析出あるいは物理的に気体の原子からナノ粒子を作製するビルトアップ法の2種類がある。一般的にビルトアップ法の方が、単分散で小さな粒子を得ることができるが、熱平衡の状態を得ていないので、結晶性の高い粒子を作製することができない。また、高価で大量生産に向いていないなどの特徴を有している。一方、ブレークダウン法では、ビーズミル法がよく利用される。この方法では結晶性の良い原料からスタートするため、作製される粒子も結晶性の良い粒子とすることができますが、粉碎過程で粒子表面にダメージを受けること、再凝集の可能性とともにビーズとのコンタミの問題を避けることができない欠点を有している。このため、ナノ粒子に適した処理条件は、非常にマイルドなものになり実用的な粉碎処理ができない材料が出てくる。一方、高压湿式ジェットミル法は、ビーズミル法に比べて、粉碎エネルギーは小さいもののコンタミがないことや凝集した粒子の分散と微粒化に向いていると言われている。本研究では、これら処理の特徴を明らかにし、新しい処理法を提案するために、各処理法でセラミックスの微粒化処理を行い、微粒化粒子の膜への応用を検討した。

## 2. 実験方法及び結果

### 2.1 ビーズミル法

ジルコニア容器(45 ml)に50 gの40%濃度チタニアスラリーを投入し、0.1 mmのジルコニアビーズで粉碎処理を行った。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に処理した粒子の粒度分布を示す。ここでは、処理時間  $T_M$  をパラメータとして分布を示している。処理していない  $T_M$  が0の場合には、700 nmと200 nmに凝集した粒子が観察された。 $T_M$  が30分の処理を行うと、700 nmの大きな粒子はなくなり100 nm程度の粒子になったが、その分布は30~200 nmと広い範囲にあった。さらに時間をかけて $T_M$  が180分の処理を行うと、50 nmの大きな粒子が増加したが、100から400 nmの粒子も残っており、シャープな分布の粒子が得られなかった。つまり、ビーズミル法では原理的にセラミックス粒子の破壊には優れるが、シャープな分布にすることはできないことが分かった。

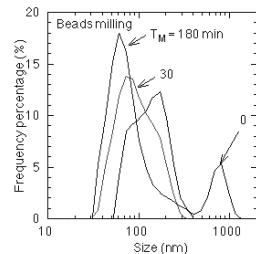


Fig. 1 Particle size distributions of  $\text{TiO}_2$  powder after beds milling process.

### 2.2 高圧湿式ジェットミル

次に、同じスラリーを高压湿式ジェットミル法 HJM で、粉碎・微粒化処理を行った。このときの噴射圧は 245 MPa で、衝突型のチャンバーを用い噴射ノズル径は 0.1 mm とした。図2に粒子の粒度分布とゼータ電位  $V_z$  の変化を示す。1回の処理でも微粒化の効果が高く、700 nmの大きさの粒子が完全になくなり、80 nmの径の粒子を作製することができた。その後回数を重ねても径は小さくならず、分布がシャープになった。一方、処理によって  $V_z$  が -55 から -60 mV へと変化し、10回では -95 mV と急激に減少することが分かった。これは、キャビテーションによって生じるホットスポット周辺での反応場での化学反応（ソノケミストリー）が原因で、粒子の表面状態が変化しているためであると考えられる。この方法では、処理回数の増加に伴う化学反応に注意する必要があることが分かった。

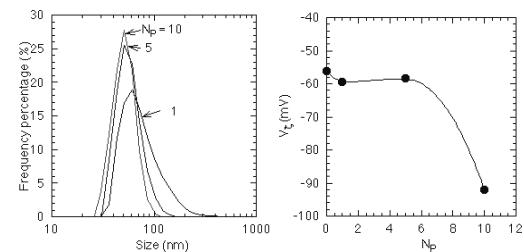


Fig. 2 Particle size distributions and zeta potential of  $\text{TiO}_2$  powder after high pressure jet milling process HJM.

図3に焼結体ジルコニア粉末を HJM で、粉碎・微粒化処理を行った場合の粒度変化を示す。未処理の状態では 400~5000 nm の範囲の粒度分布を示すが、 $N_p$  が 5 回の処理で 1500 nm、10 回で 1100 nm のシャープな分布にすることができた。しかしそれ以上の微粒化は困難であった。これは、HJM は剪断力とキャビテーションによる破壊を利用することによる。噴射圧が粒子表面に係る最大の剪断力と考えると、ジルコニアの最大曲げ強度は 750 MPa 程度であるので、250 MPa の噴射圧では破壊に必要な力が不足することになる。つまり HJM の噴射圧では、硬いセラミックスを十分に粉碎できないことになる。TiN 微粒子でも同

様な結果を示した。

図4にCuO粒子をHJMで微粒化処理した前後のTEM像を示す。この粒子はジルコニアより硬くないために300 nmからなる凝集体をうまく微粒化することができ、10 nm程度の非常に小さな粒子とすることができた。

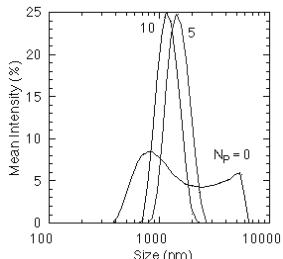


Fig. 3 Particle size distributions of  $\text{ZrO}_2$  powder after HJM.

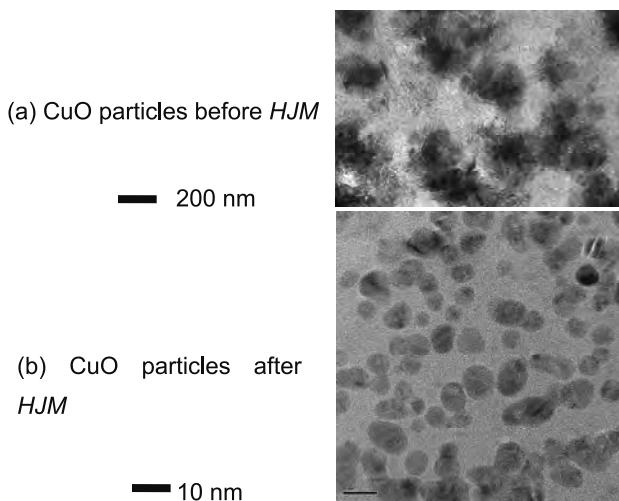


Fig. 4 TEM images of CuO particles after HJM.

### 2.3 前処理としてビーズミルを行った高圧湿式ジェットミル

前処理として2.1のビーズミル処理を行ったチタニア粒子液の後にHJM処理を施し、さらに微粒化が可能かを調べた。図5にその処理後の粒度分布を示す。未処理では面積平均粒子径MAは80 nmであったが、前処理としてビーズ処理を加えることによって40 nmまで、MAを減少させることができた。この複合処理が微粒化に有効であることが確認できた。

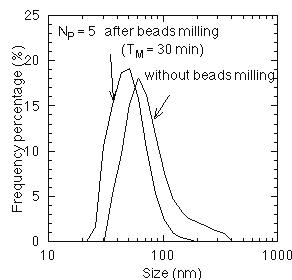
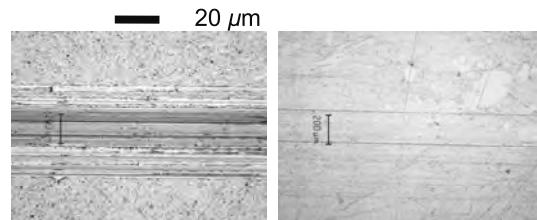


Fig. 5 Particle size distributions of  $\text{TiO}_2$  powder after beads milling and HJM.

### 2.4 膜への応用

微粒化された機能性セラミックスナノ粒子を塗膜に応用することを検討した。セラミックス粒子を混合したアクリル系塗膜を作製し、それをアクリル基板にコートした。JIS K5400の鉛筆引掻き試験に基づいた鉛筆硬度試験を行った。体積比で約9%程度のセラミックスを添加することで、9H以上の硬さの膜ができる。図6に、9H鉛筆を用いて試験を行った後の膜表面の引掻き痕を示す。(a)は微粒化処理をしてないもの、(b)は微粒化処理を行い微粒化とともに、粒度分布をシャープにしてある粒子を使用した膜表面の引っ掻き痕である。微粒化処理があるセラミックスを使用した場合のみ、硬くなつた。これは、単分散セラミックス粒子の使用により膜中の粒子密度が向上したことによると考えられ、微粒化処理の有効性が示された。



(a) Paint of ceramics without HJM (b) Paint treated HJM

Fig. 6 Optical images of damage scratched by the pencil of 9H hardness for acrylic paint on PMMA substrate.

### 3.まとめ

塗膜などナノ粒子を応用した製品開発には、微粒化技術が重要な技術であることと、ビーズミルと高圧ジェットミル法を組合せることで、お互いの利点を補う新しい微粒化処理が可能なることが分かった。今後、微粒化技術の向上のために、これらを手法の最適化を図って行く予定である。

キーワード：ナノ粒子、塗膜、膜作製、分散、微粒化

## Preparation of height density films applied nanoparticles

Processing Technology Section; Satoshi IWATSUBO, Tsutomu OBATA, Noritaka KAWASEGI

Nanoparticles of ceramics were prepared by beads milling process and high pressure jet milling process HJM. The size distribution of particles treated by the beads milling process was broad. On the other hand, the size distribution for HJM was sharp. The particle of  $\text{TiO}_2$  in average size of 80 nm was prepared. The size of the particle decreased 40 nm by HJM after beads milling. The combination was effective at preparation of ultrafine particles. The milling process based on HJM was

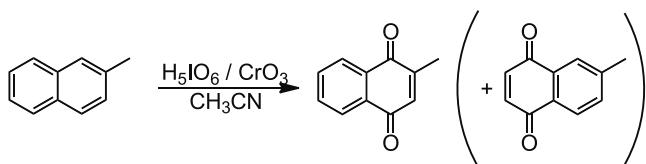
# マイクロリアクターによる高選択的酸化反応の開発（2）

材料技術課 山崎茂一  
機械電子研究所 横山義之

加工技術課 川堰宣隆  
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] 昨年度、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K<sub>3</sub>（2-メチル-1,4-ナフトキノン）の合成（Scheme 1）について検討したところ、通常のフラスコ反応で行った場合[2]と比べ、目的生成物の収率が向上することを見出し報告した。今回は、各種のアレーン類、さらにバッチ反応では低収率でしか目的生成物が得られなかつた基質について、マイクロリアクターを用いた反応を検討したので、その結果について報告する。



Scheme 1

## 2. 実験

送液にはシリンドリカルポンプを、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。

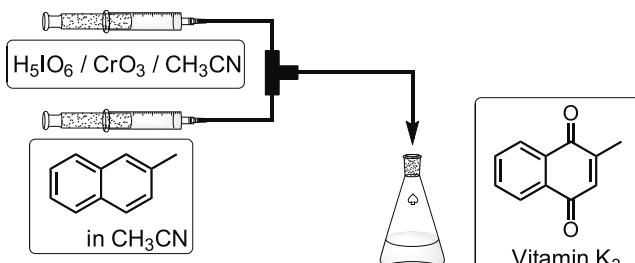


Fig. 1 Microreactor used for the oxidation of arenes.

## 3. 結果と考察

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

と触媒であるクロム酸を溶解したアセトニトリル溶液（ $\text{H}_5\text{IO}_6 : 0.11\text{M}$ ）を、もう一方の流入口からアレーンのアセトニトリル溶液（0.5M）をシリンドリカルポンプを用いて注入したところ（アレーン類:  $\text{CrO}_3 : \text{H}_5\text{IO}_6 = 0.15 : 5$ ），25°C，滞留時間30分で反応基質はほぼ消失し目的生成物が得られた。この反応では、2つの液がミキサーで混合した直後に、過ヨウ素酸  $\text{H}_5\text{IO}_6$  が還元されヨウ素酸  $\text{HIO}_3$  が析出する。そのため、流路の目詰まり防ぐ目的で、ミキサー部分を超音波洗浄機に浸漬して応を行った（1分毎に超音波をON/OFF）。

ナフタレン類、アントラセンやフェナントレンなどマイクロリアクターを用いて反応を行った結果を、バッチ反応の結果と併せ、Table 1にまとめた。ナフタレンはいずれも、マイクロリアクターを用いた方がバッチ応の場合に比べ、10%程度の収率の向上が見られた。アントラセンとフェナントレンの場合も、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た特にアントラセンでは99%と定量的にアントラキノンが得られてきた。一方、1,3,5-トリメトキシベンゼンは、バッチ反応の場合とほぼ同じ収率で対応するキノンが得られ、マイクロリアクターを用いても収率の向上は見られなかった。

バッチ反応において低収率でしか目的とするキノンが得られなかつたいくつかの基質についても、収率向上を期待しマイクロリアクターを用いた反応を検討した。その結果をTable 2にまとめた。アセナフチレンは、バッチ反応では13%の収率でしかアセナフテンキノンが生成しなかつたが、マイクロリアクターを用いた反応でも得られたキノンの収率は17%であり、大幅な収率の向上は得られなかつた。2,6-ジメトキシトルエンは、バッチ反応では40%程度の収率であり、こちらもマイクロリアクター利用による収率の向上は見られなかつた。

以上のように、この反応系では基質によってマイクロリアクターを用いることによって収率の向上が見られ

Table 1 Oxidation of arenes using microreactor.[a]

Substrate	Product	Yield % [b]	
		Batch	Flow
		37	50
		61	75
		58	68
		65	76
		78	87
		85	99
		85	96
		85	86

[a] Substrate/CrO<sub>3</sub>/H<sub>5</sub>IO<sub>6</sub>=1/0.15/5. [b] Determined by GC.

Table 2 Oxidation of arenes using microreactor.[a]

Substrate	Product	Yield % [b]	
		Batch	Flow
		13	17
		42	41

[a] Substrate/CrO<sub>3</sub>/H<sub>5</sub>IO<sub>6</sub>=1/0.15/5. [b] Determined by GC.

その原因は現在のところ不明である。より詳細な検討その原因を見出すことにより、さらなる収率向上が達される可能性もあり、今後の検討課題である。

#### 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アレン類の酸化によるキノン類の合成を、マイクロリアクターを使用して検討した。その結果、ナフタレン類やアトラセンなどではバッチ反応に比べ大幅に収率を向上することができたが、収率の向上がみられない基質も存在することがわかった。

#### 「参考文献」

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

キーワード：マイクロリアクター、アレン類、触媒酸化、クロム酸、過ヨウ素酸

#### Synthesis of Quinones by Chromium Oxide-Catalyzed Oxidation of Arenes Using Continuous Flow System

Shigekazu YAMAZAKI, Noritaka KAWASEGI, Yoshiyuki YOKOYAMA and Yasuyuki YAMAZAKI

Chromium(VI) oxide-catalyzed oxidation of various arenes to the corresponding quinones with periodic acid using continuous flow system was examined. In general, the catalytic oxidation using continuous flow system afforded higher yield of quinones than the oxidation using standard glassware.

# 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 加工技術課 小幡 勤 評価技術課 奈須野雅明

企画管理部 高松周一 機械電子研究所 浅田峯夫

## 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技術として、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、健康管理の支援や生活習慣の改善指導には、より詳細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の状況認識システムの開発研究を進めている。今年度は、住宅内の無線センサノードのデータを、LAN回線を用いて収集するシステムについて検討を行った。

## 2. ネットワーク経由によるセンサデータ取得

### 2.1 開発システムの概要

遠隔見守りのように計測とデータ処理を行う場所が離れている場合、インターネット等のネットワーク回線の利用が不可欠となる。一方、ネットワーク上の通信量が増えると、データ転送の実効速度が低下し、遅延が発生しリアルタイム性は保証されなくなる。そこで、データに計測時刻を付加し、正確性を向上させることとした。

システムの概念図を図1に、実験に使用したシステム構成例を図2に示す。システムは、複数のセンサノードとゲートウェイ装置、管理用コンピュータで構成される。センサノードは、AVRマイコン（Arduino）でセンサ出力値とリアルタイムクロック（RTC）モジュールの時刻から、送信データを生成する。データは、環境情報（温度、湿度、照度など）または3軸加速度を1回で送ることを

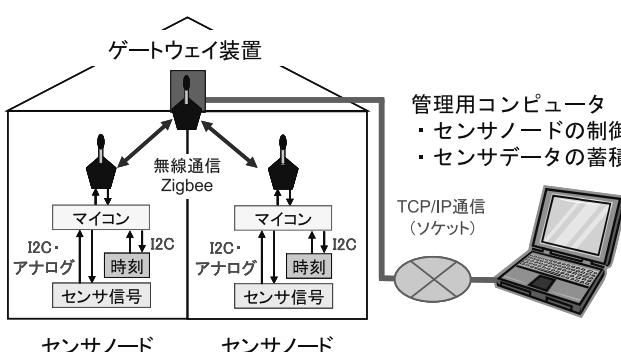


図1 システム概念図

想定し、時刻とセンサデータ 3ch 分の固定長とした。生成されたデータは、Zigbee 無線モジュール（XBee Series2:Digi International 製）をとおしてゲートウェイ装置（ConnectPortX2:Digi International 製）へ送信され、LAN 回線向けに TCP/IP 通信に変換される。

### 2.2 制御ソフトウェア

制御ソフトウェアは、ゲートウェイ装置内蔵の無線モジュールにソケット通信でアクセスし、センサノード制御コマンドを送信することにより、時刻合わせや計測開始、終了、計測間隔を遠隔制御する。また、受信データ中の送信元無線モジュールアドレスからセンサノードを特定し、センサ接続データベースをもとに実際の値に変換し、ファイル保存する。図3に、画面イメージを示す。

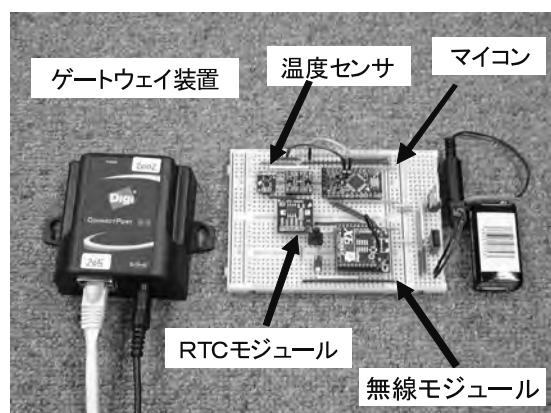


図2 ゲートウェイ装置とセンサノード



図3 制御ソフトウェア

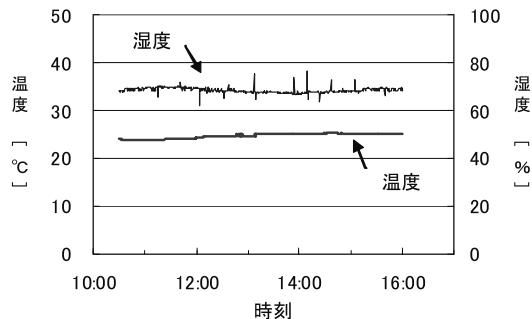


図4 温度と湿度の遠隔モニタリング

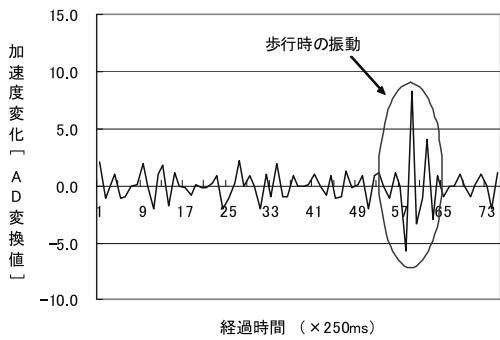


図5 歩行時の家具の振動波形

### 3. 計測実験例

図4は、温度センサと湿度センサを接続した2台のセンサモジュールを用い、30秒間隔で室内環境を計測した例である。実験システムでは、無線モジュールの電波到達距離（30m程度）内にセンサノードを配置し、同報通信でコマンド送信することにより、制御の同時性を確保した。温度センサはI2C接続のTMP102（Sparkfun製評価ボード）、湿度センサはアナログ出力のHIH-4030（Sparkfun製評価ボード）を用いた。5時間30分の計測の結果、データ欠落もなく同期も取られていることが確認できた。なお、湿度センサはアナログ出力のためノイズの影響で値が変動しており、実使用時には対策が必要である。

図5は、3軸加速度センサを用いた人の歩行時における家具の揺れを計測した例である。図6に、センサの設置状況を示す。センサモジュールは1台とし、加速度センサはI2C接続のADXL345（Sparkfun製評価ボード）を用い、250ms間隔で計測し、3軸(XYZ)合成加速度の変化を求めた。人の歩行時に家具等が共振することがあり、加速度変化として観測されることがわかる。加速度のようにサンプリング間隔の短い計測では、センサノードのマイコンで閾値処理などにより変化事象を検出し、発生時刻を送信するなど通信量を抑える必要がある。

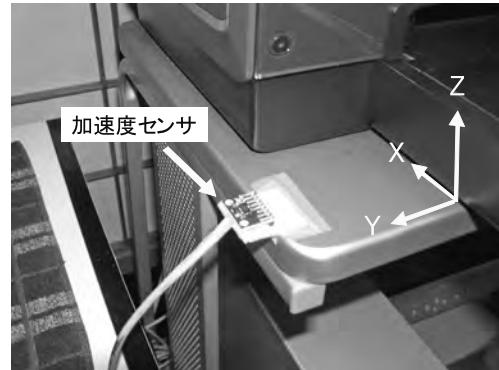


図6 加速度センサ（家具に取り付けた例）

### 4. 結言

人の日常生活行動やものの動きを解析するため、複数のセンサモジュールとゲートウェイ装置を用い、遠隔データの収集と解析を行うシステムを開発した。計測データに時刻を付加し、データの正確性を確保した。これにより、無線ネットワークとLAN回線によるセンサデータ収集の基盤技術が構築された。Zigbee規格に基づく通信を用いたことで、将来、市販のZigbee機器との通信も可能となる。

生活空間の環境情報は、ヒートショックや熱中症の予防など健康管理や、省エネルギーの分野で重要性を増している。今後、計測事例を蓄積することにより、空間状況を認識する研究開発につなげたい。

キーワード：センサネットワーク、加速度センサ、Zigbee、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, Masaaki NASUNO  
Planning and Management Department ; Shuuichi TAKAMATSU  
Machinery and Electronics Research Institute; Mineo ASADA

To analyze the active daily life and living environment, sensor data analysis system using Zigbee wireless module and LAN gateway device was developed. The communication program forwards securely the sensor data to the host computer by controlling the remote sensor nodes. The element of the data acquisition system which uses wireless sensor network and LAN was constructed.

# 高濃度オゾン水による低温直接接合技術の開発

加工技術課 小幡 勤

## 1. 緒言

MEMS 技術は、圧力センサ、加速度センサを筆頭として製品に活用されている。しかしながら、少量多品種となっている MEMS 製品は、従来の半導体製造技術の応用だけでは加工形状に制限があり、より複雑な構造を実現するためには材料の接合技術が重要となっている。とくにシリコン-シリコンの直接接合は、枯れた従来技術で加工したシリコンを組み合わせたデバイスを実現することを可能にする。

従来からのシリコン同士の接合は、1000°C 以上の熱処理をおこなうもの、大気圧プラズマで表面処理をし、低温で加圧接合をおこなう方法などがとられている。特に後者は 300°C 前後以下の接合を実現しており、微細な構造を持つデバイスには優しい工程となっている。

本研究では、強力な酸化作用を有する高濃度オゾン水を用いることでシリコン-シリコン直接接合の 200°C 程度の低温接合を実現することを検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 高濃度オゾン水

高濃度オゾン水は、野村マイクロサイエンス（株）電解式高温高濃度オゾン水製造装置により製造している。本装置は、最高 150ppm のオゾン水が作製でき、70°C ま



Fig. 1 Process Flow

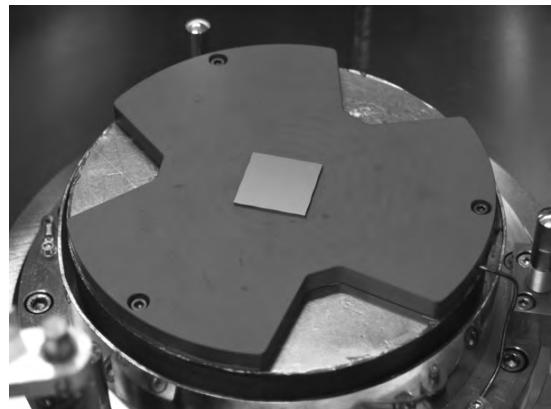


Fig. 2 Before bonding (sample on the heater)

での加熱が可能となっている。これらの機能をうまく組み合わせることによって基板の洗浄やフォトレジストの剥離、有機物の分解や表面改質などが実現でき、使用後は水と酸素にもどるため環境にも優しい。また、そのオゾン水の洗浄作用は、オゾンによる酸化作用とそれが分解する際に発生する強力な OH ラジカルによるものがある。特に OH ラジカルは寿命が短いものの攻撃性が非常に強いことからで高い洗浄効果をもたらす。

### 2.2 実験方法

Fig. 1 に試作フローを示す。試作用 1 インチ角基板はまずオゾン水で洗浄をおこない表面の不純物を取り除く。表面に薄い酸化膜が形成されることから、1%の希フッ酸でエッチングする。この時点で基板表面は 1monolayer の水素で終端され原子レベルで平坦となる。そしてさらに、オゾン水で洗浄-希フッ酸処理をし、最後はオゾン水洗浄後に基板をスピinn乾燥させた。ここでオゾン水処理はビーカーで掛け流しのオーバーフローで、DHF 処理は基板表面が疎水化するまで浸漬処理している。このとき基板表面は、超親水性でかつ清浄であり、H 原子と置換した OH 基が高密度で形成されていると考えられる。

乾燥後、直ちに基板同士を貼り合わせ、Suss MicroTec CB-6L で 10 分間加圧接合(Fig. 2)をおこなった。加圧は 2kN で接合温度は、従来よりも低温となる 100~300°C である。

## 3. 実験結果および考察

接合をおこなったウエハーは、接合強度の比較をおこなった。今回は簡易な比較評価法として、ダイシング時

	従来法	100°C	200°C	300°C	RIE
2×5mm	×	△	○	○	-
5×5mm	×	△	○	○	○
10×10mm	×	△	○	○	○

Table1 Result of bonding strength test by dicing

○:good ×: failure △: instability

の接合界面での剥離の有無を利用した。ダイシングによって1枚のサンプルから大小数種類の大きさのチップを切り出すことによって、より小さいサイズのチップでの剥離がないことを確認した。評価結果をTable1に示す。参考として従来の硫酸洗浄を用いた方法と、RIEによる酸素プラズマ処理をおこなったものの結果も併記した。従来法、及びRIE法における接合温度は200°Cとした。

従来法では接合が全くおこなわれず、接合処理後も基板が滑るように剥離したため、ダイシングテストをおこなっていない。RIE法ではほぼ接合がみられたものの、一部は手で剥離出来るほどの低い強度であった。100°Cの接合条件ではばらつきが目立った。接合に向かう傾向になるものの、ロットの異なるサンプルでダイシング時に接合界面での剥離が生じた。原因として、100°Cが接合温度として十分ではないこと、洗浄時のばらつき、接合界面での結晶方位のずれなどが考えられる。200°C以上の接合条件では、ダイシング時に剥離することなくほぼ問題ないことがわかった。しかしながら200°Cの低温は接合界面でのOHが水へ変化して拡散するには不十分な温度であり、今回表面に終端した極性基の場合、従来のものより一定温度以上での寿命が短いなど従来と異なる

る反応機構がある可能性もある。他にオゾン水からの酸素が表面のシリコンのバックボンドに存在するような変質層が存在し、接合時にそこが表面のOHなどを吸収することでSi-Si接合を導いていることも考えられる。300°Cの温度では、ほぼ完全に接合しているように思われ、Fig.2のSEM観察レベルにおいては界面と思われる箇所が識別できなかった。

また、オゾン水の処理はオーバーフローではなく、溜置での浸漬でも効果があった。最終のオゾン処理は洗浄というよりも表面処理に近い物と思われる。

#### 4. 結言

高濃度オゾン水を用いた前処理をおこない、シリコンウエハー同士の直接接合を検討した。オゾン水処理後に200°C以上で加熱加圧することで接合がおこなわれることが確認できた。今後、接合メカニズムや接合強度の定量評価などを検討していく必要がある。また、オゾン水の新たな用途探索もおこなっていく。

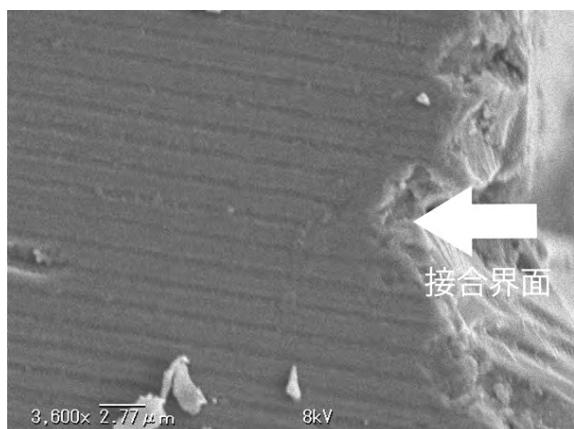


Fig. 2 Cross section of bonding interface

キーワード：MEMS. シリコン. 直接接合. オゾン水

Development of direct bonding technology using high concentration ozone water

Processing Technology Section : Tsutomu OBATA

In this study, the experiment is carried out for the purpose of bonding Si wafers using ozone water. The ozone water is high concentration O<sub>3</sub> containing water. It has high oxidation power and wafer cleaning capability. Si wafer treated by this water can get clean and OH terminating surface. This research shows two Si wafers processed by ozone water and dilute HF bond at low temperature below 300°C. The samples combined by this method have strong bond strength at substrate interface. In the future, it is necessary that this method is evaluated quantitatively by bond strength and so on. lower bonding temperature is expected with optimized conditions.

# 色素増感太陽電池用個体電解質の開発

評価技術課 角田龍則\* 機械電子研究所 寺澤孝之\*\* 企画管理部 二口友啓\*

## 1. 緒言

太陽光発電は僻地での民生用電源や非常時のバックアップ電源および携帯電源として需要があり、近年のエネルギー供給源の多様化要求に従って市場は拡大している。その中でも色素増感太陽電池は次世代の太陽電池として期待されており、軽量化が可能なこと、製造コストが低く抑えられること、材料コストが低いことなどの長所を生かした商品開発が可能である。しかし、電解質に液体を使用しているため電解液の揮発による特性劣化などの問題がある。そのため電解質の固体化などにより、特性劣化を抑えることが重要な課題となっている。

本研究では、色素増感太陽電池用電解質の固体化を目的に、電解液をゲル状にしたもの、酸化物粉末、イオン液体を添加したものを作製し、それを使用した色素増感太陽電池の評価をおこなった。

## 2. 電解質の特性評価

色素増感太陽電池用電解質としてアセトニトリルに I<sub>2</sub> (0.05M), LiI (0.1M), DMPII (0.6M), TBP (0.5M)を加えたものを標準電解液とした。標準電解液にポリフッ化ビニリデンを 10% 加えて加熱後冷却してゲル電解質を作製した。また、標準電解液にナノクレイを 10% 加えて超音波混合し、粘土電解質を作製した。

### 2.1 重量減少率の測定

標準電解液、ゲル電解質および粘土電解質をポリイミド樹脂で封止し重量の減少率を測定した。

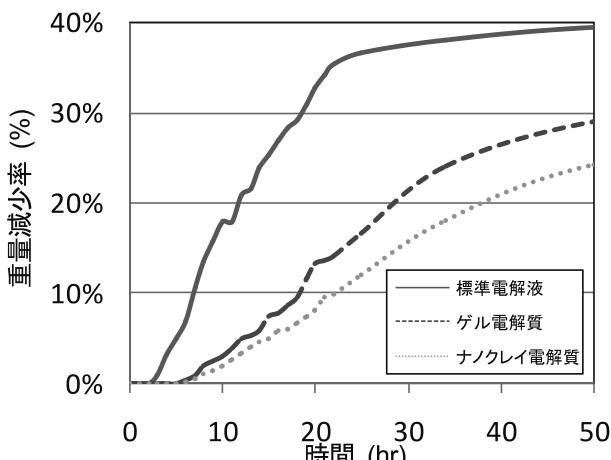


Fig. 1 The decrease of electrolytes for solar cell.

図 1 はその重量減少率と時間の関係を示す。ゲル電解質、粘土電解質の減少率は傾きが小さく揮発が抑えられていることがわかる。しかし、樹脂封止の不完全性からすべての条件で揮発による重量減が発生した。

## 2.2 電解質の抵抗測定

ガラス基板上に 1cm 間隔で白金電極を形成し、以下の電解質ペーストを印刷によって形成した。

- ・ゲル電解質 (標準電解液、ゲル化剤)
- ・粘土電解質 (標準電解液、ナノクレイ)

印加電圧 1V で直流抵抗を測定した。乾燥後、膜の厚みを測定し 1cm 角の膜の抵抗を算出した。表 1 はそれぞれの電解質材料の抵抗値を示す。直流抵抗値はゲル電解質のほうが低い値を示した。

Table 1 The resistivity of quasi-solid state electrolyte.

(kΩ · cm)	ゲル電解質	粘土電解質
サンプル 1	0.062	0.16
サンプル 2	0.057	0.31
サンプル 3	0.068	0.25
平均値	0.062	0.24

酸化チタン膜上に電解質層を形成し固化した。その後、スペーサを入れ白金電極を貼り付け抵抗を測定した。表 2 はそれぞれの電解質を使用した電池セルの抵抗値を示す。

Table 2 The resistivity of solar cells.

(kΩ)	標準電解液	ゲル電解質	粘土電解質
サンプル 1	0.41	0.75	0.44
サンプル 2	0.40	0.37	0.80
サンプル 3	0.41	0.51	0.91
平均値	0.40	0.54	0.72

ゲル化することで抵抗が増加し、3 つの中では粘土電解質がもっとも高い値を示した。また、標準電解液の抵抗値はバラツキが小さく、ゲル、粘土電解質はともにバラツキが拡大した。

## 3. I-V 特性

それぞれの電解質を白金対向電極上に塗布し、それを色素吸着した酸化チタン膜上にはりつけて、I - V 特性を測定した。また、粘性が高く揮発性の低いイオン性液体を主成分とした電解質も同様に測定をおこなった。表 3

\* 現 機械電子研究所, \*\* 現 企画管理部

は電解質材料とその I-V 特性を示す。

Table 3 The Current-voltage characteristic.

電解質	アセトニトリル 標準電解液	ゲル電解質	粘土電解質	イオン性液体
変換効率 (%)	<b>6.7</b>	<b>6.4</b>	<b>4.4</b>	<b>3.5</b>
短絡電流 (mA)	13.4	13.0	9.2	9.8
解放電圧 (V)	0.76	0.76	0.78	0.63
フィルファクター	0.66	0.65	0.61	0.57

ゲル電解質は、アセトニトリル標準電解液と比較して抵抗増加により短絡電流が低下し、わずかではあるが変換効率が減少した。粘土電解質の場合、解放電圧は増加したが短絡電流の低下が大きく変換効率は減少した。また、イオン性液体を主成分とした電解質の変換効率も 4%弱と低い値であった。粘土電解質およびイオン性液体の変換効率はチタン膜厚や色素などの組み合わせを変更することによって、ある程度改善できると思われるが、本実験ではよい結果は得られなかった。

さらにゲル電解質に、所定の酸化物粉末を 10%加えて加熱攪拌混合してよりチキソ性を改善したものを作製した。表 4 は添加した酸化物粉末とその I-V 特性を示す。直径 70nm の酸化亜鉛粉末を添加することで解放電圧が増加し、標準電解液の 9 割程度の変換効率が得られた。図 2 は使用した酸化物粉末の SEM 画像を示す。今回は酸化亜鉛のみで確認できた現象であったが、ナノサイズの粉末は、対向電極において白金からヨウ素イオンの電子移動を助ける効果があると言われており、その効果が表

れたと考えている。

Table 4 The Current-voltage characteristic of the electrolyte added the oxide particles.

電解質	擬固体型ゲル電解質				
	酸化物粉末 (粒子径 nm)	ZnO (70)	ZnO (20)	SiO <sub>2</sub> (15)	TiO <sub>2</sub> (25)
変換効率 (%)	<b>6.4</b>	<b>6.4</b>	<b>4.7</b>	<b>5.9</b>	<b>5.4</b>
短絡電流 (mA)	13.0	12.6	8.6	12.7	12.6
解放電圧 (V)	0.76	<b>0.81</b>	<b>0.81</b>	0.75	0.75
フィルファクター	0.65	0.63	0.67	0.62	0.57

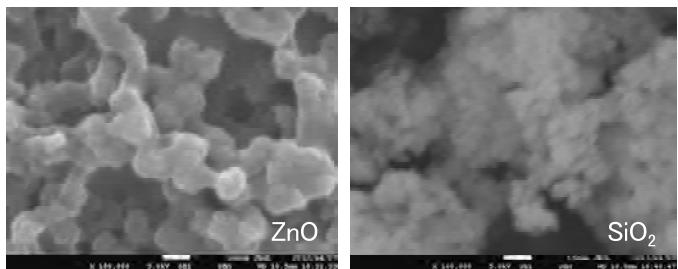


Fig. 2 The oxide particles (ZnO and SiO<sub>2</sub>).

#### 4. 結言

以上のような実験結果から、電解質の擬固体化により変換効率を低下させることなく信頼性を向上させることができた。その変換効率は、約 7%でアセトニトリルが主成分の電解質と同程度のものが実現できた。主成分としてアセトニトリルを使用し、ゲル化剤（ポリフッ化ビニリデン）、イオン性液体、ヨウ化リチウム、ヨウ素およびナノサイズの酸化亜鉛を添加したものがもっともよい変換効率をしめした。

キーワード：色素増感太陽電池、電解質、ゲル、酸化物粉末

#### The solid state electrolyte for dye-sensitized solar cells

Tatsunori KAKUDA, Takashi TERASAWA and Tomoaki FUTAKUCHI

In this study, we evaluated the decrease and the resistivity of the electrolyte for dye-sensitized solar cells. And, we measured the I-V curves of the the dye-sensitized solar cells with quasi-solid state electrolyte, evaluated the conversion efficiency of it. In addition, we evaluated the dye-sensitized solar cells with quasi-solid state electrolyte added oxide particles. We improved reliability without reducing conversion efficiency by the quasi-solid state electrolyte. The conversion efficiency was approximately 7%. The gelling electrolyte which added to ion liquid, iodine and zinc oxide of the nanosize showed the best conversion efficiency.

# 微小領域における薄膜型熱センサの試作評価

評価技術課 奈須野雅明 加工技術課 小幡勤

## 1. 緒言

微小生化学デバイス用途等の熱式流量センサへの応用を目的に、熱電対として汎用性の高い K 型(+クロメル Ni90%, Cr10%, -アルメル Ni95%, Al+Mn+Si 5%), 低温度領域で精度の高い T 型(+銅, -コンスタンタン Cu55%, Ni45%)及び比較的熱起電力の高い E 型(+クロメル,-コンスタンタン)の微小薄膜型熱電対センサを電子ビーム蒸着(EB 蒸着)およびフォトリソグラフィ微細加工技術を用いて試作し熱起電力特性を測定した。

## 2. 実験方法および実験結果

### 2.1 リフトオフプロセスの検討

一般的に金属薄膜のフォトリソグラフィ微細加工にはエッティング法およびリフトオフ法の 2 種類(図 1 参照)あり、微細なパターニングにはエッティング法が適しており、エッティングが困難な貴金属等にはリフトオフ法が使われている。前年度の T 型熱電対の試作において、リフトオフ法で試作を行っていたが、成膜金属とガラス基板の密着性が低いことが主要因で、リフトオフ法におけるレジスト除去の成功率が約 20%程度と歩留まりが悪かった。そこで、今年度当初は、密着性の影響が少ないエッティング法による試作を試みた。

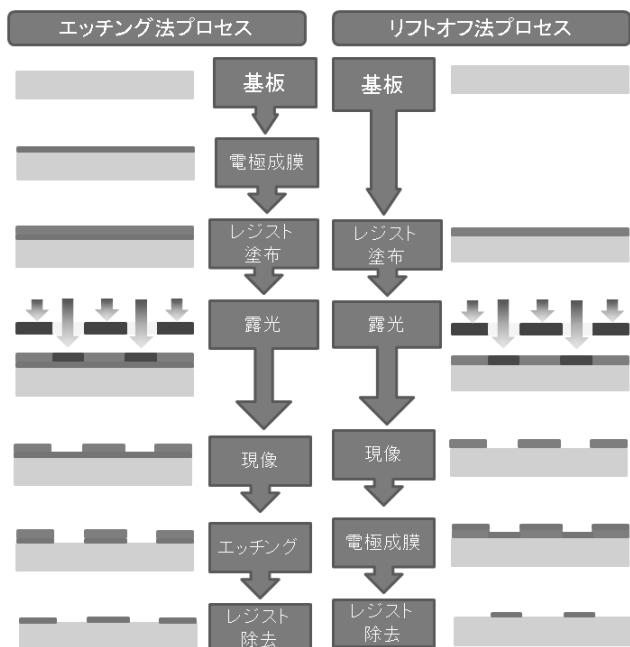


図 1 金属薄膜パターニングにおけるエッティング法およびリフトオフ法のプロセスフロー比較

エッティング法では、1 層目のパターニングには問題ないが、2 層目のエッティング際には、熱電対の 2 種の金属が重なる測温部分が先に腐食される現象がみられた。また、エッティングレートを抑えることで、パターニングを試みたが、2 層目の除去後、1 層目の多少の腐食は免れないこと、パターニングは可能であるが歩留まりも低下したことに加え、試作した熱電対は熱起電力も計測できなかった(図 2 参照)。

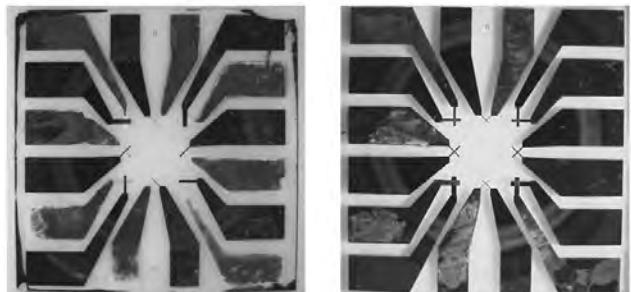


図 2 エッティング法による試作

一方の金属のみエッティングする選択的エッティング液も検討したが、対になる熱電対の合金の化学成分が近く、適したもののがなかったため、再度リフトオフ法により歩留まりの向上を図ることとした。

一般的にリフトオフ法の歩留まりの悪さは、レジスト除去の際に、成膜した金属が保護膜となりレジスト溶解液が効率よく浸透しないことがあげられる。その対策として、逆テープ型になるリフトオフ専用レジストを用いて溶解液を浸漬しやすくする手法、パルスレーザーを用いて有機膜部分のみ気化させる手法、レジストの段差を利用して物理的外力により金属成膜を切断する手法など高度な技術や装置が必要とされる。そこで、レジスト除去前に簡易的な処理を施して、レジスト膜の温度による伸縮を利用できないか検討し、膜厚、温度条件を変異させ試したところ、レジスト塗布し、露光および現像後、金属成膜(膜厚約 200nm)した試料基板を冷却プレートで冷却した状態から、レジストが焦げ付かない程度昇温したホットプレート上に基板を移し、熱を数秒加えたところ、レジスト上の金属のみ皺状になり(図 3 参照)，その基板のレジスト除去を試みたところ、容易にレジスト上の成膜金属部分のみ剥離し、リフトオフ成功率が 90%以上と歩留まりが大幅に改善した。

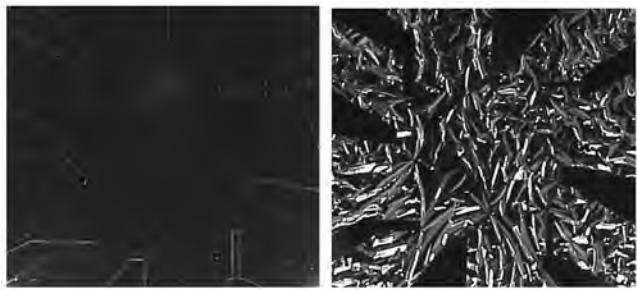


図3 前処理前後写真(左 前処理前, 右 前処理後)

## 2.2 微細加工技術を用いた熱電対の試作

1インチ各0.5mm厚のガラス基板を用いて、各種金属をEB蒸着により約200nm堆積し、前節の前処理を施したリフトオフ法によりK型、T型、E型の薄膜熱電対を4種の測温幅(400, 200, 100, 50μm)で、2対ずつ設計試作した(図4参照)

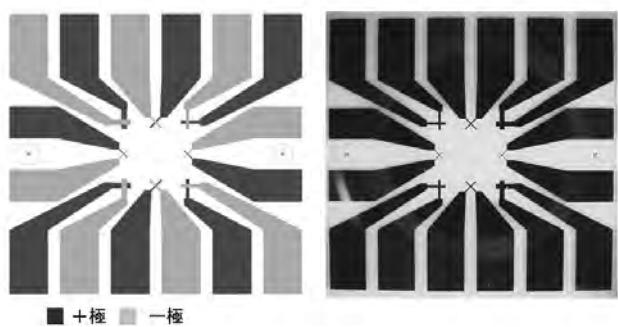


図4 試作した薄膜熱電対(左 CAD, 右 T型熱電対写真)

試作した各種薄膜熱電対の熱起電力特性の確認のため、試作熱電対とともに基準とする熱電対を2対恒温槽内に入れ、恒温槽内の温度および熱起電力を同時に測定した。恒温槽内は-50°C～+50°C間を1時間毎10°Cステップで行い、サンプリングは定温維持状態のときに行った。試験薄膜熱電対は各種熱電対と同種の補償導線で記録計に接続した。その計測結果を図5に示す。

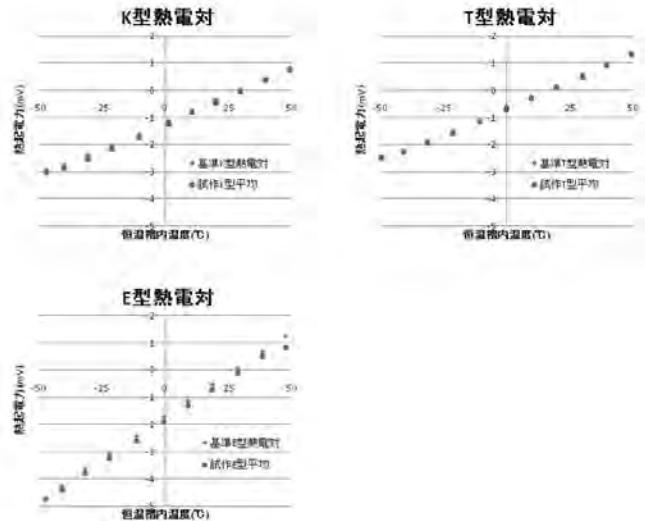


図5 試作薄膜熱電対(K型(左上), T型(右上), E型(左下))の熱起電力特性

設計した測温幅(400, 200, 100, 50μm)の減少に伴う熱起電力の違いは認められなかった。各種平均をとったところ、基準熱電対と比べ、熱起電力は基準熱起電力に比べてK型、T型、E型共通してそれぞれ、0.11, 0.06, 0.18mV程度低くなっているが、線形性は同等に保たれ、校正により市販の熱電対と同等に測温できると思われる。

## 3. 結言

極小領域用の熱式センサの開発を目的に、微小薄膜熱電対3種をEB蒸着とフォトリソグラフィ微細加工にて試作した。パターニングには、リフトオフ法を用いて、簡易的な前処理を施すことにより歩留まりが従来より大きく改善した。また、各種熱電対の熱起電力特性評価を行った。その結果、400～50μm間で同等の熱起電力特性が得られ、市販品と遜色ない線形性があることが確認できた。今後、簡易前処理を施したリフトオフによるサブマイクロオーダーの微細加工技術の確立を図るとともに、高感度の熱式センサの開発を試みる。

## 「参考文献」

- [1] 奈須野ほか, 富山県工業技術センター研究報告 No.25(2011)P.49-50

キーワード：薄膜熱電対, スパッタリング, 電子ビーム蒸着, フォトリソグラフィー

## Development of thin film thermal sensor for area

Evaluate Technology Section; Masaaki NASUNO, Tsutomu OBATA

We tried to develop Type K, T, and E thin film thermocouples for measurement of micro area. The yield of the thermocouple by the liftoff method improves by simple pretreatment. And 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 50μm scale.

# 無線センサネットワーク用超音波計測システムに関する研究

評価技術課 佐々木克浩, 材料技術課 塚本吉俊, 機械電子研究所 浅田峯夫, 金森直希

## 1. 緒言

多数のセンサと無線を利用したセンサネットワークの研究が拡大しており<sup>1)</sup>, 快適な住環境を実現するための制御などが提案されている。その中でも居住者の遠隔モニタなどがあげられており<sup>2)</sup>, この実現のためには人の行動を認識する技術が必要である。その技術のためのセンサに関して、超音波センサは距離を非接触で測定でき、さらに簡便・安価な特徴を有する。

そこで本研究では、安心・安全または快適な住環境制御に向けた人の状態推定を行うことを目的とし、超音波センサと無線モジュールを用いたセンシングシステムに関して検討する。今年度は、超音波センサにより非接触で測定した距離情報を無線によりワイヤレスでパソコンに転送するシステムの構築を行った。

## 2. システム

本研究で構築するシステムの概念図を図 1 に示す。人の行動に対応した距離情報を取得するため、送受兼用の超音波センサモジュール (MaxBotix, LV-MaxSonar®-EZ1™) を用いた。このモジュールでは、超音波センサと対象との間の距離に対応したアナログ電圧 (2.52mV/cm, 3.3V 駆動時) が出力される。そのアナログ信号は、A/D コンバータによりデジタル信号に変換された後、無線を介してパソコンに転送される。ここで、センサデータ通信を想定した近距離無線ネットワークの標準規格として、Zigbee/IEEE802.15.4 があり、これは低消費電力で通信距離が比較的長い特徴を有する。そこで本研究では、Zigbee 規格に準拠した無線モジュール(XBee Series1: Digi International) を 2 個用い (図中のホスト側と測定側), 1 対 1 通信を行うことにした。無線モジュールの主な仕様を表 1 に示す。データ取得のサンプリング周期は 100ms とした。以上により構築したシステム (実験用の試作段階) の外観を図 2 に示す。

本システムの基本動作を確認するため、直径 6mm 程度の筒と超音波センサ (センサ 1) 間の距離を 0.2m から 3 m まで変化させて計測した。距離 0.2m を基準として測定値をプロットした結果を図 3 に示す。なお、距離 3m で

は測定困難であったため図中にプロットしていない。同図より、設定距離と測定距離の差は設定距離が長くなるにつれて大きくなり、最大で 10cm 程度であった。この程度の差であれば、人の状態推定への応用では影響が少ないと考えられる。なお、この差を小さくする一方法としては、出力電圧を距離に換算する係数を校正することがあげられる。

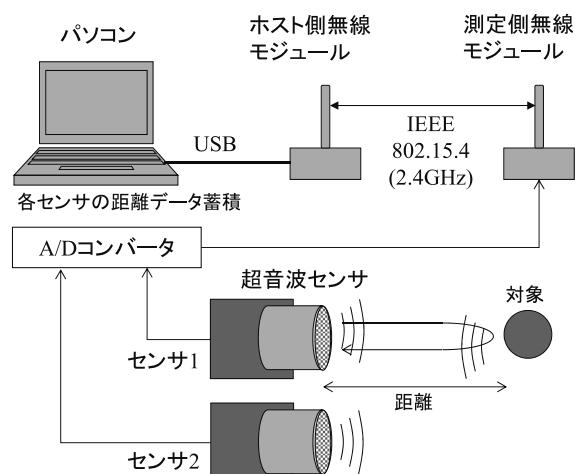


図 1 システムの概念図

表 1 無線モジュールの仕様

RF データ転送速度	250kbps
屋内伝送距離	約 30m (出力 1W)
周波数帯域	2.4GHz
入出力	10bit ADC
電源電圧	2.8~3.4V

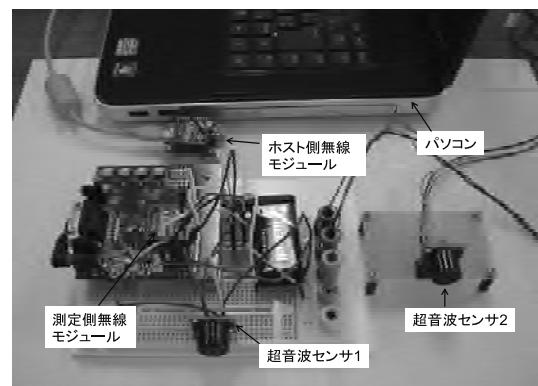


図 2 システムの外観

### 3. 計測例

本システムを用いた計測例として、「起立→着席→屈む→起き上がる→起立」といった状態（基礎実験として各5秒程度の静止状態）に対応した距離変化を計測することとし、椅子の背部にセンサ1を足下にセンサ2を設置した（図4(a)）。その計測の結果例を図4(b)に示す。同図より、センサ2は、起立および着席時に足を検知して距離が短くなっている。センサ1は、起立時に人を検知して距離が短くなり、着席時にはさらに短くなっている。屈んだ状態では人の背部が検知されず、距離は初期値と同程度となっている。起立と着席の状態変化時では、瞬間に距離が長くなっている。これは、人と壁によって生じるマルチパスの影響が原因の一つとして考えられる。このデータをもとに、状態の変わり目や動きを推定できる可能性が考えられる。なお、各状態の判別には、距離の閾値を設定することとなる。上記の実験では、2個のセンサの設置位置によっては混信が生じる場合があった。したがって、更なるセンサ数の増加やセンサ設置の自由度を高めたためには、複数の超音波センサが混信しない方法を検討することが必要となる。

### 4. 結言

本システムを用いることで、超音波センサと対象との間の距離を非接触で測定し、その距離に対応したデータをワイヤレスでパソコンに取り込むことができた。さらに、人の状態に対応した距離計測の一例を示した。本システムを基盤として、例えばベッドの足下と頭部にセンサを設置することで、施設などにおける離床検知などへの応用が考えられる。

本報告で示した計測結果は特定の条件での一例であり、

今後、実際の動作に対応した距離情報の取得を検討するとともに、人の状態を推定するためのアルゴリズムの開発を行う予定である。その際に、用途に応じてセンサの数や設置位置を検討することも必要である。

### 「参考文献」

- 1) 塚本 他, 富山県工業技術センター研究報告, 25 (2011) 33.
- 2) K. Takimoto et. al.: Proc. Symp., Ultrason. Electron., 28 (2007) 373.

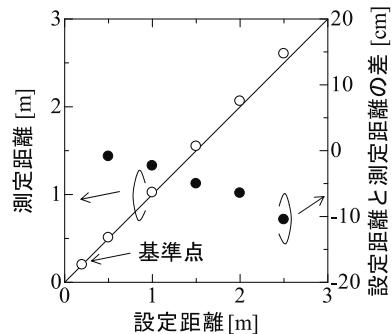


図3 距離計測結果例

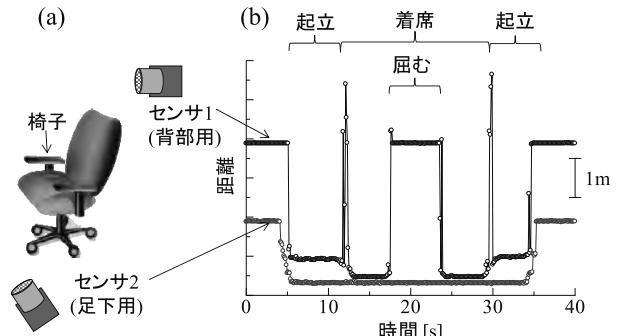


図4 人の状態に対応した距離変化の計測例

(a) 配置の概略図, (b) 結果例

キーワード：超音波センサ，無線，センサネットワーク，Zigbee，状態推定

## Ultrasonic Measurement System for Wireless Sensor Network

Katsuhiro SASAKI, Yoshitoshi TSUKAMOTO, Mineo ASADA and Naoki KANAMORI

A sensing system using ultrasonic sensors and radio modules was constructed. Using this system, the distance between an ultrasonic sensor and an object was measured with non-contact, and the data corresponding to the distance was fed to the personal computer by wireless. As an application of this system, distance data corresponding to human conditions was acquired with double ultrasonic sensors.

# 超精密加工用工具の開発と応用に関する研究

加工技術課 川堰宣隆, 機械電子研究所 杉森博\*

## 1. はじめに

近年, 機械加工による超精密切削, 微細加工の必要性が高まっている。超精密切削加工には, 精度や耐摩耗性の点で優れた単結晶ダイヤモンド工具が多用されている。今後の更なる加工精度の向上, 形状の微細化のためには, 工具自身の高精度化, 微細化が必須となってくる。

本研究では, 高精度な微細加工が可能な集束イオンビーム (FIB) に着目し, これを用いた超精密加工用工具を作製することを目的とする。本報では, 工具材として最も用いられている単結晶ダイヤモンドの加工特性について検討するとともに, 照射によって注入される Ga を除去する手法について検討した。

## 2. 単結晶ダイヤモンドの FIB 加工特性

まず, 単結晶ダイヤモンドの加工特性について検討した。図 1 は, 加工深さのドーズ量依存性である。ドーズ量が小さい場合, 加工部は除去されず微小な隆起が生じた。これは, 単結晶シリコンのそれ<sup>1)</sup>と同様であり, FIB 照射による結晶性の変化に起因すると考える。ドーズ量がそれ以上になると, ドーズ量の増加にともない加工深さは線形的に増加した。すなわち, ドーズ量を約 40 mC/cm<sup>2</sup> 以上に設定することで, 加工部を除去加工できることがわかる。

図 2 は, 加工回数を変化させ FIB 照射した時の加工部の SEM 観察像である。ドーズ量を 30 C/cm<sup>2</sup> 一定とし, 照射回数を 10~100 回の範囲内で変化させて照射を行った。すなわち, 本実験条件下において, 照射回数の増加は 1 スキャン時のビーム滞在時間の減少を意味する。加工回数が小さい場合, 加工底面は傾斜状となる。加工回数の増加にともない底面は平面状となり, 平滑な加工面が得られた。照射部の最大深さを測定した結果, 照射回数が 20 回で深さは最大となった。照射回数がそれ以上になると, 加工深さは減少し始める。照射回数が 50 回以上では, 加工深さは一定となった。滞在時間が長い場合 (照射回数少), 1 ドットあたりの加工痕深さは深くなる。同時に側面部の傾斜は大きくなる。

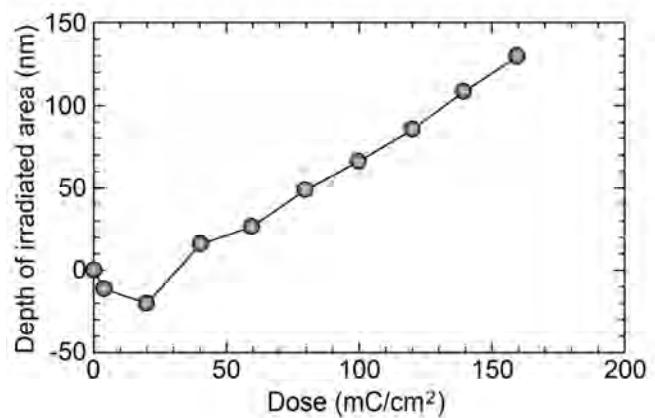


Fig. 1 Relation between ion dose and depth of irradiated area.

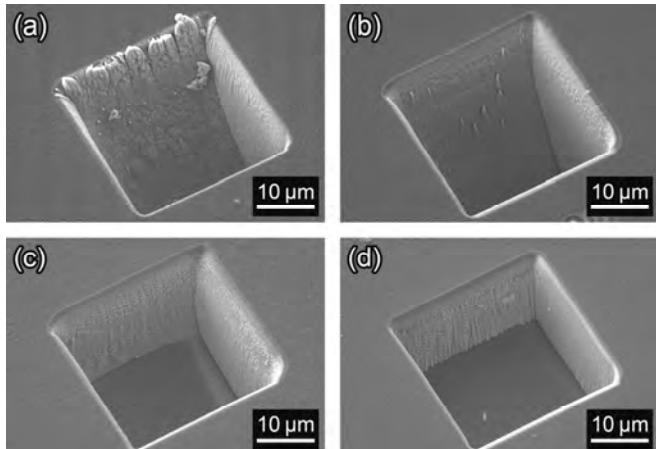


Fig. 2 SEM image of ion irradiated area at various numbers of scanning time of (a) 10, (b) 30, (c) 50 and (d) 100. The dose was controlled by number of irradiation and beam dwell time, and the total dose was constant at all conditions.

イオン照射部のスパッタ特性は照射角度によって異なり, 照射角度が大きな場合にスパッタレートが高くなる。このため, つぎのドットへ移動したときの実質的な照射角度は大きくなり, 深い加工痕が形成される。同時に 1 スキャンあたりにスパッタされる原子数も多くのため, 加工開始部付近に再付着が多く生じたと考える。一方, 滞在時間が短い場合, スパッタレートは小さく, 1 スキャンあたりに生じる再付着は少ない。同時に, つぎのスキャン時には再付着部は除去されな

\* 現 中央研究所

がら加工が進行する。このため、加工部には浅いものの平滑な加工面が形成されたと考える。以上の結果より、ビームの滞在時間を小さくし、加工回数を増加させることで平滑な加工面を形成できることがわかった。

### 3. FIB 照射部の表面改質

単結晶ダイヤモンドに  $\text{Ga}^+$  を照射すると、試料内部ではカスケード衝突が生じ、試料の一部はスパッタされる。同時に、照射イオンは内部に残留する。図 3 は、40 keV で  $\text{Ga}^+$  を照射した時の、SRIM<sup>2)</sup>により算出した Ga の深さ分布である。これより深さ約 20 nm で最大値を示し、約 40 nm まで Ga が存在することがわかる。またチャネリング効果が生じる条件では、その深さはさらに増すことが予想される。Ga が残留した工具で加工した場合、残留した Ga が加工に影響を及ぼす可能性がある。そこで照射時に注入された Ga を除去する手法について検討した。

Ga 照射したダイヤモンドに Al 形成、加熱、除去することで、Ga を除去することができる<sup>3)</sup>。これを応用して、加熱温度による Ga 残留量および表面粗さの変化について検討した。図 4 は加熱温度を変化させて処理したときの、照射部の Ga 濃度および表面粗さの変化である。加熱温度の増加にともない、Ga 濃度は減少した。また、温度が変化しても表面粗さに大きな差は見られず、良好な値を示した。以上の結果より、本手法により加熱温度を上昇させることで、FIB 照射部の Ga を除去できることがわかった。

### 4. おわりに

本研究では、FIB を用いた超精密切削加工用工具を開発するため、ダイヤモンドの FIB 加工条件依存性および Ga を除去するための条件について検討し、最適な条件を明らかにした。

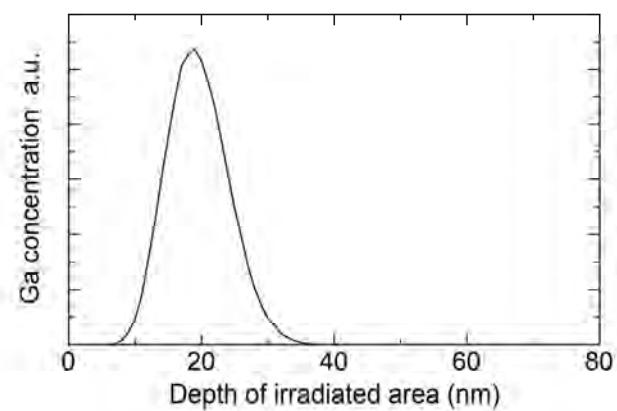


Fig. 3 Ga concentration in diamond after irradiation of 40 keV  $\text{Ga}^+$  ions, calculated by SRIM Monte Carlo simulation.

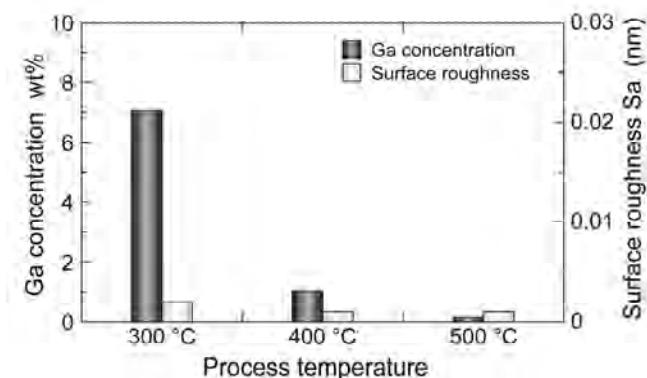


Fig. 4 Variation of Ga concentration and surface roughness of the Ga irradiated diamond surface.

実験にご協力頂いた、千葉大学 森田昇教授、高知 FEL (株) 西村一仁氏、富山大学 庭田智行氏にお礼申し上げます。

### 参考文献

- 1) N. Kawasegi *et al.*, JSME Int. J. Ser. C, **49** (2006) 583.
- 2) <http://www.srim.org/>
- 3) 笹岡ほか, 砥粒加工学会誌 **56**, 1 (2012) 40.

キーワード:超精密切削加工, ダイヤモンド, 集束イオンビーム

## A Study on Development and Application of Ultraprecision Cutting Tool

Noritaka KAWASEGI and Hiroshi SUGIMORI

This study aims to develop ultraprecision cutting tools using focused ion beam (FIB) irradiation. To investigate ion milling characteristics of diamond, dependences of the depth and shape of the irradiated area on the ion irradiation condition was investigated. The diamond surface was machined at the dose over 4 mC/cm<sup>2</sup> and smooth surface was fabricated by increasing the number of repetition rather than the dwell time. In addition, doped Ga ions were removed by aluminum formation and heating method and the temperature of 500 °C was suitable for this method.

# ガス拡散電極を用いたアルミニウム陽極酸化用電極の開発

評価技術課 関口徳朗, 奈須野雅明, 材料技術課 石黒智明\*

## 1. 緒言

アルミニウム製品には一般的に耐食性、耐摩耗性を向上させるための陽極酸化処理が施されているが、この陽極酸化処理には大量の電気エネルギーが使用されている。また陽極酸化時には陰極より水素ガスが発生するが、ほとんどの場合この水素ガスは未利用のまま廃棄されている。本研究では陰極にガス拡散電極を用い、この水素ガスより電力回収をおこない陽極酸化処理時の省エネルギーを図ることを目的とする。

## 2. ガス拡散電極法について

ガス拡散電極法は酸素を原料にすることにより、水素を発生させない反応経路で電解電圧を低下させ省エネルギーを図る技術である。ソーダ工業の食塩電解法では、1999年度から2002年度の4年間、新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）が委託した社団法人新化学発展協会によるプロジェクト研究『エネルギー使用合理化ガス拡散電極食塩電解技術開発』が行われ、約25%近くの省エネルギー効果が確認されている<sup>1),2)</sup>。

図1に食塩電解における2室法ガス拡散電解槽の構造を示す。

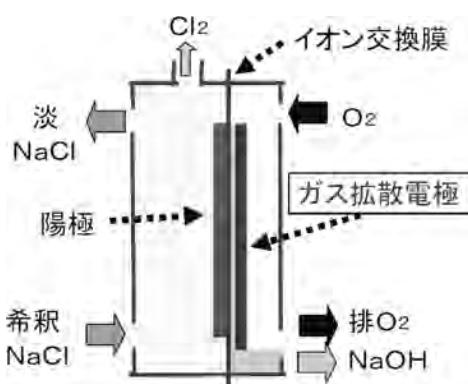


図1 食塩電解における2室法ガス拡散電解槽<sup>1)</sup>

一方アルミニウム産業では耐食性、耐摩耗性を向上させるために陽極酸化処理が多く用いられているが、その際に陰極では水素イオンが還元されて水素ガスが発生している。現状この水素ガスは大気拡散により廃棄されているが、食塩電解と同様に陰極にガス拡散電極を用いることで消費電力の削減が期待できる。図2にアルミニウム陽極酸化電解槽の現行法とガス拡散電極法の概念図を示す。ただし図3にアルミニウム陽極酸化のガス拡散電極法のモデルを示すとおり、アルミニウムの陽極酸化では20Vと高い電圧を要することから、本法では電力削減効果は5%程度となる。しかし水素ガスの発生を抑えることから、安全面で利点があると考える。

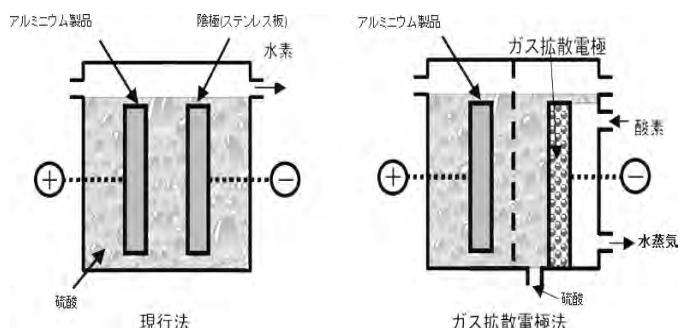


図2 アルミニウム陽極酸化電解槽の現行法とガス拡散電極法の概念図

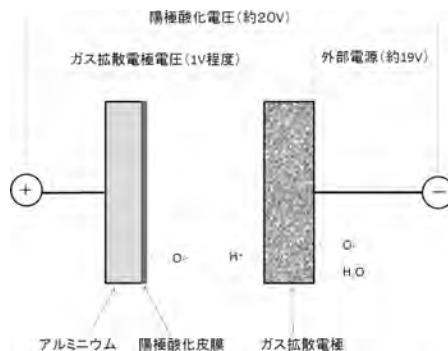


図3 アルミニウム陽極酸化のガス拡散電極法のモデル

\* 現 機械電子研究所

### 3. 実験

現在、アルミニウムの陽極酸化では硫酸陽極酸化皮膜が最も普及している方法であるが、硫酸は被処理材から溶出するアルミニウムと反応して硫酸アルミニウムを生成する。この時、電解液中にはアルミニウムイオンは数%程度含まれる<sup>3)</sup>。このアルミニウムイオンがガス拡散電極のイオン交換膜の性能に及ぼす影響を調べる必要がある。そのため、膜厚150μmのNafion膜にガス拡散電極として、Pt-Ru触媒を担持した炭素繊維不織布を140°Cで圧着したものを形成しガス拡散電極とした。

しかし、この作製したガス拡散電極を室温で20%の硫酸浴に浸漬したところ、電解質膜の膨潤に伴い電極の剥離が生じ、計測に至らなかった。

### 4. 結言

食塩電解ではガス拡散電極を陽極側へ押し付けて、ガス拡散電極とイオン交換膜のギャップを小さくすることで低電圧を得ており、ガス拡散電極の押し付け圧、陽極とイオン交換膜の接触状態、ガス拡散電極とイオン交換膜のギャップが、製品品質及び電解性能、イオン交換膜の耐久性に大きな影響を与える。<sup>1)</sup>

今回試作したガス拡散電極は熱圧着のみであったため

膨潤を抑えきれず電極の剥離に至っている。そのため今後、剛構造のセル構造体に格納しガス拡散電極とイオン交換膜の剥離を抑制するとともに、構造体材料に耐硫酸性の高い材料を用いるなどの改善が求められる。

### 「参考文献」

- 1) (社)新化学発展協会、共同研究エネルギー使用合理化ガス拡散電極食塩電解技術開発成果報告書
- 2) 坂本健二、吉光幹治、榎孝：TOSOH Research & Technology Review Vol. 47 (2003) 50-54
- 3) 軽金属協会：アルミニウム技術便覧 (1996) 942-945

キーワード：アルミニウム、陽極酸化、ガス拡散電極

## Development of Electrode for Anodic Oxidation Using a Gas Diffusion Electrode

Noriaki SEKIGUCHI, Masaaki NASUNO, Tomoaki ISHIKURO

The process of anodic oxidation of aluminum, use huge amounts of electricity. Anodic oxidation using a gas diffusion electrode has the potential to become energy-saving. In this study, it was the prototype of a gas diffusion electrode used in the anodic oxidation, failed due to lack of strength. Improvement is required in order to suppress diffusion electrode and the ion exchange membrane.

# パワーアシスト型ロボット技術の開発

加工技術課 清水孝晃 機械システム課 金森直希

## 1. 諸言

富山県ではロボット産業を次代の成長産業の柱の一つに位置付け、ロボット産業振興に向けた事業を取り組んでいる。特に、福祉系用途のロボット開発に注力しており、その一つとしてパワーアシスト型のロボットが注目されている。

本研究では、パワーアシスト型ロボットの基礎となる関節変位や筋電位のセンシング、アシスト力の制御技術の開発とアシスト機構の検証を行った。

## 2. 実験装置

### 2.1 アシスト機構

肘関節のトルクをアシストする機構を開発した。試作した装置を図1に示す。1軸の回転ヒンジを介してフレームを結合する方式とし、フレームはベルトにより腕に取り付けるとともに肩部に掛ける構造とした。機構が負荷できるトルクは1.2Nmでしたが、腕に力やトルクを負荷できることから、これより大きなトルクを与えることも可能であると見込んでいる。

アシストはモーターにより行うものとし、出力20Wのモーターを1/400に減速し、最大トルク14Nm、最大回転速度16rpmとした。試作したシステムの質量は約1800gとなった。上腕部分が約1250g、肘部分が約550gである。モーターは上腕側のフレームに取り付けることとし、自重による負荷を軽減させた。

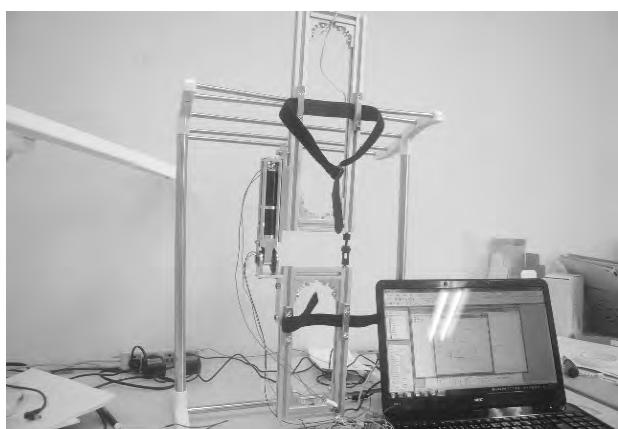


図1 パワーアシストシステム

### 2.2 モータードライバー

アシスト用モーターはパルス幅変調方式(PWM)回路により制御することとした。電圧±5Vとし、パルス通電幅を0s~40μsの間で変化させ、モーターの回転速度とトルクを変化させる。

モーターの駆動周期とデューティー比はH8マイコンボードで出力させ、TFTで増幅しモーターを駆動した。モーターの回転方向は順方向、逆方向ともに回転可能とするため、駆動信号を反転できる回路設計とした。

### 2.3 アシスト量演算プログラム

アシスト機構に組み込んだポテンシオメータからアシスト機構の関節角度を検出し、その位置と指令値との差が0になるようにモーターを駆動するようにした。

制御方法はPI制御とした。位置による制御であるP制御では目標位置へは到達しなかったが、運動量による項を加えたPI制御では目標値まで到達し移動速度も速くなった。演算周期はプログラム上で1msとし、実測では7msとなった。

## 3. システムの検証

### 3.1 関節角度によるアシスト量決定

片麻痺患者のリハビリを想定し、健常な側の肘の曲げ角に応じて麻痺側の肘を曲げるシステムを試作した。健常側の曲げ角θ1と麻痺側の曲げ角θ2との差が0になるまで麻痺側をモーターにより駆動し曲げるものとした。

θ1とθ2の関係を図2に示す。θ1に対してθ2が追従していないことがわかる。制御方法はPI制御とし、I成分の重みづけを変えてみたが変化は見られず、本システムの能力ではこれ以上迅速に応答させることは不可能であった。

実際の装着感は、応答の遅れを感じさせるものであった。特に、θ1の移動量の超過を修正すべくθ2を止める又は戻す時に顕著に感じられた。また、アシスト機構と腕の密着感がなく、動作に伴い、それが生じアシスト機構の動きに腕が追従しないという問題が発見された。

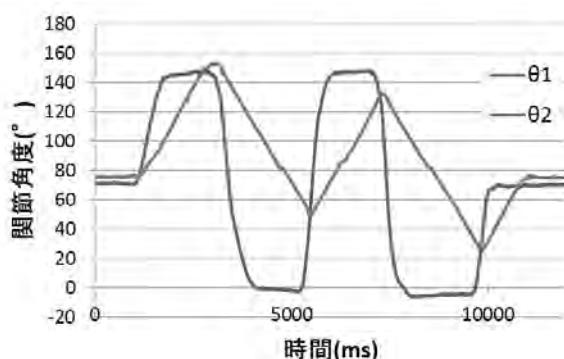


図2 指令値( $\theta_1$ )に対する機構の動作( $\theta_2$ )

### 3.2 筋電による制御

筋電センサには筋ピカ(追坂電子機器)を用いた。腕の曲げ伸ばし動作時の筋電の変化を調べた。筋電センサは腕の筋肉の場合肘サポーターにより固定し、その他の場合両面テープにより固定した。腕を伸ばした状態を $0^\circ$ とし $40^\circ, 80^\circ, 40^\circ, 0^\circ$ と変化させた。腕に何も持たない無負荷状態と、1.6kgの錘を持った負荷状態で測定した。負荷状態での結果を図3に示す。センサからの信号は筋肉が緊張していない時に0を発生し緊張が大きくなると350に増えていく。

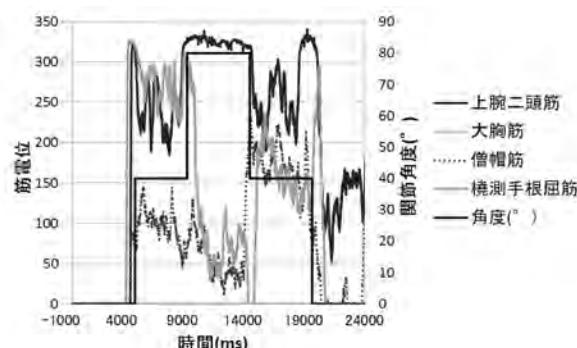


図3 関節角度に対する筋電信号の発生

#### 3.2.1 上腕二頭筋からの信号

上腕二頭筋は腕を曲げる作用をする筋肉であり、荷物を持ち上げる際に仕事を行う。負荷状態での腕

の曲げ角度と筋電の変化は曲げ角度の変化に関わらずフルスケールに対して90%以上の筋電を発生していることがわかる。

#### 3.2.2 大胸筋からの信号

腕で荷重を支える場合、上腕二頭筋や上腕三頭筋が直接的に使われるが、着衣状態でこれらの部位に筋電センサを取り付けるのは煩雑である。このため腕に近くセンサを取り付けやすい大胸筋上部に着目したが、腕の動きに対して大胸筋からの筋電は検出されなかった。

#### 3.2.3 僧帽筋からの信号

同様に僧帽筋(肩の筋肉)に着目した。腕の動きと僧帽筋の筋電との関係を測定したが、 $40^\circ$ に保持した状態で筋電位が35%程度検出された。特に戻し側( $80^\circ \rightarrow 0^\circ$ )での運動で大きく検出された。実際の作業では腕を多少曲げた状態で保持することが最も辛い状態であるのでこの信号は有効に利用できると考えられる。

#### 3.2.4 機測手根屈筋からの信号

手首を引き寄せる筋肉に着目した。 $40^\circ$ の姿勢で70%程度の筋電位が検出された。僧帽筋同様の利用が見込まれる。

#### 3.2.5 筋電を利用したアシスト

上腕二頭筋および僧帽筋からの信号により制御した。筋電信号が閾値を超えた場合に一定量のアシストを行うこととした。機構は動作したが、腕との装着性に問題があり、適切なアシストとはならず、負担軽減には課題が残った。

## 4. 結言

肘関節角度と筋電位情報を取り込み、アシスト量を演算しモーターを駆動するシステムを開発することができた。アシスト時の違和感や腕と機構の動きの不一致が見られ、腕への装着方法、関節機構の見直しが今後の課題となった。

キーワード：パワーアシスト、ロボット技術、肘関節、筋電位

## Development of power-assist robot

Takaaki SHIMIZU, Naoki KANAMORI

Power-assist-robot for joint of elbow were developed. Motor-driver is driven for PWM-method. Sensing system of joint angle and muscle-potential is developed for AD-convert. This system command assist-motor to drive the joint at sensed-information. This system have a disagreement with elbow-movement and assist-mechanism.

# ノイズ対策のための電磁波シミュレーションの研究

評価技術課 宮田直幸

## 1. 緒言

平成23年度若い研究者を育てる会「LED照明のEMC・ノイズ対策に関する研究」において、ケーブルにより発生するコモンモードノイズの重要性が見いだされた。 CISPRでは、実使用環境という規定があるのみであるので、製造業者としては、できるだけ、ケーブルの影響の仕方を知り、製品とは切り離して考えたいはずである。また、一方では、実使用環境での使用を想定した、より他の電子機器に優しい、放射ノイズの少ない製品の開発のためにも重要な事である。ところが市販の電磁波シミュレーションソフトウェアでは、電荷密度やその保存があらわには取り扱われておらず、そのためコモンモードノイズの記述が不十分であると考えられる。そこで、ケーブルによるコモンモードノイズのシミュレーションに向けて、数値計算コードを作成した。

## 2. 方法

### 2.1 数値計算法

電磁波の数値計算法としては、FDTD法が多く用いられているが、本研究ではCIP法(M型)[1]を用いた。FDTD法とCIP法の長所と短所をまとめると[2]、

#### FDTD法

長所：

- ① プログラミングが容易である
- ② 計算時間や必要メモリが少ない
- ③ 振幅誤差がほとんどの周波数において、無視できる、つまり周波数領域では有利である

短所：

- ① 位相誤差が周波数の高い領域で大きくなる、つまり時間領域では不利である
- ② 無反射境界条件の考慮が必要

#### CIP法

長所：

- ① プログラミングはFDTD法よりは複雑だが、理解しやすい

② 位相誤差が全帯域にわたって、ほとんど無視できる、つまり時間領域では有利である

③ 無反射境界条件を簡単に与えられる

④ CFL数にとらわれず計算できる

短所：

① 振幅誤差が周波数の高い領域で無視できない、つまり周波数領域では不利である

② 値だけでなく、微分値も各格子点上で定義するため、必要メモリ量が多く、計算量も比較的多い

スペクトルを見たいのであるから、FDTD法の方がふさわしいように思えるし、境界条件の部分だけはCIP法を取り入れるCIP-FDTD法という手法も存在する[3]。しかしながら、コモンモードノイズにおいては、時間領域の正確さが効いてくると思われるため、FDTD法の方が良いと一概には言えないと考えられるし、必要メモリ量が多い事も、その分精度が良い事で取り戻せると言われている事もあり、CIP法を用いる事とした。

M型とは、x微分のy方向の変化を求めるのに、xy微分を用いるかわりに、単純に線形補間する方法である。精度が落ちるかわりに、高次元への拡張が容易である事や、メモリの使用量を減らせる事といった利点がある。また、x方向で移流させた後にy方向、z方向と移流させる方向分離(directional splitting)と呼ばれる手法を用いた。

## 3. 結果および考察

Fig.1, Fig.2に2次元電磁波シミュレーションの結果を示す。可視化はMathematicaを用いて行った。

Fig.1, Fig.2では何の問題も存在しないように見えるが、実は補間の仕方やdirectional splittingの方向依存性の現れとして、異方性が現れている。そもそも電磁波シミュレーションのCIP法でdirectional splittingが使われているのは、移流の考え方をあてはめたいが、Clifford代数の非可換性から同時対角化できないので、それぞれの方向に分けて計算を行っているのだと思われるが、波動方程式は基本的に等方的であり移流ではないので、あまり適していないと考えている。

#### 4. 結言

電磁波シミュレーションコードを作成した。現状では、明確なバグが無い事を確認したに過ぎないが、厳密解との比較検証、電子回路基板からの放射ノイズの再現、また、directional splitting に頼らない方法も考案したので、それを活用して、ノイズ対策を今後議論していきたい。

#### 「参考文献」

- 1) 矢部 他, CIP 法, 森北出版 (2003)
- 2) 土屋 他, CIP 法による音波伝搬シミュレーション, 電子情報通信学会技術研究報告(超音波 US), pp. 1-6, 2006. 11.

- 3) Fukayasu, et al.: A novel technique combining CIP method with FDTD method for implementing efficient absorbing boundary condition in 3-D high frequency electromagnetic field analysis. IEEE Trans. Magnetics. 44, No.6, pp.1470-1473 (2008).

#### 「謝辞」

若い研究者を育てる会の共同研究者の皆様に深く感謝いたします。

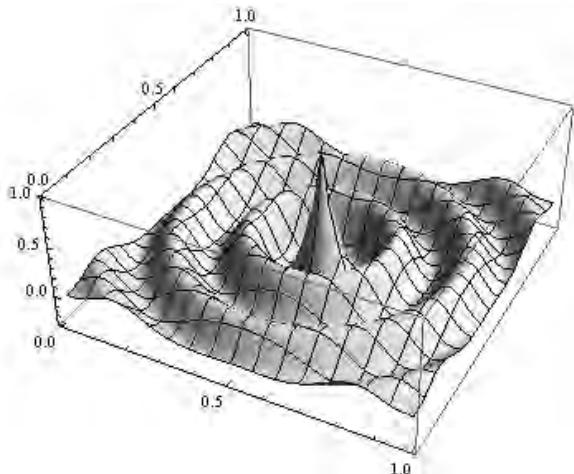


Fig. 1 2D propagation of z component of oscillating electric field.

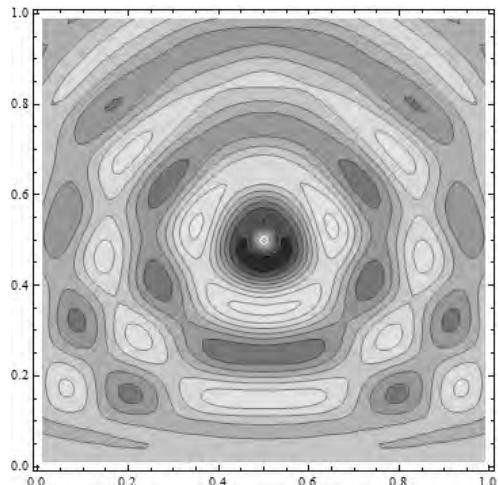


Fig. 2 2D propagation of z component of oscillating electric field in the presence of a conducting plane.

キーワード：電磁波、シミュレーション、CIP 法、EMC、ノイズ対策、

#### Electromagnetic Wave Simulation for EMC

Evaluation Technology Section; Naoyuki MIYATA

That common mode noise generated by cables gives a significant contribution to radiated spectra was found in a previous study. Although it is simply specified that an EUT must be in a test arrangement that is representative of typical installation practice in CISPR, distinction between noise generated from cables and that from other than cables is important in terms of

# セラミックスコーティングによる高遠赤外線放射纖維の開発

加工技術課 岩坪 聰, 美濃顔料化学(株) 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である。この特性向上のためには、遠赤外線放射率の高いセラミックスを纖維に練り込む遠赤外線加工処理が有効である。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、セラミックスコーティング工程の最適化を行った。

## 2. 実験方法及び結果

コート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  $\lambda$  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。 $TiO_2$ ,  $SiO_2$ , ジルコン粉体等をペレットに固めて、それらの放射率の測定を行った。 $SiO_2$  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。

図 1 にジルコン粉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、 $\lambda$  が 10.5 と 16 μm と不純物と思われる吸収端があることが分かった。ここで  $\lambda$  が 8 μm 以下の範囲で、表面粗さの影響と思われる放射率の低下が見られることが分かった。そこで、100 nm 以下のコロイダルシリカとアルミナを綿にコートした場合の放射率を測定した。この場合粒径は測定波長の 10 分の 1 以下で、表面粗さは非常に小さくなっている状態である。この処理によって  $\lambda$  が 6 μm 以下の範囲で、ブランクの綿に比べ 10% 以上の放射率の上昇が見られることが分かった。このことは、この波長の範囲は表面粗さの影響を強く受ける領域であることを示している。

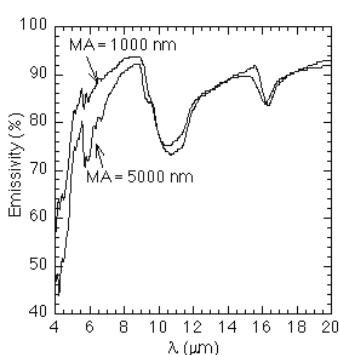


図 1 ジルコン粉体ペレットの放射率スペクトラム

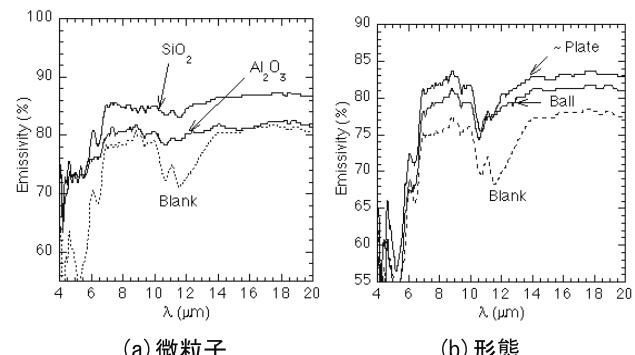


図 2 微粒子の処理液と形態の異なるセラミックス粒子の処理液によるコーティング処理の放射率スペクトラムの変化

次に、球に近い形態のセラミックスと少し扁平な板状の形態の異なるセラミックを水溶媒としたスラリーを作製し、それに綿布をつけてセラミックス粒子を練り込んだ。放射率の上昇に関して、球状のものは 4% 程度にとどまるが、扁平な形態粒子を使用することで放射率が 6% 以上増加することが分かった。纖維のような立体形状の場合、粒子形状がコート量に大きく関連していることが分かった。

図 3 に使用した未処理の綿布の SEM 像を示す。(a) の未処理では綿の纖維径は 5 から 8 μm 程度有り、その表面が滑らかであることが分かる。この形態の表面に高密度にセラミックスを強固にコートする必要があるため、接着剤の選定と、粒子の凝着制御技術が重要なになってくる。(b) に綿にセラミックスをコートした SEM 像を示す。これは高い遠赤外線放射率を示した纖維である。3 μm 程度の粒子が多く吸着していることが確認できた。このようなコートの状態にしないと、高い遠赤外線放射率を示さないことが確認できた。

今後、粒子の形態や複合化を最適化し、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。

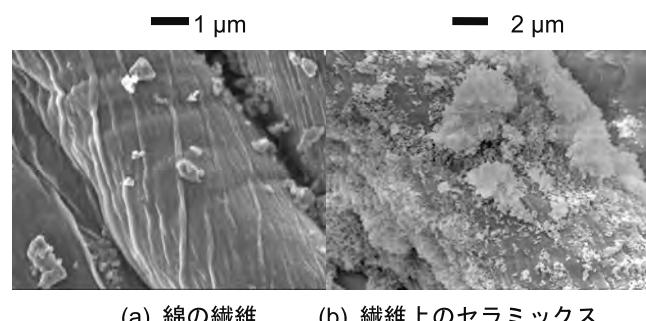


図 3 未処理綿とコーティング処理を行った綿の SEM

# エンジン部品用セラミックス膜の摩耗メカニズム解明 及び表面処理技術に関する研究

加工技術課 岩坪 聰, 大同工業(株) 奥村 善雄

## 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、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などの品質特性が重要になる。このようなセラミックス膜を摺動部品に適用する場合、膜は単に硬ければ良いわけではなく、相手材料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等が必要になる。

一方で、エンジン内部の環境はオイル潤滑されているとはいえ、その温度が150°Cほどに達する場合もある。また油は熱伝導率が悪いことも有り、摺動に伴う摩擦熱などによる局部的な温度上昇も考えられるため、代表的炭化物硬質膜であるCrC膜について、その表面の硬さや膜の構造変化を調べた。

## 2. 実験方法及び結果

作製したCrC膜を電気炉にて1時間加熱した後、膜構造をX線回折にて評価した。膜の機械的特性を評価するためのナノインデンテーション試験には、株式会社フィッシャー・インストルメンツのピコデンターHM500を用いた。ナノインデンテーション試験用の圧子は先端半径が500 nm以下のビックアース圧子を用いた。

図1にアニール温度 $T_A$ を、室温の30°Cから750°Cまで変化させた場合のX線回折パターンを示す。作製された膜はCr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>で、内部に少しFe<sub>2</sub>Cを含んでいた。 $T_A$ が600°C以上でCr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(006)のピークが観察され、表面で酸化が進むことが分かった。

図2に、アニールした膜のナノインデンテーション試験の結果を示す。ここでは、最大荷重を500 mNとした場合のセラミックス膜をコートした部材表面から試験した際の荷重変位曲線とHMの深さ依存性を示してある。曲線(a)は荷重-変位線図であり、その曲線から圧子先端の形状補正を行うことにより(b)のHMが計算される。 $T_A$ が30から400°Cまでは荷重変位曲線には大きな変化がなかった。 $T_A$ が600°Cから軽荷重で押込み深さが増えるが、高荷重では余り変化がないことが分かった。つまり、アニールにより表層90 nm程度まで酸化が進行していると考えられた。(b)に圧子形状

補正を行い、マルテンス硬さHMを求めた結果を示す。 $T_A$ が400°C以下の場合、5 nm以下でHMは小さくなっているが、それより深い場所で13000 MPaの値を示していることが分かる。この値が膜のHMである。 $T_A$ が600°Cでは、20 nm以下で3000 MPa、700°Cでは100 nm以下で2000 MPaと非常に小さな値を示した。この部分が、表面酸化によって柔らかくなつた部分を示していると考えられる。ナノインデンテーション試験では、表層の酸化膜まで評価できることが分かった。この手法を他の材料にも応用し、高温でも優れた摺動材料の開発に繋げる予定である。

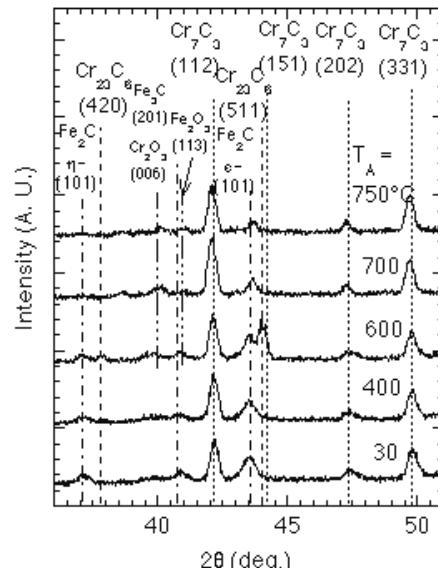


図1 CrC膜をアニール処理したときのX線回折パターン

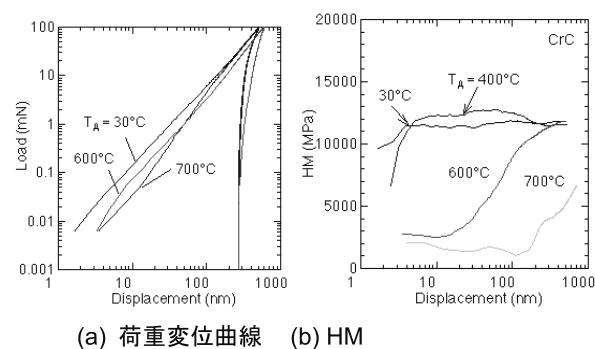


図2 作製したセラミックス膜の荷重変位曲線とマルテンス硬さHMの深さ依存性

# 航空機用高強度アルミニウム合金の押出し技術の開発

材料技術課 土肥義治\* 産学官連携推進担当 山岸英樹\*\* 加工技術課 川堰宣隆

ワシマイヤー(株) 餅川昭二 竹田孝一 嶋崎浩一 (国)富山大学 高辻則夫 会田哲夫 沖田真吾

## 1. 緒言

航空機用高強度アルミ合金として知られる超ジュラルミンや超々ジュラルミンは、熱間での変形抵抗が高いのに加え固相線温度が低く、一般的のアルミニウム合金よりも押出し性が著しく劣り、高コストで、押出し形状の制約も多い。このため、国内押出しメーカーでは、生産性・設計自由度の低い押出し方法(間接押出し法)での生産やビレット調達に苦慮しているのが現状である。

そこで本開発では、熱間加工の容易でない高強度アルミニウム合金に、特殊な塑性加工を付与することで、微細な組織を有するビレットを試作し、押出し加工性が良好で生産性・設計自由度の高い直接押出し法の適用について、従来の連続鋳造ビレットと比較検討した。

## 2. 実験方法と結果

### (1) 押出しビレットの作製

高強度アルミニウム合金のなかでも、7075合金は超々ジュラルミンとして航空機産業を中心に、最も普及している高強度アルミニウム合金である。本開発では、7075合金を従来材(比較材:A)として、独自に不純物を低減した成分調整ビレット(7000系開発材:B)を調達し、さらに、塑性加工プロセスを開発材に付与することで、新たな組織微細化した押出しビレット(C,D)として比較検討した。

4種類(A~D)に対して、結晶方位解析(EBSP)を用いた粒径測定の結果、塑性加工ビレットでは、約7μmまたは約4μmでランダムな結晶方位を有する極めて微細粒に調整可能であることを確認した。(図1)

### (2) 押出し実験と押出加工限界曲線の検討

富山大学保有の200ton押出し装置により、425°C, 450°C, 475°C, 500°Cの4条件、ラム速度は1~10mm/sと幅広く設定することで材料のテアリング発生限界を観測し、押出加工限界曲線を詳細に調べた。(図2) その結果、B材ではA材と比べ押出し加工性が約2倍向上しており、C材は押出し温度が450°C, 475°CにおいてA材と比べ約3倍押出し加工性が向上していることが判明した。

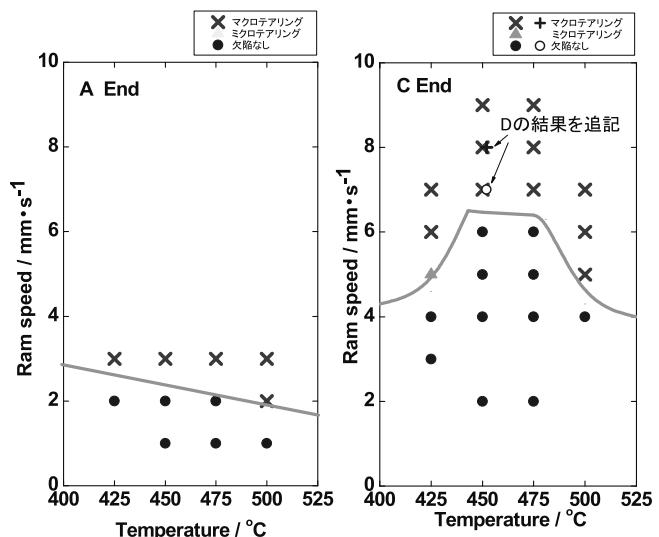


図2 押出加工限界曲線の例

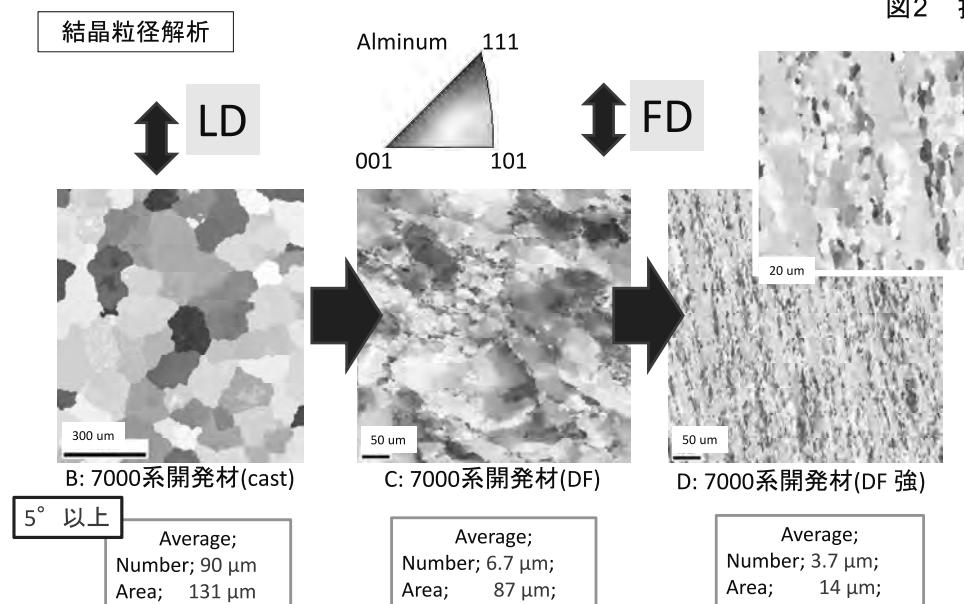


図1 ビレットの結晶粒径

また、良好な押出し材から本合金系に適した熱処理を施し、引張試験を行った結果、いずれも530MPa以上の極めて高強度が発現し、伸びも約14%以上有することが確認できた。

## 謝 辞

本研究は、財団法人富山県新世紀産業機構平成23年度新商品・新事業創出公募事業の助成を得て実施されたことを記し、謝意を表する。

\* 現 企画管理部, \*\* 現 商工企画課

# ピエゾ抵抗素子の作製条件と評価に関する研究

加工技術課 小幡 勤 (株)ワコー 角谷哲哉

## 1. 緒言

半導体回路製造技術を用いて作製されるピエゾ抵抗素子は、基板となるシリコンにボロンやリン原子をドープすることによって形成される。原理となるピエゾ抵抗効果とは、応力によって形成された素子部のバンドギャップが変化することで抵抗率が変わる現象のことである。ピエゾ抵抗素子は、半導体式圧力センサや加速度センサなどに応用され、センサの小型化と高感度化に大きく寄与した。

またロボット用センサなどにおいて指先の応力を検出する小型のセンサが求められるようになってきている。本研究は、そのような用途に使用できる力覚検出用ピエゾ抵抗素子の作製をおこなったものである。

## 2. センサの設計

センサは、半導体回路製造技術をベースとするMEMS技術を用いて試作した。基板はN型シリコンとし、そこにP型ドーパントであるボロンを拡散することでゲージ抵抗素子を形成した(Fig. 1)。ボロンソースは、固体拡散源を用いた。このソースはセラミック基板にボロンガラスを浸透してあるもので、熱処理を加えることで揮発したボロンガラスがシリコン基板に付着、そこからボロンがシリコンに熱拡散する。ドーパントは使用前に活性化のための熱処理を20~30時間おこなった。応力を検出するゲージ抵抗は、3軸加速度センサと同様の抵抗配置とした。

プレデポジッショニングをおこなった後は、表面のマスク酸化膜成長もかねて酸素雰囲気中でドライブインをしている。また、電極取り出し部にはオーミックコ



Fig. 1 Piezoresistive element

ンタクトを確保するためにメタル伝導に近い状態を示す程度までボロンを高濃度でドープした。

なお本プロセスでは、拡散炉実温度とヒーター制御器との温度差を校正し、拡散温度がより正確になるようにしている。

## 3. 試作結果

ボロンの拡散濃度は、感度温度特性がゼロになる $2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ となるように拡散温度と拡散時間を調整した。試作した素子のシート抵抗は約 $110\Omega/\square$ で、ゲージ抵抗の値は $11\sim12k\Omega$ であった。また、ピエゾ抵抗の抵抗温度係数 $\alpha$ を測定したところ、約 $1700\text{ppm}/^\circ\text{C}$ であった。ここから算出される拡散濃度は約 $2 \times 10^{18}/\text{cm}^3$ と推測され、所望の拡散濃度をもつゲージ抵抗が得られていることが確認できた。

試作したセンサ素子は、金属製の起歪体に貼り付けることにより応力を検出することで力を測定する“力覚センサ”として応用した(Fig. 2)。このセンサは、ピエゾ抵抗素子の配列がX-Y-Zの3軸に感度が得られるような配置であることから、3軸力覚センサとして機能する。本センサは、外形 $\varphi 10 \times \text{厚み } 7\text{mm}$ 、外形 $\varphi 20 \times \text{厚み } 12.3\text{mm}$ の2種類であり、例えばロボットの指先の力覚センシングに用いることができる。

## 4. 結言

MEMS技術を応用して、ピエゾ抵抗素子を試作した。試作した素子を用いて、超小型の3軸力覚センサを試作、商品化した。今後、超小型3軸力覚センサの量産化に向けてプロセス改善を図っていく予定である。



Fig. 2 Piezoresistive 3-Axis Force Sensor

# イオンビーム加工によるナノインプリントモールドの離型性向上

加工技術課 小幡 勤 材料技術課 大永 崇

(株)不二越 佐藤嗣紀

## 1. 緒言

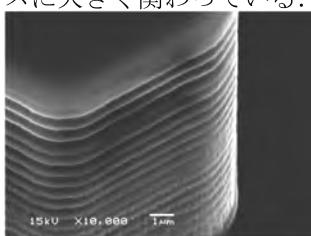
イオンを利用した加工方法は、様々な用途で活用されている。その中でもガスクラスターイオンビーム(Gas Cluster Ion Beam: 以下 GCIB)は、数百以上の原子や電子が集合したクラスターをイオンビームとして対象に向けて照射する技術で、単イオンビームと比較してワーク表面を低損傷で微細加工できることが特徴である。

またインプリント技術による樹脂などの成形技術は、ナノ～マイクロサイズのオーダーで盛んに行われるようになってきた。その際、型となるモールド表面に存在する凹凸は、例えば光デバイスなどの応用への妨げになり、さらにインプリント時の離型力の低下とばらつきをもたらしている。本研究では、シリコン深掘り技術で作製したスタンパー表面に対し GCIB 技術を用いて平滑加工を行い、その効果を確認している。

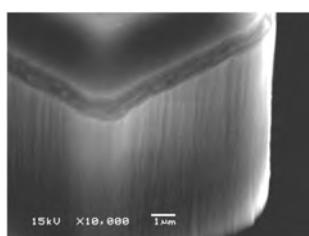
## 2. 実験方法

### 2.1 ガスクラスターイオンビーム (GCIB)

GCIB 装置は株式会社不二越で開発したものを使用した。チャンバー内に導入されたソースガスは、ノズルから真空中に飛び出した際の断熱膨張により、ガスクラスターを形成する。数 mm 径の穴の開いたスキマーでクラスターと単イオンを分別し、イオナイザーでイオン化して加速する。加速されたクラスターは、ワークに衝突した後に表面に沿うように広がっていく。これをラテラルスパッタといい、表面の平滑化プロセスに大きく関わっている。



(a) original



(b) after processing

Fig. 1 SEM images of Si mold

## 2.2 実験方法

加工用サンプルは、シリコン深掘り技術 (Bosch Process) で作製した Si モールドを用いた。モールドは、内接円直径 10μm、高さ 14μm の六角ピラーが、25μm ピッチで 6 万個程度配列している。その側面には、深掘り技術に特有のサブミクロンサイズのスキヤロップが多数形成されている。このスキヤロップを除去することを目的として、Ar をソースとした GCIB を用い、加速電圧 30kV、ビーム電流 3.4μA/cm<sup>2</sup> で、Si モールドに対し垂直にビームを照射した。

## 3. 実験結果および考察

図 1 は GCIB による平滑化をおこなったモールドの SEM 像である。側面に見られる 0.5μm 程度の凹凸がきれいに除去されている。ビーム方向に沿って縦筋のようなものもみられ、モールド頭頂部が面取りされる結果となった。ビームの入射角を大きくしていくとスキヤロップが残留し始め、30°くらいになると明らかに凹凸が観察される。

また本モールドを使用しての離型テストも行ったが、GCIB モールドは処理しないモールドと比較して、離型力が低く、ばらつきも少ない結果が得られた。また GCIB 処理時のチャンバー内の雰囲気に酸素や水が残っていると、表面が浅く酸化される傾向があり、それによって成形用樹脂が接着してしまい、離型しにくくなる傾向が見られた。

## 4. 結言

GCIB を用いることで、マイクロ構造の側面を平滑加工することができた。本技術をインプリント金型などに応用することで、光素子などへの応用や離型性の改善などが今後期待される。

### 「参考文献」

- ・ 佐藤 嗣紀：ガスクラスターイオンビームによるインプリントモールドの離型性向上、2011 年秋季第 72 回応用物理学会学術講演会 30a-ZN-1

# 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)オーギヤ 水島昌徳 高木哲王

## 1. 緒言

ロボットなどに使われる触覚センサは、掴み力（把持力）をモニターしつつ、物をつかむ動作になくてはならないデバイスである。しかし、ロボットが生活の中で身近になってくると掴みやすいものを取り扱うという事象に加え、紙コップなど握った際に滑り落ちるようなものを持つこともあり得る。したがって、把持力だけでなく滑り力（せん断力）の情報を得ることは、滑り落ちようとするコップを保持する動作をする際にその現象をフィードバックさせることを可能にする。

本研究では、これまでの超薄型触覚センサをベースとしてせん断力検出機能を付加したセンサを開発した。

## 2. センサの試作

センサは、スクリーン印刷で形成された銀電極パターン付 PET フィルムに、外力によって変形する導電性シリコンラバーによって構成されている。このシリコンラバーが変形した際に PET フィルム上の電極との間に形成される静電容量の変化によって力の検出を行う。さらにせん断力を得るために、制電容量形成板を追加し、フィルムにそれと対向する電極を形成することで滑りによって変化する容量を得られるようにした。

センサは、外形が  $\phi 10\text{mm}$ 、厚さは  $1.5\text{mm}$  である。静電容量板は、導電プラスチック型、アルミ型ともに外径  $\phi 6.4\text{mm}$ 、内径  $\phi 3.2\text{mm}$ 、厚さ  $1.0\text{mm}$  のリング型であり、フィルム基板上に形成した 4 枚の固定電極に対向するような突起構造とした。

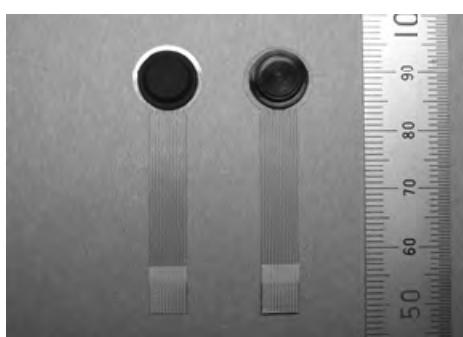
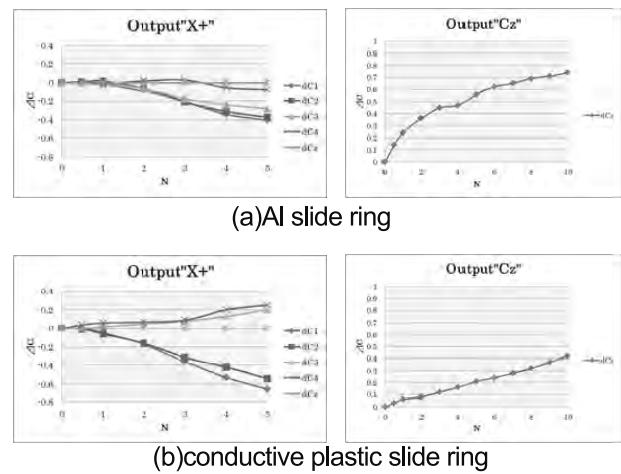


Fig. 1 Tactile Sensors

Left :present study Right : previous sensor



(a)Al slide ring

(b)conductive plastic slide ring

Fig. 2 Sensor Output

※X-axis：“X+” is shear force , “Cz” is press force.

## 3. 実験結果および考察

図 2 に(a)アルミ型と(b)導電プラスチック型の荷重に対する容量変化を表すグラフを示す。アルミ型は出力が荷重出力は大きいが荷重に対して出力が非線形となっており、またせん断力の検出も非線形で低い荷重では容量変化が見られない。一方導電プラスチック型は、荷重に対して出力が直線的でせん断力も低荷重から感度よく検出できた。せん断力の検出における違いは、アルミ型の場合 PET フィルム上での滑りが悪く（特に低荷重域）、導電プラスチックは比較的スムーズに動くためと思われる。これらのサンプルはさらにせん断力の荷重を増やすとセンサ固定部分から剥離するなどして検出ができるることから、センサヘッドの固定方法などの検討が必要である。また、 $0\sim60^\circ\text{C}$ の温度特性評価においても安定した荷重—容量変化特性が得られた。

## 4. 結言

これまで開発してきた触覚センサにせん断力検出のための機構を付加し、その荷重を検出することに成功した。今後も製品化に向けたアプローチを行っていく。

本研究は、(財)富山県新世紀産業機構「平成 23 年度 高度技術実用化支援事業」(研究代表：(株)オーギヤ・水島昌徳)に基づき行われた。

# 金属ナノ粒子作製とその構造評価方法に関する研究

加工技術課 岩坪 聰, 立山マシン(株) 篠原 おりえ, 小倉 賢

## 1. はじめに

金属や合金のナノ粒子は、微細プリント配線や高効率触媒、磁気記録素子といった分野への応用が期待され、さまざまな技術開発が行われている。ナノ粒子を製品として応用する場合には、粒径分布の均質性、凝集防止と長期安定分散技術といった問題があり、それらを含めて品質保証の必要がある。

ナノ粒子の作製法としては、原料を粉碎して作製するブレークダウン法と、イオンや原子からナノオーダーの粒子に成長させるビルドアップ法がある。ビルドアップ法の1つとして活性液面連続真空蒸着法があり、多種類の金属ナノ粒子が製造できること、均一で小さな径の粒子が作製できるという特長を有している。この活性液面連続真空蒸着法は、蒸着粒子をアミンあるいはチオール系界面活性剤含有油中にトラップし、それを下地として、その場で金属ナノ粒子を作製する方法で、官能基をもつ界面活性剤分子が常に油膜面に存在することにより、界面に原子を付着させる。その原子が成長し、島状構造のある程度の大きさになると粒子として油に安定に分散し、微粒子を形成させる過程を経る。この方法で作製された粒子の品質管理を目的に各種材料の構造評価を行った。

## 2. 実験方法及び結果

日本電子(株) JEM-2100 にて、活性液面連続真空蒸着法で作製された金ナノ粒子の TEM 像を観察した。加速電圧は 200kV である。ナノ粒子の TEM 観察において、試料作製段階での凝集を低減させ、試料メッシュ上で均一にすることが大切であった。TEM の主な操作手順は以下の通りである。

- ・レンズ系をスタンダードフォーカスに合わせる。
- ・低倍と高倍にし、視野を探す。
- ・像が薄くなるように試料の Z 軸を合わせる。
- ・電子の照射系の調節ビームを試料面に丸く垂直になるようにする。
- ・平行ビームになるように、Beam-Tilt を調整する。
- ・コントラストを上げるために対物絞りを入れ、絞りの位置とビームの軸を調整する。
- ・対物レンズの非点を補正する。

図 1 にその手順で撮影された代表的な金ナノ粒子の TEM 像を示す。3~5 nm の径の金粒子と、その格子像を確認することができた。5 nm 程度の金粒子には、(a) 正 20 面体構造(Icosahedron:Ih), (b) 5 角 10 面体構造(decahedron:Dh), (c) 面取り 8 面体構造(truncated Octahedron:TO の単結晶(fcc))があり、Ih から Dh を経て最終的に fcc 構造へ遷移することが知られており、この構造変化も解析できる可能性のある像を得ることができた。

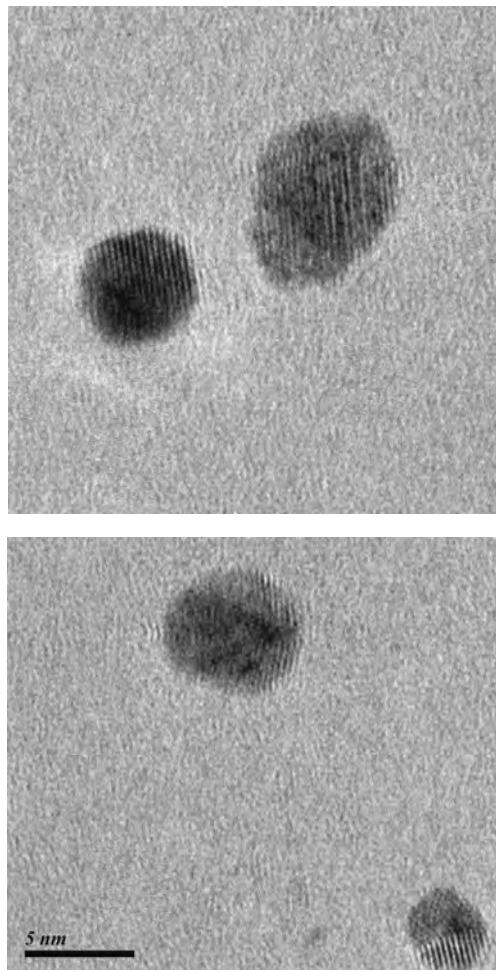


図 1 金ナノ粒子の TEM 像

## 3. まとめ

各種金属のナノ粒子のサイズの評価を TEM 観察により行った。統計的な値はレーザー光を用いた粒度分布測定が有効であったが、粒子形態や構造の評価には TEM が強力なツールとなることが確認できた。

# ホローカソード型高密度プラズマ源の開発および微細パターン作製への応用

加工技術課 鍋澤浩文 立山マシン(株) 浅地豊久 (国)大阪大学 加藤裕史 (国)新潟大学 安部隆

## 1. 緒言

プラズマは、物質表面と反応を起こしやすいドライプロセスのため、エレクトロニクスから材料、自動車、医療機器の各分野において、有機物質除去や表面改質、接着性の付与など多岐にわたって用いられている。FA ラインにおいては、生産性を上げるために大面積における高速処理が望まれており、そのためには均質な高密度プラズマ源を開発する必要がある。本プロジェクトの最終目標は、安価な高性能プラズマ源として、大面積処理に対応したホローカソードのライン型プラズマ源を開発することにある。一方、このプラズマ源の優位性を示す応用例として、ポリマープレート上に微細な周期構造を形成する技術について検討したので報告する。

## 2. 実験方法

ポリマープレート上に微細な周期構造を得るために、コロイダルリソグラフィーと反応性イオンエッティングを併用した手法について検討した。

### 2.1 微粒子のプレート上への自己配列

ディップコーティングを用いた垂直引上法により、25mm 角、厚さ 2mm のアクリルプレート上への、0.2μm のシリカ微粒子及びポリスチレン微粒子の自己配列を試みた。プレートの表面処理、微粒子の懸濁液濃度、引上速度等の条件を変化させることにより、単層配列に適した条件を探査した。

### 2.2 エッティングプロセスの開発

2.1 で微粒子を自己配列させた基板について、酸素もしくは酸素を主体としたプラズマを用い、微細構造の形成を試みた。エッティング装置は、磁場支援型反応性イオンエッティング装置を用いた。エッティング条件は、反応ガス総流量 10sccm、チャンバー圧力 0.1Pa、ステージ温度 0°C で一定とし、エッティング時間を変化させながら、微細形状の変化を観察した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 微粒子のプレート上への自己配列

表面処理を施さないアクリルプレートは、あらゆる条

件下で、全く微粒子が配列しないことを確認した。そこで、酸素プラズマ処理もしくは、表面にシリカ薄膜(約 60nm)を形成することにより、微粒子配列を試みた。50W で 15 秒のプラズマ処理を行ったプレートは、1mass%シリカ微粒子懸濁液を用い、50μm/s の速度で引き上げることにより単層領域が得られた。一方、シリカ付アクリル基板については、1mass%シリカ微粒子懸濁液を用いて 1~10μm/s の速度でプレートを引き上げることにより、単層配列の領域が得られた。図 1 は、1mass%懸濁液に浸漬したプレートを 5μm/s で引き上げた基板の SEM 写真を示す。

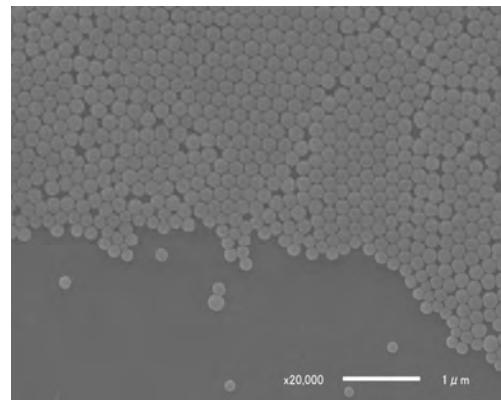


Fig. 1 Patterned array of SiO<sub>2</sub> spheres on PMMA plate.

### 3.2 エッティングプロセスの開発

3.1 のプレートをエッティングすることにより、シリカ微粒子を配列したものについては、高アスペクト比のピラー形状が形成され、ポリスチレン微粒子を用いたものについては、円錐や円錐台の形状を容易に得ることができた。

## 4. 結言

コロイダルリソグラフィーと反応性イオンエッティングを併用したポリマープレートの微細加工について条件を絞り込むことができた。今後は、プラスチックプレートへの接着性付与について検討していく予定である。

## 謝 辞

本研究は、財団法人富山県新世紀産業機構平成 23 年度高度技術実用化支援事業の助成を得て実施されたことを記し、謝意を表する。

# 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 住岡淳司, 山崎太郎 産学官連携推進担当 林 千歳  
富山県プラスチック工業会 ((株)タカギセイコー, 三晶 MEC(株), (株)リッセル, 戸出化成(株))

## 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樹脂(以下、樹脂と示す)が成形されている。この場合、SUS板は不活性で樹脂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エッチング・多孔質化したSUS板と樹脂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、IPA洗浄SUS材( $16 \times 45 \times 2t$ )を電解エッチングし、樹脂との接合を試みた。電解エッチングは塩化第2鉄の水溶液中、直流処理した。接合は、粗面化SUS板を金型内にセットし、この上へ樹脂の射出成形を行った(成形品形態:図1)。なお、射出温度は $200^{\circ}\text{C}$ 、金型温度は $30^{\circ}\text{C}$ 、 $60^{\circ}\text{C}$ 、 $90^{\circ}\text{C}$ である。

接合強さは、試験速度 $10\text{mm/min}$ でせん断引張試験を行い求めた。また、試験後に樹脂とSUSの剥離面をレーザ顕微鏡やSEMで観察した。



図1 成形試験片形状

## 3. 実験結果及び考察

図2に、接合材の引張せん断強さの測定結果を示す。図2より、せん断応力は初期の $5\text{mm}$ 程度までは急激に立ち上がるが、それ以降はなだらかに増加、最大値を示した後緩やかに低下し破断する。

図3に、金型温度に対して、せん断強さ(最大せん断応力)と破断伸びを示した。せん断強さは型温の増加に伴い大きくなり、型温 $90^{\circ}\text{C}$ で $0.8\text{MPa}$ となった。また、破断伸びも型温とともに増加した。この原因として、型温が高いほど細い隙間内まで樹脂が侵入し、樹脂の剥離や引き抜きが起きにくくなつたものと考えられる。

図4に、試験剥離後の樹脂面およびSUS面のレーザ顕微鏡写真を示す。(SUS面は見易くするために、左右反転した。)

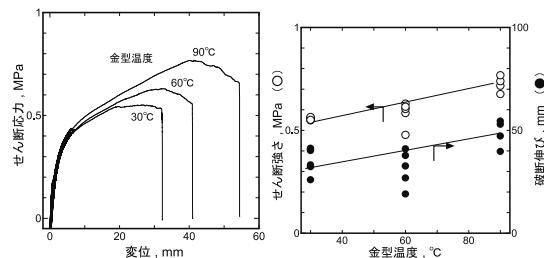


図2 せん断引張試験 図3 せん断強さと金型温度

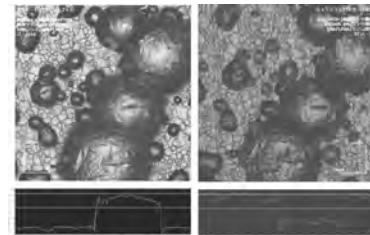


図4 試験後の樹脂表面の光学顕微鏡写真

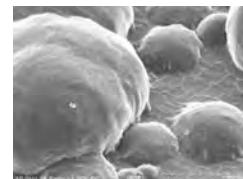


図5 樹脂上突起の拡大SEM写真

双方の写真を見比べると、樹脂面とSUS面は類似の形態を示している。また、樹脂上突起の先端はSUS孔食底面の模様を明確に写し取っていることから、孔食の底まで樹脂が侵入したことが分かる。さらに、樹脂面突起がSUS孔食より大きいように見える。

そこで、樹脂上突起の根元部をSEMにより拡大観察した(図5)。図5より、明らかに樹脂突起の根元部は細くなつておらず、すなわち、SUS孔食は表面が細く奥ほど大きい壺型であることがわかった。このために、図4のように樹脂面突起がSUS孔食より大きくなつており、引き抜きが起きにくいため強さの面で有利であることがわかった。

## 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、樹脂との射出成形接合を試みた。その結果、壺型の孔食孔の底部まで樹脂がいきわたっている事、また、せん断引張強さも満足のいくものであった。

\*現 機械電子研究所

# 摩擦攪拌接合によるマグネシウム合金構造体作製と表面処理技術の開発

加工技術課 柿内 茂樹, 清水 孝晃, 富田 正吾  
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

近年, 摩擦攪拌接合法 (FSW)が注目されており, 自動車や鉄道車両のアルミニウム合金の接合法として供用されている。一方, マグネシウム合金の摩擦攪拌接合においても, 接合条件や異種材料の接合方法について検討がなされている。その多くは, 突き合わせ継手である場合が多い。FSW の原理は, ツールを回転させながら, 接合部に押し付けて, 内部で接合材料を攪拌する接合法であるため, 接合継手の種類によって, 接合治具やツールの形状の制限が生じるものと考えられる。そこで, 本分担研究では, FSW による 2 種の形状の Mg 合金構造体の作製方法の検討および作製した Mg 合金構造体の特徴について検討した。

## 2. 実験方法

接合の継手形状は, 重ね継手とし, 接合後の構造体の形状が□形, I形になるように, 接合材料を固定した。供試材料は, 市販の AZ31 および AZ61 押出板材を用いた。寸法は, □形の場合, 上・下面是幅 70, 厚さ 2.5 mm, 側面は高さ 20, 厚さ 12 mm で型長さは 100, 300 mm とした。I形の場合, フランジは幅 30, 厚さ 3 mm, ウェブは高さ 50, 厚さ 12 mm で型長さは 400 mm とした。接合条件は, 回転数が 750~2500 rpm, 接合速度は 100~300 mm/min とした。使用したツールの寸法は, ショルダー径 φ10 mm, ピン径 φ4.5 mm, ピン長さ 3.2 mm である。接合後, 外観観察, 断面観察, 三点曲げ試験を行った。

## 3. 実験結果

図 1 に□形および I 形 Mg 合金構造体の外観と□形構造体の断面マクロ写真を示す。接合体の作製は可能であった(図 1(1))。R=1250 rpm, v=100 mm/min (a) の断面には, 明瞭な欠陥は認められなかつたが, R=2500 rpm, v=200 mm/min(b) の断面には板の表面にまで達する溝状の欠陥が生じた。そこで次に, FSW の接合条件について検討するために, □形構造体の接合性に及ぼすツールの回転数と接合速度の影響について検討した。図 2(A)に□形接合部の外観写真を示す。v=100 mm/min, R=750, 1000 rpm において, 接合部の表面は顕著に荒れが生じており, 一部には材料に欠けが生じていた。R=2000 rpm, v=200, 300 mm/min および R=2500 rpm, 200 mm/min において, 溝状の欠陥が表面に現れた。図 2(B)に□形接合部の断面写真を示す。v=100 mm/min, R=1000, 1250, 2000 rpm の断面には, 空洞状の欠陥は認められず, 他の条件では, 溝状, 空洞欠陥が生じていた。図 3 に□形構造体の曲げ試験後の外観を示す。溝状欠陥が生じた□形構造体では溝状欠陥に沿って破壊が生じ, 曲げ試験時の最大荷重は著しく低下した。適正な条件で接合した場合の接合体は, 接合部での破壊は生じず, 下面板材の中央部の引張が生じた部分で破壊が生じ, 接合が良好な Mg 合金構造体が作製できた。

図 1 Mg 合金構造体の外観(1)および□形構造体の断面マクロ写真(2)

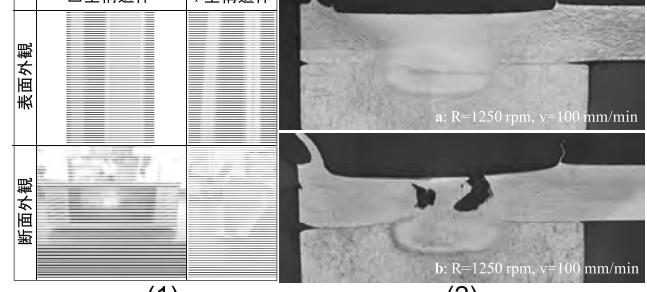


図 1 Mg 合金構造体の外観(1)および□形構造体の断面マクロ写真(2)

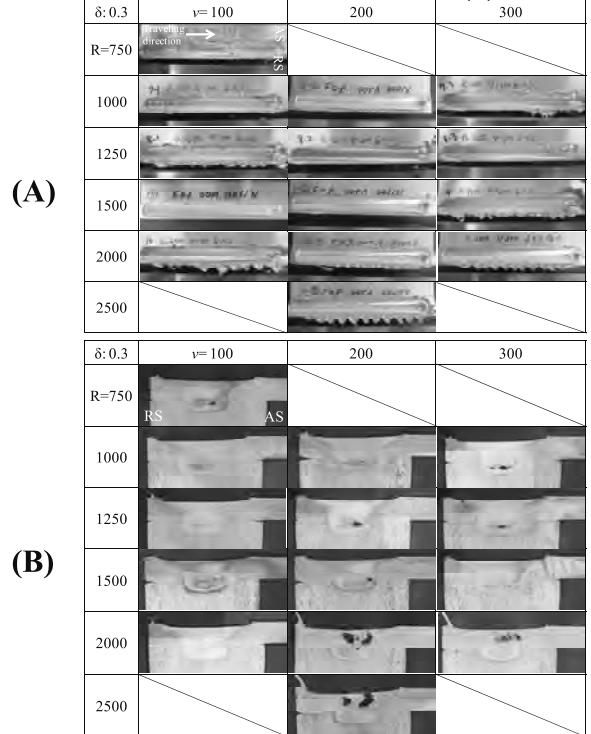


図 2 接合部の外観(A)および断面写真(B)  
(□形, 接合長さ: 80 mm)

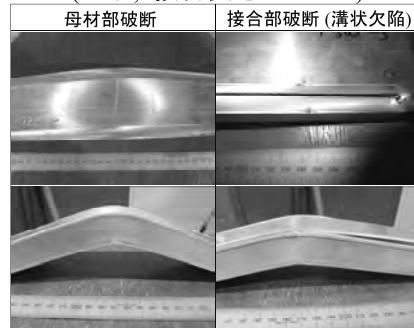


図 3 □形構造体の三点曲げ試験後の試料外観

# ナノファイバーを薬物リザーバとする経皮吸収製剤の開発

評価技術課 九曜英雄, 関口徳朗 生活工学研究所 金丸亮二

ティカ製薬(株) 島谷隆夫, 深井伸恵, 松葉裕子, 伊東宏子

## 1. 緒言

経皮吸収製剤とは、皮膚を通して薬物を吸収することを目的とした製剤であり、肉体疲労等で生じた患部の痛みをとる局所投与製剤から、狭心薬のように全身中の血液中を循環させることにより患部の痛みをとる全身投与製剤があり、どちらも持続性を伴う疾患に対して非常に有用である。

経皮吸収製剤は、基材に水分を多く含む高分子等を利用したパップ剤が主流であったが、粘着剤に薬物を入れたテープ剤と呼ばれる薄型の製剤が徐々に普及し始めている。薬成分はいずれも高分子からなる基材から放出され、皮膚を通して体内に吸収されるが、基材が厚いため装着感が悪い、薬剤の一部しか放出されないなどの欠点を有する。

そこで本研究では、従来のパップ剤やテープ剤とは異なる新しい形態の経皮吸収製剤の開発を目的に、薬物を配合したナノファイバーをエレクトロスピニング法によって製造し、新規な経皮吸収製剤としての利用の可能性について検討した。

## 2. 実験方法及び結果

樹脂溶液に、消炎鎮痛剤や局所麻酔剤などの12種類の薬剤を配合し、図1に示すエレクトロスピニング装置によってナノファイバーの製造を試みたところ、図2に示すように200~500nm程度の安定なナノファイバーを形成することが可能であった。また、薬剤の配合割合が過剰になるとナノファイバーが形成しなかったり、薬剤がナノファイバーから析出して結晶化してしまうという事例も観察された。さらに皮膚に対して吸収促進作用のあるクロタミンなどの5種類の添加剤を加えてもナノファイバーを形成することができた。

このエレクトロスピニング装置で製造したナノファイバーシートから水系への薬物放出特性を調べたところ、放出量は薬剤含有濃度に依存して持続的に放出され、添加剤の種類によって放出速度をコントロールすることができられた。

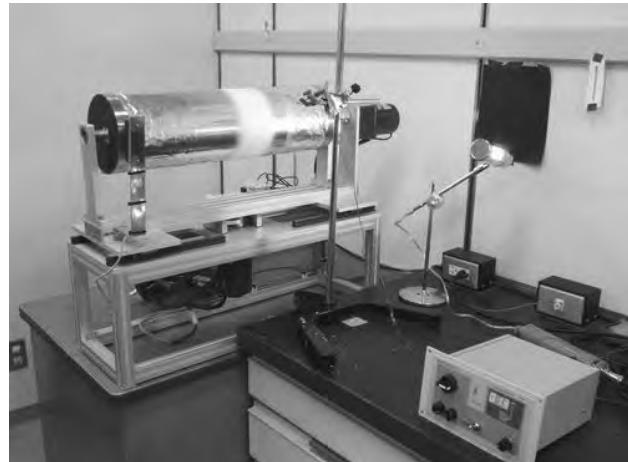


図1 エレクトロスピニング装置

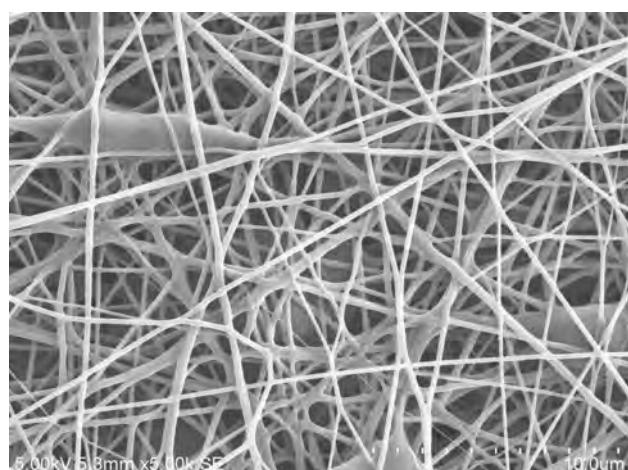


図2 薬剤を含有したナノファイバーの電子顕微鏡写真  
(倍率 5,000倍)

実際のラットの皮膚を用いた皮膚透過性試験でもナノファイバーシートからの薬物放出は水系の場合と同様な傾向を示し、薬剤放出量は薬剤含有濃度に依存するとともに、添加剤の併用によって透過量を大幅に高めることができた。

薬物利用率について、従来のテープ剤と比較したところ、テープ剤が2%~5%であるのに対し、ナノファイバーの場合は30%~70%と非常に大きな値であり、大幅に利用効率を高めることができた。これよりナノファイバーの新規経皮吸収製剤としての利用への可能性が示された。

# ルーバーフィルター型 AIP による高耐食性・高硬度テトラヘドラル DLC 膜の開発と高機能樹脂加工への適用

加工技術課 富田正吾, 柿内茂樹, 産学官連携推進担当 山岸英樹\*

(株)北熱 嶋村公二

## 1. 緒言

近年、航空機に多用される CFRP(炭素繊維強化プラスチック)も切削加工において、工具摩耗や層間の剥離が問題となっている。一方、DLC(ダイヤモンドライクカーボン)と称されるアモルファス構造のカーボン膜は、低い摩擦係数(0.1)と高い塑性変形硬さ(30GPa 以上)によって切削工具や機械部品に適用されている。最近では、AIP 法(アーキオンプレーティング)によって生成可能なテトラヘドラル DLC 膜が注目されているものの、膜表面にドロップレットと呼ばれる突起物の生成が課題となっている。

本研究では独自のルーバーフィルター型 AIP 装置によってテトラヘドラル DLC 膜表面の突起物を抑制することを目指す。平滑でダイヤモンドに近い硬さのテトラヘドラル DLC 膜を切削工具に適用できれば、CFRP 加工の高精度化および高能率化が期待できる。

## 2. ルーバーフィルター型 AIP 装置

AIP 法は、ターゲット材をアーク放電によって蒸気化し対象物の表面に膜を生成させることができる。本装置の模式図を図 1 に示す。本装置は、ターゲット正面に設置したルーバーフィルターによって、直線移動する溶融カーボンをルーバー表面にトラップさせる。エネルギーが高いカーボンイオンはマイナス電位の基板に引き寄せられるためルーバーの隙間を通り抜けるため、表面欠陥が少なく  $sp^3$  結合の多いテトラヘドラル DLC 膜の生成が期待できる。

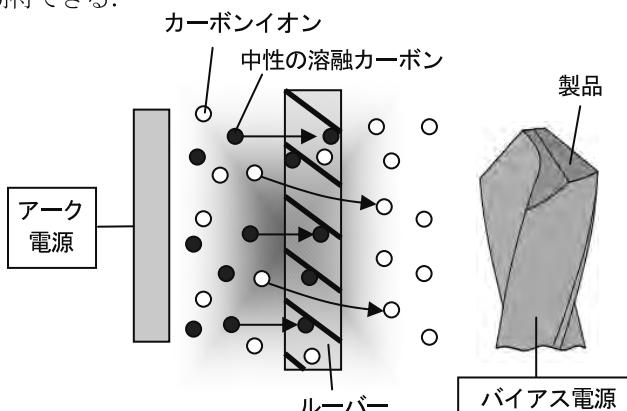


図 1 ルーバーフィルター型 AIP 装置の概要

\* 現 商企画課

## 3. ルーバーフィルターDLC 膜の表面

ルーバーフィルター型 AIP 装置によって作製したテトラヘドラル DLC 膜(以下、ルーバーフィルター-DLC)の FE-SEM 表面観察像を図 2 に示す。ルーバーフィルターを用いていない DLC は膜表面に直径 0.5μm~1.0μm 程度のドロップレットが多数生成されているが、ルーバーフィルター-DLC のドロップレットは直径 0.5μm 以下の抑制されている。

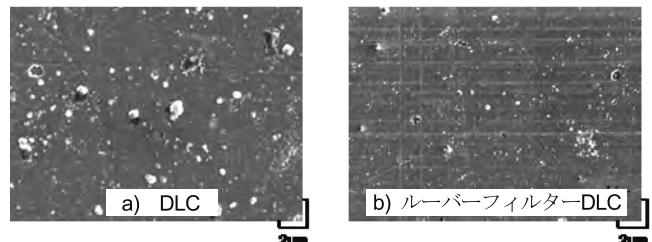


図 2 FE-SEM 表面観察像

## 4. CFRP 切削試験

超硬スクエアエンドミル(Φ4mm, 2枚刃, ねじれ角:60°)にルーバーフィルター-DLC を施し、CFRP(T800S)の切削試験を実施した。切削速度  $V$  は 25m/min, 送り速度  $f$  は 0.025mm/tooth とした。CFRP 仕上げ面の三次元形状を図 3 に示す。標準の DLC は最外層である 45°層が剥離し、層間の段差が約 10μm と大きいが、ルーバーフィルター-DLC は最外層の剥離が抑制され、層間段差が約 6μm と小さい。開発したルーバーフィルター-DLC は、高精度仕上げが難しい CFRP 切削において平滑な仕上げ面が得られることから、高精度加工に大きく役立つものと考える。

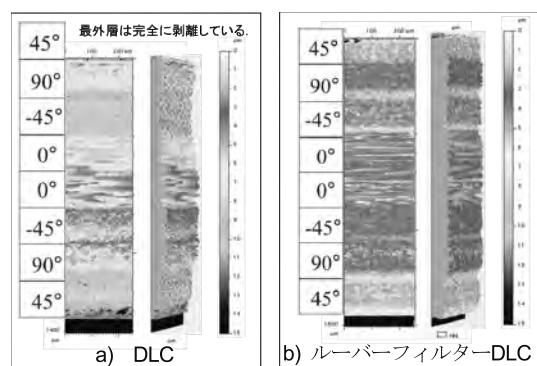


図 3 CFRP 仕上げ面の三次元形状

# 環境改善機能を有するコンクリート補修用モルタルの開発

材料技術課 山崎茂一 評価技術課 奈須野雅明, 九曜英雄  
(株)フリーダム 古村 崇

## 1. 緒言

農業用水などの水路に使用されてきたコンクリート製水理構造物は、老朽化により損傷し漏水などその機能に障害を抱えているものが多く、低コスト・短工期で補修効果の継続性が期待できる水理構造物の修復方法に対する社会的なニーズは高い。株式会社フリーダムではかねてより光触媒作用を有する酸化チタンを高強度モルタルに練り混ぜる技術について研究開発してきており、この技術を応用して光触媒による環境改善機能を有するコンクリート補修に使用する表層モルタルを開発する目的で、酸化チタン光触媒を練り込んだコンクリート試験片を用いた有機化合物の紫外線照射による分解試験、および試験片の組成・組織評価を行った。

## 2. 実験

有機化合物の紫外線照射による分解試験：試験片の紫外線照射面大きさ  $100\text{mm} \times 45\text{mm}$ 、酸化チタン混合割合 10%，紫外線強度（試験片上面） $0.75\text{mW/cm}^2$ 、試験液濃度 50ppm 水溶液、ガスクロマトグラフ分析。

組成・組織評価：試験片 酸化チタン混合割合 0%, 5%, 10% の 3 種類、①電子顕微鏡による観察及び元素分析による酸化チタン分散性評価、②ガス吸着法による比表面積測定。

## 3. 結果と考察

### 3.1 有機化合物の紫外線照射による分解試験

酸化チタン光触媒を練り込んだコンクリート試験片を用いて、農薬などの有機化合物の外線照射による分解試験を実施した。まず、有機リン系殺虫剤として広く用いられているスミチオンについて検討したが、スミチオンは紫外線照射のみでも分解がすみやかに進行することがわかった。ここに、10%の酸化チタンを練り込んだコンクリート試験片を存在させたが、分解の促進は見られなかった。そこで紫外線照射のみでは分解しないか分解速度が非常に遅い有機化合物を探したところ、ビスフェノール A が紫外線照射のみでの分解速度が非常に遅いこと

がわかった。（8 時間の紫外線照射で 4% 分解）そこで、酸化チタン含有コンクリート試験片の有無で、ビスフェノール A の紫外線照射による分解速度を比較したところ、わずかであるが試験片存在下で分解の促進を確認することができた。（8 時間の紫外線照射で 12% 分解）

### 3.2 組成・組織評価

酸化チタンを 10% の割合で練り込んだコンクリートの電子顕微鏡写真と Ti の面分析の結果を図 1 に示す。コンクリートは  $1\text{ }\mu\text{m}$  程度の粒子が発達し空隙の多い疎な組織を呈していることがわかる。これは、酸化チタン含有量が 0%, 5% のときも同様で酸化チタン含有量よりはセメント比で決まるものと考えられた。また、酸化チタンはほぼ均一に分散していることが Ti の面分析の結果から確かめられた。比表面積は、酸化チタンが 0% のときは  $5.0\text{m}^2/\text{g}$  であったが、混合量を 5%, 10% にすると  $9.0\text{ m}^2/\text{g}$ ,  $9.2\text{ m}^2/\text{g}$  となり、酸化チタンの混合で比表面積がほぼ倍増し、光触媒の効果を高めるのに有効であると考えられた。

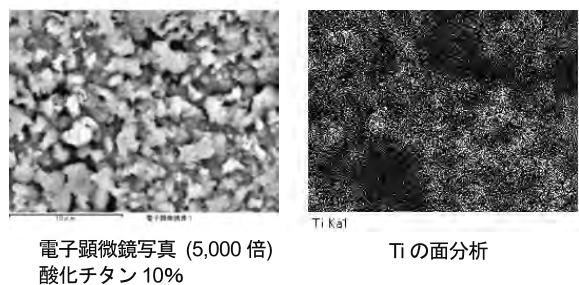


図 1 酸化チタン混合コンクリートの電子顕微鏡写真及び Ti 面分析

## 4. 結言

酸化チタン光触媒を練り込んだコンクリート試験片は酸化チタンが均等に分散し、空隙も多い疎な組織で、比表面積も高く光触媒機能の効果を高めると考えられた。

しかし、この試験片は、紫外線照射により一部の有機化合物の分解反応を促進することを確認できたが、分解速度は遅く、農業用水路のような流水系で有効な環境改善機能を発揮できるかは疑問であった。今後より高い光触媒能を有するモルタルの開発が望まれる。

# 精密切削加工による表面機能創成に関する研究

加工技術課 川堰宣隆, 清水孝晃, 評価技術課 関口徳朗, 材料技術課 住岡淳司, 土肥義治\*,  
若い研究者を育てる会 (株)タカギセイコー 藤井美里

## 1. はじめに

プラスチック成形品は、自動車や携帯電話などの各種分野で使用されている。近年、製品の付加価値を高めることを目的として、見た目や触り心地などの感性的な機能の付与が求められている。

本研究では、精密切削加工を利用して、微細なテクスチャを有するプラスチック成形品を作製した。これに対して官能評価を行い、微細なテクスチャが人間の触感に及ぼす影響について検討した。

## 2. テクスチャの作製

本研究では、金型表面の精密切削加工を行い、その形状を転写することで、プラスチック表面にテクスチャを作製した。テクスチャの作製には超精密切削加工機と精密フライス加工機を用い、それぞれ溝状とピラーラー状のテクスチャを作製した。図1は、作製したテクスチャである。本手法によって、大きさ数μm～数百μmのテクスチャを作製することが可能であった。

## 3. テクスチャの触感の評価

図2は、溝状のテクスチャの官能評価後、因子分析により導き出した触感の分布である。テクスチャのない試料のみ、値が大きく異なった。数μmオーダーのテクスチャが存在するだけでも、その触感は大きく変化することがわかる。ピッチの増加とともに、粗さを示す因子1の値が大きくなる。一方、ピッチ80～120 μmで因子2は最小値を示しており、この条件で“硬い”や“好き”などの触感が変化することを示唆している。

図3は、作製した成形品と皮革、布を比較した結果である。ピラー形状の場合、布や皮革と凹凸感、粗滑感が近くなつた。また溝加工(PP)、マイクロファイバー、エクセーヌは滑らかな触感であり、好まれる傾向になることがわかつた。

## 4. おわりに

本研究では、テクスチャを有するプラスチック成形品を作製し、その触感の評価を行つた。これより、形状によって触感を制御できることがわかつた。(詳細は、若い研究者を育てる会「研究論文集」p.30～37を参照)

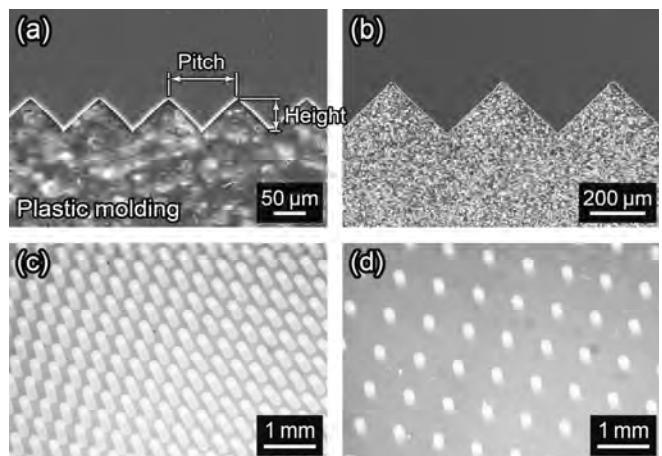


Fig. 1 Groove texture with (a) 80 μm pitch and (b) 400 μm pitch. Pillar texture with 0.2 mm diameter, 0.4 mm pitch, 0.8 mm height (c), and 0.1 mm diameter, 0.25 mm pitch, 0.2 mm high (d)

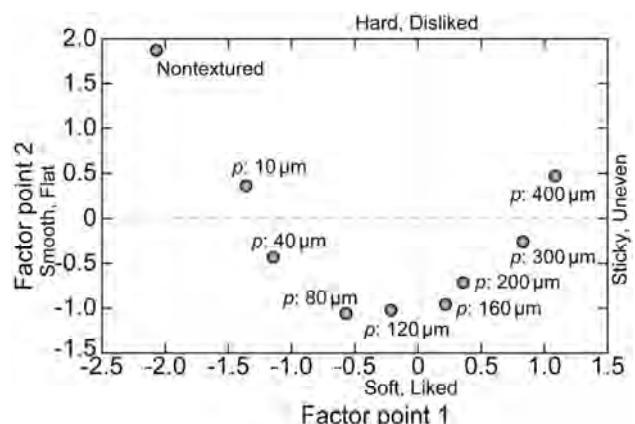


Fig. 2 Factor point distribution of the various texture shapes for PP.

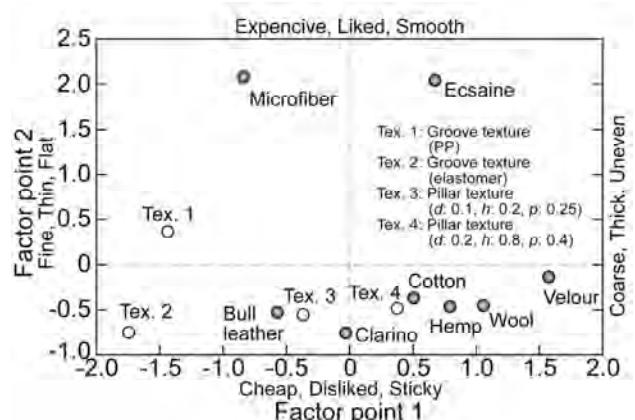


Fig. 3 Comparison of tactile sense of the textured plastic moldings with closes and leathers.

\*現 企画管理部

# LED 照明の EMC・ノイズ対策に関する研究

評価技術課 佐々木克浩, 宮田直幸 材料技術課 塚本吉俊

若い研究者を育てる会 コーセル(株) 平田哲郎

## 1. 緒言

現在、低消費電力、長寿命の次世代照明として LED 照明が脚光を浴びている。LED 照明は小型化、高効率化のためにスイッチング電源が使用されることが多いが、電磁ノイズを発生する。2012年2月現在、LED 照明は電気用品安全法(電安法)の対象外となっており、LED 照明に替えたことでテレビが映りにくい等の問題が発生したとの報告がある。本研究では、LED 照明の利用や開発の際に生かせる知見の提示を目的とし、市販の LED 電球から発生するノイズを測定するとともに、その原因と対策法についても検討する。

## 2. 規格対応ノイズ測定とノイズの原因

電安法では、2012年7月より LED 照明器具も雑音端子電圧(電源線を伝導するノイズ)と雑音電力(電源線から放射されるノイズ)が規制される。一方、照明機器に関する国際規格 CISPR 15 では、雑音端子電圧と雑音電界強度(試験体や電源線などから放射されるノイズ)が規制の対象となっている(VCCIでも規制)。以上を考慮し、本研究では、雑音端子電圧と雑音電力に加え、雑音電界強度についても測定を行った。その結果例を図 1 に示す(QP 検波後の最大値)。各図の左側は口金サイズ E26(7種類)、右側は E17(4種類) の電球の場合である。同図より、電安法や CISPR15 などを満たさない LED 電球が一部ある。なお各図中にはプロットしていないが、ノイズレベルが極めて低い電球があり、これらはスイッチング電源を用いていなかった。また、LED 電球を分解したところ、同図(a)における 0.2MHz 付近のノイズレベルの差の主要因は、入力チョークコイルの L 値の違いであることがわかった。

## 3. 複数 LED 電球を並列点灯させた場合の検討

実使用を想定し、複数の LED 電球を並列に点灯した際の雑音端子電圧を測定した。5 個の電球を対象とした場合の結果を図 2(a)に示す。同図より、0.5MHzまでのノイズレベルは高くなっているが、0.7MHzと 20MHz 付近でレベルが高くなっている。この要因を検討するため、はじめに、コンデンサ(ノーマルモードノイズ用)により対策したところ、0.5MHzまでの周波数でノイズレベルが低減された(同図(b))。一方、コモンモードチョークコイル(主にコモンモードノイズ用)を用いたところ、0.7MHz と 20MHz 付近のノイズレベルを低減できた(同図(c))。以上より、並列点灯した場合、ノーマルモードノイズは増加しないが、コモンモードノイズが増加することが明らかとなつた。これは、実使用ではコモンモードノイズに注意が必要な場合があることを示唆しており、本報告ではその対策事例を示した。

<詳細は平成 23 年度若い研究者を育てる会「研究論文集」pp. 8-15 を参照>

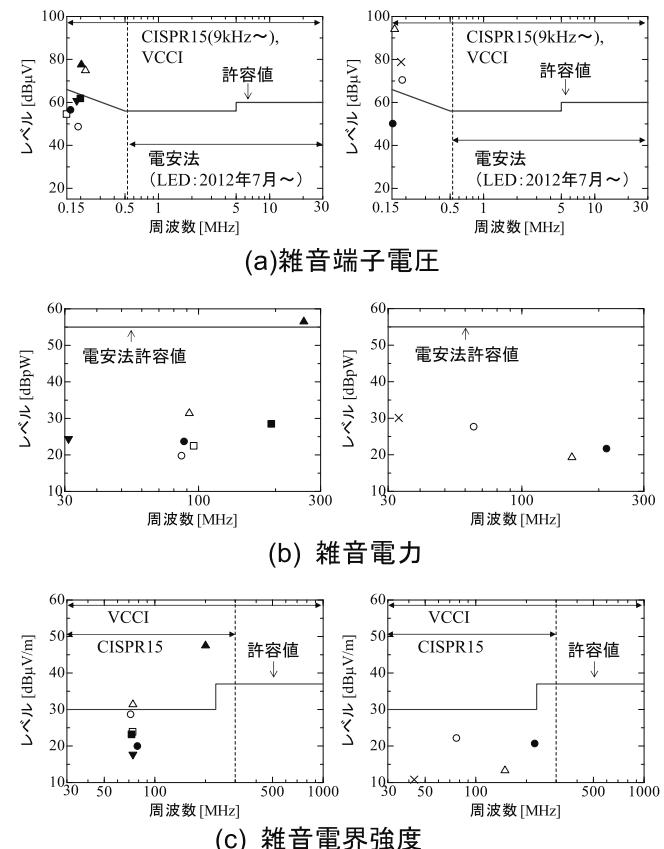


図 1 LED 電球単体の規格対応ノイズ測定結果  
左図 : E26, 右図:E17(口金サイズ)

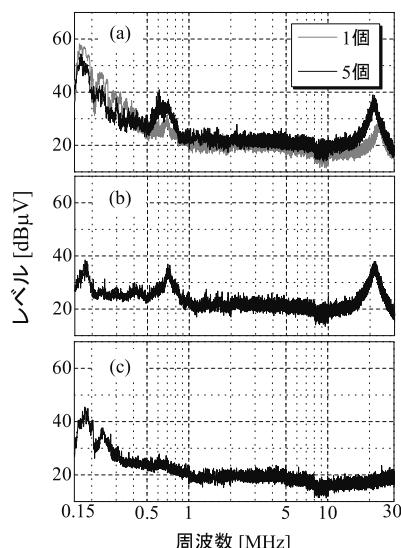


図 2 LED 電球の並列点灯時のノイズ測定と対策事例  
(a) 対策前, (b) コンデンサによる対策後,  
(c) コモンモードチョークコイルによる対策後

\* 現 新世紀産業機構

# CMM（三次元測定機）用簡易検査機の開発 2

評価技術課 吉田 勉, (国)富山大学 長柄毅一

若い研究者を育てる会 立山マシン(株) 広地信一

## 1. 諸 言

JIS 規格 (JIS B7440-2) 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。本年度は、試作した日常点検用検査機について、品質管理工学的手法により、誤差評価実験を実施した。

## 2. CMM(三次元測定機)用簡易検査機による品質管理工学的手法による実験計画の作成

昨年度試作した検査器を図 1 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 5 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 製シャフトで固定されている。

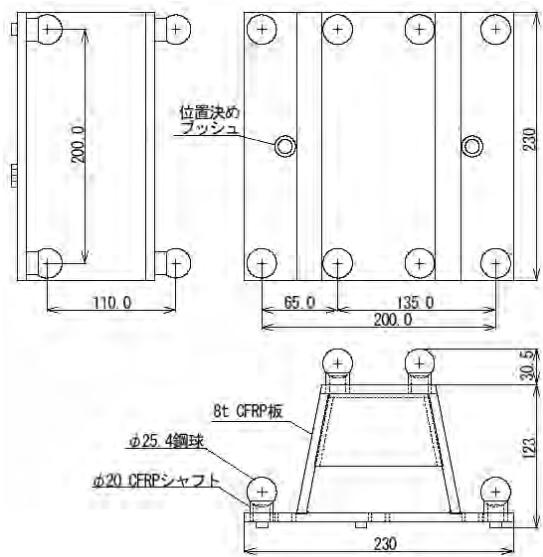


図 1 検査器の概略図

表 1 標準因子

因子	水準		
	1	2	3
A 延長スタイラス (40mm)	なし	あり	—
B スタイラス向き	下向き	X方向	Y方向
C 検査器の傾き	0 mm / 200 mm	1 mm / 200 mm	2 mm / 200 mm
D チップの径	φ 1 mm	φ 2 mm	φ 4 mm

品質管理工学的手法に基づき、L18 混合直交表を用いて実験計画を作成した。測定に影響を与えると予測される標準因子及び水準を定めたものを表 1 に示す。

## 3. CMM(三次元測定機)用簡易検査機を用いた誤差評価実験結果

開発した CMM 用簡易検査機を、指示精度の高い三次元測定機 (カールツァイス社 UPMC850CARAT) を用いて、8 回繰返し測定した平均値から基準値を求めた。

三次元測定機 (ミツトヨ製 HKN807) を使用して実験計画に基づき誤差評価実験を行い、球間距離について各標示因子の水準間の影響を調べた結果を図 2 に示す。

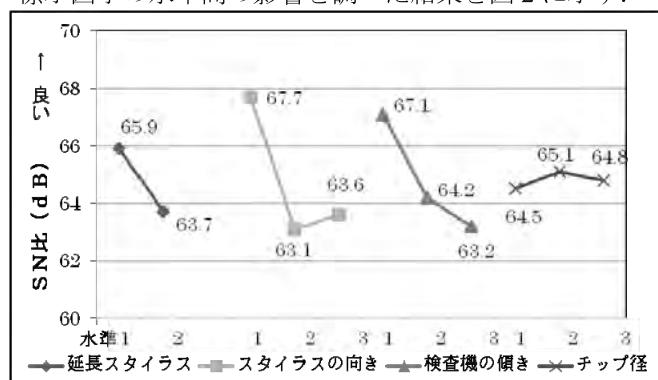


図 2 標示因子の各水準が SN 比に及ぼす影響 (球間距離)

標準因子検査器の CMM 機械軸に対する検査器の傾きによる影響は認められるが、水準 1 と水準 2 との差が 2.9dB と有意差を示す基準値 3dB をわずかに下回る結果となった。

## 5. 結 言

昨年度 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た検査器を用い、品質管理工学的手法に基づき、L18 混合直交表による実験計画を作成し、SN 比及び誤差限界値について調査を行った。

標準因子 (検査器の傾き) の水準 1 と水準 2 との差から、目視確認できない傾き (0.3mm/200mm) は実験結果に影響を及ぼさないと推察された。また、2 つの特性値、球径 (24.5mm) と球間距離 (最大 245mm) の誤差限界値の差が小さく、測定機の空間測定精度と同程度であることから、環境温度変動にロバストであることが確認された。

(詳細は、平成 23 年度若い研究者を育てる会「研究論文集」に掲載。)

# シリコンアーマチュアデバイスの研究開発

加工技術課 小幡 勤

(国)富山大学 丹保豊和

若い研究者を育てる会 立山科学工業(株)

木澤裕志 北陸電気工業(株) 岩滝幸司

## 1. 緒言

アーマチュアは電機子とも呼ばれ、発電機やモーターなどで用いられる電磁気力によって動作するコイルや磁性体の駆動部のことである。構造は磁石とコイルの組み合わせだけであり、原理としては例えば磁場中で電流が流れる導体が受ける力などで動作するという単純なものである。本研究ではシリコンで振動板を形成し、可聴領域から超音波領域まで振動子として使用可能であるアーマチュアデバイスの開発を行い、シリコン振動子の開発とともにに入力に対して忠実な振動を出力するデバイスの開発を検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 素子構造と設計

Fig. 1にシリコンアーマチュアデバイスの構造を示す。MEMS技術を用いてダイヤフラム形状に加工されたシリコン基板上に電磁コイルと磁石があり、その間には弾性体としてPDMS樹脂が形成されている。電磁コイルに交流電流を印可するとそれによって形成される磁界と磁石との相互作用により、ダイヤフラムが面に垂直な方向に振動するようになっている。

小型化した振動子を効率よく駆動させるためには、振動子となるダイヤフラムを共振周波数で振幅させる必要がある。共振周波数はダイヤフラムのサイズによって規定されることから、今回は40kHzとして設計を行った。

### 2.2 評価方法

素子の評価は、ファンクションジェネレーターより送り出す交流電流により素子を駆動させ、シリコンマイク

(Kowels Electronics SPM0404UD5)を受信側として行った。入力は20波のパルスとし、素子の共振点で観察を行った。

## 3. 実験結果および考察

Fig. 2は、従来の振動素子(a)と本研究の振動素子(b)の出力波形の比較である。圧電型、電磁駆動型を問わず、従来の超音波素子は、緩やかに立ち上がり、入力をOffに下状態でも自然振動が残留する。よって入力パルスに対する出力の包絡線は、なだらかな曲線を描く傾向にある。これに対して本研究により試作された素子は、立ち上がり、立ち下がりの過渡応答が改善され、包絡線はほぼ入力に近い矩形波形になる。これは、本素子を用いることによって、他の媒体を利用した信号素子に近い精度の測定を実現させるポテンシャルを持つことを示している。また素子が数ミリの大きさで複数配列することも可能なことから、それによる指向性の向上、フェイズドアレイなども期待できる。さらに過渡応答に優れる特性を生かしたアプリケーション、例えば高精度な音速測定やパラメトリックスピーカーなどへの展開も考えられる。

## 4. 結言

MEMS技術を用いて小型で過渡応答性に優れたアーマチュアデバイスの開発を行った。試作した振動子は、入力に近い出力波形を示すことがわかった。出力レベルがまだ低いことが欠点ではあるが、MEMS技術を生かした素子構造の最適化やアレイ化などにより改善することが期待される。(詳細は平成23年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p.24~29を参照。)

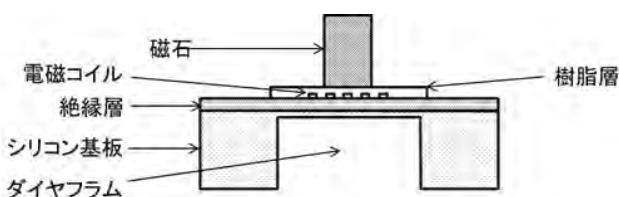


Fig. 1 Schematic armature device

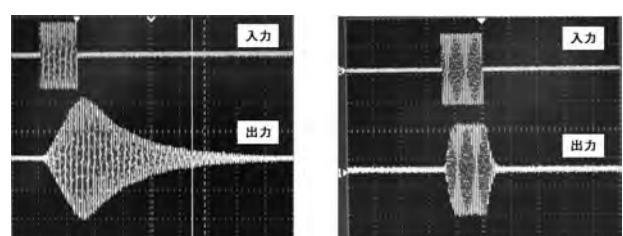


Fig. 2 Output wave shape

# FSW ツールの表面機能化に関する研究

加工技術課 富田正吾, 柿内茂樹 産学官連携推進担当 山岸英樹\*  
(株)北熱 田辺政哉

## 1. 緒言

近年, アルミニウム(以下, Al)合金などの構造用金属材料の新たな接合方法として, 摩擦攪拌接合(FSW)が注目されている。摩擦攪拌接合法の原理は, 回転ツールと被接合材料との間に生じる摩擦熱により接合部とその周囲を軟化させ, かつ接合材料内部を塑性流動によって接合する固相接合である。摩擦攪拌接合法の主な加工パラメータとしては, ツールの回転数と接合速度が挙げられる。これらの加工条件が適正でない場合, 接合部の外観異常や溝状欠陥および空洞欠陥が生じ, 場合によっては, ツールが破損して, 接合内部に埋没する恐れがある。また, Al 合金における回転ツール先端のピンにはネジ加工が施されている場合が多く, このネジ部に生じる単位面積あたりの負荷は大きいと予想される。そこで, 本研究では近年急速に需要が拡大している摩擦攪拌接合法で使用するツールの耐久性の向上や FSW の接合性および接合部品質の向上のために, 各種金型や切削工具の表面改質に用いられている TiN および DLC をツール表面に成膜し, 試作したコーティングツールの表面状態および接合中の主軸モータの負荷率の状態を確認し, ツールコーティングの効果について検討した。

## 2. 実験方法

供試材料は Al 合金 A5083-O 材 (寸法: 200×80×5<sup>t</sup>) を用いた。接合継手は, 突き合わせ継手とした。ツールの寸法はショルダー径が φ14 mm, プローブ径は M4~M5(テーパ), ピン長さは 4.5 mm とした。ピンは逆ネジ形状である(ネジピッチ 0.8 mm)。なお, ツールの材質は SKD11 相当である。摩擦攪拌接合の接合条件は, 接合速度  $v$  を 200~500 mm/min に変化させて接合した。ツール回転数  $R$  は 750 rpm, 接合長さは 150 mm, ツールを挿入した後のツールの保持時間は 5 sec, ショルダーの押込量は 0.3 mm, ツールの前進角は接合方向に対して 3° で一定とした。ツールの回転方向は, ツールの押込方向に対して, 時計回り (正転) である。ツール表面には, TiN (AIP: arc ion plating), および DLC (UBMS: unbalanced magnetron sputtering) を成膜した。接合試験中には, 主軸モータ負荷を測定し, 接合試験後には, ツールの表面観察を行った。また, コーティングツールの効果について検討するために, 各コーティング材および皮膜なし材はボールオンディスク摩擦摩耗試験により摩擦係数を求めた後に, 表面観察を行った。

## 3. 実験結果

図 1 に接合試験後のツールの外観写真を示す。皮膜無のピンのネジの一部には Al が残留していたが, TiN, DLC ツールには Al の凝着は観察されなかった。ショルダー部の Al 凝着の状態は明瞭な差が認められなかつた。図 2 に各種コーティング材における主軸モータ負

荷におよぼす接合速度の影響を示す。いずれのツールにおいても, 接合速度の増加とともに, 主軸モータ負荷は増加する傾向を示した。一方, 各接合速度における主軸モータ負荷は, TiN と DLC が皮膜無よりも, 約 0.2 kW 小さい。この値は, 例えば, 皮膜無,  $v=300$  mm/min では  $N=3.6$  kW であるのに対し, TiN および DLC,  $v=500$  mm/min では  $N=3.4$  kW で接合速度を 200 mm/min 増加させた場合とほぼ同等である。図 3 に A5083 ボールオンディスク試験の試験結果を示す。なお, 基材は SKH51 である。皮膜無材の平均摩擦係数は 0.66 であった。一方, TiN の平均摩擦係数は 0.53, DLC の平均摩擦係数は 0.15 で DLC の摩擦係数は A5083 に対して, 最も小さい値であった。図 4 に摩耗試験後の試験材料表面写真を示す。皮膜無と TiN の表面には, Al がボールの軌跡に沿って凝着していた。一方, DLC の表面には Al の凝着がほぼ認められなかった。以上の結果より, A5083 に対して, 主軸モータ負荷, 耐摩耗性および耐凝着性の観点から, DLC 皮膜が有効であるものと考えられた。

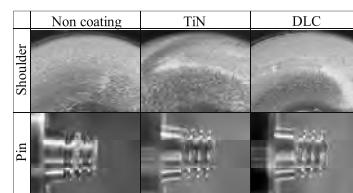


図 1 接合試験後のツールの外観

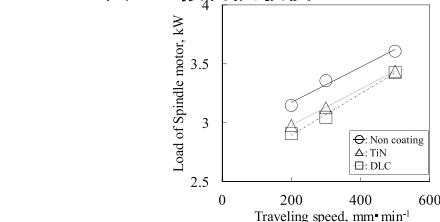


図 2 主軸モータ負荷におよぼす接合速度の影響

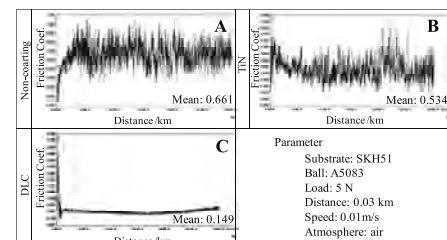


図 3 ボールオンディスク摩擦摩耗試験結果  
(A:SKH51,B:TiN, C: DLC)

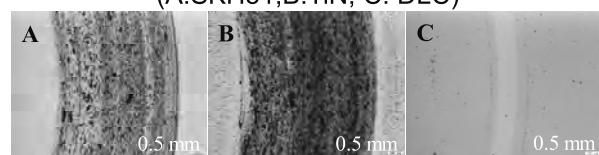


図 4 摩擦摩耗試験後の表面写真  
(A:SKH51,B:TiN, C: DLC)

\* 現 商工企画課



### 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 77

製品科学課 金丸亮二  
生産システム課 野尻智弘  
センター所長 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)

ウレタン、接着剤を使用しない環境対応型カーシートの開発 ······ 78

製品科学課 金丸亮二, 溝口正人, 中橋美幸  
富士レース産業(株), ハクサン染工(株), ウィディピイ(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」

県産バイオマスを高充填したバイオマスプラスチックとその真空成形技術 ······ 79

生産システム課 水野 渡, 佐伯和光

#### □科学研究費補助金

車椅子用褥瘡予防クッションの軽量化研究 ······ 80

製品科学課 石割伸一

#### □住民生活に光をそそぐ交付金

地中熱を利用した融雪装置の開発 ······ 81

生産システム課 西田公信, 水野 渡

スプレー法等による繊維製品の高機能化に関する研究 ······ 82

製品科学課 金丸亮二, 早苗徳光  
生産システム課 野尻智弘, 和田 猛  
中央研究所 九曜英雄, 岩坪 聰

耐衝撃性を有する生活安全用品の評価研究 ······ 83

生産システム課 牧村めぐみ  
製品科学課 溝口正人

競技者の安全性を考慮した野球用具の評価研究 ······ 84

製品科学課 溝口正人  
生産システム課 牧村めぐみ

県産バイオマスを利用したバイオマスプラスチックの開発と製品試作 ······ 85

生産システム課 水野 渡, 佐伯和光

## □富山県立大学「产学官連携研究」

現場ニーズに対応した水質モニタリング基礎技術の開発 ······	86
生産システム課	牧村めぐみ
富山県立大学	楠井隆史

## □一般研究

ハイブリッド型スポーツ用具の開発 ······	87
製品科学課	溝口正人, 金丸亮二
機械電子研究所	羽柴利直
(国)金沢大学	故田隆樹, 飛田尚彦, 米山猛
着心地の良い中・高年者用ファンデーションの開発 ······	89
製品科学課	中橋美幸, 金丸亮二
生産システム課	野尻智弘
マイクロバルーンのクッション材への応用 ······	91
製品科学課	石割伸一, 金丸亮二
発汗サーマルマネキンによる機能性衣服の評価研究 ······	93
生産システム課	和田猛, 野尻智弘
製品科学課	中橋美幸
塩化ビニル樹脂中の可塑剤の定量に関する研究 ······	95
生産システム課	佐伯和光, 水野 渡
屈折率制御技術の人造大理石への応用 ······	97
製品科学課	早苗徳光, 金丸亮二
ナノファイバーを用いた高機能繊維材料の開発 ······	99
製品科学課	金丸亮二, 早苗徳光
生産システム課	野尻智弘
中央研究所	九曜英雄
バイオマスプラスチックを活用した生活用品の開発 ······	100
生産システム課	水野 渡, 佐伯和光

## □企業との共同研究

流動性ポリマーを応用した体圧分散機能マットの開発 ······	102
製品科学課	石割伸一
(株)ユタカ電子製作所	青野豊, 西田顕章

スマート・コンフォート・ナノテクスタイルの技術開発	103
生産システム課	野尻智弘, 和田猛
製品科学課	金丸亮二, 早苗徳光
中央研究所	九曜英雄, 岩坪 聰
北陸SC会 ((株)エヌエスブレーン, 第一編物(株), 川田ニッティンググループ, (株)ゴールドウイン, 小松精練(株), 丸井織物(株))	
セルロースを高度利用した軽量高強度プラスチック材料の開発	104
生産システム課	水野 渡
中越パルプ工業(株)	清水喜作, 田中裕之, 橋場洋美
廃プラスチックを有効利用した透水性と保水性を兼備した歩道舗装の試作開発	105
生産システム課	水野 渡, 佐伯和光
新高清掃(株)	金井 武
サンクリーンマテリアル(株)	田中博政
丸和ケミカル(株)	小西伸一
融雪型屋上・屋根緑化システムの開発と実証実験	106
生産システム課	水野 渡
(有)EERP	高辻 隆
コンプレッションウェア設計のための関節トルク計測装置の開発	107
製品科学課	溝口正人, 金丸亮二, 中橋美幸
(株)ゴールドワインテクニカルセンター 小坂博信, 坂田一哉	
 □ベンチャー創成等支援共同研究	
イリスの香気成分を利用した香料の開発	108
生産システム課	水野 渡
(有)アンティアンティ	宮崎 真, 坂本沙恵
作業性に優れた耐炎性・耐熱性ウェアの開発	109
製品科学課	金丸亮二
生産システム課	野尻智弘, 西田公信
(株)ミヤモリ	宮森利隆, 石崎智志, 荒田強志



# 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, センター所長 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)

## 1. 緒言

本研究は、H23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～3カ年）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。

前項、前々項で作製したテキスタイル並びにナノファイバー不織布の貼り合わせを実際に行った。昨年度の研究データを元に、貼り合わせ条件の最適化を図り、高い透湿防水効果を維持しつつ、製品として問題のないレベルの剥離強度を有する貼り合わせを行うことができた。

## 2.4 貼り合わせ生地の縫製

昨年度確立した無縫製技術を活用し、前項で作製した貼り合わせ生地のウェア形状への縫製を行った。縫い目部分でも実用上十分な耐水性を有するウェアを開発することができた。さらに、試作ウェアの衣服内湿度測定試験の結果、衣服内の湿度上昇を抑える効果がかなり高いことが実証できた。



図1. 試作ウェア（衣服内湿度測定試験中）

## 2. 開発概要および結果

昨年度は、・テキスタイル開発、・ナノファイバー不織布開発、・テキスタイルと不織布の貼り合わせ、・貼り合わせ生地の縫製、の各工程毎に製造技術の確立をはかった。本年度は、さらなる性能向上をはかるとともに、全工程を通してウェアサンプルを作製した。

### 2.1 高密度かつ伸縮性のあるテキスタイル開発

昨年度達成した従来比10～30%以上の高密度化を維持しつつ、伸度40%以上という高い伸縮性を確保することが出来た。併せて伸びバランスにも優れ、シワの発生もほとんどないテキスタイルを開発することが出来た。

### 2.2 ナノファイバーによる不織布の開発

昨年度は、ウェア用途に対応した幅、長さを有するナノファイバー不織布作製技術を確立した。本年度は不織布の性能向上を図り、十分な耐水性を確保しつつ、従来の透湿防水フィルムの数倍の透湿性を有するナノファイバー不織布を開発することが出来た。

### 2.3 生地とナノファイバー不織布の貼り合わせ

## 3. 結言

昨年度の研究結果をもとに、本年度は、各工程を通して、ウェアサンプルの試作を行った。それぞれの工程とも、ほぼ目標としている性能を達成し、これまで実現できなかったレベルの“蒸れにくく”“動きやすい”ウェアを開発することができた。今後はさらに性能の向上を図るとともに、量産化に向けた技術の確立をめざす。

# ウレタン、接着剤を使用しない環境対応型カーシートの開発

製品科学課 金丸亮二, 溝口正人, 中橋美幸

富士レース産業(株), ハクサン染工(株), ワイディピイ(株)

(財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

## 1. 緒言

本研究は、H23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23年度～2カ年）である。従来のカーシートは、表皮部分の革、ファブリック素材、人工皮革等をウレタンフォームに接着剤で貼り合わせて作製されているが、リサイクルの困難性が問題となつておらず、廃棄する場合においても、焼却時の有害物質発生等が問題となつておらず、そこで、これらの解消を目的に、表皮部分とクッション部分が一体となった3次元編物構造のシート基材を開発し、さらにその基材の染色加工技術を確立することにより、貼り合わせの必要なない一体成形カーシートを開発する。

## 2. 開発概要および結果

シート基材は、ダブルラッセル編機を用いて3次元構造に編み立てる方法により作製した。これにより、着席時の座面となる表皮部分と、従来ウレタン素材だったクッション部分を同時に編成することができる。この際、重要となるのは、表皮部分ではデザインや触感はもちろん、後工程での易加工性、クッション部分では、適度な弾力性と圧縮繰り返しに対する耐久性である。素材や組織、その他の編成条件により、基本となる基材製造技術を確立することができた。

次に、開発したシート基材の加工技術を検討した。この工程には、主に起毛加工と染色加工があり、いずれも立体構造のシート基材を連続的に加工する必要がある。この工程は、既製の装置をそのまま適用することは困難なため、専用の装置を開発することにより対応した。これにより、開発したシート基材の連続加工技術を確立することができた。

染色加工まで行ったシート基材について、十分な性能を有するか検証するため、各種評価試験を実施した。試験項目は、引張強度試験、圧縮繰返し試験、通気度試験等。さらに、座り心地についても評価するため、圧力分布センサーを用いた試験を行った。試験にあたっては、比較のため従来のカーシート基材の測定も行った。

図1に、測定した試料を示す。

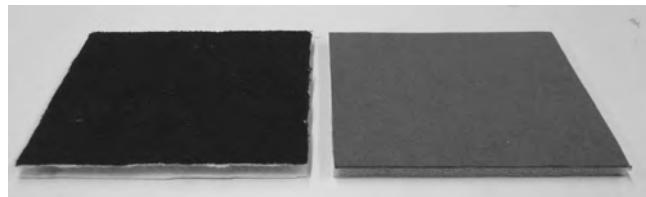


図1 試作試料（左：開発品 右：従来品）

試験の結果、引張強度は従来品より開発品の方が2倍以上とはるかに高い強度を示した。圧縮繰り返し試験では、 $100\text{cm}^2$ に $50\text{kgf}$ の負荷一除荷を1000回繰り返した後の圧縮回復率を測定したところ、開発品、従来品とも95%以上の高い回復率を示した。通気度は、やや従来品の方が高かったものの、開発品も十分な量の通気性を示した。いずれにしても、各項目とも開発品はカーシートとして十分な性能を有しており、今後の設計次第ではさらなる性能向上も可能である。

圧力分布試験については、結果を図2に示す。

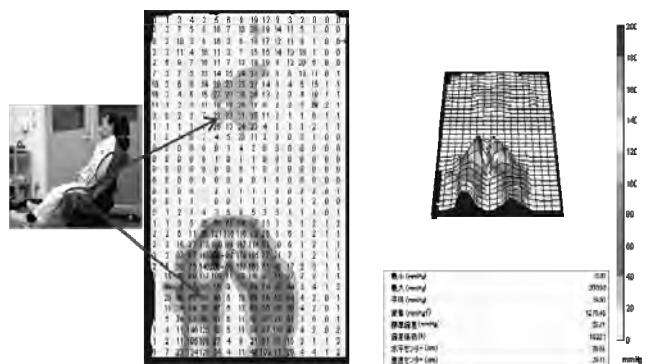


図2 開発品の圧力分布試験データ

今回は、サンプル量の関係で臀部にのみ開発品を配置している。2種類の既製品と比較したところ、開発品は従来品と比べ、やや堅めの座り心地を示す圧力分布であった。

## 3. 結言

本年度は、製造技術の確立が目的であったため、試験を行ったのは1種に留まった。しかし、設計次第では、様々なタイプのシート基材を作成することが可能であり、今後はより高機能で快適なシートの開発を図っていく。

# 県産バイオマスを高充填したバイオマスプラスチックとその真空成形技術

生産システム課 水野 渡, 佐伯 和光

## 1. 緒 言

環境負荷低減, 省石油資源の観点からバイオマスを充填したバイオマスプラスチックの開発が進められている。そこで、バイオマスを高充填したバイオマスプラスチックについて、真空成形技術に関する基礎的な特性把握と、大型真空成形品の試作と製品化に関する検討を行った。

## 2. 真空成形用シートの作製

もみがら粉とポリプロピレン、古米粉とポリプロピレンの材料について大型真空成形を行うためのシート作成を行った。シートの大きさは 1,200×1,700mm, 厚さを 3mm 以上として、シートの成形性を評価したところ、もみがら粉とポリプロピレンの配合については、粘性のない状態で押出機のダイから吐出されるため、配合割合を 50~70%に変化させてほんんどシートができなかった。古米粉とポリプロピレンの配合については、配合割合が 50%で厚さが 3mm, 4mm のシートを作製することができた（図 1）。

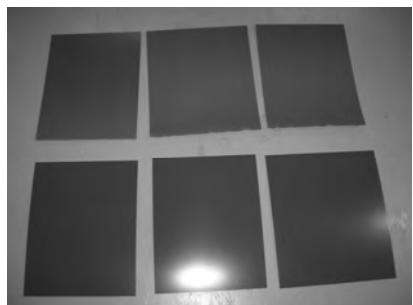


図1 真空成形用シート(古米粉とポリプロピレン)

## 3. 深絞り箱型の真空成形

もみがら粉とポリプロピレンの配合については、シートが十分できないため、外観と深絞り性が悪かった。古米粉とポリプロピレンの配合については、深絞り性が十分あり成形性に優れた材料であることがわかった。

## 4. 大型真空成形品の試作と評価

バスタブ型を用いて、厚さ 3mm の古米粉とポリプロピレンシートで真空成形を行った。シート加熱温度の設定を高くすることにより、市販製品と同様に成形す

ることができた（図 3）。真空成形品だけではバスタブの強度が出ないため、バスタブの背面に FRP をハンドレイアップしたが、バスタブの変形とバスタブと FRP の接着不良が起き十分な補強効果が得られなかつた。

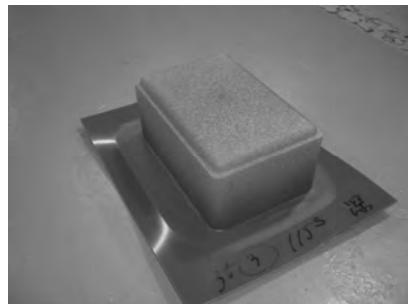


図2 深絞り箱型の真空成形結果  
(古米粉とポリプロピレン)



図3 バスタブ型の真空成形結果

## 5.まとめ

今回、バスタブ型を利用してバイオマスプラスチックの真空成形性について検討した。その結果、古米粉とポリプロピレンの材料に関して大型真空成形が可能であることがわかった。しかしながら、ポリプロピレンをマトリックスとした配合では、バイオマスの配合量が高いにもかかわらず接着性が悪く、今後多くの製品に展開するための課題となつた。

## 「謝辞」

本研究は、(独)科学技術振興機構 研究成果最適展開支援プログラム フィージビリティスタディ【FS】ステージに係わる試験研究として実施いたしました。実験にあたり（株）日本成工、（株）セコン三木、アルプス化成（株）、富山県立大学の各機関に協力をいただきました。ここに各機関の皆様に謝意を表します。

# 車椅子用褥瘡予防クッションの軽量化研究

製品科学課 石割伸一

## 1. 研究目的

これまで、地震のときなどに起こる液状化現象を応用したクッションの開発研究を行ってきたが、マイクロバルーンと水との混合物で構成される中綿の含水性を評価する手法、そのときのクッションの柔らかさ、液状化の大きさを定量的に評価する手法がこれまでなかった。

また、液状化が起きる条件は混合物の含水性に強く依存しており、クッションの中綿の性質として適切な水分量の範囲は大変狭いものであった。このため、あまり含水性に依存しないで、クッションの柔らかさや液状化が起こる構造を持つクッションを考える必要がある。このことを解決することが、本研究の目的である。

## 2. 研究開発内容

### 2.1 クッションの中綿の含水性を評価する手法

マイクロバルーンの見かけの比重が水に比べて大変小さいことから、中綿の比重よりその含水性を評価した。(中綿の体積は、袋を水槽の中に入れてその袋が水を押しのけた量から計算することができる。また、中綿の重量は、クッション全体の重量から、中綿以外の重量を差し引いて計算することができる。)

### 2.2 クッションの柔らかさ、液状化の大きさを定量的に測定する方法

6面体の形状を持った試験用の袋（上面と下面は、1辺が15cmの正方形で、高さが10cm）を作製する。ここに一定量の水とマイクロバルーンとの混合物を封入し、加振体の上におく。次に、アクリルのパイプ（95g、直径14.96mm）を用いて沈み込む長さを測定する。

つぎに、このアクリルパイプを取り除いて、鉄棒（752g、直径3.03mm）を同様に立ててその沈み込みの大きさを測定する。この2つの沈み込みの差の大きさをクッションの柔らかさとした。すなわちその差が大きいほうが、より柔らかいと考える。

この鉄棒を置いたまま、加振体を20sだけ通電してクッションを液状化させると、鉄棒が新たに沈み込む。この新たな沈み込み量を液状化の大きさとした。

### 2.3 クッションの中綿の水分量がその柔らかさや液状化の大きさに与える影響を低減させる方法

中綿の材質を変えること以外に、袋の内部構造をいろいろ変えた試験用のクッションを作製して、クッションの特性を調べた。また、本研究と並行して行っていたある企業との共同研究の結果として開発した方法についても、これを研究対象として取り入れた。これらの方法の一部は、特許として共同研究先企業と共同で出願する予定。

## 3. 実験結果

試験用の袋の場合の中綿の含水率に対する、クッションの柔らかさと液状化の大きさの関係をFig.1に示す。同様に新しく開発した袋によるそれらの関係をFig.2に示す。

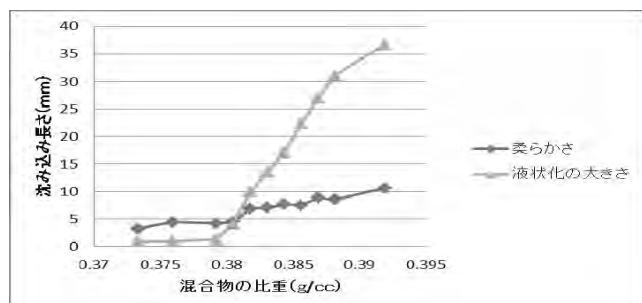


Fig.1 これまでの袋によるクッション

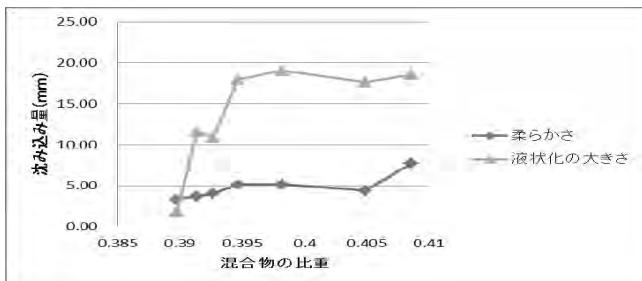


Fig.2 新しく開発した袋によるクッション

## 4. 結論

袋にある工夫を加えることによって、その柔らかさや、振動により液状化の起こる大きさが、内部の混合物の含水率に余り依存しないようになった。今後は、研究期間を1年間延長して、この方法によるクッションを作製してその性能を高める研究を行う予定。

# 地中熱を利用した融雪装置の開発

生産システム課 西田 公信, 水野 渡

## 1. 緒言

比較的低深度の地中熱の測定をすることにより、それを熱源とした融雪システムの構築可能性について検討を行った。

地下 1.5m 程度の部分の温度を長期間測定し、ある種の熱還流システムを考案することにより地表面に効率よく熱移動を起こすことを意図した。

## 2. 実験方法

### 2.1 使用材料

天然由来の材料を中心に熱伝導性の良好性および経済性を考慮して炭素系各種の材料を用意した。

第一の材料として木炭系を中心とし、第 2 の材料に黒鉛系のものとした。

### 2.2 試験および測定方法

深さ 1.5 程度の穴を掘削し、2.1 で用意した材料を中心に、埋めなおした。

その際、数箇所の深さに温度センサを取り付けた。

設置状態は、直埋めとユニット方式の 2 方法とし、降雪の時期までに設置し、それ以後観測を行った。

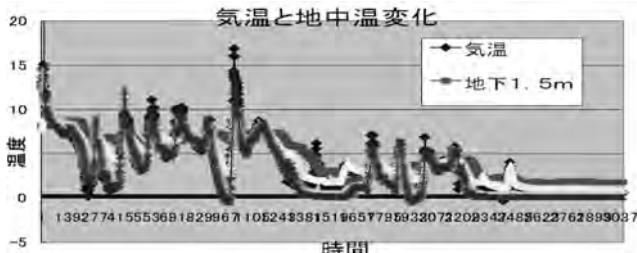


Fig.1 Correlational figure of temperature and earth thermal .

第一の材料による結果（堆積型）を踏まえ、試験穴の一つを掘り返し、材料や設置方法を変えて、再び埋め戻し実験を続けた。熱循環を促進させるために、空気孔を含む複数の管を組み合わせたもの（複合直管型）とした。

キーワード：融雪、地中熱、低深度、天然由来材料

Development of snowmelt systems using earth thermal  
Production System Section; Masanobu Nishida, Wataru Mizuno

By measuring the earth thermal of comparatively low depth, this examination which may be able to build a snowmelt system by making it into a heat source was performed. Depending on use material, the useful difference was checked between temperature and system skin temperature, and the possibility of the systems configuration was found out.

## 3. 実験結果および考察

Fig. 1 より地中熱は、降雪時も融雪できる温度を有していることがわかる。この熱を地表面まで運ぶことが出来れば融雪システムとしての可能性を見出すことができる。

第 1 段階の堆積型での降雪では、気温と表面温度の差が十分ではない。また短時間に大量の雪が降り積もったため、融雪状況の調査は難しいものであった。データ的にいえば、融雪は行われていたが、最初に溶けた水が十分に排出されず、それ以降の融雪に支障をきたしていたなどの問題点が残り、熱流の観測も不十分であった。

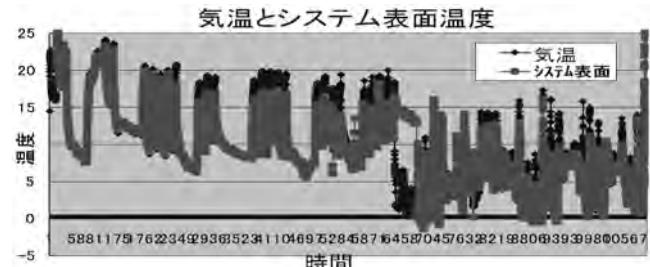


Fig.2 The variation with time of temperature and system surface's.

また Fig. 2 より複合直管型の材料による実験の結果、降雪時では表面温度の方が気温より高いことがわかる。土木的な設置方法に多少問題もあったが、融雪システムの可能性は十分にあると思われるが、このシステムをさらに有効にするためには、熱伝導を促す補助的熱流システムを組み合わせることが必要であると考えられる。

また、気温の高いときには概して表面温度が低くなつておらず、夏季の地表面温度を下げる効果も期待できる  
「謝辞」

終わりに、本研究推進にあたり材料等の提供をいただいた日本興業株式会社様に深く感謝致します。

# スプレー法等による纖維製品の高機能化に関する研究

製品科学課 金丸亮二, 早苗徳光 生産システム課 野尻智弘, 和田 猛

中央研究所 九曜英雄, 岩坪 聰

## 1. 緒言

近年、異常な気象の影響で熱中症のニュースが絶えない。この対応策として、衣服と肌との空間（衣服内空間）をできるだけ快適に保つことが必要と考えられる。この空間を快適に保つ機能材料として微粒化した調湿材料をとりあげた。より即効性をもたせるために纖維製品の一部分（脇や胸部など）に効果的に加工するのが適切と考え、加工方法としてスプレーを用いる方法を検討した。その結果について報告する。

## 2. 実験方法

### 2.1 使用布帛材料

微粒化した調湿材料が、布帛材料に少しでも多く担持できるように地厚に製造できる編地にスプレーすることとし、綿100%の丸編生地、ポリエステル糸とポリウレタン糸、ナイロン糸とポリウレタン糸で編成された経編生地を用いた。

### 2.2 スプレー加工方法

調湿材料、分散剤、バインダーを混ぜた溶液を、スプレー装置（トゥーマーカープロダクツ製）に供給し、布から10cm離してスプレーを行った。

調湿材料は、100mlの蒸留水に2gまたは200mlの蒸留水に2g混合させた。塗布量は、400cm<sup>2</sup>辺り0.5gとした。

### 2.3 試験および評価方法

調湿材料は空気中の湿分を取り込んだり放出する性質を有する材料であるが、取り込んだ水分率を比較することによって調湿効果を評価することにした。

調湿材料を加工した試料(20cm×10cm)を20°C65%RH環境下に24時間放置したときの試料の質量W<sub>20</sub>、30°C90%RH環境下に24時間放置したときの試料の質量W<sub>30</sub>とし、あらかじめ測定した絶乾質量W<sub>0</sub>から次式によって、それぞれにおける吸水率を算定した。

$$20^{\circ}\text{C}65\%\text{RH 時の吸水率} (\%) = \frac{W_{20} - W_0}{W_0} (\%)$$

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 スプレー加工について

調湿材料を200mlの蒸留水に2g混合させたものでは噴霧することができたが、100mlに2gのものではノズルが詰まり噴霧することができなかつた。

大きな調湿効果を期待するためには調湿材料の付着量を多くしなければならないが、噴霧できる調湿剤の混合濃度には限界がある。

### 3.2 調湿材の性能評価について

表1にスプレー加工を行った布帛材料の異なった環境条件下における水分率を示す。ポリエステル・ポリウレタン経編の場合、未加工に比べ水分率の向上が認められる。

しかし、ナイロン・ポリウレタン経編と綿丸編の場合、30°C90%RHの水分率が未加工に比べ低下しており、調湿材料の効果はなかった。これは調湿材料の付着量が少なかったものと考えられる。

表1 スプレー加工を行った布帛材料の異なる環境条件下における水分率

試 料	20°C65%RH 水分率 (%)	30°C90%RH 水分率 (%)
ポリエステル・ポリウレタン経編 未加工	0.529	0.593
ナイロン・ポリウレタン 経編 未加工	4.329	6.628
綿丸編 未加工	7.127	12.229
ポリエステル・ポリウレタン 経編 スプレー	1.198	1.297
ナイロン・ポリウレタン 経編 スプレー	4.432	4.987
綿丸編 スプレー	7.382	10.162

### 4. まとめ

今後、調湿材料の粒径や噴霧する溶液の濃度などを考慮し、より多くの調湿材料の担持方法について検討する必要がある。

# 耐衝撃性を有する生活安全用品の評価研究

生産システム課 牧村めぐみ 製品開発課 溝口正人

## 1. 諸言

スポーツ用具の開発においては、新素材の応用や斬新な設計による開発が進められているが、安全性や機能を評価する際には、素材や部品の静的な強度物性だけでなく、動的な負荷特性も含めた多角的な設計を図る必要がある。衝撃的な力に対する強度や耐久性の試験に関しては、製品や部品の実際の動的負荷を考慮して、使用時の速度や衝撃力を想定した条件を再現することにより、その性能や挙動を評価することが不可欠である。本研究では、衝突時の衝撃力を測定するとともに、衝撃負荷による被衝突体の変形や振動の測定および映像を記録し、衝撃負荷による動的挙動や破壊強度などの安全性評価を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 ヘルメットの耐衝撃性評価

野球打者用ヘルメットを対象に、64-153km/h の速度でボールを衝突させ、この際に生じる動的な変形挙動を高速度ビデオを用いて 2000fps で撮影し、画像処理により変形の特性を解析した。捕手用ヘルメットについても、後頭部へのバット衝突を想定して同様の衝撃試験を行った。衝撃試験装置を図 1 に示す。

また、ヘルメット各部の変形量を歪みゲージにより検出し、最大応力や主応力方向を算出して素材の物性から安全強度を考察した。



図 1 衝撃試験装置

### 2.2 顔面保護用マスクの耐衝撃性評価

野球用キャッチャーマスクを対象に、64-120km/h の速度でボールを衝突させ、この際に生じる動的な変形挙動を高速度ビデオで撮影して、顔面が受ける衝撃挙動を考察した。また、マスク構造材に貼付した歪ゲージにより衝撃荷重による最大応力を検出し、部材強度からみた安全性を考察した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 ヘルメットの耐衝撃性評価結果

打者が受ける側頭部への衝突時には耳あてや側頭部が大きく変形して頭部を圧迫しており、ボール速度が 150km/h の場合には、最大で 30mm 程度の圧縮変型が生じていた。衝突直前と最大変形時の映像を図 2 に示す。

また、衝突時に頭部が受ける最大加速度は 300G 程度に達しており、現状の安全規格基準値を超えていた。

ヘルメット各部の変形量を歪みゲージにより検出した結果、ボール衝突部付近である側頭部における最大主応力は 33.6MPa、最大主歪みは 0.012 程度が生じており、ヘルメット素材として多用されている ABS 樹脂の材料選択や形状改善に関する知見を得た。



a) 衝突直前

b) 最大変形時

図 2 衝突時の高速度映像

### 3.2 顔面保護用マスクの耐衝撃性評価結果

野球用キャッチャーマスクの変形量を歪みゲージにより検出し、最大応力を算出して素材の物性から安全強度を考察した。その結果、最大応力は 1000MPa、最大歪みは 0.0054 程度が生じており、マスク素材であるクロムモリブデン鋼の材料選択や構造改善について、検討する余地があることが示唆された。

## 4.まとめ

実戦で高速衝突による衝撃負荷を伴う球技用防具を対象として、ヘルメットの耐衝撃性評価や顔面保護マスクの耐衝撃性、安全性評価について実験的に調べた。

その結果、これまで実態に即した高速域での対衝突試験の検証が行われていなかった球技用防具の強度基準に関するデータを収集し、スポーツ競技における安全安心な機能を持つ製品を提供するための設計指標が得られた。

# 競技者の安全性を考慮した野球用具の評価研究

製品科学課 溝口正人

生産システム課 牧村めぐみ

## 1.緒 言

野球競技中の打球衝突による選手のケガを防止するため、各競技団体においてはバットの反発性規制が検討され始めている。本研究では、野球用具の反発性能や衝撃負荷強度などの動的な諸特性の評価技術を確立することにより、選手や観客の安全確保を考慮した用具開発を支援することを目的として、用具の基礎物性の測定および実戦を想定した高速条件下でのボール衝突試験を行い、安全性の評価指標を検討した。

## 2.研究内容

### 2.1 用具特性測定装置の構築

用具物性を把握するため、ASTM F2398 法<sup>1)</sup>に準拠したバット物性（重心、慣性モーメント）の測定が行える専用治具を構築した。また、ボール物性（衝撃力、反発係数）を検出するための衝撃力検出装置を試作した。

### 2.2 打撃時に負荷する動的力の測定

試作した衝撃力検出装置と高速度ビデオにより、野球用ボールの各速度における衝撃荷重や変形挙動を測定し、最大衝撃力、接触時間、変形量などを調べた。

また、実戦での用具負荷を評価するため、歪みゲージを貼付したバットによるボール衝突試験を行い、得られた動的変形挙動や曲げ試験の結果との相関から、衝撃強度および安全性指標を考察した。

### 2.3 バット反発係数測定方法の検討

米国の反発性規格基準となっている ASTM F2219<sup>2)</sup>の反発係数(BBCOR)評価試験に準拠した反発性能を求めるため、硬式ボールをバットに約 100km/h の速度で衝突させた時の反射速度や衝突位置などから反発係数を算出した。試験の概要を図 1 に示す。

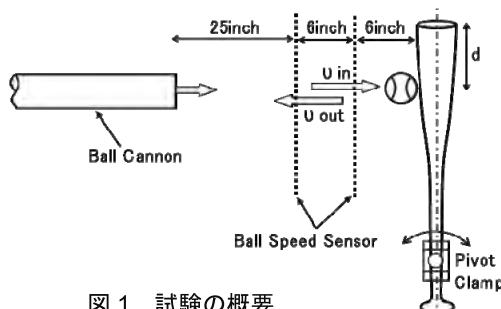


図 1 試験の概要

木製と金属バットの BBCOR の分布を図 2 に示す。

図 2 より、反発係数はバット先端から 5-6inch のエリアで最も大きくなり、先端部や手元部で低下する傾向が確認できる。金属は木製に比べて数%程度数値が大きく、スイートエリアもワイドであった。

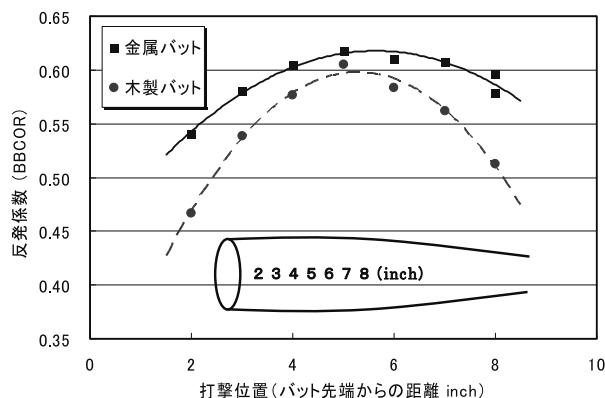


図 2 各種バットの反発係数の最大値

### 2.4 各種バットの反発特性の比較

市場商品(金属 3 本、木製 5 本)の反発係数の最大値を求めた結果を図 3 に示す。全てのバットで米国基準の上限値である BBCOR0.5 を越えているが、これは衝突速度や使用球が米国と異なる影響があるものの、「日本のバットは米国に比べて高反発で飛ぶ」との業界での評価を裏付けていることが示唆される。

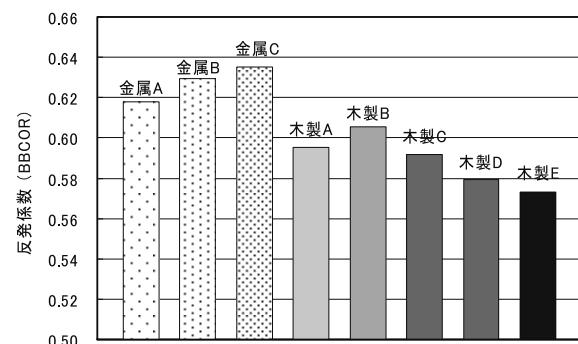


図 3 各種バットの反発係数の最大値

## 3.まとめ

これまで国内では実戦を想定した衝突試験による検証が行われていなかった野球バットの反発性や耐衝撃強度基準に関する基礎データを収集し、その妥当性を検討した。今後もデータの蓄積を重ねることで、野球界の懸案事項となっている打撃用具の客観的な反発性能評価と安全性確保への取り組みを進める。

### 「参考文献」

- 1) ASTM F2398: Standard Test Method for Measuring Moment of Inertia and Center of Percussion of a Baseball or Softball Bat.(2011)
- 2) ASTM F2219: Standard Test Method for Measuring High-Speed Bat Performance.(2010)

# 県産バイオマスを利用したバイオマスプラスチックの開発と製品試作

生産システム課 水野 渡, 佐伯 和光

## 1. 緒 言

石油に依存しないプラスチックとしてポリ乳酸が使用される機会が増えている。ポリ乳酸の利用をさらに進めため、県内で発生するバイオマスをポリ乳酸に複合化させたバイオマスプラスチックの開発と物性評価に関する検討を行った。

## 2. 実験

木粉は富山県西部森林組合が杉の間伐材から作ったものを使用した（水分含有率 8.33%）。ポリ乳酸（PLA）はユニチカ製の射出成形グレードを使用した。これらについて、木粉の配合割合が 10 から 60% になるような条件でセルロース混合可塑化成形装置を用いて配合した。セルロース混合可塑化成形装置によって作製した材料を破碎し小型射出成形機で射出成形して曲げ試験・引張試験用の試験片を成形し、強度試験を行った。

## 3. 結果

セルロース混合可塑化成形装置によって作製した材料は木粉の配合率が高いほど脆くなり、射出成形時の離型性が悪くなつた。これは木粉の配合により、脆性が増すことと成形収縮率が小さくなつたためと推定された。



図 1 射出成形した試験片

図 2, 図 3 に示した強度試験の結果を見ると、曲げ応力・引張応力は、木粉の配合が低い場合に 10%程度低下し、37.9, 45.8% の場合は PLA 単体とほぼ同程度の値を示した。弾性率では配合の割合が高くなると弾性率が高くなる傾向を示し、曲げ弾性率では、配合率

が 57.9% では約 100% 弹性率が向上し、引張弾性率では、57.9% では約 60% の弾性率の向上が見られ、複合化の効果が確認できた。

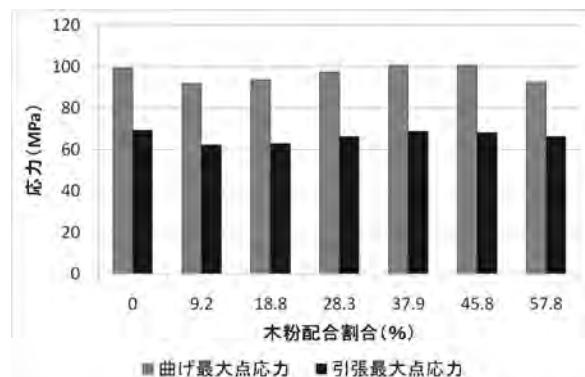


図 2 木粉の配合割合と応力の関係

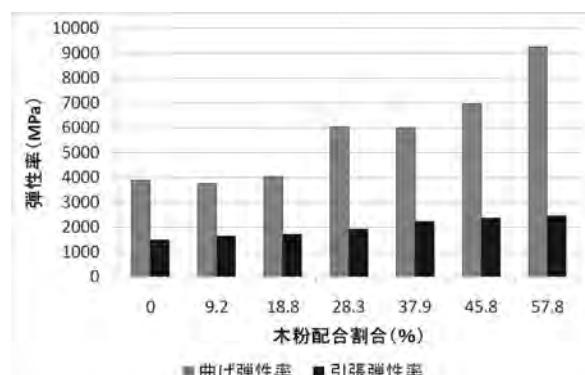


図 3 木粉の配合割合と弾性率の関係

## 4. まとめ

今回、セルロース混合可塑化成形装置を用いて富山県産木粉とポリ乳酸を配合した材料の作製と物性を測定した。木粉をポリ乳酸に 57.9% まで配合することに成功し、木粉の配合割合を増やしても PLA 単体と強度は変わらず、弾性率が高くなるので PLA より剛直な材料になることが分かった。

### 「謝辞」

研究に当たり、富山県西部森林組合、富山県立大学の各機関に協力をいただきました。ここに各機関の皆様に謝意を表します。また、実験に協力いただいた長岡科学技術大学実務訓練生 長戸拓也君、三井勇輔君に感謝いたします。

# 現場ニーズに対応した水質モニタリング基礎技術の開発 「発光細菌による迅速モニタリングシステム」

生産システム課 牧村めぐみ

富山県立大学 楠井隆史

## 1. 諸言

本研究は、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。今年度はさらに測定の迅速化を図るために、事前に培養を必要としない凍結乾燥菌体の取得を目指し、凍結乾燥法および再活性化法を検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 凍結乾燥法の検討

100mL の三角フラスコに 30mL の液体培地を分注し、あらかじめ寒天培地で前培養した Q67 を 1 白金耳植菌して、23°C で 16 時間振とう培養した後、4,000×g で 20 分遠心分離を行い、集菌した。集菌体に凍結乾燥保護剤（表 1 に検討した凍結乾燥保護剤の組成を示す。）を添加し、所定の濃度に調整した後、10mL のバイアル瓶に 1mL 注入した。バイアル瓶を -80°C で 3 時間予備凍結した後、一晩、凍結乾燥を行った。凍結乾燥後の菌体を再活性液に懸濁させ、その発光量(東亜電波工業:AF-100)を測定した。

表 1 凍結乾燥保護剤の組成

成分	10%スキムミルク+1%グルタミン酸ナトリウム 15%ラクトース+2%溶解性デンプン 10%スクロース
溶媒	蒸留水 0.01M グリシン-水酸化ナトリウム緩衝液(pH9.0)

### 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 ZnCl<sub>2</sub> を任意の濃度純水に溶かしたもの 990μL をサンプル液とし、これに再活性化した凍結乾燥菌体溶液 10μL を添加して、0~20 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 凍結乾燥法の検討結果

遠心分離の際に緩衝液等で数回菌体の洗浄を繰り返すと、菌体に粘性が出て不溶となつた。よって、遠心分離は 4,000×で 20 分 1 回のみとした。集菌体の凍結乾燥保護剤への添加濃度は、可能な限り高い方が凍結乾燥後も活性が保たれることが分かった。

凍結乾燥保護剤の組成を検討した結果、15%ラクトース+2%溶解性デンプン溶液および 10%スクロース溶液を用いると、再活性後も安定した活性が得られた。

### 3.2 Q67 の発光阻害を用いた毒性評価試験結果

ZnCl<sub>2</sub> 濃度による発光量の変化を調べた結果、15%ラクトース+2%溶解性デンプン溶液を使った凍結乾燥菌体は、短時間で活性が低下することが分かった。

10%スクロース溶液を使った凍結乾燥菌体と、凍結乾燥を行っていない菌体を使用して毒性評価試験を行った結果を図 1 に示す。感度は若干下がるが、毒性評価には十分利用できるものと考える。

使用する溶媒は蒸留水・緩衝液で大きな差は見られなかった。

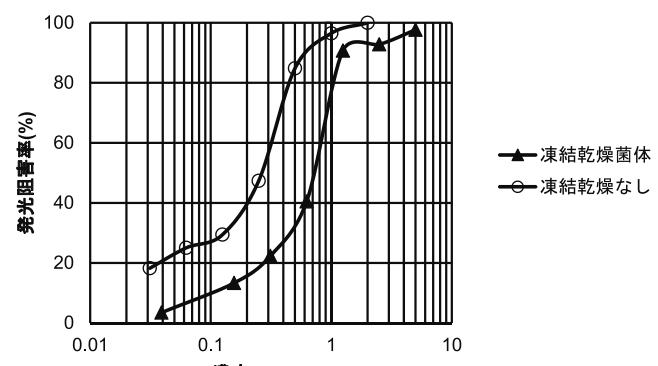


図 1 Zn による発光阻害

## 4. まとめ

凍結乾燥保護剤に 10%スクロース溶液を用いた、凍結乾燥菌体の取得法（凍結乾燥法、再活性化法など）を確立した。

# 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 機械電子研究所 羽柴利直  
(国)金沢大学 故田隆樹, 飛田尚彦, 米山猛

## 1. 緒 言

本研究では、攻守両面の用途を併せ持つ打撃用具としてフィールドホッケーのスティックを取り上げ、伝統的な形状が踏襲されている現状のスティックを改良することにより、多機能な性能を有する製品開発を目的とする。前報<sup>1)</sup>では、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方法について検討した。本報では、打撃性能の向上とボール操作性および選手の身体負荷の軽減を考慮した新たな形状のスティックを考案し、その設計をもとに試作したスティックの諸特性を調べて改善効果を考察した。

## 2. ホッkeesスティックの設計

### 2.1 スティックの現状

現状の市販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92~95cmのものが多用されている。選手は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

### 2.2 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、近年に材質が木製からFRPに変わった以外には形状などに大きな変化がない。スティックの構造や形状に起因して、スティック上の打撃中心（反発性が最大となる点）がヘッドから離れたシャフト部分に位置する<sup>2)</sup>ことから、競技中の選手は攻撃時に屈んだ姿勢で横打ちをすることにより大きなボール速度を得ている。このため腰や膝への負担が大きくなり、疲労や傷害を招きやすいといわれている。

### 2.3 新たなスティックの形状の設計

上記課題の解決を目指して、スティックの質量分布を変えることで打撃中心を先端側へ移動させる方法を検討した。3D-CADの数値解析により全体質量や慣性モーメントを考慮して設計を行った結果、スティック

先端とグリップ部に質量を分配させた新たなモデルを考えた<sup>3)</sup>。作成した新型モデルを図2(a)に示す。

なお、図2(b)には、性能を比較するため現状の形状を模擬して作成した従来型モデルを示してある。

両スティックモデルの物性を数値解析により比較した結果、新型の打撃中心は従来型に比べて約40mmヘッド側に移動することが確認された。

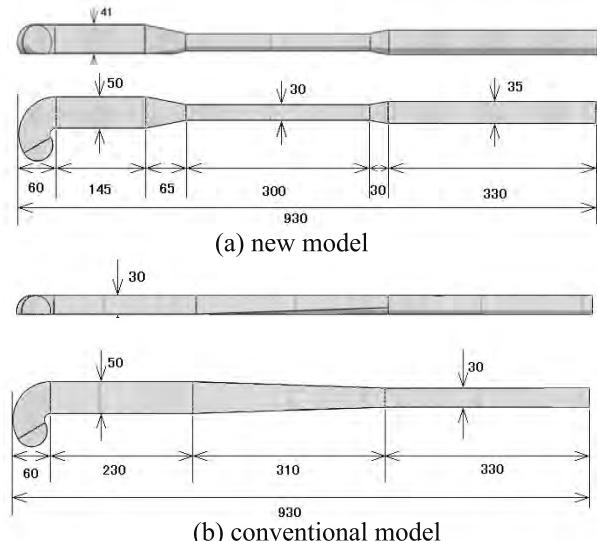


Fig. 2 Designed Stick model

### 3. スティックの性能比較

#### 3.1 スティックの試作

図2で設計したモデル形状をもとに、新型と従来型のスティックを試作した。素材には、耐衝撃強度を考慮してメイプル製の野球用木製バット材を使い、湾曲したヘッド部を確保するためL字型に接合した部材を削り出した。試作したスティック写真を図3に示す。

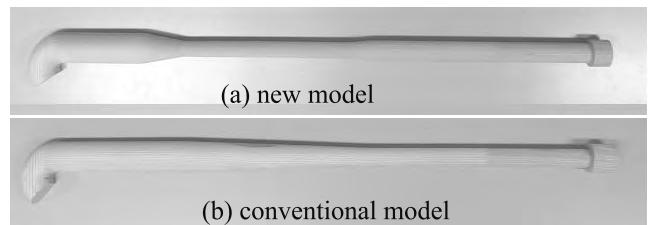


Fig. 3 Wood Stick

#### 3.2 物性の比較

試作した両スティックの物性を実測し、比較した結果を表1に示す。表1より、前述の数値解析の結果と同様に新型の打撃中心(COP)の位置が従来型に比べて40mmヘッド側に移動していることから、打撃特性の改善が期待できることがわかった。

Table 1 Comparison of physical properties

	New model	Conventional model
Mass (g)	676	680
Length (mm)	933	930
Center of mass (mm)	562	550
Moment of inertia ( $\text{kg} \cdot \text{m}^2$ )	0.271	0.251
COP (mm)	712	672

### 3.3 曲げ剛性

スティック強度と打撃特性の基本特性の指標となる曲げ剛性を比較した。全体の曲げ剛性は、600mmシャフトパンの3点曲げ試験における変位-荷重曲線の傾きから算出した。また、曲げ剛性分布は、300mmスパンの3点曲げ試験によりスティック中央部から両端側への各5点を加圧点として計11点の測定を行った。

曲げ剛性分布の結果を図4に示す。これより、新型スティックは従来型に比べて全体的に剛性が小さく、剛性分布の変化も少ないことが分かる。

今回の試作スティックは木製のため剛性の設計に限界があるが、将来は材質をFRP化して中空構造にすることで設計の自由度が高まり、曲げ剛性の制御も可能になると思われる。

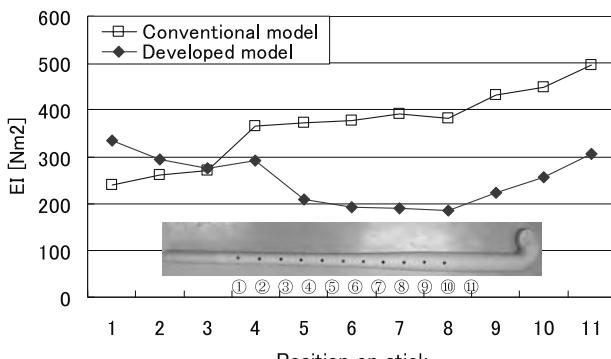


Fig. 4 Distribution of bending stiffness of sticks

### 3.4 振動特性

振動特性は、インパルスハンマ法により1次から3次までの各モードにおける伝達関数をFFTアナライザで解析した。測定では、ヘッド先端を原点0として、グリップ方向に30mmピッチで900mmまでの31点の加振点を設定した。

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、打撃特性、打撃中心、曲げ剛性、振動モード

## Development of field hockey sticks with hybrid performance

Masato MIZOGUCHI, Ryoji KANAMARU, Toshinao HASHIBA  
Ryuki YUEDA, Naohiko TOBITA and Takeshi YONEYAMA

The purpose of this study is to develop a newly field hockey sticks with performance of offensive and defensive properties. In this report, a new stick shape was designed from the viewpoint of hitting performance and hitting action of player, and the physical properties such as moment of inertia, center of percussion, bending stiffness and vibration property were examined.

As a result, the center of percussion and the vibration node of the first mode moved to the stick-head side by about 40mm, and an effective possibility was shown in the ball speed and hitting action. Moreover, the result of it was easy to operate when the ball control operated by the feeling evaluation by the professional player was obtained.

両スティックの1次のモード形状を比較した結果を図5に示す。これより、先端側の振動節の位置は新型が約35mmヘッド側に移動しており、数値解析や実測による打撃中心位置の移動量とほぼ同じ結果となった。

ボール打撃時にスティックに発生する振動は、打撃感触や反発性能と関連が深いことから、新型スティックによる性能の改善が期待できる。

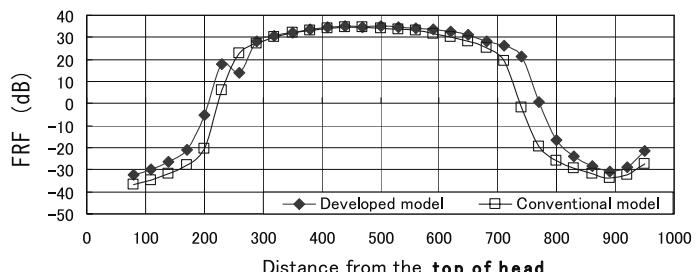


Fig. 5 Comparison of 1<sup>st</sup> mode of modal analysis

### 4. 選手の使用感

元プロホッケー選手により、両スティックを用いて打撃試験を行った。その結果、新型ではヘッド速度に対するボール速度の比が増大し、従来型に比べてより速い打撃が行える可能性があることがわかった。

また、使用感については、ドリブルなどのボール操作を行った結果、新型スティックの中央部が円形断面のため長軸回りの反転動作を行いやすく、ボール保持性が改善される可能性が高いとの評価を得た。

### 5.まとめ

本報ではフィールドホッケーのスティックを対象に、先端部に近い部分で打撃が行いやすい新たな形状のスティックを考案し、その物性と性能を調べるとともに、一流選手による使用感評価を行った。その結果、開発したスティックは従来型に比べて性能が向上する見通しを得た。今後は、FRP材による試作と形状の最適化を検討しながら実用的なスティック開発を目指す。

### 「参考文献」

- (1) 滝口他, 富山県工業技術センター研究報告, No.25(2011)
- (2) 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.
- (3) 故田他, 日本機械学会, スポーツ工学シンポジウム2011講演論文集, No.11-17.

# 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、生理・心理量については、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。

前年度までの研究において、ファンデーションの一つであるブラジャーを取り上げ、中・高年齢層の女性にとって、シルエット満足感および着用快適感の高いブラジャーであるためのデザインおよび衣服圧分布等を明らかにした。本研究では、前年度までの研究結果に基づいて設計された試作ブラジャーを用いて、それらを着用したときの生理量への影響を明らかにした。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料

実験に用いたブラジャーは3種類である(図1)。試料Tは、前年度までの研究結果に基づいて試作されたノンワイヤータイプのものであり、一般的なデザイン(試料MA)に比べて下辺テープ部分より下方の斜線部分があり、被服面積が大きいものである。試料MAは、市販品の中からノンワイヤータイプのもので、比較的に衣服圧が低いものを選択した。試料MBは、被服面積が試料Tとほぼ同程度であり、比較的に衣服圧が高いものである。



図1 試料のデザイン比較

今回用いた試料ブラジャーを標準体型の剛体マネキンに適合サイズのものを装着させた場合での衣服圧分布は図2に示すとおりである。ストラップ部分および体幹部前面a～d, gでの衣服圧は、試料Tで最も低く、試料MAの約1/2、試料MBの約1/3程度であることがわかる。また、試料MA, MBでは背部の下辺テープ部分eで最も衣服圧が高いのに対して、試料Tでは他のポイントと同様1kPa以下であり、試料MAの約1/3、試料MBの約1/5

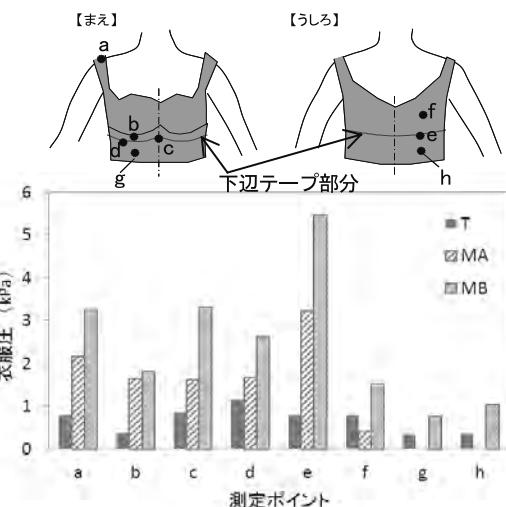


図2 試料の衣服圧分布(マネキン装着の場合)

と衣服圧が低いことがわかる。このような特徴をもつ3種の試料を用いて着用実験を行った。

### 2.2 被験者

被験者は、年齢40歳代～70歳代までの健康な女性5名で、すべてアンダーバストの適合サイズが80cmである。カップサイズはBカップ～Dカップであり、各被験者は適合サイズのものを着用した。

### 2.3 着用実験方法

被験者は、実験開始30分前に温熱的不快感を感じない程度の環境(24°C, 50%RH)にコントロールした実験室に入室し、座位安静を保った。その後、コントロール(N)として、ブラジャー非着用で八分袖インナー(アクリル70%・綿30%)と長袖Tシャツ(綿100%)を着用し、椅座位20分間における生理量を測定した。次に、実験用ブラジャーと八分袖インナーに着替え、シルエット等の主観評価を行った後、さらに長袖Tシャツを着用し、再び、椅座位20分間での生理量測定を行った。測定した生理量は、心電図(日本光電工業株式会社 携帯型心電図解析器RAC-1202)、胃電図(ニプロ株式会社 胃電計EG)、唾液アミラーゼ(ニプロ株式会社 唾液アミラーゼモニター)である。心電図および胃電図については連続的に、唾液アミラーゼについては、測定開始0, 10, 20分後に測定を行った。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 心電図への影響

心電図の波形からR波とR波の間隔であるR-R間隔RRIについて、試料ごとに被験者平均を算出した(図3)。試料T, MAではRRIがコントロール(N)時とほぼ同程度であるのに対して、試料MBでは他より約10%大きく、

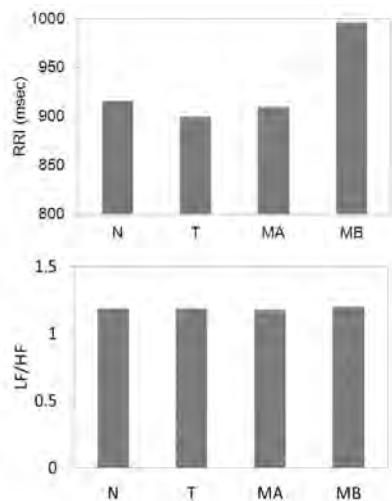


図3 RRI および LF/HF 比較

すなわち、心拍数が減少する傾向がみられた。このことは、試料 MB では他に比べて被服面積が大きく衣服圧が高いことが、呼吸ポンプ作用を補助し、静脈還流量に影響を及ぼした結果、心拍数の減少=RRI の延長という身体負荷の軽減効果を招いたのではないかと推察される。また、交換神経活動を反映する LF/HF については、試料間にほとんど差がみられず、どの試料もコントロール(N)時と同程度であることがわかった。これらのことから、今回用いた試料ブラジャーによる圧迫では、自律神経系へのマイナス影響が小さいことが判断された。

### 3.2 胃電図への影響

一般に、胃は1分間に約3回の割合で収縮運動を行うといわれており、本研究においても同様の運動リズムが認められた。そこで今回は、得られた胃電図の生波形(EG)に対して、絶対値化処理を行った後、EGの積分値を算出し、これらを胃の運動量として検討した。次に、(1)式によりコントロール(N)時からの変化率を求め、ブラジャー着用による胃運動への影響を比較した(図4)。

$$\text{変化率} = ((EG_w - EG_0) / EG_0) \times 100 \quad \dots (1)$$

ここで、 $EG_0$  はコントロール時の EG の積分値、 $EG_w$  は試料ブラジャー着用時の EG の積分値である。

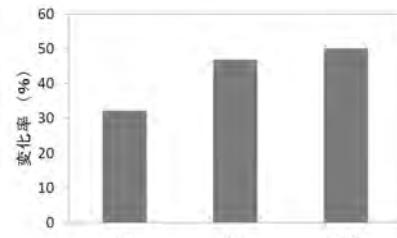


図4 EG 積分値のコントロール時からの変化率

ブラジャー着用により EG の積分値がコントロール(N)に比べて 30%以上増大することがわかり、試料 T < 試料 MA < 試料 MB の順に、衣服圧が大きいほど胃の運動量が大きくなる傾向がみられた。このことから、胃部周辺 HV における圧迫が胃の収縮運動への負荷を増大させたのではないかと推察された。

また、唾液アミラーゼの値については、被験者間および同一被験者であっても測定値のはらつきが大きく、今回の測定方法では傾向がつかめなかつた。

シルエットの主観評価では、前年度の結果と同様に、試料 T でバストのかたち、脇・背面のすっきり感に対する満足感評価が高かつた。

### 4. 結言

本研究では、加齢に伴う体型・体質・感覚等の変化、身体機能の低下などを伴う中・高年齢層の女性にとって審美的・圧的快適性をもつ試作ブラジャーの着用が生理量に及ぼす影響について検討した。その結果、試作ブラジャーは、市販品に比べて全体的に衣服圧が低く、心拍の R-R 間隔および胃電図等のストレス指標へのマイナス影響が小さいことがわかった。今後は、カラー等の検討も行い、幅広い年齢層の女性にとって心身ともに健康で快適に着用できるブラジャーの商品化を目指したい。

### 「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等のご協力をいただいた北陸エステ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、R-R 間隔、胃電図

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 clarified the influence of clothing pressure on compressive feeling, silhouette-satisfaction and physiological response (heart rate, gastric electrical activity and salivary amylase activity). We conducted wearing test of three types of brassiere with different of materials and compression area. Five women (ages:fifties-seventies) were employed as subjects for this study.

# マイクロバルーンのクッション材への応用

製品科学課 石割 伸一, 金丸 亮二

## 1. 緒言

これまで、クッションの中綿として樹脂粉末と水との混合物を利用していた。このとき固化性能や液状化性能は十分に発揮されたが、クッションが重くまた冷たく感じるという欠点があった。本研究では、この欠点を克服するために、この樹脂粉末をマイクロバルーンに置き換えることを考えた。4種類のマイクロバルーンを使って試験用クッションを作製し、その柔らかさと加振時の流動性の大きさを調べた。

## 2. 実験方法

### 2.1 使用材料

表1で示す4種類のマイクロバルーンを材料として用いて、写真1~4のような試験用クッションをつくった。

表1 マイクロバルーンの特性表

種別	直径(μm)	材質	比重(g/cc)
F-30E	30~60	VCl2-AN系コポリマー	0.025±0.005
F-80DE	90~130	AN系コポリマー	0.020±0.005
FN-80SED	20~40	AN系コポリマー	0.025±0.005
F-30	10~18	VCl2-AN系コポリマー	0.02?



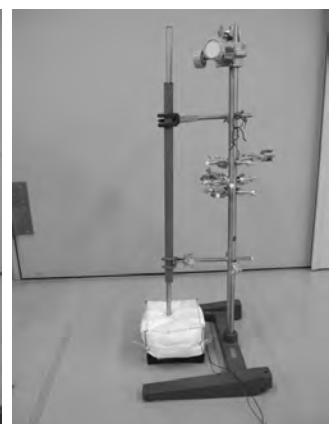
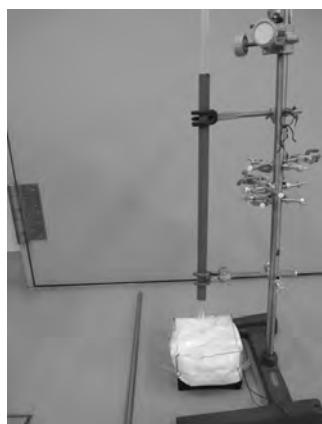
### 2.2 試験および測定方法

これらのクッションの柔らかさ(硬さ)や、液状化の大きさを定量的に評価するために、写真5~6で示す装置を用いた。まず、試験用のクッションを所定の場所にお

いて、その上にアクリルパイプをプラスチックの管の中を通してクッションの上に置き、このときの沈み込みの長さを測定した。(写真5) 次に、アクリルパイプの代わりに鉄棒を置いて、このときの沈み込み量を測定した。

(写真6) この沈みこみの差が、クッションの柔らかさに相当する。

さらに、クッションの下にある加振装置を働かせることによって、クッションに振動を与えて中綿を液状化させた。すると、鉄棒は沈み込み始めた。この振動を10s、および20s与えて、その時の沈み込み量を測定した。この量が大きいほど液状化の程度が大きいと考える。



## 3. 実験結果と考察

この4種類のマイクロバルーンを使ったクッションの柔らかさや液状化の大きさを測定する実験結果(Fig.1)から、F-30Eのものは、振動を与えないときには、他のものに比べて比較的硬く、また、液状化も起こりやすいことが解る。

これに比べて、F-80DEは、やや柔らかく、液状化の度合いもF-30Eに比べて小さい。しかし、このマイクロバルーンは粒径が大きく、脱気や袋詰めが容易であるため、作りやすい。

また、FN-80SEDは、F-30Eに比べて粒径が小さいにも関わらず、振動のない状態では柔らかく、加振時の液状化の程度も大きくない。これらは、短所と考えられる。しかしながら、これまでの測定では、比重(水分量)にあまり影響されないという結果が出ていて、これは長所

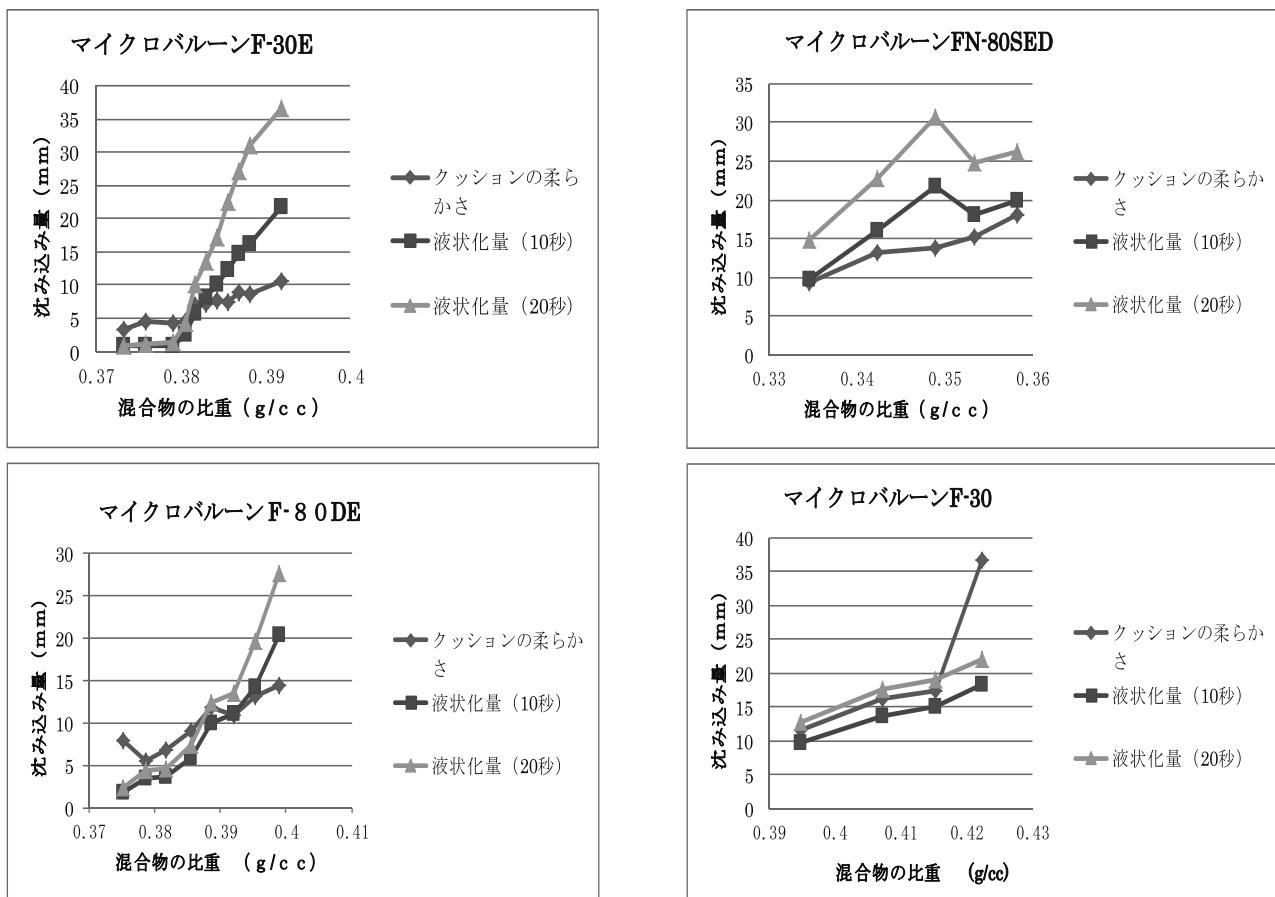


Fig. 1 クッションの柔らかさと液状化の大きさ

となり得る。今後は、F-30E を用いたクッションとの違いを詳細に調べてみたい。

F-30 の場合は、柔らかさに比べて液状化の大きさが小さくクッションとして適さない。これは、粒径が小さいため脱気が非常に難しく、空気が混じっているためだと考えている。

#### 4. 結論

クッションの柔らかさや、液状化の大きさを評価する方法を開発した。これにより樹脂粉末の代わりにマイクロバルーンを用いたクッションについても、固化現象、及び液状化現象の存在を定量的に確認できた。

キーワード：褥瘡、除圧、マイクロバルーン、液状化、クッション、振動

#### Application of liquefaction of mixture of micro-balloons and water to cushion

Product Development Section; Shinichi ISHIWARI

On the purpose of making use of micro-balloons instead of resin powder, I must select an appropriate mixture of micro-balloons and water such as not only behaves like solid in no vibration but also behave like liquid in vibration. I find a way to estimate a rate of water in the mixture. And I have made a contrivance of measuring of softness of cushion and a degree of liquefaction of mixture in cushion. Using them, I tried to measure softness and a degree of liquefaction for 4 types of micro-balloon.

I can get evidences in each micro-balloon that this cushion has some hardness for supporting body weight and body movement and that this cushion is soft certainly by liquefaction of mixture in cushion cause by vibration.

# 発汗サーマルマネキンによる機能性衣服の評価研究

インナーウエア生地の物性評価と発汗時における製品機能性評価の関連性について

生産システム課 和田猛, 野尻智弘

製品科学課 中橋美幸

## 1. 緒言

繊維製品の一般的な評価方法としては、生地の状態での物性試験による評価が多く行われている。しかし、この方法では素材そのものの評価は行えるが、最終製品の衣服形状となった製品評価とは異なる場合がある。

衣服形状の繊維製品に対する評価方法としては、被験者による着用実験での温湿度計測や人体生理学的な計測、または官能試験による着心地等の評価方法がある。しかしながら、被験者による着用実験では、個人差や実験時の体調、季節変化等によるバラツキが大きく、評価が非常に難しい場合が多い。また、被験者を揃える事自体が容易ではなく、実験にも長時間を要することが多い。

そこで、客観的評価のために考案されたのがサーマルマネキンによる評価方法であるが、汗をかかない場合の温熱的な評価に限られるものである。

本研究では発熱制御に加え、模擬的発汗も制御可能である「発汗サーマルマネキン」を使用して、インナーウエア等の衣服を着用させ、発汗を伴う場合の温湿度等のデータ計測実験を行った。

また、その結果と生地素材物性との関連についての考察を行った。発汗を伴う場合の機能性衣服製品の評価方法について、バラツキの無い客観的な製品機能性評価方法の確立のため検討を行った。

## 2. 実験

### 2.1 発汗サーマルマネキンについて

人間の温熱特性と発汗作用を模擬的に再現する装置で、京都電子工業(株)社製の装置を使用した。マネキンの全身を19部位に分割し、各部位毎に温度や発汗量を制御することが可能である。また、本研究では静止状態で実験しているが、歩行動作も可能である。

主な仕様は次のとおりである。



図1 発汗サーマルマネキン装置

身長：174cm、重量：48kg  
材質：FRP樹脂  
被服サイズ：  
日本成人男子の標準サイズ  
発熱能力：0~5met/部位  
発汗量：20~1,000g/m<sup>2</sup>h/部位  
発汗点数：141点  
人工皮膚：全フィットスーツ形態  
(黒色)

### 2.2 マネキン着用実験のウエアについて

インナーウエアには、(A)綿100%の半袖シャツ、および吸汗速乾性能を有する(B), (C)2種類の機能性ポリエステル100%の半袖シャツの3種を選定した。

インナーウエアの主な繊維素材の物性を表1に示す。

発汗時には、インナー素材の吸水率が重要となるが、Aに比較しB・Cは吸水率が大きかった。吸水率ばかりでなく、初期の吸水スピードにかなりの違いがみられた。1mlの吸水に要する時間がAは13秒間、B・Cは共に4秒間という速さであった。

また、通気度はB・C共にAの約2倍であった。保温率はAがB・Cより高かった。

表1 インナーウエア3種の素材物性

	組織	目付 g/m <sup>2</sup>	通気度 cm <sup>3</sup> /cm <sup>2</sup> /S	吸水率% ラローズ法	保温率% サーモラボ
A	丸編天竺	155	60.1	241	30.8
B	丸編二重	146	115.5	306	27.4
C	丸編二重	141	132.7	367	28.8

アウターには、透湿防水性の高いトレッキングウエアを1種のみ選定した。また、下半身にはズボン等のウエアは着用させなかった。

### 2.3 実験の環境条件について

(株)大西熱学製の恒温恒湿チャンバー OS-9FS型を使用し、日常的な環境温度: 25°C、環境湿度: 50%RHの設定とした。

### 2.4 発汗サーマルマネキン設定とセンサについて



図2 センサの取付けとウエアの着装状態

発汗サーマルマネキンは表面温度を33°Cの定温度制御とし、発汗は胸部上と胸部下の2部位のみとした。発汗量は50g/m<sup>2</sup>hの一定量とした。ただし、発汗吐水は間欠的で1回/minに固定されている。模擬汗としては純水を使用した。

温度湿度センサは、rotronic社製のHC2-C05のφ5mmシース型を4本使用した。人工皮膚とインナー間、インナーとアウター間に各2本取付けた。また、マネキンの発汗穴と温度湿度センサの位置関係を一定にするために、レーザ墨出機を利用し位置決めを行った。

## 2.4 実験プロトコルについて

マネキン表面温度33°Cの定温度制御・無汗で、マネキンの制御を開始。衣服内の温度・湿度が安定したことを確認し、測定を開始した。

無汗・温度安定状態(30min)→発汗状態(30min)→発汗停止状態(60min)の計120minで、衣服内の温湿度変化等の計測を、データ取込み1回/30secで行った。

## 3. 結果と考察

### 3.1 衣服内の温度湿度変化について

ヒトの発汗作用は、体温調整を主目的とした生理反応である。しかし、発汗サーマルマネキンでは、体温と発汗とは独立した要素で、実験者が制御するもので、ヒトの生理学的反応を再現するものではない。

そこで、環境やマネキンの体温、発汗の状態を同一制御し、種々のウエアを着装させた場合、そのウエアの物性や構造等の相違が、衣服内の温度湿度の変化に反映されるのではないかと考えた。

衣服内湿度の変化を、図3および図4に示す。

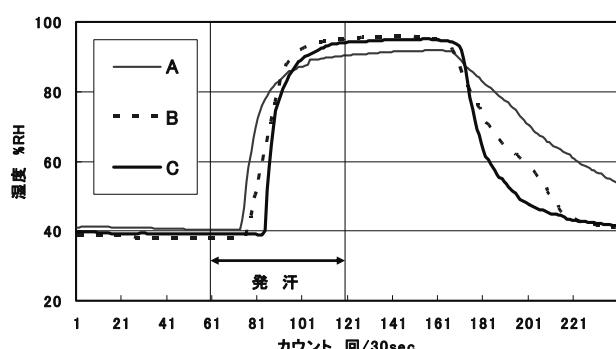


図3 人工皮膚・インナー間の衣服内湿度変化

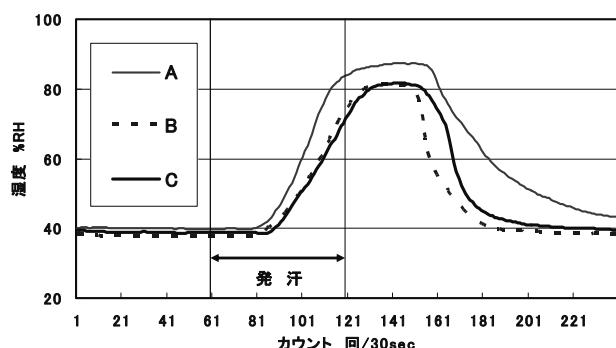


図4 インナー・アウター間の衣服内湿度変化

発汗マネキンの表面の発汗点から吐出した模擬汗(純水)は、マネキンに密着した人工皮膚(ポリエチル)に濡れ拡がる構造である。今回の実験の場合では発汗を開始してから、数分後に衣服内湿度が上昇し、発汗停止してからも湿度上昇は続いている。その後、衣服内湿度が下降し、濡れたウエアが乾燥してゆく様子が、図3および図4から分かる。

### 3.2 発汗点と温度湿度センサの位置について

発汗サーマルマネキンの発汗点数は、全身19部位で合計141箇所あり、1点/100cm<sup>2</sup>の密度で平均するよう設計されている。しかし、マネキンの物理的構造上、同一部位に所属する発汗点でも、発汗点毎に吐水の状態が異なる。また、汗は上部から下部へ流れ落ちようとする等の要因がある。したがって温度湿度センサの取付け位置と複数発汗点との位置関係の影響で、部分的な衣服内湿度には差異が生じる。

今回測定した衣服内の湿度に関しても、衣服内全体を示すものではなく、あくまでもその測定箇所、つまりセンサの取付け位置のデータである。だから、センサ位置が実験毎にブレ無いようにすることが重要となる。このために、レーザ墨出機でセンサの位置決めを正確に行つた。

### 3.3 素材物性と発汗マネキン実験の関連性について

図3、図4の衣服内湿度変化をみると、生地素材の吸水性能(吸水率、吸水速度)の違いが、実験の結果にも現れている。Aの綿シャツの高湿度の持続に対し、BCの高機能ポリエチルの速乾性能の良さが分かる。また、BとCでは湿度の下降曲線に違いがあり、特性に違いを示していると考えられる。

生地状態での物性試験結果と、発汗サーマルマネキンに製品(インナーウエア)を着用させた時の評価結果には強い関連性があると考えられる。

## 4. まとめ

発汗サーマルマネキンの発汗量と発汗時間、表面温度等を調整することで、吸水性能、速乾性能、透湿性能等の優劣を比較評価することができた。

また、インナーウエアだけでなく、発汗を伴う衣料製品全般についてこの評価方法を応用し、製品開発および製品評価に役立てるよう検討が必要である。

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

キーワード： 発汗、サーマルマネキン、インナーウエア、衣服内気候

## Evaluation research of the functional clothes by a perspiration thermal mannequin

Production Technology Section; Takeshi WADA, Toshihiro NOJIRI

Product development Section; Miyuki NAKAHASHI

We experimented in three kinds of inner wear using the perspiration thermal mannequin. Moreover, we also did the physical examination of the cloth of the inner wear. As a result, we found out that it was relevant to the temperature humidity and cloth physical properties in clothes.

# 塩化ビニル樹脂中の可塑剤の定量に関する研究

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で年間 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。さらに、プラスチックリサイクルへの要求が年々高度化してきており、これからは物性保持リサイクル、さらには物性向上リサイクルなどの高品位リサイクルの必要性が増している。そのためには、プラスチックを分別する際、プラスチックを種類ごとに分別するだけでなく、再生品の特性を向上させる目的で、同一種類のプラスチックでもグレードや使用されている添加剤ごとに分別することが非常に重要である。

塩化ビニル樹脂は目的の物性を得るために種々の可塑剤を配合し、幅広い分野で利用されている。

これまで、塩化ビニル樹脂中に存在する单一可塑剤の定量を簡易・迅速に分析する手法の提案はなされているが、複数種存在する可塑剤の分析方法には適用できなかった。

そこで、本研究ではプラスチック廃棄物のリサイクル技術向上のために、近赤外分光法とケモメトリックス解析を用いて塩化ビニル樹脂中に複数種混在する可塑剤を簡易、かつ迅速に定量する手法を開発することを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2.1 材料

可塑剤にはフタル酸ジオクチル(DOP), フタル酸ジイソノニル(DINP), アジピン酸ジオクチル(DOA)およびトリメリット酸トリオクチル(TOTM)を選び、それぞれ、可塑剤の量を変化させた塩化ビニル樹脂 48 種類を用いた。表 1 に実験に使用した塩化ビニル樹脂試料を示す。近赤外スペクトルの測定には(株)システムズエンジニアリング製の近赤外分光光度計 model:C を用いた。

### 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 1.2~2.4 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) ピークの先鋭化およ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。

表 1 実験材料

No.	可塑剤1 wt%	可塑剤2 wt%	PVC wt%	No.	可塑剤1 wt%	可塑剤2 wt%	PVC wt%		
1	DINP	11	89	25	TOTM	11	89		
2	DINP	19	81	26	TOTM	19	81		
3	DINP	26	74	27	TOTM	26	74		
4	DINP	32	68	28	TOTM	32	68		
5	DINP	37	63	29	TOTM	37	63		
6	DINP	42	58	30	TOTM	42	58		
7	DINP	46	54	31	TOTM	46	54		
8	DINP	49	51	32	TOTM	49	51		
9	DOP	11	89	33	TOTM	25	DINP	25	50
10	DOP	19	81	34	TOTM	13	DINP	25	62
11	DOP	26	74	35	TOTM	25	DINP	13	62
12	DOP	32	68	36	TOTM	13	DINP	13	74
13	DOP	37	63	37	DINP	25	DOA	25	50
14	DOP	42	58	38	DINP	13	DOA	25	62
15	DOP	46	54	39	DINP	25	DOA	13	62
16	DOP	49	51	40	DINP	13	DOA	13	74
17	DOA	11	89	41	DOA	25	TOTM	25	50
18	DOA	19	81	42	DOA	13	TOTM	25	62
19	DOA	26	74	43	DOA	25	TOTM	13	62
20	DOA	32	68	44	DOA	13	TOTM	13	74
21	DOA	37	63	45	DOP	25	TOTM	25	50
22	DOA	42	58	46	DOP	13	TOTM	25	62
23	DOA	46	54	47	DOP	25	TOTM	13	62
24	DOA	49	51	48	DOP	13	TOTM	13	74

## 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 1.6~2.4 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スペクトルが塩化ビニル樹脂中の可塑剤分析に影響を与えると推測されるため、今回の測定波長範囲は妥当な波長範囲であると推測される。

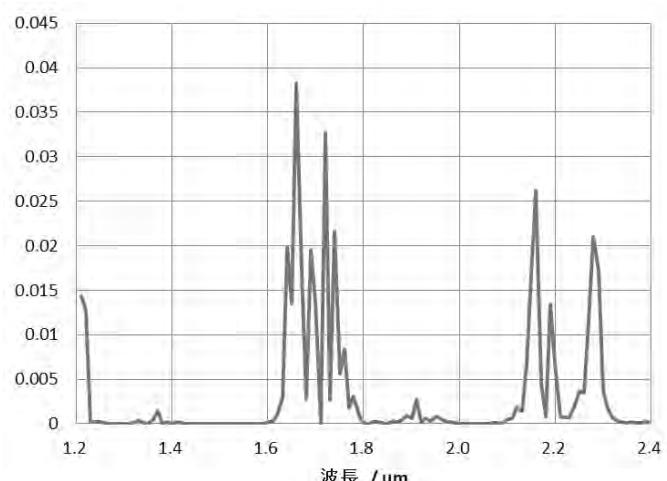


図 1 分散スペクトル

### 3.2 可塑剤量の予測

上記で得られたスペクトルについて、ケモメトリックス解析を用いて、塩化ビニル樹脂中の可塑剤量の予測を行った。解析にはケモメトリックス解析手法の一つである PLS 法を用いた。使用したソフトウェアは Infometrix, Inc. の Pirouette (Ver.4.0) である。

PLS 法はケモメトリックスにおいて最もよく利用される回帰分析法の一つであり、変数(波長等)間に相関があるスペクトルデータからの検量線作成に有効な手法である。通常、変数間に相関があると用いる変数の組み合わせによって回帰精度が著しく低下する。PLS 法ではそのような欠点を補い、通常の回帰分析に比べ、頑健で精度よいモデリングが得られる。また、サンプル数の少ない場合にも有効である。

PLS 法を用いて、DOP の可塑剤量を予測した結果を図 2 に示す。図より DOP の予測値と実測値は誤差の範囲内で、直線性を示しているのがよくわかる。同様に DINP, DOA, TOTM についても予測した。表 2 にすべての可塑剤の予測値の予測誤差を示す。表より、今回用いたすべての可塑剤では、精度よく存在量を予測可能であることがわかる。

### 4. まとめ

本研究では、近赤外スペクトル測定およびケモメトリックス解析を組み合わせて塩化ビニル樹脂中の複数

種存在する可塑剤の量を予測することを検討したところ、以下の知見を得た。

- 近赤外スペクトルから塩化ビニル樹脂中の可塑剤量を精度よく予測可能である。

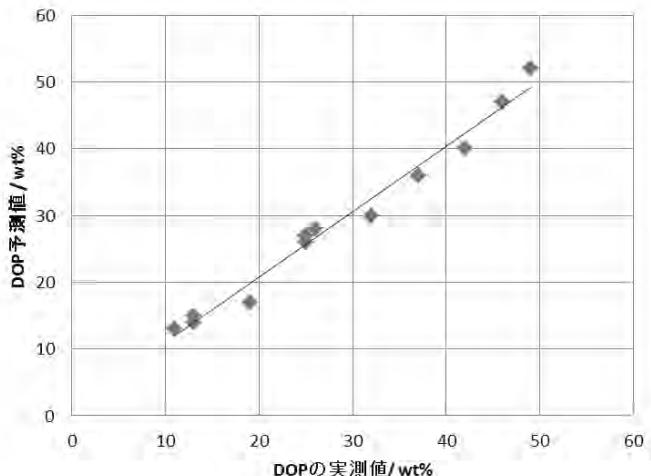


図 2 DOP 量の予測結果

表 2 可塑剤量の予測誤差

	予測誤差
DOP	3.8
DINP	4.2
DOA	3.5
TOTM	4.5

キーワード：塩化ビニル樹脂、可塑剤、近赤外スペクトル

Prediction of plasticizer contents in poly(vinyl chloride) by near-infrared spectroscopy

Product Technology Section, Kazumitsu SAEKI, Wataru MIZUNO

In the recycling of poly(vinyl chloride), it is required to discriminate every plasticizer for quality control. For this purpose, the near-infrared spectra were measured for 48 kinds of poly(vinyl chloride) samples with different plasticizers (Diethyl phthalate, Diisononyl Dioctyl adipate, phthalate, Trioctyl trimellitate,) and different plasticizer contents (11-49%). The near-infrared spectra in the 1.2-2.4  $\mu\text{m}$  wavelength region were measured for each sample. Partial least square analysis was applied to near-infrared spectra pretreated by second -derivative processing. The partial least square analysis allowed us to propose a calibration model which predict the contents of plasticizers in poly(vinyl chloride). It is possible to predict contents of plasticizers in poly(vinyl chloride) from the near-infrared spectroscopy.

# 屈折率制御技術の人造大理石への応用

製品科学課 早苗徳光，金丸亮二

## 1. 緒言

洗面カウンターや浴槽など住宅の水回り製品に、樹脂をベースマトリックスとした人造大理石(人大)が広く普及してきた。人大は塗装や印刷などにより大理石模様に加飾される場合もあるが、近年では柄がなく光沢や深み感のある素材が多用されている。しかしながら、人大を含めた住宅設備関連設備は慢性的な低価格競争の状況が続いている。当該業界では、より高級感・高品質感のある新規素材の開発が急務となっている。

そこで本研究では、新しい質感を持つ人大用素材の創出を目的に、粉末状態まで短纖維化されたガラスファイバーを無機充填材として配合し、マトリックス樹脂の屈折率を調整することによって高い透明感を付与する技術について検討したので報告する。

## 2. 実験方法

### 2.1 使用した材料

マトリックス樹脂は、市販のビニルエステル系樹脂(VE)および不飽和ポリエステル系樹脂(UP)を所定の割合で混合して使用した。

無機充填材は、市販のフィラメント径  $10\mu\text{m}$  の粉末状短纖維ガラスファイバー(GF)を用い、所定の割合でマトリックス樹脂に配合した。また、市販の平均粒径  $10\mu\text{m}$  の水酸化アルミニウム(ATH)を従来品の比較用充填剤として用いた。

硬化剤は、パーオキシジカーボネート系を用い、マトリックス樹脂に対し 1phr の割合で配合した。

複合材試験片は、注型法により直径 40mm、厚さ 3mm の円板を作成した。硬化条件は  $60^\circ\text{C} \times 5$  時間 +  $85^\circ\text{C} \times 5$  時間とした。

### 2.2 試験および測定方法

透明感(光透過性)は、積分球付分光光度計により可視光域(400~800nm)の各波長における直線透過率および散乱透過率を測定し評価した。

複合材試験片の物性は、動的粘弾性測定装置により貯蔵弾性率の温度分散を測定し評価した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 マトリックス樹脂の屈折率調整

図 1 に、GF の配合割合を 40wt%としたときのマトリックス樹脂混合割合(UP の wt%)と複合材の透過率の関係を示す。図より、UP の割合が 70wt%付近で直線透過率が最も大きくなっている。GF とマトリックス樹脂との屈折率が近似し透明感が向上していることが示唆された。そこで実際に試験片を観察してみると、目視による透明感と測定した透過率との相関は非常に高く、評価方法として妥当であることが確認できた。

### 3.2 GF 配合量の直線透過率への影響

寸法安定性や剛性、耐摩耗性などの観点からは、GF の配合割合が多いほど効果的と考えられる。そこで、GF 配合割合の直線透過率への影響について検討を行った。その結果を図 2 に示す。図より、配合量増加に伴い可視光

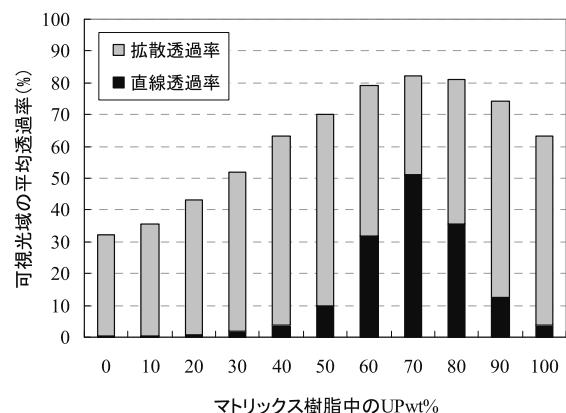


図 1 マトリックス樹脂混合割合と複合材の透過率  
(GF 配合量 40wt%の場合)

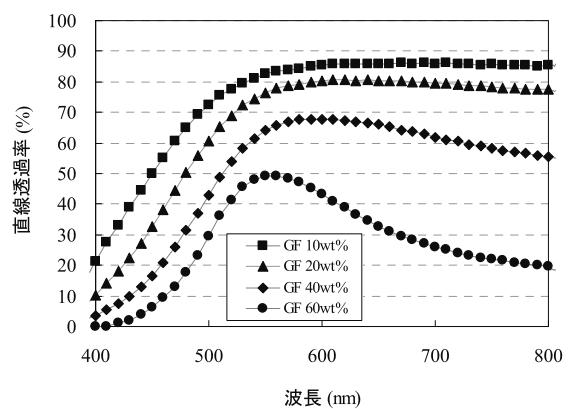


図 2 GF 配合量が直線透過率に及ぼす影響  
(マトリックス樹脂混合比 VE:UP=30:70)

全域で直線透過率は低下し、更に600nm以上の長波長側の低下がやや大きい傾向が見られる。GF配合割合の増加により、マトリックス樹脂とGFとの屈折率波長分散性の差に起因する反射・屈折が増加することに加え、GF自身の色調(薄い緑色)に対応する吸収が顕在化したものと考える。

また成形性の観点からは、GFの配合割合を増やすとコンパウンド粘度は急激に上昇するため、自ずと限度がある。今回用いたマトリックス樹脂では40wt%程度が上限で、更に配合量を増やす場合は、より低粘度のマトリックス樹脂を使用する必要があると思われる。

### 3.3 ATH配合複合材との比較

人大の無機配合材には一般的にATHが使用されていることから、比較対象としてATHを配合した場合についても検討した。

まず、ATHを40wt%配合した系について、マトリックス樹脂の屈折率調整を行った。その結果を図3に示す。UPの割合が0~10wt%のときに直線透過率は最も大きくなるが、その値はGFを配合した場合に比べ圧倒的に小さく、明らかに透明感が低い結果となった。粒子状のATHは、短纖維状のGFに比較して反射や屈折が起こる界面が多いことや、樹脂との濡れ性が悪いため硬化時に微小な剥離が発生しているのではないかと考える。

次に、物性について比較検討した。一例として貯蔵弾性率の温度分散の測定結果を図4に示す。図より、GF40wt%配合複合材は、室温から高温域までATH40wt%配合複合材と同等以上の値を示しており、従来製品と同等の物性を確保できることが示唆された。

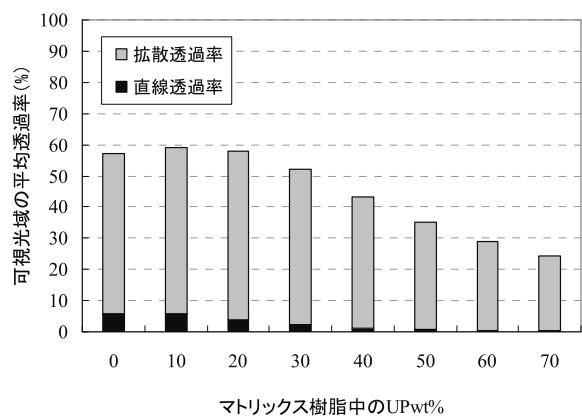


図3 マトリックス樹脂混合割合と複合材の透過率  
(ATH配合量40wt%の場合)

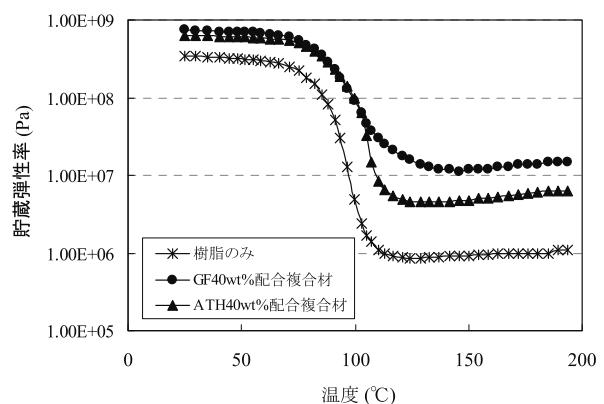


図4 複合材の貯蔵弾性率温度分散  
(マトリックス樹脂:VE)

### 4. 結言

GFと、VE/UP混合マトリックス樹脂から構成される人造大理石について検討したところ、透明感が高く、従来品と同等の物性を持つ素材の可能性を見出した。今後は実用化に向けて、より耐熱性の高い樹脂への適用やGFクロス等との複合化による物性向上について検討して行きたい。

キーワード：人造大理石、ガラス纖維、屈折率、透明感

## Applying the Technique Used for Controlling the Refractive Index of Resin to Artificial Marble

Norimitsu SANAE and Ryoji KANAMARU

We tried to control the refractive index of matrix resins to improve the light transmittance of artificial marbles, mixed with milled glass fibers(GF) as the filler and the reinforcement, by blending vinyl-ester resin and unsaturated polyester resin in various ratios. As a result, it was possible to improve the light transmittance of artificial marbles when vinyl-ester resin and unsaturated polyester resin were blended in the ratio of 30:70(weight), and it was confirmed that physical properties of composites mixed with GF were on the same level with conventional composites mixed with aluminium tri-hydroxide.

# ナノファイバーを用いた高機能繊維材料の開発

製品科学課 金丸亮二, 早苗徳光

生産システム課 野尻智弘

中央研究所 九曜英雄

## 1. 緒言

エレクトロスピニングによって作成したナノファイバーシートは、強度、耐久性の問題から、通常、布帛等の基布とラミネートして使用している。しかし、そのことによる工程増や性能の低減が、ナノファイバー製品実用化のネックとなっている。そこで、エレクトロスピニング装置上で、基布に直接ナノファイバーを噴出し付着する技術について検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 使用材料

基布として以下の5点を準備した。

- ①綿帆布
- ②ポリエステルパイル織物
- ③トリコット地
- ④トリコット起毛地（起毛側にファイバー噴出）
- ⑤ダブルラッセル地（表面メッシュ構造）

図1にそれら基布表面の拡大写真を示す。

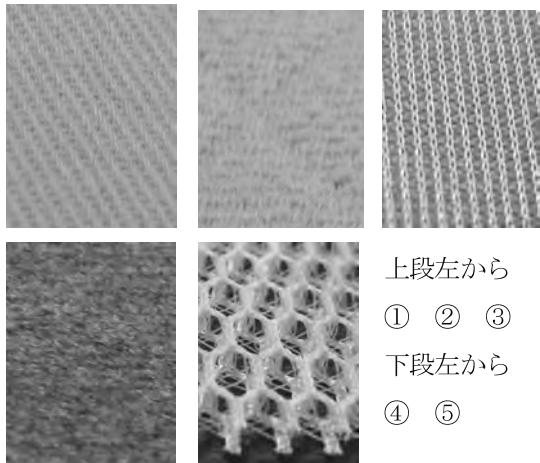


図1. 各サンプルの拡大写真

ナノファイバー樹脂は、ポリウレタンとした。

### 2.2 試験および測定方法

エレクトロスピニング装置は、マルチノズル方式のToptec社製 NanoFiberSystem を用い、コレクタ側に上記基布を配置してナノファイバー紡糸を行った。また、剥離強度を上げる方策として、基布にさらに蜘蛛巣状熱融着シートを重ね、紡糸を行う方法も試みた。

試験は、サンプルを幅50mmに切り出し、180°剥離強度試験を行った。

## 3. 実験結果および考察

サンプルは、いずれも表面状態になんらかの特徴を有する。①の綿帆布は紡績糸による細かい毛羽がある。②、④は、パイルまたは起毛により凹凸の激しい表面状態となっている。③は、トリコット特有の畝状の表面となっている。⑤は、大きなメッシュと奥行きを有する。これらを選定したのは、表面構造にナノファイバー繊維が絡みつき、接触面積も増えるため、結果的に接着強度を上げられるのではないかと考えた。しかしながら、今回使用した樹脂では、②、③、⑤については、接着性が全くなく、人の息程度の弱い風でも剥離した。①、④の基布では多少、力を加えないと剥離しない程度の接着力はあったが、実用強度にはほど遠い。⑤については、粗いメッシュ構造のため、ナノファイバーが表面層を抜けて裏面まで到達するのではないかと考えたが、結果的に表面層でナノファイバーは完全にストップし、内部まで進入することはなかった。

接着性を高める方策として、基布に蜘蛛巣状熱融着シートを重ねそこにナノファイバー紡糸を行った。ラミネート装置で加熱プレス後の試料について、剥離強度を測定したところ、⑤については接触面積が小さいこともあり、37gf/cmという低い値に留まったが、他の試料については、剥離前にナノファイバーシートが破損し、剥離強度としては問題のない結果となった。熱融着シートを使用した場合、後から加熱する必要があるが、ナノファイバーの特性を残したまま、比較的簡単に実用強度を持たせることができた。

## 4. 結言

簡易かつ機能的な貼り合わせを行うには、樹脂や基布の種類に合わせて方法を検討していく必要がある。本実験を参考に現在取り組んでいるいくつかの共同開発の中でも生地への付着技術の向上について検討を進めている。

# バイオマスプラスチックを活用した生活用品の開発

生産システム課 水野 渡, 佐伯 和光

## 1. 緒 言

環境負荷低減、省石油資源の観点からバイオマスを充填したバイオマスプラスチックの開発が進められている。一方、富山県ではプラスチック産業が集積し多種の製品が製造されているが、地場のバイオマスを材料化した例はほとんど見られない。本研究では、セルロース混合可塑化成形装置を用いてバイオマスを使用した射出成形用材料を開発することを試みた。セルロース混合可塑化成形装置は、高速衝突粉碎・搅拌により、バイオマス中の水分を利用して装置内で高温・高圧水蒸気を作りだし、バイオマス成分の変性と汎用樹脂に対する溶解性の向上を図りバイオマスと汎用樹脂を複合化するものである。実験では、県産のもみがらとポリプロピレンの配合割合を変えて材料を作製し、その射出成形性や物性について評価した。

## 2. 実験

実験で使用したセルロース混合可塑化成形装置は、株式会社日本成工製 MF式混合溶融機 MF-1001R で、回転羽根の最大回転数：3000rpm、混合可塑化部容量：5L、処理能力:40kg/h のものである。使用したものがらは、2010年秋に富山県内小矢部市で得られたものを1mm以下に粉碎して使用した（水分量：11%）。ポリプロピレンは、(株)プライムポリマー製のものを使用した。作製した材料は、小型射出成形機（日精樹脂工業株式会社製 NPX7-1F）により、ダンベル試験片と曲げ試験片を射出成形した。試験片はインストロン型万能試験機（インストロンジャパン製 5567型）で引張試験と曲げ試験を行った。



図1 セルロース混合可塑化成形装置

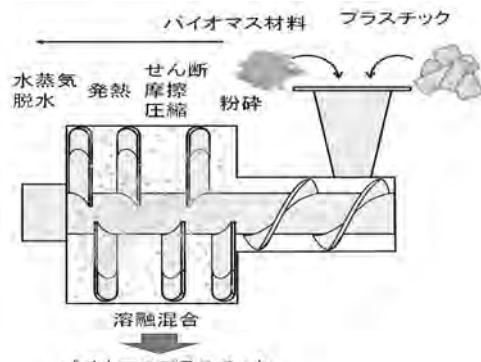


図2 セルロース混合可塑化成形装置の概念図

## 3. 結果

実験ではもみがらの配合割合を約 20%から 80%まで変化させたが、水分を含んだもみがらを使用しても問題なく材料を作製することができた。またこれらの材料から試験片を射出成形したところ、もみがら配合量 72.2%ではヤケが見られ、81.7%では流動性が悪く、ゲート部分で材料が固化し成形品を得ることができなかった。しかしながら、セルロース混合可塑化成形装置を用いた場合、特別な試料調整を行わずもみがらを高い割合で配合することができた。また、射出成形性についても、材料特性に最適化した金型設計を行うことにより、成形品を得ることができるものと考えられた。

図3にもみがらの配合割合と曲げ最大点応力、引張最大点応力の関係を示した。ポリプロピレンに対して、もみがらを配合すると強度が低下し、引張試験では1/2程度に強度が低下してその傾向は顕著であった。また、配合割合が高くなると強度が低下した。この結果からもみがらを配合した材料では、もみがらとポリプロピレン間の界面の接着性が小さく強度が低下したものと考えられた。

図4にもみがらの配合割合と曲げ弾性率、引張弾性率の関係を示した。ケイ素分を含みバイオマス素材の中では固いもみがらを配合することにより、ポリプロピレンに対して弾性率は高くなった。特にもみがらを64.0%配合した場合、曲げ弾性率は約3倍、引張弾性率は約2倍高くなかった。

図5に配合割合が64.0%の引張試験破断面の電子顕微鏡写真を示した。もみ殻が全体に分散した状態で観察された。しかし、界面の接着は見られず、第3成分

の添加等による物性の向上が必要となることがわかつた。

今回の材料を用いて、スプーン・フォークや箸の試作を行った(図5)。材料は十分な射出成形性を有することが確認できた。

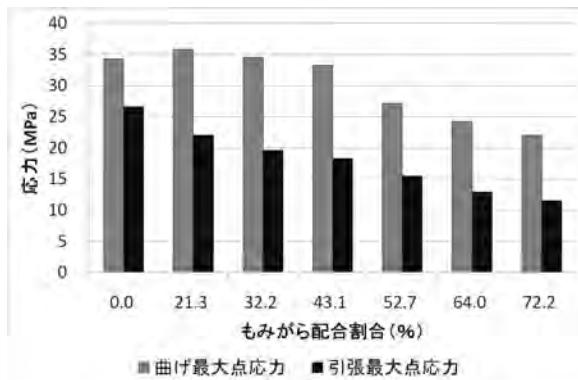


図3 もみがらの配合割合と応力の関係

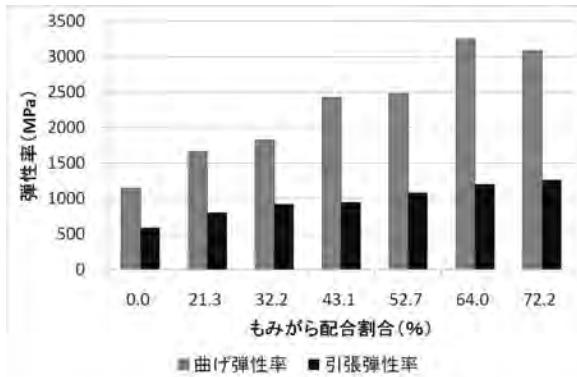


図4 もみがらの配合割合と弾性率の関係

#### 4.まとめ

富山県内産もみがらとポリプロピレンをセルロース混合可塑化成形装置を用いて配合し、その材料特性を評価した。実験では、もみがらの配合割合が81.7%のものまで作成することができた。材料は、ポリプロピレンに対して強度が低く弾性率が高い結果となった。

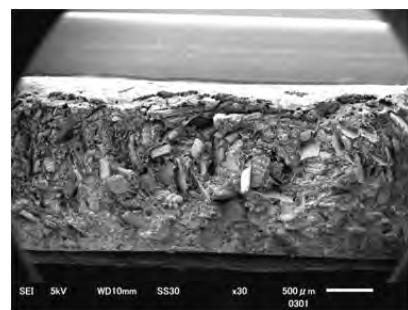
今後、界面の接着性を向上させることやもみがらの粒度を最適化して材料特性を向上させることにより、工業材料として使用することが期待できる。

キーワード：もみがら、ポリプロピレン、セルロース混合可塑化成形装置、射出成形、物性、

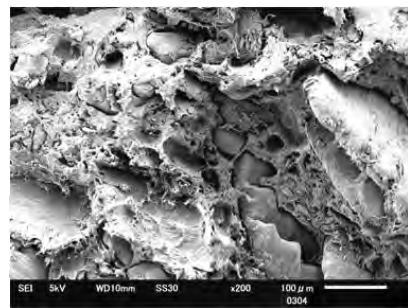
### Development of the daily necessities that uses biomass plastic

Wataru MIZUNO, Kazumitsu SAEKI

Materials containing polypropylene and rice husk were produced by the cellulose mixing-plastication molding machine and that materials properties were evaluated. 81.7%, 72.2%, 64.0%, 52.7% of rice husk materials could be produced. The strength of materials was lower than the polypropylene, and the modulus of materials was higher than the polypropylene.



(a) 破断面全体



(b) 中央部分の拡大

図5 引張試験破断面の電子顕微鏡写真(64.0%)



図6 小矢部産のもみがらを使用した試作品

#### 「謝辞」

研究に当たり、プラテック市森、富山県立大学の各機関に協力をいただきました。ここに各機関の皆様に謝意を表します。また、実験に協力いただいた長岡科学技術大学実務訓練生 長戸拓也君、三井勇輔君に感謝いたします。

# 流動性ポリマーを応用した体圧分散機能マットの開発

製品科学課 石割伸一 (株)ユタカ電子製作所 青野豊, 西田顕章

## 1. 緒言

本共同研究は、主に当所で開発した技術を共同研究先であるユタカ電子が検証、あるいは追試して確認を行う形で行った。また、当所で開発した方法以外に、有効な方法がないかをユタカ電子の社内で検討を行ないその結果をセンターに持ち寄り共同で議論した。その主な内容は次のようなものである。①混合物の水分量を測定する方法。②袋詰めの方法開発と評価。③加振方法の検討。④混合物を効率的に液状化させる方法の検討。⑤クッション販売について。

## 2. 検討項目とその結果

### 2.1 混合物の水分量を測定する方法

当初は、マイクロバルーンと水との混合物を絶乾させて、その質量の減少量から、水分量を推定しようとしたが、絶乾させることが難しく、十分に再現性のあるデータをとることが出来なかった。

次に、袋全体重量と内容積を測定し、混合物の重量を測定することにより、混合物の比重を測定することを試みた。この方法により、マイクロバルーンと水との混合物の含水割合の多寡を評価する方法を開発した。現在は、この方法を用いて、研究を行っている。

### 2.2 袋詰めの方法開発と評価

水とマイクロバルーンとの混合物を袋詰めするときには、空気が入らないように、また水の割合を適当な値にした状態で封入する必要がある。マイクロバルーンと水との混合物は、かなりよく混合した場合でも、重力や残留応力等によって、場所によって水の割合が異なっている。このため、圧着シール方式でこれを行うことは、なかなか困難である。このため、ある方法を新規に開発し、この効果を確かめた。この方法については、今後特許出願を行う可能性がある。

ユタカ電子は、圧着シール以外の方法として、真空パック方式を試みたが、混合物には、水とマイクロバルーンの中の気泡が残ってしまった。現在のところ、新規に開発した方法以外の方法で、うまく袋詰めすることは出

来ていない。

### 2.3 加振方法の検討

ユタカ電子では、振動モータによる加振以外にも、レジウム磁石を用いた振動機構を考案し液状化試験をおこなった。しかし、エネルギー効率が良くなく、モータによる現在の加振方法が最も効率が良いという結論となつた。

### 2.4 混合物を効率的に液状化させる方法の検討

マイクロバルーンと水との混合物は、加振により液状化するものの、振動していないときの混合物が比較的柔らかく、身体を支えるための硬さが足りなくなる恐れがあることが分かった。また、水分量の変化により、初期の硬さや加振時の液状化の大きさが大きく変化することも問題である。この問題に対して、ある方法を用いてこれらの問題を解決する方法を見出した。これは、共同研究の成果として特許を共同で出願する予定である。

### 2.5 クッションの販売について

クッションを販売するためには、このクッションにはどのような性能を持っていることを示せばよいか、それを示すために必要な研究は何か、それをどのように行つたらよいかを検討した。その結果を利用した販売方法や、その時の販売価格などを検討した。

その結果、今後は、クッションの販売のために必要となる研究は、クッションを使用したときの身体や身体の動きの安定性を示すものが重要課題であるという認識で一致した。このため、今後の共同研究は、人体の動きを再現するためのアクチュエータ装置、ジャイロスコープを用いた測定装置を共同で製作することになった。

## 3. 結論

本共同研究により製品化にむけての重要な問題点が明確となり、そのすべてについて解決する方法がみつかった。現在のところ、製品化に向けて、本質的に困難な点や克服しなければならない問題は見当たらない。

# スマート・コンフォート・ナノテクスタイルの技術開発

生産システム課 野尻智弘, 和田 猛 製品科学課 金丸亮二, 早苗徳光

中央研究所 九曜英雄, 岩坪 聰

北陸SC会 ((株)エヌエスブレーン, 第一編物(株), 川田ニッティンググループ,  
(株)ゴールドワイン, 小松精練(株), 丸井織物(株))

## 1. 緒言

「機能に優れる材料」(ここでは、調湿材：吸放湿する特性により湿度を調整できる材料)をナノ化(微粒化)し、纖維に均質に、かつ機能低下させることなく織物やニット等の布帛材料に担持させる基盤技術の開発を行い、「より一層の快適な活動」＝「スマート・コンフォート化」のための応用方法について検討を行った。本研究開発は、参加各企業が製造する製品に共通する上述の基盤技術の開発を協働して実施した。その結果について概要を報告する。

## 2. 研究成果の概要

はじめに調湿材を微粒化することの効果について検討を行った。次に機能性材料を布に加工を行い、その効果や評価方法について検討を行った。また、製品化することを考慮し、より実用性の高いデータ測定方法を見出すとともに、基本的な評価方法を検討した。

### 2.1 調湿材を微粒化する効果

調湿材に調整剤等を添加した材料を作成し、調湿試験を行い、さらに布に加工し調湿効果について検討を行った。しかし、微粒化の効果を確認することができなかった。

### 2.2 調湿剤の加工試験

調湿材を布に加工する場合、ニットや織物など各種の材料が使用されることが考えられる。また、その素材も綿、ポリエステル、ナイロン、あるいはその混紡品などさまざまである。

そこで、各種の材料に調湿材の加工を行った。加工方法は、ディッピングの後、風乾する方法を採用し、調湿材に分散剤やバインダーを添加したもの加工した。

### 2.3 調湿剤の評価試験

#### 2.3.1 吸湿性の評価

2.2で作成した試料を用いて、その吸湿効果について確認試験を行った。本来、機能性材料を布に担持させる技術も重要であるが、最も大きな吸湿効果を得られる条件について検討を行った。綿、ポリエステル・ポリウレタンの交織、ナイロン・ポリウレタン交織などのニット生地に分散剤やバインダーなどを用いて加工を行い、吸湿量を測定した。その結果、いずれの材料についても調湿材添加による吸湿効果を確認できた。しかしながら、調湿材を布にいかに強固に担持させるかという課題が残った。

#### 2.3.2 実用化に関する評価

##### ・エレクトロスピニング装置による評価

調湿材製品の開発にあたり、基布として重要なナノファイバーシートの作成方法について検討を行った。

##### ・発汗サーマルマネキンによる評価

評価方法を確立するため、加工、未加工の衣服材料をマネキンに着用させ、衣服内温度、衣服内湿度の変化を測定した。測定ポイントの選定、測定時間、発汗条件等について検討を行った。

##### ・その他の装置による評価

布帛材料(織物、ニットなど)によって、保温性や熱伝導性等の物性は大きく変化する。さらにニットの組織構造の違いによる基本物性が異なる。これらについて詳細に検討するため熱迅速測定装置やサーモグラフによる熱物性の評価を行った。

## 3.まとめ

調湿材を用いて、吸湿効果を高められることが確認できた。また今後、調湿材をいかに強固に布に担持させるかなどを検討する必要がある。

# セルロースを高度利用した軽量高強度プラスチック材料の開発

生産システム課 水野 渡  
中越パルプ工業(株) 清水 喜作, 田中 裕之, 橋場 洋美

## 1. 緒 言

天然木材由来成分であるセルロースは、地球上での保有量が1兆トンと最も多い再生可能な資源であり、これを石油由来の素材と置換することは、低炭素社会構築に極めて有効である。近年、セルロースナノファイバー等のセルロース関連素材に注目が集まっていることから、中越パルプ工業が持つセルロース(パルプ)に関する技術を応用し、熱可塑性樹脂とセルロースを複合化することにより、軽量高強度プラスチック材料を製造することを目的として検討を行った。

なおこの研究は、富山県新世紀産業機構 平成23年度高度技術実用化支援事業の一部として行ったものである。

## 2. 実験方法

熱可塑性樹脂とセルロースの複合化に関する基本的な条件を確認するために実験を行った。材料には市販射出成形用ポリプロピレン(PP), 叩解した広葉樹クラフトパルプ(LBKP), 分散剤を使用した。二軸スクリュー混練押出機, セルロース混合可塑化成形装置を用いて, LBKP含有量が10質量%となるように材料の複合化を行った後, 小型射出成形機で試験片を作成して, 曲げ試験, 引張試験を行った。また, 材料の分散状態をマイクロフォーカスX線CTで評価した。

## 3. 結 果

### (1)射出成形品の物性

表1にPPとLBKPの複合方法と弾性率向上率(複合材料の弾性率のPPの弾性率に対する割合)の関係を示した。実験に供したPPは、曲げ弾性率が約1100MPa, 引張弾性率が約900MPaとなっている。弾性率向上率を見ると、二軸スクリュー混練押出機を用いた場合には、複合化による弾性率の大きな向上は見られなかった。一方、セルロース混合可塑化成形装置の場合には、曲げ弾性率、引張弾性率ともに約30%の向上が見られた。また、試験片を目視で観察すると、二軸スクリュー混練押出機を用いた場合には、LBKPが未分散状態の固まりとして見られた。

表1 複合方法とPPに対する弾性率向上率の関係

複合方法\項目	曲げ弾性率向上率(%)	引張弾性率向上率(%)
二軸スクリュー 混練押出機	107.6	99.5
セルロース混合 可塑化成形装置	129.2	134.2

### (2)複合化の状態の観察

2種類の方法で複合化した材料のマイクロフォーカスX線CTによる観察結果を図2に示した。試験片中にLBKPが白く観察されるが、複合化方法を比較すると、二軸スクリュー混練押出機の場合には、LBKP部分が大きく観察され、ほとんど分散していないことがわかった。



(a)二軸スクリュー混練押出機



(b)セルロース混合可塑化成形装置

図2 複合化した材料のマイクロフォーカスX線CT画像

## 4. まとめ

PPに対してLBKPを複合化させる手法を検討したところ、セルロース混合可塑化成形装置を用いた場合に大きな弾性率向上効果が見られた。これは、LBKPの分散状態に起因することを確認した。

# 廃プラスチックを有効利用した透水性と保水性を兼備した歩道舗装の試作開発

生産システム課 水野 渡, 佐伯 和光

新高清掃(株) 金井 武, サンクリーンマテリアル(株) 田中 博政, 丸和ケミカル(株) 小西 伸一

## 1. 緒言

新高清掃(株) と丸和ケミカル(株) で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を開発した。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、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、工業技術センターで実地の試験による製品の評価を行った。

なおこの研究は、富山県新世紀産業機構 平成23年度新商品・新事業創出公募事業の一部として行ったものである。

## 2. 実験方法

透水性インターロッキングブロックには新高清掃(株)製「ウェットデューR」を使用した。保水材は、丸和ケミカル(株)が開発した、吸水ポリマーと多孔質砂を組み合わせ袋状にしたものを使用した。市販コンクリート製ユニット(石黒産業(株)製)を並べて、保水材とスポンジを組み合わせて試作品を作り使用した。これらをものづくり研究開発センターにユニットを敷設し表面の温度計測を行った。



図1 コンクリート製品を床ユニットに使用した試作品

## 3. 実験結果

図2に平成23年10月1日～平成23年10月10日の温度計測結果を示した。両試料の表面は日中には温度が上昇し、計測期間中ではアスファルト表面の温度が高い傾向を示した。強い日射しがあった10月4日では(図3)、アスファルト表面は41.3°Cまで上昇した。それに対して、ユニット表面では、40.5°Cとなり表面温度に違いが出ることが確認できた。

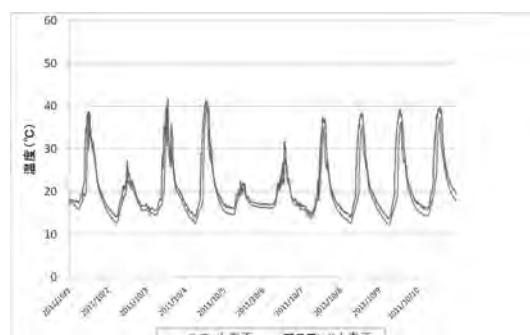


図2 試験中の試験体の表面温度

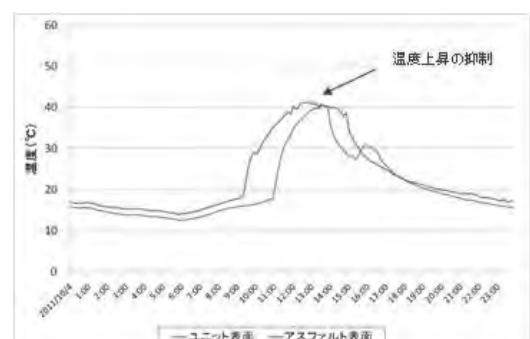


図3 10月4日(晴れ)の表面温度の変化

## 4. 結言

市販コンクリート製ユニットを並べて、保水材とスポンジを組み合わせた試作品の効果を実地で試験したところ、秋季の計測ではあるが温度低減効果を確認することができた。また、冬期間の状態を確認したところ、ブロックの陥没なども見られず長期間の使用に耐えることを確認することができた。

# 融雪型屋上・屋根緑化システムの開発と実証実験

生産システム課 水野 渡

(有)EERP 高辻 隆

## 1. 緒言

屋上・屋根緑化システムは、都市部を中心とした太平洋側の地域で多く設置されている。しかし日本における最高気温を記録した地域は山形県・岐阜県・埼玉県などの積雪地であり、積雪地にもこのようなシステムが必要であるが、安全積雪荷重の確保や雪降し作業の困難性により、設置が敬遠されている。本研究では、薄層土壌に常緑でCO<sub>2</sub>固定量の多い「常緑キリンソウ」を植栽したパネルを用い、簡易施工可能な耐雪型屋上・屋根緑化システムとして、無散水配管で地中温度との熱交換によって融雪するシステムを試作し、その有効性を評価した。

なおこの研究は、平成23年度高岡産業文化振興基金奨励事業の一部として行ったものである。

## 2. 実験方法

床面積約3.3m<sup>2</sup>のユニットハウスを3棟用意し、1棟には耐雪型緑化パネルを屋根の上に設置し、1棟には融雪型耐雪型緑化パネル（パネル中に外径17mmの送水パイプを埋設）を耐雪型緑化パネルと同様に設置した。耐雪型緑化パネルの送水パイプは、ユニットハウス付近の深さ1,300mmの地中埋設タンクと水中ポンプで連結した。



図1 融雪型耐雪型緑化パネル

（パネルの配管と常緑キリンソウ植栽パネル）

## 3. 実験結果

温度計測結果では、日中はユニットハウス室内に対して、耐雪型緑化パネルは約1°C温度が高く、融雪型耐雪型緑化パネルは約3°C温度が高くなかった。日射の影響がない夜間においても、ユニットハウスに対して、融雪型

耐雪型緑化パネルの室内温度が高い時間が長くパネルの効果が見られた。また、図3の積雪変化を見ると、耐雪型緑化パネルの積雪量が最も多く、砺波の積雪量に比べ10cm程度少なくなった。ユニットハウス屋根の積雪量は耐雪型緑化パネルより10cm程度少なく、融雪型耐雪型緑化パネルの積雪量は、ユニットハウス屋根よりもさらに10~20cm少なくなった。融雪型耐雪型緑化パネルは、降雪がない融雪時には他のものより早く降雪量が減少する傾向を示した。このことから、融雪型耐雪型緑化パネルでは積雪量が少なくなること、融雪効果があることが確認できた。



図2 冬期の屋上緑化実証試験の状態

（左：ユニットハウス、中：耐雪型緑化パネル設置、右：融雪型耐雪型緑化パネル設置）

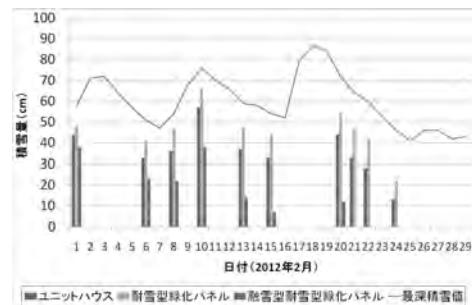


図3 砺波地方の最深積雪値とユニットハウス屋根、耐雪型緑化パネル、融雪型耐雪型緑化パネルの積雪計測結果

## 4. 結言

ユニットハウスに耐雪型緑化パネル、融雪型耐雪型緑化パネルを設置して、融雪型耐雪型緑化パネルの融雪効果を検討した。この結果、水を循環させる融雪型耐雪型緑化パネルは融雪効果と室内の保温効果が認められた。

# コンプレッションウェア設計のための関節トルク計測装置の開発

製品科学課 溝口正人, 金丸亮二, 中橋美幸  
(株)ゴールドワインテクニカルセンター 小坂博信, 坂田一哉

## 1. 緒言

本研究では、日常生活動作において効率的なカロリー消費が促進できるコンプレッションウェア設計の基礎データを得るために、着用による運動抵抗の評価指標となる関節トルクの計測機能を有する人体ダミーを開発した。試作したダミーにより、人間の歩行や走行時の腕振り動作を模擬的に再現した時の肩関節トルクを検出して、ウェア仕様による身体負荷の比較を行い、生地の物性や構造による効果を調べた。

## 2. 研究内容

### 2.1 ウエアの試作

コンプレッション機能をもつ生地物性および運動時の姿勢変化を考慮した生地の配置を検討することにより、身体に効果的な負荷を与えるウエアを試作した。

### 2.2 関節トルク計測装置の開発

ウエア着用による腕振り動作時の肩関節トルクを計測するため、マネキンを改良した人体ダミーを設計した。ダミーは体幹と上腕で構成し、体幹内部には上腕軸を任意速度で往復回転駆動するためのクランク機構と肩関節の回転負荷を検出するトルクセンサを組み込んである。歩行や走行における様々な腕振り動作に対応するため、クランクアームの長さと駆動モータの回転数を変化させることにより、肩関節回転角度が30-180度、速さは0.5-2往復/秒の範囲で設定可能な仕様とした。試作した計測装置の構造を図1に示す。

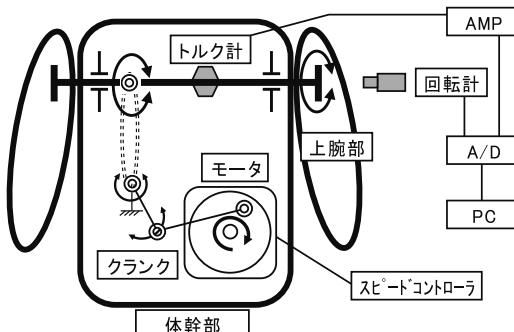


図1 関節トルク計測装置

### 2.3 腕振り動作の条件設定

計測時の肩関節回転角度や速度条件を求めるため、人間の歩行や走行時の腕振り挙動を動作解析手法により調べた結果、肩関節可動域は50-120度、速さは1.0-1.5往復/秒であった。これらの解析結果をもとに、運動の

種類やウエアの用途に応じたダミーの腕振り条件を設定した。肩回転角度の測定概要および時速4kmの歩行において普通に腕振りした時と積極的に腕振りした時の測定結果の一例を図2に示す。

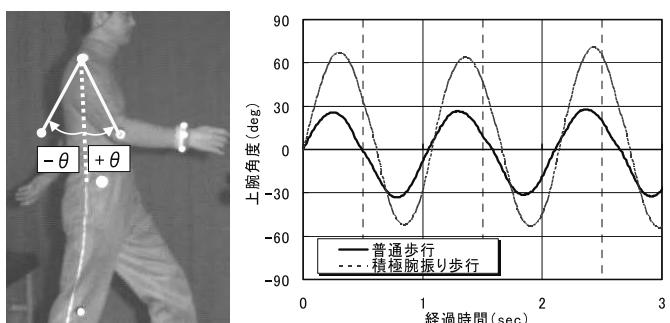


図2 腕振り動作時の肩関節角度の測定

### 2.4 関節トルクの計測

試作したウエアを人体ダミーに装着して腕振り動作を行なった時の肩関節トルクを検出した。肩関節回転角度を90度に設定して1往復/秒で腕振りした時の測定結果を図3に示す。これより、ルーズなタイプでは非装着との差異が小さいのに比べ、張力が比較的大きい生地を配置したコンプレッションタイプでは2倍以上の最大トルクの増加がみられた。今後は、ウエア仕様や動作条件と関節トルクの関係からカロリー消費効果等を算出して身体負荷量を比較する必要がある。

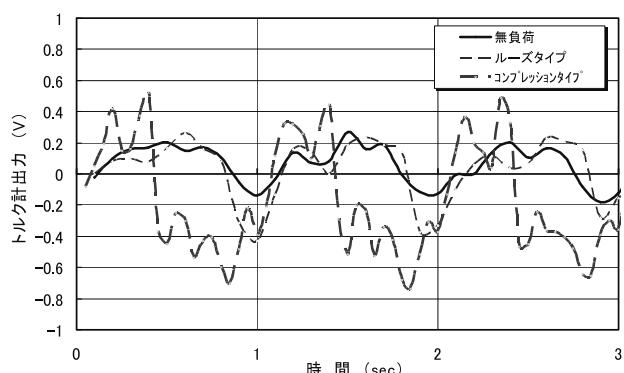


図3 腕振り動作中の関節トルク

### 3. まとめ

近年の健康志向が追い風となり、着圧効果を狙った類似製品が市場に参入しているが、その効果を実験的に検証した例は少ない。このため、ウエアによる身体負荷量を数値化することで、商品設計の最適化が容易となり、多様なニーズに対応したきめ細かな商品展開が促進できる。

# イリスの香気成分を利用した香料の開発

生産システム課 水野 渡

(有)アンティアンティ 宮崎 真, 坂本 沙恵

## 1. 緒 言

イリス（アヤメ科アヤメ属の多年草）は、根茎から香気成分を取り香水やお菓子のにおいづけ等に利用されている。アンティアンティでは、イリスの香気成分を抽出して事業化を進めるため、自社でイリスの栽培を行っている。研究では、今後の事業化に当たり必要な香気成分の抽出方法やガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)を中心とした測定技術を確立することと、その結果をもとに、香気成分に関するデータベースを作成し天然成分を配合した化粧品や香料を商品化することについて検討した。

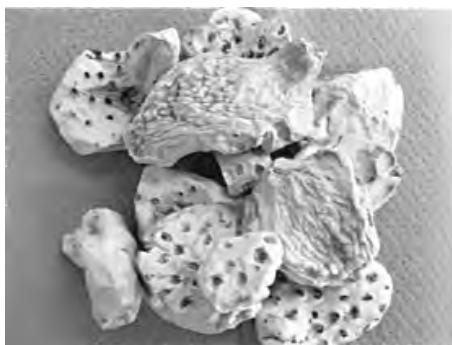


図1 イリスの乾燥根茎

## 2. 実験方法

### (1)香気成分の抽出手法の確立

イリスの根茎について、前処理方法（乾燥、熟成、粉碎）と香気成分を溶媒抽出、水蒸気蒸留、超臨界流体等で抽出する方法について検討した。

### (2)香気成分の機器分析と官能試験

抽出した成分について、GC-MSを用いて測定を行い、イリスの香気成分を確認した。測定データと、実際の香り評価（官能試験）の関係を求め、香気成分に対する経験的な評価との相関を求めた。

### (3)香気成分の組み合わせによる化粧品や香料の開発

抽出成分やその分離成分を組み合わせることにより、香気成分の組み合わせによる化粧品や香料の開発について検討した。

## 3. 結 果

### (1)香気成分の抽出手法の確立

富山で栽培した三年目のイリス根茎を一年間乾燥・熟成させ粉末にした。この粉末について、超臨界流体抽出、水蒸気蒸留、溶媒抽出を行い、抽出物を GC-MS で測定し、成分を確認した。この結果、最適な抽出方法は、水蒸気蒸留と溶媒抽出の組み合わせるので、粉末 1,000g に対して 0.5% の収率で 5 g の抽出物（イリスアブソリュート）を得ることができた。

### (2)香気成分の機器分析と官能試験

抽出物について GC-MS 測定したところ、trans-alpha-irone, cis-alpha-irone, gamm-irone, myristic acid を確認することができた。この測定結果を、天然成分とされるモニーク・レミー社（フランス）のサンプルと比較し、抽出物が天然香料として実用できることを確認した。

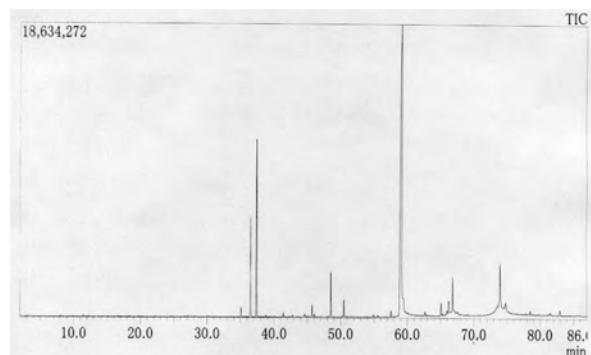


図2 抽出物のGC-MS測定チャート

### (3)香気成分の組み合わせによる化粧品や香料の開発

測定結果を基にして、香水（オーデパルファム）等の商品開発を行った。

## 4. まとめ

今回の実験で、抽出方法と成分の関係を把握することができた。今後、より効率的な抽出方法や栽培条件と香気成分の関係について検討する予定である。

# 作業性に優れた耐炎性・耐熱性ウェアの開発

製品科学課 金丸亮二 生産システム課 野尻智弘, 西田公信

(株)ミヤモリ 宮森利隆, 石崎智志, 荒田強志

## 1. 緒言

本研究は、H23年度 ベンチャー創成等支援共同研究として実施したものである。株式会社ミヤモリでは、工業技術センター等と共同開発したロボット用カバーの製造を行っており、自動車メーカーや自動車部品メーカーを中心に販売展開を行っているところである。そのような中、ロボット用カバーを採用している数社から人が着る耐炎・耐熱ウェアが開発できなかつたとの要望を受け、動きやすく作業性のよい耐炎性・耐熱性ウェアをコンセプトに研究開発を行つた。

## 2. 開発概要および結果

現状の耐炎・耐熱性ウェアを調査したところ、耐炎・耐熱効果が高いものほど、生地が厚く、重くなっている。構造は、アラミド繊維織物等の積層構造となっており、織密度が高いため伸縮性は全くない。このため、作業者からは、動きやすく作業性のよいウェアがほしいとの要望が高いことがわかつた。耐熱性と作業性という相反する性能を満足させるため、ロボット用カバーの開発技術を活用して、ニット構造を採用したウェアを開発することとした。

素材は、耐熱繊維を基本に3種類の繊維を組み合わせ、ニット化した。ニット化にあたつては、これまでのロボット用カバーで採用していたものよりさらに伸縮性の高い組織にして、運動性能を高めた。これにあわせて、ラミネートも、耐炎・耐熱性を保持しつつ、より伸縮性の高い加工を施した。ラミネートは、ニットの表裏両面に施す3層構造とした。これにより、含気率の高いニット層をフィルムが囲む形となるため、生地の断熱性を高めることができた。縫製については、今回はより断熱性を高めるため、比較的ゆったりとしたデザインとし、縫製糸も耐熱性の繊維を使用した。ウェアには、ワンポイントではあるが、プリントを施した。従来の耐炎・耐熱ウェアは、基本的にアルミ蒸着による金属光沢の表面等が多くた。開発品は、表面層の色をある程度変更できる他、プリントも可能であり、人が着用する上でのデザイン性を高めることができた。図1プリント例、図2に

開発した耐炎・耐熱性ウェア（上・下）を示す。



図1 プリント例（耐熱エプロンにプリント）



図2 開発した耐炎・耐熱性ウェア（上・下）

## 3. 結言

開発したウェアは、東京ビッグサイトで開催された2011国際ロボット展に出展し、来客者の評価を受けた。素材の面白さに高い評価を受ける一方、蒸れ感を心配する声等もあった。蒸れ感の解消は想定されておらず、要望が多ければ、対応策を検討していく。今後は、デザインに改良を加えると共に、量産化技術を確立し、展開を図っていく。



## IV 機械電子研究所

### □戦略的基盤技術高度化支援事業

環境に配慮した低成本無線ICタグの開発	111
電子技術課	坂井雄一, 浅田峯夫
立山科学工業(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」

放射光X線ラミノグラフィを用いた電子基板接合部の非破壊寿命評価技術の実用化研究	112
機械システム課	釣谷浩之

ナノ分散自己組織化技術により光散乱と封止性を一体化した 発光ダイオード用多機能透明成形材料の開発	113
電子技術課	横山義之
中央研究所	山岸英樹
富山県立大学	竹井 敏

### □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を用いたヘルスマニタリング技術の開発	114
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	115
電子技術課	横山義之

### □住民生活に光をそそぐ交付金

建具開口部用アクティブ遮音システムの開発	116
機械システム課	金森直希, 羽柴利直

### □富山県立大学「产学官連携研究」

電波方向探知機能を備えた登山者位置検索システム	117
電子技術課	浅田峯夫
富山県立大学	岡田敏美
(株)サーチットデザイン	小宮山真康

環境配慮型光拡散封止高分子新材料を用いた成形加工法の開発	118
電子技術課	横山義之
中央研究所	山岸英樹
富山県立大学	竹井 敏
エレクトロニクス実装における機械的信頼性評価法に関する研究	119
機械システム課	佐山利彦
富山県立大学	川上 崇, 森 孝男, 木下貴博
コーチャル(株)	小泉雄大
<b>□一般研究</b>	
人体動作に伴う衣服摩擦音の評価に関する研究	120
機械システム課	羽柴利直
生活工学研究所	溝口正人
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	122
電子技術課	横山義之, 高田耕児
(国)北陸先端科学技術大学院大学	高村 禅
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	124
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	126
機械システム課	釣谷浩之, 佐山利彦
コーチャル(株)	岡本佳之, 高柳 育
(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
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	128
電子技術課	高田耕児, 浅田峯夫, 横山義之
生活工学研究所	牧村めぐみ
ミニ合鴨群ロボットの開発	130
機械システム課	金森直希, 上野 実
千葉工業大学	青木岳史
有機薄膜太陽電池の実用化研究	132
電子技術課	寺澤孝志, 坂井雄一
(国)富山大学	中 茂樹
耕地用防除草自動機の開発	134
機械システム課	上野 実, 金森直希

微細配線の形成とデバイス応用に関する研究	136
電子技術課	丹保浩行, 横山義之, 坂井雄一

#### □企業との共同研究

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	138
電子技術課	坂井雄一, 丹保浩行
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, 松岡潤弥, 杉浦正浩, 鈴木幸俊, 奥宮保郎
塑性加工の CAE 解析に関する研究	139
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
融点変化型はんだ合金の疲労挙動の解明に関する研究	140
機械システム課	佐山利彦
コーチャル(株)	岡本佳之, 高柳 育
体温反応型機能性冷却シートの開発	141
電子技術課	横山義之, 高田耕児
ライフケア技研(株)	濱出絵理子, 横井秀輔
低コスト・高効率 CIGS 太陽電池の開発	142
電子技術課	寺澤孝志, 丹保浩行
(株) フューテックファーネス	喜平田行紀, 井山徹男, 谷野克巳

#### □若手研究者育成支援共同研究

積層鋼板の磁気特性に関する研究	143
電子技術課	浅田峯夫, 丹保浩行
若い研究者を育てる会 田中精密工業(株)	堀田哲朗, コーセル(株) 杉本考行



# 環境に配慮した低成本無線ICタグの開発

電子技術課 坂井雄一\*, 浅田峯夫  
立山科学工業(株), (財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

## 1. 緒言

無線ICタグはバーコードに代わる商品識別・管理技術であり、導入によって社会のIT化・自動化が進むことが期待されるが、十分に普及しているとは言えない。これは、無線ICタグが消耗品として使用するには高価なためであり、価格の低減が必要とされている。また、近年、あらゆる分野において、環境対応も課題となっており、低成本化及び環境負荷の低減が無線ICタグにおける重要課題であると言える。本研究では、低成本で環境に配慮した無線ICタグの量産技術の開発を目的とし、今年度は、今回新たに提案した低環境負荷の製造プロセスの有効性を検証するため、HF帯タグの試作を行った。

## 2. 実験方法

基材には紙を用い、試作するICタグは共振周波数が13.56MHzのHF帯の標準カードサイズとした。作製プロセスを図1に示す。基材にアンテナパターンの下地インクを印刷し、硬化させたのち、下地の上にはんだをコートする。その後、アンテナの巻き始めと終わりをジャンパー線で接続し、最後にICチップを実装する。試作したICタグは、リーダ/ライタを用い、通信距離の測定を行った。また、ジャンパー線の接続箇所を変更した試料を作製し、ネットワークアナライザを用いて試作タグのS<sub>21</sub>を測定することにより共振周波数を測定した。

## 3. 実験結果

試作したICタグの外観を図2に示す。試作品をリーダ/ライタにかざすと応答し、問題なく動作することが確認された。また、試作品の通信距離を測定したところ、市販品と遜色ない結果が得られた。これにより、今回提案したプロセスで問題なくICタグが作製できることが確認できた。従来は、アンテナパターンを形成するためにエッチングや洗浄などの工程が必要であったが

今回の手法ではこれらの工程が不要で廃液も発生しない。また、この手法で作製されたタグは、はんだでアンテナパターンが形成されているため、ジャンパー線の接続位置を任意の箇所に変更することができる。ジャンパー線の接続位置を変更した試料のS<sub>21</sub>を測定した結果を図3に示す。最大値をとる周波数が共振周波数に相当するが、接続位置を変更することで共振周波数が変わった。これは、試作や実験で共振周波数を調整する際、アンテナパターンを変更する必要がないことを示しており、本手法は試作段階においても有用な手法であることが確認された。

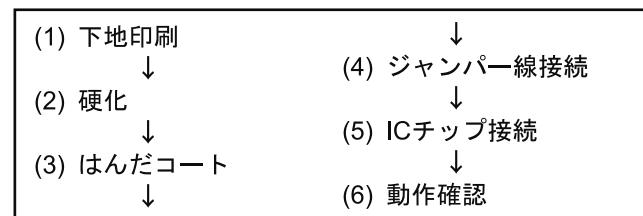


図1：ICタグの作製プロセス

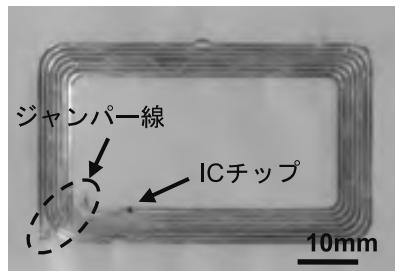


図2：試作したICタグの外観

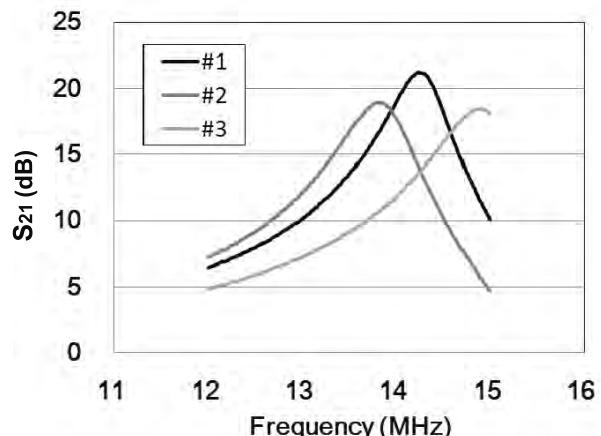


図3：試作したICタグのS<sub>21</sub>測定結果

\* 現 産学官連携推進担当

# 放射光 X 線ラミノグラフィを用いた 電子基板接合部の非破壊寿命評価技術の実用化研究

機械システム課 釣谷浩之

## 1. はじめに

これまで、大型放射光施設 SPring-8において、放射光 X 線マイクロ CT 装置(以下 SP- $\mu$ CT)を用いることで、電子基板のマイクロはんだ接合部の信頼性を非破壊で評価する手法の開発を行ってきた。しかし、SP- $\mu$ CT は、撮影対象の寸法に制約があり、平板状の基板上のはんだ接合部を、完全な非破壊で撮影することは困難であった。この問題を解決するために、放射光 X 線ラミノグラフィ<sup>1)</sup>を応用し平板状の基板上のはんだ接合部を全くの非破壊で観察、評価する技術の開発を試みた。

## 2. 試験方法

通常の SP- $\mu$ CT では、X 線照射方向に垂直な回転軸で試験体を回転させて撮影を行うが、放射光 X 線ラミノグラフィでは、X 線が透過し難い方向を避け、回転軸を傾斜させて撮影を行う。今回は、垂直から 20°の傾斜で撮影を行った。試験体には、FR-4 基板(52.55mm×30mm)に Si チップを鉛フリーはんだバンプ(Sn-3.0wt%Ag-0.5wt%Cu,  $\phi$ 120μm)によってフリップチップ実装したものを用いた。この試験体に熱サイクル試験を実施し、き裂の進展を観察した。

## 3. 試験結果

放射光 X 線ラミノグラフィによって得られた画像は、

十分な画質を有しており、画像からき裂を抽出することが可能である。Fig. 1 にき裂の 3 次元的な進展過程を示す。図中の暗い灰色の部分は、はんだバンプとパッド、電極であり、明るい部分は、き裂とボイドを示している。図はいずれも同一のバンプのものであり、(a)~(c)は、それぞれ 1000, 1300, 1600 サイクルの時点のものである。図に示すように、き裂の 3 次元的な進展過程を明瞭に捉えることが可能となった。

## 4. まとめ

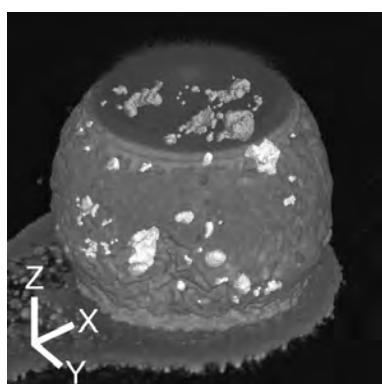
放射光 X 線ラミノグラフィを用いて、電子基板のはんだ接合部におけるき裂の進展過程を完全な非破壊で観察することが可能となった。またき裂の 3 次元画像を基に、き裂表面積などの定量的なパラメータを用いた評価が可能となった。

## 「参考文献」

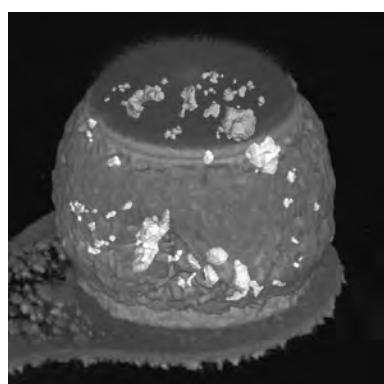
1) Hoshino, M. et al., *AIP Conf. Proc.*, **1365**(2011), 250-253.

## 「謝辞」

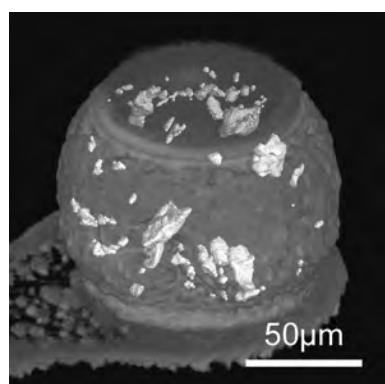
本研究は、独立行政法人科学技術振興機構による研究成果最適化支援プログラム A-STEP(フィージビリティスタディ(探索タイプ) 課題番号 : AS231Z01713B) の支援を得て実施されたことを記し謝意を表する。



(a) After 1000 cycles



(b) After 1300 cycles



(c) After 1600 cycles

Fig. 1 3D rendered images of fatigue crack propagation process in the same solder bump.

# ナノ分散自己組織化技術により光散乱と封止性を一体化した 発光ダイオード用多機能透明成形材料の開発

電子技術課 横山義之 中央研究所 山岸英樹\* 富山県立大学 竹井敏

## 1. 緒言

本研究では、成膜性、熱硬化性、ガスバリア性、及び光散乱性等の特性に優れる多機能透明成形材料を開発することを目的とし、原料選定、高分子重合、及び分析評価を行った。既存の光散乱材料は、高分子中に屈折率が異なる微粒子を分散させることにより、光散乱機能が発現する。一方、富山県立大学で開発された光散乱透明材料は、微粒子を全く用いず、特殊なナノ分散自己組織化技術により、光散乱を含め優れた機能を有することが分かっている。

ここでは、富山県工業技術センター、富山県ものづくり研究開発センター、及び富山県立大学の研究設備を活用し、ナノ分散自己組織化技術による材料の光散乱性について報告する。

## 2. 実験と結果

富山県立大学で開発された光散乱透明材料（TPU-LDF）の成型例を図1に示す。ナノ分散自己組織化技術により、TPU-LDFは、多重散乱により白濁することが分かった。

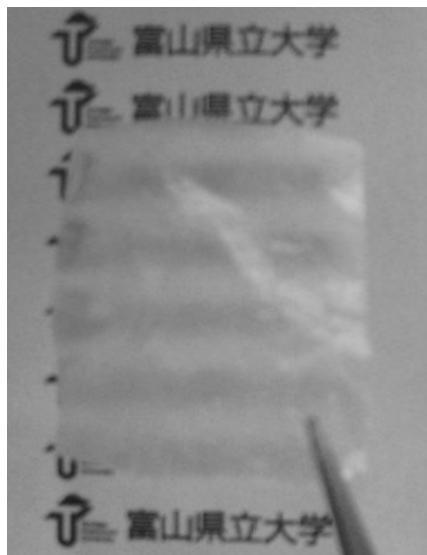


図1 光散乱透明材料（TPU-LDF）

次に、TPU-LDFの光散乱性の詳細な評価を行った。図2に、TPU-LDF、及び比較材料の光散乱率に対する波長依存性を以下に示す。測定には、紫外可視近赤外分光高度計 SolidSpec-3700 DUV（島津製作所）と積分球を用いた。TPU-LDFの光散乱率は、比較材料のそれに比べ大きいことが分かった。また、GaN系LEDへの光散乱材料の適用には、波長380-480nmの領域において、5%以上の光散乱率が求められるが、TPU-LDFは、その要求仕様5%を充分満たす性能を有していることがわかった。TPU-LDFの高い光散乱性は、TPU-LDFの内部で、ミクロ相分離モルフォロジーによる凝集構造が、自己組織化的に形成されているためと推測される。

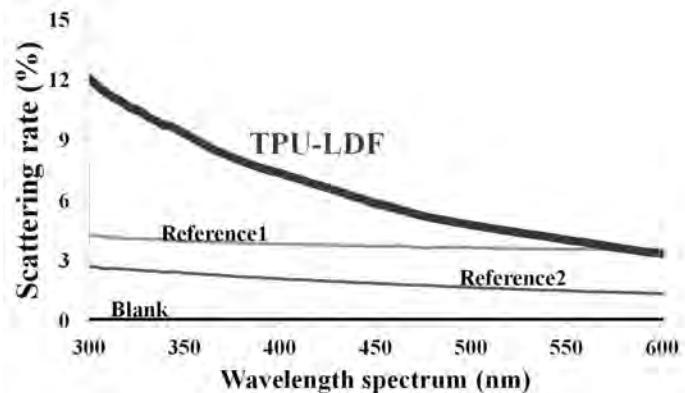


図2 TPU-LDFの光散乱率に対する波長依存性

## 3. 今後の予定

ミクロ相分離モルフォロジーを用いる新規な環境調和型光散乱材料の優れた光散乱性を確認した。今後、原料、成型加工、及びデバイスマーケタが参画できる研究体制を構築し、本材料の実用化を目指す。

## 「謝辞」

本研究は、(独)科学技術振興機構の研究成果最適展開支援プログラムA-STEPの助成を受けたものである。

\* 現 商工企画課

# 高密度実装基板の熱疲労損傷に対する 放射光 X 線 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)高輝度光科学研究中心 上杉健太朗 富山県立大学 森 孝男

## 1. はじめに

高密度実装が著しく進行している電子基板において、その信頼性に大きな影響を与えるマイクロ接合部を、放射光 X 線 CT を用いて非破壊で観察し、その健全性をモニタリングする技術を開発した。最終年度は、熱サイクル負荷を受ける電子基板に実装されたチップ部品に対して、はんだ接合部に発生する疲労き裂の発生および進展状況を 4 次元（3 次元形状の時系列変化）的に非破壊観察し、その余寿命を継続的にモニタリング評価した。

## 2. 4 次元観察によるマイクロ接合部における疲労き裂の進展過程の評価

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可視化した。さらに、はんだ接合部の CT データから疲労き裂の 3 次元形状を抽出し、その時系列的な変化の観察（4 次元観察）を行った。

一例として、図 1 は、1608 サイズのチップ抵抗の同一はんだ接合部において、500, 550 および 650 サイクル熱負荷後の疲労き裂をレンダリング画像で示す。チ

ップ下のはんだ接合部において、疲労き裂は明るい灰色の部分に対応する。500 サイクルの時点では微小き裂が電極下の多くの箇所で発生しており、電極コーナー部の自由表面近傍ではき裂が相互に結合し始めている。550 サイクルではき裂の相互結合が更に進み、650 サイクル時点では反対側の電極コーナー部の自由表面からも、き裂が発生・進展し、電極下はんだ接合部全面にき裂が広がり始めていることがわかる。

## 3. 実基板におけるマイクロ接合部のヘルスモニタリング技術の開発

本技術を実際の電子基板におけるチップ部品のマイクロ接合部に適用し、疲労き裂の表面積を計測しながら、これを評価指標とすることで、マイクロ接合部の余寿命を逐次推定するという新しい概念のヘルスモニタリング技術を開発した。

## 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。

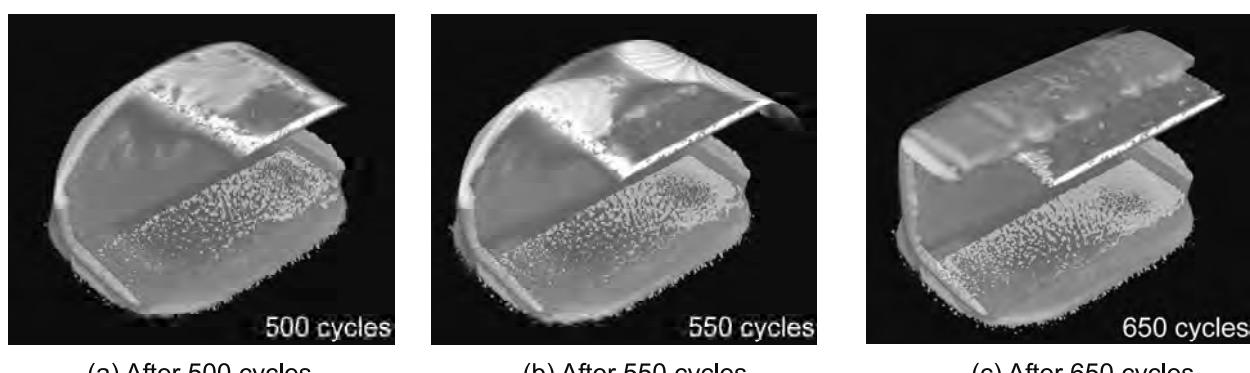


図 1 4 次元観察による疲労き裂の進展過程の例

\* 現 企画管理部

# 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 $\leftrightarrow$ 膨張状態）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。本年度は、包接型細胞チップのウェル開閉に関する詳細な検討と、細胞の生存率に与える影響の調査を行った。

## 2. 実験と結果

UV光で微細パターンングできる温度応答性高分子「バイオレジスト」をガラス基板上に塗布し、フォトリソグラフィーによって、直径10μm（ピッチ25μm）、深さ9μmの穴パターン状に微細加工した。次に、基板を切断し、断面方向が下を向くように倒立顕微鏡の温調ステージにセットした。その後、水を滴下し、温調ステージの温度を可逆的に変化させた。その結果を図1に示す。高温（36°C）の場合は、レジストパターンは収縮した状態で、穴パターンの直径は10μm、深さは9μmであった。それに対して、低温（20°C）にすると、レジストパターンは膨潤し、パターンが大きく変形した。この時、基板界面にしっかりと結合している下層部分のバイオレジストは、横方向には、あまり膨張することができず、基板界面から上方向に離れるに従って、横方向にも膨張が見られるようになった。その結果、バイオレジストは、逆テープ一形状に膨潤し、穴パターンの上層部分では、穴が完全に閉じているのに対し、穴パターンの下層部分には、空隙が存在していることがわかった。

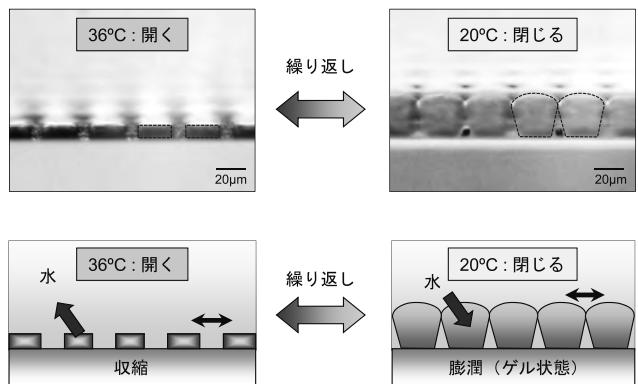


図1 温度変化に伴うバイオレジストの断面方向の変形

包接型細胞チップを用いて細胞をアレイ化する場合、一旦、膨潤したバイオレジストによって、細胞が完全に包まれた状態になる。この操作を行った後でも、細胞が潰されることなく、生存し続けているかを確認するために、蛍光2重染色液を用いて、アレイ化した細胞（Jurkat細胞：ヒトTリンパ腫由来）の生死判定を行った。包接型細胞チップでアレイ化した細胞の生細胞の割合を求めたところ87%であった。比較のために市販の培養ディッシュ上に播種した細胞の生細胞の割合は90%であった。 $\chi^2$ 検定の結果、両者に有意差は認められなかった（ $p < 0.05$ ）。

バイオレジストの膨潤時の断面形状の観察結果から、細胞包接時においても、各穴パターン底部には空隙が存在し、細胞は1個ずつそこに納まっているものと考えられる。また、バイオレジストの膨潤時のヤング率の測定を行った結果、3.3kPaであり、これまでに報告されている細胞（Tリンパ球：5.3kPa、纖維芽細胞：3~5kPa）とほぼ同じ柔らかさを有していた。これらのことから、細胞の包接操作時に、膨潤したバイオレジストにより細胞が強く押し潰されることなく、生存し続けることが可能となっていると推測される。

再生医療や医薬品開発において、細胞のアレイ化が重要となっており、細胞を掴んだり放したりアレイ化したりできる本手法は、今後、有用な技術となると思われる。

## 「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。

# 建具開口部用アクティブ遮音システムの開発

機械システム課 金森直希 羽柴利直

## 1. 緒言

居室など人が長時間活動する場所では、建具や壁などの開口部からの音漏れが比較的小さな騒音レベルであっても長期に渡り暴露されると蓄積したストレスによって健康を害することが指摘されている。プライバシー確保の観点からも、開口部からの音漏れを十分に低減することが望ましい。しかし、空気の通り道である開口部への受動的対策は本質的に困難である。そこで、本研究では、開口部近傍から相殺音波を出力して下流を減音するアクティブ遮音を試みた。

## 2. 音響物理モデル

アクティブ遮音制御の制御対象となる音響物理モデルを作成した（図 1）。開口部を有する壁で隔てられた部屋を模した形状で、左の部屋から発生した音波（騒音）が開口部を通って右の部屋へ入射する 2 次元の縦断面モデルとなっている。実空間では図 1 の縦断面モデルが紙面奥行き方向に積み重なって 3 次元となるが、短冊状（2 次元）の制御システムを多数並べて広い空間（3 次元）の減音を実現した研究例を参考にすることで、本モデルにおいても 3 次元への拡張が可能と考えられる。

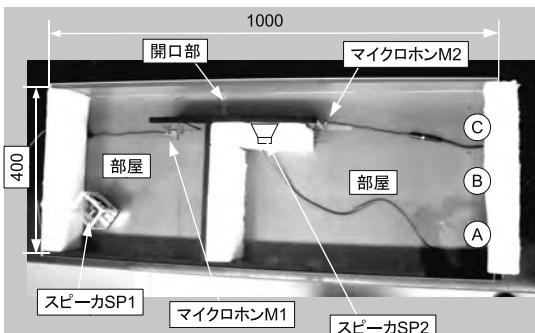


図 1 音響物理モデル

## 3. 実時間制御システム

マイクロホン M2 よりも下流の任意の場所で減音するよう音響制御システムを検討し構築した（図 2）。スピーカ SP1 から発せられた音波（騒音）をマイクロホン M1 が検出する。開口部を通過した音波がマイクロホン M2（制御点）で相殺されるようスピーカ SP2 より制

御音を発生する。相殺信号の生成は、騒音の音波がマイクロホン M1 を通過してスピーカ SP2 に達するまでの間に DSP 内で実行される。

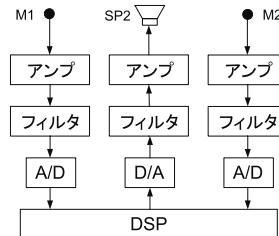


図 2 制御システムの構成図

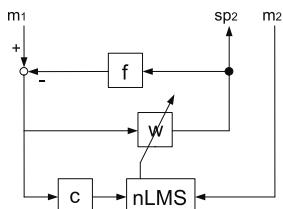


図 3 制御ブロック線図

## 4. 制御アルゴリズム

マイクロホン M1 で検出した音波に合わせて適切な逆位相音波を生成するために、Filtered-x-nLMS アルゴリズムを用いた適応制御系を構成した（図 3）。マイクロホン M1 で検出した信号を適応フィルタ  $w$  へ通した信号が音波相殺信号となる。マイクロホン M2 は音波相殺後の残差を検出し、フィルタ  $w$  の更新に使われる。スピーカ SP2 から出力された制御音がマイクロホン M1 に入ることによるハウリングを抑制する経路も設けた。なお、 $f$ 、 $c$  はそれぞれ予め取得しておいたスピーカ SP2 ～マイクロホン M1 間、スピーカ SP2 ～マイクロホン M2 間の音響伝達特性である。制御プログラムの作成にはマスワード社の MATLAB/Simulink を用いてターゲット DSP ボード用実行ファイルを自動生成した。

## 5. アクティブ遮音実験結果

以上の要素を含む試験装置を作成しアクティブ遮音実験をおこなった結果（表 1），制御点および下流のモニタ点すべてにおいて減音効果があった。

表 1 アクティブ遮音による減音量(dBA)

制御点	騒音源		
	純音		帯域制限したホワイトノイズ
	630Hz	1kHz	
制御点	21.8	31.4	2.3
モニタ点 A	19.1	23.6	2.3
モニタ点 B	20.3	19.0	2.2
モニタ点 C	13.8	7.1	1.2

# 電波方向探知機能を備えた登山者位置探索システム

電子技術課 浅田峯夫

富山県立大学 岡田敏美（研究代表者） （株）サーキットデザイン 小宮山真康

## 1. 緒 言

登山者の遭難防止や遭難救助を迅速に行うためには、登山者の現在位置を迅速に知ることが不可欠である。携帯電話など既存の通信網が使えない山岳地帯における登山者の位置を求めるシステムとして平成22年度には、GPS計測機能を搭載した登山者電波位置探索システム（MRLS）を開発し、その有効性を実証した。本研究では、更に、GPS計測ができない谷間などの遭難者の位置を特定する方向探知技術をMRLSに用いることができるよう、方向探知用の高感度アンテナと信号処理部を開発した。呉羽丘陵における方向探知実験により、その有効性を確認した。これらの機能を備えた無線機器を実用化することが可能であることを明らかにした。

## 2. 研究目的

谷への転落などにより身体が不自由になった場合では、登山者はMRLSを操作できず、位置データを送信することができない場合が想定される。また、深い谷間ではGPS衛星を捕捉することができず、GPSによる位置情報を求めることができない場合もありうる。これらの場合にも、登山者の位置を求めることができる機能をつける必要がある。

MRLSの性能・機能向上を目指す平成23年度の本研究では、GPS計測ができない谷間などの遭難者の位置を特定する方向探知技術をMRLSに備えることを目的として、特に、150MHz帯専用の方向探知用アンテナと信号処理部に関する研究を行った。

## 3. 研究結果

MRLSの受信機（探索器）の方向探知機能の改良を行い、試作の方向探知アンテナを用いて、呉羽丘陵における方向探知に関する公開実験を実施した。その結果、300m以上離れた丘陵斜面の樹林内にいる疑似遭難者を方向探知法によって15分以内で探し出すことに容易に成功した。参考のためGPSデータ

と実際の位置を比較したところ、数10mの誤差が生じることも明らかになった。このことから、山岳中では、GPS位置データが必ずしも正確ではなく、方向探知法が非常に重要であることが確認された。

以上のように、両年度の研究により、GPS計測機能、双方向通信機能、方向探知機能を備えた無線機器は、多くの登山者の遭難事故を防止する上で有効な装置であることを実証できた。

## 4. 今後の課題

今後は、方向探知アンテナを更に小型化し、山中の運搬を容易とすることやヘリコプターの機内にも設置できるようにすること、MRLS本体を小型化し、登山環境にも耐える強靭な形にするなど、実用化（商品化）の検討が必要である。1日も早く実用化し、登山家の使用に供したい。



図1 探索器の概念図

## 参考文献

- 1) 浅田ほか「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」工技センター研究報告, No.25, 2011

# 環境配慮型光拡散封止高分子新材料を用いた成形加工法の開発

電子技術課 横山義之 中央研究所 山岸英樹\* 富山県立大学 竹井敏

## 1. 緒言

太陽電池や発光ダイオード素子には、指向性の強い光を散乱させるために、光拡散フィルムが取り付けられている。既存の光拡散フィルムは、高分子の中に屈折率が異なる微粒子を分散させることにより、光拡散機能を発現している。本研究では、微粒子を全く用いず、高分子を改良することによって生じる特殊なミクロ相分離構造を利用した新規の光拡散フィルムの開発を試みた。微粒子を用いず、高分子のミクロ相分離構造のみを利用した光拡散フィルムとすることで、太陽電池や発光ダイオードの製造プロセスの簡略化・低コスト化が可能になると期待される。

ここでは、富山県立大学で作製された光拡散封止高分子新材料（TPU-LDF）に関して、富山県工業技術センター、富山県ものづくり研究開発センター、及び富山県立大学の研究設備を活用し、ミクロ相分離構造の詳細な電子顕微鏡観察を行った結果について報告する。

## 2. 実験と結果

TPU-LDF は、光散乱率測定の結果、波長 380-480nm の領域において、5%以上の高い光散乱率を有していることがわかった。この優れた光散乱性は、TPU-LDF の内部で自己組織化的に形成されるミクロ相分離モルフォロジーによる凝集構造に起因するものと推測される。

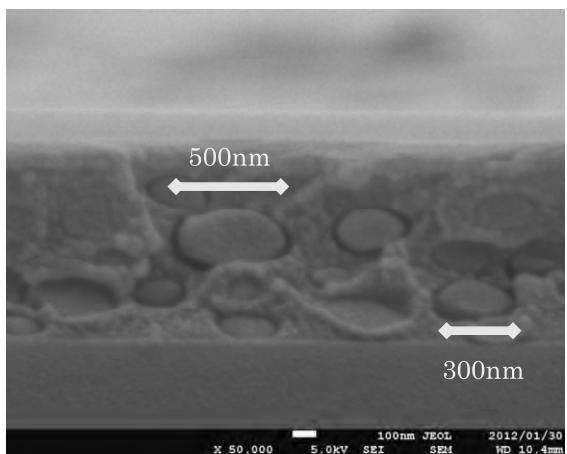


図 1 TPU-LDF の断面形状

そこで、この凝集構造と光散乱性との関係を調査するために、TPU-LDF、及び比較材料（TPU-LDF よりも低い光散乱性を示すもの）の断面サンプルを作製し、凝集構造の直接観察を行った。本実験の観察には、電界放出型走査型電子顕微鏡(FE-SEM)を用いた。使用した装置は、日本電子製の JSM-7001F である。基板上に成膜した後、断面出しを行い、白金による導電コートを行った。また、SEM 観察は、加速電圧 5kV で行った。

TPU-LDF、及び比較材料の断面構造をそれぞれ図 1、図 2 に示す。TPU-LDF、比較材料ともに、ミクロ相分離モルフォロジーによる凝集構造を有していることがわかった。しかし、凝集サイズは、TPU-LDF の方が大きく、また、多く存在していることがわかった。TPU-LDF が高い光散乱率を示す要因としては、この凝集構造が関係しているものと考えられる。

## 3. 今後の予定

優れた光散乱性を示す光拡散封止高分子新材料のミクロ相分離構造を詳細に確認することができた。今後、原料、成型加工、及びデバイスマーケットが参画できる研究体制を構築し、本材料の実用化を目指す。

### 「謝辞」

本研究は、富山県立大学産学官連携研究の助成を受け行われたものである。

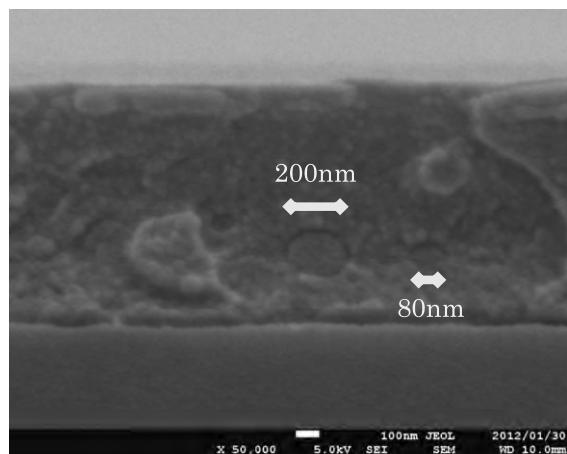


図 2 比較材料の断面形状

\* 現 商工企画課

# エレクトロニクス実装における機械的信頼性評価法に関する研究

機械システム課 佐山利彦\*

富山県立大学 川上 崇, 森 孝男, 木下貴博 コーセル(株) 小泉雄大

## 1. はじめに

高熱密度化, 高出力化が著しく進行している電源基板を対象として, その鉛フリーはんだ接合部における機械的強度, 特に疲労強度の信頼性評価法の高度化する研究を試みた. すなわち, 大規模応力シミュレータを用いたひずみ挙動の評価に, 微細組織の変化に基づく評価を加えることにより, はんだ接合部における疲労寿命の予測精度を大きく向上させることができた.

## 2. はんだ接合部の疲労寿命評価法の高度化手法

本研究で開発したはんだ接合部の疲労寿命評価は,(1)さまざまな部品が実装された電源基板全体を詳細に FEM モデル化する,(2)大規模応力シミュレータ ADVENTURE Cluster を適用して, すべてのはんだ接合のひずみ挙動を解析し, 最もひずみエネルギーが蓄積する箇所を特定する,(3)実際の電源基板に対して, 数 100 回程度熱サイクル試験を実施する, (4)対象とする箇所の微細組織を観察し, 微細組織の変化を表す相成長パラメータによって定量化して, 疲労寿命を予測する, という手順をとる. 当センターにおいては, (3)および(4)を実施した.

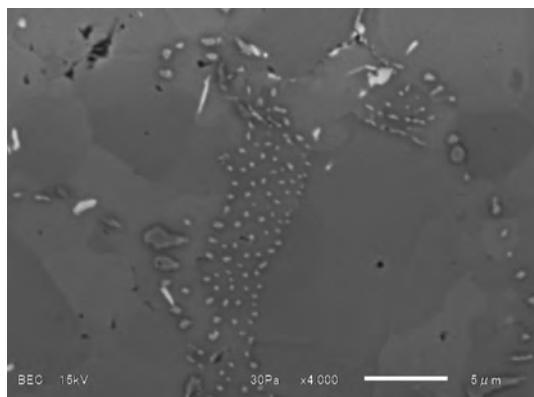
## 3. 電源基板の熱サイクル試験

電子機器に対して通常行われている保持時間付の加速熱サイクル試験に加え, 次の三角波型の温度プロファイルによる実際の負荷に近い熱サイクル試験も実施した. (1)高温 75°C, 低温 10°C, 加熱冷却時間各 5min, (2) 高温 75°C, 低温 10°C, 加熱時間 5min, 冷却時間 25min.

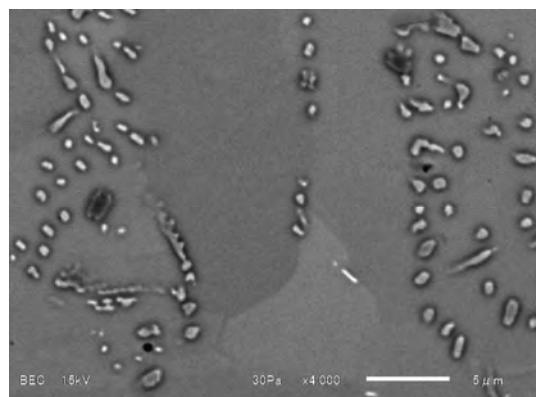
## 4. はんだ組織の観察および寿命評価

SEM によりはんだ組織を継続的に観察した. 図1は, はんだ組織の変化の一例を示す. 寿命評価においては, 観察が容易な  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  相を対象とし, その成長過程を相成長パラメータ<sup>(1)</sup>によって定量化した. 相成長パラメータは, いずれの熱サイクル試験においても, サイクル数に対して線形に増加するという結果が得られた. また, これまでの研究において, 相成長パラメータを用いた疲労き裂の発生寿命に対するマスターカーブが得られている. マスターカーブを用いた寿命推定は, 1000 サイクルを超える負荷を受けた基板の観察結果とよい一致を見た.

参考文献 (1) 佐山ほか, エレクトロニクス実装学会誌, Vol.7, No.6 (2004) pp.525-534.



(a) Initial State



(b) After 2000 cycles

図1 热サイクル負荷によるはんだ接合部の組織変化の一例

\* 現 企画管理部

# 人体動作に伴う衣服摩擦音の評価に関する研究

機械システム課  
生活工学研究所

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、寝服の摩擦音など、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においては、その評価と低減対策に取り組んでいる。この摩擦音の評価手法には、主に、繊維製品を構成する布帛を一定速度で摩擦させたときの摩擦音の評価と、衣服を着用して動作した時の摩擦音の評価がある。

一定速度での布帛の摩擦音の評価については、従来は人の手による摩擦で発生する音を評価していたため、安定した摩擦音が得られず、測定結果のばらつきが大きくなるという問題があった。このため、これまでの研究<sup>1)2)</sup>において、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の設計、試作に取り組んできたが、試作した装置の設計を改良することにより、一定速度での布帛の摩擦音の評価が可能になった。

一方、衣服を着用して動作した時の摩擦音の評価については、これまで被験者による着用試験が行われてきたが、被験者の動作のばらつきによる測定結果のばらつき、足音や測定対象以外の衣服の摩擦音の影響が避けられないだけでなく、摩擦速度などの試験条件を定量的に制御できないという問題があり、信頼性の高いデータが得られていない。また、非定常音を的確に評価するためには、分析条件の検討が必要である。

本研究では、摩擦速度が大きく、比較的耳に近い位置での衣服の摩擦として、歩行動作時の腕と胴体との摩擦を取り上げ、試験条件を制御可能で、動作に伴う衣服の摩擦音を再現する装置の設計、試作に取り組んだ。また、発生した摩擦音の分析条件の検討を行った。

## 2. 装置の設計と試作

装置は、布帛を摩擦させる摩擦部、布帛に摩擦運動をさせるための動力源となる駆動部、発生した摩擦音の測定、分析を行う測定部で構成されるものとした。

摩擦部は、腕と胴体部との摩擦を再現するため、幅300mmにて円形に巻いたフェルトシートを揺動部、固定部に取り付け、これに測定対象となる布帛を貼付して摩擦させる構造とした。また、無響室のような特殊

な環境ではなく通常の屋内環境での測定も可能にするため、摩擦部の周囲に吸音材、遮音材を効果的に配置することにより、装置の外部からの騒音を遮断するとともに、装置内での音の反響を防ぐ構造を採用した。

駆動部は、布帛の摩擦抵抗に対して安定して一定の条件での摩擦を行うために、出力40Wのモーターと減速比15の減速機構を採用した。また、モーターの回転運動を摩擦部の揺動部の揺動運動に変換するためにスライダークランク機構を用いて、スライダーと摩擦部とはマグネットにより接続した。これにより、クランクの回転速度で50~100r/min、布帛の摩擦部分の最大速度で425~850mm/secでの摩擦が可能になった。

測定部は、摩擦部内に設置したマイクロホンおよび音響分析器(ブリュエル・ケーイ製PULSE 3560-B-030)にて構成した。マイクロホンは、発生した摩擦音を効果的に測定するため、布帛の摩擦部分からの距離が150mmの位置に設置した。

試作した装置の概要を図1に示す。

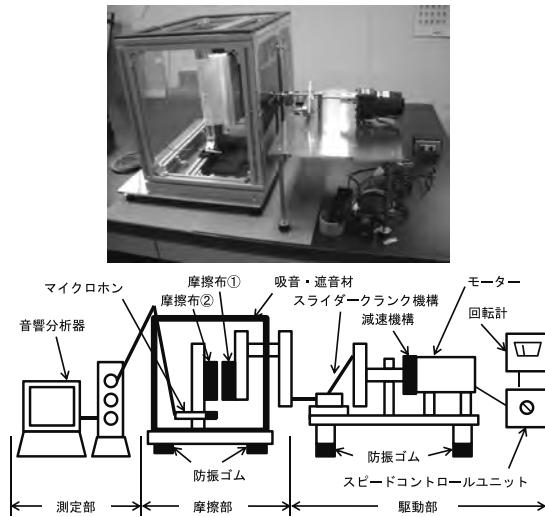


図1 試作した摩擦音測定装置

## 3. 摩擦音の測定方法と分析条件の検討

試作した装置について、装置の外部からの騒音の影響を調査するため、装置の内部と外部で暗騒音を測定した。また、摩擦布を摩擦したときに発生した音の収録を行い、摩擦音を抽出するための分析条件の最適化に関して検討した。摩擦布には、JIS L 1094(織物および編物の帶電性試験方法)に規定される綿布を用いた。

#### 4. 結果及び考察

暗騒音の測定結果については、装置の外部の暗騒音は 36.9dB[A]であるのに対して、装置内部の暗騒音は 28.5dB[A]に抑制された。このことから、無響室のような特殊な環境に装置を持ち込むことなく、設置環境の騒音の影響を受けずに測定できることが分かった。また、布帛摩擦時に発生する音の音圧レベルは、最大摩擦速度が 425mm/sec の試験条件では 54.8dB[A]となり、試作した装置により、50dB[A]を超える十分に大きな音圧レベルで摩擦音を測定できることが分かった。

上記の試験条件における収録音の 1/3 オクターブ分析の 5sec リニア平均の結果を図 2 に示す。この分析条件では、中心周波数 1kHz 以上の周波数帯域において空運転時と比較して布帛摩擦時の音が大きくなっている、高音の摩擦音が抽出されている。

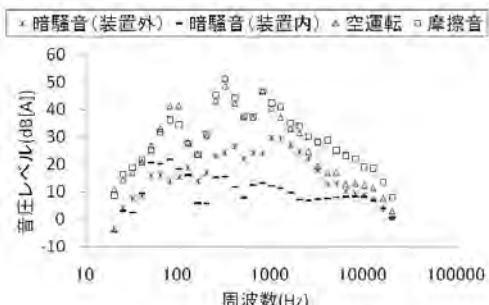


図 2 オクターブ分析結果

また、この試験条件で空運転時および布帛摩擦時に発生する音について、取り込み時間間隔 0.1sec、分析時間 5sec にて周波数分析を行った結果を図 3 に示す。

分析結果から、布帛摩擦時に発生する音には、摩擦のタイミングに合わせて、2kHz 以上の高い周波数だけでなく、300Hz 付近および 1kHz 付近の周波数においても、比較的強い周波数成分が見られることが明らかになった。

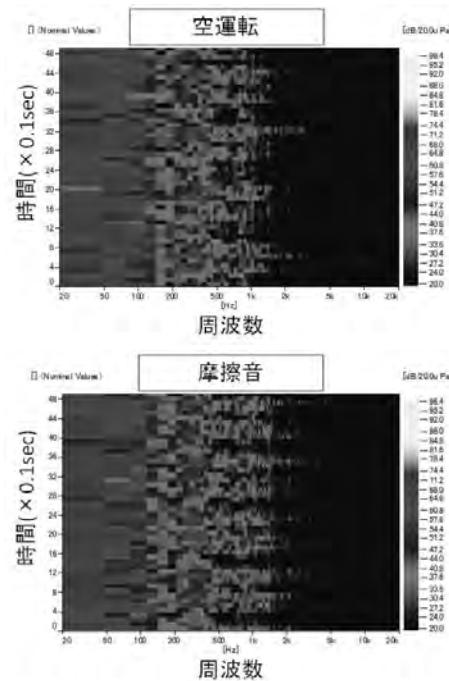


図 3 周波数分析結果

これらの分析結果から、分析条件の最適化により、摩擦音の評価に有用な周波数成分が抽出されることが明らかになった。

#### 5. まとめ

本研究において、衣服を着用して動作したときに発生する摩擦音を再現して評価するための摩擦音測定装置の設計、試作に取り組んだ。また、摩擦音の評価に有用な周波数成分の抽出を行うことが可能になった。

#### 「参考文献」

- 1) 羽柴ほか、摩擦音測定装置の開発、富山県工業技術センター研究報告、No.24(2010), 82-83
- 2) 羽柴ほか、摩擦音測定装置の開発(2)、富山県工業技術センター研究報告、No.25(2011), 81-82

キーワード：摩擦音、衣服、音圧レベル、周波数分析、摩擦速度

#### Study on the fricative sound of clothes made with movements

Mechanical System Section ; Toshinao HASHIBA

Human Life Technology Research Institute ; Masato MIZOGUCHI

The aim of this study is to estimate the fricative sound of clothes made with movements. The apparatus which makes the fricative sound of clothes during walking was manufactured in order to record the sound for analysis. The apparatus can rub the cloths steadily at speed from 425 to 850 mm/s at top speed. As a result of the analysis of the sound, significant characteristics to estimate the fricative sound were obtained effectively.

# 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 (国)北陸先端科学技術大学院大学 高村禪

## 1. 緒言

熱ナノインプリント法は、微細な凹凸を有するモールド（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。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。この熱ナノインプリント法を用いて、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、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。本研究では、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、熱ナノインプリント法による微細パターン形成を行った。さらに、温度を変化させて、ナノパターンを可逆的に変形させることを試みた。

## 2. 結果と考察

### 2.1 温度応答性ポリマーの微細加工

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、「バイオレジスト」と名付けた。ガラス基板上にバイオレジストを塗布した後、バイオレジストのガラス転移温度より 20°C高い 120°Cまで加熱し、微細な凹凸パターンを有するシリコン製モールドを、3MPa の圧力で押し込んだ。圧力を保持したまま、200°Cまでさらに昇温し、レジスト膜内の 3 次元架橋反応を進行させた。最後に、ガラス転移温度より 20°C低い 80°Cまで基板を冷却し、モールドを引き抜いた。SEM 観察により、30μm～50nm の微細パターンが、良好に転写されていることを確認した。

### 2.2 微細パターンの温度応答性

熱ナノインプリントによって得られたバイオレジストの微細な穴パターン（直径 500nm、深さ 1μm）に対して、水を滴下し、温度変化に伴うパターン変形を観察した。その結果を図 1 に示す。基板を 36°C にすると、光学顕微鏡によって、穴パターン 1 個 1 個が開いていること

が確認できた。また、5mm×5mm のパターン転写領域全体が、光の干渉作用によって鮮やかな構造色を発現していた。それに対して、基板を 20°C にすると、バイオレジストの膨潤により穴パターンが閉じ、微細形状を確認できなくなった。同時に、構造色も消失した。しかし、基板を 36°C に戻すと、再びバイオレジストが収縮し、穴パターンが現れ、鮮やかな構造色も見られるようになった。

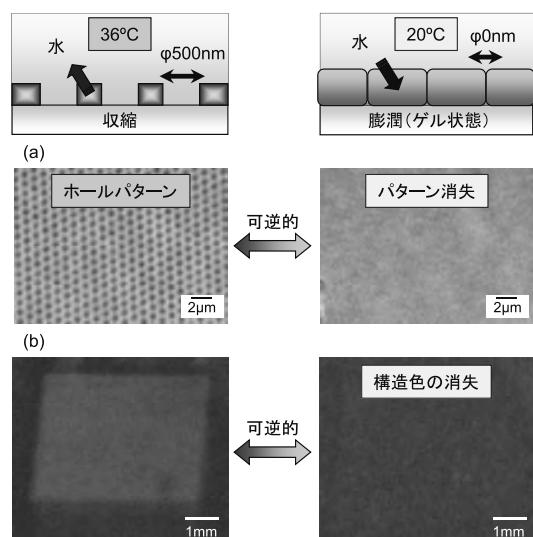


図 1 温度変化に伴うバイオレジストのパターン変形  
(a : 光学顕微鏡像, b : 目視による観察)

### 2.3 イオン液体中の温度応答性

これまで、水存在下でのパターン変形を利用してきていたため、応用先がバイオ分野などに限定されていた。そこで、長期の乾燥や真空状態でも温度応答性が発現できるように、真空下でも蒸発しないイオン液体中の微細パターン変形についても検討した<sup>1)</sup>。これにより、光学・電子分野への応用も可能になると期待される。

バイオレジストを用いて、穴パターン（直径 30μm、深さ 6μm）をガラス基板上に形成し、その上に、種々のイオン液体を滴下し、基板温度を変化させた。図 2 に、用いたイオン液体①～③の化学構造とパターン変形の様子を示す。イオン液体①は、50°C 以下では、バイオレジストは収縮し穴は開いていた。それに対し、70°C 以上では、バイオレジストは膨張し穴が閉じた。イオン液体②は、

90°C 以下では、穴は開いていた。それに対し、120°C 以上では、穴が閉じた。イオン液体③は、130°C 以下までは、変化が見られず穴は開いていたが、150°C 以上に加熱すると、バイオレジストは不可逆的に分解し、パターンが消失した。以上の結果から、イオン液体①を用いた場合が、最も低温領域で温度応答性が得られることがわかった。また、イオン液体中では、水存在下とは逆の温度応答性（低温側で収縮 $\leftrightarrow$ 高温側で膨潤）を示すことがわかった。

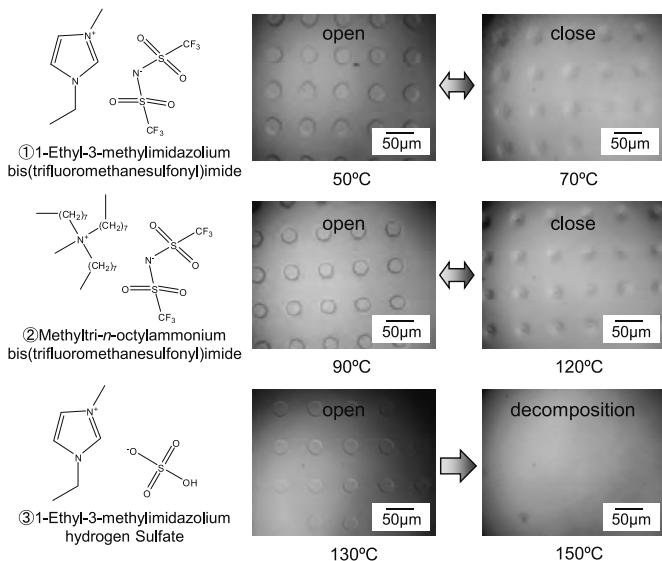


図2 種々のイオン液体中の温度応答性

#### 2.4 特定箇所のパターン変形

バイオレジストの微細な穴パターン（直径 500nm, 深さ 1μm）にイオン液体①を含ませて、FE-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行い、特定箇所のナノパターン変形を試みた。その結果を図3に示す。イオン液体は、高真空中でも揮発せず、液体の状態を保っていた。また、その高い導電性により、導電コ

ートしていないバイオレジストをチャージアップせずに観察することができた<sup>2)</sup>。電子線のスポット照射により穴パターン周辺のバイオレジストを局所的に加熱し膨潤させると、穴を完全に閉じることができた。

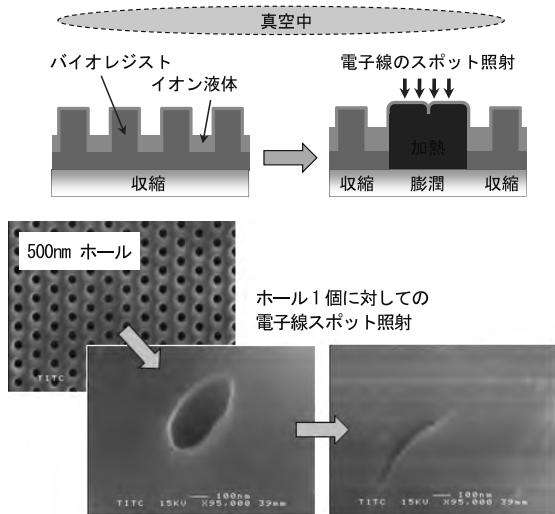


図3 電子線スポット照射による局所パターン変形

#### 3. 結論

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、ナノパターンを転写できた。温度によって、ナノパターンを変形させ、構造色の発現 $\leftrightarrow$ 消失を制御できた。さらに、電子線スポット照射による局所加熱を利用して、狙った箇所の微細パターンを変形させた。今後は、ナノスケールで動作が可能なナノアクチュエーターへと応用し、ナノ粒子の捕捉や、ナノ流体制御など、新しいナノデバイスの構築を目指す予定である。

#### 「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.

キーワード：ナノインプリント、温度応答性ポリマー、イオン液体、ナノアクチュエーター

### Development of Micro-fabrication Technology of Stimulus-responsive Polymer Using Nanoimprint Method

Yoshiyuki YOKOYAMA, Koji TAKATA (Toyama Industrial Technology Center) and Yuzuru TAKAMURA (JAIST)

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 nanopattern directly. This technique is being investigated as a next-generation micro-fabrication technique that can form nano-scale patterns. In this study, we prepared a thermally cross-linkable stimulus-responsive polymer that could be nano-patterned by thermal nanoimprinting. And we examined the transfer of nano-patterns onto the stimulus-responsive polymer. The nano-patterns could be deformed through the swelling and shrinking of stimulus-responsive polymer with temperature change in water and ionic liquid. Moreover, we carried out an experiment to deform a particular part of the nano-pattern by local heating with spot irradiation of electron beam.

# 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\*\* 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の必要性が増している。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も可能となり、部品点数の削減に有効である。本研究では、材料ロスの少ないスクリーン印刷法により、低コストな卑金属電極を有し、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素子を作製することを目的とする。昨年度、卑金属電極に対応した組成と高いチューナビリティを得るために組成について検討した。<sup>1)</sup>今年度は、焼成温度の低温化と使用基板の低コスト化について検討した。

## 2. 実験方法

$\text{BaTiO}_3$ ,  $\text{SrTiO}_3$ ,  $\text{MgCO}_3$ ,  $\text{MnO}_2$ を出発原料とし、 $\text{Ba}_{0.75}\text{Sr}_{0.25}\text{TiO}_3$ に  $\text{MnO}_2$  が 0.5mol% と  $\text{MgO}$  が 2mol% 添加となるように秤量、混合し、1350°C 2h で仮焼、粉碎し、原料粉末を合成した。この原料粉末にガラス粉末、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。ガラス粉末は、 $\text{SiO}_2\text{-MgO-Al}_2\text{O}_3$ 系ガラス(以下、ガラスA)または $\text{SiO}_2\text{-CaO-BaO-Al}_2\text{O}_3$ 系ガラス(以下、ガラスB)を用いた。基板にはジルコニア基板もしくはアルミニナ基板を用い、Niペーストを印刷、還元雰囲気にて1150°C 1h 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1100°Cで10h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1100°C 1h 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20μmであった。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

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)

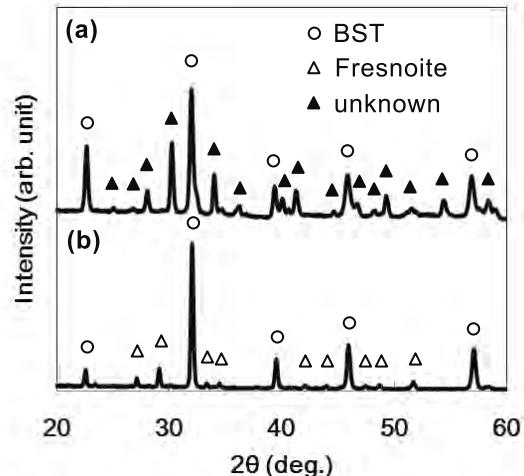


図1 (a) $\text{SiO}_2\text{-MgO-Al}_2\text{O}_3$ 系及び(b) $\text{SiO}_2\text{-CaO-BaO-Al}_2\text{O}_3$ 系ガラスを添加したBSTのX線回折パターン

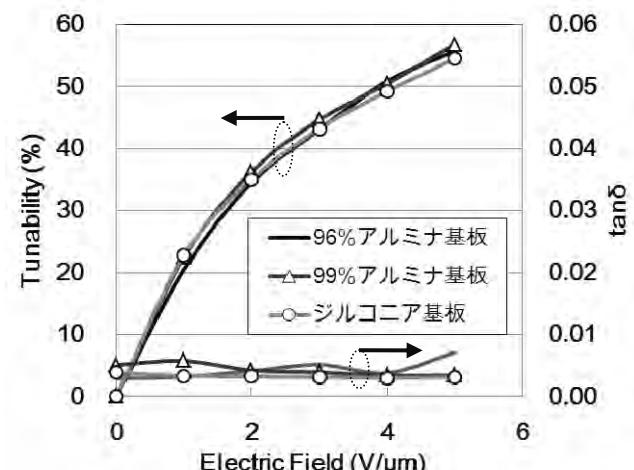


図2 各種セラミックス基板上に形成された BST厚膜のチューナビリティ

## 3. 実験結果、考察

### 焼成温度の低減と基板の低コスト化

チューナブル材料である(Ba,Sr)TiO<sub>3</sub>系材料(以下、BST)にガラスを混合したペーストを作製し、焼成温度の低減を試みた。焼成後の厚膜は、ガラスAを添加したBSTでは絶縁性に問題があったが、ガラスB

\* 現 産学官連携推進担当, \*\* 現 機械電子研究所

を添加したBSTでは、絶縁性に問題はなかった。ガラスA及びガラスBを添加したBST厚膜のX線回折パターンを図1に示す。ガラスAを添加した厚膜は、ガラスBを添加した厚膜と比べて、多くの異相が生成しており、これらの異相が絶縁性を劣化させているものと考えられた。一方、ガラスBを添加した厚膜は若干のFresnoite ( $Ba_2TiSi_2O_8$ )が生成したものとのチューナブル材料として問題なく機能した。従来、BSTの焼成には $1370^{\circ}\text{C}$ と高温が必要であり、高価なジルコニア基板を使用する必要があった。今回、 $\text{SiO}_2\text{-MgO-Al}_2\text{O}_3$ 系のガラスの添加によって、 $1100^{\circ}\text{C}$ での焼成が可能となったため、より安価な99%アルミナ基板や96%アルミナ基板の使用について検討を行った。これらのアルミナ基板はガラス成分を含有するため、電極や厚膜材料と反応する可能性があったが、焼成後のX線回折測定では特に異相は見られなかった。ジルコニア基板、99%アルミナ基板、96%アルミナ基板上に作製したBST厚膜のチューナビリティを図2に示す。96%アルミナ、99%アルミナとともに、ジルコニア基板を使用した場合と遜色ないチューニング特性が得られ、 $\tan\delta$ も1%以下と良好な値を示し、安価な96%アルミナ基板が使用可能であることが示された。

### チューナブル応用

96%アルミナ基板とNi電極を用いた低コストなチューナブル素子を試作した。試作した素子の外観を図3に示す。また、試作した素子を利用して、フィルターとしての応用を検討した。試作したデバイスのネットワークアナライザによる $S_{21}$ の測定結果

を図4に示す。電圧印加により、周波数特性が変化し、通過周波数を約150MHz変化させることができた。

以上より、作製した厚膜は、通過帯域や除去周波数を電気的に変化させることのできるようなデバイスに応用可能であると考えられる。また、本材料は、低温焼成が可能なペースト材料であるためLTCC用グリーンシートに印刷することでセラミック多層基板に組み込むことも可能である。

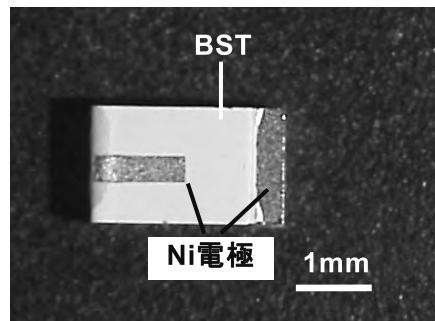


図3: 作製した素子の外観

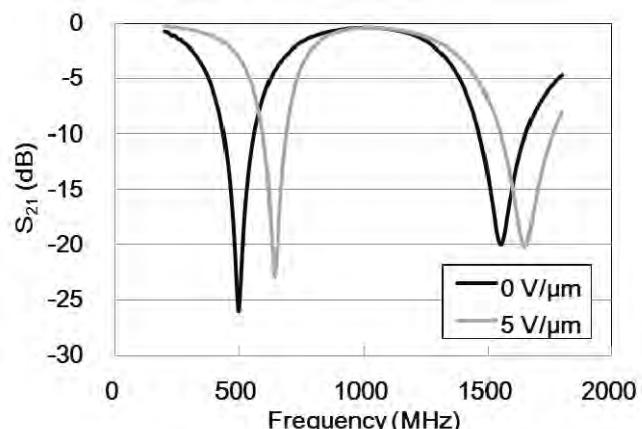


図4: 試作したチューナブルデバイスの $S_{21}$ 特性

### 「参考文献」

- 坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告25(2011)111.

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)

Screen-printable pastes were prepared by kneading  $(\text{BaSr})\text{TiO}_3$  powder and glass powder with an organic vehicle consisting of ethyl cellulose and solvent. BST based thick films with Ni electrodes were prepared by screen printing and firing. The addition of  $\text{SiO}_2\text{-CaO-BaO-Al}_2\text{O}_3$  glass was effective for reducing firing temperature. Tunabilities of BST thick films prepared on 96% $\text{Al}_2\text{O}_3$  and 99% $\text{Al}_2\text{O}_3$  substrates were comparable to that of BST thick film prepared on 3Y-ZrO<sub>2</sub> substrate. The BST thick film prepared on 96% $\text{Al}_2\text{O}_3$  substrate was applied to a tunable device. Pass-band frequency of the tunable device increased approximately 150 MHz by inducing electric field of 5 V/ $\mu\text{m}$ .

# 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 上杉健太郎 富山県立大学 森孝男

## 1. はじめに

エレクトロニクス産業界では、電子基板の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急務となっている。これまで、大型放射光施設 SPring-8において、放射光 X線マイクロ CT 装置<sup>1)</sup>（以下 SP- $\mu$ 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。近年は、対象をチップ部品接合部に広げ、チップ抵抗接合部の熱疲労き裂について、非破壊観察、評価手法の開発を行ってきた。しかし、チップ抵抗接合部においては、初期ボイドの分布状況が、接合部毎に大きくばらつくため、ボイドの有無によってき裂進展過程にどのような違いがあるのかを把握する必要があった。そこで、今回は、大きな初期ボイドが存在するチップ抵抗接合部と、ほとんどボイドが存在しない接合部におけるき裂発生過

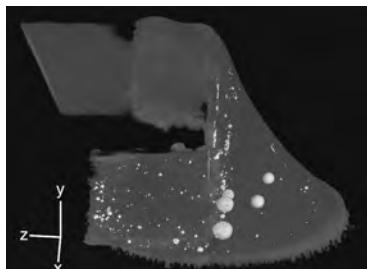
程の違いを明らかにした。加えて、き裂の進展過程についてき裂表面積による定量化を試みた。

## 2. 試験方法

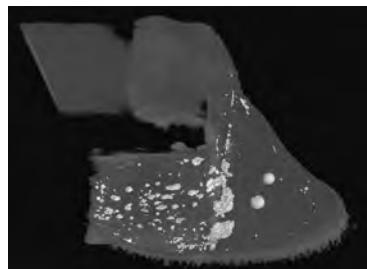
観察に用いた試験体は、長さ 1.0mm×幅 0.5mm のチップ抵抗が、FR-4 基板上に Sn-3.0wt%Ag-0.5wt%Cu 鉛フリーはんだによって接合されたものである。この試験体を厚さ 1.0mm×幅 1.0mm×長さ 10mm の柱状に加工したものを使用した。き裂の発生過程を明らかにするために、この試験体に熱サイクル試験を実施した。

## 3. 初期ボイドの有無によるき裂発生進展過程の違い

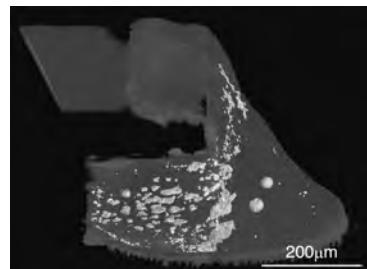
Fig. 1 に初期ボイドがほとんどみられない場合のき裂発生過程の 3 次元画像を示す。暗い灰色の部分がはんだ接合部、電極およびパッドを示している。明るい部分がボイドとき裂を示している。(a)の初期状態では、



(a) Initial state

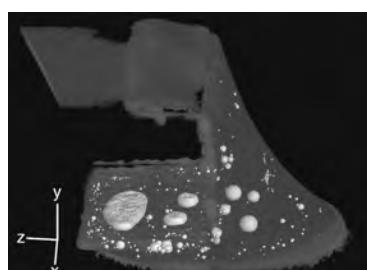


(b) After 600 cycles

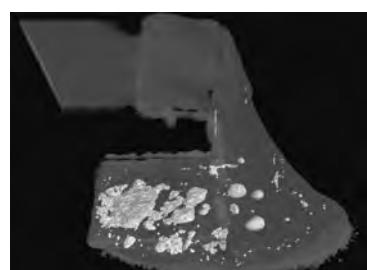


(c) After 800 cycles

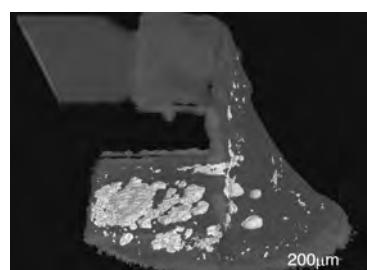
Fig. 1 3D rendered images of the fatigue cracks in a solder joint with containing a small number of initial voids, showing the fatigue crack initiation process.



(a) Initial state



(b) After 600 cycles



(c) After 800 cycles

Fig. 2 3D rendered images of the fatigue cracks in a solder joint containing larger initial voids, showing another fatigue crack initiation process.

\* 現 企画管理部

フィレット部に若干のボイドが確認できるがチップ下にはほとんどボイドが存在していない。 (b)の 600 サイクルでは、チップ下のいたるところで 5~20 $\mu\text{m}$  の微小なき裂が多数発生している。 (c)の 800 サイクルでは、これらの微小き裂が、変形、成長し相互に結合している。

次に、Fig.2 にチップ下に大きな初期ボイドが存在する場合のき裂の発生過程を同様に示す。 (a)の初期状態では、チップ下に高さ 20 $\mu\text{m}$  最大長さ 80 $\mu\text{m}$  程度の比較的大きなボイドが、いくつか確認できる。 (b)の 600 サイクルでは、なめらかだった初期ボイドの表面が、変形し、ボイドの端のひずみが集中する部分からき裂が発生していることが確認できる。 (c)の 800 サイクルでは、Fig. 1(c)と同様にき裂が進展しているのが確認できる。

大きな初期ボイドが存在する場合としない場合では、き裂の進展速度には大きな違いは見られなかつたが、その発生過程には、違いがみられた。これは、多数の微小な初期ボイドが存在する場合には、接合部の寿命を低下させる可能性があることを示唆している。

#### 4. き裂進展過程の定量化

き裂進展過程を定量的に評価するために、き裂の 3 次元画像から表面積を計測した。 Fig. 3 は Fig. 1, Fig. 2 と全く同種の別の試験体について、サイクル数に対するき裂の表面積の変化を示す。測定した範囲では、表面積は直線的に変化しており、平均き裂進展速度は、 $1.61 \times 10^2 \mu\text{m}^2/\text{cycle}$  であった。

#### 5. まとめ

SP- $\mu\text{CT}$  を用いてチップ抵抗接合部における、初期ボ

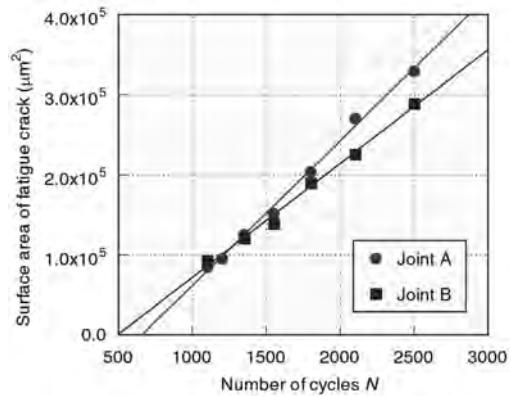


Fig.3 The crack propagation process from thermal cyclic loading expressed by the change of the crack surface area.

イドの有無によるき裂発生過程の違いを明らかにすることができた。また、フィレット部に発生するき裂も含めた全体のき裂進展過程を、き裂表面積を用いて定量的に評価することが可能となった。これによりチップ部品接合部の非破壊での破断寿命評価が、実用化に向け大きく前進した。

#### 「参考文献」

- 1) Uesugi, K. et al., *Nucl. Instr. Method.*, Sec.A, Vol. 467-468(2001), 853-856.

#### 「謝辞」

本研究における SP- $\mu\text{CT}$  を用いた放射光実験は、財團法人高輝度光科学研究センターの支援を受け、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。

キーワード：鉛フリーはんだ、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

In this work, an X-ray micro-tomography system called SP- $\mu\text{CT}$  was applied to the nondestructive evaluation of fatigue crack initiation and 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 initiation and propagation of the same solder joint. In addition, the crack dimensions were quantified straightforwardly by measuring the surface area of the fatigue crack.

# 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 生活工学研究所 牧村めぐみ

## 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よく行われている。多くの微生物や酵素の中から活性の高いものをスクリーニングするには、迅速・簡便に微生物や酵素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を用いた迅速・簡便な測定法により、酵母の増殖および酵素の活性が測定できるかを検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 測定システム

電極チップは、昨年度作製したもの用いた(図1)。このチップは、96 ウェルプレートに挿入できる形状をしており、多検体の測定に適している。また、電極の先端は微細なくし型電極(50μm のライン&スペース)となつておらず、測定値のばらつきが抑えられる。

測定システムは、JST 地域ニーズ即応型研究(平成21年度～平成22年度)で開発したシステムをベースに、電極チップ接続部とソフトウェア(データの出力形式等)を本研究用に改良したものを用いた(図2)。インピーダンスマーカーは HIOKI 社製 3532-80 型を用いた。

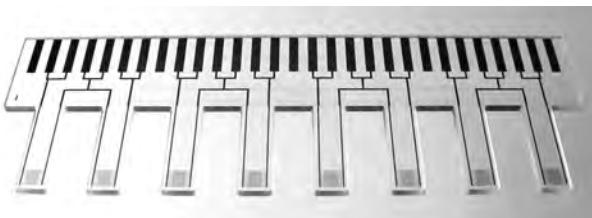


図1 作製した電極チップ



図2 測定システム

### 2.2 酵母培養液の測定

酵母培養液は、十分に増殖した酵母培養液を新鮮な YM 培地で 10 倍に希釈し、さらに 1 時間程度培養したも

のを測定に用いた。電極は使用する前に、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、乾燥したものを測定に用いた。測定は 96 ウェルプレートの各ウェルに試料を 120μL, 10mM の  $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$  を 30μL 入れて(終濃度 2mM) 混合し、電極チップを挿入して、印加電圧 10mV で周波数 15Hz-1MHz 間を測定し、複素インピーダンスプロットの半円の直径から電荷移動抵抗(Rct)を求めた。

### 2.3 酵素活性の測定

洗浄後の電極を次のように修飾した。0.1mM Carboxy-EG<sub>6</sub>-Undecanethiol, 0.9mM Hydroxy-EG<sub>3</sub>-Undecanethiol のエタノール溶液に 1 時間浸漬した後、エタノール、純水で洗浄した。次に、50mM NHS, 200mM EDC の溶液に 1 時間浸漬し、純水で洗浄、風乾させた。最後に、100μM Glucose oxidase(GOD) 溶液に 1 時間浸漬し、純水で洗浄、風乾した。測定は  $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$  の終濃度を 20mM としたこと以外は 2.2 と同様に行った。エタノール溶液以外のすべての反応溶液および測定溶液は、10mM リン酸緩衝液 pH7.2, 150mM NaCl とした。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 酵母培養液の測定

図3 に改良した測定システムにより酵母培養液等を測定した結果を示す。図3a に示すように、酵母培養液の Rct(半円の直径) は YM 培地と比べて大幅に大きくなっている。Rct の測定により酵母の増殖活性が測定できる可能性が確認された。次に、酵母培養液を測定した電極を純水で洗浄した後、同じ電極で YM 培地を測定すると(図3b)，酵母培養液を測定したときと同様に大きい Rct を示した。そして、その電極チップを YM 培地に漬けたまま 1.5 時間経過した後に測定すると(図3c)，Rct は 50% 程度まで小さくなった。これらのこととは、YM 培地と酵母培養液とでは、金電極の表面への吸着状態に違いがあり、その吸着状態は測定液を取り換えてもすぐには変わらず、時間が経過すると徐々に変わるために考えられる。また、最初に YM 培地を測定した電極を純水で洗浄した後に酵母培養液を測定すると、Rct は YM 培地よりも小さくなった。この測定法は、吸着状態に非常に敏感であり、未修飾で使用する際には、表面の清潔度等に注意する必要があると考えられる。

さらに、この電極を用いて蒸留水、PBS(リン酸緩衝生理食塩水)を測定した結果を図3e に示す。電極が吸着物質に覆われると、電荷のやり取りが妨げられ、通常 Rct は大きくなると考えられる。しかし、電極への吸着物質が少ないと考えられる蒸留水や PBS は、吸着物質が多いと考えられる YM 培地や酵母培養液より、大幅に大きい

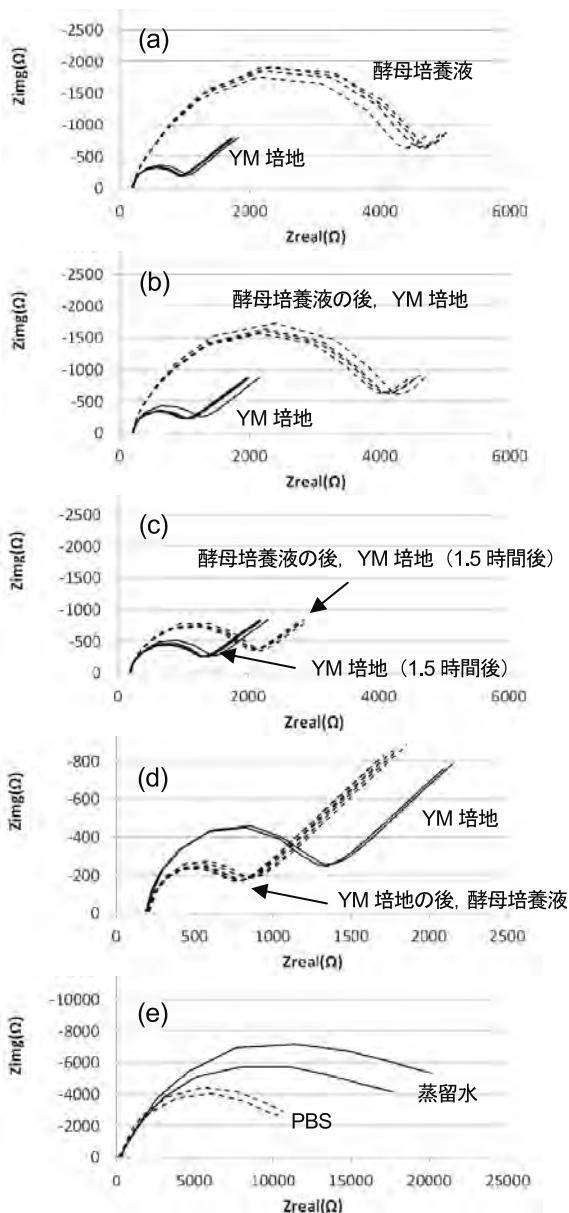


図3 酵母培養液および各種溶液の測定

$R_{ct}$  を示した。YM 培地や酵母培養液には、電荷移動が起こりやすくなる要因が他にあると考えられるが、詳細は不明である。この測定法は原理が十分にわかっておらず、ひきつづき研究が必要である。

### 3.2 酵素活性の測定

GOD で修飾した電極を用いて、100mM Glucose 溶液と Glucose を含まない溶液を測定した結果を図 4 に示す。GOD の修飾を行っていない（前段の SAM 形成は行っている）電極では（図 4a），100mM Glucose 溶液の  $R_{ct}$  は Glucose を含まない溶液よりも大きい。しかし、GOD 修飾を行った電極では（図 4b），100mM Glucose 溶液の  $R_{ct}$  は Glucose を含まない溶液よりも大幅に小さい。このことは、GOD による酵素反応と電極反応が共役し、電荷移動が起こりやすくなったためと考えられ、この測定法により酵素活性が測定できる可能性が示された。

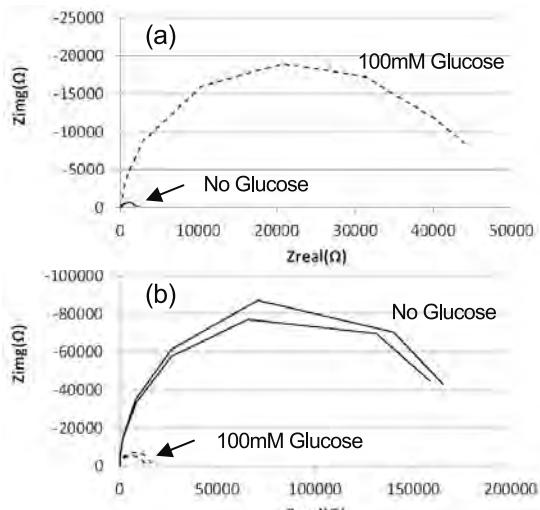


図4 酵素活性の測定

### 4. 結言

開発した電極チップおよび測定システムを用い、交流インピーダンス法により微生物や酵素の活性を測定することができた。今後は、電極を種々の酵素で修飾して、様々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たい。また、この測定法は原理が十分にわかっていないため、今後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たい。

#### 「参考文献」

- 1) M. Horii *et al.*  
Chemical Sensors, 25 Supplement A (2009) 145-147

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, Yoshiyuki YOKOYAMA, Megumi MAKIMURA

To raise the efficiency of biofuel production, techniques for screening microorganisms or enzymes with high activity could be powerful. And a rapid method for measuring cell or enzyme activity is necessary to develop such a screening system. In this study, we developed a new electrode chip and investigated whether the cell or enzyme activity could be measured by AC impedance method. Charge transfer resistance ( $R_{ct}$ ) of yeast culture measured by unmodified electrodes was remarkably larger than that of fresh medium and  $R_{ct}$  of glucose solution measured by GOD-modified electrodes was remarkably smaller than that of water, suggesting that cell or enzyme activity 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 上野 実

千葉工業大学 青木岳史

## 1. 緒言

水稻栽培における減農薬化に投薬の量や回数を減らすと雑草が生えやすくなるため機械的防除草などの別の対策が必要となる。機械的防除草法の主なものは中耕除草機の使用であるが、(1)雑草と稲の成長後に水田に入っての作業となるため労力や時間を要する、(2)国内の約半数の水田が中山間地域に存在し棚田などの様々な形状・面積・数の圃場での作業が求められる、といった理由から除草機を適用しづらい実情がある。

そこで、本研究では、防除草作業時の労力を極力要さず、様々な圃場条件に柔軟に対応でき、かつ初期導入しやすいと考えられる機械的防除草システムとして、分散型防除草システムを考案し、その基本的機能の開発に関する研究を行った。

## 2. 分散型防除草システムの概要

考案した分散型防除草システムは、水を張った水田の水面に放出された複数のミニロボット（濁水化ユニット）が、自身近傍の水を自ら発生したローカルな水流により濁らせ（濁水化）ながら水田全体を網羅的に移動することによって継続的に防除草効果を発揮することを狙った分散型の防除草システムである。本防除草システムの概念図を図1に示す。

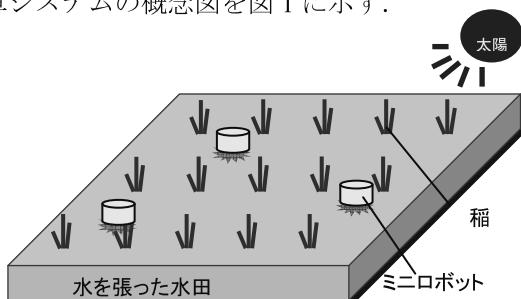


図1 分散型水田防除草システムの概念図

## 3. 濁水化ユニットの機能の開発

### 3.1 概要

水田に浮かび、稲間を移動しながら水を濁らせ続ける濁水化ユニットを実現するために、濁水化ユニット

に搭載する下記の主要な3機能の開発を行った。

- (1) 濁水化機能および移動機能
- (2) 電源機能
- (3) 完全防水機能

以下に、その概要を述べる。

### 3.2 濁水化機能および移動機能

草や藁（わら）の断片あるいはゴミなどの異物が多数混入している水田水の中でも長期間、水流を発生させ水を濁らせながら移動し続ける頑健な機構として、適度な弾性を有する平板を魚の鰓（ひれ）のように振動させる弹性フィン機構を創出した。試作した機能モデルを図2に示す。このモデルを図3(a)に示すように実際の水田の土を入れた試験水槽で約1か月間（夜間を除く）動作させたところ、異物等が絡まることなく稼働させることができた。また、試験水槽の水を除去した後に雑草の発生は確認できなかった。一方、弹性フィンモデルを稼働させなかつた図3(b)の試験水槽では、少数の草が生えていることが確認できた。

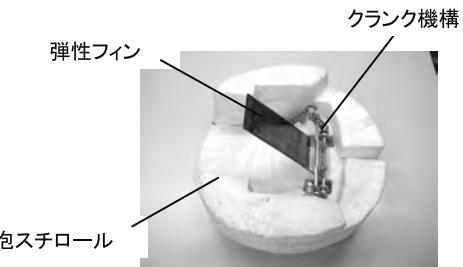
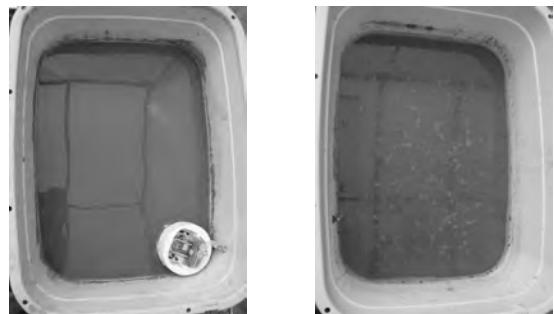


図2 弹性フィン機構の機能モデル



(a)濁水化あり

(b)濁水化なし

図3 弹性フィン機構による濁水化・移動実験

### 3.3 電源機能

晴天時だけでなく、曇天時にも太陽電池から効率よくエネルギーを取り出して二次電池へ充電する電源機能を開発した。開発した電源機能の制御ブロック図を図4に示す。太陽電池の出力電力が常に最大値付近になるように、リチウムイオンポリマー二次電池への充電電流を調整する制御回路を構成した。昇圧チョッパ(ブースとコンバータ)の制御パルスをマイコンから直接制御することにより、FET利用の充電制御ICを使った充電制御回路よりも効率よく充電することができた。図5に充電プロファイルを示す。なお、太陽電池の電圧-電流特性は予め調べてあり、出力電圧Vsを監視することで、太陽電池の出力電力を推定している。

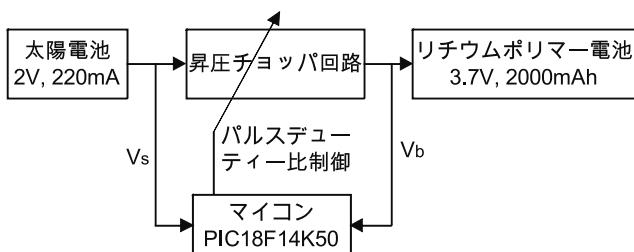


図4 電源機能の制御ブロック図

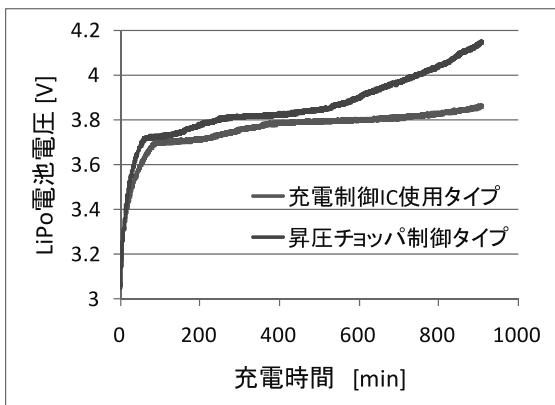


図5 充電プロファイル

### 3.4 完全防水機能

濁水化ユニットは水中で長期間動作させる必要があり、極力メンテナンスを要さないことを目指しているため、駆動系を密閉することとした。樹脂ケースに密閉したモータから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弹性フィン機構を動かすことができる構造となっている。

### 3.4 試作ユニットによる濁水化実験

これらの機能を組み込んだ濁水化ユニットを試作し、試験水槽にて濁水化実験を行った。実際の水田の土を入れた試験水槽を用いた濁水化実験の様子を図6に示す。大きな水流を発生させ濁水化することおよび水槽内をゆっくりと移動することが確認できた。

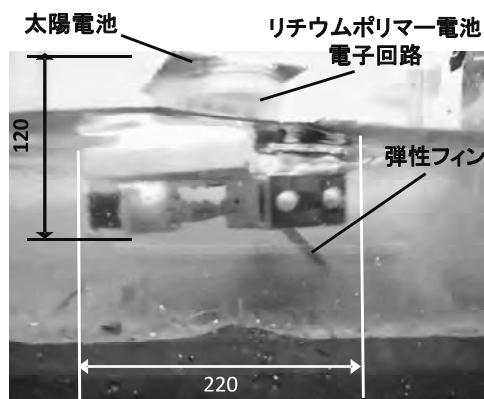


図6 試作機による濁水化実験の様子

### 4. 結言

本研究では、分散型防除草システムを考案し、濁水化ユニットの実現に必要と考えられる主要な3機能のとして電源機能、完全防水機能を採り上げ、それぞれの機能について試作試験を行い、動作することを確認した。今後、濁水化ユニットをより小型して、水田で動作実験を行い、実際の防除草効果を確認していくことが必要である。

キーワード：水田防除草、分散型システム

## Development of group mini-robots for rice-duck farming

Mechanical system section: Naoki KANAMORI and Minoru UENO

We devised the distributed weeding system in the paddy fields, was carried out R&D of three major features. 1st is the mechanism which is moving and muddy, 2nd is the control circuit to charge from the solar cell efficiently cloudy and 3rd is the power transmission mechanism of completely waterproof with the magnetic coupling. And prototype was created, and experiments were performed. As the results, we were able to achieve their features.

# 有機薄膜太陽電池の実用化研究

電子技術課 寺澤 孝志\*, 坂井 雄一\*\*, (国)富山大学 中 茂樹

## 1. 緒言

有機薄膜太陽電池(Organic Solar Cell : O-SC)は、フレキシブル太陽電池の可能性や、プリント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。

本研究では、太陽光の広い波長範囲を吸収するため、低分子色素、および導電性高分子を用いて太陽光の吸収帯を広げることを試みた(色素チューニング)。次いで、電極への電荷の移動をスムーズに行うために、電極と半導体の界面で導電率の調整を試みた(導電率チューニング)。最後に、P型高分子の移動度の改善に取り組んだ(移動度チューニング)。O-SCの変換効率向上のための技術を確立し、有機薄膜太陽電池の実用化を目指した。

## 2. 実験方法

太陽電池の構造を、図1に示す。

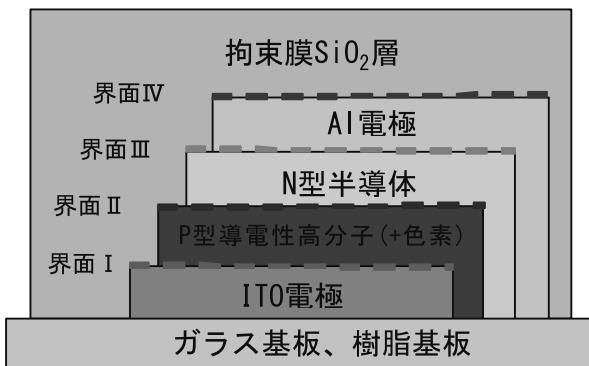


図1 O-SC の構造

表面抵抗  $10\Omega \cdot \text{cm}$  のITO透明電極(250nm)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。低分子色素は、適宜、所定の重量比で導電性高分子に導入した。膜厚は250~1000nmとした。次に、n型半導体であるフラーレンC<sub>60</sub>(C<sub>60</sub>)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。また、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。ガスバリア膜は、適宜、酸化シリコン(SiO<sub>2</sub>)膜単体、または酸化シリコンとフッ素系单分子(FC)膜との複合膜を用いた。

## 3. 実験結果

(1)色素チューニングについての結果を、図2に示す。図中の黒点(・)は太陽光スペクトル強度である。導電性高分子(PAn)/C<sub>60</sub>のPN接合では、440nm付近に吸収ピークを持ち、350~550nmの範囲で量子効率(電流への変換効率)が高かった。一方、低分子色素(ポルフィリン系材料)/C<sub>60</sub>では、460~700nmの範囲で量子効率が高く、低分子色素の特性を反映したものであった。両者の特性を併せ持つ、導電性高分子[(PAn; 50%)+低分子色素(50%)]/C<sub>60</sub>では、460~700nmの範囲で太陽光スペクトルとの一致性が良く、量子効率が最も高くなかった。

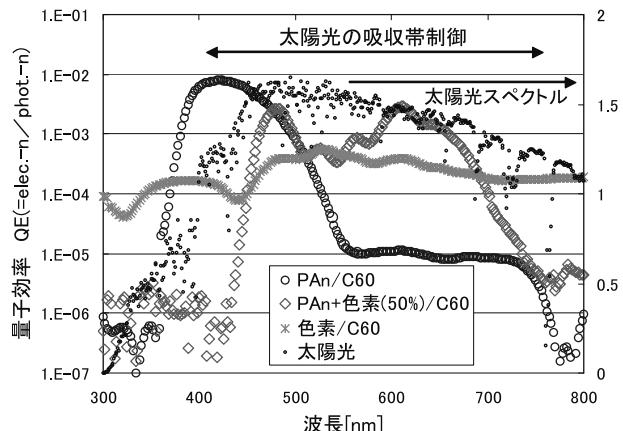


図2 O-SC の色素チューニング

(2)導電率チューニングについては、図1の[P型導電性高分子(+色素)]の層において、ITO電極側では導電率が高く、N型半導体側では導電率が低いことが好ましい。これを実現するために、[P型導電性高分子(+色素)]層を2層構造とすることとした。ITO側にスピンドルコートにより薄膜を形成した後に、硫酸を用いてドーピング処理を行い、薄膜を導電性に改質した。その後、もう一度スピンドルコートにより半導体性の薄膜を形成した。これを用いてO-SCを作製、特性を評価した結果、2層構造としたものは、ショートしたO-SCと同様の特性となり、単層構造のものに比べ変換効率は低下した。半導体性の2層目の膜厚が均一ではないためと考えており、膜厚と変換効率の関係を検討中である。

\* 現 企画管理部、現 産学官連携推進担当

(3) 移動度チューニングについて、図3に示す。

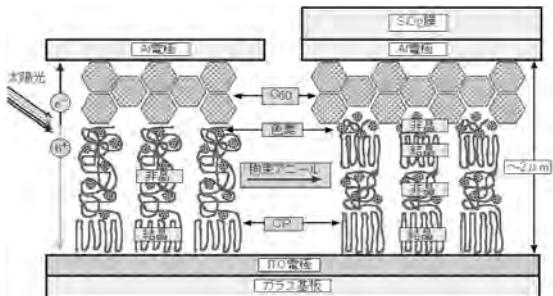


図3 移動度チューニング

P型導電性高分子のPAnは、大部分が非晶性の部位で占められているため、正孔移動度が低く、失活、再結合のために変換効率が低下する（図3左側）。一方、図3右側は、ガスバリア膜（ $\text{SiO}_2$ 膜、 $\text{SiO}_2$ 膜とFC膜との複合膜など）で被覆することにより、[P型導電性高分子（+色素）] $/C_{60}$ 部分を厚さ1~2μmの空間に閉じ込め、拘束する。この状態で熱処理することにより、一旦、PAn

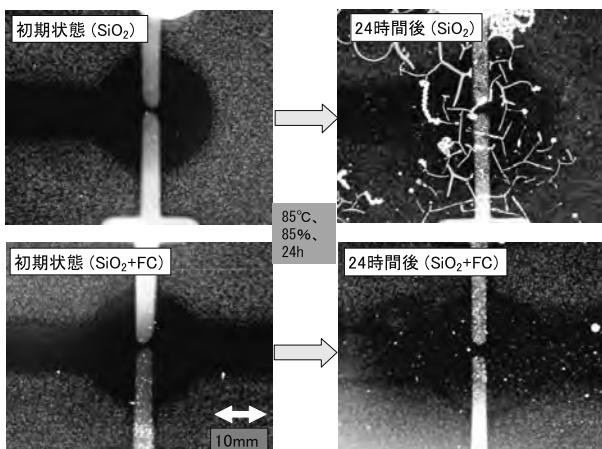


図4 ガスバリア膜によるP型導電性高分子拘束

が流動性の相を示し、冷却時に両界面での拘束の効果により、結晶性の部位を増すと同時に、色素は非晶性部に濃縮されるため、正孔移動度が高くなり、失活、再結合が減少する。これに伴い、O-SCの変換効率の向上が期

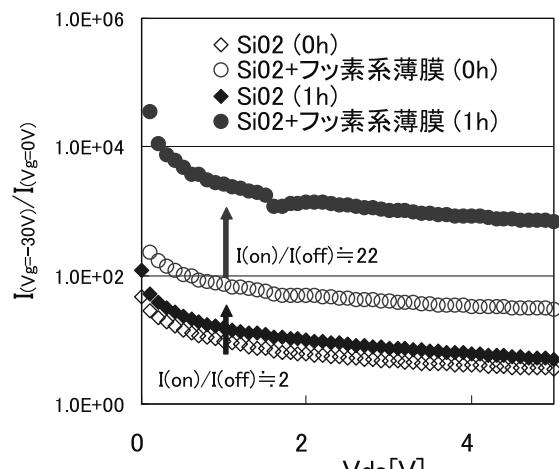


図5 P型導電性高分子の熱処理による移動度の向上待できる。

図4に示すように、PAn膜を電極で挟み、 $\text{SiO}_2$ 膜で拘束したものでは、熱処理（温湿度）により $\text{SiO}_2$ 膜にクラックが入ったが、 $\text{SiO}_2$ 膜とFC膜との複合膜では、内部（太陽電池活性部分）の構造変化が見られた。

図5は、図4に示した構造において、背面電極への印加電圧の有無と2つの前面電極間の電流値の関係を示したものである。PAn膜の移動度が、熱処理に伴い明らかに向上したことが判った。

#### 4. まとめ

有機薄膜太陽電池(O-SC)の実用化を目指し、色素チューニング、導電率チューニング、移動度チューニングの検討を行った。その結果、O-SCの変換効率向上のための技術を開発し変換効率の向上に繋げた。

#### 「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：有機薄膜太陽電池、ガスバリア膜、色素チューニング、熱処理、移動度チューニング

#### Practical Application Research of Organic Thin-film Solar Cell

Takashi TERASAWA, Yuichi SAKAI, and Shigeki NAKA

In this study, it was studied that absorption band of solar light was spread using low-molecular dye and conducting polymer in order to absorb wavelength range in which solar light is wide, (dye tuning). Next, the adjustment of conductivity was tried in of semiconductor and electrode in order to smoothly move charge to the electrode, (conductivity tuning). Finally, it wrestled taking the mobility of P-type polymer as improvement, (mobility tuning). Element for conversion efficiency improvement was established, and it aimed at practical application of Organic thin-film Solar Cell.

# 耕地用防除草自動機の開発

機械システム課 上野 実 金森直希

## 1. 緒言

農作業は機械化が進んでいるが、水田や畑の除草作業は除草剤に頼る部分が多く、減農薬や省力化の面から機械化・自動化が望まれている。現在、条間を車輪などで移動し除草を行う機器は実用化されている。しかし、耕地の畦付近(枕地)に達すると方向転換する必要があるため、枕地の苗や作物を踏みつけて旋回するか、作物を植えずに旋回スペースを設けておくほかなく、問題となっている。このため、旋回せずに隣の条間へ真横に移動することで、効率的な除草作業を行う防除草機の開発を行った。

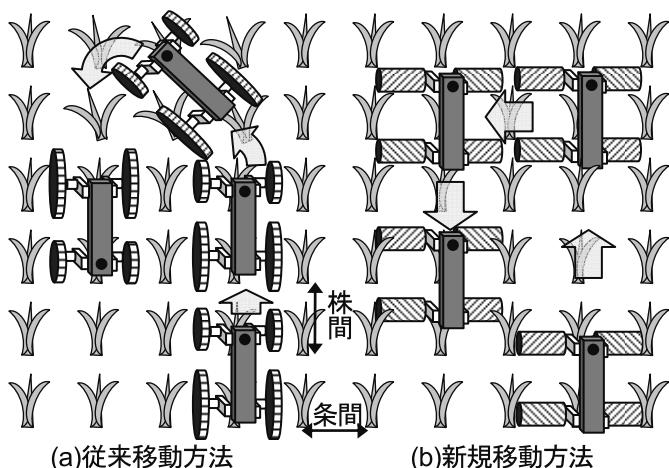


図1 除草イメージ

## 2. 設計・試作

従来の移動方法は図1(a)に示すとおり、苗や作物を跨ぎ除草作業を行い、枕地まで達すると旋回動作を行う必要があった。このため枕地の部分は作業ができず、また旋回の際に細幅の車輪であっても苗や作物を踏みつけ損傷を与えることから、除草剤を減らし、こまめに機械除草を行おうとすると、逆に枕地部分の苗や作物を傷めてしまうという問題があった。

このため、苗や作物を傷つけずに隣の条間へ移動する方法として、図1(b)の様に旋回動作せずに、車輪が作物の植え付けられた隙間(株間)をすり抜けるように真横に移動することができれば、作物への損傷を最小限にしながら耕地全面を除草することができる。この方法として、駆動輪にアルキメデススクリュを用い、条間を直進する除草作業時は駆動輪を正転させて移動し、隣の条間

への移動については、アルキメデススクリュのすべり駆動により、駆動輪が株間を通り抜ける方法を採用した。

防除草については、別途除草機構を取り付ける方法もあるが、幅広のアルキメデススクリュを利用しこのブレードで、雑草の掻き取りや土壤の攪拌を行う中耕除草により行うこととした。

車体寸法は、水田での使用を想定し設計を行った。試作した除草機の外観を図2示す。本州では条間は300mmとなっていることから、車輪の幅を200mmとし苗を跨ぎ移動するため図2(b)に示すように、車体中央部に幅85mm高さ260mmの空間を有する構造とした。株間は、地域や水田の環境によって苗の植え付け密度を変える必要があるため、田植機では140~300mm程度の間で段階的に設定できるようになっている。実際には田植え時の車輪のスリップ等により株間は設定通りにならない。このため、前後の駆動部をフレームと独立させて、図2(c)(d)に示すように、簡単なレバー操作でホイールベースを実際の株間に合わせ無段階に調整できる構造とした。

試作機の主な仕様を表1に示す。試作機は水田を含め、屋外での使用を想定しているため、4つのモータは車輪上部にそれぞれ配置し、密閉構造内に配置したタイミングプーリで個々の車輪を駆動する方式とした。また耕地の凹凸を考慮してサスペンションを設け、水中での浮力を稼ぐため、車輪内は、浮力体を詰めフロートとした。



図2 試作機の構造

表1 試作機仕様

サイズ	W535mm×L490mm×H405mm
重量	約5.5kg
車輪径/車輪幅	φ64mm/200mm
ホイールベース	280mm～440mm可変
車体中央空間 幅/高さ	85mm/260mm
最高速度	2.3km/h
駆動源	7.2Vニッカドバッテリ×2

### 3. 安定性・作業性

試作機は、安定性を考慮して、モータ等の駆動部を水没しない程度のなるべく低い位置に配置したが、防水性の観点から制御部及びバッテリーについては、フレーム上部に配置せざる得ないため、重心位置が高くなってしまい、安定性について確認を行った。

左右の安定性については、駆動輪が幅広であるため、耕地の凹凸や傾斜に対しても十分な安定性が得られた。しかし、前後方向に対しては、転倒等は生じないものの、発進、停止の際にサスペンションが沈み込み機体が前後に傾いてしまい、安定した姿勢を保つことができないことが判明した。このため、通常の車両とは異なり片側の前後輪同士のサスペンションをスタビライザーで連結し、安定した機体姿勢を保持できるように改良を行った。

操作方法については、ラジコン用のプロポを用いて除草作業時（直進時）と、隣の条間へ移動する際（横移動時）を切り替えて操縦する方法をとった。

水田及を模した環境での走行試験の状態を図3に示す。水田の泥を投入したプール内での走行試験では、車輪が埋まることなく前後進及び横移動が可能であった。また、車輪同士に回転差を与えないでも走行時に泥及び泥水を攪拌することから、防除草効果が期待できた。しかし、車輪が深く埋まりすぎると苗の根まで掘り返す恐れがあり、車輪径を大きくすると共に、車体の軽量化が必要と思われる。

畑を想定した環境での走行試験の状態を図4に示す。柔らかい土の上でも十分走行が可能であった。直進作業時

に前後の車輪に回転差を与えると土壤表面を掻き取ることにより簡易的な除草作業が可能であった。しかし、横移動の際、対となる車輪に回転数に差があると、図4に示すように直進時より横移動の方が土壤を掘り

返しやすくなり、回転差を与えずに移動する必要があった。また、サスペンションのストロークが少なく、樽型の車輪形状を用いたが中心部と端部の直径差が小さいため、畝等の大きな段差の乗り越えは困難であった。いずれにしろ、畑の除草作業においては、車輪が接地しない部分の除草はできないため、他の除草機構を搭載する必要がある。



図3 水田走行（イメージ）



図4 耕地走行（イメージ）

### 4. まとめ

水田、畑等の軟弱路面で移動可能なプロトタイプが開発された。ただし現状ではマニュアル操作のみのため、特に横移動の際の株間との位置合わせは遠隔地からは困難であり省力化のためには自動化が望まれる。

試作機の機構は、耕地内を作物にダメージを与えずに移動できるため、防除草だけではなく、耕地内の土壤の水分量や肥料濃度をセンシングし、作物の生育状況に応じた効率的な肥料との散布といった管理農業への応用も期待できる。

キーワード：水田、耕地、防除草、アルキメデススクリュ、移動

Development of the Weeding Machine for Cultivated Fields

UENO Minoru and KANAMORI Naoki

We developed a weeding machine of the cultivated fields using the Archimedes screw to a wheel. This prototype can move to right and left by controlling the turn of four wheels. The prototype can move in the next row by a wheel passing the gap of the seedling by adjusting a wheelbase. We can measure the distribution of fertilizer levels in the cultivated fields if we use this device without damaging a seedling.

# 微細配線の形成とデバイス応用に関する研究

電子技術課 丹保浩行 横山義之 坂井雄一\*

## 1. 緒言

微細加工技術の発展に伴い、電子デバイスの高集積化が進められている。金属配線の微細化、すなわち線幅が短くなると、断線や短絡が生じやすくなり、かつ抵抗値が増大するという問題が起きる。そこで、低抵抗率な金属を用いた AgCu ナノ粒子インクが開発され、AgCu 電極は Ag 電極よりもマイグレーションを抑制できたと報告されている<sup>1)</sup>。

現在、フォトリソグラフィが微細加工技術としては広く用いられおり、線幅 10 nm を目指し開発が行われているが、装置が複雑化してきている。一方、ナノインプリントリソグラフィは微細凹凸パターンを有するモールドを材料に直接押圧するため、簡便かつ安価に凹凸パターンを形成できる特徴を持つ。近年、レジストを用いず、金属あるいは酸化物ペーストに直接モールドを押圧して凹凸パターンを転写した後に焼成を行う研究が進められている<sup>2)</sup>。本研究では、ナノインプリント装置で、凹凸パターン転写から焼成までを行った AgCu の構造特性に関して報告する。

## 2. 実験方法

精密スクリーン印刷用の AgCu インクと α-テルピネオールを混合させて、粘度の低い AgCu ナノ粒子ペーストを調合した。ガラス基板にスピンドルコートした後、ホットプレートで AgCu ナノ粒子ペーストを乾燥させた。ナノインプリント装置で焼成した凹凸パターンを有する AgCu の構造特性を検討するために、乾燥させたナノ粒子ペーストを電気炉で大気中 300°C, 350°C, 400°C の条件下で 30 分間焼成を行い、AgCu 膜を作製した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 室温で転写した AgCu ナノ粒子ペースト

Si 製のモールドを乾燥させたナノ粒子ペーストに約 50.0 MPa, 室温で 10 分間押圧して、凹凸パターンを形成した AgCu ナノ粒子ペーストの走査型電子顕微鏡(SEM) 像を図 1 に示す。図 1(a)の断面 SEM 像から、ガラス基板上に AgCu ナノ粒子ペーストは堆積しており、

ペースト表面には、線幅 500 nm の凹凸パターンが形成されていることが分かった。更に、拡大像(図 1(b))を観察すると凹凸表面はナノメートルオーダで平坦な構造であることが分かった。

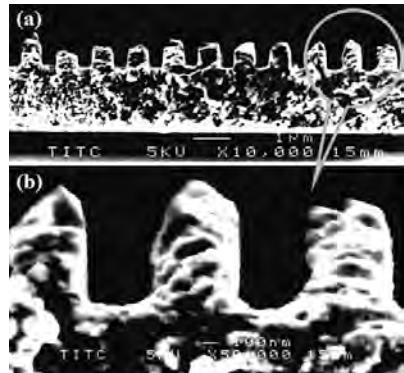


図 1 室温で転写した AgCu ナノ粒子ペーストの断面 SEM 像

### 3.2 電気炉を用いた AgCu ナノ粒子ペースト焼成

室温で転写した凹凸パターンを有する AgCu ナノ粒子ペーストを電気炉で大気中 350°C, 30 分間焼成した AgCu の鳥瞰 SEM 像を図 2 に示す。焼成前よりも凹凸パターンの表面が粗くなり溝幅が広くなることが分かった。これは、AgCu ナノ粒子ペーストに残留する有機物が蒸発して、金属が凝集したためであると考えられる。

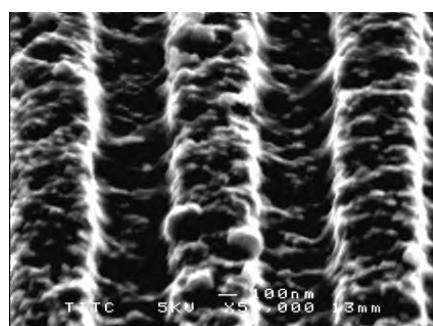


図 2 電気炉で焼成した AgCu の鳥瞰 SEM 像

### 3.3 インプリントを用いた AgCu ナノ粒子ペースト焼成

図 3 に熱ナノインプリントプロセスで作製される焼成体の概念図を示す。乾燥させた AgCu ナノ粒子ペーストにモールドを約 50.0 MPa, 100°C で 10 分間押圧してナノ粒子ペーストに凹凸パターンを形成した。引き続き、モールドの押圧力を 0.0 MPa に設定して約 0.5 MPa 以下にした後、350°C で 30 分間焼成を行った。

\* 現 産学官連携推進担当

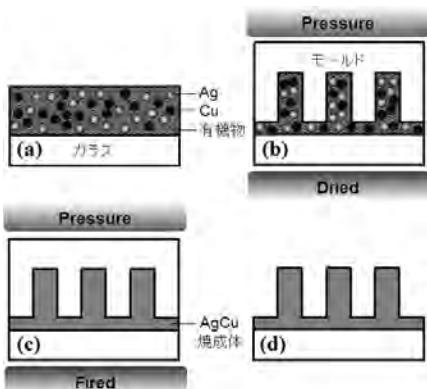


図3 热ナノインプリントで作製される焼成体の概念図

図4に熱ナノインプリント装置でモールドを押し当てながら焼成したAgCuの鳥瞰SEM像を示す。微細な凹凸パターンを有するAgCuが形成されることが明らかとなった。電気炉で焼成したAgCuよりも溝が平坦な構造であるのは、焼成時にモールドを押し当てることで、有機物の蒸発及び金属の凝集により生じる粗面化が抑制されたためであると推察される。

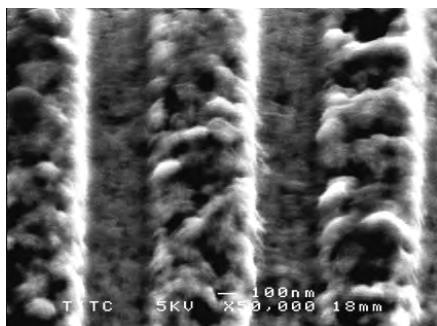


図4 ナノインプリント装置で焼成したAgCuの鳥瞰SEM像

X線回折より得られたAgCuナノ粒子ペースト及び焼成体の結晶構造を図6に示す。乾燥させたAgCuナノ粒子ペースト(図5(a))からは、Ag及びCuに由来するビ

ークが観察された。一方、AgCuナノ粒子ペーストを300°C以上(図5(b)-(e))で焼成を行うと、Cuのピークは観察できなくなるが、Agのピークが鋭くなることから有機物は除去されていると考えられる。更にナノインプリント装置を用いて350°Cで焼成した凹凸パターンを有するAgCu(図5(e))は、電気炉で焼成したAgCu膜(図5(b-d))とほぼ同程度の結晶性を持つことが分かった。

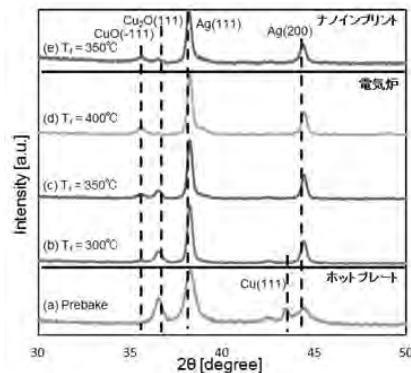


図5 AgCuのX線回折パターン

#### 4. 結言

ナノインプリント装置を用いて、AgCuナノ粒子ペーストの微細凹凸パターン転写から焼成までを行った。モールドを押し当てながら焼成したAgCuの凹凸表面は、モールドを押し込んで凹凸パターンを転写した後に電気炉で焼成したAgCuよりも、平坦な構造であることが明らかとなった。今後、配線は勿論、ナノメートルオーダーの微細な凹凸パターンを有する焼成体の作製技術として期待できる。

#### 「参考文献」

- 1)Y. Morisada *et al.*, J. Electron. mat., **39** (2010) 1283-1288
- 2)Seung H. Ko *et al.*, Nano Lett., **7** (2007) 1869-1877

キーワード：ナノインプリント、ナノ粒子、焼成体、銀銅

#### Research on fine pattern formation and device application

Hiroyuki TAMBO, Yoshiyuki YOKOYAMA and Yuichi SAKAI <sup>※</sup>

AgCu nanoparticles pastes were directly pressed against a mold with fine concavo-convex pattern and fired using thermal nanoimprint device in order to investigate the structural properties of patterned AgCu. First, AgCu nanoparticles paste was spin-coated on a glass followed by the drying. Then, the firing of paste with a mold at 350°C for 30 min was conducted after the pattern transfer at 100°C for 10 min. We revealed that the concavo-convex surface of AgCu fired by nanoimprint device is finer than that of AgCu fired by electric furnace after the pattern transfer. The crystalline quality of fired AgCu pattern by nanoimprint device is nearly the same as that of fired AgCu film by electric furnace.

# 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\*, 丹保浩行 中央研究所 角田龍則\*\*, 小幡勤, 二口友昭\*\*  
ヤマハ株式会社 大久保美保, 松岡潤弥, 杉浦正浩, 鈴木幸俊, 奥宮保郎

## 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、昨年度は圧電膜のパターン化と基板の大型化を行った<sup>1)</sup>。今年度は、昨年度検討した材料系について疲労特性の評価を行った。さらに、これまで下部電極をPt電極としていたが、低コスト化のため、Ag/Pd電極の利用について検討した。

## 2. 実験方法

### 疲労特性

昨年度と同様の方法<sup>1)</sup>でPZT系厚膜をスクリーン印刷法で作製した。作製した試料は、抗電界の25%, 50%, 75%, 100%の電圧で1kHzの矩形波を印加し、矩形波の印加とヒステリシス測定を繰り返した。矩形波の印加は10<sup>6</sup>回まで行い、残留分極値の変化から疲労特性を評価した。

### 低コスト化

下部電極にAg/Pdを使用し、スクリーン印刷法で圧電体厚膜を作製した。Ag/Pdの融点はPtよりも低いため、これまでと異なる低温焼成タイプのPZT材料を用いた。比較のため、下部電極をPtとした試料も作製した。作製した試料は、P-Eヒステリシスカーブ測定、インピーダンスアナライザによる比誘電率 $\epsilon_r$ 、 $\tan\delta$ の測定により評価した。

## 3. 実験結果

### 疲労特性

図1に残留分極値の疲労特性を示す。残留分極値は矩形波印加前の値で規格化した。抗電界相当の電圧を印加した際には、電圧印加回数が10<sup>4</sup>回を超えると残留分極値が大きく低下した。一方で、印加電圧

が抗電界の75%以下の場合は、残留分極値の低下はわずかな量にとどまった。実使用に際しては印加電圧を75%以下にする必要があると考えられた。

### 低コスト化

下部電極にPtまたはAg/Pdを用いた際のPZT系厚膜の電気特性の測定結果を表1に示す。下部電極としてAg/Pdを用いた試料は、Ptを用いた試料ほどの特性は得られず、比誘電率はPt電極の場合の約70%，残留分極値は約50%であった。作製した試料の下部電極を観察したところ、PZT膜の焼成後、Pt電極は緻密な膜となっていたのに対し、Ag/Pd電極では穴が観察された。焼成中にこの穴を通してPZT膜の鉛が基板へ拡散したために特性が低下したものと考えられる。PZT焼成後も緻密さを維持するような下部Ag/Pd膜を形成することが今後の課題である。

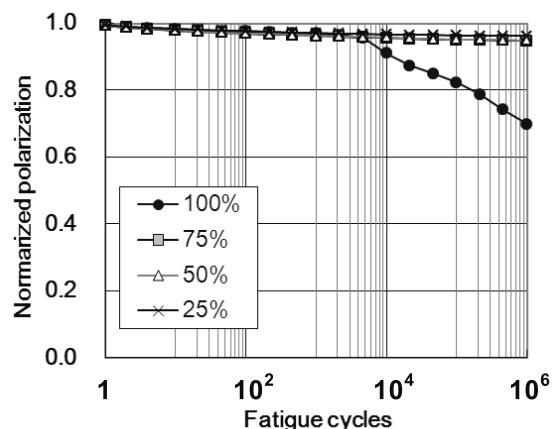


図1：残留分極値の疲労特性

表1：下部電極材料と電気諸特性

電極	比誘電率 $\epsilon_r$ @1kHz	$\tan\delta$ @1kHz	残留分極値 $P_r$ ( $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ )
Pt	917	0.031	12.0
Ag/Pd	765	0.025	6.4

### 参考文献

1)坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告25(2011)130

\* 現 産学官連携推進担当, 現 機械電子研究所

# 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

タンクスチールは硬くて脆く、非常に塑性加工が難しい材料であるため、塑性加工条件によっては割れることがある。タンクスチール板を圧延する際に発生する応力を推定するため、圧延機のロール間を通過した際に厚さ方向に圧縮され塑性変形する過程を3次元モデルでシミュレーションできるCAE解析技術の開発を行った。開発技術により、圧延中の応力発生メカニズム推定と応力低減策を検討可能になった。

## 2. 解析方法

解析対象物はタンクスチール板である。このタンクスチール板が予め設定された圧延機のロールの間を通過することで塑性加工が行われる。圧延機のロール間隔はロールギャップと呼ぶが、一般に、このロールギャップの値と材料の厚さの差が大きいと材料内部の応力レベルが高くなるとともに、ロールにかかる反力（圧延荷重）も高くなる。この傾向（増加量）は、圧延される材料の種類により異なるため、タンクスチールに合った解析モデルを選択した。

鉄鋼材料の場合には、加工硬化の影響を無視することができるため、歪み速度依存性を考慮した(1)式のモデルを用いるが、タンクスチールの場合、このモデルでは実測した圧延荷重と解析値が合わなかった。

$$\sigma = C \dot{\varepsilon}^M \quad (1)$$

ここに、 $\sigma$ :応力、 $\dot{\varepsilon}$ :歪み速度、および $C, M$ :温度とひずみの関数である定数である。

そこで本報では、予めタンクスチールの歪みと、引張応力および圧縮応力との関係をデータ取りし、そのデータと適合するように歪み硬化を考慮した(2)式の解析モデルを選定した。

$$\sigma = C \dot{\varepsilon}^M \varepsilon^N \quad (2)$$

ここに、 $\sigma$ :応力、 $\dot{\varepsilon}$ :歪み速度、 $\varepsilon$ :歪み、 $C, M$ :温度とひずみの関数となる定数、および $N$ :定数である。解析モデルはタンクスチール板の1/4モデルとし、有限体積法を用いて応力解析を行った。

## 3. 結果と考察

圧延中の応力状態の一例を図1に示す。この解析結果により、圧延中のロール直下の圧縮応力が高いが、先端部や側面付近の引張応力も高いレベルになることがわかった。

## 4. まとめ

タンクスチール板の圧延過程に生じる応力のシミュレーションを行った。本解析手法を用いることで、圧延中に生じる不具合のメカニズムが明らかになり、対策を検討することができるようになった。

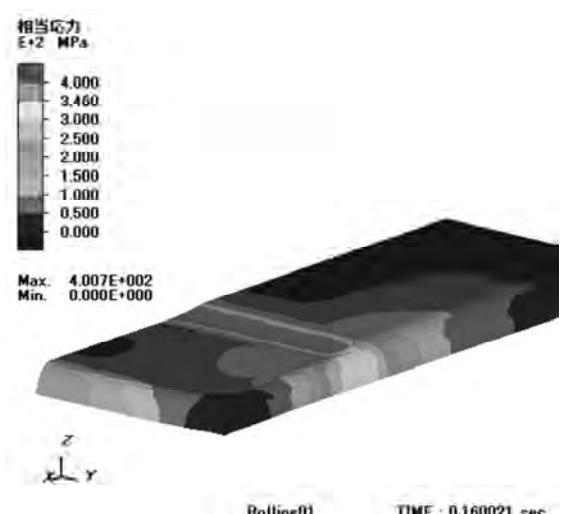


図1 タングステン板の応力分布の例

\*現 企画管理部

# 融点変化型はんだ合金の疲労挙動の解明に関する研究

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

汎用はんだである Sn-3Ag-0.5Cu 合金を用いた電源基板では、モールド後のユーザーリフロー（モールド後の再リフロー）時にはんだが再溶融し、部品電極間をショート接続する問題がある。この問題を解決する一つの手段として、融点変化型はんだ合金の活用が挙げられる。しかし、この融点変化型はんだ合金については不明な点が多いので、本研究では、実用化のために実装性や疲労強度等の関連する挙動について調べた。

## 2. 融点変化型はんだ合金について

使用した融点変化型はんだペーストは、Cu を主体とする高融点の粒子、Sn を主体とする低融点の粒子、およびフラックスを混合した素材である。約 250°C でリフロー加熱すると、低融点粒子が融解し、高融点粒子との間に金属間化合物相を形成する。基板の加熱を繰返すことにより金属間化合物相が成長し、融点も漸次高くなっていくという機構である。

## 3. 実装性の評価

まず、基板への実装性を評価するために、このはんだペーストを用いて種々のチップ抵抗を表面実装した基板を試作してみた。Sn-3Ag-0.5Cu 合金と比較した場合の主な特徴は次のとおりであった。

- (1) 合金が全て溶融液化しないため、濡れ性におとりチップ部品に対して良好なフィレットの形成が見られなかつた。したがって、形状不良によるひずみ集中の可能性がある。
- (2) リフロー時の加熱温度が低くなる部分（熱容量が大きな部品の接合部）では、低融点合金相が残り、再加熱を行った場合に、部分的なはんだフラッシュを起こす可能性がある。したがって、初期のリフローの温度プロファイルの設定は、慎重に行わなければならない。

## 4. 熱サイクル試験による疲労強度評価

次に、実装基板の熱サイクル負荷による接合部の疲労強度を評価するために、電源の試験基板に対して熱サイクル試験を実施した。試験条件は、高温側 125°C、低温側 -40°C、各 30 分保持の標準的なものである。また、疲労寿命は、はんだ接合部が破断し、出力電圧が出力されなくなった時点として定義した。図1は、サイクル数に対する出力電圧変動の一例を示す。Sn-3Ag-0.5Cu 合金と比較した場合の結果の概要は次のとおりであった。

- (1) 疲労寿命は 1000 サイクル以上あり、平均値で 2 倍程度となつたが、疲労寿命のばらつきは大きい。
- (2) 接合部の内部でボイドが発生している場合もあり、疲労寿命への影響も否定できない。

## 5. まとめ

本研究で用いた融点変化型はんだ合金は、疲労強度では優れた点があるが、実装性に問題が残つた。今後は、課題解明のために、基本的な材料特性の取得も必要となる。

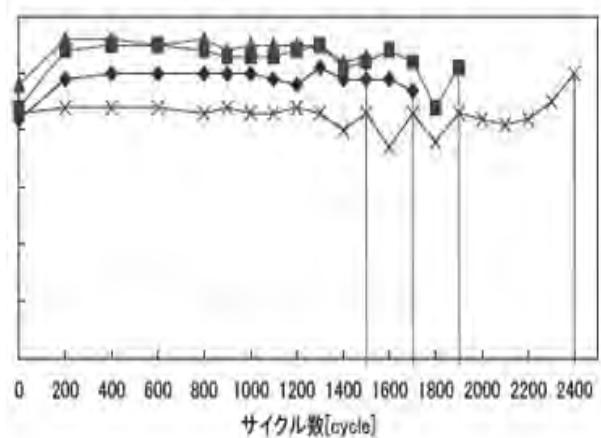


図1 热サイクル試験結果の例

\* 現 企画管理部

# 体温反応型機能性冷却シートの開発

電子技術課 横山義之 高田耕児 ライフケア技研(株) 濱出絵理子 横井秀輔

## 1. 緒言

温度応答性樹脂として知られるポリ-N-イソプロピルアクリラミド (PNIPAAm) は、温度によりその性質を大きく変化させる特殊な樹脂であり、様々な医用材料として大きく注目を集めている。この温度応答性樹脂を3次元架橋させることによって得られる温度応答性ゲルは、温度変化に伴って可逆的な膨潤と収縮を引き起こし、室温付近では、内部に水や薬剤を大量に取り込んだり、室温付近では、逆に、外部に水や薬剤を放出したりすることが可能である。

これまでの研究の中で、温度応答性ゲルの微粒子を、従来の含水ゲル（ポリアクリル酸ゲル）に分散させた冷却性能の高い冷却シートを開発している。このシートを体に貼付すると、温度応答性ゲルは、体温を感じとて収縮し、ゲルの内部から水を大量に放出することで、その気化熱で貼付部位を強く・長時間にわたって冷却することができる。

本研究では、この体温反応型冷却シートのより一層の性能向上と製造コストの低減に取り組んだ。ここでは、温度応答性ゲルの化学組成を変更して、水を放出する温度の最適化を試みた実験について報告する。

## 2. 実験と結果

はじめに、化学組成がそれぞれ異なる温度応答ゲルを合成した。その中の代表的なゲル3種を、組成1、組成2、

組成3と名付けた。次に、温度応答性ゲルが収縮し水を外部に放出し始める温度（体積相転移温度）を、示差走査熱量計 (Differential scanning calorimetry, DSC) (SII ナノテクノロジー(株), DSC7020) を用いて測定した。室温にて十分な水を吸収させた状態の温度応答性ゲル 10mg を、アロジン処理したアルミ密封容器に入れ、測定サンプルとした。また、サンプルと同量の水をリファレンスとして用い、昇温速度 1°C/min で測定した。

図1に、DSC測定の結果を示す。温度応答性ゲルの体積相転移は、吸熱ピークとして観測される。組成1では 30.3°C、組成2では 28.0°C、組成3では 26.3°C に、体積相転移温度が存在していることがわかった。この結果から、温度応答性ゲルの化学組成を変化させることで、室温と体温の範囲の中で、体積相転移温度を変化させることができ、冷却シートの使用目的に合わせて、水を放出する温度（強く冷却し始める温度）を精密に調整できることがわかった。

## 3. 今後の予定

この冷却シートは、高い冷却効果と体温によって冷却作用が変化する ON-OFF 機能を併せ持つ新しい冷却シートであり、医療の分野での応用性が高いと思われる。また、将来的には、経皮吸収製剤や化粧品などにも応用を試み、附加価値の高い高機能ゲルシート剤として、実用化を目指す予定である。

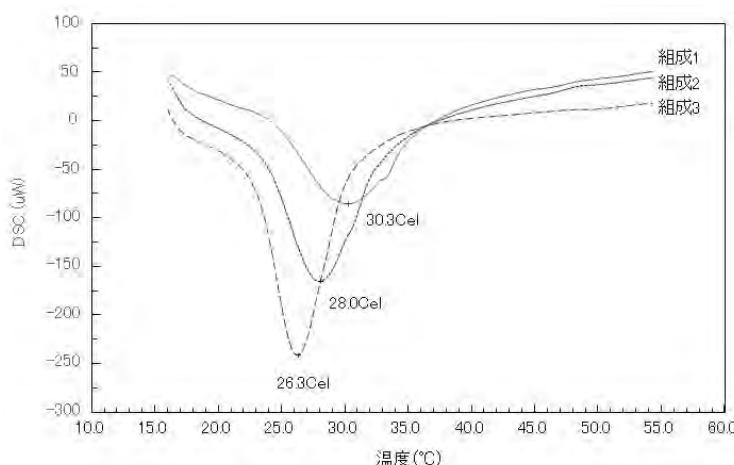


図1 様々な化学組成を有する温度応答性ゲルのDSC曲線

# 低成本・高効率 CIGS 太陽電池の開発

電子技術課 寺澤 孝志\*, 丹保 浩行

(株) フューテックファーネス 喜平田 行紀, 井山 徹男, 谷野 克巳

## 1. 緒言

本研究では、CIGS 太陽電池用の 4 元系化合物半導体  $[\text{Cu}(\text{InGa})\text{Se}_2]$ （以下、CIGS と表記）スパッタリングターゲットの開発を行い、このターゲットを用いて CIGS 薄膜を一括成膜した。一般的な CIGS 薄膜の成膜法である 3 段階法に比べ、工程が格段に減り、CIGS 太陽電池において、a-Si 太陽電池程度以下の低成本化が見込める。次いで、この CIGS 膜を用いて太陽電池を作製し、変換効率等の特性評価を行った。

## 2. 実験方法と結果

(1) CIGS スパッタリングターゲットの開発では、材料の組成と焼成温度の検討を行った。X 線回折により CIGS の組成を、熱分析により CIGS の相変化について調べた。Se の相対的な組成比が減少しないように最適化を行った。

(2) CIGS 膜の成膜は、RF スパッタリング装置 (SH-250, 株アルバック製) により行った。スパッタリング条件は、出力 100 (W), 成膜時の圧力  $3.6 \times 10^{-3}$  (Torr), Ar 流量 10 (SCCM), スパッタ時間 1 (h) である。この時の膜厚は 280 (nm) であった。

(3) 図 1 に、CIGS 太陽電池の構造を示す。

[Mo 電極/CIGS/CdS/ZnO/ITO 透明電極/SiO<sub>2</sub>]とした。膜厚は、ガラス基板側の Mo から順に、0.5, 0.3, 1.6, 0.3, 0.7, 1.0 μm であった。

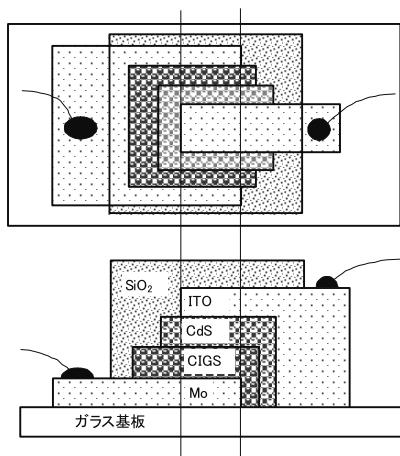


図 1 CIGS 太陽電池の構造

図 2 に、試作した CIGS 太陽電池を示す。実行面積は  $10 \times 10 (\text{mm}^2)$  である。

また、図 3 に、CIGS 太陽電池の特性を示す。特性は、解放電圧  $V_{oc}$  0.34(V), 短絡電流  $I_{sc}$  0.17(mA/cm<sup>2</sup>), フィルファクターFF 0.51, 変換効率 Eff 0.03(%) であった。

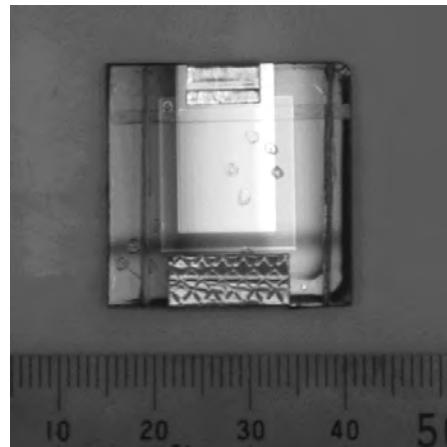


図 2 CIGS 太陽電池の概観

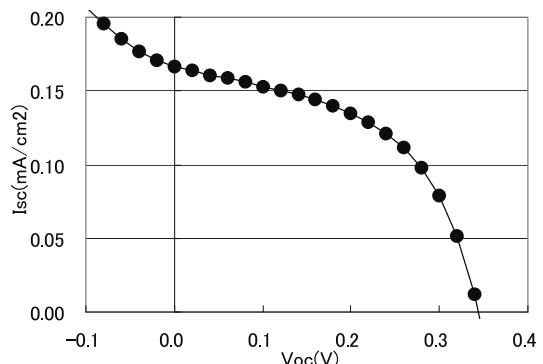


図 3 CIGS 太陽電池の特性例

膜厚は、CIGS (0.3 μm), CdS (1.6 μm), ZnO (0.3 μm) である。

CIGS 層が薄く、CdS および ZnO 層が厚いため、界面で生成したキャリアは、移動中に失活し効率が稼げないものと考えられる。現在、膜厚と変換効率の関係を詳細に調べ最適化に取り組んでいる。

## 3. まとめ

本研究では、CIGS 太陽電池用の 4 元系化合物半導体  $[\text{Cu}(\text{InGa})\text{Se}_2]$  スパッタリングターゲットを開発し、これを用いて CIGS 層を一括作製し、CIGS 太陽電池を試作評価した。その結果、太陽電池の動作を確認した。さらなる効率向上のための最適化にも取り組んだ。今後 CIGS 一括作製技術を用い低成本化を図っていく予定である。

### 「参考文献」

- [1] JSAP, M&BE, Vol.22, No.2, pp79-82(2012)

\* 現 企画管理部

# 積層鋼板の磁気特性に関する研究

電子技術課 浅田峯夫 丹保浩之

若い研究者を育てる会 田中精密工業(株) 堀田哲朗 ヨーセル(株) 杉本考行

## 1. 緒言

地球環境の観点から省エネルギー化が進み、CO<sub>2</sub>を全く排出しない次世代自動車として、電気自動車（以下、EVと略す）が急速に注目を集めている。一般に、EV用モータの鉄心材料には無方向性電磁鋼板が用いられている。本研究では、EV用モータにおいて有効な電磁鋼板の知見を得ることを目的として、電磁鋼板の成分量が鉄損などの磁気特性にどのような影響を与えていたかについて検討した。さらに、モータは速度制御が容易なPWM（Pulse Width Modulation）インバータによる励磁法が用いられているため、PWM波励磁下での磁気特性について検討を加えた。

## 2. 実験方法

本研究に用いた磁性材料は、9種類の無方向性電磁鋼板A～I材、このうち、6種類は汎用品で3種類はモータの固定子あるいは回転子用の材料である。そこで、板厚が0.35mm、0.50mmの試験品から、外径25mm、内径15mmのリング試料を作製し、磁束密度および鉄損を測定した。正弦波励磁下での鉄損、磁束密度はリング試料に励磁コイル（1次側）、検出コイル（2次側）を巻き、B-Hアナライザ（SY-8258、岩通計測株製）で測定した。

EV用モータの制御に用いられているPWM駆動は、パルス間隔を一定にし、パルスの幅を変化させて擬似的なアナログ波形を生成する方式である。今回は任意波形発生器（WF1946A、エヌエフ回路設計ブロック）とコンパレータを用いてPWM波を生成し、これを高速電力增幅器（4020、エヌエフ回路設計ブロック）に接続することでPWM波を出力した。また、非正弦波の鉄損はB-Hアナライザで測定できなかったため、パワー解析の付加機能を有するデジタルオシロスコープ（MSO4054、tektronix製）を用いた。鉄損の測定方法は、リング状試料の1次側コイルに流れる電流波形と2次側コイルに誘起される電圧波形を乗算することで、試料の鉄損を求めた。

## 3. 実験結果及び考察

図1に、Si含有量が0～3.5%近くまで増加した時

の鉄損および飽和磁束密度の変化を示す。ここで、純鉄はSi含有量0%とした。図より、Si含有量が増加すると鉄損は大きく減少した。一方、Si含有量が3.54%と最も多いモータの回転子用材料であるB材は近似曲線から外れ、高い鉄損を示した。

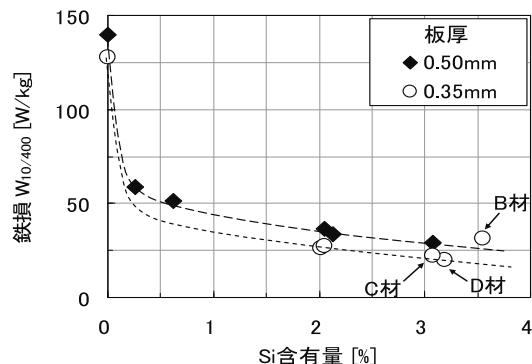


図1 Si含有量に対する鉄損

図2は、PWM波および正弦波励磁による電磁鋼板A～I材の鉄損を、Si含有量の少ない順番に並べた様子を示す。図より、2種類の板厚において、励磁の種類に関わらずSi含有量の増加と共に鉄損が減少する傾向が見られた。ただし、B材だけが例外的な傾向を示した。また、各試料ともPWM波では正弦波よりも鉄損が増加し、さらに、2-PWMは3-PWMよりも増加した。

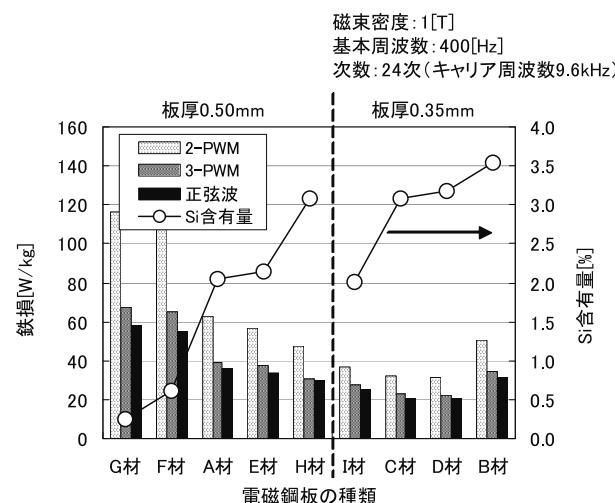


図2 電磁鋼板におけるSi含有量と鉄損の関

（詳細は平成23年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p16～23参照）



---

## 富山県工業技術センター研究報告

No26 2012

発行日 平成 24 年 7 月 27 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/>

---