

ISSN 0914-2207

REPORT OF THE
TOYAMA INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER

Nº 27 2013

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 目 次

I	産学官連携推進担当研究報告	1～9
II	中央研究所研究報告	11～58
	◇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	59～88
	◇製品科学課	
	◇生産システム課	
IV	機械電子研究所研究報告	89～122
	◇機械システム課	
	◇電子技術課	

I 企画管理部・产学研官連携推進

□戦略的基盤技術高度化支援事業

環境に配慮した低コスト無線ICタグの開発.....1

産学官連携推進担当 坂井雄一
機械電子研究所 浅田峯夫、二口友昭
立山科学工業(株)
(公財)富山県新世紀産業機構 (管理法人)

□科学研究費補助金

放射光CTを適用した総合的非破壊モニタリングによる実装基板の信頼性評価技術の開発.....2

企画情報課 佐山利彦
機械電子研究所 釣谷浩之
コーセル(株) 高柳 豪、岡本佳之
(公財)高輝度光科学研究所センター 上杉健太朗
富山県立大学 森 孝男

□一般研究

スクリーン印刷による結晶方位制御された圧電体薄膜の作製.....3

産学官連携推進担当 坂井雄一
機械電子研究所 角田龍則、二口友昭

積層造形技術の新製品開発への応用.....5

産学官連携推進担当 林 千歳
中央研究所 住岡淳司

水系プロセスでのシルクナノファイバー作製技術の開発.....7

産学官連携推進担当 寺田堂彦
生活工学研究所 金丸亮二

□企業との共同研究

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.....8

産学官連携推進担当 坂井雄一
中央研究所 小幡 勤
機械電子研究所 角田龍則、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

鋳造CAE利用による鋳造品の高品質化に関する研究.....9

産学官連携推進担当 林 千歳
中央研究所 住岡淳司、山崎太郎
渡辺鋳造(株) 渡辺祐二、渡辺貴史、村本広志

環境に配慮した低コスト無線ICタグの開発

企画管理部産学官連携推進担当 坂井雄一 機械電子研究所 浅田峯夫、二口友昭
立山科学工業(株) (公財)富山県新世紀産業機構 (管理法人)

1. 緒 言

無線ICタグは、物流・入退管理、トレーサビリティーに用いることができる技術である。最近では、日用品・家電・自動車など、さまざまなモノに無線タグやセンサーを組み込んで利便性の高い社会の実現を目指す取り組みも行われ、その重要性が増している。今後のさらなる普及のためには、タグの価格低減、環境対応が必要となる。そこで、フレキシブルな材料である紙をベース材料として選択、低コストかつ環境低負荷なタグ作製方法について提案、検討してきた¹⁾。今年度は、低環境負荷の製造プロセスの有効性を検証するため、UHF帯タグの試作を行った。

2. 実験方法

基材に紙を用い、アンテナパターンの下地インクをスクリーン印刷、硬化させたのち、溶融はんだめつきをした。さらに、ICチップ実装することでUHF帯タグとし、リアルタイムスペアナにより通信を確認した。UHF帯のRFIDに関しては、平成30年3月末までに周波数帯が、現状の950MHz帯から920MHz帯へと移行することが予定されており²⁾、950MHz帯および920MHz帯のリーダ/ライタ(以下、R/W)を用い、電波暗室内で通信距離の測定を行った。また、図1のようなモノポールアンテナとグランド板を用いた治具を作製、ネットワークアナライザを用いてタグのS₂₁を測定することで共振周波数を測定した。

3. 実験結果

試作したUHF帯タグの外観を図2に示す。試作品をR/Wにかざすと問題なく応答した。また、図3に示すようにリアルタイムスペアナにより、信号のやり取りに問題がないことも確認された。920MHz帯R/Wでは950MHz帯R/Wと比較して通信距離が低下したが、10cm以下の低下であり、問題がないレベルであった。また、920MHz帯R/Wではタグの共振周

波数が低下するにつれて、通信距離が延びる傾向があり、アンテナパターンを変更し、共振周波数を920MHzに近づけることで、通信距離を改善することも可能と考えられる。また、ベースが紙ということで湿度による影響が懸念されたため、85°C 85%RHでの高温高湿放置試験を行った。試験前後の通信距離の変化は、500hの試験後でも数%の低下にとどまり³⁾、耐湿性にも問題がないことを確認した。

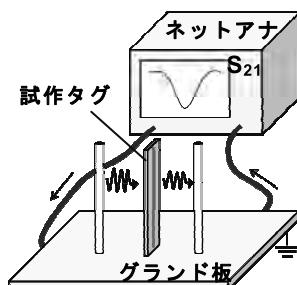


図1 試作治具模式図

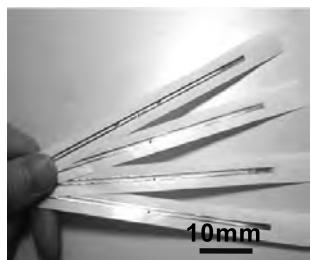


図2 試作したICタグ

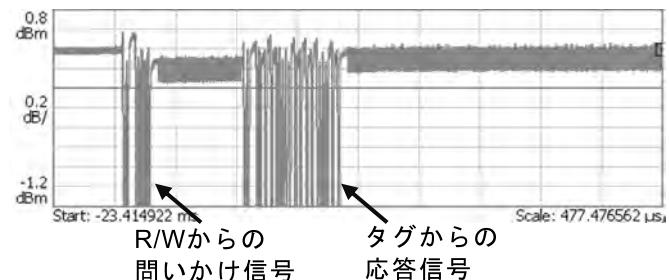


図3 試作したUHF帯タグの通信信号測定結果

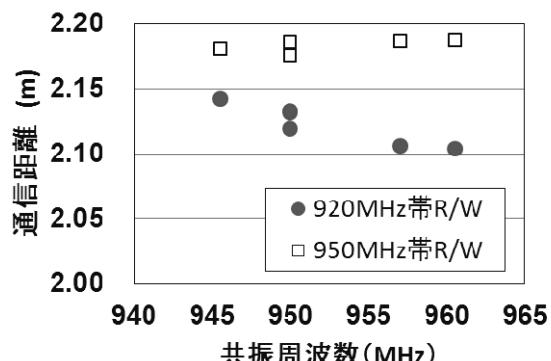


図4 UHF帯タグの共振周波数と通信距離の関係
参考文献

- 1) 坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告26(2012)111.
- 2) <http://www.soumu.go.jp/soutsu/hokuriku/denpa/rfid.pdf>
- 3) 坂井ほか:第27回エレクトロニクス実装学会春季講演大会
予稿集p.482

放射光 CT を適用した総合的非破壊モニタリングによる実装基板の信頼性評価技術の開発

企画情報課 佐山利彦* 機械電子研究所 釣谷浩之

コーセル（株） 高柳毅 岡本佳之 （公財）高輝度光科学研究所 上杉健太朗 富山県立大学 森孝男

1. はじめに

電子基板のマイクロ接合部の熱疲労損傷（微細組織の変化や疲労き裂の進展）を放射光マイクロ CT を用いて非破壊でモニタリングし、その信頼性を評価する技術の開発を行っている。加えて、放射光マイクロ CT における観察対象の寸法制約を解消するために、放射光ラミノグラフィによるマイクロ接合部の非破壊観察を試みている。本年度は、放射光ラミノグラフィによるき裂進展過程の定量的な評価の可能性について、放射光マイクロ CT との比較により検証を行った。

2. 放射光ラミノグラフィ技術の開発

通常の放射光マイクロ CT では、X 線ビームと回転軸が直交するように試料を設定する。しかし、電子基板のような平板状の対象は、基板とビームとが平行な方向には、X 線が十分に透過しない。放射光ラミノグラフィでは、回転軸をわずかに傾斜させることで、全ての透過画像で、X 線が十分透過するように設定する。実験では、回転軸を X 線と直交する角度から 20°傾斜させ、試験体を 360°回転させて 3600 枚の透過画像を撮影した。透過画像 1 枚あたりの露光時間は 0.3sec である。試験体には、Si チップを Sn-3.5Ag-0.5Cu はんだ（ $\phi 120\mu\text{m}$ ）で、FR-4 基板にフリップチップ接合したものを用いた。この試験体に、高温保持温度 125°C 、低温保持温度 -40°C 、保持時間 30min およびランプ時間 2min の熱サイクル負荷を加えき裂を進展させた。

3. き裂進展の定量的評価

放射光ラミノグラフィの画像から、き裂を明瞭に識別

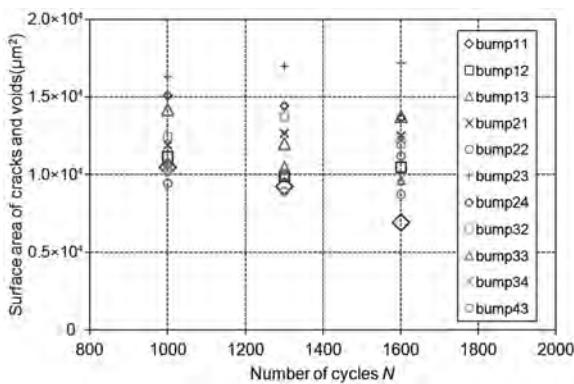


図 1 放射光ラミノグラフィによるき裂進展の定量化

*現 機械電子研究所

可能であり、き裂を抽出しその表面積を計測することができた。図 1 は、ラミノグラフィ画像を基に計測したき裂表面積の変化である。き裂の進展により、熱サイクル試験のサイクル数に応じて表面積が増加するはずであるが、図からは表面積の明確な増加は確認できない。そこで、同じ種類の試験体を縦 1mm × 横 1mm × 長さ 10mm に加工し放射光マイクロ CT を用いて同様の評価を行った。図 2 は、放射光マイクロ CT の画像を基に計測したき裂表面積の変化である。放射光ラミノグラフィとは異なり、明確な増加傾向がみられる。このような結果の違いの理由はいくつか考えられるが、例えば、検出可能なき裂の開口量が、放射光マイクロ CT の方が小さい可能性がある。また、試料の切断によりはんだ接合部に加わる圧縮応力が緩和されたことで、放射光マイクロ CT で用いた試料の方がき裂の開口量が大きくなっている可能性も考えられる。

4. まとめ

放射光ラミノグラフィによるき裂の定量化が可能となった。一方で開口量が非常に小さいき裂を捉えきれず、その限界も明らかとなった。しかし、き裂が大きく開口していく接合部では、き裂進展過程を定量的に評価できる可能性は高く、これを完全な非破壊で行えることから、技術の適用範囲は大きく広がるものである。

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：24560120）の助成を得て実施されたことを記し、謝意を表する。

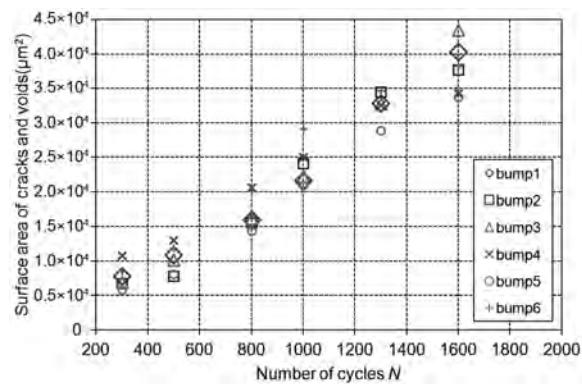


図 2 放射光マイクロ CT によるき裂進展の定量化

スクリーン印刷による結晶方位制御された圧電体薄膜の作製

企画管理部産学官連携推進担当 坂井雄一 機械電子研究所 角田龍則、二口友昭

1. 緒 言

デジタル家電や電装化のすすむ自動車などは高性能な電子部品によって支えられている。電子部品の中でも圧電体は、センサ、アクチュエータのほか、小型環境発電といった幅広い部品に使用されている。現在、圧電材料は鉛を含むPZT系材料が主流であり、環境負荷の小さい非鉛系材料の研究が行われてきたがPZT系に匹敵する特性を得ることは困難であった。圧電材料では、結晶配向によって結晶方位がそろうことで分極方位もそろいやすくなり、結晶方位がランダムなものと比較して大きな特性の発現が期待される。そのため、原子・分子レベルからの緻密な製膜が可能なスパッタ法、ゾルゲル法を用いた配向性薄膜形成に関する研究が多くなされている。これらの手法では工程が複雑になることやパターニングの際に廃液が発生するといった課題がある。そこで、廃液が発生せず、工程も簡単なパターニング手法であるスクリーン印刷法による配向性の非鉛系圧電体薄膜の作製について検討した。

2. 実験方法

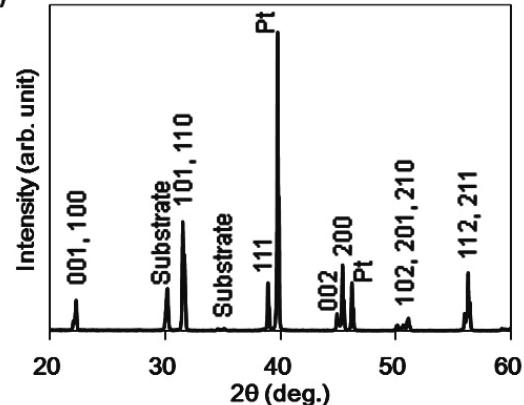
BaTiO₃、MnO₂を出発原料とし、BaTiO₃にMnO₂が0.5～1.5mol%添加となるように秤量、混合し、1350°C2hで仮焼、粉碎し、原料粉末を合成した。この原料粉末にエチルセルロース系のビヒクルと溶剤を混練し、スクリーン印刷用のペーストとした。基板にはジルコニア基板を用い、Ptペーストを印刷、1380°C1hの焼成を行うことで下部電極を形成した。この基板に作製したペーストをスクリーン印刷し脱バインダーの後、1370°Cで焼成を行った。印刷から焼成の工程を3回繰り返した。作製された厚膜については、X線回折測定を行い、次に示すようなLotgering factor¹⁾にて配向率Fを簡易的に評価した。

$$F(\%) = \frac{p - p_0}{1 - p_0} \times 100 \quad (1)$$

$$p = \frac{\sum I(h00) + I(00l)}{\sum I(hkl)}, \quad p_0 = \frac{\sum I_0(h00) + I(00l)}{\sum I_0(hkl)}$$

$I(hkl)$ は膜の hkl ピークのX線回折強度、 $I_0(hkl)$ は無配向粉末の hkl ピークのX線回折強度を示す。Auペーストをスクリーン印刷し、焼成することで上部Au電極を形成し、電気特性の測定を行った。また、厚膜断面をEBSDにて分析した。

(a)



(b)

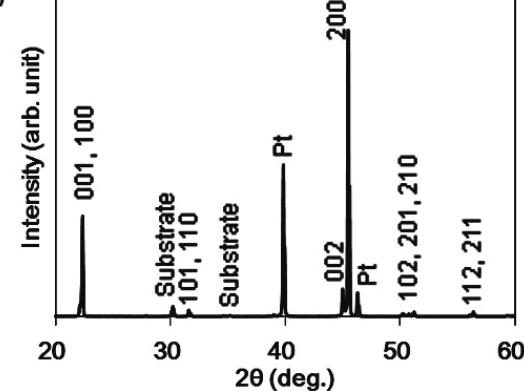


図1 (a)BaTiO₃および(b)MnO₂を添加したBaTiO₃厚膜のX線回折パターン

3. 実験結果、考察

図1に(a)BaTiO₃厚膜および(b)MnO₂を添加したBaTiO₃厚膜のX線回折チャートを示す。MnO₂を添加した厚膜は、本来もっとも強いピークである101、110ピークよりも002、200ピークが強い強度を示しており、001、100方向に強く配向していることが推察される。配向率Fは、無添加のBaTiO₃が0%に対して、MnO₂を添加したものは92%であり、簡単な工法

で配向性厚膜が作製可能であった。配向状態を評価するために、 MnO_2 を添加した BaTiO_3 厚膜の極点図形を測定した結果を図2に示す。 BaTiO_3 は室温で正方晶となっている。図2(a)において200、002極点図が中心付近に分布していることから(100)、(001)面は基板に対してほぼ垂直となっていることが確認された。また、(110)極点図では $\chi=45^\circ$ 付近にリング状に分布していることから、(001)、(100)面は膜の面内方向には方位がそろっておらずランダムな方向を向いていることが推察された。微小領域での配向を評価するために、作製した配向性厚膜の断面をEBSDにて分析した。結晶方位マップを図3に示す。色が濃いほど001方位が基板に対して垂直に近いことを示しており、イラストは方位を直観的に示したものである。図3(a)のSEM像では結晶粒が判別できないが、図3(b)の結晶方位マップでは結晶粒が容易に判別可能であった。また、各結晶粒が垂直に近くなっていることが微小領域においても確認された。さらに、配向性厚膜の断面のEBSD解析を進めると、配向性厚膜は無配向の厚膜と比較して双晶が多くみられ、双晶の形成が配向性膜形成の一因となっているものと考えられた²⁾。また、無配向および配向性厚膜のP-Eヒステリシスカーブを図4に示す。配向性膜の方が強誘電性の指標である残留分極値 P_r が無配向の厚膜が約 $5\mu\text{C}/\text{cm}^2$ に対して配向性厚膜が $8\mu\text{C}/\text{cm}^2$ と大きくなつたが、配向による P_r の劇的な増加は見られなかつた。これは、図1の002ピークと200ピークの強度比が無配向と配向で大きく変わらいためと考えられる。より大きな特性を得るために

キーワード：圧電体、チタン酸バリウム、配向、厚膜

は、分極軸である001方位に向けた配向制御が必要となるものと考えられる。

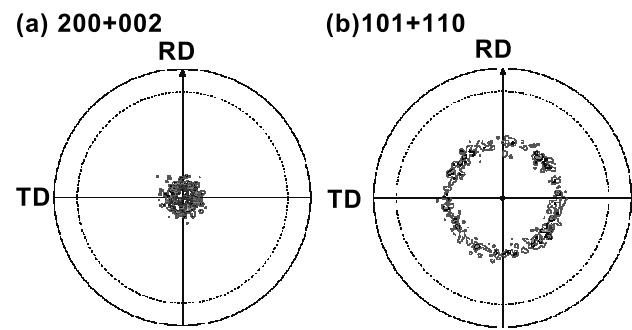


図2: 配向性 BaTiO_3 厚膜の極点図

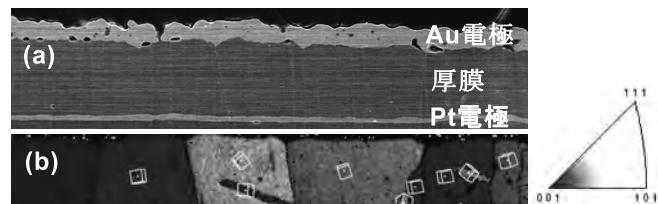


図3: 配向性厚膜断面の(a)SEM像および(b)厚膜部分のEBSD結晶方位マップ

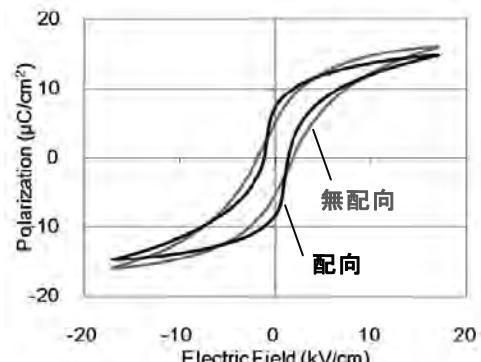


図4: 無配向および配向性 BaTiO_3 厚膜のP-Eヒステリシスカーブ

参考文献

- 1) F. K. Lotgering : *J. Inorg. Nucl. Chem.* **9** (1959) 113
- 2) Y. Sakai et al. : *Jpn. J. Appl. Phys.* **51** (2012) 09LA02

Preparation of Texture-controlled Piezoelectric Thick Films Prepared by Screen Printing

Yuichi SAKAI, Tatsunori KAKUDA, and Tomoaki FUTAKUCHI (Toyama Industrial Technology Center)

The preparation of textured BaTiO_3 thick films by screen printing was investigated. The addition of MnO_2 was effective for preparing thick films with a - and c -axis-preferred orientations. The evaluation result of pole figure measurement for thick films showed that MnO_2 addition was particularly effective for advancing the orientation. The evaluation result of EBSD for the thick films showed that a - and c -axes of grains were perpendicular to the substrate. The remanent polarization P_r of thick films with and without preferred orientation were 8 and $5 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, respectively. These results show that the highly oriented BaTiO_3 thick-film patterns can be prepared by a simple process.

積層造形技術の新製品開発への応用

企画管理部 産学官連携推進担当 林 千歳*、中央研究所 住岡 淳司

1. 緒言

平成 22 年度に導入した積層造形装置は、あらかじめ平面状に敷き詰められた材料粉末に所定の断面形状にレーザを照射し、局的に溶融・凝固することで造形を行うものである。造形時には、固液間の相変態と融点(ポリアミド 12 で約 186°C)から室温までの冷却のプロセスがあり、造形の条件が不適切な場合、不均一な収縮による反り等の変形が起こりやすい。

そこで本研究では、積層造形装置の造形特性の把握を目的に、厚肉の造形モデルの寸法精度、収縮等による変形の程度、及び造形モデルの配置と表面状態との関係、隣接した造形モデル間の熱影響などについて検討した。

2. 実験方法

2.1 使用材料

試験片は、3 次元 CAD により STL 型式で形状データを作成し、STL のエラー修正、造形エリアへの配置、スライスデータ作成を経て造形を行った。

造形粉末は、ポリアミド 12 を用い、Table 1 に示す条件で造形を行った。造形は、同一断面にある模型すべての輪郭を走査後に塗り潰しを行っている。室温まで冷却して取り出し、サンドブラスト等による未焼結粉末除去処理の後に水洗し、20°C 湿度 25% で 24h 保持し乾燥後評価に用いた。

Table 1 積層造形の条件

造形箇所	レーザ出力 W	照射速度 mm/s	オフセット mm	積層厚さ mm
輪郭部	16	1500	0.0	0.10
塗り潰し部	21	2500	0.15	

2.2 試験片の形状と評価項目

Fig. 1 に示すように $40\text{mm} \times 10\text{mm} \times 40\text{mm}$ の直方体の間隔を 2~10mm に変化させて試験片を配置し、造形体の間隔が表面の状態へ及ぼす影響について検討した。また、Fig. 2 に示す薄肉試験片を作成し、隣接する造形体の距離を変化させたときの寸法精度について評価を行った。さらに Fig. 3 に示した、肉厚を 5mm から 40mm に変化させた試験片により、造形体の厚みと造形体の寸法精度の関係について調査を行った。寸法精度については、当センターの大型エックス線 CT により形状をスキャンし、肉厚測定機能、CAD データとの比較機能により評価を行った。

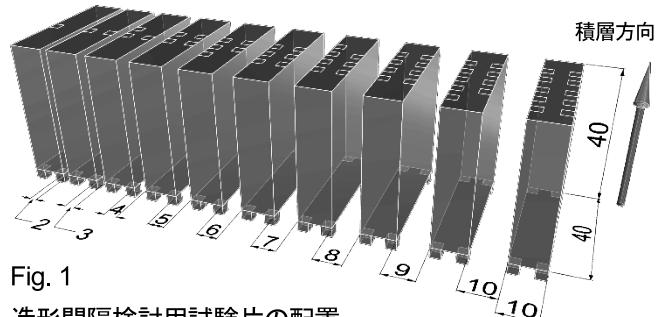


Fig. 1 造形間隔検討用試験片の配置

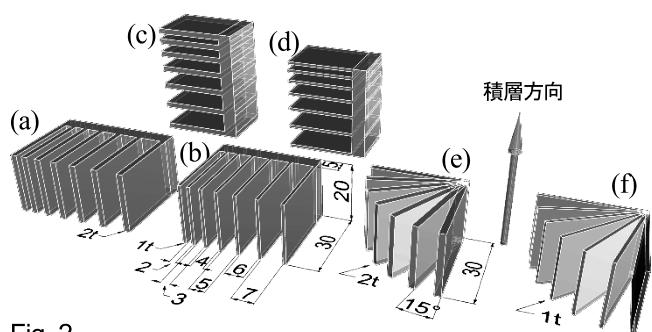


Fig. 2 薄肉試験片の形状および配置

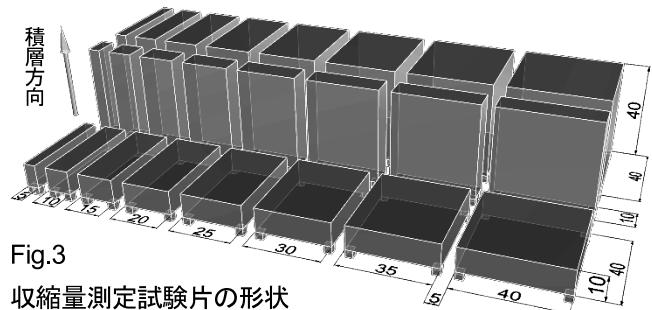


Fig. 3 収縮量測定試験片の形状

3. 実験結果および考察

3.1 造形体の配置の間隔影響

隣接する直方体との距離 d を 2mm から 10mm まで変化させたもの、および隣接する造形体がないものの表面状態を Fig. 4 に示す。なお、積層の方向は図の下から上の方向である。

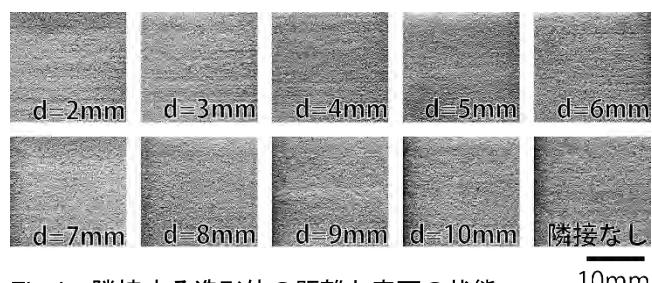


Fig. 4 隣接する造形体の距離と表面の状態

*現 中央研究所

距離 d が 4mm 以下では、表面が粗く積層の段差が他のものに比べ目立つようになっており、少なくとも 5mm、好ましくは 7mm 以上隣接する造形体から遠ざける必要があることがわかる。このことは、レーザ照射により近傍の粉末温度が上昇し、再度レーザが照射されるため、局所的に入熱過剰となるためと考えられる。

Fig. 2 に示す試験片の、隣接する面との間隔と板厚の CT による測定値の関係を Fig. 5 に示す。

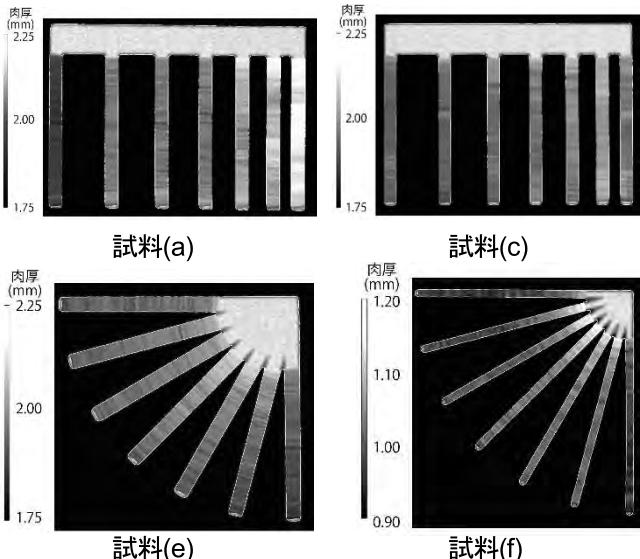


Fig. 5 エックス線 CT 画像による肉厚測定結果

4 試料のいずれも同一の積層断面に造形物が近接するほど、設定した板の厚みが増加するが、5mm 程度間隔を空けることで隣接する造形物の影響が無視できるようになることがわかる。また、試料(c)のように積層の方向を工夫することでこの問題を緩和できることも確認できた。

3.2 造形体の厚みと収縮量の関係

Fig. 3 に示す試験片の寸法を、大型エックス線 CT により測定した。その結果、Z 方向は造形のたびごとに正

確に 0.1mm の粉末を敷き詰めるため、初層と最終層のみが誤差の発生要因となるが、X,Y 方向については、積層する平面の形状に大きな影響を受けていた。Fig. 6 に、造形する面のモジュラス (塗り潰す面積をその輪郭の長さで割った値) M と、造形体の収縮率の関係を示す。

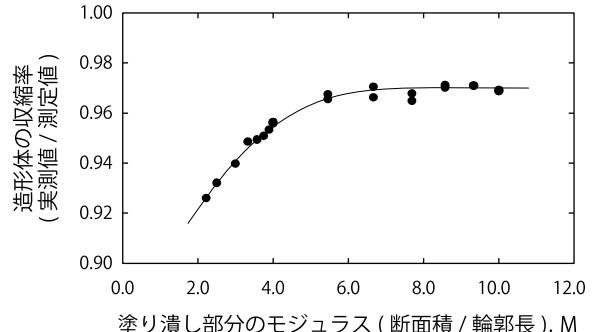


Fig. 6 造形面のモジュラス M と造形体の収縮率の関係

M が 5 以上になると、おおむね設定値の 97% となった。この装置では 3% の収縮があると言われており、妥当な結果である。M が 5 以下の場合、M が小さいほど造形体の寸法は設定値より小さくなる。これは、輪郭部の周囲への熱の放散が大きくなり、レーザ照射の単位長さあたりの見かけの入熱量が減少したためと考えられる。

4. 結言

本研究により、以下のことが明らかとなった。

- (1) 造形体の配置に際しては、隣接部分の熱影響による造形幅の増加や表面粗さの増加を防ぐために、5mm 程度の間隔を空けることが望ましい。
- (2) 造形面上の塗りつぶし部モジュラスが 5 以下となる形状の部分は、レーザからの入熱のうち周囲の粉末に奪われる量が増加することから、造形体は所定の幅よりも薄くなる傾向がある。このため、造形面の塗りつぶし部の幅が広くなるよう、積層の方向に工夫が必要となる。

キーワード：積層造形、配置、収縮、CT 画像

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

Chitoshi HAYASHI, and Junji SUMIOKA

Selective Laser Sintering (SLS) process has the potential to become one of the most useful Additive Manufacturing (AM) technique in recent few years, because it has potential to easily produce the complex shape models. And in these days, the usefulness of the AM system, also known as the 3D Printer, comes to be recommended widely and this technique came to attract an interest in various industrial fields.

In this study, the basic modeling properties of the SLS system, such as surface roughness of the parts and the influence of the parts arrangement on their accuracy were examined.

水系プロセスでのシルクナノファイバー作製技術の開発

産学官連携推進担当 寺田堂彦 生活工学研究所 金丸亮二

1. 緒言

シルク（フィブロイン）ナノファイバーは細胞足場材料として優れた性質を有しているため、多くの大学や研究機関において有望な生体材料として研究開発が行われている。しかし、現状では、シルク単一成分のナノファイバーをエレクトロスピニング法によって作製する際にフッ素系有機溶媒の使用は避けられず、シルクナノファイバーを臨床で使用するためには生体安全性の確保された加工プロセスの開発が必要である。そこで、本研究では、将来的なシルクナノファイバー製品の臨床応用を見据えて、生体安全性に適う水系プロセスによりナノファイバーを作製する技術を開発することを目的とする。

2. 実験方法

2.1 使用材料

シルク精錬糸を9M臭化リチウム水溶液に溶解し、透析してフィブロイン水溶液を作製した。類似研究の先行文献を参考にして、8wt%フィブロイン水溶液に水溶性ポリマー（5wt%PEO (9×10^5 g/mol) 水溶液）を混合（体積比4:1）して紡糸溶液を調製し、紡糸実験に供した¹⁾。

2.2 試験および測定方法

紡糸線霧囲気を湿度制御するために、グローブボックス内にエレクトロスピニング装置を設置した。ガス乾燥ジャーを通過した圧縮空気（RH<10%）を、紡糸口金直近から紡糸線霧囲気に向けて流速4ml/minで灌流して湿度制御を行った（図1）。印加電圧12kV、吐出速度0.3ml/h、紡糸距離120mmを一定として、紡糸線湿度が紡糸結果に及ぼす影響について検討を行った。

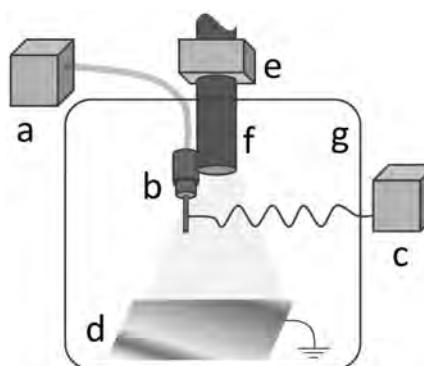


Fig.1 Electrospinning set up; a, syringe pump; b, spinneret; c, high voltage supplier; d, collector; e, drier; f, blowout nozzle; g, glove box.

3. 実験結果および考察

乾燥空気を灌流せずに紡糸した場合（RH>30%）、ビーズ状欠陥を含む結果となった。一方、紡糸線霧囲気に乾燥空気を灌流した場合には、均質で欠陥を含まないナノファイバー（平均直径313nm）を得ることができた（図2）。両実験には同一の紡糸溶液を使用していることから、紡糸線霧囲気の相対湿度が水系エレクトロスピニングの製糸性に著しく作用したことが窺える。すなわち、紡糸線を低湿度霧囲気に保つことによって水分子の蒸発気化が促進された結果、均質な纖維形成が可能になったと考えられる。

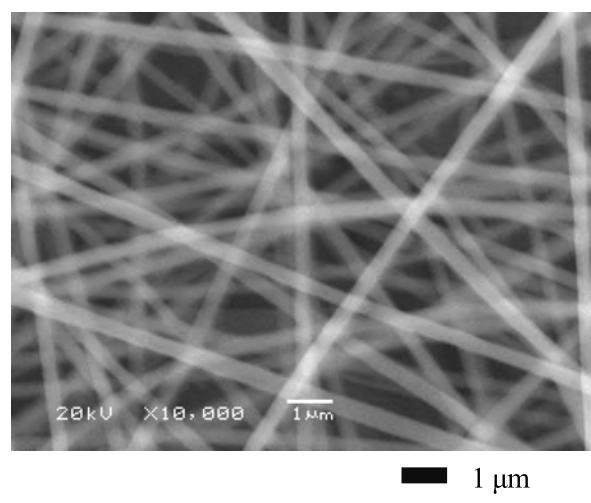


Fig. 2 Scanning electron microscope image of the silk nanofiber electrospun in dry air flow.

4. 結言

水の沸点は高いため、乾式紡糸法の一種であるエレクトロスピニング法には不向きであるが、紡糸線霧囲気の湿度を適切に制御することによって気化が促進され、水溶液から均質で欠陥を含まないナノファイバーを作製することが出来た。

参考文献

- 1) Mao Wang et al: Macromolecules, 37(2004) 6856-6864

謝 辞

終わりに、フィブロイン水溶液をご提供いただいた農業生物資源研究所 玉田 ユニット長（現・信州大学教授）に深く感謝致します。

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

産学官連携推進担当 坂井雄一 中央研究所 小幡勤 機械電子研究所 角田龍則、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を作製し、高性能なセンサー、アクチュエーターを実現するための研究を実施した。これまで下部電極にPtを使用していたが、低コスト化のために、Ag/Pdを用いたものを開発し、これに適する圧電材料の開発も行った。また、環境に適合した非鉛系圧電材料の開発も行った。

2. 実験結果

低コスト化

Ag/Pd粒子のPd比率、形状等を検討し、圧電体厚膜に悪影響を及ぼすガラス成分を含まない下部電極をジルコニア基板上に密着良く形成することができた。図1は、通常のAg/Pd厚膜電極と今回開発したAg/Pd厚膜電極の表面SEM写真を示す。開発品は緻密でほとんど孔のない構造であることが確認できた。

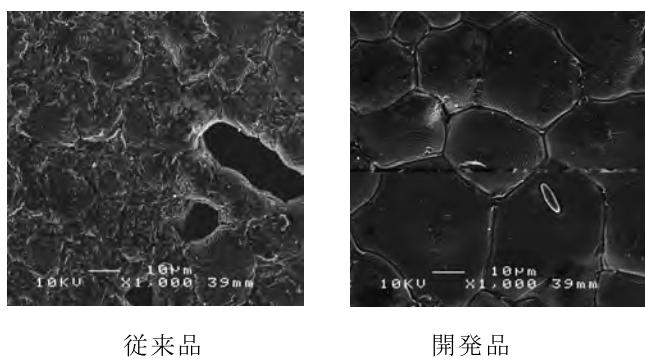


図1 Ag/Pd厚膜電極の表面SEM写真

この電極上に従来より低温で焼成可能な圧電厚膜材料を開発した。比誘電率1060、残留分極値 $P_r=20.0\mu\text{C}/\text{cm}^2$ 、圧電定数 $d_{31}=70\text{pC/N}$ であり、Pt電極上の高温焼成のものに比べて、7割程度の性能のものが得られた。

非鉛材料の開発

BiFeO₃-BaTiO₃系を検討した。図2は、バルクと厚膜における焼成温度と残留分極の関係を示す。厚膜ではバルクに比べて、残留分極の値は全体的に低下しているが、焼成温度1050°Cで $32.0\mu\text{C}/\text{cm}^2$ の残留分極値が得られた。図3は、このP-Eヒステリシスを示す。抗電界は 28kV/cm であった。長さ16mmの片持ち梁において、70V(20kV/cm)印加時に $20.3\mu\text{m}$ の変位が得られ、比較的大きな圧電性を示すことがわかった。

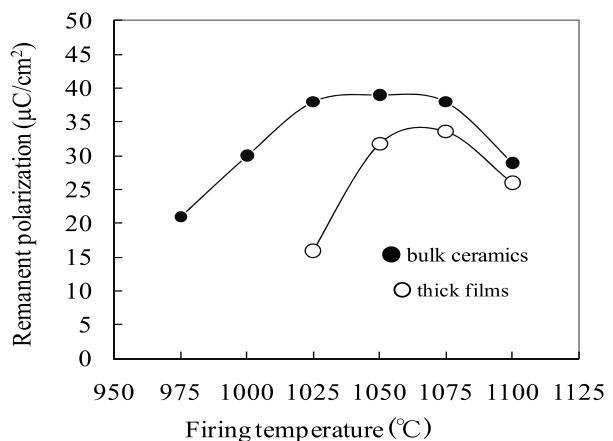


図2 焼成温度と残留分極の関係

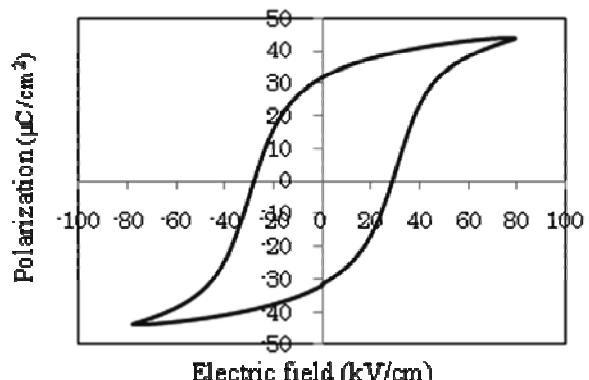


図3 BiFeO₃-BaTiO₃系厚膜のP-Eヒステリシス

鋳造 CAE 利用による鋳造品の高品質化に関する研究

産学官連携推進担当 林 千歳^{*1} 中央研究所 住岡 淳司、山崎 太郎^{*2}

渡辺鋳造株式会社 渡辺 祐二、渡辺 貴史、村本 広志

1. 緒言

高岡銅器業界では、鋳造品の欠陥の発生に大きく影響を及ぼす鋳造方案を、作業者の経験と勘によって試行錯誤を繰り返し修正していた。このため新たな製品の立ち上げ時は歩留が低いため、高コストなことに加え納期も長くかかることから、新商品への対応が苦手で、多様な消費者ニーズに対応できないという課題があった。

そこで本研究では、鋳造解析システムを活用することで、新商品を短納期かつ低コストで生産できる体制を確立することを目指し検討を行った。

なお、本研究は、平成 24 年度地域産業活性化事業費補助金補助事業の一部として実施されたものである。

2. 実験方法

2.1 供試材

まず、φ25×200mm の丸棒(4 本取り)、および「花立て」(2 個取り)の鋳造方案を 3 次元 CAD で新たに作成した。次に、この形状を鋳造解析システムに渡し、湯流れおよび凝固解析を行い、引巣などの発生位置を確認した。初期の方案では、欠陥が製品内部に発生したため、これらが回避できるまで修正・再解析を繰り返し、最適な鋳造方案を作成した。さらに、このデータを基に、積層造形装置にて樹脂(ポリアミド 12)模型を作成した。これを鋳造用原型として用い、生型鋳造法で CAC802 合金(Cu-15%Zn-4.5%Si)により鋳造し、仕上加工を行って供試材とした。丸棒は 120 本、「花立て」は 1,000 個作成した。

2.2 試験および評価方法

供試材の鋳造後、湯道や押湯等製品以外の部分を切断した後、約 0.8mm 旋削し、全試料目視で鋳造欠陥の有無を確認した。また、20 試料抽出して X 線探傷試験を行い、内部の欠陥の状況を確認した。さらに、丸棒試験片 10 本を JIS Z2201 4 号試験片の形状に加工し、引張強度および伸びを測定した。

3. 実験結果および考察

Fig. 1 に、丸棒試験片の鋳造解析システムによる凝固解析の結果の一例を示す。当初押上方案の堰側に引巣欠陥が発生したが、この後に湯道断面形状の変更などで解消された。なお、CAD データ作成から最適な方案作成までに 2 日を要した。最適な方案の形状データを基に積層造

形装置により模型を作成し、これを基に作成した鋳造用原型を Fig. 2 に示す。造型および原型作成は 1 日を要している。これをもとに鋳造された試験片の透視像を Fig. 3 に示す。引巣やガス欠陥は確認されなかったが、「砂噛み」や「酸化物巻込」など、造型や熔解工程に起因する欠陥が 9.2% の試料に存在した。鋳造のままの状態での強度試験の結果は、10 本の平均で引張強度が 423N/mm²、伸びが 39.3% で、良好なものであった。

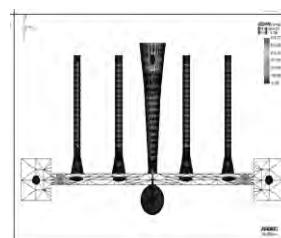


Fig. 1 固定解析の結果

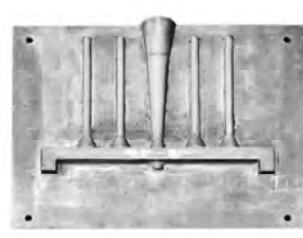


Fig. 2 鋳造用原型の外観



Fig. 3 試験片の透視像

また、「花立て」について丸棒と同様に鋳造解析システムによる方案最適化、積層造形装置による模型作成、鋳造を行った。

その結果、鋳造用原型(2 個取り)に損傷や摩耗は認められず、1,000 個の造型に十分耐えることが確認できた。さらに、鋳造品について切削加工後に目視、および X 線探傷により欠陥の検査を行ったところ、丸棒試験片と同様に造型や熔解工程に起因する欠陥が 9.9% の鋳造品に存在した。なお、鋳造方案の最適化および模型造型に 4 日、原型作成に 1 日、鋳造に 1 日を要した。中子取り用型は既存のものを利用したが、従来 3~4 週間程度要した納期の大幅に短縮が可能となった。

4. 結言

鋳造解析システムなどのデジタルエンジニアリング導入により、新商品を短納期、低コストで供給できる体制の確立を目指した。その結果、約 90% の歩留を達成した。不良は、鋳造方案によるものは確認できず、すべて造型や熔解工程に起因するものであった。

*1 現 中央研究所、*2 平成 25 年 3 月退職

II 中央研究所

□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.....11

評価技術課 氷見清和
加工技術課 柿内茂樹、富田正吾
材料技術課 山崎太郎
(株)ワシマイヤー(株)
(公財)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.....12

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)
(公財)富山県新世紀産業機構 (管理法人)

純度 100%錫製フレキシブル手術用具の実用化に向けた錫金属の

微細パイプ鋳造及び鋼材と一体化したインサート鋳造加工技術の開発.....13
加工技術課 清水孝晃、鍋澤浩文、富田正吾
(株)T・M・C、(株)能作
(国)富山大学
(公財)富山県新世紀産業機構 (管理法人)

木造建築物の大空間・大開口化ニーズに対応する耐震性向上及び柱・梁のダメージを減少する

高強度・高振動吸収締結ユニットの開発.....14

評価技術課 吉田 勉
加工技術課 富田正吾、川堰宣隆、清水孝晃
(株)グランドワークス、上田建築設計事務所
(国)富山大学、(国)京都大学、(国)信州大学
(公財)富山県新世紀産業機構 (管理法人)

□(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.....15

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

個の免疫医療システムの基盤開発.....16

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 小澤龍彦、岸 裕幸、村口 篤

□科学研究費補助金

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

加工技術課 小幡 勤

反応性イオンエッチング法によるポリマー表面のモフォロジー制御とその応用.....	18
加工技術課	鍋澤浩文
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.....	19
加工技術課	川嶽宣隆
血液中の微量な腫瘍細胞を補足するマイクロチック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、長田拓哉、岸 裕幸、塙田一博
複合化高圧ジェットミル法による微粒子を応用した膜創成技術.....	21
加工技術課	岩坪 聰
(国)宇都宮大学	石井 清
マイクロ流体チップシステムによる肺癌での循環腫瘍細胞の高感度検出法の開発.....	22
材料技術課	大永 崇
(学)産業医科大学	岡 壮一、田中文啓
悪性胸膜中皮腫における末梢血液中バイオマーカーの開発.....	23
材料技術課	大永 崇
(学)産業医科大学	田中文啓
□富山県立大学「产学官連携研究」	
救急医療現場における映像伝送及び個人情報収集・提供システムの開発.....	24
材料技術課	塙本吉俊
ILOffice	池谷 薫
富山県立大学	松本三千人
□フロンティア研究推進事業	
花持ち延長技術の開発.....	25
加工技術課	岩坪 聰、住岡淳司
農林水産総合技術センター	辻 俊明、浦嶋 修、井上徹彦
富山県立大学	楠井隆史
□ナノテクものづくり基盤技術創成研究	
超精密切削加工による3次元金型作製とインプリント成形への応用.....	27
加工技術課	川嶽宣隆、小幡 勤
□一般研究	
超精密加工用工具の開発と応用に関する研究.....	29
加工技術課	川嶽宣隆
材料技術課	杉森 博
デジタルエンジニアリングを活用した伝統産業支援のための新商品デザイン開発.....	31
材料技術課	住岡淳司
産学官連携推進担当	林 千歳

薄膜型熱電対を利用した微小液体流量センサの開発.....	33
評価技術課	奈須野雅明
加工技術課	小幡 勤
居住環境モニタリング技術に関する研究.....	35
材料技術課	塚本吉俊
評価技術課	佐々木克浩
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.....	37
評価技術課	関口徳朗、奈須野雅明
機械電子研究所	石黒智明
摩擦攪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.....	39
加工技術課	柿内茂樹、清水孝晃、富田正吾
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.....	41
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
マイクロフローシステムを用いるキノン類の合成方法の開発.....	43
材料技術課	山崎茂一
機械電子研究所	横山義之
生活工学研究所	山崎泰之
ファイバーレーザによる金属材料の先進加工技術の開発—レーザクリーニング技術の検討—.....	45
加工技術課	清水孝晃、富田正吾
□企業との共同研究	
セラミックスによる高遠赤外線放射纖維の開発.....	46
加工技術課	岩坪 聰
美濃顔料化学(株)	各務 真一
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.....	47
評価技術課	氷見清和
加工技術課	柿内茂樹、富田正吾
生活工学研究所	水野 渡
(株)北熱	嶋村公二、政 誠一
FSWツールの表面機能化に関する研究.....	48
加工技術課	柿内茂樹、富田正吾
評価技術課	氷見清和
(株)北熱	田辺政哉、政 誠一
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.....	49
加工技術課	鍋澤浩文
立山マシン(株)	人母 岳
(国)大阪大学	加藤裕史
(国)新潟大学	安部 隆
大島商船高等専門学校	浅地豊久

ファインセラミック材を使用した打錠機用異形臼の開発	50
加工技術課	川嶽宣隆、清水孝晃
(株)石金精機	加藤義一
(株)ビー・エム・プロダクツ	黒川正博
血中循環腫瘍細胞捕捉チップの量産化およびシステム化に関する技術開発	51
材料技術課	大永 崇
(国)富山大学	塚田一博
(株)リッセル	堀田裕二、辰尾君典
環境に優しい曲げ加工用樹脂積層中子の開発	52
材料技術課	住岡淳司
企画管理部	土肥 義治、林 千歳
協同アルミ(株)	矢島 勇治、木下 茂、日尾 嘉伸
医療用バイオチップの商品化	53
加工技術課	小幡 勤
北陸電気工業(株)	数井雅之、中溝佳幸
アルミ鋳造金型用複合サイクル試験機の開発と評価	54
評価技術課	関口徳朗、冰見清和
企画管理部	土肥義治
(株)松村精型	佐々木宏介、林 圭一
面圧分布検出型触覚センサシートの研究開発	55
加工技術課	小幡 勤、柿内茂樹
材料技術課	大永 崇
(株)オーギヤ	水島昌徳、高木茂王
低質材の部材化技術の開発-低質材を高耐久部材として利用するための微粒子型木材保存剤の開発	56
加工技術課	岩坪 聰
農林水産総合技術センター	栗崎 宏
大日本木材防腐(株)	蒔田 章、赤堀 裕一
□若手研究者育成支援共同研究	
SW 電源の電磁ノイズのシミュレーション	57
評価技術課	宮田直幸、佐々木克浩
材料技術課	塚本吉俊
加工技術課	岩坪 聰
機械電子研究所	浅田峯夫
若い研究者を育てる会	
コーチャー(株)	野口 拡
□ベンチャー創成等支援共同研究	
有核赤血球分離のためのフィルタの作製	58
加工技術課	小幡 勤
材料技術課	大永 崇
機械電子研究所	高田耕児
エスシーワールド(株)	下岡清美、滝下杏奈

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技術の開発

評価技術課 氷見清和、加工技術課 柿内茂樹 富田正吾、材料技術課 山崎太郎、
ワシマイヤー株式会社、公益財団法人富山県新世紀産業機構（管理法人）

1. 緒言

軽量なマグネシウム鍛造ホイールは、F1 レースに用いられているが、鍛造技術、機械的性質および耐食性を含めた量産安定化技術に課題があるため、一般乗用車向けには未だ利用されていない状況である。

本研究（戦略的基盤技術高度化支援事業）では、低成本な多段鍛造法、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な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な製品を市場に投入することを目指す。

富山県工業技術センターでは、一般自動車用ホイールの開発において、最適な鍛造加工条件および表面処理技術を確立するため、疲労強度を含めた各種機械的性質の測定、FE-SEM/EBSD や TEM 等による金属組織解析、化学成分等について詳細な評価試験を実施した。

2. 結果

図 1 に、(a) 鋳造ビレット、(b) 鍛造工程途中、(c) 鍛造加工後のホイールにおける結晶粒径および結晶方位の解析結果を示す。最適化した加工条件により、前年度に比べ更に工程数を大幅に削減しながら、ホイールの各部位で結晶粒径が $10\mu\text{m}$ 以下となり目標とする結晶粒微細化（目標値 $30\mu\text{m}$ ）を達成した。また、引張試験および衝撃試験は、概ね目標値を満足し、実性能で重要な疲労強度も大きく向上させることができた。

図 2 に、塩水噴霧 1000 時間試験後の試料表面写真を示す。耐食性について、皮膜処理液の能力の向上に加え、塗装方法の改善も検討したところ、良好な結果を得た。しかし、皮膜処理後の疲労強度の低下については、処理条件により強度差が発生することが判明した。今後、目標とする強度が安定的に確保できるよう、処理条件の確定を進める計画である。

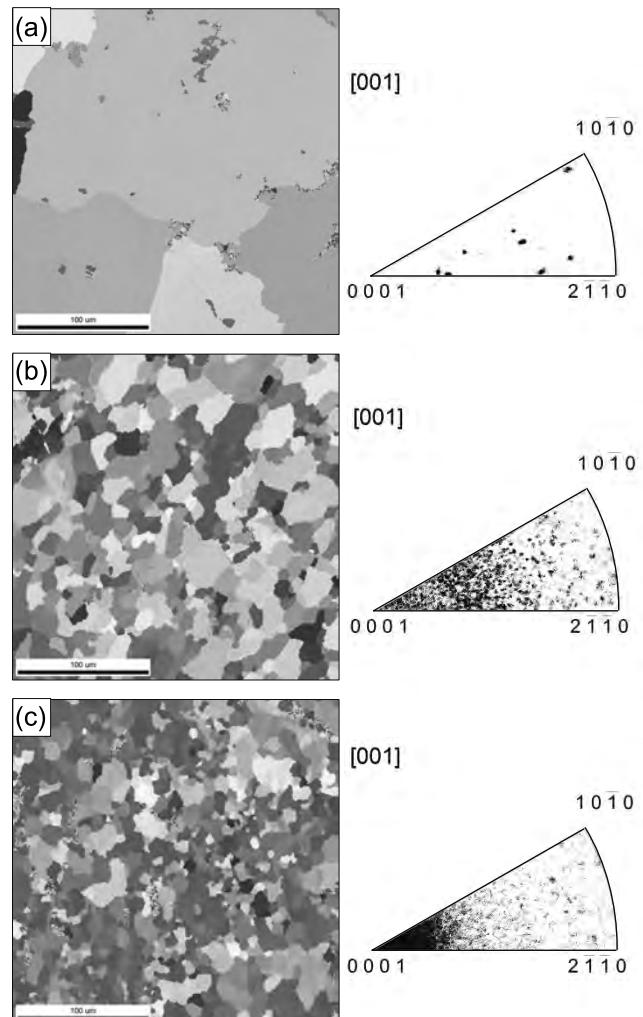


図 1 結晶粒径および結晶方位の解析結果。
(a)鋳造ビレット,(b)鍛造工程途中,(c)鍛造加工後

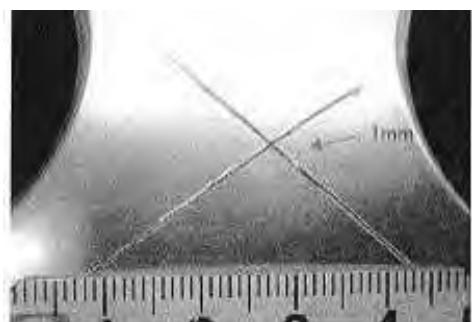


図 2 塩水噴霧 1000 時間試験後の試料表面。

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、評価技術課 氷見清和
(株)VIC インターナショナル、コンチネンタル(株)

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（ティグ溶接、レーザ溶接）の開発及びその施工方法を実現するため、H23年度開発した2重シールドティグトーチによるティグ溶接及びファイバーレーザによるレーザ溶接について検討し、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. 各種溶接施工法の検討

図1に開発したティグトーチの外観と構造模式図を示す。センターガスにはHe+Ar混合ガス（25、50He）を用い、アウターガスは、純Arガスとした。

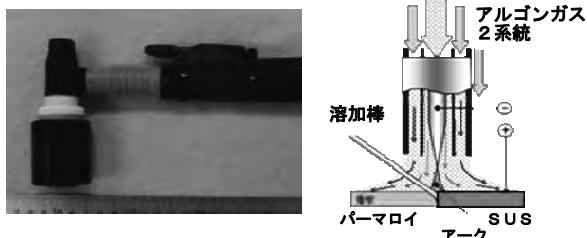


図1 2重シールドティグ溶接トーチと内部構造

図2に示すように真空容器製作において、ドーム一帯板、帯板—フランジ及び帯板製作の3つの溶接施工が必要となる。フランジ材は、SUS316であるため異種金属溶接となる。ドーム一帯板の場合、ヘラ絞り加工によりドーム板厚が減少するため、板厚差があるテラードプランク溶接となる。ティグ溶接では、溶接電流を70～90A、溶接速度を155～260mm/minと変化させた。図3にティグ溶接及びファイバーレーザ溶接での溶接部マクロ組織を示す。(a)はティグ溶接、(b)はレーザ溶接部（左側:SUS316、右側:パーマロイ）の組織を示す。いずれも欠陥のない良好な溶接部組織が形成できた。図4は、ティグ溶接継手（ドーム一帯板）の硬さ分布を示す。溶接金

属の硬さは、約HV160でほぼ均一であった。

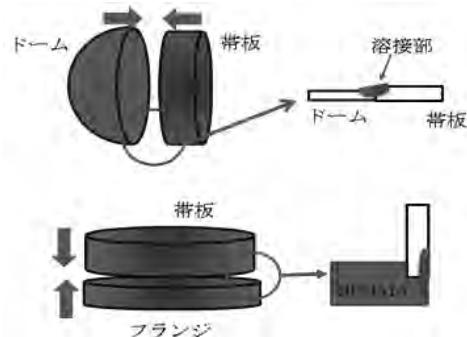


図2 溶接施工箇所と継手形状

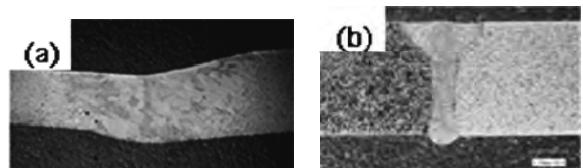


図3 溶接部断面マクロ組織

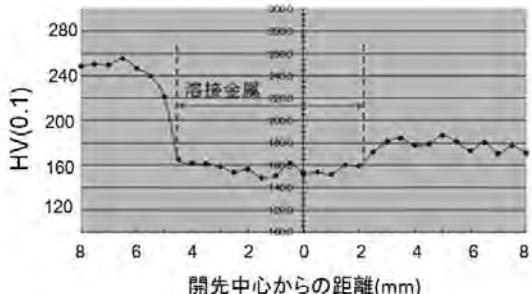


図4 ティグ溶接部の硬さ分布

3. ドーム型真空容器の試作

図5にティグ溶接施工によるドーム型真空容器の外観を示す。真空漏れがなく、事業目標である地磁気の1/600(0.1μT)まで残留磁界の低減に成功した。



図5 試作ドーム型真空容器の外観(直径600mm)

純度 100%錫製フレキシブル手術用具の実用化に向けた錫金属の微細パイプ铸造及び鋼材と一体化したインサート铸造加工技術の開発

加工技術課 清水孝晃 鍋沢浩文 富田正吾
(株)T.M.C, (株)能作, (国)富山大学, (財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

1. 諸言

本研究は、手術用具の利便性・機能性の向上を目指し錫金属の柔軟性と無反発特性を活かした新しい手術用具の実用化に向け、錫金属の微細パイプ铸造及び鋼材と一体化したインサート铸造加工技術を確立するものである。試作した錫製手術用具の耐久性、変形能力を評価するため脳ヘラの耐曲げ性能評価、アーム付き脳ヘラの取付金具の接合強度評価、吸引付き脳ヘラの評価及び自在フックの評価を実施した。

2. 実験方法

脳ヘラの耐曲げ性能は、試験体が破断するまで試験体に曲げ角度 90°曲げ半径 30mm の変形を繰り返し与え評価した。試験体は試験体の端から 70mm が端面になるようにバイスに挟みマシニングセンタ主軸とバイス端の距離が 70mm になるよう XY テーブルにバイスを取付け主軸に取り付けた硬質棒に試験体を巻きつけた。この状態で主軸との相対位置が 90°動くように XY テーブルを操作した。移動速度 3300mm/min で曲げ半径が 30mm のガイドに沿わせて変形を与えた。測定は曲げ変形付与ごとに試験体を取り外し、平らに伸ばした後表面の観察と断面形状測定、曲げ荷重測定を行った。曲げ荷重は片持ち梁形状に試験体を保持し曲げに要する荷重を測定した。固定端から 50mm の箇所に半径 5mm の押し治具で荷重変位量が 30mm まで押し込み最大荷重を測定した。試験体は 3 本で実施した。

3. 実験結果

曲げ変形を繰り返し与えた結果、試験片 1 は 319 回、試験片 2 は 263 回、試験片 3 は 274 回で破断した。試験体は 90°まではガイドに沿って変形するが、0°に戻る時は曲げ変形が残ったまま戻り元の形状にはならない。2 周期目以降は曲げ変形が残った状態で曲げ伸ばしされる。曲げ変形により試験体表面には結晶模様が現れ、回数の増加とともに模様による凹凸が大きくなる。図 1 に示すように、160 回で折れ曲がり部が明瞭になりき裂が成長し溝が認められそれが深く発達し破断に至る。

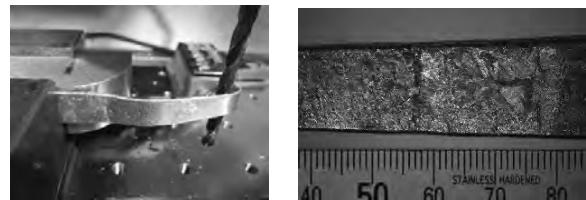


図 1 160 回曲げ付与時の状態

図 2 に曲げ荷重変化を示す。曲げ荷重は回数の増加に伴い減少し、新品時では 6.5N、100 回では 5.4N、200 回では 3~4N と変化し破断前ではほぼ 0 となっている。160 回を超えると落ち込みは大きくなる。よって、90°曲げを付与した場合、返し使用可能回数は 150 回程度であると考えられる。

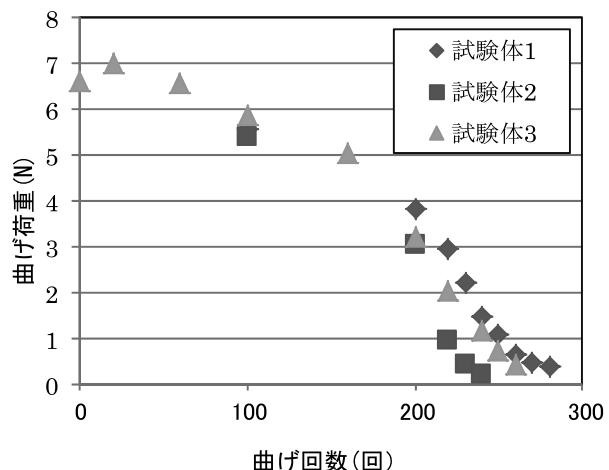


図 2 曲げ荷重の変化

4. 結言

- ・脳ヘラに曲げ半径 30mm 曲げ角度 90°の曲げ変形を繰り返し付与した結果試験体 1 は 319 回、試験体 2 は 263 回、試験体 3 は 274 回で破断した。
- ・曲げ付与時の変形はバイス端面より離れた箇所を支点とした曲げ変形となった。
- ・試験体表面には 120 回でき裂の発生が認められ、150 回で溝状の凹凸の発生が認められた。
- ・曲げに要する力は新品時で 6.5N であり曲げ変形付与 160 回を超えると急激に低下した。
- ・本試験のような曲げ変形を付与した場合、脳ヘラの使用可能回数は 150 回と考えられる。

木造建築物の大空間・大開口化ニーズに対応する耐震性向上及び柱・梁のダメージを減少する高強度・高振動吸収締結ユニットの開発

評価技術課 吉田勉、加工技術課 富田正吾、清水孝晃、川堰宜隆

(株)グランドワークス、上田建築設計事務所、国立大学法人富山大学、国立大学法人京都大学、

国立大学法人信州大学、財団法人富山県新世紀産業機構（管理法人）

1. 諸 言

本研究は、平成24年度経済産業省戦略的基盤技術高度化支援事業（平成24年度～平成26年度の3か年計画で実施予定）による委託研究である。阪神大震災を始め、中越地震、東日本大震災など最近の大地震からフレームの強度向上、フレーム結合部（継手部）の強度向上や地震力を吸収する技術の開発が強く求められている。また、住宅リフォーム需要が年々拡大する状況のなかで、低成本での耐震改修を実現する技術の確立が川下住宅メーカーから求められている。本研究開発では、ラーメン構造の木造建築物の結合部の高強度化及び振動吸収性を高めることで、大地震時の地震力を結合部で吸収して木造建築物の構造部材の損傷を防ぎ、再利用を可能にする技術の開発を目的とする。

2. 実施内容

開発結合部は、「締結ユニット」と呼び、木材と結合部を高強度につなぐ「特殊螺旋ボルト」及び「連結金物」、振動吸収機能を有する「変形金物」で構成されており、開発内容は、以下のとおりである。

- ①特殊螺旋ボルトの開発
- ②変形金物の設計試作及び性能評価
- ③締結ユニット搭載型建築の構造計算による最適構造体の試算
- ④締結ユニットを搭載したフレーム体の性能評価

3. 研究成果

3. 1 特殊螺旋ボルトの開発

ネジ込み易く引き抜き抵抗の高い螺旋ボルトの開発を目的とした。具体的には、螺旋ボルトのネジ山角度を従来品より小さい20度に統一し、欧州赤松集成木材に対する引抜き耐力160kN（ボルトの働き長さ20cm）以上、ネジ込みトルク70Nm以下を目標として特殊螺旋ボルトを作成し、評価試験を実施した。試験

結果から、引き抜き耐力及びネジ込みトルクは目標値を満足する結果が得られた。また、従来の製造工程の丸棒材から螺旋ボルトを作成する方法と異なり、加工工数削減による低成本化を図るため、パイプ材から螺旋ボルトの作成を行うための3軸転造加工装置を設計・試作した。試作した加工装置を用い、パイプ材から作成したボルト表面の残留応力を測定した。今後は、残留応力測定結果などとの整合性評価が行える転造解析モデルを作成してシミュレーション実験を行い、適正加工条件を探求し、外径30mm以上（引き抜き抵抗の大きい）の特殊螺旋ボルトの開発を行う。

3. 2 変形金物の設計及び性能評価

SN400で試作した変形金物を用いて締結ユニットを作成し、締結ユニットの負荷試験を行ったところ、当初目標としていた回転剛性4000kNm/rad以上、変形性能1/20rad以上を満すことが確認された。今後は、低成本化のためSS400で作成する。また、累積歪による影響を明らかとするため、材料の疲労特性調査などを実施する予定である。

3. 3 締結ユニット搭載型建築の構造計算による構造体の試算及び締結ユニットを搭載したフレーム体の性能評価

構造計算手法により、締結ユニットを搭載したフレームの適用について、住宅・事務所の階数、スパンや積雪による影響を検討した。積雪1.5mで大地震に被災した木材住宅用2階建て建築物の試算結果によると、締結ユニットの回転剛性は10000kNm/rad以上が必要で、当初目標の回転剛性では不十分であることが明らかとなった。また、現状の締結ユニットの剛性・変形性能を3倍とした場合、積雪1.5mで大地震による被災の影響をシミュレーション実験で検証したところ、締結ユニットの変形性能1/20rad以下と大地震による影響が回避できる知見が得られた。以上の結果を踏まえ、今後は、当初目標の3倍の高耐力を有する締結ユニット（当初変形金物の3倍の使用枚数等）を開発する予定である。
<詳細は、H24戦略的基盤技術高度化支援事業成果報告書を参照。>

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、工業技術センター 榎本 祐嗣

(財) 機械振興協会 山口 誠*1、梶村 眞二、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、原理的に冷却されたシリンダで多量の煤が発生し、潤滑油中への混入が避けられない。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、数%の煤が潤滑油中へ混入した状態になる。この煤が、エンジン内摺動部品の摩耗特性の劣化を引き起こすことが問題にされており、早急な次世代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た。

2. 実験方法及び結果

本研究では次のサブテーマで、煤の摩耗に及ぼす影響を調べた。摺動部品としては、チェーンを想定した。

- (a) 粉末パック法による炭化物膜の作製
- (b) 使用した材料の機械的特性
- (c) 炭化物の熱分析による酸化安定性の評価
- (d) 油中ピン・オン・ディスク型試験機による摩擦摩耗試験
- (e) 摺動面の元素・構造解析
煤の形態変化
顕微ラマン分光法による煤の構造解析
- (f) チェーン駆動試験
実機試験に近い製品の摩耗試験
- (g) 煤油環境下での求められる材料特性

最初に粉末パック法にて、CrCとVC膜を作製し、膜の構造を評価した。その後膜表面の機械的特性をフィシャーインストルメンツ社ピコデンターHM-500にて測定した。実機で使用されている張力などの条件と得られた弾性率から、摺動面のヘルツ面圧を概算した。その面圧で摩擦摩耗試験が行えるように、治具等を設計し試験を行った。摩擦摩耗試験機は、レスカ社フリクションプレーヤ(Model:FPR-2100)を使用し、80°Cの環境で煤なしの0%と1%の煤濃度の油中での摩耗試

験を行った。CrCとVC硬質膜の相手材として、S53C鉄鋼材料を用いた。煤のない0%の場合は、初期の摩擦係数 μ は0.14程度であったが、時間が経過するにしたがって、0.05まで減少してきた。一方、煤がある濃度が1%の場合は、 μ は減少せず、逆に少し上昇する傾向があった。このことは、煤油ではなじみが起こらないことを意味し、摺動面粗さが変化し続けていることを示している。摺動速度と μ の関係を示すストライベック曲線からの考察とSEMなどの観察の結果、煤がある場合の摺動は、CrCあるいはVCなどの膜と鉄鋼材の間に潤滑油の層があるのではなく、煤を介在とする3元アブレッシブの状態になっていることがわかった。このような摺動状態では、硬質膜には界面で疲労剥離の大きなダメージを受ける。

図1に、非接触表面形状測定機Zygo社NewView 7300で評価した(a)OM像と(b)トポ像を示す。損傷部分は黒く見えているが、摺動面先端部分で膜の表面剥離が発生し、それを起点として膜の破壊が後方に広がっていた。トポ像ではその部分が0.1μm深くえぐれていることが観察できる。

図2に、CrC膜の摩耗の進行状態を示す。最初に疲労剥離が発生し、その後急激に摩耗が進行するアブレッシブ摩耗になっていた。つまり、煤油で使用する場合、膜には硬さと共に、高い耐疲労特性が求められることが示された。

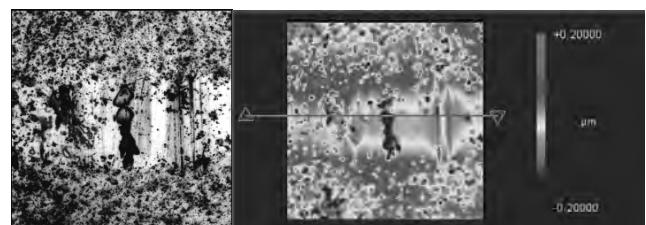


図1 煤油潤滑におけるVC膜の摺動面損傷

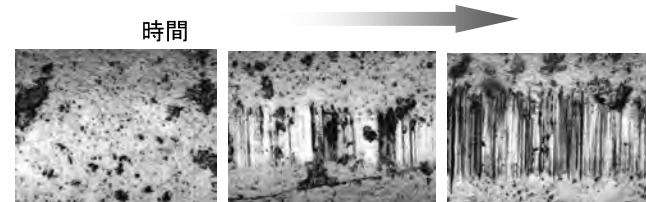


図2 CrC膜の摩耗進行状態

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。

*1 現 秋田大学

個の免疫医療システムの開発

加工技術課 小幡勤 材料技術課 大永崇 評価技術課 奈須野雅明

富山大学医学薬学研究部 小澤龍彦 岸裕幸 村口篤

1. 緒言

これまでのある症状に対して一律な対応をする医療から、個々の患者の症状に合わせたテーラーメイド医療へと医療システムが進みつつある。例えば個々の患者それぞれが持つ免疫機能を診断することで、その患者個人に最も適した治療を提供することが可能で、高い治療効果を得ることも夢ではない。

本研究では、免疫をつかさどる細胞を効率よく採取できるバイオ(細胞)チップを開発することを目的とした。

2. ハイブリッド型磁気チップ

2.1 仕様

すでに開発しているシリコンをベースとした細胞チップの欠点であった細胞捕獲率を向上するために、従来の自然沈降によるマイクロウェルへの細胞の充填から、磁気による強制的なマイクロウェルへの配列とした。

マイクロウェルは $10\sim15\mu\text{m}$ 径とし、ウェル底面には Ni ベースの磁性膜を配置した。250nm 径の磁気ビーズで修飾した細胞をチップ上に播種すると、チップ下に配置した磁石からの磁束がマイクロウェルへ集中するため、細胞がウェルへと瞬時に引き込まれる。また、透明レジストの採用により磁性膜が存在する場所以外は光が透過するようになっている (Fig.1 参照)。

2.2 試作

基板はガラスを選択している。ガラスに下地電極を形成し、それを利用して磁性膜を電気めっきにて成長させている。磁性膜は $1\mu\text{m}$ 厚以上とし、磁気修飾された細胞が充分引き寄せられるような磁束密度を得られるようにした。

マイクロウェル材料には、透明で自家蛍光の少ないフ

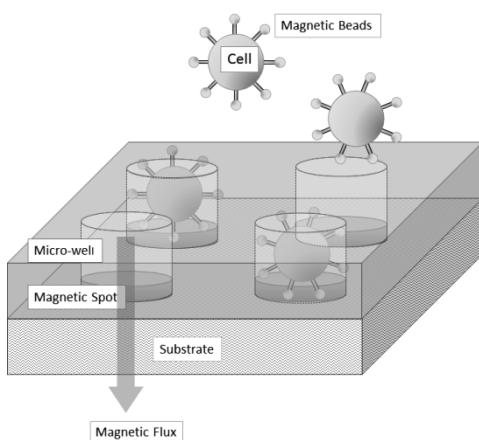


Fig. 1 Hybrid magnetic microwell-array chip.



Fig. 2 Resin beads at the microwells (Backside view)

オトレジストである東レダウコーニング製 WL-5351 を用いた。

工程は MEMS センサなどで用いられる深掘りエッチング装置などを利用せず、フォトリソグラフィとめっき工程が中心となっている。

3. 実験結果および考察

磁性膜の効果は、磁気修飾した樹脂ビーズによっておこなった。リンパ球とほぼ同じ大きさの樹脂ビーズに 250nm の磁気ビーズを修飾し、チップ上へ播種したところ、数秒で投入した樹脂ビーズがウェルに格納されることが確認できた (Fig.2)。また、富山大学医学薬学研究部にて磁気修飾したリンパ球を播種したところ、同様にシリコンチップ以上の充填率が得られることを確認した。

4. 結言

本研究では、磁気をチップシステムに導入することで細胞の捕獲性を大幅に改善することができた。今後はマイクロウェル樹脂材料などの最適化が必要であり、引き続き調査をする必要がある。また、リンパ球だけでなく、他の細胞などへの応用も可能であり、今後アプリケーション開発等を継続していく。

謝 辞

本研究は、文部科学省地域イノベーション戦略支援プログラム 富山・石川地域「ほくりく健康創造クラスター」に基づきおこなわれました。関係者の方々に深く感謝いたします。

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

1. 緒言

ヒトの血液の中には、およそ 60 兆個程度の細胞が含まれているといわれており、主に赤血球や白血球などで構成されている。白血球のうちリンパ球はヒトの免疫機能に深く関わっており、体外から侵入した異物を除去、中和などの役割を持っている。例えば、ウィルスなどに感染した際には、B 細胞がそれを認識することで免疫機能が起動する。しかしながら、あるウィルスに対して反応する B 細胞は数万から数十万個に一つくらいしかなく、今後中心となっていく免疫医療では、細胞のスクリーニングをいかに効率的におこなうかが鍵となっている。

本研究では、高い効率でこれらの細胞を選別可能な細胞スクリーニングチップの開発を目的としている。

2. 細胞スクリーニングチップ

2.1 構成

細胞スクリーニングチップは、ガラスを基板としてその上に磁性膜、マイクロウェルがビルトアップされている。ドーナツ形状の磁性膜は、磁束を整えることと抜けた穴から細胞を観察できるような役割をもっている。この磁性膜とマイクロウェルが 1 セットとなって、チップ上に数万～十数万セット配列されている。

2.2 試作工程

透明なチップを実現するために ITO 膜付ガラス基板を採用し、電気めっきにて十数 μm 径の磁性膜を成膜している。次に透明レジストを塗布し、磁性膜直上にフォトリソグラフィ技術でマイクロウェルを形成する。利用した透明レジストにおいては、試作工程で熱負荷をできるだけ与えないように注意し、自家蛍光の発生を最小限にするようにしている。

3. 課題と解決

試作工程において、ITO 膜上のめっき膜の密着不良と透明レジストの残留自家蛍光が課題となった。

3.1 ITO 膜上への磁性めっき膜の形成

ITO 膜上へのめっきにおいて、めっき中あるいはめっき後のマスクレジスト剥離の工程でめっきパターンが剥離するという不良が多発した。めっき条件によって傾向が変わるものの大いに改善はみられなかった。そこでめっき前の前処理におこなう薬品処理を一部変更し、ITO 膜の最表面状態を変えて効果があるかを確認した。これによりめっき浴中の剥離は大幅に改善され、ラインパ

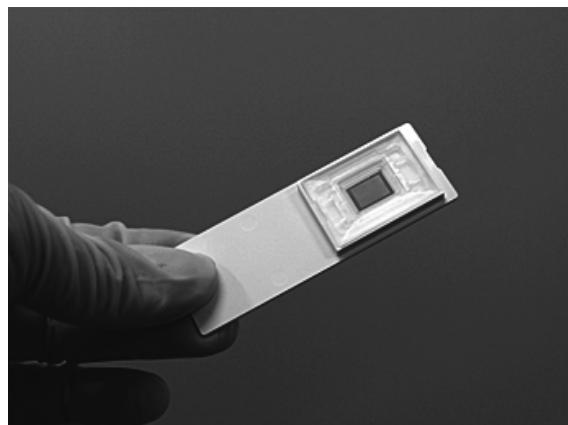


Fig.1 Transparent magnetic microwell-array chip

ターンでの応力剥離もなくなった。しかしながら、マスクレジスト剥離時に一部剥離が起こることから、さらにめっき後の処理によって改善することを試みたところ、プラズマ処理が効果的であることがわかった。これらの改善により、この後の工程に充分耐える密着度のめっき膜の形成に成功した。

3.2 自家蛍光処理

レジストからの自家蛍光は、蛍光顕微鏡でのバックグランドとなってしまい、微弱な信号の観察を阻害することから出来るだけ低いレベルに抑えられる必要がある。今回採用した透明レジストは熱工程に注意すればその自家蛍光は充分低いレベルに抑制される。しかしながら、スクリーニングの感度を向上させるためには、さらに低くすることが望ましい。そこで蛍光顕微鏡での観察の際、同じ場所を観察していると蛍光が徐々に消光していくという現象が見られたことに着目して、これを応用して特定の波長の LED 光をサンプルに照射することで消光する方法を考案した。試作サンプルでは安定して 30% 以上の自家蛍光の低下が認められ、充分に低いレベルに抑制できることがわかった。

4. 結言

高効率で細胞を捕らえ、スクリーニング可能な細胞チップの開発をおこなった。めっき膜の密着性と自家蛍光の抑制に成功することで実用的な透明な磁気チップを作製することが可能になった。

謝 辞

本研究は JSPS 科研費 22510128 の助成を受けたものです。透明レジストに関して東京応化工業株式会社のご協力に感謝します。

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

フッ素樹脂プレートは、汎用性熱可塑性樹脂の中でも耐熱性や耐薬品性等優れた特性を持っているので、微細加工することが可能になれば、MEMS やマイクロリアクターの分野で広く使われることが予想される。フッ素樹脂プレートの微細加工について、レーザや放射光などを用いた事例は多数あるが、反応性イオンエッティングを用いた微細加工については殆ど報告がない。そこで、本研究では、代表的なフッ素樹脂であるポリテトラフルオロエチレン(PTFE), 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重合樹脂(PFA)プレートのエッティング特性について調査したので報告する。

2. 実験方法

エッティング試料には、25mm 角で厚さ 1mm の PTFE 及び PFA プレートを用いた。エッティングには磁場支援型反応性イオンエッティング装置を用い、試料ステージを 0°C に保持した状態で、酸素プラズマに対するエッティング特性を調査した。

(1) エッティング速さの圧力依存性

酸素プラズマエッティングにおいて、0.1Pa から 2.0Pa のチャンバー圧力範囲におけるエッティング速さを調べた。また、自己バイアス電圧との関係についても調査した。

(2) 表面モフォロジーの圧力依存性

(1) の条件における表面モフォロジーについて、SEM による表面観察及びEDS 分析を行った。

3. 実験結果および考察

(1) エッティング速さの圧力依存性

Fig. 1 は、エッティング速さ及びセルフバイアス電圧のチャンバー圧力依存性を示す。チャンバー圧力の増加に従い、エッティング速さが増大していることがわかった。また、セルフバイアス電圧の曲線からもわかるように、セルフバイアスとエッティング速さに強い相関のあることがわかる。フッ素樹脂のエッティング機構として、強いイオン衝撃が不可欠であることが明らかになった。このエッティング特性は、アクリル樹脂基板と真逆の傾向にあり興味深い。

(2) 表面モフォロジーの圧力依存性

圧力毎の表面モフォロジーを観察したところ、0.1Pa から 1.0Pa までは、未処理材と同程度の平滑さを保って

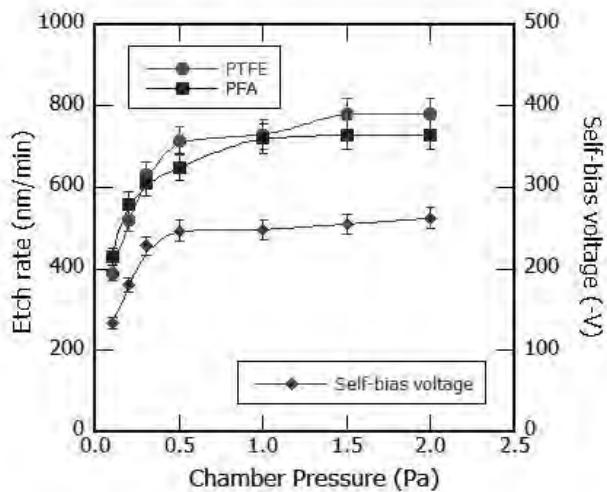


Fig. 1 Etch rate and self-bias voltage dependency on chamber pressure.

いた。一方、1.5Pa と 2.0Pa の試料については、グラス状表面が形成された。EDS 分析では、これら 2 つのサンプルについて微量のアルミニウムが検出され、これがグラスを形成するマスクとして作用している可能性のあることがわかった。装置の真空チャンバーや試料ホルダーがアルミ 5052 材であることから、これらが、強いセルフバイアス電圧によりスパッタされた可能性がある。

4. 結言

2 種類のフッ素樹脂基板について、エッティングの基本特性を調査した。MEMS やマイクロリアクターにおいて、フッ素樹脂を表面にコーティングする手法は多く実施されているが、アモルファス状態では本来のフッ素樹脂の機能が発揮できない場合や、微細構造に均一にコートすることができないケースが多くあることから、フッ素樹脂そのものを微細加工できれば用途は広がるものと考えられる。今後は、微細加工技術として発展させるために、微細マスクパターニングの手法について取り組んでいきたい。

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. 緒 言

本研究は、工具表面にマイクロ・ナノメータオーダの微細なテクスチャを作製し、そこで発現する摩擦の低下の作用を応用することで、優れた加工性を持った切削工具を開発することを目的としている¹⁾。

本報では、テクスチャを小径エンドミルに適用し、その効果について検討した。

2. 工具作製および実験方法

テクスチャの作製には、フェムト秒レーザ加工装置を用いた。使用した工具は、直径 0.5 mm の 2 枚刃の超硬エンドミルである。テクスチャの作製では、2 種類の方法を用いた。一方は、レーザの焦点を工具の表面に合わせ、アブレーションにより溝状のテクスチャを作製する方法である。他方は、レーザの焦点をずらし、広い領域にレーザの干渉²⁾によるテクスチャを作製する方法である。図 1(a)は、前者の手法を用いて作製したテクスチャの SEM 観察像である。照射部に深さ 0.3 μm、幅 3.7 μm の溝状のテクスチャが観察できる。同図(b)は、後者の手法を用いて作製したテクスチャである。同図(a)でみられた溝状のテクスチャは観察されず、レーザの干渉によって大きさ約 200 nm のテクスチャが一様に作製されていることがわかる。

加工実験では、精密フライス加工機(コマツ NTC 社製, Zμ1500)を使用し、側面加工により評価を行った。

3. 実験結果および考察

テクスチャの形状による影響について検討した。図 3 は、各種工具で加工した際の切削抵抗である。干渉によるテクスチャを作製した工具では、テクスチャによる効果が見られない。これらのテクスチャでは、その大きさが小さすぎるためと考える。溝状のテクスチャを作製した工具では、テクスチャの幅が 3.7 μm の工具で、切削抵抗が小さくなった。一方、テクスチャが深い場合または広い場合には効果が見られない。これらのテクスチャでは、テクスチャの周辺部に微小なデブリが生じるとともに被削材の凝着が観察できた。これが加工に悪影響を及ぼし、テクスチャによる効果が得られなかつたと考える。

4. 結 言

本研究ではテクスチャを小径エンドミルに適用し、そ

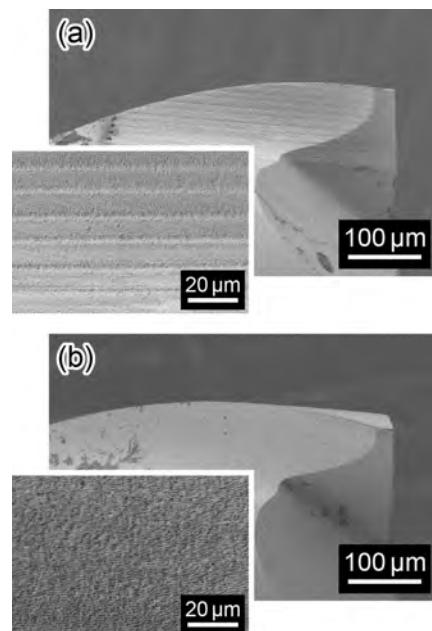


Fig. 1 SEM image of textured tool fabricated using femtosecond laser. The laser was scanned with (a) focused and (b) defocused condition.

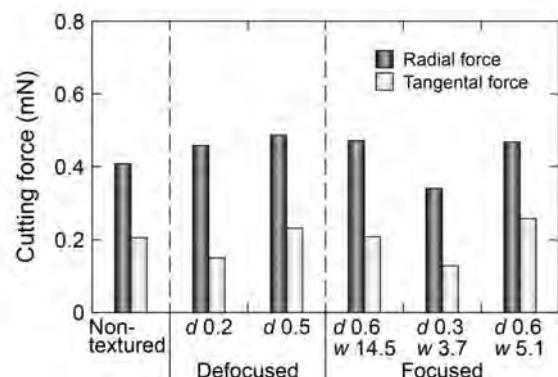


Fig. 2 Comparison of the cutting forces while machining using textured tools.

の効果について検討した。その結果、デブリの生じない条件でテクスチャを適用することで、その効果が得られることがわかった。

謝 辞

実験にご協力頂いた、千葉大学 森田昇教授、(株)不二越 関口徹氏、富山大学 関和仁氏にお礼申し上げます。

参考文献

- 1) N. Kawasegi *et al.*, *Prec. Eng.*, **33** (2009) 248.
- 2) E. Coyne *et al.*: *Proc. SPIE*, **5339** (2004) 73.

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
富山大学大学院医学薬学研究部 嶋田 裕、長田拓哉、岸 裕幸、塙田一博

1. はじめに

これまでに開発した樹脂からなる CTC チップ（血中循環腫瘍細胞捕捉チップ）は、表面特性などをコントロールすることにより、特定の癌細胞株において高い捕捉率を示すことが分かっている¹⁾。CTC チップは、癌細胞表面の EpCAM（上皮細胞接着分子）をターゲットとして捕捉するが、臨床サンプルの CTC における EpCAM 量は、癌の分類などにより変化し、また個人でも分布があることが分かっている。従って CTC チップの性能を確認する上では、EpCAM 量の異なる細胞株や異なる種類の癌細胞株について、捕捉性能を確認することが必須となる。そこで本検討では、EpCAM 量が異なる食道癌細胞株および乳癌細胞株を用いて捕捉試験を行い、樹脂製 CTC チップの性能を評価した。

2. 実験

食道癌細胞株は KYSE220、KYSE150、KYSE510 を用いた。各細胞株の EpCAM 発現量をフローサイトメーターで評価し、MFI（Mean Fluorescence Intensity）として下記のとおり測定した。

KYSE220、 KYSE150、 KYSE510

[MFI] 528、 296、 76

また乳癌細胞株は、 MCF7、 SKBR3 を使用した。

捕捉率測定はこれまでの報告のとおりに行い、細胞濃度が 100 または 200 個/mL の PBS 懸濁液をサンプルとし、流量を 1.5mL/h とした。

3. 結果と考察

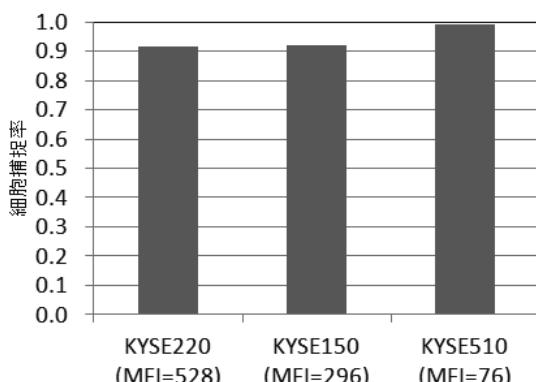


Fig. 1 EpCAM 発現量の異なる細胞に対する捕捉率

EpCAM 発現量が異なる KYSE シリーズの細胞株について求めた細胞捕捉率を図 1 に示す。捕捉率は EpCAM 量が減るにつれて増えているように見えるが、測定誤差を考えるとこれら 3 つの値はほぼ同等と考えるのが妥当と思われる（今後データ数を増やして確認する予定）。値自体は全ての細胞株で 90% を超えており、チップ性能の高さが確認できた。乳癌細胞株の捕捉率を図 2 に示す。これら 2 つの細胞株は既に EpCAM が発現していることが知られているので、上記結果からすればこのような高い捕捉率となることは予想される。またこれら細胞株は乳癌研究などによく使用されており、SKBR3 では他の CTC チップを使用した捕捉率試験がなされている²⁾。それによれば 75% 程度の値が報告されており、本研究の CTC チップが高い性能を有することが分かる。

4. おわりに

現在、富山大学第 2 外科において、食道癌、胃癌、肺癌、胆囊癌、乳癌の臨床サンプルを使用した CTC 捕捉試験を行っており、一部のサンプルにおいて癌細胞の捕捉を確認している。

参考文献

- 1) T.Ohnaga et al. : 第 71 回日本癌学会学術総会, P-2417 (2012)
- 2) S.Nagrath et al.: Nature 450 (2007) 1235

謝辞

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

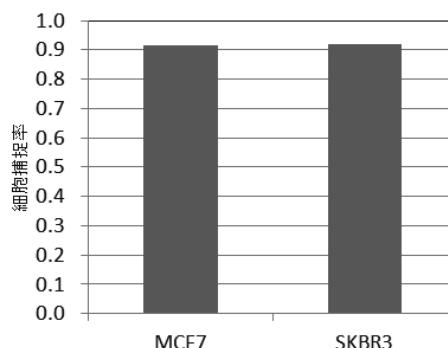


Fig.2 乳癌細胞株に対する捕捉率

複合化高圧ジェットミル法による微粒子を応用した膜創成技術

加工技術課 岩坪 聰 宇都宮大学 石井 清

1. はじめに

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のが、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。一方、ブレークダウン法には、代表的なものとして、材料との物理的接触により破壊・粉碎処理をするビーズミル法と、固体同士が非接触でキャビテーションや溶液との剪断力によって微粒化を行うジェットミル法がある。これらの方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。しかしながらビーズミル法は、粉碎過程で粒子表面にダメージを与えること、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があると考えられている。一方、ジェットミル法は、処理時間が短くてすむ特長を持っているが、原理的に非接触であるためビーズミル法ほど高い粉碎エネルギーはもってはいない。

本研究では、ビーズミル法と高圧ジェットミル法による処理を複合化することで、ナノ領域におけるセラミックス粒子の微粒化技術を向上させるとともに、その微粒子を応用した新しい膜作製方法を提案することを目的としている。本年度はナノ粉碎におけるビーズミル法と高圧ジェットミル法による処理の特徴について検討した。また、液中プラズマ処理を用いたナノ粒子作製技術についても検討した。

2. 実験方法及び結果

アルミナ粒子の微粒化処理を行った。 α アルミナの凝集体、焼結体（球状、板状）の3種類を用いた。統計的な粒子径はレーザー粒度分布計で求め、個々の粒子構造はFE-SEM、TEMなどを用いて評価した。

2. 1 ビーズミル法

α アルミナ粉体を径が0.5 mmのアルミナビーズと0.1 mmのジルコニアビーズで粉碎処理を行った。

図1に、代表的な球状焼結体の粉碎例を示す。(a)は初期の粉体、(b)はビーズ径 D_B が0.5 mmで粉碎した粒子、(c)は D_B が0.1 mmで粉碎した粒子のSEM像である。図2に、 D_B が0.1 mmのビーズミルと高圧ジェットミルの粒度分布の変化を示す。

D_B が0.5 mmと大きな場合には、球体粒子を部分的に割ることができたが、粒度分布計で求めた粒径の変化はあまりなかった。 D_B を0.1 mmにすると図2(a)に示すように、ピークの位置が10 μmから処理時間を増加させるにしたがって、小さくなり90分で200 nmまで小さくできた。15分の処理で粒度分布が2つピークを

持った。その後小さい方だけになり、その大きさが徐々に減少する傾向を示した。一般的には、粉碎処理による最小の径は、使用するビーズ径の1000分の1と言われているので、その値近くまで処理できたことになる。更なる粉碎には、ビーズをより小さなものに変える必要がある。粉碎された粒子は、小さいもののその形は角張っており、微粉体が凝着した部分も多く見られた。また、スラリーには大きな粘度の上昇が見られ、これらビーズミル処理の粉体の特徴を示し、その後の成形後の特性に現れてくると考えられる。

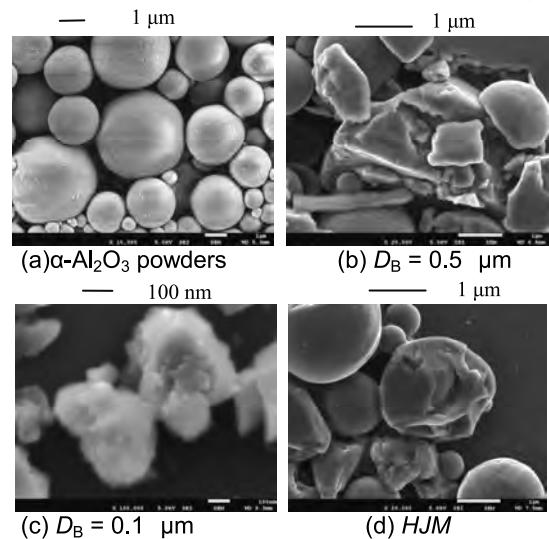


Fig. 1 SEM images of α -Al₂O₃ powders after beads mill and jet mill HJM.

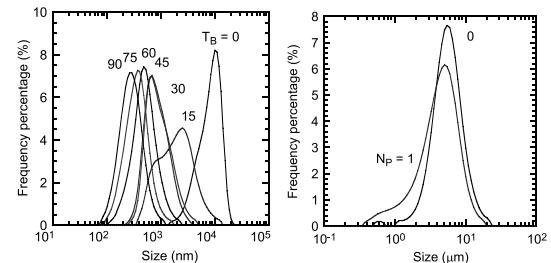


Fig. 2 Particle size distributions of α -Al₂O₃ powders after beads mill and HJM.

2. 2 高圧ジェットミル法 HJM

噴射圧を250 MPaとした。凝集体は200 nmまで粉碎可能であったが、焼結体は図2(b)に示すように一部が粉碎されるが、それ以上の粉碎は不可能であった。

図1(d)に処理された粒子を示すが、その表面は滑らかでビーズミルのような凝着物はなかった。この圧力では粒子の破壊にまでいたらないことが分かった。この方式単独で焼結体アルミナを粉碎することは困難で、複合化処理の必要性があることが分かった。

マイクロ流体チップシステムによる肺癌での循環腫瘍細胞の高感度検出法の開発

材料技術課 大永 崇 産業医科大学 岡 壮一、田中文啓

1. はじめに

種々の癌の中で肺癌は、予後が極めて悪く、日本におけるその死亡者数は1位となっている。この要因としては、早期発見や微小転移検出の困難さが挙げられており、これらを克服するために様々なアプローチからの検討がなされている。血中循環腫瘍細胞（CTC）は、癌発生の初期から血中に存在し、遠隔臓器に着床して転移を形成させることが知られており、それを単離して解析することが出来れば、癌の早期発見や転移診断への寄与が極めて大きいことが認知されている¹⁾。そこで本研究の田中らは、市販装置（CellSearch システム(Vriadex 社)）を肺癌に適用し、CTC を検出してその臨床的有用性を初めて示した。しかし一方でこの市販装置では CTC 検出感度が十分でない、すなわち CTC が認められる患者さんの割合が低いことも分かっている。

そこで次に田中らは、肺癌において CTC を感度良く検出することが報告されている CTC チップに注目した。しかし現状では CTC チップは容易に入手できないため、以前から新規な樹脂製 CTC チップの開発を行ってきた富山県工技センターと共同して、本研究課題の検討を開始した。

2. 実験

本研究では、工技センターが開発した樹脂製 CTC チップおよび送液・観察システムを使用した。はじめに産業医科大学第 2 外科に必要な装置等を導入してシステムを立ち上げたのちに、捕捉試験方法等について指導し、肺癌での検討ができる環境を整えた。

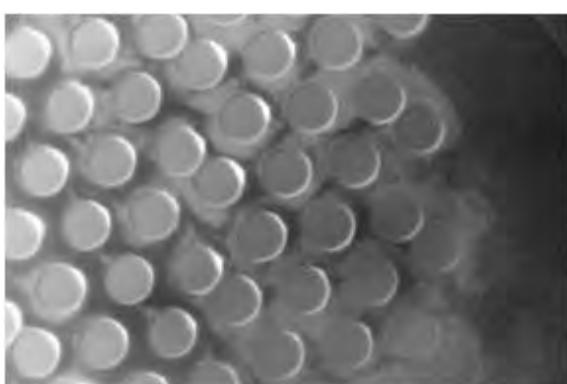


Fig. 1 全血送液によるチップへの凝集物付着

本研究では高感度検出を目指すので、はじめに、それに必要な全血からの CTC 捕捉の検討を開始した。これまでに樹脂製 CTC チップでは全血を送液すると詰まりが発生して捕捉に問題があったので、チップ構造や抗凝固剤の面から検討した。

3. 結果

樹脂製 CTC チップはこれまで、全血を送液すると図 1 のように、詰まりが生じた。すなわち円形のポスト周囲に凝集物が付着し、それが積み重なることによりポスト間のマイクロ流路を塞いでしまう。このような凝集物の発生原因として、チップ内の高せん断流動、抗凝固剤の効果不足が考えられたため、これらを解消することを試みた。その結果、図 2 のように送液開始後 2 時間を経過しても、全く凝集物の蓄積が見られず正常に送液できるようになった。

4. おわりに

全血からの捕捉が可能になると、前処理時の細胞ロスがなくなり、さらに臨床応用における簡便化にも繋がる。今後、全血／癌細胞株からの捕捉テストを経て、臨床サンプルでの捕捉試験を進める。

参考文献

- 1) 田中文啓：第 16 回日本がん分子標的治療学会講演

謝辞

本研究は科研費（基盤研究(C)：24592108）の助成を受けたものである。

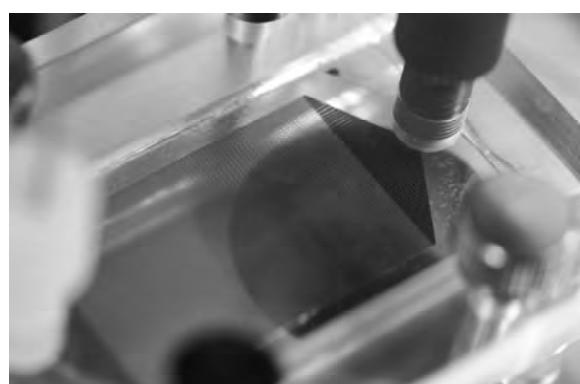


Fig.2 改良後の送液状態（開始後 2 時間）

悪性胸膜中皮腫における末梢血液中バイオマーカーの開発

材料技術課 大永 崇 産業医科大学 田中文啓

1. はじめに

中皮腫は、以前は比較的まれな疾患とされてきたが、その患者数や死者数は世界的に急増している。この原因として、20世紀に大量消費されたアスベストとの関連が既に指摘されており、今後30年間程は悪性胸膜中皮腫の発生とそれによる死亡がさらに増加していくことが予想されている。さらに悪性胸膜中皮腫は予後不良の難治性腫瘍であり、標準的治療法も未だ確立されていないため、増加する患者の治療成績を向上するには、疾患の早期発見が極めて重要であると考えられている。

これまでに本研究の田中らは、中皮腫に対する早期診断指標を得るための研究として、血清および胸水バイオマーカー、循環腫瘍細胞（CTC）および循環内皮細胞、遺伝子解析を併用した細胞診断などに着目した検討を実施した。これらの中で CTC については、市販装置

（CellSearch システム（Veridex 社））を使用した検討を行い予後因子としての意義を示したが、本装置の早期発見への適用には感度などの点で課題があることが分かっている¹⁾。

そこで本研究では、CTC を効率よく捕捉するマイクロ流体デバイスとして期待されている CTC チップを、中皮腫に応用する検討を開始した。

2. 実験

チップは工技センターが開発した樹脂製 CTC チップを使用した。また送液・観察システムも工技センター開発のものを使用した。必要な装置等を導入してシステムを立ち上げたのちに、CTC 捕捉試験方法について指導し、産業医科大学第 2 外科において検討ができる環境を整え

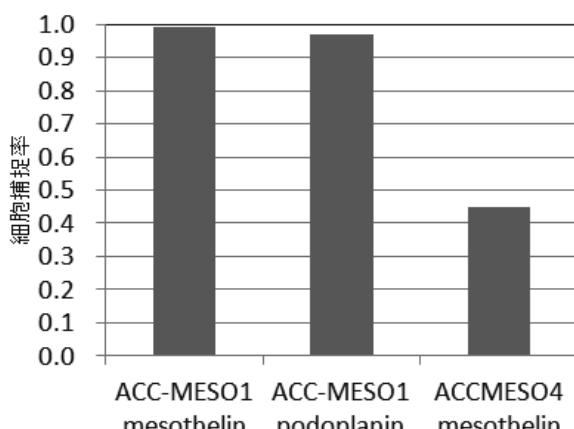


Fig. 1 悪性胸膜中皮腫由来の細胞株に対する捕捉率

た。

捕捉試験は、悪性胸膜中皮腫由来である 2 種類の細胞株 (ACC-MESO1 および ACCMESO4) を使用し、各々の PBS 懸濁液をサンプルとして実施した。また CTC チップの表面に固定化する捕捉抗体として、mesothelin および podoplanin を各々使用した。

3. 結果

捕捉率測定結果を図 1 に示す。ACC-MESO1 の捕捉においては何れの抗体でも高い捕捉率を示す一方で、ACCMESO4 では半分以下の細胞しか捕捉されなかつた²⁾。この原因については今後検討する予定であり、さらに捕捉率データを積み重ねて捕捉率向上を目指す。

4. おわりに

臨床応用を考えた場合、試験サンプルは全血が好ましいが、詰まりなどのためにこれまで CTC チップにおいて全血は使用できなかった。しかし今年度の検討から全血の送液が可能になったので、今後は血液からの捕捉試験も進める。さらに臨床サンプルにおいては捕捉細胞の同定が必要なため、免疫染色による検討も進めている（図 2 参照）。

参考文献

- 1) 田中文啓ほか：日衛誌, 66 (2011) 553
- 2) 近石泰弘ほか：アメリカ癌学会年会 2013、5103

謝辞

本研究は科研費（基盤研究(B) : 24390335）の助成を受けたものである。

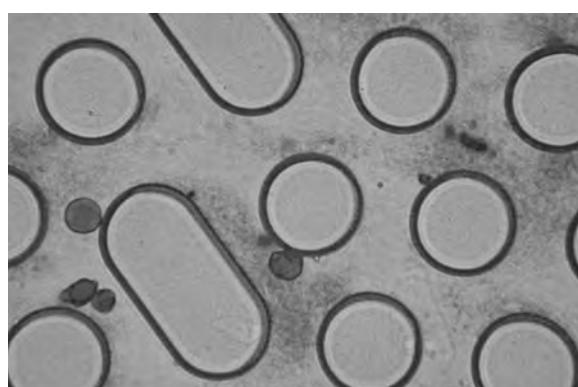


Fig.2 サイトケラチン染色像

救急医療現場における映像伝送及び個人情報収集・提供システムの開発

材料技術課 塚本吉俊* ILT office 池谷薰 富山県立大学 松本三千人

1. 緒言

人口の高齢化が進み、一人暮らしや高齢夫婦のみの世帯が増加している。また、高齢者の救急搬送が年々増加する傾向にあり、重篤な状況下では本人が病状等を説明できない場合がある。緊急時においては、既往症、服薬情報、緊急連絡先等の情報は非常に重要である。そのため、必要情報を記入した紙ベースの救急医療情報キットを設置する取組みが進められているが、保管場所不明や内容更新の問題があった。そこで、紙ベースの情報を電子化し、その運用と活用についての検討を行った。

2. 救急医療情報キット（いのちのバトン）

いのちのバトンは、病歴や緊急連絡先等が記入された情報シート、健康保険証、診察券、薬剤情報、お薬手帳の各写しを透明なボトルに入れ、それを冷蔵庫に保管し識別マークを表示するものである。県内市町村では、民生委員や自治会が協力して、一人暮らしの高齢者を中心に、新らたな設置と内容の更新作業を行っている。図1は、射水市が発行している啓発パンフレットである。

3. 情報の電子化と安全管理に関する検討

射水市では、約1600軒（平成24年10月）にいのちのバトンが配備されている。その更新作業にあわせ、協力

者のデータについて、県立大学で電子化実験を行った。

いのちのバトンの情報自体は医療情報ではないが、個人情報保護の観点から厚生労働省のガイドライン¹⁾に添った対策が必要と考えられる。

実運用では、データ本体はセキュリティ管理されたデータセンターにおき、高齢者宅のQRコード等の識別標示を救急隊がもつ携帯端末で読み取り、データ取得する方式が想定される。データセンターとアクセス端末間の通信は、携帯電話網と閉域IP網などのクローズドなネットワークを選択し、端末のアクセス制限が必要である。

また、外部からのデータ更新や他の高齢者支援サービスとのデータ交換には、インターネット経由の通信も想定される。この場合、盜聴、侵入、改ざん、妨害、なりすまし等の脅威への対策として、利用者認証、デバイス認証、通信経路と伝送情報自体の暗号化が必須となる。

一方、いのちのバトンの情報は、既存の緊急通報や見守りサービスが扱う情報と共通部分があり、これらサービスと連携することにより、より効率的な運用が期待される。登録・更新作業を含め、データセンターを情報処理事業者に委託することも考えられるが、この場合、経済産業省のガイドライン²⁾に準じた安全管理を求ることになる。独自運用する場合でも、情報セキュリティマネジメントシステム（ISMS）構築が求められている。

4. 結言

いのちのバトンの情報は、救急搬送時のほか、災害時の要援護者の把握や、地域での支援活動の情報源としての側面がある。データの電子化と適切なバックアップにより、災害等非常時にも対応できる基盤が構築できる。

また、高齢者の生活支援に関わる様々なサービスがデータを共有し相互連携することにより、QOL（生活の質）向上の促進が期待されている。その中核として統合データベースの構築が鍵となっており、セキュリティ対策の実装とともに今後の課題としている。

参考文献

- 1) 厚生労働省: 医療情報システムの安全管理に関するガイドライン 第4.1版(平成22年2月)
- 2) 経済産業省: 医療情報を受託管理する情報処理事業者における安全管理ガイドライン(平成24年10月)



図1 いのちのバトン啓発用パンフレット（射水市）

*現 評価技術課

花持ち延長技術の開発

加工技術課 岩坪 聰、材料技術課 住岡淳司、
農林水産総合技術センター 辻 俊明、浦嶋 修、井上 徹彦、県立大学 楠井 隆史

1. はじめに

近年の厳しい価格競争に対処するためには、農産物の差別化を図る必要があり、そのためのブランド化に向けた品質管理が求められている。そこで県特産品であるチューリップなどの切り花に適した生産者向け花持ち延長処理薬剤を作製し、それらの各種花の適合性について検討した。さらに作製した薬剤の環境への影響を明らかにするため、生物に対する薬剤の影響と花に残留する薬剤成分を明らかにし、廃液処理を含めた安全性と薬剤効果の要因の一部を明らかにした。

2. 実験方法及び結果

以下のサブテーマにて、花持ち延長技術を開発した。

- (a) 銀系微粒子薬剤の作製
- (b) チューリップや県内主要花き品目の花持ち延長処理と評価
- (c) 花の薬剤無機成分の残留調査と薬剤の環境安全性評価

(a) 銀系微粒子薬剤の作製

銀を主成分とする銀ナノ微粒子は CSD(Chemical Solution Deposition)法で作製した。水溶液中の粒度分布は、日機装社製のレーザードッパー方式の粒度分布計 UPA-UZ152 を用いて測定した。作製した粒子の構造は、コア・シェル型構造で、数 nm から数十 nm の銀ナノ粒子を含んだ構造である。図 1 に、作製した直後の TEM 像を示す。大きなものでは 1000 nm 程度の凝集体、小さいもので 200 nm 程度の凝集体となっていた。粒度分布計の結果もその 2 つの径にピークがあった。

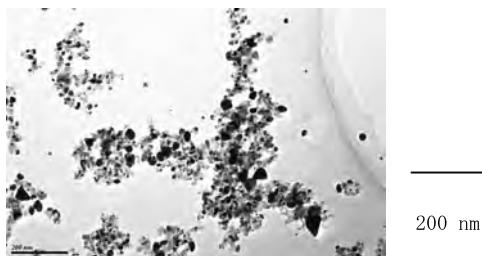


図 1 粒子の TEM 像

図 2 に、試験で使用したチューリップ (フリンジドファミリー) の茎部分の SEM 像を示す。試料は道管の方向で切断乾燥した。道管の径は 50 μm ほどで、途中に各道管を繋いでいる穴があった。この穴の径は 2 μm ほどであり、作製直後の状態の銀ナノ粒子でも、十分にこの道管内を移動できる。そこで、銀濃度が 16 ppb の薬剤を作製し、花持ち試験を行った。

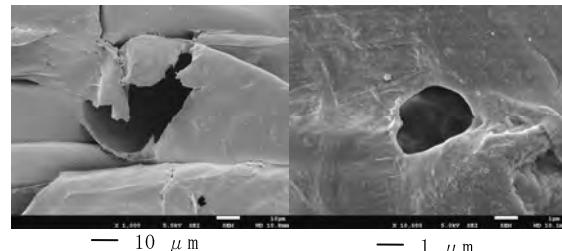


図 2 チューリップの道管の SEM 像

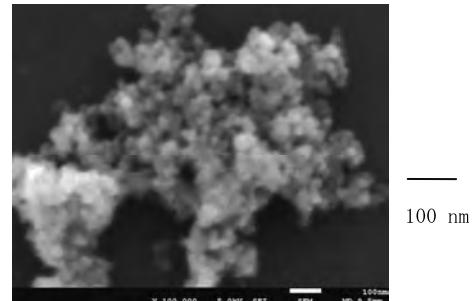


図 3 乾燥した時の粒子の SEM 像

図 3 に、作製した銀ナノ粒子を Si 基板上に希薄濃度で乾燥させ、島状構造にした SEM 像を示す。凝集体は球状ではなく、鎖状のために複雑な形状になっていた。使用時の濃度は非常に薄いために、銀ナノ粒子は花の道管内表面に、この島状構造で付着すると考えられる。このことから、薬剤として使用した銀ナノ粒子は花の内部に付着した状態でも、この構造により広い表面積が維持でき、道管内の水流れによって、適度な銀イオンの放出が可能な構造となっている。この特性が延長効果の一つの要因になっていると考えられる。この粒子の入った溶液を銀系薬剤とした。

(b) チューリップや県内主要花き品目の花持ち延長処理と評価

基準となる蒸留水と銀系薬剤、比較のための市販薬剤は、クリザールバラ (クリザール)、美咲 (大塚化学)、キープフラワーBB (フジ日本精糖)、キープフラワーEX (フジ日本精糖)、チューリップでは、BVB 球根用 (クリザール)、BVB エキストラチューリップ用 (クリザール)、それと最適濃度が 0.2 mmol/l (21574 ppb) と報告されているチオ硫酸銀 STS を使用した。その銀濃度は銀系薬剤の 1348 倍高い濃度である。

表 1 に、各種花の花持ち試験結果とエチレン感受性の関係を示す。エチレン感受性のある花には STS が有効であったが、エチレン感受性のない花には銀系薬剤が良かった。

表1 各種花の花持ち試験結果とエチレン感受性の関係

品種と名称	エチレン感受性	最も良かつた薬剤
キク (精ちぐさ)	無	銀系薬剤
トルコキキョウ (エコレーピング)	有	STS
トルコキキョウ (海ほのか)	有	キープフラワー
アスター (ステラピンク)	無	銀系薬剤
チューリップ (フリンジドファミリー)	無	銀系薬剤
ストック (カルテットチェリー)	有	STS

これまで切花に対する花持ち延長薬剤としては、①細菌による腐敗の防止、②エチレンガス（成長促進作用をもつ）の抑制、③切り口部分からの水分吸い上げを促進と④栄養供給などの効果が必要とされている。銀系薬剤は①の殺菌剤に分類できると考えられるが、約16ppbの薄い銀濃度では、抗菌性を示すのに必要な最低の量（MIC）から考えて、強い殺菌機能は期待できないが、十分な延長効果が現れていた。単純な殺菌効果とは考えにくく、別の要因があると考えられる。

(c) 花の薬剤無機成分の残留調査と薬剤の環境安全性評価

ミジンコ急性遊泳阻害試験で、使用した薬剤の安全性を調べた。試験条件は次のとおりである。

光射時間： 室内光(16h 明 / 8h 暗周期)

供試ミジンコ：*Daphnia magna*

水温(℃)： 20±2℃

個体数・希釈水：20匹 / 1サンプル • M4培地

各薬剤の濃度を変えて、50%遊泳阻害濃度EC50を求めた。表2に銀系薬剤の、表3に市販品のEC50と安全な希釈倍率濃度を示す。銀系薬剤のAg濃度が6.4 ppbと大きく、STSが少し小さい2.2 ppbの値になった。このことは、錯体のSTSの方が、毒性が少し大きいことを示しているが、これだけ濃度の薄い領域になるとM4培地の構成化合物との反応も無視できないと思われる。しかしながら、化学的活性の小さい固体のナノ粒子の方がEC50の値が大きいことは理解できる。この生物への阻害特性が、花持ち延長の要因となっていると考えられる。

この結果は、表3に示すように使用済み液を生物に影響なく安全に廃棄するためには、銀系薬剤の方は最大でも5倍程度希釈すれば良いのに対し、STSでは10000倍希釈が必要になり、その差は5000倍と非常に大きな値になることを示している。

一方、市販品のクリザールバラで5.7倍、美咲の57倍になった。クリザールバラは、安全性が高い方であるが、それでも廃棄倍率は本研究で使用した銀薬剤の2倍の大きな値で有り、銀系薬剤の安全性が優れていた。

表2 銀系薬剤のEC50と安全な希釈倍率濃度

薬剤	EC50 (%)	Ag (ppb)	廃棄希釈倍率
銀ナノ粒子	0.04	6.40	2.5
STS (0.2mol/l)	0.02	2.20	9806.4

表3 市販品のEC50と安全な希釈倍率濃度

薬剤（原液）	EC50 (%)	使用時濃度 (%)	廃棄希釈倍率
クリザールバラ	0.035	0.20	5.7
美咲	0.035	2.00	28.6

キーワード: ナノ粒子、銀、切り花、延長、環境

Treatment for enhances the value of cut flowers

Processing Technology Section; Satoshi IWATSUBO, Material Technology Section; Junzi Sumioka

Toyama Prefectural Agricultural, Forestry & Fisheries Research Center; Toshiaki TUJI, Osamu URASHIMA, Tetuhiko INOUE*

Toyama Prefectural University; Takashi KUSI***

In the business of producing cut flowers, the ability to provide top-quality flowers to exhibit a prolonged vase life can be an economic advantage. We have been developed the solutions including Ag nano-particles for the treatment. The tests compared with silver thiosulfate STS and so on were examined on various flowers produced in Toyama, such as chrysanthemum, eustoma, aster, tulip, stock. The risk of environment of the solutions was investigated. It was found that the solutions were effective at the concentration of an order of ppb magnitude. The risk of the solitions was very small.

超精密切削加工による3次元金型作製とインプリント成形への応用

加工技術課 川堰宣隆 小幡勤

1. 緒言

近年、光学、バイオや医療など、各種分野で超精密部品が必要とされている。また、これらの分野では表面の構造によって撥水性や反射率など表面の機能を制御する試みが広く行われており、その高機能化から3次元構造が要求されている。これらの実用的に製造するためには、超精密切削加工により作製した3次元金型形状をインプリント成形する手法が有効であると考える。

本研究では、超精密切削加工による金型作製技術と、これを用いたインプリント成形を行うことで、3次元微細構造・精密部品の製造技術について検討する。本報では、金型作製およびインプリント成形の最適条件について検討した。

2. 超精密加工実験

2.1 実験条件

まず、金型の最適加工条件について検討した。金型の加工には超精密切削加工機（ファナック（株）社製 ROBONANO α-0iB）のミリング機能を使用した。工具には、先端幅7μmの1刃の単結晶ダイヤモンド工具を使用した。被削材は、NiPメッキである。表1は、実験条件である。送り速度および加工回数を変化させて実験を行い、加工形状に及ぼす影響について検討した。

2.2 実験結果及び考察

図1は、切削速度を変化させてNiPを加工した時の、加工痕のSEM観察像である。送り量は、10mm/minである。切削速度がいずれの場合でも、加工痕の底面幅は14μmであり、工具振れがほとんど生じていないことがわかる。またいずれの条件でも、加工痕底部は平滑であった。切削速度が小さい場合、加工部周辺にはバリが生じていることがわかる。送り速度が小さい場合、バリの発生は顕著であった。切削速度が大きくなると、バリの発生は見られない。すなわち、切削速度を大きくすることで、バリの少ない良好な加工ができることがわかる。

図2は、送り速度に対する加工部底面の表面粗さの変化である。送り速度の小さい場合、切削速度1.3m/minの条件で粗さが若干小さい。一方、いずれの条件でも表面粗さは5μm前後であり、良好な加工面が形成されていることがわかる。また、加工回数を変化させた場合でも表

Table 1 Cutting conditions

Tool	Single crystal diamond
Work material	Electroless NiP plating
Cutting speed (m/min)	1.3, 2.2
Spindle speed (rpm)	30000, 50000
Depth of cut (μm)	4
Feed rate (mm/min)	1.3~10
Number of times machined	1~10
Lubrication method	Wet

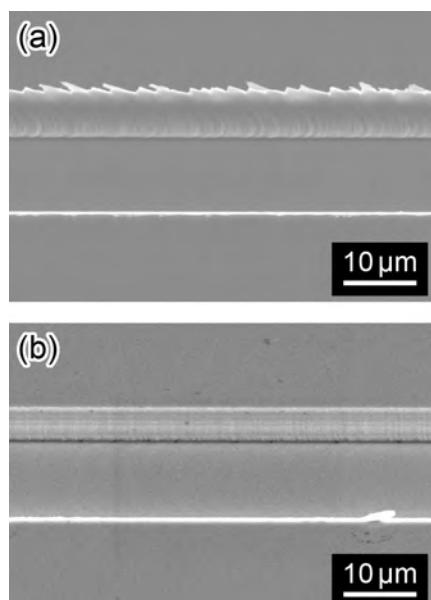


Fig. 1 SEM image of a groove fabricated by micromachining at the cutting speed of (a) 1.3 m/min and (b) 2.2 m/min.

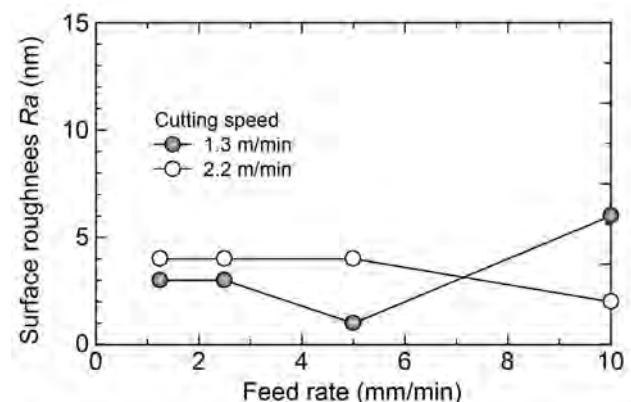


Fig. 2 Change in surface roughness of the machined area, plotted as a function of the feed rate.

面粗さの変化はわずかであり、いずれの条件でも表面粗さ数 nm の加工面が得られた。以上の結果より、加工性

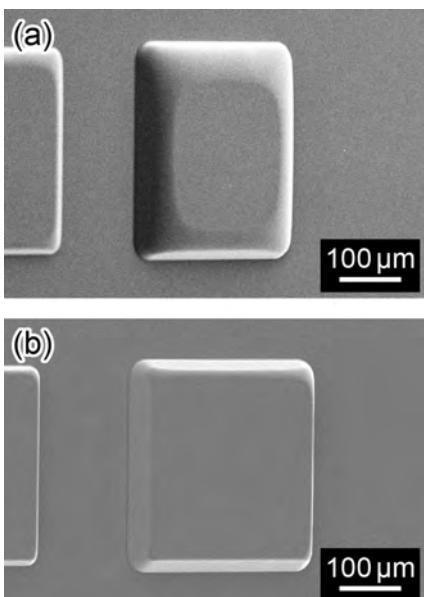


Fig. 3 SEM image of plastic molding fabricated by nanoimprinting method at the process temperature of (a) 130 °C and (b) 170 °C.

状さは主に切削速度に依存し、切削速度が高い場合に良好な加工形状が得られることがわかった。

3. ナノインプリントによる成形

つぎに、作製した金型を用いたインプリント成形を行った。ナノインプリント成形には、熱インプリント式ナノインプリント装置（アイトリックス社製ナノインプロ Type105）を使用した。成形材には、アクリル樹脂を使用した。

図3は成形温度を変化させて、大きさ $300 \mu\text{m} \times 300 \mu\text{m}$ 、深さ $40 \mu\text{m}$ の金型形状を転写した際の、アクリルのSEM観察像である。成形温度が 130 °C の場合、エッジ部で樹脂の充填が行われず、丸みを帯びていることがわかる。

キーワード：超精密切削加工、インプリント成形、微細構造形成、NiP

Three-dimensional mold fabrication using ultra-precision machining and application to imprinting

Noritaka KAWASEGI and Hiroshi SUGIMORI

The purpose of this study was to develop three-dimensional fabrication method using ultra-precision machining and imprinting method. To fabricate precise mold, machining experiment of NiP was conducted. As a result, it was found that machining characteristics differ due to the machining speed and no burr was observed around machined area at larger cutting speed. Nanoimprinting lithographic technique was applied to fabricate structures using the fabricated mold. The precise structure can be fabricated at high process temperature even at higher and smaller structure. Structures can be fabricated based on these results indicating that the possible use of this method as a three-dimensional fabrication.

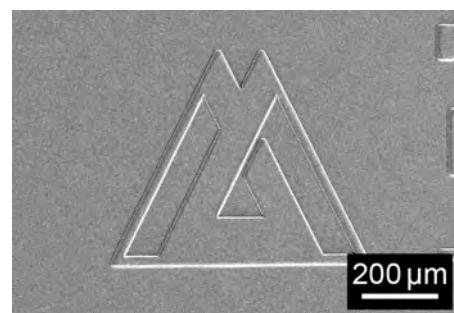


Fig. 4 SEM image of symbol of Toyama prefecture fabricated by micromachining of NiP mold and subsequent nanoimprinting method.

成形温度が低い場合、樹脂の軟化が不十分であるためと考える。成形温度が 170 °C になると充填が行われるようになり、金型形状を転写することが可能であった。さらに本条件を適用することで、サブミクロンオーダの微細な形状に対しても、形成することが可能であった。

図4は、これらの結果を基に作製した、微細構造である。上記の条件を適用することで、形状精度に優れた金型作製が可能であり、ナノインプリントによりその形状を正確に転写することが可能であった。

4. 結言

本報では、超精密切削加工とインプリント成形を微細構造形成に適用するため、精密金型作製条件およびインプリント成形条件の最適化について検討した。これより、上記の手法によって微細構造形成が可能であった。

謝 辞

実験にご協力頂いた、(株)石金精機 境野 千博氏、水上 翔太氏にお礼申し上げます。

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 材料技術課 杉森博

1. 緒言

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。超精密切削加工で使用される単結晶ダイヤモンドにGaをFIB照射すると、照射部にはGaが残留する。これによって、被削性が変化する可能性がある。本報では、FIB照射後のダイヤモンド工具からGaを除去する手法を提案するとともに、その工具を用いた切削実験を行ない、その有用性について検討した。

2. 実験条件

本研究では、FIB照射によって注入されたGaを除去する方法として、アルミニウム蒸着と熱処理を組み合わせた手法を提案している¹⁾。これによって、FIB照射したダイヤモンド工具の被削性の改善が期待できる。その有用性を検討するため、加工実験を行った。

加工実験には超精密切削加工機(ファナック(株)社製ROBONANO α-0iB)の高速引き切り加工機能(Shuttle unit model B)を用いた。表1は、実験条件である。被削材にはNiPメッキを用いた。動力計の上に設置した被削材に対し、連続的に引き切り加工を行なった。

工具には先端半径0.5 mmの単結晶ダイヤモンド工具を使用した。工具は、FIB未照射の工具、FIB照射した工具、FIB照射後に熱処理した工具の3種類である。FIB照射では、工具の表面形状が極力変化しないようにするためにドーズ量を0.01 C/cm²にし、スパッタが生じないようにした。照射部では約1 nmの隆起が生じるのみであり、

Table 1 Cutting conditions

Tool	Single crystal diamond
Work material	Electroless NiP plating
Cutting speed (m/min)	> 130
Depth of cut (μm)	3
Pick feed (μm)	10
Rake angle	0
Clearance angle	10
Lubrication method	Wet

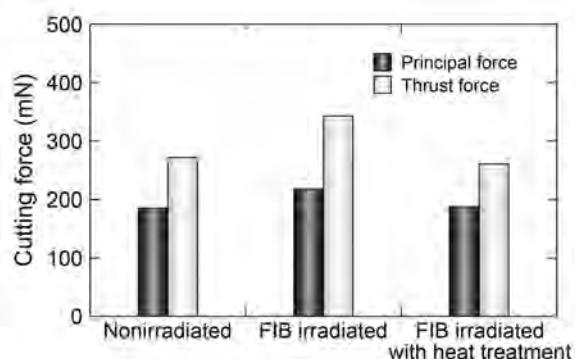


Fig. 1 Comparison of the cutting forces while machining NiP using (a) nonirradiated tool, (b) FIB irradiated tool and (c) FIB irradiated tool with heat treatment.

大きな形状変化は見られなかった。

3. 実験結果および考察

図1は、各工具でNiPを加工した時の切削抵抗である。主分力と背分力とともに、FIB照射した工具で切削した時が最も大きくなった。とくに、背分力に大きな差が見られる。一方、FIB未照射の工具とFIB照射後に熱処理した工具では、同様の値となった。

図2は、加工後の各工具刃先のSEM観察像である。すべての工具に、被削材の凝着が見られる。とくに、FIB照射した工具のすくい面には、広範囲にわたって凝着がみられる。FIB照射部のGaの残留によって、親和性が高



Fig. 2 SEM image of the diamond tool after machining aluminum alloy. (a) nonirradiated tool, (b) FIB irradiated tool and (c) FIB irradiated tool with heat treatment.

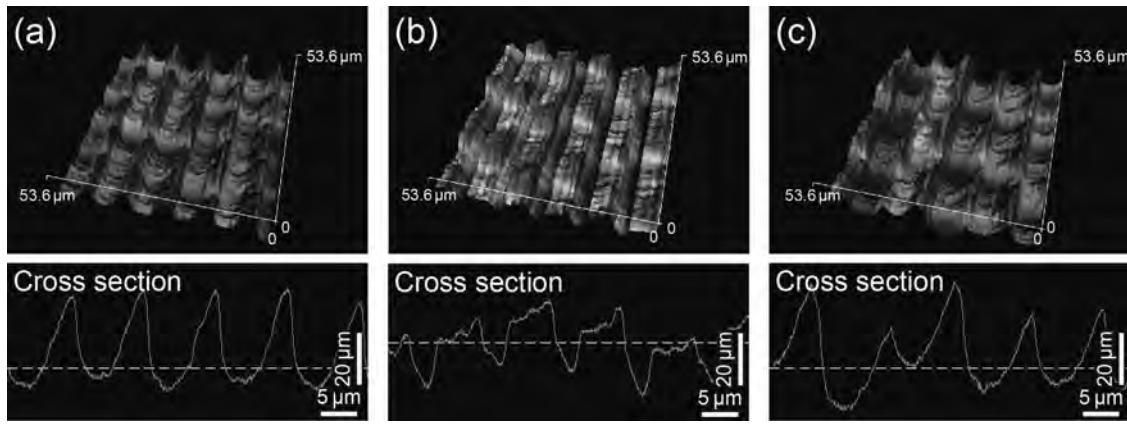


Fig.3 Surface topography of the aluminum surface after machining using (a) nonirradiated tool, (b) FIB irradiated tool and (c) FIB irradiated tool with heat treatment, measured using white light interferometer.

くなったためと考える。すなわち、単結晶ダイヤモンド工具にFIB照射すると、残留したGaによって工具の親和性が増し、凝着が生じやすくなるといえる。これによつて、切削抵抗が増加したと考える。FIB照射した工具に熱処理を行うことで、Gaの残留は少なくなり、未照射の工具に近い被削性に改善できることがわかった。

図3は、各種工具でNiPを加工した時の加工面の非接触表面形状測定機による形状測定結果である。FIB未照射の工具とFIB照射後に熱処理した工具の場合、加工面に送りと同等のピッチで工具形状に近いカッターマークが観察できる。一方、FIB照射した工具では、不規則な切削痕が形成され、凝着によって被削性が悪化していることを示唆している。微細な形状を有するダイヤモンド工具を用いた超精密切削加工では、工具の転写性が重要な因子となる。提案した熱処理を用いることで、FIB照射によって悪化した転写性を、大きく改善できることがわかる。

以上の結果より、FIB照射を行ったダイヤモンド工具で加工した場合、残留したGaによって被削性が悪化する

ことが明らかとなった。熱処理を行うことで、FIB照射したダイヤモンド工具の被削性を大きく改善できることがわかった。

4. 結言

本研究ではFIB照射後の単結晶ダイヤモンド工具からGaを除去する手法を提案するとともに、その工具の有用性について検討した。これより、FIB照射した工具に熱処理を適用することで、工具の親和性を大きく改善できる。これによって、転写性も増すことがわかった。

参考文献

- 1) 庭田ほか: 2013年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集(2013)329.

謝 辞

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上げます。

キーワード：単結晶ダイヤモンド工具、集束イオンビーム、NiP、熱処理

A study on development and application of diamond tools for Ultra-precision machining

Noritaka KAWASEGI and Hiroshi SUGIMORI

In the ultra-precision machining, a tool shape is an important factor to determine the shape and accuracy of the machined area. In order to apply FIB machining to a single crystal diamond tool without depression of performance, a combination method of a heat treatment and aluminum deposition was employed to remove ion-irradiation-induced Ga ions. Machining experiment was performed to evaluate this method. As the result, it was found that irradiation of Ga ion causes an adhesion of work materials on a tool surface. The adhesion and rapid tool wear was reduced by the tool heat treatment was applied.

デジタルエンジニアリングを活用した 伝統産業支援のための新商品デザイン開発

材料技術課 住岡 淳司, 企画管理部 林 千歳*

1. 緒言

伝統産業は全国的に低迷して久しく、県内においても例外ではない。従来品の売り上げでは危機的状況にあるため、新商品の開発並びに多品種少量生産品、一品製作品による高付加価値化を推し進める必要がある。

そこで本研究では、伝統産業の支援及び活性化に寄与することを目的に、デジタルエンジニアリングの手法の一つである3Dプリンティングを商品開発に取り入れることにより、新たな発想の商品を生み出すためのツールとして活用する方法を検討した。

2. 3D プリンティングの検討

2.1 3D プリンティングの活用方法の検討

まず当センターの積層造形装置（3Dプリンター）の操作方法を習得し、伝統産業への活用方法について検討を行ったところ、少量生産品や一品生産品の原型試作、または製品そのものの製作に有効であることが判った。鋳造分野においては、板状のものや左右対称のものなど、比較的単純な形態の造形物ほど低コストであり、漆器分野においては、造形物に直接塗布することができれば、一品生産が可能となることから、造形材料（ナイロン）と漆との密着性を確認する必要があることなどが判った。

2.2 ニーズに関する関連企業への聞き取り調査

次に鋳造関連企業2社と漆器関連企業1社へのニーズ聞き取り調査を実施したところ、当然のことながら、後継者の有無によって、そのニーズへの反応が分かれた。当然後継者が存在する企業からは前向きな反応があり、鋳造分野では箸置きやコースターなどのテーブルウェアの原型試作、漆器分野では朱肉ケースやペントレーなどの文房具で高級志向のものの製品製作に有効であることが判った。

2.3 3D プリンティングに関する調査

上記調査と並行しながら、3Dプリンティングの活用が始まっている分野や場面、またそのメリット・デメリットを調査した。その他、出力方式の違い、3Dプリンターの分類やメーカーの調査も行った。（Table1, Table2, Table3）
<活用分野>

製造業、建築、土木、フィギュア、ジュエリー、医療、歯科医療、ホビー

<活用場面>

・コンセプトモデリングフェーズ

製品のコンセプトを固める段階で、物理モデルで検討。

・試作フェーズ

初期から最終段階まで最も使用される頻度が高い。

・生産準備・生産フェーズ

製品や部品の生産時に必要な治具や型の作成。

・最終製品

金属やセラミックなどの材料選択により今後増加する。

<生産技術的メリット>

すぐ形にできる。

造形中の手間がかからない。

造形スキルが公用ない。

場所を選ばない。（家庭内やオフィスにも置ける。）

<生産技術的デメリット>

必ずしも品質を満たせない。

量産できない形狀をつくってしまう場合がある。

量産できない。

3Dデータが必要不可決。

<社会的メリット>

特殊な物品を製造できる。

製品をカスタマイズできる。

時間と場所に依存せず製造できる。

ビジネスの効率化が図れる。

環境問題へ貢献できる。

新たなビジネスを創出できる。

<社会的デメリット>

危険な物品を製造できる。

製造物責任をめぐり混乱が生ずる。

製造現場にも混乱が生ずる。

輸送業にも混乱が生ずる。

Table1 出力方式と材料の特徴

手法	内容	強度	仕上げ (樹脂による積層)	使用材料
光造形(SLA)	光硬化性樹脂をレーザーで硬化	17.2~68.9MPa	0.051~0.152mm	熱可塑性樹脂ライクな光硬化性樹脂
粉末焼結構積層法(SLS)	材料粉末をレーザーで焼結	36.5~77.9MPa	0.102mm	ナイロン、PS、金属
熱溶解性積層法(FDM)	押出材料を溶融して積層	35.9~67.6MPa	0.127~0.33mm	ABS, PC, PC/ABS, PPSU
石膏による3Dプリンティング	液体結合剤を石膏粉末上にインクジェット印刷	低	0.089~0.203mm	石膏系粉末、液体結合剤
インクジェット	紫外線硬化性樹脂を噴射して積層	49.6~60.3MPa	0.015~0.030mm	アクリル系光硬化性樹脂、熱溶融型光硬化性樹脂

*現 材料技術課

Table2 出力方式に応じた向き(+)不向き(-)

手法	数量	複数 さ	表面 仕上げ	材料 の選 択性	材料 の安 定性	色	公 差	スピー ード	価格 (少量)	価格 (多量)
光造形	-	+	○	○	-	-	-	+	+	-
粉末焼結	-	+	○	-	○	-	-	+	+	-
FDM	-	+	-	-	+	○	-	+	+	-
石膏	-	+	-	-	-	+	-	+	+	-
インク ジェット	-	+	○	○	-	-	-	+	+	-

Table3 3D プリンターの参考分類と装置メーカー一覧

個人/ エントリー機	産業用 普及機	産業用 emainストリーム機	産業用 ハイエンド機
RapMan/3D Touch (3D systems)	Projet 1000/1500 (3D systems)	Projet3500/5000他 (3D systems)	IPro9000/sPro140他 (3D systems)
Cube 3D Printer (3D systems)	ZPrinter150/250 (3D systems)	ZPrinter350/450 (3D systems)	ZPrinter650/850 (3D systems)
Replicator 2 (MakerBot)	Mojo/uPrint (Stratasys)	Dimensionシリーズ (Stratasys)	FORTUS (Stratasys)
Form 1 (Formlabs)	Objet24/30Pro (Stratasys)	EDENシリーズ (Stratasys)	Connexシリーズ (Stratasys)
Solidoodle (Solidoodle)	MCOR IRIS (MCOR)	AGILISTA-3000 (キエンス)	Perfactory (EnvisionTec)
B9Creator (B9Creators)	Soldo SD 300 Pro (Solido3D)		Digitalwax (Digitalwax)
PP3DF UP (Delta Micro Factory)	SHS (BluePrinter)		BOS (EOS)
Blade-1 (ホットプロード)			

2.3 最新動向の調査及び業界への報告・提案

さらに 3D プリンター等のデジタルエンジニアリング機器とインターネットを活用した最新動向を調査したところ、世界的な広がりを見せて いる「マイカーズムーブメント」の流れが、今後の伝統産業支援にも大変重要であることが判り、別途研究会を立上げ、関連企業および団体に対し、その報告と活用提案を実施した。

2.4 関連企業への新商品の試作提案

以上を踏まえ、鋳造製品 3 アイテム、漆製品 1 アイテムの原型モデルを試作し、関連企業へ提案を行った。そ

キーワード：デジタルエンジニアリング、伝統産業、3D プリンティング（プリンター）、マイカーズムーブメント

New Product Design and Development for Support of Traditional Industries Utilizing Digital engineering
Junji SUMIOKA and Chitoshi HAYASHI*

The business of traditional industries in Japan has hung low every year, this is the same in Toyama prefecture. Because it is in a critical situation, there is a need to promote the development of products with high added value by one article manufactured product and high-mix low-volume production. So, for the sake of tradition industry support, we examined how to take advantage of digital engineering. Furthermore, when we performed interviews with the needs of enterprise digital engineering, it has been found to be effective. Based on the investigation and the above study, we proposed prototypes of 4 items new products for companies.

の一部（2 アイテム）について Fig.1 に示す。



Fig.1 3D プリンターによる新商品の試作提案

上：コード結束用リング

下：タブレット端末用スタイラスペンホルダー

3.まとめ

本研究により、伝統産業支援のためのデジタルエンジニアリングの活用方法やニーズ、今後の方向性について把握することができた。またその最新動向である「マイカーズムーブメント」の流れを伝統産業支援にも活かせるよう、今後もさらに関連企業と連携を図りながら、引き続き積極的な支援を行っていくこととする。

参考文献

- 1) 水野操：初心者 Makers のための 3D プリンター & 周辺ツール活用ガイド
AMAZON Kindle 版(2012.12.20)
- 2) 小林啓倫：3D プリンターの社会的影響を考える
～英国の政策レポートをもとに～
AMAZON Kindle 版(2012.11.15)
- 3) ク里斯アンダーソン：[マイカーズ] 21 世紀の産業革命が始まる
NHK 出版(2012.10.23)

薄膜型熱電対を利用した微小液体流量センサの開発

評価技術課 奈須野雅明 加工技術課 小幡勤

1. 緒言

マイクロリアクターにおいて、微小流路内の流量制御や微粒の析出物の目詰まり等を検出するため、流量を逐次モニタリングする必要性は高い。一方で、流路が狭い故に、流路内に可動部を設ける測定手法では目詰まりや洗浄等のメンテナンスが困難になるため課題となっている。そこで、本研究では、流路外に薄膜熱電対を用いた熱センサを設け、熱式の微小液体流量センサの試作評価を行った。

2. 実験方法および実験結果

2.1 微小液体流量センサの試作

図1((1)～(4))に試作した微小液体流量センサの作製プロセスを示す。

(1)NiCrヒータの作製：24mm角、厚み0.1mmのカバー用ガラス基板上にNiCrを膜厚約100nmでスパッタリング蒸着し、ウェットエッチングによりパターニングを行う。

(2)：熱センサの作製：検出感度を上げるために、T型薄膜熱電対を直列接続構造で設計することを試みた。まず、T型熱電対金属のコンスタンタン(CuNi合金)を膜厚約200nmでスパッタリング蒸着し、リフトオフ法によりパターニングを行う。次に、CuをCuNi合金と同様に膜厚約200nmで蒸着しパターニングを行う。

(3)流路基板の作製：厚み1mmのガラス基板上に、厚み1mmのガラス板を2枚、中央に1mmの流路を設けて、エポキシ樹脂接合剤にて接合を行う。

(4)カバー用ガラス基板と流路基板の接合：(1)～(2)にて、作製したガラス基板と、(3)にて作製した流路基板をエポキシ樹脂接合剤にて接合を行う。

試作したヒーター及び熱センサの拡大写真を図2に示す。試作チップの流路上にヒーターおよび熱センサの検出部を配置し、0.1mmガラス基板を介して流路内の溶媒に熱を加え、温められた溶媒の熱をヒーターの下流の2個の熱センサにて検出する構造とした。また、零接点部は流路上外に設けた。検出部および零接点部はCuNi合金とCuがそれぞれ積層しており、ヒーター中央部から熱センサ中央部と熱センサ中央間の距離はともに1.5mmに設計した。

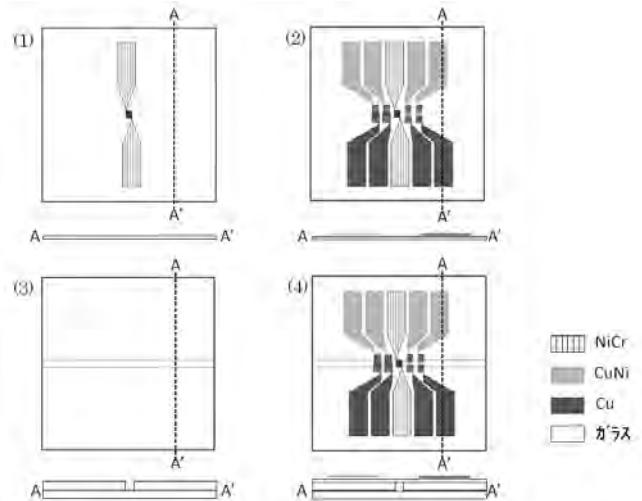


図1 試作チップの加工プロセス

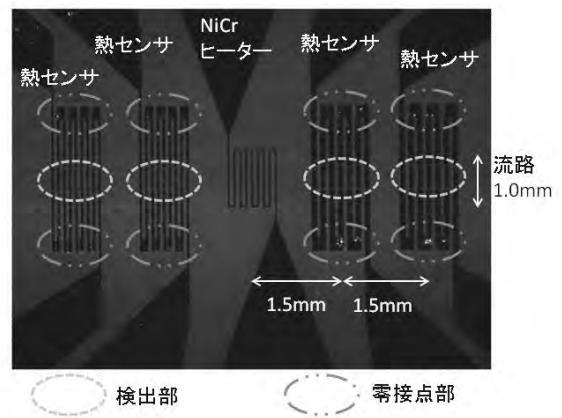


図2 試作チップのヒーター及び熱センサの拡大写真

2.2 流量評価方法及び実験結果

図3に流量評価実験の概要図を示す。マイクロシリジポンプにて設定流量(0.01、0.05、0.08、0.1、0.2、0.5、1.0ml/min)の純水をキャピラリチューブ(外径1mm、内径0.5mm)を通して、試作流量センサの流路に送液した。送液が安定した状態で、ヒーターに直流電圧をON-OFF(約20V、1~2sec)し、ON時に温められた流水をヒータ下流の2個の熱センサにて検出した。検出した電圧をデータロガーにてモニタリングし、ヒータ下流の2個の熱センサが検出したピークからピークの時間差(Δt 、図4参照)より流速を求め、流路断面積 1mm^2 として換算し測定流量を算出した。また、電子天秤では排出液の積算重量を測り、リファレンス流量を求めた。

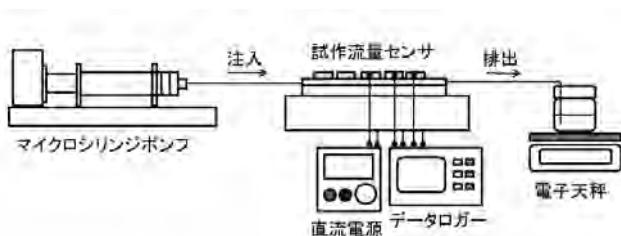


図3 流量評価実験の概要図

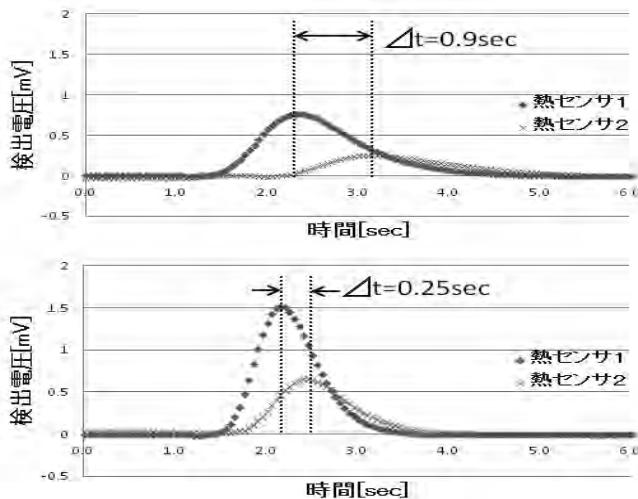


図4 流速の検出例（上：設定流量
0.1ml/min、下：設定流量 0.5ml/min）

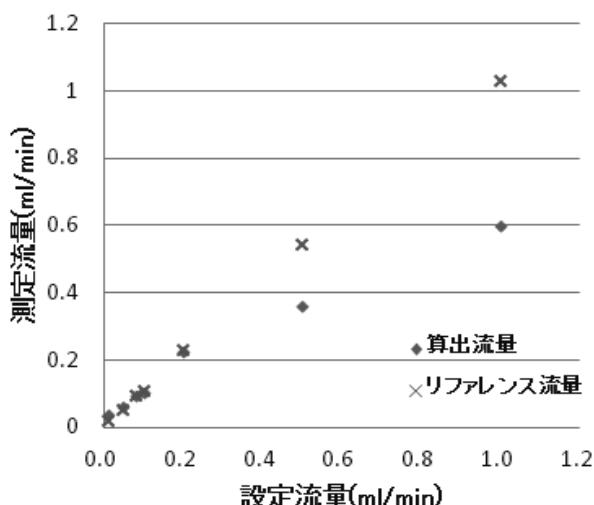


図5 測定流量の評価結果

キーワード：マイクロリアクター、微小液体流量センサ、薄膜熱電対、スペッタリング

Development of microflow sensor using thermopile structure

Evaluate Technology Section; Masaaki NASUNO, Tsutomu OBATA

We tried to develop Type T thin film thermopile for mesurement of microflow. And the velocity of a flowing fluid of the chips were mesured in the range of 0.01 to 1.0ml/min. As a result, the characteristic was confirmed by the developed sensors.

図5に測定流量の結果を示す。横軸は、マイクロシリジポンプによる設定流量を示し、縦軸は測定流量として、流速から算出した流量および電子天秤によるリファレンス流量を示す。リファレンス流量においては、評価範囲で設定流量とほぼ一致している。一方、算出流量においては、0.01ml～0.2mlの少ない流量範囲では、設定流量とほぼ一致しているが、0.2ml以上の範囲では、設定流量の増加に伴いより、測定流量が大きく低下した。これは、試作センサが流路内壁側の流速を検出する構造であり、測定流量の増加に伴い流路内壁側と流路中心部における流速に差が生じたことが起因と思われる。今後、流路幅や流路長を変えて試作流量センサの検証を試みたい。また、熱センサの微小化による高感度化や検出間距離を最適化し、流量計測範囲の拡大とともに測定精度について検討し、流量センサの設計指標を明らかにしていく。

3. 結言

微小流路上に薄膜熱ヒーター、および直列に接続した薄膜熱電対を組み込み、熱式の微小液体流量センサの試作評価を行った。その結果、0.01～1.0ml/min の範囲で測定できることを確認した。今後、センサの微小化による高感度化やセンサの配置等を検討し、流量計測範囲の拡大及び検出精度について検討していく。また、バルブ等を用いてマイクロリアクター用途等の流量制御チップへの展開を試みたい。

「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, No. 46(2012)P. 46–47
- [2] マイクロリアクターによる合成技術と工業生産 サイエンス&テクノロジー社 P. 60–74

居住環境モニタリング技術に関する研究

材料技術課 塚本吉俊* 評価技術課 佐々木克浩

1. 緒言

化石燃料資源の枯渇や低炭素社会実現の要請に加え、昨今の電力事情から、節電、省エネへの取組みが求められている。低消費電力の家電製品が普及するなかで、利用者には機器の使い方で省エネの実践が求められている。

家庭向けエネルギー管理には、機器毎に通信機能付コンセントを設置し、電源管理や電力モニタリングを行う手法があるが費用や制御系の消費電力増の問題がある。

一方、個別の電源管理を行わなければ、分電盤で消費電流を計測する手法がコスト的に有利である。

そこで、分電盤の系統別に電流センサを設置し、消費電流をモニタリングするとともに、電流波形の特徴を解析し稼動機器を推定するシステムの開発に取り組んだ。

2. 電流波形の特徴量と実験方法

機器個別の消費電流波形を収集・解析するため、負荷用コンセントに CT 型電流センサ（マルチ計測株 CTF-6、公称変流比 3000 : 1）を設置し、出力電流を抵抗（100Ω）で電圧に変換したものを AD 変換して解析用コンピュータに取り込む。サンプリング速度は、高調波解析を行うため、電源周波数 1 周期あたり 20 点（50Hz で 1000 サンプリング/秒、60Hz で 1200 サンプリング/秒）とした。

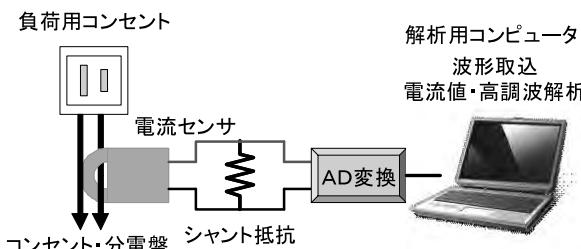


図 1 電流計測システム

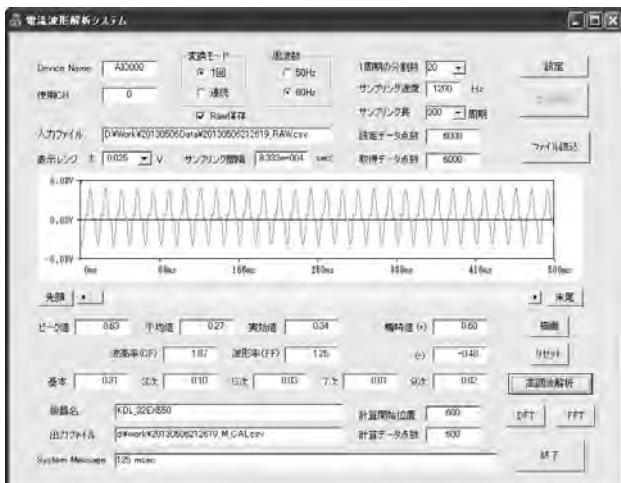


図 2 電流計測システム画面出力例

*現 評価技術課

解析用コンピュータでは、電流波形の表示と、電流の最大値、瞬時値、平均値、波高率、波形率の各特徴量¹⁾と、実効値の積算及び離散フーリエ変換で 9 次までの奇数次高調波を求め、歪率（=高調波の実効値／基本波の実効値）を 30 周期毎に計算し、ファイルに保存する。

電流計測システムの概念を図 1 に、解析プログラムの画面出力例を図 2 に示す。

3. 実験結果および考察

デジタルテレビの測定風景を、図 3 に示す。開発システムの検出精度検証のため、図 4 に示す 7 機種の家電（括弧内は定格消費電力）を稼動状態にし、システムで計算された電流実効値と市販のクランプ式電流計（HIOKI 製 3284）の実効値と比較した。近似曲線が示すとおりほぼ同じ値となり、開発システムの妥当性が検証された。

家電の消費電流波形の例を、図 5 に示す。電流センサ単体の計測では、波形間の位相差（時刻の前後関係）が不明なため、ピーク点から 2 周期分を表示した。ドライヤやファンヒーター起動時のように抵抗性負荷では正弦波

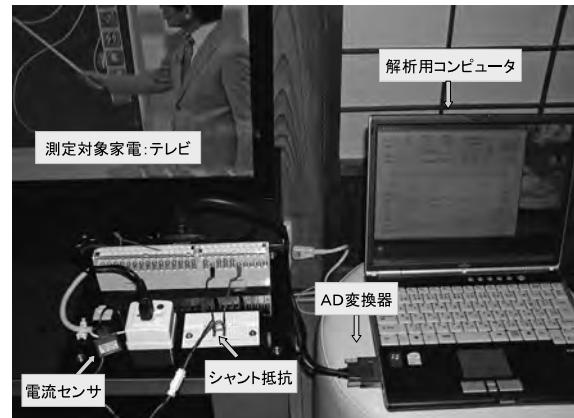


図 3 電流計測実験例

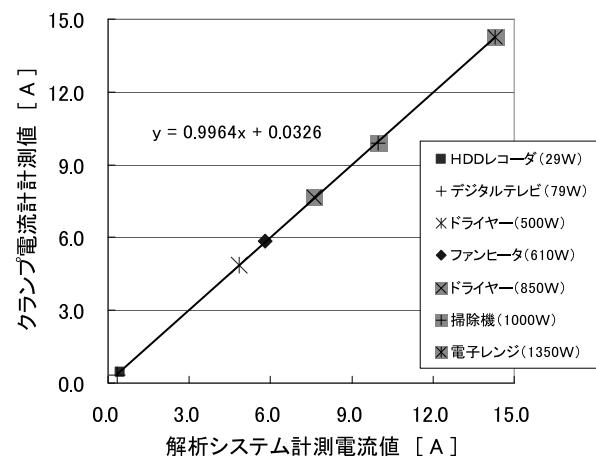


図 4 電流実効値の検出精度

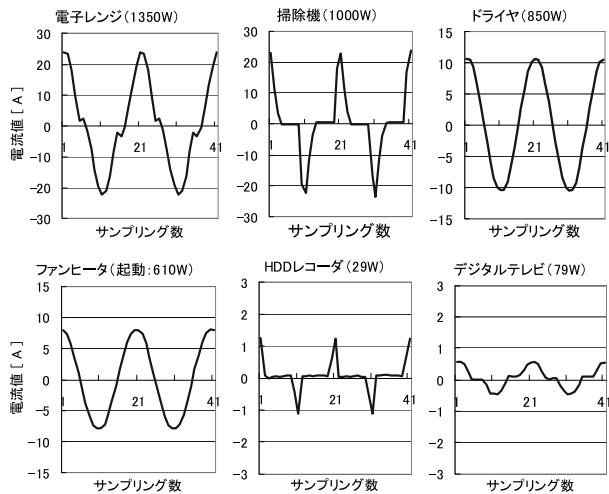


図5 家電製品の消費電流波形例

状の波形が観測されるが、その他の機器では、整流回路やモータ等負荷により異なる歪波形が観測される。そこで、電流の大きさ（実効値）と形状（歪率）の関係を図6に示す。今回の7機種については、単独運転の場合、この2つの特徴量で識別が可能である。

一方、複数機器が稼動している場合の例を、図7に示す。各波形のピーク位置をもとに位相整合処理を行い、個々の波形の合成値と計測値を比較したところ一致が見られた。なお、計測値は、高調波から逆フーリエ変換で復元した波形を用いた。これは、将来、計測部をワンボードマイコン化し、特徴量のみ扱うことによっている。

波形の解析には、二つの波形の位相を変えながら一致度を計算する動的マッチング手法が適用できるが、計算負荷が大きいことから、電圧の位相と同期させ観測波形のまま比較を行う等の手法の開発が必要である。また、機器が多くなると組合せが指数関数的に増えるため、系統別の接続機器の情報と電流値から絞込みを行い、突入電流など起動時の特徴量を用いる手法を検討している。

4. 結言

機器個別の消費電流波形を電流センサで収集、解析す

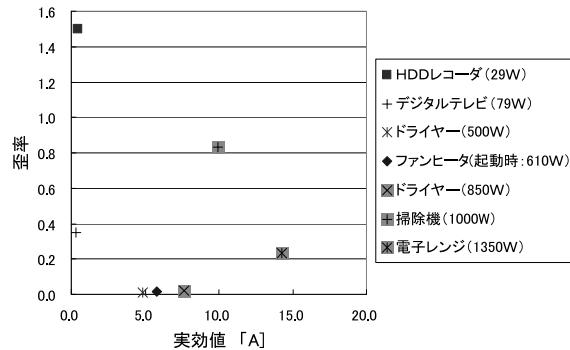


図6 家電稼動時電流の特徴量

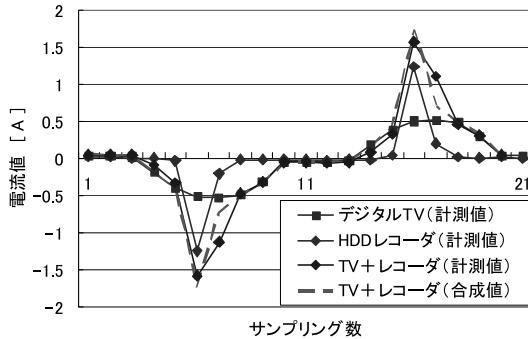


図7 複数家電稼動時の波形

るシステムを構築した。電流の実効値や高調波、歪率等の特徴量や、個々の機器の合成波形との比較で稼動機器の推定を試みた。これにより、電流波形から稼動機器を推定するための基礎部分が構築された。

家電機器の稼動状況を知ることは、利用者への省エネルギー意識の啓発のみならず、生活者の行動と密接な機器を特定し、生活環境情報と合わせて解析することにより、きめ細かな見守りサービスの提供にもつながる。

今後、検出部の小型化や環境センシングとの統合により、快適性と生活の質（QOL）を保ちつつ省エネルギー管理を両立する手法の検討を進める予定である。

参考文献

- 1)伊藤雅仁ら:電力波形の特徴を利用した家電検出手法と制御システム,情処論 Vol.44-1(2003)95-105

キーワード：家電機器、電流波形、特徴量、生活パターン、省エネルギー

Development of technology for monitoring of the dwelling environment

Material Technology Section; Yoshitoshi TSUKAMOTO Evaluation Engineering Section; Katsuhiro SASAKI

To contribute to energy saving, the system which analyzes the consumption current of home electric appliances is developed. The parameters to characterize distorted wave and the current value are calculated using the waveform detected with the current transformer sensor. The root mean square value of the consumption current and the distortion factor are useful for discernment of a household appliance. The discovery of appliances closely with life activity improves the quality of life-support services.

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, 機械電子研究所 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

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。^{1), 2)}

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。

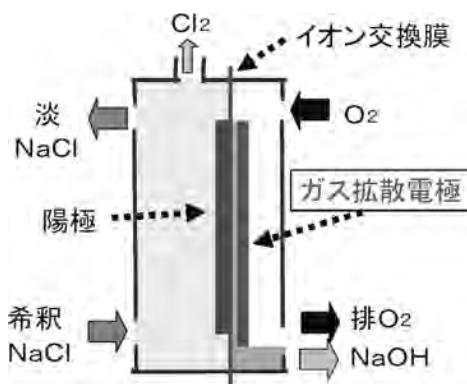


図1 食塩電解における2室法ガス拡散電解槽¹⁾

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。

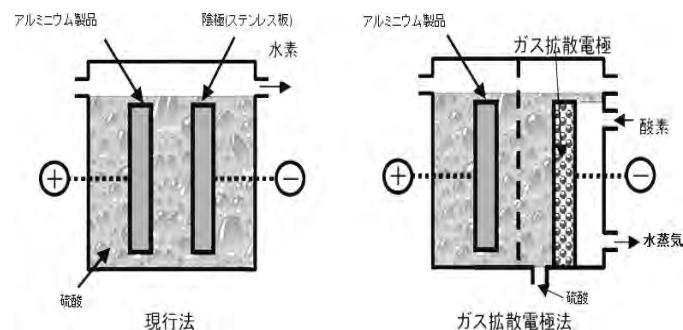


図2 アルミニウム陽極酸化電解槽の現行法とガス拡散電極法の概念図

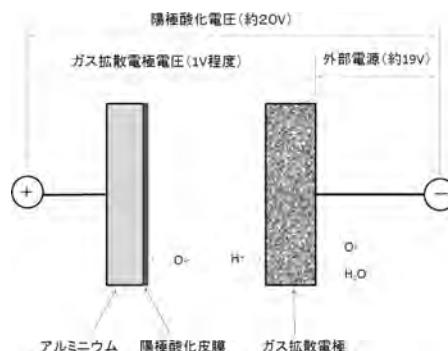


図3 アルミニウム陽極酸化のガス拡散電極法のモデル

*現 企画管理部

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。³⁾ 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 150 μm 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。¹⁾

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, 榊孝: 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.

摩擦攪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

摩擦攪拌接合(FSW)法は、自動車、鉄道車両、船舶等の輸送機器や土木・建築等、構造材料の接合法として適用されている^{1,2)}。近年ではアルミニウム合金よりも高い融点を有する金属、例えば銅、鉄鋼、チタン³⁾の接合に関する研究がなされている。また、本接合法は塑性流動による短時間の固相接合法のため反応相などの生成がほとんどないことから、アルミニウム/鉄鋼⁴⁾等、異種材料の接合法について検討されている。異種材料の接合は、例えば構造部材の軽量化⁵⁾につながることから今後広範囲に普及拡大すると期待される。しかしながら、本接合法を用いた異種材料の接合可能な組み合わせや接合性、接合部の特徴については、未だ不明瞭な点や課題も多く、殆どが研究段階である。そこで本研究では、軽量構造材として期待されるアルミニウム合金およびマグネシウム合金の重ね継手における接合の可能性について検討した。

2. 実験方法

供試材料としては、Al合金はA6063-T5、Mg合金はAZ31(三協マテリアル株式会社製)を用いた。寸法はAlおよびMg合金のいずれも、幅約70×長約200×厚約3(mm)である。接合試験は二次元摩擦攪拌接合装置(日立設備エンジニアリング㈱製、2D-FSW型)により行った。接合条件は、回転数(*R*)=1000~3000 rpm、接合速度(*v*)=100~700 mm/minの間で変化させた。ショルダの押込量は約0.1 mm、ツール挿入時の保持時間は10 sec、接合長は150 mmで一定とした。接合継手は重ね継手とし、上板にAl合金、下板にMg合金を配置した。ツール形状は、ショルダ径φ15 mm、プローブ長さ5.5 mm、プローブはM4~M6のテーパ状で左ネジ加工を施した。接合後、接合部の外観観察、断面観察・分析およびX線探傷装置(エクスロン・インターナショナル㈱製、Y.XP0225/XRD0820)により、X線透過像を撮影し、接合内部の欠陥の有無について調査した。

3. 実験結果および考察

図1に接合部表面の外観写真の一例を示す。*v*=100 mm/minでは*R*=1000 rpm(図1A)に比べて、2000 rpm以上ではバリの発生が顕著であった。また、*v*=300 mm/min、*R*=3000 rpm(図1C)の場合、バリの発生は小さくなったものの接合部表面に線状の溝状欠陥が認められた。

図2に図1の接合部のX線透過像を示す。接合部は周囲と比較して板厚が薄いためコントラストが低く明るく現れている。いずれも接合部中央には白色の領域があり、内部に空隙が存在していた。

図3に図1の接合部の断面マクロ組織を示す。図2で示したように攪拌部には空洞状の欠陥が認められた。

図4に*v*=200 mm/min、*R*=3000 rpmの条件での接合部断面のミクロ組織を示す。攪拌部中央下では材料が層状に重なったオニオンリングが観察されたが、上板(A6063-T5)側では、塊状の組織も形成された。母材と攪拌部の境界付近には約100 μmの微小な空洞状の欠陥が生じていた(図4B、C)。また、攪拌部の一部には割れが発生していた(図4D)。

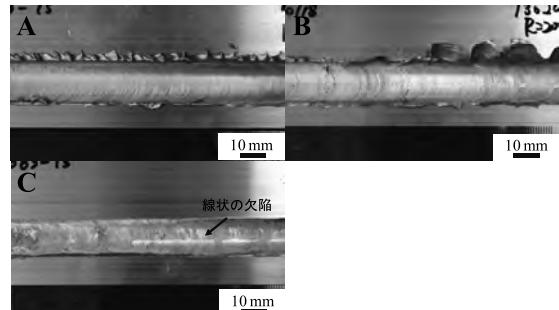


図1 接合部表面の外観写真

(A: *v*=100 mm/min, *R*=1000 rpm, B: *v*=100 mm/min, *R*=2000 rpm, C: *v*=300 mm/min, *R*=3000 rpm)

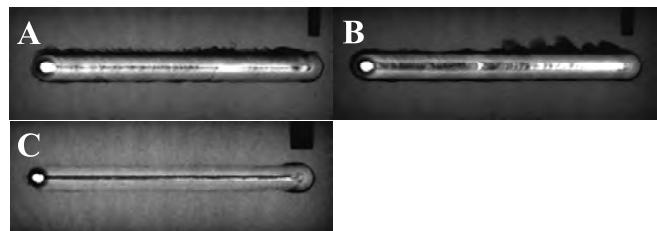


図2 接合部のX線透過像

(A: *v*=100 mm/min, *R*=1000 rpm, B: *v*=100 mm/min, *R*=2000 rpm, C: *v*=300 mm/min, *R*=3000 rpm)

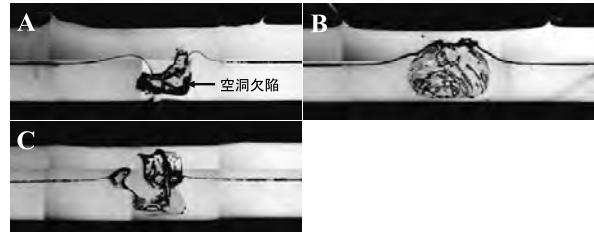


図3 接合部の断面マクロ写真

(A: *v*=100 mm/min, *R*=1000 rpm, B: *v*=100 mm/min, *R*=2000 rpm, C: *v*=300 mm/min, *R*=3000 rpm)

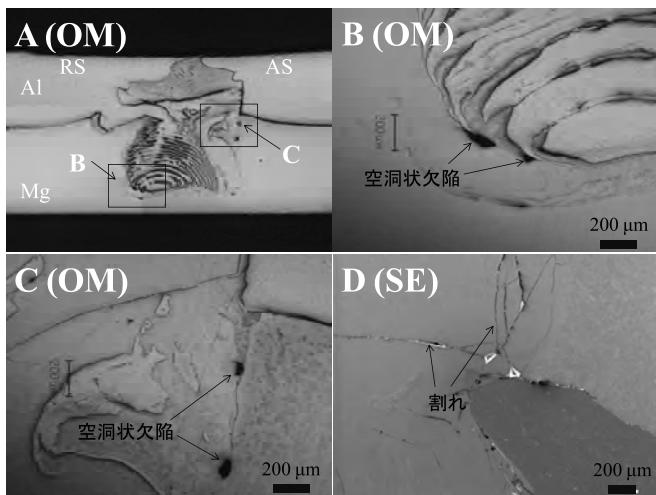


図4 接合部の断面ミクロ組織

(A, B, C: OM, D: SEM)

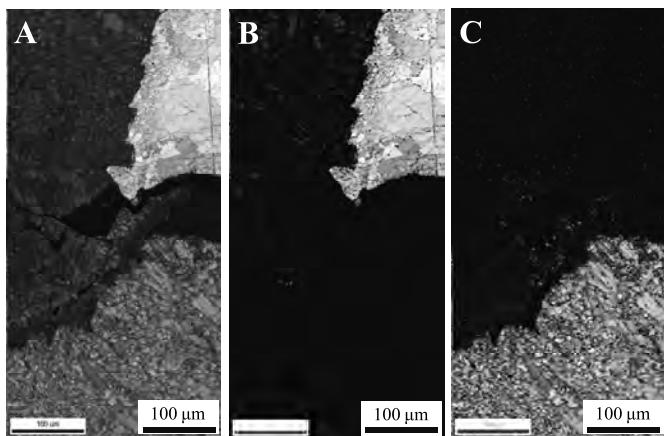


図5 割れ発生部近傍の IQ マップ (A)
および Phase マップ (B: Al, C: Mg)



図6 割れ発生部近傍の SEM 像および特性 X 線像

図5に割れ発生部近傍の EBSD 解析による IQ (Image Quality)マップおよび Al (図5B)および Mg (図5C)の Phase マップを示す。なお、接合条件は $v=200 \text{ mm/min}$ 、 $R=3000 \text{ rpm}$ である。上板の Al および下板の Mg はそれぞれ一致していたものの、割れ発生領域では Al、Mg のいずれも良好な一致は認められなかった。

そこで、この領域の EDX による組成分析を行った結果を図6に示す。割れ発生部近傍の成分は、上板の Al 合金と比較して、Al が減少し、Mg が増加していた。また、下板の Mg 合金と比較して、Mg が減少し、Al が増加していた。すなわち、割れ発生領域の組成は、上板の Al 合金、下板の Mg 合金とは異なる組成となっており、割れ発生領域には Al、Mg の金属間化合物^{6,7)}が生成したものと推定された。

4. 結言

アルミニウム合金 (A6063-T5)/ マグネシウム合金 (AZ31)の異種材料の重ね継手を摩擦攪拌接合を行った結果、本研究の接合条件において接合継手は形成できたが、接合部内部では均一で十分な塑性流動が行われておらず、空洞状の欠陥および割れが発生した。今後はツール形状、押込量などを変化することにより、塑性流動が十分に行われる加工条件を見出す必要がある。

参考文献

- 1) 溶接学会編: 摩擦攪拌接合, 産報出版, (2006), 13.
- 2) 時末光: FSW の基礎と応用, 日刊工業新聞社, (2005), 130-161.
- 3) 佐藤裕, 粉川博之: 金属, **83**, No.3 (2013), 223.
- 4) 岡村久宣, 青田欣也, 高井英夫, 江角昌邦: 溶接学会誌, **72**, 5, (2003), 134.
- 5) 中田一博, 牛尾誠夫: 溶接学会誌, **71**, 6, (2002), 6.
- 6) 山本尚嗣, 廖金孫, 渡辺修平, 中田一博: 日本金属学会誌, **73**, 2, (2009), 103.
- 7) 平野聰, 岡本和孝, 土井昌之, 岡村久宣, 稲垣正寿, 青野泰久: 溶接学会論文集, **21**, 4, (2003), 539.

キーワード： 摩擦攪拌接合、異材接合、接合欠陥

Research on weldability of dissimilar materials and formation of composite materials by friction stir welding

Shigeki KAKIUCHI, Takaaki SHIMIZU, Shogo TOMIDA

In this study, the weldability of aluminum with magnesium alloys by friction stir welding was investigated. Bonded joints were lap joints, the upper plate was Al alloy and the lower plate was Mg alloy. The joining conditions were that the rotation speed was varied from 1000 to 3000 rpm and the traveling speed was varied from 100 to 700 $\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$. The defects were that a sort of cavity occurred in the cross section of the joint in each of the joining conditions. And some cracks also occurred. More Mg but less Al was seen in the cracking region with Al alloy. This suggested that the intermetallic compounds were formed in the cracking region.

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^{*1}、機械電子研究所 浅田峯夫、金森直希

1. 緒言

住居者の見守りや快適な室内空間の制御などを目的に、ネットワーク化された複数のセンサによる空間状態の認識に関する研究が行われている。その認識のために必要な情報として住居者の動きや温度などが挙げられる。人の動きのモニタリングに関しては、昨年度の本研究で超音波センサを用いた一例を示した¹⁾。温度計測については、従来の温度センサを用いた場合、設置した個所の測定となるため、空間の温度を把握するには内部に複数のセンサを設置する必要がある。これに対し、超音波センサは、空間の外側から内部の平均温度を高い応答性で測定でき²⁾、さらにセンサを複数にすることで温度分布を計測できる。以上のことから、無線センサネットワークに超音波センサを導入し、温度と人の動き（距離変化）の計測を状況に応じて使い分けることができれば、空間状態を認識するツールの一つとして有効と考えられる。

そこで本研究では、超音波センサと無線通信を用いた遠隔モニタリングシステムを構築し、温度と距離を自動的に切り替えて計測することを検討した。

2. システム構成

本研究で検討するシステムの概念図を図1に示す。超音波センサモジュール (SEED SRUDIO 製, SEN136B5B) により反射法により超音波を送受波し、伝搬時間に対応した時間幅を持つパルスを出力する。超音波センサの駆動制御と伝搬時間の測定はマイコン (Arduino) により行う。超音波センサと反射体間の距離 d と伝搬時間を用いて超音波の音速を求める。湿度センサ (Sparkfun 製, HIH-4030) により湿度を測定し、湿度補正された音速から温度を算出する(文献2)参照)。さらに、温度と距離を自動的に切り替えて計測するため、伝搬時間が閾値より短い場合は、一回前の測定温度を用いて音速を算出し、伝搬時間との積から反射体までの距離を算出する。また、リアルタイムクロックモジュール (Sparkfun 製, DS1307) を用いて測定時刻の情報を取得する。時刻と温度または距離の情報は、2個の無線モジュール (XBee Series1: Digi International) により通信を行うことで、パソコンに取り込まれる。そのデータの表示とマイコンの制御は、Microsoft Excel VBA (シリアル通信にEasyCommを利用) により行う³⁾。マイコンとExcel VBAのプログラムの作成などを行い、構築したシステムの外観を図2に示す。

3. 空間温度計測実験

はじめに、本システムの温度計測の性能を評価した。恒温室 (ESPEC 製, TBL-9TABAI)において、壁を反射

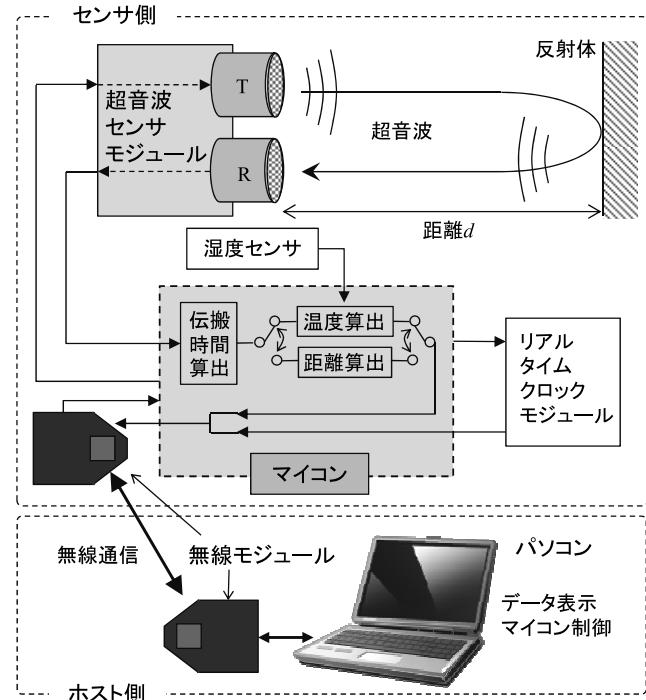


図1 システムの概念図

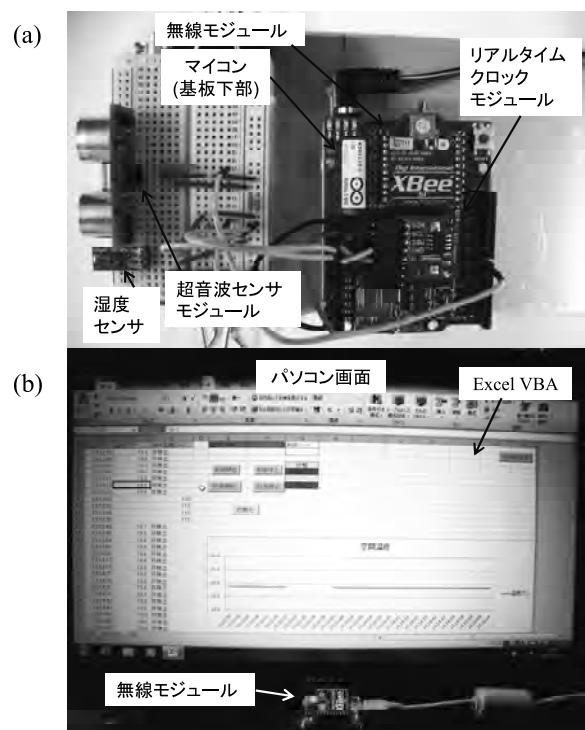


図2 試作したシステムの外観

(a) センサ側、(b) ホスト側

*1 現 評価技術課

体として距離 $d=2.3\text{m}$ に設定し、超音波を送受波した。測定精度向上のため、測定した伝搬時間をマイコンにおいて 30 回平均し温度を算出した。このときの測定間隔は、計算時間などを含め 3~4 秒程度であった。超音波の伝搬経路に平行に熱電対（林電工社製 T 型クラス 1）を 3 本設置した。最初に室温 10°C 付近においてシステムの校正を行った（手順は文献 2 参照）後、 $10^\circ\text{C} \sim 35^\circ\text{C}$ の範囲を 5°C 間隔で変化させ、各温度を計測した。各温度における超音波による 10 回の測定の平均値 T_u と熱電対による測定平均値 T_t を求め、まとめた結果を図 3(a) および(b) に示す。図 3(b) より、 $T_u - T_t$ は 0.5°C 以下、10 回の測定における最大値と最小値の差は 1°C 以下であり、これらの差は室内での温度モニタの応用においては許容範囲と考える。測定精度の向上が必要な場合は伝搬時間の平均回数を増加させる対策が考えられるが、根本的な改善のためには 25°C 以上の温度で測定値のばらつきが大きくなっている要因を明確にする必要がある。なお、計測中に無線通信が正常に行われない場合があったため、プログラムの改良などによる通信の安定性確保も課題である。

4. 空間温度と人の検知の自動切り替えモニタリング

次に、温度と距離の自動切り替え計測に関して検討した。伝搬時間の閾値は 12.4ms とし、この時の原理的な測定距離の上限は 2.1m 程度となる。室温 20°C 付近で、図 4(a) の測定配置において、超音波センサから距離 L だけ離れた人が超音波センサの前で 20 秒程度静止して通過した ($d=2.3\text{m}$)。このような動作について距離 L を変えて計測した結果例を図 4(b) に示す。同図より、 20°C 付近の空間温度を計測できており（図中の白丸）、かつ自動で人を 20 秒程度検知（図中の黒丸）できている。また、 L の変化に応じた距離変化も測定できている。人の通過前後で測定距離が長くなる場合があるのは、伝搬時間が長い斜め方向からの反射波を受波したためと考えられる。

5. おわりに

超音波センサと無線通信を用いて、空間温度と移動体

までの距離を自動で切り替えて遠隔モニタリング可能なシステムを構築した。本システムは、例えばヒートショック対策として、各部屋に設置のセンサによりそれらの温度差を把握し、部屋間における人の安全な移動を同一のセンサでモニタする応用が考えられる。このような安心・安全に向けた生活空間の状態認識センサとしての応用が期待され、また空調制御と統合することで省エネや快適空間の制御に繋がる可能性が考えられる。

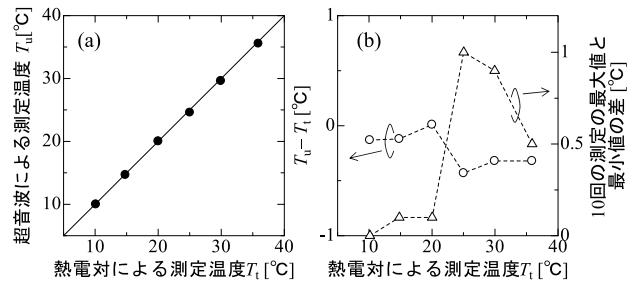


図 3 空間温度の計測結果

(a) 温度、(b) 温度差

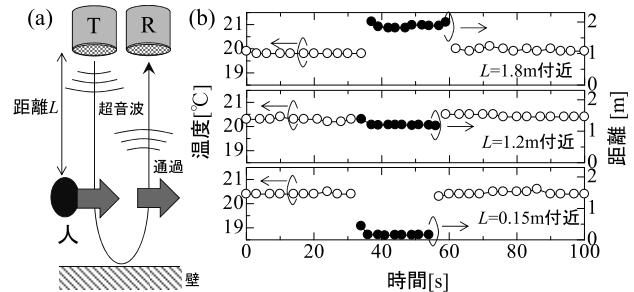


図 4 空間温度と人の検知の自動切り替えモニタリング

(a) 測定配置図、(b) 計測結果の一例

参考文献

- 佐々木 他, 富山県工業技術センター研究報告, 26 (2012) 49.
- 佐々木 他, 平成 20 年度若い研究者を育てる会研究発表会研究論文集, 22 (2009) 9.
- 櫻木, Excel を用いた計測制御入門, 電気書院 (2010)

キーワード：超音波センサ、マイコン、空間温度、無線モジュール、移動体

Ultrasonic Measurement System for Wireless Sensor Network

Katsuhiro SASAKI, Yoshitoshi TSUKAMOTO, Mineo ASADA and Naoki KANAMORI

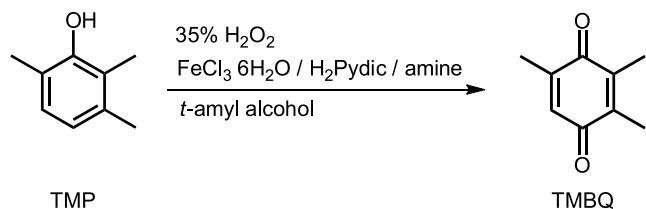
Remote monitoring of spatial temperature with noncontact was achieved with the system which was constructed using ultrasonic sensors, a microcontroller and radio modules for wireless sensor network. Furthermore, switching of spatial temperature monitoring and human detection using our system was automatically controlled.

マイクロフローシステムを用いるキノン類の合成方法の開発

材料技術課 山崎茂一 機械電子研究所 横山義之 生活工学研究所 山崎泰之

1. 緒言

キノン類は医薬品合成中間体等として重要な化合物群であり、アレーン類やフェノール類の酸化反応で合成されるが、生成物収率があまり高くないものが多い。そこで、これらの反応をマイクロフローシステムへ適用し、収率の改善が図れないか検討することとした。マイクロフローシステムは、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] 今回は過酸化水素 (H_2O_2) を酸化剤とし、鉄錯体を触媒とした2,3,6-トリメチルフェノール (TMP) の2,3,5-トリメチルベンゾキノン (TMBQ) への酸化反応 (Scheme 1)について、バッチ反応における反応の最適化およびマイクロリアクターを用いた反応について検討したので、その結果について報告する。TMBQは、ビタミンE合成中間体として重要な化合物である。



Scheme 1

2. 実験

2.1 バッチ反応

塩化鉄、ピリジン-2,6-ジカルボン酸 (H_2Pydic) およびアミン類を *tert*-アミルアルコール (*t*-AmOH) に溶解した触媒溶液に TMP を溶解し、35%過酸化水素を加えて反応を行った。反応率および TMBQ の収率はガスクロマトグラフ分析により求めた。

2.2 マイクロフローシステムによる反応

送液には 2 台のシリングリポンプを、ミキサーとして高速液体クロマトグラフ用の樹脂製 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)。一方のシリングリには塩化鉄、 H_2Pydic 、アミン類および TMP の *t*-AmOH 溶液を、もう一方のシリングリには過酸化水素の *t*-AmOH 溶液を入れ、反応を行った。

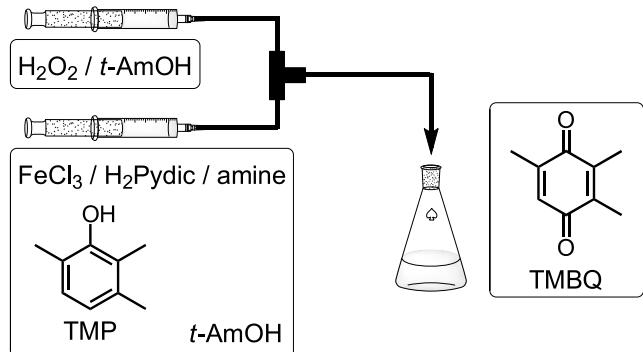


Fig. 1 Microflow system used for the oxidation of TMP.

3. 結果と考察

TMP を TMBQ へ酸化する触媒系として、Beller らが報告した鉄触媒系^[2]に着目した。この触媒系は、安価な鉄を触媒として用いること、過酸化水素を酸化剤とすること、フェノール類の酸化反応において比較的良好な収率が得られている、といった特徴があり、グリーンケミストリーの視点からも興味深い酸化触媒系である。その論文には、塩化鉄と H_2Pydic の 1:1 混合物に第 3 成分として添加するアミンの種類により触媒活性が大きく変わることが報告されている。TMP の TMBQ への酸化においては *N-n*-ブチルベンジルアミンの添加が最も良い結果を与えており、7.5 mol%の触媒と 4 当量の過酸化水素を用いた0°C、1.5 時間の反応で、79%の収率で目的生成物である TMBQ が得られている。

この反応について TMBQ の収率向上を目的として、添加するアミン類や反応条件についてさらに検討を加えた。その結果、添加するアミンとして、*N*-エチルベンジルアミン、ジベンジルアミン、ベンズヒドリルアミンなどが良好な結果を与えること、触媒量は 7.5 mol%も必要ではなく 1 mol%あれば 1 時間以内に反応は終了すること、反応温度も 0°C に冷却する必要はなく室温付近の温度でも収率に変化はないこと、4 当量の過酸化水素を 1 時間以上かけてゆっくり添加した場合と 2.5 当量の過酸化水素を 1 時間に全て加えた場合とで収率に変化はないこと、などがわかった (Table 1)。最適化された反応条件として、1 mol% の $FeCl_3/H_2Pydic$ 触媒を用い、ベンズヒドリルアミンを添

Table 1. Optimization of reaction conditions for oxidation of TMP to TMBQ.

	Amine	Catalyst / mol%	H ₂ O ₂ / equiv	Temp / °C	Time / h	Conv. / % [a]	TMBQ / % [a]
Reported [b]		7.5	4	0	1.5	>99	79
Improved		1	2.5	15	1	98	82

[a] Determined by GC. [b] Data from ref [2].

加し、2.5当量の過酸化水素を15°Cで一時に加え、室温で1時間反応させたところ、82%の収率でTMBQが得られることがわかった。目的生成物の収率の向上はわずかであったが、触媒量と酸化剤の量は大幅に削減することができた。

この改良された反応条件を使って、マイクロフローシステムを用いた反応について検討した。内径0.5mmのY字型流路の樹脂製3方ジョイントをミキサーとして用い、一方の流入口から酸化剤である過酸化水素を溶解したt-AmOH溶液(H₂O₂:2.5M)を、もう一方の流入口から触媒(FeCl₃/H₂Pydic/benzhydrylamine = 1/1/3)とTMPのt-AmOH溶液(TMP:67mM)をシリンジポンプを用いて注入したところ(TMP:H₂O₂ = 1:2.5)、室温、滞留時間1時間で反応基質はほぼ消失し、目的生成物が得られた。この反応条件で、TMBQの収率は70%であり、バッチ反応より低い収率となった。

過酸化水素を希釈せずにそのまま用いて反応を行ったところ(他の条件は全て同じ)、TMBQの収率は73%となり、やや改善が見られた。

さらに、ミキサーを孔径10μmのフィルターが内部に埋め込まれた「PEEKミキシングティー」に変えて反応を行ったところ、TMBQの収率が78%へと改善されたが、

バッチ反応の収率には届かなかった。フロー反応における収率向上のため、ミキサーの種類を変えるなどの更なる検討が必要である。

4. まとめ

鉄錯体を触媒とし過酸化水素を酸化剤とした2,3,6-トリメチルフェノールの酸化による2,3,5-トリメチルベンゾキノンの合成について、バッチ反応における反応条件の最適化を行い、さらにマイクロフローシステムを使用した反応についても検討した。その結果、バッチ反応における最適化では、触媒量と酸化剤量を大幅に減らすことができることを見出した。また、フロー反応では、バッチ反応とほぼ同等の収率でキノンが得られたが、バッチ反応の収率を超えることはできず、更なる検討が必要である。

「参考文献」

- [1] 吉田潤一, 管 誠治, 永木愛一郎, 有機合成化学協会誌, **2005**, 63, 511.
- [2] M. Beller et al., Chem. Eur. J., **2010**, 16, 10300.

キーワード：マイクロフローシステム、フェノール、触媒酸化、鉄錯体、過酸化水素

Synthesis of 2,3,5-Trimethylbenzoquinone by Iron-Catalyzed Oxidation of 2,3,6-Trimethylphenol Using Continuous Flow System

Shigekazu YAMAZAKI, Yoshiyuki YOKOYAMA and Yasuyuki YAMAZAKI

Iron-catalyzed oxidation of 2,3,6-trimethylphenol to 2,3,5-trimethylbenzoquinone with hydrogen peroxide using continuous flow system was examined. The catalytic oxidation of the phenol using continuous flow system afforded comparable yield of the corresponding quinone to the oxidation using standard glassware.

ファイバーレーザーによる金属材料の先進加工技術の開発

加工技術課 清水孝晃 柿内茂樹 富田正吾
(株)IHI 検査計測 (株)北熱

1. 諸言

最近の加工用レーザの発展は目覚ましく、特にファイバーレーザーは大出力化と共に微細加工から厚肉材の溶接まで広範囲な応用展開がなされつつある。一方、ドリルなどの加工工具や金型の耐摩耗性や離型性向上など多機能化を目的に様々なコーティング処理が行われ、また再処理により長寿命化が図られている。しかし、再処理においては、皮膜除去工程が薬剤処理や産廃排出などを伴い環境問題が懸念されている。レーザアブレーションの応用として、パルスレーザ発振タイプのファイバーレーザーを用いてコーティング膜の除去や前処理などへの適用を目的としたレーザクリーニング技術の開発のための予備的実験を行った。

2. 実験方法

レーザクリーニング装置を用いて、EDC 加工を施した鋼材より EDC により付与した Ti 層を除去することで能力を評価した。レーザはパルス発振させ周波数 10kHz 平均出力 105W 送り速度 0.5m/min で 100 回まで繰り返し照射し Ti 層の除去状況を調べた。

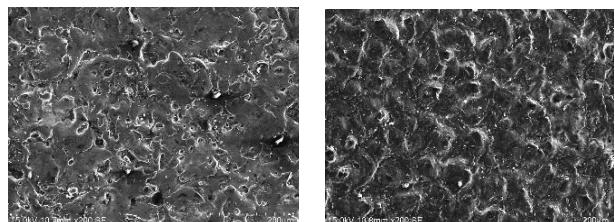
3. 実験結果

レーザ照射前の状態とクリーニング用レーザ照射 10,30,50,100 回の表面の状態について表面粗さと成分分析結果の変化を表 1 に、表面写真を図 1 に、断面のプロファイルを図 2 に示す。

Ti の量はレーザ照射回数を増やすと減少しており、30 回の照射でほぼ除去されていることがわかる。クリーニングができていることがわかる。一方、表面粗さは照射回数の増加とともに増大している。Ti 層だけではなく、母材部分にも影響を及ぼしてしまっているといえ、この影響の回避が今後の課題と言える。クリーニング後の表面の状態を観察すると、パルス照射されたレーザ痕が確認され 50 回照射後のものは明確に規則的なパターンが確認できる。

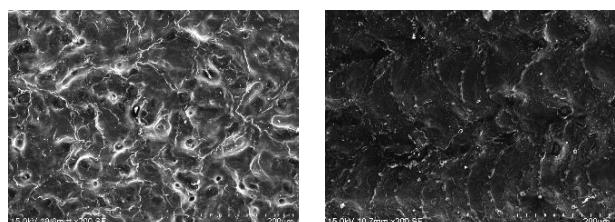
表 1 ワーク分析結果

照射回数	0	10	30	50	100
表面粗さ	2.47	2.50	3.94	6.58	8.87
Ra (μm)					
成分分析(mass%)					
Fe	28.2	33.0	5.06	44.1	45.6
Cr	7.5	9.2	13.3	11.9	12.1
Ni	2.8	3.8	4.9	5.1	4.2
Ti	34.1	15.0	0.46	0.30	0.17



(a) クリーニング前

(b) 10 回照射



(c) 30 回照射

(d) 50 回照射

図 1 表面状態の変化

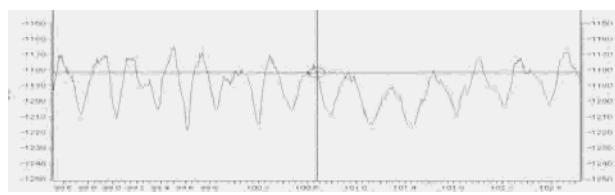


図 2 断面プロファイル (100 回照射後)

断面プロファイルは 100 回照射後のものであるが、規則的なものとなっており、レーザ照射の母材への影響が確認できる。

4. 結言

- ・レーザ照射を繰り返すことで Ti 膜の除去が可能であった。
- ・母材への熱影響が見られこの回避が課題である。

セラミックスによる高遠赤外線放射纖維の開発

加工技術課 岩坪 聰、美濃顔料化学株式会社 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、練り込みに適した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処理の最適化を行った。

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 λ が4~20 μmの範囲の放射率スペクトラムを測定した。製品にしたときの色を含めて、アルミナ、シリカを主成分とするセラミックの遠赤外線放射率が良かったので、この材料を主に用いた。セラミックスはボールミル法などの粉碎によって、数ミクロンから1ミクロン程度の微粒化を行い、それらの材料の4~20wt%濃度の分散溶液を作製し、纖維に塗布する処理を行った。

球に近い形態のセラミックスと、少し扁平な板状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上記セラミックス粒子を練り込んだ。

処理品の遠赤外線輻射率は40°Cで測定し、処理の効果は波長4~20 μmの積分放射率にて評価した。塗布処理においては、粒径が数ミクロンと大きい場合には、十分にセラミックスが付着せず、処理による改善はあまり得られなかった。一方、1 μm以下の微粒化処理したものは、粉として布から落ちやすいくことと、高い放射率を得ることができなかつた。

図1に、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を示す。(a)は球状粒子、(b)は板状粒子である。球状のものは、40°Cでの放射エネルギーが大きい10~12 μmの波長範囲の特性が改善されていたが、放射率の上昇は3%程度にとどまっていた。一方、扁平な板状粒子を使用することで放射率が全般的に5%以上増加することが分かった。

図2に、測定した纖維のSEM像を示す。(a)の未処理の綿の纖維径は5から8 μm程度あり、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。(b)

に薄い濃度で綿にセラミックスをコートしたSEM像を示す。3 μm程度の粒子が疎らに付着していることが確認できた。(c)は球状粒子を高密度に付けたもの、(d)は扁平な粒子を付着したものである。球状粒子では、高密度に付着してはいるが、団子状になっており、洗濯試験等に耐えることができないと考えられる。一方扁平な形状では、纖維に層状の膜としてコーティングされているため、高密度でも安定に付着していると考えられる。今後、洗濯試験による評価を行っていく予定である。

纖維のような線形状の場合、セラミックスの粒子形状がコーティング量に大きく関連することが分かった。

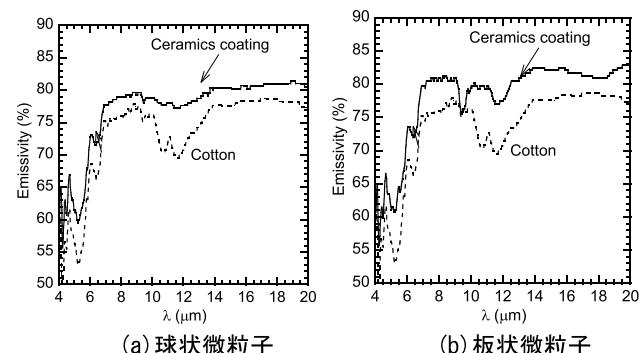


図1 形態の異なるセラミックス粒子の処理液によるコーティング処理の放射率スペクトラムの変化

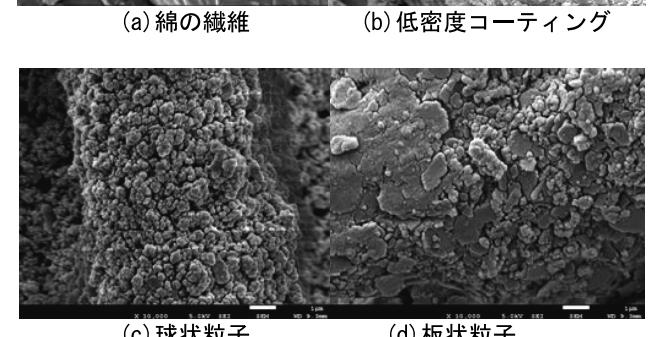
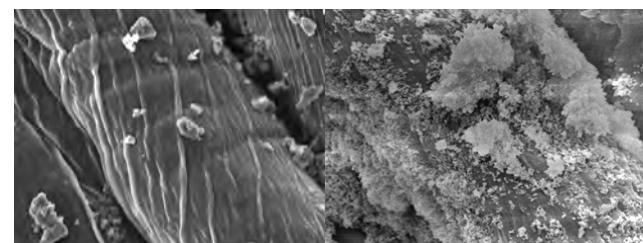


図2 未処理綿と各種セラミックス粒子のコーティング処理を行った綿のSEM像

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

評価技術課 氷見清和、加工技術課 柿内茂樹 富田正吾、生活工学研究所 水野渡*

株式会社北熱 嶋村公二、政誠一

1. 緒言

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。また最近では、AIP法（アークイ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が、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装置によりテトラヘドラルDLC膜表面の突起物の生成を抑制することを目指す。本手法にて成膜した平滑で高硬度なテトラヘドラルDLC膜を切削工具へ適用することにより、CFRP等の加工において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手法である。図1に、本装置の模式図を示す。本装置は、カーボンターゲット正面にルーバーフィルターを設置することにより、ドロップレットの原因となる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。また、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、表面欠陥が少なくsp³結合の多いテトラヘドラルDLC膜の生成が期待できる。

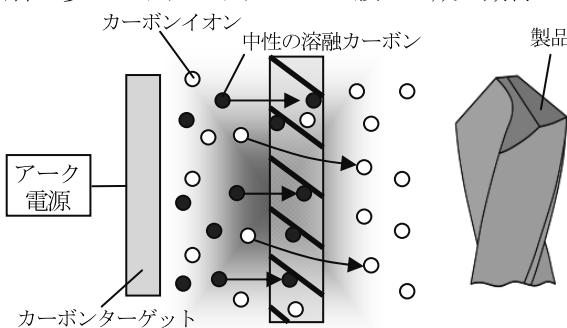


図1 ルーバーフィルター型AIP装置の概要

3. 実験結果

ルーバーフィルターを用いて作製したDLC膜は、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た。一方、ルーバーフィルター型AIP装置により作製したテトラヘドラルDLC膜の表面は、ドロップレットが直径0.5μm以下に抑制され、良質な表面であった。

ルーバーの間隔を制御し、成膜速度の検討を行った結果、ルーバーの間隔が狭いほど成膜速度は低下する傾向であった。成膜速度が遅いと生産コストが上昇することから、今後、膜性能とコストのバランスで最適条件を見出す必要がある。

図2に、ルーバーフィルターDLC膜を成膜した切削工具を示す。この切削工具を用いて、航空旅客機に採用されているCFRP(T800S)の切削性能試験を実施した。SEM観察によりCFRPの各繊維方向(-45°, 0°, 45°, 90°)における工具の摩耗幅を観察した。その結果、従来のDLC膜と比較してルーバーフィルターDLC膜は全体的に摩耗幅が小さく、耐摩耗性が高いことが分かった。ルーバーフィルターDLC膜を成膜した切削工具は、CFRPの高精度な加工に大きく役立つものと考えられる。



図2 ルーバーフィルターDLCを成膜した切削工具

(a)側面 (b)先端部

4. 結言

ルーバー間隔を最適化して作製したルーバーフィルターDLC膜は、高い硬さと良好な表面平滑性を示した。また、切削工具においても良好な耐摩耗性を示した。今後、ユーザーにおける評価を進める計画である。

*現 企画管理部

FSWツールの表面機能化に関する研究

加工技術課 柿内茂樹, 富田正吾 評価技術課 氷見清和
株式会社 北熱 田辺政哉, 政誠一

1. 緒言

摩擦搅拌接合(FSW)法で使用されるツールは接合時に被接合材料間で生じる摩擦熱や応力が負荷され、接合条件が適正でない場合、ツールが破損し接合材内部に埋没する恐れがある。前報¹⁾では、ツールの耐久性の向上や接合品質の向上を目的に、①コーティング膜の摩擦摩耗試験、②試作ツールの接合時に負荷される主軸モータ負荷を調査、③接合試験後のツールの外観評価をした。摩擦摩耗試験の結果、DLC材はアルミニウム(AI)合金の凝着が少なく、TiN材はAIの凝着が多い傾向を示した。耐凝着性の観点からDLC膜が有効と考えられた。しかしながらコーティングツールの耐久性や接合品質に与える影響については不明瞭な点が多い。そこで本研究では、各コーティングツールを用いて接合して、接合欠陥の有無を調査するとともに、搅拌時に生じる負荷を繰り返し与えることにより、コーティングツールの耐久性について評価した。

2. 実験方法

ツールの寸法はショルダー径φ14 mm、プローブはM4～M5のテーパ形状とし、プローブ長さは4.5 mmとした。接合試験の場合、回転速度を750～2000 rpm、接合速度vを200～750 mm/minに変化させて接合した。ツール中心軸とショルダー面の交点に熱電対の先端を設置し接合中の温度を計測した(温度変化測定装置:光生アルミニューム社製、測温くん)。接合継手は突合せ継手とした。ツール耐久試験²⁾の場合、回転速度1500 rpm、移動速度300 mm/minの条件で、ビードオンプレートを繰り返して評価した。ツール表面には、TiN、DLCを成膜、およびイオン窒化処理した。各試験後、接合試験の場合は、接合部の断面観察を行い、接合欠陥の有無を調査した。耐久性試験の場合、接合中に折損したプローブを被接合材ごと切り出してプローブ断面を観察した。

3. 実験結果

図1に各種ツールの接合適正条件範囲を示す。いずれのツールにおいても、概ね同等の条件範囲を示した。図2に各種ツールの接合中のツール温度変化を示す。なお、接合条件は1500rpm、300mm/minである。いずれのツールもツール温度は約500°Cに達していた。ここでDLCはAIに対する摩擦係数が低く、凝着が少ないため、他のツールとは異なる接合性が期待されたが、耐久試験中に耐熱温度を越えてグラファイト化^{3,4)}したため、接合性に影響を与えたものと推測された。図3に耐久試験中に折損した後のツールの断面写真を示す。TiN、イオン窒化のツールに比べて、未処理のツールはネジ山の幅が減少し谷間が広がっており、摩耗が大きい傾向を示した。図4に各ツールが破損するまでの総移動距離を示す(N=2の平均値)。未処理ツールは移動距離が約60 m、イオン窒化のツールは約90 m、TiNは約50 mであった。

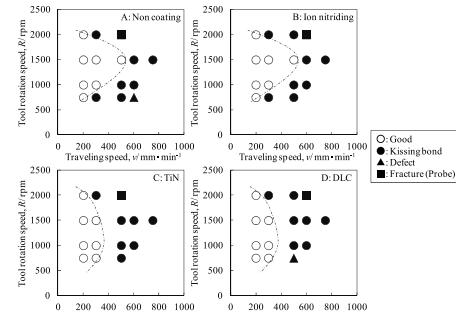


図1 各種ツールの接合適正条件範囲²⁾

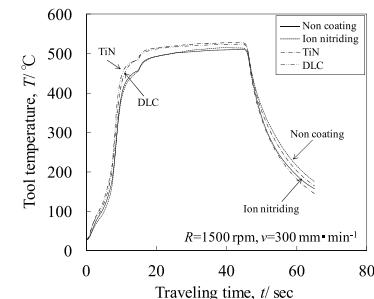


図2 各種ツールの接合中のツール温度の変化²⁾

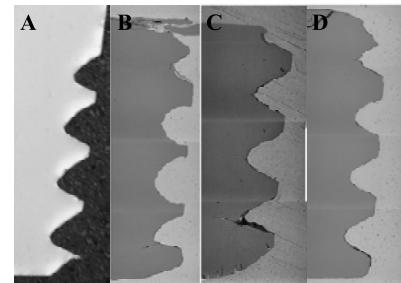


図3 各種折損後のツールの断面写真²⁾

(A: Before joining, B: Non coating, C: Ion nitriding, D: TiN)

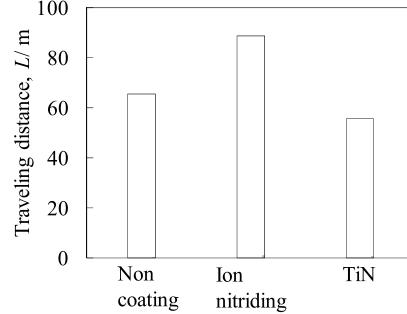


図4 各種ツールの破損までの移動距離

参考文献

- 柿内茂樹, 富田正吾, 田辺政哉: 富山県工業技術センター研究報告, 26, (2012), 75.
- 田辺政哉, 政誠一, 柿内茂樹, 富田正吾: 溶接技術, 61, (2013), 78-85.
- 田辺政哉, 政誠一, 柿内茂樹, 富田正吾: 溶接学会講演概要, 91, (2012), 210.
- 三尾淳, 森河和雄, 仁平宣弘, 角谷透, 鈴木薰: 東京都立産業技術研究所研究報告, 4 (2001), 1-4.

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 立山マシン株式会社 人母 岳 大阪大学 加藤裕史
新潟大学 安部隆 大島商船高等専門学校 浅地豊久

1. 緒言

研究グループでは、昨年度より FA 生産ラインのクリーニングや表面改質、接着の各工程に応用できるホローカソード型高密度プラズマ源の開発に取り組んでいる。当センターは、プラズマ源を樹脂基板の接合に応用することを想定し、アクリル基板の接着技術、特にミクロンオーダーでの制御を必要とするマイクロ流路パターンを形成した基板の精密接合について検討したので報告する。

2. 実験方法

開発するホローカソード型プラズマ源は、種々の生産プロセス工程への応用を考慮して、エアシリンダー駆動型の基板加熱ステージを有している。基板接合については、基材にプラズマを照射した後、加熱融着で基板を接合できる機構を有している。そこで、当センターにある磁場支援型プラズマ処理装置と別途開発したエアシリンダーを有する熱融着装置を用いて、基板接合の条件を絞り込み、これらのデータを開発するプラズマ源の接合条件に応用了した。

(1) 加熱融着条件の検討

厚さ 2mm のアクリル基板と厚さ 0.2mm のアクリルフィルムの接合について、種々の接合温度と接合時間の組み合わせで接合を行い、引張せん断強度試験により接合強度と破壊状態の観察を行った。

(2) プラズマ処理条件の検討

アクリル基板に酸素プラズマ処理を行い、表面粗さと純粋の接触角から、最適な処理条件について検討した。

(3) マイクロ流路基板を用いた接合実験

(2) の条件を用いて、幅 200 ミクロンから 1.1mm、深さ 50μm の直線マイクロ流路を形成したアクリル基板の接合実験を行った。接合後に色液を流し、流路の変形等について観察を行った。

3. 実験結果および考察

(1) 加熱融着条件の検討

Fig. 1 は、せん断強度の接合温度及び接合時間依存性を示す。105°C と 110°C の温度条件におけるせん断強度は 100N から 250N の範囲であったが、115°Cにおいては 200N から 300N の接合強度が得られた。115°C以下の条件では、全てにおいて基板からフィルムが剥離した。一方、

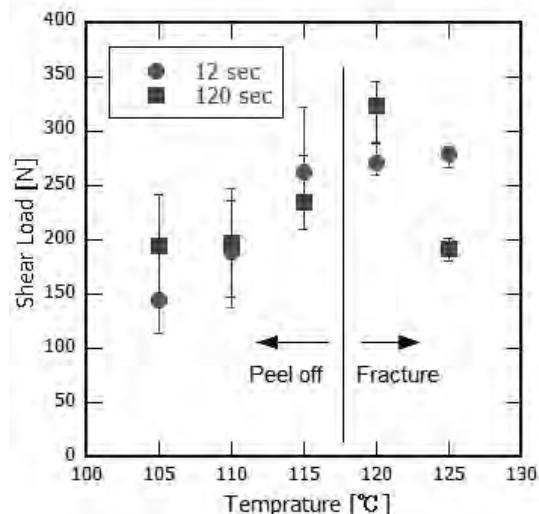


Fig. 1 Shear force dependency on bonding temperature and bonding time.

接合領域端部でフィルムの破断が発生し、精密接合には不適であることがわかった。

(2) プラズマ処理条件の検討

プラズマ処理については、RF 投入電力 50W、チャンバー圧力 0.1Pa、処理時間 1 分の条件で、最小の接触角 19°（未処理基材 68°）が得られ、表面粗さ Ra にも大きな変化が見られなかったことから、接合の前処理に適していると判断した。

(3) マイクロ流路基板を用いた接合実験

マイクロ流路基板を用いた接合実験では、プラズマ処理条件を 50W、1 分で固定し、接合温度を 105°C から 115°C、接合時間を 3 秒から 120 秒の間で接合を行ったところ、接合温度 110°C から 115°C、接合時間 3 秒から 12 秒の間で、流路の潰れや変形のない接合結果が得られた。

4. 結論

アクリル基板の精密接合について検討を行い、接合温度、接合時間等の条件について絞り込みを行った。この条件をもとに、ホローカソード型プラズマ源プロセス応用装置で接合を行ったところ、同程度の条件で接合できることを確認できた。

謝辞

本研究は、財團法人富山県新世紀産業機構平成 24 年度先端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。

ファインセラミック材を使用した打錠機用異形臼の開発

加工技術課 川堰宣隆 清水孝晃, (株) 石金精機 加藤義一,
(株) ビー・エム・プロダクツ 黒川正博

1. 緒言

錠剤の打錠に使用される異形臼には、一般に金属メッキを施した鋼や超硬合金材が使用されている。しかし、金属製臼では表面のメッキの摩耗や剥離などによって打錠性が損なわれ、製品の歩留りが低下する問題があった。これまでに打錠機の円形の打錠臼の材料としてファインセラミックス(YSZ)に着目し、その有用性を明らかにしてきた。セラミックスは金属材料と比較して硬度が高く、クラックが生じやすいなど、難削材として知られている。今後需要の拡大が予想される異形臼を効率よく加工するためには、より高度な加工技術が要求されることとなる。

本研究では、異形臼材料としてファインセラミックを適用することを目的として、ファインセラミックス製異形臼を高精度に加工する手法について検討した。これよりファインセラミック円形臼と同等の性能を確保し、高価で取り扱いが難しい超硬材の異形臼に代わることを目指とした。

2. 実験方法および実験結果

実験ではマシニングセンタを使用し、これに電着砥石を取り付けることで加工を行った。また高速回転が要求されることから主軸に最高回転数 50000 rpm の高速ブレーザモータを取り付け加工を行った。

図 1 は、粗加工後の砥石表面の SEM 観察像である。砥粒周辺に、切りくずが観察される。一方、砥石の摩耗は観察されず、選定した条件で加工することで、十分な耐摩耗性を示すことがわかる。

図 2 は、粗加工後の加工面の SEM 観察像である。クラックの発生はわずかであり、後工程で十分除去できる条件を選定することができた。

図 3 は、ラッピング後の表面粗さプロファイルである。規格内に収まる表面粗さでの加工が可能であった。

図 4 は、選定した加工方法を基に作製した異型臼である。これより、要求規格を満たす各種形状の異型臼の作製が可能であった。

3. 結言

本研究では、異形臼材料としてファインセラミック材を適用することを目的として、ファインセラミックス製

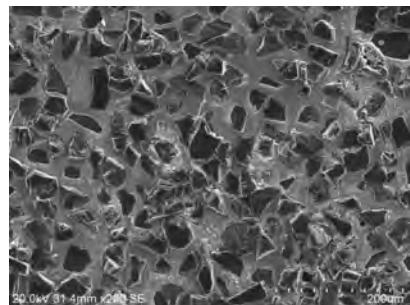


Fig. 1 SEM image of tool surface after machining

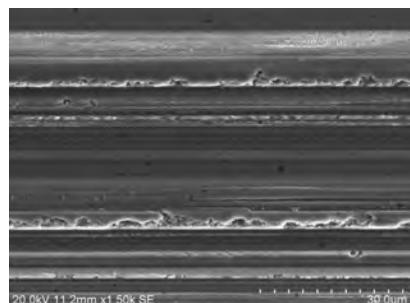


Fig. 2 SEM image of machined surface

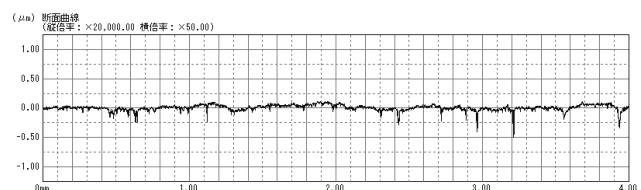


Fig. 3 Roughness profile of the polished surface

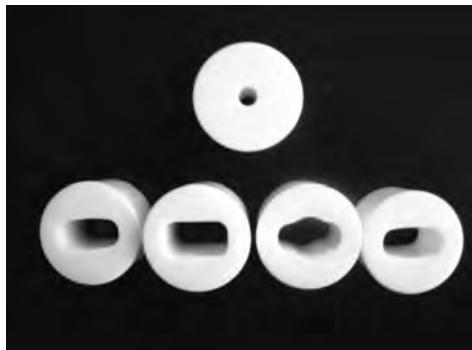


Fig. 4 Whole view of the samples fabricated in this study

異形臼を高精度に加工する手法について検討した。これより、要求規格を満たす異型臼の加工が可能であった。

血中循環腫瘍細胞捕捉チップの量産化およびシステム化に関する技術開発

材料技術課 大永 崇 富山大学大学院医学薬学研究部 塚田一博
株式会社リッセル 堀田裕二、辰尾君典

1. はじめに

近年の欧米を中心とした研究から、癌の治療、診断、機構解明などにおいて、血中循環腫瘍細胞（CTC）は極めて有用であることが分かってきている。しかしこれを捕捉し単離することは、血中濃度が極めて低いため容易でなく、現状では CTC の利用は高価な装置や煩雑な単離処理に負っており、臨床での活用には程遠い段階にある。このような状況を改善すべく提案されたマイクロ流体デバイス～CTC チップは、その性能の高さから期待されたが、長い間実用化に至らなかった。筆者らはこれまでに、ポリマーを利用した CTC チップの開発を推進し、その高い分離性能を確認すると共にコストダウン、量産化の可能性を示してきた。そして国内の大学病院数カ所において臨床テストを実施している現段階において、CTC チップを安定供給し臨床現場で使用しやすいシステムとすることが必要となつたため、県内企業の協力を得て本開発を実施した^{1,2)}。

2. 量産化技術開発

量産化の重要なポイントとなる樹脂成形時間および歩留を中心に検討した。

樹脂成形においては、モノマー充填、離型に費やす時間が大きく、これらの点を中心にプロセスを改良したところ、1 サイクルの時間を従来の半分程度にした（1800 秒 → 900 秒、図 1 参照）。特に離型は、これまでシリコン铸型やガラス基板が破損しないよう手作業により微妙な力加減を調整しながら行つてきたが、本開発により離型装置を開発し短時間で確実な作業が可能となった。

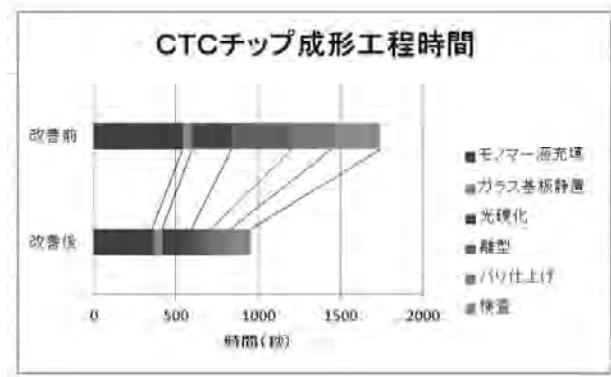


Fig. 1 量産化技術開発による成形時間短縮

また上記検討により、成形トラブル（铸型接着・破損など）や不良品（気泡混入、充填不足、白化など）の発生を抑えることにも成功し、製品の不良率を 5 %以下とすることができた。

3. チップシステム改良

本開発では、チップシステムの中でも手作業に依るところが多いホルダーについて改良した。ホルダーは、抗体固定したチップをセットし、その上に流入口および出口を設けた蓋を載せ、マイクロ流路中を形成してそこにサンプルを流すことができるようする。機能的にはチップ、蓋のアライメントおよび密着が必要であり、これまで目視によるセットを行つてきた。今回新たにホルダーを設計し、チップを置いてネジを締めるだけでアライメント、密着ができる機構を取り入れて、捕捉試験時の操作を単純化できるようにした。さらに上記に合わせ蓋（図 2 参照）も改良し、位置決め穴等を有するものを射出成形により安価で大量に提供できるようにした。

4. おわりに

上記成果をもとにチップや蓋等の生産をリッセルにおいて開始し、臨床テスト先（産業医科大学など）への販売を開始した。

参考文献

- 1) H24/6/7 北日本新聞「血中がん細胞を捕らえる樹脂チップ リッセル量産化へ」
- 2) H24/8/18 北陸中日新聞ほか「少量血液でがん検査 富山メーカー量産に乗り出す」



Fig.2 射出成形蓋

環境に優しい曲げ加工用樹脂積層中子の開発

材料技術課 住岡 淳司, 企画管理部 土肥 義治, 林 千歳*

協同アルミ株式会社 矢島 勇治, 木下 茂, 日尾 嘉伸

1. 緒言

アルミ押出形材のアール曲げ加工時、潰れ防止のため挿入する中子には低融点合金が使用され、形材への流し込みと加工後の溶融回収が行われており、加工時の多大なエネルギー消費、合金中の有害金属による環境負荷や製品の品質への悪影響などの問題を解決する必要があつた。このため現状では素材を樹脂に代替し、切削加工による中子を使用しているが、歩留まりが悪く、製作に時間を要するため、納期にも影響を来す。特に外注加工を要する中子の場合、さらなる納期への悪影響やコストの問題が発生する。

これらを解決するため、アルミ押出形材断面図面データから中子を迅速に成形できる樹脂粉末積層造形技術や注型用樹脂成形技術を活用して、中子自体を積層構造とした多様な曲げ加工要求に短納期で応える新しい「環境に優しい曲げ加工用樹脂積層中子の開発」を行った。

2. 実験方法

2.1 樹脂積層中子の設計、造形プロセスに関する研究

アール曲げ加工時、潰れ防止のための中子には適度な強度・耐久性と潤滑性が要求されるだけでなく曲げ加工における内側と外側で異なる複雑な応力が生ずる状態となるため、様々な検討を行った結果、中子部材を分割、積層構造にすることとした (Fig. 1)。

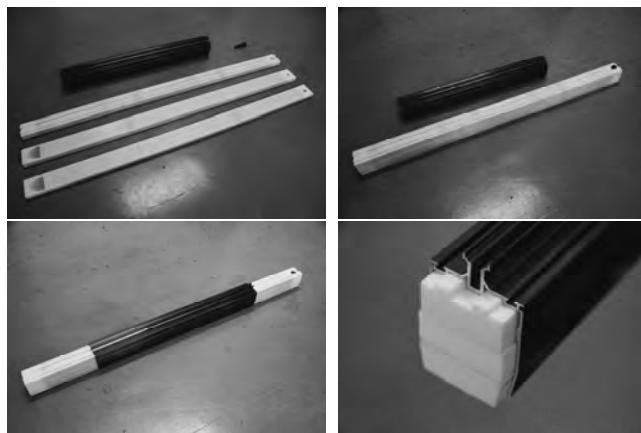


Fig. 1 分割、積層構造を持たせた樹脂積層中子

また、中子の個々の部材の造形方法については、内部を中空にしたケーシングを積層造形し、連結させ、その中空部分にウレタンゴムを流し込む方法を採用した。

(Fig. 2) これにより中子の製作時間が半減し、外注コストの削減にもつながることが判った。

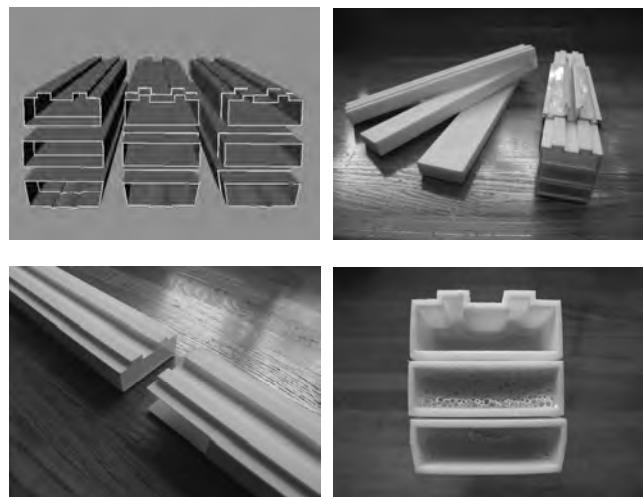


Fig. 2 中子部材の造形

左右上：積層造形によるケーシング（ナイロン）

左下：ケーシングの連結部分

右下：ウレタンゴムの流し込みによる内部の状態

2.2 樹脂積層中子の曲げ加工への適用と耐久性評価

試作した樹脂積層中子の強度、耐久性について評価するため、実際にアルミ押出形材のアール曲げ加工に適用し、実用性について検証を行った。

3. 実験結果

アール曲げ加工時、樹脂積層中子をアルミ押出形材へ抜き差しする際、ケーシングが削られ、積層造形粉末が飛散し、若干の曲げ不良（異物）を誘発させたが、曲げ加工に耐えるという当初の研究目標を達成することができた。Fig. 3 に曲げ加工適用後の樹脂積層中子を示すが、結果としては2,000本余りの曲げ加工が可能であった。



Fig. 3 曲げ加工適用後の樹脂積層中子

4. 結言

本研究により、特に中子の外注加工を要する場合の納期短縮とコスト削減に貢献できることが確認できた。今後は樹脂積層中子のケーシングの削れによる積層造形粉末の飛散防止策を中心に、さらに検討を重ねていくこととする。

*現 材料技術課

医療用バイオチップの商品化

加工技術課 小幡勤

北陸電気工業株式会社 数井雅之 中溝佳幸

1. 緒言

抗原特異的リンパ球を選別するハイブリッド型磁気細胞チップをほくりく健康創造クラスター事業にて開発してきた。本チップは磁気を利用して強制的にリンパ球をチップ上に配列することを実現している。これまでのシリコン型細胞チップと比較して3倍程度の捕獲率が得られている。

本研究では、試作レベルで確認された性能を量産レベルで実現し、商品として世の中に出せるものとすることを目的としている。

2. サンプルの試作

2.1 目標仕様

本研究でターゲットとする細胞は、刺激を受けたB細胞であり、通常のBリンパ球の大きさ(8μm程度)より大きくなっている。よってそれに従い、ウェル開口は10μmから15μmへ拡大した。ガラス基板上に磁性膜、樹脂層を形成し、樹脂層は透明なものを選択することでチップ裏面からのシグナル観察も可能にしている。なお、透明樹脂は東京応化工業(株)の協力により提供を受けている。

2.2 試作

透明電極であるITO膜付ガラス基板上に電気めっきでNi磁性膜を形成し、密着性を確保するための処理を施す。さらに東京応化工業(株)製TMMR-NR034を塗布し、磁性膜上にマイクロウェルが形成されるようにフォトリソグラフィをおこなった。抗体が結合しやすい表面を形成後、LED光で自家蛍光の消光処理をおこなった。

3. 実験結果および考察

チップの評価は、富山大学医学薬学研究部およびビバリス・トヤマ・ジャパン株式会社にておこなった。CD19

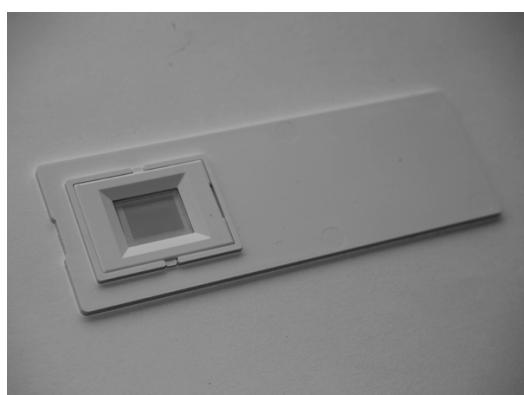


Fig. 1 Hybrid magnetic microwell array chip.

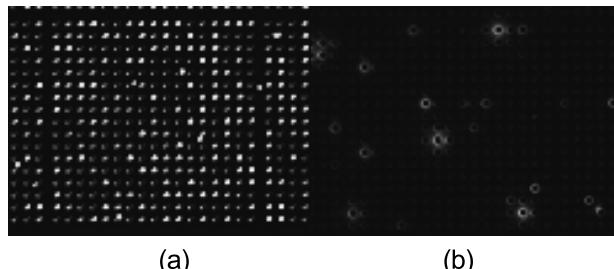


Fig. 2 (a) B-cell stained on the chip and (b) antibody spots detected by ISSAC method.

抗原で活性化したBリンパ球をチップ上に添加し、毒性やスクリーニング性能評価をおこなった。マイクロウェルに収容されたリンパ球は、3時間のインキュベート後においてもシリコンと同等の生存率を示した。またISSAC法による抗原特異的抗体産生細胞のスクリーニングにおいても問題なく使用できることを確認した。チップ表面の抗体親和性がシリコンチップよりもやや劣るが、今後表面改質条件を最適化することで改善することが期待できる。また、蛍光観察時に問題となるチップからの自家蛍光によるバックグラウンドも充分に低く問題の無い程度であることが確認された。

現在、工程上の問題と思われる課題が残っているものの、ハンドリングや検査工程を見直すことで改善できることから商品としての形がほぼできあがった。

4. 結言

ハイブリッド型磁気チップの量産実用化を目指し技術開発をおこなった。材料に起因する課題などを克服し、磁気チップの高い捕集性能とスクリーニング性能を確認することができた。今後、リンパ球以外の細胞や微生物のスクリーニングにも応用が可能であることから、本成果をベースに商品化を進めていく予定である。

本成果は、平成25年2月14日プレスリリースをおこない、米国フィラデルフィアで開催されたPITTCON2013に出展した。

謝 辞

本研究は富山県新世紀産業機構・平成24年度知的クラスター商品化・販路開拓促進事業に基づきおこなわれた。また、チップの評価については富山大学医学薬学研究部免疫学・岸裕幸准教授、小澤龍彦助教、ビバリス・トヤマ・ジャパン(株)の皆様の多大な協力を得ました。ここに謝意を表します。

アルミ鋳造金型用複合サイクル試験機の開発と評価

評価技術課 関口徳朗* 氷見清和 企画管理部 土肥義治

株式会社松村精型 佐々木宏介 林 圭一

1. はじめに

アルミ鋳造用金型を対象とした表面処理技術は多様に存在するが、生産ラインにて実際に金型に使用されているものは極少数である。生産ラインへ新しい技術を取り入れる場合は、効果の明確な提示やその効果の背反の確認等が必須であるが、表面処理等による寿命延長効果を供給メーカーが明確に補償できず、生産ラインでの実機による鋳造トライアル（試作）でユーザーに評価を一任しなければならないのが現状である。本研究では、実機を用いることなく、且つ、実際の鋳造を模擬した試験方法を開発し、アルミ鋳造用金型の表面処理技術の定量的な評価及び保証方法を確立することを目的とする。

2. 実験方法及び結果

試作した試験機（図 1）は、熔解、凝固、離型の3工程をおこなう「試験機本体」と、その本体を制御しデータを収集する「制御計測機構」より構成される。

試験機本体は、黒鉛るつぼの高周波誘導加熱でアルミニウム合金の溶解を行う。溶解工程の繰返しにより本体が加熱され、計測機器が熱によるエラーを起こす不具合に対処するため冷却回路を設置し、るつぼと試験機本体との断熱性の改善も実施した。

試験片はアルミ鋳造用金型の鋳抜きピンを模した形状とした（図 2）。材質は、アルミ鋳造用金型に最も使用されている熱間ダイス鋼（SKD61）とした。試験片にはアルミ合金の凝固を促進するためと、本体の冷却を兼ねた通水用回路を設けた。

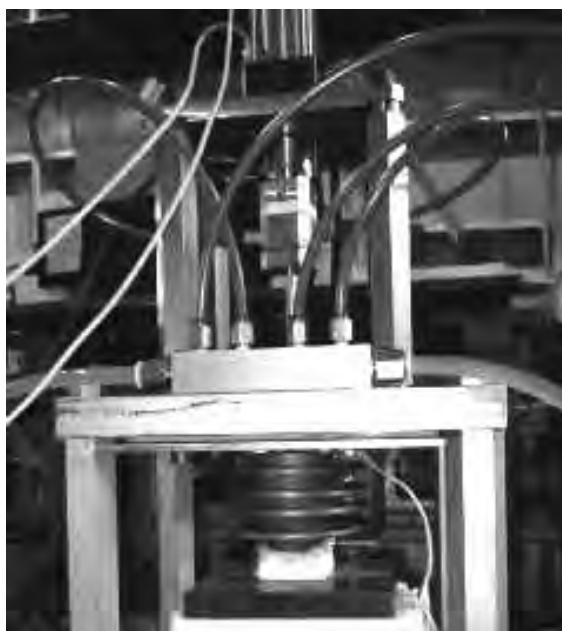


図 1 試験機本体

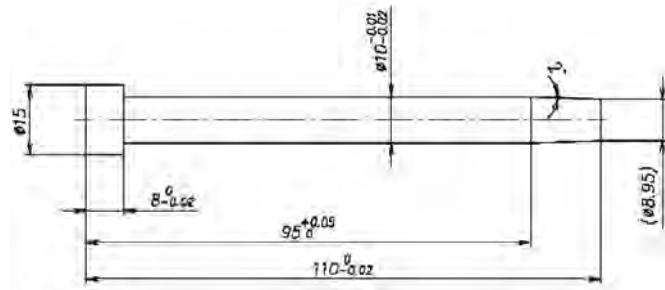


図 2 試験片形状

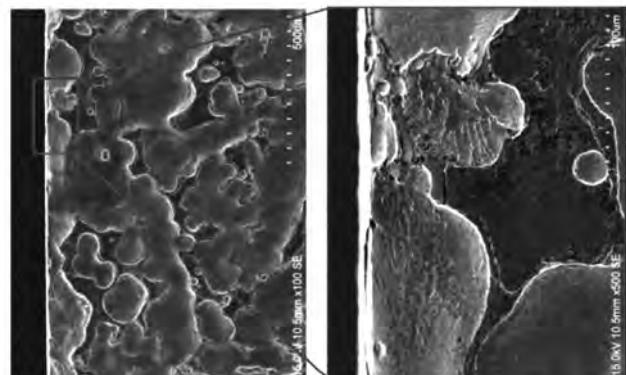


図 3 100 サイクル試験後の試験片の表面写真

100 サイクル試験後の試験片（図 3）は表面に溶損による損傷が確認できた。この結果はアルミ鋳造にて実際に使用された鋳抜きピンの損傷と非常に類似した結果が得られた。

なお、本試験機による試験 1 サイクルにかかる時間は約 13 分であり、低圧鋳造のサイクルタイム（一般的に 5~10 分）と同等レベルまで達成することができたが、サイクルタイムが 1 分程度のダイカスト鋳造を模するには、るつぼ冷却やアルミ合金の量を減らす等のさらなる改善を行う必要がある。

3. まとめ

従来の鋳造用金型の寿命評価方法は、一定条件下で鋳造工程を複合的に再現できないことや、1 サイクル毎の鋳造品の取出し工程等による、作業者の負担増などで信頼性の高い寿命予測試験が困難であった。

しかし、本試験機は鋳造品の取出し等の工程が不要で、一定条件で連続してデータを収集できることから、今後、試験データを蓄積することで、実用的な各種表面処理材の実ライン寿命を評価できる試験装置になりうると考える

*現 企画管理部

面圧分布検出型触覚センサシートの研究開発

加工技術課 小幡勤 柿内茂樹 材料技術課 大永崇

株式会社オーギヤ 水島昌徳 高木茂王

1. 緒言

これまで、導電ゴムと樹脂フィルムを組み合わせ、安価で極薄の静電容量型触覚センサを開発してきた。介護・福祉機器分野やヒューマノイド型ロボットへの注目が集まるにつれ、触覚センサにも点の荷重から面の荷重へと要求がシフトしてきた。例えば人間が入れないような過酷な現場に投入されるロボットには、ヒトと同じ作業能力や潜入能力が求められる。この能力の実現には荷重分布をいかに得るかが一つのキーとなる。

本研究では、1枚のシートに多点の触覚センサを配置することによって面圧分布を得られるセンサシートを開発した。

2. 面圧分布検出型触覚センサシート

2.1 目標仕様

開発するセンサの仕様は表1の通りである。

表1 センサ仕様

仕 様	目 標
センサシート寸法	100×60×1mm
検出要素サイズ	2~30mm 角など
検出要素数	16×9 (144点) 以上
定格荷重	10N

センサは導電ゴムと銀電極をマトリクス状に形成したフィルム基板により構成される。柔らかく曲げが可能な材料を利用することで、曲面などへの貼り付けなどにも対応可能である。Fig.1は試作した触覚センサシートである。

2.2 センサの試作

センサは銀電極をスクリーン印刷したフィルム基板をゴムシートに貼り付けることによって作られる。条件だとのための初期試作に関しては、フォトリソグラフィにより電極を形成し、動作確認等をおこなった。また、センサの信頼性を上げるために、ゴムシートとフィルム基板との接着には独自の工夫をおこなった。

センサからの信号は、アナログ信号処理回路を経てUSBにて出力するようにしている。USBからの出力はPCに接続され、画面上に容量変化を表示できるようにした(Fig.2)。

3. 評価および考察

評価は各素子に対して荷重一容量変化特性を評価した。処理回路接続側から遠い位置のセンサ(=センサまでの配線長が長い)ほどノミナル容量が大きい傾向が見られ、

引き回し配線による寄生容量が発生していると思われる。しかしながら、一定の荷重を印可したときの容量変化量は各センサにおいてほぼ同じとなる結果であり、面圧を評価するセンサとして機能することが確認された。また素子間の製造上のばらつきに影響を受けて、荷重一出力特性においてばらつきが観測された。これは、銀電極の厚みムラや滲みなどによる影響と思われ、今後改善していく。

4. 結言

これまで実用化してきた極薄触覚センサの特徴を生かして、多点による面圧分布検出が可能な触覚センサシートの開発をおこなった。面圧分布の検出が可能なことを確認し、曲面などに貼り付けた場合においても正常に信号ができることが確認できた。さらに耐荷重においても良好であることが予想され、今後これらの特徴を生かしたアプリケーションへ提案を進めていく。

謝 辞

本研究は公益財団法人富山県新世紀産業機構・平成24年度次世代ロボット技術開発支援事業によりおこなわれました。

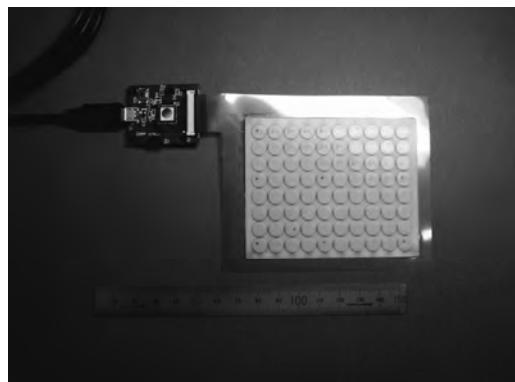


Fig.1 Matrix sheet pressure sensor

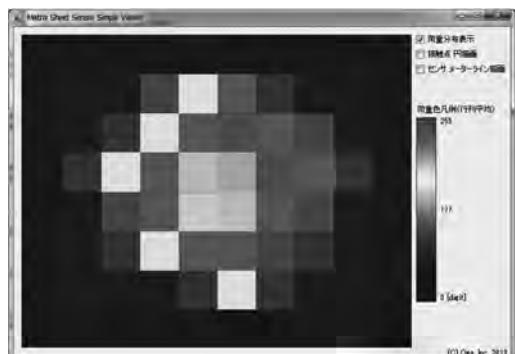


Fig. 2 Sensor output view

低質材の部材化技術の開発

—低質材を高耐久部材として利用するための微粒子型木材保存剤の開発—

加工技術課 岩坪 聰、農林水産総合技術センター 栗崎 宏、
大日本木材防腐（株）蒔田 章、赤堀 裕一

1. はじめに

環境問題から、環境に優しく素材感を損なわない木材保存剤が求められている。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。センターでは、コスト的にも実用的な高压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を調べた結果、固体微粒子を主成分とする銅微粒子薬剤は木材からの溶出量も少なく、粒子径を数百 nm まで小さくすると、高い防腐防蟻性能を示すことが分かった⁽¹⁻²⁾。さらに、アゾール化合物との複合化によって高い薬効を示すことが分かった。そこで、この処理剤を用いた注入技術により、低質材の耐久性を向上させ、土台などの高耐久部材としての利用を検討した。最初にこの銅微粒子薬剤の粒子径の安定性を高めるために、薬剤の品質評価を行った。

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作製

銅複合微粒子溶液を作製した後、高压湿式ジェットミル法 HJM で、粉碎・微粒化処理を行った。噴射圧は 245 MPa とした。水溶液中の粒度分布は、日機装社製のレーザードップラー方式の粒度分布計 UPA-UZ152 を用いて測定した。図 1 に添加したシリカ粒子濃度が 2% の時の粒度分布を示す。(a) は粒度分布 (b) はシリカ濃度に対する面積平均径 MA (Mean Area Diameter) の HJM 処理回数 N_p の変化を示す。HJM しない場合は約 2 μm の大きな径になっているが、 N_p を増加させるにしたがって、MA が 300 nm まで減少した。5% のものは 1 回以降粒度の変化がなく、微粒化は 1 回で完了した。シリカを添加することで、少ない処理回数で細かくなることが分かった。また、シリカには微粒化とともに処理木材の銅イオンの溶出量が抑えられる効果もあった。

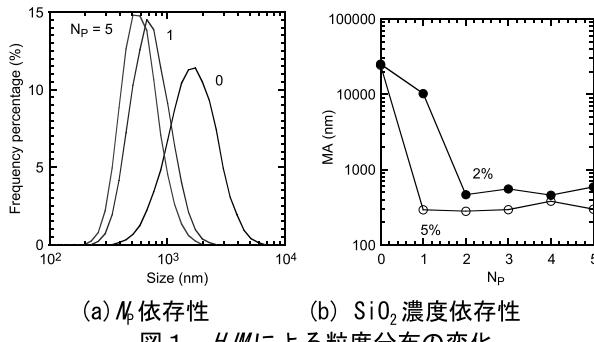


図 1 HJM による粒度分布の変化

次に、作製した粒子の経年変化を調べた。溶液は室温で 1 年と 3 年保管しておいたものを調べた。表 1 の銅粒子の MA の変化を示す。Cu(OH)₂ は最大でも 230 nm と安定しているのに対して、シリカ添加したものは 2035 nm まで大きくなかった。この粒子の肥大化が、化学的に反応した強固な凝集なのか、界面活性剤の劣化なのかを調べるために、溶液に 200W で 1 分の超音波処理 US を行った。図 2 にその時の粒度の変化を示す。US により 2000 nm 以上の粒子がなくなり、全体の MA が 311 nm まで回復した。その時のゼータ電位 V_z は -20.87 mV から -7.19 mV と絶対値が小さくなかった。このことは、界面活性剤の劣化により、粒子が緩く凝集したこと示している。安定な分散維持のためには、安定性を見込んだ多くの界面活性剤添加が必要であることが分かった。

表 1 銅粒子の径 MA の経年変化

Cu(OH) ₂		シリカ添加	
処理後 MA (nm)	約 3 年後 MA (nm)	処理後 MA (nm)	約 1 年後 MA (nm)
892	1068	3350	4166
171	230	248	2035

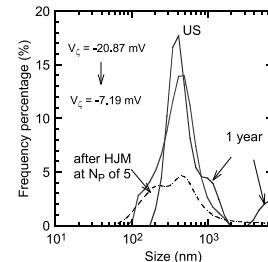


図 2 時間経過した銅粒子の粒度分布の変化

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特性をもつことが分かった。微粒化の容易さではシリカを添加した方が良いが、溶液の安定性のために多くの界面活性剤が必要になることが分かった。今後さらに長期の薬液の安定性と浸透性の向上、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変化についても検討する。

「参考文献」

- [1] 岩坪聰、尾塩岳治、土屋敬幸、「複合粒子の粉碎及び分散方法」、特願 2009-168792
- [2] 岩坪聰、栗崎宏、「木材注入用防腐防蟻処理粒子液の作製方法」、特願 2010-19623

SW 電源の電磁ノイズのシミュレーション

評価技術課 宮田直幸 佐々木克浩 材料技術課 塚本吉俊* 加工技術課 岩坪聰

機械電子研究所 浅田峯夫

若い研究者を育てる会 コーセル(株) 野口拡

1. 緒言

近年の省エネルギーの要請から、電力変換効率が高くかつ小型化が可能なスイッチング電源 (Switching power supply、以下 SW 電源) が広く用いられているが、SW 電源は広帯域の電磁ノイズを発生するため、EMC (Electro-Magnetic Compatibility) の観点から対策が必要である。そこで本研究では、電磁界解析に対する有効な数値計算法を開発し、回路設計の段階から放射ノイズの傾向を推定し、設計の効率化に資することを目指す。

2. 手法

SW 電源の簡易モデルとして、電子回路基板上のループ電流を想定したモデル⁽¹⁾を用いた。発振回路には、タイマーICと電界効果トランジスタを用い、SW 電源からのノイズを再現した。また、実際の放射電界強度を知るため、簡易モデルから 10m の距離の遠方電界を 10m 法電波暗室において測定した。数値計算法としては、計算量、メモリ必要量等を考慮し、FDTD 法⁽²⁾を用いた。数値計算モデルとしては、方形ループに resistive voltage source が接続されたものを用い、波源の入力には、簡易モデルで実測したノイズ波形を周波数解析し、対応する正弦波を用いた。

3. 結果

FDTD 法で用いる PML 吸収境界条件は低周波でカットオフを持つ⁽³⁾ため、今回のノイズのピークである 50MHz 付近では反射の影響が大きく、遠方電界の計算結果の信頼性に課題が残った。そこで、PML 層からの反射の影響の小さい近傍電界の、FDTD 法による数値計算と有限要素法による市販シミュレーター（以下 HFSS）の計算結果の比較を Fig.1 に示す。近傍電界のスペクトルについては、FDTD 法は HFSS とオーダーと傾向において、一致した結果が得られた。

また、遠方電界の実測と HFSS の計算結果の比較を Fig.2 に示す。遠方電界のスペクトルについては、HFSS の計算結果と実測において、ピーク周波数と概形が一致することがわかり、シミュレーションの有用性が確認された。

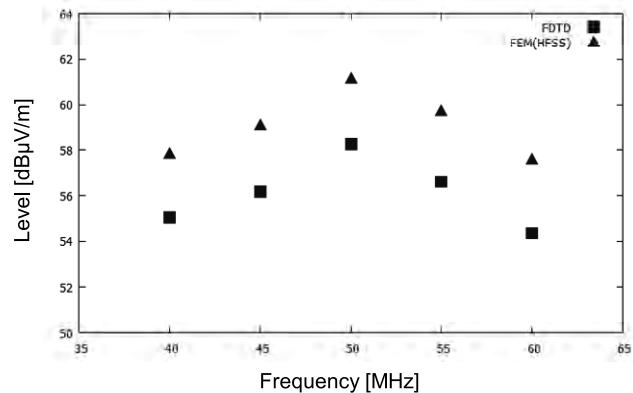


Fig.1 Electric near field radiated from the simplified model

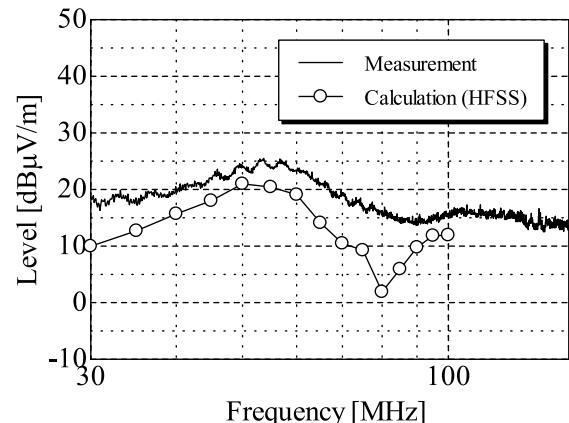


Fig.2 Measured and calculated results of electric field strength of vertically polarized waves

謝 辞

本研究の一部は、アンシス・ジャパン株からご提供いただいた HFSS の評価版を用いて行った。

参考文献

- 1) 平成 24 年度（第 26 回）若い研究者を育てる会研究発表会 研究論文集
- 2) 宇野, “FDTD 法による電磁界およびアンテナ解析”, コロナ社
- 3) J. P. Berenger, IEEE trans. Antennas Propagat., vol. 47, no. 10, Oct. 1999

*現 評価技術課

有核赤血球分離のためのフィルタの作製

加工技術課 小幡勤 材料技術課 大永崇 機械電子研究所 高田耕児

エスシーワールド株式会社 下岡清美 滝下杏奈

1. 緒言

昨年夏の新聞記事で新しい出生前診断法による検査が取り上げられたことをきっかけに、胎児の先天的な異常を母体内にいる間に検査をおこなうことに注目が集まっている。21トリソミー異常であるダウン症などの先天的な疾患を持って生まれてくる胎児を出産前に把握しようという試みであるが、安全で確定診断をおこなう方法がなかったこともあり、この新しい方法に期待が寄せられている。しかしながらこの方法においても、羊水検査で把握できるものが見つけられることや、偽陽性を示す確率がゼロではないためより確実な方法が求められる。胎児由来の有核赤血球(NRBC)は、母体血液中へ移行して残存するもので、これが捕獲できれば胎児由来の核を手に入れることができるために、複数の遺伝子異常の診断を実現できる。

本研究では、胎児から妊婦の血液中に混入した有核赤血球を捕獲し、採取することを目的としたフィルタリングチップを開発した。

2. フィルタの試作

2.1 仕様

フィルタは半導体メモリーなどに使用されるシリコンを材料として、表面に多数の貫通穴が形成してある。通常の無核赤血球や他の細胞は、この貫通穴を通ってフィルタをすり抜ける。一方有核赤血球は、核があることで細胞が比較的硬くなる(=変形しにくい)ことから、フィルタ表面に残るようになっている。

2.2 試作

貫通穴の形成には、シリコン深掘りエッチング技術を用いた。さらにアスペクト比微調整技術を開発することでより高いアスペクト比を有する貫通穴の形成が出来た。完成したフィルタは専用ケース内に導入し、シリンジを利用してフィルタリングできるような形とした(Fig.1)。

3. 実験結果および考察

試作したフィルタを利用して全血サンプル及び赤血球と白血球に濃縮したサンプルに対してフィルタリングをおこない、その性能を確認した。フィルタリングは、シリンジに投入したサンプルを、フィルタを介して真空吸引することでおこなった。吸引したサンプルは、後で中身を確認できるように全量回収している。

フィルタリング後ギムザ染色をおこない、顕微鏡で表

面に残留した細胞を確認した(Fig.2)。赤血球などはフィルタを通して抜けているものが多く、またリンパ球などの有核細胞が観察された。濾された血液中には破碎された細胞が含まれており、フィルタリング時に細胞が破壊溶血したものと思われる。目的の有核赤血球については探索が難しく、特定することは出来なかつた。原因としては、貫通穴が小さい、真空吸引圧が高すぎることが考えられる。吸引圧は1000hPa程度になっていると予想され、100~200hPa程度に調整することが必要であると考えられる。また、貫通穴も的確に開口することによって課題が解決できるものと期待される。

4. 結言

MEMS技術を利用した加工方法によって、血液中に含まれる有核赤血球を捕獲するフィルタデバイスを試作した。今後、貫通穴の設計及び吸引圧を最適化することで、目的とするターゲットの候補を選別することが可能になることが期待される。

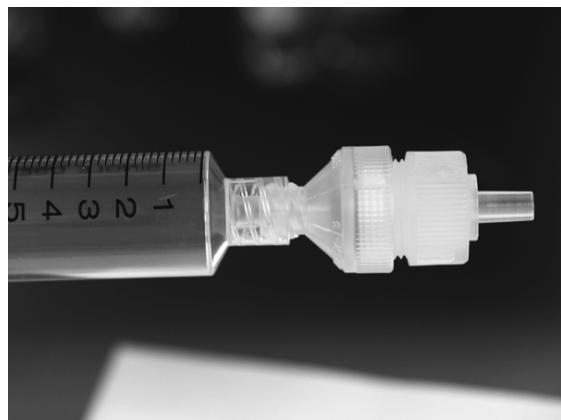


Fig. 1 The overview of NRBC filtration device



Fig. 2 NRBC Filter

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.....59

　　製品科学課 金丸亮二
　　生産システム課 野尻智弘
　　中央研究所 榎本祐嗣
　　ケーシーアイ・ワープニット(株)、(株)今井機業場
　　平松産業(株)、(公財)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.....60

　　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)
(公財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

□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.....61

　　製品科学課 石割伸一

□富山県立大学「产学官連携研究」

自己修復機能発現のための新規マイクロカプセル開発と炭素繊維強化ポリマーへの応用.....62

　　生産システム課 水野 渡
　　富山県立大学 真田 和昭
(株)ニッセイテクニカ 西村 公一
(株)日立製作所 日立研究所 宝藏寺 裕之

□一般研究

バイオマスプラスチックを活用した生活用品の開発II.....63

　　生産システム課 水野 渡、佐伯和光

ハイブリッド型スポーツ用具の開発.....65

　　製品科学課 溝口正人、金丸亮二
(国)金沢大学 故田隆樹、飛田尚彦、米山 猛

ナノファイバーを用いた高機能繊維材料の開発.....67

　　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

発汗サーマルマネキンによる機能性衣服の評価研究.....69

　　生産システム課 和田 猛、野尻智弘
　　製品科学課 中橋美幸

温熱的快適性を向上させたインナーウエアの開発.....71

　　製品科学課 中橋美幸、金丸亮二
　　生産システム課 和田 猛

塩化ビニル樹脂中の可塑剤の定量に関する研究	73
生産システム課	佐伯和光、水野 渡
車椅子用クッションの除圧性能評価を目的とした人体モデルの製作	75
製品科学課	石割伸一
蓄光材を用いた表示デバイスに関する研究	77
製品科学課	早苗徳光、金丸亮二
中央研究所	岩坪 聰
地中熱を利用した融雪装置開発(第2報)	79
生産システム課	西田公信、水野 渡
□企業との共同研究	
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Ⅱ	80
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
スマート・コンフォート・ナノテクスタイルの技術開発	81
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)	
壁面緑化がもたらす室内温度の効果実証実験	82
生産システム課	水野 渡
(株)スガマサ	小竹隆裕
廃棄物由来アルミを用いた長寿命・高信頼性非常用電源システムの開発	83
生産システム課	水野 渡
トナミ運輸(株)	水木伸明、高坂直樹、渡辺裕晶
高機能な野球用具の開発	84
製品科学課	溝口正人
生産システム課	牧村めぐみ
(株)Bussola・2 (バソラ・ツー)	田中 聰
流動性ポリマーを応用した体圧分散機能マットの開発	85
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、内田 亘
医療衛生用品等の用途に適したナノファイバー不織布原料の選定研究	86
製品科学課	金丸亮二、早苗徳光
生産システム課	野尻智弘
第一編物(株)	奥野一詩、旅家秀暉、石地敦司

木製バットの打撃特性評価	87
製品科学課	溝口正人
中央研究所	住岡淳司
(株)ロンウッド	池田真一、大島賢二
イリスの発酵力と香気物質の生産に関する研究	88
生産システム課	水野 渡
中央研究所	山崎茂一
(有)アンティアンティ	宮崎 真、坂本沙恵

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

製品科学課 金丸亮二 生産システム課 野尻智弘 中央研究所 榎本祐嗣

ケーシーアイ・ワープニット株式会社 株式会社今井機業場 平松産業株式会社

公益財団法人富山県新世紀産業機構 (事業管理機関)

1. 緒言

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

2. 開発概要および結果

23年度までに、目標性能は80%程度クリアしており、本年度は残っている目標性能の達成と、実用化を念頭に品質の向上、生産性の向上をはかる取り組みを行った。さらにウェアサンプル数着を作製し、各種展示会への出展及びサンプル出荷を行った。

2.1 高密度かつ伸縮性のあるテキスタイル開発

高密度と伸縮性を両立し、かつ伸びのバランスが良好で品質の高い生地を作製するための最適条件を確立した。この条件をもとに、生地のバリエーションを増やす取り組みを行った。

2.2 ナノファイバーによる不織布の開発

UVカット性能の評価を行い、非常に高いUVカット率を有することを確認した。ナノファイバー不織布作製時に発生するシワ等の欠点を解消する技術を確立した。

2.3 生地とナノファイバー不織布の貼り合わせ

生地の素材や組織等のバリエーションに対応し、十分な貼り合わせ性能を發揮できる技術を確立した。これまでの試作品については、十分な剥離強度を有することが確認できた。

2.4 貼り合わせ生地の縫製

スポーツ・アウトドア用途への適応を念頭に、縫い目からの水の浸透が全くない縫製技術を確立した。作製した縫製品は、高い耐水性能を有することが確認できた。

以上の研究成果を踏まえてウェアサンプル（上下）を試作し、下記展示会に出演した。さらに、サンプル出荷を行い、着用性能の評価を行っているところである。

・JAPAN CREATION2013

(平成24年11月東京国際フォーラム)

・国際ナノテクノロジー総合展

(平成25年1月東京ビッグサイト)



図1. 国際ナノテクノロジー総合展 展示風景

3. 結言

高い透湿防水性能と動きやすさを兼ね備えた、次世代型アウトドアウェアを開発することができた。今後は、生産体制を整えると共に、ユーザーの要望に合わせた改良を加え、実用化をはかっていく。

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

富士レース産業株式会社 ハクサン染工株式会社 ワイディピイ株式会社

公益財団法人富山県新世紀産業機構 (事業管理機関)

1. 緒言

本研究は、H23 年度に採択された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(委託期間:平成 23 年度～24 年度)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っており、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っている。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、貼り合わせの必要の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

昨年度は、ニッティング技術と加工技術の確立を中心であったため、試作した試料は 1 点のみであった。本年度は、各工程の技術向上に伴い、厚さや連結糸の角度を変えた試作も可能となったため、より快適かつ高性能なカーシートを目指して開発を行った。

性能評価用として試作した試料は 4 点、それに従来品を加え計 5 点について物性ならびに快適性の評価を行った。その概要は以下のとおり。

- ・試料① 厚さ 6mm 連結糸 45°
- ・試料② 厚さ 6mm 連結糸 45° (プリント品)
- ・試料③ 厚さ 6mm 連結糸 60°
- ・試料④ 厚さ 15mm
- ・試料⑤ 従来品 (ラッセル地と PU 材の貼合せ 厚さ 5.5mm)



図 1. 試料 (上段左より④、② 下段左より⑤、③、①)

まず、各試料の基本物性を調べるため、引張強伸度試験、圧縮弾性率試験、圧縮繰返し試験、通気度試験の各試験を実施した。その結果、いずれの試験においても開発品はカーシートとしての基準値をクリアしており、実用上問題のないレベルの試験結果が得られた。

次に、カーシートとしての快適感を調べるため、着座時の温湿度と圧力分布を測定した。着座時温湿度は、32°C、60%RH という少し汗ばむような環境下で、試料上に温湿度センサーを置き、その上に着座して、温湿度の変化を調べた。着座時圧力分布は、カーシート形状の椅子に試料をセットし、その上に圧力分布センサを置き、着座してその分布特性を調べた。

着座時温湿度は、5 分程度で安定域に入り、開発品において湿度が 80%を超えるものはなかった。これは開発品の有する通気性が湿度上昇を抑えたものと考える。

着座時圧力分布については、厚さと連結糸角度によって圧力分布特性に大きな差が出た。このことは、車種に合わせて、座り心地をかなり自由にコントロール出来ることを示している。試作した試料中で中間的な性能を示す試料②について、実際にカーシート形状に成形したところ、外観、座り心地ともに良好であった。今後はメーカーの要望に合わせたシート開発を行い実用化を目指す。



図 2. 開発品を成形したカーシート

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. 緒言

本研究は、親水性の紳体と水との混合物を袋詰めし、これを車椅子用褥瘡予防クッションとして利用する技術に関するものである。このクッションを加振すると、この混合物が一時的に液状化してクッションが柔らかくなる性質がある。これまでこの紳体としてPVC樹脂の粉末を用いていたが、クッションの重量が重く軽量化のためマイクロバルーンを用いて作製しようと考えた。

しかし、マイクロバルーンを用いるとクッション本体の重量は、およそ1/3になるが、クッションの硬さや、液状化の大きさが小さくなるという欠点が生じた。この欠点を克服するために、マイクロバルーンの種類を変えてみることや、混合物の流動性を妨げるために袋の内部に四角錐や立方体の小片を貼り付けること、またメッシュやシートを用いて袋内部に仕切りをつけることを考えて、これを実施してみた。

2. 実験方法

2.1 使用材料

松本油脂製のマイクロバルーン4種類(F-80DE, FN-80SED, F30, F-30E)について、これを用いて立方体の試験用の袋に詰めて、クッションの硬さおよび液状化の大きさを測定した。

また、硬質発泡ウレタンを縦横がそれぞれ2cm、高さが2.5cmのピラミッド状の4角錐の形に切り、これを、袋の内面に合計230個張り付けた。この袋にマイクロバルーンF-30Eと水との混合物を入れてこれを密封して、褥瘡予防クッションをつくった。(Fig.1)

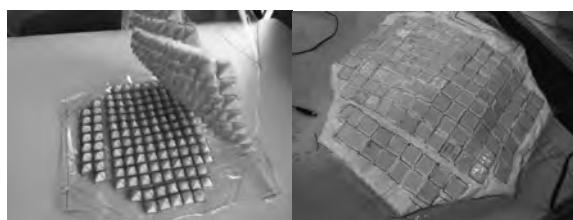


Fig.1 Pyramid type cushion

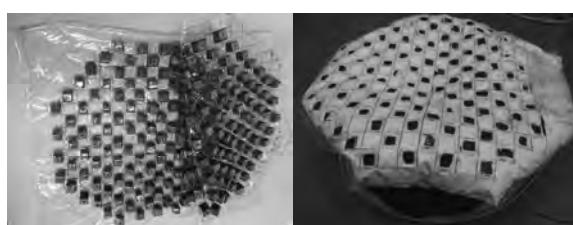


Fig.2 Cubic type cushion

他にも同様に、縦横約1cm高さ1cmの立方体の発泡ゴムを222個張り付けた袋から、クッションをつくった。

(Fig.2)これらとの比較のために、従来通りのプレーンな袋にマイクロバルーンと水との混合物を入れたものもつくった。

2.2 試験および測定方法

ピラミッド型の小片を貼り付けた袋、立方体の小片を貼り付けた袋と、通常の袋との都合3つの袋を用意して、それぞれにマイクロバルーンと水との混合物の袋詰めた。これらの袋は最初、縦15cm、横15cm、厚さ10cmの小型の試験用の袋を造って、その硬さや液状化量を測定していたが、後に車椅子用の縦横が48cmの袋(Fig.1~2)をつくり、経常研究で作製した人体モデルを使ってこれらの測定をおこなった。測定は、いずれも、軽量の重りと重量の重りとの沈み込みの大きさから評価した。

3. 実験結果および考察

車椅子用に作製した3種のクッションの測定結果により、袋に加工を施したクッションの方が硬いという結果がでた。また、液状化の大きさについても、下図に示すように各クッションどうしに明確な相違がみられた。

これを解釈する方法はいくつか考えられるが、今後の研究成果を待つて報告したい。

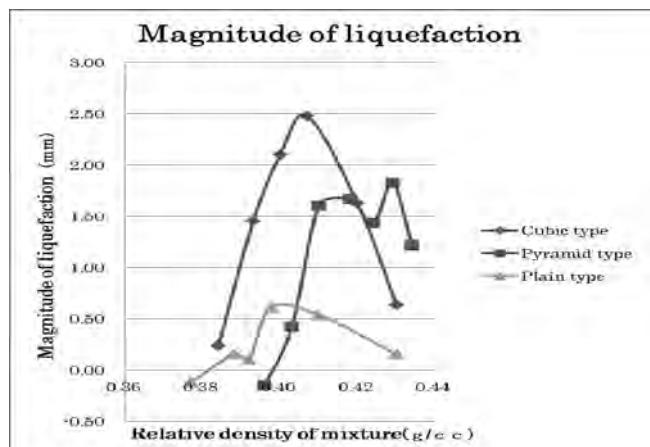


Fig.3 Comparison of magnitude of liquefaction with cushions

4. 結言

袋の内部に四角錐や、立方体片を貼り付ける方法は、クッションを硬くし、加振時の液状化の大きさを大きくする効果があることが測定結果から示された。

自己修復機能発現のための新規マイクロカプセル開発と 炭素繊維強化ポリマーへの応用

生産システム課

富山県立大学 工学部 機械システム工学科

株式会社ニッセイテクニカ

株式会社日立製作所 日立研究所

水野 渡*

真田 和昭

西村 公一

宝藏寺 裕之

1. 緒言

近年、炭素繊維強化ポリマー(CFRP)の用途は、航空宇宙や自動車分野等に拡大し、CFRPの信頼性確保に対する社会的要求が高まったことから、優れた強度を長期間維持できるCFRPの開発が望まれている。このため、CFRP等に損傷が発生した場合、自己修復する機能を付与する研究が活発に行われ、様々な手法が提案されているが、高強度と高自己修復機能の両立が難しく、実用化には多くの課題が残されている。本研究では、損傷発生時にマイクロカプセルから修復剤を放出・硬化して自己修復するCFRPの開発に関する基礎研究を行い、優れた強度を長期間維持するCFRPの実用化を目指すことを目的とした。

2. 結果概要

開織炭素繊維束とマイクロカプセルを用いて、高強度と高自己修復機能を両立した新規CFRPを開発するため、層間にマイクロカプセルを配合した薄層炭素繊維(TCF)/エポキシ樹脂(EP)積層材料を作製し、層間せん断試験、衝撃試験を行った。

TCF/EP積層材料の層間せん断試験は、JIS K7078規格に準拠した3点曲げによるショートビーム法で行った。初期試験では、材料が完全に破壊する前に負荷を中断し除荷した後、試験片を取り外し室温下で万力を用いクリンプした状態で24h放置した。その後、万力から取り外し80°Cで24h修復させた。修復後、初期試験と同様の損傷後試験を行った。自己修復機能を持たないTCF/EP積層材料の場合、初期試験では最大荷重後徐々に荷重が降下した。損傷後試験では、初期試験に比べて、初期勾配が低下し物性の低下を示した。自己修復機能TCF/EP積層材料の場合、自己修復機能を持たないTCF/EP積層材料と同様に初期試験では最大荷重後徐々に荷重降下したが、修

復後試験では、初期試験とほぼ同様な挙動を示し損傷から物性が回復することが確認され、高い自己修復効果を示した。

自己修復機能TCF/EP積層材料の損傷状態を断面観察したところ、試験片中央と端部の間でき裂が進展している様子が見られた。さらに、その付近ではマイクロカプセルが破壊してカプセル内から修復剤が放出されており、修復剤の硬化によりき裂が修復されることが確認された。

衝撃後圧縮試験は、幅55mm、長さ88mm、厚さ約2mmの平板状試験片に単位厚さ当たりの衝撃エネルギーが0.5J/mmになるように、重さ0.58kgのストライカーの高さを調整して、試験片中央に落下させた。

超音波探傷機により観察した内部損傷の状況から、自己修復機能を持たない試験片では、試験片中央部付近に衝撃負荷前では存在しなかった内部損傷が衝撲負荷後に形成されていることを確認できた。

3. まとめ

マイクロカプセルと開織炭素繊維を用いて自己修復CFRPを作製し、層間せん断試験、衝撃試験、および超音波探傷法による内部損傷観察を行った。層間せん断試験の結果、自己修復機能TCF/EP積層材料の場合修復率がほぼ100%となる結果が得られた。

今後、炭素繊維強化ポリマー(CFRP)の成形加工プロセスに適応可能な新規シリカ膜マイクロカプセルの試作を行う予定である。また、CFRPの初期強度を低下させずに、高い修復効果を付与するための微視構造設計とカーボンナノチューブ等のナノ材料を活用した高強度化についても検討し、優れた強度を長期間維持するCFRPの実用化を目指すこととしている。

*現 企画管理部

バイオマスプラスチックを活用した生活用品の開発 II

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。昨年度、セルロース混合可塑化成形装置を用いて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。本研究では、セルロース混合可塑化成形装置を用いて地場のバイオマスを材料化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・攪拌により、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、小矢部産ハトムギ殻、県内で製造される木材炭、能登産カキ貝殻とポリプロピレンの材料の作製条件について検討し、その射出成形性や物性について評価した。

2. 実験方法

実験で使用したセルロース混合可塑化成形装置は、昨年度と同様に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。

ハトムギ殻は、2011年秋に小矢部市で得られたものを1mm以下に粉碎して使用した。木材炭は、県内の河川やダムの流木、家屋の解体材等を高温焼成して得られるもので粉末炭を使用した。能登産カキ貝は、900°C焼成されたものを使用した。

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、メルトイインデクサ（株式会社安田精機製作所製 120-SAS 半自動メルトフローインデックスステスター）により、190°C-2.16kg の条件でメルトイインデックス (MI) を測定した。小型射出成形機（日精樹脂工業株式会社製 NPX7-1F）により、材料から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。



Fig. 1 Cellulose mixing-plastication molding machine

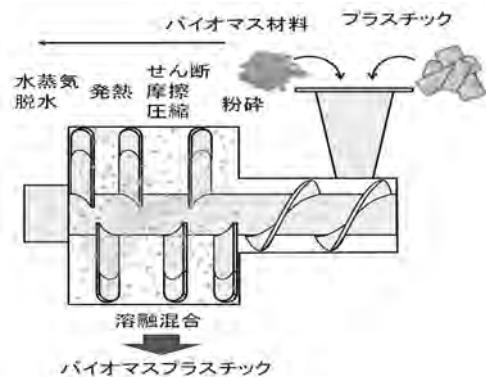


Fig. 2 Outline of cellulose mixing-plastication molding machine

3. 実験結果および考察

実験で使用したポリプロピレンはバイオマスを配合した材料と同様の条件で測定したところ、 $MI=12.1$ 、曲げ強度と弾性率はそれぞれ34.3MPa、1150MPa、引張強度と弾性率はそれぞれ26.6MPa、590MPaであった。

小矢部産ハトムギ殻は、配合しやすいように1mmスクリーンを付けたロータリーミルで粉碎して使用した。ハトムギ殻は水分を含有しているため、そのまま混合可塑化を行った。ハトムギ殻割合が60%の材料では、MIはポリプロピレンに対して低くなったものの、射出成形したところ、問題なく成形することができた。試作材料はポリプロピレンに対して曲げ試験、引張試験とともに、強度が約1/2となり、弾性率が約2倍高い結果となった。

木材炭は、配合しやすいよう粉末状のものを使用した。混合可塑化試験では、木材炭の水分量が12.5%であったためそのまま作製したところ、作製時にPPの熱分解が起き、ワックス状の材料となった。このため、作製時に水を添加し、可塑化を穏やかにするとともに可塑化時間を短くした。木材炭の配合割合が46.7%のものでは、ポリプロ

*現 企画管理部

Table1 Properties of Large-fruited adlay husk/PP blend

使用バイオマス	ハトムギ殻 (富山県小矢都市産)
バイオマスの状態	水分量：10.6% (w/w) 粉碎：ローテーミル (1mm スクリーン)
セルロース混合可塑化成形装置	バイオマス割合：60.0% (w/w) 可塑化回転数：2700rpm 可塑化時間：5sec
試験片の射出成形性 (小型射出成形機)	MI = 2.5 (190°C、2.16kg) シリンダ温度：190°C 金型温度：60°C 乾燥：なし 水分率：1.4%
曲げ特性	曲げ強度：18.6Mpa 曲げ弾性率：2110Mpa
引張特性	引張強度：10.6Mpa 引張弾性率：935Mpa

Table3 Properties of Oystershell /PP blend

使用バイオマス	カキ貝 (能登産、900°C焼成)
バイオマスの状態	水分量：0.1% (w/w) 粉碎：なし
セルロース混合可塑化成形装置	バイオマス割合：50.0% (w/w) 可塑化回転数：2700rpm 可塑化時間：4sec 水添加量：200ml
試験片の射出成形性 (小型射出成形機)	MI = 7.6 (190°C、2.16kg) シリンダ温度：190°C 金型温度：60°C 乾燥：なし 水分率：0.4%
曲げ特性	曲げ強度：35.9Mpa 曲げ弾性率：2400Mpa
引張特性	引張強度：20.8Mpa 引張弾性率：1200Mpa

Table2 Properties of Wood charcoal /PP blend

使用バイオマス	木材炭 (粉末)
バイオマスの状態	水分量：12.5% (w/w) 粉碎：なし
セルロース混合可塑化成形装置	バイオマス割合：46.7% (w/w) 可塑化回転数：2700rpm 可塑化時間：3sec 水添加量：200ml
試験片の射出成形性 (小型射出成形機)	MI = 7.6 (190°C、2.16kg) シリンダ温度：190°C 金型温度：60°C 乾燥：なし 水分率：0.8%
曲げ特性	曲げ強度：37.4Mpa 曲げ弾性率：2980Mpa
引張特性	引張強度：22.3Mpa 引張弾性率：1470Mpa

ピレンに対して強度はほぼ同等で、弾性率が約2.5倍高い結果となった。

カキ貝は能登産のものを有機物の影響を防ぐため900°Cで焼成して使用した。混合可塑化試験では、木材炭と同様にPPが熱分解を起こし易く、また、貝殻が凝集し分散しない場合も見られた。カキ貝の配合割合が50.0%のものでは、ポリプロピレンに対して強度はほぼ同等で、弾性率が約2倍高い結果となった。

4. 結言

省内で発生する種々のバイオマス材料について、セルロース混合可塑化成形装置を用いてバイオマスプラスチックの作製を試みたところ、混合可塑化時に配合したポリプロピレンが熱劣化する場合があったが、射出成形材料を作製することができた。また、作製した材料はバイオマスによって物性が変化したが、弾性率が向上する傾向が見られた。

「謝辞」

研究に当たり、プラテック市森、アイオーティカーボン(株)、(株)中島商店、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。

キーワード：ハトムギ、木材炭、カキ貝、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 II

Wataru MIZUNO, Kazumitsu SAEKI

Biomass-plastic of various biomass materials were produced by using the cellulose mixing-plastication molding machine. Properties of biomass-plastic were influenced from the kind of the biomass. Mixing the biomass tended to improve the elasticity modulus.

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
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して、多機能な用具を開発することを目的とする。

既報¹⁾では、現状用具の諸物性や振動特性を調べるとともに、打撃性能の向上や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効果を検証した。本報では、強度を改善して試作した木製スティックの打撃特性をボール衝突試験により調べ、設計の改善効果を考察した。

2. ホッケースティックの試作

2-1 現状のスティック

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、金属以外の材質であることが規定されている。長さは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な設計が踏襲されており、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。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²⁾ことから、選手は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。このような打撃フォームは膝や腰への負担が大きいといえ、ドリブルからシュートへの移行に大きな動作が必要となり、戦術にも影響する。

2-3 新たなスティックの形状の設計

上記課題の改善を目指して、スティックの形状と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により作成した新型モデルを図2(a)に示す。また、性能を比較するために現状の形状を模擬して作成した従来型モデルを図2(b)に示す³⁾。

両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。（図2の丸印）

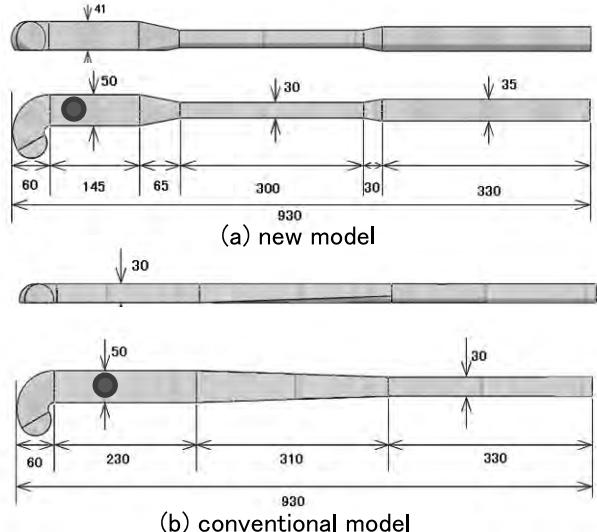


Fig.2 Designed Stick model

3. スティックの性能比較

3-1 スティックの試作

図2の設計をもとに、従来型と新型のスティックを試作した。耐衝撃強度を考慮し、メイプル製の野球用木製バット材を用いて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。

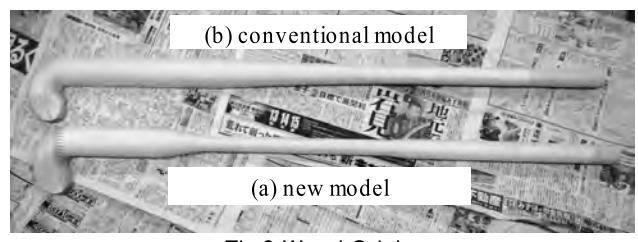


Fig.3 Wood Stick

3-2 物性の比較

試作したスティックの物性を実測した結果を表1に示す。表1より、新型の打撃中心(COP)の位置が従来型に比べて64mm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。この値が前述の数値解析よりも大きいのは、素材の比重による影響と思われる。また、新型はスティック質量が小さくなる一方で、重心位置(Center of mass)と慣性モーメント(Moment of inertia)がヘッド側に移動していることから、走行時や守備時における保持性の改善や攻撃時のパフォーマンスの向上が期待できる。

Table1 Comparison of physical properties

	New model	Conventional model
Mass (g)	586	619
Length (mm)	930	930
Center of mass (mm)	574	538
Moment of inertia ($\text{kg}\cdot\text{m}^2$)	0.158	0.137
COP (mm)	787	723

3-3 反発特性

当所の衝撃力負荷装置を用いて、ホッケーボールを圧縮空気により発射してスティックに衝突することによりスティック各部の反発特性を評価した。今回の実験ではボールの衝突速度を約50km/hとし、反発係数は角運動量保存則により算出³⁾した。

結果を図4に示す。グラフの横軸はボールの衝突位置、縦軸は反発係数であり、打撃中心と振動の節の位置も縦線で記してある。現状の市販スティックの反発特性を(a)に示し、(b)が試作した従来型、(c)は試作した新型の結果である。これより、新型は従来型に比べて最大反発点がヘッド側に約50mm移動しており、反発係数も1割程度大きい効果が認められた。このことは、選手がスティックの先端寄りでボールを打ちやすくなり、上体が立った姿勢で打撃を行えることを示唆しており、反発係数の向上と併せて身体負荷の軽減とパフォーマンス向上が期待できる。

4. 選手の使用感

プロホッケー選手により、新型スティックの使用感をヒアリングした。その結果、スティックの先端寄りでの打撃が容易でボール速度も増すこと、スティック中央部の断面が円形のため把持感が良く、ドリブル時のボール操作性が改善されるなどの評価を得た。

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材による中空スティックの試作を検討しながら実用的なスティック開発を目指す。

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、反発係数

Development of field hockey sticks with hybrid performance

Masato MIZOGUCHI, Ryoji KANAMARU
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 center of percussion, moment of inertia and hitting performance of coefficient of restitution were examined. As a result, the center of percussion moved to the stick-head side by 64mm, and an effective possibility was shown in the ball speed by the result of ball collision test. Moreover, the feeling evaluation by a professional hockey player was carried out, and the result was obtained that the ball operation in the play of offense and defense was improved.

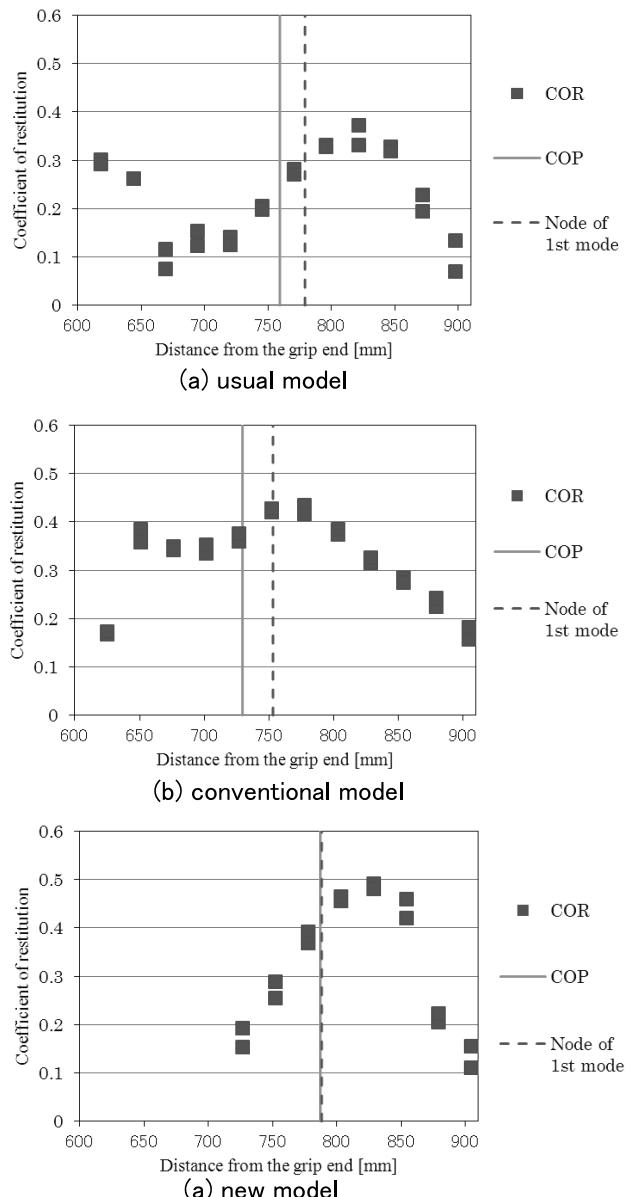


Fig.4 Coefficient of restitution of hockey stick

「参考文献」

- (1) 溝口他、富山県工業技術センター研究報告、No.25(2011)、No.26(2012)
- (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2012講演論文集、No.12-39.

ナノファイバーを用いた高機能纖維材料の開発

製品科学課 金丸亮二、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装置によって作製したナノファイバー不織布は、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。昨年度、我々は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させる技術について検討したが、実用的な剥離強度を得ることはできなかった。そこで、ナノファイバー不織布を2層構造にし、接着層を設けることにより、布帛との貼り合わせを容易かつ高性能に保つ技術について検討した。

2. 実験方法

2.1 2層構造ナノファイバー不織布の作製

ナノファイバー不織布は、透湿防水性、高摩擦性等の性能を発現する基本層と布帛との接着を担う接着層の2層とした。接着層もナノファイバーで構成されるため、性能低下の少ない貼り合わせ生地が作製できると考えた。

基本層に使用する樹脂はポリウレタン、接着層に使用する樹脂はPVA（ポリビニルアルコール）とした。

ナノファイバー不織布の作製は、シングルノズル式のエレクトロスピニング装置を使用した。

積層手順は、まずポリウレタン樹脂を厚さ約15μmになるように紡糸し、その上にPVA樹脂を紡糸し、積層した。厚さは、5μm、10μm、20μmの3種類とした。

2.2 貼り合わせ生地の作製

貼り合わせ用の基布として、以下の4点を準備した。

①綿織物	糸番手：30s
②ポリエステル織物	糸織度：83dtex
③ポリエステル(加工糸)横編地	糸織度：22dtex
④ポリエステルトリコット	糸織度：83dtex

①、②の織物および④のトリコットは比較的高密度のもの、③は密度の粗いものを使用した。基布の拡大写真を図1に示す。

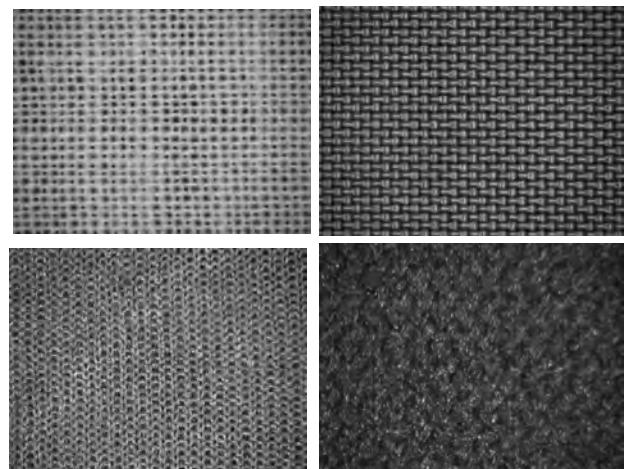


図1. 各基布の拡大写真（上段左から①、②
下段左から③、④）

これら基布と2層構造ナノファイバー不織布を組み合わせて、貼り合わせ生地を作製した。貼り合わせ方法は、基布側にスプレーで霧吹き状に水を吹きつけた後、アイロンでプレスする方法で行った。

2.3 評価試験

作製したナノファイバー不織布と基布の貼り合わせ生地を走査型電子顕微鏡で観察すると共に、剥離強度試験、通気度試験で評価した。

- ・剥離強度試験 JIS Z0237の180度引き剥がし試験に準拠し、ナノファイバー不織布と基布の剥離強度を測定。
試料幅:25mm 試験速度:5mm/min
- ・通気度試験 JIS L1096 通気度試験A法(フジール形法)

3. 実験結果及び考察

表1. 貼り合わせ生地の剥離強度

基 布	剥離強度 (N)		
	接着層厚さ		
	5μm	10μm	20μm
①綿織物	0.12	0.31	(0.73)※
②PET織物	0.06	0.17	0.42
③PET横編	0.06	0.16	0.40
④PETトリコット	0.09	0.21	0.49

※剥離せずにナノファイバー不織布が切断

*現 生産システム課

PVA は、温水に溶解する性質を持つことから、不織布を濡らしながら基布と圧着し、熱をかけてプレスすることにより、強固に接着すると考えた。この方法であれば比較的簡単に貼り合わせることができ、ナノファイバー不織布の特徴である通気性や透湿防水性の低下を抑える効果も期待できる。

表1に、貼り合わせ生地の剥離強度を示す。剥離する前に、不織布が破壊される程度の強度を期待したが、そうなったのは接着層が厚い不織布と綿織物基布の組み合せだけであった。剥離した部分の基布側と不織布側の電子顕微鏡写真を図2、3に示す。

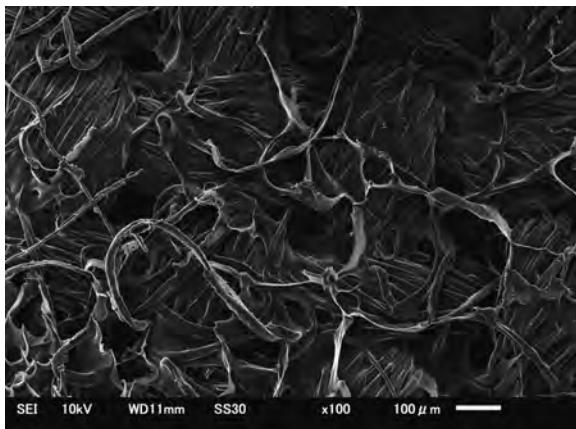


図2. 剥離部基布側（綿織物 接着層 10μm）

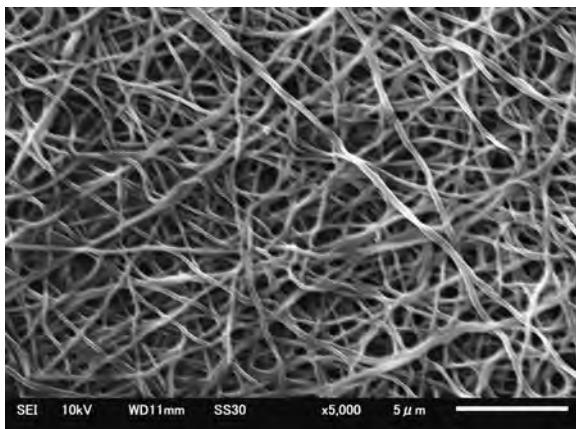


図3. 剥離部不織布側（綿織物 接着層 10μm）

基布側には、織物を構成する糸のフィラメント間にPVA樹脂が染みこんで固化しているのに対し、不織布側は、PVAがPU纖維面に付着し膜を張っている様子が伺えるものの、付着している量はかなり少ない。毛細管現象等で、PVAの多くが基布側に流れたものと考える。

表2に、貼り合わせ生地の通気度を示す。

表2. 貼り合わせ生地の通気度

基 布	通気度 (cm ³ /cm ² /s)		
	接着層厚さ		
	なし	10μm	20μm
①綿織物	0.67	0.36	0.20
②PET 織物	0.39	0.19	0.10 未満
③PET 横編	1.12	0.64	0.31
④PET トリコット	0.74	0.36	0.22

通気度については、当然のことながら接着層が薄いほど高くなり、接着強度とは相反する。通気度を極力保持しながら、接着強度を高めるには、PVAの基布側への浸透を抑え、不織布側にPVAを保持しておく工夫が必要である。例えば不織布側を3層構造にしてPVAを中間層にすることにより、基布側への流出を抑え、PUとの係合を高めるといった方法を現在検討しているところである。

4. 結言

今回の研究結果は、期待通りのものではなかったが、解決方法はあると考えている。今回は接着層にPVAを用いたが、他の樹脂を使う事も1つの手段であると考える。多層構造ナノファイバーの紡糸技術は応用範囲も広いと考えており、今後はマルチノズル機での紡糸も検討していく。

キーワード：ナノファイバー、エレクトロスピニング、透湿防水

Development of Highly Functional Textile Materials Using the Nanofiber

Ryoji KANAMARU, Toshihiro NOJIRI, Norimitsu SANAE and Hideo KUYO

We produced double layer nanofiber nonwoven fabric of PU and PVA, and examined how to paste together to this nonwoven fabrics and clothes simply. As a result, we developed the method of pasting together simply by a spraying water and heat press. However, for improvement in peel strength, we further need to devise the lamination method of nanofiber.

発汗サーマルマネキンによる機能性衣服の評価研究

発汗サーマルマネキンと被験者実験によ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

製品開発課 中橋美幸

1. 緒言

衣服形態の繊維製品評価方法として、従来は被験者(ヒト)に着用させて温湿度計測、人体生理計測や着心地等の官能試験を行う方法が一般的であった。しかし、近年では発汗サーマルマネキンを用いて、より客観的な評価を行うことが可能になってきている。

ただし、これらの評価方法には、それぞれ長所短所がある。被験者実験では、個人差、体調、季節変化等々によるバラツキが大きいが、着心地等の感性的な評価が可能である。

発汗サーマルマネキンでは、バラツキが少なく再現性は高いが、ヒトの場合とは異なり生理的反応、フィードバックがない。また、着心地等の感性的な評価は行えない。

本研究では、被験者と発汗サーマルマネキンに同一のウエアを着用させ、発汗状態での衣服内温湿度等の計測をして、両者の関連性について考察を行った。

また、発汗サーマルマネキン利用による、機能性衣服製品の客観的評価方法についての検討を行った。

2. 実験

2.1 着用実験のウエアについて

インナーウエアに、(A)綿100%の半袖シャツ、(B)吸汗速乾性ポリエステル100%の半袖シャツ(図1中央)の2種を選定した。素材物性を表1に示す。

表1 インナーウエアの素材物性

	組織	目付 g/m ²	通気度 cm ³ /cm ² /S	吸水率% ラローズ法	保温率% サーモボ
A	丸編天竺	155	60.1	241	30.8
B	丸編二重	146	115.5	306	27.4



図1 発汗サーマルマネキンとウエアの着装状態

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は4秒間という速さであった。また、通気度は、BはAの約2倍であった。保温率はAがBより高かった。アウターには撥水加工されたポリエステル100%のウインドアップジャ

ケット(図1右)を選定した。下半身はポリエステル100%のハーフパンツを着用させた。これらのウエアは発汗サーマルマネキン(図1左)、および被験者ともに共通のものを着用させた。

2.2 発汗サーマルマネキンでの実験について

発汗サーマルマネキンは、京都電子工業㈱社製を使用した。全身を19部位に分割し、部位毎に温度や発汗量の制御が可能である。主な仕様は次のとおりである。

- ・身長：174cm、重量：48kg
- ・材質：F R P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/m²h/部位
- ・発汗点数：141点
- ・人工皮膚：全身フィットスープ形態(黒色)

環境は、㈱大西熱学製の恒温恒湿チャンバー OS-9FS型を使用し、温度：25°C、湿度：50%RHの設定、および温度：30°C、湿度：60%RHの設定とした。

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、発汗は胸部上下と背部上下のみとした。発汗量は100g/m²h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。模擬汗として純水を使用した。温湿度センサは、神栄テクノロジー㈱社製のHTP-B28T-30型を6本使用し、①胸部(みぞおち)、②脇部、③背部の人工皮膚とインナー間に各2本を取付けた。

各条件下で無発汗状態での測定を行った。また、発汗状態(15min)→発汗停止状態(15min)の計30minで、衣服内の温湿度変化等の計測を行った。

2.3 被験者による着用実験について

健康な女性3名を被験者とし、着用(足温浴による発汗)実験を行った。被験者の年齢は43～62歳(平均55.3歳)。身長は151.0～162.5cm(平均157.6cm)。体重は48.4～70.0kg(平均59.7kg)である。

実験プロトコルを表2に示す。心拍数、1拍動毎の血圧などの生体情報、および衣服内温湿度を計測した。実験中には着用感等のヒアリングも行った。

<計測機器>

- ・1拍動毎の血圧：連続血圧測定装置(ケアントエス社製)
- ・衣服内温湿度：上半身3点(バイヤ製センサ)
- ・心拍数：キッセイムテック社製(解析ソフト：カルデ付)



足温浴器は、Panasonic社製スチームフットスパ EH2862P型(図2)を使用した。

温湿度センサは、①胸部(みぞおち)、②脇部、③背部の位置で、皮膚とインナーの間に取り付けた。

図2 足温浴器

表2 被験者実験プロトコル

温度 25°C 湿度 50%RH	健康チェック センサ取付け	20min
	椅座 安静	20min
	実験室の移動	5min
温度 30°C 湿度 60%RH	椅座・足温浴	30min
	実験室の移動	5min
温度 25°C 湿度 50%RH	椅座 安静	10min
	健康チェック	10min

3. 結果と考察

3.1 発汗サーマルマネキンの衣服内湿度について

発汗サーマルマネキンに実験用ウエアを着用させ、温度 25°C、湿度 50%RH の一定環境、および温度 30°C、湿度 60%RH の一定環境で衣服内温湿度を測定した。右脇部の衣服内湿度を図3、図4に示す。

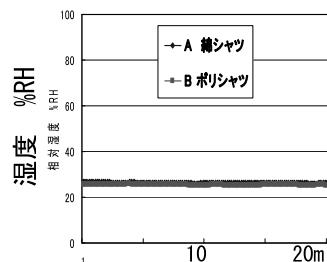


図3 衣服内湿度
25°C、50%RH 環境

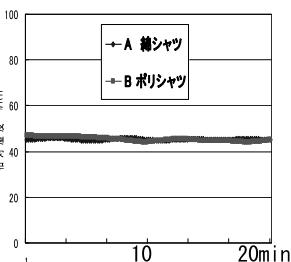


図4 衣服内湿度
30°C、60%RH 環境

一定の温湿度環境の中で、発汗サーマルマネキンにウエアを着用させ、無発汗のドライな状態では A と B の衣服内湿度には、大きな違いは見られなかった。

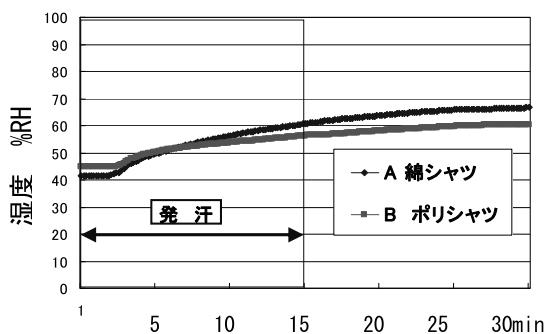


図5 発汗時の衣服内湿度 30°C、60%RH

しかし、発汗させた場合は図5のとおり、A と B に湿度の違いが生じた。

3.2 被験者実験での衣服内湿度について

被験者実験では、やはりデータのバラツキが大きく、A と B の相違がわかり難かったが、足温浴での熱刺激による発汗の後に違いが現れた。図6に被験者の右脇部の衣服内湿度変化を示す。

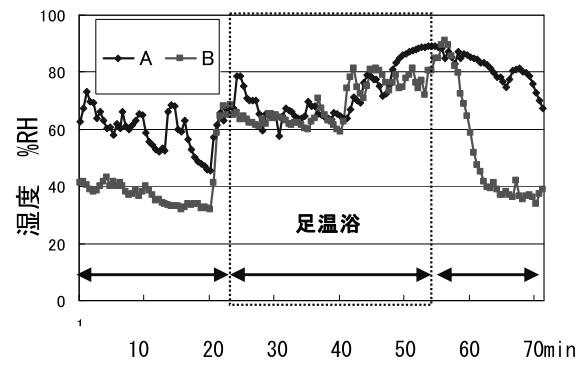


図6 被験者実験での衣服内湿度変化

最初の20分間(25°C、50%RH)での、湿度差は被験者の体調等の要因からと考えられる。しかし、30°C、60%RH 環境での足温浴時では、環境と熱刺激による発汗があるため、AとBの湿度差は小さくなり、ほぼ同程度となった。しかし、足温浴を終え、25°C、50%RH環境に戻ると、AとBのシャツの違いが大きくなつた。綿シャツの湿度が下がり難いのに比し、機能性ポリエステルのシャツの湿度が急激に下がつたことがわかる。

発汗中よりも、発汗後に差が現れるのは、発汗サーマルマネキン実験の結果と同様であった。

4. まとめ

発汗サーマルマネキンと被験者との実験条件を全く同じに揃えることは出来なかつたが、無汗状態や発汗中よりも、発汗が止まってからの方が、湿度に関する衣服性能の違いが出ることがわかつた。

また、衣服内温湿度等での評価に関しては、バラツキの多い被験者実験より、発汗サーマルマネキンでの評価方法が安定して行えることがわかつた。

ただし、着心地感等の感性的評価に関しては、まだヒトによる評価に頼らざるを得ない。

今後は、より多くのデータをとり、発汗サーマルマネキンでの客観的評価と、ヒトによる主観的評価との関連付けを行うことが重要な課題であると考える。

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 used the perspiration thermal mannequin and human being, and conducted the evaluation experiment of two kinds of inner wear. As a result, it turned out that it is possible to perform objective evaluation of clothes by using the perspiration thermal mannequin.

温熱的快適性を向上させたインナーウエアの開発

製品科学課 中橋美幸, 金丸亮二 生産システム課 和田 猛

1. 緒言

女性用の基礎下着（ファンデーション類）などのインナーウエアは、ボディラインを美しく整えるサポート力をもたせるためにパワーストレッチ編布を用いているものが多い。それらは、肌に直接密着させて着用されるため温熱的快適性に及ぼす影響は大きい。

本研究では、女性用インナーウエアの中からショーツガードル（ガードルの補整機能をもつショーツ）を取りあげ、温熱的に快適なショーツガードルを開発することを目的として、組成の異なるパワーストレッチ編布で試作したショーツガードルを用いて着用実験を行った。温熱快適性の指標となる衣服内温湿度、発汗量、皮膚温、心拍数に及ぼす影響を検討した。

2. 実験方法

2.1 試料

吸湿性能等の着用性能への影響をみるために、組成の異なる4種の素材を用いてショーツガードルを試作した。試料の詳細は表1に示すとおりである。試料の厚さは、肌側面に吸湿性の高い綿やキュプラを用いる編構造をもつ試料C, Bや、コットンライクなポリエステル糸を用いた試料Pでは素材がやや厚くなることがわかった。また、20°C, 65%RHの恒温恒湿室内において、サーモラボII（カトーテック株製）を用いて測定した保温率は、試料が厚いほど高くなり、試料C, PではNの約3倍、BではNの約2倍であった。これら4種の素材を用いて、サイズ、デザインを同一にしたショーツガードルを試作した。

2.2 被験者

年齢40歳代～60歳代のM～L体型をもつ健康な女性5名を被験者とした。夏季を想定した着衣（半袖Tシャツ、

表1 試料の詳細

試料	組成	厚さ ¹⁾	保温率
C	ナイロン	64%	0.66mm
	ポリウレタン	17%	
	綿	19%	
N	ナイロン	73%	0.41mm
	ポリウレタン	27%	
B	ポリエステル	76%	0.54mm
	ポリウレタン	14%	
	キュプラ	10%	
P	ポリエステル	88%	0.60mm
	ポリウレタン	12%	

¹⁾4.9kPa荷重時での場合

ハーフパンツ、ブリジャーおよびソックスは各自のもので、実験用ショーツガードルを肌に直接着用した。ショーツガードルは、被験者数分用意し、1着につき1回使用した。

2.3 環境条件と測定手順

夏季を想定して、30°C, 60%RHの人工気象室内で着用実験を行った。被験者は、実験環境に身体を十分慣らすために実験開始の1時間以上前に人工気象室に入室し安静を保った。その後、セミヌードで体重を測定後、実験用着衣に着替えた。次に、10分間座位安静—10分間歩行運動（トレッドミル、速度3km/h）—15分間座位安静とし、この間について生理量の測定を行った。実験終了後、再び体重測定を行った。なお、体重は精度1gで測定した。

測定項目は、皮膚—ショーツガードル間の衣服内温度(T_{cl})および衣服内湿度(H_{cl})、皮膚温(T_s)、心拍数(HR)である。また、実験前後の体重減少量を汗量とみなした。

なお、日内リズム等による体温変動による影響を考慮して、実験は1日1試料、被験者ごとに同一時間帯に行った。また、実験開始を食後2時間以上経過後とし、試料の着用順序をランダムにした。

3. 実験結果および考察

3.1 発汗量への影響

図1は、欠損データのある1名の被験者を除き、4名の汗量データを用いて試料ごとに被験者平均を算出した結果である。有意差はみられなかったものの、肌面に吸湿性素材を用いた試料C, Bでは、N, Pに比べて平均汗量が少ない傾向がみられた。すなわち、素材の厚さや保温率よりも、吸湿性能が発汗量に大きく影響することが推察された。

3.2 平均皮膚温への影響

本研究では、ラマナサンの4点法を用いて平均皮膚温($M-T_s$)を求めた。

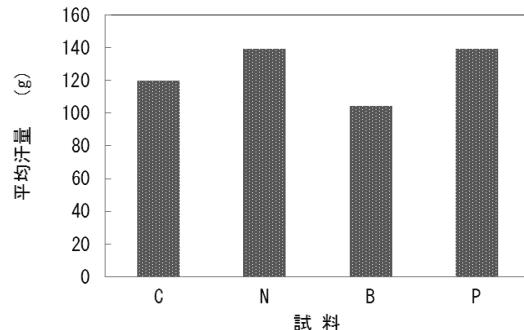


図1 体重減少による汗量（被験者平均）

$$M-Ts = 0.3 (T_c + T_u) + 0.2 (T_t + T_l)$$

ここで、 T_c は胸、 T_u は上腕、 T_t は大腿、 T_l は下腿の皮膚温である。

結果を図 2 に示す。 $M-Ts$ は運動開始直後に低下した後、運動による産熱の増大により緩やかに上昇し、運動停止後の数分間においても上昇し続けた。その後、 $M-Ts$ は徐々に低下したもののが初期値までは回復しなかった。試料 C では、有意差はみられなかったものの、他の試料に比べて最も $M-Ts$ が低かった。このことは、吸湿性能の影響によるものと推察された。

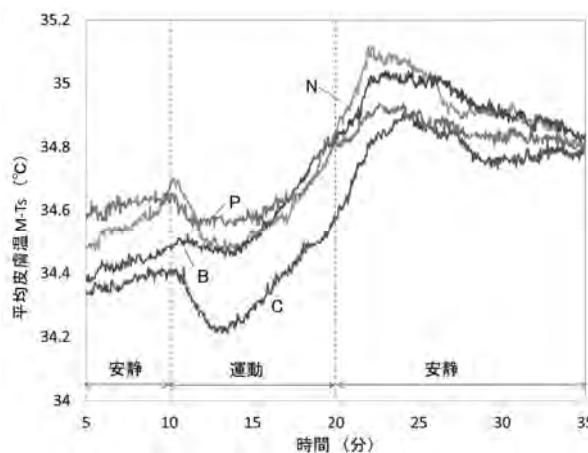


図 2 平均皮膚温 $M-Ts$ の変化挙動

3.3 衣服内温度および衣服内湿度への影響

衣服内温度 (T_{cl}) は平均皮膚温 ($M-Ts$) の場合と類似の変化挙動を示した。運動停止後は、強制対流の停止により T_{cl} は上昇したまま平衡を保った。試料間の差が小さいものの、試料 B では安静時および運動時ともに T_{cl} が最も低い傾向がみられた。また、衣服内湿度 (H_{cl}) は、運動開始から急激に上昇し、運動停止直後最大値を示し、その後回復に向かった。 H_{cl} の最大値を比較すると、試料 B の H_{cl} が最も低く、キュプラの吸湿・放湿特性が衣服内温湿度の上昇を抑制したものと推察された。

3.4 心拍数への影響

心拍数 (HR) の変化挙動を図 3 に示す。運動時の HR に注目すると、試料 N>P>B>C の順に高く、ここにおい

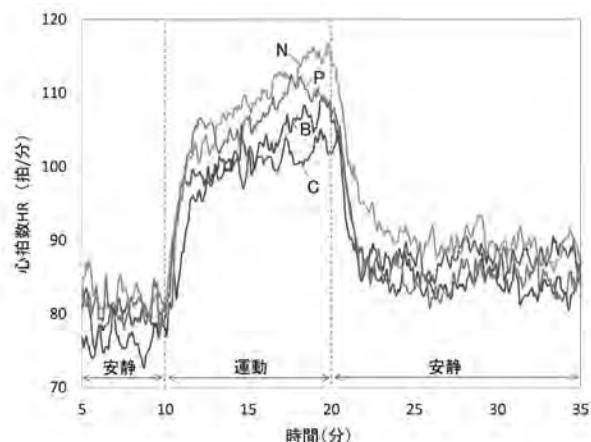


図 3 心拍数 HR の変化挙動

ても素材の吸湿性能が心拍数の変化に影響を及ぼすことが推察された。

4. 結言

本研究では、温熱的に快適なショーツガードルを開発することを目的として、組成の異なるパワーストレッチ編布で試作したショーツガードルを用いて、着用実験により衣服内温湿度、生理反応として発汗量、皮膚温、心拍数に及ぼす影響を検討した。その結果、吸湿性素材を混用したショーツガードルでは、運動による衣服内温湿度の上昇がやや低く、発汗量、平均皮膚温、心拍数などからみた生理的負荷が低くなる傾向がみられた。しかし、実験期間が平成 25 年 1 月冬季だったため発汗反応が遅く、主観評価での「温熱感」「湿潤感」「快適感」に関する評価が難しかった。今後は、熱板等を用いたシミュレーション実験等においても素材性能を検討し、温熱的快適性に影響を与える素材因子を解明しながら商品化を目指して研究を進めていきたい。

「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河口幸史様、小林希弥様、寺西由樹江様、白澤秀和様に深く感謝致します。

キーワード：ガードル、発汗量、皮膚温、心拍数、衣服内温湿度

Development of Superior Women's Inner Garment in Thermal Comfort

Product Development Section; Miyuki NAKAHASHI, Ryoji KANAMARU

Production Technology Section; Takeshi WADA

This study aims to obtain fundamental data for designing women's inner garment superior in thermal comfort. The influence of the water absorption and hygroscopicity of inner garment on human body in terms of the physiology and comfort were examined using four kinds of trial shorts-girdle, which differ in those properties, under condition simulated summer environment.

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。

昨年度までの研究で、近赤外スペクトルから塩化ビニル樹脂中に複数種存在する可塑剤を精度よく分析可能であることを確認していた。

今年度は、近赤外スペクトルの波長領域と分析精度の関係について検討を行った。

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、可塑剤の量および組み合わせを変化させた塩化ビニル樹脂 48 種類を用意した。

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ポータブル近赤外分光光度計 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。

3. 実験結果および考察

3. 1 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 1.6~1.8 μm 付近、2.1~2.3 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。

3. 2 波長範囲と予測精度の関係

上記の分散スペクトルを参考に、波長範囲を変化させたモデリングを作成し、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。

作成したモデリングの波長範囲は以下のとおりとした。

- ① 1.2~2.4 μm
- ② 1.6~1.8 μm および 2.1~2.3 μm 範囲
- ③ 1.6~1.8 μm

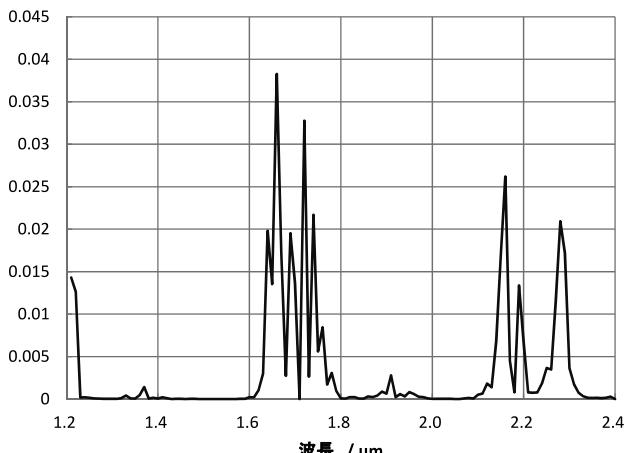


図 1 分散スペクトル

*現 企画管理部

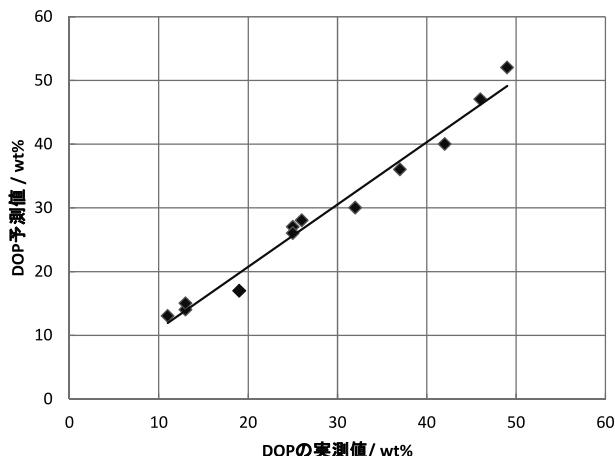


図 2 DOP 量の予測結果 (1.2~2.4μm)

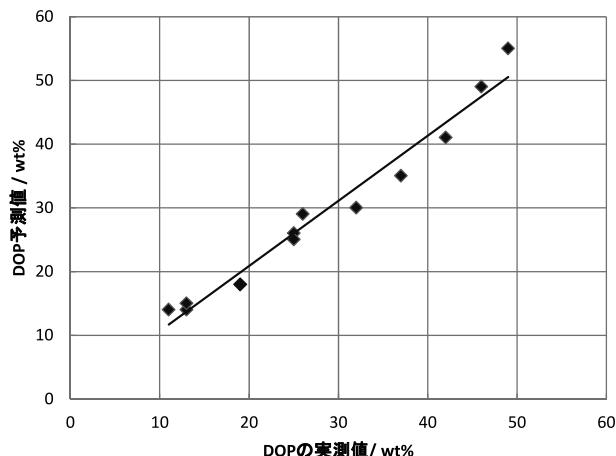


図 3 DOP 量の予測結果 (1.6~1.8, 2.1~2.3μm)

図 2 に 1.2~2.4μm の波長範囲を用いて PLS 法により DOP の可塑剤量を予測した結果を示す。また、図 3 に 1.6~1.8μm, 2.1~2.3μm の波長範囲、図 4 に 1.6~1.8μm の波長範囲を用いた同様の結果を示す。

図 2 および図 3 は実測値と予測値は誤差の範囲内で、よい直線性を示しているのがよくわかる。すなわち、モデリングに使用する波長範囲を 1.6~1.8μm, 2.1~2.3μm まで減少させても、予測値にはあまり大きな影響を与えないとい推測される。

一方、図 4 は実測値に対して予測値は大きくずれているのと、各点のばらつきも大きいのがわかる。1.6~1.8μm の範囲のみのモデリングでは分析精度が大きく低下するものと推測される。

他の可塑剤(DINP, DOA 及び TOTM)についても検討したところ、DOP と同様の結果が得られた。

本研究では近赤外スペクトルの波長領域と精度に

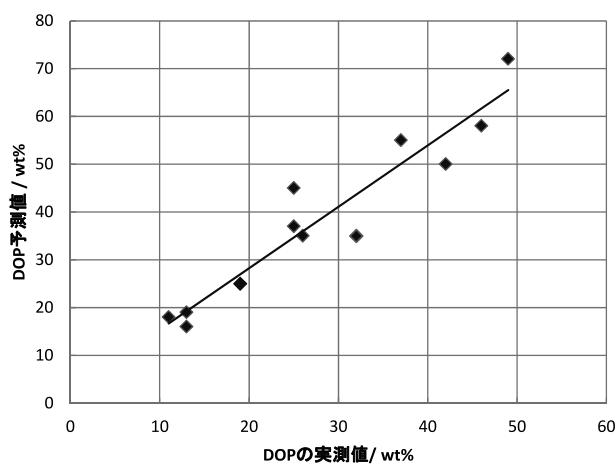


図 4 DOP 量の予測結果 (1.6~1.8μm)

関して検討した。その結果、スペクトルの波長範囲を 1.6~1.8μm, 2.1~2.3μm に絞っても、精度よく、塩化ビニル樹脂中の可塑剤量を予測可能であると考えられる。

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 Diethyl adipate, phthalate, Triethyl trimellitate,) and different plasticizer contents (11~50%). The near-infrared spectra in the 1.2-2.4 μm 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.

車椅子用クッションの除圧性能評価を目的とした人体モデルの製作

製品科学課 石割 伸一

1. 緒言

車椅子用クッションの柔らかさや、除圧性能を評価するために、被験者を用いて圧力分布測定をすると、その測定結果は被験者の体格や試験時の体調などに大きく依存して、再現性が乏しいのが一般的である。

このため、被験者の代わりに人体モデルと名付けた構造物を製作した。これは、ボーリングのボールとこれを垂直方向に押し込むための重りからなる構造を持っている。クッションが柔らかいとボールがより沈み込むことで、そのボールの沈み込みの大きさから除圧性能を評価できると考えた。ここでは、一定の条件のもとで、ボールの沈み込みが大きい場合除圧性能が大きいと考えている。

2. 人体モデルの作製

2.1 使用材料

15 ポンドのボーリングのボールを用意して中心部に向かって約 6cm の深さのねじ穴をあけた。長尺のねじをこの穴に通して、これを支持台にとりつけた。このボーリングボールの中心の位置の変化は、長ねじの頂点のところに取り付けたビスと支持台との距離の変化により測定できる。

また、このボールの上のねじの周囲に取り付ける重り 3 個を作製した。この 3 個の重りは、それぞれ重量が $16.75 \pm 0.01\text{kg}$ である。クッションを評価する試験は、人体のサイズに近い接触面を持ち、人体の重量に近い質量をもつ評価装置を用いることが重要であると考えた。



Fig.1 The cushion and a human body model

2.2 試験例および測定例

Fig.1 で示すようにボーリングのボールをクッション上に置いた直後のボーリングの中心の位置を沈み込み用の基準とする。また、

このときを経過時刻の基準 (0 分 0 秒) とする。経過時間 3 分のときに、重り 3 個をボーリングのボールの上に置く。(Fig.2 参照) これによりクッションに約 58 kg 重の力を加えることができる。



Fig.2 3-weights mounting on a ball.

さらに、経過時間 5 分から経過時間 7 分までの 2 分間加振した。また、比較のためにこの 2 分間の間加振を行わない試験もおこなった。このあと経過時間 30 分まで、定期的に沈み込み量の測定を行った。

3. 試験結果および考察

ここで開発した人体モデルによる測定は、科研費で行われた「車椅子用褥瘡予防クッションの軽量化研究」でも使われて、クッションの中綿を構成するマイクロバルーンと混合物の含水率の違いでクッションの硬さや液状化の大きさなどが変化する様子を定量的に観測できた。

これらの測定方式を用いて、袋詰めする袋の内部を加工したクッションの構造の違いによって、クッションの硬さや液状化の大きさが、どのように変化するかを定量的に示すことができた。

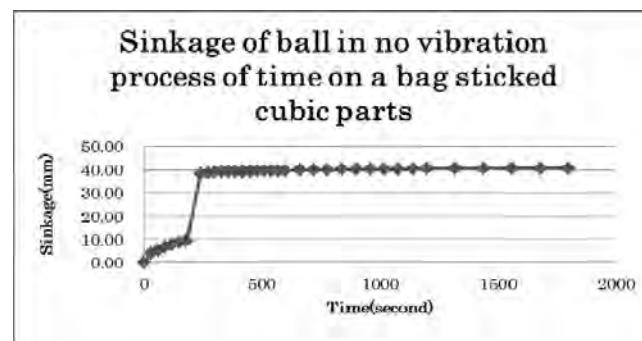


Fig.3 Progress of sinking without vibration

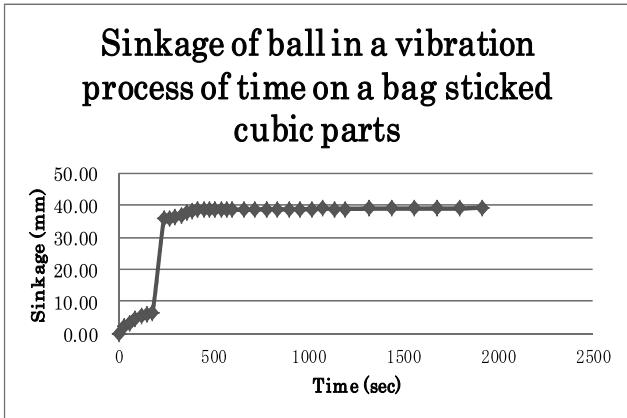


Fig.4 Progress of sinking with vibrations

Fig.3 と Fig.4 の経過時間 5 分からの 2 分間 (300~420 秒) までの間を比較してみると、液状化によってボールが沈み込んでいることが分かる。

この大きさを測ることにより、液状化の大きさを評価することができる。

またクッションの柔らかさは、ボーリングのボールを置いて (Fig.1 参照)、経過時間 3 分のときの沈み込み量と、この後に 3 個の重りをボールの上に乗せた状態 (Fig.2 参照) で経過時間 4 分のときの沈み込み量との差によって評価できる。このとき柔らかさは、沈み込んだ距離 (mm) で表現される。

これによって、各クッションの混合物の比重 (水分量が大きい混合物は比重が大きい) の違いによってそれぞれのクッションがどのように変わるかを測定した。
(Fig.5)

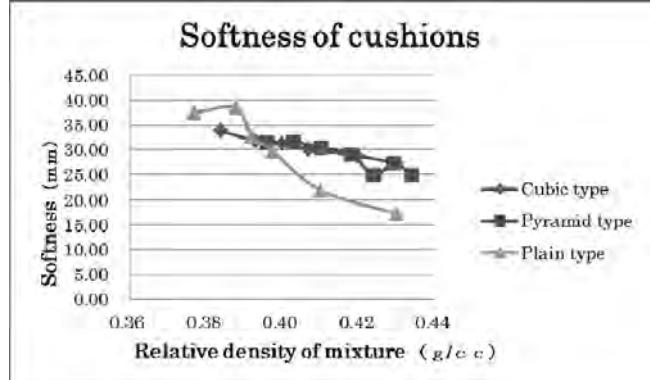


Fig.5 Relations between softness of cushion and relative density of padding in cushion.

4. 結言

この人体モデルによって、クッションの硬さ（柔らかさ）と加振時の液状化の大きさを定量的に評価することができた。

人体モデルは、単にボーリングのボールに長尺のねじを取り付けて、垂直方向に固定して、その上に重りをのせて、その沈み込み量を測るだけのものである。これを、人体モデルと呼ぶことは、今はためらわれるが、当初は、この研究は 2 カ年の計画で、平成 25 年度には、クッションに働く横方向の力も評価する機能も持たせ、クッションの安定性を評価する予定であった。しかし、これは中止とした。

キーワード：人体モデル、車椅子、クッション、褥瘡予防

A human body model for evaluation of a wheel chair cushion's property in a point of dispersion of concentration of pressures.

Product Science Section; Shinichi ISHIWARI

I have produced a human body model for experimentally reproducible evaluations of properties of cushion e.g. softness or liquefaction occurred by vibration. My human body model has been composed of 15 pounds bowling-ball connecting to a stand by a long screw and three weights. Each weight is nearly 16.75kg respectively. A ball with three weights would be able to press cushion about 58kgf though the surface of ball. A long screw would be able to move only perpendicularly guided by a tube equipped with a stand. The measurements using the human body model show quantitatively softness of my cushions and degree of liquefaction by length of sedimentation of the ball, and could show effects of devising on cushions such as the adherence to inside wall of bag of pieces of pyramid or cubic.

蓄光材を用いた表示デバイスに関する研究

製品科学課 早苗徳光*、金丸亮二 中央研究所 岩坪聰

1. 緒言

近年、災害停電時における非常口や通路表示の重要性が再認識されるとともに、節電・省エネの推進という観点からも、蓄光性の表示・標識材が注目されており、より明るく光るもののが求められている。蓄光性表示デバイスの多くは蓄光材を高分子系のマトリクスに配合した複合材料で、発光輝度を向上させるには蓄光材の配合量を増やすことが効果的と考えられる。しかしながら、蓄光材は非常に高価であるためコスト面での困難性を伴う。そこで、マトリクス側からのアプローチとして屈折率を蓄光材に近づけて複合材料の光透過性を向上させることにより、輝度向上を図れないかと考えた。本研究では、マトリクスの屈折率が複合材料の輝度に与える影響について検討したので報告する。

2. 実験方法

2.1 使用材料と試験片作成方法

蓄光材は、市販の黄緑色発光(発光ピーク波長:520nm、主成分:SrAl₂O₄:Eu,Dy、粉体状)のものを用いた。

マトリクス用モノマーは、試薬のメタクリル酸トリフルオロエチル、メタクリル酸メチル、スチレン、ビニルナフタレンをそのまま用いた。

重合開始剤は、パーオキシジカーボネート系を用いた。

試験片の作製は、重合開始剤を1wt%添加したモノマーと蓄光材を所定の割合で混合し、注型法により85°C×5時間処理して、直径約16mm×厚さ4mmの円板形状に成形した。蓄光材の配合量は、試験片発光面の面積1cm²あたりのグラム数で管理した。

2.2 試験および測定方法

試験片を標準光源D₆₅により約1000luxの照度で30分間照射し、消灯後の輝度変化を測定した。輝度測定にはポータブル輝度計(分解能:0.1cd/m²)を用いた。

マトリクス単体の光透過性は、積分球付分光光度計により全光透過率を測定し評価した。

蓄光材の屈折率は、屈折率既知の有機溶媒に浸漬し、透明性を目視により観察して推定した。

3. 実験結果および考察

図1、2に、消灯後の試験片の経時変化例を示す。輝度の低下は消灯後には急激で、徐々に緩やかとなる。この

輝度の減衰パターンはマトリクスや蓄光材量により影響を受ける(例えば、特定のマトリクスを用いると輝度の高い状態が長時間続くなど)ことはなかった。

図3に、屈折率の異なる4種類のマトリクス、ポリメタクリル酸テトラフルオロエチル(以下PTFEMA、屈折率:1.42)、ポリメタクリル酸メチル(以下PMMA、屈折率:1.48)、ポリスチレン(以下PSt、屈折率:1.59)、ポリビニルナフタレン(以下PVN、屈折率:1.68)について、蓄光材配合量と消灯後5分の輝度の関係を示す。PSt、PVNの場合は蓄光材量の増加に伴って輝度は高くなるが、PTFEMA、PMMAの場合は蓄光材配合量が0.3g/cm²以上になると輝度は向上せず、ほぼ一定の値となった。

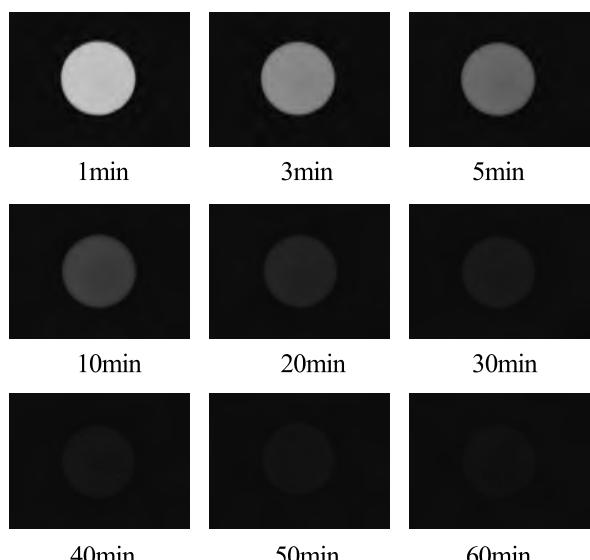


図1 消灯後の試験片外観の経時変化例
(マトリクス:PMMA 蓄光材配合量:0.2g/cm²)

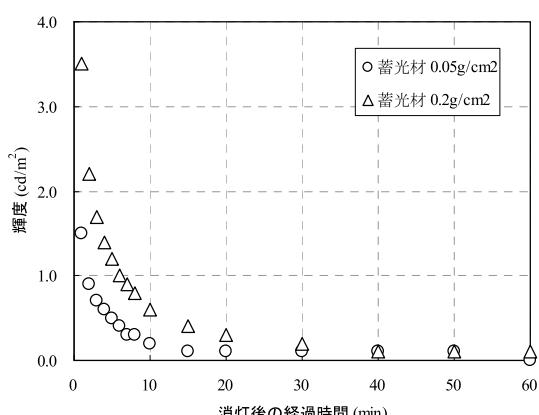


図2 消灯後の試験片輝度の経時変化例
(マトリクス:PMMA)

*現 生産システム課

試験片を観察すると、PSt、PVN ではやや透明感があるのに対し、PTFEMA、PMMA では白っぽく透明感はなかった。蓄光材の屈折率が 1.65～1.7 程度と推定されることから、PTFEMA や PMMA では蓄光材との屈折率差が大きいため、散乱によって照射光が試験片内部にまで透過しにくい状況が想定される。

そこで、照射光が試験片の深さ方向へどの程度まで届いているか確認した。方法としては、厚さを 1/4 の 1mm にした試験片を 4 層重ねて光を照射し、各層の輝度を測定した。マトリクスには PMMA と PSt を用い、試験片 1 層あたりの蓄光材配合量は 0.1g/cm²（4 層全体では 0.4g/cm² を想定）とした。その結果、PSt に比較し、PMMA では光照射側から 1 層目の輝度がやや高かったものの、2 層目はかなり低く、3、4 層目はほぼ発光しなかった。このことから、マトリクスと蓄光材の屈折率差が大きい場合、照射光の散乱が著しく試験片表層部分の蓄光材しか励起されないため、蓄光材の增量による効果が得られにくくなつたものと思われる。

図 3において、蓄光材配合量が 0.1g/cm² 以下では PTFEMA や PMMA の方が PSt、PVN よりも輝度はやや高い傾向が見られる。各マトリクス単体の紫外～可視光域における透過率を図 4 に示すが、PTFEMA、PMMA は PSt、PVN に比較し、蓄光材の励起波長域である紫外～470nm の透過率が非常に高いことがわかる。このことから、蓄光材量が少ない（=散乱の影響が少ない）場合には、マトリクスの吸収による照射光量減少の影響が顕在化するものと思われる。

以上の結果より、マトリクス自身による光吸収もあるが、散乱による照射光量減少の影響は大きく、マトリクスの屈折率を調整して複合材料全体の光透過性を高めることは、輝度向上に一定の効果があるとわかった。

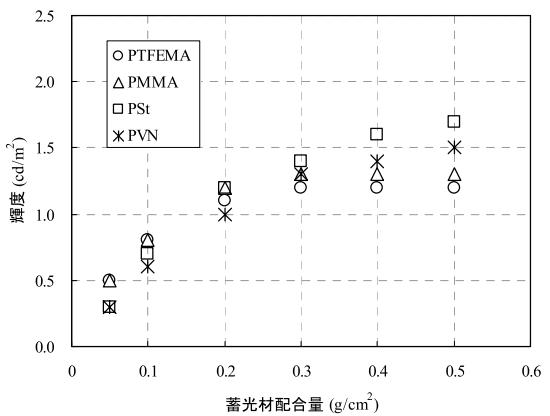


図 3 蓄光材配合量と消灯後 5 分の輝度

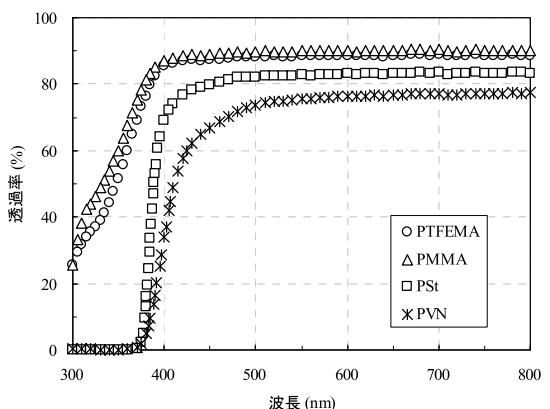


図 4 マトリクス単体の透過率

4. 結言

今回使用したマトリクスでは、蓄光材の励起波長域における光透過性が各々異なることから、屈折率による影響だけを抽出して評価することができなかつた。しかしながら、マトリクス-蓄光材間の屈折率差を小さくすることが、輝度を向上させる有効な手法のひとつとなる可能性が示唆された。

キーワード：蓄光材、マトリクス、高分子、輝度、屈折率

Study on the Sign-Device Using Phosphorescent Pigments

Norimitsu SANAE^{*1}, Ryoji KANAMARU and Satoshi IWATUBO

Effects of the refractive index of polymer on afterglow brightness of composites composed of phosphorescent pigments and matrix polymer were investigated. As results, in case the difference between the refractive index of phosphorescent pigments and of matrix polymer was small, afterglow brightness increased with increasing of the amount of phosphorescent pigments. However, in case the difference was large, afterglow brightness became a constant and did not increase when the amount of phosphorescent pigments was more than 0.3g/cm². These results showed that it was possible to improve the afterglow brightness of phosphorescent composites by controlling the refractive index of matrix polymer.

地中熱を利用した融雪装置開発(第2報)

生産システム課 西田 公信、水野 渡*

1. 緒言

昨年は、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が、本年は夏季の路面温を地中に拡散させるシステム開発の可能性について検討した。

装置については、昨年とほぼ同じものを使用した。

2.1 使用材料

黒鉛系の材料を中心に使用した。

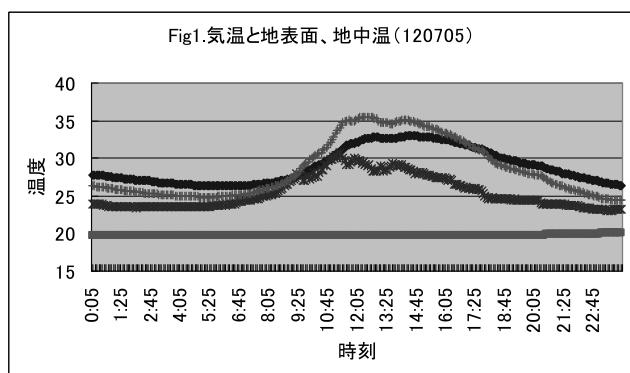
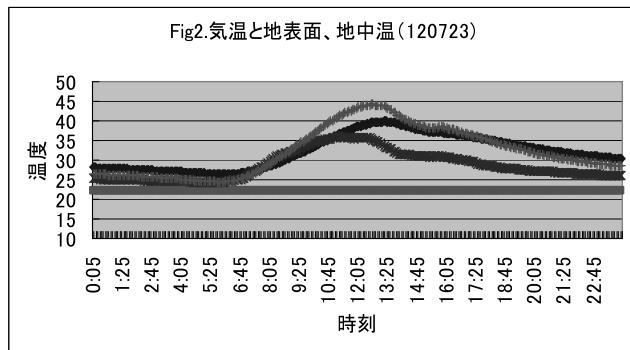
2.2 試験および測定方法

昨年に掘削した穴を使用し、前回と同様に数箇所の深さに温度センサを取り付けて、6月～9月を中心地温のデータ測定を行った。

設置状態は、直埋めと複数の管を組み合わせたもの（複合直管型）としたが8月中旬に、熱伝導材の配合を一部変え、構築しなおした。

3. 実験結果および考察

Fig1に7月5日、Fig2に7月23日のデータを示す。



図中、12時頃のグラフデータで、上より気温、地表温、センサ部（地表より70cm）温度、1.5m 地中温を表わしている。

キーワード：夏季地表熱低減、地中熱、低深度

*現 企画管理部

Fig1及びFig2により1.5m地中温は、気温に比べ15～20°C程度低い状態であり、充分に地表温を受け入れるに低い状態にあることがわかる。

また一番暑くなる午前10時ごろから午後4時頃にかけて、地表面が気温より約5°C程度低減しており、システムとしてある程度の効果があることが認められる。

しかし、地中への熱移動がまだ不十分のようであり、特に地表面に近い部分の熱伝導材成分の配合比や充填密度を変更するなど、いくつかの工夫を加えながら交換してみた。

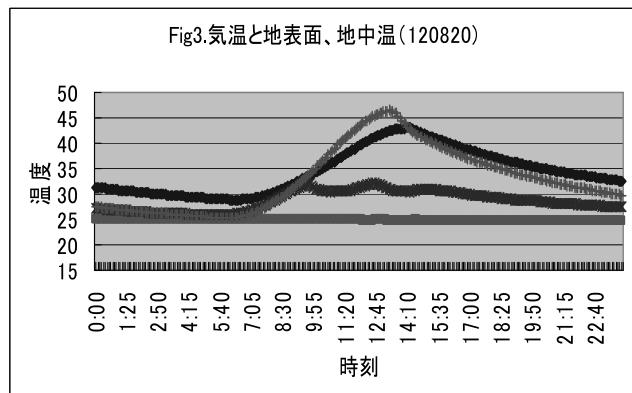


Fig3から、センサ部の温度低下が見られ、改良前と比べてある程度の熱量が装置を通して、地中へ移動したものと思われる。

しかしそれでも十分とは言えず、今後熱伝導材料に傾斜性能を持たせたり、空気強制循環管を配したりといった改善を加えていく所存である。

この実験は、特に近年の大きな課題となっている地球温暖化に繋がるCO₂等の温室効果ガス排出の削減に関しても、その効果が期待できると思われ、その成果は大きな意味を持つものと考えている。

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。

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 II

生産システム課 水野 渡*

中越パルプ工業株式会社 清水 喜作、田中 裕之、橋場 洋美

1. 緒言

近年、セルロースナノファイバー (CeNF) 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。本年度はセルロース (パルプ及びCeNF) を用いて①混練方法の違い、②セルロース原料の違い、③ナノ化度 (解纖度) の違いなどについて検討を行った。

なおこの研究は、富山県新世紀産業機構 平成24年度高度技術実用化支援事業の一環として行ったものである。

2. 実験方法

材料には市販射出成形用ポリプロピレン (PP)、パルプ (固形分濃度約20%)、CeNFはパルプをナノ化処理機でナノ化度合を変化させたものを試験に供した。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、含有量が10重量%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、材料の成形性をメルトインデクサーで評価した。

3. 実験結果および考察

二軸押出機と可塑化装置によるパルプ配合混練サンプルを曲げ試験、及び引張試験により比較した結果を図1に示す。PP単独の場合を100として曲げ・引張弾性、曲げ・引張応力の相対値を示した。曲げ弾性率・引張弾性率共にPP単独の場合より高い弾性率を示した。また二軸押出機を用いた場合よりも、可塑化装置を用いて混練したサンプルの方が高い弾性率を示した。この結果は、可塑化装置を用いた場合にはパルプの分散が向上したことによると考えられた。のことよりCeNFは、可塑化装置のみで混練することとした。

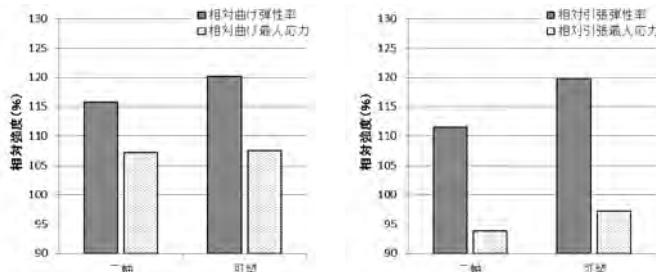


Fig.1 Relationship between blending method and mechanical properties of pulp/PP blends.

*現 企画管理部

可塑化装置を用いてパルプ及びCeNFを混練した樹脂の流動性をメルトインデクサーで測定した(図2)。パルプ、CeNFどちらを混練した場合であっても比重(MFRとMVRの値より算出した値)はPPとほとんど変化がなかったが、MFRは、パルプを混練したサンプルの方が、すべてPPの場合よりも低下した。

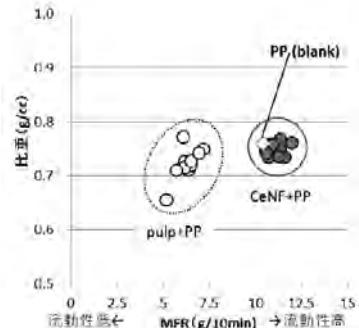


Fig.2 Relation to MFR of pulp/PP blends and CeNF/PP blends.

セルロースのナノ化処理の度合いの異なる各種CeNFを可塑化装置でPPと混練し、曲げ試験・引張強度試験を行った(図3)。値はPP単独の場合を100とした相対値を示した。パルプ種によってはナノ化処理を施すほど強度が低下しており、パルプ種によって最大の弾性率を示すナノ化処理程度があることがわかった。このことから、CeNF原料となるパルプ種によって最適なナノ化度合いが存在することがわかった。

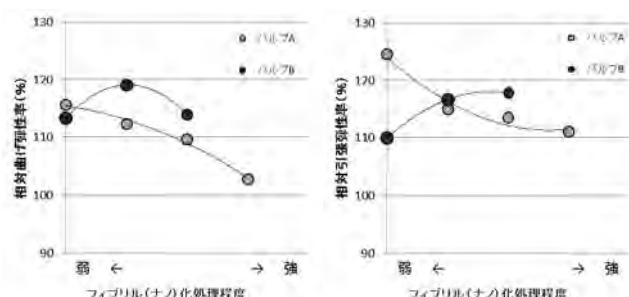


Fig.3 Effect of fibrillation-level on mechanical properties of CeNF/PP blends.

4. 結言

混合手法として可塑化装置で作製したサンプルが、分散状態及び弾性率が向上した。CeNFを混練するとMFRが高くなり成形性が改善されることが期待された。CeNFをプラスチックの補強材用途に展開する場合には、パルプ種によって最適なセルロース繊維のナノ化度合いが存在することがわかった。

スマート・コンフォート・ナノテクニ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

「より一層の快適な活動」＝「スマート・コンフォート化」を目指した高度な布帛材料の開発を目的に、「機能性材料」(調湿材、セシウム吸着剤)を均質に、かつ機能低下させることなく織物やニット等に強固に担持させる方法、機能向上方法、機能評価方法についての検討を行なった。本研究開発は、参加各企業が製造する製品に共通する基盤技術の開発として実施した。

2. 研究成果の概要

2.1 調湿材（ハスクレイ）について

ハスクレイは、高機能無機系吸放湿材であり、環境の湿度状態の変化に対応し、吸湿・放湿を繰り返す特徴がある。本研究では、ハスクレイを細かく粉碎し布帛材料に付着させ、布帛にバインダー等で固着し調湿素材の開発を行った。これまでには、バインダー、マイクロカプセル等により布帛に固着したが、十分な固着強度が得られなかつたので、さらに電子線照射加工により担持強度を上げるとともに固着量の増大を図り、吸放湿量を増加させようとした。

研究参加の加工企業で付着加工(バインダー加工、マイクロカプセル加工等)を行ったのち、電子線照射試験を行った。材料は織物を中心に用いたが、付着量の増大を目指し、一部ニットも使用した。

吸湿効果の測定方法は、試料を所定の環境下(20°C 65%RH、30°C 90%RH)に 24 時間放置したときの吸湿量を計測し、その差を吸湿量差(%)として評価した。

電子線照射前と照射後の吸湿量差を比較すると、全体的に照射後に低下している試料が多く照射の効果が認められなかつた。照射後の試料の寸法の変化や風合いの変化も著しかつた。

しかしながら、ポリエステルニットの場合マイクロカプセル加工を行つた試料に電子線照射を行うこと

により吸湿量の増加を図ることができた。ニットの場合、特有の立体構造から空隙が多く存在し、ハスクレイの入つたマイクロカプセルの付着量が多かつたのではないかと推察される。

2.2 セシウム吸着剤（プルシアンブルー）について

鉄とシアンの錯体化合物であるプルシアンブルー(PB)は、セシウム(Cs)を選択的に吸着することから、放射能性 Cs の除染に使用することができる。PB の使用方法は、Cs汚染水に PB を直接投与して Cs を吸着させたのち凝集沈殿法で PB を回収する方法や PB をビーズや布帛等に固定化し吸着剤として利用する方法が考えられる。

ここでは、実験室用の小型の電子線照射装置を用いて、電子線を加工布に照射し、樹脂を 3 次元架橋させて、強固に PB を固着させた高耐久性 PB 加工布を開発した。

電子線照射した場合としない場合の Cs 吸着率と PB の溶出(担持性能)の結果によると纖維材料にビニロンを使用したものがポリエステルやベクトランより Cs 吸着力が高い傾向にあり、電子線照射によってさらに吸着力が向上した。また、ウレタン樹脂でマイクロカプセル化した PB を使用した場合も同様な傾向であった。

一方、加工布の大量生産を目指した大型の連続電子線照射機用いた場合は、電子線照射による効果の確認はできなかつた。原因として樹脂加工時の脱気工程の不備が考えられ、電子線処理の前工程において適切な処理が必要であることが分かつた。

3. まとめ

機能性材料の電子線照射による機能性向上を目指して検討を行つた。調湿材については顕著な効果は見いだせなかつた。しかしながら、セシウム吸着剤ではその効果を確認でき、量産化への可能性を見出すことができた。

*現 生産システム課

壁面緑化がもたらす室内温度の効果実証実験

生産システム課 水野 渡*

株式会社スガマサ 小竹 隆裕

1. 緒言

夏期・冬期の都市部・近郊部で省エネが必要とされている中、建物の温度安定効果をもたらす位置付けとして壁面緑化ルーバーが開発されている。これは、外壁と壁面緑化ルーバー間に中間領域を形成して、外部の気温変化を中間領域で受け、内部の気温変化への影響が少なく室内温度の寒暖差が少ない状態を作ると同時に植物が排出する酸素で室内外環境を改善することを目的としたものである。今回の実験においてその効果を確認した。

2. 実験方法

床面積約3.3m²のユニットハウスを3棟用意した。このうち1棟には緑化パネルを屋根の上に設置し、ハウスの周りには、東、南、西面に壁面緑化用の緑化ルーバーを取り付けた(図1)。1棟には緑化パネルを屋根の上に設置し、1棟はパネルとルーバーの設置を行わず対照とした。これら3棟を比較することで、屋根緑化と壁面緑化の場合、屋根緑化のみの場合、緑化なしの場合の緑化方法の違いを比較することとした。

温度計測は、各ユニットハウスの屋根またはパネル温度、室内温度、気温、ユニットハウス壁面温度(高さ1300mm)、緑化ルーバーの土中温度、緑化ルーバーと壁面間の空気温度等の各温度を温度センサーを用いて2012年8月13日から9月30日の間計測した。

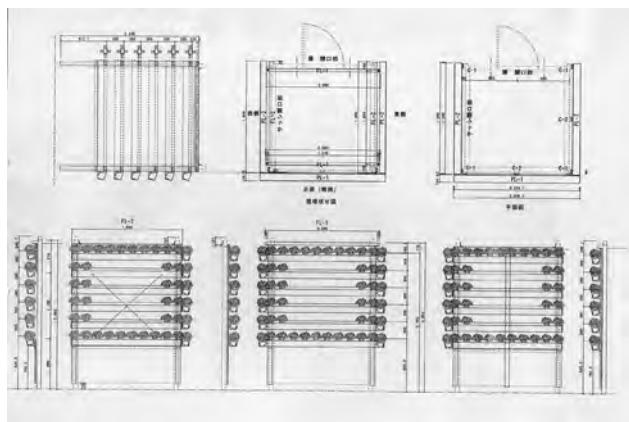


Fig. 1 Outline of unit house where greening louver was installed.

3. 実験結果および考察

試験期間中のそれぞれのハウス内の温度計測結果をみると、いずれの室内も日中は温度が上昇し、ユニットハウスでは50°Cを超えるまで室内温度が上昇した。屋根・

壁面緑化ユニットハウスはユニットハウスに対して日中10°C以上温度が低く、屋根緑化パネルユニットハウスは約3°C温度が低くなかった。

また、緑化ルーバーの土中温は日中約50°Cとなった。ことから、緑化ルーバーに適合する植物は、50°Cの環境で枯死しないものを検討するか、水の散布などルーバーの冷却を検討する必要があることがわかった。

図2に日照時間が長く気温も高かった8月21日の各ハウスの室内温度、壁面温度の温度計測結果を示した。ユニットハウス室内温度は日中50°Cを超え、壁面は70°C付近となった。屋根緑化ユニットハウスでは壁面が70°C付近となったものの、室内温度はユニットハウスに対して3°C程度低くなり、緑化パネルの効果が確認できた。さらに、屋根・壁面緑化ユニットハウスの場合は、壁面温度は約45°Cまでしか上昇せず、室内温度も約40°Cとなった。このことから、緑化ルーバーは室内温度抑制に大きな効果があり緑化パネルと合わせた室内温度低減効果は13°Cであることが確認できた。

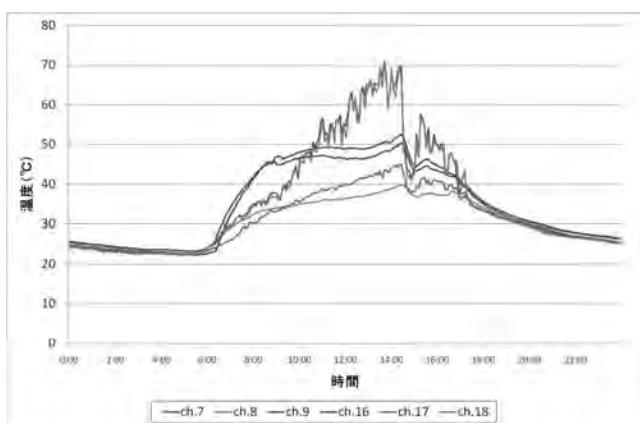


Fig. 2 Indoor temperature and wall temperature of unit houses on August 21.

4. 結言

壁面緑化の室内温度抑制効果を検討しころ、屋根緑化は3°Cの室内温度低減効果、屋根・壁面緑化は10°Cの室内温度低減効果があることが確認できた。また、緑化ルーバーに適合する植物は、50°Cの環境で枯死しないものか、水の散布等の必要があることがわかった。

*現 企画管理部

廃棄物由来アルミを用いた長寿命・高信頼性非常用電源システムの開発

生産システム課 水野 渡*

トナミ運輸株式会社 水木 伸明、高坂 直樹、渡辺 裕晶

1. 緒言

計画停電や災害に備えて、企業・公共施設・病院での非常用電源の導入が進められているが、現在の蓄電池は、自己放電、保管時の劣化、高コスト等の課題がある。これまでトナミ運輸を中心として、廃棄物由来アルミと薬液（水酸化ナトリウム）を用いたカートリッジ化した燃料電池利用非常用電源システムのコンセプトを開発してきた。このシステムには、以下の特徴がある。

- ・長寿命（アルミと薬液を反応の間だけ混合するので、長期的に保存可能）
- ・放電なし（アルミや薬液自体は劣化しないため、容量低下がない）
- ・低コスト（原料は廃棄物由来）
- ・その他の効果：廃棄物削減、CO₂削減、アルミニリサイクルの貢献

本研究では、上記のような長寿命で高信頼性を有する非常用電源システムを実現するために、新たに水素発生技術（アルミニウムと反応溶液を反応させ、水素を発生させると同時に、二次反応により同一反応器内で消費したアルカリを再生させる技術）を開発・実用化するため必要な基礎的な技術について検討した。

なおこの研究は、富山県新世紀産業機構 平成24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. 実験結果および考察

水素発生方法の基礎技術、水素を効率良く発生させるための技術に関する知見を得るために、アルミニウム箔と濃度を変えた水酸化ナトリウム溶液を用いて水素発生実験を行った。その結果、水酸化ナトリウム濃度が高い場合、反応が速く反応時に水素発生と温度上昇が急激に起きたため、発生装置の制御が困難になることが推定された。さらに、濃度が低い場合は、一定の反応が起きる状態を維持することができたが、発生した水素の付着によりアルミニウム箔の浮き上がりが見られ、大量のアルミニウム箔を反応させる場合にはこの点を考慮する必要があると考えられた。

反応の副生成物を評価したところ、主成分は水酸化アルミニウムであり、工業原料、医薬原料として利用できることが確認された。

3. 結言

この研究で、水素発生装置の基礎的なデータを得ることができた。

この他、富山大学では水素発生装置の圧力制御方法に関する検討を行い、トナミ運輸では非常電源システムの試作と稼働実験を行い、事業化に向けた評価を行った。

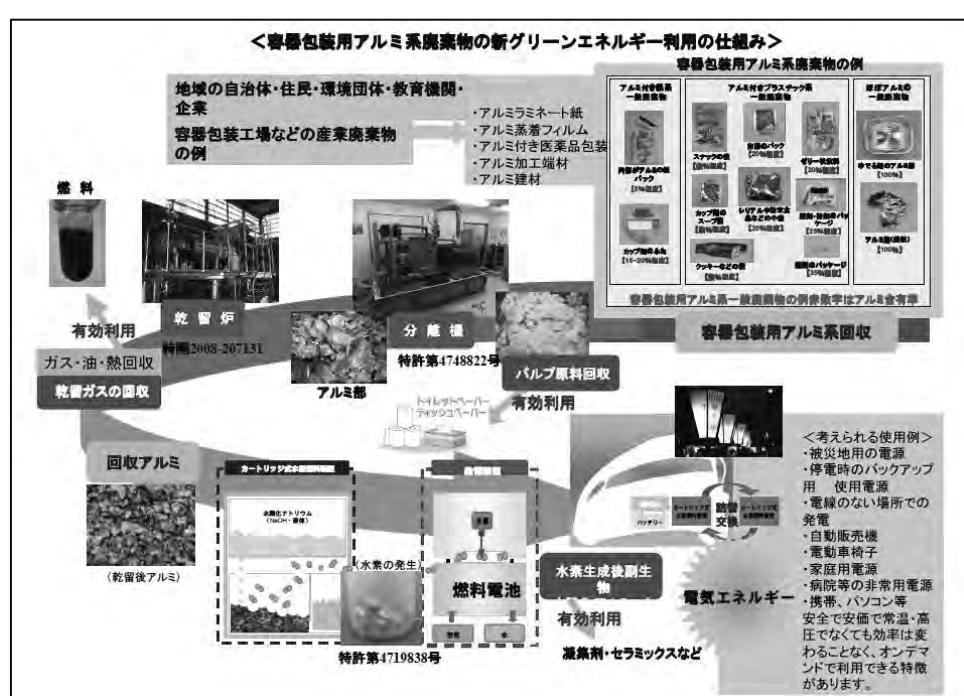


Fig. 1 Outline of fuel cell system using waste aluminum.

*現 企画管理部

高機能な野球用具の開発

製品科学課 溝口正人 生産システム課 牧村めぐみ
株式会社Bussola・2 (バソラ・ツー) 田中 聰

1. 緒 言

Bussola・2社では、主に学童などのアマチュアを対象とした新たな野球用具やトレーニング用品を開発することにより、野球競技の活性化を目指している。

本研究では、打撃性能に優れる木製バットやトレーニング用の金属バットの開発および投手の身体保護効果を付与したアンダーウエアの開発を行い、これらを試作してその性能を検証しながら設計の最適化を図ることにより、高機能な野球用具の商品化を行った。

2. 研究内容

2-1 新たな素材による木製バットの開発

近年の野球界では、国産バット材の枯渇化に伴い素材のほぼ100%を輸入材に頼っているが、品質の確保や環境保護などから将来の素材調達には不透明感がある。このため本研究では、現状のバット材の代替材料となる新たな素材や異種材を複合した素材の実用化の可能性を検討した。比重、強度、コスト等を考慮した5種類の素材によるバットを試作し、物性や打撃特性を比較した。試作したバット材の特徴を表1に示す。

各素材により同一形状のバットを削り出し、実戦速度でのボール衝突試験¹⁾により反発特性を調べた。

各素材のバット部位における反発係数の測定結果を図1に示す。これより、新たな素材のバット(バーチ、MA、TM)の打撃性能は、現在主流のバット材(アッシュ、メイプル)と比較して遜色がない結果を得た。これらの結果から、主にアマチュアを対象として選手の多様なニーズに対応するためオーダーメードバットを商品化した²⁾。

表1 各種バット用素材の特徴

材質	特 徴
アッシュ	モクセイ科トネリコ属の広葉樹で北米全域に生育、環孔材、比重0.68
メイプル	カエデ科の落葉広葉樹でカナダ及び米国北東部に多い、散孔材、比重0.70
バーチ	カバノキ科の落葉広葉樹、今回はユーラシア産を使用、散孔材、比重0.65
MA複合	ボディがアッシュで打面がメイプルの複合素材、現状材の長所を融合
TM複合	ボディが竹で打面がメイプルの複合素材、軽量化とコストを考慮

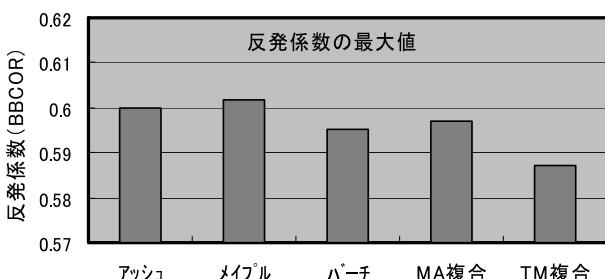


図1 各種素材のバットの反発特性

2-2 バランス調整機能付き金属バットの開発

野球選手の個々の体力やスイングタイプに対応したバットを供給するため、バットの質量や重心位置および慣性モーメントの調整が可能なバットを試作した。

金属バットのグリップエンドにネジ加工を施してエンドノブを脱着可能な構造とし、ノブの質量を変えることでバットの仕様が調整できる。

今回は材質の異なるエンドノブを4種類試作してバット物性を比較した結果、バット質量が727g～916g、グリップエンドからの重心位置が451～362mm、重心点周りの慣性モーメントが460～758kgf·cm²の範囲で調整可能であった。軟式バットのボディを使用しておりボールの打撃が可能であるが、主に選手の体力や技能の差異に対応したトレーニング効果を備えた素振り用バットとしての用途を想定している。

試作したバットの概要を図2に示す。



図2 試作したバットの外観（ボディとノブ）

2-3 身体保護機能を備えた投手用ウエア

投手の肩や肘関節の故障を抑制するため、投球動作時の肩と上腕の骨格や筋のサポート機能を考慮したアンダーウエアを考案した。設計したウエアは、主に肩から腕の部位に高張力のストレッチ素材を配置してテーピング効果を付与することにより、投球時の肩や肘の保護を狙いとした。試作したウエアの使用感を元プロ野球選手により着用評価するとともに、動作解析によるフォームの検証を行った結果、投球時の肩や肘関節の保護効果に加えて、体幹の捻り動作に対するトレーニング効果があることが示唆された。

3. まとめ

本研究により性能が確認された木製バットを商品化した。今後は、バランス調整型金属バットと投手用アンダーウエアについても商品化を進める予定である。

「参考文献」

- (1) ASTM F2219: Standard Test Method for Measuring High-Speed Bat Performance.(2010)
- (2) URL : <http://battleexea.com/>

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 株式会社ユタカ電子製作所 青野豊, 西田 順章, 内田 亘

1. 緒言

車椅子用のクッションは、褥瘡ができないように体圧を分散する“柔らかさ”だけでなく、身体や身体の動きをしっかりと支えるための“硬さ”も求められている。このように、相矛盾する要求に対して、適切に応えるクッションは、これまでなかった。

さらに、クッションに軽さを求めるために、これまでクッションの中綿として採用していたPVCの粉末と水との混合物の代わりにマイクロバルーンと水との混合物を袋詰めした。このときに、軽量化と引き換えにクッションの硬さの低下と液状化の低下という副作用を招いた。

この副作用を克服するために袋の中に硬質発泡樹脂製のピラミッド状の小片を袋の内部に貼りつける手法や、発泡ゴム製の直方体の小片を袋内部に貼りつける手法を開発した。

2. クッションの作製方法

ここでは、ピラミッド状の小片を袋の内部に貼りつける方法を報告する。外側がナイロンで内側がポリエステルの2層構造を持つシートを用いて、Fig.1 で示すような印刷を施す。これを用いてシール装置（Fig.2）を使って

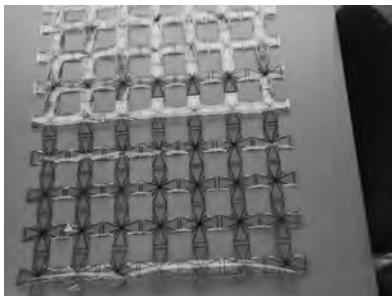


Fig.1 Process sheet



Fig.2 Seal machine

ポリエステル面どうしを張り合わせると、ピラミッド状の Fig.3 のようフォルダーが出来る。

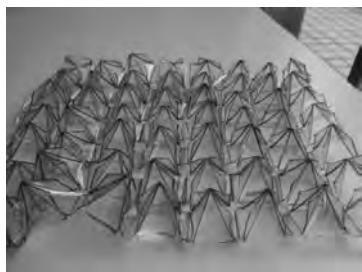


Fig.3 Cover sheet



Fig.4 Pyramid piles

このフォルダーの内部に Fig.4 にしめたピラミッド状の硬質発泡樹脂を挟み込んで袋の内側に取り付ける。

下図 Fig.5 は、実際に袋の内面にこれを張り付けたところである。



Fig.5 Pyramid piles adhered to insides of bag

この張り合わせを行うために、Fig.6 で示すようなシール装置を新たに開発した

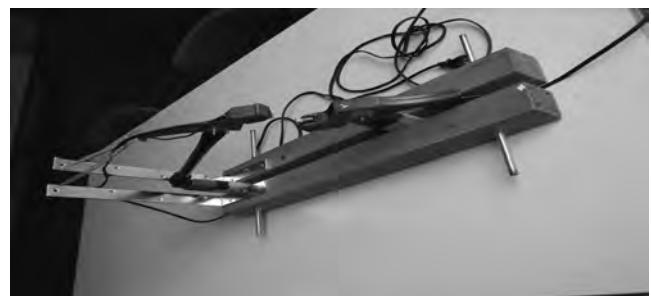


Fig.6 Gadget designed for thermal adherence

この装置を用いてピラミッド型の四角錐小体を袋の内面に張り合わせた。類似の手法を用いて、直方体の発泡ゴムを貼り付けた袋もつくった。

3. 研究成果

袋は水漏れが起きず袋に穴が開かないように作製する必要があり、何回かの失敗の後に、水漏れのないこれらの袋を作製することができた。

このように作った袋を用いて、科研費による研究「車椅子用褥瘡予防クッションの軽量化研究」を行うことができた。この他、直方体のスポンジゴムも、同様な方法で張り付けたクッションを作製した。

4. 結言

このようなピラミッド状あるいは直方体の小体を袋の内部に貼りつけた袋については、その効果を定量的に検証したのち、共同で特許出願した。

医薬衛生用品等の用途に適したナノファイバー不織布原料の選定研究

製品科学課 金丸亮二、早苗徳光* 生産システム課 野尻智弘

第一編物株式会社 奥野一詩、旅家秀曉、石地敦司

1. 緒言

工業技術センターでは、マルチノズル方式のエレクトロスピニング装置を導入したことから、ナノファイバーの様々な用途での実用化への取り組みが行われている。そのような中、今後期待される用途の1つとして、医薬衛生用品があげられる。しかしながら医薬衛生用品は高い安全性が要求されること、各種薬品類に対して耐性が要求されること等、様々なクリアしなければならない課題がある。そこで、医薬衛生用品用としての適用が見込める数種の樹脂について、ナノファイバー化が可能か検証し、ナノファイバー化できたものについては、その耐薬品性について検討した。

2. 研究概要および結果

比較的安全性が高く、医薬生成用品として適用が見込める樹脂として、数種類の樹脂を準備し、ナノファイバー化が可能かどうかの検証を行った。樹脂は適当な溶媒を用いて樹脂溶液を作製し、紡糸試験に供した。ナノファイバー紡糸は、シングルノズル方式のエレクトロスピニング装置を用いて行った。

その結果、8種類の樹脂について、樹脂溶液の調合条件等、紡糸可能な各種条件を見出し、ナノファイバー不織布を作製することができた。後述の耐薬品性の結果も踏まえ医薬衛生用品用として適用できる可能性が高いと考える3種（ポリウレタン（PU）、ポリ弗化ビニリデン（PVDF）、シルク）の電子顕微鏡写真を図1～3に示す。

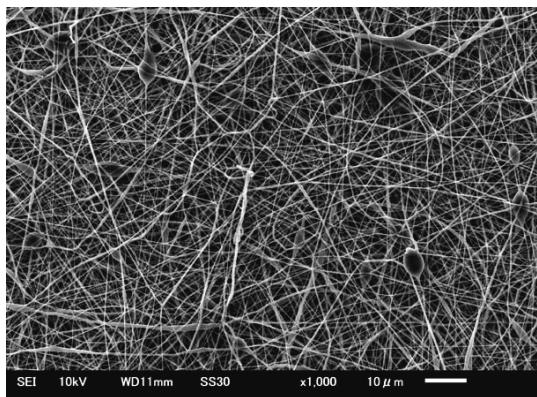


図1. PU

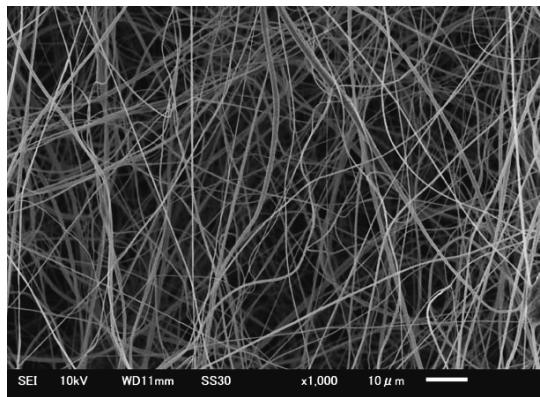


図2. PVDF

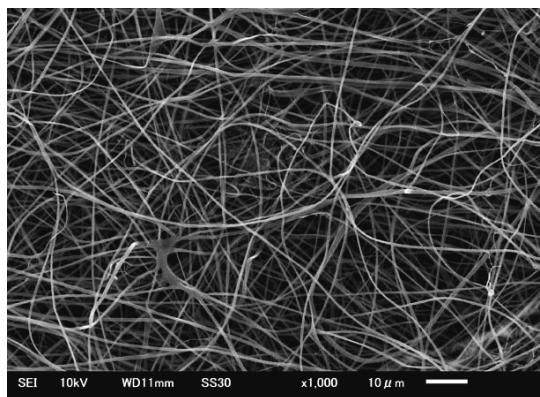


図3. シルク

耐薬品性については、作製できたナノファイバー不織布に薬品7種類（それぞれ濃度2水準）を滴下し、滴下後の溶解性、浸透性、強度低下について調べた。その結果、前述の3種では、PU、シルクは濃度の高い2種類の薬品に対して溶解、1～2種類に対して強度低下が見られたのに対し、PVDFは溶解したものはなく、濃度の高い1種類について強度低下が見られた。

以上の結果ならびに、材料の基本物性、コスト等も勘案し、PUは伸縮特性に優れていること、PVDFは耐薬品性に優れていること、シルクは生体適合性に優れていること、等から医薬衛生用品への適用可能性が高いと考える。いずれにしても、用途により材料を使い分けることが重要である。

今後は、マルチノズル機での量産化を検討すると共に、今回試作した8種類の樹脂について、医薬衛生用品以外の用途でも適用できないか探っていく。

*現 生産システム課

木製バットの打撃特性評価

製品科学課 溝口正人 中央研究所 住岡淳司
株式会社ロンウッド 池田真一、大島賢二

1. 緒 言

木製バットを使用する野球競技では、国産材の青タモが枯渇したために近年は輸入材のメイプル(楓)材が多用されているが、試合や練習中にバットが折れて選手や観客が負傷する事故が発生していることから、バットの強度改善への対応が求められている。本研究では、メイプル製バットの安全性や打撃特性を把握するため、バット材としての材料特性の評価方法を検討するとともに、現在使用されているバット用素材の物性や強度特性を調べた。

2. 研究内容

2-1 安全性の評価基準と測定方法の検討

現在、国内の野球機関で検討されている木製バットの安全性評価基準とその測定方法を調査した。バット材の安全性に関する基礎的物性の評価項目として、素材の乾燥条件と比重、木目の年輪幅、纖維傾斜角度、弾性率などの非破壊での検査方法が挙げられているが、将来の用具規則変更も視野に入れて、これら物性を簡易に精度良く評価できる計測方法を検討した。

2-2 バット材の強度試験方法

現在主流のメイプル材の強度特性を類別し、破損状況や打撃特性との関連性を把握するため、曲げ試験により比重や木目など素材物性の影響を考察した。

乾燥後のバット用角材から、 $30 \times 30 \times 400\text{mm}$ の試験片を切り出し、3点曲げ試験(曲げスパン 300mm、速度 10mm/min)により JIS Z 2101 の方法で曲げ強さ、曲げ弾性率、変形量を算出するとともに、破壊形態を観察した。材質は、北米産のメイプルのほか、これと比較するために青タモなどのバット材も試験に供した。

2-3 強度特性

野球選手が求める木製バットの主な仕様は、重さ、長さ、太さおよび形状である。長さや太さの要求仕様を満たして希望の重さに仕上げるために素材の比重が限られてくるため、現在のプロ野球界では比重が 0.7 前後の材料が使われている。このため本研究では、比重をもとにバット材の強度を分類する方法により、3 点曲げ試験の結果から曲げ強さ、曲げ弾性率および最大変位量(しなり)を求めて比重との関係を調べた。

結果を図 1～図 3 に示す。メイプル材との比較のため、従来多用されていた青タモの結果も併記してある。

比重と曲げ強さの関係を示す図 1 から、両者には相関が認められる。また、比重と曲げ弾性率の関係を示

す図 2 からも同様の相関がみられる。一方、比重と最大変位量の関係を示す図 3 からは明確な相関がなかった。以上より、比重が小さい素材はしなりやすく折れやすい傾向があることから、特に折損が起こりやすいグリップ部の太さやテーパなどを考慮して安全性の改善に対処することが求められる。

なお、今回の曲げ試験では青タモに比べてメイプル材の強度特性が劣るという結果はみられなかった。

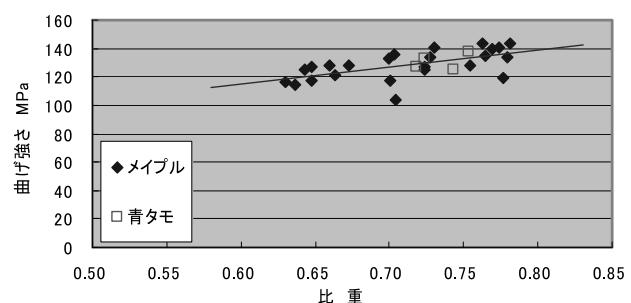


図 1 比重と曲げ強さの関係

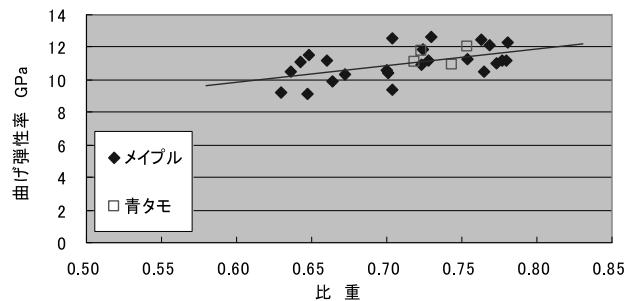


図 2 比重と曲げ弾性率の関係

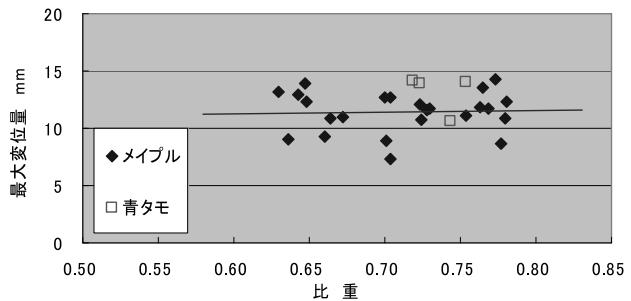


図 3 比重と最大変位量の関係

3. まとめ

今後は、実戦を考慮した動的負荷による評価を行うため、ボール衝突試験による耐衝撃強度や耐久性、反発特性についても調査を進め、より安全な木製バットを提供するためのデータを蓄積する必要がある。

イリスの発酵力と香気物質の生産に関する研究

生産システム課 水野 渡*、中央研究所 山崎 茂一

有限会社アンティアンティ 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）の香料は香りを作るのになくてはならない重要な要素であり、香水・フルーツ香料など全ての香料にブレンドされている。しかしながら、これまでイリス油の生産にはイリスの根茎の皮を剥き乾燥して2-3年間経過しないと香気成分が生産されないと言われ、それから抽出してイリス油が出来上がるまで約6年の歳月が必要であった。

アンティアンティでは、富山県で実際にイリスを栽培して香気成分の生産を試み、イリス油の香気成分は、イリス自身が持つ酵素が働く（発酵）ことにより生産されることを確認した。そこで、イリスの前処理、抽出、後処理等の各工程とその際の発酵による香気成分の関係を求める目的として研究を行った。

2. 実験方法

（1）香気成分の抽出手法の確立

富山で栽培したイリスの根茎について、前処理方法（乾燥、粉碎、熟成）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工程について検討した。

（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やNMRによる測定を行い、抽出方法や各工程と香料成分の関係を求める。各測定から得られるデータと、実際の香り評価（官能試験）の関係を求め、発酵による香気成分の生産に関するデータを蓄積した。

3. 実験結果および考察

（1）香気成分の抽出手法の確立

アイリスの栽培、抽出に必要な品種はイリスの原種となるが、イリスは頑健な種であり、オランダから取り寄せたものは、有機栽培で問題なく育成できることがわかった。

抽出の前処理として、根茎の皮を剥き水洗い-乾燥-冷凍-粉碎等を行い、水蒸気蒸留法、各種溶剤抽出を行った。さらに抽出残分について、後処理と抽出を行い成分の收率を向上させた。抽出成分は、精製と濃縮を行った。



Fig. 1 Rhizome of Iris (*Iris pallida*).



Fig. 2 Cultivation of Iris in farm in Toyama.

（2）香気成分の機器分析と官能試験

抽出したイリス油について、TLCにより23成分を単離し、官能評価とNMR、GC-MS測定を行った。その結果、香気成分として、以下の光学異性体のイロンの構造を決定した。

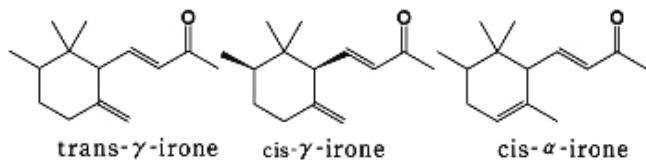


Fig. 3 Irons identified with NMR.

4. 結言

今回の研究から、抽出の前処理、抽出、後処理に複雑な工程が必要なこと。一般的な水蒸気蒸留法では抽出が困難なこと。発酵を促すために抽出工程の処理順序が重要であること。抽出時高温になると優れた香気成分は生産できないこと等が判明した。

*現 企画管理部

IV 機械電子研究所

□(独)科学技術振興機構「A-STEP」

スクリーン印刷法による低温形成型炭素電極を用いた低コスト色素増感太陽電池の開発.....89

　　電子技術課 二口友昭、角田龍則
　　企画管理部 寺澤孝志
　　立山科学工業(株) 森井泉仁、森喜代志

□科学研究費補助金

イオン液体を用いた温度応答性ゲルレジストのナノデバイス応用.....90

　　電子技術課 横山義之

□富山県立大学「产学官連携研究」

ナノインプリントリソグラフィによる超精密金型の離型性に優れたバイオマス由来の成型材料の開発.....91

　　電子技術課 横山義之
　　中央研究所 小幡 勤、住岡淳司
　　生活工学研究所 水野 渡
　　富山県立大学 竹井 敏
　　(株)リッセル 村上 岳

□大学連携先端研究推進事業

多能性幹細胞を分離回収するマイクロチップの開発.....92

　　電子技術課 高田耕児
　　中央研究所 大永 崇、小幡 勤
　　(国)富山大学 小池千加、二階堂敏雄
　　(国)京都大学 古賀 肇

□ナノテクものづくり基盤技術創成研究

色素増感太陽電池への新規ナノ粒子とナノインプリント技術の応用.....94

　　電子技術課 角田龍則、丹保浩行

医薬・バイオ分野への応用を目指した高分子ナノ構造形成技術の開発.....96

　　電子技術課 横山義之、高田耕児
　　生活工学研究所 金丸亮二

□一般研究

高分子ゲルを用いたナノファイバーシートの開発とバイオ応用.....98

　　電子技術課 横山義之、高田耕児
　　生活工学研究所 金丸亮二

多能性幹細胞を分離回収するマイクロチップに関する研究.....100

　　電子技術課 高田耕児、横山義之
　　中央研究所 大永 崇、小幡 勤
　　(国)富山大学 小池千加、二階堂敏雄
　　(国)京都大学 古賀 肇

放射光 X 線 CT によるひずみ分布計測に基づくはんだ接合部の熱疲労損傷評価	102
機械システム課	釣谷浩之
企画管理部	佐山利彦
コーチル(株)	高柳 肇、岡本佳之
(公財)高輝度光科学研究所センター	上杉健太朗
富山県立大学	森 孝男
色素増感太陽電池酸化チタン膜の微細構造評価	104
電子技術課	角田龍則、二口友昭
薄板曲げ加工用サーボシステムの開発	106
機械システム課	金森直希
企画管理部	佐山利彦
ナノインプリティング焼成による電極パターン形成に関する研究	108
電子技術課	丹保浩行、横山義之
産学官連携推進担当	坂井雄一
粒子配列によるパターン形成とデバイスへの応用	110
機械システム課	本保栄治
電子技術課	角田龍則
□企業との共同研究	
塗装仕上がり状態自動評価システムの開発	112
機械システム課	金森直希
(株)トップ工業	田畠知三、奥山泰男、高橋 洋
低成本・高効率 CIGS 太陽電池の開発	113
機械システム課	本保栄治
電子技術課	丹保浩行
企画管理部	寺澤孝志
(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
リチウムイオン電池向けバインダー材料の開発	114
電子技術課	角田龍則、二口友昭
機械システム課	本保栄治
日産化学工業(株)	坂本力丸、境田康志、水落龍太
天井パネルの吸音特性改善に関する研究	115
機械システム課	羽柴利直、金森直希
生活工学研究所	石割伸一
(株)トヨックス	田中智明、松澤潤一

□若手研究者育成支援共同研究

小水力発電システムの研究	116
機械システム課	金森直希、羽柴利直、石黒智明
電子技術課	浅田峯夫
企画管理部	佐山利彦
若い研究者を育てる会	
コーチャー(株)	中瀬典章
立山科学工業(株)	荒井勇人
(株)タカギセイコー	熊澤周士
積層鋼板の磁気特性に関する研究（2）	117
電子技術課	浅田峯夫、丹保浩行、横山義之
機械システム課	上野 実
若い研究者を育てる会	
田中精密工業(株)	藤岡英示
MDF木屑からのバイオエタノール抽出技術の開発	118
電子技術課	高田耕児、横山義之
機械システム課	石黒智明
若い研究者を育てる会	
三協立山(株)	羽根新太郎
マグネシウムイオン2次電池に関する研究	119
電子技術課	角田龍則、高田耕児、二口友昭
機械システム課	本保栄治
若い研究者を育てる会	
燐化学工業(株)	作道千枝
ナノインプリントを応用した微細電極パターンの形成に関する研究	120
電子技術課	丹保浩行、角田龍則、横山義之、二口友昭
産学官連携推進担当	坂井雄一
若い研究者を育てる会	
北陸電気工業(株)	大門貴史
受動的歩行ロボットの開発	121
機械システム課	上野 実、釣谷浩之、金森直希
中央研究所	杉森 博
若い研究者を育てる会	
コーチャー(株)	水上慎太郎
立山マシン(株)	岩崎祥人
□ベンチャー創成等支援共同研究	
音響特性に優れたデザインおりんの開発に関する研究	122
機械システム課	羽柴利直、金森直希
生活工学研究所	石割伸一
(株)ナガエ	宮川昌樹、吉田和成、今岡正和

スクリーン印刷法による低温形成型炭素電極を用いた低コスト色素増感太陽電池の開発

電子技術課 二口友昭, 角田龍則 企画管理部 寺澤孝志 立山科学工業㈱ 森井泉 仁, 森 喜代志

1. 緒言

太陽電池は、有効な再生可能エネルギーとして一般家庭への普及が進展している。その中で、色素増感太陽電池(DSSC)は、シリコン太陽電池と比べ使用材料および製造プロセスが安価であることから、次世代の太陽電池として期待されている。しかし、一部の部材において製造コストや材料コストは依然高価であり、コスト低減に向けての研究開発が進められている。これまでに対向電極として白金に代わりカーボン電極を用いた研究は行われているが、基板に透明電極付ガラスを用い高温で作製したもの等であり、より一層の低コスト化が求められている。本研究では、酸化チタン光電極の構造と特性向上要因の解明、低温形成型炭素電極の最適化、各金属基板上への低温での炭素系電極の形成および中型基板への複数セルの作製を行った。また、共同研究企業において炭素電極に特殊機能性スペーサーを一体化させ、両側からさらに最適化された酸化チタン光電極で挟み込み約10cm長で、室外の太陽光と室内光の両方を利用する低コストで集積化されたセルを作製し目標である変換効率8%を達成した。

2. 実験方法

カーボンペーストは、活性炭素、カーボンナノチューブ、セルロース系バインダおよび溶剤の所定量を遊星攪拌混合機で混合し作製した。これを200メッシュのスクリーン製版を通して、ガラス基板および金属基板に印刷し、130°Cで1時間乾燥して(8μm程度)形成した。ガラス基板上およびセラミックス基板上のものについて、直流4端子法で抵抗率を測定し、表面および断面をFE-SEMで観察した。さらに金属基板上に形成したものを対向電極として用いDSSCを作製した。その構造は、透明電極を成膜したガラス基板上に多孔質酸化物半導体である酸化チタン膜(20μm程度)を形成し、これにルテニウム色素(N719)を吸着させ、電解液を塗布しポリイミドをスペーサーとして対向電極を貼り合わせ封止したものである。太陽電池特性は擬似太陽光下(AM1.5、100mW/cm²)で測定した。

3. 実験結果および考察

図1は、カーボンナノチューブの比率と抵抗率の関係を示す。カーボンナノチューブ1本単独の抵抗率は、

$1 \times 10^4 \Omega \text{cm}$ である。重量比率40%まで、ほぼ対数混合則にしたがって、抵抗率が低下していた。図2はカーボン系電極(ナノチューブ比率20%)とPt電極を用いて作製したDSSCのI-Vカーブを示す。低コストのカーボン系電極を用いた場合においては、Pt電極を用いた場合に比べ約90%程度の変換効率が得られた。また、カーボン系電極の基板に用いる金属の種類(AI,Ti,Ni,SUS)について検討したところ、Ni基板のもので優れた特性が得られた。XPSにより金属表面を分析したところ、Niの表面酸化膜が比較的薄いことがわかり、接触抵抗が低いため変換効率が良好であったものと思われる。

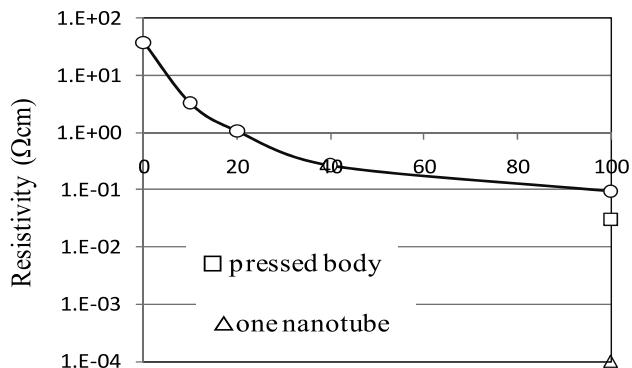


Fig. 1 Resistivity of the carbon based counter electrode as a function of carbon nanotube ratio.

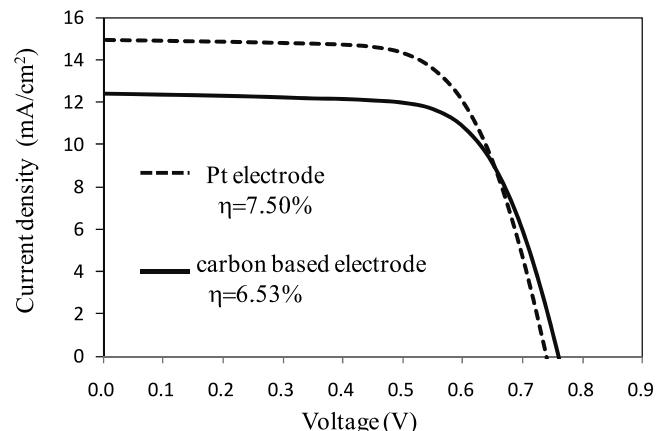


Fig. 2 Photocurrent density - voltage curve of DSSC using carbon based counter electrode or Pt electrode.

4. 結言

Pt電極を炭素電極に置き替えるとともに、対向電極側の基板も透明電極付きガラス基板から金属基板に置き換えることで、大幅な低コスト化を実現した。また、少量生産から大型製品の大規模生産まで対応可能なスクリーン印刷法での製造プロセスを確立した。

イオン液体を用いた温度応答性ゲルレジストのナノデバイス応用

電子技術課 横山義之

1. 緒言

これまでに、温度応答性高分子に光架橋性を付与することで、フォトレジストのように光で微細パターニングでき、さらに、温度によって微細パターンが可逆的に変形する温度応答性ゲルレジストを開発してきた。しかし、このレジストは、水存在下でしか変形できず、加工サイズも μm オーダーと大きいため、細胞チップのようなバイオ分野での利用に限られていた。本研究では、熱ナノインプリント法を用いて nm オーダーの微細パターンを形成でき、水のかわりにイオン液体¹⁾を用いることで、長期の乾燥・真空下でもパターン変形できる温度応答性ゲルレジストの開発を試みた。これにより、光学・電子分野での利用が期待される。

2. 温度応答性ゲルレジストの微細パターン形成

はじめに、温度応答性高分子に熱架橋性を持たせ、熱ナノインプリント法による微細パターン転写と、ゲル化に必要な架橋反応を連続して行える温度応答性ゲルレジストを合成した。次に、温度応答性ゲルレジストの塗膜に、微細な凹凸を有する金型を加熱しながら押し込み、微細パターンの転写と膜内での架橋反応を進行させた。SEM観察により、直径500nmの微細なホールパターンが、良好に転写できていることが確認できた（図1）。

3. 温度応答性ゲルレジストの温度応答性

微細パターン（ $\phi 500\text{nm}$ ホール）上に、水とイオン液体（1-Ethyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethanesulfonyl)imide）をそれぞれ滴下し、温度による形状変化を観察した（図2,3）。水中では、低温（23°C）で膨潤し、ホールパターンが完全に閉じた。また、高温（36°C）で収縮し、規則的なホール構造が現れることで、光の干渉による鮮やかな構造色が見られるようになった。それに対して、イオン液体中では、水中とは逆の（可逆的な）温度応答性を示した。低温側（50°C）で収縮し、規則的なホール構造が現れることで、構造色が見られた。また、高温側（80°C）で膨潤し、構造色が消失した。また、用いるイオン液体の種類によって、膨潤↔収縮が起こる転移温度を制御できることもわかった。

[謝辞] 本研究は、科研費（基盤C：24510174）の助成を受けたものである。

1) T. Ueki and M. Watanabe, *Chem. Lett.*, 35 (2006) 964-965.

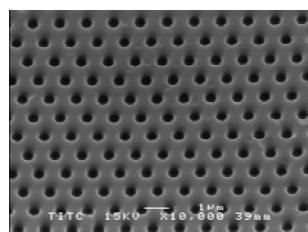


図1 熱ナノインプリント法で作製した温度応答性ゲルレジストの微細パターン（ $\phi 500\text{nm}$ ホールパターン）

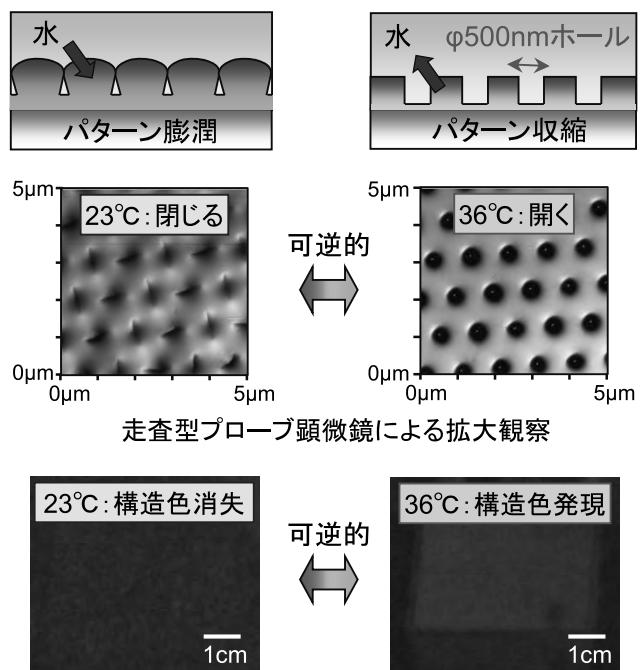


図2 温度応答性ゲルレジストの微細パターン（ $\phi 500\text{nm}$ ホール）の、水中での温度応答性

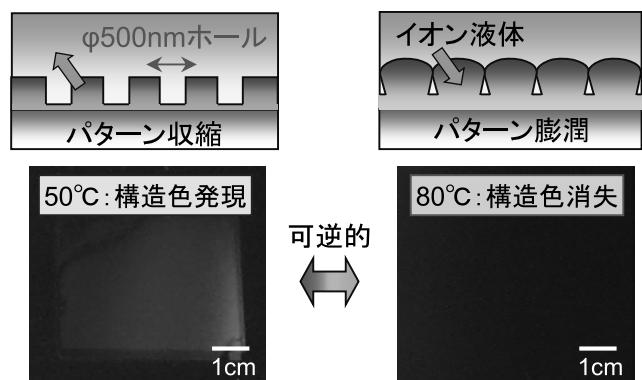


図3 温度応答性ゲルレジストの微細パターン（ $\phi 500\text{nm}$ ホール）の、イオン液体中での温度応答性

ナノインプリントリソグラフィによる超精密金型の離型性に優れたバイオマス由來の成型材料の開発

電子技術課 横山義之 中央研究所 小幡勤 住岡淳司 生活工学研究所 水野渡*
富山県立大学 竹井敏 株式会社リッセル 村上岳

1. 緒言

光ナノインプリントリソグラフィは、従来のフォトリソグラフィに比べ、①高精度微細金型（モールド）による加工時の製造バラつきが低減でき、②低コスト化が達成でき、③三次元や球体・曲面加工、及び④大面積加工等の利点がある。しかしながら、実用化のためには、微細な凹凸のある金型からの離型性に優れた光ナノインプリント用成形材料が求められている。本研究では、この離型性に優れた光ナノインプリント用成形材料を、これまでの石油由來の樹脂材料からではなく、再生可能な資源であるバイオマス原料から開発することを試みた。

2. バイオマス由來のグリーン成形材料の開発

バイオマス由來のグルコース、及び、トレハロースを原料とした2種類の誘導体を新たに合成した。そこに、塗布性向上を目的としたイソボルニルメタクリレートと、光重合開始剤（Darocur1173）を加え、光ナノインプリント用の成形材料（グリーン成形材料、液状）とした。その化学構造を図1に示す。

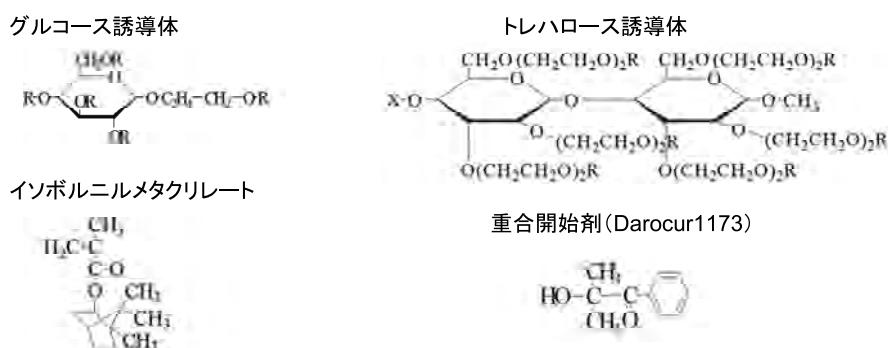


図1 バイオマス由來のナノインプリント用成形材料(グリーン成形材料)の化学組成

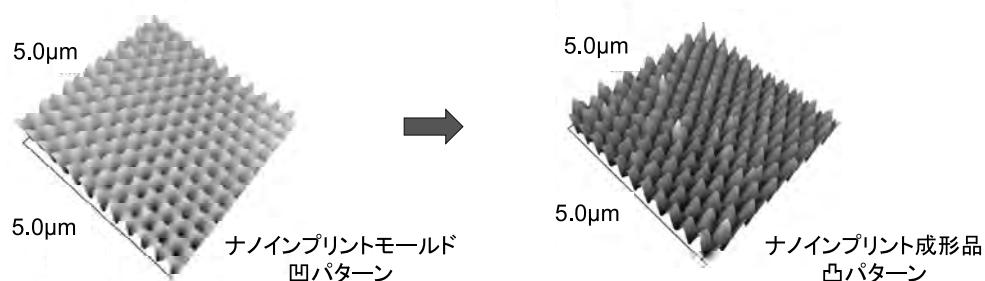


図2 ナノインプリントモールド(レプリカ)、及び、ナノインプリント成形品の走査型プローブ顕微鏡像

*現 産学官連携推進担当

多能性幹細胞を分離回収するマイクロチップの開発

電子技術課 高田耕児 中央研究所 大永崇 小幡勤

(国)富山大学医学薬学研究部 小池千加 二階堂敏雄 (国)京都大学 古賀毅

1. 緒言

近年、幹細胞を利用した再生医療が新しい医療として期待されている。幹細胞は、様々な細胞へ分化する能力と自己複製する能力を合わせ持つ細胞であり、ES 細胞、iPS 細胞などが再生医療の候補とされているが、倫理的な問題、ガン化のリスクの問題等もあることから、私たちの体の中に存在する体性幹細胞を利用する研究も盛んに行われている。母体の中で胎児を包んでいる羊膜は、通常分娩後に廃棄されているが、その中にも幹細胞が存在する¹⁾。羊膜由来の幹細胞は、倫理的な問題がない、安定供給が可能、ガン化のリスクがない、移植の際の免疫拒絶性が低いなど、幹細胞供給源として優れた特徴を持っているため、羊膜組織から幹細胞を効率よく抽出できれば様々な再生医療への応用が見込まれる。本研究では、これまでに開発してきた樹脂マイクロチップ技術を応用して、幹細胞を分離回収する際の前処理として、細胞の凝集塊等サイズの大きなものや細胞の残骸等サイズの小さなものを目的の細胞から分離するためのマイクロチップの開発を行った。

2. 実験方法

文献²⁾のチップ構造を参考にしてフォトマスクを設計し(作製は主として外注による)、そのフォトマスクを使ってセンター内の設備で樹脂チップ成形のためのシリコン製鋳型を作製した。次に、このシリコン製鋳型を用いて、これまでに開発した紫外線硬化樹脂および成形方法を用いて樹脂製マイクロチップを成型した。マイクロチップはマイクロピラーが規則正しく並んだ構造をしている。作製したマイクロチップのうち 7 種類について、マイクロピラーの設計寸法を表 1 に示す。作成したチップは走査型電子顕微鏡および走査型白色干渉計によりその形状を測定した。

表 1 マイクロピラー設計寸法

番号	1	2	3	4	5	6	7
直径 (μm)	12	20	25	30	35	40	45
高さ (μm)	25	50	50	50	50	50	50
間隔 (μm)	10	20	25	30	35	40	45

3. 実験結果および考察

作製したチップの外観と SEM 像をそれぞれ図 1、図 2 に示す。ピラーの直径が 12 μm のチップ 1 の流路中央部

の SEM 像が図 2A、ピラーの直径が 20 μm、高さ 50 μm で一番アスペクト比が高いチップ 2 の流路中央部が図 2B、出口付近が図 2C である。微細なマイクロピラーが規則正

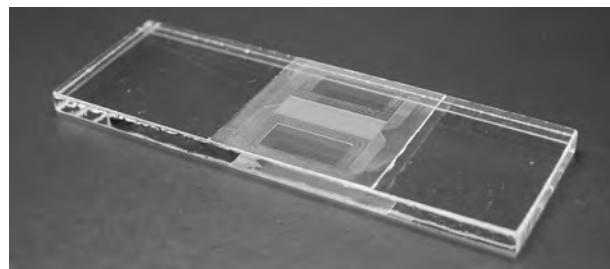


図 1 マイクロチップの外観

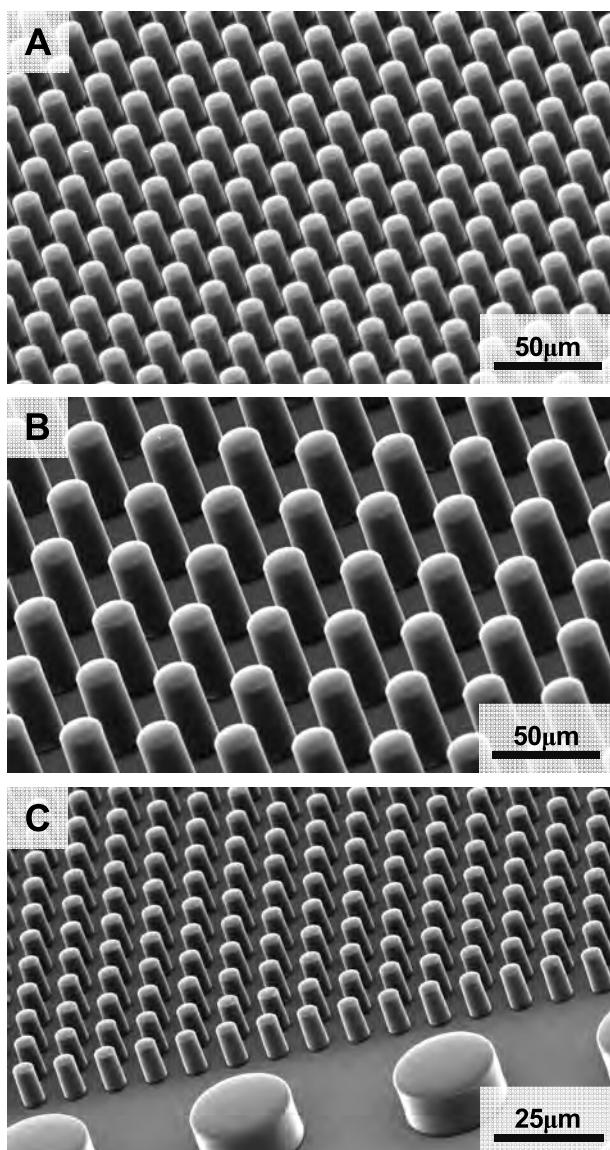


図 2 マイクロチップの SEM 像

しく配列した構造が確認できており、開発してきた紫外線硬化樹脂と成型方法により微細かつ高アスペクト比の構造を持つ樹脂マイクロチップが成型できることが分かった。

次に、走査型白色干渉計により、鋳型の穴の深さと樹脂チップのピラーの高さを測定した結果を表2に示す。ピラー直径が20 μm のチップ2と、ピラー直径が25 μm のチップ3について測定した。流路の入口付近と出口付近では鋳型の穴深さに違いがあった。これはドライエッチングの速度が場所によって異なるためと考えられ、今後改善は可能である。鋳型の穴深さを基準にしたピラー高さの収縮率は、一番大きいところでも2.6%であり、非常に精度よく鋳型の構造が樹脂チップへと転写できていることが分かった。また、この測定はチップ成形から2カ月以上経過してから行っており、長い時間が経過しても寸法がほとんど変わらないことも分かった。

さらに、同じチップを121°Cで20分間、オートクレーブによって滅菌処理したものも測定した。オートクレーブ処理による収縮率は最大でも0.68%であり、オートクレーブ処理をしてもほとんど変形しないことが分かった。

表2 鋳型の穴深さとピラーの高さ

番号	入口付近		出口付近	
	2	3	2	3
鋳型穴深さ (μm) D	48.3	49.6	45.2	46.1
ピラー高さ (μm) H ₁	47.2	48.3	44.4	45.2
収縮率 (%) (D-H ₁)/D × 100	2.3	2.6	1.8	2.0
オートクレーブ後 ピラー高さ(μm) H ₂	47.0	48.1	44.1	45.1
収縮率 (%) (H ₁ -H ₂)/H ₁ × 100	0.42	0.41	0.68	0.22

キーワード：マイクロ流体デバイス、紫外線硬化樹脂、細胞分離、幹細胞

Development of Polymeric Microfluidic Devices for Stem Cell Separation

Koji TAKATA, Takashi OHNAGA, Tsutomu OBATA

Chika KOIKE, Toshio NIKAIDO (University of Toyama)

Tsuyoshi KOGA (Kyoto University)

Microfluidic devices which could be used for cell separation and recovery were developed using new UV curable resin and a new molding method. We made several microchips in which the size and arrangement of micropillars was altered, and observed and measured the chips using scanning electron microscope and scanning white light interferometer, showing that the microchip had a fine structure with high aspect ratio. In comparison with conventional silicon chips, the use of this polymeric chip can drastically reduce the cost of cell separation system.

マイクロチップを医学研究や臨床応用に用いる場合、マイクロチップを滅菌処理する必要がある。オートクレーブによる滅菌処理を行ってもほとんど変形しないことは、この樹脂マイクロチップを実用化する上で極めて重要である。

この樹脂マイクロチップは、従来から用いられているシリコン製のマイクロチップと比べて大きな利点がある。まず、シリコン鋳型から多数複製できるために、高価なシリコンウェハの使用量が少なく、製造コストを大幅に下げることができる。また、チップが透明であるため、顕微鏡による透過観察を行うことができる。さらに、表面に官能基を持たせることで、容易に表面の修飾ができる。MEMS等によく用いられるポリマーであるPDMSと比べても利点がある。PDMSは加熱して短時間で硬化させると収縮が大きいため、常温で数時間から数日かけて硬化させる必要がある。それに対してこの樹脂は数分という短時間で硬化が完了するため製造コストが抑えられる。また、PDMSよりも表面修飾がずっと容易である。

4. 結言

これまで開発してきた紫外線硬化樹脂と成型方法により微細かつ高アスペクト比の構造を持つ樹脂製マイクロチップを成型することができた。これにより今後は羊膜細胞等のさまざまな細胞へとこの樹脂マイクロチップを応用していくことができるようになった。

参考文献

- 1) Toda A. et al. J. Pharmacol Sci. **105**, 215-228 (2007)
- 2) A. Davis J. A. et al. PNAS **103**, 14779-14784 (2006)

色素増感太陽電池への新規ナノ粒子とナノインプリント技術の応用

電子技術課 角田龍則 丹保浩行*

1. 緒言

太陽光発電は、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増加しており、近年のエネルギー供給源の多様化に従って、民生用やメガソーラー施設などの新たな市場も拡大している。その中で色素増感太陽電池(DSSC)は次世代の太陽電池として期待されており、意匠性が高いこと、軽量化が可能であること、将来的に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おこなわれている。しかし、その変換効率はセル単位で12%、モジュールで8%程度であり、一般に普及しているシリコン系太陽電池には及ばない。現在、セル単位で15%を超えるDSSCを作製することが主要な課題となっている。

本研究では、DSSCの信頼性と生産性向上を目的として、電解質材料の擬固体(ゲル)化をおこなった。標準電解液にゲル化剤およびナノサイズの酸化物粒子を加え、その物理・電気特性を評価して変換効率を評価した。また、光散乱による高効率化を目的として、酸化チタン膜表面にナノインプリント法により300nmピッチのモスアイパターン形成を試みた。

2. ナノサイズ酸化物粒子を用いたゲル状電解質の作製

2.1 実験材料と内容

色素増感電池用電解質としてアセトニトリルにI₂(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、ゲル状電解質を作製した。さらに、所定の酸化物ナノ粒子を5%加えて混合し、ナノサイズ酸化物粒子を加えたゲル状電解質を作製した。

2.2 試験結果および考察

Fig.1は使用した酸化チタン粒子のTEM画像を示す。

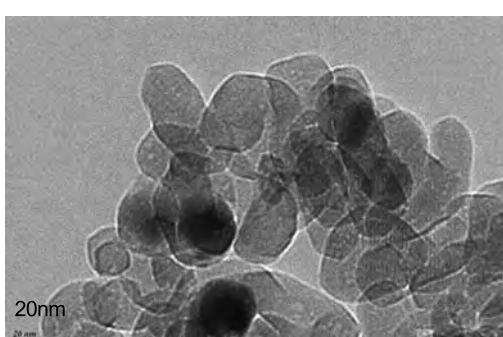


Fig.1 TEM micrograph of titanium oxide particles.

粒子形状は直径15nm長さ20nm程度の細長い形状であることがわかる。また、電解液に添加した酸化物ナノ粒子をSEMで観察しそれぞれの粒子径を確認した。そのゲル状電解質を用いてDSSCを作製し光電気変換効率を測定した。Table 1は添加した酸化物ナノ粒子とそれを用いたDSSCの変換効率をしめす。

Table 1 Photovoltaic performance of the DSSC.

電解質	擬固体型ゲル状電解質				
酸化物粒子 (粒子径nm)	なし (30)	Ho ₂ O ₃ (70)	ZnO (20)	Y ₂ O ₃ (100)	In ₂ O ₃ (15)
変換効率 (%)	7.30	6.92	6.86	6.69	6.00
短絡電流 (mA)	14.5	14.2	14.0	14.1	14.1
解放電圧 (V)	0.72	0.76	0.76	0.75	0.70
フィラーカー	0.70	0.64	0.64	0.63	0.61
					0.67

酸化ホルミウムを添加した電解質においてもっとも高い変換効率を示した。酸化亜鉛や酸化イットリウムも同程度の値をしめし、高い効率を示すものは解放電圧の増加が確認できた。

3. ナノインプリントによる酸化チタン膜表面へのモスアイパターン形成

3.1 実験内容

ガラス基板に酸化チタン粒子を含むペーストを印刷し、ホットプレートで仮硬化した。Table 1は仮硬化温度と膜のビッカース硬度をしめす。硬化温度が上昇するにつれて、膜の硬度が増加した。

Table 2 Vickers hardness of titanium oxide films under different pre-firing temperature.

仮硬化温度(°C)	60	70	80	90	100	110
ビッカース硬度(HV)	2.0	4.5	10	16	19	23

また、表面粗さ計で仮硬化後の膜の形状を測定した。Fig.2は酸化チタン膜の形状測定結果を示す。膜厚は約13μmで端部が2μmほど盛り上がった断面となっていた。図のように平らではない膜であったが、インプリントパターンにより加圧をこころみた。条件は1kN,60°C,120secとした。ナノインプリント用モールドは、10mm角のNi製、パターンピッチ300nmのモスアイ構造のものを使用した。今回の加圧条件では、仮硬化温度60°C以外の膜では、膜に凹凸が形成されず、インプリントすることができなかった。

*現 商工労働部商企画課

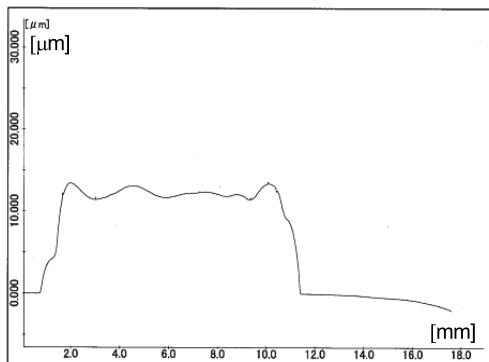


Fig.2 The cross sectional shape of titanium oxide film.

Fig.3 はインプリント後、それぞれ 200°C と 500°C で硬化した膜の SEM 画像をしめす。200°C 焼成後はパターン跡が明確に残っている。しかし、500°C 焼成によって樹脂分が分解され酸化チタン粒子のみになると、凹凸は不明瞭になった。おそらく、200°C 焼成の時点で凹凸が形成されている部分には酸化チタン粒子がなく、樹脂分のみで凹凸を形成していたためと考えられる。深さ方向の凹凸を非接触 3 次元測定器で測定したところ、どちらも約 10nm であった。

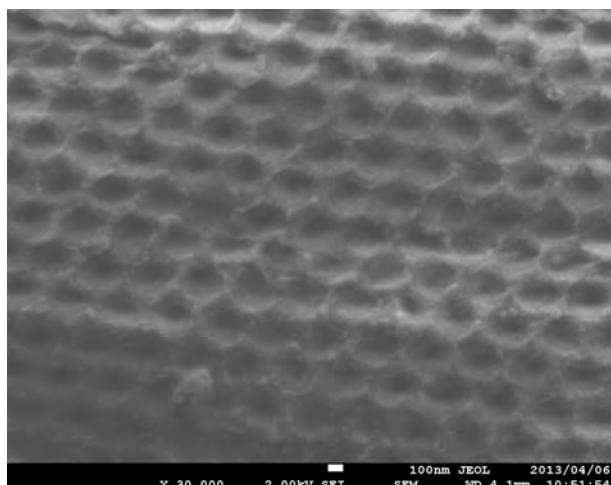


Fig.3.a The SEM micrograph of the in-printed titanium oxide film fired at 200°C.

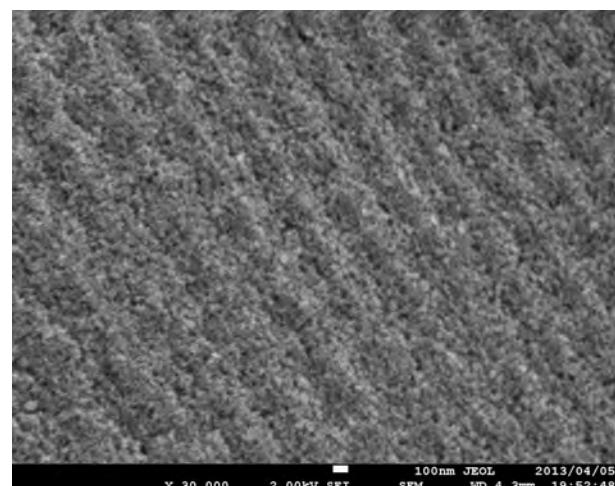


Fig.3.b The SEM micrograph of the in-printed titanium oxide film fired at 500°C.

また、酸化チタン膜表面に正常にインプリントされたのはパターン全体の半分ほどであり、光を散乱できる深さ数百ナノメートルの凹凸は作製できなかった。剥離がなく、また全体を一様に深くインプリントするためには、加圧条件の最適化だけでなく、モールドの設計およびペーストの紫外線硬化などの技術開発が必要であることがわかった。

4. 結言

標準電解液にナノサイズの酸化物粒子を添加して、それを使用したDSSCの変換効率を測定した。また、酸化チタン表面にナノインプリントにより凹凸を形成することを試みた。

- ・電解液にナノサイズの酸化物粒子とPVdFを加えることでゲル状電解質を作製した。ゲル状電解質の変換効率は標準電解液の約95%であった。

- ・酸化チタン膜へ深さ数十ナノの凹凸を形成することができた。しかし、凹凸は小さく、光の散乱効果による変換効率の増加は確認できなかった。

キーワード：色素増感太陽電池、酸化物粒子、インプリント

The application for dye-sensitized solar cells of the nano-size particles and in-printing

Electronic engineering section; TatsunoriKAKUDA and HiroyukiTANBO

In this study, we prepared gel electrolyte for DSSC by adding the nano size oxide particles for standard electrolyte solution. We measured the particle shape and evaluated the conversion efficiency of DSSC. In addition, we tried the moth eye pattern formation of 300nm pitch by in-printing method on the titanium oxide film surface.

医薬・バイオ分野への応用を目指した 高分子ナノ構造形成技術の開発

電子技術課 横山義之, 高田耕児 生活工学研究所 金丸亮二

1. 緒言

温度応答性高分子を用いた含水ゲルは、一定温度以上でゲル内部に大量に吸収した水分を構造変化により放出する。この鋭敏な温度応答性は、様々な医用材料として、近年、大きく注目を集めている¹⁾。

我々は、この温度応答性の含水ゲルをナノファイバー化して、温度によって“吸水 \leftrightarrow 放水”を可逆的に制御できる温度応答性ナノファイバーシートを開発した。体温や気温の変化によって、冷却性能や薬剤放出性能が変化するゲルシート剤や、再生医療用の高機能な細胞培養シートなど、医薬・バイオ分野への応用を目指している。本研究の中では、これまでに開発した温度応答性ナノファイバーシートの基礎的な特性調査（吸水 \leftrightarrow 放水特性、薬剤の放出機能、細胞培養に対する毒性）を行った。

2. 温度応答性ナノファイバーの調製

はじめに、エレクトロスピニング法によりナノファイバー化できる温度応答性高分子を合成した。ナノファイバー化した温度応答性高分子は、そのままでは水に溶解してしまうため、含水ゲル化に必要な不溶化処理を行い、温度によって吸水 \leftrightarrow 放水を可逆的に繰り返せるナノファイバーシートを作製した（図1）。

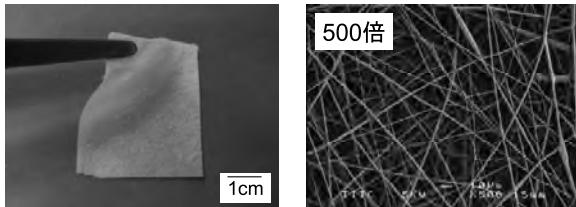


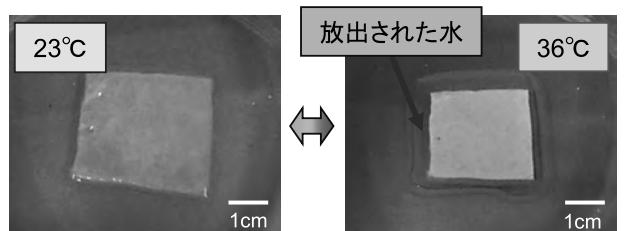
図1 作製した温度応答性ナノファイバーシート
(左:外観写真、右:電子顕微鏡による拡大写真)

3. 温度応答性ナノファイバーの吸水 \leftrightarrow 放水特性

温度応答性ナノファイバーシートの温度を制御しながら、吸水 \leftrightarrow 放水特性に関して調査を行った（図2）。はじめに、ナノファイバーシートを室温（23°C）に保持しながら、水を徐々に加えていった。ナノファイバーシートは、自重の約10倍量の水を吸収して膨潤し、柔らかい半透明のゲル状のシートになった。この時、乾燥状態に比べて、シート面積が約1.7倍に拡がった。次に、36°Cまでの昇温を行った。ナノファイバーシートは、水を周囲に放出しながら収縮し、乾燥状態と同じ大きさまで小さ

くなった。この時、取り込んでいた水の95%以上を再放出できることができた。また、この“吸水 \leftrightarrow 放水”運動は、1分以内の短時間で、可逆的に何度も繰り返し行うことができた。通常、温度応答性高分子を用いた含水ゲルの塊（数cm程度）では、ゲル内部への水の出入りに時間がかかり、温度応答には数時間以上かかるてしまう。この速い応答性は、ナノファイバー化によって得られた大きな比表面積の効果によるものと思われる。

次に、ナノファイバーシートを構成しているファイバー1本1本の温度応答性を、光学顕微鏡を用いて拡大観察した。23°Cの時は、ファイバーは膨潤し太くなっているのに対して、36°Cの時は、収縮し細くなっていた。このことから、ナノファイバーシートの温度応答性は、ファイバー1本のレベルで起きていることが確認できた。



約10倍量の水を吸収し膨潤 約10倍量の水を放出し収縮

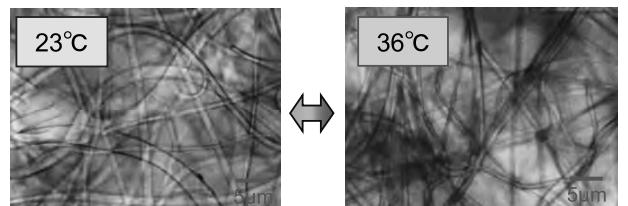


図2 温度応答性ナノファイバーシートの
吸水 \leftrightarrow 放水運動(上:シート全体、下:光学顕微鏡像)

次に、ナノファイバーシートが吸水 \leftrightarrow 放水を引き起こす転移温度について、示差走査型熱量計（DSC）を用いて精密に測定した（図3）。ナノファイバー4.6mgに、室温にて水を充分吸収させた後、昇温/降温速度1°C/minで測定を行った。温度応答性ゲルの温度応答は、昇温時の収縮過程は吸熱ピーク、降温時の膨潤過程は発熱ピークとして観測される。昇温時・降温時どちらも28°C付近にピークが見られ、このナノファイバーシートの転移温度は、ちょうど室温（23°C）と体温（36°C付近）の間に存在することが確認できた。転移温度は、用いる温度応答

性高分子の化学組成の親水・疎水バランスを調整することで、低温側や高温側にシフトさせることが可能である。

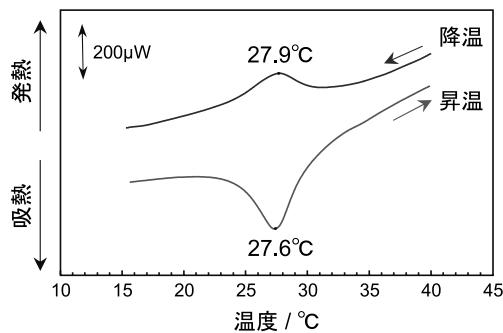


図3 温度応答性ナノファイバーの示差走査型熱量測定

4. 温度応答性ナノファイバーの薬剤放出機能

ナノファイバーシートの医薬品・化粧品シートへの応用を目指して、薬剤放出機能に関する調査を行った。水溶性の薬剤としてヒドロキノン（美白効果、0.025 wt% 水溶液に調整）、微粒子状の薬剤として、銀ナノ粒子（抗菌効果、平均粒径 10nm、0.01 wt% 水分散液に調整）について、それぞれ室温にて、ナノファイバーシートに取り込ませた後、36°Cで再放出させた。吸光度測定の結果から、各々の濃度を求めて、再放出率を算出した結果、水溶性の薬剤であるヒドロキノンは、93%が水と一緒に再放出できることがわかった。それに対して、微粒子状の薬剤である銀ナノ粒子は、60%のみが再放出され、残りはナノファイバー内に取り込まれたままとなった。

5. 温度応答性ナノファイバーの細胞毒性の調査

ナノファイバーシートの細胞培養シートへの応用を目指して、ここでは、細胞毒性に関する調査を行った（図4）。はじめに、ナノファイバーシートを φ14mm に型抜きして、市販の細胞培養用マルチプレートの底面にセットした。

キーワード：ナノテクノロジー、ナノファイバー、エレクトロスピニング法、温度応答性ゲル

Development of Polymer Nanostructure Formation Technology for use in the Medical and Bio Fields

Yoshiyuki YOKOYAMA, Koji TAKATA, Ryoji KANAMARU (Toyama Industrial Technology Center)

We are considering the application of a sheet created from a thermo-responsive gel that has been converted into a nano-fiber sheet, which can repeatedly alternate between absorbing and discharging water depending on the temperature. In this research, we have conducted a basic investigation of this sheets properties with the goal of using this sheet as a high-functionaitly drug release sheet, or a cell culture sheet. In bulk form (a chunk of a few centimeters), this thermo-responsive gel takes more than one hour to convert from absorption to discharge. However, when converted into a nano-fiber sheet it was able to rapidly convert from absorption to discharge in less than one minute. After using this sheet to absorb water-soluble drugs at a low temperature, at a high temperature it was possible to discharge more than 93% of the absorbed drugs. When performing cell cultivation on this sheet we observed cell growth similar as when using market-available cellular cultivation plastic, and we did not observe any cell toxicity.

次に、浮遊系の細胞（Jurkat 細胞：ヒト T リンパ腫由来）を 1×10^4 個/ウェルとなるように入れて 1 週間培養を行い、増殖した細胞数を計測した。ナノファイバーシートを入れなかった場合は、 22×10^4 個、ナノファイバーを入れた場合は、 24×10^4 個まで増殖した。両者に、ほぼ同等の増殖能が見られたことから、ナノファイバーシートに、細胞培養への悪影響・毒性は確認されなかった。

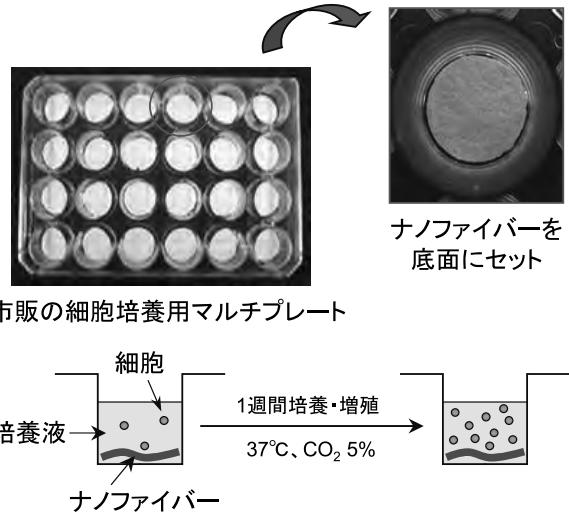


図4 温度応答性ナノファイバーシートを入れた細胞培養プレートでの細胞増殖実験

6. 結論

温度応答性ナノファイバーシートを作製し、医薬・バイオ分野への応用を目指して種々の特性調査を行った。室温から 36°Cへ昇温させることで、自重の約 10 倍量の水を迅速に放出することができた。さらに、水溶性の薬剤であれば、取り込んだ量の 93%を水と一緒に再放出できた。また、細胞培養に対する毒性は見られなかった。

- 1) Y. Takegami, Y. Yokoyama et al., *J Biomed Mater Res B*, 98(B), 110-113 (2011)

高分子ゲルを用いたナノファイバーシートの開発とバイオ応用

電子技術課 横山義之, 高田耕児 生活工学研究所 金丸亮二

1. 緒言

近年、エレクトロスピンニング法の発展によって、多様な材料がナノファイバー化され、衣服、電池、医療などの多くの分野で利用され始めている。ナノファイバーは、表面積が極めて大きい特徴を持つため、水や薬剤を多量に含んだ高分子ゲルをナノファイバー化できれば、大きな表面積の効果で、迅速に、水や薬剤を外部に放出したり、逆に、吸収したりすることが可能になる。ここに、温度によって収縮（体温付近） \leftrightarrow 膨潤（室温付近）を繰り返す温度応答性の高分子ゲルを用いれば、迅速な放水・吸水機能をより一層高められると同時に、周囲の気温や体温によって放出スピードを制御できる高機能なシートが得られる。

そこで、本研究では、温度によって“吸水 \leftrightarrow 放水”を可逆的に繰り返す温度応答性高分子ゲルを、エレクトロスピンニング法によってナノファイバー化する技術の開発を行った(図1)。得られた温度応答性ナノファイバーは、風邪による高熱時など体温によって冷却・薬剤放出能が変化する医薬シート、再生医療用の高機能な細胞培養シート、周囲の気温や体温によってファイバー径が変わり通気性や吸湿性が変わる衣料などへの応用が期待される。

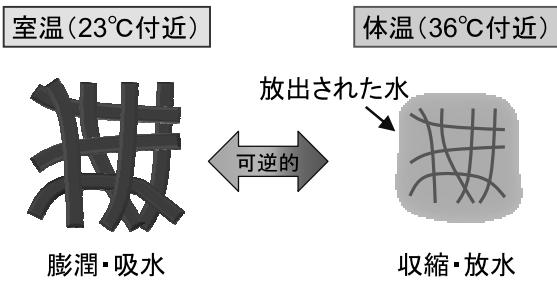


図1 温度応答性を有する高分子ゲルナノファイバー

2. PNIPAAm ナノファイバーの作製

はじめに、温度応答性高分子として知られる Poly(*N*-isopropylacrylamide) (PNIPAAm)を、エレクトロスピンニング法によってナノファイバー化できるように、有機合成による改質を行った。改質した PNIPAAm を、1-methoxy-2-propanol に溶解し、界面活性剤を添加することで、エレクトロスピンニング用のポリマー溶液とした。

エレクトロスピンニング法は、ノズルに高電圧を印加しながら、ポリマー溶液をスプレーすることで、対向する電極上にナノファイバーを堆積させる方法である(図2)。ノズル数を増やすことで生産性も容易に上げられる。

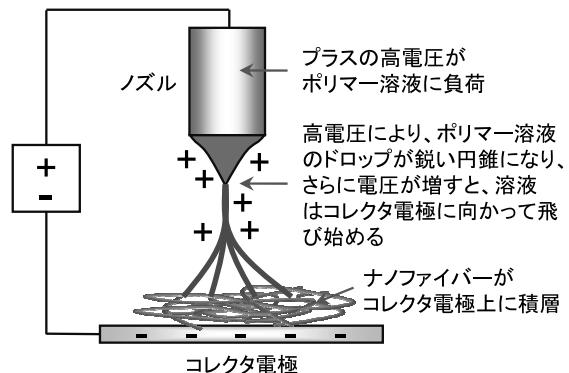


図2 エレクトロスピンニング法によるナノファイバーの作製

本実験では、ノズル-コレクタ間の距離を 30cm、電極間電圧を 15kV に設定し、種々の濃度の PNIPAAm 溶液を用いてエレクトロスピンニングを行った(図3)。溶液濃度が低いと、ビーズ形状が多く発生した。逆に、溶液濃度が高いと、均一なファイバーが得られるものの、ファイバー径が太くなってしまう傾向が見られた。その中で、溶液濃度 37.5 wt% の時が、均一で最も細いファイバー(ファイバー径 : 1-3μm) が得られることがわかった。

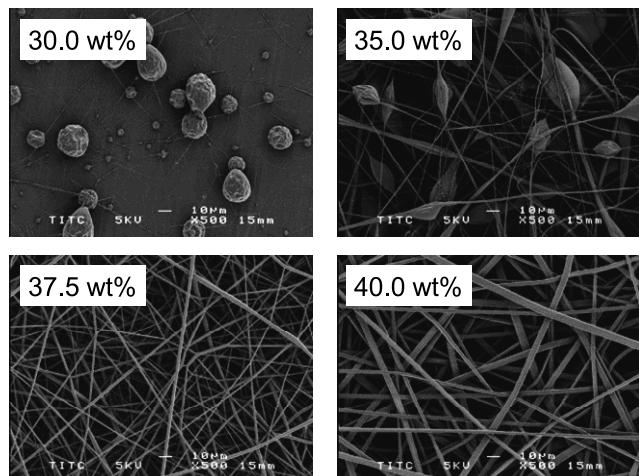


図3 PNIPAAm 溶液の濃度とナノファイバー形状の関係
(溶剤: 1-methoxy-2-propanol)

また、1-methoxy-2-propanol 以外の溶剤を用いた検討も行った。揮発性がより高い ethanol を用いた場合は、ファイバー径が 1μm 以下の細いものが得られるようになったが、ノズル先端部の目詰まりが多発した。それに対し、揮発性がより低い *N,N*-dimethylformamide を用いた場合は、ファイバー径が 10μm 以上の太いものしか得られなかった。これらのことから、本実験では、1-methoxy-2-propanol 程度の揮発性を有する溶剤が適していることがわかった。

3. PNIPAAm ナノファイバーの不溶化処理

水溶性ポリマーである PNIPAAm は、ナノファイバー化しても、そのままで、冷水に浸した時に完全に溶解してしまう。温度によって“吸水 \leftrightarrow 放水”を可逆的に引き起こせるナノファイバーとするために、ナノファイバー化した PNIPAAm のファイバー構造を壊さずに行える不溶化技術を新たに開発した。

PNIPAAm ナノファイバーに対して、この不溶化処理を施し、電子顕微鏡による拡大観察を行った（図 4）。その結果、不溶化処理を行う前・後に違いは見られず、ナノファイバー構造が維持されていることが確認できた。

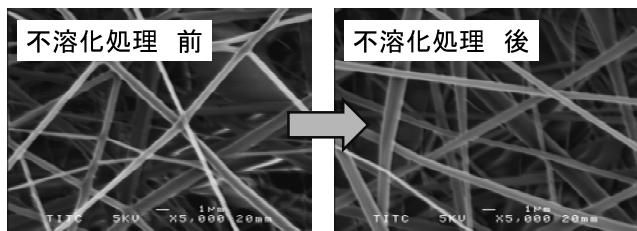


図 4 不溶化反応を行う前・後のナノファイバー形状の比較

4. PNIPAAm ナノファイバーの温度応答性

はじめに、不溶化処理を行っていない PNIPAAm ナノファイバーを、水（23°C）の中に入れたところ、完全に溶解してしまった。それに対して、不溶化処理を施した PNIPAAm ナノファイバーは、水（23°C）の中に入れても溶解することは無く、シート状態を維持することができた（図 5）。この時、PNIPAAm ナノファイバーは周囲の水を大量に吸収して膨潤し、柔らかいゲル状態となって大きく拡がった。このまま、水温を 36°Cまで上げると、PNIPAAm ナノファイバーは、吸収していた水を放出して収縮し、小さくなつた。再び、水温を 23°Cまで下げると、PNIPAAm ナノファイバーは、水を再吸収して膨潤し拡が

った。この挙動は、それぞれ数分以内に、繰り返し何度も行うことができた。

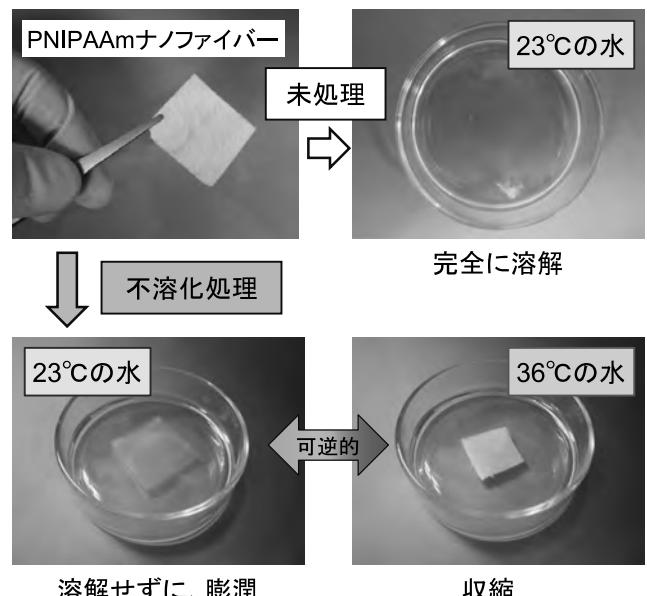


図 5 不溶化処理を行った PNIPAAm ナノファイバーの水中における温度応答性

5. 結論

本研究では、温度によって“吸水 \leftrightarrow 放水”を可逆的に引き起こす温度応答性ナノファイバーの開発を行った。はじめに、エレクトロスピニング法によりナノファイバー化できる温度応答性高分子を合成した。次に、ナノファイバー構造を壊さずに、水に不溶化する技術を開発した。これによって、低温（23°C）では、水を吸収して膨潤し、高温（36°C）では、水を放出して収縮する温度応答性ナノファイバーの作製が可能になった。

今後は、医療・バイオ分野への応用を目指した評価試験（薬剤放出能の評価、シート上の細胞培養、気温の変化による吸湿・通気性の制御など）を行う予定である。

キーワード：温度応答性ゲル、ナノファイバー、エレクトロスピニング法

Development and Biotechnological Application of Nano-fiber Sheet Using Thermo-responsive Hydrogel

Yoshiyuki YOKOYAMA, Koji TAKATA, Ryoji KANAMARU (Toyama Industrial Technology Center)

Through the use of temperature control, thermo-responsive hydrogel can repeatedly alternate between absorbing and discharging water. In this research, we have developed a new technique to convert a thermo-responsive gel into a nano-fiber. Converting the thermo-responsive gel into a nano-fiber gives it a large surface area which should speed up its thermo-responsiveness. Specifically, we used electrospinning method to convert the thermo-responsive polymer solution into a nano-fiber.

However, if left like this the fiber would completely dissolve in cold water. In order to make it into a fiber having a reversible thermo-responsiveness, we developed an insolubilization reaction that could be used without destroying the nano-fiber structure and applied it to the nano-fiber. The insoluble nanofiber does not dissolve when immersed in water, can be reversed multiple times, can absorb water at low temperatures, and discharge water at high temperatures.

多能性幹細胞を分離回収するマイクロチップに関する研究

電子技術課 高田耕児 横山義之 中央研究所 大永崇 小幡勤
(国)富山大学医学薬学研究部 小池千加 二階堂敏雄 (国)京都大学 古賀毅

1. 緒言

近年、成人の皮膚や骨髄の細胞の中に、ES 細胞や iPS 細胞と似た性質を示す多能性幹細胞が存在することがわかってきています。体細胞中に存在する幹細胞の研究がますます盛んになっています。これらの細胞を再生医療に応用する研究を進めるうえで、多数の細胞の中に微量に存在する幹細胞を分離回収する技術が重要となる。現状では、フローサイトメーターを用いた分離が行われているが、装置価格が高価である上に、細胞を効率よく回収するには高度な知識・技術が必要である。そのため、多能性幹細胞の研究をさらに加速させるには、マイクロチップ等を用いた簡便な分離回収方法を開発する必要がある。別報（H24 年度大学連携先端研究「多能性幹細胞を分離回収するマイクロチップの開発」）において、多能性幹細胞を分離回収する際の前処理として、細胞の凝集塊等サイズの大きなものや細胞の残骸等サイズの小さなものを目的の細胞から分離するためのマイクロチップの開発について報告した。本研究ではこのマイクロチップに細胞を流すためのシステムの構築を行い、実際に培養細胞を用いた実験を行った結果を報告する。

2. チップシステムの開発

まず、マイクロチップに蓋をして送液チューブ等を接続することのできるチップホルダを作製した（図 1）。マイクロチップには液の入口および出口を二つずつ設け、一方の入口から導入された細胞等がマイクロチップ内で分離されて、二つの出口から分かれて回収される構造とした。次に、シリジンポンプにより送液し、倒立型顕微鏡により細胞の観察を行うことのできるシステムを構築

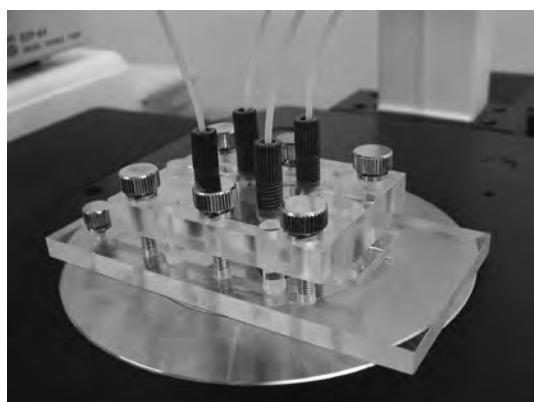


図 1 チップホルダ

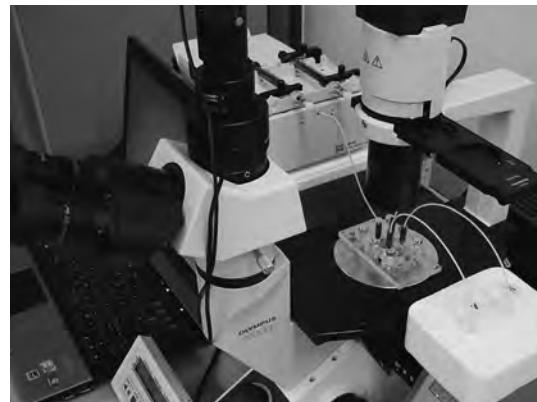


図 2 送液・観察システム

した（図 2）。シリジンポンプは 2 系統を二つの出口に接続し、両方から吸引することにより送液することとした。

3. 細胞分離実験

培養細胞を用いた送液実験を次のようにして行った。培養細胞は KYSE220 を用い、トリプシン処理により回収した後、フルオレセインにより蛍光標識した。送液バッファーは 1% BSA と 2mM EDTA を含んだ PBS を用いた。細胞濃度は 6×10^5 cells / mL とした。流速は、 $2\mu\text{L} / \text{min}$ （シリジンポンプ 1 系統あたり $10\mu\text{L} / \text{min}$ で 2 系統）とした。流路を流れる蛍光標識細胞を青色光で励起し、露光時間 2.5 秒で撮影することにより、細胞の軌跡を観測した。

マイクロチップは文献¹⁾を参考に微細な柱が並んだ構造をしており、その柱は一列ごとにシフトしている（図 3）。柱間のギャップ等で決まるしきい値より小さい粒子は、層流に乗って液の流れの方向に対して平行に進む。しきい値より大きい粒子は、柱のシフトとともにシフトしていく、液の流れの方向に対して斜めに進む。

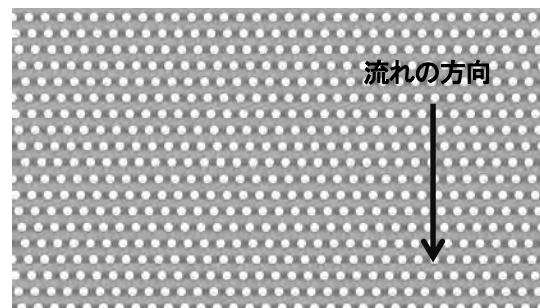


図 3 マイクロピラーの配列 (SEM 像)

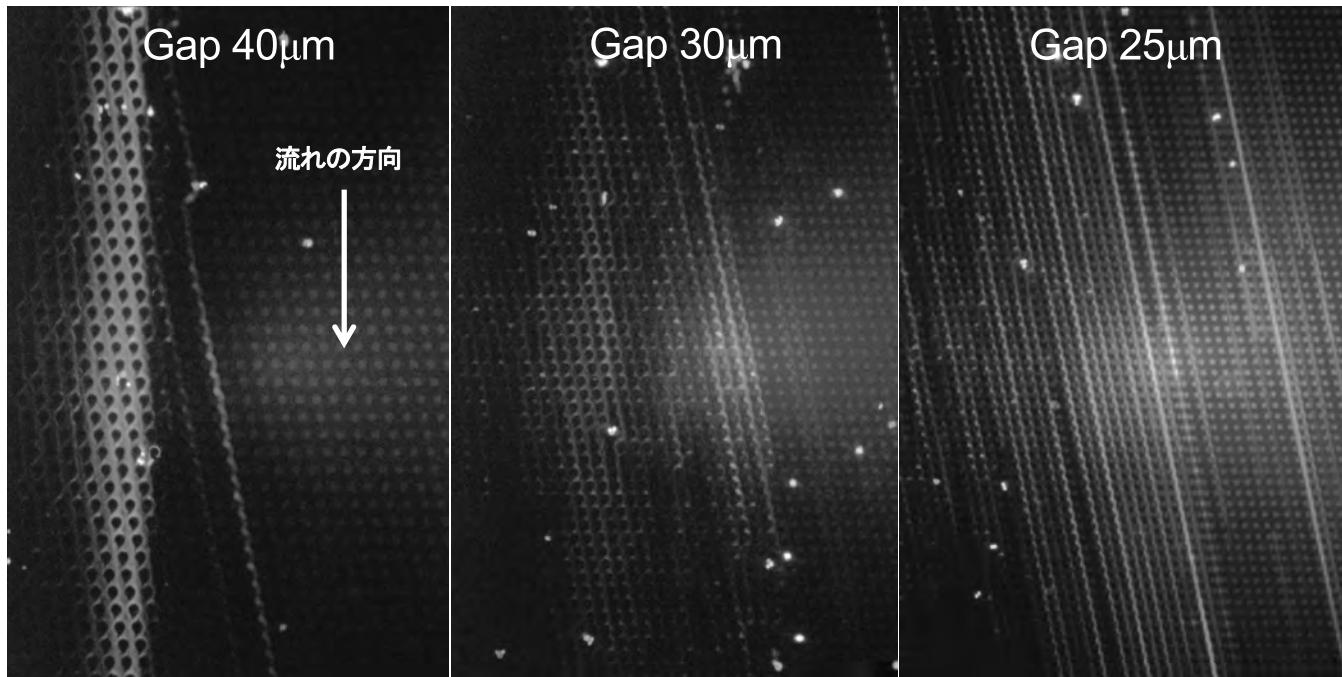


図4 細胞分離実験

細胞分離実験の結果を図4に示す。柱の直径40 μm （柱間のギャップも直径と同じ、以下同様）のチップでは、ほとんどの細胞が層流に乗って液の流れの方向に対して平行に進んだ。これは、細胞が柱間のギャップ等で決まるしきい値より小さいためと考えられる。柱の直径30 μm のチップでは、平行に進む細胞と斜めに進む細胞が同程度観察された。そして、柱の直径25 μm のチップでは、多くの細胞が斜めに進んだ。これは、柱間のギャップが小さくなるにつれ、細胞が柱のギャップ等で決まるしきい値より大きくなつたためと考えられる。これらのことから、適当なサイズの柱及びギャップを選べば、目的のサイズの細胞の分離が可能であることが示された。

柱のギャップを20 μm 以下に小さくしたチップでは多くの細胞が流路に詰まる結果となった。

4. 結言

細胞を分離する樹脂マイクロチップに細胞を流すためのシステムの構築を行い、培養細胞を用いて細胞分離実験を行うことができた。これにより今後はさまざまな細胞へとこのチップシステムを応用していくことが可能となつた。

参考文献

- 1) A. Davis J. A. et al. PNAS **103**, 14779-14784 (2006)

謝 辞

終わりに、本研究推進にあたり、培養細胞のご提供と数多くのご指導を頂きました富山大学 嶋田 裕 准教授に深く感謝致します。

キーワード：マイクロ流体デバイス、紫外線硬化樹脂、細胞分離、幹細胞

Study on Polymeric Microfluidic Devices for Stem Cell Separation

Koji TAKATA, Takashi OHNAGA, Tsutomu OBATA

Chika KOIKE, Toshio NIKAIDO (University of Toyama)

Tsuyoshi KOGA (Kyoto University)

Microfluidic chip system which could be used for cell separation and recovery were developed using new UV curable resin and a new molding method. We examined several microchips in which the size and arrangement of micropillars was altered, and carried out cell separation tests. We showed that size-based cell separation could be performed by our polymeric microfluidic device. This device could also be applied to separation of circulating tumor cell, nucleated red blood cell, etc.

放射光 X 線 CT によるひずみ分布計測に基づく はんだ接合部の熱疲労損傷評価

機械システム課 釣谷浩之 企画管理部 佐山利彦*

ヨーセル（株） 高柳毅 岡本佳之 （公財）高輝度光科学研究所 上杉健太朗 富山県立大学 森孝男

1. はじめに

電子基板のマイクロはんだ接合部における熱疲労損傷が、電子機器の信頼性に大きな影響を与える要因となっており、マイクロ接合部の信頼性を非破壊で評価する技術の開発が急務となっている。はんだ接合部の熱疲労損傷の評価方法として、接合部のひずみ振幅を基にした評価手法が広く知られている。しかし、マイクロ接合部のひずみを実測することは非常に困難で、事実上不可能である。一方で、SEM 画像や光学顕微鏡画像を用いて、デジタル画像相関法を適用し同一試料の負荷状態の異なる 2 つの画像からひずみ分布を測定する試みが行われている。また、著者らはこれまでに、SPRING-8において開発されている、放射光光源を用いた非常に高分解能の X 線マイクロ CT 装置¹⁾（以下、SP-μCT）を用いて、マイクロはんだ接合部の観察、評価手法の開発を行っており²⁾、その過程で、Sn-Ag-Cu はんだ中の微小な Ag₃Sn 相を明瞭に確認できることを見出している。そこで、Ag₃Sn 相のような特徴部位の変位を基にデジタル画像相関法を用いてひずみの三次元的な分布を非破壊で計測し、はんだ接合部の寿命評価への適用を試みる。本年度は、SP-μCT によって得られた画像を基にした、非破壊でのひずみ分布計測の実現の可能性を検証した。

2. 試験方法

観察に用いた試験体は、Si チップが FR-4 基板に直径約 120 μm の Sn-3.0Ag-0.5Cu 鉛フリーはんだによってフリップチップ実装されたものである。この試験体を幅 0.3 mm × 厚さ 1 mm × 長さ 10 mm に加工して使用した。はんだバンプのひずみの状態を変化させるために、この試験体に高温保持温度 125°C、低温保持温度 -40°C、保持時間 30 min、

およびランプ時間 2 min の熱サイクル負荷を加えた。

3. 変位ベクトルの粗探索による評価

デジタル画像相関法では、変形前と変形後の 2 つの画像からひずみの分布を計算する。SP-μCT により撮影した画像が、デジタル画像相関法を適用可能な画質を有しているか確認するために、変形後の画像として以下の 2 種類の画像を用いて評価を行った。1) 全く同一の状態で同じ試験体をもう 1 度撮影した画像、2) 同一の試験体に熱サイクル試験を 1 サイクル加えたもの。各画像について、変位ベクトルの粗探索を行った。変位ベクトルの粗探索では、次式で表わされる、残差 S を計算し、S が最小となる平行移動量 (u_0, v_0, w_0) を各画素について求めた。

$$S(u, v, w) = \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M \sum_{k=-M}^M |I_d(x+u+i, y+v+j, z+w+k) - I_u(x+i, y+j, z+k)| \quad (1)$$

ここで、 I_u は変形前の画素値、 I_d は変形後の画素値、 M は探索に用いるサブセットのサイズ（画素数）、 u, v, w はそれぞれ、 x, y, z 軸方向の変位である。

図 1 は、全く同一の状態で同一の試験体をもう 1 度撮影した画像を変形後の画像として用い、変位ベクトルの粗探索を行った結果を示す。(a) は変形前の画像として用いた再構成画像、(b) は変形後の画像として用いた再構成画像、(c) は、サブセットサイズ M を 5 ピクセルとした際の変位ベクトル (u_0, v_0, w_0) の絶対値を示している。同一の試験体を同一の状態で撮影しているので、正しく計算が行われていれば、各画素での変位ベクトルの絶対値は 0 となるはずである。Ag₃Sn 相やバンプ表面などの特徴点の周辺では、正しく計算が行われているものの、β-Sn 相のみが広がっている領域では正しく計算が行われていな

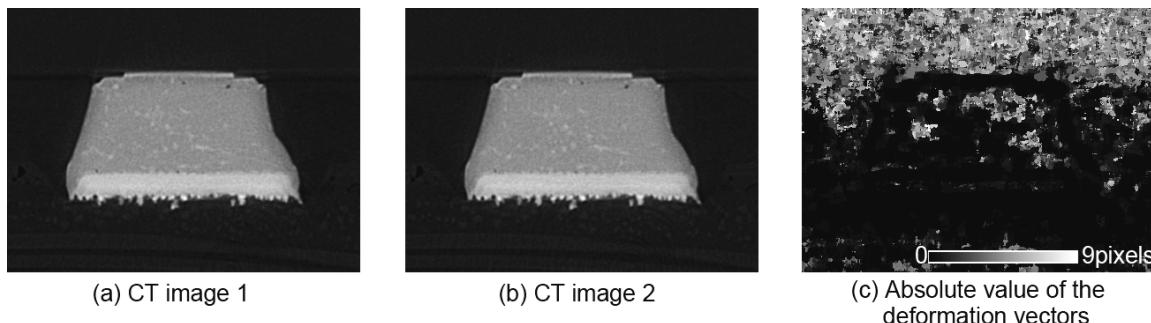


図 1 同一条件で撮影した再構成画像と変位ベクトルの絶対値の分布

*現 電子技術課

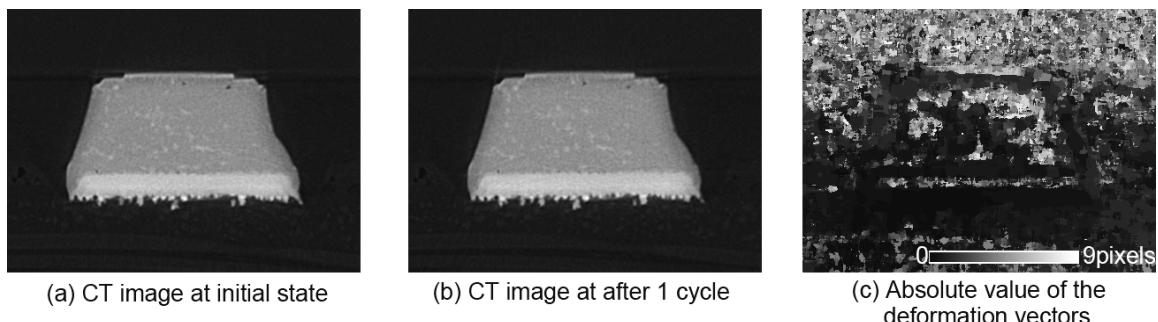


図2 初期状態および1サイクル負荷後の再構成画像と変位ベクトルの絶対値の分布

いことが分かる。

図2は、同一の試験体に熱サイクル負荷を1サイクル加えた後に撮影した再構成画像を、変形後の画像として、変位ベクトルの粗探索を行った結果を示す。(a)は変形前の画像として用いた再構成画像、(b)は変形後のものとして用いた1サイクル負荷後の再構成画像、(c)は、サブセットサイズ M を5ピクセルとした際の変位ベクトルの絶対値を示している。この例では、変形前の画像と変形後の画像で、実際にひずみが異なっている。そのため変位ベクトルの絶対値が、画像全域で0になることはない。また、変位の分布は連続的に変化すると考えられるので、計算が正しければ変位ベクトルは、滑らかに変化するものと考えられる。 Ag_3Sn 相などの特徴点の周辺では、変位ベクトルの絶対値は滑らかに変化しており、計算が正しく行われているが、 $\beta\text{-Sn}$ 相のみが広がっている領域では、不連続な変化を示しており、正しく計算が行われていないことがわかる。

4.まとめ

SP- μ CTにより撮影した画像を用いて、変位ベクトルの

粗探索結果を評価したところ、 Ag_3Sn 相のような特徴点の周囲では、デジタル画像相関法によるひずみ計測を、比較的高い精度で行うことができる見通しが得られた。今後は、実際にひずみの計算を行って最終的な評価を行う必要がある。また、追加の実験を行い、計測したひずみに基にした熱疲労損傷の評価手法を開発を進める予定である。

参考文献

- 1) Uesugi, K. et al., *Nucl. Instr. Method*, Sec. A, Vol. **467-468**(2001), pp. 853-856.
- 2) 釣谷浩之ほか, 機械学会論文集(A), Vol.**75**, No.755(2009), pp. 799-806.

謝 辞

本研究における SP- μ CT を用いた放射光実験は、公益財団法人高輝度光科学研究センターの支援（研究課題番号:2012B1490）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：放射光マイクロ CT、デジタル画像相関法、ひずみ計測、非破壊評価、熱疲労損傷

Development of 3D Strain Measurement Method by Synchrotron Radiation X-Ray Microtomography System

Hiroyuki TSURITANI, Toshihiko SAYAMA* (Toyama Industrial Technology Center),
Takeshi TAKAYANAGI, Yoshiyuki OKAMOTO (COSEL Co., Ltd.),
Kentaro UESUGI (JASRI) and Takao MORI (Toyama Prefectural University)

In this work, a strain measurement of flip chip bumps based on synchrotron radiation CT images by using digital image correlation method was investigated. Two types of images were used as deformed images. The first image is a shot of an undeformed bump under the same condition. The second image is a shot of a deformed bump via thermal cyclic tests. The deformation vectors of these images measured by rough search show the possibility of strain measurement by digital image correlation method based on synchrotron radiation CT images.

色素増感太陽電池酸化チタン膜の微細構造評価

電子技術課 角田龍則 二口友昭

1. 緒言

太陽光発電は、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増加しており、近年のエネルギー供給源の多様化に従って、民生用やメガソーラー施設などの新たな市場も拡大している。その中で色素増感太陽電池(DSSC)は次世代の太陽電池として期待されており、意匠性が高いこと、軽量化が可能であること、将来的に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おこなわれている。しかし、その変換効率はセル単位で12%、モジュールで8%程度であり、一般に普及しているシリコン系太陽電池には及ばない。現在、セル単位で15%を超えるDSSCを作製することが主要な課題となっている。

本研究では、DSSCの光電気変換効率向上を目的として、その電極である酸化チタン膜微細構造の検討をおこなった。焼成後の酸化チタン膜の空孔率や比表面積および有機物の残さ測定から膜の評価を行い、加工条件の最適化を行った。最後にDSSCを作製しその変換効率を評価した。

2. 使用材料および評価内容

透明電極であるFTO膜付のガラス基板に酸化チタン粒子20nmのペーストを印刷塗布し、所定の温度で焼成して厚さ数十μmの酸化チタンの膜を形成した。

作製した膜を集めイオンビーム加工機(FIB)により断面加工し透過型電子顕微鏡(TEM)により観察をおこなった。また、酸化チタン膜の細孔分布、比表面積およびHV硬度を測定した。

3 試験結果および考察

3.1 焼成温度の影響

Fig.1はFIBにより断面加工した酸化チタン膜のTEM画像を示す。すべての焼成温度条件において粒子が接続しているようすが確認できる。焼成温度を450°Cから600°Cへ上げていくと2次粒子が形成され、粒子径が大きくなっていることがわかる。次に、この酸化チタン膜の細孔分布を測定した。細孔分布用のサンプルはガラス基板にペースト状の酸化チタンを印刷焼成したもので、mm角にカットし、定容量式ガス吸着法によりメソポア細孔分布および比表面積を測定した。Fig.2は、それぞれ

の温度で焼成した酸化チタン膜のメソポア細孔分布をしめす。

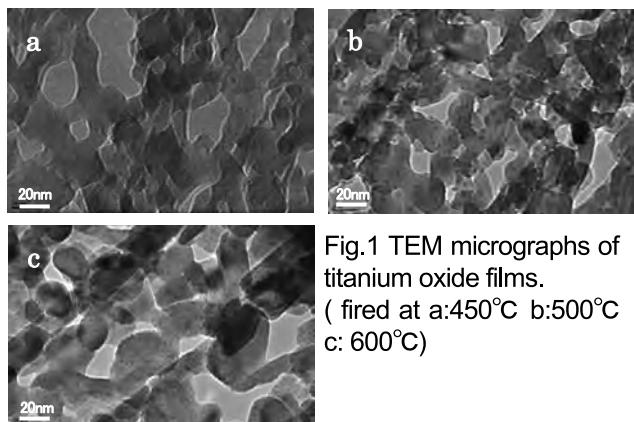


Fig.1 TEM micrographs of titanium oxide films.
(fired at a:450°C b:500°C
c: 600°C)

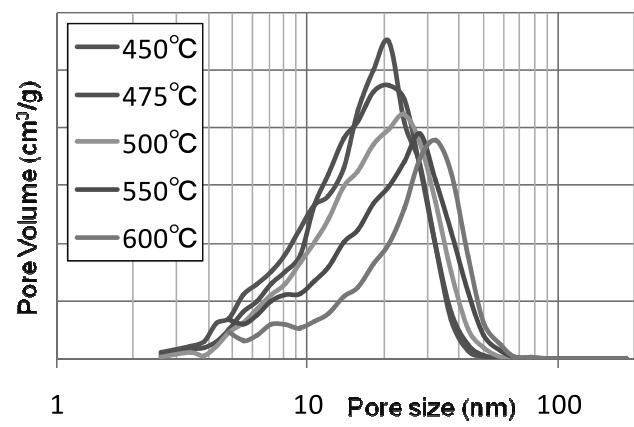


Fig. 2 Pore size distributions of the titanium oxide films under different firing temperature.

450°C焼成の酸化チタン膜では細孔径が20nmのところに分布のピークがあり、焼成温度を上げるにしたがって、細孔直径のピーク位置が大きくなったり。また、細孔体積が減少し、細孔数が少なくなったり。さらに、膜の硬度を、マイクロビックカース硬度計により測定した。最後に、太陽電池セルを作製しその変換効率をI-V測定器(AM1.5, 100mW/cm²)を用いて測定した。

Table 1は焼成温度での膜の硬度と比表面積およびその膜を使用した太陽電池の変換効率をしめす。焼成温度の上昇にともなって、硬度が上昇し、比表面積が減少し、変換効率が上昇していることがわかる。膜は細孔の体積が減少することで密度がまし、固くなっていく、さらに細孔が減少しているため比表面積は小さくなっている。しかし、変換効率は改善されている。これは、焼成温度の上昇にともない粒子同士のネッキングが進行し密度があがったため酸化チタン表面を拡散する電子経路が短く

なり通り易くなつたため、つまり電子拡散係数が増加したためだと考えられる。

Table 1 Vickers hardness, surface area, and photovoltaic performance of the DSSC with titanium oxide films under different firing temperature.

焼成温度(°C)	450	500	550	600
ビッカース硬度(HV)	28	30	32	35
比表面積(m ² /g)	108	95	81	72
変換効率(%)	7.1	7.3	7.7	8.1
短絡電流(mA)	12.7	13.8	13.8	14.7
解放電圧(V)	0.80	0.79	0.81	0.80
フィルファクター	0.70	0.67	0.69	0.69

3.2 ペースト中の酸化チタン粒子径の影響

次に、ペースト中の粒子径を変更した印刷用ペーストを、同じように薄膜加工して断面観察を行つた。Fig.3 はその酸化チタン膜の断面 TEM 画像を示す。

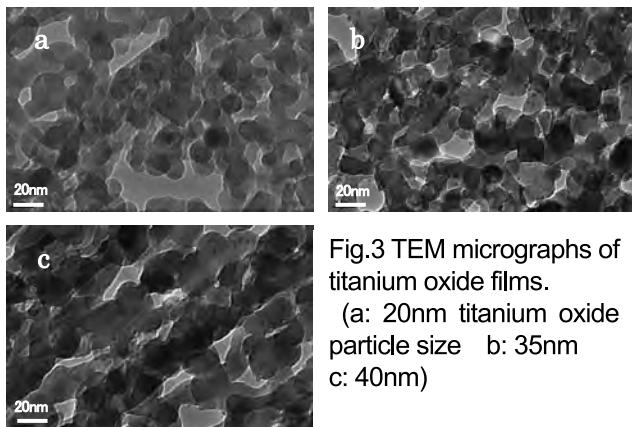


Fig.3 TEM micrographs of titanium oxide films.
(a: 20nm titanium oxide particle size b: 35nm c: 40nm)

焼成温度は 500°C とした。すべての膜において、1 次粒子の接続が確認できる。Fig.4 は、膜の細孔分布を示す。粒子径が増加すると、細孔分布も増加している。Table 2 はそれぞれの酸化チタン粒子での膜の細孔分布のピーク直径、硬度、比表面積およびその膜を使用した太陽電池の変換効率を示す。酸化チタンの径を大きくすると、硬度は減少し、比表面積はわずかに減少、変換効率は改善される傾向があった。これは、焼成温度の上昇と同じように、表面積の減少によって酸化チタン表面を電子経路が短くなり導通しやすくなつたためである。

キーワード：色素増感太陽電池、焼成温度、酸化チタン粒子、細孔分布、硬度

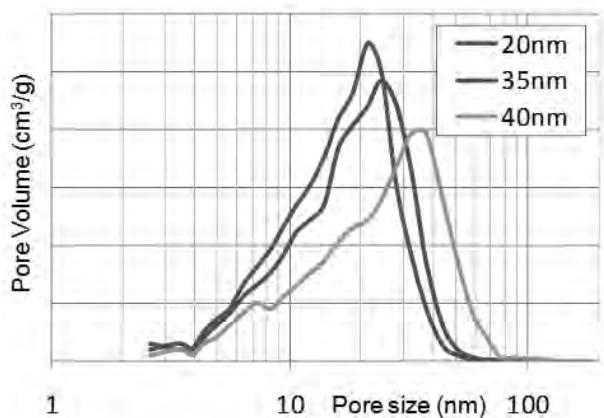


Fig. 4 Pore size distributions of the titanium oxide films under different particle size.

Table 2 Vickers hardness, surface area, and photovoltaic performance of the DSSC with titanium oxide films under different particle size.

酸化チタン粒子径(nm)	20	35	40
ビッカース硬度(HV)	47	39	29
比表面積(m ² /g)	102	98	79
変換効率(%)	7.1	7.2	8.1
短絡電流(mA)	14.3	14.7	15.7
解放電圧(V)	0.73	0.73	0.76
フィルファクター	0.68	0.67	0.68

4. 結言

ガラス基板に印刷、焼成した酸化チタン膜を断面加工しその構造を観察し、膜の諸特性を評価した。

- ・焼成温度、酸化チタン粒子径によって変換効率が改善されることを確認した。
- ・高い変換効率が得られる条件として粒子の接続状態、比表面積が小さいこと、細孔直径が大きいことなどがあげられた。
- ・DSSCの電極の酸化チタン膜は、成膜条件によってその構造が敏感に変化し、色素の吸着状態や電子の通りやすさが変わるために、加工ごとに膜への影響を評価して、変換効率を改善していくことが重要であることがわかった。

The microstructure of titanium oxide films for dye-sensitized solar cells

Electronic engineering section; Tatsunori KAKUDA and Tomoaki FUTAKUCHI

In this study, we evaluated the surface area, pore size distribution, and electrical characteristics of titanium oxide films formed under different firing temperature and titanium oxide particle size. In addition, we examined the microstructure of the titanium oxide films by forming cross-sectional surfaces. We measured the conversion efficiency of the DSSC and considered the influence on photo-electricity conversion efficiency. The surface area and pore size distribution of the titanium oxide films strongly influenced the conversion efficiency of the dye-sensitized solar cell.

薄板曲げ加工用サーボシステムの開発

機械システム課 金森直希

企画管理部 佐山利彦^{*1}

1. 緒言

近年、サーボプレス機やサーボベンダーなどサーボ式塑性加工機が登場し、多様かつ精密な塑性加工ができるようになってきた。このような塑性加工機械は、様々な材質のより大きな（より小さな）ワークに対してより複雑な加工をより精度よく行うことが求められているが、加工誤差の低減が大きな課題となっている。加工誤差を十分に低減することができれば、加工機のNC化も期待できる。

そこで、本研究では、金属薄板の曲げ加工を行うサーボシステムを題材として取り上げ、サーボ制御による曲げ加工中に制御動作を随時補正することによって加工誤差を低減する制御手法および装置構成の開発を目指すこととした。本報告では、開発の最初の段階として、サーボ制御時に加工誤差を生み出すと考えられる主な要因について、二次元および三次元の非線形解析を用いた曲げ加工シミュレーションにより調べた。

2. 対象とする加工システムおよび解析方法

本研究で対象とする加工システムの概要をFig. 1に示す。下金型の上に置かれたワーク板が押さえ金型によって押し付けられ（固定され）た後、曲げ金型がFig. 1の紙面下方へ移動することによって曲げ加工を実現する（しごき曲げではない）加工システムである。ワーク材を曲げた後、曲げ金型は上方へ戻り、押さえ金型は除荷される。本報では、金属薄板を下金型側へ90度に曲げるL字曲げのみを扱うこととした。

解析対象のワークはアルミニウム合金とし、加工硬化を有する弾塑性材料として定義した。ワーク材はFig. 2に示す塑性特性を有するものとした。下金型、押さえ金型、曲げ金型は剛体とし、ワークと各金型との間の摩擦は存在しないものとした。非線形構造解析ソフトには

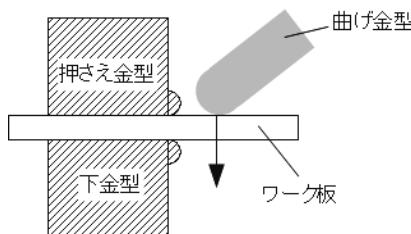


Fig. 1 対象とする曲げ加工の概略図

MSC Software 社製 Marc2012 を用い、有限要素モデルの作成、解析条件等の設定、解析結果の可視化・ハンドリングには同社製 Patran2012 を用いた。

3. 解析条件および解析結果

3.1 二次元解析

ワーク材のヤング率が加工工程後のスプリングバック量に大きく影響すると考えられる。そこで、ヤング率とスプリングバック量の関係を調べた。Fig. 3 に示す二次元モデルを作成し解析を行った。板厚を2mm、板の長さを65mmとした場合のヤング率とスプリングバック量の関係をFig. 4に示す。材料のヤング率が小さくなるほど、板厚が薄いほど、スプリングバック量が大きくなることがわかる。

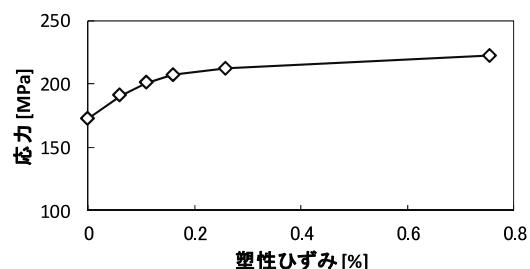


Fig. 2 ワーク材の塑性特性

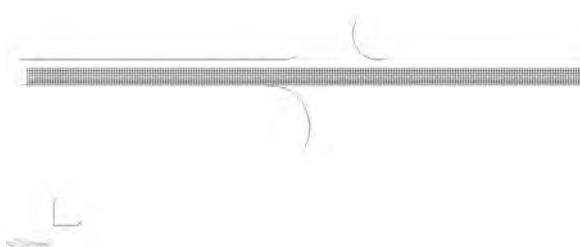


Fig. 3 二次元解析モデル

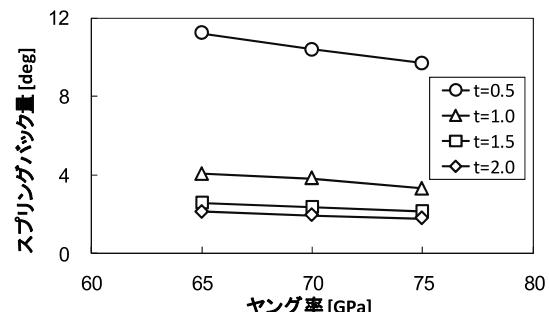


Fig. 4 ヤング率とスプリングバック量の関係

*1 現 電子技術課

3.2 三次元解析

実際の加工は三次元空間で行われるため、三次元空間におけるスプリングバックの特徴を調べた。板幅を60mm、板厚を5mmとした解析モデルをFig. 5に示す。対称性を考慮しているため解析モデルの板幅は30mmとなっている。図中右上側の隠れている面が対称面である。

加工後の変形の様子をFig. 6に示す。この図より、板は均一に曲がらず「そり」が発生していることがわかる（図中矢印の部分は「そり」の変位が大きく表れている部分を表す）。すなわち、スプリングバック量は板の端部と中央部で異なる。

3.3 材料異方性を考慮した解析

板材は、通常、材料特性に方向性があるため、ワーク材を加工機へ設置する際の方向によってスプリングバックの様子が異なることが推察される。そこで、それぞれの方向でヤング率が異なる材料特性を与えた場合の加工解析を行った。前節と同様に変形の様子をFig. 7に示す。Fig. 6と比べて「そり」の表れ方が異なることがわかる。

4. 結言

二次元および三次元の非線形構造解析を行うことにより、加工中のワーク薄板の挙動・状態を可視化することおよび加工誤差の大きな要因と考えられる現象を捉えることができた。薄板の曲げ加工を担うサーボ制御を補正して加工誤差を抑圧するには、(1)加工中にヤング率を推定して曲げ金型の押し込み量を随時補正すること、(2)「そり」による板幅方向の曲げ誤差（うねり）を何らかの方法で低減することが必要である。

以上の結果をもとに、今後、サーボ制御の補正法および装置構成の詳細を検討し、本研究で構築した曲げ加工シミュレーションモデルを制御対象とした制御シミュレーションを行ってサーボ制御の補正効果を確認していく。

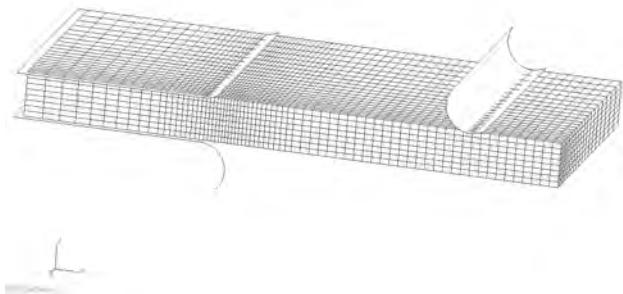


Fig. 5 三次元解析モデル

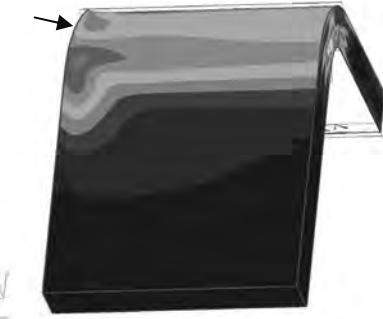


Fig. 6 変形図(等方性材料)



Fig. 7 変形図(異方性材料)

キーワード：金属薄板、曲げ加工、三次元解析、非線形構造解析、サーボ制御

Development of servo system for bending sheet metal

Mechanical System Section; Naoki KANAMORI and Toshihiko SAYAMA^{*1}

Development of a method of reducing machining error of the servo system for bending sheet metal are required. Primary cause of the bending error had been investigated using the non-linear analysis of two-dimensional and three-dimensional. As a result, we found that the difference between the thickness and Young's modulus can affect the spring back, and that the swell appears.

ナノインプリント焼成による電極パターンの形成に関する研究

電子技術課 丹保浩行* 横山義之 産学官連携推進担当 坂井雄一

1. 緒言

リソグラフィ技術（トップダウン）・結晶成長技術（ボトムアップ）の発展により、ナノ構造制御が実現され、高機能な光・電子ナノデバイスの開発が進められている。このようなデバイスを機能させるためには、低抵抗で精密なナノ金属電極を組み込む必要がある。現在、インクジェット方式やスクリーン印刷方式でナノ粒子を用いて作製されたパターンの幅は $10 \mu\text{m}$ である。一方、ナノインプリントリソグラフィ（NIL）は、直接ナノ粒子などの材料にモールドを押し込み¹⁾、モールドに刻まれたパターンの転写加工を簡便に行う技術であり、PMMA樹脂へ 10 nm の転写が実現されている。また、ナノ粒子は粒径が小さくなるにつれて、融点が低くなる特徴を持つ。そのため、金属ナノ粒子はバルクよりも低い温度で焼結させることができる。本研究では、Siモールド用いて、ナノ粒子溶液へのパターン転写加工から、ナノ粒子の焼結までを行い、精密な金属電極パターンの形成を試みた。

2. 実験方法

Agナノ粒子の粒径が 10 nm 、固体分濃度が 58.0% のナノメタルインクを用いた。AgナノメタルインクをSi基板上に滴下した後、スピンドルコートを用いてAgナノメタルインク膜を形成した。引き続き、ホットプレート上で 70°C の乾燥を行い、Agナノ粒子溶液膜を作製した。ナノインプリントに用いるモールドには離型剤を塗布した。

3. 実験結果および考察

3.1 Ag 薄膜

スピンドルコート回転速度 1000 rpm で作製されたAgナノ粒子溶液膜を電気炉で 60 分間の焼成を行った。Ag薄膜の体積抵抗率は、四探針法で得られる値に補正係数 4.532 をかけることにより求めた。焼成温度が 250°C 、 300°C のとき体積抵抗率は $3.9 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ 、 $3.6 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ であり、Agバルク ($1.59 \mu\Omega\cdot\text{cm}$) の約 2 倍となることを確認した。

3.2 Ag パターンの焼成温度依存性

スピンドルコート回転速度 1000 rpm で作製されたナノ粒子溶液膜に Si モールドを 80°C 、 3 MPa 、10 分間押圧して、

ナノパターンを形成した。引き続き、電気炉で 250°C 、 300°C で 1 時間焼成した。焼成後の Ag パターンの走査型電子顕微鏡 (SEM) 像を図 1 に示す。焼成温度が 250°C のとき、線幅 380 nm 、パターン高さ 470 nm 、残膜厚さ 220 nm の精密なパターンが観察される（図 1(a)）。このパターンは、モールドに対して線幅が 24%，高さが 53% 減少している。さらに、Agナノ粒子の粒成長も観察できる。一方、焼成温度が 300°C のとき、パターンは粗い（図 1(b)）。したがって、金属ナノ粒子溶液を焼成すると、有機成分の蒸発およびナノ粒子の拡散が生じ、ある温度以上になると、拡散距離が増大され、パターンは粗くなると考えられる。

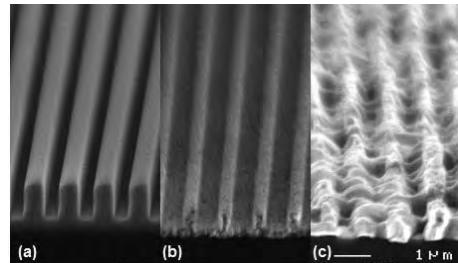


図 1 NIL を用いて作製した Ag パターンの鳥瞰 SEM 像。

(a)焼成前、(b)焼成温度 250°C 、(c)焼成温度 300°C 。

3.3 ナノインプリント焼成による Ag パターン形成

図 2 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。Agナノ粒子溶液膜にモールドを 80°C 、 3 MPa 、10 分間押圧して、ナノパターンを形成した。引き続き、モールドを 0.06 MPa で Agナノ粒子溶液に押し当てながら 300°C で 30 分間焼成を行った。

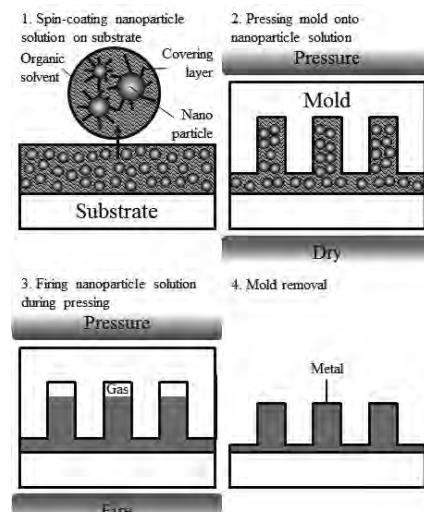


図 2 熱ナノインプリントで作製される焼成体の概念図。

*1 現 商工企画課

図3に300°Cでナノインプリント焼成されたAgのSEM像を示す。図3(a)の鳥瞰図および図(b)の断面図より、平坦なラインパターン表面が観察される。さらに、図3(c)からはドットパターンが形成されていることが分かる。いずれのパターンからも粒成長したAgが観察され、モールドに刻まれたパターン幅の500 nmに従う精密な電極パターンが形成されている。

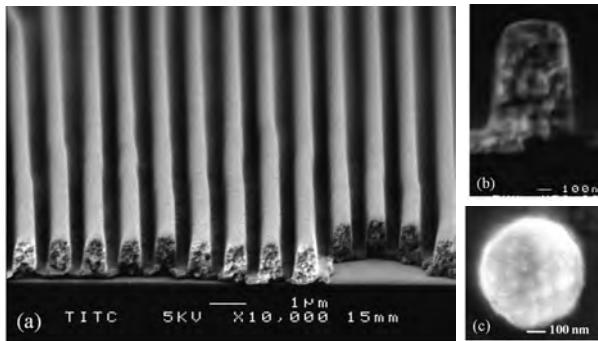


図3 热ナノインプリント技術で作製されたAgのSEM像。

ナノ粒子は被覆剤で覆われているため、凝集が抑制され溶媒中に安定に分散している。ナノインプリント中に加熱を行い、ナノ粒子から被覆が解離することで、ナノ粒子はモールドおよび基板によって制限された空間で、徐々に凝集していく。一方、有機物はモールドの端から大気中に徐々に蒸発していく。一部のガスは、モールドとナノ粒子溶液の間に残留して圧縮され、ナノ粒子溶液を押している。このようにして、ナノ粒子溶液から金属が形成される。したがって、ナノインプリント焼成により作製されるパターンは精密になると考えられる。

図4にAgのX線回折スペクトルを示す。NIL後のAgナノ粒子溶液パターン(図4(a))からはAg(111)の回折ビ

ークが観察される。このブロードなピークは、分散剤で覆われた粒径が10 nmのAgナノ粒子からの回折を示している。これに対して、60分間の電気炉焼成(図4(b))あるいは30分間のナノインプリント焼成(図4(c))が行われたAgパターンからは、Ag(111)とAg(200)の回折ピークが観察される。Agナノ粒子溶液の焼成を行うとテトラデカンや分散剤などの有機物が脱離して、Agナノ粒子が焼結して粒成長するため、Agパターンの結晶性は改善されるのだと考えられる。

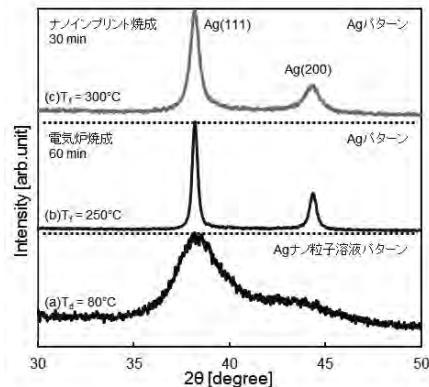


図4 AgのX線回折スペクトル。

4. 結言

熱ナノインプリント技術を用いて、ナノ粒子溶液へのパターン転写加工から、ナノ粒子の焼結までを行った。NIL後のAgナノ粒子溶液パターンをある温度以上で電気炉焼成したときはパターンが粗くなるが、ナノインプリント焼成したときは精密なナノ電極パターンが形成できることが分かった。

「参考文献」

- 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、粒成長

Research on fine pattern formation and device application

Hiroyuki TAMBO*, Yoshiyuki YOKOYAMA and Yuichi SAKAI

A nanoimprint firing process was investigated to create precisely-patterned functional materials. Metal nanopattern was formed from the firing of nanoparticle solutions during direct nanoimprinting. The post-nanoimprint pattern was fired in an electric furnace to sinter the Ag nanoparticles. It was found that when the Ag nanoparticle solution pattern was fired at 250°C, the precise electrode pattern was formed and grain growth of Ag nanoparticles occurred. With the increase of firing temperature, the dimensions of line pattern were decreased. Then, the pattern was roughened when the nanoparticle solution pattern was fired at 300°C. On the other hand, we also found that when nanoparticle solution was fired at 300°C during direct nanoimprinting, the precise nanopattern was fabricated.

粒子配列によるパターン形成とデバイスへの応用

機械システム課 本保栄治 電子技術課 角田龍則

1. 緒言

サブミクロンサイズの構造体は、その構造と整合する光機能素子やバイオデバイスへの応用が検討されている。そのパターン形成には、電子線描画が利用されているが、高コストであり、また大きな素子を作製することは困難である。一方、反射防止や太陽電池のテクスチャ構造など周期的パターンによる光散乱を利用して機能する材料もある。そこで、光機能をもつ大面積なデバイスの作製を目的として、微粒子を単層で高い被覆率に配列することにより周期構造の形成を試みた。

本研究では、サブミクロンサイズのコロイダルシリカ溶液を引き上げ法により配列し、これをマスクとして陽極酸化法によりパターン形成を行ったので、その概要を報告する。

2. 実験方法

2.1 使用材料

粒子配列のための材料として、平均粒径 $0.18\mu\text{m}$ および $0.44\mu\text{m}$ のコロイダルシリカ（日産化学工業(株)製）を用いた。これを、エタノールで SiO_2 の重量濃度 5~15%に希釈して、コーティング溶液とした。また、オルトケイ酸テトラエチル（以下、TEOS）を TEOS : 純水 = 1 : 4 の容積比で加えた溶液も準備した。

2.2 試験および測定方法

コロイダルシリカを配列した薄膜は、ディップコート法によって、スライドガラス基板に形成した。準備したコーティング溶液を湿度 5%以下のデシケータ中で引き上げ装置（アイデン製）によって、引き上げ速度 10~50 $\mu\text{m/sec}$ でコートし、90°Cで 30 分乾燥して薄膜を形成した。また、陽極酸化を行うために、スライドガラスに RF スパッタリング装置（アネルバ製 SPF-332H）によって、膜厚 $0.1\mu\text{m}$ の NiCr、さらに膜厚 $0.2\mu\text{m}$ のアルミニウム（Al）薄膜を積層したものにコロイダルシリカ薄膜を形成した基板を準備した。陽極酸化は、この基板を陽極、ステンレス板を正極として、0.3M シュウ酸中で DC 電圧 40V の条件で行った。得られた試料の表面を走査電子顕微鏡（SEM）（日本電子製 JSM-6301F）により、観察することによって評価した。

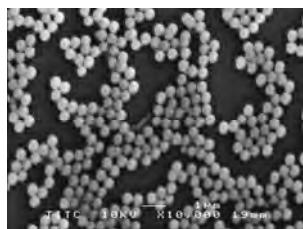
3. 実験結果および考察

Fig. 1 は、粒径 $0.44\mu\text{m}$ のコロイダルシリカの SiO_2 濃度 10wt%の溶液を用いて、 $500\mu\text{m/sec}$ と $80\mu\text{m/sec}$ でコートした表面の SEM 像である。 $80\mu\text{m/sec}$ の方が被覆率は高く、粒子配列は引き上げ速度と関連している。引き上げ法では、引き上げ速度と膜厚に相関があるため、粒子の配列に影響を与えると考えられる。Fig. 2 は、粒径 $0.18\mu\text{m}$ のコロイダルシリカ 10wt%の溶液を用いて、引き上げ速度 $20\mu\text{m/sec}$ と $10\mu\text{m/sec}$ でコートした表面の SEM 像である。粒径により、被覆させるための最適な引き上げ速度が異なる。Fig. 3 は、粒径 $0.18\mu\text{m}$ のコロイダルシリカ溶液の SiO_2 濃度 5wt%と 8wt%溶液を用いて、引き上げ速度 $20\mu\text{m/sec}$ でコートした表面の SEM 像である。いずれも、被覆率は低い。自己整列に最適な濃度条件は狭く、粒子は急に凝集することがわかる。粒径 $0.18\mu\text{m}$ のコロイダルシリカ溶液を用いた場合、 SiO_2 濃度 10wt%、引き上げ速度 $20\mu\text{m/sec}$ でのコートが最もよい条件であった。Fig.4 は、粒径 $0.18\mu\text{m}$ のコロイダルシリカ 8wt%に TEOS 4.0%を加えた溶液を用いて、引き上げ速度 $20\mu\text{m/sec}$ でコートした表面の SEM 像である。TEOS を加えることにより、より低濃度で高い被覆率が得られる。また、この微粒子は付着強度が高い。

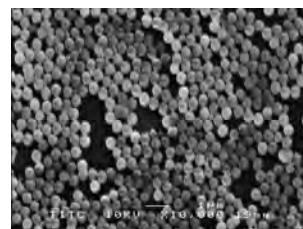
次に、Fig. 5 は Al 薄膜上に粒径 $0.18\mu\text{m}$ のコロイダルシリカ 5wt%溶液、さらに TEOS 4.0%を加えた溶液を用いて、引き上げ速度 $20\mu\text{m/sec}$ でコートした表面の SEM 像である。Al 薄膜上では、ガラス基板上と比較して最適な濃度、引き上げ速度の条件が異なる。Fig. 6 は、コロイダルシリカ被覆された Al 薄膜を DC 電圧 40V で陽極酸化した表面の SEM 像である。Fig. 6(a) は、周期的なピットが形成され、規則性の高い陽極酸化が行われたことを示す。しかしながら、そのピッチは单層粒子の空隙間隔よりも狭く、これは粒子が積層して空隙の間隔が狭くなったためと考えられる。Fig. 6(b) は、TEOS を加えることによって、单層粒子の空隙間隔に近い規則的なピットが形成されている。また、TEOS を加えることにより陽極酸化が開始する電圧も高くなる。これは单層粒子に薄い絶縁膜が形成されたためであると考えられる。

4. 結言

コロイダルシリカで被覆した Al 薄膜を陽極酸化することにより、周期構造を形成することができた。これを光の散乱を利用した機能材料への応用を目指す。

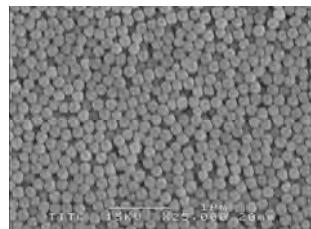


(a) 500μm/sec

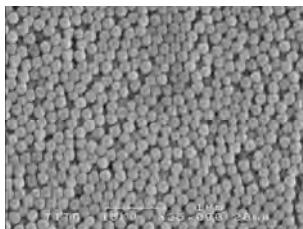


(b) 80μm/sec

Fig.1 SEM Image of silica thin films dipped at the speed of 500μm/s and 80μm/s from a solution in the concentration of 10wt% colloidal-silica with a diameter of 0.44μm

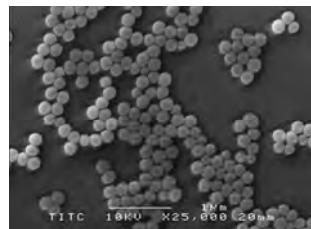


(a)20μm/sec

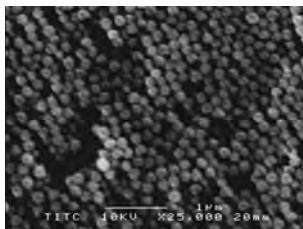


(b)10μm/sec

Fig.2 SEM Image of silica thin films dipped at the speed of 20μm/s and 10μm/s from a solution in the concentration of 10wt% colloidal-silica with a diameter of 0.18μm



(a)5wt%



(b)8wt%

Fig.3 SEM Image of silica thin films dipped at the speed of 20μm/s from a solution in the concentration of 5wt% and 8wt% colloidal-silica with a diameter of 0.18μm

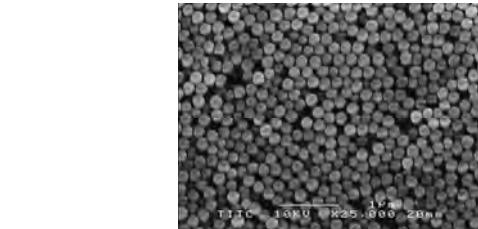
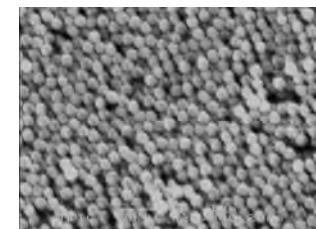
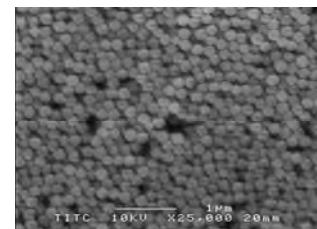


Fig.4 SEM Image of silica thin films dipped at the speed of 20μm/s from a solution in the concentration of 8wt% colloidal-silica with a diameter of 0.18μm, added TEOS

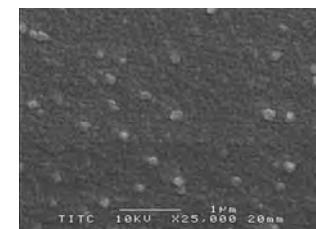


(a)no TEOS

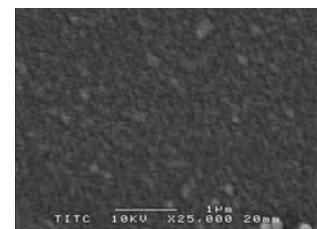


(b)added TEOS

Fig.5 SEM Image of silica thin films dipped at the speed of 20μm/s on Aluminum thin films from a solution in the concentration of 5wt% colloidal-silica with a diameter of 0.18μm, added no TEOS and added TEOS



(a)no TEOS



(b)added TEOS

Fig.6 SEM Image of anodic Aluminum oxide films coated silica thin films dipped from a solution in the concentration of 5wt% colloidal-silica, added no TEOS and added TEOS

キーワード：周期構造、コロイダルシリカ、引き上げ法、陽極酸化、光機能

Formation of Periodic Pattern by Ordered Particles and Applications for Optical devices

Mechanical System Section; Eiji HONBO and Electronic Engineering Section; Tatsunori KAKUDA

Silica thin films were dip-coated on glass substrates at the speed of from 10 to 500μm/sec for the arrangement. The coating solution was prepared by colloidal-silica with a diameter of 0.18μm and 0.44μm, in the concentration of from 5 to 15wt%, and moreover added tetraethyl orthosilicate (TEOS). The structure of the films was observed by Scanning Electron Microscope (SEM). Further, aluminum thin films coated colloidal-silica film was anodized at 40V, in oxalic acid concentration of 0.3M. As a result, the periodic pattern was formed by anodizing an aluminum thin film coated colloidal-silica film added TEOS.

塗装仕上がり状態自動評価システムの開発

機械システム課 金森直希 株式会社トップ工業 田畠知三^{*1}、奥山泰男、高橋 洋

1. 緒言

部品などへの塗装終了後の検査工程における塗装仕上がり状態の評価や良否判定は、熟練作業者の官能検査に頼っているのが現状であり、塗装不良品の検出漏れや個人差による品質不安定が問題となっている。本研究では、この問題を解決するために、一定品質で塗装不良の検出を可能とする塗装仕上がり状態自動評価システムの開発に関する研究を行うこととし、(1)塗装不良撮影技術、(2)塗装不良検出のための画像処理アルゴリズム、および(3)システム構成の3項目の要素技術について検討した。

2. 塗装不良撮影技術

本研究で対象とする塗装物は、単一平面的な物体ではなく、平面や曲面から構成される三次元的な物体である。このような物体をカメラにより撮影する場合、実際の画像は、カメラ、照明、および物体の幾何学的関係により著しく異なることは容易に推察される。非平面的で複雑な形状を有する検査対象物内に存在する塗装不良箇所をより鮮明に捉えることが求められる。

そこで、高品質でかつ後述の画像処理アルゴリズムを適用しやすい画像の取得に必要な撮影条件を検討した。実際の塗装部品を使用して、カメラの位置・姿勢、照明の種類・位置・姿勢、対象物の設置場所など撮影実験を繰り返し、複数の塗装不良の種類に対応できる撮影条件を見出すことができた。

3. 塗装不良検出のための画像処理アルゴリズムの試作

塗装仕上がり状態の合否を判定するためには、塗装不良部位の撮影画像に現れる特徴を検出した後、検出結果を評価・判定することが必要である。本年度においては、前者のみ検討を行った。前述の撮影技術により複数の塗装不良種類の画像を撮影し、それらの画像を対象として、塗装不良を検出するオフラインの画像処理アルゴリズムを試作した。アルゴリズムの検討・試作には制御・信号処理分野の研究開発で広く用いられている対話型数値計算ソフトウェア MATLAB および数式処理ソフトウェア Maple を用いた。試作アルゴリズムによる塗装不良部の検出試験を行った結果、得手不得手はあるものの複数の不良種類に一つのアルゴリズムで対応できること、および明るさにある程度のムラがある場合や不良部位の大きさや形状がある程度異なる場合にも検出できることが分

かった。撮影画像例およびその画像を試作アルゴリズムに入力した際の出力画像例をそれぞれ Fig. 1、Fig. 2 に示す。これらの図より、画像の中心部分と右部分に存在する仕上がり状態不良を検出できている（ここでは Fig. 2 の白い部分が不良を表している）ことがわかる。

4. システム構成の検討

将来的に塗装仕上がり状態自動評価システムを製造工程へ設置・導入することを考慮し、低価格カメラや汎用 PC を用いる実時間画像処理システムを検討することとした。実時間処理化への足掛かりとして、本画像処理アルゴリズムの並列処理を行った。GPU (グラフィック・プロセッシング・ユニット)の計算能力を活用することで非並列処理時と比較して数倍以上の処理速度を得られることがわかった。

5. 結言

塗装仕上がり状態を自動評価するシステムを構築するための要素技術を検討・開発した。塗装不良の状態や明るさのムラなどに対して堅牢な画像撮影技術および画像処理アルゴリズムを試作することができた。

実用化のためには、塗装良否の自動判定アルゴリズムの開発、アルゴリズムの実時間処理化、実時間処理のためのシステム構成を検討する必要がある。



Fig. 1 Example of painting defect.

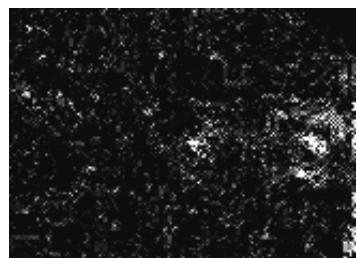


Fig. 2 Image processing result of painting defect

*1 現 株式会社 TJC

低成本・高効率 CIGS 太陽電池の開発

機械システム課 本保栄治 電子技術課 丹保浩行^{*1} 企画管理部 企画情報課 寺澤孝志
(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、4元系化合物半導体[Cu(InGa)Se₂]（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薄膜を一括作製した。これは、一般的なCIGS薄膜の成膜法である多元蒸着法やセレン化法に比べ、工程が格段に減り、CIGS太陽電池の低成本化が見込まれる。CIGS薄膜の組成、結晶性を評価し、このCIGS薄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

2.1 CIGS薄膜の作製と評価方法

CIGS薄膜の作製は、RFスパッタリング装置(ULVAC製SH-250)により行った。スパッタリング条件をTable 1に示す。スパッタリングに使用したCIGSターゲットは真空ホットプレスにより作製した。得られた膜厚1μmのCIGS薄膜について、X線回折(BrukerAXS製D8DISCOVER)により結晶性、およびEPMA(日本電子製JXA-8800RL)により組成を評価した。

Table 1 Sputtering conditions

Target	CIGS plate(Φ75mm)
Ar Gas Pressure	2.7×10^{-1} Pa
RF Power	100W
Substrate Temp.	RT~350°C

2.2 CIGS太陽電池の作製および測定方法

CIGS太陽電池は、表面にMo電極(膜厚0.5μm)が形成された50mm角のガラス基板にCIGS(膜厚0.33μm)、CdS(膜厚1.0μm)、ZnO(膜厚0.21μm)、ITO(膜厚0.44μm)透明電極の順にRFスパッタリングにより作製した。電池構造をFig.1に示す。

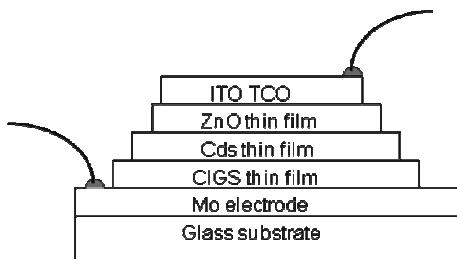


Fig. 1 Schematic diagram for construction of a CIGS solar cell

*1 現 商工企画課

作製したCIGS太陽電池を分光感度測定装置(分光計器製CEP-25BX)により、AM1.5、照射光強度100mW/cm²、受光面積1cm²の条件で変換効率など電池特性を評価した。

3. 実験結果および考察

CIGS薄膜の結晶型は、CIGS単相で(112)に配向していた。基板温度の上昇とともにピークの半値幅が小さくなり配向性が強くなった。CIGS薄膜の組成をTable 2に示す。基板温度の上昇とともにCu濃度が高くなり、Se濃度が低くなかった。

Table 2 The nominal composition of CIGS thin films

(unit:at%)

Temp. \	Cu	In	Ga	Se
RT	19.1	18.3	11.7	50.8
250°C	28.5	19.9	9.1	42.5
350°C	38.5	17.3	6.5	37.7

Fig. 2は、アノード中央部で成膜した場合(Center)と中央部から避けながら成膜した場合(Offset)のCIGS太陽電池の電池特性である。アノード中央部を避けながら成膜することにより、太陽電池特性が得られた。これは、スパッタ時のダメージが軽減されたためと考えている。

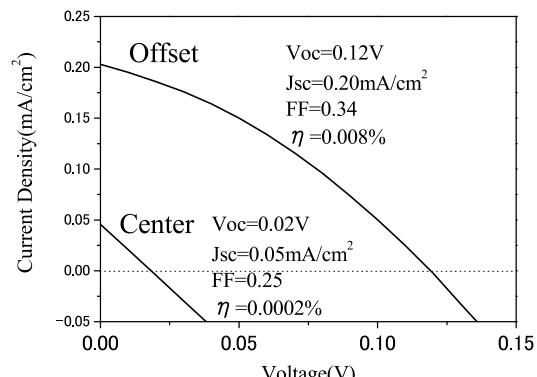


Fig. 2 Current density vs. voltage curves for CIGS solar cells

4. 結言

スパッタリングによる一括作製で太陽電池特性を得ることができた。さらに、膜厚等を最適化することにより、変換効率の向上を行う。

リチウムイオン電池向けバインダーの開発

電子技術課 角田龍則 二口友昭 機械システム課 本保栄治

日産化学工業株式会社 坂本力丸 境田康志 水落龍太

1. 緒言

本研究では、リチウムイオン 2 次電池用新規バインダーを開発するための評価技術を検討した。バインダーは、充放電によって膨張収縮する活物質を電極基板に接着させる機能を求める材料である。また、できるだけ少ない量で正極負極材活物質および導電補助材を繋ぎ止めることが求められる。まず、代表的なリチウムイオン電池用バインダーであるポリフッ化ビニリデン (PVdF) を用いて 2 次電池セルを作製し、その加工条件や導電補助材が充放電特性に与える影響を評価した。

2. 実験方法

2.1 電極作製

リチウムイオン 2 次電池用正極を作製した。材料はコバルト酸リチウム、PVdF、導電補助材（アセチレンブラック AB、カーボンナノファイバ CNF）を使用した。材料の混合には、遊星ミルを使用し、ハンドコーティングアルミ箔電極に塗布したのちプレスで加圧し成膜をおこなった。最後に 120°C で 8 時間真空乾燥をおこなって正極を作製した。

2.2 充放電特性結果

PVdF および導電補助材添加量を変えて電極を成膜し、充放電特性（容量およびサイクル特性）や体積抵抗率を測定した。PVdF および CNF の添加量の充放電特性への影響を評価した。負極はリチウム金属、電解液は EC : DEC(1 : 1)、電解質は LiPF₆(1mol/L)を使用した。Fig.1 はバインダー添加量を変更した放電曲線の変化を示す。

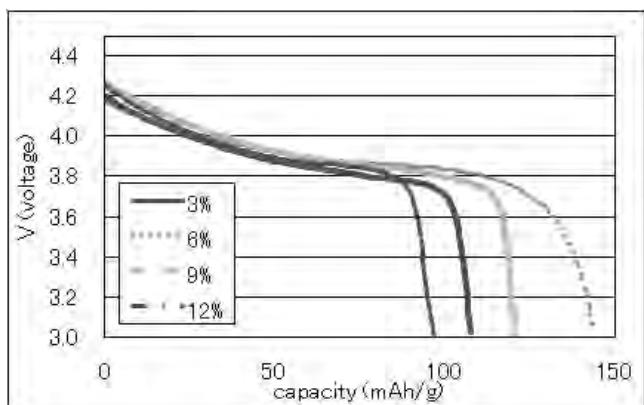


Fig. 1 Discharge curves of LiCoO₂ at various ratio of the PVdF binder weight.

バインダー添加量 6% の時にもっとも高い容量を示した。しかし、徐々になだらか曲線となり、出力電圧の低

下がみられた。

次に Fig.2 は CNF 添加量を変更した放電曲線の変化を示す。導電補助材の CNF:AB 比率が 1:3 の時、もっとも電圧降下が小さくプラトー領域の大きい曲線が得られた。

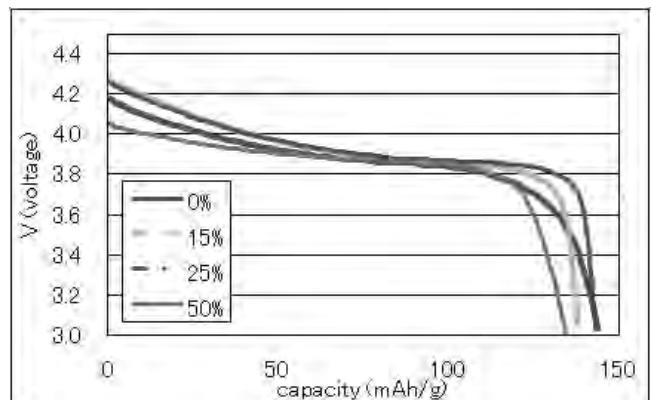


Fig. 2 Discharge curves of LiCoO₂ at various ratio of the CNF weight.

2.3 断面加工と画像観察

FIB により膜の断面加工をおこない断面画像から樹脂の充填状態を観察した。Fig.3 は正極の断面画像をしめす。プレス圧が大きい場合、正極活物質である LiCoO₂ が密着し、周囲にバインダーが充てんされ、より空孔が少なく緻密な構造をしていることがわかる。

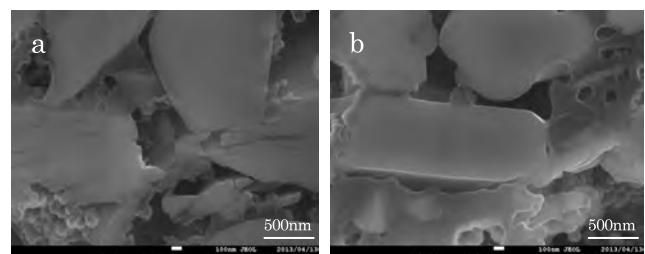


Fig. 3 SEM micrographs of positive electrode films
(a:pressed at 400 kgf/cm² b:pressed at 2500kgf/cm²).

プレス圧を変更したサンプルの充放電特性を測定したところ、400kgf/cm² では 143mAh/g、2500kgf/cm² では 156mAh/g であった。プレス圧をあげ、より密度の大きい緻密な膜の場合に高容量をしめすことが確認できた。

3. まとめ

バインダー添加量は最適な値が存在し、今回のプレスによる作製方法の場合、6%の条件でもっとも高い容量をしめした。また CNF 添加量も導電補助材の 25%程度がきれいな矩形の放電曲線をしめすことがわかった。最後にプレス条件を変え、緻密な膜で放電容量が増加することを確認した。

天井パネルの吸音特性改善に関する研究

機械システム課 羽柴利直、金森直希

生活工学研究所 石割伸一

株式会社トヨックス 田中智明、松澤潤一

1. 緒言

熱伝導性に優れた新素材を用いた天井パネルの製品化においては、この新素材の構造的特性や天井パネルへの適用方法、天井パネルの構造の変更による吸音特性の違いの評価をとおして、天井パネル全体の吸音性能を向上させることが必要である。ここで、新素材単体の吸音特性の評価を行うためには、評価試験装置に合わせた試料作製が必要であるが、この新素材は非常にもらく、試料の作製および測定が困難であるという問題がある。

そこで、本研究では、この新素材の吸音特性評価試験方法および試料作製方法の検討を行い、天井パネルの吸音特性の改善のため、新素材の構造による吸音特性の違いの評価に取り組んだ。

2. 実験方法

2.1 吸音特性の評価方法の検討

素材の入手の制約、測定周波数範囲、試料の加工条件等の観点から、比較的小さなサイズの試料で低周波数範囲の測定が可能な垂直入射吸音率の測定を選定した。

2.2 試料作製方法

垂直入射吸音率測定に用いる試料は、測定周波数範囲に応じた内径、マイクロホン間隔の音響管にて測定するための円柱状試料に切り出すことが必要である。本研究で評価対象としている新素材は非常にもらく、精度の高い切り出しが困難であるため、音響管の内径に合わせて切り抜いた穴をもつ金属プレートを用いて、手加工により、規定の寸法よりもやや小さい直径の円柱状試料を切り出した。

また、評価対象の新素材の構造による吸音特性の違いを評価するため、削り出した新素材にそれぞれ異なる後加工を行い、新素材を構造的に変化させた試料を数種類作製した。

2.3 試験方法

作製した試料について、JIS A 1405-2¹⁾に基づいた方法により、音響管内に設置した試料の垂直入射吸音率を 2 マイクロホン伝達関数法により求めた。試料は、試料保持リングにて試料の周囲を支持することにより固定した。

3. 実験結果

測定結果の一例として、図 1 に、後加工なしの試料について、背後空気層なしの条件にて垂直入射吸音率を測定した結果を示す。図から、本研究での測定方法にて、再現性の高い測定を実現できていることが確認された。

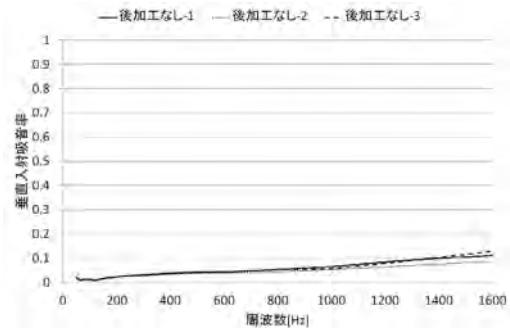


図 1 垂直入射吸音率測定結果（後加工なし）

また、後加工による吸音特性の違いについて、背後空気層なしの条件にて測定した結果の一例を図 2 に示す。この図の後加工条件では、後加工なしの場合と比較して、吸音特性の違いはほとんど見られなかった。

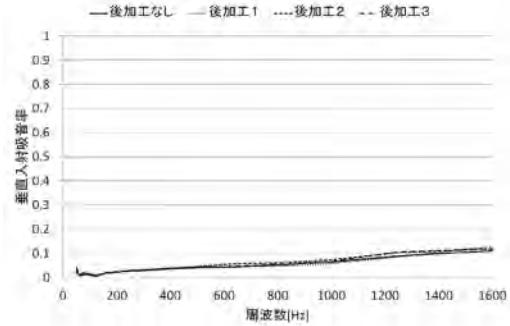


図 2 垂直入射吸音率測定結果（後加工の影響）

4. 結言

吸音特性の評価が難しい新素材について、評価方法、評価試験の作製方法の検討を行い、数種類の試験を試作した。この試験により、再現性の高い吸音率測定が可能になった。また、評価対象の新素材の後加工による構造の違いが吸音特性に及ぼす影響を確認することができた。

参考文献

- 1) JIS A 1405-2:2007、音響管による吸音率及びインピーダンスの測定-第2部:伝達関数法

小水力発電システムの研究

機械システム課 金森直希、羽柴利直 電子技術課 浅田峯夫^{*1}

機械システム課 石黒智明 企画管理部 佐山利彦^{*2}

ヨーセル(株) 中瀬典章 立山科学工業(株) 荒井勇人 (株)タカギセイコー 熊澤周士

1. はじめに

近年、水力発電の利点が再認識され低容量の水力発電システム研究開発が盛んに行われているが、小水路や排水管路のような極低容量の水エネルギー源はほとんど利用されていない。本研究では、経験や勘に基づかない客観的な評価に基づいて発電システムの実現可能性の検討や最適設計を行えるようにすることを目的として、発電システム全体を対象とした動特性シミュレータを構築し、発電システムの基礎的な特性調査を行った。

2. 動特性シミュレータによる発電特性調査

水の落差が50W程度の規模の水力発電システムを題材として取り上げ、発電システムを流路部、水車部、変速機部、発電機部に分け、各部の動特性（運動特性や電気特性）をモデル化（数式化）した。次にそれらの数式の係数を、別途製作した各部の試験装置によって同定した。このようにして数式表現した各部を動特性シミュレータ（サイバネットシステム社 MapleSim）へ入力し、一つの水力発電システムとして機能するよう構成した。作成した水力発電シミュレータの全体構成をFig. 1に示す。各要素ブロックは、動特性を表す微分方程式や、幾何関係を表す代数方程式そのものを表しており、要素間の結線は要素間の拘束条件となる拘束方程式を表している。

この発電シミュレータを使って、発電効率（水の流入仕事率に対する出力電圧）を調べたところ、前述の試験装置で同定したいくつかの部品が最大効率になるように組み合わせた場合において55.6%であった。さらに流入流量の変動に対する出力電力特性を調べたところ、Fig. 2 のようになり、流量の変動周期 T_s が短いほど出力電圧の変動が抑制されることがわかった。

3. 実機による発電実験

前述の各部試験装置に使用した部品を接続して、落差約1.7mの水力発電実験装置を試作(Fig. 3)し、発電効率を調べた。前述の最適な部品組み合わせでは静止摩擦が大きく発電機の回転が不可能であったため、次点の部品組み合わせで発電効率を測定したところ2%であった。このときのシミュレーション値は13.5%であり、実機とはかい離した結果となった。シミュレータを実機の特性により近づけるためには、流路一水車間のモデルを詳細化することが必要である。発電効率をより向上させるためには、流路一水車間のエネルギー損失を極力少なくすること、および発電機の交流化が必要である。

(詳細は平成24年度若い研究者を育てる会「研究論文集」P.21~26を参照)

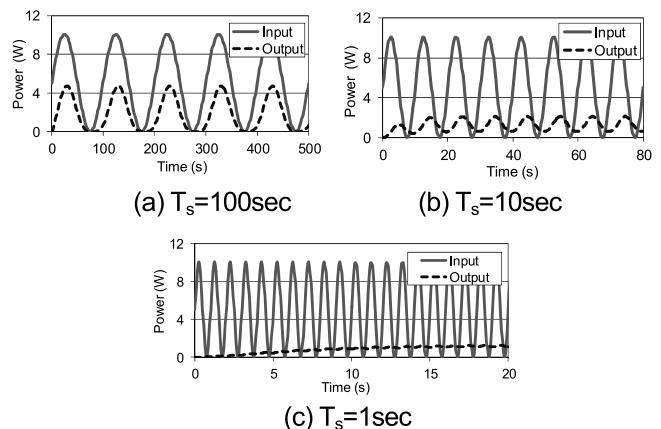


Fig. 2 Time response of input flow power and output electric power.



Fig. 3 A Prototype of hydropower system.

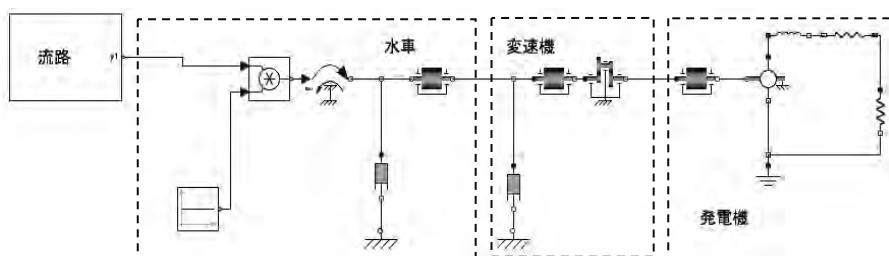


Fig. 1 Overall configuration of the dynamics simulator of hydropower system.

*1 平成25年3月退職、*2 現 電子技術課

積層鋼板の磁気特性に関する研究（2）

電子技術課 浅田峯夫* 上野 実 丹保浩行** 横山義之
若い研究者を育てる会 田中精密工業㈱ 藤岡英示

1. 緒 言

前回の報告では、無方向性電磁鋼板を中心に各種磁性材料の磁気特性について検討した。しかし、電磁鋼板は通常の鋼板と比べて高価であり、モータの低コスト化を図るために積層コアを電磁鋼板だけで構成するのではなく、安価な電磁軟鉄と組み合わせて構成することが一つの方法として考えられる。

そこで、本研究ではEV用モータ用積層コアの低コスト化を目的として、電磁鋼板と電磁軟鉄を積層したコアを作製し、鉄損などの磁気特性にどのような影響を及ぼすかについて検討した。さらに、モータの回転速度制御が容易なPWM波励磁下における磁気特性について検討を加えた。

2. 実験方法

積層コアを構成する試験材料として、接着層付無方向性電磁鋼板50A400（以下、Si鋼と略記）、トランスのコア材などに使用される極低炭素純鉄材SUY-0材（以下、SUYと略記）、金属ケースなどに使用される冷間圧延鋼板SPCC材（以下、SPCと略記）を選んだ。材料の選定では市場の流通性や単価などを考慮した。また、積層コア全体の有効な磁化と加工性を考慮して、コア材料の板厚は0.5mmとした。そこで、専用の加圧治具を試作して、外径35mm、内径25mmのリング状積層コアを作製した。

正弦波励磁下での鉄損および磁束密度は、リング試料に励磁コイル（1次側40ターン）と検出コイル（2次側40ターン）を巻き、B-Hアナライザで測定した。また、PWM駆動による鉄損の測定方法は、前回の報告と同様に、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。そこで、磁束密度1T（Tはテスラ）、基本周波数200Hzおよび400Hzの時の鉄損を測定した。この時の変調度は90%、キャリア周波数の次数は24次、すなわち、パルス波（変調波）の周波数を4.8kHzおよび9.6kHzとした。

*平成25年3月退職、**現 商工企画課

3. 実験結果

図1は各種積層コアの鉄損 $W_{10/400}$ を示す。この結果、電磁鋼板のみの積層コアと比較して電磁鋼板とSUY材を交互に積層したコアは1.36倍、電磁鋼板とSPC材を交互に積層したコアでは1.47倍となった。

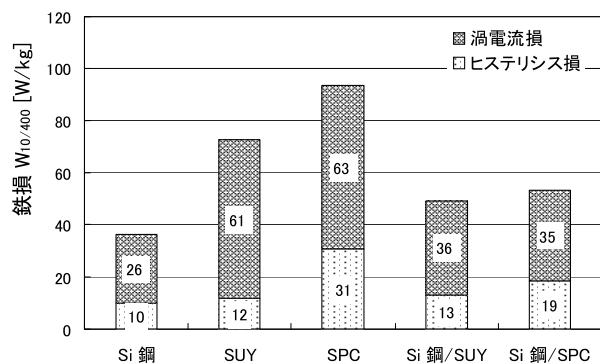


図1. 積層コアの種類と鉄損分離

図2は、PWM波および正弦波励磁による積層コアの鉄損を示す。図より、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では3-PWMよりも増加した。

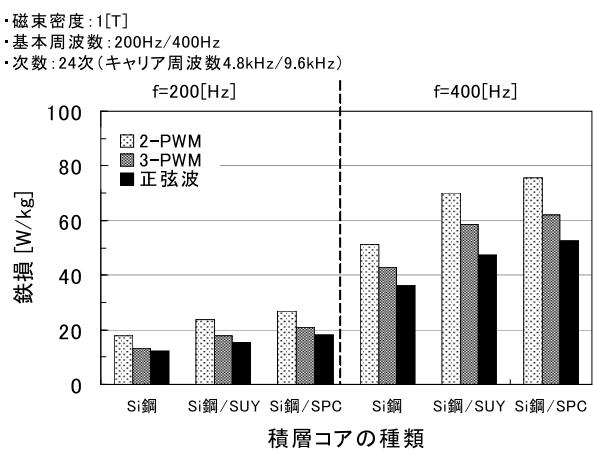


図2. PWM波励磁下の積層コアの種類と鉄損

（詳細は平成24年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p35～40参照）

MDF 木屑からのバイオエタノール抽出技術の開発

電子技術課 高田耕児 横山義之 機械システム課 石黒智明

若い研究者を育てる会 三協立山株 羽根新太郎

1. 緒言

バイオマス原料から抽出されるバイオエタノールは、持続可能な発展に貢献できる重要なエネルギー資源として期待されている。現在商業化されているバイオエタノールは、トウモロコシやサトウキビ等の食用作物から生産されているため、食料や飼料の不足、農地開発に伴う森林破壊等につながるという懸念がある。そのため、未利用の木質バイオマスを原料とするバイオエタノール生産技術が重要になると言われている。

この未利用木質バイオマスとして、Medium Density Fiberboard (MDF)木屑に着目した。MDF とは、木の纖維を合成樹脂で固め板状に成型したものであり、建材などに広く用いられるが、製造時に大量の木屑が発生するため、その木屑の有効な利用方法が求められていた。しかしながら MDF 中の木質纖維は接着剤に覆われているため、バイオエタノールの生産工程の一つである糖化処理の効率低下が懸念される。そこで本研究では、前処理方法などを検討し、MDF 木屑から効率的に糖化を行うための技術開発を行った。

2. 実験方法

MDF 木屑は、協立アルミ株井口工場から廃棄されたものを用い、次のいずれかの前処理を行った。

①アルカリ処理

1%NaOH 水溶液に分散させた 10wt%木屑スラリーを室温で 2 時間穩やかに攪拌した。その後、遠心分離により NaOH 水溶液を取り除き、酢酸バッファー (pH 4) に置換した。

②加圧熱水処理

蒸留水に分散させた 10wt%木屑スラリーを、三愛科学株の密閉容器 (HUT-50) に入れ、200°Cで 1 時間処理した。

③微粉碎処理

日陶科学株のポットミル粉碎装置 (AN-3S) を用いた湿式法で微粉碎した。蒸留水に分散させた 5wt%木屑スラリーと適量のビーズをポットに入れ、約 500rpm で 24 時間回転させた。その後、遠心分離により水分を取り除き、木屑スラリー濃度を 15wt%程度に高めた。

これらの前処理後の木屑スラリーに、セルロース分解酵素 (ヤクルト薬品工業株のセルラーゼオノゾカ 12S 及びセルラーゼ Y-NC を当量混合したもの) を 1wt%となる

ように添加し、55°Cで 16 時間稳やかに攪拌することで、木屑中のセルロース成分をグルコースへと分解した。グルコース濃度の測定は、ロシュ・ダイアグノスティックス株の F-キットグルコースを用いた。

3. 結果及び考察

各前処理を行った MDF 木屑スラリーに分解酵素を添加して糖化処理した時の糖化率を図 1 に示す。

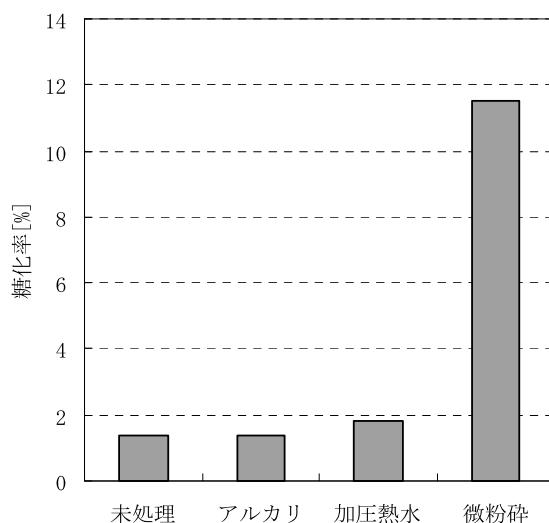


図 1 前処理と糖化率の関係

アルカリ処理、加圧熱水処理は殆ど効果が見られなかつたが、微粉碎処理では糖化率が大幅に向上了。MDF 中のセルロース成分は、木質纖維に由来するヘミセルロース、リグニンに加えて、接着剤成分にも被覆されている。微粉碎処理の場合、機械的な作用を利用するため、被覆物の組成にはあまり影響されず、前処理効果を十分発揮できたものと考えられる。それに対して化学的、熱的作用を利用するアルカリ処理、加圧熱水処理は、組成の影響を受け易く、ヘミセルロース、リグニンに対しては効果的であっても、接着剤成分には効力を発揮できなかつたと推察される。

微粉碎処理の時間と糖化率の関係を調べたところ、72 時間までは糖化率の向上が見られるが、それ以降は頭打ちとなることが分かった。そして 72 時間微粉碎処理した MDF 木屑スラリーに 5wt%のセルロース分解酵素を添加すると、糖化率は約 70%にまで上昇した。

(詳細は、平成 24 年度 若い研究者を育てる会「研究論文集」p.1~8 を参照)

マグネシウムイオン2次電池に関する研究

電子技術課 角田龍則 高田耕児 二口友昭 機械システム課 本保栄治

若い研究者を育てる会 燐化学工業(株) 作道千枝

1. 緒言

マグネシウムイオンは2価であり、現在市販されているリチウムイオン2次電池に使用されるリチウムイオンに比べ、1原子あたり2倍の電流が得られ、エネルギー密度を向上させられる利点がある。

本研究では、2次電池の高容量化を目指して、マグネシウムイオン2次電池用の正極活物質材料、負極および电解液を作製し、その電池特性評価をおこなった。

2. 実験内容

2.1 正極材料の検討

正極材料としてコバルト酸マグネシウム、酸化バナジウムを作製した。作製したコバルト酸マグネシウムには、不純物として、酸化コバルト、炭酸マグネシウム等が混入していた。結果として本実験では、純度の高いコバルト酸マグネシウムを生成することはできなかった。

また、正極活物質は高い導電特性を持つことが望ましいため、得られたコバルト酸マグネシウムおよび市販の酸化バナジウムを、遊星ミルにて6時間500rpmにて粉碎した。この粉碎により、粒子の平均粒径は0.3μmとなつた。以上のような工程をへて、正極活物質を作製した。

2.2 負極・电解液の検討

マグネシウム金属は电解液と容易に反応し、その表面に不導体膜を形成してしまう。そこで、电解液と电解液／電極界面の抵抗を確認するため、2次電池評価用のセルにマグネシウム箔およびバナジウム酸マグネシウムとそれぞれの电解液を注入し、交流インピーダンス測定をおこなった。电解液は、アセトニトリルまたはプロピレンカーボネートに過塩素酸マグネシウムを溶解し作製した。バナジウム酸マグネシウムは、酸化バナジウムを印刷したアルミニウム箔とマグネシウム箔を電池セルに組み込み、放電することで酸化バナジウムにマグネシウムを導入させ作製した。Fig.1は、电解液と電極の交流インピーダンス測定結果を示す。負極にマグネシウム箔を使用した場合、界面抵抗が $10^5\Omega$ の桁であった。しかし、バナジウム酸マグネシウム電極とプロピレンカーボネート(PC)系电解液の組み合わせでは、界面抵抗が $10^2\Omega$ の桁まで減少した。

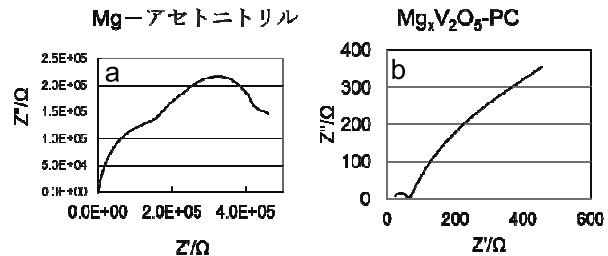


Fig.1 Cole-Cole plots.

(a: Mg electrode b: $Mg_xV_2O_5$ electrode)

2.3 充放電特性評価

最後に、小型電池セルを用いて充放電特性の測定を行った。正極活物質にコバルト酸マグネシウムを使用した場合、わずかではあるが充放電特性をしめし、その放電容量は0.2mAh/gであった。

次に、電極基板にカーボンシート、正極活物質を酸化バナジウム、負極活物質をバナジウム酸マグネシウム、电解液をポリプロピレンカーボネートとして測定を行った。その結果、放電容量が25mAh/gに増加した。

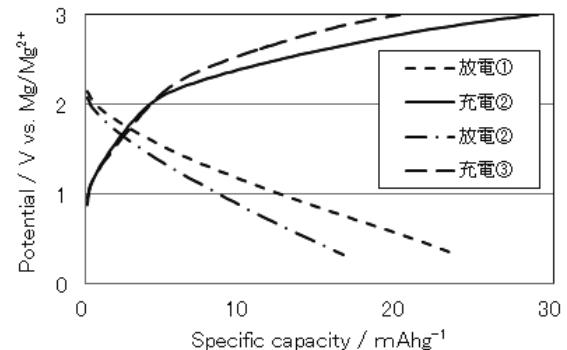


Fig.2 Charge - discharge characteristic.
(V_2O_5 / carbon-sheet)

3. 結言

本研究では、マグネシウムイオン2次電池の開発を目標に研究を行った。その結果、繰り返し充放電特性を示すマグネシウムイオン2次電池が作製できた。正極に酸化バナジウム、負極にバナジウム酸マグネシウムを使用し、その放電容量は25mAh/gであった。

詳細は平成24年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p.9~14を参照ください。

ナノインプリントを応用した微細電極パターンの形成に関する研究

電子技術課 丹保浩行* 角田龍則 横山義之 二口友昭 産学官連携推進担当 坂井雄一

若い研究者を育てる会 北陸電気工業㈱ 大門貴史

1. 緒言

近年、微細加工技術の進展により、ナノパターンが形成されるようになっている。さらなる、微細化技術として、極端紫外線リソグラフィが注目されているが、パターンを低成本で製造するのは困難である。これに対して、ナノインプリントは安価にナノパターンを作製することができる。一方、ナノ粒子は粒径が小さくなると融点降下現象が顕著になることが良く知られている。そのため、金属ナノ粒子はバルクよりも低い温度で焼結が生じる。本研究では、Ag ナノ粒子溶液に対して直接ナノインプリントを行った後、焼成したライン状のナノ電極パターンの構造特性を報告する。

2. 実験方法

Ag の粒径が 10 nm のナノメタルインクを使用した。インクを Si 基板上に滴下して、スピンドルコート回転速度 1000 rpm でインク膜を形成した。引き続き、ホットプレート上で乾燥させて Ag ナノ粒子溶液膜を作製した。

3. 実験結果および考察

3.1 Ag 薄膜

Ag ナノ粒子溶液膜は電気炉で 1 時間の焼成を行った。焼成後の Ag 薄膜の膜厚は 1 um よりも薄くなるため、体積抵抗率は四探針法で得られる値に補正係数 4.532 をかけることにより求めた。焼成温度が 250°C, 400°C のとき、体積抵抗率は $3.9 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $3.3 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ となることを確認した。Ag バルクは $1.59 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ である。

3.2 Ag パターン

Si モールドをナノ粒子溶液膜に 80°C, 3 MPa, 10 分間押圧して、ナノパターンを形成した。引き続き、電気炉で 1 時間の焼成を行った。Ag ナノ粒子溶液パターン及び Ag パターンの走査型電子顕微鏡(SEM)像を図 1 に示す。Ag ナノ粒子溶液パターンの線幅は 500 nm, 高さは 1000 nm, 残膜の厚さは 360 nm である(図 1(a))。焼成温度が 250°C のとき、線幅 380 nm, 高さ 470 nm, 残膜 220 nm である精密なパターンを観察できる(図 1(b))。この

パターンは、モールドに対して線幅が 24%, 高さが 53% 減少している。焼成温度が 300°C のとき、パターンは粗面化している(図 1(c))。したがって、Ag ナノ粒子溶液を焼成すると、有機成分の蒸発が生じ、ナノ粒子が拡散しながら凝集すると考えられる。

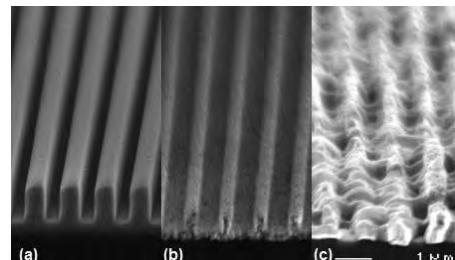


図 1 NIL を用いて作製した Ag 電極パターンの鳥瞰 SEM 像。

(a)焼成前, (b)焼成温度 250°C, (c)焼成温度 300°C.

図 2 に Ag の X 線回折スペクトルを示す。図 2(a)の Ag ナノ粒子溶液パターンからは Ag(111)の回折ピークが観察される。これに対して、250°C(図 2(b))あるいは 300°C(図 2(c))で焼成された Ag パターンからは、Ag(111)と Ag(200)に由来する鋭い回折ピークが観察される。Ag ナノインクの焼成を行うとテトラデカンや分散剤などの有機成分が脱離して、Ag ナノ粒子が焼結して粒成長するため、Ag パターンの結晶性が改善されるのだと考えられる。

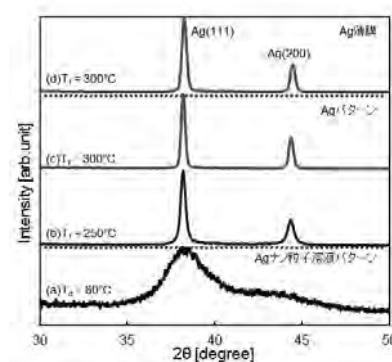


図 2 Ag の X 線回折スペクトル。

4. 結言

本研究では Ag ナノ粒子溶液に対して直接ナノインプリントを行い、微細な電極パターン形成を検討した。これにより、精密なナノ電極パターンを形成できることが分かった。(詳細は、若い研究者を育てる会「研究論文集」p.15~20 を参照)

*1 現 商工企画課

受動的歩行ロボットの開発

機械システム課 上野 実 釣谷浩之 金森直希 中央研究所 杉森 博
若い研究者を育てる会 コーセル(株) 水上慎太郎 立山マシン(株) 若崎祥人

1. 緒言

歩行の形態を大別すると、能動歩行と受動歩行に分ける。能動歩行では、アクチュエータによる駆動やセンサによる制御を行うのに対し、受動歩行ではこれらを用いず、単純な構造で構成可能でありながら、位置エネルギーや小さな外力を用いて歩行を行う。本研究では、この受動歩行の機構を用い、積載荷重は歩行機構が負担し、手押し車のように人が押して荷物を運ぶことができる運搬用受動的歩行ロボットの開発をおこなった。

2. 装置の開発・結果

2.1 コンパスタイプ受動歩行機

受動歩行の基本動作の確認と解析を行うため、ひざや足首関節の無いコンパスタイプの受動歩行機を試作した。試作機は、横方向の安定性のため4脚とし、中脚と外脚のユニットを腰部のシャフトとベアリングで結合した単純な構造とした。この歩行機を、後ろ脚を前に振り出す遊脚期に、足底を斜面に接触させないよう飛び石状に台を配置した傾斜角5°の斜面上部から、それぞれの脚を所定の角度に保持し、手を放して歩行実験を行った。(図1)

この結果、腰関節付近の各脚の背面にウェイトを取り付け、歩行機の重心が後ろになるようにした際、最も歩行が安定し、手を放しただけで斜面の端部まで歩行できることが確認できた。一方初期条件(各脚の角度)をわずかに変えただけでも歩行できなかつたことから、歩行条件が非常に狭く、限られていることが分かった。

2.2 受動的歩行ロボット

次に、ひざ有りタイプの受動的歩行ロボットを設計・試作した。人が補助的に姿勢を制御することから、2脚とし、ひざ関節はひざが前に折れないようひざ止めを設置した



図1 コンパスタイプ受動歩行機

が、その他は腰、ひざ関節とも自由に回転できる構造とした。この構造で試作した実機の動きと、機構解析ソフトMD Adams上で作成したモデルの動きを、腰部を固定した二重振り子として比較し、シミュレーションの精度を確認した。このモデルを用い、遊脚期に足底が接地しないよう、見かけ上の脚の長さを短くするため、ひざ関節の屈曲角度を大きくする条件を解析した。この結果、大腿部に対する下腿部の質量の比率を小さくし、大腿部・下腿部の重心位置をひざ関節に近くにすることが有効なことが分かった。(図2)

これらの知見を基に、試作機の設計を改良し、機体中央部に荷物積載用の籠を配置し、平坦な路では踵に取り付けた車輪で走行可能な運搬用受動的歩行ロボットを開発した。この結果、操作に多少の慣れは必要であるものの、比較的容易に歩行・運搬が可能であった。(図3)

3. まとめ

実機とシミュレーションによる解析により設計・改良した結果、実際に荷物を積載して歩行動作が可能な、ひざ有りタイプの運搬用受動的歩行ロボットが開発できた。

詳細は、平成24年度「若い研究者を育てる会「研究論文集」p.27~34を参照。



図3 運搬用受動的歩行ロボット

音響特性に優れたデザインおりんの開発に関する研究

機械システム課 羽柴利直、金森直希

生活工学研究所 石割伸一

株式会社ナガエ 宮川昌樹、吉田和成、今岡正和

1. 緒言

デザイン性と音響特性に優れたおりんの製品開発のためには、デザインの変更に伴う形状、材質等の変更がおりんの音響特性に及ぼす影響を比較評価することが不可欠である。しかし、人が手でりん棒を振る方法では、おりんを打つ強さや打点位置がばらつくだけでなく、二度打ち等の打ち鳴らしミスが頻繁に生じるために、比較評価が可能な音色の収録が困難であるという問題がある。

そこで、本研究では、おりんの音色の安定的な比較評価を可能にするための打音発生機構の作製に取り組んだ。また、この機構を用いて、試作した複数の種類のおりんの音色の比較評価を行った。

2. 実験方法

2.1 打音発生機構の作製

おりんを打つ強さ、打点位置を安定させるとともに、これらの試験条件の変更に容易に対応可能な打音発生機構の設計および作製を行った。作製した機構を図1に示す。この機構では、角度計を用いてりん棒を一定角度から振り下ろす構造により、おりんを打つ強さと打点位置を一定にすることが可能になった。また、振り下ろし角度やりん棒を支持するアームの高さの変更により、これらの試験条件を容易に変更することが可能になった。これに加えて、おりんの打点位置でのりん棒の角度を最適化することにより、音色に影響を及ぼす二度打ち等の打ち鳴らしミスを発生させないように成功した。

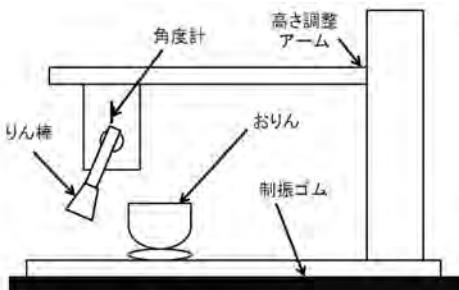


図1 作製した打音発生機構

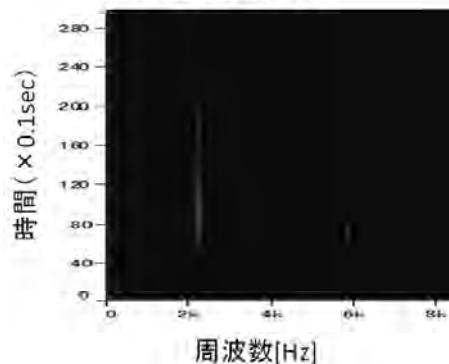
2.2 打音発生機構による音色の評価

おりんの加工条件による音色の比較評価のため、表面塗装条件の異なる複数のおりんを試作した。また、作製した打音発生機構により、これらの音色の評価を行った。

3. 実験結果

打音の測定結果から、同一の試験条件では、打音の最大音圧レベルのばらつきがそれぞれ2dB[A]未満に抑制され、比較評価を十分に可能にする安定的な打音を得られることが確認された。また、打音の残響分析の結果の一例を図2に示す。この図の表面塗装条件では、特に、約2kHzの残響成分の残響特性に顕著な違いが見られた。

表面塗装条件1



表面塗装条件2

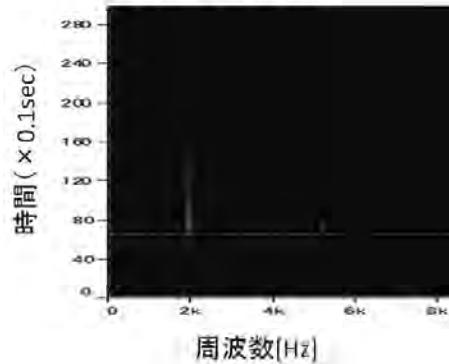


図2 打音の残響分析結果

4. 結言

デザイン性と音響特性を両立するおりんの製品開発のため、音色の安定的な比較評価を可能にする打音発生機構の設計、作製を行った。この機構により、おりんを打つ強さ、打点位置を一定にすることだけでなく、試験条件の変更に容易に対応することができるようになり、試作品ごとに比較可能な打音の収録に成功した。また、この機構により収録した打音の残響分析結果から、表面塗装条件による音色の違いが明らかになった。

富山県工業技術センター研究報告

№27 2013

発行日 平成25年7月25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/>
