REPORT OF THE

TOYAMA INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER

№ 28 2014

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1~13
II	中央研究所研究報告 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
III	生活工学研究所研究報告・・・・・・・・・・・・62~85 ◇製品科学課 ◇生産システム課
IV	機械電子研究所研究報告 86~121 ◇機械システム課 ◇電子技術課

I 企画管理部·産学官連携推進担当

□戦略的基盤技術高		
環境に配慮した低る	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
	中央研究所	佐々木克浩
	機械電子研究所	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)
ミクロフィラー化技	技術の応用による環境対応資源を	を活用した機能性プラスチックの創成・・・・・・・・・・2
	産学官連携推進担当	水野 渡
	中央研究所	住岡淳司
	戸出化成(株)	大野 孝
		保坂稔明
		ター 木材研究所 ――――――――――――――――――――――――――――――――――――
	(国)京都工芸繊維大学	
	(公財)富山県新世紀産業機構	
		(自生は)(
□科学研究費補助会	}	
		幾構と配向制御技術に関する研究・・・・・・・・・・・・3
MING TIAICA SHIII	産学官連携推進担当	坂井雄一
	機械電子研究所	
	(域(队电) 1917上71	伐山军人、 <u>一</u> 口久归
ロフロンティア研究	2. 性准重要	
		4
ヘクリーン印刷伝信		
	産学官連携推進担当	
	機械電子研究所	
	富山県立大学	唐木智明、安達正利、
ロナノニカナのづん		
	くり基盤技術創成研究	/ Si ca language
皮膚組織円生のため		イバーシートの開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・6
	産学官連携推進担当	寺田堂彦
	生活工学研究所	金丸亮二
	(国)信州大学	玉田 靖
□一般研究	alma a sa a sa s	D. Derman, D. Hoerman, and D. Horris, and D. Horris
県産バイオマスを木		クを活用した生活用品の開発・・・・・・・8
	産学官連携推進担当	水野渡
口企業との共同研究		
セルロースナノファ		チック材料の開発・・・・・・10
	産学官連携推進担当	
	中越パルプ工業(株)	高岸 伸、田中裕之、橋場洋美、疋田慎一
廃棄物由来アルミを	を用いた長寿命・高信頼性非常用	電源システムの開発・・・・・・11
	産学官連携推進担当	水野 渡
	トナミ運輸(株)	水木伸明、高坂直樹、渡辺裕晶

CFRTP(炭素繊維強化熱可塑性樹脂)を用いた高摺動駆動部品の開発・・・・・・・・・・・・12				
産学官連携推進担当	水野 渡			
生活工学研究所	金丸亮二			
太平(株)	篠島伸彦、近藤 誠			
バイオマスナノファイバーの応用製品および新	規ナノファイバーの開発・・・・・・13			
産学官連携推進担当	寺田堂彦			
材料技術課	杉森博			
評価技術課	岩坪 聡			
中央研究所	榎本祐嗣			
(株)スギノマシン	杉野 岳、近藤兼司、森本裕輝、小倉孝太、村山誠悟			

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*1 中央研究所 佐々木克浩 機械電子研究所 二口友昭*2 立山科学工業(株) (財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

1. 緒 言

近年、日用品・家電・自動車など、さまざまなモノに無線ICタグやセンサーを組み込んで利便性の高い社会を実現しようという取り組みが行われ、無線ICタグの重要性が増している。フレキシブルな材料である紙をベース材料とし、低コストかつ環境低負荷な無線ICタグの作製方法について提案、検討してきた。「一今年度は、簡易的にUHF帯タグの共振周波数を測定するための電波暗箱の試作および、UHF帯タグの耐熱性の評価を行った。さらに、本工法を利用したICタグ以外の応用製品について検討した。

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、溶融はんだめっきをした。さらに、はんだボールを含む接着剤を用い、セルフアライメント効果を利用したICチップ実装を行い、UHF帯タグを作製した。電波暗箱を試作し、ネットワークアナライザを用いてタグの S_{21} を測定することで共振周波数を測定した。

3. 実験結果

試作した電波暗箱の外観を図1に示す。アンテナパターンを変更したUHF帯タグについて、試作した電波暗箱を用いて共振周波数を測定した結果を図2に示す。アンテナ形状によって共振周波数が変化することが確認された。電波暗室での共振周波数の測定結果と比較すると、周波数範囲が870~950MHzでは共振周波数の測定結果の差が4MHz(0.5%)以内であり、暗箱は試作品簡易評価用として問題ないレベルであることが確認された。試作したUHF帯タグの85℃85%RHでの高温高湿放置試験前後の通信距離の変化は、1000h後でも数%の低下にとどまった。耐熱紙を用いたタグでは、230℃1hの5回繰り返し試験後も通信距離の低下は見られなかった。²⁾以上の

結果は、従来の樹脂ベースのICタグでは困難な200℃以上の環境でも使用可能であることを示しており、射出成形によるポリプロピレン樹脂への埋設も可能であった。また、ICタグ作製の要素技術を利用し、ICチップの代わりにLEDチップを用い、はんだパターンで電極、反射材、放熱材を兼ねる、フレキシブルなLED用電極シートを開発した。(図3)

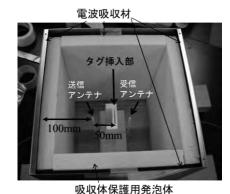


Fig. 1 Experimental anechoic chamber.

No.1

No.2

No.3

No.4

No.5

-20

800

900

1000

1100

周波数 [MHz]

Fig. 2 Frequency dependence of S₂₁ parameter measured in anechoic chamber.



Fig. 3 Optical image of flexible sheet for LED. 参考文献

- 1) 坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告27(2013)1.
- 2) Y. Sakai *et al.*: Proc. of IEEE CPMT Symposium Japan (2013) p.233

*1現 ものづくり研究開発センター *2現 中央研究所

ミクロフィラー化技術の応用による環境対応資源を活用した 機能性プラスチックの創成

企画管理部 産学官連携推進担当

中央研究所

戸出化成株式会社

株式会社戸出0-Fit

富山県農林水産総合技術センター 木材研究所

京都工芸繊維大学 工芸科学研究科

水野 渡

住岡 淳司

大野 孝

保坂 稔明

栗﨑 宏、藤沢 泰士、鈴木 聡

飯塚 高志

1. 緒言

プラスチック成形加工でニーズであるリサイクル資源を活用した環境対応機能性複合材料(従来のフィラーコンパウンドより軽量化等により機能性と低コスト化を実現)を開発するため、従来のミクロフィラー化技術を改良した、新型の長繊維対応型複合材料製造装置を開発し、環境対応資源の特質を活かした機能性複合材料を製造する技術を確立することを検討した。

なお、本研究は平成25年度 戦略的基盤技術高度化 支援事業として行った。

2. 結果概要

(全体概要)

長繊維対応型複合材料製造装置の開発については、 木粉等の長繊維を残し、フィラーの分散性を高める新 装置の開発を目的に、混練部のパドル形状や加圧方法 を検討し、プロトタイプの装置を導入した。

また、本装置の一環として、複合材料用の長繊維を 有利に生産するバイオマス改質装置の開発を行い、バ イオマスの過剰水分を脱水しながら解繊する条件を確 立することができた。

複合材料の開発については、上記の装置を利用して、アドバイザーから需要のある複合材料について、①クリンカアッシュ等を活用した軽量複合材料、②アルミスラッジを活用した難燃性・不燃性建材用複合材料③耐薬品性射出成形用複合材料の試作を行い、アドバイザーの評価に供した。その結果、ほぼ目標値を達成することができた。また、アドバイザーより実用性があるとの評価を得ることができた。

(工業技術センターにおける内容)

・複合化材料の評価手法の検討

開発した技術におけるフィラー分散の特徴について 評価するため、ポリプロピレン/フライアッシュ複合材料を試料例として、その評価方法について検討した。

その結果、複合材料の射出成形品について内部のフライアッシュの分散状態を電子顕微鏡写真等で確認し、球形のフライアッシュが、複合材料の成形品の中で、均一に分散していることが確認された。また、ソックスレー法により複合材料の成形品中のフライアッシュを抽出して状態を確認した。これによると、抽出後のフライアッシュも、原料としたフライアッシュと同様の形状を保っていることが確認された。以上から、現行のミクロフィラー化技術において、せん断による微細化の起こらない硬度・形状のフィラーについては、その形状を保ちながら、マトリックス中に均一分散することが確認された。

・ 富山県内で発生するリサイクル資源に関する調査 工業的に発生し、品質的に安定して持続的に発生 すると考えられるリサイクル資源の中から、フィラ ーとして活用できる可能性がある廃棄物について、過 去に工業技術センターに相談があった案件を中心に、 県内企業の担当者に聞き取り調査を行った。

その結果、FRP、中質繊維板、人工大理石、アルミスラッジ等で利用できる可能性があることがわかった。

新規手法による配向性チタン酸バリウム膜の形成機構と 配向制御に関する研究

企画管理部産学官連携推進担当 坂井雄一*1 機械電子研究所 二口友昭*2

1. 緒 言

強誘電体材料は、さまざまな電子部品に使用されているが、配向性を付与することで特性を向上させることが期待されるため、種々の手法が検討されている。これまで、パターン形成が容易、量産性、コストといった点で優位性のあるスクリーン印刷法での配向性BaTiO3厚膜の形成について検討してきた。「通常、BaTiO3は正方晶であるが、配向膜形成過程において六方晶BaTiO3が形成され、配向に重要な役割を果たしている可能性があった。今回、六方晶BaTiO3を添加し、配向膜形成への影響および類似の組成系の配向膜形成方法について検討した。

2. 実験方法

BaTiO3のTiの一部をMnに置換して六方晶にしたもの(以下、BT_{Mn})、BaTiO3を還元雰囲気中で熱処理して六方晶としたもの(以下、BT_{red})の2種類の六方晶BaTiO3粉末を作製した。通常の正方晶BaTiO3にBT_{Mn}もしくはBT_{red}を混合した。この粉末にエチルセルロース系のビヒクルと溶剤を混練し、スクリーン印刷用のペーストとした。基板にはジルコニア基板を用い、Ptペーストにて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650°Cで脱バインダの後、1370°Cで焼成を行った。印刷から焼成の工程を3回繰り返すことで厚膜を形成した。

3. 実験結果

 BT_{Mn} 、 BT_{red} を混合した $BaTiO_3$ ペーストで厚膜を形成したところ、001/100方位への配向率は、それぞれ、0.9、0.1であり、 BT_{Mn} を用いた場合は配向が進んだ一方で、 BT_{red} を用いた場合は十分に配向が進まなかった。それぞれのペーストを $1000\sim1370^{\circ}$ Cで10分焼成し、X線回折測定を行い、六方晶 $BaTiO_3$ 相と正方晶 $BaTiO_3$ 相のピーク強度比を計算した結果を図1に示す。 BT_{red} を含むペーストを使用した場合は、

1000°C以上で六方晶相が急速に消失した。一方、 BT_{Mn} を含むペーストを使用した場合は、焼成温度である1370°Cでも六方晶相が残った。さらに1370°Cで焼成を続けると BT_{Mn} を含むペーストでも六方晶相は消失した。 $BaTiO_3$ は1200°C以上で焼結が進み、このときに六方晶が残っていることが配向膜形成の重要な要因と考えられた。 $^{2)}$ また、これまでスクリーン印刷と焼成を3回繰り返すことで配向膜を形成していたが、図2のように1層目に BT_{Mn} を添加した正方晶 $BaTiO_3$ を、2、3層目を $Ba(TiZr)O_3$ や正方晶 $BaTiO_3$ で厚膜形成を行った結果、表1に示すように、配向性の $Ba(TiZr)O_3$ 膜や $BaTiO_3$ 膜が形成された。

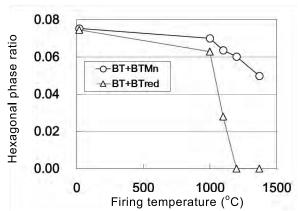


Fig. 1 Firing temperature dependence of hexagonal phase ratio.

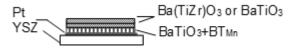


Fig. 2 Schematic image of thick film.

Table1 Orientation degrees for 001/100 direction of thick films.

2, 3層目	Ba(TiZr)O ₃	Ba(TiZr)O ₃	BaTiO ₃
1層目	Ba(TiZr)O ₃	BaTiO ₃ +BT _{Mn}	BaTiO ₃ +BT _{Mn}
配向率	0	0.85	0.82

参考文献

- 1) 坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告27(2013)3.
- 2) Y. Sakai et al.: Jpn. J. Appl. Phys. 52 (2013) 09KA12.

謝辞

本研究は、JSPS科研費25820130の助成を受けたものです。

*1現 ものづくり研究開発センター *2現 中央研究所

スクリーン印刷法による新規非鉛圧電体の開発

企画管理部産学官連携推進担当 坂井雄一*¹ 機械電子研究所 二口友昭*²、角田龍則 富山県立大学 唐木智明、安達正利

1. 緒 言

圧電材料は、センサやアクチュエータなどに幅広く使用されており、現在、主としてPb(Ti,Zr)O₃(PZT)系材料が用いられている。PZTは構成元素に鉛を含んでいるため有害性が指摘され、世界的に鉛を使用しない圧電材料の開発が望まれている。しかし、現在検討されている鉛を含まない圧電材料では、室温付近で良好な特性を得られるものの、その特性を維持できる温度領域が狭いといった問題^Dがあった。本研究では、良好な特性が得られる温度範囲が広く、鉛系材料の性能に匹敵する特性を有する新規な非鉛系圧電材料を開発し、センサやアクチュエータなどアプリケーション応用に適した形状である厚膜形成を目指す。

2. 実験方法

 Li_2CO_3 、 Na_2CO_3 、 K_2CO_3 、 $BaCO_3$ 、 Nb_2O_5 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Bi_2O_3 を出発原料として、 $(K_{0.47}Na_{0.47}Li_{0.06})NbO_3$ - $BaZrO_3$ - $(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO_3$ となるように秤量、混合し、 $1000^{\circ}C2h^{\circ}$ 仮焼した後、遊星ミルにて1h湿式粉砕し、仮焼き粉末を作製した。この粉末に、CuO、NiO、MnO、 MnO_2 をそれぞれ添加し、遊星ミルにて15min混合した。乾燥した粉末にバインダを混合し、ペレットを成型した。ペレットは $600^{\circ}C^{\circ}$ 脱バインダした後、1140から $1200^{\circ}C2h^{\circ}$ の焼成を行った。作製されたバルクは研磨した後、 Ag° ーストにて電極を形成した。作製した試料は、比誘電率、 $tan\delta$ 、P-Eヒステリシスカーブの測定を行なった。その後、 $90^{\circ}C$ 、2.0mm/kV、20分の条件で分極処理を行った。分極後の試料は、 d_{33} メーターによる圧電定数 d_{33} の測定、共振-反共振法による電気機械結合係数 k_p の測定を行なった。

3. 実験結果

無添加、および CuO、NiO、MnO、MnO2をそれぞれ 1mol%添加した試料について、焼成温度を変えた際の比誘電率および $\tan\delta$ を図 1 に示す。 $\tan\delta$ が大きいと、みかけの比誘電率が上昇し、正確な電気特性の評価が困難となるため、 $\tan\delta$ は 0.05以下が望ましい。添加物なしの場合、1120-1160 C の焼成では、 $\tan\delta$ > 0.05であった。1180 C の焼成では $\tan\delta$ = 0.05程度となった。1200 C以上の焼成では試料の溶解が起こった。これらの結果は、今回検討している材料系が焼結可能な温度範囲が狭い、難焼結性の材料であることを示している。しかしながら、酸化物の添加によって焼結性は改善し、NiO、CuO、

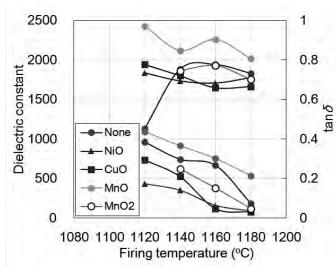


Fig. 1 Firing temperature dependence of dielectric constant and $\tan\delta$ for KNLN-based ceramics.

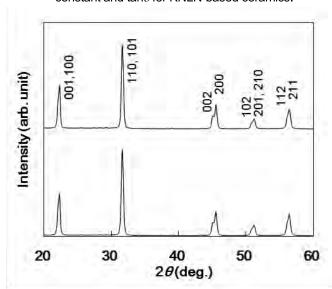


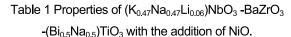
Fig. 2 XRD patterns of KNLN-based ceramics without any additives and with the addition of NiO.

 MnO_2 を添加した試料については、1160から 1180 Cの焼成で $tan\delta$ が 0.05 以下のものが得られた。これは、添加した酸化物 が焼結助剤として機能したためと考えられた。

NiO を添加した試料が良好な特性を示したため、NiO の添加量を 2mol%にした試料を作製した。無添加および NiO を添加した試料の X 線回折測定結果を図 2 に示した。どちらも主としてペロブスカイト相であり、NiO を添加することで反応相が形成されることはなかった。また、無添加、NiO 添加、いずれの試料においても結晶相は正方晶系であった。1160℃で焼成したバルクセラミックスの表面 SEM 像を図 3

*1 現 ものづくり研究開発センター *2 現 中央研究所

に示した。四角い結晶粒が観察され、NiO を添加したものは、 無添加の試料と比較して結晶粒の成長が進んでいた。NiO を 添加した試料について、電気特性を測定したところ、1120 から1180℃の焼成でtanδが0.05以下となった。このことは、 NiO を添加することで、焼結温度が低減するとともに、焼結 温度のウィンドウも広がることを示している。1180℃で焼成 した無添加の試料および 1160℃で焼成した NiO を添加した 試料の P-E ヒステリシスカーブを図4に示した。NiO を添加 した試料は、無添加の試料と比較して焼成温度が低いにもか かわらず、残留分極値 Pr が無添加の試料よりも高い値を示 した。NiOを添加したバルクセラミックスの諸特性を表1に 示す。実測密度 4.47g/cm³ は、理論密度に対して約 96%であ り、比較的緻密なバルク体となっていることが確認された。 強誘電性のなくなるキュリー温度 Tc は約 270℃と鉛系圧電 体(200~350°C)と比較して遜色ない温度であった。また、d33 メータで測定した圧電定数 d_{33} は約 230pC/N(鉛系:約 200 ~500pC/N) であった。今後、今回検討した材料系をベース として、スクリーン印刷用のペーストを作製し、アプリケー ションに適した形状である厚膜化に取り組む。



ρ	<i>T</i> c	ε _r	$tan\delta$	d ₃₃	k_{p}
(g/cm ³)	(°C)	(1kHz)	(1kHz)	(pC/N)	
4.47	270	1608	0.03	230	0.39

参考文献

1) T. Karaki et al.: Jpn. J. Appl. Phys. 52 (2013) 09KD11.

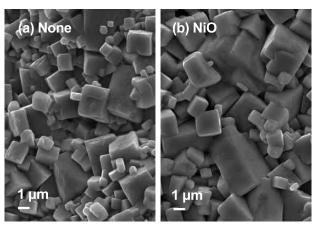


Fig. 3 SEM images of as-fired surface of KNLN-based ceramics (a) without any additives and (b) with the addition of NiO fired at 1160 °C.

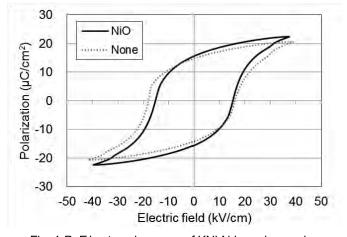


Fig. 4 *P–E* hysteresis curves of KNLN-based ceramics without any additives and with the addition of NiO.

キーワード: 非鉛、圧電体、強誘電体、アルカリニオブ系

Development of Lead Free Piezoelectric Thick Films Prepared by Screen Printing

Toyama Industrial Technology Center; Yuichi SAKAI, Tomoaki FUTAKUCHI, and Tatsunori KAKUDA Toyama Prefectural University; Tomoaki KARAKI and Masatoshi ADACHI

Pb(Ti,Zr)O₃ (PZT) and its related materials have been applied for actuators and energy harvesters because of their excellent piezoelectric properties. However, due to environmental issues, there is a strong demand for developing lead free piezoelectric materials. The effects of oxides addition on the sintering temperature and electrical properties of $(K_{0.47}Na_{0.47}Li_{0.06})NbO_3$ -BaZrO₃- $(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO_3$ ceramics with a temperature-stable properties were investigated. The ceramics without any additives and with the addition of NiO exhibited the tetragonal phase. The sintering temperature was decreased by the addition of NiO and CuO. NiO addition was also effective for broadening the range of the sintering temperature window. The d_{33} value, the radial-mode electromechanical-coupling factor, and Curie temperature of the ceramics with added NiO were 230 pC/N, 0.39, and 270 °C, respectively.

皮膚組織再生のための薬剤徐放型シルクナノファイバーシートの開発

産学官連携推進担当 寺田堂彦*1 生活工学研究所生産システム課 金丸亮二*2 信州大学 玉田 靖

1. 緒 言

皮膚組織の深層欠損を治療するためには、代替表皮層を作るだけではなく、壊死した厚い皮膚組織を再生しなければならない。しかしながら、深くえぐられた組織を再生するためには、細胞の足場となる材料で欠損空間を満たし、組織が再構築されるまでの間、湿潤状態で強度を維持し、かつ、組織再生に伴って消失する材料が必要となる。本研究では、これらの要件を満たす薬剤徐放型創傷被覆剤の開発を目的として、シルクナノファイバーの開発およびその機能制御技術の開発に取り組んだ。

2. 実験方法

21 使用材料

シルク精錬糸は、独立行政法人農業生物資源研究所(岡谷)高林氏から提供を受けたものを使用した。 臭化リチウムは和光純薬工業株式会社から、ポリエチレンオキサイド(PEO, Mw=900000 g/mol)、ウシ血清アルブミン(BSA)、ウマ心臓ミオグロビン(Mygb)は、シグマアルドリッチ合同会社より購入した。 タンパク質定量キット(BCA protein assay kit, Thermo Scientific)を用いて定量を行った。

2.2 試料作製

精練糸を 9M 臭化リチウム水溶液に溶解した後、透析してシルク水溶液を作製した。8%に濃度調整したシルク水溶液と、5%PEO 水溶液とを体積比で 4 対 1 となるよう混合したものをエレクトロスピニングの紡糸溶液として用いた 1)。エレクトロスピニングは自作の装置を用いて行った。12 kV の電圧を印加したシリンジニードル(22G)から紡糸溶液を 18.2 ml/min で吐出し、ニードル先端から150 mm の位置に設置した接地コレクター上に繊維を捕集した。1%に濃度調整したシルク水溶液を用いてガラス基板上にスピンコートフィルム(1st step, 1500 rpm for 5 s; 2nd step, 3000 rpm for 30 s)を作製し、表面分析に供した。紡糸溶液とほぼ同じ組成の溶液中に、20 mg/mlとなるように BSA、Mygb をそれぞれ溶解してキャストフィルムを作製し、タンパク質徐放性試験に供した。いずれの試料も作製後はデシケータに保管した。

2.2 試験および測定方法

作製した試料に対して、種々の濃度(70,80,90v%)の

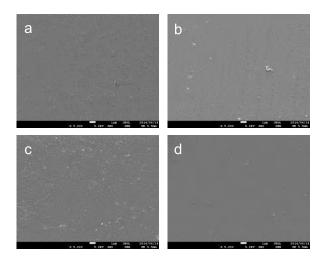


Fig.1 FE-SEM images of spin-coated silk films. a, non-treated; b, treated with 70% EtOH; c, 80%; d, 90%. scale bar = 1 μ m.

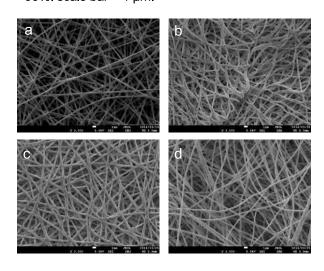


Fig.2 FE-SEM images of electrospun silk fibers. a, as-spun; b, treated with 70% EtOH; c, 80%; d, 90%. scale bar = 1 μ m.

エタノール(EtOH)水溶液を用いて処理を施した(25°C,24h)。EtOH 処理後、純水で十分に洗浄し、後の操作あるいは測定に用いるまでの間、水中に保存した。電界放出型走査型電子顕微鏡(FE-SEM, JSM7001FTTLS, JEOL)観察には、液体窒素で凍結した後、凍結乾燥器で乾燥した試料を用いた。スピンコート試料に対して、走査型プローブ顕微鏡(SPM, Dimension Icon, Bruker AXS)による水中観察を行った。キャストフィルムからディスク状試料(φ 5 mm)を切り出し、EtOH 処理(70v%,90v%)を施した後、純水洗浄し、37°C の PBS 中に浸漬して徐放タンパク質の測定を行った。

*1 現 材料技術課

3. 実験結果および考察

図 1、2 にそれぞれ EtOH 処理後のスピンコートフィルムとナノファイバーの FE-SEM 観察の結果を示す。スピンコートフィルムでは EtOH 処理による影響がほとんど見受けられなかった。一方、ナノファイバーでは EtOH 濃度によって繊維外観に若干の変化が認められた。このときの繊維径の変化を表 1 に示す。EtOH 濃度の低下に伴って繊維径は増加する傾向を示した。

Table 1 Change in average diameters of electrospun silk fibers by ethanol solution treatment.

EtOH conc., v%	ave. dia, nm	max. dia., nm	min. dia., nm	std. div., nm
as-spun	388	488	310	40
70	448	530	390	36
80	471	640	320	66
90	381	440	320	34

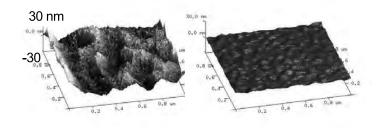


Fig.3 Underwater SPM images of the spin-coated silk film. left, 70% EtOH treated; right, 90% EtOH treated.

図3に、EtOH(70v%, 90v%)処理を施したスピンコート試料の水中 SPM 観察の結果を示す。70v%処理試料は、90v%処理試料よりも大きな表面凹凸を有していることが確認された。

図 4 に、タンパク質徐放試験の結果を示す。Day 1 の時点においては、Mygb の放出量はBSA のそれよりも多かった。Mygb(Mw=17800)の分子量は BSA (Mw=66000)よりも小さく、従って、慣性半径が小さい($R_g^{Mygb}=2$ nm, $R_g^{BSA}=5$ nm)ために、シルク内か

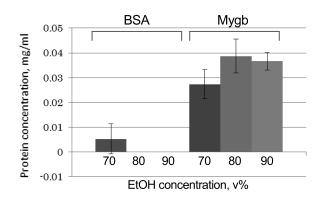


Fig. 4 Protein concentration of the media (PBS) at day 1 of the protein releasing test.

らの初期放出速度が高かったと推察される。80v%、90v%EtOH 処理試料からは、Day 1 における BSA 放出はほとんど認められず、70v%処理試料からはわずかに認められた。

EtOH 水溶液の濃度は、シルク試料の表面性状に影響を 及ぼすことがわかった。EtOH 濃度の低下に伴い、繊維径 は増大 (FE-SEM) し、また、最表面は膨潤 (SPM) した。 これらは、非晶性シルクが EtOH 処理によって結晶化す る際、非晶領域に含浸する水分子の数が非晶状態のシル ク分子鎖の運動性に影響したためと考えられる。

4. 結 言

エレクトロスピニング法によって紡糸したシルクナノファイバーの表面性状が、EtOH 処理条件によって変化することを見出した。今後、含有薬剤の放出プロファイルの制御や、シルクナノファイバー自体の分解速度への影響について検討を進める予定である。

参考文献

1)DL Kaplan:Biomacromolecules, 3(2002)1233-9

キーワード:シルク、ナノファイバー、エレクトロスピニング

Development of silk nanofiber sheets for regenerative medicine of dermal tissues

Planning & Information Section; Dohiko TERADA*¹, Product Technology Section; Ryoji KANAMARU, and Shinsyu University; Yasushi TAMADA

Toward a material used for regenerative medicine, we studied electrospun silk nanofibers capable of releasing drugs. The results demonstrated that properties of electrospun silk nanofibers were affected by the post-treatment with ethanol solutions.

県産バイオマスを利用したバイオマスプラスチックを活用した 生活用品の開発

企画管理部 產学官連携推進担当 水野 渡

1. 緒言

環境負荷低減、省石油資源の観点からバイオマスを充填したバイオマスプラスチックの開発が進められている。一方、富山県ではプラスチック産業が集積し多種の製品が製造されているが、地場のバイオマスを材料化した例はほとんど見られない。本研究では、セルロース混合可塑化成形装置を用いてバイオマスを使用した射出成形用材料を開発することを試みた。実験では、県産のもみがらとポリプロピレンの配合割合を変えた材料の検討と、材料の物性を向上させるための添加剤に関して検討した。

2. 実験方法

2.1 材料

使用したもみがらは、2010年秋に富山県内小矢部市で得られたものを使用した(水分量:11%)。ポリプロピレン (PP) は、株式会社プライムポリマー製プライムポリプロ J-2021GR を使用した。添加剤としては、樹脂とフィラーの界面の接着性を向上させるものとして市販されている酸変性ポリオレフィン系樹脂 4種、三洋化成工業株式会社製ユーメックス 1001 (添加剤 A)、三菱化学株式会社製モディック P928 (添加剤 B)、理研ビタミン株式会社製リケエイド MG-400P (市販予定品)(添加剤 C)、理研ビタミン株式会社製リケエイド MG-250P (市販予定品)(添加剤 D)と、無機フィラーの凝集を防ぎ樹脂に対する分散性を向上させる表面処理剤として使用されるステアリン酸(和光純薬工業株式会社製試薬特級)(添加剤 E)を使用した。

2.2 セルロース混合可塑化成形装置

実験で使用したセルロース混合可塑化成形装置は、株式会社日本成工製 MF 式混合溶融機 MF-1001R で、回転羽根の最大回転数:3000rpm、混合可塑化部容量:5L、処理能力:40kg/h のものである。配合割合を変えた材料の検討では、配合しやすくするため、もみがらを1mm 以下になるように粉砕し、所定の割合で装置に投入して配合材料を作成した。材料の物性を向上させるための添加剤に関する検討では、粉砕したもみがらと、ドライブレンドで添加剤を3%(w/w)加えた PP を装置にいれ、もみがらの割合が64.1%の配合材料を作成した。作製した材料は、80℃の熱風乾燥機で乾燥後物性評価を行った。

2.3 物性評価

作製した材料は、メルトインデクサ(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テスター)により、メルトボリュームフローレイト(MVR)を測定した。また、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を射出成形し、小型強度試験機(株式会社島津製作所製 EZ-LX)で曲げ試験または引張試験を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 もみがらの配合割合と物性

Fig. 1 にもみがらの配合割合と MVR の関係を示した。ダイ直径:2.095mm、測定温度:190℃、測定荷重:2.16kg の条件を基本として測定を行った。PP の値は、11.8 であったが、もみがらを加えることにより値が低下し、材料の流動性(成形性)が低下する結果となった。もみがらの配合割合が64.0%以上では基本の条件では測定することができず、ダイ直径を3mmに変更し、測定荷重を増加させて測定を行った。しかしながら、配合割合が81.7%の場合は、21.60kg の荷重であっても MVF は0.2 となり射出成形が困難な材料と推定された。

Fig.2 にもみがらの配合割合と曲げ最大点応力、引張最大点応力の関係を示した。曲げ試験では、もみがらの配合割合が21.3%、32.2%では応力が高くなるものの、それ以上の配合割合では最大点応力が低下した。引張試験では配合割合が高くなると1/2程度に低下してその傾向は顕著であった。この結果からもみがらを配合した材料では、もみがらとポリプロピレン間の界面の接着性が小さく強度が低下したものと考えられた。

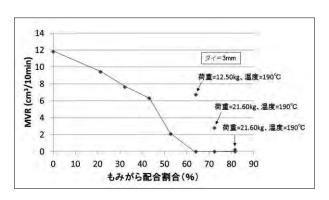


Fig. 1 Relationship between the mixing ratio of rice husk and the MVR.

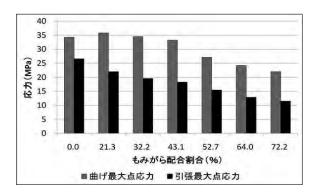


Fig. 2 Relationship between the mixing ratio of rice husk and the strength.

3.2 添加剤の影響

Fig. 3に添加剤を加えた配合材料の添加剤の種類とMVR の関係を示した。もみがらの配合割合は 64.1%であり、測定条件は、ダイ直径:3mm、測定温度:190℃、測定荷重:12.50kg である。添加剤がない材料に比べ、酸変性ポリオレフィン系樹脂の添加剤を配合すると MVR は 3 倍程度の高い値を示した。添加剤 E は、MVR に大きな影響が見られなかった。このことから、もみがらを多量に配合している今回の条件では、分散性の向上以上に界面の接着性やぬれ性が MVR に影響するものと考えられた。

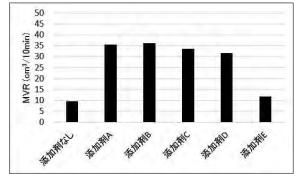


Fig. 3 Relationship between the type of additive and the MVR.

Fig. 4、fig. 5 に添加剤の種類と引張最大点応力、引張 弾性率の関係をそれぞれ示した。添加剤がない場合はPP に比べ弾性率は向上するものの最大点応力は低下し界面 の接着がほとんどないものと考えられた。これに対して、 酸変性ポリオレフィン系樹脂の添加剤を配合すると弾性 率は大きく向上し、最大点応力はPPとほぼ同等の値とな った。このことから、添加剤は配合材料の物性向上に効果があるものと考えられた。特に、添加剤 C は最大点応力が PP に対して 15%向上し、弾性率は 7.5 倍となった。添加剤 C は、酸変性の度合いを示す酸価が 41.5 となっており、他の添加剤より値が高いことから、酸変性の度合いが添加剤の効果に影響するものと推定された。

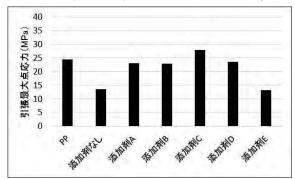


Fig. 4 Relationship between the type of additive and the maximum point tensile stress.

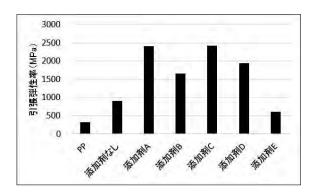


Fig. 5 Relationship between the type of additive and the tensile modulus.

4. 結言

県内で発生するもみがらを配合したバイオマスプラスチックを、セルロース混合可塑化成形装置を用いて作製し、物性を評価したところ、材料の物性はもみがらの配合量によって大きく変化した。酸変性ポリオレフィン系樹脂の添加剤は材料の物性を向上させることがわかった。

謝辞

研究に当たり、プラテック市森、富山県立大学の各機関に協力をいただきました。ここに各機関の皆様に謝意を表します。

キーワード:もみがら、ポリプロピレン、セルロース混合可塑化成形装置、射出成形、添加剤

Development of the daily necessities using biomass plastic that utilize biomass of Toyama Prefecture Wataru MIZUNO

Materials containing polypropylene and rice husk were produced by the cellulose mixing-plastication molding machine and that materials properties were evaluated. Properties of materials were greatly varied by the mixing ratio of the rice husk. Additives of the acid-modified polyolefin resin to improve the physical properties of the material.

セルロースナノファイバーを配合した新規プラスチック材料の開発

企画管理部 産学官連携推進担当 水野 渡 寺田 堂彦*1

中越パルプ工業株式会社 高岸 伸、田中 裕之、橋場 洋美、疋田 慎一

1. 緒言

近年、セルロースナノファイバー(CNF)等のセルロース関連素材に注目が集まっている。中越パルプ工業では、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 CNF 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開発して、CNF および混練ペレットのサンプル販売を行っている。本研究では、今後さらなる実用化を目指し、樹脂中で CNF をより均一に分散させる条件について検討を行った。

2. 実験方法

材料にはポリエチレン(PE)と、竹パルプ(BB)、広葉樹パルプ(LB)、針葉樹パルプ(NB)をそれぞれナノ化処理機処理しナノファイバーとした。その際、処理条件を変えることにより解繊度を変えた CNF を作成した(解繊度は A、B、C の 3 条件)。実験計画法に基づき PE と CNFを各種配合割合で二軸押出機を用いて複合化を行った後、小型射出成形機で試験片を作成して、物性試験を行った。また、また、CNF の分散状態を評価するため、CNF の電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM)による観察と、引張試験片からミクロロームを用いて切り出した薄片の偏光顕微鏡観察を行った。

3. 実験結果および考察

引張試験の結果をFig.1に示した。グラフでは、PEの場合を100として弾性率の相対値を示した。CNFを複合化した材料は、PEに比べて弾性率が向上した。さらに、配合率を変化させると5%有意水準で有意となり、CNFの配合効果を確認することができた。また、曲げ試験の結果をFig.2に示した。曲げひずみは、原料と解繊度を変化させると5%有意水準で有意となり、配合条件による物性調節の可能性が示唆された。

メルトインデクサーを用いて測定した CNF を混練した 樹脂の流動性 (MFR) を表 1 に示した。 CNF の配合により

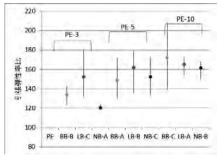


Fig. 1 Relationship between blending condition and tensile modulus of CNF/PE blends.

*1 現 材料技術課

MFR は PE に対して低下した。その影響は、配合率に対して 5%有意水準で有意となり、CNF の配合材料は成形条件に影響することがわかった。

FE-SEM の観察では、実験に供した CNF は直径が $100\,\mathrm{nm}$ 以下の繊維状であった(Fig. 3)。薄片の偏光顕微鏡観察の結果、成形品の中に $100\,\mu\,\mathrm{m}$ の大きさで CNF が凝集している部分が観察された(Fig. 4)。

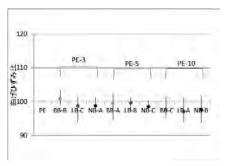


Fig. 2 Relationship between blending condition and bending distortion of CNF/PE blends.

Table1 MFR of CNF/PE blends.

	MFR(g/10min)								
PE	3%配合			5%配合			10%配合		
	BB-B	LB-C	NB-A	BB-A	LB-B	NB-C	BB-C	LB-A	NB-B
6.98	6.64	4.89	6.62	5.89	5.96	6.43	5.83	5.26	5.45

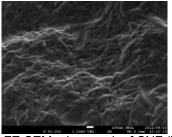


Fig. 3 FE-SEM micrograph of CNF (BB).

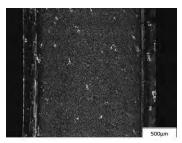


Fig. 4 Polarized optical micrograph of CNF/PE Blend (PE-3 BB-B).

4. 結言

CNFの配合により、強度試験値は配合により向上すること、配合量が成形条件に影響することがわかった。

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

企画管理部 産学官連携推進担当 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)を用いて水素を発生させ、それ らを取り扱いや保管が容易なように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 に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 25 年度 先端技術実用化支援事業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

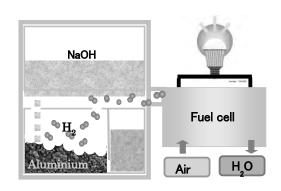
水素発生方法の基礎技術、水素を効率良く発生させる ための技術に関する知見を得るため、反応液における水 酸化ナトリウム濃度と水素発生、添加剤が水素発生に与 える影響評価、添加剤が反応時の沈殿生成に与える影響 評価について検討した。

水酸化ナトリウム濃度が高くなると、反応速度が増加し、反応が終了するまでの時間が短くなった。一方濃度が低い場合には、反応終了時に未反応のアルミニウムが見られた。また、反応性は反応前の反応液のpHの傾向と一致し、反応液のpHが反応性に影響することがわかった。アルカリ溶液を用いて水素発生を行う場合、各種添加剤により、反応性が変化することがわかった。特に反応初期の水素発生速度が高くなる添加剤は、装置の立ち上がり時間が短くなり、水素発生装置開発に有利になるものと考えられた。

反応終了時には、反応液のpHは低下するが、添加剤を加えた場合、一定時間後にpHが回復する傾向があることがわかった。これにより、反応液の繰り返し使用の可能性が確認された。

3.結言

この研究で、水素発生装置の基礎的なデータと反応液の最適化に関する知見を得ることができた。



(a) Scheme of Hydrogen generation

Fig. 1 Outline of fuel cell system.



(b) Electric generator

CFRTP(炭素繊維強化熱可塑性樹脂)を用いた高摺動駆動部品の開発

企画管理部 產学官連携推進担当 水野 渡

生活工学研究所 金丸 亮二 太平株式会社 篠島 伸彦、近藤 誠

1. 緒言

輸送機械分野では、熱硬化性樹脂を用いた炭素繊維複合材料が使用されているが、量産性及びコスト面での課題を抱えている。このため、熱可塑性樹脂と炭素繊維を組み合わせることにより、生産性、コストに優れる炭素繊維複合材料(CFRTP)が注目されている。

本研究では、CFRTPによる高摺動駆動部品を開発するために、CFRTPの成形条件の選定として、超高分子量ポリエチレンと炭素繊維等の配合と分散方法の検討を行い、配合した材料から真空加熱プレスにより試験片を成形して成形性、摺動時の製品性能に影響する熱伝導性を評価した。なお、この共同研究は、平成24年度ものづくり中小企業・小規模事業者試作開発等支援補助金の研究開発の一部として行った。

2. 実験方法

材料には超高分子量ポリエチレン (PE)、カーボン粉末 (C)、異方性炭素繊維 (CF-A)、等方性炭素繊維 (CF-B)を使用した。これらを所定量計り取り、磁性ボールミルで配合した。配合した材料は、平板金型により真空加熱プレスを用いて 200×200×t6mm の平板を成形した。さらに、表面にポリアミド 6 含浸炭素繊維シート (PA6-CF)を使用した平板も作製した。

成形した平板について、ホットディスク法による熱伝 導度測定装置により熱伝導率を測定した。

3. 実験結果および考察

配合した材料の状態を観察すると、繊維長が長い CF-Aでは、ミルの時間が長くなると炭素繊維の繊維束や綿状の塊が少なくなり、一週間では炭素繊維の形状が目視では確認されなくなった。また、炭素繊維の配合量が少ない場合は繊維束や綿状の塊の数は少なく観察された。炭素繊維の長さが短い CF-Bでは配合は均一に行われた。

平板成形品の表面状態は、ミルの時間が短い場合、表面に浮き出た炭素繊維の繊維束が見られるが(Fig.1)、ミルの時間が長い一週間では目視では確認されなくなった。また、ミルの時間が短いと表面に凹凸が見られ、これは、炭素繊維の綿状の塊の部分に樹脂が十分に含浸せず空隙になっているものと考えられた。これらのことから、成

形の表面状態は、配合した材料の状態を強く受けるもの と考えられた。

平板の熱伝導率は、CF-Aでは、炭素繊維配合量が多く、ミルの時間が 2 時間と短い場合に値が高くなり、最大 8.7W/m·K となった。これは、成形品の表面にある熱伝 導率の高い炭素繊維束が測定時のセンサーからの熱の移動を促進しているものと考えられた。また、CFBや PA6-CF の場合熱伝導率が比較的小さくなった。これは成形品の表面が熱伝導率の低い樹脂で一様に覆われており、この部分が熱伝導に対する抵抗となっているものと考えられた。このことから製品の熱伝導を向上させるためには成形品中に炭素繊維を均一に分散させることと、発熱部分に炭素繊維ができるだけ触れる構造にすることが重要であると考えられ る。

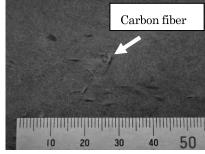


Fig. 1 Surface of a test piece (two hours milling).

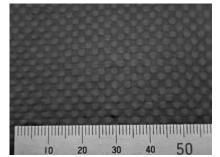


Fig. 2 Surface of a test piece (using PA6-CF).

4. 結言

摺動に影響する成形の表面状態は、配合した材料の状態を強く受け、成形品中に炭素繊維を均一に分散させる必要があること、摺動による発熱を低減するため、発熱部分に炭素繊維が触れる構造にすることが重要であると考えられた。

バイオマスナノファイバーの応用製品および 新規ナノファイバーの開発

産学官連携推進担当 寺田堂彦*1 材料技術課 杉森 博*2 評価技術課 岩坪 聡 中央研究所 榎本祐嗣*3 株式会社スギノマシン 杉野 岳 近藤兼司 森本裕輝 小倉孝太 村山誠悟

1. 緒言

バイオマス由来のナノファイバーは、その高い材料性能や低環境負荷といった理由から、種々の分野で注目を集めている。しかしながら、世間一般においては、大気中の微小粒子状物質(例えば、PM2.5 など)などのイメージから、ナノパーティクルやナノファイバーといったナノマテリアルが健康へ悪影響を及ぼすのではないかと懸念されているのも事実である。そこで、バイオマスナノファイバーの安全性を確認し、食品分野、化粧品分野、さらには、医療品分野での利用拡大を目指すために、経口毒性や皮膚への刺激試験などを行った。また、バイオマスナノファイバーの利用用途の拡大を目指して、大面積フィルムの試作についても検討を行った。

2. 実験方法

2.1 使用材料

経口毒性試験および皮膚への刺激試験には、スギノマシン社製セルロースナノファイバーBiNFi-s (短繊維、長繊維)、および、カルボキシメチルセルロースナノファイバーBiNFi-s Tシリーズを用いた。大面積フィルムの作製は、スギノマシン社製セルロースナノファイバーBiNFi-sを用いて行った。

2.2 試験および測定方法

経口毒性試験は OECD TG420 急性経口毒性試験(固定用量法)に準拠して LD 50 値を測定した。皮膚への刺激試験は、OECD TG404 急性皮膚刺激性/腐食性に準拠してP.I.I.を測定した。分析はそれぞれ日本食品分析センターで行った。また、大面積フィルムの試作についても検討を行った。

3. 実験結果および考察

表 1 に急性経口毒性試験と急性皮膚刺激性試験の結果を示す。LD50 値(単回の経口投与により 50%の動物が死亡すると予測される物質の量)は、いずれも 2000 mg/kg 以上であり、経口毒性は認められなかった。P.I.I.値(皮膚へ検体を塗付した後の観察結果より採点した指数)は、いずれも無刺激性を示す 0.4 以下であった。

試作した大面積フィルムを図1に示す。厚さ30 μm、

*1 現 材料技術課、*2 現 企画管理部、*3 現 信州大学

Table 1 The results of oral toxicity test and primary irritation test.

	Cellulose nanofiber			
	short long carboxymethy			
LD50	> 2000 mg/kg	> 2000 mg/kg	> 2000 mg/kg	
P.I.I.	0.4	0.1	0.0	

LD50 means 50% lethal dose. P.I.I means primary irritation index.

長さ 50 m のロール状フィルムが作製可能であった。試作フィルムは半透明であり、しなやかな柔軟性を有したものであった。

4. 結言

バイオマスナノファイバーの安全性について試験した 結果、経口毒性と皮膚刺激性は認められず、化粧品材料 として利用可能であり、食品添加物認可のためのデータ を得ることが出来た。また、フィルター材料などへの用 途拡大も期待できるような大面積フィルムが作製可能で あった。



Fig.1 The trial manufacture product of the large film made of the cellulose nanofiber, BiNFi-s.

Ⅱ 中央研究所

□戦略的基盤技術高	「度化支援事業		
木造建築物の大空間	・大開口化及び耐震性を実現す	るための	
高強度·高振動吸収網	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	听
	(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			
積層造形による環境	5に優しい曲げ加工用樹脂中子 <i>0</i>)開発・・・・・・	15
	材料技術課	住岡淳司、	林 千歳
	企画管理	土肥義治	
	協同アルミ(株)	矢島勇治、	木下 茂
	Liging of the Triangle of the Control of the Contro		40
皿中循環細胞捕捉用			16
	加工技術課		
	材料技術課	大永 崇	
	機械電子研究所	高田耕児	
	(国)富山大学	塚田一博	
□科学研究費補助金	;		
		- 膜創成技術	17
	加工技術課	岩坪 聡	
	(国)宇都宮大学	石井 清	
Study on microfluidio		_	ls expressing a variety of surface markers $\cdots 18$
	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)京都大学	嶋田 裕	
	(国)富山大学	岸裕幸、	塚田一博
つくなり法はて こつ	*シュニルアトア時点での狂響時	もは細胞の古	
マイクロ流径ブツノ			感度検出法の開発・・・・・・19
	材料技術課	大永 崇	
	(学)産業医科大学	近石泰弘、	岡 壮一、田中文啓
悪性胸膜中皮腫にお	。 はな末梢血液中バイオマーカー	-の開発・・・・	20
	材料技術課	大永 崇	
	(学)産業医科大学	近石泰弘、	田中文啓
マイクロ流体チッフ			解析・・・・・・・21
	材料技術課	大永 崇	
	(学)順天堂大学	冨木裕一	

□富山県立大学「産	学官連携研究」	
シンクロ型マグネシ	グラム基長周期積層構造の FSW カ	『工による組織制御と強度改善・・・・・・・・22
	評価技術課	氷見清和
	加工技術課	柿内茂樹、冨田正吾
	富山県立大学	鈴木真由美
ロフロンティア研究	Z推進事業	
		対形品の開発・・・・・・・23
	加工技術課	川堰宣隆
	材料技術課	住岡淳司
	(国)富山大学	高野 登、山田 茂
	(株)タカギセイコー	藤井美里
□一般研究		
	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・・・・・・25
	加工技術課	柿内茂樹、 清水孝晃、 冨田正吾
	評価技術課	氷見清和
集束イオンビームを	·応用した超精密加工用工具の関	 発と応用・・・・・・・・27
		川堰宣隆
	材料技術課	杉森 博
デジタルエンジニア	アリングを活用した伝統産業支援	受のための新商品デザイン開発・・・・・・・29
	材料技術課	住岡淳司,林 千歳
居住環境モニタリン	/グ技術に関する研究・・・・・・・・	31
	評価技術課	塚本吉俊、佐々木克浩
エックス線 CT によ	る画像計測の高精度化に関する	研究·······33
	材料技術課	林 千歳、山本貴文、住岡淳司
ファイバーレーザに	こよる金属材料の先進加工技術の)開発
		グ技術及びマイクロテクスチャ形成技術の検討-・・・・・・35
	加工技術課	清水孝晃、柿内茂樹、冨田正吾
ドライエッチングと	精密切削加工を併用したポリっ	ァーマイクロノズルの作製とその応用・・・・・・・37
	加工技術課	鍋澤浩文、川堰宣隆
薄膜型熱電対を利用	引した微小液体流量センサの開 昇	<u>\$</u> 39
	評価技術課	奈須野雅明
	加工技術課	小幡 勤
超音波センサアレイ	による検知システムに関する硫	F究・・・・・・・・・・・・・・・41
	評価技術課	佐々木克浩、塚本吉俊
	機械電子研究所	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力	7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

次世代 LED 基板技術	うの開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	45
	加工技術課	
	評価技術課	奈須野雅明
	機械電子研究所	横山義之
PA 粉末積層造形体の)諸特性に及ぼす金属アルミニ	ウム粉末添加量の影響·····-47
	材料技術課	山本貴文、住岡淳司、林 千歳
炭素繊維複合材料の	切削加工技術の開発・・・・・・・・	49
	加工技術課	清水孝晃、川堰宣降
口企業との共同研究		
医療用バイオチップ		51
	加工技術課	
	北陸電気工業(株)	数井雅之、小川明夫
磁場支援型プラズマ	エッチング装置の開発および対	ド半導体材料の微細加工技術への応用······52
	加工技術課	鍋澤浩文
	立山マシン(株)	人母 岳、五十嵐健隆
高品質銅合金製音響		53
	材料技術課	林 千歳、住岡淳司、山本貴文
	渡辺鋳造(株)	村本広志、渡辺祐二、渡辺貴史
軟磁性材料と異種金	属材料のファイバーレーザ溶技	安技術の開発・・・・・・・54
ファイバーレーザに	よる金型表面への微小テクスラ	fャ形成技術の開発・・・・・・・55
	加工技術課	清水孝晃、柿内茂樹、冨田正吾
	(株)北熱	嶋村公二、田辺政哉、山口絵美、政 誠一
ダイカスト金型のた	めの金型内流動・凝固超音波モ	ニタリングに関する基礎的研究・・・・・・・・・・・56
	評価技術課	佐々木克浩
	企画情報課	関口徳朗、土肥義治
	(株)松村精型	林 圭一、佐々木宏介、茂木恒太
静電気を除去する機	構を備えた作業効率の高い錠剤	粉取機の開発・・・・・・57
	評価技術課	氷見清和
	薬事研究所	永井秀昌、明官勇雄
	(株)FASSE	田上 悟、式部拓也、六田直人、若井良夫、藤木 達司
ファインセラミック		た打錠杵の開発・・・・・・58
		川堰宣隆,清水孝晃
	機械電子研究所	
	(株)ビー・エム・プロダクツ	黒川正博
マイクロレンズアレ		59
		川堰宣隆
	日本カーバイド工業(株)	雨宮圭司、小善 貢

	□ベンチャー創成等支援共同研究				
	エチレン抑制鮮度保持材の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	60			
	加工技術課	岩坪 聡			
	材料技術課	山崎茂一			
	評価技術課	九曜英雄			
	(株)エイト	中野收一			
	□若手研究者育成支援共同研究				
スイッチング電源における電磁界ノイズシミュレーション実用化の研究・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・					
	評価技術課	佐々木克浩、塚本吉俊、宮田直幸			
	加工技術課	岩坪 聡			
	機械電子研究所	釣谷浩之			
	若い研究者を育てる会				
	コーセル(株)	野口 拡			

木造建築物の大空間・大開口化二一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 冨田正吾、清水孝明、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、公益財団法人富山県新世紀産業機構(管理法人)

1. 諸 言

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、低コストでの耐 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、再利用可能に する技術開発を行った。

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 いる。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 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・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した。具体的には、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。試験の結果、引き抜き耐力・ネジ込みトルクは目標値を満足した。また、従来の製造方法からの加工工数削減・低コスト化を図るため、パイプ材から螺旋ボルトの作成を行える3軸転造加工試作装置を用い、パイプ材から特殊螺旋ボルトを転造作成するための加工条件について検討した。その際、転造解析モデルによるシミュレーション結果を用いた。その結果、現状の

35~ φ 55 の特殊螺旋ボルトの作成がほぼできるようになりつつある。現在、3 軸転造のモデリングを行い、回転速度と素材の内穴寸法評価の準備をしている。

3.2 変形金物の設計及び性能評価

変形金物に関しては、目標の回転剛性、変形性能を 満足したが、様々な住宅構造条件への展開と耐震性能 の向上から、より高耐力の締結ユニットが必要と考え られた。"く"の字金物を複数枚使った場合、柱梁、 柱脚とも、最大モーメントと回転剛性とも増加したが、 特殊螺旋ボルトの引き抜けや柱材の損傷がみられた。 柱脚の回転剛性、耐力が低く2枚重ねが限界であっ た。

有限要素法によるシミュレーションを用い、変形金物の形状変更について検討したところ、"く"の字型による応力集中・曲げによる歪成分の増加があった。そこで、ストレート型に変更し、高強度鋼を用いたハイブリッドのストレート型について検討した。その結果、降伏モーメント 25 k N、回転剛性 6000kNm/radの"く"の字型金物の3枚相当の耐力、剛性のものができた。 特殊螺旋ボルトへの引き抜き力も 129 k N、変形性能も 1/20rad でクリアし、妥当な性能を示した。

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

新しい締結ユニットの回転剛性、降伏モーメントと許容応力度計算を行い、適用可能な構造体を検討した。変形の制限値は、所定の地震力を負荷した時の建物の層間変形角が1/150rad以下とした。一般地域の3階建てでフレームスパン6m、1.5m積雪の多雪地域で2階建てスパン6mの住宅に適用可能であることが明らかとなった。設計の最大モーメントも16kNmと許容モーメント以下になった。事務所等の中規模木造建築物に適用には、剛性、耐力とも締結ユニットの性能向上が必要となるが、2方向適用による部材断面アップ・特殊螺旋ボルトの複数本使用による引抜耐力の倍増で対応可能と推察された。

積層造形による環境に優しい曲げ加工用樹脂中子の開発

材料技術課 住岡 淳司, 林 千歳, 企画管理部 土肥 義治* 協同アルミ株式会社 矢島 勇治, 木下 茂

1. 緒言

アルミ押出形材の試作品など一品物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いる。このため加工時のエネルギー、環境対策コストも大きい。また製品の品質にも課題が残る。これに対し中子を樹脂に代替し、形材断面図面データから迅速に成形できる樹脂粉末積層造形技術を活用して、多様な曲げ加工要求に短納期で応える環境に優しい曲げ加工用樹脂中子の成形技術の開発を行った。

2. 実験方法

2.1 樹脂中子の設計、造形プロセスに関する研究

アール曲げ加工時において、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は異なる複雑な応力状態となるため、樹脂材料で代替するためには、部材を分割し積層構造とすれば実用に耐え得ることが確認できていた。そこに樹脂粉末を用いた積層造形技術を応用することで問題解決を試みた結果、以下3タイプの中子及びスペーサー(注)を完成することができた。(注:アール曲げ加工時、アルミ押出形材の外側に当てるための保護材であり、中子とセットで使用するもの。)

- (a)積層造形した中子内部に2液硬化型のウレタンゴムを 注入した中子 (Fig. 1)
- (b)積層造形した型に2液硬化型のウレタンゴムを流しこ み成形した中子及びスペーサー (Fig. 2)
- (c)(b)の中子の曲げ弾性率、潤滑性を高めるため(b)にタルクを混合した中子及びスペーサー (Fig. 3)





Fig. 1 中子内部にウレタンゴムを注入した中子





Fig. 2 ウレタンゴムで成形した中子、スペーサー

*現 機械電子研究所





Fig. 3 (b) にタルクを混合した中子、スペーサー 2.2 構築した技術の曲げ加工への適用と耐久性評価

試作した(a)~(c)の樹脂中子及びスペーサーの強度と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、基本的な耐久性(6本以上の曲げ加工に耐えること)について実証試験を行った。

3. 実験結果

実証試験の結果、(a)~(c)の樹脂中子及びスペーサー 全てにおいて、実用に耐えることが確認できた。(Fig. 4)





Fig. 4 アール曲げ加工後の中子、スペーサーと形材 ただし(a)についてはアルミ押出形材表面にできるシワの発生、(b)の中子については、曲げ弾性率、潤滑性の低 さ、スペーサーについては同様のシワの発生、(c)の中子 については中子付け根部分に生ずる白化、スペーサーに ついても若干のシワの発生が課題として残った。(Fig. 5)





Fig. 5 中子の白化と形材のシワ(製品との比較)

4. 結言

本研究により、製品の水準にあと一歩のところまで近づくことができ、中子とスペーサー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。今後は中子の耐久性の向上と製品表面のシワの発生防止を中心に、さらに検討を重ねていくこととする。

血中循環細胞捕捉用 MEMS チップの研究開発

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 富山大学医学部 塚田一博

1. 緒言

近年、血液中に流れる細胞を捕獲、それを解析することで病気の早期発見、術後管理などを行おうという試みが増えてきている。特に、ガンの転移の原因である血中浮遊癌細胞(CTC)や先天的な染色体異常を判断するための胎児の有核赤血球などの捕獲はすでに始まっている。これらの細胞の特徴は、数 mL の血液に数個の割合しか存在しないという希少性であり、これらを確実に捕獲することは非常にハードルの高い作業となる。

本研究では、この非常に存在が少ないこれらの細胞を1 つ単位で捕獲解析できるチップの開発を目標としている。

2. チップの試作

2.1 仕様

チップ表面には、 $\phi8\mu m$ の磁性膜スポットと十字形状の スリットによるトラップが配置されており、スリットは $15\sim50\mu m$ の深さで裏側に貫通している。チップをシリン ジ先端に取り付けるためのスウィネクスフィルターホル ダーの内径に合わせてチップ外径は $\phi13mm$ となってい る。磁性スポットは 31,421 個、スリットは 25,509 個形成 される。

2.2 試作

チップはシリコンMEMSプロセスにより作製される。磁性膜はNiめっきにより作製し、スリットは深掘りエッチング技術(DRIE)を用いた。スリット深さは基板となるSOI基板の活性層厚さに依存しており、トラップが存在する部分は、裏側からシリコンエッチングを行うことでダイヤフラム形状となっている。またNiによる生物毒性を抑制するために、チップ最表面はスパッタによる SiO_2 を成膜した。完成したチップは、リング形状の磁石(Φ 10× ϕ 3×2mm、270mT)とともに、スウィネクスフィルターホルダーに実装した。

3. 実験結果および考察

スリットの効果は、6μm を中心に粒度分布を持つ蛍光

ビーズを用いて評価した。スリット厚さは 16μm、40μm で比較をした。純水中に分散されたビーズはシリンジに取り付けられたフィルターホルダーを介して、真空採血管に吸引される。これによって 2mL 程度の分散液が同じ圧力でフィルタリングされる。スリット厚が 40μm の場合、吸引されたビーズがスリット中を塞いでしまうが、16μm 程度まで薄くするとスリット中心に設けられた円穴より大きいビーズはスリット上に、小さいビーズはスリットを貫通した。

磁性膜の評価は、 $\varphi8\mu m$ の磁気ビーズを用いて行った。 試作サンプルでは磁性膜の形状が設計通りではなかった が、Fig.2 のようにビーズのトラップが確認された。また 磁石が設置されると、磁石直上の部分にある磁性膜とス リットにビーズがトラップされやすい傾向が見られた (Fig.3)。磁気ビーズでの捕獲率は、磁石直上に集中が見 られるものの 80%程度となった。

トラップは主にスリット側が中心となっているが、磁性膜を設計通りに作製することができれば磁性膜をトラップ主体とし、スリットをコンタミ除去という使い方も可能になる。また、異なる数種類のスリットをスタックして大きさの分類も可能と思われる。磁性膜については、めっき下地電極等の問題でめっき形状が得られなかったものと考えられ、今後検討する必要がある。

4. 結言

血液などの液体に含まれる細胞を捕獲、分別するチップの試作を行った。磁性膜の作製に問題はあったものの、概ね目標に近い捕獲率を得ることができた。

謝辞

本研究は、H25 年度独立行政法人科学技術振興機構 研究成果展開事業 A-STEP フィージビリティスタディ 探索タイプにおける成果である。

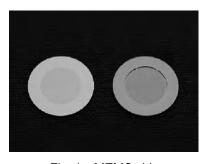


Fig. 1 MEMS chip.

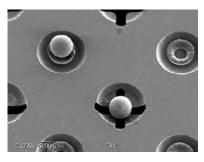


Fig. 2 Trapped magnetic beads

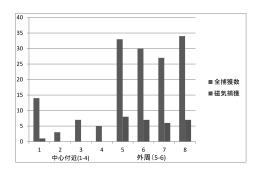


Fig. 3 Distribution of trapped beads

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 聡* 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、大きな粒子を粉砕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。ブレークダウン法の代表的なものとして、ビーズミル法とジェットミル法がある。

近年ビーズミル法もビーズの微小化とその条件の検討から、ナノ粒子への粉砕が可能になってきた。しかし、粉砕過程で生じるビーズとの表面のコンタミや結晶へのダメージの影響があり、ナノレベルの粉砕ではこの表面の影響が大きくなる。一方、ジェットミル法は原理的に非接触であるため粒子表面に損傷を与えず、分散が可能などの特長を有するが、ビーズミル法ほど高い粉砕エネルギーはもってはいないり。しかし、キャビテーションや乱流による強い攪拌など、従来のプロセスにはない現象を利用することができる。そこで、本研究ではビーズミル法と高圧湿式ジェットミル法の特長を明らかにし、それらの処理を複合化することでナノ領域における結晶性に優れたセラミックス微粒子を作製することを検討した。セラミックスとしては、 α 相のアルミナについて実験を行った。

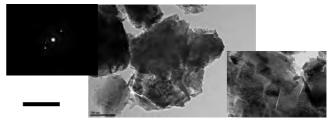
2. 実験方法及び結果

2.1 ビーズミル処理

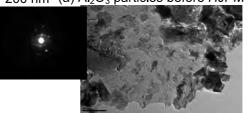
メジアン径 D₅₀ が 8 μm 球状粉体 (昭和電工製 CB-A10) と 1 次粒子径が 100 nm の凝集体である大明 工業製 TM-DAR の粒子を使用した。以下、それぞれを C-10 と A-01 と標記する。ビーズミルには、アシザワ ファインテック社製のラボスターミニ DMS65/LMZ015 を使用し、ビーズとその容器にはPSZ(ZrO2)を使用し た。C-10 には破壊力を得るためにビーズ径 $D_{\!\scriptscriptstyle B}$ は 300 μ mのものを、A-01の粒子にはBは50 μm のものを使 用した。スラリー濃度は4mol/1、容器容積は100ml、 ビーズ周速は 14 m/s、充填率はそれぞれ 85 と 50%の 条件で処理を行った。高圧湿式ジェットミル処理 HP.M は、スギノマシン社製スターバーストミニラボ機にて 行った。*HPJM*は、噴射ノズル径が 0.1 mm の衝突チャ ンバーを使用し、噴射圧を最大の245 MPa とした。ビ ーズミルでは処理時間 T_Bが、ジェットミルでは噴射圧 と処理回数 Naが主なパラメータになる。

C-10 の場合、 T_B を大きくするにしたがって、粒径のピーク位置が $10 \, \mu \, \mathrm{m}$ から減少し、 $60 \, \mathrm{分} \mathrm{c}$ 400 nm まで小さくなった。一般的には、粉砕処理による最小径は使用するビーズ径の $1000 \, \mathrm{分} \mathrm{o}$ 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。更なる粉砕には、ビーズをより小さなものに変える必要がある。一方、A-01 に関しては、 B_B が 50 $\mu \, \mathrm{m}$ の小さいビーズを使用しているにも関わらず、粒子径が余り小さくなら

なかった。ビーズの重量はビーズの径の3乗で減少するため、粉砕力が減少し粒子の破壊には至らないことが原因である。



200 nm (a) Al₂O₃ particles before HJPM



(b) Al₂O₃ particles after HJPM

Fig. 1 TEM images of Al₂O₃ suspensions before and after *HPJM*.

2.2 ビーズミル-ジェットミル複合処理

次に、ビーズミルにより粉砕された C-10 のスラリーに HPJMを行った。 1 回の HPJM処理により、粘度は 46.9 から 12 mPa·s に急激に減少した。また、粒径の減少も見られた。

図1に処理前と後のTEM像とその中央部の電子線回線像を示す。(a)は HPJM前のもので、粒子内部に粉砕によるクラックが表面から内部に入っている。右下に、そのクラックが入っていた部分の拡大を示す。また、粒子表面には粉砕粉やビーズによる結晶格子が損傷している部分が観察されていた。

その後 HPJM処理を行うと、Mが5回では (b)のように100 nm以下の破片が多く観察されるようになった。この状態では、回折像は多くの粒子を含むため多結晶のパターンを示した。この結果は、ビーズミルージェットミル複合処理では、ビーズ衝突によりに生じたクラックを起点としたより細かな粉砕が可能になることが分かった²⁰。

謝辞

本研究は JSPS 科研費 24560903 の助成を受けたものです。

参考文献

- 1) 岩坪聡, 第 56 回日本学術会議材料工学連合講演会講演論文集, 349-350 (2012)
- 2) 岩坪 聡, 第 57 回日本学術会議材料工学連合講演会講演論文集, 209-210 (2013)

*現 評価技術課

Study on microfluidic devices for isolation of circulating tumor cells expressing a variety of surface markers

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 京都大学大学院薬学研究科 嶋田 裕 富山大学大学院医学薬学研究部 岸 裕幸、塚田一博

1. はじめに

血中循環腫瘍細胞(CTC)は、癌の原発巣や転移巣か ら血管に侵入し体内を循環する腫瘍細胞であり、その存 在は古くから知られていたものの、単離されその有用性 が確認されたのは近年である。手術や抗がん剤治療前後 の CTC 濃度変化からそれらの効果を評価できることが 示され、さらに腫瘍マーカーと比較して CTC では極めて 早く明確な反応が現れることなどから、癌治療への CTC 検査導入を目指し世界中で研究が進んでいる。さらに最 近では癌の個性を見分けるために CTC を利用する研究 が進み、抗ガン剤(特に分子標的薬)開発の進展と相ま って、最適な治療薬・方法を明確な根拠に基づき選択し ながら行う癌の個別化治療が夢ではなくなってきている。 しかし現実には、このような癌治療での CTC 利用の進展 は遅く、その大きな原因の1つが血中濃度の極めて低い CTC を単離する難しさにある。現状では、CTC 単離は 極めて高価な装置(日本への導入は7台)や非常に手間 の掛かる方法により行うしかなく、広く臨床現場で実施 することはできない。このような状況を変えるため、現 在、簡便な CTC 単離の研究も世界中で行われており、有 望な方法としてマイクロ流体デバイス技術を応用した "CTC チップ"による単離が提案されている。

2. CTC チップによる腫瘍細胞単離

CTC チップは図1に示した原理により細胞を単離する。 すなわち比表面積の大きいマイクロ構造(ここではマイクロ流路中にマイクロポストを多数配置)の表面に、癌 細胞表面の特異的マーカーと結合する抗体をコートし、 そこを流れる細胞を抗原抗体反応により捕捉することで

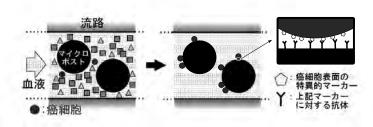


Fig. 1 CTC チップの捕捉原理

ムからなるのに対し、これまでに筆者らは世界でも例のない光硬化樹脂製のCTCチップを開発し、従来チップと同等以上の捕捉性能を有することを確認した「、2)。一方、これまで一般にCTCチップでは癌細胞の特異的マーカーは上皮細胞接着分子(EpCAM)を用いてきた。しかし最近の研究から、癌細胞によってはEpCAMがほとんど発現しなかったり、経時変化して減少・消失したりすることが分かってきた。そこで本研究では、EpCAM以外の表面マーカーも対象にして、血中のCTCを漏れなく捕捉できるよう開発チップを改良する検討を開始した。

3. EpCAM 以外の表面マーカー

現在、癌細胞のみが常時発現するマーカーを世界中の研究者が探索しているが、未だ確実なものは無い。よって本研究では種々の癌組織や癌細胞株に関する報告を調査し、低 EpCAM の場合によく見られるマーカーとして上皮成長因子受容体(EGFR)を選定した。図2に我々が所有する食道癌由来細胞株 KYSE510の EGFR を、蛍光標識抗体で染色した結果を示す。細胞表面がよく染まっており EGFR の存在を確認したので、チップによる捕捉試験を開始した。

参考文献

- 1) T.Ohnaga et al.: Biomedical Microdevices, 15:611-616, 2013
- 2) T.Ohnaga et al.: 第71回日本癌学会学術総会, P-1402 (2013) **謝辞**:本研究は科研費(基盤研究(C): 25350582) の助成 を受けたものである。

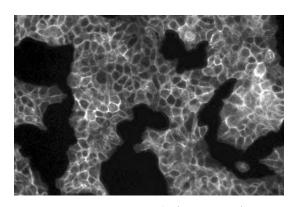


Fig.2 EGFR による免疫蛍光染色像

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 近石泰弘、岡 壮一、田中文啓

1. はじめに

癌の早期発見や診断、また個別化治療への応用を目指し、血中循環腫瘍細胞(CTC)について検討を行っている。CTC からは体内の癌に関する様々な情報が得られ、このような臨床応用が可能であることを示した論文が、既に多数出版されている。CTC の血中濃度は極端に低いため CTC 検査は容易でないが、有望な方法としてマイクロ流体チップ技術を応用した"CTC チップ"が提案されている。富山県工技センターではいち早くその可能性を認め、臨床応用を目指したポリマーCTC チップを世界に先駆けて商品化した。現在、国内数カ所でチップの臨床テストを進めており、ここでは肺癌に関する検討結果を報告する。今年度は臨床検体の捕捉や同定を行い、そこで現れた課題などについて検討した。

2. 臨床検体からの CTC 捕捉

産業医科大学倫理委員会から承認を得て、患者さん同意のもと数名から末梢血を採取して、ポリマーCTC チップによる捕捉試験を実施した¹⁾。捕捉試験、細胞染色を行った後にチップ観察した結果の1例を図1に示す。この患者さんは癌性胸膜炎、腋窩リンパ節転移、EGFR 変異(exon21 L858R)、が認められている。CTC の同定は、サイトケラチン染色および病理学的検査から行い、図1の写真において○で囲まれた捕捉物が CTC と同定された。この患者さんの場合は、血液2ml中に9個のCTCを確認した。

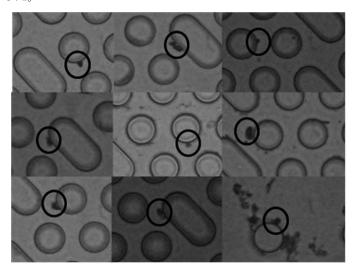


Fig. 1 肺癌の臨床検体から捕捉した CTC

次に捕捉された CTC の遺伝子解析を実施した。チップ上の CTC をプロテアーゼで溶解し、遺伝子増幅、電気泳動により EGFR 変異解析を行ったところ、組織検査で認められたのと同様に exon21 L858R の変異が確認された。以上の臨床テストから、ポリマーCTC チップは臨床応用が可能な事が示された。また CTC において遺伝子解析できたことは、通常、肺癌の確定診断に必要な手術をともなう生検を、血液検査で置き換えられる可能性を示している。また上記 EGFR 変異がある肺がんでは、非常に治療効果の高い抗がん剤(分子標的薬の EGFR チロシンキナーゼ阻害剤ーゲフィチニブ等)が有効であることが知られており、変異の確認が CTC でできることは、低侵襲な血液検査による個別化治療の可能性も示す。

3. 蛍光標識抗体による CTC 同定

細胞の同定は、発現したタンパク質を蛍光標識抗体により検出することでも可能であり、既に CTC については EpCAM、サイトケラチン、CD45 などから同定した報告がなされている。本検討でも、抗サイトケラチン抗体、抗 CD45 抗体および核染色剤(hoechst33342)を用いて、チップに捕捉された癌細胞の蛍光染色を試みた。はじめチップの自家蛍光やホルダーの紫外線遮蔽など問題があったものの、それらを改善したのちは、有核でサイトケラチン+、CD45ーの細胞が蛍光発光から明瞭に CTC として判定できることを確認した。

4.おわりに

今年度の検討から、肺癌の臨床検体でポリマーCTC チップを使用し、CTCの捕捉、同定、遺伝子解析など が可能な事を確認したので、今後は具体的な臨床応用 の課題について検討を進める。

参考文献

1) 近石泰弘ほか :BioJapan2013 講演資料

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。

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 近石泰弘、田中文啓

1. はじめに

アスベストは、深刻な健康被害を発生させることが明 らかとなり、日本では2006年に全面使用禁止となった。 しかし主たる健康被害は胸膜に発生する悪性腫瘍であり、 病状は時間を掛けて進行し、癌と診断されるまでにはア スベスト暴露を受けてから 30~40 年もの歳月を要する ため、禁止により直ちに健康問題は解決しない。アスベ ストは日本においても工業用素材として大量に使用され た時代があり、今後それに起因した悪性胸膜中皮腫の増 加が予想されている。従って他の癌と同様、早期発見、 診断、治療が重要であるが、悪性胸膜中皮腫では初期に は全く症状がないことも少なくないため、早期発見は一 般に困難である。また悪性胸膜中皮腫の確定診断は、胸 の中に内視鏡を挿入して行う極めて侵襲性の高い検査に よるため、容易に実施できない。このような悪性胸膜中 皮腫の早期発見・診断の課題を解決するために、本研究 の田中らは血液中のバイオマーカーを利用することを提 案した。血中循環腫瘍細胞(CTC)は、様々な癌におい てこのようなバイオマーカーとして利用できることが明 らかになっており、本研究では悪性胸膜中皮腫における 可能性を世界に先駆けて検討している。始めに悪性胸膜 中皮腫の CTC 単離について、細胞株を用い2種類の方法 で検討したので、報告する。

2. 実験

細胞株:悪性中皮腫由来の ACC-MESO1 および ACC-MESO4 を使用

単離方法・装置:

- ・ポリマーCTC チップシステム(富山県工技センター開発、捕捉抗体として抗 mesothelin 抗体および抗 podoplanin 抗体を使用)
- ・CellSearch システム (Veridex 社製、捕捉抗体は抗 EpCAM 抗体)

捕捉試験: PBS または全血に所定数の細胞株をスパイクしてサンプルとし、各装置で捕捉した時の捕捉細胞数をもとに捕捉率(捕捉細胞数/流した細胞数)を測定した。

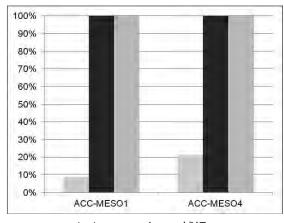
3 結果・考察

捕捉率測定の結果を図1に示す。全体としては、CellSearch システムと比較してポリマーCTC チップシステムが高い捕捉性能を有することが分かった。特に PBS の場合は、ポリマーCTC チップシステムは流れた癌細胞のほぼ全てを捕捉できるので、臨床検体の単核球分画サンプルなどに使用できると考えられる。一方全血の場合は、捕捉率が高々15%程度であることから、臨床検体から直接CTCを捕捉する場合には何れの方法でも不十分であり、改良が必要である。

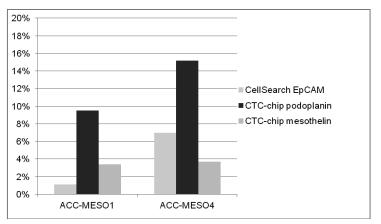
参考文献

近石泰弘ほか : アメリカ癌学会年会 2014、3080
 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。



(a) PBS中での捕捉



(b) 全血中での捕捉

Fig. 1 CTC チップシステムおよび CellSearch システムによる悪性中皮腫細胞株の捕捉率

マイクロ流体チップを用いた大腸癌での血中循環癌細胞の機能解析

材料技術課 大永 崇 順天堂大学大学院下部消化管外科学 富木裕一

1 はじめに

大腸がんは、日本のがん死亡者数統計において第3位 (女性1位, 男性3位)を占めており、一貫して増加傾 向にある。この原因については、昨今の食生活の欧米化 によることが大きいと考えられており、また一方では、 現状において大腸がん検診等では早期発見が難しいこと も影響している。そこで近年、大腸がんをより容易かつ 確実に発見するシステムの確立が早急に求められており、 様々な努力がなされている。その一つとして血液中の腫 瘍マーカーによる方法が検討されてきており、大腸がん に関係する複数のマーカーを特定し、それらの値から判 定する方法が知られている。しかし現状では、同時に3 種類 (例えば CEA, CA19-9, 抗 p53 抗体) のマーカーを 検査した場合でも、陽性率は50~60%前後と低く、十分 なレベルには達していない。そこでさらなる検出率の向 上を目指した研究が進められており、大腸がんの有望な バイオマーカーとして血中循環腫瘍細胞(CTC)が注目 されている。

2. 大腸がんにおける CTC 検査

CTC は、癌の原発巣から血管に侵入し体内を循環する癌細胞であり、大腸がんにおいても確認されている。CTC のバイオマーカーとしての特徴は、癌の存在を示すに止まらず、化学療法などに対する反応が明確で早いことが知られている。腫瘍マーカーでは効果判定までに数カ月を要するが、CTCでは1~3週間程度である。既にCTCの血中濃度を測定する装置が開発されており、米国Veridex 社から CellSearch システムとして市販されるに至っている。この装置によれば、転移性大腸がんにおいて抗がん剤治療前後のCTC濃度の変化を求めることができ、

その値を予後予測に使用することが米国食品医薬品局 (FDA) により承認されている ¹⁾。これまでに CellSearch システムは、承認を得た唯一の装置として、それを用いた臨床研究が多数なされてきた。その結果、主に承認範囲での使用においては有効性が確認された一方で、不十分な点も明らかになってきた。性能的には

- ・CTC を検出する癌患者さんの割合が不十分
- ・癌細胞の捕捉・解析の自由度が低い
- 生きた細胞の回収ができない

などの課題が指摘されており、さらに装置や消耗品のコストが高いことは、汎用的な検診として実現することを困難にしている。このように CellSearch システムは、大腸がんの検診に十分とは言い難いため、現在でも検査方法の研究開発が進められている。

3. CTC チップによる検査

近年、"CTC チップ"を使用した CTC 検査が注目されている。CTC チップは、マイクロ流体デバイス技術を用いて作製したチップ状デバイスであり、数mL の血液から高感度に CTC を検出できる。転移性大腸がん等の患者さん116人のうち115人から CTC を検出したとの報告がなされている 2。しかし CTC チップはコスト等のため、長い間実用化されていない。そこで筆者らは、従来の CTC チップの課題を解決したポリマー製 CTC チップを開発した 3。このチップは表1のように非常に実用的であるため、これまでに消化器癌、乳癌、肺癌、中皮腫などで臨床テストを進めている。大腸癌についても順天堂大学医学部においてテストすることとなり準備を開始した。今年度は捕捉装置を導入し、捕捉条件等に関する情報を収集した。

	** 10 00 04	1 L _ + LL	/ATA	and the same
表了	新規開発マイ	「クロ流体チップ	(じょじチツフ)(1) 概要

	CellSearch System	新規CTCチップ
新規性	2004~	2011~
発展性	× なし (独自開発不可)	○ 抗体の自由な選択 臨床応用性高い
開発国	米国	日本(当研究グループ)
機械値段	数千万円(4千万~)	100~200万円
ランニングコスト	200~500万(年間)	チップ代のみ(5000~1万円/枚)
捕捉率	× 悪い	〇 90%以上
利用	世界中	国内4カ所にて試験準備中

参考文献

- 1) 医学のあゆみ「CTC」228 巻、11 号、2009
- 2) S.Nagrath et al. Nature 450:1235,2007
- 3) T.Ohnaga et al. *Biomedical Microdevices*, 15:611-616, 2013

謝辞:本研究は科研費(基盤研究(C): 25460700)の助成を受けたものである。

シンクロ型マグネシウム基長周期積層構造の FSW加工による組織制御と強度改善

1. 緒言

マグネシウムの密度は 1.74 g/cm³と低いため次世代の軽量金属材料として期待されているが、マグネシウム合金は同じ軽金属に属するアルミニウム合金に比べて一般的に強度が低いという問題点がある。しかし近年、マグネシウムに遷移金属と希土類元素を同時添加したMg97Y2Zn1合金が室温で超々ジュラルミンを越える 610 MPa の降伏応力をもつことからり、その材料内部の長周期積層相に注目が集まった。この長周期積層構造相は、変形や結晶粒形状の微細化により大幅な強度増加が期待できるため、押出しや圧延などの塑性加工により強化が図られている。

本研究では、二次元摩擦撹拌接合装置(FSW)を用いて通常の塑性加工法では得られない大ひずみ加工を、長周期積層構造相を含むマグネシウム合金に施すことで、内部のミクロ組織と力学的特性の大幅な改善を目指した。

2. 結果

図1に摩擦撹拌加工した試料の外観を示す。試料には、割れなどの欠陥の導入も無く、強ひずみ加工法としての用途が期待できる。図2と図3に摩擦撹拌加工後の透過電子顕微鏡(TEM)によるミクロ組織観察写真を示す。最もひずみ量が大きいと推測する摩擦撹拌ツール近傍(図2)では、直径0.2μm程度~それ以下の均一な超微細結晶組織が得られた。また、塑性流動が顕著な摩擦撹拌部(図3)でも内部にひずみを含む直径0.5~1μm程度の結晶粒が得られており、摩擦撹拌加工によって長周期積層構造粒の分断と著しい結晶粒微細化が可能であることがわかった。また、ビッカース硬さ試験の結果、超微細粒部分では初期材の約2倍、摩擦撹拌領域では1.5倍以上の硬さの上昇を示したことから、摩擦撹拌加工により大幅な硬さの向上が図られることがわかった。

摩擦撹拌加工では、摩擦熱によって材料の温度は大き く上昇する。熱加工影響部の組織観察の結果、微細粒組 織は熱的にも比較的安定であると考えられるが、強度は 初期材と同程度であった。今後、加工条件を最適化する ことで摩擦撹拌領域を拡大させ、圧縮試験や高温長時間 試験等により、その力学的特性について明らかにする必 要がある。

参考文献

1) Y. Kawamura et al.: Mater. Trans., **42** (2001), 1172.

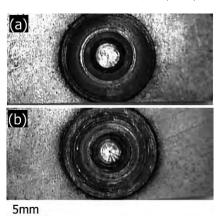


図 1 摩擦撹拌加工後の試料外観 (a) 1000rpm 10sec, (b) 2000rpm 10sec

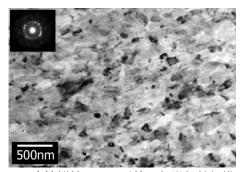


図2 摩擦撹拌ツール近傍の超微細粒組織

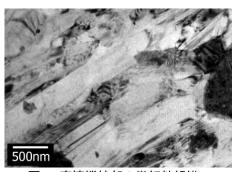


図3 摩擦撹拌部の微細粒組織

精密加工を応用した風合いを有する プラスチック成形品の開発

加工技術課 川堰宣隆 材料技術課 住岡淳司 富山大学 高野登,山田茂 (株) タカギセイコー 藤井美里

1. 緒 言

近年,製品の付加価値を高めることを目的として,プラスチック成形品においても,見た目や触り心地などの感性的な機能の付与が求められている.プラスチック成形品の感性機能を高める例としては,シボ加工などが挙げられる.しかし従来の手法では,感性的な機能を制御するうえで限界がある.一方,近年,固体表面に微細なテクスチャを作製することで様々な表面の機能を制御する"機能性表面"が注目されている¹⁾.これを応用することで,プラスチック成形品の触感を変化させることが可能になると考える.

本研究では、マイクロ加工を利用した風合いのよいプラスチック成形品の開発を目的としている。既報^{2),3)}では、機械加工を利用して、マイクロメートルオーダの微細なテクスチャを有するプラスチック成形品を作製した。これによって、触感が大きく変化することを明らかにした。本報では、各種形状のテクスチャを作製し、その形状が触感に及ぼす影響について検討した。

2. テクスチャ先端形状の影響

これまでの研究では、図 1(a)に示すような先端が三角形状のテクスチャ形状について検討してきた. ここでは同図(b)に示す先端に半径 20 μm の丸みを有する形状 (ラウンド形状) および幅 40 μm の平坦部を有する形状のテクスチャ (フラット形状) を作製し、その形状が触感に及ぼす影響について検討した. 樹脂には摩擦特性の異なる 2 種類の PP を使用し、その影響についても検討した.

図2は、官能評価より得られた各種テクスチャの"引っかかる"感である。テクスチャのピッチは120 μmである。ラウンド形状のテクスチャの場合に、最も"滑らか"な触感となる。さらに指との接触面積の増大によって、材料による差が強く表れる。すなわち、ラウンド形状のテクスチャによって、さらなる滑らかさを発現させることができる。さらに、材料特性を生かしたテクスチャとなることがわかる。一方、フラット形状では引っかかりが生じやすく、滑らかさが現れにくい結果となった。

図3は、官能評価より得られた"引っかかる"感のテクスチャのピッチ依存性である。テクスチャは、ラウンド形状である. 材料がいずれの場合でも、ピッチが100 μm 前後で最も滑らかな触感となった。潤滑性のある材料の

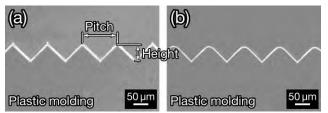


Fig. 1 SEM images of the texture with (a) sharp and (b) round shape.

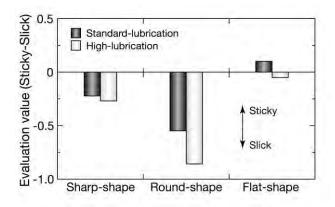


Fig. 2 Evaluation results for the "Sticky – Slick" sensation at various texture shapes and materials.

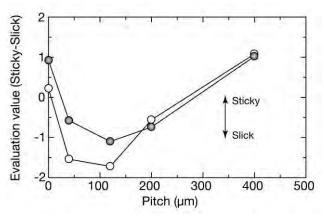


Fig. 3 Evaluation results for the "Sticky – Slick" sensation, plotted as a function of the pitch of texture.

場合に、より滑らかな触感となることがわかる. ラウンド形状のテクスチャの場合、テクスチャのピッチを小さくすることでテクスチャによる効果に加えて、テクスチャの材料特性が表れやすい. これによって、より滑らかな触感が得られる. 一方、テクスチャのピッチが大きくなると、指紋内部へのテクスチャの入り込みが"引っか

かる"感を決定するうえで支配的となる. これらの条件では材料特性による違いが現れず, "引っかかる"感に差が生じにくいと考える.

3. 厚みを持たせたテクスチャの作製

これまでの研究 ³⁾において,作製したプラスチック成 形品を布や革製品と比較すると,"厚みのある"の点で触 感が大きく異なることがわかった そこで,より厚みを感 じるテクスチャを作製するため,**図 4** に示すような表面 にピッチがミリメートルオーダのうねり状のテクスチャ を適用した.このテクスチャを用いて官能評価を行い, テクスチャの形状が触感に及ぼす影響について検討した.

図5と図6は、それぞれ官能評価より得られた"厚みのある"感と"硬い"感のうねりの高さ依存性である. 高さ40 μm以上で、厚みのある触感となった。また指とテクスチャの接触面積の変化が誘起され、柔らかいと感じられることがわかる。一方、ピッチを小さくした場合でも厚みのある触感が得られるものの、硬く、好まれない傾向となる。このため、厚みを持たせた触感を実現するためには、ピッチを大きくし、高さ40 μm以上のうねりを作製する方法が有効であると考える。

4. 結 言

本報では、各種テクスチャ形状が触感にに及ぼす影響について検討した.これより、その形状や大きさの異なるテクスチャを組み合わせることで、各種触感を制御できることがわかった.

参考文献

- 1) C. J. Evans and J. B. Bryan: *Annals CIRP*, **48** (1999) 541.
- 2) N. Kawasegi et al.: Prec. Eng., 37 (2014) 433.
- 3) 川堰ほか:精密工学会誌,採録決定.

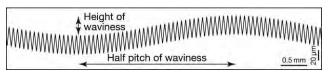


Fig. 4 Shape of the microtexture with waviness.

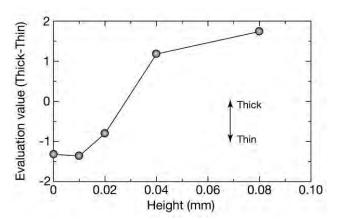


Fig. 5 Evaluation results for the "Sticky – Slick" sensation at various texture shapes and materials.

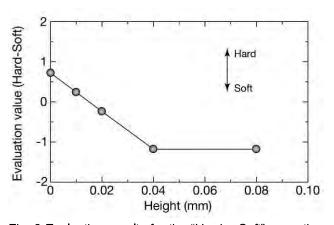


Fig. 6 Evaluation results for the "Hard – Soft" sensation, plotted as a function of the height of the waviness.

キーワード: テクスチャ、触感、プラスチック成形品、官能評価

Development of a Plastic Molding with a Distinguishing Tactile Sense Induced by Micromachining

Processing Technology Section; Noritaka KAWASEGI, Material Technology Section; Junji SUMIOKA, University of Toyama; Noboru TAKANO, Shigeru YAMADA and Takagi Seiko Corporation; Misato FUJII

The purpose of this study was to develop a plastic molding with a distinguishing tactile character for various industrial applications. Grooved textures with pitches and depths ranging from several micrometers to several hundred micrometers were fabricated on plastic molding surfaces by first micromachining aluminum alloy molds, and then utilizing a vacuum hot-press procedure. To investigate the effect of apex shape of the texture, rounded and flat shaped textured were fabricated, and sensory evaluation was conducted using these textures. The rounded textures led material properties due to its large contact area. In addition, to express the "Thick" and "Soft" sensations by texturing, waviness with a pitch of several millimeters was fabricated on the textured surface. As a result it was found that the thicker and softer sensations were obtained by higher waviness rather than smaller pitch of waviness.

摩擦撹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,冨田正吾, 評価技術課 氷見清和

1 緒言

摩擦攪拌接合(FSW)法は、低入熱・低歪の特徴を有する固相接合であり、異種金属材料の新たな接合法の一つとして注目されている。著者らは、FSW を用いた異種材料の接合方法に関する研究を行っている。前報「では、アルミニウム(AI)とマグネシウム(Mg)合金の異種材料の重ね継手における摩擦攪拌接合性について検討した。その結果、AI/Mg合金接合部内部で均一で十分な塑性流動が行われておらず、空洞状の欠陥や割れが発生し、良好な接合継手が得られなかった。そこで本研究では、ツール形状を変化させ、AI/Mg合金の接合性に及ぼすツール挿入量の影響について検討した。

2. 実験方法

接合試験は二次元摩擦撹拌接合装置 (日立パワーソ リュションズ㈱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 で一定と した。供試材料は、AI 合金は A6063-T5、Mg 合金は AZ31 (三協立山㈱三協マテリアル社製)を用いた。板厚は約3 mm である。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。ツールの形状は、ショルダ 径 ϕ 15 mm で、プローブ長さ3.0、3.5 および5.5 mm と した。ここで、接合時のショルダの押込量は、約 0.1 mm としたので、各ツールの挿入深さは上板の表面から約 3.1、3.6 および 5.6 mm である。接合欠陥の有無は接合 部の断面観察により行った。引張せん断試験片は、板 幅 約50 mm、長さ 約150 mmの板材を重ね代 約50 mm で配置して、幅方向に接合長さ 30 mm で接合し作製し た。なお、引張せん断試験時のクランプ間距離は約150 mm とし、クロスヘッドの移動速度は1 mm/min とした。

3. 実験結果および考察

図 1 に R=2000 rpm、 ν =100 mm/min の条件でツールの 挿入深さを変化させた接合部断面のマクロ組織を示す。 ツール挿入深さ 5.6 mm の場合、接合部に楕円形の攪拌 部が形成されるが、上下板の境界線は残り、中央部に 空洞欠陥が観察された。一方、ツール挿入深さ 3.1 mm の場合、攪拌部が減少し、図 1A で示したような空洞欠 陥は認められなかった。

図2に図1で示したa、bの領域のミクロ組織を示す。

ツール挿入深さ 5.6 mm の攪拌部において、空洞状の欠陥のみならず、割れが多数発生した。一方、ツール挿入深さ 3.1 mm の場合は攪拌部の減少に伴い、図 2 a のそれと比較して割れは微小で、割れ発生領域は小さくなった。

図 3 にツール挿入深さ 3.1 mm、R=2000 rpm、v=700 mm/min で接合した接合部断面のマクロ組織写真(OM) と BSE 組成像および Al、Mg の特性 X 線像を示す。図 1B (R=2000rpm、v=100 mm/min)と比較して、接合部の

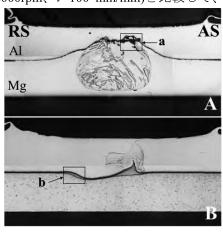


図 1 接合部断面のマクロ組織写真(ツール挿入深さA: 5.6 mm、B: 3.1 mm)

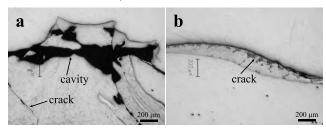


図 2 接合部断面のミクロ組織写真 (ツール挿入深さ A: 5.6 mm、B: 3.1 mm)

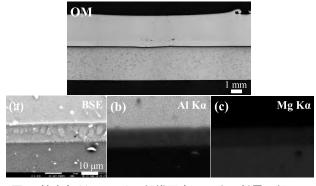


図3 接合部断面のマクロ組織写真(OM)と反射電子組成像(BSE)および特性 X 線像(ツール挿入深さ: 3.1 mm)

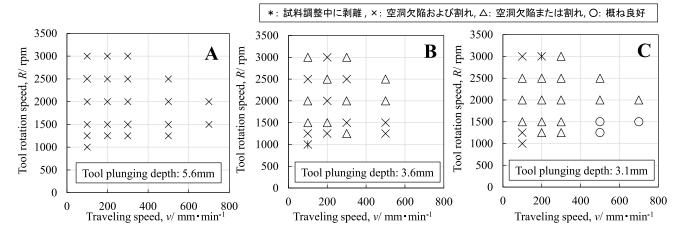


図 4 接合欠陥に及ぼす接合条件の影響 (ツール挿入深さ, A: 5.6 mm, B: 3.6 mm, C: 3.1 mm)

変形が小さい。これは移動速度の増加に伴って、Mg側の塑性流動領域が小さくなったためであると考えられる。接合界面の組成はAlの母材と比較してAlの濃度が減少し、Mgの母材と比較してMgの濃度が減少した組成であり、接合前のAl/Mg合金の界面は消失した。

図 4 に接合欠陥に及ぼす接合条件の影響を示す。ツール挿入深さ 5.6 mm (図 4A)の場合、いずれの回転数および移動速度で、空洞欠陥と割れが発生した。このようにツールを下板の Mg 側に深く挿入した場合、極めて接合性が悪い。一方、ツール挿入深さが上板の板厚に近づくにつれ空洞欠陥と割れが同時に発生する接合条件範囲が減少した。

図 5 に引張せん断荷重に及ぼすツール挿入深さの影響を示す。なお、回転数はいずれも 2000 rpm である。同一移動速度において、ツール挿入深さが増加すると、引張せん断荷重は減少した。これはツール挿入深さが増加するにつれて、下板の Mg 合金が上板の Al 合金中に攪拌され、空洞欠陥や割れ発生領域が拡大したためであると考えられる。ツールの挿入深さが 3.1 mm の場合、3.6 mm と比較して引張せん断荷重は高いが、バラつきが大きい傾向を示した。一方、引張せん断荷重は、ツールの移動速度が増加するにつれて、概ね増加する傾向を示した。なお、破断位置は、いずれも接合部であった。



本研究は Al/ Mg 合金の異種材料の重ね継手をプロー

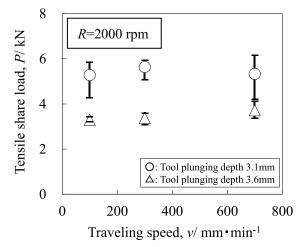


図 5 引張せん断荷重に及ぼすツール挿入深さの影響

ブ長さの異なる接合ツールで摩擦撹拌接合し、摩擦攪拌接合性へ及ぼすツール挿入深さの影響について検討した。その結果、ツール挿深さが減少する(上板の Al 合金の板厚に近づく)につれて、空洞欠陥や割れの発生領域が小さくなり、引張せん断荷重が増加した。

参考文献

- 1) 柿内茂樹, 清水孝晃, 冨田正吾: 富山県工業技術センター研究報告書, (2013), 39-40.
- 2) JIS Z3136: 1999, 抵抗スポット及びプロジェクション溶接継手のせん断試験に対する試験片寸法及び試験方法

キーワード: 摩擦撹拌プロセス、 異材接合、 ツール形状、 ツール挿入深さ

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

Shigeki KAKIUCHI, Takaaki SHIMIZU, Shogo TOMIDA, Kiyokazu HIMI

In this study, the weldability of Al with Mg alloys by FSW was investigated. As the tool plunging depth was increased, some defects (cracks and cavities) occurring in the stir zone increased. On the other hand, the tensile load at plunging depth 3.1 mm was higher than that of the 3.6 mm.

集東イオンビームを応用した超精密加工用 工具の開発と応用

加工技術課 川堰宣隆 材料技術課 杉森博*1

1. 緒 言

本研究では、高精度な微細加工が可能な 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工具に Ga を FIB 照射すると、加工変質層が形成される。これによって、加工性が悪化する。 既報 ¹⁾では、アルミニウム蒸着及び熱処理によって Ga の除去が可能であり、FIB 照射した工具の加工性を大きく改善できることを示した。 一方、照射部には加工変質層が残留し、非照射の工具と比較して、耐摩耗性が劣る結果となった。

本報では FIB 照射後のダイヤモンド工具から加工変質 層を除去するための熱処理方法を提案するとともに, 切削実験により提案した手法の有用性について検討した.

2.熱処理による加工変質層の除去

イオン照射した単結晶ダイヤモンドを酸素中や空気中で高温で熱処理すると、影響層をエッチングされる²⁾. 本手法を切削工具に適用する場合、ロウ付けなどへの影響を避けるため、約500℃以下の条件で処理する必要がある. 本研究では、この条件下でのエッチングの可能性を明らかにするため、各種条件依存性について検討した. 照射時には、厚さ10 nm のカーボン膜を蒸着した.

図1は、FIB 照射後の加工深さおよび熱処理前後の深 さ増加量のドーズ量依存性である. 熱処理時間は, 240 分である. ドーズ量の小さな条件で照射部はスパッタさ れず、高さ数 nm の微小な隆起が生じた. ドーズ量が 0.12 C/cm²以上でスパッタに転じ、照射部は凹状となった.ド ーズ量にともない、その深さは増加した。ドーズ量の小 さな場合, 熱処理後の深さ増加量は30~35 nm であった. またカーボン膜は、熱処理後に消滅していた. 既報¹⁾の結 果および SRIM によるシミュレーションより、加工変質 層の厚さは約40 nm と考える. この値は深さ増加量とカ ーボン膜厚さの和と一致しており、加工変質層のみが選 択的にエッチングされたと考える.一方,スパッタされ る条件になると、再付着の影響により深さ増加量は小さ くなった. 熱処理時間を変化させた結果, これらの条件 でもエッチング深さの増加傾向が観察され、エッチング が進行していることがわかる. 以上の結果より、熱処理 温度 500 ℃ でも加工変質層の選択的な除去が可能である ことがわかった. これによって, 本手法を切削工具へ適 用できると考える.

*1 現 企画管理部

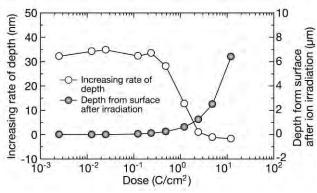


Fig. 1 Changes in the rate of increasing of the depth of the irradiated area, plotted as a function of ion dose.

3. 加工実験による工具の評価

3.1 実験条件および方法

提案した熱処理の有用性を明らかにするために加工実験を行い、工具の耐摩耗性について検討した. 加工実験には超精密切削加工機(ファナック(株)製 ROBONANO α-0*i*B)のシャトル機能を用いた. 被削材は、NiP メッキである.

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 非照射の工具、FIB 照射した工具、FIB 照射後に熱処理した工具(以下、それぞれ非照射工具、FIB 工具、熱処理工具とよぶ)の 3 種類である.

3.2 実験結果および考察

図2は,各種工具でNiPを加工した時の切削距離19040mにおける工具すくい面の形状である.FIB工具の場合,工具・被削材接触域全面で摩耗が進行し,その深さは平均部で約40 nm,最大部で65 nmとなった.平均部の深さはFIBによる影響深さと一致しており,その領域が選択的に摩耗したと考える.一方,熱処理工具では,接触領域の平均摩耗深さは数 nm,最大深さは20 nmであり,耐摩耗性が大きく改善されていることがわかる.

図3は、切削距離に対するすくい面の摩耗深さである. FIB 工具の場合、初期の段階で摩耗深さが急増し、距離 160 m のときに 38 nm であった. その後、最大深さは 65 nm に達した. 一方、非照射工具、熱処理工具の場合、距離 5000 m 以降で摩耗の進行はわずかであり、その深さは最大で約 20 nm であった. すなわち、FIB 工具に熱処理することで、耐摩耗性を大きく改善できることがわかる.

図4は、切削距離19040 mのときの、加工面形状である。いずれの工具でも送り量と同様の間隔でカッターマークが観察できる。熱処理工具の場合、加工底面は平滑

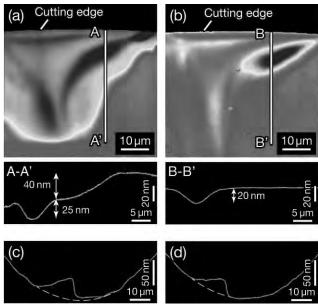


Fig. 2 Tool wear on the rake face of (a) the FIB tool and (b) the heat-treated tool. (c) The shape of the cutting edge of the FIB tool and (d) the treated tool. The dashed lines in (c) and (d) indicate the original tool shape.

である. 一方, FIB 工具では, 不規則な形状が観察される (図中, C). FIB 工具では, 切削初期に凝着摩耗等によって不規則な摩耗が進行する. これによって, 加工面性状も悪化することがわかった.

4. 結 言

本報では FIB 照射後のダイヤモンド工具から加工変質 層を除去するための熱処理方法を提案するとともに, 切削実験により提案した手法の有用性について検討した. これより, 加工性を大きく改善できることがわかった.

参考文献

1) N. Kawasegi et al.: Prec. Eng., 38 (2014) 174.

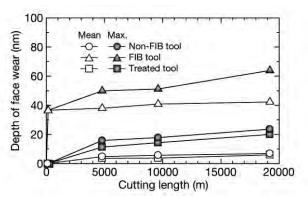


Fig. 3 Changes in the depth of face wear, plotted as a function of the cutting length.

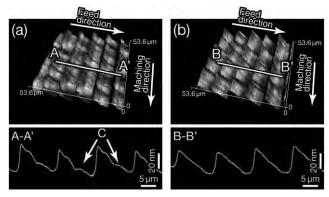


Fig. 4 Surface topographies and cross-sectional images of the NiP surface after machining using (a) the FIB tool, and (b) the heat-treated tools, following a cutting distance of 19040 m.

2) N. R. Parikh et al.: Appl. Phys. Lett., $\bf 61$ (1992) 3124.

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 尾崎一馬氏にお礼申し上げます.

キーワード:超精密加工、ダイヤモンド工具、集東イオンビーム、切削工具

Development and its application of ultra-precision cutting tools fabricated using focused ion beam

Processing Technology Section; Noritaka KAWASEGI and Material Technology Section Hiroshi SUGIMORI*1

A focused ion beam (FIB) is an effective technique for fabricating micro-scale shapes on diamond cutting tools. However, ion irradiation of diamond tools causes ion implantation, defects, and non-diamond phases, all of which degrade the tool performance. To remove affected layers from FIB-irradiated diamond tools, heat treatment in air was applied, then the effect of the heating parameters on the etch ability of the irradiated area was investigated. It was found that the affected layer could be etched and removed from the diamond tool surface, even at 500 °C. In machining experiments on nickel phosphorus, we obtained the machining performance was improved by applying heating technique, and the cutting forces and machined surfaces were similar to those obtained with the non-irradiated tool. These results indicate that the proposed heating technique is effective for diamond cutting tools shaped by FIB.

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, 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、一品生産 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

昨年度の研究で、当センターの積層造形装置(3Dプリンター)の県内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材料にポリスチレンを用いることで、鋳型造形上の制約に縛られることなく一品物の鋳造焼失原型製作が可能であり、漆器分野においては、造形物に直接塗布することで少量または一品生産が可能となる。

2.2 業界での二一ズ調査

次に 3D プリンティングへのニーズ聞き取り調査を目的とし、伝統産業関連企業 15 社に対し、無料試作の相談会を実施したところ、各企業から様々なニーズが寄せられた。その一例を下記に示す。

鉄瓶のリバースの事例であるが、この企業の要望は、 鉄器の雰囲気で小さめの銅合金鋳物を試作したいという ものだったが、鉄器産地の職人不足から既に原型製作を 依頼することが不可能となっていた。そこで現物を大型 X線 CT により 3D スキャンすることとした。(Fig. 1)





Fig. 1 鉄瓶 (左) とスキャニング時の設置状態 (右)

スキャンした 3D データは、各層ごと表面に段差が発生 するので、通常は平滑化処理を行う。今回は実験的な意

*現 ものづくり研究開発センター

味で平滑化処理前後のもの両方を準備した。(Fig. 2)









Fig. 2 スキャニングによる 3D データ (STL) 化 平滑化処理なし (左) と平滑化処理あり (右) さらにこの 3D データを CAD 上でスケールダウンし、 鋳造原型として 3D プリントを行った。 (Fig. 3)









Fig. 3 積層造形装置による 3D プリンティング 平滑化処理なし(左)と平滑化処理あり(右)

結果としては、文様の鮮明さを優先し、敢えて平滑化処理なしのものが採用され、企業の方で手加工による微修正が施されることとなった。

上記例の他、この一連の試作相談で明らかとなったのは、当該伝統産業においては、製品原型として一つの 3D データを基にその時々の用途や商品ニーズに応じて、必要なスケールで必要な数だけ原型や製品を製作できれば、

効率的な多品種少量生産が可能となるということである。 つまり業界のデジタル化を促進すれば、倉庫内の製品原型の管理作業をはじめ、高齢化や後継者不足に悩む職人 頼みの原型製作の負担もかなり軽減されることとなる。

2.3 新商品の試作

以上をヒントに、鋳造製品、漆製品の原型モデルの試作を行った。まず鋳造製品の原型モデルを Fig. 4 に示す。

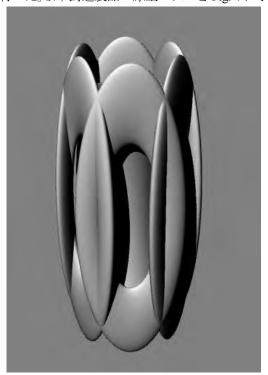


Fig. 4 鋳造製品の原型モデル

この 3D-CAD データを CAD 上で自在に変形、スケール変更を行うことにより、例えば、鉛筆キャップ、ペンスタンド、小物入れ、一輪挿し、花瓶、ランプシェード、ダストボックスなど、必要に応じて必要な大きさで必要な数だけ鋳造原型としての製作が可能となる。

次に漆製品の原型モデルを Fig. 5 に示す。漆器製品に 使用する場合、材料と漆との密着性の検証が別途必要と はなるものの、これについてもペンダント、イヤリング、 コースター、ランチョンマット、花瓶敷きなど、多様な 用途の漆器素地としての造形製作が可能となる。

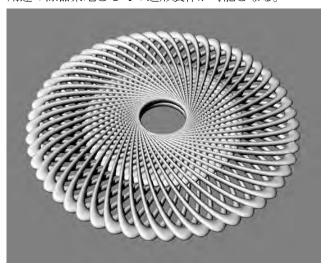


Fig. 5 漆製品の原型モデル

3. まとめ

本研究により、当該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。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

 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) クリスアンダーソン: [メイカーズ] 21 世紀の産業 革命が始まる

NHK 出版(2012.10.23)

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)

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 new products for companies.

居住環境モニタリング技術に関する研究

評価技術課 塚本吉俊 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最も有利である。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組んだ。

2. 電流波形解析システムの概要

開発システムは、CT 型電流センサ(マルチ計測㈱製 CTF-6)と電圧位相を検出する電圧センサを用い、機器の消費電流波形の収集と解析を行った。図1にシステムの概要を、図2に電流センサ及び電圧センサを示す。試作した電圧センサは、絶縁保護された電極を非接地側の電源線を被覆上から挟み込むもので、電極上には静電誘導により電位が誘起し、負荷を通して大地との間に電流が流れる。これを計測する方式なので、特別な電気工事は必要としない。

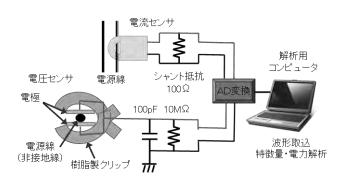


図 1 電流波形解析システム

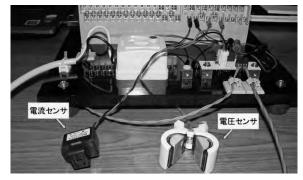


図2電力計測用センサ

解析用コンピュータは、電流と電圧値の収集と、電流の最大値、平均値、波高率、波形率、実効値及び19次までの奇数次高調波と消費電力を特徴量として求め、表示と蓄積を行う。A/D変換速度は、高調波解析を行うため、電源周波数1周期あたり64点(50Hzで3200サンプリング/秒、60Hzで3840サンプリング/秒)とした。

図3に、レフ電球(150W)の測定例を示す。この電球は抵抗負荷であり、電圧と電流の位相が同期(ピーク位置が一致)するが、静電誘導型電圧センサを用いた場合、

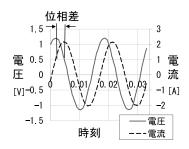


図3 レフ電球の測定波形

位相ずれを生じる¹⁾。このため、抵抗負荷で位相差を補正し、電圧の極性が負から正に変わる時刻から8周期(512点)の電流値を抽出し、特徴量の計算を行っている。

消費電力は、瞬時電力(ある時刻の電圧と電流の瞬時値の積)を1周期分平均して計算できる。電圧と電流の位相関係が特定されているので、電圧を理想的な正弦波と仮定して、測定された電流値とその時刻の電圧の理論値との積を8周期分平均して消費電力を推計した。

3. 実験結果および考察

図4に10種類の家電製品の消費電力について、開発システムと電源ラインEMC試験システム(㈱東陽テクニカ製 100-CTS)での測定結果を示す。線形性が認められ、電力推計が可能なことがわかった。

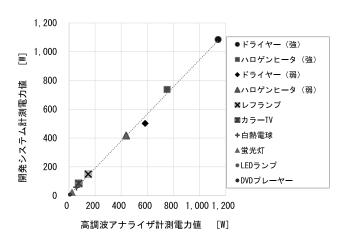


図4 電力計測精度

次に、複数機器を稼動させたときの電流変化について 検討した。図5は、同じ容量のレフ電球を1個から3個

まで点灯させたときの電流値の変化であり、点灯数に応じて倍増している。同様に、点灯数を3個から2個に減らした時、1個相当量の電流値が減ることがわかる。

また、液晶テレビを例 に、実際の分電盤におい て起動時や停止時の電

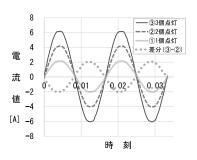
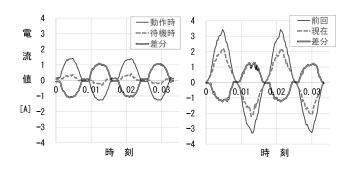


図 5 複数点灯時の電流変化

流の変化量から機器を特定することを試みた。



(A)機器単体の測定波形 図 6 注目機器の電流変化(液晶テレビの例)

まず、液晶テレビ単体の動作時と待機時の電流を測定 (図 6 (A)) し、ON-OFF 動作時の特徴量を保存した。 次に、液晶テレビが接続された分電盤の分岐ブレーカで、ON-OFF 動作時の電流の変化量 (図 6 (B))を求め、その特徴量を蓄積された特徴量と比較を行った。類似性の評価には、消費電力の大きさと第 19 次までの高調波の構成比率を用いた。図 7 に高調波の構成比率の例を示す。推定対象の測定値から求めた高調波の構成比率と登録された機器の高調波の構成比率を各次数で比較し、その差が最小のものを稼働機器として推定した。図 6 (B)、図 7 の例では、液晶テレビが消されたものと推定できた。

この手法は電流の差分値を用いるため、電力変動が少ない系統での機器の推定には有効と考えられる。一方、電力変動の大きい系統の場合や、複数機器が同時に稼動した場合の推定は今後の課題として残った。

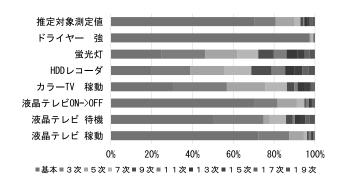


図 7 高調波の構成比率の例

4. 結言

分電盤等で測定した電流波形から、稼動機器を推定するためのデータ処理システムの開発を行った。

非接触方式の電圧位相検出センサを試作し、電圧位相を基準に電流波形の比較を可能とした。個別機器の消費電流波形について形状の特徴量と消費電力を蓄積し、機器の稼動、停止時に検出される電流の変化量から、機器稼動状況の推定が可能になった。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的手法が構築された。

家電機器使用の特徴を把握することは、エネルギー管理や機器の使用パターンの変動に着目した生活者の異変検知や見守り支援技術に応用できる。今後は、焦電センサを中心とする生活見守りシステムと連携し、生活行動の詳細な把握と生活空間の快適性・安全性の判断に有効な指標について検討する。

参考文献

1)古川達也ら:配電系力率測定用電圧検出センサの実用 化に関する研究,計測論 Vol.31-11 (1995) 1810-1816

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 system technology to monitor dwelling environment

Evaluation Engineering Section; Yoshitoshi TSUKAMOTO, Katsuhiro SASAKI

To contribute to energy saving, the system which analyzes the consumption current of home electric appliances is developed. The non-contact sensors to detect the phase between voltage and current of home panel boards were developed. The features of power consumption and magnitude of harmonic current were useful to discern the working states of household appliance. The quality of life-support services will be improved by the monitoring of appliances closely related life activity.

エックス線 CT による画像計測の高精度化に関する研究

材料技術課 林 千歳*1 山本 貴文 住岡 淳司

1. 緒言

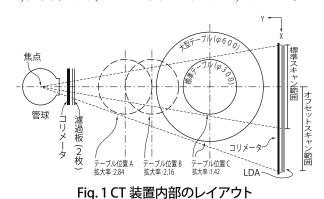
エックス線 CT は、非破壊検査や3次元計測に加え、3Dスキャナとして STLデータ作成が可能であり、ものづくりの各段階における有用なツールである。しかしながら、CT 像の撮影条件は適正な範囲が狭く、ノイズやボケ、試料のブレ等の影響により良好な断層像が得られないことが多いため、読影や計測、STLデータ作成に支障があった。

そこで本研究では、エックス線 CT システムのスキャン 条件と寸法精度、画像の像質、および分解能の関係を明 らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 実験装置

本研究では、当センターのエックス線CTシステム (Yxlon International GmbH 製 Y.CT Compact 450XL-Y)を用いた。エックス線管球は、焦点寸法が 400μm (EN12543)、管電圧が最大 450kV、管電流が最大 1.55mA である。試料テーブルは、Fig. 1 に示すようにエックス線管球と LDA(ラインセンサ)の間を三段階移動できる構造となっている。LDAは、有効長 573mm で、16bit センサ素子が 250μm 間隔で配置されており、テーブル中心からオフセットして設置し、180°の回転で全体をスキャンする標準スキャンと、360°の回転で全体をスキャンするオフセットスキャンの両方に対応できるようになっている。また、主要なスキャン条件は、プロジェクション数 (試料 1 回転あたりの撮影コマ数に相当)、積分時間 (1 コマの撮影時間に相当)等である。



2.2 試験および評価方法

(1) 寸法精度

Fig.2(左)に示す試験片を用い、各テーブル位置において、試験片の重心を試料テーブルの中心に設置し、標準スキャンにて450kV、1.55mAの照射条件で板厚方向の中心部をスキャンの後、CT制御ソフトにより直径5mmの穴

*1 現 ものづくり研究開発センター

の中心間の距離を測定し、本装置の寸法精度を評価した。 (2) エックス線照射条件と解像度の関係

Fig. 2(右)に示す直径 80mm 厚さ 15mm の A1 合金製 丸棒に 0.2、0.3、0.4、0.5mm のドリル孔を空けた試験片 を用い、断層像中のドリル孔の輝度分布から、スキャン条 件と解像度の関係を評価した。

(3) 試料位置と分解能の関係

Fig. 3 に示す分解能測定用ラインペア (LP) ゲージ (1.0 \sim 3.2LP/mm) を ϕ 90mm の紙製円筒に貼り付け、試料テーブル上の様々な位置に設置して CT スキャンを行い、 試料位置やスキャン条件と分解能の関係を調査した。

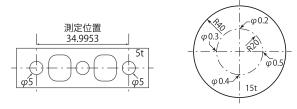


Fig. 2 寸法精度測定用 (左)と解像度測定用 (右)試験片

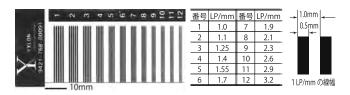


Fig. 3 分解能測定用ラインペアゲージ

3. 実験結果および考察

(1) 寸法精度

Table 1 に、CT での測定値と三次元測定器による測定値から求めた測定誤差を示す。この値は、断層像の空間分解能、CT テーブルの位置精度に起因するもので、メーカ保証値である± 50μm の範囲内であった。

Table 1 各試料テーブル位置での寸法誤差

テーブル位置	拡大率	測定値 (mm)	誤差 (µm)
A	2.84	35.0064	11
В	2.16	34.9590	-36
C	1.42	35.3514	40

(2) スキャン条件と解像度の関係

テーブル位置 C でφ600mm のテーブル端に試料を置き、管電圧 450kV、管電流 1.55mA、積分時間 30ms 一定として、プロジェクション数を変化させ試料の断層像を撮影した後、ドリル孔の確認を行った。その結果の一例を Fig. 4に示す。φ0.2mm のドリル孔は、900 プロジェクションでは

ノイズに埋もれ確認できないが、3,600 プロジェクションではその存在が明確に確認できた。テーブル位置 C では250μm 間隔のセンサ素子に平均1.42 倍拡大して投影されることや、焦点が400μmの線源を用いていることから、0.2mmのドリルホール(2.5LP/mmに相当)は本 CT システムで確認できる下限に近い大きさであると考えられる。

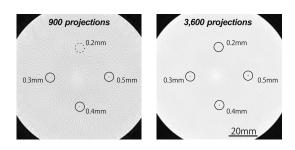


Fig. 4 ドリル孔試験片の断層像の例

(3) スキャン条件と分解能の関係

試料テーブルの中心に LP ゲージを貼り付けた円筒を置き、テーブル位置、プロジェクション数を変化させたときの、LP ゲージの隣り合う2本の分離が確認できる位置 (LP値) と、プロジェクション数と積分時間から求められる LP ゲージの移動速度の関係を Fig. 5 に示す。

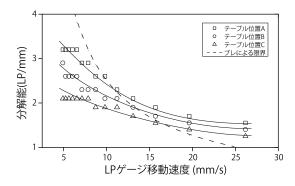


Fig. 5 試料テーブル位置を変えたときの LP ゲージ移動速度と LP 値 (分解能) の関係

拡大率が大きな位置ほど分解能が高く、LP ゲージ移動 速度の増加に伴い分解能が低下する。図中に破線で示し た「ブレによる限界」は、積分時間 (20ms) の間に LP ゲー ジが移動し、線間の隙間を隠すことによる分解能の限界 を示したものである。実際には、この限界速度を超えた 条件でも、エックス線の回折やノイズのため、Fig. 6 のように隣接する2 本が分離しているように見えることがあった。



Fig. 6 の LP ゲージの透視像の例

Fig. 7 に、テーブル位置 C で φ600mm のテーブルを取り付けた際に、テーブル中心からの距離を 45-295mm に変えて LP ゲージを置き、プロジェクション数を変化させたときの、LP 値 と、プロジェクション数と積分時間から求められる LP ゲージの移動速度の関係を示す。

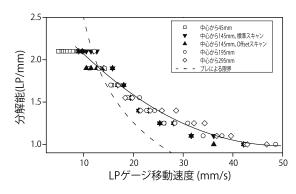


Fig. 7 試料設置位置を変えたときの LP ゲージ移動速度と LP 値 (分解能)の関係

中心から145mmの位置にLPゲージを置き、標準スキャンとオフセットスキャンを行い、分解能の差を評価したが、両者に有意な差は認められなかった。分解能は、試料位置によらずLPゲージの移動速度のみに支配されている。また、Fig. 5と同様に「ブレによる限界」を示したが、回折等による透視像のノイズ等のため、LPゲージが高速で移動する条件で、見かけ上の分解能が高くなった。

謝辞

寸法精度測定用試料を貸与いただいた(株)エクスロン・インターナショナル、解像度測定用試料を貸与いただいた(独)宇宙航空研究開発機構に深く感謝いたします。

キーワード: エックス線 CT、寸法精度、解像度、分解能、STL

The Improvement of the Spatial Resolution of a CT Measurement Material Technology Section; Chitoshi HAYASHI, Takafumi YAMAMOTO and Junji SUMIOKA

A method of evaluating the performance of the computed tomography (CT) system with the line pair specimen was investigated.

As a result, the measurement accuracy and the spatial resolution of the CT system is affected by a multitude of factors such as the X-ray source (focal spot size), the detector (pixel size), and the used magnification in fan-beam geometry. Also the measurement conditions, especially the number of projections per full rotation have a great influence.

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

加工技術課 清水孝晃 柿内茂樹 冨田正吾

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。平成25年度に導入した5kWファイバーレーザ加工機を用いてマイクロテクスチャを形成し、表面形状の制御や機能性付与を目的に基本データを収集した。

2. 実験方法

2.1 レーザ加工機

使用したレーザ加工機は YLS-5000-S2T (IPG フォトニクス) を利用した加工機であり、最大定格 出力 5kW マルチモードファイバーレーザである。 発振形態は連続発振でレーザ波長は 1070nm である。ビームコア径 0.1mm のビームをファイバー伝送にて出射し X-Y テーブルを駆動しテクスチャ形成を行った。

2.2.1 鋼材へのテクスチャ形成

被加工材は厚さ 13mm の SS400 材であり、レーザ出力を 1.0,2.0,3.0,4.0kW、送り速度を 1000,1500,2000,2500,3000mm/min と変化させ加工を行い溶け込み深さ、溶け込み幅を測定

し評価した。加工は直線状に 70mm 実施し、評価は 50mm 地点の断面を用いた。加工は空気雰囲気中で行った。

2.2.2 アルミニウム合金へのテクスチャ形成

被加工材は厚さ 3mm のアルミニウム押出し材 (A6N01S) であり、レーザ出力を 3.5,4.0kW、送 り速度を 1500,2000,2500mm/min と変化させ加工を行い溶け込み深さ、溶け込み幅を測定し評価した。試験体の都合で 2 枚を重ねて加工を行った。加工は直線状に 70mm 実施し、評価は 50mm 地点の断面を用いた。加工は Ar 雰囲気中で行った。

3. 実験結果および考察

3.1 鋼材へのテクスチャ形成

いずれの条件でもレーザ光が反射されることな くテクスチャ形成が可能であった。

溶け込み状態を表1に示す。出力1.0kWでは溶け込み形状がU字型となる熱伝導型であるのに対して、2.0kW以上の場合ワインカップ型と言われるキーホール型となった。送り速度を大きくするとV字の挟み角が小さくなっていくことがわかる。送り速度が低い場合、特に1000mm/minでは熱影響部が大きくなっていることがわかる。

表 1 溶け込み断面の様子(steel)

送り速度	1.0kW	2.0kW	3.0kW	4.0kW
mm/mim				
1000				
2000			7	
3000				

溶け込み深さは出力の増大に比例して大きくなる。送り速度の低下に伴い溶け込み深さも増大しているが、出力の違いほど影響は受けていない。また、出力 1.0kW では送り速度による違いは大きく無い。溶け込み幅の大きさは送り速度が低い方が広くなる(図 1 参照)。出力が大きな方が送り速度による影響は顕著であるが、出力 1.0kW では送り速度の影響はほとんど見られない。加工表面の状態は。出力 3kW 以上では加工時のスパッタが表面に散乱した。

3.2 アルミニウム合金へのテクスチャ形成

いずれの条件でもレーザ光が反射されることな くテクスチャ形成が可能であった。

溶け込み状態を表 2 に示す。3.5kW 送り 1500mm/min の左側溶け込みは他の条件での溶け 込みであり本実験とは無関係である。いずれも十分な溶け込みが得られていることがわかる。出力 4kW の送り 1500 および 2000mm/min では裏板を 貫通した。いずれの条件においてもブローホールが認められる。溶け込み状態はワインカップ型呼ばれるキーホール型となった。溶け込み深さは出力が大きな方が深くなる。溶け込み幅は出力の影響は小さく、送り速度が低い方が広くなる。

4. 結言

- ・鋼材では出力を 2.0kW 以上にするとキーホール型の溶け込みとなる。
- ・アルミニウム合金では 3.5kW 以上で熱伝導型の 溶け込みとなる。
- ・出力と溶け込み深さは比例する。
- ・送り速度を小さくすると溶け込み幅は大きくなる。
- ・送り速度の溶け込み深さに対する影響は、出力に比べ小さい。

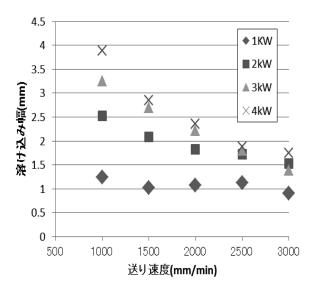


図1 溶け込み深さの変化 (steel)

表 2 溶け込み断面の様子(aluminum)

我 Z / H / / 是 v / M / M v / M / M (alaminam)					
Feed mm/min	3.5kW	4.0kW			
1500					
2000					
2500					

キーワード:ファイバーレーザ、テクスチャ、キーホール型溶け込み

Development of fiber laser processing for metals.

Processing Technology Section; Takaaki SHIMIZU Shigeki KAKIUCHI and Shogo TOMIDA

Forming a micro-texture for steel and aluminum-alloy are processed using fiber laser. It is possible at over 3kW to form wine-cup-shape cross section at weld appearance for steel. Depth of weld appearance is increased with laser power and width is decreased with feed rate. For aluminum alloy, it is possible to form weld appearance over 3.5kW. Depth and width at weld appearance is same trend as steel.

ドライエッチングと精密切削加工を併用したポリマーマイクロノズルの作製とその応用

加工技術課 鍋澤浩文*1 川堰官隆

1. 緒言

複雑な細胞組織を構築するために、組織のスキャホー ルドとなる異方性ハイドロゲルファイバーの利用が期待 されている。通常、ファイバーの作製には試料溶液をノ ズルの中に通し、ゲル化水溶液中に押し出す手法を用い てきたが、 最近ではファイバー径等の制御性に優れたマ イクロ流体チップを用いる手法が提案されている。その 中でも, 試料導入部にマイクロノズルを利用することで, 切断面の上下左右に異方性を持つゲルファイバーの作製 事例が報告されている。しかし、この報告にある流体チ ップは機械加工で製作されたものであり、ファイバー寸 法や形状、導入する試料液の数量において設計自由度が 低いという課題がある。本研究では、精密加工に適した ドライエッチングを利用することにより、この課題が克 服できると考え、その要素技術となるマイクロノズルの 製作を行った。さらに、ドライエッチングで加工したア クリル製マイクロ流体チップを用い、ゲルファイバーの 作製条件を検討した。

2. 実験方法

2.1 ドライエッチングと精密切削加工の併用によるマイクロノズルの作製

はじめに、アクリル基板(厚さ 2 mm)の裏面より、直径 1mm の微小径エンドミルを備えた精密フライス加工機(コマツ NTC 社製、Zµ1500)で直径 2 mm、厚さ 20 μm まで寸止め加工を行った。次に、表面にチタンを成膜し、五角形形状をフォトリソグラフィでレジストパターニングした後、ドライエッチングによりアクリルの貫通加工を行った。加工後に、デジタルマイクロスコープで観察を行った。

2.2 ゲルファイバー作製用マイクロ流体チップの作製

ファイバー作製の原理を Fig. 1 に示す。各種溶液を導入する 6 本の枝流路があり、中心側の枝流路から原料となるアルギン酸ナトリウム水溶液を、その外側からゲル化時間を制御するためのバッファー溶液を、更にその外側からゲル化剤である塩化カルシウム水溶液を導入する。マイクロ流体チップは、厚さ 2 mm のアクリル基板を加工したマイクロ流路基板と蓋基板から構成されている。流路基板は、アクリル基板に 200 nm のチタンを成膜し、

フォトレジストのパターニング, チタンの湿式エッチング, アクリルのドライエッチングの工程を経て作製した。 蓋基板は, アクリル基板を機械加工することにより, 試料導入口, ゲルファイバー取出口を形成した。流路基板と蓋基板の接合は, 加圧熱融着で行い, 接合温度は約105℃であった。

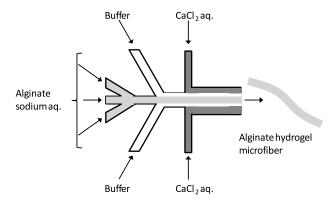


Fig. 1 Principle of microfiber fabrication.

2.3 マイクロ流体チップによるゲルファイバーの作製

前述の流体チップに、10% w/w デキストランを含む 0.1M 塩化カルシウム水溶液、10% w/w デキストラン水溶液、0.7% w/w アルギン酸ナトリウム水溶液を連続的に 導入し、アルギン酸ファイバーの試作を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 マイクロノズルの作製

Fig. 2に,作製したマイクロノズルの観察写真を示す。

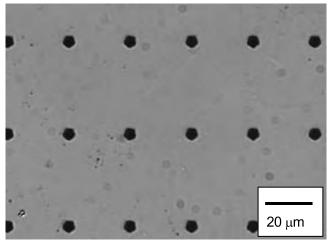


Fig. 2 Pentagon-shaped through hole array pattern.

五角形パターンの貫通孔が形成されていることを確認し

*1 現 機械電子研究所・機械システム課

た。ドライエッチングはフォトリソグラフィを利用する ため、形状やサイズの設計自由度が高く、異方性ゲルフ ァイバーの製作に適しているものと思われる。一方で、 数十ミクロンレベルのアクリルダイアフラムは機械的衝撃に弱いという問題があり、ダイアフラムの寸法につい て検討を要する必要がある。

3.2 マイクロ流体チップの作製

Fig. 3 は、ドライエッチング加工後(チタン膜剥離前)の流路基板の写真である。マイクロ流路の深さは、85 μmであり、低圧条件下の酸素プラズマを用いることにより、加工底面は平滑であった。この流路基板に蓋基板を接合したところ、流路の潰れや未接着部が見られない良好な接合状態を得た。蓋基板の入口と出口にシリコンチューブを立て、テフロンチューブでシリンジポンプに接続し、ゲルファイバー作製実験に用いた。

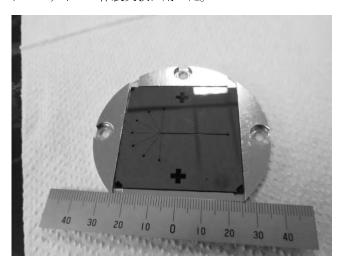


Fig. 3 PMMA microchannel plate.

3.3 マイクロゲルファイバーの作製

Fig. 4 に、作製したゲルファイバーの写真を示す。太

さ 20~30 μm のゲルファイバーを連続的に作製することができた。今回は1種類のアルギン酸水溶液を用いたが、組成の異なるものを用いれば異方性ファイバーが形成できるものと考えられる。

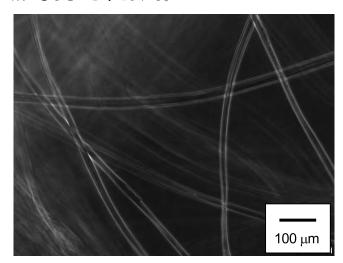


Fig. 4 Alginate hydrogel microfiber.

4. 結言

設計自由度の高い異方性ゲルファイバー作製用マイク 流体チップを目的に、その要素技術となるマイクロノズ ルを、ドライエッチングと精密切削加工の併用により試 作した。また、ゲルファイバー作製条件の知見を得るた めに、平面型のマイクロ流路チップを製作し、マイクロ ゲルファイバーが形成されることを確認した。

謝辞

終わりに、本研究推進にあたり数多くご指導を頂いた 千葉大学 関教授に深く感謝致します。

キーワード:ドライエッチング、精密切削、マイクロノズル、ゲルファイバー

Fabrication of Polymeric Micronozzle and Its Application by Dry Etching and Precision Machining Processing Technology Section; Hirofumi NABESAWA*1 and Noritaka KAWASEGI

In order to realize polymeric microfluidic devices for fabricating anisotropic hydrogel microfibers, which is available for scaffolds to cultivate complex cellular structure, polymeric micronozzle was fabricated by dry etching and precision machining. After a PMMA diaphragm with a thickness of 20 μ m and a diameter of 2 mm was formed using precision machining, a regular pentagon-shaped through hole array pattern with a diagonal of 5 μ m was dry-etched using oxygen plasma. Then, a polymeric microfluidic chip was fabricated by dry etching and thermal bonding to investigate the conditions of microfiber fabrication. Alginate hydrogel microfibers with a diameter of about 20 μ m were continuously fabricated by introducing alginate sodium solution, buffer solution, and CaCl₂ solution into the chip.

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内の反応プロセスにおいて、流路 内の流量制御や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が、狭い流路内に可動部 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、 流路内に可動部を設けない熱式の液体流量センサの試作 評価を行った結果を報告する。

2. 実験方法および実験結果

2.1 微小液体流量センサの検出概要及び試作構造

前回はガラス基板上(厚さ 0.1mm)に薄膜ヒーター (NiCr) 及び熱電対(T 型 Cu-CuNi 合金)のチップを加工し(図 1 参照)、流路の外側からガラス基板を介して流路内に流れる溶媒に熱を加え、温められた溶媒の熱を、ヒーターの下流に位置する 2 個の熱センサの検出時間の差(△t)にて流速を求め、流量を換算した(図 2(1)参照、以下流路外型)。今回はより高感度化を図るため同チップを用いて流路内側にヒーター及びセンサの表面を配置し、それらを極薄のガラス保護膜で覆うことで、加熱・検出の高効率化(図 2 (2)以下流路内型)を図った。

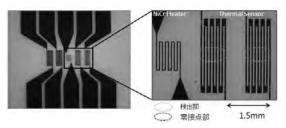
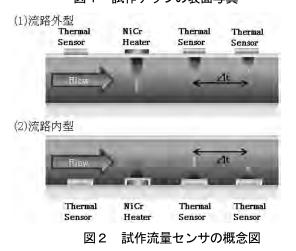


図1 試作チップの表面写真



- 2.2 微小液体流量センサ(流路内型)の試作
- 図3 ((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) ヒータの作製:スパッタリングにてガラス基板上 に NiCr 膜を約 100nm の厚みまで成膜し、ウェットエッチ ングによりパターニング
- (2) 熱センサの作製:スパッタリングにて T 型熱電対 金属のコンスタンタン (CuNi 合金) 膜を約 200nm の厚み を成膜し、リフトオフ法によりパターニング。次に、約 200nm の Cu 膜を成膜し、同法にてパターニング
- (3) ガラス保護膜の作製: (1)、(2) で作成した基板の ヒーター及び熱センサ部分を除いてガラスのハードマス クで覆い、約 $50\sim100$ nmのガラス(SiO₂)を検出部分の 保護膜を作製
- (4) 流路の作製:ハードマスクを取り除いたガラス基板上に、電極部分を残し中央に 1mm の間隔を設けて、ガラス板 2 枚をエポキシ樹脂接合剤にて接合し流路の壁面とし、その上にガラスを天板として接合

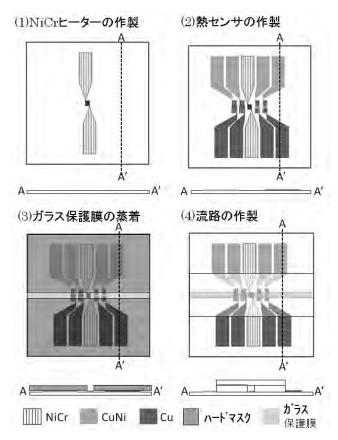


図3 試作チップの作製プロセス

2.3 流量評価方法及び実験結果

図4(1)に流量評価実験の概要図を示す。前回とほぼ同様にマイクロシリン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。その後、送液が安定した状態で、ヒーターに直流電圧を ON-OFF(約 10V、1~2sec)し、ONの時に温められた流水をヒーター下流の 2 個の熱センサにて検出した。検出した電圧をデーターロガーにてモニタリングし、ヒーター下流の 2 個の熱センサが検出した電圧のピークからピークの時間差(△t、図4(2)参照)より流速を求め、流路断面積 1mm²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。

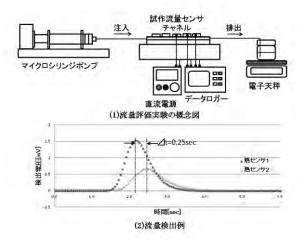


図4 流量評価実験概要図及び流速の検出例

図5に流路外型と流路内型で測定流量結果を示す。横軸は、マイクロシリン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て測ったリファレンス流量を示す。リファレンスはともに設定流量とほぼ一致しているが、算出流量は流速の増加に伴い差が大きくなっている。これは、流路内壁近傍と流路中心部における流速に差が生じたことが起因と考えている。流路内型では、感度の向上と思われる結果を示していた。

今回の試した流路内型構造では、流路の封しが不十分であったり、ヒーターやセンサが測定中に断線することがあった。接合手法、ガラス膜のスパッタリングによるダメージの影響や、溶媒に対する保護膜機能として不十分だったことが原因として考えられ、検証及び改善が必要である。その他、本検出方式では、1mm より狭い流路幅の場合は、算出流量はよりリファレンスに近い線形性が得られる可能性があり、今後、0.5mm 幅以下程度の流路のセンサの試作を行い、特性の検証を試みる予定である。

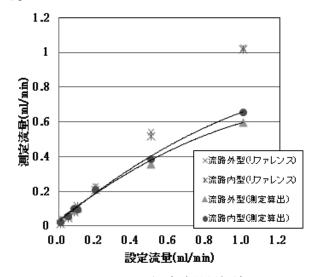


図 5 測定流量評価結果

3. 結言

微細加工技術を用いてガラス基板上に薄膜熱ヒーター 及び直列に接続した薄膜熱電対 (T型) を組み込み、熱式 の微小液体流量センサの試作評価を行い、一定程度の流 量範囲の検出が可能であることを示した。

「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 P. 46-47, No. 27 (2013) P. 33-34

[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

キーワード:微小液体流量センサ、薄膜熱電対、スパッタリング蒸着

Development of microflow sensor using thermopile structure

Evaluate Technology Section; Masaaki NASUNO, Tsutomu OBATA

We have been developed a thermopile sensor of a type T structured thin films to measure microflow. And the measured velocity of a flowing fluid on the sensor was in the range of 0.01 to 1.0 ml/min. The characteristics of the sensor were confirmed in the different flow pass structures.

超音波センサアレイによる検知システムに関する研究

評価技術課 佐々木克浩、塚本吉俊、機械電子研究所 金森直希

1. 緒言

超音波センサを用いた距離計測は、システムが簡便かつ安価であり、光学式センサでは懸念がある透明体の測定が可能などの特徴がある。超音波センサを複数にした位置検知システムに関して「1-4」、車輌、自律移動ロボットや視覚障がい者のための障害物検知などへの応用が試みられている。しかし、空気中の遠距離の測定などにおいて、超音波の伝搬減衰が大きいなどの要因から SN 比が課題となる場合がある。その根本的な対策として、超音波出力の増大「1,3)が挙げられ、フェーズドアレイ技術の導入が研究されている「1-4」。

本報告では、超音波による物体の位置検知にフェーズドアレイ技術を適用するための一方法に関して検討した。

2. アレイの概要

超音波を送波するアレイ素子の数を増やすと、振幅は大きくなり、ビーム幅は狭くなる。無指向性を仮定したアレイ素子の数を 4、間隔を 8mm、周波数を 40kHz とした場合の利得(アレイファクタ ¹⁻⁴⁾)の計算例を図 1 に示す。同図より、アレイ化により単一素子に対する利得を 4倍にできる。しかし、主ビーム角が 22deg になるように各素子間の送波時刻に位相差を与えると、メインローブ(以下 ML)以外に、-44deg にもビームが発生する。これが、素子間隔が超音波の半波長(4mm 程度)より大きいために発生するグレーティングローブ(以下 GL)である。汎用の超音波センサの直径は半波長より大きいため、GL の発生を回避²⁾することは困難である。この対策として、本研究では、ML と GL の角度に応じて複数の受波センサを切り替える方法を検討した。

3. アレイシステム

送波センサは直径が小さい 8mm のもの (日本セラミック社製、T4008A1) とし、8mm 間隔で 4 個並べる送波センサアレイ (以下T) とした。センサを 40kHz のバースト波 10 波で駆動した。主ビーム角 0 deg の場合に実測した指向性の半値幅が約 ± 10 deg であったことと GL の活用 1.3 などを考慮して、主ビーム角はおよそ 11 deg 間隔で 44 deg までと 62 deg に走査することとした。各走査角における距離 3m での(後述のシステムの)送波指向性の測定結果を図 2 に示す(受波センサ:K nowles 社製、SPM0404UD5)。縦軸は、同一型番の単一センサの場合における測定電圧 V_{pp} の最大値により正規化した。同図よ

り、主ビーム角 Odeg において、アレイにより超音波の出力は 4 倍近く増大しているが、角度に依存して低下している。これは単一センサの指向性の影響と考える。

次に、指向性が鋭い部類の受波センサ(日本セラミッ ク社製、R40-16) R1、R2 および R3 をそれぞれ-45deg、 Odeg と 45deg の向きに設置した。以上、試作したシステ ムの概観を図3に示す。そのシステムから3mの位置に送 波センサ(Tと同一型番)を設置して、各受波センサを 用いた時の受波指向性を測定した。システム全体の指向 性は送波指向性と受波指向性の積により求められる^{2,4)}。 主ビーム角が 22deg の場合を例に、図 4(a)に示す T の測 定指向性(図2の最大値で正規化)と図4(b)に示すR2を 用いた場合の測定受波指向性(測定した受波指向性全体 の最大値で正規化)との積を求めた結果を図 5(c)に黒丸 で示す。同図より、角度-44deg 付近の GL が低減されて いる。一方、R1 を用いた場合の受波指向性(図 4(c)) と の積を同様に算出した結果は図 5(c)の白丸であり、ML が 低減されている。同様に各主ビーム角で算出した結果も 図5に示している。同図右側に示す受波センサを用いる ことで、角度±60degまでの範囲において、概ね意図した 方向のみにピークが形成されており、さらに主ビーム角 の走査回数は通常の約半分の6回で良いことが分かる。

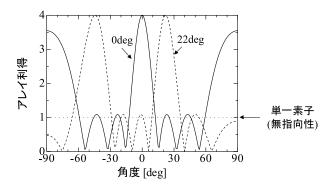


図1各主ビーム角における送波指向性の計算例

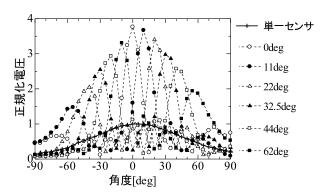


図2 各主ビーム角における送波指向性の測定結果

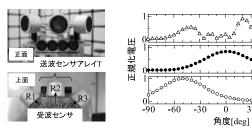


図3 試作アレイ 図4送波指向性(主ビーム角22deg) システム と各センサを用いた時の受波指向性

(a) T

(c) R1

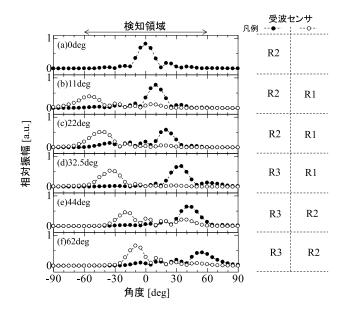


図5 各主ビーム角における送波指向性と受波指向性の積

4.方位検知実験例

外径 48mm の塩化ビニール製パイプを対象物として、センサから距離 3m の位置に設置し、3mに対応する超音波の伝搬時間近辺における電圧 V_{pp} を測定した。角度 5deg、30deg および 40deg に対象物を設置した場合の実験結果をそれぞれ図 6(a)から(c)に示す。各結果ともに対象物が存在する角度付近で電圧のピークが現れているが、同図(a)と(c)では対象物が存在しない角度-22deg でも電圧が高くなった。これらは、それぞれ、図 5(e)の白丸で示す角度 5deg 付近のサイドローブと角度 40deg 付近のGL の影響と考えられる。これらのローブと、図 5 におい

てビーム角によって振幅のピーク値が異なることが、物体の有無を電圧閾値で判別する際に影響を与えると考えられる。したがって、対象物の設置方向などを更に変えた実験と上記影響への対策に関する検討が必要である。

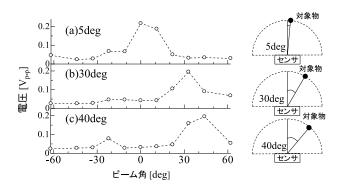


図 6 物体の方位検知実験の結果例

5. 結言

送波センサアレイにより、超音波出力の増大とビーム幅の改善が可能になった。その一方で2方向にビームが発生したため、不要な一方を抑制するように、異なる角度で設置した3個の受波センサを切り替えた。これにより、送波と受波の測定指向性の積において、概ね意図した一方向に指向性を持つことを示した(角度±60degまでの範囲)。また物体の方位の検知例を示したが、指向性に関する課題が残った。今後の検討を考えている。また、要求精度に応じて角度分解能を向上させるために、アレイセンサ数を増やすことが考えられるが、ビーム走査の回数の増加に伴い測定時間が長くなる。このため、測定時間を考慮した角度分解能の改善も今後の課題である。

参考文献

- 1) 羽多野, 信学技法, SIP2008-82, WBS2008-20 (2008) 31
- 2) 高橋 他, 計測自動制御学会東北支部 第 226 回研究 集会, 資料番号 226-1 (2005)
- 3) 田畑 他, 計測自動制御学会論文集, 48(1)(2012)11
- 4) S. Harput *et al.*, *IEEE SENSORS JOURNAL*, **8** (11) (2008) 1755.

キーワード:アレイ、指向性、メインローブ、グレーティングローブ、ビーム

Detection System Using Ultrasonic Sensor Array

Katsuhiro SASAKI, Yoshitoshi TSUKAMOTO and Naoki KANAMORI

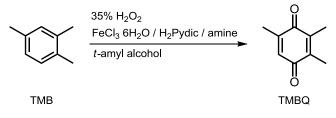
A prototype air-coupled ultrasonic array system was constructed using a phased array transmitter and three receivers placed with different angles. These receivers were switched so as to suppress undesirable ultrasonic beams, so that the array system had a strong directivity for the intended angle in products of directivity patterns of the switched receiver and the transmitter arrays. The array system detected azimuthal directions of a cylinder object at a distance of 3 m.

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(2)

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(H₂O₂)を酸化剤とし、鉄錯体を触媒とした1,2,4-トリメチルベンゼン(TMB)の2,3,5-トリメチルベングキノン(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_2 Pydic)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 TMB 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 台のシリンジポンプを、ミキサーとして高速液体クロマトグラフ用の樹脂製 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)。一方のシリンジには塩化鉄、 H_2 Pydic、アミン類および TMB の t-AmOH 溶液を、もう一方のシリンジには $35\%H_2O_2$ 水溶液を入れ、反応を行った。

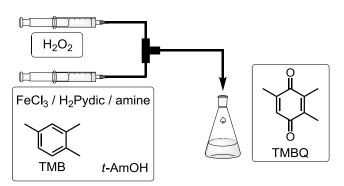


Fig. 1 Microflow system used for the oxidation of TMB.

3. 結果と考察

TMB 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や、副生成物が水のみである H_2O_2 を酸化剤とすることから、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が、低収率ながら TMB の酸化により TMBQ が得られることが報告されている。その論文中には、塩化鉄と H_2 Pydic 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。TMB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好結果を与えており、7.5 mol%の触媒と 4 当量の H_2O_2 を用いた0°C、1.5 時間の反応で、反応率 69%、収率 26%、選択性 38%で目的生成物である TMBQ が得られている。

Table 1. Iron-catalyzed hydrogen peroxide oxidation of TMB to TMBQ.[a]

Reaction	Amine	Catalyst / mol%	Temp / °C	Time / h	Conv. / % [a]	TMBQ / % [a]	Sel. / %
Batch [b] (reported)	H	7.5	0	1.5	69	26	38
Batch [c] (improved)	NH ₂	5 7.5 10	RT RT RT	3 3 2	67 79 77	38 43 49	57 55 64
Flow [c]	NH ₂	10	RT	3	77	50	65

[a] Determined by GC. [b] Data from ref [2]. 4 equiv. 30% H₂O₂. [c] 4.5 equiv. 35% H₂O₂.

64%となった。また、ベンズヒドリルアミンを添加した場合には、5mol%へ触媒量を減らした場合でも、7.5mol%の触媒を用いて N-n-ブチルベンジルアミンを添加した場合より高い収率で TMBQ が得られた。

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 35% H_2O_2 水溶液(H_2O_2 : 11.9M) を 、 も 5 一 方 の 流 入 口 か ら 触 媒(FeCl₃/H₂Pydic/benzhydrylamine = 1/1/2.5)と TMB の t-AmOH 溶液(TMP: 50mM)をシリンジポンプを用いて注入した(TMP: 12O2 = 1:4.5)。反応液をフラスコに採取し、さらに 3 時間室温で撹拌した後に反応率および収率を求めたところ、反応率 77%、TMBQ 収率 50%でキノン選択率は 65%であり、バッチ反応の場合とほぼ同じ結果が得られた。

ミキサー流路内径が0.2mm のミキサーを用いて反応を

検討してみたが、TMBQ 収率に差は見られなかった。

4. まとめ

鉄錯体を触媒とし過酸化水素を酸化剤とした 1,2,4-トリメチルベンゼンの酸化による 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、生成物収率および選択性を大きく向上させることができた。また、フロー反応における生成物収率は、バッチ反応の場合と同等であった。

「参考文献」

- [1] 吉田潤一,管 誠治,永木愛一郎,有機合成化学協会 誌,**2005**,*63*,*5*11.
- [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、アルキルベンゼン、触媒酸化、鉄錯体、過酸化水素

Synthesis of 2,3,5-Trimethylbenzoquinone by Iron-Catalyzed Oxidation of 1,2,4-Trimethylbenzene Using Continuous Flow System

Shigekazu YAMAZAKI, Yoshiyuki YOKOYAMA and Yasuyuki YAMAZAKI

Iron-catalyzed oxidation of 1,2,4-trimethylbenzene to 2,3,5-trimethylbenzoquinone with hydrogen peroxide using continuous flow system was examined. The catalytic oxidation of the alkylbenzene using continuous flow system afforded comparable yield of the corresponding quinone to the oxidation using standard glassware.

次世代 LED 基板技術の開発

加工技術課 小幡勤 評価技術課 奈須野雅明 機械電子研究所 横山義之

1. 緒言

次世代照明として期待される高輝度 LED は、従来の LED 素子に対して基板となるサファイア基板表面に凹凸を設けることで輝度を向上させている。この加工を PSS (Patterned Sapphire Substrate) 加工といい、LED の発光効率を向上させる効果がある。これまでも約 2~3μm径程度の円錐形状などを並べることによって量子効率の向上を実現してきた。今後はさらに量子効率 20~30%の向上が求められ、さらに円錐のサイズは 200~300mm とナノの領域に突入するものと見られ、早急な技術開発が必要となっている。

本研究ではナノインプリント技術の修得に合わせて、 上記ナノ構造を作製する技術開発をおこなった。

2. インプリント用スタンプの開発

2.1 ナノインプリンティング装置

本研究に利用したナノインプリンティング装置(富山県ものづくり研究開発センター、SussMicroTec MA6 SCIL)を Fig.1 に示す。本装置の特徴は、ガラスプレート上に形成された PDMS 樹脂表面に所望形状の反転パターンを形成し、フレキシブルなスタンプとすることで大面積を一括で処理出来る SCIL 技術(オランダ・フィリップス研究所が開発)をベースとしていることにある。本研究ではこの技術をベースにさらに利用しやすいスタンプを検討し、サファイア基板上にナノ構造を作製することを試みた。

2.2 スタンパの開発

スタンプの基本的な仕様は表1の通りである。ガラスは露光波長(350nm~)での光透過率の高い SCHOTT 社 D263Teco を採用した。また、微細な転写構造は日本ゼオン製 COP フィルムに形成して、PDMS 樹脂を介してガラスに自然吸着させた。COP フィルムは、溶剤耐性、離型性に優れており、1 枚のスタンプで複数回のインプリントが可能である。

スタンプの作製手順は以下の通りである。

- ①ガラス周辺のマスクキングを行い、酸素プラズマにより、クリーニングと表面改質をおこなう。
- ②約 0.5mm厚のゴムシートをガラス両脇に固定し、ガラス上に PDMS 樹脂を流し込む。
- ③ヘラをゴムシートに渡るように置き、ガラス上の PDMS を平坦にならしていく。



Fig. 1 Nano-Imprinting Equipment(Suss MA6SCIL)

	仕様
基板	200mm 角
緩衝層	PDMS 0.5mm 厚
パターン部	COP フィルム 0.1mm
対応ワーク	6 インチ径基板

Table1 TITC Stamp Spec.

- ④ゴムシートを取り除き、50^{\circ}Cのホットプレート上で一 晩硬化させる。
- ⑤マスキングを取り除き、ガラス周囲にゴムシールを貼り付ける
- ⑥前処理をした COP フィルムを貼り付ける このように作製したスタンパの写真を Fig.2 に示す。

3. インプリント実験および結果

開発したスタンプを利用して、4インチ径サファイア基板上にナノ構造を作製することを試みた。ナノインプリント用レジストは、協立化学産業(株)製のものを利用した。レジストの塗布はスピンコートにておこない、膜厚は 100~200nm 程度とした。スピンコートしたレジストは、プリベークをおこなった後、直ちにインプリントをおこなった。

インプリントは空圧によってスタンプを押し込み基板に密着させている。このとき、空圧をサイドから徐々に加えていくことによって、空気がボイドとして残ることを防いでいる。加圧の強さや加圧していく速度などについては、あまり早い速度で押していくとボイドが起こりやすくなるため、最適条件よりもより安全側の条件としている。

COP フィルムに形成されたナノ構造はホールである。 これを基板に塗布されたレジストにタッチするとキャピ ラリフォースによって構造内に吸い上げられ、ピラー構造を形成する。

ナノ構造を形成したサファイア基板と表面の SPM 画像を Fig.3 に示す。基板のほぼ全面においてナノピラー由来の構造色が見られる。また所々に斑点のようなものが見られるが、これはパーティクルの存在によりフィルムが基板に密着しなかった場所である。SPM による観察では、形状のきれいなピラーが並んでいる様子がわかった。このときの残膜厚は 50~70mm 程度で、さらに残膜を薄くする条件にするとピラーの形状が不完全になった。

離型後のスタンプにはレジストの残渣は見られず、10回以上のプリントが可能であったが、レジストを 100nm程度まで薄くしていくと残渣が生じる傾向が見られた。

4. 結言

ナノインプリント技術による基板へのナノ構造作製をおこなった。フィルムをベースとした新しいスタンプを開発することで、離型性やプリント性能に優れたインプリント技術を得ることができた。

今後、本スタンプを利用した基板加工技術や加飾技術 を展開していく。

参考文献

Solutions for (Nano) Imprint Lithography on SUSS Mask Aligner、NanoTech2000 資料、SussMicroTech 謝 辞

終わりに本研究推進にあたり、日本ゼオン株式会社様、協立化学産業株式会社様、サムコ株式会社様の素材提供等のご協力を頂きましたことを感謝します。



Fig.2 TITC Stamp

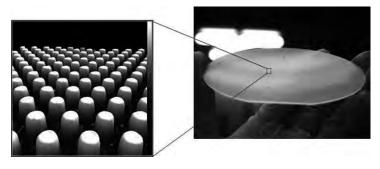


Fig.3 The pillars manufactured by our nanoimprint technology

キーワード ナノインプリント、LED、スタンプ、サファイア基板

Development of next-generation substrate technology for LED
Processing Technology Section; Tsutomu OBATA,
Evaluation Engineering Section; Masaaki NASUNO,
Machinery and Electronics Research Institute; Yoshiyuki YOKOYAMA

Nano-structure was formed on sapphire substrate by nano-imprint technology. The stamp for transferring the nano-patterns is consisted a COP film and PDMS on the thin glass Plate. New stamp was enabled NPSS(Nano Patterned Sapphire Substrate) development. The imprint area was 4inch diameter wafer and nano-pillar was formed across the wafer. The shape of pillars were created as a faithful replica of master stamp. By the photoresist coated with 100nm thickness, the imprint structure was 200nm height and the residual film thickness was below 70nm from pillar bottom to the substrate.

PA粉末積層造形体の諸特性に及ぼす金属アルミニウム粉末 添加量の影響

材料技術課 山本貴文 住岡淳司 林千歳*

1. 緒 言

昨今、積層造形への関心が高まる中、利用者には 材料粉末特性やその造形特性を熟知した上での利 用が望まれている。本研究では、積層造形用粉末の 一つである市販のアルミ入りポリアミド12(以下、 PA+AI)粉末の材料特性を調査した他、PA造形体及 びPA+AI造形体の機械的特性と表面性状を調査し、 アルミ添加や造形方向の影響について検討したの で、その概略を報告する。

2 実験方法

2.1 PA+AI粉末の分離、粒度分布測定

ポリアミドとアルミの比重差を利用して、PA+AI 粉末からアルミの分離を試みた。まず、任意の量を秤量したPA+AI粉末を入れた遠沈管を純水で満たし、6000rpmで3分間遠心分離を行った。次いで、平面に浮上したポリアミドを除去した。十分に分離するために、上記の作業を三回繰り返し行い、得られたアルミの質量から、混合割合を定量評価した。

PA+AI粉末、分離したアルミ粉末、PA粉末については粒度分布測定を行い、積層造形粉末として利用可能な粒径について検討した。

2.2 造形と各種評価

試験片の作製は、CADデータからSTL形式で形状データを作製し、エラー修正、造形エリア配置、スライスデータ作成を経て、Formiga P100(EOS GmbH)で造形した。いずれの試験片も未焼結粉末の除去、サンドブラスト処理を施した後、評価に用いた。造形粉末には、PA粉末とPA+AI粉末を用い、造形条件はメーカ推奨条件にて行った。

引張り試験はJIS K 7163の5A形試験片に準じて作製した。試験片の造形方向をFig. 1に示す。試験片は、XY平面に対して0°~90°の範囲を15°ずつ傾斜させた7種類を造形し、造形方向と引張り強度等の関係

を評価した。また、試験片の上面で、表面粗さの測定を行い、造形方向と表面粗さの関係を評価した。なお、表面粗さは算術平均粗さRaを用いた。また、一部の試験片については、表面状態のSEM観察を行った。

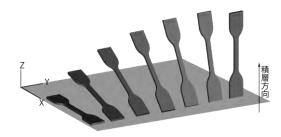


Fig. 1 試験片の造形方向

3. 実験結果、考察

3.1 PA+AI粉末の材料特性

分離したアルミの質量から混合割合を定量評価した結果、体積比で71.4vol%PA、28.6vol%Al(質量比で51.5mass%PA、48.5mass%Al)であった。Fig. 2にPA+Al粉末、分離したアルミ粉末、PA粉末の粒度分布測定結果を示す。Fig. 2中に示したPA+Al粉末(Calc.)は、PA粉末及び分離したアルミ粉末の粒度分布にPA+Al粉末を構成する体積比を乗じ、それらを加算して得られた粒度分布である。計算により得られた粒度分布は、PA+Al粉末の粒度分布と概ね一致することが確認できた。また、PA+Al粉末による造形が可能であったことより、母材であるPA粉末に対してFig. 2に示すような粒度特性を有するフィラー

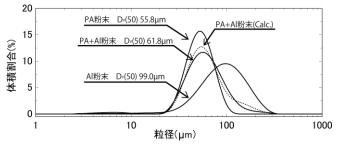


Fig. 2 各種粉末の粒度分布

(アルミ粉末)を約30vol%程度添加させても、ある一定の造形性が確保できることが示唆された。

3.2 機械的特性と表面性状

Fig. 3に造形方向と機械的特性の関係を示す。PA造形体の引張り強度と比較してPA+AI造形体の引張り強度は低く、添加したアルミの影響が顕著に認められた。また、PA造形体及びPA+AI造形体の引張り強度と伸びは、造形角度が大きくなるにつれて急激な減少が認められ、造形角度に大きく依存することが確認された。

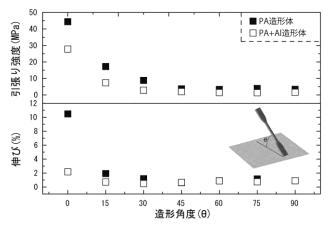


Fig. 3 造形角度と機械的特性の関係

Fig. 4に造形角度と表面粗さの関係を示す。いずれの角度においても、PA+Al造形物の方が表面粗さが大きいことが確認された。また、PA造形体及びPA+Al造形体のいずれも15°付近で最も表面粗さが大きくなることが分かる。Fig. 5にレーザ照射による造形物表面の形成のイメージ図を示す。Fig. 5からも分かるように、15°あるいは30°付近で最も表面の段差が大きくなることが確認できる。また、造形物の

表面を断面方向からSEM観察したところ、Fig. 6に示すように、15°傾斜させた造形物の表面には段差が認められ、その段差の大きさは約200μmであり、観察した試験片のうち最も大きな段差を有することを確認した。

以上の機械的特性と表面性状の結果を踏まえて、 目的とする造形物の配置には注意を払う必要があ ることが分かった。

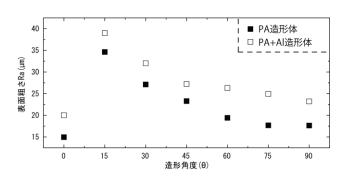


Fig. 4 造形角度と表面粗さRaの関係

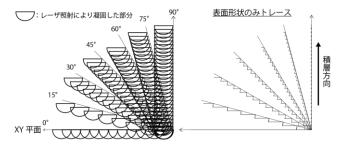


Fig. 5 造形物表面の形成のイメージ図

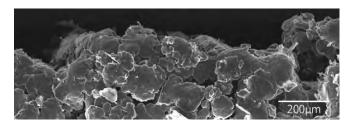


Fig. 6 15°傾斜させたPA造形物の表面のSEM像

キーワード:積層造形、アルミ入りポリアミド、機械的特性、表面性状

Effects of added aluminum powder on properties of SLSed specimens by polyamide powder

Takafumi YAMAMOTO, Junji SUMIOKA, and Chitoshi HAYASHI (Toyama Industrial Technology Center)

Effects of added aluminum powder on the mechanical properties and the surface state of polyamide specimens prepared by selective laser sintering method (SLS), and dependence of modeling orientation with above properties were investigated. As a result, addition of aluminum decreased tensile strength and elongation, and increased the surface roughness Ra. Moreover, above properties were influenced a great deal by orientation of modeling. These results show that extreme care should be taken to locate the specimen onto modeling chamber.

炭素繊維複合材料の切削加工技術の開発

加工技術課 清水孝晃 川堰宣降

1.諸言

軽量で高い弾性率と強度を有する炭素繊維複合材料 (CFRP) は、自動車や航空機、機械部品等への適用が模索されており、金属材料に置き換わり大幅な適用が見込まれている。しかしながら、CFRP は難加工性材料の一つであり、工具摩耗や仕上げ面の粗さ、切削加工に伴う材料の相間剥離といった課題が多く、その技術的な解決が求められている。中部地域では産業技術連携推進会議東海・北陸地域部会機械金属分科会の下部組織として炭素繊維複合材料機械加工技術研究会が設立され、(独)産業技術総合研究所サステナブルマテリアル研究部門が中心となり会員間の情報交換やラウンドロビン加工テストを実施し加工技術の開発に取り組んでいる。当センターもその会員として活動しており、本研究はその一環として CFRP 板に穴明けを行ったものである。

2.実験方法

2.1 使用材料

被削材は100mm $\times 100$ mm $\times t5$ mm の CFRP 板 であり強化繊維として T700 (東レ) が用いられ ているものである。切削工具は CFRP 用ドリル D-STAD.2510 (オーエスジー) を用いた。

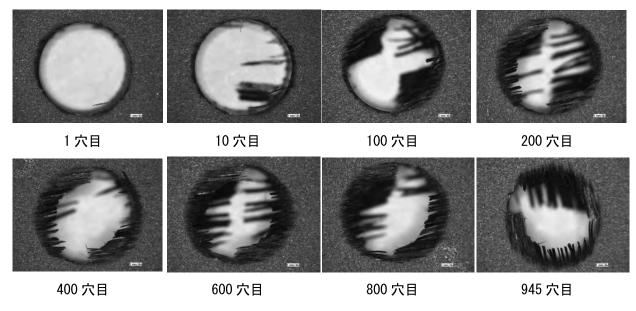
2.2 試験および測定方法

穴明け方法は、工具を被削材底面より 9mm の位置まで連続送りし、その位置で 0.5s 間保持し復帰点へ復帰させた。切削条件は工具回転数3000rpm、送り 0.05mm/rev とした。加工機は 3 軸CNC 制御フライス盤を用い、これにワーク貫通後の工具刃先を逃がすための下穴として φ7、深さ9.5mm の穴をあけた治具を取り付け、これに被削材を 4 点でクランプした。

加工後の穴の状態、穴径、切削動力(スラストカ)、工具摩耗量を測定し、工具の切削能力を評価した。穴径の測定は測定顕微鏡、工具摩耗はデジタルマイクロスコープ、切削動力は3分力計を用いた。

3.実験結果および考察

Fig.1 に加工した穴の表面から観察した状態を示す。1 穴目よりバリ (繊維の切残し) が認められ 100 穴目以降顕著となる。また、穴周辺の欠けも1 穴目より認められる。Fig.2 に穴径の変化を示す。1 穴目と 945 穴目を比較すると、表面において 0.1mm 程度小さくなっている。なお、穴数が多くなるに従いバリの影響で測定が困難となり誤差



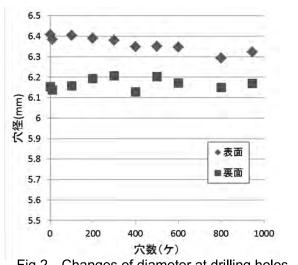


Fig.2 Changes of diameter at drilling holes.

が大きくなっていると思われる。Fig.3 にスラストカの変化を示す。穴数の増加とともにスラストカは直線的に単調に大きくなる。Fig.4 に工具刃先の状況を示す。945 穴後の状態でも目視で確認できる摩耗や損傷は小さく逃げ面の摩耗量は 0.05mmと小さい。また、被削材の凝着は認められない。

これらのことから CFRP 切削における摩耗のメカニズムは金属切削と異なることがわかる。CFRP 切削には工具刃先の鋭利さが必要であり微小な摩耗であっても鋭利さが鈍りバリの発生や切削動力の増加が現れる。一方、逃げ面摩耗量の大きさ自体は 945 穴後でも 0.05mm と金属切削では一般的に問題とされない大きさでしかない。このため工具メーカーからは CFRP 用ドリルが複数販売されており、本実験においてもその中の一種を用いた。しかし、1 穴目よりバリの発生が認められその効果は十分とはいえない。

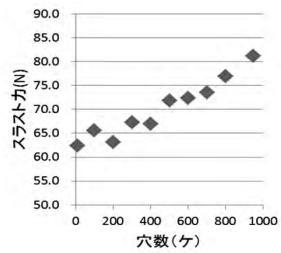


Fig.3 Changes of thrust force.



Fig.4 State of flank face after 945cuts.

4.結言

CFRP 用ドリルを用いて CFRP 板に穴明け加工を行ったところ1穴目よりバリが発生し良好な加工結果とはならなかった。バリの発生は穴数の増加とともに増大し、切削抵抗も単調に増大した。一方、ドリルの逃げ面摩耗量は小さかった。

キーワード: CFRP、ドリル、バリ、スラスト力、逃げ面摩耗

Drilling for carbon-fiber composite materials

Processing Technology Section; Takaaki SHIMIZU and Noritaka KAWASEKI

Drilling performance are verified using a special-drill that is developed to CFRP drilling at 3000rpm. The fibers that is uncut by drilling are showed at first hole. Number of fiber is increase with numbers of holes. Thrust force is increase with number of holes. Tool wear is small.

医療用バイオチップの商品化に関する研究

加工技術課 小幡勤

北陸電気工業株式会社 数井雅之 小川明夫

1 緒言

細胞から取り出した DNA を元に免疫系で重要な役割りを担う抗体などを得ることが可能になってきた。この技術では、ある特定のターゲットに絞った目的での応用も可能であり、例えば特定の疾病(感染症、ガンなど)に免疫システムを利用した治療をおこなうことを可能としている。このような治療では高い効能が得られ、副作用も最小限に抑制される。

本研究ではこのような治療を実現するために細胞を効率よく捕獲できるバイオチップの開発を目的としている。

2. バイオチップ

2.1 バイオチップの構成

バイオチップの断面原理図を Fig.1 に示す。基板はガラスであり、その上に磁性膜及び、マイクロウェルが積層されている。磁性膜はめっきにより Ni で形成される。また、マイクロウェルは樹脂であり、光感光により ϕ 10~20 μ m、深さ 10~20 μ m の穴形状に加工される。マイクロウェルは数百個を 1 クラスタとして、数十クラスタが規則正しく配列される。チップは、規定の寸法に切り出した後、専用のホルダーに収容される。

2.2 解決すべき課題

蛍光顕微鏡による観察時に問題になるのは、樹脂の自家蛍光によるバックグラウンドの上昇である。昨年度は、観察時の励起光に近い波長による処理により消光することを確認した。しかしながら、消光処理をするとしてもできるだけイニシャルの蛍光強度を抑制することが大切あり、その検討もおこなった。

また本チップは磁気により細胞を引き寄せるが、細胞

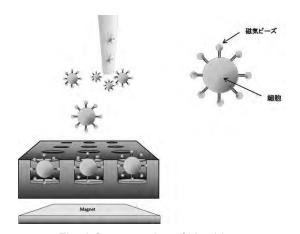


Fig. 1 Cross-section of bio chip.

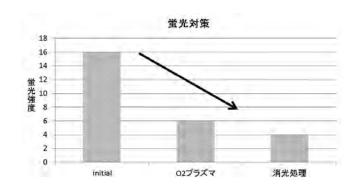


Fig. 2 Decreased fluorescence by O2 Plasma

の磁気修飾の状態によりその効果が揺らぐ傾向にある。それを磁性膜の形状により改善させることも試みた。

3. 実験結果および考察

自家蛍光の低減は、ドライエッチング装置による酸素プラズマ照射にて対策をおこなった。100W、1min 程度の処理をする、しない場合と比較して3分の1程度まで減光することができた(Fig.2)。表面の薄い層が取り除かれたことによる効果あるいは表層への酸素打ち込みによるクエンチングなどによるものと推測される。またさらに励起光による消光処理をするとさらに減光が可能であった。これらの手法により、マイクロウェルからのバックグラウンドはほぼ問題にならないレベルとなった。

磁性膜の形状は従来ドーナツ型であったが、ナノ磁気 粒子により修飾された 10μm 以上の細胞の吸引には不十 分であり、円径パターンに変更した。これにより細胞の 吸引が向上し、捕集率が 70~80%まで改善された。パタ ーン変更より磁束密度が向上したものと思われる。

4. 結言

医療用バイオチップの商品化に向けて、課題解決をおこなった。生産プロセスで上がる自家蛍光の抑制方法と 磁気修飾された細胞を効率よく捕獲可能な磁性膜パターンなどにより性能が改善した。

今後、商品化にむけユーザーの要求に応えられる改良 を継続していく。

謝辞

終わりに本研究推進にあたり、ビバリス トヤマ ジャパン(株)様、富山大学医学薬学研究部免疫学様にご協力を頂き感謝いたします。

磁場支援型ドライエッチング装置の開発および 非半導体材料の微細加工技術への応用

加工技術課 鍋澤浩文*1 立山マシン株式会社 人母岳, 五十嵐健隆

1. 緒言

近年、マイクロ流体チップを用いた細胞の分離・分析が多く試みられている。細胞を取り扱う場合、用いる試薬が水性溶媒であるため、耐薬品性よりも光学的透明性を考慮して、PDMSやアクリルが多く用いられている。一方、バイオ用途以外の化学分析・合成を行う場合、流体チップの材質は耐薬品性や耐熱性に優れたものが望ましい。フッ素樹脂基板は、これらの特性に優れているにも関わらず、ホットエンボッシングでの加工事例があるだけで、精密な微細構造を有するフッ素樹脂基板の流体チップは開発されていない。そこで、本研究では流路内に微細構造を有するフッ素樹脂マイクロ流体チップの実現を目指し、ドライエッチングを用いたフッ素樹脂の微細加工特性について調査した。

2. 実験方法

2.1 使用材料とエッチング条件

フッ素樹脂基板として、25 mm 角、厚さ 1 mm の PTFE と PFA 基板を用いた。アセトンと純水で超音波洗浄を行い、エッチング試料に供した。フッ素樹脂基板は、直径 70 mm の試料ホルダーに貼り付け、このホルダーを磁場支援型ドライエッチング装置の試料ステージに取り付けた。エッチング加工は、純酸素プラズマ(ガス流量レート 10 cm³/min)で行い、ステージ冷媒温度 0°C、RF 電力 50 W の条件下で行った。

2.2 試験方法

2.2.1 エッチング速さの圧力依存性

エッチング圧力を 0.1 Pa から 2.0 Pa の間で変化させ, 各圧力条件下におけるエッチング速さと表面粗さを測定 した。エッチングマスクとして,カプトンテープ (7 mm ×10 mm)を用い,エッチング処理後にカプトンテープ を外した後の段差からエッチング速さを求めた。

2.2.2 エッチングマスクの検討

チタンとアルミ,酸化シリコンを成膜した PTFE 基板を準備し、これら材料の酸素プラズマへの耐性を調査した。チタンとアルミは真空蒸着で、酸化シリコンは電子ビーム蒸着で各 100 nm 成膜した。エッチング圧力を変化させたときのエッチング速さを調査した。

3. 実験結果および考察

3.1 エッチング速さの圧力依存性

Fig. 1 は、エッチング速さおよび自己バイアス電圧のプロセス圧力依存性を示している。プロセス圧力の増加とともにエッチング速さが増加している。また、セルフバイアス電圧とエッチング速さに強い相関が見られることから、フッ素樹脂のドライエッチングは、プラズマ中のイオン衝撃に強い影響を受けていることが示唆される。

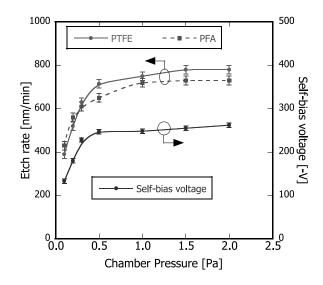


Fig. 1 Etch rates of bulk PTFE and PFA plates as a function of chamber pressure for oxygen gas plasma.

3.2 エッチングマスクの検討

チタンとアルミ,酸化シリコンのエッチング速さを調査,比較したところ,あらゆる圧力条件下でチタンのエッチング速さが低く,最大値を示した 2.0Pa の圧力条件下でも 5 nm/min 以下であった。チタンは,フッ素含有ガスプラズマを用いると容易にドライエッチングが可能であること (ウェットエッチングを用いないので,基板からのチタン膜剥離を防ぐことができる),通常のポジ型フォトレジストとのエッチング選択比が優れていることから,フッ素樹脂微細加工のエッチングマスクに適していると考えられる。

4. 結言

フッ素樹脂基板による微細構造を有するマイクロ流体 チップを目標に、フッ素樹脂基板の微細加工特性を調査 し、平滑加工面が得られる条件、マスクに適した材料等 を見出すことができた。

高品質銅合金製音響製品の開発

材料技術課 林 千歳 *1 住岡 淳司 山本 貴文 渡辺鋳造株式会社 村本 広志 渡辺 祐二 渡辺 貴史

1. 緒言

これまで、「おりん」等の銅合金鋳物の音響特性の評価は、熟練した技能者の耳を頼りに行われてきたが、まれに不良品が混入する問題があった。そこで、音響解析システムを導入し、客観的な判定の可能性を検討した。

また、従来の鉄鋼製に比べ残響特性に優れた銅合金製 グロッケンシュピール(鉄琴)用音板の試作開発を行った のでその概略を報告する。

2. 実験方法

2.1 音響解析システムの有用性評価

「おりん」200個を製造し、エックス線探傷により鋳造 不良を除去後仕上げ加工を行い、良否判定後に音響特性 を測定し、不良品の周波数特性等を評価した。

2.2 音板試験片の鋳造

音板に湯口や湯道等を付加した形状データを作成し、 鋳造解析システムを用いて最適な鋳造方案を作成し、こ の形状データを基に、積層造形装置により作成した PA 模型を用い造形した生型、(b) 外注により製作した有機自 硬性鋳型(積層造形鋳型)に、1150°Cの CAC803 合金 を 2.5s で鋳込み試験片を作成した。合金組成は、発光 分光分析ににより鋳造前に確認し調整を行った。

2.3 音盤試験片の音響特性評価

鋳造後、エックス線探傷を行って試験片の健全性を確認した後、不要部分を切断後に表面を研磨し音響試験を行った。音響試験は、周波数特性の測定、変動音周期特性の測定を行い適切な合金組成の検討を行った。

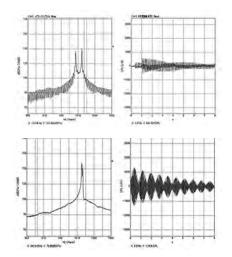
3. 実験結果および考察

3.1 音響解析システムによる良否判定

良品、および不良品と判定された試験片の、周波数分布と減衰特性の例を Fig. 1 に示す。不良品には 998Hz と 1015Hz にピークがあり、不協和音となっている。 良品には 1015Hz と 1016Hz に 1 Hz の差でピークがあり、これが心地よいとされる 1 Hz の「うなり」となっており、音響解析の結果からも良否の判定が可能であるといえる。

3.2 試作した音盤試験片の音響特性

音響測定結果について、生型による試験片および有機 自硬性鋳型による試験片にはほとんど差異が無いことか ら、生産数量によって造形法を選択できることがわかった。



作業者が不良品と判定 した試験片の周波数特性(左)と減衰特性(右)

作業者が良品と判定した試験片の周波数特性 (左)と減衰特性(右)

Fig. 1 おりんの音響解析結果

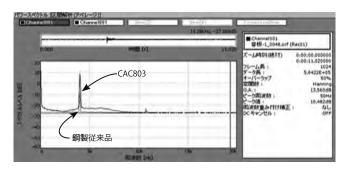


Fig. 2 試験片の周波数特性の例

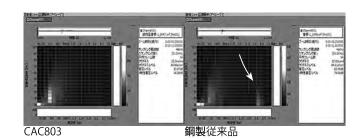


Fig. 3 試験片の変動音周期特性測定結果の例

Fig. 2 に、比較用の鋼製音板、および同じ音程に調律した銅合金製音板の周波数分布の結果を示す。同じ強度で打鍵しても銅合金音板が強い音が出ることがわかる。また、Fig. 3 に、周波数(横軸)毎の変動周期(縦軸)の測定結果を示す。鋼製従来品(右側)には、目的の基音以外に、矢印で示す高い周波数領域に10-20Hz程度変動する部分が確認できるが、銅合金製音板(左側)にはこれが発生していない。これにより、銅合金製音板は、濁りのない「澄んだ音」を出す高品質なものであると言える。

^{*1} 現 ものづくり研究開発センター

軟磁性材料と異種金属材料のファイバーレーザ溶接技術の開発

加工技術課 冨田正吾 清水孝晃 氷見清和 柿内茂樹 (株)VIC インターナショナル 加納竹志 菅沼正秦 明圓 芳樹

1. 緒言

本研究では、放射光施設及び高エネルギー加速器に使われる電磁石ユニットの小型化・製造コスト低減を目標に提案された新型電磁石ユニットの製作を実現のために、これまで溶接が困難と考えられていた軟磁性材料(Fe-Co合金 俗称:パーメンジュール)の溶接施工方法およびパーメンジュールと純鉄やステンレス鋼の異種金属溶接施工方法を開発することを目的としている。そこで、母材に対して熱影響による磁気特性や材質の劣化や寸法精度の低減を防ぐ観点からファイバーレーザによる精密溶接技術の開発を行った。実験では、パーメンジュールのレーザ溶接性およびパーメンジュールと SUS304 ステンレス鋼の異種金属溶接方法について検討した。

2. 使用材料および実験方法

使用した材料は、パーメンジュール(Fe-49Co-2V)合金 およびオーステナイト系ステンレス鋼(SUS304)の板材料(板厚 3mm)を用いた。溶接にはファイバーレーザ加工機(IPG 社製、連続発振型、最大出力 5000W、ファイバーコア径 0.1mmおよび 0.3mm)を用いた。溶接条件は、レーザ出力を $1000 \sim 2500$ W、溶接速度を $1000 \sim 2500$ mm/min の間で変化させた。また、焦点位置は試験片表面、表面から 1.0mm および 1.5mm 0.3条件とした。シールドガスにはアルゴンガスを用いた。

3 実験結果

まず、パーメンジュールに対してのレーザ溶接性について検討した。本実験の溶接条件ではいずれの場合も裏波ビードが形成された。図 1 に一例としてレーザ出力2000W、焦点位置+1.0mmの条件での溶接速度と表裏ビードの幅の関係を示す。速度1800mm/minでは、表ビード幅は1.5mmで裏ビード幅は、約1.0mmと幅の狭い溶接ビードが形成できた。図 2 に(a)2000W, 1200mm/min, Ddf; 0mm および(b)1500W, 1500mm/min, Ddf; 1.0mmの条件でのビード断面マクロ組織を示す。入熱が大きい(a)では、アンダーフィルとなるが、入熱量が小さい(b)では凹みはほとんど無くなり、熱影響の範囲も狭くなった。つぎに、パーメンジュールとSUS304の異材溶接に

ついて検討を行った。溶接条件は、パーメンジュール単体での最適溶接条件とした(1500W, 1800mm/min, Ddf =+1.0mm)。図3に突合せ継手のマクロ組織を示す。左側がパーメンジュールで右側がSUS304である。欠陥も無く良好な溶接ビードが形成できた。つぎに溶接継手の磁性特性を評価するため、飽和磁束密度を測定した。パーメンジュールの溶接部は、母材の飽和磁束密度との差は小さく、溶接による磁性特性の劣化はほとんど無いと判断された。また、SUS304との異材溶接では、溶接部での飽和磁束密度は低下したが、隣接する熱影響部では素材並みの値を示し、ビード幅が狭いことから溶接継手の磁気特性に及ぼす溶接の影響は小さいと考えられた。

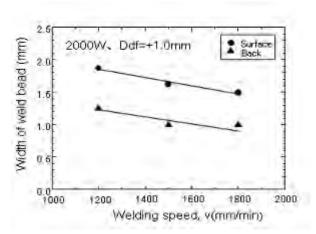


図1 溶接速度とビード幅の関係



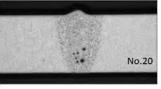


図 2 パーメンジュール溶接部のマクロ組織 (a) 2000W, 1200mm/min, Ddf; 0mm (b) 1500W, 1500mm/min, Ddf; 1,0mm

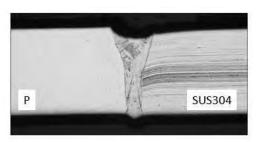


図3 SUS304 との異種金属溶接部の断面マクロ組織

ファイバレーザによる金型表面への微小テクスチャ形成技術の開発

加工技術課 清水孝晃 冨田正吾 柿内茂樹 (株)北熱 田辺政哉 嶋村公二 山口絵美 政 誠一

1. 緒言

薬容器、注射薬シリンジ、バルーンカテーテルなどのポリプロピレンやポリエチレンテレフタレートを原料とした医療プラスチックは、射出成形、ブロー成形あるいはディッピング加工により製造される。成形品の高品質化に伴い、成形金型には離型性、成形性などより高い機能が求められている。この課題について著者らは、電子ビームを用いて金型に微小テクスチャ形成することにより金型の離型性を改善し、樹脂成形性の向上を図った。しかし、電子ビーム加工では真空中のバッチ処理のため、実用上量産に対しては十分な対応ができない。

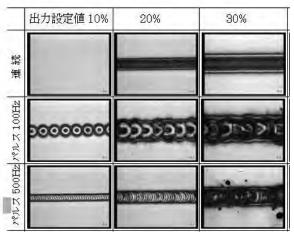
そこで、本研究では、ファイバーレーザを用いて大気 中で金型への微小テクスチャ形成技術の開発を行った。 テクスチャ形成に及ぼすレーザ加工条件の影響を検討し、 最適レーザ加工条件での試作金型への3次元テクスチャ 形成の加工技術を検討した。

2. 使用材料および実験方法

使用した材料は、高速度工具鋼の SKH51(HRC64)で、 横縦 13、厚 5(mm)の板材とした。ファイバーレーザは、 IPG 社製のファイバーコア径 0.1mm で最大平均出力 150W、最大ピーク出力 1500W の加工機を用いた。レー ザ照射条件は、出力 10%~50%、連続波やパルス波に調整し、試験片移動速度は 20mm/sec 一定とした。

3 実験結果

図1にレーザ照射した後の表面外観を示す。出力の増加により溶融幅が広がり、パルス波の条件では、表面の凹凸が大きくなった。また、パルス数が100Hzでは、スポット間隔が広く、凹凸が大きくなったが、500Hzでは、ラップ率が高く、凹凸は小さく良好な外観を示した。溶融部の横断面における表面形状プロファイルを測定した結果、いずれも溶融部の中央部が凸形状となり、その両端は凹形状となった。図2に周波数500Hzの条件でのレーザ出力を変化させた場合における溶融部の高さを示す。50Wまでは、凹凸はほとんどなかったが、100W以上では、溶融部横断面の中央で数μm程度の微小な凸形状となるが、その両端部では、大きく凹み、200Wでは、約



レーザ照射後の表面外観 20 0 100 150 200 -20 照射部の高さ(µm) -40 -60 -80 凸側 -100 凹側 -120 -140 -160 レーザ出力(W)

図2 レーザ出力と表面形状の関係

140µm の凹みとなった。パルス周波数、出力の選定により任意の深さを持つテクスチャを作成できることを示した。図3に直径20mmのSKH51丸棒を回転させながら、レーザ照射してらせん状のテクスチャを形成させた結果を示す。比較のために電子ビーム加工の試料を下側に示す。外観上はほとんど同じ凹凸形状を示し、酸化等による肌荒れも認められず良好なテクスチャが作成できた。



図3 丸棒表面への3次元らせんテクスチャの作成

ダイカスト金型のための金型内流動・凝固 超音波モニタリングに関する基礎的研究

評価技術課 佐々木克浩、 企画情報課 関口徳朗、 土肥義治 ㈱松村精型 林圭一、佐々木宏介、茂木 恒太

1. 緒言

アルミニウム鋳造用金型には、高信頼性、低コストや短納期化が求められているが、試験鋳造や実使用の過程で金型修正を行う場合が多く、コストの増加や製品のリードタイムの長期化を招いている。このため流動・凝固シミュレーションが金型設計段階から利用されているが、必ずしもその精度は十分とはいえない。このため本研究では、ダイカスト金型におけるアルミニウムの流動・凝固を超音波によりモニタリングするための基礎研究として、鋳造工程を簡易的に模擬したモデル実験を行い、低融点合金の凝固過程における超音波波形のモニタリングに関して検討した。

2. 実験方法

金属が液体から固体に変化する過程で、超音波の音速は大きく変化する $^{1-3)}$ 。音速を用いた凝固状態の推定の基礎として、図 1 に示すシステムを用いて凝固状態と超音波の伝搬時間との関係性を検討した。図中に示す簡易的な金型モデル(以下金型)の片面に中心周波数 5 MHz の超音波探触子(ジャパンプローブ社製、B5C10N HTI120)を設置し、パルサーレシーバ(東芝タンガロイ社製、TP-1001)を用いて、パルス反射法により超音波を送受波した。超音波の伝搬への影響を考慮して、金型内部の中心よりずらした位置に熱電対を設置し、データロガーにより温度情報を取得した。ウォータバスを用いて融点 60 Cの低融点合金(以下合金)を溶解した後、金型内部に流入し、超音波反射波をモニタリングした。

3 実験結果および考察

図 2 にモニタリング結果の一例を示す。同図では、代表的な測定時間における波形を例として示している。測定時間 0 秒の初期状態では、主に金型内部での第一反射波 R1 および第二反射波 R2(図 1 参照)のみが観察される。合金の測定温度から流入後と推定される測定時間 40 秒付近では、初期状態と比較してモニタリング結果に大きな変化は見られなかった。例として 400 秒付近において、合金内部を伝搬した反射波 RA(図 1 参照)が現れている可能性がある。その後、反射波 R1 に比べて振幅が極めて小さいが、反射波 RA と考えられる波形が現れはじめ、伝搬時間が短くなる挙動が観察された(図中の破線楕円内)。その後は RA の伝搬時間の変化は小さく、特に 695 秒と 700 秒の間付近で波形の形状が変化した後、振幅が大きくなる挙動が観察された。

以上の結果から、R1の伝搬時間には変化がないことと、温度が低下する過程における融点近傍で RA の伝*現 機械電子研究所

搬時間の変化が観察されたため、合金の凝固進行に伴う音速変化により RA の伝搬時間が短くなったと考えられる。

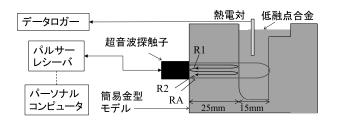


図1 実験システム

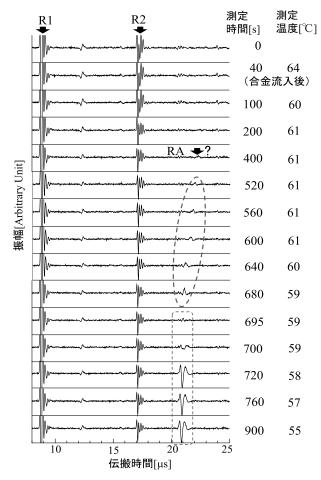


図2 超音波反射波のモニタリング結果例

参考文献

- 1) M. Takahashi et al., Proc. Symp. Ultrason. Electron., 30 (2009) 39.
- 2) 井原 他, 日本機械学会第 12 回機械材料・材料加工技術講演会講演論文集, (2004) 391
- 3) 特開 2006-75851

静電気を除去する機構を備えた作業効率の高い錠剤粉取機の開発

評価技術課 氷見清和 薬事研究所 永井秀昌、明官勇雄 株式会社FASSE 田上 悟、式部拓也、六田直人、若井良夫、藤木 達司

1. 緒言

粉末材料を圧縮成形して作られる錠剤は、製造工程中に表面で静電気の帯電が起こるため、その表面に不要な原料粉末が付着し、PTPシート(個別包装)とアルミシートとの間への混入や、後工程で施される錠剤表面へのフィルムコートや糖衣コートの密着阻害など、製薬生産の様々な工程において改善課題となっている。

従来の粉取機の機構は、筒内部でブラシを回転させて 錠剤表面の粉を払い落とす機構が用いられており、錠剤 表面だけでなく除去した粉末も帯電し機器部品に付着 するなど、粉末の除去には限界であった。

そこで本研究では、(株) FASSEの半導体生産プロセスで培った除電技術を活かして、除電機の設定条件や粉取りの効率を上げるための機構を調査し、作業効率の高い錠剤粉取機を開発することを目的とした。

2. 実験方法

試験錠剤は、帯電しやすい結晶セルロース粉末を原料に用い薬事研究所の打錠機にて作製した。粉取りの効率については、除電機の出力や内部機構の形状等を変え、除去後の錠剤表面の顕微鏡観察により確認した。

3. 実験結果

試作した粉取機の概略図を図1に示す。錠剤は上部から投入され、落下中に除電される。その後、中央部の筒内部を通過中に不要な粉末が落下・集塵され、右端部から取り出される構造とした。

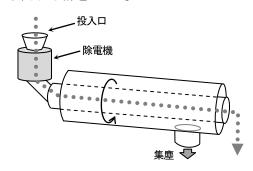


図1 粉取機の概略図

実験の結果、錠剤が通過する筒の回転数、設置角度、 筒の内面の形状、排気風量の影響等を最適化することに より、筒内で錠剤の確実な引繰り返しが起こるような条 件を導出し、両面の粉を確実に吸い取ることが可能とな った。図2に、錠剤の表面状態を示す。刻印の溝も含め、 きれいに原料粉末は除去されていることが確認できた。

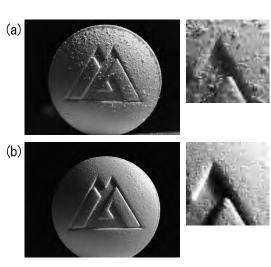


図2 錠剤の表面 (a) 粉取り前、(b) 粉取り後

4. 結言

本研究では、除電機の条件や粉取りの効率を上げるための機構を工夫することにより、錠剤に付着した粉末を除去することができ、効率の高い錠剤粉取機(図3)を開発することができた。今後は、薬品の世界市場は更に伸長が見込まれていることから、研究開発を進めていく。



図3 開発した粉取機の外観

ファインセラミックス(YSZ)ジルコニアを使用した 打錠杵の開発

加工技術課 川堰宣隆,清水孝晃 機械電子研究所 佐山利彦 (株) ビー・エム・プロダクツ 黒川正博

1. 緒 言

医薬品および健康食品を製造する打錠機の杵には、一般に鋼の表面にクロムメッキ等を表面処理したものが使用される.しかし、これらの杵では打錠時の膜の剥離や耐久性が問題となってくる.本課題を解決するため、本研究開発ではファインセラミックス製(YSZ)の打錠成型用杵の開発について検討している.本共同研究では、YSZ 製杵と金属土台との接合強度について検討するとともに、有限要素法による杵の疲労強度の評価を行った.

2. 接合強度の評価

YSZ を杵に適用する場合、杵全体を YSZ にすると、コスト高となる. そこで先端のみをセラミックス製とし、それを金属土台に接合した杵を作製し、その接合強度を評価した. 試験機には、万能試験機((株) 島津製作所製、UH-100kNA) を使用した. 試験には、接合面の形状が異なる2種類の試料(直径6 mm, 長さ7 mm および直径8 mm, 長さ8 mm) を用いた.

試験の結果,前者では接着強度が平均 $0.43~\rm kN$ であるのに対し,後者では $1.52~\rm kN$ であった. 母材で破壊は生じず, YSZ と金属の界面で剥離が生じた. これより,接合面の直径は $8~\rm mm$ 以上必要であることがわかった.

3. 疲労強度の評価

3.1 解析モデル

つぎに有限要素法による錠剤の成形過程の解析を行い、 杵の内部に発生する応力の変動状況に基づいて、杵の疲 労破壊に対する寿命評価を行った.有限要素モデルは、 回転軸に対して半分の領域をモデル化した.紛体には 4節点軸対称要素、杵と臼には8節点軸対称要素をそれぞれ用いた.解析には、MSC/Marc 2012を用いた.

3.2 解析結果

上記の方法で解析を行った結果,21に示すように上杵,下杵のランド部付近において相対的に高い相当応力が発生していることがわかった.一方,くぼみ部付近では,相対的に高い最大主応力が発生していた.これらの結果より得られた内部に発生する応力の変動状況に基づいて,杵が疲労破壊(疲労き裂の発生)に対してどの程度の強度を有するかを評価した. 21 は,YSZ の修正 Goodman 線図である.図中の実線は,YSZ の引張強度 $\sigma_T = 600.0$ MPa および 10^4 回の疲労き裂発生

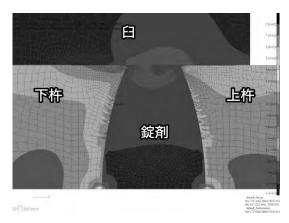


Fig. 1 Equivalent stress distribution around the powder.

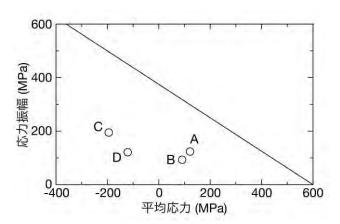


Fig. 2 Evaluation of fatigue strength by means of modified Goodman diagram.

寿命となる両振負荷の応力振幅 σ_a = 374.8 MPa を通る線である. すなわち,この線から下の領域にある繰返し応力状態では疲労き裂の発生寿命が 10^4 回以上であることを意味する. 点 A と点 B は,それぞれ下杵と上杵のくぼみ部の引張疲労破壊の評価点,点 C と点 D はそれぞれ下杵と上杵のランド部のせん断疲労破壊の評価点である. いずれの点も疲労き裂の発生限界に対して、十分な余裕があることがわかる. すなわち、開発した杵は十分な疲労強度を有することを示している.

4. 結 言

本研究では YSZ 製杵と金属土台との接合強度および有限要素法による疲労強度の評価を行った. これより最適な接合部の形状を示すとともに、開発した杵は十分な疲労強度を有することがわかった.

マイクロレンズアレイ素子の開発

加工技術課 川堰官隆 日本カーバイド工業(株) 雨宮圭司 小善貢

1. 緒 言

光学部品に使用されるマイクロレンズアレイの金型加工には、ダイヤモンド工具を用いた超精密切削加工が利用される.しかし、その金型加工では1本の工具で数万穴以上の加工が必要となるため、工具摩耗によって加工形状が悪化してしまう問題があった.

本研究では、ダイヤモンド工具の耐摩耗性を改善する ことで、マイクロレンズアレイの金型を高精度に加工す るための技術について検討した.

2. 実験方法

図 1 は、加工部の外観写真である。加工実験には、超精密切削加工機(ファナック(株)製 ROBONANO α -0iB)のミリング機能を用いた。工具には、先端半径 0.1 mm の単結晶ダイヤモンド製のボールエンドミルを使用し、加工条件および加工方法を変化させて実験を行った。被削材は、NiP メッキである。

3. 実験結果

図 2(a)と(b)は、それぞれ従来の条件と改善した条件で加工したレンズアレイ金型である。図 3 は加工個数が約 100000 個のときの、金型の断面像である。前者の条件の場合、加工初期の段階でバリ等は見られず、形状精度の優れたレンズアレイ形状が加工できる。加工が進行し、加工個数nが約 100000 個になると境界部でバリが観察され、初期形状を維持していない。また断面図より、バリ以外の領域でも理想的な形状と差があることが確認できる。後者の条件では、加工個数が約 100000 個になってもバリ等の発生は見られず、加工初期の形状を維持している。また、断面形状からも、理想的な形状に近い加工面を得られることがわかる。

図4は、加工後のダイヤモンド工具である. 従来の条件では、切れ刃部に摩耗が観察できる. これによって、図3で見られた理想型状との差が現れたと考える. 一方、条件を最適化することで工具摩耗は抑制され、初期形状を維持していた. これによって、高精度な加工ができたと考える.

4. 結 言

本研究では、マイクロレンズアレイの金型を高精度に加工するための技術について検討した.これより、加工条件および加工方法の最適化により工具の耐摩耗性を改善し、高精度なマイクロレンズアレイ金型を作製することができた.

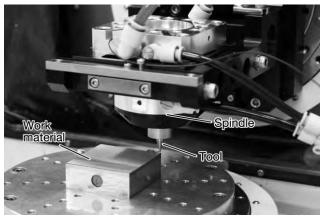


Fig. 1 Experimental setup.

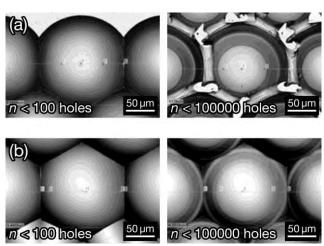


Fig. 2 Shape of a microlens array machined under (a) conventional and (b) improved conditions, at the number of holes machined less than 100 and 100000 holes.

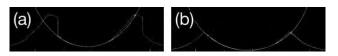


Fig. 3 Cross-sectional image of the machined surface under (a) conventional and (b) improved conditions, after machining 100000 holes.

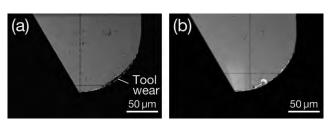


Fig. 4 Tool shape machined under (a) conventional and (b) improved conditions, after machining 100000 holes.

エチレン抑制鮮度保持材の開発

加工技術課 岩坪 聡*¹ 材料技術課 山崎 茂一 評価技術課 九曜英雄*² 株式会社エイト 中野 收一

1. 緒言

農産物が産地から消費地に至る流通過程で、そこから発生するエチレンガスは、微量でも製品の鮮度を劣化させ、大きな損害を与える。特に、リンゴや梨などの果実がその影響を受けやすいことが知られている。その劣化を抑制するための対策として、エチレンガスを吸着、あるいは分解する充填包装剤がある。一般的に、充填包装剤の内部には吸着剤としては活性炭やゼオライトが、一方、分解するタイプは触媒や酸化剤による分解剤が使用される。流通ではコストの面から、コンパクトで高い性能をもつ材料が求められている。そこで本研究では、エチレンガスの分解評価方法を確立した後に、各種メソポーラス材に酸化剤を組合せた新規材料の開発を行い、その特性を調べた。また各種充填包装剤の試作も行い、それらの評価を行った。

2. 実験方法

2.1 エチレンガスの評価方法

9 Lの試験容器に 100 ppm のエチレンガスを充填し、その中に、 $0.1\sim1$ gの試料を入れ、ガスのサンプリングを行った。そのガス濃度 C_c 変化を島津製作所社製のガスクロマトグラフ型式 CC-2010 にて測定した。

2.2 エチレン分解材の作製方法

BET値が300 m²/g以上の比表面積の大きなメソポーラス粒子をコア材とし、酸化剤、あるいはPt触媒を組み合わせた粉体を作製した。その結果、一般的なシリカゲルやゼオライト、活性炭単独の吸着現象だけでは、エチレン濃度が減少することはなかったが、それらと酸化剤を組合せることで分解特性が現れることが分かった。

図1に、ゼオライトを主成分にした材料Z、活性炭に臭素を加えた市販品Aと新規開発した材料N 各0.2 gのエチレン分解特性を示す。Mのグラフの傾きから求められる分解速度は、Aの3倍以上大きいことが分かった。

次に、ガス透過性フィルムを使用した充填包装剤を試作した。図2にその外観を示す。使用するフィルムによってエチレンの分解特性は大きく変化し、フィルムのガス透過性能により充填包装剤の性能が大きく依存した。

図3に、分解特性の良かった従来の活性炭をベースとした充填包装剤と、新規開発した充填剤のエチレン分解

*1 現 評価技術課 *2 現 生活工学研究所

特性を示す。*C (A)* はAを含んでいる市販品の製品、*C(N)* はその袋を利用して、中にNを4 gを入れたものである。 *P(A)とP(N)*は、別のフィルムPにAとNをそれぞれ入れた開発品である。 Cに関しては両者の特性に違いがほとんどなく、6時間後のCには80 ppmであった。このことは、フィルムのガス透過性能で分解特性の上限が決まることを示している。一方、Pに関しては、ガス透過性能も高く両者の違いが明確に現れ、6時間後のエチレン濃度はそれぞれ8.7と1.6 ppmと、従来材料のAを使用した場合の5分の1以下、従来の充填包装剤と比較して、50分の1以下の値に減少できた。

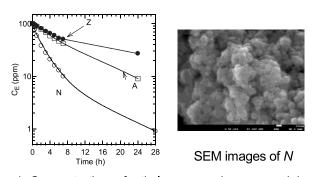


Fig. 1 Concentration of ethylene gas decomposed by various meso-porous materials and SEM image of the developed material.

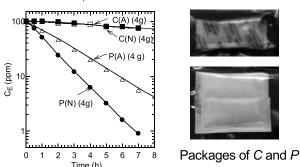


Fig. 2 Concentration of ethylene gas decomposed by packages of transparent gas with various materials and photographs.

3. 結言

メソポーラス粒子をコア材としたエチレン分解剤とその充填包装剤を作製した。その材料性能は従来の活性炭やゼオライトをベースとしたものの3倍以上、充填包装剤としては50倍以上の性能を示した。今後、実際の果樹などの農産物への応用と、材料利用率の改善等を行う予定である。

スイッチング電源における電磁界ノイズ シミュレーション実用化の研究

評価技術課 佐々木克浩,塚本吉俊,宮田直幸 加工技術課 岩坪聡*1 機械電子研究所 釣谷浩之*2 若い研究者を育てる会 コーセル株式会社 野口拡

1. 緒言

スイッチング電源から発生する電磁ノイズを設計 段階で予測できれば、製品開発期間の短縮やノイズ対 策効率の向上が期待できる。その実現の一手段として 電磁界シミュレーションが試みられているが、製品を そのままモデル化すると複雑で解析規模が大きくなっ てしまう課題がある。

そこで本研究では、スイッチング電源におけるノイズの要因を考慮したモデルを検討することで、モデリングやノイズ発生メカニズムに関する知見を蓄積し、これにより設計段階での遠方電界の予測の実現を目指した。その第一歩として、主要なノイズ源であるFETと方形ループ状線路(ディファレンシャルモード放射)から成る簡易モデルを設定した。一般的な電磁界シミュレータでは、FETなどの非線形素子を直接考慮できない場合が多いため、回路解析と電磁界解析を組み合わせたシミュレーションについて検討した。

2. 解析方法

電磁界シミュレータはムラタソフトウェア社製 FEMTET、回路シミュレータはリニアテクノロジー社製 LTspice を使用した。製作した簡易モデルにおける主要部品である抵抗、インダクタ、FET およびループ状線路を図1のようにモデル化した。FET の寄生容量と諸特性をカタログ値に合うように設定した。その他の部品のインピーダンスについて、電磁界シミュレータによる解析または実測を行い、その値に合うように回路内の素子の定数を調整した。以上により等価回路化した回路解析モデルを用いて、ループ状線路に流れる電流 I を計算した後、電力値を算出して給電部に設定し、距離 r=3m、角度 $\theta=\phi=90\deg$ の位置の遠方電界を計算した。

3. 結果とまとめ

スイッチング電源において、30MHz 以上の部品の高周波特性についての検討はこれまで少なかったが、本研究では、100MHz までを考慮した等価回路モデルを作成した。このモデルを計算することで、ノイズ源と考えられる50MHz付近の周波数成分を含む電流Iの計算を可能とした。この計算された電流値はレベルが低下し始めるピーク周波数が実測と一致したが、ピーク付近のレベル差は最大で6dB程度生じた。

次に、垂直偏波の遠方電界を計算した結果を図2に示す。同図では比較のため、電波暗室における実測結果と給電電流を実測値として解析した結果も示した。計算と実測のスペクトルは同様な傾向を示しており、実測とのレベル差に関して、給電電流が実測値では±*1現 評価技術課、*2現 商工企画課

4dB 以内、計算値では 9dB 以内でシミュレーション可能であった。以上の結果から、FET とループ状線路により発生するディファレンシャルモードノイズの概略計算が可能になった。

<詳細は平成 25 年度若い研究者を育てる会「研究論文集」pp. 7-13 を参照>

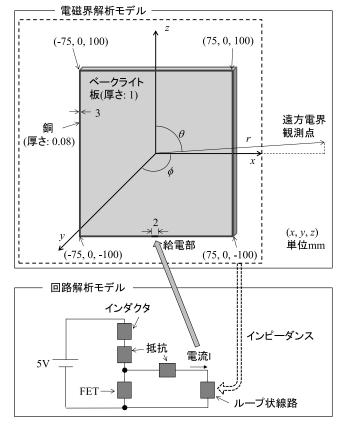


図1解析モデル

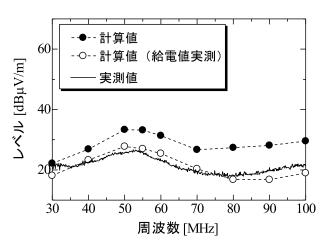


図2 遠方電界の計算および実測結果

Ⅲ 生活工学研究所

□科学研究費補助金		
シニアの健康・快適	な衣生活を支援するための被服	衛生学的研究・・・・・・・62
	製品科学課	中橋美幸
	(学)京都女子大学	諸岡晴美
□一般研究		
発汗サーマルマネコ	ドンによる機能性衣服の評価研究	E63
	生産システム課	和田 猛、野尻智弘
	製品開発課	中橋美幸
打撃用具の高機能化	と研究・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	••••••65
	製品科学課	溝口正人、浦上 晃
	(国)金沢大学	一重洋太、香川博之、米山 猛
複層構造ナノファイ	イバー不織布の開発・・・・・・・・・	••••••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	寺田堂彦
親子に優しいベビー	ーキャリーの開発・・・・・・・・・・・・・・・・	••••••••••••••69
	生産システム課	牧村めぐみ
	製品科学課	溝口正人、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
	(学)京都女子大学	諸岡晴美
蓄光材を用いた表示	テデバイスに関する研究·····・	73
	生産システム課	早苗徳光
	製品科学課	金丸亮二
	中央研究所	岩坪 聡
ソフトボールの反列	ě 性に関する研究・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	······································
	製品科学課	浦上 晃、溝口正人
車椅子用クッション	/評価のための加圧装置の自動(L、高機能化研究······77
	製品科学課	石割伸一
	機械電子研究所	羽柴利直
□企業との共同研究		
マルチノズルエレク		と素材開発における基礎研究······79
	製品科学課	金丸亮二
		野尻智弘、早苗徳光
	第一編物株式会社 奥野一詩	
	(株)ゴールドウインテクニカ	
	小松精練(株)	埴田 修、山﨑逸郎

	機能を有する座位保持装置の 品科学課		严価・・・・・・	80
			#m =	北西砂市
	シュタカ電子製作所	育野 豆、	四田 旦、	狄原合风
吸放湿材料を利用したト	ドライルーム用呼吸具の開発		• • • • • • • • •	81
· ·	品科学課			
生產	産システム課	野尻智弘		
(株	シゴールドウイン	七間一誠、亻	作田崇	
フェザーコットンを使っ	った通年素材(吊編)と商品	の開発・・・・・		82
	産システム課			
)セルダム			
(学	:)京都女子大学	諸岡晴美		
しけ絹製品のインテリア	ア用途への適用技術に関する	研究・・・・・・		·····83
生產	産システム課	早苗徳光、野	野尻智弘	
製品	品科学課	金丸亮二		
(株	:)松井機業場	松井文一、村	松井文三、	松井紀子
放熱促進ウェアの開発・				84
	品科学課			
(株	シゴールドウインテクニカル	/センター 中	村研二、釒	鈴木千早
(学	*)神戸女子大学	平田耕造		
□ベンチャー創成等支援				
				85
	品科学課			
(株	シロンウッド	池田真一、	大島賢二	

シニアの健康・快適な衣生活を支援するための被服衛生学的研究 —人体表面の圧縮柔らかさにおける加齢変化—

製品科学課 中橋美幸 京都女子大学 諸岡晴美

1. 緒言

加齢に伴う真皮のコラーゲン線維やエラスチン線維 (弾力線維)の減少、変性によって皮膚の弾力性が衰え、 圧縮柔らかさが増大する。そのため、女性ファンデーションなどの弾性衣料の着用によって身体形状や寸法が大きく変化し、審美性が低下することが予測される。

そこで本研究では、人体表面の弾力性を評価するための基礎実験として、幅広い年齢層の女性を被験者として 人体表面各部の圧縮特性を計測し、それらと加齢および 体型との関係を明らかにした。

2. 実験方法

被験者として、28歳~84歳までの幅広い年齢層の女性 21名を用いた。表1に被験者の身体的特徴を示す。

表 1 被験者の身体的特徴

	年齢 (歳)	身長 (cm)	体重 (Kg)	体脂肪率 (%)	BMI
\overline{X}	58.8	155.3	56.2	29.6	23.4
σ	17	7.1	7.6	5.8	3.3

人体表面の圧縮特性の計測には、携帯型圧縮試験機HFT-03C(カトーテック㈱製)を使用した。各被験者の左後腋点から下方のウエストライン(WL)まで(①,②,…⑦,⑧)、また、左後腋点から右方の背中心側へ(①,⑨,⑰,⑤) それぞれ 3cm 間隔に印をつけて圧縮特性を計測した(図1)。測定条件は、予備実験の結果をもとに、センサーヘッドを10mmø、圧縮スピードを1.0mm/s、圧縮最大荷重を30gfとした。

3. 結果および考察

圧縮曲線の測定結果の一例を図 2 に示す。どの被験者においても、後腋点周辺および WL 周辺の人体表面は他の部位に比べて柔らかく、図中のような緩やかな曲線を得ることができた。また、被験者の年齢が高いほど、後腋点周辺と WL 周辺の圧縮曲線は 2 分化される傾向がみられた。そこで、全被験者データを用いて解析した結果、加齢に伴って後腋点周辺の圧縮変形量が大きくなることがわかった(図 3)。一方、WL 周辺では、圧縮変形量と加齢との関係はみられず、体脂肪率や BMI などの体型項目が人体表面の圧縮柔らかさに影響を及ぼしていることがわかった。

終わりに、本研究は科学研究費補助金(基盤研究(A)・課題番号:25242011)の助成を受けた。ここに記して謝意を示す。

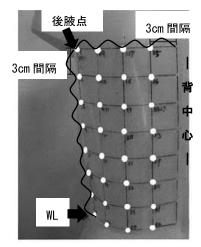


図1 圧縮特性測定部位

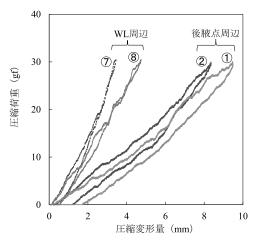


図2 圧縮曲線(被験者Aの場合)

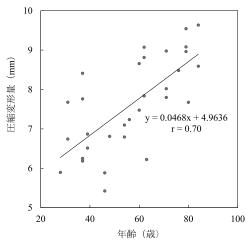


図3 圧縮変形量と年齢との関係 (測定ポイント①の場合)

発汗サーマルマネキンによる機能性衣服の評価研究

生地物性、発汗サーマルマネキンでのシミュレーション、被験者実験評価の関連性と 発汗を伴う場合の衣服機能性評価方法について

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

衣服を構成する素材としての生地では、種々の物性 試験による性能評価方法が確立されている感がある。

しかし、衣服という製品形状に加工されると、生地物性がそのまま製品性能に反映されるとは限らない。

従来の衣服評価方法としては、被験者(ヒト)に着用させ温湿度計測、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る。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。

本研究では2種のインナーウエアの生地物性計測を 行った。また、発汗サーマルマネキンと被験者に同一 のウエアを着用させ、発汗状態での衣服内温湿度変化 等を計測し、これらの関連性について考察を行った。

2. 実験

2.1 着用実験のウエアについて

インナーウエアには、(A)綿100%の半袖シャツ、(B) 吸汗性ポリエステル100%の半袖シャツの2種を選定した。その生地物性を表1に示す。

表 1 インナーウエアの生地物性

試料	組 織	目付 g/㎡	通気度 cm³/cm²/S	吸水率% ラローズ法	保温率% サーモラボ
A	丸編天竺	234.5	38.1	127.1	3.2
В	丸編天竺	152.8	202.0	188.7	11.9

アウターウエア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を選定した。下半身はポリエステル100%の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、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:FRP樹脂

・被服サイズ:日本成人男子の標準サイズ

・発熱能力: $0 \sim 5 \text{ met/}$ 部位 ・発汗量: $20 \sim 1,000 \text{ g/m}^2 \text{h/}$ 部位

·発汗点数: 141 点

・人工皮膚: 全身フィットスーツ形態 (黒色)

環境は、㈱大西熱学製の恒温恒湿チャンバー OS-9FS 型を使用した。温度: 25℃、湿度: 50%RHの設定、およ び温度: 30℃、湿度: 60%RHの環境設定とした。 発汗サーマルマネキンは表面温度を 33 \mathbb{C} の定温度制御とし、発汗は胸部上・下と背部上・下の 4 部位とした。発汗量は $100g/m^3h$ の一定量とした。ただし、発汗吐水は間欠型で 1 回/m に固定されている。模擬汗として純水を使用した。衣服内の温湿度センサは、rotronic 社製の HC2-C05 型を 4 本使用し、人工皮膚とインナーウエア間に図 1 のとおり取付けた。

各条件下で無発汗(ドライ)状態での測定を行った。 また、30℃、60%RHの環境でドライ状態(10min)→発汗 状態(30min)→ 発汗停止状態(60min)の計100minで、 衣服内の温湿度変化等の計測を行った。







図 1 マネキン温湿度センサと試料着装状態

2.3 被験者による着用実験について

被験者は健康な女性3名。各試料2回、着用実験(足温浴による発汗促進実験)を行った。被験者の年齢は45~62歳(平均56.0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。

表 2 被験者実験プロトコル

温度 25℃	健康チェック センサ取付け	20min
湿度 50%RH	椅 座 安 静	20min
	実験室の移動	5min
温度 30℃ 湿度 60%RH	椅 座·足温浴	30min
	実験室の移動	5min
温度 25℃	椅 座 安 静	10min
湿度 50%RH	健康チェック	10min

<計測機器>

- ・1 拍動毎の血圧:連続血圧測定装置(ケーアンドエス社製)
- ・衣服内温湿度:上半身 3点 (rotronic 社製センサ)
- ・心拍数: キッセイコムテック社製(解析ソフト: カルディナイザー) 温湿度センサは、①胸部、②脇部、③背部の位置で、



皮膚とインナーの間に 取付けた。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。

図2 足温浴器と使用実験

3. 結果と考察

3.1 発汗サーマルマネキンの衣服内温湿度について

発汗サーマルマネキンに試料ウエアを着用させ、温度 25 \mathbb{C} 、湿度 50%RH、および温度 30 \mathbb{C} 、湿度 60%RH の環境で衣服内温湿度を測定した。無発汗のドライ状態では A と B の衣服内温度、湿度ともに違いは見られなかった。しかし、発汗を伴う場合は図 3 のとおり、A と B の衣服内湿度に差が生じた。

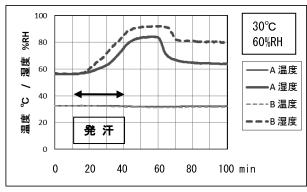


図3発汗サーマルマネキン(胸部)の温湿度

3.2 被験者実験の衣服内温湿度について

被験者実験の結果、衣服内温湿度に関してはドライ状態ではAとBの差異は殆どなかった。しかし、発汗後の衣服内湿度にはAとBの差があった。また、衣服内湿度変化に関しては個人差があり、同一被験者でもバラツキや不安定性があった。

図 4、図 5 に 2 人の被験者の胸部における衣服内温湿度変化を示す。最初の 20 分間 $(25 \, \mathbb{C} \, .50 \, \mathbb{C} \, \mathbb{C})$ ドライ状態での、湿度差はあまりない。しかし、 $30 \, \mathbb{C} \, .60 \, \mathbb{C} \, \mathbb{C}$ 環境での足温浴時では、環境と熱刺激に起因する発汗がありウェット状態となると、A と B の湿度に差が生じた。

足温浴を終え、25℃、50%RH 環境に戻ると、衣服内湿度は低下したが、A と B の差がみられた。今回の実験では、発汗してから試料 AB の違いが、衣服内湿度変化に現れた。A は B より衣服内湿度は低く推移した。

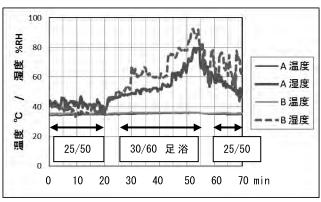


図4 被験者実験での衣服内(胸部)温湿度変化 I

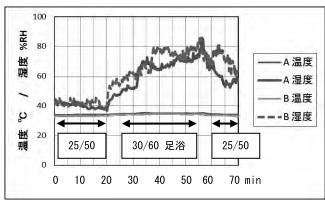


図 5 被験者実験での衣服内(胸部)温湿度変化Ⅱ

4. まとめ

今回使用した試料 A、B のインナーウエアに関しては、ドライ状態では衣服内温湿度に差は見られなかった。発汗したウェット状態では、発汗サーマルマネキン実験、被験者実験ともに A の方が B よりも衣服内湿度は低いという結果が得られた。

衣服内温湿度に関する衣服の評価においては、被験者実験ではバラツキが多くなる可能性が高いので、安定した発汗サーマルマネキンでの評価方法が適していることがわかった。しかし、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。

生地物性の測定では、着用状態により近い測定内容、 方法を検討する必要があると考える。

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。これらの評価方法には長所短所があり、総合的な評価が重要と考える。

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.

打撃用具の高機能化研究

製品科学課 溝口正人、浦上晃 金沢大学 一重洋太、香川博之、米山猛

1 緒 言

本研究では、県内のスポーツ用品製造業に関連する 近年の用具ニーズに対応するための基礎研究を行い、 打撃性能の改善や用具特性の評価手法を検討した。

本報では、対象用具として①ホッケースティックと ②ビリヤード用キューを取り上げ、①では打撃性能向 上を目指した仕様改善と効果の検証、②ではキュー先 端の皮革製タップの特性評価技術に取り組んだ。

2. フィールドホッケースティックの打撃性能の改善

2.1 スティックの現状と課題

市販スティックの外観を図1に示す。現状のスティックは伝統的な設計が踏襲されており、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)がヘッド先端から離れたシャフト部分に位置する¹⁾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。しかし、このような打撃フォームは膝や腰への負担が大きいうえ、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、迅速性が求められる戦術にも影響する。



Fig.1 Hockey stick

2.2 スティックの質量バランスの検討

上記課題の改善を目指して、スティックの質量バランス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するとともに、その効果を検証した。

鉛製ウエイト(100g)を市販のスティック(長さ923mm、質量567g)に装着して意図的に質量バランスを移動させた際の慣性モーメント、打撃中心、振動特性等の物性の変化を比較するとともに、ボール衝突試験によりスティック各部における反発係数を測定して打撃特性の改善効果を調べた。ウエイトの装着位置は、グリップエンド部、シャフト中央付近およびヘッド部の3か所に設定し、ウエイト装着なしと併せた4条件とした。ウエイトの装着位置を図2に示す。

2.3 物性の比較

ウエイトの装着条件による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、ヘッド部に装着の場合④には、ウエイトなし①に比べて打撃中心(COP)の位置がヘッド側に40mm移動しており、一次固有振動の節(1st Node)も若干ヘッド側に移ることから、打撃特

性の改善が期待できることがわかる。また、慣性モーメント(MOI)が大きくなるため、攻撃時のパフォーマンスの向上や守備時のボール保持性の改善が期待できる一方で、操作性の低下を招くことも想定される。

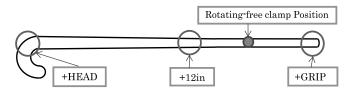


Fig.2 Position of the addition weight

Table1 Comparison of physical properties

	Case	MOI[kg • m ²]	COP[m]	1st Node[m]
1	Normal	0.145	0.734	0.769
2	+GRIP	0.147	0.771	0.74
3	+12in	0.147	0.712	0.77
4	+HEAD	0.201	0.774	0.779

2 4 反発特性の効果

当所の衝撃力負荷装置を用いて、ホッケーボールを エア圧により発射して自由回転支持したスティックに 衝突させることにより、スティック各部の反発係数を 調べた。今回はボールの衝突速度を約65km/hとし、反 発係数は角運動量保存則により算出3)した。

結果の一例を図3に示す。グラフの横軸はスティック上の衝突位置のグリップエンドからの距離を、縦軸は反発係数を示し、表1で求めた打撃中心と振動の節の位置も縦線で記してある。

ウエイトなし①とヘッドに装着④を比較すると、後者では全般に反発係数が2割程度高く、特にヘッド先端側でその差が顕著になる。これは、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やパフォーマンス向上が期待できる。

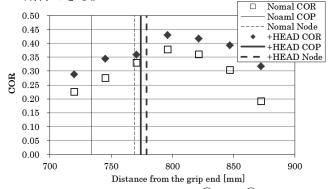


Fig.3 COR in case of ① and ④

3. ビリヤードキューの特性評価

3.1 キューの概要

手球を撞(つ)くキュースティック(cue stick、以下キュー)は、木製シャフトの先端に革や樹脂製のタップ(tip)を貼付けたものが使用されている。

キューとタップを図4に示す。市場のタップには多様なタイプがあり、その物性や構造は手球の操作性や感触との関連が深いが、性能評価に関する研究事例は少なく、仕様の記載根拠もアバウトである。そこで本研究では、タップの動的特性を抽出して性能を比較するための簡易な試験方法を考案し、反発性能や打突時の反力による感触評価技術について取り組んだ。



Fig.4 Cue stick and tip of billiard

3.2 タップ性能評価装置の試作

打突現象を再現できる落下式の装置を試作し、キューを模擬した金属棒の先端に測定対象のタップを貼り、様々な速度で打突した際の動的負荷力や接触時間を検出した。また、落球試験により反発性能を比較した。

打突時のキューの速度は、競技者の実測値から1~3m/s程度であり、これと等価な速度が得られるように自然落下の高さを0.05~0.4mに設定した。評価対象のタップは、メーカーとタイプの異なる7種類の市販品を選択した。測定方法の概要を図5に示す。

3.3 実験結果

タップの落下高さhと打突時の最大衝撃力Fmax の結果を図6に示す。図6より、同一条件での打突でもタップの種類により最大で3割程度の最大衝撃力の差がみられた。また、接触時間は衝撃力にほぼ反比例し、落下高さが大きくなるとやや減少する傾向があった。なお、反発性に関しては明確な差異を検出できなかった。これより、手球の速度制御や打突き感などの動的特性を簡易な評価手法により分類

することができ、競技者が求める操作性や使用感の 選択が容易になるうえ、製造の品質向上や仕様を細 分化した特性を持つタップの開発を促進することが できる。

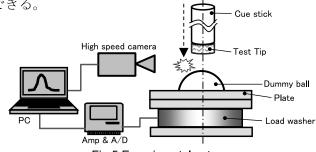


Fig.5 Experimental setup

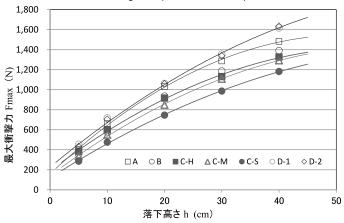


Fig.6 Relationship between h and Fmax

4 まとめ

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。また、手球のスピンなど摩擦特性を考慮したキュータップの評価技術にも取り組む。

本研究で使用した試験用タップは、株式会社ジャストドゥイットの協力を得て調達したことを記して謝意を表す。

「参考文献」

- (1) 溝口他、富山県工業技術センター研究報告、 No.26(2012)、No.27(2013)
- (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.A33.
- (3) 一重他、日本機械学会、スポーツ工学シンポジウム2013講演論文集、 No.13-34.312.

キーワード:打撃用具、フィールドホッケースティック、ビリヤードキュー、反発係数、打撃感触

Development of the evaluation method of the field hockey stick and the cue stick of billiard

Product Development Section Masato MIZOGUCHI, Akira URAKAMI Kanazawa Univ. Youta ICHIJYU, Hiroyuki KAGAWA and Takeshi YONEYAMA

The purpose of this study is to develop the newly field hockey stick and the cue stick of billiard with high performance. At first, about the hockey stick, a stick for examinations was suggested which a weight was added to three positions on the stick to change the mass balance, and examined the physical properties such as center of percussion, moment of inertia and hitting performance of coefficient of restitution. As a result, the center of percussion moved to the stick-head side by 40mm, and an effective possibility was shown in the ball speed by the result of ball collision test. Next, a simple evaluation method to investigate the characteristics of the cue tip for billiard was designed, and the maximum impact force, contact time and rebound performance of some tips on the market were examined. The result suggests that the classification of the performance type is possible by these parameters.

複層構造ナノファイバー不織布の開発

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 寺田堂彦

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。これを解決する手段として、昨年度、接着層を有する2層構造ナノファイバー不織布をシングルノズル機で簡易的に作製し、布帛とラミネートしてその性能を検証した。本年度は、実用化を念頭に、マルチノズル機で、2種類の樹脂を同時に紡糸し、連続的に2層構造ナノファイバー不織布を作製する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

Toptec 社製のマルチノズル式エレクトロスピニング装置は、7つの樹脂タンクから、それぞれ別の樹脂を同時に紡糸できる構造となっている。しかし、これまでの実験では、マルチノズル機で紡糸可能な樹脂同士であっても、同時噴射を試みると、片方しか飛ばない、あるいは両方飛ばない等の現象が発生し、2種類の樹脂での同時紡糸は困難であった。



図1.2種同時紡糸の失敗例

図1にその失敗例を示す。左のノズル列と右のノズル 列からそれぞれ違う種類の樹脂を紡糸しようとしたが、 左のノズル列からのみ、樹脂が綿状に噴出し、ナノファ イバー化できなかった。

失敗の主な要因として、溶液の粘度、溶液における樹脂の比率、電気伝導度、溶剤の種類(DMF、MEK、アセトン等)とその配合比、添加剤の種類と量、紡糸条

件 (ノズルピンの径、ノズル列の配置、ノズルーターゲット間距離、タンクの絞り等)が考えられる。そこで、これらの条件を調整し、同時紡糸できる条件を探った。

樹脂は、昨年度の予備試験の結果を踏まえ、ポリウレタン (PU) 樹脂とポリビニルアルコール (PVA) 樹脂とした。

2.2 貼り合わせ生地の作製及び評価試験

2.1 で作製できたナノファイバー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で貼り合わせ生地を作製し、評価試験を行った。

貼り合わせ用の基布として、以下の2点を準備した。

①綿織物 糸番手:30s

②ポリエステルトリコット 糸繊度:83dtex

各基布の拡大写真を図2に示す。

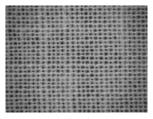




図2. 各基布の拡大写真(左から①、②)

作製した貼り合わせ生地は剥離強度試験で評価した。 ・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

3. 実験結果及び考察

まずは、PU樹脂とPVA樹脂それぞれについて単体で、ナノファイバー不織布化可能でかつ極力生産量の高い条件を探った。その際、ノズルーコレクタ間距離は100mm、電圧35kVで固定した。

その結果、PU樹脂溶液では、含有樹脂率 15%、溶媒はDMFとMEKを 6:4 で混合したもの、PVA樹脂では、樹脂比率 12%で溶媒は水を使用したものが良好で、どちらもほぼ同等の紡糸状態を示すことがわかった。

これらを、電圧 35kV、ノズル間距離 35mm で同時紡 糸を試みたところ、PU樹脂のみ紡出し、PVA樹脂は 飛ばなかった。電圧を上げると、PVA樹脂の紡糸は可能となったものの、PU樹脂側が綿状紡出となった。溶液条件を変えずに、同時紡糸可能な条件を探ったところ、ノズル間距離を広げることにより、各樹脂の飛相状態は異なるものの、同時紡糸が可能となることがわかった。具体的には、ノズル間距離を 105mm 以上に広げることで、同時紡糸が可能となった。そこで、この条件を基本に、樹脂溶液の混合比等を少しずつ変えながら、ノズル間距離を狭めていく方法により、生産性を極力落とさずに同時紡糸できる条件を探った。

最終的には、ノズル数でPU樹脂 19 本、PVA樹脂 38 本の同時紡糸が可能となった。その時の紡糸状態を図 3 に示す。

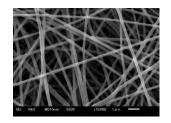


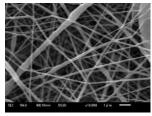
図3. PU樹脂、PVA樹脂同時紡糸状態

図中、左 2 列でPVA樹脂、右 1 列でPU樹脂を紡糸している。PVA樹脂を 2 列にしたのは、PU樹脂と比較して紡糸量が少なかったためと、布帛との貼り合わせの際、接着層であるPVA樹脂層を厚くし、接着強度を高めるためである。作製したナノファイバー不織布の厚さは、PU層 8μ m、PVA層 14μ mであった。

作製した 2 層構造ナノファイバー不織布の電子顕微鏡 写真を図4に示す。

PU樹脂側は、繊維径のバラツキが大きく、ところど ころビーズ状の固まりも見られた。同時紡糸の影響もあ





(PU側)

(PVA側)

図4.2層構造ナノファイバー不織布の電子顕微鏡写真ると考える。繊維径は、100~500nmであった。それに対し、PVA樹脂側は、繊維径のバラツキも少なく安定した形状を示している。繊維径は150~250nm程度であった。

作製した2層構造ナノファイバーは、2種類の基布と貼り合わせて、剥離強度を評価した。結果を表1に示す。

表 1. 貼り合わせ生地の剥離強度

基布	剥離強度(N)
①綿織物	(0.82) 🔆
②PET トリコット	0. 49

※剥離せずにナノファイバー不織布が切断

ポリエステル基布では、十分な剥離強度を得られなかったが、PVA層の厚みを上げること等で、強度向上は可能と考える。

4. 結言

マルチノズル式のエレクトロスピニング装置で、2種類の樹脂の同時紡糸を可能にすることができた。このことにより、生産性を大幅に向上する目処が立ったと考える。ナノファイバーの実用化に向けて、今後さらに生産性向上技術をはかっていきたい。

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 Dohiko TERADA

We produced double layer nanofiber nonwoven fabric of PU and PVA made by multi nozzle electro spinning system, 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 panofiber.

親子に優しいベビーキャリーの開発

生産システム課 牧村めぐみ 製品科学課 溝口正人 中橋美幸

1. 諸言

育児において必需品である抱っこやおんぶのできるベビーキャリーは、現在、赤ちゃんの抱き方、適応年齢などにより多種多様あり、デザインや価格帯も豊富に存在する。本研究では、使用者のニーズにマッチしたベビーキャリーを、実験的データをもとに設計・開発し、商品化することを目的に、被験者実験により接触感や身体動作への影響を調べ、負担感や着用感を測定するための評価指標を検討した。今回は①肩・胸・腰の接触部位5か所の衣服圧、②歩行・階段昇降時の床反力特性、③歩行・階段昇降時の姿勢を測定し、快適性との関連を考察した。

2 実験方法

2.1 被験者と試料

被験者は、年齢 30 歳代の健康な女性 3 名を用いた. 1 歳相当 (身長 74cm, 体重 11kg) の乳児ダミーを市販されているベビーキャリー3 種 (試料 A~C, 図 1) にセットし、おんぶの状態で着用させた.



試料A

試料 B

試料C

図1 実験に用いたベビーキャリー

2.2 肩・胸・腰の接触部位の衣服圧測定

ベビーキャリーの種類によって体への接触部位が異なるため、被験者の負担申告をもとにエアーパック式の衣服圧センサ(㈱AMI製)を肩・胸・腰の5か所に設置し、衣服圧の測定を行った.測定後に被験者の主観評価として、体への負担感や着用感について尋ねた.

2.3 歩行・階段昇降時の床反力特性評価

歩行・階段昇降動作におけるベビーキャリーの種類 による違いを運動力学的に検証するため、自由歩行で の接地から離床まで、階段昇り動作時の後ろ足離床時 および降り動作時の前足着床時の床反力をフォースプレート(キスラー(株製)により測定した.

2.4 歩行・階段昇降時の姿勢評価

歩行・階段昇降動作を身体側面 から 125fps で撮影し、被験者、 乳児ダミーおよびベビーキャリーに 貼付した 9 点のマーカーの時間変位 を動作解析装置(㈱ライブラリー製) により求め、軌跡や角度を解析した.



(図2)

図2 実験の様子

3. 実験結果および考察

3.1 衣服圧測定結果

図3に各被験者の衣服圧測定結果(立位時)を部位別にそれぞれ平均した結果を示す.

試料 B は肩に荷重が集中している. 試料 A と C は 肩と腰で荷重を分散させている. 特に試料 C は肩紐と腰ベルトのクッション性が高いため, より均等に荷重が分散され, 被験者の負担感が少なく着用感も良かった. ただし, 試料 A と C は海外メーカー製のため小柄な被験者が着用すると, 調節しても肩紐が浮いてしまった. ダミーの密着度が高いほど安定感があり, 着用感も良いため, 日本人の体型に合ったサイズに設計する必要性がある. またバックルの形状や接触部位によっては狭い範囲で痛みが集中し, 被験者の負担感が大きく, 着用感が悪かった.

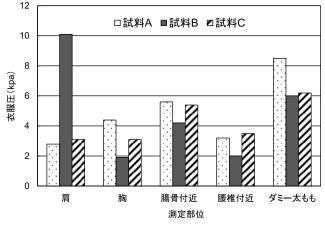


図3 衣服圧測定結果(立位時)

3.2 床反力特性評価結果

自由歩行と階段昇降時の床反力の垂直分力波形の一例を図4に示す.波形は踵接地と離床時にピークを呈する二峰性の形状を示した.

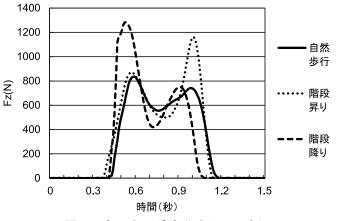
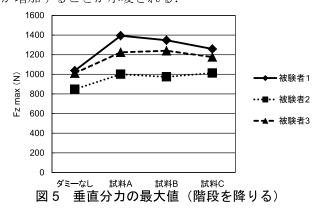


図 4 床反力 (垂直分力) の一例

各動作時に大きな力が作用すると踵,足首,膝,腰等の身体負荷が増すと仮定して,垂直分力 Fz の最大値を抽出した結果の一例を図 5 に示す. その結果,階段を降りる際の前足接地時の最大値を各サンプルで比較すると試料 A が B,C に比べて大きくなる傾向が見られた. 主観評価でもダミーの密着度が乏しいとの感想が得られたことから,ダミーの不安定さと母体への負荷が増加することが示唆される.



3.3 姿勢評価結果

体幹の傾き(肩と腰を結んだ線)の対鉛直角度を抽出した結果を図6に示す.被験者3は試料A,C着用時に体幹が前かがみになった.これは試料のサイズが大きくダミーと試料が適正な位置で装着できないためであり、被験者の負担感が大きく、着用感も悪かった.

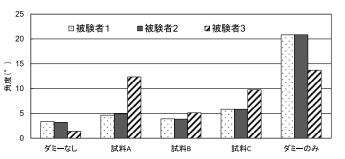


図6 体幹の傾きの対鉛直角度(自由歩行時)

4. まとめ

被験者実験により接触感や身体動作への影響を調べ、 負担感や着用感を測定するための評価指標を検討した 結果、①試料 B は肩に荷重が集中している. 試料 A と C は肩と腰で荷重を分散させている. ②床反力の測定 および動作解析による姿勢評価を行うことにより、ベ ビーキャリーの種類および被験者による差異がみられ、 快適性や身体負荷の判定指標とすることができること が分かった.

次年度で開発を目指す試作品の設計コンセプトは, 肩・腰部のベルトにおいて日本人の体型に合ったサイズ・クッション性を持たせ,フィット感を高めるとと もに荷重を分散させ,バックルのあたりによる不快感 を軽減させるものとする.

キーワード:ベビーキャリー、快適性、衣服圧、床反力、動作解析

Development of the baby carry comfortable to parent and child

Production Technology Section; Megumi MAKIMURA Product Development Section; Masato MIZOGUCHI, Miyuki MAKAHASHI

This study performed a design and development of the baby carry which matched the needs of the user based on experimental data and was intended to commercialize it. Three healthy women of age 30s were employed as subjects. Subjects carried a baby dummy of 1 year old equivalency set to three kinds of commercially available baby carries on their back. The following measurement was carried out in the experiment. ①The clothes pressure measurement of five places of contact parts of a shoulder, a chest, the waist. ②The measurement of the ground reaction forces at the action of a walk, the step going up and down. ③Evaluation of the posture of body at the action of a walk, the step going up and down. As a result, some knowledge for newly design of the baby carry was obtained.

温熱的快適性を向上させたインナーウエアの開発 —女性ファンデーション用編布の熱・水分特性と着用性能—

製品科学課 中橋美幸,金丸亮二* 生産システム課 和田 猛 京都女子大学 諸岡晴美

1. 緒言

インナーウエアの中でも女性用の補正下着であるファンデーションは、補正効果を発現させるためにハードパワータイプのストレッチ編布を用いているものが多い。それらは、身体に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く、多くの成人女性が、夏季における暑さや蒸れによる不快感を経験していることから、温熱的に快適な女性ファンデーションの開発が望まれる。

そこで本研究では、まず、繊維素材および編構造の異なる女性ファンデーション用編布を試料とし、それらが熱・水分移動特性に及ぼす影響について検討した。次に、試作のショーツガードル(ガードルの補整機能をもつショーツ)を用いて着用実験を行い、編布の熱・水分移動特性が夏季環境下における着用性能に及ぼす影響を検討した。

2. 着用シミュレーション実験

2.1 試料

素材、編構造の異なるファンデーション用編布 5 種を 試料として用いた (表 1)。試料①は、ナイロンの経編に 綿を、試料②はポリエステルの経編にキュプラを、各々 挿入したものである。試料③、④はナイロンを、試料⑤ にはコットンライクなポリエステルを用いた経編である。 各試料の水分率は、相対湿度の上昇に伴って増加するも のの、ポリエステル混率の高い試料⑤では、高湿時(90% RH)でも水分率が約 1%と最も低かった。次いで、試料 ②においても高湿時の水分率が約 1.5%と低く、ポリエス テル使いでキュプラ混用率の低いことが要因として考え

Table 1 Samples

Sample	Fibrous mate			Gauge	Knittrd density			Air permeavility
		(%)	(dtex)			(mm)	(g/m ²)	$(e m^3/e m^2/s)$
1	6,6-nylon	64	44	28	180c/50w	0.72	211	118.3
		17	33					
	polyurethane	1 /	155					
	cotton	19	73					
2	polyester	76	44	28	186c/50w	0.62	199	143.0
	1 4	1.4	44					
	polyurethane	14	78					
	cupra	10	33					
3	6,6-nylon	74	44	28	162c/48w	0.46	160	153.8
		2.0	33					
	polyurethane	26	155					
4	6-nylon	73	44	28	168c/50w	0.47	175	132.0
			44					
	polyurethane	27	155					
(5)	polyester	88	88	28	108c/42w	0.70	200	49.4
			44					
	polyurethane	12	78					

¹⁾ at pressure of 0.588kPa

*現 生産システム課

られた。これに対して、ナイロン使いの試料③、④、綿挿入の試料①では、高湿時の水分率は4~6%と高かった。

2.2 試料の熱・水分移動特性の測定および結果

熱迅速測定装置(サーモラボⅡB)の熱板(有効面積 10cm×10cm)を人の平均皮膚温に近似した 33℃に設定し、20℃、65%RH の恒温恒湿室内で測定を行った。熱板上に水分率 200%の濾紙、透湿防水布を順次設置し、これを皮膚からの水分蒸散モデルとして実験した。 図 1 に、水分蒸発量 Wn と厚さ T との関係を示す。Wn は潜熱損失量と水の潜熱を用いて算出したものである。Wn の大きさは、吸湿性の大きさによって 2 グループに分かれることが明らかとなった。また、グループ間で厚み依存があることもわかった。すなわち、吸湿性がよく薄い編布を用いた女性ファンデーションの着用が皮膚からの水分蒸散を促し、温熱的快適性を維持できると推察された。

次に、人が発汗した場合を想定して、熱板の上に 0.1ml の水をほぼ均等に 5 ヶ所滴下した後に試料を設置して実験を行った。図 2 に、発汗シミュレーション実験での時

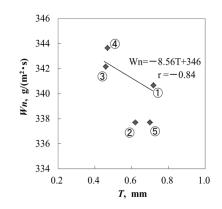


Fig.1 Relation between thickness (*T*) and evaporation rate (*Wn*) in sensible perspiration simulation test.

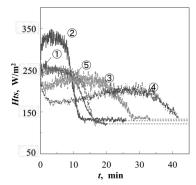


Fig.2 Changes in total heat loss accompanied by water transfer (*Hts*).

間経過に伴う総熱損失量 Hts の変化挙動を示す。吸水性の高い試料①、②、⑤では、熱板に試料を設置した直後から、液体水が試料に濡れ広がり、吸水面積の拡大とともに総熱損失量 Hts が急増した後に急減し、乾燥時間が速いことがわかった。一方、吸水面積の小さかった試料③、④では、水の濡れ広がりに時間がかかり、乾燥時間が長くなる傾向がみられた。すなわち、発汗時の熱・水分移動には吸水性が重要であることがわかった。

3. 着用実験における人体生理・心理への影響

先の着用シミュレーション実験で用いた編布の中から、ナイロン使いの試料④、試料①よりも綿の混用率を数%高くした試料①c、さらに、編構造をパワーネットとした試料①cpの3種を用い、ショーツガードルを試作して着用実験を行った。

着用実験は、28℃,50%RH の人工気象室内で行った。 被験者は、10分間座位安静-10分間歩行運動(トレッド ミル運動,速度3km/h)-15分間座位安静として、人体 生理および着用感評価への影響を検討した。

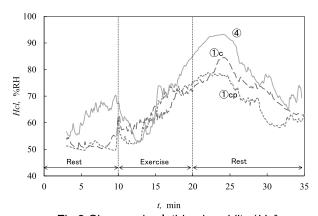


Fig.3 Changes in clothing humidity (*Hcl*).

図3に、衣服内湿度(Hcl)の結果を示す。運動前安静時後期および運動後期、運動後安静時において、ナイロン使いの試料④のHcl が最も高い傾向がみられ、着用実験においても発汗時の吸水性能の重要性が確認された。また、綿挿入の試料間で比較すると、経編の試料①cよりパワーネットの①cpのHcl が若干低く抑えられることが

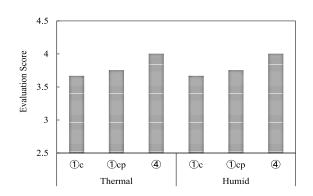


Fig.4 Thermal and humid sensation during exercise.

わかり、素材の吸湿・吸水性のみならず、編構造も温熱的快適性に影響を及ぼす重要な因子であるとことが示唆された。また、図 4 に示すように、運動時における主観評価においても、試料①c、①cp に比べて、吸水性の小さい試料④の方が暑くてべたつき、不快であると評価された。これらのことから、シミュレーション実験の結果と同様に、発汗時の着用快適性には、吸湿性だけでなく吸水性による汗の吸水→拡散→速乾が実現できる素材と編構造が必要であることがわかった。

4. 結言

本研究では、温熱的快適性の高い女性ファンデーションの開発を目指し、編布の素材・編構造が熱・水分移動特性に及ぼす影響を明らかにした。不感蒸散のような水蒸気移動がある場合には、素材の薄さと吸湿性が重要であることがわかった。発汗時においては、汗の吸水→拡散→速乾を促進できる素材性能と編構造が必要であるとわかった。今後は、着用環境や用途に応じた女性ファンデーション等の設計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アール協同組合 の皆様に深く感謝致します。

キーワード:女性ファンデーション、吸湿性、吸水性、衣服内温湿度、主観評価

Development of Superior Women's Inner Garment for Thermal Comfort

Product Development Section; Miyuki NAKAHASHI, Ryoji KANAMARU*
Production Technology Section; Takeshi WADA
Kyoto Women's University; Harumi MOROOKA

We investigated the influences of fibrous materials and the knitted structure of women's foundation garments on the heat and water transfer properties in the test simulating insensible perspiration or sweating condition. The water evaporation rate (Wn) significantly increased for more highly hygroscopic and thin materials in the test simulating insensible perspiration condition. The larger area of water absorption (Ab) was associated with a significant increase in wet heat loss (Hws) and a shortened drying time in the testing simulating sweating condition.

蓄光材を用いた表示デバイスに関する研究

生産システム課 早苗徳光 製品科学課 金丸亮二*1 中央研究所 岩坪聡

1. 緒言

近年、停電時における非常口や通路表示の重要性が認識されるとともに、節電・省エネの観点からも、消灯後に燐光を放射して光り続ける蓄光性表示デバイスが注目されている。当該デバイスは、主に蓄光材をマトリクスとなる樹脂中に分散させたもので、その性能、とりわけ輝度と残光時間を向上させるには、蓄光材の配合量を増やす必要がある。しかしながら一方で、蓄光材は非常に高価であることから使用量は減らしたいという矛盾を抱えている。

そこで、マトリクス樹脂側からのアプローチとして屈 折率を蓄光材に近づけ、蓄光材ーマトリクス樹脂複合材 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、マトリクス樹脂の屈折率と複 合材の輝度の関係について検討した。

2. 実験方法

2.1 使用材料および試料作成条件

蓄光材は、市販の青色発光のもの(ピーク波長:490nm、 主成分: Sr₄Al₁₄O₂₅:Eu,Dy) を用いた。

マトリクス樹脂は、エン化合物(モノマーA)とチオール 化合物(モノマーB)を反応させて得られる含硫黄系架橋 ポリマーとした。モノマーAには、試薬のテトラビニル スズ(VT)、テトラビニルシラン(VS)、テトラアリルシラ ン(AS)を、モノマーBには、試薬のエタンジチオール(E)、 ペンタンジチオール(P)をそのまま用いた。

複合材試料は、モノマーAとBを混合して得られるプレポリマー中へ蓄光材を配合し、室温下でゲル化させた後、24時間加熱キュアして作成した。モノマーAとBの配合比は 1:2(mol)、蓄光材の配合量は試料表面の面積 $1cm^2$ あたり 0.3g とした。室温下でのゲル化が遅い場合は、UV ランプにより紫外線(365nm)を照射しゲル化を促進させた。加熱キュア温度は、モノマーAに VT を使用した場合は 40° C、それ以外は 100° Cとした。試料形状は、直径約 $16mm \times$ 厚さ 3mm の円板形状とした。(以下、試料名をモノマーAとBの組み合わせ、例えば VT-E などのように表記する。)

また、前報¹⁾の方法に従い、マトリクス樹脂にポリメタクリル酸テトラフルオロエチル(PFMA)、ポリメタクリル酸メチル(PMMA)、ポリスチレン(PS)を使用した試料も作成し、比較検討した。

*1 現 生産システム課

2.2 試験および測定方法

図1のように、試料を標準光源 D_{65} により約 1000lux の 照度で 30 分間照射し、消灯後の輝度を測定した。輝度測 定にはポータブル輝度計を用いた。

試料の光透過性は、積分球付分光光度計により 490mm における全光透過率を測定し評価した。

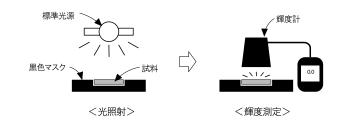


図 1 輝度測定方法模式図

3. 実験結果および考察

図 2 に、消灯後 2、5、10 分経過時の各試料の輝度を示す。横軸の試料は、左からマトリクス樹脂の屈折率の低い順としてある。(屈折率はそれぞれ、PFMA:1.42、PMMA:1.49、AS-P:1.57、PS:1.59、AS-E:1.61、VS-E:1.656、VT-E: > 1.656 ^{2),3)} である。) 図より、屈折率が高い方が輝度は大きい傾向は見られるものの、AS-P以上ではほぼ一定であり、屈折率による影響は非常に少ない結果となった。

しかし、輝度計測時の試料を観察すると、光が直接照射されていない裏面側において、試料間で明らかに輝度に差があることがわかった。そこで、試料裏面側の輝度計測を行った。その結果を図3に示す。図より、屈折率が高い程、輝度が大きい傾向が顕著となった。各試料の透過率を測定したところ、PFMA:2.7%、PMMA:4.1%、

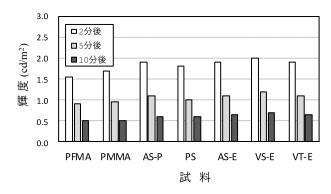


図2 消灯後の各試料の輝度

AS-P:10.5%, PS:11.8%, AS-E:12.4%, VS-E:13.8%,

VT-E:16.2% であった。屈折率と透過率との間に相関が認められること、および蓄光材の屈折率が1.7程度と推定される¹⁾ことから、マトリックス樹脂の屈折率が高くなるに従い光透過性が向上し、照射光が試料の深部にまで届くとともに、発生した燐光が試料全面に透過・放射するようになるため、裏面側での輝度に大きな差が生じたと考えられる。

この結果より、裏面側へ放射される燐光を光照射面側へ反射させてやれば、その分だけ光照射面側の輝度が増すのではないかと考えた。そこで、反射層を想定し、試料裏側にアルミ箔を置いた状態で輝度測定を行った。その結果を図4に示す。アルミ箔を置いていない図2の値と比較してみると、屈折率が高いVS-EやVT-Eでは25%前後輝度が向上し、反射層による効果を確認できた。

ただし、これら試料の発光状況を暗室中で目視により 観察したところ、PFMAやPMMAはやや暗く見えるなど、 ある程度の差は確認できるものの、あまり明瞭には感じ られなかった。暗中での目の慣れなども影響すると思われ、製品化時には目視評価も重要と考えられる。

4. 結言

マトリクス樹脂ー蓄光材間の屈折率差を小さくして複合材の光透過性を高めると同時に、発生する燐光を光照射面側に集めて放射させることにより、蓄光材の配合量を変えずに輝度向上を図ることが可能であるとわかった。なお、今回マトリックス樹脂に用いた含硫黄系ポリマーは、モノマーの選択により透明で高屈折率のものが得られるが特殊かつ高価である。実際の製品化にあたっては、安価な高透明・高屈折率樹脂を検討、開発する必要がある。今後の課題としたい。

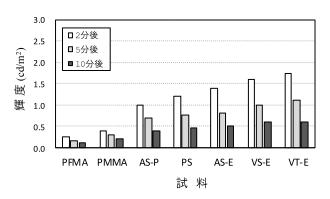


図3 各試料裏面側の輝度

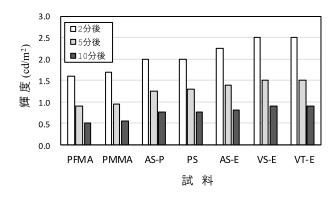


図4 裏面反射層設置時の各試料の輝度

参考文献

- 1) 早苗 他, 富山県工業技術センター研究報告, 27 (2013) 77
- 2) 光学用透明樹脂における材料設計と応用技術,技術情報協会
- 3) Sharad D. Bhagat. *et al.* Macromolecules, 45 (2012) 1174–1181

キーワード: 蓄光材、マトリクス樹脂、透過率、輝度、屈折率

Study on the Sign-Device Using Phosphorescent Pigments

Norimitsu SANAE, Ryoji KANAMARU and Satoshi IWATUBO

Effects of the refractive index of polymer on afterglow brightness of polymer matrix composites mixed phosphorescent pigments were investigated. As results, the light transmittance of composite increased and the afterglow brightness (including the reflected light from the back surface side of disc-shaped sample) was improved with reducing the difference between the refractive index of polymer and phosphorescent pigments. These results showed that it was possible to improve afterglow brightness of phosphorescent composites by controlling the refractive index of polymer without increasing the additive amount of phosphorescent pigments.

ソフトボールの反発性に関する研究

製品科学課 浦上 晃 溝口正人

1. 背景

近年の非木製バットは、素材である金属材料の高機能化や CFRP の応用及び製造技術の高度化などにより、打撃性能が大きく向上している.このため、競技においては打球速度が速くなりすぎて投手や内野手の反応が間に合わず、危険な状況も発生していることから、選手の安全確保への対応が求められている.

そこで公益財団法人日本ソフトボール協会(JSA)では、競技の安全性を考慮して2013年2月にバットの反発性に関する用具規則を新たに設定した。当センターは、ソフトボール用バットの新たなSG基準項目となる反発性試験が行える全国で唯一の検査機関としてJSAより指定され、2013年の春より、各メーカーから申請されるバットの反発性試験を実施している。

試験の概要を図1に、試験装置の外観を図2に示す. バットの反発性試験結果には、バットの反発性能の みでなく、バットに衝突させるボールの反発特性も影響することから、本研究では、ソフトボール自体の反 発特性について、衝突速度、衝突回数、衝突面等の差 異による依存性を調査した。

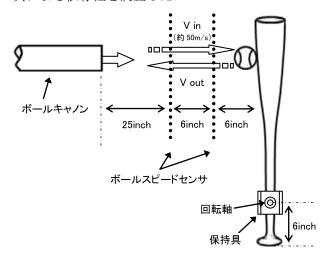


図1 反発性試験の概要



図2 反発性試験装置の外観

2. 試験方法

ソフトボール自体の反発性能を評価するため、本研究では、ボールを鉄製の剛体平面に衝突させ、入射速度 Vin と反射速度 Vout の比(Vout/Vin)から反発係数を算出した。試験には「Wilson 製革ソフトボール 3号公認球 A9090J」を使用した。比較データとして、硬式野球ボール、軟式野球ボールの試験も同様に実施した。ボールは 20%65%で十分調質した後試験に供した。

3. 結果及び考察

3.1 入射速度と反発係数の依存性

入射速度を変化させた時のボールの反発係数の測定結果を図3に示す.3種のボールともに,入射速度の増大に伴い反発係数は減少する傾向が認められた.これは,入射速度が大きくなると衝突時のボールの変形量も増加することにより,その変形に衝突エネルギーが奪われるためと考えられる.

得られたグラフから近似曲線を求めて高速領域での 反発係数を算出することで、ボールの損傷を考慮した 低速試験により実戦域での高速衝突試験時の数値が推 測できる.

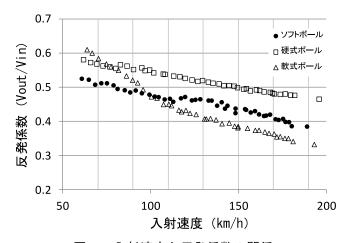


図3 入射速度と反発係数の関係

3.2 衝突回数と反発係数の依存性 (ボール耐久性)

ソフトボール用バットの反発性試験を実施する際に, 1個の試験ボールをどれだけ使用できるかを把握する ため,衝突回数による反発係数の変化を調査した.入 射速度は約120km/hとした.結果を図4に示す.

図4からわかるように、ソフトボールについて同一ボールで衝突試験を100回まで実施したところ、反発

係数は衝突回数が5回目程度からはほぼ一定値に収束し、その後の反発係数に変化は見られなかった.これは、硬式野球ボールでも同様の結果となった.また、個体差を確認するために同種で複数のソフトボールでも試験を実施したが、ボールによる反発係数の違いは見られなかった.これより、バットの反発性試験を実施する際に、衝突回数やボールの違いによるバットの反発性への影響は極めて少ないことがわかった.ただし、試験前に5回程度の予備打ちが必要となる.

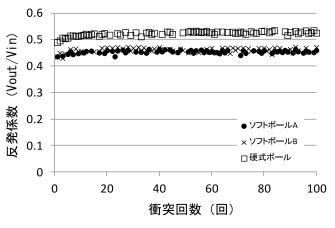


図4 衝突回数と反発係数の関係

3.3 衝突面と反発係数の依存性

ソフトボール用バットの反発性試験方法では、ボールの糸の縫い目を避けてバットに衝突させることが義務付けられており、1つのボールで4箇所衝突させる面が存在する.この影響を精査するため、衝突面と反発係数の関係を調査した結果を図5に示す.

図5からわかるように、ソフトボールについて、衝突面が90°変わると、反発係数に約0.01程度の差があり、相対する面ではほぼ同等の値となった.一方、硬式野球ボールについては、4面全てにおいてほぼ同等の反発係数が得られた.ソフトボール、硬式ボールともに、芯部のコルク等の周りに一様に糸を巻きつけ、

表面を皮などで包んで製造されることから,反発係数等の物性の方向性は出にくいと予想していたが,ソフトボールに関しては,衝突面によってわずかではあるが反発係数に違いが生じる結果となった.

これより、ソフトボール用バットの反発性試験を実施する際は、ボールの衝突面を統一する必要があることが示唆された.

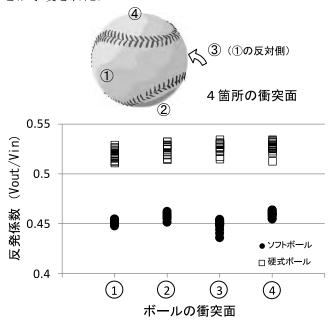


図5 衝突面と反発係数の関係

4. まとめ

本研究では、ソフトボール用バットの反発性試験データの精度と再現性を確保することを目的に、ボール自体の反発性能について調査し、以下の結果を得た.

- (1)入射速度の増大に伴い反発係数は減少する.
- (2) 衝突回数増加による反発係数への影響は少ない.
- (3) ソフトボールの直交する衝突面 (方向) の違いにより, 反発係数に 0.01 程度の差がある.

以上より,試験用のソフトボールのコンディション に関する重要な基礎データが得られた.

キーワード:ソフトボール、バット、反発性試験、反発係数

Study on the rebound characteristics of a softball

Akira URAKAMI and Masato MIZOGUCHI

Japan Softball Association(JSA) added a new regulation about the coefficient of restitution of the bat used in Japan for the safety of the player in the spring of 2013. The rebound characteristics of a ball are an important factor in order to evaluate the coefficient of restitution of the bat accurately. Therefore, in this study, the relation between collision speed and coefficient of restitution of ball, durability, and a ball collision position were investigated in detail by a high-speed collision test in order to keep the dynamic characteristics of the ball for the official certification test of JSA.

車椅子用クッション評価のための加圧装置の自動化、高機能化研究

製品科学課 石割 伸一 機械電子研究所 羽柴 利直

1. 緒言

クッションの硬さや液状化の大きさを評価するために、ボーリングボールや、その上に重りを3個のせて、ボーリングボールの沈み込み量を測定する装置を作製した。 (Fig.1 参照) これは、車椅子用のクッションに着座する人体の持つ、おおよそのサイズや、おおよその重量に似せて、クッションに荷重を加えるものである。



Fig. 1 Equipment pressurizing on cushion and measuring its deformation for estimates of softness or degrees of liquefaction by vibration

この加圧装置は、極めて単純な構造をもっているため に、人間が座った時におけるクッションの最終的な評価 としては使えない。

この装置の使用目的は、異なる条件で作製したクッションの柔らかさや液状化の大きさをその沈み込み量によって、定量的に比較することである。(Fig.2 参照) たとえば、クッションの内容物を微粉末の材質、含水率、袋の大きさ、封入する量などを変えた時、クッションの硬さや液状化の大きさにどのように影響するかを調べている。

ところで、加振による液状化現象は、古くから知られていて、その原理が良く知られた現象であると思われているが、袋詰めした水と紛体との混合物の液状化現象を定量的に研究した例はほとんどない。とくに、クッションのように平面に近い形であるものに、どのような振動を与えれば液状化が起こりやすいかという問題や、垂直方向に強い圧力がかかっているときに、液状化をどのように起こすかなどについての問題は、これまで全く関心をもたれたことはなかった。

さらに、我々が研究しているマイクロバルーンのよう

に水よりも軽い紛体と水との混合物の加振時の振る舞い について定量的に論じているものは、見当たらない。

開発には、ある程度の物理モデルを考えながらクッションを試行錯誤的に試作している。 そして各種条件を少しずつ変えて、クッションの硬さや、液状化の大きさにどのように影響してくるかを調べている。この結果を総合的に検討して、各種条件を決めようとしている。

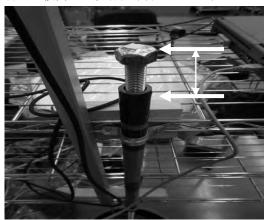


Fig. 2 Measurement of distance between two white arrows

研究開発には、膨大な測定作業が必要となるが、これまでは、ボーリングボールの沈み込み量を、ノギスを用いて約30秒おきに測定していた。これは、非効率な作業で、誤差も大きい。たくさんの試作品をつくりクッションの開発を行うためには、この作業の一部を自動化する必要があった。

2. 作製方法

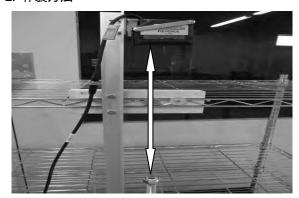


Fig. 3 Measurement device using laser light

レーザ測長器¹⁾ は、棒ねじのヘッドまでの距離を測る装置である。(Fig.3 参照) レーザ測長器は、固定されているので、ボーリングボールの沈み込み量を測定できる。付属のアンプを調整すると、0~5 ボルトの出力電圧の違

いにより、 $0\sim75\,\mathrm{mm}$ までの変位を検出することができる。 (Fig.4 参照) この信号をAD変換機 $^{2)}$ を通してパソコンに取り込んだ。(Fig.5 参照) $10\,\mathrm{秒}$ ごとに距離の測定を行い $0.35\,\mathrm{mm}$ の精度で沈み込み量を測定できる。



Fig. 4 Output of amplifier and AD converter



Fig. 5 Output screen of the measurement

3. 測定例

車椅子用のクッションの除圧性能の評価をおこなうために、標準的に行っている測定手順³⁾ により試験的に測

定した結果の一例として示す。(Fig.6参照)

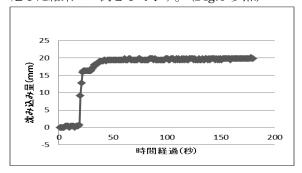


Fig. 6 Example data obtained by this automatic measurement system

4. 結言

このグラフからクッションの沈み込み量の測定には、 特に問題のない精度が得られたと考えている。

参考文献等

- 1) KEYENCE, CMOS Multi-Function Analog Laser Sensor IL-1000
- 2) VELLEMAN INSTRUMENTS, PCS10-K8047 Recorder/Logger
- 3) 石割伸一:REPORT OF THE TOYAMA INDUSUTRIAL TECHNOLOGY CENTER, 27 (2013)75-76

キーワード:半自動化、計測、沈み込み

Study on the semi-automatic measurement of going down of cushion for its evaluation of softness or a degree of liquefaction by vibration

Product Development Section Shinichi Ishiwari, Machinery & Electronics Research Institute, Toshinao Hashiba

We have developed equipment pressurizing on cushion and measuring its deformation for estimates of softness or degrees of liquefaction by vibration. The equipment is composed of bowling ball connected by long external screw, three weights and a scale measuring dropping bowling ball by detecting position of end of the screw. We have estimated softness of cushion by difference of sink-age of bowling ball into cushion between in case only bowling ball mounted on cushion and in case bowling ball and three weights mounted on it. We have also estimated degrees of liquefaction of cushion by difference of sink-age of it between before vibration and after vibration. This equipment has work successfully but been obviously needful for automatic measuring. Therefor we have adopted measuring system using laser light and an amplifier connected to measuring system and transformer analog data from amplifier into digital data of computer. We have been able to setup this measuring system work and got confirmation of its operations.

マルチノズルエレクトロスピニング法による 多機能素材開発における基礎研究

製品科学課 金丸亮二 生産システム課 野尻智弘 早苗徳光 第一編物株式会社 奥野一詩 株式会社ゴールドウインテクニカルセンター 中村研二

小松精練株式会社 埴田修 山﨑逸郎

1. 緒言

本研究は、平成24年度に実施した先端繊維研究会 ナノファイバーWGの活動の中から派生したものであ る。

2. 目的

ナノファイバー素材開発において、初期の試作段階では取扱いの容易なシングルノズルタイプエレクトロスピニング装置を用いるが、性能評価用のサンプル作成や将来の量産を考慮するとマルチノズルタイプエレクトロスピニング装置を用いる必要がある。このタイプの装置への移行に際しては樹脂毎に必要な処方調整方法や紡糸条件など未知な点が多い。そこで本研究では数タイプの異なるポリウレタンについて、マルチノズルタイプエレクトロスピニング装置による紡糸可能な樹脂処方及び紡糸条件開発を行い、多機能素材開発につながることを目的とした。

3. 開発概要および結果

過去においてはシングルノズルタイプのエレクトロスピニング装置での加工条件をマルチノズルタイプのエレクトロスピニング装置に応用し加工することがかなり難しい問題であったが、今回加工する単体の樹脂の物性や各種条件を詳細に検討することにより、マルチノズルタイプのエレクトロスピニング装置でもほぼ安定に加工することができるようになった。

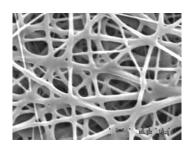
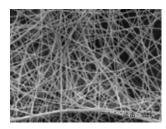


図 1. ナノファイハ の電子顕微鏡写真例(1)

そのほかの問題点として、当初は複数の樹脂を配合 し作製したナノファイバーシートの繊維形状がフィルム 状になり、繊維形状を留めていなかった。このため期 待された通気性が得られなかった。今回の研究の過程 において、配合する複数の樹脂の種類、配合比及び 溶剤バランスを調整することにより、繊維による多孔質 の形態が保持できるようになった。

また、機能の違うナノファイバーシートとポリウレタンナノファイバーシートの組み合わせも視野に入れ、極性の違うポリウレタンを用いたナノファイバーシートの作製の検討も行った。



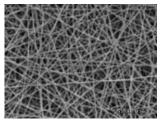


図 2. ナノファイバ の電子顕微鏡写真例②, ③

4. 残された課題とまとめ

昨年度の研究結果をもとに、本年度は、如何に安定 にナノファイバーシートを作成できるか条件を選びだ すことができた。

また、今回の開発課題として

①試作したシートの各種強度と通気性、透湿性を両立できるナノファイバーの繊維径及び付着量の検討。

②ナノファイバーシートのスジムラ解消条件の探索 と品質安定化

の二点に対処する必要があることがわかった。

残された課題に対し、今後は装置の改良、極性が異なるポリウレタン樹脂から得られるナノファイバーの複合化による性能の向上、量産化技術の確立及び最終製品化を目指す。

車いす用放熱血行促進機能を有する座位保持装置の研究・実証評価

製品科学課 石割 伸一 株式会社ユタカ電子製作所 青野 豊、 内田 亘、荻原 啓成

1. 緒言

これまで、比較的大きい袋で、クッションを造ることを前提に研究開発を行ってきたが、研究評価を依頼した作業療法士より、クッションのさらなる軽量化が必要と指摘された。この指摘を受け、軽量化のために再度、根本からクッションの構造を見直すこととした。軽量化のためのいくつかの案を考えて試作検討した。現在のところ、実現性に関して、明るい見通しをもっている。

2. クッションの軽量化のための方法

2.1 クッションの小型化

まず、クッションを小型化して、変形量を小さくすることを考えた。これにより、クッションは、薄くすることができる。しかし、薄くすると、紛体と水との凝集力の総和が小さくなる。このことを補うために、水になじみやすく、吸水性のある綿糸をクッションに張り巡らす方法により、小さく薄いクッションであっても、硬く造れると考えて、これを試作してみた。(Fig. 1 参照)



Fig. 1 Small bag set cotton gauze in inside wall

2.2 クッションを硬くつくること

クッションを硬くするために内部にナイロンメッシュを貼り付けて紛体と水との混合物の流動性を妨げることを試みた。(Fig. 2 参照) さらにクッションを硬くするため、内部に密に目の粗い網を張り巡らせた袋を試作した。(Fig. 3 参照)

このようにクッションを小さくつくると、どうしても変形を小さくするために、クッションを硬くしなければならない。しかし、クッションを硬くすると、今度は液状化が起こりにくいという問題が新たに現れてきた。これを解決するため、振動板を袋の内部に設置する方法などを検討して、試作した。



Fig. 2 Small bag set nylon mesh at some intervals in inside wall

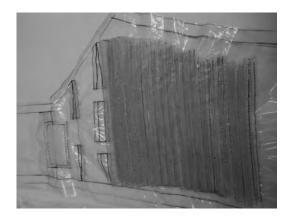


Fig. 3 Small bag set nylon net closely in inside wall

3.試作結果および考察

結論としてこのような方法では、問題を解決できないことが次第にわかってきた。このような困難が生まれる原因を考えて、これを解決する全く新しい方法を新たに考案している。現在のところほぼ解決できるという見通しを得ている。

この方法については、現在も研究中であり、また特許出願も検討中であるので、ここでは詳しく紹介できない。

4.結言

クッションを軽く造ることは、大変難しく、その都度本質的な発想の転換に迫られる。当初クッションを造った時は、約9kg程度あったが、これを現在の方法で、3kg程度に抑えた。しかし、これでもまだ重く、さらにこれを1kg程度に抑えることが求められている。現在この要求に応えるべく、これまでのクッションの設計方針をすべて捨て、ゼロから考え直している。

吸放湿材料を利用したドライル―ム用呼吸具の開発

製品科学課 金丸亮二 生産システム課 野尻智弘 株式会社ゴールドウイン 七間一誠 作田崇

1. 緒言

リチウムイオン電池やキャパシタ、有機 EL の製造に不可欠なドライルームでは露点温度-60℃~-40℃の低湿度環境が求められている。ドライルームの湿度を上昇させる要因のひとつに作業者からの水分、中でも呼吸による水分放出がある。人は呼吸により約 22g/hrの水分を放出し、除湿設備に対する過大な投資及びエネルギー消費の要因となっている。本研究では、高分子吸収剤シートをコルゲート構造にした吸放湿材料をフィルタとして用い、呼吸の作用のみで再生しながら長時間使用できる、ドライルームの低露点温度を維持するための除湿マスクであって、吸気のドライエアに対しては呼気によって吸湿したフィルタから水分を放出させて加湿することにより、呼吸器の乾燥障害の対策にもなるマスクを開発し、良好な評価結果を得た。

2 評価実験方法

2.1 試料:表 1 に示す B 型シリカゲルと高分子吸着材 (コルゲート構造の粗さ 2 種)で円柱状のフィルタ試料を各評価の大きさに合わせて製作した。

表1 試料吸着剤の種類

吸湿木	才種類	B型 シリカケ゛ル	高分子吸 着材_M	高分子吸 着材_S
Η	mm	1.5	1.7	1.2
Р	mm	3.6	3.4	2.4
表面積	m^2/m^3	3,000	2,800	4,000
密度	g/cm ³	0.249	0.125	0.154



マスクは逆止弁で呼気のみをフィルタに一方向に 通すマスクと呼気吸気を双方向にフィルタを通す本開 発の構造のマスクを試作して評価に用いた。

2.2 評価方法:人工気象室の高温多湿の空気を試験装置に供給し、試料風量はポンプで一定量に操作して、乾燥状態からの吸湿率を算出した。

吸湿率(%)
$$=$$
 $\frac{$ 吸湿した試料の質量 (g) -試料の乾燥質量 (g) $}{ 試料の乾燥質量 $(g)$$

同様にドライルームで露点温度-60℃の乾燥空気を試験装置に供給し、吸湿状態からの放湿率を算出した。

また、マスク用のサイズに試作した試験フィルタに高 温多湿の空気を供給して、吸着熱による温度上昇を測 定した。

風洞実験装置をドライルーム内に作り、一方向マスク及び双方向マスクに各試料フィルタを装着して装置に挿入し、入口出口の露点温度を測定して、各種フィルタから放出される水分量を測定した。

3. 実験結果

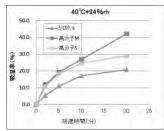
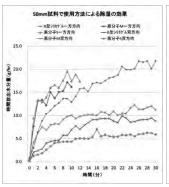


図1 吸湿速度の例

図2 放湿速度の例



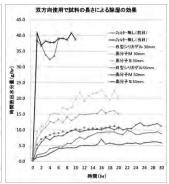


図3 双方向の効果

図4 フィルタ長効果

4. 結言

- (1) 高分子吸着材は B 型シリカゲルに比べて 2 分間吸湿率及び放湿率が約 2~3 倍と大きいため、瞬間的に 40ℓ/min の風量で通過する呼吸で吸湿/放湿させるのに有利である。
- (2) 一方向では数分で破過してしまうフィルタが、双方向使用では平衡状態が現れ、50mm 長の高分子吸着材Sのフィルタでは、呼吸による発生水分量 $20\sim25g/hr$ を5g/hr 以下の漏洩に抑えることができた。
- (3)双方向使用で放出水分量はフィルタ長に依存し 30 mm に対し 50 mm では $50 \sim 60\%$ となった。吸湿熱 がフィルタを通る吸気も熱くするため、フィルタ長は 50 mm が限界と考える。

フェザーコットンを使った通年素材(吊編)と商品の開発発汗サーマルマネキンによる快適性評価研究

生産システム課 和田猛、野尻智弘

有限会社セルダム 堀裕見子、松本径子 京都女子大学 諸岡晴美

1. 緒言

セルダム社の「フェザーコットン」技術の特徴を活かし、さらに「吊編」の編組織を改良することで、 妊婦等の肌が敏感な人でも、安心・快適に着用できるインナーウエアの開発を行った。

本研究では発汗サーマルマネキンを使用して、衣服 形状になった試作開発品の快適性評価を行った。

2. 実験方法

形状と編組織は同じで、素材の異なる3種のTシャツの試作品を発汗サーマルマネキンに着用させ、乾燥状態(無汗状態)、発汗状態のシミュレーションを行った。

マネキン着用時の衣服内温湿度変化、体温保持のための消費電力等の計測を行い、その結果から試作品の快適性評価を行った。試作Tシャツは次のとおりである。

試作A: フェザーコットン、40/2、綿100%、

吊編、度目甘、天竺編 (図1)

試作B: 綿コーマ、40/2、綿 100%、シンカー編、

天竺編 (図2)

試作 C: 綿コーマ、40/2、綿 100%、天竺編(図 3)









図1: 試作A 図2: 試作B 図3: 試作C 図4: センサ

環境条件は、温度 25°C、湿度 50%RH、風速 0.15m/s 以下とした。発汗サーマルマネキン(京都電子工業社 製)の 設定条件は、全身黒色人工皮膚を装着させ、表 面温度を全身 34°Cに設定(定温度制御)した。衣服内温 湿度センサ(ロトロニック社製) 4 本を、胸部上部位に 設置した。(図 4)

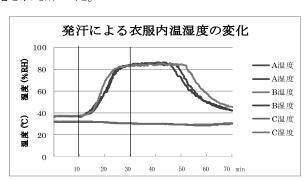
〈 プロトコル 〉 ドライ(10 分) → 発汗開始(20 分)

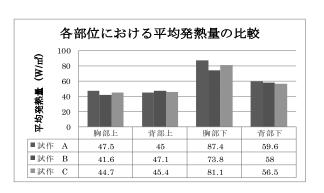
→ 発汗停止状態(40分) 合計 70分間

なお、発汗部位は胸部上、胸部下、背部上、背部下 の4部位、発汗量は各部位 200g/ m² h とした。

3. 結果と考察

衣服内温度に関して試作 A、B、C に違いは殆どなかった。衣服内湿度に関しては、A と B はほぼ同じであるが、C は AB に比べ発汗停止後の高湿度保持時間が長かった。マネキンの体幹部の4部位(胸部上、背部上、胸部下、背部下)について、実験時間の70分間の総発熱量の計測、比較を行ったところ、大きな差異は見られなかった。





4. 結言

発汗サーマルマネキンを使用し、試作 A、B、C について機能性・快適性の評価を行った結果、A および B は、C よりも放湿性能に関してはやや優れているように思われるが、今回の実験内容からは、その機能性の差は大きくないものと考察した。

しけ絹製品のインテリア用途への適用技術に関する研究

生産システム課 早苗徳光 野尻智弘 製品科学課 金丸亮二*1 (㈱松井機業場 松井文一 松井文三 松井紀子

1. 緒言

本県南砺市城端地域における繊維産業の源は絹織物にあるが、現在でも絹織物を生産しているのは2社程になってしまっている。そこで、従来の和装を中心とする衣料分野以外にも進出することにより、城端絹織物の活性化と再生を図ることを目的として本研究を行った。とりわけ、独特の風合いを持つ「しけ絹」を活用し、現代の生活様式に合ったインテリア向け商品を開発するため、防炎加工の可能性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

「しけ絹」は、経糸:26 中生糸、緯糸:70 中玉糸、組織: 平織、目付:約5 匁のものを使用した。また、防炎剤は含ホウ素系や含リン系などの非ハロゲン系を用い、水あるいは有機溶剤に一定濃度で溶解し使用した。

2.2 試験および測定方法

防炎加工方法は、A4 サイズの「しけ絹」を前項の防炎 剤液に浸漬し、ウレタンローラー間で軽く絞った後、50℃ で 30 分乾燥した。このとき、加工前後での 20℃・65%RH 環境下における生地重量を計測し、未加工生地重量に対 する防炎剤の付着重量を付着率(wt%)とし算出した。

防炎性能試験は、JIS L 1091 A-1 法 に準拠し、燃焼面積にて評価した。また、熱分析装置(TG)により熱重量減少率を測定した。測定条件は、昇温速度:150℃/min、空気雰囲気下とした。

3. 実験結果および考察

図1に、「しけ絹」の外観を示す。緯糸に使用している 玉糸は、二頭の蚕が吐いた糸が複雑に絡み合ってできて いるため、節があり繊度も均一でないため、独特の質感・ 風合いを持っている。

図 2 に、防炎剤付着率と燃焼面積の関係を示す。未加工生地では試験体のほぼ全てが燃えてしまったが(燃焼面積:約 370cm²)、防炎剤加工したものはいずれも高い防炎効果が得られた。

図3に、熱分析(TG)による重量減少測定の例を示す。 防炎剤④を加工したものは 500~600℃以上における燃 焼が抑制されていることが確認された。

4. 結言

「しけ絹」は、一般的に防炎加工には不利とされている薄手の天然繊維であるが、付着量が低くても一定の防 炎性を付与できることがわかった。今後、加工生地の風 合いや加工コストなどの面からも検討を重ねていく。

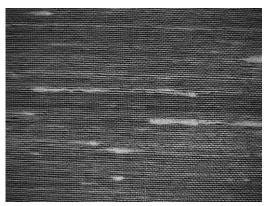


図1 試作した「しけ絹」の外観

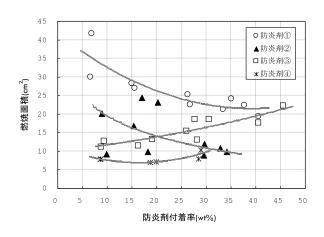


図2 防炎剤の付着率と燃焼面積

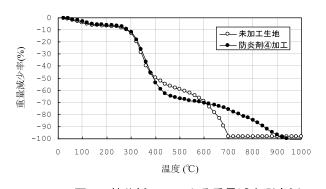


図3 熱分析(TG)による重量減少測定例

*1 現 生産システム課

放熱促進ウェアの開発

製品科学課 中橋美幸 金丸亮二* 株式会社ゴールドウインテクニカルセンター 中村研二 鈴木千早 神戸女子大学 平田耕造

1. 緒言

運動中の暑さや蒸れを軽減するため、着用ウェアに 衣服内の換気を促進する換気口を配置することがある。 しかし、実際に衣服内換気が身体に及ぼす影響を検証 した研究は少ないように思われる。

そこで、本研究では運動時の温熱生理的負荷を軽減できるウェアの開発を目的とし、特に、腕部からの放熱を促進させるために考案した位置に換気口を配置したテスト品を試作した。それらを用いて着用実験を行い、被験者の着用感評価や温熱生理的負荷(心拍数、皮膚温、発汗量)に及ぼす影響を明らかにした。

2. 実験方法

- **2.1 被験者**:被験者は、年齢 32.9±13.5 歳の健康な男性 9 名である。
- 2.2 試料: 実験用アウター3 種を用いた。換気口無し(以下、ブランク品)、背に換気口有り(以下、レギュラー品)、前腕、胸、背に換気口有り(以下、テスト品)のものである。
- 2.3 実験手順:温度 25℃、湿度 50%RH、風速 6m/s の人工気象室内で着用実験を行った。被験者は、人工気象室に 30 分以上前に入室し、実験環境に身体を十分に慣らした後、エルゴメータ上で 5 分間の安静を保った。その後、50 分間の自転車エルゴメータ運動(運動負荷約 50%)を行った。測定項目は、心拍数、皮膚温(4点法)、発汗量(実験前後の体重減少量)である。また、5 分毎の温冷感覚と湿潤感覚について点数化評価を行った。

3. 実験結果

図 1 は、温冷感覚値の結果である。テスト品着用時では、レギュラー品に比べて、運動に伴う温熱感の上昇が有意に小さいことがわかった(p<0.05)。湿潤感覚値においても同様の結果であった(p<0.05)。

心拍数および皮膚温においては、運動終了前 5 分間の平均値と安静時平均値との差、△心拍数、△平均皮膚温を算出した。その結果、△心拍数および△平均皮膚温(図 2) は、テスト品着用時でレギュラー品に対して危険率 5%で有意に小さいことがわかった。

図3は、発汗量の被験者平均を算出した結果である。 ブランク品>レギュラー品>テスト品の順に、運動に 伴う発汗量が少ない傾向がみられた。

*現 生産システム課

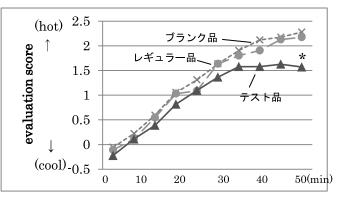
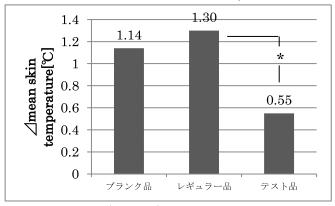


図 1 温冷感覚値の経時変化(*:p<0.05)



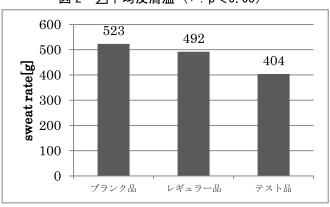


図3 発汗量(体重減少量)

4. 結言

- (1) 実験用アウターに腕部からの放熱促進用換気口を配置することによって、運動時の身体に対する温熱負荷を有意に軽減できることが確認できた。
- (2) 今後の課題として、換気口配置による最も効果的な換気方法を明らかにするとともに、身体の部位別の冷却効果が全体に及ぼす影響を検証していきたい。

野球用バットの高機能化研究

製品科学課 浦上 晃、溝口正人 株式会社ロンウッド 池田真一、大島賢二

1. 背景

近年,バット材用の国産原木が枯渇する傾向にあるため,豊富かつ安価な資源確保が可能な竹製バットへの期待が高まっている.しかしながら,竹製バットは,剛性が小さい,反発に劣る,しなりやすく手に響くなどの欠点があることから,我々はこれまでに,従来の木製バットに匹敵する性能を持ち合わせた竹と強化木(ヒッコリー、メイプル)の複合バットについて研究を進めてきた.本報では,様々な配置と面積率で強化木を接合した複合バットを試作し,高速でのボール衝突試験により反発性能を評価することで,より高機能なバットを開発するための仕様を検討した.

2. 実験方法

バット反発係数の米国規格 (ASTM2219) に準拠して、約 120km/h に加速した硬式野球ボールを衝突させ、ボールの質量、入射速度、反射速度、バットの質量、長さ、慣性モーメント等から反発係数を算出した.ここでは、各バットのスイートエリア付近の7点を測定対象として反発係数の分布を調査した.全てのバット材は、NC 旋盤により同一形状に加工して実験に供した.

測定対象としたバットの一覧を図1に示す.①~③は木製バット、④は竹合板バット、⑤~⑧は開発した竹と強化木の複合バットの断面構造である.

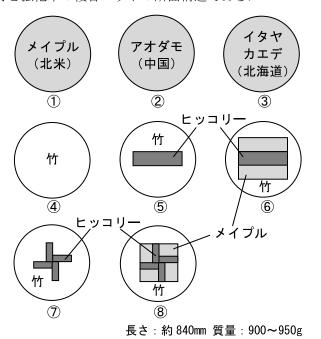
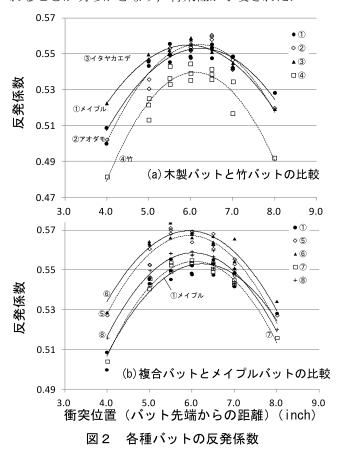


図1 テストバットの一覧(断面構造)

3. 結果及び考察

各種バットの反発性試験の結果を図2に示す.図2 (a)からわかるように、木製バットは竹バットよりも反発係数が高く、ボールが飛びやすいことが実証された.また、しなりやすい竹やアオダモは、近似二次曲線より、スイートエリアの幅が小さいことがわかる。図2(b)からは、開発した複合バットは、いずれもメイプルバットに比べて反発係数が同等か高いことが確認できる(⑥>⑤>⑧>⑦>メイプル).以上から、木製バットより反発係数の低い竹バットの芯部に、強化木を配置することにより、現在の日本プロ野球でほぼ100%使用されているメイプルバットよりも高い反発特性が得られることが明らかとなり、将来性が示唆された.



4. まとめ

本研究では、ボール衝突試験により強化木を配置した竹複合バットの反発性能を実験的に評価した。その結果、開発した複合バットは、メイプルやアオダモなどの従来の木製バットよりも同等か高い反発性能を有しており、その実用性が示された。

Ⅳ 機械電子研究所

□戦略的基盤技術	高度化支援事業	
紙パッケージへの		カム機構及びトグル機構を用いた
	高出力·高速超精密	edプレス装置の開発・・・・・・・86
	機械システム課	上野 実、石黒智明、羽柴利直
	生活工学研究所	金丸亮二、西田公信
	丸栄運輸機工(株)、(株)フロ	1ンティア、コンチネンタル(株)
	(公財)富山県新世紀産業機構	请(管理法人)
□(独)科学技術振	興機構「A-STEP」	
アルミナ基板上B	iFeO ₃ 系非鉛圧電厚膜の開発・・・・	87
		二口友昭、 角田龍則
□科学研究費補助	金	
放射光 CT を適用し	した総合的非破壊モニタリングし	こよる実装基板の信頼性評価技術の開発・・・・・・・・・・88
	電子技術課	
	機械システム課	
	コーセル(株)	岡本佳之、高柳 毅
	(公財)高輝度光科学研究セン	/ター 上杉健太朗
	富山県立大学	
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
□富山県立大学「	産学官連携研究」	
		- - - - - - - - - - - - - - - - - - -
	電子技術課	横山義之
	富山県立大学	竹井 敏
ロフロンティア研	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・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・9:
	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 毅
□ナノテクものづ	くり基盤技術創成研究	
医薬・バイオ分野~	への応用を目指した高分子ナノ村	溝造形成技術の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 9:
	電子技術課	横山義之、高田耕児
	生活工学研究所	金丸亮二
	日産化学工業(株)	岸岡高広
リチウムイオン2	次電池へのナノテク応用研究・・	9
	電子技術課	角田龍則、横山義之

□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	月97
	電子技術課	横山義之、	高田耕児
	生活工学研究所	金丸亮二	
	日産化学工業(株)	岸岡高広	
マグネシウムイオン	√2次電池用正極材料の開発・・・		
7 1 4 7 7 7 1 1 1 1	電子技術課	角田龍則、	
	機械システム課	本保栄治	1-13 P-47517 C
放射光X線CTによ			熱疲労損傷評価・・・・・・101
	機械システム課	釣谷浩之	
	電子技術課	佐山利彦	
	コーセル(株)	岡本佳之、	高柳 毅
	(公財)高輝度光科学研究センタ	ター	上杉健太朗
	富山県立大学	森 孝男	
満板曲げ加工用サー	-ボシステムの開発・・・・・・・・・・・・・・・・		105
14 [VEII.) 2017/11 2	機械システム課		100
	電子技術課	佐山利彦	
	电丁汉附录	在山木训多	
水田中耕除草自動機	後の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	105
	機械システム課	上野 実、	金森直希
多能性幹細胞の分離	集を効率化するための前処理チャ	ップの開発・	
多品工生が配合いの時	電子技術課	高田耕児	
	中央研究所	大永崇、	小派 苗
	(国)富山大学		二階堂敏雄
			—— 片百 圣 供以任
	(国)京都大学	古賀毅	
粒子配列によるパタ	ノーン形成とデバイスへの応用・	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	109
	機械システム課	本保栄治	
	電子技術課	角田龍則	
口企業との共同研究	2		
			113
	機械システム課	金森直希	
		田畑知三、	佐藤英行
	(株)トップ工業	奥山泰男、	
低コスト・高効率CI			112
	機械システム課	本保栄治	
	電子技術課	角田龍則	
		寺澤孝志	
	(株)フューテックファーネス	喜平田行約	己、井山徹男、谷野克巳
陸却信田浦続雨 伊.	≦塵機の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・		113
/yL→P// / IIX 上 /NLTT工 工	機械システム課		
	機械シベノム味 HIT エンジニアリング(株)		
	1111 一マンー/ソング(1/1/1)	小小一一一一一一	11上走人

錫製品の着色に関す	片る研究技術開発・・・・・・・・・	• • • • • • • • • •	••••••114
	機械システム課	石黒智明	
	中央研究所	住岡淳司	
	(株)高田製作所	高田晃一	
工士 30分元 の旺 女件	たいトコケ・ギ) ァ 目目・ト フ エロクロ		115
大井ハイルの吸音や			
	機械システム課	************	金綵旦布
	生活工学研究所	石割伸一	↑√ 7hià7月日
	(株)トヨックス	田中智明、	位(幸)
生体適合性材料の開	昇発・・・・・・・・・・・・・・・・・		116
	電子技術課	横山義之	
	日産化学工業(株)	岸岡高広	
□若手研究者育成え	5接共同研究		
			117
	機械システム課	本保栄治、	石黒智明
	電子技術課	高田耕児	
	若い研究者を育てる会		
	三協立山(株)	安田 剛	
	(株)タカギセイコー	山崎鉄平	
	(国)富山大学	高辻則夫	
単層カーボンナノラ	チューブ(SWCNT)技術に「	型する研究・	118
1/6/2	電子技術課	角田龍則、	
	若い研究者を育てる会	7 11 11020111	
	北陸電気工業(株)	大門貴史	
			110
接有剤を用いない			······119
	機械システム課	羽架利胆、	上野 実、石黒智明
	若い研究者を育てる会	XXIII WA	
	田中精密工業(株)	猪原悠	
	谷野技術士事務所	谷野克巳	
ナノインプリント打	技術による金属ナノドットパタ・	ーン形成に関	貴する研究・・・・・・・120
	電子技術課	横山義之、	二口友昭
	企画管理部	坂井雄一	
	商工企画課	丹保浩行	
	若い研究者を育てる会		
	立山科学工業(株)	升方康智	
極低容量水力發雲等	/ステムの研究・・・・・・・・・・・・・		121
	機械システム課		上野 実、羽柴利直
	電子技術課	佐山利彦	>c/ 11> c/ 14
	若い研究者を育てる会		
	コーセル(株)	住和大輔	

紙パッケージへの点字エンボス連続打刻用の偏心カム機構及びトグル機構を用いた高出力・高速超精密プレス装置の開発

機械システム課 上野 実、石黒智明、羽柴利直 生活工学研究所 金丸亮二、西田公信 丸栄運輸機工株式会社、株式会社フロンティア、コンチネンタル株式会社

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

製薬産業では、市販薬等の外箱パッケージ(紙)に視 覚障害者に供するための「点字表示」を施したいとのニ ーズが急増している。従来、インクの厚盛りによる印刷 加工法や、通常のプレス加工、UV インクなどを用いた スクリーン印刷などが行われているが、破れ、高さ不足 等の欠点があったほか、工程が増えることからコスト高 や量産に向かないなどの問題があった。一方、EU(欧州 連合)においては2010年に市販薬パッケージへの点字表 示が義務化され、2013 年には ISO において「包装-医薬 品包装上の点字」が規格化されるなど、視覚障害者のた めの点字表示は拡大する方向にある。このため、本研究 では、紙パッケージへの点字エンボスプレス加工の低コ スト量産製造プロセスの実現を目指し、トムソン抜型に よる型抜き(裁断)と同時に点字エンボスプレス加工を 行うことのできる点字エンボスプレス加工条件確立のた め、試作された実証実験用プレス機構を用い検証を行っ た。

2. 実験方法

実証実験用プレス機構を図1に示す。本装置の上部に 点字メス型及びトムソン抜型を、下部に点字オス型を配

置したダイセットを設置し、プレス下死点位置(設定目標位置)及び、プレス時間(設定加圧時間)を変化させ、同時加工を行った。なお、使用する用紙はマリコート紙(350×300mm)とし、坪量270、310、350g/m²の3

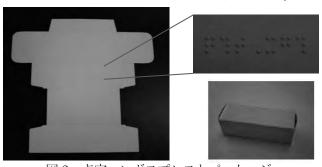


図1 実証実験用プレス機構

種類とした。

3. 実験結果

実際に点字エンボスプレスとトムソン型抜きを同時加工したパッケージの例を図 2 に示す。パッケージサイズは医薬品用を想定し W125×D60×H47mm となっている。点字エンボス加工はパッケージの側面にプレス加工されており、点字表示については図 3 に示すよう、「てすとぷれす」とし、半濁点(゜)があることから点字 7 文字となっている。加工した点字突起部の中央 0.1mm の幅の高さをデジタル光学顕微鏡により測定したところ、20 枚の平均値は JIS 規格の点字高さ (0.3~0.5mm) に適合した 0.3mm 以上の高さとなっており、現テスト加工条件では点字の頂部に表層割れがあるものの、型抜き(裁断)と同時に点字エンボスプレス加工が可能であった。



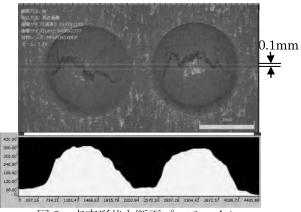


図3 点字形状と断面プロファイル

アルミナ基板上 BiFeO3 系非鉛圧電厚膜の開発

電子技術課 二口友昭*1, 角田龍則

1. 緒言

BiFeO₃-BaTiO₃ 系セラミックスは、Tc の高い非鉛強 誘電体として、最近研究開発が進展しその優れた特性 が報告されている。また薄膜においては、特に圧電体 としての応用が検討されている。圧電体として実績の ある PZT 系厚膜は優れた特性を示すが、その製造プロ セスにおいて PbO が蒸発し易くまた基板との反応も 活性であるため、反応し難いジルコニア基板と Pt 下部 電極が必要であり、更なる低コスト化が困難であった。 これまでに我々は、インクジェットヘッドや振動セン サなどへの応用を目的として、BiFeO3-BaTiO3系厚膜を Pt 下部電極とジルコニア基板を用いて作製し、作製条 件と強誘電性、圧電性の関係について調べた結果を報 告した。今回は、比較的大型の振動センサや発電素子 などへの応用を目的として安価な96%アルミナ基板と Ag/Pd 系下部電極を用いて BiFeO₃-BaTiO₃ 系圧電体厚 膜を作製した結果を報告する。

2. 実験方法

Bi₂O₃, Fe₂O₃,および BaTiO₃ 粉末を用いて固相反応 (800℃、2 時間) により 0.67BiFeO₃-0.33BaTiO₃粉末を 合成した。絶縁性を向上させるために MnO を添加し た。これにエチルセルロース系のビヒクルを加え3本 ロールで混練することにより厚膜ペーストを作製した。 基板上に Ag/Pd 系ペーストをスクリーン印刷し、所定 温度で60min 焼成して下部電極を作製した。緻密でア ルミナ基板と密着性のよい Ag/Pd 系下部電極の形成は 非常に重要であり、Ag/Pd 比率や焼成温度を検討した。 さらに 0.67BiFeO₃-0.33BaTiO₃ 系ペーストをスクリー ン印刷し、所定温度で 60min の焼成を行った。このプ ロセスを 3 回繰り返し、厚み 35µm 程度の厚膜を形成 した。上部電極は Ag ペーストをスクリーン印刷し、 850℃10min の焼成により作製した。分極一電界ヒステ リシスおよび変位-電圧ヒステリシスを 1Hz で測定 した。厚膜の圧電性 d₃₁ は、電圧印加時の片持ち梁の 変位より評価した。

3. 実験結果および考察

Ag/Pd 比率や焼成温度を検討することにより、96% アルミナ基板上に 1100℃焼成にて緻密で密着性のよい下部電極が得られ、この上に非鉛圧電厚膜を形成することができた。図1はX線回折図を示す、アルミナ、Ag/Pd およびペロブスカイト相の回折ピークが確認された。特に配向性はみられなかった。図2は、P-E ヒステリシス曲線を示す。残留分極は31μC/cm²で、抗電界は39kV/cmであった。ジルコニア基板上に形成されたものに比較すると、残留分極は同程度であったが、抗電界は大きくなっていた。アルミナ基板上に形成されたものは、ジルコニア基板上のものに比べ、粒成長が抑制されておりドメイン反転が起きにくくなっているものと考えられる。図3は厚膜を用いた片持ち梁における電圧と変位の関係を示す。膜の圧電定数は

 d_{31} = h^2E_s w/3VI 2E_p から求めることができる。w: 変位、V: 電圧、h:基板厚み 0.2mm、l:レバー長さ 16mm、E: ヤング率である。アルミナ基板 AgPd 下部電極上厚膜では d_{31} 63pm/V であり、ジルコニア基板 Pt 下部電極上厚膜では、 d_{31} 69pm/V であった。誘電率の温度依存性の測定におけるピーク温度から求めたキュリー点は 450° Cであり、ジルコニア基板上のもより少し高い値を示した。

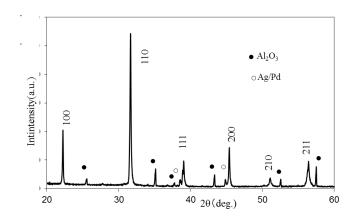


Fig.1 XRD pattern of the $0.67BiFeO_3$ - $0.33BaTiO_3$ thick film fired at 1050 °C.

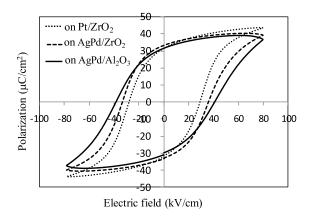


Fig.2 P-E curve of the 0.67BiFeO₃-0.33BaTiO thick film.

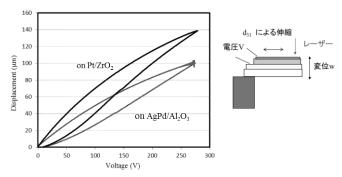


Fig.3 Deflection of the cantilever using BiFeO₃-BaTiO₃ thick film.

^{*1} 現 中央研究所

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

電子技術課 佐山利彦 機械システム課 釣谷浩之*

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

1. はじめに

電子基板におけるマイクロ接合部を対象とし、放射光 X 線マイクロ CT を用いて、同一の接合部を継続的に非破壊モニタリングすることによって、その接合部の余寿命を診断する新しい概念の信頼性評価技術の実現を目指している。今年度は、完全な非破壊評価を可能にするラミノグラフィ技術を用いた疲労き裂の観察、定量評価技術を確立した。

2. 放射光 X 線ラミノグラフィ実験

放射光 X線ラミノグラフィは、回転ステージの回転軸を X線の照射方向に対して傾斜させ、X線が常に基板と平行な向きからわずかに傾いた方向から照射される状態で 360° 分の透過画像を撮影する。これにより、常に X線が十分に透過する状態で撮影を行うことができる。実験では、回転軸を X線と直交する角度から 30° 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。実験に用いた試験体は、縦 12.1mm×横 12.1mm の LSI チップが、FR-4 基板に、Sn-3.0wt%Ag-0.5wt%Cu 鉛フリーはんだによって FBGA (Fine pitch Ball Grid Array) 接合されたものである。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. 疲労き裂進展過程の可視化

疲労き裂の進展過程を可視化するために、ラミノグラフィ画像から、き裂およびボイドを抽出した。図は、き裂の進展過程を 3D レンダリング画像で示す。図の(a)~(c)は、熱サイクル試験をそれぞれ 500、750、および 1000

サイクル実施した時点での画像である。いずれの画像も、き裂およびボイドを薄い色調で表示している。画像を見やすくするため、LSI チップ、および FR-4 基板は表示していない。500 サイクルでは、バンプ上部の LSI チップとの界面に近い領域で右奥手からき裂が発生している。750 サイクルでは、き裂が手前に向かって大きく進展している。1000 サイクルでは、さらにき裂が進展し、はんだバンプ上部のほぼ全面に広がっているのが確認できる。今回用いた試験体では、き裂がその進展過程で十分に開口しており、このような条件下では、放射光 X 線ラミノグラフィが有効であるといえる。

4. 余寿命診断技術の確立

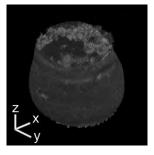
疲労き裂の進展過程をその表面積の変化を計測することにより定量化を行い、き裂表面積の変化速度を指標として十分な精度で余寿命を推定することができた。また、形状や負荷形態が異なる種々のはんだバンプに対して、その寿命の違いを適切に評価することができた。

5. まとめ

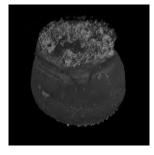
完全な非破壊評価を可能にするラミノグラフィ技術を 用いた疲労き裂の観察、定量評価技術を確立した。今後、 パワーモジュールをはじめとして、電子機器の各種デバ イスの接合部における信頼性評価への適用を行う。

謝辞

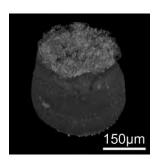
本研究は、独立行政法人日本学術振興会科学研究費補助金(基盤研究(C)研究課題番号:24560120)の助成を得て実施されたことを記し、謝意を表する。



(a) 500 サイクル



(b) 750 サイクル



(c) 1000 サイクル

図 ラミノグラフィによる疲労き裂進展過程の可視化

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

温度応答性高分子に、光架橋性や熱架橋性を付与する ことで、半導体・MEMS レジストのように、フォトリソ グラフィーや熱ナノインプリントで直接微細パターニン グできる「バイオレジスト」を開発してきた。このレジ ストは、水中で、温度制御によって膨潤(23℃)⇔収縮 (36℃)を繰り返し、微細なパターンが可逆的に変形す る。微小なアクチュエーターとして、細胞アレイチップ (細胞1個を優しく掴む) や、uTAS チップ (マイクロ流 路を制御するバルブ・ポンプ)などに応用されてきた。

本研究では、膨潤⇔収縮のために必要な"水"のかわ りに、蒸気圧が低く真空中でも揮発しない"イオン液体" を用いることで、長期の乾燥・真空下でもパターン変形 し続けられるバイオレジストの開発を試みている。これ により、光学・電子分野への利用拡大が期待される。

昨年度までに、イオン液体中で、"低温で収縮し高温で 膨潤する"温度応答性を有するバイオレジストを合成し、 性能を評価してきた。本年度は、それとは逆の"低温で 膨潤し高温で収縮する"温度応答性を有するバイオレジ ストの開発と評価を試みた。

2. バイオレジストの合成

Poly(benzylmethacrylate) (PBzMA) を架橋させて得られ る高分子ゲル¹⁾は、イオン液体(1-Ethyl-3-methyl imidazoliumbis(trifluoromethanesulfonyl)imide) 中で、低温 で膨潤し高温で収縮する温度応答性を示す(図1)。

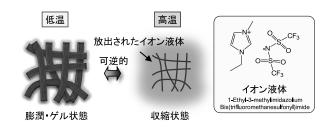


図1 PBzMAを3次元架橋させた高分子ゲルの イオン液体中における温度応答性

そこで、この PBzMA に、微細加工性を新たに付与す ることで、フォトリソグラフィーや熱ナノインプリント で直接微細パターニングでき、イオン液体中で、これま でとは逆の温度応答性を示すバイオレジストを開発した。 その化学組成を図2に示す。

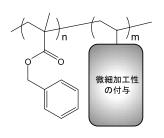


図2 PBzMA ベースのバイオレジストの化学構造

3. 微細パターニング

PBzMA ベースのバイオレジストに対して、熱ナノイン プリントやフォトリソグラフィーを用いて微細パターニ ングを行い、そのパターニング特性を評価した。ここで は、熱ナノインプリントを用いたプロセスについて報告 する。はじめに、ガラス基板に PBzMA ベースのバイオ レジストをスピンコートし、薄膜を形成した。次に、ガ ラス転移温度(Tg)より高い温度までバイオレジストを 加熱し、膜を軟化させた。次に、微細な凹凸パターンを 有するシリコン製モールドを 5 MPa の圧力で押し込んだ。 さらに、可逆的な温度応答性の発現に必要な膜内での化 学反応を進行させた。最後に、Tg より低い温度までバイ オレジストを冷却し、モールドを引き抜いた。パターニ ング結果を図 3 に示す。500nm、150nm の微細なパター ンが良好に作製できることがわかった。

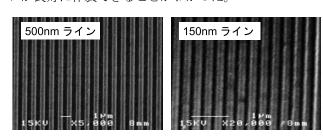


図3 熱ナノインプリントにより作製した PBzMA ベースのバイオレジストの微細パターン

4. 今後の予定

PBzMA ベースのバイオレジストの微細パターンのイ オン液体中における温度応答性を、温度制御機能を有す る走査型プローブ顕微鏡を用いて詳細に評価する。また、 得られた結果をもとに、長期の乾燥・真空下でも動作し 続けられるナノアクチュエーターへの応用を試みる。 [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.

セルロースナノファイバーを用いる 溶媒・ガス透過性インプリント用モールドフィルム材料の創出

電子技術課 横山義之 富山県立大学 竹井敏

1. 緒言

ナノインプリント法は、電子・光学デバイス製造において重要な微細加工技術になりつつある。本研究では、ナノインプリント法に用いる微細な金型(モールド)に、溶媒・ガス透過性を新たに付与することにより、これまでナノインプリントプロセスでは成型の難しかった成形材料(溶剤・水分を含む樹脂材料や揮発成分を含む低分子系の成型材料)への良好な転写の実現を目的とした。ここで、溶媒・ガス透過性を有する金型の素材としては、天然高分子のセルロースナノファイバーの活用を試みた。セルロースナノファイバーは、強度が高く資源的にも豊富な素材として、化石資源利用削減の観点からも、近年注目を集めている素材である。本年度は、ナタデココ由来の天然セルロースナノファイバーを主成分として用い、モールドとして利用するための熱硬化性の付与を試みた。

2. 実験

ナタデココ由来のセルロースナノファイバーは、湿式 微粒化装置で粉砕後、プレスして脱水し、固形分濃度を 約8 wt%に調整した。次に、熱硬化性を付与するために、ナテデココにイソシアネート系の架橋剤を加えて混合した。この時、ナタデココ:架橋剤の割合を $100:0\sim40:60$ wt%まで 20 wt%ごとに変化させた。種々の割合の混合物を、直径 60 mm、厚さ 1 mm の金型にそれぞれ充填し、70°Cで 120 分間真空乾燥した後、130°Cで 60 分間加熱し、熱硬化(架橋反応)を進行させた。

モールドとしての機械特性を評価するために、ナノインデンテーション試験を行った。測定点を各試料につき 20点とし、稜角115°の三角錐圧子、及び、試験力10mNによる負荷一除荷試験からマルテンス硬さ(HM)、及び、押し込み弾性率(Eit)を測定した。さらに、赤外分光分析のATR法により熱硬化反応の進行を追跡した。

3. 結果と考察

セルロースナノファイバー(ナタデココ)と架橋剤を種々の割合で混合し熱硬化を行ったサンプルに対して、ナノインデンテーション試験を行った(図 1)。架橋剤の混合によって、HM と Eit が大きくなったが混合割合を増やすに従って、値は小さくなった。セルロースナノファイバー:架橋剤=80:20 wt%のときが最大であった。

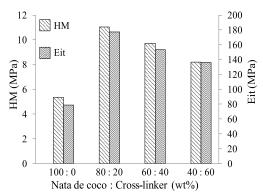


Fig. 1 Martens hardness (HM) and indentation elastic modulus (Eit) of samples.

図2に、セルロースナノファイバーのみ、架橋剤のみ、及び、セルロースファイバーと架橋剤を種々の割合で混合し熱硬化を行ったサンプルの赤外スペクトルを示す。架橋剤のみのスペクトルに見られるイソシアネート基(-NCO)由来の2260 cm⁻¹付近の吸収は、熱硬化させたサンプルでは完全に消失した。また、セルロースナノファイバー単独のスペクトルには観測されなかったウレタン結合(-NH-CO-O-)に由来する1720 cm⁻¹、1680 cm⁻¹付近のC=O伸縮振動、及び、1530 cm⁻¹付近のNH変角振動による吸収が、熱硬化させたサンプルにおいては確認された。この結果から、架橋剤由来のイソシアネート基が、セルロースナノファイバー由来の水酸基(-OH)と結合し、ウレタン結合が生じたことが確認できる。また、130℃、60分間の加熱で硬化反応が完了していることもわかった。

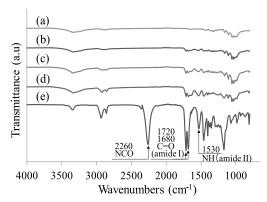


Fig. 2 FT-IR spectra of samples (cellulose :cross-linker = (a) 100:0 wt%, (b) 80:20 wt%, (c) 60:40 wt%, (d) 40:60 wt%, (e) cross-linker).

今後は、ナノインプリント用モールドとしての溶媒・ ガス透過性を評価し、成型の難しかった成形材料への適 用可能性を検証する予定である。

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

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、これ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。分化した成熟細胞 を未分化状態に戻すことによってできる幹細胞が大きく 注目されている一方で、私たちの体の中に既に存在して いる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」。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、この羊膜由来の幹細胞を分離することを目的として、細胞をサイズによって分離する方法と抗体によって捕捉する方法を組み合わせた新しい樹脂マイクロチップの開発を行った。

2. 実験方法

2.1 チップシステムの作製

チップの作製は別報 (一般研究「多能性幹細胞の分離を効率化するための前処理チップの開発」)と同様に行った。また、マイクロチップにフタをして送液チューブ等を接続するためのチップホルダを作製した。

2.2 細胞分離実験

培養細胞は食道がん由来細胞株である KYSE510 と羊膜由来細胞を不死化した細胞である iHAE²⁾および iHAM³⁾を用いた。培養した細胞を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、送液バッファーに懸濁した。送液バッファーは 0.5% BSA と 2mM EDTA を含んだ PBS を用いた。シリンジポンプにより流速 20μL/min で細胞懸濁液を送液し、流路を流れる蛍光標識細胞を青色光で励起し、露光時間を 0.5 秒として撮影することにより細胞の軌跡を観測した。KYSE510 を用いた実験では、マイクロチップの抗体捕捉部に EpCAMに対する抗体を、iHAE、iHAM を用いた実験では、SSEA4に対する抗体を固定化した。

3. 実験結果および考察

作製したチップの外観を図1に示す。このチップはサ

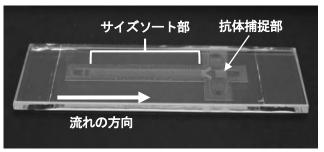


図1 マイクロチップの外観

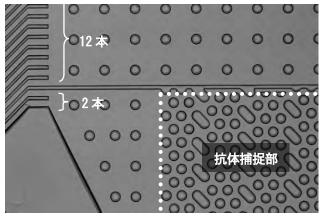


図2 抗体捕捉部へ流入する部分の構造

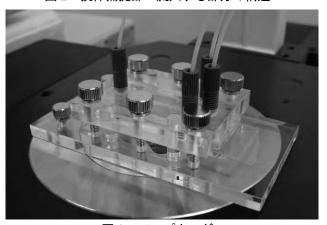
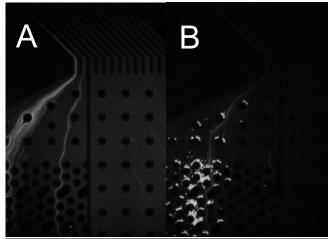


図3 チップホルダ

イズによってソートする部分の後に、抗体によって捕捉する部分を設けてある。サイズソート部の構造については、別報(一般研究「多能性幹細胞の分離を効率化するための前処理チップの開発」)の構造と同様である。(中心線に対して左右対称に二つのサイズソート部を設けてある。)サイズソート部の後で、抗体捕捉部へと流入する部分の構造を図2に示す。サイズソート部の終わりで、流路は14本に仕切られ、その内2本が抗体捕捉部へ流入し、残り12本は排出される構造になっている。また、作製したチップホルダの外観を図3に示す。



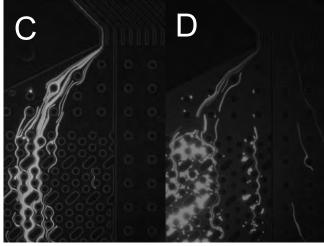


図 4 抗体捕捉部へ流入する部分での細胞の軌跡 A は抗体固定化なしで KYSE510 を、B は EpCAM 抗体固定化で KYSE510 を、C は SSEA4 抗体固定化で iHAE を、D は SSEA4 抗体固定化で iHAM を流した結果

次に細胞分離実験において、細胞が抗体捕捉部へ流入する部分での細胞の軌跡を図4(図2から90度回転)に示す。ほとんどの細胞が2本の流路から細胞捕捉部へと入っていることがわかる。これは、サイズソート部によって細胞を濃縮して抗体捕捉部へ導入していることを意

味している。これによって抗体による捕捉効率に影響す る流速を抑えたまま、全体の処理速度を上げることが可 能となる。図 4A は抗体を固定化していないチップに KYSE510 を、図 4B は EpCAM 抗体を固定化したチッ プに KYSE510 を流した結果である。抗体を固定化して いない場合は、細胞は留まらず流れているのに対し、抗 体を固定化した場合は、細胞が留まっている。これらの ことから、このチップによって細胞をサイズによってソ ートした後に、抗体によって捕捉できることを示した。 ただ、抗体捕捉部が小さい等の理由から未だ捕捉率は十 分ではなく、今後改良が必要である。図 4C、図 4D は SSEA4 抗体を固定化したチップに iHAE、iHAM をそれ ぞれ流した結果である。SSEA4を発現していないiHAE はチップに留まらず流れているのに対し、SSEA4を発現 している iHAM はチップに留まっている細胞があること がわかる。このことから羊膜由来の細胞についてもこの チップによって捕捉できる可能性を示すことができた。 ただ、iHAM に関しては、非特異的な吸着が多い傾向が あったため、目的の細胞を抗体によって捕捉できている かどうかについては、さらなる検討が必要である。

4. 結言

サイズによるソートと抗体による捕捉を組み合わせた マイクロチップを作製し、培養細胞を用いた分離・捕捉 実験を行うことができた。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) Zhou K. et al. Cell Reprogram. 15, 55-67 (2013)
- 3) Teng Z. et al. Cell Transplant. 22, 267-278 (2013)

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 size-based and immuno-affinity-based cell separation and recovery were developed using new UV curable resin. We carried out separation tests using cancer cell line and immortalized human amniotic cells and showed that these cells were successfully captured by our microfluidic chips. In comparison with conventional silicon chips, the use of this polymeric chip can drastically reduce the cost of such separation system. Moreover, this chip can reduce the processing time in comparison with the chip in which immuno-affinity is only utilized.

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 日産化学工業(株) 岸岡高広

1. 緒言

本研究では、温度によって、吸水(室温)⇔放水(体温)を可逆的に繰り返す温度応答性ゲルを、エレクトロスピニング法(電界紡糸法)によってナノファイバーシート化する技術を開発してきた。ナノファイバー化で得られる大きな比表面積の効果で、温度応答性の迅速化が期待できる。得られる温度応答性ナノファイバーシートは、体温によって冷却・薬剤放出能が変化する医薬シートや、周囲の気温によって通気性や吸湿性が変わる衣料素材への応用が期待される。

今年度は、温度応答性ナノファイバーシートに、新たに半導体フォトレジストのような感光性を付与し、光による直接微細パターニングを試みた。これにより、マイクロ流体チップや細胞培養基材上でも、温度応答性ナノファイバーを自由な位置・大きさで活用することが可能になり、応用範囲が大きく拡がると期待される。

2. 温度応答性高分子の改質

はじめに、温度応答性高分子として知られる Poly(*N*-isopropylacrylamide) (PNIPAAm) の化学構造を、フォトレジストのような感光性を有しながらナノファイバー化できる構造とするために、有機合成による改質を行った。 具体的には、*N*-isopropylacrylamide と 2-hydroxyethylacrylateを 80:20 のモル比でラジカル共重合し、架橋サイトとして働く水酸基を有する PNIPAAm 共重合体を合成した。 さらに、 PNIPAAm 共重合体に、架橋剤として1,3,4,6-tetrakis(methoxymethyl)glycolurilと光酸発生剤として(Z,E)-2-(4-Methoxyphenyl)-2-[(methylsulphonyl)oxyimino] acetonitrileを加え、アルコール系の溶媒 1-methoxy-2-propanolに溶解した。改質した温度応答性高分子および溶液の化学組成を図1に示す。

3. エレクトロスピニング法によるナノファイバー化

次に、エレクトロスピニング法を用いて、改質した温度応答性高分子のナノファイバー化を行った。エレクトロスピニング法は、ノズルーコレクタ間に高電圧を印加しながら、高分子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。

溶液濃度を 37.5wt%、ノズル-コレクタ間の距離を 30cm、

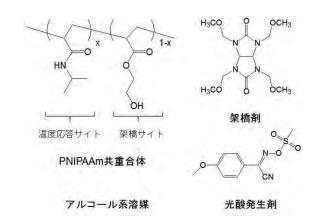


図 1 感光性を有しながらナノファイバー化できるように 改質した温度応答性高分子および溶液の化学組成

電極間電圧を 15kV に設定した。堆積させる基板は、シリコン基板もしくはガラス基板とした。エレクトロスピニングによって得られたナノファイバーの SEM 像を図2に示す。 直径 2-5μm 程度の均一なナノファイバーが得られることがわかった。

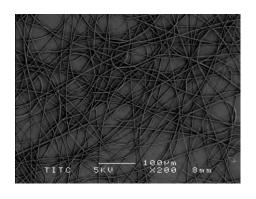


図 2 エレクトロスピニング法で作製した感光性を 有する温度応答性ナノファイバーの SEM 像

4. 光パターニング

基板上に堆積したナノファイバーの光パターニングプロセスを図3に示す。キセノンー水銀ランプを光源とし、フォトマスクを通して光をナノファイバーに照射した。露光方式は、プロキシミティ露光とした。露光によって、光酸発生剤の分解による酸(H⁺)をナノファイバー1本1本の内部に発生させた後、酸を触媒とする架橋反応を進めるため、120℃で10分間加熱した。次に、2-propanol (IPA)を現像液として、現像を2分間行い、ナノファイバーの

未露光領域(架橋触媒である酸が発生せずに架橋反応が進行していない領域)を溶出させた。現像後のナノファイバーは、現像液を取り込んで膨潤・ゲル化しているため、リンス工程として60℃の温水に2分間入れ、ナノファイバーを充分収縮させてから外に取り出し乾燥させた。

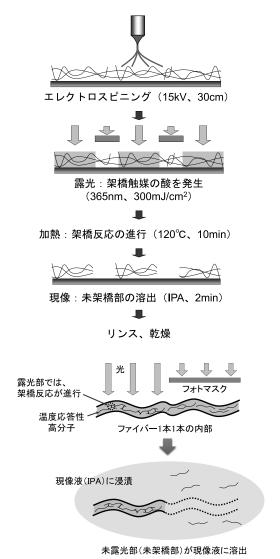


図3 ナノファイバーの光パターニングプロセス(上) と、ファイバー1本1本の現像の様子(下)

光パターニングによって得られたナノファイバーの SEM 像を図4に示す。ナノファイバー構造を維持したまま、ネガ型の微細パターンが得られることが確認できた。

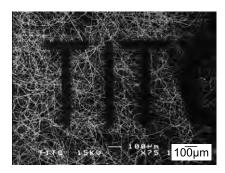


図 4 光パターニングを行った温度応答性ナノファイバーの SEM 像(ファイバー残存部が露光領域)

5. パターニングしたナノファイバーの温度応答性

微細パターニングした温度応答性ナノファイバーを、20℃及び40℃の水に浸漬させ、光学顕微鏡を用いてファイバー形状を拡大観察した(図 5)。20℃ではファイバーが周囲の水を吸って膨潤・ゲル状態になっていたのに対し、40℃では収縮状態となり明瞭なファイバー形状が確認できた。この挙動は何度も繰り返すことができた。

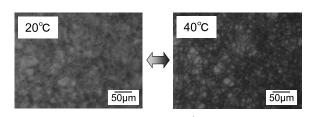


図 5 光パターニングを行った 温度応答性ナノファイバーの温度応答性

6. 結論

温度応答性ナノファイバーに、フォトレジストのような感光性を付与し、ナノファイバー構造を維持したまま、 光パターニングする技術を新たに開発した。これにより、 様々なマイクロチップ・バイオチップ上で、温度応答性 ナノファイバーの機能を利用することが可能になった。

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) Takahiro KISHIOKA (Nissan Chemical Industries, Ltd.)

Through the use of temperature control, thermo-responsive hydrogel can repeatedly alternate between absorbing and discharging water. In this research, we used electrospinning method to convert the thermo-responsive polymer solution into a gel nanofiber. Moreover, we have developed micro-patterning technology of the thermo-responsive gel nanofiber sheet using photolithography. Specifically, the thermo-responsive gel nanofiber which possesses a photo-crosslinking mechanism, like a negative-type photoresist, was synthesized and micro-patterned on substrate using photolithography.

リチウムイオン2次電池へのナノテク応用研究

電子技術課 角田龍則 横山義之

1. 緒言

現在、社会全般において電力供給の多様化が求められ ている。その中でも自然エネルギーは安定な発電が難し く、システムの中で蓄電デバイスが必要不可欠な構成と なっている。そのため、充放電可能な2次電池の需要は 順調に拡大しており、特に導電物質にリチウムイオンを 利用したものは高いエネルギー密度が得られることから、 小型で高出力が要求されるデバイスにおいては、広く普 及している。これらの電池材料の開発は、多くの大学や 企業で進められており、高容量、高出力、高いエネルギ 一密度、サイクル特性の向上などを目標として研究がす すめられている。リン酸鉄リチウムは、オリビン構造を もつ正極活物質であり、電位においてコバルト酸リチウ ムなどに劣るが、結晶構造が強固で充放電によるリチウ ムの脱挿入によっておきる構造の損壊が小さく、高いサ イクル特性をもつ活物質として知られている。この正極 活物質を使用したリチウムイオン電池の導電助剤として は、主にアセチレンブラックが使用されており、添加量 を増やすことで容量などの電池特性が改善されることが わかっている。

本研究では、このリン酸鉄リチウムを正極活物質として電池正極へ導電補助材としてアセチレンブラック(AB)、カーボンナノファイバー(CNF)およびカーボンナノチューブ(CNT)を添加し、それぞれの添加効果を充放電特性から確認した。また、電極膜断面を走査型電子顕微鏡(SEM)などで観察して、その充放電特性と構造観察の結果から評価をおこなった。

2. 電極の作製と断面観察

リン酸鉄リチウム(LFP): 導電助剤: 結着剤 PVdF を所定の割合で混合撹拌した。得られたスラリーをコーターでアルミ電極上に塗布・乾燥し120℃でプレスして正極を作製した。導電助剤として AB、CNF、CNT を使用した。イオンミリング装置を用いて正極の断面試料を作製しSEM 観察をおこなった。アルミ箔に形成した電極をガス吸着法によって比表面積測定をおこなった。

図 1 は使用した導電助剤である CNF、CNT、AB および正極活物質の LFP の SEM 画像を示す。

CNF は直径 100~200nm で細長い棒状、CNT はより細く直径数十 nm で繊維状、AB は直径 100nm の粒状、LFP

は直径300nm程度の粒状であることがわかる。

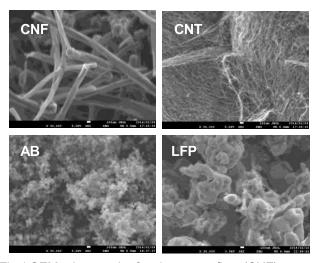


Fig.1 SEM micrograph of carbon nano fiver (CNF), carbon nano tube (CNT), acetylene black (AB) and LiFePO₄ (LFP).

図2はそれぞれの電極の断面 SEM 画像を示す。

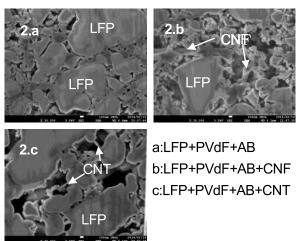


Fig.2 SEM image of cross sectional lithium ion battery cathode.

図 2.a は導電助剤として AB のみを使用したもの、図 2.b は AB と CNF (5:1)、図 2.c は AB と CNT (30:1)を混合させて使用したものである。AB のみを添加した場合と比較して、CNF を加えた場合は導電路の形成とともに空孔部分を増加させている様子が確認できた。また、図 2.c から CNT も CNF 同様に活物質を接続する導電路を形成していることが確認できた。

表1は電極の比表面積測定結果をしめす。ABの添加量によって比表面積は増加し、ABを一定にしてCNFを添加していくと、0.7%の添加量でも比表面積は増加しそれ以降の増加量は減少した。また、CNTの添加によって比

表面積は減少し、断面画像から CNT と AB が凝集して比表面積が小さくなったと考えられた。

Table.1 Surface area of the lithium ion battery cathode under different conductive additive.

導電助剤	AB 0%	AB 5%	AB 7.5%	AB 10%
比表面積 m²/g	3.3	6.5	7.2	8.3
導電助剤	AB 5%	AB 5%+	AB 5%+	AB5%+
导电助剂	AB 5%	CNF0.7%	CNF1.3%	CNF1.9%
比表面積 m²/g	6.5	7.1	7.2	7.2
	AB	AB 7.5%+	AB7. 5%+	
等电奶剂 	7.5%	CNT0.02%	CNT0.1%	
比表面積 m²/g	7.2	6.6	6.7	

3. レート特性および充放電特性

負極にリチウム金属、電解液に 1mol/L LiPF6 EC:DEC [1:1v/v%]を用いたテストセルを作製し、0.1,0.2,0.5,1,2,5C のレートで充放電をおこない容量の変化からそのレート特性を評価した。また、2C で充放電特性を評価した。充放電測定はそれぞれ300 サイクルまで行った。図3 はそれぞれの条件でのレート特性を示す。0.5C 以上のレート特性で導電助剤の影響が確認できた。AB のみの場合よりも CNF,CNT を添加した場合、放電容量が増加し、導電助剤の添加によってレート特性が改善されていることがわかる。

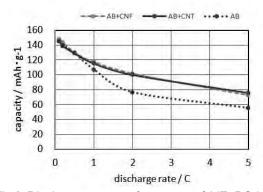


Fig.3 Discharge rate performance of LiFePO4 with AB, AB+CNF and AB+CNT.

図4はそれぞれの条件での充放電サイクル特性を示す。

導電助剤として CNF を加えた場合、AB のみの場合と比較して電池容量が 2割ほど大きい値をしめし、300 サイクル後も 80%の容量を維持できていることがわかった。

また、CNT を加えた場合、初期容量の増加は確認できたが、電池容量は 250 サイクル後に 40%まで低下した。

最後に300 サイクル後の電極断面画像を観察した。図5 はその断面 SEM 画像を示す。活物質内に多くの亀裂がみられ、電極活物質の抵抗が増加し容量が低下したと考えられる。

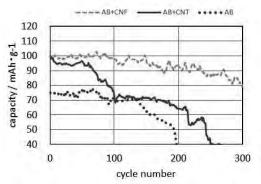


Fig.4 Relation between discharge capacity and cycle number.

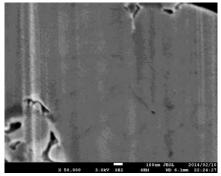


Fig.5 SEM image of the cross sectional LiFePO₄ after 300 cycle charge-discharge test.

4. 結言

CNF,CNT の添加によって導電性の向上および電極膜内の空孔を変化させることができた。その結果、電池容量およびサイクル特性を向上させることができた。特に高レートの充放電において特性の向上がみられた。

キーワード:リチウムイオン2次電池、カーボンナノチューブ、充放電特性、レート特性

Investigation of the addition of CNT for Lithium Ion Battery cathode

Electronic engineering section; Tatsunori KAKUDA, Yoshiyuki YOKOYAMA

In this study, we improved the cathode conductivity by addition of the carbon-nano-fiber and carbon-nano-tube. In addition, we improved the cathode porosity structure. In the result, the battery capacity and charge-discharge characteristic were improved. Compared to the AB conductive additives, AB+CNT and AB+CNF conductive additive showed better cycle performance in the high rate.

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

日産化学工業(株) 岸岡高広

1. 緒言

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)⇔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ゲルシートが得られると期待される。

そこで、本研究では、この温度応答性高分子ゲルをナノファイバー化する技術の開発に取り組んだ。今年度は、これまでに作製した温度応答性ゲルナノファイバーのさらなる高機能化を目的として、作製条件の詳細な検討を行った。具体的には、①ナノファイバー形状の制御、②ナノファイバーの不溶化反応条件、③他の高分子素材との混合ナノファイバー化についての検討を行った。

2. 温度応答性ナノファイバーの作製について

はじめに、架橋サイトとして働く水酸基を付与した温度応答性高分子を合成した。次に、1-Methoxy-2-propanolに溶解した状態でエレクトロスピニングを行い、ナノファイバーを作製した。この時の条件は、溶液濃度 37.5wt%、電極間距離 30cm、電極間電圧 15kV とした。

また、ナノファイバー化した温度応答性高分子は、そのままでは冷水に溶解してしまうため、ゲル化に必要な不溶処理を行う必要がある。得られたナノファイバーに対して、架橋剤 1,6-Hexamethylene diisocyanate の飽和蒸気を 48 時間、 90° Cの条件で接触させ、ファイバー1本 1本の内部で温度応答性高分子の有する水酸基同士を架橋させた。不溶化処理を行った温度応答性ナノファイバーを図 1 に示す。架橋反応後もナノファイバー構造は維持されており、ファイバーは直径 2° 5 μ m (乾燥時) であった。また、 23° Cでは周囲の水を吸収して膨潤し、 36° Cでは水を放出して再び収縮する可逆的な温度応答性を示した。

3. ファイバー形状の制御

ファイバー形状は、水の吸収・放出速度、機械的強度 などに大きく影響を与える。そこで、エレクトロスピニ ング条件と得られるファイバー形状の関係を調査した。

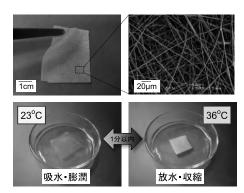


図 1 作製した温度応答性ナノファイバーの温度応答性

これまでは、温度応答性高分子の合成に用いた溶媒 1-Methoxy-2-propanol をそのままエレクトロスピニング時の溶媒としてきたが、より細く均一なナノファイバーを得るために溶媒の変更を試みた。溶液濃度をこれまでより薄い 26wt%に固定し、1-Methoxy-2-propanol に対して種々の溶媒を1:1の割合で混合し、エレクトロスピニングを行った。得られたナノファイバーの SEM 像を図2に示す。1-Methoxy-2-propanol のみの場合や Ethanol、Dimethylformamide、Acetic acid、水を混合した場合は、ビーズ形状となりファイバーが得られなかった。それに対し、特殊な溶媒(ここでは溶媒 A とする)を混合した場合は、直径 1μm の細いファイバーが多く得られた。

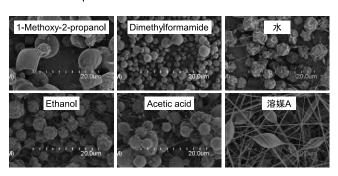


図 2 種々の混合溶媒を用いて作製した温度応答性ナノファイバー(1-Methoxy-2-propanol:種々の溶媒=1:1、溶液濃度 26wt%、電極間距離 30cm、電圧 25kV)

そこで、1-Methoxy-2-propanol 成分を完全に除去し、溶媒 A のみに温度応答性高分子を溶解して、溶液濃度を変化させながらエレクトロスピニングを行った。その結果を図3に示す。溶液濃度が低いほど細いナノファイバーが得られ、12wt%の時に直径50~150mmの細いナノファイバーが得られることがわかった。10wt%以下の低い濃度では、ビーズが多く発生した。

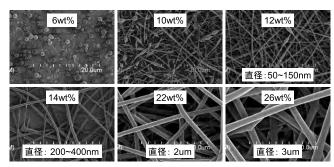


図3 溶剤Aを用いて作製した温度応答性ナノファイバー (電極間距離30cm、電圧25kV)

4. 不溶化反応条件の検討

ここでは、温度応答性ナノファイバーの不溶化に必要なファイバー構造を壊さずに行える架橋反応条件について検討した。エレクトロスピニングによってナノファイバー化した温度応答性高分子に対して、架橋剤1,6-Hexamethylene diisocyanate の飽和蒸気に、種々の温度で48時間接触させた。処理後のSEM像を図4に示す。90℃での処理が、ファイバー構造が維持され十分な不溶化も得られる最適な温度であることがわかった。70℃での処理では、ファイバー構造は維持されるものの架橋反応が不十分で不溶化しなかった。110℃以上での処理では、ファイバー同士が融着した箇所が多数見られ、シート全体の柔軟性が若干失われてしまった。150℃以上の処理では、完全に融解しファイバー構造が維持できなかった。

5. 混合ナノファイバー化

温度応答性ナノファイバーの機能付与(機械的強度や 疎水・親水性の付与など)を目的として、他の高分子素 材(本研究ではポリウレタン)との並列ノズルによる混 合エレクトロスピニングを試みた(図 5)。はじめに、平 板への堆積を試みたが、静電反発により両者のファイバ ーを混合させることはできなかった。そこで、高速に回

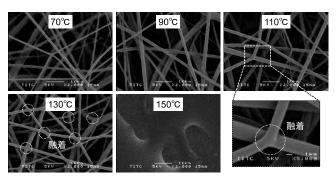
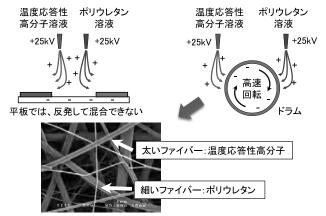


図4 種々の加熱温度で不溶化処理を行った 温度応答性ナノファイバー(処理時間:48h)

転するドラム上への堆積を試みたところ、ファイバーレベルで絡み合った混合ナノファイバーが得られた。



ドラムでは、ナノファイバーレベルでの絡み合いが得られている

図5 並列ノズルによる混合ナノファイバーの作製方法

6. 結論

温度応答性ナノファイバーの作製条件の検討を行った。 エレクトロスピニング時の溶媒を改善することで 50~ 150nm の細いナノファイバーが得られた。また、不溶化 に必要な架橋反応条件を調査した。さらに、回転ドラム を用いたエレクトロスピニングによって、他の高分子素 材との混合ナノファイバーを得ることができた。

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)

Takahiro KISHIOKA (Nissan Chemical Industries, Ltd.)

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. First, we investigated the relationship between the nano-fiber shape and the composition of the thermo-responsive polymer solution. Then, we tried to optimize the conditions of the cross-linking reaction. Finally, we examined a manufacturing method of the blend nano-fiber by the electrospining using 2 nozzles.

マグネシウムイオン2次電池用正極材料の開発

電子技術課 角田龍則 高田耕児 機械システム課 本保栄治

1. 緒言

今日、電力需要の増加および多様化が進んだことにより様々な2次電池が広く普及している。2次電池は繰り返して使用することができ、1次電池と比べると経済的であることから、今後もその市場は拡大していくと考えられる。その中でも軽量で大きな出力が求められる分野では、リチウムイオンを用いた2次電池が使用されている。リチウムイオン2次電池は、エネルギー密度が大きく軽量である。しかし、その原料となる金属リチウムは発火の危険があり資源的にも偏在していることが問題である。

そこで本研究では、体積あたりのエネルギー密度がリチウムの1.5倍であるマグネシウムを使用した2次電池の開発を行う。またマグネシウムイオンは2価であり、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。その正極材料、電解液および負極を作製後、電池セルを試作して電池性能の評価を行う。

2. 実験内容

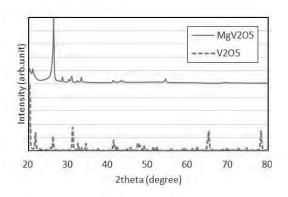
2.1 正極材料の検討

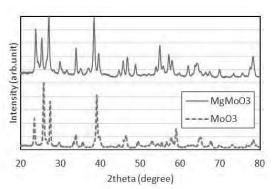
正極材料として、バナジウム酸マグネシウム $(MgV_2O_5$ 、 MgV_2O_3)、モリブデン酸マグネシウム $(MgMoO_3)$ 、リン酸鉄マグネシウム $(MgFePO_4)$ 、コバルト酸マグネシウム $(MgCo_3O_4)$ 、タングステン酸マグネシウム $(MgWO_3)$ の作製を試みた。作製方法は、マグネシウムを含まないそれぞれの酸化物にマグネシウムを電気化学的に挿入する方法で行った。

まず、酸化物粉末を遊星ミル(2 mm ジルコニアボール3 時間)で微粉砕した。粉砕したそれぞれの酸化物とバインダおよび導電助剤カーボンを(85:5:10)の割合で混合した。得られたペーストをコーターでカーボンペーパー上に塗布し、120℃プレス乾燥をおこなって電極を作製した。電極を16 mmφに打ち抜き、グローブボックス内で簡易セルを組み立てた。電解液はアセトニトリルに過酸化マグネシウムを1 mol/l 溶解したものを使用し、負極には金属 Mg を使用した。放電電圧が0.5 V になるまで0.1 Cのレートでマグネシウムを酸化物に挿入した。

図 1 はそれぞれの酸化物のマグネシウム挿入前後の X線回折結果を示す。バナジウム酸マグネシウム (MgV_2O_5) 、モリブデン酸マグネシウムおよびリン酸鉄マグネシウム

ではマグネシウム挿入前後で X 線回折スペクトルの違い が確認でき、マグネシウムが酸化物に挿入され、酸化物 以外のものが作製されていた。三酸化バナジウム、酸化 コバルト、酸化タングステンでは X 線回折スペクトルに 違いがなく、マグネシウム化合物が形成できなかった。





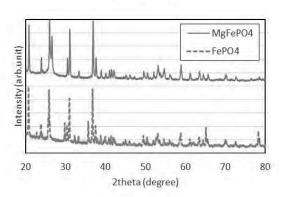


Fig.1. XRD pattern for cathode (before and after Mg-charge).

2.2 充放電特性評価

次に、得られたマグネシウム酸化物を使用して、電池 セルでの充放電測定を行った。正極に酸化物、負極にマ グネシウムを挿入した酸化物を使用した場合、得られた 放電容量の値を表 1 に示す。電解液はプロピレンカーボ ネートに過酸化マグネシウムを 0.5 mol/l 溶解したものを使用した。この中で最も大きな容量を示したのは正極に五酸化バナジウム、負極にバナジウム酸マグネシウムを使用したセル (図 2.a) で 21 mAh/g であった。

Table.1 Discharge capacity of oxide electrode

正極	V ₂ O ₅	MoO ₃	V ₂ O ₅
負極	MgV_2O_5	$MgMoO_3$	MgFePO₄
放電容量	21	2.5	1.1
(10 cycle)	(10)	(1.4)	1.1

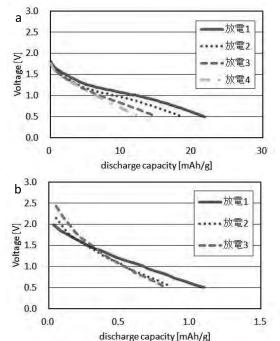


Fig.2. Discharge characteristic.

 $a: (V_2O_5 / MgV_2O_5) b: (V_2O_5 / MgFePO_4)$

2.3 電解質の検討

これまで電解質として使用していた過酸化マグネシウムよりイオン電導性が高く、高密度の電気伝導が可能で

あるマグネシウム金属錯体マグネシウムビス(トリフルオロメタンスルホニル)イミド $Mg[N(SO_2CF_3)_2]_2$ を電解質としてプロピレンカーボネートに 0.1 mol/l 添加して、充放電測定を行った。酸化バナジウムでは初期容量が減少してしまった(表 2)。しかし、酸化モリブデンでは放電容量および容量維持率の改善が見られた(表 2 及び図 3)。

Table.2 Discharge capacity of oxide electrode with Mg[N(SO₂CF₃)₂]₂ electrolyte

正極	MoO ₃	V_2O_5
負極	MgMoO ₃	MgV_2O_5
放電容量	11	3.5
(10 cycle)	(9)	(2.8)

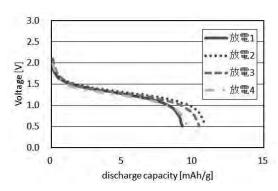


Fig.3. Discharge characteristic of $(MoO_3 / MgMoO_3)$ with $Mg[N(SO_2CF_3)_2]_2$ electrolyte.

3. 結言

 MgV_2O_5 、 $MgMoO_3$ および $MgFePO_4$ 活物質を作製し、電池容量を評価した。それぞれの充放電特性を確認した結果、その放電容量は MgV_2O_5 を用いたときが最大で、21~mAh/g であった。しかし、10~ サイクル後に容量は 50% まで減少した。

キーワード:マグネシウム 2次電池 酸化物

Development of the magnesium-ion secondary battery cathode

Tatsunori KAKUDA, Kouji TAKATA, Eiji HONBO

As active material of the Mg^{2+} rechargeable battery, we prepared the oxide such as vanadium pentoxide, iron phosphate, and molybdenum trioxide. We used propylene carbonate solvent including the Mg^{2+} for a compound, the electrolyte which introduced magnesium into each oxide to cathode. We measured charge-discharge properties by each combination. The discharge capacity was 21mAh/g at the maximum. The capacity showed a decrease of 50% after 10 cycles.

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* 電子技術課 佐山利彦

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

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 あった。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。デジタル画像相 関法によるひずみの計測では、まず、変位ベクトルの粗 探索を行い1 pixel 単位の変位ベクトルを計測する。粗探 索で求まった変位ベクトルを初期値として Newton-Raphson 法を用いて詳細探索を行うことで、より 高精度なひずみ計測を行うことができる。本年度は、よ り高精度な計測を可能にするために、Newton-Raphson 法 による詳細探索プログラムを作成した。

2. 実験方法

観察に用いた試験体は、Si チップが FR-4 基板に直径約

120 μ m 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。この試験体を縦 1mm×横 1mm×長さ 10mm 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 30min、およびランプ時間 2min の熱サイクル負荷を加えた。

3. 変位ベクトルの粗探索

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。まず粗探索と呼ばれる手順により、1 pixel 単位での変位ベクトルを計測する。今回は、変形前の画像として初期状態の CT 画像を、変形後の画像として同一の試験体に熱サイクル試験を1サイクル加えた状態のCT 画像をそれぞれ SP-μCT により撮影した。

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。

$$S(u, v, w) = \sum_{i=-M}^{M} \sum_{j=-M}^{M} \sum_{k=-M}^{M} |I_d(x+u+i, y+v+j, z+w+k)| -I_u(x+i, y+j, z+k)|$$
(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。

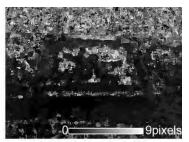
図1は、初期状態のCT画像、1サイクル後のCT画像、および粗探索で得られた変位ベクトルの絶対値の分布を示す。図1(a),(b)は、それぞれ、初期状態と1サイクル後のCT画像で、同一の試験体のほぼ同一の断面である。CT画像を比較する限り、大きな違いはないように見える。図1(c)は、図1(a),(b)を用いて粗探索を行って得られた変



(a) CT image at initial state



(b) CT image at after 1 cycle



(c) Absolute value of the deformation vectors

図 1 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

*現 商工企画課

位ベクトルの絶対値を示しており、非常に値の大きい白い部分は、画像に特徴的なパターンが無く、変位ベクトルの計測が正しく行われていないと考えられる。正しく計測されたと考えられる、画像の暗い部分に注目すると、CT 画像では、ほぼ同じに見えた2つの画像も、粗探索による変位ベクトルの計測で、場所によって変位ベクトルの大きさに違いがあることがわかる。

3. 変位ベクトルの詳細探索

詳細探索では、次式で表される評価関数 Cを考える。

$$C = 1 - \frac{\sum\limits_{i = -M}^{M} {\sum\limits_{j = -M}^{M} {\sum\limits_{k = -M}^{M} {I_d (X + i,Y + j,Z + k)} I_u (x + i,y + j,z + k)} }}{{\sqrt {\sum\limits_{i = -M}^{M} {\sum\limits_{j = -M}^{M} {\sum\limits_{k = -M}^{M} {I_d (X + i,Y + j,Z + k)^2 \sum\limits_{i = -M}^{M} {\sum\limits_{j = -M}^{M} {I_u (x + i,y + j,z + k)^2 } } }}}}$$

(2)

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、サブセットのサイズ(画素数)であり、変形前の画像と変形後の画像がサブセット内で完全に一致すれば0になる。

X,Y,Z は、次式で表され、剛体変形および一様ひずみまでを考慮している。

$$X = x + u + \frac{\partial u}{\partial x}i + \frac{\partial u}{\partial y}j + \frac{\partial u}{\partial z}k$$

$$Y = y + v + \frac{\partial v}{\partial x}i + \frac{\partial v}{\partial y}j + \frac{\partial v}{\partial z}k$$

$$Z = z + w + \frac{\partial w}{\partial x}i + \frac{\partial w}{\partial y}j + \frac{\partial w}{\partial z}k$$
(3)

ここで、(u, v, w) は、サブセットの中心における変位を示している。評価関数の未知数 $(u, w, \partial u/\partial x, \partial u/\partial x, \partial u/\partial z, \partial u/\partial z, \partial v/\partial z, \partial v/\partial x, \partial v/\partial z, \partial v/\partial x, \partial v/\partial z, \partial v/\partial x, \partial v/\partial x$

 $\partial v/\partial x$, $\partial v/\partial y$, $\partial v/\partial z$, $\partial w/\partial x$, $\partial w/\partial y$, $\partial w/\partial z$) を Newton-Raphson 法を用いて求めることで精度の高い変位計測、およびひずみ計測が可能になる。

今回作成したプログラムを図1で示した実際のCT画像に適用し、詳細な変位場を計算することが可能となった。しかし、画像に特徴的なパターンが無い場所では計測が行えないなどの原理的な問題があること、またNewton-Raphson 法で解に収束しない場合の処理方法など、いくつかの課題が残った。

4. まとめ

SP-μCT により撮影した画像を用いて、より精度の高い変位ベクトルの計測、およびひずみの計測を可能とするために、Newton-Raphson 法を用いた詳細探索プログラムを作成した。実際の CT 画像へのプログラムの適用については、画像の特徴から原理的に計測が行えない箇所での対応など、今後に解決すべき課題が残った。

参考文献

- 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-µCT 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), Yoshiyuki OKAMOTO, Takeshi TAKAYANAGI (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. In order to improve the precision of measurement for the displacement and the strain, the fine search program was coded based on Newton-Raphson method. For the application of the program to actual CT images, some problems were remained such as an application in the region without significant features.

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 電子技術課 佐山利彦

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 (数値制 御) 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補正することによって加工誤差を低減する制御手法の開発を目指した。本報告では、制御・信号処理ソフトを用いて、薄板の曲げ加工シミュレーションを行い、曲げ加工時に発生するスプリングバック量の推定、およびその推定量を用いて制御中のサーボ動作を補正する方法について検討した。

2. 対象とする加工システム

本研究で対象とした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、サーボ制御された曲げ金型が 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。このとき、ワーク板の弾性変形によりスプリングバックが発生する。ワーク板を所望の角度で曲げるためには、このスプリングバック量を材料の物性および大きさに合わせて予め見積もっておき、所望角度に見積量を加えたより深い角度で曲げてやる必要がある。本研究では、スプリングバック量の見積もりを加工動作中にオンラインで行おうとするものである。

3. 加工システムのモデル化

3.1 動特性モデルおよび制御モデル

スプリングバック量を加工動作中に推定し、その推定量を加工動作中に活用して加工終了時の最終的なスプリングバック量を低減する手法を検討する必要がある。そこで、加工中の曲げ金型およびワークの挙動をシミュレーションするために、動特性を Fig. 2 のようにモデル化した。

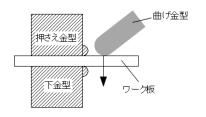


Fig. 1 対象とする曲げ加工の概略図

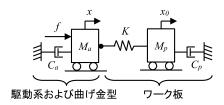


Fig. 2 動特性モデル

 M_a および C_a は、それぞれ曲げ金型を含む駆動部の等価質量および等価粘性係数であり、f は曲げ金型の駆動力である。 M_p はワーク板の質量、 C_p は計算を安定化するための仮想的な粘性係数、K はワーク板の曲げ剛性である。x は曲げ金型の変位、 x_0 はワーク板の平衡位置である。弾性域では x_0 =0 として残留変形しないものとし、塑性域では x_0 および曲げ剛性Kを適宜変更することによりワークの塑性変形を模擬した。

弾性域におけるワーク板の曲げ剛性Kは、式(1)でモデル化した。

$$K = \frac{EWt^3}{4\ell^3(1-\nu^2)} \tag{1}$$

ここで、Eはワーク材のヤング率、Wは板幅、tは板厚、 ℓ は支点から曲げ金型接触点までの長さ、 υ はポアソン比である。

加工動作を模擬する制御システムのブロック図を Fig. 3 に示す。与えられた目標軌道 x_r に曲げ金型の変位 x を追従させる構造であるが、典型的な FA 用サーボコントローラの使用を想定した。すなわち、上位コントローラで設定された目標軌道と現在の変位をもとに目標速度を生成し、その目標速度を速度制御器へ渡す方式とした。

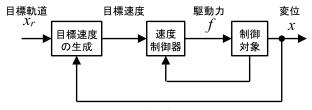


Fig. 3 制御ブロック図

4. ワーク板の状態推定

돌 4000

加工中に、ワーク板の曲げ剛性 K および平衡点 x_0 を推定する必要がある。そこで、カセンサの値を使わずに(カセンサを別途追加することなく)加工中の曲げ金型の変位 x および駆動力指令値 f の値をもとに逐次的に K および x_0 の推定値を出力する状態推定器を作成した。作成した状態推定器を Fig. 3 の制御系に接続し、アルミ合金板の物性値を与え、K および x_0 を推定するシミュレーションを行った。曲げ金型の目標変位 x_r は、シミュレーション開始後 t =0.1s のとき t 50mm に設定され、t =3s のときに元の t 0mm に戻される。t <1.1s では駆動系の最大速度を小さく制限しており、このとき弾性域での t を推定する。その後、t 1.1t <3s では塑性域の推定モードに切り替わり、t と t t を同時に推定する。シミュレーションには t Mathworks 社製 t MATLAB/Simulink を用いた。

Fig. 4 に制御・推定の結果を示す。t <1.1s では、弾性域でのKが真値に近い値に収束した。 $1.1 \le t$ <3s では、塑性域でのKおよび x_0 がおおよそ推定できた。スプリングバック量はxの値から約 15mm であることがわかる。

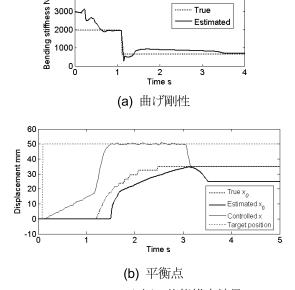


Fig. 4 ワーク板の状態推定結果

5.スプリングバック低減制御

ワーク板の曲げ剛性Kおよび平衡点 x_0 の推定量を用いて曲げ金型の目標軌道を補正する目標値補正器を作成し、スプリングバックによる誤差を補償する制御シミュレーションを行った。Fig. 5 に制御ブロック図を、Fig. 6 に制御シミュレーション結果を示す。Fig. 6 より、ワークの変位を、目標値補正のない場合(Fig. 4(b)のControlled x)と比べて目標値付近に制御することができた。

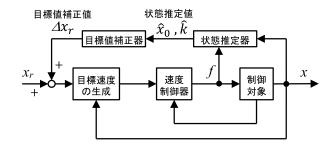


Fig. 5 加工誤差低減のための制御ブロック図

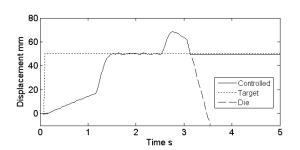


Fig. 6 スプリングバック誤差低減制御結果

4. 結言

加工中のワーク板の状態を推定する推定器およびその 推定器による推定量を用いたスプリングバック誤差低減 制御法を検討・試作し、制御・信号処理シミュレーショ ンをした結果、スプリングバックによる加工誤差を低減 できることがわかった。

キーワード:金属薄板、曲げ加工、サーボ制御、スプリングバック、状態推定

Development of servo system for sheet metal bending

Mechanical System Section; Naoki KANAMORI and Electronic Engineering Section; Toshihiko SAYAMA

In sheet metal bending, development of a new control method is required for reducing the machining error by the servo control of the bending machine. A control method was investigated for reducing the springback errors by correcting the servo operation by estimating the state of the workpiece during machining plate. Results of the control simulations clearly showed the reduction of the machining error due to the springback.

水田中耕除草自動機の開発

機械システム課 上野 実、金森直希

1. 緒言

水田の除草対策には、一般的に除草剤が使用されているが、食の安全・安心や環境にやさしい農業への消費者の関心の高まりから、できる限り除草剤を使用しない農業の実践が求められている。一方、土壌を浅く耕すことで除草を行う中耕除草機は複数実用化されているが、除草剤と異なり一定期間ごとに繰り返し除草作業を行うため人手が掛かり、また、除草機が旋回するたびに苗を踏み潰すなどの問題があった。このため、シーズ技術である、4つの車輪の回転方向を変えることで、直進だけでなく旋回せずに隣の条間へ真横に移動できる、車輪にアルキメデススクリュを用いた機構を応用し、効率的な除草作業を行える中耕除草自動機の開発を行った。

2.走行 除草効果

実際の圃場は、土壌のやわらかさや水深などが、様々であることから、県農林水産総合技術センター農業研究所の圃場において走行試験と除草効果の確認を行った。

まず、プロトタイプの中耕除草機を用い、代掻き後、 泥が安定するまで数日放置した圃場において、想定した 走行が可能か実験を行った。プロトタイプの、車輪径(谷 径)64mm、突起高さ8mm、最外周径80mmの車輪では、 土壌がある程度安定している部分であれば、直進・真横 を含め走行可能であったが、土壌の柔らかいところや窪 んでいる部分、また一度走行して軟弱になった所では、 車輪が埋まってしまい、走行できなくなることがあった。 これは車輪の径が小さいため、接地圧が高く、凹凸乗り 越え能力が低いこと、車輪自体をフロートとしているが 浮力が不足していることなどが原因と思われた。また、 走行後の車輪の状態を調べたところ車輪の突起部周辺に

泥が付着し十分な 駆動力が得られて いないことがわか った。(図1)

このため、簡易 的に走行性能を向 上させるため、機



図1 走行後の車輪の状態

体前後に高さ調整可能なフロートを設置し、田植え後の 除草剤を使用していない無除草区において走行性能と除 草効果について実証を行った(図 2)。代掻き・田植え後 日数がたって土壌が安定したため、苗を跨いでの前後走 行や、条間を通って隣の苗列までの真横移動が可能であ った。この際、前後走行するだけで車輪の突起が表土を 耕す形となり、中耕除草による除草が可能であった。

作業 10 日後の圃場の状態を図 3 に示す。走行を行った エリアは雑草の繁殖が明らかに抑制されており、本方式 による除草効果が確認できた。しかし、水のほとんど張 られていない圃場での走行では、表土の掻き取りや撹拌 があまり行われず除草効果が低かったほか、凹凸に車輪 がはまり走行できない状態が発生した。このため、除草 作業時には、土壌の撹拌作用と機体の浮力を得るため、 車輪が水中の土壌に接した状態で機体が水没しない程度 の水深(水管理)が必要であることがわかった。



図2 圃場での走行(除草)試験

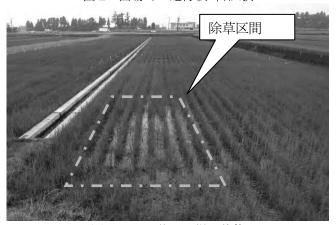


図3 10日後の圃場の状態

3 試作 改良

走行安定性と駆動力の向上、接地圧の低減、浮力の向上などを図るため、車輪の径と突起高さを大きくした車輪を作成した。車輪の形状がらせん型の特殊な形状のため、熱溶解積層型の 3D プリンタを用いた。プロトタイプで使用した初期型と試作した車輪の仕様を表 1 に、写真を図 4 に示す。材質は ABS 樹脂とし、内部はハニカム構造で浮力を稼ぎ、突起先端部は耐摩耗性を向上させるため、PE のエッジカバーを取り付けてある。

表 1 車輪の仕様

		初期型	試作I型	試作Ⅱ型
車輪径(谷往	≩)mm	64	80	105
突起高さ	mm	8	25	12.5
最外周径	mm	80	130	130
幅	mm	200	208.5	208.5
ピッチ	mm	63	75	75
条数		2	5	5
重量	g/本	120	490	610
浮力	g/本	(400)	1030	1620

この車輪を用いて、除草時期の状態を再現するため成長した苗を走行試験直前に植えた圃場において走行試験を行った。試験の結果、走行はスムーズとなったが、モータ容量を小さくしたため、車輪サイズ・機体及び積載重量とのバランス、車軸部への苗の巻き付きなどから、トルク不足が問題となった。実際の圃場においては、除草時期には、苗は根が張っており苗の周りを走行しただけでは苗を巻き込む恐れはないが、成長が進んだ状態の雑草を除草した場合、車軸部分に雑草が巻き付き、走行が難しくなる恐れがあることがわかった。

この問題を解決するため高トルクモータに交換し、水田の土壌を張った水槽内で改めて駆動試験を行ったところ、いずれの車輪でも走行可能であったが、突起高さのある試作 I 型の車輪の方が安定性は高かった。このため



初期型 試作 I 型 試作 II 型 図 4 試作した車輪形状



図 5 試作車輪での走行試験

機体構造を変更し、突起高さを確保しながら車輪を大口 径化することが有効と思われる。また車輪の回転が速す ぎた場合、土壌を掘り返してしまい駆動力が低下し、機 体が埋まりやすくなるため、土壌を崩さない程度の速度 で運用する方が良いことがわかった。

4.まとめ

開発した中耕除草機と車輪を用い、実際の圃場で走行 試験したところ、除草効果と抑制効果が確認できた。当 初の小径車輪では車輪が埋まりやすいなどの問題があっ たが、大口径化した車輪を 3D プリンタで作成すること により、駆動性能の高い機体の可能性が確認できた。

キーワード:水田、防除草、アルキメデススクリュ、移動

Development of the Weeding Machine for Paddy Fields UENO Minoru and KANAMORI Naoki

We have developed a prototype of herbicidal machine for paddy field using the Archimedes screw on the wheel. Was allowed to run at a paddy field in the prototype, the growth inhibitory effect of weeds and herbicidal effect was confirmed. Driving force could be improved by mounting the large wheel that was created using the 3D-printer. This machine is possible to weeding while minimizing damage to not step seedlings.

多能性幹細胞の分離を効率化するための前処理チップの開発

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

分化した成熟細胞を未分化状態に戻すことでできる幹 細胞とその再生医療への応用についての研究が大きく注 目されている一方で、私たちの体の中にも、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 かっており、これら体細胞中の幹細胞を活用する研究も 盛んに行われている。これらの幹細胞を再生医療に応用 する上で、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。本研究では、 マイクロチップを用いて幹細胞を分離する際の前処理用 のチップとして、小さい夾雑物等を除去することのでき るマイクロチップの開発を行った。

2. 実験方法

2.1 チップ作製

文献¹⁾のチップ構造を参考にしてフォトマスクを設計し、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形した。

2.2 細胞分離実験

培養細胞として、食道がん由来細胞株である KYSE510 を用いた。培養した細胞をトリプシン処理により回収した後、(細胞の軌跡の観測では) フルオレセインにより蛍光標識し、送液バッファーに懸濁させた。送液バッファーは 0.5% BSA、2mM EDTA を含んだ PBS を用いた。細胞の軌跡の観測では、シリンジポンプにより流速20μL/minで細胞懸濁液を送液し、流路を流れる蛍光標識細胞を青色光で励起し、露光時間を 0.5 秒として撮影することにより細胞の軌跡を観測した。また、細胞数の計測では、流速 200μL/min で細胞懸濁液を送液し、回収または排出された液中の細胞数を血球計算盤で計測した。

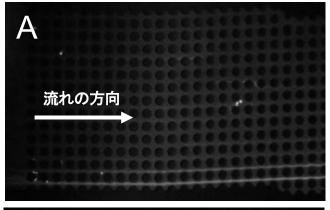
3. 実験結果および考察

作製したチップ流路の光学顕微鏡像を図 1 に示す。微細な円柱が規則正しく配列した構造が確認できた。この柱の直径は $70\mu m$ 、高さは $50\mu m$ 、柱間のギャップは $30\mu m$ である。昨年度の結果 2 から、柱の直径がより小さく、よりアスペクト比の高いチップについて詳細な形状確認を行い、この成形方法で問題なく成形できることがわかっため、本研究では光学顕微鏡での確認のみを行った。

マイクロチップの微細な柱は一列ごとにシフトしている。シフト量と柱間のギャップ等で決まるしきい値より 大きい細胞は、柱のシフトとともにシフトしていき、液



図1 マイクロチップの流路



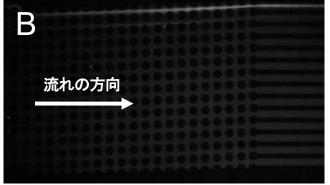


図 2 細胞の軌跡 A は流路の初め部分、 B は流路の終わり部分

の流れの方向に対して斜めに進む。一方、しきい値より 小さい夾雑物等は、層流に乗って液の流れの方向に対し て平行に進む。本研究では、一列ごとのシフト量が 5μm となっており、このチップのしきい値はおよそ 8μm とな る。

図2に、このマイクロチップに蛍光標識した細胞を流した際の細胞の軌跡を示した。流路の初め部分(図2A)では、細胞は流路の下側を流れているが、流路を進むにつれて柱のシフトと同様にシフトしていき、流路の終わり部分(図2B)では、流路の上側を流れていることがわかる。今回の細胞はしきい値である8μmよりも大きく、このマイクロチップを用いることで、しきい値より大きい細胞の流れをシフトさせて進行方向を変えることができることが分かった。

流路の初め(図 2A)で細胞が一方に偏る現象については、細胞がチップに入る前のチューブの中で、重力により一方向に偏るためと考えられる。

次に、マイクロチップから流出させた液について、液中の細胞の数の計測を行った。流路の終わり(図 2B)では、流路が 14 本に仕切られており、その内、上側の 2本の流路からの流出液を回収液、下側の 12本の流路からの流出液を排出液と呼ぶことにする。回収液と排出液の細胞濃度、液量を計測したところ、表 1のようになった。細胞濃度と液量から細胞数の割合を計算すると回収液中の細胞の割合は 98.5%、排出液中の細胞の割合は 1.5%となり、ほとんどの細胞を回収できていることがわかった。また、それぞれの液量を比較すると、回収液が 0.55mL、排出液は 2.3mL であり、マイクロチップに流入した液体のうち約 20%を回収し、約 80%が排出された。このことは、小さい夾雑物等がサンプルに含まれる場合、その約80%を排出して除去できることを示している。また、これにより回収液の細胞の濃度をマイクロチップに導入す

る前の液中での濃度の5倍程度に高めることができる。

さらに、この結果は流速を 200µL/min とした際の結果である。この流速は、我々の従来型のマイクロチップにおける流速のおよそ 10 倍であり、このマイクロチップによって高速でサンプルを処理できる可能性を示した。細胞を高速で処理した場合には、細胞に対するダメージが懸念される。そこで、回収した細胞の生死をトリパンブルーにより確認すると、回収した細胞の生細胞率は98.2%であり、細胞に与えるダメージは少ないことが分かった。

表 1 回収液と排出液の細胞数

	回収液	排出液
細胞濃度(cells/mL)	83 × 10 ⁴	0.3×10^4
液量(mL)	0.55	2.3
細胞数割合(%)	98.5	1.5
生細胞率(%)	98.2	_

4. 結言

開発した前処理用の樹脂製マイクロチップにより、目的の細胞と小さい夾雑物とをサイズによって分離できることが分かった。これにより今後は様々な細胞へとこの前処理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) A. Davis J. A. *et al.* PNAS **103**, 14779-14784 (2006) 2)富山県工業技術センター研究報告 **27**, 92-93 (2013)

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京都大学 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

Development of Polymeric Microfluidic Devices for Debris Removal in 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 size-based cell separation and recovery were developed using new UV curable resin. We carried out separation tests using cancer cell line and showed that these cells were successfully separated by our microfluidic chips. These chips could be used in a pretreatment of cell suspension before immuno-affinity based cell separation or other separation methods. In comparison with conventional silicon chips, the use of this polymeric chip can drastically reduce the cost of such separation system.

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。そこで、光機能をもつ大面積なデバイスを簡易 に作製するために、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パターン形成を試みた。

本研究では、微粒子を被覆した基板を利用して、軽量フレキシブ化が可能な拡散反射材、および可視光は透過し日射の赤外線は反射する日射低減窓材への応用を行ったので、その概要を報告する。

2. 実験方法

2.1 粒子配列した基板の作製

粒子配列のための材料として、平均粒径 0.11μm, 0.18μm および 0.44μm 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、およびオルトけい酸テトラエチル (以下、TEOS) で SiO₂重量濃度 10%に希釈して、コーティング溶液とした。コロイダルシリカを配列した基板は、ディップコート法によって、スライドガラスに引き上げ速度 20μm/sec でコートし、90℃で 30分乾燥して薄膜を形成することにより準備した。さらに、TEOS によるシリカ膜を形成して表面形状を制御した。得られた基板は走査型プローブ顕微鏡(ブルカーAXS製Dimension Icon)により、配列および表面形状を計測した。

2.2 拡散反射材への応用

拡散反射材は、粒子配列した基板に真空蒸着法により 膜厚 0.13μm のアルミニウム薄膜を形成することにより 作製した。得られた試料は、分光光度計(島津製作所製 SolidSpec-3700DUV)により、拡散反射率を測定し可視光 反射率を評価した。また、試料の着色度を白色度指数、 および色み指数で評価した。

2.3 日射低減窓材への応用

日射低減窓材は、日射の波長分散を考慮して日射赤外域の光を反射し、可視光域の光は透過する様に光学設計して、基板/TiO₂膜(膜厚 110nm)/SiO₂膜(膜厚 170nm)/TiO₂膜(膜厚 110nm)の構造とした。薄膜は粒子配列した基板にスパッタ装置で所定の膜厚を形成した。得られた試料は、分光光度計により透過率を測定し、可視光透過率、日射透過率および日射反射率を評価した。

3. 実験結果および考察

3.1 粒子配列した基板の作製

粒子配列した基板は、平均粒径 0.11μm ,0.18μm および 0.44μm のコロイダルシリカにそれぞれ TEOS 濃度を 3~6%と変えた溶液を用いた。また、TEOS 濃度 3%溶液を用いた基板にさらにTEOS 濃度 3.7~7.2%の溶液をコートした基板を準備した。Table1 は粒径 0.11μm のシリカ溶液を用いて粒子配列した基板の粒子間のピーク間隔、および段差を評価した結果である。(a)は溶液の TEOS 濃度を変化させた時、(b)は粒子配列後のコート溶液の TEOS 濃度を変化させた時の結果である。ピーク間隔はほぼ一定であり、(a),(b)ともに TEOS 濃度の増加とともに段差が低くなっていることが評価できた。

Table 1 Evaluation of roughness for ordered particles.

(a)in dipping solutions

(b)in over-coating solutions

濃度(%)	間隔(nm)	段差(nm)
3.0	128.3	30.8
4.5	107.6	20.5
6.0	123.3	17.3

濃度(%)	間隔(nm)	段差(nm)
3.7	125.5	17.9
4.9	127.2	10.7
7.2	126.5	9.0
	3.7	3.7 125.5 4.9 127.2

3.2 拡散反射材への応用

Fig.1 は、粒径 0.44μm のシリカ溶液を用いて粒子配列した基板を用いて作製した拡散反射材の分光反射スペクトルである。また Table1 は、その拡散反射材の可視光反射率、および白色度指数、色み指数である。

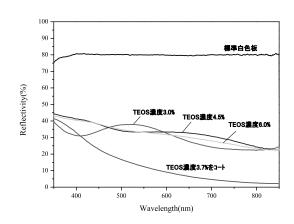


Fig.1 Reflectivity of diffuse reflectors.

Table 2 Evaluation of visible reflectivity.

TEOS濃度(%)	可視光反射率(%)	白色度指数	色み指数
3.0	35.5	28.1	24.7
4.5	33.5	49.9	2.4
6.0	33.0	52.3	10.7
標準白色板	79.9	80.3	0.46

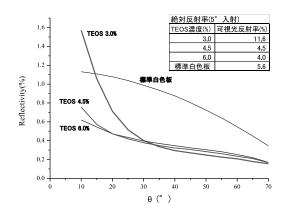


Fig.2 Light-intensity distribution of diffuse reflectors.

粒子配列した基板を用いることにより、拡散反射の可視光反射率は 33.5%と光を散乱させることができた。しかし、参照に用いた標準白色板を比較すると半分以下の値である。Fig.2 は、光散乱の角度分布を評価するために、垂直に入射した光源の反射角度による波長 550nm の反射率である。標準白色板が広い反射角まで反射率が高いのに対して、粒子配列した基板では反射は反射角 20°以下の狭い範囲であることが、拡散反射率が低い要因と考えられる。これらの結果から粒子配列に用いる粒子サイズを調整することにより、光の広がりを制御できることが可能であると考えられる。

3.3 日射低減窓材への応用

Fig.3 は、粒径 0.11µm のシリカ溶液を用いて粒子配列した基板を用いて作製した日射低減窓材の分光透過スペクトルである。また Table3 は、溶液の TEOS 濃度を変えた時の日射低減窓材の可視光透過率、日射透過率、および白色度指数、色み指数である。

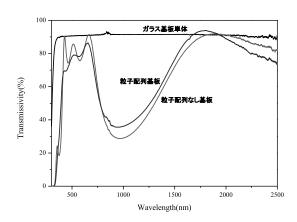


Fig.3 Transmissivity of window material for reducing solar radiation.

Table 3 Evaluation of transmissivity of window material.

TEOS濃度(%)	可視光透過率(%)	日射透過率(%)	白色度指数	色み指数
0.0	79.0	62.7	66.8	-7.3
3.7	77.3	63.1	72.5	-7.8
4.9	75.3	61.3	64.3	-8.8
7.2	78.1	61.5	71.4	-3.7
粒子配列なし	80.2	62.5	79.5	-3.4
ガラス基板単体	90.7	90.9	90.3	-0.24

多層膜を形成することにより、可視光透過率は 80%を維持して、日射透過率は 60%と低減することができた。分光スペクトルからは、粒子配列した基板を用いることにより、可視光域の干渉は抑えられているよう見える。しかし、色み指数は低くならない。これは、短波長域での透過率の低下によるものであり、粒子による散乱が原因と考えられる。

4. 結言

粒子配列した基板を用いて光機能材への応用を検討した。実用化のためには、さらに表面形状を検討することにより特性を向上させることが必要である。

キーワード:周期構造、コロイダルシリカ、拡散反射、日射低減

Formation of Periodic Pattern by Ordered Particles and Applications for Optical devices

Mechanical System Section; Eiji HONBO and Electronic Engineering Section; Tatsunori KAKUDA

Periodic patterns were formed by dip-coating colloidal-silica solutions with a diameter of $0.11\mu m$, $0.18\mu m$ and $0.44\mu m$ added tetraethyl orthosilicate (TEOS). Substrates ordered particles were applied to diffuse reflectors and window materials for reducing solar radiation. Reflectors ordered $0.44\mu m$ diameter particle were diffused light emission. Light spread was limited within 20° . Marti-coated window materials ordered particles with a diameter of $0.11\mu m$ were reduced transmissivity of solar radiation to 60% with 80% visible transmissivity. Transmissivity of short wavelength was reduced.

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 TJC 田畑知三*1、佐藤英行*1 株式会社トップ工業 奥山泰男、高橋 洋

1. 緒言

工業塗装における塗装後の外観検査は、複数の作業者による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、この問題に対処すべく、一定品質での塗装不良の検出を目指し、立体物の塗装面検査に用いる特徴画像の生成に関する研究を行った。

2. 塗装物の形状および塗装面の特徴

本研究で対象とする塗装物の形状は、単一平面的ではなく、平面や曲面から構成される三次元的な立体物である。このような立体物をカメラ撮影した場合、実際の画像すなわち立体物の見え方は、カメラ、照明、および対象物の間の幾何学的関係により著しく異なる。また、塗装面に発生する不良には、塗装前の傷に起因するもの、塗装工程そのものに起因するもの、および塗装後の搬送などの取り扱いに起因するものがあり、それらの不良は、形、大きさおよび発生場所が様々である。

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良否判定までの大まかな流れを Fig. 1 に示す。カメラで撮影した画像をもとに良否判定用 の特徴画像を作成し、この特徴画像から良否を判定する。

特徴画像は、前述のように多様な塗装不良部を鮮明に とらえることが求められる。そこで、本研究では、複数 の不良の形状・大きさに対応できる特徴画像生成アルゴ リズムを検討した。マスワークス社の MATLAB/Simulink を用いて、(1)画像処理モデルを作成し、(2)実際の塗装面 を撮影したテスト用画像を入力して画像処理シミュレー ションを行い、(3)その結果を確認しながら処理モデルを 調整する、というモデルベース開発手法を用いて有用な

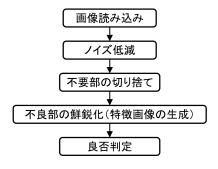


Fig. 1 Processing flow for quality determination.

*1 現 株式会社トップ工業

特徴画像を生成するアルゴリズムを検討した。

撮影画像の例を Fig. 2 に示す。この画像は、黒色塗装された立体物の一部を撮影したものであり、画像の左右端部は対象物の表面がとくに傾斜している箇所であるため、周囲と比べより暗くなっている。試作した画像処理モデルにこの画像を入力し、良否判定用特徴画像を生成した。生成した画像を Fig. 3 に示す。画像むらなどの不良ではない部分に妨げられることなく、抽出したい不良部を鮮明に表現することができた(ここでは Fig. 3 の白い部分が不良部であることを表している)。

5. 結言

単一平面的ではない立体的な検査対象物内に存在する 複数種類の塗装不良に対応可能な良否判定用特徴画像の 生成処理アルゴリズムを検討し、画像処理シミュレーションによりその効果を確認した。



Fig. 2 Camera image of painted surfaces.



Fig. 3 Image processing result of painted surfaces.

低コスト・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 角田龍則 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 太陽電池の低コスト化が見込まれる。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 ターゲットは真空ホットプレスにより、セレン化合物を使用しない素材で作製した。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。また、バッファ層は溶液成長法により Zn(S,O,OH)(以下 Zn-S)を形成した。スパッタリング条件を Table 1 に示す。スパッタリングによりガラス基板上に形成した膜厚3μm の CIGS 薄膜について、X 線回折(BrukerAXS 製D8DISCOVER)により結晶性、および SEM-EDS(日本電子製 JED-2300)により組成を評価した。

Table 1 Sputtering condition

Target	CIGS plate(φ75mm)
Ar Gas Pressure	$2.7 \times 10^{-1} \text{Pa}$
RF Power	100W
Substrate Temp.	RT

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 3μm)、Zn-S(膜厚 0.03μm)、ZnO(膜厚 0.1μm)、ITO(膜厚 0.3μm)透明電極の順に Zn-S 以外は 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。

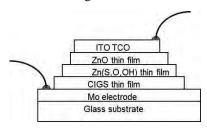


Fig. 1 Construction of CIGS solar cell

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 X 線回折パターンを Fig.2 に示す。結晶型は、ターゲットが CIGS(312)に配向しているのに対して、薄膜では CIGS 単相で多結晶体に近い強度比であった。 CIGS 薄膜の組成を Table 2 に示す。薄膜の組成比はターゲットよりも、CIGS の組成比に近いものであった。

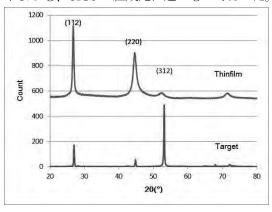


Fig.2 XRD patterns of CIGS target ant Film

Table 2 The nominal composition of CIGS thin films

(unit:at%)

	Cu	In	Ga	Se
Target	26.1	15.4	12.8	45.7
Thin film	25.4	14.4.	10.5	49.7

太陽電池特性を評価したとろ、開放電圧 0.001V と十分 な太陽電池特性を得ることができなかった。この原因は、 CIGS 薄膜が p 型にならず、pn 接合が得られていないた めと考えられる。

4. 結言

スパッタリングによる一括作製で結晶性、組成がよい CIGS 薄膜を得た。太陽電池特性を得るために、電気特性 の改善が必要である。

焼却炉用連続再生集塵機の開発

機械システム課 上野 実、石黒智明、羽柴利直 HIT エンジニアリング(株) 林 盛治、村上達夫

1. 緒言

焼却炉に設置される集塵機は、時間と共にフィルタ上 に堆積した煤塵により圧損が上昇し集塵機能が低下する。 従来の集塵機では、フィルタを振動させるシェーキング 洗浄や、濾過方向の逆側から高圧空気をフィルタ全体に パルス的に吹き込むパルスジェット洗浄がおこなわれて いる。しかし、前者には洗浄効率が低いこと、後者には 均一に煤塵が落ちにくくフィルタの寿命が短いといった 欠点があった。また、いずれも集塵機の運転を止めて洗 浄するため、複数台の集塵機を並列に設置し交互に洗浄 する必要があり、装置も大型になるという問題があった。

本研究では、煤塵等がフィルタ上に堆積しないよう、 フィルタ内に回転するノズルを設置し、常時内側から外 側にエアを吹き付け逆洗することより、コンパクトで目 詰まりしにくく、省エネルギーな連続再生集塵機の開発 を行った。





図1 フィルタ

図2 屈曲疲労試験機





図3 屈曲角度

2. 実験方法

集塵機に使用するフィルタは、焼却炉の排ガスに硫酸 等が含まれるため酸性環境にさらされる。また、薬紛等 を製造する化学薬品関係で使用した場合、強アルカリ性 下での使用やアルコール系の溶剤の使用が想定される。 このことから耐薬品性として酸・アルカリ・溶剤を使用

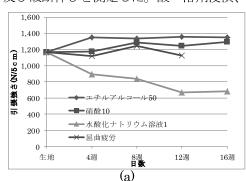
した時の影響を確認するため、JIS K 7114 (プラスチッ ク-液体薬品への浸せき効果を求める試験方法)を参考に、 10%硝酸、1%水酸化ナトリウム、50%エチルアルコール 水溶液中へのフィルタ基布の室温浸漬をおこなった。

また、逆性方法が通常の集塵機と異なり、フィルタの 内側から逆洗エアを局部的に吹き付けるため、プリーツ 状のフィルタの折り目(図1)が屈曲を繰り返す。この ため、フィルタ形状寸法から算出した屈曲角 0~55°で 屈曲できる屈曲疲労試験機(図2)を作製し、耐久試験 を行った。ここで、屈曲日数は、連続再生集塵機を 60rpm で運転した場合の日数に換算している。(1週≒60.5万回)

3. 実験結果

浸漬・屈曲疲労後のフィルタを JIS Z8908(集塵用ろ 布) に準拠し、5cm 幅に切断し、基布方向に対しタテ方 向の引張強さ及び破断伸びを測定した。酸・溶剤浸漬、

屈曲疲労に おいては大 きな変化は 見られなか ったが、ア ルカリ浸漬 では、図 4(a) に示す ように強 度・伸度に 低下がみら れるものも あった。



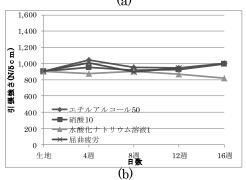


図 4 浸漬・屈曲疲労試験後の強度

4. まとめ

フィルタの耐薬品性や耐屈曲性について確認を行った ところ、当初危惧していた、屈曲疲労については問題な いが、耐薬品性については、用途に応じてフィルタを選 定する必要性があることがわかった。

錫製品の着色に関する研究技術開発

機械システム課 石黒智明 中央研究所 材料技術課 住岡淳司 株式会社 高田製作所 高田晃一

1 緒言

錫製品を製造販売しているなかで、製品への着色ニーズがあることを把握した。錫製品は、酸化や腐食に強いため長く金属光沢を保ち、また、可撓性に富み小さな力で変形可能であるなどの特徴を有している。このため塗装法などによる着色では、錫の質感の消失や使用時の塗膜剥離等が懸念される。

そこで、本研究では、錫製品表面への薄膜形成による 着色を試みた。薄膜の方が、質感低下が少なく、また、 小さな変形では剥離し難いことが期待される。

2. 試料材料および試験方法

試験用の錫製品としては、錫合金をダイキャスト法に

より作製したカップ を用いた(図 1、高 130mm、上径 77mm、 下径 53mm、容量 300ml)。

このカップを電解 質溶液に浸漬し、10 分間から90分間の処 理を行った。

そして、処理した カップの色をコニカ



Fig.1 The sample of a cup.

ミノルタ製 CR-200 により、皮膜の破断面形態を SEM (日本電子(株)製 JSM-6610LA) により、また、鉛筆硬さを東洋精機製作所製鉛筆引っかき塗膜硬さ試験機により調べた。

3. 実験結果および考察

図 2 に、処理カップの色を測色計により測定した結果を示す。図には、同一カップの 4 点の色を Lab 表色系で測定し、その平均値を示した。

その結果、色度を示す a 値 b 値は、最大でも 20 程度であり、また、処理時間に伴う変化には規則性は見られなかった。明度を示す L 値は、時間とともに単調に減少した。目視観察したところ、色合いは淡く、処理時間とともにサイクリックに変化し、時間が長くなるとくすんでくることがわかった。

図3は、20分間処理した試料を折り曲げた時に露出す

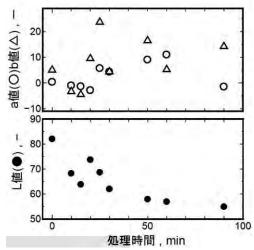


Fig.2 Influence of the treatment time to coloring of cup.

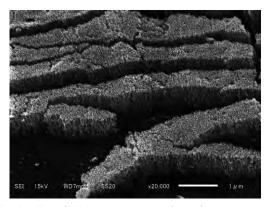


Fig.3 The SEM photograph of the fracture cross section of a film.

る皮膜断面の SEM 写真である。

図3より、表面に約600nmと薄い皮膜が生成しており、また、皮膜は均質ではなく厚さ方向にのびた柱状の組織からなることがわかった。このことから、図3に認められる表面の薄膜によって着色しているものと予想された。また、鉛筆硬さは、H以下では、皮膜の剥離は認められなかった。2Hでは、素地の錫合金が削り取られた。

4. 結言

錫カップを溶液に浸漬した状態で処理することで着色できること、また、色合いは処理時間で調整可能なことが分かった。

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

熱伝導特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、新素材単体およびパネル材と組み合わせた 状態での吸音特性の改善が課題となっている。本研究で は、前報¹⁾とは異なる新素材を用い、単体での吸音特性の 改善のため、後加工による吸音特性の違いの評価に取り 組んだ。また、新素材とパネル材を組み合わせた状態で は、再現性の良い評価が難しいことから、評価手法にも 検討を加え、製品に近い状態での吸音特性の評価に取り 組んだ。

2. 実験方法

測定方法については、測定周波数範囲、試料の加工条件等の制約から、比較的小さなサイズで測定が可能な垂直入射吸音率にて吸音特性を求めることとした.

評価対象となる新素材を直径約 63mm に切り出し、吸音率の改善のためにそれぞれ異なる後加工を行った.

そして, 垂直入射吸音率計測システム (ブリュエル・ケアー・ジャパン製 4206A)にて, JIS A 1405-2²⁾に基づき, 2 マイクロホン伝達関数法により, 垂直入射吸音率を求めた.

また,新素材とパネル材を組み合わせた状態でのばらつきが少ない吸音特性の評価のため,音響管内での試料の支持方法の検討を行い,評価方法を確立するとともに,組み合わせ状態での吸音特性の評価を行った.

3. 実験結果および考察

3. 1 新素材単体での吸音特性の評価

後加工(4種および後加工なし)と吸音率の関係を図1に示す.後加工のない新素材は、吸音率が0.1程度であったが、後加工を行うことにより吸音率は大きくなり、後加工の条件および周波数によっては、ピーク値で0.8程度まで大幅に改善することが明らかになった.

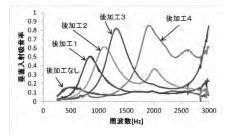


図1 後加工と吸音率の関係(新素材単体)

3. 2 パネル材との組み合わせ状態での吸音特性の評価

新素材とパネル材を組み合わせた状態で、音響管内での試料の支持方法を工夫し、後加工がない新素材とパネル材を組み合わせた状態での吸音率の測定結果(N=5)を図2に、新素材に後加工(図1の「後加工4」)を行った場合の測定結果(N=5)を図3に示す。これらの図から、再現性の良い測定結果が得られていることが分かる。組み合わせ状態での吸音率については、新素材に後加工がない場合、吸音率は0.1程度と非常に小さいが、後加工により、0.4程度の比較的良好な吸音率を得られることが明らかになった。

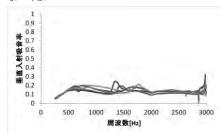


図2 組み合わせ状態での吸音率(後加工なし)

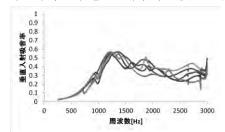


図3 組み合わせ状態での吸音率(後加工あり)

4. 結言

熱伝導特性に優れた新素材を用いた吸音天井パネルの 製品化のため,新素材単体での後加工による吸音特性の 改善に取り組み,吸音率の大幅な改善を実現した.

また,新素材とパネル材を組み合わせた状態での吸音 特性の評価について,再現性の良い評価方法を確立し, 組み合わせ状態でも新素材の後加工により比較的良好な 吸音率を得られることが明らかになった.

「参考文献」

1)羽柴ほか,天井パネルの吸音特性改善に関する研究, 富山県工業技術センター研究報告,No.27(2013),115 2) 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

生体適合性材料の開発

電子技術課 横山義之 日産化学工業(株) 岸岡高広

1. 緒言

温度応答性ゲルは、温度変化に伴って、①親水性(室温) ⇔疎水性(体温)が切り替わる、②膨潤⇔収縮を引き起こし体積が変化する、③水や薬剤を吸収⇔再放出する、という特徴を有している。これまでの研究で、この温度応答性ゲルに半導体フォトレジストのような感光性を付与し、フォトリソグラフィー法で直接微細パターニングできるように検討を行ってきた。

上記のフォトレジスト化した温度応答性ゲルを我々は「バイオレジスト」と名づけ、バイオ・MEMS 分野での実用化を目指している。その中では、1 細胞もしくは特定の大きさのスフェロイド(細胞塊)を一つずつ捕捉・配列できる細胞アレイチップや、再生医療用の高機能な細胞培養シート、マイクロ流体チップの流路を制御できるマイクロバルブ・ポンプへの応用に取り組んでいる。

本研究では、このバイオレジストの一層の機能改善に 取り組んだ。具体的には、バイオレジストの化学組成を 変更・改良し、特性が変化する"転移温度"が異なる種々 のバイオレジストの開発を行った。

2. 実験と結果

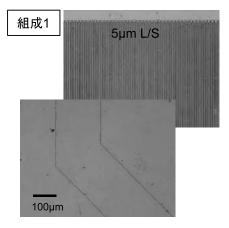
はじめに、化学組成が異なるバイオレジストを複数合成し、その中の代表的なバイオレジスト3種を、組成1、組成2、組成3と名付けた。次に、合成した化学組成が異なる種々のバイオレジストの光パターニング特性について検討を行った。ガラス基板上に、バイオレジストをスピンコートし、Xe-Hg ランプを光源としたフォトリソグラフィー法(コンタクト露光)によりマスクパターンを

転写した。その結果を図に示す。組成1、組成2、組成3 とも、フォトマスクに対してネガ型の良好な微細パター ンが得られることがわかった。ただし、組成3に関して は、残膜が若干発生し易く、化学組成の最適化がもう少 し必要であることも確認できた。

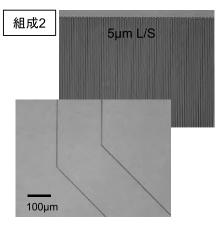
次に、得られたバイオレジスト 3 種の特性が変化する "転移温度" について、示差走査熱量計(Differential scanning calorimatry、DSC)(SII ナノテクノロジー(株)、DSC7020)を用いて測定した。低温(15°C)で十分な水を吸収させた状態のバイオレジスト 15mg をアロジン処理したアルミ密封容器に入れ、測定サンプルとした。昇温速度 1°C/min で測定し、昇温時に見られる吸熱ピークの位置から、転移温度を求めた。バイオレジストの組成 1では 32°C、組成 2 では 28°C、組成 3 では 23°Cに、転移温度がそれぞれ存在していることがわかった。

3. 結言

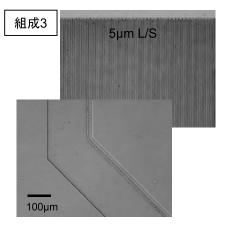
医療・バイオ・MEMS 分野への応用を目的として、バイオレジストの機能改善を行った。その中で、転移温度が異なるバイオレジストの開発を試みた。開発した 3 種のバイオレジストは、光パターニング実験の結果から、良好な光パターニング特性を有していること、また、DSC測定の結果から、転移温度がそれぞれ 32℃、28℃、23℃であることがわかった。本研究の成果によって、転移温度の異なる複数のバイオレジストを用途に合わせて使い分けたり、組み合わせたりすることが可能になる。それによって、再生医療やバイオ分野への応用の可能性が拡がると期待される。



DSCから求めた 転移温度:32℃



DSCから求めた 転移温度:28℃



DSCから求めた 転移温度:23℃

図 化学組成が異なる種々のバイオレジスト(組成 1、組成 2、組成 3)の光パターニング特性と転移温度

マグネシウム燃料電池の開発

機械システム課 本保栄治 石黒智明 電子技術課 高田耕児

若い研究者を育てる会 三協立山(株) 安田剛 (株)タカギセイコー 山崎鉄平 富山大学 高辻則夫

1. 緒言

マグネシウムはイオン化傾向が大きく、資源量が豊富なことから、負極材に用いることで高いエネルギー密度の高性能な電池ができる可能性がある。また、正極材に空気を用いることで重量あたりのエネルギー密度も大きくすることができ、また常に供給することができる。

本研究では、現在広く使われている汎用のマグネシウム合金を負極材に利用して、電解液を検討することにより、持続的に発電する電池の開発を目的とする。さらに、 正極材や触媒を検討することにより、高性能なマグネシウム燃料電池の開発を試みた。

2. 実験方法

2.1 電解液の検討

電解液による電池性能の差を簡易的に評価するため、(1)正極:銅(C1100)、負極:マグネシウム合金(AZ31)を電解液に浸漬する構成、および(2)正極:市販のカーボン電極、負極:マグネシウム合金をセパレータ(厚さ 2mm の不織布)で挟む構造の電池セル(電池型セル)を作製し、開放電圧および 10Ω 両端電圧の変化を評価した。

2.2 正極材の検討

正極は、市販のカーボンペーパーに主材:グラファイト、バインダー:ポリフッ化ビニリデン(PVDF)、溶媒: 1-メチル-2-ピロリドン(NMP)、および添加剤を混合したペーストを塗布して作製した。この正極を用いて、電池型セルにより、電解液の種類、正極材への触媒(二酸化マンガン)やアセチレンブラックの添加量の影響について、開放電圧および10Ω両端電圧の変化を評価した。

2.3 定電流放電による容量測定

Fig..1 に示す実験セルを作製し、負極マグネシウムの放電容量を測定した。容量測定は、10mA/cm²の定電流で行い、負極が完全に溶解した時点で測定終了とした。

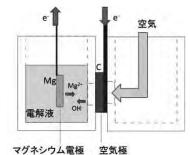


Fig. 1 Schematic drawing of Magnesium-air fuel cell.

3. 実験結果および考察

3.1 電解液の検討

20%塩化ナトリウム水溶液、pH 調整した 10%クエン酸水溶液、およびその混合液について検討を行ったところ、10Ω両端電圧の変化は塩化ナトリウム水溶液において最もよい性能が得られた。

3.2 正極材の検討

カーボンペーパーにペースト化したカーボンを塗布することで、開放電圧2.0Vと高い性能が得られた。さらに、二酸化マンガンおよびアセチレンブラックを添加することで性能が向上した。

3.3 定電流放電による容量測定

10mA/cm²の定電流放電で容量測定を行った結果を Table1 にその放電曲線を Fig.2 に示す。触媒として二酸化マンガンを添加することにより高い電圧が保持され、高い質量エネルギー密度が得られる。また、負極材として純マグネシウムよりもマグネシウム合金 AZ31 を用いたときに理論容量 2200mAh/g の 64%の高い容量が得られた。負極材による違いは、自己放電による影響と推察される。

Table 1 Measurement result of capacity.

水準		容量		
小牛	電解液	正極	負極	(mAh/g)
1	10%NaCl	カーボンペーパー	AZ31	1391.1
2	深層水	カーボンペーパー +カーボンペースト	AZ31	1382.7
3	10%NaCl	+MnO ₂	純Mg	591.3
4	10%NaCl	MnO₂なし	AZ31	1421.3

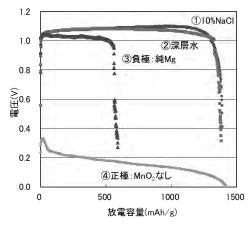


Fig. 2 Discharge curve.

(詳細は、平成 25 年度 若い研究者を育てる会「研究論 文集」p.26~33 を参照)

単層カーボンナノチューブを利用したデバイスの開発

電子技術課 角田龍則 二口友昭* 若い研究者を育てる会 北陸電気工業(株) 大門貴史

1. 緒言

カーボンナノチューブ (以下 CNT) は炭素原子のみからなる円筒状の構造体で、様々な優れた特性を備えた材料である。その直径は数~150nm、長さは数~10μm である。CNT の物性は、導電性が高く、熱伝導性が高く、強度が高く、無酸素状態では融点が高く、薬品や温度変化にも安定というものである。しかし、純度、金属・半導体型の選択性および溶媒への分散性などの技術的課題の解決が難しく、量産化は進まなかった。しかし、近年、合成方法の量産技術開発が進み、高純度の CNT が比較的、安価に供給されるようになった。

そこで本研究では、単層 CNT を利用するデバイスとしてもっとも汎用性が高く、大量に使用される可能性がある透明導電膜の開発を目的とし、研究開発をすすめることとした。

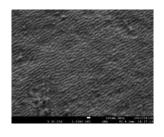
2. 実験内容

2.1 透明導電膜の作製

膜の形成は、CNT 分散液へのバインダー添加、混合分散、基板への塗布、乾燥の工程で実施し、CNT 分散液にバインダーを添加することで、粘度をあげ、膜形成をしやすくした。また基板への塗布はスピンコーターで行った。

2.2 基板の酸素プラズマ処理

当初、基材に膜を形成した際、乾燥工程で凝集が起こり、均一な膜ができなかった。そこで均一な膜を形成するために、基材に酸素プラズマ処理を行った。条件は出力 100 W、酸素流入量 30 mL/min、時間 10 min で行った。処理前後の基材 (PET フィルム) の SEM 像を図 1 に示す。プラズマ処理を行うことで、PET フィルムの表面に 100 nm 程度の凹凸が形成され表面状態が変化した。



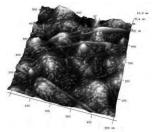


図 1 フィルム表面 SEM 画像 図 2 膜形成後 SPM 画像

*現 中央研究所

処理した PET フィルム上に単層 CNT 膜を塗布形成し、 走査型プローブ顕微鏡(SPM)で観察した。SPM 像を図 2 に示す。PET フィルムの凹凸上に、単層 CNT の付着が 確認できた。

2.3 バインダーの選定

今回使用した単層 CNT 分散液は水を媒質としている。 よって水に溶解する CMC をバインダーとして使用した。 CMC の添加割合と膜のシート抵抗値の関係を調べた後、 重ね塗り回数を変えてシート抵抗値を測定した。なお、 抵抗値は銀ペーストを電極として直流 2 端子法で測定した。5 回重ね塗りしたときの膜のシート抵抗値は 5.5 k Ω /sq. であった。重ね塗り回数を増やすとともに、膜のシート 抵抗値は減少した(図 3 参照)。

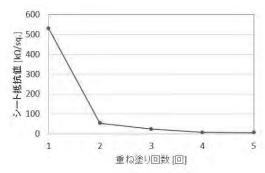


図3 重ね塗り回数とシート抵抗値

単層 CNT 分散液と CMC を用いれば、透明な膜を形成することができた。しかし膜の抵抗は高かった。そこで膜の抵抗値をさらに下げるために、バインダーを CMC から導電性樹脂(PEDOT)に変更して、試作評価をおこなった。5回重ね塗りしたときの膜の抵抗値は3.6 k Ω /sq. となり、重ね塗り回数を増やすとともに、膜の抵抗値は減少した。可視光透過率は重ね塗りを5回行った場合、60~85%であり。半透明な単層 CNT 膜を形成できた。

3. 結言

本研究では、単層 CNT を利用するデバイスとして汎用性が高い透明導電膜の開発を目的とし、研究開発をすすめた。結果として、単層 CNT 分散液および PEDOT を用いて PET フィルム上に透明な膜を形成することができた。膜のシート抵抗値は $3.6~\mathrm{k}\Omega/\mathrm{sq}$.であった。また可視光透過率は $60{\sim}85\%$ であった。

詳細は平成25年度若い研究者を育てる会「研究論文集」 p.14~19を参照ください。

接着剤を用いない異種材料の超音波接合に関する研究

機械システム課 羽柴利直 上野実 石黒智明

若い研究者を育てる会 田中精密工業(株) 猪原悠 谷野技術士事務所 谷野克巳

1. 緒言

近年,コスト低減や軽量化の観点から,異種材料の接合に関する技術開発のニーズが高まっている。本研究では,低コスト,短時間接合が可能であることなどの特長のある超音波接合に着目し,Fe 系材料の SUS304 と AI 系材料の ADC12 の接合に関して,調査を行った.

通常は、加振材を柔らかい ADC12、固定材を硬い SUS304 とするが、本研究では逆に、加振材を SUS304、 固定材を ADC12 として接合を試みた.

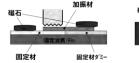
2. 実験方法

加振材の SUS304 には、40mm×15mm で板厚が 0.1mm, 0.3mm, 0.5mm, 0.8mm, 1mm の板材を用い、板厚の影響を検討した. 固定材の ADC12 には、50mm×25mm×3mm の板材を用いた. これらを、超音波工業(株)製の1200W 接合機 USW1200Z15S を用いて超音波接合した. また、接合強さは、引張り試験機(インストロンジャパン製 5567)にて最大引張りせん断荷重を求めた.

3. 実験結果および考察

3. 1 各材料の固定方法

加振材および固定材の固定方法には、図1に示す2種類の方法を検討した.接合試験片の最大引張りせん断荷重を比較したところ、図中b)の方法による固定のほうが、ばらつきが少ないことから、以下、b)法を採用した.





a)磁石による固定 b)クランプ・磁石による固定 図 1 固定治具の形態

3. 2 接合材の平面度

加振材の平面度(4か所のうねりを表面粗さ計により測定し、平均した値)と接合強さとの関係を調査した結果、 平面度が悪くなると、接合強さが顕著に低下した.これは、接合面積が減少するためであると予想される.

3.3 加振材の板厚

加振材の板厚と接合強さの関係を図 2 に、加振材の剥離面の写真を図 3 に示す.

板厚が 0.5mm で接合強さが最も大きくなり、それより 板厚が薄い場合、また、逆に厚い場合には、ともに接合 強さが小さくなった。原因としては、板厚が 0.5mm 未満 の領域については、剥離面の写真で SUS304 側にローレットの跡が見られることから、加振時に ADC12 にもローレットが食い込み、加振材と固定材とが同期して振動していたことや、薄い板材ほど平面度が悪くなりやすいことが考えられる。板厚が 0.5mm 以上の領域については、加振材が厚いほど、ローレットの食い込みによる変形が小さくなり接合界面での加圧力が分散して小さくなったことや、加振材内部で振動が減衰し界面振動が小さくなったことが考えられる。

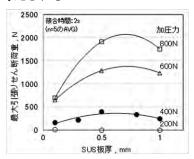


図2 加振材の板厚と最大引張りせん断荷重の関係

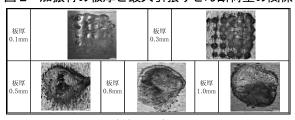


図3 引張り試験後の剥離面(SUS304側)

3. 4 加圧力および加振時間

加圧力,加振時間を増やすと,接合強さは増大した.接合条件によっては,接合部のせん断強さが180MPaとなり,ADC12のせん断強さ(200MPa)に近い接合強さが得られた.

4. 結言

加振材を SUS304, 固定材を ADC12 として, 超音波接合を試みた結果,接合条件の接合強さへの影響が明らかになった.接合条件によっては, ADC12 のせん断強さに近い接合強さが得られた.

(詳細は,平成25年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p1~6参照)

ナノインプリント技術による 金属ナノドットパターン形成に関する研究

電子技術課 横山義之 二口友昭** 企画管理部 坂井雄一 商工企画課 丹保浩行 若い研究者を育てる会 立山科学工業(株) 升方康智

1. 緒言

従来、金属や半導体の微細加工には、フォトリソグラフィー法が用いられてきた。しかし、この方法で微細加工を行うには、高額な露光装置を導入する必要がある。それに対して、微細な凹凸の付いたモールド(金型)を押し付けることで、微細加工を施すナノインプリント法が注目を集めている。この手法を用いれば、比較的安価な装置でナノスケールの微細構造の形成が可能である。

そこで、本研究では、安価な金属微細加工プロセスの 構築を目的として、ナノインプリント法を用いた金属微 細構造(Agナノドットパターン)の作製を試みた。さら に、得られたパターンを利用して、表面プラズモン共鳴 現象の観測を試み、バイオセンサーへの応用に向けた基 礎実験を行った。

2. 直接ナノインプリント法による微細パターンの作製

はじめに、固形分濃度 30wt%に調整した Ag ナノ粒子インク(平均粒径 10nm、アルバック製)をガラス基板上にスピン塗布した。次に、熱ナノインプリント装置(ナノインプロ Type 105、アイトリックス製)で、微細な凹凸を有するモールドを押し当て、所定の圧力で1分間保持し、パターンを転写した。その後、導電性を確保するため、Ag ナノ粒子同士を融着させる焼結(230°C、30min)を行った。金属ナノ粒子は、バルクの融点よりもはるかに低い温度で粒子同士の融着が可能である。用いたナノインプリントプロセスを図1に示す。

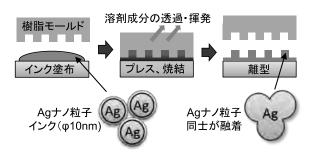


図 1 金属ナノ粒子インクを用いた直接ナノインプリントプロセス (プレス状態を維持したまま焼結)

この時、これまで用いていた石英製のモールドを、ガス透過性・柔軟性のあるシリコーン樹脂(ポリジメチルシロキサン、PDMS)製モールドへと変更し、溶媒を多く

マーイ/V(IDMB) 級モーバー E変更し、

含んだ液状のままの塗膜に対して転写を行うプロセスへと改良した。これにより、広範囲に均一な Ag ナノドットパターン(φ500nm、φ150nm)を低圧(0.13MPa)で転写することが可能になった。これは、溶剤を吸収・透過できる PDMS モールドは、モールド押し当て中に塗膜を乾燥させることができるため、流動性の高い液状の塗膜に対してモールドを押し込むことが可能になったこと、さらには、PDMS モールドが柔軟性を有していることにより基板や塗膜に多少のうねりが存在していても、しっかりとモールドが追従できたためと考えられる。

また、モールド離型後に行っていた焼結プロセスを、モールドを押し付けながら焼結を行うプロセスへと改良した。モールドからの圧力により焼結時の粒成長が抑えられ、焼結後もナノドットパターンが維持できることが分かった。焼結後の Ag ナノドットパターン(φ150nm)の走査型プローブ顕微鏡(SPM)像を図2に示す。

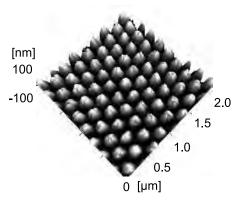


図 2 モールドを押し付けながら焼結を行った 直径 150nm の Ag ナノドットパターンの SPM 像

3. 表面プラズモン共鳴の観測

焼結後の Ag ナノドットパターン (φ150nm) の吸収スペクトルを測定する事により、表面プラズモン共鳴による吸収ピーク (約 370nm) を観測した。また、屈折率の異なる種々の溶媒中で測定を行い、それに伴う共鳴波長のピークシフトを確認した。この共鳴波長の屈折率応答を利用して、Ag ナノドットパターン表面へのタンパク質の吸着を検出することができた。これにより、表面プラズモン現象を利用した安価なバイオセンサーの開発が可能になると考えられる。(詳細は、平成 25 年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p.34~39 を参照。)

極低容量水力発電システムの研究

機械システム課 金森直希 上野 実 羽柴利直 電子技術課 佐山利彦 若い研究者を育てる会 コーセル(株) 住和大輔

1. はじめに

近年、マイクロ・ピコ水力発電システムの研究開発が盛んに行われているが、より小さな小水路や排水管路等の極低容量の水エネルギ源は、発電コストや水量の安定性の観点からほとんど利用されていない。しかし、使用場所や用途を限定すればこれら未利用の水エネルギ源の活用法を見出すことができると考えられる。そこで、本研究では、50W程度の極低容量水エネルギ源を活かすことができる用途・状況を検討し、具体的な水力発電装置の試作・試験を通して、極低容量水エネルギ源の活用可能性や将来の発電装置の改良に向けた問題点を抽出した。

2. 使用場所・用途および試作水車の検討

毎秒2.6 リットルの水が1mの落差を流れ落ちる際の仕事率である50W程度の水エネルギの使用場所、用途、発電機へ接続する負荷について検討した。常設ではなく一時的に水力を利用する状況に活路があると考え、沢があるキャンプ場や災害避難所付近の小川において、携帯電話の充電や最低限の照明に使う必要最小限の電源として出力2Wを目標とした。そこで、水車の設置・撤去の容易さおよび可搬性の高さが重要であると考え、軽量・小型かつ収納・展開が容易な「モバイル水車」を提案し、試作・試験を行った。

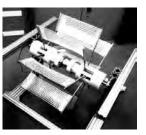
3. モバイル水車の試作・試験

搬送・移動および収納・展開時の利便性から、収納時の水車の大きさが A4サイズ以下かつ重量 1kg以下を目標として、水車タイプ、発電機、収納・展開機構を検討した。その結果、超低落差・超低流量に適し、上掛け・下掛けの両方の使い方が可能で、かつ比較的単純な形状である開放ホイール型の水車タイプを選択し、発電機には自転車用ハブダイナモを用いることとした。収納・展開機構については、主に三次元 CAD を使って検討を進め、最終的に Fig. 1(a)に示す機構に至り、Fig. 1(b)に示す水車を試作した。水車骨材は扇子のように畳むことができ、羽根板には柔軟膜材を用いている。想定出力を式(1)で求めると 2.76W であった。

$$P = \rho H W v^3 \eta_w \eta_e \tag{1}$$

ここで、 ρ は水の密度で 1000kg/m³、v は流速で 0.8m/s、





(a) 3D-CAD model

(b)Prototype

Fig. 1 Overview of the unfolded water wheel.

 η_w は下掛け水車の効率で 0.3、 η_e は発電機の発電効率で 0.6 とした。羽根板の水車半径方向長さ H および水車軸方 向長さ W は、それぞれ、0.1m および 0.3m とした。

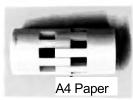
水車収納時の主要部品を Fig. 2 に示す。これらすべての主要部品は A4 サイズ内に収めることができ、羽根膜付き水車骨材部の重量は 0.89kg であった。

流速約 1m/s の実際の水路にて発電試験を行った(Fig. 3) ところ、負荷 30Ωのとき出力 0.5W となり、目標の 2W には届かなかった。羽根膜へ水流を誘い込む流入部の開発および発電機の開発が今後の課題であることがわかった。(詳細は、平成 25 年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p.20~25 を参照。)



(a) Folded state of the wheel parts.





(b) A Power generator and extension shafts.

(c) Fixed parts.

Fig. 2 Major parts.



Fig. 3 Experiment of power generation.

富山県工業技術センター研究報告

№28 2014

発行日 平成26年7月23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/