

REPORT OF THE
TOYAMA INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER

Nº 30 2016

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研究報告

Nº
30

2
0
1
6

富山県工業技術センター

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 ものづくり研究開発センター研究報告	1~20
II 中央研究所研究報告	21~70
◇材料技術課	
◇加工技術課	
◇評価技術課	
III 生活工学研究所研究報告	71~86
◇製品科学課	
◇生産システム課	
IV 機械電子研究所研究報告	87~122
◇機械システム課	
◇電子技術課	

富山県工業技術センター研究報告

№30 2016

発行日 平成28年7月29日

発 行 富山県工業技術センター
中央研究所・産学官連携推進担当・ものづくり研究開発センター
〒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/>

I 企画管理部・产学研官連携推進担当 ものづくり研究開発センター

□戦略的基盤技術高度化支援事業

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……………1

产学研官連携推進担当 水野 渡
中央研究所 住岡淳司
戸出化成(株) 高畠敏夫、牧 恒夫
(株)戸出O-Fit 吉井哲三、稻川貴史
富山県農林水産総合技術センター 木材研究所 藤沢泰士、鈴木 聰
京都工芸繊維大学 飯塚高志
(公財)富山県新世紀産業機構 (管理法人)

世界初の脆弱化合物層フリー・発光分析フィードバック (ESF) 高密度プラズマ窒化による

航空機部品向け高品質・高能率・クリーン深窒化プロセスの開発……………2

ものづくり研究開発センター 山岸英樹
中央研究所 柿内茂樹
(株)北熱、三晶エムイーシー(株)
富山県立大学、金沢大学
(公財)富山県新世紀産業機構 (管理法人)

□(独)科学技術振興機構「A-STEP」

アルミニウム合金とマグネシウム合金の大気下における極短時間での高強度面接合技術の開発……………3

ものづくり研究開発センター 山岸英樹
中央研究所 住岡淳司、柿内茂樹
企画管理部 富田正吾

□地域イノベーション戦略支援プログラム事業

バイオマスナノファイバー スキンケアベース材料の開発……………4

ものづくり研究開発センター 近藤兼司
中央研究所 岩坪 聰
ナノ粒子・ナノファイバー生成のための微細化技術の高度化……………5
ものづくり研究開発センター 村山誠悟、山岸英樹
中央研究所 岩坪 聰、柿内茂樹、宮田直幸
(株)スギノマシン 原島謙一

エレクトロスピニング方式によるナノファイバー不織布とセルロースナノファイバーの複合化による

医療用材料の開発……………6

ものづくり研究開発センター 成瀬大輔
生活工学研究所 金丸亮二、早苗徳光、吉田 巧
中央研究所 寺田堂彦
第一編物(株) 高嶋隆明、長田定克

□科学研究費補助金

マグネシウム展伸材の疲労中の特異的弾性挙動の解明と疲労損傷非破壊評価技術の確立……………7

ものづくり研究開発センター 山岸英樹

□フロンティア研究推進事業

マルチマテリアル部材の創成と高信頼性非破壊評価技術の開発	8
ものづくり研究開発センター	山岸英樹
中央研究所	柿内茂樹、清水孝晃、高林外広、宮田直幸
富山大学	柴柳敏哉

□一般研究

県産バイオマス(もみ殻)を利用したバイオマスプラスチックの開発	10
産学官連携推進担当	水野 渡
中央研究所	寺田堂彦
金ナノロッドの作製技術に関する研究	12
ものづくり研究開発センター	氷見清和
中央研究所	奈須野雅明、寺田堂彦

□企業との共同研究

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	14
産学官連携推進担当	水野 渡
中央研究所	住岡淳司、寺田堂彦
中越パルプ工業(株)	田中裕之、橋場洋美、疋田慎一、辻 翼、紙屋由貴

アルミ廃棄物からの有用資源回収による省エネエネルギー・システムの開発	15
産学官連携推進担当	水野 渡
アルハイテック(株)	高坂直樹、渡辺裕晶、飯久保忍

製品形状の安定化・品質向上と省エネを達成するヒーター内臓型スピニング金型の開発	16
ものづくり研究開発センター	山岸英樹
中央研究所	土肥義治
(株)TAN-EI-SYA	荒木順治、改井忍、新川博一

セルロースナノファイバー/ポリプロピレン樹脂ナノ複合材料の開発と自動車用樹脂成形部品への適用	17
産学官連携推進担当	水野 渡
中央研究所	寺田堂彦
(株)タカギセイコー	高橋伸忠
富山県立大学	真田和昭、永田員也

省エネ微粒化装置の開発	18
産学官連携推進担当	村山誠悟、近藤兼司
中央研究所	岩坪 聰
(株)スギノマシン	原島謙一、徳道世一

バイオマスナノファイバーを用いた整髪料の開発	19
産学官連携推進担当	近藤兼司、村山誠悟
中央研究所	岩坪 聰
五洲薬品(株)	佐伯行紀、宮本博幸、溝口訓弘、林 和美、寺島将太

セルロースナノファイバーを用いた導電性複合機能材料・シートの開発	20
産学官連携推進担当	水野 渡
中央研究所	塚本吉俊、佐々木克浩
中越パルプ工業(株)	田中裕之、加茂陽子、辻 翼
(有)アイレックス	横倉裕久

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 工芸科学研究所

公益財団法人富山県新世紀産業機構(管理法人)

水野 渡

住岡 淳司

高畠 敏夫、牧 恒夫

吉井 哲三、稻川 貴史

藤沢 泰士、鈴木 聰

飯塚 高志

1. 緒言

プラスチック成形加工でニーズが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、新型の長纖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年度より戦略的基盤技術高度化支援事業として行ったものである。

2. 結果概要

(全体概要)

3年間の事業の中で以下のような成果が得られた。

本事業では、長纖維対応型複合材料製造装置の開発、この装置を用いた火力発電所からなる石炭燃焼灰のクリンカッシュやフライアッシュ、ダムに溜まる流木、アルミ製品成型時のアルミスラッジ、蒸煮で改質したバイオマス系セルロース、樹木の樹皮を蒸煮し解纖した長纖維等をフィラーとして利用した複合材料を開発した。

長纖維対応型複合材料製造装置の開発では、パドルの検討や温度条件を最適化することにより、今回のフィラー類はいずれもPP樹脂と混練できることが分かった。また、連続して時間当り250kg以上の複合材料を製造可能な条件を確立した。

検討したフィラーの中では、フライアッシュを50%混練した材料は、シャルピー衝撃値や曲げ弾性率などの物性が大きくなり、価格面でも十分に市場性があることが分かった。また、フライアッシュの複合化によ

り強い耐光性が得られ、屋外で使用できる材料であることが確認できた。アルミスラッジを70%混練した材料は、水酸化アルミニウムの消火機能を材料に付与することができ、UL-94難燃性試験V-0の評価が得られた。長纖維の複合化により補強効果があることが確認できた。

現在、事業成果を基に試作品の提供、展示会への出展、関係企業への営業を行っている。

(工業技術センターにおける内容)

27年度は以下の検討を行った。

- ・フライアッシュおよびフライアッシュ複合材料の評価

配合するフライアッシュの電子顕微鏡観察、粒度分布測定、熱分析等を行いフィラーとしての適応性を評価した。フライアッシュ配合材料について複合化状態の観察、熱重量測定によるフライアッシュ配合割合の確認、荷重たわみ温度等の耐熱性評価、クリープ測定、耐光性試験等を行い材料の基本的な特性を求めた。これらの結果から、フライアッシュ複合材料の市場性を確認することができた。

- ・アルミスラッジ複合化のための基礎実験

アルミスラッジ複合化による難燃性機能の発現をより効果的にするために、各種添加剤を加えた場合の材料の状態を評価した。樹脂相溶化剤の添加によりアルミスラッジの分散性を向上させることができた。また、難燃性はアルミスラッジの配合割合が高い場合に発現することがわかった。

世界初の脆弱化合物層フリー・発光分析フィードバック(ESF) 高密度プラズマ窒化による航空機部品向け高品質・高能率・ クリーン深窒化プロセスの開発

ものづくり研究開発センター 山岸英樹、加工技術課 柿内茂樹
株式会社北熱、三晶エムイーシー株式会社、公立大学法人富山県立大学、
国立大学法人金沢大学、公益財団法人富山県新世紀産業機構(管理法人)

1. はじめに

従来プロセスのガス窒化は処理時間が長く、航空機業界等で求められる400 μm 程度の深窒化処理においては70時間以上を要することから、窒化処理時間の短縮が強く求められている。一方、プラズマのエネルギーで効率的に窒化反応が進行する一般的なプラズマ窒化では、その処理時間は60時間程度に抑えられるものの短時間とはいひ難い。また、いずれの窒化処理においても、最表層に不要に生成される脆弱化合物層の除去及び寸法精度の確保のため、後工程として研削加工が必要であり、ねらいとするよりも深い窒化処理が必要である。

本研究では、効率よく深い窒化層を得るとともに、脆弱化合物の発生を抑制するため、比較的マイルドなプラズマ処理であるラジカル窒化を応用しながら発光分析フィードバック機構を備えた脆弱化合物層フリーESF(Emission Spectrometry Feedback)プラズマ深窒化装置を開発、そのプロセス条件を確立する。またレーザプロセスも組み合わせた研削技術の高度化(高精度化、高サイクル生産化)を図るとともに、従来、破壊検査(硬さ分布試験)により管理していたその処理深さについて、超音波により非破壊検査できる技術開発を目指す。

富山県工業技術センターにおける分担項目は、上記の超音波を用いた窒化層処理深さの非破壊評価技術の確立である。まるで医者が聴診器を当てるような使い方で、その場で簡単に処理深さを測定可能とする技術開発を目指すものである。

2. 取り組み概要(工業技術センター分担)

用いた超音波モードは、材料感受性の高い横波かつ部材表面から検査ができる水平せん断波(透過SH波法)とした。図1(a)に本測定システムの概略図を示す。また図1(b)に本システムで得られる超音波受信波形イメージを示す。窒化処理層(拡散浸透層)は生地と組成(化学的結合状態)が異なることから弾性率が変化していると考えられる。すなわち材料音速が生地とは異なるものとなっていると考えられる。従って、図1(c)に示すように窒化層の厚みの変化に伴い、超音波の伝播時

間(あるいは音圧)が変化することが期待できる¹⁾。このように、本研究では、窒化処理深さを変えたTP(試験片)に対し、超音波受信波形を取得、測定精度の高い計測マナーに基づく検量線法による非破壊検査技術を実験的に確立する。

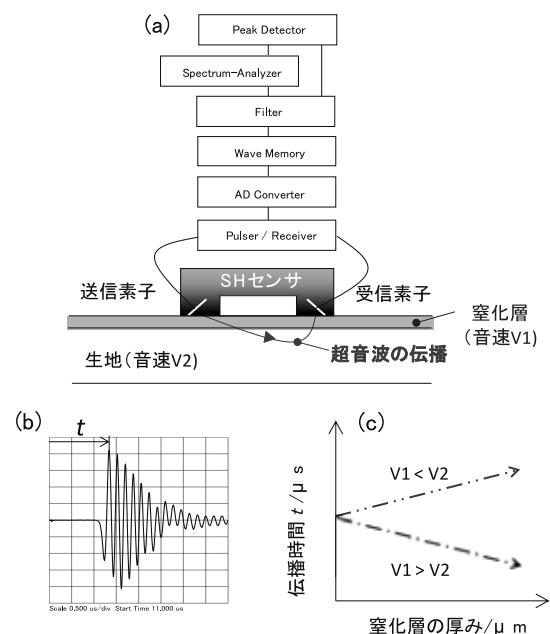


図1 (a)回折SH波法による超音波測定システム概略、
(b)受信波形イメージ、(c)検量線イメージ

上記技術確立のため、初年度は、まずSHセンサの設計条件(中心周波数、送受信角度、素子ギャップ等)や測定条件(与圧、保持時間、音波送受信条件等)を平板基材に合わせて最適化、窒化処理材に適用しその性能を確認した。その結果、窒化処理層が音波挙動に大きな影響を与えることを明らかにし、構築しようとする測定原理及び手法の妥当性を示した。

参考文献

- 1) 山岸他：特許第52721959号、「金型の非破壊検査方法とその装置」

※本研究は、経済産業省のH27年度戦略的基盤技術高度化支援事業において実施したものである。

アルミニウム合金とマグネシウム合金の大気下における 極短時間での高強度面接合技術の開発

ものづくり研究開発センター 山岸英樹、材料技術課 住岡淳司、
加工技術課 柿内茂樹、企画管理部 富田正吾

1. はじめに

アルミニウム合金とマグネシウム合金のマルチマテリアル化を実現する基盤技術として、これまで鍛接法の開発に取り組んできた。本法は継手強度も高く実用に向くプロセスである¹⁾。しかしながら、その接合界面の反応層は薄く、どのような接合状態であるか明らかではなかった²⁾。本研究では、ナノスケールの成分分析が可能な走査透過電子顕微鏡(STEM)を用いてその構造を明らかにし、本接合メカニズムを解明した³⁾。

2. 結果

各種インサート材(Cu, Ni, Ti)を用いた鍛接部材のマグネシウム側接合界面における EDS 線分析結果を図 1(a-c)に示す。なお、チタンインサート材を用いた場合においては著しく接合強度が増し、アルミニウム合金の母材破断となるため、接合後に適当な熱処理を実施している。分析の結果、最高強度となったチタンインサート材が桁違いに薄い反応層であることが確認できた(33 nm)。一方、銅及びニッケルインサート材における本界面は多層の構造であることが明らかになった。

図 1(d)にチタンインサート材を用いた場合の EDS 面分析の結果を示す。本反応層には、マグネシウム合金母相に比べアルミニウムが著しく濃化した数十 nm 厚の Ti-Al 系金属間化合物が比較的均一に形成されていることが確認できた。また他インサート材の面分析等の結果と比較すると、界面の酸化についてもほとんど確認することができなかった。つまり、チタンインサート材においては、他のインサート材と異なり、「酸化の影響がほぼ無い薄く均一な接合界面を形成」していることが分かった。

チタンとマグネシウムは、相互溶解度が極めて小さい。すなわち、本接合機構として、マグネシウム合金に含まれるアルミニウム成分とチタンとの反応により、極めて薄く良好に接合していることが分かった。活性なマグネシウムにクリティカルな反応層を形成させないことが

本接合法における高強度界面形成の重要なポイントとなっている。また、チタンは熱間での塑性流動性が他のインサート材比べ極めて高い。これにより新生面の形成が容易となり、大気中のプロセスでありながら酸化の影響が無い界面を形成したものと考えられる。

マグネシウムとの反応が乏しく熱間での塑性流動性の高い純チタンをインサート材として用いることでマグネシウム合金とアルミニウム合金の高強度な接合が可能になることを明らかにした(接合メカニズムの解明)。

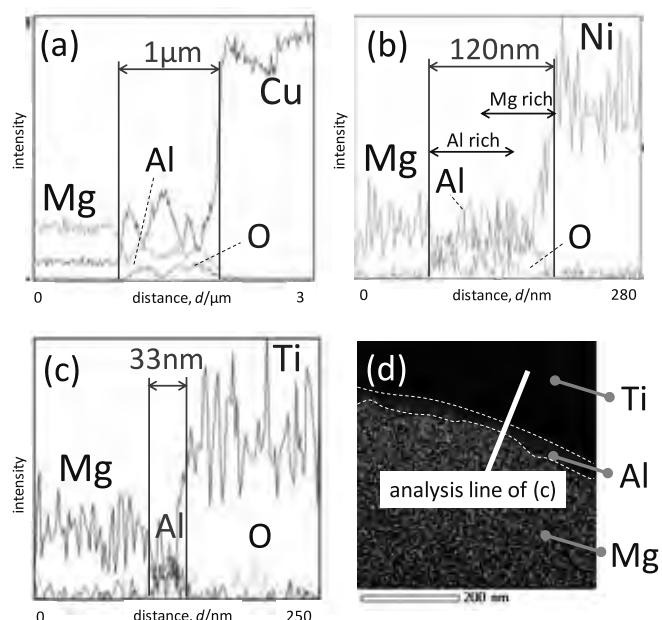


図 1 (a-c)各種インサート材(Cu, Ni, Ti)を用いたAl-Mg鍛接のMg合金側界面における線分析及び(d)Tiインサート材における面分析

参考文献

- 1) 山岸他：特許第 5830727 号、「結合部材及びその製造方法」
- 2) H. Yamagishi et al.: *Metall. Mater. Trans. A*, **46** (2015) 3601-3611.
- 3) 山岸他：溶接学会秋季全国大会講演概要, 97 (2015) 60-61.

謝辞

本研究の一部は、科学技術振興機構(JST)の H26 年度研究成果最適展開支援プログラム FS ステージ(探索タイプ: AS26Z00038K)及び H26-27 年度大阪大学接合科学研究所の接合科学共同利用・共同研究拠点共同研究員制度の支援のもとに実施した。

バイオマスナノファイバー スキンケアベース材料の開発

ものづくり研究開発センター 近藤兼司 評価技術課 岩坪 聰

1. 目的

地球上での資源量が圧倒的に多いセルロースや、甲殻類のキチン・キトサンといったバイオマスを有効利用することが望まれている。特にセルロースは、これまでにも天然由来素材ということで、化粧品原料に幅広く利用されている。そこで、ナノファイバーの高度微細化技術により、セルロースを中心としたバイオマスを使ったナノファイバーを作成し、化粧品原料をメインとする新規材料を開発した。

2. 実験方法

バイオマスナノファイバーは、(株)スギノマシン社の“BiNFi-s”を用いた。

3. 実験結果および考察

3.1 スキンケアベース材としての機能検証

重合度の異なるセルロースナノファイバーを用い、粘度、粘弾性測定を行った。

粘度は、重合度に依存した数値を示し、官能的な触感評価は高分子増粘剤に類似していたが、粘弾性は、エマルジョン（分散体）の特性を示した。

3.2 バイオマスナノファイバーの安全性に関する検討

化粧品業界では原料や化粧品に対し、動物実験代替え法による安全性試験の実施を要求されており、現時点でOECDのガイドラインに記載・準拠している方法でのセルロースナノファイバーの安全性試験を行った。結果は、いずれの試験でも陰性結果であった。

3.3 複合化スキンケア材料の評価

セルロースナノファイバー添加化粧品の試作を行った。性状は乳液・クリーム状の製品を目指したものである。試作した化粧品中のセルロースナノファイバーの濃度を変化させて、水分保持能の評価と触感確認を行い、セルロースナノファイバーの添加効果を確認した。

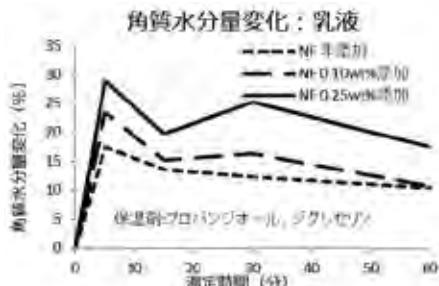


図1 角質水分変化(時間依存)

貯蔵剛性率&損失剛性率: 乳液

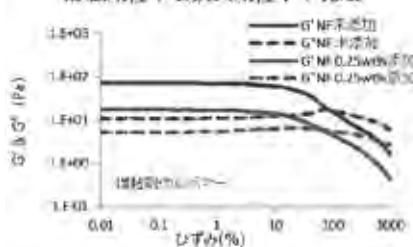


図2 貯蔵剛性率(G')と損失剛性率(G'')の評価

結果はセルロースナノファイバー添加で、水分保持能力は、添加濃度に付加して向上が確認できた。

レオメーターによる評価では、貯蔵剛性率(G')と損失剛性率(G'')がそれぞれ低下している結果から、セルロースナノファイバーを添加することで良好な触感を加えることができることが確認できた。

3.4 スキンケア有効成分との混合手法の開発

化粧品原料に多く含まれる塩類の影響についてのセルロースナノファイバーに混合して検討した。

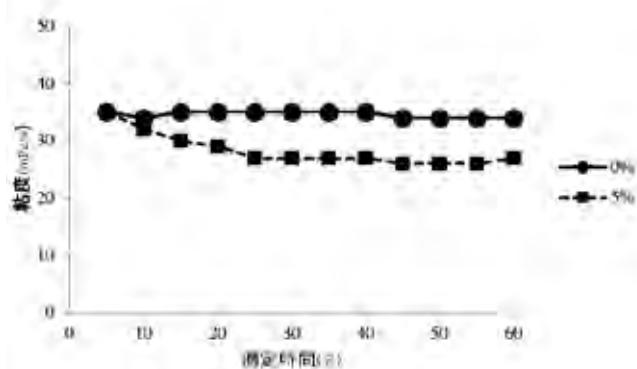


図3 塩添加によるセルロースナノファイバー粘度変化

多くの増粘剤が塩添加によって、急速な粘度低下を引き起こすのに対して、セルロースナノファイバーの粘度低下は小さく、5%添加でも未添加に対し、約20%の減少であった。

4. 結言

今年度は、セルロースナノファイバーを中心に増粘性に係わる評価や化粧品試作や添加原料の影響を検討し、また、ナノファイバーの安全性評価を行い、陰性の結果を得た。次年度は、ナノファイバー添加効果や各種原料との混合方法の検討を行い、加えて機能性材料のナノファイバー化を行い、材料の機能性について検討する。

ナノ粒子・ナノファイバー生成のための微細化技術の高度化

ものづくり研究開発センター 村山誠悟, 評価技術課 岩坪聰 山岸英樹 柿内茂樹 宮田直幸
株式会社スギノマシン 原島謙一

1. 緒言

現在の最先端のものづくりにおいては、新規材料開発や従来材料の構造変化による機能性向上技術が不可欠になっている。一般的に、材料は粉体にした後に成形し製品にするため、この粉体の粒子径や粒子形状が最終製品の性能に大きな影響を与えており、各産業分野では、粒子径を小さくするために様々な試みが展開されているが、現存の微細化技術では、粒子径が数十 nm 以下では強い凝集が起こり、その領域を通常生産として扱う事が出来ていない。本研究では、ナノ粒子・ナノファイバーの凝集体を一次粒子径まで単分散させるプロセスの開発を行なう。また同時に、高圧噴射型湿式微粒化装置をベースとして、そのプロセスを実現する装置開発も行なっている。

2. 実験方法

今年度は、凝集体原料をナノ単分散化させるため、表面改質効果および電荷調整効果を有する電気化学的分散技術について検討を重ねた。具体的には、電気化学的分散技術と機械的分散技術を複合させた新規分散プロセスおよび分散装置を開発(試作)し、これによって凝集体原料のナノ単分散化を試みた。凝集体原料には、単分散状態で市販されているコロイダルシリカを熱あるいはpH調整して作製したコロイダルシリカの凝集品を使用した。ナノ単分散化の評価は、動的散乱式粒度分布測定とゼータ電位測定を用い、処理前後のメジアン径およびゼータ電位の比較によって行なった。

3. 実験結果および考察

表1に、「コロイダルシリカ市販品」、市販品を凝集させた「コロイダルシリカ凝集品」、凝集品を新規分散プロセスによって処理した「コロイダルシリカ処理品」、また比較として既存の湿式微粒化装置で凝集品を処理した「コロイダルシリカ湿式微粒化装置処理品」の各測定結果を示す。また、各サンプルの頻度分布を図1に示す。

各サンプルのメジアン径およびゼータ電位の結果より、コロイダルシリカ市販品では単分散状態のコロイダルシリカのメジアン径およびゼータ電位を得ることが出来た。コロイダルシリカ凝集品では、コロイダルシリカが熱あるいはpH調整によって凝集している様子が確認出来た。コロイダルシリカ湿式微粒化装置処理品では、既存の装

置では凝集したコロイダルシリカを再度単分散する事が出来ない事を確認した。コロイダルシリカ処理品では、新規分散プロセスによって凝集したコロイダルシリカを再度単分散出来ることがわかった。また頻度分布においても、コロイダルシリカ市販品と処理品は約30nmを頂点とする单一のピークで示されているため、いずれも単分散状態である事が示された。

表1 各サンプルのメジアン径とゼータ電位の変化

	メジアン径 (nm)	ゼータ電位 (mV)
コロイダルシリカ市販品	33	-48.9
コロイダルシリカ凝集品	56	-4.17
コロイダルシリカ処理品	37	-56.4
【従来比較】		
コロイダルシリカ 湿式微粒化装置処理品	50	-4.50

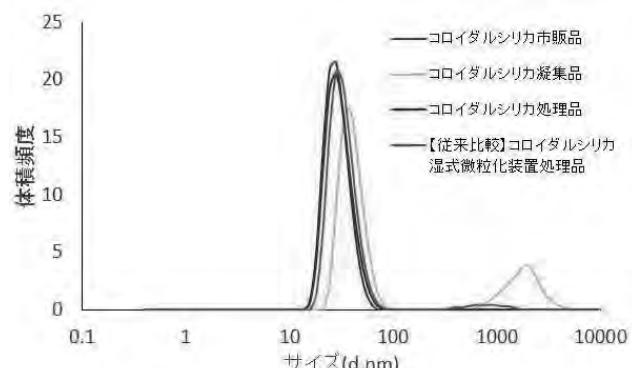


図1 各コロイダルシリカサンプルの粒度分布

4. 結言

今年度は、電気化学的分散技術と機械的分散技術を複合させた新規分散プロセスおよび分散装置を開発し、これによってコロイダルシリカのナノ単分散化に成功した。来年度は、開発した新規分散プロセスによって様々な原料の分散の分散処理を行い、装置の更なる改良に努める。

エレクトロスピニング方式によるナノファイバー不織布とセルロースナノファイバーの複合化による医療用材料の開発

ものづくり研究開発センター 成瀬大輔, 生産システム課 金丸亮二 早苗徳光 吉田巧, 中央研究所 寺田堂彦
第一編物株式会社 高嶋隆明 長田定克

1. 緒言

エレクトロスピニング装置で作製したナノファイバー不織布は、極薄でありながら優れた防水性、通気性を有する。これらの特徴は経皮吸収製剤、皮膚貼付用テープ製品などに要求される機能であることから、医療分野でのナノファイバー不織布の応用が期待されている。しかし從来からのナノファイバー不織布ではこれら製品の基布としては強度が不足する。そのため、天然由来素材で生体適合性の高く強度の大きいことを特徴とするセルロースナノファイバー(以下 CNF と表記)を組み合わせることにより、高機能かつ快適性の高い医療用材料を開発することを目的とする。

2. 実験方法

今年度は、ナノファイバーの原材料としてエステル系、エーテル系、ポリカーボネート系のポリウレタンをそれぞれ A,B,C として選定し、樹脂の調合ならびに実験条件を見出すためのシングル紡糸を行った。紡糸したナノファイバーシートに対し、伸度試験、耐高温高湿試験、透湿度試験を行い、3 種のポリウレタンの特徴の把握や利用用途の検討を行った。

得られたポリウレタンナノファイバーに対し、セルロースナノファイバーをアセトン溶媒に希釈分散させた希釈液を付帯した。これを乾燥させることによりセルロースナノファイバーが均一分散した複合ナノファイバーが得られた。

3. 実験結果および考察

3.1 3 系統のポリウレタン樹脂の紡糸比較と性能評価

樹脂 A,B,C の評価試験結果を以下の表 1 に示す。エステル系やエーテル系の PU 樹脂 A,B は極度の高温高湿環境では水分を含むことによる膨潤や、高温条件にさらされることによってナノ纖維が融解してしまう。一方でポリカーボネート系の PU 樹脂 C は同条件下に 30 日間置いても纖維系を保ったままであり、優秀な耐水性及び耐熱性を有していることを確認した。一方で通常時の伸度は

高温高湿試験期間/日 (80°C, 100%)	エステル系樹脂A			エーテル系樹脂B			ポリカ系樹脂C		
	0	4	30	0	4	30	0	4	30
伸度平均/%	74.1	38.6	-	133.6	-	-	62.8	134.3	186.4
最大荷重/N	2.4	0.8	-	2.5	-	-	2.9	1.78	0.9
弾性率/MPa *	10.1	7.8	-	8.6	-	-	16.6	5.12	2.7
透湿度/g/m ² ・24h (B法による)	130,000		70,000		100,000				

Fig. 1 各種ポリウレタンの性能評価試験結果

樹脂 B が最も優れており、伸びが非常に良いことが分かる。また、透湿度を比較したところ樹脂 A が最も良好な数値を示した。

この結果より、CNF を表面付帯する場合は最も耐水性に優れているポリカーボネート系樹脂を選択することとした。

3.2 ナノファイバー不織布とセルロースナノファイバーの複合化

3.1 で得られたナノファイバー不織布に対し、バーコートや浸漬・含浸を行うことで表面上に、セルロースナノファイバーを付帯した。昨年度の研究では、水分散で付帯していたために、水の乾燥性と表面張力が CNF の均一分散を阻害していた。均一分散性を引き上げるために、CNF 水分散液をアセトン混和することによって乾燥性の向上と低表面張力化を達成した。

また、ホモジナイザーを用いて溶液の分散を行うことにより、昨年度よりもより均一に表面付帯を行うことができた。しかしながら、希釈溶媒としてアセトンを用いたことにより、ポリウレタンナノファイバーが膨潤を起こす、あるいはひび割れを起こすという、強度低下を引き起こす結果となった。

4. 結言

	ナノファイバー単体	CNF付帯水分散液	CNF付帯アセトン分散液
伸度平均/%	97.4	98.8	76.0
最大荷重/N	2.8	3.4	1.9
弾性率/MPa *	5.0	5.6	7.8

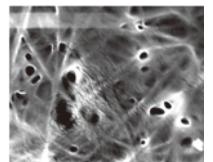


Fig. 2 ナノファイバー破断時の強度および伸度(左)

Fig. 3 アセトンによるナノファイバーのひび割れ

ポリウレタンの調合について本年度は多くの知見を得ることができ、用途に応じた樹脂選択を可能とした。また、ナノファイバー付帯時により均一付帯を行うには低い表面張力と乾燥性の高さを確保することが重要であることが確認できたため、来年度はより温和な条件での表面付帯を行う。また、疎水性溶媒に分散した CNF を用いることによって、ポリウレタン樹脂内に直接 CNF を練りこみ、紡糸するという手法にも取り組む予定である。

マグネシウム展伸材の疲労中の特異的弾性挙動の解明と 疲労損傷非破壊評価技術の確立

ものづくり研究開発センター 山岸英樹

1. はじめに

マグネシウムは軽量でリサイクル性が良いことから、その展伸材はサステイナブル社会構築のための構造部材として、輸送機器などへの利用拡大が強く期待されている。しかしながら、結晶構造及び集合組織形成に由来する強い機械的性質の異方性のため、塑性加工技術上の問題だけでなく、設計段階において疲労強度の算定が困難という実用上大きな問題からも、その活用があまり進んでいない。このため疲労強度の信頼性向上に資する目的で、変形機構の解明や疲労特性に関する研究が精力的に行われているが、従来研究の大半は破壊的評価に基づくものである。すなわち、破壊が起きた後の組織解析あるいは組織状態とき裂進展に関する研究であるため、いくらその変形機構を明らかにしても、加工履歴で機械的性質が大きく異なる本材においては、疲労における強度信頼性を直接的に保証することができない。

このような状況の中、著者らは複数の伝播モードを用いた超音波パルス法により、疲労過程における各種弾性率、残留応力、内部摩擦などの弾性挙動を多角的にモニタリングすることで、疲労損傷量を検知する研究を行ってきた^{1,2)}。本法は、従来の破壊的評価に基づく研究とは異なり、非破壊検査技術の観点から疲労強度信頼性の問題を根本的に解決できる。

本研究の目的は、安価な超音波パルス法によりマグネシウム展伸材の疲労に伴う弾性挙動を体系的に評価し、その挙動要因を詳細な材料解析と共に解明することで、簡便・低コストで実用に資する疲労損傷非破壊評価技術を確立することである。ひいてはIoT(Internet of Things)用のセンシング技術やマグネシウムを用いた構造部材のマルチマテリアル化促進に資することも期待できる。

2. 実験結果など

図1に、純マグネシウム押出材($t=5.5\text{ mm}$)に押出方向と垂直に単軸引張疲労を付与した場合の($\sigma_a=36.5\text{ MPa}$, $R=0$, $N_f=63,471$), 疲労進行に伴う各種超音波音速及びその結果算出した各種弾性率の変化を示す。ここで超音波はいずれも板厚方向に伝播させ、横波については偏向面を荷重方向(LD)及びその垂直方向(TD)とした。EBSD

等による材料解析の結果(図2)も併せ、本低サイクル疲労においては、結晶粒界(GB)あるいは双晶境界(TB)の損傷により、各弾性率が疲労の進行に伴い数%の大きなレベルで低下することを明らかにした。なお、図2(b-c)のようなSEM等で観察できる巨視的な界面の剥離は、弾性率の低下に比較し極めて僅かであること、また弾性率の低下挙動は荷重方向に強く影響を受けていることから、図1(a)の音響異方性を考慮すると¹⁾、本疲労における界面の損傷はナノレベルの剥離であると考えられる。

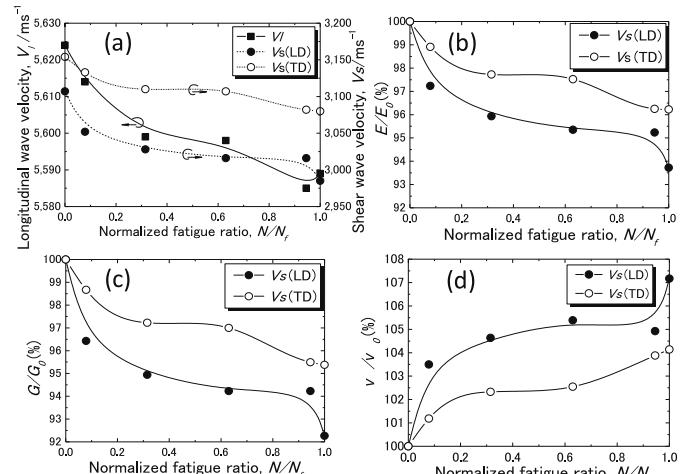


図1 低サイクル疲労破壊($N_f=63,471$)に伴う力学特性の変化。
(a)音速(縦波及び横波)、LD:偏方向荷重方向、TD:偏方向荷重垂直方向),
(b)ヤング率、(c)剛性率、(d)ポアソン比

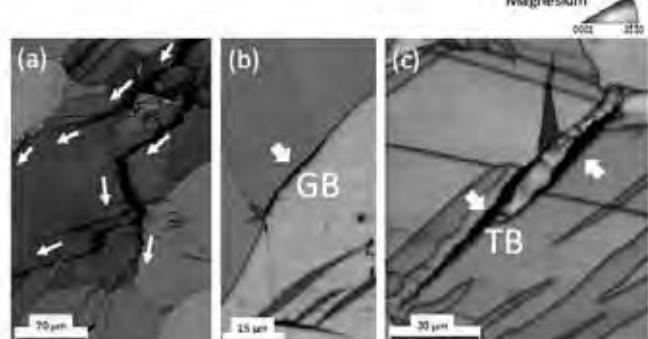


図2 低サイクル疲労破壊後($N_f=63,471$)の断面EBSD解析。(a)表層起点近傍(矢印方向に疲労き裂進展)、(b-c)板厚中央近傍((b)結晶粒界、(c)双晶境界。矢印位置に剥離)

参考文献

- 1) H. Yamagishi and M. Fukuhara.: *Acta. Mater.*, 60 (2012) 4759-4767.
- 2) H. Yamagishi and M. Fukuhara.: *Metall. Mater. Trans. A*, 46 (2015) 5114-5125.

謝辞

本研究はJSPS科研費15K05707の助成を受けたものである。

マルチマテリアル部材の創成と高信頼性非破壊評価技術の開発

ものづくり研究開発センター 山岸英樹、加工技術課 柿内茂樹、清水孝晃、高林外広

評価技術課 宮田直幸、富山大学 柴柳敏哉

1. はじめに

省エネルギー化社会実現のため、エネルギー消費の割合が高い輸送機器の抜本的な軽量化が世界的に求められている。車両の軽量化には、従来の鋼材の改良だけでは大幅な軽量化に限界があるため、近年では、より軽量な高機能素材を適材適所に使用するマルチマテリアル化による最適設計・軽量化のニーズが高まっている。このため自動車分野を中心として、高強度で信頼性の高い異材接合技術の開発が活発化している。

このような中、本県の強みである軽金属および樹脂など「高機能素材」と地域の官学が強みとしている「接合技術」及び県ものづくり産業未来戦略(H26.5 策定)において戦略設備として工業技術センターに導入された次世代の超音波探傷機(PAUT: フェーズドアレイ超音波探傷試験機)を用いた「非破壊検査技術」を組み合わせ発展させることで、本県からマルチマテリアル部材(異材接合)を創成するとともに実用化に必要となる高い信頼性(品質健全性の保証)を部材に付与し、市場への参入促進を図ることが可能になると考えられる。

金属における異材接合、特に一般的な溶融溶接の場合は、通常、接合部に脆弱な反応層(金属間化合物相)が形成されやすく、またクラックなどの欠陥が多く生じ、接合が全く出来ない、あるいは非常に強度が小さいという問題が生じる。高強度・高品質のマルチマテリアル部材創成のためには、この接合界面の脆弱な反応層を極力薄くすることが重要である。

本研究では、上記目的の下、反応層の成長を抑制することが期待できる固相接合技術に着目し、アルミニウム合金とマグネシウム合金の組合せにおいて、面接合技術である①「鍛接法」、また線接合技術である②「摩擦攪拌接合(FSW)法」によるマルチマテリアル部材創成に取り組んだ。なお②については、PAUT による探傷試験についても実施し、高強度な異材接合技術とともに、開口合成法による高感度な非破壊検査技術を蓄積した¹⁻⁴⁾。また、H26 年度経産省補正地域オープンイノベーション促進事業で導入した複合化成形サーボプレス機

(コマツ産機株:H1F200-2)を用いて、炭素繊維強化熱可塑性プラスチック(CFRTP)とアルミニウム合金の③「かしめ法」によるマルチマテリアル化技術の開発に取り組んだ。

ここでは、①「鍛接法」及び③「かしめ法」について、その結果の一部を示す。

2. 実験方法及び結果

2.1 アルミニウム合金とマグネシウム合金の鍛接

アルミニウム合金とマグネシウム合金の鍛接法において、インサート材が接合性に及ぼす影響を明らかにするとともに本法の高強度化及び生産性の向上を図るために、種々のインサート材(Cu, Ni, Ti)を用いて予熱温度及び加圧力を変え鍛接加工し、その機械的性質、金属組織及びナノスケールの反応層について調査した^{5, 6)}。

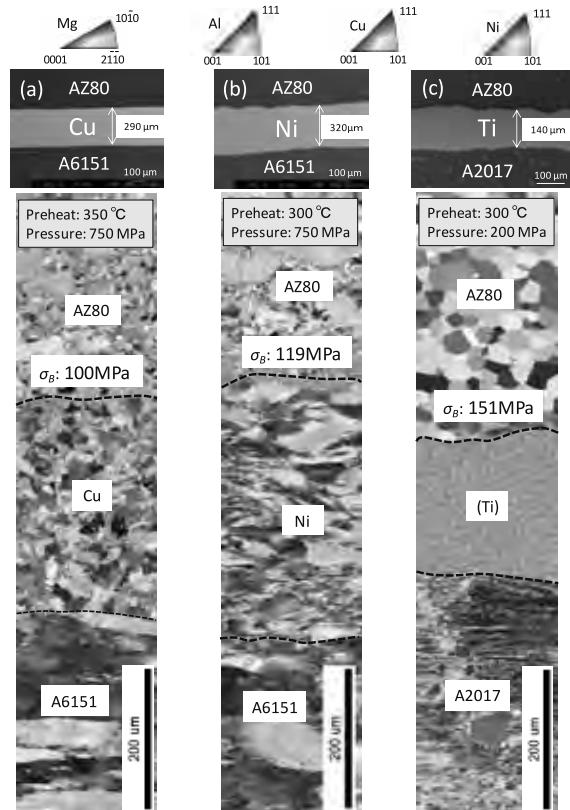


Fig. 1 Inverse pole figure maps of the cross section of the forge-welding, magnesium alloy to aluminum alloy, bounded using a 1 mm thick of (a) Cu, (b) Ni or (c) Ti sheet.

結果、インサート材に Ti を用いた場合に最もマイルドな加工条件でありながら最も高い引張強さとなった。そのマグネシウム合金側の反応層の厚みは、概ね 20~80 nm の範囲であり、他に比べ薄いものであった (Cu 材では約 1 μm まで成長)。なお、本材については、接合界面の強度が高くなりアルミニウム合金側で母材破断したことから、鍛接後に適当な熱処理を施している。

Fig. 1 に、各インサート材において最高強度を示した鍛接界面近傍の結晶方位解析結果(IPF map)を示す。強加工プロセスのため、いずれも加圧方向に従った比較的強い集合組織(配向)を有していることが分かる。

2.2 CFRTP とアルミニウム合金のかしめ接合

外部ヒーターによる温調機構を備え、プレス及びダイカッショントモに AC サーボモータ駆動の複合化成形サーボプレス機を用いて、ともに短冊形状(W50×L150×t3 mm) の CFRTP とアルミニウム合金 ($\phi 15\text{mm}$ 穴加工部) を重ね、CFRTP 側からパンチによりかしめ接合し、その引張せん断荷重を測定した。

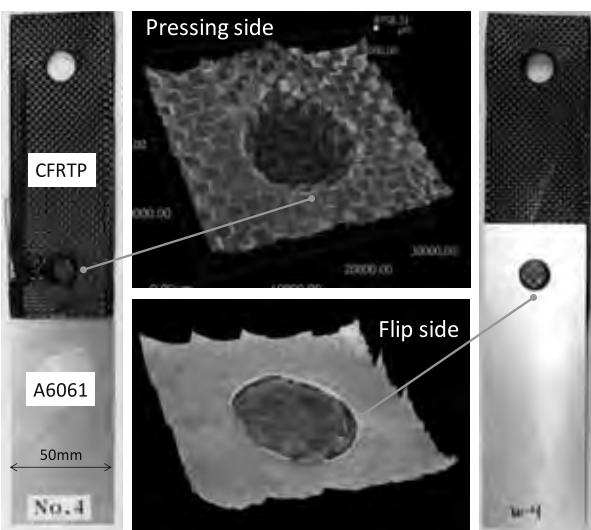


Fig. 2 Appearance of a swaged joint of CFRTP sheet to A6061 sheet using a servo press.

Fig. 2 にかしめ部外観のデジタルマイクロスコープ像を示す。加工条件を整えることで炭素繊維の破断など外観上目立った破壊が無い成形を実現した。

Fig. 3 に本総手の引張試験結果を示す。最大引張せん断荷重は 5,727 N であった。かしめ部面積($\phi 15\text{mm}$)における相当引張せん断強さは 32 MPa となり、一般的なアクリル系接着剤(18MPa)⁷⁾以上の強度を示した。

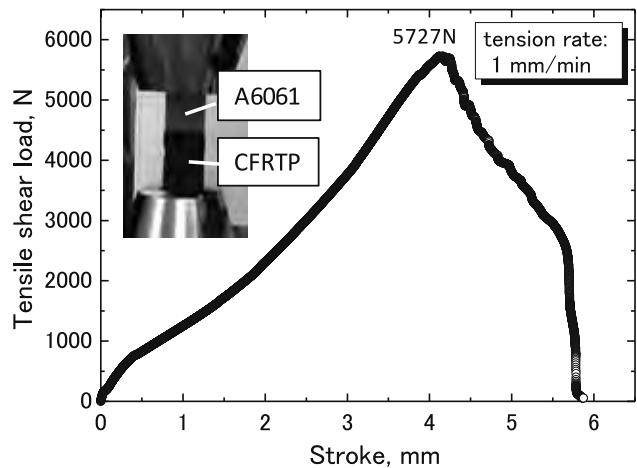


Fig. 3 Tensile shear test of the swaged joint.

「参考文献」

- 1) 佐藤ほか：溶接学会秋季全国大会講演概要，97(2015)4-5.
- 2) 塩谷ほか：第 23 回超音波による非破壊検査シンポジウム講演概要論文集, (2016)41-42.
- 3) 渡辺ほか：溶接学会春季全国大会講演概要，98(2016).
- 4) 井上ほか：溶接学会春季全国大会講演概要，98(2016).
- 5) H. Yamagishi et al.: *Metall. Mater. Trans. A*, 46(2015) 3601-3611.
- 6) 山岸ほか：溶接学会秋季全国大会講演概要，97(2015)60-61.
- 7) メタルロック, <http://www.shimoda-kaemon.co.jp>, (2016.3).

キーワード：マルチマテリアル、鍛接、かしめ、アルミニウム合金、マグネシウム合金、CFRTP

Development of Multi-Material Joint and its Nondestructive-Evaluation Technique

Toyama Industrial Technology Center; Hideki YAMAGISHI, Shigeki KAKIUCHI, Takaaki SHIMIZU,
Sotohiro TAKABAYASHI, and Naoyuki MIYATA, University of Toyama; Toshiya SHIBAYANAGI

The multi-material joints were developed under the various processing methods. Especially, the pressing processes, forge welding and swage, were extensively examined due to the suitability for mass production. In the forge welding process, high-strength Al-Mg bonding was demonstrated using a Ti interlayer. In the tensile shear-strength of a CFRP-Al joint, it was confirmed that the developed swage process was superior to a common acrylic-adhesive bonding.

県産バイオマス(もみ殻)を利用したバイオマスプラスチックの開発

企画管理部 産学官連携推進担当 水野 渡

中央研究所 寺田 堂彦

1. 緒言

富山県は米どころであり、約40,000haの圃場で水稻が栽培され、220,000tの収穫量がある。その際、55,000tのもみがらが発生するが、多くの場合、圃場に還元されているのみで、農家からは有効利用が求められている。これまでの研究では、セルロース混合可塑化成形装置を用いてもみがらとプラスチックを複合化した射出成形用材料を開発することを検討した。セルロース混合可塑化成形装置は、高速衝突粉碎・搅拌により、バイオマス中の水分を利用して装置内で高温・高圧水蒸気を作りだし、バイオマス成分の変性と汎用樹脂に対する溶解性の向上を図りバイオマスと汎用樹脂を複合化するものである^{1), 2)}。もみがらを配合することによって、引張弾性率や荷重たわみ温度等の物性が向上することが示された。今回、もみがらの樹脂に配合する適応範囲を拡大することと配合材料の物性をより向上させるため、もみがらの特性評価と配合材料の物性との関係を検討した。

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。ポリプロピレン(PP)は、市販されているもの5種を使用した。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、4種使用した。

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を使用した。配合割合が60%に相当するもみがらを予備粉碎した後、ドライブレンドで添加剤を3%(w/w)加えたPPを装置に入れ、配合材料を作成した。

2.3 物性評価

もみがらの形態観察および元素分析については、走査型電子顕微鏡(株式会社日立製作所製 S-3400N)を使用した。もみがらの熱特性の評価は、熱分析装置(理学電機株式会社製 Thermo Plus 2)を使用した。配合材料は、小型射出成形機(日精樹脂工業株式会社製 NPX7-1F)により、

材料から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)で引張試験と熱変形温度測定装置(株式会社安田精機製作所 HD-500)による荷重たわみ温度測定とビカット軟化点温度測定を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 もみがらの形態

もみがらは、一般的に表1のような組成を持っている。この中で20%前後含まれるSiO₂が、もみがらにバイオマス材料の中でも高い強度や耐熱性を与えるとされている。図1に走査型電子顕微鏡によるもみがら外面の形態を示した。もみがら外面は40μm程度の突起を持った鱗片状の構造を持っていることがわかる。また、断面のSiマッピングの結果を見ると(図2)、Siは、外面に分布しており、特に突起部分では高濃度に分布していることがわかる。また、粉碎したもみがらのX線回折測定を行ったところ、セルロースの結晶性ピークは見られたがSiO₂に関連したピークは見られなかった。このことから、もみがら中には、非結晶性のSiO₂が局所的に分布し、これがもみがらの特性に影響していることがわかった。

Table 1 Component of rice husk

Lignin	20%～34%
Cellulose	24%～39%
Hemicellulose	17%～26%
SiO ₂	13%～29%

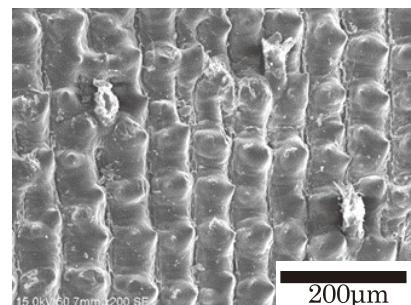


Fig. 1 SEM image of rice husk

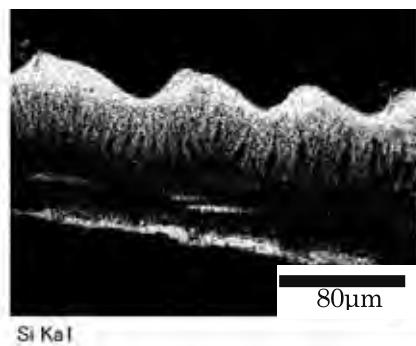


Fig. 2 SEM image of Cross-section of rice husk

3.2 もみがらの熱特性

図3に粉碎したもみがらを空気気流中で 500°Cまで昇温して測定した熱重量(TG)・吸発熱変化(DTA)の結果を示した。100°C付近までに水分および揮発成分の6.74%の重量減少が見られ、200°C～350°C、350°C～470°Cにそれぞれ43.57%、30.25%の大きな重量減少と発熱が見られる。200°C～350°Cの重量減少はセルロースおよびヘミセルロースの分解であり、350°C～470°Cの重量減少はリグニンの分解と考えられる。また、残分(19.44%)はSiO₂と考えられる。このことから、もみがらを配合する場合にはセルロースの分解が起こらない200°Cまでで加工することが目安になることがわかった。また、図4に空気気流中で200°Cまで昇温し、その後200°Cを60分間維持して測定したTG-DTAの結果を示した。結果を見ると、200°Cまでは図3と同様に水分および揮発成分の重量減少が見られ、その後200°Cが維持された状態では、60分で4.40%の重量減少が見られた。このことから、空气中200°Cにおいて緩やかに分解が進むため、配合時の加工時間は短くする必要があることがわかった。

3.3 もみがらの配合と物性

これまでの研究では、PPに対してもみがら60%とPPともみがらの界面接着性を向上させる添加剤を配合した場合は、PPでは引張弾性率が1GPa～2.5GPaの引張弾性率が3.5GPa～5GPaに向上的ことがわかっている。非結晶性SiO₂である石英ガラスの弾性率は、70GPa程度であることから、セルロース分だけでなくSiO₂の効果が出てい

るものと考えられる。また、荷重たわみ温度測定とビカット軟化点温度測定においても、もみがらと添加剤を配合した材料は、荷重たわみ温度が60°Cから94°C程度に向上し、ビカット軟化点温度も80°Cから124°C程度に向上した。これらももみがらの熱特性の効果があり、もみがらが分解する200°Cまで補強効果が得られると思われる。

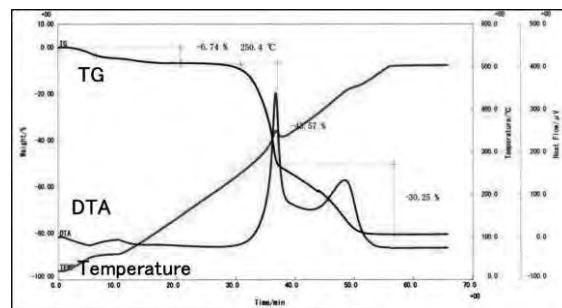


Fig. 3 TG-DTA curve of rice husk (R.T.-500°C)

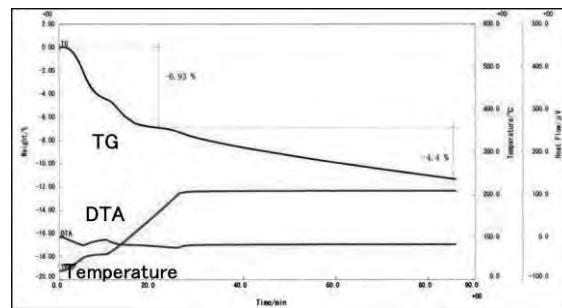


Fig. 4 TG-DTA curve of rice husk (200°C hold)

4. 結言

県内で産出するもみがらを配合したバイオマスプラスチックを開発するため、もみがらの特性を評価し、その特性とPP／もみがら配合材料の物性を関連づけた。もみがらに含まれるSiO₂成分により、材料が高い弾性率や耐熱性を持つことがわかった。

参考文献

- 1) 水野, 成形加工シンポジア' 14, 385 (2014)
- 2) 水野, 成形加工' 15, 261 (2015)

謝辞

研究に当たり、富山県立大学に協力をいただきました。ここに謝意を表します。

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 biomass plastic using the rice husk that was produced in Toyama Prefecture

Project Promoter; Wataru MIZUNO, Central Research Institute; Dohiko TERADA,

In order to develop a biomass plastic blended with rice husks, to evaluate the characteristics of the rice husk, it was associated with the physical properties of its characteristics and the PP / rice husks compounding materials. The SiO₂ components contained in the husk, it was found that the material having a high modulus of elasticity and heat resistance.

金ナノロッドの作製技術に関する研究

ものづくり研究開発センター 氷見清和、評価技術課 奈須野雅明、材料技術課 寺田堂彦

1. 緒言

金ナノ粒子は、ナノメートルサイズ由来の優れた物理化学特性を発現する。例えば、電子機器用チップなどのエレクトロニクス分野の利用や、大きい比表面積を有することから治療薬などを被覆させた治療用薬物送達（ドラックデリバリーシステム）として医療用分野など極めて幅広い分野での利用と更なる応用について研究が進められている。中でも棒状に形状制御された金ナノロッドは、球状粒子が有する従来の機能に加えて、近赤外線吸収などロッド粒子特有の新機能を発現することから、様々な応用分野に利用されることが期待されている。

本研究では、様々な手法のうち比較的粒子の形状の制御性が高いと報告されているシード成長法により金ナノロッドを作製し、作製条件と形状について調査し、本手法を応用した機能性を有するナノ粒子の作製を模索すること目的とした。また、金ナノロッドをドラックデリバリーシステムへの応用利用を目指し、磁性体ナノ粒子上に金ナノロッドを成長させることを目的として、超音波による磁性体の合成も試みた。

2. 実験方法

金ナノロッドは、下記 2.1、2.2 の 2 つの工程による化学還元法によるシード成長法を用い、金の結晶核を作製した後に一次元成長させてロッド状に合成した。

2.1 金の結晶核の作製

界面活性剤として臭化ヘキサデシルトリメチルアンモニウム (HTAB, $C_{16}H_{33}N(CH_3)_3Br$) を用い、HTAB 水溶液に塩化金酸水溶液 ($HAuCl_4$) を加えた混合液中に水素化ホウ素ナトリウム水溶液 ($NaBH_4$) を加え、超音波モジナイザーにより 2 分間激しくかき混ぜることにより金の結晶核分散液を作製した。

2.2 成長液中で金結晶核をロッド状に成長

成長液は、HTAB 水溶液に塩化金酸水溶液とアスコルビン酸水溶液を加えた混合液とした。この混合液に 2.1 で作製した結晶核分散液を加えて、 30°C の恒温槽中で金の結晶核をロッド状に成長させた。

合成した金ナノロッドは、適度な表面活性剤で分散させた後、電界放出形走査電子顕微鏡 (FE-SEM) および透過型電子顕微鏡 (TEM) にて形状観察した。

2.3 超音波による磁性体の合成

磁性体の合成には、水酸化ナトリウム水溶液 ($NaOH$) と硫酸鉄(II)水溶液 ($FeSO_4$) を混合し、超音波モジナイザーにより激しくかき混ぜることにより合成を試みた。生成物の結晶構造は、X線回折法により同定した。

3. 実験結果

3.1 金ナノロッドの合成

HTAB 水溶液 (0.1~0.5M) と塩化金酸水溶液とアスコルビン酸水溶液の混合した成長液に結晶核分散液を加えると、時間の経過につれて金ナノ粒子の表面プラズモン共鳴による発色により、徐々に濃い紫色へと変化していくことが観察された¹⁾。FE-SEM の観察の結果、金ナノ粒子がロッド状に成長することが観察され (図 1)、成長液中の界面活性剤の濃度が増すにつれて、金ナノロッドのアスペクト比が大きくなることがわかった。

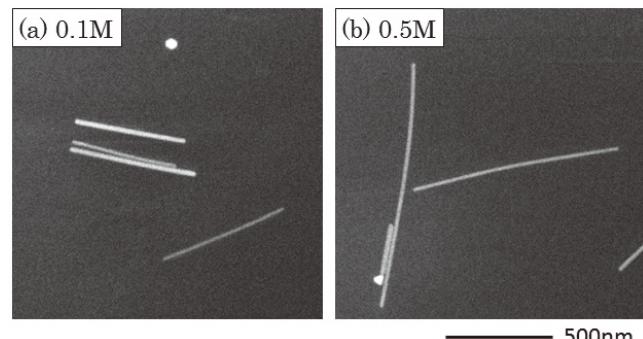


図 1 金ナノロッドの FE-SEM 観察像。

3.2 磁性体の合成

水酸化ナトリウム水溶液と硫酸鉄(II)水溶液を混合したところ、溶液中に緑色の生成物 (溶液 A) ができた。溶液 A は数日経っても緑色を呈していた。しかし、混合直後の溶液 A に超音波を照射したところ、照射中に徐々に黒色の生成物 (溶液 B) へと変化していった。図 2 に、それぞれの生成物の X 線回折結果を示す。

解析の結果、溶液 A の緑色生成物は水酸化鉄

(Fe(OH)_2) であり、照射後に生成された溶液Bの黒色生成物はマグネタイト(Fe_3O_4)であることが分かった。また黒色生成物は磁石に引付けられることを確認した。

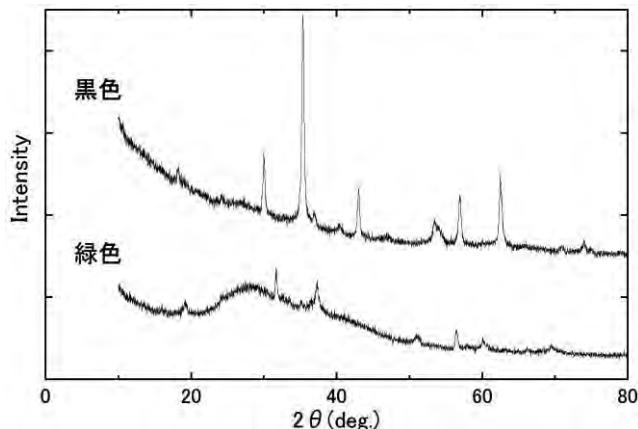


図2 溶液中の生成物のX線回折パターン。

3.3 磁性体ナノ粒子上への金ナノ粒子の成長

合成した磁性体粒子上への金ナノ粒子の成長を確認するため、市販の磁性体ナノ粒子(酸化鉄 Fe_3O_4 :約 25nm)上への金の核の生成を調べた。

金の結晶核分散液を作製する際に酸化鉄粒子を添加して、酸化鉄粒子上に金ナノロッドの成長するための核の生成を試みた。図3(a)に金の核生成と同様に表面活性剤を添加した場合、図3(b)に表面活性剤を用いずにエタノールを用いた場合の酸化鉄粒子の TEM 観察像を示す。観察および分析の結果、図3(a)には酸化鉄粒子上に殆ど変化はないが、図3(b)には、25nm程度の酸化鉄粒子表面にコントラストの強い小さな粒子が見られ、金の核が

分散して生成されていることが確認できた。このことから、表面活性剤は金の核の生成を阻害することがわかった。しかし、図3(b)の観察の際、酸化鉄粒子表面に金の核が殆ど無いものも多く確認されたことから、核の生成中の搅拌方法等を検討する必要があると考えられる。

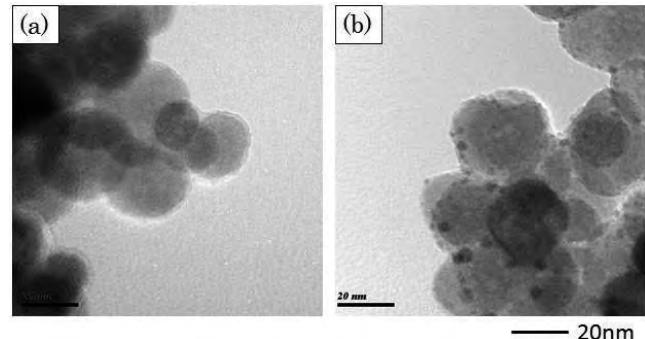


図3 磁性体ナノ粒子のTEM観察像。

4. 結言

本研究では、化学還元法によるシード成長法を用い、金の結晶核を作製した後に一次元成長させてロッド状に合成した。実験の結果、合成された金ナノロッドは、成長液中の界面活性剤の濃度が高いほどアスペクト比が大きくなった。また、磁性体ナノ粒子に金ロッドを成長させることを目的として、超音波照射による磁性体を合成することができた。しかし、本実験では磁性体ナノ粒子上に金ナノロッドを成長させるまでは至らなかったため、今後、核の生成条件を検討する必要がある。

参考文献

- 1) 氷見ほか：富山県工業技術センター研究報告 29(2015)55

キーワード：ナノ粒子、金ナノロッド、超音波照射

Preparation and Characterization of Gold Nanorods

Monozukuri R&D Center; Kiyokazu HIMI, Evaluation Technology Section; Masaaki NASUNO

MaterialTechnology Section; Dohiko TERADA

Gold nanorods were prepared via a seed-mediated sequential growth process involving the use of gold seed crystals and their subsequent growth in a series of reaction solutions containing $[\text{AuCl}_4]^-$, ascorbic acid and the hexadecyltrimethylammonium bromide (HTAB). In this study, the effects of surfactant concentration in a growth solution on the elongation of gold nanorods were examined. Gold nanorods were synthesized in solutions with different concentrations of HTAB. The nanorods grown in a solution with higher surfactant concentrations were longer than those grown in that with lower concentrations. Magnetic iron oxide (Fe_3O_4) were prepared by sonochemical oxidation of aqueous solution containing NaOH and FeSO_4 .

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、中央研究所 住岡 淳司、寺田 堂彦
中越パルプ工業株式会社 田中 裕之、橋場 洋美、疋田 慎一、辻 翼、紙屋 由貴

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の開発を行っている。本研究では、昨年度に引き続き実用化のための複合材料の評価を行った。

2. 実験方法

ポリプロピレン(PP)と、化学修飾を行ったCNFを5%の割合で二軸押出機により複合化を行った後、小型射出成形機で試験片を作成し、強度試験、熱変形温度測定等の物性試験を行った。また、耐光性試験機による劣化状態の観察を行った。

3. 実験結果および考察

図1および図2に、PPとCNFを5%複合化したPP(PP-CNF5%)の引張試験と曲げ試験の結果をそれぞれ示した。図ではPPの場合を100として相対値を示した。引張試験では、CNFを複合した材料は、PPに比べて弾性率が11%向上するが、強度はほとんど変わらず、伸びが8%低下した。曲げ試験では弾性率と強度が向上し、特に弾性率は24%向上した。曲げひずみはほとんど変わらなかった。今回作成した材料では、CNFによる補強効果が見られたが、より補強効果を高めるためには、CNFの化学修飾や分散状態を最適化する必要があるものと考えられた。

図3に、PPとPP-CNF5%の荷重たわみ温度(DTUL)とビカット軟化温度(VICAT)の測定結果を示した。DTULはCNFによる補強効果が見られなかつたが、VICATでは、値が高くなつた。このように、CNFの複合は、熱的な物性も向上させることができた。

図4に、PPとPP-CNF5%の紫外線劣化試験(UV-340nm、1200h)後の試験片の状態を示した。PPは手で保持できない程度に劣化が進行したが、PP-CNF5%は亀裂の進展は少ないように見受けられ、試料の破壊もPPのみの場合ほどではなかつた。このことからCNFの複合は、亀裂の進展を抑制する効果があり耐光性の向上に寄与できると考えられた。

4. 結言

CNFの複合化は、機械的強度だけでなく、熱的性質や耐久性等多くの物性を向上させることができた。今後

CNF複合材料を開発するため、CNFの化学修飾や分散性の最適化を行うとともに、CNFの複合効果を広範囲に検討して実用化を進める必要がある。

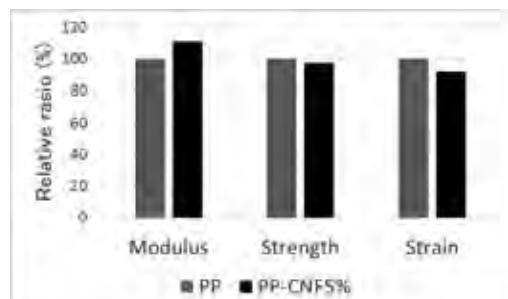


Fig. 1 Tensile properties of CNF/PP blends.

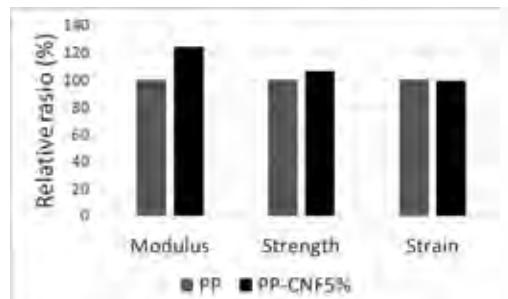


Fig. 2 Bending properties of CNF/PP blends.

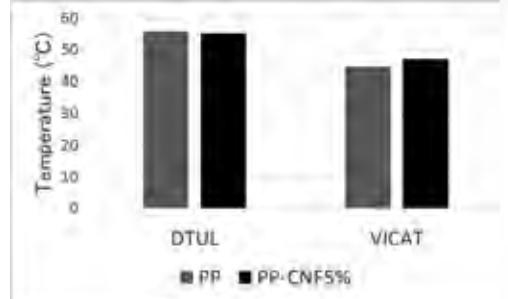


Fig. 3 Distortion temperature under load (DTUL) and vicat softening temperature (VICAT) of CNF/PP blends.

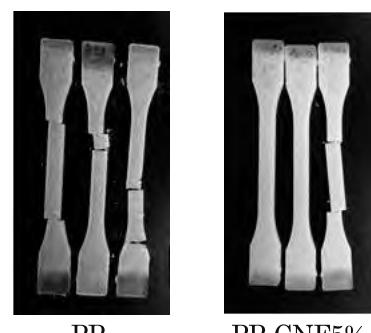


Fig. 4 Degradation of CNF/PP blends by UV-irradiation.

アルミ廃棄物からの有用資源回収による省エネルギー・システムの開発

企画管理部 産学官連携推進担当 水野 渡

アルハイテック株式会社 高坂 直樹、渡辺 裕晶、飯久保 忍

1. 緒言

廃棄物から資源・エネルギーを回収して省エネルギーを推進するため、アルミ付着プラスチック廃棄物からアルミと可燃ガス（オイル）を分離・回収し、さらに、触媒を用いることで、アルミと水の反応で水素と水酸化アルミニウムを得ることが出来る装置・システムの開発を行った。研究では、実機規模の処理能力を持つ乾留炉によるアルミおよび可燃ガス回収システムと水素発生装置の開発、さらに可燃ガスからのオイル回収機構の開発および燃料電池による発電のシステム化とともに、連続的な投入・自動化および省エネルギー性の向上等のための全体システムの評価を実施した。

なおこの研究は、「戦略的省エネルギー技術革新プログラム／実用化開発」（国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構）の一部として行ったものである。

2. 結果概要

2.1 乾留炉回収アルミの分析

今回開発したシステムでは、アルミ付着プラスチック廃棄物から乾留で得られる回収アルミの純度が水素発生装置を安定して稼働させるための条件となる。このため、乾留アルミの純度分析を、蛍光X線を用いて行った。また、乾留前の試料の形状によるアルミ純度の違いを確認した。測定結果からアルミ純度を求めたところ、いずれの試料も95%以上のアルミ純度であることがわかった。また、回収アルミには乾留前の試料に由来する鉄等の金属元素が含まれることが確認された。

2.2 乾留炉回収オイルの分析

乾留炉において省エネルギーを推進するためには、乾留時に発生するガスやオイルを回収し有効利用することが大変重要である。そこで、乾留装置での油化試験のために、準備試験として管状炉を用いてアルミ付着プラスチック廃棄物を油化したオイルの成分分析をガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)で行った。オイルの成分は油化した試料中のプラスチックの種類により変化し、試料中でポリエチレンがプラスチックの主成分の場合は、熱分解で発生したと考えられる種々の炭化水素類が見られ、重油などの油分に類似した成分組成を示した。ポリプロピレンが主成分の場合には、ポリプロピレンの構造に類似したメチル側鎖を持つ不飽和炭化水素類が測定された。

2.3 水素発生装置の発生水素の分析

発生した水素を燃料電池に導き発電を行う場合、水素中の不純物が燃料電池セルに障害を起こす可能性がある。そこで発生水素の性状を確認するため、市販アルミオイル、条件を変えて得られた乾留アルミと反応液を反応させ、発生した水素ガス成分についてガス検知管で分析した。分析の結果、乾留の違いによる成分の違いはほとんど見られず燃料電池に導入できることがわかった。

2.4 水素発生装置の反応副生成物の分析

水素発生装置において、水素発生反応後に水酸化アルミニウムからなる副生成物を回収することは不可欠であり、形状によっては水素発生反応中に装置の稼働を阻害する可能性もある。このため、生成物の粒径や形状を観察するとともに、反応生成物の成分をX線回折により分析した。デジタルマイクロスコープ、電子顕微鏡により副生成物を観察したところ、副生成物の粒径は1~2μmであった。充分な乾燥を行わなかった場合は、凝集が見られ、この時の粒径は約50μmであった。このことから、水素発生装置の仕様を決定する際、副生成物の回収で粒径を考慮する必要があると考えられた。X線回折により副生成物の主成分は水酸化アルミニウム(ギブサイト)であることが確認できた。しかしながら反応条件により他の結晶構造(バイヤライト)も見られるようになり、安定した反応条件を確立する必要があった。

3. まとめ

今回の戦略的省エネルギー技術革新プログラム事業では、県内に、乾留炉、水素発生装置等からなる大型実証プラントを設置しその性能を評価している。今後、産業界(食品工業、印刷業、薬品パッケージ工業、化粧品メーカー、容器包装リサイクル法特定再生事業者、廃棄物処理業許可業者、アルミ製品製造業)や、一般廃棄物としてアルミ付着プラスチック廃棄物が発生する自治体に向けて事業化を進める予定である。

製品形状の安定化・品質向上と省エネを達成するヒーター内臓型スピニング金型の開発

ものづくり研究開発センター 山岸英樹、中央研究所 土肥義治
株式会社 TAN-EI-SYA 荒木順治、改井忍、新川博一

1. はじめに

アルミニウム合金鍛造ホイールの製造工程の一つである熱間スピニング(SP)加工は、リム部(タイヤが嵌り込む部分)を成形し、製品形状と優れたデザインの実現、ホイールの安全性を左右する最も重要な工程である。一般に、本加工工程はバーナー加熱により昇温させているため、素材表面側のみの加熱となりロット間や形状のバラツキが大きく、品質低下の原因となっている。また、作業環境の悪化や火災の原因にもなっているほか、多大なエネルギーをロスしている。

本研究では、これらの問題を解決するため、新たに電気式ヒーターを内蔵したSP金型を開発し、ホイール形状の試作に応用することで、製品形状の安定化・品質の向上、さらには省エネ効果を立証することに取り組んだ。

2. 実験方法及び結果

ヒーター内臓金型の仕様設計のため、CAEを用いて、SP加工に必要な金型温度(温度分布)からヒーター容量及びその配置等を決定した。これを基に給電及び断熱設計を盛り込み、実験用金型を試作した。図1に試作したヒーター加熱金型の昇温速度を示す。試作金型はほぼ設計通りの性能となった。

図2に従来式のバーナー加熱金型及び試作したヒーター加熱金型によりSP加工されたフランジ部寸法の振れ(誤差)の度数分布を示す。局所的な加熱となるバーナー加熱に比べ、素材を均一に加熱できるヒーター加熱では、縦振れおよび横振れとともに、その絶対値またばらつき範囲は小さくなり、目標とした平均1mm以内を概ね満足する結果となった。また、過剰な再結晶を抑制することで、従来問題となっていた外観品質についても向上することができた(光沢ムラの低減)。さらに、ホイール一本当たり約42%の大幅な省エネ化も達成した。

なお、本加熱方法の変更に伴う強度への影響は、ホイール強度試験(回転曲げ疲労試験、ドラム試験、13°

衝撃試験)及び部材の機械的性質(引張強さ、ブリネル硬さ、シャルピー衝撃値、回転曲げ疲労強度)により問題が無いことを確認した(強度低下なし)。

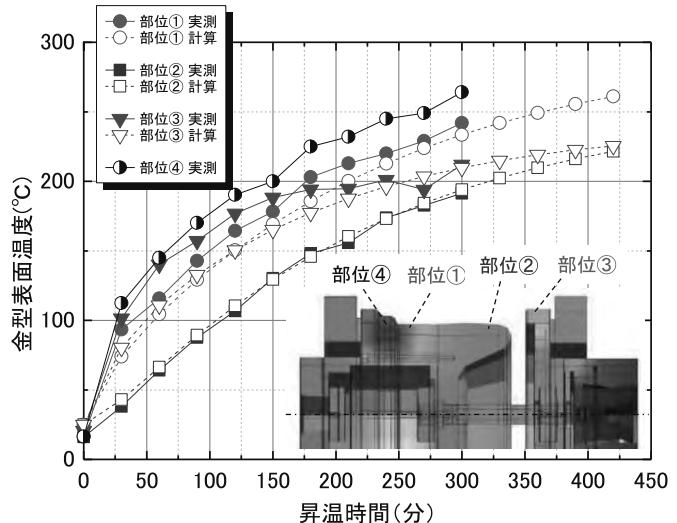


図1 試作したヒーター加熱金型の昇温性能(実測、計算)

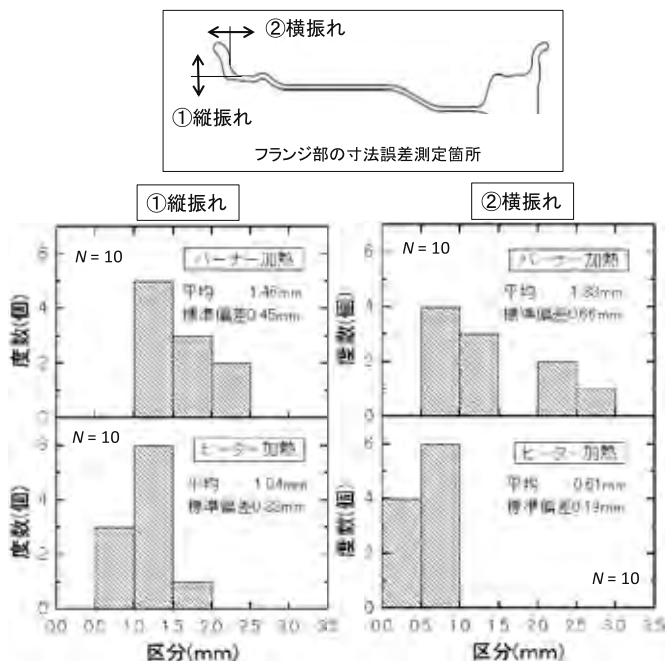


図2 バーナー加熱金型(従来式)及び試作したヒーター加熱金型における熱処理後のフランジ部振れ量の度数分布(①縦振れ、②横振れ)

本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の产学官連携推進事業(新商品・新事業創出枠)において実施したものである。

セルロースナノファイバー/ポリプロピレン樹脂ナノ複合材料の開発と自動車用樹脂成形部品への適用

企画管理部 産学官連携推進担当 水野 渡、中央研究所 寺田 堂彦
株式会社タカギセイコー 高橋 伸忠
富山県立大学 真田 和昭、永田 員也

1. 緒言

自動車部材の樹脂化は、軽量化に大きく貢献しているが、樹脂は強度が低く、熱膨張も大きいため、金属の代替とするには限界がある。このため、軽量、高強度・高剛性、低熱膨張等の優れた特性を有する複合材料の開発が進められている。本研究では、新規疎水化剤で前処理したセルロースナノファイバー(CNF)とポリプロピレン(PP)樹脂を複合化する実用化技術を確立し、軽量、高強度・高剛性、低膨張、易サーマルリサイクル性等の優れた特性を有する CNF/PP 樹脂ナノ複合材料を開発して、自動車の車体重量低減に大きく寄与できる超軽量な自動車用樹脂成形部品の実用化を目指すことを目的とした。なおこの研究は、「平成 26 年度高機能素材・ライフサイエンス産学官連携戦略研究事業」(富山県新世紀産業機構)として行ったものである。

2. 実験方法

新規疎水化剤を結晶性 CNF にコーティングした後、PP と溶融混練することにより材料を作製した。この材料の CNF 含有状態の評価、自動車用樹脂成形部品の成形加工性評価、材料特性等の評価を行った。

3. 実験結果および考察

事前に確認した新規疎水化剤の CNF へのコーティング手順によりコーティング CNF を作製し、二軸押出機を用いて PP と混練したところ、混練性に問題がなく大量生産できることを確認した。さらに透過型電子顕微鏡により薄片試料を観察したところ、CNF 表面からポリマー結晶ラメラが成長している結果が得られた(図 1)。

作製した材料を自動車部品試作型により射出成形したところ、一部にシルバー発生、ガス発生が認められたものの樹脂流動性や成形サイクルは実用性が十分あることがわかった(図 2)。

射出成形した試験片について引張試験、荷重たわみ温度測定、線膨張率測定を行ったところ、引張試験では、PP の伸びを維持しながら強度を 20%程度向上させることができた。荷重たわみ温度測定では低荷重の条件では測定値が 110°C となり、複合化により値を 20°C 以上向上さ

せることができた。線膨張率は PP の 115ppm から複合化により最大 60ppm まで低下した。これらのことから、CNF の複合化時に CNF/PP 界面を制御して CNF を微分散させることにより PP の特性が向上することがわかった。



Fig. 1 TEM image of CNF/PP composite.



Fig. 2. Injection molded part of automobile parts

4. 結言

研究により、PP の成形性を損なわず種々の物性を向上させる CNF の複合化技術を開発することができた。今後、部品に応じた CNF 配合量の最適化等の配合設計の最適化を今後進めていく必要がある。

省エネ微粒化装置の開発

ものづくり研究開発センター 村山誠悟, 近藤兼司 評価技術課 岩坪聰

株式会社スギノマシン 原島謙一, 徳道世一

1. 緒言

湿式微粒化装置は、セラミックス、電池材料、トナー、食品添加剤や化粧品等の多岐に渡って販売されており、成果が応用される分野は幅広い。しかし、その一方でエネルギー効率は60%前後と低く、低炭素社会が進展する中で社会の潮流に逆行している。

そこで、本研究ではエネルギー効率の向上を目的として湿式微粒化装置の構成要素である微粒化チャンバー、使用条件、加圧工程や周辺機器の見直しを行い、省エネ化に有効な方法について検証を行った。

2. 実験方法

本研究では、微粒化装置の省エネ化を実現するため、株式会社スギノマシンにて2種類の新型微粒化チャンバーを開発した(以下、一方をスリットチャンバー、他方をサヤ型チャンバーと称する)。開発した新型チャンバーの処理能力を評価するため、同じく株式会社スギノマシンにて従来型のポールチャンバーを含む3つのチャンバーで性能試験を実施した。性能試験では、各チャンバーにて3種の原料(セルロース、キチン、セラミド)を同一条件で処理した。一般に、装置に原料を通す回数(パス数)が増えれば処理が進行するが、本研究では20パスを上限とし、1,5,10,20パス時のサンプルを採取した。纖維材料であるセルロースおよびキチンでは、粒度分布測定、粘度測定、纖維長測定、顕微鏡(FE-SEM)観察を実施した。乳化材料であるセラミドでは、粒度分布および透過率測定を実施した。このうち、本報告ではセルロースの結果を示す。

3. 実験結果および考察

各チャンバーで20パス処理したセルロースサンプルの粒度分布測定結果を図1、粘度測定結果を図2、顕微鏡観察結果を図3に示す。粒度分布結果では、新型チャンバーの分布はいずれもサブミクロン帯でシャープな形状を示しており、従来型とは異なる挙動を示していた。粘度結果では、従来型が10パスで到達した粘度に新型は半分の5パスで到達していた。また、顕微鏡観察では、従来型では20パス処理後も太い纖維の残りが目立つに對し、新型では細分化された纖維が多くみられた。以上より、新型チャンバーは従来チャンバーの2倍程度の処理能力を有している事が明らかになった。

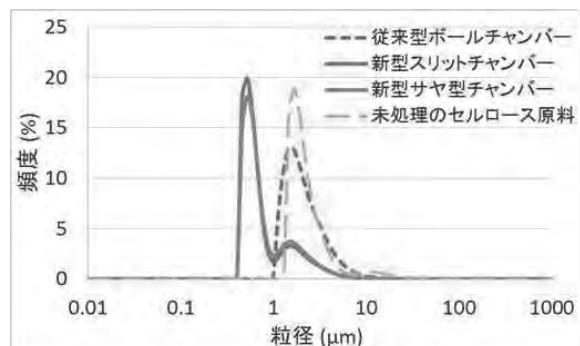


図1. 各チャンバーで処理したセルロースの粒度分布

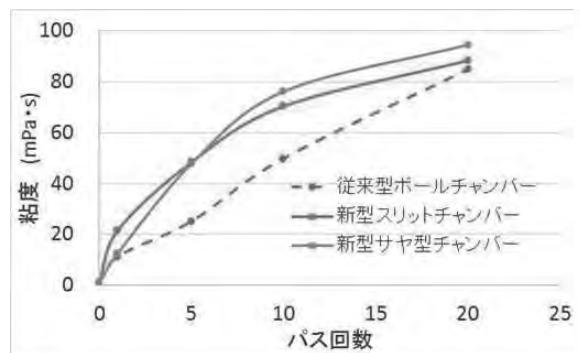


図2. 各チャンバーで処理したセルロースの粘度変化

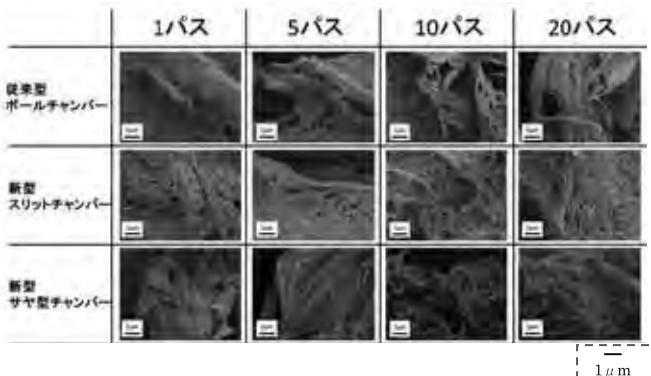


図3. 各チャンバーで処理したセルロースの形状変化

4. 結言

ラボスケールでのチャンバーの構造特性および原料への適正を把握する事が出来た。今後、大型機(生産機)へ技術展開することで更なる省エネ化に貢献できるものと考える。

※ 本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の平成27年度産学官連携推進事業(新商品・新事業創出枠)において実施したものである。

バイオマスナノファイバーを用いた整髪料の開発

ものづくり研究開発センター 近藤兼司 村山誠悟 評価技術課 岩坪聰

五洲薬品株式会社 佐伯行紀、宮本博幸、溝口訓弘、林和美、寺島将太

1. 緒言

セルロースは、これまで化粧品原料に幅広く利用されている。近年では、セルロースをナノファイバー化した製品が販売され、ナノファイバー化によって、増粘性を有することから化粧品原料として利用が見込まれる。

本研究では、バイオマスナノファイバーを用いて、整髪料の開発を行った。バイオマスナノファイバーを添加することでシリコンや油脂系による皮膚トラブルを防ぎ、界面活性剤を用いない整髪料成分の可溶化技術構築とナノ成分浸透による人体への安全性確認を目的とした。

2. 実験方法

バイオマスナノファイバーは、(株)スギノマシン社の“BiNFi-s”を用いた。

3. 実験結果および考察

3.1 走査型電子顕微鏡観察(FE-SEM)による毛髪表面へのコーティングと蓄積性の確認

試作整髪料評価のため、FE-SEMでの毛髪表面観察を行った。ナノファイバーの未添加品、1%、5%、10%添加した整髪料を用いて評価した。(図1)

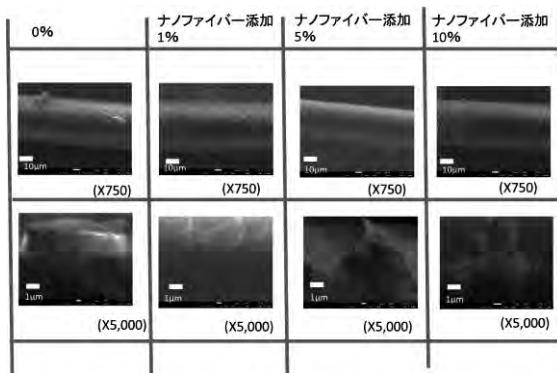


図1 ナノファイバー添加量の異なる整髪料サンプルの毛髪への付着

加えたものは未添加品に比べて、ナノファイバーの添加品は均一に広がっており、毛髪への塗布性(コーティング性)を向上させた。また未添加品、10%品で塗布後に洗浄した毛髪を確認したところ、いずれも毛髪のキューティクルが確認でき、試作品が低蓄積性であることが確認できた。(図2)

10%添加品の毛髪サンプルは、未添加品よりも水洗後のキューティクルがはつきりと見えたことから、BiNFi-sによって整髪料の残存性改善効果作用が示唆された。

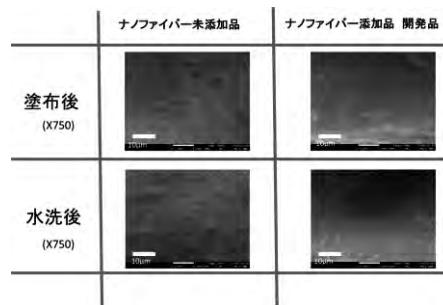


図2 開発した整髪料の水洗による残留状態確認

3.2 引張試験による毛髪の強度評価

整髪料を塗布した毛髪を小型試験機で強度確認試験に供した。引張応力は未添加整髪料よりも添加整髪料の方が大きくなつた。

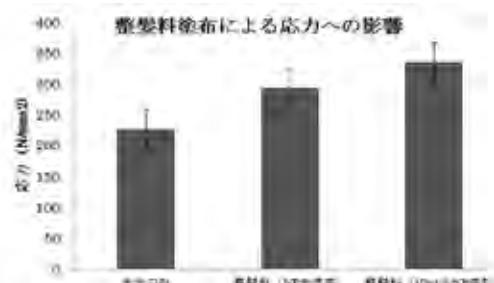


図3 毛髪を使った引張試験結果

毛髪にセルロースナノファイバーのみを添加した場合、いたんだ毛髪にみられるキューティクルの剥がれが押さえられたことから、整髪料とナノファイバーによって、キューティクルが保護されて強度が向上したと考えられた。また、ナノ材料の安全性についても、開発した整髪料を用いて試験を行ったところ、陰性評価であり、セルロースナノファイバー添加を問題がないことを確認した。

4. 結言

試作された整髪料は、毛髪のまとまりがよくなり、毛髪へのハリコシの改善もみられている。しかし毛髪同士が絡みやすくなることで触感評価を下げる結果もあった。

整髪剤の場合、機能性と触感は互いに相関するので、特に触感剤を最小限度添加して、改善することで、セルロースナノファイバー添加整髪料は特徴ある製品にすることが有効であることが示された。

※ 本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の高機能素材・ライフサイエンス产学研官連携戦略研究において実施したものである。

セルロースナノファイバーを用いた導電性複合機能材料・シートの開発

企画管理部 産学官連携推進担当 水野 渡、中央研究所 塚本 吉俊、佐々木 克浩
中越パルプ工業株式会社 田中 裕之、加茂 陽子、辻 翼
有限会社アイレックス 横倉 裕久

1. 緒言

セルロースナノファイバー (CNF) は、未来の素材として注目を集めており、将来の市場性が期待されている。CNF は、鉄の 5 倍、アラミドの 1.3 倍の強度を持ち、樹脂等への応用に期待が持たれるが、電気的特性は、絶縁体となり、応用分野が限られる。そこで本研究では、導電性ポリマー及び金属皮膜被覆技術を用いて、導電性・耐ノイズシールド性能・熱伝導性などの特性を付加することによる CNF の高機能化を目的として検討を行った。なおこの研究は、「平成 26 年度高機能素材・ライフサイエンス産学官連携戦略研究事業」(富山県新世紀産業機構) として行ったものである。

2. 実験方法

実験には纖維径や纖維長のバラつきの少ないと考えられる高開纖度の竹 CNF を使用した。CNF の表面をポリピロールで被覆することにより、CNF を導電化した。さらに、触媒を担持させた後めっき処理を行った。これらの導電性 CNF の特性を評価するとともに、導電性 CNF を用いた導電性 CNF シートの作製を試みた。

3. 実験結果および考察

3.1 導電性 CNF の作製

CNF の表面でピロールを重合させ、ポリピロールで CNF 表面を被覆した。CNF が凝集しない重合条件で試料を作製し体積抵抗率を測定したところ、いずれの試料も導電性はあるものの金属には及ばなかった。そこで比較的均一にポリピロールが被覆できた条件の CNF にめっき処理前の触媒を担持させ、ニッケルめっき処理を行った。作製された試料の体積抵抗率の測定と SEM 観察を行ったところ、体積抵抗率が良好であると判断された導電性 CNF は、ニッケルめっき処理前のサンプルと比較しても見分けの付かないような形状をしていた。纖維表面に膜状に薄くコーティングされていると推察された。それに対し、体積抵抗率が悪かったものは纖維にニッケル粒子が数百 nm の直径で数珠状に付着している状態であった(図 1)。これらのことから導電性の良い導電性 CNF は纖維表面に層状に金属皮膜がコーティングされた形状であることが明らかとなった。

3.2 導電性 CNF シートの作製

上記の導電性 CNF と CNF およびポリピロール被覆 CNF を混合して導電性複合体シートを調製した(図 2)。このシートのノイズシールド特性を評価したところ、市販品には及ばないものの導電性やシールド特性が発現することが明らかとなった。これは、複合体シート中で CNF とポリピロール被覆 CNF が導電性 CNF の隙間を埋め、シートのしなやかさと電気的特性の発現に効果があったものと考えられた。

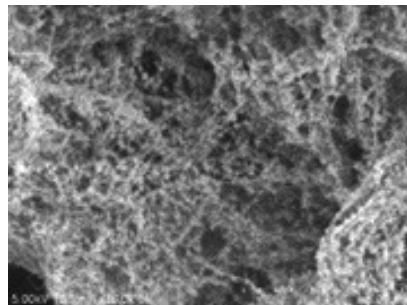


Fig. 1 SEM image of conductive CNF.



Fig. 2 Conductive CNF sheet.

4. 結言

今後さらに導電性を高めることにより、導電性樹脂、導電性インク、導電性塗料やシールド材の材料として製品化の可能性が期待される。

II 中央研究所

□戦略的基盤技術高度化支援事業

任意切断面の寸法が安定な、食品製造業界向け耐熱機能性ホースの精密一体成形技術の確立 21

中央研究所 山本貴文、川堰宣隆、土肥義治

機械電子研究所 金森直希

(株)トヨックス(兼管理法人) (株)中西電気

(公財)富山県新世紀産業機構 (管理法人)

□科学研究費補助金

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 22

評価技術課 岩坪 聰

宇都宮大学 石井 清

Study on microfluidic devices for isolation of circulating tumor cells expressing a variety of surface markers 23

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 嶋田 裕

富山大学 岸 裕幸、塙田一博

集束イオンビームによるダイヤモンドの表面改質を応用した精密加工用工具の開発 24

加工技術課 川堰宣隆

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 25

材料技術課 大永 崇

順天堂大学 吳 一眞、富木裕一

消化器癌に対する抗腫瘍和漢葉の確立および臨床応用に関する研究 26

材料技術課 大永 崇

富山大学 塙田一博

□(公財)工作機械技術振興財団「試験研究助成 A」

集束イオンビームによるダイヤモンド切削工具の表面改質とその応用 27

加工技術課 川堰宣隆

□フロンティア研究推進事業

ナノ粒子を応用した鮮度維持技術の開発 28

評価技術課 岩坪 聰

材料技術課 山崎茂一

生活工学研究所 九曜英雄

農林水産総合技術センター 辻 俊明、島 嘉輝、大城克明

富山県立大学 楠井隆史

(株)エイト 中野收一

乳がん治療への血中循環腫瘍細胞捕捉システムの応用 30

材料技術課 大永 崇

富山大学 塙田一博、長田拓哉

□ナノテクものづくり基盤技術創成研究	
ナノセルロース作製とイオン液体を用いた構造解析手法の確立.....	32
評価技術課	岩坪 聰、丹保浩行
□デジタルものづくり未来技術創出事業	
3D プリンティ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.....	34
材料技術課	住岡淳司、寺田堂彦、山本貴文
金属積層造形技術による高機能金型の開発.....	36
材料技術課	山本貴文、住岡淳司、石黒智明
ものづくり研究開発センター	氷見清和
高機能樹脂粉末材料の開発.....	38
材料技術課	高松周一、住岡淳司、石黒智明
加工技術課	清水孝晃
□一般研究	
セルロースナノファイバ一分散液の取扱性能に関する研究.....	40
材料技術課	寺田堂彦
産学官連携推進担当	水野 渡
機能性表面を有する超精密加工用ダイヤモンド工具の開発.....	42
加工技術課	川堰宣隆、清水孝晃
携帯情報端末を利用した生活支援技術に関する研究.....	44
評価技術課	塚本吉俊、佐々木克浩、宮田直幸
薄膜熱センサの応用に関する研究.....	46
評価技術課	奈須野雅明
加工技術課	小幡 勤
電磁ノイズの対策支援技術に関する基礎研究.....	48
評価技術課	佐々木克浩、塚本吉俊、宮田直幸
機械電子研究所	金森直希
ナノインプリントによるナノ構造形成技術の開発.....	50
加工技術課	小幡 勤
評価技術課	奈須野雅明
摩擦搅拌プロセスによる異種材料の接合および局部改質技術の研究.....	52
加工技術課	柿内茂樹、清水孝晃
ものづくり研究開発センター	氷見清和、山岸英樹
企画管理部	富田正吾
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.....	54
加工技術課	清水孝晃、柿内茂樹
企画管理部	富田正吾
機能性有機材料合成を指向した化学合成技術の開発 (2).....	56
材料技術課	山崎茂一

電磁波ノイズシミュレーションのための等価回路化の研究	58
評価技術課	宮田直幸、佐々木克浩、塚本吉俊
導電性を有する透明紙の開発	60
評価技術課	丹保浩行、奈須野雅明、岩坪 聰
加工技術課	小幡 勤
□ベンチャー創成等支援共同研究	
接着性のよいアルミニウム表面処理技術の開発	62
材料技術課	石黒智明、住岡淳司
(株)ナカザワ	中沢慎太郎
□企業との共同研究	
フォトリソ・エッチング技術による水晶素子の形成	63
加工技術課	小幡 勤
評価技術課	奈須野雅明、丹保浩行
(株)富山村田製作所	井田有彌、杉村茂昭、指崎和彦
香気成分イロンの合成に関する研究	64
材料技術課	山崎茂一
(有)アンティアンティ	宮崎 真、坂本沙恵
マイクロレンズアレイ素子加工技術の開発	65
加工技術課	川堰宣隆
ものづくり研究開発センター	氷見清和
日本カーバイド工業(株)	雨宮圭司、小善 貢、高島 衛
スイッチング電源の雑音電界強度シミュレーションに関する研究	66
評価技術課	佐々木克浩、塚本吉俊、宮田直幸、岩坪 聰
コーチセル(株)	白石信行、金田淳也、野口 拓
手指衛生管理システムの開発	67
評価技術課	岩坪 聰、塚本吉俊、佐々木克浩
(株)FASSE	六田直人、加門宏希
高性能薄膜抵抗チップに関する研究	68
評価技術課	岩坪 聰
加工技術課	小幡 勤
機械電子研究所	寺澤孝志
北陸電気工業(株)	佐々木敬彦、新川翔平、 小森一哉、小川明夫
漆とセルロースナノファイバーを複合した高機能素材開発	69
材料技術課	住岡淳司
伝統工芸高岡漆器協同組合	氏家史貴、西田敦子
A-PLUS	相川繁隆
高岡市デザイン・工芸センター	瀬尾美夜、高川昭良
高岡市役所	秋元 宏
富山大学	林 曜
中越パルプ工業(株)	疋田慎一、高橋創一

□若手研究者育成支援共同研究

ハイブリッド樹脂粉末を用いた樹脂の特性改善.....70

材料技術課	高松周一、住岡淳司、石黒智明
加工技術課	清水孝晃
(株)タカギセイコー	熊澤周士
立山マシン(株)	黒河歩美

任意切断面の寸法が安定な、食品製造業界向け耐熱機能性ホースの精密一体成形技術の確立

中央研究所 山本貴文、川堰宣隆、土肥義治 機械電子研究所 金森直希

(株)トヨックス(兼管理法人) (株)中西電気 (公財)富山県新世紀産業機構(管理法人)

1. 緒言

食品製造業界では、フレキシブルで機能性（高温度で使用でき、柔軟で曲げても折れにくい）樹脂ホースが要求され、これまで補強材入りのホースが使われてきたが、ホースの任意切断面の寸法精度が悪いと、継ぎ手などで漏れや抜けの原因となることがある。本研究では、ホースの補強構造を多層構造とし、さらに従来の分割工程の結合や動的測定・自動制御を駆使した精密一体成形を行うことにより、任意切断面の寸法が高精度でバラツキのないホースを開発する。

このため、当センターでは、何処を切っても寸法・肉厚が均一であることを実証する測定方法を確立するため、インライン X 線検査を想定した寸法評価の可能性の検討を行った。

2. 取り組み概要

最終年度までに開発される耐熱機能性ホースは、シリコーンゴム、各種特殊樹脂、SUS コイルなど、異なる材質の多層構造であるため、最終製品の高精度化を保証することが容易でなく、X 線を用いた測定技術が有力と考えられる。そこで、大型 X 線 CT でインライン測定を模擬した実験を行うことで、インラインで使用する X 線測定装置で、発生する技術上の問題点の整理と計測する項目、基本仕様の検討を行った。

具体的には、ものづくり研究開発センター設置の大型 X-CT を用い、ホースを上下に移動させながら透視像測定し、ラインセンサで得られた任意断面における輝度分布曲線の変曲点位置より、内径と外径が測定できるか検討を行った。(Fig.1)

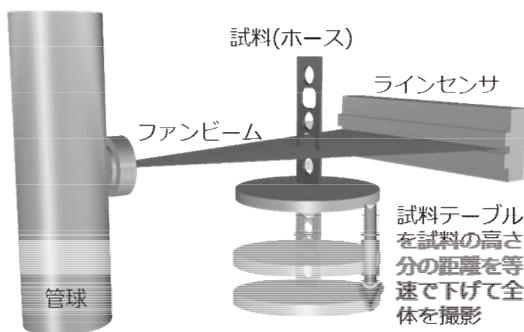


Fig. 1 ファンビームによる透視像撮影の方法

その結果、①糸編み込みホースの測定では、いずれの箇所においても同様の輝度分布曲線を示しており、外径と内径の変曲点が明確であった。このため、糸編み込みによる影響は認められず、インライン測定が可能である。

一方、②糸編み込み+SUS コイルホースでは、輝度分布曲線に、SUS コイルによる X 線の減衰が周期的に認められ、内径の判断に支障が生ずる部分が存在することを確認した。減衰位置を詳細に検討した結果、測定断面によって、概ね 3 パターンに分類(A、B、C とする。)した。(Fig.2) パターン C については、内径位置を示す変曲点を容易に認識でき、測定上支障ないとと思われる。パターン A や B については、金属による減衰により、内径位置の判断に影響を与えており、インライン測定可能なプロトタイプとなる装置に改良を加えることにより、すべての種類のホースの内外径測定に対応できる見込みを得た。

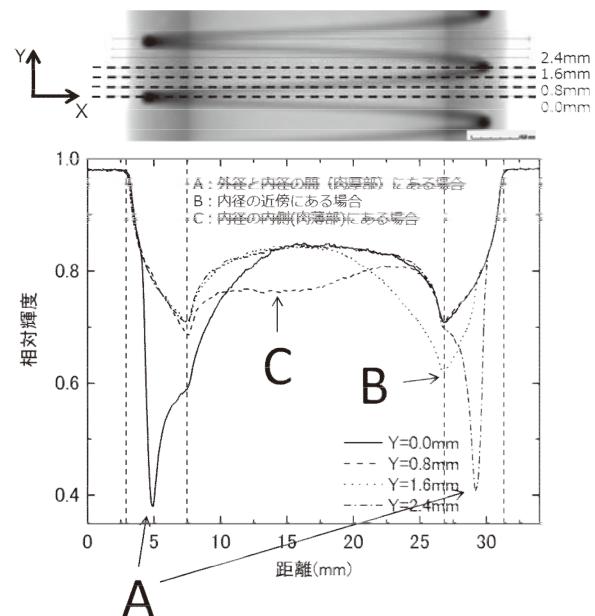


Fig. 2 SUS コイルホースにおける輝度分布曲線の変化

3. まとめ

本開発項目により、インライン X 線測定で、発生が予測される技術上の問題点の整理と計測する項目、基本仕様の検討を完了した。

本報告は、平成 27 年度戦略的基盤技術高度化支援事業のうち、当センターが実施した研究の一部である。

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

評価技術課 岩坪 聰 宇都宮大学 石井 清

1. はじめに

近年、微粒子を用いた材料開発が活発になっている。そのとき、材料特性を決定する上で粒子径の制御が重要である。例えば、焼結体においては粒子が小さくなるほど、強度が増大することが報告されている。焼結体の粒子間の結合を考えた場合、その形態も結晶粒成長に大きな影響を与え、材料強度など重要な特性を変化させる。

一般に、粒子径を減少させるには、ビーズミル等の接触式の粉碎方法が多く使用されるが、材料とビーズなどのメディアとの接触過程で、セラミックスは劈開、金属などは塑性変形による形態変化が起こる。そこでは、粒子は細かくなるとともに歪な形態に変化していく。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ることなく、分散が可能などの特長を有し、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、ビーズミル法と高圧ジェットミル法による処理を複合化することで、従来困難であったセラミックス粒子の微粒化技術を向上させるとともに、その微粒子を応用した新しい膜作製方法を検討した。

2. 複合化高圧ジェットミル処理の特徴

高圧ジェットミルは、高速な流体での処理のために粉碎効果以外に、粒子の形態制御の効果もあった。これまで、その処理による球状化への形態変化を示してきた。今年度は、処理粉体のせん断力の評価を行った¹⁾。高圧ジェットミル処理前後で、TiC-VC混合粉体のせん断付着力が1.9から1.6 kPaに低下することを実験的に求めた。この効果により、SPS焼結温度の低温度化と緻密化が可能になったことが確かめられた。また、その材料の摩擦摩耗試験も行い、摩耗特性が向上することが確かめられた。

3. 高圧ジェットミルの現象解明

高圧ジェットミル処理中のAE信号のモニタリングシステムを試作し、処理中の微粒子の評価を行った。その結果、微粒子の径に関連した信号が得られ、その場での粒子径の評価が可能になった。また、微粒化現象の解明にも役立ち、ノズルの微粒化特性の改良に有効な情報が得られた。それをもとにノズルの改良を行った²⁾。図1に、ビーズミル粉碎との複合化高圧ジェットミル処理されたアルミニナ粒子の粒度分布変化と、平均径Dの処理回数N_p依存性を示す。従来は200 nmまでしか微粒化できなかつたが、改良したものはN_pが5回で、ピークが100 nmの径、さらに回数を増加させN_pを20回にする30 nmの粒子も現れるようになり、N_p換算で4倍以上に微粒化特性改善ができた。

4. 膜の作製

ガスフロースパッタ法にて、3 μm/h以上の非常に大きな膜堆積速度でのアルミニナ膜作製が可能になった。

複合化ジェットミルで作製したαアルミニナ粒子を約1層塗布し、それをシード層とした膜を作製した。シード層をもつ膜は、アニール処理することによってα相への結晶化温度を下げる事ができた。また、高圧ジェットミル処理により球状化した微粒子を、2 μmの厚み膜を作製し焼結した場合、原料粒子の充填密度の向上により、1200°Cで緻密な膜が得られた。図2に1200°Cで焼成したアルミニナ膜の処理の有無によるSEM像変化を示す。

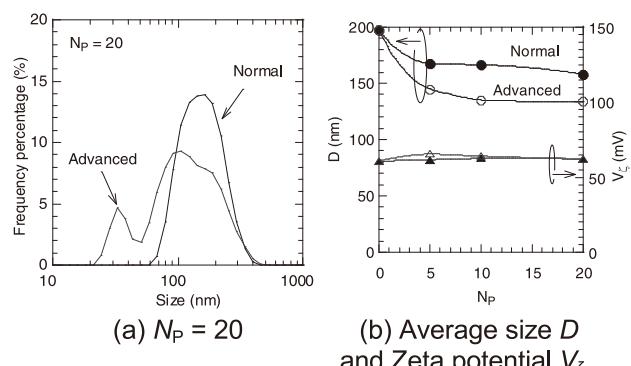


Fig. 1. Volume-based particle distributions of beads milled Al_2O_3 particles after jet mill process at P_N of 200 MPa with various nozzles.

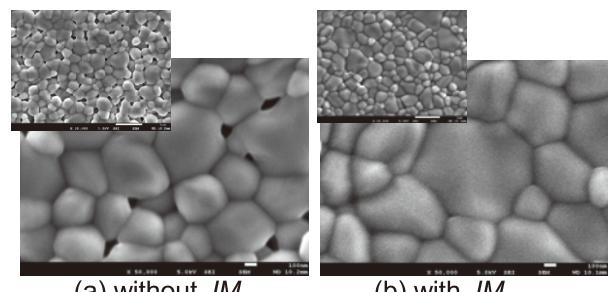


Fig. 2. SEM images of Al_2O_3 films sintered at temperature of 1200 degrees with jet milling process JM and without JM.

5.まとめ

複合化高圧ジェットミル処理は、微細化だけでなく粒子の球状化と均一化の効果があった。特にこの効果は粒子の高密度充填に適しており、硬く韌性の高い材料作製と焼成温度の低下に有効であった。

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) S. Iwatsubo, "Shape Effect of TiC-VC Particles on High Density Sintering Using Wet Jet Milling Process", The 25th Annual meeting of MRS-J 2015
- 2) 特願2016-070573号

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、近年、癌の治療、診断、研究などにおける重要性が確認されているが、血中濃度が極めて低く未だ実用的な単離方法は無い。有望な単離デバイスとして CTC チップが知られているが、素材やコストに課題があったため、筆者らは既に世界でも例のない光硬化樹脂による CTC チップを開発し、従来チップと同等以上の性能を有することを示した¹⁾。CTC チップは表面に固定した抗体が癌細胞表面の特異抗原に結合することにより捕捉を行う。従来、このような抗原として EpCAM が用いられてきたが、癌の多様性や複雑さからは、さらに適切な捕捉用抗原が求められている。本研究では、そのような抗原として EGFR について検討した。

2. 実験

- ・癌細胞株 : a) 食道癌細胞株: KYSE140(EGFR: 6 万/cell), KYSE220(EGFR: 13 万/cell), KYSE180(EGFR: 60 万/cell), KYSE30(EGFR: 1200 万/cell) (by Dr. Yutaka Shimada), b) 乳癌細胞株: MDA-MB-231 (from ATCC)
- ・抗体 : a) 抗 EGFR 抗体: sc-120(Santa Cruz Biotechnology), Cetuximab (Bristol-Myers Squibb)、b) 抗 EpCAM 抗体: sc-59906 (Santa Cruz Biotechnology)

3. 結果と考察

EGFR 発現が既知の 4 種類の食道癌細胞株を、2 種類の抗 EGFR 抗体を用いてチップに捕捉し、細胞捕捉率（捕

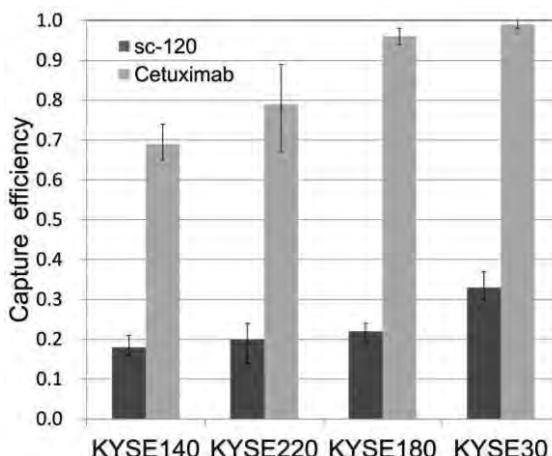


Fig.1 CTC チップの細胞捕捉性能

捉した細胞数／チップに入った細胞数) を求めた結果を図1に示す。細胞捕捉率は抗体により大きく異なること、および抗体が同じなら EGFR 分子数が変わっても捕捉率はあまり変化しないことが分かった。用いた 2 つの抗体で同じ KYSE 細胞を染色すると同等に染色出来ることが分かっているので、このように捕捉率に大きな差が見られたことは意外だったが、抗体分子がフリーの場合と固体表面に拘束されている場合で結合に差異が生じることは興味深い知見である。一方、EGFR 分子が 200 倍 (6 万 → 1200 万) に増えても捕捉率があまり変化しないことは、チップ上の捕捉抗体分子数（密度）があまり多くないことを示すと思われ、こちらもチップ性能改良の点から興味深い知見である。

乳癌細胞株の MDA-MB-231 について同様に細胞捕捉率を求めたところ、この場合も抗体による大きな差異がみられた（図 2）。この細胞株は EpCAM による捕捉が困難だが（sc-59906 の結果）、Cetuximab によれば高効率で捕捉できることが分かった。EGFR は他の癌においても高発現が認められることが多いので、新たな捕捉ターゲットとしての可能性を示す結果といえる。

参考文献

- 1) T. Ohnaga et al. : Molecular and Clinical Oncology DOI: 10.3892/mco.2016.734

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。また、Cetuximab を提供いただいた群馬大学医学部 横堀武彦先生に感謝いたします。

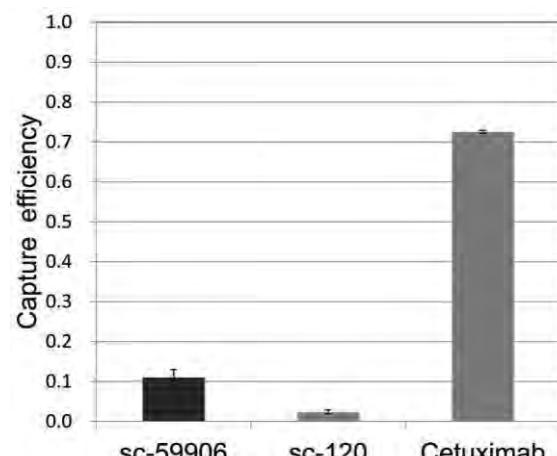


Fig.2 乳癌細胞の細胞捕捉率

集束イオンビームによるダイヤモンドの表面改質を応用した精密加工用工具の開発と応用

加工技術課 川堰宣隆

1. はじめに

本研究では、高精度な微細加工が可能な FIB に着目し、これを応用した超精密加工用工具の作製を目的とする。これまで、単結晶ダイヤモンド工具表面に微細なテクスチャを作製することで、その加工特性を改善できることを明らかにした。本報では、この技術をナノ多結晶ダイヤモンド (NPD) 工具やバインダレス cBN 工具へと適用するため、これらの材料に微細なテクスチャの作製する手法について検討した。

2. NPD、cBN のパターニング

図 1 は、ドーザ量 10 mC/cm^2 で FIB 照射したナノ多結晶ダイヤモンドの熱処理前後の形状である。FIB 照射後、空気中で熱処理することで、照射部が選択的にエッチングされる。これによって、深さ 50 nm の凹形状となった。本手法を応用することで、スパッタと比較して、加工変質層が少なく、高能率なパターニングが可能となる。

図 2 は、ドーザ量を変化させて FIB 照射したときの、熱処理前後の深さ増加量のドーザ量依存性である。ドーザ量が 0.001 mC/cm^2 以上の条件でエッチングが進行し、凹形状が形成された。最大エッチング深さは、ドーザ量が 10 mC/cm^2 で 50 nm に達し、単結晶ダイヤモンドの場合と比較して大きい。NPD では特定の結晶方位を持たないため、チャネリング効果が生じにくい。このため、浅い領域で密度の高い結晶性の変化が生じやすく、エッチングが深くまで進行したと考える。

図 3 は、バインダレス cBN にドーザ量を変化させて FIB 照射したときの、熱処理前後の深さ増加量のドーザ量依存性である。NPD と同様に熱処理した場合、エッチングは進行しない。FIB 照射後にアルミニウムを蒸着することで、エッチングが可能であった。ドーザ量 0.5 mC/cm^2 以上の条件で均一にエッチングが進行し、スパッタが生じない条件下での増加量の最大値は 26 nm であった。cBN の場合、酸素との反応ではなく、アルミニウムとの化学的反応など他の要因によって、エッチングが可能であることがわかった。

3. おわりに

本研究では FIB 照射および熱処理の技術を応用して、工具として使用される各種材料にテクスチャを作製する

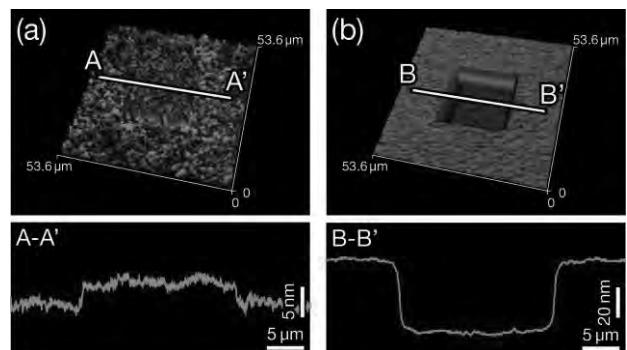


Fig. 1 Change in the FIB irradiated NPD surface (a) before, and (b) after heat treatment.

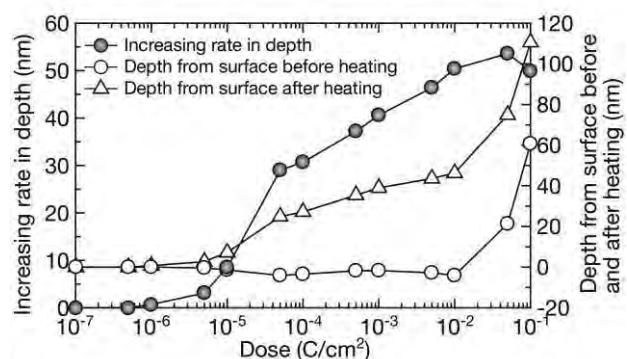


Fig. 2 Change in the increasing rate in depth of FIB-irradiated NPD as a function of ion dose.

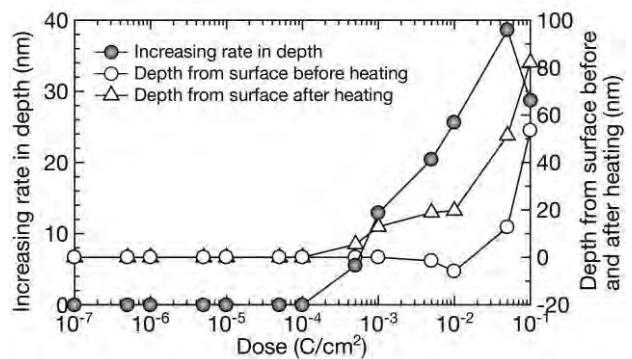


Fig. 3 Change in the increasing rate in depth of FIB-irradiated binderless cBN as a function of ion dose. The FIB-irradiated surface was covered with aluminum and then heated in air.

手法について検討した。これより、ナノ多結晶ダイヤモンド、バインダレス cBN のいずれの場合でも、テクスチャの作製が可能なことがわかった。

本研究は、JSPS 科学研究費補助金基盤研究 (C) (課題番号 26420070) を受けて行われました。

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 吳 一眞、富木裕一

1. はじめに

大腸癌の診断において、現状で使用されている腫瘍マーカーは不十分なため、近年注目されているバイオマーカーである、血中循環腫瘍細胞（CTC）について検討している。CTC は血中濃度が極めて低く現状では一般に単離が非常に難しいが、筆者らは既に自ら開発した“ポリマー-CTC チップシステム”により大腸癌細胞を効率よく捕捉できることを示している。本検討では、本システムの捕捉性能を定量化し再現性をチェックすることを目的に、大腸癌細胞株を使用した捕捉試験を実施した。さらに得られた結果から、本システムを臨床検体からの CTC 捕捉に適用しうることが示されたので、大腸癌患者さんの末梢血からの CTC 捕捉試験を実施した。

2. 実験

- ・大腸癌細胞株：HCT-116(EpCAM(+))を使用
- ・捕捉抗体：抗 EpCAM 抗体
- ・臨床検体：表 I 参照
- ・蛍光染色：捕捉細胞を、DAPI、FITC 標識抗サイトケラチン抗体、PE 標識抗 CD45 抗体または PE 標識抗 EpCAM 抗体で免疫蛍光染色した

3. 結果と考察

HCT-116 を PBS または健常者血液にスパイクしたサンプルを使用し、ポリマー-CTC チップシステムにより細胞捕捉試験を行った。得られた細胞捕捉効率（捕捉した細胞数／チップに入った細胞数）を図 1 に示す。チップに捕捉抗体を導入した場合のみ高い捕捉効率が得られ（図 1 右 2 つのグラフ）、EpCAM をターゲットとした捕捉により大腸癌細胞が効率よく捕捉できることを確認した（捕捉効率は、PBS : 91%、全血 : 65%）。

以上の検討から、本システムを臨床検体での CTC 捕捉に適用可能と判断し、次に大腸癌患者さんの末梢血をサンプルとして CTC 捕捉試験を実施した。試験により捕捉した細胞を蛍光染色した例を図 2 示す。CTC の同定基準を、一般的な基準に従い、有核（DAPI+）、サイトケラチン+、CD45- または EpCAM+ として判定したところ、CTC が認められた（図 2 矢印の細胞）。

捕捉試験を行った 6 検体について同様の同定を行ったところ、全ての検体から CTC が認められ、CTC 数は 1 mLあたり 3~84 個の範囲にあった（表 I 参照）。大腸癌においては既に、CTC の血中濃度が予後予測に使用できることが知られているので、今後さらに症例を増やすと共に結果を予後の観点から整理することを試みる。さらにこのようにして得られた CTC からは、発現タンパク質解析や遺伝子解析により、癌の性状に関する情報が得られ、それに基づく個別化治療への道が開ける。今後、このような観点からの CTC 解析も推進する。

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。

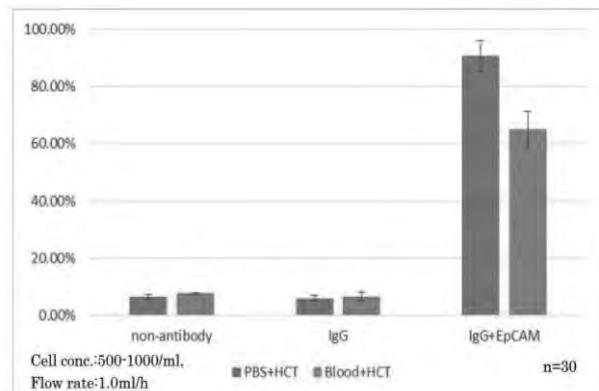


Fig.1 大腸癌細胞株の捕捉性能

Table I 検体の詳細と捕捉結果

Patient No.	Age	Sex	Site	Histologic Features	TNM classification	Distant Metastases	Circulating Tumor cells nug/ml
1	81	M	RS	tub1	IIIA	Liver	34
2	51	M	C	muc	IVB	Lung,Bone	3
3	64	F	A	tub1	IIIA	Liver	6
4	71	M	A	tub2	III B	None	3
5	72	M	A	tub2	IIIA	Liver	7
6	74	M	RS	tub1	IIIA	Lymph node	18

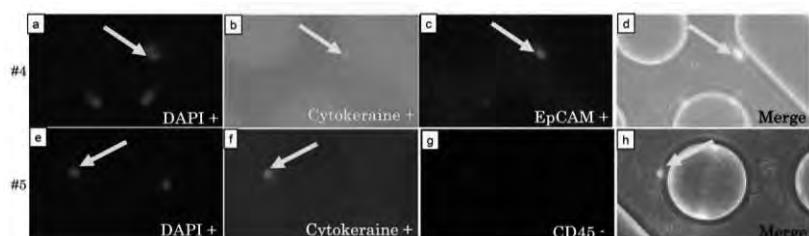


Fig.2 捕捉細胞の同定（矢印が CTC）

消化器癌に対する抗腫瘍和漢薬の確立および臨床応用に関する研究

材料技術課 大永 崇 富山大学医学薬学研究部 塚田一博

1. はじめに

胆道癌・膵癌に対する診断・治療は、医療技術の進歩に伴い改善が見られているが、依然として早期発見・治癒切除困難な症例が少なくない。そのために治療面からは様々な検討がなされ、術後補助化学療法、あるいは進行再発癌に対する化学療法として、ジェムシタビンやTS-1を中心としたレジメンを用い一定の予後改善効果を上げている例などがある。一方、富山大学第2外科では、抗腫瘍効果を示す和漢薬としてユキノシタ（図1参照）について検討しており、これまでに進行膵癌患者が5FU系経口抗癌剤とユキノシタを併用することにより、約1年の長期にわたり腫瘍増殖を抑え延命し得た症例を経験している。ここで使用したユキノシタは、富山県立山山麓で古来より腫れ物やできものに効くとされ、盛んに栽培されているものである。さらに上記のように抗腫瘍効果が認められるので、より詳細な効果確認や作用機構解明は、和漢薬由來の新規抗癌剤を見出すことに繋がる可能性があるため、本研究で検討する。

2. 研究内容

本研究課題において、工業技術センターは自らが開発したCTC捕捉システムを使用し、消化器癌患者さん由來の末梢血サンプルから、血中循環腫瘍細胞（CTC）を捕捉できるようにする役割を担う。CTCは、既に膵癌などの消化器癌を含め様々な癌において、血中濃度が予後予測や化学療法効果の評価に使用できることが報告されている。そこで本研究では、抗癌剤ならびにユキノシタ等の和漢薬を使用する治療前後で患者さんから採血を行い、その血液検体においてCTCを定量解析し、消化器癌に対する和漢薬の薬剤感受性を評価する。さらにこれらの結

果を各種画像診断（CT、US、FDG-PETなど）並びに腫瘍マーカー測定結果と比較検討し、in vivoにおいて各消化器癌に最も効果のある治療法を確立する。

本システムを使用して、臨床検体からCTCを捕捉できるようにするために、次の項目について検討する。

●捕捉抗体の選定：本捕捉システムが膵癌、胆道癌のCTCを捕捉できるかを確認するために、はじめにこれらの癌の細胞株を使用して捕捉試験を行う。細胞株はこれまでに富山大第2外科等で樹立したもの（Cancer 85,832(1999)およびAnticancer Research 35,3821(2015)参照）を使う。癌細胞を捕捉する細胞表面のターゲットとしては、一般に用いられているEpCAMから検討するが、膵癌等ではEpCAMによる捕捉においてCTC検出率がかなり低下することが報告されているので、他の捕捉ターゲットについても検討する。

●捕捉細胞の同定：CTCの同定は、一般的には有核、サイトケラチン+、CD45-を基準とするので、本検討でもそれに沿って行う。ただしこまでの筆者らの他の癌におけるCTC捕捉検討からは、上記基準だけでは不十分なことを示唆する結果も得られているので、さらに病理学的な判定基準を導入することなども検討する。

3. 本年度の検討内容

本年度は捕捉ターゲット調査や細胞株培養テスト（図2参照）などを行った。捕捉ターゲットとしては、論文調査からMUC1、EGFR、PLS3などに可能性があることを見出した。

謝辞

本研究は科研費（基盤研究(C)：15K10181）の助成を受けたものである。



Fig.1 抗腫瘍効果を示すユキノシタ

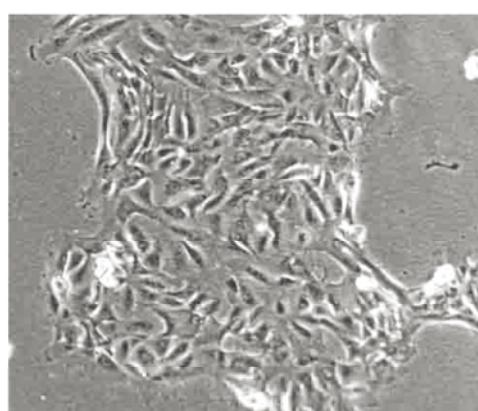


Fig.2 胆嚢癌培養細胞

集束イオンビームによるダイヤモンド切削工具の表面改質とその応用

加工技術課 川嶋宣隆

1. はじめに

集束イオンビーム(FIB)照射した単結晶ダイヤモンドの結晶構造の変化を明らかにするため、照射部のレーザーラマン分光分析を行った。その過程で、FIB照射した単結晶ダイヤモンドに波長266 nmの微弱な紫外線レーザーを照射すると、FIB照射部のみが選択的に加工されることを見出した。これを応用することで、高能率、高精細なダイヤモンドのパターニングが可能になると考える。

本研究ではこの現象を工具へのテクスチャ作製等へと応用するため、各種条件依存性について検討した。これより、本加工技術の有用性について検証した。

2. Ga除去処理の効果

図1(a)は、 10 mC/cm^2 でFIB照射後、紫外線レーザー照射した試料のAFM観察像である。レーザー照射部で明確な除去加工は行われず、デブリが生じることがわかる(図中、a部)。同図(b)は、Ga除去処理¹⁾を適用後に、レーザー照射した試料のAFM観察像である。加工部でデブリは生じず、除去加工が行われた。前者の場合、FIB照射時に残留したGaが主因となって、デブリが生じる。Ga除去処理を適用することでその影響を受けず、デブリのない加工が可能であることがわかった。

3. レーザー照射時間による変化

図2は、レーザー照射時間に対する照射部深さおよびin situラマン測定によるダイヤモンドのピーク強度の変化である。 10 mC/cm^2 でFIB照射およびGa除去処理後、レーザーを照射した。レーザー照射初期の段階で深さは急増し、加工時間500 sで深さは65 nmとなった。照射時間がそれ以上になると増加量は小さくなり、加工時間3000 sで深さは83 nmに達した。照射部最表面付近では、FIB照射による結晶性の変化が大きく、加工速度が大きい。加工が進行すると結晶性の変化が小さな領域となり、加工速度が低下したと考える。また照射時間3000 sの加工面を観察した結果、照射部は平滑となり、非加工面と同様の粗さとなった。この条件では非ダイヤモンド相が完全に除去され、レーザー加工が停止したといえる。一方、ダイヤモンドのピーク強度は、深さと同様な増加傾向を示した。本実験条件下においてピーク強度は、主に非ダイヤモンド相の厚さを示しており、加工の進行し、薄くなる

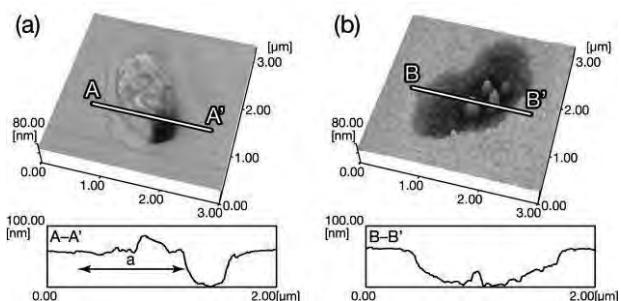


Fig. 1 AFM image of diamond surface irradiated by DUV laser. The FIB-irradiated diamond surface (a) without and (b) with the Ga removal step was irradiated by a DUV laser for 800 s

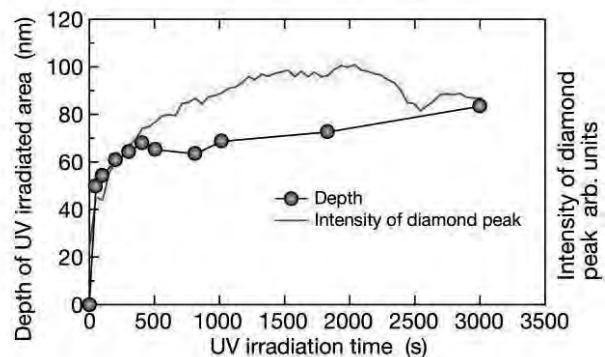


Fig. 2 Changes in depth of laser-irradiated area and diamond peak plotted as a function of DUV laser irradiation time.

ことで、その下部のダイヤモンド相の強度が強く検出されたと考える。また加工深さは、熱処理によるエッチング深さと比較して大きい。レーザー照射では局所的に高い温度で非ダイヤモンド相の酸化を促すことが可能であり、これによって結晶欠陥密度のより低い領域まで加工できたと考える。

4. おわりに

本研究では、FIB照射と紫外線レーザーを併用したテクスチャの作製について検討した。これより、本手法を応用することで、より深いテクスチャを高能率に作製できることを明らかにした。

本研究は、工作機械技術振興財団試験研究助成Aを受けて行われたことを記して、御礼申し上げます。

参考文献

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

ナノ粒子を応用した鮮度維持技術の開発

評価技術課 岩坪 聰 材料技術課 山崎 茂一 生活工学研究所 九曜 英雄
農林水産総合技術センター 辻 俊明 島 嘉輝 大城 克明、県立大学 楠井 隆史
株式会社エイト 中野 收一

1. はじめに

近年の厳しい価格競争に対処するためには、農産物の差別化を図る必要があり、県特産品であるリンゴなどの果実やチューリップなどの切り花の鮮度維持技術が望まれている。例えば、果実や花などの鮮度には、成長ホルモンであるエチレン制御技術や防腐技術が不可欠である。これまで工業技術センターでは、企業との共同研究でメソポーラス材料を応用した高性能エチレン分解剤の開発を行ってきた。また、無機系ナノ粒子の生物応用に関する研究を行い、銀ナノ粒子に高い切り花の花持ち延長効果があることを見出した。

本研究ではこれらの技術を基に、リンゴやチューリップ・キクなどそれぞれの主要切り花に適した鮮度維持方法の開発と、その薬剤に対する安全性に関して検討を行った。本年度は、主に①粉体の使用効率向上の改善と、パッケージ改善によるエチレン包装分解剤としての特性向上、②チューリップ・キク等の花持ち延長処理では、後処理をメインとしたプロセスの開発、③品種による薬剤使用方法の明確化などの課題を実施した。

2. 農産物用エチレンガス分解剤の開発と評価

エチレン分解剤の改良と開発した充填包装剤による果実や花の評価を行い、各種農産物の鮮度維持の効果を調べた。コントラストして、市販品されている白石カルシウム社製CSパックを用いた。

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、0.2g の試料を入れ、ガスのサンプリングを行った。包装剤の試験では、分解剤を 1g 入れた。ガス濃度 C_E 変化は、島津製作所社製のガスクロマトグラフ型式 GC-2010 にて測定した。

エチレン分解剤は、調湿性のメソポーラス材をベースに、エチレンを酸化させるための $KMnO_4$ を添加して作製した¹⁾。通気性フィルムを用い、これを充填包装剤として加工して使用した。この分解剤は反応によって、色が紫から茶色に変化する特性を持っている。一方、エチレンなどガス分解の様子は、ユーザーが直接見ることができないので、その効果の実感と必要な分解剤の量などがすぐに分かるようにする必要があった。そこで、一部透明なフィルムで中が見えるようにした。分解剤に関しては、酸化剤の反応機構の解明と、 $KMnO_4$ の酸化力の制御を行った。

図 1 に、作製したエチレンが透過できる多孔質フィルム、裏が状態観察用の透明な OP/CP フィルムをもつ包装剤を示す。

これまで作製した分解剤では、水分吸着によると思われるダマが発生する経年変化があった。そのダマの部分には未反応の部分を含むことがあった。また、ガス分解剤は、充填剤内部でのガス透過性を高める必要

があった。そこで、ダマの抑制とガスの透過を向上させるために、針状の微粒子を入れて、かさ密度を向上させた。図 2 にその SEM 像を示す。これによって、従来発生していた水分吸着による数ミリのダマの発生を押さえることができた。

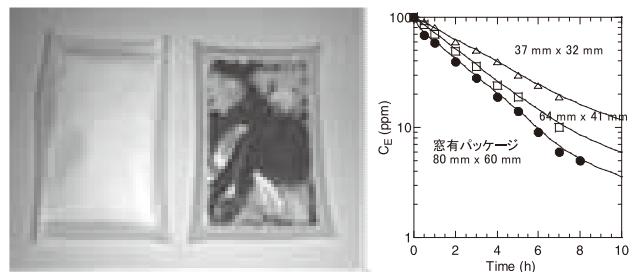


図 1 窓付き包装剤と各種包装剤のエチレン分解特性

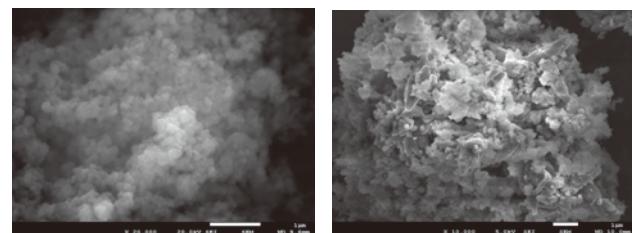


図 2 作製したエチレン分解剤の SEM 像

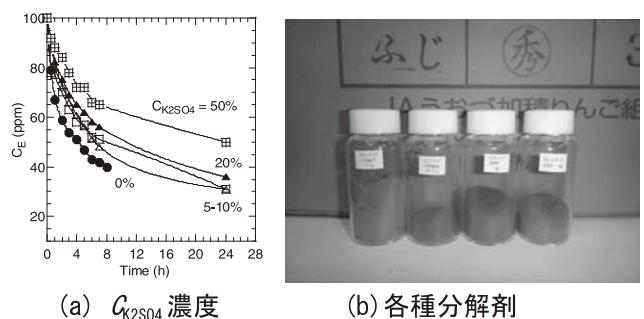


図 3 開発した各種エチレン分解剤

水溶液中で、 $KMnO_4$ の酸化力は pH に強く依存することが知られている。一方、ゼオライトなどメソポーラス材料では、表面積が大きいことから水蒸気の吸着とイオンの吸脱着によって、その表面の pH が変化する。本研究で使用しているメソポーラス材での反応を制御するために、緩衝剤として K_2SO_4 を添加し表面 pH を変化させた。 $KMnO_4$ 50%、メスボーラス材 25%、その他 25% とし、その他の 25% 内で K_2SO_4 の濃度 C_{K2SO4} を変えた分解剤を作製した。ここで C_{K2SO4} はメスボーラス材に対する比である。

図 3 (a) に、 C_{K2SO4} を変化させた場合の試験溶液内の

エチレン濃度 C_E 変化を示す。 C_{K2SO4} が 0% の場合、最も酸化力が強く、20%以上で急激に酸化力が弱くなった。このことは緩衝剤を添加することで、酸化するガスを選択できることを示している。この分解剤は、硫化水素やメチルメルカプタンなどの臭気ガスも分解することから、その酸化力を抑制することで、効率的な分解特性を持たせることができると考えられる。(b)には、各種分解剤の試験後の色の変化を示す。次に、エチレン分解剤のリンゴへの応用試験を行った。

実験方法は以下のとおりとした。

- (1) 供試品種：さんさ、つがる、シナノドルチェ
- (2) 供試資材 エチレン吸着剤：開発エチレン吸着剤（内容量 1 g）、市販エチレン吸着剤（商品名「CS パック（内容量約 8.5 g）」白石カルシウム株式会社製）梱包資材：出荷用段ボール箱（以下、DB）
- (3) 試験区

- ①DB+試作区：DB5 kg 箱 + 試作エチレン分解剤 1 個
- ②DB+CS 区：DB5 kg 箱 + 市販エチレン分解剤 1 個
- ③DB 区：DB5 kg 箱のみ

※各区 4~5 個、2 反復。常温下で保存

- (4) 調査項目 果実品質および貯蔵中の日持ち性：貯蔵中の地色、硬度、油上がり、食味。

つがるではエチレン分解剤の有無にかかわらず、鮮度保持効果は認められなかった。シナノドルチェ、秋陽、ふじではエチレン分解剤の有無によって鮮度保持効果が見られた。試作エチレン分解剤は市販エチレン分解剤と同等か、それ以上の鮮度保持効果が認められた。その後、使用した分解剤を回収し、X 線回折で構造分析を行ったところ、つがるでは完全に $KMnO_4$ が分解し、 Mn_2O に変化していたことが分かった。

2.2 銀系微粒子薬剤をベースとした処理剤の作製と花に在留する無機薬剤成分・安全性評価

銀系微粒子は CSD (Chemical Solution Deposition) 法で作製した。これまでの研究から、鮮度維持剤としての銀濃度は約 16ppb が適していることが分かっている。そこで本年度は、後処理用に栄養分のあるグルコース主成分の GLA とスクロース SLA に銀系微粒子を加えた薬剤で試験を行った。糖には有機系の抗菌剤を添加してある。試験後、ICP-MS にて銀ナノ粒子の鮮度維持剤処理・試験後の花の各部位に在留している銀濃度を調べ、日持ち日数との関係を調べた。

キーワード：ナノ粒子、銀、切り花、エチレン、分解、果樹、環境

Development of freshness preservation technology applied nano-particles

Evaluation Engineering Section; Satoshi IWATSUBO, Material Technology Section; Shigekazu YAMAZAKI,
Human Life Technology Research Institute; Hideo KUYO

Toyama Prefectural Agricultural, Forestry & Fisheries Research Center; Toshiaki TUJI, Yoshiteru SHIMA, Katsuaki OOSHIRO
Toyama Prefectural University; Takashi KUSI

It is known that ethylene gas triggers to decays fruits, vegetables and flowers. Using technology to decompose the ethylene, commodities during storage and shipment can prolong storage life. New decomposition material had been prepared powders with mesoporous structure. The partial transparent packages with the powders were prepared. The decomposition property and the tests of apples and flowers were carried out. The tests compared with goods on the market. In addition, we have been developed the solutions including Ag nano-particles for freshness preservation.

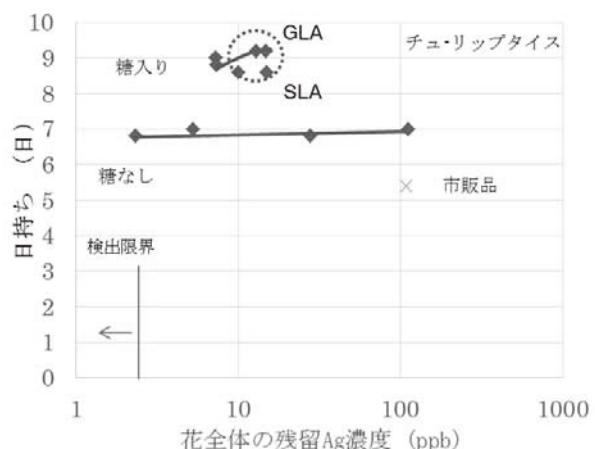


図 4 残留銀濃度と日持ち日数の関係

花持ち試験は、小キク、トルコギキョウ、チューリップで行った。代表的なチューリップの結果を示す。タイス品種で環境温度が 20°C の場合、蒸留水や水道水では日持ち日数は 7 日であったが、糖添加で 9 日、さらに、銀ナノを添加して 10 日まで伸びた。銀と相性のよかつたのは GLA で、その場合のみ相乗効果が認められた。試験後 ICP-MS にて、花、上茎、下茎、第 1 葉、他葉の各部ごとに残留銀濃度を分析した。

図 4 に、タイスで分析された全体の残留銀濃度と日持ち日数の関係を示す。花には銀が約 10 ppb 残留し、銀系微粒子単独でも市販品より優れた効果が得られた。

3.まとめ

エチレン分解剤は、酸化力がある間は鮮度維持効果が認められた。分解効果が分かる充填包装剤の開発を行った。チューリップでは、銀ナノ粒子と糖の組み合わせの有効性が示された。

参考文献

- 1) 特願 2014-262108

乳がん治療への血中循環腫瘍細胞捕捉システムの応用

材料技術課 大永 崇 富山大学医学薬学研究部第2外科 塚田一博、長田拓哉

1. はじめに

近年、癌の治療や診断において血中循環腫瘍細胞 (Circulating Tumor Cell: CTC) の利用が注目されている。CTC は原発巣や転移巣から血管に侵入した癌細胞であり、治療や診断における利用では、主に血中濃度と細胞の性状（遺伝子変異、タンパク質発現など）が利用される。CTC の血中濃度については、存在自体で癌が確定診断出来るだけでなく、濃度と予後とが相関することは多くの癌で報告されている。また化学療法中の CTC 濃度は、腫瘍のサイズ（体積）と相関することも知られており、その反応は腫瘍マーカーよりも早く明確であるため、従来は困難だった治療効果のモニタリングを可能とする。一方、細胞の性状については、特定のタンパク質の過剰発現を調べることで癌のサブタイプを判断し、それに適した癌治療薬を選択することに利用できる（例えば、乳癌や胃癌の HER2 過剰発現にトラスツズマブを使用する場合など）。また遺伝子については、現在、癌に特定の遺伝子変異がある場合にその遺伝子が担う細胞機能に作用し高い抗癌作用を示す薬剤（分子標的治療薬）の開発が盛んに行われている。このような薬剤を使用する場合、事前に適合する遺伝子変異を調べることにより、患者さんに合った薬剤選択が可能となる（EGFR 遺伝子変異に基づくゲフィチニブの使用など）。さらに最近では、遺伝子全体の変異等を網羅的に調べ、総合的な治療戦略をもとに癌治療する方向に進みつつある。従来、このような癌細胞の性状を知ろうとすると、手術や生検を必要とし多大な患者負担を伴ったが、CTC が利用できれば、血液検査だけで極めて容易に可能となる。

このように CTC は、癌の治療や診断に画期的な進歩をもたらす可能性が示されているが、臨床においては現在もほとんど利用されておらず、それは CTC の血中濃度が極めて低く単離が困難なことに由来する。現在、世界中で CTC 単離のデバイスや装置が開発されており、その中で有望な技術としてマイクロ流体デバイスを応用した CTC チップが提案されている。これまでに富山県工技センターでは、独自技術により“ポリマーCTC チップ”（図 1 参照）を実用化し（県内企業で製造販売中）、十分な CTC 単離性能を有することを示した。本研究では、富山大学附属病院と共同してこのポリマーCTC チップを乳がん治療で臨床テストした。臨床検体からの CTC 捕捉・

同定、治療中の CTC 濃度変化などについて検討したので、報告する。

2. CTC 捕捉システム

臨床検体の捕捉試験と並行し、ポリマーCTC チップによる捕捉システムの改良を進めた。前年度の検討では、種々の媒体（全血、血液分画、PBS など）中の細胞を捕捉するためのシステムを開発し、既にキット化して県内商社から販売を開始している。一方、臨床現場では全血での試験が多く、試験時間短縮、消耗品の削減、さらなる操作の簡略化、などが求められるため、それに合わせた改良を行った。その結果、サンプル供給部を備えたチップホルダーとシリンジポンプからなる極めてシンプルなシステムを開発した（図 2 参照）。操作が単純で複数サンプルの同時捕捉も可能であり、こちらも既にキット化して販売を開始している。

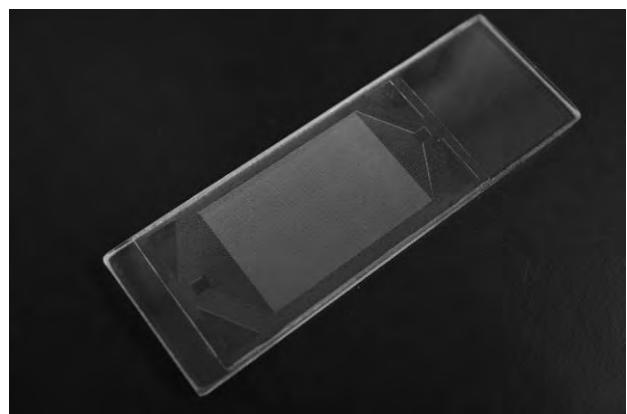


Fig.1 ポリマーCTC チップ

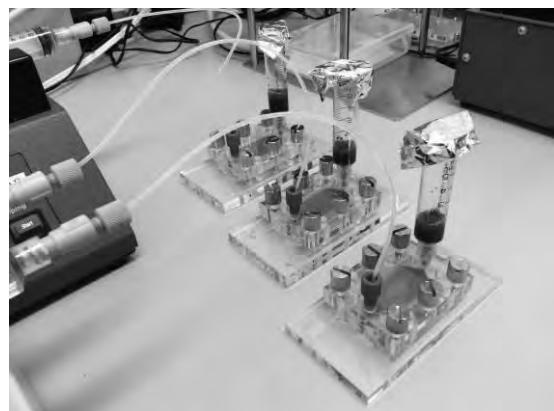


Fig.2 臨床用 CTC 捕捉システム

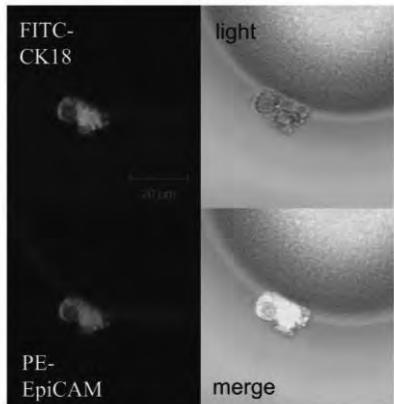


Fig.3 捕捉 CTC の共焦点レーザー顕微鏡像

Table I CTC 捕捉と症例

	CTCあり	CTCなし	P因子
治療歴あり	8	40	p=0.15
治療歴なし	5	19	
手術あり	7	22	p=0.87
手術なし	6	37	
化学療法あり	3	25	p=0.15
化学療法なし	10	34	
再発あり	0	12	p=0.18
再発なし	13	47	

3. 乳がんにおける CTC の応用

これまでの検討で、91 の検体において CTC 捕捉を行った。捕捉した CTC の 1 例を図 3 に示す。共焦点レーザー顕微鏡により、癌細胞のマーカーであるサイトケラチン 18 (CK18)、EpCAM と核を明確に確認し、CTC を同定した。CTC 捕捉と症例の関係を解析した結果を表 I に示す。これまでのところ臨床データとの明確な関係は認められないが、症例数が十分とは言えない段階なので、今後さらに捕捉試験を進めるとともに、生存率、再発率など長期の検討が必要な項目についても評価を行う。

化学療法による治療過程での CTC の血中濃度変化について、進行性乳癌で検討した。患者さんから定期的に 3 mL の末梢血を採取して CTC 捕捉を実施し、得られた CTC 数を治療過程に対してプロットした結果を図 4 に示

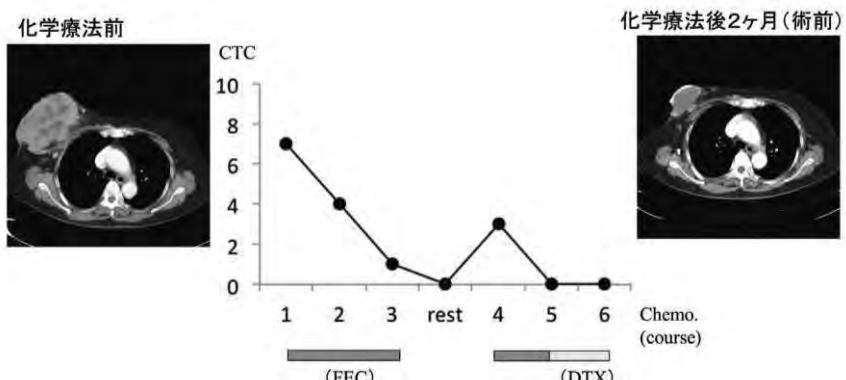


Fig.4 化学療法中の CTC 数変化と腫瘍サイズの変化

す。術前化学療法の施行により、CTC は徐々に減少して 0 まで低下し、その後、休薬のため一時的に増加したが、治療を再開すると再度 0 まで低下した。通常の効果判定として、化学療法の前後で CT により腫瘍を検査したところ（図 4 両端の写真、写真左上の固形物が腫瘍）、腫瘍の縮小が認められた。以上の結果は、化学療法の効果がある場合、CTC 濃度の減少を伴う可能性があることを示唆しており、そのような事例は既に世界各地の検討で肺癌、大腸癌、肺臓癌においても確認されている。さらに、このことは化学療法中における治療効果のモニタリングの可能性を意味しており、もしそのようなモニタリングが実現できれば、早い段階で的確に判断しながら癌治療を進められるようになる。

4. おわりに

以上の検討から、ポリマー CTC チップシステムは乳癌治療で有効に使用できる可能性が示された。本システムは、乳癌に限らず広く応用可能であり、これまで高価な装置や複雑な手法が必要なために停滞してきた CTC の臨床応用を、大きく前進させる可能性も有する。現在、国内の医学部、大学病院、研究機関等と共同し他の癌種での検討も進めており、今後はさらに広く展開する。

キーワード：血中循環腫瘍細胞、乳癌、化学療法、CTC チップ

Application of Polymer CTC-Chip System to Breast Cancer Treatment

Material Technology Section; Takashi OHNAGA University of Toyama; Kazuhiro TSUKADA and Takuya NAGATA

We have developed microfluidic devices called “polymer CTC-chip” that enable capture of circulating tumor cells (CTCs) from blood of cancer patients. A CTC isolation system using the chip was applied to breast cancer treatment in the present study. 91 blood samples from the patient were tested and the measured CTC numbers were analyzed on the basis of clinical data of the patients. In the case of metastatic breast cancer, change in the CTC number was measured during chemotherapy and decrease in tumor size seemed to be accompanied by decrease in the CTC number.

ナノセルロース作製とイオン液体を用いた構造解析手法の確立

評価技術課 岩坪 聰 丹保 浩行

1. はじめに

ナノセルロースは、次世代のコンポジット材料として着目されている。ナノセルロースの作製には、化学的解纖方法と機械的解纖方法があり、酸加水分解法、粉碎機をベースとしたグラインダー処理、高速な流れを利用した高圧ホモジナイザー、高圧ジェットミルなど様々な方法がある。しかし、それらのナノファイバーの径などは、電子顕微鏡にて評価されているが、全体としてのマクロな形態評価や、溶液中での構造は明確になっていなかった。ナノセルロースを複合材料に応用するには、複合化したときの分散状態を推測するためにも各種作製方法によるナノセルロースの構造変化を明確にする必要がある。

まず、セルロース解纖状態の観察手法として、光学顕微鏡、電子顕微鏡が挙げられる。光学顕微鏡は、濡れた状態でも観察できるが、その倍率には限界がある。また、透明なファイバーでは観察事態が不可能である。

一方、電子顕微鏡観察では、試料を乾燥して評価するため、溶液中で存在している状態とは異なる形態・構造を評価することになる。また、電子顕微鏡では、高倍率で観察する場合、解纖初期過程ではセルロース粉体は凹凸で径が大きく、チャージアップの問題が出てくる。低真空での観察でこの問題を回避できるが、高い倍率での観察は上手くいかないことが多い。近年、蒸気圧が高いイオン液体を用いたSEM観察が可能になってきた。そこで本研究ではこの手法を用いて、解纖処理におけるセルロースの構造を観察し、高圧ジェットミル処理による解纖プロセスを明らかにするとともに、統計的な構造評価手法を確立することを目的とした。

2. ナノセルロースの作製

結晶性セルロース粉体を含んだ溶液を作製し、スギノマシン社スターバストHJP-25001にて、高圧ジェットミル処理を行った。使用したノズル径は0.1mmである。噴射圧は200 MPaとし、その処理回数 N_p を20回繰り返した。処理途中で溶液を抜き出し、 N_p が1, 2, 5, 10, 20の試料とした。その試料を乾燥させ、イオン液体処理しSEM観察を行った。イオン液体は日立ハイテクノロジーズ社のHILEM IL1000を使用した。

図1に、 N_p が1で、金をコートしたものと、イオン液体処理した試料のSEM像を示す。(a)の金コートしたものは、低倍率においても部分的にチャージアップしていた。(b)のイオン液体処理を行ったものは、高倍率にてもチャージアップせずに観察できたが、粒子表面にイオン液体が多く残留すると、その液面が現れ、細かな凹凸を見ることが難しく、適量での処理が必要であった。

図2に、この処理を行って N_p を20まで処理回数を変化させた場合のSEM像を示す。最初(a)は数μmから50μmの大きさの粉体であるが、 N_p が1の処理(b)によって粒子が碎かれ、それらが部分的に付いた状態で、

全体として大きな粒子なっていた。それらは一様ではなく、大きく引き裂かれた部分と、あまり変化のない部分の両方が観察された。特に数十μmの小さな粒子の変化が少なかった。 N_p が2になると形が歪な粒子は少なくなり、板状の粒子が増え、それらが数20~50μm程度の均一な大きくなることが分かった。

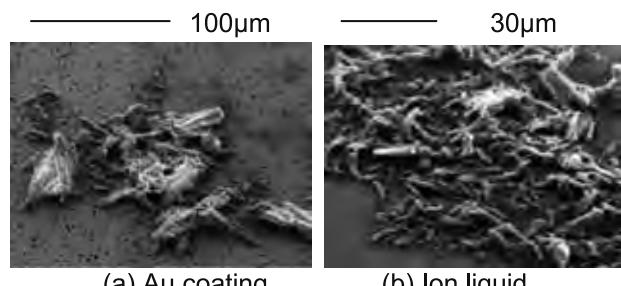


Fig.1 SEM images of dry cellulose particles milled by high pressure jet process for N_p of 1.

さらに回数を増やし N_p を10にすると、20~50μmの大きな粒子は、観察されなくなり、6μm以下の小さな塊が多く観察された。これは、未解纖のセルロースの塊と思われる。この装置では、さらに回数を増加させてもこの傾向は変わらなかった。

次に解纖したファイバーが凝集しないように真空凍結乾燥にて試料を乾燥させて、SEM観察を行った。この場合は、径が100nm以下のファイバーからなる構造がよく観察された。

図4に、 N_p が20の溶液のセルロースを染色した後のOM像を示す。(a)と(b)の倍率は、それぞれ320と700倍である。数十μmの小さな粒子から最大でも100μm程度の球状粒子が観察される。この部分が、溶液中のセルロース粒子の外径であると考えられる。

以上をまとめると、高圧ジェットミルによる解纖は、最初に原料粒子を破壊し、その後粒子の外側からファイバーが解纖されていく過程を経ることが分かった。最終的には、粉碎できない未解纖の塊とファイバーの状態になっていた。

溶液中のこのような形態変化から、解纖セルロースのマクロ的評価ができないかを検討した。粒度分布には、レーザー回折法による測定と、自己相関関数を基にした動的光散乱法による測定の2種類がある。これらの測定原理から、評価方法を検討した。測定は、マルバーン社MS3000とゼータサイズ ナノZSを用いた。

レーザー回折法(LD: Laser diffraction analysis)は、数μm以下の粒子はMie散乱、それ以上はFraunhofer近似を使用している。Mie散乱では屈折率の影響を受けるが、Fraunhofer近似はその影響を受けず、表層で散乱した光の情報を基に計算を行っている。そのため、ポーラスな粒子の場合、その外径が計測されることになる。つまり、ファイバーのダマになっている解纖セルロースの外径を評価していることになる。

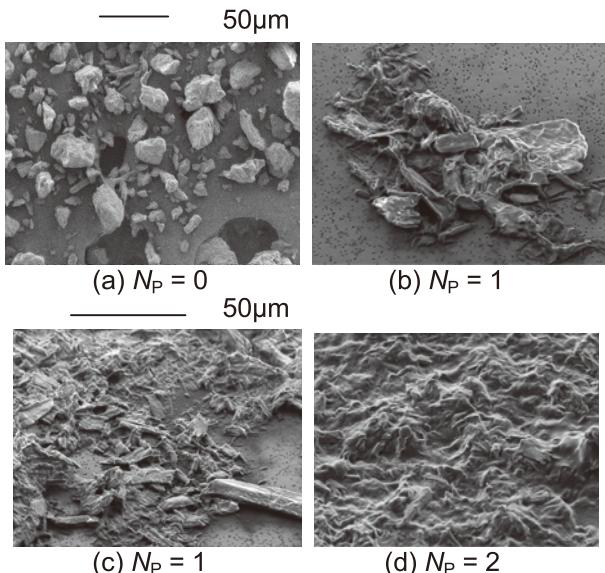


Fig.2 SEM images of cellulose particles for N_p of 0, 1 and 2.

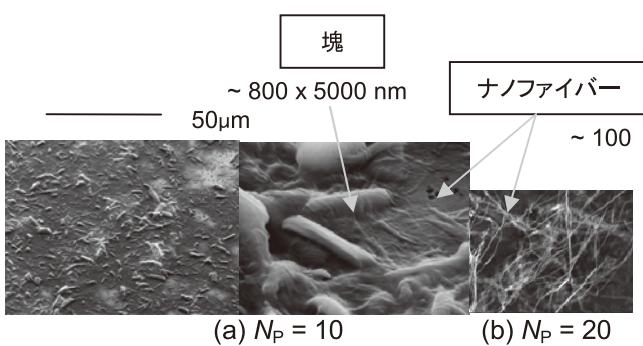


Fig.3 SEM images of particles and fibers for N_p of 10 and 20.

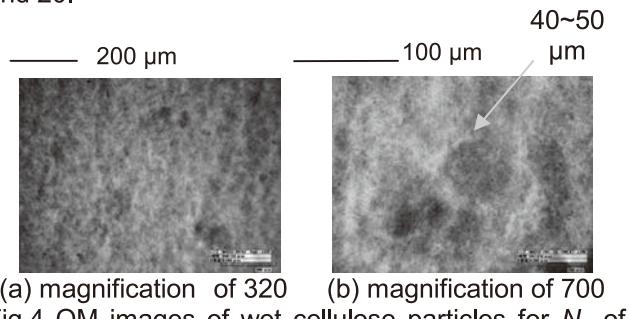


Fig.4 OM images of wet cellulose particles for N_p of 20.

一方、動的光散乱法(DLS)は、ブラウン運動している粒子のレーザー散乱光の揺らぎを、自己相関を用いて評価している。この方式では、動きの速い nm オーダーの粒子径を計測していることになり、数 μm 以上の大きな粒子の揺らぎは遅くカットされる傾向がある。そのため、解纖されたナノファイバー径、あるいは、膨潤した表層のファイバーの径を計測していることになる。

図5に、計測された粒度分布を示す。すべて体積基準で記載してある。粒子外径を示す LD では、 N_p が 1 から 2 では、粉碎されるが粒子が付いたままなので、径が増加し、それ以降は約 40 μm を中心にシャープになった。そして、 N_p が増加するにつながって、セルロースの塊と思われる 10 μm 以下の粒子が減少した。一方 DLS では、初期の N_p が 0 は、100 nm の径のものはほとんど無いが、 N_p が大きくなるにつながって 100 nm 以下の粒子が増加し、 N_p が 20 で 25 nm の粒子が存在するようになった。これは解纖されたファイバー径を示し、セルロース微小纖維の径に近い値である。

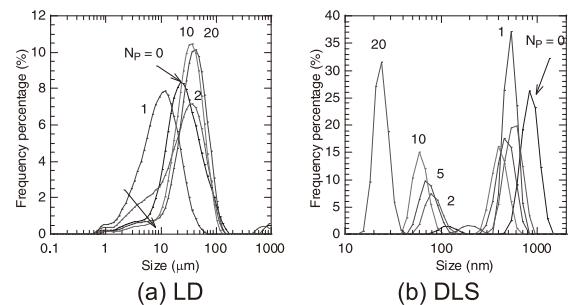


Fig.5 Size distributions of cellulose particles and fibers as a parameter of N_p .

3.まとめ

高压ジェットミルによるセルロース粉体の解纖処理は、最初に粒子を粉碎し、その後粉碎粒子の外からファイバー状に解纖され、中心に未粉碎セルロースが残る構造になっていた。その構造から、外径はレーザー回折法、ファイバー径は動的光散乱法で評価できることが確かめられた。これらの分析手法から、解纖したナノファイバーのマクロ的評価方法が可能になることを示した。今後、この手法を用いて複合材料に適したナノセルロースの開発を行う予定である。

キーワード:セルロース、解纖、高压ジェットミル、イオン液体

Preparation of nano-cellulose and analysis of micro structure using technique of ion liquid

Evaluation Engineering Section; Satoshi IWATSUBO, Hiroyuki TANBO

Nano-cellulose fibers using wet jet milling process were prepared from cellulose particles. After the process, specimens were dried, the morphology and micro structure of the particles were observed by Scanning Electron Microscope SEM using technique of ion liquid. The shape of wet particles analyzed by optical microscope OM. The cellulose particles were torn and were disintegrated to nanofibers. The macro structure was changed from particles to large particle with outside of networks of fibers and inside of cellulose solid in a diameter smaller than 5 μm . The morphology was analyzed by laser diffraction analysis and dynamic light scattering. The measurement technique was useful to monitor the process to prepare nanofibers.

3D プリンティングを活用した 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, 寺田 堂彦, 山本 貴文

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。

そこで本研究では昨年度に引き続き、伝統産業の支援及び活性化に寄与することを目的に、ナイロン粉末を用いた3D プリンティング技術（粉末焼結層法）による積層造形物を高岡銅器の鋳物原型や高岡漆器の造形素地等に適用することで、従来にない多品種少量生産品の開発手法を検討した。

2. 3D プリンティングの検討

2.1 3D プリンティングのメリットを活かした鋳造原型、漆器素地等の研究

昨年度までの研究で、当センターの積層造形装置（3D プリンター）による鋳造品の少量生産や一品生産のための原型試作、または漆器製品（造形素地）そのものの製作に3D プリンティングが有効であることが分かった。そこで、その造形的メリットを生かし、一つの3D データ原型を基にした変形、スケール変換等による鋳造原型、造形素地等の研究を実施した。（Fig. 1）

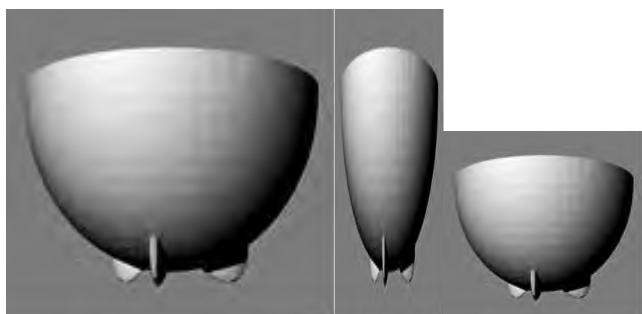


Fig. 1 変形、スケール変換の例

2.2 3D プリンティングによる銅器、漆器製品のデザイン開発及び試作

上記の試作研究と並行しながら伝統産業関連企業に対し実施した3D プリンティングへのニーズ聞き取り調査と工芸デザイナーの協力を基に、それぞれの分野において製品のデザイン開発、試作を行った。また、昨年度までの研究で、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が分かっていたので、その利点も意識した。その一例を下記に示す。（Fig.3～5）

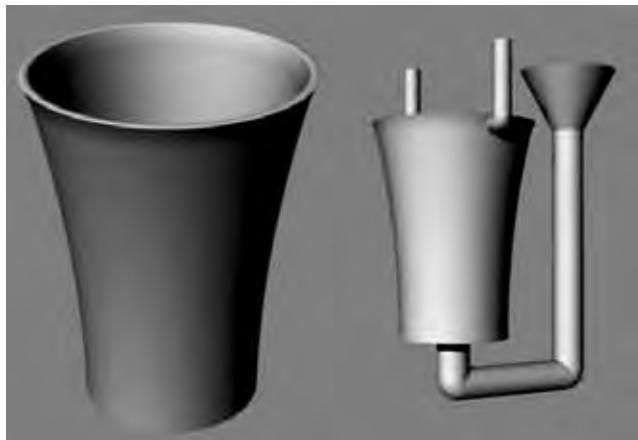


Fig. 3 鋸造原型：マグカップ（左）と鋸造法案（右）

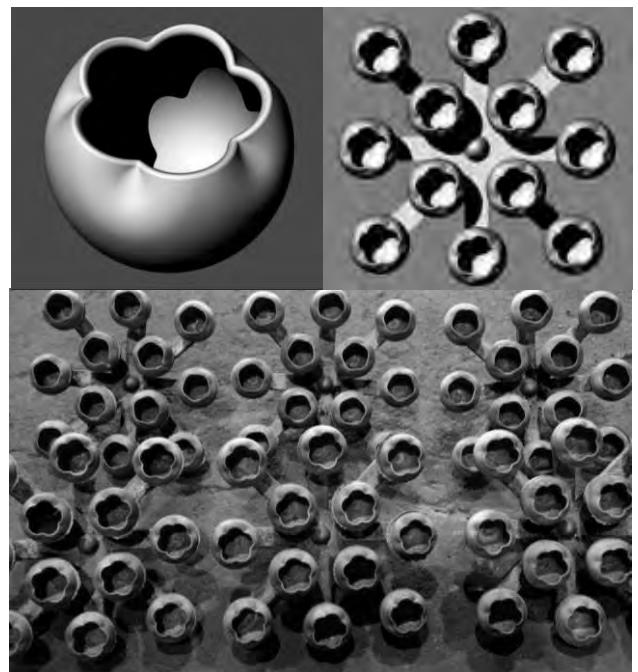


Fig. 4 鋸造原型：おりん（左）と鋸造法案（右）
及び実際の鋸造による試作（下）

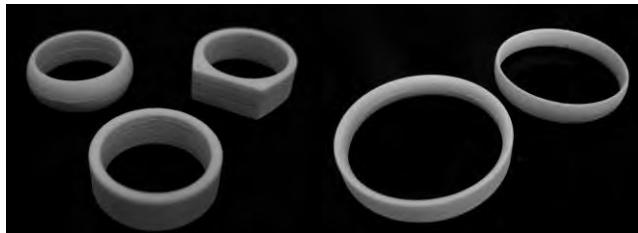


Fig. 5 漆器製品（アクセサリー）の造形素地モデル

2.3 業界への試作品の提供と商品化の検討

以上を試作サンプルとして各業界へ提供し、商品化への検討を模索した。鋳造分野では、ある企業から試作品の一部を商品へと採用する意向が示され、都内ギフトショーエへの出品が行われた。(Fig. 6) また漆器分野でも、高岡漆器組合にて漆を塗布、加飾を施し、リング及びブレスレットとしての商品サンプル試作が進められ、こちらも都内ギフトショーエへの出品が行われた。(Fig. 7)



Fig. 6 鋳造分野からの都内ギフトショーエへの出品

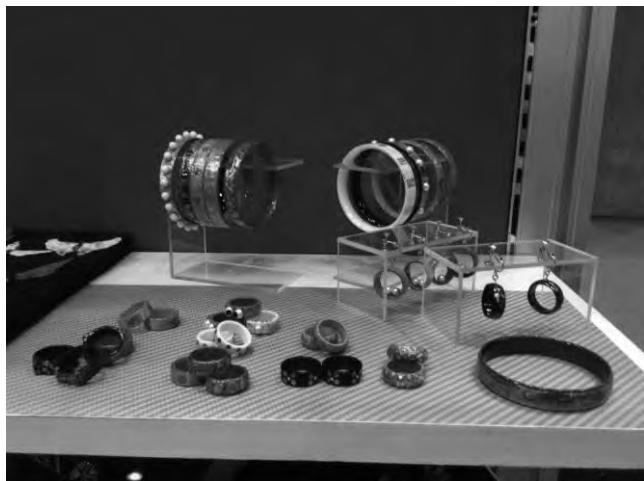


Fig. 7 漆器分野からの都内ギフトショーエへの出品
(第81回東京インターナショナルギフトショーエ春2016)

また 2015 年 10 月、JCDA（公益社団法人 日本クラフトデザイン協会）の情報誌「CRAFT DESIGN」に、これら一連の取り組みが掲載され、全国のクラフト関係者へ PR することができた。(Fig. 8)



Fig. 8 「CRAFT DESIGN 2015.10 Vol.19 JCDA」

3. まとめ

本研究により、当該伝統産業支援のための 3D プリンティ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、デジタル原型を活かした新商品開発が可能であることが分かった。また、これらの取り組みを継続することによって、低迷する業界全体の PR や活性化にも貢献でき、若年層の関心を高め、老齢化した業界全体の雇用の創出、深刻な職人不足の問題解消にもつなげられると考える。また、伝統産業の中に、新たに 3D P ブランドの確立を進めることで新たな市場を開拓するなど、今後もさらに関連企業と連携を図りながら、積極的な支援を継続していくこととする。

参考文献

- 1) 水野操：初心者 Makers のための 3D プリンター & 周辺ツール活用ガイド
AMAZON Kindle 版(2012.12.20)
- 2) クリスアンダーソン：[マイカーズ] 21 世紀の産業革命が始まる
NHK 出版(2012.10.23)

キーワード：3D プリンティング、伝統産業、鋳造、漆器

New Product Design and Development for Support of Traditional Industries Utilizing 3D-Printing
Junji SUMIOKA, Dohiko TERADA and Takafumi YAMAMOTO

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 3D-Printing. Furthermore, when we performed interviews with the needs of enterprise 3D-Printing, it has been found to be effective. Based on the investigation and the above study, we proposed prototypes of new products for companies.

金属積層造形技術による高機能金型の開発

材料技術課 山本貴文 住岡淳司 石黒智明 ものづくり研究開発センター 氷見清和

1. 緒 言

金属積層造形法は付加製造プロセスとして位置づけられ、従来の加工法では作製が困難な形状を迅速に作製できる方法として注目されている。金型分野への金属積層造形技術の応用については、複雑な形状を一体構造で造形できるメリットから、金型内部の冷却水管を製品形状に合わせた最適な配置、また、それに伴う成形サイクル時間の短縮を目的に射出成型の量産金型として期待されている。

そこで、本研究では、金型材料であるマルエージング鋼粉末の造形条件（レーザ出力、スキャン速度など）を幅広く変化させ、造形物の密度や造形に伴う欠陥の発生要因等を調査した。また、従来手法（切断加工、切削加工etc.）で作製された金型（SKD61）上の必要な部分に必要な形状のみを造形する技術について検討したので、その概要を報告する。

2. 実験方法

2.1 マルエージング鋼粉末を用いた金属積層造形

造形には、ドイツEOS社製EOSINT-M280を用いた。使用するレーザは、最大出力400WのYb-ファイバーレーザで、ビームスポット径は約0.1mmである。供試粉末であるマルエージング鋼は、平均粒径31.9μmの球状粉末を用いた。造形物は、長さ10mm×幅10mm×高さ3mmの立方体形状とし、窒素雰囲気中でレーザ照射条件をTable1のように変化させて作製した。なお、いずれの条件においても走査ピッチは0.11mm、積層厚さは0.04mmとした。また、材料粉末の単位体積あたりに投入されるエネルギー量、すなわちエネルギー密度 E_d は式(1)のよう表される。

$$E_d = P/(v \cdot s \cdot t) \quad (1)$$

ここで、 P はレーザ出力(W)、 v は走査速度(mm/s)、 s は走査ピッチ(mm)、 t は積層厚さ(mm)を示している。造形物の相対密度は、積層方向に平行な断面を金属顕微鏡にて撮影し、写真に2階調化処理を施して得られた比率から算出した。

Table 1 金属積層造形におけるレーザ照射条件

Sample number	Laser power P (W)	Scan speed v (mm/s)	Energy density E_d (J/mm ³)
1	200	960	47.3
2	250	960	59.2
3	300	960	71.0
4	350	960	82.9
5	285	100	647.7
6	285	250	259.1
7	285	500	129.5
8	285	1000	64.8
9	285	1500	43.2

2.2 SKD61板材上へのマルエージング鋼造形

焼入れ処理が施されたSKD61板材をベースにしマルエージング鋼の造形を試みた。造形はエネルギー密度が67.5 J/mm³となるように行い、ブロック形状を造形した。その後、時効処理(490°C × 6H、空冷)を施し、放電加工にて中央にマルエージング鋼とSKD61材との接合面を有する引張り試験片を作製した。引張り試験は精密万能試験機を用い、硬度試験はマイクロビックカース硬度計を用いた。また、接合界面の金属組織は、ナイタール液による腐食後、金属顕微鏡を用いて観察した。

3. 実験結果、考察

3.1 マルエージング鋼粉末を用いた金属積層造形

Fig.1に投入されたエネルギー密度 E_d と造形物の相対密度の関係を示す。Fig.1より、高密度の造形物を得るために適切なエネルギー密度の領域があることが確認され、エネルギー密度が約65～80J/mm³の領域で99.9%以上の相対密度に達することが明らかとなった。また、Fig.2に、積層方向に平行な断面を金属顕微鏡にて観察した結果を示す。エネルギー密度が低い領域では、Fig.2(a)のような欠陥が積層方向に沿って規則的に配置している様子が認められ、溶融の不足及び隣接するビードとの重な

りが不十分のために生じた欠陥であることが分かる。一方、エネルギー密度が高い領域では、Fig.2(b)のような球状のガス欠陥が多数存在することが確認され、欠陥は過大な溶融池にチャンバー内のN₂ガスが残留することにより形成された欠陥(ブローホール、ポロシティ)であると考えられる。また、高密度な造形物の機械的特性は時効処理(490°C × 6H、空冷)により市販のマルエージング鋼と同程度の引張り強度(約1950MPa)を有していることを確認した。

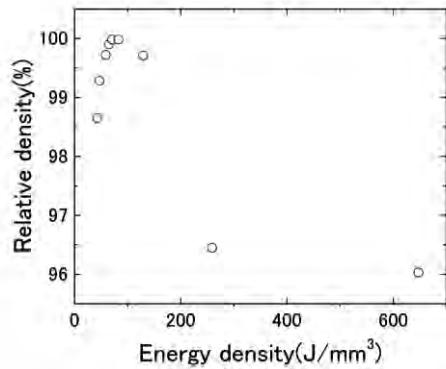


Fig. 1 エネルギー密度と相対密度の関係

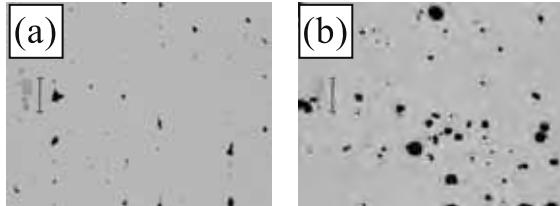


Fig. 2 断面観察写真 (a) sample1, (b) sample6

3.2 SKD61板材上へのマルエージング鋼造形

Fig.3にマルエージング鋼とSKD61の接合界面の金属組織写真を示す。SKD61に対してマルエージング鋼の十分な溶け込みが確認され、欠陥の少ない良好な界面を形成していることがわかる。また、Fig.4

には界面近傍の硬度分布測定結果を示す。Fig.4より、時効処理を施すことでもルエージング鋼の硬度は大きく向上し、SKD61焼入れ材に相当する硬度に達することが明らかとなった。この結果に基づき、引張り試験を行ったところ、SKD61側での破断が認められ、引張り強度は約1800MPaであることを確認した(Fig.5)。以上より、時効処理を施することで高強度な界面を形成できることを明らかにした。



Fig. 3 接合界面の金属組織写真

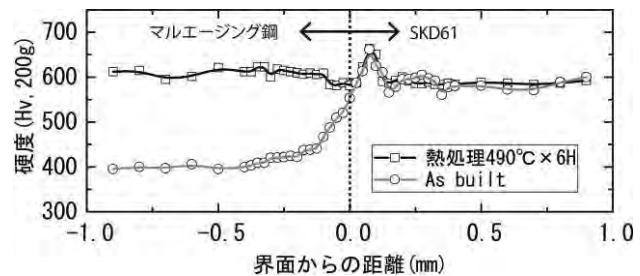


Fig. 4 接合界面近傍の硬度分布

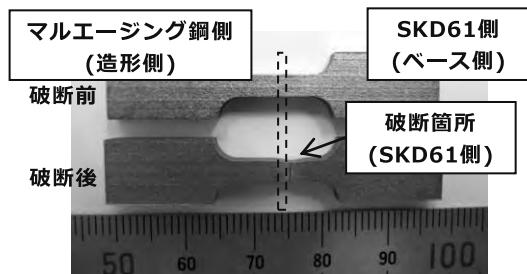


Fig. 5 引張り試験片の外観写真

キーワード：金属積層造形、マルエージング鋼、金型、三次元形状データ

Development of high-performance mold by direct metal laser melting method

Takafumi YAMAMOTO, Kiyokazu HIMI, Junji SUMIOKA, and Tomoaki ISHIKURO

In this work, the influence of processing condition on relative density and mechanical properties of specimens prepared by Selective Laser Melting (SLM) technique using 18-Ni maraging steel powder was investigated. The results show that it is necessary to control laser energy density of about 65-80 J/mm³ to obtain SLM specimens with relative density higher than 99.9%. In addition, it was confirmed that mechanical property of bonded interface between dense SLM specimens and SKD61 base plate made a great improvement by aging treatment.

高機能樹脂粉末材料の開発

材料技術課 高松 周一、住岡 淳司、石黒 智明 加工技術課 清水 孝晃

1. 緒言

ハイブリダイゼーションシステムは、乾式・高速気流中で粉末表面にメカノケミカル効果を発現させ、複合化、成膜化等の粒子設計を可能とするシステムである¹⁾。

本研究では、このハイブリダイゼーションシステムを応用し、樹脂粉末とグラファイトを複合化、レーザ焼結法、熱プレス法で成形体を得ることで、グラファイトによる導電性の向上効果を検討した。

2. 実験方法

2.1 試料

母粒子には、積層造形用樹脂粉末として上市されているナイロン12（以下、PA12）粉末を使用し、子粒子としてグラファイト（伊藤黒鉛工業株式会社製 EC1500）を使用した。

なお、PA12粉末の平均粒径は約50μm、グラファイトは約7μmである。

2.2 ハイブリダイゼーション（複合化）処理

複合化処理は、株式会社奈良機械製作所製ハイブリダイゼーションシステムNHS-1-2Lを用い、仕込み量100g、回転速度8,000rpm、処理時間180秒で行った。

まず、PA12粉末100gに対し重量比で0.5wt%のEC1500を添加後、攪拌・混合し、装置へ投入し複合化処理を行い、グラファイト被覆PA12複合材料を得た。

2.3 複合材料成形

3Dプリンティングを想定したレーザ焼結法、および粉末の成形法として代表的な熱プレス法で成形を行った。

レーザ焼結法：ファイバーレーザ高速微細加工機を使用し、出力18W、スキャン速度200mm/sec、スキャン間隔200μm、積層厚さ200μmで、窒素雰囲気下、表面をサンドブラストしたアルミ板上でレーザ焼結を行った。

熱プレス法：複合材料約0.5gを直径20mmの金型へ投入し、170°Cに保たれた熱プレス機で、15MPaの圧力で成形した。

2.4 表面抵抗率測定

各成形品の表面抵抗率は、三菱化学社製ハイレスタ-UPを用い、所定の電圧を30秒間印加し測定した。

2.5 電子染色

成形品中のグラファイト分布状態を確認するために、超薄切片法の技術を応用し、エポキシ樹脂に包埋したレーザ焼結法による成形品を、面出し後、0.5%四酸化ルテ

ニウム水溶液中で、65°C、3時間染色を行った。

2.6 電子顕微鏡観察

日立製作所製S-3400Nを用い、加速電圧15kVで観察を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 光学顕微鏡観察

図には示さないが、PA12粉末は粒径に大きな変化がなく、遊離グラファイト（PA12粉末を被覆しないグラファイト）は、ほぼ認められなかった。

また、一部、グラファイトで被覆されていないと思われるPA12粉末も認められたが、一様に被覆されており、複合化処理が正常に行われていることが確認された。

なお、顕微鏡写真から算出されたグラファイト層の厚さは約2μmであった。

2.2 複合材料成形

図1に、各成形法による成形品の一例を示す。

レーザ焼結法については、成形品を得るまでスキャン速度、スキャン間隔、積層厚さを変え、成形品が得られる焼結条件を設定した。

その結果、レーザスキャン方向を直行させる方向で積層していくところ、4層までの積層が可能であった。



図1 複合材料成形品

(a) レーザ焼結 (b) 热プレス

これらレーザ焼結品、熱プレス品の表面抵抗率を測定したところ、各々、 $10^8 \Omega/\square$ 、 $10^{14} \Omega/\square$ のオーダーであり、レーザ焼結法において導電性の向上が認められた。

レーザ焼結成形品の導電性向上の要因は、成形品中でグラファイト相が樹脂相に三次元網目状に連結・分散する、ポリマーアロイのそれと類似している「共連続構造」を形成しているためと推察される。他方、熱プレス成形品については、プレス圧力によってグラファイトが樹脂相に均一に分散してしまい、導電性が向上しなかったものと考えている。

レーザ焼結品中のグラファイト分散状態を、厚さ方向断面についてルテニウム(Ru)による電子染色を行い、

SEM 観察/Ru マッピングを行うことで試みた。
Ru が樹脂相 (PA12) を染色、或いは、グラファイト相により多く沈着することで、樹脂相とグラファイト相が判断できることを期待した。

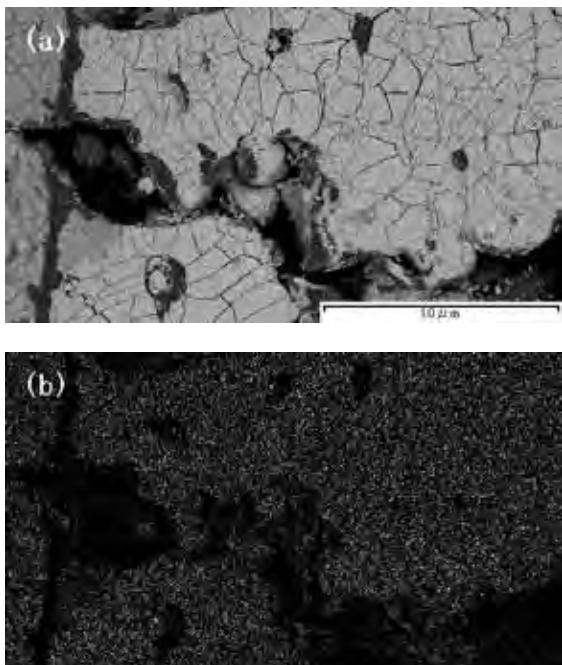


図2 成形体内部の断面観察
(a) SEM 像 (b) Ru マッピング

図2に、Ru 染色を行った積層体断面の SEM 像と Ru マッピング結果を示す。

結果として、Ru 分布状態に大きな相違は観察されず、分布状態の確認はできなかった。その要因として、SEM 像から判断すると、積層品断面に Ru の沈着層が形成されてしまい、樹脂相の染色、或いは、グラファイト相への沈着が行われなかつたためと推測される。

4.まとめ

グラファイトを複合化した PA12 複合材料は、0.5wt% と云つた少量のグラファイト添加量でも、成形にレーザ焼結法を用いることで、導電性に顕著な向上が認められ、

熱プレス法に対する優位性が確認できた。
しかしながら、グラファイトの分布状態が確認できず、導電性向上の要因解析ができなかつた。
今後は、成形品内部での子粒子成分の分布状態を確認するとともに、物性向上の要因解明が重要な課題である。
その問題を解決する手段として、図3に事例として示す粒状金属酸化物複合材料を調製し、レーザ焼結成形品を得ることで、子粒子成分の分布状態が確認できることに期待している。

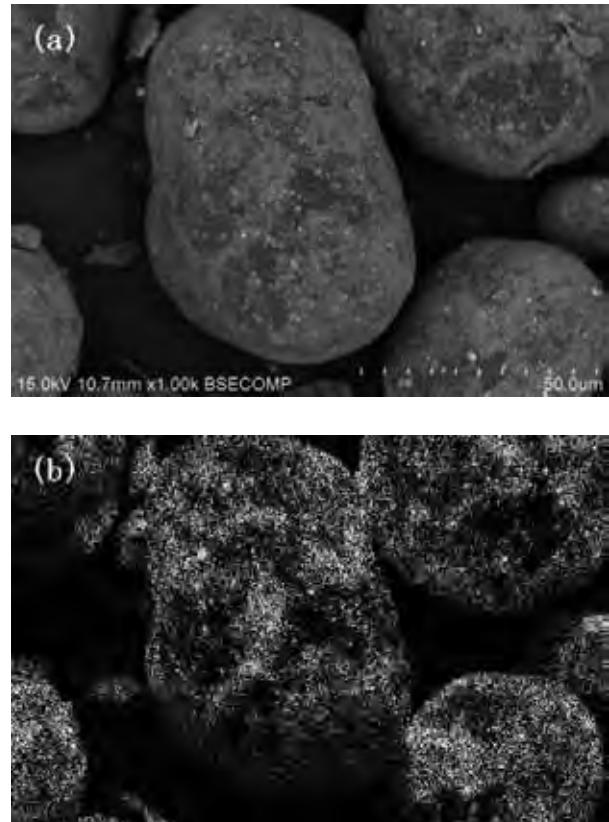


図3 PA12 粉末と Al₂O₃ の複合化事例
(a) 反射電子像 (b) Al マッピング

参考文献

- 1) 小野憲次編著：実用表面改質技術総覽、材料技術研究協会、812-817(1993)

キーワード：積層造形、樹脂粉末、複合化、

Development of High-Performance Resin Powder

Shuichi TAKAMATSU, Junji SUMIOKA, Tomoaki ISHIKURO, Takaaki Shimizu

In order to develop the high-performance resin powder, it was carried out the composite processing of graphite and resin powder by hybridization system. As a result, it was obtained resin powder uniformly coated with graphite. Also, laser sintering method was shown to be a molding method suitable for the composite resin powder prepared by hybridization.

セルロースナノファイバー分散液の取扱性能に関する研究

材料技術課 寺田堂彦 産学官連携推進担当 水野 渡

1. 緒 言

主にセルロースから構成されるパルプ等の植物繊維を解纖し、直径 100 nm 以下にまで細くしたものをセルロースナノファイバー (CeNF) と呼ぶ。CeNF は、地球上に最も豊富に存在する循環型バイオマスであるため、多くの大学や企業が次世代材料の有力候補として注目している。特に、その優れた材料物性（鋼鉄の 5 倍の強度、ガラスの 1/50 倍の熱膨張係数、他）を、プラスチック材料の補強繊維として利用する研究が進められているが、CeNF は親水性であるため、プラスチックと複合化するためにはその表面を疎水化するなど、何らかの界面制御が必要である。しかし、一般的に CeNF は水中で解纖され、含水スラリー状、あるいは、水分散液として供給されるため、化学修飾等のために非水系反応溶媒へ持ち込むための脱水工程に大きなコストが掛かる。CeNF の産業利用を促進するためには、CeNF 分散液を効率的かつ低成本で非水系溶媒へ持ち込む技術の開発が必要である。そこで、本研究では、水に分散した状態の CeNF を脱水し、非水系溶媒中へ持ち込む際の“取扱い難さ”を改善するための技術を開発することを目的とした。

2. 実験方法

2.1 使用材料

CeNF として、中越パルプ工業株式会社製のセルロースナノファイバー（解纖度 B、濃度 1.05w%）を用いた。紅藻由来の iota-Carrageenan (Cgn) は Sigma-Aldrich Co. LLC. から購入した。その他の試薬は、すべて和光純薬工業株式会社製のものを用いた。

2.2 複合ゲルの作製

Cgn を 60 °C の純水に溶解し、3 w% 水溶液を調製した。この Cgn 水溶液と、CeNF 分散液とを質量比 1 対 3 で混合し、固形分濃度 1.5 w% のゾルを調製した。氷水に浸漬したシリコーンチューブ（内径 1.5 mm、全長 300 mm）に、シリンジポンプ（0.2 ml/min.）を用いてゾルを通してゲル化させた後、1 ml 毎にアセトン槽へ落下させて脱水した（図 1）。

2.3 アセチル (Ac) 化処理

アセトン脱水された CeNF/Cgn ゲルを反応溶媒（トルエン 2.5 ml、酢酸 2 ml、無水酢酸 所定量）に浸漬し、室温で 1 時間、振盪した後、過塩素酸水溶液（6 %、100 µl）を添加した¹⁾。過塩素酸を添加した時点から所定の反応

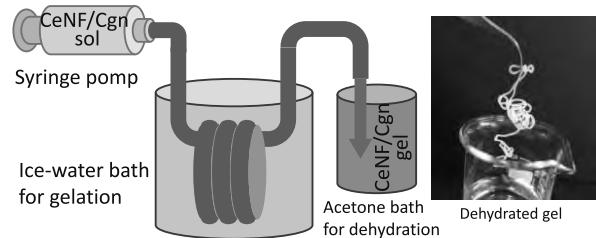


Fig. 1 Schematic diagram of the gelation system followed by dehydration process (left). The Carrageenan sol including cellulose nanofiber (CeNF) gels through the cold tube, and then dehydrates in the acetone bath. The dehydrated gel could stand up to tweezers manipulation (right).

時間が経過した後、ゲルをメタノール槽へ移し、メタノールを交換しながら十分に洗浄した。反応時間を 1 時間一定とし、無水酢酸の添加量（0.01、0.05、0.10、0.30 ml）を変えた場合と、無水酢酸の添加量を 0.10 ml 一定とし、反応時間（1、2、3 h）を変えた場合との影響について検討した。

2.4 分析方法

Ac-CeNF/Cgn を純水（60 °C、10 ml）中で攪拌してゾル化した後、遠心分離と上清置換（60 °C、10 ml、純水）を繰り返して、Ac-CeNF を分離回収し、凍結乾燥してスポンジ状の試料を得た。アセチル化の評価は、赤外分光高度計（FT/IR-6700、ATR PRO ONE VIEW、日本分光株式会社）を用いて行った。繊維形態の観察は、電解放出型走査型電子顕微鏡（JSM7001FTTLS、日本電子株式会社）により行った。

3. 実験結果および考察

3.1 取扱い性

Cgn は温水に溶解するが、冷却によりヘリックスを形成してゲル化することが知られている²⁾。この性質を利用して CeNF/Cgn 混合ゾルをゲル化させた後、アセトンで脱水を行うと、ピンセットで取り扱う程度では崩壊しない、比較的強度のあるゲルとなった（図 1）。

3.2 被化学修飾性

CeNF、Cgn ともに、アセチル基の導入に伴って、1740 cm⁻¹ 付近にカルボニル C=O 伸縮に帰属される吸収ピークが現れるため、このピーク強度はアセチル化の指標となる。図 2 に、アセチル化処理条件の異なる Ac-CeNF の赤外吸収スペクトルの変化示す。無水酢酸添加量の増加、

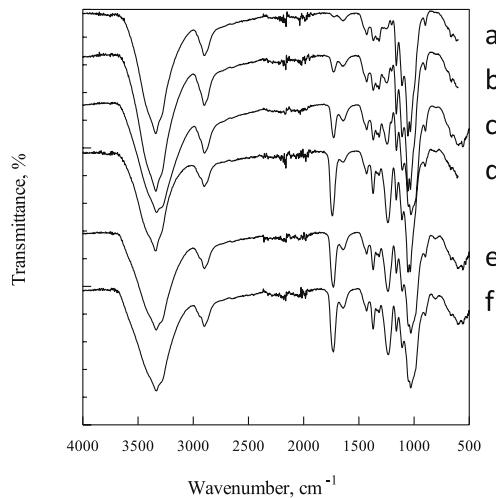


Fig. 2 Changes in infrared spectrum of cellulose nanofiber accompanied by the acetylation treatments. Acetic anhydride volume, (a) 0.01 ml; (b) 0.05 ml; (c) 0.1 ml; (d) 0.3 ml. Reaction time, (e) 2 h; (f) 3 h.

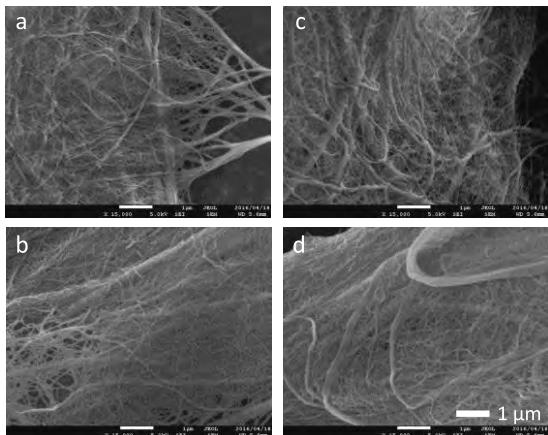


Fig. 3 FE-SEM images of the isolated CeNFs from the acetylated bicomponent gel. Acetic anhydride volume, (a) 0.01 ml; (b) 0.05 ml; (c) 0.1 ml; (d) 0.3 ml.

および、反応時間の延長とともに、ピーク強度が上昇することがわかる。これらの結果は、CeNF が Cgn との複合ゲルを形成した状態においても、CeNF 表面の水酸基には官能基が導入可能であることを示唆している。

3.3 形態観察

いずれの条件でアセチル化処理された CeNF/Cgn ゲルも、温水に容易に溶解し、Ac-CeNF と Ac-Cgn を分離回収することが可能であった。また、FE-SEM 観察では、Ac-CeNF は、処理前の纖維形態を維持しており、膨潤による変形の痕跡や、切断による短纖維化などは確認されなかった（図 3）。

3.4 アセチル化の効果

メタノールに濡れた状態の Ac-CeNF/Cgn ゲルをクロロホルムに浸漬して超音波を照射し、無極性溶媒中への分散性を確認したところ、比較的良好に分散する様子が観察された（図 4）。

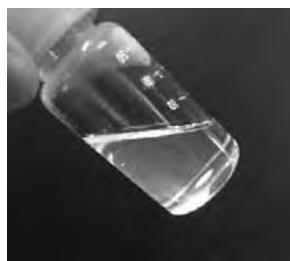


Fig. 4 The acetylated gel could collapse by ultrasonic treatment and diffuse into a nonpolar solvent, chloroform.

4. 結 言

水に分散した状態の CeNF を、有機溶媒で脱水するためには、遠心分離と溶媒置換を複数回繰り返す方法が一般的である。この方法は簡便であるため、実験室レベルの処理量に対しては有効であるが、大量生産の際には効率的とは言い難い。本研究では、水に分散した状態の CeNF の取扱い難さを改善する方法として、熱により可逆的にブルゲル転移する Cgn を混合して CeNF 分散液をゲル化させ、ゲル化した状態で CeNF を化学修飾する方法について検討した。その結果、容易に取り扱える程度の強度を持ったゲル状態であっても、CeNF にアセチル基を導入することが可能であることが確認された。

参考文献

- 1) D.Y.Kim, Y.Nishiyama and S.Kuga: *Cellulose*, **9** (2002) 361-367.
- 2) M.Iijima, M.Takahashi, T.Hatakeyama and H.hatakeyama: *Netsu sokutei*, **34** (2007) 104-112.

キーワード：セルロースナノファイバー、化学修飾、ゲル化

Improvement of Manipulation Performance of Cellulose Nanofiber Dispersive Liquid

Material Technology Section; Dohiko TERADA, Monozukuri Research and Development Center; Wataru MIZUNO

Cellulose nanofiber (CeNF), a hydrophilic nanomaterial usually dispersing in water, requires some effort to be dispersed in a nonaqueous solvent via dehydration process. CeNF dispersive liquid was gelated adding a natural polysaccharide, Carrageenan, to improve the manipulation performance in the chemical modification process. This bicomponent gel could be handled easily in dehydration, acetylation, and rinse processes. FTIR analysis showed the introduction of acetyl groups into CeNF.

機能性表面を有する超精密加工用 ダイヤモンド工具の開発

加工技術課 川堰宣隆 清水孝晃

1. 緒 言

近年、機械加工による超精密切削、微細加工の必要性が高まっている。超精密切削加工では、精度や耐摩耗性の点で優れた単結晶ダイヤモンド工具が多用される。更なる加工精度の向上、形状の微細化のためには、工具自身の高機能化・高精度化が必須となる。微細で任意の形状を有するダイヤモンド工具の作製には、集束イオンビーム (FIB) による微細加工が有効であると考える。

これまでの研究より、FIB 照射と熱処理を併用して、単結晶ダイヤモンド工具表面に結晶構造の変化したテクスチャや凹形状のテクスチャを作製し、その効果について検討した。その結果、凹形状のテクスチャが有効であることを明らかにした。本報では、各種凹形状を有するテクスチャを作製し、その形状や加工条件がテクスチャによる効果に及ぼす影響について検討した。

2. 実験方法

加工実験には超精密切削加工機（ファナック（株）製 ROBONANO α-0iB）のシャトル機能を用いた。動力計上に設置した被削材に対し、連続的にシェーパ加工を行なった。被削材は、アルミニウム合金 A5052 と NiP めっきである。工具には、テクスチャを作製した単結晶ダイヤモンド工具とテクスチャのない単結晶ダイヤモンド工具を使用した。テクスチャの方向は、切りくず排出方向を基準として、垂直方向と平行方向の 2 種類とした。図 1 は、作製した工具の SEM 観察像およびテクスチャの AFM 観察像である。工具は、先端半径 0.5 mm の単結晶ダイヤモンド工具とし、そのすくい面にテクスチャを作製した。作製領域は、 $72 \mu\text{m} \times 65 \mu\text{m}$ である。切れ刃形状を維持するため、切れ刃から 1 μm 離れた領域からテクスチャを作製した。AFM 観察像より、工具すくい面に幅 1.8 μm、深さ 42 nm のテクスチャが作製されていることがわかる。

3. 実験結果および考察

図 2 は、各工具でアルミニウム合金を加工したときの切削抵抗およびすくい面摩擦係数である。また図 3 は、加工後の切りくず側面の SEM 観察像である。切込みは 3 μm である。テクスチャがいずれの方向の場合でも、その効果が現れた。主分力と背分力の減少率は、それぞれ 22 % で 51 % であった。この傾向は、超硬工具の場合²⁾とは異

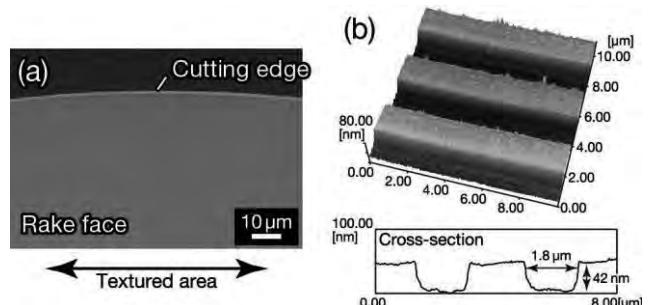


Fig. 1 Textured diamond cutting tool fabricated by FIB irradiation and subsequent heat treatment. (a) SEM image of the rake face of the textured diamond cutting tool. (b) Enlarged image of the texture measured by AFM.

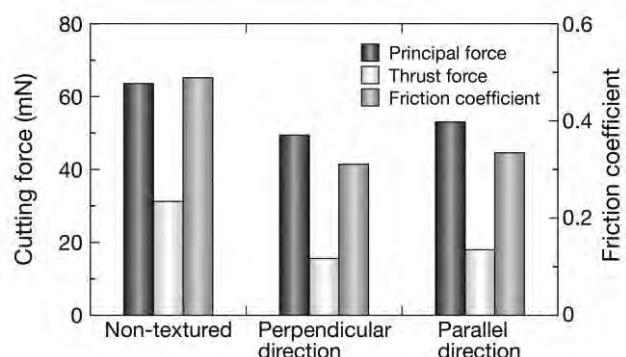


Fig. 2 Comparison of the cutting forces while machining aluminum alloy with non-textured tool, textured tools with perpendicular, and parallel directions.

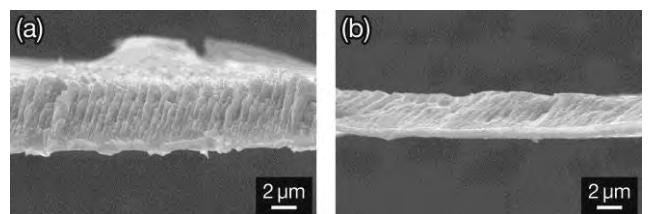


Fig. 3 SEM images of cutting chips generated while machining aluminum alloy using (a) non-textured tool, (b) textured tools with perpendicular direction.

なる。また、テクスチャを作製した場合に、薄い切りくずが形成され、摩擦係数は小さくなつた。この結果は、テクスチャによる切削抵抗の減少が摩擦係数の変化に起因することを示唆している。一方、被削材が NiP の場合、テクスチャが垂直方向の場合のみ、効果が見られた。すなわちテクスチャによる効果の方向依存性は材料種によっても変化することがわかる。

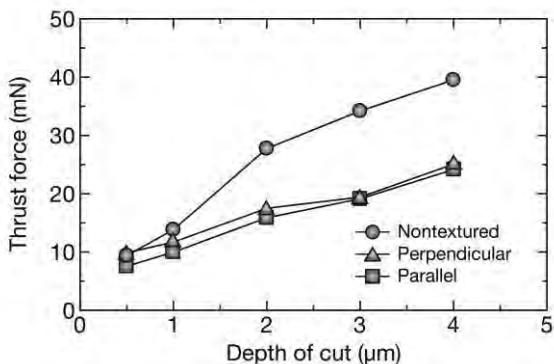


Fig. 4 Change in the thrust force while machining aluminum alloy with non-textured and textured tools, plotted as a function of the depth of cut.

つぎに、切込量によるテクスチャによる効果の変化について検討した。図4は切込みを0.5~4.0 μmの範囲で変化させたときの、背分力である。切込みが1 μm以下の条件で、その効果はわずかである。切込みが2 μm以上になると、テクスチャによる効果が強く表れた。本実験において、テクスチャは切れ刃から1 μm離れた箇所から作製している。切込みが小さな条件ではテクスチャが干渉する領域がわずかであり、効果が現れにくい。切込みが大きくなることでテクスチャと被削材が干渉する割合も増加し、その効果が強く現れたと考える。以上の結果より、加工単位とテクスチャの大きさの関係によって、その効果は大きく変化することがわかった。

図5は、テクスチャの幅を変化させたときの切削抵抗とすくい面摩擦係数である。被削材は、NiPである。テクスチャがいずれの場合でも、切削抵抗およびすくい面摩擦係数は小さくなった。テクスチャの幅によってその効果は変化し、幅が1.2 μmの場合に最小となった。これ

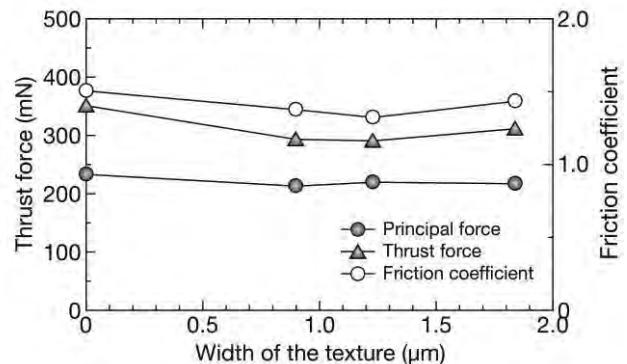


Fig. 5 Changes in the thrust force and friction coefficient at various widths of textured tools with perpendicular direction.

より、テクスチャの幅には最適値が存在し、本実験条件下では幅1.2 μmの場合に最適であることがわかった。

4. おわりに

本研究ではFIB照射および熱処理の技術を応用して、単結晶ダイヤモンド工具表面にテクスチャを作製し、その効果について検討した。その結果、テクスチャの形状や加工条件によって、その効果は大きく変化することがわかった。

参考文献

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

謝 辞

実験にご協力頂いた、千葉大学 森田昇教授、工学院大学 西村一仁教授、秋田大学 山口誠准教授、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、集束イオンビーム、切削工具

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

Processing Technology Section; Noritaka KAWASEGI and Takaaki SHIMIZU

We developed textured single crystal diamond tool to improve machining performance at ultra-precision machining. The textures, which had pitch of several micrometers and depth of several tens of nanometer, were fabricated utilizing the focused ion beam irradiation and subsequent heat treatment. The effects of the texture shape and machining conditions on the machinability of an aluminum alloy and nickel phosphorus were investigated. The texture decreased the cutting force due to the corresponding reduction in the friction on the rake face. The texture effect dependence on the direction differed from the work material, and the lower cutting forces were achieved when the texture was perpendicular to the chip flow direction for both materials. The texture effect changed by the relation between the sizes of machining and texture.

携帯情報端末を利用した生活支援技術に関する研究

評価技術課 塚本吉俊 佐々木克浩 宮田直幸

1. 緒言

一人暮らしや在宅介護を必要とする高齢者が増加するなか、情報技術(IT)を活用した様々な遠隔見守りシステムが提案されている¹⁾。なかでも、夜間、就寝時の異常の早期発見は、介護見守りの重要な項目のひとつとなっている。このため、就寝時の状態をモニタすることを目的に、加速度及び地磁気等の複数のセンサと無線通信機能を内蔵したセンサモジュールとワンボードマイコンを用い、寝具等の動きを間接的に検出するシステムについて検討を行った。

2. 遠隔モニタリングシステム

人やモノなどの姿勢や状態を、遠隔地から計測、推定するため、通信回線等を利用した遠隔モニタリングシステムの開発を行った。図1にシステム概要を示す。

リモート側機器は、モーションセンサや温度センサなど複数のセンサを搭載したセンサタグ(TI 製 CC2650STK)とワンボードマイコン(Beagle bone Black)で構成され、これらの間は Bluetooth Low Energy(BLE)規格で通信を行う。図2にリモート側機器構成の例を示す。

ワンボードマイコンには、サーバサイドのプログラム言語 Node.js が動作する環境を構築し、BLE アダプタを介

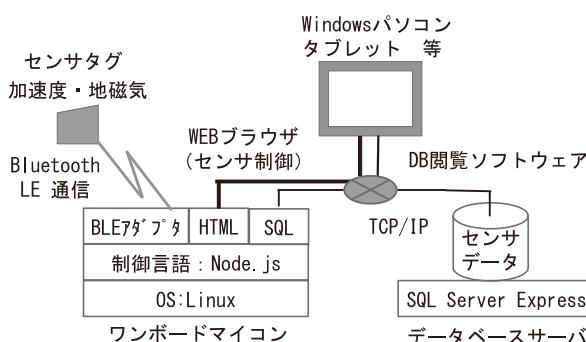


図1 遠隔モニタリングシステム

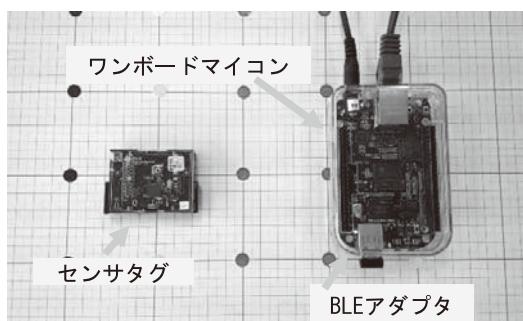


図2 リモート側システム機器構成

したセンサタグからのデータ取得と、そのデータを遠隔のデータベースに登録するプログラムを開発した。また、Web Socketによる双方向通信を実現し、ワンボードマイコンから提供する Web ページ上のボタン操作で計測開始、終了の制御を行い、計測中はリアルタイムにセンサ値を表示するようにした。さらに、計測開始、終了時に指定メールアドレスにその時刻とデータ登録ファイルの情報を自動送信する機能をオプションとして実装した。

データベース(DB)は、SQL 言語で操作できる Microsoft SQL Server 2008 Express を用いた。ネットワークを介した DB へのアクセスは、登録された機器の IP アドレスとユーザのみ許可する設定を行った。DB 閲覧ソフトウェアは、計測開始時刻をキーに SQL 文により DB 検索し、該当テーブルのデータを表示するようにした。図3に、タブレット端末を用いたアクセス画面の例を示す。

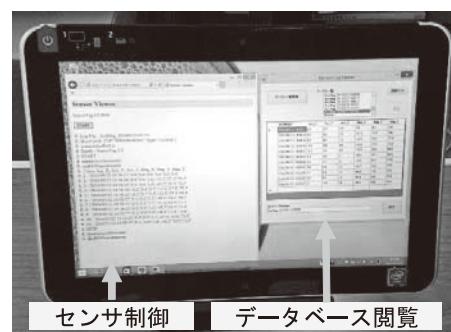


図3 タブレットによるアクセス画面例

3. センサタグの姿勢検出実験

センサタグに搭載されている加速度センサと地磁気センサの出力を用いて、センサまたはセンサが設置されている対象の姿勢を推定する実験を行った。

実験に用いた座標系を図4に示す。重力加速度で正規化した加速度センサの出力を $A = (Ax_l, Ay_l, Az_l)$ とし、各軸1に正規化した地磁気センサの出力を $M = (Mx_l, My_l, Mz_l)$ とする。加速度の大きさ $|A|$ は、式(1)で定義される。

$$|A| = \sqrt{Ax_l^2 + Ay_l^2 + Az_l^2} \quad (1)$$

例えば、水平で静止した状態では、 $A = (0, 0, 1)$ 、 $|A| = 1$ となる。一方、運動時は $|A| \neq 1$ となり、加速度の大きさ $|A|$ は静止状態の判定に用いることができる。

センサが静止状態にあるとき、X軸まわりの角度を Roll、Y 軸まわりの角度を Pitch、Z 軸まわりの角度を Heading

とし、センサの姿勢を式(2)から式(4)により求める。

$$Pitch = \rho = \arcsin(-Ax_1) \quad (2)$$

$$Roll = \gamma = \arcsin(Ay_1 / \cos \rho) \quad (3)$$

$$Heading = \phi = \arctan(My_2 / Mx_2)$$

$$Mx_2 = Mx_1 \cos \rho + Mz_1 \sin \rho$$

$$My_2 = Mx_1 \sin \gamma \sin \rho$$

$$+ My_1 \cos \gamma - Mz_1 \sin \gamma \cos \rho \quad (4)$$

センサタグを水平に置き Y 軸+方向を北(N)に向け、南北方向に 30°、45°、60°に傾斜(図 5(a)(b)(c)(d))させたとき、各状態で 1 秒毎に 10 回計測した平均値から姿勢を求めた結果を図 5 の表に示す。

同様にセンサの X 軸-方向を北(N)に向け、南北方

向に 30°、45°、60°に傾斜(図 6 (a)(b)(c)(d))させたときの姿勢を求めた結果を、図 6 の表に示す。

いずれの場合もセンサの向き (磁北からの角度)は Heading として、傾斜角度は図 5 の場合は Roll として、図 6 の場合は Pitch として求められた。センサタグの設置がマニュアルによったこと、台座角度の製作精度を考慮すれば、ほぼ正しく姿勢が推定できているといえる。

これより、データベースに登録された値を時系列に計算することで、各時刻におけるセンサタグの運動状態と、静止時の姿勢を解析することが可能となつた。

センサタグには温湿度センサや照度センサも搭載されており、これらを利用して生活環境のモニタリングシステムが容易に実現できる。

4. 結言

情報技術を活用した生活支援のツールとして、遠隔の

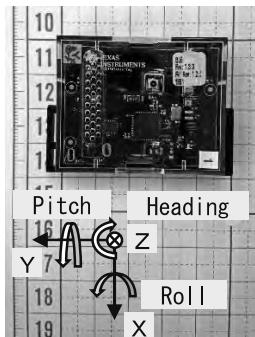
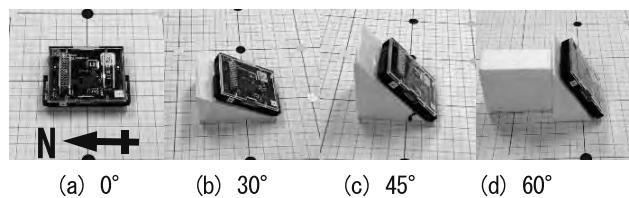


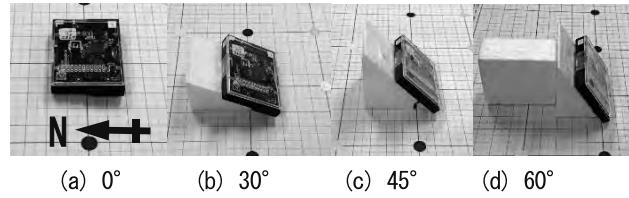
図 4 姿勢計算の座標系



(a) 0° (b) 30° (c) 45° (d) 60°

設定角度	(a) 0°	(b) 30°	(c) 45°	(d) 60°	
計 測 値	Heading: ψ	269.1 °	265.8 °	266.0 °	268.2 °
Pitch: ρ	-0.6 °	-0.6 °	-4.0 °	-0.6 °	
Roll: γ	0.0 °	-27.6 °	-45.4 °	-60.1 °	

図 5 姿勢検出実験① (Y 軸の+方向を北向きに設置)



(a) 0° (b) 30° (c) 45° (d) 60°

設定角度	(a) 0°	(b) 30°	(c) 45°	(d) 60°	
計 測 値	Heading: ψ	176.2 °	173.3 °	171.7 °	175.3 °
Pitch: ρ	0.6 °	28.6 °	45.0 °	60.4 °	
Roll: γ	1.1 °	0.0 °	-0.8 °	2.3 °	

図 6 姿勢検出実験② (X 軸の-方向を北向きに設置)

センサデータをマイコンで収集し、ネットワーク経由でデータベースに登録するシステムを開発した。加速度センサと地磁気センサの検出データを蓄積し、データベースから取得したデータを解析することによって、センサの姿勢が時系列で推定できることがわかった。

センサを寝具に設置すれば、その動きを継続的に観測することができ、睡眠状態を間接的にモニタできる。

今後は、実証試験によるデータの蓄積と異常な動きを発見するアルゴリズムを検討し、手法の有効性の確認を行い、介護見守り支援技術の開発につなげる予定である。

参考文献

- 1) 小島ら: 高齢者のための見守り部屋の構築 DEIM Forum 2015 P4-1

キーワード：情報携帯端末、生活支援、ワンボードマイコン、WEB、センサタグ

Study on life support technology using the portable information terminal

Evaluation Engineering Section; Yoshitoshi TSUKAMOTO, Katsuhiro SASAKI and Naoyuki MIYATA

As life support tools to utilize information technology, the system to collect data of remote sensors and register has been developed. By analyzing the outputs of the accelerometer and geomagnetic sensor, the attitude of the object attached with the sensors could be presumed. The movement of the sensors could be observed continuously, the sleeping state was monitored with installing the sensors in bedclothes. In the future, we will apply this system to assistive technology's concerned with watching over elderly.

薄膜熱センサの応用に関する研究

評価技術課 奈須野雅明 加工技術課 小幡勤

1. 緒言

測温センサとして広い分野で活用されている熱電対を薄膜で尚且つフレキシブルにすることで、高感度化等、汎用性の高い活用が見込める。本研究では、市販のカッティングプロッターによって作製した樹脂マスクとスペッタリング蒸着にてフレキシブルなT型(+極:銅(Cu)、-極:コンスタンタン(CuNi合金))の薄膜熱電対を試作し、その基礎的な特性評価を行った。また、同薄膜を直列構造に設計し、常温における環境発電モジュールとしての検討を行った。

2. 実験方法および実験結果

2.1 薄膜熱電対の試作と熱起電力特性の評価

市販のカッティングプロッターを用いて、ポリイミド樹脂フィルム(50mm角、厚さ75μm)にてマスクを作製し、同樹脂フィルム(50mm角、厚さ:7.5、12.5、50、75μm)を基板として用いて、CuNi合金を0.4μm、Cuを0.4μmスペッタリングし作製した。線幅の減少に伴う傾向を確認するため、線幅(0.5~2.0mm)が異なる熱電対を作製した。

試作した薄膜熱電対は、恒温槽を用いて熱起電力測定を測った。試験熱電対とともに、基準とするT型熱電対(クラス2)を2対恒温槽の中に入れ、恒温槽内の温度および基準とする熱起電力を測定した。試験熱電対については、T型の補償導線でデータロガーと接続した。槽内の循環風の影響を抑えるため、基準熱電対及び試験熱電対は、アルミニウムプレートで挟み、評価を行った。恒温槽内は-50°Cから+100°C間を1時間毎10°Cステップで設定し、サンプリングは定温維持状態のときに行った。図1に測定の模式図を示し、図2に熱起電力特性の測定結果を示す。

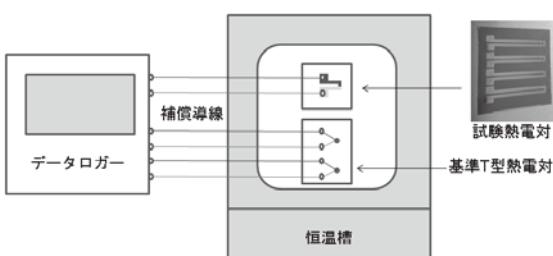


図1 熱起電力測定の模式図

横軸は基準T型熱電対(クラス2)で計測した恒温槽内の温度、縦軸は温度差によって発生した熱起電力を示す。熱起電力は、冷接点部を0°Cに保つ温度補償を実施していないことから、恒温槽外の室温分の熱起電力が低下し、原点は通っていない。測定時の槽外温度は21±1°C。同時に測定した熱電対個体差については、最大差の平均は、0.023mV(温度換算にして約0.6°C)、最大0.038mV(同約0.9°C)であった。(参考:恒温槽内の温度分布と基準T型熱電対の補償温度の仕様上の精度がそれぞれ±0.5°C)基準とした熱電対とほぼ同程度の線形性が認められ、また、線幅間の差異は認められなかった。

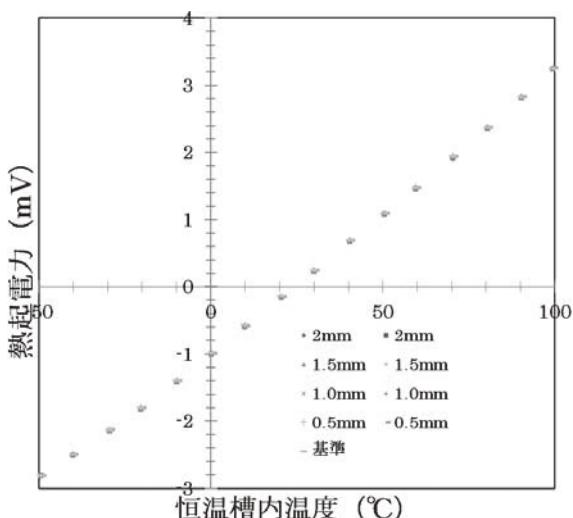


図2 薄膜熱電対の熱起電力特性

次に、熱応答速度を比較するため、試作した薄膜熱電対(線幅0.5mm、測温接触面積0.25mm²、厚さ0.4μm)と、市販品(素線径Φ0.32、仕上がり径1.0×1.6mmのT型熱電対)を室温(約20°C)から同時に温水(約35°C)に浸漬した結果を図3に示す。測定のサンプリングは20msecで行った。市販品の温度センサに比べて、薄膜熱電対は、立ち上がりから短時間で飽和点まで到達することが確認できる。薄膜熱電対には、微小の変動があるのは、薄膜では熱容量が小さくなり感度が高くなったり、フレキシブルなために外乱の影響を受けやすいことが影響していると思われる。

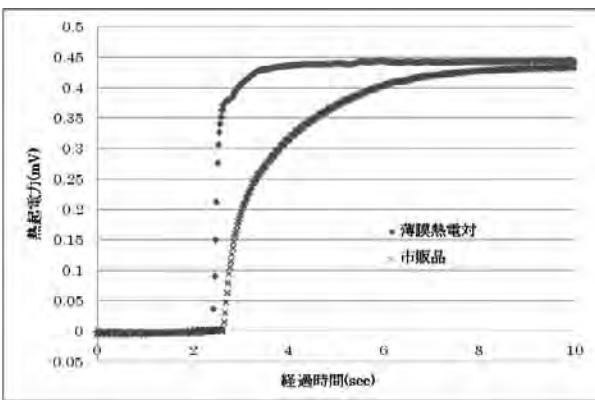


図3 热応答性の比較

2.2 热電モジュールの試作

一般的に热電発電に利用される材料は、ゼーベック係数や電気低効率が高い。热電対に使われる金属の組み合わせでは、ゼーベック係数は低いが、電気抵抗率が低いため、単純な構造で、热起電力の回収が見込める。そこで、2.1項と同素材、同作製プロセスで、薄膜热電対を直列構造に設計し、環境発電試料としての試作検討を試みた。

50mm×80mm(厚さ 75μm)のポリイミドフィルムを基板として用い、図4のような外観の热電モジュールを試作した。温接点部と冷接点部を列ごとに設け、局所選択的に热を加えることで、電圧を稼ぐ構造に設計した。(冷接点部分のみ温めると逆方向に電圧が発生する。)

電圧の測定は、試作したモジュールを厚み 1.2mm のアルミニウムプレート上に置き、温接点部に手の指で触れて熱(体温)を加え、起電圧の測定を行った結果を図5に示す。(測定は室温 20°Cで行い、温接点部と冷接点部は 10°C程度の温度差が見込める。サンプリングは 10msec で実施) 温接点部に触れた瞬時に最大約 4mV の電圧が発生した。その後、時間の経過とともに、温接点部と冷接点部の温度差の縮小し、電圧の下降する傾向が見受けられた。環境発電モジュールとして活用するためには、微小昇圧回路を用いるとしても 20mV は必要であり、電圧の向上には、ゼーベック係数の大きい材料の選択や、直列

構造、や温接点と冷接点との距離の設計を見直し、温度上昇しにくい構造等にすれば、IoT 等の環境発電モジュールとしての展開も可能と考えられる。

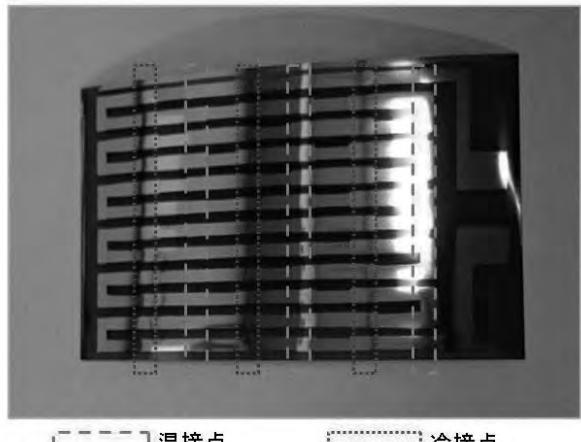


図4 試作した热電モジュール例

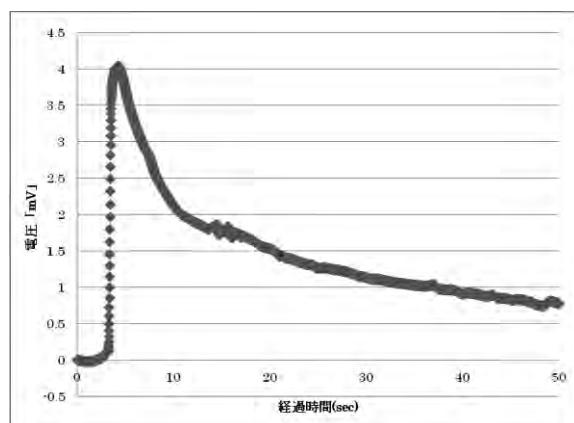


図5 热電モジュールの電圧特性

3. 結言

市販品のツールを用いて、フレキシブルな T 型薄膜热電対を試作し、基礎的な热起電力等の特性評価を行った。その結果、-50~+100°Cの温度帯域では、热起電力は市販品と同等の線形性を示し、热応答性の向上を確認した。

環境発電モジュールの試作では、設計見込みより電圧は得られなかつたが、今後材料や構造を変更し、検討を試みたい。

キーワード：薄膜热電対、フレキシブル、热電発電、環境発電

The study on application of thin film thermo-couples

Evaluate Technology Section; Masaaki NASUNO, Tsutomu OBATA

We tried to develop Type T flexible film thermocouples for high sensitivity and versarility. The thermoelectromotive power of the sample was measured in the range of -50°C to 100°C. As a result, the accuracy of the sensor was confirmed in the millimeter-scale. And, we tried to develop thermoelectric power generation device for energy harvesting using the same structure.

電磁ノイズの対策支援技術に関する基礎研究

評価技術課 佐々木克浩 塚本吉俊 宮田直幸 機械電子研究所 金森直希

1. 緒言

電子機器から放射される電磁ノイズの規格適合性は、電波暗室において測定することで評価できる。不適合の場合は、そこから経験などに基づいた試行錯誤によりノイズ対策を行っているのが現状である。放射要因の把握や本評価前における電磁ノイズの簡易的な推定ができれば、ノイズ対策の一助に繋がると考えられる。

そこで本研究では、ノイズの放射要因である金属筐体とケーブルに着目したモデルを構築し、スイッチング電源が内蔵されている LED 電球を例に、放射要因に関する事例の提示と電界強度の推定に関して検討した。

2. 実験モデルとその適用事例

2.1 モデルと測定系

ノーマルモードより問題となることが多いコモンモードに着目¹⁾し、モデルを構築した。そのモデルを用いた電界の測定系を図 1 に示す。金属箱に内蔵した信号発生器（出力インピーダンス：公称値 50Ω ）により金属箱とケーブル（端子含む長さ 35mm 程度）間に給電した。電源ケーブル（VVVF 1.25mm²）を構成する 2 本の銅線とケーブルを接続し、電源ケーブルの他端は、VHF-LISN（KNW-4601）に接続した。電源ケーブルから 10m 遠方に設置したバイコニカルアンテナにより電界を検出した。電源ケーブルの長さと配置による放射電界への影響を検討するため、図中の配置①と配置②を設定した。配置①では電源ケーブルの長さは 0.85m 程度、配置②では電源ボックス内に VHF-LISN を設置して電源ケーブルの長さは 1.9m 程度（電源ボックス内では LISN まで迂回）とした。電界強度の測定結果（モデルを 45° 間隔で 1 回転時の最大値）を図 2 に示す。本研究では、主に垂直方向の電源ケーブルからの放射に着目するため、以後、垂直偏波を図示する。図 2 より、配置①では、50MHz と 190MHz にピークが見られるが、配置②では 60MHz と 160MHz にピークが生じている。

2.2 LED 電球の放射要因の考察への適用

LED 電球の放射電界強度は 70MHz 付近で最大となるものが多いことを以前報告した²⁾。この要因を考察するため、配置①と配置②（文献 2 の配置に類似）において、ケーブルと金属箱を LED 電球に変え、VHF-LISN に商用電源を接続し、電球 A と B について電界強度を測定した。その結果を図 3 に示す。同図より、電球 A、B ともに、

配置①では 60MHz と 200MHz 付近にピークがあるが、配置②では、70MHz と 160MHz 付近にピークが生じている。各ピークは、電源ケーブルの長さに依存していることから、電源ケーブルが寄与していると考えられる。また、出力インピーダンスと後述の金属箱寸法の議論が必要ではあるが、およそその傾向は図 2 の結果と同様であるため、各ピークは電源ケーブルと金属ケースによるコモンモード放射が要因のひとつであることを示唆している。

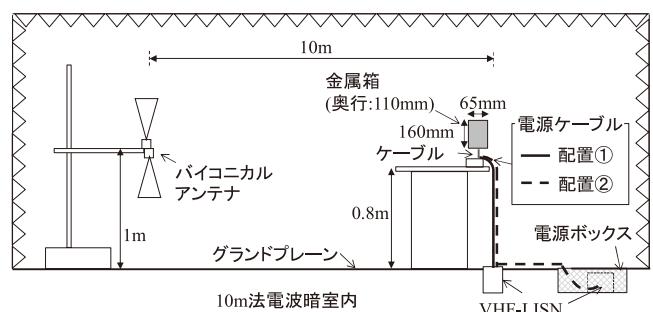


図 1 モデルを設置した測定系の模式図

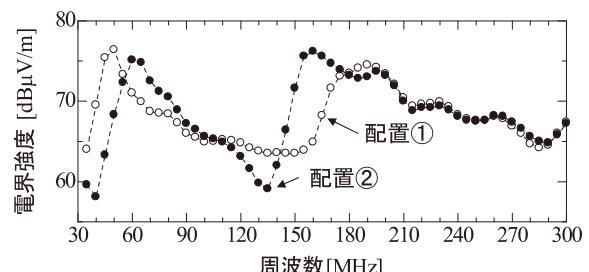


図 2 各配置におけるモデルの電界強度の測定結果

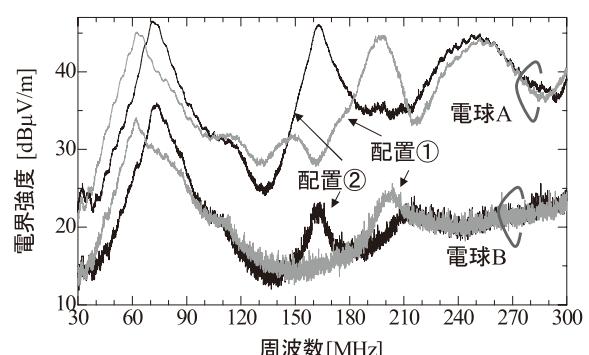


図 3 各配置における LED 電球の電界強度の測定結果

3. 電界強度の推定事例

モデルと実測電流を用いた推定法^{3,4)}を適用し、LED 電球の放射電界強度の推定を検討する。LED 電球のケース

を考慮してモデルの金属箱の寸法を変更するため、配置①の測定系について解析モデル（図4）を構築した。

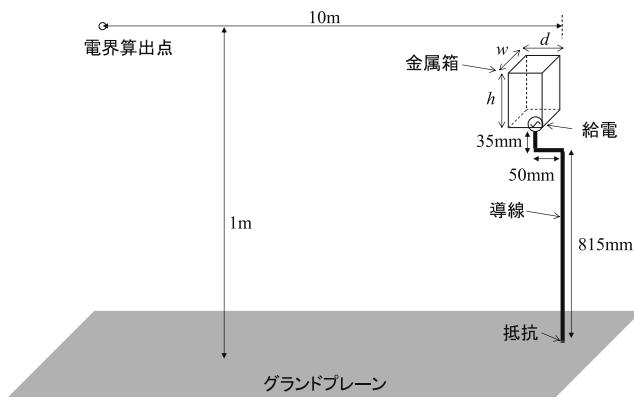


図4 解析モデル

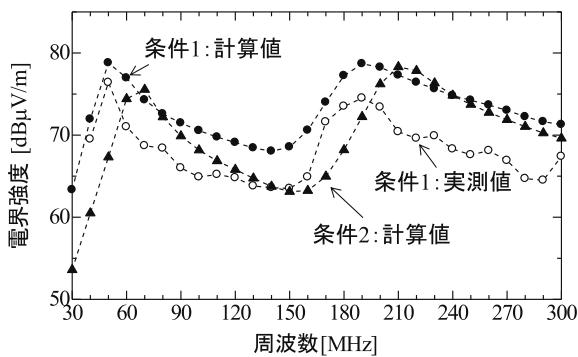


図5 モデルの電界強度の解析および測定結果

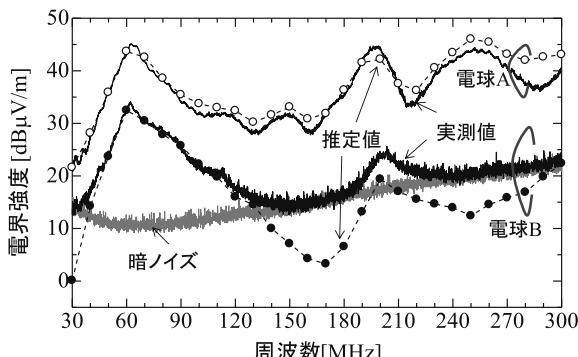


図6 LED電球の電界強度の推定結果

解析にはムラタソフトウェア社の FEMTET を用い、導線と金属箱間に電力給電を設定した。はじめに、金属箱の寸法に関して、図1と同様にした条件1: $w = 110\text{mm}$, $d = 65\text{mm}$, $h = 160\text{mm}$ と、LED電球の寸法を考慮した条件2: $w = d = h = 50\text{mm}$ のモデルを作成し、それぞれ解析して電界強度を計算した（導線を軸とした 10m 遠方の円周上における最大値）。その結果を図5に示す。同図より、条件1において、電界強度の周波数特性の傾向が計算値と実測値で概ね同様であることが確認できた。また、条件1に対して条件2では、ピークが高域にシフトしていることが分かる。次に、条件2において、グランドプレーンから 0.2m の高さで、導線の周囲の磁界を周回積分することで電流値 I_s を算出し、電界強度 E_s との比 $\alpha = E_s / I_s$ を定めた。同様の高さにおいて、電流プローブを用いて電源ケーブルのコモンモード電流 I_m を測定し、 α との積から電界強度を推定した。その結果を図6に示す。同図より、電球AおよびBにおいて、60MHz付近のピークを中心に、実測値と推定値は概ね一致した（暗ノイズレベル付近の周波数帯は除く）。

4. 結言

電源ケーブルと金属筐体を模擬した単純モデルを構築し、LED電球の放射要因の考察と実測電流を用いた電界推定の事例を示した。モデルを用いた検討は、金属筐体とケーブルで構成される多様な電子機器への適用が考えられる。電界推定に関しては、簡便な事前ノイズ評価としての活用が期待されるが、電波暗室以外の環境での電流測定を含めた検証が必要と考えられる。

参考文献

- 佐々木他, 富山県工業技術センター研究報告, **29** (2015) 67.
- 佐々木他, 若い研究者を育てる会研究論文集 (2012) 8.
- 王他, 信学技法, **EMCJ2006-105** (2006) 39.
- Hyun Ho Park et.al., IEEE Transactions on electromagnetic compatibility, **55**(2) (2013) 257.

キーワード：モデル、電源ケーブル、筐体、LED電球、電界推定

Assistive Technique for Suppression of Electromagnetic Interference

Katsuhiro SASAKI, Yoshitoshi TSUKAMOTO, Naoyuki MIYATA and Naoki KANAMORI

A simplified model of a power cable and a conducting box was constructed. Radiated sources of a LED bulb were discussed using far electric fields which were measured in two kinds of an arrangement of the power cable connected to the model or the LED bulbs. A radiated characteristic of the simplified model was calculated with a full-wave analysis. Far electric fields from the LED bulb and the power cable were estimated using the radiated characteristic and the measured common-mode current on the cable.

ナノインプリントによるナノ構造形成技術の開発

○加工技術課 小幡 勤 評価技術課 奈須野雅明

1. 緒言

ナノインプリント技術は、主に超微細加工のためのリソグラフィー技術として検討されていたが、近年このようなプリンタブルによる工程を従来の加工工程との置き換えやステップアップの手法として取り扱おうとともに検討され始めている。

本研究では、これまでに開発したナノインプリント技術を用いた加工技術の検討をおこなった。

2. 実験方法

2.1 ナノインプリント技術

ナノインプリントは、昨年度開発したスタンプ技術をもとに行っている。まずナノレベルの凹凸が形成されたフィルムモールドを薄いガラスに貼り付けたフレキシブルなスタンプを作製し、それを基板上にスピンドルで塗布された光硬化性樹脂（レジスト）に押し当てる。するとその際に生じるキャピラリーフォースで凹凸にレジストが充填される。続けて紫外線光源でレジストを光架橋させた後、端から引き剥がすように基板からスタンプを離型させる。

今回用いたフィルムモールド表面には、 $\phi 230\text{nm}$ で深さ 200nm のホールが多数形成しており、これで成型することで基板表面側にはピラー形状のナノ構造体が得られる。このレジストピラーをマスクとしてドライエッチング工程をおこなうことで基板の微細加工が可能になる。

2.2 シリコン基板の加工方法

レジストをエッチングマスクとした工程を効果的に機能させるためには、エッチング工程に十分耐えうる厚いレジスト膜が必要となる。しかしながら、ナノインプリントによるパターン形成の場合、エッチングを進めたい部分にも薄いレジスト残膜が生じてしまう。それを最小

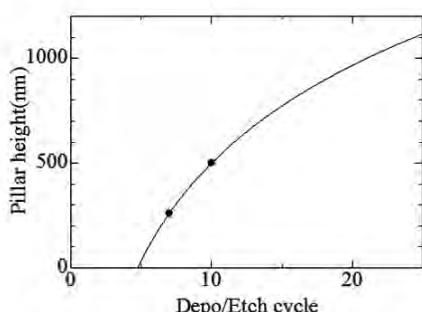


Fig.1 Bosch cycle VS Pillar height

限にするためには、非常に薄い膜厚で基板上にレジスト塗布をおこない、パターン形成後において生じる残膜を最小限にする必要がある。しかし、形成されたエッチングマスクは非常に薄くなるため、エッチング可能な基板の加工深さは限定されるものになる。そこで本研究では、シリコン基板を加工する工程（エッチング）に加え、レジストの保護および横方向へのエッチングを抑制するための工程（デポジション）を繰り返す、いわゆるボッシュプロセスを導入することで基板の効果的な加工をおこなった。また、微細加工をおこなったシリコンを酸化するなどをして、微細なエッチングが困難なガラスでのナノ構造体の作製を試みた。

フォトレジストは、協立化学産業（株）製の XIP を用い、およそ 80nm の膜厚でシリコン基板へ塗布した。プリベークをおこなった後、スタンプを密着させ、 $60\sim300\text{sec}$ 間の露光（Broadband h-line で約 30mW/cm ）をおこなった。十分にレジストが硬化すると、基板とスタンプは容易に離型された。

ボッシュプロセスでは、デポジションとエッチングの工程サイクルを繰り返すが、各工程時間のバランスでエッチング形状が決定されるため、その影響も調査した。

3. 実験結果および考察

Fig.1 はボッシュプロセスのサイクル数とエッチングされたシリコンの深さ（ピラー高さ）である。エッチング初期は残膜として 30nm 程度あるレジストへのエッチングが行われるため、シリコンのエッチングが進行しない。4~5 サイクルからシリコンの加工が始まり、サイクル数

Table.1 Etching condition

	deposition	Etching
Standard(Std)	4sec	1sec
Short Cycle	2sec	3.5sec
Depo Rich	5sec	1sec

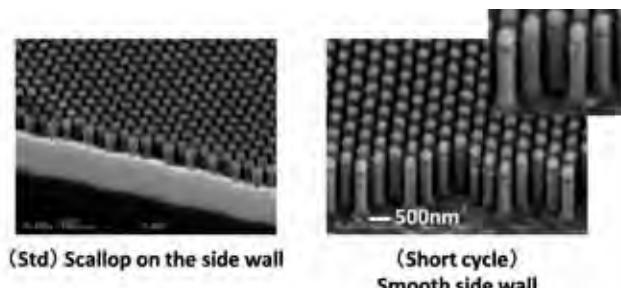


Fig.2 Etching result on short cycle condition

にしたがってエッチングが進み、ピラー形状が出来上がってくることが確認できた。

工程のサイクルバランスを Table.1 のように設定し、エッチングした結果が Fig.2 である。通常のエッチング、デポリッチ条件ではエッチング側面にスキヤロップが形成されるが、各工程の時間を短くすると（ショートサイクル）それが抑制されスムースなピラーが得られている。また、エッチング時間の比率が短くなることでレジストへのダメージも抑制され、 $1\mu\text{m}$ 以上の加工においてもレジストが消滅することがなかった。

上記の工程で加工したシリコンを高温（ 1050°C ）酸素雰囲気中で熱酸化した結果が Fig.3 である。基板表面に触れた酸素はシリコン表面へ拡散し、 SiO_2 （ガラス）層を形成している。ピラーの直径は約 200nm なので 1 時間程度の処理で表面のシリコンがすべてガラスに変化している（酸化厚の約半分はシリコンが消費された厚みである）。Fig.4 はフッ酸処理をおこなったもので、ガラス化したシリコンピラーが溶解することを確認できた。

この結果を利用することで、表面に光学構造を形成したガラスを容易に作製可能である。例えば幅広い波長で透明な石英ガラスにスパッタ蒸着でシリコン膜を形成し、塗布されたレジストにナノインプリント、続いてそれを基にしたエッチング加工、熱処理を行なうことで、反射防止膜などをスタンダードなシリコンプロセスで形成す

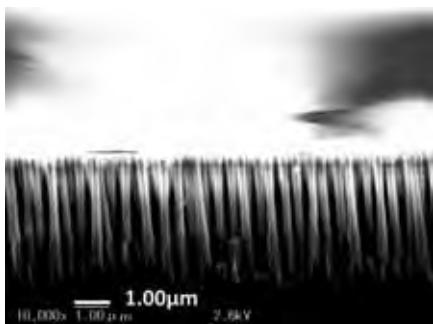


Fig.3 SiO_2 nano-pillar



Fig.4 Etched SiO_2 nano-pillar

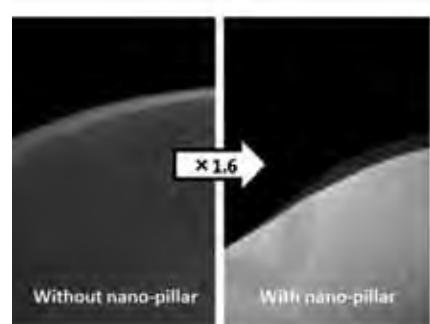


Fig.5 Comparison of antibody labeling intensity on health care chip

キーワード：ナノ構造、インプリント、ドライエッチング

Development of nano- structure formation technology by nanoimprint

Processing Technology Section; Tsutomu OBATA, Evaluation Engineering Section Masaaki NASUNO

We studied to prepare the fine structure using nano-imprint technology . By optimizing the film thickness of the photoresist and etching method of the working material, it was attained the processing of nano-order . And also silicon deposited on the quartz glass was carried out for manufacturing a nano- structure of the glass by oxidation.

ことができる。実際に石英基板上にナノ構造を作製し、ドライエッチング後に残ったシリコンを酸化することで石英表面に透明なガラス構造を形成することができた。

今回の結果を用いることで従来のデバイスに容易にナノ構造を取り入れることができ、またシリコン基板上へのシリコンあるいはガラス微細構造を形成することも可能になった。例えばヘルスケアチップにおいては、チップ表面のタンパク固相化密度を向上させることができるために、蛍光による抗原抗体反応などを高感度に検出できる（Fig.5）。また形成するナノ突起を先鋭化させるなどができるれば、高効率な電界電子放出特性が得られることも期待できる。さらに従来多層膜などのプロセスで作られるような波長フィルター機能などもデバイス上に形成できるなど応用範囲は広いものと思われる。

4. 結言

ナノインプリント技術を用いたナノ構造の作製を行った。保護膜となるレジストの膜厚や加工条件を最適化することなどによって、サブミクロンレベルの加工を安定して実現することができた。シリコン以外の材料の加工においても、本研究の知見をもとに条件等を検討することによって短期間で微細構造の作製が可能になると思われる。

摩擦搅拌プロセスによる異種材料の接合および局部改質技術の研究

加工技術課 柿内茂樹、清水孝晃 ものづくり研究開発センター 氷見清和、山岸英樹
企画管理部 富田正吾

1. 緒言

摩擦搅拌接合法は、塑性流動による短時間での固相接合法として知られている。この特徴を応用して近年、アルミニウム(Al)合金の接合のみならず、鉄鋼材料、銅合金、チタン合金などの高融点金属材料の接合や異種材料の接合への適用が検討されている。著者らはアルミニウム合金とマグネシウム(Mg)合金の重ね摩擦搅拌接合法について研究を行っている¹⁻²⁾。前報では、ツール回転数(R)やツール移動速度(v)、ツールの挿入深さを変化させて、継手の機械的性質に及ぼす接合条件の影響について検討した。ツールプローブの侵入位置を下板の表面近傍とした場合、上下板の境界線に Al と Mg の中間的な組成を有する反応層が形成され接合した¹⁾。一方、バルク状の反応層が形成される場合、内部に割れが観察された。プローブの侵入位置を下板の板厚中心近傍とした場合、低回転数、低移動速度の条件($R=600$ rpm, $v=25$ mm/min)で、上下板間で塑性流動が生じ接合した²⁾。しかし、接合メカニズムは不明瞭であった。本研究は、プローブの侵入位置を下板の板厚中心近傍とし、ツール回転数とツール移動速度を変化させて、接合部の組織に及ぼす接合条件の影響について検討した。また、パス回数を変化させて、継手の機械的性質に及ぼす影響について検討した。

2. 実験方法

供試材料は、Al 合金は A6063-T5 合金、Mg 合金は AZ31 合金を用いた。寸法は幅 50 mm、長さ 150 mm、板厚は約 3 mm である。継手形状は重ね継手とした。上板に A6063 合金、下板に AZ31 合金を配置した。

接合条件は、ツール回転数 (R)=400~600 rpm、ツール移動速度 (v)=10~50 mm/min の間で変化させた。ツールショルダの押込量は約 0.1 mm、ツール挿入後の保持時間は 3 秒で一定とした。ツールの形状はショルダ径 ϕ 14 mm、プローブ長 4.5 mm、プローブ形状 M4-M5 のテーパ形状である。引張せん断試験片は、板材を重ねて約 50 mm で配置して、幅方向に 30 mm 接合して、引張せん断試験に供した。パス回数は 1~3 回とし、パス間隔は 7 mm とした。

3. 実験結果および考察

図 1 に接合部外観を示す。いずれの接合条件においても上板の A6063 合金と下板の AZ31 合金は接合した。

また接合部の表面に、溝状の欠陥や割れは認められなかった。 $v=50$ mm/min と比較して、 $v=20$ mm/min で接合した場合、接合部後退側(Retreating Side)のバリは大きくなり、接合部の表面性状は粗くなつた。

図 2 に最大引張りせん断荷重(P_{max})に及ぼすツール移動速度の影響を示す。N=3 本の平均値である。 $v=20$ mm/min から $v=50$ mm/min に増加すると P_{max} は減少した。

図 3 に接合部断面のマクロ組織を示す。いずれも接合条件においても、上下板の境界線が変形した。 $v=50$ mm/min と比較して、 $v=20$ mm/min は下板が大きく変形し、下板の Mg 合金が上板の内部に侵入し、空洞状の欠陥が減少する傾向を示した。図 2 において P_{max} が増加したのは低移動速度になるにつれ上下板が十分に攪拌したためと考えられる。

図 4 に接合部断面の SEM 像を示す。接合条件は $R=600$ rpm、 $v=20$ mm/min である。下板の AZ31 合金が変形して、上板の A6063 合金内部に侵入した。一方、攪拌部の中央部にと RS 側に空洞状の欠陥が発生した。

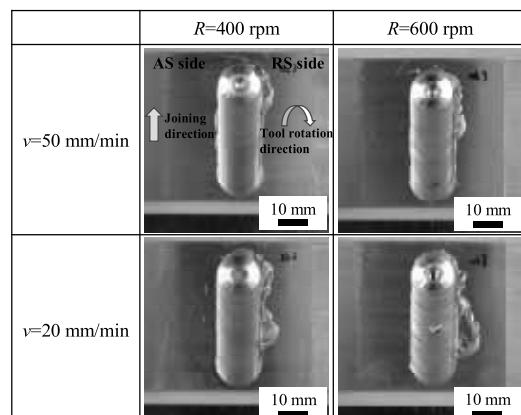


図 1 接合部外観

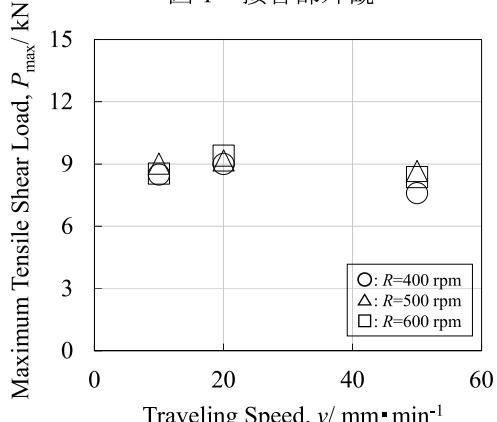


図 2 最大引張りせん断荷重に及ぼす移動速度の影響

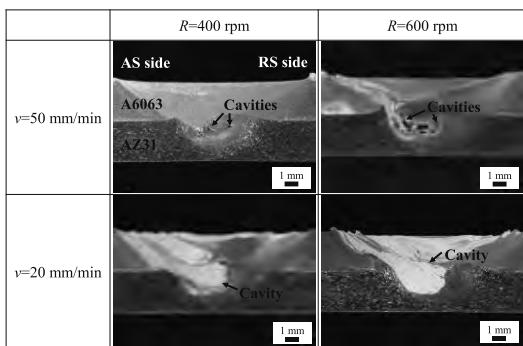


図3 接合部断面のマクロ組織

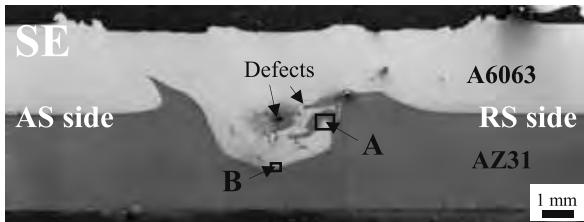


図4 接合部断面のSEM像($R=600\text{ rpm}$ 、 $v=20\text{ mm/min}$)

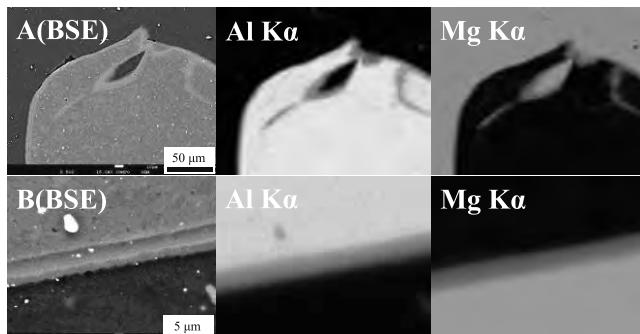


図5 接合部断面の反射電子組成像および特性X線像

図5に図4のAとBの領域の反射電子(BSE)組成像とAl、Mgの特性X線像を示す。上下板の境界線に沿って、フィルム状のAl、Mgの中間的な組成を有する反応相が形成された。

図6に最大引張せん断荷重に及ぼすパス回数の影響を示す。接合条件は、 $R=600\text{ rpm}$ 、 $v=20\text{ mm/min}$ である。

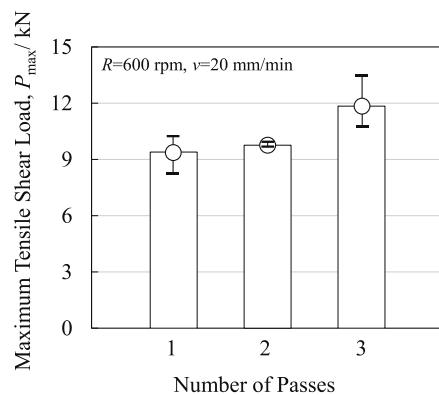


図6 最大引張せん断荷重に及ぼすパス回数の影響

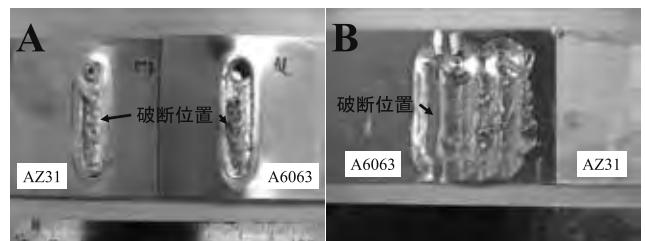


図7 引張せん断試験後の試験片外観

$N=3$ 本である。パス回数が増加すると、 P_{\max} は増加した。

図7に引張せん断試験後の試験片の外観を示す。パス回数は、図7Aは1回、図7Bは3回である。接合条件は、 $R=600\text{ rpm}$ 、 $v=20\text{ mm/min}$ である。パス1回の場合、破断位置は上下板の接合部で破断した。この試験片の P_{\max} は10.2 kNであった。一方パス回数が3回の場合、上板のA6063合金の攪拌部近傍で破断し、この試験片の P_{\max} は13.5 kNであった。

参考文献

- 柿内茂樹, 清水孝晃, 氷見清和, 富田正吾: 溶接学会全国大会講演概要, **95** (2014) 48-49.
- 柿内茂樹, 清水孝晃, 富田正吾, 氷見清和: 富山県工業技術センター研究報告書, **29** (2015) 43-44.

キーワード：重ね摩擦攪拌接合、異種金属接合、アルミニウム合金、マグネシウム合金

Research of dissimilar material joining and local modification technology by friction stir processing

Processing Technology Section; Shigeki KAKIUCHI, Takaaki SHIMIZU,
Monozukuri Research and Development Center; Kiyokazu HIMI, Hideki YAMAGISI,
Planning and Management Department; Shogo TOMIDA

Dissimilar material joining by friction stir welding (FSW) has been investigated widely in recent years. In this study, dissimilar material lap joining in the Al and Mg alloys by FSW was investigated. The tensile shear fracture load was 10.2 kN at the welding conditions with the rotation speed 600 rpm and traveling speed 20 mm/min. Results of the cross-sectional EDS analysis were a film-like inter metallic compound layer formed along the boundary of the upper (A6063 alloy) and lower (AZ31 alloy) plate. In addition, the shear tensile fractured load increased with the number of passes.

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 企画管理部 富田正吾

1. 諸言

レーザ加工は切断、溶接、表面改質などの加工に用いられているが、近年ビーム品質の良さと高い発振効率が得られる「ファイバーレーザ」が開発され、大出力化により溶接、切断や表面処理加工等への適用が検討されてきている。一方、我が国でのファイバーレーザを含めた固体レーザの導入は欧米に比べ遅れており将来性が高いファイバーレーザによる加工技術の確立、技術普及の促進などを推進する必要がある。本研究では平成26年度に導入した150Wファイバーレーザ加工機および2次元スキャナを用いて金属材料の溶接や表面形状の制御や機能性付与を目的としたマイクロテクスチャを形成するための基本データの収集を行った。

2. 実験方法

2.1 描画位置の影響

本装置はスキャナを用いてレーザ光を走査するため、描画位置によってレーザ光の入射角度が異なる。この入射角の違いによる影響を調査した。連続発振(CW)モードでレーザ出力200W、送り速度5000mm/minで鋼材にスキャナ中心を(0,0)とし(-65,70)(-65,0)(-65,-70)(0,70)(0,-70)の箇所に照射した。各位置においてX方向に20mmの線を1mmピッチで10本描画し、その長さ、線幅、ピッチを測定し断面を観察した。

2.2 QCWモードでの加工

本装置はパルス発振(QCW)可能であり、デューティに応じてピーク出力を増幅することができ、深溶け込みを得たり入熱量を減らすことでプローホールや割れの発生を抑えることが期待できる。鋼材に照射し、発振周波数100Hzおよび500Hz、デューティ10%、出力設定25,50,75,100%、送り速度3000mm/minとした。100Hzにおいてはデューティを10,20,30,50%と変化させた。出力はデューティにより設定可能な範囲が異なる。

2.33 ハッチング機能の利用

スキャナには走査線を面状に走査するハッチング機能が備わり、広範囲な表面処理への適用が期待できる。CWモードでレーザ出力250W、送り速度5000mm/minとし、走査線ピッチ間隔を0.1,0.25,0.5mmと変化させ、またフォーカス位置をジャストフォーカス(0)および表面から12mm(+)としてS50C材に照射し、溶け込み深さ、面粗度、硬度を評価した。

3. 実験結果

3.1 描画位置の影響

図1に加工表面の状態を示すが、加工線はシャープとはいはず摇らぎが見られる。理論的には中心において最も正確に描画でき、それから離れるほどピッチは広がるはずであるが(0,0)においてピッチが1.017mmと最も広くなった。スキャナの駆動ソフトの補正機能が働いていることが確認できる。描画した線の1本あたりの線幅は、X座標は0のほうがバラツキが大きく、Y座標は一側ほど太くなりその差は最大で0.024mmである。描画した線長はX座標-65mmではY座標が0から離れるに従い若干長くなっているが、X座標0ではY座標が0から離れるにつれ短くなりバラツキの範囲は0.1mmである。

以上より、描画形状については描画位置の違いによる影響は無視しうると考えられる。

溶け込みの形状は、理論的には中心から離れるに従い入射角が付いてくるので溶け込みは浅くなると考えられるが、結果はいずれも大きな違いは見られず位置による違いは無いと言える。

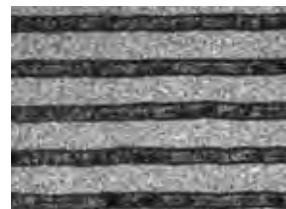


図1 描画線の表面状態

3.2 QCWモードでの加工

発振器の出力設定値と出力モニタ値の関係はデューティに関係なく線形に関連しており10%で160W、100%で1650Wとなった。なお、設定値10%未満では安定してレーザ発振を得ることができなかった。なお、出力が大きいとスペッタが飛散しスキャナの保護ガラスに付着するので注意が必要である。

加工表面および断面の状態を図2に示す。点状に入射痕が形成されており、その径は出力およびデューティが大きいほど大きく、形状はデューティ30%までは円形であり50%で長円形となる。500Hzでは線状に繋がる。線幅は出力が小さいほど、周波数が大きいほど、デューティが小さいほど細くなる。溶け込みはピーク出力890WまではU字型の深いものであるが、それ以上ではV字型の深い溶け込みとなる。デューティを大きとした場合、幅、深さともに大きくなり内部においても幅広い溶け込みとなる。

周波数 500Hz では総じて 100Hz に比べて溶け込みは小さい。

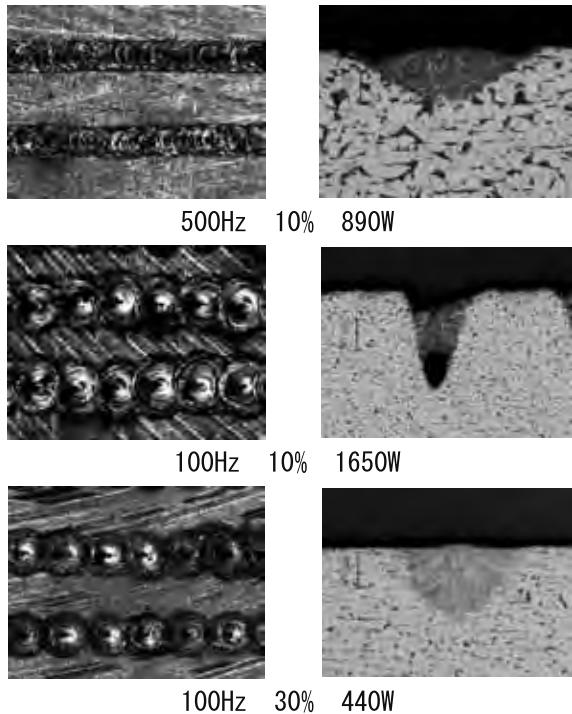


図 2 QCW 照射での表面と断面

3.3 ハッチング機能の利用

ピッチ間隔 0.5mm では明確に加工線が認められ表面処理を施したとは言い難い仕上がりである。0.25mm では溶融が線状に認められるが面状に加工できているといえる。0.1mm では溶融線が重なり合い面状に溶融加工できている。フォーカス位置による傾向の違いはないが、+の場合加工線が太くなり、ピッチ 0.1mm では加工線が明瞭に見えており面の荒れは小さいと思われる。フォーカス位置を + にデフォーカスすることで、照射範囲が大きくなりエネルギー密度が小さくなり、溶融線が太くなり表面の荒れも抑えられる。

断面の状態を図 3 に示す。ピッチ間隔 0.5mm では隣り合う溶け込みが重なり合うが、0.1 および 0.25mm は重なり合っていることがわかる。溶け込みの形状はジャストフォーカスに比べ +12mm では扁平な形状になっており、深さを抑え面積を稼ぐことができる。溶け込みの深さはジャストフォーカス

の方が深くなる。ピッチ間隔による深さの違いはない。

面粗度（最大高さ）を表 1 に記すが、いずれの条件でもベースプレートよりも粗くなつた。ピッチ間隔が小さいほど粗くなる。粗さのプロファイルにはいずれもピッチ間隔が反映されている。

表面より 0.1mm での硬度分布を図 4 に示す。照射前の硬度は約 200Hv である。ピッチ 0.25 および 0.5mm では照射部近傍は 700Hv 以上に硬化していることがわかる。ピッチ 0.1mm では 500Hv 程度で推移している。連続的に入熱されたことにより焼き戻されたものと考えられる。フォーカスによる違いは見られず硬度に差はない。



図 3 ハッチング時の状態 (0.25mm f=0)

表 1 表面処理による面粗度 (Rz)

	ジャストフォーカス	フォーカス+12
ピッチ 0.1mm	27.2	22.7
ピッチ 0.25mm	18.1	20.9
ピッチ 0.5mm	14.1	7.54
加工前表面		4.91

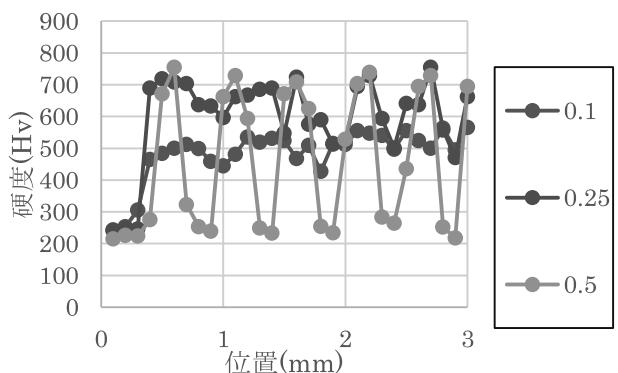


図 4 硬度分布 (f=0)

キーワード：ファイバーレーザ、スキヤナ、パルス照射、表面処理、硬度

Development of fiber laser processing for metals.

Takaaki SHIMIZU Shigeki KAKIUCHI Shogo TOMIDA

Forming a micro-texture for steel are processed using fiber laser with 2D scanner. Precises of scanning line are same revel by a distance of scanner center. Processing at QCW-mode makes deep melting area. It soil cover-glass by suppater. Hutting can make surface processing. It is completely by using under 0.25mm intervals line. It damaged surface. It can make hard surface at 700Hv at 0.25mm and 0.5mm intervals line. At 0.1mm interval, it is 500HV.

機能性有機材料合成を指向した化学合成技術の開発(2)

材料技術課 山崎茂一

1. 緒言

有機化合物は分子構造の改変が容易であり、単純な構造の分子から複雑な構造の分子へと変換することで、様々な有用な化合物が生み出されてきた。医薬、農薬、香料や合成高分子（プラスチック）などは、身近に存在する有用な合成有機化合物である。

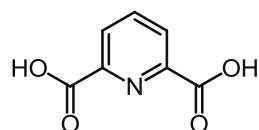
従来、電子デバイスは金属やセラミックを主体としてきたが、分子構造を自在に変えられる有機化合物を電子デバイスに応用しようとする研究が、近年活発に進められている。ピレンは Scheme 1 に示したように、ベンゼン環が 4 個縮合した平面状の構造をしており、その誘導体は機能性有機材料として注目され、有機 LED(OLEDs)、有機電界効果トランジスタ(OFETs)、有機太陽電池(OPVs)といった有機電子デバイスの研究に用いられている。

ピレンに酸素が結合したピレンジオンやピレンテトラオン (Scheme 1) は、より複雑な構造のピレン誘導体を合成するための中間体として重要な化合物であり、通常ピレンの酸化反応により合成されるが、市販品がないため研究で使用する際は自ら合成する必要があるものの、低収率や精製の困難さなど解決すべき課題が多い。

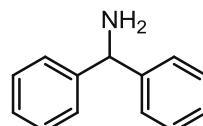
今回、合成ターゲットとして、有機電子デバイスの研究材料として頻用されているピレンジオンやピレンテトラオンを選択し、安価で資源的な制約のない鉄を触媒として用いて、その触媒的な合成方法について検討したので、その結果について報告する。

2. 実験

塩化鉄とピリジン-2,6-ジカルボン酸を *tert*-アミルアルコールに溶解した溶液をピレンの *tert*-アミルアルコール溶液に加え、さらにベンズヒドリルアミンを加えた。ここに 35%過酸化水素水溶液を加えて室温で 1 時間攪拌した。反応生成物はカラムクロマトグラフで精製し、NMR で分子構造を確認した。



ピリジン-2,6-ジカルボン酸

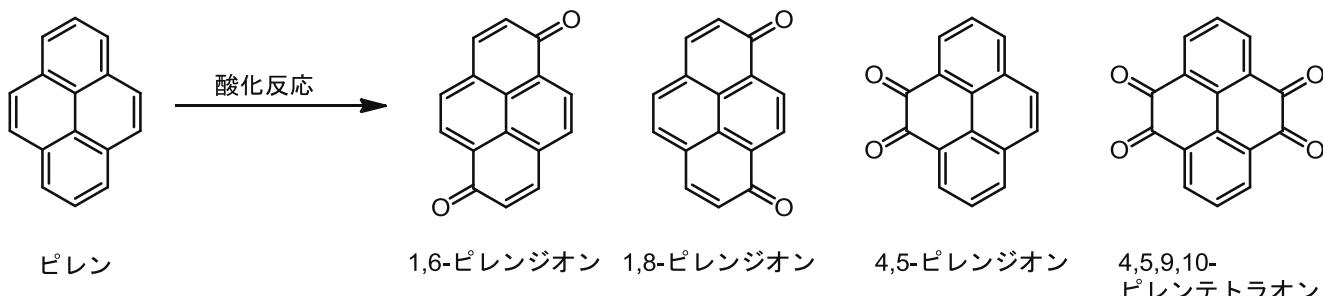


ベンズヒドリルアミン

Scheme 2

3. 結果と考察

塩化鉄／ピリジン-2,6-ジカルボン酸／ベンズヒドリルアミンを触媒とし、過酸化水素を酸化剤とする触媒系が、フェノール類やアルキルベンゼン類のキノン類への酸化反応に有効であることを、以前報告した[1][2]。この酸化反応触媒系をピレンの酸化反応に適用したところ、基質のピレンに対し 5 mol% の触媒（塩化鉄／ピリジン-2,6-ジカルボン酸／ベンズヒドリルアミン = 1/1/2）と 8 等量の過酸



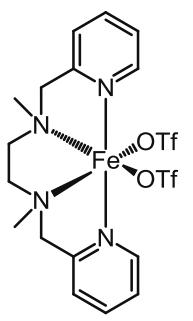
化水素を用いた反応で、1時間でピレンは消費され、TLC 上に黄色い化合物の生成が確認できた。黄色生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製し、NMR で分子構造を調べたところ、ピレンの酸化生成物として考えられる4つの化合物 (Scheme 1) のうち、1,6-ピレンジオンと1,8-ピレンジオンの混合物であることがわかった。得られた混合物の収率は合計で29%であり、1,6-ピレンジオンと1,8-ピレンジオンの生成比はNMRから60:40であった。

最近、本報告とは異なる配位子を有する鉄錯体触媒を用いたピレンの過酸化水素酸化が報告された[3]。1,6-ピレンジオンと1,8-ピレンジオンが合計22%の収率で得られており、その生成比は65:35であり、今回の報告と非常に類似した結果が得られている。その報文では配位子として窒素原子が4配位した3種類の鉄錯体が検討されているが、そのうちの2種類では全く反応が進行せず、Scheme 3に示した1種類の鉄錯体 ($\text{Fe}(\text{bpmen})(\text{OTf})_2$)のみがピ

レンの酸化反応に有効であると報告されている。

今回の報告で使用した鉄錯体は、使用直前に鉄塩と配位子となる化合物を溶媒中で混合し調製したものであり、その分子構造は明確には決定できていないが、塩化鉄に対しピリジン-2,6-ジカルボン酸1分子とベンズヒドリルアミン2分子が配位していると考えられ、 $\text{Fe}(\text{bpmen})(\text{OTf})_2$ とはかなり異なつた分子構造をしている。

次に、同じ配位子を用い、塩化鉄の代わりに塩化ルテニウムを使って、同じ反応を検討してみた。その結果、鉄錯体の場合と同様、1,6-ピレンジオンと1,8-ピレンジオンの



Scheme 3

混合物が合計収率33%、生成比53:47で得られて来た。また、ルテニウムを用いた場合、ベンズヒドリルアミンなしでも反応が進行し、1,6-ピレンジオンと1,8-ピレンジオンの混合物が得られることがわかった。

塩化ルテニウムを触媒とし過ヨウ素酸を酸化剤としてピレンを酸化すると、4,5-ピレンジオンと4,5,9,10-ピレンテトラオノンが生成することが知られている。今回の結果は、ルテニウムを触媒とした場合でも配位子や酸化剤が異なると全く異なる生成物が得られる事を示している。

1,6-ピレンジオンと1,8-ピレンジオンはTLC上で展開溶媒により、重なったり、近接しながらも分離したりする。しかし、これらの化合物は一般的な有機溶媒に対する溶解度が低く、カラムクロマトにより文献記載の展開溶媒により分離を試みたものの、試料量が多いとうまく分離できないことがわかった。これら2つのピレンジオンの分離精製法についても検討する必要がある。

4.まとめ

過酸化水素を酸化剤とし鉄錯体（塩化鉄／ピリジン-2,6-ジカルボン酸／ベンズヒドリルアミン）を触媒とする触媒系により、ピレンから1,6-ピレンジオンおよび1,8-ピレンジオンが得られることがわかった。しかしながら収率は低く、有用な反応系とするためにはさらなる検討が必要である。

「参考文献」

- [1] 山崎ほか, 富山県工業技術センター研究報告, **2011**, 25, 41; **2012**, 26, 38.
- [2] 山崎, 第46回酸化反応討論会講演要旨集(つくば), **2013**, 103.
- [3] E. M. Pérez et al., *Chem. Commun.*, **2014**, 50, 9372.

キーワード：鉄触媒、過酸化水素、酸化反応、ピレン、ピレンジオン

Iron-Catalyzed Oxidation of Pyrene with Hydrogen Peroxide

Shigekazu YAMAZAKI

Iron-catalyzed oxidation of pyrene with hydrogen peroxide as the terminal oxidant has been found to afford the mixture of 1,6-pyrenedione and 1,8-pyrenedione in 29% total yield in a ratio of 6:4. Pyridine 2,6-dicarboxylic acid was an effective ligand in combination with benzhydrylamine as an additive. Ruthenium complex of the same ligand was also effective for this transformation.

電磁波ノイズシミュレーションのための等価回路化の研究

評価技術課 宮田直幸、佐々木克浩、塚本吉俊

1. はじめに

電子機器は電磁ノイズを発生し、それによる誤動作が問題となることから、EMC（Electromagnetic Compatibility）に関する国際規格 CISPR では許容される放射エミッション等の限度値が規定されている。EU ではそれに準拠した EN 規格を満たし、CE マーキングを取得することが要求され、国内においても VCCI による自主規制があるため、電子機器を製造・販売するためには、それらの規格値を満たすことが重要となっている。

そのため電波暗室の利用による電磁ノイズ発生量等の確認が必要となるが、事前にそれらを見積もることができれば設計において効率的である。電子回路基板のパターンや、各種ケーブルの配置等導電性構造物間の位置関係は回路を集中定数のそれと見なした挙動から大きく変えてしまう。それらの影響を評価するには、構造をモデル化し、Maxwell 方程式を解く必要がある。ただし、重要なのは集中定数素子を接続する部位をポートと見なした時の導電性構造物全体の周波数特性の評価であり、それらができれば後はモデル化した構造物の詳細よりもずっと少数のポート数を持つ集中定数素子として SPICE 等回路シミュレーターに入力することで評価が可能になる（図 1）。そのような評価のためには、PC 等を用いたシミュレーションを行う必要がある。

手法としては、例えば周波数領域手法では有限要素法¹⁾、時間領域手法では FDTD 法²⁾がある。両者とも境界条件等の困難を解決する処方が十分に整備されており、よく用いられる。一方、一つの波源に対する電磁場の計算に対して、前者では行列演算のため比較的多数回の演算が必要なのに対して、後者ではメッシュの各点での計算をメッシュ数に依存しない緩和時間まで（メッシュ数に依存するが比較的小ない回数だけ）反復するため計算効率が高く、計算規模が大きい場合有利である。

さらに後者においては並列化が容易であるし、フー

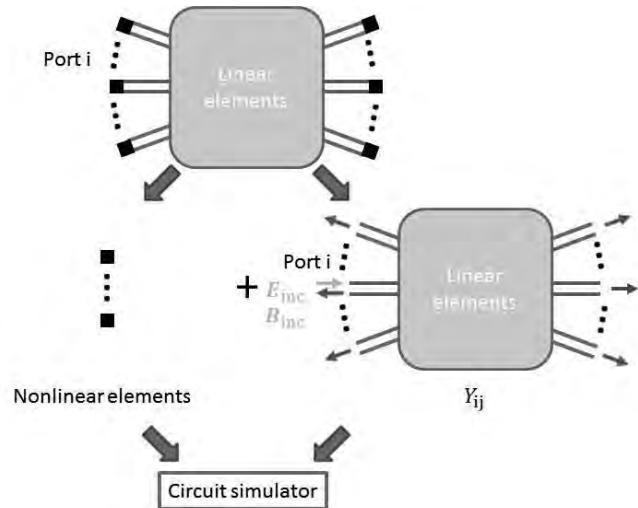


図 1 手法の概念図

導電性構造物も含めて多ポートの線形素子と見なす。

リエ変換により周波数特性を一举に得られるという利点も併せ持つ。

それら FDTD 法の利点は 3 次元的なメッシュを持つ時間領域手法に共通のものであるが、FDTD 法はスタッガード格子とも呼ばれる電磁波計算に特化した格子を持つため、汎用性/拡張性に難点がある。

それゆえ FDTD 法と同様に時間領域手法でありながら高精度化が可能で汎用性もあると考えられる CIP 法⁴⁾や IDO 法のような微分値もを利用して局所的な補間関数を構成する手法は、電磁ノイズ対策のみならず、電磁波が関わる精度が求められる計算にも今後重要になってくると考えられる。現状として FDTD 法の方が CIP 法等と比較してよく使われる理由としては、上記のことのほかに高周波での振幅誤差が CIP 法ほど大きくなく、周波数特性を見る目的のためには劣っているとは言えないことや、CIP 法等の方が計算量や必要メモリ量が数倍程度以上であることが考えられる。しかし前者は CIP-CSL4 法等への改良で克服できる⁴⁾し、後者はメッシュ数に依存せず、高精度であることで大規模な計

算ではむしろ有利になるとも考えられる。

本研究ではそれらの電磁場への適用の際にネックとなる磁場の無発散条件: $\nabla \cdot \mathbf{B} = 0$ を保証する処方について考案した。

2. 手法の概要

本研究では均質媒質の場合に、ポテンシャル（ゲージ場）についての方程式に書き換える。そのような場合、今度はスカラー関数の勾配の不定性を生じるため、通常はゲージ固定と呼ばれる処方を行う。ゲージ固定を行わなかった場合の数値的不安定性については未知であるうえ、その条件そのものが新たな困難となる場合もあるが、以下の処方では困難を生じない。本研究では特に Lorentz ゲージによるゲージ固定を行う。以下、簡潔に説明する。

Green の定理により、「閉曲面で空間を切り取ると、その内部における波の場は“内部の波源”と“閉曲面上における場の値かその空間微分値”のみで定まる」ことが知られており、特にそのベクトル対応形⁵⁾はモーメント法でも利用される結果である。そこで、Lorentz ゲージの下でのポテンシャルが各成分独立な波動方程式を満たすことを用い Green の定理を適用することで、格子点における値を、波源によるものと補間によって得られた表面積分から求めることを考えた。

図 2 にこれらの最終的な結果をまとめた。完全な時間領域手法では光速を超えて波束が伝播しない条件を保証することが難しい。ここでは單一周波数の時間領域的である反復的な手法を示す。ゲージ不変量である電磁場のみを変数とした場合と比較すると、完全導体内部であってもメッシュを切り、内部の場を計算しなければならないという違いがある。補間関数の構成等は幾つかのパターンが考えられ、今後の課題である。

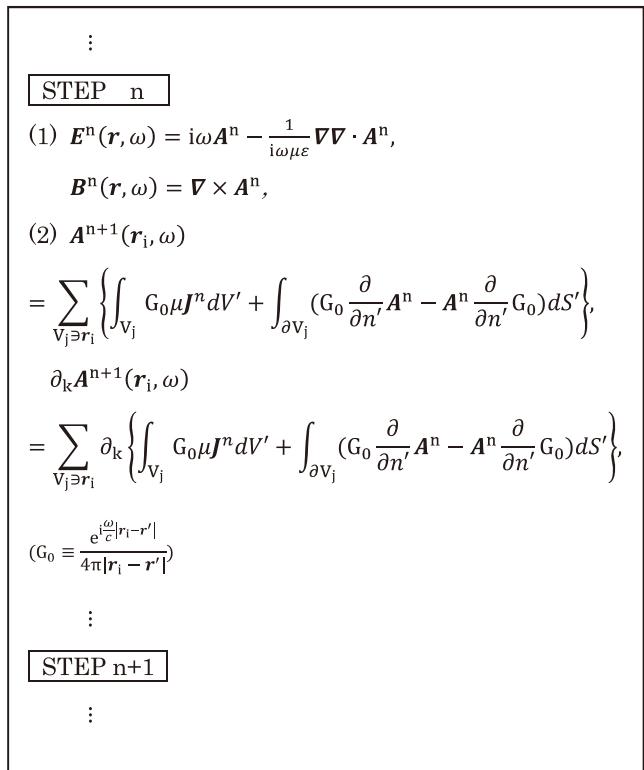


図 2 数値計算手法の概要

3. おわりに

今年度は数値計算スキームのみに留まったため、今後その有効性について実際の数値計算結果に基づいた議論が必要である。

「参考文献」

- 1) 山下他：電磁波問題の基礎解析法，コロナ社(1987).
- 2) A. Taflove and S. C. Hagness : Computational electrodynamics, ARTECH HOUSE (2005).
- 3) 矢部他：CIP 法，森北出版(2003).
- 4) 大久保他：信学技報 AP2006-104(2006-12).
- 5) J. A. Stratton and L. J. Chu : Physical Review, 56(1939)99-107.

キーワード：EMC、電磁波、シミュレーション、CIP 法、IDO 法

Numerical calculation method for electromagnetic wave

Toyama Industrial Technology Center; Naoyuki Miyata, Katsuhiro Sasaki and Yoshitoshi Tsukamoto

In recent years, it has become important for engineers to design electrical appliances that satisfy electromagnetic compatibility (EMC) standards. Therefore, some numerical calculation methods are utilized to predict electromagnetic interference, prior to the use of an anechoic chamber. Especially, methods such as CIP and IDO, i.e., methods that use their partial differential values as well as values at each point, have high calculation efficiency and high scalability. We propose a prescription to guarantee the divergence-free constraint of the magnetic field for such methods.

導電性を有する透明紙の開発

評価技術課 丹保浩行 奈須野雅明 岩坪聰 加工技術課 小幡勤

1. 緒言

フレキシブルで軽量な光・電子デバイスの開発がナノ材料を用いて進められている。このようなデバイスの性能を向上させるためには、基板材料の高度化が必要不可欠である。軽くて熱膨張が小さいという特徴を持つセルロースナノファイバーから作製される紙は、フレキシブルで高い透過率を示すため、太陽電池、タッチパネル、有機ELの透明導電膜の基板への応用が期待されている。また、Agナノワイヤを基板表面に塗布した膜は、低抵抗率で高透過率を示すため、酸化インジウムスズ(ITO)に代わる透明導電膜として注目されている。近年、紙内部へのAgナノワイヤ添加量の増加に伴う誘電率の増大、さらにはAgを複合した紙を基板としたフレキシブルなアンテナの作製が報告されている¹⁾。ナノワイヤは一次元ナノ構造であるため、配向性による特性変化が期待される。本研究では、セルロースナノファイバーペーパーに添加したAgナノワイヤが光学・電気特性に与える影響をナノワイヤ配向性の観点から検討することを目的として、Agナノワイヤ含有紙を作製し評価を試みた。

2. 実験方法

直径の平均が数10 nmのセルロースナノファイバーと60 nmのAgナノワイヤを用いた。純水で0.2%に希釈したセルロースナノファイバーソリューションを減圧濾過することにより、ウェットなセルロースナノファイバーフィルムを形成した。この膜を大気中110°C、0.2 MPaで10分間プレスを行った後、メンブレンから剥離し、セルロースナノファイバーペーパーを作製した。本実験では、Agを添加した2種類の紙を作製した。Agナノワイヤを紙上に形成するために、①セルロースナノファイバーソリューションを濾過後、Agナノワイヤソリューションを濾過した。Agナノワイヤを複合した紙は、面内だけではなく、膜厚方向にも導電性を発現するかどうかを検討するために、②セルロースナノファイバーソリューションとAgナノワイヤソリューションの混合液を濾過した。Agナノワイヤソリューションを80 mg～1000 mgと変化させることにより、Ag濃度を変化させた。ここで、Agナノワイヤは濾液中に含まれていないとして、濃度は1.3～14.3%とした。セルロースナノファイバーソリューションは15 mlで固定した。

3. 実験結果および考察

Agナノワイヤを複合させたセルロースナノファ

イバーペーパーに対するX線回折のθ-2θプロファイル測定結果を図1に示す。比較のためにガラス基板上にAgナノワイヤ溶液を滴下し、110°Cで10分間加熱したAgナノワイヤ膜も示してある。Agを添加していないセルロースナノファイバーペーパーのセルロース(200)を代表値とした。Agの回折ピークは、セルロース(200)を基準としてAg(111)、(200)および(110)として示された。また、Ag濃度が高くなるにつれて、Agのピーク強度は増大することが分かった。

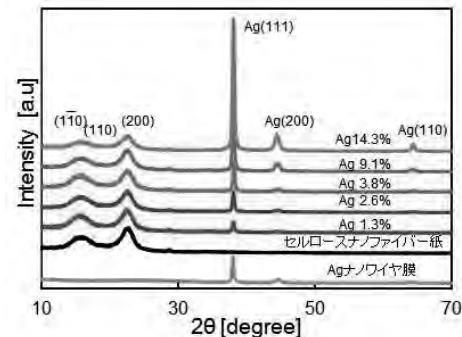


図1 Agナノワイヤ複合紙のX線回折パターン

図2にAgナノワイヤ複合セルロースナノファイバーペーパーに対するX線回折のθ-2θスキャンをAg(111)で規格化した結果を示す。Ag表面塗布紙とピーク強度を比較したとき、Agナノワイヤ複合紙（Ag濃度2.6%および3.8%）のAg(200)は低く、Ag(110)は高くなることが分かった。さらに、Agナノワイヤ複合紙のAg濃度が増加するにつれて、Agに由来するピークの相対強度はAg表面塗布紙やAgナノワイヤ膜に近づくことが分かった。基板上にAgナノワイヤ溶液を塗布して加熱したとき、軸比の大きいナノワイヤの長手方向は面と平行に配向していると考えられる。これらの結果から、Agナノワイヤを複合した紙のナノワイヤ長手方向はAg濃度が低いとき、さまざまな方向を向いているが、Ag濃度が増大するにつれて、面内方向への配向性が高くなると考えられる。

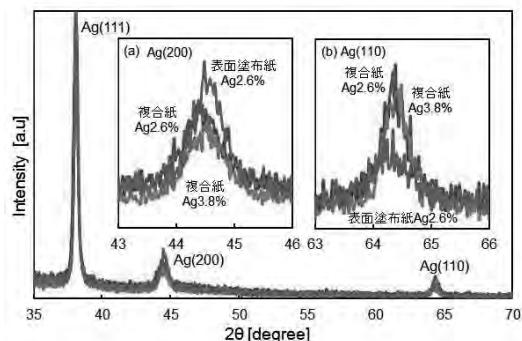


図2 Agナノワイヤ含有紙の規格化したX線回折パターン

(挿入図(a)、(b)は回折ピークの拡大図を示している)

電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM)を用いて観察したAgナノワイヤ表面塗布紙とAgナノワイヤ複合紙の表面SEM像を図3に示す。表面塗布紙のAg濃度は1.3%であり、複合紙のAg濃度は14.3%である。SEM像から、Agナノワイヤはセルロースナノファイバー紙上に堆積しており、Agナノワイヤのネットワークが形成されていることが分かった。Ag濃度は高いにもかかわらず、複合紙表面よりも塗布紙表面の方がAgナノワイヤが多いことが分かった。これは、複合紙は内部にAgナノワイヤが含まれているためであると考えられる。

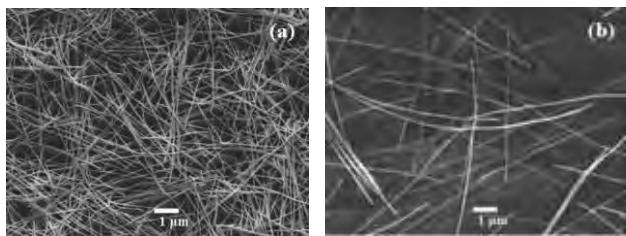


図3 Agナノワイヤ含有紙の表面SEM像
(a)表面塗布紙、(b)複合紙

セルロースナノファイバー紙表面にAgナノワイヤ(濃度1.3%)を塗布した紙はAgナノワイヤネットワークを介して導電性を有することが分かった。一方、複合紙はAg濃度が9.1%のとき導電性を確認できなかつたが、Ag濃度を14.3%まで増大させたとき、面内方向だけではなく、膜厚方向にも導電性を発現することが分かった。このことから、複合紙内部に含まれているAgナノワイヤの長手方向はいろいろな方向を向いており、三次元ネットワークが形成されていると考えられる。

図4に紫外可視近赤外分光光度計を用いて測定した紙の透過率を示す。Agを含有していないセルロースナノファイバー紙の透過率は90%を示すことが分かった。また、

Agナノワイヤの添加量が増大するにつれて透過率は減少すること、Agナノワイヤを表面塗布した紙より複合した紙の方が透過率は高いことが分かった。Ag濃度が同じにもかかわらず、複合紙の透過率の方が高いのは、Agナノワイヤが紙の内部に含まれており、さまざまな方向を向いているためであると考えられる。

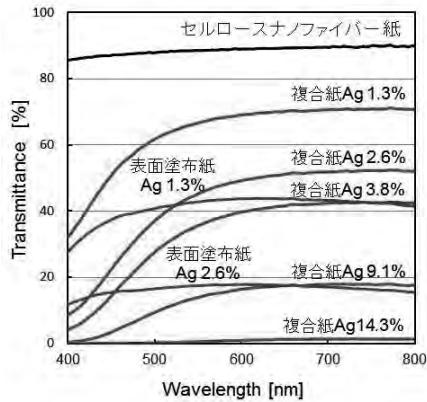


図4 Agナノワイヤ含有紙の透過率

4. 結言

セルロースナノファイバー紙の表面あるいは内部にAgナノワイヤが含まれる膜を減圧濾過法により作製した。セルロースナノファイバー紙は90%の透過率を示すことが分かった。Agの濃度が増大するにつれて透過率は減少するが、ある一定以上の濃度に達したとき、Agナノワイヤのネットワークが形成されるため、表面塗布紙はAgナノワイヤが配向する面内方向、複合紙は面内方向だけではなく膜厚方向に導電性を発現することが分かった。

参考文献

- 1) I.Tetsuji *et al.*, Adv. Mater, 27 (2015) 1112-1116

キーワード：セルロースナノファイバー、銀ナノワイヤ、配向性、導電性、透明

Development of transparent paper with conductive property

Evaluation Engineering Section; Hiroyuki TAMBO, Masaaki NASUNO and Satoshi IWATSUBO

Processing Technology Section; Tsutomu OBATA

Ag nanowire/cellulose nanofiber papers were formed in order to investigate the relationship between electrical conductivity and optical properties in terms of the orientation of Ag nanowire. The first type of paper was prepared by the two-stage filtration. The cellulose nanofiber solution was dewatered and then the Ag nanowire solution was filtered. The second type of paper was filtered in a mixture of the cellulose nanofiber solution and the Ag nanowire solution. These wet sheets were dried using hot press. It was found that when the Ag nanowires were deposited on the cellulose nanofiber paper, the Ag nanowire longitudinal was oriented in the direction of in-plane. On the other hand, we also found that when the mixture solution was heated by hot pressing, the nanowires point in various directions and the electrical conduction occurred in the thickness direction as well as the in-plane direction.

接着性のよいアルミニウム表面処理技術の開発

材料技術課 石黒智明 住岡淳司 倍ナカザワ 中沢慎太郎

1. 緒言

Al や FRP は、軽量であるためその性能に応じて車や飛行機をはじめ、多種多様な製品に用いられており、ますます、その使用が広がってきてている。そのなかで、これら材料の複合化利用も多くなってきている。

本研究では、安価で施工性も良好な不飽和ポリエスチル系の FRP と Al の複合化を念頭におき、陽極酸化処理 Al との接着性について検討した。

2. 実験方法

実験では、20°C～70°C の 4mass% シュウ酸水溶液中、25V の直流で、最長 180min 間陽極酸化した A5052 板

(100×25×1t) 2 枚を、不飽和ポリエスチル樹脂で接着した。なお、板の重ね合わせ長は 12.5mm で、板の間に直径 0.17mm の線材 2 本を挟み込み、板間隔が一定となるようにした。

接着後、数日間室温放置し硬化させた後、試験速度 1mm/分で引張りせん断試験を行った。そして、最大引張りせん断荷重を接着面積で割り、接着強さとした。また、陽極酸化皮膜厚は渦電流式膜厚計で測定した。

3. 実験結果および考察

図 1 に、陽極酸化皮膜厚と接着強さの関係を示す。

図より、接着強さは、同じ液温では（液温 20°C を除く）、皮膜が厚いほど大きく、液温が高いほど急激に増加している。また、ほぼ同じ膜厚では、高い液温で作製した皮膜ほど接着強さが大きい。

この原因を検討するために、陽極酸化皮膜のミクロ構造について考える。

シュウ酸水溶液中の陽極酸化では、皮膜は Al 材表面に垂直な微細孔を有し、その孔底に薄いバリヤー層のある多孔質構造となることが知られている¹⁾。そして、皮膜は、陽極酸化時間に伴い成長するが、溶液により浸食作用を受けるためにすり鉢状になる。すなわち、時間が長いほど皮膜は厚く成長するが、浸食も進み最表面孔径が増大する。この孔径増大は、浸食作用の大きい液温が高いほど顕著である（図 2 参照）。

一方、不飽和ポリエスチル樹脂は流動性が高く、陽極酸化皮膜の孔底まで容易に浸透しうることが予想される。このため、接着材のせん断破断は、孔内から

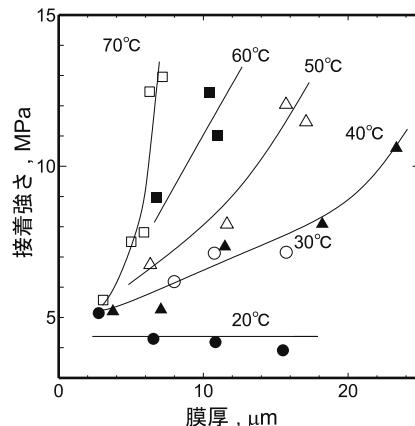


図 1 陽極酸化皮膜厚と接着強さの関係

の樹脂の引き抜きよりも、陽極酸化皮膜表面部での樹脂のせん断破断によるものが主となり、最表面孔径が大きいほどせん断荷重も大きくなることが予想される。

すなわち、接着強さは、同じ液温では膜厚が厚いほど大きく、液温が高いほど急激に増加する。20°Cでは、浸食が小さく最表面孔径が膜厚によってあまり変化しなかったため、結果として接着強さも変わらなかったものと考えられる。

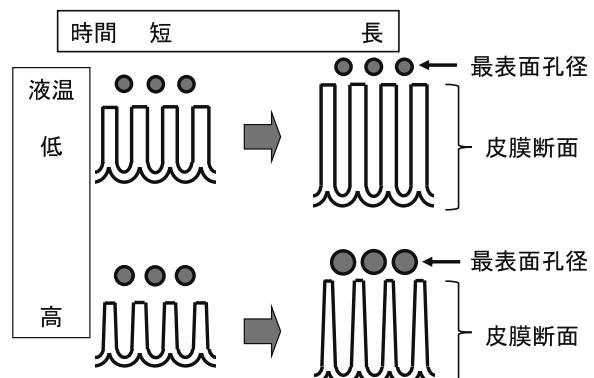


図 2 陽極酸化皮膜の形状の変化

4. 結言

接着の観点からは、長時間陽極酸化や、高い液温での陽極酸化が有利である。また、接着強さの大きい液温 70°C 膜厚 6μm (6 分処理) 皮膜等は、使用電気量も小さく有効なものと考えられる。

参考文献 1) 海老原ら;金属表面技術 34,548-553(1983)

フォトリソ・エッティング技術による水晶素子の形成

○加工技術課 小幡 勤 評価技術課 奈須野雅明 丹保浩行
株式会社富山村田製作所 井田有彌、杉村茂昭、指崎和彦

1. 緒言

スマートフォンなどの情報通信端末の高機能化や自動車のさらなる電装化が進む中、産業の塩とも呼ばれる水晶デバイスの高精度・小型化、および、高信頼性の要求が高まっている。

水晶デバイスの代表である水晶振動子の心臓部となる水晶素子は、従来機械加工により形成されているが、上記要求に対し物理的な限界に到達しつつある。本研究では、微細な加工やウェハレベルの一括加工による高い生産性を実現できるフォトリソ・エッティング技術を用いた水晶素子の形成を試み、共振子特性評価を実施した。

2. 水晶素子の形成

Fig.1 に、フォトリソ・エッティングによる水晶素子の形成プロセスを示す。

水晶基板エッティング時のマスク材はスパッタリング形成した Au/Cr 膜を用い、所望の素子形状をフォトリソグラフィ技術によりパターニングした。エッティング工程で保護膜となるフォトレジストはスピノコートにより塗布、マスクアライナーを用いて紫外線露光後に現像することでレジストパターン形成を行った。また、ウェハ裏面にも同様に、Au/Cr パターンを形成、両面マスクアライナーを用いてフォトリソグラフィによるパターン形成を行った。次にフォトレジストパターンの開口部に露出している Au/Cr 膜をエッティングすることで、残った膜を水晶エッティング保護膜とした。

表面にパターン形成された水晶基板は水晶エッティング液に浸し、素子外形を形成した。さらにエッティング時の

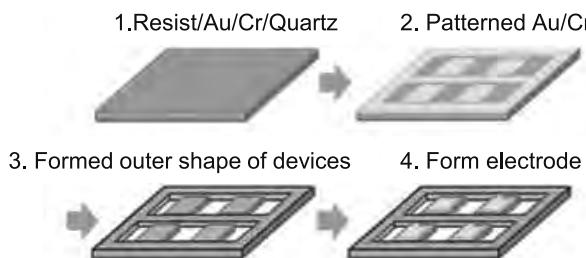


Fig.1 Photolithography and etching process of crystal blank.

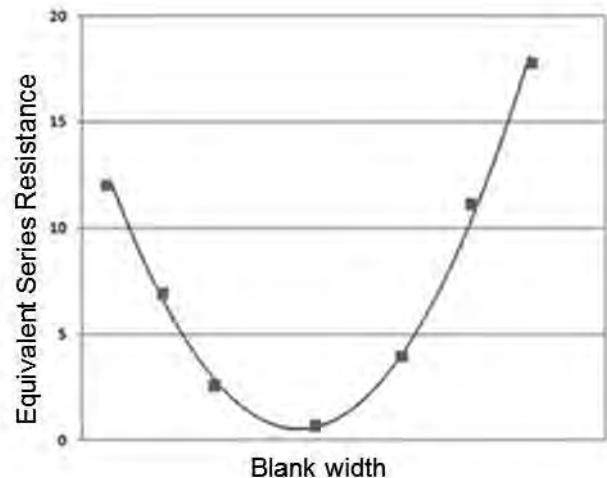


Fig. 2 Dependence of crystal blank width on equivalent series resistance (ESR) .

保護膜として使用した Au/Cr 膜パターンを除去した後、前述プロセスを繰り返すことで表裏電極を形成し、水晶素子を完成させた。

3. 水晶素子の共振子特性評価

形成した水晶素子をセラミックス基板に実装し、真空中で共振子特性を評価した。水晶素子のインピーダンス特性を測定すると特定の周波数で共振特性が確認された。Fig.2 に、水晶素子の幅寸法と共振子特性の重要な指標となる等値直列抵抗(R1)の関係を示す(得られた R1 最小値を 1 とし相対値で示す)。R1 値は水晶素子の幅寸法に大きく依存し適切な幅寸法が確認できた。また、わずかな寸法ずれが特性に悪影響することも示唆された。

4. 結言

従来、機械加工で形成していた水晶素子を、フォトリソ・エッティング技術により作製した。試作した水晶素子の共振子特性を評価したところ特定周波数の発振が確認できた。一方で、水晶素子の R1 は幅寸法に大きく依存しており、最適値の見極めと、加工再現性が重要なことが示唆された。

香気成分イロンの合成に関する研究

材料技術課 山崎茂一

有限会社アンティアンティ 宮崎 真 坂本沙恵

1. 緒言

香料は人の生活を豊かにするためになくてはならないものである。香水、化粧品、トイレタリー製品、ハウスホールド製品、芳香剤など多くの製品に香料が使われ、暮らしに彩りを添えている。また、加工食品や飲料にはフレーバーとして香料が添加され、食生活を豊かにすることにも貢献している。

香料には、動植物を原料として得られる天然香料と、有機合成化学によりつくられた合成香料がある。天然香料には、安価に大量に得られるものもあるが、大量の原料からごくわずかの量しか得られないものもあり、こうしたものは非常に高額で取引されている。このような現在は天然からしか得られない高額な香料が、化学合成により安価に供給できるようになれば、その需要は大きいと考えられる。

イロンはアヤメ科アヤメ属の草本であるイリスの根茎から抽出される香料である。ニオイスミレの花香を有する高級天然精油の一種であり、貴重な香料原料である。通常、イリスの根茎を数年間乾燥貯蔵した後抽出されるが、1kgの根茎から0.4g程度しか得られないとされ、その生産量は少なく、非常に高額である。

そうしたことから、イロンの化学合成については古くから研究が行われており、近年でも最新の有機合成法を駆使した方法がいくつも報告されているが、工業的な生産で採算がとれるような方法は未だ開発されておらず、現在でも魅力ある合成ターゲットと言える。

本研究はイロンの実用的な化学合成法の開発を最終的な目的として、本年度は、今までに学術論文、特許として報告されているイロンの合成法について調査し、実用的な生産が可能と考えられる合成ルートを設定した。さらにこの合成ルートに従い合成実験を行い、実際の合成上の問題点を洗い出し、その解決方法について検討した。

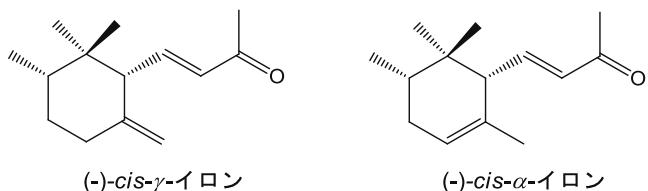


図1 イロンの分子構造

2. 結果と考察

イロンの分子構造を図1に示す。2つの不斉炭素を有し、また環上の二重結合の位置の違いから、多数の異性体が存在する。その中で天然イロンに多く含まれ、また強い香氣を有するとされているのが、*cis*- γ -イロンと*cis*- α -イロンである。今回はまず、*cis*- γ -イロンの合成について検討した。

学術論文や特許で報告されているイロンの合成法を調査し、使う試薬や反応操作、精製方法などについて、安価であるか、スケールアップが可能かどうかなどについて検討を加え、ある文献の合成方法を参考とし、合成ルートを設定した。この合成ルートは、出発原料から目的化合物に至るまでに十数段階の反応が必要である。

次に、設定した合成ルートに従い、実際に合成実験を行った。まずは、収率を考慮せず、また各段階における単離精製をできる限り省略し、目的生成物が実際に合成できるかどうかを的を絞り、検討した。その結果、このルートで γ -イロンの合成が可能であることを確認できた。

しかしながら、合成ルート上のいくつかの反応は収率が低く、出発原料から最終生成物までの総収率の低下の要因となっている。これらの反応の収率向上がなくては、総収率の向上は見込めないことから、これらの反応の改善に着手した。文献調査と合成実験を繰り返し、検討を加えたものの、現時点では収率改善に至っていない反応があり、引き続き検討を加えてゆく予定である。

3. まとめ

設定した合成ルートでイロンが合成できることを確認した。今後は、出発物質から目的生成物までの総収率低下の要因となっている、収率の低いいくつかの反応について収率改善を図り、総収率を向上させて実用的合成法の確立を目指す。

さらに、*cis*- α -イロンなど他のイロン異性体の合成についても検討する予定である。

マイクロレンズアレイ素子加工技術の開発

加工技術課 川堰宣隆 ものづくり研究開発センター 氷見清和

日本カーバイド工業(株) 雨宮圭司、小善貢、高島衛

1. はじめに

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. 加工方法

加工には、超精密切削加工機（ファンック（株）製 ROBONANO α-0B）を使用した。工具には、単結晶ダイヤモンド製と耐摩耗性ダイヤモンド製の1枚刃のエンドミルを使用し、加工距離による加工状態の変化について検討した。被削材は、NiPメッキである。

3. 実験結果

図1は、各種工具を用いて加工したときの、加工面である。単結晶ダイヤモンド工具の場合、初期の段階で平滑な加工面が得られた。加工が進行すると、とくに周辺部で不均一な領域が生じることがわかる。一方、耐摩耗性工具の場合、初期の段階で微小さなスジが観察できるものの、加工距離が増加しても変化は見られない。

図2と図3は、それぞれ加工セット数に対する表面粗さと加工面のR形状の減少量である。単結晶ダイヤモンド工具の場合、初期の表面粗さは優れているものの、加工セット数の増加に伴い表面粗さは悪化した。また加工面のR形状は、急激に変化する。耐摩耗性工具では初期の表面粗さは劣るものの、加工距離が増加しても、粗さとR形状に大きな変化は生じない。単結晶ダイヤモンド工具では摩耗の進行が激しく、加工の進行に伴い表面粗さと加工面形状が変化する。耐摩耗性工具を使用することで、切れ刃の粗さに起因して初期の表面粗さが若干劣るもの、その耐摩耗性によって加工距離が増加した場合でも、初期の粗さとR形状を維持できたと考える。

4. おわりに

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。これより耐摩耗

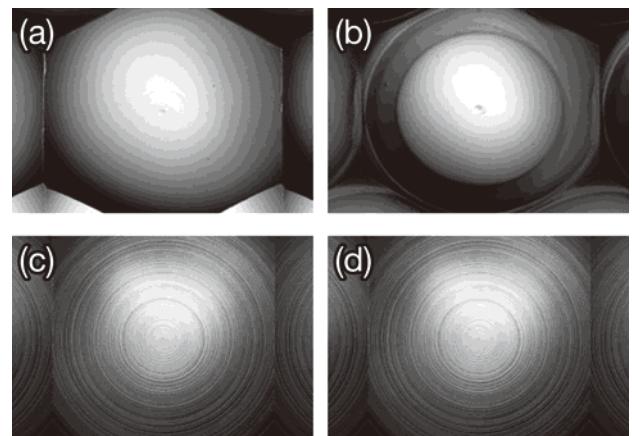


Fig. 1 A machined surface by a single crystal diamond at (a) onset and (b) after machining long distance, and machined surface by NPD at (c) onset and (d) after machining long distance.

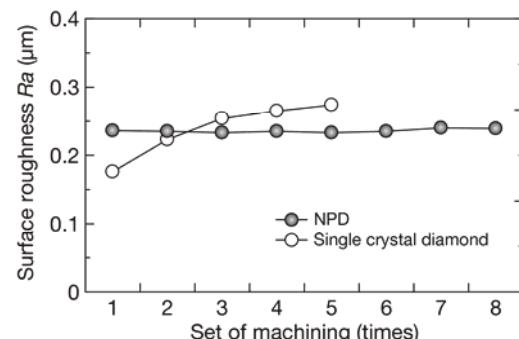


Fig. 2 Change in surface roughness, plotted as a function of the set of machining.

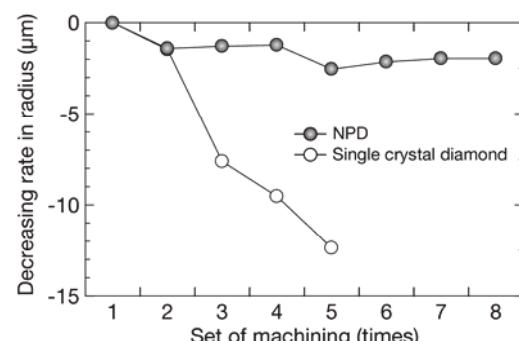


Fig. 3 Change in decreasing rate in radius, plotted as a function of the set of machining.

性工具を使用することで、耐摩耗性を大きく改善することができた。今後、初期の切れ刃粗さを改善することで、さらに高精度な加工が可能になると考える。

スイッチング電源の雑音電界強度シミュレーションに関する研究

評価技術課 佐々木克浩 塚本吉俊 宮田直幸 岩坪聰

コーチ株式会社 白石信行 金田淳也 野口拡

1. 緒言

スイッチング(SW)電源の電磁ノイズは、試作後に電波暗室で測定することで初めて知ることができ、そこから経験や測定値による推測に基づいてノイズ対策を行っているのが現状である。電磁ノイズを予測できれば、試作回数の低減による開発期間の短縮が期待できるが、製品全体のモデル化は解析規模などの観点から容易ではない。このため我々は、主要な放射源やノイズのモードを明確にして、単純モデルを構築することによるノイズ予測の実現を目指している。本稿では、主要な放射源とモードの推定と併せて、実測電流を用いた放射源ごとの電界推定に関して検討した結果を報告する。

2. モデル

SW電源の放射電界の測定系を図1に示す。SW電源はシールドしてアルミ板上に設置し、負荷と入力線を接続する。入力線から10m遠方に設置したアンテナにより電界を検出する。主要な放射源を推定するため、モデルと実測電流を用いた推定法^{1,2)}を応用し、図2に示す入力線と負荷個別の実験モデルを構築した。シールド箱内に信号発生器を内蔵し、複数本のケーブルとシールド箱間に電力を与えるコモンモード給電を行った。各モデルの電界/電流比とSW電源のケーブルにおける電流実測値から電界を推定した。推定結果の妥当性の検証として、図1の測定系において、放射源を入力線に限定するため負荷をシールドし、また放射源を負荷に限定するため入力線に23個のフェライトを装着し、電界強度を測定した。

3. 電界強度の推定および実測結果

垂直偏波の電界強度(試験体360°回転時の最大値)の推定および実測結果を図3に示す。入力線モデルを利用した推定値と負荷シールド時の実測値はスペクトルピークを中心で概ね一致している。また、負荷モデルを利用した推定値と入力線にフェライトを装着した実測値も概ね一致している。この結果から、推定結果とコモンモードに着目したモデルが妥当であることが示された。また、入力線モデル利用時は負荷モデル利用時より推定値が概ね数dB程度高いことから、入力線からの放射が主要であるが負荷も無視できないことが推定できた。なお、本推定法は、電波暗室での本測定前の簡便なノイズ予測手段としての活用可能性が考えられる。

4. 結言

入力線と負荷の個別のモデルを構築し、ケーブルの実測電流から電界強度の推定を行った。その結果、入力線のコモンモード電流による放射が主要であることが推定できた。また、放射源個別の電界強度を推定できる可能性が得られた。

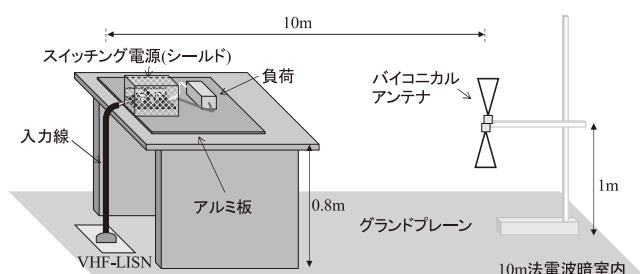


図1 SW電源の放射ノイズ測定系

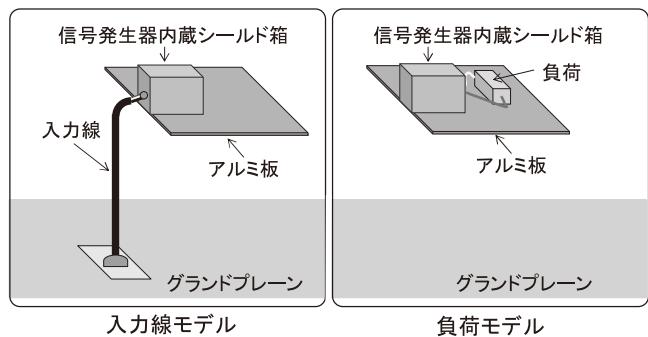


図2 モデル

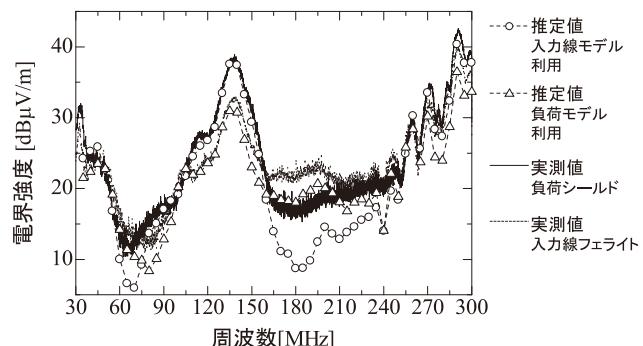


図3 電界強度の推定および実測結果

参考文献

- 1) 王他, 信学技法, **EMCJ2006-105** (2006) 39.
- 2) Hyun Ho Park et.al, *IEEE Transactions on electromagnetic compatibility*, **55**(2) (2013) 257.

手指衛生管理システムの開発

評価技術課 岩坪 聰 塚本 吉俊 佐々木 克浩

株式会社 FASSE 六田 直人 加門 宏希

1. はじめに

現在、手指衛生は WHO（世界保健機関）のガイドライン等に基づき、石鹼での手洗いを 30 秒間、続いて消毒剤の塗布を行うことが推奨されているが、個人毎の洗い方によりその効果は異なっている。つまり手洗いの基準は存在するが、人によっては必ずしも遵守されておらず、手指衛生が不十分になる場合がある。これが、食中毒や院内感染を引き起こす原因になっている。そのため、病院や食品工場などの事業所では、各個人の管理が求められている。そこで本研究では、個人の手洗い方法をモニターし、その情報を蓄積・管理するための手洗い回数のセンシング方法と、その情報の RFID タグにより管理するシステムの設計とモジュール開発を行った。

衛生的手洗いの手順にしたがった洗い方をしているかどうかを、映像による評価とセンサによる評価結果を比べることで、センサの検出精度を検討した。また、データ処理のパラメータについても検討し、多くの試験者でのデータ取得による最適化が行えるようにした。今後の実験にその情報を蓄積・管理するためのモジュール開発を行った。

2. 実験方法及び結果

2.1 手洗い方法の解析とセンサ

手洗いのセンサは、ピンポイントの計測ではなく、数十cmから 1m 程度の広い範囲の動きを検出できることが求められる。この条件で検出可能なセンサに関して調査し、計測システムを構築した。また、信号処理方法に関しても検討した。本システムの性能評価のため、図 1 に示す①～④の手洗い方法を対象とし、被験者 3 名に擦り回数 3 回と 5 回で実施してもらい、計測を行った。後処理で信号解析とパラメータ設定を行った結果、人による判定値と本システムの判定値との差は最大で ± 2 回であった。今後、データ処理のパラメータの最適化などにより、精度向上を行う必要がある。最終的には、想定される差分を加算して擦り回数の閾値を設定する必要があると考えている。

2.2 RFID タグによる管理システムの設計と試作

管理システムは、利用者と手洗いの状況をデータ蓄積するものとし、そのシステム設計と試作を行った。UHF-RFID タグにより利用者を識別し、赤外線近接センサ（検知距離約 60cm）で、手を検知していた時間を手洗い時間として管理することにした。

制御用端末にタブレット（OS:Windows8.1）を用い、TCP/IP ネットワークで接続された赤外線近接センサ処理用マイコンと RFID リーダを制御して、データ取得を行った。

図 2 に機器の構成例を示す。手の検知を開始した時刻を手洗い開始時刻、その後検知がなくなった時刻を手洗い終了時刻とし、検知開始時に RFID タグ情報を読み出し、利用者の特定と手洗いのガイドビデオを再生する機能を付加した。

利用者 ID、手洗い開始時刻、終了時刻の情報は、制御用端末からリモート接続したリレーショナルデータベース（SQL Server）に登録する方式とした。これは、一つのデータベースで複数のシステムを管理することが可能になるほか、将来のクラウドサービスの利用を想定した仕様である。また、データベースは標準の SQL 文で操作できることから、様々な応用アプリケーションとデータ連携が可能になった。このシステムで、各個人の手洗い時間の管理ができた。



図 1 衛生手洗いの例



図 2 タグによる管理装置（一部）

3. まとめ

手指衛生管理システムの主要ブロックの手法開発と一部回路の実装を行った。映像ではなく、センサによる計測手法を確立したため、安価なシステムを構築できると考えられる。今後、データ処理部をハードウェア化し、ネットワークを利用した組込みシステムを作製する予定である。

高性能薄膜抵抗チップに関する研究

評価技術課 岩坪 聰 加工技術課
北陸電気工業株式会社 佐々木 敬彦

小幡 勤、機械電子研究所 寺澤 孝志
新川 翔平 小森 一哉 小川 明夫

1. はじめに

近年、情報通信の発達により電子部品には、より小型・高精度化が求められている。そのため抵抗器にも高い信頼性と精度が求められるようになってきた。しかしながら、小型の薄膜抵抗チップにおいては抵抗体材料そのものの特性の他に、薄膜を形成・加工したときに発生する特徴のばらつきが大きく、温度抵抗係数 (Temperature Coefficient Resistance : TCR) を 30 ppm/K 以下にすることは、非常に困難であった。

そこで、高性能薄膜抵抗チップ製造で必要となる NiCr 合金系抵抗体薄膜の TCR 調整用プロセスとその作製技術の開発を行った。

2. 実験方法及び結果

これまでの研究の成果から NiCr 系合金薄膜の TCR は、基板の熱ひずみの影響を強く受けることが分かっている^{1,2)}。本研究では、成膜直後の TCR が少し負になる組成の Si を添加した NiCr 系合金薄膜を作製し、アニール処理することで、TCR を正の方向へシフトさせる。これにより 0 ppm/°C 付近の TCR が得られるプロセスを検討した。

NiCr 系合金薄膜は RF マグネットロンスパッタ (RFMS) でアルミナ基板上に形成し、その抵抗値と TCR の評価は、ホール効果測定装置のクライオスタットを使用して -55°C から 155°C までの範囲で行った。成膜条件と成膜直後のシート抵抗、TCR を表 1 に示す。準備した試料は、2 種類で膜厚は両方とも 100 nm であり、RF パワーと成膜時間以外は同じ条件である。試料 2 は材料、膜厚が同じにも関わらずシート抵抗が小さく、TCR は正側になっている。これは RF パワーを大きくして膜の微細構造が変わることで電子の散乱が小さくなつたためである。多少ではあるが、成膜条件でも TCR が微調整できることを見出した。

表 1 測定に用いた試料の成膜条件とシート抵抗、TCR

試料	試料 1	試料 2
RF パワー [W]	100	200
成膜レート [nm/分]	5.0	7.8
シート抵抗 [Ω/\square]	36.2	18.5
TCR (ppm/°C)	-60	-33

次にアニール処理による抵抗値変化量と、TCR の関係を示した結果を図 1 (a) と (b) に示す。アニールなしを基準抵抗として示す。熱処理は真空中で行い、300°C、350°C、375°C、400°C の 4 点で行った。試料 1 と 2 の両方で、処理温度が 300°C 以上になると抵抗値は急激に減少した。その変化は RF パワーを大きくしたシ

ト試料 2 の方が小さく、抵抗値も低くかった。

TCR も 300°C 以上になると急激に正の方向へ変化しており、抵抗値の温度変化との相関が見られた。これは、アニールによる膜中の微細構造の変化が電子の散乱を減少させたものと推測される。尚、TCR が最も 0 ppm/°C に近接する温度は、試料 1 が 375°C であるのに対し、試料 2 は 350°C と低温側となった。これらの結果から、目標とする 0 ppm/°C 付近の TCR を得るためにアニール処理で、スパッタの成膜条件の変動分が微調整できることを意味している。

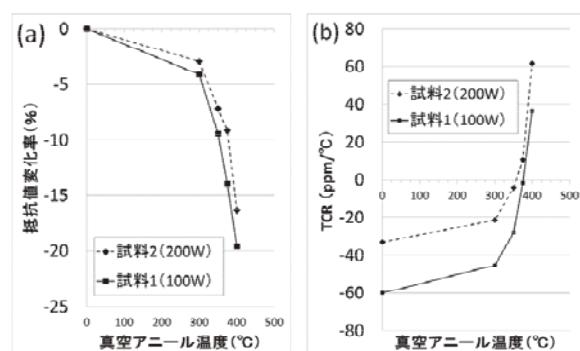


図 1 真空アニール温度と (a) 抵抗値変化量、(b) TCR の関係

その後、抵抗体薄膜のパターニングとその電極、保護膜形成技術も開発した。前述の TCR 微調整プロセスを用いることで、作製した表面実装型の薄膜抵抗器の TCR は ±25 ppm/K 以内とすることができた。

3.まとめ

本研究における薄膜抵抗製品化に向けた関連技術の成果は、次の通りである。

・Si が添加された NiCr 系合金薄膜膜を RFMS で成膜した場合、アニール温度と TCR ・ 抵抗値の変化には相関があることを見出した。

- ・RFMS の成膜条件を変えた場合、TCR の最適化はアニール温度で微調整できることを見出した。
- ・上記 TCR 微調整プロセスを用いることで、TCR 特性が ±25 ppm/K 以内の表面実装型の薄抵抗器を作製することができた。

参考文献

- 1) 岩坪 聰、清水 孝晃、津幡 健、桑原 大輔、谷野 克巳:「NiCr スパッタ膜の熱歪が抵抗温度特性 TCR に及ぼす効果」、電子情報通信学会エレクトロニクスソサイエティ大会, C-6-10, 15 (2005)
- 2) 2005 年若い研究者を育てる会研究論文集

漆とセルロースナノファイバーを複合した高機能素材開発

材料技術課 住岡 淳司 伝統工芸高岡漆器協同組合 氏家 史貴, 西田 敦子, A-PLUS 相川 繁隆
高岡市デザイン・工芸センター 瀬尾 美夜, 高川 昭良, 高岡市役所 秋元 宏
富山大学芸術文化学部 林 晓, 中越パルプ工業株式会社 土田 慎一, 高橋 創一

1. 緒言

高岡漆器は、明治初期までに現在の高岡漆器の特徴である「彫刻塗」、「勇助塗」、「青貝塗」の3技法が確立され、昭和50年9月には伝統的工芸品として国の産地指定を受けている。近年においては消費者のライフスタイルが多様化し、従来の漆器は、扱い辛さや高価格などの理由により敬遠され、漆離れが進んでいる。平成24年度の高岡漆器の販売額は、6億9千万円で、対22年度比の3.7%減となっており、年々減少傾向にある。

一方、セルロースナノファイバー（以下CNF）は、すべての植物の基本的骨格物質で、直径が100nm以下、長さが直径の100倍程度以上の極細纖維状物質であり、セルロースを解纖処理して得ることができる。特徴として鋼鉄の5倍の強さ、1/5の軽さ、ガラスの1/50の低線膨張を有する素材である。世界的にも注目されている素材であり、北欧やカナダ、アメリカなどでも研究開発が進められており、高岡市内にもこの要素技術を開発する企業があり、用途開発に期待が寄せられている。

そこで本研究では、同じ樹木由来の素材である漆とCNFに着目し、新素材としての活用方法を見出し、新たな商品の開発や事業者の新分野進出への可能性を探り、現在の漆器産業が抱える課題解決の一助とすべく、これらの複合化の可能性について検討した。

2. 実験方法及び結果

2.1 塗料利用の可能性

漆とCNFとの攪拌においては、分離することなく混ぜ合わせることができた。ただし、現状のCNFには含まれる水分量が多く、その水分が漆に与える影響で粘度が高くなるため、塗料としての漆の性能や塗布作業性の面で課題が多く、さらなる研究開発が必要であることが分かった。（Fig. 1）

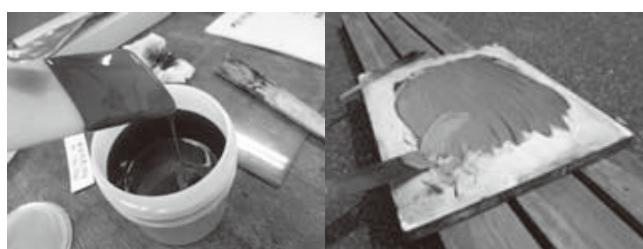


Fig. 1攪拌後の様子（左）と水分調整作業（右）

2.2 下地利用の可能性

堅牢で美しい漆器を作るために下地に用いられる錆漆にCNFを複合し、強度向上と下地工程の短縮化を試みたが、耐衝撃性や付着性の向上は見られなかった。しかし、漆と高濃度CNF複合材料の配合比率によっては、軽量で硬度が高くなることが分かり、それらを乾燥させ粉碎したものと、再度漆と混ぜ合わせることによって、下地等に活用できる可能性があることが分かった。

2.3 素地利用の可能性

乾漆技法への応用として、漆とCNFを複合したものとそれぞれ麻布に塗布したところ、漆のみを布に塗布したものに比べると引張強度、引張弾性率とともに向上し、しなやかさ（柔軟性）といった性能面の良さに加え、肌合い（均一性、平滑性）といった審美性の部分についても優位性が見られた。さらに樹脂型を使いこの素地を立体成型したところ、形状の保持性も良く、これまでの乾漆にはない柔軟性の向上が見られた。（Fig. 2）



Fig. 2 乾漆にはない柔軟性の向上

3. 結言

本研究により、漆とCNFの複合研究とその活用方法や、漆とCNFの混合物を乾燥粉碎し粒子化した材料の活用方法等をさらに追及することで、塗料、下地、素地それぞれの性能向上が大いに期待できることが分かった。また、漆とCNFの複合材を利用することで、変形や割れを起こしやすい天然木素材を使わずに短期間で成形できる可能性があることも分かった。また、麻布にCNFを塗布し乾燥させた後、漆を塗ることで曲げに強い効果が現れ、薄地仕上げで透光性を示す事から、これまでの漆器製品では実現できなかった製品開発や、新たな販路開拓につながることも分かった。以上の結果から、今後も検討を重ね、100%バイオマスの「地球環境と人に優しい」新しい環境対応素材として、開発を進めていくこととしたい。

ハイブリッド樹脂粉末を用いた樹脂の特性改善

材料技術課 高松 周一、住岡 淳司、石黒 智明 加工技術課 清水 孝晃

株式会社タカギセイコー 熊澤 周士 立山マシン株式会社 黒河 歩美

1. 緒言

ハイブリダイゼーションシステムは、母粒子（樹脂）の周囲を子粒子（機能性粒子）で被覆する（複合化、成膜化）ことが可能である¹⁾。

本研究では、ハイブリダイゼーションシステムを用いて樹脂粉末とグラファイトの複合材料（樹脂粉末の周りをグラファイトで被覆した粒子）を作製し、これを種々の方法で成形することで、樹脂製品の機能性、特に導電性の向上効果について検討した。

2. 実験方法

2.1 ハイブリダイゼーション（複合化）

株式会社 奈良機械製作所製 NHS-1-2L を用い、ポリアミド 12 (PA12) 粉末へ所定の重量比でグラファイト（伊藤黒鉛工業株式会社製 EC1500）を複合化した。

2.2 複合材料成形

成形法として一般的な熱プレス法、混練押し出し法、また、3D プリンティング（レーザ焼結）法を行った。

熱プレス法：複合材料約 0.5g を φ20mm の金型で、150°C～180°C、15MPa、10 分間保持し、成形を行った。

混練押し出し法：ATLAS 社製 LME で、190°Cで溶融混練押し出し後、上記熱プレス成形を行った。

3D プリンティング法：ファイバーレーザ高速微細加工機を用い、出力 18W、スキヤン速度 200mm/sec、スキヤン間隔 200μm、積層厚さ 200μm を基本条件とし、窒素雰囲気下、表面をサンドブラストしたアルミ板上でレーザ焼結を行った

2.3 表面抵抗値測定

成形品の表面抵抗値は、三菱化学社製ハイレスタ-UP を用い、所定の電圧を 30 秒間印加し測定した。

3. 実験結果および考察

複合化処理では、PA12 粒子を厚さ約 2μm で均一にグラファイトが被覆する複合材料が得られた。

この複合材料を、熱プレス法、混練押し出し法で厚さ約 2mm × φ20mm の円板に成形した。

3D プリンティング法では 1 層シートの焼結実験を繰り返し、上記基本条件を設定するとともに、グラファイト添加量 0.5wt% 複合材料を使用することとした。

また、基本条件では手動ステージを用い 4 層までの

造形が可能で、ベースプレートを PA12 板へ変更、条件を工夫することで、12 層の積層が可能であった。

得られた成形品の表面抵抗値を測定し、導電性向上の評価を行った。

図 1 に、熱プレス温度と表面抵抗値の関係を示す。

グラファイト添加率 0.5wt%での値で比較すると、3D プリンティング法の値 $2 \times 10^{-8} \Omega/\square$ は、混練押し出し品 $1 \times 10^{-15} \Omega/\square$ 以上、熱プレス品 $2 \times 10^{-14} \sim 1 \times 10^{-15} \Omega/\square$ よりもはるかに低い値であることが明らかである。

導電性向上の要因として、成形品内部にグラファイトの連続相が形成されていることが予想できるが、確認までは至らなかった。

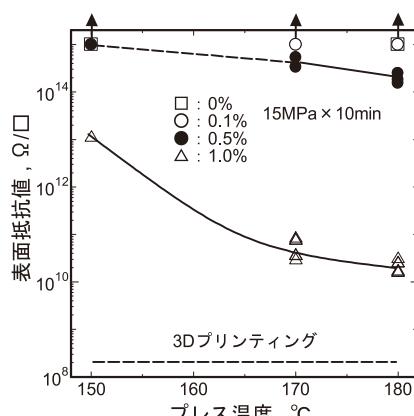


図 1 热プレス温度と表面抵抗値の関係

4. 結言

グラファイト複合化 PA12 複合材料は、少量のグラファイト添加量でも、3D プリンティング法を用いることで導電性に顕著な向上が認められ、熱プレス法、溶融混練押し出し法に対する優位性が確認できた。

一般的に、帯電防止材としての機能を発揮するためには、 $10^8 \sim 10^{10} \Omega/\square$ の表面抵抗値が、そして導電性フィラーとしてカーボンブラックを添加する場合、約 20～30wt%の添加量が必要とされる²⁾ことから、ハイブリダイゼーション処理の優位性も確認できた。

参考文献

1) 1) 小野憲次編著：実用表面改質技術総覧、材料技術研究協会、812-817(1993)

2) 例えは、三洋化成ニュース、2015 秋、No.492 等

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

-人体表面の圧縮柔らかさにおける加齢変化-71

製品科学課 中橋美幸
京都女子大学 諸岡晴美

□ナノテクものづくり基盤技術創成研究

防虫ナノファイバーシートの開発.....72

生産システム課 吉田 巧、野尻智弘、金丸亮二
ものづくり研究開発センター 成瀬大輔

□一般研究

発汗サーマルマネキンによる衣服内水分移動に関する研究.....74

生産システム課 和田 猛、野尻智弘
製品科学課 中橋美幸

軟式野球用バットの反発性に関する研究.....76

製品科学課 浦上 晃、溝口正人、
金沢大学 香川博之、米山 猛、酒井 忍

歩行支援機能をもつインナーボトムの開発.....78

製品科学課 中橋美幸
生産システム課 金丸亮二

温熱快適性を向上させたベビーキャリーの開発.....80

生産システム課 牧村めぐみ、金丸亮二
製品科学課 中橋美幸

セルロースナノファイバー複合材料に関する基礎的研究.....82

生産システム課 早苗徳光、金丸亮二

糖尿病患者用のフットケア用品の開発.....84

製品科学課 石割伸一
生産システム課 牧村めぐみ

□企業との共同研究

マルチノズルエレクトロスピニング装置による医薬衛生用品等の用途に適したナノファイバー紡糸技術研究.....86

生産システム課 金丸亮二、早苗徳光、吉田 巧
ものづくり研究開発センター 成瀬大輔
中央研究所 寺田堂彦
第一編物(株) 高嶋隆明、長田定克

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

女性用ファンデーションは、身体の整容性を発現させることを目的に、かなり強く締め付けて着用するものが多くみられる。しかしながら、着用時の締め付け力（衣服圧）が高いほど身体形状や寸法が大きく変化し、人体表面に不要な凹凸が生じ、逆に審美性が低下する場合もあると懸念される。審美的快適性の高いファンデーションを設計するためには、人体表面の圧縮特性の定量化が非常に重要である。

そこで本研究では、人体表面の弾力性の測定・評価方法を確立することを目的として、幅広い年齢層の女性を対象に携帯型圧縮試験機を用いて人体各部の圧縮特性を測定し、評価方法の検討を行った。

2. 実験方法

被験者として、20代～80代までのできるだけ幅広い年齢・体型の女性21名を用いた。被験者の身体的特徴は、身長 $155.3 \pm 7.1\text{cm}$ 、体重 $56.2 \pm 7.6\text{kg}$ 、体脂肪率 $29.6 \pm 5.8\%$ 、BMI 23.4 ± 3.3 であった。

人体表面における圧縮特性の測定には、携帯型圧縮試験機 HFT-03C（カトーテック株式会社）を使用した（図1）。センサー部には、 $\phi 10\text{mm}$ の円板タイプ、半球状タイプの2種の圧縮子を用いて比較、検討を行った。測定条件は、前年度までと同様とし、圧縮スピードを 1.0mm/s 、圧縮最大荷重を 30gf とした。測定ポイントを各被験者の背面とし、左後腋点（わき点）から下方のウエストラインへ（①, ②, …⑦, ⑧）、また、左後腋点から右方の背中中心側へ（①, ⑨, ⑪, ⑫）、それぞれ 3cm 間隔に印をつけて圧縮変形量の測定を行った。

3. 結果および考察

図2左に測定ポイント①（わき点）における圧縮変形曲線（二次回帰曲線、 $R^2=0.99$ ）の一例を示す。円板タイプではかなり直線的なカーブであるのに対して、半球状ではゆるやかなカーブを描くことがわかった。また、図2右に示すように、荷重 30gf 下での圧縮変形量（ $\varepsilon 30$ ）と年齢との相関関係において、圧縮子の形状により2分化される傾向が認められた。このような傾向は、圧縮柔らかい左後腋点①周辺やウエストラインの⑦周辺の測定ポイントにおいても同様であった。このことは、平板タイプでは、押し込み量に伴って平板圧縮子周囲への皮膚表面の抵抗力が急増し、弾性率の理論値と大きく異なるためであると推察された。これに対して半球状タイプでは、押し込み量に伴い圧縮子の皮膚表面との接触面積が徐々に変化することから、なめらかな曲線が得られたと考え

られる（図2左）。この場合、弾性接触理論を適用することにより、圧縮子の押し込みに伴う弾性率はほぼ一定であるといえることから¹⁾、弾性率を圧縮特性の一つの指標として採用できることがわかった。したがって、半球状タイプの圧縮子を用いて測定した圧縮特性値を用いて皮膚表面の柔らかさを評価する方法の有用性が明らかとなつた。

4. 結言

人体表面の圧縮特性を、円板、半球状タイプの2種の圧縮子を用いて検討した。その結果、半球状タイプの圧縮子を用いて人体表面の圧縮特性（柔らかさ）を測定する方法が有用であるとわかった。

参考文献

- 1) 鋤柄佐千子, 石橋達弥: 織消誌, 37(1996)364-369

謝 辞

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。ここに謝意を示す。



図1 携帯型圧縮試験機

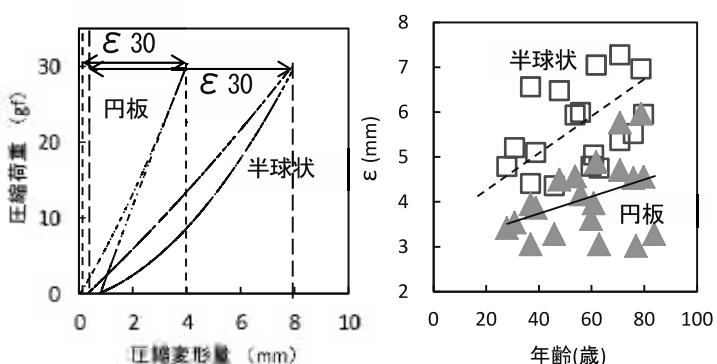


図2 測定ポイント①における圧縮曲線：左
圧縮変形量（ $\varepsilon 30$ ）と年齢との関係：右

防虫ナノファイバーシートの開発

生産システム課 吉田 巧 野尻智弘 金丸亮二 ものづくり研究開発センター 成瀬大輔

1. 緒言

近年の地球温暖化やビジネスの国際化に伴い、虫が媒介する疾病的流行が懸念されている。特に、蚊が媒介するデング熱は2014年に東京を中心に感染者が続出し、2016年初頭からはジカウイルス感染症の熱帯地域での流行と、それに伴う小頭症児の多発が問題となった¹⁾。また、マダニが媒介する重症熱性血小板減少症候群は、西日本で近年多くの発症が報告されているが、症状が重篤化すると死亡することもある感染症として知られている²⁾。しかしながら、我々の知る限り、これらの疾患には有効な薬剤やワクチンが存在せず、いずれも対症的な治療法をとるほかない。したがって、これらの疾患対策として感染を予防することが非常に重要である。そこで、本研究では防虫効果を持つ高機能衣料材料や各種資材等に応用可能な防虫ナノファイバーシート(NFS)の開発を目指す。

2. 実験方法

2.1 使用材料

樹脂は優れた紡糸速度を持つポリウレタン(PU-A)及び優れた紡糸速度を持ち、尚且つNFSと生地との接着が容易なホットメルト系ポリウレタン(PU-B)を用いた。紡糸する樹脂溶液用の溶剤及び添加剤としてDMF、MEK、金属塩及び界面活性剤等を用いた。防虫剤としてエトフェンプロックス(EFP: Ark Pharm社)及び揮発性の高い防虫剤Aを用いた。

2.2 ナノファイバーシート(NFS)の作成

シートの作成はシングルノズル式エレクトロスピニング(S.E.S.)装置及びマルチノズル式エレクトロスピニング(M.E.S.)装置を用いて行った。S.E.S.装置を用いた場合の紡糸条件は、印加電圧20kV、ノズル先端からコレクターまでの距離100mm、紡糸時間60minとした。M.E.S.装置はPU-Aに防虫剤Aを添加した樹脂に対してのみ使用し、その紡糸条件は印加電圧30kV、ノズル先端からコレクターまでの距離100mm、コレクター送り速度30mm/minとした。紡糸する樹脂溶液は、溶解している樹脂の質量に対して防虫剤を10wt%添加し、よく攪拌したものを使用した。

2.3 含有薬物の定量

作成したNFSに含まれる添加薬物量をGC/MSを用い

た絶対検量線法によって定量した。NFSの0.1gを細かく裁断し、10mlのアセトンで24h抽出したサンプルを次の条件で測定した。

Equipment	: SHIMADZU GC/MS-QP2010Plus
Column	: InertCap 1MS
	0.25 mmI.D×30 m df=0.25 μm
Column Temp.	: 50°C(1 min)→17°C/ min→300°C(5 min)
Carrier Gas	: He 100.1 kPa
Injection	: Split 1:10 1.0 μL
Detection	: MS Scan

2.3 忌避効果確認試験

左腕または右腕の手首を起点として、肘の付け根までの間にNFSを巻き付けた。左腕には防虫剤を添加したNFSを、右腕には防虫剤を添加していないNFSをそれぞれ巻き付けた。その他の腕部及び手首から指先は刺されないように保護した。350×350×400mmのワークボックスに無菌の雌のヒトスジシマカ(フマキラー株式会社提供)を放した系を用意し、NFSを巻き付けた腕を肘まで挿入してそのまま5分間放置した(Fig. 1)。その様子は動画で撮影した。5分経過後、腕をワークボックスから引き抜き、動画からNFSを巻き付けた部分に蚊が止まり、探索した数をカウントした。忌避率は次式で算出した。

忌避率(%)=(非防虫試料の蚊数-防虫試料の蚊数)÷非防虫試料の蚊数×100

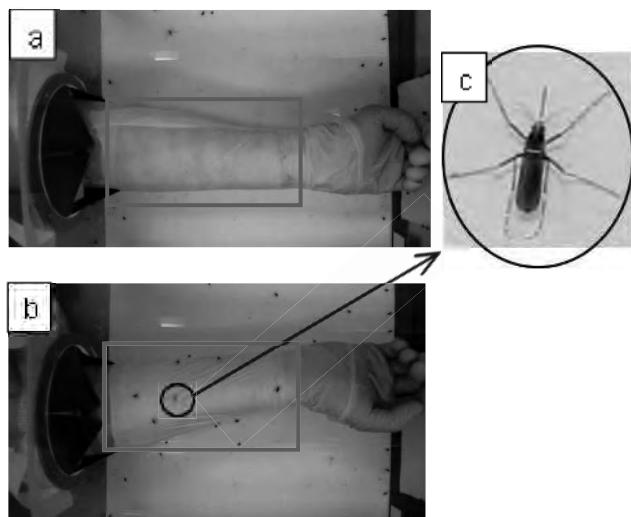


Fig. 1 雌のヒトスジシマカに対する忌避効果確認試験；
a,防虫剤Aを含有したNFS; b,防虫剤を含まないNFS;
c,雌のヒトスジシマカ。

3. 実験結果および考察

以前の研究²⁾にしたがって、PU-A に EFP を 10wt% 添加した樹脂を用いて NFS を作成した。この NFS の EFP 含有量を GC/MS を用いて測定したところ、EFP を 7.7wt% 含有していることが分かった。次に、この NFS に対して簡易的なヒトスジシマカに対する忌避効果確認試験を実施したが、期待した忌避効果を示さなかった。

その原因を調査したところ、EFP は殺虫効果は高いが、空間忌避性が低く、本研究の目的にはそぐわない可能性があることが分かった。そこで、より大気中への蒸散性の高い防虫剤 A を添加して NFS を作成することにした。この防虫剤 A は液状であり、また揮発性も非常に高いことから紡糸時の防虫剤の蒸散や纖維形状の維持等を考慮すると NFS の作成は困難であることが予想された。

実際に、PU-B に防虫剤 A を添加して紡糸したところ、纖維形状は大きく変形し、得られた NFS はフィルム状となってしまった(Fig. 2)。次に、防虫剤 A の含有量を GC/MS を用いて測定した結果、含有量 9.2wt% と優れた値を示した。しかしながら、この NFS に対して忌避効果確認試験を行ったところ、期待する効果は得られなかつた。これは、NFS がフィルム状となってしまったため、防虫剤の蒸散性が損なわれてしまったためであると考えられる。

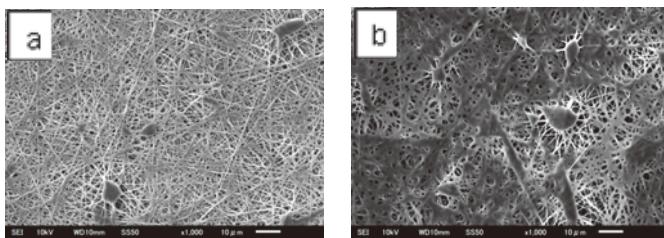


Fig. 2 樹脂 PU-B を用いた NFS の SEM 写真。
a, PU-B 防虫剤無添加; b, PU-B に防虫剤 A を添加
Scale bar = 10 μm.

一方、PU-A に防虫剤 A を添加して紡糸したところ、

キーワード：ナノファイバー、エレクトロスピニング、防虫、防蚊

Development of Mothproof Nanofiber Sheet

Production Technology Section; Takumi YOSHIDA, Ryoji KANAMARU and Toshihiro NOJIRI

Monozukuri Research and Development Center; Daisuke NARUSE

We studied the development of mothproof nanofiber sheets that could apply to high-performance clothing or industrial materials. It was confirmed that the nanofiber sheet contains 7.0wt% insect repellents. We obtained the nanofiber sheet with 93% or more the repellent effect for *Aedes albopictus*.

纖維形状の変形は見られるもののナノファイバーとしての形状を損なうことなく不織布シートを得ることができた。さらに、この防虫剤 A を含んだ樹脂溶液は M.E.S. 装置においても紡糸が可能であった(Fig. 3)。この得られた NFS に対して、防虫剤 A の定量試験を行ったところ、含有量は 7.0wt% であった。また、100 匹の雌のヒトスジシマカを封入した系において忌避効果確認試験を行ったところ、忌避率 93% という優れた値を示した。現在、忌避効果の継続時間を調査中である。

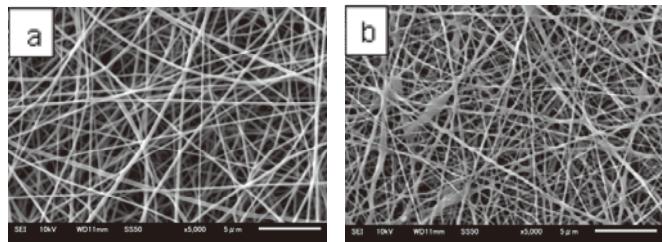


Fig. 3 樹脂 PU-A を用いた NFS の SEM 写真。
a, PU-A 防虫剤無添加; b, PU-A に防虫剤 A を添加
Scale bar = 5 μm.

4. 結言

防虫剤 A を樹脂質量に対して 7.0wt%まで含有した NFS を作成することができた。この NFS は雌のヒトスジシマカに対して 93%以上の忌避効果を持つことが確認された。今後は、効果時間の延長及び蒸散性の制御を目指す予定である。

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フマキラー(株)開発研究部の皆様に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 繊維学会誌, 72(2016)148-155
- 2) 富山県工業技術センター研究報告書, 29(2015)80-81

発汗サーマルマネキンによる衣服内水分移動に関する研究

生産システム課 和田猛、野尻智弘

製品科学課 中橋美幸

1. 諸言

ヒトの「発汗」という生理現象と、発汗サーマルマネキンによる発汗シミュレーションの両者について、その相関性や相違点を明確にすることは、発汗サーマルマネキンで衣服評価を行う上で、最も重要なことであると言える。

そこで、本研究では被験者に衣服試料を着用させ、発汗を促進させる条件を整え、衣服内の温湿度変化や血圧、血流量などの生理反応の計測を行った。また、同時に「暑さ」の感じ方等について、実験中の被験者に官能評価を実施した。

発汗サーマルマネキン実験でも被験者実験と同様の衣服試料を着用させ、同等条件に近くなるように環境や体表面温度、発汗量等の調整を行い、衣服内の温湿度変化や発熱に必要な消費電力の測定等を行った。

この被験者実験と、発汗サーマルマネキン実験での結果を基に、発汗サーマルマネキンでの衣服評価について、その方向性と可能性について考察を行った。

2. 実験

2.1 実験の衣服試料について

被験者、発汗サーマルマネキンの両者共通のインナー衣服試料として、A(綿100%、半袖Tシャツ)、B(機能性インナー、ポリエステル91%、Vネック、長袖)、C(機能性インナー、ポリエステル90%、長袖、クルーネック)のシャツ3種を選択した。

アウターには一般的なトレーニングウェア(ポリエステル98%、ポリウレタン2%、長袖)の1種を選択した。

2.2 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1~2回、着用実験を行った。被験者年齢は46~63歳(平均 58.0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1に示す。温度25°C、湿度50%RHの実験室内で安静にした後、30°C、60%RHの実験室に移動し、足温浴で発汗促進を行った。個人差はあるが、汗ばみ~少量の汗が流れる程度の発汗状況である。衣服内温湿度、血圧、心拍数、心拍出量、血流量の計測を行った。

表1 被験者実験プロトコル(測定 80min)

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

<計測機器>

- 1拍動毎の血圧:連続血圧測定装置(ケンドエス社製)
- 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:カルデイサザード)

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を使用した。

「とても暑い」から「とても寒い」までの11段階で官能評価を実験中5分毎に行った。また、衣服の着心地感や発汗の感覚等についてもヒアリングを行った。

2.3 発汗サーマルマネキンでの実験について

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

- 身長:174cm、重量:48kg
- 材質:F R P樹脂
- 発汗量:20~1,000g/m²/h/部位
- 発汗点数:136点
- 人工皮膚:全身フィットソーフ形態(黒色)

実験室は㈱大西熱学製の恒温恒湿チャンバーOS-9FS型を使用し、温度30°C、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°Cの定温度制御とし、発汗は胸部上部・下部、背部上部・下部の4部位とした。発汗量は100g/m²hの一定量とした。

ただし、発汗吐水は間欠型で1回/minに固定されている。衣服内の温湿度センサは、rotronic社製のHC2-C05型を使用し、人工皮膚とインナー間に図1のとおり、胸部2か所、脇部、背部の計4か所に取付けた。写真中の赤いラインは発汗孔と温湿度センサの位置確認のためのレーザーマークである。発汗サーマルマネキン実験のプロトコルは表2のとおり。衣服内の温湿度変化、消費電力等の計測を行った。



図1 温湿度センサの取付けと着装状態

表2 発汗マネキン実験プロトコル(測定 100min)

温度 30°C 湿度 60%RH	温度・湿度の安定	120min以上	測定
	ドライ状態	10min	
	発汗状態	30min	
	発汗停止状態	60min	

3. 結果と考察

3.1 被験者実験の結果について

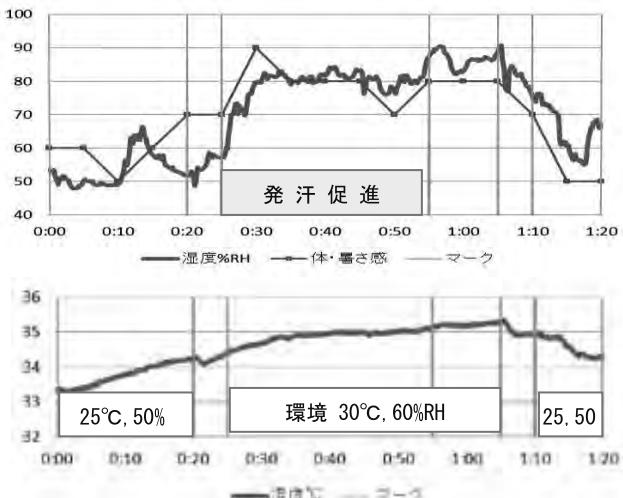


図2 試料A：胸部の衣服内温湿度と体感暑さ

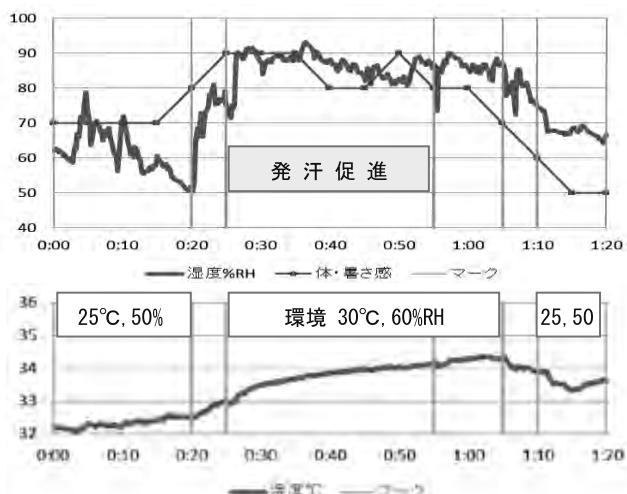


図3 試料B：胸部の衣服内温湿度と体感暑さ

図2上は試料Aの胸部衣服内の湿度変化と暑さの官能評価、図2下は衣服内温度変化を示している。同様に図3は試料Bの胸部衣服内の同変化を示している。

全般的に試料Aは試料Bより、衣服内湿度はやや低く、逆に衣服内温度はやや高くなつた。衣服内温湿度では両試料にこのような差があつた。また、着心地感の良さはA>Bという被験者の主観的評価であつた。

被験者の「暑さ」の感じ方については図2、図3の結果から、暑さの感覚は衣服内温度よりも、衣服内湿度の方が大きく影響していることがわかつた。暑さの感覚には温度より湿度変化が関係する結果となつた。

キーワード： 発汗、サーマルマネキン、暑さ、衣服内温湿度

Study about moisture transport in the clothes by a perspiration thermal mannequin

Production Technology Section; Takeshi WADA, Toshihiro NOJIRI

Product development Section; Miyuki NAKAHASHI

We charged people and a perspiration heat mannequin with the same clothes and made an experiment. As a result, a heat sense was related to the humidity in the clothes. It's important to make the point of difference of a person and a mannequin clear.

また、衣服内温度は発汗中は上昇して、25°C、50%RHの実験室に戻るまで上昇が続いた。

3.2 発汗サーマルマネキンの実験結果について

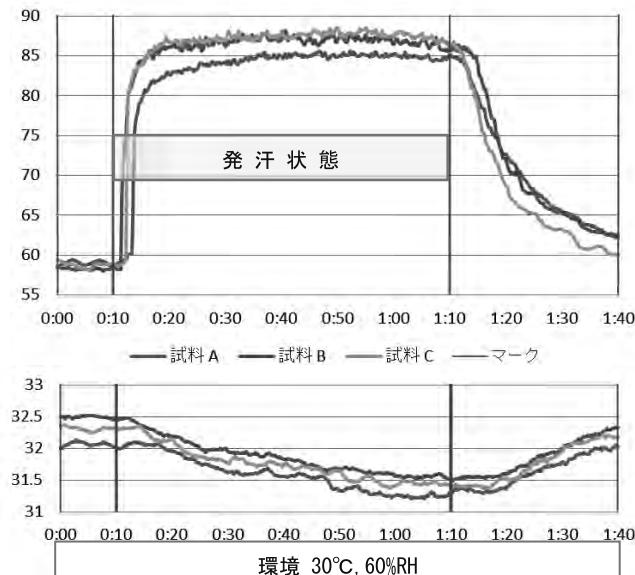


図4 試料(A, B, C)の胸部衣服内 湿度温度変化

発汗サーマルマネキンの実験結果を図4に示す。図4上は試料A、B、Cの胸部衣服内湿度変化。図4下は胸部衣服内温度変化を示している。試料Aは、試料B、Cより湿度、温度ともやや低めに推移している。

被験者実験結果と比較すると、衣服内湿度はマネキン実験でも同傾向の変化である。しかし、発汗時の衣服内温度は被験者実験とは逆に下降した。この結果は、ヒトの場合は体温上昇し発汗する生理現象であるのに對し、マネキンの場合は発汗による熱損失が発熱能力を上まわり、定温度制御が不充分になったと思われる。

4.まとめ

ヒトの発汗現象は、体表面から余分な熱を放散し深部体温の上昇を防ごうとする生理反応であるが、発汗サーマルマネキンでのシミュレーションでは、マネキンの表面温度を定温度制御し、指定した水分量を吐出させるための装置であり、人体生理現象を再現するものではない。また、発汗のシステムや方法にも両者には相違点があることを明確に理解して、発汗サーマルマネキンを使用するべきである。この点をしっかりと理解したうえで衣服評価に利用すれば、バラツキや個人差の激しい被験者実験よりも、効率的に衣服の客観的評価の方向付けが可能であると考える。

軟式野球用バットの反発性に関する研究

製品科学課 浦上 晃, 溝口正人^{*1}

金沢大学 香川博之, 米山 猛, 酒井 忍

1. 背景

軟式野球は、日本のみで行われている種目であり、現在全日本軟式野球連盟には約 52,000 チーム登録しており、競技人口は約 120 万人を数える。一方、硬式野球は約 5,000 チーム、競技人口が約 20 万人といわれており、軟式野球は硬式野球よりもはるかに多くの人に親しまれている種目といえる。

当所では、平成 24 年に「反発性試験装置」を導入して以来、数多くのバットの反発性試験を実施しているが、近年は軟式野球用バット（以下、軟式バット）の試験依頼が増加傾向にある。しかし、軟式バットに関する研究事例は、硬式やソフトボールに関するものと比べて圧倒的に少なく、大手メーカーでも詳細なデータを保有していないことから、軟式バット、ボールに関する反発性能向上をはじめとする高性能化へのニーズは非常に高い。

そこで本研究では、関係団体からの要望を受け、軟式バット反発性を評価するための基礎データを得ることを目的として、軟式バットとボールの衝突特性を実験的に調べることにより、その反発現象について検証した。

2. 軟式バットの反発性試験

2.1 実験方法

打球部素材の異なる市販軟式バット 3 本について、米国規格（ASTM F2219）に準拠した反発性試験を実施し、反発係数の相違を評価した。試験に使用したバットの各種物性を表 1 に示す。（表中の GE は、グリップエンドを示す。）打球部素材は、超タジュラルミン、FRP、ポリウレタンの 3 種とし、長さ、重さはほぼ同じものを選択した。試験条件として、ボール衝突速度は 90, 120, 150, 180km/h の 4 水準、ボール衝突位置はバット先端から 120, 180, 240, 300mm の位置の 4 点を設定した。

2.2 実験結果

バット I の反発性試験結果を、図 1 に示す。これより、

①ボール衝突速度が大きいほど、反発係数は小さくなることがわかる。これは、衝突速度が大きくなると衝突時のボール変形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であり、打球種目に共通した現象である。一方、②ボール衝突位置がバットの手元に近いほど反発係数は増加する傾向があることが認められた。これは、バットの最大反発点をピークとしてその点から離れるほど反発係数が減少する（上に凸のグラフとなる）硬式バットやソフトボールバットとは明らかに異なる傾向であり、軟式バットとボール特有の特性である。また、①②の傾向は、バット II, III でも同様に見られた。

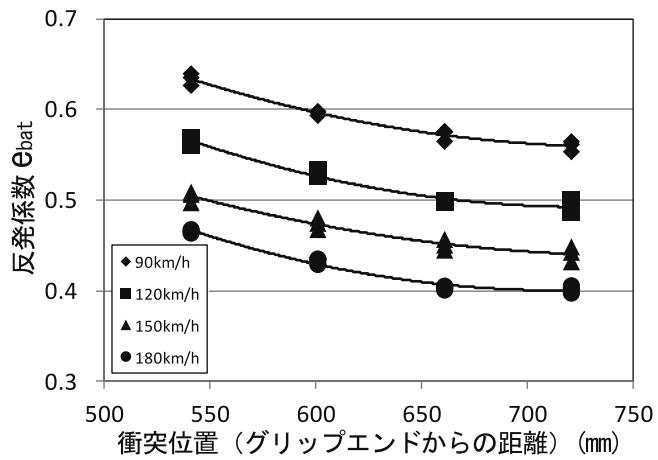


図 1 反発性試験結果 (バット I)

ボール衝突速度 150km/h 時の反発係数を 3 本のバットで比較した結果を、図 2 に示す。図 2 からわかるように、全てのボール衝突位置において、反発係数はバット III, II, I の順に大きくなっています。打球部素材の剛性が小さいと反発係数が向上することが示唆される。この傾向は、他のボール衝突速度でも同様に見られた。バット III の打球部に巻き付けた柔らかいポリウレタンは、衝突時のボールの変形を抑えることでエネルギーロスを軽減し、打球飛距離を伸ばすこと目的としたものであり、本試験により、その効果が確認された。

表 1 バット物性値

バット No.	全長(mm)	質量(g)	重心位置 (GE~mm)	打撃中心 (GE~mm)	GE から 152.4mm 支点の 慣性モーメント(kg·m ²)	打球部素材
バット I	841	729	501	684	0.135	超タジュラルミン
バット II	841	753	506	682	0.141	FRP(カーボン+グラス)
バット III	841	740	514	708	0.149	ポリウレタン

*1 現 企画管理部 企画情報課

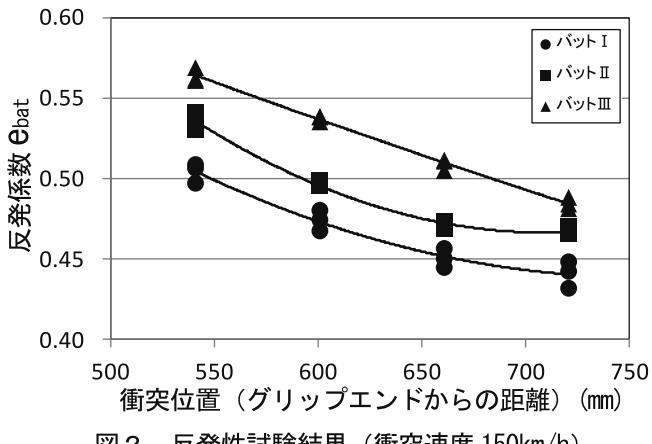


図2 反発性試験結果（衝突速度 150km/h）

3. ボール反発係数の衝突面形状依存性

3.1 実験方法

2.2②で軟式バットの手元に近いほど反発係数が大きくなる要因のひとつとして衝突面側の形状に着目し、固定した円柱状の鉄製剛体に硬式ボールおよび軟式ボールを衝突させ、その衝突速度 V_{in} と反射速度 V_{out} からボールの反発係数 (V_{out}/V_{in}) を算出した。円柱径はバット各部位の直径を考慮して3種 ($\phi 30, 50, 70\text{mm}$) 設定し、平面と合わせて4つの衝突面形状について反発係数を比較した。衝突速度は90, 120, 150, 180km/hの4水準を設定した。試験の概要図を図3に示す。

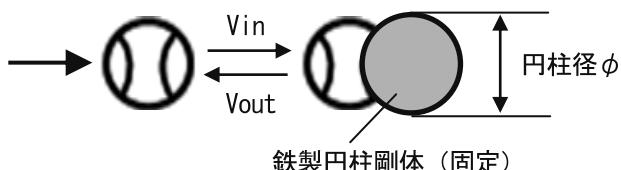


図3 ボール衝突試験の概要（横から見た図）

3.2 実験結果

ボール衝突試験結果を図4に示す。（上図：硬式ボール、下図：軟式ボール）これより、硬式ボールは衝突面形状に関わらず反発係数がほぼ一定であるのに比べ、軟式ボールは円柱径が小さいほど反発係数が大きくなる傾向があることがわかる。このことから、軟式バットが手元に近いほど反発係数が大きくなる要因として、軟式ボールの衝突挙動やバット形状（手元ほど細い）が影響していることが示唆される。

キーワード：軟式野球用バット、ボール、反発係数、反発性試験、打球部素材、衝突面形状

Study on the rebound characteristics of a bat for rubber-ball baseball

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

In this research, the collisional property of a bat and ball was investigated experimentally for the purpose of hitting performance improvement of the rubber-ball baseball bat which is one of the popular sports in Japan. As a result, the effect to the coefficient of restitution of the bat by the stiffness of the surface material of the bat, and influence to coefficient of restitution of a ball by the shape of the collision area were suggested, and some useful knowledge were obtained for the design of high-performance rubber-ball baseball bat.

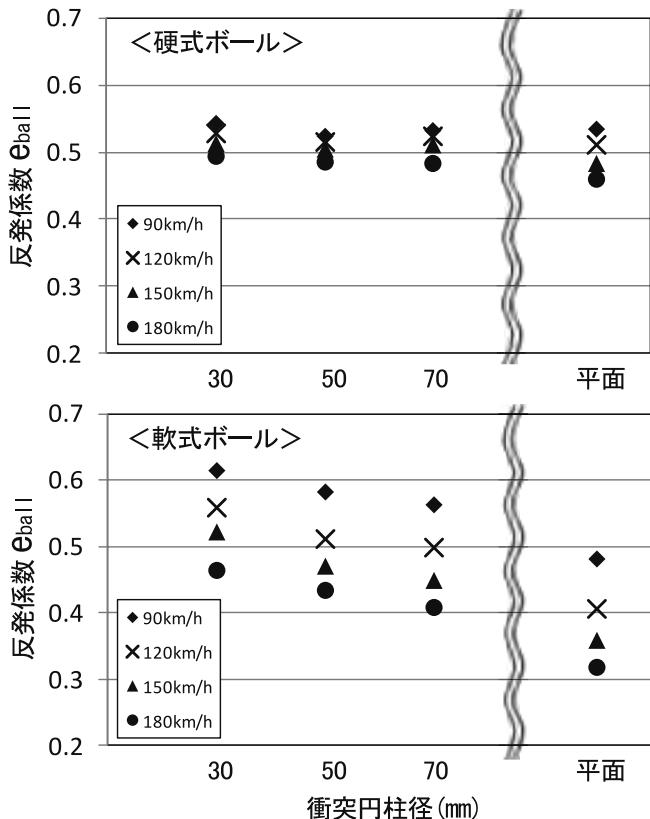


図4 ボール反発係数の衝突面形状依存性

4. まとめ

本研究では、打球部素材の異なる軟式バットについて反発性試験を行うとともに、ボール衝突実験により軟式ボール反発係数の衝突面形状による影響を検証した結果、以下の結論を得た。

- 打球部素材、ボール衝突位置に関わらず、衝突速度が大きいほど反発係数は小さい。
 - 打球部素材に関わらず、衝突位置がバットの手元に近いほど反発係数は大きい。
 - 今回試験した3本のバットの反発係数は、ポリウレタン > FRP > 超々ジュラルミンとなり、軟質素材の優位性が実証された。
 - 衝突面の円柱径が小さいほど軟式ボール反発係数が大きくなる傾向がある。
- 今後は、さらに打球部素材と形状について検証を行い、バット性能向上のための最適な仕様を追及する。

歩行支援機能をもつインナー ボトムの開発

製品科学課 中橋美幸 生産システム課 金丸亮二

1. 緒言

日本の高齢化率が25%を超える、さらに上昇傾向にある社会において、「人間が自立して人間らしい生活を送れる」という意味では、平均寿命ではなく健康寿命の延伸が重要であると言われている。また、“老化は足から”といわれるよう、加齢に伴う筋機能の低下は下肢において最も顕著であることが明らかである¹⁾。下肢の筋機能低下は、立つ・歩くなどの日常動作に支障をきたすだけでなく、血行障害、内臓等の機能低下を招き、寝たきり状態を引き起こす原因となる場合もある。寝たきり状態にならないためには、人生の最後まで自力歩行ができることが必須であり、加齢に伴って低下した関節や筋機能を補助できる衣料開発が非常に有用である。

本研究では、身体機能の低下を伴う中高年齢者にとって、日常動作や歩行等の軽運動を効率よく行えるような歩行支援機能をもつインナー ボトムを開発することを目的とした。前年度までの結果を基に、インナー ボトム着用による腹部への圧迫強度と身体機能（心拍数、呼吸代謝、皮膚温、筋電位等）との関係を解析することにより、運動時における身体的負荷を軽減できるインナー ボトムの設計指針を検討した。

2. 実験方法

2.1 被験者および試料

シニア世代の健康な女性3名を被験者として用いた。被験者の特徴は表1に示すとおりである。

表1 被験者の身体的特徴

年齢 (歳)	身長 (cm)	体重(kg) (kg)	体脂肪率 (%)	BMI
X	59.3	158.5	55.2	26.9
σ	3.1	6.0	6.7	2.8

被験者は、衣服圧の異なる実験用インナー ボトム3種を着用して実験を行った。市販品の中から同一デザインのもので、胴腹部への衣服圧が比較的大きいもの(A)、中程度のもの(B)、小さいもの(C)を選択した。図1に、エアパック式衣服圧測定装置(株AMI製)で測定した衣服圧を示している。測定ポイント②では、腸骨上であるため、どの試料も衣服圧が最も高くなっている。

2.2 実験方法

23°C 50%RHの中温域の環境に調整した人工気象室内において実験を行った。被験者は、実験開始時間より30分以上前に人工気象室に入室し、環境に十分慣れた後、実験用試料、長袖Tシャツとルーズなハーフパンツ、下腿部を被覆しないスニーカーソックスを着用した。運動

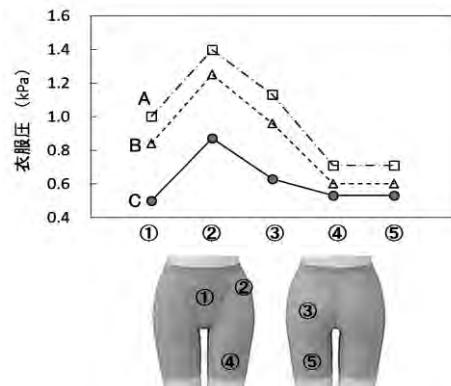


図1 実験用インナー ボトムの衣服圧分布

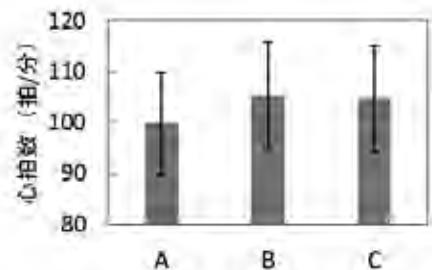


図2 運動中の平均心拍数（被験者平均）

負荷は、トレッドミルによる歩行運動（傾斜3%，速度3.5km/h）を10分間とした。

測定項目は、心拍数、呼吸代謝、皮膚温、筋電位（脊柱起立筋、外腹斜筋、大腿直筋、大腿二頭筋）である。運動終了後に主観評価を行い、「圧迫感」「快適感」「歩きやすさ」について5段階で点数化した。

3. 結果および考察

3.1 心拍数および呼吸代謝への影響

歩行運動時間10分間のうち安定した後半5分間にについてデータの解析を行った。心拍数の結果を図2に示す。運動中の平均心拍数は、試料A着用時で他の試料より5拍程度低くなった。予備実験において、非着用と試料Cでは歩行運動に伴う心拍数の変化が終始同程度であったことから、試料Aによる大きい腹部圧迫が呼吸ポンプ作用を補助し、静脈還流量に影響を及ぼした結果、心拍数を低下させたと考察された。

次に、酸素摂取量および換気量の結果を図3に示す。両者はともに、試料C>B>Aの順に小さくなり、腹部の衣服圧が高いほど酸素摂取量VO₂、換気量VEが小さくなる傾向がみられた。心拍数の結果と同様に、腹部圧迫強度の大きい試料A着用により、呼吸筋の効率や姿勢保持筋群へのサポート性能が増大し、結果として、低い酸素摂取量で同様の運動ができたのではないかと考えられた。このことが換気量の減少に繋がったと考察される。

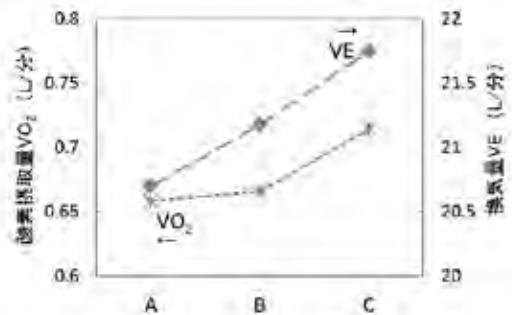


図3 運動中の酸素摂取量と換気量（被験者平均）

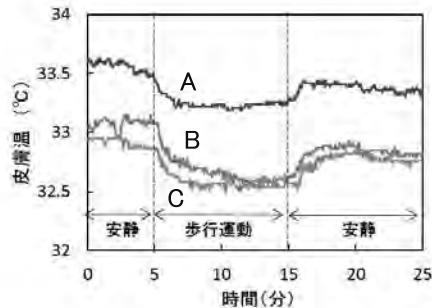


図4 時間経過に伴う平均皮膚温の変化挙動

3.2 皮膚温への影響

ラマナサンの4点法により、平均皮膚温を算出した。

$$\overline{T_s} = 0.3 (F+M) + 0.2 (T+W)$$

ここで、 F は胸、 M は上腕、 T は大腿、 W は下腿の各部の皮膚温である。

実験中の時間経過に伴う平均皮膚温の変化（被験者の一例）を図4に示す。どの被験者においても、平均皮膚温は、歩行運動開始直後に低下し、平衡状態になり、運動停止後に急激に上昇する傾向を示した。図中において、試料Aの場合では、他の試料よりも終始平均皮膚温が0.5°C程度高い傾向がみられた。このことは、試料A着用による腹部への高い衣服圧が圧反射現象を引き起こし、皮膚温を上昇させたためであると推察された。

3.3 筋電図および主観評価への影響

得られた筋電図(EMG)の生波形を絶対値化した後、積分値(IEMG)を算出し、これらを活動筋の仕事量として検討した。次に、非着用時からの変化率($\Delta IEMG$)を求め、実験用インナーボトム着用による活動筋への影響

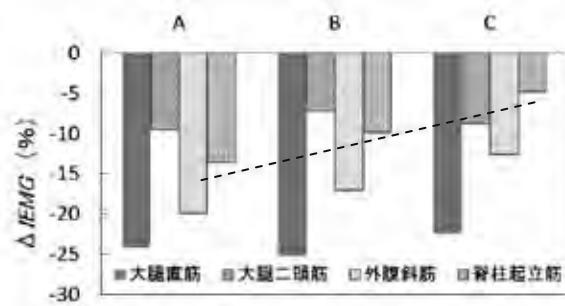


図5 運動中の活動筋の $\Delta IEMG$ （被験者平均）

を比較した。図5は、トレッドミル歩行運動における活動筋の $\Delta IEMG$ の結果を示す。 $\Delta IEMG$ は、どの試料を着用しても非着用より減少する傾向がみられ、インナーボトム着用による筋負担軽減効果が示唆された。また、姿勢保持の主働筋である脊柱起立筋では、胴腹部への衣服圧が高いほど $\Delta IEMG$ が低くなる傾向がみられ、筋負担を軽減できる可能性が示唆された。しかしながら、主観評価においては、試料A着用時で圧迫強度が大きく不快であると評価された。平均皮膚温の結果も考慮すると、試料Aの衣服圧レベルが心身ともに快適着用できる上限とすることが望ましいと思われた。

4. 結言

本研究では、中高年齢者にとって日常動作や歩行等の軽運動を効率よく行えるような歩行支援機能をもつインナーボトムを開発することを目的に、実験用インナーボトム着用による腹部への圧迫強度と身体機能への影響を明らかにした。その結果、腹部における衣服圧が1.0kPa程度の試料Aを着用した場合、運動中の心拍数、酸素摂取量および換気量が低くなる傾向がみられ、歩行運動時における身体的負荷を軽減できることがわかった。また、筋電図解析により、インナーボトム着用によって活動筋への負担を軽減できることがわかった。今回の皮膚温、主観評価の結果を考慮すると、腹部への衣服圧の上限を1.0kPa程度と設計することにより心身ともに快適に着用できるインナーボトムを開発できると思われた。

参考文献

- 1) T Fukunaga, "Kin no kagaku jiten", (2002) Cap 6

キーワード：腹部圧迫、歩行、インナーボトム、呼吸代謝、筋電図

Development of Inner Bottom with Waist Support Function for Walking

Product Development Section; Miyuki NAKAHASHI, Ryoji KANAMARU

This study aims to obtain some guidelines for designing comfortable inner bottom with a waist support function, such as reducing the physiological stress and muscle load. When experimental inner bottom were worn, heart rate, oxygen intake and ventilation decreased during the walking. It was found those inner bottoms are effective at reducing muscle load. However, when the clothing pressure exerted on an abdomen was higher, skin temperature and psychological stress became higher. We concluded that when the clothing pressure exerted on an abdomen was about 1.0 kPa, venous pump action was promoted.

温熱快適性を向上させたベビーキャリーの開発

生産システム課 牧村めぐみ 金丸亮二 製品科学課 中橋美幸

1. 諸言

ベビーキャリー使用時は着用者と赤ちゃんが長時間密着するため、夏はもちろん冬でも熱と汗がこもり蒸れてしまう。しかし、ベビーキャリーの温熱快適性、特に着用者との接触面に着目した製品はほとんど販売されていないのが現状である。

そこで、赤ちゃんとの接触面における逃げ場のない湿気と熱を低減させることを目的とした温熱快適性を向上させたベビーキャリーの開発を行った。

今回はウエイト配分を考慮し、さらに体温に近い温かさのある発熱赤ちゃんダミーを試作した。次に、ダブルラッセル生地をそれぞれ吸汗速乾生地、温度調節生地で貼り合わせし、接触面装着用生地を試作した。被験者実験を行い、温熱快適性の指標となる発汗量、皮膚温、深部温、衣服内温湿度を測定した。

2. 実験方法

2.1 発熱赤ちゃんダミーの試作

赤ちゃんダミー（身長 76cm、体重 5kg）の胴体部に、両端にマジックテープを取り付けた加温用のシリコンラバーシート（130×520mm 発熱部は 130×200mm）を巻きつけた。室内温度 30°C、湿度 60% の環境にて、赤ちゃんダミーの胴体前面が 38°C で一定となるように、電圧調整器を 42V に調整した。（図 1）

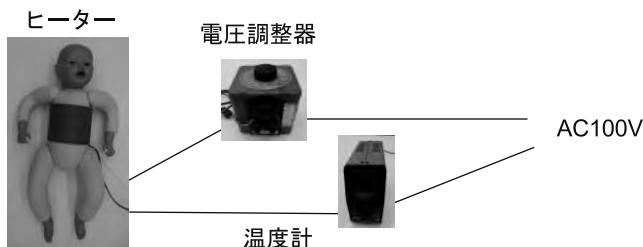
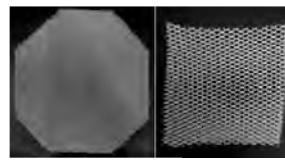


図 1 ヒーター接続図

2.2 接触面装着用生地の試作

通気度が $667.2 \text{ cm}^3/\text{cm}^2/\text{s}$ のダブルラッセル生地（図 2）をそれぞれ吸汗速乾生地（ポリエステル 96%，ポリウレタン 4%），温度調節生地（レーヨン 100%：温度調節素材糸 30% / レーヨン 70%）で貼り合わせし、接触面装着用生地を試作した。（図 3）



拡大



吸汗速乾生地 温度調節生地

図 2 ダブルラッセル生地 図 3 接触面装着用生地

2.3 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。着衣は半袖 T シャツ（綿 100%）、ハーフパンツ（ナイロン 80%，ポリウレタン 20%），下着とソックスは各自のものとした。

ベビーキャリーに発熱赤ちゃんダミーをセットし、対面抱っこ状態で着用させ、被験者と発熱赤ちゃんダミーとの間に接触面装着用生地を挟んだ。（表 1）

表 1 試料の詳細

試料	着衣	接触面装着生地
a	半袖Tシャツ(綿100%)	なし
b	半袖Tシャツ(綿100%)	ダブルラッセル+吸汗速乾タイプ
c	半袖Tシャツ(綿100%)	ダブルラッセル+温度調節生地

2.4 環境条件と測定手順

夏季を想定して、30°C、60%RH の人工気象室内で着用実験を行った。被験者は、実験環境に身体を十分慣らすために実験開始の 1 時間前に人工気象室に入室し安静を保った。その後、セミヌードで体重を測定後、実験用着衣に着替えた。次に 10 分間座位安静—20 分間歩行運動（トレッドミル、速度 2.7 km/h）—10 分間座位安静とし、この間について生理量の測定を行った。実験終了後、再び体重測定を行った。なお体重は、精度 1 g で測定した。

測定項目は皮膚—半袖 T シャツ間の皮膚温および深部温（テルモ（株）製 コアテンプ CM-210 前額で測定）、被験者—発熱赤ちゃんダミー間の衣服内温湿度（rotronic 製 HL-NT）である。また、実験前後の体重減少量を発汗量とみなした。

測定中と終了時に被験者の主観評価として、温熱感や蒸れ感快適感についてヒアリングをした。

3. 実験結果および考察

3.1 主観評価結果

主観評価ではいずれの被験者も、歩行運動時、測定終了時ともに接触面装着用生地を挟んだ試料 b, c を使用することで、接触面の蒸れ感の軽減に効果があるという意見が得られた。なお、試料 b, 試料 c による差異は、ほとんどみられなかった。

3.2 皮膚温及び深部温について

図 4 に前腹部の皮膚温測定結果の一例を示す。一般的には運動開始直後には皮膚温の低下が見られるが、本実験では最高温度に到達するまで上昇し続けることが分かった。これは、運動強度が低いことと、発熱ダミーによる加温の影響が考えられる。

深部温は実験前後でほぼ一定の温度を保っていた。

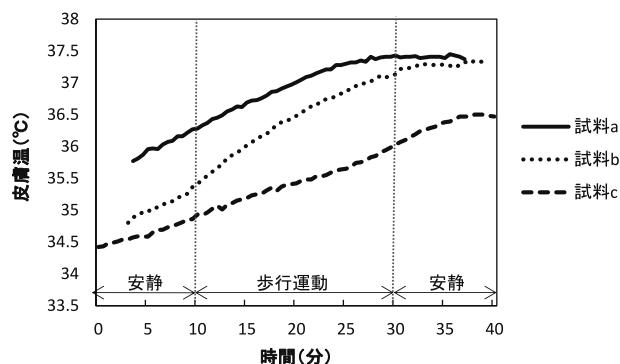


図 4 前腹部の皮膚温変化の一例

3.3 衣服内温湿度および発汗量について

図 5 に、各被験者の試料ごとの衣服内温度変化量(みぞおち部)、図 6 に衣服内湿度の最大値を抽出した結果を示す。その結果、図 5 より接触面装着用生地を使用した試料 b, c のほうが、衣服内温度の上昇を低減する傾向があることが分かった。図 6 より衣服内湿度の最大値は、被験者 1 で試料 b, c に衣服内湿度の上昇

を低減する傾向が見られた。発汗量は被験者や試料によるバラツキが大きく、有意差は見られなかった。

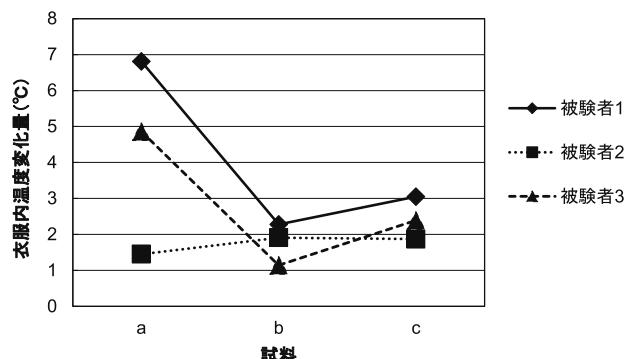


図 5 衣服内温度変化量(みぞおち部)

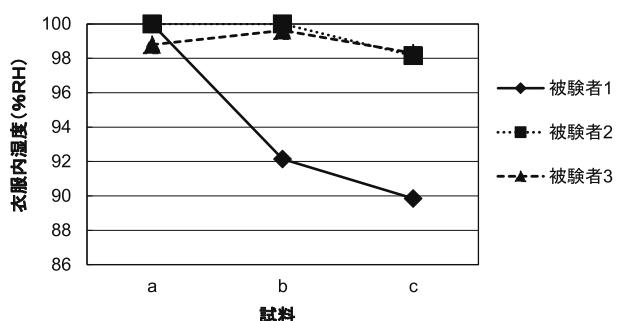


図 6 衣服内湿度の最大値(みぞおち部)

4. まとめ

ベビーキャリー使用時の着用者と赤ちゃんの接触面の温度快適性を高めることを目的とした。

まず、ウエイト配分を考慮し、胴体前面が 38°C で一定となる発熱赤ちゃんダミーを試作した。次に被験者実験を行い、温度快適性の指標となる発汗量、皮膚温、深部温、衣服内温湿度を測定した。主観評価では接触面装着用生地を使用することにより、接触面の蒸れ感の軽減に効果があったが被験者によるバラツキが大きく、今後は客観的な評価方法を検討していく必要がある。

キーワード：ベビーキャリー、発汗量、皮膚温、深部温、衣服内温湿度

Development of superior baby carry in thermal comfort

Production Technology Section; Megumi MAKIMUR, Ryoji KANAMARU

Product Development Section; Miyuki MAKAHASHI

This study raised temperature comfort in an interface of the wearer and the baby who are at the time of baby carry use. Weight distribution was considered and a fever baby dummy with the warmth near the body temperature was made. Double rhonchus fabric was pasted together at a quick drying sweat and a temperature control fabric respectively. Those were made the samplers put on in an interface. The subject was three healthy women of age 30s. As a result, we had the effect on reduction in steamed sense in an interface by using samplers by subjectivity evaluation. Ill-balance by subjects is big for subjectivity evaluation. We have to be considering objective evaluation method from now on.

セルロースナノファイバー複合材料に関する基礎的研究

生産システム課 早苗徳光 金丸亮二

1. 緒言

セルロースナノファイバー(CNF)は天然バイオマス由来の環境低負荷型素材であることや、高強度・高弾性率、低熱膨張等の特徴を持つことから、複合材料用強化材としての利用が期待されている。しかしながら、通常、CNFは1~10wt%程度の水分散液として供給されるため、高分子材料との複合化に際しては、水分をどう扱うかが一つの課題となっている。近年、その解決方法の一つとしてCNF分散液から不織布や多孔性シートを作成することが試みられ注目されている。

そこで本研究では、FRP成形方法に適用可能な強化材シートの作成を目標に、CNF分散液の多孔質化における溶媒浸漬効果について検討を行ったので報告する。

2. 実験方法

2.1 材料

CNFは、10wt%水分散液(スギノマシン(株)BiNFi-s、以下CNF分散液)を使用した。

浸漬溶媒は、試薬の水溶性有機溶媒数種類、および、ヘキサンをそのまま用いた。

CNFの前処理剤は、試薬のメタクリル酸系モノマーをそのまま使用した。

2.2 操作手順

50mm×50mm×2mmの平板形状に整えたCNF分散液試験体を、室温下、シャーレ中で溶媒50mlに24時間浸漬。この操作を1回ごとに新しい溶媒に交換しながら所定回繰り返したのち取り出し、ステンレスメッシュ上で乾燥した。乾燥方法は、室内雰囲気下での自然乾燥(ND)、または、真空アシスト乾燥(VD)によった。

多孔質化の成否については、試験体の初期体積に対する処理後の体積割合(以下、体積保持率)を指標とした。ただし、ほぼ全ての試験体でソリ・変形が発生したため、体積保持率はややラフな値である。

3. 実験結果および考察

CNF分散液を乾燥機などの通常の手法で乾燥すると、ファイバー同士が凝集して緻密な固体物やフィルムになってしまう。計算上、10wt%分散液の場合、体積保持率で約0.07(元の7%程度に収縮)となる。そこで、CNF分散液を有機溶媒に浸漬して水を置換することにより、ファ

イバー同士の凝集を抑制できないか検討した。

表1に、主な処理条件での体積保持率を示す。処理条件は、上段から、溶媒浸漬回数、ヘキサン浸漬回数、乾燥前or乾燥方法の順で表記した。まず、浸漬1回・乾燥前の条件において、炭素数の多いアルコールやMEKなどは体積保持率が1.00より小さく、浸漬しただけで収縮することがわかる。次に、浸漬回数の影響については1回よりも3回の方が、乾燥方法についてはNDよりもVDの方が体積保持率は向上する傾向がみられた。しかし、DMFなど全く多孔質化しない溶媒も存在した。これらの結果より、多孔質化には水溶解度や表面張力など溶媒の性質が影響を及ぼすとともに、乾燥時の吸湿も含め水分の低減が非常に重要であることが示唆された。

そこで、水分低減を図るため、溶媒浸漬3回に加え、疎水性溶媒であるヘキサンに浸漬することを試みた。溶媒にはn-アルコール3種を使用した。その結果を表2に示す。いずれの溶媒においてもヘキサン浸漬により体積保持率は向上し、浸漬回数の多い方が効果は大きいことがわかった(表1参照)。一方、乾燥方法がNDの場合とVDの場合では差が小さいことから、乾燥時の吸湿による影響も一定抑制されていると考えられる。

再び表1のn-アルコール系溶媒の結果に着目すると、1-プロパノールは浸漬時には収縮しないが乾燥時に収縮し、炭素数が一つ増えた1-ブタノールでは、浸漬時に収

表1 溶媒浸漬処理CNF試験体の体積保持率

	1回 乾燥前	1回 ND	3回 ND	3回 VD
メタノール	1.11	0.05	0.06	0.12
エタノール	1.14	0.05	0.06	0.24
1-プロパノール	1.12	0.05	0.17	0.25
1-ブタノール	0.42	0.28	0.35	0.42
1-ベンタノール	0.29	0.19	—	—
1-ヘキサン	0.20	0.16	—	—
アセトン	1.11	0.05	0.17	0.18
MEK	0.72	0.05	0.37	0.50
ジエチルエーテル	1.11	0.05	0.05	0.05
DMF	1.12	0.05	0.05	—

表2 n-アルコール系溶媒での体積保持率

	3回 +ヘキサン1回 ND	3回 +ヘキサン3回 ND	3回 +ヘキサン3回 VD
エタノール	0.24	0.44	0.44
1-プロパノール	0.22	0.39	0.45
1-ブタノール	0.40	0.46	0.44

縮するものの乾燥時の収縮はやや少ない。このことから、両者の長所を併せ持つ中間的な性質の溶媒があるのではないかと考え、ブタノールの異性体 3 種について検討を行った。表 3 の結果より、2-ブタノールについては、浸漬時にわずかに収縮したものの想定に近い傾向が見られ、VD 乾燥で 0.67 の体積保持率を示した。

この結果より、溶媒を順次変えて浸漬することで収縮を制御できるのではないかと考え、ブタノール系溶媒 4 種を用いて検討を行った。しかしながら、表 4 に示すとおり、1 回目に tert-ブタノールを用いることで浸漬時の収縮を抑制できたが、2、3 回目に使用した溶媒によらず、最終的には tert-ブタノールに 3 回浸漬した場合(表 3 参照)とほぼ同じ結果となった。このことから、最初の浸漬時、試験体内部の溶媒濃度が上昇する過程において CNF 濃度の不均一化が起り、緩く凝集したネットワーク的な構造が形成されるのではないかと考える。そのため、その後の浸漬でも構造は保持されるが、乾燥時の脱溶媒により強い凝集へ移行し、収縮するものと推察する。

以上の結果から、溶媒浸漬のみでの更なる体積保持率向上は困難と予想される。そこで、あらかじめ CNF 分散液へ前処理剤を添加することで CNF の凝集を低減できないか検討を行った。添加量は CNF 分散液に対し 2wt%、溶媒にはエタノールと 2-ブタノールを用いた。結果を表 5 に示す。両溶媒ともに体積保持率は向上する傾向が見られ(表 2、3 参照)、2-ブタノールでは浸漬時の収縮も改善されていることから、一定の効果があるとわかった。

今回作成した試験体内部を電子顕微鏡により観察した。図 1 に、表 3 中の 2-ブタノール・VD 乾燥試験体の観察例を示す。SEM 写真中のスケールは 5 μm である。単纖維状の CNF も見られるが、膜状の凝集やボイド状の空隙が多く見られ、ナノレベルでの均質化にまでは至っていないことがわかった。

表 3 ブタノール系溶媒での体積保持率

	3回 + ヘキサン 3回 乾燥前	3回 + ヘキサン 3回 ND	3回 + ヘキサン 3回 VD
tert-ブタノール	1.04	0.41	0.49
iso-ブタノール	0.38	0.38	0.37
2-ブタノール	0.94	0.59	0.67

表 4 溶媒を順次変えた場合の体積保持率

	3回 + ヘキサン 3回 乾燥前	3回 + ヘキサン 3回 VD
tert-ブタノール → 2-ブタノール → 1-ブタノール	1.00	0.47
tert-ブタノール → 2-ブタノール → iso-ブタノール	1.01	0.48

表 5 前処理剤を使用した場合の体積保持率

	3回 + ヘキサン 3回 乾燥前	3回 + ヘキサン 3回 VD
エタノール	1.10	0.66
2-ブタノール	1.02	0.74



図 1 乾燥後の試験体外観および内部の SEM 観察例

4. 結言

CNF 分散液の多孔質化における溶媒浸漬効果について検討した結果、溶媒によって効果がかなり異なることや、水分の低減が重要であること、前処理剤は一定効果があることが確認できた。しかし、本研究の方法は多量の溶媒を使用するなど工業的な方法とは言いがたく、今後、より簡便なプロセスを模索したいと考えている。

キーワード：セルロースナノファイバー、強化材、分散液、多孔質化、有機溶媒

Fundamental study on cellulose nanofiber composite material

Norimitsu SANAE and Ryoji KANAMARU

Cellulose nanofiber(CNF) dispersion become dense solids or films, not become porous material, when dried by conventional drying method such as drying in the oven. Therefore, we tried to prepare the CNF porous material by immersing the CNF dispersion in organic solvents. As a result, it was found that to select appropriate solvents and to replace the water in the CNF dispersion with solvents were very important and essential. Also, it was effective in reducing the shrinkage of the specimen adding the pretreatment agent to the CNF dispersion in advance.

糖尿病患者用のフットケア用品の開発

製品科学課 石割 伸一，生産システム課 牧村 めぐみ

1. 緒言

平成26年度厚生労働省の「患者調査」によると、国内の糖尿病の患者数は316万6,000人となり、平成23年度調査の270万から46万6,000人増えて、過去最高となった。

糖尿病患者は、足潰瘍や壊疽を起こしやすくなり、放置すると足切断という最悪の結果を招くことがある。このため靴下や靴を慎重に選んで、日常的に足に傷を作らないための細心の注意が必要となる。

糖尿病患者用の靴下では、スイス Intelligent Texture 社製のフットケア靴下である製品名 PROTECT iT¹⁾（プロテクトイット）という製品が有名で、これは世界中に販売されている。この靴下は、極めて高度な技術で作成されており、価格も1足1,800円（定価）するものである。

この靴下の持つ重要な特徴は、靴下が足にフィットして、歩行中に靴下と足の間でズレが起きにくいくことである。このズレは、足の損傷をもたらす原因となるものであるため、本研究では、新たにこのズレを計測する手法を開発した。この手法を用いてこの靴下の性能を調べてみた。対比するために、日本の会社である Komeri 社製の綿100%の靴下²⁾（定価120円）についても調べてみた。

2. 実験方法

2.1 足と靴下との間のズレの測定方法

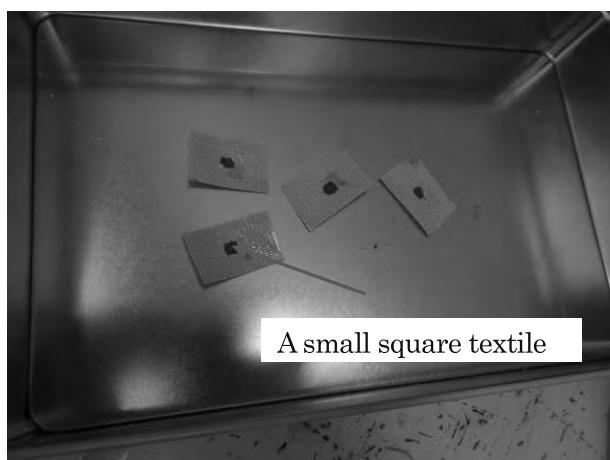


Fig.1: 4 pieces of tape which enclose a small square textile contained red ink covered with cellophane tape. Each tape has a small hole under the small square textile on this picture.

足の損傷は、主に歩行時の足と靴下との間のズレが原

因であると考えられる。このズレを測定するために、内部にインクを含んだテープを作製した。（Fig.1 参照）このテープには、中央部に微小な穴が開いており、テープ面に垂直な力が働くとこの穴からインクが出てくるようになっている。

後に、靴下に付着したインクを観察することによって、この穴と靴下とのズレが推定できる。

尚、同様にして、靴にこのテープを張り付けることによって、靴下と靴との間のズレを推定できる。

2.2 試験および測定方法

この PROTECT iT という靴下と日本製の綿 100% の靴下について、それぞれ同じスポーツシューズを履いて、約 10m の距離を歩行したとき、それぞれの靴下の内側に付いたインクの足先方向の大きさと足幅方向の大きさと、靴下の外側に付いたインクのそれぞれの方向の大きさを調べた。（Fig.2～Fig5 参照）

我々は、靴下の内側のズレが小さいときには、靴下による足を保護する効果が大きいと考えることにした。



Fig.2: Tapes on foot.



Fig.3: Sox on tapes.



Fig.4: Tapes on insole



Fig.5: Ink marks on sox

3. 実験結果および考察

PROTECT iT という製品と、綿 100% の靴下とをそれぞれ、4～5回程度、歩行実験を行った。この時の右足親指付け根部と右足踵部中央について、それぞれの靴下の内側と外側の足先方向と足幅方向のズレの大きさの平均値を求めた。（表 1～2. 参照）

表1. 右足親指付け根部

各種製品	足裏表面と靴下との間のズレの大きさの平均値(mm)		靴底と靴下との間のズレの大きさの平均値(mm)	
	足先方向	足幅方向	足先方向	足幅方向
PROTECT iT	3.3	3.7	8.6	4.9
綿100%靴下	5.2	5.1	9.3	5.3
同上 2枚重ね	4.6	4.4	11.8	6.7

表2. 右足踵部中央

各種製品	足裏表面と靴下との間のズレの大きさの平均値(mm)		靴底と靴下との間のズレの大きさの平均値(mm)	
	足先方向	足幅方向	足先方向	足幅方向
PROTECT iT	6.2	4.3	11.9	7.4
綿100%靴下	6.3	4.5	12.3	10.0
同上 2枚重ね	4.9	4.0	12.2	10.9

表1を見ると、PROTECT iT の足裏表面と靴下との間のズレの大きさは、綿 100% の靴下のそれと比べると、3 割程度小さい。また、靴底と靴下との間のズレの大きさは、PROTECT iT の方が、少し小さい。このことが、PROTECT iT がフットケア用品として優れている証拠となると考えられる。足踵部分については、両者の間にあまり差がなかった。(表 2 参照)

しかしながら、PROTECT iT が、歩行中の足を保護するという点で靴下として確かに優れていると考えられるのは、1 枚の靴下をつける場合についての比較であり、複数の靴下を重ね履きする場合には、これは当てはまらないかもしれない。安価な日本製の靴下でも 2 枚重ねすると靴底と靴下との間のズレは、大きくなるものの、足裏表面と靴下との間のズレの大きさは減少している。(表 1 ~ 2. 参照) これは、足を守る機能が高まっていることを示していて PROTECT iT の性能に迫っていると思われる。

4. 結言

靴下にテープから染み出たインクをつけて、歩行時の足や靴下とのズレ、あるいは靴と靴下とのズレを推定する手法は、テープの作製にある程度の熟練が必要である。このような測定上の困難があるものの、我々の実験では歩行時におけるこれらのズレを評価することができた。これによって、世界で認知されている PROTECT iT という製品名を持つ靴下の性能と、綿 100% の靴下の性能を対比することが出来た。

参考文献

- 1) http://solve-online.jp/SHOP/PIS_DP.html
- 2) http://www.komeri.com/Disp/CKnSfGoodsPageMain_001.jsp?GOODS_NO=320090

キーワード：糖尿病、フットケア、靴下、日常生活、靴ずれ

Growth of sox for diabetic patients With measurements of displacements of sox during walking

Product Science Section; Shinichi ISHIWARI, Production Technology section; Megumi MAKIMURA

Daily living of a diabetic patients are supported for being ambulant. They have usually fixed their eyes on condition of foot for maintaining an ability of walking, and always been searching a good sox or a good shoes.

A foot care goods like sox is manufactured on some idea of preventing being injured, is present to patients explaining some effects expected by inventor without any evidence. We think an ability of prevent being injured during walking is more diminishing displacements between foot and sox, comparing with displacements between sox and shoes.

We have measured these displacements about sox named PROTECT iT produced by Intelligent Texture GmbH made in Switzerland and Cotton sox produced by Komeri made in Japan. Our experiments show PROTECT iT is excellent in adherence to skin of foot and less displacement than that in case of the Japanese cotton sox. But in case sox put on doubly, its adherence is improved be match for PROTECT iT.

マルチノズルエレクトロスピニング装置による医薬衛生用品等の用途に適したナノファイバー紡糸技術研究

生産システム課 金丸亮二 早苗徳光 吉田巧, ものづくり研究開発センター 成瀬大輔, 中央研究所 寺田堂彦
第一編物株式会社 高嶋隆明 長田定克

1. 緒言

高齢化の進展とともに医薬品産業分野が成長産業として期待されている。そのような中、医薬衛生用品においては、包帯、サージカルテープ等、繊維材料が使用されているものも少なくない。このような医薬衛生用品において、薄くて伸縮性があり、通気性にも優れたナノファイバーを活用すれば、各種製品の大幅な機能向上が期待できる。そこで、医薬衛生用品への適用に適したナノファイバーの紡糸技術について検討した。

2. 実験方法

昨年度までに得られた調合条件をもとにし、数種類のポリウレタンについてマルチノズル式エレクトロスピニング装置（Toptec 社製）にて量産性の向上を目的とした紡糸実験を行った。また、共同研究により第一編物(株)で開発したマルチノズル式の連続型ナノファイバー量産装置の紡糸環境調整および、量産試験を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 ナノファイバーの量産性向上実験

ポリウレタンを原料とした紡糸条件を表1に、その条件で紡糸したナノファイバー不織布の走査型電子顕微鏡写真を図1に示す。紡糸した3種類の紡糸条件下において、繊維径100nm～500nmのナノファイバー不織布が得られた。比較すると、樹脂2を原料とした条件では樹脂1と比較して高い生産速度を有していることが分かる。高生産性の樹脂として樹脂2は今後も改質による性能向上を検討する。

表1. エレクトロスピニング紡糸条件 (PU)

水準	樹脂系列	樹脂濃度 (%)	粘度 (mPa·s)	極間距離 (mm)	膜厚(μm)	生産速度 (mm/min)
樹脂1	ポリエステル	15	650	100	15~20	20~30
樹脂2	ポリエーテル	18.5	600	110	15~20	30~50

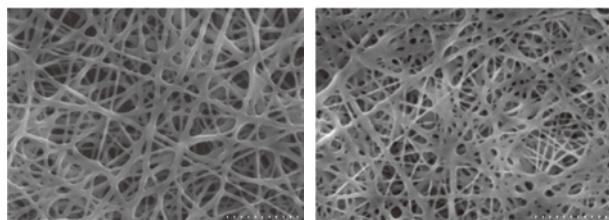


図1. ポリウレタンの電子顕微鏡写真

(左：樹脂1 右：樹脂2)

上を検討する。

3.2 連続型ナノファイバー量産装置の試験結果

連続型ナノファイバー量産装置の全体写真を図2に、ポリウレタン樹脂についての紡糸条件と、その条件で紡糸したナノファイバーの生産速度を表2に示す。量産装置はナノファイバー紡糸部と、離型紙の送り、巻取りを行う搬送部を有している。本年度は装置を改良し、送り速度範囲の拡大化と、高電圧引火時の安定性の調整を行うことでより高い電圧を印可できるようになった。これによって、昨年度までの生産速度(水準1)の約2倍の生産速度(水準2及び水準3)を獲得した。

今後は、より多くの樹脂溶液について紡糸環境を整え、さらなる量産性の向上に努める。

表2. 連続型ナノファイバー量産装置を使用した
エレクトロスピニング紡糸条件(PU)と生産速度

水準	樹脂濃度 (%)	印過電圧 (kV)	温度(°C)	湿度(%)	生産速度 (mm/24h)
水準1	15	24	23.2	37	2,400
水準2	15	40	23.5	40	4,800
水準3	18	40	22.6	44	4,800

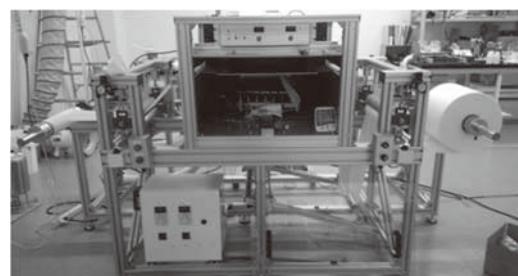


図2. 連続型ナノファイバー量産装置の
全体図

4. 結言

ポリウレタン樹脂について、ポリエーテル系の樹脂を新たに調合し、昨年度より生産速度の高い紡糸条件を得ることができた。さらに、連続型ナノファイバー量産装置について装置側の紡糸環境を整えることにより、高電圧を印加しても樹脂が安定に紡糸できるようになった。昨年度までの調合条件や本年度新たに検討した樹脂を組み合わせることによって、連続型ナノファイバー量産装置のさらなる量産性向上を目指す。今後、量産装置内のノズル数を大幅に増設することによって、量産性を引き上げ、医薬衛生用品の商品化に十分な生産速度をめざしていく。

IV 機械電子研究所

□戦略的基盤技術高度化支援事業

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.....	87
---	----

機械システム課 上野 実、羽柴利直
中央研究所 石黒智明
生活工学研究所 金丸亮二、西田公信
丸栄運輸機工(株)、(株)フロンティア、コンチネンタル(株)
(公財)富山県新世纪産業機構(管理法人)

□科学研究費補助金

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.....	88
--	----

電子技術課 坂井雄一

血中循環腫瘍細胞によるがん個別化治療のためのバイオマーカー解析に関する研究.....	89
--	----

電子技術課 高田耕児
中央研究所 大永 崇、小幡 勤
富山大学 長田拓哉、塚田一博
京都大学 嶋田 裕

高信頼性電子機器のための放射光 CT 技術を基盤とした統合化ヘルスマネジメントの構築.....	90
---	----

機械システム課 佐山利彦
コーセル(株) 高柳 毅、岡本佳之
(公財)高輝度光科学研究所センター 上杉健太朗
富山県立大学 森 孝男

フッ素樹脂の微細加工法の提案とマイクロ流体デバイスへの応用.....	91
------------------------------------	----

機械システム課 鍋澤浩文
千葉大学 関 実

□フロンティア研究推進事業

環境にやさしい水田用自律型除草機の開発.....	92
--------------------------	----

機械システム課 上野 実、佐山利彦、金森直希、羽柴利直
農林水産総合技術センター 農業研究所 吉田 稔、板谷恭兵
富山高等専門学校 金子慎一郎、高田英治、林 宏樹

□ナノテクものづくり基盤技術創成研究

ナノ粒子担体作製技術に関する研究.....	94
-----------------------	----

電子技術課 坂井雄一、角田龍則

□一般研究

らせん状車輪を用いた駆動機構の走行安定性に関する研究.....	96
---------------------------------	----

機械システム課 上野 実、金森直希

画像／音響処理用有益信号分離抽出技術の開発.....	98
----------------------------	----

機械システム課 金森直希、羽柴利直

皮膚由来細胞から多能性幹細胞を分離回収する方法の開発.....	100
電子技術課	高田耕児
中央研究所	大永 崇、小幡 勤
富山大学	長田拓哉、塙田一博
京都大学	嶋田 裕
全固体型半導体増感太陽電池の開発(Ⅱ).....	102
機械システム課	本保栄治
電子技術課	角田龍則
リチウムイオン2次電池用多層セパレータの開発.....	104
電子技術課	角田龍則
熱伝導特性に優れた高性能吸音材の開発に関する研究.....	106
機械システム課	羽柴利直、金森直希
中央研究所	石黒智明
有機薄膜太陽電池作製プロセスの簡略化に関する研究.....	108
電子技術課	寺澤孝志
機械システム課	本保栄治
フレキシブルなセラミックス圧電素子の作製.....	110
電子技術課	升方康智、坂井雄一
□ベンチャー創成等支援共同研究	
橋梁点検用マルチコプタの制振に関する研究.....	112
機械システム課	金森直希、羽柴利直
(株)フルテック	古村 崇、橋詰 剛
□企業との共同研究	
燃料電池用電極材料に関する研究.....	113
電子技術課	坂井雄一、角田龍則
立山科学工業(株)	本田憲市、廣瀬慶一
加振材を鉄鋼とした異種材料の超音波接合.....	114
機械システム課	羽柴利直
中央研究所	石黒智明
ものづくり研究開発センター	山岸英樹
田中精密工業(株)	田中隆尚、橋本正治、林 達規
可搬型マグネシウム空気電池の開発.....	115
機械システム課	本保栄治
電子技術課	角田龍則、高田耕児
中央研究所	石黒智明
三協立山(株)三協アルミ社	小島始男、安田 剛
三協立山(株)三協マテリアル社	清水和紀、中川 昭

バイオ・医療分野に向けたマイクロデバイス製造のためのチタンの微細加工技術の開発……………116

機械システム課 鍋澤浩文
立山マシン(株) 人母 岳
新潟大学 安倍 隆
富山高等専門学校 浅地豊久
(株)リッセル 城木正博

有機米栽培補助ロボットに関する調査研究……………117

機械システム課 金森直希、上野 実
(株)タイワ精機 田中敏晴、里 至博

□若手研究者育成支援共同研究

ドリル切削加工における精度向上に関する研究……………118

機械システム課 上野 実、金森直希、羽柴利直、佐山利彦
電子技術課 杉森 博
中央研究所 清水孝晃
若い研究者を育てる会
田中精密工業(株) 石澤剛士

アルミ缶内面の腐食防食評価技術の高度化……………119

機械システム課 本保栄治、羽柴利直
電子技術課 坂井雄一、高田耕児
中央研究所 土肥義治
若い研究者を育てる会
武内プレス工業(株) 筒井英明

3Dスキャナーを用いた形状測定と変形解析への適用……………120

機械システム課 鍋澤浩文、羽柴利直、金森直希、佐山利彦
若い研究者を育てる会
コーチャン(株) 山崎諭史
三協立山(株) 内山 肇
北陸電気工業(株) 金山侑司

トイレからの漏えい音低減に関する研究-II……………121

機械システム課 金森直希、佐山利彦
中央研究所 佐々木克浩
若い研究者を育てる会
コーチャン(株) 杉森雄平

厚膜型圧電発電振動素子の開発に関する研究……………122

電子技術課 坂井雄一、升方康智、角田龍則、寺澤孝志
中央研究所 塚本吉俊、佐々木克浩、岩坪 聰
若い研究者を育てる会
コーチャン(株) 山本貴之
富山大学 西村克彦

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*、羽柴利直 中央研究所 石黒智明 生活工学研究所 金丸亮二、西田公信
丸栄運輸機工(株)、(株)フロンティア、コンチネンタル(株)
(公財) 富山県新世紀産業機構 (管理法人)

1. 緒言

製薬産業では、市販薬等の外箱パッケージに「点字表示」を施したいとのニーズが急増している。従来の点字表示は、インクの厚盛り、プレス後加工、UVインクなどが用いられているが、点字の高さ不足や加工コスト、生産性などに問題があった。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「包装-医薬品包装上の点字」(ISO 17351)が規格化されるなど、視覚障がい者のための点字表示が拡大する方向にある。このため、本研究では、低コスト、かつJIS規格に適合した高品質な点字エンボスプレス加工技術を確立するため、大判用紙(サイズ900mm×600mm)において、型抜きと点字エンボスプレスを同時に、しかも高速で連続して加工することが可能な偏心カム機構及びトグル機構を用いた高出力テストプレス機(以下テストプレス機)及びプレス技術の開発を行った。

2. 研究内容

最終年度である本年度は、開発を進めてきたテストプレス機において最高回転数時の高精度化(下死点位置精度・加圧能力)を図るとともに、減速機及びサーボモータの最適化により省エネルギー化を図った。また、テストプレス機の開発に先立ち点字プレス条件の検証のため試

作した実証実験用プレス機構を用い、加工条件による、点字形状(点字高さ・点字直径)及び点字先端部の損傷の有無について検証をおこない、テストプレス機の加工へ反映した。

3. 研究結果

開発した高出力テストプレス装置の外観を示す(図1)。従来の偏心カム機構及びトグル機構を用いたプレス機に対し出力が3倍の1,500kNに向上し、プレススピード5,000回/h運転時の下死点位置の誤差10μm以内・加圧能力の誤差2%以内を達成できた。

また、実証実験用プレス機を用い、用紙の湿度管理及びプレス時の下死点保持時間による点字形状の検証を行い、テストプレス機での加工条件に反映した。以上の成果を基に、テストプレス機において、点字エンボスプレス加工及び型抜き加工の同時処理(12面付け、型サイズ900mm×600mm)を実施し検証を行った。テストプレス機によるプレス・型抜き加工したパッケージを図2に示す。単動作時における参考値ではあるが、開発機において、点字のJIS規格範囲である、点字高さ0.3mm(目標値0.3~0.5mm)・点字直径1.5mm(目標値1.3mm~1.7mm)の加工が可能であることが実証できた。

詳細については、平成27年度戦略的基盤技術高度化支援事業 研究開発等成果報告書概要版を参照。

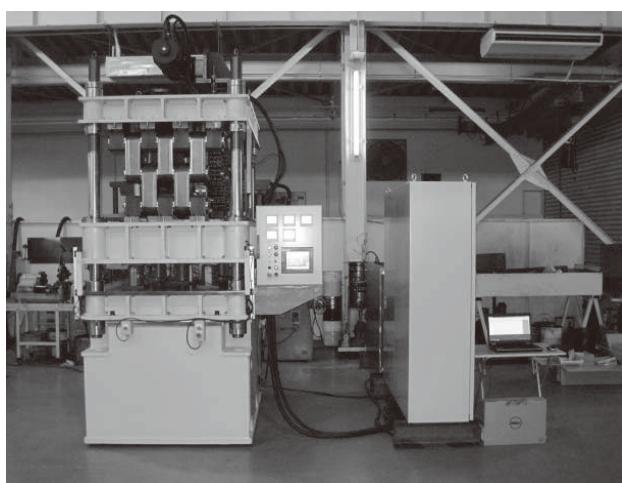


図1 高出力テストプレス装置

*現 生活工学研究所

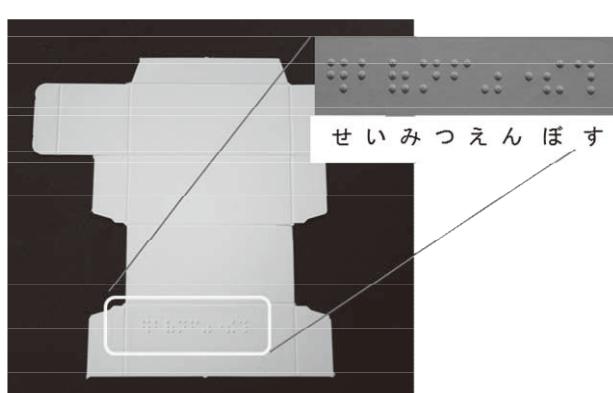


図2 点字表記パッケージ

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

電子技術課 坂井雄一

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。これまで、パターン形成が容易で量産性にも優れるスクリーン印刷法での厚膜形成について検討してきたが、バルクに並ぶ電気特性を得ることは困難であった。強誘電体材料では、配向性付与による特性向上が期待できるため、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、通常、正方晶であるBaTiO₃への六方晶BaTiO₃添加および基板と厚膜材料の熱膨張差に起因した応力を利用することで結晶軸方向へ配向した厚膜が形成可能であり、特性が向上することを見出した^{1,2)}。今回、BaTiO₃とよく似た組成でBaTiO₃よりも良好な特性が期待できる(BaCa)(TiZr)O₃系材料について、上記手法の適用を試みた。

2. 実験方法

固相反応法により(BaCa)(TiZr)O₃粉末を作製、バルクセラミックスを作製した。また、六方晶BaTiO₃粉末と(BaCa)(TiZr)O₃粉末を種々の割合で混合、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。基板にはイットリア安定化ジルコニア(YSZ)、MgOセラミックスを用い、Ptペーストにて下部電極を形成した。これらの基板に作製したペーストをスクリーン印刷し、650°Cで脱バインダののち、1370°Cで焼成した。この工程を3回繰り返し、厚膜を形成した。

3. 実験結果

(BaCa)(TiZr)O₃のバルクセラミックについて150°Cから焼成温度に近い1300°Cまでの熱機械分析(TMA)を行った。その結果、 $\angle L/L=1.56\%$ であり、MgOセラミックスよりも熱膨張が小さく、YSZよりも熱膨張が大きいことが確認された。この熱膨張差から厚膜焼成後の冷却過程においてYSZ基板を用い

た場合、厚膜に引っ張り応力が印加され、MgO基板を用いた場合は、圧縮応力が印加されるものと考えられる¹⁾。YSZおよびMgO基板を使用して(BaCa)(TiZr)O₃厚膜を作製し、XRDにより六方晶BaTiO₃添加量と厚膜の配向度の関係について調べた。図1(a)に結晶軸方向である(001)面と(100)面への配向度、図1(b)に001面と001面+100面のピーク強度比の六方晶BaTiO₃添加量の関係を示す。YSZ基板、MgO基板とともに添加物により、結晶軸方向への配向が進み、MgO基板を用いた場合は、BaTiO₃厚膜が分極軸方向である001軸配向が優位となった。10-20%程度の添加が特性向上に有効と考えられ、このときMgO基板上に作製した厚膜について、強誘電性の指標である残留分極値Prを測定すると14.9 μC/cm²であった。この値は、無配向バルクセラミックスで得られた値である11.0 μC/cm²の約1.4倍であった³⁾。

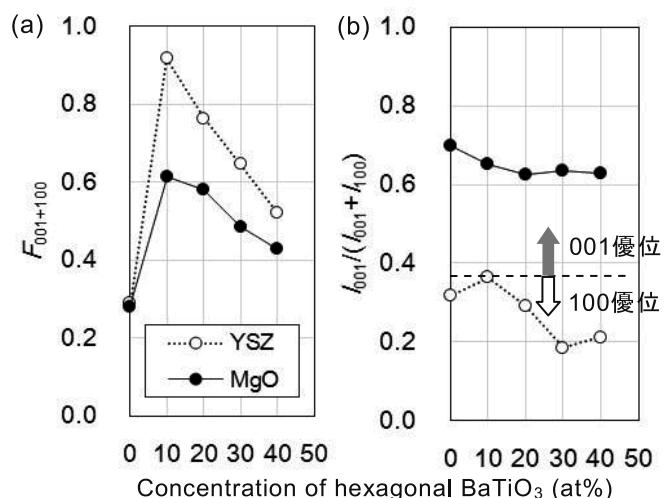


Fig. 1 Concentration dependence of $F_{100+001}$ values and $I_{001}/(I_{001} + I_{100})$ values of thick films.

参考文献

- 1) 坂井ほか: 富山県工業技術センター研究報告 **29** (2015) 6.
- 2) Y. Sakai *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys. **52** (2013) 09KA12.
- 3) Y. Sakai *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys. **54** (2015) 10NA02.

謝 辞

本研究は、JSPS科研費25820130の助成を受けたものです。

血中循環腫瘍細胞によるがん個別化治療のためのバイオマーカー解析に関する研究

電子技術課 高田耕児 中央研究所 大永崇、小幡勤

富山大学 長田拓哉、塙田一博 京都大学 嶋田裕

1. 緒言

循環腫瘍細胞(CTC)は血液中を流れる癌細胞であり、癌の転移の原因とも考えられている。このCTCを回収・解析することができれば、癌の検査・診断や患者一人ひとりに適した個別化治療などに応用することができる。昨年度より本事業の研究の中で、細胞をサイズで分離するマイクロ流体チップを開発してきた。このチップは癌細胞を細胞懸濁液の形で回収できるので、癌細胞の解析(免疫細胞化学、RT-PCR等を用いたバイオマーカー等の解析)や培養をするのに適している。

本研究では、開発中のサイズ分離用チップにより、血液中の赤血球及び白血球と癌細胞とをサイズで分離し、癌細胞を細胞懸濁液の形で回収する実験を行い、チップの性能評価を行った。

2. 実験

チップは既報¹⁾と同様である。構造を図1に示す。細胞は乳がん由来細胞株であるMCF-7及びMDA-MB-231、食道がん由来細胞株であるKYSE-510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、PBSで2倍希釈した血液に13000 cells/mLまたは1000cells/mLとなるように加えたものを試料とした。Inlet1から試料を、Inlet2からバッファー(25wt% Glycerol, 0.5% BSA, 2mM EDTA, PBS)をそれぞれシリンジポンプにより流速200μL/minで送液した。試料中の赤血球や白血球はサイズ分離部の上側の流れ、Outlet1から排出される(この液を「廃棄液」とする)。試料中の細胞はサイズ分離部で下方向へと移動し、Outlet2から回収される(この液を「回収液」とする)。

回収液中及び廃棄液中の癌細胞の個数を計測したものを表1に示す。3種類の細胞株を用いた実験を行った結果、MCF-7の回収率は99.7%、MDA-MB-231の回収率は98.4%、KYSE-510の回収率は99.6%であり、こ



図1 チップの構造

表1 回収液と排出液の細胞数

細胞株	回収液中の細胞数(割合)	廃棄液中の細胞数(割合)
MCF-7	12350 (99.7%)	36 (0.3%)
MDA-MB-231	1142 (98.4%)	18 (1.6%)
KYSE-510	1090 (99.6%)	4 (0.4%)



図2 回収液の蛍光像(左)と位相差像(右)

のチップは高い細胞回収率を示すことが分かった。

図2にKYSE-510を用いた実験での回収液の蛍光像と位相差像を示す。蛍光を発する癌細胞の数と蛍光を発しない細胞(主に白血球。白血球は赤血球よりもサイズが大きいため回収液に混入しやすい)の数を数えると、それぞれ42個、41個であり、ここから白血球の混入数を計算すると1mL当たり1000個程度となる。これは他の研究チームの結果と比べると10分の1未満であり、このチップは白血球の除去性能が良いことが分かった。

3. 結言

血液中の赤血球及び白血球と癌細胞とを分離し、癌細胞を回収するマイクロ流体チップの性能を評価し、癌細胞を細胞懸濁液の形で高い回収率で回収できること、癌細胞と赤血球及び白血球を分離できることを示した。これにより、今後回収した細胞の解析、臨床サンプルを用いた実験を進めることができた。

参考文献

- 1)富山県工業技術センター研究報告 29, 92 (2015)

謝辞

本研究は科研費(基盤研究(C) 課題番号: 26350557)の助成を受けたものであり、ここに謝意を表する。

高信頼性電子機器のための放射光 CT 技術を基盤とした 統合化ヘルスマネジメントの構築

機械システム課 佐山利彦 ヨーセル(株) 高柳毅 岡本佳之
(公財)高輝度光科学研究所センター 上杉健太朗 富山県立大学 森孝男

1. はじめに

本研究では、エレクトロニクス実装基板（以下、基板）の信頼性に大きな影響を与える接合部の熱疲労損傷を対象とし、放射光 X 線マイクロ CT による非破壊モニタリング技術を基盤として、疲労破壊に対する余寿命診断技術、および基板の保守技術を統合化した新しい概念のヘルスマネジメント技術の実現を目的としている。初年度においては、放射光 X 線ラミノグラフィを適用して、パワーモジュール等で広く用いられているダイアタッチ接合体における疲労き裂の進展過程を可視化し、その余寿命を評価する技術の実用化を試みた。

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、X 線が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し、断層画像を再構成する¹⁾。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。実験に用いた試験体は、次の 2 種類である。FR-4 基板に Sn- 3.0wt%Ag-0.5wt%Cu はんだによって、縦 3.2 mm × 横 1.6 mm のチップ抵抗を接合したもの、および縦 3 mm × 横 3 mm のセラミックチップをダイアタッチ接合したものである。はんだ接合部の厚さは、約 40 μm であった。また、熱疲労き裂の進展過程を観察するために、JIS 規格 C60068-2-14 環境試験方法（電気・電子）温度変化方法に準拠した加速熱サイクル試験を実施した。

3. 疲労き裂の進展過程および余寿命評価

3.1 チップ抵抗はんだ接合部における疲労き裂進展

図は、チップはんだ接合部における疲労き裂の 3 次元画像の一例であり、試験体の上方から見た画像である。き裂およびボイドを明るいグレーで示す。図は、熱サイクル試験を 1200 サイクル実施した時点での画像であり、接合部全体に疲労き裂が進展している様子を確認することができる。また、疲労き裂の表面積を計測したところ、熱サイクル試験のサイクル数の増加に伴い、疲労き裂の表面積がほぼ直線的に増加していることが分かった。疲労き裂の平均進展速度は、 $5.52 \times 10^2 \mu\text{m}^2/\text{cycle}$ と測定された。はんだ接合部の全断面にこの速度で疲労き裂が進展

すると仮定すると、破断寿命は約 2470 サイクルと推定され、実験結果と比較して概ね妥当な推定値が得られた。

3.2 ダイアタッチはんだ接合部における疲労き裂進展

チップ抵抗と同様に、断層画像からき裂とボイドを抽出し、表面積を計測した。3 次元画像では、疲労き裂がはんだ接合部の周辺部のひずみ集中部から発生していること、およびサイクル数が増加するに伴い、はんだ接合部の内部に向かって疲労き裂が進展していることを、明確に捉えることができた。また、疲労き裂の表面積の計測については、初期ボイドの影響があるものの、サイクル数が増えると疲労き裂の表面積も直線的に増加していた。この場合も、破断寿命の推定が可能であった。

4. まとめ

完全な非破壊評価を可能にする放射光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、パワーモジュール等の接合部における実用的な信頼性評価が可能となった。

謝 辞

本研究は、独立行政法人日本学術振興会科学研究費補助金（基盤研究(C) 研究課題番号：15K05708）の助成を得て実施されたことを記し、謝意を表する。

参考文献

- 1) Tsuritani, H. et al., Proc. of ASME InterPACK2015 (2015), InterPACK2015-48553.

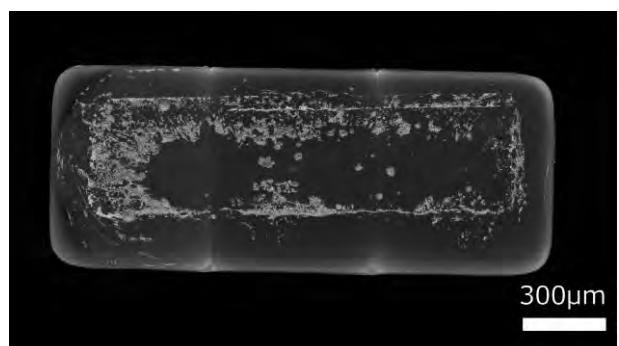


図 ラミノグラフィによるチップ抵抗
はんだ接合部における疲労き裂の可視化

フッ素樹脂の微細加工法の提案とマイクロ流体デバイスへの応用

機械システム課 鍋澤浩文 千葉大学 関 実

1. 緒言

化学工学やバイオ研究を行うためのマイクロ流体デバイスは、用途や目的に応じて様々な基材が用いられている。最近では、生産コストや量産性から樹脂製マイクロ流体チップが用いられることが多く、可視光における透明性や製造工程の容易性から、アクリルやPDMSなどが多く用いられている。しかし、これらは耐薬品性や吸着性の観点から、試薬が限定されるという問題点がある。一方、フッ素樹脂は、耐薬品性や低吸着性などの特性を持ち、フッ素樹脂を基材に用いることができれば試薬の選択性が広がる。本研究においては、反応性イオンエッチング法を用いてフッ素樹脂（PFA）製のマイクロ流体チップを製造し、PDMS 製チップと比較しながら有機溶媒耐性、タンパク質の吸着性について評価を行った。

2. 実験方法

2.1 マイクロ流体チップ

25 mm 角、厚さ 1 mm の PFA 基板上に、反応性イオンエッチングにて幅と深さ 200 μm の直線マイクロ流路を形成した。次に、入出力口を機械加工した PFA 基板と熱接合することにより、PFA 流体チップを製作した。また、同寸法のマイクロ流路を持つ PDMS 流体チップをソフトリソグラフィの手法を用いて作製した。

2.2 試験および測定方法

2.2.1 有機溶媒耐性

製流体チップと PDMS 流体チップの流路入口より、色素の一種であるスーダンブラック（1 % (w/w)）で着色したヘキサンを導入した。ヘキサンは、500 $\mu\text{L}/\text{min}$ の流速で連続的に導入し、10 分間の送液を行った。送液前後の流路を光学顕微鏡で観察し、流路の耐性評価を行った。

2.2.2 タンパク質の吸着性

BSA/FITC（0.01 % (w/w)）溶液を PFA チップと PDMS チップに導入した。次に、PBS 液を導入して流路を洗浄し、流路に吸着した BSA の流路壁面への吸着性について評価を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 有機溶媒耐性

PFA 流体チップと PDMS 流体チップの送液 10 分後の様子を図 1 に示す。PFA チップにおいては、ヘキサンを流したことによる流路構造の変形は見られなかった。ま

た、漏液することなく流速 500 $\mu\text{L}/\text{min}$ で安定して送液することができた。一方、PDMS 流体チップを用いた場合、送液を開始してわずか 5 秒で PDMS が膨潤し、流路構造が閉塞した。シリコーン樹脂の一種である PDMS は有機溶媒を吸収しやすい性質を持っており、流路が閉鎖されたことで安定した送液を達成できなかった。

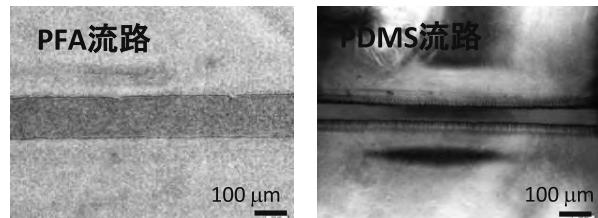


図 1 ヘキサンを流したときの様子

3.2 タンパク質の吸着性

PBS 液で洗浄した後の流路を蛍光顕微鏡で観察したところ、PFA 流体チップでは吸着がほとんど見られなかつた。一方、PDMS 流体チップではタンパク質の吸着による蛍光が見られ、壁面にタンパク質が吸着していることが確認できた。

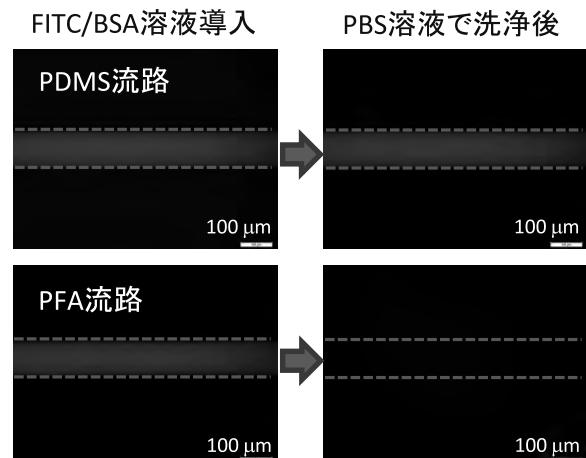


図 2 BSA/FITC 導入後と洗浄後の流体チップ

4. 結言

フッ素樹脂製の流体チップを用いることにより、従来の樹脂製チップで課題となっている有機溶媒の送液、タンパク質の壁面への吸着について改善されることを示した。フッ素樹脂製チップは、有機溶媒や強酸・強塩基を用いた合成系及び分離分析系など、その応用範囲を拡大する可能性がある。

謝 辞

本研究は、科研費（基盤研究(C) 研究課題番号：15K05749）の助成を得て実施したものである。

環境にやさしい水田用自律型中耕除草機の開発

機械システム課 上野 実^{*1}、佐山利彦、金森直希、羽柴利直

農林水産総合技術センター 農業研究所 吉田 稔^{*2}、板谷恭兵

富山高等専門学校 金子慎一郎、高田英治、林 宏樹^{*3}

1. 緒言

水田の除草は、一般的に除草剤が使用されているが、食の安全・安心や環境に優しい農業への消費者の関心の高まりから、できる限り農薬を使用しない農業の実践も求められている。このため、土壤を浅く耕して雑草を取り除く中耕除草機が実用化されているが、旋回時に苗株を踏み潰すことや、一定期間ごとに繰り返しおこなう労力を必要とするため普及していない。

このため、車輪にらせん状の突起をもつアルキメディアンスクリュ用い、前後進時に車輪の突起により中耕除草を行い、苗の列をカメラで認識しながら自律的に苗列に沿って前後進・横移動できる苗列認識アルゴリズムによる制御システムの開発を行った。また、本手法による除草効果や実際に使用する際の運用方法を検証するため、実圃場において除草条件（時期、回数）を変えて作業を行い、無除草区や除草剤処理区に対して、残草量や収量がどう変化するかを比較し、本除草機の除草効果の検証を行った。

2. 除草機の開発及び除草効果の確認

2.1 除草移動機構の開発

車輪径を大型化し、機体の剛性、駆動トルクを向上させたプロトタイプ2号機（図1右）を用い、農林水産総合技術センター農業研究所の田植え後の実圃場において走行性能の確認を行った。車輪径φ180 mmのサイズアッ



図1 プロトタイプ1号機(左)と2号機(右)

プの効果により除草作業を行う前後進時の走行性能は向上し、安定的に走行化可能であることが確認できた。横方向への移動時においてもプロトタイプ1号機と比較して駆動能力ははるかに向上したが、車輪の大型化により接地圧と、浮力が向上したにもかかわらず、スタックすることがあった。このため、車輪径を更に大型化（φ195 mm）するとともに断面形状(たる型)を見直し、横移動時の抵抗の低減を図るとともに、スクリュのピッチ、突起高さの改良を行い、横移動の性能の向上を図った。

2.2 苗列識別と自律走行制御の開発

除草作業（走行）の自律化を図るため、機体前後に取り付けたUSBカメラから、進行方向の画像を取り込み小型CPUボードによるリアルタイム処理により苗列の認識をおこなう自律動作制御について開発を行った。

前後進時の除草作業時においては、苗列に対し一種のライントレース走行を行うこととなる。このため、取り込んだ画像（図2(a)）から苗色の緑をHSV色空間において抽出・二値化（図2(b)）し、マスク画像における抽出ピクセルの列ごとのカウント数を求め、画像中央に向けて存在確率が高いものとして重みづけを施したのちヒストограмを作成（図2(c)）し、その最大値から苗列の方位を推測（図2(d)）した。得られた結果から、左右の車輪の回転速度を算出し、回転差を与えることにより操舵し、自律苗列追従走行を行うこととした。

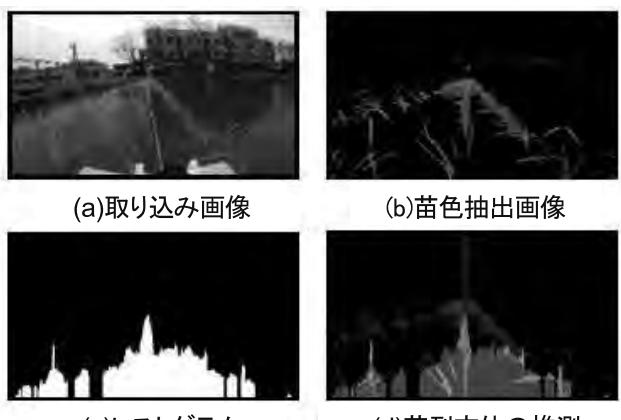


図2 苗列識別アルゴリズム

*1 現 生活工学研究所 *2 現 農業技術課 *3 現 東京工業大学

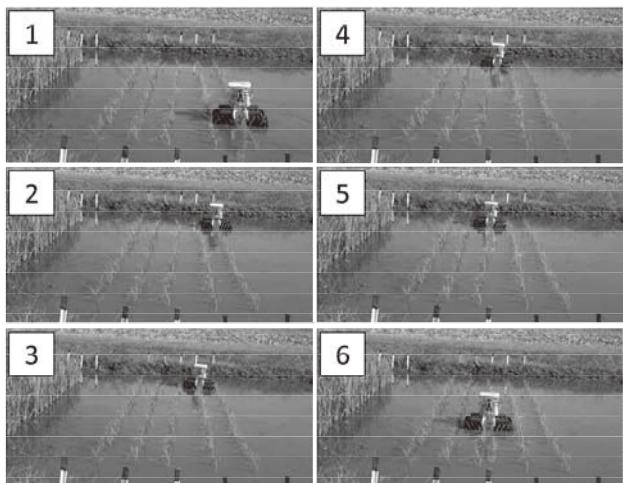


図3 自律苗列追従と苗列切り替え走行

苗列の端部においては、除草を行っていない苗列への横移動・苗列切り替え動作が必要となる。このため、進行方向のカメラ画像から苗列が消失した場合、苗列端部に達したと判定し、苗列切り替えモードに切り替わって、これまでの進行方向とは反対側のカメラの画像から2列分の苗列をカウントするまで、横移動を行い、圃場全面に対し、各モードを交互に切り替える構成とした。

本システムをプロトタイプ1号機に搭載し実圃場において実証実験を行った(図3)。その結果、設定どおり苗列追従、横移動・苗列切り替え動作が連続して動作可能なことが実証できた。

2.3 除草効果の確認

本方式の中耕除草方法の効果的な運用法について、農業研究所の実圃場において実証実験を行った。表1に示すように、除草を開始する時期と除草回数を変え、1週間ごとにプロトタイプ2号機によるマニュアル操作で除草試験を行った。

条間の雑草は車輪による搔き取りや、土壤に埋め込まれることにより効果的に除草されたが、株間においては十分な効果が得られなかった。また、苗列切り替え動作においては車輪の大型化により、横移動時に苗を踏み倒したため欠株が多く発生した。

残草量(乾燥重量)及び収量を比較したところ、無除草区に対し残草量は半減しており、走行回数が多いほど収量が多くなった(表2)。しかし、除草剤処理区に比べると収量は65%と大きく減収しており、除草回数が5回程度では十分でなかったと推測される。

表1 除草試験の条件

試験区	移植後日数(除草日)				
	4日 (5/15)	11日 (5/22)	18日 (5/29)	25日 (6/5)	32日 (6/12)
1(5回)	○	○	○	○	○
2(前期4回)	○	○	○	○	×
3(後期4回)	×	○	○	○	○
4(後期3回)	×	×	○	○	○

表2 除草効果と収量

試験区	残草量 (g/m ²)	無除草 区比(%)	収量 (kg/10a)	完全除草 区比(%)
1(5回)	361	44	498	65
2(前期4回)	431	53	395	51
3(後期4回)	314	38	302	39
4(後期3回)	466	57	315	41
除草剤処理区	22	3	769	100
無除草区	816	100	157	20

3.まとめ

開発した自律型中耕除草機と、車輪を大径化したプロトタイプ2号機を用いて実際の圃場で除草・走行試験を行ったところ、走行性能の向上と除草効果が確認できた。農薬の使用を控えることで高付加価値米を生産する農家では、慣行栽培に対して何割かの減収は見込んでいることから、今後、フィールド実験を重ね実用性について評価を行い、効果的な除草方法の検証を行う予定である。

キーワード：水田、雑草防除、アルキメディアンスクリュ、自律制御

Development of an Autonomous Intertillage Weeding Robot for Eco Paddy Fields

Mechanical System Section; UENO Minoru^{*1} and SAYAMA Toshihiko, KANAMORI Naoki, Hashiba Toshinao

Agricultural Research Institute; YOSHIDA Minoru^{*2} and ITAYA Kyohei

National Institute of Technology, Toyama College; KANEKO Shin-ichiro and TAKADA Eiji, HAYASHI Hiroki^{*3}

We have developed a prototype of an autonomous intertillage weeding robot for paddy field using the Archimedean screw on the wheel. Through the outdoor running experiments in the paddy field, the robot showed a good performance, and herbicidal effect was confirmed.

ナノ粒子担体作製技術に関する研究

電子技術課 坂井雄一、角田龍則*

1. 緒 言

近年、貴金属ナノ粒子材料を中心にさまざまな種類のナノマテリアルが開発されており、酸化物についてもナノ粒子が開発されている。酸化物材料は、機能性電子材料としての側面もあり、貴金属ナノ材料とは異なった応用展開が期待できる。たとえば、酸化物ナノ粒子へ金属ナノ粒子を担持することで、従来の酸化物粉末よりも表面積の大きな触媒担体を得ることができ、ガスセンサや燃料電池用の触媒としての応用が期待できる。今回、酸化物ナノ粒子へのナノ微粒子の担持と燃料電池用触媒としての応用について検討した。

2. 実験方法

酸化物微粒子として平均粒子径が30nmの市販のITO微粒子（NanoTek®、シーアイ化成）を用いた。Ptレジネート溶液もしくはPtコロイド液への含浸法で酸化物微粒子へのPtナノ粒子の担持を試みた。Ptレジネート溶液は、市販のPtレジネート粉末を溶剤に溶解させた液を使用し、酸化物微粒子を含浸させ、170°Cで乾燥したのち、300°Cで焼成した。Ptコロイド液は塩化白金酸を出発原料として調整、酸化物微粒子を含浸させたのち、ろ過、洗浄を行い、130°Cで乾燥した。作製した担体はTEM観察およびXRD、EPMA、XPSによる分析を行った。XPSはC1sによるキャリブレーションを行った。

作製した担体を溶媒に分散したのち、カーボンペーパーに塗布、乾燥することで、燃料電池用の触媒つきのガス拡散層とした。比較試料として、市販のPt担持カーボン粉末(C-Pt)とNafion®溶液、溶剤、水からペーストを調整し、カーボンペーパーに塗布、乾燥することで、触媒つきのガス拡散層を作製した。Pt量はいずれも0.6mg/cm²とし、作製した試料は、市販の固体高分子形燃料電池の簡易セルのカソードに組み込み、電気特性を測定した。

3. 実験結果

仕込み組成でPt量20wt%として作製した粉末試料についてEPMAによりPt量を評価したところ、レジネート溶液、コロイド液から作製した試料について、それぞれ、18.6、19.8wt%であった。図1(a)にレジネート溶液、図1(b)にコロイド液を用いて作製したPt担持酸化物微粒子のTEM像を示す。レジネート溶液から作製した試料は、数から10nm程度のPtの微粒子が20-40nm程度の酸化物微粒子周辺に凝集した構造となった。Pt微粒子が担持されている酸化物微粒子と担持されていない酸化物微粒子が混在していた。一方でコロ

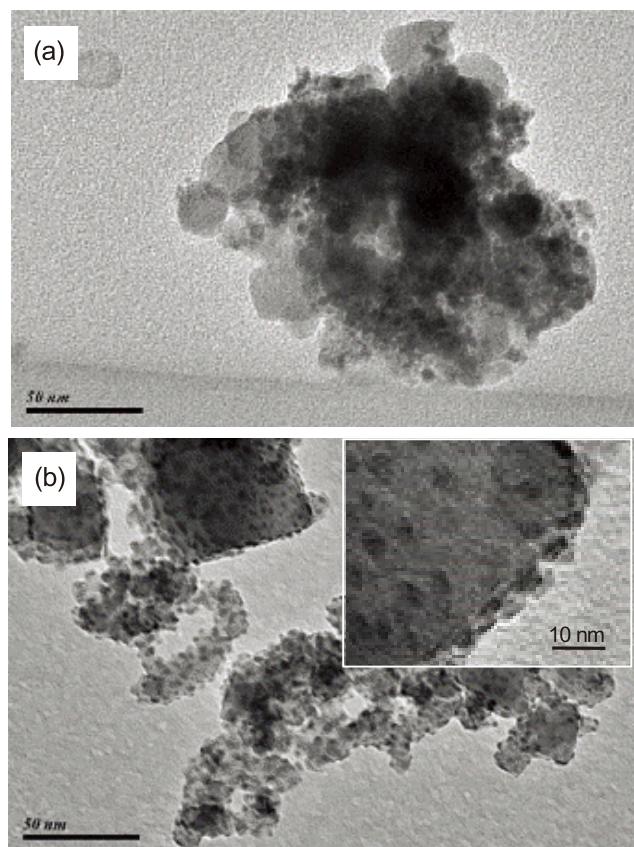


Fig. 1 TEM images of Pt loaded oxides prepared using
(a) organo-metallic solution (OM) and (b)
colloidal Pt.

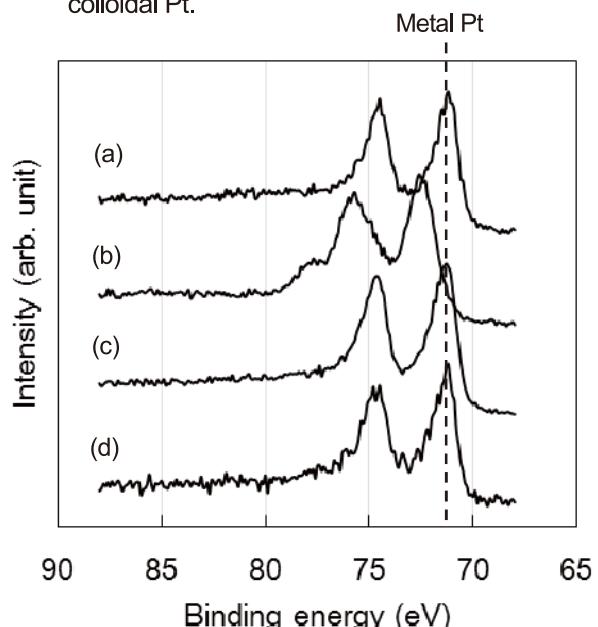


Fig. 2 XPS narrow spectra for Pt 4f orbit of Pt loaded
oxides prepared using (a) OM, (b) colloidal Pt
and (c) colloidal Pt with reduction treatment and
(d) conventional C-Pt powder.

*現 商工企画課

イド液から作製した試料は、5-6nm 程度の Pt 微粒子がいずれの酸化物微粒子にも均一に分散担持された構造となった。作製した Pt 搅拌酸化物について XPS 測定を行った。図 2(a)はレジネート液から作製した Pt 搅拌酸化物、(b)はコロイド液から作製した Pt 携帯酸化物、(c)はコロイド液から作製した Pt 携帯酸化物を還元処理した粒子、(d)は市販の Pt 携帯カーボン触媒について Pt4f 軌道のナロースペクトルを測定した結果を示す。レジネート液から作製した試料や市販の Pt 触媒はバルクの金属 Pt と同じ位置にピークが見られたが、コロイド液から作製した試料は数 eV 高エネルギー側にシフトした。Pt ナノ粒子では粒径が 5nm より小さくなると、電子構造の変化から高エネルギー側にピークがシフトすることが知られているが、¹⁰今回作製した Pt 粒子は TEM 観察より、5-6nm 程度であることから Pt 粒子の微細化の影響ではなく、酸素等との結合によるシフトと考えられた。そこで、水素雰囲気下で熱処理を行ったところ、図 2(c)に見られるおり、金属 Pt の位置へとピーク位置がシフトした。得られた担体を TEM 観察したところ、Pt の粒子径は図 1(b)とほぼ同じであった。

作製した担体を固体高分子形燃料電池の簡易セルに組み込み、酸素ガス、水素ガスを流し、40°Cで電気特性を測定した。表 1 に開放電圧(OCP)を示す。試作した担体を用いたセルの開放電圧は一般的な Pt 携帯カーボンよりも小さな値となつた。これは、作製した担体は酸化物ベースであり、導電率がカーボンよりも小さく、電圧降下が発生したためと考えられる。コロイド液から作製した担体を還元することで開放電圧は増加していることから、Pt や担体の還元が抵抗値の低下に有効であるものと考えられた。IV 測定の結果を図 3 に

示す。コロイド液から作製した試料は Pt 触媒を担持した酸化物、レジネート液から作製した担体、いずれも、カーボンなしで燃料電池として動作することが確認されたが、標準的な Pt を担持したカーボンほどの特性は得られなかつた。担持する酸化物の種類、導電助剤などを検討することさらに特性が向上するものと期待される。

Table I Open circuit potential (OCP) of prepared cell.

Sample	OM	Colloid	Reduced	C-Pt
OCP (V)	0.83	0.64	0.82	0.94

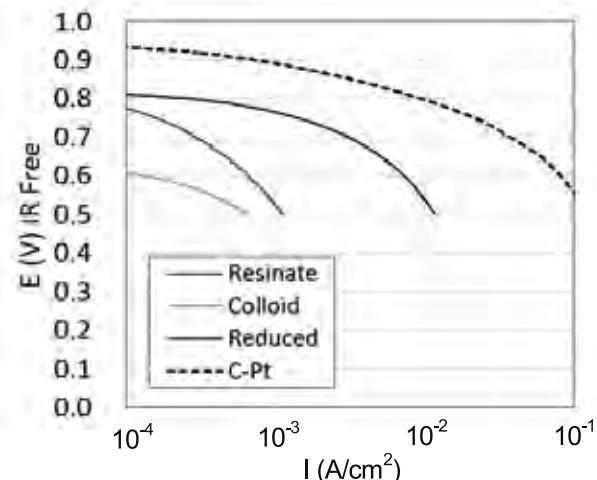


Fig. 3 Polarization curves of prepared cell.

参考文献

- 1) Y. Takasu *et al.*: *Electrochimica Acta*, **41** (1996) 2595.

キーワード：ナノ粒子、触媒、燃料電池

Preparation of Nanoparticles-loaded Oxides

Toyama Industrial Technology Center; Yuichi SAKAI and Tatsunori KAKUDA

Nanoparticles-loaded oxides can be applied to catalysts of gas sensors or polymer electrolyte fuel cells (PEFCs). In this study, Pt nanoparticles-loaded nano-sized oxides were prepared. And then, the prepared oxides were applied to cathode catalysts of PEFCs. Pt organo-metallic (OM) solution or colloidal Pt solution were used as impregnation solution for oxides. Particle size of loaded Pt particles prepared using Pt OM solution was approximately 10nm. The prepared Pt particles using Pt OM solution were aggregated. Particle size of the loaded Pt particles prepared using colloidal Pt solution was approximately 5 nm. The dispersion of the loaded Pt particles was uniform. Binding energy obtained from Pt 4f XPS spectrum of loaded Pt onto oxides prepared using colloidal Pt solution was higher than that of metal Pt. The binding energy became equal to that of metal Pt by reduction treatment. Prepared Pt nanoparticles-loaded oxides were applied to cathode catalysts of PEFCs. It was confirmed that the prepared Pt nanoparticles-loaded oxides act as catalysts of PEFCs by measuring polarization curves. Output power of the PEFCs using prepared oxides were lower than that of the PEFCs using conventional C-Pt catalysts.

らせん状車輪を用いた駆動機構の走行安定性に関する研究

機械システム課 上野 実*、金森直希

1. 緒言

軟弱な土壌や泥ねい地上で作業を行う車両は、土壌のやわらかさや凹凸の影響を受けやすく、安定的に走行するのが困難である。圃場においては、一般的に苗の条間に合わせた広幅のクローラや補助車輪を用い、クローラの長さや車輪の大口径化により接地面積を大きくして接地圧の低減を図り、ラグタイヤ等の突起を用い駆動力を稼いでいる。一方、現在開発中の自律型中耕除草機は、苗が植えつけられたエリア内での旋回を避けるため、らせん状の突起を持ったアルキメディアンスクリュを車輪に用いている。このため、車輪の幅は上記と同様であるが、車輪の径は株間（苗と苗の間隔）の寸法から制約があり、既存のクローラや車輪と比較すると、接地圧の低減や十分な駆動力を得ることが困難である。また、前後進だけでなく横方向への移動も行うことから、軸方向の断面を曲面にする必要があり、さらに不利に働く状況にある。これらのことから、あたえられた制約の中で、駆動力と走行安定性の向上を図るため、車輪の形状の検討と最適化を行った。

2. 実験方法

2.1 ミニ駆動機構の開発

走行を想定している圃場の土壌の状態は、地質や耕作形態によりさまざまであるほか、代掻き・田植えからの経過日数や水管理の状態などにより日々変化する。また、土壌の凹凸も、田植え機や管理機のワダチのほか作業者の足跡などがあり、モデル化によるシミュレーションが困難である。一方、開発を進めている、自立型中耕除草機は車輪径が $\phi 180\text{ mm}$ 以上であり、車輪の形状も複雑であることから、実サイズの車輪を用いての検証を行うのは非効率的である。

このため、車輪の形状による走行性能の評価を行うため、同機構と同様の構造を持つミニ駆動機構を作成し、これにより評価を行うこととした。

作製した、ミニ駆動機構を図1に、主な仕様を表1に示す。各車輪の駆動部はユニット化したため、ホイールベースを含めホイールアライメント等の車両の諸元は容

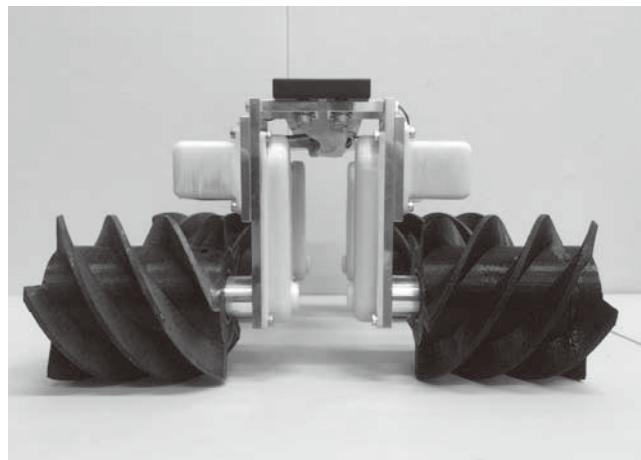


図1 ミニ駆動機構

表1 ミニ駆動機構の主な仕様

諸元	サイズ
サイズ(W×L×H:mm)	290×280×160
ホイールベース(mm)	80~190
車輪外径(mm)	$\phi 50\sim 100$
車輪幅(mm)	90

易に変更可能としている。また、駆動源については、ギヤードモータ及び模型用サーボモータを選択可能とし、用途に応じトルクを選択可能とした。

2.2 ミニ駆動機構による駆動性能の検証

作製したミニ駆動機構を用い、車輪形状及びアライメント変更による走行・駆動性能について検証した。

接地圧と突起高さの違いによる前後進時の駆動安定性について評価するため、車輪幅分の高さを持った円筒にらせん状突起をつけただけの単純形状で比較を行った。ここで、円筒部の直径を車輪内径、らせんの先端径を車輪外径とする。車輪内径は、接地面積や接地圧に反映し、泥ねい地や水中において、車輪自体の浮力の効果も期待できることから、車輪内径を $\phi 60\text{ mm}$ と大きくとり、車輪外径 $\phi 80\text{ mm}$ (突起高さ 10 mm)の車輪を作成した。この車輪を着装し粒径 5 mm 程度の比重の異なる軽量砂粒上で駆動試験を行った。

走行させる砂粒や車輪回転数、接地圧を変えるため機体重量を変化させて試験を行ったが、接地面積が大きいにもかかわらず、十分な駆動力を得ることが出来なかつ

* 生活工学研究所

た。これは、実際の土壤に対し粘性が小さい砂粒を用いたことも一因であるが、突起高さが足りず車輪の回転力を十分に生かし切れていないことが原因と思われた。

このため、車輪内径を $\phi 55\text{ mm}$ に小型化したうえで車輪外径を $\phi 90\text{ mm}$ (突起高さ 17.5 mm) に大型化した車輪で効果を確認した。この車輪で試験したところ、前記の車輪より接地圧が大きくなっているにもかかわらず、比較的大きな駆動力を得ることができた。このことから、駆動性を向上するには、接地圧を多少犠牲にしても、突起高さの確保が重要なことが分かった。

しかし、走行前に砂粒を平たんに整えたうえで直進走行させても、車両が旋回しやすく不安定な挙動を示した。これは、接地面の微妙な変化により車輪の沈み込みが不均一となり、車輪の回転によりさらに車輪の下が掘りこまれさらに、各車輪の駆動力が不均衡となることから発生しているものと思われた。ミニ駆動機構においては、軟弱な土壤の路面自体が接地面積や接地圧の変化を吸収してくれることを想定して、サスペンション機構を省略したが、不安定な土壤においてサスペンション機構が重要な役割を果たしていることが分かった。

2.3 改良車輪による駆動性能の検証

前記の結果を基に、サスペンション機構を持つ中耕除草自動機のプロトタイプ 2 号機の車輪を作成し、実際にフィールドにて走行試験を行った。当初の車輪は車輪内径 $\phi 145\text{ mm}$ 、車輪外径 $\phi 180\text{ mm}$ (中央部突起高さ 17.5 mm)であったが、この車輪では、前後進時においては一定の駆動力は得られていたものの、大きな溝みがあった場合走行できなくなる場合があった。このことから、車



図 2 改良車輪駆動試験

輪内径 $\phi 150\text{ mm}$ 、車輪外径は株間を考慮し $\phi 190\text{ mm}$ までサイズアップを行った。突起高さについては、中央部は 20 mm とわずかなアップであるが、車輪形状の樽型の両端部をさらに絞り込み、両端部の突起高さを 30 mm 程度と大きくした。

この車輪により、実圃場で走行試験したところ、車輪径の $2/3$ 程度がはまり込む大きな轍であっても安定して走行可能となり、横方向の駆動力も大きく向上した。

3.まとめ

作製したミニ駆動機構を用い、車輪の形状やサイズ検証したところ、らせん状車輪の突起高さが駆動力の向上に重要な役割をはたしている事が分かった。また、走行安定性には、各車輪の接地圧の均等化が必要であり、このためには、サスペンション機構が重要な役割を果たしていることが分かった。上記内容を基に、開発中の中耕除草自動機の車輪を改良したところ、走行性能及び安定性の向上を図ることができた。

キーワード：水田、アルキメディアンスクリュ、走行安定性

Study on Running Stability of a Drive Mechanism Using Archimedean Wheels

Mechanical System Section; UENO Minoru* and, KANAMORI Naoki

In a drive mechanism using Archimedean wheels, the improvement of the driving force and stability were studied. First, it has been found that the height of the fins on the wheel surface plays the important role for the improvement of the driving force. Further, the running stability is closely related to the equalization of each wheel ground contact pressure, therefore the improvement of the suspension mechanism is required. Based on the above points, it was possible to improve the running performance and stability.

画像／音響処理用有益信号分離抽出技術の開発

機械システム課 金森直希 羽柴利直

1. 緒言

近年、画像データや音響信号を用いた測定・検査の技術が広く浸透し、より一層の高精度化・高機能化が求められている。また、それらのデータ・信号を用いた診断・認識機能の高度化、あるいは大量のデータ・信号を分析することによる新しい知見の獲得など、画像データや音響信号の活用ニーズが高まっている。しかし、実際の測定機等を使って取得したデータ・信号は、測定時に意図しない信号が重畠される等してノイズを含んでおり、そのままでは目的とする計算に適さない場合もある。

本研究では、X線CT装置で撮影した断面画像を対象として、特徴的な同心円アーティファクトノイズを低減するアルゴリズムを試作した。

2. 同心円状のアーティファクトノイズ

X線CT装置の撮影方式によっては、出力される断面画像上に同心円状のアーティファクトと呼ばれるノイズがしばしば発生する。とくに、X線吸収量の大きく異なる材質を同時に鮮鋭化したい場合に顕在化していく厄介なノイズである。その一例を図1に示す。これは、樹脂と金属が合わさった部品を、富山県工業技術センター機械研究所のマイクロフォーカスX線CT装置（東芝ITコントロールシステム社製 TOSCANER-32250μhd）で撮影・取得した断面画像であり、紙面の手前から奥行方向に756枚の断面画像が積み重なった中の1枚である。画像の中心から少し下寄りの付近に同心円状アーティファクトの中心があることがわかる。同様のアーティファクトが756枚すべての画像に多かれ少なかれ存在する。画像上の特徴を維持したまま同心円状のアーティファクトのみを低減することが本研究の目的である。

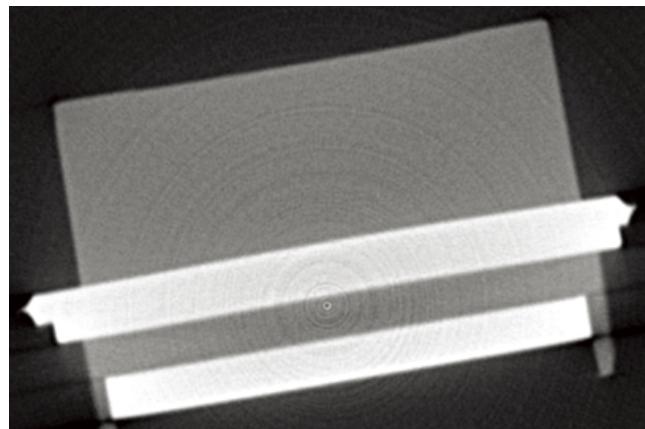
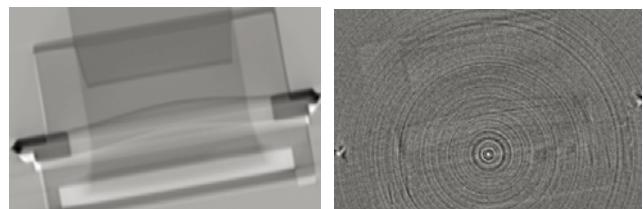


図1 X線CT装置により撮影した断面画像(原画像)

3. 統計的手法による基底画像群の抽出

画像から同心円状の成分をいかに抽出して削除するかがポイントとなる。ここでは、マイクロフォーカスX線CT装置で撮影した756枚すべての原画像に同心円状アーティファクトが見られることを利用して、同心円状の成分とそうでない成分を分離することを試みた。具体的には、「同心円状アーティファクトに似た模様」が支配的となっている画像から支配的でない画像までの一連の画像(画像群)を、統計的処理をベースとしたアルゴリズムにより作成し、基底画像群とした。図2は作成した基底画像群の中の特徴的な画像を示す。図2(a)は同心円状成分がほとんど見られず、図2(b)は同心円状成分ばかりが見られる。



(a) 同心円状成分が少ない (b) 同心円状成分が多い

図2 基底画像群の中の特徴的な画像

4. 同心円アーティファクト低減画像の作成

基底画像を重みづけして足し合わせることで、図3に示すアーティファクト低減画像を作成した²⁾。図1の原画像と比べると、同心円状アーティファクトが抑制されていることが分かる。図1および図3から同心円状アーティファクトの中心部分のみを切り抜いて拡大したものを図4および図5に示す。図4の画像の上半分の白っぽい部分と下半分の黒っぽい部分に跨って発生している同心円ノイズが、図5において低減されたことが分かる。

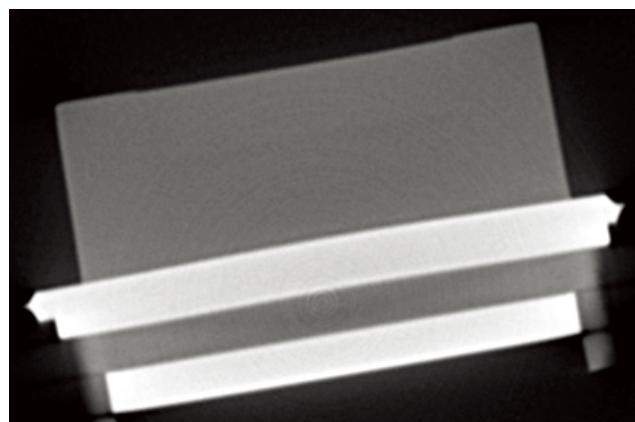


図3 同心円状アーティファクトの低減画像

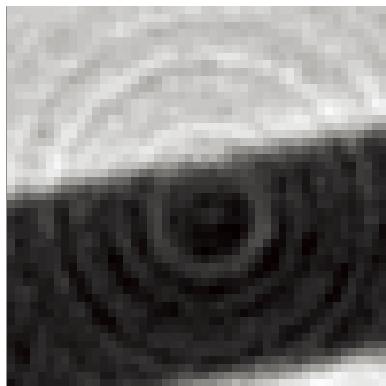


図 4 原画像(図 1 を拡大した画像)

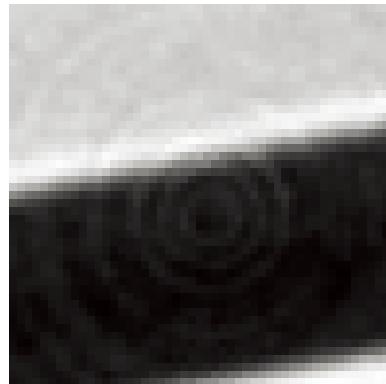


図 5 同心円状アーティファクトの低減画像
(図 3 を拡大した画像)

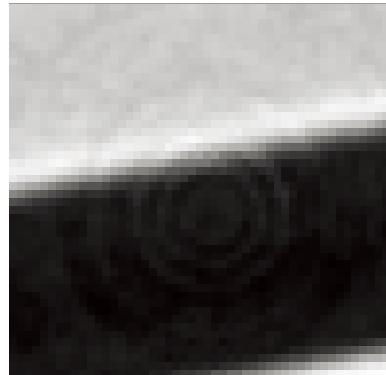


図 6 新たな特徴データに基づく
同心円状アーティファクトの低減画像

5. ノイズ低減効果の向上

「同心円状の模様」をより的確に抽出できれば、断面画像を再構成した際のノイズを低減できると考えられる。そこで、ある断面画像のピクセル値と、付近の他の断層画像の同一ピクセル座標のピクセル値との関係などを特徴量として含むように、原画像群を非線形処理して高次元化した新たな特徴データを作成した。この特徴データに対して、統計的処理をベースとしたアルゴリズムにより基底データを抽出し、前述の 3.と同様に基底データを重みづけして足し合わせた後、2 次元画像を再構成した。図 6 は、再構成した断面画像群の中の 1 枚である。原画像群に対する非線形処理を行わなかった図 5 よりも同心円状アーティファクトが低減したように見える。

6. 結言

X 線 CT 画像（断層画像）に含まれる特徴的なアーティファクトノイズを低減しつつ、各界面周辺ができるだけ「ボケ」ないようにする、すなわち、必要な情報はできるだけ劣化させないようにする画像処理アルゴリズムを検討・試作し、実際の CT 画像群を用いた動作検証により有効性を確認した。

参考文献

- 1) 糸平ほか: マイクロフォーカス X 線 CT によるマグネシウム合金スタッド溶接部のボイド率計測の検討, 福岡県工業技術センター研究報告, 20 (2010) pp. 51-54.
- 2) 金森ほか: 富山県工業技術センター研究報告, 20 (2015) 99-100.

キーワード : 画像処理、音響信号処理、ノイズ低減、統計的信号処理

Development of Beneficial Signal Extraction Method for Image and Sound Processing

Mechanical System Section; Naoki KANAMORI and Toshinao HASHIBA

Concentric artifact appears on images created by micro-focus X-ray CT. In this study, image processing algorithms for reducing the artifacts were investigated, and the performance of the algorithm was tested using actual reconstructed CT images. As a result, it became possible to further reduce the artifacts. Main processing of the algorithm is to calculate the weighted sum of basis images after extracting the base image group from the cross-sectional image group. Furthermore, by calculating the new feature data group including the relationship between cross-sectional images and the original image group, it was possible to further reduce the artifacts.

皮膚由来細胞から多能性幹細胞を分離回収する方法の開発

電子技術課 高田耕児 中央研究所 大永崇 小幡勤

富山大学 長田拓哉 塚田一博 京都大学 嶋田裕

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、これを用いた再生医療が新しい医療として期待されている。成熟細胞を未分化状態に戻し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。中でも皮膚に存在する幹細胞は入手のしやすさから幹細胞供給源として期待される。本研究では皮膚の細胞（線維芽細胞）から幹細胞を分離するための新しい細胞分離方法の検討を行った。

2. 実験方法

幹細胞と結合する抗体付き磁気ビーズは次のように調整した。抗 SSEA3 抗体（または抗 SSEA4 抗体）0.1mg を 1mL の PBS に溶解させ、そこに 20mM NHS-PEG₄-Biotin (Thermo Scientific 社製) を 3μL 加えて室温で 30 分間反応させた。それを脱塩カラムに通して抗体に結合していないビオチンを除去し、ビオチン化抗体を得た。次にストレプトアビジン固定化磁気ビーズ分散液 (JSR Life Sciences 社製) 200μL にビオチン化抗体 44μL を加え室温で 30 分間振とうしてストレプトアビジンとビオチンとを結合させ、PBS で 2 回洗浄したものを抗体付き磁気ビーズとして以下の実験に用いた。細胞として皮膚の細胞の一種である正常皮膚線維芽細胞（以下、線維芽細胞）を用いた。培養した線維芽細胞をトリプシン処理により回収した後、 1×10^4 cells/mL となるように PBS で希釈し、抗 SSEA3 抗体または抗 SSEA4 抗体付きの磁気ビーズ 0.5mg と室温で 5 分間振とうしたものを試料とした。

チップは既報¹⁾と同様のものを作製した。構造を図 1 に示す。Inlet1 から試料を、Inlet2 から PBS をそれぞれシリジポンプにより流速 200μL/min で送液した。試料中のフリーの磁気ビーズはサイズ分離部の上側を流れ Outlet1 から排出される（この液を「廃棄液」とする）。試



図 1 チップの構造

料中の細胞は図 1 のサイズ分離部で下方向へと移動し、Outlet2 から回収される（この液を「回収液」とする）。廃棄液と回収液について、それぞれ磁気ビーズの数、細胞の数を計測した。

3. 実験結果および考察

従来から抗体付き磁気ビーズを用いて細胞を分離する方法は広く用いられている。標的細胞と非標的細胞が混在する懸濁液中に標的細胞のみと結合する抗体付き磁気ビーズを加え、磁石で引き付けて回収する方法である。しかし図 2 に示すように、従来の方法はフリーの磁気ビーズが懸濁液中に大過剰に存在するために、磁石で引き付けた際、フリーの磁気ビーズが非標的細胞や灰雑物を巻き込んで集まり、分離精度が落ちるという問題がある。本研究では、このフリーの磁気ビーズをこれまで開発してきたサイズ分離用マイクロ流体チップ¹⁾によって除去する。

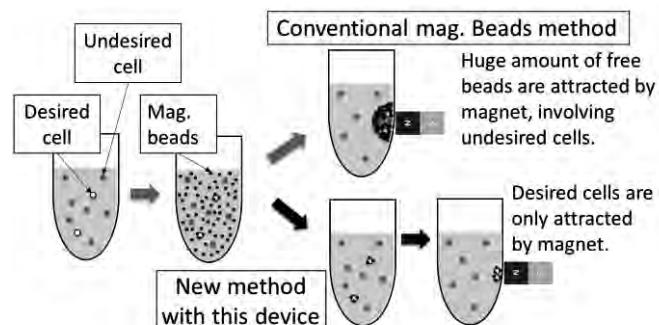


図 2 従来の磁気ビーズ法とチップを用いた新しい方法

標的細胞である線維芽細胞中の幹細胞には幹細胞マーカーである SSEA3 または SSEA4 という抗原が細胞表面に出ていている可能性がある。その場合、標的細胞は抗 SSEA3 抗体または抗 SSEA4 抗体と結合する。これらの抗体を付けた磁気ビーズを線維芽細胞と混ぜたものを試料として、サイズ分離用マイクロ流体チップに流した。

抗 SSEA4 抗体を用いて実験した場合の、廃棄液と回収液の光学顕微鏡写真を図 3 に示す。廃棄液は多数のフリーの磁気ビーズ（直径約 3μm）が見られるのに対し、回収液にはフリーの磁気ビーズは見られない。また、廃棄液には細胞が見られないのに対し、回収液には細胞（直径 10~30μm）が見られる。このことから、サイズ分離用マイクロ流体チップにより磁気ビーズと細胞が分離でき

ることが分かった。細胞に磁気ビーズが結合して見えるものはごくわずかであった (SSEA3 を用いた実験でも同様であった)。これは、今回準備した線維芽細胞の中で、SSEA3 または SSEA4 を表面に出した細胞が非常に少ないと考えられる。また回収した細胞の解析は今回行っていない。今後大量の試料を用いた検討と回収した細胞の解析が必要と考えられる。

抗 SSEA3 抗体と抗 SSEA4 抗体を用いた実験の廃棄液と回収液の磁気ビーズ数、細胞数を計測したものを表 1 に示す。抗 SSEA3 抗体を用いた実験では廃棄液中の磁気ビーズは 21376×10^4 個、回収液の磁気ビーズは 1×10^4 個未満であり (廃棄液と回収液の計測方法を統一しており、これより少ない数は計測できない)、99.995%以上の磁気ビーズが廃棄液側に排出された。それに対し廃棄液中の細胞は 5 個、回収液中の細胞は 2621 個であり、99.8% の細胞が回収液側に排出された。

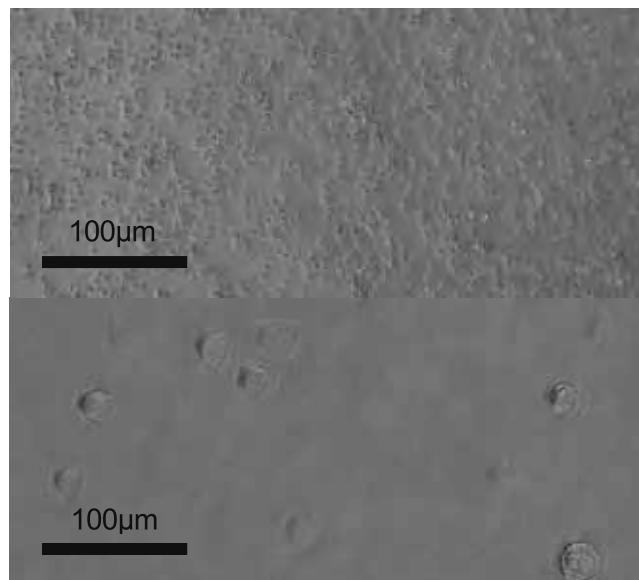


図 3 廃棄液（上）と回収液（下）の光学顕微鏡写真

表 1 廃棄液と回収液の磁気ビーズ数および細胞数
SSEA3

		廃棄液	回収液
磁気 ビーズ	数	21376×10^4 個	$<1 \times 10^4$ 個
	割合	>99.995%	<0.005%
細胞	数	5 個	2621 個
	割合	0.2%	99.8%

		廃棄液	回収液
磁気 ビーズ	数	18752×10^4 個	$<1 \times 10^4$ 個
	割合	>99.995%	<0.005%
細胞	数	9 個	2759 個
	割合	0.3%	99.7%

抗 SSEA4 抗体を用いた実験では廃棄液中の磁気ビーズは 18752×10^4 個、回収液の磁気ビーズは 1×10^4 個未満であり、99.995%以上の磁気ビーズが廃棄液側に排出された。それに対し廃棄液中の細胞は 5 個、回収液中の細胞は 2621 個であり、99.8%の細胞が回収液側に排出された。

これらのことからマイクロ流体チップでフリーの磁気ビーズと細胞とを高精度に分離できることが分かった。

4. 結言

磁気ビーズとサイズ分離用マイクロ流体チップを組み合わせた細胞分離法を開発した。細胞懸濁液に抗体付き磁気ビーズを加えた試料を用いて実験を行い、細胞とフリーの磁気ビーズを分離することができた。この結果から今後様々な実験にこの方法を応用可能となった。

参考文献

- 1)富山県工業技術センター研究報告 29, 92 (2015)

キーワード：マイクロ流体デバイス、細胞分離、幹細胞

Development of a Method for Isolation of Somatic Stem Cells

Koji TAKATA, Takashi OHNAGA, Tsutomu OBATA

Takuya NAGATA (University of Toyama), Kazuhiro TSUKADA (University of Toyama)

Yutaka SHIMADA (Kyoto University)

The method to isolate and analyze somatic stem cells in fibroblast has a potential to be used in study of regenerative medicine, etc. Magnetic beads technic is often used to separate target cells from other cells. But in conventional method, huge amount of free beads are attracted by magnet, involving undesired cells. In this study, microfluidic devices which could be used for size-based cell separation and recovery were used to separate the cells from free magnetic beads. We carried out separation tests using anti-SSEA3 or anti-SSEA4 antibody-attached magnetic beads and fibroblast, and showed that fibroblast were successfully separated from free magnetic beads. This method could be used for accurate cell separation.

全固体型半導体増感太陽電池の開発（Ⅱ）

機械システム課 本保栄治^{*1} 電子技術課 角田龍則^{*2}

1. 緒言

太陽光発電は、枯渇の心配がなく、また環境への負荷が少ないとから様々な太陽電池が研究されている。その中で色素増感太陽電池は低コストで高効率な電池として盛んに研究されているが、電解液の劣化や液漏れなど耐久性が課題である。そこで、色素に代わり半導体化合物を用い、電解液に代わり固体ホール導電体を用い半導体特性を利用した全固体型増感太陽電池の開発を試みた。

本研究では、電子導電層としてスパッタ法で形成した酸化チタン膜に硫化物半導体を増感剤として用いた薄膜、ホール導電層として資源的に豊富で毒性が少ない酸化銅膜を用いた全固体型太陽電池を開発するための基礎研究を行ったので、その概要を報告する。

2. 実験方法

2.1 酸化チタン薄膜および半導体増感剤の形成

太陽電池のn型半導体として用いる酸化チタン(TiO_2)薄膜は、マグネットロンスパッタ装置(ANELVA製SPF-332H)を使用し、金属Tiをターゲットとして、Arガスと O_2 ガスによる反応性スパッタにより形成した。また、半導体増感剤として硫化鉛(PbS)は、 $Pb(NO_3)_2$ メタノール溶液をスピンドルコーターにより塗布し、 Na_2S メタノール溶液に浸漬する工程を繰り返すことにより積層した(SILAR法)¹⁾。

2.2 酸化銅薄膜の形成

2.2.1 スパッタ法による形成

スパッタ成膜に用いるターゲットは、亜酸化銅(Cu_2O)粉末を原料として、Ar雰囲気中、595°Cで加圧加熱することにより作製した。酸化銅薄膜は、マグネットロンスパッタ装置を使用し、Arガス中で形成した。スパッタ条件をTable1に示す。得られた薄膜をX線回折により化合物の生成、SEMにより微細構造を確認し、分光光度計により光吸收、ホール係数測定により電気的特性を評価した。

2.2.2 電解析出法による形成

電解析出法による酸化銅薄膜は、0.4mol/dm³硫酸銅と3mol/dm³乳酸の水溶液を水酸化ナトリウムによりpH12.5調整した溶液中でITO膜が成膜された透明導電ガラスにカソード電析することにより形成した。この時、参照極はHg/HgO電極を対極は銅板を用いた。得られた薄膜をX線回折により化合物の生成を確認した。また、SEMにより微細構造を観察した。

2.3 太陽電池特性の評価

太陽電池特性を評価するためにITO付きガラスに酸化チタン膜を形成し、PbSを積層する。この基板にホール導電層として Cu_2O 薄膜を形成し、さらに対向電極として真空蒸着法によりAu薄膜を成膜した太陽電池セルを作製した。太陽電池特性は、太陽光シミュレータ(分光計器製)を使用して、AM1.5、光強度1kW/m²、面積1cm²の条件で電流密度-電圧(J-V)測定により評価した。

3. 実験結果および考察

3.1 スパッタ法による酸化銅薄膜の形成と評価

酸化銅薄膜を形成するためのスパッタ条件をTable1に示す。Fig.1は、ガラス基板上に形成した酸化銅薄膜のX線回折図である。酸化銅薄膜の結晶型は、 Cu_2O 単相で<100>面に配向している。基板加熱とともに、<111>面の増加が見られる。Fig.2は、室温で形成した膜の断面SEM像である。膜の微細構造は、柱の大きさ100nm程度の柱状構造である。波長550nmから短波長で光吸収が見られる。ホール係数測定により、電気的特性を評価するとキャリアはホールでキャリア濃度は $10^{15} \sim 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 程度あり、基板加熱温度の上昇と共に増加の傾向であった。

Table 1 Sputtering conditions.

	Condition
Target Power(W/cm ²)	2.5
Subst. Temperature	RT~700K
Ar Pressure(Pa)	1.9×10^{-1}

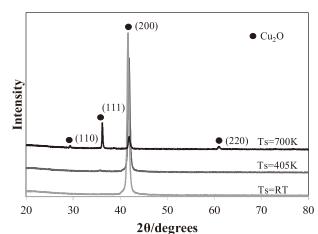


Fig.1 XRD pattern of Cu_2O film deposited by sputtering.

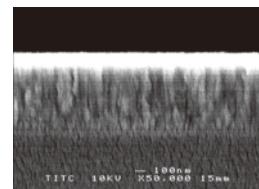


Fig.2 SEM cross section image of Cu_2O film with growth at room temperature.

*1 現 電子技術課 *2 現 商工企画課

3.2 電解析出法による酸化銅薄膜の形成と評価

ITO付きガラス基板を作用極とした時のカソード電流-電位曲線をFig.3に示す。-0.5Vで電流が大きく変化しており、ここから金属Cuが析出していると考えられる。

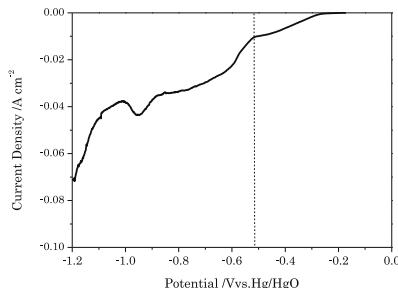


Fig.3 Potential-cathodic current curve.

Fig.4はITO付きガラス基板上に形成したCu₂O薄膜のX線回折図である。薄膜はCu₂O単相で、配向していない。Fig.5はこの薄膜の断面SEM像である。膜は、疎な構造でありホール伝導層として用いるためには、形成条件を検討し緻密化する必要がある。

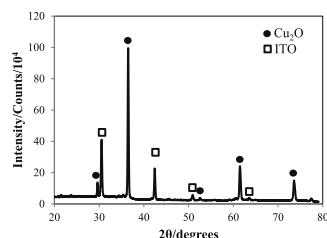


Fig.4 XRD pattern of Cu₂O film formed by electrodeposition.



Fig.5 SEM cross section image of Cu₂O film.

3.3 太陽電池特性

電子伝導層(n型電極)としてスパッタ法によるTiO₂薄膜、ホール伝導層(p型電極)としてスパッタ法によるCu₂O薄膜を使用した太陽電池セルを作製し、その特性を評価した。Cu₂O薄膜は、非加熱で形成した膜厚0.8μmのものとした。n型電極として膜厚10nm～1μm、PbS積層有無を試みたが、短絡電流密度は0.1mA/cm²とほとんど起電力を得ることができなかった。

スパッタ法によるTiO₂薄膜および比較のためZnO薄膜をn型電極として用いた太陽電池セルのJ-V特性をFig.6に示す。得られた特性はオーミック特性であり、pn接合が形成されていないことからCu₂O薄膜がホール伝導層として機能していないものと推測される。

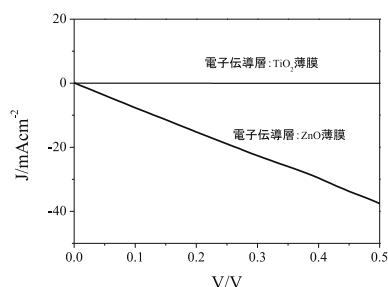


Fig.6 J-V curve of solar cell composed of Cu₂O film.

4. 結言

電子伝導層としてスパッタリング法で形成した酸化チタン薄膜、ホール伝導層としてスパッタ法で形成した酸化銅薄膜による固体型太陽電池について検討した。太陽電池特性を得るためにには、ホール伝導体の電気特性を向上させることが必要である。

参考文献

- 1)富山県工業技術センター研究報告 No.29(2015)p.111-112

キーワード：スパッタリング法、酸化銅、酸化チタン、硫化鉛、太陽電池

Development of Semiconductor Sensitized Solid-State Solar Cells

Mechanical System Section; Eiji HONBO and Electronic Engineering Section; Tatsunori KAKUDA

Cuprous oxide (Cu₂O) films were prepared by sputtering method and electrodeposition for a hall conductor. The structural and electrical characterizations of the deposited films were examined by X-ray diffraction and the Hall effect measurement. Films deposited by sputtering and electrodeposition were ⟨100⟩-oriented and non-oriented Cu₂O films, respectively. Solid state solar cells were formed Titanium dioxide (TiO₂) film on ITO glass substrate as an electron conductor, Cu₂O film as a hall conductor and Au film as a back contact. However electrical property of the cells was ohmic.

リチウムイオン2次電池用多層セパレータの開発

電子技術課 角田龍則*

1. 緒言

現在の社会において、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的な発電供給が難しく、そのシステムの中で蓄電デバイスが必要不可欠かつキーとなる部材となっている。そのようなことから、充放電可能な2次電池の需要は順調に拡大しており、今後も市場から強い要求があると考えられる。そのような2次電池の中でも特に導電物質にリチウムイオンを利用したものは、軽量化が可能で高いエネルギー密度が得られる。小型で高出力が要求されるデバイスにおいては、すでに広く普及している。これらの電池材料の開発は、多くの大学や企業で活発に進められており、高容量、高出力、高いエネルギー密度、長期信頼性およびサイクル特性の向上などを目指して研究がすすめられている。

現在、正極と負極の短絡を防ぐセパレータにはポリオレフィン（ポリエチレン、ポリプロピレン）多孔質膜が採用されている。本研究ではセパレータに耐熱性の高いポリイミド樹脂を採用し、多孔性を付与するため無機フィラーを添加して、成膜後分解除去することとした。作製したポリイミド膜をセパレータとして電池セルを試作しその電池特性を評価した。

2. ポリイミド多孔質膜の作製

ポリイミド粉末を、NMPに溶かし15%のポリイミド溶液を作製した。その溶液に酸化チタン粉末を一定量混合し、ガラス基板にコーティングで塗布した。塗布した膜は150°Cで乾燥硬化した。乾燥した膜が、約20μmになるようコーターのギャップ幅を調整した。その後、酸化チタン粉末をフッ化水素酸により分解し、蒸留水で洗浄後、真空乾燥して多孔質膜を得た。まずは、得られた膜の熱分析を行った。図1はそのDSC曲線を示す。

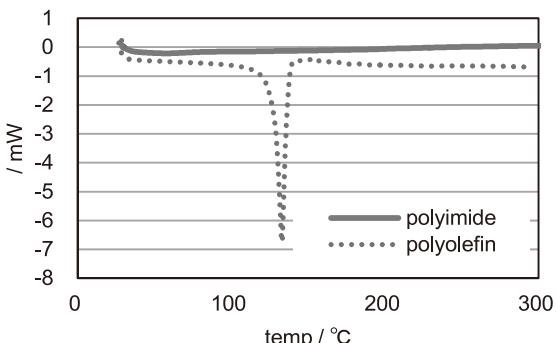


Fig.1 DSC curves for polyimide film and polyolefin film.

従来のセパレータであるポリオレフィンでは約120°Cで融解のピークがみられる。ポリイミドでは、融解ピークがなく、作製した膜は、従来のポリオレフィンのセパレータよりも高い耐熱性をもつことがわかる。

図2は使用した酸化チタンのSEM画像である。

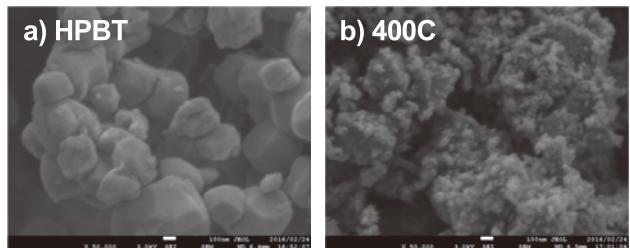


Fig.2 SEM image of titanium oxide particles.

HPBTと400Cの2種類の酸化チタン粉末を使用した。HPBTは、直径が300~500nmの粒子である。400Cは、直径は300~500nmで、表面に数十nmの酸化チタン粒子を付着させた2種類の径の粒子を混合させたものである。

次に、酸化チタン添加量を変えて膜を作製した結果を示す。図3は酸化チタンHPBTを使用した時の膜表面のSEM画像を示す。

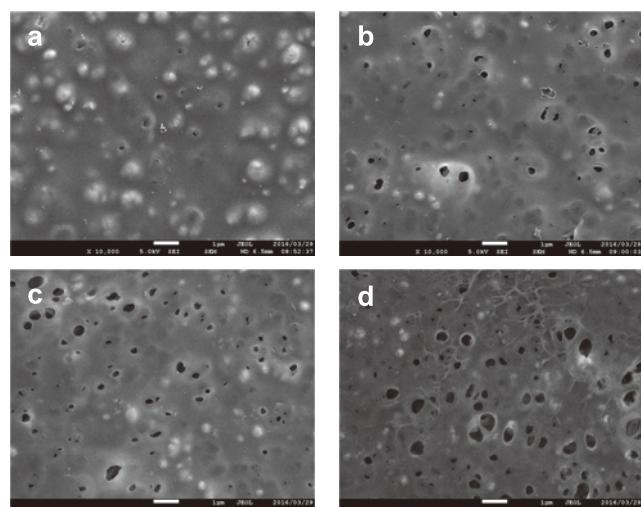


Fig.3 SEM image of the polyimide film surface prepared with HPBT titanium oxide.

polyimide : TiO₂(HPBT) = a) 1:1 b) 1:2 c) 1:3 d) 1:4

樹脂と酸化チタンの比率をdの1:4にした場合もっとも表面に空孔が見られた。また、ところどころ酸化チタン粉末が分解しきれずに内包されている様子も確認できた(SEM画面上で白い部分)。これは、酸化チタンの添加量を増やすことで改善されているように見える。しか

* 現 商工企画課

し、さらに酸化チタンの添加量を増やすと樹脂との混合分散が難しくなり、またペースト粘度が高くなつて、コーターによって塗布することが難しくなる傾向があつた。図4は酸化チタン400Cを使用した時の表面SEM画像を示す。

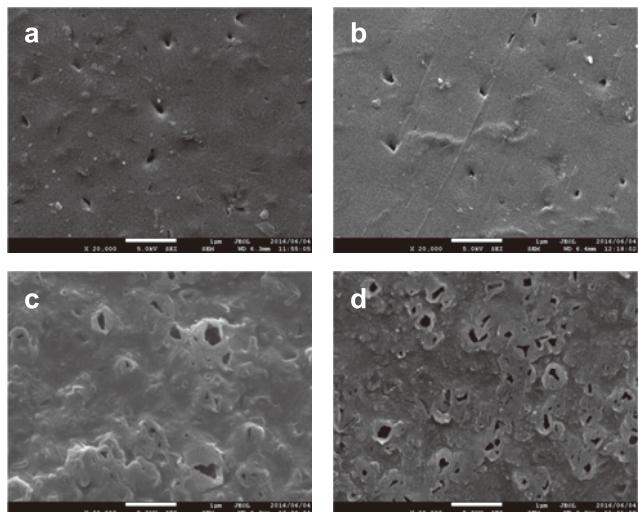


Fig.4 SEM image of the polyimide film surface prepared with 400C titanium oxide.

polyimide : $\text{TiO}_2(400\text{C}) = \text{a)} 1:1 \text{ b)} 1:2 \text{ c)} 1:3 \text{ d)} 1:4$

樹脂と酸化チタンの比率をdの1:4にした場合もっとも表面に空孔が見られた。また、HPBTの酸化チタンを使用したときと比較すると酸化チタンが分解されず内包している様子は確認できなかつた。さらに、dのもつとも酸化チタンを多く添加した場合は、表面にひび割れのような亀裂が確認できた。

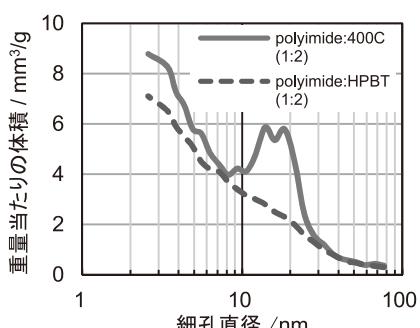


Fig.5 Pore size distributions of the polyimide films prepared with different titanium oxide particles.

BJH法による解析をおこなつた。窒素吸着による細孔分布測定の測定範囲は数nmから100nm以下であるため、

得られたポリイミド膜（ポリイミド：酸化チタン=1:2）の細孔分布測定をおこなつた。図5は膜の細孔体積と細孔直径の分布を示す。測定は窒素吸着によりおこない、

両方の膜で数百nmの細孔は測定できていない。400Cを使用した場合は20nm前後で細孔分布が確認でき、酸化チタン形状と同じ形状の細孔が形成されていることがわかる。

3. 充放電特性およびインピーダンス特性の評価

負極にリチウム金属、電解液に1mol/L LiPF₆ EC:DEC [1:1v/v%]を用いたハーフセルを作製した。その充放電試験と交流インピーダンス特性を評価した。図6は放電特性を示す。電池の充放電特性を示したのは、ポリイミドと400Cを1:3の比率で混ぜて作製したフィルムのみであつた。また、そのときの2次電池の容量は、従来のポリ

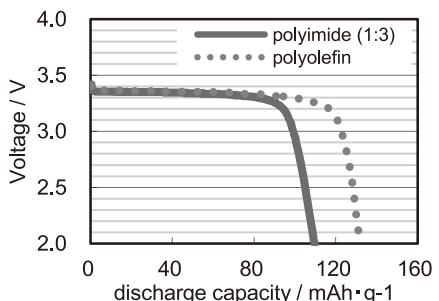


Fig.6 Discharge characteristic of polyimide separator and polyolefin separator.

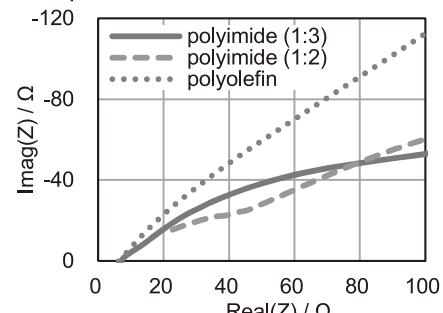


Fig.7 Cole-Cole plot for half cell of polyimide separator and polyolefin separator.

オレフィンセパレータの約8割(110mAh/g)であった。

図7は交流インピーダンス特性を示す。交流インピーダンス測定では、放電特性をしめしたポリイミドと酸化チタン400Cを1:3で混合したもののが、従来のセパレータを使用した場合とほぼ同等(実軸との交点が7Ω)の抵抗値を示した。

4. 結言

ポリイミドを使用した多孔質膜を作製することができた。また、その膜を使用してリチウムイオン2次電池の性能を評価することができた。電池の初期容量はポリオレフィンセパレータを使用した場合の約8割であった。

キーワード：リチウムイオン2次電池、ポリイミド、セパレータ、酸化チタン粒子

Investigation of rechargeable lithium ion battery separator

Electronic engineering section; Tatsunori KAKUDA

In this study, we improved the thermal durability of lithium ion battery by using polyimide separator. We measured charge-discharge properties by using the polyimide and polyolefin separator. The discharge capacity was 110 mAh/g at using the polyimide separator.

熱伝導特性に優れた高性能吸音材の開発に関する研究

機械システム課 羽柴利直、金森直希 中央研究所 石黒智明

1. 緒言

情報機器、産業機械、自動車等の製品の低騒音化には、吸音材の使用が不可欠であるが、吸音材は一般に熱伝導特性が悪く、製品に貼付することにより放熱性が悪化する。放熱性を改善するためにより多くの通風孔や大きな空冷ファンを設けると、コストの問題が生じるだけでなく、かえって外部に放射される騒音が大きくなり、対策が悪循環に陥りやすい。また、輻射空調パネルの設計においては、通常は伝熱素材と吸音素材の両方が必要となり、コストの抑制が課題となっている。

本研究では、これらの製品の低騒音化、コストや部品重量の抑制を実現するため、一般には両立が困難とされている吸音特性と熱伝導特性を両立する吸音材の開発に取り組んだ。

2. 実験方法

2.1 使用材料

前報¹⁾において、熱伝導特性が良好な金属であるアルミを纖維状にしたアルミ纖維（線径 100 μm）と、比較的入手が容易な化学纖維であるポリエステル纖維（線径 15 μm）を選定し、吸音特性、熱伝導特性を調査した。この結果、アルミ纖維は密度や厚さによらず良好な熱伝導特性を示したが、吸音率は低くなつた。一方、ポリエステル纖維は、熱伝導特性が極端に悪い結果となつたが、密度の低い状態では、幅広い周波数範囲において、吸音率が高くなつた。これは、細い纖維により細分化された纖維間の空隙の空気粘性による吸音効果によるものと推測される。逆に、密度の高い状態では吸音率が低くなつたが、これは、吸音効果をもたらす纖維間の空隙が大幅に減少したためと考えられる。

製造上の問題により、線径が細いアルミ纖維は桁違いに製造コストが大きくなるため、アルミの細線の実用化への適用は現実的ではないと考えられる。また、細線のみで熱伝導特性を改善するために高密度化すると、上述の理由により、吸音率が低下することが考えられる。そこで、入手が容易な線径 100 μm のアルミ纖維に伝熱性のある細い炭素纖維（線径 7 μm）を混合することにより、吸音特性および熱伝導特性の改善を試みた。

炭素纖維は、アルミ纖維との混合のため、チップ状に裁断されたものを用い、厚さ 40 mm、密度 48 kg/m³ のアルミ纖維およびこれを厚さ 20 mm、10 mm に圧縮したア

ルミ纖維に、重量比 10~20% の割合にて混合した。なお、20%以上では炭素纖維が分離し、均一な混合ができなかつた。

2.2 吸音特性の測定方法

吸音特性の評価のため、図 1 に示す治具を用いて、試料を所定の密度、厚さになるように音の試料背後全反射面となる丸棒にて圧縮し、この状態のまま、治具を音響管（ブリュエル・ケー・ジャパン製 4206）に設置して、2 マイクロホン伝達関数法により、試料の垂直入射吸音率を測定した。

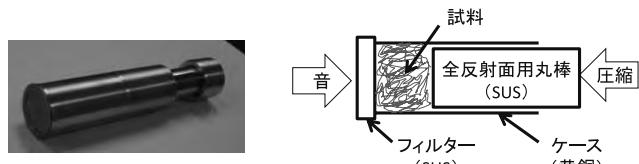
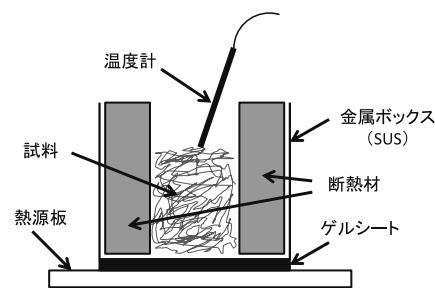


図 1 吸音率測定用治具

2.3 熱伝導特性の測定方法

図 2 に示すように、側面に硬質の断熱材を配置した金属ボックスに試料を入れ、所定の密度、厚さになるように圧縮して、この金属ボックスを温度 40°C の定温熱源板に置き、5 分後の放熱面（試料上面）の中央部の温度を測定した。測定時の環境温度は約 22°C であり、この温度との差により、熱伝導特性を評価した。



3. 実験結果および考察

垂直入射吸音率の測定結果を図 3 に示す。

厚さ 10 mm の試料では、炭素纖維の混合割合が 10% では吸音率に変化がほとんど見られなかったが、20% の混合割合では、4,000 Hz 以上の周波数において、吸音率が 0.1 度向上した。厚さが 40 mm の試料では、炭素纖維の混合により、5,000 Hz 付近の周波数における吸音率が最大で 0.1 度向上し、最も吸音率の高い周波数において

は0.6程度を維持した。

これは、比較的大いアルミ纖維の間の大きな空隙が炭素纖維により細分化され、空気粘性による吸音効果が高まつたためと考えられる。特に、厚さが10mmの試料では、一般的な吸音材として比較のために測定したウレタンフォームよりも、20%の炭素纖維を混合した試料は4kHz以上の周波数領域において大幅に高い吸音率を示しており、吸音材を入れる壁や天井のパネル構造により低周波数の吸音率を高めれば、幅広い周波数領域において、高い吸音率が得られると考えられる。

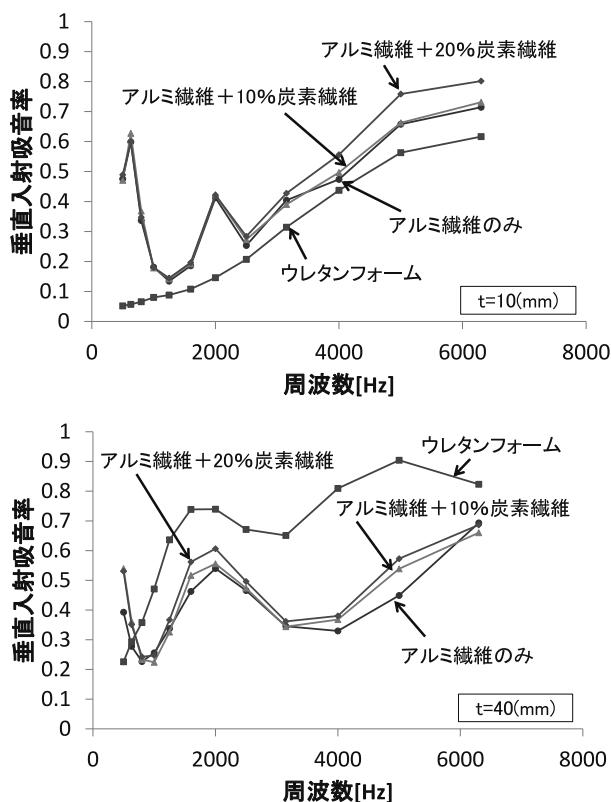


図3 吸音率測定結果

また、熱伝導特性の測定結果を図4に示す。
アルミ纖維に炭素纖維を混合することにより、40°Cの

定温熱源に対する放熱面の温度で評価した熱伝導特性が、最大で約4°C改善した。特に、厚さ40mmの試料では、炭素纖維を20%混合したアルミ纖維の放熱面の温度は31.4°Cとなり、比較のために測定したアルミのバルク材の温度(32.1°C)に近い値となった。

これは、細い炭素纖維が太いアルミ纖維をつなぎ、伝熱性纖維のミクロ的な接点および熱伝導の経路が増加したためであると推測される。特に、厚さが10mm、20mmの試料は、炭素纖維の混合割合がわずか10%でも熱伝導特性が大幅に改善しており、アルミ纖維の熱伝導特性の改善に効果的であることが明らかになった。

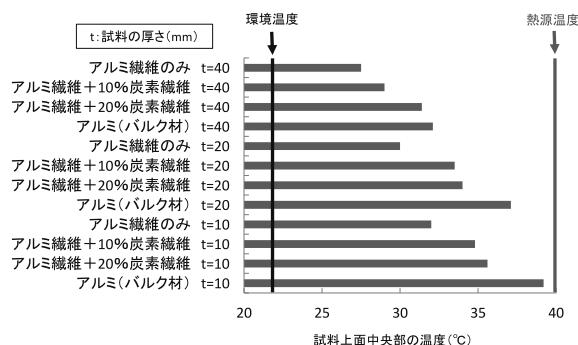


図4 熱伝導特性の測定結果

4. 結言

線径100μmのアルミ纖維に線径7μmの炭素纖維を混合することにより、4kHz以上の高い周波数領域における吸音特性が改善すること、および熱伝導特性が大幅に改善することが明らかになった。今後、吸音材を建材パネル等に適用したときのこれらの特性を評価し、実用化につなげたい。

参考文献

- 1) 羽柴ほか; 富山県工業技術センター研究報告, 29 (2015), pp. 109-110.

キーワード: 吸音特性、熱伝導特性、金属纖維、炭素纖維、吸音材

Study on the Sound Absorbing Materials of Good Thermal Conductivity

Mechanical System Section; Toshinao HASHIBA, Naoki KANAMORI, Material Technology Section; Tomoaki ISHIKURO

The aim of this study is to develop sound absorbing materials with good thermal conductivity. Sound absorption coefficient and thermal conductive property of some aluminum fibers mixed with carbon fibers were measured. As a result of the experiment, the sound absorption coefficient was improved in frequency range above 4 kHz, and much better thermal conductive property was obtained as compared to that of aluminum fiber.

有機薄膜太陽電池作製プロセスの簡略化に関する研究

電子技術課 寺澤孝志 機械システム課 本保栄治*

1. 緒言

有機薄膜太陽電池（OSC : Organic thin-film Solar Cell）は、a-Si 太陽電池（変換効率～12%程度）を目標に開発が進められているが、大面積化、高価な先端材料、信頼性の確保等の問題がある^{1),2)}。本研究では、作製プロセス、および材料構成（p 型材料、色素、n 型材料、電極、保護膜）の検討を行った。その結果、ITO 電極のクリーニング、n 型材料の導電率の調整、色素層の導入が、OSC 作製の歩留まりと変換効率の向上に寄与することが判った。

2. 実験方法

2.1 使用材料

基板は、パイラックスガラス（50mm×50mm×1mm）を用いた。電極材料は、ITO（透明電極）、および Al を用い、それぞれスパッタリングにより成膜した。ITO 電極、および Al のシート抵抗は、それぞれ $3.3\Omega/\text{sq}$.（膜厚 350nm）、 $1.0 \times 10^{-1}\Omega/\text{sq}$.（膜厚 450nm）であった。p 型材料は、ポリアニリン（8wt%-NMP 溶液）を用い、スピンドルコートにより塗布、乾燥して成膜した。p 型材料の導電率の調整が必要な場合は、よう素によるドーピングを行い使用した。色素のクロロフィル a（以下、色素 C とする）、およびヘマトポルフィリン（以下、色素 H とする）は、0.1M/L-C₂H₅OH 溶液を調整しスピンドルコートにより塗布、乾燥して成膜した。n 型材料は、フラーレン C₆₀を用い真空蒸着で成膜した。また、n 型材料の導電率の調整が必要な場合は、Ca 電極を Al 電極の下地として使用した。SiO₂ 保護膜は、スパッタリングにより成膜した。

Fig. 1 に、OSC の 7 層構成と膜厚を示す。

試作した OSC の実効面積は、0.5cm²である。各層の膜厚は、p 型材料で 70nm、色素 C で 50nm、色素 H で 100nm、n 型材料で 150nm とした。



Fig. 1 Structure of organic thin-film solar cell.

2.2 有機薄膜太陽電池の特性評価

OSC の特性評価は、定エネルギー一分光感度特性測定装置（CEP-25）と校正用検知器 Si 系フォトダイオード（BS-520）、共に分光計器（株）製を用いて行った。

定フォトン測定（量子効率－波長特性）は、照射フォトン数 $N_p=10^{15}$ で行った。量子効率 η は、変換された電荷数 N_E を用いて次式で表される。

$$\eta = N_E / N_p \quad (1)$$

OSC の出力測定（I-V 特性）は、白色光強度 100mW/cm² で行った。変換効率 η_n は、開放電圧（V_{oc}）、短絡電流密度（J_{sc}）、曲線因子（FF）を用いて次式で表される。

$$\eta_n = V_{oc} \cdot J_{sc} \cdot FF \quad (2)$$

Fig. 2 に、作製した有機薄膜太陽電池の概観を示す。

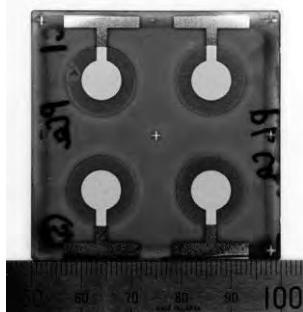


Fig. 2 Overview of organic thin-film solar cell.

3. 実験結果および考察

ITO 成膜前、および p 型材料の塗布前に、基板の表面クリーニングを目的に、酸素プラズマ処理を行った。その結果、均質な ITO 膜（Fig. 1 の①）、および p 型薄膜（②）の成膜が可能となり、③の色素層以降を詳細に調査できるようになった。Fig. 3 に、OSC における色素の有無と量子効率の関係の一例を示す。

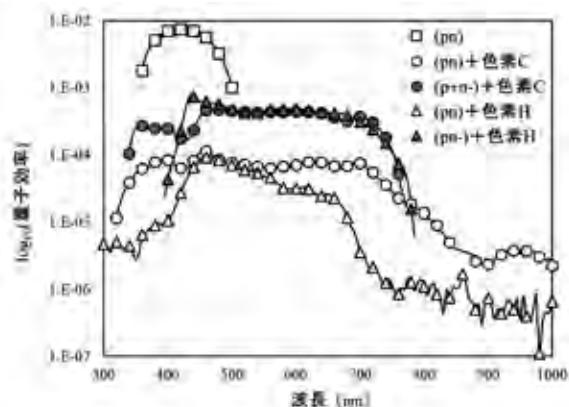


Fig. 3 Relation between dye and quantum efficiency.

*現 電子技術課

色素無しの (□) では、350~500nm の範囲のみで、pn 接合による吸収ピークが見られた。Fig. 1 の③に、色素 C、または色素 H の層を設けた (○)、(△) では、それぞれ色素由来の 350~800、450~700nm の広範囲において光电変換がなされることが確認できた。さらに、③層近傍で分離した電荷 (⊕、⊖) が、②層、または④層において失活しないよう導電率を調整した OSC も作製した。Fig. 3 では、p 型材料、n 型材料の導電率を調整したものと、それぞれ p^+ 、 n^- と表記した。色素 C では、②、④層ともに調整した p^+ 、 n^- を用いたもの (●) の特性が最も良かった。色素 H では、④層のみを調整した n^- を用いたもの (▲) の特性が最も良かった。

Fig. 4 に、OSC の I-V 特性の一例を示す。

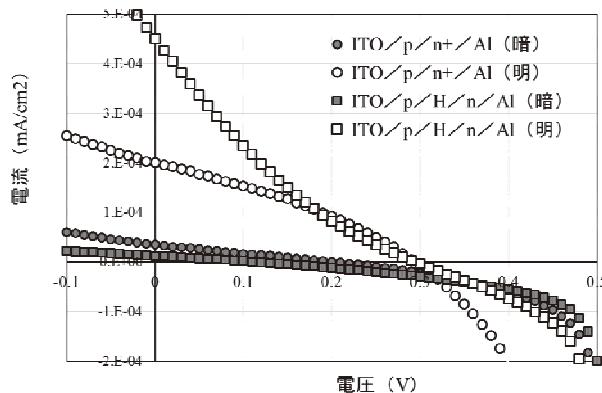


Fig. 4 I-V characteristics of organic thin-film solar cells. (●、○) は、pn⁺ 接合のみの OSC [ITO/p/n⁺/Al] の暗状態、および明状態での特性である。また、(■、□) は、色素 H の層を設けたときの OSC [ITO/p/H/n/Al] の暗状態、および明状態での特性である。これより、表 1を得た。

以上、Fig. 3 の結果より、pn 接合のみの OSC では、吸収帯域が限られるが、色素層を導入した OSC では吸収帯域が拡がり、白色光を有効利用できることと、n 型材

Table.1 Photoelectric conversion characteristics of OSC.

構成	開放電圧 (V)	短絡電流密度 (mA/cm ²)	曲線因子	変換効率 (%)
[ITO/p/n+/Al]	0.29	2.0×10^{-4}	0.33	1.9×10^{-5}
[ITO/p/H/n/Al]	0.29	4.5×10^{-4}	0.18	2.3×10^{-5}

料の導電率を調整が必要であることが判った。現在 n 型材料の膜厚を 150nm 程度としているが、p 型材料程度 (70nm) まで薄膜化すれば、量子効率は向上するものと考えている。また Fig. 4 の結果より、開放電圧は、0.3V 程度であるが、電流密度は色素層の導入により向上できることが判った。

Fig. 1 に示したように OSC は、7 層構造をしており、確認のため SEM 観察を行った。Fig. 5 に、その結果を示す。柔らかい有機薄膜層（均一膜厚）が電極間にあることが確認でき、設計どおりに OSC が作製できた。



Fig. 5 Cross-sectional SEM image of OSC.

4. 結言

有機薄膜太陽電池 (OSC) の作製プロセス、および材料構成 (p 型材料、色素、n 型材料、電極、保護膜) の検討を行った。その結果、ITO 電極のクリーニング、色素層の形成、n 型材料の導電率の調整と薄膜化が、OSC 作製の歩留まりと変換効率の向上に寄与することが判った。

参考文献

- 1) 富山県工業技術センター研究報告 26, 132-133 (2012)
- 2) T. Terasawa, JSAP, M&BE5, ABSTRACTS, A-P3 (Mar. 2009)

キーワード：有機薄膜太陽電池、作製プロセス、材料構成、量子効率

Study on Simplification of Manufacturing Process for Organic Thin-film Solar Cells

Electronic Engineering Section; Takashi TERASAWA, Mechanical System Section; Eiji HONBO

Organic thin-film solar cells (OSC) have been developed to target a-Si solar cells (about conversion efficiency to 12%). However, OSC of larger area, use of expensive advanced materials, ensuring reliability, etc., there are a lot of problems to be solved. In this study, we examined manufacturing process of OSC and material constituting (p-type conductive polymer, dye, n-type fullerene). As a result, cleaning for ITO electrode, formation of absorbing intermediate layer by dye, adjustment of conductivity and thinner-film in n-type fullerene, were found to contribute to the improvement of yield in manufacturing process and conversion efficiency of OSC.

フレキシブルなセラミックス圧電素子の作製

電子技術課 升方康智、坂井雄一

1. 緒言

近年、ウエアラブルデバイスなどに向けたフレキシブルデバイスが盛んに開発されているが、それに伴い、フレキシブル発電素子の開発が期待されている。フレキシブル発電素子としては、有機圧電体、薄膜セラミックス、高分子複合圧電体などが検討されているが、圧電性、柔軟性を両立し、簡単なプロセスで作製できる手法は開発されていない。今回、比較的低温で高品質な圧電体結晶を作製可能なゾルゲル法¹⁾に着目し、フレキシブル圧電素子の開発を目指した。フレキシブル圧電体の作製には屈曲性のある基板材料を用いる必要があるが、まずはセラミックス基板上へのPZTゾルゲル膜の作製方法を検討し、評価を行った。

2. 実験方法

2.1 試料作製方法

PZT ゾルゲル膜の作製には、(株)高純度科学研究所製 PZT-20(110/52/48)を用いた。ZrO₂ 基板上に Pt(0.6μm)/Ti をスパッタ法により形成した下部電極上にゾルゲル液を滴下し、スピンドルコート法により塗布した。スピンドルコートは、1000rpm×10s→4000rpm×30s の条件で行った。ゾルゲル液を乾燥した後、仮焼成により有機成分を分解し、所定の温度で焼成を行い、PZT を結晶化させて PZT ゾルゲル膜を作製した。乾燥、仮焼成はホットプレートで行い、焼成は焼成炉で行った。なお、焼成はゾルゲル液の塗布 3 層ごとに行うこととした。

2.2 試験および測定方法

ゾルゲル液について TD-DTA 測定を行い、溶剤の乾燥温度、有機物の燃焼温度を調べ、乾燥、仮焼成温度を決定した。作製した PZT ゾルゲル膜について SEM による表面、断面観察を行い、X 線回折チャートの焼成温度依存性を測定し、結晶性の評価を行った。焼成は、(1)通常の焼成(昇温速度:20°C/min)と、(2)一定温度に保った焼成炉に試料を直接導入することで急加熱する方法によって行った。作製した薄膜に熱硬化型銀ペーストを塗布して上部電極を形成し、電気特性の測定を行った。

3. 実験結果および考察

ゾルゲル液の TG-DTA 測定結果を、Fig. 1 に示す。40°C 付近から 70°C 付近まで、溶剤の揮発により吸熱を伴う重

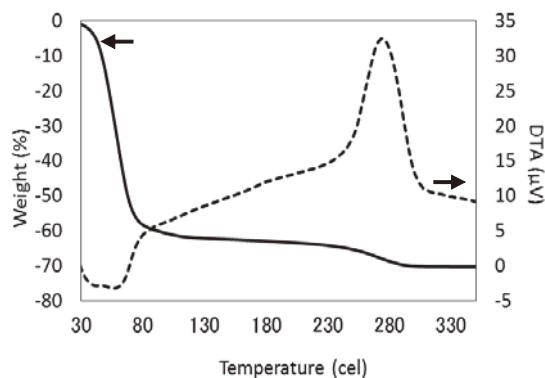


Fig. 1 TG-DTA curves of PZT sol-gel liquid.

量減少が確認され、120°C付近で重量変化は少なくなった。さらに温度を上昇させると、240°C付近から300°C付近の温度領域において、有機分の燃焼により発熱を伴う重量減少が確認された。以上から、乾燥温度は120°C、仮焼成温度は300°Cとした。なお、300°Cの熱処理により有機成分が消失することは、赤外分光分析によても確認した。

Pt/Ti/ZrO₂ 上にゾルゲル液の塗布を6回繰り返した膜(焼成温度700°C)表面のSEM像をFig. 2(a)に、断面のSEM像をFig. 2(b)に示す。Fig. 2(a)より、作製したゾルゲル膜の表面には亀裂が存在しないことが確認できる。また、Fig. 2(b)より、作製したPZTは層ごとに分離せず、单一の構造となっていることが確認できる。なお、PZTの膜厚は約1.44μmであった。

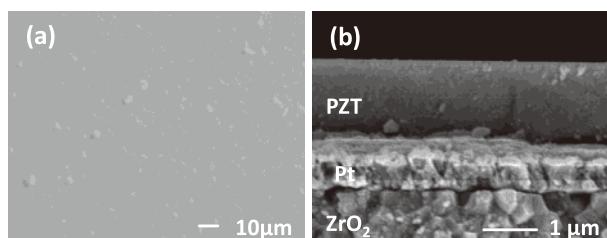


Fig. 2 SEM image of PZT sol-gel film
(a)surface image (b)cross-section image.

Fig. 3(a)に(1)の方法で焼成を行った試料のX線回折チャートの焼成温度依存性を示す。640°C以下ではPyで示した異相(パイロクロア相)のピークが支配的であるのに対し、700°CではPrで示したペロブスカイト構造に由来するピークが確認された。しかしながら、700°Cにおいても異相によるピークは消失しなかった。

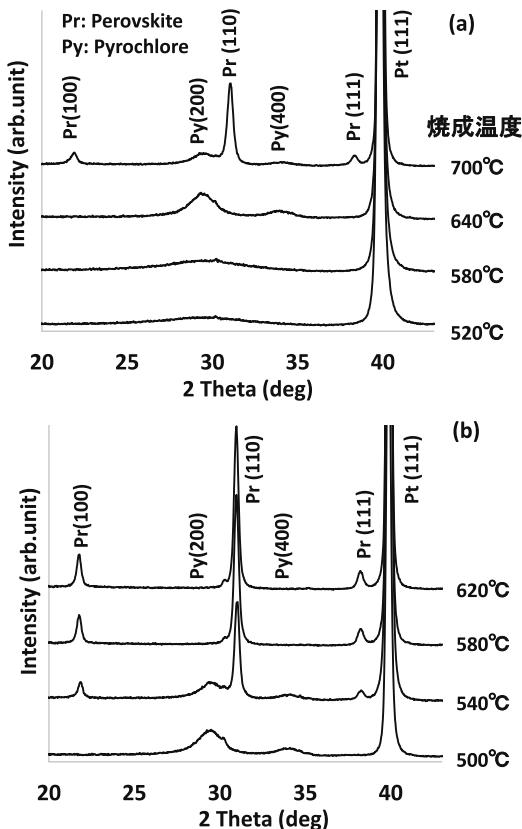


Fig. 3 XRD patterns of PZT thin films
(a)rising rate 20°C/min (b)rapid heating.

Fig. 3(b)に (2) の方法により作製した試料の X 線回折チャートを示す。焼成温度 540°C ではペロブスカイト構造によるピークと異相によるピークが確認されたが、580°C 以上の焼成では異相によるピークが消失し、ペロブスカイト構造によるピークが支配的となることが確認された。通常の焼成では、昇温時にペロブスカイト相より低温で安定となるパイロクロア相が形成され、ペロブスカイト構造の形成にはより高い温度が必要となるのに対し、(2) の方法で 580°C 以上の温度で焼成を行うと、ペロブスカイト相が形成される温度まで急速に昇温するため、パイロ

クロア相が形成される前にペロブスカイト構造の PZT が形成されたためだと考えられる²⁾。

Fig.4 に、(2) の方法で作製した試料の P-E カーブを示す(焼成温度 700°C, 12 層塗布)。P-E カーブはリーク電流の存在を示唆している。また、素子の $\tan\delta$ は約 7% と高く、比誘電率は 250 度程と低かった。デバイス応用に向けて結晶の高品質化を図る必要がある。

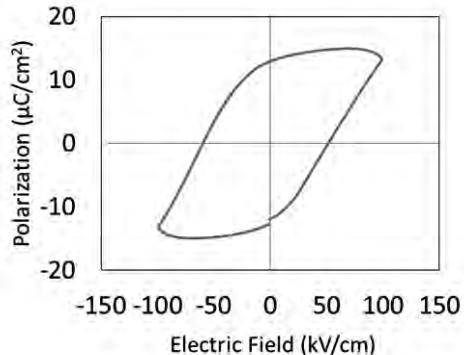


Fig. 4 P-E curve of the PZT film firing at 700°C.

4. 結言

フレキシブル圧電体の作製に向け、ゾルゲル法により ZrO_2 基板上の PZT 薄膜を作製し、特性の測定を行った。580°C 以上の温度まで急速で昇温して焼成することで異相のない PZT 薄膜が形成されたことがわかったが、デバイス化のためには結晶の高品質化が必要である。作製した試料は塗布一層あたり 200nm 以上と厚いが、ゾルゲル液を希釈するなどの方法により一層あたりの膜厚を薄くして、より結晶性の良い薄膜の形成を試みる必要がある。また、フレキシブル圧電体の形成に向け、屈曲性のある基板上へ PZT 薄膜を形成する方法についても検討する。

参考文献

- 1) T. Atsuki *et al.* Jpn. J. Appl. Phys. 33 (1994) 5196-5200
- 2) 谷俊彦ら、豊田中央研究所 R&D レビュー 29 (1994) No. 4

キーワード：PZT、ゾルゲル法、圧電素子、発電素子
Preparation of a Flexible Ceramics Piezo-Electric Devices

Toyama Industrial Technology Center , Yasutomo MASUGATA and Yuichi SAKAI

Development of flexible piezo-electric devices is expected for wearable devices and internal power generation devices. Toward preparation of a PZT device on flexible substrate, a lead zirconate titanate (PZT) ceramics film has been prepared by using sol-gel method which can be performed at low firing temperature.

橋梁点検用マルチコプタの制振に関する研究

機械システム課 金森直希 羽柴利直

(株)フルテック 古村 崇 橋詰 剛

1. 緒言

橋梁点検は、5年に1回以上必ず近接目視（同等の評価法でも可）で行うことが2014年に義務付けられ、点検に要する労力・コストの大幅な削減が喫緊の課題となっている。カメラ付きマルチコプタでコンクリート構造物を撮影し、その撮影画像からクラックの幅や長さ等を測定する技術の研究開発が進められているが、実際の測定・評価に資する高解像度の画像を取得するためには、画像ブレを現状よりも大幅に低減することが必要である。

そこで、本研究では、カメラ付きマルチコプタの制振技術を獲得することを目指し、本年度は、その前段階として、カメラ付きマルチコプタの飛翔時の振動測定方法を検討し、それを用いて橋梁点検の実務に供している実機の振動特性を測定・解析した。

2. 懸架装置の開発

マルチコプタを狭い空間内に拘束しつつ飛翔時と同様の振動状態・姿勢を作り出して、振動測定および飛翔時の各部の調整をしやすくする懸架装置を開発した。図1は、開発した懸架装置を示す。縦横1500mm×高さ1800mmのアルミフレーム製で、マルチコプタを上下からゴム紐で懸架することおよびレーザーセンサによりプロペラ回転数を測定することなどができる。

3. カメラ付きマルチコプタの振動測定

橋梁点検の実務に供されるマルチコプタを、前述の懸架装置に設置してカメラに加速度センサを固定し、各アームのハンマ加振による固有振動数の測定、および実稼働時の振動の測定・分析を実施した。図2は、各アームの加振信号から加速度センサまでの伝達関数のゲインを示す。図3は、カメラを左右へ揺らす方向成分について、加速度の周波数特性とプロペラ回転数の関係を、自作ソフトウェアにて分析し、カラーマップ表示した図である。回転数が約4750 rpmのとき、図2の固有振動数約40 Hzと合致して振幅が最大となることが分かった。この機体のホバリング回転数である約3600 rpmにおける振幅は、それほど大きくはない。しかし、大容量バッテリーの搭載等により重量が増加した場合、ホバリング回転数も増加する。その場合、約4250~5250 rpm範囲に入らないよう注意する必要があることが分かった。



図1 懸架装置に取り付けられたマルチコプタ

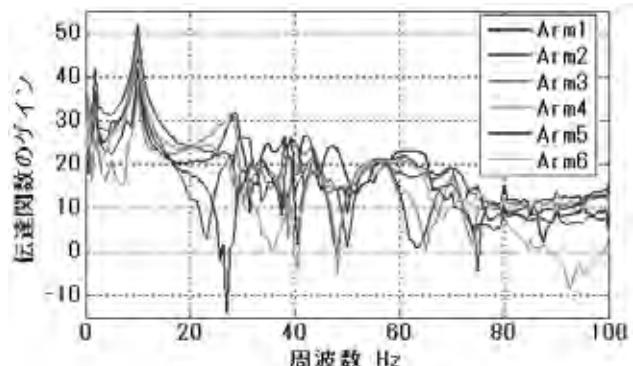


図2 各アームからカメラまでの伝達関数のゲイン
(カメラを左右へ揺らす方向成分)

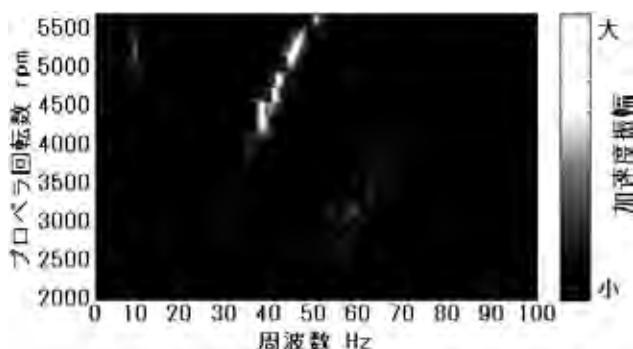


図3 加速度の周波数特性とプロペラ回転数の関係
(カメラを左右へ揺らす方向成分)

4. 結言

マルチコプタ飛翔時の振動測定等を行う懸架装置を開発し、実機の振動測定・解析を行った。今後、効率的かつ軽量な制振方法を検討し、画像ブレの抑制に取り組む。

燃料電池用電極材料に関する研究

電子技術課 坂井雄一、角田龍則^{*}
立山科学工業㈱ 本田憲市、廣瀬慶一

1. 緒 言

近年、フレキシブル材料への電子材料パターン化について関心が高まっている。これまで、紙やガラスクロスといったフレキシブル材料への電極パターン形成について検討し、RFIDタグやLED用の電極シートへの応用について検討した。^{1,2)}また、水素エネルギー社会の実現に向け、燃料電池への関心も高まっている。燃料電池の集電材料としてはステンレスやチタンのメッシュが使用されるが、より低コストな材料が求められている。今回、ガラスクロス上に形成した電極パターンについて、ガラスクロスをガス拡散層、電極パターンを集電電極ととらえ、ガス拡散層と集電電極を兼ねる燃料電池材料への応用を試みた。

2. 実験方法

ガラスクロス上に、図1(a)、(b)に示すような電極パターンA、Bを形成した。形成した電極パターンにカーボン層と $0.6\text{mg}/\text{cm}^2$ のPtを含む触媒層を形成し、固体高分子形燃料電池のカソードとした。市販の簡易セルに、作製したカソードを組み込み、電気特性を 75°C で測定した。水素ガスおよび酸素ガスを使用した。また、電極は高湿度環境下での抵抗値を確認するため、ガラスクロス上に電極を形成した試料およびガラスクロス上に電極を形成し、さらにその上部にNafion[®]膜を形成した試料を準備し、試料を純水に浸漬した際の抵抗値の変化を測定した。

3. 実験結果

作製した電極パターンB裏面の概観を図1(c)に示す。おもて面に電極パターンが形成されていることが裏面からも確認でき、カーボンの裏まわりは見られなかった。図2に作製したカソードを組み込んだセルの分極カープを示す。燃料電池として動作することが確認され、パターン化することで開放電圧が若干上昇した。図3に電流-電力特性を示す。パター

ンAよりもBの方が得られた最大電力は大きく、電極をパターン化することで特性が改善することが確認された。電極の浸漬試験においては、電極、Nafion[®]膜を形成した電極、どちらの試料においても、約1ヶ月間の純水浸漬で抵抗値の変化はなかった。

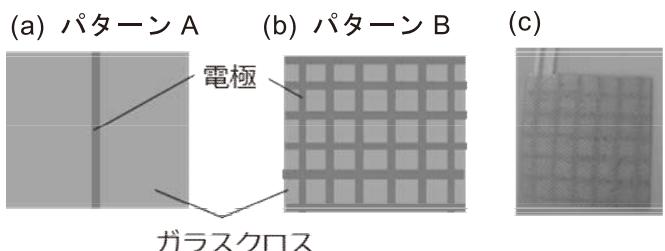


Fig. 1 Schematic images of electrodes of (a) pattern A and (b) pattern B and (c) backside view of prepared electrodes.

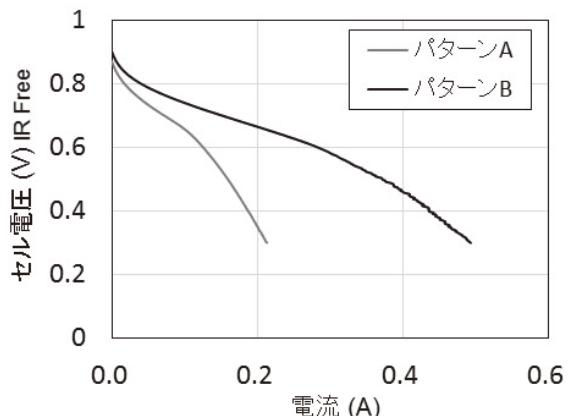


Fig. 2 IR free polarization curves of cell.

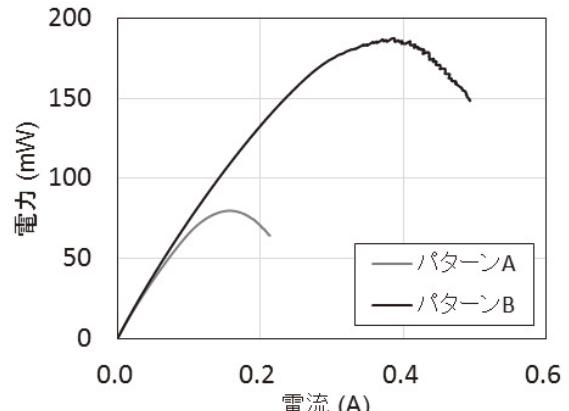


Fig. 3 Relationship between current and output power of cell.

参考文献

- 1) Y. Sakai *et al.*: Proc. of IEEE CPMT Symposium Japan (2013) p.233
- 2) 坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告28(2014)1.

*現 商企画課

加振材を鉄鋼とした異種材料の超音波接合

機械システム課 羽柴利直 中央研究所 石黒智明 ものづくり研究開発センター 山岸英樹
田中精密工業(株) 田中隆尚、橋本正治、林達規

1. 緒言

超音波接合は、低コスト、短時間接合が可能であること等の特長があり、主に軟らかい薄物金属同士の接合に用いられる。加振材を硬い鉄鋼材料のSUS304、固定材をADC12等のアルミ合金として、接合強さへの接合条件の影響を明らかにした報告^{1,2)}はあるが、このように加振材に硬い材料が用いられる事例はほとんど見受けられない。

本研究では、加振材を硬い鉄鋼材料(SKH51、SUJ2)、固定材をアルミ合金(ADC12)として、超音波接合の可能性を検討した。この接合技術が確立されれば、アルミ品の磨耗しやすい部分や強度が必要な部分に比較的容易に鉄片を接合することが可能になり、部品の軽量化、長寿命化につながるものと考えられる。

2. 実験方法

加振材のSKH51、SUJ2には6 mm×4 mm×2 mmの鉄片を(6 mm×4 mmの面を接合、公称接合面積24 mm²)、固定材には50 mm×25 mm×2 mmの板材を用いた。

これらを、超音波工業株式会社製の1200 W接合機USW1200Z15Sを用いて、超音波接合(加圧力:33 MPa、最大加振時間:5 s)を行った。

接合した試験片の接合強さは、引張り試験機(インストロンジャパン製5567)を用いて引張りせん断試験を行い、公称接合面積から求めたせん断強度(以下、接合強度と示す)にて評価した。

また、接合面積は、引張りせん断試験後の破断面のSEM写真を画像処理により二値化して求め、公称接合面積に対する面積率で表した。

3. 実験結果および考察

3.1 接合時間による接合強度および接合面積率の違い

加振時間と接合強度および接合面積率との関係を図1に示す。

いずれの加振材についても、接合強度は、加振時間が3 sまでは、加振時間の増加とともに向上し、3 s以上では、ほぼ一定となった。最大接合強度は、約100 MPaであった。

接合面積率は、加振時間が2 sまでは加振時間が長くなるほど増加し、2 s以上ではほぼ一定となった。最大接合面積率は、約70~80%であった。

接合面積率は、加振時間が2 sまでは、加振材・固定材界面の酸化皮膜が加振による摩擦で時間とともに除かれたため、単調に増加したが、その後は、加振材と固定材が接合により一体となって振動するため、増加しなかつたのではないかと推測される。

接合強度は、加振時間が3 sまでは、加振材と固定材、固定材と固定治具間の摩擦熱により、接合界面でナノレベルでの拡散が進み、単調増加したが、その後は、接合面積率が頭打ちとなったことにより、接合強度が向上しなかったものと推測される。

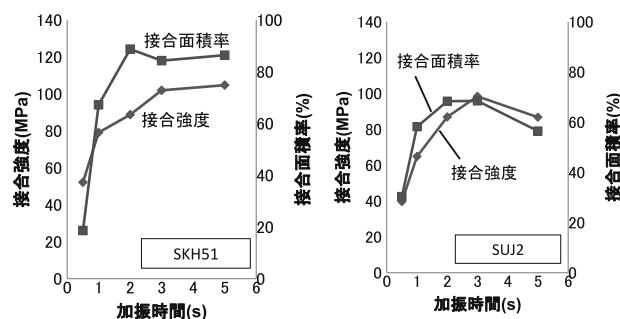


図1 加振時間と接合強度および接合面積率の関係

3.2 接合界面温度および硬さの評価

熱電対による接合界面温度の測定の結果、いずれの加振材も加振開始から5 s以内に500°Cを超えた。

また、接合界面近傍の硬さの測定の結果、SUJ2は加振時間がわずか1 sであっても、接合界面近傍で硬さの低下が確認された。これは、接合時にこの材種の焼き鈍し温度を超えたことによるものではないかと考えられる。

4. 結言

加振材を硬い鉄鋼材料(SKH51、SUJ2)、固定材をアルミ合金(ADC12)として、この組み合わせにおける超音波接合の可能性を検討した結果、加振時間と接合強度、接合面積率等の関係が明らかになった。これは、このような加振材、固定材の組み合わせにおいても、超音波接合が可能であることを示すものであり、接合メカニズムの解明や接合条件の最適化により、実用化につなげたい。

参考文献

- 1)若い研究者を育てる会研究論文集, 27 (2014), pp. 1-6.
- 2)若い研究者を育てる会研究論文集, 28 (2015), pp. 37-44.

可搬型マグネシウム空気電池の開発

機械システム課 本保栄治^{*1} 電子技術課 角田龍則^{*2} 高田耕児 中央研究所 石黒智明

三協立山(株) 三協アルミ社 小島始男 安田剛 三協立山(株)三協マテリアル社 清水和紀 中川昭

1. 緒言

マグネシウム空気電池は、大きなエネルギー密度が得られ、資源的にも豊富であり、高い安全性も期待できることから軽量で高性能な電池となる可能性がある。しかし、マグネシウム表面や电解液に生成物が形成され発電が持続しないことが課題である。

本研究では、短時間の活動に必要な電力を供給する電源の実用を目指して、大電力で持続的に使用することが可能なマグネシウム空気電池の開発を目的とする。大きな電力を得るのに適したマグネシウム合金および电解液を検討し、大容量なマグネシウム空気電池の開発を行う。

2. 実験方法

2.1 容量測定

正極は、主材：グラファイト、触媒： MnO_2 、から成るペーストをカーボンペーパー（東レ TGP-H-090）に塗布することにより作製した。負極は、汎用なマグネシウム合金 AZ31、および難燃性マグネシウム合金 AMX601 を所定の大きさに切断し、表面を研磨して用いた¹⁾。

电解液は、10%塩化ナトリウム水溶液をベースとし、緩衝剤としてリン酸二水素カリウムと水酸化ナトリウムにより pH を調整して準備した。

ポリ容器セルにより、負極マグネシウムの放電容量を測定した。电解液容積は 40ml、負極面積は $1.5cm^2$ （約 0.15g）で、 $17mA/cm^2$ の定電流で行い、電圧が 0.01V 以下の時点での測定終了とした。

2.2 電池モデルセルによる評価

Fig.1 に示す負極と正極の間に电解液をため間隔を変えることにより电解液量を変える電池モデルセルを作製し、I-V 特性および放電容量を評価した。

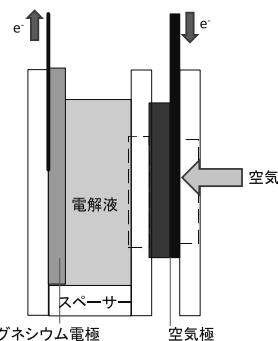


Fig. 1 Schematic drawing of battery cell.

3. 実験結果および考察

3.1 容量測定

負極材としてマグネシウム合金 AZ31 および AMX601、10% 塩化ナトリウム水溶液（緩衝剤添加、pH7）における容量測定結果は、AZ31 では $1513mAhr/g$ 、AMX601 では $1599mAhr/g$ と理論容量の 70% 程度の容量が得られた。电解液において、pH5～8 の間で変化させても、容量に大きな差は見られない。AMX601 では AZ31 と比較して常に 5% 程度高い容量が得られた。电解液が酸性の時、測定後も电解液が透明であり、生成物が溶解したと考えられる。

3.2 電池モデルセルによる I-V 特性評価

負極材としてマグネシウム合金 AZ31、电解液として 10% 塩化ナトリウム水溶液および緩衝剤添加（pH7.5）における電池モデルセルによる I-V 測定結果を Fig.2 に示す。緩衝剤の添加により、特性が低下した。

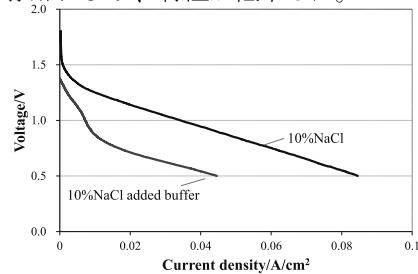


Fig. 2 I-V curves.

3.3 電池モデルセルによる容量評価

負極材としてマグネシウム合金 AZ31（反応面 $25mm \times 25mm$ ）、电解液として 10% 塩化ナトリウム水溶液および緩衝剤添加（pH7.5）における電池モデルセルによる放電容量測定結果を Fig.3 に示す。いずれも負極は溶け切らず、電極間隔 20mm において容量が低下している。実用化には、電池構造をさらに検討する必要がある。

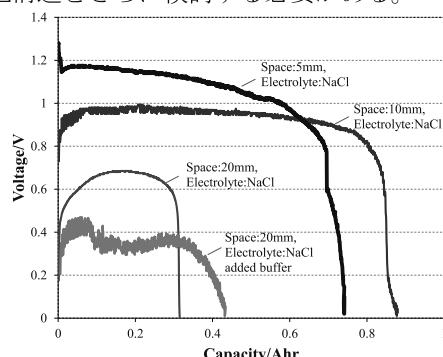


Fig. 3 Discharge curves.

参考文献

- 1) 富山県工業技術センター研究報告 No.29(2015)p.117

*1 現 電子技術課 *2 現 商工企画課

バイオ・医療分野に向けたマイクロデバイス製造のためのチタンの微細加工技術の開発

機械システム課 鍋澤浩文 立山マシン(株) 人母 岳 新潟大学 安倍 隆
富山高等専門学校 浅地豊久 (株)リッセル 城木正博

1. 緒言

チタンは高韌性、高耐食性、生体適合性などの優れた特性を持ち、マイクロデバイスの用途を飛躍的に拡げる可能性がある。しかし、従来のチタン加工法であるレーザや切削加工では、加工形状の自由度や精度、加工面の平滑性などの点で課題が多く、マイクロデバイス用途の微細加工には不十分である。そこで、本研究においては、反応性イオンエッチングによるチタンの微細加工技術について検討し、得られた加工条件を用いてマイクロスタンパーやマイクロニードルへの応用を試みた。

2. 実験方法

2.1 チタンの微細加工

25 mm 角、厚さ 1 mm の純チタン上に、厚さ 7 μm のニッケルめっきを行い、酸素プラズマでレジスト除去したものをエッチング試料とした。この試料を、研究グループで開発した卓上型エッチング装置に取り付け、 SF_6 プラズマによるエッチング特性を調査した。エッチング圧力と高周波電力を変えながら、エッチング速さと表面粗度について調査を行った。

2.2 マイクロスタンパーの製作

前述の卓上型エッチング装置より試料ステージサイズの大きい磁場支援型エッチング装置を用いて、マイクロスタンパーを製作した。 $64 \times 31 \times 1$ mm の純チタン [TP340C] 上に、幅 20 μm から 500 μm のマイクロ流路パターンを持つニッケルマスクを形成し、卓上装置における実験条件結果を参考に深堀加工を行った。

2.3 流体チップの成形試験とマイクロニードルの試作

上記マイクロスタンパーを用いて、2 種類の樹脂（ポリカーボネート、マイクロレシコ R50S）による成形実験を行った。また、厚さ 20 μm のチタン箔の貫通加工を行いチタン製マイクロニードルの試作を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 チタンの微細加工

高周波電力を 50 W 一定とし、加工圧力を 0.3 Pa, 0.5 Pa, 0.7 Pa の 3 条件で加工したところ、エッチング速さと表面粗度に大きな変化は見られなかった。しかし、SEM 観察では 0.7 Pa のサンプルでヒゲ状の突起が前面に現れ、マ

イクロマスクによるものと考えられた。次にプロセス圧力を一定 (0.3 Pa) とし、高周波電力を 30 W, 50 W, 70 W の 3 条件で加工したところ、エッチング速さと表面粗度がともに電力に比例して変化することを見出した。また、30 W のときに表面粗度 55.4 nm (Ra), 70 W のときにエッチング速さ 0.51 $\mu\text{m}/\text{min}$ が得られ、高周波電力を制御することにより目標とする表面粗度、エッチング速さを達成した。

3.2 マイクロスタンパーの製作

プロセスガス圧 0.5 Pa、高周波電力 60 W、加工時間 5 時間の条件でエッチング加工を行ったところ、加工深さ 47 μm 、表面粗度 100~200 nm (Ra) のマイクロスタンパーが得られた。図 1 にスタンパーの外観を示す。側壁角度はほぼ垂直であった。

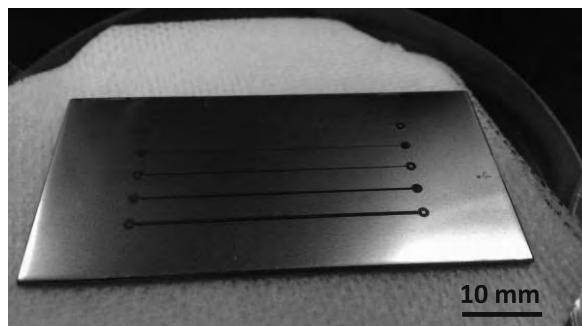


図 1 マイクロスタンパーの外観写真

3.3 流体チップの成形実験とマイクロニードルの試作

2 種類の樹脂を用いて成形実験を行ったところ、いずれの樹脂においても、スタンパー寸法通りに成形されていることを確認した。また、マイクロニードルについても、一枚のチタン箔から幅 50, 70, 100 μm のニードルを同時に加工し、少量多品種に適していることを示すことができた。

4. 結言

チタンを微細加工するためのマスク形成法、およびエッチング特性について基本的なデータを取得し、デバイス応用の可能性を示すことができた。今後は加工面粗度や加工面内分布を改善してエッチング装置の完成度を高めると同時に、チタン製スタンパー、マイクロニードルの実用化に向けた研究開発を進めていく予定である。

有機米栽培補助ロボットに関する調査研究

機械システム課 金森直希 上野 実*

(株)タイワ精機 田中敏晴 里 至博

1. 緒言

有機米栽培水田では、稻の成長を妨げるメタンガスおよび硫化水素が多く発生する。また、雑草を抑制する目的で水深を通常より深くする深水管理が実施されることが多い。この場合、土の表面に加わる圧力が高くなりガスが土中に溜まりやすくなる。現状では、水を張った状態の栽培期間中に中耕除草機を1回～数回走らせて除草する際、車輪が土中に多少沈み込むことでガス抜きが副次的に実施されている。しかし、収量をより増加させるためには、田植え直後から稻がある程度大きくなるまで継続的に除草およびガス抜きを確実に実施することが求められる。しかし、そのような視点で開発された省力化機械は見当たらない。

そこで、本研究では、有機米栽培特有の水田環境に適したガス抜き・抑草ロボットシステムのコンセプトを示し、基本的な機能を有する1台の小型機械の試作し、その動作検証を行った。

2. コンセプトおよび基本機能の試作・実験

代掻き・田植えの直後から草が生えガスが溜まり始める。我々は、草が生えていない状態を持続させる「抑草」の考え方を機械システムで提案¹⁾し実現している。小型機械が水面に浮いて稻間を移動しながら田面水を濁水化し続けるというものである。この機械的抑草システムを発展させ、ガス抜き機能を加えることとした。

水面に浮いた機体から土中へガス抜き・濁水化用の棒を貫入することを繰り返す「水面浮遊型ガス抜き・抑草ユニット」を案出し、試作・試験を実施した。図1は、設計したモデルを示す。直径250 mmのフロート上に、大きなストロークで貫入棒を上下運動させる機構を備えており、水深100 mmの水面に浮いた状態で土中200 mmまで棒を貫入させることができる。図2は、水のみを入れた水槽で試作機の動作試験の様子を示す。棒の上下動が確実に行われていることが確認できた。図3は、実際の有機米栽培水田の土と水深約100 mmの水を入れた水槽で行った土中貫入実験の様子を示す。棒の貫入中に機体が水面から浮き上がることもなく、極低速から秒間2回転程度の速度で棒を確実に土中へ貫入できることが確認できた。



図1 3次元CADによる水面浮遊型ガス抜き・抑草ユニット試作機の設計

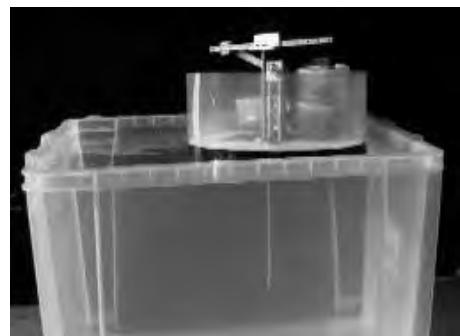


図2 ガス抜き・抑草用貫入棒の上下動実験

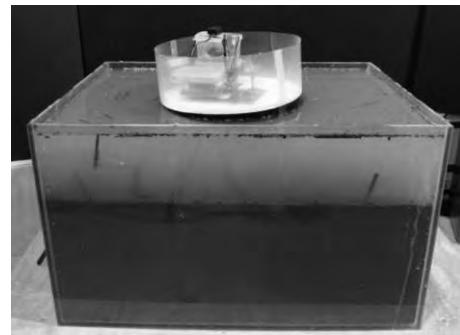


図3 水面に浮きながら土中への棒を貫入させる実験
(有機米栽培水田の土を使用)

4. 結言

水面浮遊型ガス抜き・抑草ユニットのコンセプトを示し、基本機能を有する機体の試作および水槽実験による動作検証を行った。今後、実際の有機米栽培水田に試作機を投入し、ガス抜き機能および抑草機能を検証する。

参考文献

- 1) 金森: 日本機械学会ロボティクス・メカトロニクス講演会2015 講演論文集(2015), 2P1-C08.

*現 生活工学研究所 製品科学課

ドリル切削加工における精度向上に関する研究

機械システム課 上野 実* 金森直希 羽柴利直 佐山利彦 杉森 博 中央研究所 清水孝晃

若い研究者を育てる会 田中精密工業(株) 石澤剛士

1. 緒言

製品の高品質化や高機能化のため、高精度なドリル切削加工が求められている。一般的な高精度穴あけ加工では、下穴加工と仕上げ加工の2工程を必要とし、切りくずの切断、排出のためステップ加工を行う等、高能率化にむけて課題が残っている。そこで1工程、ノンステップ加工で穴精度を満足する加工技術が求められているが、生産現場では深さ60mmの貫通穴では、穴精度を満足できていない。そこで本研究では、加工時の切削動力、振動、音などの挙動を測定・解析し、この時の加工穴の精度（円筒度、真円度）との関係を調査した。

2. 試験方法

使用するツールは、生産現場で使用されている直刃ドリルとし、CNCフライス盤の主軸に回転式切削動力計を取り付け、加工時のスラスト荷重、トルクとドリルの刃側と逃げ側方向の切削動力を測定するとともに、ワークをテーブル式動力計に固定することで、ワークに作用する切削動力も同時に測定した。

3. 試験結果

対象のドリルにおいて加工テストを行ったところ、ドリルに作用する刃側と逃げ側方向の切削動力は、ドリルの肩部が入るころから徐々に変動が大きくなり、肩部が加工穴に入ったあと徐々に安定していた。また、加工後の穴の円筒度と真円度を測定したところ、穴入口部が広がり、精度が悪化していた。このことから、切削動力の変動が大きいドリル肩部が進入しあらめる部分が穴精度に大きく影響を及ぼす傾向にあると考えらえるため、この部分に注視して検討した。

図1にドリルの芯振れと逃げ側の切削動力変動の関係を示す。芯振れの向きが逃げ側の場合はいずれもびびり音が発生していた。これは、ドリルが逃げ側に振れている際は、加工穴側面にドリルの逃げ側のマージンが擦れているためと考えられる。また、びびり音は逃げ側の切削動力の変動が所定の値以上になると発生していた。

ドリルの芯振れと円筒度の関係を確認したところ、びびり音が発生したものと芯振れが小さくなるにしたがって円筒度が小さくなる傾向にあり、ドリルの芯振れを抑えることで、ワークにかかるXY方向の切削荷重

が抑えられ、円筒度が良好になるものと考えられる。

送り速度を0.05~0.20mm/revに変化させた時の、円筒度との関係を図2に示す。ドリルの芯振れは16μmで芯振れ向きを刃側、回転数は4000rpm一定としている。その結果、送り速度0.10~0.20mm/revでは、円筒度はほぼ一定の結果となった。しかし、0.05mm/revではバラつきが大きくなつた。これは、この時の切りくずが、排出性の悪い形状となつたためと思われる。一方、0.15mm/rev以上ではバラつきが小さくなるように見える。また、送り速度と真円度の関係を確認したところ、送り速度による影響はあまり見られなかつたが、0.20mm/revでは若干真円度のバラつきが小さいように見られた。

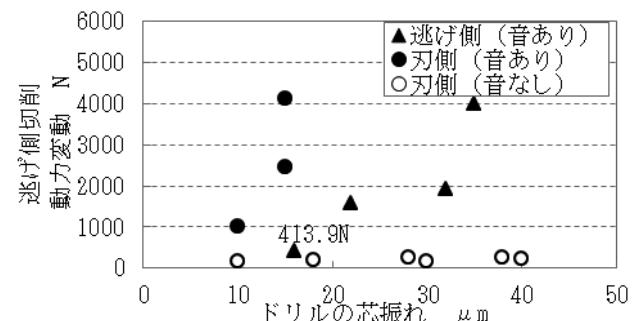


図1 芯振れと切削動力の変動の関係

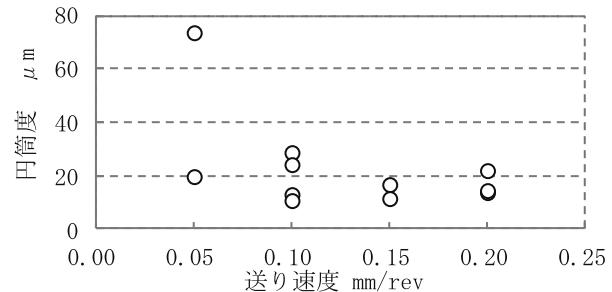


図2 送り速度と円筒度の関係

4. まとめ

深穴用ドリルによる高精度加工を目的に、加工時の切削動力、振動、音などの挙動と、穴精度（円筒度、真円度）との関係を検討した結果、①びびり音は逃げ側方向の切削動力の変動が一定以上になると発生すること、②ドリルの芯振れを抑えると、円筒度、真円度に減少効果が見られること、③送り速度を大きくすることで、円筒度、真円度のバラつきを抑えられることなどが分かった。

詳細は、平成27年度「若い研究者を育てる会『研究論文集』」p.31~37を参照。

*現 生活工学研究所

アルミ缶内面の腐食防食評価技術の高度化

機械システム課 本保栄治* 羽柴利直 電子技術課 坂井雄一 高田耕児 中央研究所 土肥義治

若い研究者を育てる会 武内プレス工業(株) 筒井英明

1. 緒言

アルミ容器の内面側には、多様な内容物から容器の保護のために塗装が施されている。内容液に対する容器の耐内容物性を確認する方法として保存試験が実施されているが、試験結果を得るまでに数ヶ月という長い期間が必要である。新たな内容液や内面塗料を採用する場合には、モデル液を使用した保存試験を実施するため、評価の迅速化が望まれている。

本研究では、塗装されたアルミ容器内面評価の高感度かつ迅速化を目的とする。まず、アルミ容器の腐食サンプルを保存試験で作製し、腐食の進行状況を観察した。腐食初期の状態を電気化学測定（交流インピーダンス法）により定量化し、進行状況との相関を検討した。あわせて、種々の観察法や分析法を用いて、腐食の進行との関連を調査した。

2. 実験方法

2.1 保存試験条件

腐食サンプルを作製するために、モデル液による保存試験を実施した。試験条件は以下の通りである。

- ・容器：アルミエアゾール缶（φ45）、素材：A1070
- ・内面塗料：エポキシ系、ポリアミドイミド（PAI）系
- ・内容液：モデル液2種

【モデル液1】クエン酸6%+塩化ナトリウム1%

【モデル液2】1規定 塩酸

腐食評価は、目視で行った。

2.2 交流インピーダンス測定

アルミ容器内面の変化を捉えるために、交流インピーダンス法を適用した。セルは試料極、対極、参照極の三極で構成され、試験液に浸漬される。電極はポテンショスタットと接続され、電気化学的な制御は周波数応答解析装置（FRA）で行う。測定条件は以下の通りである。

- ・試料極：保存試験後サンプル 評価面積 2cm×2cm
- ・参照極：銀塩化銀（Ag/AgCl）電極
- ・対極：白金電極
- ・試験液：塩化ナトリウム水溶液（3mol/L）

2.3 内面変化の観察・分析

アルミ缶内面の保存試験実施前後のサンプルの表面組成を蛍光X線分析およびグロー放電発光分析で分析し、腐食の進行と関連を調べた。

*現 電子技術課

3. 実験結果および考察

3.1 目視観察

腐食の初期段階を捉るために、保存温度45°Cにおいて、保存試験期間を1週間ごと4週間まで保存試験を実施した。内容液がモデル2（塩酸）においてPAI系内面が1週間、エポキシ系内面が2週間で、またモデル液1（クエン酸系）でのPAI系内面では3週間で異常が発生している。モデル液1でのエポキシ系内面では4週間で異常は見られなかった。

3.2 交流インピーダンス測定

Fig.1に4週間で異常が見られなかったエポキシ系内面での交流インピーダンス測定結果を示す。保存試験により内面塗膜にダメージが与えられると、インピーダンスが上昇する傾向が見られた。内容液モデル液1でのエポキシ系内面では、目視評価において異常が見られないが、インピーダンスの上昇が捉えられた。

今回の交流インピーダンス測定の系において想定した等価回路をFig.2に示す。交流インピーダンス測定結果を想定した等価回路でフィッティングした結果、CPE指数Pが1に近づき、CPE定数Tが低下する傾向が得られた。これは、塗膜がコンデンサー成分に近づき、誘電率が低下しているもことに対応する。保存試験において早く異常が見られるサンプルの方がこの変化は早く、アルミ容器内面の変化を捉えているものと考えられる。

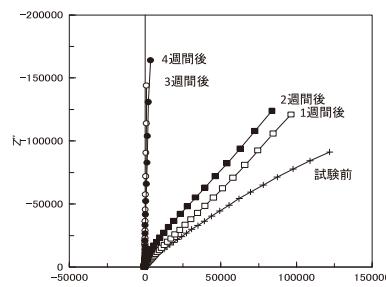


Fig. 1 Result of AC impedance measurement.

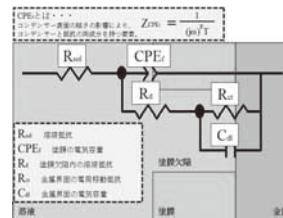


Fig. 2 Assumed equivalent circuit.

（詳細は、平成27年度 若い研究者を育てる会「研究論文集」p.38~45を参照）

3Dスキャナーを用いた形状測定と変形解析への適用

機械システム課 鍋澤浩文 羽柴利直 金森直希 佐山利彦

若い研究者を育てる会 コーセル(株) 山崎諭史 三協立山(株) 内山 肇 北陸電気工業(株) 金山侑司

1. 緒言

屋外環境下における金属一樹脂締結部品の熱変形は、製品寿命や意匠性の低下等、様々な問題の原因になっている。そこで、本研究においては、3Dスキャナーを用いて締結部材の熱変形量を3次元的に精密測定する手法について検討した。また、3次元の実測データとCAEによる変形解析結果の比較を行い、CAE解析モデルの解析精度向上を行った。さらに、CAE解析データを応用しながら、樹脂部材の構造や締結法、樹脂材質の影響を3Dスキャナーの実測データに基づいて考察し、有効な熱変形抑制手法について検討した。

2. 実験方法

2.1 3Dスキャナーを用いた高精度測定の検討

3Dスキャナーを用いた測定では、二次反射光の影響を低減し、ショット間の位置合わせ精度を高める必要がある。そこで、セラミックゲージブロック(75 mm、寸法精度0.06 μm)を測定試料とし、二次反射光の対策として黒布の配置と試料テーブルからのかさ上げ、位置合わせ精度対策として特徴形状物(六角ナット)の配置を考慮し、これら対策法による寸法精度向上への効果について検討した。

2.2 ABS樹脂平板の熱変形の測定およびCAE解析

図1に示すABS樹脂平板(145 mm×75 mm×2.5 mm)の金属部材底面からの加熱による熱変形を測定し、CAE解析結果との比較検討を行った。

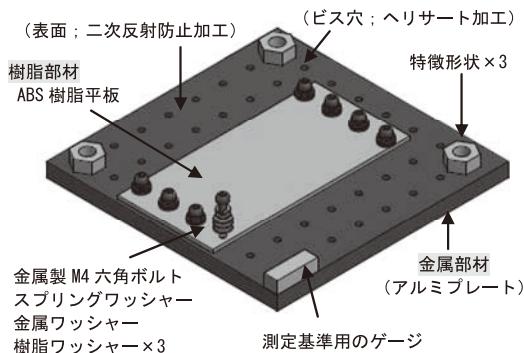


図1 試験体の概要

2.3 樹脂部材の熱変形抑制手法の検討

熱変形を抑制するために、曲げ剛性の向上、固定方法の変更、および低線膨張係数の材料への変更について検討を行った。

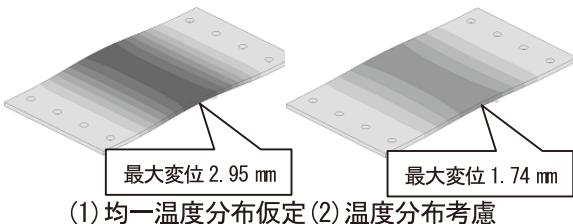
3. 実験結果および考察

3.1 3Dスキャナーを用いた高精度測定の検討

対策を施さずにゲージブロックを測定したところ、測定のばらつきが約70 μm、測定誤差は20 μmであった。一方、二次反射対策を行うことにより、測定のばらつきは数μm以内に抑えられ、さらに位置合わせ対策を同時にすることで寸法誤差も10 μm以内に抑えることができた。

3.2 ABS樹脂平板の熱変形の測定およびCAE解析

図2は、ヒータ温度60 °CにおけるCAE解析結果を示す。温度分布を均一にした場合、板中央部が座屈によって大きく面外に浮き上がる状況を再現できているが、最大変位量は解析値2.95 mmに対して実測値は1.85 mmと異なったものとなった。一方、板内の温度分布を考慮した場合は、変形形状は実測と概ね一致することに加え、また、最大変位量の解析値は1.74 mmとなり(誤差6%)、妥当性のある結果が得られた。



※最大変位の実測値：1.85mm

図2 60 °C設定時における変位分布

3.3 樹脂部材の熱変形抑制手法の検討

曲げ剛性を向上させるために、ABS樹脂平板にリブを設けた場合、変位量を大きく低減することはできなかった。一方、固定方法として締結部にシリコーン樹脂を用いてひずみを集中させる手法と、材質をABSから低線膨張係数のPPSやガラエポに変更した場合は、変形量抑制効果が大きく、最大変位を研究目標値である0.5 mm以内に収めることができた。

4. 結言

3Dスキャナーを用いることで、金属一樹脂締結部の熱変形を高精度に形状計測し、CAE解析と連携しながら効果的な熱変形抑制手法を検討することができた。(詳細は、平成27年度 若い研究者を育てる会「研究論文集」p.7～14参照)

トイレからの漏えい音低減に関する研究－II

機械システム課 金森直希、佐山利彦 中央研究所 佐々木克浩

コーチャン(株) 杉森雄平

1. 緒言

トイレを集客装置と捉える考え方が浸透する中、更なる日本の印象向上および生活の質の向上の観点から、公園トイレの再整備事業や日本トイレ大賞の創設がなされるなど、トイレ空間の更なる快適性の向上が促されている。我々は、昨年度から、洋式便器の水面から発生して便器上部の開口部から放射される音の低減手法を検討してきた¹⁾が、約 500 Hz 以下に対する減音効果はあまり得られていない。そこで、今年度は、この低い周波数帯域の音を低減するために、音で音を打ち消すアクティブノイズコントロール (ANC) 手法の便器への適用を試みた。

2. アクティブノイズコントロールの便器への適用

図 1 は、試作した ANC システムを示す。水面から便器の外へ直接出る直接音、および水面から出た音が便座で回折して広がる回折音に対する ANC システム²⁾を構築した。上流のマイクロホンで検知した音が制御点のマイクロホンへ伝搬するまでの間に、相殺音波を計算して出力する信号処理プログラムをリアルタイム信号処理装置 (DSP)へ実装し、約 500 Hz 以下の広帯域ランダム音を騒音源として鳴らした際の制御実験により、両 ANC システムの減音効果を検証した。図 2 は、制御点における減音効果を示す。両システムとも、音圧レベルが突出していた周波数帯域において、大きな減音効果を得ることができた。表 1 は、直接音用 ANC システムを稼働させた際の、便器から離れた場所における減音効果を示す。3 m 離れた場所においても、約 1 dB(A) の減音効果が得られた。

(詳細は、平成 27 年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p.1~6 を参照。)

参考文献

- 1) 金森ほか：富山県工業技術センター研究報告, 29 (2015), p. 124.
- 2) 杉森ほか：日本機械学会北陸信越支部第 53 期総会・講演会講演論文集 (2015), p. 619.

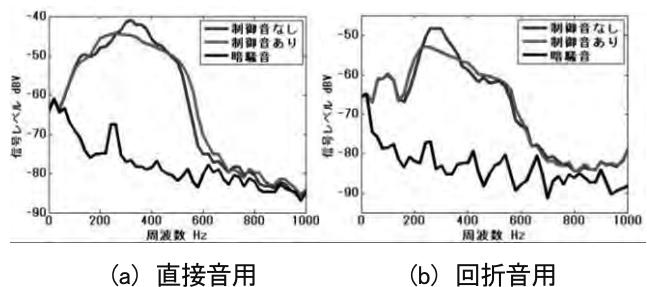


図 2 ANC による減音効果(制御点の減音効果)

表 1 便器周辺の広い範囲における ANC 減音効果
(制御点が X=0 mm, Y=300 mm, Z=0 mm の場合)

単位 : dB(A)

Y=500mm		X (mm)		
		0	1000	3000
Z (mm)	3000	0.9	-	-
	1000	1.0	-	-
	400	1.3	-	-
	0	3.5	1.2	1.2
	-400	2.4	1.0	-
	-1000	2.0	-	-
	-3000	0.9	-	-

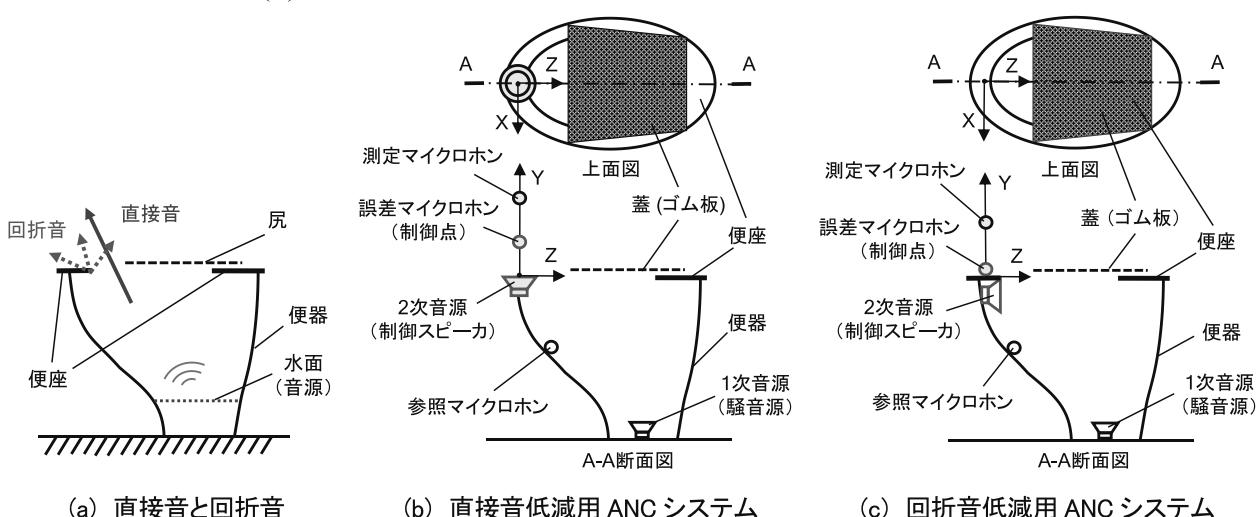


図 1 試作 ANC システムにおけるスピーカおよびマイクロホンの配置

厚膜型圧電発電振動素子の開発に関する研究

電子技術課 坂井雄一、升方康智、角田龍則*、寺澤孝志

中央研究所 塚本吉俊、佐々木克浩、岩坪聰

若い研究者を育てる会 コーセル㈱ 山本貴之 富山大学 西村克彦

1. 緒 言

周囲の環境にある未利用の微小なエネルギーを電力に変えるエナジーハーベスト(EH)技術が注目されており、昨年度、圧電体セラミックス板を用いた発電素子の作製を行った。^{1,2)}しかしながら、バルクセラミックス薄板は、任意の形状に加工することが難しいことや素子作製時の割れ、欠け等の問題があった。本研究では、量産性に優れ、パターニングも容易なスクリーン印刷法で圧電体厚膜を金属基板に形成し、EH素子へと応用することを目的とした。

2. 実験方法

ソフト系およびハード系のPZT材料を含む圧電体ペーストをスクリーン印刷、焼成することでセラミックス基板および金属基板上に圧電体厚膜を形成し、発電素子を作製した。作製した素子を加振器に固定、振動させ、出力電圧、出力電力を測定した。

3. 実験結果

図1にYSZ基板上に低温焼成で作製したハード系PZT(PZT-H)厚膜のP-Eヒステリシスカーブを示す。作製直後はリーク電流による垂直軸方向へのふくらみが見られたが、エージング処理や高電界処理によって電気特性が改善した。ソフト系材料についても同様に処理による改善効果が見られた。作製した厚膜素子におもりをつけ、加振器に取り付け、共振周波数で振動させた。その際の素子の様子を図2に示す。また、素子に種々の負荷抵抗を接続し、振動させ、発電量を測定した結果を図3に示す。得られた最大発電量を加速度、電極面積で規格化すると昨年度のバルクセラミックスを用いたEHs素子が $0.5\mu\text{W}/(\text{mm}^2 \cdot \text{G}^2)$ に対し、YSZ基板上に作製したソフト系、ハード系厚膜がそれぞれ $5.0, 4.4\mu\text{W}/(\text{mm}^2 \cdot \text{G}^2)$ 、Ni上に作製したソフト系、ハード系厚膜がそれぞれ $0.5, 1.3\mu\text{W}/(\text{mm}^2 \cdot \text{G}^2)$ であり、金属基板上の厚膜でも、

昨年度のバルクセラミックス程度の発電密度が得られた。詳細は、平成27年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p.15~22を参照。

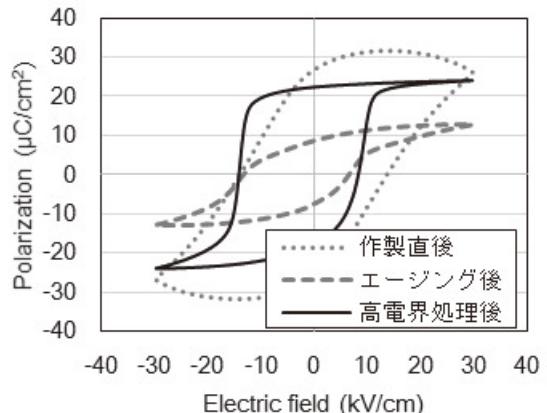


Fig. 1 P-E hysteresis curves of PZT-H thick films prepared on YSZ substrate.

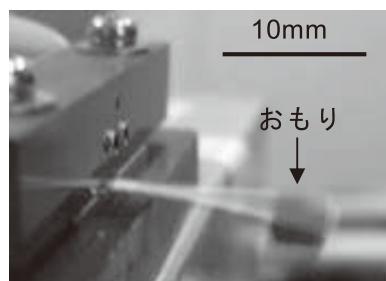


Fig. 2 Image of vibrated element.

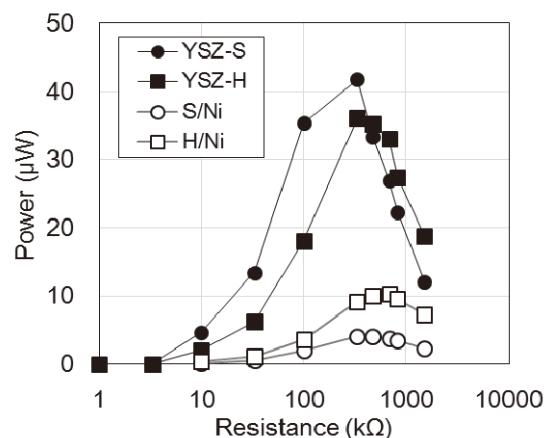


Fig. 3 Relationship between road resistance and output power.

参考文献

- 1) 浦山 他: 平成26年度若い研究者を育てる会研究論文集 (2015) 24.
- 2) 浦山 他: 日本セラミックス協会第28回秋季シンポジウム講演予稿集 (2015) 2S06.

*現 商企画課