

ISSN 0914-2207

REPORTS OF THE
TOYAMA INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER

Nº31 2017

富山県工業技術センター研究報告

富山県工業技術センター

富山県工業技術センター研究報告 目 次

I 企画管理部・産学官連携推進担当 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

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	1
ものづくり研究開発センター　　山岸英樹、佐藤　智	
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)	

□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	2
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	3
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、徳道世一	

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	4
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	

□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	5
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検査法の開発	6
ものづくり研究開発センター　　山岸英樹、佐藤　智	
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　　高辻則夫、會田哲夫	

□一般研究

金属積層造形システムにおけるアルミニウム合金の造形に関する研究	8
ものづくり研究開発センター　　氷見清和	
中央研究所　　山本貴文、住岡淳司、石黒智明	

県産バイオマス(もみがら)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
サーボプレスを用いた高張力鋼板の高精度成形技術の開発	12
ものづくり研究開発センター	佐藤 智、山岸英樹
中央研究所	柿内茂樹、清水孝晃
□企業との共同研究	
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	14
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
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	15
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、加茂陽子、才田英明
深層水と微細化昆布を用いた高機能スキンケア剤の開発	16
ものづくり研究開発センター	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、寺島将太
アルミスラッジの有効利用と混練ペレット製造技術の開発	17
産学官連携推進担当	水野 渡
中央研究所	住岡淳司
戸出 O-Fit(株)	牧 恒夫、稻川貴史、高橋大樹、小倉憲太、奥澤智大
ナノファイバーを用いて患者のQOLを改善する貼付剤の開発	18
生活工学研究所	金丸亮二、早苗徳光、吉田 巧、野尻智弘
ものづくり研究開発センター	成瀬大輔
前田薬品工業(株)	大久保功一、茶谷原祐治、上田和紀、栄 哲
セルロースナノファイバーを複合化した3Dプリンター用高性能樹脂フィラメントの開発	19
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、高松周一
(株)北陸エンジニアプラスチック	水越博之、野原 稔
□若手研究者育成支援共同研究	
金属積層造形の基礎と造形物の評価に関する研究	20
ものづくり研究開発センター	氷見清和
中央研究所	山本貴文、住岡淳司、石黒智明
若い研究者を育てる会	
三協立山(株)	永田直也
ヨーセル(株)	滝沢将史

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

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	22
加工技術課	川堰宣隆

血中循環腫瘍細胞による早期肺臓癌の発見・診断と悪性度解析に関する研究	23
材料技術課	大永 崇
京都大学	嶋田 裕

1滴の血液中にある1個の血中循環腫瘍細胞を捕捉するためのナノファイバーフィルターの開発	24
評価技術課	寺田堂彦
材料技術課	大永 崇

改良型 CTC チップを新たに用いた大腸癌 CTC のがんマーカー開発	25
材料技術課	大永 崇
順天堂大学	富木裕一

□フロンティア研究推進事業

地場銅器産業の新商品開発を支援する銅合金材料の3D 造形技術の開発	26
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
総合デザインセンター	平野尊治、吉田絵美
富山大学	長柄毅一、湯田稟也

□ナノテクものづくり基盤技術創成研究

ドライプロセスによるナノ構造作製技術の開発	28
加工技術課	小幡 勤
評価技術課	丹保浩行

□デジタルものづくり未来技術創出事業

高機能樹脂粉末材料の開発II	30
材料技術課	高松周一、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

高融点・難加工材料を用いた金属積層造形技術の開発	32
材料技術課	山本貴文、石黒智明
ものづくり研究開発センター	氷見清和

伝統産業支援のための3Dプリンティングの多角的活用	34
材料技術課	住岡淳司、寺田堂彦、山本貴文
□一般研究	
極薄機能性パターン形成技術の検討	36
加工技術課	小幡 勤
評価技術課	丹保浩行
セルロースナノファイバ分散液の取扱性能に関する研究	38
材料技術課	寺田堂彦
ものづくり研究開発センター	水野 渡
モバイル端末を用いた生活モニタリング技術に関する研究	40
評価技術課	塚本吉俊、佐々木克浩
無拘束型センサを用いた状態検知システムに関する基礎研究	42
評価技術課	佐々木克浩、塚本吉俊、岩坪 聰
機械電子研究所	金森直希
薄膜熱センサの応用に関する研究(2)	44
評価技術課	奈須野雅明
加工技術課	小幡 勤
機械電子研究所	本保栄治
天然由来化学資源の有用物質への化学変換に関する研究	46
材料技術課	山崎茂一
導電性を有する透明紙の開発	48
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
摩擦攪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	50
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	水見清和、山岸英樹
企画管理部	富田正吾
レーザ加工によるCFRP材への穴あけ加工	52
加工技術課	清水孝晃
評価技術課	宮田直幸
電磁波の数値計算法に関する研究	54
評価技術課	宮田直幸、佐々木克浩、塚本吉俊

□企業との共同研究

香気成分の抽出及び合成に関する研究	56
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・ナノ複合素子の開発	57
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
自動車用大型外装部品の実用化に向けたセルロースナノファイバー高充填ナノ複合材料の量産技術開発	58
材料技術課	寺田堂彦
ものづくり研究開発センター	水野 渡
(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
蓄電用リチウムイオンバッテリーの電極接合技術の共同研究	59
加工技術課	清水孝晃
機械電子研究所	羽柴利直
材料技術課	石黒智明
アールアンドスポーツディベロップメント(株)	
ヘルスケア用具向けソフト面圧分布検出センサの開発	60
加工技術課	小幡 勤
機械電子研究所	坂井雄一
(株)オーギヤ	水島昌徳
3D 積層造形を用いたアルミ合金製伝熱フィン一体型蓄熱材容器の造形技術および構造強度・熱特性に関する研究	61
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
(国研) 宇宙航空研究開発機構	畠中龍太、田中洸輔、杉田寛之

III 生活工学研究所

□科学研究費補助金

シニアの健康・快適な衣生活を支援するための被服衛生学的研究	62
製品科学課	中橋美幸
京都女子大学	諸岡晴美

□公益財団法人タナカ財団助成事業

乾式の車椅子用褥瘡予防クッション	63
製品科学課	石割伸一

人間工学に基づく股関節サポートの設計に関する研究	64
製品科学課	中橋美幸

□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	65
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

らせん状車輪を用いた駆動機構の走行性向上に関する研究	67
製品科学課	上野 実
機械電子研究所	金森直希
農林水産総合技術センター	板谷恭兵
富山高等専門学校	金子慎一郎、高田英治、高坂憲太、林 将史

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	69
生産システム課	早苗徳光、金丸亮二

量産性に優れたナノファイバー製造用 PU 樹脂の分子構造とその物性に関する研究	71
生産システム課	吉田 巧、早苗徳光、金丸亮二
ものづくり研究開発センター	成瀬大輔

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	73
生産システム課	和田 猛、野尻智弘
製品科学課	中橋美幸

筋負担軽減タイプ股関節サポートの開発	75
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	77
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

軟式野球用バットの反発性に関する研究	79
製品科学課	浦上 晃、上野 実	
企画管理部	溝口正人	
金沢大学	保富大輔、酒井 忍	
糖尿病患者用のフットケア用品の開発	81
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		
触媒を利用したポリプロピレン繊維の染色技術の開発	83
生産システム課	吉田 巧、金丸亮二、早苗徳光、野尻智弘	
製品科学課	西田公信	
(有)ツカサ企画	森中英人、渡辺良夫	
自社開発素材である「フェザーコットン®」を用いた機能素材の開発	84
生産システム課	牧村めぐみ、金丸亮二、野尻智弘、吉田 巧	
製品科学課	石割伸一、中橋美幸、西田公信	
(有)セルダム	堀裕見子、松本径子	
耐薬品性と高耐水性に優れた資材用ナノファイバー不織布の加工技術開発	85
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	

IV 機械電子研究所

□科学研究費補助金

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 86

電子技術課 高田耕児
中央研究所 小幡 勤
群馬大学 横堀武彦
富山大学 長田拓哉
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 87

機械システム課 佐山利彦、釣谷浩之
コーチャル(株) 高柳 肇、岡本佳之
(公財)高輝度光科学研究所 上杉健太郎
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 88

機械システム課 鍋澤浩文
千葉大学 関 実

口腔癌における循環癌細胞の分離による個別化治療法の開発 89

電子技術課 高田耕児
中央研究所 小幡 勤
鹿児島大学 山下麻由美、杉浦 剛

□フロンティア研究推進事業

粒子を迅速にサイズ分離できる新規大流量マイクロチップの開発 90

電子技術課 高田耕児
中央研究所 小幡 勤
富山大学 長田拓哉
群馬大学 横堀武彦

□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 92

電子技術課 坂井雄一、本保栄治

□一般研究

チューリップの撮影画像による病気判定 94

機械システム課 金森直希
生活工学研究所 上野 実

配向性非鉛圧電膜の開発 96

電子技術課 坂井雄一、升方康智

フレキシブルなセラミックス圧電素子の作製 98

電子技術課 升方康智、坂井雄一

マグネシウム空気電池正極の開発	100
電子技術課	
本保栄治、坂井雄一	
熱伝導特性に優れた高性能吸音材の開発に関する研究	102
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(II)	104
電子技術課	
寺澤孝志、本保栄治	
デジタル画像相関法に基づく振動解析技術の実用化研究	106
機械システム課	
釣谷浩之、佐山利彦、金森直希	
コーチャル(株)	
高柳 肇、岡本佳之	
富山県立大学	
森 孝男	
□地域中核企業創出支援共同研究	
流体チップ形成用マイクロモールド製作技術の開発	108
機械システム課	
鍋澤浩文	
立山マシン(株)	
人母 岳	
□企業との共同研究	
フレキシブル電極シートの応用研究	109
電子技術課	
坂井雄一、寺澤孝志	
中央研究所	
佐々木克浩、奈須野雅明	
立山科学工業(株)	
本田憲市、篠原おりえ、木澤裕志、廣瀬慶一、 白川友子、黒河歩美、三鍋香織、坂井友樹	
橋梁点検用マルチコプタの制振に関する研究	110
機械システム課	
金森直希	
(株)フルテック	
古村 崇、橋詰 剛、紺屋範雄、木曾英紀	
コイン精米機の騒音低減に関する研究	111
機械システム課	
金森直希、羽柴利直、佐山利彦	
(株)タイワ精機	
田中敏晴、堀 武雄、藤原健二、喜捨貴智	
細胞をサイズで分離するマイクロ流体チップの量産化に関する研究	112
電子技術課	
高田耕児	
中央研究所	
小幡 勤	
(株)リッセル	
萩原 衛、村上 岳、堀田裕二	
□若手研究者育成支援共同研究	
容器用実用アルミ材の耐食性および腐食反応の解析に関する研究	113
電子技術課	
本保栄治、高田耕児	
機械システム課	
鍋澤浩文	
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)	
深川裕之	

エンドミル加工での工具寿命向上に関する研究	114
機械システム課	羽柴利直、金森直希
機械電子研究所	杉森 博
生活工学研究所	上野 実
中央研究所	川堰宣隆
若い研究者を育てる会	
田中精密工業(株)	中嶋 謙
ウェアラブル電源の開発	115
電子技術課	寺澤孝志、升方康智、坂井雄一、本保栄治、関口徳朗
機械電子研究所	杉森 博
中央研究所	岩坪 聰
若い研究者を育てる会	
コーチセル(株)	関口貴彬
北陸電気工業(株)	天野久美子
立山科学工業(株)	坂井友樹
厚膜型圧電発電振動素子の開発に関する研究	116
電子技術課	坂井雄一、升方康智、寺澤孝志
若い研究者を育てる会	
北陸電気工業(株)	今井航平
富山大学	西村克彦
振動の簡便な測定法・低減法の開発	117
機械システム課	金森直希、釣谷浩之、佐山利彦
中央研究所	住岡淳司
若い研究者を育てる会	
コーチセル(株)	林 大清

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、佐藤智、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となり、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可能にする。

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処理深さの非破壊計測技術の確立である。まるで医者が聴診器を当てるような簡便な使い方で、その場での測定を実現する。

2. 取り組み概要(工業技術センタ一分担分)

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)である。適切な音波送受信パラメータ及び与圧の下、グリスカップリングにより透過波を送受信する。Fig. 1(a)及び(b)に、それぞれ与圧保持時間3.5分及び5分における窒化深さ(ねらい値)と伝播時間の関係(検量線)を示す。なお、供試材(SKD61圧延材)には、窒化深さの異なる6種類を用いており(70 ~ 40 μm)、いずれも素材の圧延方向(RD)及びその垂直方向(T

D)について伝播時間計測を行った。結果、いずれの保持時間においても高い相関があり(決定係数0.95以上)、本法で窒化処理深さを精度よく非破壊計測可能とした。ここで保持時間が長くなると伝播時間が若干短くなる理由は、グリスフィルム厚みの減少によるものと考えられる。また、いずれの保持時間においてもRDとTDのデータにはほぼ差がなく、すなわち音響異方性が小さいことから、本材(SKD61)の場合は適用に好都合であることが分かる。さらに、検量線からのデータのバラツキに着目すると、保持時間及び伝播方向に依らず非常に高い類似性があることに気付く。つまり、これは本測定マナーにより生じるエラーが主要因ではなく、材料情報そのものが良く抽出されたものと考えられる。今後、残留応力や実際の硬さ分布、組織など音波に影響を与える因子について検討を進め、本測定法の信頼性をさらに高めていく予定である。

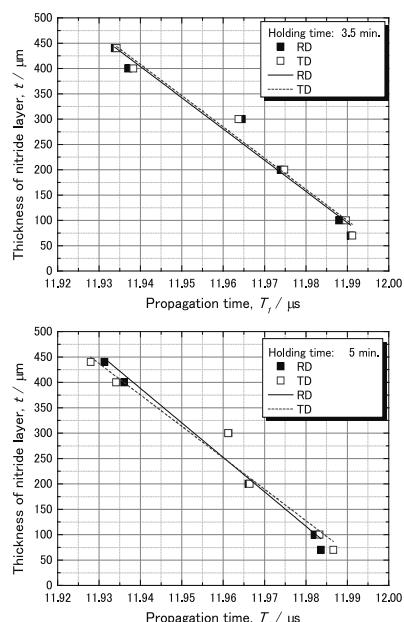


Fig. 1 Relationship between the propagation time and thickness of nitride layer

The holding time for pressure: (a) 3.5 minutes and (b) 5 minutes

※本研究は、経済産業省のH28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。

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。本研究では、バイオマス由来の原料を使ったナノファイバーを作成し、それをベースとした新規材料開発を検討した。また、セルロースナノファイバー(CNF)の特性改良を目的とした開発を行った。

2. 実験方法

バイオマスナノファイバーは、(株)スギノマシンの“BiNFi-s”などを用いた。またスキンケア材料に使用した原材料は、いずれも市販されている既存商品での評価を行った。機能性材料として、シルクを選択した。シルクは、化粧品原料で使われており、安全性やアレルギーに対する知見も確認されている。化粧品として求められるシルクの機能は、放湿性、保湿性が優れていること、毛髪や肌に対しツヤや保護機能を与えることなどが挙げられる。またシルクは、肌のターンオーバーに寄与する機能もあり、美白機能も期待されていることから研究もすすめられている。今回は、湿式微粒化装置を用いて、微細・解纏化条件を検討して、シルク分散液を作成した。

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

シルクの分散液をFE-SEMで観察し、SEM像からもシルクがナノファイバー化していることが確認できた。さらにはCNFの触感改良を目的とし、CNFと透明で分散安定性をもつCMC-NFを混合したハイブリット型ナノファイバー試作を行った。

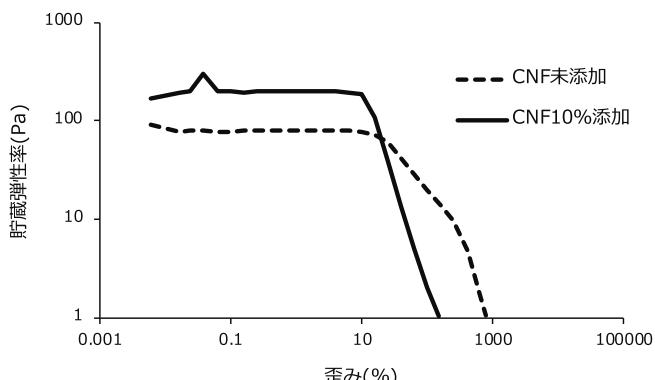


図1 ハイブリット型ナノファイバーの貯蔵剛性率評価

図1にレオメーターを使用し貯蔵剛性率の測定結果を示す。CMC-NFを添加した結果、CNF単独よりも触感に関連するパラメータである貯蔵弾性率に変化があった。

触感変化をナノファイバーでコントロールできた。

3.2 複合化スキンケア材料の評価

CNFを添加したクレンジングや洗顔機能を持つ化粧品を試作した。試作品で洗顔フォーム(洗顔時の泡)を使って、泡へのCNF添加効果を評価した。

図2に貯蔵剛性率の結果を示す。CNFの添加によって、貯蔵剛性率が上がったことから、泡の強度が向上することが確認できた。

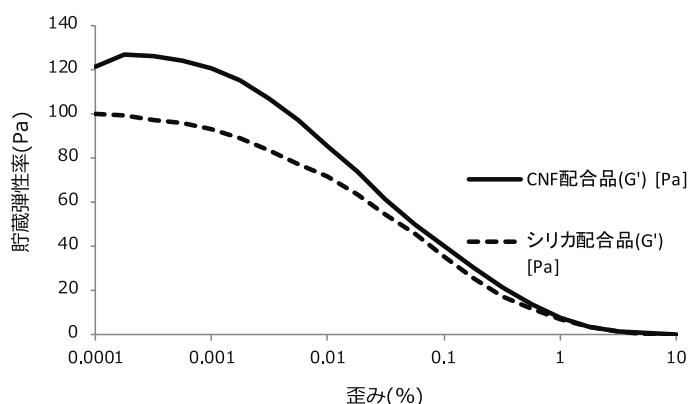


図2 洗顔剤由来の泡の貯蔵剛性率評価

また、CNFにマイクロメートル径の色素材を添加して色素材が長時間分散・保持させることを目的に、添加する粒子の径とCNF濃度の関係を検討した。その結果、色素材や薬剤の粒径とCNF濃度との関連性と上記した有効成分を長時間安定保持することができる条件を見出すことができた。

4. 結言

今年度は、シルクを使った機能性材料ナノファイバーの作製と洗顔剤にCNFを添加することで得られる効果が確かめられた。また、色素材や薬剤といった機能性材料の分散安定性助剤としてCNFが有効利用できることを明らかにした。

次年度は、本年度の継続試験と共に既存の増粘剤、安定剤との比較を進める。また、CNFの安全性や防腐剤や安定剤を添加したCNFを開発することも並行して進め予定である。

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 山岸英樹、評価技術課 岩坪聰 柿内茂樹 宮田直幸
株式会社スギノマシン 原島謙一 徳道世一

1. 緒言

最先端のものづくりでは、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いる。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では扱う事が出来ていない。本研究では、高圧噴射型湿式微粒化装置をベースとして、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する装置の開発を行なっている。

2. 実験方法

本研究では、昨年度、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を開発した。本年度は、このプロセス装置を液中プラズマチャンバーと名付けて試作し、異なる材料にて分散性能テストを行なった。テストには、酸化チタン原料として日本エアロジル社製の P25 粉末を使用した。チャンバーの分散性能は、粒度分布測定、ゼータ電位測定、pH 測定の結果から評価し、現行の湿式微粒化装置(以下、現行機)と液中プラズマチャンバーとで分散性能を比較した。

粒度分布測定ならびにゼータ電位測定には、スペクトリス社製の動的光散乱式粒度分布計ゼータサイザナノ ZS を使用し、pH 測定には HORIBA 社製ポータブル pH メーター D-71S を使用した。

3. 実験結果および考察

未処理の酸化チタン、現行機で 30 パス処理した酸化チタン、液中プラズマチャンバーで 30 パス処理した酸化チタンの粒度分布測定結果を図 1 に示す。また、各サンプルのゼータ電位測定値と pH 測定値を表 1 に示す。

粒度分布結果より、液中プラズマチャンバーで処理した酸化チタンの D_{50} 値は 75nm となり、現行機で処理したものよりも小さくなることがわかった。また、粒度分布のピーク形状においても、現行機で処理した酸化チタンは、粒子径の大きな領域にも分布が残ったプロードなピークだったのに対し、液中プラズマで処理したものは分布幅が狭い、シャープなピークになっていた。

また、粒子の分散状態の尺度となるゼータ電位においても、現行機よりも液中プラズマチャンバーの方がゼータ電位の絶対値が大きく変化したため、液中プラズマチャンバーの分散性能が高いことが示された。

pH 測定結果では、液中プラズマチャンバーで処理した酸化チタンの pH は小さくなることがわかった(pH が酸性領域側にシフトした)。酸化チタンは、等電位点を pH6 附近に有しているため、液中プラズマチャンバーによる pH の低下により酸化チタンの粒子間の静電反発力が増加し、分散性が向上したと考えられる。

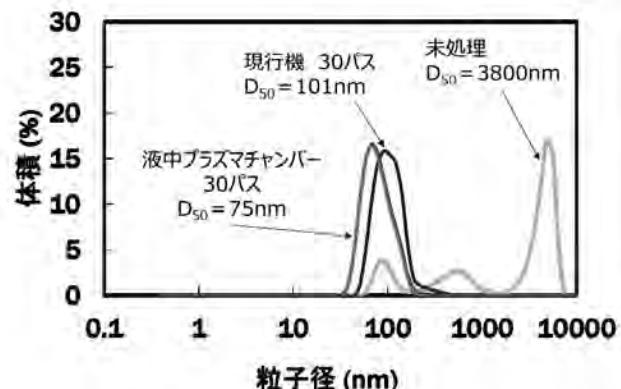


図 1 各種処理における酸化チタンの粒度分布の変化
(屈折率 酸化チタン : 2.52、水 : 1.33)

表 1 各酸化チタンサンプルのゼータ電位と pH

	ゼータ電位 (mV)	pH
未処理	20.7	3.79
現行機 30 パス処理品	24.7	3.82
液中プラズマチャンバー 30 パス処理品	30.4	3.01

4. 結言

本年度は、試作した液中プラズマチャンバーの分散性能テストを酸化チタンによって行なった。来年度は、より多くの種類の材料で液中プラズマチャンバーの分散性能テストを行い、都度、装置の改良にも努めたい。

EPS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

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。しかし従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(CNF)や、富山県の主要産業品の一つであるニット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

昨年度は、ナノファイバーを作る材料であるポリマー樹脂中にCNFを混練させることによって、CNFを均一分散させたエレクトロスピニング方式混練ナノファイバーの研究を行った。CNFは㈱スギノマシンの協力を得て溶液分散させたCNF溶液を用いた。得られたCNF混練樹脂はシングルノズル方式エレクトロスピニング装置によって紡糸を行い、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて纖維径などの観察を行った。

また、ナノファイバー不織布に対しニットを熱プレスで貼り合わせた『ハイブリッド極薄基布』を作成した。マルチノズル方式エレクトロスピニング装置で作成したナノファイバー不織布に対し、所定の濃度で希釈したバインダー剤を含侵コーティング、乾燥させたニット生地をラミネーターで熱プレスすることによって生地の貼り合わせを行った。得られた複合生地は強度、風合いなどの性能評価を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 CNF混練ナノファイバーについて

SEMによって観察した結果を図1に示す。従来のCNF表面付帯と比較して、纖維系が細いままCNFをナノファイバー中に分散できている事が分かるが、一部纖維化しきらずに塊として現れる部分が存在することが観察より分かった。

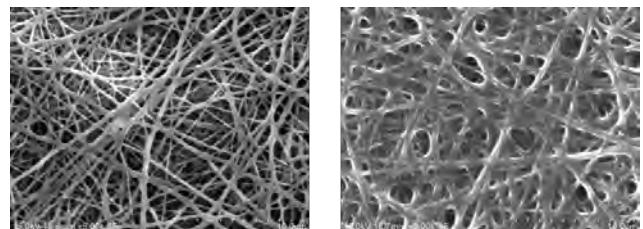


Fig. 1 CNF混練ナノファイバー(左)とCNF表面付帯ナノファイバー(右)のSEM写真による比較

今後は樹脂調整を行い、さらに安定した条件を見出し、マルチノズルでの紡糸を行った後に強度試験などの性能評価を行う予定である。

3.2 『ハイブリッド極薄基布』について

マルチノズル方式で得られたナノファイバー不織布に対し、エマルジョン化させたバインダー剤を水で希釈し、ニットに含侵、乾燥させた貼り合わせ用ニット層を熱プレス工程を用いて複合化した。図2より得られた複合生地はナノファイバーの細かい空隙を潰すことなく接着されているため、従来の高い透湿性を保持したまま補強効果の向上に成功している。この手法は、「透湿性を有する複合基布およびその製造方法」と言う名称で特許出願を行った。



Fig. 2 ハイブリッド極薄基布の製法ならびにSEM観察図

4. 結言

昨年度はマルチノズル方式で生産性をあげたナノファイバー不織布の性能向上を目指し、CNFの複合化とニットの貼り合わせという二通りの手法でナノファイバー不織布を作製することが出来た。今後は得られた高性能ナノファイバー不織布を基に、更なる性能の向上、商品化に向けた材質、質感の最適化、加飾によるナノファイバーの性能多様化を目指す。

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の大変な問題からも、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、残留応力及び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。IoT(Internet of Things)用のセンシング技術としての応用やマグネシウムの構造部材としての利用促進に資することが期待できる。

2. 実験結果など

これまでに、純マグネシウム押出材(5.5 mm)の低サイクル疲労における損傷が、主に結晶粒界におけるナノスケールのかすかな剥離によることを示してきた^{1,3)}。この損傷発達により、本材の弾性率はサイクル数の増加に伴い数%オーダーで低下する。一方、展伸材は非常に強い集合組織を形成して

おり、機械的性質が押出方向により大きく異なる。本材においても疲労損傷評価用 DB としての利用を考えた場合、押出方向による弾性低下挙動の異方性を把握しておく必要がある。単軸繰り返し引張(応力比 0)を押出方向に平行(ED = LD 材)及び押出方向に垂直(ED = TD 材)に負荷した場合の疲労度 N/N_f に対するヤング率及び弾性率の挙動をそれぞれ Fig. 1(a)及び(b)に示す(図中太矢印は押出方向を、また細矢印は横波偏向面を示す)。なお、いずれも低サイクル疲労となるよう応力振幅は調整した(ED = LD 材: $1.08\sigma_{0.2}$ - $N_f = 69,478$, ED = TD 材: $0.56\sigma_{0.2}$ - $N_f = 63,471$)。同程度の破壊サイクル数であっても、切り出し方向の違いにより疲労に伴う弾性率の低下挙動に明確な差があることが明らかとなった。

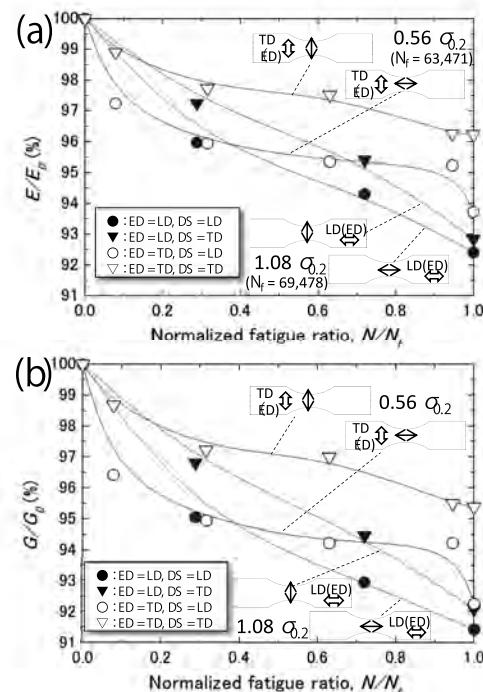


Fig. 1 Change ratios during low-cycle fatigue for the (a) Young's modulus and (b) shear modulus as a function of N/N_f (Ds: deflected surface of shear wave)

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.
- 3) 山岸英樹: 富山県工業技術センター研究報告, 30 (2016) 7

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、佐藤智、 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 高辻則夫、會田哲夫

1. はじめに

車両の軽量化には、従来の鋼材の改良だけでは限界があるため、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。

本研究では、高速動作かつフリーモーションにより精密・柔軟な制御が可能なACサーボプレス機(コマツ産機株: H1F200-2)を用いて、「アルミニウム合金とマグネシウム合金」及び「炭素繊維強化熱可塑性樹脂(CFRTP)とアルミニウム合金」の組合せにおいて、それぞれ「鍛接法」¹⁾および「かしめ法」²⁾によるマルチマテリアル部材創成に取り組んだ。なお、鍛接法については、フェーズドアレイ超音波探傷試験機(PAUT)を用いて接合界面の可視化についても実施した。高強度かつ高生産性を実現する異材接合技術開発とともに、説明力が高い非破壊検査技術開発に取り組んだ。

2. 実験結果

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(チタンインサート)において、予熱温度を変えた場合の外観写真をFig. 1に示す。予熱温度250 °Cでは成形不可能であり、また420 °Cではバリやワレが生じた。320 °C及び380 °Cでは良好な外観を得ることができた。

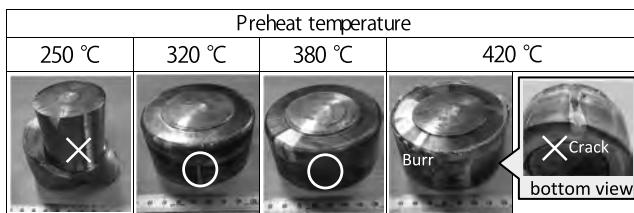


Fig. 1 Appearance of the forge-welding specimens

次に予熱温度、圧力保持時間及びインサート材板厚が引張強さに及ぼす影響をそれぞれFig. 2(a)-(c)に示す。最

適なフリーモーションにより、予熱温度380 °C以上またインサート材厚み0.3 mm以上において高強度に接合可能であることが分かった。また、圧力保持時間は、設定下限の0.1秒でも問題なく接合できた。さらに素材の研磨は不要であることを確認しており、サーボプレスの高速性を活かしたハイサイクル接合を可能とした(1サイクル約1.8秒)。

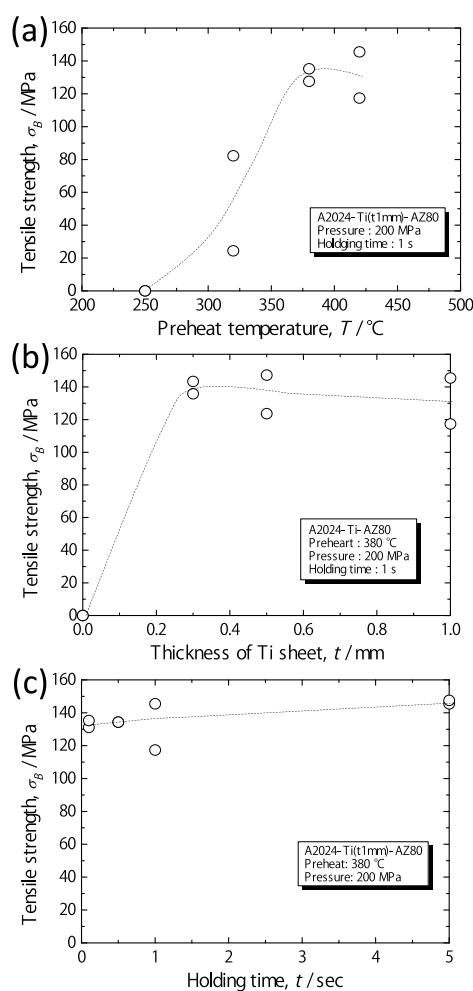


Fig. 2 Tensile strength versus (a) preheat temperature, (b) thickness of Ti sheet and (c) pressure holding time

Fig. 3に鍛接部材中央の断面マクロ写真及びPAUTによる接合界面の3D可視化画像を示す(高さ方向は約50倍に伸長)。界面の塑性流動状態を分かりやすく可視化できた。なお巨視的なインサート材のヤブレは0.3 mm厚材でもほぼ生じていなかった(最大で幅300 μm程度)。

*現 企画管理部

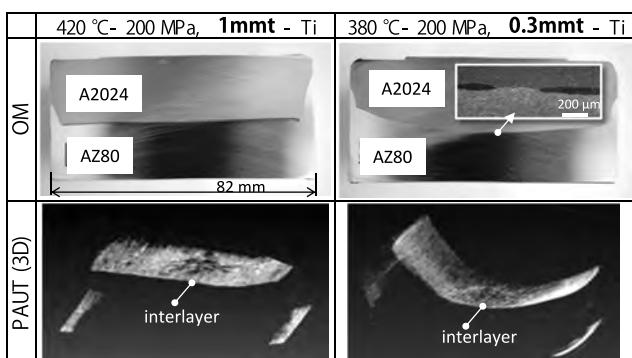


Fig. 3 Optical micrographs of the cross section and its 3-dimensional (3D) images of the forge-welding interface

2.2 CFRTP とアルミニウム合金のかしめ接合

CFRTP とアルミニウム合金のかしめ法において(素材はともに 50×150×t3 mm 短冊材)、パンチ挿入量及びその保持時間が引張せん断荷重に及ぼす影響をそれぞれ Fig. 4(a)及び(b)に示す。挿入量は 4 mm が最適であること、また保持時間は安定した樹脂硬化のため、30 秒以上が望ま

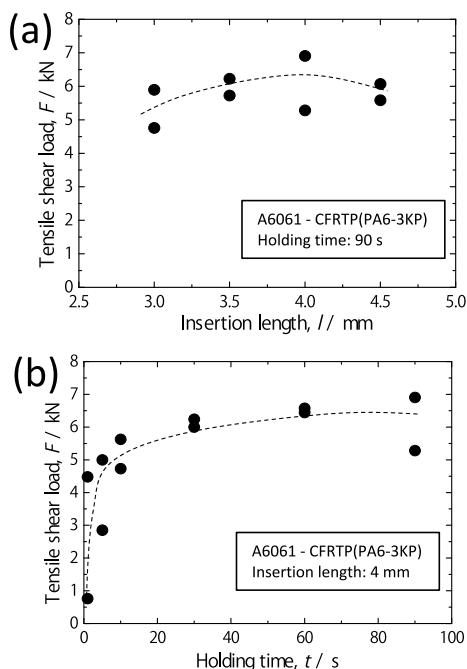


Fig. 4 Tensile-shear load versus (a) insertion length and (b) holding time

しいことを明らかにした。パンチ挿入量 4 mm 及びその保持時間 90 秒において、最大引張せん断荷重は 6,905 N に達した(Fig. 5)。本接合法は、接着剤等による直接接合とは異なり、その継手形状から、繊維強化樹脂としての強度を発揮して破壊に至るため高強度となる(かしめ部直径 15 mm における相当引張せん断強さは 39.1 MPa。一般的の直接接合では樹脂の強度が上限となりせん断強さは 20 MPa 程度が限界)。このように、下穴は加工のしやすい金属とし、サーボプレスのフリーモーションを活かして CFRTP をその連続繊維を切らずに狭小部に流し込み、機械的にかしめる接合技術を開発した。本法は、ボルトやナットなど重量の増加を伴わず、また接着剤で懸念される経年劣化がない。さらに短時間加工で高強度を実現する他にない優位性があるため、自動車分野への適用を目指し特許出願を行った。

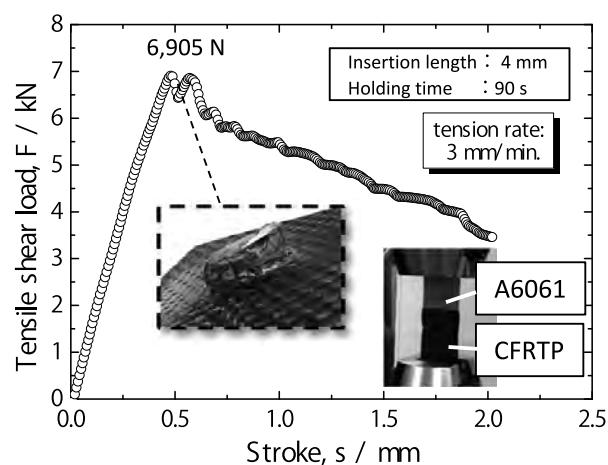


Fig. 5 Load-stroke curve of the swaged material

「参考文献」

- 1) H. Yamagishi et al.: *Metall. Mater. Trans. A*, **46** (2015) 3601-3611.
- 2) 山岸ほか：富山県工業技術センター研究報告 **30** (2016) 8-9.

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, Masaru SATO, Shigeki KAKIUCHI, Takaaki SHIMIZU, Sotohiro TAKABAYASHI, and Naoyuki MIYATA, University of Toyama; Norio TAKATSUJI and Testuo AIDA

The two pressing processes, forge-welding and swage, were examined to develop a multi-material joint, which had a high-strength and a high-productivity, using an Alternate-Current (AC) servo press. In the forge-welding of aluminum alloy to magnesium alloy the process time has achieved less than two seconds. On the other hand, the swage of Carbon Fiber Reinforced Thermo-Plastics (CFRTP) to aluminum alloy has attained double the shear-strength of a strong adhesive bond.

金属積層造形システムにおけるアルミニウム合金の造形に関する研究

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

1. 緒言

金属を材料とする3Dプリンターは、切削やダイカストなど従来の金属加工方法では不可能だった複雑な形状を比較的短時間で造形できるため、各種機械部品や金型等の試作、また最近では多品種少量の生産分野でも注目されている。

現在、金属3Dプリンターの造形材料には、マルエージング鋼、ステンレス鋼、アルミニウム合金が多く用いられている。中でもアルミニウム合金は比重が小さいことから、自動車や航空機の部品を金属3Dプリンターによる複雑な形状にすることで大幅な軽量化が期待できる。

そこで本研究では、アルミニウム合金により様々な形状を造形し、その寸法計測などの評価を行い、造形限度などについて調査した。

2. 実験方法

金属積層造形システムには、EOSINT M280 (EOS GmbH)を用いた。アルミニウム合金(ADC3相当)を造形し、各部分について、形状状態について調査した。また、エネルギー密度について造形物の内部欠陥や表面形状への影響を調査した。

3. 実験結果および考察

3-1 金属組織観察

図1に造形物のエッチング後の金属組織の観察結果を示す。造形では水平方向の異方性を小さくするため、レーザーを1層ごとに約60°回転させて照射しているため、①水平断面では、溶融・固化した金属組織が折り重なった網目状であることが確認できた。また、②垂直断面においては、1層ずつ層が積み重なっていることが観察された。この結果、造形物は金属3Dプリンター特有の異方性のある金属組織を有していることがわかった。また、ミクロ的に観察したところ、急冷凝固された微細組織になっていることが確認できた。

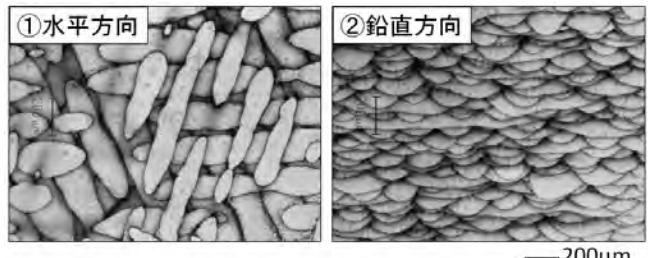


図1 金属組織観察結果 —200μm

3-2 造形物の評価

図2に①丸穴(垂直)φ0.5~5mmおよび②丸穴(水平)φ0.5~5mmの観察写真を示す。丸穴(垂直)は、積層方向と同じ方向に形状を繰り返して積層しているため、オーバーハング部が無い安定した積層となる。そのため、形状は悪いがφ0.5mmの小さな穴も造形されていた。丸穴の径が大きくなるほど円に近似しているが、内周部の寸法精度は、穴の直径に関わらず同様な形状をしている。このことから、垂直方向の造形物端は、一定の寸法精度を持っていることがわかった。

丸穴(水平)は、積層方向に対して垂直であるため、造形している際に、穴上部がオーバーハング部の積層となり、不安定な層を造形することになる。そのため、穴の上部が崩れてしまい、造形することが困難となる。観察の結果、直径が大きくなるほど、形状崩れの部分が大きくなるため、形状を保つためにサポートの付与が必要になる。

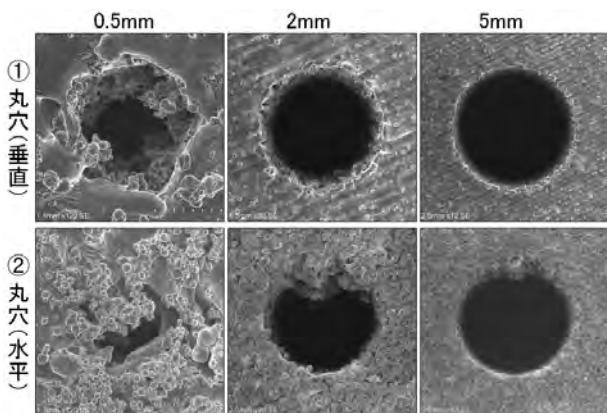


図2 造形物の穴形状

3-2 エネルギー密度の影響

金属 3D プリンターで造形するには、レーザー出力、速度のほか、走査ピッチ、1 層ごとの積層厚、造形時のガス雰囲気、ベースプレートの温度など、設定する条件が数多くある。本実験では、多くのパラメータの中でも造形に最も影響があるエネルギー密度について着目した。このエネルギー密度 E_d は(1)式で算出される。

$$E_d = \frac{P}{v \cdot s \cdot t} \quad \cdots (1)$$

P : レーザー出力 (W) v : レーザー速度 (mm/s)

s : 走査ピッチ (mm) t : 積層厚 (mm)

図 3 に、造形物を積層方向に対して垂直に切断・研磨した、研磨面の SEM 観察結果を示す。

空隙欠陥(黒い部分)は、レーザー速度が速くなるほど、多くなることがわかった。これは、レーザー速度が上がるほどエネルギー密度が小さくなり、材料の溶融に必要なエネルギーを十分に与えられなかつたため溶融不足が発生し、積層状態は悪くなる。この表面状態が悪い積層が繰り返された結果、内部組織の欠陥が発生すると考えられる。

図 4 にエネルギー密度と相対密度の関係を示す。その結果、エネルギー密度が大きいほど、相対密度が高くなることがわかる。

本実験では、エネルギー密度の最大条件で、相対密度が高く、表面粗さが小さい造形品が得られた。しかし、これ以上にエネルギー密度を上げた場合は、激しく溶融されることで、内部にガスが巻き込まれてガス欠陥が発生し、相対密度は下がり、表面粗さも大きくなると推測している。

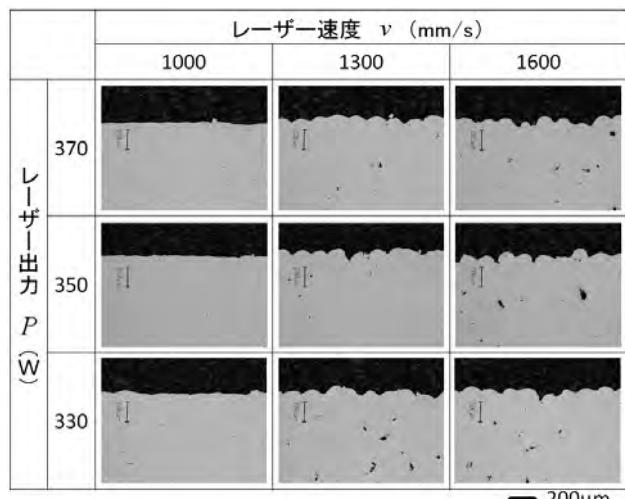


図 3 造形物の断面観察結果

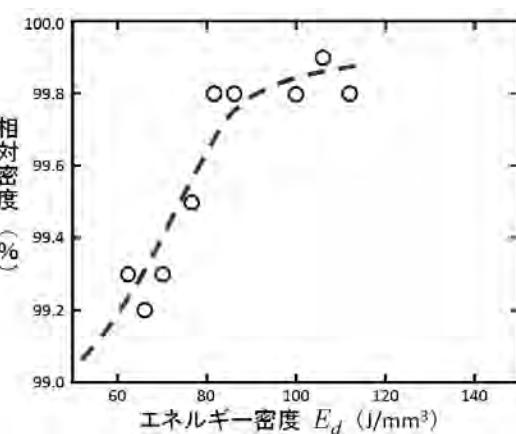


図 4 エネルギー密度と相対密度の関係

4. 結言

金属 3D プリンターによる造形物は、水平断面と垂直断面で形態が異なる特有の金属組織であった。

相対密度および表面粗さは、レーザーのエネルギー密度に大きく影響される。今回の実験では、エネルギー密度が高くなるほど良好な相対密度と表面粗さが得られた。

キーワード：金属 3D プリンター、金属組織

Basic Characteristics of Al Alloy Fabricated by Selective Laser Melting

Monozukuri R&D Center; Kiyokazu HIMI,

Material Technology Section; Takafumi YAMAMOTO, Jyunji SUMIOKA, Tomoaki ISHIKURO

In this study, the basic characteristics of Al alloy fabricated by Selective Laser Melting (SLM) were investigated. We confirmed the characteristic of 3D printer that there are different metal structures between horizontal direction and vertical direction of molded sample. Then we found that relative density of samples depends on energy density a great deal, and there is a tendency that relative density is higher if energy density is higher.

県産バイオマス(もみがら)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、収穫時に多量のもみがらが発生するが、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県産バイオマス(もみがら)を使用した射出成形用材料を開発することを試みてきた^{1),2),3)}。本実験では、複合材料の物性向上に効果があった無水マレイン酸変性ポリプロピレン添加剤について、その効果を検討した。

2. 実験方法

2.1 材 料

使用したもみがらは、2015年秋に富山県内入善町で得られたもので(水分量:12.4%)。ポリプロピレン(PP)は、株式会社プライムポリマー製プライムポリプロJ2021GR(PP、ランダム、MFR=22)を用い、添加剤としては、バイオマス系の複合材料において効果がある無水マレイン酸変性ポリプロピレンの理研ビタミン株式会社製リケイドMG-250P(Additive-A、酸価=23)、理研ビタミン株式会社製リケイドMG-400P(Additive-B、酸価=41)、理研ビタミン株式会社製リケイドMG-400EM(Additive-C、酸価=41、Additive-Bをエマルジョン化したもの、不揮発分=30%)、理研ビタミン株式会社製リケイドMG-440P(Additive-D、酸価=45)を使用した。

2.2 複合化

セルロース混合可塑化成形装置(株式会社エムアンドエフ・テクノロジー製MF式混合溶融機MF-1001R)により複合化を行った。装置に配合割合が60%に相当するもみがらを入れ予備粉碎した後、ドライブレンドで添加剤を加えたPPを加え、複合材料を作製した。

2.3 物性評価

作製した材料は、小型射出成形機(日精樹脂工業株式会社製NPX7-1F)により、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)による引張試験と、衝撃試験機(株式会社東洋精機製作所)によるシャルピー衝撃試験を行った。また走査型電子顕微鏡(日立S-3400N)で破断面の観察を行った。さらに、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を行った。

3. 実験結果および考察

図1にPPおよびPPにもみがらを加えた材料と、さらにPPに対して添加剤をそれぞれ重量比1、3、5%で添加した材料の引張弾性率を示した。PPの弾性率は1200MPaであるのに対し、もみがらを加えると2500MPaまで高くなり、添加剤を加えると3000MPaまで向上した。添加剤の効果は、いずれの添加剤においても3、5%の添加で効果が高かった。図2に同様の試験における引張最大強度の関係を示した。もみがらを加えると強度は大きく低下するが、添加剤により強度を向上させることができた。特に、Additive-B(5%)、Additive-D(3%)、Additive-D(5%)では、PPの23MPaに対して30MPaを越え、30%以上の強度向上効果を得ることができた。また、Additive-BとAdditive-Dの添加効果が高いことは添加剤の酸価の高さが影響しているものと考えられ、酸価が高い場合に少量で添加効果が得られることがわかった。図3にシャルピー衝撃試験結果を示した。もみがらを複合化することによって衝撃値は低下し、添加剤の改善効果はほとんど見られなかった。PPに添加剤を5%添加した材料においても衝撃値の低下が見られたことから、添加剤はPPの物性を低下させる場合があり、使用には検討を要することがわかった。図4、図5にPPにもみがらを加えた材料とともにAdditive-Dを5%添加した材料の引張試験後の破断面の状態を示した。PPともみがらの場合には、PPが大きく引き延ばされ、もみがらが引き抜かれた跡とともに、PPともみがらの界面には隙間が見られた。一方、添加剤を加えるともみがらの引き抜きや界面の隙間は見られなくなった。このことから、もみがらにおいても無水マレイン酸変性ポリプロピレンは界面の接着に効果があることが確認できた。

図6には荷重たわみ温度を示した。PPに対してもみがらを加えることにより荷重たわみ温度が向上するが、添加剤を加えるとさらに値が高くなった。これは、添加剤を加えることによるもみがらの分散性の向上ともみがら/樹脂界面の接着により試験時の試料の変形が抑制されるものと考えられた。

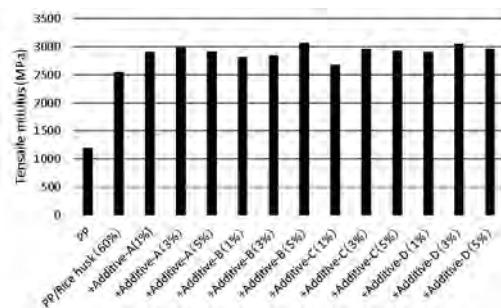


Fig. 1 Relationship between the type of additive and the tensile modulus

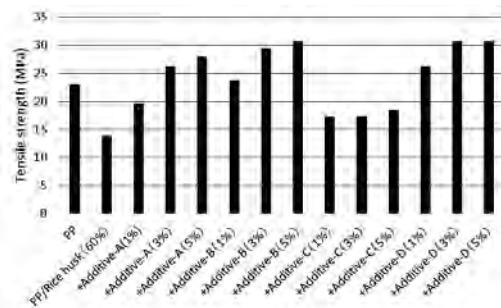


Fig. 2 Relationship between the type of additive and the tensile strength

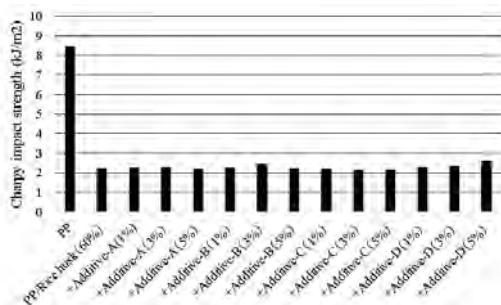


Fig. 3 Relationship between the type of additive and the charpy impact strength

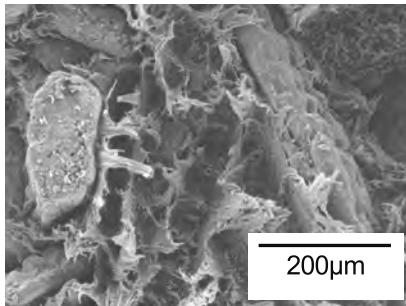


Fig. 4 SEM image of fracture surface of tensile strength test specimen (PP/Rice husk (60%))

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 Produced in Toyama Prefecture

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

Composite materials containing polypropylene and rice husk were produced by the cellulose mixing-plastication molding machine. In the maleic anhydride-modified polypropylene, it was confirmed that those having a high acid value had a high addition effect on the composite materials.

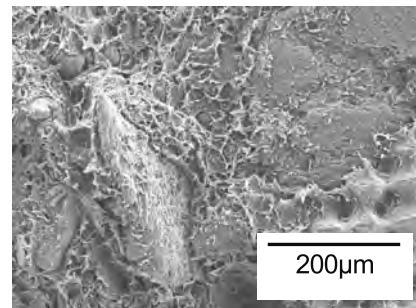


Fig. 5 SEM image of fracture surface of tensile strength test specimen (PP/Rice husk (60%) + Additive-D (5%))

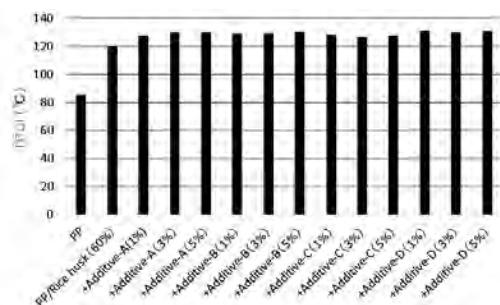


Fig. 6 Relationship between the type of additive and the deflection temperature under load

4. 結言

PPとともにみがらの複合材料について添加剤の効果を評価したところ、無水マレイン酸変性ポリプロピレンでは、酸価が高いものの添加効果が高いことを確認した。

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。

参考文献

- 1) 水野、成形加工シンポジア'14、385 (2014)
- 2) 水野、成形加工シンポジア'15、291 (2015)
- 3) 水野、成形加工シンポジア'16、182 (2016)

サーボプレスを用いた高張力鋼板の高精度成形技術の開発

ものづくり研究開発センター 佐藤智 山岸英樹 中央研究所 柿内茂樹 清水孝晃

1. 緒言

近年、自動車等の輸送機器における部材の軽量化の要求が厳しくなる中、高張力鋼板(ハイテン)等の高比強度材料の適用が進んでいる。しかし、これらの材料では、加工後に発生するスプリングバック(弾性回復)により、形状凍結不良が起こることが大きな問題となっている。

一方、サーボプレスは、加工中のスライドの動作を細かく数値制御できることから、プレス加工品の寸法精度の向上などが期待され、導入が進んできている。

高比強度材のスプリングバックへの対策の一つとして、サーボプレスによるホットスタンプや応力緩和現象を応用した加工方法が提案されているが、材料ごとの最適な加工条件等は明らかとなっていない。

そこで本研究では、サーボプレスによる高比強度材料のスプリングバックを抑える加工手法の開発を目的とし、スライドモーションの基礎的知見を得るとともに、冷間圧延鋼板と高張力鋼板の加工性の評価を行った。

2. 実験方法

2.1 供試材料

供試材料は、一般的な冷間圧延鋼板である SPCC と 590MPa 級の高張力鋼板である SPC590 を用いた。その機械的性質を表 1 に示す。なお、両供試材料の寸法は、長さ 200mm、幅 80mm、板厚 1mm である。

2.2 成形金型

曲げ加工は、V 曲げ加工用ダイセットにより実施した。金型は、主に上部のパンチ部と下部のダイ部で構成され、パンチ: $90^\circ - R = 0.5, 1, 5\text{mm}$ およびダイ: $90^\circ - R = 1, 6\text{mm}$ の寸法形状を用いた。

表 1 供試材料の機械的性質

Material	Y.S. (MPa)	T.S. (MPa)	EL (%)
SPCC	210	331	45
SPC590	494	661	22

表 2 スライドモーション

Override	crank motion	crank degree($^\circ$)		
		0~90	90~140	140~180
motionA	crank motion	0~100	0~100	0~100
motionB	crank motion	100	80~20	80~20
motionC	crank motion	100	60	40~20

2.3 プレス加工方法

サーボモータにより、スライドの動作を数値制御することのできるサーボプレス機: H1F200-2 を用いて、プレス加工を実施した。まず、実加工を伴わない運転により、各スライドモーションとスライド速度(オーバーライド)がどのように下死点の精度に影響するかを評価した。表 2 に用いたスライドモーションを示す。クランクモーションでは、オーバーライドを 10% 間隔で変化させ、リンクモーションでは、20% 間隔で変化させた。なお、motion A の 90~140° と 140~180° は同一の値を用いた。

スプリングバックの発生を確認するために、SPCC と SPC590 のプレス加工を実施した。なお、スライドモーションには、クランクモーションを用いた。オーバーライドは、100%(50spm)でスライド速度を一定とし、 $n=2$ で加工した。

3. 実験結果および考察

図 1 は、各オーバーライドとスライドモーションにおける下死点でのスライドの位置を示している。下死点からの変化量は、いずれのスライドモーションでも、オーバーライドが大きくなるにつれて、明らかに大きくなつた。また、リンクモーションでは、初期オーバーライドの大きさによらず、概ね一定の変化量となつた。クランクモーションでの変化量は最大-0.4mm~-0.1mm 程度、リンクモーションでの最大-0.1~-0.2mm 程度であることが確認された。

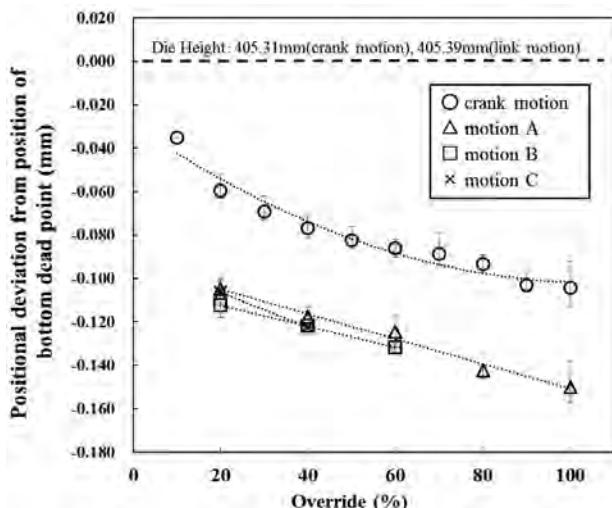


図 1 各オーバーライドとスライドモーションにおける下死点でのスライドの位置

図2にスプリングバックが発生したSPCCおよびSPC590の成形後の外観写真を示すなお、パンチ $R=5\text{mm}$ 、ダイ $R=6\text{mm}$ の金型を用いた。図2より、SPC590では、SPCCよりも明らかに大きなスプリングバックの発生が観察された。

図3は、曲げ加工後の角度変化とパンチ先端形状の関係を示している。なお、ダイ R 部の形状には、それぞれ $R=1, 5\text{mm}$ の形状を用いた。パンチ先端形状によって、曲げ加工後の角度が異なることが確認された。いずれのパンチ先端形状でも、引張強さの高いSPC590の角度変化が大きかった。加工後の角度は、金型に設けた 90° の角度から変化しており、SPCCでは約 $-1.1\sim+2.0^\circ$ 、SPC590では約 $-2.8\sim+6.0^\circ$ の間で変化した。

図4に、パンチ先端形状 $R=0.5, 5\text{mm}$ で曲げ加工したSPCCとSPC590の断面組織写真を示す。 $R=0.5\text{mm}$ のパンチで加工した場合は、両材ともに表面にパンチの先端が食い込んだと思われる局所的な凹部が観察された。一方で、 $R=5\text{mm}$ で加工した場合は、凹み部は観察されなかった。このことから、前述のスプリングインは断面形状の違いによって生じたと考えられる。

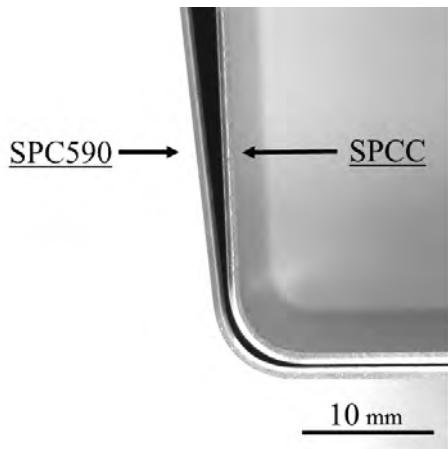


図2 曲げ加工後の外観写真(パンチ先端 $R=5\text{mm}$)

4. 結言

本研究では、サーボプレスを用いて、スライドモーションが及ぼす下死点精度への影響と各鋼材(SPCC, SPC590)の加工性について検討した。スライドモーションについて、下死点精度等の基礎的知見が得られたとともに、一般的な冷間圧延鋼板と590MPa級の高張力鋼板では、スプリングバックの成形不良が観察された。今後、スライドモーション等の加工条件が、成形後の寸法精度に及ぼす影響を検討する必要がある。

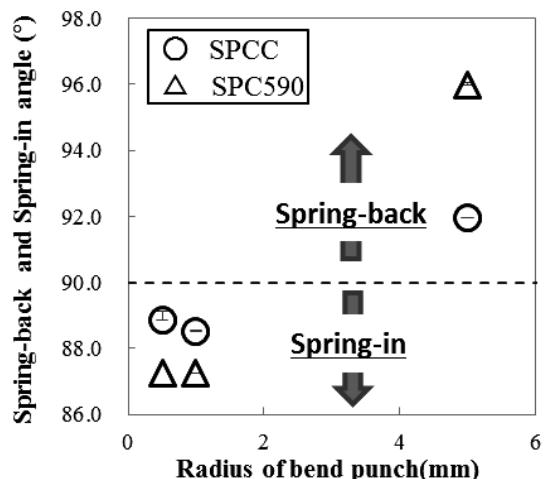


図3 角度変化とパンチ先端形状の関係

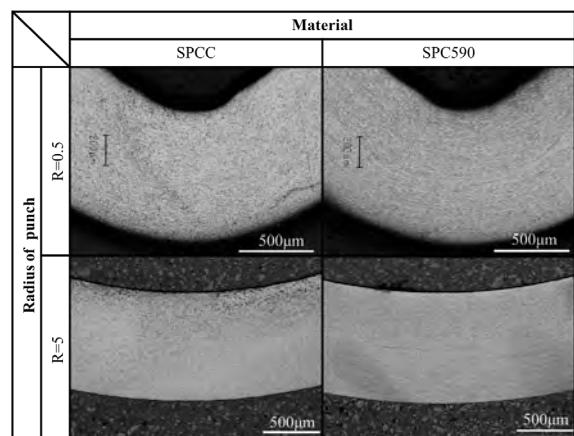


図4 曲げ加工後の断面組織(パンチ先端 $R=0.5, 5\text{mm}$)

キーワード：サーボプレス、塑性加工、曲げ加工、高張力鋼板

Development of High-Precision Forming Technology for High-Strength Steel Using Servo Press

Monozukuri R&D Center: Masaru SATO, Hideki YAMAGISHI,

Central Research Institute: Shigeki KAKIUCHI, Takaaki SHIMIZU

The bending formability of high-strength steel and conventional steel using servo press was investigated. Slide motion and override affected positional deviations from position of bottom dead point. Both steels showed spring-back at large radius of punch $R=5\text{mm}$ and spring-in at small radius of punch $R=0.5, 1.0\text{mm}$. In either case, high-strength steel has bad formability.

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に、食品・医薬品用包装等の製造企業等から排出されるアルミ付着廃棄物を乾留炉により加熱処理することにより、プラスチック部の乾留ガスを自燃させて熱エネルギーを得、且つ炭化物の付着が少ないアルミを回収すること。さらに、水素発生装置において回収したアルミとアルカリ性反応液の化学反応により水素を発生させ、燃料電池等で発電することで、熱と電気のエネルギーを得ることができる装置・システムの開発を行った。研究では、企業における実用規模の処理能力を持つ乾留炉と水素発生装置の開発、さらに燃料電池等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、平成 26 年から平成 28 年度の 3 年にわたり行われた「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. 事業全体の概要

2.1 乾留炉の開発

今回開発した乾留炉では、アルミ付着プラスチック廃棄物について最大 95kg/h 以上の処理を確認した。アルミ回収率、純度については実証プラントでは回収率 93.5%、純度 96.1% であった。特に、純度を向上させるためには、供給風量の調整が重要であることがわかった。また、乾留ガスの自燃利用は乾留ガスを燃焼させて発生した熱風を加熱に用いることで達成した。

2.2 水素発生装置の開発

水素発生装置は、水素発生量 50kL/h 以上（水素 5kg）を越える能力を持ち、燃料電池等の使用に必要な 0.1～0.4MPa の水素圧力の制御も行うことができた。またこの装置では、発生水素 5.04kg から燃料電池の発電量に換算すると 69.4kWh 発電ができると推定できた。

2.3 全体システムの統合、評価

上記装置をシステム化し稼働させることにより、アルミ付着プラスチック廃棄物の乾留炉による 90kg/h の処理、回収アルミの水素発生装置 50kg/h の処理（発生水素 5kg）

が可能で、既存の乾留炉、水素発生装置と比べ、本システムは 21.2% の省エネルギー量の達成、79°C、28L/min の温水回収ができた。

3. 共同研究の概要

3.1 乾留オイルの分析

乾留炉で発生した乾留オイルについてガスクロマトグラフ質量分析を行った。測定したピーク成分の多くはメチル側鎖を持つ不飽和炭化水素と考えられた。また、今回の試料に含まれるポリプロピレンの熱分解物としてプロピレンの低分子量重合物と考えられるピークも見られた。さらに、オイル回収装置の回収部位によって測定された成分の分子量が変化する結果となった。このことから、乾留する材料の違いにより乾留オイルの成分に違いが生じるだけでなく、乾留条件やオイルの回収条件によって、乾留オイルの成分が変化することが推定された。

3.2 発生水素の分析

水素発生発電装置で得られた水素について検討した。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。そこでガス検知管を用いて水素ガス中の、アンモニア、窒素酸化物、硫化水素、二酸化硫黄、塩化水素を測定したところ、いずれの成分も検出されず、発生水素は不純成分が少ないことが確認された。また、ガスクロマトグラフにより水素の濃度を求めたところ、発生水素の濃度はほぼ 100% となった。これらの結果、発生水素は問題なく燃料電池に導入できることがわかった。

3. まとめ

今回の事業では、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た。今回は、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）における廃棄物を主に検討したが、今後、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。

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、加茂 陽子、才田 英明

1. 緒言

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、セルロースナノファイバー（CNF）の製造および脱水、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、CNFの応用展開や複合材料の実用化のための評価を行った。以下にその概要を示す。

2. CNF配合ポリプロピレンの物性

ポリプロピレン（PP）にCNFを5%配合した材料の力学的特性、熱的特性を評価した。使用したPPは株式会社プライムポリマー製プライムポリプロH-700（ホモPP）である。射出成形試験片について、小型強度試験機（株式会社島津製作所製EZ-LX）により引張試験および3点曲げ試験を行い、衝撃試験機（株式会社東洋精機製作所）によりシャルピー衝撃試験を行った。さらに、熱変形温度測定装置（株式会社安田精機製作所HD-500）により荷重たわみ温度測定と簡易線膨張率測定を行った。

表1にPPとCNFを配合した材料の物性を示した。引張特性を見ると、強度は配合の効果がほとんど見られないものの、弾性率はCNFの配合により9%向上した。曲げ特性は強度が18%向上し、弾性率は29%向上した。また、シャルピー衝撃値については配合の効果が見られなかつた。このように力学的特性については、弾性率の向上に対して効果が高いことが示された。熱的特性を見るとCNFの配合により、荷重たわみ温度は10°C以上向上し、簡易測定ではあるが線膨張率も29%向上して $6 \times 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$ 台の値となった。

CNFは高い弾性率や低い線膨張係数が特徴であり、この特性をPPに付与することができた。引張強度やシャルピー衝撃値向上させるためには、PPとCNFの界面特性やCNFの性状を最適化する必要があるものと考えられる。

3. イメージングラマンによるPP中のCNFの分散状態評価

PP中のCNFの分散状態を評価する手法として、イメージングラマン分光分析の有劈性について検討を行った。イメージングラマンは、レニショーブルト会社製inVia Qontorを使用し、CNF複合化PP（CNF含有率5%）の射出成形試験片について、ミクロトームにより試験片中央部の断面を作製して測定を行った。

Table 1 Properties of CNF/PP blend

Properties	PP	PP+CNF(5%)
Tensile strength (MPa)	31.1	31.4
Tensile modulus (MPa)	1860.4	2140.1
Bending strength (MPa)	36.7	43.2
Bending modulus (MPa)	1215.5	1563.9
Charpy impact strength (KJ/m ²)	2.1	2.2
Deflection temperature under load (°C)	92.2	103.8
Thermal linear expansion coefficient ($\times 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$)	9.1	6.5

PPとCNFとのラマンスペクトルに関して、それぞれの特徴的な散乱ピークとして、PPの808 cm⁻¹ピーク、CNFの1094 cm⁻¹ピークを選定し、それらの強度比を基に2D画像を描写したところ、CNFの存在量の多い箇所を可視化することができた（図1）。さらに、画像統計処理ソフトを用いて、このラマン2Dイメージを解析したところ、CNF凝集塊の個数、サイズ等の統計情報を取得することができた（図2）。今後、この手法により開発を進め、凝集物を低減することで更なる物性向上が期待できる。

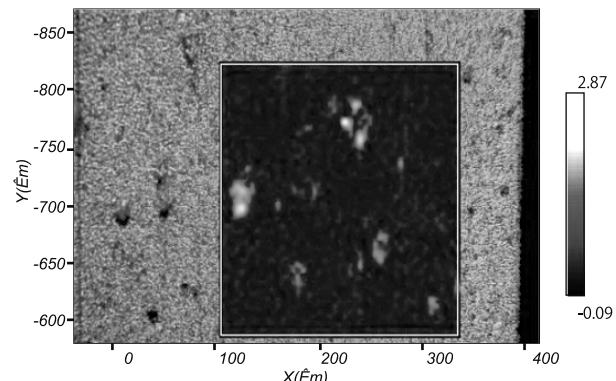


Fig. 1 Raman imaging of CNF/PP blend

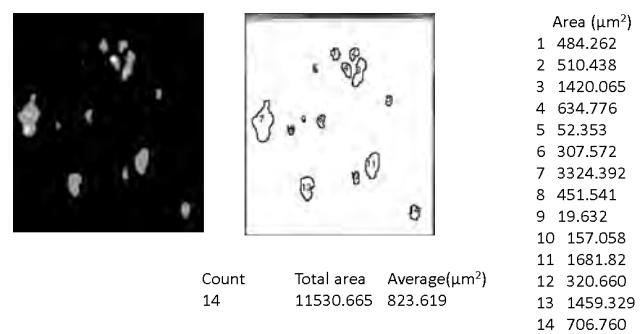


Fig. 2 Digital image processing result of Raman imaging

深層水と微細化昆布を用いた高機能スキンケア剤の開発

ものづくり研究開発センター 近藤兼司 村山誠悟 中央研究所 岩坪聰

五洲薬品株式会社 佐伯行紀、宮本博幸、溝口訓弘 寺島将太

1. 緒言

海洋深層水は、近年化粧品製造で用いられる原料でミネラル成分が高濃度で含有されていることが特徴である。また、昆布はアルギン酸とフコイダンから構成されており、纖維成分をナノファイバー化することで、より機能性を有効に利用できることが期待できる。

本研究では、「海洋深層水研究及び利活用技術」「外用剤開発技術」を基本に、「海洋深層水」を用いて富山にゆかりのある「昆布」に含まれる有効成分を微細化し配合することで、皮膚への高い浸透性と皮膚修復効果のある高機能スキンケア剤を開発した。

2. 実験方法

微細化による昆布のナノファイバー化条件の検討とナノ化昆布の安定性向上を図るために、セルロースナノファイバー(CNF)を用いた。使用した昆布は、日本固有種のマコンブ(学名 *Saccharina japonica*)と CNF 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 昆布のナノファイバー化の検討・作製・評価

昆布ナノファイバーの作製は、湿式微粒化装置で検討した。試作した昆布ナノファイバーの評価は、FE-SEM と粒度分布計で行った。

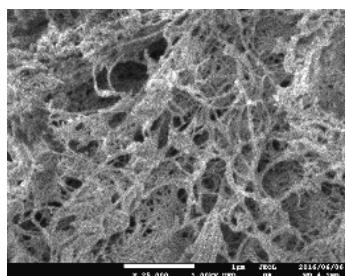
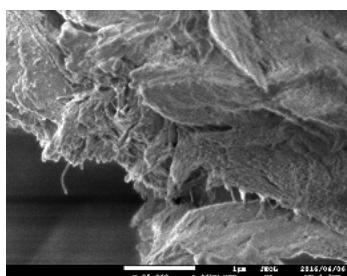


図1 昆布未処理(上)と昆布ナノファイバー(下)の SEM 像

昆布原料とナノファイバー化処理を行った昆布の SEM 像を図1に示す。昆布のフコイダンが、ファイバー状に解纏されているのが確認できた。粒度分布計での計測結果でも d50 の比較で微細化されていることが確認できた。

3.2 昆布ナノファイバー化と CNF の添加効果評価

微細化した昆布ナノファイバーは、CNF と比較して柔らかい触感の傾向が見られるが、安定性が低い傾向を示した。強度と分散安定性向上を目的に、昆布 NF に 2wt% の結晶セルロースナノファイバー や 2wt% の CMC-NF を混合し、昆布ナノファイバーの混合品を作成した。

図2にレオメータで測定された貯蔵剛性率を示す。CNF を添加することで、貯蔵弾性率が向上し、混合サンプルの構造が補強された。また、CMC-NF の添加でも、昆布ナノファイバーに特性変化をつけることが出来ることが確認できた。

安全性の確認のため、使用したセルロースナノファイバーのパッチテストを行った。その結果、安全品レベルの結果を得られた。

官能評価では、肌への潤い感が評価された。

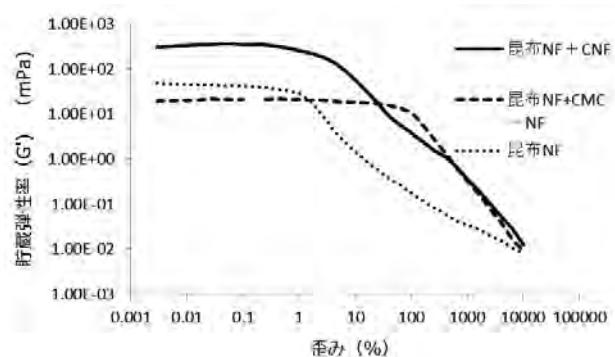


図2 昆布と CNF 混合品の評価

4. 結言

昆布由来のナノファイバーを用いた製品開発を行った。今後も消費者の様々なニーズに合うように処方や容器の開発を進め、優れた製品を開発していく予定である。

※ 本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の平成28年度产学官連携推進事業において実施したものである。

アルミスラッジの有効利用と混練ペレット製造技術の開発

企画管理部 産学官連携推進担当
中央研究所
株式会社戸出O-Fit

水野 渡
住岡 淳司
牧 恒夫、稻川 貴史、高橋 大樹、
小倉 憲太、奥澤 智大

1. 緒言

平成 25 年度から平成 27 年度まで戦略的基盤技術高度化支援事業として「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」の開発を行った。この中では、クリンカッシュ、フライッシュ、アルミスラッジ、木粉・長纖維等の廃棄物とポリプロピレンを長纖維対応型複合材料製造装置により複合化し、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た。

今回その補完研究として、リサイクル資源と樹脂を混練した機能性の高い樹脂の開発を行うことを目的として、アルミスラッジと塩ビ樹脂を複合化してアルミスラッジの有効利用と安価な混練ペレットの製造及びバージン材と同等又は優れた物性値の材料の開発を目指した。

2. 結果概要

アルミスラッジと塩ビ樹脂を複合化した押出成形用材料の作成を目指し、アルミスラッジとの混練樹脂を作成した。複合化は、センター所有の樹脂溶融混練押出装置（株式会社東洋精機製作所製ラボプラストミル）により行った。アルミスラッジの配合割合が 10～50% の材料について、樹脂溶融混練押出装置付属のローラミキサを用いて複合化を行い、小型プレスにより試験片を成形した。

プレス成形した試験片により混練状況を確認したところ、配合割合が低い場合は、混練は出来ているが混練物は流動性が悪く、プレス成形時にヒケや穴、皺が発生した。これは、アルミスラッジの配合割合が高くなるとヒケが収まる傾向があったが、表面にはウェルドマークが発生し、材料の流動性の低下が懸念された。現在の状況では、成形性が不十分なため、複合化方法の検討と改質剤の配合が必要なものと考えられた。



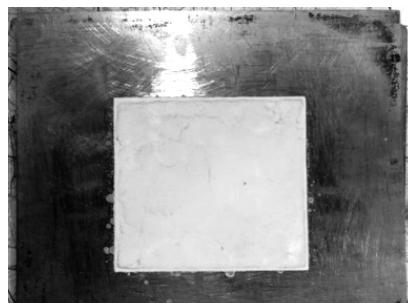
Fig. 1 Labo plastomill



Fig. 2 Roller mixer



(a)10%



(b)50%

Fig. 3 Press molded specimen

ナノファイバーを用いて患者のQOLを改善する貼付剤の開発

生産システム課 金丸亮二 早苗徳光 吉田巧 野尻智弘、ものづくり研究開発センター 成瀬大輔
前田薬品工業株式会社 大久保功一 茶谷原祐治 上田和紀 栄哲

1. 緒言

近年高齢者の増加に伴い薬剤の投薬の仕方を簡便にしたり、嚥下しやすくしたり、副作用を少なくする製剤の開発が多くみられるようになっている。そこで、高齢者や皮膚の感受性の高い人々に刺激が少なく、長期運用可能な貼付剤を提供することを目的とした。昨年度に研究開発を行ったナノファイバーを用いた貼付剤は、基布となるナノファイバーが皮膚の動きに良く追従し、 $100\mu\text{m}$ 以下の厚さで調製できることから剥がれを誘発しにくくなるため、粘着力を高めなくても十分に皮膚上に貼付する事が可能となる。これにより長期の治療が必要な患者にとって内用薬だけでなく、外用剤を中心とした治療も継続的に可能になる。

2. 実験方法

マルチノズル式エレクトロスピニング装置を用いて、貼付剤基材部分となるナノファイバー不織布の作製を行った。ナノファイバー不織布の基材には耐薬品性に優れたポリフッ化ビニリデン(PVDF)を使用し、長尺かつ厚さが均一なナノファイバー不織布を紡糸した。これに薬剤層を付加し、ナノファイバー貼付剤を作製した。得られたナノファイバー貼付剤サンプル(図1:A,B)に対し物性評価試験を行い、貼付剤厚、透湿度、破断伸度、剥離性、追従性などの、貼付時の負荷に関する試験を中心として従来品(図1:C,D)との比較を行った。

比較対象: A. ナノファイバー貼付剤(薬剤1)
B. ナノファイバー貼付剤(薬剤2)
C. 従来品_ニット生地テープ剤
D. 従来品_不織布生地パップ剤

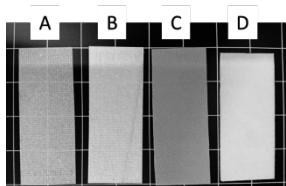


図1 付剤サンプルの比較写真

A,B: 約 $100\mu\text{m}$ C: 約 $500\mu\text{m}$ D: 約 $1,400\mu\text{m}$

3. 実験結果および考察

3.1 貼付剤基材ナノファイバーの作製

PVDF を原料とした樹脂溶液について、マルチノズル式エレクトロスピニング装置を用いて連続紡糸を行い、ナノファイバーシートの連続生産を行った。最大で 12 時間の連続紡糸を行い、長尺の 300mm 幅ナノファイバーシートを作製し、サンプルとして提供した。サンプルとし

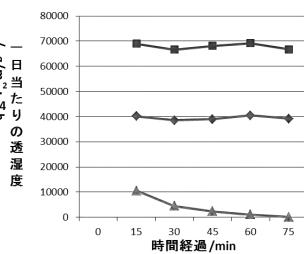
て提供したナノファイバー膜厚は $\pm 3\mu\text{m}$ の精度にて作製し、最終的に膜厚 $30\mu\text{m}$ が最も薬剤の付帯に適していることを確認した。

3.2 ナノファイバー貼付剤サンプルの物性評価

ナノファイバーシートを基材にして作製した貼付剤サンプルについて、伸度、剥離強度、追従性、透湿度試験を行った。伸度については 10cm の貼付剤サンプルに対し、約 90%程度の伸度を確認した。また、剥離強度についても従来の湿布剤やパップ剤と比較して半分以下であることが分かった。透湿防水性試験は JIS 規格の B-2 法によつて行い、その結果を表1に示した。グラフの結果より、従来品は薬効成分の膨潤などによって時間経過とともに透湿性は失われていくが、ナノファイバーを基材にしたサンプルについては薬剤付帯後に関しても $30,000\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$ の非常に高い透湿性を有していることが確認できた。

表1 貼付剤サンプルの透湿性比較

貼付剤サンプル名	一日当たりの透湿度
ナノファイバー貼付剤 (薬剤1)	$67,900\text{ g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$
ナノファイバー貼付剤 (薬剤2)	$39,200\text{ g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$
市販_ニット生地テープ剤	$10,000\text{ g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$ $\rightarrow 100\text{ g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$



4. 結言

PVDF 樹脂を基材としたナノファイバー不織布の長尺作製を行い、要望に応じたサンプルを提示することが出来た。今後は、前田薬品工業株式会社と連携し、物性評価を分担して行う事によって、より商品化に適した基材、及び薬効成分、粘着成分の組み合わせを見出すことによって、早期の商品化を目指す。特に、今後の研究ではナノファイバー基材を実用化するために十分な量産性を確保することが重要であり、より実践的な生産速度を目指していく。

我々はナノファイバーの特性を活かし、従来にない使用感を有する医薬衛生用品を開発することを目標としており、実用化できれば社会的な有用性は高い。また、エレクトロスピニングによるナノファイバーの新たな用途展開をはかることができる。

セルロースナノファイバーを複合化した3Dプリンター用高性能樹脂 フィラメントの開発

企画管理部 産学官連携推進担当 水野 渡、中央研究所 住岡 淳司、寺田 堂彦、高松 周一
株式会社北陸エンジニアプラスチック 水越 博之、原野 稔

1. 緒言

セルロースナノファイバー(CNF)は、植物纖維をナノオーダーまで細く解纖した環境調和型の強化材で、比重が鋼鉄の1/5、ガラス纖維の1/2程度で、強度が鉄鋼の5倍以上と軽くて強く、熱膨張も石英ガラスと同等で小さい。そこでフィラメント用の樹脂にCNFを複合化することで、高強度、高剛性、耐熱性、低熱膨張な3Dプリンターフィラメントを開発することを検討した。

2. CNFを配合した材料の選択と最適化

ユーザーから開発要求が多いフィラメント材料は、ポリプロピレン(PP)なので、この材料についてCNFを複合化することを検討した。センター所有の樹脂溶融混練押出装置(株式会社東洋精機製作所製ラボプラストミル)により、PPペレットおよびPP粉体とCNFを溶融混練した。溶融混練前のドライブレンドした状態では、PPペレットとCNFは均一になりにくく分離した部分が見られた。一方、粉体でブレンドしたものは、均一となった。溶融混練後作製したシートの状態を見ると、ペレットで混練したPPはCNFが2mm程度の大きさで凝集していた。これに対して粉体では、凝集が小さくなり、1mm程度からそれ以下の大きさになった。このことから、粉体で混練することは効果があるものと考えられた。

3. CNFを配合した材料のフィラメント製造技術の開発

上記「2. CNFを配合した材料の選択と最適化」の結果を基に、2軸押出機によりCNF配合割合を5%とした材料を作製し、フィラメントの製造を行った。製造したフィラメントは、表面にざらつきがあり、外径寸法が安定しなかった。また、フィラメントは折れやすかつた。これは、一部セルロースナノファイバーが凝集しているものと推定された。

4. 複合化フィラメントの3Dプリンター加工性と性能評価

フィラメント製造用材料の物性を検討するため、PP/CNF複合材料について、射出成形機により試験片を作製し物性を評価した。CNF複合化により引張、曲げ弾性率は40%程度まで大きく向上した。強度も向上したが伸びや最大点変位は低下した。熱変形温度と線膨張係数も

値が向上し、CNFの補強効果をPPに与えることができた。製造したフィラメントを用いて市販3Dプリンターで成形を行ったところ、装置に付属のABSフィラメントでは問題なく製造できた。これに対して、PP/CNF複合フィラメントでは成形はできるものの、ノズルのつまりが起きて長時間の安定した成形ができなかった。CNFの凝集状態を確認するため、フィラメントを加熱プレスによりフィルム状(厚さ100μm)にし、その状態を観察したところ、内部に100μm程度のCNFの凝集が見られた。今回使用したプリンターのノズルは、400μmであることから、この凝集がノズルつまりを起こすことが考えられ、CNFの分散をより向上させる必要があることがわかった。



Fig. 1 Filament of 3D printer

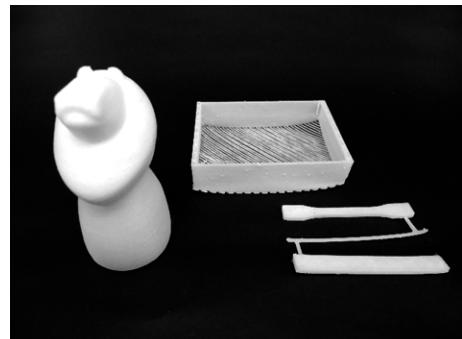


Fig. 2 Trial products of 3D printer

謝 辞

終わりに、実験にあたりご協力を頂いた中越パルプ工業株式会社、株式会社バイオポリ上越の2社に深く感謝致します。

※ 本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の平成28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。

金属積層造形の基礎と造形物の評価に関する研究

ものづくり研究開発センター 氷見清和、材料技術課 山本貴文、住岡淳司、石黒智明
若い研究者を育てる会 三協立山株 永田直也、コーチセル株 滝沢将史

1. 緒言

3D プリンターは、従来のものづくりで用いられてきた金型や成形機などの大掛かりな設備が不要で、複雑な形状を作製することが可能な装置であることから、産業用途だけでなく趣味範囲での個人使用も増えており、一般にも広く知られる技術となっている。現在では、金属を材料とする 3D プリンターは、切削やダイカストなど従来の金属加工方法では不可能だった形状を直接成形できることから注目されている。

本研究では、金属 3D プリンターでしか作れない形状を作製するための前段階として、金属 3D プリンターの基礎的な特性を理解するため、様々な形状を造形し、その寸法計測などの評価を行い、造形限界などについて調査した。

2. 実験方法

金属積層造形システムには、EOSINT M280 (EOS GmbH) を用いた。アルミ合金 (ADC3 相当) およびステンレス鋼 (SUS316L 相当) にて、図 1 に示す形状を造形し、各部分について、形状状態について調査した。

3. 実験結果および考察

金属 3D プリンターによる造形物の金属組織は、水平断面と垂直断面で形態が異なる 3D プリンター特有の金属組織であった。

造形形状の限界については、積層方向と同じ方向に形状を繰り返して積層するオーバーハング部のない、安定した積層では、形状は悪いが $\phi 0.5\text{mm}$ の小さな穴も造形できた。一方、積層方向に対して垂直なオーバーハング部の積層の場合、不安定な層を造形することになるため、造形することが困難であった。材料にもよるが、水平方向の穴は最小径 $\phi 1\sim 2\text{mm}$ が限界である。オーバーハング部が大きくなるほど、形状が崩れている部分が大きくなっている、形状を保つためにはサポートの付与が必要となる。また、角度ごとの造形精度は 90° が最も良好である。

0° に近づくにつれて悪くなり、 45° を下回る角度ではサポートが必要となる。

金属 3D プリンターの従来の加工方法では不可能な形状作製技術と従来の加工方法の高精度な加工技術とを組み合わせることにより、高付加価値な金属製品を製造できると考えられる。

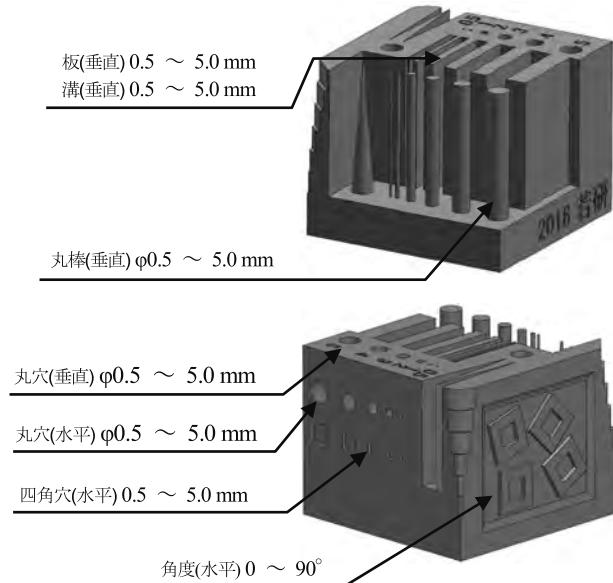


図1 評価サンプル形状および寸法測定部位

表1 垂直方向の最小造形限界

材質	アルミ合金	ステンレス鋼
板(mm)	1	1
溝(mm)	1	0.5
丸穴(mm)	$\phi 1$	$\phi 1$
丸棒(mm)	$\phi 4$	$\phi 1$

表2 水平方向の最小造形限界

材質	アルミ合金	ステンレス鋼
四角穴(mm)	3	3
丸穴(mm)	$\phi 2$	$\phi 1$

詳細は、平成 28 年度 若い研究者を育てる会「研究論文集」p.14~20 を参照。

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^{*1} 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、導入したインラインエックス線測定装置の基本性能の確認および本事業で構築した精密一体成形ラインにおける試作工程での活用を行った。

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。27 年度には、市販のエックス線肉厚測定器では、オール樹脂構造ホースにおいては問題ないが、SUS コイル入りホースに関しては、内外径測定に影響をもたらす箇所が出現することを当センター所有の大型エックス線 CT を用いて実験的に予測した。このため、計測ソフトの改良、測定周期の確保(通常 3Hz を 10Hz に改良)、X 軸、Y 軸の 2 方向測定を基本とすることで、すべての構造のホースについて、内径、外径、肉厚のインライン測定が可能となる見通しを得た。28 年度の実験項目としては、下記のとおりとした。

- 1) 装置導入・各種構造の耐熱機能性ホースでの動作確認
- 2) 測定精度の検証
- 3) 試作工程での活用と有効性の評価

3. 成 果

- 1) 樹脂ホースおよび SUS コイルホースにおける内外径測定の基本性能を検証した (Fig. 1 に測定原理を示す.)。樹脂ホースだけでなく、SUS コイルホースでも、インラインによる寸法測定は支障なく可能であった。特徴は、① 内径・外径・肉厚を X 軸、Y 軸測定し、長さ方向に計

測(3D)、② 表示・監視(警報)・記録(品質保証)可能。

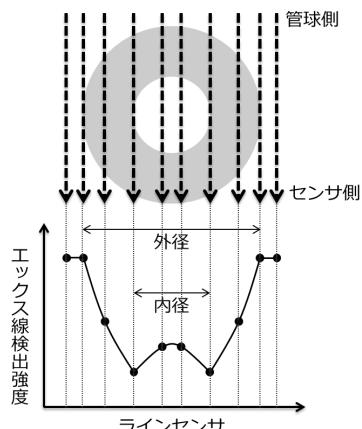


Fig. 1 インラインエックス線測定装置の測定原理

- 2) 樹脂パイプの 3 次元測定器とインラインエックス線測定器の比較した結果、生産管理上は全く支障ない。
- 3) 2 工程を連結した連続工程(本サポイン事業)で、5 層構造ホース(SUS ワイヤー入り)を対象に約 160m、ラインスピード 2.9m/min で試作をした。(Fig. 2)その加工途中で、強制的な外乱(人為的に 4 層目コイル締め付け張力の変化)を与えることでも、寸法は目標とする基準値に自動収束し、25φ の目標公差(内径・外径ともに±0.4mm)以内であることも計測確認できた。

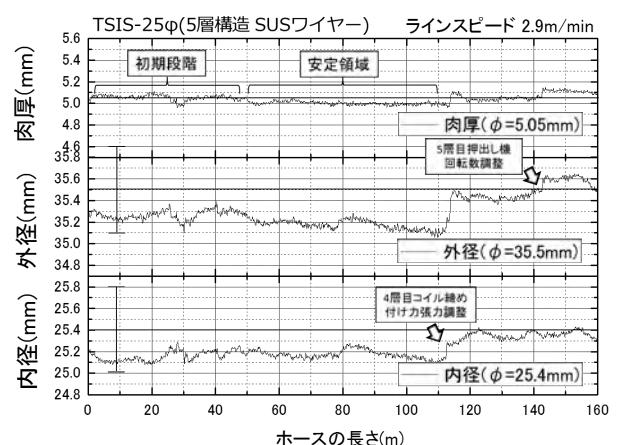


Fig. 2 試作ライン(2 工程連結)での計測事例

今後、試作段階のデータの集積・解析と製品評価を継続することで、品質保証面での事業化展開に貢献できる。

本報告は、平成 28 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。

*1 現 (公財)富山県新世紀産業機構

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集束イオンビーム (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。ダイヤモンド工具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がわかった¹⁾。本報では、テクスチャ形状の最適化を試みるとともに、低速加工における有用性について検討した。

2. 実験条件および方法

図1は、作製したダイヤモンド工具である。テクスチャの作製には、FIB 照射と熱処理による手法¹⁾を用いた。テクスチャの位置の影響を明らかにするため、テクスチャ1本を切れ刃から1.0 μm、8.6 μmと16.2 μmと変化させた工具を作製し、全面に作製した工具と比較した。テクスチャの幅と深さは、それぞれ1.8 μmと32 nmである。

加工実験には、超精密切削加工機（ファナック（株）製 ROBONANO α-0iB）を用いた。NiPめっきに対して、切削速度0.5 m/min、切込み3 μm、送り量10 μmでシェーパ加工を行った。

3. 実験結果および考察

図2は、各工具でNiPを加工したときの切削力である。テクスチャによって切削力は大きく減少した。とくに、全面および切れ刃から1 μmの位置にテクスチャを作製した工具で、その効果が顕著に現れ、その減少率は約70 %であった。本切削速度においては、工具・被削材の接触距離が短く、切れ刃から近い位置にテクスチャを作製した工具でのみ、その効果を得られたと考える。

図3は、テクスチャのない工具とテクスチャを全面に作製した工具の加工面である。切りくずを観察した結果、テクスチャのない工具では不規則に大きなせん断変形が生じ、加工面にも大きな凹凸が生じた。テクスチャを作製することで、大きなせん断変形が抑制され、加工面のうねりも大きく改善されることがわかった。

4. おわりに

本研究では、テクスチャ形状の最適化および低速加工における有用性について検討した。これより、切れ刃に近い位置にテクスチャを作製することで、切削力、加工面性状の観点から著しい効果が現れることがわかった。

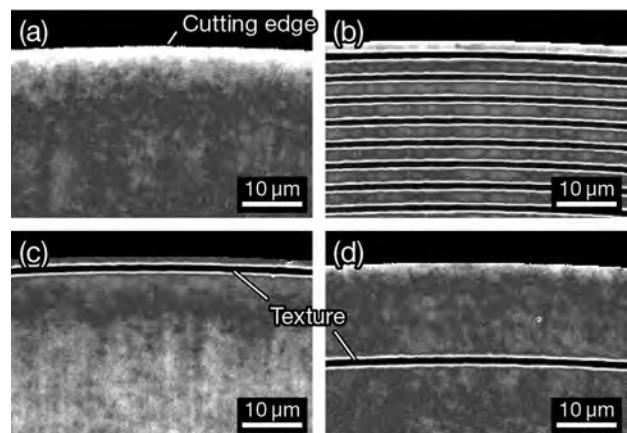


Fig. 1 Rake face of the textured diamond tools. (a) Non-textured, textured (b) whole area, and single line with (c) 1.0 μm, (d) 16.2 μm from cutting edge

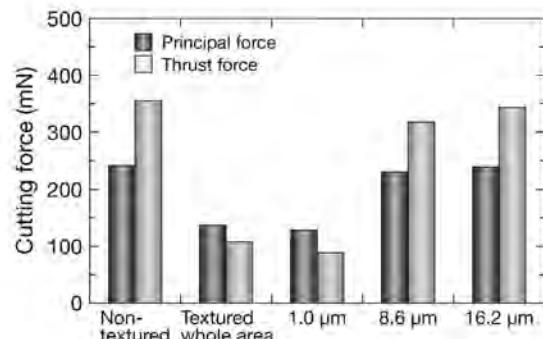


Fig. 2 Comparisons of the cutting forces while machining NiP using nontextured and textured tools

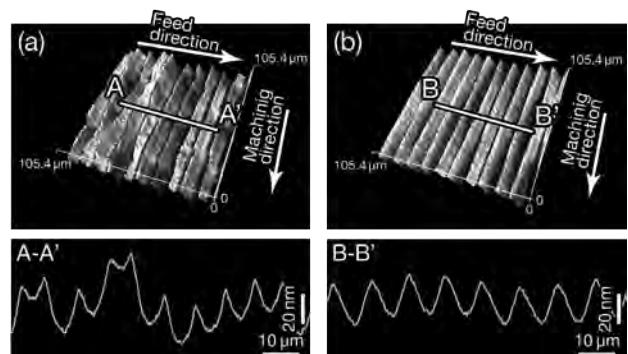


Fig. 3 Surface topographies of NiP after machining using (a) nontextured tool, and (b) textured tools

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。

参考文献

- (1) N. Kawasegi *et al.*, *Prec. Eng.*, **47** (2017) 311.

血中循環腫瘍細胞による早期膵臓癌の発見・診断と悪性度解析に関する研究

材料技術課 大永 崇 京都大学薬学部 嶋田 裕

1. はじめに

近年、癌の複雑さの理解が進むにつれ、Personalized Medicine、Precision Medicine を意識した癌医療の重要性が認識され、現在、癌研究は精力的にそれを実現する方向に向かっている。それらの研究のなかで Liquid Biopsy が注目されている。個別に、精密に癌を知ろうとすれば必然的に個々の患者さんの遺伝子等のデータ収集が必要となるが、Liquid Biopsy は末梢血などの体液から少ない負担でそれを可能とする。Liquid Biopsy は DNA やエクソソームなど幾つかの成分を対象としており、その 1 つに血中循環腫瘍細胞（CTC）がある。CTC はそれら成分のなかで唯一癌細胞全体の情報を有し培養も期待できることから、創薬なども含めた広い領域での利用が考えられるが、分離・回収の技術は未だ確立されていない。筆者らはこれまでに一貫して CTC の分離・回収技術に取り組み捕捉システムを開発している（図 1 参照）。本システムは既に国内 10ヶ所ほどの大学病院に導入され、臨床検討されている。肺癌、乳癌、大腸癌等において検討されているが、本研究では膵臓癌での検討を行い、システムの最適化や Liquid Biopsy 実現のための周辺技術開発を行う。

2. 膵臓癌での CTC 捕捉

膵臓癌は種々の癌のなかでも 5 年生存率が最低レベルで極めて悪性であることは、近年広く認識されつつある。症状が出難く検査も難しいため進行した状態での発見が多いので、早期発見の手法が広く検討されている。その 1 つに CTC による検査がある。しかしこまでの検討では

癌の上皮マーカーで CTC 分離が行われており、早期の患者さん集団での検出率は低い。本研究では最近の CTC に関する知見に基づき、上皮マーカー以外の EGFR、PLS3、MUC1、N-Cadherin などによる CTC 捕捉を検討する。これまでにこのようなマーカーに対する抗体入手し、捕捉テスト用の膵臓癌細胞株を用意する目処を得ている。また京都大学では先行して、予備的な捕捉試験を実施している。

3. 細胞回収

筆者らの CTC 捕捉システムでは、細胞はマイクロ流体チップ状デバイスの表面微細構造に捕えられる。以降の遺伝子解析等のためには細胞回収が必要だが、現状では全ての細胞を確実に回収する良い方法はない。そこで筆者らは新たにゲルで細胞を包埋して回収する方法を検討している（図 1 参照）。

4. 遺伝子解析

膵臓癌では変異が特定の著名な遺伝子に集中するため、遺伝子解析自体は多くの知見等もあって比較的やり易い。課題は、まずは回収細胞からの遺伝子抽出、精製にあるが、工業技術センターでは実績がないため、現在、順天堂大学下部消化管外科と共同してすすめる方向で協議している。

謝辞：本研究は科研費（基盤研究(C)：16K10617）の助成を受けたものである。

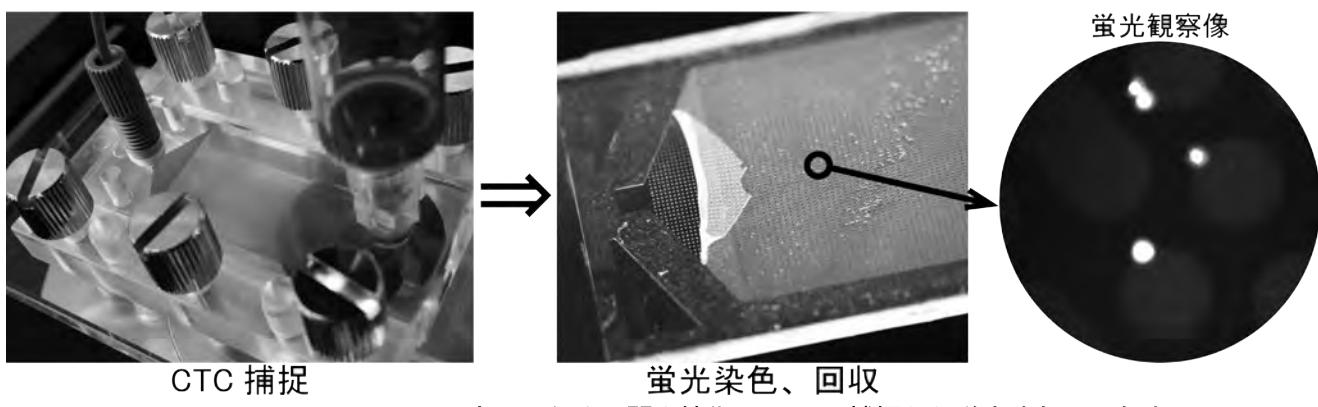


Fig.1 CTC の Liquid Biopsy 応用のための開発技術 (CTC の捕捉から蛍光染色、回収まで)

1滴の血液中にある1個の血中循環腫瘍細胞を捕捉するためのナノファイバーフィルターの開発

評価技術課 寺田堂彦 材料技術課 大永 崇

1. 緒 言

血中循環腫瘍細胞（CTC）は、癌の転移、拡大において重要な役を担っていることが広く認識されている。また、5 mm以下の初期がんからも CTC は発生するため、わずかな血液から高い確率で CTC を捕捉して、低侵襲な採血により癌を早期発見することが期待されている。しかし、現行の抗上皮細胞接着分子（EpCAM）抗体を利用する捕捉回収システムでは、上皮間葉転換（EMT）を起こした EpCAM 発現が低い CTC の捕捉確率は極端に低下することが予想される。事実として、米国 FDA 唯一の承認システムである CellSearch®（EpCAM 抗体による捕捉システム）では、肺がんや結腸がんの検出率は 20%を下回る（がん患者 100 人中の 80 人では CTC が見逃される可能性がある）という報告もある。このように、現状では、EpCAM 発現量が低い CTC は高確率で捕捉できておらず、CTC は信頼性の高い診断ツールとはなっていない。

本研究では、ナノマテリアルの材料特性（極低流体抵抗や比表面積など）を利用することにより、抗原抗体反応を最大効率化し、表面抗原の発現量の低い CTC を高確率で捕捉するためのナノファイバーフィルターの開発を目的とした。一方、血液中には赤血球、白血球、リンパ球といった血球細胞が無数に存在しており、CTC の捕捉効率を上げることは、血球細胞との相互作用をも上げてしまうと予想され、結果的に、捕捉確率や捕捉細胞の純度を低下させる恐れがある。そこで、まず、血球細胞が作用しにくい、すなわち、白血球やリンパ球に対して非接着性である表面を持つナノファイバーの開発について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 材 料

2-methoxyethyl acrylate (MEA)、2,2'-azobis(isobutylnitrile) (AIBN)、N,N'-dimethylformamide (DMF) は、和光純薬工業株式会社製を使用した。Poly(vinylidene difluoride) (PVDF) は、株式会社クレハ製 KF ポリマーを使用した。

2.2 方 法

2.2.1 重 合

poly(2-methoxyethyl acrylate)の重合を行った[1]。

2.2.2 接触角測定

水に対する接触角の測定を行った (CA-X、協和界面科学株式会社)。

2.2.3 PVDF ナノファイバーの作製

DMF とアセトンとを質量比 8 : 2 で混合した溶媒に対し、PVDF を 15wt%で溶解したものを紡糸溶液として、エレクトロスピニングを行った[2]。

3. 結果と考察

スピンコート法により作製した PVDF 薄膜に、PMEA/DMF 溶液をディップコートしたその表面の、水に対する接触角を測定したところ、2wt% PMEA/DMF 溶液でディップコートした PMEA 薄膜の接触角 (50.5°) は、PMEA (58.0°) と近い値であった。一方、0.1wt% PMEA/DMF 溶液でディップコートした場合 (103.7°) は、PVDF (104.3°) と近い値であった。このことから、PMEA/DMF 溶液により PVDF 表面をコートするためには、2wt%程度の濃度が必要であることがわかった。

エレクトロスピニング法により作製したナノファイバーを SEM により観察したところ、比較的均質なナノファイバー（平均径 113 nm、n=30、SD=24 nm）が作成可能であることが確認された (Fig. 1)。

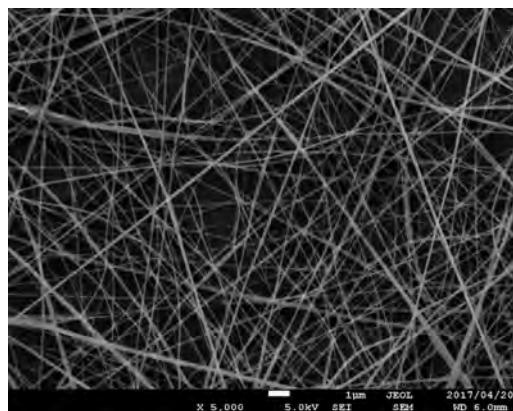


Fig. 1 SEM image of electrospin PVDF fibers

参考文献

- 1) M. Tanaka et al: *Biomaterial*, **21**(2000)1471-1481.
- 2) Z.Zhao et al: *J. Appl. Polym. Sci.*, **97** (2005) 466-474.

謝 辞

本研究は、JSPS 科研費 16K12919 の助成を受けて実施したものであり、ここに感謝の意を表す。

改良型 CTC チップを新たに用いた大腸癌 CTC のがんマーカー開発

材料技術課 大永 崇 順天堂大学大学院下部消化管外科学 富木裕一

1. はじめに

日本人の大腸癌は、死亡要因の 3 位で食文化の欧米化に伴い増加しているが、検診等での検出率は依然として低く、早期発見が課題である。大腸癌検査に使用される既存の腫瘍マーカーは不十分であり、現在それに代わるマーカーとして血中循環腫瘍細胞（CTC）が注目されている。

筆者らはこれまでの検討で、富山県工業技術センターが開発した CTC 捕捉システムが効率よく癌細胞を検出でき、臨床検体で CTC を捕捉できることを確認している。本検討では、このシステムを用いた臨床検査を継続すると共に、捕捉デバイスである CTC チップをより臨床応用に適応するよう改良する。本報告では異なる病期の大腸癌症例で CTC 検出を検討した結果について述べる。

2. 実験

・対象症例：順天堂医院下部消化管外科において術前に（UICC）Stage II - IV と診断された未治療の大腸癌症例 14 例（表 I）を対象とした。

- ・ CTC 同定：捕捉細胞を免疫蛍光染色し、DAPI(+)、サイトケラチン(+)、CD45(-)の細胞を CTC とした。

3. 結果と考察

表 I の症例について末梢血をサンプルとして CTC 捕捉を実施したところ、14 症例のうち 13 症例から CTC が検出された。捕捉された CTC の顕微鏡像の 1 例を図 1 に示す。本研究の CTC チップでは蛍光染色から明確に CTC を同定できる。また各病期の症例で高い割合で CTC が検出できており、本捕捉システムは大腸癌の CTC 利用において有効に使用できる可能性がある。測定されたサンプル 1mL あたりの CTC 数を病期で分けてプロットした結果を図 2 に示す。Stage II、III の CTC 数は Stage IV よりも有意に少ない結果が得られており、大腸癌の進行度が CTC 濃度に反映される可能性があることを示唆する。

謝辞：本研究は科研費（基盤研究(C)：16K08974）の助成を受けたものである。



Fig. 1 CTC と同定されたチップ上の捕捉細胞（下 2 つの矢印が CTC）

Table I 臨床検討対象症例

Patient No	Age	Sex	Site	Histologic Features	TNM classification	Stage
1	74	M	A	tub1	T3 N0 M0	II A
2	77	F	D	tub2	T4a N0 M0	II B
3	76	M	Rb	tub2	T3 N0 M0	II A
4	77	M	S	tub1	T4b N0 M0	II C
5	66	F	C	tub2	T3 N1b M0	III B
6	59	M	Rb	tub2	T3 N2b M0	III C
7	70	M	RS	tub2	T3 N1b M1a (H2)	IV A
8	62	M	RS	tub2	T3 N1b M1a (PUL1)	IV A
9	72	M	A	tub2	T3 N0 M1a (H1)	IV A
10	74	M	RS	tub1	T3 N2b M1a (LYM)	IV A
11	67	M	S	tub1	T4b N2a M1a (LYM)	IV A
12	77	F	A	tub2	T4a N2a M1a (H2)	IV A
13	61	F	A	tub2	T3 N2b M1b (H1 PUL1)	IV B
14	71	M	Ra	por	T3 N1a M1a (H1)	IV A

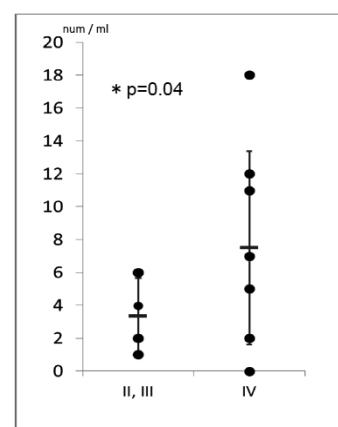


Fig. 2 病期と捕捉 CTC 数

地場銅器産業の新商品開発を支援する 銅合金材料の3D造形技術の開発

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
総合デザインセンター 平野 尊治, 吉田 絵美
富山大学 芸術文化学部 長柄 賀一, 湯田 稔也

1. 緒言

3Dプリンタに代表されるデジタルものづくり技術の高度化に伴い、知恵や感性を活かした新たな付加価値を持つ製品の創製が可能となった。これに伴い、創出する製品のアイデアやデザインの重要性が極めて高くなるとともに、特に近年は多様な分野が融合することで新たな価値創造を行うものづくりスタイルが求められている。本研究は、低迷の続く伝統工芸業界の新商品開発を支援することを目的に、先端デジタル加工技術である金属Additive Manufacturing(AM)技術と、地場伝統工芸の一つである高岡銅器における彫金、象嵌、研磨、色付け等の職人の経験と勘に基づく伝統的な匠の業との技術融合を図り、新しい価値創造を取り入れたものづくりプロセスの創出を目指すものである。

2. 研究成果

2.1 銅スズ合金の金属積層造形技術の開発

金属粉末を用いたレーザ積層造形において、高密度な造形物を得るためにには金属粉末に応じて極めて精密な照射パラメータの制御が要求される。そこで、本研究では材料となる金属粉末に高岡銅器の鋳物材料として広く使われている銅スズ合金(Cu-10%Sn)粉末を用い、高密度な造形物が得られる造形条件の最適化を行った。Fig. 1に造形物の相対密度とレーザのエネルギー密度との関係を示す。ここで、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)のように表される。

$$E_d = P/(v \cdot s \cdot t) \quad \text{式(1)}$$

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。Fig. 1より、高密度(99.0%以上)の造形物を得るには適切なエネルギー密度領域があることが確認され、概ね $100\sim200 \text{ J/mm}^3$ で高密度な造形が可能であることが明らかとなった。また、エネルギー密度が低い領域($E_d < \text{約 } 100 \text{ J/mm}^3$)ではレーザ照射の入熱不足による溶融不良に起因する欠陥が多数認められた。一方、エネルギー密度が高い領域($E_d > \text{約 } 200 \text{ J/mm}^3$)では球状のガス欠陥が多数確認され、これはチャンバー内の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。以上より、造形条件を適切に制御することで、高密度な銅スズ合金の造形物が得ることができることを確認した。Fig. 2に造形体の一例を示す。現状では二次元形状を押し出した単純な三次元形状の造形が可能であるが、今後は複雑な三次元形状に対応するために必要な造形条件の検討を行う。

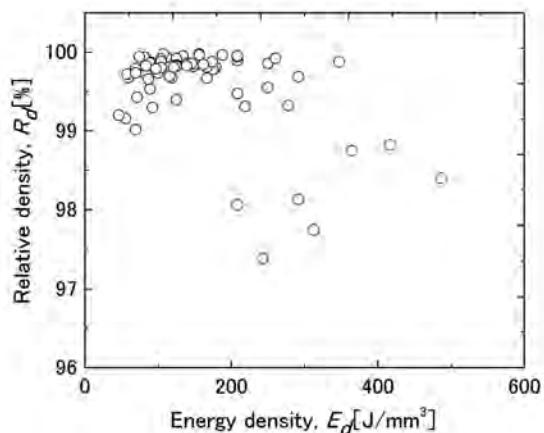


Fig. 1 造形物の相対密度とエネルギー密度との関係

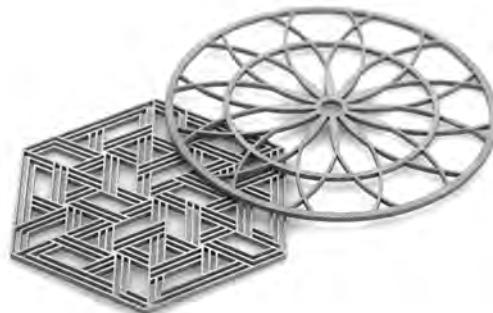
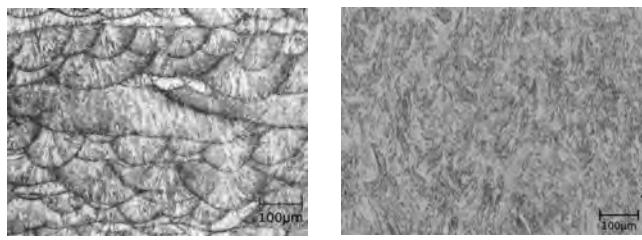


Fig. 2 銅スズ造形体の一例

2.2 造形物の組織制御技術の確立

銅スズ合金の熱処理は鋳物材については数多くの研究が行われており、鋳造時に発生する硬くて脆いδ相の消失を目的に熱処理が行われることが知られている。しかし、本研究のような金属AMにより得られる銅スズ合金造形物の熱処理については報告例が少ない。そこで、最適条件下で作製した造形物に対して種々の熱処理を施し、その諸特性の変化を調査した。Fig. 3に熱処理前後の金属

組織写真及び硬度を示す。なお、熱処理条件は 600°Cで 10 分保持後、水冷である。Fig. 3 から、造形直後の金属組織は鋳造組織とは異なる金属組織を呈することを確認でき、これはレーザ積層造形由来の急速な溶融/凝固現象によるものと考えられる。また、X 線回折測定からは鋳造時に発生するような δ 相の析出は認められなかった。加えて、熱処理を施すことでの金属組織は大きく変化し、これに伴い熱処理前後により硬度変化も認められた。



(a)造形まま,HV0.5 170 (b)熱処理後,HV0.5 152

Fig. 3 热処理前後の金属組織写真及び硬度

2.3 新商品開発を支援するアイデア創出、デザイン開発

従来技術では製造できないような自由度の高いものづくりが可能となりつつある一方で、様々な分野の商品開発において、より斬新なアイデアや高いデザイン性が重視されるようになってきた。本研究では、伝統工芸関連企業へのヒアリング活動に基づく 3D プリンタの活用方法やデザイン案の提案、及び金属 AM により作製された銅スズ合金の造形体への伝統的な装飾加工の適用について検討を行った。

ヒアリング調査では、極めて肉薄な構造や複雑形状等、鋳造では再現不可能な形状を、銅合金で直接造形できるという点で 3D プリンタの活用可能性が伺えた。この結果に基づき、肉薄な構造や複雑形状に特化したデザイン開発を行った(Fig. 4)。今後、本モデルの造形を実施し、関連企業への技術 PR を行う予定である。

キーワード : Additive Manufacturing、銅スズ合金(青銅、ブロンズ)、熱処理、伝統工芸、デザイン

Development of Additive Manufacturing for Copper Alloy Materials Supports New Product Development of Local Traditional Industries

Toyama Industrial Technology Center ; Takafumi YAMAMOTO, Junji SUMIOKA, Tomoaki ISHIKURO, Kiyokazu HIMI
Toyama Design Center ; Takaharu HIRANO, Emi YOSHIDA
University of Toyama ; Takekazu NAGAE, Ryuya YUDA

In this work, Selective Laser Melting (SLM) method using bronze powder material was investigated toward the technique fusion of cutting-edge Additive Manufacturing technology and traditional processing method in the local traditional industries. The SLMed specimens was obtained with a relative density of above 99.0% by optimum SLM process conditions. And, it was confirmed that the dense SLMed specimens could be totally adapted traditional processing (e.g. engraving , metal coloring) ,

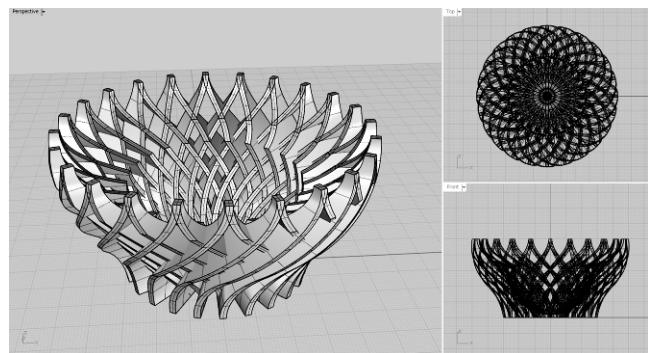


Fig. 4 肉薄な構造や複雑形状に特化した形状データ例

金属 AM で作製した 50×50×t3.5mm の板材に、彫金や着色等の伝統的な装飾加工を施したサンプルを Fig. 5 に示す。高密度な造形体のため鋳造時に発生するような欠陥は認められず、研磨加工により綺麗な鏡面仕上げが可能であることを確認した。加えて、彫金加工、着色加工とともに概ね問題なく行えることを確認した。以上のことから、金属 AM と伝統工芸の技術融合が可能であることを見出した。



Fig.5 伝統的な装飾加工を施したサンプル

ドライプロセスによるナノ構造作製技術の開発

加工技術課 小幡 勤^{*1} 評価技術課 丹保浩行

1. 緒言

ナノインプリントは、熱による加圧成形や UV 硬化樹脂を用いた技術が一般的となっている。本研究では、ドライプロセスを使ってレプリカモールド上に樹脂膜（パリレン）を直接重合させることで所望の微細形状を得ることができ、また作製した微細構造を対象とする基板へ転写することで、新しい機能を有したデバイスや樹脂モールドを形成することを目的としている。

2. 実験方法

2.1 ドライプロセスの検討

ナノ構造をボイドなどの不良なくコピーするためには、金型に対しコンフォーマルに成膜される材料や工程が必要になる。そこで本開発では、室温でのケミカルドライプロセスでかつ角部なども均一に形成可能なパリレン樹脂を採用した。これによりウェットなレジストのキャピラリーフォースに頼る UV ナノインプリントや材料への押し込み加工である熱インプリントよりもモールド形状を正確にコピーすることができる期待される。

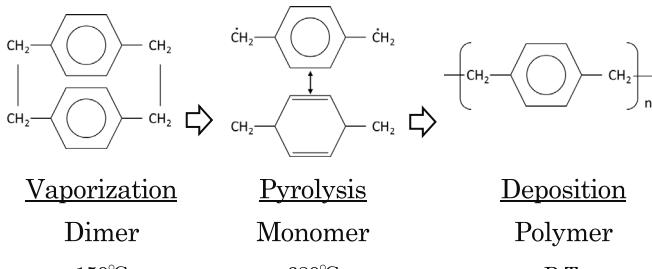


Fig. 1 Deposition process of Parylene Process

テストに使用するマスターモールドは、サブミクロンの L&S が含まれるフォトマスクを利用し、これとマザーモールドとなるシクロオレフィンポリマーフィルムを重ねて、180°C で加圧成形した。これにより数百 nm のパターンと 80nm の深さのフィルムモールドが得られた。

続いて作製した金型上に約 1.5~3μm の厚さでパリレン樹脂を成膜した。パリレン樹脂の成膜工程については Fig. 1 に示す。膜厚は投入されるポリクロロパラキシリレン量により調整可能であり、その関係は Fig. 2 のようになる。注意する点として、マザーの表面を清浄にしておかないと成膜したパリレンが白化することがあるため、前処理として洗浄が必要である。

2.2 超薄膜パリレン樹脂膜の離型

フィルムモールドへ成膜されたパリレン膜は、そのま

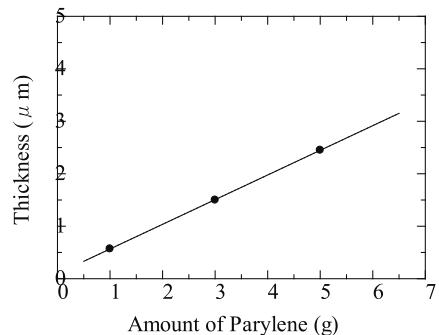


Fig. 2 Parylene thickness

までは離型抵抗が大きく、離型分離が困難である。そこで、フィルムモールドとパリレン樹脂の熱膨張差を利用して、低温の離型処理を取り入れた。それにより 2μm 以下の超薄膜フィルムであっても、容易に離型することができた。

3. 超薄膜パリレン樹脂膜の転写

インプリントリソグラフィや、デバイス上で微細構造を利用するには、マザーモールド上に成膜されたフィルムを移載・転写する必要がある。しかしながら、パリレン樹脂は潤滑性があるため、通常接着による転写は困難である。本研究では、酸素プラズマを利用して接着面となるパリレン表面に官能基を生成し、それにより接着性を向上することを試みた。接着層は PDMS 樹脂及び UV 硬化樹脂を用いた。PDMS 樹脂への貼り付けについては、Fig. 3 に示す構造とし、インプリントリソグラフィに対応する構造とした。まずガラス上に形成した PDMS 層に表面改質したパリレン膜を貼り付けたが、接着力が弱くマザーからパリレン膜を離型することができなかった。また、硬化前の PDMS 樹脂上にマザーに成膜したパリレンを載せ、硬化後に離型を試みたが、パリレン膜と PDMS との接着は十分な強度が得られるもののマザーからパリレン膜の離型が不可能になった。これは、PDMS 硬化時の収縮などによりマザーヘストレスが発生、それによりパリレン膜が締め付けられるような形になったものと思われる。そこで、PDMS とパリレン膜の接着について再検討し、接着性と離型容易性を向上する条件を見いだした。これにより、十分な接着強度と低い離型抵抗を実現することができ、1μm 厚程度のパリレン膜もダメージなく離型することが可能になった。

*1 現 商工企画課

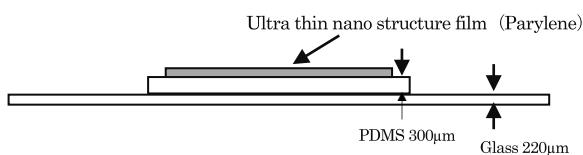


Fig. 3 Schematic of a Parylene Stamp

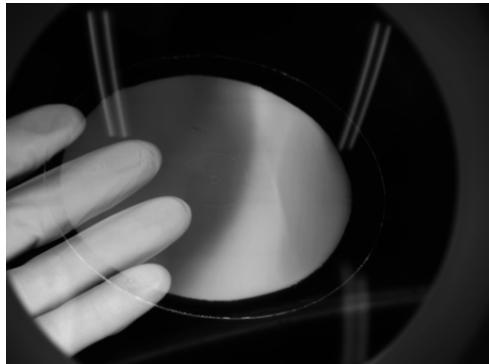


Fig. 4 Parylene Stamp made via our process

4. ナノインプリント用スタンプの作製

Fig. 3 は、本技術を用いて作製したナノインプリント用スタンプの構造である。紫外線を透過する薄いガラスの上に緩衝層と接着層を兼ねる PDMS を有し、その上に表面にナノ構造が形成されたパリレン膜が形成されている。マザー（パターン領域 $\phi 120\text{mm}$ 、ナノピラー $\phi 230\text{nm} \times \text{高さ } 200\text{nm}$ ）に成膜されたパリレン膜は、離型処理の後、性状が最適化された PDMS にスキージで貼り付け、 50°C で熱処理をする。1 時間以上放置後、マザーをゆっくりと剥離すると、スタンプ最上面にナノ構造が形成される。作製したスタンプを Fig. 4 に示す。また、PDMS を UV 硬化樹脂へ変更すると、デバイスへのウエハーレベルで

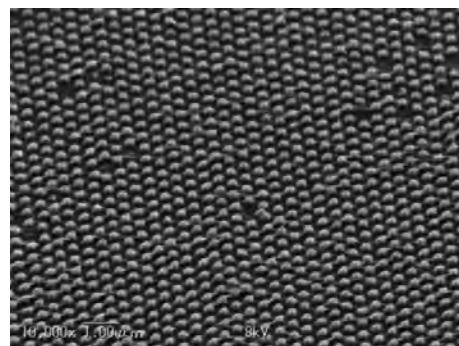


Fig.5 UV Imprint using Parylene stamp

のナノ構造付加も可能である。形成されたナノ構造はフォトリソグラフィによるパターン化も可能であり、光を取り扱うデバイスにおいて従来の多層膜フィルタ構造からナノ構造フィルタへの転換も実現できる。

作製したスタンプを用いて、UV 硬化樹脂へのインプリントリソグラフィも行った。Fig. 5 はシリコン基板上に 100nm の厚さで形成した UV 硬化樹脂へインプリントした結果である。一部欠損や残渣が見られるが、マザーの汚れによるパリレン膜の白化が転写されたものである。

5. 結言

ドライプロセスを用いて、微細構造を作製しアプリケーションへ転写する技術開発を行った。パリレンを用いた微細構造超薄膜は、安価なマザーモールドから繰り返し複製することが可能であり、また低い離型抵抗と接着技術により、歩留まりよく複製スタンプ等の形成を実現することができた。

キーワード インプリント、ドライプロセス、パリレン、転写

Development of Nanostructure Fabrication Technique by Dry Process

Processing Technology Section; Tsutomu OBATA, Evaluation Engineering Section; Hiroyuki TAMBO

In this study, it is possible to obtain a desired microscopic shape by directly polymerizing a resin film (Parylene) on a replica mold using a dry process, and transferring the fabricated microstructure to a target substrate. It aims to form devices and resin molds possessing new functions. Ultra thin film using parylene can be repeatedly duplicated from inexpensive mother molds and can realize the formation of duplicate stamps with high yield by low mold release resistance and bonding technique.

高機能樹脂粉末材料の開発Ⅱ

材料技術課 高松周一^{*1}、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

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した樹脂粉末をレーザ焼結法で成形し、得られた成形体の導電性等の向上効果とその要因解明を目的とした。

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。

なお、成形体（積層体）内部での子粒子成分の分布状態確認を容易にするため、子粒子に酸化鉄（Fe₂O₃）を選択し、簡易的に振動ミルを使用し複合材料を調製した。

2.3 複合材料成形

3Dプリントを想定したレーザ焼結法、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：波長445nmの市販半導体レーザ加工機（図1）を使用し、出力1.6W、スキャン速度300mm/sec、スキャン間隔200μm、積層厚100μmで行った。

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。

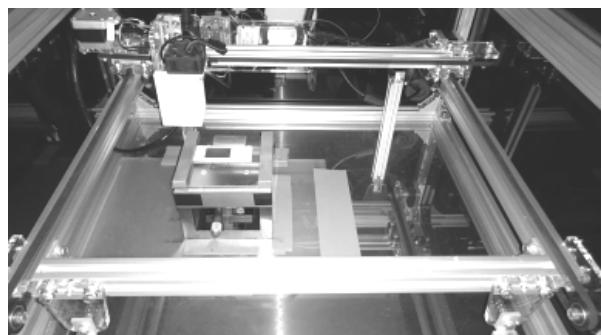


図1 半導体レーザ加工機

3. 実験結果および考察

3.1 複合材料成形

図2に、グラファイト被覆PA12複合材料のレーザ焼結法による成形品（積層体）を示す

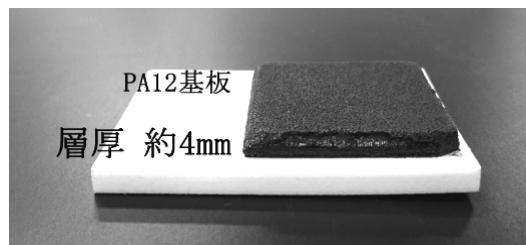


図2 複合材料積層体

レーザ焼結法については、積層体を得るまでスキャン速度、スキャン間隔を変え、積層体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、約40層の積層体が得られた。図ではグラファイト複合材料についてのみ示すが、Fe₂O₃複合材料についても、良好な積層体が得られている。

なお、積層基板をPA12基板にすることで、基板と1層目の接着性が向上し積層体の剥離が起こりにくくなり、積層体が得られやすくなっている。

一方、その反面、積層が進むにしたがって、熱収縮が原因と考えられる積層体の湾曲が発生し、図からは判別しにくいが基板の湾曲まで発生したこと、また、接着性が向上したことから、基板から積層体を分離する際に積層体の一部破壊が起こってしまう結果となった。これらについては、更なる積層条件の検討等、今後の検討課題である。

グラファイト、Fe₂O₃複合材料積層体および熱プレス品の表面抵抗率を測定したところ、10⁹Ω/□、10¹²Ω/□、10¹⁵Ω/□

*1 現 加工技術課

のオーダーであり、グラファイト複合材料のレーザ焼結法において導電性の向上が認められた。 Fe_2O_3 複合材料について、金属酸化物のため著しい導電性の向上は認められなかつたが、他の機能性（例えば、熱伝導率等）向上に期待している。

レーザ焼結積層体の導電性向上の要因は、積層体中の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。

積層体中のグラファイト分散状態を確認するため、厚さ方向断面の薄切片を調製し、光学顕微鏡観察を行った。

図2に、グラファイト複合材料積層体の内部から調製した、薄切片（厚さ約20 μm ）の光学顕微鏡写真を示す。

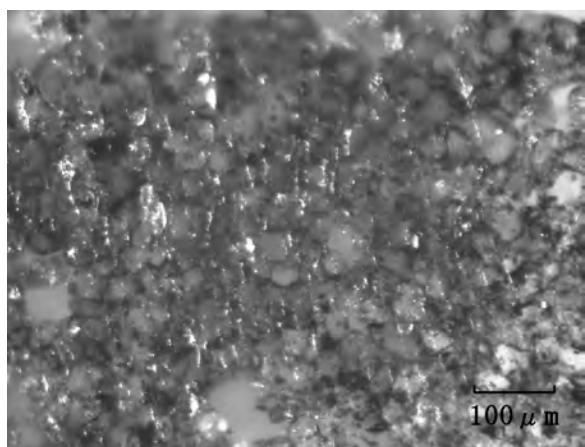


図3 積層体内部の光学顕微鏡写真

薄切片を得る際にカールするため、明瞭な光学顕微鏡写真は得られなかつたが、積層体中のPA12樹脂粉末を被覆するグラファイトの連続相が確認された。このグラファイトの連続相が導電性向上の大きな要因となっていると推測できる。

図4には、 Fe_2O_3 複合材料積層体のSEM写真および元素マッピング像を示す。

こちらにも積層体中のPA12樹脂粉末の周囲に鉄が分散して存在していることから、今回はPA12基板から剥離

の際に積層体を破壊してしまつたため測定できていないが、熱伝導性向上の大きな要因となることが推測できる。

4.まとめ

積層体内部にPA12樹脂粉末を被覆するように、グラファイトの連続相が確認でき、この連続相が導電性向上の要因となつてゐることが確認できた。

今後は、更なる積層体内部での子粒子成分の分布状態と物性向上の要因解明が重要な課題である。

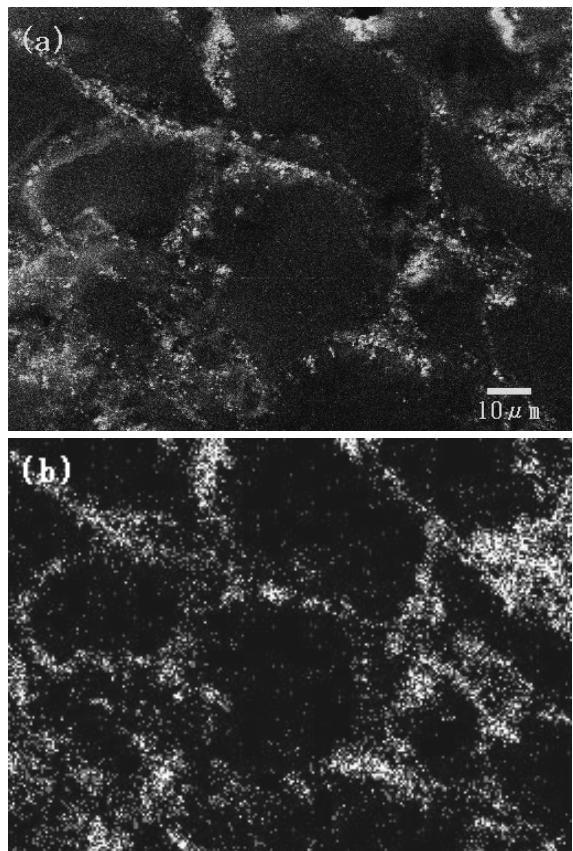


図4 Fe_2O_3 複合化樹脂粉末積層体の断面観察
(a)SEM 組成像 (b)Fe マッピング

参考文献

- 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)

キーワード：積層造形、樹脂粉末、複合化、

Development of High-Performance Resin Powder II

Shuichi TAKAMATSU, Junji SUMIOKA, Tomoaki ISHIKURO, Kiyokazu HIMI

In order to analyze a factor of the functional improvement, it was observed the distribution of graphite and Fe_2O_3 in the laser sintering laminate. As a result, it was confirmed the continuous phase of the graphite in the laser sintering laminate. Also, it was shown that a factor of conductive improvement.

高融点・難加工材料を用いた金属積層造形技術の開発

材料技術課 山本 貴文、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、ファイバーレーザ等の熱源により薄くひかれた金属粉末の層を選択的に溶融・凝固させ、これを積み重ねて金属製品のニアネットシェイプを得るプロセスであり、近年は付加製造法(Additive Manufacturing, AM)とも呼ばれている。このプロセスのメリットの一つに、鋳造や除去加工が困難な材料であっても、材料粉末さえあれば迅速かつモールドレスで任意の形状が得られることが挙げられる。一般に、高融点・難加工材料の成形は、出発原料を材料粉末とする粉末冶金プロセスにより行われるが、形状の制約が大きく、迅速に自由な形状を得るのは容易ではない。そこで、本研究では、高融点・難加工材料であるタングステン粉末を用いた造形技術の開発を目指し、基礎的なデータの蓄積を目的として、レーザ照射条件をはじめとする造形条件と得られた造形体の相対密度の関係を明らかにした。

2. 実験方法

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あり、スポット径は約 0.1mm、波長は 1070nm である。供試粉末であるタングステン粉末は、タングステン酸化物の水素還元により精製された多角形状粒子(Fig. 1)であり、平均粒径 28.1 μm である。造形体の大きさは、直径 10mm×高さ 5mm の円柱形状とし、レーザ照射条件(出力、走査速度、走査ピッチ、積層厚)を Table 1 に示す範囲で変化させ、アルゴン雰囲気中(酸素濃度 : 0.1%以下)で作製した。なお、レーザのスキャン方向は一層ごとに約 67°ずつ回転させて造形を行った。造形体の密度測定は、造形体の直径と高さの測定と重量測定を行い、純タングステンの真密度(19.25g/cm^3)に対する相対密度を算出した。造形体の観察には走査型電子顕微鏡(日立社製、S-3400N)を用いた。また、金属組織観察は造形方向に対して鉛直断面を鏡面に研磨し、村上試薬を用いて腐食させ、光学顕微鏡を用いて観察した。

Table 1 Laser processing conditions

Laser power, P (W)	100-350
Scan speed, v (mm/s)	250-1000
Scan spacing, s (mm)	0.08-0.12
Layer thickness, t(mm)	0.04

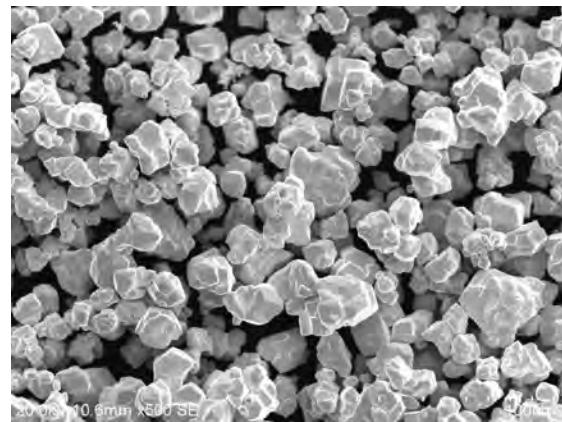


Fig.1 タングステン材料粉末

3. 実験結果及び考察

造形物の相対密度とレーザ出力及び走査速度の関係を調査するために、走査ピッチ 0.08mm のもと造形実験を行った結果を Fig. 2 に示す。Fig. 2 より、いずれのレーザ出力においても走査速度の減少により相対密度が増加する傾向が確認された。また、いずれの走査速度でもレーザ出力が増加することで相対密度は増加する傾向が確認され、照射するレーザの入熱量に従って造形物が高密度化する傾向を示した。Fig. 2 において最も高密度な造形体(相対密度 83.2%)は、レーザ出力 350W、走査速度 250mm/s の条件下で得られていることが分かる。

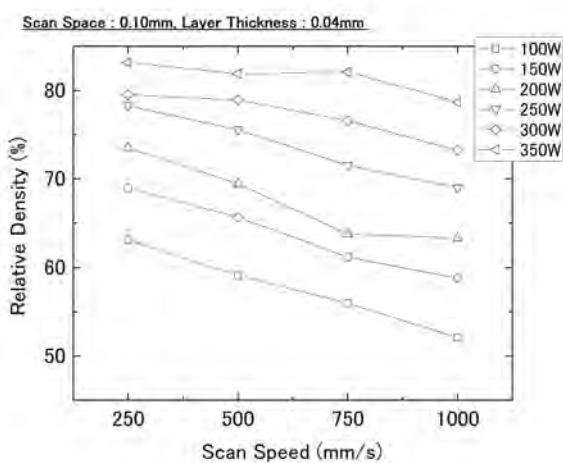


Fig. 2 造形物の相対密度とレーザ出力/走査速度の関係

次に、走査ピッチの影響について検討するために、造形体の高密度化が期待できる条件として走査速度を 250mm/s に設定して走査ピッチを変化させて、同様の実験を行った。Fig. 3 に実験結果を示す。低出力側(100-200W)においては、走査ピッチの減少に伴い緩やかに密

度が向上する傾向を示したが、高出力側(250-350W)においては反対の傾向を示した。これは、粉末層に投入されるレーザエネルギーが、レーザ照射の際に発生するヒュームに阻害されることで減少していると考えられ、単位体積あたりのレーザエネルギー密度が高くなるにつれてヒュームの影響が顕著に現れるためと考えられる。

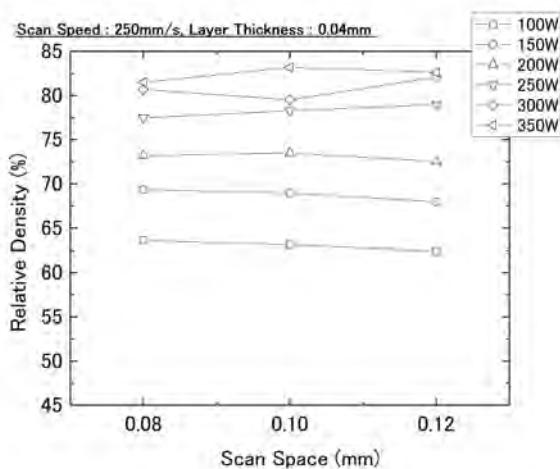


Fig. 3 造形物の相対密度と走査ピッチの関係

次に、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 を式(1)のように定義して、データ整理した結果を Fig. 4 に示す。

$$E_d = P / (v \cdot s \cdot t) \quad \text{式(1)}$$

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。Fig. 4 よりエネルギー密度の上昇に伴い相対密度は大きくなる傾向が認められ、エネルギー密度を適切に制御することで相対密度が低密度側で 48.5%、高密度側で 83.2% の造形体が得られることが明らかとなった。また、高密度側においてはエネルギー密度を上昇させても、相対密度 83.2% 以上の高密度化は出来なかった。これは、前述のとおり、レーザ照

射時に発生するヒュームが影響していると考えられる。

Fig. 5 に低エネルギー密度(33.3J/mm^3)の造形条件(a)、高エネルギー密度(350J/mm^3)の造形条件(b)で作製した造形体の断面観察の結果を示す。(a)においては、丸みをおびた粉末が隣接する粉末と一部結合している様子が認められ、焼結状態であることが分かる。一方、(b)では部分的に溶融不足による空隙が発生しており、金属組織は積層方向に向かって伸長している様子が認められる。これは、レーザ照射に伴い、下部の凝固済みの複数層まで再溶融され、凝固層上部から下部に向けた熱流が形成されることにより生じたものであると考えられる。

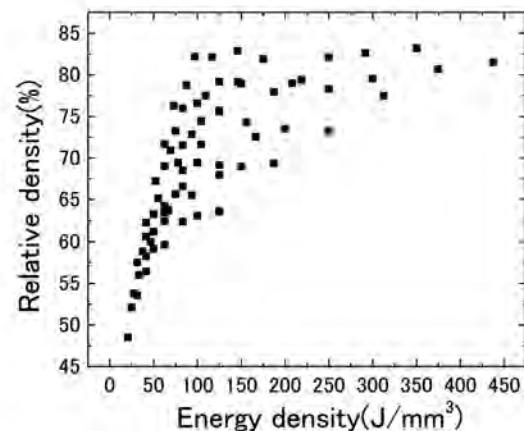


Fig. 4 造形物の相対密度とエネルギー密度の関係

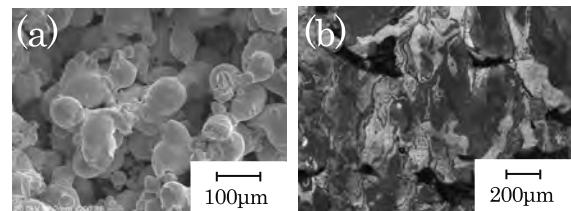


Fig. 5 (a)低密度造形体(相対密度 56.0%)の SEM 像
(b)高密度造形体(相対密度 83.2%)の金属組織写真

キーワード : Additive Manufacturing、Selective Laser Melting、難加工材料、純タンゲステン

Development of Selective Laser Melting using High Melting Point / Processing Resistant Powder Materials

Takafumi YAMAMOTO, Kiyokazu HIMI, Tomoaki ISHIKURO

For the purpose of development of additive Manufacturing for high melting point and processing resistant powder materials, the relationship between laser irradiation conditions and relative density of pure tungsten specimens fabricated by Selective Laser Melting/Sintering was investigated. As a result, it was confirmed that relative density of SLM specimens depends on processing parameters, and SLM specimens with 48.5% to 83.2% relative density were obtained.

伝統産業支援のための3Dプリンティングの多角的活用

材料技術課 住岡 淳司, 寺田 堂彦^{*1}, 山本 貴文

1. 緒言

伝統産業は全国的に低迷して久しく、県内においても業界存亡の危機にあると言つても過言ではない。銅器、漆器については、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。また五箇山和紙の一つ「悠久紙」の重要な生産工程の一つ「楮たくり」は、現在90歳を超える高齢者の手作業に依存しており、一刻も早く機械化、自動化を図る必要性がある。

そこで本研究では、伝統産業の支援及び活性化に寄与することを目的に、ナイロン粉末を用いた3Dプリンティング技術(粉末床溶融結合法)による積層造形物を、高岡銅器の鋳造原型や高岡漆器の造形素地、五箇山和紙の楮たくり機試作等に活用することで、従来にない商品開発や支援方法を試みた。

2. 伝統産業各分野への3Dプリンティングの活用

2.1 銅器・漆器分野への活用

昨年までの研究で、当センターの積層造形装置(3Dプリンター)による銅器の少量生産や一品生産のための原型試作、または漆器(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ている。そこで、銅器・漆器関連企業に対し例年実施している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。特に漆器分野では、ぐい呑みの試作に加え、昨年の試作で問題となっていたジュエリーの塗りにくさを解消するため、持ち手やスタンドをセットで開発・再試作した(Fig. 1~2)。



Fig. 1 鋳造原型：ミニパン

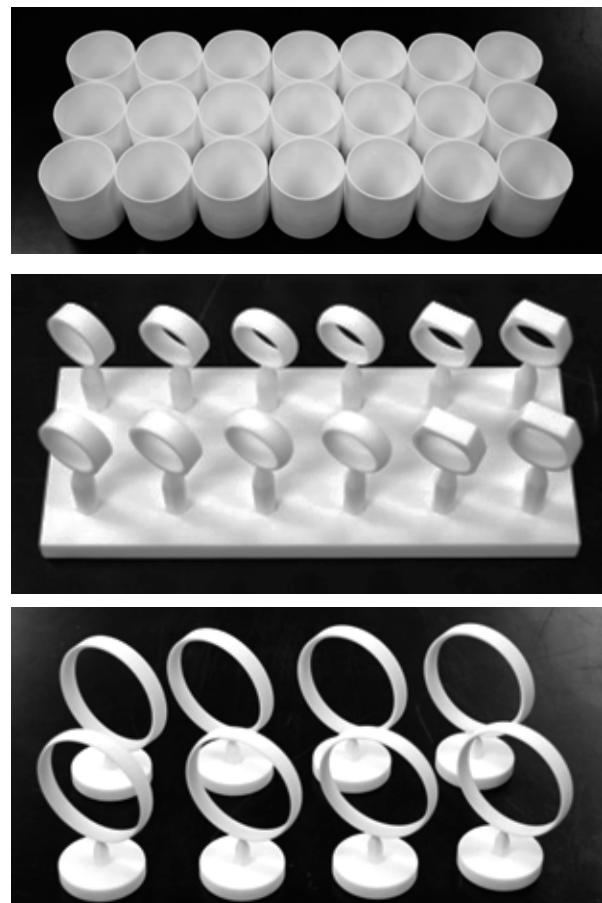


Fig. 2 漆器製品の造形素地モデル

(上：ぐい呑み、中：リング、下：ブレスレッド)

以上を試作サンプルとして各分野の業界へ提供し、商品化への検討を模索した。銅器分野では、ある企業からこれまでの試作品の一部を商品へと採用する意向が示され、また漆器分野でも、高岡漆器協同組合にて漆を塗布、加飾を施し、ぐい呑み、リング及びブレスレッドとしての商品サンプル試作が進められ、それぞれ都内ギフトショールームへの出品が行われた(Fig. 3~4)。



Fig. 3 銅器分野からの都内ギフトショールームへの出品

*1 現 評価技術課



Fig. 4 漆器分野からの都内ギフトショーへの出品
(第83回東京インターナショナルギフトショー春2017)

2.2 和紙分野への活用

和紙の原料となる楮の皮は「楮たくり」という手作業により、黒い表皮のみ剥がされる。これを機械化するための方法として、3D プリンティングで試作した樹脂ブロックで楮の皮を挟み、表皮を削ぐように剥ぎ取っていく方法を検討した。樹脂ブロックは、数種類の隙間(スリット)間隔を設定したものを試作し、最適なスリット間隔の検証を行ったところ、0.6~0.7mm の間隔が最適であることが判った (Fig. 5)。

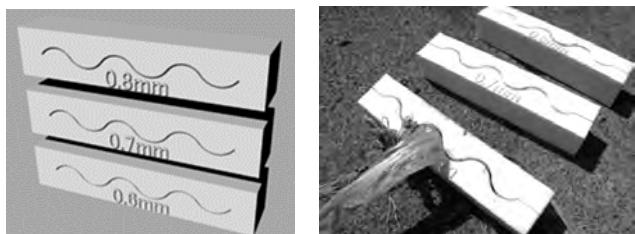


Fig. 5 3D プリントによる樹脂ブロック

キーワード : 3D プリンティング、伝統産業、鋳造、漆器、五箇山和紙、悠久紙、楮たくり

Multilateral Utilization of 3D-Printing for Traditional Industry Support

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. It's necessary to add high extra value by development of a new product, high-variety low-volume manufacturing items and one piece product about copperware and lacquer ware in Takaoka. "Kouzo-Takuri" is one of important production processes of one of Gokayama Japanese paper "Yukyushi". This process is dependent on senior citizen's handwork beyond 90 years old at present. There is necessity which also mechanizes a moment early and plans for automation. Therefore, we utilized the 3D-printing multilaterally and supported it to the field of the copperware, the lacquer ware and the Japanese paper.

さらにこの樹脂ブロックと市販のベルトサンダーを組み合わせ、ベルトサンダーで引き取りながら表皮を剥ぐ実験を行ったところ、良好な結果が得られた (Fig. 6)。

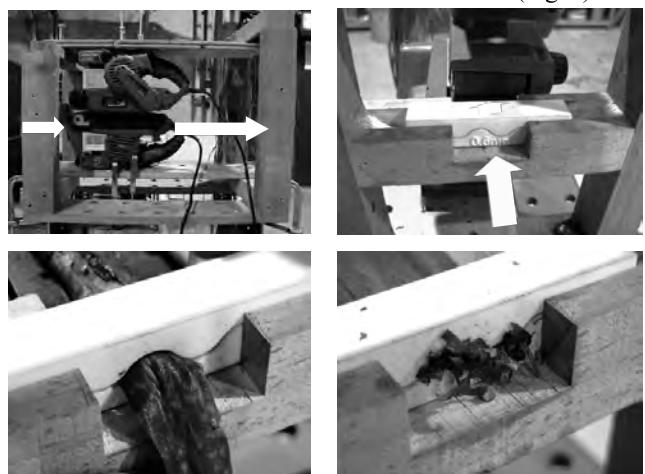


Fig. 6 樹脂ブロックとベルトサンダーの組み合わせ及び楮の表皮の剥ぎ取り実験

3. まとめ

本研究により、県内伝統産業の3分野への支援として、3D プリンティングを多角的に活用し、各分野において、その支援方法やニーズ、今後の方向性について把握することができた。また、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、3DP ブランドの確立を促したり、新たな活用方法や事例を示すなど、今後もさらに関連企業・団体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

十時啓悦、工藤茂喜、西川栄明：漆塗りの技法書
株式会社誠文堂新光社(2015.8.14)

極薄機能性パターン形成技術の検討

加工技術課 小幡 勤^{*1} 評価技術課 丹保浩行

1. 緒言

高齢化に伴う介護や被介護、若い介護労働者人口の減少などにより、ヒトの動作を補助したり代替したりするヘルスケア分野の技術が求められている。また高度な情報化社会の構築に伴い、テラーメイドな情報のやりとりが求められ、情報入出力系のウェアラブル化が検討されはじめた。その一つの展開として、e-テキスタイルや曲面を有する対象への機能性パターンの転写技術は、きめの細かい情報の収集を可能にするセンサや見た目の付加価値を与える意匠の向上などを実現することが期待される。本研究では、ヘルスケアデバイスなどに直接的に機能性パターンを形成する3次元加飾技術を開発し、ヒトとの親和性の高い製品を実現する要素技術の一つとして検討するものである。

2. 実験方法

2.1 使用材料

今回対象とする機能性パターンは、電気配線やセンサなどのデバイスを想定した。曲面などに実装されるデバイスは極薄であることが必要であり、さらに強度も求められる。そういうことを考慮し、パリレン樹脂をベースとした圧力センサを試作することとした。パリレン樹脂は、蒸着によって極薄くフィルム状に成膜できること（Fig. 1に装置写真）、FDAの生体適合物質として承認されていることから、体に貼り付けるなどの生体応用へのハードルが低い。

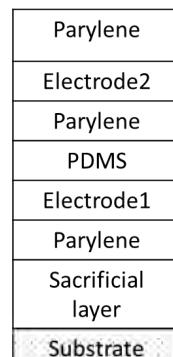
2.2 試作デバイス

試作するデバイスをFig. 2に示す。試作デバイスは、パリレンと電極により構成される静電容量型の圧力セン

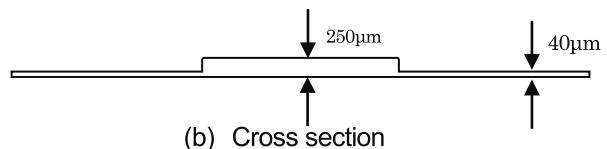


Fig. 1 Parylene coating process system

^{*1} 現 商工企画課



(a) Device structure



(b) Cross section

Fig. 2 Schematic diagrams of the capacitive pressure sensor in this work

サとなっている。パリレンの各層の厚さは約2μm、電極材料は、将来のインクジェットによる製法を想定して、導電性のAgインクを利用した。また感圧部は押し圧時に変形し容量変化を得るため、シリコーンの一種であるジメチルポリシロキサン層(PDMS)を約200μmの厚みで挿入している。200μmの厚みについては、本来の目的からすると厚膜となっているが、PDMSをあまり薄くすると変形量が少なく、静電容量変化が得られにくくなるためである。

3. センサの試作

センサは、台紙に転写実装時に犠牲層となるPVAを薄く塗布したものの上に作製した。パリレン上に電極となるAgを塗布する前に、酸素プラズマによる表面改質を行っている。これによりインクがはじくことなく、電極パターンがパリレン上に形成可能になる。デバイス構造にしたがって、パリレンの成膜と電極の形成を繰り返し、最終的にFig. 3のような薄型センサが完成した。

4. デバイスの評価

デバイスの評価は、メカニカルフォースゲージを利用した自作の加圧機で手動動作により行った。加圧は、8N程度までの範囲で行い、その際のセンサの2つの電極で形成される静電容量値をデジタルマルチメーターで評価した。測定したセンサのイニシャル容量は20pF程度であった。

測定結果をFig. 4に示す。横軸が加圧力(N)、縦軸が

静電容量値である。最初の1N程度までは容量変化がなく、2Nの加圧で一旦容量値が小さくなる現象が見られた。平行平板導体の静電容量において、容量が小さくなる条件は、電極面積が小さくなる、あるいは電極間距離が大きくなることである。本件の場合フォースゲージによる加圧の際に電極面すべてを加圧しているわけがないため、加圧部分は電極間距離が小さくなるものの、電極で加圧されていない部分がやや浮き上がる状況になるため、見かけ上容量が下がった状況になっているものを推測される。3N以降は加圧により容量値が増していき、8N以上ではあまり変化しなくなった。これは、PDMSがこれ以上変形しなくなつたことによるもので、使用レンジを広げるためには、もっと柔らかいゴムを選択することが必要となる。また、出力のヒステリシスを抑制するために、変形しやすいだけでなく、戻りの早い材料、構造を選択することも重要である。

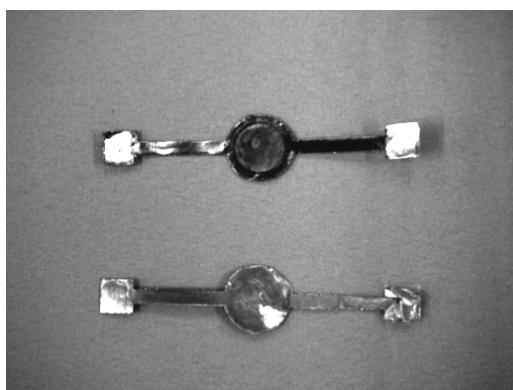


Fig. 3 Capacitive pressure sensor
(top) Front side (bottom) Back side

5. 結言

転写などによるデバイスの実装を検討するために、極薄センサの試作工程を検討した。真空成膜によって極薄樹脂基板を実現可能なパリレン樹脂を用い、静電容量型圧力センサの試作を行った。試作したセンサは、加圧による容量変化が観測され、動作確認ができた。

今後、電極の形成をAgインクの塗布からスクリーン印刷に変更することで、容量変化の安定化（特に初期の変動に対して）と試作歩留まりの向上が期待される。

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株式会社オーギヤ代表取締役 水島昌徳氏に深く感謝致します。

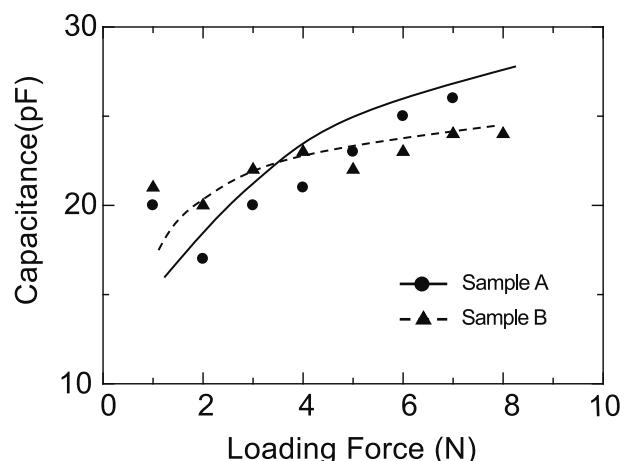


Fig. 4 Loading Force vs. Capacitance

キーワード：極薄センサ、パリレン樹脂、曲面実装

Study of Ultra-thin Functional Pattern Forming Technology

Processing Technology Section; Tsutomu OBATA, Evaluation Engineering Section; Hiroyuki TAMBO

In this study, we developed 3D decorative technology to form functional patterns directly on healthcare devices etc and studied it as one of elemental technologies to realize products with high compatibility with humans. We fabricated a capacitive pressure sensor using parylene that can realize an ultrathin resin film by vacuum film formation. In the prototype sensor, capacity change due to pressurization was observed, and the operation could be confirmed.

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^{*1} ものづくり研究開発センター 水野 渡

1. 緒 言

セルロースから成る植物繊維を直径 100 nm 以下にまで解纖したものをセルロースナノファイバー (CNF) と呼ぶ。CNF は、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) を有することにより注目されており、特にプラスチック材料の補強繊維として利用する研究が広く進められている。他方、CNF 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の界面制御が必要である。しかし、一般的に CNF は分散液等の状態で供給されるため、脱水乾燥工程にコストが掛かる。そのため、CNF の産業利用を促進するためには、非水系反応場への効率的な移行技術の確立が求められる。

本研究では、昨年度に引き続き、CNF 含有ゲルの作製と、ゲル状態での脱水処理、化学修飾処理に対する有効性について検討した。

2. 実験方法

2.1 使用材料

CNF 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 C、濃度 1.28w %) を用いた。紅藻由来の iota-Carrageenan (Cgn) は、Sigma-Aldrich Co. LLC. から、アルギン酸ナトリウム (Alg) およびアガロース (Agr)、および、その他の試薬は、和光純薬工業株式会社製を使用した。

2.2 複合ゲルの作製

CNF と Cgn とを複合化したゲル (CNF/Cgn-gel) の作製は、既報に従い実施した [1]。CNF/Alg-gel と CNF/Agr-gel の作製についても、既報に習い、それぞれのゲル化機序に鑑みて適宜条件を変更して実施した。

2.3 複合ゲルの化学修飾化処理

CNF/Alg-gel と CNF/Agr-gel に対して、CNF/Cgn-gel の場合と同条件でアセチル (Ac) 化処理を行った [1]。また、先行論文を参考にして、CNF/Cgn-gel に対してアルキル (Alk) 化処理を実施した [2]。

2.4 分析方法

Ac-CNF を分離回収し、凍結乾燥してスポンジ状の試料を得た [1]。アセチル化の評価は、赤外分光光度計

(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

CNF/Cgn-gel、CNF/Alg-gel、および、CNF/Agr-gel は、アセトン浴に浸漬することにより脱水可能であった。また、この脱水工程でのゲルの破断や崩壊は生じなかった。水に分散した状態の CNF をアセトン等の有機溶媒で脱水するためには、遠心分離と上清置換とを複数回、繰り返す方法が一般的であるため、脱水工程における取扱い性能は、ゲル化により大幅に改善されたといえる。

3.2 被化学修飾性

図 1 に、ゲル化因子の異なる複合ゲルに対して、Ac 化処理を施したときの、CNF の赤外吸収スペクトルを示す。CNF/Agr-gel では、CNF/Cgn-gel の場合 [1] と同様に、無水酢酸の添加量の増加に伴って、Ac 基 C=O 伸縮振動に帰属される 1740 cm⁻¹ 付近の吸収ピーク強度が上昇した。CNF/Alg-gel では、Ac 基の導入はほとんど確認されなかつた。これらの差異は、おそらく各多糖類のゲル化機序の違いに起因するものと推察される。

また、CNF/Cgn-gel に対して Alk 化処理した結果、Alk 鎮

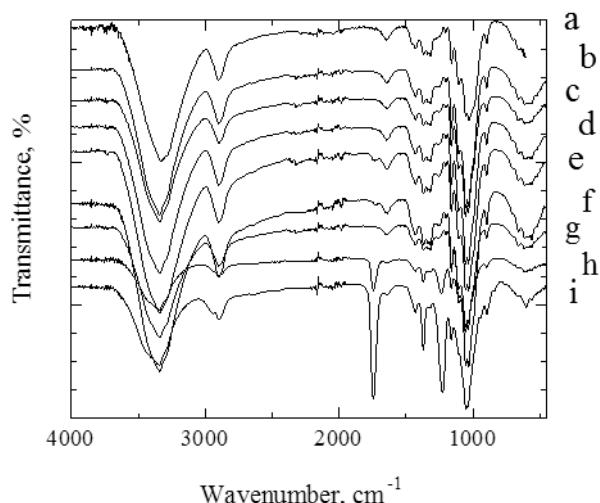


Fig. 1 Changes in infrared spectrum of cellulose nanofiber accompanied by the acetylation treatments. (a) untreated CNF, (b) to (e) are treated for the CNF/Alg-gel and (f) to (i) are CNF/Agr-gel. Acetic anhydride volume, (b) and (f) 0.01 mL; (c) and (g) 0.05 mL; (d) and (h) 0.1 mL; (e) and (i) 0.3 mL.

*1 現 評価技術課

CH_2 、 CH_3 の対称、非対称伸縮振動に帰属される $2,900 \text{ cm}^{-1}$ 付近の吸収ピーク強度にわずかな上昇が認められた。

他方、Ac 化処理工程におけるゲル形態について観察したところ、CNF/Alg-gel はゲル状態を維持し、かつ、Ac 化処理後にゾルに転移することが可能であった。しかしながら、CNF/Agr-gel では、無水酢酸添加量の増加に伴ってゲルは崩壊した。CNF/Cgn-gel は、Ac 化処理ではゲル構造を維持したが、Alk 化処理では、置換基導入の進行に伴って、ゲル構造は徐々に崩壊していく様子が観察された。

3.3 形態観察

図 2 に、Ac 化処理後、および、Alk 化処理後に分離回収した CNF の FE-SEM 観察像を示す。いずれの CNF も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。

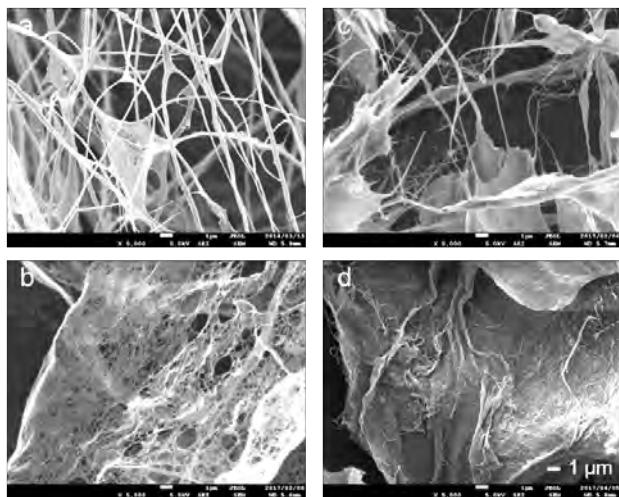


Fig. 2 SEM images of the isolated CNFs. (a) is untreated. (b) is isolated from Ac-CNF/Agr-gel. (c) is from Ac-CNF/Alg-gel. (d) is from Alk-CNF/Cgn-gel.

3.4 化学修飾の効果

図 3 に、Alk-CNF を、水またはメタノールに分散させた様子を示す。CNF 表面には水酸基が存在するため、水に対してよく分散したのに対して、メタノール中では凝集した。一方、Alk-CNF の表面では、一部の水酸基は Alk

基と置換され、疎水性が強められた結果、水中では凝集し、メタノールに対して分散する性質を示した。

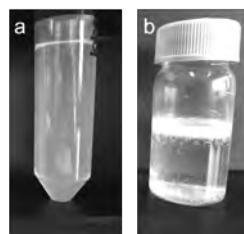


Fig. 3 The effect of alkylation of CNF on dispersibility in methanol (a) and water (b)

Alk-CNF とポリプロピレン (PP) とを溶融混練して作製したフィルムを、偏向顕微鏡観察したところ、Alk-CNF は PP 中で凝集することなく、個別に分散している様子が観察された (図 4)。

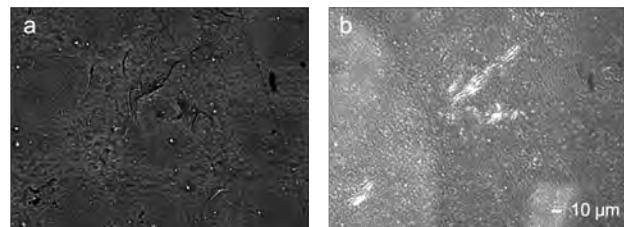


Fig. 4 Micrographs of Alk-CNF in PP observed under bright field (a) and polarized light (b)

4. 結 言

CNF 含有ハイドロゲルは、CNF 分散液と比較して、脱水工程での取り扱い容易であった。しかしながら、置換基の種類やその導入率に依っては、反応工程でゲル構造を保持できない場合があった。また、ゲル状態であっても、CNF の表面性状は改変可能であることが示された。

参考文献

- 1) 寺田堂彦、水野 渡: 富山県工業技術センター研究報告, **30** (2016) 40-41.
- 2) A. Isogai, A. Ishizuka, and J. Nakano: *J. Appl. Polym. Sci.*, **31** (1986) 341-352.

謝 辞

本研究推進にあたり、CNF をご提供いただいた中越パルプ工業株式会社の田中裕之氏に深く感謝致します。

キーワード：セルロースナノファイバー、ゲル化、脱水、アセチル化

Improvement of Manipulation Performance of Cellulose Nanofiber Dispersive Liquid

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

Cellulose nanofiber (CNF) requires some effort to be dispersed in a nonaqueous solvent via dehydration process. CNF dispersive liquid was gelated adding natural polysaccharides to improve the manipulation performance in the chemical modification process. The bicomponent gels were provided to dehydration and chemical modification processes.

モバイル端末を用いた生活モニタリング技術に関する研究

評価技術課 塚本吉俊 佐々木克浩

1. 緒言

高齢社会の到来により、在宅における医療、介護の機会が増加している。また、健康管理に対する意識も世代を問わず高まっている。そこで、血圧、体温、体重等の個人の健康データを電子化し、健康管理に役立てる手法について検討した。

また、室温等の環境が血圧値に変動を与える¹⁾ことから、室温、湿度等の住宅内の生活環境をモニタリングしてデータ登録を行い、生活と健康に関するデータを一元管理する生活モニタリングシステムの開発を行った。

2. 生活モニタリングシステム

生活モニタリングシステムの概要を、図1に示す。

住宅内には、健康データ入力端末とセンサ及びセンサゲートウェイが設置され、データセンターには、データ交換サーバとデータベースサーバが設置される。

2.1 住宅内設置機器

健康データ入力端末は、スマートフォン(Android 6.0)を用い、血圧の測定値(最高値、最低値、脈拍等)をマニュアル入力し、そのデータをセンサゲートウェイに送信する。このデータ通信は、Bluetooth Low Energy(BLE)規格のGATT通信仕様²⁾に基づき独自のサービスUUID

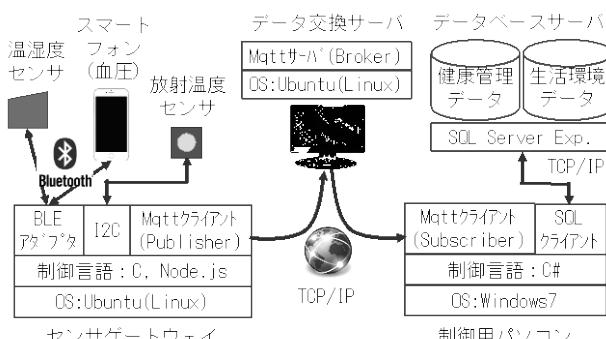


図1 生活モニタリングシステム



図2 住宅内設置機器 (Bluetooth 通信機器)

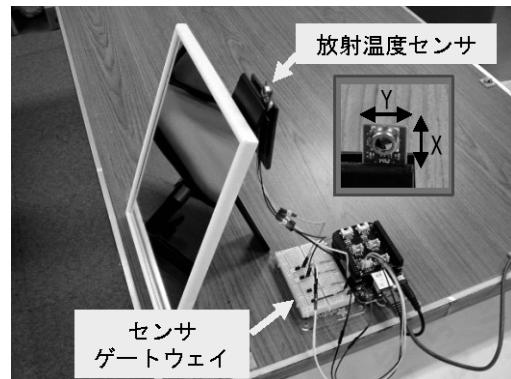


図3 住宅内設置機器 (I2C 通信機器)

を定義して実装した。

生活環境データは、センサタグ(TI製CC2650STK)の湿度センサ部を用い、温度と湿度のデータをBLE通信により一定時間間隔で取得した。また、I2C規格で接続された放射温度センサ(OMRON製D6T44L)を用い、人や物体の表面温度を取得可能とした。

センサゲートウェイは、ワンボードマイコン(Beagle Bone Black)を用い、取得した健康データやセンサデータをMQ Telemetry Transport(MQTT)プロトコル³⁾により、データ交換サーバへメッセージ送信する(Publisher)。

住宅内設置機器の例を、図2および図3に示す。

2.2 データセンター設置機器

データ交換サーバ(Broker)は、センサゲートウェイからのメッセージを件名(Topic)に応じ必要なクライアント(Subscriber)に再配信する。MQTTプロトコルにより、複数のセンサゲートウェイとの接続が可能となった。

制御用パソコンには、サーバから受信したメッセージからSQLコマンドを生成し、データベースサーバ(SQL Server 2008 Exp.)に登録する機能を実装した。

3. 生活モニタリング実験

3.1 健康データ

開発システムを用いた血圧値の登録例を、図4に示す。登録データは、「端末ID、測定年月日、時刻、測定腕、最高値、最低値、脈拍数」の形式である。左腕で測定時刻が午前ものと午後のものを抽出し、表計算ソフト(Excel)を用いてグラフ化した例を、図5に示す。

SQLデータベースを用いることにより、様々な条件でのデータ抽出が可能となった。これより、例えば健康手帳の電子版を容易に作成し、分析ができる環境が整った。



図4 健康データ登録例

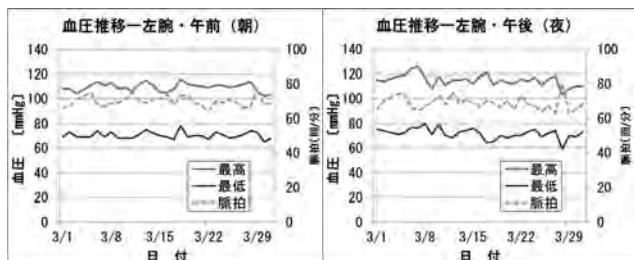


図5 健康データ表示解析例

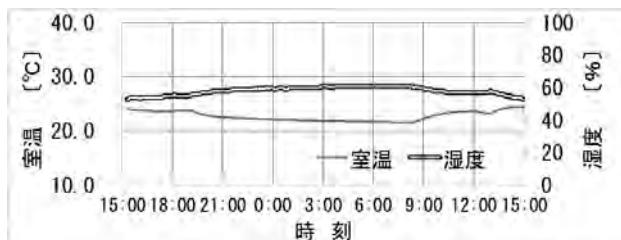


図6 生活環境データ表示解析例

3.2 生活環境データ

センサタグを用いて、室温と湿度を5分間隔で24時間計測した例を、図6に示す。登録データは、「端末ID、測定年月日、時刻、温度、湿度」である。無線接続のセンサにより、任意場所の室温、湿度計測が可能となった。

次に、放射温度センサを卓上鏡に設置（図3）し、約50cm離れた位置で顔面の温度を測定した例を、図7に示す。登録データは、「端末ID、測定年月日、時刻、気温、

キーワード：在宅健康管理、スマートフォン、BLE、MQTT、データベース

Study on Monitoring System of Living Conditions Using Mobile Devices

Evaluation Engineering Section; Yoshitoshi TSUKAMOTO and Katsuhiro SASAKI

For support of home health care, the system to employ smart phone as an input device and register the data of blood pressure in the remote database has been developed. This system can automatically register additional data, such as the room temperature and humidity using wireless sensors. And it can measure the surface temperature of the person with a non-contact radiation temperature sensor. The information of the health care will be able to share by using the remote database connected with the internet.

気温	26.9 [°C]			
	1	2	3	4
1	23.1	23.2	23.6	23.3
2	22.5	28.4	30.0	23.0
3	22.6	27.3	30.0	22.5
4	25.1	28.4	29.0	26.9

図7 顔面の温度測定例

温度(1-1)、…、温度(4-4)」である。図中、斜線部が顔面と推定されるが、体温より低い値を示した。

このセンサは、視野角がX方向44.2°、Y方向45.7°あり、各方向4分割した16領域の平均温度を出力する。距離50cmでは視野サイズ約40.6cm×42.1cmで、1領域あたり約10.1cm×10.5cmとなる。このため、市販の熱画像装置のようにピンポイントでの体温測定には向かないが、天井等に取り付ければ室内における人のおおまかな位置の推定に応用できる可能性がある。

4. 結言

情報通信技術を活用した健康管理支援のため、健康データと生活環境データを、遠隔のデータベースに自動登録するシステムを開発した。健康と生活環境のデータを蓄積しネットワーク上で一元管理することは、医療機関や関係者間で情報が共有でき、利用者の個別に適合した支援サービスの形成に有用であるほか、既存サービスの連携や新サービス創出の観点からも重要である。

今後は、通信機能を持った健康管理機器からのデータ入力の自動化とモバイル端末によるデータ閲覧プログラム、情報セキュリティ対策等について検討する。

参考文献

- 1) 海塩涉ら:マルチレベルモデルに基づく室温による家庭血圧への影響、日本建築学会環境系論文集 Vol.80 No.715(2015) 703-710
- 2) Bluetooth Core Specification v 5.0 Vol.3 Part G
- 3) IBM: MQTT V3.1 プロトコル仕様

無拘束型センサを用いた状態検知システムに関する基礎研究

評価技術課 佐々木克浩、塙本吉俊、岩坪聰、機械電子研究所 金森直希

1. 緒言

近年、ヘルスケア関連機器の開発が進められており、健康管理または見守りなどを目的とした咀嚼回数計測に関連する装置が市販または研究されている¹⁻⁵⁾。それらは人にセンサを装着させる装置^{1,2)}が主であるが、手軽さの観点からはセンサを装着させない装置が望ましく、画像処理を用いた研究が報告^{3,4)}されている。また、マイクロ波ドップラーセンサを用いた提案⁵⁾もなされており、これは画像処理による方法に比べて簡便で安価と考えられる。

本研究では、咀嚼の意識付けなどの支援用途で手軽に利用することに主眼を置き、マイクロ波ドップラーセンサに着目して、咀嚼回数をリアルタイムに計測するシステムに関して検討した。

2. システム

2.1 概要

試作したシステムの構成を図1に、外観を図2に示す。マイクロ波を人の顎(検出対象)に向けて放射するため、図1に示す位置にドップラーセンサを配置した。そのセンサは、ドップラーモジュール(新日本無線、NJR4262J)を樹脂製箱に内蔵する構成とした。ドップラーセンサからは、位相が異なる2つのドップラー信号、いわゆるI信号とQ信号が出力され、増幅器(60dB)により増幅するとともに、商用電源周波数などの雑音を除去するためのローパスフィルタに通した後に、ADコンバータ(CONTEC、AI-1608AY-USB)に入力した。AD変換後のデータは、USBインターフェースを介して、パソコンコンピュータに取り込んだ。センサに対する顎の近接状態と離反状態を判定し、咀嚼回数を計測した。

2.2 データ処理

近接状態と離反状態を判定する原理の模式図を図3に示す。ドップラーセンサに対して検出対象が近接状態の場合、I信号に対してQ信号の位相が90°遅れ、離反状態の場合には90°進む。I信号の極値 V_{p-I} に着目すると、近接状態では、極大値の V_{p-I} に対応する時刻付近のQ信号の電圧変化量 ΔV_Q が増加であるのに対し、離反状態では ΔV_Q が減少となるため、この変化から近接状態と離反状態を判定できると考えられる。極小やQ信号の極値 V_{p-Q} に関しても、図3に示す関係を用いて同様に近接状態と離反状態を判定できると考えられる。近接と離反の継続状態を確実に検出する配慮から、図3のすべての関係に対応

した判定を行い、連続する複数の判定の多数決により判定を補正した。図4(a)は咀嚼時におけるドップラー信号の例(後述の実験時)であり、図4(b)は判定結果(補正後)の例である。判定結果から咀嚼の速度に応じた状態を抽出することを考慮し、所定範囲の継続時間の近接状態の後に所定範囲の継続時間の離反状態が続き、かつ近接と離反全体の時間も所定の範囲内である場合に、1回計数するようにした(図4(c))。さらに、周期性を有する咀嚼動作と他の動作を切り分ける配慮から、所定範囲の時間間隔で所定回数連続して計数された場合を咀嚼回数とした。上述の処理はリアルタイムで行うが、その回数連

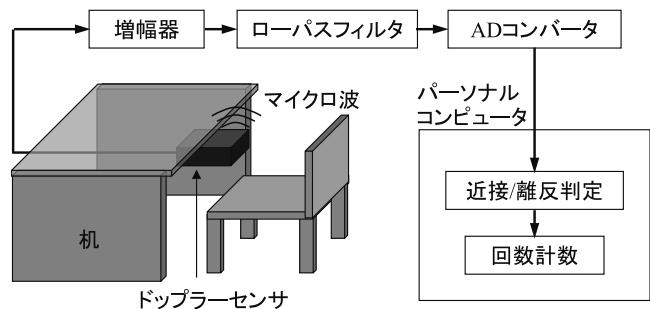


図1 システム構成



図2 システム概観

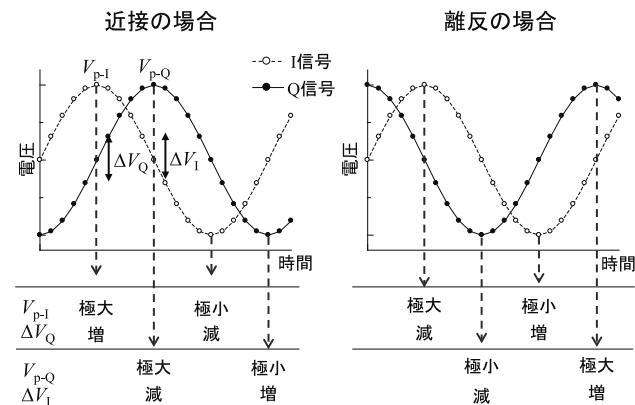


図3 近接/離反の判定方法

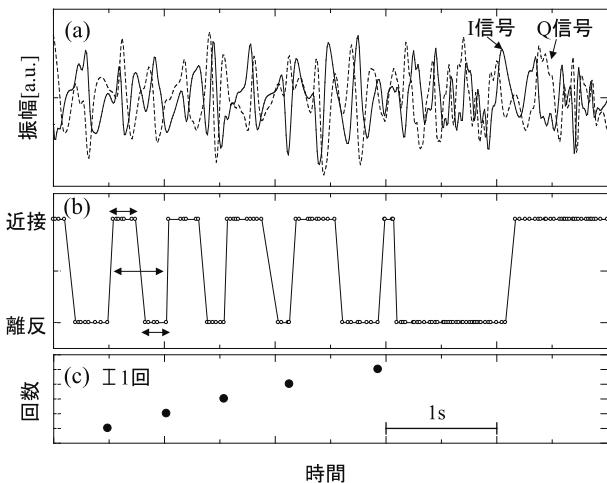


図4 データ処理の一例

(a) ドップラー信号、(b)近接/離反判定、(c)回数

続の設定を大きくするのに伴い、計数開始時のリアルタイム性は低下する。以上のデータ処理と結果の表示を行うプログラム(Visual C++)を作成した。なお現段階では、計測時間とともにデータ量が増大する単純な処理である。

3. 実験

試作したシステムの基礎的な動作を確認することを目的として、やや理想化された意識的な咀嚼動作を対象とした計測実験を行った。実験では、発話は行わず、咀嚼回数を被験者が数えることとした。また、検知可能領域の関係と理想的な咀嚼動作を対象とする配慮から、姿勢を正して咀嚼動作を行うこととした。

はじめに、食べ物を取り上げる動作を含まない咀嚼動作のみを対象として、被験者3名に20回(3セット)咀嚼を行ってもらった(食べ物はご飯)。その結果、目視で判定した咀嚼回数に対する計測値の誤差率は、平均で12%程度であった。

次に、同様の被験者に、弁当を対象に咀嚼を100回(2セット)行ってもらった(弁当の種類や計測開始時の動作など被験者によって違いあり)。誤差率の平均は13%程

度であり、すべての実験で計測値のほうが小さい値であった。咀嚼中の映像とデータを確認したところ、手や顔などの動きが計測値に影響を与えていたと推測される場合があり、特に、食べ物を口に入れるための一連の動作(体動含む)中は咀嚼回数をほぼ計数していなかった。これらが小さい計測値の主要因のひとつと考えられた。

最後に、上記の被験者のうち1名について、姿勢の配慮をなしとして咀嚼を100回行ってもらった結果、誤差率は44%で計測値のほうが小さかった。この差は、姿勢を正した場合と比較して2倍以上であった。同様に映像を確認したところ、食べ物を口に入れる一連の動作中の咀嚼回数が2倍以上に増加しており、これが差の一要因と考えられた。また、今回の実験の範囲では大きな問題となっていなかったが、頸の位置によっては検知が困難になる場合があり、多様な食事動作への対応の観点からは、これも課題になると考える。

4. 結言

マイクロ波ドップラーセンサを用いた咀嚼回数の計測システムを構築し、システムの基礎的な動作を確認した。食べ物を口に入れる一連の動作などの際は咀嚼動作の検知が困難となる制約はあるが、試作したシステムは、咀嚼の意識付けや指導に向けた支援ツールとしての利用可能性を示唆するものと考える。実用上の課題として、発話と咀嚼の識別や精度向上のため各種閾値の調整などがあげられる。本システムは、検出対象の往復動作回数のリアルタイム計測・表示を目指したものあり、他の検出対象への応用展開も考えられる。

参考文献

- 1) 小幡 他, 計測自動制御学会論文誌, 38(9), (2002) 747.
- 2) 宇野 他, 第24回人工知能学会全国大会, (2010) 1G2-1.
- 3) 宮中 他, 信学技法, PRMU2013-6, (2013) 31.
- 4) 高石 他, 電子情報通信学会総合大会, (2016) ISS-P-142.
- 5) 谷川 他, 第72回情報処理学会全国大会, (2010) 4-757.

キーワード：マイクロ波ドップラーセンサ、咀嚼、回数、近接、離反

System for Status Detection using Non-contact Sensor

Katsuhiro SASAKI, Yoshitoshi TSUKAMOTO, Satoshi IWATSUBO and Naoki KANAMORI

For real-time detection of chewing motion without wearing a sensor, a non-contact microwave doppler sensor system for detecting the number of chewing was constructed and a program of a data processing algorithm was implemented. Using the algorithm, the upward and downward motions of jaw were detected and the number of chewing was measured. The fundamental performance of the system was confirmed.

薄膜熱センサの応用に関する研究(2)

評価技術課 奈須野雅明^{*1} 加工技術課 小幡勤^{*2} 電子技術課 本保栄治

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化することにより、熱容量の減少による高感度化とフレキシブル化が期待され、様々な用途が見込める。本研究では、カッティングプロッターによって作製したマスクを用いてEB蒸着等により薄膜熱電対を試作した。高温領域の熱起電力特性評価は、小型セラミックヒータを用いて行った。また、薄膜を直列構造に設計し、常温におけるフレキシブルな熱電発電モジュールの試作検討を行った。

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

カッティングプロッターを用いて、微粘着性のポリイミドフィルムをマスクとしてパターニングし、アルミナ基板(25mm角、厚さ：約0.6mm)に、K型熱電対の組み合わせ材料であるクロメル(Ni90%、Cr10%)を0.2μm、アルメル(Ni95%、Mn他5%)を0.2μmの厚みでEB蒸着し作製した。薄膜熱電対の測温部分には、保護膜として、Al₂O₃をスパッタリングで約80nm成膜した。

試作した薄膜熱電対の熱起電力測定の模式図を図1に示す。薄膜熱電対の測温部を小型セラミックヒータ(以下ヒータ)の下面を接触固定した。基準とするシース熱電対(φ1.0mmのK型クラス2)は、ヒータの上面を、無機接着剤で固定し、加熱時のヒータ表面温度及び熱起電力を測定した。薄膜熱電対は、K型の補償導線でデータロガ一間を接続した。ヒータはスライダックの印加電圧を変更して、約40°C毎に上昇させ、定温時にサンプリングし、最大約400°Cまで行った。

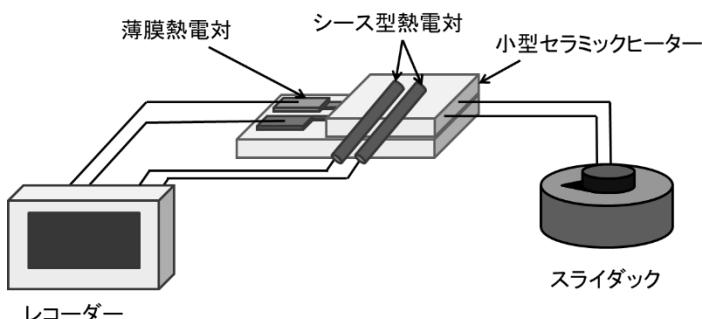


図1 热起電力測定の模式図

測定結果を図2に示す。横軸は基準K型熱電対で計測したヒータ表面の温度、縦軸は加熱による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に保つ温度補償を行っていないため、室温分の熱起電力が低くなり、原点は通っていない。(測定時の室温は20±2°C)。薄膜熱電対は、低温時は、基準熱電対とほぼ同じ熱起電力であるが、温度の上昇に伴い熱起電力の差が大きくなる傾向となった(400°Cで約1.6mV差)。その原因を調べるため、EB蒸着で成膜したクロメル膜及びアルメル膜のグロー放電分析結果を図3に示す。横軸は、薄膜の表面側からの放電によるエッチングの経過時間を示し、縦軸は、検出された元素の発光強度を示す。組成が偏在しない場合、表面側から基板側(表面からの深さ方向)に均一な強度比になる。図3-1 クロメル(Ni90%、Cr10%)膜は、Crの強度はやや上昇傾向にあるが、強度比は大きく変わらないが、図3-2 アルメル(Ni95%、Mn他5%)膜は、横軸0~1.2secまで、Mnの強度が0で推移し、約1.2~6.8secかけてMn強度が増減している。先に堆積した基板側にMn成分が多く存在し、後に堆積された表面側はMn成分が減少し、堆積されていない。これらのことより、アルメル膜中のMn成分が偏在した化学組成となっており、このことにより、基準熱電対との差が生じた主要因と思われる。現状でも校正により、測温は可能であるが、通常のK型熱電対と同等の熱起電力特性で使用するためには、アルメル膜の偏在を小さくすることが課題となる。

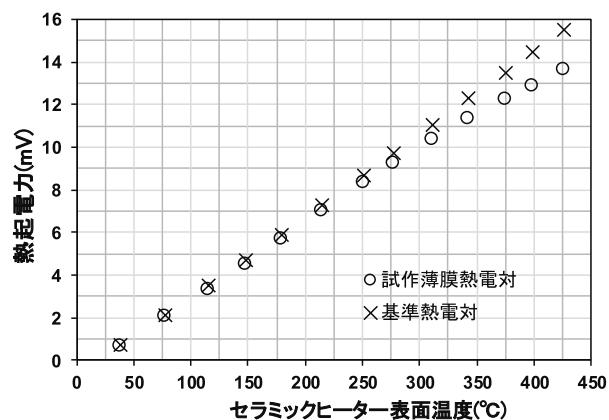


図2 薄膜熱電対の熱起電力特性

*1 現 企画情報課、*2 現 商工企画課

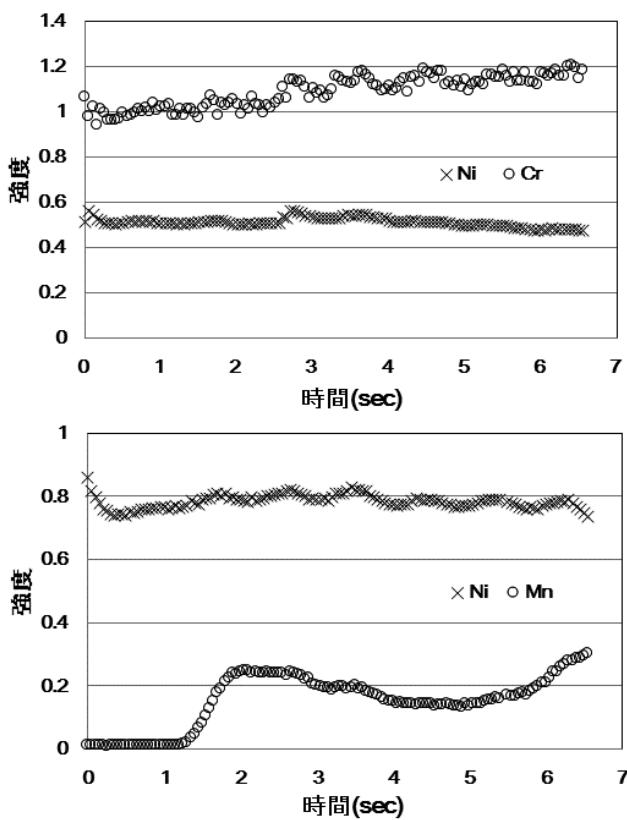


図3 ゲロー放電分析によるEB蒸着膜の深さ方向組成
(上: 図3-1 クロメル膜、下: 図3-2 アルメル膜)

2.2 フレキシブル熱電モジュールの試作評価

50mm×70mm(厚さ 75μm)のポリイミドフィルムを基板として、2.1と同手法で成膜とパターニングを行った。温接点部分に熱を加えることで起電力を発生する熱電モジュールを設計試作した(図4参照)。材料の組み合わせは、①Cu-CuNi合金と、高い熱起電力が見込める②クロメル-CuNi合金(E型熱電対)や③Cu₂O(亜酸化銅)-CuNi合金にて試作検討した。図5に①Cu-CuNi合金の熱電モジュールの電圧特性示す。電圧の測定は、試作したモジュールを、アルミニウムプレート上に置き、冷接点部をポリイミドマスクで覆い、温接点部に手の平で加温する前後を示す。温接点部に触れた瞬時に最大約7mV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に伴い、電圧の下降する傾向が見受けられた。②、③については、薄膜間の接触抵抗が高く、直列

接続を重ねることにより、抵抗値が非常に高くなつたため測定できなかつた。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場合20mVは必要であり、今後電圧の向上には、ゼーベック係数の大きい半導体材料、低抵抗化を測るための多層膜構造を検討し、電圧の上昇を図りたい。

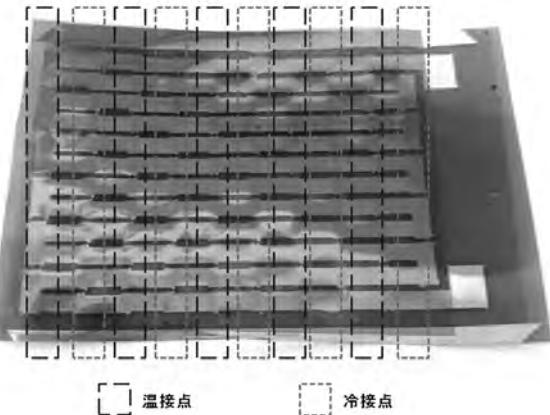


図4 試作した熱電モジュール(①Cu-CuNi合金)例

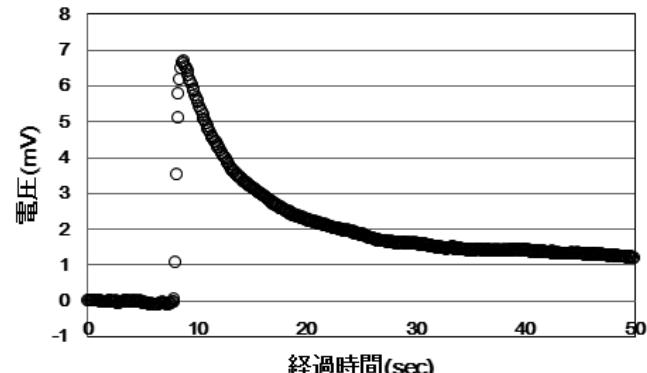


図5 热電モジュール(①Cu-CuNi合金)の電圧特性

3. 結言

EB蒸着によりK型薄膜熱電対を試作し、室温から約400°Cまでの熱起電力等の特性評価を調べた。今後、測定方法変更やアルメル膜の成膜手法を変更し、より高温の特性評価及び応用事例の検討を試みたい。また、環境発電モジュールの試作では、見込みより電圧は得られなかつたが、材料や設計の変更を検討し、実用に耐え得る特性向上の検討を試みたい。

参考文献

富山県工業技術センター研究報告, No.30 (2016) pp.46-47

キーワード：薄膜熱電対、EB蒸着、熱電発電

Study on Application of Thin Film Thermo-couples

Evaluate Technology Section; Masaaki NASUNO, Tsutomu OBATA, Eiji HONBO

We have been tried to produce Type K film thermocouples for high sensitivity and versatility. The thermoelectromotive power of the sample was measured in the range for 20°C to 400°C. As a result, the accuracy of the sensor was confirmed in the millimeter-scale. And, we tried to develop thermoelectric power generation device using the same structure for energy harvesting.

天然由来化学資源の有用物質への化学変換に関する研究

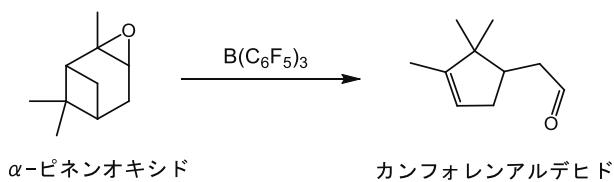
材料技術課 山崎茂一^{*1}

1. 緒言

木材は、石油や石炭などの化石資源に代わる、再生可能な有機資源として期待され、その有効利用を目指した研究が活発に進められている。松の木の樹脂成分・いわゆる「松やに」は、高沸点のロジンと低沸点のテレピン油とに分離される。ロジンはインク用の樹脂として需要があるが、テレピン油は大部分が安価な塗料用の溶剤として利用されている。「松やに」から得られるテレピン油の主成分は α -ピネンであるが、これを高付加価値化させた製品の開発はあまり進んでいない。

α -ピネンを原料とした高付加価値化合物のひとつに、カンフォレンアルデヒドがある。サンダルウッド（白檀）様の香りを有するサンダロールのやジャバノールといった香料がカンフォレンアルデヒドを経由して、工業的に合成されている。カンフォレンアルデヒドは一般に α -ピネンをエポキシ化して得られる α -ピネンオキシドに、ルイス酸触媒を作用させ異性化することにより合成される。様々なルイス酸が触媒として検討されているが、収率は60～70%程度のものが多く、より高収率、高効率の触媒の開発が求められている。

今回、トリス(ペントフルオロフェニル)ボランが、 α -ピネンオキシドをカンフォレンアルデヒドへ変換する有効な触媒として働くことを見出したので報告する。



2. 実験

α -ピネンを溶媒に溶かし、所定の温度で攪拌しているところに、トリス(ペントフルオロフェニル)ボランの溶液を滴下し反応を行った。反応率およびカンフォレンアルデヒドの収率はガスクロマトグラフ分析により求めた。

3. 結果と考察

トリス(ペントフルオロフェニル)ボランは様々な反応を触媒することが知られているが、エポキシドのカルボニル化合物への転位反応を促進することが20年以上前に石原、山本らによって報告されている。^[1] しかしながら、トリス(ペントフルオロフェニル)ボランの α -ピネンオキシドへの適用例はこれまで報告されていない。

トリス(ペントフルオロフェニル)ボランをルイス酸触媒として α -ピネンオキシドに作用させると、転位反応により α -ピネンオキシドの異性化がスムースに進行し、カンフォレンアルデヒドが高い選択性で得られる。触媒活性は非常に高く、0.05 mol%の触媒量で、ベンゼン中 50°C、45 分の反応で α -ピネンオキシドは消失し、カンフォレンアルデヒドが87%の収率で得られた。

0.05mol%という触媒量は、 α -ピネンオキシドのカンフォレンアルデヒドへの変換反応で報告されている触媒量としては圧倒的に少ない。

まず、反応溶媒について検討した。(Table 1) ベンゼン以外にも、トルエン、クロロベンゼン、ベンゾトリフルオリドなど芳香族炭化水素系溶媒で良好な結果が得られた。ジクロロメタン中では0.05mol%の触媒量で20°Cで反応がスムースに進行し、30分の反応で72%の収率でカンフォレンアルデヒドが得られた。1,2-ジクロロエタンでも同様の条件下反応は進行するが収率はかなり低下した。THF中では0.1mol%の触媒を用い50°Cの反応で67%、酢酸エチル中では同様に77%で目的物が得られた。アセトン中では目的物の収率は23%と低く、アセトニトリル中では反応がほとんど進行しなかった。

ベンゼンを溶媒として、触媒量や反応温度を変えて反応を検討した。(Table 2) トリス(ペントフルオロフェニル)ボランなしでは反応は全く進行しない。触媒量を0.02mol%に減らすと反応は途中で止まってしまった。ジクロロメタン中では触媒量0.02mol%でも原料は全て消失するが、収率は67%とやや低下した。触媒量0.05mol%としたとき、室温や30°Cでは反応は遅く収率も70%台であるが、50°Cでは反応が加速されかつ収率も向上した。触媒量を0.1mol%とさらに増やしても収率の向上は見ら

*1 現 加工技術課

Table 1 $B(C_6F_5)_3$ -Catalyzed Isomerization of α -Pinene Oxide in Various Solvent.

Entry	$B(C_6F_5)_3$ / mol%	Solvent	Temp / °C	Time / min	Conv / %	Yield / % ^a
1	0.05	benzene	50	45	100	87
2	0.05	toluene	50	30	100	83
3	0.05	Cl-benzene	50	30	100	83
4	0.1	benzotrifluoride	50	30	100	76
5	0.05	CH_2Cl_2	20	30	100	72
6	0.05	$ClCH_2CH_2Cl$	20	30	100	48
7	0.1	THF	50	60	100	67
8	0.1	$AcOEt$	50	30	100	77
9	0.1	acetone	50	30	100	23
10	0.1	CH_3CN	50	120	0	0

a) Determined by GC internal standard method.

Table 2 $B(C_6F_5)_3$ -Catalyzed Isomerization of α -Pinene Oxide.

Entry	$B(C_6F_5)_3$ / mol%	Temp / °C	Time / min	Conv / % ^a	Yield / % ^a
1	0	50	120	0	0
2	0.02	50	120	44	43
3 ^b	0.02	20	60	100	67
4	0.05	RT	300	100	70
5	0.05	30	300	100	74
6	0.05	50	45	100	87
7	0.1	50	15	100	81

a) Determined by GC internal standard method.

b) Reaction in CH_2Cl_2 .

れなかった。

反応混合物のガスクロマトグラムには、カンフォレンアルデヒドのピークの前後に多数の副生成物が見られる。GC-MSにより各ピークの同定を行ったところ、量的に最

多いのはイソピノカンホンであり、カンフォレンアルデヒドとはメチル基の位置が異なる異性体(フェンコレンアルデヒド)やtrans-カルバオールが確認できた。また、微量のシメンも検出された。それ以外のピークは同定には至らなかった。これら副生成物の割合は、用いる溶媒により変化した。

4. まとめ

トリス(ペントフルオロフェニル)ボランが、 α -ピネノキシドの異性化反応を触媒し、カンフォレンアルデヒドが高収率で得られることを見出した。触媒活性は非常に高く、0.05mol%の触媒量でベンゼンやトルエンなどの芳香族炭化水素を溶媒としたときに、80%以上の収率でカンフォレンアルデヒドが得られた。

「参考文献」

[1] K. Ishihara, N. Hanaki, H. Yamamoto, *Synlett*, **1995**, 721.

キーワード : α -ピネノキシド、カンフォレンアルデヒド、異性化、トリス(ペントフルオロフェニル)ボラン

Tris(pentafluorophenyl)boran-Promoted Isomerization of α -Pinene Oxide to Campholenic Aldehyde

Shigekazu YAMAZAKI

Campholenic aldehyde is an important intermediate for the synthesis of santalol, a component of fragrances from sandalwood. The aldehyde is prepared by Lewis acid-catalyzed isomerization of α -pinene oxide. Tris(pentafluorophenyl)boran is known as an efficient Lewis-acid catalyst for the rearrangement of epoxides. We present here tris(pentafluorophenyl)boran as an efficient Lewis acid catalyst for the isomerization of α -pinene oxide to campholenic aldehyde in high selectivity. The catalytic activity is very high, and with 0.05 mol% catalyst α -pinene oxide could be converted to campholenic aldehyde in 87% selectivity at 50 °C within 1h.

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^{*1} 岩坪聰 加工技術課 小幡勤^{*2}

1. 緒言

セルロースナノファイバー(CNF)は、木材を構成する主成分のセルロースをナノ化した素材である。鋼鉄と同等の強度を持ちながら軽いCNFから形成される紙は、折り畳め、ガラス並みの低熱膨張率・高透過率という特徴を有している。一方、酸化インジウムスズ(ITO)は、低抵抗率・高透過率であるため、光・電子デバイスの透明導電膜として、広く用いられている。近年、CNF透明紙上にAgナノワイヤ透明導電膜を形成することにより有機太陽電池が作製され、さらにはCNF基板上にITO電極を形成することによりメモリが作製されている¹⁾。我々は、これまで、濾過法を用いてCNF紙の内部あるいは表面に添加した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してきた。そして、CNF上にAgナノワイヤを堆積して加熱プレスをしたとき、Agナノワイヤが重なりあうことによる隙間や凹凸がCNF紙上に生じることがわかった。本研究では、CNF紙上に均一な膜厚の導電性を有する透明膜を形成することを目的として、CNF紙上に堆積するITOの成膜温度について検討し、ITO/CNFシートの特性評価を行った。

2. 実験方法

直径の平均が数10 nmのCNFを用いた。純水を用いて0.7 mass%に希釈したCNF溶液をシリコンウェハー上に滴下し、50°Cで乾燥を行った。絡まり合うナノファイバ一同土を水素結合させ空隙の小さいCNF紙を形成するため、大気中50°Cで18 hプレスし、溶媒を蒸発させた。シリコンウェハーからCNFを剥離することで紙を作製した。マグネットロンスペッタ装置内で、水分などを完全に除去するため、CNF紙を150°C～200°Cで1 h加熱した。引き続き、同一温度でITOを1 h堆積した。ここで、Ar流量は20 sccm、RF電源は100 Wで固定した。

3. 実験結果および考察

電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM)を用いて観察したITO/CNFシートの表面SEM像を図1に示す。SEM像から、ファイバー形状をしたITO連続膜が観察された。このことから、ITOは絡まり合うナノファイバーの表面形状の影響を受けて堆積しており、成膜が進むにつれてCNF紙の空隙は減少していき、ITOは連続膜になったと考えられる。

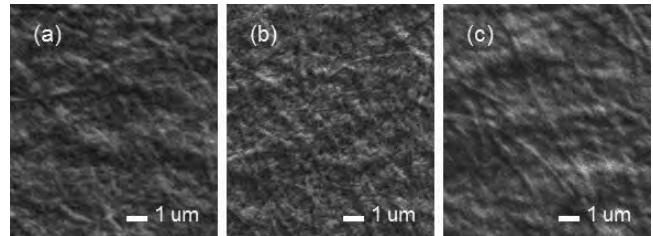


図1 ITO/CNFシートの表面SEM像

ITO成膜温度(a)150°C、(b)180°C、(c)200°C

図2に紫外可視近赤外分光光度計を用いて測定したCNF紙およびITO/CNFシートの透過率を示す。CNF紙の透過率は、波長領域570-750 nmで89%を示した。一方、ITO/CNFシートの透過スペクトルは波打ち、スペクトル周期はITO成膜温度150°C～200°Cの範囲では、ほぼ同じであった。ITO/CNFシートの透過スペクトルは、波長590 nmにおいて83%の透過率を示した。ITO成膜温度200°Cのとき、150°Cとほぼ同様の透過スペクトルを示したことから、150°C～200°Cで構造変化する不純物がほとんど含まれていないと考えられる。さらに、CNF紙およびITO/CNFシートの透過スペクトル変化より、CNF紙上に均一な厚みのITO薄膜が形成されていると考えられる。ここで、ITOの屈折率を2としたとき、透過スペクトルの周期からITO薄膜の膜厚は約200～300 nmと算出された。比較のため、Si基板上に成膜温度150°Cで作製したITO薄膜の断面SEM像を観察したところ、ITO薄膜の膜厚は約275 nmであることがわかった。

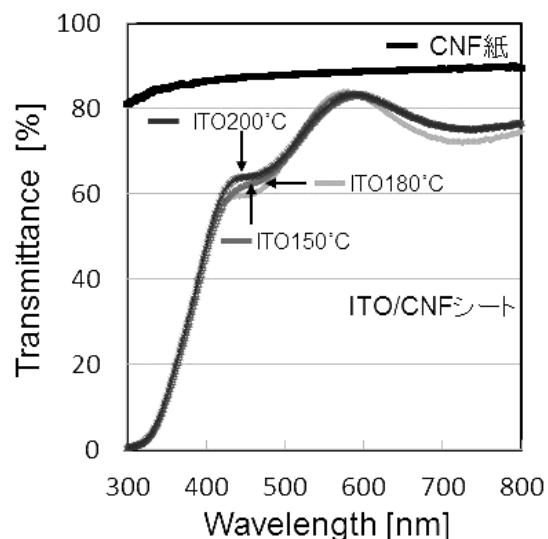


図2 CNF紙およびITO/CNFシートの透過率

*1現企画情報課 *2現商工企画課

四探針法を用いて測定したCNF紙上のITO薄膜の電気抵抗率を図3に示す。ここで、ITO/CNFシートはフレキシブルかどうかを検討するため、幾度曲げられた後、電気特性評価を行った。成膜温度が高くなるにつれて、体積抵抗率は減少し、ITO成膜温度200°Cのとき、 $2 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ を示した。

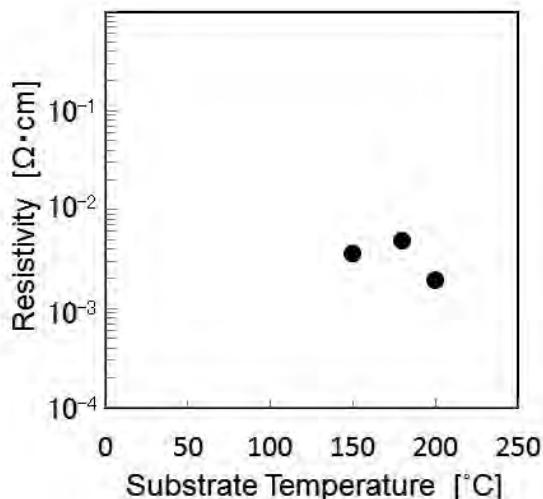


図3 CNF紙上に堆積したITO薄膜の電気抵抗率

ITO/CNFシートに対するX線回折をθ-2θスキャンで行った。得られた強度をセルロース(200)で規格化した結果を図4に示す。この(200)を基準としたとき、回折ピークは、それぞれITO(222)、(400)、(440)および(622)に対応していた。また、ITO成膜温度が高くなるにつれて、ITO(222)のピーク強度は増大し、ITO(400)およびセルロース(200)に対するITO(222)のピーク強度比は増大した。これらの結果から、CNF紙上に堆積したITOはランダム配向した結晶粒を形成しており、成膜温度の増加にともないITO

の結晶性は向上していると考えられる。

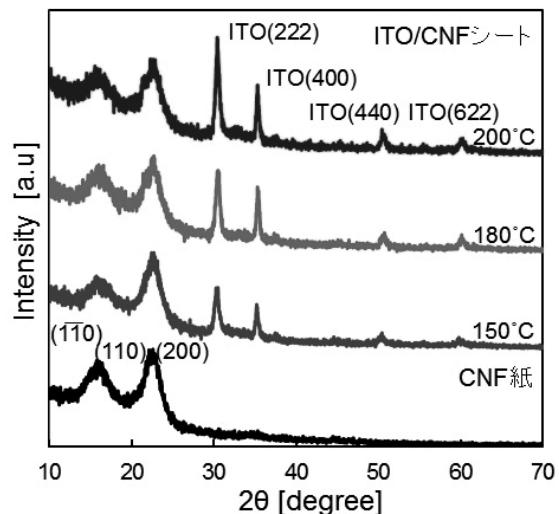


図4 CNF紙およびITO/CNFシートのX線回折パターン

4. 結言

加熱プレス法を用いて作製したCNF紙上にスパッタ法を用いてITOを堆積し、ITO/CNFシートを形成した。表面SEM像より、ファイバー形状をしたITO連続膜が観察された。ITO/CNFシートの透過スペクトルは波打ち、波長590 nmにおいて83%の透過率を示した。さらに、曲げられるITO/CNFシートのITO抵抗率は $10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ オーダーを示した。ITO成膜温度が高くなるにつれて、ITO(222)のX線回折ピーク強度比は増大し、抵抗率は減少した。

参考文献

- U. Celano et al.: NPG Asia Mater, 8 (2016) e310

キーワード：セルロース、ナノファイバー、酸化インジウムスズ、導電性、透明性

Development of Transparent Paper with Conductive Property

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

Processing Technology Section; Tsutomu OBATA

Preparation of indium tin oxide (ITO) thin film on cellulose nanofiber (CNF) paper has been investigated to form transparent conductive sheet. Initially, the CNF solution was drop on Si wafer and was heat at 50°C followed by hot pressing for 18 h. Then, ITO thin films were deposited on the CNF paper by a magnetron sputtering. The ITO/CNF sheets showed transmittance 83% at 590 nm. It was found that when the deposition temperature is increased, the ITO resistivity decreases. The XRD peaks showed the crystalline grain formation of ITO on the CNF paper.

摩擦攪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}

1. 緒言

摩擦攪拌接合法は、アルミニウム合金等の軽量構造材料の接合のみならず、車体の軽量化のためのアルミニウム合金と鉄鋼材料を組み合わせた異種金属材料の接合法としても注目されている。一方、ハイブリッド車や電気自動車において、ガソリン車からの移行が進んでおり、銅と比較して軽量性に優れたアルミニウム合金の置き換えが進められている¹⁾。このため電池やヒートシンクなどへの異種金属材料の接合技術が求められている。しかしながら、銅合金は熱伝導が高く、アルミニウム合金との間に金属間化合物を形成し、深い共晶点を持つため^{2,3)}、従来の溶融溶接法よりも界面反応が制御しやすい固相接合法が期待される。そこで本研究では、固相接合法の一つである摩擦攪拌接合法に着目して、アルミニウム合金と銅の異種金属材料の接合方法について検討した。

2. 実験方法

供試材料は、A6063-T5 アルミニウム合金と無酸素銅を用いた。寸法は、A6063 合金の幅は 70 mm、無酸素銅の幅は 40 mm である。いずれも長さは 150 mm、板厚は約 3 mm である。継手形状は突合せ継手とした。なお、前進側(AS)に無酸素銅、後退側(RS)に A6063 合金を配置した。

ツールの形状はショルダ径 φ12 mm、プローブ長 2.7 mm、プローブ形状は φ3-φ4 mm のネジなしのテーパ形状とした。

接合条件は、ツール回転数 (R)=1000~2000 rpm、接合速度 (v)=50~1000 mm/min とした。ツールの押込量は 2.9 mm、前進角は 3°とした。

3. 実験結果および考察

図 1 に接合部外観を示す。いずれにおいても、A6063 合金と無酸素銅は接合した。図 1A および図 1B において、接合速度を減少させると、接合部の表面の凹凸が大きくなつた。図 1C のように接合速度を 1000 mm/min に増加させると、表面の凹凸が小さくなり、図 1A および図 1B と比較して接合部外観が良好になった。

図 2 に X 線透過写真を示す。いずれにおいても、A6063 側に無酸素銅が侵入した。図 2A および図 2B において、接合速度を減少させると、無酸素銅の侵入が大きくなり、接合速度を 1000 mm/min に増加させると、無酸素銅の侵入は小さくなつた(図 2C)。図 2 のいずれも Al と Cu のコ

ントラスト比が高く、X 線探傷試験における接合部の内部欠陥の観察は困難であった。

図 3 に接合部断面のマクロ組織を示す。図 3A および図 3B の場合、Cu と Al が相互に侵入しているものの、接合部内部に粗大な空洞状の欠陥が形成された。また図 3A はツール凝着の影響が大きくなり、接合部表面のかじりが大きい。一方、図 3C のように接合速度を増加させると、A6063 側への無酸素銅の侵入が小さくなるものの、空洞状の欠陥が小さくなり、接合部の表面は滑らかになった。

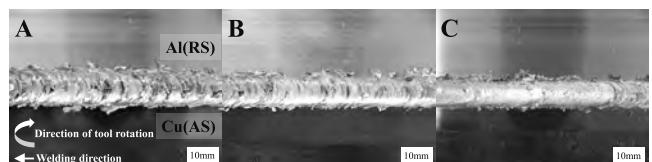


図 1 接合部外観
(A: $R=1000 \text{ rpm}$, $v=50 \text{ mm/min}$, B: $R=1000 \text{ rpm}$, $v=100 \text{ mm/min}$, C: $R=1000 \text{ rpm}$, $v=1000 \text{ mm/min}$)

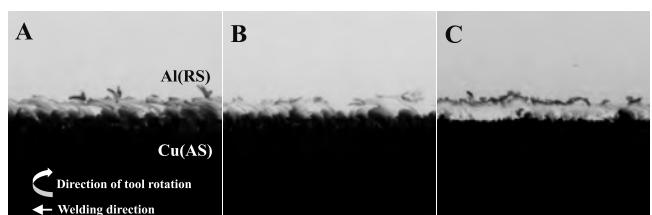


図 2 X 線透過写真
(A: $R=1000 \text{ rpm}$, $v=50 \text{ mm/min}$, B: $R=1000 \text{ rpm}$, $v=100 \text{ mm/min}$, C: $R=1000 \text{ rpm}$, $v=1000 \text{ mm/min}$)

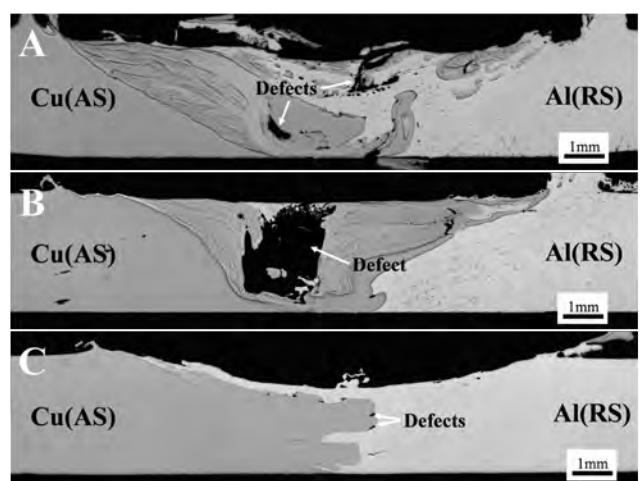


図 3 接合部断面マクロ組織
(A: $R=1000 \text{ rpm}$, $v=50 \text{ mm/min}$, B: $R=1000 \text{ rpm}$, $v=100 \text{ mm/min}$, C: $R=1000 \text{ rpm}$, $v=1000 \text{ mm/min}$)

^{*1}現 中央研究所

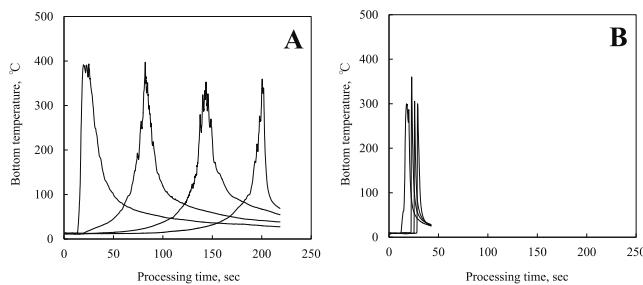


図4 接合部底面近傍の温度履歴
(A: $v=50$ mm/min, B: $v=1000$ mm/min)

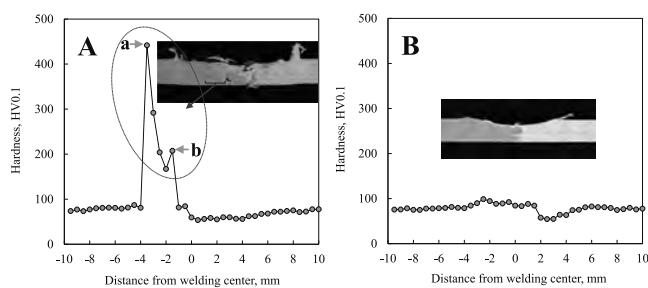


図5 接合部断面の硬度分布
(A: $v=50$ mm/min, B: $v=1000$ mm/min)

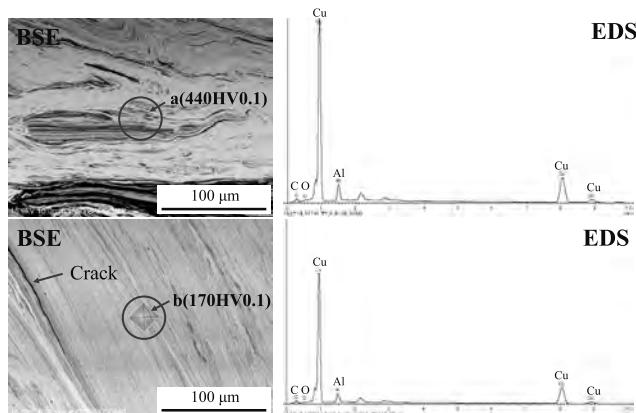


図6 接合部断面のBSE像およびEDSスペクトル

キーワード：摩擦攪拌接合、異種金属接合、アルミニウム合金、無酸素銅

Research of Dissimilar Material Joining and Local Modification Technology by Friction Stir Processing

Shigeki KAKIUCHI, Takaaki SHIMIZU, Kiyokazu HIMI, Hideki YAMAGISI, Shogo TOMIDA

In this research, dissimilar materials joining method of aluminum and copper by friction stir welding was investigated. The test materials used were A6063-T5 aluminum alloy and oxygen-free copper. When the welding speed was increased from 50 to 1000 mm/min, surface smoothness and appearance improved. Furthermore, when the bonding speed was low, the effect of adhesion to the rotation tool was increased, and surface gnaw was occurred in the shoulder of the rotation tool. When the welding speed was 50 mm/min, the hardness was significantly increased in a small region on the area with oxygen free copper. In addition, cracks were observed in the hardening region. When the bonding speed is at 1,000 mm/min., the varying of the hardness distribution became less, cracks were not observed, and good bonding was achieved.

図4に接合部底面近傍の温度履歴を示す。温度測定は、裏板から熱電対を挿入して行った。接合条件は図4Aが $v=50$ mm/min、図4Bが $v=1000$ mm/minである。回転数はいずれも $R=1000$ rpmである。接合速度が増加すると、最高到達温度は減少して、温度変化のピークがシャープになった。すなわち、冷却速度が増大して、接合中の熱影響が小さくなつた。図5に接合部断面の硬度分布を示す。接合条件は図5Aが $v=50$ mm/min、図5Bが $v=1000$ mm/minである。回転数はいずれも $R=1000$ rpmである。図5Aの場合、接合部の無酸素銅側で、硬さが著しく増加した領域が形成された。接合速度が増加すると、硬度分布の変化は小さくなり、図5Aに示した硬化領域の生成は認められなかつた。

図6に図5Aのaとbの領域のBSE像およびEDSスペクトルを示す。aおよびbの領域のいずれもCuを主成分としたAlの濃度の高い領域であった。硬さが増加した領域はCu-Al系の金属間化合物相と推定される。硬さが減少するにつれて、Alの濃度は減少した。硬さが増加した領域には割れが観察された。先に示した図5Bの場合、図5Aに示した硬さが増加した領域は形成されなかつた。また、割れの発生が認められなかつたことから、接合速度を増加させると、攪拌領域(Cuの侵入する領域)が小さくなるものの、接合時の熱影響が小さくなり、反応相の生成が抑制される。このため、割れの発生の影響が小さくなり、良好な接合が可能となつた。

参考文献

- 1) 熊谷 正樹: UACJ 技術報告, 1 (2014), 92-103.
- 2) 溶接学会編: 摩擦攪拌接合-FSW のすべて-, 産報出版 (2006), 160-161.
- 3) 中田 一博: 溶接学会誌, 74, 3 (2005), 148-151.

レーザ加工による CFRP 材への穴あけ加工

加工技術課 清水孝晃 評価技術課 宮田直幸

1. 緒言

自動車等の輸送機械には軽量化と高剛性化を目的に CFRP の利用が一部で行われているが、CFRP 利用拡大のための課題として接合と切削加工の難しさが挙げられる。

接合は金属とのリベット接合が主であるが、このためには CFRP への下穴加工が必要である。穴あけを中心とした切削加工は硬い炭素繊維を切るのが難しく、繊維の切れ残りが出ること、工具磨耗が著しく早いことが課題とされている。この課題を解決するため、CFRP 専用ドリルが開発されるなどの改善が試みられているが、効果は限定的で有効な解決策は無く、切削加工以外の穴あけ方法の検討も必要である。

2. 実験方法

厚さ 2mm の CFRP 板に直径 5mm の穴をレーザ、ドリル、ウォータージェット加工で加工した。レーザ加工は出力 250W ではスキャナを用いて送り速度 1m/min で 3 回加工、出力 1kW ではテーブルを駆動し送り速度 2m/min で 1 回加工した。ドリルは CFRP 用のドリルを用い加工条件は主軸回転数 5,000rpm、送り速度 0.75mm/rev とした。ウォータージェット加工は、噴出圧力 3,000 気圧、送り速度 1000mm/min とした。

これらの条件により穴を開けた CFRP 板をドリルで穴を開けた厚さ 2mm アルミ板とリベットにより接合し、せん断引張試験およびせん断引張疲労試験を実施し強度を比較した。使用したリベットはステンレス製で直径 5mm、せん断荷重 5.45kN である。実験に先立ち、アルミ板にドリルで穴を開けたもの、CFRP 板にドリルまたはレーザ（出力 250W）、ウォータージェット加工により穴を開けたものを引張速度 6mm/min で引張試験を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 穴を有する板の引張試験結果

引張試験結果を表 1 に記す。アルミ板に比べ CFRP 板の引張強さは大きい。ただし、伸びはあまり無い。穴加工法による違いは現れレーザが高くウォータージェット加工が低くなかった。破断後の試験片の状態を図 1 に示す。ドリル加工のものは穴中央部から直線的に破断しているのに対し、レーザの場合は、繊維の毛羽立ちが多く、変形も大きめである。ウォータージェットはドリルに近い破断形態であるが、やや毛羽立ちが認められる。

表 1 引張試験結果

試験片	最大荷重(kN)	引張強さ(MPa)
アルミ	6.76	242
CFRP(ドリル)	9.68	292
CFRP(レーザ)	10.20	339
CFRP(ウォータージェット)	8.24	272



ドリル加工 レーザ加工 ウォータージェット加工
図 1 引張後の試験片の状態

3.2 せん断引張試験結果

表 2 にせん断引張試験結果を記す。板の引張試験結果とは異なりアルミ板を接合したものの方がせん断引張強さは大きくなかった。CFRP どうしで比べると、ドリル穴のものが高くなり、出力 1kW のレーザで加工したもののが小さくなったり。レーザの熱によるマトリックスの破壊が影響していると考えられる。250W レーザとウォータージェット加工はほぼ同じ強度を示したが、ドリルに比べ小さかった。これもマトリックスに加工の影響が及んでいるものと思われる。破断後の試験片を図 2 に示すが、破壊の形態はいずれも板のほうである。リベットはアルミの場合大きく変形したが CFRP の場合、変形はほとんど現れなかった。CFRP 板の破壊の状態であるが、亀裂はリベット穴から軸方向に成長している。またレーザで穴加工をしたもののはリベット頭が板に沈み込んでいる。

3.3 疲労試験結果

アルミ板にアルミ板または CFRP 板をリベット接合し、それをせん断引張となるように繰り返し荷重を与え疲労試験を行った。試験結果を図 3 に示す。横軸は破断までの繰り返し数、縦軸は与えた荷重振幅である。アルミどうしのものが CFRP と結合させたものより高い傾向が現れた。CFRP 結合で比較するとレーザ加工のものが高い荷重振幅域で破断までの回数がやや少ない傾向が見られるが、概ね加工法による違いは無いと言える。ただし、破断までの形態は異なり、レーザ加工のものは変位が大きく下穴が拡大しているものと考えられる。荷重振幅 1kN での伸び側の位置の変化を図 4 に記す。レーザ加工により穴あけしたものでは初期より位置は上昇しておりリベ

表2せん断引張試験結果

試験片	最大荷重(kN)	破断箇所
Al+Al	4.68	アルミ板
Al+CFRP(ドリル)	3.15	CFRP板
Al+CFRP (レーザ:250W)	2.96	CFRP板
Al+CFRP (レーザ:1000W)	2.69	CFRP板
Al+CFRP(WJ)	2.95	CFRP板

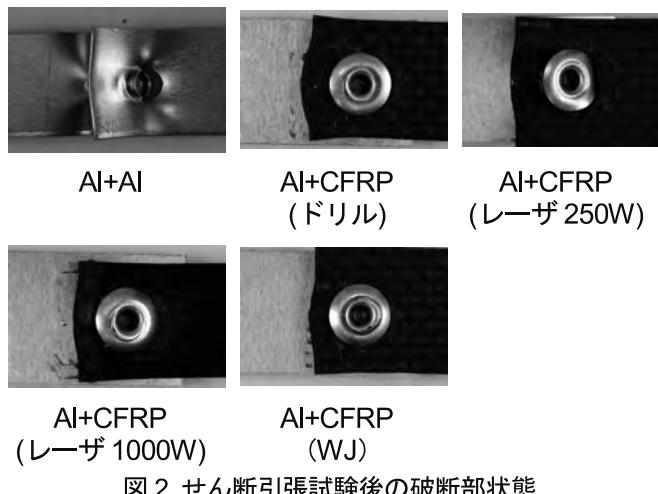


図2せん断引張試験後の破断部状態

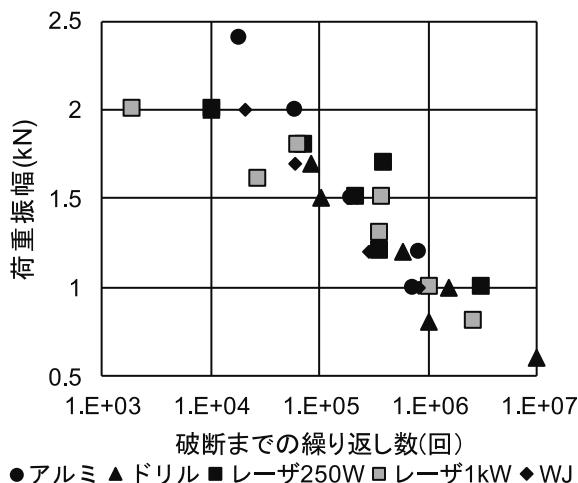


図3 疲労試験結果

キーワード：レーザ加工、CFRP、穴あけ、せん断引張強さ、疲れ強さ

Machining a Hole in CFRP by Laser Process

Processing Technology Section; Takaaki SHIMIU Evaluation Engineering Section; Naoyuki MIYATA

It is possible to manufacture a hole in CFRP board that's 2mm thick by laser process on condition that laser power is 250W and feed speed is 1000mm/min or laser power is 1kW and feed speed is 2000mm/min. But, the preceding condition was repeat 3 times. There is a heat affected area on matrix. We verified a mechanical quality at CFRP board that have a hole by laser process. Tensile strength that is a piece by laser process is strongest at drill process and water-jet process. Shear strength at tensile line and fatigue strength that is a piece by laser process is not as good as drill process.

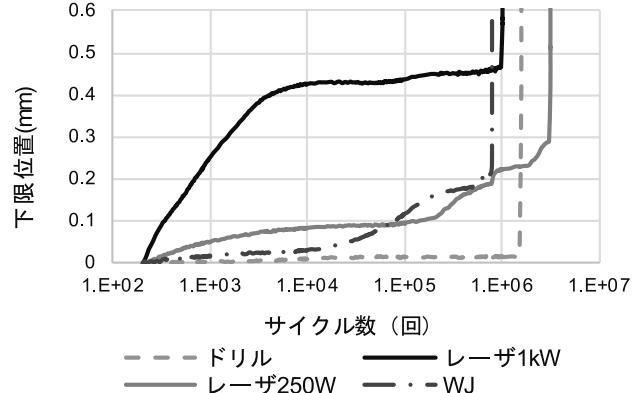


図4 疲労試験における下限位置の推移

穴が大きくなりリベット位置が上方に移動しているものと考えられる。ウォータージェット加工におけるものも20,000サイクルを越えたあたりから上昇している。一方、ドリルで穴あけしたものは破断直前までほとんど移動は見られない。また、破断はドリル加工の試験体では全てアルミ板側で破断したが、レーザ加工およびウォータージェット加工の試験体では荷重振幅が大きなものはCFRP側が破断した。

4. 結言

レーザ加工により CFRP 板へ穴加工を行い機械的性質をドリル加工およびウォータージェット加工と比較し、以下の知見を得た。

- ・厚さ2mmのCFPR板への穴あけはレーザ出力250W送り速度1m/minで3回走査、およびレーザ出力1kW送り速度2m/minで1回走査することにより可能である。
- ・穴周辺部はマトリックスへの熱影響が認められる。
- ・穴をあけたCFRP板の引張強さはレーザ加工によるものが最も高い。
- ・疲れ強さは他の加工法と同等の強度を示すが、マトリックスへの熱影響により変位が大きくなる。

電磁波の数値計算法に関する研究

評価技術課 宮田直幸 佐々木克浩 塚本吉俊

1. 緒言

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おり、例えば 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ている。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。しかしながら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と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ため、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 PC 等で解く必要がある。

2. 手法

2.1 手法に関する考察

既存の電磁波の数値計算法には周波数領域のものと時間領域のものがある。特に時間領域のものは計算オーダーが格子点数 N の $4/3$ 乗で済むうえ、ブロックに分割して並列化した分、時間を短縮できるという特長を持つ。

よく使われるのは FDTD (Finite Difference Time Domain) 法¹⁾であるが、位相速度が高周波数側で小さくなるため、非線形素子の存在する問題ではピーク値が信頼できなくなることや、空間格子幅と時間離散幅の関係に強い制限があることといった難点がある。

一方、他の時間領域手法の一つである CIP (Constrained Interpolation Profile) 法²⁾は上記難点を持たない。つまり、位相速度が高周波数側でも一定であるし、時間離散幅を一空間格子幅の外から波が伝播してくる場合まで拡げることも可能である。通常の CIP 法は短所として高周波数側で振幅が減衰するが、CIP-CSL4 等の保存形のスキームを採用することで、改善できる余地がある³⁾。

もっとも、時間領域手法ではこれまで電磁場そのものに対して解かれてきたため、磁場の無発散条件 $\nabla \cdot \mathbf{B} = 0$ が保証されていない。この条件は磁気流体力学において重要なうえ、本来満たされるべき条件であるため、数値計算においても保証されることが望ましく、精度の改

善につながることが期待される。

2.2 考案した手法

本研究では電磁場の代わりにそのポテンシャルであるゲージ場についての数値計算法を考案した。ゲージ場としては局所的なデータのみを必要とし、数値計算に適している Lorentz 条件を満たすものを考えた。純粋な伝播（同次の部分）を Kirchhoff 積分表示のまま Hermite 補間の補間関数で球面上を積分する手法についても試みたが、補間関数との相性からか振動・発散の起こる不安定なものであった。そこで次に同次の部分を無質量 Dirac 方程式から CIP 法の方向分離により求める手法（以下、本手法）を考えた。電流が存在する場合は局所的なデータのみを必要とする Poisson 方程式を解くことで次の時刻における同次の部分の変数に更新すればよい。本手法のようにゲージ場について解く手法であれば、そもそも $\nabla \cdot \mathbf{B} = 0$ は満たされている。

2.3 計算対象と適用手法

Table 1 で示されるパラメータと初期条件に対して Maxwell 方程式を解く。比較する手法としては電磁場に対する CIP 法の type M を選んだ。本手法ではゲージ場に対する CIP 法の type C を選んだが、空間偏微分したものが電磁場と対等にセルの境界で滑らかであるように、従属変数には各方向に 2 階偏微分までのものを含む。

Table 1 Parameters and initial conditions applied to the results of Fig.1 to Fig. 3

Parameters	$\Delta x = \Delta y = \Delta z = 2\Delta t = 1/N^{1/3}$, $N_x = N_y = N_z = N^{1/3} = 50$, $\epsilon = \mu = 1$.
Initial conditions (at time $t = 0$)	$\sigma = 0.1, r^2 = x^2 + y^2 + z^2$, $A_x = \frac{y}{2} \exp\left(-\frac{r^2}{2\sigma^2}\right)$, $A_y = -\frac{x}{2} \exp\left(-\frac{r^2}{2\sigma^2}\right)$, 0 otherwise.

3. 計算結果と考察

Fig. 1 に解いた結果の外観図を示す。

Fig. 2 には Fig. 1 の断面のプロファイルを示す。両手法とも実用上十分な精度で非物理的な異方性を持たないこ

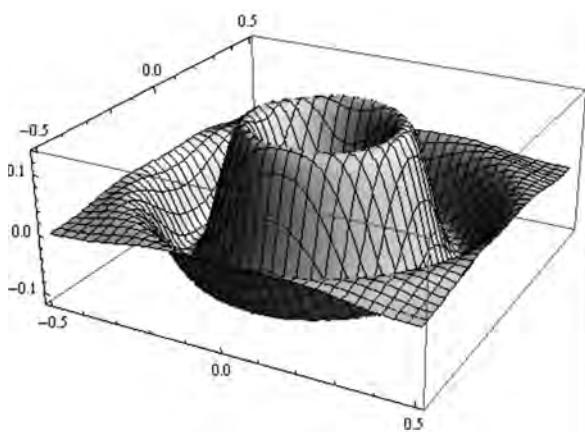


Fig. 1 3D plot of B_z at $z = 0, t = 30\Delta t$ by our method

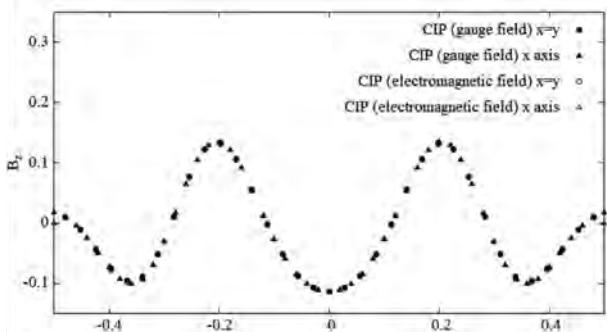


Fig. 2 Cross-sectional profiles of B_z at $z = 0, t = 30\Delta t$

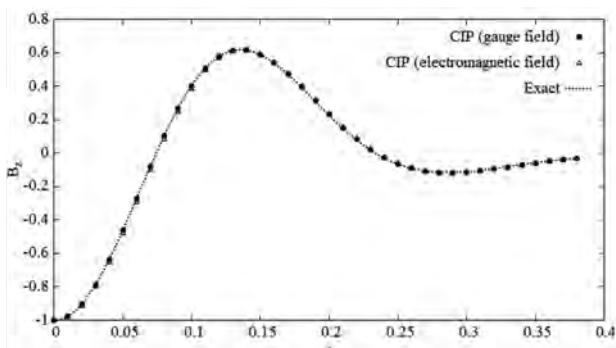


Fig. 3 Comparison of time-dependence of B_z at $r = 0$ between methods and the exact solution

とがわかる。

Fig. 3 には原点の位置における両手法と厳密解との比較を示す。厳密解を十分な精度で再現していることから、両手法の、とりわけ本手法の妥当性が確認できる。また、図からは確認することが難しいが、本手法の方が図中の全ての時刻においてより厳密解に近い。この点だけをもって精度を論ずることはできないが、実際、電磁場に対する CIP 法の厳密解に対する誤差は本手法のそれの 100 ~1000 倍はあるようである。一方で本手法の計算量が数倍で済んでいることは特筆すべきことと考える。

しかし、長所ばかりではない。本手法は電磁場に対するそれとは異なり、完全導体の内部であっても単純にゼロと置くことはできず、内部も含めて計算する必要がある。

4. 結言

本研究で考案した手法は FDTD 法に比べれば計算量が非常に多いが、それは格子点数 N にはよらず、格子幅が小さくなるほど精度の点で有利になるようなものである。一方で、振幅の減衰特性が改善されているか、あるいは改善の余地があるかについては今後の課題として残されている。EMC 対策のための手法としては、ゲージ場までは計算効率の観点からは必要がない可能性もある。しかし、ゲージ場はメソスコピックなスケールでは無視することができず、本手法はそのような場合についての新しい手法という意義を持つ。

参考文献

- 1) A. Taflove and S. C. Hagness : Computational electrodynamics, ARTECH HOUSE (2005).
- 2) 矢部他 : CIP 法, 森北出版(2003).
- 3) 大久保他 : 信学技報 AP2006-104(2006-12).

キーワード : EMC、電磁波、シミュレーション、CIP 法、ゲージ場

Numerical Calculation Method for Electromagnetic Wave

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

We propose a numerical calculation method for electromagnetic gauge field, i.e., one that automatically guarantees the divergence free condition of the magnetic field. In our method, by solving the time-dependent massless Dirac equation one obtains the time evolution of gauge field. We confirmed that numerical results of our method were in good agreement with the exact solution.

香気成分の抽出及び合成に関する研究

材料技術課 山崎茂一^{*1}

有限会社アンティアンティ 宮崎 真 坂本沙恵

1. 緒言

人の生活を豊かにするために、香料は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、大量的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。

バラの花から抽出されるローズオイルは、生産国がブルガリア、イランなどに限られているため価格が不安定であり、自社製造できれば、ローズオイルを利用した製品の安定供給が可能となる。そこで、バラの花からローズオイルを抽出する方法について検討した。

また、イロンはニオイスミレの花香を有する香気物質であり、アヤメ科アヤメ属の草本であるイリスの根茎に含まれる。通常、根茎を数年間乾燥貯蔵した後抽出されるが、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いない。本研究ではイロンの実用的な化学合成法の開発を目的とし、前年度から引き続き検討を行った。

2. 結果と考察

(1) 香気成分の抽出

ローズオイルの香気成分はシトロネロール、ゲラニオール、ネロールの順に多く含まれているのが一般的である。アンティアンティ社の農園で栽培し摘み取ったばかりのバラの花の香気成分を抽出し、ガスクロマトグラフで分析したところ、シトロネロールの含有量が低いことが判明し、抽出方法の検討については今年度は保留とした。原因は不明であるが、土壤や栽培方

法に問題がある可能性を考え、次年度の検討用に方法を変えて栽培を進めている。

(2) 香気成分の合成

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。昨年度から*cis*- γ -イロンの合成について検討を続けている。

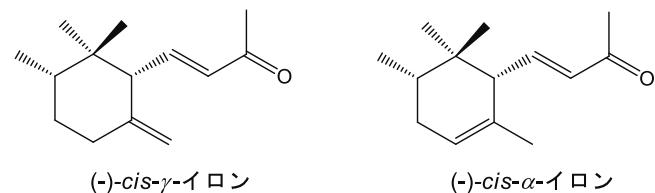


図1 イロンの分子構造

設定した合成ルートでは、ルート上のいくつかの反応の収率が低く、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ついて検討した。まず、環状脂肪族炭化水素の特定の位置にアルキル基を選択的に導入する方法について、文献調査と合成実験を繰り返し、検討を加えた。現時点ではある程度の収率改善はなされたものの、未だ十分な収率の達成には至っておらず、引き続き検討を加えてゆく予定である。また、合成ルート上の他の低収率反応についても、検討が必要である。

3. まとめ

ローズオイルの抽出は、原料となるバラの花に含まれる香気成分が少なく、抽出方法の検討は持ち越しとなつた。

イロンの合成では、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、低収率反応の改善を図ったが十分な収率の達成には至っておらず、さらなる検討が必要である。

*1 現 加工技術課

マイクロ・ナノ複合素子の開発

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

近年、付加価値の高い製品作りを目的として、見た目の観点からも新しい技術が必要とされている。これを改善する技術として、モルフォ蝶やタマムシなどに見られるような、表面の微細形状によって発現する構造色が挙げられる。この技術を各種製品に適用できれば、従来にない付加価値の高い製品づくりが可能になると考える。

本研究では、超精密切削加工を利用して、表面に微細形状を作製することで、その光学的特性を制御する技術について検討した。

2. 実験条件および方法

図1は、加工装置である。金型の加工には、超精密切削加工機（ファナック(株)製 ROBONANO α-0iB）のシャトル機能を使用した。本装置では工具を1秒間に5往復させながら、シェーパ加工を行う。これより、最大平均切削速度180 m/min以上の高速で溝加工することができる。工具には単結晶ダイヤモンド工具を使用し、NiP 製金型に加工を行った。

3. 実験結果および考察

図2は、各種条件で溝加工を行った NiP の表面写真である。加工のピッチや切込みによって、加工面の形状は変化する。これによって、光の干渉が変化し、光学特性の異なる表面が作製されたことがわかる。この結果を基に、光学特性および表面形状の観点から、最適な形状を選定した。

図3は、上記の結果を基に作製した金型を用いて作製した、プラスチック成形品である。微細形状を転写した領域で発色している様子が観察でき、光学特性が大きく変化していることがわかる。さらに成形品に蒸着することで発色状態が変化し、その膜厚によって特性が変化することがわかった。

4. おわりに

本研究では、超精密切削加工を利用して、表面に微細形状を作製することで、表面の光学的特性を制御する技術について検討した。これより、微細形状により表面の光学的特性を制御できることがわかった。今後は、その形状の最適化について検討する。



Fig. 1 Experimental setup for machining nickel phosphorus layer using ultra-precision cutting machine with shuttle unit

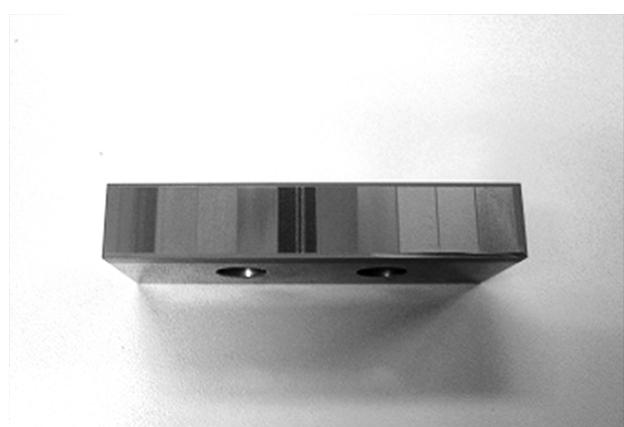


Fig. 2 Photo of NiP surface after machining at various machining conditions

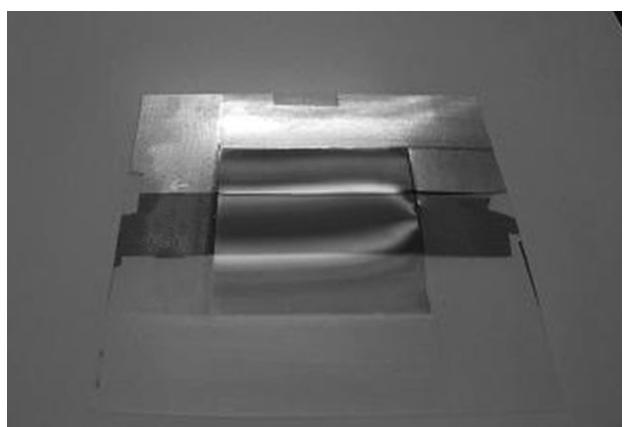


Fig. 3 Plastic molding fabricated by transcribing the microstructures on the mold surface
The surface was coated with various thick layers.

自動車用大型外装部品の実用化に向けた セルロースナノファイバー高充填ナノ複合材料の量産技術開発

材料技術課 寺田堂彦^{*1} ものづくり研究開発センター 水野 渡
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

地球温暖化防止は、もはや世界規模で取り組むべき最重要課題である。炭酸ガスは温室効果ガスといわれており、その排出量の抑制が強く求められている。我が国では、自動車から排出される炭酸ガスは、総排出量の約20%を占めるといわれるため、車体の軽量化は、炭酸ガス排出量の抑制に少なからず貢献するものと期待される。

セルロースから成る植物繊維を、直径100nm以下にまで解纖した繊維は、セルロースナノファイバー(CNF)と呼ばれ、その極めて優れた材料物性(鋼鉄の5倍の強度、ガラスの1/50倍の熱膨張係数、他)から、次世代材料として大きな注目を集めている。中でも、プラスチックと複合化することにより、その機械的物性を著しく向上させる補強繊維としての期待は非常に高くなっている。

本研究では、既存のガラス繊維複合材料に替わる新たな環境対応型材料の開発を目的として、自動車部品として需要の高いポリプロピレン(PP)を対象に、CNF複合材料の開発を行った。また、マスター・バッチ(MB)として利用できる、CNF含有量を高めたプラスチックペレットの開発についても検討を行った。

2. 実験方法

2.1 使用材料

CNFとして、結晶性セルロースナノファイバーを用いた。PPは、射出成形用汎用グレード品を用いた。

2.2 複合化方法および成形方法

CNF含有率40mass%のPPペレットを作製し、これをMBとした。成形品に含まれるCNF比率を調整するため、MBとPPペレットとを所定割合で混合して成形機に投入したものをドライブレンドとした。他方、MBとPPペレットとを二軸押出機により予め混練してCNF比率を調整した後、成形機に投入したものをメルトブレンドとした。

プラスチック射出成形機(日精樹脂工業、FN100)を用いて、引張試験用、熱変形試験用の試験片を成形した。

2.4 試験方法

引張試験は、小型強度試験機(島津製作所、EZ-LX)により実施した。荷重たわみ温度測定は、熱変形温度測定装置(安田精機製作所、HD-500)により実施した。

3. 結 果

引張試験の結果を図1に示す。ドライブレンド、メルトブレンドとともに、CNF含有率の上昇に伴って弾性率は上昇する傾向を示し、最大で約35%の向上が確認された。

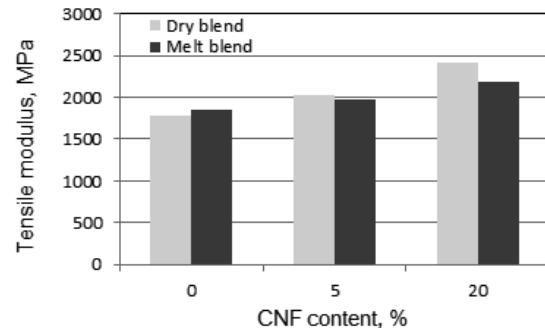


Fig. 1 Changes in tensile modulus of the CNF/PP composites

熱変形温度測定の結果を図2に示す。いずれのブレンド法であっても、CNF含有率の上昇に伴って荷重たわみ温度は上昇し、最高で約110°Cまでの上昇が認められた(PPの荷重たわみ温度は約90°C)。

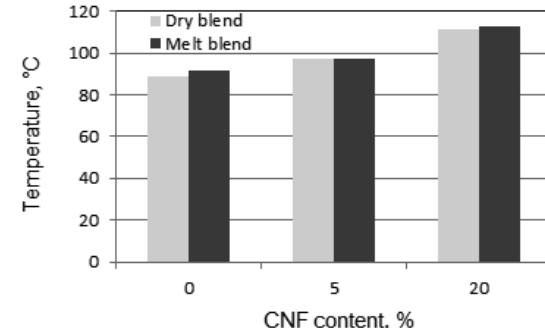


Fig. 2 Changes in load-deflection temperature of the CNF/PP composites

4. 結 言

CNF含有率の高いPPペレット(MB)を作製し、ドライブレンドとメルトブレンドとの成形プロファイルの違いが、成形品の物性に及ぼす影響について検討した結果、明確な差異は認められなかった。このことにより、CNFと樹脂とを複合化するための特殊な混練装置が不要な、汎用性のあるMBを提供できる可能性が示された。また、CNFを複合化することにより、種々の材料物性は向上する傾向を示した。しかし、自動車部品としての用途展開を考慮すると、更なる高性能化が必要であると考えられる。

※ 本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の平成28年度産学官連携推進事業において実施したものである。

*1 現 評価技術課

蓄電用リチウムイオンバッテリーの電極接合技術の共同研究

加工技術課 清水孝晃 機械電子研究所 羽柴利直 材料技術課 石黒智明
アルアンドスポーツデベロップメント株式会社

1. 緒言

家庭用蓄電池や小電力発電システムに用いられるバッテリーユニットは高額であり調達先が限定されることから普及が進んでいない状況にある。このため、多くの企業が調達でき、柔軟にバッテリーモジュールを組み立てできる汎用のリチウムイオン電池の開発とその利用技術の確立が必要である。そのための技術としてセルの接続方法の確立が求められ、本研究では超音波接合、レーザ溶接、摩擦攪拌接合による接合を検討した。

2. 実験方法

2.1 超音波接合

加圧部が5mm角および6mm角のホーンを用いて超音波接合を行った。接合対象はNiメッキした銅箔とアルミブロックおよびアルミ箔とアルミブロックである。アルミブロックは、厚さ3mmと12mmを用意した。アルミブロックを固定材、箔を加振材として、加振材に超音波を印加して接合を行った。接合状態の評価は目視とせん断引張強度、断面マクロ観察で評価した。

2.2 レーザ溶接

Niメッキした銅箔とアルミブロックとの接合を行った。連続発振でレーザ出力1.5kWまたは2kW、送り速度3m/min、走査線ピッチは0.4mm、ジャストフォーカスとした。

2.3 摩擦攪拌接合

Niメッキした銅箔とアルミブロックとの接合を行った。治具によりアルミブロックに銅箔を固定し、工具を2500rpmで回転させ押し当てて接合した。工具はφ6mmの鋼製の丸棒で、装置はマシニングセンタを用いた。表面から0.1mmまたは0.15mmの深さまで押し込み、底部で1sまたは0.5s保持し引き上げた。なお、銅箔の厚さは0.25mm程度である。

3. 実験結果および考察

3.1 超音波接合

接合した試料の引張試験結果を表1に示す。破断部はいずれも接合部であるが、3と7は加振材に破損が認められず剥離し、その他は加振材にちぎれや亀裂等の破損が認められた。最大荷重は銅箔との接合の方が大きくなつたが、破断部は剥離する場合が見られ、全て箔の破損によって破断したアルミ箔の場合に比べ接合の密着度は低いと思われる。

接合部断面の状態は、図1からアルミ箔とアルミブロックの接合では接合面はフラットになっており、銅箔と

表1 せん断引張試験結果

	ホーン寸法	加振材	固定材厚さ	加圧力(N)	加振時間	最大荷重(N)
1	5mm	アルミ	3mm	100	1.0	143
2	5mm	アルミ	12mm	100	1.0	120
3	5mm	銅箔	3mm	600	2.0	266
4	5mm	銅箔	12mm	600	2.0	395
5	6mm	アルミ	3mm	400	0.5	220
6	6mm	アルミ	12mm	400	0.5	262
7	6mm	銅箔	3mm	1200	6.0	328
8	6mm	銅箔	12mm	1200	6.0	448

アルミブロックの接合では接合面も変形しており5mm角のホーンでより顕著である。また、銅箔の接合では接合部以外では隙間が大きく6mm角ホーンでは、加圧力を大きくしても接合面への圧力が高まらず、接合の安定性が低下する恐れがあるといえる。

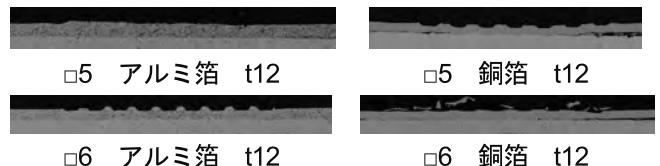


図1 接合部断面の状態

3.2 レーザ溶接

接合後の表面状態から一部溶損が見られるが全域にわたり溶融している。せん断引張試験結果から結合力は大きくない。破断形態は多くが銅箔の剥離であり、銅箔の破損の場合でも結合部の面積は小さく、溶融による結合は分的である。これは図2に示す断面観察でも確認された。



図2 レーザ溶接断面

3.3 摩擦攪拌接合

引張せん断強度試験の結果、破断部は強度の低いものは接合部で剥離し、高いものは箔の接合部周辺で破断した。接合部断面の状態は、図3より接合部全域において銅がアルミに拡散しているが、結合部は薄く荷重を負担するのは接合部周辺の銅箔であり強度は超音波接合に劣る。



図3 摩擦攪拌接合断面

※ 本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の平成28年度産学官連携推進事業において実施したものである。

ヘルスケア用具向けソフト面圧分布検出センサの開発

加工技術課 小幡 勤^{*1} 機械電子研究所 坂井雄一
株式会社オーギヤ 水島昌徳

1. 緒言

歩行障害者等へのリハビリや、義足や義手の開発において、官能評価に頼ってきた効果の判断をヘルスケアセンサによる数値評価とすることが求められている。本研究では、すでに開発している柔らかく荷重を検出できるセンサを多点化、さらに出力分布を可視化することで、柔らかく伸展性のある面圧分布計測システムを開発することを目的としている。

2. 静電容量型面圧シートの試作と評価

ヘルスケア用として求められる面圧センサは、従来の圧力センサと比較して格段の強度を求められる。これまで開発してきたセンサは、シリコンラバー電極とPETフィルムにより構成されるため、過度の荷重が繰り返し加えられると分解しやすい欠点があった。また、電極構造が不安定なため、検出部を多点化すると検出出力のばらつきが出ていた。

そこで本研究では、センサを全てシリコンラバー材料にて構成することによる耐久性の向上と、受圧電極部分の構造精度を良くすることによって課題解決を検討することとした。

まず、センサをオールシリコンラバー製するために、電極部分に用いる導電シリコンラバーペーストの開発を試みた。導電材料として粒径の異なるAg粉末を選択、それを印刷ペースト化するために熱硬化型シリコーン接着剤を混練し、スクリーン印刷を行った。しかしながら、作製したいずれのペーストも硬化せず、導電性が得られなかつた。これは、Ag粉末の製造工程で入る不純物が、シリコーン接着剤に含まれる白金触媒に対し、阻害を起こしていることが原因と思われる。今後、材料を適宜選定するなどを行うことによって解決できるものと期待される。また、センサシートの荷重検出点は24列8行の計192点

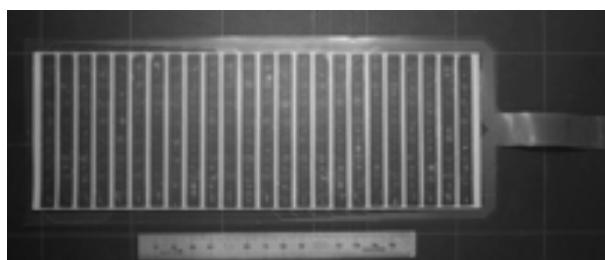


Fig. 1 Prototype flexible pressure sensor

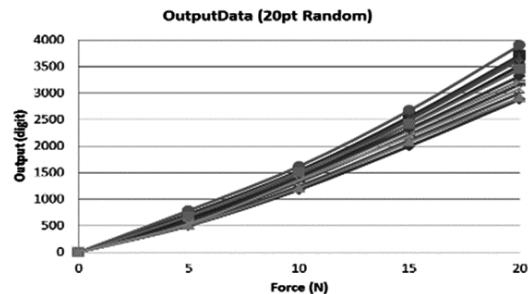


Fig. 2 Pressure vs. output characteristics

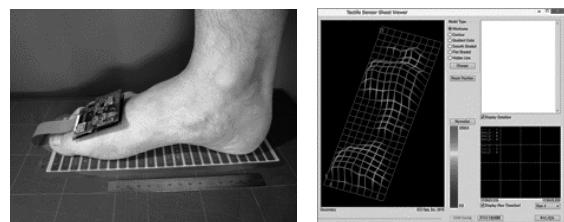


Fig. 3 Visualization of surface pressure distribution

あり、感圧部寸法はφ8mm、各感圧部の間隔は縦横10mmとなっている。これまで感圧部となる列電極は導電ペーストの印刷によって形成していたが、印刷形状が不安定なため出力のばらつきが起きていた。これを導電シリコンラバーに置き換えることで感圧部構造と荷重計測特性の安定化を図った。試作した面圧シートセンサを図1に示す。本センサは、導電シリコンラバーペーストではなく、従来のPETフィルムに導電ペーストを印刷したものに新開発の列電極を取り入れている。図2に出力特性、図3に開発したセンサで足裏の面圧分布を検出、可視化したものを見せる。センサの出力センサのばらつきは従来(±40%)から±20%となり、直線性と合わせて大幅に改善が見られた。また面圧分布をソフトウェアで可視化することで、誰でもリアルタイムに面圧の変化を理解することが可能になった。

3. 結言

柔らかく伸縮性のある面圧分布センサの検討、試作を行なった。ラバーフィルムに印刷導電ペーストの開発には課題が残るが、検出部のばらつきの原因となる部分の変更を行うことで、従来よりも大幅に特性が改善することができた。さらに特性の改善により、面圧分布の数値化精度の向上も実現した。

※ 本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の平成28年度産学官連携推進事業において実施したものである。

*1 現 商工企画課

3D 積層造形を用いたアルミ合金製伝熱フィン一体型蓄熱材容器の 造形技術および構造強度・熱特性に関する研究

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

国立研究開発法人 宇宙航空研究開発機構 研究開発部門第二研究ユニット 畠中龍太、田中洸輔、杉田寛之

1. 緒言

宇宙空間において、短時間または周期的に厳しい熱環境に曝される場合(地球/火星の大気圏再突入機等)、潜熱を利用した高効率蓄熱技術は熱設計条件を緩和するため重要な技術である。現在使用されている蓄熱材の多くは、固液相変化時の潜熱を利用する相変化蓄熱材(Phase Change Material, PCM)であるが、従来のユニットでは外殻容器・伝熱フィンが総重量の大半を占め、質量効果が低下する等の課題がある。また、再突入機の場合は搭載スペースを確保できないことが多いため、狭いスペースを有効活用できるような形状自由度の高い PCM ユニットが必要とされている。そのため、本研究では金属 3D 積層造形を利用したアルミ合金製容器・伝熱フィン一体型構造による伝熱性能および耐圧性を維持した軽量かつ形状自在な PCM 容器の開発を目指し、微細かつ複雑構造を有する PCM 容器の造形技術の構築と PCM ユニットの構造強度および熱的特性の評価を行った。

2. 実験方法

2.1 容器・伝熱フィン一体型 PCM 容器の設計概念と造形

宇宙用 PCM ユニットの要求仕様／制約条件は適用先によって大きく異なる。本研究では、3D プリンタの特徴である設計のフレキシブル性を活かし、いくつかの代表形状で蓄熱性能、耐圧性能の観点で設計／性能予測手法の事前検証を行った上で、フットプリント面積 50mm×50mm、容器高さ 37mm の単純立方体を外殻容器、またその内部に高密度に伝熱フィンを配置したモデルを基本設計とした。なお、伝熱フィン及び外壁の最小寸法は 0.5mm とし、伝熱フィンの寸法、ピッチおよび構造を変化させ、造形に使用するモデルとした。造形には、EOS 社製 EOSINT M280 を用い、使用した材料粉末は AlSi10Mg(Al-10%Si-0.4%Mg) である。

2.2 PCM ユニットの熱特性評価

伝熱性能評価には、造形された容器に PCM 材(オクタデカン、C18H38)を充填・封止を行った試験体を使用した。試験は使用環境下を模擬した真空チャンバ内で行い、容器側面温度は熱伝対を用いて測定し、容器底部温度および熱流速は熱流速センサを用いて測定を行った。

3. 実験結果および考察

Fig. 1 に造形した PCM 容器の CAD モデル、外観、内部構造(エックス線 CT)の一例を示す。容器内部には、微細な伝熱フィンが高密度・等間隔に並んでおり、3D 積層造形により従来では作製不可能な形状の一体成形を可能にした。なお、作製した PCM 容器は、いずれの供試体も実用に耐えうる耐圧強度を有していることを確認できている。

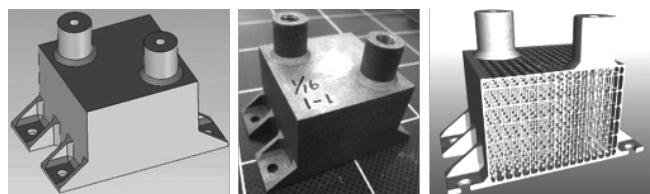


Fig. 1 Example of CAD data, test piece appearance, and X-ray CT result

Fig. 2 に伝熱性能評価の一例(PCM ユニットの底部から 0.6W/cm² ヒータ加熱)を示す。時間経過とともに各所の温度は上昇していき、約 22-23min で内部の PCM 材の融解が完了していることがわかり、蓄熱デバイスとして動作することが確認できている。なお、本試験体の全重量に対する PCM 重量の割合は 53.6% であり、従来ユニットの約 30% から飛躍的な向上(大幅な容器質量の低減)を実現。加えて、伝熱フィン構造により熱的特性を制御できる見通しも得られており、熱制御対象に応じてオンデマンドな製造技術の基盤を構築できている¹⁾。

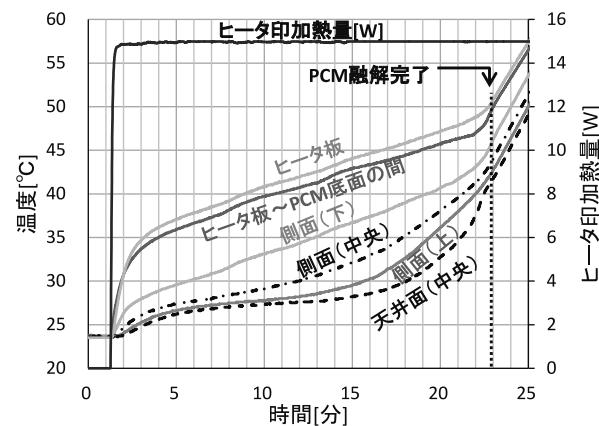


Fig. 2 An example of temperature trend (0.6W/cm²)

参考文献

- 1) R. Hatakenaka, T. Kinjo, H. Sugita, T. Yamamoto and M. Saitoh, "Heat-transfer Characteristics of a Light-weight, Fin-integrated PCM Unit manufactured by Additive Manufacturing", 47th International Conference on Environmental Systems, ICES-2017-346, 2017

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

製品科学課 中橋美幸 京都女子大学 諸岡晴美

1. 緒言

加齢に伴う運動機能や生理機能の低下により、高齢者は暑さや寒さなどの環境変化に対する体温調節反応が低下する傾向がみられる。特に、寒冷環境下における反応の遅れが著しいため、低体温症にならないよう衣服等による行動性体温調節が必要である。この場合、カイロやヒーター内蔵型衣料による加温が体温維持の有用な方法の一つであるが、使用条件によっては低温やけどの発症につながることも危惧される。

本研究では、効果的な局所加温衣料開発を将来目標とし、まず基礎研究として、市販のヒーター内蔵ベストに着目し、その熱特性と着用時における熱的効果について明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 試料およびその熱特性

市販品の中から、頸部および背部にマイクロカーボンファイバーヒーターが配置されているヒーター内蔵ベストを選択した。ヒーターベスト裏側表面の頸部、背部に熱電対型センサを貼付し、ヒーターON後の温度変化を測定した。図1に示すように、ヒーター発熱5分後には、頸部、背部ともに45°C前後と最高値を示すものの、その後いったん低下し10分以後からは頸部で約42°C、背部で約41°Cと平衡状態となることがわかった。

2.2 サーマルマネキンを用いた実験方法

成人男性型のサーマルマネキン（京都電子工業（株）製）を用い、冬季を想定した18°C50%RHの人工気象室内で実験を行った。サーマルマネキンに、上衣としてハイネック長袖Tシャツ、ヒーター内蔵ベスト、フリースジャンパー、下衣として靴下、レギンス、スウェットパンツを順次着用させた。ヒートスイッチOFF状態で、サ

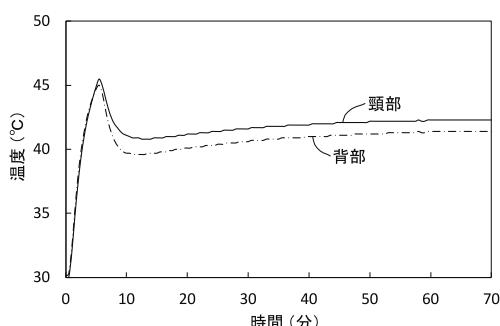


図1 ヒートスイッチON後におけるヒーター内蔵部分表面の温度変化

ーマルマネキン各部位の表面温度が33°Cの一定温を維持できる供給熱量を算出し、それらを用いて定電力制御を行った。ヒートスイッチONによる熱の伝わり方をみるために、熱電対型センサにより衣服最内層（サーマルマネキン表面とハイネック長袖Tシャツとの間の層）の温度を測定した。測定部位は、頸部、背部、胸部、腹部、腰部、大腿部、下腿部の7箇所とした。

3. 実験結果および考察

ヒーターON、OFF時における衣服最内層の平均温度を図2に示す。ヒーターON時では、ヒーターが内蔵されている頸部で約4°C、背部で約7°Cと衣服最内層の温度上昇が大きいのに対して、腰部では約0.8°Cの温度上昇であり、その他の部位ではほとんど温度上昇がみられなかった。ヒーターONによる衣服間隙内の対流や熱伝導等による熱的効果はほとんど確認できなかった。血液循環系や熱刺激に対するフィードバック効果をもたないサーマルマネキンでは、ヒーター部分のみの温度上昇となることがわかった。

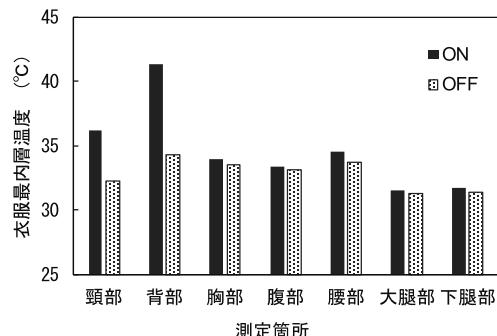


図2 ヒーターON、OFF時の衣服最内層の温度比較

4. 結言

局所加温衣料を開発するための基礎研究として、市販のヒーター内蔵ベストをサーマルマネキンに着用させ、その熱的効果を明らかにした。サーマルマネキンでは、衣服最内層の温度上昇はヒーター部分に限られることがわかった。今後は、人体への局所加温が血液循環系や自律神経系などの生理反応への影響について検討する予定である。

謝 辞

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。

乾式の車椅子用褥瘡予防クッション

製品科学課 石割 伸一

1. 緒言

車椅子用クッションは、エア・チューブで上体を支えるROHO クッションや、ゼリーを内部に持つJAY J2 クッションなどが有名である。これらは、それぞれ空気の流動性やゼリーの流動性を利用して、着座面の体圧の分散をはかり、これにより褥瘡を予防しようとするものである。

また、ビーズを袋詰めにしたクッションもビーズの流動性を利用して、褥瘡予防クッションが出来るのではないかと期待される。実際、伸縮性のある布地でつくられた袋に詰めたクッションが、製品化されたことがあった。しかし、これを使用すると、次々に褥瘡ができたそうである。このため、現在では、この種の褥瘡予防用のクッションは造られていない。このタイプのクッションが、褥瘡を起こす理由として考えられたのが、ビーズは流動性が乏しいからというものである。

しかし、現在は、微小なビーズが造られるようになり、流動性も向上している。また、JAY J2 クッションのように、ゼリーなどの流動体の部分によるクッションの塑性的変形を極力小さくするアイディアも考案されている。これらのことから、本研究では、JAY J2 クッションの構造を参考にして、ゼリーを微小ビーズで置き換えたクッションをつくろうと考えた。

2. 設計方法

2.1 JAY J2 クッションの構造



Fig. 1 Upper part of the JAY J2 cushion



Fig. 2 Upper part turned over cushion

JAY J2 クッションの構造は、上部と下部とわけられる。上部は、臀部を支える部分がゼリー入りの 2 つの袋でできており(Fig. 1)、その周辺にはスponジが張り巡らされている。この構造は、着座したときの変形の内、弾性的な変形部分は、スponジが受け持ち、残りの塑性的な変形は、ゼリーの部分が受け持つように設計されているようである(Fig. 2 参照)。また、下部(Fig. 3 参照)には、硬質発泡ウレタンでつくった板で、上部の構造物を下から支えている。窪んでいる部分は、ゼリーの袋と接触するところである。



Fig. 3 Lower part of the JAY J2 cushion



Fig. 4 The fabric bags made two tucks

2.2 JAY J2 クッションの袋の構造

また、JAY J2 クッションのゼリーを収納する袋は 2 つのジェイフロー・パッドと呼ばれる袋からできている。この袋には、2か所の部分でタックが造られている。これは、袋の変形の自由度を上げるために考えられる。このような構造は、そもそもゼリーを収納している袋を小さく作ると、袋の変形の自由度が小さくなるが、これを補うためと想像される。試作品の袋にも、同様のタック(Fig. 4)を作った。

3. 試作した乾式の車椅子用褥瘡予防クッション

試作品は、袋の形状、サイズ、下部に敷く硬質発泡樹脂の形状を変えたものを、5~6 種類ほど作ったが、Fig. 5, 6 で示すものが、最も座り心地が良かった。

上部に敷くものは、Fig. 5 で示している。これは、試作した袋のまわりにスponジを張り巡らしたものである。これは、JAY J2 クッションの上面にあたるものである。また、Fig. 6 で示したものはクッションを支える台で、JAY J2 クッションの下部分 (Fig. 3 参照) に対応するものである。



Fig. 5 Upper part of the trial cushion



Fig. 6 Lower part of the trial cushion

4. 結言

この方式によるビーズクッションの除圧効果を充分なものにできるかなどについては、まだわからず、今後の研究開発が必要である。

5. 謝辞

本研究は、公益財団タナカ財団からの研究活動助成金を受けて行われました。ここに謝意を表します。

人間工学に基づく股関節サポータの設計に関する研究

製品科学課 中橋美幸

1. 緒言

股関節は、上半身と下半身を繋ぎ、体重を支え、歩行などの日常動作を行うという非常に重要な役割を果たしている。加齢に伴う筋組織変化や筋力低下により股関節の動きが悪くなると、歩行などの日常動作が困難になるだけでなく、寝たきり状態を招いたり、さらには、心疾患や循環器系、呼吸器系、消化器系等の生理機能の低下を引き起こしたりすることも懸念される。

本研究では、歩行運動に伴う呼吸機能および筋活動等を測定し、人間工学的な観点から、歩行時の身体的負担を軽減できる股関節サポータの具体的な設計方法を検討することを目的とした。

2. 実験方法

2.1 試料

試料として、次の4種のベルトを用いた。A：幅10cm程度の伸縮ベルトを腸骨周辺に巻くタイプ。B：幅20cm程度の伸縮ベルトを胴部～骨盤周辺に巻くタイプで、腹部および腰部の長さ方向にフレキシブルなボーン部材を配置したもの。C：幅10cm程度の2本の伸縮ベルトを骨盤周辺上と大腿部に巻くタイプ。D：Cと類似の2本ベルトタイプで、幅20cm程度の伸縮ベルトを胴部～骨盤周辺に、幅10cm程度の伸縮ベルト大腿部に巻くもので、Bと同様に、腹部および腰部にフレキシブルなボーン部材を配置したもの。これら4種の試料ベルトを被験者に着用させて実験を行った。

2.2 被験者および実験方法

被験者として、年齢41±1.4歳の女性2名、年齢62±1.4歳の女性2名の計4名の健康な女性を用いた。被験者は長袖Tシャツとハーフパンツ、試料ベルトを着用した後、23°C50%RHの人工気象室内でトレッドミル歩行運動（傾斜3%、速度3.3km/h）を10分間行った。心拍数、呼吸代謝量、筋電図（大腿直筋、外側広筋、大腿二頭筋）を測定した。

3. 実験結果および考察

3.1 呼吸機能への影響

図1は、非着用および試料ベルト着用で歩行運動を行ったときの心拍数HRと酸素摂取量VO₂の年代別平均値を示している。40歳代では、60歳代に比べて運動負荷が低く、試料ベルト着用による心拍数への影響が小さかった。これに対して、60歳代では、非着用>A>B>C>Dの順に心拍数が小さくなる傾向がみられ、試料ベルトの被服面積が大きいほど、ボーン部材の配置があるほど運動時の身体的負担が減少する傾向がみられた。呼吸機能への影響についても、心拍数の場合と同様に、60歳代の方が試料ベルト着用による運動時の呼吸負担軽減効果が示唆された。

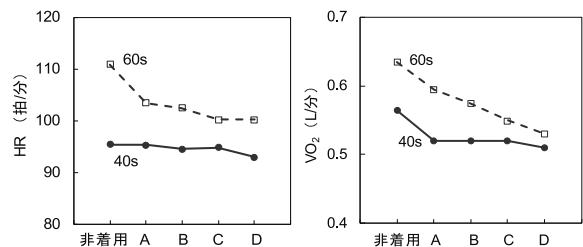


図1 運動時の心拍数HRと酸素摂取量VO₂

3.2 活動筋への影響

各筋の積分筋電図IEMGを算出し、それらを筋の活動量とみなした。次に、非着用時を基準として、各試料着用時における変化率△IEMGを年代別に求めた（図2）。試料A、Bでは、40歳代60歳代ともに胴部～骨盤ベルト着用によって活動筋への負担が軽減する傾向がみられた。試料C、Dでは、60歳代では筋負担が減少したもの、40歳代では逆に筋負担が増大した。このことから、大腿部ベルトの着用効果に年齢差のあることがわかった。

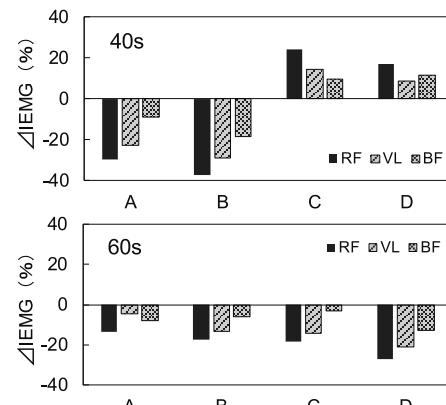


図2 運動時の積分筋電図の変化率△IEMG

(RF: 大腿直筋, VL: 外側広筋, BF: 大腿二頭筋)

4. 結言

歩行時の身体的負担を軽減できる股関節サポータを開発することを目的に実験を行った。胴部～骨盤ベルトにおいては、被服面積が大きくボーン部材のあるものほど歩行時の呼吸機能および活動筋への負担軽減効果がみられた。しかし、大腿部ベルトにおいては、60歳代では筋負担減、40歳代では逆に筋負担増となり、年齢差がみられた。今後は、着用者の年齢層を考慮し、股関節サポータの具体的な設計を目指して研究を進めていきたい。

謝 辞

本研究は、公益財団法人タナカ財団からの研究活動助成金を受けて行った。ここに謝意を示す。

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

蚊は最も人を殺している生物とされており、その数は年間 725,000 人にも上るといわれる¹⁾。そして、近年の地球温暖化やビジネスの国際化に伴い、蚊が媒介する危険な疾病の流行がますます懸念される。例えば、2014 年に首都圏を中心に感染者が続出したデング熱は高熱や頭痛などの重篤な症状が現れるがこの疾病に対するワクチンや治療薬は存在しない。また、2016 年にはジカウイルス感染症が熱帯地域で流行したが、この疾病に対しても有効なワクチンや治療薬は存在せず、対症的な治療法をとるほかない。加えて、この疾病は妊婦に感染することにより、小頭症児の原因になるとされている。

したがって、これらの疾病対策として感染自体を予防することが非常に重要である。そこで、本研究ではこのような社会的ニーズに対応するために、より高機能な害虫忌避製品へ応用可能なナノファイバーシートの開発を目指した。

2. 実験方法

2.1 使用材料

ナノファイバーの原料樹脂はポリウレタンを用いた。害虫忌避剤として *N,N*-ジエチル-3-メチルベンズアミド(東京化成工業社製)を用いた。

2.2 ナノファイバーシートの製造

シートの製造はマルチノズル式エレクトロスピニング装置(Toptec 社製、Multi-function Nano Fiber System)を用いて行った。その紡糸条件は印加電圧 30 kV、ノズル先端からコレクターまでの距離 100 mm、コレクター送り速度 30 mm/min とした。紡糸する樹脂溶液は、溶解しているポリウレタン樹脂の質量に対して *N,N*-ジエチル-3-メチルベンズアミド(DEET)を 10wt%添加し、よく攪拌したものを使用した。

2.3 含有 DEET の定量

製造したナノファイバーシート(NFS)に含まれる DEET の量を GC/MS(島津製作所製、GC/MS-QP2010Plus)を用いた絶対検量線法によって定量した。NFS の 0.1 g を細かく裁断し、10 mL のアセトンで 24 h 抽出したサンプルを測定した。

2.4 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 DEET を添加した NFS を、右腕には DEET 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。350×350×400 mm のワークボックスに無菌のメスのヒトスジシマカ(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)。その様子を動画で撮影した。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。

$$\text{忌避率}(\%) = (\text{非防虫試料の蚊数} - \text{防虫試料の蚊数}) / \text{非防虫試料の蚊数} \times 100$$

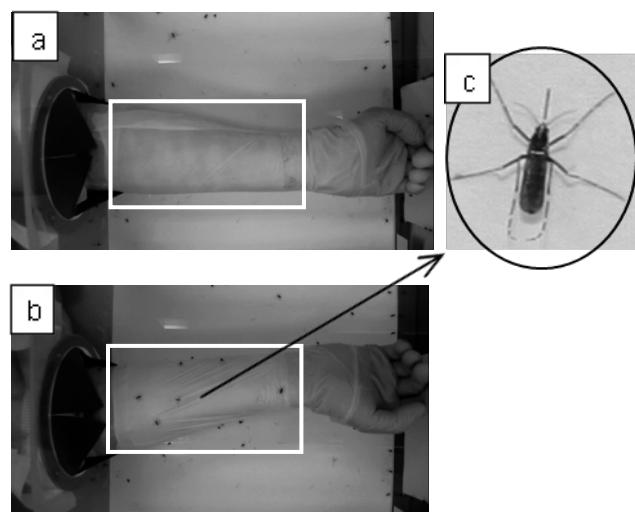


Fig. 1 メスのヒトスジシマカに対する忌避効果確認試験; a,DEET を含有した NFS; b,DEET を含まない NFS; c,メスのヒトスジシマカ

3. 実験結果および考察

ポリウレタンを原料樹脂として害虫忌避剤を含有したナノファイバー不織布を幅 600 mm で製造することができた。このナノファイバー不織布が含有している害虫忌避剤は虫除けスプレーの主成分として世界中で広く使用されている DEET である。

通常、ナノファイバーの紡糸原料樹脂溶液に、医薬品等の異物を添加して紡糸すると、製造されるナノファイバーの纖維形状にフィルム化やビーズ化といった異常をきたすことが多い。しかしながら、この DEET は原料樹脂溶液中の溶剤成分である DMF と類似した分子骨格を

持つことから、紡糸原料溶液中のポリウレタン樹脂の質量に対して DEET を 10wt% 添加しても微細かつ均一な繊維形状を維持可能であることがわかった。このことに加えて、紡糸原料樹脂溶液中の DMF 量を減じて DEET 添加すると、その繊維形状は、より DEET を加えていないときの繊維形状に近づくことも明らかとなった(Fig. 2)。

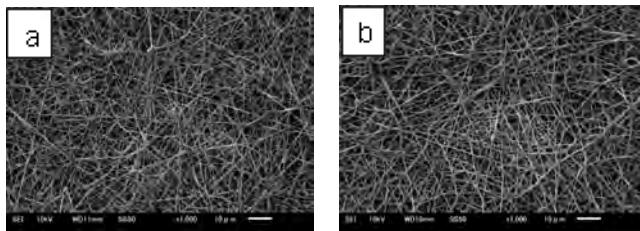


Fig. 2 製造した NFS の SEM 写真
a, DEET 無添加; b, DMF を減じて DEET を添加
Scale bar = 10 μm

次に、DEET を 10wt% 添加して製造した NFS の DEET 含有量の経時変化とメスのヒトスジシマカに対する忌避率との関係を調査した(Fig. 3)。

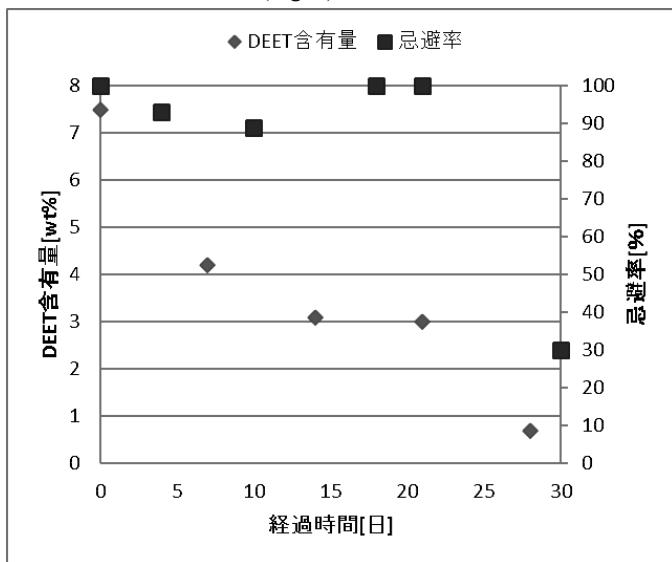


Fig. 3 DEET 含有量の経時変化と忌避率との関係

Fig. 3 から DEET 含有量の線形を考えると、その含有量は製造した日から 1 日に約 0.2wt% のペースで徐々に減少していることがわかった。一方、忌避率は製造から 21 日後までは約 90% 以上を維持するが、その後 1 週間で 30% まで急激に低下することが明らかとなった。

このことから、本実験で製造した NFS には約 3wt% 以上の DEET が含まれていれば、ヒトスジシマカに対して優れた忌避効果を示すことがわかった。

これは、ナノファイバーの極細の繊維径に由来する表面積効果によって、わずかな DEET の含有量でも優れた忌避効果を発揮したものと考えられる。

また、通常、DEET を虫除けスプレーとして使用した場合、その効果持続時間は数時間程度であるが、本研究で製造した NFS では 3 週間程度の効果の持続が確認された。これは繊維内に DEET を内包することにより、DEET の蒸散を抑制すると共に、内包した DEET を極細の繊維径であることによって効率的に消費したことによる考えられる。

4. 結言

ポリウレタンを原料樹脂として害虫忌避剤 DEET を含有した NFS を製造することができ、この NFS は日本において伝染病の媒介を行うメスのヒトスジシマカに対して、約 90% 以上の忌避効果を 3 週間持続することができた。

謝辞

終わりに、本研究推進にあたり数多くご指導を頂いたフマキラー(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

キーワード：ナノファイバー、エレクトロスピニング、害虫忌避、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. We obtained the nanofiber sheet with 90% or more of the repellent effect for *Aedes albopictus*. It was confirmed that the repellent effect for *Aedes albopictus* of the nanofiber sheet lasted for 3 weeks.

らせん状車輪を用いた駆動機構の走行性向上に関する研究

製品科学課 上野 実 機械電子研究所 金森直希

農林水産総合技術センター 農業研究所 板谷恭兵

富山高等専門学校 金子慎一郎、高田英治、高坂憲太、林 将史^{*1}

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、車輪にらせん状の突起をもったアルキメディアンスクリュを用い、前後進時に車輪の突起で土壤を浅く耕し、雑草の掻き取りや埋め込みを行う中耕除草機を開発してきた。この駆動機構では、圃場の端部に到達し隣の列への移動する際には、各車輪の回転方向をネジ送り方向に切り替え、車軸の旋回を行うステアリング操作を行うことなく、真横に移動できる。これにより、既存の除草機で問題となる、旋回時の苗株の踏み潰しによる損傷を最小限にすることができる。一方、圃場内の軟弱な土壤では車輪が埋没し車輪に抵抗が掛かりやすく、走破性に課題が残っていた。

以上から、効果的な除草機運用方法と、機構改良による走行性能の向上について検証を行った。

2. 除草機の開発及び除草効果の確認

2.1 除草機の概要

除草機の外観を図1に示す。田植え機の条間は30cm(北海道は33cm)に決まっているため、車輪の幅は成長した苗株の太さを考慮し幅210mm、としてある。一方、植え付けの苗と苗の間隔(株間)は、調整可能であり、農家や圃場で異なることから、車輪の直径は真横移動時の苗への損傷を最小限とするためφ180mm程度としている。

また、機体の前後には、進行方向の苗列の画像を取り込むUSBカメラを、機体上部中央には取り込んだ画像から苗列を認識し自律走行を行うための制御ユニットを搭載している。

2.2 除草効果の確認

除草効果の確認のため、昨年度に引き続き農林水産総合技術センター農業研究所の約4m×3mに仕切られた実圃場(図2)の区画で、除草機をマニュアル操縦し、試験

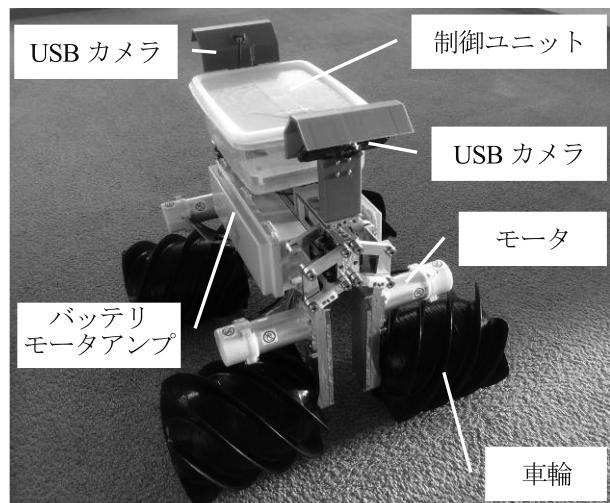


図1 除草機の外観と概要

を行った。

除草試験の実施条件(実施時期、回数)を表1に、除草効果の結果を表2に示す。昨年度は、移植後(田植え後)4日に初回除草日を設定し開始時期や、回数を変え、7日ごとに除草作業をおこなったが、5回除草を行った区画においても収量は、除草剤処理区に対し65%程度であった。これは、十分に苗が活着していない時期から除草作業を行ったことと、最終除草時に稻丈が十分でなく雑草への日光の遮蔽効果が低かったことが原因と考えられた。このため、本年度は移植後8日を初回除草日とし、稻丈が機体のUSBカメラより低く苗列を認識できる限界となる6回までの除草区と、除草機が走行できる限界となる8回までの除草区に分けて除草試験を行った。



6/8 移植後29日 No55区画 画面右の列から除草中

図2 除草区画と試験状況

*1 現ダイキン工業株式会社

表1 除草試験の条件(実施時期、回数)

試験区	除草日(移植後日数)							
	4日 (5/15)	11日 (5/22)	18日 (5/29)	25日 (6/5)	32日 (6/12)			
5回除草	○	○	○	○	○	-	-	-
前期4回除草	○	○	○	○	-	-	-	-
後期4回除草	-	○	○	○	○	-	-	-
後期3回除草	-	-	○	○	○	-	-	-
試験区	-	8日 (5/18)	15日 (5/25)	22日 (6/1)	29日 (6/8)	36日 (6/15)	42日 (6/21)	52日 (7/1)
8回除草	-	○	○	○	○	○	○	○
6回除草	-	○	○	○	○	○	○	-

表2 除草効果と収量

試験区	残草量		収量	
	残草量 (g/m ²)	無除草区比 (%)	収量 (kg/10a)	完全除草区比 (%)
5回除草	361	44	498	65
前期4回除草	431	53	395	51
後期4回除草	314	38	302	39
後期3回除草	466	57	315	41
除草剤処理区	22	3	769	100
無除草区	816	100	157	20
試験区	残草量 (g/m ²)	無除草区比 (%)	収量 (kg/10a)	完全除草区比 (%)
8回除草	305	30	560	64
6回除草	268	26	516	59
除草剤処理区	1	0	869	100
無除草区	1,013	100	235	27

実施中の圃場の状況を図3に示す。写真横方向に除草走行を行っている。無除草区は、圃場全体に雑草が成長しているのに対し、本除草機による除草区画は条間の雑草は除草剤処理区と同程度に除去されているのが分かる。しかし、車輪の轍とならない株間にについては除草されないため7回除草走行後の写真(図3中段右)では、苗と苗の間(株間)に雑草の成長が見られる。

このため、残草量は無除草区と比較して26~30%と昨年の5回除草区等より低減したものの、収量は8回除草でも除草剤処理区に対して64%と昨年度と同等であった。一方、6回除草でも雑草量26%、収量59%と共に8回除草区と大きな違いは見られなかった。

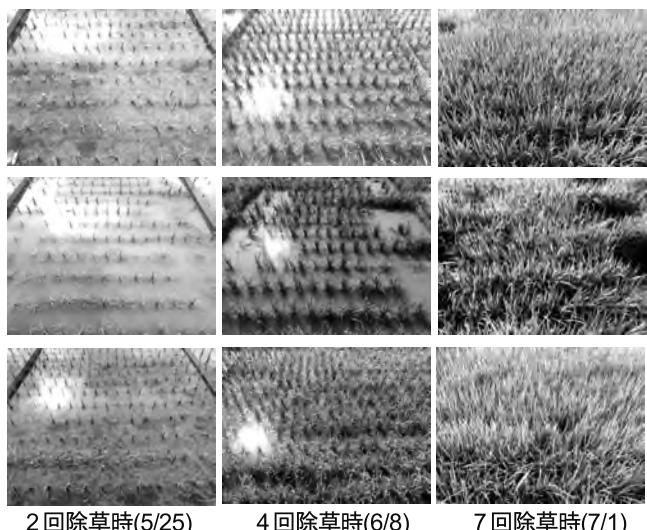


図3 試験区画の状況

2.3 走行性向上の確認

車輪形状と機体の機構の改良により走行性能の向上について検討を行った。前後進時はほぼ安定して走行可能だが、真横移動時は、車輪が埋没して車輪側面が土壌を押し付けるため、抵抗が増大し、横移動時に穴を掘ってしまい、所々欠株を生じることがあった(図3中央)。このため、車輪断面を樽型にし、側面にもらせん状の凹凸を設け真横進行方向の土壌を排出しやすくなるとともに、機体の構造を検討し、走行性能の向上を図った。

3.まとめ

本方式による除草方法では、稲丈が一定以上となるまで実施すればその後、残草量、収量は大きく変化しないが、収量の向上には、株間の除草対策が必要と考えられる。また、真横方向の移動に際しては、苗株等の損傷を避けるため走行性能の向上が不可欠である。

キーワード：水田、雑草防除、アルキメディアンスクリュ、走行安定性

Study on the Running Stability of the Drive Mechanism Using a Archimedean Wheel

Product Development Section; UENO Minoru Mechanical System Section; KANAMORI Naoki

Agricultural Research Institute; ITAYA Kyohei

National Institute of Technology, Toyama College; KANEKO Shin-ichiro and TAKADA Eiji, KOUSAKA Kenta,
HAYASHI Masashi^{*1}

We verified the improvement of herbicidal effect and stability in the mechanism using Archimedes screw. Although we aimed to improve the effect by increasing the number of times of running, we could not obtain a reduction effect. In order to raise the effect of weeding, it is necessary to process the area where the wheel does not pass. We improved the shape of the wheel and the vehicle structure, and improved the driving performance in the lateral motion.

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、高強度・高弾性率等の特徴を持つことから、ポリマー用強化材への利用が期待されている。しかし、CNFは水分散液として供給される場合が多く、疎水性ポリマーへの分散、複合化に課題がある。そこで本研究では、CNFが均一に分散した加熱成形可能なポリマー素材を得ることを目的として、CNF水分散液中のポリマー重合を試み、効率的な重合条件、CNFへのグラフト重合の可能性、得られた複合体の加熱成形性などについて検討したので報告する。

2. 実験方法

2.1 使用材料

CNFは1%水分散液(中越パルプ工業(株)、広葉樹高解纖タイプ、以下CNF分散液)を使用した。モノマーは試薬のメタクリル酸メチル(MMA)を減圧蒸留して用いた。触媒は金属塩系開始剤を用いた。CNFへのポリマーグラフトを検証するためのモデル物質としてレーヨンを用いた。レーヨンはJIS添付白布から採取したフィラメントを数ミリ程度の長さにカットして使用した。

2.2 試験体作成

サンプル瓶中で材料を混合し、静置状態で一定温度下、所定時間重合した。材料の配合量はCNF分散液10g、MMA0.1g、触媒0.005gを基準とし、温度は20°Cを基準とした。(以下、特に記載のない条件は基準の配合量、温度に準拠している。)サンプル瓶内の雰囲気は空気(air)、窒素(N₂)、酸素(O₂)に調整した。重合後、混合液をろ過・脱水し、20°C・65%RHの環境下で24時間調湿してCNFとPMMAの複合体(以下、CNF複合体)を得た。また、熱機械分析(TMA)のための試験体として、CNF複合体を180°Cで30秒間加熱後、0.4MPaでロール加圧しフィルム状に整えたものも作成した。

グラフトポリマーの生成を検証するため、CNF分散液の代わりにレーヨン0.1gを分散させた蒸留水10gを用い、N₂雰囲気下、24時間重合処理した。処理後、混合液中の固体分をろ過し、アセトンで超音波洗浄して重合処理レーヨンを得た。

2.3 評価

投入した材料の重量と得られたCNF複合体の重量からPMMA収率を算出し重合状況を評価した。グラフトポリマー生成については、走査型電子顕微鏡(SEM)観察および

FT-IRにより評価した。CNF複合体の加熱成形性については、TMAにより、引張モード、荷重800mN/mm²一定、昇温スピード5°C/minの測定条件で評価した。

3. 実験結果および考察

図1、2に、PMMA収率に及ぼす重合雰囲気の影響と触媒量の影響を示す。図1より、例えば処理時間24hrの収率を比較すると、N₂の場合がほぼ100%であるのに対し、airでは70数%、O₂ではほぼ0%であることから、酸素による重合阻害が明らかである。図2より、触媒量が0.001gと少ない場合、重合速度が低下するとともに収率も処理時間24hrで約90%にとどまった。液中の溶存酸素の影響が考えられ、一定以上の触媒が必要とわかった。また、処理温度(0~40°Cの範囲)については、重合速度に影響するが、収率への影響はないことを確認した。

CNF分散液中の重合により、PMMAがCNFにグラフトすれば、分散性、密着性に優れた複合化が可能となる。そこで、グラフトポリマー生成の有無を確認した。ただし、CNF一本を取り出して評価するのは困難なため、

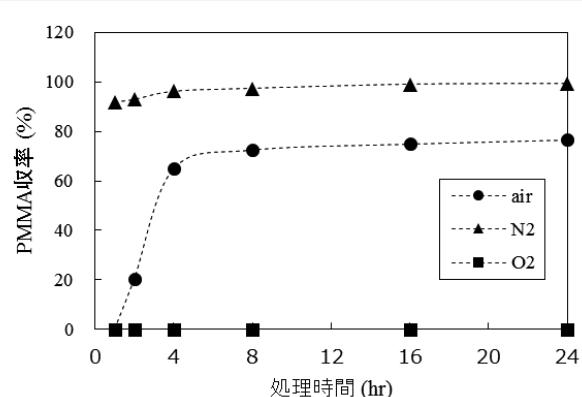


図1 処理雰囲気の影響

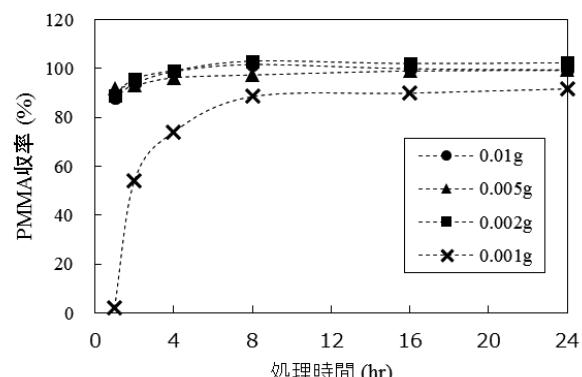


図2 触媒量の影響 (N₂雰囲気下)

モデル物質として同じセルロースであるレーヨンを CNF 同様に重合処理し評価した。その結果を図 3、4 に示す。図 3 より、重合処理レーヨンは径が少し太くなっているものの、表面は未処理レーヨン同様スムーズで付着物による凹凸などは観察されない。一方、図 4 の重合処理レーヨンのスペクトルからは、 1730cm^{-1} 付近の吸収をはじめとして PMMA の存在が確認できる。これらの結果は、PMMA がレーヨン内部に存在することを示していると思われ、セルロース表面(水との界面)でのグラフトポリマー生成の可能性は低いとわかった。

CNF 複合体を素材として製品化を図る場合、スタンダードシートのように加熱成形性を持つことが必要である。そこで、CNF 体積含有率の異なる複合体について、TMA を用い加熱時の塑性変形を比較、評価した。結果を図 5 に示す。図より、CNF 0% (PMMA のみ) では 100°C を境に急激に可塑化して伸長するのに対し、CNF 10%、50% では 200°C まで加熱しても大きく可塑化・変形する挙動は見られなかった。10%程度の含有率でも、複合体が乾燥する際に CNF 同士が凝集、結合して網目状の構造を形成するためと思われる。本研究方法を利用して、複合体からの加熱成形によらず成形体を得ようとすると、ろ過と同時に、ろ過直後の水分を多く含むコンパウンド状態でなければ賦形できないため、その後の乾燥による体積収縮が避けられない。従って、所定の寸法に安定的に成形することは、現状では極めて困難と思われる。

4. 結言

CNF 分散液中での MMA 重合を試みた結果、窒素雰囲気下で一定量以上の触媒があれば PMMA が高収率で得られること、CNF 表面におけるグラフトポリマー生成の可能性は低いこと、本方法により得られた CNF 複合体は

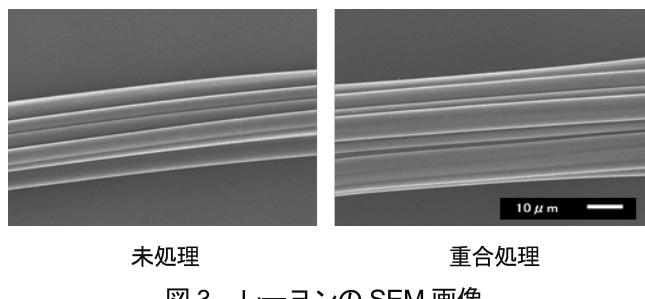


図 3 レーヨンの SEM 画像

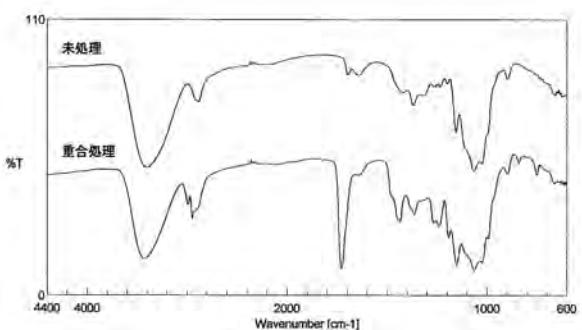


図 4 レーヨンの FT-IR スペクトル

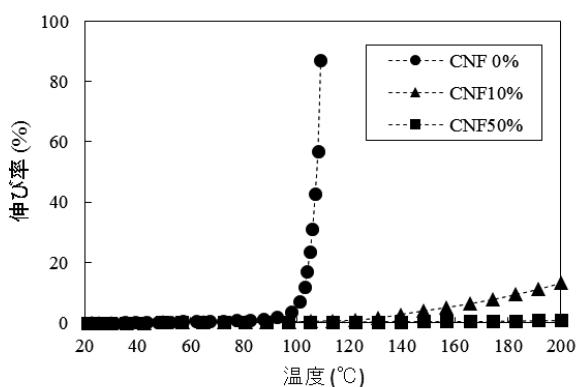


図 5 CNF 複合体の加熱による一定荷重下での伸び

加熱により可塑化しないため、成形は極めて困難であることなどがわかった。

キーワード：セルロースナノファイバー、水分散液、MMA、重合、加熱成形性

Fundamental Study on Cellulose Nanofiber Composite Material

Norimitsu SANAE and Ryoji KANAMARU

In order to obtain the composite of cellulose nanofiber(CNF) and polymethylmethacrylate(PMMA), we tried polymerizing PMMA in the CNF aqueous dispersion, and investigated properties of obtained compounds. As a result, it was found that PMMA can be obtained with high yield when the polymerization was carried out under a nitrogen atmosphere and in the presence of a certain amount or more of a catalyst, and PMMA was not only present in the dispersion but may also be present inside the CNF. In addition, it was unfortunately found that it is extremely difficult to mold CNF/PMMA compounds into composites since compounds were not thermoplastic.

量産性に優れたナノファイバー製造用 PU 樹脂の分子構造とその物性に関する研究

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

1. 緒言

ナノファイバー(NF)の実用化例が少ない大きな理由はその量産性の悪さとそれに付随した高コスト化である。また、実用化においては用途に適した性能と量産性を併せ持つ NF が必要となるが、そのためには市販の樹脂を購入し、調合と紡糸条件の最適化を行う必要がある。ところが、一般的な市販樹脂は NF の製造用として供給されているわけではないので、使用目的に適していると考えられる樹脂を手当たりしだいに試みるほかない。そして、この作業には膨大な時間を要する。そこで、本研究では、量産技術が確立すればその優れた伸縮性から衣料用途への応用が期待されるポリウレタン(PU)樹脂を原料とした NF をターゲットとし、その PU 樹脂の分子構造の紡糸能力に対する影響を調査することによって、量産性の向上及び開発時間の短縮を目指した。

2. 実験方法

2.1 PU 樹脂の分析

分析装置として、赤外分光光度計(日本分光社製 FT/IR-6200)、熱分解ガスクロマトグラフ(サーモフィッシュ・サイエンティフィック社製 ISQ)、ゲル浸透クロマトグラフ(東ソー社製 HLC-8120GPC)を用いた。ゲル浸透クロマトグラフの検出器は UV(東ソー社製 UV-8010)を用い、較正曲線の標準物質にはポリスチレンを用いた(東ソー社製 TSKstandard POLYSTYRENE)。

2.2 PU 樹脂の合成

アルゴン雰囲気下、トルエン溶媒中、80°Cで 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート(MDI)(東京化成工業社製)とポリカプロラクトンジオール(PCL)(シグマアルドリッ

チ社製)を反応させプレポリマーを合成した。それから鎖延長剤として 1,4-ブタンジオール(1,4-BD)(和光純薬工業社製)を加えさらに数時間攪拌した。このとき必要に応じて、架橋剤としてトリメチロールプロパン(TMP)(東京化成工業社製)を、反応停止剤として 1-ブタノール(BuOH)(和光純薬工業社製)を添加した¹⁾。反応終了後、トルエン及びヘキサンまたは DMF 及び水を用いて再沈殿とデカンテーションを行い精製した。

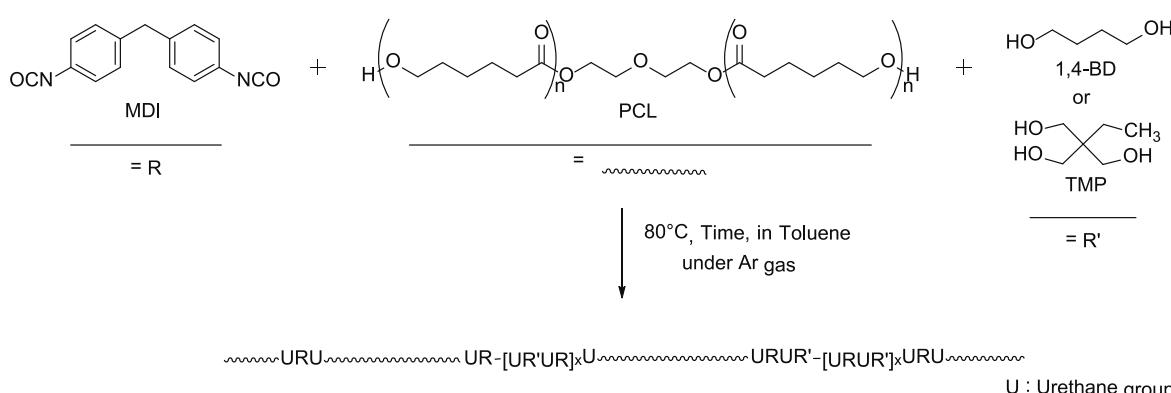
2.3 ナノファイバー不織布の製造

合成した PU 樹脂を DMF に溶解させ、その後 MEK を加えた。さらに金属塩等を添加し、NF の紡糸原料樹脂溶液とした。この樹脂溶液の粘度は適正紡糸範囲の 400~600 mPa·s に調整した。その調整した樹脂溶液を自作のシングルノズル式エレクトロスピニング装置を用いて紡糸し、NF 不織布を製造した。

3. 実験結果および考察

まず、これまでに NF の原料として使用したことのある PU 樹脂の中で、比較的量産性に優れていた市販樹脂 A の構造解析を IR 及び熱分解 GC/MS を用いて行った。その結果、そのイソシアネート基質は MDI、そのポリオール基質はエステル系であることがわかった。次に、GPC を用いてその PU 樹脂の分子量を調査したところ、その Mn は 40,000 程度で、その Mw は 100,000 程度であることがわかった。

この結果を踏まえて、MDI/PCL:Mn = 2,000/1,4-BD をモル比 2.6/1.2/1.4 で加えて反応させると、収率 84%で白色の弾力のある固体として、Mn:45,000、Mw:160,000 程度の PU-1 を合成することができた(Scheme 1)。その生成は



Scheme 1 ポリウレタンの合成

IR を用いて確認し(N-H:3340 cm⁻¹、C-H:2945 cm⁻¹、2866 cm⁻¹、C=O:1733 cm⁻¹、C=C(芳香環):1597 cm⁻¹、H-NCO:1532 cm⁻¹)、その分子量は GPC を用いて確認した。同様に、MDI/PCL/1,4-BD/BuOH をモル比 2.6/1.2/1.0/0.4 で加えて反応させ、Mn8,000、Mw:25,000 程度の PU-2 を合成した。また、Mn = 530 の PCL を用いて MDI/PCL/1,4-BD/TMP = 4.0/1.8/1.9/0.25 で加えて反応させ、Mn:8,000、Mw:25,000 程度の PU-3 も合成した。

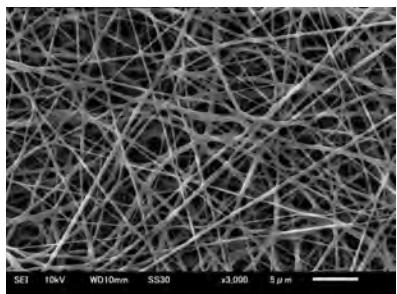


Fig. 1 PU-1 で製造した NF 不織布の SEM 写真
Scale bar = 5 μ m

これらの合成した PU を用いてエレクトロスピニング法による紡糸実験を行ったところ、PU-1 が最も生産性、纖維形状ともに良好であった(Fig. 1)。しかしながら、その生産速度は樹脂 A に及ぶものではなかった。

一方、同程度の分子量を持つ PU-2 と PU-3 の紡糸量を比較すると PU-3 の方が優れていた。ここで、樹脂 A、PU-1、PU-2 及び PU-3 の IR チャートにおける 1700 cm⁻¹ 付近のエステルカルボニル基を基準とした 2950 cm⁻¹ 付近のメチレンの吸光度を比較すると、その値は樹脂 A: 0.22、PU-1: 0.26、PU-2: 0.32、PU-3: 0.23 であった(Fig. 2)。この比較から、PU-3 の方が PU-2 より、より樹脂 A に近しいメチレン鎖の比率を持つことがわかる。つまり、PU-3 は生産性に優れた樹脂 A と類似したメチレン鎖比率を有するため、PU-2 より紡糸量が多かったと考えられる。

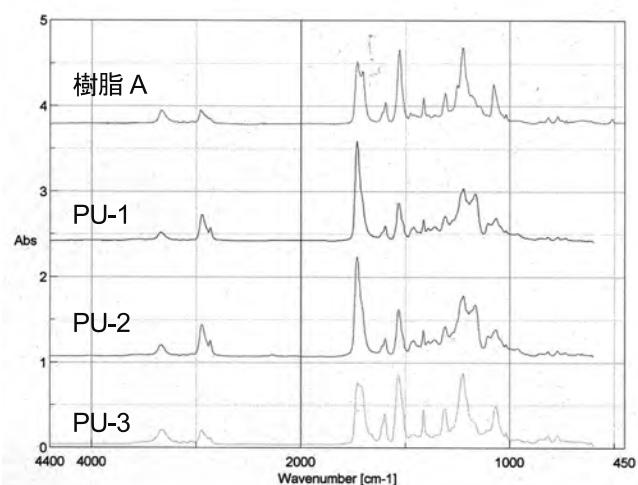


Fig. 2 PU 樹脂の IR

これらの結果から、ポリオールとして Mn = 530 の PCL を用いて Mw100,000 程度の PU を合成し、そのエステルカルボニル基を基準としたそのメチレンの吸光度の比率を 0.22 に近づけることができれば、より生産性の良い PU 樹脂を得ることができると推定できる。今後は、前記の PU 樹脂の合成を目指す予定である。

4. 結言

量産性に優れた市販 PU 樹脂 A の構造解析を行ったところ、その原料として MDI 及びエステル系ポリオールが使用されており、その Mw は 100,000 程度であった。MDI/PCL(Mn2,000)/1,4-BD を用いて Mw160,000 程度の PU を合成し、エレクトロスピニング法を用いて NF を製造したが、樹脂 A の生産性には至らなかった。Mn530 の PCL を用いて PU を合成することによって、生産性の向上が見込まれるため、今後その合成に取組みたい。

参考文献

- 1) 株式会社技術情報協会: ポリウレタンの材料選定、構造制御と改質 事例集、第 1 版第 1 刷(2014)6-7

キーワード：ポリウレタン、ナノファイバー、エレクトロスピニング

Molecular Structure and Physicality of PU for Nanofiber Production with Excellent Productivity

Production Technology Section; Takumi YOSHIDA, Norimitsu SANAE and Ryoji KANAMARU

Monozukuri Research and Development Center; Daisuke NARUSE

As a result of the structural analysis of PU-A excellent in mass productivity, it was found that 4,4'-MDI and ester polyol is a raw material and its Mw is about 100,000. PU with the Mw of about 160,000 was synthesized using 4,4'-MDI, PCL of Mn 2,000 and 1,4-BD, and the nanofiber was produced by the electrospinning method, but it did not reach the productivity of PU-A. Productivity improvement is expected by synthesizing PU using PCL of Mn 530.

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

本研究で対象とするのは、ヒトの温熱性発汗で発生する水分である。この温熱性発汗とは気温が上昇したり、運動したりすることにより顔、首、胴体など全身に汗をかくことで、汗が皮膚上で蒸発するときの気化熱で体温を36.5°C前後に保持しようとする機能である。

発汗サーマルマネキンは表面温度と発汗量を制御して、ヒトの発汗状態を再現する装置である。しかし、当該装置はヒトの生理反応を再現するものではない。ヒトのような体温調節を行うフィードバック機能は無いのである。装置使用者が判断した体表面温度と発汗量をそれぞれ制御することで、発汗時の状況を模擬する装置である。

そこで、本研究では発汗した場合の衣服内温湿度変化等の観点から、ヒトと発汗サーマルマネキンとの違いを明確にすることを目的とし、それぞれについて測定実験を行い、発汗サーマルマネキンでの衣服評価方法の確立を目指した。

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両者共通の衣服を、内衣(綿100%、半袖Tシャツ)、中衣(ポリエステル98%、ポリウレタン2%、長袖トレーニングウェア)、上衣(ポリエステル100%、長袖防寒衣)を重ね着とし、その上にポリエステル100%のヤッケを着用した場合(図1左)と着用しない場合(図1右)について着用実験を行った。

下半身は両者ともにトレーニングパンツを穿かせた。被験者には足温浴をさせるため膝下丈とし、発汗サーマルマネキンには長ズボン丈とした。

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AとBの2名。2種の組合せ試料を各2回着用実験を行った。被験者の平均年齢は64.5歳、平均身長157.0cm、平均体重は67.5kgである。

実験プロトコルを表1に示す。平均温度25°C、平均湿度35%RHの室内環境で椅座安静にした後、足温浴をさせること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。血圧、心拍数、血流量、衣服内温湿度の計測を行った。

血圧、心拍数、血流量の計測には、連続血圧測定装置(ケーフィー社製)で計測し、衣服内温湿度の計測には、HC2-C05型温湿度センサ(rotronic社製)を使用した。

温湿度センサは胸部、脇部、背部の3カ所の位置で、皮膚と内衣の間に取付けた。足温浴器はPanasonic社製のスチームフットスパを使用した(図2)。

また、「とても暑い」から「とても寒い」までの11段階で官能評価を5分毎に行った。同時に着心地感や発汗の感覚認識等についてもヒアリングを実施した。

表1 被験者実験プロトコル(測定80min)

測定	健康チェック	
	温度 25°C	湿度 35%RH
椅子 座 安 静	30 min	
椅子 座・足温浴		30 min
椅子 座 安 静		20 min
健康チェック		



図1 衣服試料(ヤッケ有無) 図2 被験者実験

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(株)社製を使用した。全身を19部位に分割し、部位毎にマネキン表面温度や発汗量の制御が可能である。主な仕様は次のとおりである。

- ・身長：174cm、重量：48kg
- ・材質：FRP樹脂
- ・発汗量：20～1,000g/m²h/部位
- ・発汗孔数：136点
- ・人工皮膚：全身フィットスーツ形態(黒色)

実験室は(株)大西熱学製の恒温恒湿チャンバー OS-9FS型を使用し、温度25°C、湿度30%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、人工皮膚と内衣の間で胸部2カ所、脇部、背部の計4カ所に取付けた。発汗孔と温湿度センサの位置確認のためにレーザーマーカーを利用した。発汗サーマルマネキン実験のプロトコルは表2のとおりである。衣服内の温湿度変化、発熱量等の計測を行った。

表2 発汗サーマルマネキン実験プロトコル(90min)

測定	温度・湿度の安定	
	ドライ状態	10 min
温度 25°C	発汗状態	30 min
湿度 30%RH	発汗停止状態	50 min

3.結果と考察

3.1 被験者実験の結果について

被験者実験では、測定結果に個人差やバラツキが多く、特に発汗を伴う場合には精神的発汗や種々の要因が絡み、バラツキが顕著になる傾向がある。本研究の被験者は以前データから、汗をかきにくいAと、汗をかきやすいBと判断した被験者である。衣服内の温度湿度の測定結果(図3、図4)からも、このことは明らかとなった。また、ヤッケ着用の場合には、着用しない場合に比較し衣服内の温湿度が高くなり、衣服内が蒸し暑い状態になったことが分かった。

また図5のとおり、ヤッケを着用した方がより血流量が高くなることが明らかになった。この血流量の高い状態は、皮膚温度の高い状態と考えられる。足湯浴での発汗促進の刺激が終了した後も継続していることも分かった。

3.2 被験者実験の結果について

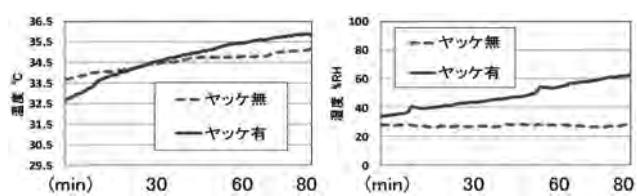


図3 被験者A: 背部・衣服内の温度および湿度

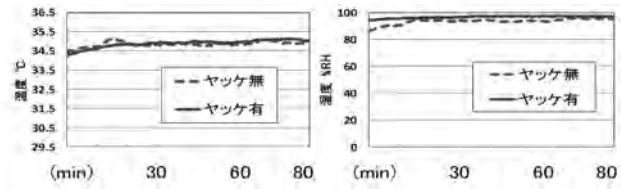


図4 被験者B: 背部・衣服内の温度および湿度

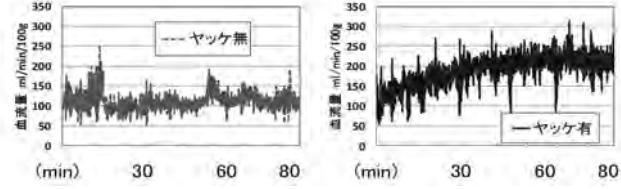


図5 被験者B: ヤッケ有無による血流量への影響

3.3 発汗サーマルマネキンの実験結果について

発汗サーマルマネキンでの実験結果を図6、図7に示す。図6は発汗サーマルマネキンの胸部で測定を行った。人工皮膚と内衣との間の衣服内気候である。

ヤッケ着用の方が衣服内温度も湿度も高く、蒸し暑い状態になっていることが明確に判断できる。発熱量の結果からは、発汗の気化熱で体表面温度が下がるため、体表面温

度を保持しようと発熱量が上がり、定温度(33.0°C)に制御する様子が分かる。

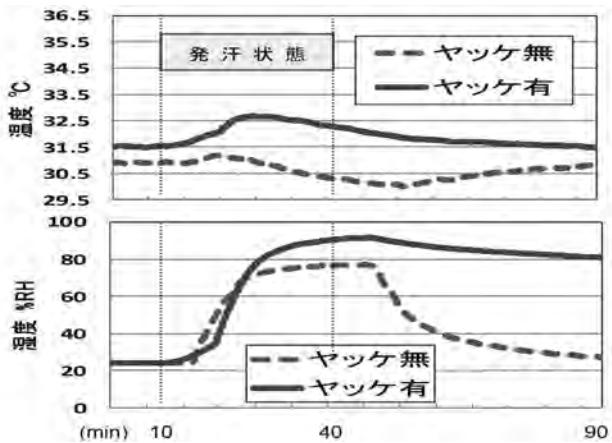


図6 発汗サーマルマネキンの衣服内温度・湿度

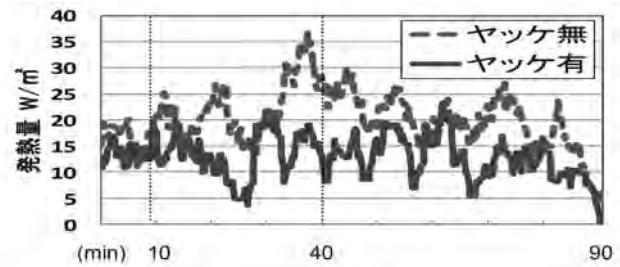


図7 発汗サーマルマネキンの発熱量(胸部上)

4.まとめ

ヒトを使った被験者実験では、精神的発汗や体調、季節順化など種々の要因が大きく影響し、バラツキも多く衣服性能の客観的な評価はなかなか困難である。この点、発汗サーマルマネキンでは恒常に衣服内気候の温湿度測定データや、発熱量測定からの熱損失など、客観的な衣服性能評価が行える有効な評価方法と言える。

ただ、被験者では発汗刺激が終了してからも血流量などの生理的反応に影響が残ることに対し、発汗サーマルマネキンではそのような現象がないという相違点がある。

発汗サーマルマネキンによる衣服性能評価では、ヒトの生理反応を意識し、区別して評価を行うことが重要であると考えており、現在、これらに配意した発汗サーマルマネキンによる評価方法マニュアルを作成中である。

キーワード： 発汗、サーマルマネキン、暑さ、衣服内温湿度

Study on Moisture Transport in the Clothes by a Perspiration Thermal Mannequin
Takeshi WADA, Toshihiro NOJIRI, Miyuki NAKAHASHI

We studied using a thermal mannequin sweated and man to do evaluation of clothes. As a result, estimating by a thermal mannequin sweated, we found out that it was necessary to be conscious of human physiological response.

筋負担軽減タイプ股関節サポータの開発

製品科学課 中橋美幸

生産システム課 金丸亮二

1. 緒言

厚労省によると、2015年の日本人平均寿命は、男性が80.75歳、女性が86.99歳であり、日本は男女ともに「人生80年時代」を超える世界有数の長寿国である。しかしながら、平均寿命と健康寿命との差、すなわち「不健康な期間」をできるだけ短縮することが日本に課せられた重要な課題である。衣料分野においても、高齢者の健康な衣生活を支援するための様々な製品開発への取り組みが切望されている。

加齢に伴う筋、骨、関節等の変化により、特に、下肢における筋量・筋力の低下が顕著にみられる高齢者にとって、歩行運動能力の維持・向上は健康寿命を延伸させるために必要不可欠である。高齢者の歩行運動に伴う筋負担を軽減できる機能をもつサポートやタイツ等の設計・開発が急務である。

本研究では、股関節動作に関連する筋群への負担を軽減し、歩行運動を支援できる機能をもつ股関節サポートを開発することを最終目標とした。股関節角度および筋電図等の測定により、股関節サポートの基本構造について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 被験者および試料

被験者の身体的特徴を表1に示す。年齢グループM、Eとともに2名ずつの計4名の被験者については、年代別の体型の全国平均値とほぼ同程度であった。

表1 被験者の身体的特徴

グループ	年齢 (歳)	身長 (cm)	体重 (kg)	体脂肪率 (%)
M	62.0±1.4	156.9±7.1	53.6±0.6	27.0±7.8
E	80.0±4.2	147.5±2.4	57.0±3.7	29.8±2.1

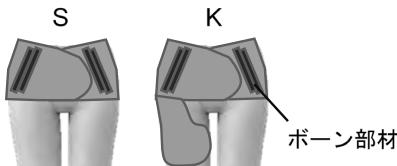


図1 実験用サポートの構造

試料として、図1に示す実験用サポート2種を用いた。試料Sは、胴部ベルトに股関節の動きを拘束しないような柔らかい素材からなるボーン部材を腹部の腸腰筋と腰部～臀部の大臀筋に沿って設置したものである。試料Kは、Sと同様の胴部ベルトと、さらに大腿部ベルトを巻くタイプである。これらを被験者に着用させ、エアパック式衣服圧測定装置（株AMI 製）により測定した衣服圧分

布を図2に示す。両者は、立位では1～2kPa間で同様の衣服圧分布をもつものの、座位では、②③で試料間の差が大きくなっている。立位から椅座位へと姿勢変化に伴って身体周径寸法が増大することにより、試料Sの腸腰筋付近、臀部で、試料Kの大腿部で衣服圧が約3kPaまで高くなることがわかった。このような特徴をもつ実験用サポートを着用した場合と、サポート類を着用していない場合をコントロール（C）として実験を行った。

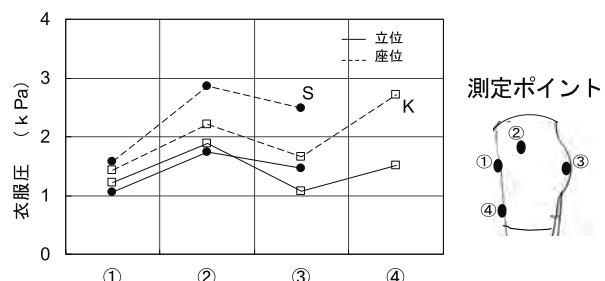


図2 実験用サポートの衣服圧分布

2.2 実験方法

23°C 50%RHの中温域環境の実験室内において、被験者は、長袖Tシャツとルーズなハーフパンツ、スニーカーソックス、履きなれている靴を着用した。実験動作は、一定リズムでの立位と座位の往復運動10回、歩行運動（往復5m）3回とした。各動作時における股関節角度と股関節の屈曲・伸展に関わる筋の活動電位（大腿直筋：RF、外側広筋：VL、大腿二頭筋：BF）を測定した。

3. 結果および考察

3.1 股関節角度への影響

図3は、2軸の関節角度計（株DKH製）を用いて、各被験者の立位時における股関節角度を約180°に設定し、椅座位から立位へ立ちあがる動作に伴う股関節の角度変化を測定した結果である。約1秒間で立ち上がる動作を行った場合、コントロール時に比べて、実験用サポート

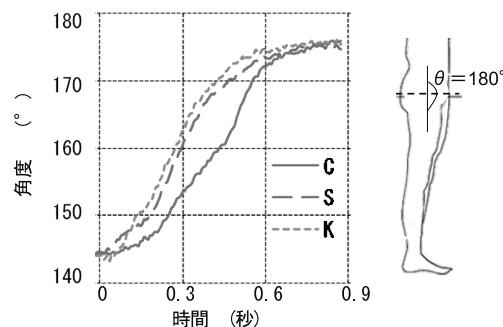


図3 立つ動作に伴う股関節角度の変化（一例）

着用時で立ち上がる速度がやや速くなる傾向がみられた。このことについては、どの被験者においても同様の傾向がみられたものの、試料間の差や年齢による差は確認できなかった。また、椅子に座る動作では、どの被験者もコントロール時と実験用サポート着用時の股関節角度の変化挙動はほぼ同様であり、サポート着用による影響はみられなかつた。

3.2 立つ動作における筋電位への影響

得られた筋電図(EMG)の生波形に対して、全波整流を行った後に筋電図の積分値(IEMG)を算出し、これらを各活動筋の仕事量として検討した。図4に、コントロール時および実験用サポート着用時で立つ動作を行ったときのIEMGを示す。図から、椅座位から立つ動作においては、どちらのグループも主動筋である大腿直筋RFの仕事量が大きいことがわかる。グループM(60歳代)では、IEMGがC>S>Kの順となり、コントロール時に比べて、胴部ベルト・大腿部ベルトのある試料K着用時で筋仕事量が最も減少する傾向がみられた。これに対して、グループE(80歳代)のIEMGは、コントロール時よりも実験用サポート着用時でやや大きくなる傾向がみられた。しかしながら、グループEの2名においては、ともに「立ちやすい」との自己申告があったことから、今回は測定できなかつた筋、例えば、ボーン部材付近のインナーマッスルの筋仕事量が小さくなつた可能性もあるのではないかと思われた。また、椅子に座る動作においては、両グループともに大腿直筋RFのIEMGが1/2以下であり、筋仕事量が小さく、実験用サポート着用による影響が明確ではなかつた。

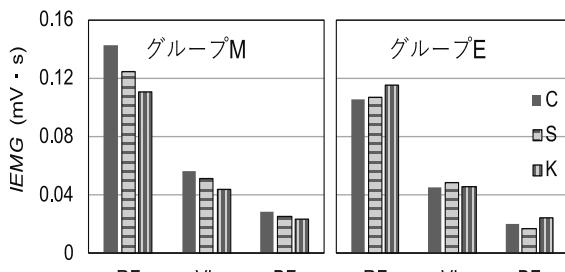


図4 立つ動作時の積分筋電図 IEMG

3.3 歩行運動時の筋電位への影響

歩行運動時の各筋の筋電図積分値IEMGを算出した後、コントロール時を基準として、各実験用サポート着用時における変化率 $\Delta IEMG$ を年代別に求めた(図5)。グループM(60歳代)では、試料S、Kとともに実験用サポート着用時の各筋の仕事量が減少する傾向を示し、筋負担の軽減効果は試料Sより大腿部ベルトのある試料Kでやや大きかつた。これに対して、グループE(80歳代)では、試料Kで筋仕事量の減少傾向がみられたものの、試料Sでは逆に筋負担が増大する傾向がみられた。このことから、筋力低下の大きい高齢者においては、腸骨付近～臀部における周方向の圧迫強度が高いほど、股関節の動きを拘束し、歩行運動等に伴う活動筋にマイナスの影響を与える可能性のあることが示唆された。

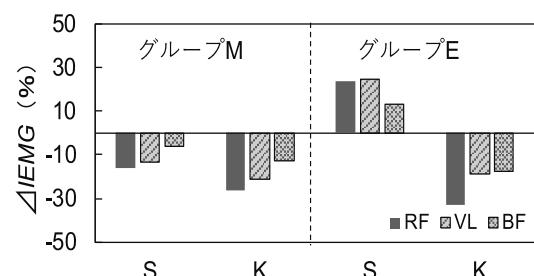


図5 歩行時の積分筋電図の変化率 $\Delta IEMG$

4. 結言

本研究では、筋機能低下を伴う高年齢者にとって日常動作や歩行運動等に伴う活動筋の負担を軽減できる股関節サポートを開発することを最終目標として実験を行つた。構造の異なる2種の実験用サポートを着用したときの股関節角度、筋電図への影響を検討した。その結果、実験用の股関節サポート着用により、椅子から立ち上がる動作の速度が非着用に比べてやや速くなることがわかつた。また、このときの大腿部における活動筋は、胴部ベルトのみの場合より、胴部ベルトと大腿部ベルトのある実験用サポート着用の場合で、効率よく仕事ができることがわかつた。特に、高齢者においては、胴部ベルトと大腿部ベルトのある実験用サポート着用により歩行時の活動筋負担も軽減できることがわかつた。今後は、股関節サポートの具体的な被服面積、圧迫強度、ボーン部材の曲げ剛性等についても明確化し、製品化を目指して研究を進めていきたい。

キーワード：股関節、筋活動、サポート、筋電図、関節角度

Development of Supporter around the Hip Joint with the Function Considering Muscle Load

Product Development Section; Miyuki NAKAHASHI, Product Technology Section; Ryoji KANAMARU

To develop comfortable supporter that can reduce the muscle load while walking, we clarified the effect of supporter wearing on muscular activities using electromyogram and joint angle analysis in this preliminary study. As the results, the wearing of a supporter with the belts of hip and thigh reduced the load of the rectus femoris muscle, vastus lateralis muscle and biceps femoris muscle. The effect was more marked during standing-up and walking.

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の着用者と赤ちゃんとの、接触面でのこもった熱や湿気を逃がす空気流通路を確保することを目的とした。昨年度の研究では着用者と赤ちゃんとの接触面の温熱快適性の向上において、接触面装着用生地を使用すると、主観評価では接触面の蒸れ感の軽減に効果が得られた。

そこでさらなる機能の向上を目指し、小型の軸流ファンやプロワを用いた強制排気を検討し、温度快適性を向上させた。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。

2. 実験方法

2.1 着用者と赤ちゃんとの接触面の温熱快適性の向上

着用者と赤ちゃんの健康と快適性を保ちながら、接触面でのこもった熱や湿気を逃がすため、低風力で万遍なく空気が流通する強制排気方法を検討した。

送風には空気の吐出し方向が異なる小型の軸流ファン（送風量 190L/分）とプロワ（送風量 151.5L/分）の 2 種類を用いた。ポリエチレン製で 3 次元立体構造を持つスペーサー（(株)空調服製）を用いて、取り入れた空気が着用者と赤ちゃんとの接触面の間を通って上方に流れよう十分な空間を設けた。

これら全体を吸汗速乾生地（ポリエステル 100%）で覆い、接触面装着用強制排気シートを試作した。

送風部を赤ちゃんのお尻の下にセットできるようベビーキャリーの腰ベルト中央部を加工した。動力はモバイルバッテリーから供給した（図 1）。

2.2 被験者と試料

被験者は、年齢 30 歳代から 40 歳までの健康な女性 3 名を用いた。着衣は半袖 T シャツ（綿 100%）、スポーツブラ（ポリエステル、ポリウレタン、その他）、ハーフパンツ（ポリエステル 100%）、ショーツ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（身長 76cm、体重 5kg、胴体前面が 38°C）をセットし、対面抱っこ状態で着用させ、被験者とダミーとの間に接触面装

着用強制排気シートを挟んだ（表 1、図 2）。

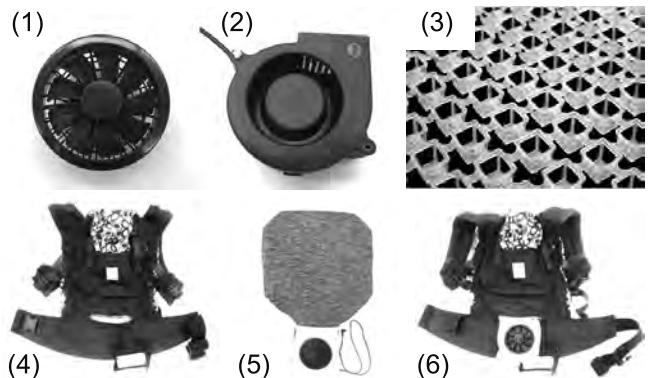


図 1 実験試料

(1)軸流ファン (2)プロワ (3)スペーサー (4)加工したベビーキャリー (5)接触面装着用強制排気シート (6)セットした様子

表 1 試料の詳細

試料	接触面装着用強制排気シート
a	なし
b	送風OFF
c	送風ON(ファン)
d	送風ON(プロワ)



図 2 装着の様子

2.3 環境条件と測定手順

夏季を想定して、30°C、60%RH の人工気象室内で着用実験を行った。被験者は、実験環境に身体を十分慣らすために実験開始の 1 時間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 1g 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、測定終了時ともに送風をONにすることで、接触面の熱さ、蒸れ感の軽減に効果があるという意見が得られた。

送風方向の異なる軸流ファンとプロワとの差異は、ほとんどみられなかった。

風量に対する体感は、安静時に若干ひんやりとする程度で、歩行運動中はほとんど何も感じないという意見であった。

3.2 皮膚温及び深部温について

図3に前腹部の皮膚温測定結果の一例を示す。試料c、dはほとんど皮膚温の変化が見られないことから、接触面装着用強制排気シートを使用し、送風することによって温度の上昇を抑えることができた。深部温は実験前後でほぼ一定の温度を保っていた。

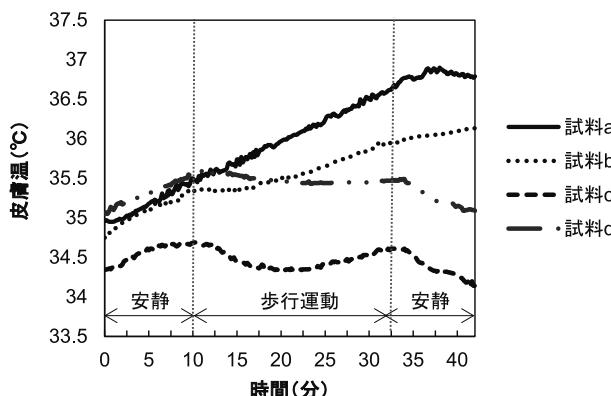


図3 前腹部の皮膚温変化の一例

3.3 衣服内温湿度および発汗量について

(前腹部)、図5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4、5より試料c、dは皮膚温と同様に、衣服内温度と湿度の上昇を低減することができた。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。

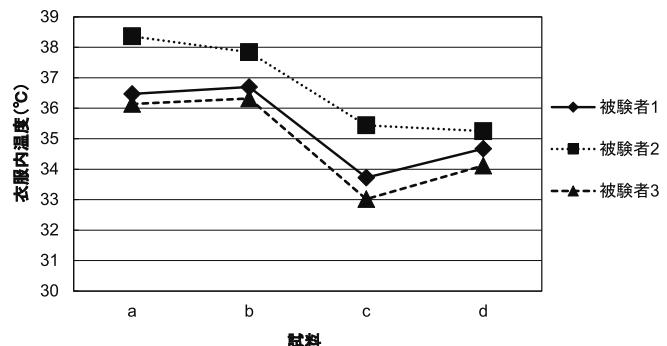


図4 衣服内温度の最大値（前腹部）

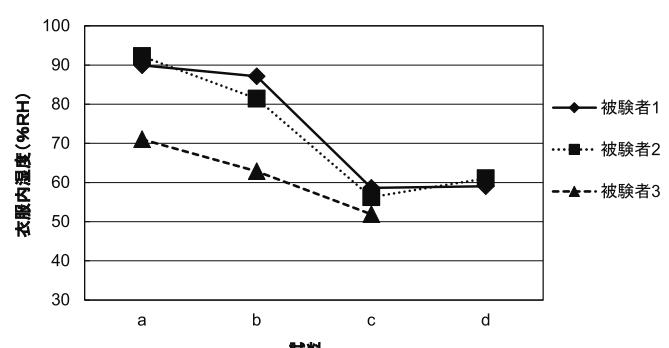


図5 衣服内湿度の最大値（前腹部）

4. まとめ

ベビーキャリー使用時の着用者と赤ちゃんの、接触面でのこもった熱や湿気を逃がす空気流通路を確保することを目的とした。

軸流ファンやプロワから取り入れた空気が、スペーサーの間を通って上方に流れるようにした接触面装着用強制排気シートを試作した。

被験者実験を行った結果、強制排気を行うことにより、皮膚温、衣服内温湿度の上昇を抑えることができた。

キーワード：ベビーキャリー、強制排気、スペーサー、皮膚温、衣服内温湿度

Development of Superior Baby Carry in Thermal Comfort

Production Technology Section; Megumi MAKIMURA、 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. It was studied to secure air circulation route for relieve heart and moisture in clothes. Therefore, we installed a compulsion exhaust device in the baby carry. In order to evaluate the performance, we conducted experiments using female subjects of aged 30 to 40 years. As a result, we could suppress a rise of the skin temperature and the temperature-humidity in the clothes by doing a compulsion exhaust device.

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、上野 実 企画管理部 溝口正人^{*1}
金沢大学 保富大輔、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、競技人口は約120万人を数えるなど、非常に多くの人に親しまれている。軟式ボールはゴム製で柔らかく安全に競技できる一方、打撃時の変形が大きく、エネルギー損失によって打球の飛距離が硬式ボールに比べて低下する特徴がある。このため各バットメーカは、飛距離を伸ばすためこれまでに様々な工夫を凝らした軟式バットを開発、販売しており、現在も高性能化へのニーズは非常に高い。

そこで本研究では、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、軟式ボールの衝突特性を実験的およびシミュレーション解析により調査し、その反発現象について検証した。

2. 軟式ボールと固定円柱の衝突解析

2.1 衝突試験

これまでの研究で、固定した円柱状の鉄製剛体に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}) を算出したところ(図1)、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明らかになった⁽¹⁾。本稿では、同試験のシミュレーション解析を行い、実験と比較した結果を報告する。

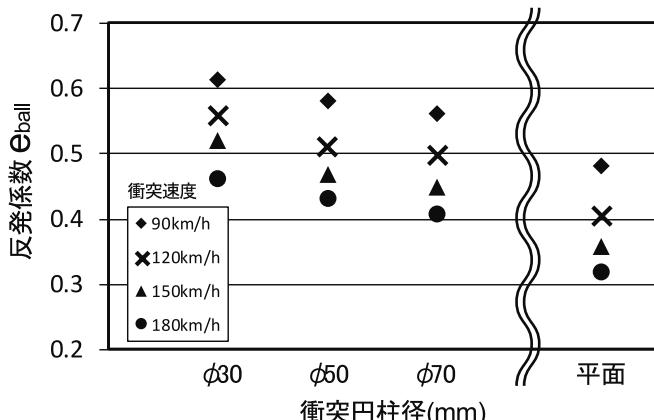


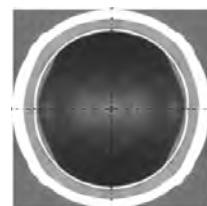
図1 ボール反発係数の衝突面形状依存性

2.2 衝突解析

2.2.1 有限要素解析モデル

本研究では、有限要素解析ソフトウェア(ANSYS/LS-DYNA Ver.12)を用いて衝突解析を行った。実際のボール(断面)とその有限要素モデルを、図2に示す。ボ

ールモデルは大変形を考慮してシェルモデルで作成し、実物と同様に中空の2層構造で、内側は等方弾性体、外側は3要素の粘弾性モデルとした。実際の軟式ボールには、硬式ボールのような縫い目状の突起が存在するが、衝突試験では衝突面に突起が当たらないよう調整しているため、本モデルでは突起を省略した。ボールおよび円柱の両モデルとも、左右の対称性を考慮し1/2モデルとした。



実際のボール(断面) 有限要素解析モデル

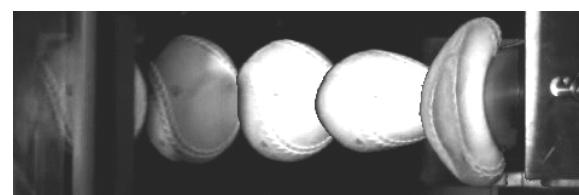
図2 軟式野球ボール

2.2.2 解析条件

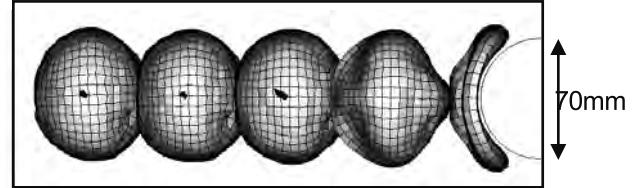
2.1の衝突試験と同様、無回転のボールを固定した円柱に衝突速度 V_{in} で衝突させる解析を行い、反発速度 V_{out} を計測した。衝突面形状は円柱径3種($\phi 30, 50, 70\text{mm}$)と平面の4つ、衝突速度は2水準(90, 180km/h)設定し、計8パターンの解析を行った。反発速度は、ボールが円柱に衝突した瞬間から10~14ms時の反発速度の平均値と定義した。

2.2.3 解析結果

解析結果の一例として、 $V_{in}=180\text{km/h}$ 、円柱径 $\phi 70\text{mm}$ での衝突試験と解析のボール変形挙動比較を、図3に示す。また、 $V_{in}=180\text{km/h}$ での衝突後のボール速度の経時変化を、図4に示す。



<試験結果>



<解析結果>

図3 ボール変形挙動比較(衝突後)

*1 現 中央研究所 加工技術課

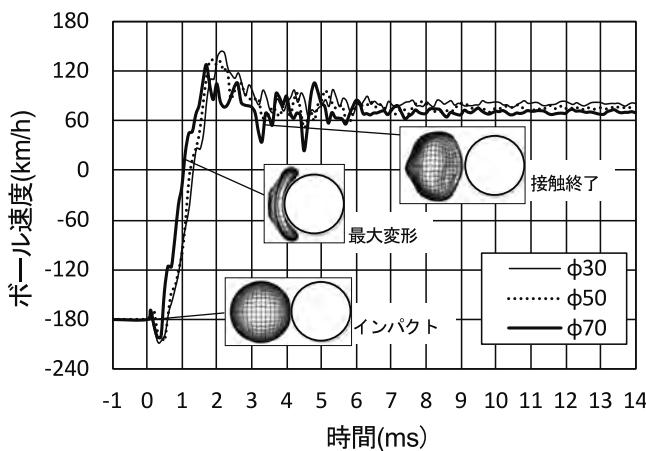


図4 ボール反発速度経時変化（解析結果）

試験結果および解析結果の反発速度 V_{out} の比較を、図5に示す。図5からわかるように、いずれの条件でも円柱径が小さいほど V_{out} は大きくなつた。解析結果の円柱径 $\phi 30$ と $\phi 70$ で比較すると、 $V_{in}=180\text{km/h}$ では約 6.6%、 $V_{in}=90\text{km/h}$ では約 14.5%、 $\phi 30$ の方が大きい反発速度となつた。試験値と解析値で比較すると、 $V_{in}=90\text{km/h}$ では誤差が最大約 24.8%となつたものの、 $V_{in}=180\text{km/h}$ では約 4.6%と、非常に小さい誤差となつた。また、平面衝突については、どちらの衝突速度においても試験値と解析値はほぼ同等であった。これより、本解析で用いた軟式ボールの有限要素解析モデルの妥当性が確認できた。

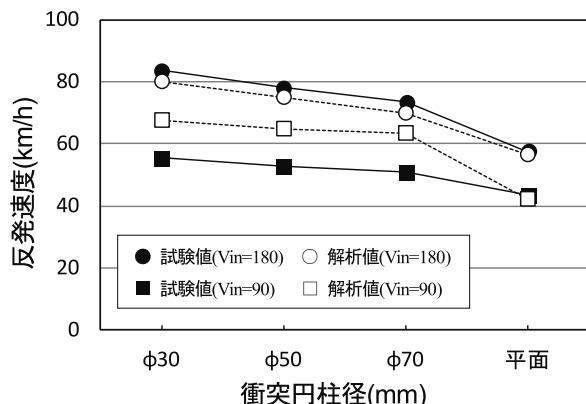


図5 反発速度の衝突面形状依存性

キーワード：軟式野球用バット、ボール、反発係数、有限要素解析モデル、軟式ボール規格変更

3. 軟式ボールの規格変更について

2016年12月、(公財)全日本軟式野球連盟と野球ボール工業会が、2018年から軟式ボールの規格を変更することを発表した。新軟式ボールは「より硬式ボールに近く」というテーマで、バウンドを抑える一方で飛距離は維持するように開発した、という発表があつた。

実際に新ボールを手にする機会があり、旧ボールと比べて反発係数等の物性値が大きく変化する可能性もあることから、今後新ボールを用いてバット反発性試験等の研究を推進する必要がある。

4. まとめ

本研究では、軟式ボールと固定円柱の衝突現象について試験および解析を行い、それぞれの結果を比較することにより、解析モデルの妥当性を確認した。今後も、バット性能向上のための最適な仕様を追及していきたい。

また、軟式ボールが来年規格変更されるため、将来的には新ボールについても各物性の調査、新ボールを用いたバット反発性試験等を実施する必要がある。

参考文献

- (1) 浦上ほか：富山県工業技術センター研究報告 30
(2016) 76

謝辞

本研究に当たり、国立大学法人金沢大学 理工研究域の酒井忍先生、保富大輔様に多大なご協力を頂きました。ここに謝意を表します。

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

Product Development Section Akira URAKAMI, Minoru Ueno
Planning and Information Section Masato MIZOGUCHI
Kanazawa Univ. Daisuke YASUTOMI, Shinobu SAKAI

In this research, the collisional property of a bat and ball was investigated experimentally and using a simulation analysis 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 validity of the rubber-ball analysis model which used by this study was confirmed by comparing a result of the collision analysis with an experiment with a ball and a fixed pillar rigid body.

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

糖尿病の足病変の原因は、およそ 70%が 靴ズレによるものとされている。現在、糖尿病や維持透析などの原因による足病変の重症化で、下肢切断となる人は年間 1 万人以上と言われている。これは、膝下、膝上、あるいは股関節から下を切る大切断の人数なので、足の指だけといった小切断数は入っていない。足を切断する人は毎年どんどん増えている。

足病変を防ぐために、靴にもとめられる性質は、①靴サイズ：親指から 1cm くらいの余裕があり、②幅：横幅の一番広い部分(指の付け根部分)が緩すぎず締め付け感もなくフィットしていて、③留め具：靴ひも、もしくはマジックバンドで履き心地を調整ができることとなっている。

また、靴下にもとめられる性質は、①柔らかく締め付け感がなく、②吸湿性が高く、③つま先に縫い目がないことである。

これらは、吸湿性の記述を除けば、靴ズレを防ぐためになるべく体重を足裏全体で支えて、力が特定の場所になるべく集中しないようにして、靴の中で足が大きく動かないように、考え出されたものであると思われる。もちろん、これは経験に裏打ちされている部分もあると思われるが、これらの性質がどのように靴ズレを防ぐのか、その物理的なメカニズムは、必ずしも明確でない。

また、靴ズレが原因で起こる足病変について、歩行中の足の圧力分布などから、靴ズレがおきるメカニズムについて定量的に調べた研究は見当たらない。

本研究では、このメカニズムに少しでも迫りたいと考えている。昨年度は、主に、靴下と足とのズレや、また靴下と靴との間のズレを測定する実験を行った。¹⁾

今年度は、いろいろな種類の靴下を履いて歩いたときに、靴下と靴との間に生じる圧力を測定して、その違いを調べる研究を行うこととした。

2. 実験方法

2.1 実験の目的

靴下を履いて、歩行時の圧力分布を計測・比較した研究は過去に見当たらないので、これを 1 度は行ってみる必要があると考えた。昨年度に実験¹⁾で使用した①Komeri 社の綿靴下、②Protect iT、さらに③新たに伸縮性のあるスパンデックス布を張り合わせた靴下を試作した。

2.2 試験内容および測定方法

これらの靴下を履いて、歩行時に体重を前に蹴り出す動作をした時に足先にかかる圧力分布が靴下の種類等によってどのように異なるかを測定した。²⁾

これらを、3 種類の靴下を履いて、それぞれ 10 回ずつ行った。



Fig. 1 Shoe and the pressure sensor

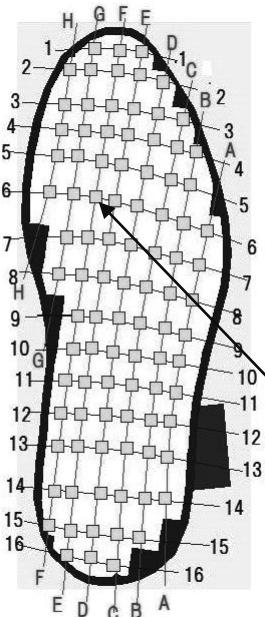


Fig. 2 Structure of the pressure sensor

Fig.2 中で、圧力センサーは、□で書き表されている。また、圧力センサーの位置は、縦列の横方向の座標 (A~H) と横線の縦方向の座標 (1~16) で示される。

この方式によると、例えば、F6 の圧力センサーは、←で示された位置にある。

測定は、靴の中に圧力センサー²⁾を敷いて、(Fig. 1 参照) 靴下を穿いた後に、靴を履くものである。この圧力センサーは、20Hz でサンプリングして、圧力の測定範囲は、0~30psi。(psi : 圧力の単位 ; 1 psi ≈ 70.3 g/cm²)

3. 実験結果および考察

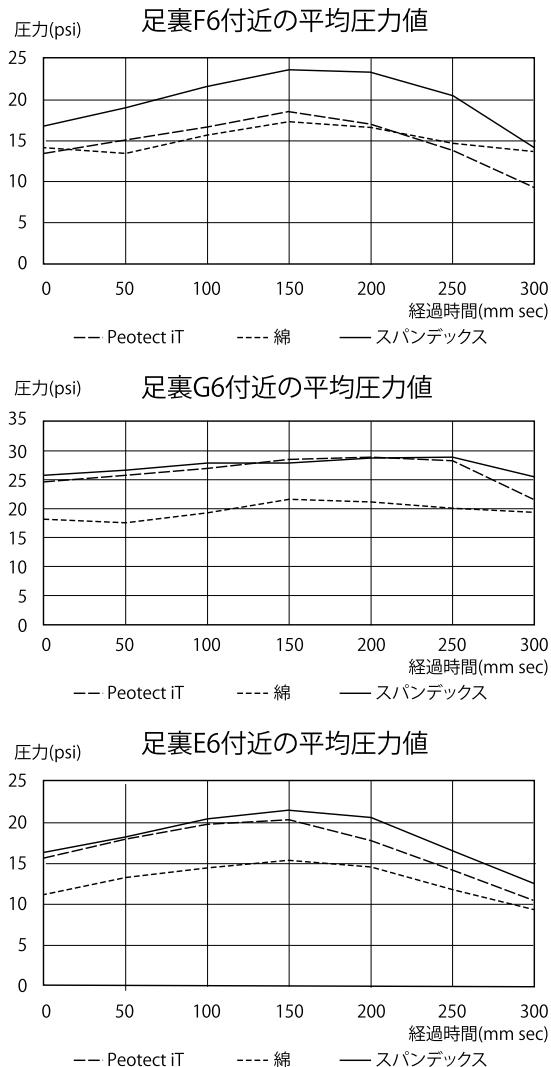


Fig. 3 Transition pressure at F6, G6, E6 points on the foot pressure sensor²⁾

キーワード：糖尿病、フットケア、靴下、日常生活、靴ズレ

Measuring of Foot Pressure Transformation on Shoe in Time of Walking

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

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 hope to understand a mechanism of foot injured in time of walking. But this is really difficult problem. We thought it is important for us to measure pressure in shoes at any rate.

We have the Force Sensitive Applications, which is pressure sensor instituted on inner sole of shoe and is able to measure transition of pressure at definite point. Using this equipment, we have observed a transition of pressure at definite points on shoe sensor in cases of wearing sox named Protect iT produced paying close attention to fitness for foot, and Cotton sox produced by Komeri made in cheap, and sox newly produced by us, which made of a spandex textile, fitting for foot.

From our experimental results, we cannot succeed in finding positive interpretation of Protect iT and our sox compared with Cotton sox of Komeri in view point of fitness of sox.

この試験結果から、G6、F6、E6 の位置にあるセンサーの圧力変化は、いずれも、スパンデックス製の靴下、Protect iT、綿靴下の順で圧力が高い傾向がみられる。スパンデックス製の靴下は、足にぴったりフィットするように作製していて、フィット感は、Protect iT よりも強い。綿靴下は、この 3 つの靴下の中で一番フィット感の乏しいものである。

のことから、フィット感の高い靴下ほど、センサーシート部分に圧力をかけ易いと解釈できる。フィット感の高い靴下ほど、靴には、強い圧力が掛りその圧力変化も大きい。当然、靴下をとおして足にその反作用の力が働くことを考えると、Protect iT のようにフィット感を高めることができ、本当に足の保護に有効なのか疑問が残る。

4. 結言

昨年に続いて、靴下に注目したフットケア用品の評価研究を行ってきたが、歩行時に靴の中で足がどのような状態になっているかを足と靴下とのズレや、靴下と靴底との間に働く圧力変化を実際に計測してみた。しかし、その結果から靴下が足を守る性能を評価することは、なかなか難しい。この目的のためには、なにか従来の方法とは異なる方法を考案することが求められていると思われる。今後は、この問題に対する新しい研究手法を探求していきたい。

参考文献等

- 1)S. Ishiware and M. Makimura: REPORT OF THE TOYAMA INDUSTRIAL TECHNOLOGY CENTER, **30** (2016) 84-85
- 2)Force Sensitive Applications, Vist Medical LTD.

触媒を利用したポリプロピレン繊維の染色技術の開発

生産システム課 吉田巧 金丸亮二 早苗徳光 野尻智弘、製品科学課 西田公信

有限会社ツカサ企画 森中英人* 渡辺良夫*

1. 緒言

ポリプロピレン(PP)は汎用樹脂の中で比重が最も小さく、完全な疎水を示す優れた樹脂である。その他にも、高い耐熱性と強度、保温性を持ち、吸湿性がなく、酸、アルカリを含む耐薬品性にも優れているため、PP 繊維は開発当初、夢の繊維と言われた。しかしながら、その高い耐薬品性のため染色性が悪く、ファッション性の高い服地には利用が難しいという問題があった¹⁾。

そこで、本研究では堅牢性が高い故に不可能とされてきたポリプロピレン繊維を簡便に多様な色彩に染色する基礎技術を確立し、アパレル用途への PP 繊維の応用につなげる事を目指した。

2. 実験方法

染色浴に水、金属ペレット、PP 糸を入れ、沸騰するまで加熱した。そこに染料を加え、さらに還流を続けた。還流停止後、染色浴から PP 糸を取り出し、pH を調整した水溶液で処理した。それから、処理した PP 糸を水でよく洗い、ソーピング後、乾燥させた。

3. 実験結果および考察

PP 糸(DTY 300/72)の 0.1 g を実験方法に従って染色処理したところ、染色が確認された(Fig. 1)。また、4cm × 4cm の PP メッシュ生地についても同様に染色実験を行ったところ染色が確認された。この染色されたメッシュ生地の断面をデジタルマイクロスコープで観察したところ、繊維の中心部まで染色されていることがわかった(Fig. 2)。

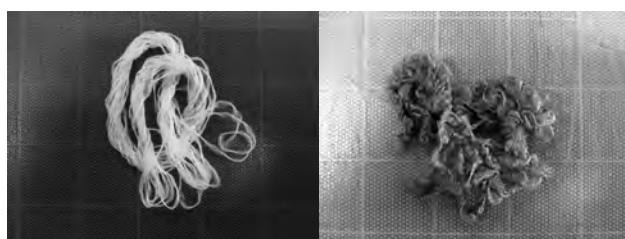


Fig. 1 PP 糸(左 : 染色前 右 : 染色後)

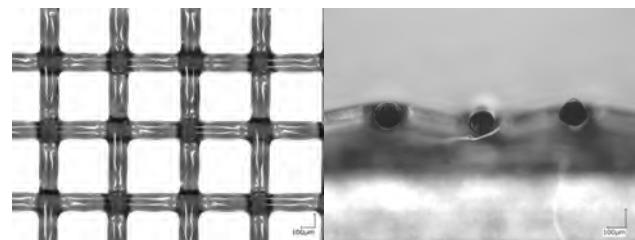


Fig. 2 染色された PP メッシュ生地とその断面

次に、この染色法のスケールアップ検討を行った。まず、ゆるく巻いたカセ状の PP 糸 250 g を用いてスケールアップした条件で染色実験を行った。その結果、多少のむらはあるが、おおむね均一に染色することができた(Fig. 3 左)。



Fig. 3 染色されたゆるいカセ巻 PP とチーズボビン巻 PP

続いて、チーズ染色用の穴あきボビンに、きつく巻いた PP 糸を用いて同様の手順で染色実験を行った。その結果、表面部分はやや薄く染色されたが、中心部はまったく着色していないことが確認された(Fig. 3 右)。これは、ボビンにきつく巻かれた状態では、PP の高い疎水性の影響でチーズの内部まで十分に染液が到達していないためであると考えられる。この問題点は、チーズ染色機の実機を用いて、より激しい液流で染液を攪拌することにより改善可能であると考えている。

4. 結言

PP 繊維を表面改質や染着可能な部材を混合することなく、100°C程度の温度条件で染色することができた。今後は、量産に向けて実機を用いた条件検討が必要である。

参考文献

- 1) Nello Pasquini: 新版 ポリプロピレンハンドブック, 第1版 (2012)620-657

*現 ツカサプログレス株式会社

自社開発素材である「フェザーコットン®」を用いた機能素材の開発

生産システム課 牧村めぐみ 金丸亮二 野尻智弘 吉田巧 製品科学課 石割伸一 中橋美幸 西田公信
有限会社セルダム 堀裕見子 松本径子

1. 諸言

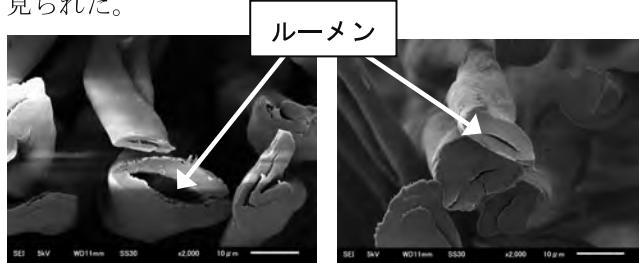
有限会社セルダムが開発した素材であるフェザーコットン®は、従来にない風合いを持つ素材として注目されている。そこで、登山用のダウンジャケットとしてフェザーコットン®を使用し、ダウンプルーフ機能を持たせた高密度織物生地、並びにストレッチ糸とフェザーコットン®を用いた妊婦用セーターを開発すること、並びにこれらの素材と開発品を分析評価し、差別化素材として商品化を図ることを目的とした。

2. 実験方法および結果

2.1 フェザーコットン®の素材分析および織物素材機能試験・評価

フェザーコットン®の糸と織物素材について、織度・油脂分・ルーメンの SEM 観察・通気度・吸湿性・消臭性・風合い・耐光性・耐洗濯性・摩擦・昇華・縫目滑脱抵抗力・ピーリング試験を行った。

フェザーコットン®と綿コマのルーメン（綿の中心部にある内腔）の SEM 像の一例を図 1 に示す。天然繊維のため個々の繊維のバラツキは大きいが、フェザーコットン®は比較的ルーメンの開口が大きい傾向が見られた。



フェザーコットン 60/2 茶色 綿コマ 60/2 ブルー

図 1 ルーメンの SEM 像

2.2 ダウンプルーフ機能を備えたウエア用薄地綿織物の開発

経糸にポリエステル、横糸にフェザーコットン®を利用したダウンプルーフ生地を用い、ダウンジャケットを試作した（図 2）。

試作品について引裂き強度、羽毛抜け、通気度試験等を行ったところ、殆どの試験で目標値を達成した。



図 2 試作したダウンジャケット

2.3 ストレッチ綿糸の開発とそれを用いた妊婦用セーターのデザインと試作

7 種類の機能素材を選択しフェザーコットン®と撚糸後編地試作をした。本研究では全て 12G で編立性能を比較試験した。

JIS L1096 D 法により伸長回復率試験を行い、伸長回復率（%）、残留伸び（mm）、30%伸長時の最大荷重（gf）を測定した結果、フェザーコットン®とライクラを撚糸した編地が最大荷重が小さく、伸びに余裕があることが分かった。その他の結果も考慮し、フェザーコットン®とライクラの撚糸が糸の相性が良い事までは分かったが、編地にした時に斜行が生じたため、糸制作を改善する必要があった。

3. まとめ

経糸にポリエステル、横糸にフェザーコットン®を用い、着心地の良いダウンプルーフ機能を備えたウエア用薄地綿織物を開発した。

また、妊婦用セーターに使用するストレッチ糸を開発するため、7 種類の機能素材を選択しフェザーコットン®と撚糸後編地試作をし、伸長回復率試験を行った。その結果フェザーコットン®とライクラの撚糸が糸の相性が良い事が分かった。

※ 本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の平成 28 年度产学研官連携推進事業において実施したものである。

耐薬品性と高耐水性に優れた資材用ナノファイバー不織布の加工技術開発

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、一般用資材分野においてもフィルター用途、貼付剤用途、テキスタイル用途をはじめとした、各種資材用途に幅広く利用できるナノファイバー不織布及び複合ナノファイバーや生地は近年注目を集めている。本研究ではこれらを製造する量産技術の向上を図り、耐薬品性・耐水性に優れ、従来の透湿性を両立したナノファイバー不織布の安定生産を達成する。

2. 実験方法

昨年度までに共同研究で第一編物㈱と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ユニット部を改良し、最大でノズルバーを3本(ノズル24穴)まで設置できるようにした。この改良型を基にナノファイバーの生産性を向上させた。

また、ポリフッ化ビニリデン(PVDF)を用いた樹脂を溶媒で溶かし、調整した樹脂溶液を連続型ナノファイバー量産装置に手紡糸試験を行った。得られたPVDFナノファイバーについては接触角試験、耐薬品試験、耐水試験などを行い、耐薬品性並びに高耐水性であることを確認した。

3. 実験結果および考察

3.1 ナノファイバーの生産性向上について

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ユニット部の改良を行った。図1の様にノズルバーを増設し、それぞれのノズル穴からのナノファイバー同士が干渉しないように、また、できあがりのナノファイバーに厚みのムラが生じないように設置位置の微調節を行なながら試験を行った。最終的に、各ノズル穴間を30mm間



図1. 連続ナノファイバー量産装置におけるノズル増設試験の様子

隔の距離にしたところ、従来の紡糸能力を落とさずナノファイバー不織布を作製できることを確認した。

3.2 ナノファイバーの高性能化に関する研究

PVDFを用いた樹脂を特定の溶剤比で溶かしこむことにより、安定したナノファイバー紡糸条件を達成した。この条件で得られたナノファイバーシートは、従来のポリウレタンで作製したナノファイバーシートと比較して高い耐薬品性を有し、また、ポリウレタンに近い伸び性を有している。また、表1に耐水性の試験結果を示した。防水性はウレタンと比較して非常に高く、撥水性についても接触角150°以上の高い数値を得られた。

また、PVDFについてもマルチノズル式連続型ナノファイバー量産装置での生産を行い、従来のポリウレタン樹脂と比較しても生産性に優れていることが確認できた。

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1. PVDFおよびPUナノファイバー不織布の防水性および撥水性

	樹脂A	樹脂B	樹脂D
樹脂材料	PVDF	PVDF	PU
防水性	300ml以上	200mlで漏れ	40mlで漏れ
接触角度	151°	147°	20°未満

4. 結言

溶液の調整や、固形分率の設定、攪拌時間による紡糸効率の変動を確認しながら、最終的に、長尺での高性能ナノファイバー紡糸を達成した。得られた高性能ナノファイバー不織布については、平均厚み、伸度、伸長時応力、透湿度試験などといった従来の物性評価に加え、撥水性や防水性を確認するために接触角試験、および耐水圧試験を行い、従来のPUナノファイバーと比較しても優れた面が多いことが確認できた。

昨年度の研究で得られた高性能ナノファイバー不織布に関しては、医療メーカーに同不織布を提示し、実際に用いる医療用薬剤を使用しての耐薬品性試験を行い、従来のPU樹脂よりも高い耐薬品性を有していることを見出した。

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 小幡勤^{*1}

群馬大学 横堀武彦 富山大学 長田拓哉 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。昨年度までの研究において、Deterministic Lateral Displacement 法¹⁾を用いて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。

今年度の研究では、共同研究を行っている大学の協力のもと、肺がん由来細胞株 (PC-9) を分離する実験を行った。

2. 実験

チップは既報²⁾と同様であり、構造を図 1 に示す。サイズ分離部に林立した微細な円柱の直径、間隔などを変えることによりサイズ分離のしきい値を変えた 3 種類のチップを作製して実験に用いた。細胞は肺がん由来細胞株 PC-9 (理研 BRC より入手) 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 500 cells/mL となるように送液バッファー (25wt% Glycerol, 0.5% BSA, 2mM EDTA, PBS) に加えたものを試料とした。Inlet 1 から試料を、Inlet 2 から送液バッファーのみをそれぞれシリンドリポンプにより流速 200μL/min で送液した。Inlet 1 から入った試料のうち細胞以外のバッファーはサイズ分離部の上側の流れ、Outlet 1 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、Outlet 2 から回収される (この液を「回収液」とする)。

3 種類のチップを使った実験について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。チップ No.1 は昨年度と同様の柱の直径 70μm、ピッチ 100μm、間隔 30μm、高さ 50μm のチップである。No. 2 は柱の直径 63μm、ピッチ 90μm、間隔 27μm、高さ 50μm のチップ、No. 3 は柱の直径 56μm、ピッチ 80μm、間隔 24μm、高さ 50μm のチップである。培養細胞の回収率は No. 1 が 94.5%、No. 2 が 99.8%、No. 3 が 99.8%以上であった。

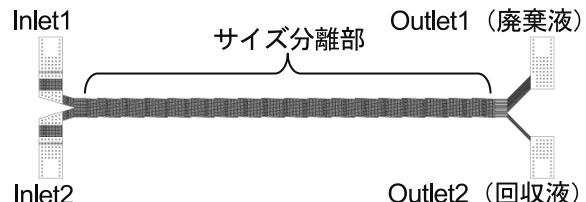


図 1 チップの構造

表 1 細胞分離実験結果

Chip No. (柱の間隔)	回収液中の 細胞数 (割合)	廃棄液中の 細胞数 (割合)
No.1 (30μm)	413 個 (5.5%未満)	24 個 (94.5%)
No.2 (27μm)	428 個 (0.2%)	1 個 (99.8%)
No.3 (24μm)	408 個 (0.2%未満)	0 個 (99.8%以上)

これらのことから、開発したチップは高い分離性能をもつこと、柱の間隔が小さいチップはサイズ分離のしきい値が小さいためより高い割合で細胞を回収できることを示した。しきい値が小さくなると白血球等の標的外の細胞がより多く混入するようになるため、実験の目的に合わせてしきい値を選ぶ必要がある。

3. 結言

開発したマイクロ流体チップを用いて肺がん由来の培養細胞を分離する実験を行い、チップが高い性能を持つことを示すことができた。これにより、今後さらに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)Huang et al. Science 304, 987 (2004)

2)富山県工業技術センター研究報告 30, 89 (2016)

謝辞

本研究は JSPS 科研費 JP26350557 の助成を受けたものです。

*1 現 商工企画課

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

1. はじめに

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。2 年度においては、放射光 X 線ラミノグラフィを適用したモニタリング技術に基づいて、通電状態におけるダイアタッチ接合部における疲労き裂をその場観察し、その進展過程を定量化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。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、チップ抵抗が実装された縦 3 mm × 横 3 mm のセラミック基板を、縦 40 mm × 横 40 mm の FR-4 基板に、Sn-3.0wt%Ag-0.5wt%Cu 鉛フリーはんだによってダイアタッチ接合したものである。熱疲労き裂の進展過程を観察するために、実装されたチップ抵抗に 10 min 通電し、その後 10 min 非通電状態で室温にさらすものである。これにより、ダイアタッチ接合部は、通電中に約 110°C まで加熱され、非通電の 10 min で室温付近まで温度が降下する。

3. 疲労き裂の進展過程の観察および定量化

任意のサイクル数においてラミノグラフィ撮影を行った。図は、接合部におけるはんだ層の変化をラミノグラフィ画像で示す。同一試験体において基板と平行な同一断面であり、各々 500 および 4750 サイクル後におけるものである。500 サイクル後で観察された空隙は、ほとんどが初期ボイドとみられる。4750 サイクルへと繰返し負荷が進むに従い、微小なき裂が、接合部のコーナー部とは反対側の画像右上付近において、顕著に増加していることが分かる。大きく変形している疲労き裂も確認できる。

疲労き裂の進展過程を定量化するために、得られたラミノグラフィ画像を基に、疲労き裂とボイドを含む空隙

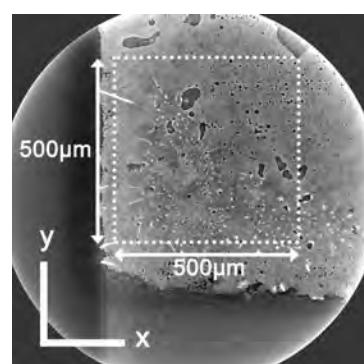
の断面積を計測した。撮影範囲が、サイクル数ごとにやや異なるため、図(a) に示すように、500 μm × 500 μm の同一矩形内で計測を行った。サイクル数が進むに従って、き裂断面積がほぼ直線的に増加する結果となった。平均き裂進展速度は、約 1.6 μm²/cycle であった。

4. まとめ

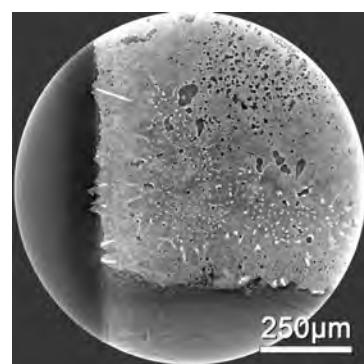
放射光 X 線ラミノグラフィを用いた疲労き裂モニタリングは実用レベルに到達し、パワーモジュール等の接合部における実用的な信頼性評価が可能となった。

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。



(a) After 500cycles



(b) After 4750 cycles

Fig. Laminography images of fatigue cracks in the same solder joint, showing the fatigue crack propagation process

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 銀澤浩文^{*1} 千葉大学 関実

1. 緒言

化学分析や合成をマイクロ流体デバイス上の微小空間で行うためには、流路に耐薬品性、撥水性の特性を付与することが望ましい。従来より、PDMS やアクリルチップ上に有機フッ素樹脂膜を生成する手法が試みられているが、成膜法や膜厚に起因して十分な耐薬品性を得ることは困難である。そこで、本研究ではバルクのフッ素樹脂プレートを反応性イオンエッチング法で直接加工した、オールフッ素樹脂のマイクロ流体デバイスを提案している。昨年度までに平滑面を形成するエッチング条件、深堀するための PDMS ステンシルマスクを開発したが、ステンシルマスクのエッチング耐性や蓋基板との接合条件についての評価は検討していなかった。そこで、今年度は PDMS マスクのエッチング耐性とナノインプリント装置を用いた PFA 基板の接合条件の確立に取り組んだ。

2. 実験方法

2.1 PDMS ステンシルマスクのエッチング耐性

25 mm 角、厚さ 1 mm の PFA 及び PTFE 基板に直線流路パターンを持つ PDMS マスクを形成した後、平滑性と深堀条件を両立した酸素プラズマ条件下（ガス流量 10 sccm、RF 電力 50 W、プロセス圧力 0.5 Pa、加工時間 1 時間、ステージ温度 0°C）でエッチングを行い、マスク選択比について調査を行った。

2.2 PFA 基板の熱融着接合

PFA の接合に、ナノインプリンティング装置（ナノインプロ Type 105、アイトリックス製）を用いた。二枚の PFA 基板を φ50 mm のカバーガラスで挟み込み、ガラスの上から圧縮力を印加した。圧力は 0.06~0.50 MPa、接合温度は 275~320 °C、保持時間は 120~1,200 秒の間で変化させ、最適な接合条件について検討した。

2.3 PFA 流体チップの耐薬品特性評価

PDMS ステンシルマスクを用いて作製した流路基板と蓋基板を 2.2 で求めた最適条件で接合し、オール PFA の流体チップを作製した。また、比較のため、同じ流路構造をもつ PDMS 製流路チップを作製した。これらのチップにシリジポンプを用いてヘキサン（0.1% v/v）を 500 mL/min で 10 分間連続導入し、液漏れの有無や流路断面構造の形状変化について評価を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 PDMS ステンシルマスクのエッチング耐性

Fig. 1 に、PFA、PTFE、PDMS のエッチング速さを示す。PDMS マスクの PFA 及び PTFE に対するエッチング選択比はそれぞれ 14 と 10 であり、高い選択比を示すことがわかった。PDMS は主鎖のシロキサン結合が高い結合エネルギーを有しており、イオンやラジカル照射によって結合が解離しにくいことが理由の一つと考えられる。

3.2 PFA 基板の熱融着接合

様々な条件で接合を行い、圧力が 0.4~0.5 MPa、接合温度が 290~300°C、圧力保持時間が 1,200 秒の条件で安定に接合することを見出した。接合条件は温度条件に敏感であり、軟化温度である 310°C に近い温度でのみ接合条件が存在し、310°C を僅かでも超過すると溶解する。

3.3 PFA 流体チップの耐薬品特性評価

Fig. 1 に、PFA 製流体チップの送液後の流路構造を示す。ヘキサンを流したことによる流路構造の変形は見られず、漏液も見られなかった。一方、PDMS 製流体チップは、送液後わずか数秒で流路の閉塞が見られた。



Fig. 1 Cross-sectional view of PFA microfluidic chip

4. 結言

フッ素樹脂製マイクロ流体デバイスを実現するため、フッ素樹脂を加工する PDMS マスクの特性と PFA 基板の接合条件について検討した。今後は、微粒子作製チップなどに展開していく予定である。

謝 辞

本研究は、独立行政法人日本学術振興会科学研究費補助金（基盤研究(C) 研究課題番号：15K05749）の助成を得て実施されたことを記し、謝意を表する。

*1 現 企画情報課

口腔癌における循環癌細胞の分離による個別化治療法の開発

電子技術課 高田耕児 中央研究所 小幡 勤^{*1)}

鹿児島大学 山下麻由美 杉浦剛

1. 緒言

悪性腫瘍の経過中に血管やリンパ管に腫瘍細胞が侵入し、これが転移を起こすことが知られている。また、転移を起こす細胞は高浸潤性で様々な治療に耐性を有することも経験的に知られており、転移巣の治療は困難を極める。私達はこれまで Deterministic Lateral Displacement の原理¹⁾を用いたマイクロ流体チップにより血管に侵入した腫瘍細胞を分離するための研究開発を行ってきた²⁾。

本研究では、循環腫瘍細胞(CTC)の分取技術を確立するとともに、CTC の性格分析・治療に対する感受性について検討し、CTC 解析による個別化治療への基盤となる知見および技術を確立することを目的としており、センターとしてはマイクロ流体チップを用いた CTC の簡便な分取法についての検討を行った。

2. 実験

鹿児島大学で利用されるマイクロ流体チップ（平成28年度中に新たに設計・試作されたチップであり、本報告書の「細胞をサイズで分離するマイクロ流体チップの量産化に関する研究」を参照）について、そのチップに送液するためのホルダ、ホルダと送液チューブを繋ぐためのコネクタ等について検討した。図2にチップをチップホルダに固定し、コネクタ、チューブ等を接続した写真を示す。チップへの inlet 側では圧力が高くなる。漏れが生じないようにするためにチューブとコネクタの継手をさらに別の部品で押さつけるように改良し、漏れのない送液を可能とした。outlet 側では細胞が重力による沈降の影響を受けないように工夫した。すなわち内径の小さい（0.5mm）チューブを繋ぐことで、チューブ内の流速を高めて、細胞が重力による沈降に関わらず排出できるようにした。さらに、シリジポンプ、シリジ、三方コック、各種コネクタ等を組み合わせた送液システム（図2）を組み立てるとともに、鹿児島大学でそのシステムを簡便に利用できるように操作マニュアルを作製した。

また、今後チップで回収した細胞を簡便に解析するために、細胞の表面分子等の特徴を波長の異なる3種類の蛍光標識抗体で色分けするための検討を行った。顕微鏡の蛍光ミラユニットについて、B 励起は励起

460-495nm バンドパス、吸収 510-550 バンドパス、ダイクロイックミラー 505nm のもの、Y 励起は励起 540-585nm バンドパス、吸収フィルター 600nm 以上透過、ダイクロイックミラー 595nm のものに変更し、これまでの U 励起フィルターユニットと組み合わせることにより3色で色分けができるよう検討した。

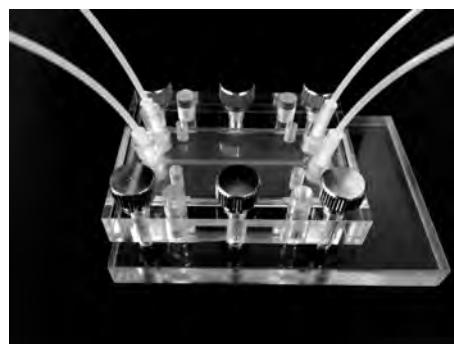


図1 チップホルダの写真



図2 送液システムの写真

参考文献

1) Huang et al. Science 304, 987 (2004)

2) 富山県工業技術センター研究報告 30, 89 (2016)

謝辞

本研究は JSPS 科研費 JP16K11728 の助成を受けたものです。

*1 現 商工企画課

粒子を迅速にサイズ分離できる新規大流量マイクロチップの開発

電子技術課 高田 耕児
富山大学 長田 拓哉

中央研究所 小幡 勤^{*1}
群馬大学 横堀 武彦

1. はじめに

粒子をサイズによって分離する技術は多くの分野において重要である。その中でも「Deterministic Lateral Displacement」(DLD)の原理¹⁾を用いたマイクロ流体チップによる分離法は、目詰まりを防いで連続的に粒子(数百 nm ~ 数十 μm)をサイズ分離できる方法として注目されている。

この方法の応用可能分野は多岐にわたり、医薬品・化粧品分野では有効成分を含む粒子やエマルションのサイズによる分級等に用いることができる。医療分野では、標的細胞の分離等に用いることができる。将来的に処理量の問題を解決できれば、種々の機能性材料(セラミックス粒子、金属粒子、樹脂粒子、顔料粒子等)の分級にも用いることができる可能性がある。

私たちは、これまで流路構造(柱間のギャップ、柱のシフト量、柱の高さ等)や緩衝液(増粘剤の添加等)について多くの検討を行うことにより、標的細胞と血液細胞との分離性能、標的細胞の回収率の両面で優れた性能を示すチップを開発することができた²⁾。しかし、このチップは処理スピードが遅く(0.1mL/min.)、多サンプルを処理する場合や大量のサンプルを処理する場合(希少粒子の回収・工学的用途の粒子分級)に時間がかかりすぎるため、本研究において迅速なサイズ分離ができるチップの開発を行った。

2. 大流量チップの試作と評価

粒子を迅速にサイズ分離できるマイクロ流体チップを開発し、ビーズや細胞などの粒子を用いてその性能を評価した。

2.1 大流量チップの試作

大流量化するために流路をチップ内で並列化したチップの開発を行った。図1上段は流路を10本並列化したチップの図であり、中段は実際に作製したチップ(流路とフタを貼り合わせたもの)の写真、下段はマイクロ流路の電子顕微鏡写真である。微細な円柱が40,000個林立したチップであるが、問題なく成形することができた。入口は1つであり、出口はフタ側にも流路を作ることにより2つにまとめた。フタは中フタと外フタの2種(図2)を設計して組み合わせた。また図3に示すようにマイクロ流体チップに送液チューブを繋ぐためのチップホルダも新たに開発した。

2.2 大流量チップへの送液実験

試作した大流量チップを用いて、ビーズの分離・回

収実験を行った。ビーズ(Megabead NIST Traceable Particle Size Standard)は直径15μmのものを用い、シリンドリポンプにより流速4mL/min(従来のチップの20倍の流量)で送液した。回収液と廃棄液(図1の上段参照)を採取した結果を図4に、ビーズ数を計測した結果

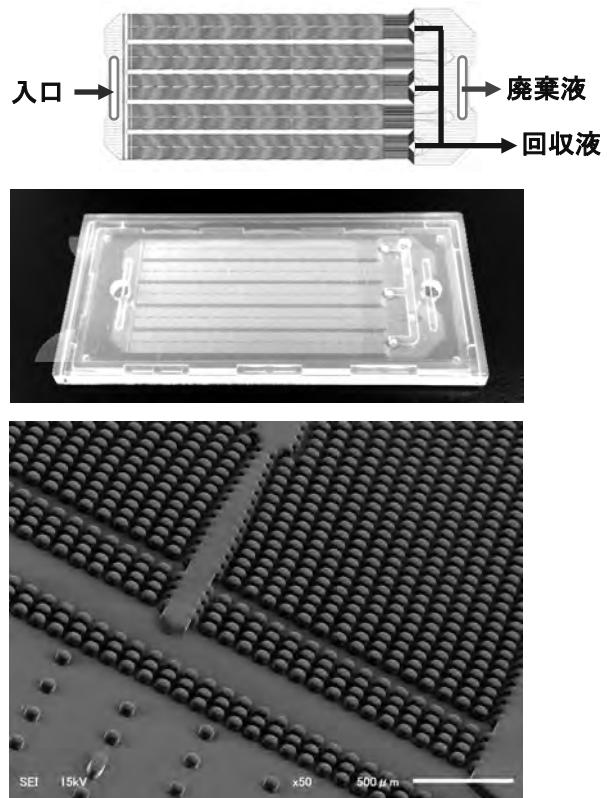


図1 大流量チップの構造(上段)、
試作したチップの写真(中段)、流路のSEM像(下段)

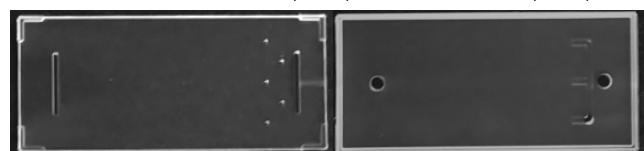


図2 中フタ(左)と外フタ(右)



図3 チップホルダ

*1 現 商工企画課

を表 1 に示す。回収液のビーズ数 218 個に対して、廃棄液のビーズ数 2 個であり、99.1% のビーズを回収することができ、十分な性能を持つことを確認した。

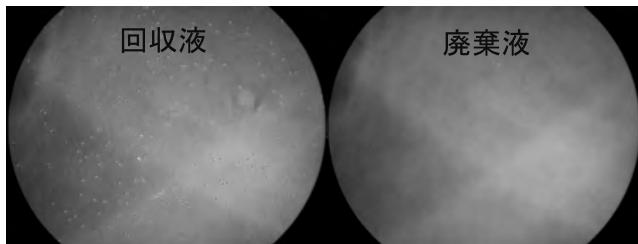


図 4 ビーズ分離実験(左が回収液、右が廃棄液)

表 1 ビーズ数計測結果

	回収液	廃棄液
ビーズ数 (割合)	218 個 (99.1%)	2 個 (0.9%)

次に、チューブポンプによる送液系(図 5 に示す)により標的細胞が分離できるかを検討した。チューブポンプは連続的に大量の送液が可能であるが、脈動(周期的な圧力変化)があるため粒子分離性能に与える影響の評価が必要である。標的細胞として VX2 ウサギ扁平上皮癌細胞株(東北大学加齢医学研究所医用細胞資源センター)を用いた。

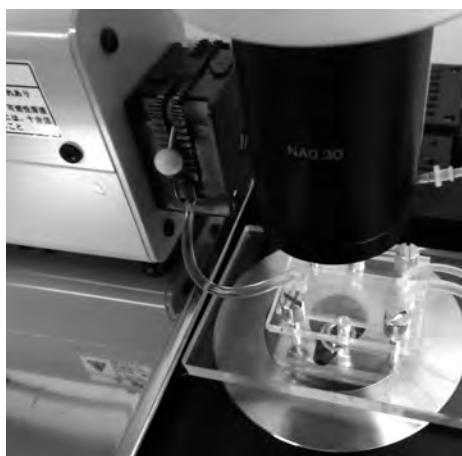


図 5 チューブポンプによる送液系

キーワード：マイクロ流体デバイス、DLD、サイズ分離

Development of High-Throughput Microfluidic Device for Rapid Particle Separation

Machinery & Electronics Research Institute; Koji TAKATA, Central Research Institute; Tsutomu OBATA
University of Toyama ; Takuya NAGATA, Gunma University ; Takehiko YOKOBORI

The method to separate particles by size has a potential to be used in many application such as cell separation, functional particle separation, etc. In this study, we developed microfluidic devices which could be used for high-throughput size-based particle separation. We carried out separation tests using beads and cell line, and showed that these particles were rapidly and successfully separated by our microfluidic chips.

チューブポンプにより標的細胞を大流量チップに流し、回収液と廃棄液の標的細胞数を調べたところ図 6 に示すように、ほぼすべての細胞を回収することができた。

これらのことから試作した大流量チップは従来の 20 倍程度の流量で処理でき、かつ高い粒子分離性能を持つことが分かった。



図 6 細胞分離実験(左が回収液、右が廃棄液)

今後の課題としては、まず長時間サンプルを流した場合にチップから液が漏れることがあったので、チップホルダ等を改良してこの問題を解決すること、実用化を見据えてユーザーが扱いやすいシステムを構築すること、サイズの異なる粒子にも対応できるようにサイズ分離のしきい値を変更したチップを試作し、その性能を評価することなどがあり、今後検討していく。

3.まとめ

粒子を迅速にサイズ分離するための大流量マイクロ流体チップを試作し、微細な円柱が約 40,000 個林立したチップを作製することができた。また、ビーズや細胞の送液実験によりその性能を評価したところ、これまでの 20 倍程度の流量で処理でき、かつ高い粒子分離性能を持つことが分かった。

参考文献

- Huang *et al.* Science **304**, 987 (2004)
- 特願 2016-77717 「細胞を分離する方法及び装置」

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、本保栄治

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、表面積の大きな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、各種酸化物ナノ粒子へのPt微粒子の担持および担体へのシリカコーティング層の形成について検討した。作製した各種担体は燃料電池の触媒としての応用を試みた。

2. 実験方法

酸化物微粒子として平均粒子径が数十nmの市販のCuO、SnO₂、ITO、CeO₂、Ho₂O₃、Bi₂O₃の各微粒子（NanoTek®、シーアイ化成）を用いた。塩化白金酸を出発原料としてPtコロイド液を調整し、酸化物微粒子を含浸させたのち、ろ過、洗浄を行い、乾燥した。回収した粉は3%H₂雰囲気200°C1hで還元処理を行なった。¹⁾作製した担体表面へのシリカ層の形成を目的として、水、有機酸、メタノールの混合液にテトラエトキシシラン(TEOS)、メチルトリエトキシシラン(MTES)、フェニルトリエトキシシラン(PhTES)を単体もしくは組み合わせて混合し、1hの加水分解処理ののち、担体の含浸処理を行なった。単体の回収、乾燥後、350°C-2hの熱処理を行なった。作製した担体はTEM観察およびXPS、XRD、EPMAによる分析を行なった。

作製した担体は、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

各種酸化物をPtコロイド液への含浸し、Pt微粒子を担持させ、200°Cで還元処理した試料のTEM観察結果を図1に示す。CuO、Bi₂O₃は還元処理の熱により酸化物微粒子およびPt微粒子が凝集した。他の酸化物では担持Ptや酸化物の凝集は見られず、均一にPt微粒子が担持され

たままであった。担持されたPtの粒子径は、ITO、SnO₂、CeO₂上に担持されたものは数～5nm程度であった一方で、Ho₂O₃上に担持されたものは2から3nm程度と比較的小さな粒子となった。いずれの試料もXRDから求めたPtの結晶子サイズは2-3nmであった。凝集の起こらなかつたPt担持ITO、SnO₂、CeO₂、Ho₂O₃のそれぞれの粉末試料についてEPMAによりPt量を評価したところ、仕込み組成でPt量20wt%に対して、いずれも18～19wt%程度であった。

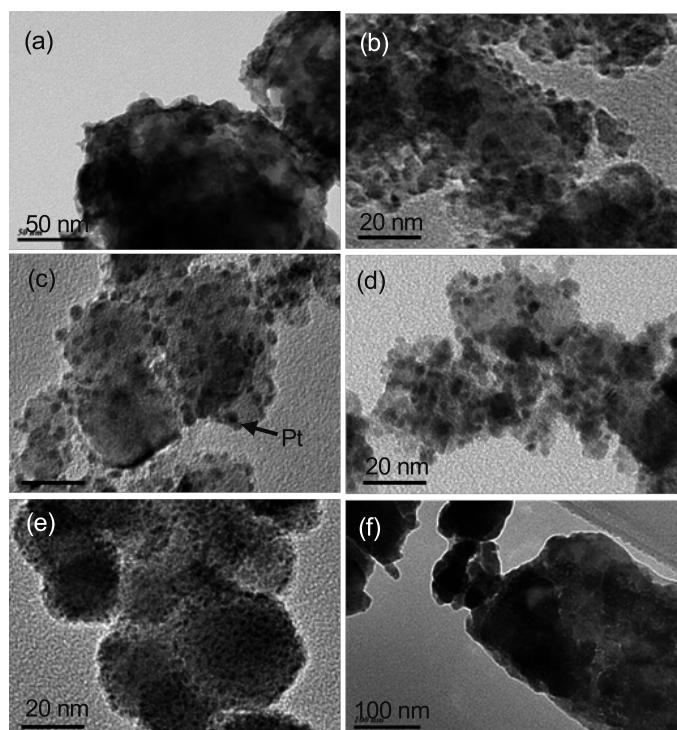


Fig. 1 TEM images of Pt loaded oxides prepared using (a) CuO, (b) ITO, (c) SnO₂, (d) CeO₂, (e) Ho₂O₃, and (f) Bi₂O₃

Table I Open circuit potential (OCP) of prepared cell

Sample	SnO ₂	ITO	CeO ₂	Ho ₂ O ₃	C-Pt
OCP (V)	0.82	0.88	0.55	0.56	0.94

還元処理工程においても凝集が起こらなかつた、Pt担持SnO₂、ITO、CeO₂、Ho₂O₃をそれぞれ触媒とした燃料電池の電気特性を測定した。開放電圧測定結果を表Iに示す。ITO微粒子を用いた担体の開放電圧が最も高い値を示した。

開放電圧が最も高い値を示したPt担持ITO微粒子について、シリカコート層の形成手法について検討した。

TEOS、MTES、PhTES、TEOS と MTES を併用した液を用いてそれぞれ処理を行なったところ、MTES と TEOS を併用したときに担体表面にコート層の形成が可能であった。このときの TEM 像を図 2 に示す。担体表面に一様に約 5nm の層が形成されていることを確認できた。得られた担体について XPS による分析を行い、 Si_{2p} ピークに対して波形分離処理を行なった結果、主成分は、 Si_2O_3 と SiO_2 であった。Pt 微粒子の凝集耐性について、熱処理を行なうことで簡易的に評価した。350°C-24h 放置試験前後の担体について TEM 観察を行なったが、コート層の有、無にかかわらず、粒子の凝集は見られず、さらに時間や温度をかけた試験が必要であることがわかった。作製した担体を触媒とした燃料電池の電気特性を測定した。このときの分極曲線を図 3 に示す。コート層なし、コート層ありの触媒を用いた際の開放電圧は、それぞれ、0.88V、0.85V であり、出力電力は、それぞれ、220、130mW であった。コート層による出力の低下が見られたもののコート層を有していても燃料電池が動作することを確認した。比較用の市販の白金担持カーボン触媒を用いた場合の特性には及ばなかったが試作した触媒については Nafion® なしで評価していることから、Nafion® や導電助剤などを最適化することで特性が向上するものと期待される。燃料電池用途としては Pt 担持 ITO 微粒子が有用であったが、今回作製した各種 Pt 担持酸化物微粒子はガスセンサ材料などとしての利用も可能であり、担体に使用する酸化物の種類によって異なる機能を持たせることも可能と考えられる。

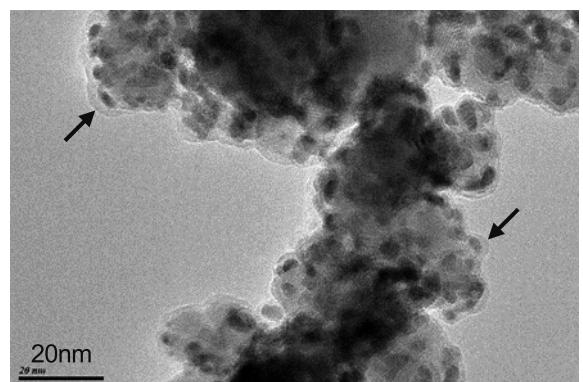


Fig. 2 TEM images of Pt loaded ITO particles with coat layer

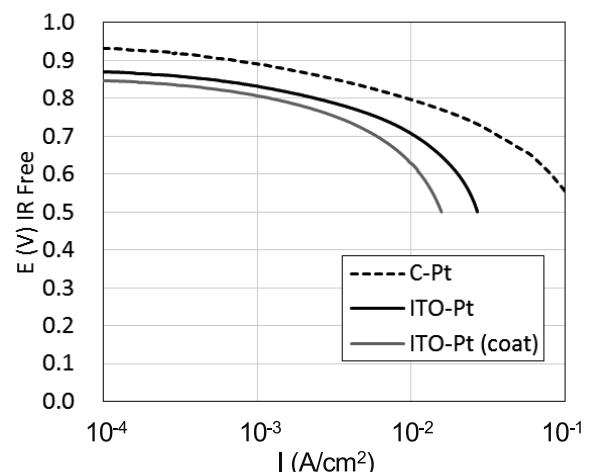


Fig. 3 Polarization curves of prepared cell

参考文献

- 坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告 30 (2016) 94.

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 Eiji Honbo

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 with silica coated layer were prepared. And then, the prepared oxides were applied to cathode catalysts of PEFCs. Pt nano-particles were loaded onto nano-sized CuO , SnO_2 , ITO, CeO_2 , Ho_2O_3 , and Bi_2O_3 by using colloidal Pt solution. The dispersion of the loaded Pt-nanoparticles was uniform. Silica layer was prepared on the surface of the prepared Pt-loaded ITO particles by using silane coupling agents. The thickness of silica layer was approximately 5 nm. Prepared Pt nanoparticles-loaded ITO particles with silica layer 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 Pt-loaded oxides with silica layer were lower than that of the PEFCs using Pt-loaded oxides with silica without silica layer.

チューリップの撮影画像による病気判定

機械システム課 金森直希 生活工学研究所 上野 実

1. 緒言

チューリップ球根は、数十年来、富山県における花卉類の主な生産物であるが、海外産の安価な球根が日本市場の大部分を占めるようになり、県内産球根の出荷球数および県内の生産者数は減少傾向にある。富山県および県内の生産農家等は、県産チューリップ球根の競争力を高めるべく、新品種¹⁾の開発等による県產品種の高付加価値化および生産・管理技術の低コスト化・低労力化に取り組んでいる。チューリップは、富山県の県花でもある。

本研究は、チューリップ球根の現行の生産・管理工程のうち、すべてを人手に頼っている工程である「高頻度の病株抜き取り」の機械化を目指し、その第一歩として、栽培中の一つの品種のチューリップを撮影したカメラ画像から、その株が対象の病気であるか否かの判定を下すアルゴリズムを試作した。

2. 対象とするチューリップの病気および品種

条斑病および微斑モザイク病は、土を媒介して周囲に伝染する性質があり、栽培中の球根を損失するだけなく、土も10年以上チューリップ栽培には適さなくなるとされている²⁾。国内において球根生産用のチューリップは、露地で密集栽培されていることが多く、一度感染が発生すると長期間に渡って多大な影響を及ぼす。そこで、これらのウィルス感染による外観の変化を、カメラ画像からできるだけ早期に発見することを目指す。感染後に現れる外観の変化は、品種により異なるため、研究の第一歩として、一つの品種に現れる画像上の変化を本研究の対象とした。対象の品種は、富山県の登録品種であり生産数の非常に多い「黄小町」とした。

3. 判別アルゴリズムの試作・評価

3.1 概要

栽培中のチューリップを市販のデジタルカメラを用いて比較的大雑把に撮影した画像から判別を行うことを想定した。したがって、撮影画像には、(1)株に直射日光が当たったり影が落ちたりすることがある、(2)撮影状況に応じてカメラが自動的にホワイトバランスや明るさなどを変更することがある、等の大きな変動要因がある。画像上に現れる各々のウィルス病に特有の特徴量を上手く抽出するために深層学習を用い、その特徴量を用いて2クラス判別器を学習させ、判別結果を評価した。

3.2 画像データベースの作成

栽培中のチューリップをデジタルコンパクトカメラ FUJIFILM XQ2で撮影した4,000×3,000ピクセルのJPEG画像を414枚用意し、すべての画像に対して、ウィルス同定した結果をラベルとして付けた。すなわち、チューリップ条斑病および微斑モザイク病に感染しているか否かが既知の画像群を用意した。表1は、各ウィルス病の画像枚数を示す。図1～図3は、それぞれ、健全な株、微斑モザイク病の株、および条斑病の株のカメラ画像の例を示す。

Table 1 Number of images of each virus disease

	感染	未感染
微斑モザイク病	313	101
条斑病	29	385

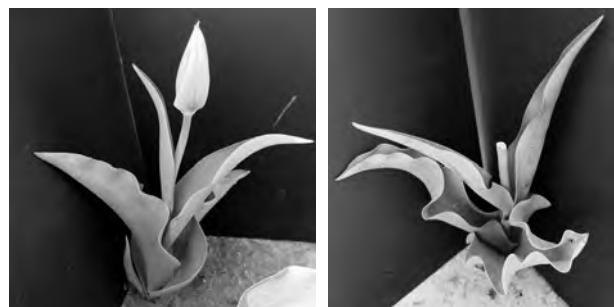


Fig. 1 Examples of healthy plants



Fig. 2 Examples of tulip infected with mild mottle mosaic virus

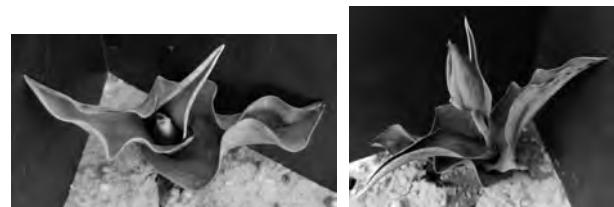


Fig. 3 Examples of tulip infected with streak virus

3.3 特徴量の抽出および判別器の作成

前節で作成した画像データベースから 70%を無作為抽出したものを教師用データセットとし、残りの 30%を判別器の評価用データセットとした。

妥当と考えられる特徴量を迅速に抽出するために、事前学習済の畳み込みニューラルネットワークである AlexNet³⁾を利用した。まず、予め用意しておいた教師用データセットを AlexNet へ入力して学習させた。次に、AlexNet の fc7 層の出力を特徴量とみなし、この特徴量が画像のラベルと合致するように SVM (サポートベクタマシン) 判別器を学習させた。判別器の性能評価は、(1)評価用データを AlexNet へ入力し、(2)fc7 層の出力を判別器へ入力し、(3)判別器の出力（「罹患」または「健全」）を確認することによって行った。

3.3 判別結果

表 2 は、試作アルゴリズムによる判別結果を示す。微斑モザイク病については、感染株の 84.3%が正しく判定され、未感染株については約半数が正しく判定された（約半数の株が、実際には感染していないのに感染している

Table 2 Performance of prototype classifiers

(a) Mild mottle mosaic virus

		判別器の出力	
		罹患	健全
ウィルス	感染	84.3 %	15.7 %
	未感染	56.4 %	43.6 %

(b) Streak virus

		判別器の出力	
		罹患	健全
ウィルス	感染	55.6 %	44.4 %
	未感染	2.6 %	97.4 %

キーワード：チューリップ、カメラ画像、深層学習、条斑病、微斑モザイク病、判別器

Disease Judgment of Tulip Based on Camera Image

Mechanical System Section; Naoki KANAMORI and Human Life Technology Research Institute; Minoru UENO

The tulip which is a prefectural flower in Toyama prefecture is the main flower product in the prefecture. In the cultivation of tulip bulbs, it is extremely important to quickly find and eliminate diseased strains. An algorithm was developed to discriminate whether two major viruses are infected or not by using the camera image of the tulip being cultivated. The algorithm consisted of a feature extraction part using depth learning and a classifier part called a support vector machine. As a result of examining the performance of the classifier, some discrimination performance was obtained. But, the variation in discrimination performance became very large since the number of image data sets for learning classifiers was very small.

と判定された）。チューリップ条斑病については、感染株の約半数が誤判定され（約半数の株が、実際には感染しているのに感染していないと判定され）、未感染株のほぼすべてが健全であると判定された。

教師用データおよび評価用データを無作為に抽出しながら、特徴量の抽出および判別器の学習を実施することを 100 回繰り返した。その結果、条斑病の感染株の判定結果が約 45%の範囲で変動すること、および微斑モザイク病の未感染株の判定結果が約 17%の範囲で変動することがわかった。これらは、対象の画像データが非常に少ないことが原因であると考えられる。すなわち、少ない教師用データによって特徴量の抽出および判別器の学習が行われたために、判定結果の変動が大きくなつたものと考えられる。

4. 結言

本研究では、栽培中のチューリップを比較的大雑把に撮影した画像から、特定のウィルス病に罹患しているか否かの判定を下すアルゴリズムを試作した。

参考文献

- 1) 富山県: http://www.pref.toyama.jp/cms_sec/1613/kj00014132-005-01.html.
- 2) 富山県農林水産総合技術センター園芸研究所: <http://www.pref.toyama.jp/branches/1661/ennken/database/symptomdatabase/manualV1.pdf>.
- 3) A. Krizhevsky *et.al.*: *Advances in neural information processing systems* (2012) 1-9.

謝 辞

本研究の推進に当たり、富山県農林水産総合技術センター園芸研究所に多大な協力を頂きました。ここに謝意を表します。

配向性非鉛圧電膜の開発

電子技術課 坂井雄一、升方康智^{*1}

1. 緒 言

圧電材料はさまざまな電子デバイスで使用されている。現在、鉛を含んだPZT系材料が用いられているが、PZTは、非常に良好な特性を有している一方で、その構成元素に鉛を含んでいるため有害性が指摘され、世界的に鉛を使用しない圧電材料の開発が望まれている。しかし、鉛を含まない材料の開発は、良好な特性を維持する温度領域が狭いなどの問題があり、未だ実用化レベルに達していないために鉛系材料を使用せざるを得ず、RoHS規制の除外対象となっている。非鉛系の圧電材料としては、アルカリニオブ系やチタン酸ビスマスナトリウム系などがあり、これまで、アルカリニオブ系の材料について、良好な特性が期待できる配向性の厚膜形成について検討してきた。¹⁾しかしながら、厚膜は、バルクセラミックスよりも焼成時に大気に露出している表面積の割合が多く、構成元素である、Li、K、Na、Biなどは長時間の焼成では揮発や拡散してしまう。また、焼成後に厚膜が基板から剥離し、安定した厚膜形成が困難であった。今回、焼成条件を中心に剥離の発生しない厚膜形成手法について検討した。

2. 実験方法

市販のLi₂CO₃、Na₂CO₃、K₂CO₃、BaCO₃、Nb₂O₅、ZrO₂、TiO₂、Bi₂O₃を出発原料として、(K_{0.47}Na_{0.47}Li_{0.06})NbO₃-BaZrO₃-(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO₃(以下、LNKN)となるように秤量、混合、固相反応による1000°Cでの合成を行った後、遊星ミルにて1h湿式粉碎し、仮焼き粉末を作製した。この粉末に、焼結助剤としてNiOを添加²⁾し、エチルセルロース系のビヒクル、溶剤、分散剤とともに混練することでスクリーン印刷用のペーストを作製した。Pt下部電極を有するYSZもしくはAl₂O₃基板上に作製したペーストをスクリーン印刷し、脱バインダーののち、本焼成を行うことで厚膜を形成した。焼成方法は通常の電気炉を使用した2時間昇温2時間保持2時間降温のプロファイルのほかに、数分程度の高速昇温、10分保持、高速降温のプロファイルでの焼成も検討した。また、厚膜焼成時に坩堝に厚膜と同じ組成を持つ粉末を入れることで雰囲気焼成についても検討した。作製した厚膜はAuペーストを印刷、焼成することで上部電極を形成した。作製した試料は、SEM観察、X線回折測定、100kHzでの比誘電率、tanδの測定により評価した。

3. 実験結果

通常焼成のほかに、熱履歴の低減効果を調べるために、1,200°Cまで数分で急速昇温した後、10分保持し、数分で降温を行なう温度プロファイルとすることで熱履歴を低減した厚膜を作製した。焼成後、通常焼成で作製した厚膜の一部は剥離したが、短時間焼成で作製した厚膜は剥離が発生しなかった。図1に(a)熱履歴を低減した厚膜および(b)電気炉で通常焼成を行なった厚膜の未剥離部分の表面SEM像を示す。どちらもアルカリニオブ系材料に特徴的な角型の結晶粒が見られた。結晶粒のサイズは、通常の電気炉による焼成では5μm程度であるのに対して、熱履歴を低減させた短時間焼成を行なった厚膜では1から数μm程度と十分に粒成長が進まなかった。図2に(a)焼成

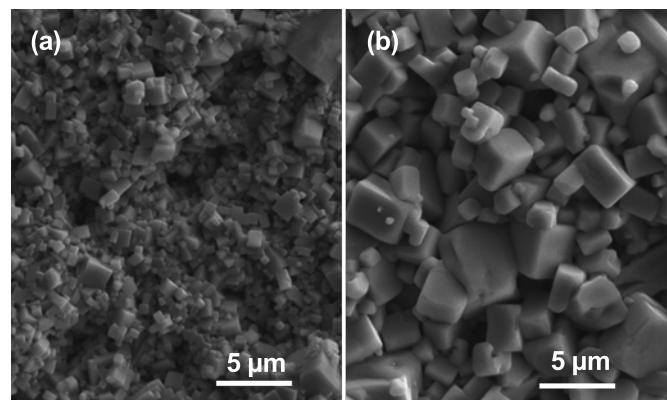


Fig. 1 SEM images of as-fired surface of thick films fired by (a) rapid firing process and (b) conventional firing process

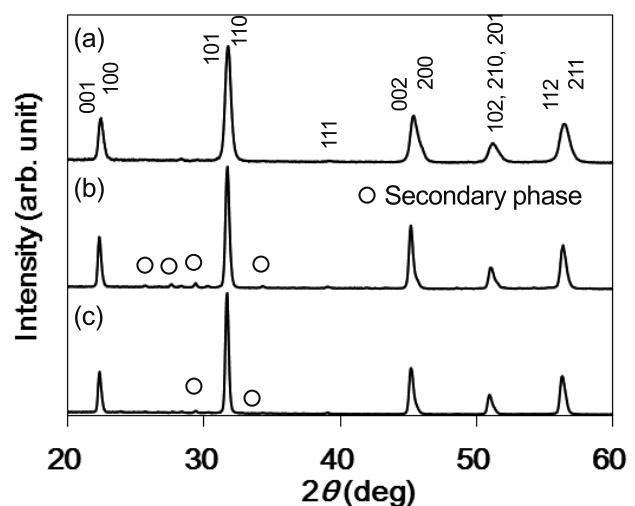


Fig. 2 XRD charts of thick films (a) before firing and fired by (b) rapid firing process and (c) conventional firing process

*1 現 商工企画課

Table I Properties of thick films

Sample	Substrate	Firing	Atmosphere	After firing	Dielectric constant	$\tan\delta$
A	Al_2O_3	Rapid	LNKN	adhered	700	0.065
B	YSZ	Rapid	LNKN	adhered	540	0.079
C	Al_2O_3	Conventional	LNKN	adhered	680	0.040
D	YSZ	Conventional	LNKN	adhered	260	0.060
E	YSZ	Conventional	None	delaminated	280	0.046

前、(b)短時間焼成後、(c)通常焼成後のX線回折測定の結果を示した。短時間焼成、通常焼成いずれの場合も若干の異相がみられた。次に焼成雰囲気について検討した。作製した厚膜の特性一覧を表1に示す。雰囲気調整がない場合は剥離が発生する一方で、雰囲気焼成を行なうと短時間焼成、通常焼成いずれも剥離は起こらなかった。短時間焼成では誘電損失が通常焼成よりも大きな値を示した。

図1に見られるとおり、短時間焼成では焼結が十分に進んでいないためと考えられた。図3に雰囲気下での焼成を行った厚膜のX線回折チャートと002、200ピーク付近の拡大図を示す。いずれの試料も異相は見られなかつた。短時間焼成の厚膜と通常焼成の厚膜を比較すると、通常焼成では002と200ピークが明瞭に分かれている一方で、短時間焼成では分かれておらず、通常焼成の方がc/a比が大きい結果となった。この原因も短時間焼成では十分に焼結が進んでいないためと考えられた。YSZ基板上に形成された厚膜は Al_2O_3 基板上に形成された厚膜よりも200ピークの強度が小さくc軸にやや配向してきることが確認された。YSZ上に形成された厚膜の比誘電率が Al_2O_3 上に形成された厚膜よりも小さな値を示したのは、このc軸への配向に起因する。³⁾以上の結果から、安定した厚膜形成には焼成時の雰囲気調整が重要であること、

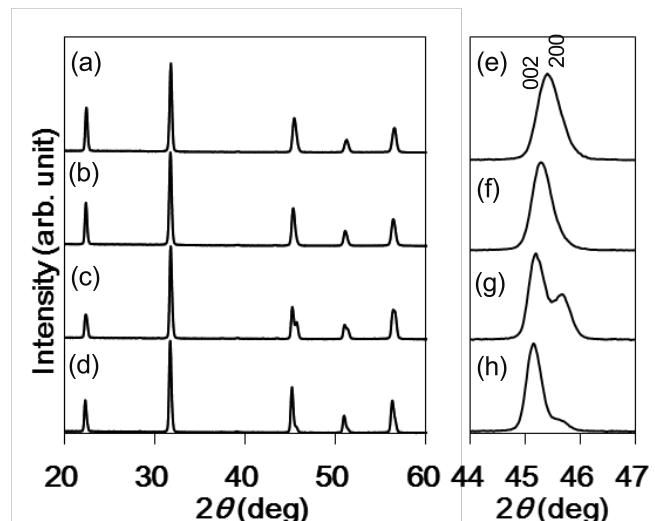


Fig. 3 XRD charts of (a, e) sample A, (b, f) sample B, (c, g) sample C, and (d, h) sample D

基板の種類により膜の配向が変化することが明らかとなつた。

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) 7.
- 2) Y. Sakai *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys., **53** (2014) 09PB07.
- 3) P. W. Rehring *et al.*: IEEE Trans, Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control **47**, (2000) 895.

キーワード：非鉛、圧電体、強誘電体、アルカリニオブ系

Development of Lead Free Piezoelectric Thick Films

Toyama Industrial Technology Center; Yuichi SAKAI and Yasutomo MASUGATA

$\text{Pb}(\text{Ti}, \text{Zr})\text{O}_3$ (PZT) and its related materials have been applied for actuators and energy harvesters because of their excellent piezoelectric properties. However, due to environmental issues, there is a strong demand for developing lead free piezoelectric materials. Lead free (K , Na , Li) NbO_3 - BaZrO_3 -(Bi , Na) TiO_3 (LNKN) ceramics is one of candidates for PZT, owing to its temperature-stable MPB. In this study, firing processes of LNKN thick films by screen printing were investigated. Firing temperature profiles of thick films were studied. Whereas delamination of thick films was occurred after conventional firing process, thick films were adhered to substrates in the case of applying rapid firing process. However, grain growth of thick films prepared by rapid firing process was insufficient. Firing atmosphere of thick films was also studied. Adjustment of firing atmosphere by LNKN was useful for prevention of the delamination and improvement of electric properties.

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^{*1}、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、チタン酸ジルコン酸鉛(PZT)を用いた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セラミックスやSiなどの基板を用いずに圧電膜を形成する必要があるが、金属基板を用いると、PZT膜の焼成時の基板の元素の拡散によりPZT膜の圧電性の低下が問題となる。今回、フレキシブルな圧電素子を形成する手法として、高温で燃焼または分解する材料を基材として用い、PZTゾルゲル液を塗布して焼成を行い、焼成後に残ったPZT膜を用いてフレキシブル圧電素子を形成する手法を提案した。基材としては、カーボンナノチューブ(CNT)シートに着目し、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-10(110/52/48)を用いた。厚さ約1μmのCNTシート(浜松カーボニクス製)をテフロン製の板に載せた状態でCNTシート上にPZTゾルゲル液を滴下し、スピンドル法によりPZTゾルゲル膜を形成(500×10s→2500rpm×30s)した後 120°C-10min乾燥→300°C-10min仮焼成を行った。CNTシートをテフロン製の板に載せた状態で仮焼成を行うのは、PZTゾルゲル液の仮焼成時に板とCNTシートの密着を防ぐためである。その後、表面にPZT膜が形成されたCNTシートをテフロン板から剥離し、焼成を行った。PZT膜を作製する場合、徐々に炉内温度を上昇させて焼成を行うと、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高い温度が必要となるのに対し、急速昇温により焼成を行い、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と、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が形成されるため、徐々に昇温し、焼成する方法と比べて低い

温度でペロブスカイト構造を有するPZT膜を作製することができる^[2]。そこで、PZTゾルゲル膜の焼成は、急速に炉内の温度を上昇させることが可能な高周波誘導加熱炉を用いて行った。

2.2 試験および測定方法

CNTシートについてTG-DTA測定を行い、PZT膜の焼成温度を決定した。作製したPZTゾルゲル膜についてSEMによる表面観察を行った。また、PZT膜のX線回折チャートの測定し、結晶性の評価を行った。作製した薄膜に熱硬化型銀ペーストを塗布して電極を形成し、電気特性の測定を行った。

3. 実験結果および考察

CNTシートの大気雰囲気下におけるTG-DTA測定結果を、Fig. 1に示す。220°C付近から340°C付近までの発熱を伴う重量減少は、アモルファス炭素の燃焼によるものと考えられる。また、620°C付近の発熱を伴う重量減少は、CNTの燃焼によるものと考えられる。PZTの焼成後もCNTの成分が残っていると、PZTの圧電特性に影響を与える可能性が考えられる。そのため、PZTゾルゲル膜の焼成温度は、CNTシートの重量変化が終了する温度以上で行うのが良いと考えられ、PZT膜は700°Cで焼成を行うこととした。

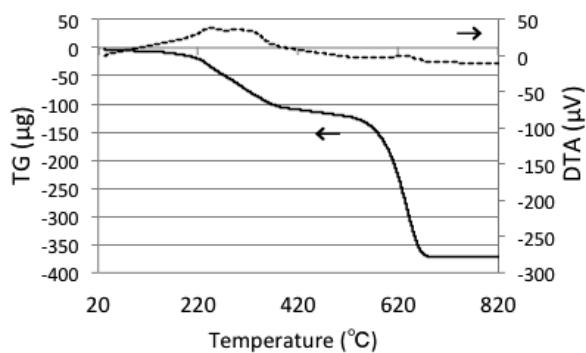


Fig. 1 TG-DTA curves of the CNT sheet

CNTシート表面のSEM像をFig. 2(a)に、PZTゾルゲル液仮焼き後の表面のSEM像をFig. 2(b)に、PZTゾルゲル膜焼成後(700°C-10min)のSEM像をFig. 2(c)に示す。Fig. 2(a)より、CNTシートは、凝集のないCNTが、ある程度一方向校配向性をもって存在していることが分かる。Fig. 2(b)より、PZTゾルゲル液の塗布、仮焼きを行った後

*1 現 商工企画課

も、CNT の形状は維持されていることが分かる。また、Fig. 2(c)より PZT ゾルゲル膜の焼成を行い、CNT シートの燃焼した後も、CNT の形状が維持されていることが分かった。また、作製した PZT ゾルゲル膜は、セラミックスや Si 基板を用いないことから、これらを用いた PZT 膜と比較して高いフレキシブル性を持っており、今回考案した手法でフレキシブル性の高いセラミックス膜を形成可能であることが確認された。

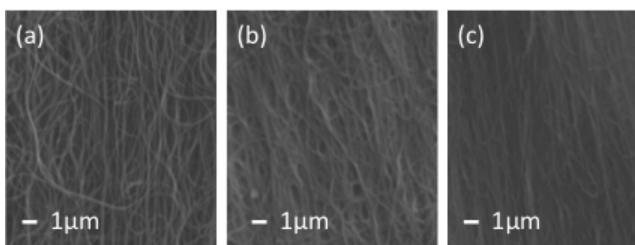


Fig. 2 SEM image of the CNT sheet (a)before coating the PZT (b)before firing PZT film (c)after firing PZT film

Fig. 3 に、作製した PZT ゾルゲル膜の X 線回折チャートを示す。Fig. 3 中の Pr は、ペロブスカイト構造の PZT のピーク位置を示している。作製した PZT ゾルゲル膜の回折位置とペロブスカイト構造を有する PZT のピーク位置

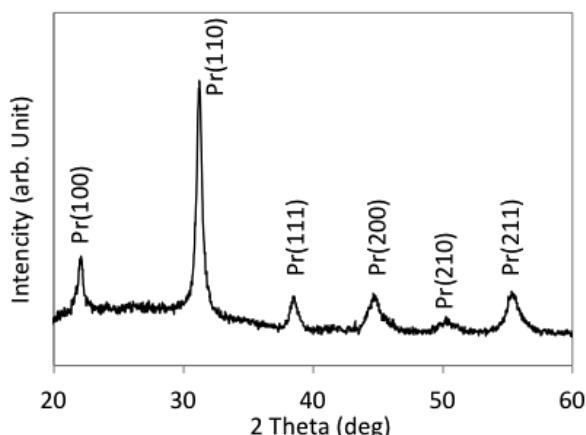


Fig. 3 XRD pattern of the PZT film after firing at 700°C

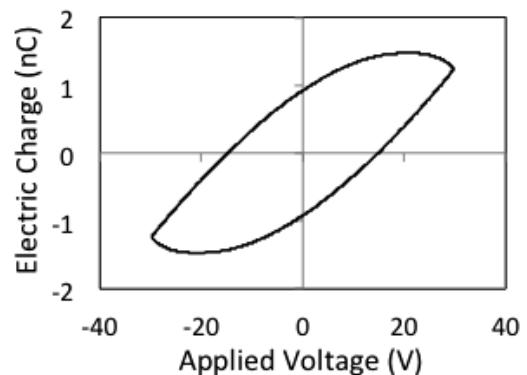


Fig. 4 Hysteresis curves of the PZT film

は一致しており、PZT ゾルゲル膜は異相のないペロブスカイト構造を有していることが分かる。

Fig. 4 に、作製した PZT 膜の圧電ヒステリシス曲線を示す。明瞭なヒステリシスが確認され、作製した PZT 膜は強誘電性を示していることが確認された。しかし、ヒステリシス曲線からはリーク電流の存在が示唆された。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。

4. 結言

フレキシブル圧電体の作製に向け、ゾルゲル液を CNT シートに塗布して焼成を行うことにより、焼成後に残った PZT 膜をフレキシブル圧電体として利用する手法を考案した。ただ、デバイス応用のためにはより詳細な圧電特性の測定と、結晶の高品質化が必要である。CNT シートが高価であるという点、作製時の取り扱いに難があるという課題はあるが、フレキシブルセラミックスの作製手法を確立することができれば、他のセラミックス、たとえばサーミスタ、電波吸収セラミックス、次世代蓄電池用固体電解質などのフレキシブル化への応用も期待できる。

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 vol.29 No.4(1994)

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 fabrication of a flexible lead zirconate titanate (PZT) device, a PZT ceramics film has been prepared by using sol-gel method which can be performed at low firing temperature.

マグネシウム空気電池正極の開発

電子技術課 本保栄治 坂井雄一

1. 緒言

マグネシウム空気電池は、正極として空気中の酸素を利用し、負極として金属マグネシウムを使用するため、資源的にも豊富で高いエネルギー密度の電池が実現できる。しかし、マグネシウム表面や電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。これまで、負極材のマグネシウム合金や電解液について検討してきた。その結果、放電容量の向上には適したマグネシウム合金や電解液の添加物が有効であることがわかつた^{1,2)}。

本研究では、マグネシウム空気電池の電池性能の向上のために、正極である空気極の材料構成や触媒を検討した。そして、空気極の分極曲線測定を行い、空気電池の電流－電圧特性や放電容量について評価を行ったので、その概要を報告する。

2. 実験方法

2.1 空気極の作製と評価

2.1.1 LaMnO₃触媒の生成

MnO₂ は放電（酸素還元）反応に優れた触媒であるが、さらに特性向上と酸素発生反応のために LaMnO₃ 触媒の生成を行った。La₂O₃ 粉末（和光純薬 99.9%）、Mn₂O₃ 粉末（和光純薬 99.9%）を所定量量り、エタノールを溶媒として混合し、105°C、4 時間乾燥する。混合物は、φ18mm 金型にて 100kgf/cm² で加圧成型し、電気炉で 900°C、4 時間仮焼する。得られた焼結体をめのう乳鉢で粉碎後、φ18mm 金型にて 100kgf/cm² で加圧成型し、電気炉で 1200°C、2 時間焼成して生成した。得られた焼結体をめのう乳鉢で粉碎後、エタノールを溶媒として、φ1mm ジルコニアボールと共に遊星ミルにて 550rpm、30 分間処理することにより微粉体を得た。

2.1.2 空気極の作製

空気極は、触媒として MnO₂ 粉末（和光純薬 99%）または生成した LaMnO₃ 粉末、担体として平均粒径 10μm のグラファイト（SEC カーボン SPG-10）、導電助剤としてアセチレンブラック、およびバインダーとしてポリフルッ化ビニリデン（PVDF）を 1-メチル-2-ピロリドン（NMP）に溶解したものを適当な比で混合し、脱泡機により攪拌することでペースト化する。これを、カーボンペーパー（東レ Carbon Fiber Paper TGP-H-090）へ厚さ 250μm でスギジ塗布する。さらに、90°Cで乾燥後、120°C、40kgf/cm² で熱プレスすることにより作製した。

2.1.3 空気極の分極曲線測定

作製した空気極の電気化学反応特性を調べるために、電気化学測定装置（solartron Si1287,Si1260）により分極曲線測定を行った。測定の外観図を Fig.1 に示す。作用極は空気極（開口 φ14mm）、対極は白金板、参照電極は飽和 KCl 銀塩化銀電極（以下、Ag/AgCl）を用いた。電解液は、1M NaCl 水溶液で N₂ ガスにより脱気し、開放電圧が安定した後、開放電圧から走査速度 1.667mV/sec で測定した。

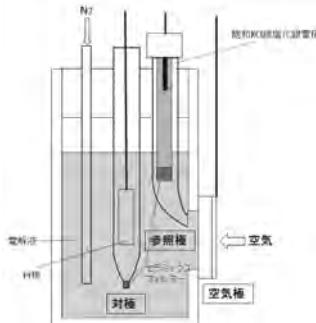


Fig. 1 Schematic view of the polarization equipment

2.2 空気電池の特性評価

2.2.1 電流－電圧特性測定

電池の出力特性を評価するため、電流－電圧特性を測定した。正極は空気極（開口 φ14mm）、負極はマグネシウム合金 AZ31 をテフロンテープによりマスクして反応部 12cm×12cm とした。電解液は 1M-NaCl 水溶液を用い、開放電圧から 0.1V まで走査速度 1.667mV/sec で測定した。

2.2.2 放電容量測定

電池の放電容量を評価するため定電流による放電容量測定を行った。正極は空気極（開口 14mm×14mm）、負極はマグネシウム合金 AZ31（浸漬面積 1.3cm²）、電解液は 10% NaCl 水溶液を用いた。測定は、充放電装置（北斗電工製 HJ201B）を使用して、50mA の定電流での放電により、浸漬したマグネシウム合金が溶け切るまで行った。

3. 実験結果および考察

3.1 空気極の作製と分極曲線評価

生成した LaMnO₃ 粉末の結晶型を X 線回折により解析したところ、三方晶系ランタンマンガナイトであった。遊星ミル処理時間 30 分で平均粒径 2μm であり、処理時間により平均粒径を調整することができた。

これまでの MnO₂ とグラファイトが重量比 1:1 の空気極に対し、MnO₂ とグラファイトの比、および導電助剤アセ

チレンブラックの添加、および触媒を LaMnO_3 とした空気極について分極曲線測定を行った。Fig. 2 は得られた分極曲線である。 MnO_2 にアセチレンブラックのみを添加した空気極において、曲線が貴方向にシフトしている。これは MnO_2 が放電反応に優れ、導電助剤が良好に分散しているためと考えられる。 LaMnO_3 触媒においても、放電反応は示すが、 MnO_2 よりも低い結果であった。Fig. 3 は空気極の SEM 像である。黒い所がグラファイト、白い所が触媒である。 MnO_2 にアセチレンブラックのみを添加した空気極では、触媒が均一に分布している。

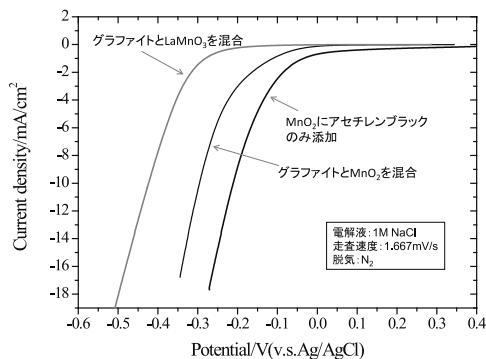
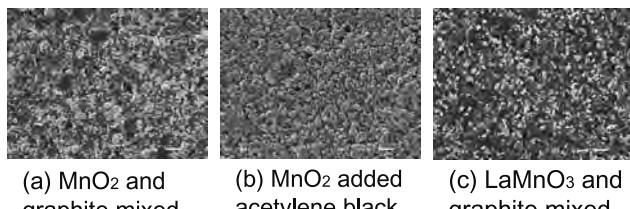


Fig. 2 Polarization curves of air electrodes



(a) MnO_2 and graphite mixed (b) MnO_2 added acetylene black (c) LaMnO_3 and graphite mixed

Fig. 3 SEM image of air electrodes

3.2 空気電池の特性評価

MnO_2 とグラファイトが重量比 1:1、 MnO_2 とアセチレンブラックのみ添加、および LaMnO_3 とグラファイトが重量比 1:1 の空気極における、電流一電圧特性を Fig. 4 に示す。 MnO_2 にアセチレンブラックのみ添加した空気極において、電圧が向上している。また、 LaMnO_3 触媒においては、電圧が低下した。分極曲線測定で得られた結果と一致し、空気電池の出力特性は空気極の反応に制約される。

キーワード：マグネシウム、空気電池、空気極、 MnO_2 、 LaMnO_3 、放電容量

Development of the Positive Electrode for Magnesium-Air Battery

Electric engineering section; Eiji HONBO and Yuichi SAKAI

The components of the positive electrode of magnesium-air battery, i.e., graphite powder, oxide catalyst, and conductive additive, was investigated. The positive electrode composed MnO_2 added acetylene black showed high energy density. The electrode composed synthesized LaMnO_3 was equal performance on discharge capacity.

次に、同様の空気極におけるマグネシウム空気電池の放電容量を Fig. 5 に示す。いずれの空気極においても、放電容量は 1500mAh/g 程度と同等の性能であった。 MnO_2 にアセチレンブラックのみ添加した空気極において、電圧が上昇し、より高いエネルギー密度が得られた。

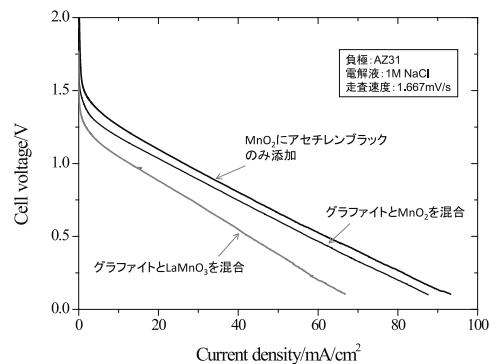


Fig. 4 I-V curves of magnesium-air batteries

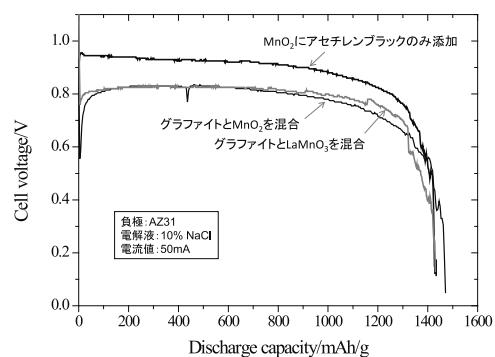


Fig. 5 Discharge curves of magnesium-air batteries

4. 結言

マグネシウム空気電池において、正極材料の構成について検討したところ、 MnO_2 触媒に導電助剤アセチレンブラックを均一に添加することにより、放電容量は同等でエネルギー密度が高い特性が得られた。また、生成した LaMnO_3 触媒においても同等の放電特性が得られた。

【参考文献】

- 富山県工業技術センター研究報告 No.29(2015)p.117
- 富山県工業技術センター研究報告 No.30(2016)p.115

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、入手が比較的容易な線径 100μm のアルミ纖維に伝熱性のある細い炭素纖維（線径 7μm）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。この結果、炭素纖維の混合により、熱伝導特性が大幅に改善し、吸音特性も 4kHz 以上の高い周波数領域において改善することが明らかになった。

本報では、この纖維状の伝熱性吸音材の製品化のための検討を行った。具体的には、伝熱性吸音纖維をむき出しの状態では使用できないため、これを収納するセル構造を有する穿孔吸音体を考案した。穿孔吸音体単体でも、アルミ製セル構造による伝熱効果と、穿孔による吸音効果が見込めるが、これに加えて、伝熱性吸音纖維を穿孔吸音体のセル構造内に収納することにより、これらの特性のさらなる改善を試みた。伝熱性吸音纖維には、前報と同様に、厚さ 40mm、密度 48kg/m³、線径 100μm のアルミ纖維およびこれを厚さ 20mm、10mm に圧縮したアルミ纖維に、重量比 0~20% の割合にて線径 7μm の炭素纖維を混合したもの用いた。20%以上では炭素纖維が分離し、均一な混合ができなかった。

なお、一般的な吸音材との比較のために密度 25 kg/m³ のウレタンフォーム、熱伝導特性の比較のためにアルミニカルク材を試料として加えた。

2.2 热伝導特性の測定方法

熱伝導特性の評価のため、図 1 に示すような 3×3 列の

セル構造を有する穿孔吸音体を試作した。この穿孔吸音体を、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入れ、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（穿孔面）の中央部の温度を測定した。測定時の環境温度は約 21°C であり、この温度との差により、熱伝導特性を評価した。

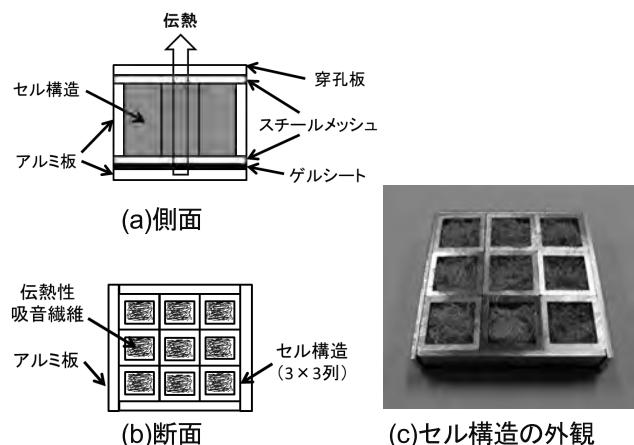
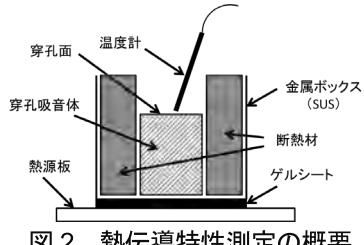


図 1 試作した穿孔吸音体



2.3 吸音特性の測定方法

セル構造を 1 個とした穿孔吸音体を音響管（ブリュエル・ケアー・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、穿孔面からの音の入射に対する垂直入射吸音率を測定した。

3. 実験結果および考察

熱伝導特性の測定結果を図 3 に示す。

いずれの厚さの試料も、バルク材には及ばないものの、穿孔吸音体単体と比較して、伝熱性吸音纖維を収納した穿孔吸音体は熱伝導特性が概ね改善する傾向が見られた。特に、厚さが 10mm の試料では、炭素纖維の混合割合が増すほど熱伝導特性が向上し、炭素纖維の割合が 0%、10%、20% のときの放熱面（穿孔板）の温度は、伝熱性吸音纖維がない条件と比較して、それぞれ 0.7°C、1.7°C、2.1°C の改善が見られた。一方、厚さが 20mm、40mm の試料では、伝熱性吸音纖維による熱伝導特性の改善の効果が小さくなかった。これは、薄い試料ほど伝熱性吸音纖

維の密度が高く、纖維と纖維、纖維と穿孔板のミクロ的な接点や熱伝導の経路が増加し、伝熱性吸音纖維を伝わる熱量が増加したためであると考えられる。この結果から、伝熱性吸音纖維の熱伝導の効果を十分に得るために、ある程度の纖維密度が必要であると考えられる。

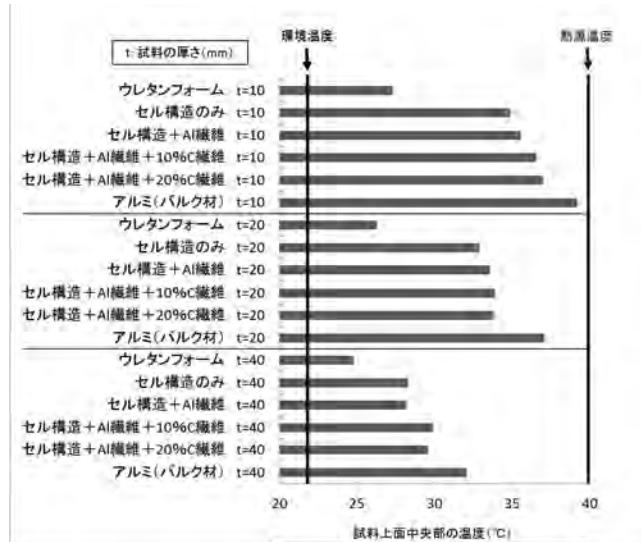


図3 热伝導特性の測定結果

次に、厚さが10mm、40mmの試料の垂直入射吸音率の測定結果を図4に示す。

穿孔吸音体単体でも、共鳴周波数付近において0.3~0.7程度の吸音率があり、特定の周波数の騒音源に対する吸音設計や、複数の共鳴周波数の組み合わせによる広範囲な周波数領域における設計が可能であると考えられる。特に、厚さが10mmの試料では、ウレタンフォームよりも高い吸音率を示す領域があることから、実用的な吸音構造体として十分に適用できるものであると考えられる。

また、穿孔吸音体単体の条件と比較して、そのセル構造に伝熱性吸音纖維を収納することにより、共鳴周波数の外側の周波数領域において、吸音率が0.1程度改善することが明らかになった。これは、穿孔からセル構造に入射した音が伝熱性吸音纖維により吸音されたことによる吸音効果であると考えられる。

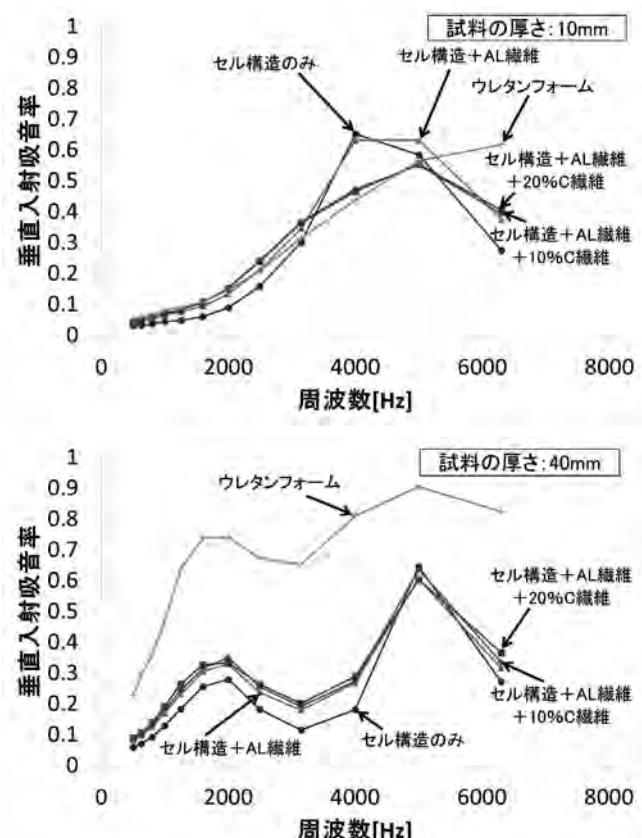


図4 吸音率の測定結果

4. 結言

セル構造を有する穿孔吸音体を考案し、セル構造への伝熱性吸音纖維の収納により、熱伝導特性が改善すること、および共鳴周波数の外側の周波数領域において吸音特性が改善することが明らかになり、騒音源に合わせたこれらの特性の最適化のための設計や製品化の可能性が見出された。

参考文献

- 1)羽柴ほか,富山県工業技術センター研究報告,30, 106-107(2016)

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 the sound absorbing materials of good thermal conductivity. Sound absorption coefficient and thermal conductive property of cell structures with perforation containing some aluminum fibers mixed with carbon fibers were measured. As a result of the experiment, by the fibers, thermal conductive property of cell structures were improved, and sound absorption coefficient increased by 0.1 in range excluding resonance frequency.

有機薄膜太陽電池作製プロセスの簡略化に関する研究（II）

電子技術課 寺澤孝志、本保栄治

1. 緒言

有機薄膜太陽電池（OSC : Organic thin-film Solar Cell）は、フレキシブル、軽量、プリントブル等の特性から、大きな期待が寄せられている。一方で、材料（正孔輸送材料、活性層材料）が限られていること、信頼性（初期性能の維持）が乏しい等の問題を抱えている。

本研究では、最も浸透している活性層材料（P3HT、PCBM）を用い、高効率化と作製プロセスの簡略化について、①活性層から透明電極への正孔輸送、②活性層での電荷分離能の向上、③変換効率低下の抑制を検討した。

2. 実験方法

2.1 有機薄膜太陽電池の構造と使用材料

OSC の構造を図 1 に示す。構成要素は基板、透明電極、活性層、対向電極である。高効率化ために、①正孔輸送層の挿入、②活性層への色素添加、③信頼性向上のための構造体の挿入を行った。

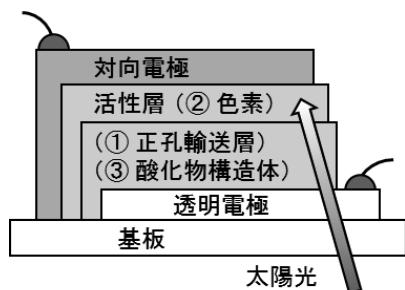


Fig. 1 Structure of organic thin-film solar cell

基板は、ガラス基板 (#7740、コーニング㈱) を、透明電極は、インジウム錫複合酸化物 (ITO : 99.99%、㈱高純度化学研究所) を用いた。活性層には、ポリ(3-ヘキシリチオフェン-2,5-ジイル) (P3HT) と、[6,6]-フェニル C61 酯酸メチルエステル (PCBM) を用いた。共に Sigma-Aldrich Co. LLC. 製である。対向電極は、アルミニウム (Al: 99.5%、㈱高純度化学研究所) を用いた。

2.2 分子機能材料と OSC のエネルギー準位

図 2(a)に、正孔輸送層で使用したポリアニリン (PAn、日東电工㈱) と、色素で使用したクロロフィル-a (Chl、㈱富士エス・エル・アイ) を示す。図 2(b)に示すよう、P3HT 層での光吸収により電子-正孔対が生成し、pn 接合界面の電位差で分離する。電子は PCBM を経て Al 電極から外部へ、正孔は P3HT と ITO 電極との界面で電子を受け取る。正孔輸送と電子の

授受の促進のために、正孔輸送層を挿入した (①)。活性層には、p 型、n 型を順次積層する積層型と、p 型と n 型の材料を混合し数十 nm オーダの p 型相、n 型相を混在させる相分離型がある。ここでは、pn 接合の接触面積の増加、作製プロセスの簡略化の観点から相分離型活性層を用いた。P3HT、PCBM のみでは電流密度が小さいため、色素の添加を行った (②)。一般的に、OSC は経時変化による変換効率の低下が著しいため、相分離型活性層を安定化するために、構造体の挿入を行った (③)。

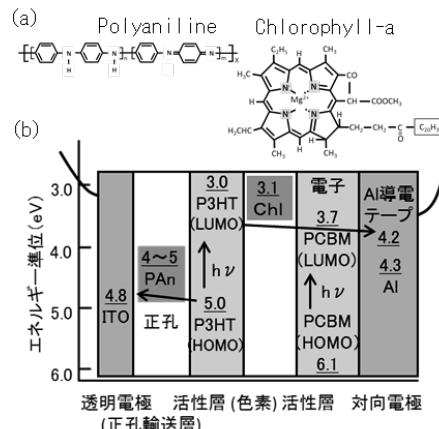


Fig. 2 Functional material and energy level of OSC

2.3 有機薄膜太陽電池の作製と評価

透明電極 ITO (膜厚 330nm) はスパッタリングにより成膜した。活性層は、P3HT と PCBM の混合クロロベンゼン溶液 [P3HT (60mg/mL) と PCBM (48mg/mL) を 1:1 で混合] を用い、スピンドルコート、Ar 雰囲気ドライボックス内で自然乾燥し成膜 (膜厚 280nm) した。対向電極 Al (膜厚 150nm) は真空蒸着により成膜した。正孔輸送層は、PAn (3wt%-NMP 溶液) を用い、スピンドルコート、乾燥して成膜した。導電率の調整はよう素ドーピング (常温常圧) により行った (①)。色素添加は、クロロフィル-a (48mg) を活性層混合溶液に添加することにより行った (②)。構造体 (BaTiO₃、膜厚 5nm) は、真空蒸着で成膜した (③)。OSC の実効面積は 0.50cm² であり、太陽電池出力特性 (J-V 特性) は、ソーラーシミュレータ (CEP-25、分光計器㈱) を用いて行った。

3. 実験結果および考察

正孔輸送層、色素の有無と J-V 特性の関係を図 3 に示す。正孔輸送層の有無 (○と△) では、大きな違い見られなかった。色素の有無 (○と◇) では、色素の優位性

が認められた。また、正孔輸送層および色素の有無（○と□）では、色素のみと同等の性能を示した。以上のことより、正孔輸送層は特性を低下させることが無く、色素は電流密度を向上させることができた。

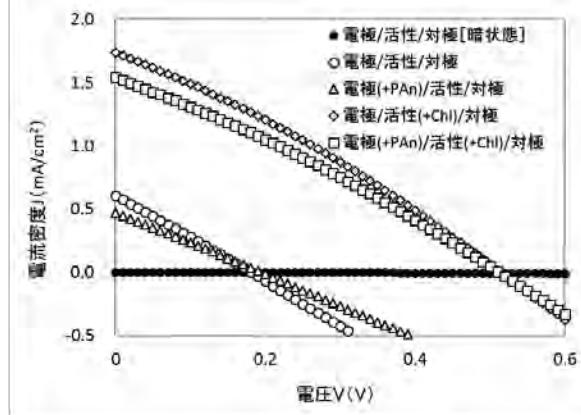


Fig. 3 J-V characteristics (hole transport, dye)

表1に太陽電池特性を示す。

Table 1 Characteristics of OSC

	構造体	開放電圧 [V]	短絡電流 [mA/cm²]	曲線因子 (FF)	変換効率 [%]
電極/活性/対極	無(×)	0.18	0.61	0.26	0.03
電極(+PAn)/活性/対極	無(×)	0.19	0.47	0.26	0.02
電極/活性(+Chl)/対極	無(×)	0.51	1.74	0.28	0.26
電極(+PAn)/活性(+Chl)/対極	無(×)	0.51	1.54	0.29	0.23
電極/活性/対極	有(◎)	0.29	0.02	0.16	0.001
電極(+PAn)/活性/対極	有(◎)	0.49	1.33	0.25	0.17
電極/活性(+Chl)/対極	有(◎)	0.26	0.04	0.16	0.001
電極(+PAn)/活性(+Chl)/対極	有(◎)	0.40	1.07	0.27	0.11

構造体がある場合の、正孔輸送層および色素の有無とJ-V特性の関係を図4に示す。電流密度は、正孔輸送層無し（●と◆）では低く、有り（▲と■）では高いため正孔輸送層は有効であるが、色素による優位性はなかった。相分離型活性層のOSCでは、経時変化に対する変換効率の低下が大きな問題である。図5に初期測定から500時間後のJ-V特性を示す。色素のみ（図3△と図5△）では、電流密度の低下が著しいが、正孔輸送層と色素（□）や、構造体有り（▲と■）では、J-V特性は減衰しているものの、初期の特性を反映している。

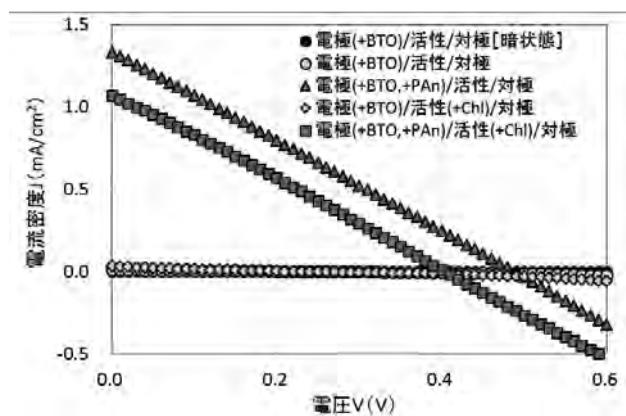


Fig. 4 J-V characteristics (BaTiO₃, hole transport, dye)

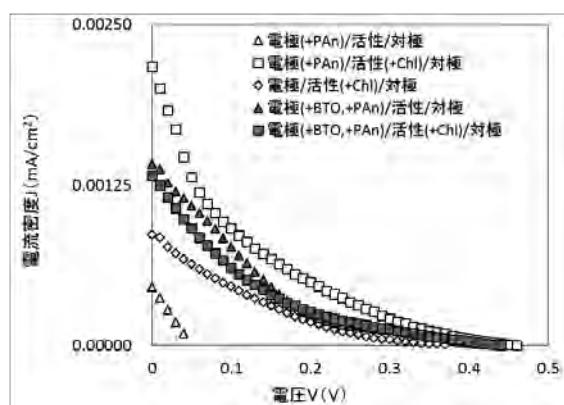


Fig. 5 J-V characteristics (after 500 hours from initial measurement)

4. 実験結果および考察

有機薄膜太陽電池の高効率化と作製プロセスの簡略化について検討した結果、正孔輸送ではポリアニリンが、電流密度の向上ではクロロフィル-aが、変換効率の低下の抑制には構造体が有効であった。プロセスの観点から、透明電極の代替、色素による特性の向上が考えられる。

参考文献

- 富山県工業技術センター研究報告 30, 108-109 (2016)

キーワード：有機薄膜太陽電池、作製プロセス、材料構成、変換効率

Study on Simplification of Manufacturing Process for Organic Thin-film Solar Cells

Electronic Engineering Section; Takashi TERASAWA, Eiji HONBO

Organic thin-film solar cells (OSCs) have problems such as limited material (hole transport layer, active layer), poor reliability (maintenance of initial performance), and the like. For the purpose of increasing conversion efficiency (CE) of OSCs and simplifying fabrication process, following studies were made. (1) Hole transport layer, (2) Improvement of current density, (3) Suppression of reduction in CE. As a result, polyaniline was effective for hole transport, chlorophyll-a for improvement in current density, and perovskite structures (BaTiO₃) for suppressing reduction in CE were effective.

デジタル画像相関法に基づく振動解析技術の実用化研究

機械システム課 釣谷浩之 佐山利彦 金森直希

コーチル(株) 高柳毅 岡本佳之 富山県立大学 森孝男

1. はじめに

製品開発の現場では、振動が製品に及ぼす影響を把握するために、振動解析が広く行われている。この際、振動の計測には、主に加速度センサーが用いられている。しかし、このような方法では、振動の分布を測定するためには、多数のセンサーを取り付ける必要があり、また、小さな部品では、センサーの取り付け自体が困難な場合があるといった問題を抱えている。一方で、デジタル画像相関法を用いて、画像から、変位、ひずみの分布を測定するという試みが多く行われており、このデジタル画像相関法を振動の計測と解析に適用しようという試みも散見される¹⁾²⁾。画像から振動解析が可能になることで、振動計測、振動解析の過程は飛躍的に効率化されると考えられる。しかしながら、現実の製品への適用は、現在のところ非常に限定的である。本研究では、デジタル画像相関法による振動計測および振動解析を現実の問題に適用するまでの問題点を明らかにし、この手法を現実の問題に適用可能にすることで、製品開発における振動対策の効率化を図るものである。本年度は、スポンジゴム製の片持ち梁を用いて、実際にデジタル画像相関法により振動計測が可能であることを検証した。

2. 試験方法および試験方法

2.1 試験体および振動状態の撮影

実験では、厚さ 9.5mm × 幅 10mm × 長さ 152mm の黒色のスポンジゴムを試験体として用いた。デジタル画像相関法による計測を容易にするために、試験体に白色の塗料をスプレーし薄く着色した。この試験体を 50mm だけ張り出るように固定し、振動試験機により強制振動させて動画撮影を行った。Fig. 1 は、振動試験機に固定された試験体を示す。振動条件は、周波数 5Hz、全振幅 1mm の

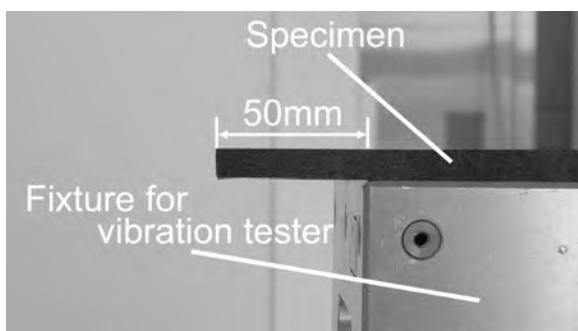


Fig. 1 Specimen fixed on vibration tester

一定振動とした。振動している試験体をデジタルカメラを用いて、画像サイズ縦 1080pixel × 横 1920pixel、秒間 60 フレームで動画撮影を行った。撮影した画像の 1 pixel のサイズは、0.1mm であった。

2.2 デジタル画像相関法による計測

デジタル画像相関法では、まず、粗探索により、1 pixel 単位での変位分布を求める。次式で示される残差 S が最小となる平行移動量 (u_0, v_0) を各画素について求める。

$$S(u, v) = \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M |I_d(x + u + i, y + v + j) - I_u(x + i, y + j)| \quad \dots \quad (1)$$

ここで、 I_u は変形前の画素値、 I_d は変形後の画素値、 M は探索に用いるサブセットのサイズであり今回は、 $M=9$ として粗探索を行った、 u, v はそれぞれ、 x, y 軸方向の変位である。

次に詳細探索を行い、1 pixel 未満の精度で変位を求める。詳細探索では、次式で示す相互相関式を基礎とした評価関数を用いる。

$$C = 1 - \frac{\sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M I_d(X + i, Y + j) I_u(x + i, y + j)}{\sqrt{\sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M I_d(X + i, Y + j)^2 \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M I_u(x + i, y + j)^2}} \quad \dots \quad (2)$$

X, Y は、次式で表され、剛体変形および一様ひずみまでを考慮している。

$$X = x + u + \frac{\partial u}{\partial x} i + \frac{\partial u}{\partial y} j, \quad Y = y + v + \frac{\partial v}{\partial x} i + \frac{\partial v}{\partial y} j \quad \dots \quad (3)$$

ここで、 (u, v) は、サブセットの中心における変位を示している。評価関数の未知数 $(u, v, \partial u / \partial x, \partial u / \partial y, \partial v / \partial x, \partial v / \partial y)$ を Newton-Raphson 法を用いて求めることで 1 pixel 未満の精度で変位計測が可能になる。

3. 変位ベクトルの計測結果

比較的変位の大きかった、計測開始から 5 フレーム後と 6 フレーム後の画像を用いて、デジタル画像相関法により変位を計測した結果を Fig. 2 に示す。Fig. 2(a), (b) は、それぞれ計測開始から 5 フレーム後と 6 フレーム後の画像を示す。Fig. 2(c) は、Fig. 2(a), (b) の画像を用いて、デジタル画像相関法により計測した y 方向の変位の分布を示す。Newton-Raphson 法による計算が収束せず、計測でき



(a) After 5 frame image

(b) After 6 frame image

(c) Vertical displacement

Fig. 2 Vertical displacement among the 5 frame after and the 6 frame after image measured by DIC

なかつた領域は、タイルパターンで塗りつぶしてある。変位が求まらなかつた部分がわずかにあるものの、試験体のほぼ全域にわたって、変位が求まっており、1フレーム(16.7msec)で、試験体全体が、2.3ピクセルほど上方へ移動しているのが確認できる。なお、試験体以外の背景の部分については、計算は収束しているものの、変位が正しくは求まっていない。

4. 振動計測

変位の時間的な変化を確認し、デジタル画像相関法により振動の計測が可能であるか検証した。Fig. 3 は、Fig. 2(a)に示した P1～P5 の各点で、計測開始フレームに対する垂直方向の変位の時間的な変化を示す。値は各点の周囲、5pixel×5pixel の平均値である。図から、いずれの点でもほぼ同様の変位量で推移しており、全体が一様に振動していることがわかる。

極大値と極小値との差の平均は、1.0mm、また、極大値の間隔は、0.2sec であり、振動試験機に設定した、全振幅1mm、周波数5Hz と一致しており、デジタル画像相関法により、振動を正確に計測することができた。

5. まとめ

今回、振動試験機により強制振動させたスポンジゴム製の梁を動画撮影し、その画像からデジタル画像相関法

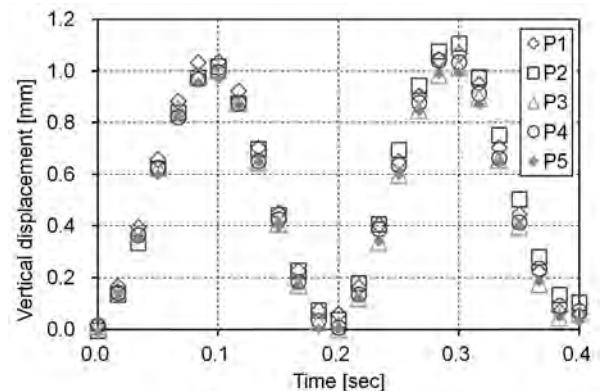


Fig. 3 Vibration waveform measured by DIC

を用いて振動計測を試みた。試験体に薄く塗装をして微細なパターンを形成することで、試験体全体の振動分布を正確に測定できることが確認できた。計算が収束せず、変位が求まらなかった点もわずかながら存在したが、周囲の点からの補間することで解決可能であると考えられる。実際の製品や部品へ適用可能とするためにさらに研究を進める予定である。

参考文献

- 1) Beberniss, T. et al., *Proc. ISMA2012-USD2012*, (2012), pp. 1403-1415.
- 2) Chang, C.Y. et al., *Proc. The 14th IFToMM World Cong.*, (2015), pp. 635-640.

キーワード：デジタル画像相関法、振動計測、振動解析

Practical Application of Vibration Analysis Technology Based on Digital Image Correlation

Hiroyuki TSURITANI, Toshihiko SAYAMA, Naoki KANAMORI (Toyama Industrial Technology Center),
Takeshi TAKAYANAGI, Yoshiyuki OKAMOTO (COSEL Co., Ltd.),
and Takao MORI (Toyama Prefectural University)

In this work, we tried measure the vibration by digital image correlation. At first, the beam made by rubber sponge was vibrated by vibration tester and recorded to video image. The displacement distribution was measured from the video image by digital image correlation. In addition, the vibration was measured from the displacement distribution. The measured vibration corresponded approximately to the actual vibration.

流体チップ形成用マイクロモールド製作技術の開発

機械システム課 錦澤浩文^{*1} 立山マシン株式会社 人母岳

1. 緒言

流体チップは DNA や細胞の高スループット分析用ツールとして発展し、近年では医療診断に用いることが期待されている。しかし、このような用途ではチップを量産するだけでなく、複雑な流体制御を行うために流路基板の積層化が求められている。一方、射出成形は樹脂部品の量産に適しているが、射出圧や型締め等、モールドに大きな外力が加わることから、従来からのシリコンやニッケル電鋳モールドでは高アスペクト比の微細構造や貫通孔の形成が困難であった。このような背景から、本研究ではチタンプレートを直接加工した流体チップ用マイクロモールドを製作し、流体チップ用射出成形モールドとして用いたときの適応性について検討した。

2. 実験方法

2.1 チタンプレートのプラズマエッティング特性評価

25 mm 角、厚さ 1.1 mm の 64 チタン (Ra: 約 20 nm) について、SF₆ プラズマに対するエッティング特性評価を行った。プロセス圧力をパラメータに、エッティング速さ、表面粗さ及び表面元素組成を測定し、平滑加工に必要な条件について考察した。

2.2 マイクロモールドの製作

2.1 の条件で平滑に加工できる条件を用い、50 mm 角、厚さ 1.1 mm の 64 チタン上に流路パターンを形成した。流路パターンは 4 種類で、流路幅は 50~500 μm、流路高さは 10 μm の加工を行った。流路の両端には貫通孔形成用のピンを突き当てるために直径 2 mm のパターンを形成した。また、貫通孔を形成する入れ子型は、流路モールドと同じ 50 mm 角の 64 チタンに φ0.5~2.0 mm のストレートまたはテーパ付の金属ピンを計 8 本立てた。

2.3 流体チップの射出成形

2.2 で製作したマイクロモールドを用い流路基板の射出成形を行った。樹脂は、マイクロレシコ（㈱リッセル製）を用いた。成形した樹脂基板の表面粗さ、貫通孔形成を含めた転写性、及び射出成形を終えた後のマイクロモールドの欠損や変形の有無についても評価した。さらに、同樹脂で製作した蓋を用いてマイクロ流体チップを完成させた後エタノールを導入し、6 日目まで放置したときの漏れや滲みなどについて評価した。

3. 実験結果および考察

3.1 チタンプレートのプラズマエッティング特性評価

RF 電力を 50 W、ステージ温度を 0°C、エッティング時間を 30 分で一定とし、プロセス圧力を 0.1~1.5 Pa に変化させたときの表面粗さ (Ra) を測定したところ、30~50 nm の範囲にあり、圧力に依らず鏡面加工できることを見出した。これは純チタンプレートでは見られない傾向であり、結晶粒界や表面温度に起因しているものと考えられるが、詳細なメカニズムについては今後解明していく予定である。エッティング速さも圧力に依らず約 100 nm/min 程度であった。表面組成については未処理基板に比較してガスの構成元素であるフッ素の濃度が増加する以外、主成分である Ti や V、Al に大きな変化は見られなかった。

3.2 マイクロモールドの製作及び流体チップの射出成形

2 時間のエッティング加工によりモールドを製作したところ、表面粗さ (Ra) は約 30 nm で鏡面であった。このモールドを用いて射出成形したところ、全てのサイズの貫通孔を形成することができた。成形後のモールドは変形や欠損など見られず、シリコンやニッケル電鋳モールドに対して優位性を示すことができた。Fig. 1 にエタノールを導入して 6 日後のマイクロ流体チップを示す。液の滲みや漏れは見られず、モールドの表面粗さが実用上問題ないことを明らかにした。

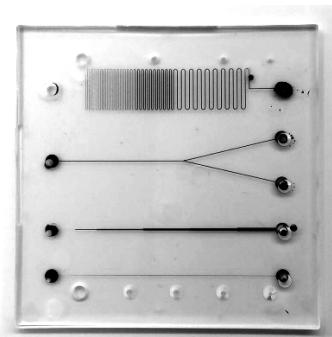


Fig.1 A microfluidic chip after introducing ethanol

4. 結言

表面粗さ、機械強度等の観点から、チタン製モールドがシリコンやニッケル電鋳モールドに対して優位であることを示した。

謝 辞

終わりに、本研究推進にあたりご指導を頂いた新潟大学 安倍教授に深く感謝致します。

*1 現 企画情報課

フレキシブル電極シートの応用研究

電子技術課 坂井雄一、寺澤孝志 中央研究所 佐々木克浩、奈須野雅明
立山科学工業㈱ 本田憲市、篠原おりえ、木澤裕志、廣瀬慶一、
白川友子、黒河歩美、三鍋香織、坂井友樹

1. 緒 言

近年、フレキシブル材料への電子材料パターン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の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てきた。^{1,2)}今回、応用製品を念頭においていた各種試験を行った。

2. 実験方法

紙もしくはガラスクロス上に、下地インクをスクリーン印刷し、硬化させたのち、溶融はんだめつきを行なうことで電極パターンを形成した。ラインパターンを作製し、半径20mmの丸棒を用いた屈曲試験を行い、抵抗値の変化を調べた。また、耐マイグレーション性を調べるために0.5mmのギャップパターンを形成した。ギャップパターンについては、LEDチップ実装時に使用する、はんだボールを含む接着剤でギャップ部分を覆った。85°C-85%RH中で電圧を印加し、絶縁抵抗の変化を調べた。

3. 実験結果

3種類の下地インクを用いて作製した電極パターンの屈曲試験による抵抗値の変化を図1に示す。試験回数の増加とともに、抵抗値も増加する傾向が見られた。抵抗値の増加率は材料Cがもっとも低く、良好な結果を示した。もっとも変化率の大きく、条件が悪いと思われる材料Bを用いて、紙およびガラスクロス上にギャップ電極パターンを形成し、絶縁抵抗の変化を測定した。紙およびガラスクロス上に作製した電極ギャップには、試験中にそれぞれDC12V、DC50Vを印加した。紙の上に形成されたギャップでは試験時間の経過に伴い抵抗値が低下した。断面の元素分析ではAgの拡散は見られず、紙の加水分解が一因と考えられた。ガラスクロス上に形成された電極は試験条件がDC50Vと紙の上に形成されたギャップよりも厳しいにもかかわらず、絶縁抵抗値の低下は見られなかった。ガラスクロス上に形成された電極上にLEDチップを実装した際の放熱性についても検討し、作製した電極が放熱材料としても機能していることを確認した。³⁾

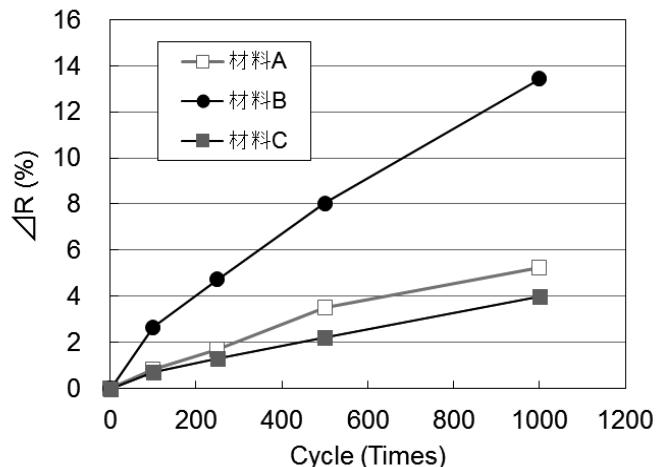


Fig. 1 Change in resistance of the prepared electrodes after bending test

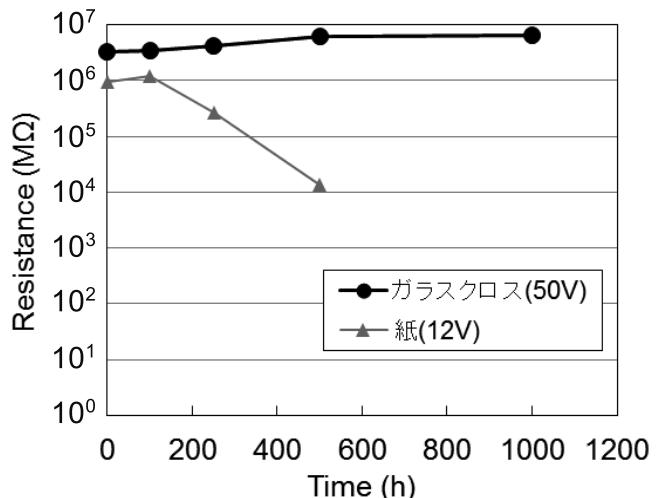


Fig. 2 Changes in insulation resistance of gaps after migration-resistant test

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.
- 3) Y. Sakai *et al.*: Proc. of IEEE CPMT Symposium Japan (2016) p. 185.

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

株式会社フルテック 古村崇 橋詰剛 紺屋範雄 木曾英紀

1. 緒言

国内の橋梁は、5年に1回以上の近接目視による点検（同等の機械による点検も可）を受けることが2014年に義務付けられた。対象となる橋梁数が膨大であることから、点検に要するコストおよび労力の大幅な低減が喫緊の課題となっている。マルチコプタを活用した点検の大まかな流れは、(1) カメラ付きマルチコプタを熟練オペレータの手動操縦によりコンクリート構造物等の表面を高解像度撮影し、(2) 撮影画像を詳細に調べて損傷箇所および程度・量を同定する、という手順を踏む。橋梁には、様々な形状が存在し、かつ点検箇所も様々であることから、種々の悪条件においても、画像ブレの少ない画像を撮影することが求められる。

本研究では、典型的な悪条件として、橋梁の床板下部の点検を採り上げ、上方点検用の高解像度カメラ付きマルチコプタにおける軽量・低コストかつメンテナンス性の高い制振技術を検討した。

2. 対象とするマルチコプタの概要

図1は、研究対象のマルチコプタを示す。8本のロータアームを有するCFRP製の自作マルチコプタ（平成29年度の橋梁点検業務のために試作中のもの）の中央部に、上方点検用の高解像度カメラを上向き固定したものとなっている。最大直径（対向するアームのブレード先端間の距離）は約1.7mあり、合計10AhのLiPoバッテリーを搭載する大型のマルチコプタである。着地用の脚は飛翔時において下向きに展開したままとなる（運搬時には折り畳んで収納できる）。



Fig. 1 Multi-copter for upper inspection with 8 rotor arms

3. 制振方法の検討・試作・試験

カメラ重心およびカメラ重量による力のモーメントのかかり方、および予め測定した機体の振動特性等を考慮して、カメラの設置位置、および機体との固定方法を検討した。次に、大きな制振効果が予想される制振方法のうち、軽量・低コストかつメンテナンス性の高い制振方法を検討した。そして、検討した制振方法を機体とカメラの間に実装した。試作機を、マルチコプタ懸架装置^①に取り付けた状態で飛翔させ、カメラ部の振動を3軸加速度ピックアップにより測定した。図2は、振動測定結果の一部（上下方向の加速度）を示す。制振器を取り付けた場合の振動（図2(a)）は、制振器を取り付けなかった場合（図2(b)）と比べ、大幅に減少し、上方点検用マルチコプタの有用な制振技術が開発できた。

参考文献

- 1) 金森ほか:富山県工業技術センター研究報告, 30 (2016) 112.

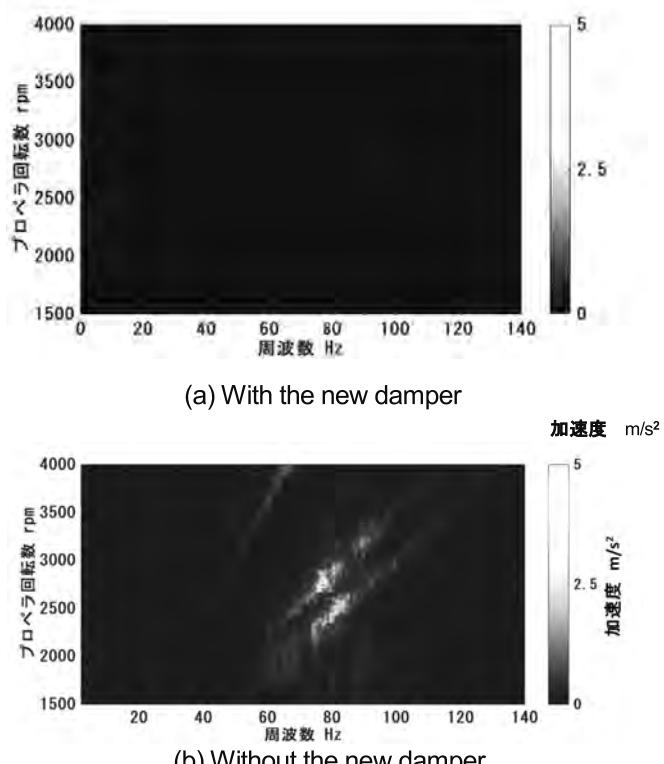


Fig. 2 Vibration of camera part of multi-copter in flight

コイン精米機の騒音低減に関する研究

機械システム課 金森直希 羽柴利直 佐山利彦
株式会社タイワ精機 田中敏晴 堀武雄 藤原健二 喜捨貴智

1. 緒言

コイン精米機(精米ハウス)は、屋外に設置され、その多くは24時間営業される。近年、コイン精米機(精米ハウス)が住宅地やその近隣に設置される機会が増加しており、精米ハウスの大幅な静粛化が求められている。そこで、本研究では、実際の精米ハウスへの適用を目的とした低コストかつメンテナンス性の高い静粙化技術を検討した。

2. 対象とするコイン精米機の概要

コイン精米機は、プレハブハウスユニット内に精米機が設置されたものであり、利用者が持ち込んだ玄米を指定された白度に精米して返却する。図1は、対象のコイン精米機の外観を示す。このコイン精米機は、客室、機械室、糠室の3室からなる。客室の玄米投入口から投入された玄米は、機械室の精米機へ搬送される。精米機は、搬入された玄米からごみや石などの異物を除去した上で、玄米を搗精部へ送り、指定された白度となるように精米する。精米された米は、客室部の白米取り出し口へ送り出される。一方、搗精部で分離された糠は、送風機の風力によりダクトを通って糠室へ搬送され、サイクロンと呼ばれる粉体分離機の中で糠と空気に分離される。糠は下に落ちて糠室に溜まり、空気は排気ダクトを通ってハウス外へ出る。

3. 静粙化方法の検討・試作・試験

まず、搗精部、送風機、およびその他の機械を個々に



あるいは同時に動作させ、その際の騒音を測定し、周波数分析を行うことで、主要な音源および伝搬経路を特定した。次に、特定した主要な音源および伝搬経路に対して、大きな静粙化効果が予想される対象を複数選び出し、それらの対象について低コストかつメンテナンス性の高い静粙化方法を検討した。その後、検討した静粙化方法を実際に試作し、個別の実験により騒音低減効果を確認した後、減音効果の高い対策手法をさらに洗練させ、実際のコイン精米機に組み込んだ。

図2は、開発して実際のコイン精米機に組み込んだ静粙化技術の一つを示す。これは、糠室の粉体分離機付近のダクトへ設置した音波干渉型の消音器である。この消音器の特長は、目詰まりを起こす吸音材などを一切用いておらず、ほぼすべてが板金で作られているため、低コストかつメンテナンスしやすいことである。



Fig. 2 A prototype silencer inside bran room

表1は、開発した静粙化技術をすべて実装したコイン精米機の減音量を示す。測定点は、コイン精米機の外面から1mおよび10m離れた場所とした。遠方(10m)において、どの面も約10dB程度の減音量が得られ、コイン精米機の有用な静粙化技術が開発できた。

Table 1 Sound attenuation performance by developed noise reduction technology

測定点		減音量 (騒音レベル dB)
正面	1 m	4.0
	10 m	8.0
右側面	1 m	4.5
	10 m	9.0
背面	1 m	10.0
	10 m	11.5

※ 本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の平成28年度産学官連携推進事業において実施したものである。

細胞をサイズで分離するマイクロ流体チップの量産化に関する研究

電子技術課 高田耕児 中央研究所 小幡 勤^{*1}

株式会社リッセル 萩原衛 村上岳 堀田裕二

1. 緒言

粒子をサイズで分離するマイクロ流体チップは、標的細胞等を分離・回収するために利用できる。中でも、微細な柱が林立した流路を用いる Deterministic Lateral Displacement (DLD)法¹⁾は目詰まりを防いで連続的にサイズ分離できる。これまで、流路構造や緩衝液等について多くの検討を行い、分離性能などが優れたマイクロ流体チップの開発に至った²⁾。しかしながら、従来の製造方法ではチップ成形・組立に多くの時間を要していたため、チップ製造の時間を大幅に短縮する検討を行った。

2. 実験

2.1 マイクロ流体チップの試作

微細な円柱(直径 70μm、ピッチ 100μm、間隔 30μm、高さ 50μm)が約 40000 個林立した構造の流路チップを射出成形によって試作した。

図 1 に流路構造の図、チップの写真、流路の SEM 画像を示す。チップが設計通り試作できること、微細な円柱がきれいに転写されていることが分かる。この製造方法により成形時間を従来の 25 分の 1 にまで短縮することができた。流路とフタを射出成形により作製してクリーンルーム内で貼り合わせることで、歩留まり向上したチップが生産可能となった。

2.2 粒子分離実験

試作したチップについて、ビーズ(細胞と同等のサイズである直径 15μm)を用いた分離・回収実験を行った。送液バッファー(25wt%グリセリン、0.5% BSA、2mM EDTA を含む PBS(pH7.4))40mL に食用色素赤(共立食品)を付属さじ一杯、直径 15μm のビーズ(Megabead NIST Traceable Particle Size Standard 15μm)を 4 滴加えて混合したものを試料とした。Inlet 1 から試料を、Inlet 2 から送液バッファー(色素およびビーズを含まない)をそれぞれシリングポンプにより流速 0.2mL/min で送液した。試料中の食用色素を含むバッファーはサイズ分離部の上側を流れ Outlet 1 から排出される(この液を「廃棄液」とする)。試料中のビーズはサイズ分離部で下方向へと移動し、Outlet 2 から回収される(この液を「回収液」とする)。Outlet 1 からは色素を含むバッファー、Outlet 2 からは色素を含まないバッファー出てくることを確認した。廃棄液および回収液中のビーズ数

を計測した結果を表 1 に示す。廃棄液にはビーズが確認できなかったのに対し、回収液には 823 個のビーズが見られ、試作したチップにより 99.9%以上のビーズを回収することができ、従来のチップと同様に十分な性能を持つことを確認した。

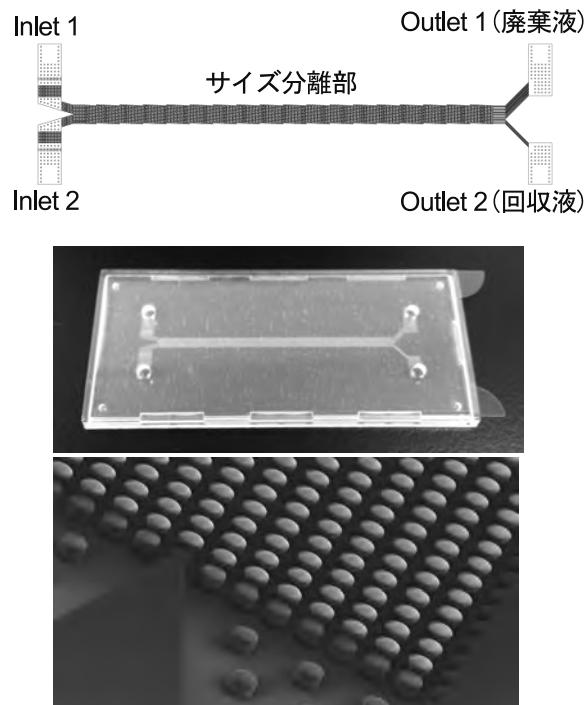


図 1 構造図(上)、チップ写真(中)、SEM 像(下)

表 1 ビーズ分離実験結果

	廃棄液	回収液
ビーズ数 (割合)	0 個 (0.1%未満)	823 個 (99.9%以上)

3. 結言

粒子をサイズで分離するマイクロ流体チップを量産化するために射出成形による作製を検討した。試作品を用いて粒子分離実験を行ったところ、高い性能を確認することができた。

参考文献

- 1) Huang et al. Science 304, 987 (2004)
- 2) 富山県工業技術センター研究報告 30, 89 (2016)

※ 本研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の平成 28 年度产学官連携推進事業において実施したものである。

*1 現 商企画課

容器用実用アルミ材の耐食性および腐食反応の解析に関する研究

電子技術課 本保栄治 高田耕児 機械システム課 鍋澤浩文^{*1} 中央研究所 土肥義治^{*2}
若い研究者を育てる会 武内プレス工業(株) 深川裕之

1. 緒言

アルミ容器の内面側には、内容物からの保護のために塗装が施されている。アルミ容器の内容液に対する耐食性は保存試験によって十分評価されている。一方、容器用アルミ材の内容物に対する耐食性を評価することは、基礎的な材料特性の知見のみではなく、素材選定や製品のリスク管理の観点からも重要である。

本研究では、成型加工後のアルミ材について内容液に使用される成分を想定したモデル液で耐食性試験を行うことで、アルミ材の耐食性に影響する成分を特定することを目的とする。また、実際の腐食挙動を示す浸漬腐食試験と電気化学試験の相関について比較した。

2. 實驗方法

2.1 試驗片及び試驗液

試験片として $\phi 50$ アルミエアゾール缶に使用されている工業用アルミ合金材 A1070 及び $\phi 66$ アルミ飲料缶に使用される工業用アルミ合金材 A3107 を用いた。加工後のアルミ缶胴中央部から切り取り実験に供した。試験液の溶媒は蒸留水、電解質は NaCl を用いた。添加する成分は A1070 は界面活性剤やキレート剤、A3104 はアミノ酸、クエン酸、ビタミン C 等を想定して試験液を作製した。

2.2 雷氯化物測定

電気化学測定装置の概要図を Fig. 1 に示す。装置は試験槽、中間溶液槽、参照電極を含む飽和 KCl 水溶液の三槽で構成し、U 字管で接続した。電位制御にはポテンシオスタットを使用した。測定条件は以下の通りである。

- ・試料極：評価面積 $1.5\text{cm} \times 1\text{cm}$
 - ・参照極：銀塩化銀（Ag/AgCl）電極
 - ・対極：白金電極
 - ・溶液脱気：N₂バーピング

2.3 漫清腐食試驗

試験片は 3cm×3cm の露出面以外をテフロンテープで保護し、試験溶液 100mL 中に立て掛け、密封状態で 40℃ × 1 ヶ月保存した。試験後、試験液から試験片を取り出し、露出面以外を切断し、表面の腐食性生物を溶解させるために 60% 濃硝酸 30mL に 1 時間浸漬した。その溶液を試験液と混合し、ICP 発光分光分析装置を用いて検量線法で溶出 Al³⁺ 量を測定した。

3. 実験結果および考察

3.1 電気化学測定

アルミの腐食反応を解析するために、分極曲線を測定した。Fig. 2 に異なる濃度の NaCl 水溶液中およびクエン酸添加した溶液中での A1070 の分極曲線測定結果を示す。塩化物イオンが増加するとともに孔食電位 E_{pit} が低くなる。また、クエン酸を添加すると自然電位 E_{corr} が大きく増加し、分極曲線の不動態領域が確認されなくなった。

3.2 浸漬腐食試験の結果と電気化学測定との相関

浸漬腐食試験において界面活性剤、アミノ酸、クエン酸等の添加物の濃度が増加するとともに、溶出 Al³⁺量は増加した。電気化学試験と浸漬腐食試験の結果から、電気化学試験において不動態領域が減少する溶液においては、浸漬腐食試験による Al³⁺溶出量が大きい傾向であることがわかった。しかし、孔食電位から腐食量の予測は困難であった。また、モデル液で蓄積した耐食性評価の知見は、実際の内容物においても応用可能であることを確認した。

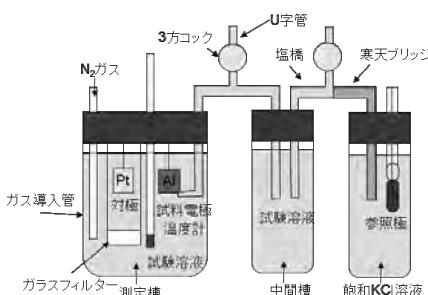


Fig. 1 Schematic view of the polarization equipment

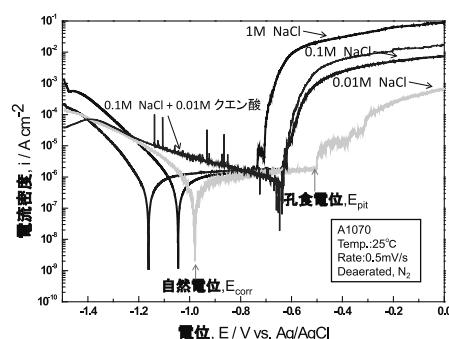


Fig. 2 Polarization curves of A1070 in NaCl solutions

(詳細は、平成28年度 若い研究者を育てる会「研究論文集」p.21~28を参照)

*1 現 企画管理部企画情報課 *2 現 富山県新世紀産業機構

エンドミル加工での工具寿命向上に関する研究

機械システム課 羽柴利直 金森直希 機械電子研究所 杉森 博 生活工学研究所 上野 実
中央研究所 川堰宣隆 若い研究者を育てる会 田中精密工業(株) 中嶋 謙

1. 緒言

切削加工の更なる高能率化を図るため、設備性能だけでなく、工具を寿命に至るまで使い切ることが重要である。しかし、開発段階では、工具寿命を見極めるだけ多くの加工を行えないため、量産に入ってから精度が外れるまで加工を行い、工具寿命を設定している。この際、安全率（1.1～2.0程度）を見込んで、生産現場では工具寿命としている。これにより、安定した精度は得られるが、工具を寿命に至るまで使い切ることができない。そこで本研究では、加工時に発生する各種物理現象をリアルタイムで捉えて、工具寿命を判断することを試みた。具体的には、精度に影響を及ぼす切削力と加工振動に着目し、これらと工具寿命の関係を検討した。

2. 実験方法

CNC フライス盤を使用し、エンドミルによる側面加工を行った。エンドミルは、生産現場で実際の加工に使用されている工具を用いた。フライス盤のテーブルには、テーブル式動力計測装置を取り付け、この上に被削材を固定して、被削材に作用する切削力の測定を行った。また、振動解析装置（MAL 社製 Cut Pro）および FFT アナライザを用いて加工振動の測定、周波数分析を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 加工条件の選定

主軸回転数を、工具のハンマリングにより Cut Pro から導出される安定限界線図における安定領域とし、送り量と切込み幅をできるだけ小さくすると、切削力や加工振動は小さくなつた。この結果から、主軸回転数を 3,170rpm、送り量を 0.1mm/rev、切込み幅を 0.1mm に選定した。

3.2 工具摩耗による切削力・加工振動への影響

切削力、加工振動は、工具が摩耗すると増加することが分かった。また、加工振動について、FFT 分析を行つた結果、工具が摩耗すると 10kHz 付近（特定周波数）の加工振動が増加することが分かった。この特定周波数は、工具の構成によって変化した。

3.3 振動要因の調査

10 kHz 付近の治具の伝達関数の測定を行つた結果と、

加工時の治具の 10kHz の振動の大きさの分布を比較したところ、ほぼ同じ傾向が見られた。このことから、10kHz の加工振動の要因は、治具の固有振動数によるものであると推測される。

3.4 工具寿命類推の試み

未使用の工具を用いて切削距離 80 m まで加工を行い、特定の切削距離ごとに、加工面粗さと特定周波数における切削力、加工振動を測定した。その結果から、量産加工中に測定可能な切削力、加工振動と（工具寿命の指標の）加工面粗さの関係を調べた。図 1 に加工面粗さと切削力の関係を示し、図 2 に加工面粗さと加工振動の関係を示す。これらの図より、加工面粗さが増加すると、切削力、加工振動ともに増加する傾向が見られた。

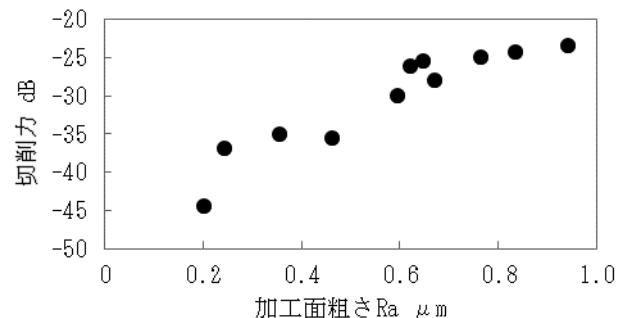


図 1 加工面粗さと切削力の関係

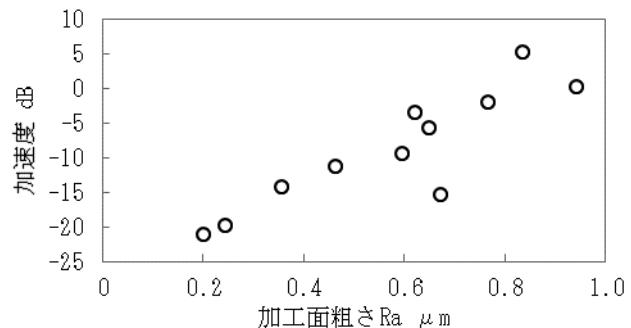


図 2 加工面粗さと加工振動の関係

4. 結言

切削力、加工振動の治具の固有振動数由来の特定周波数成分の大きさと、加工された試料の表面粗さの相関が概ね見られた。これより、切削加工中の切削力、加工振動から工具寿命類推の可能性が確認できた。

（詳細は、平成 28 年度若い研究者を育てる会「研究論文集」pp.29-36 参照）

ウェアラブル電源の開発

電子技術課 寺澤孝志、升方康智^{*1}、坂井雄一、本保栄治、関口徳朗
機械電子研究所 杉森 博、中央研究所 岩坪 聰
若い研究者を育てる会 コーセル㈱ 関口貴彬、北陸電気工業㈱ 天野久美子
立山化学工業㈱ 坂井友樹

1. 緒言

有機薄膜太陽電池（Organic thin-film Solar Cell : OSC）は、フレキシブル、軽量、プリンタブル等の特性から、ウェアラブル機器の小型電源としての応用が期待されている。本研究では、OSCの中で最も浸透している活性層材料（P3HT、PCBM）を用いて、基本性能の確認を行った。次いでフレキシブル化、大面積化の課題、およびウェアラブル機器用の小型電源の可能性について検討した。

2. 実験方法

OSCの構造を図1に示す。構成要素（材料）は、①基板（ガラス、PET）、②透明電極（ITO）、③緩衝層（PEDOT-PSS）、④活性層（P3HT、PCBM）、⑤対向電極（Al）である。図2にOSCのエネルギー準位と本研究で用いた相分離型活性層を示す。



Fig. 1 Structure of OS.

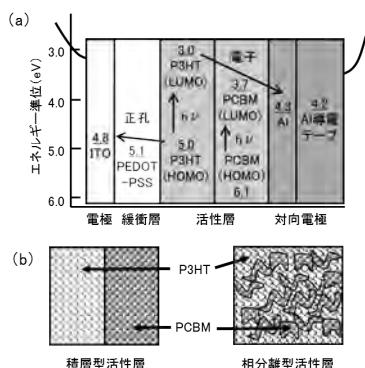


Fig. 2 (a) Energy level of OSC, (b) Active layer.

OSCの評価は、ソーラーシミュレータ（CEP-25、分光計器㈱）を用いて行った。

3. 実験結果

材料の検討とOSCの特性評価を行った結果、以下

のことが判った。

(1) 緩衝層の薄膜化、溶液のろ過フィルターとグローブボックスの使用、活性層溶液の混合比と濃度、活性層の乾燥温度の制御が、変換効率の向上に有効であることが判った。図3に、J-V特性の一例（活性層溶液の濃度と変換効率 η_n ）を示す。

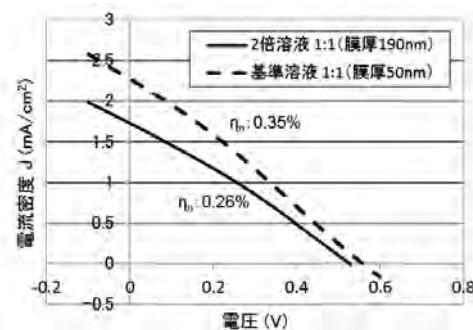


Fig. 3 J-V characteristics

(2) 活性層のSEM観察から、P3HT相とPCBM相の相分離と考えられるナノドメイン構造を確認した。

(3) OSCの特性劣化の原因は、緩衝層や活性層の不均一さ（凝集、ピンホール、相分離構造の崩れ等）であることが判った。

(4) PET基板を用いて作製したOSCの変換効率は、0.014%とガラス基板に比べ1桁低下した。また、大面積化を目指したガラス大面積OSC（9.0cm²）では変換効率0.32%を示した。

(5) 試作したOSCは、電流値に改良の余地（材料の持つ特性の1/3）がある。大面積化（100cm²）で対応するとすれば、現状でも200mA、0.5Vの特性が可能。

4. まとめ

小型ウェアラブル電源の開発を目的に、OSC開発を行った。均質な活性層をクリアすれば、小型電源の可能性が高まると考えている。

（詳細は、平成28年度 若い研究者を育てる会「研究論文集」 p 37~44参照）

*1現 商工企画課

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^{*1}、寺澤孝志
若い研究者を育てる会 北陸電気工業㈱ 今井航平 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、これまで、圧電体セラミックスを用いたEH用の発電素子を作製してきた。¹⁻³⁾昨年度、イットリア安定化ジルコニア(YSZ)および金属基板(Ni)上に圧電体厚膜をスクリーン印刷法で形成し発電に成功したが、金属基板を用いた素子の発生電力はセラミック基板を用いた素子の1/4程度であったこと、さらに電極に高価なPtを使用しており、コストが高いといった課題があった。

本研究では金属基板を用いて、セラミック基板(YSZ)を用いた圧電体厚膜と同等程度の電気的特性を得ることと電極の低コスト化を目指した。

2. 実験方法

金属基板として、インコネル、ステンレスを使用し、下部電極材料としてAg-Pd(Ag:Pd比=7:3、8:2、9:1)を検討した。Ag-Pd電極を形成した基板に、PZT系材料を含む圧電体ペーストをスクリーン印刷、焼成することで圧電体厚膜を形成し、発電素子を作製した。焼成時間は10分程度の短時間焼成と120分程度の通常焼成を行なった。作製した素子は、加振器に固定、0.5Gにて振動させ、出力電力を測定した。

3. 実験結果

比率の異なるAg-Pd電極で試料を作製したところ、Ag:Pd=7:3ではPZT厚膜の脱バインダ中にPdOが生成し、PZT厚膜が剥離してしまう一方で、Ag:Pd=9:1では緻密なPZT膜を得るのに必要な焼成温度で溶解してしまうことが明らかとなり、Ag:Pd=8:2を使用することとした。作製したPZT系厚膜の電気諸特性を表1に示した。SUS基板では950°C以上の焼成では基板に酸化層が形成され、PZT膜の形成が困難であった。作製した素子の発電量測結果を図2に示す。昨年度作製したYSZ基板上、Ni基板上にPt電極を用いて作製したEHs素子の最大発電電力は、それぞれ1.8、0.4μW/mm²であったのに対し、今年度作製した金属基板上にAg-Pd電極を用いたEHs素子では、1.4μW/mm²であり、金属基板を使用し、低コストな

Ag-Pd電極を使用しつつも特性を向上させ、YSZ基板を用いた素子の特性に近づけることが可能であった。詳細は、平成28年度若い研究者を育てる会「研究論文集」p.1~7を参照。

Table 1 Electric properties of prepared PZT thick films

基板	焼成方法	d_{31} (pC/N)	$-g_{31}$ (V·m/N)	Pr (μ C/cm ²)	E_c (kV/cm)	ϵ_r	$\tan\delta$ (%)
YSZ	通常 1050°C	38	8.3	10.7	11.6	449	1.5
	短時間 1050°C	31	6.4	7.3	11.0	501	1.1
Inconel	通常 1050°C	8.7	2.3	14.6	7.3	491	3.2
	短時間 1050°C	7.4	2.2	4.6	10.6	350	4.4
SUS	短時間 950°C	3.0	1.3	1.2	12.0	245	5.1

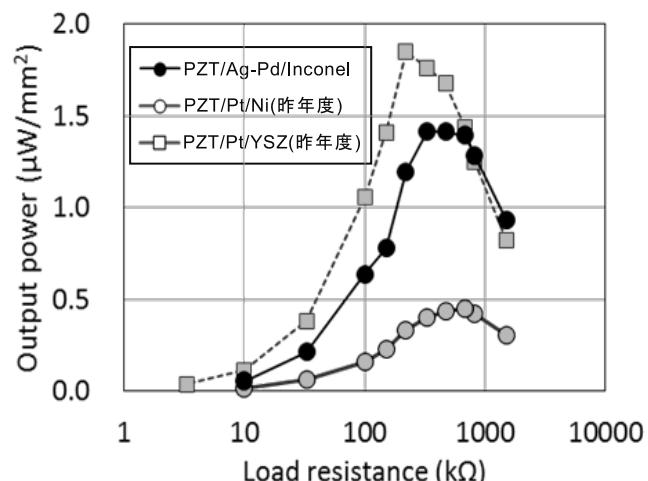


Fig. 1 Relationship between road resistance and output power

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.
- 3) 山本 他: 平成27年度若い研究者を育てる会研究論文集 (2016) 15.

*1現 商工企画課

振動の簡便な測定法・低減法の開発

機械システム課 金森直希 釣谷浩之 佐山利彦

中央研究所 住岡淳司 コーセル株式会社 林大清

1. 緒言

多数の構造材や締結部から成る機械の振動状態は、大変複雑で予測困難である。機械の開発時には、振動の測定と対策を繰り返すことが強いられ、納期遅延や対策費用の増大を招く恐れがある。他方、構造材の製作方法が多様化しており、構造材の内部構造を変更して機械的特性を調節することができるようになってきた。そこで、本研究では、振動対策の要求が多い自動車に関連する分野を対象として、簡易な制振デバイスの構造および製作方法を検討した。

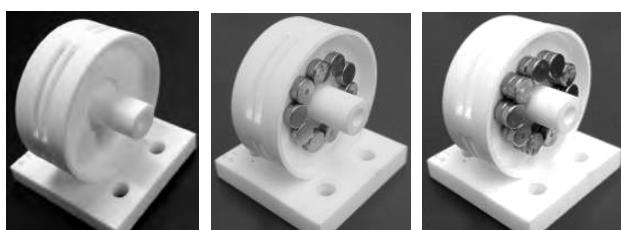
2. 制振デバイスの構造および試作

自動車を大幅にスケールダウンして模型化したミニ四駆に着目し、その制振ホイールを試作することとした。制振方法および製作方法を検討した結果、滑り摩擦による振動エネルギー消散を積極的に利用した摩擦ダンパを、樹脂用3Dプリンタで一度に造形することとした。図1(a)は考案した制振ホイールの全体像示す。軸部(図1(b))および外輪部(図1(c))に形成されたそれぞれの円板間に生ずる滑り摩擦を利用する。軸部と外輪部は、90°に等配置された4か所のねじ部を介して結合している。

図2(a)は、粉末焼成型の樹脂用3Dプリンタ(EOS Formiga P100)で造形した制振ホイールを示す。図2(b)



(a) Whole model (b) Shaft part (c) Outer ring part
Fig. 1 Friction damping wheel model with opposing disc-shaped comb structure



(a) Without magnet model (b) Single aligned magnets model (c) Doubly aligned magnets model
Fig. 2 3D printed models

および(c)は、摩擦力を増加を狙って造形物に磁石を取り付けたものである。

3. 制振性能評価試験

試作した制振ホイールの制振性能を測定した。図3は、負荷として制振ホイールの軸部に60.5 gの重りを取り付けた場合の減衰比を示す。磁石を2段取り付けると、磁石なしのものと比べて減衰比が大きく増加した。また、減衰比が加振振幅に大きく依存することもわかった。図4は、衝撃振動に対する応答波形を示す。軸部と外輪部の接触面の隙間を適切に設定した上で、磁石貼付により法線力を増加させると、振幅が迅速に減少した。

(詳細は、平成28年度 若い研究者を育てる会「研究論文集」p.8~13を参照)

参考文献

- 1) 林ほか:日本機械学会北陸信越支部第54期総会・講演会講演論文集,(2017)K035.

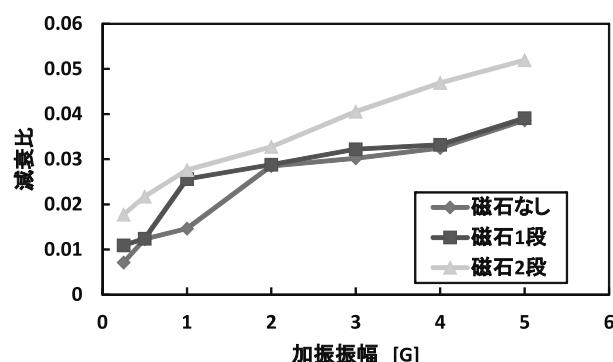


Fig. 3 Relationship between excitation amplitude and damping ratio

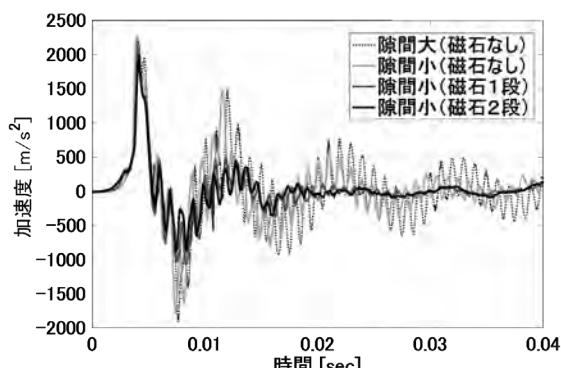


Fig. 4 Impact response waveform

富山県工業技術センター研究報告

№31 2017

発行日 平成29年7月28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/>

宮山県土業支牧使セ
ノ
31
20
1
7

ノ
31
20
1
7