Reports of the

TOYAMA INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH & DEVELOPMENT CENTER

№32 2018

富山県産業技術研究開発センター研究報告

富山県産業技術研究開発センター

富山県産業技術研究開発センター研究報告 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	ドック(ESF)清	寄密度に	プラズマ	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
ものづくり研究開発センター	近藤兼司
中央研究所	岩坪 聡、寺田堂彦、川堰宣隆
(株)スギノマシン	大坪雅之、森本裕輝、小倉孝太

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)	吉田博之

口科学研究費補助金

フッ素樹脂の微細加工法の提案とマイクロ流体デバ	イスヘ	の応用	6
產学官連携推進担当	鍋澤浩	与文	
千葉大学	関	実	

ロナノテクものづくり基盤技術創成研究

リアクティブプロセッシングによるセルロースナノ	ファイバーと樹脂の複合化
産学官連携推進担当	水野 渡
中央研究所	寺田堂彦

ものづくり研究開発センター 川野優希

口経常研究

サーボプレスを用	別いた高張力鋼板の高精度成形技術	所の開発
	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	清水孝晃、柿内茂樹
金属積層造形シン	マテムにおけるアルミ合金の造形に	∠関する研究
	ものづくり研究開発センター	氷見清和
	中央研究所	山本貴文、住岡淳司、石黒智明
セルロース混合す	可塑化成形装置を用いたセルロース	マナノファイバーの前処理方法の検討
	ものづくり研究開発センター	川野優希
	企画管理部	水野渡
	中央研究所	寺田堂彦
口企業との共同破	开究	
ナノファイバーを	と用いた QOL に優れた貼付剤の開発	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)	大久保功一、上田和紀、栄哲
アルミスラッジの	D有用利用と混練ペレット製造技術	ずの開発
	産学官連携推進担当	水野渡
	中央研究所	住岡淳司
	ものづくり研究開発センター	川野優希
	(株)戸出 O-Fit	牧恒雄、山本登、稲川貴史、高橋大樹、小倉憲太、奥澤智大
食品衛生法に適合	する銅鋳物の開発	
	ものづくり研究開発センター	氷見清和
	(株)老子製作所	老子祥平、老子利雄、鈴木賢人
セルロースナノフ	ファイバーを配合した新規プラスチ	チック材料の開発18
	産学官連携推進担当	水野 渡
	中央研究所	寺田堂彦
	ものづくり研究開発センター	川野優希
	中越パルプ工業(株)	田中裕之、橋場洋美、伊東慶郎、角 椋太、犬童奏実

Ⅱ 中央研究所

口科学研究費補助	助金		
血中循環腫瘍細胞	包による早期膵臓癌の発見・診断と	悪性度解刺	行に関する研究19
	材料技術課	大永 崇	
	京都大学	嶋田 裕	
1滴の血液中にあ	っる1個の血中循環腫瘍細胞を捕捉	するための	サ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	
集束イオンビーム	ムによるダイヤモンド工具の高機能	化と表面機	と後能創生への応用
	加工技術課	川堰宣隆	
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	富木裕一	
口公益信託飴久明	青富山県内大学等研究助成金		
セルロースナノン	ファイバー作製のための高圧ジェッ	トミル法の)高度化に関する研究
	評価技術課	岩坪 聡、	寺田堂彦
山フロンティア的	卅究推進事業 [1] [1] [1] [1] [1] [1] [1] [1] [1] [1]		
地場銅器産業の新	新商品開発を支援する銅合金材料の	3D 造形技	で術の開発····································
	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	長柄毅一	
	A-PLUS	相川繁隆	
オール樹脂化した	ミマイクロ流体チップの開発と用途	展開	
	材料技術課	大永 崇	
	評価技術課	寺田堂彦	
	富山大学	加賀谷重江	生
ロナノテクものつ	づくり基盤技術創成研究		
セルロースナノン	ファイバー透明紙を用いたデバイス	構造作製技	支術の開発
	評価技術課	丹保浩行、	岩坪 聡
	機械電子研究所	寺澤孝志	
ロデジタルものつ	つくり未来技術創出事業		
高融点・難加工権	材料を用いた金属積層造形技術の開	発	30
	材料技術課	山本貴文	
	ものづくり研究開発センター	氷見清和	

伝統産業支援の方	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、	山本貴文
	評価技術課	寺田堂彦	
複合化樹脂粉末る	を応用した表面修飾		
	加工技術課	髙松周一	
	材料技術課	住岡淳司、	石黒智明
口経堂研究			
レーザによる金属	属と横脂との接合		
	加工技術課	清水孝晃。	柿内茂樹
	ものづくり研究開発ヤンター	山岸英樹	
	材料技術課	石里短明	
		HW001	
モバイル端末を用	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
摩擦攪拌接合に。	よるアルミニウム合金と銅合金の接	合技術の開	発40
	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、佐藤 智
	中央研究所	冨田正吾	
for the state			
無拘束型センサる	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	5、垓本吉俊、岩坪 聡
	機械電子研究所	金森直希	
王妹由主化学咨询	百の右田伽母への化学亦協に問わる	研究(7)	
人然田木旧子頁個	尿の月川初員、の川上子変換に関する 加丁は法律		
	加工工义的标	山响)火	
雷磁ノイズ抑制権	溝 浩に関する研究		
	評価技術課	宮田直幸、	佐々木克浩、塚本吉俊
口企業との共同で	研究		
自動車用大型外導	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48
	評価技術課	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
香気成分の分析、	抽出及び合成に関する研究		49
	加工技術課	山崎茂一	
	生活工学研究所	吉田 巧	
	(有)アンティアンティ	宮崎真、	坂本沙恵

3D 積層造形を用	いたヒートパイプ内蔵型蓄熱容器の 材料技術課	售形技術および熱特性に関す □本貴文	る研究
	ものづくり研究開発センター	、見清和、林 千歳	
	(国研) 宇宙航空研究開発機構	目中龍太、金城富宏、岡本	篤、田中洸輔、宮北 健
	(有)オービタルエンジニアリング	「藤雅規、大西春奈、川上晃	司、中川政之、山口耕司
摩擦攪拌接合(FS	W)用高性能ツールの技術開発		
	加工技術課	讷茂樹	
	ものづくり研究開発センター	」岸英樹、佐藤 智	
	中央研究所	田正吾	
	(株)北熱	出典篤、山口絵美、小林健	二、中井 徹、政 誠一
異材 FSW 用イン	テリジェントツールの開発		
	加工技術課	5内茂樹	
	ものづくり研究開発センター	」岸英樹、佐藤 智	
	中央研究所	目正吾	
	(株)山本金属製作所	夏本正敏、鹽津陵雅、河合真	二、山本憲吾
レーザ表面微細が	叩工による FSW 特有欠陥の除去技行	の開発	
	加工技術課	青水孝晃、柿内茂樹	
	ものづくり研究開発センター	岸英樹	
	中央研究所	田正吾	
	(株)三和製作所	评日佐夫、今井圭祐	
口若手研究者育成	戊支援共同研究		
複合化樹脂粉を用	用いたレーザ塗装		
	加工技術課	「松周一、清水孝晃	
	材料技術課	三岡淳司、石黒智明	
	ものづくり研究開発センター	、見清和	
	若い研究者を育てる会		
	(株)斉藤製作所	h林孝吉	

Ⅲ 生活工学研究所

口公益財団法人術	卸器谷科学技術財団研究開発助成		
微小ビーズクッジ	ンョンの高機能化に関する研究 …		
	生活工学研究所	九曜英雄	
	製品科学課	石割伸一	
口経常研究			
筋負担軽減タイン	プ股関節サポータの開発		56
	製品科学課	中橋美幸	
	生産システム課	金丸亮二	
体型再現可能な	寸法可変ボディの開発		
	製品科学課	上野 実、	浦上晃
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60
	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	
セルロース基成形	6体に関する基礎研究		
	生産システム課	早苗徳光、	金丸亮二
スポーツウエア記	平価用人型ダミーの開発		
	製品科学課	浦上晃、	上野 実、中橋美幸
	中央研究所	溝口正人	
消臭機能を持つ	ンートの開発		
	生産システム課	牧村めぐみ	4、早苗徳光、金丸亮二
口企業との共同で	研究		
ポリプロピレン緒	繊維の染色技術の開発		
	生産システム課	吉田 巧、	金丸亮二、野尻智弘、早苗徳光
	製品科学課	西田公信	
	(株)ツカサプログレス	森中英人、	渡辺良夫
揮発性機能シー	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	
	第一編物(株)	吉田博之	
	小松精練(株)	埴田 修、	中川英治
	(株)ゴールドウインテクニカルセンター	中村研二、	児島貴之
各種用途へ適応	したナノファイバーへの薄層コーテ	ィング技術	および装置の開発
	生産システム課	金丸亮二、	百田 巧
	ものつくり研究開発センター	成瀬大輔	
	弗一編物(株)	 古田博乙、	切开明于

木製バットの打音による打撃性能判定に関する研究	71
製品科学課	浦上 晃、上野 実
機械電子研究所	羽柴利直
(株)ロンウッド	池田真一、大島賢二

Ⅳ 機械電子研究所

□科学研究費補助金		
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)	岡本佳之	
(公財)高輝度光科学研究センター	上杉健太郎	3
富山県立大学	森 孝男	
ロ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、	横山義之
鹿児島大学	山下麻由美	19. 杉浦 剛
安全な光治療・光細胞機能操作を可能にするナノー	バイオ界面	の創製
電子技術課	高田耕児、	横山義之
富山県立大学	村上達也	
マイクロ流体デバイスによる循環がん細胞除去法の	開発	
電子技術課	高田耕児、	横山義之
富山県立大学	安田佳織	
群馬大学	横堀武彦	
高性能かつ簡便な配向性非鉛圧電膜パターンの形成	に関する研	究
電子技術課	坂井雄一	
富山県立大学	唐木智明	
口公益信託飴久晴富山県内大学等研究助成金		
印刷法による配向性無鉛圧電膜の作製手法に関する	研究	
電子技術課	坂井雄一	
富山県立大学	唐木智明	
ロ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
電子技術課	高田耕児、	横山義之
富山県立大学	安田佳織	
群馬大学	横堀武彦	
鹿児島大学	杉浦 剛	
ロナノテクものづくり基盤技術創成研究		
感光性ナノファイバーの電子デバイスへの応用		
電子技術課	横山義之、	坂井雄一
日産化学工業㈱	岸岡高広	
口経常研究		
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、	釣谷浩之

デジタル画像相関	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
	コーセル(株)	岡本佳之		
	富山県立大学	森 孝男		
薬物送達のための	のナノ粒子作製に関する研究			86
	電子技術課	高田耕児、	横山義之	
	中央研究所	丹保浩行		
	富山県立大学	村上達也		
マクネンリム空気	れ電池の二次電池化		+ ++++++	
	电士拉附碟	平标未宿、	坝升雄一	
アルミ材へのSU	ISシートの招音波多占接合に関する	ち研究		
ノノレ 二利二 マリ 30	はない。 総構システム主	ふりたいのである。	会 杰古	发[1]利安
	山山研究所	<u></u> 初末何回、 五里知明	亚和回小小、	
	十天明元初	(日本)日内		
電子デバイスにお	おける界面制御技術と信頼性の向上	に関する研	究	
	電子技術課	寺澤孝志	本保栄治	,2
		114 1107		
非接触 3D スキャ	・ナによる表面形状測定の高精度化	に関する研	究	
	機械システム課	吉田勉、	佐山利彦	
	機械電子研究所	杉森 博		
口企業との共同の	开究			
荒天対応マルチニ	コプタの研究			
	機械システム課	金森直希		
	(株)フルテック	古村 崇		
感光性材料の開発	Ě ······	·····		
	電子技術課	横山義之		
	日産化学工業(株)	岸岡高広		
十次昌→ガランパ	り、売与電油の問惑			00
八谷里マクイン	/ や主刈电/凹/川刑光	未促学必		98
	电」汉仰來	平本不但、 石里知明	同川川村竹石	
	十大町元の 三協立山(株)三協アルミ社	山志自切	字田 剛	
	三勝マテリアル社	清水和纪	女山 両 山川 昭	
		1日/17/1中小口/	1711 811	
細胞分離システム	ムの製品化に関する研究			
and the second sec	電子技術課	高田耕児、	横山義之	<i>"</i>
	日本ゼオン(株)	橋岡真義、	生内寿文	
特殊メディアブラ	ラスト加工による刃物の特性改善に	関する研究	t 	
	電子技術課	横山義之		
	機械システム課	羽柴利直		
	中央研究所	川堰官降		
		가카즈브카포		

タカタ精密工業(株)	高田俊一				
ウェアラブル電子材料の特性に関する研究					
電子技術課	坂井雄一、	寺澤孝志、	関口徳朗		
生活工学研究所	上野 実、	中橋美幸			
(株)ゴールドウインテクニカルセンター	木村航太、	高島直之、	水島 浩		
口若手研究者育成支援共同研究					
工具寿命の機上検出手法に関する研究					
機械システム課	金森直希、	羽柴利直			
機械電子研究所	杉森 博				
若い研究者を育てる会					
田中精密工業(株)	石澤剛士				
X線CTの形状計測および変形評価への応用					
機械システム課	釣谷浩之、	金森直希、	吉田 勉、	佐山利彦	
中央研究所	山本貴文				
若い研究者を育てる会					
コーセル(株)	朝野剣太				
(株)タカギセイコー	瀧田 諭				
有機無機ペロブスカイト太陽電池の開発					
電子技術課	本保栄治、	横山義之、	高田耕児、	寺澤孝志	
若い研究者を育てる会					
コーセル(株)	宮崎幸輝				
富山県立大学	松田敏弘				
厚膜型圧電発電振動素子の開発に関する研究-Ⅲ…					
電子技術課	坂井雄一、	寺澤孝志			
若い研究者を育てる会					
北陸電気工業(株)	櫻井雅崇				
富山大学	西村克彦				
ウェアラブル電源の開発Ⅱ					
電子技術課	寺澤孝志、	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 聡				
若い研究者を育てる会					
コーセル(株)	林 大志				
立山マシン(株)	渡辺涼太				
超音波接合における接合材の振動特性に関する研究	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				
若い研究者を育てる会					
三協立山(株)三協アルミ社	盤若秀明				

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*1 佐藤智*1 中央研究所 柿内茂樹*1 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のプラズマ窒化では、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い 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(事業全体)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した。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、 抜き取りで破壊検査(硬さ分布試験)により確認していた その処理深さについて、超音波によりに簡便に非破壊計 測を可能とする基盤技術を開発した。

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。平板形状及び円筒形状の窒化部材に対して、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 の検査を実現する技術開発に取り組んだ。

2. 取組概要(工業技術センター分担分)

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(SH 波)である。実 験により材料及び形状に合わせてチューニングした適切 なプローブ、送受信パラメータ及び与圧の下、油性グリス をカップラントとして音波を材料表面から送受信した (透過波法)。Fig.1(a)及び(b)に、それぞれ平板材及び円筒 材内面(R40)における窒化深さと音波伝播時間の関係(検 量線)を示す。なお、平板部材及び円筒部材ともに基材は SKD61 であり、いずれも窒化深さの異なる試験片を6種

*1 現 機能素材加工課

類用いた。窒化深さはビッカース硬さ分布試験により、生地より 50 HV 高い深さとして求めた。その結果、どちらの試験片形状においても、窒化深さと音波伝播時間には高い相関を得ることができ、検量線の決定係数は 0.99 となった(目標値:0.95 をクリア)。

実際の熱処理深さは炉内の配置や部材の形状等の影響 で必ずしもねらい値通りになっていない。標準試験片に よる校正は前提となるが、確立した本超音波法を適用す ることで、製品の窒化深さを簡便に非破壊計測し、その品 質を全点保証することを可能とした。



Fig. 1 Relationship between the propagation time and thickness of nitride layer ((a) for flat-bar plate and (b) for R40 cylinder)

謝 辞

本研究は、経済産業省のH29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 中央研究所 岩坪 聡*1、寺田堂彦*2、川堰宣隆*3

(株)スギノマシン 大坪雅之、森本裕輝、小倉孝太

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ため、バイオマス由来の原料を 使ったナノファイバーを使った新規材料開発を行った。

セルロースは従来から、化粧品中に天然素材成分原料 として幅広く利用されている。本年度は、シルクをナノ ファイバーにした素材を使った試作品の評価を行い、こ れまでのセルロースナノファイバー(CNF)との比較を行 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"を用いた。シルクナノファイバーは、前年度開 発したものを使い、化粧品を試作した。

またスキンケア試作品に使用した原材料は、いずれも 市販されている商品を用いて、評価を行った。試作した 化粧品の物性評価は、前年度と同様、回転式粘度計とレ オメーターを用いて行った。

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

CNF が有する成形体の保持機能を明らかするため、洗 顔剤に CNF を添加した洗顔剤を作製し、評価を行った。

結果はCNF添加洗顔剤由来の泡で、CNF濃度が0.5wt% で粘性に差異をつけることが出来た。出来た泡も、腰の ある高強度の泡の触感であった。





さらに、抗菌性をもつキトサンを使ったナノファイバーの触感改良などを目的に、CNF, CMC-NF とキトサンナノファイバーの混合品を作製し、触感改良効果を検討し

た。

CNF 添加では触感が優位な方法に改善した。CMC-NF 添加の場合、ナノファイバー混合品を希釈した際にも、 沈殿が見られず、ナノファイバー濃度を下げても、混合 品の分散安定性が向上した。

3.2 複合化スキンケア材料の評価

シルクパウダーから、シルクナノファイバーを作製、 乳液を試作した。シルクは保湿能を有し、ナノファイバ ー化によって、比表面積が増えることでより保湿効果が 向上することが期待できる。

シルクナノファイバーの添加品と未添加品間の保湿測 定結果を図2に示す。未添加品が短時間で保湿効果が失 われるのに対し、シルクナノファイバー添加品は、約60 分間、保湿効果が持続出来た。



図2 シルク CNF 添加による粘度変化

CNF 添加により、金ラメ粒子を高濃度で保持出来るか を検討した。ホモジナイザーを用いて金ラメを CNF と混 合して、混合品の分散安定能を調べた。

CNF 未添加品では、金ラメ粒子は短時間で沈殿したの に対し、CNF 添加品は金ラメ粒子が 5wt%まで沈殿が確 認されなかった。またセラミドと CNF の混合した場合に も、同様にセラミド粒子を安定分散でき、保湿性の向上 が期待できる結果であった。

4. 結言

今年度は、CNF を添加した洗顔剤への効果、CNF が持つ触感改良能の確認、またシルクナノファイバーの保湿効果の検討を行った。いずれも良好な結果を得た。次年度は、既存の増粘剤、安定剤との比較と防腐剤や安定剤を添加した CNF を開発する予定である。

*1 現 製品・機能評価課、*2 現 ものづくり基盤技術課、*3 現 デジタルものづくり課

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*1、中央研究所 岩坪聡*2柿内茂樹*1 宮田直幸*2

(株)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として扱う事が出来ていない。そこ で、本研究では高圧噴射型湿式微粒化装置をベースに、 ナノ粒子・ナノファイバー用分散装置の開発を行った。

2. 実験方法

H28 年度の開発品である電気化学的分散技術と機械的 分散技術の複合装置「液中プラズマチャンバー」に関して、 本年度は液中プラズマチャンバーの微粒化性能を向上さ せるため、チャンバーの電極構造を改良した。従来の液 中プラズマチャンバーは、高圧噴射時に発生するキャビ テーションの気泡を利用して液中プラズマを発生させて いた(図1)。しかし、液中プラズマは液中の気泡内でのみ 発生する現象であるため、一般的には気泡量が多いほど 液中プラズマが発生しやすい。そのため、液中プラズマ を発生させる電極を中空状(パイプ状)に変更し、中空状の 電極を通じて外部から圧縮エアを送気可能となるように 液中プラズマチャンバーの構造を改良した(図2)。

また、この改良によって微粒化性能が向上したのかを 確認するため性能テストを実施した。テストは、改良前 後の液中プラズマチャンバーを使用し、酸化チタンおよ びジルコニアを30回処理して粒度分布測定を行った。粒 度分布測定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を使用した。

3. 実験結果および考察

粒度分布測定結果を表1に示す。未処理と液中プラズ マチャンバーの30回処理品のメジアン径を比較すると、 液中プラズマチャンバーは改良前の構造でも粒子を 100nm以下に分散出来ており、十分な分散能力を有して いたことがわかる。しかし、改良前後のメジアン径を比 較すると、改良後は酸化チタンのメジアン径は約20%小 さく、ジルコニアは約40%小さくなった。このことから、 今回の改良によって微粒化性能は約 20~40%向上したと 考えられる。



図1 液中プラズマチャンバーの概略図(改良前)



図2 液中プラズマチャンバーの概略図(改良後)

表1 液中プラズマチャンバー改良前後の酸化チタンとジルコ ニア粒子のメジアン径変化

未処理粒子	未処理粒子の	液中プラズマチャンバー 30 回処理後のメジアン径 (nr		
原料の種類	メクアン怪 (nm)	改良前 (送気無し)	改良後 (送気有り)	
酸化チタン	3800	89	75	
ジルコニア	231	57	40	

4. 結言

本年度は、液中プラズマチャンバーの改良により微粒 化性能を向上させることが出来た。来年度も継続して、 装置の改良にも努めたい。

ESP 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、生活工学研究所 金丸亮二*1 早苗徳光*2 吉田 巧*1、中央研究所 寺田堂彦*3 第一編物(株) 吉田博之

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 しナノファイバーは構造上、光の乱反射が起こりやすく、 通常量の着色料を添加してもほとんど染まらない。その ため、CNF 混練技術で得られた技術を基に分散、酸性染 料などを高濃度で混練させることにより、ナノファイバ ーシートの着色を行い、さらに汎用性の高い医療用材料 を開発する。また、染料の分散と同様の手法を用いるこ とにより、新機能を備えた高機能性ナノファイバーを開 発することを目的とする。

2. 実験方法

4

昨年度までの研究により得られた編物、織物などの布 帛とナノファイバー不織布を貼り合わせた「ナノファイ バー複合生地」について、PVDF(ポリフッ化ビニリデン) ナノファイバーと、ニットや織物などと組み合わせ、複 合シートを作製した。試作したシートをテキスタイル用 途や医療用途での活用を検討するため、透湿度試験、曲 げ風合い試験を行った。



Fig. 1 ハイブリッド極薄基布の製法ならびに SEM 観察図

また、ナノファイバー不織布の材料となるポリマー樹 脂中に染料成分や添加剤を混練した。粉末状の添加物は、 あらかじめ溶剤である DMF や MEK に溶解させ、ろ過を 1回ないし2回行い、分散処理を行った。上記の手法で添 加剤を高濃度で分散させることにより、ナノファイバー の原料樹脂に高濃度で着色を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 ナノファイバー複合生地性能の最適化

独自の貼り合わせ法により得られた新規複合シートは 透湿度について、40,000~80,000 と従来品の4倍から8 倍の数値が、曲げ風合いに関してはB値が0.015となり、 従来よりも10倍以上のやわらかさを有することが分かっ た。以上を踏まえて、貼付剤用途に柔らかく伸びのある 複合生地を、資材用にはやや厚めで、耐久性のある複合 生地を新規開発し、特に資材用途に関してはナノファイ バー複合生地を用いた帽子やバンダナ等を試作した。



Fig. 2 3 層型ナノファイバー複合生地を用いた 試作プリントバンダナ

3.2 ナノファイバーの加飾技術の開発

染料を高濃度分散した樹脂溶液をエレクトロスピニン グ方式で紡糸することにより、着色されたナノファイバ ーシートを得られた。また、上記技術を用いたナノファ イバーについて無着色のナノファイバーと比較を行った。 ろ過作業を行わないナノファイバーは引張強度や防水の 面で 50~70%の数値まで低下してしまうが、ろ過工程を 加えた条件では、液滴の原因となる微粒子の残存が確認 できなくなり、物性試験についても全て着色の有無にか かわらず同程度の試験結果を得ることができた。

4. 結言

昨年度は複合ナノファイバーの製法を最適化し、3 層構 造かつ A4 サイズ以上の複合ナノファイバーシートを得 ることが出来た。また、ナノファイバーに添加剤を加え ることにより、着色等の機能付加を行う手法を確立した。 試作したサンプル品に関しては随時展示会などで公開す る予定である。

*1 現 生活資材開発課、*2 現 機械電子研究所、*3 現 ものづくり基盤技術課

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

1. はじめに

マグネシウム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 待されているが、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 いう実用上の大きな問題を抱える。

このため筆者らは、これまで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。疲労の進行に従い、純マグネシウム押出材では粒界の ナノスケールの損傷により数%オーダーで弾性率が低下、 また AZ31 コイル圧延材では表層の残留応力が圧縮側に 蓄積しながら途中断続的に開放される特徴的な挙動が生 じることを明らかにしている¹³⁾。

本研究では、高速鉄道車両等への適用が期待される難 燃性マグネシウム合金押出材(AZX611)について、繰り返 し引張負荷下(*R* = 0)の低サイクル疲労過程における弾性 率を取得、その挙動差を汎用マグネシム合金押出材 (AZ61)と比較した。

2. 実験結果

両材の機械的性質、極図(0001)及びその片振引張負荷(R = 0)における S-N 線図を図 1(a-b)に示す。なお、押出方向 (ED)は荷重負荷方向(LD)もしくはその垂直方向(TD)に揃 えた。AZX611 は、AZ61 に比べ高サイクル側の強度が小 さく、また特に ED = TD とした場合に耐力含め強度が小 さい(異方性大)。これは極図(c軸の配向性)を見ても明ら かである。このような機械的性質に差がある両材の疲労進 行に伴うヤング率 E 及び剛性率 G(横波超音波の偏向面を LD 及び TD とした 2 種) の変化率を図 2(a-d)に示す。数% の変化が見られた純マグネシウム押出材に比べ、いずれの 弾性率も変化量は小さく 0.5%程度であった。しかし良く 見ると、図2(a-c)では、疲労度N/Nfの中期で一旦減少、そ の後増加するような挙動であるのに対し、図2(d)では、疲 労中期まで増加、その後減少もしくは停滞となるような挙 動であることに気付く。このグルーピングは疲労強度にも 表れた集合組織の差に符号する。この試験条件における弾 性率への影響要因としては、残留応力(音弾性効果)、双晶

変形(方位)及び可動転位(鈴木効果)などが考えられる。今後、初期組織とこれらの相関を検討する必要がある。







Fig. 2 Change ratios of young's modulus, *E*, and shear modulus, *G*, during low cyclic-tension fatigue for the (a) AZ61 of ED = LD, (b) AZ61 of ED = TD, (c) AZX611 of ED = LD and (d) AZX611 of ED = TD as a function of N/N_f

参考文献

1) H. Yamagishi et al.:

Metall. Mater. Trans. A, 41 (2010) 2151-61.

- H. Yamagishi and M. Fukuhara: Acta. Mater., 60 (2012) 4759-67.
- 3) H. Yamagishi:

J. Phys. Conf. Ser., 843 (2017) 012026-36.

謝 辞

本研究は JSPS 科研費 15K05707 の助成を受けたもので ある。

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

産学官連携推進担当 鍋澤浩文*1 千葉大学 関 実

1. 緒言

マイクロ流体チップの基材として、耐薬品性や耐熱性、 非粘着性に優れたフッ素樹脂を用いることができれば、 有機溶媒や強酸、強塩基等、試薬の選択性が高まる。しか し、フッ素樹脂は、自身が持つ優れた物性により、微細加 工が困難である。そこで、本研究においては、フッ素樹脂 の微細加工技術を開発し、マイクロ流体素子へ応用展開 することを目的としている。昨年度までは、独自開発した 磁場支援型プラズマエッチング装置を用いて、2 種類のフ ッ素樹脂、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) とペル フルオロアルコキシフッ素樹脂(PFA)上への微細加工、 ポリジメチルシロキサン (PDMS) ステンシルマスクを用 いた深堀加工、フッ素樹脂プレートの加圧熱融着につい て取組み、これらを基にフッ素樹脂製マイクロ流体素子 の製造技術を確立した。今年度は、この技術で作製したマ イクロ流体素子を、高機能培養基材として期待されるコ ラーゲン微小液滴の作製に応用したので報告する。

2. 実験方法

コラーゲン微小液滴作製チップの概念図を Fig. 1 に示す。 主流路からコラーゲン Type I を酢酸で 10 倍(体積比)希 釈した溶液(分散相)を流した状態で、2 本の枝流路から 酢酸メチル(連続相)を流すことにより、コラーゲン溶液 の流れを任意の幅に集束させる。集束したコラーゲン溶液 は、狭流路に導入され、広領域に流れ込む段階で、微粒子 が形成される。設計した微小液滴作製素子は、液導入の主 流路、枝流路をともに幅 100 µm とし、狭流路、広領域の 幅は、それぞれ 50 µm、100 µm、流路の深さは全て 50 µm に設計した。チップの作製手順は、次のとおりである。フ ッ素樹脂プレートとして、可視光の透過率が高い PFA を 用いた。流路形状の貫通穴を持つ PDMS ステンシルマス クを PFA プレート上に設置し、酸素プラズマにより流路



Fig. 1 Schematic showing the PFA microfluidic device for collagen particle formation

6

を加工した。次に、入出力口の貫通穴を加工した PFA プレートを準備し、このプレートと流路を加工したプレートを、ホットエンボス装置にて加圧熱融着させた。その後、入出力口に溶液を導入・排出するためのテフロンチューブを接着し、コラーゲン微粒子の作製実験に供した。

3. 実験結果および考察

作製したチップに、コラーゲン溶液を 0.7 μL/min、酢酸 メチルを 30 μL/min の流速で送液したところ、Fig.2 に示す ように、コラーゲン微粒子を長時間安定に形成することが できた。流路出口から排出された溶液をグルタルアルデヒ ド溶液に回収してコラーゲンを架橋し、粒子の直径を測定 したところ、約 50 μm であった。従来の PDMS を基材とし たチップにおいては、有機溶媒により流路が膨潤するとい う課題があったが、PFA チップの場合、耐薬品性に優れる ことに加え、液滴の吸着も起こりにくいことから、安定な 液滴形成が可能になったものと思われる。本実験により、 フッ素樹脂チップの有効性を明らかにした。



Fig. 2 Collagen particle formation in the microchannel

4. 結言

プラズマエッチングで作製したフッ素樹脂製マイクロ 流体素子を用いて、コラーゲン微小液滴の形成に応用す ることができた。フッ素樹脂製チップにより、マイクロ流 体素子の応用範囲が、バイオ分野のみならず化学合成・分 析へと適用範囲が拡大することが期待される。今後は量 産性に優れたフッ素樹脂製造技術の開発に取組む予定で ある。

リアクティブプロセッシングによるセルロースナノファイバーと

樹脂の複合化

産学官連携推進担当 水野 渡*1、中央研究所 寺田堂彦*1、ものづくり研究開発センター 川野優希*1

1. 緒言

紙の原料である木材は、地球上での保有量が1兆トン と最も多い再生可能な資源である。近年、木材を利用し て石油由来素材と置換し、低炭素社会実現を目指す研究 開発が盛んに進められている。木材より抽出したパルプ は、セルロースを主成分とした天然繊維で、直径が数 10µm で長さが数 mm の細長い繊維であるが、その構造は セルロース高分子鎖が集合してナノサイズのフィブリル を形成し、これらが各種の階層構造体を形成して繊維と なっている。このナノサイズのフィブリルは、セルロー スナノファイバー(CNF)と呼ばれ、この CNF は、直径1 ~100nm 程度で、長さ数 µm 程度の極細繊維状物質であ り、セルロースを解繊処理等して得ることが出来る。近 年、CNF に関して、日本や世界では国家プロジェクト規 模で研究開発が進められ、国内では独立行政法人新エネ ルギー・産業技術総合開発機構等が、産業技術の国際競 争力の強化を目指し、産学官で共同研究が行われている。 富山県においても、文部科学省 地域イノベーション戦 略支援プログラムの「とやまナノテククラスター」の中 でCNFの開発と実用化のための各種取り組みが行われて いる。

本研究では、CNF の高強度・高弾性率、低線膨張係数 等の優れた特性を生かし、樹脂と複合化することにより 樹脂物性を大幅に向上させるフィラーとしての用途につ いて検討した。CNF を樹脂と複合化する場合、CNF と樹 脂の表面特性(親・疎水性)の違いから CNF が強く凝集し て分散性が悪いこと、界面強度が低く想定された特性が 発揮されないことが知られている。そこで、複合化工程 でCNF と樹脂を反応させ分散性と界面強度を向上させる ことを目指した。ここでは、分散性や界面特性の基礎的 な情報を得るため、CNF とポリプロピレン(PP)を複合化 することとし、各種市販相溶化剤(分散性や界面強度を向 上させる添加剤)を添加した場合の複合材料の特性を検 討した。

2. 実験方法

2.1 材料

CNFは、固形分10%となる中越パルプ工業株式会社製 の含水 CNF を用いた。PPは、株式会社プライムポリマ ー製H700を用いた。添加剤としては、三洋化成工業株式 会社製ユーメックス1010 (Additive-A)、三洋化成工業株式 会社製ユーメックス1001 (Additive-B)、三菱化学株式会社 製モディック P928 (Additive-C)、理研ビタミン株式会社製 リケイド MG-250P (Additive-D)、理研ビタミン株式会社製 リケイド MG-400P (Additive-F)、理研ビタミン株式会社製 リケイド MG-400P (Additive-F)、理研ビタミン株式会社製 NP50605A (Additive-H)、三井化学株式会社製 NP0555A (Additive-I)、有限会社豊栄産業製熱分解ワックス (Additive-J)を使用した(表1)。

試料名	企業名	商品名	備考
Additive-A	三洋化成工業株式会社	ユーメックス1010	主成分:酸変性PP、酸価:52
Additive-B	三洋化成工業株式会社	ユーメックス1001	主成分:酸変性PP、酸価:26
Additive-C	三菱化学株式会社	モディックP928	主成分∶酸変性PP
Additive-D	理研ビタミン株式会社	リケイドMG-250P	主成分:酸変性PP、酸価:22.8
Additive-E	理研ビタミン株式会社	リケイドMG-400P	主成分:酸変性PP、酸価:41.2
Additive-F	理研ビタミン株式会社	リケイドMG-400EM	主成分:酸変性PP、酸価:41.2
Additive-G	理研ビタミン株式会社	リケイドMG-440P	主成分:酸変性PP、酸価:40.5
Additive-H	三井化学株式会社	NP50605A	主成分:酸変性PP、酸価:11
Additive-I	三井化学株式会社	NP0555A	主成分:酸変性PP、酸価:45
Additive-J	有限会社豊栄産業	熱分解ワックス	主成分:熱分解PE

Table 1 Type of additive

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。この装置は、回転羽根の最大回転数: 3000 rpm、混合可塑化部容量:5L、処理能力:40 kg/h の ものである。この装置は、高速衝突粉砕・撹拌により、 バイオマス中の水分を利用して装置内で高温・高圧水蒸 気を作りだし、バイオマス成分の変性と汎用樹脂に対す る溶解性の向上を図りバイオマスと汎用樹脂を複合化す るもので、2軸押出機を使用する際の課題が解決できる可 能性がある。実験では、装置に、仕上がりの CNF 配合割 合が 5% (w/w)、相溶化剤が 3% (w/w)になるように加えた PP を装置に入れ、複合材料を作成した。

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)で引張試験 を行った。

3. 実験結果および考察

図1にPPおよびPPにCNFを加えた材料と、さらに相溶化剤を添加した材料の引張弾性率を示した。PPの弾性率は約1700 MPaであるのに対し、CNFを加えると若干高くなり、相溶化剤を加えるとAdditive-DからF、Iでは、添加効果が明確にみられた。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。CNFを加えると強度は低下するが、相溶化剤により強度を向上させることができた。特に、Additive-Fでは強度向上効果を得ることができた。図3に最大点伸びの結果を示した。CNFを複合化することによって値は低下する傾向を示したが、Additive-C、Gでは改善効果が示された。これらの結果から、いずれの物性にも効果がある相溶化剤は見られず、効果を示すものに関して材料設計に合わせた使用が必要であることがわかった。また、さらに物性を向上させるためには、複合化方法の検討が必要なものと考えられる。

4. 結言

PPとCNFの複合材料について相溶化剤の効果を評価したところ、相溶化剤の添加は複合材料の物性の向上に効果があるものの、万能的に効果を示すものは見られず材料設計に合わせた使用が必要であることがわかった。



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 tensile strain

キーワード:セルロースナノファイバー、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、相溶化剤 Compounding of Cellulose Nanofiber and Resin by Reactive Processing

Project Promoter; Wataru MIZUNO, Central Research Institute; Dohiko TERADA, Monozukuri R&D Center; Yuki KAWANO Composite materials containing cellulose nanofiber and polypropylene were produced by the cellulose mixing-plastication molding machine. Addition of the compatibilizer was effective in improving the physical properties of the composite material, but none showed a universally effective effect.

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*1 山岸英樹*1 中央研究所 清水孝晃*2 柿内茂樹*1

1. 緒言

近年、自動車等の輸送機器における部材の軽量化が厳 しく要求される中、高張力鋼板(ハイテン)等の比強度に優 れた軽量材料の適用が進んでいる。しかし、これらの材 料は高い強度を有するために、従来材の加工後よりも大 きなスプリングバック(弾性回復)が生じることによる、形 状凍結不良が大きな問題となっている。

一方、サーボプレスは、加工時に駆動するスライドの 動作を細かく数値制御できるため、プレス加工品の寸法 精度の向上などに期待され、導入が進められている。高 比強度材のスプリングバックを緩和する手法の一つとし て、サーボプレスによる応力緩和現象を応用した加工方 法などが提案されているものの、最適な加工条件等の詳 細など、明らかとなっていない点も多い。

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方法の開発を目的とし、サー ボプレスの各種スライドモーションを高張力鋼板の曲げ 加工に適用した。また、加工後に発生するスプリングバ ック量と加工部近傍における試料内部のひずみ分布を調 査することで、スライドモーションの影響を検討した。

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。供試材 料の機械的性質を表1に示す。SPC590は、SPCCの約2 倍の引張強度を有している。なお、両供試材料の寸法は、 長さ 200mm、幅 80mm、板厚 1mm である。

2.2 試験および測定方法

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、 パンチ加工部形状:曲げ角度 90°および曲げ半径 R = 5mm、 ダイ加工部形状:曲げ角度 90°および曲げ半径 R=6mm の 一定の寸法形状の金型を用いた。

2.3 プレス加工方法

プレス曲げ加工には、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を用いた。また、 サーボプレスのスライドモーションによる影響を検討す るために、クランクモーションと下死点保持モーション

の2種類スライドモーションを適用した。クランクモー ションでは、オーバーライドとスライド速度は一定の相 関があるため、オーバーライドを 20%ごとに変化させ、 スライド速度による影響を調査した。下死点保持モーシ ョンでは、スライドを下死点で停留させることで、発生 するといわれる応力緩和現象の影響を検討した。なお、 下死点におけるスライドの滞留時間は0秒~90秒、オー バーライドは60%を用いた。

実験結果および考察

クランクモーションを用いた曲げ加工において、加工 後に発生したスプリングバック量の測定結果を図1に示 す。いずれの材料でも、オーバーライドを高くすること で、スプリングバック量が小さくなる傾向が確認された。 また、いずれの加工条件でも、スプリングバック量は、 SPCC よりも強度の高い SPC590 が、大きくなる傾向であ った。ひずみ速度が高い場合、被加工材で生じる応力が 大きくなる。そのため、オーバーライドが高い場合には、 非常に大きなスプリングバックが生じると考えられたが、 その関係性は確認されなかった。

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





*1 現 機能素材加工課、*2 現 ものづくり研究開発センター 製品·機能評価課

> 富山県産業技術研究開発センター研究報告 No.32 (2018) 9

曲げ加工後の材料内におけるひずみ分布とスライドモ ーションの関係を調査した。一例として、クランクモー ションのオーバーライド 60%の同一加工条件で実施した SPCC と SPC590 の IPF および KAM の結晶方位解析結果 を図 2 に示す。板厚方向において、上面、中央部ならび に下面の計 3 箇所で分析した。なお、KAM は、結晶方 位の局所的な変化を示し、大局的にはひずみ分布と対応 する¹⁾。KAM による結晶方位解析結果、表面と下面では、 多くのひずみがみられるが、中央部にはひずみは殆ど観 察されなかった。また、変形量が多くなる下面において、 相対的に多くのひずみが観察された。

図 3 に、スプリングバックの大きな変化がみられた SPC590の板厚方向における、KAM による結晶方位解析 結果とスライドモーションの関係を示す。なお、図中の C-はクランクモーション、H-は下死点保持モーションで 得られた 0-1°の KAM を示している。クランクモーショ ンによる加工では、ひずみ分布におよぼすスライド速度 の大きな影響は観察されなかった。一方で、下死点保持 モーションによる加工では、板厚方向の各箇所で観察さ れるひずみの差が小さくなる傾向が確認された。

4. 結言

スプリングバックを抑制する加工方法の開発のために、 サーボプレスのスライドモーションを用いた曲げ加工を 実施し、スプリングバック量とひずみ分布を調査するこ とで、加工条件の影響を検討した。その結果を次に示す。

- スライドモーションによって、スプリングバック量が 変化することが確認された。
- ・いずれの加工条件でも強度の高い SPC590 で、大きな スプリングバックが発生した。
- ・試料内部のひずみの分布は、クランクモーションでは、
 大きな変化は確認されなかったが、下死点保持モーションでは、各箇所で観察されるひずみの差が低下した。



参考文献

1) 佐々木ら:日本金属学会誌 vol.74 (2010) No.7, pp. 497-474

キーワード:サーボプレス、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 affected spring-back angle and scale strain (KAM), in either case, large spring-back angle was measured in high-strength steel. Among them, the motion holding slide in position of bottom dead point buffered scale strain of sample.

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*1 中央研究所 山本貴文*1 住岡淳司*1 石黒智明*1

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や鋳造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 金型等の試作ができることから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、アルミニウム合金など多く用い られている。その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され ている。

そこで本研究では、アルミニウム合金を用いて造形し、 その金属組織や引張強度、レーザ照射条件による溶融凝 固への影響について調査した。

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、平 均粒径 DV50=33µm) 粉末により造形し、各部分につい て金属組織や造形形態について調査した。引張強度の試 験は、水平方向 (ベースプレート) に対して 0°、45°、90°の3 方向の試料を作製した。

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。造形は水平方向の異方性を小さくするため、レ ーザを1層ごとに約 60°回転させて照射している。その ため(a)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、(b)垂直断 面においては、1層(約30µm)ずつ層が積み重なってい ることが観察された。共にレーザのスポット径と同じ幅 の帯状組織となっている。観察の結果から、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。

更に結晶方位解析システム(EBSD:電子線後方散乱 回折法)により、金属組織の結晶粒について詳細に調査



図 1 金属組織観察結果 -----2005 (a)水平断面、(b)垂直断面

した。図2に、(a)水平断面と(b)垂直断面のEBSDによる 結晶粒界(15°以上)を示す。図1のエッチング組織では、 レーザによる溶融が観察されたが、溶融部は単一の結晶 粒になっているのではなく、溶融池表面に向いた熱流方 向に細長い微細な結晶粒になっていることがわかった。

図3に示す(a)水平断面と(b)垂直断面のEBSDによる結 晶粒の正極点図解析の結果から、微細な結晶粒は積層上 面に向いて<100>方向に配向していることがわかった。



図 2 EBSD による結晶粒界(15°以上) (a)水平断面、(b)垂直断面



3-2 造形物の引張強度

図4に、水平方向(ベースプレート)に対して0°、45°、 90°の3方向の試料の引張試験結果を示す。いずれの方向 においても、引張強度は400MPa以上であり、鋳造材と 同程度であった。一方、伸びは造形角度が小さいほど伸 びが大きいことがわかった。これは、積層されているた めに水平方向に繋がった粒界ができるため、垂直方向に 比べ水平方向が破断されやすいと考えられる。



3-4 エネルギー密度の影響

金属 3D プリンターで造形物の内部欠陥の発生や引張 強度等に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。

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

P: レーザ出力 (W) <math>v: レーザ速度 (mm/s)s: 走査ピッチ (mm) t: 積層厚 (mm)

本実験では、レーザの出力とレーザ速度を変化させて、 エネルギー密度の内部欠陥への影響について調査した。

図5にレーザ出力による相対密度の変化を示す。組織 写真から正常部と空隙欠陥部の面積比率により相対密度 を算出した。その結果、特にレーザ速度が1600mm/sで は相対密度が全体的に低い。図6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によ り、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。



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 断面で形態が異なり、微細な結晶粒は積層上面に向いて <100>方向に配向している特有の金属組織であった。

造形物の引張強度は 400MPa 以上であり、鋳造材と同 程度であった。一方、伸びは造形角度が小さいほど伸び が大きいことがわかった。

相対密度は、レーザ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^{*1}, Material Technology Section; Takafumi YAMAMOTO^{*1}, Jyunji SUMIOKA^{*1}, Tomoaki ISHIKURO^{*1}

In this study, the basic characteristics of Al alloy fabricated by Selective Laser Melting 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.

セルロース混合可塑化成形装置を用いた セルロースナノファイバーの前処理方法の検討

ものづくり研究開発センター 川野優希*1、 企画管理部 水野 渡*1、中央研究所 寺田堂彦*1

1. 緒言

セルロースナノファイバー(CNF)は、木質パルプ等から 作製した天然由来の高分子材料である。その化学構造は 伸びきり鎖微結晶でできているため高い引張強度を有し ている¹⁾。また線膨張係数は石英ガラスに匹敵する値を有 している。このような特徴から、CNF はプラスチック材 料に複合することで弾性率向上や線膨張係数低減など優 れたフィラー効果を期待できる。

CNF はセルロースをナノファイバー化する際にセルロ ースを水中に分散させて処理するため水分散液または含 水状態にあるのがほとんどである。そのため、水溶性樹 脂を用いた複合化には向いているが、現在使用されてい る樹脂材料の大部分を占める疎水性熱可塑性樹脂との複 合化は困難である。また、疎水性熱可塑性樹脂と複合す るため CNF を脱水乾燥させるとセルロース分子同士が強 固に凝集して固化し、優れたフィラーとしての補強効果 が活かせなくなる。このため CNF を疎水性熱可塑性樹脂 と複合するためにはCNF を凝集することなく乾燥させる 前処理方法の確立が急務となっている。CNF の凝集を防 ぐ方法としてはCNFのカルボキシメチル化やステアリン 酸による表面処理等の方法2.3が知られているが、処理し た CNF と熱可塑性樹脂の複合材料の材料内における CNF 分散状態を評価した報告は少なくその効果には不明 な点が多い。

そこで、本研究では CNF の凝集を防ぐことのできる添 加剤を検討し、セルロース混合可塑化成形装置を用いた CNF の前処理方法の確立を目的とした。実験では、CNF に添加剤を添加し、セルロース混合可塑化成形装置を用 いて乾燥処理を行った。走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)を用いて乾燥処理した CNF(以 下、乾燥 CNF と表記)の状態観察を行った。また、乾燥 CNF を熱可塑性樹脂と複合化した材料内の CNF の分散 状態を確認するため、乾燥 CNF と熱可塑性樹脂を複合し た材料からシート材(厚さ 100 μm)を作製し顕微鏡観察を 行った。

2. 実験方法

2.1 使用材料

CNF は固形分 10 %となる中越パルプ工業株式会社製の含水セルロースナノファイバー(nanoforest-S BB-1

*1 現 ものづくり基盤技術課

[10 %])を用いた。添加剤はステアリン酸骨格を持つ添加 剤(以下、添加剤 A と表記)とエステル系の添加剤(以下、 添加剤 B と表記)の2種類を用いた。添加剤の添加量は、 CNFの固形分に対して添加剤 A は20%、添加剤 B は10% とした。熱可塑性樹脂にはポリプロピレン(株式会社プラ イムポリマー製、H700:以下、PP と表記)を用いた。

2.2 CNF 乾燥方法

CNF の乾燥処理には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-1001R) を用いた。セルロース混合可塑化成形装置は、バイオマ ス材料と熱可塑性樹脂を複合する装置である。この装置 はチャンバー内で複数の回転羽根を高速回転させること で材料に強いせん断をかけながら衝突と摩擦により材料 の温度を上昇させることができる装置である。この装置 を用いることで、強いせん断により CNF の凝集を防ぎな がら乾燥処理できることが期待できる。乾燥条件は、回 転羽根の回転数を 2700 rpm とし、水分が蒸発し CNF が 粉体となって回転羽根のトルクが減少したところで乾燥 処理を終了した。乾燥処理終了後、チャンバーを開け乾 燥 CNF を回収した。

2.3 乾燥 CNF 観察方法

乾燥 CNF の観察には SEM(日本電子株式会社製、 JSM-IT300LV)を用いた。加速電圧は 15 kV とし、2 次電 子像で観察を行った。SEM 観察には、観察対象に導電性 が必要なため、Pt スパッタ処理を施した。

2.4 乾燥 CNF 混練方法およびシート材の作製方法

乾燥 CNF と PP の混練にはセルロース混合可塑化成形 装置を用いた。乾燥 CNF の含有量は CNF の固形分で PP に対して 5 mass%とした。混練条件は、回転羽根の回転 数 2580 rpm とし、PP が溶融し回転羽根のトルクが急上昇 したのち6 秒後に払出ドアから取り出した。乾燥 CNF と PP の混練材料(以下、乾燥 CNF/PP 混練材料と表記)を粉 砕機(FRITCH 社製、pulverisette 19)を用いて粉砕し、プレ ス機(株式会社東洋精機製作所製、MINI TEST PRESS-10) を用いて厚さ 100 µm のシート材を作製した。加熱プレス の条件は、上下板温度 180 ℃、ゲージ圧力 30 MPa、プレ ス時間 3 分間とした。加熱プレス後、ゲージ圧力 30 MPa で10分間水冷を行った。

作製したシート材は光学顕微鏡(Leica 製、DM6000B)を 用いて観察を行った。

3. 実験結果および考察

Figure 1-3 に乾燥 CNF の SEM 観察結果を示した。Figure 1 は CNF のみで乾燥処理した乾燥材(以下、乾燥 CNF(未) と表記)、Fig. 2 は添加剤 A を添加した乾燥 CNF(以下、乾燥 CNF(A)と表記)、Fig. 3 は添加剤 B を添加した乾燥 CNF(以下、乾燥 CNF(B)と表記)を示した。乾燥 CNF(未) および乾燥 CNF(B)では、CNF が強く凝集している様子が 見受けられた。乾燥 CNF(A)では、セルロースが絡み合っ た様子が見受けられたが、他の乾燥 CNF のような強い凝 集物はほとんど見受けられなかった。

Figure 4-6 に作製したシート材を顕微鏡で観察した様 子を示した。Figure 4は乾燥 CNF(未)、Fig. 5 は乾燥 CNF(A)、 Fig. 6 は乾燥 CNF(B)の観察結果をそれぞれ示した。乾燥 CNF(未)および乾燥 CNF(B)のシート材では、凝集物が複 合材料内に分布している様子が観察されたが、乾燥 CNF(A)のシート材では、大きな凝集物はほとんど観察さ れず、CNF の分散状態が良好であった。特に乾燥 CNF(A) の SEM 観察で見られた、絡み合ったセルロースもほとん ど見受けられなかった。これは、セルロース混合可塑化 成形装置にて強いせん断をかけながら PP と混練を行っ たことで、セルロースの絡み合いがほどけたためである と考えられ、そのため CNF の分散状態の良い複合材料が 得られたと考えられた。

4. 結言

CNF に添加剤を添加しセルロース混合可塑化成形装置 を用いて乾燥処理を行い、さらに乾燥 CNF/PP 混練材料 (シート材)を作製して、材料内の CNF の分散状態を確認



したところ、添加剤AはCNF分散効果および凝集防止効 果が高いことを確認した。今後は、射出成形により複合 材を作製し強度特性について評価する予定である。

参考文献

 1)矢野浩之:日本ゴム協会誌,85(2012)376-381
 2)中谷丈史ほか:紙パ技協誌,72(2018)197-201
 3)藤井英司ほか:岡山県工業技術センター平成27年度 センター報告,42(2015)16-17

キーワード:セルロースナノファイバー、セルロース混合可塑化成形装置、ポリプロピレン、添加剤

Investigation of Pretreatment Method of Cellulose Nanofiber by the Cellulose Mixing-plasticization Molding Machine

Monozukuri R&D Center; Yuki KAWANO, Project Promotor; Wataru MIZUNO Central Research Institute; Dohiko TERADA

In this study, pretreatment method of Cellulose Nanofiber (CNF) by the cellulose mixing-plasticization molding machine was investigated. Two kinds of additives were used. One was additive having stearic acid. The other was ester-based additive. It was found that the dry CNF using the additive having stearic acid had spacing effect.

ナノファイバーを用いた QOL に優れた貼付剤の開発

生産システム課 金丸亮二*1 早苗徳光*2 吉田巧*1 野尻智弘*1 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 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。ナノファイバー を用いた貼付剤は、基布のナノファイバーが非常に皮膚 の動きに非常によく追従する布であり、フィルムと同程 度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。昨年度はこれまでの研究で得られた 下図のナノファイバー貼付剤について、皮膚の動きに対 する追従性を機械的に評価するため、デマッチャー装置 を用いた追従性の評価方法を考案、比較した。



Fig. 1 ナノファイバー貼付剤写真

2. 実験方法

ナノファイバー量産装置を用いて、貼付剤の基材部分 の作製を行った。ポリフッ化ビニリデンを材料とし、膜 厚を30±2µmの精度でナノファイバーロールを作成した。 ナノファイバーロールは前田薬品工業㈱にて、薬剤を混 ぜ込んだ粘着層の付帯加工を行い、ナノファイバー貼付 剤の試験サンプルを作製した。

得られたナノファイバー貼付剤についてはシリコンゴ ムシート上に貼付し、伸長 30%、速度 120 回/min の条件 でデマッチャ伸縮運動を行い、繰り返し回数 10000 回時 点での剥離具合を市販のテープ剤やパップ剤などと比較 した。また、引張試験機をもちいて 180°剥離試験を行い、 試験板から剥離する際の引張強度について、市販品と比 較を行った。



Fig. 2 デマッチャ繰り返し試験機(左) 試験中のシリコンゴムシート及び貼付剤の動き(右)

3. 実験結果および考察

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、追従性試験及び剥離試験を行った。試 験にはナノファイバー貼付剤2種(強粘着、弱粘着)の 他に、従来の湿布剤やパップ剤と比較を行った。試験結 果については下の表に示す。

	ナノ則	占付剤	既製品 パップ剤	既製品
	低粘着	強粘着	A社	B社
テープ厚 /µm	105~115	105~115	1300~ 1400	550~ 600
剥離刺激 / N/25mm	0.1	0.1	0.6	0.5
平面伸縮 10000回 耐久性	〇 角わずか に捲れ	◎ 剥離無し	× 3500回で 脱離	△ 下側大き 〈剥離

Fig. 3 貼付剤サンプルの性能評価結果

追従性の試験結果について、ナノファイバー貼付剤は 10000回の伸縮に対してもほとんど剥離や捲れが発生せ ず、シリコンゴムシートの伸縮運動に追従した。市販品 に関しては大きく下側が捲れる、あるいは完全に剥がれ 落ちるため、今回開発したナノ貼付剤は追従性に優れて いることが分かった。一方で剥離試験の結果はナノ貼付 剤の剥離刺激は市販品の1/5であり、皮膚刺激を抑えられ るということを確認できた。

4. 結言

昨年度はナノファイバー貼付剤について物性試験を重 点的に行い、一定の評価を得ることができた。また、追 従性を評価する方法を機械的に考案し、共同で特許出願 を行った。今後は、前田薬品工業株式会社と連携し、医 療用途に限らず、より商品化に適した機能性ナノシート を用いた商品の開発を行い、早期の商品化を目指す。

*1 現 生活資材開発課、*2 現 機械電子研究所

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

産学官連携推進担当 水野 渡*1、中央研究所 住岡淳司*2、ものづくり研究開発センター 川野優希*1 (株)戸出O-Fit 牧 恒雄 山本 登 稲川貴史 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、クリンカアッシュ、フライアッシュ、 アルミスラッジ、木粉・長繊維等の廃棄物とポリプロピレ ンを長繊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、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 トの製造及びポリプロピレン/フライアッシュ/木粉複合材 料の難燃化技術について検討した。

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、二軸押出機による複合化を試みた。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)の二軸押出機にホットカッ トペレタイザを付属して行った(図1)。アルミスラッジの配 合割合を50%(w/w)とした場合、複合材料は作製できるもの の材料の流動性が低いため押出時の負荷の上昇や材料のヤ ケが見られ(図2)、滑剤や安定剤の配合が必要であった。

ポリプロピレン/フライアッシュ/木粉複合材料の難燃化 については、今回基礎的なデータを得るため、市販難燃剤 を添加して酸素指数を測定して効果を確認した。難燃剤に は、リン系難燃剤、ハロゲン系難燃剤、水酸化マグネシウ ム、水酸化アルミニウム等を使用した。複合化は、ラボプ ラストミルにより行った。所定の割合で材料を混合し、ロ ーラミキサー(図3)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。この試験片について酸素指数の測定 等を行った。

いずれの難燃剤も配合割合を高くすると酸素指数が高く なり、効果を確認することができた。中でもハロゲン系の 難燃剤は効果が高く、20%の添加で酸素指数が27を超えた。 今後、製品試作を行い配合を最適化する必要がある。



Fig. 1 Labo plastomill



Fig. 2 Aluminum sludge / PVC Composite material



Fig. 3 Roller mixer

*1 現 ものづくり基盤技術課、*2 現 デジタルものづくり課

食品衛生法に適合する銅鋳物の開発

ものづくり研究開発センター 氷見清和*1 株式会社老子製作所 老子祥平 老子利雄 鈴木賢人

1. 緒言

これまで食品関係の製品においては、銅合金を用いた 鋳物製の製品は少なく、純銅の板材料を絞り/曲げ加工し た製品(鍋、タンブラーなど)が多い状況である。その 理由は、銅は塑性加工性が良く延性展性に富んでおり、 圧延・伸線・絞り・曲げなどの加工が極めて容易である ためであり、様々な製品に用いられている。また、銅は 高い熱伝導性や高い殺菌作用を有することから、加熱用 調理道具に多く利用されている。

一方、食品関係に銅合金の「鋳物」製品が少ない理由 は、鋳造品は板材に比べて重くなるためであり、洋白合 金(銀色の銅合金)製のフォークやナイフ等の比較的に 小さくて軽いカトラリー製品が殆どである。また、大型 となる製造機器分野では、食品安全性の点からステンレ ス製の部品が多く、銅合金は材料価格や耐食性の点から あまり用いられていない理由である。

本研究では、食品衛生法に適合する銅鋳物を開発して、 新たな商品開発を目的とした。

2. 実験方法

2.1 銅合金の鋳造

株式会社老子製作所では、製品に銅合金材料では主に CAC406を用いてきた。この材料は、約5%程度の鉛を含 んでいる。新しい製品は直接食品等に接触するため、本 実験では、鉛を極力含まない CAC402 の材料を用いて、 初めて鋳造することとした。

	Cu	Sn	Zn	Pb	その他
CAC402	86.0~90	7.0~9.0	3.0~5.0	<1.0	<1.47
CAC406	83.0~87.0	4.0~6.0	4.0~6.0	4.0~6.0	<1.57

表1 銅合金の成分

2.2 試験方法

鋳造品の組織観察および成分分析には、金属顕微鏡お よび電子線マイクロアナライザー(EPMA)を用いた。

3. 実験結果および考察

設計図に基づき型の製作、鋳造設計・法案の検討を行い、CAC402の材料を用いて鋳込んだ。巣穴等が出来にくくするよう圧がよりかかるための湯口を設置した。鋳込み時にはより湯の圧がかかるよう素早く丁寧に湯を流

し込んだ。冷却後に鋳型を外して仕上げ(サンドブラスト、 研磨等)をし、CAC402の鋳造製品を完成させた。

図1に、鋳造した銅合金の断面の電子顕微鏡像を示す。 観察の結果、十数 µm 程度の小さな引け巣が確認できる。 また、(b)組成像から全体的には均一な組成分布をしてい るが、微視的には組成の揺らぎがあることがわかった。



図1 (a)SEM 像と(b)組成像

100µm

図2に、EPMAによる元素の面分析結果を示す。分析 の結果、銅は一面に存在し、亜鉛は縞状に分布していた。 また、錫は亜鉛と同じように縞状に分布し、局所的に高 濃度で存在していることが分かった。鉛は錫の濃度が高 いところに、点在していることが分った。



図 2 EPMA による成分分析結果 ^{20µ}

4. 結言

実験の結果、鉛が極力少ない銅合金(CAC402)を用 いて食品衛生法に適合する鋳物製容器の作製を試みた。 今後は、様々な製品形状に対応していくため、方案・湯 流れ・凝固速度などをこれまでの実績データや鋳造シミ ュレーションを用いてに検討する。

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

産学官連携推進担当 水野 渡*1、中央研究所 寺田堂彦*1、ものづくり研究開発センター 川野優希*1 中越パルプ工業(株) 田中裕之、橋場洋美、伊藤慶郎、角 椋太、犬童奏実

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. 樹脂 / 染色 CNF 複合材料の試作

ポリプロピレン(PP)と CNF の複合材料を着色する手法 として、染色した CNF を顔料として複合化することつい て検討した。染料には青色の繊維用の反応染料、紙用染 料、プラスチック用染料を使用した。反応染料、紙用染 料は事前に所定の条件で含水した CNF を染色した後(図 1)PP とブレンドして乾燥した(図 2)。プラスチック用染料 は染料、含水した CNF、PP をブレンドしたのち乾燥した。 乾燥した材料は、卓上混練機(ATRAS、Laboratory Mixing Extruder)により混練し、熱プレスにより 100 μm のシート を作製した。

反応染料及び紙用染料で染色したシートではCNFのみ 着色が見られた。また、混練やプレス成形後も染色した CNFの色調に変化が見られず、CNF 染色の有効性が確認 された。プラスチック用染料の場合は、PP は染色される ものの CNF は一部染色されずに凝集していた。このこと から染料はCNF や樹脂との親和性を考慮する必要がある ことが確認された。

3. 赤外分光分析による材料中の CNF 含有率の測定

CNF と樹脂との混合物中の CNF 含有率を、赤外分光 分析法で測定する方法について検討した。CNF の配合割 合を変えた試料に対して、フーリエ変換赤外分光光度計 (日本分 光株式会社、FT/IR-6700FV ST)を用いて、1 回反 射 ATR 測定(ATR PRO ONE VIEW、PKS D1 V、積算 32 回)を行った。得られたスペクトルに対して、ATR 補正お よび自動ベースライン補正を行った。CNF と樹脂のスペ クトルの比較から、樹脂に特有のピークである波長 A 及 び波長 B と、CNF に特有のピークである波長 C を求め、 それらのピーク強度とピーク面積を求めた。

上記のピーク強度から CNF 配合割合と樹脂ピークと CNF ピークの強度比の関係を求めると、いずれから求め た回帰曲線も今回実験した60~80%の領域でよい相関関 係が得られた(図 3)。このことから、樹脂中の CNF 含有 量を簡便に求める手法として赤外分光分析法が有効であ ることが確認された。しかしながら、計算結果の信頼性 を上げるためには、測定回数を増やす必要があった。特 に CNF 濃度が高い領域(90%)では、強度比、面積比とも にばらつきが大きくなった。



Fig. 1 CNF dyed with reactive dye



Fig. 2 Mixture of CNF and PP



Fig. 2 Relationship between CNF content and intensity ratio of FT-IR

*1 現 ものづくり基盤技術課

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*1 京都大学薬学研究科 嶋田 裕

1. はじめに

癌の早期診断に血中循環腫瘍細胞(CTC)を利用する ことが期待されており、膵臓癌についても同様である。 膵臓癌は転移性が高く厄介だが、転移にはCTCが不可欠 であることを考えると早期からのCTCの存在が予想され、 それを捕捉できればCTCを利用した早期診断の可能性が 考えられる。膵臓癌のCTC研究は、これまでにも比較的 蓄積がある。進行した膵臓癌では50~90%の患者さんか ら CTC が検出できたとの報告がある(Int.J.Cancer: 134,1(2014)) 一方で、早期では高々10%程の患者さんか らの検出に止まっている(Annals of Oncology: 24,2057(2013))。この原因として上皮間葉転換(EMT)の 関与が考えられ(Cell 148,349(2012))、通常の上皮マーカ ー(EpCAM)以外を標的とした捕捉が求められているの で、本研究で検討した。

2. 種々のマーカーを標的とした癌細胞捕捉

膵臓癌が高発現するマーカーとして報告がある EGFR と HER2 (Invest New Drugs 31,558 (2013)) について検討 した。捕捉は筆者らが開発したポリマーCTC チップによ る捕捉システムを用い、これらのマーカーに対応する抗 体をそれぞれチップに導入して捕捉試験した。EGFR を 発現する細胞として KYSE220、HER2 を発現する細胞と して SKBr3 をサンプルした。また EMT により高発現す るマーカーとして知られている N-Cadherin に対する抗体 を導入したチップで、その高発現が知られる HeLa をサン プルとして試験した。さらに近年、第4の癌治療として 期待されている免疫療法において注目されている PD-L1 は、EMT により発現が上昇し膵臓癌でも認められるため



Fig. 1 HER2 により捕捉した癌細胞

検討対象とした。サンプルは MDA-MB-231 を用いた。

以上の試験について、捕捉状態の写真の1例をFig.1 に、測定した捕捉率をFig.2に示す。EGFR、HER2につ いては、ここで選択した抗体により効率よく癌細胞を捕 捉できることがわかった。一方、N-Cadherin(データ未提 示、ビデオ観察より捕捉率は30%以下)、PD-L1について は、ここで用いた抗体では十分な捕捉ができないことが 分かった。

そこで捕捉率が低い PD-L1 について、Fig. 3 に示す捕 捉マーカーの変換による捕捉を試みた。すなわち細胞上 の PD-L1 に予め抗 PD-L1 抗体を結合させ、チップ上に固 定した抗 IgG 抗体で捕捉した。その結果、捕捉率は 87% に向上した。本方法は他の抗体にも広く使用できるので、 今後さらに検討を進める。

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. 3
 IgG へのマーカー変換による捕捉方法

 左:通常の捕捉、右:変換による捕捉

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*1 材料技術課 大永 崇*2

1. 緒言

癌組織から漏れ出して末梢血中を循環している腫瘍細胞は血中循環腫瘍細胞(CTC)と称され、それらは癌の転移、拡大において重要な役を担っているといわれている。一方、5 mm以下の初期がんからも CTC は発生するといわれているため、CTC を高感度で検出することにより、低侵襲な採血により癌を早期発見できると期待されている。しかし、現行で主流の抗上皮細胞接着分子

(EpCAM) 抗体を利用した捕捉回収システムでは、 EpCAM 発現が低い CTC の捕捉確率は極端に低下してし まうため、信頼性の高い診断ツールとしての CTC 捕捉回 収システムの実現には至っていない。

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。他方、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、ナノファイバーと血球細胞との相 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、 CTC 以外の非特異的な細胞接着を抑制し、かつ、固定化 した抗体と CTC 表面の抗原との効果的な接触を実現する ためのナノファイバーフィルターの開発について検討を 行った(図1)。



Fig. 1 Schematic diagram of the strategy to immobilize anti EpCAM antibody on a surface with functionalized polyethylene glycol

2. 実験

先行文献^{1,2)}を参考に、エレクトロスピニング法によっ てスポンジ状の繊維集合体を作製した。アミノ基へのポ リエチレングリコール (PEG、Mn=3000)のグラフト実 験には、スピンコートキトサン薄膜表面を用いた。繊維 試料および薄膜試料とも、水酸化ナトリウムエタノール 溶液 (2.4 mM) に浸漬することによって中和した後、純 水で洗浄して実験に供した。

3. 結果

紡糸実験により作製した試料を、電界放出形走査電子 顕微鏡(JSM-7001FTTLS、JEOL)により観察したところ、 比較的均質な繊維(平均径127 nm、SD=18、n=40)が得 られていることが確認された(図2)。

N ヒドロキシスクシンイミドエステルと、1 級アミノ基 との結合を介して、キトサン表面へ PEG をグラフトする ことができた。さらに、PEG 鎖の末端ビオチンへアビジ ンを結合させ、さらに、ビオチン化抗体を修飾できるこ とが確認された。



Fig. 2 Spongy-electrospun fiber immersed in ethanol (left). FE-SEM image of the fiber lyophilized (right)

4. 結言

グラフトされた PEG 鎖により非特異接着を抑制し、か つ、PEG 末端へ任意の抗体を修飾しうるファイバー基材 を作製できることが確認された。

参考文献

1)Zhili W. et al: ACS sensors, **2**(2017)547-552 2)寺田堂彦、金丸亮二: 富山県工業技術センター研究報 告, **29** (2015) .33-34

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。

集束イオンビームによるダイヤモンド工具の高機能化と 表面機能創成への応用

加工技術課 川堰宣隆*1

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 具の作製と表面機能創成技術への展開を目的とする。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¹⁾。本報では、テクスチャ形状 の最適化を目的として各種材料に対して加工を行い、そ の効果の違いについて検討した。

2. 実験方法

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。 テクスチャの幅、深さとピッチは、それぞれ1.8 µm、32 nm と 3.8 µm 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-0*i*B)を用いた。 アルミニウム合金 A5052、無酸素銅、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、各材料を加工したときの切削力である。被削 材がいずれの場合でも、テクスチャによって切削力が大 きく減少した。切削速度130 m/minで加工した場合、NiP の切削力の減少率は小さい¹⁾。一方、本実験条件下では 被削材種に依存せず、強い効果が得られることがわかる。

図3は、1本目のテクスチャの位置を、切れ刃から1.0 µm~3 µmの範囲で変化させたときの背分力である。被 削材が NiP の場合、テクスチャが切れ刃から離れるにつ れ、切削力は増加する。NiP では工具・被削材間の接触 距離が短く、切れ刃から1本目のテクスチャのみが加工 に強く関与すると考える。一方、アルミニウム合金と無 酸素銅では、この増加傾向が見られない。これら材料で は接触距離が長く、加工時に複数のテクスチャが関与し ていると解釈できる。以上の結果より、低速加工におい ては被削材がいずれの条件でもテクスチャの効果を得る ことが可能であり、また被削材種によって有効なテクス チャの位置は変化することがわかった。

4. おわりに

本報では、各種材料に対して加工を行い、その効果の



Fig. 1 Rake face of (a) nontextured and (b)textured diamond cutting tools fabricated by focused ion beam and heat treatment



Fig. 2 Comparisons of the cutting force while machining AI, Cu and NiP, at the cutting speed of 0.5 m/min



Fig. 3 Comparisons of the thrust force while machining AI, Cu and NiP using textured tools with various distance from the cutting edge, at the cutting speed of 0.5 m/min

違いについて検討した。低速で加工を行った場合、被削 材がいずれの場合でも強いテクスチャの効果が得られる ことがわかった。さらに、被削材種によって有効なテク スチャの位置が変化することを明らかにした。

本研究は、JSPS 科学研究費補助金基盤研究(C)(課題 番号 17K06108)を受けて行われました。

参考文献

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

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*1 順天堂大学大学院下部消化管外科学 冨木裕一

1. はじめに

癌による死亡は増加傾向にあり、その中で大腸癌は大 きな割合を占める。何れの癌においても死亡低減におい ては早期発見が重要だが、大腸癌検診の受診率は負担が 大きいことなどにより向上していない。また良い腫瘍マ ーカーがないため、治療・再発のモニタリングも信頼性 が高いとは言えない。近年このような状況を変えるマー 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 チップ"により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、本チップの改良および本システムを用いた 臨床検討(大腸癌における手術前後のCTC 数変化)を行 ったので報告する。

2. CTC チップの改良

CTC チップは成形上の制約から、これまでチップ基板 として 3mm 厚の特注ガラスプレートを使用したので、実 用においてはコストアップ、顕微鏡使用の制限(倒立観 察で高倍率レンズが使用不可)、機器装着の問題(基板サ イズの精度が低い)などがあった。そこで筆者らは別の 研究においてチップ樹脂改良を検討し、市販スライドガ ラスで成形できる BG11R および G21R を開発した。樹脂 変更によりチップ性能が変化する可能性があるので、本 研究ではこれら樹脂の CTC チップについて、最重要性能 である細胞捕捉性能を評価した。

評価は、Fig. 1 の EpCAM 発現を示す大腸癌細胞株、
 HCT-116 を全血にスパイクしたサンプルを使用し、抗
 EpCAM 抗体を固定したチップで行った。結果を Fig. 2 に





*1 現 機能素材加工課

示す。従来チップの結果と比較し、開発品では G21R チ ップが同等の捕捉性能を有することが分かったので、今 後は臨床検討をこのチップで進める。

3. 大腸癌における手術前後の CTC 数変化

手術前後のCTC数(血中濃度)は再発、予後などに対 するバイオマーカーとして使用できる可能性あるため検 討を開始した(順天堂大倫理委員会承認のもと実施)。手 術によりCTC数は減少することがわかったが(Fig.3)、 今後さらに変化を追跡し、バイオマーカーとしての評価 を進める

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. 2 開発チップの細胞捕捉性能



Fig. 3 手術前後の CTC 数変化

セルロースナノファイバー作製のための高圧ジェットミル法の 高度化に関する研究

評価技術課 岩坪 聡*1 寺田堂彦*2

1. はじめに

セルロースナノファイバーCNFは、環境に優しい次世 代の材料などとして着目されている。その作製方法には、 化学的解繊方法と機械的解繊方法がある。グラインダー 処理や高速な流れを利用した高圧ホモジナイザー、高圧 ジェットミル処理など様々な方法が良く用いられる。こ の機械的方法では、修飾しないでセルロースを微細化す るため、耐熱性に優れた CNF を作製することができるが、 現状の高圧ジェットミル法では、処理回数を数十回以上 にしなければ、十分に解繊された CNF にはならなかった。 これは、CNF の処理コストの増加に繋がり、応用範囲が 狭まることになる。

そこで本研究では、処理方法の効率化を図ることで、 その回数の低減と未解繊部分が少なく透明度が高い高解 繊の CNF の作製を目的に、解繊機構の解明と装置の改良 を行った。

2. 実験方法と結果

株式会社スギノマシン HJP-25001 を用い、ノズルを改 良することで、22 倍以上大きなキャビテーションが発生 する装置にすることができた。そのノズルを用いてセル ロース粉末の懸濁液を処理し、CNF を作製した例を示す。

図1に、原料のセルロース粉末と、200 MPa の噴射圧 で1回処理したセルロース粒子の光学像を示す。白い像 は明視野像で、黒い方は偏光像である。結晶性セルロー スは偏光を示すことが知られ、偏光像の明るい部分は未 解繊部分を示している。従来のノズルでは、粉末セルロ ースを一部粉砕しているが、未解繊部分がかなり残って いる状態であった。それに対し新しいノズルでは、原料 は数ミクロンの非常に細かなセルロースに粉砕され、そ の粒子周辺で、ナノファイバーと思われる薄い領域が観 察されていた。さらに、処理回数 Npを 20 回に上げると、 図2に示すように、従来のものは、未解繊部分が多く観 察されるのに対して、新しいノズルは未解繊部分がほと んどなくなった。その結果、得られた懸濁液の粘度も倍 近く大きくなった。

図3に、解繊が進んだCNFと余り進んでいないCNF のSEM像を示す。解繊が余り進んでいない場合には、 細い繊維状にならず、一部が太い繊維が裂かれ膜状になっている部分が多く存在していた。 Q 7. .

(a) Initial
(b) Conventional
(b) New
Fig. 1 OM images of cellulose particles treated by jet
mill process with various nozzles at N_P of 1



(a) Conventional (b) New Fig. 2 OM images of cellulose particles treated by jet mill process with various nozzles at N_P of 20



(a) Low fibrillation (b) High fibrillation Fig. 3 SEM images of cellulose particles treated by jet mill process with various nozzles at N_P of 20

3. まとめ

ノズルの改良により高圧ジェットミル装置の高性能化 が可能であった。その装置は、セルロースに関して非常 に高い解繊性能を示した。

謝辞

本研究は公益信託飴久晴富山県内大学等研究助成基金の助成を受けたものです。

参考文献

1) Satoshi iwatsubo,"Morphology of Cellulose Nanofiber Treated by Wet High Pressure Jet Milling", The 4th International Cellulose Conference ICC2017, pp.252 (2017)

*1 現 製品・機能評価課 *2 現 ものづくり基盤技術課

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*1 住岡淳司*1 石黒智明*1、ものづくり研究開発センター 氷見清和*1 総合デザインセンター 平野尊冶 吉田絵美

富山大学芸術文化学部 長柄毅一、A-PLUS 相川繁隆

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。前報¹⁾では、Cu-10 mass%Sn 粉末を用いたレーザ積層造形における造形条件の最適化 と高密度造形体の金属組織について報告した。また、金 属 AM 造形体に対する伝統的な装飾加工の要素試作から、 現状の鋳物材と遜色ないレベルで加工が可能であること を見出した。本報では、青銅の金属 3D 造形技術のさらな る活用に向けて、Cu-20 mass%Sn の高密度造形体の金属 組織と熱処理による影響について報告するとともに、金 属 AM の伝統工芸分野への応用事例について紹介する。

2. 研究成果

2.1 Cu-20 mass%Sn 造形体の金属組織と熱処理による 影響

Cu-20 mass%Sn 鋳造材では、鋳造時の凝固過程で α 固 溶体と金属間化合物である δ 相(Cu₄₁Sn₁₁)の共析組織が非 平衡相として形成されることが知られている。この δ 相 は硬くて脆い金属相として知られており、加工性を阻害 する要因となっている。そのため、これらの合金の加工 は靱性のある高温相(β マルテンサイト)領域での加工(熱 間鍛造)や加工性を阻害する δ 相の消失を目的に高温域 からの焼入れ後、機械加工が行われている。一方で、レ ーザを熱源とする積層造形は、レーザ照射に伴う金属粉 末の急速な局部溶融・凝固が発生する。そのため、一時 的に δ 相のような析出相を抑制できる可能性がある。

Fig. 1 に高密度な Cu-20 mass%Sn 造形体の金属組織を



Fig. 1 Cu-20 mass%Sn 造形体の金属組織



Fig. 2 Cu-20 mass%Sn 造形体の TEM 観察結果

示す。造形まま材は微細なデンドライド組織と針状組織 が認められ、微細デンドライド組織を母相とし局所的に 針状組織を有する特異な金属組織を呈していることが分 かった。針状組織は、組織形態とX線回折測定からβ'マ ルテンサイト相であることを確認した。Fig.2に母相の微 細デンドライド組織を透過型電子顕微鏡で観察した結果 を示す。白色部は、サブミクロンオーダーの初晶 α 相で あり、周囲の黒色部はα相から固溶限界以上のSn成分が 吐き出されて形成された Sn に富んだ析出相であること が確認された。この析出相を同定するために X 線回折法 を用いて検討を行った。Fig.3に造形まま材及び熱処理材 のX線回折測定の結果を示す。測定結果は、ピークの変 化が顕著に現れたδ相(642)回折ピークである20=37.39° 付近の強度プロファイルを拡大表示したものである。ま た、熱処理は、大気中 620°C で 30 分保持後、水冷と炉冷 の2つの条件で行った。Fig.3から、炉冷材においてのみ δ相のピークが認められることが分かる。これは、δ相は 造形時のレーザ照射や溶体化処理後の水冷のような急冷

*1 現 デジタルものづくり課
凝固の場合には析出せず、炉冷のような冷却速度が極め て遅い場合に析出することを意味している。このことか ら、造形まま材は一時的にδ相が抑制されていると考え られる。一方で、炉冷によりδ相が安定化したことから、 TEM 観察で認められた Sn に富んだ析出相はδ相の準安 定相として存在している可能性がある。このようにレー ザ積層造形で作製した造形体は、鋳造とは大きく異なる 特異な金属組織を呈し、熱処理により析出する金属相を 制御できることが明らかとなった。



Fig. 3 造形まま材、熱処理材のX線回折測定結果

2.2 金属 AM の伝統工芸分野への応用事例

本研究では、本県の伝統工芸の一つである高岡銅器の 鋳物材料として広く使われている Cu-Sn 系合金(青銅) 粉末を用いたレーザ積層造形技術を構築した。これによ り、従来の鋳造では製造不可能な極めて複雑な形状の創 製が可能となるとともに、従来の着色や彫金のような伝



Fig. 4 3D プリンタの特徴を活かした試作事例

統的な加工技術をそのまま活かすことができる。本技術 を活用した地場産業の新たな製品創出を目指して、本研 究では伝統工芸品に 3D プリンタの技術を応用した要素 試作を行ってきた。Fig.4 に 3D 造形技術を伝統工芸品で ある「花器」に適用した事例を示す。格子構造が幾何学 的に配列された特殊形状を有しており、鋳造では実現不 可能な製品形状を実現した。格子で形成された表面曲線 は三次元関数を示しており、従来にはないデザイン思想 を取り入れた設計となっている。また、実用面も考慮し て、内部の薄壁側面に複数の孔を設けることで、どこか ら水を入れても、水位が一定に保たれるよう工夫も施し てある。このように 3D プリンタを活用することで、機能 面、デザイン面で優れた製品を容易に作製でき、伝統的 な加工技術を適用することで付加価値を飛躍的に高める ことができる。

【参考文献】

1)富山県工業技術センター研究報告, No.31 (2017) pp.26-27

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, A-PLUS ; Shigetaka AIKAWA

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 of Cu-10 mass%Sn and Cu-20 mass%Sn was obtained with a relative density of above 99.0 % by optimum SLM process conditions. And, the microstructure of dense SLMed specimens were investigated and discussed by microscopy and X-ray diffraction to obtain the basic metallurgy characteristics.

オール樹脂化したマイクロ流体チップの開発と用途展開

材料技術課 大永 崇*1 評価技術課 寺田堂彦*2 富山大学工学部 加賀谷重浩

1. はじめに

これまでに筆者らはマイクロ流体チップを製造する技 術として、熱可塑性樹脂を用いた射出成形による方法、お よび光硬化性樹脂を用いた光成形による方法を開発し、 特許取得すると共に実用化している。さらにこれらの技 術を利用し医療分野の製品を共同開発して、県内企業が 既に販売を行っている。熱可塑性樹脂のチップでは、低コ ストで大量に提供できる特長を活かし、国内メーカーが 開発した血栓形成能を評価するシステム用のチップ等を 提供している。一方、光硬化性樹脂のチップについては、 表面機能性と高生産性の特長を活かして、血中浮遊癌細 胞(Circulating tumor cell; CTC)を捕捉できるチップ(CTC チップ)を開発し、販売している。CTC チップは現在、 医療承認を得るための準備として国内10ヶ所程の大学病 院で臨床検討している。

上記光硬化性樹脂のマイクロ流体チップでは、自ら開 発した樹脂素材をもとに、様々な機能分子や機能性ポリ マーを表面に導入することができる。これにより本チッ プは広範な用途への応用が考えられるが、本研究では新 たに化学分析用途への展開を検討する。具体的には、イオ ンクロマトグラフィー用の分離・濃縮カラムとして利用 できるマイクロ流体チップについて検討する。また本研 究ではチップの実用性を高めるために、素材の見直しを 併せて行う。現状のチップは成形(離型)の都合から厚い ガラス基板を使用しているが、これを樹脂に置き換えて チップをオール樹脂化することを目指す。

2. イオンクロマトグラフィー用カラムの検討

2.1 測定システムの構築

硝酸イオンが 220 nm の紫外光を吸収することを利用 し、紫外吸光光度検出器(日本分光、UV-975)と液体ク ロマトグラフポンプ(日本分光、PU-980)とを組み合わ せた測定システムを構築した(Fig.1)。ポンプと検出器と の間にインジェクションバルブ(20 μL サンプルループ)、



Fig. 1 硝酸イオン測定システム

*1 現 機能素材加工課、*2 現 ものづくり基盤技術課

セル(チップホルダーにチップを装着したもの)を導入 し、インジェクションバルブを介して硝酸イオン溶液を 注入し、セルに通液した。キャリア溶液は純水を使用し た。硝酸イオン溶液は、硝酸ナトリウムを純水に溶解し、 1 mol/L 溶液としたものを適宜希釈して使用した。

未処理チップをチップホルダーに装着したセルを用い、 キャリア溶液の流量を1.000 mL/min として各濃度の硝酸 イオン溶液を測定した。硝酸イオン溶液注入後、約 20 s からピークが出現し始めた。Fig.2 に示すように、硝酸イ オン濃度とピーク高さ、ピーク面積との間には良好な直 線関係が得られた。このことから、構築した測定システム は、硝酸イオン濃度を測定することが可能であることが 明らかとなった。

Fig. 3 に 1 mmol/L 硝酸イオン溶液を注入した場合のピ ーク高さ、ピーク面積に及ぼすキャリア溶液の流量の影 響を示す。1.000 mL/min から流量が減少するにつれてピ ーク高さ、ピーク面積は増大する傾向が見られた。この原 因については現時点では明らかになっていないが、今回 用いたチップの流路は二次元的に広がっているため、流 量による注入した溶液の拡散、希釈などに起因するので はないかと考えらえる。この点については、今後詳細に検 討する必要がある

これらの結果を踏まえ、キャリア溶液の流量を 0.050 mL/min とし、0.050 mmol/L 硝酸イオン溶液を注入した時

25000

150000



Fig.3 ピーク高さ、面積へのキャリア溶液の流量の影響





のピークを Fig.4 に示す。3 回繰り返し測定において、ピ ーク高さおよびピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 3.0%および1.8%となり、再現性よい結果が得られた。

以上の検討結果から、硝酸イオンを測定可能なシステ ムを構築することができた。

2.2 チップのアミノ化および金属イオン吸着検討

未処理チップを、デジチューブ (GL サイエンス) に入 れた TEPA - 2-PrOH 混合溶液に浸漬させ密栓した後、チ ャック付きビニール袋に入れ、恒温乾燥機 (50°C) 内で 24 h 放置した。さらにこれを乾燥機から取り出し、19 日 間放置してアミノ化した。その後、溶液からチップをピン セットにて取り出し、可能な限り溶液を落下させた後、 MeOH、純水で順次洗浄し、純水 50 mL を入れたデジチ ューブ内に入れて使用まで保存した。金属イオン吸着は、 CuSO4: 5H₂O (FW 249.69) 1.25 g、NiSO4: 5H₂O (FW 262.85) 1.31 g を純水 50 mL にそれぞれ溶解し 0.1 mol/L Cu(II)ま たは Ni(II)溶液を調製して、これらの溶液にアミノ化チッ



Fig.6 オール樹脂チップ(手前)および従来チップ(奥)

プをそれぞれ1h浸漬させることにより行った。

アミノ化によりチップ基板から樹脂の一部が剥離した が、その状態のまま Cu(II)溶液または Ni(II)溶液に浸漬さ せたところ、Fig.5 に示すように金属イオンの吸着が認め られた。すなわち Cu(II)溶液では浸漬した直後にチップが 青く染まりはじめ、時間の経過とともにその色は濃くな った。Ni(II)でも発色は顕著ではなかったが、同様な着色 の変化が認められた。TEPA は Cu(II)、Ni(II)と錯形成する ので、色変化は Cu(II)、Ni(II)が TEPA 導入によりチップ に捕捉されことを示すと考えられる。

以上のように本研究の樹脂チップは、カラムとしての 基本性能を有することが分かったが、現状ではアミノ基 導入処理中にチップ構造が一部破損したので、カラム状 態での性能評価ができなかった。今後、導入条件検討や樹 脂/基板の密着性を高めるなどにより、分離性能評価等 ができるよう改良を進める。

3. オール樹脂化検討

従来の光硬化性樹脂チップおいて樹脂を改良し、成形時の離型性を向上させた。その結果、樹脂基板でも成形が可能となり Fig. 6 のようにオール樹脂化したチップを開発した。現状では未だ成形不良が残るので、今後さらに条件検討を行い安定に成形できるよう進める。

キーワード:マイクロ流体チップ、イオンクロマトグラフィー、カラム、樹脂化

Application of Polymer Microfluidic Chips to Ion Chromatography

Material Technology Section; Takashi OHNAGA University of Toyama; Shigehiro KAGAYA

Polymer microfluidic chips we had developed so far were applied to ion chromatography. The chip was evaluated as a separation column in a flow system of ion chromatography and confirmed to be available for the application. However, the chip structure was shown unstable for reactions to introduce functional groups for ion capture into the chip and therefore we are going to modify the chip material and chip assembling method to satisfy requirements of the column use.

セルロースナノファイバー透明紙 を用いたデバイス構造作製技術の開発

評価技術課 丹保浩行*1 岩坪聡*1 機械電子研究所 寺澤孝志

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。鉄鋼と同等 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・高平坦な薄膜を形成できるため、電子・ 光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 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、更には 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た¹。 我々は、これまでキャスト法や加熱プレス法を用いて CNF 紙の成形を行い、この上にスパッタ法を用いて ITO を堆積したところ、その ITO/CNF シートの透過スペクト ルは波打つことがわかった。本研究では、ITO/CNF シー トの光学特性を向上させることを目的として、耐熱温度 が約200°CのCNF 紙上に堆積する ITO の投入電力につい て検討した。

2. 実験方法

繊維幅の平均が数10 nm の CNF を用いた。フッ素系コ ーティング剤を塗布したシリコンモールド上に0.7 wt% に希釈した CNF 懸濁液を滴下し50℃で乾燥を行った。 溶液を除去し、絡まり合うナノファイバー同士を緩やか に水素結合させるため、重力方向に対して垂直方向に 50℃で15hプレスした後、110℃で1hプレスを行った。 モールドから剥離することにより CNF 紙を形成した。マ グネトロンスパッタ装置内で、CNF 紙を200℃で1 h加 熱した。引き続き、同一温度でITOを1h堆積した。こ こで、Ar 流量は20 sccmで固定し、投入電力は80 W、100 W、130 W と変化させた。

3. 実験結果および考察

図 1 に紫外可視近赤外分光光度計を用いて測定した ITO/CNF シートの透過率を示す。RF 電力 100 W で成膜 した ITO/CNF シートの透過スペクトルは、波長 580 nm において 81%の透過率を示した。RF 電力が増大するにつ れて、波打つ透過スペクトルの周期は短くなると共に振 幅の大きさは変化することがわかった。周期より投入電 力が増加するにつれて、ITO 膜の厚みが増大していると 考えられる。更に、振幅より均一な厚みのITO薄膜がCNF 紙上に形成されていると考えられる。



Fig. 1 Transmittance of the ITO/CNF sheets deposited at various RF powers; (a)80 W, (b)100 W, (c)130 W

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2に示す。SEM 像よ り、ナノファイバー形状の凹凸を有する ITO 膜が観察さ れた。また、RF 電力が小さいほど、細かい凹凸の SEM 像を観察することができた。RF 電力が減少するにつれて、 ITO の成膜速度は低くなる。このため、三次元成長が抑 制され、凹凸が比較的低減したと考えられる。これらの ことから、ITO 粒子はナノファイバー表面を覆うように 堆積し、スパッタが進むにつれてシート表面を形成して いる CNF 間の空隙は、徐徐に小さくなり、ITO 薄膜が形 成されたと考えられる。



Fig. 2 SEM images for the ITO films deposited at various RF powers; (a)80 W, (b)100 W, (c)130 W

シリコン基板上に RF 電力を 80 W、100 W、130 W と 変化させて成膜した ITO の断面 SEM 像を観察したところ、 ITO 薄膜の膜厚は、それぞれ約 150 nm、270 nm、360 nm であった。このことから、RF 電力が小さいほど、シート に到達し膜を形成する ITO 粒子が減少していると考えら れる。この膜厚の変化は、RF 電力が減少すると共に透過 スペクトルの周期が長くなる結果と一致する。また、CNF 紙の膜厚はマイクロメータを用いて測定したところ、約 25 µm であった。

四探針法を用いて測定した CNF 紙上のITO 薄膜のシー ト抵抗を図3に示す。RF 電力が減少するにつれて、シー ト抵抗は低減し、80 W のとき約100 Ω/sq を示した。RF 電力が小さいほど、ITO 膜厚は薄くなることから、シー トに到達した ITO 粒子は、拡散して緩やかな速度で堆積 し、粒界を有する ITO 薄膜を形成している。このため、 RF 電力を小さくして作製した ITO/CNF シートは、電子 の散乱が比較的小さいと考えられる。



Fig. 3 RF power dependence of sheet resistance for the ITO thin films

ITO/CNF シートに対する X線回折を 0-20 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。このことから、折り畳める CNF 紙上に堆積した

ITO は多結晶化していることを確認した。



Fig. 4 XRD curves for the ITO/CNF sheets deposited at various RF powers; (a)80 W, (b)100 W, (c)130 W

4. 結言

キャスト法や加熱プレス法を用いて成形したCNF 紙上 にスパッタ法を用いて ITO を堆積し、ITO/CNF シートを 作製した。SEM 像より、ナノファイバー形状の凹凸を有 する ITO 膜が観察された。RF 電力が減少するにつれて、 ITO/CNF シートの透過スペクトル周期は長くなり、表面 平坦性は向上し、シート抵抗は低減した。X 線回折ピー クより、折り畳める CNF 紙上に堆積した ITO は多結晶化 していることを確認した。

参考文献

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

謝 辞

本研究推進にあたり、CNF をご提供頂いた中越パルプ 工業株式会社に深く感謝いたします。

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、透明性、導電性

Development of Nano-Structure Fabrication Technology Using Cellulose Nanofiber Transparent Paper

Evaluation Engineering Section; Hiroyuki TAMBO and Satoshi IWATSUBO Machinery & Electronics Research Institute; Takashi TERASAWA

Preparation of indium tin oxide (ITO) thin film on cellulose nanofiber (CNF) paper has been investigated to form transparent conductive sheet. Initially, the CNF suspension was drop on Si mold treated with fluorine system coating agent and was heat at 50°C followed by lateral hot pressing for 15 hours. The press was carried out at the temperature of 110°C for 1 hour without interruption. Then, ITO thin films were deposited on the CNF papers by a magnetron sputtering. It was found that when the RF power was decreased, the transmission spectrum period of ITO/CNF sheet increased and the sheet resistance of ITO film decreased. The XRD peaks showed the formation of polycrystalline ITO film on the CNF paper.

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*1、ものづくり研究開発センター 氷見清和*1

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、金型や加工に伴う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。前報1)では、平均粒径 が約 28µm の純タングステン粉末を用い、積層造形時の レーザ照射パラメータを制御することで、低密度側で 48.5%、高密度側で 83.2%の相対密度を有するタングステ ン積層造形体が得られることを報告した。また、最も高い 相対密度として83.2%しか得られなかった要因の一つに、 造形時に発生するヒュームがレーザ照射により伝達され るエネルギーを遮断している可能性を挙げた。そこで、本 報ではタングステン積層造形体のさらなる高密度化を目 指し、高密度化に必要な造形パラメータ及びヒューム回 収能力の適正化について検討を行ったため、その概要を 報告する。

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 400 W 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、平均粒径は約17µmである。造形体の大きさは、 直径 10 mm×高さ 5 mm 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。造形時に発生するヒュ ームの発生メカニズムを Fig. 2 に示す。ヒュームは金属 粉末がレーザにより溶かされた過程で溶融金属が蒸発す ることにより生じる。このヒュームは、パウダーベッド直 上のアルゴンフローにより回収される。アルゴン流速は 可変できるが、ヒューム回収能力を定量的に表現するの は難しい。そのため、本報では便宜的にヒューム回収能力を small, medium, large の3 段階で表記することとした。

造形物の相対密度は、造形方向に対して鉛直断面を鏡 面に研磨し、金属顕微鏡にて撮影した写真に2階調化処 理を施して得られた比率から算出した。また、造形体の形 態観察には走査型電子顕微鏡(日立ハイテクノロジーズ 社製、S-3400N)を用いた。

Table 1 造形時のレーザ照射パラメータ

Laser power, P (W)	300,330,370
Scan speed, v (mm/s)	500,600,700
Scan spacing, s (mm)	0.09
Layer thickness, t(mm)	0.02



Fig. 1 使用した純タングステン粉末



*1 現 デジタルものづくり課

3. 実験結果及び考察

Fig.3 に、造形物の相対密度とレーザ照射パラメータ及びヒューム回収能力を整理した結果を示す。横軸のエネルギー密度は、材料粉末の単位体積あたりに投入されるエネルギー量を示しており、式(1)により定義される。

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。ここで示したエネル ギー密度は、あくまで装置側で設定するレーザ照射パラメ ータを基に算出した数値である。Fig.2 より、いずれのヒュ ーム回収能力においてもエネルギー密度の増加に伴い、相 対密度は上昇していることが分かる。一方で、ヒューム回収 能力によって造形物の相対密度には明らかに差が認められ た。ヒューム回収能力"small"は、"medium","large"と比較し て、全体的に造形体の相対密度が低くなっている。これ は、"small"ではヒューム回収が十分に行われておらず、連続 的なレーザ照射による材料粉末へのエネルギー伝達がヒュ ームに遮断されている状態であることを示している。結果 として、溶融に必要なエネルギー量が不足し、局所的に溶融



不良に伴う欠陥が生じることで密度が向上しなかったと考 えられる。このように、実際に投入されるエネルギー密度と 造形体の相対密度は、ヒューム回収の影響を大きく受ける ことが明らかとなった。Fig.4に高密度なタングステン造形 体の断面写真を示す。Fig.4は、積層面に対して鉛直方向の 断面を示している。断面写真から算出した造形体の相対密 度は94.77%である。造形体には造形時に生じたガス欠陥あ るいは溶融不足に伴う欠陥が認められるほか、Fig.4(右) のようなマイクロクラックも多数確認された。



Fig. 4 高密度タングステン造形体の断面写真 (左)金属顕微鏡写真、(右)内部亀裂の SEM 像

4. 結言

高融点金属である純タングステン粉末を用いたレーザ 積層造形体の高密度化を試みた。レーザ照射パラメータ だけでなく、造形環境の制御も考慮することでさらなる 高密度化が可能である。一方で、高密度造形体の内部には 多数の欠陥が認められた。このような欠陥の抑制に向け て、材料設計や後処理手法の検討を行う必要があると考 えられる。

【参考文献】

1) 富山県工業技術センター研究報告, No.31 (2017) pp.26-27 【謝辞】

本研究で使用した純タングステン粉末は、アライドマテ リアル社から提供されたものである。ここに敬意を表す。

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

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

Material Technology Section; Takafumi YAMAMOTO, Tomoaki ISHIKURO, Monozukuri R&D Center; Kiyokazu HIMI

For the purpose of development of additive Manufacturing for high melting point and processing resistant powder materials, laser irradiation conditions were optimized for densification of specimens fabricated by selective laser melting(SLM) using pure tungsten powder material. As a result, SLM specimens with about 95% relative density were obtained. At the inside of the dense specimens, defects caused by gas porosity or lack-of-fusion and solidification micro cracks were included.

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*1 山本貴文*1、評価技術課 寺田堂彦*2

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っても過言ではない。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

これまでの研究で、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、それぞれの分野に共通して製作可能な製品のデ ザイン開発、試作を行った(Fig. 1~3)。また漆器分野では 別途開発中である「曲がる漆」の製品試作の一部 (ペン 立ての底板) に 3D プリンティングを採用した(Fig. 4)。



Fig. 1 鋳造原型や漆器素地として使用可能な台座 (鍋敷き、花台)

*1 現 デジタルものづくり課、*2 現 ものづくり基盤技術課



Fig. 2 鋳造原型や漆器素地として使用可能な一輪挿し



Fig.3 実際の試作品



Fig.4 漆器製品(曲がる漆のペン立て)の製品試作

以上を試作サンプルとして各分野の業界へ提供し、商 品化への検討を行った。銅器分野では、ある企業から試 作品の一部を商品へと採用する意向が示され、また漆器 分野でも、高岡漆器協同組合にて、「曲がる漆」を中心に 商品サンプルとして試作が進められることとなった。

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。昨年度からこれを機 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ている。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ている。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 ーで引き込みながら表皮を剥ぐ実験を行ったところ、良 好な結果を得ている (Fig. 5)。



Fig. 5 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

上記実験を基に、楮の引き込みと剥ぎ取りの機能を一体化した機構を考案し、現在 3D 設計を進めている(Fig. 6)。



Fig. 6 楮たくり機の設計案 (右:引き込み用ローラーと剥ぎ取り用刃物断面の様子)

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。

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 Material Technology Section; Junji SUMIOKA, Takafumi YAMAMOTO, Evaluation Engineering Section; Dohiko TERADA

The business of traditional industries in Japan has been performing poorly 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 an important process in the manufacturing processes of Gokayama Japanese paper "Yukyushi". This process is done by hand of senior citizen's beyond 90 years old at the moment. There is necessity which mechanizes as soon as possible and plans for automation. Therefore, we utilized the 3D-printing multilaterally and supported the industrial field of the copperware, the lacquer ware and the Japanese paper.

複合化樹脂粉末を応用した表面修飾

加工技術課 髙松周一*1 材料技術課 住岡淳司*1、石黒智明*1

1. 緒言

複合化方法の一つとして、ハイブリダイゼーション処 理が挙げられる。ハイブリダイゼーションは、樹脂等の 母粒子の表面を機能性子粒子で被覆することで、表面改 質・複合化する技術である¹⁾。

本研究では、ハイブリダイゼーション(複合化)処理を 行った樹脂粉末を応用し、3D プリンティングを想定した 半導体レーザ加工機を用いた樹脂表面修飾(機能性付与) を試みた。その機能については、電磁シールド性を考え た導電性と示温性を選択した。

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 純ニッケル(Ni)微粉末(株式会社高純度化学研究所製)を 使用した。PA12 粉末の平均粒径は約 50µm、Ni 微粉末は 約 2~3µm である。

また、示温剤 (サーモクロミック材料) には、活性化 温度 31℃を有するマゼンタ色 (株式会社トスコ) を使用 した。

2.2 複合化処理

複合化処理は振動ミルを使用した。

所定の配合比で混合したNi微粉末とPA12樹脂粉末を、 直径 5mm および 10mm の粉砕媒体を有する振動ミル容 器内で40分間複合化処理を行い、調製した。

2.3 複合材料成形

3D プリンティングを想定し、市販半導体レーザ加工 機を使用しレーザ焼結を行った。

レーザ焼結条件は、レーザ波長 445nm、最大出力 3.5W、 スキャン速度 200mm/min、スキャン間隔 57µm、積層厚 50µm および 100µm で行った。

2.4 表面抵抗率測定

成形品の表面抵抗率は、三菱化学アナリテック社製ハ イレスタ-UPを用い、所定の電圧(10V)を印加し測定した。

3. 実験結果および考察

Fig. 1 に、複合化処理を行った Ni 微粒子/PA12 複合粉 末の光学顕微鏡写真を示す。

一部、Ni 微粉末で被覆されていない PA12 粉末と遊離の Ni 微粉末が認められるが、Ni 微粉末が PA12 粉末の

周囲を覆っており、複合化処理が正常に行われていることが確認された。



Fig. 1 Ni/PA12 複合粉末の光学顕微鏡写真 3.1 レーザ焼結

Fig. 2 に、PA12 板上での Ni/PA12 複合材料レーザ焼結 層(100µm 厚)の光学顕微鏡写真を示す。



Fig. 2 Ni/PA12 複合粉末レーザ焼結層 レーザ出力: (a)2.45W, (b)2.28W, (c)2.1W,

(d)1.93W, (e)1.75W, (f)1.58W, (g)1.4W,

(h)1.23W, (i)1.05W

Ni/PA12 複合粉末のレーザ焼結は、低出力からでも焼 結層を形成することが確認された。ただし、写真では基 板上に焼結されているようにも見えるが、最も低出力 (1.05W)のものは、基板上に焼結できなかった。これは、 レーザ光を吸収した Ni 微粒子による発熱量が PA12 粉末 を溶融させ、基板上に定着させるには不十分であったた めと考えている。 また、中低出力(1.58W)までは、網目状の焼結層を形成しているが、中出力(1.75W)以上ではレーザ光を吸収したNi微粒子による発熱量がPA12粉末を溶融させ基板上へ定着させるのに充分であったため、表面が滑らかな焼結層を形成していることが確認できた。

Fig. 3 に、PA12 板上での Ni 微粉末レーザ焼結層(50µm 厚)の光学顕微鏡写真を示す。複合材料の観点から言えば、 樹脂が含有されていない場合にあたるものである。



Fig. 2 Ni 微粉末単体のレーザ焼結層 レーザ出力: (a)3.15W, (b)2.8W, (c)2.45W, (d)2.1W, (e)1.75W, (f)1.4W, (g)1.05W, (h)0.7W, (i)0.35W

低出力(0.35,0.7W)のものは焼結層自体を形成せず、中 低出力(1.05,1.4W)のものは基板上にNi微粒子の一部が 付着した程度であったが、中出力(1.75W)以上では、基 板上で焼結層を形成することが確認された。

中出力(1.75W)では、固着していないと思われる Ni 微 粒子が焼結層から剥がれ落ちるものの、中出力以上での 焼結層は、レーザ光を吸収した Ni 微粉末が完全にではな いが溶融、Ni 微粒子同士が結合するとともに、その発熱 で基板樹脂を溶融することで定着したと推察される。

一方、示温材による表面修飾では、レーザ光吸収によ る発熱が、示温材の色調変化に利用されてしまったため か、基板上への固着に至らなかった。示温材の固着には、 レーザ光を優先的に吸収する特定波長吸収材料とバイン ダーとの複合化が必要であることが示唆された。

3.2 表面抵抗率

Ni/PA12 複合材料レーザ焼結層については、抵抗率が 得られなかった。

この原因としては、PA12 樹脂粉末が溶融した際、比 重で約9倍のNi 微粒子が沈降し、Ni の連続層を形成し なかったことが原因と考えられる。

Ni 微粉末レーザ焼結層については、焼結層を形成した 中出力(1.75W)以上で測定可能であり、その値は、中出 力(1.75W)で 19.40Ω/□、中高出力(2.1W)以上では 2.53 ~0.791Ω/□であった。中出力(1.75W)の値が他のものよ り高い値であったのは、一部のNi 微粒子が焼結層から剥 がれ落ちる等、焼結層として不完全であったことが考え られる。

4. 結言

Ni/PA12 複合材料のレーザ焼結で導電性が発現しなかったが、Ni 微粉末の配合量を変えるなどして複合材料の 優位性を検討していくとともに、酸化防止のための不活 性ガス雰囲気下でのレーザ焼結を検討する。

また、本実験で固着できなかった示温材の固着法とし て、特定波長吸収材料・バインダーの選定とその配合に ついて検討を行っていく予定である。

参考文献

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

キーワード: 複合化、レーザ焼結、積層造形、樹脂粉末

Surface Modification applying Composite Resin Powder

Processing Technology Section; Shuichi TAKAMATSU^{*1}, Material Technology Section; Junji SUMIOKA^{*1}, Tomoaki ISHIKURO^{*1}

Laser printing was performed using the composite resin powder made from resin(PA12) powder and nickel powder for the purpose of giving conductivity on a resin plate. As a result, it succeeded in coating on a resin plate, and conductivity was also acquired. As functions other than conductivity, laser printing of a thermochromic pigment was performed for the purpose of giving thermosensitivity. However, it was impossible to fix thermochromic material by laser sintering.

レーザによる金属と樹脂との接合

加工技術課 清水孝晃*1 柿内茂樹*2、ものづくり研究開発センター 山岸英樹*2、材料技術課 石黒智明*3

1. 緒言

自動車等の輸送機械には軽量化とコスト低減を目的に 樹脂部品の利用が検討され採用が広がりつつある。樹脂 部品利用拡大のための課題の一つに接合が挙げられる。 金属と樹脂との接合方法は接着剤やリベットによる接合 が主であるが、樹脂材料の適用をさらに拡大していくた めには生産性が高く量産ラインに適用可能な接合技術の 開発が必須とされており、その一つとしてレーザによる 接合が注目されている。

2. 実験方法

2.1 樹脂側からのレーザ照射

厚さ 3mm の透明樹脂 (ポリカーボネートまたは PET) を上側、厚さ 2mm のアルミ板を下側に置き治具で固定 し、透明樹脂側よりレーザを照射した。照射範囲 10mm 角の中に直径 2mm の円を 5 箇所描いた。レーザ出力は 100W および 150W、走査速度は 1m/min および 3m/min とした。加工雰囲気は窒素雰囲気である。各条件で 3 本 接合した。使用したレーザ発振器は YLR150/1500-QCW-AC (IPG) であり波長は 1070nm である。

2.2 アルミ側からのレーザ照射

厚さ 3mm の透明樹脂(PET)を下側、厚さ 2mm のア ルミ板を上側に置き治具で締め付け力 300N で固定しア ルミ板側よりレーザを照射した。照射範囲は中央部 1 点 とした。レーザ出力は 500W,1kW,2kW,3kW,4kW、照射時 間は 1s とした。1kW では 0.5s,2s,4s でも実施した。フ ォーカスはジャストフォーカス、加工雰囲気は窒素雰囲 気である。各条件で 3 本接合した。使用したレーザ発振 器は YLS-5000-S2T(IPG)であり波長は 1070nm である。

3. 実験結果および考察

3-1 樹脂側からのレーザ照射

ポリカーボネートではいずれの条件においても接合で きず、PET では全て接合可能であった。いずれもアルミ とポリカーボネートの接合面でポリカーボネートが炭化 した。送り速度 1m/min では溶融した樹脂が周囲に広が ったが、炭化した範囲も広範囲となった。PET での接合 面の状態を Fig. 1 に示す。いずれもアルミと PET との接 合面において PET の炭化が認められる。送り速度 1m/min では溶融部分の広がりが認められる。出力 100W におい ても PET 表面にレーザによる加工痕が認められる。









150W 1m/min



100W 3m/min

150W 3m/min

Fig. 1 Appearance of surface at PET

PET での引張せん断試験結果は走査速度 1m/min では 出力 100W で 21.2N、150W では 60.8N となったが荷重は 小さく約 10N から 90N とバラツキも大きく安定していな い。走査速度 3m/min ではいずれも試験片取付時に剥離 した。

3-2 アルミ側からのレーザ照射

レーザ出力 500W と 4kW 以外では接合可能であった。 1kW においては照射時間 0.5s では 3 本中 1 本のみ接合可 能であった。



0.5s PET

0.5s Al



4s PET 4s Al Fig. 2 Appearance of joining interface

*1 現 製品・機能評価課 *2 現 機能素材加工課 *3 現 デジタルものづくり課

出力 1kW での接合部の状態を Fig. 2 に示す。アルミ側 には明瞭な照射痕が認められるが時間による大きな変化 は認められない。樹脂側は照射時間が長くなるに従い溶 融部が広くなっており 4s ではほぼ全域に溶融した樹脂 が広がっている。

レーザ出力を変化させた場合の接合部の状態を Fig. 3 に示す。500W では樹脂は溶融したがアルミ側にレーザ



照射痕は認められず接合できなかった。1kW から 3kW が明瞭になった。4kW ではレーザがアルミを貫通し樹脂の炭化、貫通が起きた。

Fig. 4 に引張せん断試験結果を示す。照射時間が長く なると接合強さは比例して大きくなることがわかる。ま た、レーザ出力の増大によっても接合強さは増大した。 ただし、バラツキは大きく 1kW の場合 131N から 487N の範囲に分布した。なお、家庭用瞬間接着剤で接合した 試験片の引張せん断荷重は 176N であり、照射時間 2s 以 上では接合強さはそれを上回る。





4. 結言

- ・透明樹脂側からレーザ照射した場合樹脂が炭化し安定した接合ができない。
- アルミ板側からレーザ照射した場合、アルミ板で発生した熱が樹脂を溶融し接合可能であった。
- アルミ板側からレーザ照射し接合した場合の接合強さ は家庭用接着剤以上の強度を示すことが確認できた。

キーワード:レーザ加工、溶融接合、PET、アルミニウム、引張せん断強さ

Joining of Al Alloy with Resin by Laser Process

Processing Technology Section; Takaaki SHIMIZU, Shigeki KAKIUCHI

Monozukuri R&D Center ; Hideki YAMAGISHI, Material Technology Section; Tomoaki ISHIKURO

It was possible to connect Al alloy with PET by laser emission to Al plate. When Al plate was emitted laser beam, it gave off heat and PET was melted and connected. When PET plate was emitted 100W and 150W laser beam, it was melted intensive and carbonization. At first way, it was possible to connect by 1kW to 3kW laser beam, 4kW laser beam pass through plate and carbonized PET plate. Connective strength is evaluated tensile shear load. It increase by emitting times and laser power. It was more than cemented piece.

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*1 佐々木克浩*2

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 健康データを数値化し、健康管理に役立てる手法につい て検討した。今年度は、スマートフォンを中継装置として 通信機能付の健康管理機器(血圧計等)からのデータ取得 とデータベース登録、及びデータベースの検索結果をス マートフォンに取得する手法の検討を行った。

また、室温等の生活環境がヒートショック現象や熱中 症など健康管理上大きな要因となることから、室温、湿度 等をモニタリングしてデータ蓄積を行い、生活環境と健 康管理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。

Bluetooth Low Energy (BLE) 規格に準拠した通信機能 をもつ健康管理機器 (本研究では、血圧計 (A&D 製 UA-651BLE)を使用)を用い、スマートフォン (Android 6.0) を中継装置として、センサゲートウェイ (OS:Linux) を経 由し、健康データをネットワーク上のデータベースに登 録する。

センサタグ(TI 製 CC2650STK)の湿度センサ部を用い、 センサゲートウェイからの制御で温度と湿度のデータを 一定時間間隔で取得し、生活環境データをネットワーク 上のデータベースに登録する。

データ交換サーバ (OS:Linux) は、センサゲートウェイ と MQ Telemetry Transport (MQTT) プロトコル¹⁾ で通信 し、受信メッセージから SQL コマンドを生成し、データ 蓄積サーバ (SQL Server 2017 Express) の操作を行う。



図1 生活モニタリングシステム

3. システム動作試験及び考察

3.1 健康管理機器(血圧計)からのデータ取得

開発システムを用いた血圧計からのデータ取得例を、 図 2 に示す。測定終了後、血圧計から送信されるデータ は、「測定年月日、時刻、最高値、最低値、脈拍数」であ り、昨年度開発した血圧値の手動入力画面²⁾に表示する ようにした。これに、ID と測定腕(右・左)の情報を付 加し、センサゲートウェイに送信する。このデータ通信 は、BLE 規格の GATT 通信仕様³⁾に基づき独自のサービ ス UUID を定義して実装した。

血圧計からデータを取得し、ネットワーク上のデータ ベースへの登録まで、良好な動作が確認された。

BLE 規格では、ヘルスケア機器として血圧計、体温計、 体重計等の通信仕様が定められており、他の機器も同様 にアプリケーション開発が可能である。

また、RFID 等を用いた ID 管理機能を付加すれば、施 設等での複数人利用への対応などの応用が可能となる。

3.2 データベース検索結果の取得

スマートフォンからネットワーク上のデータベースを 検索しデータ取得した例を、図3に示す。

データ検索機能では、データベース検索用の SQL コマ ンドの生成に必要なパラメータ(例えば「最新 n 件分検 索」する時の「最新」と「n」の部分)をセンサゲートウ ェイに送り、データ交換サーバに MQTT メッセージとし て送信する。データ交換サーバでは、データベース検索を 行い、その結果を発信元のセンサゲートウェイに返信す る。センサゲートウェイが受信したメッセージは、スマー トフォンに BLE 通信で転送され、表示される。

MQTT プロトコルは、Topic (キーワード) によりメッ セージの配信先を制御できるため、単一のプログラムで



図2 健康管理機器からのデータ取得



図3 データベース検索結果(最新2件取得)

複数のセンサゲートウェイとの接続が可能になった。

スマートフォンでネットワーク上のデータベースから 必要なデータを取得できるようになったため、例えば健 康手帳の電子版など用途に合わせたデータ連携アプリケ ーション開発が可能になった。

3.3 データ蓄積サーバのデータ管理

データ蓄積サーバのデータ管理画面例を、図4に示す。

健康データと生活環境データの最新データをモニター する機能と、登録されたデータの一覧をリアルタイムに 更新し、画面表示する機能を有している。

登録データの一覧からデータ抽出すれば、表計算ソフ ト等でグラフ化することができ、データ蓄積サーバでの データ管理、分析が可能になった。

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、検索するシステムを開発した。

(1) 昨年度開発した血圧等の健康管理に関するデータを 手動入力しデータベースに蓄積するシステムに、BLE 規 格で通信する健康管理機器のデータを取得する機能を付 加した。これにより、通信機能付の健康管理機器のデータ

曜 生活モニタリングシブ テー	マテム - ブルー 接続	覧取得 テスト		ブル一覧 CC2650 D6T44L UA651Bl	.E				停止	
最新データ	「末」	D	日付	₿	与刻	腕	最高值	直 最低	値	脈
血圧 06	52	0 20	18/03/2	8 20	0:20		117	66		71
端 環境 06	端末II 652	D 1 20	日付 18/02/1	₿ 6 19	寺刻 9:36	室温 25	(°C) .5	湿度(% 24)	
DBデータ		ID	日付	時刻	腕	最高	最低	脈拍	^	
	Þ	065210	2018/03/28	20:20	L	117	66	71		
		065210	2018/03/28	20:20	R	108	73	71		
	š	065210	2018/03/28	05:30	L	105	70	72		
		065210	2018/03/28	05:30	R	116	76	72	~	
	-	10	D (#	nt tol	2 m etc	2 m este	and the second second	,	1	
	-	10	E15	時刻	温度	温度				
		065211	2018/02/16	19:36	25.5	24				
	-	065211	2018/02/16	19:30	25.6	24				
		065211	2018/02/16	19:33	25.6	25				
			22.2, 02, 10		20.0	- 20			~	
System Me	ssag	e .								
14:28:31		-						1	終了	

図4 データ管理ソフトウエア

を、自動でネットワーク上のデータベースに登録することが可能となった。

(2) モバイル端末にネットワーク上のデータベースの定型的な検索機能を実装し、結果を受信し表示する機能を付加した。これにより、データ連携アプリケーションが開発できる環境が整った。

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、既存の見守りサービスと各種サービスの連 携や新サービス創出の観点からも重要である。

今後は、通信機能を持たない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、分析 プログラムの開発、情報セキュリティ対策等についての 検討を行う。

参考文献

- 1) IBM: MQTT V3.1 プロトコル仕様
- 2) 塚本ほか: 富山県工業技術センター研究報告 No.31 (2017) 40-41
- 3) Bluetooth Core Specification v 5.0 Vol.3 Part G

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 using smart phone as a relay device was developed. The function was the registration of the blood pressure meter with the wireless communication in a remote database. This system can automatically register additional data, such as the room temperature and humidity using wireless sensors. The data for the health care support will be able to share by using the remote database connected with the internet.

摩擦攪拌接合によるアルミニウム合金と銅合金の接合技術の開発

加工技術課 柿内茂樹*1 清水孝晃*2、ものづくり研究開発センター 氷見清和*3 山岸英樹*1 佐藤智*1 中央研究所 冨田正吾*4

1. 緒言

銅(Cu)は、アルミニウム(AI)や鉄と比較して熱伝導率が 高く、電気抵抗率が小さい特徴を有しており¹⁾、従来か ら熱交換部材や受電設備の接点部などの材料として用い られている。同じベースメタルである鉄や AI と比較し て資源の希少性は高く²⁾高価なため、熱伝導率や導電率 が高く軽量な AI 合金等に代替されている。近年、異なる 材料を適材適所で組み合わせた「マルチマテリアル化³」 が注目されている。AI と Cu の接合が可能となれば、軽 量で導電性や放熱性の高い部材の創成が期待される。そ こで本研究は、界面反応で制御しやすい固相接合法とし て知られている摩擦攪拌接合法を用いて AI と Cu の接合 の接合方法について検討した。

2. 実験方法

接合試験は、板厚は3mm、板幅は40mmの工業用 純アルミニウム(A1050)と、無酸素銅(C1020)を、上板に A1050 を、下板に C1020 を配置して行った。ツール形 のテーパ形状、プローブ長さ(PL)は 3.0 mm と 3.5 mm とした。接合条件は、ツールの回転数(R)は1000~2500 rpm に、接合速度(v)は 50~200 mm/min に変化させた。 ツールの押込量(d)は、PL=3.0 mm の場合は d=3.2 mm とし、PL=3.5 mm の場合は d=3.7mm とした。ツールの 挿入速度は 30 mm/min、ツール挿入後の保持時間は 3 sec とした。図1に試験片の拘束状況と引張せん断試 験片外観を示す。引張せん断試験片は、上下板の重ね 代が約50mmになるように配置して、試験片の幅方向 に横断するように接合した。形成されたバリは研磨に より除いた。接合過程における外乱が大きい事が予想 された接合部の始端、終端は引張せん断試験片から除 いた。引張せん断試験のクロスヘッドの速度は1 mm/min とした。



Fig. 1 Appearances of A: clamped test pieces and B: tensile shear test pieces

3. 実験結果および考察

図2に上下板の接合が可能であった条件範囲を示す。 図2Aはツールの押込量が3.7mm、図2Bは3.2mmであ る。PLを短くして、*d*を減少させると、低回転数、高接 合速度側の条件で接合ができなくなった。

図3に接合部の断面マクロ組織を示す。d=3.7 mmの場合、上下板の境界線付近で下板のCuがAlに侵入した。 上下板の境界線付近には空洞状の欠陥が観察された。空 洞状の欠陥はAlに侵入したCuのバリが上板のAlの流 動の妨げになったため発生したものと考えられた。d=3.2 mmの場合、空洞状の欠陥は小さくなった。

図4に最大引張せん断荷重におよぼす接合条件の影響 を示す。いずれも *R*=2500 rpm である。*d*=3.7 mm, *v*=50 mm/min の条件は最大引張せん断荷重のバラつきが大き くなった。これは、図 3A に示したように、接合部付近 に形成された Cu のバリが Al の流動の妨げとなり、空洞 状の欠陥が発生したためと考えられた。接合速度が増加 すると、最大引張せん断荷重は増加する傾向を示した。

図 5 および図 6 に接合部断面の SEM 像と反射電子組 成像および特性 X 線像を示す。図 5 の接合条件は R=2500 rpm、v=50 mm/min、d=3.2 mm、図 6 の接合条件は R=2500 rpm、v=200 mm/min、d=3.2 mm である。図 5 の場合、



Fig. 2 Condition range of weldable parameters (A: d=3.7 mm (PL=3.5 mm), B: d=3.2 mm (PL=3.0 mm))



Fig. 3 Cross-sectional observations of Al-Cu lap joint (A, B: *d*=3.7mm (PL=3.5mm), C, D: *d*=3.2mm (PL=3.0mm))

*1 現 機能素材加工課、*2 現 製品機能評価課、*3 現 デジタルものづくり課、*4 現 ものづくり研究開発センター

下板の表面の Cu が削られて Al の内部に侵入した。上 下板の境界線には厚さ 1~2 μm の反応層が形成された。 Al と Cu の特性 X 線像から反応層は Al と Cu の金属間 化合物相であるものと推定された。



Fig. 4 Influences of welding speed and tool plunging depth on maximum tensile shear load of Al-Cu lap joints (*R*=2500 rpm)



Fig. 5 Cross-sectional observation and EDS analysis of Al-Cu lap joint (*R*=2500 rpm, *v*=50 mm/min, *d*=3.2 mm (PL=3.0 mm))

接合速度を増加させた図6の場合、上下板の境界線 の変形は小さくなり平坦であった。上下板の境界線に 形成された反応層の厚さは約1µm あった。図4の△ で示した最大引張せん断荷重が増加した要因としては、 接合部付近に形成されるAlの流動を妨げるCuのバリ の発生が小さくなるにともなって空洞欠陥が小さくな り上下板が密着した状態となった事や、接合速度の増 加にともなう冷却速度の上昇によって反応層の厚さが 薄く生成されるにとどまったためと考えられた。



Fig. 6 Cross-sectional observation and EDS analysis of Al-Cu lap joint (*R*=2500 rpm, *v*=200 mm/min, *d*=3.2 mm (PL=3.0 mm))

参考文献

- 1) 日本金属学会編: 金属データブック, 丸善(2004), 13.
- 吉村 彰大,松野 泰也:日本金属学会誌,82,1 (2018),8-17.
- 3) 中田 一博: スマートプロセス学会誌, 4, 2(2015), 64-72.

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

Development of Bonding Technology of Aluminum and Copper Alloys by Friction Stir Welding

Processing Technology Section; Shigeki KAKIUCHI, Takaaki SHIMIZU, Monozukuri Research and Development Center; Kiyokazu HIMI, Hideki YAMAGISHI, Masaru SATO Central Research Institute; Shogo TOMIDA

In this research, dissimilar materials joining method of aluminum and copper by friction stir welding was investigated. The test materials used were A1050 aluminum alloy and oxygen-free copper. In the case of using a tool with a probe length of 3.5 mm, burrs of Cu were formed at the boundary between the upper and lower plates. It is considered that these burrs become a factor in hindering the filling of Al and make cavity defects. On the other hand, when using a tool with a probe length of 3.0 mm, it did not bond on conditions with low rotation speed and high welding speed. However, when a tool with a probe length of 3.0 mm is used, the protrusion of Cu burrs became smaller. The cavity defects also showed a tendency to become smaller. The maximum tensile shear load was approximately 8 kN, in the welding conditions with R=2500 rpm, v=200 mm/min and d=3.2 mm.

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*1、塚本吉俊*2、岩坪 聡*1、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に向けた装置が市販または研 究されている。その一つとして咀嚼検知に関連するもの があり、それらは人にセンサを装着させる装置が主であ るが、手軽さの観点からはセンサを装着させない装置¹⁾ が望ましい。一方、非接触で人の動作を検知するセンサ に関して、マイクロ波を用いたセンサや、距離画像を取 得可能なセンサの研究が進められており、多様な応用が 期待される。

そこで本研究は、非接触による咀嚼回数計測の検討を 行うことで、人の動作状態を検知するセンサシステムの 基盤を構築することを目的とした。昨年度は、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、そのシステムの基礎的な動作を確認したが、咀 嚼以外の動作による咀嚼検知の制約が生じた²⁾。本年度は、 検知領域を比較的制限するシステムを目指し、距離画像 センサにより顎の上下動作を検出することで、咀嚼回数 を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

システムの構成を図 1(a)に示す。同図に示すように、 距離画像センサは、顎の上下動作を検知するため、顎の 下付近に設置した。センサと顎との距離は、数十 cm 程度 であるため、この距離範囲で利用可能な距離画像センサ ³⁾のひとつとして、Intel[®] RealSenseTM SR300 を選定した。 距離画像センサからのデータは、USB インターフェース を介してパーソナルコンピュータに取り込み、データ処 理を行った。

2.2 データ処理

距離画像1フレームに対するデータ処理全体の流れを 図1(b)に示す。フレームごとに、図2(a)に示す顎周辺(検 知対象)の距離情報を抽出するためのデータ処理を行う。 特定のピクセル離れたdとdの差分が所定の範囲内であ る場合に、dtとdcの中間のピクセルにあるdsを抽出する。 図中の評価領域をy方向、x方向の順で移動させ、所定範 囲内のdsの平均値(10倍後の整数)ds_AVを算出する。な お、画像取得の周期内で図1(b)の処理を完了させること に配慮し、評価領域の移動は所定の行と列に間引き、さ

*1 現 製品·機能評価課、*2 現 生活工学研究所

らに極端に遠い距離 dsを抽出した場合は、y 方向の移動 を終了する処理とする。咀嚼の周期に対応した距離変化 を抽出するため、特定のフレーム分の ds_AV を FIR フィル タ ⁴に入力して出力を得る。図 2(b)は出力の一部の模式図 であり、図中の極大 OPP、極小 ONP と、それらの時間差 Δt が所定条件である場合に検知対象の往復動作1回とし て計数する。さらに、周期性を有する咀動動作を検知す る配慮として、時間 Tc以内の間隔で Nc回連続して計数さ れ、かつ計数前後のうち一方以上で OPP、ONP、Δt の所定 条件を満たす場合を、補正後の回数とする。上述した一 連の処理はリアルタイムで行うが、その回数連続の設定 と FIR フィルタのタップ数に依存して、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実行するようにした。 画像(解像度:640×480)取り込み周期は30フレーム/ 秒に設定した。本システムの出力画面例を図3に示す。 画面では、近距離は白、遠距離は黒、 *d*の抽出ピクセル は丸で表示されている。



図1 システム





図3 出力画面の一例

3. システムの動作確認実験及び考察

システムの基礎的な動作を確認するため、意識的な咀嚼 動作を対象に実験を行った。一例として、Opp は 10001~ 49999(Opp は-10001~-49999)、Δt は 6~15 フレームを有効 とし、T_cは 60 フレーム、N_cは 3 に設定した。食べ物はご はんとし、咀嚼回数 20 回を数えながら咀嚼を行った際の 計測データの一例を図 4 に示す。咀嚼 20 回を数えた区間 は、100 フレームを過ぎた付近から 450 フレーム付近まで である。回数補正により、200 フレーム以降の比較的周期 性を有する出力は所定条件に基づき計数されている。この 結果は、2.2 のデータ処理に基づいたシステムの基礎的な 動作を概ね確認した一例であり、各所定条件の最適化とと もに、複数の被験者を対象としたシステムの精度検証が必 要である。精度に関して、顎の位置等によっては人が静止 している状態でも誤計数する場合があるため、実用上は回 数補正の条件設定等による対策が必要と考えられる。

実験中は、図3と同様に ds を示す丸が x 方向に対して離 散的に表示されていた。これは、画面上方(体の衣服)におい て、黒で表示されたピクセルに起因し、2.2 で述べた評価領 域の y 方向移動の終了処理が実行された影響と考えられる。 システムの性能改善の観点からは、終了処理のアルゴリズ ムの改良が必要であり、併せて、関連するデータ処理時間 とフレーム更新周期の検証も検討要素と考えられる。



4. 結言

距離画像センサを用いた咀嚼回数の計測システムを構 築した。咀嚼回数の計測例を示し、本システムの基礎的 な動作の概略を確認した。用途に応じた所定条件の最適 化と回数計測精度などの検証実験は今後の課題である。 本研究は、主に往復動作を対象とした非接触でのリアル タイム計測を目指したものあり、今後は、本研究のシス テムを基盤として応用展開を検討していきたいと考えて いる。

参考文献

- 1) 宮中 他, 信学技法, PRMU2013-6, (2013) 747.
- 2) 佐々木 他, 富山県工業技術センター研究報告, **31**, (2017) 39.
- 9) 中村 他, Intel RealSense SDK センサープログラミング, 翔泳社, (2015).
- 4) 山口, はじめての DSP 活用大全, CQ 出版, (2006).

キーワード:距離画像、咀嚼、回数、非接触、データ処理

System for Status Detection using Unrestrained Sensor

Evaluation Engineering Section; Katsuhiro SASAKI, Yoshitoshi TSUKAMOTO, Satoshi IWATSUBO, Machinery & Electronics Research Institute; Naoki KANAMORI

Noncontact sensing system for detecting reciprocating motion such as chewing was constructed using a depth camera. Data processing algorithm for detecting the distance variation of jaw was implemented, and the number of chewing was measured in real time. The fundamental performance of the system was confirmed.

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(2)

加工技術課 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。 (Scheme 1) 昨年度はα-ピネンオキシドの異性化について 検討し、カンフォレンアルデヒドへ変換する有効な触媒 を見出し報告した。[1] 今年度は、α-ピネンのエポキシ化 について検討したので、その結果について報告する。



2. 実験

α-ピネンを溶媒に溶かし、所定の温度で撹拌している ところに、添加剤、触媒、35%過酸化水素水を順に加え 反応を行った。反応率および α-ピネンオキシドの収率は ガスクロマトグラフ分析により求めた。

3. 結果と考察

メチルトリオキソレニウム(MTO)という有機金属化合物は、過酸化水素を酸化剤としてオレフィン類のエポキシ化を高効率、高収率で触媒することが報告されており、

我々もその反応をさらに高効率化する方法を既に報告している。[2] 今回は MTO 触媒を用いた α-ピネンのエポキシ化の最適化を行った。

MTO 触媒を用いてオレフィン類をエポキシ化する際、 ピリジン類やピラゾール類を添加すると反応が促進され ることが知られている。また、これらを添加することで、 生成したエポキシドがレニウムのルイス酸性により加水 分解されるのを抑制する効果もある。しかしながら、不 安定エポキシドの場合は、それでも加水分解が進行しエ ポキシド収率が低下してしまうが、我々は反応系に 1-メ チルイミダゾール(1-MeIm)を添加することで不安定エポ キシドの分解をほぼ抑制できることを見出し、報告して いる。[2]α-ピネンオキシドは不安定エポキシドであり、 反応系に 1-MeIm を添加しておかないと加水分解が進行 し、ジオールが生成してしまう。

そこでまず、反応を促進する添加剤としてピラゾール 類やピリジン、α-ピネンオキシドの分解を抑制する添加 剤として 1-MeIm を MTO 触媒と共に用いて、反応促進添 加剤の種類により触媒活性にどのくらい違いがあるか検 討した。

α-ピネンに対し、0.02 mol%の触媒を用いて添加剤の違



Figure 1 MTO-Catalyzed Epoxidation of α -Pinene α -Pinene 20 mmol, 35% H₂O₂ 24 mmol, MTO 0.004 mmol, Py or Pz 2 mmol, 1-MeIm 0.2 mmol, at 15°C.

Table 1 MTO-Catalyzed Epoxidation of α-Pinene^a

Entry	MTO / mol%	4-MePz/mol%	1-MeIm/mol%	Time / h	Conv / % ^b	Yield / % ^b
1°	0.02	10	1	24	93	93
2	0.1	5	0.25	6	>99	>99
3 ^d	0.2	10	1	2.5	>99	>99
4	0.2	10	1	2	>99	>99
5	0.2	10	0.5	1.5	>99	>99
6	0.2	10	0.25	1.5	>99	>99
7	0.2	5	0.25	2	>99	>99

a) α -Pinene 10 mmol, 35% H₂O₂ 12 mmol, CH₂Cl₂ 1 mL, at 15°C. b) Determined by GC internal standard method. c) α -Pinene 20 mmol, 35% H₂O₂ 24 mmol, CH₂Cl₂ 10 mL. d) CH₂Cl₂ 5 mL.

いによる触媒回転数を調べた結果を Figure 1 に示す。 MTO 触媒によるエポキシ化でよく用いられるピリジン (Py)やピラゾール(Pz)と比べ、ピラゾールの3位あるいは 4位にメチル基が置換したもののほうが、高い触媒活性を 示した。24時間後における触媒回転数は、3-メチルピラ ゾール(3-MePz)を添加した場合に4800、4-メチルピラゾ ール(4-MePz)を添加した場合に4600 に達した。反応の初 期段階では4-MePz を添加した場合の方が反応速度はや や速いが、24時間後におけるα-ピネンオキシドの収率は、 3-MePz を添加した場合の方が若干高かった。

4-MePz を反応促進添加剤とし、反応の最適化を行った 結果を Table 1 にまとめた。標準的な反応条件、0.2 mol% MTO、10 mol% 4-MePz、1 mol% 1-MeIm、溶媒ジクロロ メタン 5 mL (Entry 3)では、2.5 時間後に α -ピネンはほぼ 消失し、 α -ピネンオキシドが定量的に得られた。触媒量、 添加剤量、溶媒量は、いずれも少ない方が反応としては 良い。溶媒量を 1 mL に減らすと、反応速度は早くなった (Entry 4)。1-MeIm を 0.5 mol%に減らしても反応は速くな ったが、さらに 0.25 mol%にまで減らしても反応速度は変 わらなかった(Entries 5 and 6)。MTO や 4-MePz を減らすと 反応は遅くなったが、 α -ピネンオキシドの収率に変化は 見られなかった(Entries 2 and 7)。最適反応条件として Entry 7 の 0.2 mol% MTO、5 mol% 4-MePz、0.25 mol% 1-MeIm、溶媒ジクロロメタン 1 mL を採用した。

4. まとめ

MTO を触媒とし過酸化水素を酸化剤として用いた、α-ビネンのエポキシ化反応の最適化を行った。10 mmol のα-ビネンをエポキシ化する最適条件として、0.2 mol% MTO、 5 mol% 4-MePz、0.25 mol% 1-MeIm、溶媒ジクロロメタン 1 mL、15°C で反応を行うと、2 時間の反応で定量的にα-ビネンオキシドを得ることができた。

「参考文献」

山崎,富山県工業技術センター研究報告,2017,31,46.
 S. Yamazaki, Org. Biomol. Chem., 2010, 8, 2377.

キーワード:α-ピネン、α-ピネンオキシド、エポキシ化、過酸化水素、メチルトリオキソレニウム

Optimization of Methyltrioxorhenium-Catalyzed Epoxidation of α -Pinene

Processing Technology Section; Shigekazu YAMAZAKI

Optimization of reaction conditions of methyltrioxorhenium-catalyzed epoxidation of α -pinene was examined. α -Pinene oxide was obtained quantitatively by 0.2 mol% MTO with 1.2 equiv 35% H₂O₂ as the oxidant, and 5 mol% 4-MePz and 0.25 mol% 1-MeIm as the additives, in CH₂Cl₂ at 15°C within 2h. At catalyst concentration of 0.02 mol% of MTO, the conversion at 24h was 96%, which represents the turnover number of 4800.

電磁ノイズ抑制構造に関する研究

評価技術課 宮田直幸*1 佐々木克浩*1 塚本吉俊*2

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、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。

特に多層基板における電源/グラウンド層間の端部か ら漏れる電磁ノイズは PI (Power Integrity)や SI (Signal Integrity)の観点からも問題となっているが、高周波の ため寄生インダクタンスが問題となり、デカップリング コンデンサを使った対策が難しい。

この問題に対し、メタマテリアルの一種である EBG (Electromagnetic Bandgap)構造を利用した方法が提案さ れている 1233。これは、導体に周期的な構造を持たせる ことで電磁波のバンド分散にギャップが開き、ギャップ 内の周波数では伝播できなくなることを利用したもので ある。この方法は基板の製造工程を変えないため、低コ ストで実現できるという意味で有用である。

そのような EBG 構造としてはいくつか種類があるが、 バンドギャップのできる周波数はLC 共振で決まるため、 バンドギャップを低周波数側に作るために平板コンデン サとして C (容量) を大きくしようとすると、セルサイ ズが大きくなり、実装に困難を伴う。かといって、セル サイズが小さいまま特殊な構造を作りこんで大きい C や L(インダクタンス)を持たせることも従来の製造工程の ままで簡便に実現することはできない。一方、オープン スタブを利用した方法は、小さいセルサイズであっても スタブを長くするだけでよく、有力な方法と考えられる 3)

本研究では、オープンスタブ EBG のセルサイズを小さ く保ったまま最低バンドのバンドギャップ端周波数を小 さくし、バンドギャップを広くする方法を検討した。

2. 手法

2.1 従来手法

EBG のユニットセルの断面図の例と等価回路図を Fig. 1 に示す。Fig. 1 (a) はオープンスタブ EBG を想定してい る。この時のx方向のバンド分散を決定する方程式は、

$$\cos(k_x a_x) - 1 = j\omega L_p / 2Z$$





Fig. 1 (a) Cross sectional view of EBG structure formed on power/ground plane and (b) its equivalent circuit.

で与えられる。ここで、 k_x はx方向のセルサイズ a_x に対応 する還元波数、ωは角周波数、Lnは電源層のL、ZはFig.1 (b)におけるインピーダンスである。オープンスタブ EBG の場合は

```
(2)
1/Z = 1/(Z' + j\omega L_v) + j\omega C_n
```

となる。Z'は開放端伝送線路のインピーダンス、L_vはビ アのL、 C_n は電源/グラウンド層間のCである。どちら かの層上にマイクロストリップ線路を開放端伝送線路 (オープンスタブ)として形成することで周期的な共振 を起こし、線路長を大きくすることでその共振周波数を 低くすることができる。

2.2 手法の検討

Fig. 2 (a) は従来のオープンスタブであり、定まった正 方形の面積の中で極力線路長を大きくする形状である。 一方、本研究ではオープンスタブの先端にそれよりも幅 の広いオープンスタブを接続することを検討した。Fig.2 (b) はその一例である。この場合のZ'は伝送線路の負荷と して特性インピーダンスのより小さい開放端伝送線路を



(a) (b) Fig. 2 Top view of open stubs (a) conventional type (b) club-shaped type (Black : PEC, Other color : dielectric substrate)

*1 現 ものづくり研究開発センター 製品・機能評価課 *2 現 生活工学研究所 生活科学科

(1)

接続したものになる。線路長を大きくする意味ではこの 方法は不利であるが、ある組み合わせの場合はそれ以上 に有効であることが式(1)から確認できる。

しかしながら、式(1)の等価回路による計算は不要な結 合を無視した近似であるため、実際を知るには有限要素 法等の Full-wave シミュレーションが必要である。ここで は FDTD 法 4において Bloch の定理による境界条件を課 した計算を行い、結果を FFT することでバンド分散を得 た。実際、蛇行状にした場合や、幅の広い部分の幅を大 きくするために線路長が小さくなった場合は、不要な結 合のため式(1)の計算から大きくずれた。具体的には、前 者では波長の短い波を低周波数で作るには還元波数間の 結合が十分強くないこと、後者では幅に対して長さが十 分でないために電流が線路に沿って流れていないことが 原因と考えられる。Fig.3にはFig.2の2パターンのFDTD 法による還元波数 $k_x = 0$ (Г点)、 $k_x = \pi/a_x$ (X点)を含 む数点における結果を式(1)による結果と合わせて示す。 パラメータは、ax =2.2mm、マイクロストリップ側基板 厚 0.06mm、層導体間 0.46mm、導体厚 0.035mm、正方形 角柱で置き換えたビアの一辺 0.25mm、線幅 0.1mm、線 間ギャップ 0.1mm、 Fig. 2 (b)の幅広部分の線幅 0.2mm、 誘電体(Fig.1、2のグレー部分)の比誘電率4.2 である。

3. 結言

Fig. 3 に示したように、FDTD 法による Full-wave シミ ュレーションの結果は、従来形状 (Fig. 2 (a)) も本研究で 検討した形状 (Fig. 2 (b)) も式(1)による結果と大まかに 一致した。とりわけバンドギャップ幅は従来形状よりも 検討した形状の方が大きくなった。しかしながら、X 点 周波数については大小関係が式(1)によるそれと逆転して いる。これは先述のように不要な結合が原因と考えられ る。どちらが有効であるかは、セルサイズの制限や最低 バンドのバンドギャップ端周波数とバンドギャップ幅の どちらをどの程度重視するかによって変わってくると考 えられる。

今回の FDTD 法の計算においては、長時間の計算によ りようやく十分な分解能の FFT を行うことができた。こ れに対しては GPOF 法 5%等、計算の高速化の手法を検討 したい。また、今回の形状では製造上の制約等の検討が 不十分であると考えられるため、オープンスタブではな い、新規性のある形状の検討も行いつつ、実物による実 験的検証を今後行いたい。



Fig. 3 Dispersion diagram of EBG structures

参考文献

- 1) R. Abhari et al., Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on., Vol. 51, No. 6, pp. 1629-1639 (2003).
- 2) T. L. Wu et al., Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on., Vol. 53, No. 9, pp. 2935-2942 (2005).
- H. Toyao et al., IEIEC TRANSACTIONS on Communications, Vol. E93-B, No. 7, pp. 1754-1759 (2010).
- 4) A. Taflove and S. C. Hagness : Computational electrodynamics, ARTECH HOUSE (2005).
- 5) Y. Hua and T. K. Sarkar, Antennas and Propagation, IEEE Transactions on., Vol. 37, No.2, pp.229-234 (1989).
- A. X. Lalas et al., Magnetics, IEEE Transactions on, Vol. 45, No.3, pp. 1316-1319 (2009).

キーワード:EMC、電磁波、EBG

Study on Techniques for Suppression of Electromagnetic Noise

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

A simple improvement of the open stub EBG structure formed on power/ground planes of multilayer printed circuit boards was studied. The following results were obtained with the help of FDTD simulation; (i) most club-shaped open stubs did not work as expected from the transmission line theory due to unwanted coupling, (ii) there was club-shaped one which exhibited the same level of the lowest X-point frequency and the wide lowest bandgap compared to those of conventional ones.

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

評価技術課 寺田堂彦*1 ものづくり研究開発センター 水野 渡*1 株式会社タカギセイコー 高橋伸忠、富山県立大学 真田和昭 永田員也

1. 緒言

自動車の車体重量の低減化は、燃費の向上に直結して おり、国内における炭酸ガス総排出量の約20%を占める といわれる自動車排ガスの排出量抑制に大きく寄与する ものと期待される。他方、セルロース分子鎖が束なった 植物繊維を、直径100 nm以下にまで解繊した微細繊維は 一般にセルロースナノファイバー(CNF)と呼ばれてお り、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)と、国内に非常に豊富 に存在する循環型バイオマスとして、世界的に大きな注 目を集めている。

本研究では、自動車用のプラスチック複合材料からな る大型外装部品の補強繊維を、従来のガラス繊維から CNF に置き換えることで、軽量化に加え、力学物性、熱 寸法安定性、易サーマルリサイクル性などの諸物性を向 上させた環境対応型材料を開発することを目的とした。

2. 実験方法

2.1 使用材料

結晶性セルロースナノファイバー (CCNF) を 40 wt% 含有したポリプロピレン (PP) マスターバッチ (富山県 立大学で開発) に、PP ペレットおよび SEBS を所定量加 えて二軸押出機によりペレット化した。

2.2 成形および試験

射出成形機(FN1000、日精樹脂工業株式会社)を用いて試験片を作製し、熱変形温度測定装置(HD-500、株式会社安田精機製作所)による線膨張係数の測定、小型強度試験機(AG-50KNX、株式会社島津製作所)による引張試験を行った。



Fig. 1 Injection-molded test pieces containing CNF, percentages by weight of CNF 0 to 20

*1 現 ものづくり研究開発センター ものづくり基盤技術課

3. 実験結果

射出成形機による試験片の作製では、CNF 含有率の上 昇に伴って茶変濃度が強まる傾向が見られたが、 CCNF20%の高含有率であっても、成形性に問題は認めら れなかった(図1)。線膨張係数(CTE)の測定試験の結 果、CCNF 含有率5%でCTE は87%へ低下し、さらに、 含有率10%および20%でCTE は50%へ低下したことを確 認した。(図2)。引張試験の結果、CCNF 含有率5%で引 張弾性率は0.8%の上昇であったが、含有率10%では6% の上昇、含有率20%では18%の上昇が確認された(図3)。



Fig. 2 The coefficient of thermal expansion (CTE) of CNF/PP/SEBS composites



Fig. 3 Tensile modulus of CCNF/PP/SEBS composites

4. 結言

CCNF を高い含有率(40%)で含むマスターバッチを 用いて試験片の射出成形を行い、線膨張係数の測定およ び引張試験を実施したところ、CCNF 含有率の上昇に伴 って線膨張係数は低下し、引張弾性率は上昇する傾向が 確認された。しかし、自動車用部品として実用化するた めには、今後さらに諸物性を向上させる必要がある。

香気成分の分析、抽出及び合成に関する研究

加工技術課 山崎茂一*1 生活工学研究所 吉田 巧 有限会社アンティアンティ 宮崎 真 坂本沙恵

1. 緒言

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

香料には、動植物を原料として得られる天然香料と、 有機合成化学によりつくられた合成香料がある。天然 香料には安価に大量に得られるものもあるが、大量の 原料からごくわずかの量しか得られず、非常に高額で 取引されているものもある。このような高額な香料が、 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エタノールで抽出し、 ガスクロマトグラフで分析したところ、ゲラニオール の量が最も多く、シトロネロールとネロールが同程度 含まれていた。溶剤で抽出した抽出液から溶剤を留去

*1 現 ものづくり基盤技術課

したものに水を加え、減圧蒸留することでワックス分 などの固形成分が除去されたローズオイルを得ること ができ、実験室レベルでの抽出方法は確立できたと考 えられる。しかしながら、数百キログラムもの花を抽 出するための設備がないため、より簡便な抽出方法の 開発が必要である。

(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、 強い香気を有するのが、*cis-γ*-イロンと *cis-α*-イロンで ある。前年度から引き続き *cis-γ*-イロンの合成につい て検討した。



前年度までの合成ルートでは、出発原料として使用 している試薬の価格が非常に高く、実用化の観点から は大きなネックとなっていた。そこで、より安価な出 発原料を使用可能なルートを新たに考案し、このルー トでの合成について検討を進めた。新たな出発原料の 価格は以前の出発原料の20分の1以下であり、このル ートがうまく行けば、実用化に近付くものと考えられ る。新たな合成ルートにおいても収率の低いステップ が存在するため、その反応の改善について検討してい るが、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。

3. まとめ

ローズオイルの抽出は、実験室レベルでの抽出方法 は確立できたと考えているが、大量のバラの花を抽出 するには、より簡便な抽出方法を開発する必要がある。

イロンの合成では、安価な出発物質を使用する新た な合成ルートを考案し、その各ステップでの収率向上 について検討した。

3D 積層造形を用いたヒートパイプ内蔵型蓄熱容器の造形技術および 熱特性に関する研究

材料技術課 山本貴文*1、ものづくり研究開発センター 氷見清和*1、企画管理部 林 千歳*2 国立研究開発法人 宇宙航空研究開発機構 畠中龍太、金城富宏、岡本篤、田中洸輔、宮北健 有限会社 オービタルエンジニアリング 斎藤雅規、大西春奈、川上晃司、中川政之、山口耕司

1. 緒言

我々は、宇宙空間の厳しい熱環境や熱制御デバイスの 搭載スペースの制約などの熱設計条件緩和のために、固 液相変化時の潜熱を利用した相変化蓄熱材(Phase Change Material, PCM)による高効率蓄熱技術と金属 3D プリンタ による一体成形の特徴を活かしたアルミ合金製容器・伝 熱フィン一体型蓄熱ユニットの開発を行ってきたり。しか し、先行技術では一定の軽量性を維持しつつ容器形状を 高さ方向に伸ばして蓄熱量を大きくする場合、熱交換面 と天井面の温度差が大きくなるため、PCM が均一に融解 されず、結果として熱交換面温度が大きく上昇してしま う課題があった。そこで、本研究では軽量性・高蓄熱性 能を維持しつつユニットの伝熱性能を飛躍的に向上させ る新たな構造様式として、熱輸送デバイスであるヒート パイプ(HP)を蓄熱ユニットに内蔵する様式を提案し、 ユニットの造形手法と構造設計、熱的設計手法の構築を 試みた。

2. 実験方法

2.1 HP 内蔵型 PCM 容器の設計概念と造形

PCM ユニットの要求仕様/制約条件は適用先によって 大きく異なるため、本稿では構造様式の一例を示すこと とする。外殻容器の基本形状はフットプリント面積 50 mm×50 mm、容器高さ 115 mm の単純直方体である。その 内部には微細な伝熱フィンと 4 本の HP が配置されてい る。HP の配置は、HP 外壁から PCM 最終融解点の面内方 向の温度差が約 8℃ に収まるように、HP1 本あたりが担 う領域を 25mm×25mm として設計した。加えて、HP の 面内方向の熱拡散を促進させるために、HP 同士をつなげ るような熱パスを設けた。さらに、HP は一般的な直線パ イプ形状を差し込むだけでは、加熱部の熱が HP に集ま らないため、HP の熱交換面を加熱部に沿わせることで改 善を図った。造形は EOS 社製 EOSINT M280 を用い、材 料粉末は AlSi10Mg(Al-10%Si-0.4%Mg)を用いた。

2.2 HP 内蔵型 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、その後 HP 部に作動液とし てアセトンを適量封入・封止した試験体を使用した。加

*1 現 デジタルものづくり課、*2 現 企画調整課

熱試験は、ユニット周辺を断熱材で囲い、ヒータによる 底部加熱に伴う各部の温度変化を熱電対で測定した。

3. 実験結果および考察

Fig.1に造形した HP 内蔵型 PCM 容器のエックス線 CT 像を示す。容器内部の微細・高密度な伝熱フィン構造と HP が一体成形されていることが分かる。また、HP の微 細なグルーブ形状は、標準の造形パラメータを用いて十 分再現可能であることが確認できた。



Fig. 1 HP 内蔵型 PCM 容器の内部構造

Fig. 2 に伝熱性能評価の一例 (PCM ユニットの底部から 0.3W/cm² ヒータ加熱)を示す。オクタデカンの融点 28°C 付近で約 75 分間保持(蓄熱量:約 33kJ)されており、高蓄熱性を維持している。さらに、一体成形した HP が適度に動作することで、PCM 融解時の最大温度差 ΔT を約 6°C に留めることができた。以上より、蓄熱性能と 伝熱性能を両立した構造様式であることを確認した。



【謝辞】

本研究は、NEDO「未利用熱エネルギーの革新的活用技 術研究開発」の支援のもと行われた。ここに敬意を表す。

【参考文献】

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

摩擦攪拌接合(FSW)用高性能ツールの技術開発

加工技術課 柿内茂樹*1 ものづくり研究開発センター 山岸英樹*1 佐藤智*1 中央研究所 冨田正吾*2 株式会社 北熱 針山典篤 山口絵美 小林健二 中井徹 政誠一

1. 緒言

アルミニウム合金などの軽金属構造材料の接合法とし て、摩擦攪拌接合(FSW)の適用が拡大している。FSW は、 ツールと呼ばれる工具を回転させながら押し付けて、接 合材料とツールとの間で生じる摩擦熱により接合材料を 軟化させ、接合部の塑性流動現象により接合を行う方法 である。ツールには、攪拌を促進させるために、ネジ加 工が施されている。一方、接合中のツールは、接合材料 からの熱や荷重が与えられながら摩擦が生じるために、 接合を繰り返し行うことにより、摩耗が促進されるもの と考えられる。そこで本研究では、FSW ツールの耐摩耗 性の向上を目的として、種々の表面処理を行い、FSW 用 ツールの耐摩耗性の評価試験を行った。

2. 実験方法および結果

供試材料は、A7075 合金(T5 材)と A5083 合金(O 材)を 用いた。寸法はいずれも 400×500×6 mm である。FSW ツールの寸法は、ショルダ径が φ 14 mm、プローブ長さ が3.5 mm、プローブ形状はM4~M6のテーパ形状とした。 Fig. 1 に FSW 試験の外観を示す。耐摩耗性評価試験は Stir-in-plate を繰り返して行った。総接合距離は 81 m とし た。接合条件はA7075合金の場合、ツール回転数(R)=1250 rpm、接合速度(v)=150 mm/min とした。A5083 合金の場合、 R=1500 rpm、v=150 mm/min とした。ツールの押込量は3.7 mm とした。1 pass 当たりの接合距離は 450 mm とした。 Fig. 2に接合試験後のFSW ツールの重量減少量を示す。 接合試験後のツールの重量は、ツールを NaOH 水溶液に 浸漬して、AI合金を除去した後に測定した。いずれにお いても、ツール重量は減少した。未処理ツールは、接合 材料がA7075合金よりもA5083合金の方がツールの重量 減少が大きくなった。ラジカル窒化処理およびラジカル 窒化処理+TiAIN をコーティングしたツールは、未処理ツ ールよりも摩耗による重量変化が小さくなった。Fig.3に Fig. 2 で示した重量の減少が大きかった A5083 の接合試 験前後のツールの輪郭形状を示す。未処理のツールはシ ョルダ部の外側が短くなり、プローブのネジ部の山が低 くなった。一方、ラジカル窒化の表面に TiAIN コーティ ングを行ったツールは、ショルダ部やプローブの形状の 変化は殆ど認められず、接合中におけるアルミニウム合 金との耐摩耗特性が向上した。

本研究は、公益財団法人富山県新世紀産業機構、平成 29 年度産学官連携推進事業(新商品・新事業創出枠)によ り行われたものである。



Fig. 1 Appearance of FSW testing



Fig. 2 Reduction of tool weight after FSW testing



Fig. 3 Tool profiles of before and after FSW test using on A5083 (A, a: shape of probe, B, b: shape of shoulder)

異材 FSW 用インテリジェントツールの開発

加工技術課 柿内茂樹*1 ものづくり研究開発センター 山岸英樹*1 佐藤智*1 中央研究所 冨田正吾*2 株式会社 山本金属製作所 榎本正敏 鹽津陵雅 河合真二 山本憲吾

1. 緒言

アルミニウム(Al)合金は軽量性に優れており、輸送機器 の軽量化の観点から鉄鋼との接合技術の確立が望まれて いる。異種金属材料の接合では、ある組成範囲で硬く脆 い金属間化合物を形成するため、材料の組み合わせによ っては、従来の溶融溶接では接合が困難である¹⁾。従って、 溶融溶接よりも低入熱で界面における接合温度が制御し やすい摩擦攪拌接合法の応用が期待される。そして、本 法を用いた異種金属材料の接合では接合中の温度履歴が 重要であると考えられる。そこで本研究では、接合材料 の内部で回転する工具の温度を計測するためのインテリ ジェントツールを用いてアルミニウム合金とステンレス 鋼板の重ね接合におけるツール温度を計測して、接合可 能な条件とその接合性について検討した。

2. 実験方法および結果

供試材料は、アルミニウム(A6005C) 合金とステンレス 鋼(SUS304)を用いた。板厚は A6005C 合金が 3 mm、 SUS304 が 2 mm である。ツール形状は、ショルダ径は o 12 mm、プローブ長さは 2.3 mm とした。接合条件はツー ルの回転数(R)は 500~2000 rpm に、接合速度(v)は 50~ 1000 mm/min に変化させた。ツールの押込量(d)は 2.8 mm と 2.9 mm とした。ツール挿入後の保持時間は 10 sec とし た。継手形状は重ね継手で、上板に A6005C 合金、下板 に SUS304 を配置した。温度測定ツールの外観と FSW ツ ールの温度測定位置を図1に示す。図2に上下板の接合 が可能であった接合条件範囲を示す。図2Aはd=2.8 mm、 図 2B は d=2.9 mm である。d を増加させると高接合速度 側に接合可能範囲が広がる傾向を示した。図3にFSW温 度履歴を示す。ツール回転数を増加させるとツールの温 度は上昇した。図 3C の条件では、最高到達温度は図 3A よりも高くなったにもかかわらず接合されなかった。Al 合金と SUS304 の重ね接合においては、接合中の最高到 達温度のみならず、FSW ツール先端の侵入位置や、FSW ツール先端が上下板の境界線を通過する際に発生する摩 擦熱を与える時間が必要であると考えられた。図4に接 合部の線分析結果を示す。接合部は 0.5µm 以下の拡散相 により接合しているものと推定された。本研究は、財団 法人富山県新世紀産業機構、平成29年度産学官連携推進 事業(新商品・新事業創出枠)により行われたものである。



Fig. 1 Appearance of temperature measurement tool and schematic diagram of temperature measurement positions of FSW tool





Fig. 3 Temperature histories of FSW tool (A: *R*=500 rpm, *v*=100 mm/min, B: *R*=2000 rpm, *v*=100 mm/min, C: *R*=2000 rpm, *v*=700 mm/min)



Fig. 4 Result of line analysis by EDS at joining position (*R*=2000rpm, *v*=50 mm/min, *d*=2.9 mm)

参考文献

 中田一博: 異種材料接合の現状と摩擦エネルギーを 利用した最近の研究, スマートプロセス学会誌, 4, 2 (2015), 64-72.

レーザ表面微細加工による FSW 特有欠陥の除去技術の開発

加工技術課 清水孝晃*1 柿内茂樹*2 ものづくり研究開発センター 山岸英樹*2 中央研究所 冨田正吾*3 ㈱三和製作所 岩坪日佐夫 今井圭祐

1. 緒言

FSW は被溶接材の片面からの接合法であるため、被 接合材の厚さ全域が接合部とならないことがある。例 えば、突合せ接合の場合では、裏面側の開先部に未攪 拌領域が存在することがある。この領域は、「未接合部」 として接合継手に残留することになり、用途によって は、欠陥として取り扱われる。現在、FSW 施工におい て未接合部を未然に防ぐ方法や発生した未接合部を確 実に取り除く施工方法は無く、厳格な施工管理と製品 の破壊検査に頼らざるを得ないのが現状である。そこ で、本研究では、FSW 特有の未接合部を除去する技術 を開発することを目的にレーザ照射による処理の適用 を検討した。

2. 実験方法

FSW 接合部に幅 10mm で Table 1 に示す条件でレー ザを1回から3回面状に照射した。なお、レーザの発 振間隔は 120kHz である。照射面の観察、表面粗さの 測定、断面の観察および曲げ試験を行った。表面粗さ はレーザ走査方向に垂直な方向に測定した。曲げ試験 は支点間距離 26mm で半径 5mm の治具を用いて 90 度 曲げを行った。

Table 1 Laser conditions

Focal	Laser	Scan speed	Scan pitch
length	power	(mm/s)	
63mm	50W	4000 mm/s	2.1µm
160mm		2000 mm/s	
		1000 mm/s	
		500 mm/s	

3. 実験結果および考察

照射面はいずれも金属光沢が無くなり梨地調に変化 した。表面の一例を Fig. 1 に示すが凹凸が形成され溶 かされた金属が発泡状に再度凝固したものと考えられ る。アブレーション処理されているのではなく、溶融 していると言える。



Fig. 1 Surface of laser prosessed (F=63mm,f=500mm/s,first purocess) *1 現 製品・機能評価課 *2 現 機能素材加工課 *3 現 ものづくり研究開発センター

表面粗さは1回照射の場合 Ra で 7µm 程度、2回照 射で 10µm 程度、3 回照射で 15µm 程度となった。 焦点 距離 63mm のほうが大きくなる。走査速度による影響 は認められない。

曲げ試験の結果は、焦点距離 63mm で1回照射、走 査速度 500mm/s および焦点距離 160mm で 2 回照射の 全走査速度において割れは認められなかった。ただし レーザ照射前の FSW 接合片は同一ではなく包含する 欠陥の大きさには違いがある。Fig. 2 にレーザ処理後 の欠陥付近断面の一例を示すが、割れが生じなかった (a)では結晶が大きな領域に生じる上下方向の欠陥が 除去されているのに対して、割れが生じた(b)では結晶 が大きな領域が残っている。このことからレーザ処理 により結晶が肥大している領域を除去することで割れ の発生を防ぐことができることが確認できた。レーザ照 射により処理された深さを Fig. 3 に示すが、焦点距離 63mm が深く走査速度が小さいほうが深くなり、照射回 数は2回以降は影響が小さい傾向がある。深さと割れ発 生の有無には関係は無く、処理前の試験体が包含してい た欠陥の除去の可否により影響を受けるといえる。





(a)Second processed (b)First processed Fig. 2 Cross section at defect aria after laser processed (Focal length:160mm, Scan speed:2000mm/s)



Fig.3 Elimination depth for Laser conditions

複合化樹脂粉を用いたレーザ塗装

加工技術課 髙松周一*1 清水孝晃*2、材料技術課 住岡淳司*1 石黒智明*1 ものづくり研究開発センター 氷見清和*1、若い研究者を育てる会 株式会社 斉藤製作所 島林孝吉

1. 緒言

複合化の方法の1つとして、ハイブリダイゼーション 処理がある1,2)。ハイブリダイゼーションとは、母粒子(樹 脂粉末等)の表面を子粒子(機能性材料)で覆うことで表 面改質・複合化する技術である。母粒子の表面のみに機 能性材料を付着させることで機能性を高めることができ、 その使用量を削減し、製造コストを抑制できる。

そこで本研究では、ハイブリダイゼーション処理を施 した材料を用いて従来の手法よりも優位なレーザ塗装を 試みることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 試料

母粒子に、上市されている平均粒径約 50µm のナイロ ン12(以下、PA12)粉末を使用し、子粒子として導電性付 与を目的として、平均粒径約1µm および約5µm の銅(Cu) 粉末(株式会社高純度化学研究所製)を使用した。

また、蛍光性の付与を試みるため、株式会社デー・シ ー取扱の蛍光剤「ルミコール」を使用した。色は Green・ Red・Blue の3 色を用いた。平均粒径は4~5µm である。

2.2 複合化処理

複合化処理は振動ミルを使用した。

所定の配合比で混合したCu粉末または蛍光剤とPA12 樹脂粉末を、直径 5mm および 10mm の粉砕媒体を有す る振動ミル容器内で40分間複合化処理を行い、調製した。

2.3 複合材料成形

3D プリンティングを想定し、市販半導体レーザ加工 機を使用しレーザ焼結を行った。

レーザ焼結条件は、レーザ波長445nm、最大出力3.5W、 スキャン速度 250mm/min、スキャン間隔 57µm、積層厚 100µm で行った。

2.4 表面抵抗測定

成形品の表面抵抗値は、三菱化学社アナリテック製ハ イレスタ-UPを用い、所定の電圧(10V)を印加し測定した。

実験結果および考察

Cu 複合化樹脂粉末のレーザ塗装は、レーザ出力 35%(1.22W)以上で良好なコーティング膜が得られた。 また、複合化樹脂粉末の樹脂粉末が含まれないものとし ての Cu 粉末の場合は、50%(1.75W) 以上で良好なコーテ

*1 現 デジタルものづくり課 *2 現 製品·機能評価課 ィング膜が得られた。

レーザ塗装を行って得られたコーティング膜の表面抵 抗値は、Cu 5µm 配合を除き、Cu 複合化樹脂粉と Cu 粉 末のみの場合で、その傾向に大きな相違は無かった。

Cu 1µm(理論値配合)および Cu 1µm(理論値倍量配合) のコーティング膜では Cu 粉末のみの場合と同程度の表 面抵抗値が得られたことから、Cuの配合比は理論値の1 ~2 倍が適当であると考えられる。



ティング膜の表面抵抗値の関係

- -----· Cu1µm 理論値配合
- Cu1µm 理論値倍量配合

..... Cu5µm 理論値配合

—·- Cu 粉末 1µm —···-Cu 粉末 5µm

蛍光剤は樹脂ベースプレート上にレーザ塗装を行う ことができ、低出力であるほど強い蛍光性を示すことが 確認できた。

4. 結言

複合化樹脂粉のレーザ塗装では Cu 粉末のみの場合よ り低出力で行うことが可能であり、優位性が示された。

参考文献

- 1) 小野憲次編著: 実用表面改質技術総覧, 材料技術研 究協会(1993)
- 2) 熊澤周士 黒河歩美 他, 平成 27 年度若い研究者 を育てる会研究発表会 研究論文集, p. 23

微小ビーズクッションの高機能化に関する研究

生活工学研究所 九曜 英雄*1 製品科学課 石割 伸一*2

1. 緒言

本研究は車椅子用クッションの研究開発である。車椅 子用のクッションに求められる性能は、①着座したとき に身体を安定的に支える機能、②臀部、特に骨突出部の 圧力集中を抑える機能の2つが求められる。

車椅子用のクッションでは特に上記②の性質が重要で あり、圧力集中を抑えるためにクッション内部に流動性 のある気体や液体をつめたものが製品化されている。

広く世界中で利用されている車椅子用クッションはゴ ムチューブに空気を詰めた ROHO クッション、ゼリーを 利用した JAY J2 クッションなどがある。

ビーズクッションは、当初車椅子用のクッションとし て開発されたが次々と褥瘡が発生したため、その後車椅 子用としては開発されなくなった。褥瘡発生の原因はビ ーズに流動性が足りないからだとされている。

しかしながら、クッションの圧力集中を抑える機能は 内部に封入した流動体の性質だけで決まるものではなく、 外側の袋体が流動体に加える力によっても影響される。

このことに注目して、着座によってクッションが大き く変形して、袋体からビーズに加わる力が大きく変化す る仕組みを持たせ、ビーズの持つ流動性の小ささを補う クッションを開発することにした。

2. 開発したクッション



Fig. 1 The beads cushion turned around. This side for back side

開発したクッションは伸縮性のある素材に発泡スチレン製ビーズを充填したもので、1辺が42cmの正方形の形をしており、厚みは、最も厚いところで約8cm、重量は615gである。縦横高さの3方向に糸を張り、向かい合う面どうしに力が加わるような構造をしている。また、下面には荷重によって弾性変形するプレートを備えている。

使用者が着座すると張り巡らされた糸に張力がかかり、 体重を支えるとともに袋体を大きく変形させる。プレー トも変形し、臀部を柔らかく受け止めるとともに袋体を 変形させる。これらの袋体の変形によってビーズはスム ーズに流動し、クッション上面は臀部の形状にフィット するように形状変化して圧力集中を抑えることができる。





3. 試験結果

開発したクッションの除圧性能を調べるために被験者 に着座してもらい、シートセンサーによる圧力分布測定 を行った。糸とプレートを除いたクッションと比較した ところ、開発したクッションの方が優れた除圧性能を示 した。また、市販を JAY J2 クッションとも比較したとこ ろ、両者はほぼ一致する結果がえられ、本クッションは 高い除圧性能を持つことがわかった。

4. 結言

内部に空気やゼリーなどの流体を封入した市販のクッ ションは、これらの流体の漏れを防ぐために破れたり、 穴があかないような堅牢な構造とする必要がある。この ため、どうしても重量が重くなる(ROHO クッション: 1.2kg、JAY J2 クッション:1.9kg)が、本クッションは 1/3~1/2 の重さしかなく非常に軽量である。また、針と 糸で簡単に修繕ができる。したがって、このようなクッ ションが実用化できれば、使い勝手のよい、安価なクッ ションを提供できる。

謝 辞

本研究は、御器谷科学技術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。

筋負担減タイプ股関節サポータの開発

製品科学課 中橋美幸*1 生産システム課 金丸亮二*2

1. 緒言

股関節は、人体の中で最も大きな関節であり、体重を 支え、椅子から立ったり、歩いたりなど日常動作を行う 上で非常に重要な役割を果たしている。しかしながら、 加齢に伴う骨格筋等の機能低下により股関節への負担が 増大し、股関節の動きが悪くなるだけでなく、歩行や日 常動作が困難になり、さらには寝たきり状態を招くこと が懸念される。健康寿命を延伸させるためには、股関節 への負担をできるだけ軽減し、歩行や日常動作を支援で きる衣料等の開発が必要である。

本研究では、股関節に関連する筋群への負担を軽減し、 動作に伴う筋活動を支援できる股関節サポータを開発す ることを目的とした。昨年度の研究結果に基づき、股関節 を拘束することなく、その周囲を被覆し筋活動を支援で きる構造をもつ股関節サポータを考案し試作を行った。 中年齢層の女性を被験者とし、試作サポータの着用効果 を運動実験により検証した。

2. 実験方法

2.1 被験者

被験者は、年齢 50.9±11.2 歳、身長 157.0±6.7cm、体重 58.0±9.6kg、BMI23.5±3.5 の健康な女性 7 名とした。な お、被験者の体型は、同年代の全国平均¹⁾と近似したもの であった。

2.2 試料

実験に用いた股関節サポータを図1に示す。試料Sは、 比較対象として、市販品の中から、一般的に使用されてい る比較的伸び柔らかい素材からなるベルトを股関節上に 締めつけるタイプのものを選択した。試料Tは、Sと同 素材を用いて試作したサポータであり、後面ウエストラ インと臀溝の上方に位置する2本の本体ベルトと、大臀 筋に沿う補助ベルトからなる構造をもつ。2本の本体ベル トで各々腰部、臀部から左右腸骨稜の上方と下方を圧迫 し、前面臍部よりやや下方でマジックテープを留めて着 用するものである。

各被験者は、試料SおよびTをそれぞれ"ちょうどよ い締めつけ感"と感じられる圧迫力で着用した。このとき の衣服圧分布を図2に示す。人体の骨部にあたる部分で ある②のSおよびTで2.5kPa前後、③のTでは約3kPa と衣服圧がやや高いものの、その他の部位では両者はと もに1~2kPaの衣服圧を示した。昨年度と同様、今回の



Fig. 2 Clothing pressure of two supporter types

実験に用いた試料は、ともに股関節を拘束しすぎるよう な強い圧迫力を持つものではないことがわかった²⁾。

2.3 実験方法

23℃50%RHの中温域環境の人工気象室内において、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。運動は2種 とし、一定リズムでの(メトロノームで約70拍/分)で立 位と座位の往復運動10回、トレッドミル歩行運動(傾斜 3%、速度3.5km/h)を10分間行った。各運動時において 股関節に関連すると考えられる筋(大腿直筋:RF、外側 広筋:VL、大腿二頭筋:BF、大臀筋:GM)の活動電位を 測定した。トレッドミル歩行運動では、筋電位に加え、全 体的な身体負荷をみるために心拍数、呼吸代謝量につい ても測定を行った。サポータをつけない場合をコントロ ール(C)とし、2種の試料(股関節サポータ)を1種ず つ着用した場合とで比較した。

3. 実験結果および考察

3.1 運動時における表面筋電図

表面筋電図(EMG)の生波形には負の値も含まれることから、全波整流を行い、一定時間における筋電図の積分値(IEMG)を算出し、これらを各筋の仕事量とした。図



Fig. 3 IEMG during standing-up movements

3 に、立ち上がり動作における *IEMG* の結果を示す。どの 活動筋においても、*IEMG* は C>S>T の順に小さくなる 傾向がみられ、股関節サポータを着用することによりコ ントロールに比べて筋仕事量が減少することがわかった。 試料間では、有意差はみられなかったものの、股関節を拘 束せず、股関節を周囲から支持する構造をもつ試料 T の 方が S より筋仕事量を減少させることができると推察さ れた。

トレッドミル歩行運動の主導筋である大腿直筋 RF に おいて、筋疲労への影響をみるために筋電図の周波数解 析を行った。歩行運動開始から2分以降のデータを用い、 1分毎に平均周波数(MPF)を求め、それらの時間経過に 伴う変化をプロットした(図4)。コントロールおよび試 料SではMPFは時間経過とともに直線的に減少する傾向 を示すのに対して、試料 T では MPF の変化が小さかっ た。一般に、筋疲労が生じると筋電図の周波数は低域に移 行するといわれていることから³⁾、試料 T の着用により 筋負担や筋疲労を軽減させる効果が期待できると示唆さ れた。

3.2 歩行運動時における呼吸機能への影響

歩行運動 10 分間のうち、後半 5 分間における心拍数 HR、酸素摂取量 VO2および換気量 VE の平均値を図 5 に 示す。試料 T の着用により心拍数、酸素摂取量および換 気量が最も小さくなる傾向がみられた。このことから、試 料 T の股関節への支持構造が筋負担のみならず、全体的 な身体負荷の軽減にもつながることが推察された。



Fig. 4 Changes in MPF of EMG during walking



4. 結言

本研究では、股関節に関連する筋群への負担を軽減し、 日常動作や歩行運動時の筋活動をできるだけ支援できる 股関節サポータを開発することを目的とした。股関節上 を拘束することなく、股関節の周辺および大臀筋を支持 する構造もつ試作サポータを着用することにより、立ち 上がり動作・歩行運動における筋仕事量を減少させるこ とができるとわかった。歩行運動時においては、筋負担や 筋疲労を軽減できるだけなく、全体的な身体負荷をも小 さくできることがわかった。試作サポータの有用性が示 された。

参考文献

1)Reserach Institute of Human Engineering for Quality Life "*Japanese body size data* 2004-2006" (2008)

2)M. Nakahashi, T. Sasagawa and H. Morooka: *Bulletin of Clothing Hygiene* **32** (2013) 10-14

3)T. Hukunaga: *"Kin no kagaku jiten"*, **6**, Asakura Shoten, Tokyo (2002)

キーワード: 股関節、サポータ、歩行、筋負担、呼吸機能

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

Product Development Section; Miyuki NAKAHASHI*1, Production Technology Section; Ryoji KANAMARU*2

The purpose of this research was to develop comfortable supporter with a waist support function, such as reducing the muscle load. We clarified the effect of supporter wearing on muscular activities using electromyogram analysis during standing-up and sitting-down movements and walking. As the results, the wearing of a supporter with the belts on the hips, bottom and gluteus maximus reduced the road of hip joint muscles and respiratory function.

体型再現可能な寸法可変ボディの開発

製品科学課 上野 実*1、浦上 晃*1

1. 諸言

スポーツウェアやサポータ、コルセットなど機能性衣 料・装具において、運動性を損なわない「ゆとり」と「フ ィット性」の両立が求められている。従来は、身体に対 する衣服のゆとり量と素材の伸縮性により、これらの両 立が図られてきたが、近年、着用者の運動機能の向上や、 疲労軽減のため身体への部分的な加圧力などの負荷が積 極的に利用されている。しかし、着用者の体型は個人に より異なるほか、着用者が同じであっても姿勢や運動動 作により常に変化するため、フィット性や着用性を客観 的に評価するのは困難である。また、立体裁断に用いら れるボディ(トルソー)は、一般的な体型を再現したものが 各サイズ市販されているが、全てをそろえることはコス ト的に困難である。さらにアスリート等の特異な体型で なくとも、個人個人の体型と全く同じボディを用意する ことは不可能である。

また、3D スキャナ等の低価格化や精度の向上により、 個人の身体寸法や形状の計測が比較的容易にできるよう になり、個々の体型に応じた衣服設計に反映できるよう になってきている。しかし、実際の着用状態における加 圧力やフィット性については、本人が着用し実測定を行 うこととなるが、人体での測定は再現性が低く、客観的 な測定が困難であるという問題がある。

このため、本研究では任意の体型の再現や、呼吸や運動動作を想定した体型の形状変化を含め、フィット性や 着圧力の変化の測定を可能とする任意の体型・寸法を再 現可能な、可動型のボディの開発を行った。 人体構造の皮下組織(筋肉・脂肪・骨格等)からある程度、 変化の大きい部分と小さい部分に分けることができ、変 形するパーツの大きさが想定できる。ある程度の大きさ のパーツごとに体表面を分割すれば、部品点数を最小限 に抑えることができることから、今回はこの方式を採用 した。

本年度は、可動機構ユニット及び駆動アクチュエータ 部の機構の設計及びその動作の確認のため、ボディの一 部分のみを対象とした。部位は、表皮(皮膚)や皮下形状(筋 肉・脂肪・骨格等)を考慮するとともに、体表面の凹凸が 分かりやすく、呼吸動作も含め体型の変化が大きい腹部 を対象とした。男性標準体のマネキン腹部をスチロール 樹脂で型取り、ボディの原型とした(図1)。腹部を大ま かな形状に分割しようとすると、腹直筋の形状に分割可 能である。体型の変化の観点からみると、上段・中段・ 下段の3分割のみでも可能であるが、可動機構ユニット の横配置の検証、並びに体幹半径方向の駆動による腹囲 の変更も可能とするため、6分割で検証を行うこととし、 皮下組織の形状は、原型とした標準体型マネキンから採 寸し、3Dプリンターで皮下組織形状パーツを作成した (図2)。

3. 可動機構ユニットの設計・試作

作製した皮下組織形状パーツを駆動させるための可動 機構ユニットについて、設計・試作を行った。

製作やメンテナンスを考えた場合、可動機構をユニッ ト化し、個々のユニットを体型に合わせて配置した方が、 設計が効率的である。また、可動機構のユニット配置を

2. ボディの形状の試作

立体裁断の用途や、着圧力変化などの測定 を目的とした場合、胴体部全体のボディ寸法 の再現が必要である。このため、ボディの体 表面を分割し、体表面に対し垂直に可動させ、 任意の変位量で固定する構造を検討した。分 割する体表面の個々の面積が小さいほど、ま た分割数が多いほどさまざまな体型に対し再 現性は高くなる。ポリゴンやヘキサゴンなど に一定の面積ごとに体表面を分割しそれぞれ を駆動すれば、任意の体型(形状)を再現し やすくなるが、細分化すると部品点数が増え、 複雑となる問題がある。一方、人間の体型は



図1 ボディの複製



図2体表パーツ配置

再現したい体型に微調整し、皮下組織形状パー ツを交換すれば、再現できる体型の自由度も高 まる。また、後述する外部駆動機構との接続や 変形後の固定方法を考慮し、カムリンク機構を 用いた可動機構ユニットタイプを採用した。

今回は男性標準体を選択したことから、比較 的に体幹内部には可動機構ユニットを配置する ゆとりはあるが、再現部位や女性用体型を想定 した場合、駆動ユニットまで組み込めなくなる 恐れがある。また、可動機構ユニットごとにア クチュエータを組み込んだ場合、制御点数が増 え、コスト的な問題が発生する。このため、ワ イヤーリンク機構を用いボディ外部にリニアア クチュエータを用いた駆動機構を配置すること

により、体幹内部の機構のコンパクト化を図った。これ により、可動機構ユニットの配置の自由度が高まったほ か、駆動機構部を一か所にまとめることができ、ストロ ークのコントロールが比較的容易にできるようになった。

ボディの表皮(皮膚)部分に t=5mm のウレタンゲルシー トを張り付け、皮膚及び皮下脂肪を再現するとともに、 皮下組織形状パーツ間の隙間を補正する役割を持たせた。 またスプリングを介して駆動する機構とすることにより、 身体表面の弾性・柔らかさを一部再現した。

項目	仕 様
可動機構	カムリンク機構
駆動機構	リニアアクチュエータ
ストローク	10mm
弹性再現方法	スプリング保持
体表素材	ウレタン樹脂(t=5mm)

表1 仕様

試作した、ボディの仕様を表1に、体型再現状況を図3 に示す。

ウレタンゲルシートの貼付により、腹直筋の形状その



図3 体型再現例

(b)拡張時

ものは原型と比べて分かりにくくなっているものの、皮 下組織形状パーツの出し入れにより、腹部のふくらみを 任意に変更できるようになった。現状では、皮下組織の 弾性を駆動ユニットのワイヤーリンク用スプリングで再 現しているため、可変できないことから、加圧力負荷ウ ェア等の着圧の評価を行うためには構造の検討が今後必 要である。

4. 結言

本研究では、任意の体型・寸法を再現可能することを 目的に、必要最低限に分割した皮下組織形状のパーツを 個々の可動機構ユニットで駆動する可動型ボディの開発 を行った。可動機構ユニットをボディ内に組み込むには、 更にコンパクト化する必要があるという課題が残ってい るが、寸法を任意に可変できるボディが開発できれば、 機能性や着用感の高いウェアやサポータ・コルセット等 の開発に応用が可能と考えられる。また、様々な体型や その状態を再現できれば、福祉介護機器の開発やその評 価などへの展開・応用が期待できる。

キーワード:体型、寸法、変形、ゆとり、フィット性

Development of Movable Body Reproduced Body Shape

Production Technology Section; Minoru UENO and Akira URAKAMI

For sportswear and corsets, "relaxation" and "fitness" that do not disturb the exercise are required. Adjustment of pressurizing force of clothes is actively used for improving physical exercise function and reducing fatigue. Because the body shape of a person varies according to exercise movement, it is difficult to objectively evaluate fitness and comfort. We developed a body that can change the dimensions that can reproduce individual body shapes.

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*1 早苗徳光*2 金丸亮二*1 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。しかしながら、NF の製造を用 途とした樹脂は一般に販売されていないため、目的に応 じた NF を得るには、市販の樹脂を購入し、その樹脂の紡 糸条件の最適化を行なう必要がある。ところが、それらの 樹脂の中には全く紡糸ができないというものもあり、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 に試すほかない。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 た伸縮性から衣料品等の幅広い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と物性に対す 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)、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 TSK standard 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℃ で 4,4'-Methylene diphenyl isocyanate(MDI) (東京化成工業社製)と Poly caprolactone diol(PCL) (Mn2000、Mn530 シグマアルド リッチ社製、Mn830 ダイセル社製)または Poly Tetramethylene ether glycol (PTMEG) (Mn2000、Mn1000、 Mn650 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-Butanediol (1,4-BD) (和光純薬工業社製)を加えさらに数時間撹拌し た。最後に、反応停止剤として 1-Butanol (和光純薬工業社 製)を添加した。反応終了後、DMF 及び MeOH を用いて 再沈殿を行い精製した。

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 350~700 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。紡糸の際に噴霧されるナノファイ バーの量を目視で確認し、紡糸量を評価した。

3. 実験結果および考察

比較的量産性に優れた市販の PU 樹脂の構造解析結果 を踏まえて¹⁾、PU 分子のエレクトロスピニングにおける ポリオール部分の分子量の影響を調査する目的で、 MDI/PCL(Mn2000 or Mn830 or Mn530)/1,4-BD をモル比 2/1/1 で反応させ、分子内のウレタン結合間のポリオール 鎖長の異なる種々のエステル系 PU を合成した。その生 成は IR を用いて確認し、その分子量は GPC を用いて確 認した。同様に、エステル系 PU と並び様々な用途に利用 されている代表的な PU であるエーテル系 PU を MDI/ PTMEG(Mn2000 or Mn1000 or Mn650) /1,4-BD をモル比 2/1/1 で反応させ、合成した(Scheme 1)。



Scheme 1 PU の合成

U : Urethane group

これらの合成した PU を用いて紡糸実験を行ったところ、PCL-Mn2000を用いた場合は、紡糸時に繊維がコレクターの広範囲に拡散し、紡糸量は少なく、繊維形状もフィルムに近かった(Fig. 1 and Table 1 Entry 1)。PCL-Mn830を用いた場合は優れた紡糸量であったが、その繊維形状はややフィルム化し、NF 不織布となった際の伸縮性が高く、取り回しが困難であった(Fig. 1 and Table 1 Entry 2)。PCL-Mn530を用いた場合は、優れた紡糸量であり、繊維形状、取り回し共に良好であった(Fig. 1 and Table 1 Entry 3)。


Fig. 1 NFの SEM 写真

一方、エーテル系の PU の紡糸結果は、その量産性が PTMEG-Mn650>Mn1000>Mn2000 の順であり、Mn2000 を 使用した場合、拡散し、低速でありフィルム化もしていた (Fig. 1 and Table 1 Entry 4-6)。また、PTMEG-Mn650 及び Mn1000 ともに NF 不織布に収縮が見られた。そして、こ れらの紡糸速度は PCL-Mn530 には及ばなかった。

次に、分子量が紡糸量に与える影響を調査するために、 最も量産性の良かった PCL-Mn530 を原料とした、Mw が 66,257 の PU と、反応時間を短くして得た Mw が 38,271 の PU を用いて、その紡糸量の比較を行なった(Fig. 1 and Table 1 Entry 3 and 7)。その結果、これらは同程度の紡糸量 であった。したがって、今回実験した範囲の分子量であれ ば、粘度の調整を適切に行なえばその紡糸量は変わらな いということがわかった。

続いて、これまでの実験から、ウレタン結合間のポリ オールの分子量がより少ないほど紡糸性が良いことがわ かったので、更なる紡糸量の向上を目指し、MDI/PCL-Mn530/1,4-BD をモル比 3/1/2 で反応させ、分子内の MDI 由来部分の割合を高めた PU を合成し、紡糸実験を行な った(Fig. 1 and Table 1 Entry 8)。その結果、やや紡糸時に 拡散が見られたが、紡糸量は合成した PU の中で最も優 れていた。これらの要因として、高電圧を印加した際の樹 脂の電荷の保持量が影響しているものと考えられる。

Entry	Mn of PCL	Mn of PTMEG	Mw	Spinning
1	2,000		53,761	poor
2	830		31,386	excellent
3	530		66,257	excellent
4		2,000	32,622	poor
5		1,000	68,941	good
6		650	26,833	good-excellent
7 ¹⁾	530		38,271	excerent
8 ²⁾	530		23,573	most excellent

1) short reaction time 2) MDI/PCL/1,4-BD = 3/1/2

4. 結言

今回合成した PU において、ウレタン結合間のポリオ ールの分子量がより少ないほど紡糸性が良いことがわか った。そして、MDI/PCL-Mn530/1,4-BD をモル比 3/1/2 で 反応させることによって、優れた量産性をもつ PU を得 ることができた。今後はこの樹脂の合成のスケールアッ プについて検討したい。

参考文献

1)吉田巧: 富山県工業技術センター研究報告,31(2017)65

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

It was found that the smaller molecular weight of the polyol between urethane bonds give the better spinnability for the PU synthesized in this work. It was possible to obtain PU having excellent mass productivity by reacting MDI / PCL-Mn 530 / 1,4-BD at the molar ratio of 3/1/2.

*1 現 生活資材開発課、*2 現 機械電子研究所

セルロース基成形体に関する研究

生産システム課 早苗徳光*1 金丸亮二*2

1. 緒言

低環境負荷素材として天然バイオマスの活用が盛んに 検討される中、県内企業において、植物を原料とするナノ 繊維状セルロースの水分散液が開発され、各種添加剤や 補強材としての応用が進められてきている。本研究では、 この水分散液を使用して、セルロースからなる成形体の 作成を目標に、水分散液の脱水条件および板状に固形化 したときの物性について検討した。

2. 実験方法

2.1 使用材料

セルロース水分散液(以下、水分散液)はスギノマシン社 BiNFi-s(長繊維タイプ 濃度 10wt%)を使用した。物性比較 用の市販樹脂板(厚さ 1mm)にはポリプロピレン(PP)、ポリ アセタール(POM)、ポリメチルメタクリレート(PMMA)、 紙入ベークライト(紙ベーク)製を使用した。

2.2 試験および測定方法

脱水はフィルタープレス方式によった。図1に示すように、試料をフィルター(ポリエステルメッシュ)を介してろ紙で挟んで加圧し、滲み出た水分を吸収させた。水分散液は50mm×50mm×10mmに整形して試料とし、更に-80°Cの冷凍庫内で凍結し室温解凍したものも作成した。加圧は万能試験機(インストロン社 5567型)により、所定の圧力近傍を保持するよう手動にて変位調整を行った。圧力は0.1~6.5MPa、加圧時間は最大 240 分までとし、5~60分間隔で試料重量を計測した。ろ紙は脱水状況に応じて20~100 枚積層し、試料重量計測毎に交換した。

脱水試験後、いくつかの試料を 105℃ で 4 時間乾燥し て板状成形体とし、上記万能試験機により 3 点曲げ試験 を行った。条件は、試験片寸法 48mm×10mm×1mm、支点 間距離 32mm、クロスヘッドスピード 2mm/min、試験環 境 20℃・60%RH とした。また、市販樹脂板についても同 条件で評価した。





3. 実験結果および考察

水分散液は非常に粘度が高く(図1参照)、吸引ろ過等で は脱水できないことに加え、熱風等で脱水、乾燥させると 不規則に変形する。このため、最終的に平板状の成形体が 得られるよう、試料を上下から圧縮しながら脱水するこ ととした。試料の脱水状況は、加圧時間毎の重量比(初期 重量に対する加圧後重量の割合)およびセルロース濃度に より評価した。結果を図2、3に示す。いずれの圧力でも、 加圧初期においては重量比、セルロース濃度ともに大き く変化し、急速に脱水が進む一方、10~15 分以降は変化 が緩やかで、脱水のスピードは大幅に低下した。また、図 3 から明らかなように、圧力が高いほどセルロース濃度は 高く、加圧時間 10~15 分以降の上昇幅も大きくなった。 脱水が進むに従い、セルロース間の交絡や摩擦が急増し て変形は抑制され、そのことによって変形の多少が一層 圧力に依存するようになったためと考える。この結果を



図2 加圧による試料の重量比変化



図3 加圧による試料のセルロース濃度変化

*1 現 機械電子研究所 電子デバイス技術課 *2 現 生活工学研究所 所長

基に、更に高い圧力での脱水を試みたが、試料がろ紙と加 圧治具の隙間 (図1参照)に流れ込んで多量のバリを発生 するようになり、評価は困難となった。

そこで、バリを抑制するためのアプローチとして、試料 の凍結処理を検討した。凍結により、試料は氷相と一定程 度連続した高セルロース濃度の相が混在した構造になる と想定される。前段の結果から高セルロース濃度相は変 形が抑制されるため、解凍後の試料は流動性が低下し、ろ 紙ー加圧治具間に流入しにくくなると考えた。結果、凍結 処理した試料は水を含んだ脱脂綿のような手触りで流動 性が低くなり、バリの発生を抑えてより高い圧力での試 験が可能となった。その結果を図4に示す。やはり圧力 が高いほどセルロース濃度は高く、加圧時間毎の上昇幅 も大きくなることがわかった。しかしながら、試験後の試 料を乾燥して得た板状成形体を観察すると、凍結処理し た場合には内部にボイドが多数存在した。図5に、圧力 0.8MPa で 240 分脱水した場合の板状成形体の状態を示す。 ボイドは試験時の圧力に関係なく発生することから、比 較的大きな氷相が、脱水、乾燥を経て空隙となり残ったも のと思われる。氷相サイズを制御可能な凍結方法の検討 など、別途課題が残った。

分散液から得られる板状成形体の物性が、他の汎用樹 脂と比べてどの程度なのか確認するため、3 点曲げ試験に より評価した。その結果を表に示す。湿度環境によって変 動すると思われるが、今回の試験雰囲気下では、曲げ応力、 曲げ弾性率ともに高い値を示し、他樹脂と遜色ない結果 が得られた。ただし、脆性的に破壊するなど、改善が必要 な性質も見受けられた。

4. 結言

ナノ繊維状セルロースの水分散液からセルロース成形 体を作成することを目的に、フィルタープレス方式によ



図4 加圧による凍結処理試料のセルロース濃度変化



図5 板状成形体の状態比較

表 板状成形体および市販樹脂板の曲げ特性

	РР	POM	PMMA	紙ベーク	板状成形体**
最大曲げ応力 (MPa)	36.5	88.7	115.5	113.1	180.8
曲げ弾性率 (GPa)	1.48	3.25	3.67	5.43	11.01

※ 凍結処理なし、加圧力0.8MPa×240分脱水後乾燥したもの

る水分散液の脱水条件について検討を行ったところ、加 える圧力の影響、効果が非常に大きいとわかった。また、 得られた板状成形体の曲げ特性は、強度、弾性率ともに他 の汎用樹脂と同等以上であることが確認できた。

キーワード:セルロース、水分散液、フィルタープレス、脱水、曲げ特性

Study on Cellulose Matrix Moldings

Production Technology Section; Norimitsu SANAE and Ryoji KANAMARU

In order to prepare cellulose matrix moldings using the cellulose nanofiber aqueous dispersion, dehydration conditions of the 10wt% aqueous dispersion were examined by the filter-press method. As a result, it was found that the influence of the applied pressure was very large and the higher pressure was better. Further, it was found that both the bending strength and the elastic modulus of the plate-shaped cellulose molding obtained from the aqueous dispersion were equal to or higher than those of other general purpose resins such as PP, PMMA.

スポーツウエア評価用人型ダミーの開発

製品科学課 浦上 晃*1、上野 実*1、中橋美幸*2 中央研究所 溝口正人*3

1. 背景

近年、企業からのスポーツ動作時のウエア挙動(しわ、 つっぱり、たるみなど)解析の依頼が増加しているが、 実際に人間がウエアを着て評価すると再現性に乏しく信 頼性のある結果が得にくい問題がある。また、ウエア着 用時の動きやすさについて、現在は人間が着用しての官 能評価で行っており、その結果が第三者に伝わりづらい 非常に抽象的な方法のみで評価している。

運動時のスポーツウエア挙動解析やウエア着用による 身体負荷評価のためには、機械的な運動機構により正確 かつ再現性の高い身体動作を模擬し、微妙な生地特性や ウエア形状の差異による運動抵抗を精度良く検出する必 要がある。

そこで本研究では、スポーツウエア設計のための基礎 データを得ることを目的として、肩関節トルクが計測で きる人型ダミーの開発を目指した。屈曲、伸展などの肩 関節の基本動作駆動が可能で、ウエア着用による運動時 の関節トルクの検出機能を有するダミーを作製し、その 挙動、トルク測定等を確認、検証した。

2. サーボモータ駆動環境の構築

人型ダミーの要求性能として、動作速度、角度、時間 の制御が容易であること、ノイズ低減による微小トルク 検出が可能であることなどが挙げられるため、駆動機構 にはサーボアンプ、モータを用いたダイレクト駆動を採 用した。人間の肩関節の基本動作には、屈曲、伸展、外 転、内転、外旋、内旋の6動作があり、これら全ての動 作が再現できることが理想的であるが、本年度はモータ を1つ使用した1軸駆動(屈曲、伸展のみ)のダミー開 発について検討した。

はじめに、配電盤から配線ボックス(スイッチ、フィ ルタ、DC リアクトルを配置)を通してサーボアンプに配 線コードをつなげ、アンプにはサーボモータとダミー制 御用ノート PC (ローダソフトをインストール)を接続し た(図1)。アンプには富士電機㈱製サーボアンプ ALPHA5 (型式: RYT10D5-VV6)を、モータには富士電機㈱製サ ーボモータ FALDIC-α (型式: GYS101DC1-S6B)を使用 した。

モータの回転方向、速度、時間等をPCで任意に制御で きることを確認し、また、モータ動作時の負荷トルクを リアルタイムで精度良く検出することが可能となった。



図1 サーボモータ駆動システム概要図

3. 屈曲、伸展運動が可能なダミー作製

スポーツウエア着用による腕振り動作(屈曲、伸展) 時の肩関節トルクを計測するため、マネキンを改良した 人型ダミーに前項 2.のサーボモータを組込んだ。ダミー は体幹(紙製)と上腕(ポリプロピレン:厚さ約3mm) で構成し、上腕を前後に振れるようモータ軸と上腕連結 軸をダイレクトに接続した。回転動作はローダソフトを 用いた位置決めデータによる運転で制御し、回転速度、 停止位置、停止時間等を任意に設定した。作製したダミ ーを、図2に示す(右はウエア着用時)。



人型ダミー ウエア着用時 図2 作製した人型ダミー外観

*1 現 生活科学課、*2 現 企画管理部、*3 現 ものづくり研究開発センター

4. ダミーによる肩関節トルク計測

作製した人型ダミーを用いて、屈曲、伸展運動を行った時の肩関節トルクを計測した。無負荷(ウエア非着用)および市販のスポーツウエア2種(A.ルーズタイプ、B. コンプレッションタイプ)を着用させた時のトルクを計 測し、その結果を比較した。歩行運動を想定し、肩回転 速度は30r/min、回転角度は垂直下方向を0°として+30°

(前方向) ~-30°(後方向)の範囲、±30°点の停止時間 は 0.3s とした時の測定結果を、図 3 に示す。



図3からわかるように、ウエア着用により肩関節トル クは大きくなることが明らかとなった。ウエアの種類に よっても、ルーズタイプのウエアAは非着用との差が小 さいのに比べ、比較的張力が大きいコンプレッションタ イプのウエアBは、非着用の約3~4倍の最大トルクが検 出された。また、ウエアAは腕を前方向に振り上げる時 の方が後方向よりもトルクが大きい一方、ウエアBは後 方向に振り上げる方がトルクが大きくなることも、本デ ータから読み取ることができ、微妙な生地特性やウエア 形状の差異による運動抵抗を精度良く検出できること がわかった。

以上の結果より、本研究で作製した人型ダミーを用い て、屈曲、伸展運動の模擬および肩関節トルクの高精度 な検出が可能となった。

5. まとめ

本研究では、人間の屈曲、伸展運動の再現および肩関 節トルクの高精度な検出が可能な人型ダミーを開発した。 これによりスポーツウエア着用時の身体負荷量が数値化 でき、動きやすさ等の効果的なウエアの定量的評価に貢 献することが可能となった。

今後は、屈曲、伸展以外の基本動作を再現するため、 さらに可動軸を増やした場合の肩関節駆動機構を検討、 構築する。より人間に近い動きを再現するため、実際に 人間の基本動作を動作解析手法により調べ、その軌道、 角度、速度等の条件を設定する予定である。さらに、ダ ミーは人間の上半身を 3D スキャニング後、3D プリンタ により原寸大のものを作製し、その挙動を動作解析によ り人間の動作と比較する。

また、サーボモータの定格トルクに上限があることか ら、ダミー各部品のさらなる軽量化が不可欠で、ダミー の材料、厚さ等についても検討する必要がある。

参考文献

(1)溝口ほか:富山県工業技術センター研究報告 26 (2012)107

キーワード:スポーツウエア、挙動解析、肩関節動作、トルク検出、サーボモータ

Development of the Human Body Dummy to Evaluate the Sportswear

Product Development Section; Akira URAKAMI, Minoru UENO and Miyuki NAKAHASHI Central Research Institute; Masato MIZOGUCHI

For the sportswear behavior analysis when exercising, and the body load measurement when a wear is put on, the precision imitates expensive body motion of correctness and reproducibility by mechanical motion mechanism, and has to detect motion resistance by the difference between the subtle dough characteristics and wear shape well. In order to get basic data for a sportswear design, the human body dummy which can reproduce basic action of shoulder joint, and with detection functions of the joint torque when exercising was developed.

消臭機能を持つシートの開発

生産システム課 牧村めぐみ*1 早苗徳光*2 金丸亮二*3

1. 緒言

匂いに対して敏感な生活者が増え、消臭剤へのニーズ が高まってきている。消臭製品の用途は幅広いが、特に介 護の現場や寝たきりの高齢者がいる家庭において、排泄 臭や体臭などの身体起源の悪臭は生活の質を落とす要因 となるため、これらのにおいを低減する製品が求められ ている。

そこで本研究では、近年注目されている素材である高 比表面積を特徴とするセルロースナノファイバー(CNF) と、炭粉末を組み合わせた消臭機能を持つシートの開発 を試みた。さらに CNF+炭混合液の分散性向上を狙い、 上記混合液にウレタンフォーム(UF)を含浸させ、シー ト化させる方法も試みた。

2. 実験方法

2.1 使用材料

CNF は、2、5、10wt%水分散液(スギノマシン(株) BiNFi-s FMA、以下 CNF 分散液)を用いた。炭は木炭(ア イオーティカーボン(株)より提供)とわし炭((株)メ ルジャーより提供)を用いた。シートの基材には UF を用 いた。

2.2 試験体の作成

2.2.1 凍結乾燥法

2、5、10wt%CNF 分散液をシャーレにそれぞれ 50g 入 れ、予備凍結を行った後、凍結乾燥した。

次に、2、5、10wt% CNF 分散液 50g にそれぞれ 1g の木 炭並びにわし炭を添加したものをシャーレに入れ、予備 凍結を行った後、凍結乾燥した。

2.2.2 浸漬法

2、5、10wt%CNF 分散液 50g に 5cm×5cm×1cm の UF を それぞれ室温下で 24H 浸漬させた後、60℃で乾燥させた。

次に2、5、10wt%CNF 分散液 50g にそれぞれ 1g の木 炭並びにわし炭を添加したものに、UF をそれぞれ室温下 で24H 浸漬させた後、60°Cで乾燥させた。

2.3 試験および測定方法

5L のスマートバッグ PA に、約 1g の凍結乾燥試験体 もしくは浸漬試験体を入れ、所定の濃度に調整した臭気 ガスを 3L 充填した。

臭気ガスは排泄臭を想定し、100ppmのアンモニア(NH₃)を用いた。

袋内の NH₃ ガス濃度を充填直後、 120 分後にガス検知

*1 現 生活科学課、*2 現 機械電子研究所、*3 現 生活工学研究所長

管で測定し、式1に従い減少率(%)を算出した。

また、作製した試験体の表面と断面を、走査型顕微鏡 (SEM)により観察した。

実験結果および考察

3.1 凍結乾燥試験体

表1にCNF分散液の凍結乾燥試験体の消臭効果試験結 果、表2に木炭を追加した凍結乾燥試験体の消臭効果試 験結果を示す。CNF分散液の濃度が高くなると、得られ る凍結乾燥試験体の凝集度が高くなったため、CNFの高 比表面積の特性を生かすことができなくなり、消臭効果 も減少した。また、木炭並びにわし炭を添加することで消 臭効果を上げることができたが、炭が本来持つ消臭機能 を発揮するまでの効果は得られなかった。

表 1 CNF 分散液の凍結乾燥試験体の消臭効果試験結果

[小 4∉	試料重量	アンモニア濃	減少率	
訊 枓	(g)	ガス導入直後	2時間後	(%)
空試験		100	100	-
2wt%CNF	1.04	78	41	59.0
5wt%CNF	1.00	82	57	43.0
10wt%CNF	1.00	83	54	46.0

結果
ĺ

=+ w1	試料重量	アンモニア濃	減少率	
訊 枓	(g)	ガス導入直後	2時間後	(%)
空試験		100	100	-
2wt%CNF+木炭	1.04	77	32	68.0
5wt%CNF+木炭	1.03	85	42	58.0
10wt%CNF+木炭	1.00	83	42	58.0

表3 CNF 分散液の浸漬試験体の消臭効果試験結果

計 씨	試料重量	アンモニア濃	減少率	
武が	(g)	ガス導入直後	2時間後	(%)
空試験		100	100	-
BL	0.41	96	89	11.0
2wt%CNF	0.90	93	61	39.0
5wt%CNF	1.07	91	60	40.0
10wt%CNF	1.42	92	51	49.0

/¥ 4 €	試料重量	アンモニア濃	減少率	
武 个十	(g)	ガス導入直後	2時間後	(%)
空試験		100	100	-
CNF	0.90	93	61	39.0
CNF+木炭	1.17	70	30	70.0
CNF+わし炭	1.05	68	1.5	98.5

表4 木炭並びにわし炭を添加した浸漬試験体の 消臭効果試験結果の一例(2wt%CNF)



図1 浸漬試験体の SEM 観察例(断面)

(a) UF (b) UF+2wt%CNF (c) UF+2wt%CNF+木炭

(d) UF+2wt%CNF+わし炭



図2 得られた消臭シート(UF+2wt%CNF+わし炭)

3.2 浸漬試験体

表3にCNF分散液の浸漬試験体の消臭効果試験結果、 表4に木炭並びにわし炭を添加した浸漬試験体の消臭効 果試験結果の一例(2wt%CNF)を示す。

表3より、CNF分散液にUFを浸漬させることで、消 臭効果が30%程度アップすることが分かった。また、濃 度の高いCNF分散液に浸漬させることで、より多くの CNFをUFに含浸させることができた。

表4より、さらに木炭並びにわし炭を添加すること で、消臭効果が大きく高まることが分かった。特に、わ し炭を添加した試験体では、減少率が98.5%と高い消臭 性能を示した。これは、わし炭は木炭より粒径が小さ く、図1の(d)の断面写真からも、UFの孔内に万遍な くわし炭の繊維が入り込んでいることが確認でき、十分 に炭の消臭効果を発揮することができたためである。

4. 結言

CNF の高比表面積、分散性、粘性等の性質と炭の脱臭 効果を利用した消臭シートの開発を目的に、作製した試 験体の消臭効果を定量的に評価した。

その結果、CNF 分散液をコア材として木炭並びにわし 炭を添加し凍結乾燥させると、CNF 自身が凝集してしま い、満足な消臭効果を得ることができなかった。

そこで、凝集性の緩和とシート化のため、CNF 分散液 に木炭並びにわし炭を添加した混合液に、UF を含浸、乾 燥させると、CNF と炭の凝集が低減し、高い消臭効果を 有する消臭シートを得ることができた。(図2)

謝 辞

終わりに、本研究推進にあたりご協力いただきました アイオーティカーボン株式会社、株式会社メルジャーに 深く感謝致します。

キーワード:消臭シート、炭、セルロースナノファイバー、ウレタンフォーム、消臭試験

Development of Sheet with the Deodorant Effect

Production Technology Section; Megumi MAKIMURA*1, Norimitsu SANAE*2 and Ryoji KANAMARU*3

The person who worries about the smell became a lot. Needs of deodorant are becoming high with that. Therefore I impregnated charcoal and washi charcoal with cellulose nano fiber and urethane foam in koa. I made the sheet with the deodorant effect which could break a life bad smell. I assumed the use in the scene of the everyday life and did the deodorant examination for life bad smells. As a result of having evaluated the deodorant effect of the sheet with the deodorant effect which I manufactured quantitatively, I knew that there was a high deodorant effect.

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*1 金丸亮二*1 野尻智弘*1 早苗徳光*2, 製品科学課 西田公信*3 株式会社ツカサプログレス 森中英人 渡辺良夫

1. 緒言

ポリプロピレン(PP)は低比重であり、耐熱性、剛性に優 れ、また透明性、耐水性、耐薬品性、絶縁性が良好であ る。これらの優れた特性から自動車、フィルム、シート、 雑貨、家電、繊維など広範な需要領域をカバーしている ¹⁾。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。

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 PP 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、染料、pH を調整剤、還元剤、PP 繊維を 入れ、所定の温度まで加熱した。その温度保持し、所定 の時間が経過した後、染色浴から PP 繊維を取り出し、pH を調整した水溶液で処理した。それから、その処理した PP 繊維を水でよく洗い、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)で編まれた生地を実験方法に従っ て、青色の染料を用いて染色処理したところ、染色する ことができた(Fig. 1)。



Fig. 1 PP 生地(左:染色前 右:染色後)

その染色された PP 布と染色前の原布のそれぞれの L*a*b*値を測色計を用いて D65 光源下で測定したところ、 その値は原布が L*=81.02、a*=2.28、b*=-8.68 であるのに 対し、染色された PP 布は L*=31.85、a*=3.24、b*=-32.05 であった。

色の明度を表すL*値は、0が黒色で100が白色を示す

*1 現 生活資材開発課、*2 現 機械電子研究所、*3 現 ものづくり研究開発センター

が、一般的に染色量が増加するとその数値は低下する。 また、a*値及びb*値は色の色相及び彩度を示す色度を表 しており、a*値の+方向は赤方向、-方向は緑方向、b*値 の+方向は黄方向、-方向は青方向を表している。さらに、 a*値及びb*値から式(1)により、彩度 C*値を得ることがで きる。彩度 C*値が高い、すなわち a*値、b*値が高い程、 色鮮やかに染色された状態となる。

これらのことから、本研究で染色された PP 布は原布と 比較して、青色に濃く鮮やかに染色されたことがわかる。

$$C^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2}$$
(1)

また、この染色された PP 布に対して、JIS 規格に従っ て染色堅ろう度試験を実施した。

その結果、洗濯(石けんによる洗濯法;A-1 号法)に対する 堅ろう度は、変退色4級、汚染4級(多繊交織布1号)であ り、摩擦に対する堅ろう度は乾燥4級(たて方向)、乾燥4 級(よこ方向)と優れていた。

汗(酸またはアルカリ)に対する堅ろう度は、変退色 3 級、汚染 3 級(多繊交織布1号)と中程度であった。この汗 に対する堅ろう度はソーピング条件の検討によって改善 が見込まれると考えている。

紫外線カーボンアークに灯火(第3 露光法)に対する堅 ろう度は、3級未満であった。これは PP 素材自身が紫外 線に対して劣化したことが原因と考えられる。

一般的に、屋外で使用される PP には UV 吸収剤が含有 されていることから、今後はこの UV 吸収剤を含有した PP 繊維に対して染色実験を行い、耐光性の再評価を行な う予定である。

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、安価な染料及び試薬を用いて染色することができた。 その染色堅ろう度は耐光性を除いておおむね良好であった。

参考文献

 1)「プラスチック・機能性高分子材料辞典」編集委員会: プ ラスチック・機能性高分子材料辞典, 第1版 (2014)43

68 Reports of the Toyama Industrial Technology R&D Center No.32 (2018)

揮発性機能シートの開発

生産システム課 吉田 巧*1 野尻智弘*1 金丸亮二*1 ものづくり研究開発センター 成瀬大輔 第一編物株式会社 吉田博之 小松精練株式会社 埴田 修 中川英治 株式会社ゴールドウインテクニカルセンター 中村研二 児島貴之

1. 緒言

エレクトロスピニング法を用いて製造されたナノファ イバー不織布は、直径数ナノから数百ナノメートルの極 細の繊維が複雑に積層した構造を持つ。その特徴的な構 造から、従来の繊維にはなかった広い表面積、細孔による 高い通気性、やわらかさ、軽さ(低密度)等の性質を持ち、多 様な添加物を包含できることから、これらを応用した新素材 が研究されている¹⁾。

本研究では、ナノファーバー不織布のそのナノサイズの 繊維内に揮発性の高い薬剤を包含させることにより、そ の薬剤の蒸散を抑制すると共に、広い表面積によってわ ずかな薬剤の含有量でもその効能を長期間維持可能な揮 発性機能シートの開発を目指した。

2. 実験方法

シートの製造はエレクトロスピニング装置を用いて行った。その紡糸条件は印加電圧 15~30 kV、ノズル先端からコレクターまでの距離 100~150 mm、コレクター送り速度 30~50 mm/min とした。紡糸する樹脂はポリウレタンまたはポリフッ化ビニリデンを用いた。その樹脂を有機溶剤に溶解させ、その樹脂溶液に殺虫剤を添加し、よく撹拌したものを紡糸用樹脂溶液として使用した。

3. 実験結果および考察

揮発性の薬剤としてピレスロイド系の殺虫剤を添加し てナノファイバー不織布を製造した。この製造したナノ ファイバー不織布に対して、日本で伝性病を媒介するヤ ブ蚊の一種である、メスのヒトスジシマカ(無菌のもの)に 対して基礎活性試験を行なったところ、優れた活性を示 した(Fig. 1)。その効果はヒトスジシマカを忌避させるた めに十分なものであった。また、この初期効果は1ヶ月 以上持続するという結果が得られた。

そこで、この殺虫剤を包含したナノファイバー不織布 の害虫忌避製品への応用を検討した。その試作品として、 このナノファイバー不織布を芯材として使用した害虫忌 避効果のあるバンダナを縫製した(Fig. 2)。

今後は、このバンダナを用いて、洗濯耐久性や耐光性等 の実使用に即した性能評価を実施していく予定である。



Fig.1 ヒトスジシマカに対する基礎活性試験



Fig. 2 含殺虫剤ナノファイバーを芯材としたバンダナ

4. 結言

エレクトロスピニング法を用いて、ピレスロイド系の 殺虫剤を包含したナノファイバー不織布を製造すること ができた。このナノファイバー不織布は、殺虫剤を揮発さ せ、メスのヒトスジシマカに対して優れた活性を示し、そ の効果が1ヶ月以上持続した。

参考文献

1)本宮達也:図解よくわかるナノファイバー,11(2006)43

各種用途へ適応したナノファイバーへの 薄層コーティング技術および装置の開発

生産システム課 金丸亮二* 吉田巧* ものづくり研究開発センター 成瀬大輔

第一編物株式会社 吉田博之 折井明子

1. 緒言

医療分野だけにとどまらず、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生地は近年注目を 集めている。これまでの研究から、エレクトロスピニン グ法によるナノファイバーシートにセルロースナノファ イバー(CNF)を付帯すると摩擦力が低減することが分か っている。しかし、複合ナノファイバーにおいては後加 工の段階であるコーティング工程で塗膜厚にバラつきが 生じてしまい、結果としてそのムラが性能低下を引き起 こす要因の一つとなっていた。本研究では動摩擦係数の 高いナノファイバーに対応した機械式コーティング装置 を開発し、薄膜での均一塗工技術を確立する。

2. 実験方法

昨年度までに当該研究にて得られたナノファイバーへの展延技術を活かし薄層、かつ高摩擦なナノファイバー に対応した、自動コーティング装置(Fig. 1)を開発した。

上記装置を用いて、ナノファイバー不織布シートに対 し、CNF(スギノマシン(株)を塗工し CNF 複合ナノファイ バーを作製した。得られた複合ナノファイバーについて

は表面摩擦試験を行い、 ハンドリング性の改善 を確認した。また、バイ ンダー剤や水系接着成 分なども同様に薄膜塗 工を行い、比較試験を行 った。



薄層コーティング装置

3. 実験結果および考察

3.1 ナノファイバー用薄層コーティング装置の開発

これまでに得られたナノファイバーの厚み均一化技術 に加え、極薄かつ動摩擦係数が非常に高いナノファイバ ーにもしわやズレなく均一に塗工できる自動バーコータ ー装置を設計、製作することによってナノファイバー不 織布上への薄層均一付帯を CNF、ウレタンエマルジョン バインダー剤、水系接着剤について達成した。Fig. 2 に、 薄層コーティング装置の構造及び、試験結果を示す。

CNF を濃度別にバーコート試験を行った結果、表中の

3.ウレタン エマルション 表面塗工 1.CNF 2.CNF (3倍希釈) 4.水系 接着成分 パインダーう ナノファイバー厚 30 30 30 30 /µm $-(\bigcirc)$ 塗工厚 50 22 22 30 /µm 複合シ -ト厚 (装置) 35 ± 1 33±0 40±2 70±5

Fig. 2 コーティング装置による各種塗エシートの膜厚

すべての条件において膜厚が均一なコーティング厚 10µm 以下の薄層塗工を達成した。CNF やウレタンエマ ルジョンバインダー剤は、塗工工程の後、乾燥を行う事 により水分を揮発乾燥させるため、バーコートの設定塗 工厚みが 22µm とすると、乾燥後には5分の1程度の3 ~5µmの厚みを有するCNF層が最終的に表面付帯される。 ウレタンエマルジョンバインダー剤も同様で、水分を蒸 発させることによって、最終的には設定した塗工厚の3 分の1程度が残存する。いずれの条件についても、膜厚 の誤差は±5µm 以下に抑えられることが確認できた。

3.2 表面摩擦による評価

試作したCNF塗工ナノファイバーシート、ならびに 未加工のナノファイバーシートをそれぞれ 20cm 四方に カットし、「表面試験機(株式会社カトーテック)」によっ て表面の摩擦係数の変動を測定した。試験結果を Fig. 3

に示す。 この結果より、 CNF を塗工したナ ノファイバーシー トは動摩擦係数だ けでなく、表面粗 さが未加工のナノ ファイバーと比べ ても小さく表れて いることが分かる。 付帯量の差に関し



摩擦係数変動グラフ

ては希釈の度合いに関わらず、ほぼ一定の結果となった。

4. 結言

CNF のみにとどまらず、ウレタンエマルジョンや粘着 成分を含んだ薬剤軟膏についても均一塗工を達成し、資 材用や医薬用に活用可能な複合生地を得たことで、商品 化へと繋げるサンプルの幅を大きく広げることができた。

木製バットの打音による打撃性能判定に関する研究

製品科学課 浦上 晃*1、上野 実*1 機械電子研究所 羽柴利直 株式

株式会社ロンウッド 池田真一、大島賢二

1. 背景

木製バットを叩いた時の音(打音)の高さはバット によって一本一本異なり、たとえ同じ品番でも打音の 高さはバラバラである。競技者の経験的な感覚として、 打音が高いバットほどより遠くへ飛ばせるという意 見が圧倒的に多い現状がある。しかしながら、これま でに打音の周波数特性の違いによる打撃性能に関す る物性を比較した例はない。そこで、この経験的な感 覚を数値的に確認するため、バットの各種物性と打音 の周波数特性との関係を解析した。

2. 実験方法

同一種の木材(北米産メイプル)から同形状(全長 841mm、質量870~900g)のバット10本を成形加工し、 グリップを上部にして直立させた状態からタイル面 に約10mmの高さから落下させた時の、バット先端と タイルとの打音について、騒音計とFFTアナライザを 用いた周波数分析を行った。

また、上記 10 本の木製バットについて、実戦速度 での反発性試験を実施し、バット反発係数(BBCOR) と周波数特性との関係を調査した。反発性試験は硬式 ボールを使用し、ボール衝突速度は 120km/h、ボール 衝突位置はバット先端から 150mm の位置とした。

加えて、バットの三点曲げ試験(標点間距離 600mm、 バット先端から 420mm 点に荷重)を行い、曲げ強度 と曲げ弾性率について、周波数特性との関係を調べた。

3. 結果及び考察

周波数分析の結果例(バット2本)を図1に示す。 これより、打音の高さによりシフトする周波数ピーク が2つ存在することが明らかとなった。また、そのピ ークは、バット職人が実際に耳で聞いて打音が高いと 判断したバットほど高周波数側にシフトした。

バット 10 本についての反発係数と 2 つの周波数ピ ーク位置との関係を図 2 に示す。これより、打音が高 い(ピーク周波数の位置が大きい)バットがより反発 係数が高いことがわかり、打音が高いバットほどより 遠くへ飛ばせるという競技者の意見、感覚は、正しい ことが数値的に証明された。

曲げ試験でも、打音が高いバットほど強度、弾性率 ともに大きくなり、周波数特性との相関が確認できた。



図2 周波数ピーク位置と反発係数との関係

4. まとめ

本研究では、木製バットの打音の周波数特性と、反 発性能をはじめとした各種物性との関係を解析した。 その結果、打音が高いものほど、バット反発係数は大 きくなる傾向があり、打撃時にボールをより遠くへ飛 ばすことができるバットであることが明らかとなっ た。また、曲げ強度、曲げ弾性率もともに大きくなる ことがわかった。

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*1 釣谷浩之*2 コーセル(株)岡本佳之 (公財)高輝度光科学研究センター 上杉健太朗 富山県立大学 森 孝男

1. はじめに

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へ ルスマネジメント技術の実現を目的としている。最終年 度においては、放射光 X 線ラミノグラフィを用いたモニ タリング技術に基づいて、種々の繰返し通電負荷によっ てダイアタッチ接合部に発生した疲労き裂に対して、ヘ ルスマネジメントを実施し、接合部の余寿命を評価した。

2. 放射光 X 線ラミノグラフィ実験

放射光 X 線ラミノグラフィは、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比較観察するために、この試験体 に、通電による熱サイクル試験 2 種類、冷熱衝撃試験機 を用いた熱サイクル試験 1 種類の合計 3 種類の熱サイク ル試験を実施した。いずれの試験条件においても、ダイ アタッチ接合部における温度変化範囲が、約 90°C となる ように設定した。

3. 疲労き裂の進展過程評価によるヘルスマネジメント

種々の熱サイクル負荷条件における疲労き裂の進展過 程を比較定量化するために、固定した観察範囲でのラミ 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。図は、1 サイクルあたり 20 min、お よび 60 min の通電による熱サイクル試験を行った試験体 において、疲労き裂とボイドを含む空隙の断面積の変化 を示す。Areal から Area4 のデータは、1 サイクルあたり 20 min の通電による熱サイクル試験を行った試験体に対 応する。いずれの領域においても、サイクル数が進むに 従って、き裂断面積がほぼ線形に増加していることが確

*1 現 機械電子研究所、*2 現 機械情報システム課

.を再構成する。これに が状態で撮影を行うこと 、チップ抵抗が実装さ 故射光 X 線ラミノグラフィを用い

診断することができた。

であった。

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ヘルスマネジメントが可能となった。

認できる。200 μm × 200 μm の矩形領域内における平均き

裂進展速度は、0.78 µm²/cycle であり、実測データに基づ

いて全断面破断までの疲労余寿命を推定することが可能

一方、Area5 および Area6 のデータは、1 サイクルあた

り60minの通電による熱サイクル試験を行った試験体に

対応する。同様にき裂およびボイドの断面積を計測した

ところ、この周期が長いサイクル負荷においても、サイ

クルが進むに従ってき裂断面積が、ほぼ線形に増加して

いることが確認できた。200 µm × 200 µm の矩形領域内で

の平均き裂進展速度は、およそ 1.90 μm²/cycle であり、1 サイクル 20 min の試験と比較して進展速度が速くなって

いた。温度変化範囲は同じであるものの、はんだ層のク

リープ変形が大きく影響し、より短寿命となっていると

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。



図 種々の熱サイクル負荷条件による疲労き裂進展 過程の比較

72 Reports of the Toyama Industrial Technology R&D Center No.32 (2018)

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^{*1} 横山義之^{*2} 鹿児島大学 山下麻由美 杉浦剛

1. 緒言

がん患者の血液中を流れる循環がん細胞(CTC)は転移の原因の一つとされており、また、がんによる死亡の9 割は転移が原因といわれる。そのため、CTCを簡便に分離・解析することができれば、転移の原因となるがん細胞が見つけることによる革新的ながん治療に繋がる可能性がある。本研究では、口腔癌を対象としてCTCを分離・解析することにより、患者一人ひとりに対す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、その中でセンターではDeterministic Lateral Displacementの原理¹¹を用いたマイクロ流路チップおよび それを用いたシステムの開発を行っている。今年度はセンターで新たに開発した細胞分離システムを鹿児島大学

2. 実験

チップの構造は既報²⁾と同様であり、図1に示す。Inlet 1から培養がん細胞を含む血液を、Inlet 2からバッファー を流すと、血液はOutlet1から廃棄されるが、培養がん細 胞はバッファー側へ移動して、Outlet 2 から回収される。 種々の培養がん細胞を血液に混入させた試料を鹿児島大 学で準備し、鹿児島大学において、その試料からセンタ ーで新たに開発した細胞分離システムを用いて培養がん 細胞を分離する実験を共同で行った。細胞はあらかじめ CellTrace CFSE Cell Proliferation Kit (Invitrogen)で蛍光染色 した。回収液および廃棄液を回収し、それぞれ96ウェル プレートに分注して2時間程度静置した後、各溶液に含 まれる細胞を倒立型蛍光顕微鏡で観察した(図2)。複数 の培養がん細胞を用いて実験を行ったが、どの場合でも ほとんどの培養がん細胞を回収することができた。また、 白血球(白血球は赤血球と比べてサイズが大きいためが ん細胞回収側に混入しやすい)については、ほとんどの 白血球を除去することができた。



図1 チップの構造





図 2 細胞分離実験における回収液(上)と廃棄液(下) の蛍光顕微鏡写真

3. 結言

新たに開発した細胞分離システムについて、培養がん 細胞を用いた実験で十分な結果が得られたため、来年度 から動物モデルや臨床検体のCTCを分離する実験を行う ことができるようになった。

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 JP16K11728 の助成を受けたものです。

安全な光治療・光細胞機能操作を可能にする ナノーバイオ界面の創製

電子技術課 高田耕児^{*1} 横山義之^{*2} 富山県立大学 村上達也

1. 緒言

近年、ナノテクノロジーの進歩に伴い、様々な光応答 を示すナノ材料が生み出されている。これら光応答性ナ ノ材料は、高い時間・空間分解能で患部を攻撃する等の 革新的な光治療を可能にすると期待されている。しかし、 光応答性ナノ材料は凝集しやすい、細胞等に悪影響を与 えるなどの問題を抱えている。富山県立大学では、血清 蛋白質-脂質複合体が光応答性ナノ材料の表面修飾物質 として有用であり、凝集および細胞への悪影響という問 題を解決できる可能性があることを明らかにしてきてい る。センターでは、表面修飾されたナノ材料を効率的に 作製するためのマイクロ流路チップを検討している。今 年度はナノ材料を作製するためのマイクロ流路チップに 送液するためのチップホルダ、シリンジポンプを用いた 送液システムの開発を行うとともに、ナノ材料を評価す る方法の検討を行った。

2. 実験

チップは本研究報告の「薬物送達のためのナノ粒子作 製に関する研究」と同様のものを作製した。構造を図 1 に示す。3本の流路から1本の流路に合流させることでマ イクロボルテックスを発生させて急速混合する¹⁾。このチ ップに送液するためのチップホルダおよびシリンジポン プを用いた送液システムを新たに開発した(図 2)。これ により来年度から効率的に表面修飾されたナノ材料を作 る条件を検討する実験ができるようになった。

また、マイクロ流路チップで作製された血清蛋白質-脂質複合体で表面修飾したナノ材料と従来のナノ材料を





*1 現 生活工学研究所 *2 現 電子デバイス技術課



図2送液システム

比較するために、まずは従来のナノ材料を透過電子顕微 鏡(JEM-2100)で評価することを検討し、ナノ材料とし て金ナノロッドを用いた場合に、その凝集状態等を評価 できることを確認した。

3. 結言

ナノ材料を作製するためのマイクロ流路チップを用い たシステムを新たに開発した。また、ナノ材料を透過型 電子顕微鏡により評価することを検討した。これにより 来年度からマイクロ流路チップによる表面修飾ナノ材料 の作製条件の検討や作製した表面修飾ナノ材料の評価を 行うことが可能となった。

参考文献

1) Kim et al. ACS Nano 2013; 7(11): 9975-83

謝辞

本研究は JSPS 科研費 JP17H03047 の助成を受けたも のです。

マイクロ流体デバイスによる循環がん細胞除去法の開発

電子技術課 高田耕児*1 横山義之*2 富山県立大学 安田佳織 群馬大学 横堀武彦

1. 緒言

循環がん細胞(CTC)は血液中を流れるがん細胞であ り、がんの転移の原因の一つと考えられている。そのた め、血液から CTC を分離することができれば、血行性の 転移を抑える革新的ながん治療に繋がる可能性がある。 これまでの研究で、Deterministic Lateral Displacement 法¹⁾ を利用したマイクロ流路チップを開発し、血液から培養 がん細胞を分離できることを示してきた。本研究では、 血液から連続的にCTCを分離することのできるデバイス を開発しており、今年度は、共同研究を行っている大学 の協力のもと、ラット血液に培養細胞を混入させたもの を試料として、長時間連続的に処理できるマイクロ流路 チップの開発を行った。

2. 実験

チップは通常タイプ²⁾と大流量タイプ³⁾があるが、まず は通常タイプでの長時間処理を検討した。チップの構造 を図1に示す。マイクロ流路チップは流路を形成したチ ップとフタを貼り合わせて作製するが、試料を長時間流 すとフタが次第に剥離するため、チップをチップホルダ (図2)で押さえて漏れないようにしている。富山県立大 学の協力のもと、ラットの血液に培養細胞 MCF-7 (DS ファーマバイオメディカル株式会社より購入)を混入さ せた試料を用いてチップの評価を行ったところ、チップ ホルダの押さえ方で性能に違いがあることが新たにわか った。具体的には、長時間送液時のチップの漏れを抑え るには0.3N・m 程度のトルクでチップホルダのインプッ ト側(図2のa)を押さえる必要があるが、同じトルクで インプット側以外(図2のb、c)も押さえると白血球と 培養細胞の分離能がかなり悪くなることがわかった。そ してインプット側 (図2のa) は0.3N・m、インプット側 以外(図2のb、c)は0.1N・m 未満で押さえた場合は白 血球除去率が良いことがわかった。これは流路のわずか





図2 チップホルダ



図3 コネクタ 上が改良後、下が改良前

な変形が極めて大きな影響を与えるためと考えられ、今 回の結果を踏まえて、来年度は適切なチップホルダを用 いて検討を行っていくことができるようになった。

次に大流量タイプのチップの長時間処理について検討 した。チップと送液チューブはコネクタで接続されるが、 長時間送液すると、コネクタから送液チューブが外れる ことが新たにわかった。そのため改良したコネクタを新 たに射出成形により作製した(図3)。

3. 結言

通常タイプと大流量タイプの両方のチップについて長 時間処理の検討を行い、チップホルダやコネクタについ て改良を行うことができた。これにより来年度は、分離 効率等のデータを収集することが可能となった。

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 31,112 (2017) 3) 富山県工業技術センター研究報告 31,90 (2017)

謝辞

本研究は JSPS 科研費 JP17K01432 の助成を受けたも のです。

高性能かつ簡便な配向性非鉛圧電膜パターンの形成に関する研究

電子技術課 坂井雄一*1 富山県立大学 唐木智明

1. 緒言

(Li,K,Na)NbO₃-BaZrO₃-(Bi,Na)TiO₃系や(Bi,Na,Ba)TiO₃系 材料は無鉛圧電体材料の有力候補とされている。前者は、 圧電特性が良好なモルフォトロピック相境界(MPB)が広 い温度範囲で安定である。後者は、良好な特性を有するも のの、脱分極温度(T_d)が約 100℃と比較的低温度にあり、 幅広い温度範囲での使用は難しいとされている。 (Li,K,Na)NbO₃-BaZrO₃-(Bi,Na)TiO₃系は特性が良好で温度 安定性も良好であるが、難焼結性の材料であるだけでな く、センサ、アクチュエータ、エネルギーハーベスタなど アプリケーションに適した形状である厚膜化にあたって は、焼成後に厚膜が基板から剥離し、安定した厚膜形成が 困難であったが雰囲気焼成を行うことで剥離の発生は抑 制された¹⁾。今回、電気特性の改善のため、焼成条件、粉 体の合成条件について検討した。

2. 実験方法

(K_{0.47}Na_{0.47}Li_{0.06})NbO₃-BaZrO₃-(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO₃(以下、 LNKN)となるように市販のLi₂CO₃、Na₂CO₃、K₂CO₃、 BaCO₃、Nb₂O₅、ZrO₂、TiO₂、Bi₂O₃を出発原料として、秤 量、混合し、固相反応による1000°C2hでの合成を行った 後、遊星ミルにて湿式粉砕し、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、坩堝に厚膜と同じ組成を持つ粉 末を入れ、1200°C1hから10hの雰囲気焼成を行うことで厚 膜を形成した。作製した厚膜にはAuペーストを印刷、焼 成することで上部電極を形成した。試料は、X線回折測定、 100kHzでの比誘電率、tanoの測定により評価した。

3. 実験結果および考察

焼成時間が 1h、4h、10hの条件で作製した厚膜の X線 回折チャートを図1に示す。焼成時間が 4h では異相が見 られ、10h では異相によるピークの強度がさらに強くなっ た。焼成中にアルカリ成分が飛散もしくは基板へ拡散し、 厚膜内に異相が生じたものと考えられた。異相の見られ なかった 1h、2h で焼成した厚膜であっても tanδ は約 0.1 と比較的高い値を示し、tanδ の低減が必要であった。原料 粉の秤量段階でアルカリ炭酸塩が潮解しがちであること や合成時にアルカリ成分の飛散、溶出が起こっている可 能性があるため、1000°C2h の合成のあとに、さらに K₂CO₃ を 1%もしくは 4%添加して 1000°C0.5h の再合成を行っ た。再合成粉から作製した厚膜の比誘電率および tanð を 図2に示す。添加によって電気特性の改善傾向が見られ、 比誘電率が向上するとともに tanð が低下した。作製した 厚膜の比誘電率および tanð はそれぞれ 500、0.04 程度と なったが、バルクセラミックスの場合はそれぞれ 1400、 0.04 であることから、焼結性の改善や配向性付与による さらなる特性向上の取り組みが必要である。





参考文献

1) 坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告 **31** (2017) 96 2) Y. Sakai *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys., **53** (2014) 09PB07

謝 辞

本研究は、JSPS 科研費 17K06810 の助成を受けたものです。

印刷法による配向性無鉛圧電膜の作製手法に関する研究

電子技術課 坂井雄一*1 富山県立大学 唐木智明

1. 緒言

強誘電体材料は、さまざまな電子部品に使用されている。これまで、パターン形成が容易で量産性にも優れるスクリーン印刷法での厚膜形成について検討してきた。特に配向性 BaTiO₃ 厚膜の形成について検討し、バルクセラミックスを超える値が得られることを見出した¹⁾。今回、BaTiO₃よりも良好な特性が期待できる(Bi,Na)TiO₃-BaTiO₃系材料について、配向性厚膜の作製を試みた。

2. 実験方法

固相反応法により、0.83(Bi,Na)TiO₃-0.17BaTiO₃(以下、 BNT-17BT)粉末を作製した。この粉末を用い、バルクセラ ミックスを作製した。また、作製粉末とエチルセルロース 系のビヒクルと溶剤を混練し、スクリーン印刷用のペー ストとした。基板にイットリア安定化ジルコニア(YSZ)、 MgO セラミックス、Al₂O₃ セラミックスを用い、Pt ペー ストで下部電極を形成した。これらの基板に作製したペ ーストをスクリーン印刷し、600℃で脱バインダののち、 1180 から 1200℃ で焼成した。この工程を 3 回繰り返し、 厚膜を形成、さらに Au ペーストで上部電極を形成した。

3. 実験結果および考察

厚膜の焼結には約1200℃必要であるが本材料系の構成 元素である Bi は高温での蒸気圧が低く 900℃程度で飛散 する可能性が指摘ある。そこで、0.83(xBi,Na)TiO3-0.17BaTiO3 (x=0.98、1.00、1.02)とBiの仕込み組成を化学 量論比から変化させた厚膜を YSZ 基板上に作製し、電気 特性を比較した。x=0.98、1.00、1.02 それぞれの残留分極 値 Pr=10、12、12µC/cm²であり、Bi が化学量論比よりも 少ないものは特性が劣化するが、同じかやや多い組成で は特性の低下は見られないことを確認した。また、BNT-17BT 厚膜を熱膨張係数の異なる MgO、YSZ、Al₂O₃ 基板 上に作製し、X線回折を測定した。Al2O3基板上、MgO基 板上に作製した厚膜のX線回折測定結果を図1に示す。 Al₂O₃ 基板上、MgO 基板上の厚膜は室温において 002 お よび 200 のピーク強度が異なっており、MgO 基板上の厚 膜は分極方向である 002 優位となった。X 線回折測定結 果から求められた MgO、YSZ、Al₂O3 基板上に作製した厚 膜の室温での c ドメインの体積分率 αc は、それぞれ、 0.59、0.75、0.88 であった。残留応力測定の結果から圧縮 応力はAl₂O₃基板上<YSZ 基板上<MgO 基板上となって

おり、焼結後の収縮時の残留応力により、cドメインが優 位となるものと考えられた²⁾。バルクおよび厚膜のX線 回折測定、比誘電率の温度依存性の測定したところ、YSZ、 MgO 基板上の厚膜は相転移の温度はバルク<Al₂O₃ 基板 上<YSZ 基板上<MgO 基板上であり、圧電性の消失温度 が上昇すること示唆された。バルクおよび Al₂O₃ 基板上、 YSZ 基板上、MgO 基板上に作製された厚膜の高温での PE ヒステリシス曲線を図 2 に示した。バルクでは 220°Cで 残留分極値が 0 となるのに対して厚膜では 270°Cでもル ープが開き、特に MgO 基板上の厚膜については最も大き な Pr=10 μ C/cm²を示し、バルクセラミックスよりも高温 で使用できる可能性が示された。







参考文献

1) Y. Sakai et al.: Jpn. J. Appl. Phys. 54 (2015) 10NA02.

2) Y. Sakai et al.: Jpn. J. Appl. Phys. 56 (2017) 10PF01.

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*1 横山義之*2

富山県立大学 安田佳織 群馬大学 横堀武彦 鹿児島大学 杉浦剛

1. 緒言

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路チ ップによる分離法は、目詰まりを防いで連続的に粒子(数 百ナノ〜数十ミクロン)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。

これまで開発してきたマイクロ流路チップは処理スピ ードが遅く(毎分0.1mL)、多サンプル・大量サンプルを 処理できないという問題があったため、昨年度の研究に おいて、1 液型(インプットが1個で並列化しやすいとい う特徴を持つ)で流路が10本並列化したチップを開発し た²⁾。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、この1液型並列化チップにより血液から標的 細胞を分離する実験を行い、その性能を評価した。また2 液型(インプットが2個で非標的粒子との分離能が高い という特徴を持つ)のチップでも並列化が可能となる送 液システムを開発した。

2. 実験方法

2.1 細胞培養方法および蛍光染色方法

培養細胞として、MDA-MB-231 および MCF-7 を使用 した。MDA-MB-231 (ATCC HTB-26) は住商ファーマイ ンターナショナル株式会社より、MCF-7 (ECACC 86012803) は DS ファーマバイオメディカル株式会社よ り購入した。MDA-MB-231 は、15% ウシ胎児血清 (FBS) および 1% ペニシリン/ストレプトマイシン含有 L-15 培 地にて、CO₂非存在下、37°C で培養した。また、MCF-7 は 10% FBS、1% ペニシリン/ストレプトマイシンおよび 1% 非必須アミノ酸含有 EMEM 培地にて、5% CO₂存在 下、37°C で培養した。培養した細胞をトリプシン処理で 回収し、CellTrace CFSE Cell Proliferation Kit (Invitrogen) を 用いて蛍光染色したものを実験に用いた。

2.2 血液採取方法

Wistar 系 雄ラット (6-10 週齢) を7日間以上予備飼育 した。飼育条件は温度 22-24℃、湿度 55-65%、照明サイ クル 12 時間点灯-12 時間消灯である。イソフルラン麻酔

*1 現 生活工学研究所 *2 現 電子デバイス技術課

78 Reports of the Toyama Industrial Technology R&D Center No.32 (2018)

下、23G 針および 2.5 mL シリンジを使用して腹部大動脈 より採血を行った。得た血液は、抗凝固剤である EDTA ニカリウム塩が添加された真空採血管 (テルモ)に 3 mL ずつ注入後、転倒混和したものを実験に用いた。

2.3 細胞分離実験およびシステム開発

上記により得た血液に、蛍光染色細胞を混入させたものを試料として、1液型並列化チップによる分離実験を行った。回収側および廃棄側の溶液を回収し、それぞれ96ウェルプレートに分注して2時間程度静置した後、各溶液に含まれる細胞を倒立型蛍光顕微鏡にて観察し、回収側に含まれる細胞の割合を算出した。また2液型のチップを並列化するシステムの開発を行った。

3. 実験結果および考察

1 液型並列化チップによる分離実験の結果を図1、図2 に示す。図1は細胞としてMDA-MB-231を、図2はMCF-7 を用いた結果である。チップで分離した後の回収側と廃 棄側の溶液の蛍光顕微鏡写真を示している。培養細胞は 蛍光染色されているため、血液中の赤血球や白血球とは 区別してカウントすることができる。MDA-MB-231につ いては、回収側は 299 個、廃棄側は 2 個であり、99%以



図 1 MDA-MB-231 を用いた実験における回収側(上) と廃棄側(下)の溶液の蛍光顕微鏡写真



図 2 MCF-7 を用いた実験における回収側(上)と廃棄 側(下)の溶液の蛍光顕微鏡写真

上の培養細胞が回収側から検出されること、MCF-7 については、回収側は93個、廃棄側は3個であり、96%以上の培養細胞が回収側から検出されることを確認した。これらのことから、開発した1液型並列化チップにより血液から高い回収率で培養細胞を回収することが可能であることがわかった。また、送液時の流速は、2mL/minであり、これまでのチップの20倍の速度で処理することが

次に2液型のチップを並列化したシステムについて検 討した結果を示す。図3は試作したシステムである。2 液型チップは、従来は並列化が困難であったが、チップ の2個のインプットをそれぞれ液だめとつなぎ、液だめ にはガス圧または空気圧をかける。これを並列化して、



図3 2液型チップを並列化したシステム

すべての液だめを、小型窒素ガスボンベ(コンプレッサ ー等でも良いが、小型窒素ガスボンベを用いることで小 型化可能)とつなぐことで、2液型で並列処理できるシス テムを開発した。

4. 結言

開発した1 液型並列化チップを用いて、血液に培養細胞を混入させた試料から培養細胞を分離する実験を行い、 高い処理速度でありながら高い回収率で培養細胞を回収 できることを示した。これにより今後臨床サンプルから の標的細胞の分離、医薬品・化粧品材料のサイズ分級な どの研究を進めることが可能となった。また2 液型チッ プについても並列処理できるシステムを開発することが 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 **31**, 90 (2017)

キーワード:マイクロ流路チップ、DLD、サイズ分離

Development of High-Throughput Microfluidic Device for Rapid Particle Separation

Electric Engineering Section; Koji TAKATA, Yoshiyuki YOKOYAMA

Toyama Prefectural University; Kaori YASUDA, Gunma University; Takehiko YOKOBORI,

Kagoshima University; Tsuyoshi SUGIURA

The method to separate particles by size has a potential to be used in many applications 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 blood and cultured cells, and showed that the cells were rapidly and successfully separated by our microfluidic chips.

感光性ナノファイバーの電子デバイスへの応用

電子技術課 横山義之*1 坂井雄一*2 日産化学工業(株) 岸岡高広*3

1. 緒言

近年、太陽電池やタッチパネルの需要拡大と共に、 ITO(Indium Tin Oxide)膜を用いた透明導電性フィルムや透 明配線パターンの市場が拡大している。しかし、レアメタ ルであるインジウムはコストが高く、脆弱で曲げ耐性も あまり無いため、代替材料の開発が強く求められている。

また、エレクトロスピニング法(電界紡糸法)の発展によって、衣服・電池・医療など多くの分野で高分子ナノファイバーの利用が進み始めている。その中で、高分子ナノファイバーが持つ細い網目構造をエッチングマスクとして利用し金属薄膜をエッチングすることで、可視光の波長よりも細い金属ネットワーク構造からなる透明導電性フィルムを形成する手法が新たに研究されている^{1,2}。

さらに、富山県工業技術センターでは、エレクトロスピ ニング法で得られる高分子ナノファイバーに感光性を付 与し、堆積したナノファイバーシートを光で任意の形状 にパターニングする技術(感光性ナノファイバー化技術) を開発してきた³⁾。

そこで、本研究では、高分子ナノファイバーを利用した 透明導電性フィルムの形成手法に、感光性ナノファイバ ー化技術を組み合わせることで、ITO 膜に替わる安価で 柔軟な透明配線パターンの作製を試みた。

2. 実験方法

図1に、感光性ナノファイバーを用いた透明配線パタ ーンの形成プロセスを示す。初めに、PET フィルムに蒸 着した AI 薄膜上に、エレクトロスピニング法によって感 光性ナノファイバーを堆積する。次に、任意の配線状に光 パターニングした後、これをマスクとして、AI 薄膜をエ ッチングする。最後に、ナノファイバーを除去し、AI の 細い網目構造からなる透明配線パターンを形成する。



感光性ナノファイバーには、溶解阻害型の感光機構を 組み込んだ高分子組成物を用いた。その化学組成を図2に 示す。この高分子組成物は、(i)エレクトロスピニング法で ナノファイバー化できる、(ii)任意の配線状に光パターニ ングできる感光性を有する、(iii)Alエッチング後に、感光 性ナノファイバーを溶剤のみで容易に除去できるように、 溶解阻害剤を用いたポジ型感光機構を有することを特徴 としている。



図2 高分子組成物の化学組成

3. 実験結果と考察

3.1 高分子組成物の特性

初めに、高分子組成物のエレクトロスピニング特性を 調査した。エレクトロスピニング条件を電極間電圧 5kV、 電極間距離 10cm、溶液濃度 20%とすると、ファイバー径 が約 300nm のナノファイバーが得られることがわかった。

次に、高分子組成物の感光特性を調査した。超高圧水銀 ランプ(250W、ブロードバンド露光)で3秒以上露光する と、現像液(Tetramethylammonium hydroxide 0.0238%、1分) に溶解し、ポジ型の感光性を有することを確認した。

また、高分子組成物の熱特性を調査した。示差走査熱量 計(DSC)を用いて測定した結果、高分子組成物のガラス転 移(開始)温度は19.9℃、ガラス転移(終了)温度は28.5℃で あった。

3.2 AIのエッチング

ナノファイバーをエッチングマスクとして、AI 薄膜の ウェットエッチング条件を検討した(図 3)。ナノファイバ ーを堆積後、高分子組成物のガラス転移温度以上である 40°C にフィルムを昇温することで、サーマルフロー(熱 だれ)を引き起こし、ナノファイバーと AI 薄膜との密着 性を向上させた。次に、リン酸・硝酸・酢酸系の AI エッ チング液に浸漬しエッチングを行った(25°C、5分)。最後 に、ナノファイバーを有機溶剤で除去することで、可視光

*1 現 電子デバイス技術課 *2 現 商工企画課 *3 現 日産化学(株)

の波長程度の細いAlの網目状ネットワーク構造を形成できた。



図3 ナノファイバーをマスクにした AI のエッチング

3.3 透明配線パターンの形成

これまで検討した条件を用いて、透明配線パターンの 形成を行った(図 4)。AI 蒸着 PET フィルム上に感光性ナ ノファイバーを堆積し、サーマルフローにより密着性を 高めた後、マスクアライナーを用いてナノファイバーを 配線状(最小配線幅 50µm)に光パターニングした。続けて、 Al をエッチングしナノファイバーを除去することで、Al の細い網目状ネットワーク構造からなる配線パターンを 形成した。4端子抵抗測定法及び紫外可視分光光度計で電 気・光学特性を計測した結果、配線部分のシート抵抗は、 13Ω/□、波長 500nm における光透過率は 58%であった。

4. 結言

溶解阻害型の感光機構を有する高分子組成物のエレク トロスピニング特性、感光特性、熱特性を確認し、Al エ ッチング条件を検討した。また、この高分子組成物による ナノファイバーを用いて、PET フィルム上に Al の細い網 目状ネットワーク構造からなる透明配線パターンを形成 できた。今後は、Al の線幅・密度・厚みと、配線パター ンの抵抗率・透過率との関係を調査していく予定である。

参考文献

- 1) K. Azuma et al. Mat. Lett., 115 (2014) 187-189
- 2) T. He et al. ACS Nano., 8(5) (2014) 4782-4789
- 3) PCT/JP2016/062704, 感光性繊維及び繊維パターンの 形成方法



キーワード:ナノファイバー,エレクトロスピニング,感光性高分子,透明電極

Application of photosensitive nanofibers to electronic devices

Electric Engineering Section; Yoshiyuki YOKOYAMA, Yuichi SAKAI Nissan chemical industries, Ltd.; Takahiro KISHIOKA

In this research, we have attempted to form a new transparent conductive wiring pattern replacing the conventional ITO wiring pattern. Initially, the photosensitive nanofiber sheet composed of meshed nano-network structure was fabricated by electro-spinning method and was photo-patterned into arbitrary wiring shape. Next, by using the obtained wiring pattern as an etching mask, the metal thin film on the flexible film was etched. Finally, by dissolving and removing the nanofibers, we tried to form a transparent wiring pattern having conductivity.

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*1 釣谷浩之*1

1. 緒言

チューリップは富山県の県花であり、その球根は県内 で生産される主要な花卉類である。海外産の安価な球根 が日本市場を席巻する昨今、富山県および県内の生産者 らは、県産チューリップ球根の競争力を高めるべく、新品 種¹⁰の開発および各種工程の機械化に取り組んできた。し かし、球根の出荷量および商品の信頼性を低下させる要 因となるウィルス感染株の早期発見・早期抜き取りの工 程は、目視・手作業に頼っている。そこで、本研究では、 この工程の機械化を見据え、デジカメ撮影したチューリ ップ画像から特定のウィルス病に罹患しているか否かの 判定を下す判別器 (情報処理アルゴリズム)を試作した。

2. 球根出荷量および作付面積の実態

富山県におけるチューリップ球根の出荷量²⁾(図1)は、 年々減少しており、その減少数は平均して毎年約200万 球にもなる。仮に、今後も同じ数だけ減少していくとする と、約10年後には0球となる。単位作付面積当たりの出 荷量(図2)は、約20~約25万球/haの間で横ばいであ るが、年によって数万球(10%以上)も変動することがあ る。25万球/haという値は、「20cm角あたり1球」と等 値であり、かなり密集して栽培されていることがわかる。



Fig. 1 Shipment volume of tulip bulbs in Toyama prefecture



Fig. 2 Shipment volume per unit cultivated area of tulip bulbs in Toyama prefecture

3. 対象とするチューリップの病気および品種

チューリップ球根の生産に大きな影響を及ぼすウィル ス病として、微斑モザイク病および条斑病が存在し、これ らは周囲に伝染する性質がある。感染株が発見されると、 栽培中の球根を損失するだけなく、周辺の土壌も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³。球 根生産用のチューリップは、前述したように、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 による株の外観上の変化を、株ができるだけ若い時期に カメラ画像から検出することを目指す。感染後に現れる 外観上の変化は、品種により大きく異なる。ここでは、富 山県の登録品種であり生産数の非常に多い「黄小町」を対 象として選択した。黄小町は開花前の目視判定が比較的 難しいとされている品種である。

4. 画像データベースの作成

露地にて密集して栽培中のチューリップを、市販のデ ジタルカメラ(コンデジ)でオートフォーカス撮影し、 JPEG 画像として記録した。すべての撮影画像に対して、 血清学的手法によるウィルス診断 ⁴の結果をラベルとし て付与した(ここでは、感染株はすべて球根植え付け前

(前回の栽培中)に感染したものであることを想定))。 すなわち、条斑病および微斑モザイク病に感染している か否かが既知である画像データベースを作成した。表1は、 画像データベースに登録した各ウィルス病の画像枚数を 示す。株の成長度合いにより罹患株発見の難易度が異な るとの現場作業者の意見を参考に、画像群を株の日齢で 分割した。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

3						
株の日齢	微斑モー	ザイク病	条球	斑病	스쿼	
(植付日を 0)	感染	未感染	感染	未感染	「 <u>」</u> 」 日 日	
158	96	354	414	36	900	
165	126	384	474	36	1020	
171	138	408	504	42	1092	
185	120	360	450	30	960	
209	126	372	468	30	996	
合計	606	1878	2310	174	4968	



(a) healthy

(b) mosaic Fig. 3 Image samples

(c) streak

5 判別器の作成・評価手順

表1の株の日齢ごとに判別器を作成した。画像上に現 れる各々のウィルス病に特有の特徴を抽出するために、 事前学習済の畳み込みニューラルネットワークである AlexNet⁹⁾を用いた。判別器の作成・評価の手順は、(1)画像 を無作為に70%抽出して教師用とし残りの30%を判別器 の評価用とし、(2)教師用データセットを AlexNet へ入力 して学習させ、(3)AlexNet のfc7層の出力が画像のラベル 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、(4)評価用データセットを AlexNet へ入力し てfc7層の出力を判別器へ入力し、(5)判別器の出力を得 る、というものである。以上の手順を100回繰り返して、 判別器の平均的な能力を評価した。

6 判別器の評価結果

表2は、判別器の評価結果を示す。例えば、日齢158日 の株の微斑モザイク病については、感染株の97.6%を正し く判定し、残る2.4%を健全であると誤判定したことを示 している。同、未感染株については、89.4%を正しく判定 し、残る10.6%を罹患していると誤判定したことを示して いる。作成したすべての日齢の判別器について、約90% 以上の正答率となった。また、株の日齢を考慮して作成し た判別器は、日齢を考慮せずに作成したものよりも高い 判別率となった。

今回の試行では高い正答率が得られたが、(1)学習した 画像枚数が少ない、(2)撮影状況(背景、天候、被写体まで の距離など)が似通っている画像が多い、(3)すべての画 像が1つのデジタルカメラで同じ設定値で撮影したもの である、(4)1人の作業者が撮影した画像である、(5)1つの 株が2つのウィルスに感染したものを取り扱わなかった、 ことなどを踏まえ、今後、判別器の能力・ロバスト性を詳 細に検証する必要がある。

Table 2 Evaluation results of the prototype classifier

+++ 0			微斑モサ	ザイク病	条斑病	
休の			判別器	の出力	判別器	の出力
口图			罹患	健全	罹患	健全
150	ウィルス	感染	97.6	2.4	85.4	14.6
138	同定結果	未感染	10.6	89.4	0.5	99.5
165	ウィルス	感染	98.2	1.8	99.3	0.7
105	同定結果	未感染	7.3	92.7	0.1	99.9
171	ウィルス	感染	98.0	2.0	96.1	3.9
1/1	同定結果	未感染	6.9	93.1	0.1	99.9
105	ウィルス	感染	98.3	1.7	95.8	4.2
185	同定結果	未感染	8.3	91.7	0.2	99.8
200	ウィルス	感染	98.9	1.1	91.9	8.1
209	同定結果	未感染	5.2	94.8	0.2	99.8
<u>\</u>	ウィルス	感染	96.8	3.2	87.7	12.3
王14	同定結果	未感染	12.0	88.0	0.5	99.5

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。

参考文献

- 1) 富山県が育成した品種: http://www.pref.toyama.jp/cm s_sec/1613/kj00014132-005-01.html.
- 2) 富山県県勢要覧: http:// http://www.pref.toyama.jp/sect ions/1015/lib/survey/index.html.
- 3) 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/databa se/symptomdatabase/manualV1.pdf.
- 4) 守川 他: 北陸病害虫研究会報, 43 (1995) 17-24.
- A. Krizhevsky et.al.: Advances in neural information processing systems (2012) 1-9.

キーワード:チューリップ、画像、ニューラルネットワーク、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 Hiroyuki TSURITANI

Tulip is a prefectural flower in Toyama Prefecture, and its bulb is a major product in the prefecture. In cultivation of tulip bulbs, it is very important to quickly discover and eliminate abnormal appearance due to virus disease. An algorithm was developed to discriminate whether two major viruses are infected or not by using the camera image of the tulip being cultivated. As a result of examining the performance of the classifier, some discrimination performance was obtained. It was found that creating a classifier according to the degree of growth of tulips leads to an improvement in performance.

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*1 佐山利彦*2 金森直希*1 コーセル(株)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。その際、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 適用する上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、デジタルカメラによる撮影画像 を元に共振周波数などの振動特性を計測することが可能 か検証した。

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。この試験体を50mm だけ張り出すように固定し、振動試験機により強制振動 させて動画撮影を行った。5Hzから100Hzの任意の周波 数25ヶ所で、全振幅0.5mmの一定振動で振動させデジ タルカメラによって動画撮影を行った。動画の画像サイ ズは、縦1,080pixel×横1,920pixel、撮影間隔は、秒間240 フレームとし、周波数毎に50フレーム分、約0.2secの画 像を用いてデジタル画像相関法による振動計測を行った。 撮影した画像の1pixelのサイズは、0.087mm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、1pixel 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(u0, v0)を各画素について求める。

$$S(u,v) = \sum_{i=-M}^{M} \sum_{j=-M}^{M} |I_d(x+u+i, y+v+j) - I_u(x+i, y+j)|$$
••••(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、lpixel 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。

$$C = 1 - \frac{\sum_{i=-M}^{M} \sum_{j=-M}^{M} I_d(X+i,Y+j) I_u(x+i,y+j)}{\sqrt{\sum_{i=-M}^{M} \sum_{j=-M}^{M} I_d(X+i,Y+j)^2 \sum_{i=-M}^{M} \sum_{j=-M}^{M} I_u(x+i,y+j)^2}} \quad . \quad . \quad (2)$$

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。

$$X = x + u + \frac{\partial u}{\partial x}i + \frac{\partial u}{\partial y}j, \quad Y = y + v + \frac{\partial v}{\partial x}i + \frac{\partial v}{\partial y}j \quad \cdots (3)$$

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, ∂u/∂x, ∂u/∂y, ∂v/∂x, ∂v/∂y) を Newton-Raphson 法を用いて求めることで 1pixel 未満の精度で変位計測が可能になる。さらに、計測値が 存在しない点についても、移動最小二乗法を用いて補間 により値を求めた。

3. 振動計測結果

Fig. 1 は、実際にデジタルカメラにより撮影した画像 の一例を示す。図は、試験体が治具から張り出した部分 を示している。図の左側が試験体先端部、右側が治具へ の固定部分であり、46Hz で振動させた際の撮影画像であ る。試験体先端部では、画像にブレが生じているのが確 認できる。これは、共振の影響で試験体先端部の速度が 速すぎるためと考えられる。このため、一部の周波数で



Fig. 1 Specimen image under 46Hz vibration

*1 現 機械情報システム課、*2 現 機械電子研究所



は、試験体先端付近の変位を正しく計測することができ なかった。

次に、撮影した画像から、各周波数での振動を計測した。Fig. 2 は、振動計測結果の一例を示す。図は、Fig. 1 に十字で示した個所の垂直変位の時間的な変化を示しており、20Hz、46Hz、100Hz の 3 つの周波数での振動計測結果を示している。サンプリング定理による理論的な計測限界の 120Hz に近づくに従い、波形が粗くなっているものの、各周波数で、振動が計測できていることが確認できる。46Hz では、振動試験機により加えられた振幅0.5mm_{pp}よりも大きな振幅が計測されており、共振周波数に近いことが伺える。

4. 周波数特性の計測

次に、計測した振動から、試験体の周波数特性の計測 を行った。Fig.3 は、各周波数での振幅を示す。横軸が周 波数、縦軸が各周波数での振幅を示す。図から、50Hz 付 近で明瞭なピークが確認でき、この周波数が、試験体の 一次共振周波数であることが確認できる。共振周波数よ りも高い周波数では、振幅が振動試験機の振幅よりも小 さくなっている。これは、反共振の影響と思われるが、



Fig. 3 Vibration character measured by DIC

結論を出すにはさらに検証が必要である。

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 を用いて振動特性の計測を試みた。その結果、画像から 周波数毎の振幅を計測することが可能であり、試験体の 一次共振周波数を明瞭に確認することが可能であった。 共振点付近では、試験体先端部の運動速度が大きくなり すぎ、変位の計測が行えない部分もあったが、これは、 振動条件を調整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

- Beberniss, T. et al., *Proc. ISMA2012-USD2012*, (2012), pp. 1403-1415
- 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

Mechanical System Section; Hiroyuki TSURITANI, Toshihiko SAYAMA, Naoki KANAMORI COSEL Co., Ltd.; Yoshiyuki OKAMOTO Toyama Prefectural University; Takao MORI

In this work, we tried measure the frequency character by digital image correlation. At first, the beam made by rubber sponge was vibrated by vibration tester and recorded to video image. The vibration was measured from the video image by digital image correlation. In the result, the primary resonance frequency was clearly detected.

薬物送達のためのナノ粒子作製に関する研究

電子技術課 高田耕児*1 横山義之*2 中央研究所 丹保浩行*3

富山県立大学 村上達也

1. 緒言

薬物送達システム(DDS: Drug Delivery System)は、薬の 効用を高め、副作用を軽減することで、薬物治療の可能 性を広げる重要な技術である。その中で高比重リポ蛋白 質(HDL: High-Density Lipoprotein)のナノ粒子は、1)サイズ が 10nm 程度であり、がん組織に滞留する効果(EPR 効果) が大きい可能性がある、2)様々な機能改変手段がある、 3)HDL 変異体そのものも薬効を示す等、ドラッグキャリ アとして多くの利点がある。しかし従来の作製方法は多 くの時間と手間がかかる上、少しの条件変化(例えば、内 包薬物や HDL 構成脂質の変化)により作製最適化条件が 異なるため、スケールアップが極めて困難であるという 問題があった。そのため本研究ではマイクロ流路チップ によりラージスケールで HDL ナノ粒子を作製するため の研究を行った。

2. 実験方法

チップは3本の流路から1本の流路に合流させること で急速混合する構造¹⁾とした(図1)。入口は3個あり、Inlet 1とInlet3からは、蛋白質を含む水溶液を、Inlet2からは 脂質(と薬物)を含む有機溶媒を導入する。これらの液を高 い流速で送液して、3本の流路(幅0.2mm、深さ0.4mm) から1本の流路(幅2mm、深さ0.4mm)に合流させる。適 切な条件においては、1本の流路となったところでは、マ イクロボルテックスが発生し、急速混合される。これに より、蛋白質と脂質からなるナノ粒子が作製される。

チップの作製は、まずフォトマスクを設計、作製し、 フォトマスクを使ってシリコンウェハにフォトレジスト をパターニングした。次にフォトレジストをマスクとし



図 1 チップの構造 (上)全体図、(下)点線内の拡大図

*1 現 生活工学研究所 *2 現 電子デバイス技術課

て、ICPドライエッチング装置によりエッチングを行い、 次に加工したシリコンウェハを適切な大きさにカットし、 フォトレジストを除去することにより、シリコン鋳型を 作製した。その後、シリコン鋳型を既存の金型にセット し、射出成形により樹脂チップを作製した。またチップ のフタについても射出成形により作製した。

急速混合の確認実験は、Inlet 1 と Inlet 3 から PBS を 5mL/min の流速で、Inlet 2 から黒色インクを含むエタノー ルを 1mL/min の流速で導入して行った。

HDL ナノ粒子の作製実験は、Inlet 1 と Inlet 3 から蛋白 質を含む水溶液を 5mL/min の流速で、Inlet 2 から脂質の エタノール溶液を導入して行った。

3. 実験結果および考察

作製したチップ等の外観写真を図 2 に示す。チップに ついては、深さが 0.4mm であり、シリコン鋳型の作製、 射出成形ともに容易ではないと想定されたが、ドライエ ッチング条件の検討、離型しやすい構造の検討により設 計どおりのチップを作製することができた。フタは



図 2 チップ等の外観写真 (上)チップ、(中)フタ、(下)貼り合わせ品

*3 現 ものづくり研究開発センター

86 Reports of the Toyama Industrial Technology R&D Center No.32 (2018)

Inlet として3個、Outlet として1個穴が開いた構造の ものを作製した。チップとフタを貼り合わせることに より、送液可能なマイクロ流路を作製した。

黒色インクを用いた急速混合の確認実験の結果を図 3 に示す。Inlet 1 と Inlet 3 には Inlet 2 と比べて 5 倍の流速 で液を導入している。そのため、レイノルズ数が低い条 件では3本の流路が1本に合流した後、Inlet 1、Inlet 2、 Inlet3から導入された液が5:1:5の幅を占めるように黒 色の部分が速やかに細くなると考えられるが、この実験 条件ではレイノルズ数が適切な値まで高くなるため、黒 色の部分は速やかに細くなることはなく、少しずつ細く なる。これは他の研究グループによる数値シミュレーシ ョンの結果2)と一致しており、単純な乱流とは異なる制 御可能なマイクロボルテックスの発生による急速混合が 起きていることを示唆している。実際、図3の矢印で示 した部分にマイクロボルテックスが発生している様子が 確認できる。これらのことから、開発したチップでは、 Inlet 1 と Inlet 3 は 5mL/min、Inlet 2 は 1mL/min という医 薬品のナノ粒子化として高いスループットでありながら、 十分な急速混合を起こせることが分かった。また、チッ プは単純な構造であるため、並列化することにより処理 速度を数倍以上に高めることも可能である。

同様の条件で脂質と蛋白質を混合させて HDL ナノ粒 子を作製する実験を行った。チップで急速混合して得ら れた回収液を、ゲルろ過 HPLC により分析したところ HDLナノ粒子と同じ保持時間を示すピークを検出するこ とができた。このことからこのチップにより HDL ナノ粒 子を作製できる可能性を示すことができた。正常な HDL ナノ粒子であることを確かめるには、今後ナノ粒子の形 や、脂質と蛋白質のモル比を確認する必要がある。また、 現状では HDL ナノ粒子と考えられるピークは、HDL ナ ノ粒子とは異なる蛋白質-脂質複合体や未反応の蛋白質 と考えられるピークと比べて十分に高くはなく、HDL ナ



図3 急速混合実験

ノ粒子の純度は高くないと考えられる。そのため、HDL ナノ粒子がより効率よく生成できる条件を今後検討する 必要がある。具体的には、溶媒の種類、蛋白質の濃度、 脂質の濃度、流速、温度等様々な条件を最適化する必要 がある。今回マイクロ流路チップを試作し、性能を確認 することができたので、来年度以降、上記のような条件 の検討を行うことができるようになった。また操作が簡 便なシステムの開発も同時に行っていく。特にHDLナノ 粒子作製では温度も重要な因子になるため、簡便な操作 を維持しながら温度も制御できるシステムを開発する必 要がある。

4. 結言

HDLナノ粒子をラージスケールで作製するためのマイ クロ流路チップを試作し、急速混合できることを示した。 また、HDLナノ粒子を作製可能であることも示唆された。 これにより、今後効率よく HDLナノ粒子を作製する条件 を検討することが可能となった。

参考文献

Kim *et al.* ACS Nano 2013; 7(11): 9975-83.
 Kim *et al.* Nano Lett. 2012; 12(7): 3587-91.

キーワード:マイクロ流路デバイス、DDS、ナノ粒子

Study on Preparation of Nanoparticles for Drug Delivery System Electric Engineering Section; Koji TAKATA, Yoshiyuki YOKOYAMA Central Research Institute; Hiroyuki TAMBO, Toyama Prefectural University; Tatsuya MURAKAMI

High-density lipoprotein nanoparticle has a potential to be used in drug delivery system. We tried to develop microfluidic chips for large-scale production of high-density lipoprotein, which could be reconstituted by rapid mixing of lipid and protein. We prepared silicon mold by micromachining technology and prepared plastic chips by injection molding. We carried out rapid mixing test using developed prototype, and showed that microvortex was successfully generated in the chip. Moreover, HPLC analysis of the output indicated the possibility that high-density lipoprotein was formed by the chip.

マグネシウム空気電池の二次電池化

電子技術課 本保栄治*1 坂井雄一*2

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、 軽量な電池ができる。空気電池を二次電化できれば、大 きなエネルギー密度の電池を実現できる可能性がある。 二次電池化に必要なマグネシウムの溶解・析出は、特殊 な有機溶媒中を用いた時のみ反応が確認されているが、 大容量の二次電池の実現は、まだ困難な状況である。

本研究では水素の可逆性に注目し、比較的軽量なマグ ネシム系の水素化物や合金を負極材として利用すること により、二次電池化を目指す。今回は二次電池化のため に必要な酸素還元反応(ORR)と酸素発生反応(OER) を可逆的に行うための空気極について検討した。

2. 実験方法

2.1 空気極の作製

2.1.1 La1-xSrxMnO3 触媒の生成

空気極の触媒として酸素還元・発生活性を有するペロ ブスカイト型酸化物 LaMnO₃の生成を行った。これまで、 固相法による生成を行ったが、生成や元素置換の効率化 のために液相法であるクエン酸錯体法による生成を試み た。La(NO₃)₃・6H₂O(和光純薬 99.9%)の0.5M水溶液を混合 する。ここで Sr(NO₃)₂水溶液を加えて一部置換すること も容易である。さらに、2Mのクエン酸水溶液を加えた 後、還流により70°C、2時間攪拌して錯体を形成した溶 液を準備する。この溶液を90°Cで蒸発乾燥し、粉砕後磁 製るつぼ中200°Cで仮焼成を行う。さらに、600°Cで焼成 することにより触媒粉末を準備した。

2.1.2 担体グラファイトの表面処理

空気極の担体として用いるカーボンは酸素還元活性を 有するが、二次電池化において充電時にカーボンが酸化 し劣化するため耐久性が課題である。窒素ドープカーボ ン材料は、耐酸化性に優れる報告がされていることから、 カーボンへの窒化処理を試みた。マイクロ波による加熱 は、導体の表面に局所的に作用し、また金属の窒化への 応用例もあることから、減圧窒素雰囲気中でマイクロ波 処理を行う装置を作製した。この装置は、マイクロ波発 信器、アイソレータ、整合器、同軸変換器を通してチャ ンバー中にマイクロ波が導入される。Fig. 1 は処理装置 の構造である。カーボン担体として、平均粒径 10µm の グラファイト粉末を用いた。このグラファイトは空気中 においてマイクロ波加熱により1分以内に260°C以上ま で加熱されることを確認した。加熱処理前にるつぼ中で グラファイトをシアナミドのエタノール溶液に浸漬し、 乾燥した。マイクロ波加熱は、このグラファイト混合体 を窒素ガス圧数 Pa 中、マイクロ波入力500W、1分間処 理することにより行った。



Fig. 1 Plane view of the Microwave processing system

2.1.3 空気極の作製方法

空気極は、触媒として生成した LaMnO₃粉体、担体と してグラファイト、またはマイクロ波処理したグラファ イト、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) に溶解したものを混合し、脱泡 機により攪拌してペースト化し、カーボンペーパーへ厚 さ 250µm でスキージ塗布する。これを 90℃で乾燥後、 120℃、40kgf/cm²で熱プレスすることにより作製した。

2.2 酸素還元・発生電流の測定方法

空気極の酸素還元・発生活性の評価は、サイクリック・ ボルタンメトリー (CV) 法を用いた。作用極は作製した 空気極 (14mm ϕ)、対極はガラスフィルター中の Pt 板、 参照極には Hg/HgO 電極を用いた。電解液として、高ア ルカリ水溶液の 4M KOH 水溶液を使用した。CV 測定は、 スキャン速度 10mV/sec で-0.5V から 0.8V (vs. Hg/HgO) の範囲を 3 サイクル行った。

実験結果および考察

3.1 空気極の作製

*1 現 電子デバイス技術課 *2 現 商工労働部商工企画課

3.1.1 LaMnO3触媒

液相法で得られた粉末のX線回折チャートをFig.2に 示す。直方晶系ランタマンガナト単相が生成されている。 固相法で生成した粉体と比較すると結晶性が低い。



Fig. 2 X-ray diffraction patterns of synthesized LaMnO₃

3.1.2 カーボン材料への表面処理

マイクロ波処理したグラファイトのオージェ電子分光 による定性分析結果を Fig. 3 に示す。表面から窒素が検 出されていることから、酸化することなく薄い窒化物が 形成されている。C KVV ピークを標準チャートと比較す ると、未処理のものではグラファイトの形状と一致し、 マイクロ波処理したものはダイヤモンドの形状に近く、 炭素の結合に変化が起きたと考えられる。



Fig. 3 Auger spectra of processed Graphite

3.2酸素還元・発生活性の評価

空気極の酸素還元・発生電流のグラフを Fig.4 に示す。 未処理のグラファイトを用いた空気極では、大きな酸素 還元電流が得られるが、サイクル毎に電流値は減少する。 一方、マイクロ波処理したグラファイトを用いた空気極 では、酸素発生電流が大きく増加している。サイクル毎 に電流値は、やや減少する。



Potential/V(vs.Hg/HgO)
(a) Air electrode using non-processed graphite



(b) Air electrode using processed graphite Fig. 4 Cyclic voltammogram of air electrodes

4. 結言

担体グラファイトへマイクロ波処理することにより、 酸素発生活性の向上が得られた。今後、サイクル特性の 向上と負極材において水素の可逆性による二次電池化を 行う。

参考文献

1)富山県工業技術センター研究報告 No.31 (2017) pp.100-101 2)新田巌,特許公報 JP6146390 B2 (2017.6.14)

2)秋田版, 竹田 五根 J10140390 D2 (2017.0.14

キーワード:空気電池、二次電池、マグネシウム、空気極、マイクロ波加熱

Study of Air Secondary Batteries Using Magnesium Alloy

Electric Engineering Section; Eiji HONBO*1 and Yuichi SAKAI*2

Rechargeable air electrodes were studied for air secondary batteries using magnesium alloy. Air electrodes consist of graphite powder and La MnO_3 synthesized by citric acid complex method as a catalyst. Graphite powder was processed under microwave in N_2 atmosphere. CV curves were observed, and the air electrode using processed graphite was improved OER.

アルミ材への SUS シートの超音波多点接合に関する研究

機械システム課 羽柴利直*1、金森直希*1、佐山利彦*2 中央研究所 石黒智明*3

1. 緒言

自動車や建材などの製品に広く用いられているアルミ 合金は、耐摩耗性や硬度に乏しいものが多く、この表面に 鉄系材料を接合することにより、部品としての高機能化 を図ることができる。超音波接合は、低コスト、短時間接 合が可能であることなどの特長があるが、加振材を SUS304 板材、固定材を ADC12 板材とした加振周波数 15kHz での超音波接合において、1 点目の接合後に2 点目 を接合すると1 点目の接合が破壊される現象や、固定材 の振動モードによると推測される接合不可の位置の存在 が確認されており¹、目的の部材、接合位置に適用できな い場合も考えられる。このため、実際の製品に多点接合を 適用し、接合強度の向上を実現するには、これらの原因の 解明が必要となっている。本研究では、加振時の固定材の 振動状態を解析することにより、接合不良につながるこ れらの原因の調査を行った。

2. 実験方法

2.1 接合材料および接合方法

実験に用いた試験片を図 1 に示す。本研究では、加振 材を板厚 0.5mm の SUS304、固定材を板厚 2mm の ADC12 として、接合機(超音波工業株式会社製 USW0620G3X、 出力 600W、加振周波数 19kHz)を用いて、ホーンのロー レット加工面(4mm×4mm)を加振材に押し当てて加圧、 加振して超音波接合し、加振周波数を 19kHz とした条件 において接合不良につながる現象が生じるか調査した。 接合条件は、加圧力を 600N、加振時間を 2s とした。

また、加振時の固定材の加振方向の振動状態を明らか にするため、固定材の側面の振動をレーザドップラ振動 計(株式会社小野測器製LV-1610)により測定した。



2.2 固定材用固定治具の設計と試作

レーザドップラ振動計は、測定対象面にレーザ光を照 射し、その反射光から振動の速度を計測する方式のため、 計測時間全体にわたり反射光の所定受光レベルを確保す る必要がある。しかし、加振時に固定材が加振材との摩擦 で回転すると、測定対象面がセンサヘッドに対して傾く ため、受光レベルが著しく低下して振動が計測できない。

そこで、固定材を凹溝内に置き、片端をクランプにて固 定できる固定治具を設計、試作した。固定材の側面にレー ザ光を照射して振動を計測するため、固定材の長さやレ ーザ光の照射位置により、センサヘッド側の凹溝の壁面 を部分的に開放することができる構造とした。

また、レーザドップラ振動計から出力される信号は速 度信号であるため、これを FFT アナライザ(株式会社小 野測器製 DS-3000)に入力して1階微分の演算処理を行 い、加速度の信号に変換した。この時間軸信号について、 加振開始から0.2s後の長さ0.2sの時間の波形にFFT分析 を行うことにより、振動の大きさを加振周波数における 加速度で評価した。また、同時に受光レベルモニタ信号を 入力して、分析対象時間領域において所定の受光レベル が確保されているか確認した。

3. 実験結果および考察

試験片の振動の状態や界面の摩擦の状況が反映される 接合エネルギーと固定材上の接合位置の関係を調査した 結果を図2に示す。ここで、接合エネルギーは、接合時に 測定されたエネルギーから無負荷時のエネルギーを引い た値である。また、接合位置は、固定材の長手方向につい て、固定材の端からの距離で示した。

結果から、固定材の端から 30mm の位置において、接 合エネルギーが大きく低下することが分かった。このこ とから、加振周波数 19kHz の条件においても、固定材上 に接合不良につながる接合エネルギーが著しく低下する 位置が存在することが明らかになった。



図2 接合位置と接合エネルギーの関係

*1 現 機械情報システム課、*2 現 機械電子研究所 *3 現 ものづくり研究開発センター

次に、接合エネルギーが急落した接合位置 30mm での 接合と、接合エネルギーが最大となった接合位置 10mm での接合について、加振時の固定材の振動の大きさを測 定した。また、このときのローレット面近傍のホーンの加 振周波数における振動の大きさを測定した。結果を図3に 示す。振動の測定位置は、接合位置と同様に、固定材の長 手方向について、固定材の端からの距離で示した。

この結果から、接合位置における固定材の振動は、接合 エネルギーが大きくなる接合位置 10mm の条件ではホー ンの振動に近い大きさになり、逆に、接合エネルギーが小 さくなる接合位置 30mm の条件では著しく小さくなるこ とが明らかになった。一方、いずれの接合位置においても ホーンの振動の大きさにはほとんど違いが見られなかっ た。加振材は、加振時にはホーンのローレット加工面によ り強固にホーンと一体となり、ホーンとほぼ同じ動きで 振動していると考えられる。これらのことから、加振時に 固定材に生じる振動はホーンや加振材の振動とは逆位相 であり、固定材の振動が大きいほど加振材との摩擦が増 大し、接合エネルギーを向上させていると推測される。

また、いずれの接合位置においても、固定材に生じる振動の大きさは、固定材上の位置により大きく異なっていることが明らかになった。ホーンや加振材の振動の大きさにあまり違いがないにもかかわらず、接合位置により固定材の振動の大きさや分布が異なることから、固定材の振動は、それぞれの接合位置での固定材への強制加振条件における固定材の振動モードにより励起されていると考えられ、接合位置が固定材の振動の節の位置と重なった場合に接合が困難になっていると推測される。

実験やCAEによる振動解析を行い、設計段階で加振時 の接合材の振動状態を把握することができれば、1点目の 接合において固定材の振動の節となる接合不可の位置を 回避した設計や、2点目以降の接合において加振材と固定 材の相対運動が小さくなる位置を既接合点に設定し、そ



図3 固定材およびホーンの振動の大きさ の破壊を抑制する設計が可能になると考えられる。

4. 結言

加振時の固定材の振動の解析により、接合エネルギー が大きくなる接合位置では、ホーンや加振材とは逆位相 と推測される大きな振動が固定材に生じることが明らか になった。また、強制加振における固定材の振動モードに よると推測される振動の大きさの分布が確認された。こ れらにより、接合不可となる接合位置の回避や多点接合 時における既接合点の破壊の抑制の可能性が見出された。

参考文献

 羽柴ほか、若い研究者を育てる会「研究論文集」,28, 37-44(平成 26 年度)

キーワード:超音波接合、アルミ材、SUS シート、多点接合、振動モード

Study on Vibration Characteristics of Ultrasonic Welding

Mechanical System Section; Toshinao HASHIBA^{*1}, Naoki KANAMORI^{*1}, Toshihiko SAYAMA^{*2}, Central Research Institute; Tomoaki ISHIKURO^{*3}

The aim of this study is to clarify the mechanism of failure to join at specific positions in ultrasonic welding between aluminum and stainless steel. Junction energy and vibration of fixed material and ultrasonic horn while welding were measured. As a result of the experiment, there was the position where the junction energy remarkably decreased on fixed material, and magnitude of vibration of fixed material considered to be related to vibration mode of fixed material was significantly reduced at the position.

電子デバイスにおける界面制御技術と信頼性の向上に関する研究

電子技術課 寺澤孝志*1、本保栄治*1

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、プリンタブルの特性から、ウェア ラブル機器の電力供給源として期待が寄せられている。 一方で、OSC の構成材料が限られること、信頼性の確保 の問題を抱えている。

本研究では、新たな正孔輸送材料と最も浸透している 活性層材料を用いた OSC の高効率化について、界面制御 と信頼性の観点から検討を行った。

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、正孔輸送層、活性層、対向電極である。



図1 有機薄膜太陽電池の構造

基板は、ガラス基板(#7740、コーニング(株)を用いた。透明電極は、インジウム錫複合酸化物(ITO:99.99%、(株高純度化学研究所)を用いた。また、市販のITO付きガラス基板(ジオマテック(株)も準備した。正孔輸送層は、ポリアニリン(PAn、日東電工(株)を用いた。代表的な正孔輸送層としてポリ(3,4-エチレンジオキシチオフェン)-ポリ(スチレンスルフォナート)(PEDOT-PSS;1.3wt%水溶液、シグマアルドリッチ)を用いた。活性層には、ポリ(3-ヘキシルチオフェン-2,5-ジイル)(P3HT)と、[6,6]-フェニル C61 酪酸メチルエステル(PCBM)を用いた。共にシグマアルドリッチ製である。対向電極は、アルミニウム(Al:99.5%、(株高純度化学研究所)を用いた。

2.2 機能材料とOSC のエネルギー準位

図2(a)に、正孔輸送層に用いたポリアニリンの構造を 示す。図2(b)にOSCのエネルギー準位を示す。活性層は、 p型、n型の順次積層型が理想的ではあるが、作製技術、 生産性と変換効率のトレードオフの観点からバルクヘテ ロ接合型(P3HT と PCBM の混合用溶液による一括成膜) を用いることが多い。この場合、正孔輸送層の特性が、 OSC の変換効率に影響を及ぼすため、重要となる。本研 究では、正孔輸送層に、p型導電性高分子の PAn を用い ることを検討した。



図2 正孔輸送材料と OSC のエネルギー準位

2.3 有機薄膜太陽電池の作製と評価

透明電極 ITO(膜厚 330nm、30Ω/sq.)はスパッタリングに より成膜した。活性層は、混合溶液(クロロベンゼン:1mL、 P3HT:15mg、PCBM:12mg)を用い、窒素雰囲気ドライ ボックスでスピンコート、自然乾燥して成膜(膜厚 100nm) した。対向電極 Al(膜厚 200nm)は真空蒸着により成膜し た。正孔輸送層は、PAn 溶液(1.5wt% - NMP)を用いてスピ ンコート、乾燥して成膜(膜厚 100nm)した。PAn 膜の導電 率の調整はよう素ドーピング(常温常圧)により行った。 OSC は、特性評価用 OSC(実効面積 0.50cm²)、または大面 積 OSC(10cm²)を作製した。

太陽電池出力特性(J-V 特性、変換効率 η)は、ソーラー シミュレータ(CEP-25、分光計器株)を用いた。Xe 光源か らの光を AM1.5 フィルターに通し、校正用検知器(BS-520、 分光計器株)で校正して使用した。

3. 実験結果および考察

3.1 PAn 正孔輸送層

図3に、PAnへのよう素ドーピング時間とOSCのJ-V 特性の関係、および変換効率を示す。測定に用いたOSC は、特性評価用OSCである。ドーピング時間(1、5分)と 共に電流密度Jが増加するが、10分では電圧が低下した。 変換効率は5分で0.24%と最も良く、0分(PAnが絶縁性 の状態)で0.16%、10分(PAnが導電性の状態)で0.15%、 PAn 無し(バルクヘテロ型活性層のみ)で0.17%と、適値が あることが判った。これらのことから、PAn は電流密度J

※1現 電子デバイス技術課

の増加に有効であり、適正な状態で使用することにより 正孔輸送層として使用できることが判った。



図3 PAn のよう素ドーピング時間と OSC の J-V 特性

3.2 OSC の特性劣化

バルクヘテロ型活性層を持つ OSC は、有機物で構成されているため特性劣化が著しい。主な要因は、熱による活性層の応力変化とそれに伴うバルクヘテロ構造の変化と考えられるため、活性層にアニーリング(60°C、100°C)を行い、変換効率との関係を調べた。図4 に、活性層のアニーリング温度と OSC の J-V 特性を示す。測定に用いた OSC は、大面積 OSC である。アニーリング温度は、60°C、100°Cとし、処理時間は 10 分とした。アニーリンググ処理無し(25°C)は、正孔輸送層が PAn のものと、PEDOT-PSS(膜厚 50nm)のものを準備した。アニーリング60°Cでは、電流密度 J の増加、電圧 V の減少しが見られた。変換効率は 0.54%で 25°Cの 0.55%と同等であった。100°Cでは変換効率が 0.26%と低下した。アニーリング後(60°C、100°C)の J-V 特性の概形は、正孔輸送層にPEDOT-PSS を用いた 25°Cと同様であった。

図5に、アニーリング後の活性層のSEM 観察の結果を示 す。共に[ITO/PAn]上の活性層の画像である。25℃で は、明るい相と暗い相のドメイン構造(100nm 程度)が確認 できた。(b)の 60℃では明暗のコントラストが低下し、 100℃では、均質となった。図3のJ-V特性はバルクヘテ ロ接合の特性を反映しており、SEM 観察結果と併せて、 特性劣化の一つの要因は、熱による活性層の構造変化で あることが判った。







図5 アニーリング後の活性層の SEM 画像

4. 結言

有機薄膜太陽電池の高効率化を目指し、正孔輸送材料 の開発と、信頼性の観点から熱が OSC の特性に及ぼす影 響を調べた結果、PAn が正孔輸送層として使用できるこ と、熱による活性層の構造変化が変換効率の低下を招く ことが判った。

参考文献

1)富山県工業技術センター研究報告 31,104-105 (2017)

キーワード: 有機薄膜太陽電池、正孔輸送層、変換効率、特性劣化

Interface Control Technology and Improvement of Reliability for Organic Thin-film Solar Cell Electronic Engineering Section; Takashi TERASAWA, Eiji HOMBO

Organic thin-film solar cell (OSC) has the problem of material that the constituent material is limited to specific one and the problem of ensuring reliability that OSC initial performance cannot be sustained. For the purpose of enhancing the conversion efficiency of OSC, development of new hole transport material and investigation of cause of OSC characteristic deterioration were made. As a result, it was found that polyaniline (PAn) can be used as a hole transporting layer, and structural change of the active layer induced by heat invites deterioration of conversion efficiency.

非接触 3D スキャナによる表面形状測定の高精度化に関する研究

機械システム課 吉田 勉*1 金森直希*1 佐山利彦*2、機械電子研究所 杉森 博*3

1. 緒言

リバースエンジニア用の三次元測定機として非接触 3D スキャナが用いられる。高密度な点間隔で迅速に形状 を計測できるので、リバースエンジニアリングの用途に 適しているからである。

この測定機の精度評価方法として、JISB7440-8「座標測 定システム(CMS)の受入検査及び定期検査-第8部: 光学式距離センサ付き座標測定機」が制定されており、拡 散表面を持つ材料で、球の半径や球間距離などを計測し て精度を評価する方法が説明されているが、JIS規格に定 める方法だけでは、不十分である。測定対象が金属の場合、 光沢のため測定は困難である。そのため、白色スプレーを 塗布して表面を拡散表面としてから測定を実施している が、白色粉末の膜厚が誤差として上積みされる。

本研究では、非接触 3D スキャナの測定精度などの特性 を調べるとともに、測定機の特性を考慮した効率的な測 定手順を確立することを目標とする。本年度は、金属平面 を対象に1 ショット・スプレーレス測定の実現可能性に ついて調べたので、その詳細内容について述べる。

2. 実験方法

2.1 実験に使用した非接触 3D スキャナ

当センターでは表 1 に示 す 非 接 触 3D ス キャ ナ COMET6 を所有し、これを実 験に用いた。装置の外観を図 1 に示す。



COMET は、カメラ及びプ 図1 非接触 3D スキャナ ロジェクタを交換することにより、表1に示す測定範囲 とは、別のものとすることができるが、今回の実験では、 表1のとおりとした。表1の測定点間隔、測定精度はそ の測定範囲でのメーカ公称値を指す。

表1 実験に用いた非接触 3D スキャナの概要

型式	CARL ZEISS 社製 COMET6-16M
測定方法	稿投影カメラ方式
測定点数	1600 万点 4896×3264 画素
測定速度	1.2sec/ショット
測定範囲	81 × 54 × 40mm
測定点間隔	16µm
測定精度	±5µm

2.2 試験体

市販の機械加工(鏡面研磨加工、研削加工、切削加工)され た鋼製角材を測定対象に用いた。測定対象の表面の平面 度、表面粗さについて、触針式表面形状測定機(アメテッ ク・テーラーホブソン社製、型式 PGI1200)を用いて校正・ 測定した結果を表 2 に示す。なお、表面粗さの測定手順 は JISB0651 に準じた。

試験体	平面度	表面粗さ	表面粗さ			
加工方法	St (µm)	Ra (µm)	Rz(µm)			
鏡面研磨	0.72	0.002	0.30			
研削	7.30	0.24	1.81			
切削	17.70	0.44	2.11			

表2 測定対象試験体の表面性状

2.3 1ショット測定による平面度測定方法

JISB7440-8 には、平面度測定精度評価方法について記載されている。試験体を床上に設置し、試験体表面に対して鉛直方向にカメラを設置して測定を行う方法とある程度角度を設けた測定方法とが記述されている。

実験では、カメラは床面に対して鉛直方向に設置し、試 験体はサインバー上に設置した。サインバーにブロック ゲージを挿入することにより、試料表面に対するカメラ 観察方向角度及びプロジェクタ照射方向角度を調整した。 図 2 に角度調整方法を示す。図では、カメラ及びプロジ ェクタに対して紙面に平行な方向に角度φを設けている が、紙面に垂直な方向に角度ηを設ける場合もあった。



*1 現 機械情報システム課、*2 現 機械電子研究所、*3 現 (公財)新世紀産業機構

プロジェクタの照射にはアダプティブモードを用い、 光量は最大に設定した。

3. 実験結果および考察

3.1 鏡面研磨面が測定対象

φ=0,5,10 (°以下同様) η=0 の場合について測定実験 を行った。φ=0 の場合は測定できてなく、φ=5,10 の場 合、正反射光が照射されている箇所は測定不能で、正 反射光の照射近傍箇所のみが測定可能であった。

3.2 研削加工面が測定対象

(1)加工条痕に直角にプロジェクタを照射した場合 η=0の場合、φの値に関係なく、観察視野中央部には 強い散乱光のため測定不能部分が生じたが、その近傍 は測定可能である。η=10の場合には強い散乱光領域 が測定エリアから外れ、良好な測定が実現した。

図3に表面形状測定結果を示す。ノイズ点の散在が 認められるが、広範囲な測定実施が確認された。



図3 研削表面形状測定結果

(2)加工条痕に平行にプロジェクタを照射した場合 η=0、φ=0の場合に概ね良好な測定が認められたが、 正反射光から離れる箇所で測定できない傾向が認め られた。

3.3 切削加工面が測定対象

研削面の場合とほぼ同じであった。



図4 触針式測定機との平面度測定結果の比較

図4に、平面度測定結果を触針式測定機による結果 と合わせて示す。平面と測定点間距離の測定機誤差検 出限界は±10µmであることから、使用した測定機によ る平面度測定では20µmの誤差が見込まれる。また、 触針式測定機の触針先端の大きさに起因する溝部分 過小評価を考慮すると、図に示す触針式測定機と非接 触3Dスキャナの平面度測定結果の差は概ね妥当と考 えられる。また、研削面、切削面共にプロジェクタ照 射方法変更による平面度測定の繰返し誤差は5µm 未 満に収まった。

4. 結言

鋼製光沢平面の非接触 3D スキャナによる 1 ショッ ト・スプレーレス測定の可能性を調べた。鏡面研磨面 では実現しなかった。研削面、切削面共に表面性状の 異方性による強い散乱光で測定不能部分があったが、 隣接する広範囲なエリアで測定点が確認された。

キーワード:非接触 3D スキャナ、高精度測定、スプレーレス測定、金属光沢面

Study about High Quality Surface Shape Measurements with Non-Contacting 3D-Scanner Mechanical System Section; Tsutomu YOSHIDA, Naoki KANAMORI, Toshihiko SAYAMA, Machinery & Electronics Research Institute; Hiroshi SUGIMORI

In order to survey the properties of measurements with 3D-scanner and acquire the optimal measuring methods, this research has been carried out. Surface measurements of glossy steel surfaces with 3D-scanner have been considered to be difficult to be operated. However, the new 3D-scanners that have the efficacy to measure glossy surface shape, named 'non-spraying measuring method', have appeared these years. Therefore, the new measuring method was scrutinized using steel flat plates those surfaces were machined by various methods. Mirror surfaces were verified not to be measured by the method, however, ground or cut surfaces were confirmed to be gauged in the intrinsic conditions by it.

機械システム課 金森直希*1 (株)フルテック古村 崇

1. 緒言

荒天時にも静穏時と同様にマルチコプタを飛行させる ことができれば、風雨災害時の現地確認や各種遭難事故 への迅速な対応などの、人命に関わる社会的利益の高い 活動への適用が大いに期待できる。また、現在、様々な分 野において活用されているマルチコプタの稼働率向上に 繋がると考えられる。そこで、本研究では、台風並みの強 風時にも安定した飛行が可能なマルチコプタに関する研 究を実施した。

2. 機体構造の検討・試作

一般的なマルチコプタでは、飛行時間や積載重量を重 視して設計・製造されるため、部品の点数や重量が増加し がちな風雨対策が省かれてできるだけの軽量化などが図 られた結果、飛行可能な気象条件を平穏時のみに制限し ていることが多い。これに対して我々は、強風の中で飛行 しなければならないことを前提として、新しいマルチコ プタを開発することとした。

マルチコプタはプロペラで空気を押し下げることによ って推力を発生させることができる。複数のアームに取 り付けられたプロペラの回転数を適切に制御することに よって、空中姿勢の安定化と移動を実現している。しかし、 強風という想定外の大きな外乱によって安定化制御が可 能な範囲を超えてしまい、安定性が失われる。我々は、こ れは電子制御の改良のみでは解決できない問題であると 考え、新しいマルチコプタの機体構造を検討することと した。

具体的には、定常的な強風および突発的な強風に対し て機体の安定性を確保するべく、主に2つの視点から機 体構造および推力発生機構を検討した。ひとつは風に煽 られにくさに関するものであり、横風に対する抗力が小 さくなるように機体形状および部材配置を工夫した。す なわち、風の流れを十分に考慮して、風を機体のどこに当 ててどこへ逃がすかを検討した。もう一つは、風に煽られ てしまった際の姿勢の安定化に関するものであり、機体 の動的安定性を高める部材配置と推力発生機構を工夫し た。すなわち、バランスを失いかけた際に、バランスを保 とうとする働きを受動的および能動的に高めることを検 討した。

以上の検討結果等を踏まえ、強風実験装置(図1)を試 作して基礎的な検討を実施しながら、新しいマルチコプ タの機体を試作した。各部材の改良および各パラメータ の微調整を繰り返し、図2に示すマルチコプタを試作し た。この試作機を飛行試験させたところ、18m/s 程度の強 風の中でも安定して飛行を持続させることが可能であっ た。また、ほぼ無風の状態の場所から18m/s 程度の強風状 態の場所へ侵入させた場合においても、安定して飛行を 持続されることが可能であった。なお、国内では、平均風 速が15m/s 以上の領域を強風域、同25m/s の領域を暴風 域と呼び、最大風速が約17m/s 以上の熱帯低気圧を台風 と呼んでいる。

5. 結言

強風時にも安定した飛行を持続することができるマル チコプタを試作した。今後は、実用化を踏まえた耐風性能 および信頼性の向上に関する取り組み、および様々な用 途のマルチコプタへの応用に向けた取り組みを実施して いく予定である。



Fig. 1 Strong wind test apparatus



Fig. 2 Prototype of wind-resistant multicopter
感光性材料の開発

電子技術課 橫山義之*1 日産化学工業(株) 岸岡高広*2

1. 緒言

我々は、温度によって、吸水(室温)⇔放水(体温)を可逆 的に繰り返す温度応答性ゲルを、エレクトロスピニング 法(電界紡糸法)によってナノファイバー化する技術を開 発してきた。ナノファイバー化で得られる大きな比表面 積の効果で、温度応答性の迅速化が可能になる。

さらに、温度応答性ナノファイバーに、光による微細パ ターニング特性を付与できれば、マイクロ流体チップや 細胞培養基材上で、温度応答性ナノファイバーを自由な 位置・大きさで利用することが可能になり、応用範囲が大 きく拡がる。そこで、本研究では、ナノファイバー化した 高分子に対して、光で微細パターニングできる感光特性 を付与する手法について、詳細に検討した。

2. 実験

初めに、エレクトロスピニング法によってナノファイ バー化できる高分子に、ラジカル共重合法によって、保護 基で保護された状態のアルカリ可溶性基を導入した。そ こに、光照射で酸を生成する光酸発生剤として *N*-(Trifluoromethylsulfonyloxy)-1, 8-naphthalenedicarbimide を 加え、揮発性の高いアルコール系の溶媒 Hexafluoro-2propanol に溶解した。



*1 現 電子デバイス技術課 *2 現 日産化学(株)

次に、調製した高分子溶液を基板上にスピン塗布し感 光特性を調査した。超高圧水銀ランプの i 線(365nm)で露 光し、アルカリ性水溶液で2分間現像を行った。1J/cm²以 上の露光量で塗膜はほぼ溶解するようになり、ポジ型の 感光性を付与できていることがわかった(図 1)。また、赤 外分光分析により、感光反応を追跡した(図 2)。露光前後 で、保護状態のアルカリ可溶性基に由来するピークが減 少し、酸触媒によって脱保護されたアルカリ可溶性基に 由来するピークが新たに生成していることが確認できた。

次に、調製した高分子溶液を用いてエレクトロスピニ ング法によるナノファイバーの形成を行った(図3)。電極 間電圧7kV、電極間距離20cm、溶液濃度10%とした結果、 ファイバー径が約200nmの均一なナノファイバーが得ら えることがわかった(図4)

3. 結言

光でパターニングできる感光性と、エレクトロスピニ ング法によるナノファイバー形成能を共に有する高分子 材料を作製することができた。また、本研究の中では、得 られた感光性ナノファイバー1本1本におけるナノスケ ールでの表面形状や弾性率の測定手法の検討も、走査型 プローブ顕微鏡を用いることで行った。



図2 露光前後の赤外差スペクトル



図4 ナノファイバーの SEM 拡大図

大容量マグネシウム空気電池の開発

電子技術課 本保栄治^{*1} 高田耕児^{*2} 中央研究所 石黒智明^{*3} 三協立山(株) 三協アルミ社 小島始男 安田剛 三協マテリアル社 清水和紀 中川昭

1. 緒言

空気電池は、正極に空気中の酸素を利用することから 容量、エネルギー密度を大きくできるため、軽量な電池 を作ることができる。金属マグネシウムは、電極電位が 大きい、容量密度が大きいという特徴を持つため、マグ ネシウム合金を負極材として利用するマグネシウム空気 電池は、軽量で高性能な電池となる可能性がある。しか し、マグネシウム表面や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。

本研究では、短時間の活動に必要な電力を供給する電 源の実用化を目指して、大電力で持続的に使用すること が可能なマグネシウム空気電池の開発を目的とする。こ れまでに、大きな容量を得るのに適したマグネシウム合 金および電解液を調査し、電解液への添加物が容量増加 に有効であることを見いだした。さらに有効な添加物の 範囲を検討し、大容量なマグネシウム空気電池の開発を 行う。

2. 実験方法

2.1 測定用電池セル

負極は、汎用マグネシウム合金 AZ31 を所定の大きさ に切断し、表面を研磨して用いた。正極は、担体として 平均粒径 10μm のグラファイト、触媒として MnO₂粉末 (純度 99%)、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) に溶解したものを混合 し、ペースト化したものをカーボンペーパー (東レ Carbon Fiber Paper TGP-H-090) へ厚さ 250μm でスキージ 塗布し、90°Cで乾燥後、120°Cで熱プレスすることによ り作製した。電解液は、10%塩化ナトリウム水溶液をベ ースとし、添加剤と水酸化ナトリウムにより pH を調整 して準備した。Fig.1に測定用電池セルの概略図を示す。



図1 放電容量測定用マグネシウム空気電池セル

2.2 放電容量測定

放電容量の測定は、30mA/cm²定電流放電で負極マグネ シウム合金が完全に溶解、または電圧 10mV 以下で終了 した。反応面積は、正極が 1.0cm²、負極が 1.5cm²、正極 と負極の間隔は一定とし、電解液の量は、40ml とした。 測定は、恒温恒湿機内で 25°Cの環境で行った。

3. 実験結果

電解液として10%塩化ナトリウム水溶液における放電 容量は、1495mAhr/gと理論容量の70%程度の容量が得ら れた。電解液ヘリン酸を添加剤として、幅広い濃度にお いて pH に対する、放電容量を測定したところ、少なく とも pH 4~11 の広い範囲において放電容量を向上する 効果が認められた。Fig. 2 に pH に対する放電容量の一例 を示す。pH 3~12 の範囲で無添加の時の容量を超えるが、 特に pH 7 付近の中性で効果的であり 20%以上向上の効 果が得られた。電解液への添加物として、リン酸二水素 カリウム等の試薬でも放電容量向上の効果が確認された。



図2添加剤を加えた電解液による放電容量

4. 結言

マグネシウム空気電池において、電解液への添加剤に より放電容量を向上させることができた。今後、電池の 構造を検討し、適した用途への実用化を図る。

参考文献

1)富山県工業技術センター研究報告 No.29(2015)p.117 2)富山県工業技術センター研究報告 No.30(2016)p.115

*1 現 電子デバイス技術課 *2 現 生活工学研究所生活資源開発課 *3 現 ものづくり研究開発センターデジタルものづくり課

細胞分離システムの製品化に関する研究

電子技術課 高田耕児^{*1} 横山義之^{*2} 日本ゼオン(株) 橋岡真義 生内寿文

1. 緒言

粒子をサイズで分離するマイクロ流路チップは、標的 細胞等を分離・回収するために利用することができる。 中でも、微細な柱が一定の規則に基づいて配列された流 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方法とし て期待されている。これまで、DLD 法を利用した分離性 能の優れたマイクロ流路チップの開発²⁾、チップの量産化 等の検討³⁾を行ってきた。センターでは、このチップを利 用した細胞分離システムの研究を行った。共同研究先で は、本研究内容の市場価値を調査した。

2. 実験

チップは既報³⁾と同様であり、構造を図1に示す。例 えば Inlet 1 から標的細胞を含む溶液を、Inlet 2 からバッ ファーを流すと、Inlet 1 から入った溶液は層流となって 直進し、Outlet1から廃棄されるが、溶液中の標的細胞は DLD 法によりバッファー側へ移動して、Outlet 2 から回 収される。このチップを利用したシステムについて、シ リンジポンプ、空気圧、ガス圧の利用等を含めて様々な 検討を行った。そしてその中で手押しによるシステムを 発明し、特許出願を行った。試作したシステムの一例を 図2に示す。具体的にはチップ、シリンジ、シリコンチ ューブ等の部品を組み合わせることにより、手でシリン ジを操作するだけで、系の内圧を高め、それによりチッ プの微細流路に標的細胞を含む溶液やバッファーを送液 するものである。これにより電力不要・片手で持ち運び 可能・安価なシステムとなった。さらに標的細胞を含む 溶液とバッファーを同じ圧で押すことができるため、従 来シリンジポンプで送液していた時より安定した送液が 可能である。標的細胞を混入した溶液から、標的細胞を 分離する実験を行ったところ、90%以上の高い回収率



図1 チップの構造



図2 試作したシステムの一例(顕微鏡上に設置)

を示すことができた。また、チップに最初に液を満たす プライミングはチップの性能を確保するために重要であ るため、その検討を行った。Inlet 1 までの流路と Inlet 2 までの流路のどちらかのみが先に満たされてしまうと、 もう一方の流路に空気が残りやすくなり、最終的にチッ プの空気を抜くことも困難となるため、それを防ぐプラ イミング方法を開発した。今後より簡単なプライミング 方法についてもさらに検討を行っていく。

3. 結言

センターで開発したマイクロ流路チップを利用した細 胞分離システムの検討を行い、安価なシステムを開発し た。今後さらに改良および市場調査を進めて行く。

参考文献

Huang et al. Science 304, 987 (2004)
 富山県工業技術センター研究報告 30, 89 (2016)
 富山県工業技術センター研究報告 31, 112 (2017)

特殊メディアブラスト加工による刃物の特性改善に関する研究

電子技術課 横山義之^{*1} 機械システム課 羽柴利直^{*2} 中央研究所 川堰宣隆^{*3} (株)M&T 山下和之 山下司 タカタ精密工業(株) 高田俊一

1. 緒言

NAP 処理とは、一般的なショットブラスト加工を大き く改良したもので、特殊なメディア(投射材)の使用と吐出 圧の調整により、金属素材、非金属素材の表面に均一なナ ノ凹凸を形成する技術である。本研究では、NAP 処理に よって得られる刃物表面のナノ凹凸形状を詳細に観察す ると共に、刃物の特性改善(切削液に対する親和性や切れ 味の改善効果)に対する効果を調査した。

2. 実験

初めに、NAP 処理によって形成される微細な凹凸表面 について拡大観察を行った。ここでは、ガラス(松浪硝子 工業(株)製)、高速度工具鋼(SKH51)、超硬合金に対して、 同一条件(メディアの種類、吐出圧)での NAP 処理を行い、 走査型プローブ顕微鏡(Dimension Icon、ブルカー・エイエ ックスエス(株))を用いて、NAP 処理前後の表面凹凸形状 を観察した(図 1)。NAP 処理によって、どの素材も全面に わたって均一な凹凸が形成されており、NAP 処理前の高 速度工具鋼・超硬合金に見られた研磨痕も綺麗に除去さ れていた。また、NAP 処理によって形成される微細凹凸 の算術平均粗さ Ra は、素材によって多少異なるが、約 100nm~200nm であった。

次に、NAP 処理を行った刃物表面の切削液に対する親 和性(親水性および親油性)の評価を、接触角計(Drop Master 100、協和界面(株))を用いて行った。接触角測定は、 一般的には、少量の液滴を素材表面に静かに置き、その時 の液滴端部を通る液滴への接線と水平線とのなす角を計 測する。しかし、表面張力の大きな水を用いた場合、液滴 を素材表面に静かに置く方法では、微細凹凸の凹部の空



図1 NAP 処理前後の各素材の表面凹凸形状 (測定領域:□20µm、高さは4倍に強調して表示) 気が外に逃げないため、微細凹凸の効果を正しく評価で きなかった。そこで、水滴を30cmの高さから素材表面に 自然落下させ、微細凹凸の凹部にまでしっかりと水を入 り込ませた状態で接触角を測定した。その結果を図2に 示す。NAP処理によって、ガラス、高速度工具鋼、超硬 合金ともに、小さな接触角を示すようになり、親水性が向 上する効果が見られた。

液滴に油(シェルトナ S3 M、昭和シェル石油(株))を用い た場合は、油は表面張力が小さく微細凹凸の凹部にも+ 分入り込むため、一般的な測定方法で評価を行った。しか し、油の場合、素材表面によっては時間をかけて油滴が濡 れ拡がっていく現象が見られたので、油滴を静置してか ら10分経過後に接触角を測定することとした。また、NAP 処理を行なっていない高速度工具鋼と超硬合金に関して は、研磨痕の影響で研磨痕方向に対し平行方向には油が 濡れ拡がり易く、垂直方向には濡れ拡がり難い現象が見 られたので、接触角は両方向に対して測定を行なった。そ の結果を図 3 に示す。NAP 処理によって、ガラス、高速 度工具鋼、超硬合金ともに、小さな接触角を示すようにな り、親油性向上の効果が見られた。特に、高速度工具鋼と 超硬合金に関しては、接触角が 3°以下となり、非常に高 い親油性を付与できることがわかった。

3. 結言

刃物表面へのNAP処理によって切削液に対する親和性 向上の効果を確認した。また、NAP処理を行った刃物の 切れ味改善効果についても、各種対象物(ポリプロピレン 板、シリコーンゴム板、アルミ板等)に対する切断抵抗を 計測し評価を行った。



図2 NAP 処理による水に対する接触角の変化

接触角		ガラス	高速度工具鋼		超硬合金	
			研磨痕に 垂直方向	研磨痕に 平行方向	研磨痕に 垂直方向	研磨痕に 平行方向
	NAP処理 無	24°	10°	5°	9°	4°
	NAP処理 有	14°	1°以下		3°	

図3 NAP 処理による油に対する接触角の変化

*1 現 電子デバイス技術課 *2 現 機械情報システム課 *3 現 ものづくり研究開発センター 100 Reports of the Toyama Industrial Technology R&D Center No.32 (2018)

ウェアラブル電子材料の特性に関する研究

電子技術課 坂井雄一*1、寺澤孝志、関口徳朗 生活工学研究所 上野実、中橋美幸 (株)ゴールドウインテクニカルセンター 木村航太、高島直之、水島浩

1. 緒言

近年、生体情報の取得、冷却・加熱など、機能性を有す る衣料が求められている。また、フレキシブルかつプリン タブルな電子材料の開発も盛んになってきており、機能 性衣料への利用が検討されている。しかし、これらの電子 部品、電子材料を衣料品として適用しようとする際には、 汗、洗濯などの使用環境を考慮する必要があり、従来とは 異なる条件での計測や信頼性試験が必要となる。しかし ながら、具体的な評価基準は未確定であり¹⁾、ウェアラブ ル電子材料の電気特性の基本的な評価方法、信頼性評価 方法の確立が求められている。

機能性衣料のひとつとしてヒータを組み込むことで加 熱や保温機能を有する衣料がある。通常の抵抗加熱式ヒ ータでは目標温度に到達後、温度に合わせてヒータの ON、 OFF を繰り返す必要があるが、PTC(positive temperature coefficient)ヒータを用いると PTC 特性により、温度が上 がると抵抗が上昇し、電流値が低下、温度が下がると抵抗 が低下し電流値も上昇することから、ON、OFF すること なく温度コントロールでき、コントローラーの簡素化と 省エネ効果(長時間駆動)が期待できる。そこでフレキシ ブルな PTC ヒータの基本特性について調査した。

2. 実験方法

200mm×200mm のフレキブル材料上に 140mm× 140mmの範囲にフレキシブルなPTCヒータを形成し、 ラミネートされたサンプルについて抵抗値や設定温度 と測定温度の差を測定した。また、85°C85%RH での高 温高湿 96h 放置、-20°C1h⇔60°C1h の条件で冷熱衝撃 試験100サイクル、塩水噴霧試験24hをそれぞれ行い、 初期特性との比較を行った。

3. 実験結果および考察

周囲温度を変化させた際の PTC ヒータの抵抗値を図 1 に示す。温度の上昇にともない、抵抗値は増大し、PTC 特 性を示すことを確認した。PTC ヒータを特定の設定温度 にした際の設定温度と実測温度との差(ΔT)を図 2 に示 した。同じ設定温度でも試料により、6 から 8°C 程度の 差があり、温度ばらつきを抑える必要がある場合は厚み の均一性を高める必要があることが分かった。また、高い 設定温度ほど実測温度は設定温度よりも低くなり、高い 温度では温度が上がりにくい傾向が見られた。各種環境 試験前後の資料について設定温度を40℃にした際の、実 測温度を表1に示した。いずれの試験においても試験後 は設定温度との差が大きくなっており、試験により抵抗 値が変化したことを示唆していた。



Table 1 Measured temperature of PTC heater when the set temperature was 40 °C

	Measured temperature (°C)			
	Before test	After test		
Damp Heat	38.6	36.1		
Heat cycle	39.1	37.9		
Salt spray	40.8	42.2		

参考文献

¹⁾ 井上雅博, 多田泰徳:エレクトロニクス実装学会誌, 18 (2015) 413.

工具寿命の機上検出手法に関する研究

機械システム課 金森直希*1 羽柴利直*1、機械電子研究所 杉森 博*2 若い研究者を育てる会 田中精密工業(株) 石澤剛士

1. 緒言

切削加工に使用される工具の寿命をできるだけ正確に 推定することができれば、工具の経費を削減することに 繋がる。そこで、本研究では、エンドミル加工時のチッピ ングと呼ばれる工具破損の前兆を、CNC フライス盤の主 軸頭に設置した加速度センサの信号を使って捉える方法 を検討した。

2. 実験方法およびチッピングの確認

図1に加工実験装置の概略図を示す。鋼板(100mm角、 厚さ5mm)の側面を、エンドミルでY軸方向にAからB へ向かって切込み幅0.1mmで直線状に削ることを、チッ ピングが発生するまで繰り返した。主軸回転数は3170rpm、 送り量は0.1mm/rev、カット方向はダウンカットとし、乾 式加工とした。主軸頭に設置した加速度センサで加工中 の振動信号を検出し、サンプリング周波数6.4kHで保存 した。加工実験を行った結果、切削距離67.5~70mの間 でチッピングが発生したことが、工具の加工面粗さおよ び目視により確認できた。

3. チッピング前兆の検出方法

チッピングの前兆を加速度センサからの信号を統計的 に処理することでロバストに検知する方法を検討した。 製造現場では、良品と比べて不良品の発生が圧倒的に少 ないことから、これに適合すると考えられる手法として MT法(Mahalanobis-Taguchi Method)に着目した。MT法 の概略は、正常データ群のみを学習させた単位空間(正常



Fig. 1 Schematic view of machining equipments

データ群の特徴量から作成した相関行列の逆行列)を作 り、その単位空間から外側へ離れている(MD値が大きい、 すなわちマハラノビス距離が大きい)ものはすべて異常 とみなすというものである。加速度の生信号をそのまま 扱うのではなく、変化量および存在量と呼ばれる特徴量 へ変換して大幅に低次元化したデータを用いた。加工中 に加速度センサから得られた信号を、加工開始1秒後か ら3秒後までの2秒間分を切り出して前処理したデータ に対して MT 法を適用し、算出される MD 値の大小によ ってチッピング前兆の検出可能性を調べた。

4. チッピング前兆の検出結果

図2に、主軸頭に取り付けたX軸方向の振動を検出す る加速度センサの信号をもとに、MD 値を算出した結果 を示す。切削距離0~67.5mの区間における MD 値は、大 変小さいが、その後、急激に大きくなっている。このこと から、切削距離0~67.5m はチッピング発生前の正常域、 切削距離70~77.5m はチッピング発生後の異常域、そし て、切削距離67.5~77m はその中のどこかでチッピング が発生した境界域であると考えられ、MD 値が10~15 程 度のところに閾値を設けることで、チッピングの発生間 際の状態を検出できる可能性があることが分かった。

5. 結言

エンドミル加工において、CNC フライス盤の主軸頭に 設置した加速度センサの信号を用いてチッピングの前兆 を検知できる可能性を示した。

(詳細は、平成 29 年度 若い研究者を育てる会「研究論 文集」p.21~27 を参照)



direction

X線CTの形状計測および変形評価への応用

機械システム課 釣谷浩之*1 金森直希*1 吉田勉*1 佐山利彦*2 中央研究所 山本貴文*3 若い研究者を育てる会 コーセル(株) 朝野剣太 (株)タカギセイコー 瀧田諭

1. 緒言

近年、X線 CT 装置は、医療にとどまらず、産業分野 においても急速に利用が広がっており、例えば、樹脂製 の部品形状をX線 CT により計測し、実測データに基づ く CAE 解析を試みたもの¹⁾や、ガスタービンの形状計測 に応用したもの²⁾など、さまざまな応用研究が盛んに行 われている。また、自動車部品の形状計測に特化した X 線 CT システムの開発³⁾なども行われている。本研究で は、製品や部品の接合部が、破損に至るまでの過程を実 際の CT 観察により明らかにして、これを製品の信頼性 設計に応用することの可能性について検討した。一例と して、実際に故障が発生した直流安定化電源を対象とし、 その接合部を非破壊で観察して、損傷状況の評価、き裂 進展過程の定量化、およびその信頼性評価を試みた。

2. 実験方法

実験に用いた試験体は、縦 26.6mm×横 36.2mm×高さ 16.5mm の樹脂ケースに収められた直流安定化電源で、 隙間がゴムで封止されている。この試験体に、低温-40℃、 高温 125℃ さらし時間 30min の熱サイクル負荷を加え、 任意のサイクル数で X 線 CT により、試験体内部の基板 上のはんだ接合部の観察を行った。

3. 実験結果

Fig.1は、き裂の進展過程の一例をCT画像で示す。図は、基板に垂直で、かつリード先端に垂直な断面である。 (a)~(c)は、熱サイクル負荷を100、180、および700サイクル加えた後に取得した画像であり、同一の接合部のほぼ同一の断面を示す。180サイクル負荷後は、リード右下の角付近にき裂の発生が認められ、700サイクル後では、き裂が大きく進展していることが確認できる。

次に、CT 画像からき裂長さを計測し、き裂進展過程 の定量化を試みた。Fig. 2 は、サイクル数とき裂長さの



(a)After 100 cycles (b)After 180 cycles (c)After 700 cycles

Fig. 1 Crack propagation process in a solder joint due to thermal cyclic loading



Fig. 2 Crack propagation process in the solder joints.

関係を示す。いずれも熱サイクルの進行に伴ってき裂長 さが大きくなっており、疲労き裂が進展していることが 定量的に確認できる。このような、き裂の定量化により、 X線 CT を用いた電子基板の信頼性評価の実現が、期待 できる。

4. 結言

本研究では、製品や部品の接合部が、破損に至るまで の過程を実際の CT 観察により明らかにして、これを製 品の信頼性設計に応用することの可能性について検討を 行った。一例として、直流安定化電源を対象として、そ の破壊の原因と推定されるはんだ接合部の疲労き裂の状 態を、マイクロフォーカス X 線 CT により観察し、CT 画像によるき裂長さの計測から、信頼性評価を試みた。 その結果、取得した CT 画像からき裂長さを計測するこ とが可能であり、定量的な疲労き裂の評価により動作不 良を判定し、製品の寿命評価などの信頼性評価を行うこ とができる可能性があることが確認できた。これは、X 線 CT 装置による形状測定および変形評価の有効性を示 すものである。

(詳細は、平成 29 年度 若い研究者を育てる会「研究論 文集」pp.14-20 を参照)

参考文献

- 細川修宏ほか,平成21年度若い研究者を育てる会研究論文集,pp.15-22.
- 2) 定岡紀行,日本ガスタービン学会誌,33,2(2005),pp. 86-91.
- 3) 石井博行ほか,精密工学会誌, 89, 4(2003), pp. 473-476.

*1 現 機械情報システム課、*2 現 機械電子研究所、*3 現 ものづくり研究開発センター

有機無機ペロブスカイト太陽電池の開発

電子技術課 本保栄治*1 横山義之*1 高田耕児*2 寺澤孝志*1

若い研究者を育てる会 コーセル(株) 宮崎幸輝 富山県立大学 松田敏弘

1. 緒言

太陽電池はクリーンなエネルギー源として有望である。 中でも、有機無機ペロブスカイト結晶を光吸収に用いる 太陽電池は、エネルギー変換効率が急速に向上し、溶液 塗布により形成が可能であることが特徴である。一方フ レキシブル、軽量等の特性を持つ太陽電池は、ウェアラ ブル機器の小型電源等の用途への応用が期待されている。

本研究では、有機無機ペロブスカイト太陽電池につい て、フレキシブル化に有用である低温での各層の成膜方 法と太陽電池特性への影響を検証した。また、樹脂基板 上に太陽電池を作製し、フレキシブルな太陽電池の試作 を行った。

2. 実験方法

2.1 有機無機ペロブスカイト太陽電池の構造

有機無機ペロブスカイト太陽電池の構造を Fig. 1 に示 す。構成要素は、①基板、②負電極、③電子受容層、④ ペロブスカイト層、⑤ホール伝導層、⑥正電極である。 基板と負電極は、ITO 膜付きガラス基板(シート抵抗値: 10Ω/sq)を用いた。電子受容層は、Ti をターゲットとし て、反応性スパッタ成膜による TiO₂ 膜を用いた。ペロブ スカイト層は DMF(N,N-ジメチルホルムアミド)と DMSO(ジメチルスルホキシド)の混合溶液に、PbI₂(よ う化鉛)と CH₃NH₃I(よう化メチルアンモニウム)を溶 かした溶液を用いてスピンコートで成膜した。ホール伝 導層は、p,n-Spiro-OMeTADとトリスコバルト(III)トリス イミド、4-tert-Butylpyridine、ビススルホンイミドリチウ ムの混合溶液を用いてスピンコートで成膜した。正電極 は抵抗加熱真空蒸着による Au 膜を用いた。

2.2 太陽電池特性の評価方法

太陽電池の力測定は、ソーラーシュミレーターを用い て、AM1.5、1000W/m²、セル面積 1cm²の条件で行った。



Fig. 1 Structure of organic-inorganic perovskite solar cell

3. 実験結果

本研究において、次の結果が得られた。

(1) 電子受容層の TiO₂層はスパッタ条件の中でガス圧
 (Ar: O₂比、全圧)を緻密な膜と多孔質な膜を作り分け
 ることが可能である。

(2) ペロブスカイト層の成膜において、スピンコート の際に貧溶媒を滴下することで急速な結晶成長を促す高 速結晶堆積法(FDC法)を行うことにより、緻密で平滑 なペロブスカイトを得ることができた。

(3) 本研究の太陽電池構造において、太陽電池として 発電している J-V 特性を得ることができた。樹脂基板と して ITO 付き PEN 基板を用いて太陽電池の試作を行っ たところ、Fig. 2 のようにガラス基板と同等の性能を得 ることができた。

(4) TiO₂ 層を緻密なものから多孔質なものにすること で、Fig. 3 に示すように変換効率が向上した。



Fig. 2 J-V curves of solar cells on varied substrate





(詳細は、平成 29 年度 若い研究者を育てる会「研究 論文集」p.1~6 を参照)

厚膜型圧電振動発電素子の開発に関する研究・Ⅲ

電子技術課 坂井雄一^{*1}、寺澤孝志 若い研究者を育てる会 北陸電気工業㈱ 櫻井雅崇 富山大学 西村克彦

1. 緒言

IoT の課題のひとつとしてセンサ類の電源確保があり、 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 えるエネルギーハーベスト(EH)技術がその解決策とし て注目されている。これまで、圧電体セラミックスを用い た EH 用の発電素子の作製について検討し、昨年度まで イットリア安定化ジルコニア(YSZ)および金属基板(イ ンコネル)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¹⁴⁾。しかしながら、評価用素子というこ とで、実際にセンサを動作させるにはサイズが不十分で あった。また、焼成工程を全部で5回繰り返すことから 作製工程が複雑という課題があった。

本研究では、素子のサイズアップによる出力電力の増 大、工程の簡素化を検討し、EH 用素子として利用するこ とを目的とした。

2. 実験方法

基板材料として、YSZ、インコネルを使用し、下部電極 材料として Ag-Pd (Ag:Pd 比=8:2)を用いた。基板は 76×22×0.2mm のサイズのものを使用した。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。これまでどおり、下部電極、圧電層(3 層)、上部電極、それぞれの工程について印刷、乾燥、 焼成を行い、合計5回の焼成を行って素子を作製した。 これ以外に、工程数削減と金属基板へのダメージ低減 を目的として下部電極、圧電層、上部電極をすべて印 刷したあとに1回の焼成で素子を作製した。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。作製した素子を回転ポンプに取り付けて、 回転ポンプの振動を用いた発電実験を行った。

3. 実験結果

作製した素子の電気特性を表1に示す。YSZ 基板を用 いて合計5回の焼成を行った素子を5F-YSZ、インコネル 基板を用いて合計1回の焼成を行った素子を1F-INCと いったように記載した。発電量は低下するものの焼成回 数を5回から1回に減らすことが可能であった。インコ ネル基板では5回焼成では酸化膜の形成が原因で素子の 作製は困難であったが、1回焼成ではYSZ 基板には劣る ものの発電が可能であった。また、作製した素子を回転ポ ンプに取り付けて、回転ポンプの振動を用いた発電実験 を行った。振動素子を無線センサタグに取り付けて、隣室 に置かれた PC でのデータ取得を試みたところ、表1に 示した3種類の素子はいずれも問題なくデータを受信す ることができた。1F-INCを用いて取得した温湿度データ を図1に示す。データの欠落は見られず、安定して電力 を供給していることが確認でき、素子のサイズアップと 作製工程の大幅な低減が可能となるとともに実際に無線 センサを駆動、データの送信が可能であることを示した。 詳細は、平成29年度若い研究者を育てる会「研究論文集」 pp.1-7を参照。

Table 1 Electric properties of prepared EHs

	<i>-g</i> ₃₁ (Vm/N)	<i>-d</i> ₃₁ (pm/V)	最大発電量 (錘なし) (µW)	最大発電量 (錘あり) (µW)
5F-YSZ	9.9	54	453	701
1F-YSZ	6.8	32	250	564
1F-INC	7.9	24	136	226



Fig. 2 Measured temperature and humidity data by the radio communication test using 1F-INC

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) 2806.

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.

4) 今井 他: 平成 28 年度若い研究者を育てる会研究論文集
 (2017) 1.

ウェアラブル電源の開発 I

電子技術課 寺澤孝志^{*1}、坂井雄一^{*2}、本保栄治^{*1}、関口徳朗^{*1} 機械電子研究所 杉森 博、中央研究所 岩坪 聡^{*3} 若い研究者を育てる会 コーセル(株) 林 大志、立山マシン(株) 渡辺涼太

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正孔 輸送層(PAn)、④活性層(P3HT、PCBM)、⑤対向 電極(Al)である。図2に新たに正孔輸送材料として 用いたポリアニリンを示す。OSCの評価(J-V特性、 変換効率)は、ソーラーシミュレータ(CEP-25、分光 計器㈱)を用いて行った。



図1 OSCの構造



3. 実験結果

OSCの構成材料の検討、試作、特性の評価を行った 結果、以下のことが判った。

(1) ITOの抵抗値と変換効率の関係では、ポーラス
 構造のITO(10Ω/sq.)で作製した大面積ガラス基板
 OSC(10cm²)で変換効率0.55%を得た(図3)。

(2) 緩衝層材料としてPAnを検討したところ、均 質な正孔輸送層膜を得ることができ、大面積ガラス基 板OSCで電流密度3.2mA/cm²を得た。PAnは、緩衝層材

*1 現 電子デバイス技術課、*2 現 商工企画課、*3 現 製品・機能評価課

料として使用できることが判った。

(3) ITO付きPET基板 (20Ω/sq.)を用いて大面積 PET-OSC (10cm²)を作製、評価したところ、変換効 率0.34%を得た。ガラス基板OSCに劣るものの、6割程 度の変換効率を確保できた(図3)。



(4) ウェアラブル小型電源の検討では、ウェアラブ ル機器、低電圧DC-DCコンバータ、本研究で開発した OSC、PET-OSCを用いて、ウェアラブル機器への充電 を検討した。



図3 大面積PET-OSC(左)、ウェアラブル小型電源(右)

4. まとめ

ウェアラブル小型電源の開発を行ったところ、実用 化に向け多くの知見(正孔輸送層、PET-OSC、電源の 構成)を得ることができた。

(詳細は、平成29年度 若い研究者を育てる会「研究 論文集」pp.36-42参照)

超音波接合における接合材の振動特性に関する研究

機械システム課 羽柴利直*1 金森直希*1 中央研究所 石黒智明*2 若い研究者を育てる会 三協立山(株) 三協アルミ社 盤若秀明

1. 緒言

超音波接合の実用例のほとんどが薄物形状、軟質金属 同士の接合での利用に留まっている。本研究では、加振 材を厚物部品形状や硬質材料とした場合のホーン形状を 含む接合方法を検討し、接合の可能性について調査した。 特にここでは、アルミニウム押出し材をベースに様々な 部品が複合化し、多様な性能を要求される建材に注目し、 建材分野において表面処理アルミニウムとして多用され ている Al-Mg-Si 系合金 A6063S-T5 を固定材とした同種 材料接合および異種材料接合を検討した。

2. アルミリベット接合

2.1 接合材料および接合方法

平板へのリベットの接合では、加振材の厚さに相当す る軸長さが非常に大きいことから、接合界面にホーンの 振動が十分に伝わらず、接合が困難になると考えられる。 そこで、加振材をアルミリベットとし、A6063S 平板へ の接合を検討した。

リベット接合用のホーンとして、内側に円柱空間を有 するホーンを作製し、この空間に、リベット軸部を黄銅 製中空ロッドとともに挿入して、加振した。

2.2 実験結果および考察

図 1 に、接合条件と接合強度の関係を示す。加圧力 400N、800N では、加振時間に対し強度が大きく増加す る傾向がみられ、一部の加振時間条件においては、加振 材の引張強さ規格値(55MPa 以上 95MPa 以下)に近い 値または同等値を示した。接合面積は加圧力100N、200N と比較して小さくなったことから、接合面積を大きくで きれば、実用的な接合力が得られると考えられる。



図1 リベットの接合強度の測定結果

3.1 接合材料および接合方法

建材製品において、アルミニウム部材にセラミックス 部品を接合することにより、耐摩耗性等を付与できると 考えられることから、A6063S 平板へのセラミックス(ア ルミナ、ジルコニア)の超音波接合を検討した。ここで、 セラミックスを加振する場合、ホーンのローレットの加 振材への食い込みが期待できず、ホーンの破損にもつな がる可能性が高いことから、加振材の形状については、 接合界面において点接触による加圧力の集中が期待でき るビーズ(球体)として、これを加振するため、円すい 形状の穴を有するホーンを試作して、接合を試みた。

3.2 実験結果および考察

接合試験の結果、ビーズ単独では、接合可となる接合 条件を見出すことができなかったが、固定材との接触面 が平面となるように研磨加工を行ったビーズでは、特に 低加圧力の条件において、平均出力は改善した。このこ とから、加工した平面により加振時にビーズの回転が抑 制され、接合界面での摩擦状態が改善したと考えられる。

また、加振材と固定材の間~インサート材を挿入する ことによる接合改善の可能性を調査した結果、接合に至 る水準が確認され、インサート材が厚いほど接合可であ った場合の強度が高くなる傾向が見られた。

4. 接合メカニズムの調査

アルミナビーズとアルミニウム合金平板の接合が困難 であったことから、この組み合わせにおける接合性の改 善のため、A1050 平板を加振材とし、アルミナワッシャ の平面部に超音波接合を行った界面を深さ方向に分析し、 接合のメカニズムの調査を試みた。その結果、接合時に 加振材のA1050 中の金属アルミが酸素と反応して化学結 合が生じたと推測される領域が確認された。

5. 結言

アルミリベット、セラミックスビーズを加振材とする 超音波接合の可能性を調査した結果、いずれも実用的な 接合強度が得られる可能性が確認された。

(詳細は、平成 29 年度若い研究者を育てる会「研究論文 集」 p.28~35 参照)

富山県産業技術研究開発センター研究報告

Nº32 2018

発行日 平成 30 年 7 月 31 日

発行 富山県産業技術研究開発センター 企画管理部・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 富山県産業技術研究開発センター 企画管理部 企画調整課 〒 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/