REPORTS OF THE

Toyama Industrial Technology Research & Development Center

Nº33 2019

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 ものづくり研究開発センター

□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·······1
ものづくり研究開発センター	
製品・機能評価課	岩坪 聡
ものづくり基盤技術課	寺田堂彦
デジタルものづくり課	川堰宣隆
(株)スギノマシン	大坪雅之、森本裕輝、小倉孝太
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
製品・機能評価課	岩坪 聡、宮田直幸
機能素材加工課	山岸英樹、柿内茂樹
(株)スギノマシン	原島謙一、佐藤 章、徳道世一
エレクトロスピニング方式によるナノファイバース	下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3
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、吉田 巧、野尻智弘
□科学研究費補助金	
	解明と疲労損傷非破壊評価技術の確立4
機能素材加工課	山岸英樹
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
機能素材加工課	大永 崇
京都大学	嶋田 裕
富山大学第2外科	藤井 努
東京大学消化器内科	大塚基之
1滴の血液中にある1個の血中循環腫瘍細胞を捕捉	
ものづくり基盤技術課	
機能素材加工課	大永 崇
集束イオンビームによるダイヤモンド工具の高機能	だ化と表面機能創生への応用 ·······7
デジタルものづくり課	川堰宣隆
食道癌における血液循環癌幹細胞の免疫応答回路	機構解明による転移制御法の確立
機能素材加工課	大永崇
富山大学第2外科	藤井努

改良型 CTC チッ	,プを新たに用いた大腸癌 CTC のか	ぶんマーカー開発	9
	機能素材加工課	大永 崇	
	順天堂大学大学院下部消化管外科学		
□公益財団法人	タナカ財団助成事業		
		≶技術の開発 ⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯⋯	10
	機能素材加工課	佐藤智	
□公益信託飴久	晴富山県内大学等研究助成金		
自動車用ハイサ	イクル生産に対応したサーボプレス	マを用いた高速成形高強度異材接合技術の開発	11
		山岸英樹、柿内茂樹、佐藤 智	
	ものづくり研究開発センター	富田正吾	
ロフロンティア			
オール樹脂化し		£展開·····	12
	材料技術課	大永 崇	
	富山大学工学部	加賀谷重浩	
口制品機能配価	· CNF 試作拠点技術研究		
		高機能性ゲルの開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	14
		岩坪、聡、丹保浩行	17
	デジタルものづくり課		
) •) / · O · › · · () #/K	/ 'F&E.I.Z	
リアクティブプ	ロセッシングによるセルロースナノ	ノファイバーと樹脂の複合化	16
		水野 渡、寺田堂彦、川野優希	
セルロース混合	可塑化成形装置を用いたセルロース	スナノファイバーの前処理方法の検討	18
	ものづくり基盤技術課	川野優希、寺田堂彦、水野渡	
	づくり未来技術創出事業		
高融点・難加工を		発	20
	デジタルものづくり課	山本貴文、氷見清和	
コンピューティ	ングエデリングを活田した伝統産業	美支援のための新商品開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	22
-V	・デジタルものづくり課		22
		山門子。	
レーザを用いた	各種材料の表面修飾		24
	デジタルものづくり課		
□経常研究			
摩擦攪拌接合に	よるアルミニウム合金と銅合金の接	妾合技術の開発	26
	機能素材加工課	柿内茂樹、山岸英樹、佐藤 智	
	製品・機能評価課	清水孝晃	
	デジタルものづくり課	氷見清和	
	ものづくり研究開発センター	富田正吾	

距離画像による衛生	上管理に向けた手の動作検出に関	する研究28
	品・機能評価技術課	
生	活工学研究所	塚本吉俊
強ひずみ加工による	る軽金属材料の高強度化技術の開	発30
機	能素材加工課	佐藤 智、山岸英樹、柿内茂樹
製	品・機能評価課	清水孝晃
1. 遊っトラ人屋)	・特別の技人	32
	: 倒脂の接合 !品・機能評価課	
	能素材加工課	
		石黒智明
/	777V 607 7	有無有 的
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34
	のづくり基盤技術課	
		属鋳造に関する研究36
テ	ジタルものづくり課	氷見清和、住岡淳司、山本貴文、石黒智明
	+) ~ 月月 上 マ <i>丁丁か</i>	20
		38 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
	品・機能評価課	宮田直幸、佐々木克浩
カーボンナノファイ	イバー /アルミニウム複合ホオキムの	開発40
		丹保浩行、清水孝晃、岩坪 聡
	ジタルものづくり課	
	能素材加工課	柿内茂樹
	械電子研究所	角田龍則
179		/ /
口企業との共同研究	5 1	
バイオマス材料とこ	プラスチックの複合化研究とその	高付加価値化の検討42
ŧ	のづくり基盤技術課	水野 渡、川野優希
テ	ジタルものづくり課	住岡淳司
(*	朱)O-Fit	山本登、中山大樹、小倉憲太、奥澤智大
香気成分の抽出及び	冷成に関する研究	43
ŧ	のづくり基盤技術課	山崎茂一
生	活工学研究所	吉田 巧
(才	育)アンティアンティ	宮崎 真、蜂矢志保実、近藤頼子
麻焼棚小プートラク	COMの主工事所共用によって話点	
		類ロールの開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
	能素材加工課	柿内茂樹、山岸英樹、佐藤 智
		清水孝晃
	のづくり研究開発センター	
+	越合金鋳工(株)	谷 真一、本吉史武、藤丸陽一、木曽夏輝、土肥祐輝

電磁場を付加し	た新固相接合法の研究	45
	機能素材加工課	柿内茂樹
	ものづくり研究開発センター	富田正吾
	(株)WISE 企画	榎本正敏
站完燃田卓础由	アルミーウム全条の言油虚学試験に	- 関する研究 ········46
则企物,		- 山岸英樹、柿内茂樹
	ものづくり研究開発センター	
		河合真二、鹽津陵雅、冨田 最
実用アルミニウ		接合不完全部の疲労特性への影響調査 47
	機能素材加工課	柿内茂樹、山岸英樹
	ものづくり研究開発センター	
	三協立山(株) 三協マテリアル社	
	(一社) 軽金属溶接協会	FSW 技術委員会
難削材加工用工	ンドミルの開発	48
	デジタルものづくり課	
	本田精密工業(株)	本田拓也、天池一志
白動車田構造部	材のアルミ化推進のための高精度:	高生産レーザシステムの開発49
	製品・機能評価課	
	機能素材加工課課	
	ものづくり研究開発センター	
		巾嶋雅大、史 辰暁、高長昌志、須川貴博、砂 博信
ポリアミド酸の		50
	ものづくり基盤技術課	
	北陸電気工業株式会社	今村徹治、古越亮平、山口善紀
固固相転移物質	の三次元積層造形適応型蓄熱技術の)実現性評価 ······51
	デジタルものづくり課	山本貴文
	機械電子研究所	釣谷浩之、中村陽文
	(国研) 宇宙航空研究開発機構	金城富宏、柴野靖子、澤田健一郎、小川博之
セルローフナノ	ファイバーを配会したプラスチぃゟ	・材料の開発
		水野 渡、寺田堂彦、川野優希
		田中裕之、橋場洋美、林 優衣

II 生活工学研究所

□科学研究費補助金

マイクロ流体デ	バイスによる循環がん細胞除去法の 生活資材開発課 富山県立大学	つ開発····································
	群馬大学	横堀武彦
ウクシルが序	ルグmu5+kk分と+19.1/ケナ. =T分と)ァーナフ. エ.)	ジノ ム 田 エの創御
女生な尤指療・	光細胞機能操作を可能にするエノ- 生活資材開発課	-バイオ界面の創製54 高田耕児
	富山県立大学	村上達也
血中循環癌細胞		欠世代統合精密治療法の開発55
	生活資材開発課	高田耕児
	鹿児島大学	杉浦 剛
口腔癌における	循環癌細胞の分離による個別化治療	寮法の開発
	生活資材開発課	高田耕児
	鹿児島大学	山下麻由美、杉浦 剛
精子運動性の制		り開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
	生活資材開発課	高田耕児
	岡山理科大学	松浦宏治
血中に存在する	リポタンパク質の異所利用:加齢	黄斑変性の点眼治療法開発に向けて ······58
血中に存在する	リポタンパク質の異所利用:加齢責 生活資材開発課	黄斑変性の点眼治療法開発に向けて
血中に存在する		
	生活資材開発課富山県立大学	高田耕児
□フロンティア	生活資材開発課富山県立大学研究推進事業	高田耕児村上達也
□フロンティア	生活資材開発課 富山県立大学 研 究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不紹	高田耕児 村上達也 敵布の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
□フロンティア	生活資材開発課 富山県立大学 研 究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不編 生活資材開発課	高田耕児 村上達也 織布の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
□フロンティア	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不給 生活資材開発課 生活工学研究所	高田耕児 村上達也 総布の開発
□フロンティア	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不紹 生活資材開発課 生活工学研究所 ものづくり研究開発センター	高田耕児 村上達也 ************************************
□フロンティア	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不紹 生活資材開発課 生活工学研究所 ものづくり研究開発センター	高田耕児 村上達也 総布の開発
□フロンティア	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不紹 生活資材開発課 生活工学研究所 ものづくり研究開発センター	高田耕児 村上達也 ************************************
□フロンティア 衛生害虫忌避及 □経常研究	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不紹 生活資材開発課 生活工学研究所 ものづくり研究開発センター	高田耕児 村上達也 総布の開発
□フロンティア 衛生害虫忌避及 □経常研究	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不紹 生活資材開発課 生活工学研究所 ものづくり研究開発センター 農林水産総合技術センター	高田耕児 村上達也 総布の開発
□フロンティア 衛生害虫忌避及 □経常研究	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不能 生活資材開発課 生活工学研究所 ものづくり研究開発センター 農林水産総合技術センター スポーツウェアの設計に関する研究 生活科学課 生活工学研究所	高田耕児 村上達也 総布の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
□フロンティア 衛生害虫忌避及 □経常研究	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不紹 生活資材開発課 生活工学研究所 ものづくり研究開発センター 農林水産総合技術センター スポーツウェアの設計に関する研究 生活科学課	高田耕児 村上達也 総布の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
□フロンティア 衛生害虫忌避及 □経常研究 夏用プロテクト	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不給 生活資材開発課 生活工学研究所 ものづくり研究開発センター 農林水産総合技術センター スポーツウェアの設計に関する研究 生活科学課 生活工学研究所 企画管理部	高田耕児 村上達也 総布の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
□フロンティア 衛生害虫忌避及 □経常研究 夏用プロテクト	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不続 生活資材開発課 生活工学研究所 ものづくり研究開発センター 農林水産総合技術センター と活科学課 生活工学研究所 企画管理部	高田耕児 村上達也 総布の開発
□フロンティア 衛生害虫忌避及 □経常研究 夏用プロテクト	生活資材開発課 富山県立大学 研究推進事業 び農業害虫防除ナノファイバー不給 生活資材開発課 生活工学研究所 ものづくり研究開発センター 農林水産総合技術センター スポーツウェアの設計に関する研究 生活科学課 生活工学研究所 企画管理部	高田耕児 村上達也 総布の開発

体型再現可能な寸	法可変ボディの開発	65
	生活科学課	上野 実、浦上 晃
スポーツウエア評		67
		浦上 晃、上野 実
	ものづくり研究開発センター	溝口正人、住岡淳司
マーカリンが田山		69
	- ホータの開発 生活資材開発課	
	生活科学課	塚本吉俊、浦上 晃
口企業との共同研	究	
		71
	生活資材開発課	
	ものづくり研究開発センター	丹保浩行
	日本ゼオン株式会社	
		ならびに量産化研究・・・・・・ 72
	生活資材開発課	
	生活工学研究所	
	ものづくり研究開発センター	
	第一編物株式会社	奥野一詩、小林佳史
ナノファイバーな	・田いた医薬リー 医薬如外 早む ト プト	・ 化粧料の商品開発・・・・・・・・・・・73
	・ハベーと楽品、と楽品が品わるし ものづくり研究開発センター	
	生活工学研究所	
	生活資材開発課	
	則田梁而上耒休八云任	大久保功一、栄 哲、ニルカアベワルダナ

Ⅲ 機械電子研究所

□科学研究費補問	助金			
微細構造を制御	した高性能な非鉛系圧電セラミック	スの作製…		······7
	電子デバイス技術課	角田龍則		
	富山県立大	中田直也、	松田修人、	唐木智明
□経常研究				
チューリップの	撮影画像による病気判定		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	·······7
	機械情報システム課	金森直希、	釣谷浩之	
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		7
	機械情報システム課	釣谷浩之、	金森直希	
	機械電子研究所	佐山利彦		
温度応答性ナノ	ファイバーシートの高強度化技術の	開発		7
	電子デバイス技術課	横山義之		
	ものづくり研究開発センター	寺田堂彦		
マグネシウム空	気電池の二次電池化			8
	電子デバイス技術課	本保栄治、	角田龍則	
セルロース基成	形体に関する研究			8
	電子デバイス技術課	早苗徳光		
	生活工学研究所	金丸亮二		
アルミ材への SU	JS シートの超音波多点接合に関する	5研究		8
	機械情報システム課	羽柴利直、	金森直希	
	機械電子研究所	佐山利彦		
	ものづくり研究開発センター	石黒智明		
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	8
	電子デバイス技術課	寺澤孝志、	本保栄治	
非接触3Dスキュ	rナによる三次元表面形状評価に関	する研究 …		8
	機械情報システム課			
酸化物系固体電腦	解質を採用した厚膜二次電池の開発	£		9
	電子デバイス技術課	角田龍則、	本保栄治	
高重量比特性部	材のための CAE を活用した 3 次元・	中空構造の	研究	9
	機械情報システム課	中村陽文、	金森直希	
	機械電子研究所	佐山利彦		
	ものづくり研究開発センター	山本貴文		

口企業との共同	研究					
感光性材料の開	発					 95
	電子デバイス技術課	横山義之				
	日産化学(株)	岸岡高広				
丁旦寿命給出シ	ステムのための振動信号分離・抽出	技術の開発				 96
	機械情報システム課	金森直希				70
	田中精密工業(株)		酒井秀仁			
	H THE TAKEN	D1+131-77	10/1/31			
□若手研究者育						
曲面用外観検査	手法の研究					 97
	機械情報システム課	金森直希、	中村陽文			
	ものづくり研究開発センター	溝口正人				
	若い研究者を育てる会					
	田中精密工業(株)	石澤剛士				
CAE を用いた振	動解析の信頼性評価への応用					 98
C1 IL 2/11 / / C1/11	機械情報システム課					70
	機械電子研究所		41701457	亚州亞1117	111////	
	ものづくり研究開発センター					
	若い研究者を育てる会	111/1/17				
	(株)タカギセイコー	稲垣友大				
	北陸電気工業(株)	村井慎介				
成果州十ノファ	イバーを用いたフレキシブルな透明	日道電パター	- シェの作制			00
	イノ・・を用いたプレインブルな過り 電子デバイス技術課		本保栄治、			99
	若い研究者を育てる会	供山我心、	平	円山肥烈		
	コーセル(株)	槇正史				
	富山大学	西村克彦				
	田川八子	四门元/多				
超音波接合にお	ける接合材の振動特性に関する研究	분- II ···········				 100
		羽柴利直、	吉田勉、	中村陽文		
	ものづくり研究開発センター	石黒智明				
	若い研究者を育てる会					
	コーセル(株)	藤田直希				

viii

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 製品・機能評価課 岩坪 聡*1 ものづくり基盤技術課 寺田堂彦*2、デジタルものづくり課 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 ため、それらのナノファイバー材料開発を行った。

本年度は、セルロースナノファイバー(CNF)とシルクナノファイバー(SNF)を使用した混合サンプルと、それらのナノファイバーの生分解性確認を行った。

2. 実験方法

バイオマスナノファイバーには、(株)スギノマシンの "BiNFi-s"を用い、化粧品を試作した。試作した化粧品の 物性評価は、回転式粘度計とレオメーターを用いた。

3. 実験結果および考察

3.1 スキンケアベース材としての機能検証

CNF と SNF を混合させ、粘度計測を行った。触感変化は、ファイバー化していない未処理原料や一般的に化粧品で用いられる増粘剤とナノファイバーを混合したサンプルで比較した。

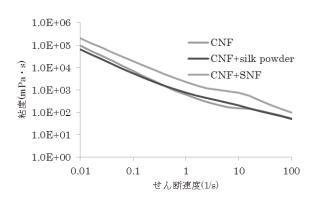


図1 CNF,SNF 混合体の粘度曲線

図1に粘度のせん断速度依存性を示す。ナノファイバー混合体の粘度値は上昇し、触感評価ではナノファイバー添加は、より"しまった"感じになった。これがナノファイバー添加特有の触感になると考えられた。

3.2 複合化スキンケア材料の評価

保湿成分のグリセリンやブチレングリコールを加えた 保湿剤処方に CNF と SNF を添加した。この添加により 肌への保持が未添加品よりもよくなった。同濃度の CNF と SNF で水分保持能を比較した場合には、SNF 添加品の方が、より長時間水分保持できることが確認できた。

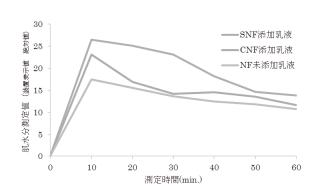


図2 NF添加した試作乳液の肌水分への保持効

さらに、ナノファイバー化による生分解性の変化を調べるために、活性汚泥を使った分解実験を実施した。図3に、その結果を示す。ナノファイバー化により、分解速度が速まり、溶存酸素量の低下が大きくなった。

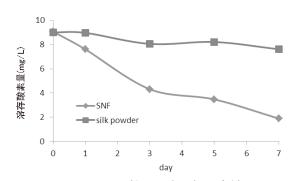


図3 SNF、シルク粒子の生分解測定結果

4. 結言

今年度は、2種のナノファイバーを混合したサンプルの物性評価と、ナノファイバー添加乳液での水分評価を行い、ナノファイバー添加の有効性を示した。また、ナノファイバー化によって、生分解性も向上することが確認できた。今後も、ナノファイバーの用途開発を進めていく予定である。

*1 現 デジタルものづくり課、*2 現 生活工学研究所、*3 現 商工企画課

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 製品・機能評価課 岩坪聡*¹ 宮田直幸 機能素材加工課 山岸英樹 柿内茂樹*² (株)スギノマシン 原島謙一 佐藤章 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かった。そこで、本研究では電気化学的分散技術と機械的分散技術の複合処理が有効であると考え、微粒化装置に液中プラズマチャンバー加えた装置を開発した。本年度は、その液中プラズマチャンバーのプラズマ発生率を向上させるため、高圧噴射時に発生するキャビテーション気泡の数密度分布の調査、電極位置の見直しを行った。

2. 実験方法

液中プラズマチャンバーでは、高圧噴射時に発生する キャビテーション気泡を利用して液中プラズマを発生させている。そのため、液中プラズマを発生させる電極を キャビテーション気泡の数密度が高い領域に設けれることで、液中プラズマの発生率を向上できると考えた。そこで、本研究では、高圧噴射時に発生するキャビテーション気泡を可視化できるように装置を改良し、噴射圧力時に発生するキャビテーション気泡の数密度分布を調べた(図 1)。

3. 実験結果および考察

図 2 に噴射圧力 150MPa において発生したキャビテーション気泡群の状態を、図 3 に 245MPa の状態を示す。発生したキャビテーション気泡は、数密度が高いほど白く見えるので、150MPa ではオリフィスの噴射口から 50~100mm、245MPa では 50~120mm の領域で数密度が高いことがわかった。キャビテーション気泡は、オリフィスの噴射口から距離が近いほど数密度が高くなる傾向があったが、距離が近すぎると噴流によって電極が壊食する可能性があるため、液中プラズマチャンバーの電極位置はオリフィス噴射口から 110mm の位置が最適と考えられた。

4. 結言

本年度は、液中プラズマチャンバーの電極位置を最適 化することができた。今後も継続して、装置の改良に努 めていく。

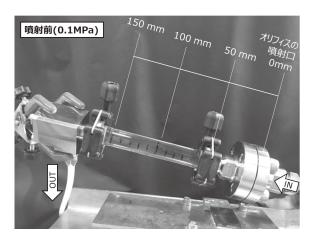


図1 実験装置 (高圧噴射前)

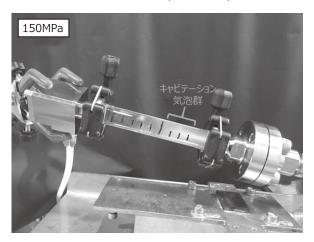


図2 噴射圧力 150MPa で発生するキャビテーション気泡

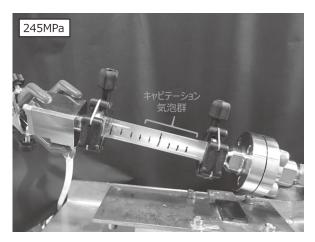


図 3 噴射圧力 245MPa で発生するキャビテーション気泡

*1 現 デジタルものづくり課、 *2 現 企画調整課

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

ものづくり研究開発センター 成瀬大輔、生活工学研究所 所長 金丸亮二、

生活資材開発課 吉田巧 野尻智弘

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、強い圧力を受けた時や、潜在など界面活性剤が含まれた液体に対し、防水性が著しく低下し、水漏れを起こすことが問題となっている。そこで、ナノファイバーの原料となる樹脂溶液中に撥水性あるいは撥油性の高い添加剤を混練することで、水圧や石鹸などに対しての洗濯耐性を向上し、より汎用性の高い医療用材料を開発することを目的とする。また、これらの混練ナノファイバーについて連続式ナノファイバー生産装置での長時間紡糸が可能であることを確認する。



Fig. 1 ナノファイバー連続紡糸装置

2. 実験方法

ナノファイバーの材料樹脂となる PVDF 樹脂溶液中に、 撥水機能を有する添加剤を添加して混練、分散した後、 マルチノズル式のナノファイバー連続量産装置を用いて 機能性ナノファイバー不織布を作製した。加えた添加剤 は、撥水撥油剤、シリコンオイル、カルナバ蝋を選択し た。このうち、カルナバ蝋は溶剤に不溶の固形粉末であったが、DMF 中で攪拌しながら 100°C で 24 時間加熱することによって融解、分散させることに成功した。得られた機能性ナノファイバーシートについて耐水性試験を 行った。円状の筒の片面にナノファイバーシートを固定 したものを試験カップとする。試験カップに注水し、水 漏れが発生した時の水量から耐水性(ml/m²)を算出し、それぞれの機能剤について比較を行った。

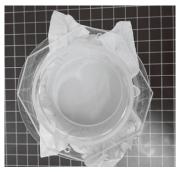




Fig. 2 ナノファイバー耐水性試験の様子

但し、ナノファイバーは水の重量により伸長して底部 の形状が歪む。そのため、薄手の非伸縮性生地を試験面 の反対に重ねて固定した。

3. 実験結果および考察

通常のナノファイバーシートは約 8,000 ml/m² であったのに対し、撥水撥油剤を 5 wt%添加したナノファイバーシートは約 12,000 ml/m²、シリコンオイルを添加したナノファイバーシートについては約 10,000 ml/m² と、耐水性の向上を確認できた。しかし、カルナバ蝋を添加したナノファイバーに関しては通常のナノファイバー不織布の耐水性とほぼ同値であった。

また、同時にスイング幅を拡張し、同時にスイング両端部の加速度を調整、待機時間や往復位置を印加電圧に合わせて調整することにより、現在400 mm幅の不織布ロールを用い、有効幅約350 mmのナノファイバー連続量産を達成した。

Table 3 耐水性ナノファイバーの物性評価結果

	撥水 撥油剤	シリコン オイル	カルナバ 蝋
膜厚(μm)	29±2	31±2	31±2
透湿度(g/m²・24h)	95,000	90,000	77,000
耐水性(ml/m²)	12,000	10,000	8,500

4. 結言

これらの結果から、親水性薬剤に対する耐久性が向上 し、より肌貼付用途に適した医療用のナノファイバー不 織布を作製することができたといえる。医療品用途への 適用は許認可の関係上まだ時間を要するため、まずは化 粧品などの衛生用途での商品化を目指し、研究を進めて いる。

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

機能素材加工課 山岸英樹

1. はじめに

筆者らはこれまで、次世代の構造部材として期待されるマグネシウム展伸材に対し、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、 残留応力などの弾性挙動を多角的にモニタリングすることで、その疲労損傷量検知の可能性を探ってきた。

本研究では、材料表面から検査可能な回折 SH 波(中心周波数 5 MHz,振動子寸法 5 mm×5 mm,送受信角 21°)を、マグネシウム合金 AZ31B コイル圧延材(50 mm×200 mm×t6 mm)及び AZ31F 押出材(50 mm×200 mm×t5.5 mm)の引張疲労試験(応力振幅: 62.7 MPa(AZ31B),60.0 MPa(AZ31F),応力比:0)に適用し、その疲労進行に伴う伝播挙動を調べた。またその挙動要因理解のために、受入材の金属組織及び疲労に伴う表面形態観察を行った。

2. 実験結果

コイル圧延材 AZ31B(Table 1)では、回折 SH 波の伝播時 間が疲労進行とともに徐々に遅延し、その後急激に減少す ることを繰り返す特異的な挙動を示した(Fig.1: 但し本デ ータはチャック部で破断したため途中データ)。この伝播 挙動は測定誤差より十分大きく、かつ測定した2方向(荷 重方向 SH=LD 及びその垂直方向 SH=TD) において増減 が同期していることからも材料変化に影響を受けたもの である。すなわち回折 SH 波の音弾性効果からすると、表 層の残留応力が引張方向に拘わらず面内で徐々に圧縮側 に推移し、その後急激な解放となることを繰り返している ものと理解できる¹⁾。一方、押出材 AZ31F ではこのよう な明確な挙動は発現しなかった。これら両材の金属組織を 比較すると、押出材では数百 µm 程度の粗大な結晶粒であ るのに対し、コイル圧延材では数十 µm 程度の結晶粒の間 に数 μm 程度の微細粒が帯状に分布していることが分か った(Fig. 2)。この微細粒帯の分布ピッチは疲労初期から 表面に現れるすべり線のピッチ(Fig. 3)とも概ね合致する ことから、特異的な残留応力場の変動は、この混粒組織に 影響を受けたものであることが示唆される(押出材では疲 労に伴うこのような顕著なすべり線も認められなかった)。

Table 1 Mechanical properties of the material

Material	Direction	0.2 % Proof		Elongation
Material	Direction	Stress (MPa)	Strength (MPa)	(%)
AZ31B (as rolled)	RD = LD	161	271	12

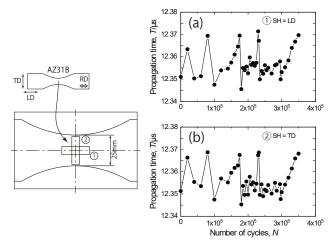


Fig. 1 Variations in propagation time with the number of cycles obtained using the SH wave in the directions (a) parallel to the LD and (b) the perpendicular (The data is halfway due to a fracture at chuck portion.)

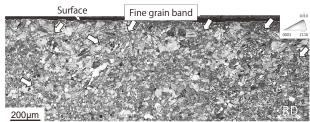


Fig. 2 Inverse pole figure (IPF) map of a cross section of the coil-rolled magnesium alloy AZ31B

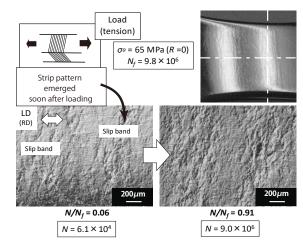


Fig. 3 OM images of the specimen surface with the number of cycles

参考文献

1) H. Yamagishi et al.: Metall. Mater. Trans. A, 41 (2010) 2151-61.

謝話

本研究は JSPS 科研費 15K05707 の助成を受けたものである。

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

機能素材加工課 大永 崇 京都大学薬学研究科 嶋田 裕 富山大学第2外科 藤井 努東京大学消化器内科 大塚 基之

1. はじめに

近年、臓器ごとの癌治療成績が公表され、膵臓癌は極 めて難治性であることが広く認知されつつある。難治性 は、発見の難しさ、原発巣が小さな段階での転移、切除 可能な状態での再発、などによるため、改善には出来る 限り早期での発見・診断が求められている。さらに現状 ではその実現に限界があるため、新たな検査技術の開発 が進められている。その中で癌患者さんの末梢血中に存 在する癌細胞 (circulating tumor cell; CTC) を検出する技 術が期待されている。しかしこれまでの膵臓癌の CTC 研 究からは、早期でのCTC検出が困難であることが示され、 その一因は上皮性の喪失にあると推定されている。筆者 らはこれまでに、マイクロ流体チップに癌のマーカーに 対する抗体を導入した、新規な CTC 捕捉デバイス; ポリ マーCTC チップを開発し、種々の癌においてその捕捉性 能を確認している。本チップでは種々の抗体を容易に導 入できる特長があるので、本研究では抗体の種類を変え て膵臓癌細胞の捕捉に適するマーカーについて検討した。 さらにチップに捕捉した細胞について、シングルセルで の回収、発癌に関わる遺伝子異常の解析を検討したので 報告する。

2. ポリマーCTC チップによる膵臓癌細胞の捕捉

従来のCTC 捕捉では、癌の上皮性に基づき EpCAM がターゲットマーカーとして用いられており、本研究でも抗 EpCAM 抗体による捕捉を行った。また膵臓癌では EGFR が広く発現していることが知られているので、抗 EGFR 抗体による捕捉も実施した。膵臓癌細胞

として BxPC3 および MIAPaCa2 を用い、抗 EpCAM 抗 体または抗 EGFR 抗体を導入したチップにそれらの細 胞懸濁液を流して捕捉試験を行った。試験結果を捕捉 率(チップに捕捉された細胞の数/チップに流入した 細胞の数)として図1に示した。BxPC3ではEpCAM、 EGFR の何れをターゲットとしても、比較的良い捕捉 率が得られた。一方、MIAPaCa2 では、EpCAM では ほとんど細胞が捕捉されなかったのに対し、EGFR で は高い捕捉率となった。また EpCAM と EGFR の比較 では、何れの細胞においても EGFR をターゲットとし た方が高い捕捉率となった。以上の結果から、膵臓癌 の CTC 捕捉においては EGFR が良い捕捉ターゲット となることが分かった。本検討に使用した MIAPaCa2 は、膵臓癌細胞株の中では比較的 EGFR 発現が低いの で、本検討で使用した条件により広く膵臓癌細胞を捕 捉できる可能性がある。また EGFR は、細胞の上皮性 喪失の変化においても保持される例が知られているの で、早期膵臓癌の CTC 捕捉に適用できる可能性もある。

3. シングルセルの回収と遺伝子解析

チップに捕捉された細胞を、マイクロピペットおよびマイクロマニピュレータによりシングルセルで回収できることを既に確認した。またシングルセルの遺伝子解析で、膵臓癌で広く異常が認められる癌遺伝子の ras について解析できることを確認した(図2参照)。

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

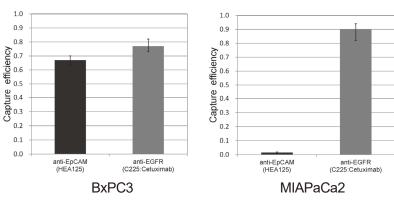


Fig. 1 ポリマーCTC チップの膵臓癌細胞捕捉性能

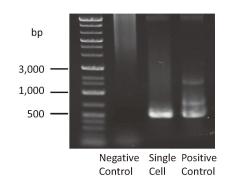


Fig. 2 膵臓癌シングルセルの *ras* に関する解析

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

ものづくり基盤技術課 寺田堂彦*1 機能素材加工課 大永 崇

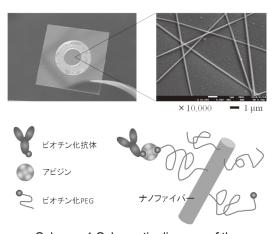
1. 緒言

腫瘍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)と呼ばれており、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。汎用的な検査では検出されない初期がん からも CTC は発生するとの報告もあるため、CTC を高 感度で検出することができれば、血液検査によって癌を 早期発見できる可能性がある。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。

2. 実験方法

所定量のキトサンとポリエチレンオキシドとを酢酸水 溶液に溶解して紡糸溶液とし、エレクトロスピニング法 によりガラス基板上へ紡糸した。末端にビオチン分子お よびNヒドロキシスクシンイミドエステルを有するポリ エチレングリコール (b-PEG、Mn=3000) を繊維表面に 修飾した後、ブロッキングのために、メトキシ末端 PEG (m-PEG、Mn=2000) を修飾した。b-PEG 末端のビオチ ン分子へ、アビジン分子を介してビオチン標識抗体を固 定し、株化癌細胞を用いて捕捉実験を行った(Scheme 1)。



antibodies-supported nanofibers

Scheme 1 Schematic diagram of the

3. 実験結果および考察

抗 EpCAM 抗体担持ナノファイバーによる、乳癌由来 細胞(MCF-7、EpCAM 陽性)の捕捉実験を行ったとこ ろ、その捕捉率は87%であった。他方、陰性対照抗体を 担持したナノファイバーによる捕捉率は0%であり、非 特異的な接着は抑制されていることが確認できた。ナノ ファイバーと同じ材料を用いてスピンコートフィルムを 作製し、それぞれに抗 CD9 抗体を担持して MCF-7 細胞 の捕捉率を比較したところ、ナノファイバーの捕捉率は 43%、スピンコートフィルムのそれは1%となり、ナノ ファイバーという材料形態の優位性が示唆された。

ナノファイバー上に捕捉した細胞を走査型電子顕微鏡 により観察したところ、多くの細胞は1本あるいは数本 のナノファイバーとの接触により保持されている様子が 確認された (Fig. 1)。捕捉実験では、細胞と材料との接 触は10分間に限定されており、細胞が生着するには十分 な時間ではないため、細胞とナノファイバーとは主に抗 原抗体反応によって結合しているものと推察される。

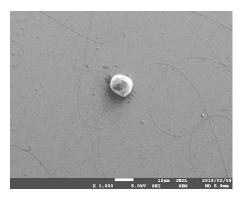


Fig. 1 SEM image of the captured cell on the antibodies- supported nanofibers

4. 結言

任意の抗体を担持することのできるナノファイバーを 作製することができた。抗体担持ナノファイバーによる 標的細胞の捕捉率は、同じ材料で作製したフィルムより も高くなる場合が確認され、ナノファイバーという材料 形態の細胞捕捉基材としての優位性が示唆された。

謝辞

京都大学大学院 嶋田 裕 客員教授のご厚意に感謝い たします。本研究は、JSPS 科研費 JP16K12919 の助成を 受けたものです。

集東イオンビームによる表面改質を利用したダイヤモンド 切削工具の開発と表面機能創成への応用

デジタルものづくり課 川堰宣隆*1

1. はじめに

本研究は、高精度な微細加工が可能な集東イオンビーム(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した。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、その加工特性が改善できる¹⁾。本報では、単結晶ダイヤモンド製ボールエンドミルにテクスチャを適用し、その効果について検討した。

2. 実験方法

図 1 は、作製した工具である。工具には、R $0.1 \, \text{mm}$ のボールエンドミルを用いた。テクスチャの作製には、FIB 照射と熱処理による手法 11 を用いた。テクスチャの幅、深さ、ピッチは、それぞれ $1.8 \, \mu \text{m}$ 、 $32 \, \text{nm}$ 、 $3.8 \, \mu \text{m}$ である。加工実験には、超精密切削加工機(ファナック(株)製 ROBONANO α -0iB)を用いた。被削材は、金型材料である NiP とした。

3. 実験結果および考察

図2は、NiPを各工具回転数で溝加工したときの切削力の垂直方向成分である。テクスチャを作製することで、切削力は減少した。いずれの回転数でも、切削力の減少率は10%であった。テクスチャの作製により、工具・被削材間の摩擦が減少し、切削力が減少したと考える。ボールエンドミルによる加工では切削速度に依存せず、テクスチャによる効果が得られることがわかった。

図3は、送り量を変化させてNiPを溝加工したときの切削力の垂直方向成分である。送り量がいずれの場合でも、テクスチャを作製することで切削力は減少した。送り量が変化することで、関与するテクスチャの数や接触距離に対するテクスチャの相対的な大きさが変化した。本実験条件下では送り量が小さな場合にその影響が強く表れる結果となった。

4. おわりに

本研究ではテクスチャを有する単結晶ダイヤモンド製ボールエンドミルを作製し、その効果の各種条件依存性について検討した。その結果、工具回転数、送り量が変化した場合も同様な効果が得られることがわかった。

本研究は、JSPS 科学研究費補助金基盤研究(C)(課題

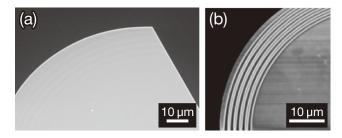


Fig. 1 (a) SEM, and (b) CSI images of the textured end mill used for experiments

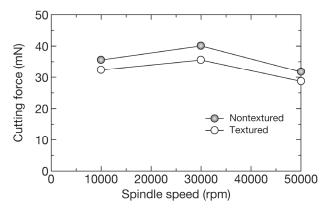


Fig. 2 Comparison of the cutting force of the nontextured and textured end mill, plotted as a function of spindle speed

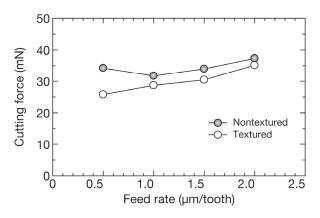


Fig. 3 Comparison of the cutting force of the nontextured and textured end mills, plotted as a function of feed rate

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

*1 現 商工企画課

食道癌における血液循環癌幹細胞の免疫応答回避機構解明による転移制御法の確立

機能素材加工課 大永 崇 富山大学第2外科 藤井 努

1. はじめに

本邦において食道癌の 90%以上を占める食道扁平上皮癌は、5 年生存率が 40%と非常に予後不良である。手術の精度向上や補助療法の開発によって局所制御では改善がみられるものの、最大の課題は進行例における遠隔転移制御であり、最新の腫瘍生物学的知見に基づいた新たな診断・治療法の開発が急務となっている。遠隔転移形成においては、原発巣に少数存在する癌幹細胞が主要な役割を担うと考えられている。癌幹細胞は、上皮-間葉転換(EMT)、脈管浸潤、血液循環、標的臓器での着床と間葉-上皮転換(MET)、転移部位での腫瘍形成の過程を経ることにより遠隔転移を形成する(図1)。癌幹細胞がこのような多様なプロセスを経ても生存できるのは、特異的腫瘍免疫回避機構を備えていると考えられているが、その理解はほとんど進んでいない。

そこで本研究では食道癌において、転移成立に密接にかかわる癌幹細胞の腫瘍免疫回避機構を解析し、新たな癌免疫治療標的を見出すことにより、独創的な免疫療法の開発を目指す。また癌幹細胞は血液中では血中循環腫瘍細胞(CTC)の集団に存在するので、CTCの単離・解析技術を開発できれば、遺伝子スクリーニングなどによるテーラーメイドな治療が可能となる。

2. CTC 単離 · 解析

本研究において、富山県産業技術研究開発センターは CTC 単離・解析について検討する。一般に、CTC は血 中濃度が極めて低いため未だ単離が容易でない状況に あるが、当センターでは 10 年を超える CTC 捕捉シス テム開発の結果、既に信頼性の高いシステム;ポリマ ーCTC チップシステムを開発している。さらに本シス テムにより食道癌を含む種々の癌で効率よく癌細胞を

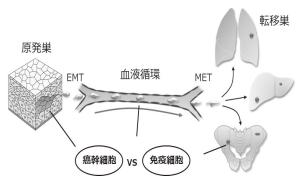


Fig. 1 転移形成過程と癌幹細胞・免疫細胞

捕捉できることを実証している(Ohnaga, T. et al. Sci Rep. 8, 12005 (2018)、Ohnaga, T. et al. Mol Clin Oncol. 4, 599 (2016))。

そこで本検討では、ポリマーCTC チップに捕捉した 細胞を後の遺伝子解析などに供せるようにするための 回収技術について検討した。検討では CTC 集団の中か ら特定の細胞を回収することを考慮し、シングルセル での回収を目指した。

3. CTC チップからの細胞回収

ポリマーCTC チップのようなデバイスから細胞回収する方法については、種々の提案がなされているが、ここではマイクロマニピュレータ―に取り付けたマイクロピペットを操作して回収する方法を試みた。始めにチップのポスト周辺に捕捉された食道癌細胞(KYSE220)にマイクロピペットを接近させ、吸引して細胞 1 個をピペット中に収納した(図2上)。次にピペットを細胞収納容器上に移動させ細胞を吐出した(図2下)。このようにチップからの細胞回収は可能なことが分かったが、今後より実用性を高めるよう改良を進める。また回収したシングルセルの遺伝子解析についても現在検討を進めている。

謝辞:本研究は科研費(基盤研究(B):18H02878)の助成を受けたものである。

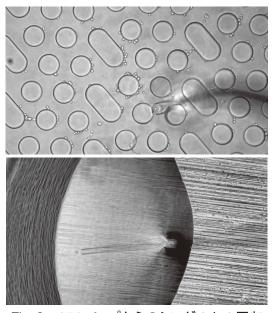


Fig. 2 CTC チップからのシングルセル回収

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

機能素材加工課 大永 崇 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

近年、微量細胞測定技術の進歩により、癌患者さんの末梢血中に存在する癌細胞(circulating tumor cell; CTC)が注目されており、治療効果や予後予測のバイオマーカーとして利用できるとの知見が蓄積しつつある。しかし一方で、CTC の捕捉・単離技術開発は未だ研究段階に留まっており、CTC を臨床で使用できるまでには至っていない。これまでに筆者らは、マイクロ流体チップ技術および表面機能化技術を複合して新規で実用的なCTC 捕捉デバイス;ポリマーCTC チップを開発している。本研究では本チップを使用した大腸癌での臨床検討を行っており、今回はCTC と既存の腫瘍マーカーを比較したので報告する。

2. 臨床検討の方法

筆者らが開発したポリマーCTC チップシステムに、 抗 EpCAM 抗体を導入し、患者さんから採取した全血 サンプル $1\,mL$ を流して CTC 捕捉試験を実施した。捕 捉した細胞は蛍光染色し、DAPI(+), cytokeratin(+),

Table I 検討対象とした患者さんの詳細

Patient No	Age	Sex	Site	Histologic Features	TNM classification	Stage
1	76	M	Rb	tub2	T3 N0 M0	ΠA
2	74	M	A	tub1	T3 N0 M0	ΠA
3	77	F	D	tub2	T4a N0 M0	${ m IIB}$
4	77	M	S	tub1	T4b N0 M0	ΙΙC
5	66	F	C	tub2	T3 N1b M0	${\rm IIIB}$
6	59	M	Rb	tub2	T3 N2b M0	III C
7	72	M	A	tub2	T3 N0 M1a (H1)	IVA
8	74	M	RS	tub1	T3 N2b M1a (LYM)	IVA
9	70	M	RS	tub2	T3 N1b M1a (H2)	IVA
10	62	M	RS	tub2	T3 Nlb M1a (PUL1)	IVA
11	67	M	S	tub1	T4b N2a M1a (LYM)	IVA
12	71	M	Ra	por	T3 N1a M1a (H1)	IVA
13	77	F	A	tub2	T4a N2a M1a (H2)	IVA
14	61	F	Α	tub2	T3 N2b M1b (H1 PUL1)	IVB

CD45(-)を示す細胞を CTC とした。本臨床検討においては、順天堂大学倫理員会の承認を得て、順天堂医院下部消化管外科において術前に (UICC) Stage II - IVと診断された未治療の進行大腸癌症例の患者さん(表I参照)から採取した末梢血をサンプルとした。また同じ患者さんから採取した血液サンプルについて、代表的な腫瘍マーカーである CEA および CA19-9 を測定した。

3. 大腸癌における CTC と既存腫瘍マーカー

上記臨床検体の CTC および CEA、CA19-9 に関する評価結果を表 II に示す。表中、ハッチングで示した測定では、値が基準値(criteria 参照)を超え陽性であったことを示す。本測定の結果をまとめると以下のようになる。

- · Stage IV では CEA と CTC の陽性率は同等
- · Stage II, III では、CTC は全例検出されているが、CEA が基準値を超えた症例は6例中3例(50%)
- CTC は 14 例中 13 例で検出されていたのに対して、
 CA19-9 は基準値を超えていたのは 14 例中 3 例のみ

Stage II
Stage III

以上の検討から、既存の腫瘍マーカーと比較して早期に陽性を示す CTCは、より有効な腫瘍マーカーとなる可能性が示唆された。

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。

Table II CTC および CEA、CA19-9 の測定における陽性判断

Stage	п			ш		IV						criteria *	positive rate (%)				
Patient No	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	criteria *	II, III	IV
стс															1	100	88
CEA															5	50	88
CA19-9															37	17	25

^{*} Units: CTC (cells/ml), CEA (ng/ml), CA19-9 (U/ml)

サーボプレスを用いた高比強度材料の高精度な成形技術の開発

機能素材加工課 佐藤智

1. 緒言

近年、自動車等の輸送機器における部材の軽量化や機械部品の小型化などの要求が厳しくなる中、ハイテン材やアルミニウム合金などの高比強度材料の適用が進んでいる。しかし、利用拡大が進む高比強度材料では、高い比強度のため、プレス加工後に、非常に大きな弾性回復が生じ、形状が変化することが知られている。高比強度材料の成形性を向上させる加工方法として、ホットスタンプ加工やスライドを下死点で保持する応力緩和現象を利用した手法などが提案されているが、加工条件等は明らかとなっていない。

そこで、本研究では、サーボプレスを利用した高比強 度材料のスプリングバックを低減させるための高精度プレス成形技術の開発を目指し、成形性の改善に向けて、 プレスモーションや金属組織を調査・検討した。

2. 実験方法

供試材料は、アルミニウム合金 A1050-O および A5083-O、A7075-T6 であり、引張強度が異なる 3 種類の 板材を用いた。なお、供試材料の寸法は、長さ 200mm、幅 80mm、板厚 1mm とした。

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 に V 曲げ加工ダイセット供して、プレス加工を行った。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、下死点保持、決め押しの3種類のモーションを適用した。クランクモーションでは、オーバーライドを100%から40%ごとに低下させた。下死点保持モーションでは、下死点における保持時間を0、5、10秒とした。また、決め押しモーションでは、下死点位置を通常より0.1、0.3mm低く設定し、決め押し量として用いた。なお、下死点保持および決め押しモーションにおけるオーバーライドは60%とした。

3. 実験結果および考察

一例として、クランクモーションの曲げ加工において、 発生したスプリングバック量の測定結果を図1に示す。 図1に示すように、A7075では、いずれの加工条件でも 最も大きなスプリングバック量が確認され、スライド速 度が上昇するにつれて、小さくなる傾向があった。

曲げ加工後の材料内のひずみ分布におよぼすスライド

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と決め押しモーションで加工したA7075の試料断面の IPF マップと KAM マップによる解析結果を図 2 に示す。板厚方向において、上面(ダイス側)、中央部ならびに下面(パンチ側)の計 3 箇所で分析した。KAM の解析結果をみると、いずれの条件でも表面と下面では、比較的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。

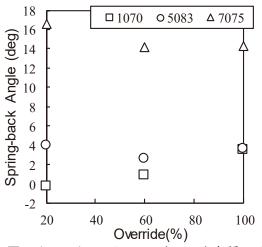


図1 クランクモーションで加工した各種 AI 合金のスプリングバック量の測定結果

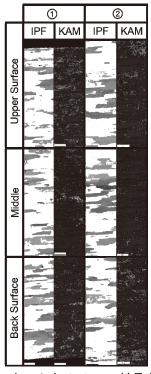


図2 各条件で加工した A7075 の結晶方位解析結果

自動車用ハイサイクル生産に対応したサーボプレスを用いた 高速成形高強度異材接合技術の開発

機能素材加工課 山岸英樹 柿内茂樹*1 佐藤智 ものづくり研究開発センター 冨田正吾*2

1. はじめに

我々はこれまでに、アルミニウム合金とマグネシウム合金の高速高強度異材接合技術(鍛接法:塑性流動を伴う拡散接合)を開発している。これは中間材に純チタンを用い、プレスで瞬間的にハンマリングするだけで良く、また同種材の場合は中間材も不要となる。生産性が高いことから部品レベルの適用のみならず、アルミ化・異材化が進む自動車ラインに対応した新たな固相接合装置開発も期待できる(ロボット鍛接)¹⁾。

本研究では、接合面の研磨状態とそれが機械的性質に与える影響を検討した。特に本稿では、異材接合において、 引張強さでは疲労強度を見誤る場合があることを示す。

2. 実験方法及び結果

母材を A2024 及び AZ80 の押出材、また中間材を純チタン圧延材とし、2,000 kN 級 AC サーボプレス機を用いて、荷重制御により鍛接加工を行った。ここで鍛練比(面積比)は2.7、予熱温度は653 K、また加工圧力は200 MPa とそれぞれ一定にし、接合面の研磨処理が引張強さに及ぼす影響を検討した。さらに、油圧サーボ疲労試験機により接合部材のS-Nカーブを取得、EPMA等による界面の化学成分分析、破面観察等の材料試験結果から本接合プロセスの機械的性質について理解した。

Fig. 1 に、中間材 1 mm 厚、荷重保持時間 1 秒とし、各接合面の研磨処理条件を変えた場合の引張強さを示す。研磨とともにその強度が増加することが分かる(ここで全接合面研磨を条件 A とする)。一方、本実験で考えられる最も生産性の高い条件(中間材 0.3 mm 厚、全接合面未研磨、荷重保持時間 0.1 秒:条件 B とする)であっても条件 A と同程度の引張強さが得られることが分かった。界面の化学分析の結果、条件 B では中間材が薄いことで塑性流動性がより高まり、良好な拡散接合となっていることを確認した。

次に、これら条件 A, B の S-N カーブを Fig. 2 に示す。特徴的な挙動差として、条件 B は引張強さが条件 A と同程度であるにも関わらず、高サイクルになるほどその疲労強度が相対的に低下することが分かった。破面解析の結果から、条件 B では中間材にミリオーダーのヤブレが島状に生じ、当該部で金属間化合物 (IMC)を生成していることが確認できた。これよりこの疲労挙動差の要因は、IMC をき裂として取り扱うと、疲労き裂伝播速度 da/dN と応力拡大係数範

囲 ΔK の関係、いわゆる Paris 則の第 IIa 段階の非線形性によるものと理解できる(高サイクル側すなわち低 ΔK 側ほどき 裂伝播速度への影響差が大)。疲労強度まで考えた場合、接合界面に中間材のヤブレまたそれに伴う IMC を形成させてはならないことが分かる。

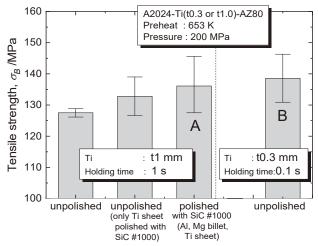


Fig. 1 Tensile strength for various surface treatments of the bonding surface

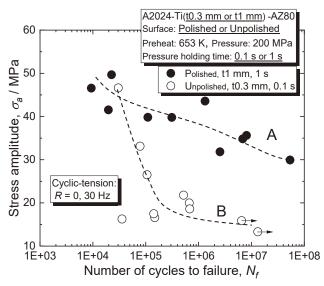


Fig. 2 S-N curves of the dissimilar joint materials

参考文献

1) H. Yamagishi et al.: Metall. Mater. Trans. A, 49(2018) 4659-68.

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ある。

^{*1} 現 企画調整課、*2 現 (公財)富山県新世紀産業機構

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

機能素材加工課 大永 崇

富山大学工学部 加賀谷重浩

1. はじめに

これまでに筆者らが医療向けに開発してきたマイクロ流体チップについて、オール樹脂化検討と共に他用途への展開を図るためにの基礎検討を行っている。本チップは自ら開発した樹脂素材技術により、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、広範な用途展開が期待できる。本研究ではこれまでに化学分析用途への展開を検討し、イオンクロマトグラフィー用の分離・濃縮カラムとしての可能性を探ってきた。これまでの検討から、チップ表面にテトラエチレンペンタミン(TEPA)が固定でき、Cu イオン、Ni イオンを迅速に捕捉可能であることを明らかにしている。そこで本年度は、このような TEPA 固定チップの金属イオン捕捉容量を評価したので報告する。

2. 実験方法

2.1 評価システムの構築

Cu(II)の捕捉容量を評価するために、図1に示す評価システムを構築した。オールプラスチック製シリンジ(容量50 mL)をシリンジポンプにセットし、2つの四方バルブにてチップにCu(II)溶液、純水、1 mol/L 硝酸をそれぞれ通液した。

2.2 アミノ化チップの調製

TEPA - 2-プロパノール混合溶液をデジチューブ (GL サイエンス) に入れ、未処理チップ 2 枚を浸漬させ密栓し

た後、ビニール袋に密閉して 50°C で 20 h 放置した。その後、室温で容器からチップを取り出し、メタノール、純水で順次洗浄して純水中に一晩放置した。翌日チップを取り出し、純水、メタノールで洗浄して乾燥させた。

2.3 Cu(II)捕捉容量評価

硫酸銅(II)五水和物 (FW 249.69) 1.25 g を純水 50 mL に溶解し、0.1 mol/L Cu(II)溶液を調製した。これを純水で希釈し、5 mmol/L Cu(II)溶液を調製した。TEPA 固定化チップに純水を 0.05 mL/min で通液して洗浄し、次いで 5 mmol/L Cu(II)溶液を 20 min 通液し Cu(II)を捕捉した。通液後の溶液は全て採取した。その後、再び純水を 60 min 通液し、20 min 毎に通液後の溶液を全て採取した。続いて 1 mol/L 硝酸を 60 min 通液し、20 min 毎に通液後の溶液を全て採取した。最後に純水を 60 min 通液し、同様に20 min 毎に通液後の溶液を全て採取した。この一連の操作を続けて 2 回行った。また比較のため、未処理チップを用い同様に通液、採取を行った。採取した溶液は 5 mL

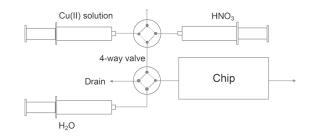


Fig. 1 Cu イオン捕捉容量評価システム

Table I TEPA 固定チップの銅イオン捕捉結果

Time (min)	Operation	Cu(II) (µg)					
. ,	·	1	2				
0 - 20	Flow of Cu(II) solution	168	209				
20 - 40	Washing with H₂O	47	42				
40 - 60		1.1	0.8				
60 - 80		0.5	0.4				
80 - 100	Flow of 1 mol/L HNO ₃	62	50				
100 - 120		9.9	13				
120 - 140		0.4	0.5				
140 - 160	Washing with H₂O	0.8	0.5				
160 - 180		0.3	0.4				
180 - 200		0.3	0.3				

Initial amount of Cu(II) calculated, 301 µg.

Table II 未処理チップの銅イオン捕捉結果

Time (min)	Operation	Cu(II) (µg)				
	· 	1	2			
0 - 20	Flow of Cu(II) solution	214	274			
20 - 40 40 - 60	Washing with H ₂ O	48 0.3	36 0.4			
60 - 80		0.2	0.3			
80 - 100	Flow of 1 mol/L HNO ₃	6.6	8.2			
100 - 120		0.3	0.3			
120 - 140		0.4	0.3			
140 - 160	Washing with H ₂ O	0.4	0.3			
160 - 180		0.3	0.3			
180 - 200		0.3	0.3			

Initial amount of Cu(II) calculated, 303 µg.

に希釈し、マイクロ波プラズマ原子発光分光分析にて Cu を定量した。

3. 結果と考察

TEPA 固定化チップで Cu(II)捕捉容量を評価した結果を表 I にまとめた。Cu(II)溶液の20 分間の通液量は1 mLで、この溶液中には Cu(II) 301 μg が含まれていた。表 I のとおり、Cu(II)溶液通液後の溶液 (0-20 min) ならびに次の純水通液後の溶液 (20-80 min) に含まれる Cu(II)の合計は、1 回目 216.6 μg、2 回目 252.2 μg であった。したがってこのチップには1 回目 84.4 μg、2 回目 48.8 μg の Cu(II)が捕捉されたことになる(Cu(II)の捕捉は、チップの流路が青く染まったことでも確認された)。1 mol/L 硝酸通液後の溶液(80-140 min)ならびに次の純水通液後の溶液(140-200 min)に含まれる Cu(II)の合計は、1 回目 73.7 μg、2 回目 64.7 μg となり、溶出率(捕捉量に対する溶出量の割合)はそれぞれ 87.3%、132%となり差異が見られた。2 回の合計から平均溶出率をもとめたところ、104%となった。これ

より1回目に捕捉されたCu(II)の一部は、溶出されずに残り2回目に溶出した可能性が考えられる。

次に同様の検討を未処理チップについて行ない、その結果を表 II にまとめた。上記同様に計算すると Cu(II)捕捉量は、1回目 40.5 μg、2回目-7.7 μg となった。未処理チップでは Cu(II)はほとんど捕捉されないはずなので1回目の結果の原因は不明だが、実験時に流路の色変化は観察されなかったこと、硝酸による Cu(II) 溶出は少なかったことを考えると、測定エラーの可能性が高い。

4. おわりに

本チップの新たな用途開拓の一環として、流路表面に TEPA を固定化し元素分離場としての機能を評価したところ、70 μg 程度の Cu(II)を捕捉する能力を有し、Cu(II)の高濃縮場としての可能性が示された。再現性の確認や流路構造の最適化などが今後の改題であり、本チップの独自性を活かして科学研究費補助金、A-STEPなどの研究資金獲得を目指しながら検討を継続する。

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 Enrichment

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

Polymer microfluidic chips we had developed so far were applied to ion enrichment. Tetraethylenepentamine (TEPA) was covalently bonded to the surface of the chip channel and aqueous solution containing Cu ion was sent through the channel. Then, nitric acid was sent to release the ion captured with TEPA and 70 µg of Cu was confirmed to be successfully captured for the single microfluidic chip. Therefore, this chip was shown to be useful for metal ion enrichment.

セルロースナノファイバーの作製の高度化による 高機能性ゲルの開発

製品・機能技術課 岩坪 聡 丹保 浩行*1 デジタルものづくり課 川堰 宣隆*2

1. 緒言

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としてとして着目されている。その懸濁液は、ゲル状になり特異な流動性を示すことが知られ、化粧品など様々な分野への応用が期待されている。しかしながら、CNFには原料や作製方法の違いによって多くの種類があり、それらの特長はよく分かってはいなかった。そこで本研究では、県産木粉やパルプなどを原料とし、機械的解繊方法のグラインダーと高圧ジェットミルで様々な状態のセルロースナノファイバーを作製し、それらのマクロ構造と粘弾性などのレオロジーの関連を明らかにした。添加剤として低濃度で安定な高性能ゲルを開発した。

2. 実験方法

高圧ジェットミル処理は株式会社スギノマシン 製HJP-25001 を用い、グラインダー処理は増幸産業株式会社製 MKCA6-2Jを使用した。原料としては、粉末セルロースやパルプを用いた。レオロジー特性の評価には、Anton Paar 社製 MCR302、ナノフォーカス X 線 CT による構造解析には、ブルカージャパン株式会社製SKYSCAN 1272を使用した。

3. 実験結果および考察

3.1 グラインダーと高圧ジェットミル処理による CNF パルプや県産スギ木粉を原料とし、グラインダーを用いて CNF を作製した。リグノ CNF が作製でき、緻密な膜を作製することができた。木材の部位によって得られる CNF の解繊度が異なり、最適な材料がありそうなことが分かった。また、湿式高圧ジェットミル処理では、従来装置は白濁した CNF しかできなかったが、装置の改良により解繊性能が飛躍的に上がり、透明度の高い CNF を作製することができた。

3.2 構造評価

作製した CNF は、顕微鏡や粒度分布径を用いてマクロ構造の大きさと、CNF 凝集体の形態評価を行った。図1に、代表的な凝集体の像を示す。セルロース粉末を原料とした場合は、細かな粒子に破壊され、それらが CNFで繋がっている形態が観察された。ノズルの改良により、その微細化粒子がより細かくなっていくことが分かった。

その結果、粘度は倍近く上昇した。パルプを原料とした グラインダー処理では、パルプ繊維が切断され、その周 辺に細かな繊維状構造のセルロースが観察されていた。

また、SEM 観察では、数十から 100nm 程度のファイ バー状組織も観察されたことから、機械的解繊処理の CNF は、数十から数百 μm の凝集構造になっていること が分かった。

次に、その構造を3次元的に評価できるかを検討した。 作製したCNFをX線CTにて分析した。その結果を図2に示す。(a)はパルプをグラインダー処理した結果、(b)は、参考のためダイセル社製のCelishの結果を示してある。(a)に示す様に、グラインダーや湿式高圧ジェットミル処理を1回でも行うと、像は得られなかった。図1の(a)と(b)の粉末を原料としたCNFも同じ結果になった。一方、数μmの径のミクロフィブリル化繊維であるCelishでは、その太い部分を骨格とした網目構造が確認できた。このことは、X線CTは、像を1ピクセル内の密度差として像を捕らえているので、粗い解繊処理でも繊維が解れる場合には、ピクセル内の密度が下がり、像が得られないことを示している。CT像は、かなり凝集していないと像にならないことが分かった。

100 µm









(a) Normal (b) New (c) Grinder (pulp) (d) Celish Fig. 1 Typical OM images of various CNF of cellulose powders and pulp treated by jet milling or grinder





(a) CNF treated by milling

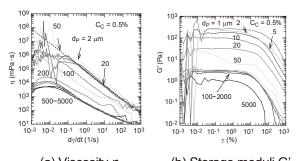
(b) Celish

Fig. 2 MIP images of cellulose powder and pulp treated by grinder and Celish cellulose using X ray CT

3.3 レオメータによるゲルの粘弾性評価

レオメータを用いて、CNF ゲルの粘度や貯蔵弾性率を 調べ、各種作製方法における構造解析を行った。

*1 現 デジタルものづくり課 *2 現 商工企画課



(a) Viscosity n (b) Storage moduli G'

Fig. 3 Rheological properties of C10 depended on shear rate dy/dt and strain y

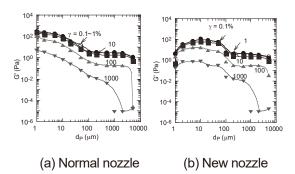


Fig. 4 Plate distance de dependence of storage moduli G' of various CNF

図3に、粉末セルロースを10回高圧ジェットミル処理 したゲルC10の粘度 η と貯蔵弾性率G'を示す。 γ は歪み、 dy/dt はせん断速度を示している。本研究では、凝集体の 構造評価のために、プレート間隔かをパラメータとして 測定を行った。ηは、dy/dt が大きくなるにしたがって、 急激に減少する擬塑性流体の特性を示したが、 ぬを 200μm 以下にすると、η は全体的に大きくなる傾向を示 した。その領域では、ηの dy/dt に対する変化も減少した。 また、G'も d_pが 200μm 以下で徐々に大きくなり、50μm 以下で急激に増加した。 η と G'が大きくなる d_{θ} の値は、 プレートが直接凝集体に接触し、その内部に押し込んだ 状態であるので、それらの値は未解繊の微粉体を含む凝 集体の内部構造を評価していることになる。一方、むが 1000µm 以上の値は、凝集体同士の結合を示すもので、 一般的B型粘度計で測定される値になっていると考えら れ、その値は主に凝集体同士の結合にもとづく粘度を示 していると考えられる。

図4に、(a)C10と(b)改良した装置で同じ回数処理した ゲルのG'のdo依存性を示す。従来法では、doが小さくな るほど、G'が大きくなり、硬い未解繊粒子が多く残って いることを示している。一方、ノズルの改良したものは、 d_P が $10\mu m$ 以下の G'が小さくなり、 $10\mu m$ 以上で G'が上 昇していた。これは、粉末の微細化と CNF への解繊が進 みその凝集体が大きくなることで、全体として強固な網 目構造へ変化したことを示している。

以上のことから、CNF ゲルは数十から百 µm の網目構 造をもち、それらが、互いに繋がることで大きな粘度を 示すこと、その構造にせん断力がかかかると、凝集体の 一部が変形、次に滑りが発生し、その結果、粘度が急激 に変わる(シェアーシンニング)特性を示すと考えられ る。本研究では、この様子をカメラで捉えることもでき た。また、作製法を高度化することで、効率的に高粘度 のゲルを作製することができた。

4. 結言

機械的に解繊された CNF ゲルは、CNF からなる網目 構造から、大きな粘性とその特長的なシェアーシンニン グ特性を示すことが分かった。この網目構造は従来の静 電反発を用いた分散状態とは異なり、塩などの添加に強 く、化粧品や塗料など様々な材料の添加剤として適して いる構造であり、この特長を活かした応用が期待される。 また、ゲルの粘度を上げるには、未解繊部分の少ない高 い解繊性能を有する処理が有効であった。

キーワード:セルロース、ナノファイバー、微粒化、高圧ジェットミル、グラインダー

Preparation of High Performance CNF Gel by Advanced Jet Milling Process

Product and Function Evaluation Section; Satoshi IWATSUBO*1 and Hiroyuki TAMBO*1 and Noritaka KAWASEGI*2

Gels of cellulose nanofibers CNFs were prepared by various mechanical processes, such as grinder and high pressure wet-type jet mill. The nozzle of the jet milling was improved. The gels with twice values of the viscosity were prepared. The structure of CNFs in the gels was analyzed by X ray CT and rheometer. The plate distance of the rheometer strongly related the macro structure of CNF agglutination. The dependence of the plate distance shows the mechanical properties of the agglutination bodies and the combination states of the network. It was shown that the unique shear shinning properties of the gels were owing to the structure. The gels with the structure were suitable for additive of cosmetics and paints.

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

ものづくり基盤技術課 水野 渡、寺田 堂彦*1、川野 優希

1. 緒言

セルロースナノファイバー (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して得ることが出来る。この CNF は、素材として高強度・高弾性率・低線膨張係数の優れた性質を持つことから、 CNF の開発と実用化のための取り組みが行われている。

本研究では、CNF の優れた特性を生かし、樹脂と複合化することにより材料物性を向上させるフィラーとしての用途について検討した。これまで、CNF と樹脂の表面特性(親・疎水性)の違いから両者の界面強度が低くく、CNFが強く凝集して分散性が悪いことが課題となっていた。そこで、複合化工程でCNFの水酸基と反応または相互作用を起こす添加剤を加えCNFの表面特性を変化させて課題を解決することを検討した。ここでは、CNF とポリプロピレン(PP)を複合化する際に添加剤を加え、その際の成形加工性と複合材料の物性について検討した。

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には(株式会社プライムポリマー製、H700)を用いた。昨年度検討した相溶化剤から衝撃値が高かった無水マレイン酸変性ポリプロピレン(MAPP)として理研ビタミン株式会社製リケイドMG-441Pを使用した。今回検討する添加剤として、水溶性カチオンポリマー2種、センカ株式会社製ユニセンス FPA1001L(A)およびセンカ株式会社製ユニセンス FPA100L(B)、界面活性剤系コポリマー株式会社ゼネラルサイエンスコーポレーション製ポリ無水マレイン酸-alt-1-オクタデセン(C)、アズワン製 PVA(D)の検討を行った。

2.2 複合化

セルロース混合可塑化成形装置 (株式会社エムアンドエフ・テクノロジー製 MF 式混合溶融機 MF-1001R) により複合化を行った。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汎用樹脂を複合化するものである。実験

では、PP に対して仕上がりの CNF 配合割合が 5% (w/w)、相溶化剤が 3% (w/w)、添加剤が 1% (w/w) になるように複合材料を作製した。

2.3 物性評価

作製した材料は、小型射出成形機(日精樹脂工業株式会社製 NPX7-1F)により、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)で引張試験を行い、衝撃試験機(株式会社東洋精機製)でシャルピー衝撃値を測定した。複合材料内の CNF の分散状態の評価には、高分解能デスクトップ型 X 線 CT(BRUKER 社製、SKYSCAN 1272)を用いた。複合材料内の PP の結晶状態の評価は、試料からミクロトーム(ミクローム製 HM-355S、ダイヤモンドナイフナイフ)により送り 10μm で薄片を切り出し、光学顕微鏡(ライカ製 DM-6000)により偏光観察を行った。

3. 実験結果および考察

作製した材料および射出成形品を目視で観察すると、CNFの凝集物が見られ、CNFを複合化すると材料が淡黄色に着色した。さらに添加剤A、B、Dを加えた場合にはより着色が進んだ。これは、添加剤の組成が約200℃の複合化温度を想定されていないため熱劣化を起こしたものと考えられた。一方Cでは、他とは逆に着色が淡くなった。このことから、CはCNFと何らかの相互作用があり、複合化時に発生する局所的なせん断や発熱を低減するものと推定された。

表1にPPおよびPPにCNF、MAPP、添加剤を加えた材料の物性を示した。PPの弾性率は約1700MPaであるのに対し、CNF、MAPP、添加剤を加えると若干高くなった。さらに添加剤Cを加えると約2100MPaとなり、20%の向上を示した。引張強度、破断点変位、シャルピー衝撃値は、いずれの試料もPPと同等かそれ以下となったが、中ではCが比較的良好な値を示した。シャルピー衝撃値の低下は、凝集物が影響するものと考えられた。

複合材料中の CNF の分散状態 (凝集物の分散) を X 線 CT により三次元的に評価した。図1 に添加剤 D の場合の結果を示した。図中で白くなっている部分が CNF の凝集物である。この測定結果を基に、検出できる約5μm 以上の球相当径を持つ凝集物の分布を求めた。凝集物は5μm から90μm の間で分布しており、5μm から10μm の球相当径を持つ凝

*1 現 生活工学研究所

集物が約70%となり、平均粒子径が10.6μmであった。この値は添加剤を入れない PP/CNF/MAPP の場合と大きな違いは見られなかった。このことから、DはCNFの分散に影響を与えないもののCNFの界面の接着性を高める可能性が得られた。

偏光観察により複合材料のダンベル試験片射出成形品の平行部部分のPPの結晶状態を観察した。図2に添加剤Cの場合の結果を示した。図中で白くなっている部分がCNFの凝集物で、成形時の樹脂流動により凝集物が扁平になっていることがわかる。凝集物の間を直径が20μmから30μmのPPの球晶が埋めている様子が観察された。この状態は添加剤を入れないPP/CNF/MAPPにおいても同様となった。一般的に添加剤がPP中に存在する場合、その結晶構造が変化することから、今回の条件では添加剤はPP中よりPP/CNF界面やCNF凝集物中に存在するものと考えられた。

4. 結言

PP/CNF の複合材料について添加剤の効果を検討したところ界面活性剤系のコポリマーの添加が界面特性の向上に効果があるものと推定された。しかしながら、比較的大きな CNF の凝集物は、衝撃値の低下を起こしたことから、物性を向上させるために CNF の分散を向上させることが必要である。

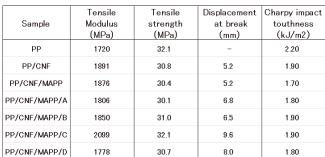


Table 1 Properties of samples

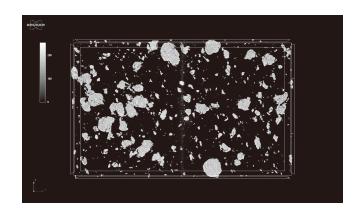


Fig. 1 Distribution of CNF in PP/CNF/MAPP/D

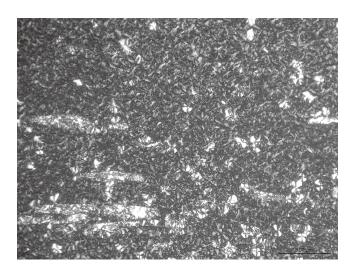


Fig. 2 Morphology of CNF in PP/CNF/MAPP/D

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、添加剤

Compounding of Cellulose Nanofiber and Resin by Reactive Processing

Core Manufacturing Technology Section; Wataru MIZUNO, Dohiko TERADA, Yuki KAWANO

Composite materials containing cellulose nanofiber and polypropylene were produced by the cellulose mixing-plastication molding machine. The effects of additives were investigated on the PP / CNF composite material. The addition of the copolymer was effective in improving the physical properties of the composite material. However, relatively large aggregates caused a reduction in impact value. It is necessary to improve the dispersion of CNF in order to improve the physical properties.

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

ものづくり基盤技術課 川野優希 寺田堂彦*1 水野渡

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り、高強度・高弾性 率・低線膨張係数といった特徴を有しているため、樹脂材 料に複合することで強度・弾性率向上や線膨張係数低減 など優れたフィラー効果が期待できる。

ここで、CNF は水分を含んだ材料であるため、疎水性 熱可塑性樹脂との複合化が困難である。また、CNF を熱 可塑性樹脂と複合化するために前処理として 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、樹脂材料と複合化した際に優れたフィラーとしての 補強効果が活かせなくなる。

本研究ではCNFを樹脂材料と複合化するための前処理 方法として乾燥処理を採用し乾燥処理する際にCNFの凝 集を防ぐことのできる分散剤を検討した。CNFの乾燥処 理にはセルロース混合可塑化成形装置を用いた。また、分 散剤を添加し乾燥処理した CNF(乾燥 CNF)と熱可塑性樹 脂の複合材料におけるの物性を評価するために乾燥 CNF とポリプロピレンの複合材料を作製し、複合材料内の CNF分散状態の評価および強度評価を行った。

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 CNF(nanoforest-S BB-1 [10%])を用いた。分散剤はステアリン酸骨格を持つ分散剤(以下、分散剤 A と表記)とエステル系の分散剤(以下、分散剤 B と表記)の2種類を用いた。分散剤の添加量は、CNFの固形分に対して分散剤 A は20%、分散剤 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。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/PP 複合方法および成形方法

乾燥 CNF と PP の複合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。複合条件は、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。取り出した乾 燥 CNF と PP の複合材料を粉砕機(FRITCH 社製、 pulverisette 19)を用いて粉砕しペレット状に加工した。複 合材料の成形には小型射出成形機(日精樹脂工業株式会社 製、NPX7-1F)を用いて、引張試験片の形状(ダンベル形、 タイプ 1B 系 A 形)および曲げ試験片の形状(短冊形、タイ プB)に成形した。ここで、分散剤を添加していない乾燥 CNF と PP の複合材料を乾燥 CNF/PP 複合材料、分散剤 A を添加した乾燥 CNF の複合材料を乾燥 CNF(分散剤 A)/PP 複合材料、分散剤 B を添加した乾燥 CNF の複合材料を乾 燥 CNF(分散剤 B)/PP 複合材料と表記する。また、強度試 験の比較材料として PP のみを射出成形した試験片を作 製した。以下、PP 材料と表記する。

2.4 乾燥 CNF/PP 複合材料内 CNF 分散状態評価方法

乾燥CNF/PP複合材料内のCNFの分散状態の評価には、高分解能デスクトップ型 X 線 CT(BRUKER 社製、SKYSCAN 1272)を用いた。測定サンプルは射出成形した引張試験片の中央部から、2×2×5 mm の大きさに切り出したものを使用した。測定条件は、加速電圧 40 kV、空間分解能 2 μm、積算回数 4 回、回転角度 0.2°とした。

2.5 乾燥 CNF/PP 複合材料強度評価方法

乾燥 CNF/PP 複合材料の強度評価として引張試験および 3 点曲げ試験を行った。いずれの試験も小型強度試験機(株式会社島津製作所製、EZ-LX)を用いた。引張試験条件は、試験速度 5 mm/min、標線間距離 25 mm、試験本数 5 本とし、引張強度および引張弾性率を算出した。曲げ試験条件は、試験速度 1 mm/min、支点間距離 64 mm、試験本数 5 本とし、曲げ強度および曲げ弾性率を算出した。

3. 実験結果および考察

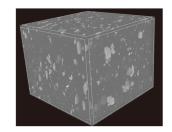
Fig. 1 に、X線CT分析より得られた乾燥CNF/PP複合材料のCT画像を示す。(a)には乾燥CNF/PP複合材料、(b)には乾燥CNF (分散剤A)/PP複合材料、(c)には乾燥CNF

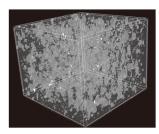
(分散剤 B)/PP 複合材料のX線 CT 像を示している。また、X線 CT 分析は測定サンプルの中心部 $1 \times 1 \times 1$ mm の範囲で行っており、(a) - (c)の左側のX線 CT 像は分析範囲表面の樹脂と CNF の状態を、右側のX線 CT 像は分析範囲内部の CNF の状態を示している。分析結果より、乾燥 CNF (分散剤 A)/PP 複合材料では大きな凝集物がほとんど見受けられず、分散剤 A は CNF の凝集防止効果が高いと考えられる。含水状態の CNF と熱可塑性の複合材料を作製する前処理として、分散剤 A を添加した乾燥処理が適していると考えられる。

Table 1 に、強度試験結果の一覧を示す。乾燥 CNF/PP 複合材料の引張強度、引張弾性率、曲げ強度、曲げ弾性率は PP 材料と比較して低下が見られた。乾燥 CNF(分散剤 A)/PP 複合材料および乾燥 CNF(分散剤 B)/PP 複合材料の引張強度は PP 材料と同程度の値を示した。引張弾性率は PP 材料と比較していずれも 15%程度の低下が見られた。曲げ強度は PP 材料と比較していずれも 20%程度の向上が見られた。曲げ弾性率は PP 材料と比較してですれも 20%程度の向上が見られた。曲げ弾性率は PP 材料と比較して 20-30%の向上が見られた。分散剤を添加した乾燥 CNF は複合材料の曲げ特性に有効な影響を与えることを確認した。また、引張弾性率の低下は、CNF と PP の界面密着性が低いためであると考えられる。本研究では、CNF と PP の界面密着性について検討を行っていないため、今後は界面活性剤を用いて引張特性向上の検討を行っていく予定である。

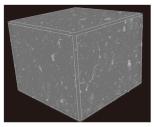
4. 結言

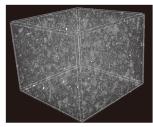
含水 CNF と熱可塑性樹脂の複合化の前処理方法として 分散剤を添加した乾燥処理について検討を行った。乾燥 CNF と PP の複合材料を作製し複合材料内の CNF 分散状態を評価した結果、分散剤 A において凝集防止効果が高いことを確認した。強度試験の結果、乾燥 CNF (分散剤 A)/PP 複合材料は PP のみの材料と比較して、曲げ強度において 20%、曲げ弾性率において 30%の向上が見られた。



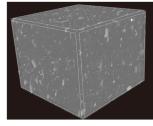


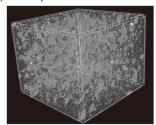
(a) Dry CNF /PP composite material





(b) Dry CNF (Additive-A)/PP composite material





c) Dry CNF (Additive-B)/PP composite material (left figure: surface, right figure: inside)

Fig. 1 X-ray CT images of composite material

Table 1 Strength test result

		•		
	Tensile strength, MPa	Tensile modulus, MPa	Bending strength, MPa	Bending modulus, MPa
PP material	30.7	1910	36.9	737
Dry CNF /PP composite material	29.4	1570	41.9	851
Dry CNF (Additive-A)/PP composite material	30.5	1630	45.0	959
Dry CNF (Additive-B)/PP composite material	31.0	1640	44.2	901

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、分散剤、X線CT、強度評価

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

Core Manufacturing Technology Section; Yuki KAWANO, Dohiko TERADA*1, Wataru MIZUNO

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. The bending strength and bending modulus of composite material of the dry CNF using the additive having stearic acid and ester-based additive improved.

高融点・難加工材料を用いた金属積層造形技術の開発

デジタルものづくり課 山本 貴文、氷見 清和

1. 緒言

金属積層造形法(金属 3D プリンティング)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、形成された層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る。このプロセスは、従来の変形加工や除去加工では対応困難な材質・形状が、3D データから迅速かつモールドレスで作製できる特徴を有している。通常、高融点・難加工材料であるタングステン材料の成形は、出発原料を材料粉末とする粉末冶金・圧延等により行われ、型や加工上の制約から、製造可能な形状は板形状や線材など比較的単純形状に限定される。このため、複雑形状に対応したタングステン部材の作製技術として金属 3D プリンティングの適用が有望視されている。

前報¹⁾では、純タングステン粉末を用いた金属 3D プリンティングにおいて、造形時のレーザ照射に伴い材料粉末から発生するヒュームの回収能力を適正化することで、高密度な造形体が得られることを報告した。本報では、金属 3D プリンティングにより作製されたタングステン積層造形体の材料特性の把握を目的とし、金属組織及び機械的特性を調査したため、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。 造形装置に搭載されているレーザは、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 0.1 mm、波 長は 1070 nm 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平 均粒径約 17 μm の多角形状粒子(図 1)である。

純タングステンの造形には、高密度化が可能なレーザ 照射条件(出力、走査速度、走査ピッチ、積層厚)を用いた (前報 ¹⁾参照)。また、造形はレーザのスキャン方向を一層 ごとに約 67°ずつ回転させ(図 2)、アルゴン雰囲気中(酸素 濃度:0.1%以下)で行われた。なお、材料特性の調査に用いた造形体の形状は、直径 10 mm、高さ 5 mm の円柱形状である。

タングステン造形体の金属組織観察には光学顕微鏡を用い、腐食液として村上試薬を使用した。観察断面は、造形面に対して水平断面と鉛直断面である。また、造形体の断面内部のクラック観察には、日立製作所製FESEM(SU5000)を使用した。機械的特性の評価は硬さ試

験により行った。硬さ試験機にはミツトヨ製マイクロビッカース硬さ試験機(HM220)を用い、試験荷重は 0.98 N とした。

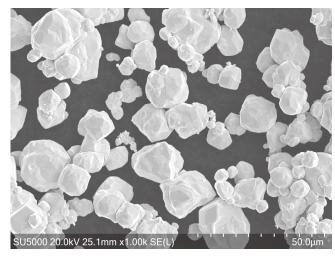


図1 使用した純タングステン粉末

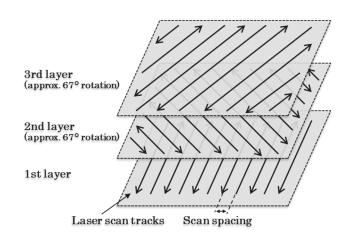
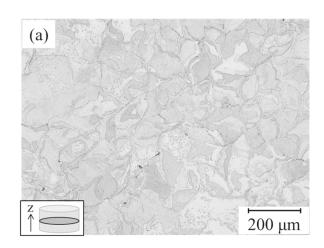


図2 造形に適用したスキャンストラテジー

3. 実験結果および考察

図 3 にタングステン造形体における水平断面と鉛直断面の断面光学写真を示す。水平断面ではレーザの走査方向に沿って、等軸的な結晶粒が形成されていることが分かる。一方、鉛直断面では、造形方向に強く伸長した金属組織の形成が認められた。このような造形方向に伸長した金属組織は、層を積み上げるプロセスに起因する金属3Dプリンティング特有の組織形態である。観察断面に対してマイクロビッカース硬さ試験を行ったところ、450±25 HV0.1 を示すことが確認され、圧延タングステン板材に匹敵する硬さを示すことが明らかとなった。

一方、図4に示すように、タングステンの造形体には



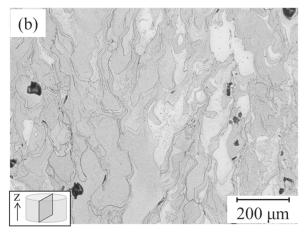


図3 タングステン造形体の金属組織 (a)水平断面、(b)鉛直断面

結晶粒界にてマイクロクラックが生じていることが確認された。タングステンは延性-脆性遷移温度(ductile-brittle transition temperature, DBTT)が高く、室温では脆性的な性質を示すとともに、DBTT は結晶粒成長に伴いさらに高温側に移行することが知られている。このため、レーザ照射によりタングステンの溶融・凝固及び結晶粒成長を伴う金属 3D プリンティングで作製されたタングステン造形体は、極めて脆性的な材料となっていると考えられる。図 3 (b)に示した鉛直断面では、比較的大きなポロ

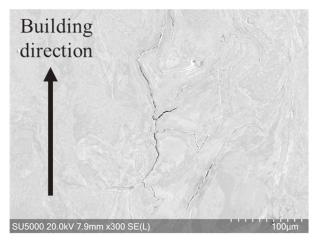


図4 結晶粒界におけるクラック

シティが複数認められたが、これらには研磨工程において結晶粒の脱落により生じたものも含まれており、結晶粒界が脆弱であることを裏付けている。したがって、観察された結晶粒界におけるクラックは、タングステン造形体の脆弱な結晶粒界に対して、造形時のレーザ照射に伴う局所的な温度勾配に起因して発生する熱ひずみが作用することにより、発生したものであると推察される。

4. 結言

純タングステンを用いた金属 3D プリンティングで作製された造形体の金属組織と機械的特性を調査した。硬さは圧延タングステン材相当を示すものの、結晶粒界ではクラックが生じて、機械的特性への影響が懸念される。合金設計による改善が必要であると考えられる。

【参考文献】

1) 山本 他,富山県産業技術研究開発センター研究報告, No.32(2018)pp.30-31

【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:金属 3D プリンティング、Additive Manufacturing、純タングステン、高融点金属、難加工材料

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

Digital Manufacturing Section; Takafumi YAMAMOTO, Kiyokazu HIMI

The microstructure and mechanical property of dense pure-tungsten specimens fabricated by selective laser melting (SLM) were investigated. As the results, the equiaxial grain and the elongated grain were observed in the optical micrograph of horizontal and vertical cross session, respectively. The micro-vickers hardness of SLM specimens indicated 450 ± 25 HV0.1, which is comparable to that of conventional rolled tungsten plate.

コンピュテーショナルモデリングを活用した 伝統産業支援のための新商品開発

デジタルものづくり課 住岡 淳司, 氷見 清和, 山本 貴文

1. 緒言

伝統産業は全国的に低迷して久しく、県内も同様、業界存亡の危機にあると言っても過言ではない。銅器、漆器においては、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。

一方、コンピュテーショナルモデリングは、コンピューターを使用し大量のデータ処理を行いながら、造形上の意思決定と思考支援を行う設計ツールである。これを 3D プリンティングに取り入れ、伝統的高岡銅器の鋳物原型や高岡漆器の造形素地製作に適用することで、それぞれの特徴を活かした新商品開発、同製品の高付加価値化を可能とすることが予測された。

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、この両者のコラボレーションを進めるべく調査研究を実施し、本産業の商品開発における画期的な開発支援ツールとして、実際の商品試作で応用可能かどうかの調査・検討を行った。

2. Grasshopper の活用

2.1 Grasshopper の機能調査・検討

先ずはじめに、コンピュテーショナルモデリングの機能 調査を行った。コンピュテーショナルモデリングにはいく つかの専用ソフトウェアがあるが、先を見据え、県内伝統 産業への導入し易さの観点から、3D-CAD「Rhinoceros」の プラグインツールの一つである「Grasshopper」を選定し、 そのコンポーネントの活用方法やパターンについて調査を 行った。コンポーネントは、3D-CAD上での設計やパター ン構築等を指示するための機能をもち、10種類に大別され、 さらに細分化されており、それぞれの中に数十種類のもの が存在する。これらの膨大な組み合わせによって、製品の 大きさや形状はもちろん、多様なテクスチャーパターンな ども設計可能となることがわかった。昨年までの研究で、 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、当センターの積層造形装置 (3Dプリンター)による3Dプリンティングが有効であるこ とがわかってきた。この設計ツールを 3D プリンティング に取り入れ活用することで、さらに様々な商品のバリエー ション展開が可能となり、大いに期待できる。

2.2 効率的で多様な形状設計

ここでコンピュテーショナルモデリングによる形状設計 手法の一例を次に示す。

まず一つの円を作成後、それを内外にオフセットした円 を作成し、高さ方向に移動する(図1)。

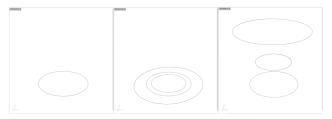


図1 円の作成、内外へのオフセット、高さ方向への移動

三つの円それぞれを同じ数で等分割し、分割点間のラインを作成し、ライン間に面を貼る(図2)。

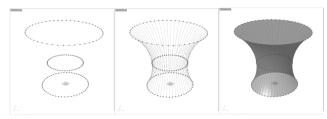


図2 全ての円の等分割、ライン作成、ライン間の面貼り

最後にキャップし完成となり、同時にコンポーネントの 組み合わせ(造形レシピ)も完成となる(図3)。

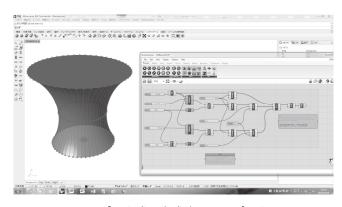


図3 キャップの作成と完成後のコンポーネント画面

ここでは、円の直径や移動距離を数値制御したり、各ラインの頂点(各円の分割点)の数を変更したりシフトする(ずらす)などのコンポーネントも組み込んだ造形レシピ

となっているので、その場でリアルタイムかつ効率的に、 様々な設計変更による形状が確認できる。また決定したも のについては、3D-CADデータとして出力できる(図4)。

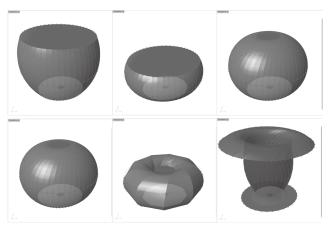


図4 各部の数値制御による効率的な形状変更

2.3 効率的で多様なテクスチャーパターン設計

コンピュテーショナルモデリングのもう一つの利点として、設計形状の表面に様々なテクスチャーを効率的に配置することができる(図 5)。

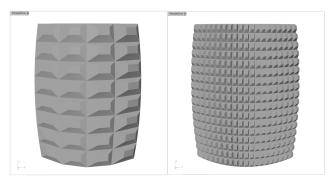


図5 様々なテクスチャーパターンの効率的な配置

これは、単純なボックス形で構成された形状パターンを配置したものであるが、もちろん配置するボックス自体の形状や数も変更できる。また、高さも自由に変更したり、マ

イナス方向に設定することで、凹面の形状パターンも可能 となる(図 6)。

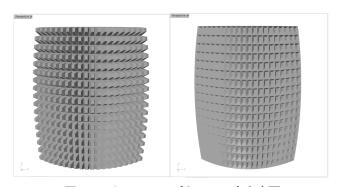


図6 テクスチャーパターンの高さ変更

以上のことから、効率的に多様な形状とテクスチャーパターンを組み合わせるだけでも、伝統産業での設計開発ツールとして、その可能性は無限大であることがわかった。

3. まとめ

本研究により、県内伝統産業の銅器、漆器それぞれの分野において、新商品開発に向けたコンピュテーショナルモデリングの可能性について把握できた。多品種少量や一品生産に有効な 3D プリンティングに、コンピュテーショナルモデリングを取り入れることで、さらに多様なバリエーション展開が可能となり、ニッチで高付加価値的な商品開発に活用できると考える。またこれらの積極的な活用の動きも出てきており、新商品の提案を担当している伝統産業関連企業のコーディネータからも、コンピュテーショナルモデリング導入の意向がある。

今後も関連企業・団体と連携を図りながら、積極的な活用方法を探り、支援を継続していくこととする。

参考文献

中島淳雄 (2014) 『Grasshopper 入門』株式会社ラトルズ

キーワード:コンピュテーショナルモデリング、3Dプリンティング、伝統産業、鋳造、漆器

Computational Modeling for Traditional Industry Support
Digital Manufacturing Section; Junji SUMIOKA, Kiyokazu HIMI and Takafumi YAMAMOTO

The business of traditional industries in Japan has been performed 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 lacquerware at Takaoka. On the other hand, computational modeling is a design tool that supports modeling decision and thinking while performing massive data processing using a computer. Therefore, we conducted the research in order to link the effectiveness of computational modeling to the support and activation of traditional industries.

レーザを用いた各種材料の表面修飾

デジタルものづくり課 髙松周一*1、住岡淳司、石黒智明*2

1. 緒言

各種材料の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 樹脂等の母粒子表面を機能性子粒子で被覆することで、 表面改質や複合化を行う技術である¹⁾。

これまで、その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、導電性、蛍光性、示温性等の付与について検討を行ってきた²⁾。

本研究では、レーザ焼結状態が良好ではなかった青色 蛍光剤、示温性の付与手法について、バインダー樹脂と レーザ光吸収の可能性が高い特定波長吸収材料の複合粉 末を応用することで試みた。

2. 実験方法

2.1 試料

バインダー樹脂(母粒子)には、株式会社セイシン企 業製 SK-PE-20L(LDPE: 平均粒径約 20μm)を使用し、 子粒子として山田化学工業株式会社製可視光吸収材料 FDB-004を選択した。

蛍光剤は株式会社デー・シー取扱の「ルミコール」Blue 色を使用し、示温剤 (サーモクロミック材料)には、活性化温度 31℃ を有する株式会社トスコ製マゼンタ色を使用した。

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LDPE粉末とFDB-004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10分間複合化処理を6回行い、調製した。

2.3 紫外可視分光分析および熱分析

可視光吸収材料 FDB-004 の極大吸収波長の確認のため、エタノール溶液での紫外可視分光分析を株式会社島津製作所製 SolidSpec-3700DUV で行った。

また、レーザ光による熱安定性確認のため、窒素雰囲気化、昇温速度 10°C/min で熱重量(TG)分析を理学電機株式会社製 ThermoPlus2 で行った。

2.4 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 $445\,\mathrm{nm}$ 、最大出力 $3.5\mathrm{W}$ 、スキャン速度 $200\,\mathrm{mm/min}$ 、スキャン間隔 $57\,\mathrm{\mu m}$ 、層厚 $200\,\mathrm{mm}$ で行った。

*1 現 ものづくり基盤技術課、*2 現 企画調整課

3. 実験結果および考察

Fig. 1 に、FDB-004 の最大吸収波長の確認のため、適当な濃度に調製したエタノール溶液での紫外可視分光分析結果を示す。

その結果、445nm に極大を有するスペクトルを得た。 ただし、これは溶液の状態での結果であり、固体(粉末) 状態での測定ではないが、レーザ光を照射した際にレー ザ光を吸収する可能性は非常に高いと推測された。

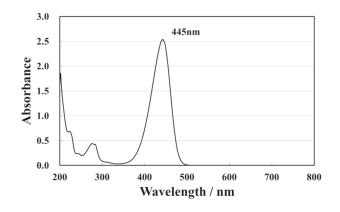


Fig. 1 FDB-004 エタノール溶液の紫外可視スペクトル

また、TG 分析からは、FDB-004 は約 114℃ の融解温度と約 340℃ の熱分解温度を有することが明らかとなっている。

このことから、レーザ光を吸収し発熱が可能であった 場合、母粒子の LDPE とほぼ同時に融解し、LDPE のバインダーとしての機能を発揮させることが期待できた。

3.1 複合化処理

バインダー樹脂 LDPE 粉末への FDB-004 の複合化は、0.05、0.1、1.0wt%の重量比で行い、振動ミルでの処理後の回収率は約92%であった。

3.2 レーザ焼結

Fig. 2 に、LDPE 粉末のみ、および 0.05wt%FDB-004/LDPE 複合粉末のレーザ焼結層(250μm 厚)の光学顕微鏡写真を示す。

複合粉末のレーザ焼結については、出力 1.05W 以下では焼結層を形成しなかったものの、出力 1.4W で脆いものの焼結層を形成し、それ以上のレーザ出力では焼結層の形成とともに基板上への固着が確認された。

このことから、複合粉末をバインダーとして応用できる可能性が示された。

Fig.3 に、青色蛍光剤/ (0.1wt%FDB-004/ LDPE 複合粉

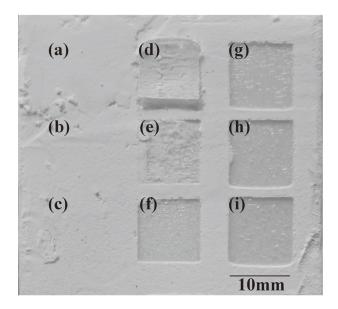


Fig. 2 FDB-004/ LDPE 複合粉末レーザ焼結層 レーザ出力: (a)LDPE のみ, 3.5W, (b)0.7W, (c)1.05W, (d)1.4W, (e)1.75W, (f)2.1W, (g)2.45W,(h)2.8W, (i)3.15W

末)混合粉末のレーザ焼結層(300µm 厚)の光学顕微鏡 写真を示す。

出力 0.7W では脆いものの焼結層を形成し、出力 1.05W で焼結層形成と基板上への固着が確認された。この 2 つの焼結層については、蛍光性も確認された。

これに対し、出力 1.4W 以上では焼結層全体が焼き付いた状態となり、蛍光性も認められなかった。その原因については現段階では不明である。

ここでは示さないが、サーモクロミック材料については、0.1wt%FDB-004/LDPE複合粉末との9:1での混合粉末でレーザ焼結を試みたが、出力2.1W以上でレーザの照射された部位で焼き付いたような状態になるものの、焼結層の確認は認められなかった。

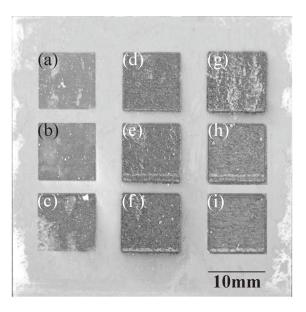


Fig. 3 青色蛍光剤/(FDB-004/ LDPE 複合粉末)混合 物のレーザ焼結層

レーザ出力:(a)0.7W,(b)1.05W, (c)1.4W, (d)1.75W, (e)2.1W, (f)2.45W,(g)2.8W, (h)3.15W, (i)3.5W

4. 結言

レーザ焼結が困難な材料について、バインダー樹脂 LDPE と特定波長吸収材との複合化により、レーザ焼結 の可能性が見出せた。

また、本実験で焼結できなかったサーモクロミック材料に関しては、今後も検討を行っていきたい。

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)
- 2) 例えば、髙松,富山県工業技術センター研究報告, **2018**, *32*, 34.

キーワード:複合化、レーザ焼結、可視光吸収材料、樹脂粉末

Surface Modification of Various Materials using Laser

Digital Manufacturing Section; Shuichi TAKAMATSU*1, Junji SUMIOKA, Tomoaki ISHIKURO*2

Laser printing was performed using the composite resin powder made from resin (LDPE) powder and visible light-absorbing materials for the purpose of giving fluorescence and thermo-sensitivity. As a result, it succeeded in forming of sintered layer on a resin plate, and fluorescence was also acquired. On the other hand, it was impossible about thermo-sensitivity to form of sintered layer on a resin plate.

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

機能素材加工課 柿内茂樹*1、山岸英樹、佐藤智 製品・機能評価課 清水孝晃 デジタルものづくり課 氷見清和 ものづくり研究開発センター 冨田正吾*2

1. 緒言

摩擦攪拌接合法は、塑性流動による固相接合法であり、低入熱で接合できる特徴を有する。この特徴を応用して、近年、自動車部品の一部にアルミニウム(AI)合金と鉄鋼材料の異種金属材料の接合法として実用化された。ところで銅(Cu)合金は高い放熱性や電気伝導性を有するため、自動車部品や電力・家電関連機器製造分野などにおいて広く用いられている。一方、比重が大きく、高価であるため、一部は軽量で熱伝導率や電気伝導率が良好なアルミニウム合金に代替されている。前報「つでは、A1050アルミニウムと C1020 無酸素銅の重ね摩擦攪拌接合を行い、AIと Cuの異種金属材料の重ね接合が可能であることを報告した。本研究では、突合せ継手における AIと Cu の異種金属材料の接合方法と継手の機械的性質について検討した。

2. 実験方法

供試材料は、工業用純アルミニウム (A1050 (調質: H24))と、無酸素銅 (C1020)を用いた。寸法はいずれも長さ 250 mm、板幅は 115 mm、厚さ 3 mm とした。母材の引張強さは、A1050 は 111 MPa、C1020 で 256 MPa である。

Fig. 1 に供試材料の拘束状況と接合材料の外観を示す。 継手形状は突合せ継手とした。接合中の開先の開口を防 止するために、板の表面はクランプユニット、板の側面は M6 のネジを押し付けて供試材料を固定した。前進側 (AS) に C1020 を、後退側 (RS) に A1050 を配置した。接 合中の温度を計測するため、裏板にφ0.5 mm の熱電対を 設置した。熱電対は、冶具の表面と熱電対の先端が一致す るように固定した。ツール形状は、ショルダ径が φ12 mm、 プローブ形状は M4 のストレート形状、プローブ長は 2.5 mm とした。接合条件は、ツールの回転数は1000 rpm、接 合速度は 1000 mm/min、ツールの押込量は、2.9 mm とし た。ツールの挿入速度は30mm/min、ツール挿入後の保持 時間は3 sec とした。継手の評価は、引張試験、裏曲げ試 験、疲労試験により行った。引張試験のクロスヘッドの速 度は1mm/minとした。裏曲げ試験は、試験片の一端をバ イスで固定して、任意の力で接合部裏面に引張の曲げ応 力が発生するように行った。裏曲げ試験の曲げ角度は約 90°とした。疲労試験は、応力比 0、加振周波数 20 Hz と した。Fig.2に各種試験片の形状・寸法を示す。なお、接合 時に形成された表面のバリは研磨により除去した。

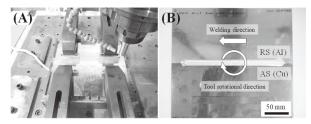


Fig. 1 Appearance of (A) clamped test pieces, (B)joining material of Al and Cu.

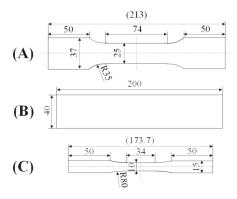


Fig. 2 Shape and size of (A): tensile test, (B): bending test and (C): fatigue test specimens (unit: mm)

3. 実験結果

Fig. 3 に接合部裏面近傍の接合中の温度履歴を示す。接合始端部の最高到達温度は約 390 °C、接合中は約 290 °Cを示し、いずれも Al-Cu 二元系合金の共晶温度 (548 °C)²⁾ 未満であった。

Fig. 4 に Al-Cu 接合材料の応力-ひずみ曲線を、Fig. 5 に接合材と引張試験後に採取した断面マクロ組織を示す。引張強さは、3 本の平均値で 103 MPa であった。破断位置は A1050 側でくびれて破断した。亀裂の一部は、A1050 側に埋もれた Cu 片と A1050 の境界を進展したため、Cu 片と A1050 の境界線には接合不完全部が残存し、ひずみ

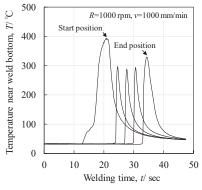


Fig. 3 Temperature history near welding root during FSW

*1 現 企画調整課、*2 現 富山県新世紀産業機構

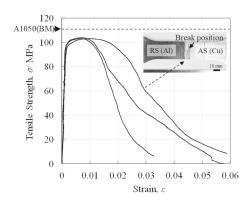


Fig. 4 Stress-strain curves of Al and Cu joint

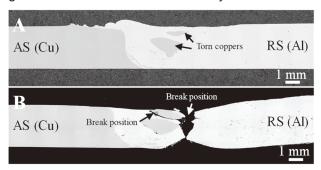


Fig. 5 Cross-sectional observations of Al and Cu joint (A: before tensile test, B: after tensile test)

が小さくなったものと考えられた。A1050 の母材の引張強さから見積もった、継手効率は93%であった。

Fig. 6 に裏曲げ試験後の接合部の外観を示す。継手裏面に引張りの曲げ応力を与えても破断しなかった。

Fig. 7 に Al-Cu 接合材料の各応力振幅 (σ_a) における破断サイクル数を示す。 σ_a =40 MPa (最大荷重 2.34 kN) で 2.2 \times 10⁴サイクルで破断した。破断位置は、引張試験における破断位置と同様に A1050 側で破断した。 σ_a =30 MPa (最大荷重 1.74 kN) 以下の場合、 1×10^7 サイクルを超えても継手の破断は認められなかった。

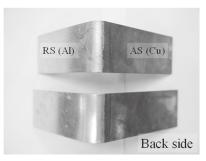


Fig. 6 Appearances of joining material of Al and Cu after back bending test

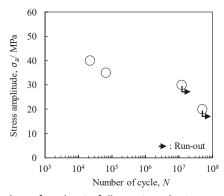


Fig. 7 Number of cycles to failure at each stress amplitude of Al-Cu joint

4. 結言

摩擦攪拌接合により A1050 アルミニウムと C1020 無酸素銅を接合して、継手の機械的性質について調査した結果、A1050 の母材から見積もった継手効率は 93 %であり、接合部裏面を約 90° に曲げても破断しなかった。

参考文献

- 富山県産業技術研究開発センター研究報告, 32(2018) 40-41.
- 2) Thaddeus B. Massalski et al.: Binary Alloy Phase Diagrams, 1 (ASM, 1990) 141-143

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

Functional Material Processing Section; Shigeki KAKIUCHI, Hideki YAMAGISHI, Masaru SATO
Product and Function Evaluation Section; Takaaki SHIMIZU Digital Manufacturing Section; Kiyokazu HIMI
Monozukuri Research and Development Center; Shogo TOMIDA

In this study, A1050 aluminium and C1020 oxygen free copper were welded by friction stir welding. Tensile strength, bending characteristics and fatigue strength of Al-Cu butt joints were investigated. As a result, the average tensile strength of Al-Cu joint materials were 103 MPa. The joint efficiency estimated from the tensile strength of the A1050 base material was 93%. The fracture and cracks did not occur from the back bending test. As a result of the fatigue test, when the stress amplitudes were 20 MPa and 30 MPa, fracture of joint materials did not occur even after more than 1×10^{7} cycles were applied.

*1 現 企画調整課、*2 現 富山県新世紀産業機構

距離画像による衛生管理に向けた手の動作検出に関する研究

製品・機能評価技術課 佐々木克浩、岩坪聡*1、生活工学研究所 塚本吉俊

1. 緒言

現在、WHO のガイドラインなどに推奨する手洗いの手順などが示されているが、食品工場や病院において必ずしも遵守されておらず、食中毒や院内感染を引き起こす原因になっている。このため、所定の手順で手洗いを行ったかを自動管理できるシステムが望まれる。この実現のためには、手洗い方法の認識技術 1,2)が必要と考えられる。特に、手の形と動きの両方を考慮した認識技術が望ましいと考え、その情報取得手段のひとつとして距離画像センサの利用が挙げられる。

このため、本研究では、距離画像センサを用いて手洗い動作を認識可能なシステムの開発を目指す。本年度は、その基盤構築の一環として、手を前に出した状態検知とその手を動かしている指標を得るためのデータを取得するシステムに関して検討した。

2. システム

システムの構成を図1に示す。距離画像センサを手の 前方付近に設置する。距離画像データはパーソナルコン ピュータに取り込み、図2に示すデータ処理を行う。取 得した距離データにおいて、Dmin~Dmaxの範囲内のピクセ ル数 N と距離 d_i ($i=0,1,\dots N-1$) を抽出する。この N が $N_{\min} \sim N_{\max}$ の範囲内の場合に、手を前に出した状態と仮定 する。手(腕を含む場合あり)とみなす解析領域を定める ため、手領域の先端(センサと手間の最短距離)付近を安 定的に検知する目的で、基準距離 dref を定義する。手を前 に出した状態の場合に、距離 d_i について、小さい順に N_{ave} 個の距離データを平均することで dref を求める。解析領域 は、それら距離データの座標の平均値を中心に、x、v、z 軸についてそれぞれ±X、±Y、+Zの範囲とする。この領 域において、現フレームと前フレームの距離の差分値が $\Delta D_{\min} \sim \Delta D_{\max}$ の範囲内のピクセル数を求め、さらに手を 前後に動かしている指標として、そのピクセル数の Fフ レーム分の積算値 Mp を算出する。同様の手順で、距離の 差分値が負の場合はMnとする。

システム開発には、距離画像センサ 24 として Intel 8 RealSenseTM SR300 を用い、プログラミング言語 C++と OpenCV 4 を用いた。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。距離画像の出力例を図 3 に示す。データ処理を行うピクセル数は、解像度の半分とし、距離 d_i の抽出の際は x 軸の両端部 100 ピクセルづつ除外した。

*1 現 デジタルものづくり課

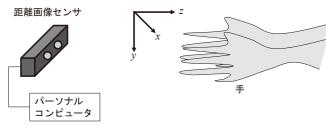


図1 システム

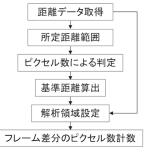




図2 処理手順の概略

図3 距離画像の例

3. システムの動作確認実験および考察

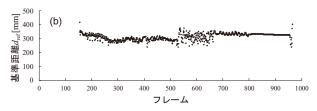
本システムの基礎的な動作を確認する目的で、手洗いを模擬 (洗剤や水は用いない) した代表的な動作の計測を行った。動作は、センサの前で起立した状態から図 4 に示す①~⑤の動作を番号順に行った後、意図的に静止し、手を退けた。なお立ち位置は予め指定した。データ処理の条件について、 D_{\min} =200mm、 D_{\max} =450mm、 N_{\min} =100、 N_{\max} =10000、 N_{ave} =50、X=Y=150、Z=150mm、 ΔD_{\min} =10mm、 ΔD_{\max} =80mm、F=15 とした場合のデータ取得例を図 5 に示す。

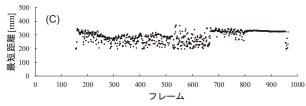
図 5(a)は、手を前に出したかを判定した結果であり、縦軸の「1」が検知、「0」が非検知を示している。150 フレーム付近から手を前に出し、950 フレーム付近で手を退けた。同図より、この動作に応じて、判定できている。図 5(b) は基準距離 d_{ref} の算出結果であり、比較のために図 5(c)に 最短距離を示している(検知状態の場合にプロット)。各図を比較すると、最短距離はノイズの影響と推測されるばらつきがあるが、基準距離 d_{ref} はばらつきが低減されている。動作④を行っていた $530\sim660$ フレーム付近において、 d_{ref} の変動が比較的大きいのは、親指を握られている手が動くことに起因していることが一要因として考えられる。また動作④では、 d_{ref} が最短距離より長い傾向が他の動作に比べて顕著なため、手領域の先端を検知しているかの検証とともに、平均数 N_{ave} の最適化が必要である。図 5(d)より、動作①~⑤を行っていた $150\sim800$ フレーム



図4 手洗い動作(模擬)例







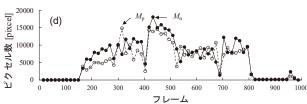


図 5 各データの取得例
(a) 手を前に出した判定、(b) 基準距離 d_{ref}
(c) 最短距離、(d) M_p、M_n

付近までは M_p と M_n が比較的高い値を示しており、手を 静止していた $800 \sim 950$ フレーム付近で低い値になってい る。フレーム数が 285、405、525、690 においてピクセル 数が低下しているのは、一連の動作①~⑤における各動作の変わり目に対応していると考えられる。以上より、ピクセル数に閾値を設定することによる動きの検知可能性を示唆している。

図 5(c)に示すような距離値の変動に関連して、手を前に出さずに、距離画像センサの前に立っている状態であっても、少ないピクセル数Nの距離 d_i が現れる場合があった。距離画像には、このようなノイズを含む場合があると考えられた。図 5(a)の判定に際して、 N_{min} を大きくすればこの影響を受けにくくなるが、動作①~⑤で取得されるNの下限を考慮して適切な値に設定することが重要となる。図 5 はデータ取得の一例を示したものであり、複数被験者を対象とした判定や動きの検知の精度検証とともに、各所定条件の最適化が課題である。

4. 結言

距離画像センサを用いて、手を前に出した状態検知と その手を動かしている指標取得のためのシステムを構築 した。手洗いを模擬した代表的な動作の計測例を示し、本 システムの基礎的な動作を確認した。今後は、手およびそ の動きの検知に関する課題の改善を試みつつ、手洗い動 作を識別するための特徴量に関して検討し、動作認識に 関する実証実験に繋げたいと考えている。

参考文献

- 1) 東他,情報処理学会第76回全国大会,5Q-2,(2014)2-265.
- 2) B. Xia *et al.*: Proceedings of the 17th Irish Machine Vision and Image Processing conference (2015) 43.
- 中村他, Intel RealSense SDK センサープログラミング, 翔泳社, (2015)
- 4) 小枝 他, OpenCV による画像処理入門 改訂第2版, 講談社, (2017)

キーワード:距離画像、手洗い、動作、システム

Detection of Hands Motions for Hygiene Management Using Depth Camera

Product and Function Evaluation Section; Katsuhiro SASAKI, Satoshi IWATSUBO*1 and Human Engineering Section; Yoshitoshi TSUKAMOTO

A data acquisition system for detecting motions of hand washing was constructed using a depth camera placed in front of a human. A data processing algorithm for detecting hands putting out was implemented, and a reference distance of the hands was calculated. In the analysis region determined by the reference distance, data processing for acquiring indicators of hands motions were performed. The fundamental performance of the system was confirmed.

強ひずみ加工による軽金属材料の高強度化技術の開発

機能素材加工課 佐藤智 山岸英樹 柿内茂樹*1 製品·機能評価課 清水孝晃

1. 緒言

近年、輸送機器では、素材への軽量化要求が特に厳しくなっており、主体としてきた鉄鋼材料から AI 合金や Mg 合金などの軽量材料に置換が進んでいる。さらなる部材の軽量化には、薄肉化が有効な手段の一つであるが、より高強度な材料が求められる。材料強化法のなかでも、結晶粒微細化は、基本的な化学組成を変えることなく、優れた強度特性が得られる強化法である。

極めて微細な結晶粒を得るためには、バルク材に巨大 ひずみを導入することが必要とされ、その加工法として 強ひずみ加工(Severe Plastic Deformation)が知られている。 従来、HPT(High Pressure Torsion)や ECAP (Equal-Channel Angular Pressing)が主に研究されているが、対象となる部 材形状が限定されるため、実用化は進んでいない。また、 圧延加工による SPD 法の ARB(Accumulative Roll Bonding) は、板材の接合-圧延を繰り返す事で導入する相当ひずみ を増加する加工法で、量産化技術として注目されている。 一方、自由な断面形状が得られる押出加工を応用した SPD 法は、CEC (Cyclic Extrusion and Compression)などが開 発されているが、自由な断面形状の加工が可能で、単工程 で完了でき、かつ連続加工が可能な加工法はない。

そこで、本研究では、軽金属材料(Mg 合金など)に適用可能な押出 SPD 加工技術の開発を目指し、開発した加工法による純 Mg の試験加工と結晶方位解析(以下 EBSD)による組織観察を行った。

2. 実験方法

供試材料は、純 Mg(99.9%)である。加工実験は、試作した押出加工用金型をプレス機: H1F200-2 に供して、加工を行った。受理材は、 ϕ 32 の押出丸棒であったが、直径25mm、長さ50mmに機械加工した。機械加工の後に、内部のひずみ除去と加工直前の試料予熱を目的として、大気炉中で雰囲気温度350°C-45分以上の焼鈍処理を行ったり。EBSD用の試料前処理は、切断と#2400以上の粗研磨した後、最終研磨をイオンミリング加工(Ar)で行った。

3. 実験結果および考察

図 1 に焼鈍処理のみを行った試料と焼鈍処理後に加工 した試料断面における逆極点図方位マップと結晶粒界マップを示す。図 1 の結晶粒界マップの実線は、太線は 5~ 15°、細線は 15~180°の方位差を有する結晶粒界を示す。 図1にした観察領域において、焼鈍後の試料の結晶粒径は約100μmであった。また、結晶粒界は、主に大傾角粒界:15~180°から形成されることが分かった。一方、加工後の試料では、結晶粒径が約14μmまで微細化しているとともに、結晶粒界は大傾角粒界:15~180°とネットワーク状に形成された多くの小傾角粒界:5~15°が観察された。マグネシウムの動的再結晶過程は、〈10Ī1〉圧縮双晶と〈10Ī2〉引張双晶(二重双晶)により生じる双晶界面に、転位の蓄積と回復に伴い小傾角粒界が形成され、さらなる変形をもって大傾角化すると考えられている³。しかし、図1に示すように、いずれの双晶境界も明瞭に観察されなかった。これは、350°Cまで昇温された金型から試料を取り外して、迅速に冷却することが困難であり、焼鈍が進行したため考えられる。

表 1 に、図 1 の結晶粒界マップに示した観察領域における粒界の方位差と長さを示す。焼鈍後と加工後の試料では、小傾角粒界: $5\sim15^{\circ}$ と大傾角粒界: $15\sim180^{\circ}$ が存在する比率が異なり、 $5\sim15^{\circ}$: $15\sim180^{\circ}$ =約 1:11 から約 1:3 となり、小傾角粒界が明らかに増加した。

マグネシウムでは、押出し形材表面に結晶格子の(0001) 面が集積する特徴的な集合組織を示し、機械的性質の異 方性を現す原因となるため³、集合組織を観察することは 重要である。これについて、図1に示した観察領域の逆

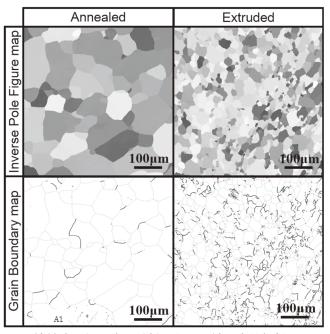


図 1 焼鈍後と加工後の試料における結晶方位解析による IPF マップと結晶粒界マップ

*1 現 企画調整課

表 1 結晶粒界マップに示す粒界の角度と長さ

Specimen	Length of boundary(mm)		
	5-15deg	15-180deg	
Base metal	1	115	
Extruded	116	355	

極点図と(0001)面の極点図で解析した結果を図2示す。なお、逆極点図の括弧内は試料座標系を示しており、[001]は分析方向と平行な試料の半径方向、[010]は[001]と直行する試料の半径、[100]は試料の長手方向(押出方向)となるように試料調整の上、測定した。逆極点図をみると、焼鈍後の試料では[001]と[010]の試料半径方向に(0001)面が集積するが、加工後の試料では[010]のみに強く(0001)面が集積していることが観察された。これより、加工後の試料では、特定の半径方向に強い集合組織を形成していることが分かった。また、極点図では、逆極点図で示したように特定の試料半径方向に集積した(0001)面がみられ、さらにも動が約37°傾斜した方位にも集積して観察された。これより、押出材の焼鈍組織とは明らかに異なる集合組織が形成されることが分かった。

4. 結言

軽金属材料に適用可能な強ひずみ押出加工技術の開発を目指して、開発した加工法による 99.9%Mg の試験加工と EBSD による試料断面の組織解析を行った。その結果を次に示す。

- ・結晶粒径は、初期結晶粒径:約 $100\mu m$ から約 $14\mu m$ まで微細した。
- ・加工後の試料では、焼鈍材よりも非常に多くの小傾角粒界:5~15°が形成された。
- ・加工によって形成された集合組織は、特定の試料半径方向に(0001)が集積し、さらに c 軸が約 37°傾斜した方位にも集積がみられた。

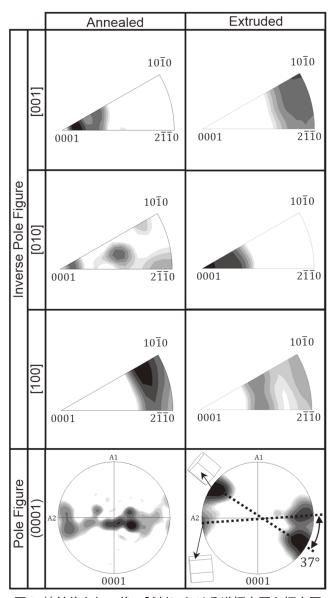


図2 焼鈍後と加工後の試料における逆極点図と極点図

参考文献

1)市川理衛ら:軽金属, vol.4 (1952) pp. 148-150 2)鎌土重春:塑性と加工, vol.54 (2013-4) pp. 336-341 3)村井勉:塑性と加工, vol.48 (2007-5) pp.379-382

キーワード:強ひずみ加工、押出、マグネシウム、EBSD

Development of High-Strength Technology for Light Metal by Using Severe Plastic Deformation

Functional Material Processing Section; Masaru SATO, Hideki YAMAGISHI, Shigeki KAKIUCHI*1, and Product and Function Evaluation Section; Takaaki SHIMIZU*2

Extrusion severe plastic deformation structure developed for pure-magnesium was analyzed by EBSD pattern. By IPF and GB maps, it was found that the grain size decreased to about 14µm and many low-angle grain boundaries were created in the extruded specimen. The plane (0001) pole figure of extrusion showed distribution in specific extrusion direction.

レーザによる金属と樹脂との接合

製品・機能評価課 清水孝晃 機能素材加工課 山岸英樹 柿内茂樹*1 デジタルものづくり課 石黒智明*1

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。

これまで透明樹脂とアルミニウムをレーザ照射による溶 着で結合力を評価してきたが、レーザがアルミを貫通する ものはそうでないものに比べ高い結合力を示した。貫通箇 所数による結合力の変化について考察した。

2. 実験方法

厚さ 3mm の PET を下側、厚さ 1mm のアルミ板を上側に置き治具で固定し、アルミ板側よりレーザを照射した。照射箇所は 5 箇所とし照射条件により貫通箇所を制御し 0 点から 5 点貫通箇所を設けた。照射条件は非貫通箇所で600W1s、貫通箇所は 700W1.5s を基本としたが、制御のため 0.8s~2.0s の間で調整した。

貫通箇所は1点では中央、2点では対角上の2点、3点は中央を含む対角上の3点、4点では中央を除く4点、5点では全ての点を貫通させた。フォーカスはジャストフォーカスとした。

3. 実験結果および考察

3-1 貫通数と結合力の変化

レーザ照射面の状態を図1に示す。アルミ面貫通箇所からは樹脂が噴出し、樹脂側では発泡状になっていることがわかる。樹脂側の炭化は認められない。接合面での溶着は2点以上ではほぼ全域で認められる。

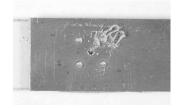
接合力を引張せん断試験で評価した。試験結果を図2に示す。貫通点数が多いほど接合力は大きくなったが、最大荷重が1200Nを越えたものの多くでは図3に例を示すが樹脂が割れて破断しており、樹脂の強度により結合力が影響され、接合力増加には制限があることがわかる。なお、樹脂単体を引張った時の最大荷重は3000N程度であり伸びや絞りも認められる(図4参照)が、接合体の場合伸びや絞りも認められる(図4参照)が、接合体の場合伸びや絞りは見られず最大荷重も小さく樹脂が劣化していることがわかる。このためレーザによる溶着での結合力は今回の試

験片の場合最大1600N程度であると考えられる。



貫通なし アルミ側

貫通なしの樹脂側





1点貫通 アルミ側

1点貫通 樹脂側

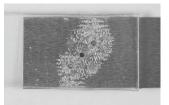




2点貫通 アルミ側

2点貫通 樹脂側





3点貫通 アルミ側

3 点貫通 樹脂側





4点貫通 アルミ側

4 点貫通 樹脂側





5点貫通 アルミ側

5 点貫通 樹脂側

図1 貫通接合後のレーザ照射面

*1 現 企画調整課

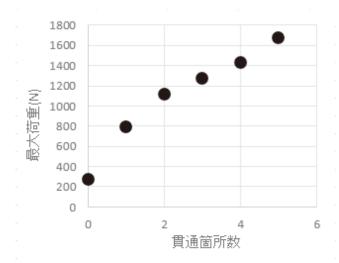


図2 貫通個所数と最大荷重の変化

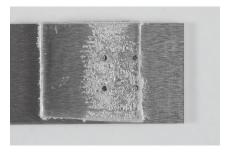


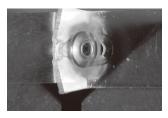
図3 4点貫通における PET 破断例



図4 引張試験後のPET 試験片

3-2 ブラインドリベット継手との比較

アルミ板と PET 板をブラインドリベットで結合した試験体の引張せん断試験結果との比較を行った。リベットはリベット径 4.8mm、リベット材質はアルミニウムでせん断荷重は 2200N である。引張せん断試験結果は、フランジをアルミ側にした場合 1191N、フランジを PET 側にした場合1314N となった。アルミ側にした場合変形部が樹脂板から抜け、PET 側にした場合 PET 板の下穴が広がることで破損した(図5参照)。最大荷重を比較すると貫通箇所3箇所以上でブラインドリベット結合を上回ることがわかり、貫通部を有したレーザ溶着継手は十分な結合力であると評価で





PET 側フランジ

AL 側フランジ

きる。

図5 引張せん断試験後の結合部 (ブラインドリベット継手)

4. 結言

- ・アルミをレーザが貫通したものはしていないものに対し大きな結合力が得られる。
- ・貫通点1箇所当たり400N程度の結合力が得られた。
- ・レーザ照射により PET が脆化するため、結合力は PET の強さの半分程度が限界である。
- ・4 点以上貫通させることでブラインドリベットによる継手に対し高い結合力を得られる。

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、ブラインドリベット

Evaluate a Joining Force Generated Melting a Resin by Laser Process

Product and Function Evaluating Section; Takaaki SHIMIU

Functional Material Processing Section; Hideki YAMAGISHI Shigeki KAKIUCHI

Digital Manufacturing Section; Tomoaki ISHIKURO

It is possible to connect aluminum with PET by laser emission. When aluminum plat is emitted laser beam, it gives off heat and melt a PET. It is possible to connect aluminum and PET. At this joint which has through hole by laser process, its strength is higher than nothing one. At one through hole, a joining force has increased by 300N. At a jointing force is over 1200N, breaking point is PET area. It means tensile strength is limited to a PET's strength. The joint that has more than 4 through holes has higher strength than blind-riveting joint's.

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(3)

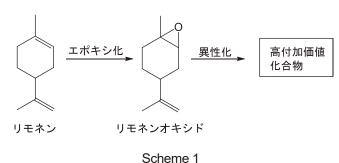
ものづくり基盤技術課 山崎茂一

1. 緒言

植物由来の化学物質は、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。リモネン は柑橘類の皮から大量に得られる化学物質であるが、現 状、溶剤や接着剤原料などとして利用されるに止まり、 有効利用されているとは言い難い。本研究では、リモネ ンを化学変換することにより高付加価値化することを検 討した。

一昨年度の報告で、トリス(ペンタフルオロフェニル) ボランが、α-ピネンオキシドを速やかに異性化しカンフォレンアルデヒドへ変換する有効な触媒として働くことを見出し報告した。[1]

今回はこの触媒を用いて、リモネンをエポキシ化して 得られるリモネンオキシドの異性化による高付加価値化 (Scheme 1) について検討したので、その結果を報告する。



2011011

2. 実験

cis 体と *trans* 体のリモネンオキシドを、市販の *cis/trans* 混合物から、文献記載の方法で得た。[2]

異性化反応は、リモネンオキシドを溶媒に溶かし、所定の温度で撹拌しているところに、トリス(ペンタフルオロフェニル)ボランの溶液を滴下する方法で行った。 反応率および生成物の収率はガスクロマトグラフ分析により求めた。

3. 結果と考察

トリス(ペンタフルオロフェニル)ボランは様々な反応を触媒することが知られているが、エポキシドのカルボニル化合物への転位反応を促進することが20年以上前に石原、山本らによって報告されている。[3] しかしながら、トリス(ペンタフルオロフェニル)ボランのリモネンオキシドへの適用例はこれまで報告されていない。

まず、トリス(ペンタフルオロフェニル)ボランをルイス酸触媒としてリモネンオキシドの cis/trans 混合物に 50°Cで作用させたところ、数種類の化合物の混合物が得られた。反応の経時変化を調べたところ、cis-リモネンオキシドの異性化がスムースに進行するのに対し、trans-リモネンオキシドの反応は遅く、生成物も異なっていることがわかった。そこで、市販されているリモネンオキシドのcis/trans 混合物から、文献記載の速度論的光学分割法を用いて、cis 体および trans 体 (Figure 1) の高純度品を得、cis 体および trans 体のそれぞれの異性化反応について検討した。

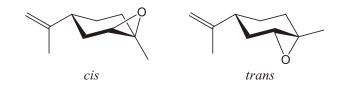
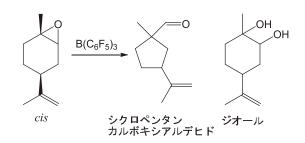


Figure 1 (R)-(+)-リモネンオキシド

cis-リモネンオキシドに対し 0.2 mol%のトリス(ペンタフルオロフェニル)ボランを触媒とし、トルエン中 50℃で反応を行ったところ、30分以内にリモネンオキシドは消失し、シクロペンタンカルボキシアルデヒドが 73%の収率で得られた。副生成物としてエポキシドが開環したジオールが確認できたが (Scheme 2)、その他にガスクロマトグラム上に同定に至らなかったピークがいくつか存在した。溶媒としてジクロロメタンを用いた場合には、反応は室温で進行するものの、シクロペンタンカルボキシアルデヒドの収率は 38%に低下した。



Scheme 2 cis-リモネンオキシドの異性化

つぎに、trans-リモネンオキシドの異性化反応について 検討した。trans-リモネンオキシドに対し 1 mol% even cis 体 の場合の 5 倍量のトリス(ペンタフルオロフェニル)ボラ ンを触媒として用い、トルエン中 50°C で反応を行ったと ころ、2 時間の反応で 90%の trans-リモネンオキシドが反応し、シクロペンタンカルボキシアルデヒドが 12%の収率で得られた。また、ガスクロマトグラム上、シクロペンタンカルボキシアルデヒドに近接した位置に最大ピークが存在するが、このピークの分子量はガスクロマトグラフ質量分析により 152 で、シクロペンタンカルボキシアルデヒドのマススペクトルと類似したマススペクトルを示すことから、シクロペンタンカルボキシアルデヒドの立体異性体ではないかと推定しているが、確認はできていない。そのほかに、少量のジヒドロカルボンの生成が確認できた (Scheme 3)。

Scheme 3 trans-リモネンオキシドの異性化

均一系のルイス酸触媒によるリモネンオキシドの異性 化反応としては、臭化亜鉛 (ZnBr2) を用いた反応が報告 されているが、[4] その生成物はジヒドロカルボンが 59% と最も多く、次いでシクロペンタンカルボキシアルデヒ ドが 30%、5 員環ケトンが 10%であり、本報告とはかな り異なっている (Scheme 4)。

Scheme 4 ZnBr₂によるリモネンオキシドの異性化

リモネンオキシドの cis 体と trans 体で反応性に違いがあり、生成物も異なることが、固体触媒 (SiO2-Al2O3) を用いた反応で報告されている。[5] この触媒を用いた場合、cis 体の反応は速く、主生成物としてシクロペンタンカルボキシアルデヒドを70%以上の収率で与え、一方 trans体の反応は遅く、ジヒドロカルボンが主生成物として70%の収率で得られている。トリス(ペンタフルオロフェニル)ボランを触媒とした本報告の反応と比較すると、cis体の反応が速くシクロペンタンカルボキシアルデヒドが主生成物となる点と trans 体の反応が遅い点は一致しているが、trans 体の生成物には違いが見られる。

4. まとめ

トリス(ペンタフルオロフェニル)ボランが、リモネンオキシドの異性化反応を触媒し、シクロペンタンカルボキシアルデヒドを主生成物として与えることを見出した。リモネンオキシドの cis 体と trans 体で反応性に大きな差が見られ、生成物も大きく異なっていることがわかったた。

「参考文献」

- [1] 山崎, 富山県工業技術センター研究報告, 2017, 31, 46.
- [2] B. Singaram et al. Tetrahedron: Asymmetry, 2002, 13, 2359.
- [3] K. Ishihara, N. Hanaki, H. Yamamoto, Synlett, 1995, 721.
- [4] R.L. Settine et al. J. Org. Chem. 1964, 29, 616.
- [5] N. Ravasio et al. Top. Catal. 2004, 27, 157.

キーワード:再生可能有機資源、リモネンオキシド、異性化、トリス(ペンタフルオロフェニル)ボラン

Tris(pentafluorophenyl)boran-Promoted Isomerization of Limonene Oxide

Shigekazu YAMAZAKI

Lewis acid-catalyzed isomerization of limonene oxide has been investigated. Tris(pentafluorophenyl)boran is known as an efficient Lewis-acid catalyst for the rearrangement of epoxides. We present here tris(pentafluorophenyl)boran as an efficient Lewis acid catalyst for the isomerization of *cis*-limonene oxide to give cyclopentanecarboxyaldehyde in high selectivity. The catalytic activity is high, and with 0.2 mol% catalyst *cis*-limonene oxide could be converted to the aldehyde in 73% selectivity at 50°C within 30min. On the other hand, the isomerization of *trans*-limonene oxide is slow and the products are not same with those of *cis*-limonene oxide isomerization.

樹脂 3D プリンターによる消失模型鋳型の作製と 金属鋳造に関する研究

デジタルものづくり課 氷見清和 住岡淳司 山本貴文 石黒智明*1

1. 緒言

近年、自動車用部品や産業機械用部品などは、部品の薄肉・軽量化、複雑形状化、高精度化のため複雑な形状の作製技術の開発が一層求められている。現在、その開発の中で複雑形状の金属製品を直接に作製することができる金属 3D プリンターが注目されているが、造形できる材料が限られるうえ、粉末材料が高く、またサポートの除去など造形形状にも様々な制限があるり。そこで、これらの問題を解決する砂型 3D プリンターも開発されている。従来の砂型での鋳造方法の場合、製品形状が複雑になるほど特殊な中子が必要となり、どうしても解決できない形状になる場合がある。この砂型 3D プリンターは大型製品も鋳造でき、各種類の金属の鋳造ができることから大変注目されている。。しかし、本プリンターは高価なことから、安価な製品試作方法が求められている。

そこで、樹脂を材料とする 3D プリンターで消失模型鋳型を作製することにより、多種類の金属材料を用いて従来方法では困難だった形状を作製することが可能か検討した。製品形状の模型を消失させることで、中子や型割形状を考慮する必要が無くなり、中空形状やアンダーカット形状のある複雑な部品の自由度が大幅に増える。本研究では、樹脂 3D プリンターを用いて、積層造形法による消失模型を試作し、砂や石膏などの耐火材料に模型を埋め込み、消失させてから溶融金属を流し込むインベストメント鋳造法にて鋳造を試みた。

2. 実験方法

2.1 試験および測定方法

樹脂の材料分析は、赤外分光光度計により結晶構造を 分析した。熱による状態変化については、熱分析装置を 用いた熱重量分析(TGA)、および PVT 試験機を用いて 樹脂材料の体積変化を測定した。

2.2 消失模型の作製と鋳造

模型は 3D-CAD で設計し、材料にポリアミド樹脂を用いて 3D プリンター (EOS 社製 FormigaP100) にて作製した。鋳型材料には石膏を用い、模型を埋没させて固化後に電気炉内にて最高温度 600°C にまで上昇させて模型

を消失させた。

模型が消失して空洞となった石膏鋳型に、溶解した錫 合金を流し込み、冷却後に石膏を崩して鋳造製品を取り 出した。

3. 実験結果および考察

3.1 材料測定結果

図 1 に、ポリアミド粉末材料の熱重量分析結果を示す。 測定の結果、おおよそ $300\sim400^{\circ}$ C の間で最大の分解があり、 450° C では分解がほぼ完了していると推測できる。 そこで実験では、充分に分解させるため炉の設定温度を 600° C とした。

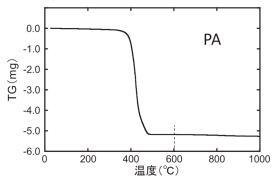


図1 ポリアミド粉末材料の熱重量分析

造形した消失模型を電気炉で消失する際に、熱膨張し、 固化した型を崩してしまうことが考えられることから、 加熱による熱膨張を測定した。図2に、ポリアミド粉末 材料について、応力100MPa および200MPにおける定圧 での温度体積変化を示す。約100℃付近でガラス転移が 観測され、約200℃付近で融点が観測されている。測定 の結果、50℃付近から300℃までにおける体積膨張は約 10%あることがわかった。

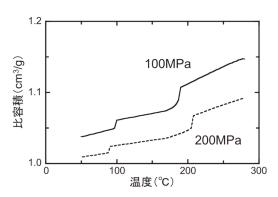


図2 ポリアミド粉末材料の定圧温度変化

*1 現 企画管理部

3.2 鋳造試験結果

図3に(a)3Dプリンターで作製した消失模型の外観、(b) 模型を消失後に中空となった鋳型に溶融金属を流し込み 取り出した鋳造製品の外観、(c)鋳造製品の表面の拡大観 察を示す。実験の結果、樹脂模型は完全に消失しており、 また空洞部分に細部まで湯が流れていることがわかる。 図4には、それぞれの裏側部分の外観を示す。

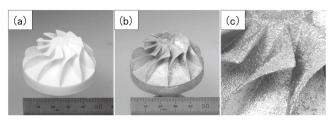


図3(a)消失模型,(b)鋳造製品,(c)鋳造製品の拡大

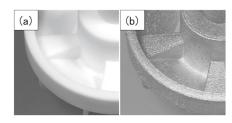


図 4 (a)消失模型 (裏側), (b)鋳造製品 (裏側)

3D プリンターでは、製品だけでなく「湯口」「堰」「押し湯」なども中空で作製することにより、鋳造欠陥となる残渣が低減でき、熱膨張による鋳型が破損する問題も解決できる。また、図 5 に大型製品の中空消失模型の例を示ように、強度補強のために、内部に梁を設けることで、強度不足も解決できると考えられる。更には、中空

にした樹脂模型を極薄いシェル構造にすることにより、 模型を埋め込んだままの石膏型に直接高温の溶融金属を 流し込み、その溶湯熱により模型を分解して気化消失さ せることによって模型を溶湯で置換して製品を作製する フルモールド法が可能となると期待できる。

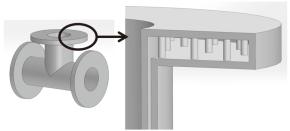


図 5 大型製品の中空消失模型の例

4. 結言

本研究では、樹脂 3D プリンターを用いて、積層造形法による消失模型を試作し、インベストメント鋳造法にて鋳造を試みた。実験の結果、樹脂模型は完全に消失しており、鋳造製品は細部まで鋳造することが確認できた。今後は、ひけ巣等の欠陥や湯流れなど鋳造方案も鋳造解析シミュレーション等を用いて、3D プリンターによる消失模型の有用性を検討していく。

参考文献

1)永田, 滝沢ら:若い研究者を育てる会, **30** (2017) pp. 14-20

2) 岡根利光ら: 鋳造工学, 90(2018) pp.265-327

キーワード: 3D プリンター、積層造形、消失模型、鋳造

Research on Fabrication of Sacrificial Patterns by 3D Printer and Metal Casting

Digital Manufacturing Section; Kiyokazu HIMI, Junji SUMIOKA, Takafumi YAMAMOTO and Tomoaki ISHIKURO*1

In this study, the basic characteristics of sacrificial patterns fabricated by 3D printer were investigated. The polyamide powder material decomposes completely at about 450 °C. Polyamide material has about 10% volume expansion from around 50 to 300 °C. We tried to cast by investment casting method. As a result of the experiment, the model completely disappeared, and metal was flowing to details in the cavity. We will further study the usefulness of the sacrificial patterns fabricated by 3D printer using casting simulation.

電磁ノイズ抑制構造に関する研究

製品·機能評価課 宮田直幸 佐々木克浩

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 ¹⁾²⁾³⁾。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。

本研究では、前年度に続き、EBG 構造の単位胞の面積を小さく保ったまま最低バンドのバンドギャップ下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 計算手法とその高速化

様々な形状を検討するためにはそれだけ数値計算による計算時間が必要となる。本研究では、検討に進む前に計算の高速化の手段として、前年度には用いなかったGPGPU (General Purpose Graphics Processing Unit) 4)を用いた。これはグラフィックス処理用のGPUを科学計算等の一般的な用途に使おうとする際のGPUとその枠組みを指す。GPUは多数のコアを持ち、一つ一つのコアはCPUと比べて演算速度等は落ちるものの、計算対象が並列計算に適していれば、多数のコアに並列で計算させることで計算を高速化することができる。

具体的な計算手法として、前年度同様 FDTD 法 ⁵を用いた。時間領域の数値計算法である FDTD 法は有限要素法等と異なり、各点の近傍の場の値のみを使って次の時刻の場を求めていくものであるから、並列計算に適した手法である。FDTD 法は位相速度の周波数依存性が知られているが、特に今回のような用途では各周波数成分に

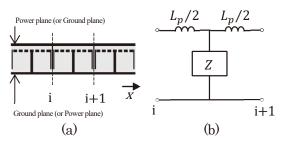


Fig. 1 (a) Cross sectional view of EBG structure formed on power/ground plane and (b) its equivalent circuit

分解して考えるのみの線形の問題であるから、問題にならない。境界条件には吸収境界条件ではなく、Blochの定理による境界条件を課し、時間波形をFFT することでバンド分散を得ることができる。

今回使用した NVIDIA 社製 GPU は (CUDA) コア数が 512 のものであり、GPU 版コードは CPU 版と比べて 10 倍程度に高速化することができた。実際にはメモリへのアクセスを最適化すること等により、より高速化することもできると考えられるが、高速化手法の開発が主目的ではないため、これで十分とした。

2.2 形状の検討

前年度扱ったオープンスタブ EBG 構造は基板の製造 工程を変えないため、低コストで実現できるという意味 で有用である一方、基板に水平な方向にマイクロストリ ップ線路を延ばすしかなく、性能を維持したままのさら なる小面積化は難しいと考えられる。そこで本研究では 製造法やコストはあえて考慮せず、基板に垂直な方向に も構造を入れ、基板上の面積を保ちながら元の性能を改 良できるかを検討した。

しかしながら、基板に垂直な完全導体の仕切り板を入れた場合であれ、ワイヤを並べた場合であれ、オープンスタブの場合の最低バンドのバンドギャップ下端の1~2GHzには及ばず、どれも10GHz以上となった。

これは単位胞のサイズが数 mm しかなく、等価回路が少数個の C や L で近似される時、形成される C や L に限度があるためと考えられる。そこで伝送線路の形状は必須と考え、オープンスタブの枠内で検討することにした。前年度の検討のより、既に先端の幅が広いオープンスタブでは最低バンドのバンドギャップ下端周波数を低くしつつバンドギャップを広くし得ることがわかっているため、Fig. 1 (a)および Fig. 2 (b)のようにオープンスタブ先端の

幅が広い部分を垂直に延長し、同時にプレーン層からも板を垂直に出し、マイクロストリップ線路を垂直に形成することで、基板上のサイズを保ちつつ、先端部分のワイド化を図ったものを考えた。

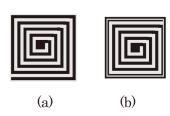


Fig. 2 Top view of open stubs

- (a) conventional type
- (b) club-shaped type.

(Black: PEC, Other color: dielectric substrate)

2.3 計算結果

Fig. 3 に FDTD 法による結果を示す。線路長は Fig. 2(a) の従来からある形状よりむしろ小さいが、最低バンドのバンドギャップ下端周波数は小さくなり、バンドギャップも若干広がっていることがわかる。Fig. 2(a)、(b)に共通するパラメータは、マイクロストリップ側基板厚0.065mm、層導体間0.495mm、導体厚0.035mm、正方形角柱で置き換えたビアの一辺0.24mm、線幅0.1mm、線間ギャップ0.1mm、誘電体(Fig. 1、2のグレー部分)の比誘電率4.2 とした。また、Fig. 2(a)単位胞の一辺 $a_x=2.18$ mm、Fig. 2(b)単位胞の一辺 $a_x=1.88$ mm、Fig. 2(b)の幅が広い部分の幅0.33mm、幅が広い部分とプレーン層から延長された仕切り板厚み0.04mmとした。ここでは形状の変更により改良し得ることをデモンストレーションすることを目的としており、製造法は考慮していないことに注意されたい。

3. 結言

今年度の検討においては、数値計算のある程度の高速 化を達成し、それを用いて新奇 EBG 構造を模索したが、 十分な性能を持つものを発見することはできなかった。 一方、Fig. 3 に示したように、比較的簡素な形状であって も従来のオープンスタブ EBG 構造と同等の単位胞の面 積で低い周波数に対応した EBG 構造は少なくとも計算 上は存在することがわかった。今年度の経験により、伝 送線路の構造は必須と考えられるため、次年度において は、既存の構造ではあるもののオープンスタブ EBG 構造 の試作と実験的評価に取り組みたい。

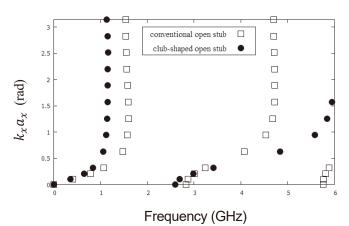


Fig. 3 Dispersion diagram of EBG structures

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)
- 3) H. Toyao et al., IEIEC TRANSACTIONS on Communications, Vol. E93-B, No. 7, pp. 1754-1759 (2010)
- 4) 青木 他, はじめての CUDA プログラミング, 工学社 (2009)
- 5) A. Taflove and S. C. Hagness: Computational electrodynamics, ARTECH HOUSE (2005)
- 6) 宮田 他, 富山県産業技術研究開発センター研究報告, No.32, pp.46-47(2018)

キーワード: EMC、電磁波、EBG

Study on Techniques for Suppression of Electromagnetic Noise

Evaluation Technology Section; Naoyuki MIYATA and Katsuhiro SASAKI

An improvement of the open stub electromagnetic bandgap (EBG) structure formed on power/ground plane of multilayer printed circuit boards was studied. A club-shaped open stub which has a vertically arranged wider strip was examined with the help of FDTD simulation, and was found to exhibit the lower lowest X-point frequency and the wider lowest bandgap compared to those of conventional ones.

カーボンナノファイバー/アルミニウム複合材料の開発

製品・機能評価課 丹保浩行*1 清水孝晃 岩坪聡*1 デジタルものづくり課 氷見清和 機能素材加工課 柿内茂樹*2 機械電子研究所 角田龍則

1. 緒言

電子デバイスの小型化・高密度化により発熱密度が増大するため、優れた熱伝導性を有する放熱材料の開発が求められている。自動車や航空機などの輸送分野では、軽量小型の高密度電子デバイスが搭載されており、多くの用途で加工性の良い軽量なアルミニウムが用いられている。近年、カーボンのみで構成される材料の研究が進められ、アルミニウムよりも軽量・高熱伝導率のファイバーが開発されている。また、電子部品の接合には、スズを主成分としたはんだが広く用いられている。カーボンナノファイバー、アルミニウムおよびスズの熱伝導率は、それぞれ1500、200 および70 W/mK 程度である。

摩擦撹拌接合(FSW)は、ツールを回転させながら材料に接触させることにより、固相状態で接合する特長を有している。これまで、アルミニウムと銅の突合せ継手の開発を報告してきており、接合部底面近傍の温度は400°C程度に達することを確認している「)。カーボンナノファイバーの分解温度は550°C程度であり、アルミニウムおよびスズの融点は660および230°C程度であることから、複合させる材料の中でスズは、低温で流動性を有する液相状態となる。また、界面における接触熱抵抗は、接触面の状態により変化する。

本研究では、カーボンナノファイバーを複合したアルミニウム薄板の界面接合のため、摩擦撹拌接合におけるツール回転数を検討した。

2. 実験方法

カーボンナノファイバーは繊維径 150 nm 程度、純アルミニウム(A1050)薄板は 0.5 mm×40 mm×200 mm、スズ箔は厚さ 0.05 mm を用いた。①摩擦撹拌による接合(図 1): ツール形状は、ショルダ径 φ8 mm、プローブ形状 M3、プローブ長さ 0.6 mm とした。接合条件は、ツール挿入速度 30 mm/min、挿入後の保持時間 0.5 sec、ツール押込量 0.65 mm、接合速度 50 mm/min として、ツール回転数(R)を 50、100、150 rpm と変化させた。試験片は、上下板の重ね代が 150 mm になるように配置して、ツールを矢印方向に進行させ接合した。なお、前進側(AS)および後退側(RS)は、接合部の外周および内周とした。外乱が大きくなることが予想される接合部の始端を再度通過させ、終端を A1050 とツールの非接触点とした。

②押圧加熱による接合:ホットプレート上に A1050 を設置して行った。加熱された A1050 上にスズ箔を堆積し、スズの融点以上で押圧加熱して、A1050/スズ/A1050 を接着した。③はんだこてによる接合:カーボンナノファイバーをスズ箔上に堆積し、箔を折り畳むことによりカーボンナノファイバーを包み、箔の外周をはんだこてを用いて加熱し接着した。

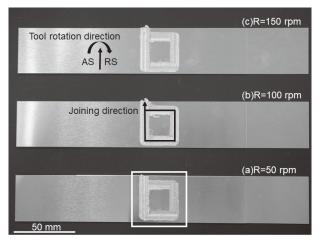


Fig. 1 Appearance of tensile shear test pieces jointed at various tool rotation speed; (a)50 rpm, (b)100 rpm, (c)150 rpm

3. 実験結果および考察

図2に白線枠内(図1)の摩擦撹拌接合部を拡大した 試験片の外観を示す。重ね継手により板厚 0.5 mm の A1050を接合できることがわかった。ツールの回転数を 増加させるにつれて、接合部表面の凹凸は低くなり平坦 性が向上する傾向を示した。これらの試験片は接合部の 内周よりも外周付近に孔が多く観察された。また、ツー ルの回転数をこの条件よりも格段に減少あるいは増加さ せたとき、固相状態の薄板は折曲がり変形した。

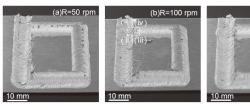


Fig. 2 Appearance of aluminum test pieces jointed at various tool rotation speed; (a)50 rpm, (b)100 rpm, (c)150 rpm

図3に接合部の断面をナノフォーカスX線CTスキャンした結果を示す。ワイヤーカット放電加工機を用いて、

*1 現 デジタルものづくり課、*2 現 企画調整課

試験片を $5 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ に加工し、図 2 の白点線枠内 $(1 \text{ mm} \times 5 \text{ mm})$ の範囲をスキャンした。ツールを 2 回通過させた接合部の(ii)-(i)は接合方向、(iv)-(iii)は接合方向に対して垂直方向の断面である。

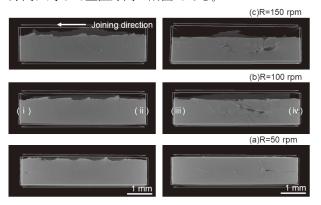


Fig. 3 Cross-sectional images for aluminums jointed at various tool rotation speed; (a)50 rpm, (b)100 rpm, (c)150 rpm

上下板の境界面付近に空洞化が生じており、いずれのツール回転数においても、(iv)付近で大きな空洞が観察された。この空洞化は、接合部の外周付近に生じており、表面観察された凹凸(図 1)からも外周付近に多く欠陥が生じていると考えられる。

図4に試験片の最大引張せん断荷重を示す。クロスへッドの速度は5 mm/min とした。ツール回転数を増加させるにつれて、引張せん断荷重は増大した。純度99.5 wt%程度のアルミニウムの再結晶温度は200°C程度であることが報告されているつ。ツール回転数が増加し摩擦エネルギーが増大することにより、接合部の温度は上昇していると考えられる。さらに、接合表面からの空洞は減少したため、A1050 薄板の接合強度が増大したと考えられる。

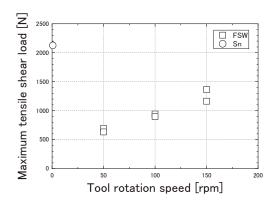


Fig. 4 Influence of tool rotation speed on maximum tensile shear load of aluminums lap joint

スズを押圧加熱接合した試験片の最大引張せん断荷重は、2100 N 程度を示した。スズは 30 mm × 30 mm の面で接合させており、アルミニウムで破断した。このため、A1050 薄板の引張せん断荷重を示していると考えられる。スズ箔の中心にカーボンナノファイバーを堆積し、箔を折り畳み、外周を加熱したところ、外周付近は凹凸しているが、中心付近に比較的平坦な複合材料を形成した。

4. 結言

摩擦撹拌接合を用いてA1050薄板を重ね継手接合した。 ツール回転数を増加させるにつれて、接合表面の空洞は 減少し、最大引張りせん断荷重は増大した。スズを用い て接合した試験片はA1050で破断し、スズ接合を確認し た。カーボンナノファイバーをスズ箔で折り畳み包んだ。

参考文献

- 1) 柿内ら:富山県工業技術センター研究報告 31 (2017) 50
- 2) N. Kawashima et al.:日本金属学会誌 16 (1952) 72

キーワード:アルミニウム、摩擦撹拌接合、カーボンナノファイバー

Development of Composite Technology for Carbon Nanofiber and Aluminum

Product and Function Evaluation Section; Hiroyuki TAMBO, Takaaki SHIMIZU and Satoshi IWATSUBO Functional Material Processing Section; Shigeki KAKIUCHI, Digital Manufacturing Section; Kiyokazu Himi Mechanics and Electronics Research Institute; Tatsunori KAKUDA

Joining of aluminum thin plates using friction stir has been investigated to combine with carbon nanofiber. It was found that when the tool rotation speed was increased from 50 to 150 rpm, defects of joint surface decreased and maximum tensile shear load increased. With tool rotating speed at 150 rpm, the maximum tensile shear load was approximately 1200 N. From the cross-sectional images, cavities were observed between the aluminum plates. It is considered that joint strength of the aluminum thin plates increases because cavity defects of joint surface decrease.

バイオマス材料とプラスチックの複合化研究と その高付加価値化の検討

ものづくり基盤技術課 水野 渡、川野 優希、デジタルものづくり課 住岡 淳司 株式会社戸出O-Fit 山本 登、中山 大樹、小倉 憲太、奥澤 智大

1. 緒言

平成25年度から平成27年度に実施した戦略的基盤技術高度化支援事業「ミクロフィラー化技術の応用による環境対応資源を活用した機能性プラスチックの創生」において技術開発を行った。その延長として、バイオマス材料(木粉、セルロースナノファイバーなど)と、ポリオレフィン樹脂を複合化することにより、優れた機械物性、難燃性能、高耐久性能などの高付加価値を有し、かつ、安価なコンパウンド樹脂材料の開発を行うために、複合化に関する基礎的な実験を行った。以下にその概要を示す。

2. 結果概要

複合化するポリオレフィン樹脂はポリプロピレン(PP)とし、県産スギ木粉、含水セルロースナノファイバー(CNF)、相溶化剤を組み合わせて複合化を行った。その際、ヘンシェルミキサー(図1)による材料の前処理条件を検討すると共に、セルロース混合可塑化成形装置を用いた複合化条件の検討と射出成形試験片による物性評価を行った。

ヘンシェルミキサーによる材料の前処理条件の検討では、 木粉と CNF の配合割合が 70%になるように材料を準備し、 ヘンシェルミキサーのジャケット温度を上げ、材料の乾燥 と樹脂の溶融が起きる条件について検討した。材料の投入 順序やジャケット温度等を変化させながら前処理を行った が、CNF の凝集物が観察され CNF の分散が課題となった。

セルロース混合可塑化成形装置を用いた複合化条件の検 討では前処理を行った木粉と樹脂を木粉重量が 50%になる ように投入し、前処理条件の効果や相溶化剤の添加効果に ついて検討した。複合化の条件によっては、木粉のヤケが 見られ比較的穏やかな条件での複合化を行った。

小型射出成形機を用いて作製した材料から試験片を成形 したが、相溶化剤を入れない配合では型開き時にランナー が折れた。これは、木粉が大量に配合されているため、材 料がもろくなると共に材料の流動性が悪くなり、ヤケやガ ス発生が起きているものと考えられた。

射出成形した試験片の機械的特性を評価したところ、PP に対して木粉を配合すると引張弾性率は大きく向上するものの引張破断点ひずみ、シャルピー衝撃値は低下した。しかしながら相溶化剤を配合すると引張強度が大きく向上した。一方、CNF を配合した場合にはその効果が認められな

かった。電子顕微鏡により前処理した木粉の状態を観察すると、CNFの凝集物や木粉と CNFの凝集物が見られると共に木粉表面にフィルム状に付着している状態が観察された(図2)。このことから、期待した CNF が木粉と PP の間でアンカー的効果を及ぼすことがなかったものと考えられた。今後さらに複合化条件を検討する必要がある。



Fig. 1 Henschel mixer

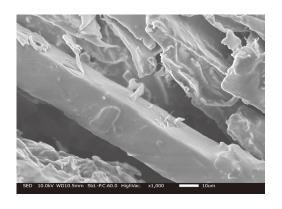


Fig. 2 Surface of wood powder with CNF

香気成分の抽出及び合成に関する研究

ものづくり基盤技術課 山崎茂一 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 蜂矢志保実 近藤頼子

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である。香水、化粧品、トイレタリー製品、ハウスホールド製品、芳香剤など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

本報告では、イロンの合成についてのみ記述する。

2. 結果と考察

代表的な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や側鎖の二重結合のcis,trans 異性などから、理論上30種の異性体が存在する。[1] 天然イロンからは6種の異性体が単離されており、その中でも量的に多く含まれ、また強い香気を有するのが、 $cis-\gamma-$ イロンと $cis-\alpha-$ イロンである。本研究では、前年度に引き続き $cis-\gamma-$ イロンの合成について検討した。

図1 香気物質イロンの分子構造

出発原料として、安価に市販され入手が容易な化合物を 用いて、過去のイロン合成論文を参考にして合成ルートを 考案した。反応はなるべく水分や酸素が存在しても影響を 受けにくいものを選択し、また氷水冷却以下の低温を必要 とするような反応も避け、反応操作ができるだけ容易にな るようにした。

各反応ステップにおける生成物の収率は、まずまず満足のいくものが得られたが、最終生成物の cis/trans の量比を決定づける反応で、期待通りの結果を得ることができなかった。 文献からの推測とは異なり、生成物のほとんどが trans 体となり、所望の cis 体はごくわずかしか得られなかった。

得られた trans 体が主体の中間生成物を用いて、最終生成物であるイロンまでの合成を行ったところ、予想どおりtrans-y-イロンが主生成物として得られた。trans-y-イロンもcis-y-イロンに類似した香気を有しているが、cis 体に比べ香気は弱いことが確認できた。

今後は、cis/trans の量比を決定づける反応を cis 選択的になるように、反応条件等検討を加えて行く予定である。また、反応全体をより安価に実施できるよう改良を加えてゆく予定である。

3. まとめ

イロンの合成では、香気の弱いtrans-y-イロンの合成は達成できたが、強い香気を有するcis-y-イロンは副生成物として少量しか得ることができなかった。

「参考文献」

[1] 増補新版 合成香料 化学と商品知識, 化学工業日報社 2016; pp 314-318.

摩擦攪拌プロセス(FSP)の表面改質効果による高強度銅ロールの開発

機能素材加工課 柿内茂樹*1、山岸英樹、佐藤智 製品・機能評価課 清水孝晃

ものづくり研究開発センター 冨田正吾*2

中越合金鋳工㈱谷真一、本吉史武、藤丸陽一、木曽夏輝、土肥祐輝

1. 緒言

近年、新たな組織制御技術として摩擦攪拌プロセス (Friction Stir Processing: FSP) が知られている。FSP は回転するツールを加工する位置に挿入して、ツールと材料との間に生じる摩擦熱で軟化させ、材料を攪拌する加工方法である。そして攪拌部は微細で等軸的な金属組織となり、優れた機械的性質 1)を示す場合がある。FSP はアルミニウム合金の鋳物の組織制御技術 2)として紹介されているが、銅合金に FSP する場合、アルミニウム合金よりも融点が高いため、ツールを挿入して、材料を攪拌すると熱的負荷が大きくなるため、高耐熱性、高耐摩耗性、耐折損性を有するツール材質が求められている。本研究では、銅合金の機械的性質向上のため、FSP における施工条件の検討と銅合金を FSP 施工するためのツール材質の探索を行った。

2. 実験方法

供試材料の寸法は、長さ300 mm、幅100 mm とした。 FSP は、1 パス加工した条件と、幅方向に加工位置をオフセットした条件で行った。ツール寿命の評価を行うために、先端のツールプローブが交換できる、ツールホルダを作製して繰り返し FSP を行い、ツールが破損するまでの施工距離を求めた。ツール材質は、タングステン(W) と、イリジウム合金 (Ir) とした。

3. 実験結果

Fig. 1 に、銅合金に FSP 施工中の外観を示す。 FSP 中はツールのショルダ部とその周囲が赤熱した。 W、Ir ツールのいずれも材料を攪拌させる際に、ツールが赤熱する温度に達しても、ツールは破損せず、 FSP が可能であった。

Fig. 2に FSP を 1 パス行ったものと、ツール位置をオフセットして重ねて施工した断面マクロ組織を示す。いずれも攪拌部に空洞状の欠陥は認められなかった。また、ツールをオフセットして加工しても、マクロ組織への影響は認められなかった。攪拌部組織は母材組織と比較して、等軸的で微細な結晶粒サイズであった。

Fig. 3 に W と Ir ツールの破損するまでの距離を示す。 W は 2250mm、Ir は 4500mm であった。タングステンの 試験では、試験中にツールホルダが破損したため、ツールが落下し、加工ができない状態となったが、ツール先端のプローブは残存していたことから、ツールホルダの破損が無ければ、施工可能距離は実績値以上であったものと推定された。分割式のツールホルダを利用する場合、ツール材質のみならず、ツールホルダの破損防止技術が必要である。



Fig. 1 Appearance of copper alloy during FSP

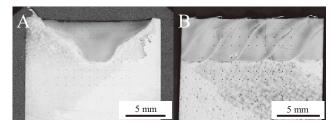


Fig. 2 Macrostructure of copper alloy after FSP (A: Single pass, B: Multi passes)

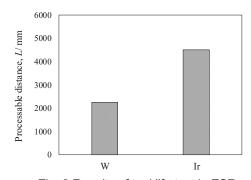


Fig. 3 Results of tool life test in FSP

参考文献

- 1) 中田一博: 銅合金の FSW, 溶接学会誌, **74**, 3(2005) 14-17.
- 2) 田川哲也ら: 鋳造アルミニウム合金のFSW継手およびMIG 溶接継手の疲労強度特性, 溶接学会論文集, 28, 1(2010) 149-157.

*1 現 企画調整課、*2 現 富山県新世紀産業機構

電磁場を付加した新固相接合法の研究

機能素材加工課 柿内茂樹*¹ ものづくり研究開発センター 冨田正吾*² (㈱WISE 企画 榎本正敏

1. 緒言

アークスタッド溶接は、短時間でかつ容易に接合でき るため、建築業界で用いられている¹⁾。アークスタッド の作業手順は、フェルールと呼ばれる磁器 (型)を溶接 箇所 (母材) に設置して、フェルール内にスタッド先端 を母材に押し付けて、パイロットアークを発生させ、ス タッド先端と母材を溶融し²⁾、冷却後にフェルールを取 り除いて接合が完了する。アークスタッド溶接は、短時 間でかつ容易に接合できるもののり、その多くが手溶接 となることから、作業者の熟練度によって継手強度のば らつきが多くなるため、接合部の信頼性が大きな問題と なっている 3。また、アークによりスタッドと母材を溶 融するため、母材の状態から金属組織に与える影響や熱 影響が大きいものと考えられる。一方、摩擦スタッド接 合は継手の作製に摩擦圧接法を適用するため、接合材料 表面の酸化皮膜を除去して接合するため、接合品質のば らつきが少なく、信頼性が高い³⁾。また、固相状態で接 合が完了する接合法であるため、母材の金属組織に与え る熱影響が小さいと考えられる。本研究では、摩擦スタ ッド接合に着目して、鋼の接合方法について検討した。

2. 実験方法

供試材料は、みがき棒鋼用一般鋼材(SDG3M)と一般構造用圧延鋼材(SS400)を用いた。 スタッド(SDG3M)径は φ16 mm、長さは 60 mm とした。

接合条件は、①スタッド回転数 2000 rpm、摩擦圧力 (P1) は 100 MPa、アプセット圧力 (P2) は 40MPa、摩擦 より代は 0.5 mm、②スタッド回転数 500 rpm、摩擦圧力 (P1) は 20 MPa、アプセット圧力 (P2) は 30MPa、摩擦より代は 2 mm とした。アプセット時間はいずれも 5 sec とした。接合後に、継手の断面観察を行った。

3. 実験結果

Fig. 1 に、①の接合条件により行った、接合材料の断面マクロ組織を示す。円周方向に正常にバリが排出され、上下の鋼材が接合した。②の接合条件で接合試験を行うと、接合中にスタッド先端は赤熱せず、入熱不足によりスタッドが軟化しなかったため、接合しなかった。

Fig. 2 に、Fig. 1 に示した①の接合条件により接合した 断面の a、b、c、d におけるミクロ組織を示す。 いずれ も、接合部に向かってメタルフローが正常に観察された。 接合部組織 (Fig. 2b、2c) は母材の組織と比較して微細化 した。接合部組織に溶融した形跡を示す凝固組織は認め られなかった。

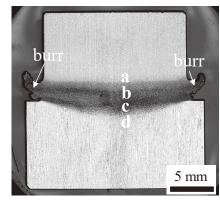


Fig. 1 Macrostructure of steel joint

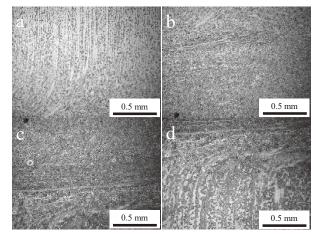


Fig. 2 Microstructures of steel joint at each joining positions

参考文献

- 1) 山口富子, 平本翔, 西尾一政: 軽金属溶接, 49 (2011) 20-24.
- 芹野正幸, 西尾一政, 加藤光昭, 迎静雄: 溶接学会 全国大会講演概要, 67(2000) 284-285.
- 木村真晃, 日下正広, 海津浩一: 溶接学会論文集,
 34,2 (2010) 102-111.

謝辞

接本研究の一部は、茨城県産業技術イノベーションセンターの行武栄太郎氏、勝山秀信氏による支援を受けて行ったものであり、ここに感謝の意を示します。

*1 現 企画調整課、*2 現 富山県新世紀産業機構

航空機用高強度アルミニウム合金の高速疲労試験に関する研究

機能素材加工課 山岸英樹 柿内茂樹*¹ ものづくり研究開発センター 冨田正吾*² 山本金属製作所 河合真二 鹽津陵雅 冨田最

1. はじめに

ルミニウム合金の超高サイクル疲労領域(10⁷ ~)の公開データは限られており、さらにその接合部材の疲労特性を部位毎(熱履歴)により調査、比較したデータはほとんど無い。本研究では、7000系アルミニウム合金について、疲労寿命に及ぼす母材の表面係数及び各種接合プロセスの影響を超高サイクル領域まで検討、体系的に整理することで、本材利用促進のための公開データベースとすることを目的とした。紙面の都合上、ここでは各疲労挙動の考察については割愛するが、取得した疲労特性曲線(S-Nカーブ)は全て掲載する。

航空機や鉄道車両の構造部材として用いられる高強度ア

2. 試験結果

Fig. 1 及び Fig. 2 は、それぞれ A7N01 及び A7075 における 初期の表面粗さ (Rz: $1.6 \sim 25 \, \mu m$) が疲労寿命に及ぼす影響を示す。また Fig. 3 及び Fig. 4 は、それぞれ A7N01 及び A7075 におけるミグ溶接プロセスが溶接金属及び熱影響部の疲労強度に及ぼす影響を示す。これら、Fig. 1 ~ Fig. 4 のデータは、いずれも、JIS Z 3147:2017 (アルミニウム合金及びマグネシウム合金の高速負荷回転曲げ疲労試験方法) に準拠した片持ち式回転曲げ疲労試験機 (㈱山本金属製作所製: YRB200L) により取得した (室温, 回転数: 4,000 rpm ~ 5,000 rpm)。

Fig. 5 は、A7075 における摩擦攪拌接合(FSW) 突合せ部の S-N カーブである。本データは、バリを SiC 研磨紙(#500)に より削除後、油圧サーボ疲労試験機(㈱島津製作所 製: EHF-UV200k2) を用いて片振り引張荷重により取得した (室温, 応力比:0, 繰り返し周波数: 20 Hz)。

高強度アルミニウム合金の活用促進に資する超高サイクル領域の疲労特性を各条件において示した。

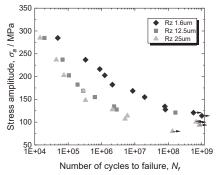


Fig. 1 S-N curves of A7N01 in various surface roughness

*1 現 企画調整課、*2 現 (公財)富山県新世紀産業機構

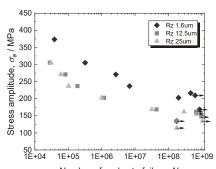


Fig. 2 S-N curves of A7075 in various surface roughness

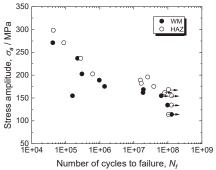


Fig. 3 S-N curves of A7N01 in weld metal (WM) and heat-affected zone (HAZ) of the metal-inert gas (MIG) welded joint

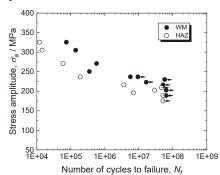


Fig. 4 S-N curves of A7075 in WM and HAZ of the MIG welded joint

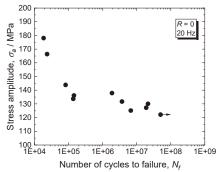


Fig. 5 S-N curve for the FSW butt joint of A7075

謝辞

本研究は(公財) 富山県新世紀産業機構の平成 30 年度産学 官連携推進事業(新商品・新事業創出枠) において実施した。

実用アルミニウム合金の FSW 継手の継手効率及び接合不完全部の 疲労特性への影響

機能素材加工課 柿内茂樹*1、山岸英樹 ものづくり研究開発センター 冨田正吾*2 三協立山㈱ 三協マテリアル社 長木聖和、岡崎康平、櫻井克之 (一社) 軽金属溶接協会 FSW 技術委員会

1. 緒言

摩擦攪拌接合法は、回転するツールを接合したい箇所に押し付けて、材料と回転ツールとの間に生じる摩擦熱で材料を軟化させ、材料の塑性流動を利用した接合法である。本法の代表的な接合パラメータは、ツールの回転数と接合速度が挙げられるが、接合条件が適切でない場合に、接合部の内部には溝状欠陥やトンネル状欠陥が発生し、継手の底部には接合不完全部(Root Flaw)が残存する。一方で、ツールの回転数を変化させると接合部に生じる摩擦熱が変化して継手に生じる熱影響も変化すると予想されるが、継手効率に与える影響を含めた考察した事例は少ないと考えられる。そこで、本研究では、ツールの回転数と接合速度を変化させて、接合試験を行い、上記の欠陥が発生しない適正条件範囲を求めるとともに、入熱量を変化させて、継手の機械的性質に与える影響について検討した。

2. 実験方法

供試材料は A6005C-T5 および A6082-T6 アルミニウム合金を用いた。寸法は、長さ 300 mm、幅 115 mm、厚さは 3 mm である。接合条件はツールの回転数(R)が 1000、1500、2000 rpm に、接合速度(v)は 100、500、1000 mm/min とした。ツールの押込み深さは約 2.8 mm、接合長さは 250 mm とした。ツール形状は、ショルダ径 ϕ 12 mm、プローブ形状は M4、プローブ長は 2.6 mm である。継手は、硬度分布測定、引張試験、巻き付き曲げ試験を行った。巻き付き曲げ試験は、曲げ角度を 180° とし、継手の底部に引張りの曲げ応力が付与されるように行った。

3. 実験結果

Fig. 1 に、A6005C の裏曲げ試験結果と引張試験における破断位置を示す。巻き付き曲げ試験において、接合部の底部でクラックが発生し、開口した接合条件では、引張り試験における破断位置は Root Flaw となった。

Fig. 2 に、A6005C 合金の断面の硬度分布に及ぼす接合速度の影響を示す。いずれも R=1500 rpm である。接合速度が増加すると、熱影響による軟化領域の幅が小さくなった。接合速度を増加させると熱源である回転ツール

が早く遠ざかり、その結果、接合部の冷却速度が増加したためであると考えられる。

Fig. 3 に継手効率に及ぼす接合条件の影響を示す。R/vが 10 以上の場合、継手効率の変化は概ね認められなかった。R/vを 5 以下の場合、R/vを減少させると継手効率は一旦増加するが、さらに減少させると、継手効率は減少した。これは、Rを一定とした場合、接合速度の増加させると冷却速度が増加するため、軟化領域の縮小し継手効率が増加するが、さらに R/v増加させると攪拌部が小さくなり、継手底部に Root Flaw が残存するため、接合部の断面積減少にともない、継手効率が減少したものと考えられた。

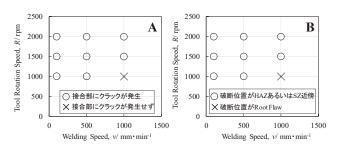


Fig. 1 Results of tensile test and winding bend test

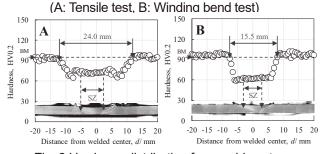


Fig. 2 Hardness distribution from weld center (A: *v*=100 mm/min, B: *v*=1000 mm/min)

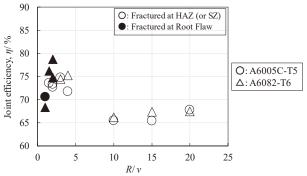


Fig. 3 Effect of welding conditions on joint efficiency

*1 現 企画調整課、*2 現 富山県新世紀産業機構

難削材加工用エンドミルの開発

デジタルものづくり課 川堰宣隆*1、本田精密工業(株) 本田拓也 天池一志

1. はじめに

チタン合金は、比重、比強度、耐熱性、耐食性等の点で優れた材料と知られており、現在、航空機産業をはじめとした様々な分野で需要が増している。一方、チタン合金の機械加工になると、切れ刃の先端に極めて高い応力がかかり、チッピングを生じやすい。また、その低い熱伝導率から、工具には切削熱が蓄積されやすい。これらの要因によって、工具には著しい摩耗が生じる。このため、チタン合金は難削材として知られている。高能率な加工を行うためには、工具形状を最適化し、耐摩耗性等の点で優れた工具の開発が必要となってくる。

本研究では、チタン合金加工用のエンドミルの開発について検討を行った。

2. 実験方法

実験では図1に示すような切れ刃形状の異なる複数のエンドミルを使用し、その加工特性の違いについて検討した。加工装置には、図2に示すキタムラ機械(株)製Mycenter-3XiGを使用した。実験では、チタン合金に対して一定の条件で側面加工を行い、とくに工具摩耗や仕上げ面性状の観点から比較した。

3. 実験結果

図3は、工具の切れ刃形状を変化させて加工したチタン合金の加工面写真である.工具形状が最適ではない工具を用いた場合、加工面では焼付きが生じ、加工開始直後に工具摩耗に達した。また加工面も大きく荒れていることが確認できる(図2(a))。一方、工具形状を最適化した工具で焼付きは生じず、一様な加工面が形成された(図2(b))。これより工具形状を最適化することで、工具寿命



Fig. 1 End mill used for experiments



Fig. 2 Machining center used for experiments

および加工面性状の観点から、エンドミルの加工特性を 大きく改善できることがわかった。

4. おわりに

本研究では、チタン合金加工用のエンドミルの開発を 行った. その結果、工具形状の最適化によって、工具の 長寿命化が可能であった.

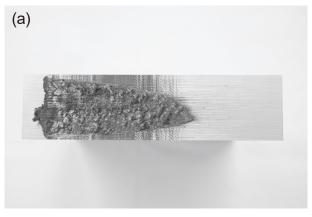




Fig. 3 Machined surface of titanium alloy prepared by milling process using (a) nonimproved, and (b) improved tools

*1 現 商工企画課

自動車用構造部材のアルミ化推進のための 高精度·高生産レーザシステムの開発

製品・機能評価課 清水孝晃 機能素材加工課課長 溝口正人*1 ものづくり研究開発センター所長 冨田正吾*2 (㈱小矢部精機 巾嶋雅大 史辰暁 高長昌志 須川貴博 砂博信

1. 緒言

近年、自動車がガソリンエンジン車から電動車へのシフトが始まっており今後の自動車勢力図を一変させるものとなる可能性がある。この中で今後主流となるEVの車体軽量化が求められており、また従来のガソリンエンジン車も当面は燃費競争が続くものと思われEVと同様に車体の軽量化が求められていくと思われる。本研究では車体軽量化を図るため、剛構造設計が容易な高強度アルミ押出材料を用いて、ファイバーレーザによる車体構造体の生産技術の構築を目的に、アルミニウム合金のレーザ溶接用光学ユニットの開発及びこれを基にした自動レーザ溶接加工システムの確立を目指す。

2. 実験方法

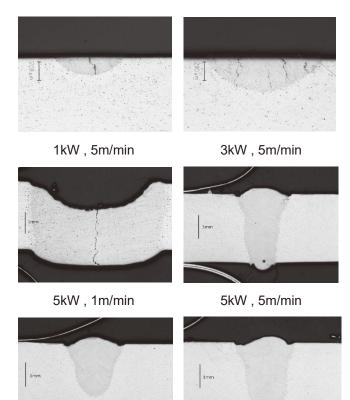
溶接用光学ユニット開発に先立ち、従来光学系でのビードオン溶接を実施し、現状の溶接特性を評価した。 A6061 に表 1 に示す条件でビードオン溶接を実施し、ビード幅、ビード深さ、硬さの変化を測定した。レーザ出力 1 および 3kW では反射の影響を避けるため入射角度を 78°とした。溶接部の硬さ試験は表面から 0.2mmの位置で溶接ビード中心から左右に 2mm の範囲で 0.2mm 間隔で測定した。硬さはビッカース硬さで試験力は 4.9N である。

表 1 加工条件

レーザ	加工速度	入射角度	フォーカス
出力	(mm/min)	(°)	位置
(kW)			(mm)
1,3,5	1,5,7	78,90	0、+5、+10

3. 実験結果および考察

各条件における溶接ビード断面を図1に示す。レーザ出力が大きな条件では溶接ビードが大きくなる。レーザ出力1kWおよび3kWではビードの貫通は起きず、レーザ出力5kWにおいては溶接速度7m/minと速くしたものとレーザ入射角を12°にしたものは貫通していない。ビード形状は貫通していないものではいずれも熱伝導型で深さは幅に比べ小さい。レーザ出力は3kWでは不足し5kWに設定したほうが確実に溶接できると考えられる。



5kW , 5m/min 図 1 溶接ビード断面

フォーカス位置 **+10mm**

入射角 78°

レーザ出力 5kW の場合入射角 90°では貫通したのに対し入射を傾けた 78°では貫通しなかった。レーザ光の反射による事故を防ぐため垂直から傾けた入射角を取ることは必要であるが、ビードの深さに影響を与えることに注意しなければいけない。

フォーカスの影響は、レーザプロファイルではデフォーカスの影響が見られるが溶接ビードを観察する限り差は小さい。

レーザ出力 1kW および 3kW での試料の硬さ分布は 溶接部とその左右 1mm 程度の範囲で軟化が見られ、 軟化した部分は 70Hv 程度であり母材部では 110Hv 程度である。レーザ出力 5kW での硬さ分布は溶接部を含め片側 3mm の領域で軟化が見られるが、溶接部とその近傍 0.5mm 程度が軟化していることになる。このことからレーザによる熱影響は溶接部に集中し母材部への影響は 1kW および 3kW の場合に比べ軽微といえる。

ポリアミド酸及びポリイミドの合成の安定化及びその評価

ものづくり基盤技術課 山崎茂一 寺田堂彦*1 北陸電気工業株式会社 今村徹治 古越亮平 山口善紀

1. 緒言

ポリイミドは通常の高分子に比べ高い強度と耐熱性を有しており、電気絶縁性も優れているため、電子回路の絶縁材料として用いられている。ポリイミドの前駆体であるポリアミド酸は、酸二無水物とジアミン化合物の2種類のモノマーを極性溶媒中に溶かし混ぜ合わせることで合成されるが、大気下での合成では大気中や溶媒中の水分の影響で酸二無水物が加水分解して重合せずに残留し、ポリイミドの品質が低下してしまう。高品質のポリイミドを合成するには、未重合物が残留しないようにポリアミド酸を合成する必要があり、その方法の確立を目的に研究を行った。また合成したポリアミド酸およびポリイミドの評価方法についても検討した。

2. 結果と考察

一般的なポリイミドの合成経路を図 1 に示す。酸二無水物とジアミンは、図に示したもの以外に多種多様なものが利用されている。テトラカルボン酸二無水物とジアミンを、溶媒中室温で混ぜ合わせ反応させると、ポリアミド酸が生成する。このとき、反応系中に水分が存在するとテトラカルボン酸二無水物の一部が加水分解を起こしテトラカルボン酸を生成する。テトラカルボン酸はジアミンとは室温では反応しないため、モノマーの状態で反応混合物中に残留するが、このことによりポリアミド酸、ひいてはポリアミ

ドの品質が低下してしまう。すなわち、品質の安定したポリアミド酸を合成するには、反応に影響を及ぼさない程度に湿度を低くした適切な条件下で反応を行う必要がある。

本研究では、グローブボックスを用いて反応操作環境における湿度の制御を行い、ポリアミド酸の品質の安定化について検討した。グローブボックス内を窒素ガスで置換し、湿度をある水準以下に抑え、グローブボックス内で、試薬の秤量からフラスコでの反応までの一連の操作を、条件を様々に変えて実験を行い、ポリアミド酸の品質の安定化を図った。その結果、品質の安定したポリアミド酸を合成する方法を確立することができた。

また、合成したポリアミド酸やポリイミドの特性の評価 は、赤外分光分析や熱分析により行ったが、詳細は割愛す る。

3. まとめ

反応条件を詳細に検討した結果、品質の安定したポリアミド酸を合成する方法を確立できた。また、赤外分光分析や熱分析によってポリアミド酸及びポリイミドの特性を評価することができた。

ポリイミド (溶媒に不溶)

図1 ポリイミドの合成

*1 現 生活工学研究所

固-固相転移物質の三次元積層造形による 適応型蓄熱技術の実現性評価

ものづくり研究開発センター デジタルものづくり課 山本貴文機械電子研究所 機械情報システム課 釣谷 浩之、中村 陽文

国立研究開発法人 宇宙航空研究開発機構 金城 富宏、柴野 靖子、澤田 健一郎、小川 博之

1. 緒言

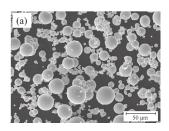
宇宙空間において、機器が短期的に高発熱を発生する場合、高発熱条件に合わせて放熱面積を確保する熱設計が必要となる。しかし、機器搭載面積が限られる小型探査機では、設計上の制約から放熱面を十分に確保することが難しい。そこで、過渡的な発熱を一時的に吸熱し、緩やかな熱輸送及び放熱を行うために、発熱部に蓄熱技術を適用することが有望視されている。蓄熱により、機器の温度上昇が緩和できるとともに、長期的な発熱条件に合わせて放熱面積を確保でき、放熱面積及びヒータ電力の削減が可能になると考えられる。

高効率蓄熱技術としては、相変化時の潜熱を利用した相変化蓄熱材(Phase Change Material, PCM)が挙げられる。固-液 PCM を用いる場合は、筐体と伝熱フィンが総重量に占める割合が大きくなるために、質量効率が大きく低下する課題がある。そのため、金属相転移による固-固PCM を用いて構造体を成形できれば、質量効率は大幅に改善されると考えられる。本研究では、固-固PCMを宇宙機のデッドスペース・曲面形状などへ柔軟に適用するために、3Dプリンタによる固-固PCMの成形性について検討を行った。

固-固 PCM である二酸化バナジウムは焼結性が悪く、レーザを用いる積層造形では形状の創製は困難であると予想されたため、金属材料を複合化させることで造形性の改善について試みた。今年度は、バインダーとなる金属材料を用いた造形実験を行い、バインダー材の選定と造形性を中心に評価を実施した。

2. 実験方法

レーザ積層造形装置には、パウダーベット方式である EOS 社製 EOSINT M280 を用いた。使用した材料粉末は、低融点金属である純スズ粉末と高熱伝導を示す純銅粉末の2種類である(図1)。材料粉末の種類は、二酸化バナジウムとの酸化還元反応を考慮して選定された。造形は不活性雰囲気中で行われ、一層毎にレーザ走査方向が約67°回転するスキャンストラテジーが適用された。また、造形体の密度はアルキメデス法及び断面観察により評価を行った。



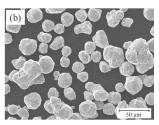
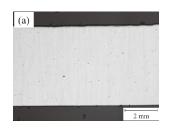


図 1 造形材料粉末の SEM 写真; (a) 純スズ、(b) 純銅

3. 実験結果および考察

図1に示された材料粉末を用いて、レーザ照射条件(レ ーザ出力、走査速度など)を変化させることで、造形パ ラメータの検討を行った。純スズを造形材料として積層 造形を行ったところ、出力 50~150 W 及び走査速度 1000 ~2000 mm/s の比較的幅広い条件にて高密度体が得られ ることが確認された(相対密度;99%以上)。一方で、純 銅を造形材料とした場合は、高出力、低走査速度の投入 エネルギー密度が大きな条件でも高密度体を得るのが困 難であった(相対密度;90%程度)。図2に作製した造形 体の断面写真を示す。観察断面は、造形面に対して鉛直 断面である。図 2(a)より、純スズではわずかに欠陥が認 められるものの、全体的に高密度な造形体となっている ことが分かる。一方で、図 2(b)の純銅では全体的に微細 な欠陥が認められ、特に造形体の表面近傍では欠陥が集 中している状態が観察された。純銅は、造形装置搭載の ファイバーレーザの波長帯 1070nm におけるレーザ反射 率が大きな材料である。高密度化が達成できない主な原 因は、レーザ照射による材料粉末の溶融が十分に生じな かったためであると考えられる。以上から、バインダー となる金属材料として、造形性を改善するという観点で は、純スズが有効である可能性が示唆された。



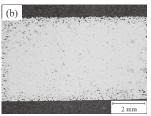


図2 造形体の断面写真; (a) 純スズ、(b) 純銅

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

ものづくり基盤技術課 水野 渡、寺田 堂彦*1、川野 優希 中越パルプ工業株式会社 田中 裕之、橋場 洋美、林 優衣

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、独自の技術でセルロースナノファイバー (CNF) の製造および熱可塑性樹脂と 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、センター所有のセルロース混合可塑化成形装置を用いて複合化を行い装置の適応性と作成した材料の評価を行った。以下にその概要を示す。

2. ポリ乳酸 / CNF 複合材料の検討

プラスチックゴミによる環境汚染の問題からバイオマスプラスチックのポリ乳酸 (PLA) への関心が高まっている。今回、セルロース混合可塑化成形装置を用いて PLA と中越パルプ工業で脱水、複合化用の前処理を行った CNF を複合化することを試みた。またその際に分散性を向上させる添加剤について検討した。

今回の条件では、PLAとCNFは複合化できるものの、物性の向上は見られなかった。これは、複合化に使用したセルロース混合可塑化成形装置の特性上、少量の水を添加することにより複合化を行うため、その際にPLAが加水分解を起こしたものと考えられた。また、数種の添加剤の中では、ステアリン酸系の添加剤を用いるとシャルピー衝撃値が向上した。これは、添加剤が可塑剤として働いたものと考えられ、成形品の物性を向上させる手法として有効であると考えられた。また、エステル系の添加剤では、複合化した材料の溶融粘度が低くなり射出成形できなかった。この添加剤では、材料の可塑化とPLAの加水分解を進める可能性があり、添加剤の検討は詳細に行う必要があるものと推定された。

3. ポリプロピレン / CNF 複合材料の分散剤の検討

ポリプロピレン (PP) と CNF の複合化については、CNF の分散性や PP と CNF の界面の接着性を向上させることを 目的として、マレイン酸変性ポリプロピレン (MAPP) を添加することが行われている。今回の実験では、脱水・前処理を行った CNF のセルロース混合可塑化成形装置による複合化について、MAPP の添加効果を検討した。実験では、酸価を変えた MAPP を添加量を 1%、3%、5%と変えて加え、

射出成形した試験片の機械的特性を評価した。

PPにCNFを複合化すると引張弾性率、引張強度は向上するがシャルピー衝撃値はPPより低下した。MAPPを加えると、添加量の違いは明確に見られなかったが、酸価が高いMAPPを加えた場合に物性が向上する傾向を示し、特に引張強度に効果があった。今回は、前処理されたCNFを用いているためMAPPの添加効果が大きく現れなかったものと推定された。

4. ポリプロピレン / 染色 CNF 複合材料の試作

これまで、PPとCNFの複合材料を着色する手法として、 染色したCNFを顔料として用いることついて検討しており、 染料はCNFや樹脂との親和性を考慮する必要があることを 確認した。今回は、染料には青色の紙用染料を使用し、事 前に所定の条件で含水したCNFを染色した後、セルロース 混合可塑化成形装置を用いて複合化した。この材料から射 出成形により試験片を成形し、着色の状態や機械的物性を 評価した。

着色した CNF は複合化と射出成形による熱履歴を受けても青色に発色した(図 1)。しかしながら、CNF の複合化により材料が淡黄色に着色することから、試験片も色が濁る傾向が見られた。また、引張特性やシャルピー衝撃値も CNFの添加により向上する傾向を示した。さらに、染色した CNFの添加量を高くすると着色も強くなることから、染色した CNF の有用性を確認することができた。今後は、CNF の分散を向上させて発色をより高めることや、CNF による材料の着色を打ち消すような色の選択を検討する必要がある。

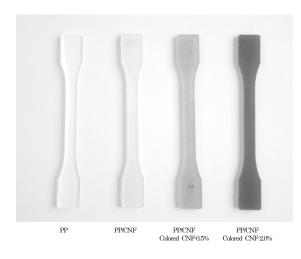


Fig. 1 State of coloring of test piece

*1 現 生活工学研究所

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

生活資材開発課 高田耕児

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 法り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、このマイクロ流路チップを利用して、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検討している。

2. 実験

チップは通常タイプ³⁾と大流量タイプ³⁾があり、通常タイプは主にサイズ分離性能の評価に、大流量タイプは主にハイスループット分離に用いられる。両方のタイプについてこれまでの課題を克服するための新たなチップの開発を行った他、チップホルダ、コネクタ、送液デバイス、ビーズを用いた評価方法の開発等様々な検討を行った。その中からビーズを用いた評価方法について次に示す。

血液からの細胞の分離を評価するためには、共同研究 を行っている大学の協力のもと、ヒトまたはラットの血 液に細胞を混ぜ、そこから細胞を分離する実験等を行っ ているが、生体試料を扱う実験は、頻繁に行うことは困 難である。そのため、ビーズを用いてチップの性能評価 を行う簡便な方法を開発した。様々なビーズや色素を検 討したがその中で、15μm のビーズ (Polysciences 社製 Megabead NIST Traceable Particle Size Standard, 15μm) と 6μm のビーズ (Polysciences 社製 Polybead Dyed yellow 6μm Microspheres) を用いた実験の結果を図 1 に示す。まず、 15μm のビーズと 6μm のビーズが混在した試料 (図 1 上) を準備する。これを通常タイプのチップに流すと、サイ ズが小さい分画(図1左下)とサイズが大きい分画(図1 右下)に完全に分離することができた。また、赤色色素 (共立食品製食用色素赤)を試料にさらに加えることで、 試料とバッファーが並列して層流として流れる様子を観 察できる系を構築した。さらに大流量タイプでもこのビ ーズを用いた評価を行った。

今回の結果を踏まえて、来年度はチップを新たに試作 した際に、生体試料による実験を行う前にビーズによる





図1 ビーズ分離実験 上が分離前、左下がサイズが小さい分画、右下がサイズが大きい分画

評価を行うことができるようになり、試作品を効率的に 評価できるようになった。

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、 新たなチップの開発を行った他、チップホルダ、コネクタ、送液デバイスの開発、ビーズを用いた評価法の開発 等様々な検討を行うことができた。これにより、来年度 以降の細胞分離実験をより効率的に進め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。

血中循環癌細胞のシングルセル解析による 口腔癌次世代統合精密治療法の開発

生活資材開発課 高田耕児 鹿児島大学 杉浦剛

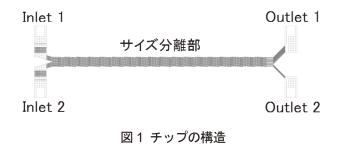
1. 緒言

がん患者の血液中を流れる循環癌細胞(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、転移を抑えることのできる革新的な癌治療につながる可能性がある。本研究では、原発癌と CTC の遺伝子変異を比較することにより CTC の機能と生物学的意義を明らかにして、それを基に、CTC の分離・解析による次世代精密治療法を開発することを目的とする。これまで産技研では、Deterministic Lateral Displacement (DLD) 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ており、本研究の中で、そのチップの応用と改良、さらに送液システムの検討等を行った。

2. 実験

これまで開発してきたチップの構造 2)を図 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 Outlet 1 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。以下に、このチップを基として二つのチップを新たに設計したので、それについて示す。

一つ目の新しいチップは、白血球との分離性能を改善したチップである。白血球は赤血球よりサイズが大きいため標的細胞を回収する分画(Outlet 2)に混入しやすいが、この混入には不可避なものと、回避可能なものがある。不可避なものは、DLDの原理に基づいたものである。CTCにはさまざまなサイズのものが存在する。白血球が混入しないように、チップのしきい値を大きくすると、サイズの小さいCTCが回収できなくなるため、しきい値をあまり大きくすることはできず、その結果ある程度の白血球の混入はさけられない。それに対し、回避可能な



混入は、拡散の影響と、流れの乱れの影響による混入である。私たちの分離法は血液とバッファーを並列に流すが、その際に拡散の影響により、バッファー側に血液中の白血球が混ざり合う。また、実際には流れの乱れが発生することもあり、血液とバッファーの境界が動くことがある。この拡散と乱れの影響を低減するためには、血液を回収する分画(Outlet 1)と、標的細胞を回収する分画(Outlet 2)を分ける位置を変更すれば良い。すなわち図 1 において、Outlet 1 に回収する分画をより多くし、Outlet 2 に回収する分画をより少なくすれば、拡散や乱れが生じても Outlet 2 に白血球が混入しにくくなる。ここでDLDの原理により標的細胞はほぼ一番下までシフトするので、回収率には問題が起きない。このようなチップを新たに設計した。

二つ目の新しいチップは、分離性能を改善した上で、 処理速度を従来の約 2 倍とすることのできるチップである。上述の分離性能を改善した流路をひとつのチップに 二つ並べた構造とし、入口と出口はそれぞれまとめるこ とで、これまでと同様の使い勝手を維持したチップである。このチップを新たに設計した。今後チップを作製して、その評価を行う。これにより、これまでより分離性能がよく、かつ処理速度が速くなるため、分離実験を効率的に行うことができる。

3. 結言

CTC の機能と生物学的意義を明らかにして、CTC の分離・解析による次世代精密治療法を開発することを目的として、新しいチップの設計等を行った。これにより来年度から動物モデルや臨床検体のCTC を分離する実験を効率的に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 JP18H03006 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

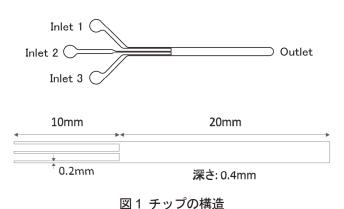
生活資材開発課 高田耕児 富山県立大学 村上達也

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、血清蛋白質一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。産技研では、血清タンパク質一脂質複合体で修飾された光応答性ナノ材料を効率的に作製するためのマイクロ流路デバイスの開発を行った。

2. 実験

チップの構造を図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り。このチップに送液するための送液デバイスを新たに開発した(図2)。このデバイスの改良点を次に示す。まず、従来はシリンジポンプを用いて送液していたが、流れに乱れが生じて効率的に混合できないという問題があった。そのため、図には示していないが、小型窒素ボンベまたはコンプレッサーを接続し、その圧力によって送液するシステムに変更した。これによって安定した送液が可能となった。また、顕微鏡で混合の様子を観察したいというニーズがあるため、送液デバイス自体を倒立型顕微鏡に設置できるようにして、観察しながら送液できるようにした。



(上)全体図、(下)流路(合流部)の寸法

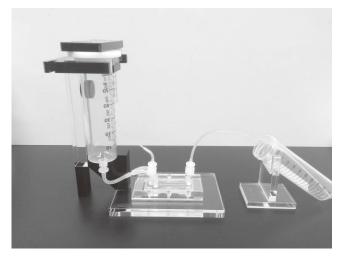


図2 送液デバイス

その他、チップとチューブをつなぐコネクタが、チップから外れることがあったので、コネクタをチップホルダで押さえる方式に変更した。さらに、チップについても新たなものを設計した。従来3つの入口から入った試料が合流して急速混合したものを1つの出口から回収する構造であったが、急速混合後の液体をさらに分離して複数の出口から回収することにより、より生成物の純度を高めることができると予想されるため、出口が複数のチップを新たに設計した。

3. 結言

血清タンパク質ー脂質複合体で修飾された光応答性ナノ材料を作製するための送液デバイスを改良した。また、チップやチップホルダの開発やその準備を進めることができた。これにより来年度以降、マイクロ流路デバイスで光応答性ナノ材料を作製する研究を効率的に進める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。

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

生活資材開発課 高田耕児

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、その中に転移を引き起こすがん細胞が見つかる可能性が高く、それを利用した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、その中で産技研ではDeterministic Lateral Displacement の原理り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。今年度はより使いやすいシステムとなるように改良を行った。

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Outlet 1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。 今年度は鹿児島大学において、より使いやすいシステム となるように装置の改良を行った。チップは横置きする と 2 つある排出口 (Outlet 1 と Outlet 2) は上向きとなる。 そのうち標的細胞が回収される排出口(Outlet 2)は、回 収する標的細胞を濃縮するために液量が少なくなってお り、回収液が流れるチューブの中の流速は非常に遅くな っている。そのため、チューブ内では細胞の重力による 沈降の影響で細胞が十分に上昇することができず、回収 率が下がるという問題が発生する。そのため、これまで、 チップを縦置きにすることでこの問題を回避していた。 一方で、通常の倒立型顕微鏡でチップ内の流れを観察し ようとするとチップ縦置きのままでは観察することがで きず、チップを横置きにする必要がある。この2つの相



図1 チップの構造

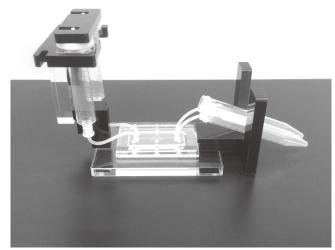


図2 新たに開発した送液デバイス (チップ横置き状態)

反する問題を解決するため、縦置き、横置きの両方に対応できる送液デバイスを新た開発した。そのデバイスを図2に示す。シリンジを保持する部分が、チップ保持する部分に対して回転できるようになっている。これによって、通常はチップ縦置きで回収率が高いまま送液できるが、観察したいときにはチップ横置きになるように、容易に切り換えることができるようになった。このデバイスにより、今後は細胞分離実験をより効率的に進めることができると考えられる。

3. 結言

鹿児島大学においてより使いやすいシステムとするために、チップ縦置き、チップ横置きどちらにも対応できるシステムを新たに開発することができた。これにより、細胞分離実験をより効率的に進める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。

精子運動性の制御に基づく運動精子選別システムの開発

生活資材開発課 高田耕児 岡山理科大学 松浦宏治

1. 緒言

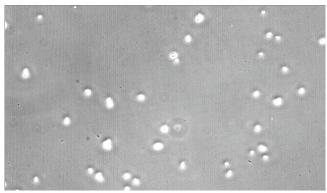
生殖補助医療は、体外受精、顕微授精をはじめとして 近年著しく進歩している不妊治療法であり、生殖補助医 療出生児数も大きく増加している。そのため、この分野 で有用なデバイスを開発することは極めて社会的意義が 大きい。例えばマイクロ流路デバイスを用いて精子の回 収数を増加させることができれば、顕微授精だけでなく 人工授精に必要な量の精子を簡便に回収できるようにな り、生殖補助医療を含む不妊治療法に大きな貢献ができ る。本研究では、産技研のマイクロ流路チップ技術を利 用して、精子を回収するための研究を行った。

2. 実験

産技研で開発したマイクロ流路チップを利用して、岡山理科大学で精子と細胞とを分離する実験を行った。マイクロ流路チップは Deterministic Lateral Displacement 法 $^{1)}$ 利用してサイズ分離するものであり、射出成形により作製した $^{2)}$ 。ブタ不動精子は岡山大学農学部より、C2C12 細胞は ATCC(CRL-1772)より入手した。

ブタ不動精子は長さが60µmで幅が10µm以下の細長い粒子であり、C2C12 細胞は直径10~20µmの球形粒子であって、その形状は大きく異なる。ブタ不動精子とC2C12 細胞を混合したものを試料として、マイクロ流路チップに流し、サイズが大きい分画とサイズが小さい分画に分けた。図1上はサイズが大きい分画の写真であり、C2C12 細胞とわずかなブタ不動精子が見られる。図1下はサイズが小さい分画の写真であり、C2C12 細胞は見られず、ブタ不動精子が見られる。すなわち、ブタ不動精子は「シフトせずにまっすぐ進み」、しきい値より小さい分画に回収され、C2C12 細胞は「シフトして斜めに進み」、しきい値より大きい分画に回収された。このことは、まず、試料に混入した精子以外の細胞と精子とを分離できることを示している。

さらに今後は、運動精子と不動精子の分離について検討していく。適切なしきい値を選び、流路構造を工夫することで運動精子と不動精子を分離できる可能性がある。例えば、不動精子は「シフトせずにまっすぐ進む」のに対し、運動精子は流体力学的半径が大きいことによる効果と自らが動く効果で上か下かどちらかに「シフトする」、この違いを利用して、効率的に運動精子を得る方法を検



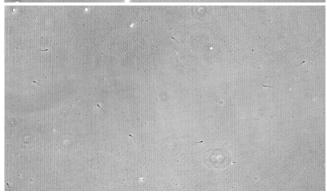


図 1 分離実験後の分画の写真 (上) サイズが大きい分画、(下) サイズが小さい分画

討する。従来の方法は単に静置して移動距離が長い分画 を運動精子画分として回収しているだけで、時間もかか り回収量も少なかった。それと比べるとこのマイクロ流 路チップを用いた方法は、時間短縮、回収量増加が期待 できる。

3. 結言

産技研で開発したマイクロ流路チップを利用して、岡 山理科大学で精子と細胞とを分離することができた。こ れにより、今後運動精子の分離等を検討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 **31**, 112 (2017)

謝辞

本研究は JSPS 科研費 JP18K12069 の助成を受けたものです。

血中に存在するリポタンパク質の異所利用 加齢黄斑変性の点眼治療法開発に向けて

生活資材開発課 高田耕児 富山県立大学 村上達也

1. 緒言

加齢黄斑変性は失明に至る眼難治疾患であり、侵襲性の低い点眼薬の開発が望まれている。また、超高齢化社会において、加齢に伴う疾患は急増すると予想されており、使いやすいドラッグキャリアの開発は極めて重要である。富山県立大学ではドラッグキャリアとして高比重リポ蛋白質(HDL)ナノ粒子が有用であることを示しているが、従来の作製法では少量しか作製できない。

本研究では、マイクロ流路デバイスで材料を急速混合することで HDL ナノ粒子を作製する方法を開発しており、今年度は特に、急速混合デバイスが正常に機能しているかをモニタリングできる方法を新たに開発した。

2. 実験

チップの構造を図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り。これまでは色付きの水等を利用して、3つの液が混ざる様子を確認して性能の確認を行っていたが、実際のナノ粒子作製実験時には、色付きの水等を利用すると生成物に影響を与えるため、急速混合の様子をモニタリングすることはできなかった。しかし、実際のナノ粒子作製実験時にこそ、混合の様子をモニタリングしたいというニーズがあった。そこで新たに色付きの水等を利用しなくてもモニタリングできる方法を開発した。

HDLナノ粒子作製実験では、蛋白質の水溶液と脂質のエタノール溶液を混合している。水とエタノールは屈折率が異なるため、位相差顕微鏡で観察することにより、水とエタノールの境界を明確に確認することができる。

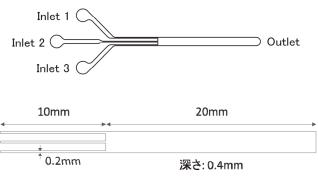


図1 チップの構造

(上)全体図、(下)流路(合流部)の寸法

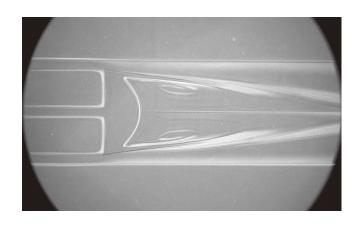


図2 流路の位相差顕微鏡像

図2はInlet 1とInlet 3から水を、Inlet 2からエタノールを流して、マイクロ流路チップを位相差顕微鏡で観察した結果である。マイクロボルテックスが発生している様子が確認でき、急速混合が適切に起こっていることが推定できる。これを利用することにより、色付きの水等を利用しなくても、混合の状態をモニタリングしながら実験ができるようになった。これにより来年度以降ナノ粒子作製実験を効率的に進めることができるようになった。

3. 結言

マイクロ流路デバイスで材料を急速混合することで HDL ナノ粒子を作製する方法において、急速混合が正常 に機能しているかをモニタリングできる方法を開発した。これにより、来年度以降のナノ粒子作製実験を効率的に 進めることができるようになった。マイクロ流路デバイスで HDL ナノ粒子をラージスケールで作製できれば、HDLナノ粒子のドラッグキャリアとしての可能性を大き く広げることができ極めて有用性が高い。

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 JP18K18460 の助成を受けたものです。

衛生害虫忌避及び農業害虫防除ナノファイバー不織布の開発

生活資材開発課 吉田 巧 野尻智弘*1 生活工学研究所 金丸亮二

ものづくり研究開発センター 成瀬大輔*2 農林水産総合技術センター 青木由美

1. 緒言

近年の地球温暖化やビジネスの国際化に伴い、蚊が媒介する危険な疾病の流行が懸念されている。これらの疾病には有効なワクチンや治療薬が存在しないものもあり、感染自体を予防することが重要である。一方、施設栽培において圃場への農業害虫の侵入が問題となっている。この農業害虫の侵入経路の一つに作業者の衣服への付着があり、その効果的な防除方法が求められている。本研究ではこのような社会的ニーズに対応するために、より高機能な害虫忌避及び防除製品へ応用可能なナノファイバー(NF)不織布の開発を目指した。

2. 実験方法

2.1 NF 不織布及びバンダナの製造

市販のポリフッ化ビニリデンを有機溶剤に溶解させて樹脂溶液を調整し、その溶液に人に対して安全性が確認されている殺虫剤を樹脂固形分の質量に対して 10 wt%添加した。その樹脂溶液を有効幅 30 cm、紡糸ノズル 14 本 (7 本/列×2)のエレクトロスピニング装置を用いて紡糸し、厚さ 12 μ m または 25 μ m または 45 μ m の NF 不織布をそれぞれ製造した。この製造した不織布のうち、12 μ m または 25 μ m のものを芯材として用いてニット基布と三層構造に貼り合せを行い、さらにバンダナ形状のサンプルを縫製した。また、厚さ 25 μ m の NF 不織布を使用したバンダナに対して、JIS L1930 に準拠し、ドラム式洗濯機東芝TW-2100VE(S)の少量コース(洗濯時間 15 分、すすぎ 4 回)を 1 回として、その洗濯処理を 20 回行った。

2.2 ヒトスジシマカに対するサンプル布の基礎活性試験

2 枚のガラスシャーレ(φ 8 cm) にメッシュ生地を挟み、上下に分けた試験容器を用意し、下部のシャーレに円状のサンプル布(φ 8 cm)を、上部に供試虫を 10 匹配置し、室温 25°C、湿度 60%RH の環境下で供試虫を観察し、KT50 を調査した(Fig. 1)。



Fig. 1 ヒトスジシマカ雌成虫に対する基礎活性試験

*1 現 退職、*2 現 第一編物(株)

2.3 農業微小害虫に対するサンプル布の基礎活性試験

円状(φ 5 cm)のサンプル布をペトリディッシュ(50×9 mm)に敷き、供試虫および餌を入れて蓋をし、25°C 16L8D 条件で静置した(Fig. 2)。 試験は各区 3 反復行った。

処理 24 時間後または 48 時間後に各容器内の供試虫を 生存虫、苦悶虫および死亡虫の別に計数し、死虫率(苦悶 虫を含む)を算出した。

また、補正死虫率は次式(1)により算出した。

補正死虫率(%)={(処理区の死虫率-対照区の死虫率)/ (100-対照区の死虫率)}×100 (1)



Fig. 2 ネギアザミウマに対する基礎活性試験

3. 実験結果および考察

3.1 ヒトスジシマカに対する実験結果

本研究で製造した NF 不織布を用いて、ヒトスジシマカに対する基礎活性試験を行った。この試験では供試虫の50%がノックダウン(苦悶)状態となるまでに要する時間 (KT50)を調査した。その結果、全ての厚さの NF 不織布において忌避するために十分な効果を示した。特に、厚さ25 μ m 及び45 μ m の NF 不織布は厚さ12 μ m のものより、 KT50 が短く、より高い活性を示すことがわかった(Table 1 エントリー 1-3)。これは NF 不織布が包含する殺虫剤量が NF 不織布の質量(厚さ)に依存するためである。

Table 1 ヒトスジシマカに対する試験結果

エントリー	供試材	KT50
1	NF不織布(12 µm)	1分20秒
2	NF不織布(25 µm)	0分44秒
3	NF不織布(45 µm)	0分46秒
4	バンダナ(NF厚 12 µm)	3分30秒
5	バンダナ(NF厚 25 µm)	1分10秒
6	バンダナ(洗濯なし)	2分19秒
7	バンダナ(洗濯20回)	3分51秒

NF 不織布及びバンダナの NF 層は全て同日に製造。 エントリー 6-7 の試験はエントリー 4-5 の試験日から 3 ヵ月後に実施。

続いて、より製品形状に近いサンプルで活性試験を行

うために、NF 不織布を用いてバンダナ形状のサンプルを 縫製した。ここで、 $45 \mu m$ の NF 不織布はその厚みから時間の経過によって自己収縮してしまうことがわかったため、縫製には自己収縮しない $12 \mu m$ または $25 \mu m$ の不織布を用いた。

このバンダナを用いてヒトスジシマカに対する基礎活性試験を実施したところ活性が確認され、NF 不織布単体の結果と同様に、より厚い 25 μ m の方がより効果が高かった(Table 1 エントリー 4-5)。

また、これらの試験に使用したバンダナの芯材に用いた NF 不織布は製造から 6 ヶ月以上経過しており、ワンシーズン以上の効果の持続を確認することができた。

次に、より効果の高かった厚さ 25 μ m の NF 不織布を使用したバンダナに対して、20 回洗濯処理を行った。そのバンダナを用いてヒトスジシマカに対する基礎活性試験を実施したところ、洗濯前の 60%以上の効果を維持していることがわかった(Table 1 エントリー 6-7)。

3.1 農業微小害虫に対する実験結果

本研究で製造した NF 不織布を用いて、農業微小害虫に対する基礎活性試験を行った。カンザワハダニ雌成虫を供試した結果、殺虫効果を示した。また、処理 24 時間後より 48 時間後の補正死虫率の方が高く、厚さ $12\,\mu\mathrm{m}$ 及び $25\,\mu\mathrm{m}$ の NF 不織布の補正死虫率は 80%以上であった。一方、NF 不織布の厚さがより厚いにもかかわらず、厚さ $45\,\mu\mathrm{m}$ の補正死虫率は 64.1%と低かった(Fig. $3\,\mathrm{E}$)。

モモアカアブラムシ無翅雌成虫及びネギアザミウマ雌成虫を供試した結果、殺虫効果を示し、24 時間後の補正死虫率は、不織布が厚いほど高く、厚さ 45 μ m の NF 不織布の補正死虫率は 95%以上となった(Fig. 3 中央、右)。

これらの結果から、昆虫ではないカンザワハダニを除き、より NF 不織布の膜厚が厚いほど害虫に対する効果が高いことが明らかとなった。

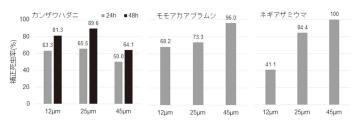


Fig. 3 農業微小害虫に対する殺虫効果

次に、ヒトスジシマカに対する試験と同様に、モモアカアブラムシを供試虫として NF 不織布を材料として使用したバンダナに対して、基礎活性試験と 20 回洗濯処理後の基礎活性試験を行った。その結果、活性が確認され、NF不織布単体の結果と同様に、より厚い 25 μ m の方がより効果が高かった(Table 3 エントリー 1-2)。そして洗濯処理後の試験では、洗濯処理前の試験結果より補正死虫率が 29.5 ポイント低下したが一定の効果は維持していた(Table 3 エントリー 3)。

Table 3 モモアカアブラムシに対する試験結果

エントリー	供試材	補正死虫率(%)
1	バンダナ(NF厚 12 µm)	75.8
2	バンダナ(NF厚 25 µm)	91.4
3	バンダナ(洗濯20回)	61.9

補正死虫率は48時間後のもの。

NF 不織布及びバンダナの NF 層は全て同日に製造。

エントリー 2-3 の試験はエントリー 1の試験から2ヵ月後に実施。

4. 結言

殺虫剤が添加された NF 不織布を芯材として用いて、ヒトスジシマカや農業微小害虫に対して忌避及び防除効果を示すバンダナを造ることができた。このバンダナの害虫に対する効果は半年以上持続し、洗濯を 20 回行っても一定以上の性能を維持することがわかった。今後はこの防虫生地を用いて他の繊維製品への応用を検討したい。

キーワード:ナノファイバー、エレクトロスピニング、防虫加工、微小害虫

Development of Hygiene Pest Repellent and Agricultural Pest Control Nano Fiber Non-woven Fabric

Life Materials Development Section; Takumi YOSHIDA and Toshihiro NOJIRI*¹ Human Life Technology Research Institute; Ryoji KANAMARU Monozukuri Research and Development Center; Daisuke NARUSE*²

Toyama Prefectural Agricultural, Forestry and Fisheries Research Center; Yumi AOKI

Using the nanofiber non-woven fabric to which the insecticide was added as a material, it was possible to produce the bandana exerting a repellent and controlling effect against *Aedes albopictus* and agricultural pests. It was found that the effect of the bandana against insects continues more than half a year and maintains 60% or more of performance even after 20 times washings.

夏用プロテクトスポーツウェアの設計に関する研究

生活科学課 牧村めぐみ 研究所長 金丸亮二 企画管理部 中橋美幸

1. 緒言

夏季の暑熱環境下で行われる屋外スポーツの中でも、 ラグビー、野球のキャッチャー、サッカーのゴールキー パー等のスポーツウェアには、転倒や衝突から身を守る ためのプロテクター(衝撃吸収パッド)が配置されてい る。これらのウェアは他のスポーツウェアに比べてプロ テクターによる体熱放散の抑制が予測される。

近年、夏季には猛暑が続くという異常気象がみられており、人間の体温(37°C)に近い環境においては、暑熱環境や運動環境により産熱と放熱のバランスが崩れ体温調節ができなくなると、「熱中症」を引き起こすことが懸念される。そのため、できるだけ効率よく体熱放散を行えるプロテクトスポーツウェアの設計および開発が望まれる。

本研究では、サッカーのゴールキーパー用ウェアを対象とし、プロテクター部分の熱・水分移動の効果を高めることを主目的として、その素材を検討した後、被験者実験を行い、温度快適性の指標となる発汗量、皮膚温、衣服内温湿度に及ぼす影響を検討した。

2. 実験方法

2.1 被験者および試料

年齢 17~23 歳の健康な男性 8 名を被験者とし、表 1 に示す 27cm×26cm のプロテクター素材 3 種を、胸部と背部にそれぞれ配置したサッカーのゴールキーパー用ウェア (実験用ウェア)を用いて着用実験を行った。また、プロテクター素材を配置しないものをコントロール (試料 1)として用いた。プラハンマ (ハンマの平面 Φ33mm)を衝突速度約 2.3 m/s で打撃した時の衝撃荷重を測定したところ、衝撃吸収効果は試料 4 に用いたダブルラッセルが最も高いものであった。

試料記 号	1	2	3	4
素材	-	ウレタンフォーム	ダブルラッセル	ダブルラッセル
形状	-			
厚さ	-	5mm	8mm	4mm
組成	-	PUR 100%	PE 17%, NY 83%	PE28%、NY 72%
衝擊荷重(Kgf)	386	347	231	214

表 1 試料に用いたプロテクター素材の詳細

2.2 環境条件と測定手順

夏季を想定して、30℃、40%RH の人工気象室内で着

用実験を行った。被験者は、実験環境に身体を十分慣らすために実験開始の1時間前に人工気象室に入室し安静を保った。その後、ヌードで体重を測定後、半袖肌着、コントロールまたは実験用ウェア、ボクサーパンツ、ゴールキーパー用パンツ、クルーソックスに着替えた。シューズは各自のものとした。次にトレッドミルによる運動負荷、10分間座位安静 $\rightarrow 5$ 分間の歩行・走行運動(速度 5.5km/h(5分間) $\rightarrow 8.0$ km/h(5分間)を 3 回繰り返したのち、5.5km/h(5分間)) $\rightarrow 10$ 分間座位安静を行い、この間について生理量の測定を行った。実験終了後、再び体重測定を行った。なお体重は、精度 1 gで測定した。

測定項目は皮膚温4点(胸、上腕、大腿、下腿)、衣服内温湿度(胸、背)である。また、実験前後の体重減少量を発汗量とみなした。

運動終了後に被験者にヒアリングを行い、温熱感や蒸れ感、快適感について2~-2の5段階で点数化した。

3. 実験結果および考察

3.1 発汗量への影響

図1は、欠損データのある1名の被験者を除き、7名の汗量データを用いて試料ごとに被験者平均を算出した結果である。試料4は、他の3種に比べて平均汗量が少ない傾向が見られた。

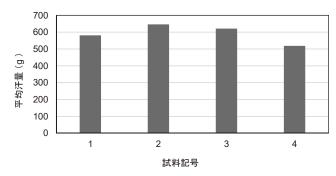


図1 体重減少による汗量(被験者平均)

3.2 平均皮膚温への影響

本研究では、ラマナサンの 4 点法を用いて平均皮膚温 (*M-Ts*) を求めた。式 (1)

M-Ts=0.3 (Tc+Tu) +0.2 (Tt+Ti) (1) ここで、Tc は胸、Tu は上腕、Tt は大腿、Ti は下腿の皮膚温である。

結果の一例を図2に示す。M-Ts は運動開始直後に皮膚血管収縮により低下した後、運動による産熱の増大によ

り緩やかに上昇し2回目の歩行運動時から上昇が急となり、走行運動時と運動終了後には低下する3~4峰性の形状を示した。

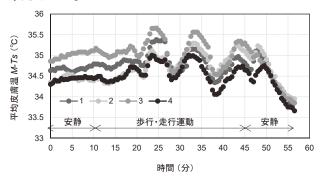


図2 平均皮膚温 M-Ts の変化挙動

3.3 衣服内温度および衣服内湿度への影響

結果の一例を図3に示す。衣服内温度はM-Tsと類似の挙動を示したが、胸側の衣服内温度は運動後半の発汗量増大とともに、徐々に低下していく傾向が見られた。

衣服内湿度も、胸側はM-Tsと類似の挙動を示したが、 背側は時間の経過とともに上昇していった。これは、胸 側は体とウェアの間に比較的ゆとりがあり、運動によっ て気流が発生し、換気が行われたためと考える。試料間 の差は、被験者によってバラツキはあるものの、試料 4 が最も低く、試料 2 が高くなる傾向が見られた。

3.4 主観評価

表 2 は、欠損データのある 1 名の被験者を除き、7 名の主観評価データを用いて試料ごとに被験者平均を算出した結果である。主観評価においても、試料 4 は涼しい、快適である、試料 2 は暑い、不快であると感じる被験者が多かった。

4. 結言

サッカーのゴールキーパー用ウェアを対象とし、プロ テクター部分の熱・水分移動の効果を高めることを主目 的とし、その素材を検討した。プロテクター素材に厚さ・ 編構造の異なるダブルラッセル生地を2種とウレタンフォームを選択し、被験者実験を行った結果、試料4(ダブルラッセル:厚さ4mm:PE26%、NY72%)が最も発汗量が少なく、主観評価も高かった。平均皮膚温や衣服内温湿度は被験者によってバラツキはあるものの、試料4が最も低く、さらに被験者の体格による試作ウェアとのゆとり量の違いが、温度や湿度の上昇に大きく影響することが分かった。今後は、熱・水分移動に影響を与える素材因子の解明、最適なプロテクターの配置とウェアのゆとり量を検討する。

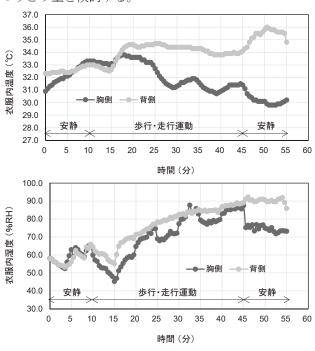


図3 衣服内温度および衣服内湿度の変化挙動

表2 主観評価による点数(被験者平均)

試料記号	温熱感	蒸れ感	快適感
1	0.29	0.14	0.29
2	0	-0.86	-0.57
3	0.14	-0.29	0.14
4	0.43	0.29	0.43

キーワード:プロテクター、サッカー、ゴールキーパー用ウェア、ダブルラッセル、温度快適性

Study on design of the protection sportswear for summer

Human Engineering Section; Megumi MAKIMURA, Director of Laboratory; Ryoji KANAMARU Planning and Management Department; Miyuki NAKAHASHI

This study examined material for the purpose of increase of the effect of the heat and the water vapor mobility in the protector part of the sportswear for goal keepers of the soccer. To a protector material, we chose two kinds of double raschel knitted fabric which was different from thickness and structure, and one kind of urethane foam. As a result of having performed a subject experiment, we found that a rise of temperature and the humidity was different by the cloth structure and the quantity of space of clothes.

ナノファイバー不織布の耐水性及び耐洗濯性の向上に関する研究

生活資材開発課 吉田 巧、 ものづくり研究開発センター 成瀬大輔*1

1. 緒言

ナノファイバー(NF)不織布は透湿防水性を有し、その従来の材料にはない優れた透湿性から、アウトドアウェア等への応用が期待されているり。しかしながら、NFに界面活性剤が付着するとその防水性能が低下するという欠点がある。この欠点は生地を洗濯した場合、生地上にわずかに残留した洗剤成分による耐水性の低下に繋がることが予想される。また、エレクトロスピニング法等で製造したNF不織布は、その製造方法に起因して、得られる生地の部位によって耐水度にむらが生じ、その程度がひどい部位では十分な耐水度を得られないことがある。これは、特に負荷のかかる間接部などでは重大な欠点となる恐れがある。そこで本研究では、NF不織布に撥水撥油剤を添加することによって、NFへの界面活性剤の付着を防ぎ、耐水性と耐洗濯性を向上させ、これらの問題の改善を目指した。

2. 実験方法

2.1 NF 不織布の製造

市販のポリフッ化ビニリデン(PVDF)または合成したポリウレタン(PU)²⁾を有機溶剤に溶解して樹脂溶液を調整し、シングルノズルのエレクトロスピニング装置または有効幅 30 cm、紡糸ノズル 14 本(7 本/列×2)のマルチノズルのエレクトロスピニング装置を用いてその NF 不織布を製造した。

2.2 NF 不織布の漏水性評価試験

 $4 \text{ cm} \times \varphi 3 \text{ cm}$ の円筒形ガラス管の片端を NF 不織布で覆い、1 mg/mL(pH10.1)の石けん水 15 mL をそのガラス管に入れ、液滴が落下し始めるまでの時間を計測した (Fig. 1)。石けんはミョシ M 石けん(ミョシ石鹸(株)製)を用いた。



Fig. 1 NF 不織布の漏水性評価試験

2.3 NF 不織布の接触角の測定

接触角測定装置(協和界面科学(株)製、型式 CA-X)で、 蒸留水による $\theta/2$ 法を用いて NF 不織布の見かけの接触角 を測定した。

3. 実験結果および考察

まず、PVDF を原料樹脂として、シングルノズルのエレクトロスピニング装置を用いて、撥水撥油剤をそれぞれ10 wt%または20 wt%含有したNF不織布を製造した。得られた不織布に対して、石けん水を用いた漏水試験を実施したところ、漏水が発生するまでの時間(以下、耐水時間)がブランクのNF不織布よりも延長し、その延長時間は含有量20 wt%のほうがより長かった(Entry 1-3)。

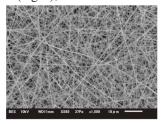
Table 1 NF 不織布の漏水性評価試験結果

Entry	樹脂	紡糸装置	膜厚	撥水撥油剤	平均繊維径	接触角	耐水時間
Littiy	1至170日	柳水衣트	(μ m)	(wt%)	(nm)	(°C)	川小小山山
1	PVDF	シングル	18	_	450	141.0	2分31秒
2	PVDF	シングル	25	10	_	141.2	4分19秒
3	PVDF	シングル	35	20	_	146.4	18分1秒
4	PVDF	マルチ	15	_	727	_	26秒
5	PVDF	マルチ	25	_	_	_	45秒
6	PVDF	マルチ	35	_	_	_	1分17秒
7	PU	シングル	25	_	300	58.6	3秒
8	PU	シングル	23	10	300	133.1	1分52秒

しかしながら、撥水撥油剤を添加した NF 不織布(Entry 2-3)のほうが添加していない NF 不織布(Entry 1)よりも膜 厚が大きいため、この試験に関する厚みの影響の調査が 必要となった。そこで、膜厚の制御が比較的容易なマル チノズル式エレクトロスピニング装置を用いて製造し た撥水撥油剤を含有していない、膜厚がそれぞれ 15 μm、 25 µm、35 µm の PVDF-NF 不織布に対してこの漏水試験 を実施した。その結果、より厚い NF 不織布のほうが漏 水発生までの時間が長いことがわかった(Entry 4-5)。そ して、膜厚 25 µm、撥水撥油剤添加量 10 wt%の不織布 (Entry 2)から膜厚 35 μm、撥水撥油剤添加量 20 wt%の不 織布(Entry 3)への耐水時間の延長の程度と膜厚 25 μm の 不織布(Entry 5)から膜厚 35 µm の不織布(Entry 6)への耐 水時間の延長の程度を比較すると、前者の延長の程度が 大きいことがわかり、NF に添加された撥水撥油剤の効 果によって耐水時間が延長したと推定できる。

しかしながら、シングルノズル装置で製造した撥水撥油剤が添加されていない NF 不織布(Entry 1)とマルチノズル装置で製造した撥水撥油剤が添加されていない NF 不織布(Entry 4)の耐水時間を見ると膜厚の差がほとんど

ないにもかかわらず後者の方が大幅に短い。ここで、これらの不織布の繊維径を電子顕微鏡(日本電子(株)製、型式 JSM-6610LA)を用いて調べると、シングルノズル装置で製造した不織布のほうがマルチノズル装置で製造した不織布よりも平均繊維径がより細いことがわかった(Fig. 2)。



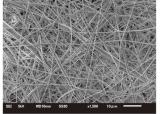


Fig. 2 NF 不織布の SEM 写真(左:Entry 1 右:Entry 4)

この繊維径の差は、不織布の繊維の積層状態に影響を与え、より繊維径が太いほうが不織布中の空隙がより大きくなる。このより大きな空隙が耐水時間に影響を与え、マルチノズル装置で製造した不織布の耐水時間をより短くしたと推定できる。したがって、より正確な漏水性の比較試験を行なうためには繊維径及び膜厚をそれぞれの試料間で等しくなるよう制御する必要がある。

そこで、前述のパラメータを制御しやすい当センターで合成した PU を原料樹脂として、シングルノズル式エレクトロスピニング装置を用いて、膜厚と繊維径がそれぞれの試料間で等しくなるよう調整し、撥水撥油剤を 10 wt%含有した NF 不織布を製造した。この得られた PU-NF不織布に対して電子顕微鏡付属のエネルギー分散型 X 線分析装置で元素分析を行なったところ、原料樹脂には含まれていない撥水撥油剤由来の元素が検出され、NF 不織布に撥水撥油剤が含有されていることを確認した。この製造した NF 不織布に対して、石けん水を用いた漏水試験を実施したところ、漏水が発生するまでの時間が大幅に延長することが確認でき、これは撥水撥油剤の NF 不織布への界面活性剤水溶液の透過に対する有効性を示す結果である(Entry 7-8)。

最後に、これらの製造した NF 不織布に対して、蒸留水を滴下して見掛けの接触角を測定したところ、PVDF-NF 不織布においてはわずかに接触角の増加が見られ(Entry 1-3)、PU-NF 不織布においては大幅な接触角の増加が見られた(Entry 7-8)。ここで、PVDF の接触角の増加の程度が低いのは PVDF 中のフッ素原子に由来する低い分子間凝集力と低い表面エネルギーによる PVDF 樹脂の元来の水に対する濡れにくさに由来すると考えられる 3)。この撥水性の増加は、撥水撥油剤の添加が NF 不織布への後天的な撥水性の付与を可能とすることを示している。また、本研究における方法で付与された撥水性は、繊維中に保持された撥水撥油剤に由来するため、撥水スプレー等による付与に比べて効果の持続性が高いと考えられる。

今後は、量産試験機を用いて撥水撥油剤が添加された NF 不織布を製造し、JIS 法に則った耐水度試験を実施す る予定である。

4. 結言

PVDF または PU を原料樹脂として、撥水撥油剤を含有した NF 不織布をエレクトロスピニング法を用いて製造することができた。その製造した NF 不織布に対して、石けん水を用いた漏水試験を実施したところ、PU-NF 不織布及び PVDF-NF 不織布ともに漏水が発生するまでの時間が延長した。また、これらの NF 不織布の接触角を調査したところ、撥水性の向上も見られた。

参考文献

- 1) 金丸亮二:富山県工業技術センター研究報告, **26** (2012) 77
- 2) 吉田巧:富山県産業技術研究開発センター研究報告, 32 (2018) 60-61
- 3) 実用プラスチック辞典編集委員会: 実用プラスチック辞典 材料編,**4**(1998)415

キーワード:ナノファイバー、エレクトロスピニング、撥水撥油剤

Research on Improvement of Water and Washing Resistance of Nanofiber Non-woven Fabric

Life Materials Development Section; Takumi YOSHIDA Monozukuri Research and Development Center; Daisuke NARUSE*1

A nanofiber non-woven fabric containing a water and oil repellent agent could be produced by electrospinning method using PVDF or PU as a raw material resin. When a water leakage test using soapy water for the obtained nanofiber nonwoven fabric, the time until the water leakage occurred was extended. Moreover, when the contact angle of these nanofiber non-woven fabrics was investigated the water-repellent improvement was also seen.

体型再現可能な寸法可変ボディの開発

生活科学課 上野 実、浦上 晃

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や装具などにおいては、身体の活動(運動性)や快適性を損なわない「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生地の伸縮性により、これらの両立が図られてきたが、近年、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や伸縮性の抑制など着圧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、運動姿勢や動作により体型が常に変化するため、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、衣服設計や立体裁断には一般的な体型を再現したボディ(トルソー)が用いられるが、アスリート等の特異な体型でなくとも、個々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。

一方、3Dスキャナ等の普及により、個人の体型をCAD上に再現し衣服設計に反映できるようになってきている。しかし、試作品や製品の着用時における加圧力や着圧負荷の状況や、運動や姿勢変化による体型寸法の変動については、被験者等による着用によるしかないが、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、本研究では個々の体型や呼吸、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ために、任意の体型・寸法を再 現可能な寸法可変ボディの開発を行った。

2. ボディの形状の試作

モデルとするボディについては、昨年度使用した男性 標準体型のマネキン腹部を引き続き採用した。腹部の周 囲体表面すべてを可動できることが理想的であるが、腹 部中央に比べ背中や横腹は姿勢による寸法変化が小さい こと、体表面のパーツを細分化すると駆動機構がボディ

内部に組み込めないことから、呼吸や体 幹の屈曲等により体型変化の大きい腹 部中央において可動機構の試作と検証 を行った。

腹部の外形 (外見上の体表面形状) は、 骨格や内臓、腹横筋や内腹斜筋、外腹斜筋、腹直筋及び皮膚脂肪により形作られ るが、アスリート体型においては、最外 層にある腹直筋の状態によって大きく 左右される。このためマネキンの腹部の腹直筋の形状を採すし、左右及び上下3分割し、3Dプリンターで腹直筋に近似した6つの皮下組織形状パーツにより再現している。一方、上記パーツ周辺の部位となる、胸部、横腹部分については、マネキンの形状をスチロール樹脂で型取りし、体幹形状を整えた。

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は、ガイドポストにより体表面に対し垂直に可動させる構造を採用した。体皮の柔らかさだけでなく体幹部分の変形を再現するためガイドポストにスプリングを組込み、後述するワイヤリンクによる皮下組織形状パーツの可動・変形時でも、パーツを押すと、へこむ構造としてある。

駆動用アクチュエータからボディへの駆動・伝達方法については、駆動ユニットとボディの配置の自由度の確保や、駆動パーツが増えた際にボディ内への接続部が限られることから、ボディ内部に組み込んだリンク機構をワイヤを介して、アクチュエータで駆動するワイヤリンク構造を選択した。外部駆動ユニットを図1に示す。画面左側のコイルスプリングを引っ張ると中央のガイドで固定したシリンダが移動し、シリンダに接続されたワイヤに張力が掛かり、ワイヤの移動量に応じてボディ内部のリンクを駆動し皮下組織形状パーツが出入りする構造となっている。

ここで、各シリンダを個別にアクチュエータで駆動すれば、任意の体型を再現しやすいが、アクチュエータの台数を皮下組織形状パーツ分用意するのは、コスト的な問題や、アクチュエータの設置の問題が生じる。一方一つのアクチュエータで複数の皮下組織形状パーツを駆動した場合、変形量が同じとなり、任意の体型を再現することができない。このため図 2 に示すシリンダの移動量

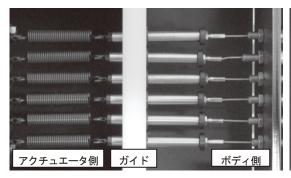


図1 外部駆動ユニット

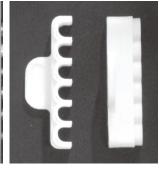


図2 寸法指定ゲージ

を制限する寸法指定ゲージを作 成し、動作確認を行った。

実際に駆動した時のシリンダ の動きと皮下組織形状パーツの 状態を図3に示す。シリンダを引 いていない状態(a)では、ボディの 皮下組織形状パーツは収納した 状態となる。一方、シリンダをフ ルストローク引いた状態では、(b) のように皮下組織形状パーツが ボディから飛び出した状態とな っている。アクチュエータの移動 量は一定のまま、シリンダ部に寸 法指定ゲージを挿入すると、ゲー ジの厚みに応じた皮下組織形状 パーツの出し入れが可能となり (c)、部位ごとにゲージの厚みを変 更することにより、腹部上部のみ ぞおちが拡張した体型(d)や、下腹 部の拡張した体型(e)など、任意の 体型を簡単な操作で再現するこ とが可能となった。

上記のボディに皮膚に相当するt=5mmのウレタンゲル シートを張り付け、体表面の形状を再現したものを図 4 に示す。表皮を貼り付けることにより、皮下組織形状パ ーツ同士の段差が目立たなくなり、滑らかな体表面の形 状を再現できた。

4. 結言

本研究では、複数の皮下組織形状パーツを一つのアク チュエータで駆動し、寸法指定ゲージを挿入するという 簡単な操作で任意の体型・寸法を再現可能できる寸法可 変ボディの開発を行った。現状ではユニットサイズや駆 動力の制限から、再現できるパーツの個数が限られるた

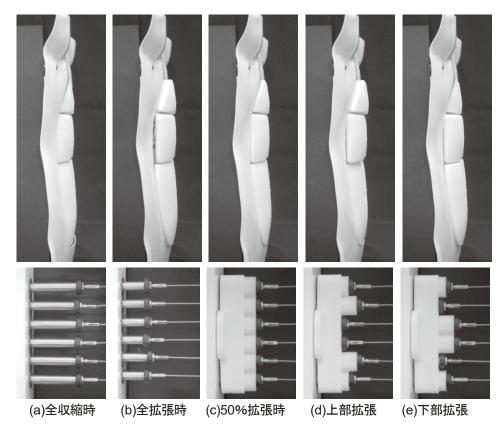


図3 皮下組織形状パーツ寸法指定ゲージの状態



(a)上部拡張時

(b)下部拡張時

図 4 体型再現例

め、さらなる可動機構部の小型化と動作の滑らかさの改 良が必要である。

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

Human Engineering Section; Minoru UENO and Akira URAKAMI

In order to objectively evaluate the comfort and fit when wearing clothes, we have developed a body that can be made variable in size by being composed of divided parts of the shape of the body surface. We adopted a method to drive multiple parts simultaneously with one actuator. It has become possible to easily reproduce it simply by inserting the gauges for various body types.

スポーツウエア評価用人型ダミーの開発

生活科学課 浦上 晃、上野 実 ものづくり研究開発センター 溝口正人*1、住岡淳司

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。前年度までに、屈曲、 伸展の1軸駆動のみ動作可能のダミーを開発した¹⁾が、本 稿ではさらに外転、内転運動も可能である2軸駆動ダミ ーを作製し、その挙動、トルク測定等を確認、検証した 結果を報告する。

2.2 軸駆動可能なダミー作製

2.1 3D プリンタによる人型作製

作製したダミーの挙動を実際の人間の動作と比較するため、ダミーは人間と原寸大のものを作製することが望ましいと考え、筆者の体幹および右上腕を 3D スキャニング後、3D プリンタにより人型ダミーを造形した。材料はナイロン製とし、厚さは体幹が約 8mm、上腕が約 4mmとした。作製したダミーを図 1 に示す(右はウエア着用時)。



人型ダミー

ウエア着用時

図1 作製した人型ダミー外観

2.2 右肩関節駆動機構の検討、作製

駆動機構には2個のサーボシステムを採用し、2軸(① 屈曲、伸展と②外転、内転)駆動可能とした。2個のモータ位置をダミー内部の空間に納めるため、右上腕連結部には、動作①を行うモータ軸に図2のような駆動部品を作製、接続し、動作②をプーリ、ベルトを利用して駆動させる構造とした。

また、2個のモータを同時に位置決めデータによる運転で制御するソフトウエア(図3)を作製し、それぞれの回転速度、停止位置、停止時間等を任意に設定することで、動作①と動作②を同時に制御可能なダミーを開発した。

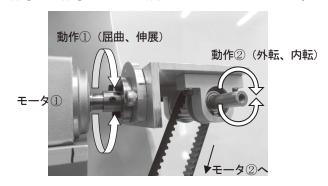


図2 右上腕連結部品

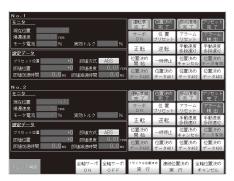
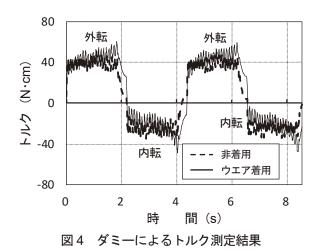


図3 2軸同時駆動ソフトウエア

3. 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、外転、内 転運動を行ったときの肩関節トルクを計測した。計測例 として、外転、内転運動について、無負荷(ウエア非着 用)および市販のスポーツウエアを着用させた場合のト ルクを計測し、その結果を比較した。肩回転速度は4r/min、 回転角度は0~45°の範囲、各停止時間は0.3sとした時の 測定結果を図4に示す。図4より、外転運動時はウエア 着用により肩関節トルクは徐々に大きくなる一方、内転 運動時はウエアが戻る(縮む)力により初めは無負荷時 よりトルクが小さくなることがわかり、ウエア有無の差 異による運動抵抗の検出が可能となった。しかしながら、 現状のダミー駆動機構では無負荷時のトルクが非常に大 きいことから、ウエア着用時のトルクの変化をより明確 にするため、今後さらに構造、材料等を検討する必要が ある。



4. 動作解析手法によるダミーと人間の挙動比較

動作解析装置(㈱ライブラリー製 Carrot)を用いて、 作製したダミーと人間の腕振り挙動を比較した。解析例 を図5に示す。

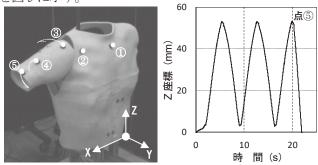


図 5 動作解析結果例(ダミー)

図5写真の5点の座標について解析したところ、ダミ 一を1軸(動作①)のみで制御した場合と2軸同時(動 作①と②を同時) に制御した場合では、2 軸同時の方が人 間の腕振り動作に近い挙動を再現することができた。こ れにより、ダミーの可動軸を増やすことで、肩関節動作 の自由度が高くなり、スポーツウエア着用時の身体負荷 量のより効果的な定量的評価が可能となった。

しかしながら、実際の人間の動作は非常に複雑である ことも判明し、現状の2軸駆動での再現の限界も認識し た。例えば、図5写真の点②の挙動について、ダミーの 解析では当然移動量はゼロであるが、人間動作の場合は 腕を動かす度に点②も常に移動する。このような細部ま で再現するには、さらにダミーの構造が複雑化、部品数 も増加するため、簡易的な身体負荷評価用ダミーとして は、現状の2軸駆動で十分であると考えている。

5. まとめ

本研究では、人間の屈曲、伸展および外転、内転運動 が同時に再現可能で、肩関節トルクの検出が可能な人型 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。無負荷 時のトルクの軽減、人間動作の再現性の向上等の課題に ついては、今後さらに検討の必要がある。

参考文献

(1)浦上ほか:富山県産業技術研究開発センター研究報告 No.32 (2018)64

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

Human Engineering Section; Akira URAKAMI and Minoru UENO Monozukuri R&D Center; Masato MIZOGUCHI and Junji SUMIOKA

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.

モニタリング用サポータの開発

生活資材開発課 佐伯和光、金丸亮二、吉田 巧 生活科学課 塚本吉俊、浦上 晃

1. 緒言

近年、身近なテキスタイルを次世代デバイス構築のためのプラットフォームとするため、スマートテキスタイルの開発が盛んに行われている。これらのテキスタイルの開発には、伸縮性、柔軟性を有するデバイスが求められている。

サポータ等の装具において、温度、湿度、圧力、姿勢等のモニタリングが必要とされている。これらのモニタリングには、サポータにセンサや電極が必要となる。しかしながらサポータの伸縮のため、センサや電極の断線が大きな問題となる。そのため、サポータに伸縮性、柔軟性を有する導電性樹脂を付加し、モニタリングできるサポータを開発する。今年度は、伸縮性、柔軟性を損なわずに、導電性を付与することを目的とする。

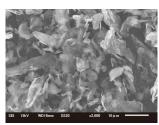
2. 実験方法

2.1 使用材料

ウレタンは、三洋化成工業株式会社製 H-600、LQ-810、LQ-X5 を、グラファイト粉末は、伊藤黒鉛工業株式会社製 EC1500(平均粒径 6μm)、EC500(平均粒径 22μm)、EC300(平均粒径 47μm)、PC-H(平均粒径 7μm)を用い、それぞれ形状及び粒径の異なる粉末を用いた。Fig. 1 に用いたグラファイト粉末 EC1500 及び PC-H の SEM 写真を示す。Fig. 1 より EC1500 のグラファイト粉末は様々な形状が混在しており、PC-H のグラファイト粉末は均一な鱗片状の形状をしているのがわかる。これは、EC1500粉末がグラファイトシートを裁断、粉砕してできる粉末であるからと推察される。

2.2 複合化

所定の割合に計量した試料は株式会社シンキー製MX201を用いて混合し、ガラス上で厚さ100~200μm程度になるように成形し、常温で硬化させた。



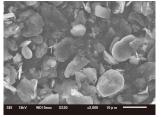


Fig. 1 グラファイト粉末(左:EC1500、右:PC-H)

2.3 抵抗率の測定

抵抗率の測定は、株式会社三菱化学アナリテック製ロレスターGPを用いて、JIS K 7194 に基づいて行った。

3. 実験結果および考察

Fig. 2 にウレタンの種類の違いによる抵抗率の変化を示す。どのウレタンを用いた場合でも、グラファイトの含有量とともに抵抗率が下がっているのが確認できる。しかしながら、グラファイト含有量が多くなると、粘度が高くなるため、成形性が悪くなること、ならびに硬化後の成形体は伸縮性及び柔軟性が低下することを確認した。グラファイト含有量が30~35%くらいが導電性、伸縮性及び柔軟性のバランスがとれた状態であると思われる。

また、今回の実験では、ウレタン樹脂は LQ-810 を用いた場合が他のウレタン樹脂を用いた場合より、最も抵抗率が下がることを確認した。

Fig. 3 にグラファイトの種類の違いによる抵抗率の変化を示す。Fig.より、グラファイトは、PC-Hを用いた場合より、EC1500を用いた場合の方が、抵抗率が大きく下がっていることがわかる。EC1500は粉末形状が様々であるため、粉末間同士の隙間に入りやすく、成形体の導電性の向上に寄与したと思われる。

Fig. 4 にグラファイト粉末の粒径の違いによる抵抗率の変化を示す。Fig.より粒径が小さくなるほど、若干ではあるが、抵抗率が下がる傾向にあることがわかる。

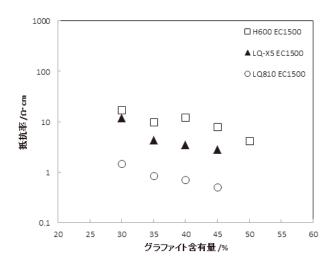


Fig. 2 ウレタンの種類と抵抗率

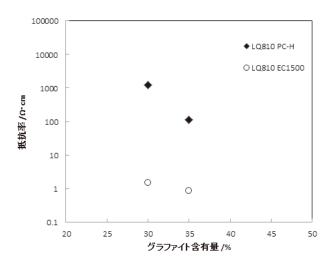


Fig. 3 グラファイトの種類と抵抗率

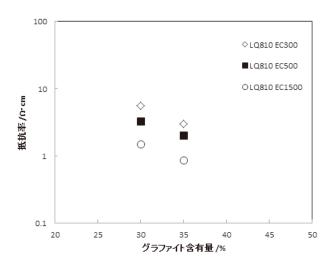


Fig. 4 グラファイトの粒径と抵抗率

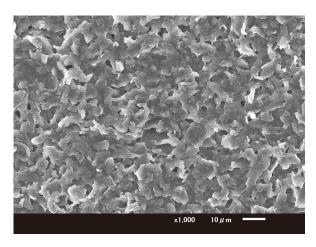


Fig. 5 成形体の SEM 写真

また、粒径が大きくなるほど、粘度が高くなり、成形性が悪くなり、薄く、均一に成形するのが困難になるのを確認した。

Fig. 5 に成形した試験片 (LQ-810:65%、EC1500:30%)表面の SEM 写真を示す。Fig. よりグラファイト粉末が層状に重なっているのがよくわかる。抵抗率を低下させたものと推察される。

4. まとめ

今回の実験により以下の知見を得た。

- 1. 成形体の導電性、伸縮性及び柔軟性ならびに成形性 などの点から、グラファイト粉末含有量は 30~35% が最適である。
- 2. グラファイト粉末の粒径が小さくなるほど、抵抗率は下がる傾向にある。
- 3. グラファイト粉末の粒径が大きくなるほど、粘度が高くなり、成形性が悪くなる。

キーワード:ウエアラブル、モニター、スマートテキスタイル、センサ

Development of Monitoring Supporter for Biometic Informations

Life Materials Development Section; Kazumitsu SAEKI, Ryoji KANAMARU, Takumi YOSHIDA Human Engineering Section; Yoshitoshi TSUKAMOTO, Akira URAKAMI

The purpose of this research is to develop monitoring supporter for biometic information. Conductivity of fiber and textile was studied. We mixed various urethane resins and various graphite powders. We developed conductive resin. Graphite powder contents are 30 to 35 % is most suitable for conductivity and forming. Resisitivity decreased as graphite powder size became small. It is hard to foam as graphite powder size became big.

細胞分離システムに関する研究

生活資材開発課 高田耕児 ものづくり研究開発センター 丹保浩行 日本ゼオン株式会社 橋岡真義

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) 法り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⁾、このチップを利用した細胞分離システムの研究を行ってきており、本研究では、細胞分離システムを改良する研究を行った。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、Outlet 1 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、チップ、チップホルダ、液だめ、液だめホルダ、送液方法、プライミング方法等について様々な検討を行った。その中から、チップホルダの検討とプライミング方法の検討について次に示す。

チップは流路が刻まれた基板と、入口および出口となる穴が開いたフタとを貼り合わせて作製しているが、長時間使用していると、基板とフタがはがれて液漏れすることがあるため、チップホルダではさみ込んでこれを防いでいる。しかし、従来のチップホルダはチップと送液チューブをつなぐためのコネクタが外れることがある、組み立てに時間がかかるという問題があった。そのためチップホルダの改良を行った。図2左は改良前のチップホルダ、図2右は改良後にチップホルダである。まず、



図1 チップの構造

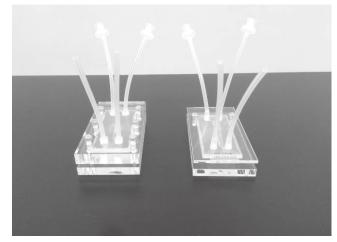


図2 試作したチップホルダ、左が改良前、右が改良後

改良前はチップ全体をアクリル板で押さえる構造であるのに対し、改良後はコネクタをアクリル板で押さえる構造とした。これによりコネクタが外れるという問題を解決することができた。また、改良前は6点でネジ止めしていたが、改良後は2点でネジ止めとした。液漏れするのは圧力の高い入口付近であるため、入口のコネクタをアクリル板で押さえ、その付近を2点ネジ止めするだけで液もれを防げることがわかった。これにより組み立てにかかる時間を短縮することができた。さらに、改良後のチップホルダを用いて、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%以上の高い回収率を示すことができた。

チップは最初に液を満たすプライミングが必要である。 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、 最終的にチップの空気を抜くことが困難となるが、それ を防ぐプライミング方法を改良することができた。

3. 結言

サイズで分離するマイクロ流路チップを利用した細胞 分離システムの開発を進めることができた。今後さらに 改良および市場調査を進めて行く。

参考文献

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)3)富山県工業技術センター研究報告 **31**, 112 (2017)

高機能性ナノファイバーの実用化に向けた 品質向上ならびに量産化研究

生活資材開発課 吉田巧 佐伯和光 野尻智弘*1 生活工学研究所 金丸亮二 ものづくり研究開発センター 成瀬大輔*2 第一編物株式会社 奥野一詩 小林佳史

1. 緒言

エレクトロスピニング方式で製造されるナノファイバー不織布は極薄かつ非常に高い追従性と高い透湿性を有することにより、様々な用途における、次世代の基布として幅広い事業展開が期待できる。特に、粉末状・油状などの機能性材料を原料となる樹脂溶液に添加することで、防虫効果りや高撥水効果など、様々な機能を有することができ、今後の実用化においてこれらの薬剤添加は不可欠である。しかしながら、添加物を加えることによって、紡糸安定性が低下し、膜厚のバラつきや量産性の低下が発生してしまう。これはエレクトロスピニング工程における最適な紡糸条件が変わってしまう為であり、品質的なバラつきが量産化における問題点となっている。

そこで、本研究では添加剤の分散技術を向上させることにより、高機能性ナノファイバーの紡糸安定性を向上させ、加えて、連続式ナノファイバー生産装置(Fig. 1)における紡糸ユニット内における経時的・機械的な各種パラメータを管理することによって、ナノファイバーの仕上がりをより均一にするシステムの開発を目指した。

2. 実験方法

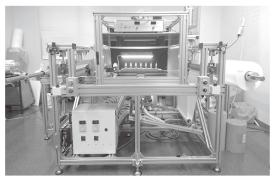


Fig. 1 連続式ナノファイバー生産装置

添加剤の分散技術向上について、添加剤を油状、可溶粉体、不溶添加物に系統分けし、それぞれ最も紡糸時の安定性が高い条件を得るため、添加剤の投入タイミングや溶剤の比率を最適化した。

また、現行の連続式ナノファイバー生産装置をベース に、長時間の紡糸作業において発生する膜厚のブレを改善するため、経時的・機械的な温湿度や電流値を管理する システムを検討・設計した。

3. 実験結果および考察

添加剤の分散状態を向上させた樹脂溶液を用いて、本研究で開発したナノファイバー量産管理システムを実装したエレクトロスピニング装置を用いることによって目標を達成することができた。

	PVDF ナノ不 総 布A	PVDF ナノ不織布B	PVDF ナノ不織布C	PVDF ナノ不織布D
添加剤/形状	-	防虫成分 (油剤)	染料 (可溶粉体)	CNF (溶剤分散)
添加量	-	10ml	0.5g	20ml
DMF:MEK比	6:4	6:4	5.8:4.2	6:4
粘度(mPa•s⁻¹)	500~600	500~600	550~650	600~650
紡糸量(mL/h)	54~60	54~60	48~54	36~48
混練方法	-	③のあと 攪拌羽を 用いて混練	①に添加 攪拌のあと 残留分をろ過	②のあと ホモジナイ ザーで混練

- ① 溶剤となるDMFを使用量分ビーカーに用意する。
- ② PVDFパウダー・あるいはペレットを①に投入し、1~2日攪拌する。
- ③ ②にMEKを加えて粘度を調整しながら攪拌する。

Fig. 2 検討した添加剤と混練方法

Fig. 2 に、検討した添加剤の系統の及び、最適な混練方法を示す。得られた条件 B-D の樹脂溶液について、連続式ナノファイバー生産装置を用いてナノファイバー不織布を得た。この時、条件 B、C からは条件 A の 80-90%程度の紡糸量を得ることができた。また SEM 観察の結果についても繊維化を確認できた (Fig. 3)。条件 D では、ブランク条件 A の 7-8 割程度の紡糸量にとどまり、SEM 写真の結果からもビーズの存在が確認された(Fig. 3)。

	PVDF	PVDF	PVDF	PVDF
	ナノ不織布A	ナノ不織布B	ナノ不織布C	ナノ不織布D
SEM写真 (×2,000)		多大		

Fig. 3 SEM 写真による繊維形状の確認

4. 結言

樹脂溶液への添加剤の分散技術の向上及びナノファイバー量産装置における紡糸ユニット内の経時的・機械的な各種パラメータの管理によって、ナノファイバーの仕上がりをより均一にするシステムを開発した。

参考文献

1) 吉田巧:富山県産業技術研究開発センター研究報告, 32 (2018) 69

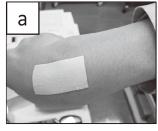
^{*1} 平成 31 年 3 月退職、*2 現 第一編物(株)

ナノファイバーを用いた医薬品、医薬部外品及び化粧料の商品開発

ものづくり研究開発センター 成瀬大輔 生活工学研究所所長 金丸亮二 生活資材開発課 吉田巧 野尻智弘 佐伯和光 前田薬品工業株式会社 大久保功一 栄哲 ニルカアベワルダナ

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ナノファイバー貼付剤について、貼付剤の基材となるナノファイバーに独自手法で着色を施し、肌の色と同化した新たな貼付剤(Fig. 1)の開発を行い、色差試験を用いて評価を行った。



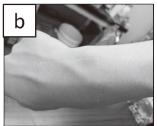


Fig. 1 ナノファイバー貼付剤写真 a)無着色ナノ b)着色ナノ

2. 実験方法

2.1 使用材料

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ベース材料とし、染料を溶解した溶剤を調整しながら加え入れてポリマーを溶解し、着色樹脂溶液を作製した。得られた樹脂溶液をナノファイバー量産装置で紡糸し、膜厚 30±2 μmの精度で着色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。

2.2 試験および測定方法

得られたナノファイバー貼付剤を15mm 角にカットし、

肌色カラースケール(日本色彩研究所)75 色上に貼付した。 貼付個所を測色計にて計測し、未貼付個所との比較を行い L*A*b*表色系における色差 ΔE および ΔE_{00} をそれぞれ求めた。従来品についても同様の試験を行い、75 パターン中で色差の値が 5 以下になるパターン数をそれぞれ求め、数値比較を行った。

3. 実験結果および考察

染料濃度をポリマー固形分の 0.5%添加した条件を濃色条件、0.2%添加した条件を淡色条件とし、それぞれナノファイバー貼付剤へ加工後、測色計を用いて色差試験を行った。また、従来のテープ剤との比較を行った。試験結果については Table 2 に示す。

Table 2 貼付剤サンプルの色差試験結果

条件を 満たした数	濃色ナノ	淡色ナノ	市販品
ΔE<5	29	54	7

表の結果より、今回開発したナノファイバー貼付剤はいずれの条件についても市販品と比べて肌色カラースケールとの色差が小さくなると言う事が分かった。また、同様に人の肌に直接貼付した際の肌の色との色差についても同様に小さくなるという結果が得られており、今回開発したナノファイバー貼付剤は一般的な日本人の肌と同化するという傾向にあることを確認できた。これは、ナノファイバー不織布の空隙部に交代が入り込むことにより、入射光の乱反射が抑えられ、半透明膜構造を有したことが原因として考えられる。

4. 結言

これまでの研究によってナノファイバー貼付剤についての物性ではすでに評価を得ている。また、昨年度の研究では貼付時の肌の色と同化することにより、従来品よりも着用時の目立ちにくさという点で優れた結果を得られており、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、医療用途や衛生用途などに適用可能な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。

微細構造を制御した高性能な非鉛系圧電セラミックスの作製

電子デバイス技術課 角田龍則 富山県立大 中田直也 松田修人 唐木智明

1. 緒言

現在、電子部品における複雑な形状のセラミックス製品は、粗加工後に焼結し、最後に仕上げ加工を行うことで作製されている。粗加工は、原料となる粉末を金型に入れて加圧して成形する一軸加圧成形法が一般的である。しかし、一軸加圧成形法は、その形状に合わせた金型が常に必要となり、コストが増えるという課題がある。

そこで、本研究では、セラミックス原料を分散したペーストを作製し、ディスペンサシステム塗布(図 1)により粗加工することで、圧電セラミックスの製造を試みた。

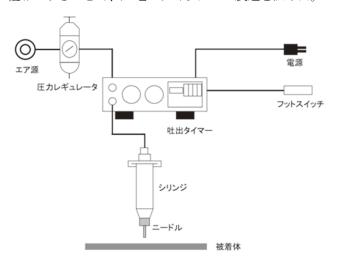


Fig. 1 Image of precision dispenser system

2. 実験内容

2.1 ディスペンサ用混濁液の作製

まず、ディスペンサ塗布に使用するセラミックス混濁液の作製を行った。圧電セラミックスの原料となるセラミックス粉末は、非鉛系圧電材料であるニオブ酸カリウムリチウムナトリウム($K_{0.475}$ Na_{0.475}Li_{0.05}NbO₃)とした。エタノール 50mL にポリビニルブチラール(Polyvinyl butyral; PVB)10g を溶解した溶液にニオブ酸カリウムリチウムナトリウム(KNLN)粉末を混合し、KNLN 懸濁液を作製した。

この懸濁液の粘性は、ディスペンサによる塗布後に被着体上で形状を維持できる程度とした。懸濁液を用いて高密度な圧電セラミックスを作製するには、懸濁液中のKNLN量を増加させる必要があるため、KNLN粉末量を変えて懸濁液を作製した。また、懸濁液内でのKNLN粉末の凝集を防ぐため分散剤を添加した。

2.2 立体形状圧電セラミックスの作製

作製した混濁液を使用して、ディスペンサシステムにより塗布を行った。懸濁液の粘度、ニードルのゲージ、ニードルの先端と被着体の距離、吐出圧力を最適化しながらサンプル作製をおこなった。

まず、成型体密度を測定するためのサンプルを作製した。成形体の形状は、図2のとおり底面が10mm×10mmの正方形、高さ(厚さ)が数 mm の直方体とした。作製工程は、1層の塗布パターンとして懸濁液を10mm×10mmの正方形状に塗布し、それを複数回積層することで厚さ数 mm の成形体を作製した。成形体は、脱脂、焼結の順に熱処理し、最後に密度を測定した。

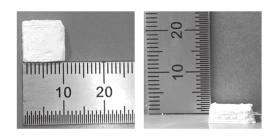


Fig. 2 Molding KNLN ceramics with dispenser system

2.3 結果

塗布後1層ごとに乾燥を行う積層方法で作製した成形体は多孔体となった。そこで1層ごとの乾燥を行わずに積層した結果、設計した形状に近い10mm角の成形体を作製することができた。

また、分散剤入りの懸濁液で作製した成形体は、分散剤を添加しない場合より、大きな密度が得られた。さらに、分散剤入りの懸濁液において KNLN 量が 65%の場合に、密度が最も大きな値を示し、一軸加圧成形での試作品と比較した相対密度は約 95%であった。

3. まとめ

KNLN粉末や分散剤などを混合したディスペンサ用懸 濁液を作製した。その懸濁液をディスペンサシステムで 線塗布及び積層することで立体形状を有する成形体を作 製した。

ディスペンサシステムで成形したセラミックスサンプルの密度は、一軸加圧による成形体の95%を達成できた。

チューリップの撮影画像による病気判定

機械情報システム課 金森直希 釣谷浩之

1. 緒言

チューリップは富山県の県花であり、その球根は県内の花き類における主要な生産品目である。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、県内産チューリップ球根の競争力を高めるべく、新品種¹⁾の開発および生産工程の機械化による生産性の向上に取り組んできた。しかし、球根の出荷量および商品の信頼性を低下させる大きな要因となるウィルス感染株の早期発見・早期対処(抜き取りまたは薬剤散布)の作業は、高頻度で圃場を巡回しながら目視診断と手作業を行う熟練農家に頼っている。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対象のウィルス病に罹患しているか否かを判定するソフトウェアプログラムを試作した。

2. 対象とするチューリップ品種およびウィルス病

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は、周囲に伝染する性質がある。罹患した株が発見されると、周辺の株を損失するだけなく、周辺の土壌も汚染されるため長期間チューリップ栽培には適さなくなるとされている²⁾。球根生産用のチューリップは、国内においては、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撮影したカメラ画像から検知することを目指す。ここでは、富山県の登録品種であり生産数が非常に多く開花前の目視判定が難しいとされている「黄小町」のモザイク病(TulMV)、微斑モザイク病(TMMMV)、およびユリ潜在ウイルス(LSV)を対象とした。

3. 教師画像群の作成

試験圃場で露地栽培中のチューリップを、市販のコンパクトデジタルカメラを使ってオートフォーカス設定で連射撮影し、JPEG 画像として記録した。撮影対象の株の植え付け日はすべて 2017 年 11 月 1 日であった。図 1 は、同一の健全株を経時的に撮影した画像例である。すべての撮影画像に対して前処理を行った後、血清学的手法によるウィルス検定3の結果をラベルとして付与した。すなわち、対象のウィルスに感染して罹患しているか否かが既知である画像群を作成した。表 1 は、画像群に登録された画像枚数を株の日齢ごとに示したものである。

4. 判別器の作成・評価手順

表 1 の株の日齢ごとに、それぞれのウィルス罹患株であるか健全株であるかを判定する 2 クラス判別器を作成した。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





(a) 133 days old

(b) 160 days old





(c) 188 days old

(d) 216 days old

Fig. 1 Image example which photographed one healthy tulip sequentially

Table 1 Number of registered tulip images

株の 日齢	モザイク 病	微斑 モザイク病	ユリ潜在 ウィルス	健全
133	714	1,164	1,344	16,170
146	786	2,208	1,614	22,404
160	306	900	480	7,710
167	822	2,088	1,464	23,340
173	462	1,488	1,032	15,490
188	528	0	612	7,086
191	384	2,250	666	13,974
204	870	2,718	1,668	24,372
216	696	1,662	594	16,602

トワーク AlexNet⁴⁾を用いた。判別器の作成・評価の手順は、(1)画像群に登録した画像から無作為に 70%を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。

5. 判別器の評価結果

判別器の評価結果を表 2 に示す。例えば、日齢が 133 日の株のモザイク病については、ウィルス検定で罹患していると判断された株(罹患株)の 99.743%を正しく判定し、残る 0.257%を健全であると誤判定したことを示している。同様に、健全株については、90.425%を正しく判定し、残る 9.575%を誤判定したことを示している。株の日齢が 146 日よりも若い場合、正答率が相対的に低くなった。

今回の試行では高い正答率のものが多くみられたが、(1) それぞれのウィルス病に対して罹患株であるか健全株であるかの判別(2クラス判別)結果であること、(2)撮影状況(背景、天候、被写体までの距離など)が似通っていること、(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こと、(4)ひとつの品種で試行したものであることなどを踏まえ、今後、判別器の性能やロバスト性の検証をより慎重に行いながら、実用化に近づけていく必要がある。

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。

Table 2 Evaluation result of classifier (unit: %)

	Table 2 Evaluation result of classifier (unit : 70)						
株	ウィ	モザイ	モザイク病		斑		潜在
0	ルス			モサ	イク病	ウィルス	
日	検定	判定	結果	判定	結果	判定	結果
齢	結果	罹患	健全	罹患	健全	罹患	健全
122	罹患	99.743	0.257	70.23	29.77	95.25	4.75
133	健全	9.575	90.425	3.10	96.90	31.66	68.34
146	罹患	99.656	0.344	66.76	33.24	97.93	2.07
146	健全	13.000	87.000	9.14	90.86	21.10	78.91
1.00	罹患	99.973	0.027	99.16	0.84	99.93	0.07
160	健全	0.011	99.89	0.14	99.86	3.03	96.97
1.65	罹患	99.982	0.018	95.32	4.68	99.86	0.14
167	健全	1.251	98.749	0.38	99.62	2.67	97.33
1.70	罹患	99.998	0.002	98.03	1.97	99.93	0.07
173	健全	0.079	99.921	0.12	99.88	1.96	98.04
100	罹患	99.978	0.022	画像	なし	99.997	0.003
188	健全	0.247	99.753	(撮影	どせず)	0.353	99.647
404	罹患	99.996	0.004	98.28	1.72	99.995	0.005
191	健全	0.270	99.730	0.23	99.77	0.405	99.595
20.1	罹患	99.982	0.018	97.42	2.58	99.948	0.052
204	健全	0.490	99.510	0.24	99.76	0.960	99.040
216	罹患	99.980	0.020	97.23	2.77	99.969	0.031
216	健全	0.703	99.297	0.18	99.82	0.865	99.135

参考文献

- 富山県が育成した品種: http://www.pref.toyama.jp/cm s_sec/1613/kj00014132-005-01.html.
- 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.
- 3) 守川 他: 北陸病害虫研究会報, 43 (1995) 17-24.
- 4) 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、病株、判別

Disease Judgment of Tulip Based on Camera Image

Mechanics and Digital Engineering 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 prototyped to determine if the input tulip image is a virus-affected strain. As a result of examining the performance of the classifier, high differentiation performance was obtained. It was found that creating classifiers according to tulip growth and virus type leads to improved 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

機械情報システム課 釣谷浩之 金森直希 機械電子研究所 佐山利彦

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、この手法を実 際の電子基板を想定した試験体に対して適用し、実用に 耐える振動計測の実現を目指した。

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

Fig. 1 は、試験体を示す。試験体は、実際の電子基板を 想定したもので、縦 90.3 mm×横 50 mm×高さ 22.2 mm の ABS 樹脂製の筐体の内部に縦 60 mm×横 43 mm×厚さ 1.6 mm の FR-4 基板を 4 隅でねじ固定したものである。 この試験体を振動試験機に固定し、強制振動させて動画 撮影を行った。周波数 20Hz、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 1080pixel×横 1920pixel、撮影間隔

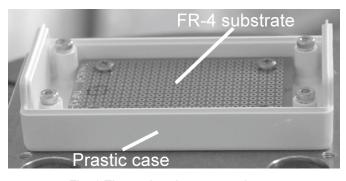


Fig. 1 Electronic substrate specimen

は、秒間 240 フレームとし、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。デジタル画像相関法では、画像から変位計測を行う ため、特徴点の無い部分では、正しく変位計測が行われ ない可能性がある。そこで、試験体に黒色の塗料をスプ レーし薄く着色した状態でも、撮影、計測を行った。Fig. 2 は、塗料をスプレーした状態の試験体を示す。

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 (u_0, v_0) を各画素について求める。

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

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

*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。

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

ここで、(u, v) は、サブセットの中心における変位を示している。評価関数の未知数 $(u \ v, \partial u/\partial x, \partial u/\partial y, \partial v/\partial x, \partial v/\partial x,$

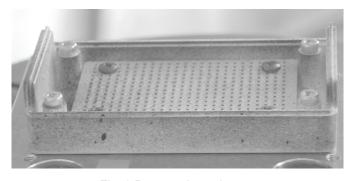


Fig. 2 Patterned specimen

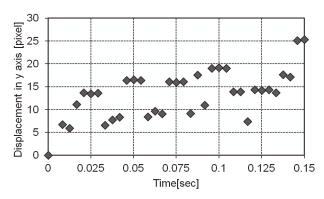


Fig. 3 Displacement in non-patterned specimen measured by DIC

∂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.3 は、塗料をスプレーしていない状態の試験体の変位を計測した結果を示す。計測は、基板中心付近で行った。横軸は、時間、縦軸は、画像の y 軸方向の変位を示す。20Hz の正弦波によって強制振動させた試験体を計測しているため、正しく計測できていれば、変位も 20Hz の正弦波となると予想される。図からは、変位が正弦波に沿って変化しているようには見えず、一定の周期も確認できない。このため、塗料をスプレーしていない試験体では、変位が正しく計測できていないと考えられる。

Fig.4 は、塗料をスプレーした試験体の変位を計測した結果を示す。Fig.3 と同様に計測は基板中心付近で行っており、横軸は時間、縦軸は y 軸方向の変位を示す。図から一定の周期の正弦波に沿って変位が変化していることが見て取れる。また図から変化の周期は、約0.05sec であり、20Hz の振動が正確に計測できていることがわかる。

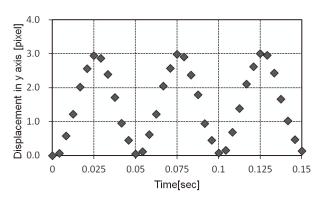


Fig. 4 Displacement in patterned specimen measured by DIC

4. まとめ

今回、実際の電子基板を想定した試験体を振動試験機により強制振動させ、撮影した画像からデジタル画像相関法を用いて振動計測を試みた。その結果、何もしない試験体では、画像上の特徴点が十分でなく正しく振動を計測できなかった。しかし、塗料を薄くスプレーし表面に模様を施すことで、デジタル画像相関法により、正確に振動を計測することが可能であった。今回の結果により、表面に模様を施すことで、現実の製品においても、本手法により、振動計測を行うことに、ある程度の目途がたった。しかし、実際に振動特性を計測する際には、より高い周波数の計測が必要であり、一般的なデジタルカメラのフレームレートによる撮影で、高い周波数の振動を計測する手法の開発が、今後必要である。

参考文献

- Beberniss, T. et al., *Proc. ISMA2012-USD2012*, (2012), pp. 1403-1415.
- 2) Chang, C. Y. et al., *Proc. The 14th IFToMM World Cong.*, (2015), pp. 635-640.

キーワード:デジタル画像相関法、振動計測、振動解析

Practical Application of Vibration Analysis Technology Based on Digital Image Correlation

Mechanics and Digital Engineering Section; Hiroyuki TSURITANI, Naoki KANAMORI Machinery and Electronics Research Institute; Toshihiko SAYAMA

In this work, vibration measuring method by digital image correlation was applied the electronic substrate. The displacement distribution was measured from the video image by digital image correlation. In addition, the vibration was measured from the displacement distribution. The measured vibration corresponded approximately to the actual vibration.

温度応答性ナノファイバーシートの高強度化技術の開発

電子デバイス技術課 横山義之 ものづくり研究開発センター 寺田堂彦*1

1. 緒言

これまでに、温度変化に伴って収縮(体温付近)⇔膨潤(室温付近)を繰り返す温度応答性高分子をエレクトロスピニング法によってナノファイバー化することにより、周囲の気温や体温によって水や薬剤の放出⇔吸収を迅速に制御できる高機能なシートを開発している。この温度応答性ナノファイバーシートは、医薬品・衣料・細胞培養シートとしての利用が期待されている。

しかしながら、温度応答性ナノファイバーシートは、吸水時にはファイバー1本1本が自重の10倍以上の水を蓄えてゲル状となるため、力学強度が弱くなり、取り扱いが難しいという課題があった。そこで、本研究では、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(ENF: Electrospinning Nano-fiber)の高強度化を実現する手法について、基礎的な検討を行った。具体的には、エレクトロスピニング用高分子溶液(本実験では、ポリビニルアルコール水溶液)に、補強材としてナノ繊維(CNF: Cellulose Nano-fiber)を配合し、ENFの内部にCNFを導入する手法を検討した。

また、ENFの内部にCNFがどのように導入されているのか確認することを目的に、高分子中に分散したCNFの存在および分散状態を検出する手法の検討も行った。具体的には、高分子(本実験ではポリプロピレン)中にCNFを溶融混錬した試料に対して、走査型プローブ顕微鏡を用いた弾性率イメージング測定を実施し、周囲の高分子とCNFの弾性率(硬さ)の違いから、CNFの分散状態を捉えることを試みた。

2. 実験方法

2.1 エレクトロスピニング溶液の調整

ポリビニルアルコール(平均分子量 146,000-186,000、けん化度 87-89%、Sigma-Aldrich)の 15wt%水溶液に、CNFとして BiNFi-s TMa(カルボキシメチル化された CNF、スギノマシン(株))をポリビニルアルコールに対する固形分割合で 5wt%配合した。さらに、溶液の電気伝導度を上げるための電解質(テトラブチルアンモニウムクロリド、東京化成工業(株))と表面張力を調整するための界面活性剤(Novec FC-4430、住友スリーエム(株))を、ポリビニルアルコールに対して 0.5wt%の割合で添加し、90°Cで 6時間攪拌することで、エレクトロスピニング溶液を調整した。

2.2 エレクトロスピニング

CNFを分散させたエレクトロスピニング溶液を、エレクトロスピニング法でスプレーし、シリコン基板上にナノファイバーの堆積を行った。印加電圧は10kV、ノズル先端と電極間の距離は10cmとした。形成したナノファイバーは、走査型電子顕微鏡(JSM-6610、日本電子(株))、および、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))を用いて観察した。

2.3 弾性率イメージング

走査型プローブ顕微鏡は、ナノメートルオーダーの曲率半径を有した鋭い探針を試料表面の凹凸に沿って走査することにより表面形状を詳細に観察できる顕微鏡である。さらに、探針を走査する際の試料表面との相互作用により影響を受ける探針の振動変化を同時に読み取ることで、試料表面の力学的性質(弾性率)を得ることも可能である。他の顕微鏡法ではコントラストが得られにくい試料でも、弾性率の違いから対象物を捉えることができる手法として注目されている。本研究では、汎用樹脂であるポリプロピレンに対してCNFを固形分割合で5wt%加え、溶融混錬して板状に成形した試料の断面に対して、走査型プローブ顕微鏡を用いた弾性率イメージング測定を行った。探針(カンチレバー)には、Tap 525A(先端曲率8nm、バネ定数500N/m、ブルカー・エイエックスエス(株))を用いた。

3. 実験結果

3.1 CNF の形状観察

はじめに、補強材として用いる CNF (BiNFi-s TMa) の 形状を確認した。シリコン基板上に CNF 水分散液を接触 させ、10 分間静置後、純水で洗浄し、基板表面に吸着し た CNF を走査型プローブ顕微鏡で拡大観察した (図 1)。 その結果、繊維径が約 15nm の細いファイバー形状を有し ていることが確認できた。

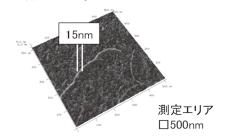


図1 CNFのファイバー形状

3.2 CNF を導入した ENF の観察

CNF を配合したエレクトロスピニング溶液を用いて、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 2)。ポリビニルアルコールに対して CNF を 固形分割合で 5wt%配合した場合でも、安定した ENF の 形成が可能であった。また、CNF を分散させた ENF のファイバー径は、約 200nm であり、これは、同一条件で形成したポリビニルアルコールのみの ENF とほぼ同等のファイバー径であった。さらに、CNF を分散させた ENF をファイバー1 本レベルまで拡大して観察を行うと、非常に滑らかな表面を有していることがわかった。CNF の凝集体は見られず、CNF は、ENF 中にある程度分散した状態で存在していると考えられる。

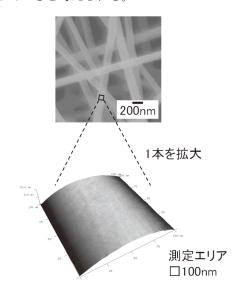


図2 CNF を導入した ENF の拡大図

3.3 高分子中に分散させた CNF の弾性率イメージング

CNF を溶融混錬により分散させたポリプロピレンの弾性率イメージング測定を行い、ポリプロピレンの弾性率 (文献値:約1-2GPa)と CNF (文献値:約140GPa)の弾

性率の違いから、CNFを捉えることを試みた(図 3)。 CNFを分散させたポリプロピレン中には、約 4µm の大きさの周囲よりも硬い領域が明確に観察された。ポリプロピレン中に溶融混錬で分散させた CNF は、数 µm 程度の凝集体を形成することが報告されており、この硬い領域は CNF の凝集体であると推測される。さらに、凝集体と周囲の高分子との境界部分を拡大して弾性率イメージングを行った。幅 40nm 前後の線状に分布する硬い領域が何本も確認できた。これは、ポリプロピレン中に 1 本レベルで分散している CNF ではないかと考えられる。

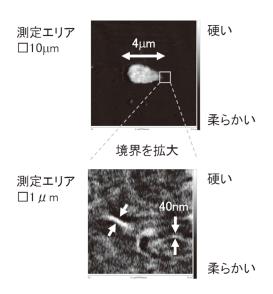


図3 ポリプロピレン中に分散させた CNF の弾性率イメージング

4. 結言

本研究では、CNF を配合したエレクトロスピニング溶液を用いることで、CNF を分散させた ENF を形成することができた。また、高分子中に分散させた CNF の弾性率イメージングを行うことで、CNF と推測される硬い領域を弾性率の違いから捉えることができた。

キーワード:セルロースナノファイバー、エレクトロスピニング、走査型プローブ顕微鏡

Development of Technology to Enhance Thermo-responsive Nanofiber Sheet Strength

Electronics and Device Technology Section; Yoshiyuki YOKOYAMA, Monozukuri Research and Development Center; Dohiko TERADA

The thermo-responsive nanofiber, obtained by electrospinning method large scale of volume changes by swelling and shrinking reversibly responding to temperature changes, is expected to be applied to pharmaceuticals, clothing, cell culture sheets. We are developing technology to enhance the thermo-responsive nanofiber sheet strength in order to facilitate the handling of it. In this study, cellulose nanofibers (CNF) as a reinforcing material were introduced into the nanofibers (ENF) obtained by the electrospinning method.

マグネシウム空気電池の二次電池化

電子デバイス技術課 本保栄治*1 角田龍則

1. 緒言

マグネシウム空気電池は、正極活物質として空気中の酸素を利用し、負極としてマグネシウムを使用するため、資源的に豊富で軽量化できる。この空気電池を二次電池化できれば、大きなエネルギー密度の電池が実現できる。負極反応に必要なマグネシウムの溶解・析出は、グリニヤール系の特殊な電解液でのみ反応が確認されているが、実用的な二次電池の実現はまだ困難な状況である。

本研究では、マグネシウム空気電池の二次電池化を目指して、可逆反応を示すためにイオン液体を用いた電解液や水素化マグネシウム負極について検討した。

2. 実験方法

2.1 電池セルの作製

2.1.1 空気極

電池特性を評価するための電池セルの構成を Fig. 1 に示す。正極である空気極は触媒として MnO2、またはクエン酸錯体法により生成した LaMnO3、担体としてグラファイト、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を混合、ペースト化し、カーボンペーパーへ塗布して、熱プレスすることにより作製した。

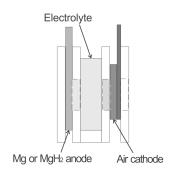


Fig. 1 Schematic drawing of battery cell

2.1.2 イオン液体電解液セル

負極材としてマグネシウム合金 AZ31 板を使用して、電解液としてイオン液体 1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロリドに塩化マグネシウム MgCl₂ 等の塩化物を90℃の恒温槽中で溶かしたものを用いた。負極、正極とも電解液との接触面積は、1.54cm²とした。

2.1.3 水素化マグネシウム負極セル

水素化マグネシウムを利用した負極は、水素化マグネシウム MgH₂ とグラファイト、バインダーとしてポリフッ化ビニリデン、および触媒として Pd ナノ粒子等を混合、ペースト化し、カーボンペーパーへ塗布して、熱プレスすることにより作製した。電解液は、6M KOH とした。

2.2 試験および測定方法

2.2.1 サイクリックボルタンメトリー

電池セルでの酸化還元等の反応は、電気化学測定装置(東洋テクニカ製)を用いてサイクリックボルタンメトリー(CV)により測定した。イオン液体電解液セルでは、80℃の恒温槽中で0.01Vから3.0Vまで10mV/minの掃引速度で測定した。また、水素化マグネシウム負極セルでは、0.01Vから0.5Vまで10mV/minの掃引速度で測定した。

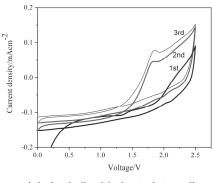
2.2.2 充放電測定

電池セルの充放電サイクル特性を評価するために、電池特性評価装置(北斗電工製)を用いて充放電測定を行った。イオン液体電解液セルでの測定は、80℃の恒温槽中で放電は定電流 0.15mA で行い 0.02V で放電終了とした。また、充電は 0.5mA の定電流で開始し、一定電圧 3.0V に達すると定電圧充電に切り替えて 1hr 充電した。水素化マグネシウム負極セルでは、最初に充電から始め、充電は定電流 0.15mA で開始し、一定電圧 0.5V に達すると定電圧充電に切り替えて 1hr 充電した。また、放電は定電流 0.15mA で行い 0.02V で放電終了とした。

3. 実験結果および考察

3.1 サイクリックボルタンメトリー

Fig. 2(a) は、空気極の触媒として LaMnO3、担体としてマイクロ波処理したグラファイト、電解液としてイオン液体 1-エチル-3-メチルイミダブリウムクロリドに塩化マグネシウム MgCl₂と塩化アルミニウム AlCl₃を溶解したイオン液体電解液セルの CV 測定の結果である。Fig. 2(b) は、負極として MgH₂を使用したセルの CV 測定の結果である。イオン液体電解液セルでは、測定を繰り返すごとに複雑な反応を起きており、また反応速度は遅い。水素化マグネシウム負極セルでは、測定を繰り返すとアノード電流の低下は見られるが比較的安定した酸化還元反応を示した。



(a) Ionic liquid electrolyte cell

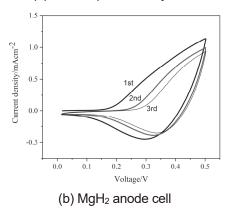
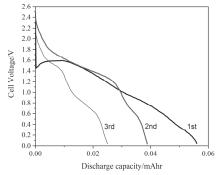


Fig. 2 Cyclic voltammogram of Battery Cell

3.2 充放電測定

Fig. 3(a) は、電解液としてイオン液体に塩化マグネシウム MgCl₂と塩化アルミニウム AlCl₃を溶解したイオン液体電解液セルの充放電測定の放電カーブである。Fig. 3(b) は、負極として MgH₂を使用したセルの充放電測定の放電カーブである。イオン液体電解液セルでは、放電反応において生成物は認められないものの、充電反応では正極材の Mn の溶出や C の酸化が起きる。触媒としてLaMnO3、およびマイクロ波処理したグラファイトの使用により劣化は低減したが抑えることは困難であった。電解液へ溶かす試薬として MgCl₂のみでは、充放電は行えなかったが、さらに AlCl₃を加えることにより、充放電が可能であった。水素化マグネシウム負極セルにおい



(a) Ionic liquid electrolyte cell

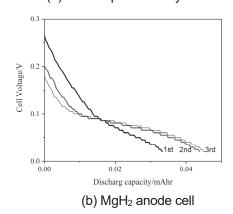


Fig. 3 Discharge curve of Battery Cell

ては、セル電圧は低いものの繰り返し充放電が可能であった。触媒添加による効果は得られなかった。

4. 結言

マグネシウム空気電池において、電解液としてイオン 液体、または水素化マグネシウムを負極材として充放電 が可能であることを示した。しかしながら、いずれのセ ルも放電容量が極めて低く、そのメカニズムも未解明で あるため、さらに研究が必要である。

参考文献

1)富山県工業技術センター研究報告 No.32(2018)p.88 -89

キーワード:空気電池、二次電池、マグネシウム、イオン液体、水素化マグネシウム

Study of Air Secondary Batteries Using Magnesium Alloy

Electronics and Device Technology Section; Eiji HONBO*1 and Tatsunori KAKUDA

For the purpose of showing rechargeable characteristics of Magnesium air batteries, two kinds of battery cells were estimated. The cell consists of magnesium alloy AZ31 anode and ionic liquid electrolyte and the other consists of hydrogenated magnesium anode and KOH electrolyte. Both cells were displayed charge-discharge cycles characteristics.

セルロース基成形体に関する研究

電子デバイス技術課 早苗徳光 生活工学研究所 金丸亮二

1. 緒言

近年、県内企業において天然バイオマス素材であるセルロースナノファイバー(CNF)が開発され、添加剤や繊維強化材などへの応用が検討されている。CNFは主に水分散液の状態で供給されるが、そこから水を除去して得られるCNFの固形体は強度や熱膨張などの物性が優れており、新たなマトリクス素材となり得る。本研究では、CNF固形体の物性改善や機能性付与を行う方法の一つとして、固形化した後に液中で樹脂成分を含浸する後加工の可能性について検討した。

2. 実験方法

2.1 使用材料

CNFは10wt%水分散液(スギノマシン社製BiNFi-s 長繊維タイプ)を使用した。各種有機溶媒、4,4'-ジイソシアン酸メチレンジフェニル(MDI)は試薬をそのまま用いた。樹脂液は、組成は異なるがいずれもポリウレタン系樹脂(PU)を含む2種で、水系のディスパージョン(第一工業製薬社製 SF150)、および、ペレット状 TPE(日本ミラクトラン社製溶解用)をジメチルスルホキシド(DMSO)溶液としたものを使用した。

2.2 試験および測定方法

試験基材として板状の CNF 固形体(CNF 板)を用いた。 CNF 板の作成は、図 1 のように水分散液をろ紙で挟んで 加圧脱水する方法とし、水分散液重量が初期の 11~12% 程度になるまで約 30 分毎にろ紙交換を繰り返した。脱水 後は室内環境下 2 日間程度乾燥、調整した。

CNF 板の膨潤性は、室温下 10 倍量の溶媒に浸漬したときの浸漬前後の体積比を膨潤度とし評価した。

PU の含浸は、CNF 板を室温下 10 倍量の樹脂液に 24 時間浸漬して行った。浸漬後、ディスパージョンの場合は図1 の操作により脱液した。DMSO 溶液の場合は、まず図1と同様の操作を 90°C の熱板上、加圧力 0.003MPa にて 4

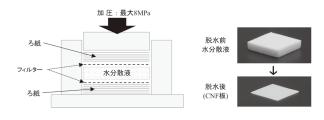


図1 CNF 板作成方法模式図

時間行い DMSO を蒸発除去し、続いて室温下 10 倍量の 水に 24 時間浸漬して残った DMSO を抽出、更に図1の 操作を行うことで脱液した。脱液後の CNF 板は室内環境 下2日間程度乾燥、調整し試料とした。

CNF の表面処理は、CNF 板を Ar ガス雰囲気下 50° C で 10 倍量の MDI 濃度 2° DMSO 溶液に 24 時間浸漬して行った。浸漬後は表面の余分な液を拭き取り、直ちに樹脂液 (DMSO 溶液)に浸漬し PU 含浸操作を行った。

CNF 板の物性は、万能試験機(インストロン社 5567 型) により 3 点曲げ試験を行い評価した。測定条件は、試験 片寸法 48mm×10mm×0.9mm、支点間距離 32mm、クロス ヘッドスピード 2mm/min とした。

PU の含浸状態は、赤外分光光度計(日本分光社 FT/IR-6100・IRT-7000)により CNF 板表面と断面のスペクトルを 測定し評価した。

3. 実験結果および考察

樹脂液を浸透させるには、溶媒により CNF 板が膨潤する必要がある。図2に、汎用極性溶媒に対する CNF 板の膨潤例を示す。48時間までの浸漬では、水、DMF、DMSO以外ほとんど膨潤しなかった。

上記結果を基に、まず水系のディスパージョンを用いて浸漬処理を行った。表1にPU濃度0~20%のディスパージョンで処理したCNF板の曲げ特性を示す。最大応力、弾性率ともにPU濃度による違いはほぼ見られなかった。また赤外吸収スペクトルによりPUの含浸状態を評価したところ、CNF板表面からはPU由来の吸収は検出されなかった。確認のため、CNF板断面の表層部(表面から

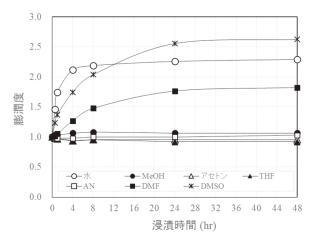


図 2 極性溶媒に対する CNF 板の膨潤性例

100μm の深さまでのエリア)も測定したが、やはり PU 由来の吸収は見られなかった。ディスパージョンの PU 粒径が約 30nm、CNF 繊維径が 20~50nm (いずれもカタログ値)であるので、膨潤度が 2 前後では CNF 繊維間の隙間は PU 粒径と同等か小さいと見積もられ、PU 粒子の浸透が困難であったと思われる。

次に、DMSO溶液を用いて浸漬処理を行った。表2に PU 濃度 0~10%の溶液で処理した CNF 板の曲げ特性を 示す。最大応力、弾性率ともに PU 濃度による差はあまり 見られなかった。なお、表1のディスパージョンの結果 と比較し、DMSO 溶液処理では物性値が大幅に低下して いる。CNF 板に染みこんだ DMSO は加圧ではほとんど排 除できず加熱により蒸発除去した。この時の加圧力がデ ィスパージョンの場合に比べ非常に小さかったため、 CNF 繊維の配向性がやや低い状態で脱液、固形化したも のと推察される。(DMSO の吸着、残留の可能性も否定で きないが、熱重量測定による重量変化では確認できなか った。) 図3にCNF板表面の赤外吸収スペクトルを示す。 わずかではあるが PU 由来の吸収(矢印部)が見られ、PU 濃 度の増加に伴い吸収は増加する傾向が見られた。しかし、 断面表層部のスペクトルではこの吸収は確認できなかっ たことから、PU は含浸していても極表面のみである。PU が粒子状ではなく溶解状態であっても、10nm オーダーの 隙間は分子サイズと比較して充分に大きくなかったもの と思われる。

そこで、PUの浸透性改善を企図して、MDIによる CNF の表面処理を試みた。しかしながら、比較的低分子の MDIでも、CNF 板表面から極浅い範囲を改質するにとどまっていることが赤外吸収スペクトルより確認され、樹脂液で浸漬処理した CNF 板の物性、PU の含浸状態についても、表面処理しない場合と差は見られなかった。

表 1 ディスパージョン処理 CNF 板の曲げ特性

PU濃度	0%	5%	10%	20%
最大曲げ応力(MPa)	140.5	139.5	142.6	135.5
曲げ弾性率(GPa)	11.61	11.54	12.11	10.99

表 2 DMSO 溶液処理 CNF 板の曲げ特性

PU濃度	0%	2%	5%	10%
最大曲げ応力(MPa)	107.8	106.1	106.2	102.2
曲げ弾性率(GPa)	9.85	9.92	9.85	9.53

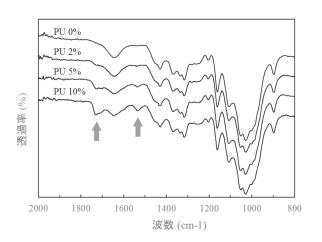


図3 DMSO 溶液処理 CNF 板の赤外吸収スペクトル

4. 結言

CNF の固形体を水あるいは DMSO を溶媒とする樹脂液に浸して樹脂成分を含浸する加工方法を検討した。しかし、CNF 繊維径が小さい故に膨潤時の繊維間隙も小さく、樹脂成分は浸透しなかった。また、浸透性改善のための表面処理剤として用いた MDI でも極浅い範囲しか改質できず、課題を解決するには至らなかった。

キーワード:セルロースナノファイバー、固形体、膨潤、含浸、後加工

Study on Cellulose Matrix Moldings

Norimitsu SANAE and Ryoji KANAMARU

For the purpose of preparing the composite of cellulose nanofiber(CNF) molding and resin, it was examined to impregnate the polyurethane(PU) resin into the CNF plate by immersing in the aqueous dispersion or dimethyl sulfoxide(DMSO) solution containing the PU resin and swelling with solvent. However, it was not possible to impregnate the PU resin into the plate, since the gaps between CNF fibers were not large enough compared to the particle size in dispersion and the molecular size in solution when the value of swelling degree was about 2.3 to 2.6.

アルミ材への SUS シートの超音波多点接合に関する研究

機械情報システム課 羽柴利直、金森直希 機械電子研究所 佐山利彦 ものづくり研究開発センター 石黒智明*1

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 が確認されておりり、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、加振時の加振材、 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い、多点接合による接合 力の向上を試みた。

2. 実験方法

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 とした。接合試験には超音波工業株式会社製の接合機USW0620G3X(出力 600W、加振周波数 19kHz)を用い、ホーンのローレット加工面(4mm×4mm)を加振材に押し当て、加圧、加振して接合を行った。接合条件は、加圧力を 600N、加振時間を 2s とした。

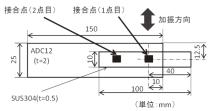


Fig. 1 Shape of test piece

また、加振時の加振材および固定材の加振方向の振動 状態を明らかにするため、それぞれ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、FFT アナライザ (株式会社小野測器製 DS-3000) にて、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。 以下、接合位置、加振位置、振動の測定位置は、加振材、 固定材の長手方向について、それぞれの端からの距離で 示す。

3. 実験結果および考察

3.1 振動の大きさの分布の調査

加振材、固定材の振動特性を明らかにするため、それぞれ加振位置 10mm において、ホーンにより接合時と同じ加圧力、加振周波数にて強制加振し、これらに生じる振動の大きさの分布を測定した。

図2に固定材の振動の分布の測定結果を示す。図から、 加振周波数における固定材の振動の大きさは、位置によって大きく異なることが明らかになった。これは、この強制加振条件における固定材の振動モードによるものと推測される。また、加振材についても、固定材と同様に、加振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存在することが確認された。

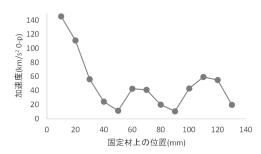


Fig. 2 Influence of junction position to acceleration

3.2 振動の大きさの分布と接合可否の関係の調査

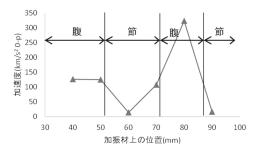
加振時の加振材、固定材の振動の大きさの分布が接合 可否や接合力に与える影響を調査するため、図 1 に示す とおり、1 点目の接合位置を固定材の端から 10mm、加振 材の端から 40mm の位置とし、1 点目の接合後に接合位 置を変えて 2 点目の接合試験を行った。

1点目の接合において、加振時の加振材の振動の大きさの分布を測定した結果を図3(a)に示す。また、これと対応する固定材の位置について、固定材上の加振位置10mmにおいて、ホーンの強制加振により固定材に生じる振動の大きさの分布を測定した結果を図3(b)に示す。

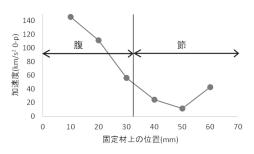
図から、加振材、固定材のいずれも振動モードによると 推測される振動の「腹」と「節」が存在し、その位置が異 なることが分かる。

また、2点目の接合後に試験速度 1mm/min にて引張試

験を行い、最大引張りせん断荷重を求め、これを接合力と して評価した。この結果を図4に示す。



(a)Excitation material



(b)Fixed material

Fig. 3 Measurement result of acceleration

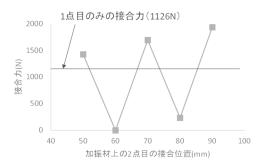


Fig. 4 Measurement result of rivet joining force

加振材、固定材の振動の「腹」と「腹」、「節」と「節」 の位置では、接合力が 1 点のみの接合時と比較して同等 かそれよりも大きくなり、最大で 1 点のみの接合のおよ そ2倍の接合力が得られた。一方、どちらかが「腹」で他 方が「節」の位置では、2点目の接合時に1点目の接合が 破壊され、1点のみの接合時と比較して接合力が大幅に低 下することが明らかになった。

加振材、固定材の振動の「節」と「節」の位置で2点目を接合した場合、1点目の接合位置においては、加振材と固定材に加振周波数の振動がほとんど励起されず、1点目の接合の破壊が抑制されたと考えられる。また、「腹」と「腹」の位置で2点目を接合した場合は、加振周波数において大きさの差があまりない同期振動が励起されたため、1点目の接合部に大きな力が加わらず、破壊が抑制されたと考えられる。一方、「腹」と「節」の位置で2点目を接合した場合は、1点目の接合位置において励起された加振周波数の振動の大きさの差により、1点目の接合が破壊されたと考えられる。

これらの結果から、設計段階での振動の数値解析や実際の製品の実験モード解析を行うことにより、振動特性に基づき、既接合点の破壊を抑制した最適な接合位置を設定し、多点接合によって接合力を向上させることが可能になると考えられる。

4. 結言

加振時の加振材、固定材の振動の解析および接合力の 評価の結果から、既接合点がそれ以降の接合による加振 で破壊される現象の原因と推測される振動の大きさの分 布が確認された。これにより、振動特性の解析結果に基づ き、多点接合時における既接合点の破壊を抑制する手法 の実際の製品への適用の可能性が見出された。

参考文献

1)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

Mechanics and Digital Engineering Section; Toshinao HASHIBA, Naoki KANAMORI,

Mechanics and Electronics Research Institute; Toshihiko SAYAMA,

Monozukuri Research and Development Center; Tomoaki ISHIKURO*1

The aim of this study is to clarify the mechanism of breakage of the points already joined at specific positions in ultrasonic welding between aluminum and stainless steel. Vibration magnitude and joining force were measured. As a result of the experiment, the distribution of vibration magnitude considered to be related to vibration mode of excitation material and fixed material was confirmed, and the distribution was considered to be related to breakage of the points already joined.

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

電子デバイス技術課 寺澤孝志、本保栄治*1

1. 緒言

有機薄膜太陽電池 (OSC: Organic thin-film Solar Cell) は、軽量、フレキシブル、プリンタブルな製造工程などの特徴から、ウェアラブル機器の電源として期待が寄せられている。OSCは、高効率化が進められているが、有機物で構成されるため特性劣化が著しい。劣化のメカニズムについて不明な点も多い。本研究では、界面制御と信頼性の観点から検討を行った。

2. 実験方法、実験結果および考察

2.1 有機薄膜太陽電池の構成と作製方法

有機薄膜太陽電池の材料構成およびエネルギー準位を 図1に示す。



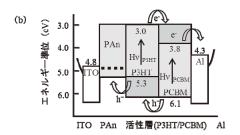


図1 OSC の材料構成(a)とエネルギー準位(b)

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%、㈱ 高純度化学研究所)を用い、マグネトロンスパッタリン グ装置 (SH250、(株アルバック) により、 5Ω /sq. (~330nm) および 30Ω/sq (~200nm) のものを準備した。市販の ITO 付きガラス基板 ($10\Omega/\text{sq.}$ 、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㈱) を用い、 ピンコートにより成膜(~100nm)した。薄膜の抵抗率 は $1M\Omega/sg.(100nm)$ で絶縁性である。抵抗率を下げるため、 よう素をドーピングしたもの ($PAn(I_2)$ 、 $10^{-1}\Omega cm$) も準 備した。活性層は、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) (共にシグマ アルドリッチ製) の混合ジクロ ロベンゼン溶液をスピンコートすることにより成膜した。 この活性層内では、バルクヘテロ接合(BHJ)が形成さ れるが、形成過程で、溶媒の揮発速度、下層の性状、乾

燥温度の影響を受ける。OSC の特性や動作の不安定性は、BHJ の動的変化が原因と考えられる ¹⁾。対向電極は、アルミニウム(Al: 99.5%、(株高純度化学研究所)を真空蒸着により成膜(~200nm) 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㈱) を用いた。

2.2 界面の状態と有機薄膜太陽電池の特性

ITO 電極の違いにより変換効率が変わるため、ITO の表面状態(図2)と OSC の変換効率(図3)について調べた。OSC の構成は [①ITO/②PAn(I₂)/③P3HT-PCBM]である。ポーラスな ITO を用いて作製した特性が良好であった。表面抵抗値よりも、表面状態がOSC の電流密度、起電力、変換効率に影響を及ぼすことが判った。

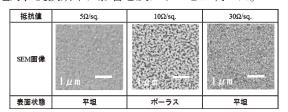


図2 ITO 表面の SEM 画像

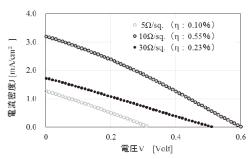


図3 ITO の表面抵抗と OSC の J-V 特性

正孔輸送層の有無が、OSC の変換効率に及ぼす影響を調べた。構成は $[①ITO/②無、PAn、PAn(I_2)/③$ P3HT-PCBM] である。図 4 に示すように、正孔輸送層に PAn(I_2)を用いたものでは、変換効率が向上した。PAn は抵抗率を調整することにより、OSC に適した正孔輸送材料として使えることが判った。

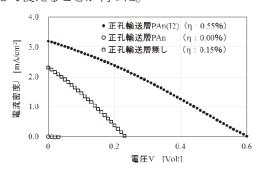
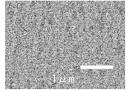


図4 正孔輸送層の有無と OSC の J-V 特性

活性層において P3HT と PCBM が形成するバルクヘテロ接合は、調べられているが詳細は不明な点が多い。図 5に、活性層の SEM 画像の一例を示す。活性層の P3HT と PCBM の重量比を変えたものである。 PCBM 重量の増加に伴い PCBM の導電経路が形成されるものと推察される。





P3HT:PCBM=15:12

P3HT:PCBM=15:48

図5 活性層の SEM 画像

そこで PCBM 分散がポイントと考えているため、P3HT と PCBM の重量比と、変換効率について調べた。溶液の調整は、15:12 の場合、(15mg+12mg)/ml である。構成は [①ITO/②無し/③P3HT-PCBM] である。図 6 に変換効率を示す。P3HT リッチでは短絡電流が、PCBM リッチでは開放電圧が稼げることが判った。

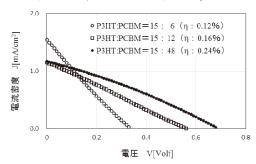


図 6 活性層材料の混合比と OSC の J-V 特性

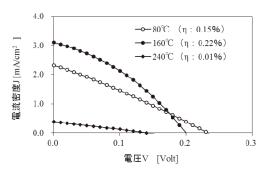


図7 活性層の乾燥温度と OSC の J-V 特性

次に、OSC の特性や動作が不安定である原因を調べるため、活性層の乾燥温度との関係について調べた。構成は [①ITO/②無し/③P3HT-PCBM] である。図 7 に示すように J-V 特性のプロファイルは、乾燥温度で大きく変わり、高温 160° C でも良好な特性が得られることが判った。

2.3 有機薄膜太陽電池の信頼性

OSC の特性や動作が安定性を確認するために、OSC の特性の経時変化を調べた。構成は [①ITO (ポーラス) / ②PAn(I₂)/③P3HT-PCBM (15:12)] であり、活性層の乾燥温度は25、60、100℃とした。初期のJ-V 特性は、25、60℃で良好であり、図7と同様に適度な乾燥温度では短絡電流が増え、開放電圧が低下する傾向を示した。1,000時間後では、活性層を100℃で乾燥したもので、初期の特性の60%を保持した。BHJを持つOSC は、有機物で構成され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BHJの変化と考えられる¹)。界面の制御と、活性層の安定化により、OSC の特性と信頼性を向上できることが判った。

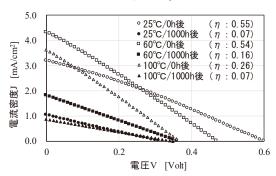


図8 活性層(乾燥温度)と J-V 特性の経時変化

3. 結言

有機薄膜太陽電池の高効率化と安定化を検討した結果、高効率化には、ポーラスなITO、正孔輸送層 (PAn)の使用、安定化には、熱による活性層の構造安定化 (特にPCBM の動的変化の抑制) が有効であることが判った。

参考文献 1)富山県産業技術研究開発センター研究報告 32,92-93 (2018)

キーワード:有機薄膜太陽電池、正孔輸送層、熱処理、特性劣化の抑制

Interface Control Technology and Improvement of Reliability for Organic Thin-film Solar Cell Electronics and Device Technology Section; Takashi TERASAWA, Eiji HONBO

Organic thin-film solar cells (OSC) have been studied for high conversion efficiency, but their characteristic deterioration is remarkable because they are made of organic substances. There are unclear points about the degradation mechanism, and in this research, we examined from the viewpoint of interface control and reliability. As a result, it is effective to use porous ITO and hole transport layer (PAn) for high efficiency and to stabilize the structure of the active layer by heat treatment (especially suppression of dynamic change of PCBM) for stabilization of OSC.

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

機械情報システム課 吉田勉、金森直希、佐山利彦

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。一方、測定対象の材質が金属の場合、表面の光沢により測定は困難となる。そのため、一般的には、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される。しかしながら、白色粉末の膜厚が誤差として上積みされ、その誤差が管理できないことが現状であり、課題となっている。

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、スプレーレス測定方法の可能性について検討している。本年度は、複数ショットによる立体形状の測定について検討を行ったので、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

表1に示す非接触3Dスキャナを実験に用いた。

COMET は、カメラ及びプ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、実験では、表1のとおりとした。また、回転テーブル(以下RTと記す)を付属し、RTを回転させながら測定できる。

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	縞投影カメラ方式
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	±8µm

2.2 試験体

円筒体形状測定実験ではピンゲージ(ϕ 20mm、公差 $\pm 2\mu$ m)及びノックピン 1(ϕ 20mm、公差 m6)、ノックピン 2(ϕ 16mm、公差 $\pm 5\sim 10\mu$ m)を用いた。試験体表面には長手軸方向に周期的な研削加工条痕が認められた。

立体角度測定実験では鋼製の角度ブロック(5~60°)及び角度ゲージ(4~30°)を用いた。角度ブロックは上面、下

面の平面度公差 0.03mm、下面に対する上面の平行度公差 0.03mm、斜面角度公差±0.2°であり、また、上面、下面は等方性研磨面あり、斜面は傾斜角 5°の場合は研磨紙による研磨面で、その他は切削加工による異方性表面であった。角度ゲージは、角度公差±0.005°で表面は研削加工面で角度方向に平行な研削加工条痕が認められた。

各試験体について、接触式三次元測定機(ミツトヨ製型式 LEGEX574)を用いて寸法、角度、平面度の校正・値付けを行った。

2.3 複数ショットによる立体形状の測定方法

2.3.1 円筒体形状測定方法

測定方法の概略を図1に示す。図に示すように、円筒体中心軸とRTの回転中心軸をほぼ同じとなるよう設置し、円筒体中心軸方向に垂直な方向から観察し、照射方向は観察方向とは、水平面内でほぼ一致し、垂直面内では一定の角度を保っている。

表面の周期的凹凸による強い散乱光の影響を軽減するため、円筒体中心を観察視野の中央よりややずらした位置で、RTを回転させながら一定角度ピッチ(1回転当り70ショット)で測定した。なお、円筒体上面には測定用マーキング(ナット)を設けた。

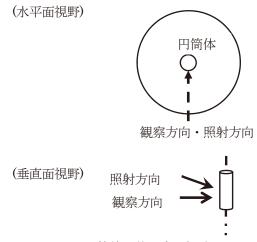


図1 円筒体形状測定の概略図

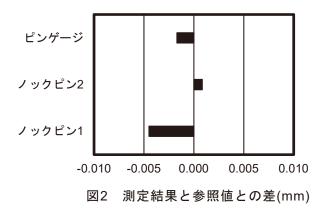
2.3.2 立体角度形状測定実験

立体角度体を RT 上ほぼ中心位置に設置し、照射及び 観察は、鉛直方向から約8°傾斜した落射方向から行った。 RT を回転させながら一定角度ピッチ(1回転当り10ショット)で測定した。なお、試験体の傍に適宜測定用マーキング(ナット)を設けた。

3. 実験結果および考察

3.1 円筒体形状測定結果

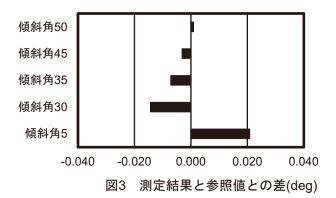
円筒度誤差は一様に約 20μm であった。図 2 にピン直径の測定結果と参照値との差を示す。図より、誤差は 5μm を下回る結果となり、高精度寸法測定が可能なことが確認された。

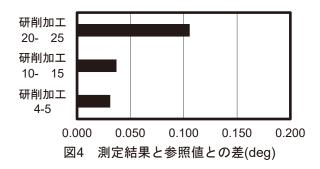


3.2 立体角度形状測定結果

角度ブロックについて、上面の平面度誤差はほぼ 20μmを下回り、斜面の平面度誤差はペーパー仕上面の場合は 20μmを下回るが、切削加工面の場合は 50 から 100μmを上回る大きな値となった。角度測定の測定結果と参照値との差を図 3 に示す。傾斜角が 5-50°の範囲で、誤差が 0.04°を下回る結果となった。なお、傾斜角が 60°以上となる場合は測定が困難であった。

角度ゲージについては、平面度誤差は約 40-50μm であった。測定結果と参照値との差を図 4 に示す。角度測定の誤差は 0.2°を大幅に下回る結果となった。なお、傾斜角が 30°を超える場合は測定が困難であった。以上の結果から、表面性状の差異に応じて測定可能な傾斜角は限られることが認められるが、角度測定の精度は JIS¹¹で定める加工品公差「精級レベル」を超える精度があることが確認された。





4. 結言

鋼製光沢面の非接触 3D スキャナによる複数ショットによる立体形状のスプレーレス測定の可能性を調べたところ、円筒体形状の測定では5ミクロン以下の高精度寸法測定が可能であることが確認された。また、立体角度形状測定では、切削加工面の場合は傾斜角50°、研削加工面の場合は傾斜角30°までは落射方向での測定が可能であり、JIS 規格の精級レベルの測定に対応可能であること確認された。

参考文献

1)JISB0405(1991), 普通公差-第1部: 個々に公差の指示がない長さ寸法及び角度寸法に対する公差

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

Mechanics and Electronics Research Instituite
Tsutomu YOSHIDA, Naoki KANAMORI, Toshihiko SAYAMA

Surface measurements of glossy steel surfaces with Non-Contacting 3D-scanner have been considered to be ultimately difficult to be operated. The new 3D-scanners that have the efficacy to measure glossy surface shape, named 'non-spraying measuring method', however, have been burgeoning these years. In this research, the adaptation of the method has been delved into concerning about the various precisely machined surfaces of steel material.

酸化物系固体電解質を採用した厚膜二次電池の開発

電子デバイス技術課 角田龍則 本保栄治*1

1. 緒言

リチウムイオン二次電池は、高出力蓄電池として様々な電気機器に採用されており、今後、電気自動車や IoT 関連の市場が急速に拡大していくとともに、ますます需要増が期待されるデバイスである。現在、多くの研究機関で高容量化・高信頼性化を目標に、様々な電池材料が開発されている。その中でも固体電解質二次電池は、デバイス全体が流動しない固体電池であり、リチウムの単一イオン伝導の電池である。一般的に、固体は界面制御をクリアできれば取り扱いが楽で、電解質に液体の有機溶媒を使用しないため発火の心配がなく、電解液の分解副生成物による特性劣化が起きないという利点がある。また、電池のエネルギー密度を上げることによる短絡の危険性を大幅に低減できる可能性があり、高い長期信頼性と高出力特性が実現できると考えられている。

現在、代表的な固体電解質には、硫化物系と酸化物系があり、硫化物系は比較的容易に固体と固体の界面を形成できるという特徴がある。また、酸化物系は、高温で焼結することでリチウム伝導が可能な特性を得ることができる。

本開発では、酸化物系固体電解質を採用した厚膜二次電池を開発することを目的として研究を行った。

2. 実験内容

2.1 固体電解質材料

まず、固体電解質材料を得るために Li₂CO₃, La(OH)₃, ZrO₂, Al₂O₃, Al(OH)₃ を混合し、所定の温度(950°C)で焼成をおこなった。図 1 は作製した酸化物系固体電解質の X線回折プロファイルである。Li₂CO₃添加量 28%で焼成した場合、X線回折の簡易定量で LLZ(Li₇La₃Zr₂O₁₂)が 97%となり、La₂CO₃や ZrO₂ などの不純物が最も少なかった。

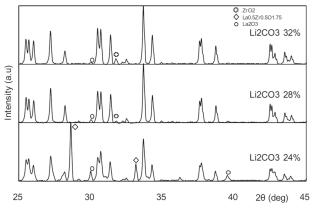


Fig. 1 X-ray diffraction patterns of LLZ powders

*1 現 機械情報システム課

Li₂CO₃添加量を最適化することで、結晶性のよいLLZ を作製することができた。しかし、X線回折の解析結果 から、得られた材料は正方晶LLZであった。二次電池用 電解質材料としてイオン伝導特性の高い立方晶LLZを 作製する必要があるため、Liの一部をAl置換し、立方 晶LLZA(Li_{7-3x}La₃Zr₂Al_xO₁₂)の作製を試みた。

図 2 は原料に Al_2O_3 と $Al(OH)_3$ を使用した LLZA の X 線回折プロファイルである。 Al_2O_3 を原料とした場合、比較的ブロードなピークとなり、 $Al(OH)_3$ を原料として焼成した場合、半値幅が小さいピークとなった。また、簡易定量の結果(表 1)、 Al_2O_3 を原料とした場合で、より多く立方晶が生成されることがわかった。

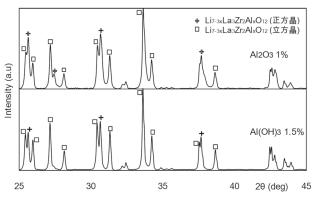


Fig. 2 X-ray diffraction patterns of LLZA powders

Table 1 Quantitative analytical result by X-ray diffraction

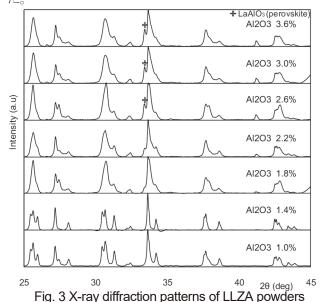
AI 原料	Al ₂ O ₃	Al(OH)3
LLZA 正方晶(%)	78%	88%
LLZA 立方晶(%)	22%	12%

そこで、 Al_2O_3 原料の添加量の最適化を行い X線回折により簡易定量(表 2)を実施した。添加量 3.0%以上で比較的立方晶が多く生成できることがわかった。

Table 2 Quantitative analytical result by X-ray diffraction (tetragonal and cubic ceramics ratio)

Al ₂ O ₃ 添加量(%)	1.0	1.4	1.8	2.2	2.6	3.0	3.6
LL <i>Z</i> A 正方晶(%)	78	86	50	85	49	23	23
LL <i>Z</i> A 立方晶(%)	22	14	47	15	36	66	73

図3は、添加量を変更して焼成したLLZAのX線回折プロファイルである。Al₂O₃添加量の増加に従って、正方晶の2つのピークが1つになり結晶構造が立方晶へ変化している様子がわかった。また添加量2.6%を超えるとAl₂O₃が過剰となり、LaAlO₃ペロブスカイトが生成された



さらに大気中で試料温度を変化させながら LLZA の X線回折測定を行った。図 4 は保持温度毎(25~750°C)の LLZA の X線回折プロファイルを示す。LLZA は温度によって正方晶、立方晶、正方晶、立方晶と相変化することが確認できた。

電解質材料の構造解析を実施し、AI 置換により立方晶 LLZA 酸化物系固体電解質を作製できた。

2.2 厚膜二次電池の作製

作製した電解質をペースト状に加工し、アルミナ基板上に Ag 電極、正極活物質、正極活物質と固体電解質の混合層、固体電解質をそれぞれ印刷法により成膜焼成した(図 5)。最後に Li 金属を貼り付け評価セルにセットして、単層の電池構造を作製した。作製した材料を使用し充放電試験を実施したが、充放電は確認できなかった。

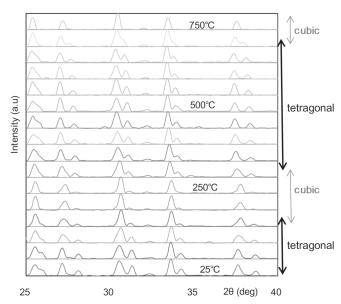


Fig. 4 X-ray diffraction patterns of LLZA powders $(25\sim750^{\circ}\text{C})$

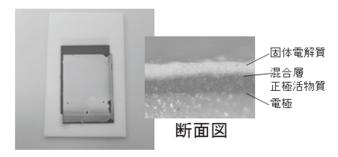


Fig. 5 Micrograph of thick film secondary battery

3. 結言

本研究では、固体電解質を採用したリチウムイオン二次電池の試作をおこなった。具体的には、固体電解質 LLZA(Lir-3xLa3Zr2AlxO12)を固相法で作製し、スクリーン 印刷法により厚膜パターンを形成して、二次電池の電気特性の評価を行った。しかし、充放電による電池特性を確認することはできなかった。二次電池として充放電特性を得るためには、電解質材料の伝導特性の向上と、さらに緻密な結晶粒の界面形成が必要と考えられる。

キーワード:酸化物系固体電解質、二次電池、X線回折、厚膜、リチウム

Development of the Thick Film Secondary Battery Using Oxide-based Solid Electrolyte

Electronics and Device Technology Section; Tatsunori KAKUDA and Eiji HONBO

In this study, we improved the lithium ion secondary battery using a solid electrolyte experimentally. Specifically, we improved solid electrolyte LLZA(Li_{7-3x}La₃Zr₂Al_xO₁₂) by solid-phase method and formed a thick film pattern by the screen-printing method and evaluated the electric characteristic of the secondary battery.

高重量比特性部材のための CAE を活用した 3 次元中空構造の研究

機械情報システム課 中村陽文、金森直希 機械電子研究所 佐山利彦 ものづくり研究開発センター 山本貴文

1. 緒言

3次元中空構造は、構造内部の幾何形状を変化させるこ とで、部材全体の幾何形状を変えることなく軽量かつ 様々な機械的特性をもたせることができると考えられて いる。そのため、機械設計における多様なニーズに応え得 る軽量・高性能部材を作製できるとして期待されているり。 しかしながら、3次元中空構造の設計に関する研究はいま だ十分ではなく、設計指針の構築が望まれている。CAE を 活用したトポロジー最適化は、寸法や形状だけでなくト ポロジーを考慮可能な最も自由度の高い構造最適化の手 法であり、構造探索のための有効な手段になると考えら れる2)。積層造形装置は、従来の機械加工では困難であっ た複雑な形状を直接成形できることから、従来にはない 新たな機能を有する製品の開発を期待されている。本研 究では、トポロジー最適化を用いて、3次元中空構造の単 位構造であるユニットセルの剛性最適化を行った。加え て、金属積層造形装置を用いて 3 次元中空構造の試作モ デルを作製した。

2. 実験方法

2.1 ユニットセルのトポロジー最適化

トポロジー最適化は、設計領域において材料の有無を判断する材料分布問題として最適化計算を行うことで最適構造を求める。本研究では、密度法 2)を用いてトポロジー最適化を行った。密度法は(1)式で示される、正規化された仮想的な材料密度 ρ_{design} を設計変数として導入する。 $10^{-9} \le \rho_{\text{design}}^p \le 1$ (1)

ここで、p は中間的な材料密度のペナルティ係数であり、本研究では 3 とした。目的関数は、平均コンプライアンス W_0 で正規化し設計領域 Ω で積分した関数である(2)式を用いた。

$$\int_{\Omega} \frac{W_s}{W_0} d\Omega \tag{2}$$

なお、平均コンプライアンスは剛性の逆数に対応する 物理量である。体積制約は元の形状の 30%とした。解析 は汎用解析ソフト(COMSOL、COMSOL Multiphysics 5.4) を用いた。

Fig. 1 にトポロジー最適化を行ったユニットセルの解析モデルの模式図を示す。ユニットセルは、1辺5mmの正六面体とし、異なる荷重条件を想定した2つのモデルを作成した。Fig. 1a に示される圧縮荷重モデルは、各項

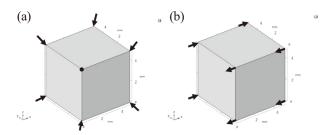


Fig. 1 Schematic diagrams of (a)the compression loads model and (b)the shear loads model; the black arrows indicate the load direction

点に対して 3 軸方向に 100N の等しい圧縮荷重が負荷する状態を想定したモデルである。Fig.1b に示されるせん断荷重モデルは、各頂点に対して X 軸方向に 100N のせん断荷重の負荷する状態を想定したモデルである。対称性および逆対称性を考慮して、各モデルはそれぞれ 8 分の1 および 16 分の 1 の領域を解析対象とした。メッシュは要素数 3000 以上の 6 面体要素を用いて作成した。材質は、金属積層造形において広く用いられる AlSi10Mg 合金(密度: 2.64×10³g/mm³、ポアソン比: 0.33、ヤング率: 70GPa)を用いた。

2.2 金属積層造形装置による作製

3次元中空構造の造形可能性の評価を目的として、金属 積層造形装置(EOS、EOSINT-M280)による試験片の作製 を行った。材料はAlSi10Mg 合金とし、造形パラメータは 装置メーカー提供の標準条件を用いた。

3. 実験結果および考察

3.1 ユニットセルのトポロジー最適化

Fig. 2 に、トポロジー最適化で最適形状として出力された圧縮荷重モデルおよびせん断荷重モデルの形状を示す。同図は仮想的な材料密度が 0.1 以上の要素を表示することで出力している。圧縮荷重モデルおよびせん断荷重モデルの元の形状に対する変形量は、それぞれ約 116%および約 101%となった。圧縮荷重モデルでは 12 辺に断面が円形となる梁が存在する構造が認められる(Fig. 2a)。一方、せん断荷重モデルでは、せん断荷重の作用する 2 面にブレースのような構造が認められる(Fig. 2b)。本研究のモデルでは、1 方向のせん断荷重を想定したため、2 面のみにブレース形状が出力されたが、3 軸方向のせん断荷重を想定する場合は 6 面にブレースのある構造が有効だと考えられる。以上の結果より、圧縮荷重およびせん断荷重に対しては、それぞれ各辺に平行な梁ならびに各面のブレースが有効な形状であることがわかる。

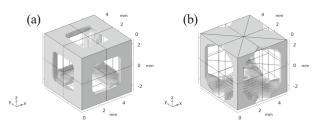


Fig. 2 Optimized shapes of (a)the compressive loads model and (b)the shear loads model for volume fractions of 30%

3.2 金属積層造形による試作モデルの作製

3次元中空構造の造形可能性の評価を目的として、金属 積層造形を用いた作製を行った。金属積層造形装置で作 製した試験片の外観を Fig. 3 に示す。Lattice1 は、Fig. 2a の形状を 3 軸方向に 4 個配列し造形したものである(Fig. 3a)。Lattice2 は、CAD ソフトで Fig. 2a の形状の各面にブ レースを加え 3 軸方向に 4 個配列したものを作図した後 に、造形したものである(Fig. 3b)。Lattice2 のブレースは、 せん断荷重モデルの最適形状を参考に、3軸方向のせん断 荷重に対する強度を加えることを目的とした。Lattice2の 梁の直径は、体積が元の形状の30%となるように1.06mm とした。Fig.3 に示すように、造形物の表面には余剰固化 に起因する微細な凹凸が認められる。レーザーの照射さ れる垂直方向には、特に厚い(0.5mm 程度)余剰固化が認め られた。表面の余剰固化は、造形物の質量増加に影響する と考えられる。X線CT装置(島津製作所、inspeXioSMX-225CT FPD HR)を用いて、作製した試験片の形状および欠 陥を評価した。その結果、各試験片は設計データと比較し て大きく形状の異なる部分は認められなかった。加えて、 内部に空隙等の欠陥は認められなかった。

以上の結果より、金属積層造形を用いて、特に大きな変 形および欠陥なく、トポロジー最適化で得られた形状を 基にした3次元中空構造を作製することができた。今後、

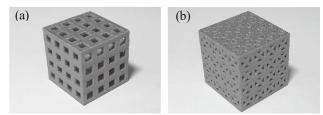


Fig. 3 Lattice structures formed by 3D-Printing (a)Lattice1. (b)Lattice2

作製した試験片の圧縮試験を行う予定である。加えて、実 構造部材を想定したユニットセルの特性分布の最適化を 行う予定である。

4. 結言

本研究では、3次元中空構造の単位構造であるユニットセルを、トポロジー最適化を用いて剛性の最適化を行った。その結果、6面体の各頂点に3軸等方圧縮荷重の負荷するモデルおよび1軸方向にせん断荷重の負荷するモデルで、体積を元の形状の30%とした際の最適形状を得ることができた。金属積層造形を用いて、トポロジー最適化で得られた形状を基にした3次元中空構造の成形性を評価した結果、変形および欠陥なく成形することができた。

参考文献

- 1) 牛島他:日本機械学会論文集(A 編), **79**, (2013), pp. 620-632
- 西脇他:計算力学レクチャーコース トポロジー最 適化, 丸善出版(2013)

謝辞

本研究推進にあたり計測エンジニアリング株式会社に 多大なご協力を頂きました。深く感謝致します。

キーワード: CAE、トポロジー最適化、3Dプリンター、格子構造

Study on Lattice Structure Design Using CAE for Lightweight and High-performance Applications

Mechanics and Digital Engineering Section; Takafumi NAKAMURA, Naoki KANAMORI,
Mechanics and Electronics Research Institute; Toshihiko SAYAMA,
Monozukuri Research and Development Center; Takafumi YAMAMOTO

Lattice structures are generally used inside a structural member in order to reduce a weight, and it is important to design shapes of unit cells for high-performance lattice structure. In this study, we tried to optimize the unit cells using a topology optimization method for a designing methodology. In conclusion, the optimal shapes of the unit cells were derived with 30% solid material constraint for the compressive and shear loads situations respectively, and the lattice structures were successfully fabricated using selective laser melting.

感光性材料の開発

電子デバイス技術課 横山義之 日産化学(株) 岸岡高広

1. 緒言

我々は、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。本研究では、化学増幅型のポジ型(光が当たった部分が消失し、当たらなかった部分がパターンとして残る)感光機構を組み込んだ感光性ナノファイバーに着目し、これを用いて、AIの網目状ナノネットワーク構造の形成を試みた。

2. 化学増幅型の感光機構

図1に、ナノファイバーに組み込んだ化学増幅型のポジ型感光機構を示す。この感光性ナノファイバーは、アルカリ現像液に対して不溶なベースポリマーと、光が当たると分解し酸を生成する光酸発生剤から構成される。光照射によって、光酸発生剤から生成した酸が触媒となり、ベースポリマーがアルカリ現像液に対して不溶から可溶へと変化する。フォトマスクを介して光を照射することで、露光部と未露光部を作り出し、現像液に対する溶解性にコントラストをつけることで、任意の形状にナノファイバーの光パターニングを行う。

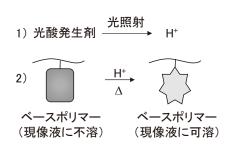


図 1 感光性ナノファイバーに組み込んだ 化学増幅型のポジ型感光機構

3. 実験方法

はじめに、エレクトロスピニング法を用いて、PETフィルムに蒸着した AI 薄膜上に、感光性ナノファイバーを 堆積した I)。次に、ナノファイバーと AI 薄膜との密着性 向上のために、熱ダレを実施した後、任意の形状に感光性ナノファイバーを光パターニングした。 最後に、ナノファイバーをエッチングマスクとして AI 薄膜をエッチングし、ナノファイバーを除去することで、AI のナノネットワークを形成した。

4. 実験結果

図2に、感光性ナノファイバーを用いたAIのナノネットワーク構造の形成結果を示す。エレクトロスピニング条件を電極間電圧7kV、電極間距離20cm、ポリマー溶液濃度10wt%とすると、ファイバー径が約200nmの細いナノファイバーがAI薄膜上に形成できることがわかった。また、AI薄膜を90°Cに昇温すると、ナノファイバーが熱ダレによって潰れ、交差しているファイバー同士も融着して一体化している様子が観察された。光パターニングを行った後、リン酸・硝酸・酢酸系のAIエッチング液に浸漬しAI薄膜のエッチングを行うことで、線幅約200nm、高さ約40nmのAIが網目状につながったネットワーク構造を形成できることがわかった。

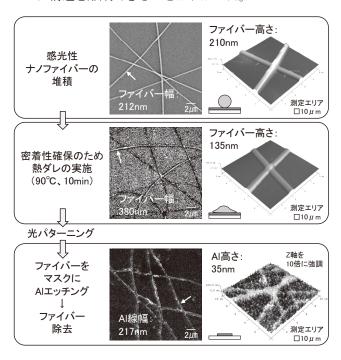


図2 感光性ナノファイバーを用いた AIナノネットワーク構造の形成

5. 結言

化学増幅型のポジ型感光機構を組み込んだ感光性ナノファイバーを用いて、PETフィルム上に、Alの細い網目状ナノネットワーク構造を形成することができた。

参考文献

1) 横山義之 他, 富山県産業技術研究開発センター研究報告, 32,97(2018)

工具寿命検出システムのための振動信号分離・抽出技術の開発

機械情報システム課 金森直希

田中精密工業(株) 石澤剛士 酒井秀仁

1. 緒言

2017(平成 29)年度に実施した工具寿命の機上検出に関する共同研究 ^{1)~3)}において、機械加工時の工具寿命を、主軸付近に取り付けた加速度センサの出力信号(振動信号)を使って機上検出する工具寿命検出システムを開発した。しかし、加工機に複数の同じ工具(主軸)が備わっており、それらが非同期で同時に動作した場合に、工具寿命検出システムが誤判定する場合があることが分かった。

そこで、本研究では、正確な寿命検出のために、他の工 具による振動の影響を低減するための信号分離・抽出方 法を検討した。

2. 実験方法・実験結果

実際の製造工程で稼働中の加工機(2つの同じ工具(主軸)を有し、それらが非同期に同時動作する場合がある)の振動を、主要な振動伝達経路であると考えられる場所に設置した複数の加速度センサで同期測定した時刻歴データを使い、工具破損の検出対象とする側の検出システムにとって有益な振動を分離抽出する手法を検討した。

主成分分析および独立成分分析を利用したノイズ低減 手法を適用することによって、検知対象ではない側の主 軸の稼働による影響を抑制した波形を生成することがで きた。図1は、2つの工具が同時稼働している際に測定し た加速度の生波形の例である。これをノイズ低減した波 形を図2に示す。図3は、ノイズ低減後のデータと生波 形の差を表示したものである。

今後、分離・抽出した信号を使って工具破損検出システムを学習させ、実際の製造工程での有効性を検証していく。

参考文献

- 1) 金森 他: 富山県産業技術研究開発センター研究報告, 32 (2018) 102.
- 2) 石澤 他: 平成29年度 若い研究者を育てる会研究発表会「研究論文集」, **31** (2018) 21-27.
- 3) 石澤 他: 日本機械学会ロボティクス・メカトロニクス講演会 2018 「講演論文集」, **18-2** (2018) 1P2-B05.

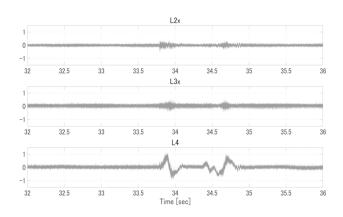


Fig. 1 Raw acceleration value

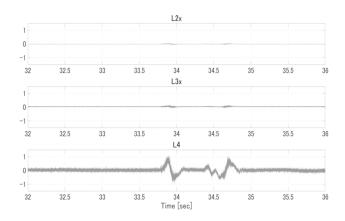


Fig. 2 Noise-suppressed acceleration value

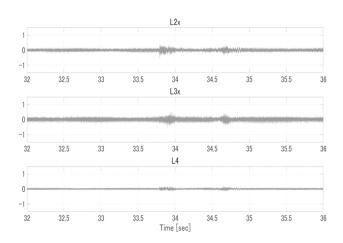


Fig. 3 Error between noise-suppressed acceleration value and raw acceleration value

曲面用外観検査手法の研究

機械情報システム課 金森直希 中村陽文 ものづくり研究開発センター 溝口正人 若い研究者を育てる会 田中精密工業(株) 石澤剛士

1. 緒言

光沢曲面上の微小なキズを、機械加工時に付着した冷却液を有機溶剤で除去せずに高い精度で安定的に外観検査することができれば、検査工程の低コスト化に繋がり省人化が期待できる。そこで、本研究では、具体的事例の1つとしてエンジンの主要部品であるピストンピン(精密金属加工部品)の製造時に発生する3種類の微小キズを、カメラ撮影した画像を使って検出する方法を検討した。

2. 検知対象

ピストンピン(図 1)上に発生することのある、らせんキズ(図 2)キズ、研削ムラ(図 3)、および打痕(図 4)を検出対象とした。試料の外周円筒面は、要求される表面粗さが非常に小さく、光沢を有する曲面となっている。加工直後の状態を模擬するために、ピストンピンを水溶性研削液に浸した後のものを試料とした。

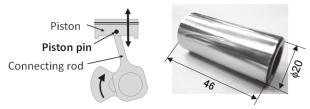


Fig. 1 Piston pin

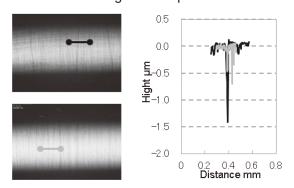


Fig. 2 Examples of spiral scratch

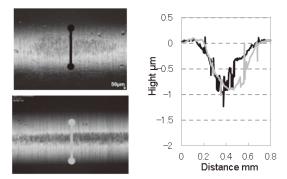


Fig. 3 Examples of grinding unevenness





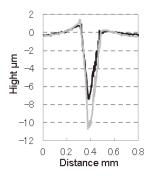


Fig. 4 Examples of dent marks





Fig. 5 Examples of imaging (left) and detection (right) of spiral scratches





Fig. 6 Examples of imaging (left) and detection (right) of grinding unevenness

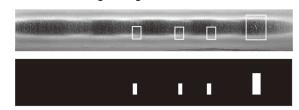


Fig. 7 Examples of microphotograph (upper row) and detection result (lower row) of dent marks

3. キズの検出方法および検出検出結果

有機溶剤による完全洗浄を実施することなく鮮明にカメラ画像として捉えることができる撮像方法を考案・試作し、この撮像装置により得られた画像を処理することによっていずれのキズも検出することができた(図5~7)。(詳細は、平成30年度 若い研究者を育てる会「研究論文集」pp.15-22を参照)

CAE を用いた振動解析の信頼性評価への応用

機械情報システム課 釣谷浩之 羽柴利直 金森直希 中村陽文 機械電子研究所 佐山利彦 ものづくり研究開発センター 清水孝晃

若い研究者を育てる会 (株) タカギセイコー 稲垣友大 北陸電気工業(株) 村井慎介

1. 緒言

機器・構造物の開発時には、振動負荷に対する信頼性 を評価するために、振動試験が広く行われている。その 際、試験と試作を繰り返し製品の問題点を無くしていく という手順が取られる。また、この手順の時間とコスト を削減するために CAE (Computer Aided Engineering) の 活用が試みられている 1)。しかし、CAE に用いる FEM モデル、およびその検証を行う振動試験の双方に問題が あり、解析結果と試験結果とが、必ずしも一致しない場 合が多く、CAE による振動解析が、広く普及していると はいえない状況である。これらの問題の原因を可能な限 り排除して、正確な振動試験の結果に裏付けられた FEM モデルを作り上げることが、CAE の普及のために必要で ある。また、振動試験に用いる製品固定用の治具に問題 があることが多い。これらの治具には正しく製品に振動 を伝達し、治具自体が製品の試験に影響を与えないこと が求められる。本研究は、振動試験に適した治具を設計 することを通して、CAE と振動試験等の実験それぞれの 問題点を明らかにし、それらの問題を解決し、実用的な 試験治具の開発に至るまでのプロセスを示したものであ る。

2. 実験方法

Fig. 1 は、本研究で用いた試験体を示す。実際に樹脂 製の容器の振動試験に用いられる治具を想定したもので、 アルミニウム合金製の部材を組み合わせたものである。

この試験体のインパルス応答解析を行い実際の振動特性を計測した上で、計測結果とよく一致する FEM モデ

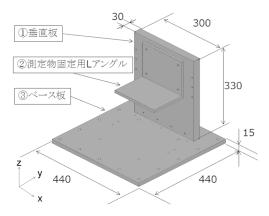


Fig. 1 Fixing jig for low frequency vibration

ルを設計した。この FEM モデルを用いて、さまざまな 改善を行った場合の効果を CAE により予測し、治具の 改良を試みた。

3. 実験結果

計測結果と CAE の結果には、当初大きな乖離があったが、FEM モデルの境界条件等の見直しを行うことで、計測結果とよく一致する結果を得ることができた。

このFEMモデルを用いて、治具の固定ヶ所を増やす、 部材の厚みを増やす、リブを追加するなどの改善を行っ た場合の結果をCAEにより予測した。Table.1は、CAE の結果得られた1次共振周波数の変化を示す。表から固 定点を増やす、リブを追加するなどした際に効果が大き いことが分かる。この結果を基に改良した治具を試作し、 振動特性を計測したところ、1次共振周波数は、317Hz となりCAEの結果とほぼ一致する改善がみられた。

Table 1 Comparison of primary resonance frequencies by FEM vibration mode analysis

変更点	1 次共振周波数[Hz]
変更前の状態	127.0
ベース板の固定点を20点に	193.9
ベース板の厚みを 30mm に	206.0
リブを追加	302.4

4. 結言

本研究では、CAE を用いた振動解析および振動試験における試験や計測方法の問題点を明らかにし、その問題を解決する過程を通して、振動試験に適した試験治具の開発を行った。

適切な加振治具を用いた振動試験、および適切な FEM モデルに基づく振動解析を併せて実施することで、CAE 本来の目的である製品の開発段階からの振動特性の実用的な評価に近づくことができた。

(詳細は、平成 30 年度 若い研究者を育てる会「研究論 文集」pp. 1-7 を参照)

参考文献

細川修宏ほか, 平成 22 年度若い研究者を育てる会研究論文集, pp. 19-24.

感光性ナノファイバーを用いた フレキシブルな透明導電パターンの作製

電子デバイス技術課 横山義之 本保栄治*1 角田龍則 若い研究者を育てる会 コーセル(株) 槇正史 富山大学 西村克彦

1. 緒言

タブレットPCやスマートフォン、太陽電池には、透明 導電パターンが重要な電子素材として使われており、現 在は、導電性と透明性を兼ね備えた無機薄膜である酸化 インジウムスズ(ITO)膜が主に用いられている。しかし、 ITO膜には、レアメタルである原料のインジウムのコス トが高く、無機材料であるため曲げ耐性が低い等の課題がある。そこで、本研究では、感光性を付与した独自の高 分子ナノファイバー(感光性ナノファイバー)を用いることで、ITO膜に代わるフレキシブルで安価な透明導電パターンの開発に取り組んだ。

2. 実験方法

はじめに、アルミニウム (AI) を蒸着した PET フィルム上に、溶解阻害型の感光機構を組み込んだ感光性ポリマー溶液をエレクトロスピニング法でスプレーし、ナノファイバーを均一に堆積させた。次に、回路パターンが描かれたフォトマスクを介して光を照射し、ナノファイバーを光パターニングした。続いて、ナノファイバーをエッチングマスクとして AI 薄膜をエッチングし、AI ナノネットワークを形成した。最後に、ナノファイバーを溶解し、形成した AI ナノネットワークを露出させた。

3. 実験結果

感光性ナノファイバーを用いて形成した AI ナノネット ワークを図 1 に示す。高さが約 40nm、幅が約 720nm の AI ナノワイヤーが網目状につながっていた。AI ナノネットワークを伝わって電気が流れ、AI ナノネットワークの 隙間を光が通過することで、透明性も示した。

さらに、エレクトロスピニング時のナノファイバーの 堆積時間を制御し、Alナノネットワークの密度(Alナノネットワークが PET フィルムを覆う被覆率)の異なる 種々の Alナノネットワークを作製し、光透過率とシート 抵抗の関係を調査した(図 2)。Al 被覆率を調整すること で、光透過率 76.2%とシート抵抗 72.6Ω /sq.の透明導電パ ターンが得られ、市販の PET フィルム上 ITO 膜(光透過 率 78%、シート抵抗 108Ω /sq.)に近い特性が得られるこ とがわかった。

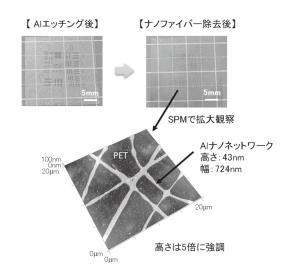


Fig. 1 Al nano-network formed using photo-patterned nanofibers as an etching mask

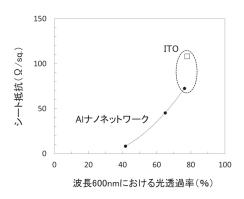


Fig. 2 Relationship between light transmittance and sheet resistance of transparent conductive pattern consisting of Al nano-network

4. 結言

感光性ナノファイバーを用いて、PET フィルム上に AI ナノネットワークを形成した。シート抵抗と透過率をコントロールし、ITO 膜とほぼ同等の特性を有するフレキシブルな透明導電パターンを得ることができた。

参考文献

- 1) Keisuke Azuma et al., Mat. Lett., 115, 187 (2014).
- 2) Tianda He et al., ACS Nano, 8(5), 4782(2014).
- 3) 横山義之 他, 富山県産業技術研究開発センター研究報告, 32, 80(2018)

超音波接合における接合材の振動特性に関する研究-II

機械情報システム課 羽柴利直 吉田勉 中村陽文 ものづくり研究開発センター 石黒智明*1 若い研究者を育てる会 コーセル株式会社 藤田直希

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。本報では、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、これに厚物部品に相当するアルミリベットを加振材として、超音波接合を試みた。

2. 実験方法

アルミリベットを加振材とした場合、通常使用されるホーン形状では、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、接合面にホーンの振動が伝わらず、接合が困難になると考えられる。このような接合上の問題点に対して、アルミリベットがホーンと一体となり振動するようなホーンを考案することで、接合できるのではないかと考え、ホーンチップ面にローレット加工を施し、アルミリベットの軸が通る穴によってアルミリベット頭部を直接加振できる構造のホーンを試作し、これを用いて接合試験を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 アルミリベットの接合可否の調査

接合試験の結果、全ての加圧力の条件で加振時間 0.05s 以上の加振で安定して接合可能になることが分かった。

3.2 ホーンの振動エネルギーの評価

ホーンの振動エネルギーの時間平均である平均出力を 調査した結果、加振時間が 0.05s まで急増した後、ほぼ 一定となった。このことより、加振時間 0.05s 以降では 加振材と固定材が接合した状態となり、平均出力が一定 になったものと考えられる。

3.3 振動特性の評価

レーザドップラ振動計による非接触測定を試みた結果、加振開始から 0.05s までは、ホーンおよび加振材は加速 度の振幅が急激に増加し、固定材はそれと比べて緩やか に増加することが明らかになった。また、それ以降は、

*1 現 企画調整課

いずれもほぼ一定の加速度振幅で振動していることが明らかになった。

3.4 接合強度の評価

図1に、各加圧力における加振時間と接合強度の関係を示す。加振開始から 0.5s までの領域では、接合強度が急激に増加し、その後は緩やかに増加することが分かった。これは、加振開始から 0.5s までは固定材、加振材の酸化皮膜や汚れの層が破壊されて露出した新生面において接合が生じることにより接合力が短時間で急激に増大し、それ以降は主に新生面の露出面積の拡大により接合力が増加しているためと考えられる。

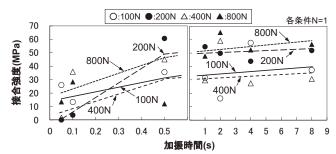


Fig. 1 Measurement result of rivet joining strength

3.5 接合メカニズムの調査

SEMによる観察および元素分析の結果から、接合前に表面に形成された酸化皮膜が接合時の界面の摩擦によって周囲に排斥され、その内側では加振材と固定材の新生面が露出して接合に至ったと考えられる Al と O の濃度の分布が確認された。

3.6 ホーンの長寿命化に関する検討

ホーンの長寿命化のため、ローレット構造の無いホーンによる接合の可能性を調査した結果、接合可となる条件は見いだせなかった。

4. 結言

アルミリベット頭部を直接加振できる構造のホーンを 試作し、超音波接合を試みた結果、短時間かつ安定的な 接合が可能となり、実際の製品への適用の可能性が確認 された。

(詳細は、平成30年度若い研究者を育てる会「研究論文集」pp.8-14参照)

富山県産業技術研究開発センター研究報告

№33 2019

発行日 令和元年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/