

ISSN 0914-2207

REPORTS OF THE
TOYAMA INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH & DEVELOPMENT CENTER

No.35 2021

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

□科学研究費補助金

血中循環腫瘍細胞を利用した癌の遺伝子解析技術に関する基礎検討	1
機能素材加工課	大永 崇
富山大学第2 外科	藤井 努
東京大学消化器内科	大塚基之
鍛接法による軽金属材料の高速・高強度異材接合技術の確立	2
機能素材加工課	山岸英樹
3D プリンタを用いた核融合炉ダイバータ用タングステン系材料の開発	3
デジタルものづくり課	山本貴文
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	4
機能素材加工課	大永 崇
富山大学第2 外科	藤井 努
富山大学工学部	寺林賢司

□公益信託鈴久晴富山県内大学等研究助成金

マイクロ流体チップシステムを用いた血中循環腫瘍細胞の自動捕捉・回収装置の開発	5
機能素材加工課	大永 崇
富山大学第2 外科	藤井 努
生産性に優れる高強度マグネシウム部材創成のための押出強ひずみ加工プロセスの開発	6
機能素材加工課	佐藤 智、國方伸亮、山岸英樹

□フロンティア研究推進事業

微粉碎化技術を応用した木質高機能膜の形成に関する研究	7
デジタルものづくり課	丹保浩行、鍋澤浩文
木材研究所	藤澤泰土、鈴木 聡、桐山 哲

□産学官協働ローカルイノベーション創出事業（技術研究）

生分解性プラスチックの添加剤の改質と分解性の制御	9
ものづくり基盤技術課	岡野 優、水野 渡、川野優希、高松周一、山崎茂一、出村奈々海
セルロースナノファイバーシートを基材とした生体電極の開発	11
デジタルものづくり課	丹保浩行
製品・機能評価課	奈須野雅明、升方康智
アルミ材へのリベット形状部品の超音波接合に関する研究	13
製品・機能評価課	羽柴利直
企画管理部	石黒智明

□経常研究

高機能鍛造部材創成のための鍛接法を用いた異材接合と部材高強度化の検討	15
機能素材加工課	山岸英樹、佐藤 智
アルミニウム押出材料の高強度化技術の開発	17
機能素材加工課	佐藤 智
デジタルものづくり課	酒井康祐
ワックス 3D プリンターを用いた微細金属部品の作製に関する研究	19
デジタルものづくり課	氷見清和、鍋澤浩文
県総合デザインセンター	窪 英明
Wi-Fi(無線 LAN)の周波数帯域を用いるレクテナの試作と評価	21
製品・機能評価課	奈須野雅明、升方康智
タングステンを用いたアルミダイカスト金型補修のための基礎研究	23
製品・機能評価課	関口啓介
機械電子研究所	清水孝晃
デジタルものづくり課	山本貴文
CNF 複合材料(CNFRP)の CNF 分散状態に関する研究	25
ものづくり基盤技術課	高松周一、川野優希、岡野 優、水野 渡
金属製品の触感の向上に関する研究	27
デジタルものづくり課	能登有里彩、鍋澤浩文、氷見清和、山本貴文
生活工学研究所	中橋美幸
高混練二軸押出機を用いた乾燥 CNF/PP 複合材料の性能評価に関する研究	29
ものづくり基盤技術課	川野優希、高松周一、岡野 優、水野 渡
県内稲作由来天然資源を用いた機能性材料の開発	31
ものづくり基盤技術課	出村奈々海、山崎茂一、高松周一、川野優希、岡野 優、水野 渡
摩擦攪拌インクリメンタルフォーミングの加工性の向上に関する研究	33
デジタルものづくり課	酒井康祐、氷見清和
機能素材加工課	佐藤 智
表面プラズモン共鳴によるショットキー光検出器の高感度化に向けた研究	35
製品・機能評価課	升方康智、奈須野雅明

□企業との共同研究

高品位リサイクルアルミ合金の活用と厚肉アルミ構造部材の高効率加工技術の開発	37
製品・機能評価課	上野 実
(一社)富山県アルミ産業協会	八田正人、岩坪日佐夫、橋本清春、坂 裕、中嶋 博、砂 博信 野原昌志、中川かおり、北村 隆、菊地淳史、川口 勲、大脇 桂 越後秀之

マルチマテリアル化による軽量・高強度構造部材の開発	38
製品・機能評価課	羽柴利直、奈須野雅明、上野 実
(株)小矢部精機	史 暁辰、高長昌志、砂 博信
アール&スポーツディベロップメント(株)	金平卓巳、中田 満、久我口学、中村 周、小倉早苗、竹本庸浩、宝田文彦、山口義則
機能性を有するグリーンコンポジットの開発	39
ものづくり基盤技術課	高松周一、川野優希、岡野 優、出村奈々海、水野 渡
マナック(株)	稲垣裕靖、岡田哲朗
高強度と高靱性を両立したプラスチック自動車部品向け CNF/湿式粉碎タルクハイブリッドフィラーの開発	40
ものづくり基盤技術課	川野優希、水野 渡、岡野 優、出村奈々海
林化成(株)	辻 泰弘、齋勝 誠
構造一体型 PCM デバイス実用化/高性能化のための研究	41
デジタルものづくり課	山本貴文
製品・機能評価課	関口啓介
機械電子研究所	中村陽文
(国研)宇宙航空研究開発機構	島中龍太
(有)オービタルエンジニアリング	斎藤雅規
クロム系材料を用いた 3D 積層造形技術の開発	42
デジタルものづくり課	山本貴文、能登有里彩
機械電子研究所	中村陽文
JFE マテリアル(株)	杉森博一、小畑太一、大川 勉、高井泰介
香気成分の合成に関する研究	43
ものづくり基盤技術課	山崎茂一、出村奈々海
生活工学研究所	吉田 巧
(有)アンティアンティ	宮崎 真、坂本沙恵、石坂里咲
セルロースナノファイバー(CNF)を配合した新規生分解性複合材料の開発	44
ものづくり基盤技術課	川野優希、高松周一、岡野 優、出村奈々海、水野 渡
中越パルプ工業(株)	永田健二、坪井国雄、橋場洋美、明野美也子
鉄道車両用構造体の軽量化のための高強度アルミニウム合金構造体のレーザ溶接工法の開発	45
機能素材加工課	山岸英樹、佐藤 智
中善工業(株)	中川達也、中川かおり
電子セラミックス向け BNF 添加スラリーの研究開発	46
デジタルものづくり課	丹保浩行、能登有里彩、鍋澤浩文
機械電子研究所	坂井雄一
(株)スギノマシン	近藤兼司、森本裕輝、小倉孝太、峯村 淳
□その他	
周期構造体を用いた電磁波制御に関する研究	97
製品・機能評価課	宮田直幸

II 生活工学研究所

□科学研究費補助金

希少細胞の高感度捕捉・選択的脱離回収フィルターの開発……………	47
生活資材開発課	寺田堂彦

循環腫瘍細胞・セルクラスター・セルフリー核酸を調べつくすためのシンプルな分離法……………	48
生活資材開発課	高田耕児
富山県立大学	安田佳織
北海道大学	菊地 央

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……………	49
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……………	49
生活資材開発課	高田耕児
富山県立大学	村上達也

大動物を用いた人工血管評価と細径人工血管の開発……………	50
生活資材開発課	吉田 巧
旭川医科大学	紙谷寛之、小山恭平、若林尚宏

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……………	50
生活資材開発課	高田耕児
鹿児島大学	杉浦 剛

水中リグニンのフロー分離、生化学変換系の探求……………	51
生活資材開発課	高田耕児
京都大学	西村裕志

□公益財団法人タナカ財団助成事業

ポリプロピレン繊維の染色技術の開発……………	52
生活資材開発課	吉田 巧

□産学官協働ローカルイノベーション創出事業（技術研究）

歩行動作時の身体挙動推定技術の開発……………	53
生活科学課	佐々木克浩、浦上 晃、塚本吉俊
生活工学研究所	溝口正人
ものづくり研究開発センター	上野 実
機械電子研究所	金森直希

□経常研究

ナノファイバー不織布に包含された機能性薬剤の基布等への移行性に関する研究……………	55
生活資材開発課	吉田 巧、寺田堂彦

レーザー樹脂溶着用の光熱変換効率の高い吸光剤の開発	57
生活資材開発課	藤牧寛城
ものづくり研究開発センター	山崎茂一、高松周一
画像情報による作業分析に向けた手の動作検出に関する基礎研究	59
生活科学課	佐々木克浩、浦上 晃、塚本吉俊
機械電子研究所	金森直希
フレキシブルな高熱伝導性電子デバイス用材料の開発	61
生活資材開発課	早苗徳光
機械電子研究所	横山義之
情報端末を用いた健康管理支援に関する研究	63
生活科学課	浦上 晃、塚本吉俊
つまずき予防サポーターの設計に関する研究	65
生活科学課	中橋美幸、浦上 晃
生活資材開発課	吉田 巧
□企業との共同研究	
ナノファイバー模擬皮膚材をベースとしたヘルスケア用品の開発	67
生活資材開発課	吉田 巧、藤牧寛城
第一編物(株)	成瀬大輔、奥野一詩
画像処理・各種センサ技術を用いた高性能見守りシステムの開発	68
生活科学課	浦上 晃、中橋美幸、佐々木克浩、塚本吉俊
(株)シキノハイテック	石川 晃、田中康寛、御手洗新一、神保康彦、真鍋剛介、紅林広亮
介助者の身体負荷軽減を目指した介護服の開発	69
生活科学課	中橋美幸、浦上 晃
生活資材開発課	吉田 巧
ケーシーアイ・ワープニット(株)	坂下 剛、高島恭平
嚥下機能スクリーニング装置の開発	70
生活科学課	佐々木克浩、浦上 晃、中橋美幸、塚本吉俊
(株)エクシーズ	青山和也、寺林賢太郎

III 機械電子研究所

□戦略的基盤技術高度化支援事業

世界初の磁束集中型誘導加熱機構と高度制御可能な高周波インバータを用いた

高熱容量端子対応局所 I Hはんだ付け装置の開発 71

電子デバイス技術課 坂井雄一

機械情報システム課 清水孝晃

(株)スフィンクス・テクノロジーズ

富山大学

アポロ精工(株)

シードシステムズ(株)

□JST シーズ

射出成形用微細ナノ加工ハイブリッド金型の開発 72

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 川野優希

三光合成(株) 杉野直人、亀田隆夫

富山県立大 竹井 敏、安田佳織

□科学研究費補助金

高温利用可能な配向性無鉛圧電膜パターンの新規作製手法に関する研究 73

電子デバイス技術課 坂井雄一

富山県立大 唐木智明

□フロンティア研究推進事業

チューリップのカメラ画像による病株判定システムの開発 74

機械情報システム課 金森直希、林 千歳

電子デバイス技術課 本保栄治

園芸研究所 八重樫元、西村麻実、西畑秀次

□産学官協働ローカルイノベーション創出事業（技術研究）

構造最適化を用いた傾斜機能ラティス構造体の開発に関する研究 76

機械情報システム課 中村陽文

ものづくり研究開発センター 山本貴文

水電解による小水力発電の水素エネルギー化技術 78

電子デバイス技術課 國方伸亮、横山義之

スクリーン印刷法による薄膜固体電解質二次電池の開発 80

電子デバイス技術課 角田龍則、坂井雄一、本保栄治

□経常研究

面内異方性を有するフレキシブルな透明配線パターンの作製 82

電子デバイス技術課 横山義之

生活工学研究所 寺田堂彦

大量の教師データを要する検知／判別システムのための学習作業の省力化に関する研究 84

機械情報システム課 金森直希、釣谷浩之

デジタルカメラを用いた振動解析の高周波化に関する研究.....	86
機械情報システム課	釣谷浩之、金森直希
イオン液体を用いた高効率水電解.....	88
電子デバイス技術課	國方伸亮
ものづくり研究開発センター	山岸英樹、佐藤 智
3D プリンタ造形物への切削加工性能.....	90
機械情報システム課	清水孝晃、中村陽文
ものづくり研究開発センター	山本貴文
人工光合成に関する研究 I ～電子輸送と水の光分解（明反応）を中心に～.....	92
電子デバイス技術課	寺澤孝志、角田龍則
ものづくり研究開発センター	山崎茂一
スプレーレス測定応用による非接触 3D スキャナの高精度表面形状測定に関する研究.....	94
機械情報システム課	吉田 勉、金森直希
ものづくり研究開発センター	能登有里彩、宮田直幸
□企業との共同研究	
生体適合性と感光性を併せ持つ材料の開発.....	96
電子デバイス技術課	横山義之
日産化学(株)	岸岡高広

血中循環腫瘍細胞を利用した癌の遺伝子解析技術に関する基礎検討

機能素材加工課 大永 崇 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

癌が遺伝子の異常に由来する病気であり、極めて複雑・多様であることへの理解が進んでいる。そのため、個々の患者さんに最適な医療を提供するには、癌に発生している様々な遺伝子変異の把握が不可欠であることが認識されている。このような背景から、国レベルでは現在“がんゲノム医療”が強力に推進されており、100種類以上の遺伝子を解析するパネル検査が導入されている。パネル検査においては、全ての遺伝子が揃う細胞をサンプルとするのが理想だが、現在、癌細胞の採取は生検、手術に限られており、患者さんへの重度な負担や繰り返しが困難などの課題がある。

筆者らは10年程前から血中の微量な癌細胞(Circulating Tumor Cell; CTC)の癌医療での重要性を認識し、既にその単離技術を確立した。本研究ではこの単離技術を利用することにより上記課題を克服し、得られた癌細胞の遺伝子解析を可能とするための技術確立を検討する。

2. ポリマーCTCチップ+ゲルによる癌細胞回収

既に筆者らはCTC捕捉が可能な“ポリマーCTCチップ”を開発しており、ここでの課題の1つはチップからの細胞回収である。回収にはゲル材料を使用し、それに捕捉細胞を包埋して、微量かつ微小な癌細胞を紛失することなく全数回収するアイデアをベースに検討している。これまでの検討から、溶液粘度や転移温度が適当なゲル材料を見出しており、今年度はチップへの溶液充填・ゲル化・細胞回収について検討した。

チップ充填:ポリマーCTCチップに培養癌細胞を捕捉し、そこにゲルを充填することを試みた。ゲル材料の融解温度が室温以下なので、常温でその溶液を吸引してチップ

に充填したところ、流量が1 mL/h程度では充填が不十分であった。マイクロチップの流路高さが0.1mmと非常に低いため流動が遅く内部が強い減圧となって、漏れによる気泡巻き込みが発生した。そこで流量を0.5mL/hとしたところ、問題なく充填が可能で、捕捉細胞はチップポールに保持された(図1参照)。

ゲル化:上記のように充填されたチップを低温でゲル化させ、その後、チップカバーを外して流路上部をオープンにすることを試みた。ゲル化温度・時間をコントロールことで、十分な強度のゲルが生成し、ゲルすべてが流路に残った状態でカバーを外すことが可能となった。

細胞回収:このようにしてチップ上部からゲル内部へのアクセスが可能となったので、マイクロマニピュレータおよびマイクロピペット(図2参照)により、細胞回収を試験した。

ゲルが融解しない状態で回収を試みたところ、ピペットは細胞付近に届くものの、ゲルの粘性によりピペット内への細胞の吸引が出来なかった。

そこで次にゲル材料を溶解できる溶剤を探したところ、ゲルの溶媒成分がこのような働きをすることが分かった。この溶媒をゲル上部から滴下して、上記同様に回収試験したところ、細胞がピペットに吸引でき回収が可能であった(図3参照)。

このようにチップの捕捉細胞回収が可能となったので、今後、正常に遺伝子解析できるかを試験する。

謝辞:本研究は科研費(基盤研究(C):19K07746)の助成を受けたものである。

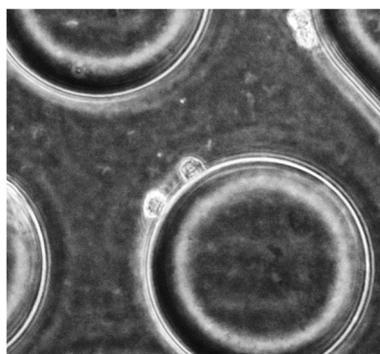


Fig. 1 ゲル中の捕捉癌細胞



Fig. 2 細胞回収装置

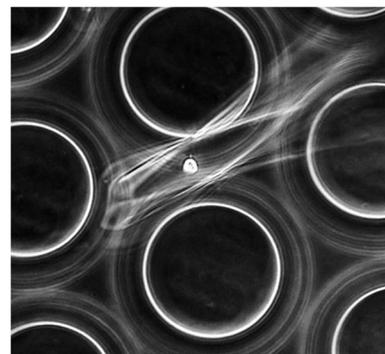


Fig. 3 ピペットに回収された細胞

鍛接法による軽金属材料の高速・高強度異材接合技術の確立

機能素材加工課 山岸英樹

1. はじめに

軽量化のためマルチマテリアル化が進む自動車車体において、組立溶接の生産技術が抱える喫緊の課題に鉄鋼とアルミニウム合金の直接接合がある。現在最も活用されている接手法の一つは、加工時間・コスト及び空間自由度などの生産性に優れた抵抗スポット溶接法である。しかしこれは熔融溶接法のため、 $Fe \times Al$ の異材接合においては金属間化合物(IMC)生成の問題からその適用が困難である。 $Fe \times Al$ の IMC としては一般に Al_3Fe_2 や Al_3Fe などが容易に生成する。これらはすべり系に乏しい結晶構造あるいは成長の過程で欠陥を内包するなどにより、その厚みが $1 \mu m$ を超えたあたりから大きく接合強度が低下することが知られている。

本研究では、上記問題解決のため、筆者らがこれまでに示してきた鍛接法^{1,4)}を、スポット接合法として適用した。鍛接法とは、界面の氧化物等汚染層を塑性流動により除去し、新生面において短時間で拡散接合するものである。接合界面の反応層(RL)をその脆弱性が顕在化しないメゾスコピック領域に抑制できる。これまでも異材接合部材や鍛造ブランク材、表面改質法のほか、接合機としての活用案を示してきた^{3,5)}。スポット接合機については、多関節ロボットとC型アーム等の単軸アクチュエータにより、現行の抵抗スポット溶接機と同様の構成、使い勝手に実現できるため、現行の組立ラインとの親和性が高いと考えられる。この接合機開発実現に向け、本接合原理を用いた極短時間の異材接合技術を検討、 Fe/Al に限らず幅広い材料間で実質 IMC フリーとなる世界初の革新的な高速固相スポット接合技術を開発した⁶⁻¹¹⁾。高強度な異材接合をきわめて高い生産性で実現した(接合時間は0.1秒以下)。自動車車両における材料制限(生産技術上の適用制限)を打ち破る可能性を有する。本稿では980 MPa級ハイテンへの本法適用例を示す^{10,11)}。

2. 試験結果など

供試材には SPFC980 と AA5083 の短冊材(各 $30 \times 100 \times 1 \text{ mm}^3$)を用いた。AC サーボプレスを用いて、これらの重ね接合をスポット鍛接法^{6,9)}により鍛接径及び圧下比を変化させ実施、継手の最大引張せん断荷重への影響を調べた(Fig. 1)。継手強度は圧下比の増加に伴い上昇し、最大4 kNに達した。抵抗スポット溶接の当該強度規格(JIS Z3140)では、より厳しいA級においても約2 kNであり、これを大きく上

回った。また破壊形態も母材破断(Al側のプラグ破断)であり、自動車業界の内規を満たした。さらに疲労破壊形態においてもプラグ破断となった。この高強度接合の証拠を示す接合界面のTEM明視野像をFig. 2に示す。図中矢印で示すIMCの厚みは比較的均一であり、また強度低下においてクリティカルな厚みとなる約 $1 \mu m$ に対し極めて薄く成長抑制ができていたことが分かる(約10 nm)。この観察された厚みは計算値と概ね一致した。本法が低温かつ短時間のプロセスであることで実現された異材接合界面である。

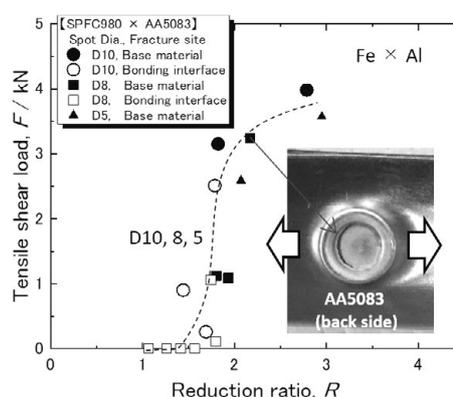


Fig. 1 Tensile shear load as a function of reduction ratio R

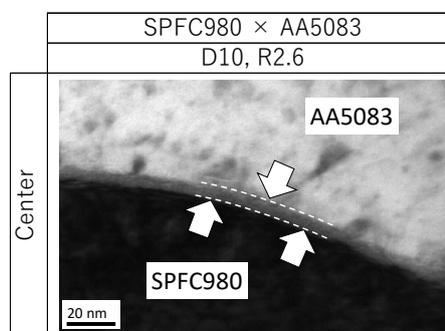


Fig. 2 Transmission electron microscopy bright-field image of the Fe/Al bonded interface

謝辞

本研究の一部は JSPS 科研費 20K05110 の助成を受け実施したものである。記して謝意を表す。

参考文献

- 1)山岸ほか: 特許第 5830727 号
- 2)H. Yamagishi et al.: *Metall. Mater. Trans. A*, 46 (2015) pp. 3601-11
- 3)H. Yamagishi et al.: *Metall. Mater. Trans. A*, 49 (2018) pp. 4659-68
- 4)H. Yamagishi et al.: *Metall. Mater. Trans. A*, 51 (2020) pp. 2154-62
- 5)山岸ほか: 特願 2017-243612
- 6)山岸: 特願 2020-057748
- 7)山岸: 溶接学会講演概要, 107 (2020) pp. 262-63
- 8)H. Yamagishi: *Mater. Lett.*, 278 (2020) 128412
- 9)山岸: PCT/JP2021/003018
- 10)H. Yamagishi: *Metall. Mater. Trans. A*, 52 (2021) pp. 741-52
- 11)山岸: 溶接学会講演概要, 108 (2021) pp. 164-65

3D プリントを用いた核融合炉ダイバータ用 タングステン系材料の開発

デジタルものづくり課 山本貴文

1. 緒言

タングステン(W)は、高融点、高密度、高い熱伝導、低い熱膨張率、高温域における高い強度等、他の金属には無い優れた材料特性を有している金属である。これらの特徴から、W 材料は医療機器のエキス線コリメータ、電子線発生用のフィラメント、単結晶用の溶解のつぼ等、特殊な用途で工業的に利用されている。最近では、核融合炉のプラズマ対向材料の素材候補としても有力視されている。これは、Wが有する上記の特性に加えて、低トリチウム蓄積特性と耐スパッタリング性が、核融合炉のプラズマ/中性子照射環境下で優位に作用するためである。一方、難加工材料に分類される W の製造方法は、粉末冶金プロセスに基づくことが知られる。このため、金型の制約から複雑形状の製造が難しく、機械加工を施したとしても、製造可能な形状は単純形状に限定される。以上を踏まえて、著者は純 W 材料の新たな加工技術として、3D 積層造形(Additive Manufacturing, AM)の適用を検討してきた¹⁾。AM では造形体の高密度化が課題とされるが、レーザ照射条件の最適化により純 W 造形体の相対密度は 98%以上を達成した。しかし、造形体には多量のクラックの発生が確認され、その抑制が課題となった。このため、本研究では W と固溶体を形成するレニウム(Re)の添加による固溶効果を利用して、クラックを抑制した W 系材料の創製を目的とした。

2. 実験方法

造形装置には、EOS 社製 EOSINT M280 を用いた。造形材料には、純 W 粉末と純 Re 粉末から調整された混合粉末を使用した。純 W と純 Re の平均粒径は、それぞれ 19 μm と 14 μm である。目標組成は、W-1%Re, W-3%Re, W-10%Re (mass%)の 3 種類とし、目標組成に応じて Re 添加量を調整・混合した。これらの混合粉末を用いて、高密度体を得るための最適なレーザ照射条件を探索した。制御したレーザ照射パラメータは、レーザ出力、走査速度、走査距離である。なお、積層厚は 0.02 mm の固定値とした。密度測定用の造形体の形状は、直径 10 mm×高さ 5 mm の円柱形状である。密度測定は、アルキメデス法に基づいて評価した。

3. 実験結果および考察

図 1 に造形体の密度と投入したレーザエネルギー密度

との関係図を示した。横軸のレーザエネルギー密度(E_d)は、レーザ出力、走査速度、走査距離、積層厚から算出される体積当たりのエネルギー投入量を示している。なお、図中には参考試料として純 W 粉末を用いたレーザ照射条件の探索実験の結果も併記した。いずれの合金組成においても、W-Re 造形体の相対密度は E_d に強く依存することが分かる。低 E_d 領域($\sim 350 \text{ J/mm}^3$)では、エネルギー密度の増加とともに相対密度は増加する傾向を示した。その後、中 E_d 領域($350 \sim 450 \text{ J/mm}^3$)では最高密度に到達し、相対密度 98%以上の高密度体を得ることができた。この結果は、純 W の結果と概ね一致した。一方で、高 E_d 領域($450 \sim \text{ J/mm}^3$)では、相対密度が顕著に減少するレーザ照射条件が散見された。これは、高い熱エネルギーの投入により、局所的に W の沸点以上に過熱され、W の蒸発により生じたガス欠陥が高密度化を阻害したためと推察される。以上より、W-Re 混合粉末を用いて高密度な造形体の製造に適した E_d 領域(レーザ照射条件)を見出すことに成功した。今後、この造形体のクラック挙動と金属学的な材料解析を進める予定である。

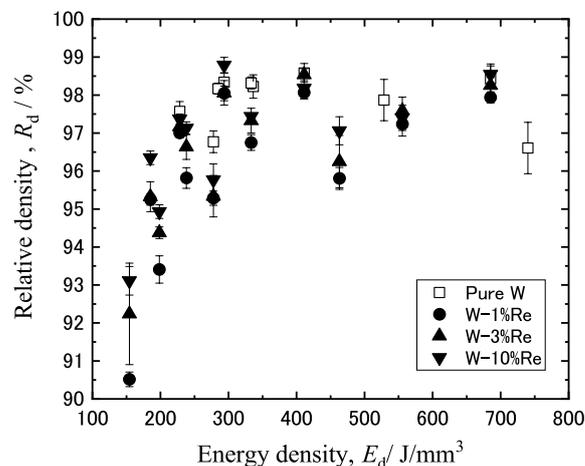


図 1 W-Re 造形体の相対密度とエネルギー密度の関係

【参考文献】

- 1) T. Yamamoto, M. Hara, Y. Hatano, Effects of fabrication conditions on the microstructure, pore characteristics and gas retention of pure tungsten prepared by laser powder bed fusion, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials 95 (2021) 105410

【謝辞】

本研究は科研費(若手研究: 20K14451)の助成を受けたものである。

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 富山大学工学部 寺林賢司

1. はじめに

食道癌の転移成立に重要な役割を果たす癌幹細胞を血中循環腫瘍細胞 (CTC) から単離し、その解析による免疫回避機構解明、治療標的発見を目的に研究を行った。CTC 単離には開発済みの“ポリマーCTC チップ”を使用し、癌細胞さらにはそのサブポピュレーションの同定を、イメージング、画像認識により可能にすべく検討した。

2. CNN による細胞画像認識

食道癌細胞 2 種 (KYSE30、KYSE140) および白血球をポリマーCTC チップで捕捉したのち、癌細胞の識別マーカーであるサイトケラチン、CD45 および核を蛍光染色し、各蛍光画像と位相差像を最適条件で撮影した。得られた各細胞の画像を学習データとして、畳み込みニューラルネットワーク(CNN)を用いたアルゴリズムにより細胞認識を試みた。蛍光画像について、学習後に各細胞を認識させた結果は次のとおりである (表I参照)。

表 I 癌細胞、白血球の画像認識

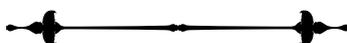
		Predicted Cells		
		KYSE30	KYSE140	Leucocyte
Actual Cells	KYSE30	90% (44)	10% (5)	0% (0)
	KYSE140	9.59% (5)	90.41% (44)	0% (0)
	Leucocyte	0% (0)	0% (0)	100% (49)

・食道癌細胞 (KYSE30、KYSE140) と白血球とは 100% の精度で見分けられる

・細胞株どうしの誤検出率は、KYSE30 : 10%、KYSE140 : 9.59%

明視野像のみよる分類では、精度は癌細胞と白血球で 98.78%、癌細胞どうしで 80%以上であった。これらの結果から、CTC や癌細胞どうしの画像認識による判別が可能であることが示された。

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。



マイクロ流体チップシステムを用いた血中循環腫瘍細胞の自動捕捉・回収装置の開発

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

本研究では、既に開発済みである癌患者さんの血中に存在する癌細胞（Circulating tumor cell; CTC）を単離できるマイクロ流体デバイス；ポリマーCTCチップを利用し、患者さんの検体から自動でCTCを単離・染色できる装置として“自動CTC捕捉装置”を開発した。さらに装置が実施するCTC検出試験を最適化する検討を行い、それをもとにモデル検体でテストして性能を実証した。

2. 自動CTC捕捉装置の開発

自動CTC捕捉装置のハードウェア開発：

自動CTC捕捉装置を自動分注機、シリンジポンプ、チューブラック等から構成するように設計し、本研究の目的と合致するよう各機器を選定した。自動分注機とシリンジポンプは統一的に制御できるように通信環境を用意し、チューブラック等は使用するサンプルチューブに合わせて設計した。このようにして用意したものを組み上げて、最終的に装置ハードウェアを製作した（図1参照）。

自動CTC捕捉装置のソフトウェア開発：

始めに自動分注機とシリンジポンプをPCから統一的に制御できるように、基本制御ソフトを開発した。ここでは自動分注機付属の制御ソフトを改変し、シリンジポンプ制御コマンドを追加するよう設計して、外注により基本制御ソフトを作成した。

次にこの基本制御ソフトが提供するコマンドを組み合わせ、CTC捕捉のプロトコルを装置で実現すべく、装置の動作シーケンスを作成した。プロトコルは既に共同発表した論文で使用したものをベースに、実際に装置を動作させながら装置に適合するよう改良した。これによ

り検体、固定溶液、浸透処理溶液、抗体溶液、核染色液を各々、順次CTCチップに供給・送液しインキュベーション、洗浄するプロセスが実行できるようにした。

CTC捕捉プロトコルの最適化と装置性能確認：

効率よくCTCを捕捉し、さらに最良の細胞染色状態が得られるように、CTC捕捉プロトコルを最適化した。培養癌細胞のPBS懸濁液を使用した検討を行い、プロトコルのサンプル量、送液速度、インキュベーション時間、染色液濃度などのパラメータを調整して最適化した。

このようにして確立したCTC捕捉プロトコルを用い、モデル検体（培養癌細胞／健常者血液）による試験を実施して、装置性能を検証した。試験には次の細胞、血液、抗体を使用した。

培養癌細胞：KYSE220（食道癌細胞株）

健常者血液：自己血液（富山大学附属病院で採血）

癌細胞捕捉抗体：抗EpCAM抗体

マーカー染色抗体：抗CK抗体および抗CD45抗体

以前の同条件の手作業による検討では、ほぼ100%の細胞が捕捉されているが、本試験でも同様に高効率で癌細胞が捕捉された。得られた細胞画像を図2に示す。癌細胞を選別するためのマーカー（CK、CD45）が明瞭に蛍光染色され、癌細胞を明確に同定できた。このようにして本開発の装置が高いCTC検出性能を有することを実証した。

謝辞：本研究は、公益信託鮎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。



図1 自動CTC捕捉装置

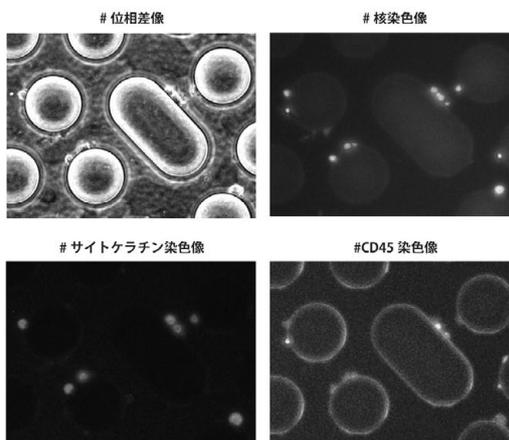


図2 染色後の細胞画像

生産性に優れる高強度マグネシウム部材創成のための 押出強ひずみ加工プロセスの開発

機能素材加工課 佐藤 智、國方伸亮*1、山岸英樹

1. 緒言

近年、自動車分野では、環境問題などを理由に、軽量化への要求が厳しくなっている。この解決策の一つとして、優れた比強度と比剛性を有するマグネシウム合金を、さらに強度等を向上させて活用することが挙げられる。

材料を構成している結晶粒を微細化することで、強度特性を向上(ホールペッチの法則)でできることが知られており、これまでも様々な加工を行い強ひずみ(大きな変形)を付与して結晶粒を微細化する方法が提案されてきた。しかし、部材形状等の制限が生じるため、実用化はあまり進んでいない。そこで、この課題を解決するために、「押出強ひずみ加工法(H30)」を新規に開発した。

本研究では、「押出強ひずみ加工法」をMgに適用し、加工条件の最適化を行い、基礎技術の蓄積を目指した。

2. 実験方法

供試材料には、直径約30mm長さ約50mmの純Mgを用いた。大気炉内で350、400°Cまで予備加熱した試験片を、専用金型に導入した後、プランジャを用いて熱間で加圧して、押出加工を行った。

3. 実験結果および結果

図1に、本加工方法で得られた試料の断面マクロ組織写真を示す。写真右側から加圧され材料は、円柱形状(φ10)に「押出」され、次に「据込・せん断」を受け、写真中央の孔部に設けられた金型によって、さらに小さな形状に分断する「押出」を加えられる。そして、2サイクル目の「据込・せん断」を加えられた材料は、最終的に円柱形状(φ10)になるよう「押出・接合」される。このとき、「せん断」を受ける領域で、デッドメタルがわずかに生じたが、写真中央の孔部を軸として、概ね上下対称の良好なメタルフローが観察された。また、いずれの加工領域でも、クラック等の欠陥は認められなかった。

図2に、加工条件の最適化のため、Zener-Hollomonの式を用いて算出したZ値と平均結晶粒径の関係を示す。なお、活性化エネルギー(Q)には、文献値より135kJ/mol¹⁾を用いた。図中に示された、1パス材では、素材余熱温度(350°C、400°C)と各種スライド変位速度を組み合わせた。3パス材では、Z値を増加させる目的で、350°Cの素材余熱温度と高速なスライドの変位速度を組み合わせ

結果である。いずれのパス材でも、Z値の増加に伴い、結晶粒は微細化し、同様な直線関係が得られた。しかし、3パス材の結晶粒径は、高いZ値にも関わらず、1パス材よりも粗大であった。高速な変位速度を用いる際、安全のために、1回毎の変位量を小さくし、パス毎にプレス機の設定値を変更して、徐々に変位量を増加させた。そのため、高温の金型内部に保持される時間が、1パス材よりも長くなることで、焼鈍による粒成長(粗大化)が進行し、微細結晶粒が得られなかったと考えられる。しかし、Z値と加工材の平均結晶粒に直線関係があることが確認され、条件策定に向けた指針が得られた。

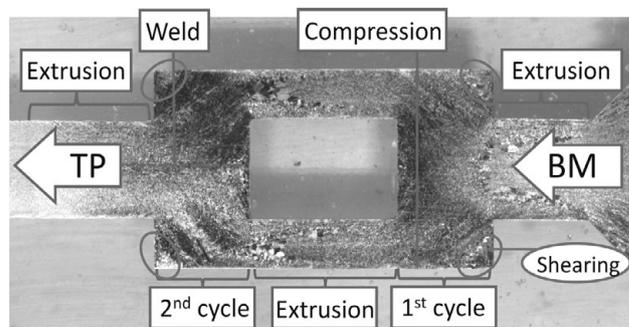


図1 断面マクロ組織写真

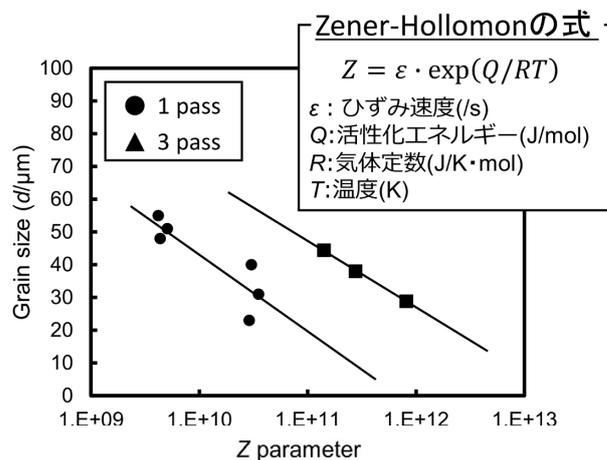


図2 Z値と平均結晶粒径の関係

参考文献

- 1) 藤川：軽金属、vol.42(1992)、p.823

謝辞

本研究は公益信託鮎久晴富山大学等研究助成基金の助成を受けたものである。

*1 現 機械電子研究所

微粉碎化技術を応用した木質高機能膜の形成に関する研究

デジタルものづくり課 丹保浩行^{*1}、鍋澤浩文

農林水産総合技術センター木材研究所 藤澤泰士、鈴木 聡、桐山 哲

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着目され、チキソ性を負荷するゲルや添加剤、あるいはその強い強度から補強剤として様々な応用が試みられている。一方、スギ木粉の製造に関する研究において、スギ未成熟部辺材は組織的に微粉碎されやすいこと、この木粉を原材料にして適切な条件で混練型 WPC 用コンパウンドを製造すると木粉は顔料オーダー (10 μm 以下) まで微細繊維化できることが報告され、混練型 WPC 用コンパウンドなどの応用技術が開発されてきた。しかし、この微粒子だけではお互いに結合することは無く塗膜にすることは出来なかった。木粉の一部を、リグノセルロースナノファイバー (LCNF) にすることで CNF とリグニンの特長とを持たせることができ、バルク木材より優れた特性を示す膜を作製することができると考えられる。これまで、ナノファイバー化したスギ辺材から木粉塗料を形成し、この塗料を用いて作製した木質膜は、木材由来の構造による優れた断熱性を示すことを報告してきた。その応用として、住宅内装における暑熱対策用の塗料やその風合いを活かした工芸的な高級品などが挙げられる。そこで本研究では、木粉塗料の製造技術の開発を目的に、①木粉塗料の製造条件、②木質膜の形成方法、③木質膜の性状分析を実施し、LCNF を含む木粉塗料とそれを用いた木質膜の形成技術について検討した。

2. 実験方法

スギの辺材と心材を粉砕・分級した木粉を原料とした。メッシュは 200 (目開き 75 μm)、150-200 (目開き 100-75 μm)、60-100 (目開き 250-150 μm) を用いた。LCNF を形成するために、グラインダー処理は増幸産業株式会社製 MKCA6-2J を用いた。レオロジー特性の評価には、Anton Paar 社製 MCR302 を使用した。

3. 実験結果および考察

図 1 に目開き 75 μm の篩を通過した木粉の赤外吸収スペクトルを示す。辺材と心材のスペクトルで大きな差異はなく、3400 cm^{-1} 付近に OH の伸縮および 2900 cm^{-1} 付近に CH の伸縮に帰属されるピークなどが確認され、セルロース、ヘミセルロース、リグニンの存在が示唆された。

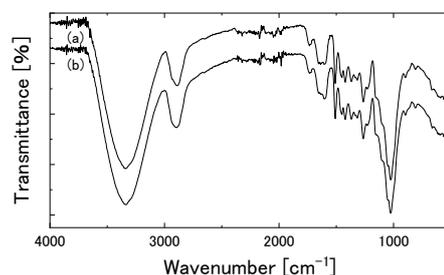


図 1 木粉の赤外スペクトル(a)辺材、(b)心材

目開きを通過した木粉の懸濁液にグラインダー (磨砕砥石) 46#で 1回処理後、80#で 10回処理を行った。図 2 に共軸円筒型システムにより測定した濃度 2%に希釈した木粉懸濁液のレオロジーを示す。

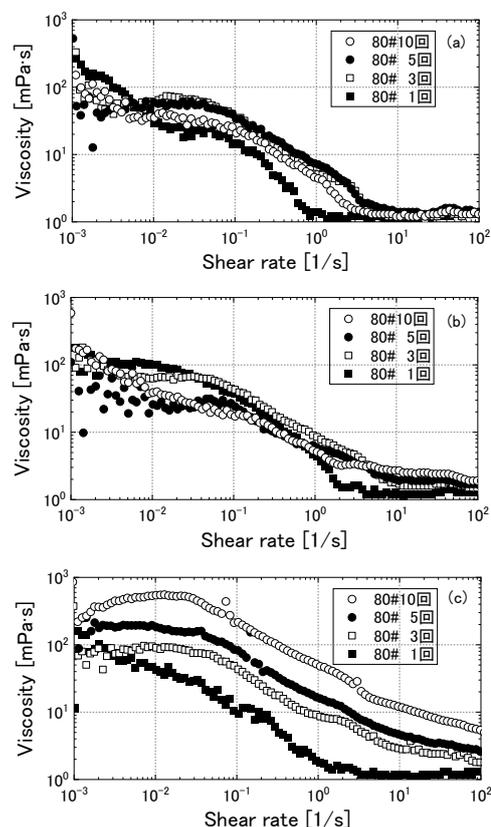


図 2 グラインダー処理した木粉懸濁液粘度のせん断速度依存性 メッシュ(a)200、(b)150-200、(c)60-100

組織的に耐衝撃性が弱く、繊維状に微粉碎された木粉部分が小さい目開きを通過する。目開き 100 μm 以下を通過した木粉は、グラインダー処理回数を増加しても、粘度に大きな違いは確認できなかった (図 2(a),(b))。一方、目開き 250-150 μm を通過した木粉は、処理回数を増加するにつれて、粘度は増大することがわかった (図 2(c))。

*1 現 生活工学研究所

微粉碎されやすい辺材中に存在している耐衝撃性が強い木粉部分がグラインダー処理により、ファイバー形態を維持しながら解繊され、木粉ファイバーによるネットワークが液中で形成されたためであると考えられる。いずれも、擬塑性流動（シアシニング）のような曲線を描いているが、詳細な評価を行うためには乾燥した木粉の重量を測定して、同じ濃度の木粉塗料にする必要がある。

電界放出形走査電子顕微鏡（FE-SEM）を用いて観察した木粉の SEM 像を図 3 に示す。木粉の凝集抑制のため、凍結乾燥を用いて膜を形成し、この膜に Pt コートした。

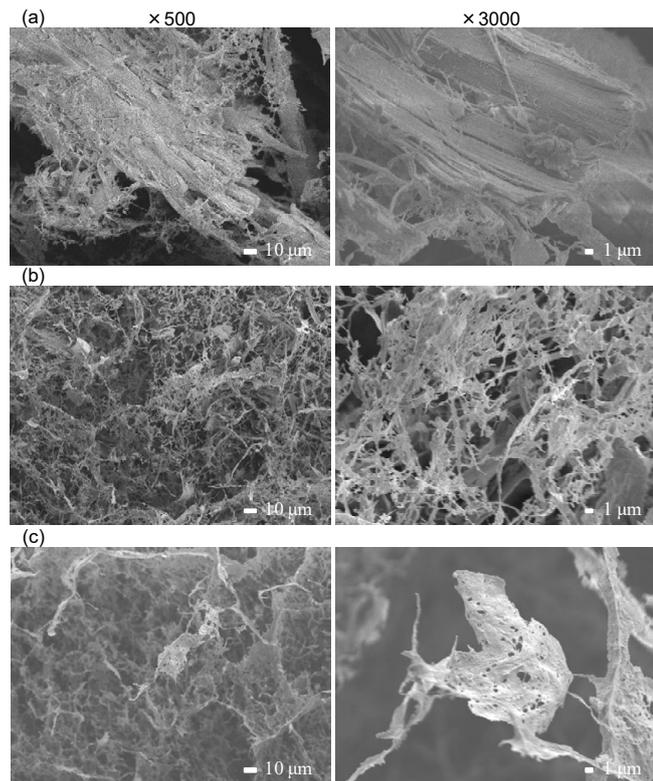


図 3 グラインダー処理した木粉の SEM 像
(a)1 回、(b)3 回、(c)10 回

SEM 像より、80#処理回数 1 回するとき、幅 100 μm 以上の木粉が観察された。処理回数 3 回ときには、木粉の

幅が解繊により短くなり、ナノファイバー化していることを確認できた。処理回数が増加するにつれて、木粉の微細化が進み、微粉体表面にナノサイズの幅を有するファイバーが存在していることがわかった。

目開き 250-150 μm を通過した木粉と水のみを用いてグラインダー処理した懸濁液をアルミニウム板上にキャストし、加熱して、木質膜を作製した。木粉（木質膜）に対する X 線回折を θ -2 θ スキャンで行った。得られた強度をセルロース(200)で規格化した結果を図 4 に示す。

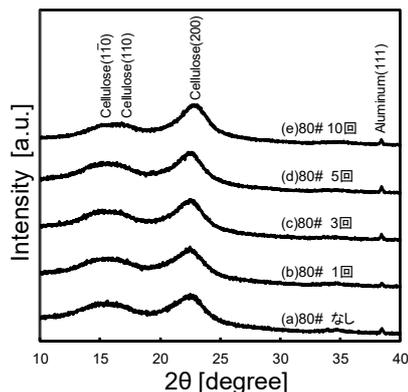


図 4 グラインダー処理した木粉の X 線回折パターン
(a)なし、(b)1 回、(c)3 回、(d)5 回、(e)10 回

処理回数を増加するにつれて、回折ピークはセルロース(200)に由来する 22.8°付近にシフトした。ナノファイバー化したセルロースの長軸が面内方向に配向して堆積していき、木質膜が形成されたためであると考えられる。

4. 結言

木粉のグラインダー処理により、部分的にナノファイバー化した木質膜を作製した。大きい目開きを通過した木粉の処理回数を増加するにつれて、木粉懸濁液の粘度は増大し、木粉の幅は短くなり、木質膜の X 線回折ピークはシフトし風合いはなめらかになった。木と水のみで製造できる木粉塗料の応用が期待される。

キーワード：木粉、リグノセルロース、ナノファイバー、微粒化、グラインダー

Study on High Performance Wood Films Prepared by Milling Process

Digital Manufacturing Section; Hiroyuki TAMBO*¹ and Hirofumi NABESAWA

Forestry & Fisheries Research Center; Yasushi FUJISAWA, Satoshi SUZUKI and Satoshi KIRIYAMA

Lignocellulose suspensions with nanofibers were prepared from wood powders of Japanese cedar by wet grinder milling. It was found that when number of grinding processes was increased, the viscosity of wood powder suspension increased, the width of wood powder decreased, the X-ray diffraction peak of wood film shifted and the texture of film smoothed. The applications that take advantage of the wooden features are expected.

生分解性プラスチックの添加剤の改質と分解性の制御

ものづくり基盤技術課 岡野 優、水野 渡^{*1}、川野優希、高松周一、山崎茂一、出村奈々海

1. 緒言

プラスチックは、主に石油を原料に合成され、軽量かつ丈夫であり、優れた加工性や長期安定性等の特性を有し、日常生活の様々な製品に利用されてきた。しかし、近年の世界的な生産量の増加に伴い、これら汎用プラスチックによるマイクロプラスチックや地球温暖化、プラスチック廃棄物の問題が世界的に取り上げられている。この背景のもと、ポリ乳酸 (PLA) を代表とした、自然環境中の微生物によって分解・代謝され、最終的に水と二酸化炭素となる「生分解性プラスチック」が注目されており、特にプラスチック廃棄物の削減効果が期待される。

このように注目されている生分解性プラスチックであるが、課題に使用時あるいは使用後の分解速度、すなわち、分解性の制御が挙げられる。そこで、生分解性樹脂に添加剤としてバイオマス資源を複合し、生分解性を制御した生分解性プラスチック材料の開発を目指すこととした。

本研究では、生分解性樹脂である PLA に添加剤としてバイオマス資源のデンプン (バレイショ由来) 及びキッチン (いずれも 1wt% 及び 5wt%) をそれぞれ複合した材料を作製し、力学特性評価 (引張・曲げ試験) と腐葉土を用いた簡易的な生分解性評価を実施したので報告する。

2. 実験方法

2.1 使用材料

PLA はユニチカ株式会社製テラマック (TE-2000) を用いた。デンプン (バレイショ由来) (和光 1 級) 及びキッチン (和光 1 級) は富士フィルム和光純薬株式会社製のものをを用いた。

2.2 力学特性評価 (引張・曲げ試験)

PLA 複合材料について、引張試験は JIS K 7162 に準じて小形引張試験片 (ダンベル形: 1BA 形) で、曲げ試験は JIS K 7171 に準じて曲げ試験片 (短冊形: タイプ B) で、小型強度試験機 (株式会社島津製作所製、EZ-LX) を用いてそれぞれ試験した。試験本数は、いずれも 5 本とした。なお、比較材として、PLA のみの場合でも同様に試験した。

2.3 PLA 複合材料の簡易的な生分解性評価

2.3.1 試験片

簡易的に実施した生分解性試験において、PLA 複合材

料の各試験片は小型射出成形機 (日精樹脂工業株式会社製、NPX7-1F) を用いて作製した小形引張試験片 (ダンベル形: 1BA 形) を用いた。

2.3.2 試験手順

生分解試験は、JIS K6953 等に則って実施するのが一般的であるが、本研究では、添加剤のスクリーニングを目的とし、腐葉土を用いて簡易的に実施することとした。

PLA 複合材料の各試験片を 18 本ずつ用意し、前処理として恒量になるまで乾燥した。試験容器 (長さ 30 cm × 幅 20 cm × 高さ 10 cm の PP 製 (ふた付き) で、ガス交換のための直径 5 mm の穴を設けたもの) に湿らせた市販の腐葉土 (水分率を約 70% に調整) を約 1.5kg 敷き詰め、これに試験片を入れ、恒温器 (ADVANTEC 製、CI-610) にて温度 60°C で試験した。なお、試験片は腐葉土に入れる前に 30 秒間程度、純水中に浸漬した。試験開始後、定期的に腐葉土の攪拌及び純水の追加を行った。開始後、28 日目以降は攪拌せず、純水の追加のみ行った。試験開始 3、7、14、21、28、50 日後に試験片を 3 本ずつ取り出し、純水で洗浄し、恒量になるまで乾燥した。その後、形態観察、重量変化及び強度変化を評価した。

2.3.3 評価方法

形態観察は、デジタルカメラ (OLYMPUS 製 Tough TG-6) を用いて、試験片の外観を撮影した。

重量変化は、試験前の乾燥質量 (g) に対する試験後の乾燥質量 (g) を重量保持率 (%) として求めた。

強度変化は、小型強度試験機を用いて、試験前の試験片の応力 (MPa) に対する試験後の試験片の応力 (MPa) を強度保持率 (%) として求めた。なお、試験片は試験環境で 1 週間以上状態調節した。

3. 実験結果および考察

3.1 力学特性評価 (引張・曲げ試験)

引張及び曲げ弾性率は、いずれの添加剤も PLA のみと同程度であったが、引張及び曲げ強度は、数%~十数%の低下が見られた。走査型電子顕微鏡 (日本電子社製、JSM-IT300LV) を用いて引張試験片の破断面を観察したところ、添加剤の凝集物や脱落した形跡、界面での離れを確認した。したがって、この強度低下の原因は、添加剤の「凝集」や樹脂との「密着不良」であると考えられる。この問題に関しては、複合方法を最適化し、凝集等を防止するこ

*1 現 企画管理部

とでベース材料の特性を維持可能であると思われる。

3.2 PLA 複合材料の簡易的な生分解性評価

Fig. 1 に、簡易的な生分解性試験の試験開始 50 日後における PLA 複合材料の各試験片状態を示した。デンプンを複合した試験片は、PLA のみと比較すると、生分解による形状崩壊が顕著であった。これは、微生物によってデンプンが分解されることでできた細孔により、試験片と微生物の接触面積が増加し、分解速度が向上したためであると考えられる。一方で、キチンの場合、5wt%複合した試験片は比較的形狀を保持していることを確認した。

Fig. 2 に、PLA 複合材料の重量保持率及び強度保持率の経時変化を示した。PLA の生分解は、第 1 ステップで化学的な加水分解による分子鎖の切断が進行し、第 2 ステップでその低分子量化したものを微生物が分解する、2 段階で進行する¹⁾。試験開始 14 日目までは、主に加水分解による分子鎖の切断が起こり、それに伴う強度低下、それ以降は主に微生物分解による重量減少が確認された。また、生分解性に関して、デンプンの場合、分解は促進され、添加量が 1wt%と 5wt%ではほとんど差はなかった。一方

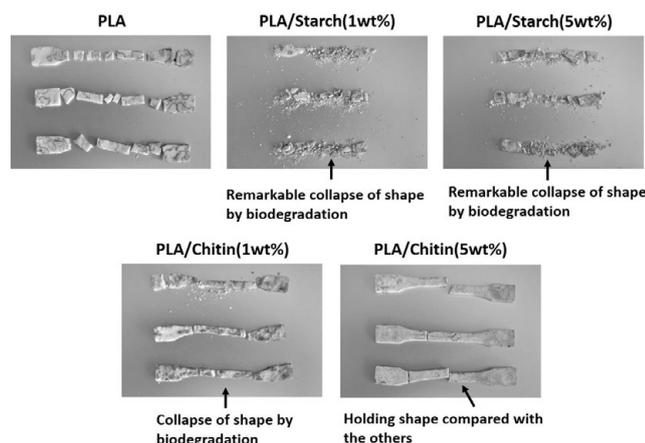


Fig. 1 The biodegradable state of test pieces made of PLA composite material after 50 days from start of the test

キーワード：生分解性プラスチック、ポリ乳酸 (PLA)、バイオマス資源、デンプン、キチン

Reforming of Additives and Control of Degradability for Biodegradable Plastics

Core Manufacturing Technology Section; Masaru OKANO, Wataru MIZUNO*¹, Yuki KAWANO, Shuichi TAKAMATSU, Shigekazu YAMAZAKI and Nanami DEMURA

In this study, mechanical characteristics (tensile test and bending test) and biodegradability of poly (lactic acid) (PLA) composite materials were investigated. PLA composite materials were confirmed their mechanical characteristics. Also, a simple biodegradable test for test pieces made of PLA composite material was conducted. This result suggested that the biodegradability can be controlled by adjusting addition amount of chitin.

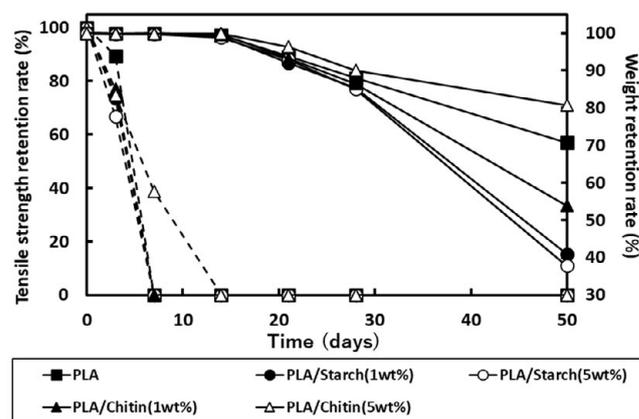


Fig.2 Change-with-time of weight and tensile strength retention rate of test pieces made of PLA composite material (solid line: weight retention rate, broken line: tensile strength retention rate)

で、キチンの場合、1wt%では分解の促進、5wt%では分解が抑制されることを確認した。これは、キチンの有する抗菌性により微生物分解が抑制されたためであると予想される。以上のことから、キチンを添加した場合、その添加量を調節することで生分解性制御の可能性が示唆された。

4. 結言

PLA 複合材料の力学特性及び生分解性を評価した。特に、生分解性に関して、キチンの添加量を調節することで生分解性制御の可能性が示唆された。

今後、キチン添加量のスクリーニング (3wt%と 10wt%) やより実用化を見据えたポリブチレンサクシネート (PBS) への検討などを実施する予定である。

参考文献

- 1) 望月政嗣 監修：生分解性プラスチックの素材・技術開発—海洋プラスチック汚染問題を見据えて、株式会社エヌ・ティー・エス, 2019, pp.31-37

セルロースナノファイバーシートを基材とした生体電極の開発

デジタルものづくり課 丹保浩行*1 製品・機能評価課 奈須野雅明、升方康智*2

1. 緒言

スポーツやリハビリ支援等においては筋電位と運動動作をシンクロナイズさせた解析が行われており、長時間の計測が求められている。従来の硬い金属電極やシリコン基材は、動作時に皮膚を傷つけ、アレルギー反応を生じるおそれがある。セルロースナノファイバー (CNF) は、木材を構成する主成分の天然高分子のセルロースをナノ化した素材である。生体適合性を有する CNF から形成される紙 (シート) は、軽量で折り畳め、ガラス並みに低熱膨張率・高透過率である。我々は、これまで横方向プレス¹⁾を用いて CNF シートの成形を行い、この上にスパッタ法を用いて酸化インジウムスズ (ITO) の堆積を行ってきた。ITO/CNF フィルムの ITO 膜厚が増大するにつれて、波打つ透過スペクトルの周期は短くなることがわかった。このような干渉スペクトルは、均一な厚みの ITO 薄膜が CNF シート上に形成されていることを示唆している。ITO 薄膜は電子デバイスに広く用いられているが、曲げに対する脆弱性が課題である。ポリスチレンスルホン酸をドーパしたポリ (3,4-エチレンジオキシチオフェン) (PEDOT:PSS) は、生体適合性・透明性を有する導電性高分子である。PEDOT:PSS 水分散液は、PEDOT コアを親水性の PSS シェルが覆う 3 次構造 (コロイド) として存在している。水分散液にグリセリンやエチレングリコール (EG) 等の高沸点溶媒を添加し、成膜すると PEDOT の結晶化とコロイド表面の絶縁性の PSS 減少により、キャリア輸送が促進され、電気伝導度は 100 倍以上に上昇することが報告されている³⁾。親水性の高分子から形成されるフィルムは、透湿性を有しているため、皮膚かぶれを抑制でき、フレキシブルであるという特徴を持つ。

本研究では、CNF シート上への導電性高分子膜の形成を目的として、バーコート法を用いた PEDOT:PSS 水分散液の塗布について検討した。

2. 実験方法

水分散液である CNF と PEDOT:PSS を用いた。CNF は純水を加え 0.7 wt% に希釈した。本実験では、2 種類の手法を用いて PEDOT:PSS 膜を作製した (表 1)。①カバーガラスを置いた結晶皿の中に、PEDOT:PSS 水分散液を 6 ml キャストし (図 1)、ホットプレートを用いて 100°C で加熱し、PEDOT:PSS の四次構造 (凝集体) を形成した。

②カバーガラスを置いた結晶皿の中に、CNF 水懸濁液を 12 ml キャストし、100°C で加熱した。ガラスから剥離することにより、CNF シートを形成した。この CNF シート上に PEDOT:PSS 水分散液をバーコーターで塗布し 100°C で加熱し、PEDOT:PSS/CNF フィルムを形成した。ここで、PEDOT:PSS 水分散液は、シリンジフィルター (メンブレン材質 PVDF、孔径 0.45 μm) を用いてろ過し、塗布膜の最大厚みが 1.5 あるいは 2 $\mu\text{m/wet}$ になる 2 つのバーコーターを用いて PEDOT:PSS 薄膜を作製した。マイクロメータを用いて測定したところ、キャスト法を用いて形成した PEDOT:PSS 膜と CNF シートの厚みはともに約 20 μm であった。

Table 1 Formation of polymer films by casting method and bar coating method

キャスト法		バーコート法	
結晶皿内にキャストした液体	液体の体積 [mL]	シート上にバーコートした液体	バーコーター塗布膜の最大厚み [$\mu\text{m/wet}$]
PEDOT:PSS	6	—	—
CNF	12	PEDOT:PSS	1.5
	12		2



Fig. 1 Schematic diagram of casting method

3. 実験結果および考察

3.1 PEDOT の結晶構造

バーコート法を用いて、PEDOT:PSS 水分散液を CNF シート上に塗布し乾燥した膜は、厚み 2 μm 以下となる。一方、キャスト法を用いて形成した PEDOT:PSS 凝集体は 10 倍以上の膜厚である。ガラス上に形成した PEDOT:PSS とガラスに対する X 線回折を θ -2 θ スキャンで行った結果を図 2 に示す。X 線回折パターンより、PEDOT(020)が観察され、ガラス上に導電性高分子である PEDOT が堆積していることを確認した。

*1 現 生活工学研究所、*2 現 機能素材加工課

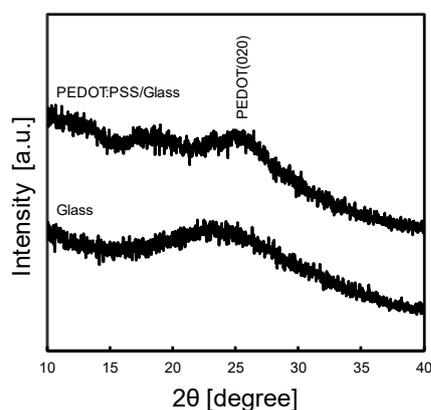


Fig. 2 XRD pattern of the Glass and the PEDOT:PSS

3.2 PEDOT:PSS/CNF フィルムの導電性

シリンジフィルターを通過した PEDOT:PSS 水分散液は、CNF シート上にコーティングバー掃引することにより、ウェット状の塗膜となる。この膜は、CNF シートの 1/10 程度の厚みである。乾燥した PEDOT:PSS/CNF フィルムの PEDOT:PSS 薄膜表面と CNF シート表面との面直方向への界面を介した導通を測定することはできなかった。しかしながら、PEDOT:PSS 薄膜表面における面内方向への導通（電気抵抗）を確認することができた。ウェット状の膜の厚みが増加するにつれて、PEDOT:PSS 膜の電気抵抗は低下することがわかった。この PEDOT:PSS 水分散液中のコロイドが CNF ネットワークの凹凸やナノファイバー間の空隙を覆うように堆積し、PEDOT:PSS 薄膜が CNF シート上に形成されたと考えられる。

3.3 PEDOT:PSS/CNF フィルムの透過率

図 3 に紫外可視近赤外分光光度計を用いて測定した PEDOT:PSS/CNF フィルムの透過率を示す。バーコーター溝高さが増加するにつれて、透過率は減少することがわかった。バーコーター塗布膜の最大厚み 1.5 $\mu\text{m}/\text{wet}$ を用

いて形成した PEDOT:PSS/CNF フィルムは、波長 550 nm において約 85%の透過率を示した。透過スペクトルより、バーコーター溝高さが増加するにつれて、PEDOT:PSS 薄膜は厚くなり、光散乱が増加していると考えられる。

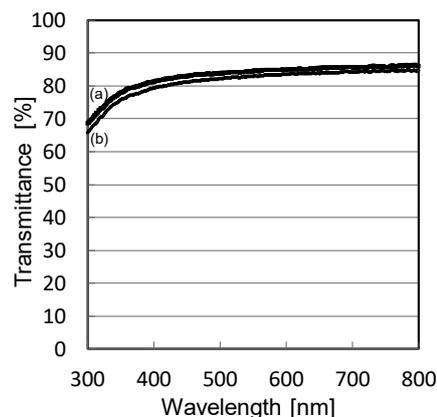


Fig. 3 Transmission spectra of the PEDOT:PSS/CNF films bar coated with maximum thickness of water dispersions; (a) 1.5 $\mu\text{m}/\text{wet}$, (b) 2 $\mu\text{m}/\text{wet}$

4. 結言

キャスト法を用いて CNF シートを形成し、この上にバーコート法を用いて PEDOT:PSS 薄膜を作製した。バーコーター溝高さが増加するにつれて、PEDOT:PSS/CNF フィルムの透過率は減少するが、PEDOT:PSS 薄膜の電気抵抗は低下した。今後、ナノファイバーシート上に堆積する PEDOT:PSS に高沸点溶媒等を添加し、導電性が向上する条件を確認する必要がある。

参考文献

- 1) H. Tambo *et al.*: Proc. IDW'18, (2018) 1555
- 2) 丹保 他:富山県産業技術研究開発センター研究報告, **34** (2020) 17
- 3) 奥崎 他:応用物理, **83** (2014) 834

キーワード : CNF、PEDOT:PSS、高分子、フレキシブル、生体

Development of Bioelectrode on Cellulose Nanofiber Sheet

Digital Manufacturing Section; Hiroyuki TAMBO*¹

Product and Function Evaluating Section; Masaaki NASUNO and Yasutomo MASUGATA*²

Preparation of PEDOT:PSS on cellulose nanofiber (CNF) sheet has been investigated to apply for flexible electrode. Glass was placed in crystallizing dish. The CNF water suspension was cast in the dish and heated at 100°C using hot plate. The CNF sheet was peeled off from the glass. Then, the PEDOT:PSS water dispersion was bar coated on the CNF sheet and heated at 100°C. It was found that when the height of bar coater groove was increased, the transmission of PEDOT:PSS/CNF film decreased and the electric resistance of PEDOT:PSS film decreased.

アルミ材へのリベット形状部品の超音波接合に関する研究

製品・機能評価課 羽柴利直 企画管理部 石黒智明*1

1. 緒言

超音波接合は、短時間で接合が可能であることなどの多くの利点がある接合方法であるが、リベット形状の部品を加振材とする場合、一般的なローレット加工面を有するホーンでは、リベットの軸部を伝搬させることによる加振振動の減衰により、接合界面で清浄面を露出させるための摩擦振動を得ることが困難である。このようなリベット形状部品について、リベットの軸部を通る穴を設け、リベット頭部を直接ホーンのローレット加工面で加振できるホーンにより、接合が可能となることが明らかになっているが、リベット頭部の接合面が平らな形状では、接合がその外縁部に限定されるという問題がある。

本研究では、アルミリベットを加振材、アルミ合金板材を固定材として、接合界面の摩擦状態の改善による接合強度の向上のため、接合過程における加振材、固定材の振動解析を行い、これらの界面において接合が生じるメカニズムの解明を試みた。

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、加振材を軸径5mmのアルミリベット(A1070W)、固定材を板厚2mmのADC12板材とした。リベットは、頭部の形状が平らなリベット、リベット頭部の中心部の接合を生じさせることを目的とした半球状のリベット(以下、それぞれ平リベット、丸リベットと示す。)の2種とした。接合位置は固定材の端から10mmの位置として、その反対側の端から10mmの位置をクランプゴムにて固定して接合を行った。

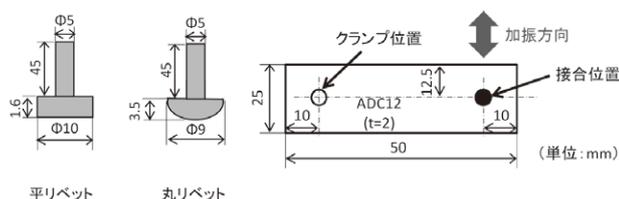


Fig. 1 Shape of test piece

これらの試験片の接合のために試作したホーンを図2に示す。ホーンにはリベットの軸部を通る穴を設け、リベット頭部を直接加圧して固定し、加振できる構造とした。

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)を用いた。接合条件は、加圧力を100~400N、加振時間を0.1~4sと

した。

加振時には、ホーン先端部、加振材、固定材の加振方向の振動の大きさの時間的変化を明らかにするため、それぞれの側面の振動をレーザ変位計(株式会社キーエンス製LK-G5000)により計測し、FFTアナライザ(リオン株式会社製SA-02A4)にて微分演算、FFT分析を行うことにより、加振周波数における加速度の大きさを算出した。

接合されたリベットを万能試験機(株式会社島津製作所製AGX-300kNV)にて軸方向に1mm/minの試験速度で引っ張り、接合強度を求めた。

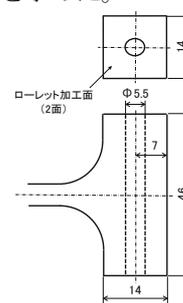


Fig. 2 Shape of welding horn for rivet joining

3. 実験結果および考察

試作したホーンを用いて接合試験を行い、接合強度を測定した結果を図3に示す。いずれのリベットも、加圧力が200N以上の条件においては加振時間が長くなるほど接合強度が大きくなる傾向が見られ、高加圧力、長時間加振の条件において、アルミリベットの引張強さの規格値(55N/mm²以上95N/mm²以下²⁾)と同等の高い接合強度を得ることができた。

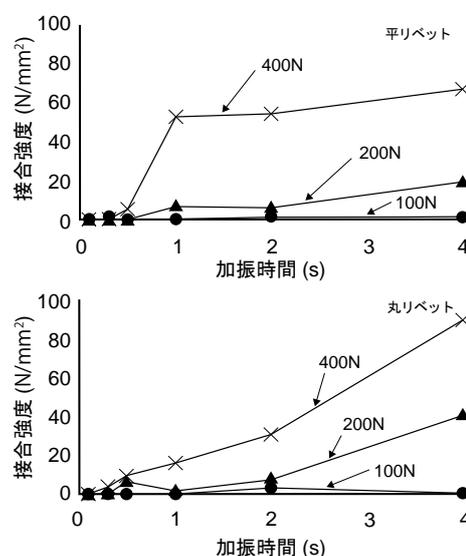


Fig. 3 Measurement result of rivet joining strength

*1 現 ものづくり研究開発センター

ここで、加振時の接合界面の摩擦状態を明らかにするため、加振時間を4sとして、その間の加速度の大きさの時間的変化の解析を行った。平リベットの加圧力100N及び丸リベットの加圧力200Nでの接合試験時の振動の解析の結果を図4に示す。

加圧力が100Nの条件で平リベットを接合すると、ホーンと比較して加振材の加速度の大きさは大幅に低下し、加振材と固定材の加速度はほぼ同じ値となることが明らかになった。このことから、ホーンと加振材との間で滑りが生じ、接合界面となる加振材と固定材の界面での摩擦がほとんど生じていないと推測される。この加圧力の条件では接合強度が著しく低くなったが、接合界面において清浄面を露出させるための摩擦振動が十分に得られなかったことが原因と考えられる。同様の傾向は、加圧力が100Nでの丸リベットの接合や、加圧力が200Nでの平リベットの接合においても確認された。

加圧力が200Nの条件で丸リベットを接合すると、加振材の加速度は固定材と比較して大幅に大きな値となり、ホーンの加速度に近い値となることが明らかになった。これは、加圧力によりホーンのローレット加工面が加振材に食い込み、ホーンと加振材との間の滑りが抑制されたためと推測される。

また、この接合では、加振時間が0.5s以降において、加振時間の経過とともに加振材の加速度が低下し、逆に固定材の加速度が増加する傾向があることが明らかになった。これは、接合面積の拡大により加振材と固定材の相対運動が抑制され、加振材の加振抵抗の増加と固定材への加振力の増加が生じたことが原因と推測される。接合強度も加振時間が0.5s以降で増大する傾向があることから、加振開始からおよそ0.5s後に接合界面において摩擦振動により清浄面が露出し、その部分が接合起点となって接合が生じ、時間の経過とともに接合面が周囲に拡大したと考えられる。

以上のことから、ホーンと加振材の滑りを抑制するとともに、接合起点から接合面積が効果的に拡大するようにリベット頭部の形状や接合条件を最適化することにより、接合強度を向上させることができると考えられる。

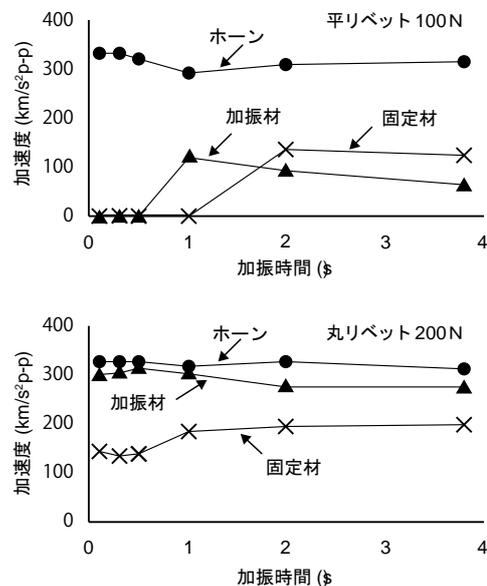


Fig. 4 Measurement result of acceleration

4. 結言

試作したホーンを用いてアルミリベットの超音波接合を行った結果、アルミリベットの母材強度の規格値と同等の接合強度を得ることができた。また、振動の解析により、接合界面で接合が生じるメカニズムに関係すると推測される加速度の時間的変化が明らかになり、実際の製品への高強度超音波接合の適用のための知見が得られた。

参考文献

- 1) 羽柴ほか、若い研究者を育てる会「研究論文集」,32, 8-14 (平成30年度)
- 2) JIS H 4040:2006 アルミニウム及びアルミニウム合金の棒及び線

キーワード：超音波接合、アルミ材、リベット、ホーン、加速度

Study on Ultrasonic Welding of Aluminum Rivets

Product and Function Evaluation Section ; Toshinao HASHIBA
 Planning and Management Department ; Tomoaki ISHIKURO*1

The aim of this study is to develop practical techniques of joining rivets to aluminum materials by ultrasonic welding. Specially shaped welding horn was manufactured in order to join some shapes of rivets, and ultrasonic welding was carried out with using the horn. As a result of the experiment, change in acceleration considered to be related to expansion of the joint area at the interface of the joint while welding was confirmed.

高機能鍛造部材創成のための鍛接法を用いた異材接合と部材高強度化の検討

機能素材加工課 山岸英樹、佐藤 智

1. はじめに

輸送機器の軽量化のため異材接合技術のニーズが高まっている。異材接合で問題となる脆弱な金属間化合物(IMC)の生成を抑制する手法として、固相接合に分類されるFSW法やブレイジング法などが試みられているが、これらの手法では母材の一部に熱影響を及ぼし軟化等の劣化が生じる。特に組織強化された鍛造部品では素材の強度を低下させずに接合することは困難なほか、その多くは曲面形状であり生産性の高い接合加工ができない。従ってこれらの制約からも、鍛造材は構造材(展伸材)に比べマルチマテリアル化が進んでいないと考えられる。

高機能鍛造部材用途を考えると、「短時間で安く、成形とともに接合し、かつ部材も高強度化できるプロセス」が、今後市場競争力を高めるものづくり基盤技術の一つになると考えられる。本研究では上記課題に鑑み、これまで開発を進めてきたAl/Mg鍛接法¹⁾について、加工条件が及ぼす接合強度への影響のほか、非熱処理部材であるMg合金の鍛接加工における組織制御性を検討した⁵⁾。

2. 実験方法

Fig. 1にA2024とAZ80の鍛接加工の概略を示す。加工にはACサーボプレス機を用いた。接合強度の検討について、素材の予熱は653 K(380 °C)また歪速度を 4.7 s^{-1} とし、疲労強度に及ぼす2種類の加工条件(A, B)の影響を検討した(標準加工条件A: 1 mm厚 Ti, 各接合面の研磨あり, 加圧保持時間 1 s, 高生産性加工条件B: 0.3 mm厚 Ti, 接合面研磨なし, 加圧保持時間 0.1 s)。一方、Mg合金の組織制御性の検討については、上記加工条件Aをベースに、予熱温度593 K(320 °C) ~ 693 K(420 °C)の範囲で行った。結晶粒径とビッカース硬さの関係及びその動的再結晶挙動をZener-Holloman(Z)パラメータで整理した。

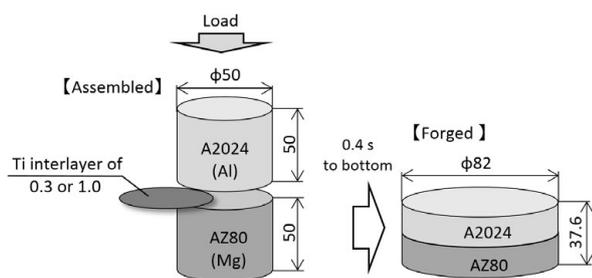


Fig. 1 Configurations of the assembled and after-forged materials (dimensions in mm)

3. 実験結果及び考察

加工条件が継手の疲労強度に及ぼす影響を Fig. 2 に示す。条件A及びBの引張強さはともに約146 MPaであったにもかかわらず、疲労強度には特異的な差が生じた。低サイクル破壊は両条件で同程度の強度であるが、高サイクル破壊になると条件Bの継手強度が相対的に大きく低下する挙動を示した。なお破壊位置は両継手において、引張、疲労ともにTi/Mg接合界面であった。種々の材料解析の結果、この特異的な挙動要因はIMCによると結論づけた⁵⁾。Tiインサート材の薄い条件Bでは、部分的にインサート材が破れることで、接合界面には島状に Al_3Mg_2 が分布する。このIMC相の面積はごくわずかであり、引張強さにはほぼ影響しないが、IMCをき裂として扱おうと、Fig. 3に示すとおり破壊力学的には低 ΔK 側の非線形性により、き裂の進展速度により大きな影響を与えるものと考えられる。すなわち、IMCを生じる継手の場合は、引張強さでは疲労強度を判断できないことを示唆している。少なくともAl/Mg鍛接においては、Ti材の破れを避けなければならないことを明らかにした。

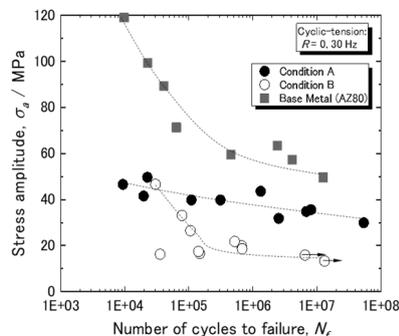


Fig. 2 Stress as a function of number of cycles to failure (S-N curves) of the base metal extruded AZ80 and the Al/Mg bonded materials under standard condition A and rough condition B

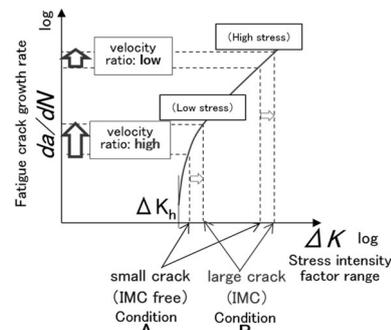


Fig. 3 Schematic diagram of the fatigue crack growth as a function of the stress intensity factor, indicating the influence of intermetallic compounds on the fatigue crack growth rate

次に鍛接法による Mg 合金の組織制御性を検討する。Fig. 4 は本鍛接加工で得られた AZ80 の結晶粒径とビッカース硬さの関係である。ホールペッチ則で良く整理できていることが分かる。鍛接加工条件により結晶粒径を制御することで得られる部材の強度を制御できる。

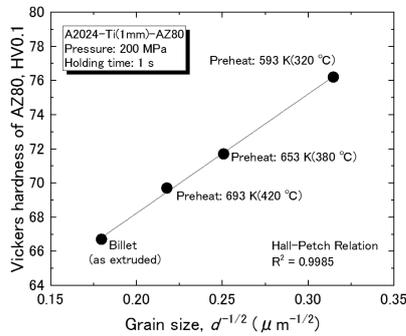


Fig. 4 Relationship between the Vickers hardness of the forged AZ80 and the grain size

本鍛接加工で得られる AZ80 の結晶粒径を Z パラメータにより算出した(Fig. 5)。ここで白抜きマークは塑性発熱を考慮しない場合の値である。また点線枠内の数値は結晶粒径の実測値である(Fig. 4)。計算値は実測値に対してかなり小さい値となった。これは塑性発熱を考慮していないためと考えられた。そこで結晶粒径におおよそ合

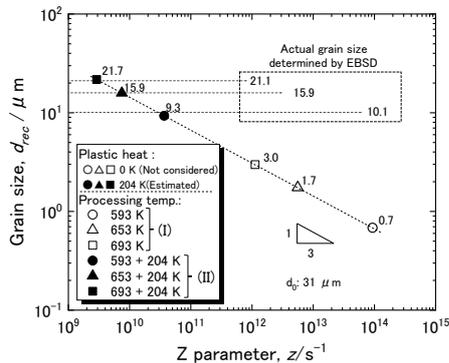


Fig. 5 Relationship between the recrystallized grain size of AZ80 and the Zener-Holloman parameter. The grain sizes of plot (I) were estimated without consideration of the processing heat, while plot (II) assumed a temperature of 204K.

うように塑性発熱を考慮し補正したものが黒塗マークである。塑性発熱を 204 K と見積もったところ実測値はこの理論式上で整理されることが分かった。なお、この 204 K は、予熱温度 693 K の鍛接後外観に一部液相化の兆候が認められたことから、融点を考慮して妥当な温度と考えられた。塑性発熱の温度を実測、あるいは CAE 等により推定できれば、このように鍛接後の Mg 合金の結晶粒径を算出、制御できると考えられる。一方で本法は接合プロセスであるため、継手強度及びその健全性を考慮する必要がある。本材鍛接加工における予熱温度は、引張強さとの関係でこれまでに明らかにしているとおおり、653 K 近傍が最適である⁴⁾。予熱温度 593 K では引張強さが小さく、また予熱温度 653 K 以上では、引張強さは高強度に安定するものの、693 K まで加熱すると、一部外観に液相となったと認められるバリ等の欠陥が生じる。従って、鍛接加工では、必要とする接合強度から予熱温度の範囲が決まり、さらにはワレ等の欠陥が生じないための歪速度の上限もその温度における塑性変形抵抗から決まる。つまり、これらの制約条件より Z パラメータの範囲が決まり、それにより結晶粒径の制御範囲が決まる。本鍛接プロセスにおいて、マグネシウム合金部材の機械的性質をより向上させたい場合、すなわち結晶粒を微細化させたい場合、加工温度を下げるもしくは歪速度を上げる必要があるが、Z パラメータはプロセス温度と歪速度から決まるので、上記制約より実際は大きくは向上できない。鍛造、圧延など強加工により結晶粒を微細化したビレットを用いることが一つの有効な手段と考えられる。

参考文献

- 1)山岸ほか: 特許第 5830727 号
- 2)山岸ほか: 特願 2017-243612
- 3) H. Yamagishi et al.: *Metall. Mater. Trans. A.*, **46** (2015) pp. 3601-11.
- 4) H. Yamagishi et al.: *Metall. Mater. Trans. A.*, **49** (2018) pp. 4659-68.
- 5) H. Yamagishi et al.: *Metall. Mater. Trans. A.*, **51** (2020) pp. 2154-62.

キーワード : Al/Mg 異材接合, 鍛接法, 金属間化合物, 疲労, 動的再結晶

Dissimilar joining for producing advanced material using forge-welding method

Functional Material Processing Section; Hideki YAMAGISHI and Masaru SATO

High-productivity dissimilar bonding between A2024 aluminum alloy and AZ80 magnesium alloy with a pure titanium interlayer was achieved using forge welding with an alternating-current servo press. The processing conditions, especially the effect of intermetallic compound on joint strength and the microstructure control of AZ80 by dynamic recrystallization through the process, were investigated.

アルミニウム押出材料の高強度化技術の開発

機能素材加工課 佐藤 智 デジタルものづくり課 酒井康祐

1. 緒言

近年、輸送機器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、Al 合金や Mg 合金などの軽量材料に置換することが、これまでも進められてきた。さらに、部材の薄肉化することで、効果的に軽量化できるが、それには高強度な材料が必要となる。

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ずに、優れた強度特性が得られる強化法として知られている。この加工法として、バルク材に巨大ひずみを導入し、極めて微細な結晶粒が得られる強ひずみ加工(Severe Plastic Deformation)が知られている。従来から、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。一方で、圧延加工を応用した 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させる加工法で、量産化技術として注目されている。中空形状など比較的自由的な断面形状を得ることができる押出加工では、CEC (Cyclic Extrusion and Compression)などが SPD 法として開発されているが、自由的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、本研究は、微細結晶粒を有する中空押出部材のために、H30 年度に開発した押出強ひずみ加工法を用いた試験加工を行い、その加工条件の最適化と強度特性評価を行い、押出加工技術の高度化を目指すものである。

2. 実験方法

供試材料は、直径約 30mm、長さ約 50mm の A1050-H112 である。400°C の電気炉内で予備加熱した試料を、サーボプレス機：H1F200-2 に設置した金型に導入し、熱間加工を行った。中空押出品の冷水配管を模擬するため、最終押出部のダイス形状を、外形を幅 10mm×高さ 5mm の矩形とし、中空部を幅 7mm×高さ 3mm とし、その表面には凹凸形状を設けた。

得られた試料の中心部近傍において、イオンミリング(Ar)で前処理した後、EBSD による組織観察を行った。

3. 実験結果および考察

図 1 に、試験加工中断後に観察した金型内部の状態を示す。試験加工では、計 20mm の変位を徐々に与えたが、

金型間に異常な空隙が生じ、加工を中断した。金型の空隙は、試料がバリとして過剰に流動することで、上下に金型を押し広げて生じたと考えられる。今後、コンテナとダイスの設計を見直すことで、改善に取り組む。

図 2 に母材と押出材の結晶粒界を EBSD で解析した結果を示す。なお、図 2 の太線は大傾角粒界($\theta_1 > 15^\circ$)、細線は小傾角粒界($5 < \theta_2 < 15^\circ$)をそれぞれ示している。母材では、小傾角粒界からなる亜結晶粒が多く観察される。押出材では、粒内で観察された小傾角粒界が減少するとともに、大傾角粒界で形成された結晶粒が増加した。

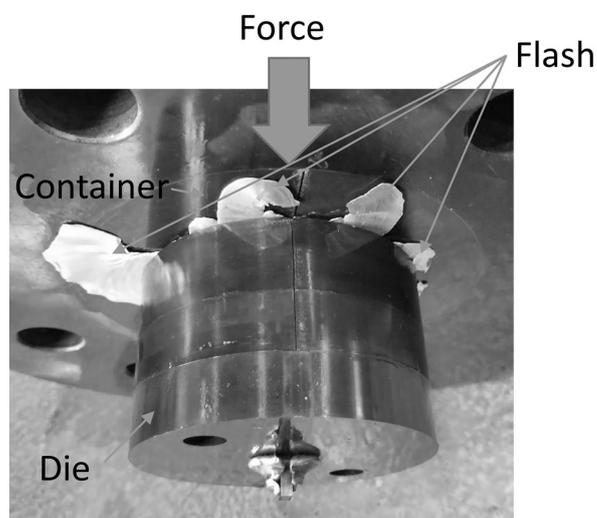


図 1 加工中断後の金型内部の状態

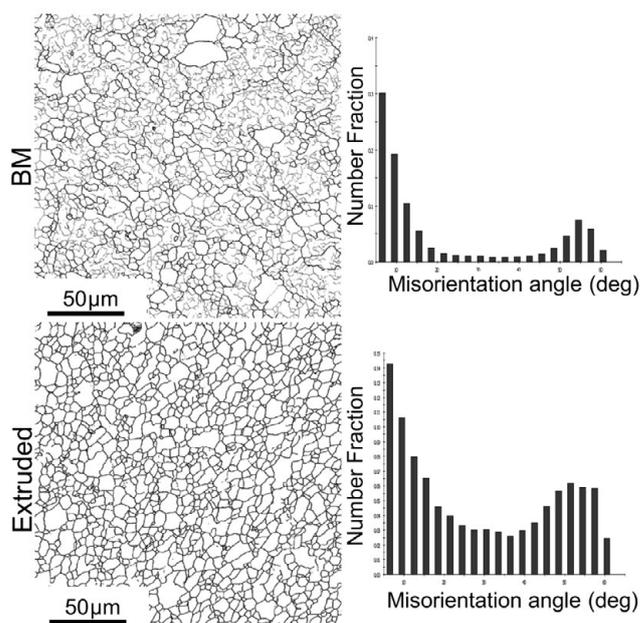


図 2 押出材の結晶粒界マップ

図3に、母材と押出材の結晶粒マップと粒径分布を示す。母材は、数十 μm の粗大粒と微細粒からなる混粒組織であった。押出材は、母材よりも粒径分布のバラつきが少なく、粗大粒が観察されない、平均結晶粒径 $10\mu\text{m}$ の比較的均一な結晶粒からなる組織であった。これは、加工の中断にともない、金型内部で試料が長時間焼鈍されたことで、O材相当まで粒成長した結果と考えられる。このことから、一連の加工プロセスを短時間に完了し、粒成長を抑制させることが出来れば、超微細粒($\sim 1\mu\text{m}$)の形成を期待できる。

図4に、母材と押出材の逆極点図形(IPF)マップと極点図形を示す。母材のIPFマップは、特定方位を示す色が、多くの面積を占めていることが観察され、極点図形によると、(111)に強く集積しているものと考えられる。一方の押出材は、母材と比較して、異なる多くの方位が示されており、異方性が弱くなっていることが分かった。

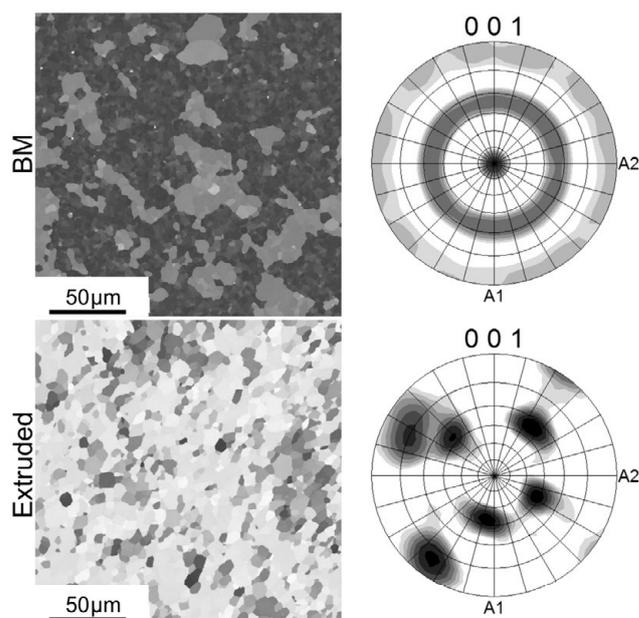


図4 IPFマップと極点図形

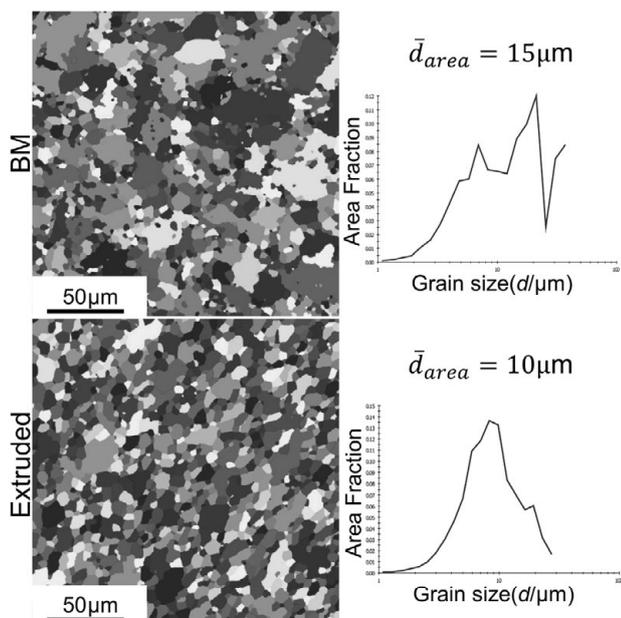


図3 結晶粒マップと粒径分布

4. 結言

微細結晶粒を有する中空押出部材のために、押出強ひずみ加工法を用いた純アルミニウムの試験加工を行い、EBSDによる組織解析を行った。その結果を次に示す。

- ・金型のアライメント不良によって、空隙への過剰な流動と、それにもなう過負荷が生じ、一連の加工を完了できなかった。
- ・結晶粒境界は、母材では小傾角粒界、押出材では大傾角粒界が多く形成されていることが分かった。
- ・押出材では、粒径のバラつきが少ない、平均結晶粒 $10\mu\text{m}$ の比較的均一な組織であったが、目的とする超微細粒($\sim 1\mu\text{m}$)は得られなかった。
- ・押出材では、母材よりも弱い集合組織が形成されることが分かった。

キーワード：強ひずみ加工、押出、アルミニウム、EBSD

Development of High-Strength Technology for Aluminum Extrusion

Functional Material Processing Section; Masaru SATO, Digital Manufacturing Section; Kosuke SAKAI

High-strength technology for aluminum extrusion was developed by use of extrusion severe plastic deformation. Pure-aluminum, A1050, its microstructure was analyzed by electron back scattered diffraction pattern. The extrusion process was incomplete, because of container-die gap. The microstructure of specimen at extruded condition had high-angle grain boundary, uniform grain sizes, weak texture. But the grain size was larger than target level $>1\mu\text{m}$.

ワックス 3D プリンターを用いた微細金属部品の作製に関する研究

デジタルものづくり課 氷見清和、鍋澤浩文

県総合デザインセンター 窪 英明

1. 緒言

3Dプリンターによる部品の製造は、少量生産や試作品の製造であれば金型等を用いて製造する場合よりも少ないコストや時間での製造が可能であり、樹脂や金属を材料とした 3D プリンターが様々な分野で利用されるようになってきている。

これまで、金属 3D プリンターを用いて直接に金属製品を作製してきたが、形状によってサポートが必要なことや材料が限定されるなど多くの制限がある。また、樹脂 3D プリンターを用いて原型を作製し鋳造法にて金属製品の作製を試みた結果、数 cm サイズの金属部品では良好な形状を再現することができた。しかし、極薄い形状を必要とする部品の作製は困難であった²⁾。

近年、電子部品や医療用医療機器に搭載される金属部品は超小型及び高精度な部品が用いられている。例えば、医療用カテーテルの先端部に取り付けるパイプ部品も一層の小型化が求められている。極薄い中空製品の作製を目的とする本研究手法が実現できれば、このような産業ニーズに応えることができる。また、波状の比表面積の大きい熱交換パイプ部品、流体を高効率で輸送かつ耐薬品・耐熱性がある（高速反応・熱処理）スパイラル状の異形断面パイプを用いたマイクロ TAS 製品などにも応用でき、これまでの手法では不可能であった製品の作製が期待できる。

図 1①～③に、微細金属部品の作製手順の模式図を示す。本研究では、ワックスを材料とした 3D プリンターを用いて、①微細な複雑形状をしたワックスのモデルを作製し、②そのモデルに金属めっきを施した後、③ワックスを除去することで精度が高く極薄い金属製品を作製する手法について検討した。

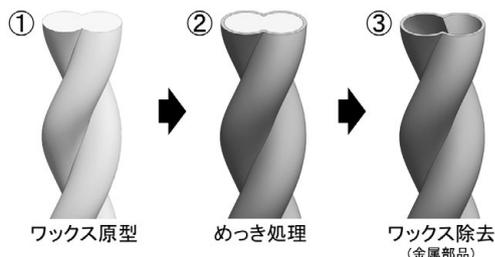


図 1 作製方法の説明図

2. 実験方法

ワックス 3D プリンターは、Project 3500 CPX Max (3D

Systems 社製) を使用した。ワックス材料の物性については、熱分析装置により融解温度および灰化温度を測定した。また、ワックス造形物の荷重下での熱変形については、熱変形温度測定装置により測定した。

ワックス上への下地導電膜の成膜には、複雑な形状でも回り込みの成膜が良いプラズマ CVD 法による手法を検討した。また、導電性の確認は、四端子測定法による電気抵抗測定を行った。

金属製品を形作る金属めっきには、電解ニッケルめっき手法による作製を検討した。また、めっきの膜厚は、蛍光 X 線装置/EDS を用いて算出した。

3. 実験結果

3.1 ワックスの物性

金属製品を完成させるためには、最終工程に基材であるワックスを除去する必要がある。その手法には、熱での融解や灰化による除去、薬品により除去する方法が考えられる。図 2 に、3D プリンターに使用するワックス材の熱分析の結果を示す。融解開始温度は約 40°C であり、最大ピーク温度は約 65°C であることがわかった。また、灰化する温度は約 300~350°C であった。

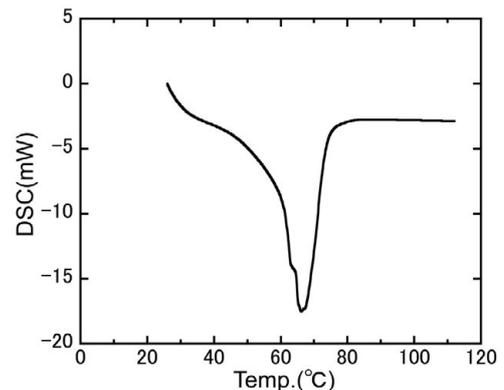


図 2 ワックスの熱分析結果

一般に 100°C 以下での金属めっき手法には、電解めっき法と無電解めっき法がある。どちらも温度が高い方が高い成膜速度を示すが、熱によってワックスの造形物に変形するため、なるべく低い温度でめっきを施す必要がある。ワックス造形物の熱変形温度測定の結果、荷重 100g/面積 1cm² では、約 50°C 程度であれば形状を維持できる結果であったが、先の熱分析の結果から、作業温度は約 40°C 以下がよいと推測する。

3.2 ワックス上への導電膜の成膜

3D プリンターによる複雑な造形物の表面に均一な導電性をもたせるために、導電膜の成膜方法を検討した。低温で薄い金属膜の成膜にはスパッタ法が良く用いられるが、回り込みが悪いうえ、プラズマによる熱影響により造形物が変形することが懸念される。本実験では、CVD 法による手法を検討した。図 3 に、(a)処理前と(b)処理後の外観を示す。四端子測定法による電気抵抗測定を行った結果、極薄い導電性膜が形成されており、繰り返して成膜することで高い導電性を示すことを確認した。

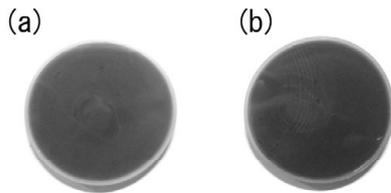


図 3 ワックス上の導電膜の成膜
(a)処理前 (b)処理後

3.3 金属膜の生成

本研究では、電解ニッケルめっき法による金属膜の生成を検討した。めっき液の温度が 25°C と低い温度とし、ノンシアンニッケルめっき溶液を用いて、銅基材にめっき処理をした。図 4 に、処理時間とニッケルめっき厚さを示す。低温での処理のために成膜速度は大変に低いが、1 分間の処理でもニッケルめっきが生成されており、時間が長くなると膜厚が大きくなることも確認できた。今後、更に膜厚を大きくするために成膜速度の向上や二段階のめっき処理等の検討が必要である。

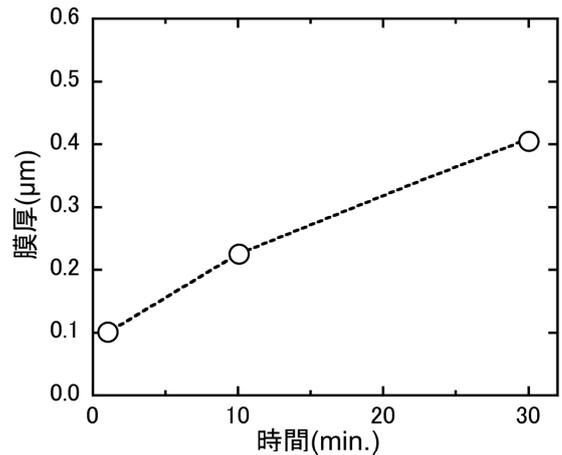


図 4 ニッケルめっき厚さ

4. 結言

本研究では、ワックスを材料とした 3D プリンターを用いて、精度が高く極薄い金属製品を作製する手法について検討した。実験の結果、造形したワックス上に電解ニッケルめっきを成膜するための導電性下地層を成膜することに成功した。また、室温 (25°C) において、ニッケルめっきを成膜できることを確認した。今後、導電性膜を施したワックス造形物にニッケルめっきの成膜を試み、めっき表面の状態について調査する。

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)水見ら: 富山県産業技術研究開発センター研究報告, **34** (2020) pp. 15-16

キーワード : 3D プリンター、ワックス、めっき、金属部品

Research on Manufacturing Fine Metal Parts using Wax 3D Printers

Digital Manufacturing Section; Kiyokazu HIMI and Hirofumi NABESAWA
Toyama Design Center; Hideaki KUBO

In this study, we investigated a method for producing highly accurate and ultra-thin metal products using a wax 3D printer. The melting start temperature of the wax is about 40°C and the maximum peak temperature is about 65°C. The ashing temperature is about 300-350°C. We succeeded in forming a conductive base layer by a CVD method for forming a nickel electrolytic plating on the 3D printed wax parts. We confirmed that nickel plating can be formed at room temperature. Although the film formation rate was very low due to the treatment at a low temperature, it was confirmed that nickel plating was performed even in the treatment for 1 minute, and the film thickness increased as the time became longer. We will try to form a nickel film on a wax model with a conductive film and investigate the condition of the plating surface.

Wi-Fi(無線 LAN)の周波数帯域を用いるレクテナの試作と評価

製品・機能評価課 奈須野雅明、升方康智*1

1. 緒言

近年、ノートパソコン、スマートホンやタブレットなどのモバイル通信機器の普及により、家庭内や屋内外の公共施設や商業施設等においても無料 Wi-Fi が設置され、利用されるエリアがますます広がっている。一般的に Wi-Fi の電波はルーター等のアンテナより送受信されているが、通信に使われない電波エネルギーを効率よく回収利用できれば、低消費電力の IoT 機器等の充電の補助やバッテリーレス化につながると思う。本研究では、Wi-Fi の通信に用いられる周波数帯域の電磁波のエネルギーを回収するレクテナ(整流回路付きアンテナ)の試作と評価を行う。今年度は、ライセンスフリーの高周波回路シミュレータ(Qucs : キュークス)¹⁾を利用し、2.4GHz 帯域の高周波整流回路の設計、試作、評価を行った。

2. 実験方法

2.1 整流回路の設計・試作

高周波回路シミュレート(Qucs)を用いて、高周波整流回路においてよく使われているシングルシャント型を試した。この型はダイオードをシャント接続する半波整流回路であるが、 $\lambda/4$ 線路を用いることで実質的に全波整流分の直流電力が得られる。

MSL(マイクロストリップ線路)の基板には、利昌工業社製の低誘電率 PPE 両面銅張積層板(CS-3376C(表 1 参照))のパラメータを使用した。また、SBD(ショットキーバリアダイオード)には、東芝製の 1SS315 を用い、その SPICE パラメータ(表 2 参照)を用いた。

表 1 基板パラメータ

基板材料	基板厚	比誘電率	誘電正接	銅箔厚
CS-3376C	0.8mm	3.3	0.003	35 μ m

表 2 SBD(1SS315)の主な SPICE パラメータ

SBD	VB (V)	Cjo (pF)	Eg (eV)	Is (μ A)	Rs (Ω)
1SS315	6.0	0.25	0.57	0.35	4.62

図 1 に Qucs によるシングルシャント型高周波整流回路の過渡解析例を示す。グラフは負荷にかかる電力を示し、電力特性が安定した時間を抽出した。グラフの特性より、整流動作を行っていることが確認できる。その他、回路の S_{11} (反射係数、スミスチャート)のシミュレート及びネットワークアナライザ(VNA)の実測により整合用スタブの形状や長さを調整して試作を行った。

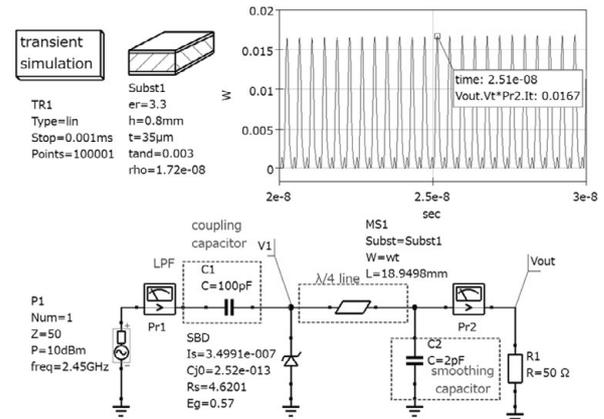


図 1 Qucs 回路レイアウト及びシミュレート結果の例

2.2 整流回路の作製

整流回路の試作には、表 1 の基板を 50mm 角に切断して、ウェットエッチングにて MSL の作製を行った。エッチングの保護シートには、市販のカッティングプロッターにより線路幅や長さを調整した塩化ビニルシートを基板に貼付し、塩化第二鉄水溶液(38%)を 40°C \pm 2°C で約 20min 浸漬してエッチングを行った。基板を洗浄後 sma コネクタ、DC カットコンデンサ、SBD、平滑化用コンデンサをはんだ付けで実装した。裏面の地導体とのショートスタブは、基板に直径約 1mm の貫通穴を設けてはんだで接合した。図 2 に試作した整流回路の例と回路の模式図を示す。

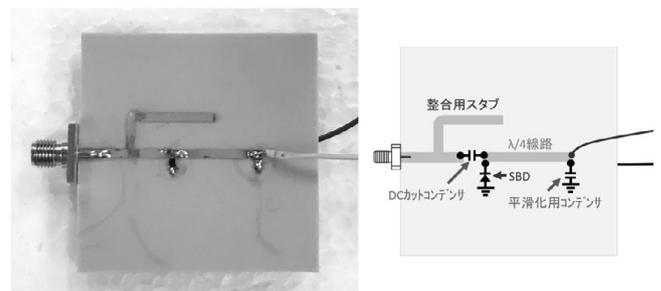


図 2 試作した整流回路(左)とその模式図(右)

2.3 実験結果および考察

作製した整流回路の動作確認に信号発生器の代替として VNA を用いて、周波数帯域幅は 2.44~2.46GHz、出力範囲は -10~10dBm の高周波信号を sma コネクタに供給し、直流電圧の出力を測定した(図 3 参照)。グラフより、高周波信号出力の上昇に伴って、直流電圧が上昇し、VNA 設定値 10dBm 時に 1.2V の直流電圧が計測され、高周波整流回路として動作していることを確認した。

*1 現 機能素材加工課

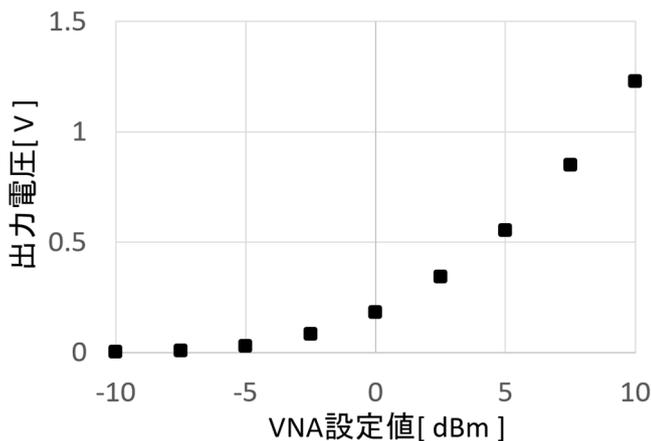


図3 高周波整流回路の直流電圧出力特性

次に、整流回路とアンテナを組み合わせてレクテナとしての動作確認をするため無線電力伝送の実験を行った。測定は放射電波の反射の影響を少なくするため、当センターの小型電波暗室内において高さ800mmの発泡体上で行った。送信アンテナにはWi-Fiのアンテナで用いられている2.4GHz帯のスリーブアンテナを用い、先の整流回路と同条件でVNAの高周波信号を供給した。受電アンテナには、前年度試作した受電面積約40mm角のマイクロストリップアンテナ(MSA)²⁾を用い、今回試作した高周波整流回路のsmaコネクタ同士をセミリジッド・ケーブルで接続した。スリーブアンテナとMSAとの距離は100mmとした。レクテナの測定時の写真を図4に示し、整流回路に出力された直流電圧の測定結果を図5に示す。出力電圧は小さいが、VNA設定値5dBm以上から上昇し、10dBmで42mVの出力電圧が計測され、レクテナとして動作することを確認した。

3. 結言

Wi-Fiの周波数帯域2.4GHz帯で動作するレクテナ用の高周波整流回路の設計、試作、評価を行った。今回はVNAで評価を行ったが、今後測定系を整えてRF-DCの変換効率について検討を進める。また、アンテナと整流回

路の最適化、同一基板での作製、アンテナの受電面積を増やす等の検討を行い、レクテナの回収電力の向上のための取り組みを進める。

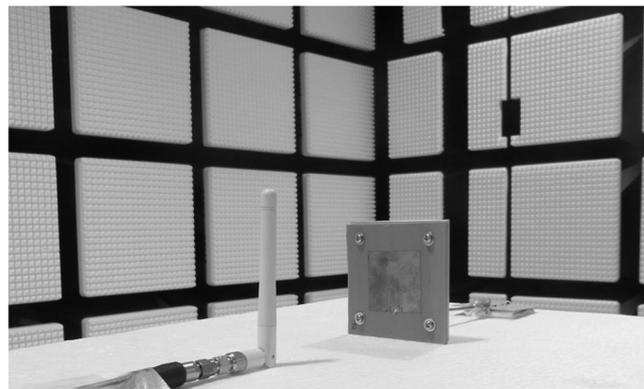


図4 レクテナの測定風景の写真

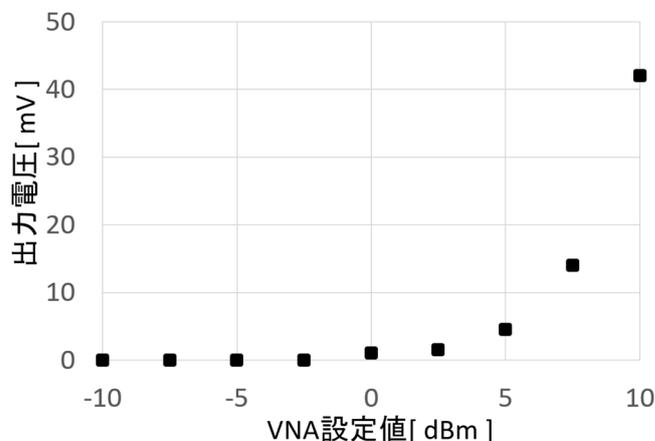


図5 レクテナの直流電圧出力特性

参考文献

- 1) QucsStudio[Online] <http://dd6um.darc.de/QucsStudio/qucsstudio.html>
- 2) 奈須野他, 富山県産業技術研究開発センター研究報告, No.34(2020)pp.37-38

キーワード：Wi-Fi、レクテナ、高周波整流回路、シングルチャント

Development of Rectifying Antenna using Band of Wireless LAN/Wi-Fi

Product and Function Evaluating Section; Masaaki NASUNO and Yasutomo MASUGATA^{*1}

The purpose of this research is to develop a rectifying Antenna for the band used in Wi-Fi (wireless LAN). In this report, a rectifier circuit with a frequency in the 2.4 GHz band was designed using a high frequency circuit simulator, and prototype evaluation was performed. In addition, a wireless power transmission experiment was conducted by connecting the MSL antenna and the rectifier circuit, and the operation as a rectifying Antenna was confirmed.

タングステンを用いたアルミダイキャスト金型補修のための基礎研究

製品・機能評価課 関口啓介*1 機械電子研究所 清水孝晃 デジタルものづくり課 山本貴文

1. 緒言

自動車産業では更なる燃費性能・軽量化等の要求から、構成部材として低比重のアルミ合金を採用することが主流となっている。駆動系や車体部品を始め、多くのアルミ合金製部品は金型を使用したダイキャスト鋳造法により製造される。ダイキャスト鋳造法は生産性や寸法精度に優れており、自動車産業を支える要の生産技術である。近年はアルミダイキャスト品の高強度化や高サイクル生産化の対応に伴い、金型摩耗や溶損発生に対応する技術開発が必要とされている。通常、金型補修メーカーは欠損した金型に対し、主にマルエージング鋼等の溶接棒により肉盛溶接・切削加工する手法を用いる。しかし、補修した箇所の金属成分とアルミ合金溶湯の間で金属間化合物の生成反応が進行するため、補修金属の溶損が発生し、結果として補修部の耐溶損性が低く留まる。従って、ダイキャスト金型の高寿命化には、適切な金属種の選択が必要となる。

本研究では耐アルミ浸食性に優れたタングステン(W)に着目した。高融点金属に分類されるWは、アルミ合金の融点の約660°Cで金属間化合物を生成しない耐アルミ浸食性に優れた金属である。ダイキャスト金型補修向け材料への可能性を検討するため、レーザ積層タイプの金属3Dプリンタにより金型補修を模擬した基礎実験を行った。これまでの実験で、金型側素材に種々の金属材料を基材としてW造形を行った。結果、表面被覆部と基材の境界付近に欠陥(クラックや気孔等)が集中して発生することが確認された。本報告書では表面被覆部/基材の境界近傍で生じる欠陥発生メカニズムについて調査・考察した。

2. 実験方法

造形には、ドイツEOS社製EOSINT-M280(図1)を用いた。造形装置に搭載されているYb-レーザの最大出力は400Wであり、スポット径は約0.1mm、波長は1070nmである。供試材料粉末W(アライドマテリアル社製)は、W酸化物の水素還元により精製された平均粒径17 μ mの多角形状粒子である。

純W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、アルゴン雰囲気中(酸素濃度:0.1%以下)で積層を実施した。基材には(a)SKD61(熱処理無)、(b)SKD61(熱処理有)、(c)SUS304を用いた。この上に直径10mmで高さ約1mm(積層50回相当)の円柱形状を造形し、表面被覆部とした。

W造形体被覆部/基材の状態調査は、積層面に対して鉛直断面を対象とした。断面試料調整として機械研磨を行い最終仕上げは1 μ mバフとした。断面の欠陥観察には走査型電子顕微鏡(SEM,日本電子製)を用い、付属のエネルギー分散型X線分光器(オックスフォード・インストルメント製)により成分分析を行った。W部の金属組織の腐食には、村上試薬(水酸化カリウム:フェリシアンカリウム:水=1:1:20)を用いた。機械的特性の評価指標にはビッカース硬さを用いた。表面被覆部であるW表層を起点に、基材に向かって0.05, 0.1, 0.2, (以降0.1mmピッチ)間隔で硬さ測定した。硬さ試験機にはミットヨ製マイクロビッカース硬さ試験機(HM220)を用い、試験力は0.98Nとした。



図1 EOS社製EOSINT-M280

3. 実験結果および考察

図2にSKD61(熱処理無)を基材としたW被覆部周辺のSEM像を示した。被覆部であるW部では積層方向に沿った方向にクラックが発生しており、これらが結晶粒界で生じていることが確認された。また、基材との界面近傍では10~100 μ m程度の気孔が確認された。図3に各材料を基材とした場合のW被覆部のSEM像を示した。SKD61の熱処理の有無に関しては、界面近傍の状態に差異は無く、SUS304でも同様に気孔が観察された。この結果より基材の合金成分が欠陥発生に対して顕著な影響を及ぼさないことが分かった。

図4にSKD61(熱処理無)を基材とした場合のマイクロビッカース硬さ試験結果をW質量濃度分布と併せて示した。W質量濃度が100%に達した被覆部表層から深さ0~0.6mmにおける硬さは最大460HV0.1、最小240HV0.1の硬さを示した。硬さのばらつきは脆弱な結晶粒界もしくはクラックに起因するものと考えられる。一方で、気孔が集中的に発生した深さ0.8~1.2mmの間では硬さが最大1130HV0.1を示した。この時のタングステン質量濃度は約40wt%前後であった。これは、レーザ照射時にWが溶融する過程で、SKD61中のFe成分と金属間化合物が形成されたためと推察される。

*1 現 商工企画課

これらの調査結果を踏まえて、W 表面被覆部/基材の界面近傍における気孔発生は、W-Fe 金属間化合物が関係している可能性が考えられる。異種材接合では溶融プロセスを伴う場合、両素材の熱膨張係数が重要とされる。W と Fe の熱膨張係数はそれぞれ $4.3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、 $11.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり約 3 倍の差がある。この熱膨張係数差によりレーザー照射加熱時に歪を発生させる要因となると考えられる。発生した歪が脆性的な金属間化合物層に作用することでクラックを生じさせる。続いて、クラックが熱抵抗となり生じた局所的な温度上昇範囲では鉄の沸点である約 2800°C に達して Fe の気化（蒸発）が発生する。以上が W 被覆時の気孔発生メカニズムであると考えられる。

4. 結言

アルミダイカスト金型補修材への適用を目的として、純タングステン(W)を用いた金属 3D プリンティングで金型基材上に被覆を施す模擬実験を実施した。表面被覆部/基材界面には欠陥（クラック、気孔）が集中的に発生しており、W の溶融過程に生じる W-Fe 金属間化合物に歪が作用することがクラック発生要因となり、次いでクラック発生部周辺領域が Fe 沸点以上に達することで蒸発し気孔が生じる可能性があることを確認した。

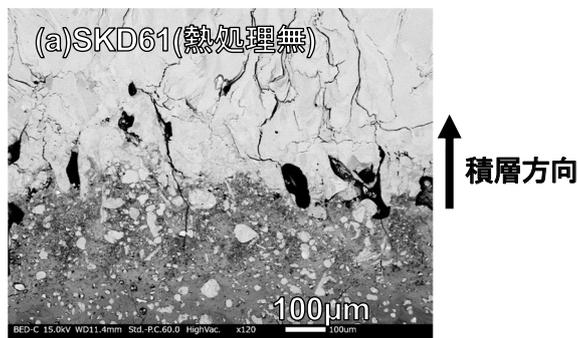


図2 欠陥部拡大（深さ0.8~1.2mm 範囲）

キーワード：金属 3D プリンティング、Additive manufacturing、純タングステン、ダイカスト金型

Basic Research of Repairing Aluminum Die Casting Mold using Tungsten

Product and Function Evaluating Section; Keisuke SEKIGUCHI*¹, Mechanics and Electronics Research Institute Mechanics and Digital Engineering Section; Takaaki SHIMIZU, Digital Manufacturing Section; Takafumi YAMAMOTO

In study, the microstructure and mechanical properties of the model formed by metal 3D printing using pure tungsten were investigated. Apply on various aluminum casting mold base materials (SKD61, SUS304). As metal cross-section observation result, many cracks and cavities were confirmed at boundary of the molded body and the base material. It was considered that tungsten and iron intermetallic compound were occurred during 3D printing process. Cracks occurred by strain acting in the intermetallic compound with vulnerable properties.

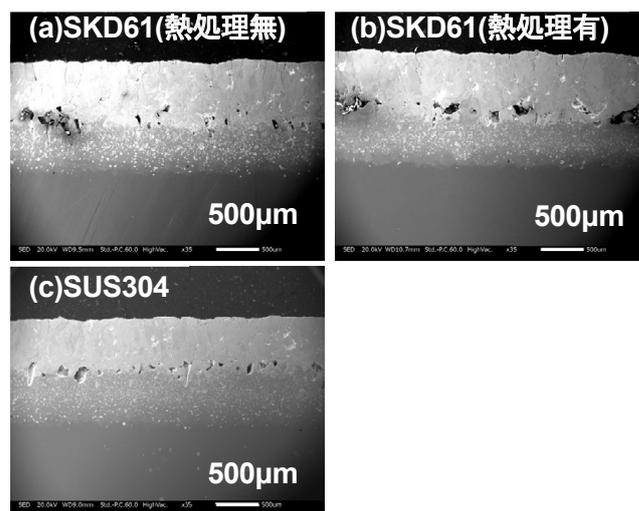


図3 タングステン造形体断面図（鉛直方向）

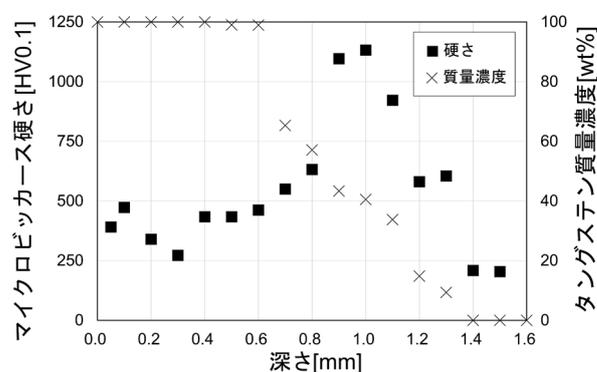


図4 硬度試験結果および質量濃度測定分布 (a)SKD61（熱処理無）

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.33(2019) pp.20-21
- 2)関口 他, 富山県産業技術研究開発センター研究報告, No.34(2020)pp.35-36

CNF 複合材料(CNFRP)の CNF 分散状態に関する研究

ものづくり基盤技術課 高松周一、川野優希、岡野 優、水野 渡*1

1. 緒言

セルロースナノファイバー(CNF)を複合化した高分子複合材料(CNFRP)は、単体に比して力学的強度の向上が期待され、その向上効果は特に CNF 分散状態に大きく影響されると考えられる。当センターでは、ナノフォーカス X 線 CT による CNF(凝集体含む)の分散状態と物性の評価を実施してきている。

一般的に、CNF のようなフィラーの分散状態も含め、高分子材料の内部構造(モルフォロジー)観察は、透過電子顕微鏡(TEM)観察により行うが、像コントラストを得るために、電子染色剤(四酸化ルテニウム RuO_4^{23})、四酸化オスmium (OsO_4^{45} 等)によって電子密度を高め、超薄切片を調製することで TEM 観察を行う。

また、電界放出形走査型電子顕微鏡(FE-SEM)も、近年の高性能化に伴いサブミクロンオーダーでのモルフォロジー評価が可能な有効な手段となっている。

本研究では、ベース樹脂に生分解性樹脂として良く知られているポリ乳酸(PLA)、汎用樹脂であるポリプロピレン(PP)を使用し、X 線 CT より詳細な、CNF 分散状態も含めたモルフォロジー観察の手法確立を目指した。

2. 実験方法

2.1 試料

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-S-1(10%))を用い、ベース樹脂には、ポリ乳酸(ユニチカ株式会社製 TE-2000)、およびポリプロピレン(株式会社プライムポリマー社製 H700 : HomoPP)を用いた。

2.2 混練方法および成形方法

CNFRP の成形は、株式会社ソデック社製 MS100 真空射出成形機を用いて、CNF/PLA では引張試験片の形状(ダンベル形・タイプ 1A 形)に、CNF/PP では曲げ試験片の形状(短冊形・タイプ B)に成形した。

成形条件は、樹脂溶融温度 180 °C、金型温度 40 °C、冷却時間 20 sec とした。

混練方法も含め、その詳細は既報を参照されたい¹⁾。

2.3 面出しおよび電子染色

CNF/PLA については、室温にてガラスナイフで切削後、ダイヤモンドナイフを使用し、切削厚 100nm で数回切削し、その面を FE-SEM 観察面とした。

CNF/PP については、短冊試験片から約 400 μm 角の針

状に試料を切り出し、ダイヤモンドナイフを使用し、-165°C で面出し後、 RuO_4 水溶液の気相中において、65°C、6 時間染色を行った。

2.4 超薄切片作製

LEICA 社製 ULTRACUT UCT を使用し、室温にて約 50nm の超薄切片に切り出した。この切片を、TEM 観察用銅グリッド上へ直接捕集し、TEM 観察試料とした。

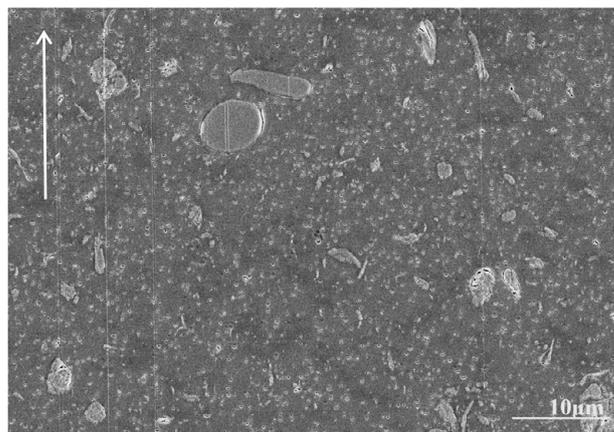
2.5 電子顕微鏡観察

FE-SEM 観察は、株式会社日立ハイテクサイエンス社製 SU5000 を使用し、オスmiumコート後、加速電圧 5kV で行った。

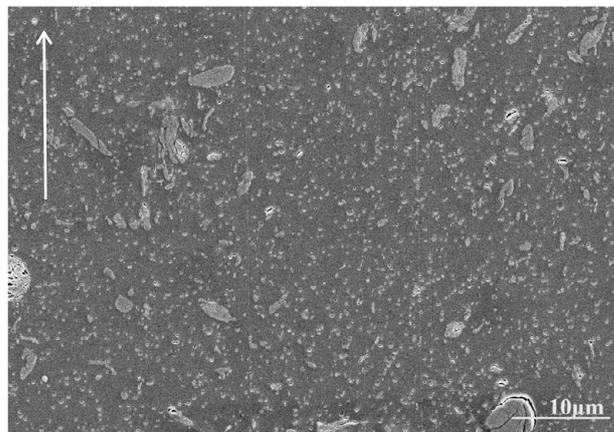
TEM 観察は、日本電子株式会社製 JEM-2100 を使用し、加速電圧 100kV で行った。

3. 実験結果および考察

Fig. 1 に、CNF(10wt%)/PLA の FE-SEM 写真を示す。写真中の左上部の矢印は、試験片の厚さ方向を示すと



(a) 平行方向



(b) 垂直方向

Fig. 1 CNF(10wt%)/PLA 切削面の FE-SEM 写真

*1 現 企画管理部

もに、ダイヤモンドナイフでの切削方向を示している。

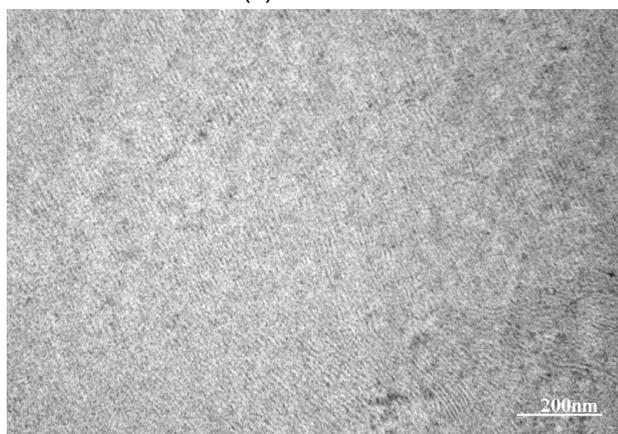
また、平行方向は、樹脂充填方向および試験片厚さ方向に対して平行な、垂直方向は、樹脂充填方向に対し垂直で試験片厚さ方向に対しては平行な観察面を示す。

ベース樹脂の PLA はガラス転移温度が比較的高い(約 60°C)ため、電子染色せずに常温での切削で CNF 凝集物や繊維径が 100nm 程度までの CNF が確認できた。

また、どちらの方向での観察でも CNF 繊維方向に平行な断面が観察されていない。これは、観察面の切り出し位置が試験片の中央内部であることから、樹脂流動が抑制された状態で固化したベース樹脂中の CNF の分散状



(a) 平行方向



(b) 垂直方向

Fig. 2 CNF(5wt%)/PP の TEM 写真

態とも捉えられる。

Fig. 2 に、CNF(5wt%)/PP の TEM 写真を示す。平行方向、垂直方向は、Fig. 1 のそれと同様の観察面を示す。

ポリエチレン(PE)や PP に代表される樹脂の結晶(ラメラ)において、RuO₄は非晶部で反応し沈着が起こるため、非晶部が黒く結晶部が白く筋状に観察される。

並行方向、垂直方向ともに、厚さ約 10nm 前後のラメラが観察されている一方、CNF 凝集物/CNF 繊維単体と思しきものは観察されていない。

電子染色に使用した RuO₄は酸化力が強く、PP と共に CNF の染色にも期待したが、染色の程度が弱かったか、或いは、CNF 繊維が存在しない部分のモロフォロジーのいずれかであると考えている。

4. 結言

ベース樹脂に PLA のようなガラス転移温度の高い樹脂を、常温での切削/FE-SEM 観察で CNF の分散状態が十分に評価可能である。

一方、電子染色が必要な PP のような樹脂については、OsO₄やヨウ素イオンのように選択的に CNF を染色可能と考えられる、二重染色の必要性が課題となった。

参考文献

- 1)例えば、川野、富山県工業技術センター研究報告、**2020**, 34, p5.
- 2)J.S.Trent, J.I.Scheinbeim, and P.R.Couchman, *Macro-molecules*, **16**, 589(1983)
- 3)J.S.Trent, *Macromolecules*, **17**, 2930(1984)
- 4)E.H.Andrews and J.M.Stubbs, *J.R.Microsc.Soc.*, **82**, 221(1964)
- 5)K.Kato, *Polym. Eng. Sci.*, **7**, 38(1967)

キーワード：モルフォロジー、CNF、TEM、FE-SEM

Dispersed state of Cellulose Nanofibre in Cellulose Nanofibre-Reinforced Plastics

Core Manufacturing Technology Section; Shuichi TAKAMATSU, Yuki KAWANO, Masaru OKANO, Wataru MIZUNO

In order to investigate the dispersed state of Cellulose Nanofibre(CNF) in CNF-Reinforced Plastics(CNFRP), FE-SEM and TEM observation were made. As a result, uniform dispersion of CNF in CNF/PLA(Polylactic acid) was confirmed by FE-SEM observations. On the other hand, it was confirmed that the existence of PP lamellae in CNF/PP by TEM observation, however, the dispersion of CNF could not be confirmed in CNF/PP.

金属製品の触感の向上に関する研究

デジタルものづくり課 能登有里彩、鍋澤浩文、氷見清和、山本貴文 生活工学研究所 中橋美幸

1. 緒言

工業製品において、滑らかさや弾力、温かみに代表される触感は、視覚に訴える形状や色調とともに製品の付加価値を左右する重要な五感要素である。現在、製品の触感に関する研究は、主に樹脂製品について行われており、例えば、手帳カバーのような樹脂へのシボ加工が有名である。また、当研究所でも NC 加工機等を用いて金型表面に精密なテクスチャを形成し、テクスチャを転写した樹脂表面について、表面形状と触感の関係を調査している。しかし、金属材料の触感の向上における研究は、樹脂のように多くは行われていない。昨年度は汎用的な金属加工法である切削加工とショットピーニングを用いて代表的な表面形状を形成し、物性評価を行った。

本研究では触り心地のよい金属製品を目的に、金属積層造形装置を用いて、アルミ合金上へのテクスチャ形成について検討を行った。また、風合い試験等を行い、触感に影響を与える表面形状について考察した。

2. 実験方法

2.1 サンプル

本研究では、金属積層造形装置を使用して試験片を作製した。使用した金属材料は、金属積層造形装置で造形可能な熱伝導を抑制した Si10 wt.% -Al 合金を用いた。テクスチャとして、高さ 0.25 mm、一辺もしくは対角が 0.5 mm と 1.5 mm のピラミッド形状とハニカム形状を設計した。これら 4 サンプルとテクスチャを設けずレーザー出力条件のみ変化させた 2 サンプル、計 6 サンプルを作製した。試験片の形状を Fig. 1 に示す。

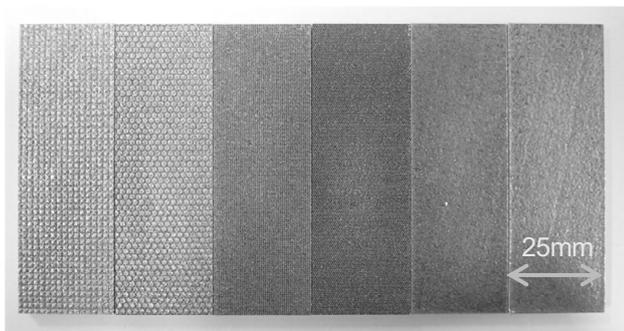


Fig. 1 Configuration of the specimen

【From the left is pyramid 1.5 mm, honeycomb 1.5 mm, pyramid 0.5 mm, honeycomb 0.5 mm, non-texture(weak), non-texture(strong)】

2.2 試験方法

2.2.1 官能評価方法

Table 1 に本研究で用いる評価項目を示しており、各項目を 7 段階で評価した。調査対象は 20 代～50 代の男女計 7 名である。サンプルへの接触については、接触時間、接触回数、視覚の制限を設けず自由とした。ただし、接触方法のみ制限を設け、片手の指 1 本とした。被験者の前にサンプルをすべて並べ、自由に触り評価してもらった。この結果を基に因子分析を行い、各評価項目の関係性を検討した。

Table 1 Adjective pairs used in sensory evaluation

1	滑らか	⇔	粗い	7
1	柔らかい	⇔	硬い	7
1	冷たい	⇔	温かい	7
1	凹凸が小さい	⇔	凹凸が大きい	7
1	滑りやすい	⇔	滑りにくい	7
1	乾燥した	⇔	湿潤した	7
1	触り心地が悪い	⇔	触り心地が良い	7

2.2.2 摩擦係数の測定

因子分析で表面の粗さに関する項目が触感に強い相関のあることがわかったので、表面の滑らかさやざらつき感の指標である摩擦係数の測定を行った。摩擦感テスター（カトーテック株式会社、KES-SE）と触感計（新東科学株式会社、トライボギアシリーズ TYPE:33）を用いた。摩擦感テスターは、ピアノ線センサにシリコン樹脂シートを被せたものを用い、試料台がセンサに対し水平方向に動くことで摩擦係数を測定した。触感計は、試料台上のサンプルを指でなぞり、試料台に内蔵されたストレインゲージにより X、Y、Z 方向の摩擦力を測定した。

3. 実験結果および考察

3.1 官能評価結果

官能評価で得られた結果を基に因子分析を行った。Fig. 2 に評価項目、Fig. 3 に各サンプルの因子負荷量の結果を示す。Fig. 2 の因子分析の結果、2 つの共通因子が確認された。第 1 の共通因子は、触り心地が良い、滑りにくい、粗い、凹凸が大きいに代表される表面粗さに関するものであり、第 2 の共通因子は硬い、温かいに代表される親しみやすさに関するものとなった。Fig. 2、Fig. 3 より、触り心地が良いと感じるサンプルは、テクスチャを設

けなかったサンプルとなった。また、ハニカム形状の方がピラミッド形状よりも触り心地が良いという結果になった。ピラミッド形状とハニカム形状の違いは、指と面で接触するか点で接触するかである。接触面積が小さいほど凹凸を大きく感じるということがわかった。



Fig. 2 Factor loadings of 7 adjective pairs

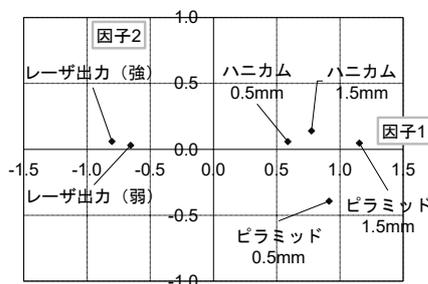


Fig. 3 Factor loadings of 6 textures

3.2 摩擦係数の実験結果

Fig. 4 に摩擦感テスターおよび触感計における摩擦係数の測定結果を示す。触感計を用いた測定では、触り心地のよい試料ほど摩擦係数が小さくなる傾向が見られ、官能評価結果と相関がみられた。一方、摩擦感テスターにおいては、テクスチャの設けていない試料の摩擦係数が最

も大きくなり、ピラミッド形状やハニカム形状を比較しても、ハニカムの方が大きい摩擦係数を示した。このことから、指を模したセンサや指とテクスチャとの接触方法が触感に大きな影響を与えることが示唆された。

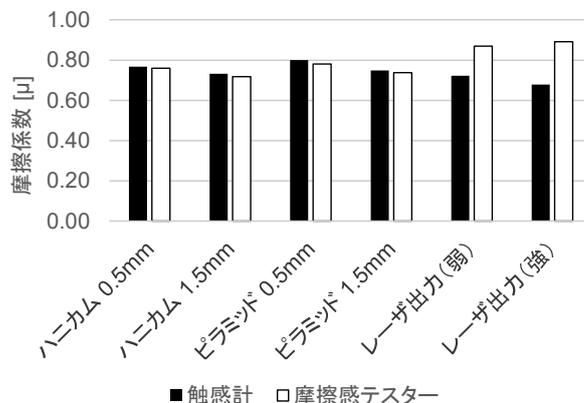


Fig. 4 Experimental results of friction coefficient

4. 結言

本研究では金属積層造形装置を用いてアルミ合金上へテクスチャ形成させ、官能評価や摩擦係数の測定を行い、触感に影響を与える表面形状について検討を行った。官能評価の結果から、凹凸の小さい形状が好まれることがわかった。また、触感計を用いた摩擦係数の測定において、官能評価との相関を確認した。一方、摩擦係数による評価には表面形状に合わせた評価機器を選定する必要があることが示唆された。

参考文献

- 1)岡本正吾 他, 第16回日本バーチャルリアリティ学会大会論文集 (2011) pp. 362-365
- 2)相澤淳平 他, 長野県工技センター研報, No.9 (2014) p.M17-21

キーワード：金属製品、触感向上、風合い試験、積層造形、テクスチャ

A Study on the Improvement in Texture of Metal Products

Digital Manufacturing Section; Arisa NOTO Hirofumi NABESAWA Kiyokazu HIMI Takafumi YAMAMOTO
Human Engineering Section; Miyuki NAKAHASHI

In this study, 6 textures were formed on an aluminum alloy (Si10 wt.% -Al alloy with suppressed heat conduction) by Additive Manufacturing for the purpose of examining metal surface which is comfortable to touch. We also investigated the relationship between the sensory evaluation and the coefficient of friction of the textured sample. According to the sensory evaluation, it was found that the unevenness of the surface and the friendliness were common factors. Coefficient of friction was measured by a friction tester and a tactile meter, it is suggested that the contact area between the sensor or finger and the texture has a great effect on the tactile sensation. For tactile evaluation, it is necessary to select an evaluation device that matches the texture.

高混練二軸押出機を用いた乾燥 CNF/PP 複合材料の性能評価に関する研究

ものづくり基盤技術課 川野優希、高松周一、岡野 優、水野 渡*1

1. 緒言

セルロースナノファイバー(CNF)は、高強度・高弾性率・低線膨張係数といった特徴から、樹脂へのフィラー材料として期待できるが、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が困難である。また、セルロース分子同士は結合しやすく凝集物が発生し、凝集物は優れたフィラーとしての効果が活かせず、強度低下の原因となる。

これまでに、CNF の凝集固を防ぎながら乾燥させる前処理方法の検討を行った結果、セルロース混合可塑化成形装置を乾燥処理に用いることで高せん断を掛けながら短時間で処理した CNF の乾燥材(乾燥 CNF)が得られることを見出した。

本研究では、セルロース混合可塑化成形装置を用いて処理した乾燥 CNF と熱可塑性樹脂であるポリプロピレンの複合材料を作製し、高せん断非外部加熱による乾燥処理方法が複合材料の強度特性に及ぼす影響について検討した。強度試験は引張、曲げおよび疲労試験について実施した。

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-S-1 (10%))を用いた。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: PP)を用いた。また、CNF と PP の界面強度の向上を目的とし無水マレイン酸変性ポリプロピレン(理研ピタミン株式会社製、リケエイド MG-441P: MAPP)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 混練方法および成形方法

乾燥 CNF と PP の混練には高混練二軸押出機(東芝機械株式会社製、TEM-48)を用いた。乾燥 CNF の含有量は CNF

の固形分で複合材料総量に対して 5 mass% とした。乾燥 CNF と PP はドライブレンドし、混練条件はバレル温度 180°C、材料供給量 12 kg/h、スクリー回転数 200 rpm とし、水冷した後ペレタイザーでペレット化した。また、界面活性剤の添加量は複合材料総量に対して 3 mass% とした。複合材料の成形には真空射出成形機(株式会社ソデック製、MS100)を用いて、引張試験片の形状(ダンベル形、タイプ 1A 形)および曲げ試験片の形状(短冊形、タイプ B)に成形した。成形条件は、樹脂溶融温度 180°C、金型温度 40°C、冷却時間 20 sec とした。また、比較材料とし PP のみを射出成形した試験片を用意した。

2.4 複合材料強度評価方法

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 50 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。

2.5 複合材料疲労特性評価方法

疲労試験には大型油圧サーボ疲労試験機(株式会社島津製作所製、EHF-UV200k2)を用いた。疲労試験は正弦波荷重下で荷重制御、周波数 10 Hz、最小荷重 0.05 N で行い、繰返し数 10^7 回で試験を打ち切った。

3. 実験結果および考察

Table 1 に、引張試験および曲げ試験の結果を示す。試験の結果より、PP/CNF の引張特性、曲げ特性は強度および弾性率の値いずれも PP と同等もしくは若干低い値を示した。引張試験後の PP/CNF の破断面近傍を X 線 CT 装置で観察したところ Fig. 1 に示す通り破壊起点部において CNF の凝集物が確認された。また、CNF 凝集物周辺では PP との界面剥離やき裂の発生が確認された。そのため、強度特性の値に向上が見られなかったのは、CNF の凝集物が影響していると考えられる。

Fig. 2 に疲労試験より得られた S-N 線図を示す。縦軸は振幅応力 σ_a 、横軸は破断繰返し数 N_f である。●プロットは PP を、△プロットは PP/CNF をそれぞれ示してい

*1 現 企画管理部

Table 1 Strength test results

Sample	Tensile test		Flexural test	
	Strength [MPa]	Modulus [MPa]	Strength [MPa]	Modulus [MPa]
PP	32.6	2140	48.3	1710
PP/CNF	32.1	1960	47.9	1620

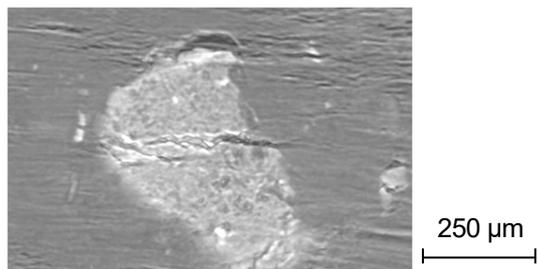


Fig. 1 X-ray CT images of composite material after the tensile test

る。実線と破線は、それぞれのデータを近似したものである。図よりいずれのデータにおいても、振幅応力 σ_a と破断繰り返し数 N_f の関係は若干のばらつきがあるものの、直線近似することができ右下がりの傾向を示す。なお、疲労強度のばらつきは PP よりも PP/CNF の方が大きいように見受けられる。また、PP と PP/CNF の疲労強度を比較すると、低サイクル域から高サイクル域に至るまでの全寿命域で、PP/CNF が PP より低強度側に位置していることが分かる。引張特性および曲げ特性において PP/CNF は CNF の凝集物の影響で特性向上が見られなかったことから、疲労特性についても全寿命域において CNF の凝集物が強度低下に影響を及ぼしていると考えられる。また、PP/CNF の疲労強度のデータのばらつきについても CNF の凝集物が影響を及ぼしているためであると考えられる。今後は、CNF の乾燥時に分散剤を用いることで

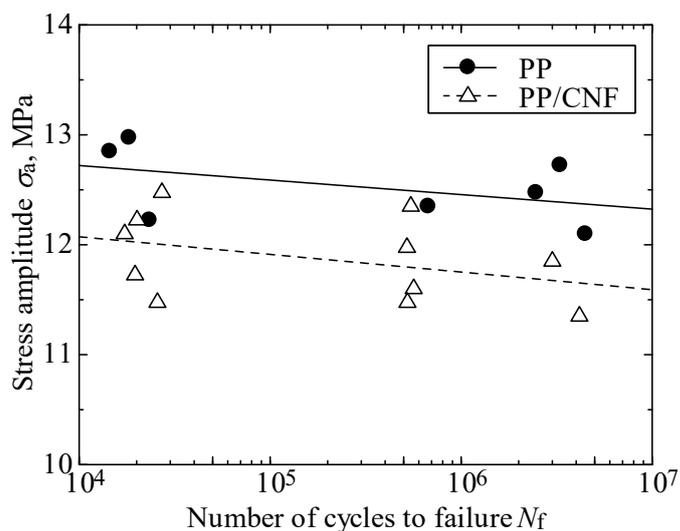


Fig. 2 S-N curves of PP and PP/CNF

凝集物の発生を抑えた乾燥 CNF を用いて複合材料を作製し各種物性について評価していく予定である。

4. 結言

セルロース混合可塑化成形装置を用いて乾燥処理した乾燥 CNF と PP の複合材料を作製し引張、曲げ、疲労特性について評価を行った。PP と各種物性を比較したところ、引張特性および曲げ特性については PP と同等もしくは若干低い値を示すことを明らかにした。引張試験後の試験片の内部の状態について X 線 CT を用いて確認したところ CNF の凝集物が確認され PP との界面剥離やき裂の発生が確認された。疲労特性については全寿命域において PP よりも低強度側に位置することを明らかにした。

キーワード：セルロースナノファイバー、高混練二軸押出機、分散剤、強度評価、疲労特性

Study on Performance Evaluation of Dry Cellulose Nanofiber / Polypropylene Composite Materials by the High Kneading Twin Screw Extruder

Core Manufacturing Technology Section; Yuki KAWANO, Shuichi TAKAMATSU, Masaru OKANO and Wataru MIZUNO*¹,

In this study, effect of cellulose nanofiber (CNF) dried by high shear and non-external heating on strength properties of composite material were investigated. Drying treatment of CNF was used by the cellulose mixing- plasticization molding machine. Kneading of dry CNF and PP were used by the high kneading twin screw extruder. It was found that the tensile strength, flexural strength and fatigue strength of dry CNF/PP composite material were lower than those of PP. Both fatigue fractures of dry CNF/PP composite material and PP presented the different aspect at a low cycle area and a high cycle area.

県内稲作由来天然資源を用いた機能性材料の開発

ものづくり基盤技術課 出村奈々海、山崎茂一、高松周一、川野優希、岡野 優、水野 渡*¹

1. 緒言

地球温暖化や化石資源の枯渇といった環境問題の解決のため、石油や石炭などの化石資源の代替資源として、非可食性のバイオマス原料の利用が注目され、その有効利用を目的とした研究が進められている。富山県は年間約20万トンの米を生産し、そのうち20%の約4万トンがもみ殻、10%の約2万トンが米ぬかとして排出されている。これらの産業利用は少なく、廃棄されている割合も大きいことから、バイオマス資源としてのさらなる利用率の向上が求められている。そこで、稲作由来天然資源の有効利用のため、リグニンを分解し、芳香族化合物の合成およびプラスチック原料化の検討およびアミノ酸からのプラスチック原料化を目指した。

今回、もみ殻リグニンのアルカリ分解試薬としてテトラブチルアンモニウムヒドロキシド、水酸化ナトリウムを用いた反応を検討した。また、米ぬかを原料とした γ -アミノ酪酸の合成についても検討したので報告する。

2. 実験

2.1 もみ殻リグニンの分解反応

もみ殻にアルカリ試薬を加えて密閉し、120°Cで43時間攪拌することでリグニンを溶融、分解した。後処理後、無水酢酸/ピリジン (1/1, v/v) を加えアセチル化した。

2.2 米ぬか由来 γ -アミノ酪酸の合成

脱脂米ぬかは文献記載の方法で作製した^[2]。

米ぬかおよび脱脂米ぬかにクエン酸水溶液 (pH 5-6) を加えて密閉し、40°Cで24時間攪拌し、グルタミン酸の脱炭酸反応を行った。後処理し、真空凍結乾燥後、メトキシアミン塩酸塩を加えオキシム化 (30°C, 90 min)、MSTFAを加えトリメチルシリル化 (37°C, 30 min)をした。

2.3 分析

生成物の同定およびバニリン、 γ -アミノ酪酸の収率はガスクロマトグラフ質量分析を用いて算出した。

3. 実験結果および考察

3.1 もみ殻リグニンのアルカリ分解の検討

針葉樹リグニン等に対し、イネ科リグニンの分解反応の報告例は限られている。イネ科リグニンの基本骨格は3種に分けられ、針葉樹リグニンより複雑である (Figure 1)。今回、針葉樹リグニンの分解条件をイネ科リグニンに適

用できないか検討を行い、針葉樹リグニンの分解における主生成物であるバニリンの定量を行った (Table 1)。

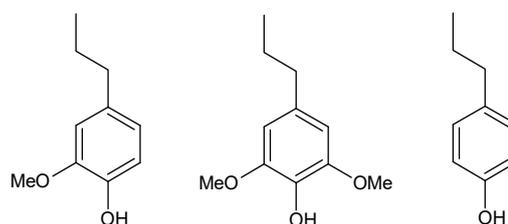


Figure 1 Skeleton of herbaceous lignin

もみ殻はコシヒカリ、富富富の2種類を用い、アルカリ試薬はスギ木粉の分解試薬として報告されている^[1]テトラブチルアンモニウムヒドロキシド (Bu₄NOH)および水酸化ナトリウムを用いて反応を検討した。

コシヒカリのもみ殻を用い、アルカリ試薬としてBu₄NOHを用いた場合、バニリンの収率は4.23%であった。同じ濃度の水酸化ナトリウムを用いた反応では、収率はわずかに低下した。Bu₄NOHに固体の水酸化ナトリウムを加えると、収率はわずかに向上したが、スギ木粉の分解反応に比べると低い収率となった。また、もみ殻を富富富に変えると、バニリンの収率は低下した。

Table 1 Decomposition of rice husk lignin (1.25M base)

Entry	もみ殻	Base	Yield ^a	
			[mg]	[wt%] ^c
1	コシヒカリ	Bu ₄ NOH aq.	0.12	4.23
2	コシヒカリ	NaOH aq.	0.10	3.36
3	コシヒカリ	Bu ₄ NOH aq. + NaOH (s) ^b	0.13	4.54
4	富富富	Bu ₄ NOH aq.	0.09	2.99
参考	スギ木粉	AN 酸化	-	26.50
		Bu ₄ NOH aq.	-	15.40

^a Determined by GC-MS external standard method ^b 3.75M

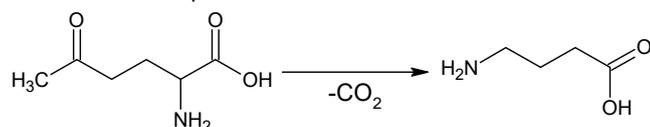
^c Corrected the amount of lignin in rice husks as 20%

分解反応後の反応系には、バニリン以外の芳香族化合物として、バニリン酸、エチルベンゼン、ベンズアルデヒドが生成していた。それ以外の生成物は同定に至らなかった。

*¹ 現 企画管理部

3.2 米ぬかグルタミン酸からの γ -アミノ酪酸の抽出

γ -アミノ酪酸は生分解性プラスチックである4-ナイロンの原料であり、グルタミン酸を脱炭酸することで得られる (Scheme 1)。米ぬかに含まれるグルタミン酸脱炭酸酵素を利用し、 γ -アミノ酪酸の合成と抽出を検討した。



グルタミン酸(米糠由来)

γ -アミノ酪酸

Scheme 1 Decarboxylation of glutamic acid

米ぬかはコシヒカリ、富富富を用いて反応を検討した (Table 2)。コシヒカリの米ぬかを用いた時、米ぬか100gあたり1932.1 mgの γ -アミノ酪酸の生成を確認した。一般的に、米ぬか中には基質であるグルタミン酸が約2%程度しか含まれていないことから、ほぼ全てのグルタミン酸を変換できたと考えられる。米ぬかに富富富を用いた時は、収量は大きく低下した。反応溶液のpH変換の影響があったかを緩衝液を用いた実験により確認する必要があると考えている。

また、脱脂米ぬかを用いた γ -アミノ酪酸の生成についても検討を行った。米ぬかの脱脂はヘキサンを用いて行い、どちらも約70%収率で脱脂米ぬかが得られた。脱脂前に対し、脱脂後の米ぬかを用いても γ -アミノ酪酸の生成量が減少しなかったことから、ヘキサン抽出は米ぬかのグルタミン酸および γ -アミノ酪酸の含有量に影響を及ぼさないことが分かった。

米ぬかに含まれるグルタミン酸量は化学品として利用するには少ないことから、米ぬかにグルタミン酸をさら

に加えた触媒反応を検討する予定である。

Table 2 Conversion of rice bran to γ -aminobutyric acid

Entry	米ぬか	GABA 含量 ^a
		mg/100 g
1	コシヒカリ	1932.1
2	富富富	29.5
3	コシヒカリ (脱脂)	2694.4
4	富富富 (脱脂)	57.2

^a Determined by GC-MS external standard method.

4. 結言

非可食性の天然資源からプラスチック原料を生成することを目的に、リグニンのアルカリ分解および γ -アミノ酪酸の合成を検討した。もみ殻リグニンの分解試薬として、Bu₄NOHとNaOHの混合物を用いて、アルカリ濃度を高くするとバニリンの収率がわずかに向上することが分かった。生成物の同定、定量を引き続き行う必要がある。

また、弱酸性水溶液中で米ぬかを加温すると γ -アミノ酪酸が生成した。コシヒカリの脱脂米ぬかを用いた時最も収率が高くなった。

参考文献

- 1) M. Maeda, T. Hosoya, K. Yoshioka, H. Miyafuji, H. Ohno, T. Yamada, *J. Wood Sci.*, 2018, **64**, 810-815.
- 2) 小野田 明彦ら: 日本食品化学工学会誌, 2001, **48**, 196-20.

キーワード: 再生可能有機資源、リグニン、グルタミン酸、アルカリ分解、脱炭酸

Synthesis of functional materials from non-edible biomass derived from rice cultivation

Core Manufacturing Technology Section; Nanami DEMURA, Shigekazu YAMAZAKI, Shuichi TAKAMATSU, Yuki KAWANO, Masaru OKANO and Wataru MIZUNO*¹

Chemical conversion of non-edible biomass into industrially valuable compounds is one of the hottest topics in the research field of biorefinery. Rice husks and rice bran are non-edible biomass derived from rice cultivation. Decomposition of lignin to synthesize key chemicals has attracted a lot of attention. In addition, attention is being paid to the use of γ -aminobutyric acid, which can be synthesized using glutamic acid decarboxylase contained in rice bran, as a plastic raw material. In this study, as part of research aimed at effective utilization of natural resources derived from rice cultivation, reactions using tetrabutylammonium hydroxide and sodium hydroxide as alkali decomposition reagents for rice husk lignin were investigated and we examined the synthesis of γ -aminobutyric acid using rice bran as a raw material.

摩擦攪拌インクリメンタルフォーミングの加工性の向上に関する研究

デジタルものづくり課 酒井康祐、氷見清和 機能素材加工課 佐藤 智

1. 緒言

薄板金属の成形においてツールを逐次押し付けながら目標の形状を得るインクリメンタルフォーミング(IF)はダイレス塑性加工技術として注目されている。最近では摩擦攪拌現象を利用した摩擦攪拌インクリメンタルフォーミング(FSIF)が開発され、室温で成形性が乏しい Al 合金や Mg 合金に対して IF より優れた成形限界が報告されている。FSIF は大きな摩擦熱を得るために、ツールの回転数や送り速度を変化させて条件の最適化を図っているが、これらの条件は加工装置の特性に依存しているため成形範囲のさらなる拡大が困難である。また、FSIF による成形性向上については、詳細なメカニズムが明らかになっていない。これらの背景から本研究では、ツール形状を変更して摩擦を増大させ、加工性を向上させること、および加工時のメカニズムを解明することを目的とした。

2. 実験方法

2.1 使用材料

供試材は A5052 および AZ31 を用いた。寸法はともに 100×100×1 mm であり、伸びはそれぞれ 7%、23% である。

2.2 試験および測定方法

A5052 および AZ31 の板の周囲を治具で固定し、摩擦攪拌接合機に先端が直径 6 mm の半球状のツールを取り付けて四角錐台形に張り出し加工を行った。四角錐台形の形状は底面を 40×40 mm、高さを 10 mm として、成形可能な傾斜角(張り出し方向と側面がなす角)を求めることで成形限界を調査した。このとき加工条件はツール回転数と送り速度を変化させながら行った。また、板の裏面から熱画像測定カメラにより加工中の板の温度を測定し、加工条件および成形の成否と最高温度の関係について調査した。メカニズムの解明に関しては、粒径 30 μm のタングステン粉末をトレーサとして板上に添加して加工を行い、成形品の板側面の断面を観察することで加工中に材料が攪拌されているかを確認した。

3. 実験結果および考察

Fig. 1 に加工を行った板を示す。ツールを押し付けた箇所のみが伸び、それ以外の部分の変形はほとんど確認されなかった。



Fig. 1 A5052 formed into a square frustum

Fig. 2 に A5052 におけるツール回転数と傾斜角の関係および加工時の板表面の最高温度を示す。ツール回転数の増加により成形可能な傾斜角の範囲が拡大し、最高温度が上昇した。回転数が高いほど摩擦熱の発生が大きくなったためだと考えられる。Fig. 3 に送り速度と傾斜角の関係を示す。幅広い送り速度の条件において成形可能であり、送り速度が遅いほど板の表面温度が上昇した。成形可能であった条件では板の表面温度は融点の 1/2 程度まで上昇した。板表面温度が上昇するにつれ成形が可能になっており、加工条件および成形の可否と表面温度には

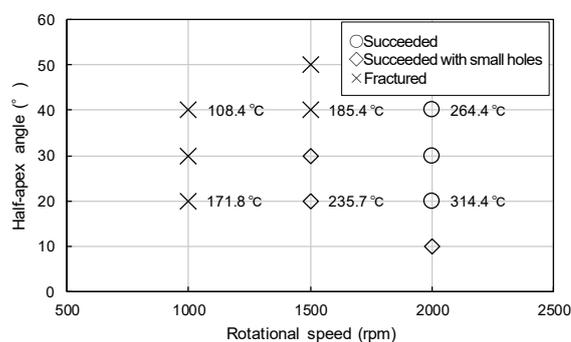


Fig. 2 Relationship between half-apex angle and rotational speed on A5052 (travel speed: 100 mm/min)

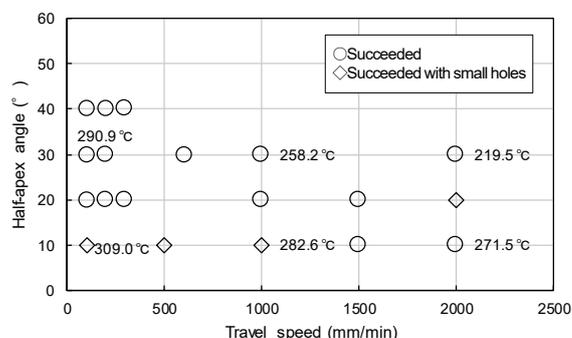


Fig. 3 Relationship between half-apex angle and travel speed on A5052 (rotational speed: 2000 rpm)

相関がみられた。A5052 では 10°の成形限界が確認された。10°の傾斜角は 475 %相当の伸びであり超塑性を示した。

Fig. 4 に AZ31 におけるツール回転数と傾斜角の関係を示す。ツール回転数については A5052 と同様に回転数の増加につれて成形可能な範囲が広がり、最高温度は上昇した。一方、送り速度を変化させた場合 (Fig. 5) は、送り速度の増加に伴い傾斜角が小さな形状の成形ができず成形範囲が狭まった。送り速度が速いため入熱が小さかったためだと考えられる。なお板の表面温度は加工条件

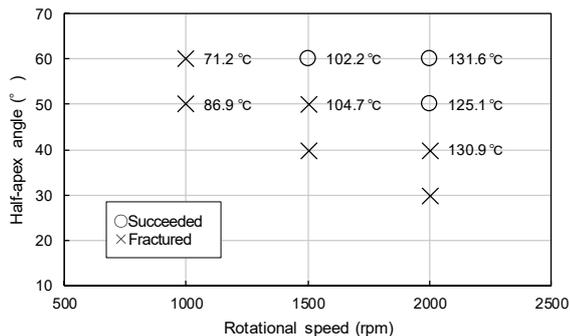


Fig. 4 Relationship between half-apex angle and rotational speed on AZ31 (travel speed: 100 mm/min)

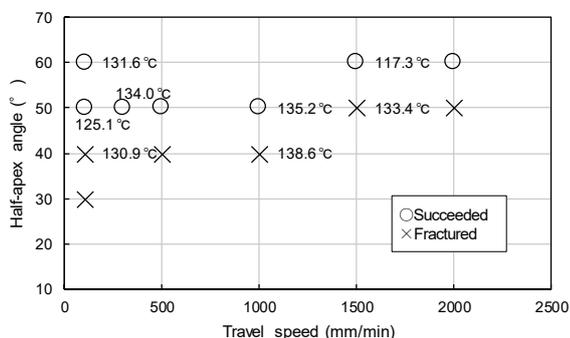


Fig. 5 Relationship between half-apex angle and travel speed on AZ31 (rotational speed: 2000 rpm)

による違いは小さかった。いずれの加工条件の場合も最高温度は 140°C 未満と低かったが、成形の可否と表面温度には一定の相関がみられた。AZ31 では 50°の成形限界が確認された。伸びは 30 %相当である。

Fig. 6 にタングステン粉末をトレーサとして添加し、加工を行った A5052 の張り出し側面の断面の状態を示す。SEM 観察の結果、タングステン粉末が板に入り込んでおり、加工中に板が攪拌されていることが確認された。

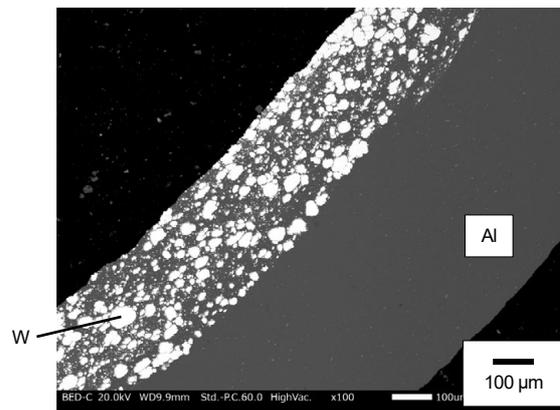


Fig. 6 Cross section of the formed A5052

4. 結言

A5052 および AZ31 に対して先端が半球状のツールを用いて摩擦攪拌インクリメンタルフォーミングを行い、ツール回転数と送り速度を変化させることで A5052 では 10°、AZ31 では 50°の傾斜角の成形が達成された。また加工中は板表面が攪拌されていることが確認された。今後はツール形状を変化させたときの成形限界の調査および超塑性を示すメカニズムの解明を行う予定である。

参考文献

- 1) 大津ら: 塑性と加工, **52** (2011) pp. 490-494
- 2) 大津ら: 塑性と加工, **52** (2011) pp. 710-714

キーワード: 摩擦攪拌インクリメンタルフォーミング、ダイレス加工、張り出し加工

Improvement of Formability in Friction Stir Incremental Forming

Digital Manufacturing Section; Kosuke SAKAI, Kiyokazu HIMI and Masaru SATO

In this study, A5052 sheet and AZ31 sheet were formed into a square frustum by friction stir incremental forming (FSIF) with a hemispherical tool. Forming limit was evaluated by investigating the formable half-apex angle. The forming limits of A5052 and AZ31 were 10° and 50° respectively by optimizing the rotational speed and the travel speed. In addition, it was clarified that the material was stirred during FSIF.

表面プラズモン共鳴によるショットキー光検出器の高感度化に向けた研究

製品・機能評価課 升方康智*1、奈須野雅明

1. 緒言

光検出器は、入射した光を電気信号に変換する素子で、近年の技術の進歩により紫外から赤外・遠赤外へと、可視光以外の波長領域での検出器の実用化に向けた研究が行われている。中でも、光通信分野、各種センサ等の多くの用途に使用されている赤外光の検出器として、PN 接合フォトダイオードや、フォトコンダクタなどが存在するが、それぞれ良質な結晶を作るのが難しいことや、雑音が大きいなどの課題がある。一方、ショットキー光検出器は、金属と Si 界面に形成されるショットキー障壁による内部光電効果を利用した検出器で、非冷却でも使用でき、作成プロセスがシンプル、検出特性の温度依存性が小さいなどの利点から研究が行われているが、現状では感度の向上が課題となっている。

また、表面プラズモン共鳴は、光入射で自由電子の振動が起きると、周囲に電場が発生し、特定の条件を満たす微細構造などにおいて誘起された電場と入射した光とが共鳴すると、光が強く吸収される現象で、表面増強ラマン分光に応用されており、光センシング技術やバイオセンシング技術などへの応用も期待されている²⁾。

本研究では、ショットキー障壁型の光検出器の表面に周期構造を作製し、表面プラズモン共鳴により入射光の吸収効率を高めることで赤外領域の感度の向上を試み、ガスセンサや血糖センサなどへの応用を模索する。

本年度は、表面プラズモン共鳴現象のデバイスへの応用に向け、素子の試作法の確立や、光吸収特性の評価等の検討を行う。

2. 実験方法

2.1 試作方法

フォトリソグラフィ法により金属微細構造を作製するため、レーザーリソグラフィシステム(DWL66)により、 $\phi 0.8\mu\text{m}$ 、 $1.0\mu\text{m}$ 、 $1.2\mu\text{m}$ のホールアレイ (ピッチ各 $1.6\mu\text{m}$ 、 $2.0\mu\text{m}$ 、 $2.4\mu\text{m}$) を有するフォトマスクを作製する。Fig.1 に、作製するマスクパターン図を示す

($P=2.0\mu\text{m}$)。ホールパターンを六角形状に配置するため、 $P=2.0\mu\text{m}$ の短周期パターンのほかに、 $P\approx 3.46\mu\text{m}$ の長周期パターンが存在する。

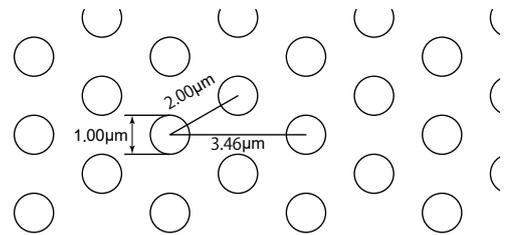


Fig. 1 Schematic image of the mask pattern ($p=2.0\mu\text{m}$ hole pattern)

フォトリソグラフィ法により作製した金属微細構造において表面プラズモン現象が誘起されることを確認するため、ガラス基板上に Al 膜をスパッタ法により成膜 (約 $0.34\mu\text{m}$) し、作製したフォトマスクによるレジストパターンニングと、ウェットエッチングにより Al 膜に $\phi 0.8\mu\text{m}$ 、 $1.0\mu\text{m}$ 、 $1.2\mu\text{m}$ のホールアレイ (ピッチ各 $1.6\mu\text{m}$ 、 $2.0\mu\text{m}$ 、 $2.4\mu\text{m}$) を形成した。

2.2 測定方法

ホールパターンを有する Al 膜において、表面プラズモン共鳴による光吸収が誘起されていることを確認するため、紫外可視近赤外分光光度計により透過率測定を行った。表面プラズモン共鳴による光吸収による、特定の周波数における透過率のマイナスのピークの有無を確認した。

2.3 ショットキー接合素子の試作に向けた検討

ショットキー接合素子の作製において、フォトマスクによるリソグラフィパターンを基に、ICP ドライエッチング装置 (MUC-21) により、Si 基板上にパターン径 $\phi 0.8\mu\text{m}$ 、 $1.0\mu\text{m}$ 、 $1.2\mu\text{m}$ のホールアレイ (ピッチ 各 $1.6\mu\text{m}$ 、 $2.0\mu\text{m}$ 、 $2.4\mu\text{m}$) を形成した。

3. 実験結果および考察

Fig.2 に、作製したフォトマスクを用いてフォトリソグラフィ法によりガラス基板上に作製した $\phi 0.8\mu\text{m}$ 、 $1.0\mu\text{m}$ 、 $1.2\mu\text{m}$ のホールアレイ (ピッチ 各 $1.6\mu\text{m}$ 、 $2.0\mu\text{m}$ 、 $2.4\mu\text{m}$) を有する Al 膜の SEM 像を示す。

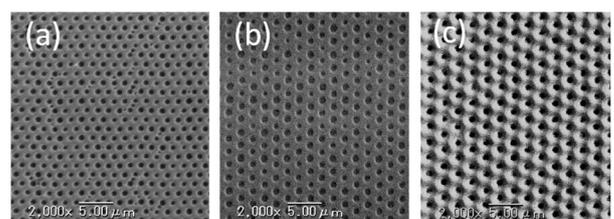


Fig. 2 SEM image of the Al hole pattern on the glass substrate pattern pitch(a) $1.6\mu\text{m}$ (b) $2.0\mu\text{m}$ (c) $2.4\mu\text{m}$

*1 現 機能素材加工課

Fig. 3 に、ガラス基板上に作製したホールアレイを有する Al 膜について、紫外可視近赤外分光光度計により透過率測定を行った結果を示す。ピッチ $1.6\mu\text{m}$ のパターンにおいては、 $1370\mu\text{m}$ と $2070\mu\text{m}$ 付近に、マイナスピークが観測された。これらのピークは、ガラス基板の透過率測定を行った際には観測されておらず、また、ピーク位置はパターンピッチが大きくなるにつれて長波長側にシフトしていることから、このピークは表面プラズモン共鳴による吸収であると考えられる。また、パターンピッチに依存する 2 カ所のピークは、それぞれ短周期パターンと長周期パターンにおける表面プラズモン共鳴による吸収と考えられる。

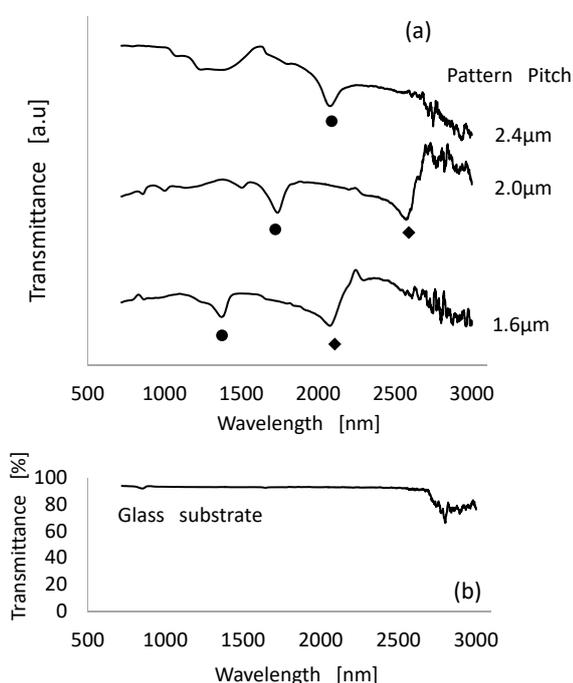


Fig. 3 (a) Transmittance of the Al film with hole pattern
(b) Transmittance of the glass substrate

キーワード： 光検出素子、表面プラズモン、微細構造

Study of surface plasmon enhanced schottky photodetector with periodic structure pattern

Product and Function Evaluating Section; Yasutomo MASUGATA*1, Masaaki NASUNO

Toward experimentally demonstration of sensitivity enhancement of schottky photodetector by surface plasmon resonance with periodic metal pattern, we fabricated Al films on a glass substrate with hole periodic pattern of $1.6\mu\text{m}\sim 2.4\mu\text{m}$ by photolithography. By measuring transmittance of these periodic metal patterns, light absorption due to surface plasmon resonance were observed. And then, we prepared a Si substrate with periodic structure pattern by using dry etching method. In the future, we are going to try to form a schottky barrier on these Si substrate, and measure the light sensitivity.

次に、実際のショットキー接合素子の試作に向け、Si 基板上への微細構造パターンの試作を行った。Fig.4 に、作製した微細構造を有する Si 基板の SEM 像を示す。今後、この Si 基板上に金属膜を成膜し、ショットキー障壁を形成、光検出特性の評価を目指す。

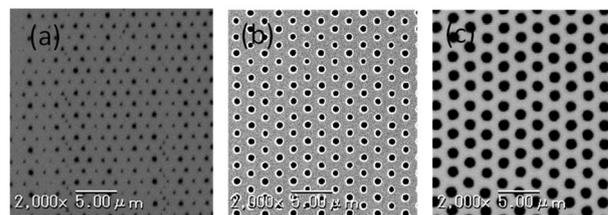


Fig. 4 SEM image of the Si substrate with hole pattern pattern pitch(a) $1.6\mu\text{m}$ (b) $2.0\mu\text{m}$ (c) $2.4\mu\text{m}$

4. 結言

フォトリソグラフィー法により微細ホールパターンを有する Al 膜(ピッチ $1.6\mu\text{m}$, $2.0\mu\text{m}$, $2.4\mu\text{m}$) を作製した。特定の波長において、パターンのピッチに依存する光吸収が確認され、表面プラズモン共鳴による光吸収が誘起されることを確認した。

今後、微細構造を有する Si 基板上への金属薄膜の形成によるショットキー障壁素子を試作し、光検出性能を確認する。

参考文献

- 1) 二又政之 :表面科学 Vol. 33, No. 4, pp. 216-222, 2012
- 2) 玉田薫 :表面科学 Vol. 33, No. 4, pp. 223-228, 2012

高品位リサイクルアルミ合金の活用と厚肉アルミ構造部材の高効率加工技術の開発

製品・機能評価課 上野 実

一般社団法人 富山県アルミ産業協会 八田正人*1、岩坪日佐夫*1、橋本清春*1、坂 裕*1、中嶋 博*1、砂 博信*1、野原昌志*1、中川かおり*1、北村 隆*1、菊地淳史*1、川口 勲*1、大脇 桂*2、越後秀之

1. 緒言

各種製造装置の構造部材、輸送・貯蔵用の大型容器部材やインフラ用大型構造部材などの軽量化、ライフサイクルコスト(LCC)の低減を図るために、本県の優れたアルミリサイクルシステムを活用した高品位リサイクルアルミ材料の開発及び厚肉アルミ構造部材の押し出し技術や溶接・接合技術の開発を行った。

2. 実験結果および考察

2.1 厚肉アルミ合金の溶接の接合条件について

供試材に厚さ 2cm の A6063-T5 材を用い、幅 10cm、長さ 50cm 及び 30cm の板状試験材及びウエブ幅 10cm、フランジ幅 20cm の T 型押し出し材を用いた。これらの試験材に開先角度 90 度で上下対称の開先加工を施した。

ロボットシステムを用いてアルミニウム合金厚板（板厚 2cm）の MIG 溶接を行い、溶接条件と横収縮及び角変形に及ぼす溶接電流及び溶接速度の影響を調査した。その結果横収縮は溶接入熱を増すにつれて増加するが、角変形は大入熱を用いてパス数を少なくする方が低減できることがわかった。また、表溶着量と全溶着量の比を適切な範囲に抑えると角変形をほぼゼロに抑えられることがわかった。

以上を基に A6000 系とリサイクルアルミ AC7A の溶接実験写真を(図 1、2)に示す。

2.2 溶接欠陥削減方法の可視化実験について

これまでの研究開発において特殊シールド方法とレー

ザクリーニング処理することで溶接欠陥削減の成果が得られた、特に今回においては、アルゴン特殊シールドガス方法の効果をシュリーレン撮影することにより効果の確認を行った。撮影を行ったところシールドガスの圧力差より、水素を溶接金属内に侵入しにくくさせていると判断でき、結果としては、レーザクリーニング同様不純物を混入させない効果があることが分かった。

2.3 溶接継手の強度について

得られた試験片において強度試験を行ったところ、建築基準の条件をクリアしていた。今後レーザークハイブリッド溶接法での強度を実験で測定しノウハウと持つことで、強度とコスト面を勘案し適正な溶接継手とすることとしている。

2.4 レーザークハイブリッド溶接について

これまでの研究開発により、MIG 溶接についての研究開発の結果が出たことから、厚肉アルミ構造部材の高効率加工技術の研究開発を実施した。実験結果よりレーザークハイブリッド溶接の溶け込み深さに関しては深く、今後研究開発を進める事で、厚肉アルミ合金への適用が可能であることが分かった。一方、重ね継手の断面を見たときに、全断面に溶接欠陥がみられるが、開発した特殊シールド方法の運用の効果を合わせて、研究を進め実証していく。

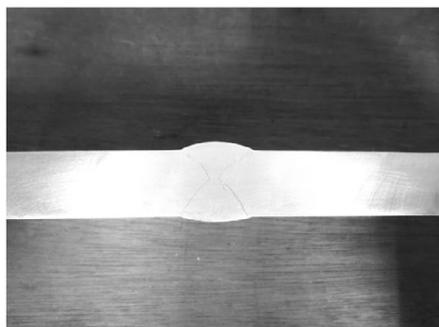


図1 A6061 アルミ合金突合せ継手 (20mm厚)

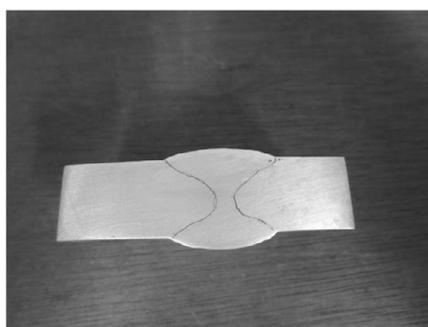


図2 AC7A (リサイクルアルミ) 突合せ継手(15mm 厚)

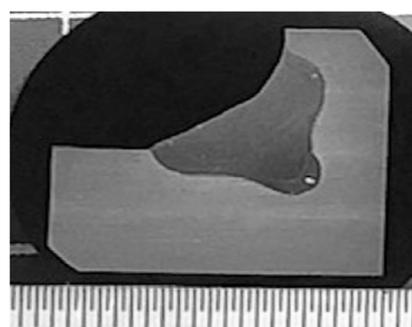


図3 レーザークハイブリッド溶接

*1 一般社団法人 富山県アルミ産業協会 軽金属接合研究会、*2 軽金属接合研究会 技術アドバイザー

マルチ材料化による軽量・高強度構造部材の開発

製品・機能評価課 羽柴利直、奈須野雅明、上野 実

株式会社小矢部精機 史 暁辰、高長昌志、砂 博信

アール アンド スポーツ ディベロップメント株式会社

金平卓巳、中田 満、久我口学、中村 周、小倉早苗、竹本庸浩、宝田文彦、山口義則

1. 緒言

自動車の電動自動車(EV)へのシフトが始まっており、航続距離を伸ばすため車体の軽量化が求められている。一方、従来のガソリン車も燃費競争から同様に軽量化が求められていくと考えられる。鉄の3分の1の重量であるアルミは、すでに高級車などの車体に採用されてきているが、鉄よりもコスト高になることから、適材適所へ採用し鉄との置き換えを行っていく必要がある。また、強度が鉄よりも劣ることから、高強度な構造設計が重要になってくる。そこで、軽量なアルミニウム材料と他の材料を組み合わせるマルチ材料化によって、EVなどの輸送機器の軽量、高剛性の構造化技術の開発を行った。

2. 実験結果および考察

2.1 ツインヘッド溶接システムを用いた溶接実験

昨年度の実験では、ツインヘッド溶接システムを用いて、角部にRがついたアルミ押出材パイプの突合せ溶接を実現し、更にEV向けバッテリーパック収納用アルミケースをレーザ溶接で製作したが、アルミを溶接対象とする場合、既存のシングルスポット溶接システムと比べ、ツインヘッドシステムの特徴が明確化されていなかった。

そこで、ツインヘッドシステムの特徴を明確化するため、レーザビームをアルミ材料表面に照射してビードを作成し、ビードの深さ(溶け込み深さ)、ビード幅やビード内部欠陥から溶接条件を判定するビードオンプレート実験を実施した(図1)。

シングルスポットと、ツインスポットの対比実験より、ツインスポットの場合はビード外観とポロシティの抑制

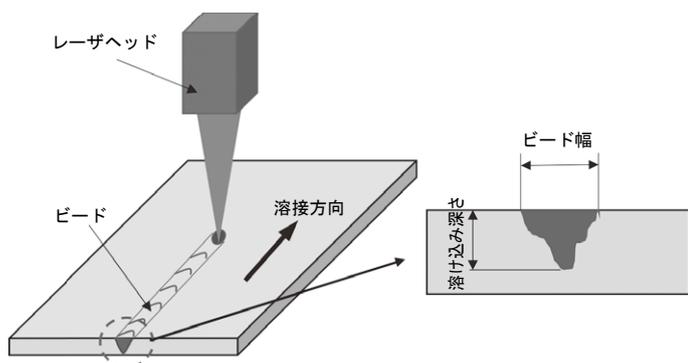


図1 ビードオンプレート試験

を両立することが可能であり、アルミ溶接に対してツインヘッドシステムの有効性が明らかとなった。

2.2 アルミパイプでEV向けフレームの溶接

ツインヘッド溶接システムを用いて、角部にRを持つアルミパイプでEV向けフレームを溶接して製作し、溶接継手の強度が十分であるか確認をおこなった。

昨年度、長さ1mのパイプを用いた突合せ溶接において、溶接長さが長くなると、ワークの熱による歪や、汎用多関節ロボットの動作中の振動、固定方法など多くの要因が影響して、穴開き、オーバーラップなど溶接不良が発生した。そこで、長さ2mのアンクル材の専用治具およびロボットの動作に起因する溶接軌跡の乱れを抑制するため、リアルタイムで溶接シームラインを検出して追従するトラッキング装置を使用して溶接を行った。これにより、溶接軌跡の乱れを抑制することができた。

溶接後、R付きアルミパイプ構造体の強度を確認するため、引張強度実験(図2)および三点曲げ実験を実施した。引張強度実験および三点曲げ実験より、試験片における母材破断を確認し、EV用バッテリー収納フレーム製作のための溶接条件を用いてR付きアルミパイプを溶接することで十分な強度を確保出来るものと考えられ、これによりフレームを製作するための条件を確立することが出来た。

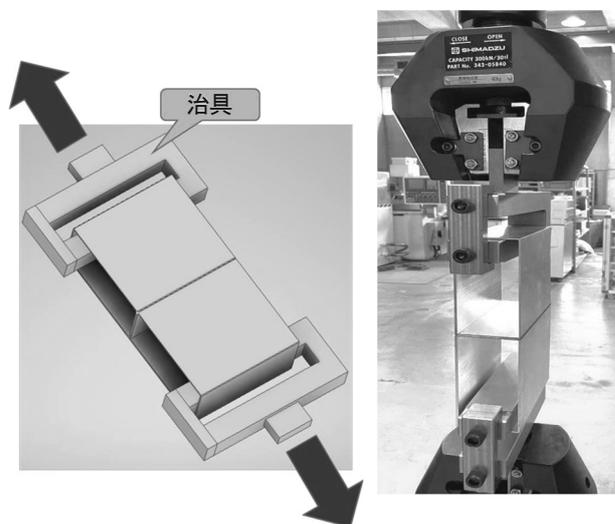


図2 パイプ引張強度試験

機能性を有するグリーンコンポジットの開発

ものづくり基盤技術課 高松周一、川野優希、岡野 優、出村奈々海、水野 渡*¹

マナック株式会社 稲垣裕靖、岡田哲朗

1. 緒言

マナック株式会社では、これからの取り組みとして樹脂とフィラーを複合化して特徴的な機能性を有する各種コンポジットを開発することを検討している。本研究では、難燃性を有するグリーン(植物由来成分含有)コンポジットを開発・評価を行った。

2. 実験方法

2.1 木粉マスターバッチ作製

所定量のスギ木粉、樹脂(ポリプロピレン:PP)、相溶化剤、純水を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-100R)を用いて混練・粉碎し、マスターバッチとした。なお、スギ木粉については、富山県産および県外産の2種類を使用した。

2.2 難燃木粉樹脂複合材料・物性評価用試験片の作製

スギ木粉マスターバッチと難燃剤Aを所定の配合割合で予備混合し、樹脂溶融混練押出装置(株式会社東洋精機製作所製ラボプラストミル)を使用して混練を行った。得られた混合材料を粉碎し、小型射出成形機(日精樹脂工業株式会社製 NPX7-1F)を用いて評価用試験片を作製した。

なお、難燃評価用試験片は外部機関にて作製した。

2.3 物性評価

各種物性評価を行った。

- (1)曲げ・引張試験:小型強度試験機(株式会社島津製作所製 EZ-LX)
- (2)シャルピー衝撃強度試験:シャルピー衝撃試験機(株式会社東洋精機製作所製シャルピー衝撃試験機 DG-CB)
- (3)荷重たわみ温度:熱変形温度測定装置(株式会社安田精機製作所製 HD-500)
- (4)難燃評価:UL-94V 規格を参考に、燃焼性評価試験機(株式会社東洋精機製作所製 HVUL2)

2.4 内部観察

配合したスギ木粉等の分散状態を確認するため、ガラスナイフ/ダイヤモンドナイフで面出し後、その面についてFE-SEM観察を行った。

FE-SEM観察は、株式会社日立ハイテクサイエンス社製SU5000を使用し、オスミウムコート後、加速電圧5kVで行った。

3. 実験結果および考察

Table 1 に県外産スギ木粉を使用した複合材の各種物性値を示す。曲げ弾性率等は、ホモPPやランダムPPのそれよりも高い値であり、フィラーとしてタルクを充填したものの同等の値となっているなど、高い値を有している。¹⁾ただ、残念ながら、富山県産スギ木粉を使用した複合材料は難燃性が発現しなかった。

Table 1 各種物性値

曲げ弾性率	4.44GPa
曲げ強度	67.7MPa
引張弾性率	3.39GPa
引張強度	43.5MPa
シャルピー衝撃強度 (エッジワイズ法ノッチ付)	2.2kJ/m ²
荷重たわみ温度(1.80MPa)	109°C
(0.45MPa)	130°C
燃焼性(3.2mm)UL-94	V-0 相当

Fig. 2 に、難燃木粉樹脂複合材料切削面のFE-SEM写真を示す。切削方向は写真上方から下方への方向である。

樹脂中にスギ木粉の均一な分散が確認されるとともに、難燃剤と思われるものの存在が確認できた。

また、樹脂とスギ木粉の界面の剥離が認められるが、切削の物理的な剥離のためと推測している。

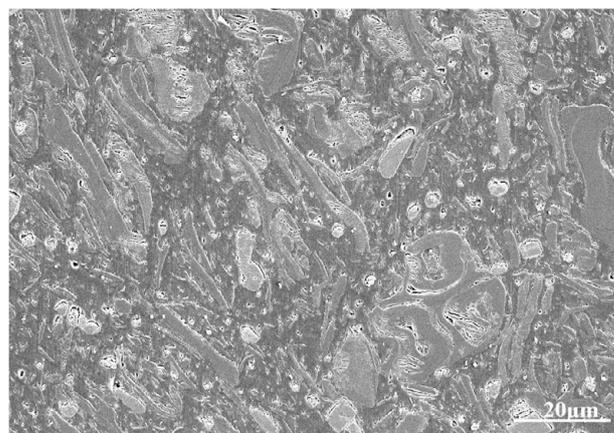


Fig. 2 難燃木粉樹脂複合材料のFE-SEM写真

参考文献

- 1)例えば、(地独)大阪産業技術研究所・プラスチック技術協会共編:プラスチック読本、プラスチック・エージ

*1 現 企画管理部

高強度と高靱性を両立したプラスチック自動車部品向け CNF/湿式粉碎タルクハイブリッドフィラーの開発

ものづくり基盤技術課 川野優希、水野 渡^{*1}、岡野 優、出村奈々海

林化成株式会社 辻 泰弘、齋勝 誠

1. 緒言

近年、地球温暖化対策のため自動車の軽量化が重要となっており金属部品を樹脂部品に置き換える取り組みが一段と加速している。樹脂製品の性能向上のための充填材料として無機材料のタルクが注目されている。微細化したタルクを充填することで高強度化、高弾性率化、破断ひずみの改善等が期待できるが、最適なタルクの微細化条件が見いだせておらず湿式粉碎タルク(Nano Plate : 板厚 200 nm 以下、アスペクト比 20 以上のタルク材料)の開発には至っていない。これまでにタルク原石中に含まれるシリカ・マグネシア等の不純物が、Nano Plate を複合化した複合材料の破断伸び向上を阻害していることを明らかにした。

本研究では、高強度と高靱性を両立したプラスチック自動車部品向け CNF/湿式粉碎タルクハイブリッドフィラーを開発するために不純物を取り除いた Nano Plate、セルロースナノファイバー(CNF)とポリプロピレン(PP)の複合材料を作製し各機械物性を評価した。

なお、本研究は(公財)富山県新世紀産業機構の2020年度産学官イノベーション推進事業において実施したものでその一部を報告する。

2. 実験方法

湿式粉碎に用いるタルクは林化成株式会社のKHP-400を用いた。タルク中の不純物の粗大粒子を取り除くためタルク原料を、ダルトン株式会社の湿式振動篩を用い、45 μ m の目開きの篩網で篩い分級した。分級の効果を確認するため分級品と未分級品を PP と混練し粉体特性および引張特性を評価した。また、株式会社スギノマシン

の湿式微粒化装置スターバーストを用いて Nano Plate を製造した。二軸混練押出機を用いて PP と CNF-S(繊維径 20 nm、長さ 1 μ m)を 0.5 wt%、Nano Plate を 10、15、20 wt%の3条件でコンポジット(CNF・Nano Plate ハイブリッド/PP樹脂)を作製し曲げ特性、耐熱性を評価した。

3. 実験結果および考察

分級品および未分級品の粉体特性を評価した結果、分級を行うことで粒子の平均厚みが 18%薄くなり、アスペクト比が 22%大きくなっており、粗大粒子を取り除くことができていると考えられる。また、それぞれの複合材料の引張特性を評価した結果引張破断伸びが 15%向上していることから、物性を阻害していた粗大粒子を取り除くことで物性が向上するということを確認することができた。Fig. 1 に CNF・Nano Plate ハイブリッド/PP樹脂の曲げ強度、曲げ弾性率および熱変形温度と Nano Plate の充填量の関係を示す。いずれの物性においても Nano Plate の充填量の増加に伴い物性が向上しており、曲げ強度は 37 MPa から 50 MPa、曲げ弾性率は 1200 MPa から 2600 MPa、熱変形温度は 93 $^{\circ}$ C から 124 $^{\circ}$ C まで向上がみられた。

4. 結言

湿式振動篩を用い、45 μ m の目開きの篩網で篩い分級することでタルク中の粗大粒子を取り除くことができ、引張破断伸びが向上することを明らかにした。CNF・Nano Plate ハイブリッド/PP樹脂の曲げ特性、耐熱性を評価した結果、曲げ強度は 35%、曲げ弾性率は 110%、熱変形温度は 31 $^{\circ}$ C の向上が見られた。

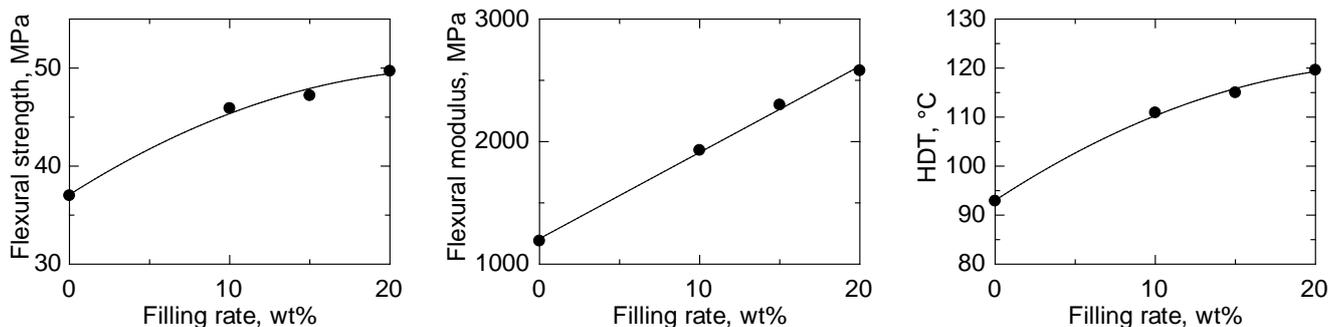


Fig. 1 Relationships between flexural strength, flexural modulus or heat distortion temperature (HDT) and filling rate of Nano Plate

構造一体型 PCM デバイス実用化/高性能化のための研究

デジタルものづくり課 山本貴文 製品・機能評価課 関口啓介*1

機械電子研究所 中村陽文

国立研究開発法人 宇宙航空研究開発機構 畠中龍太

有限会社オービタルエンジニアリング 斎藤雅規

1. 緒言

宇宙産業において、相変化蓄熱材(Phase Change Material, PCM)を利用した熱制御技術が有望視されている。PCMは相変化時の潜熱を利用するため単位体積(重量)あたりの吸発熱量に優れる。しかし、一般にPCM自体の熱伝導率は極めて低い。このため、高機能なPCMデバイスの実現には、PCMを保持する筐体内部に熱拡散を補助する構造体が必要とされる。著者らは、この筐体の製造に熱伝導率の良いアルミ合金を用いたアディティブマニュファクチャリング(AM)を適用し、軽量・伝熱フィン一体型PCMデバイスの開発を行ってきた。AMがもたらす構造自在性により、PCMデバイスの熱特性のハンドリング性の向上が実現でき、デバイス搭載空間制約の緩和が期待される。本研究では、PCMデバイスの宇宙機実装を想定し、発熱機器と宇宙機の構造部の間に挟み込む蓄熱器としてスパーサー型PCMデバイスを研究対象とした。紙面の都合上、本稿ではPCMデバイスの熱・機械的特性に対して重要な役割を果たすフィン構造を、造形及び内部構造観察の観点から、調査した結果を示す。

2. 実験方法

図1に、スパーサー型PCMデバイスの内部構造を模倣した25 mm角のフィン構造体の3Dモデルを示した。このモデルの造形には、独EOS社の金属3Dプリンタ(EOSINT-M280)を用いた。造形材料には、アルミ合金粉末(Al-10Si-0.4Mg)を使用し、標準のレーザ照射パラメータを適用した。作製した造形体のフィン構造の観察には、X線CT技術を用いた。フィン構造全体のCT測定には島津製作所製CT装置(INSPEXIO SMX-225CT FPD HR)を、フィン単体の高精度CT測定にはブルカー製CT装置(SKYSCAN 1272)を使用した。

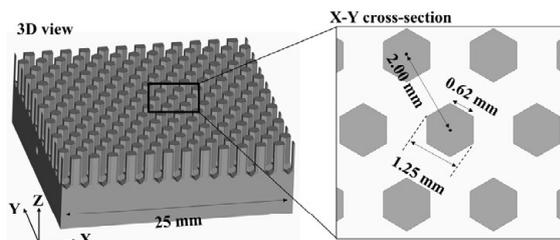


図1 フィン構造体の設計概要

3. 実験結果および考察

図2にフィン構造全体のCT測定の結果を示す。造形体のフィンピッチは2.00 mmであり、目的のピッチが精度よく得られていた。しかし、フィン単体の断面形状は、設計した六角柱の形状を十分に再現できていなかった。これは、造形体の輪郭形状を描写したレーザスポット径(直径: 0.1 mm)がフィン断面形状に対して大きいことと、レーザ照射時の熱影響によりフィン表面に未溶融粉末が付着することに起因すると推察される。図3はフィン単体のCT測定の結果である。フィン表面は大量の未溶融粉末に覆われており、その厚みは約0.1 mmであることが分かった。この未溶融粉末の付着は熱伝導への寄与率が小さく、実使用環境ではPCMとの熱交換効率を低下させる恐れがある。付着粉末の除去手法の確立は、今後の課題である。一方で、フィンの内部構造に着目すると、ミクロンオーダーの空孔がわずかに観察された。しかしながら、フィン体積当たりの空孔体積は0.05%であり、熱・機械的特性の観点では空孔の影響は無視できる程度であることが明らかとなった。

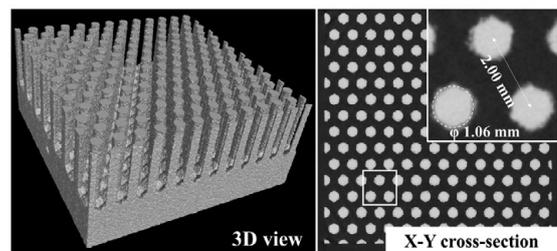


図2 フィン構造体のCT測定

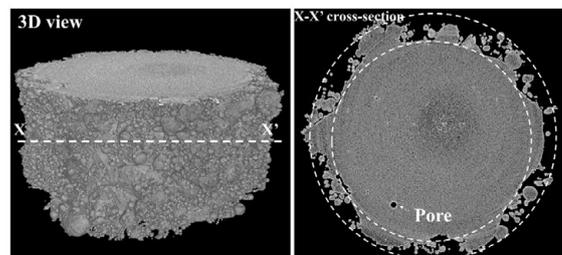


図3 フィン単体のCT測定

【参考文献】

- 1) R. Hatakenaka, T. Kinjo, H. Sugita, T. Yamamoto and M. Saitoh, 47th International Conference on Environmental Systems, ICES-2017-346, 2017

*1 現 商工企画課

クロム系材料を用いた 3D 積層造形技術の開発

デジタルものづくり課 山本貴文、能登有里彩

機械電子研究所 中村陽文

JFE マテリアル株式会社 杉森博一、小畑太一、大川 勉、高井泰介

1. 緒言

クロム(Cr)は、第6族に分類される遷移金属元素であり、体心立方格子(body-centered cubic, BCC)構造を有する。工業的には、ステンレスや特殊鋼の構成成分、表面処理のメッキ素材として利用され、耐食性を改善する目的で使用されることが多い。一方、近年は新たな加工技術として、金属材料粉末を用いた 3D 積層造形技術(Additive Manufacturing, AM)が注目されている。この技術の利点には、種々の金属材料を用いて複雑な造形体を短時間かつ容易に作製できることが挙げられる。金属 AM 用の金属素材としては、マルエージング鋼、ステンレス鋼、インコネル、コバルトクロム合金、アルミニウム合金などが一般に知られる。しかしながら、工業的に利用可能な金属材料には制約が多いのが実情である。このため、国際規模で金属 AM 用の材料開発が進められており、金属学的な材料設計を駆使して様々な合金、複合材料が開発されている。しかし、現在に至るまで Cr を主成分とする金属材料に関する報告はほとんどない。そこで、本研究では金属 AM 用材料粉末として Cr 系材料に着目し、粉末特性の観点から、その適用性を評価した。

2. 実験方法

Cr 粉末の製造工程の制約から、粉末特性調査には破碎 Cr 粉末を用いた。粒度分布測定には、レーザ粒度分布計(スペクトリス、マスターサイザー3000)を使用した。得られた粒度分布曲線から、メディアン径を算出した。なお、粒度分布測定では目的の Cr 粉末のほかに、比較試料として金属積層造形装置(EOSINT-M280)のメーカーである独 EOS 社が提供する標準粉末を用いた。標準粉末は3種類用意し、それぞれ粉末 A,B,C とした。粉末形状の観察には、電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM ; 日立ハイテクノロジーズ、SU5000)を使用した。各粉末の流動性は、金属積層造形装置のリコート(粉末供給)機構を模擬した流動性試験により評価した。この評価には、一定量の粉末からなる堆積部の側面に向かってリコータを移動させ、崩れた堆積部の流動長から流動性を判断する手法を用いた。なお、リコータと堆積部底面との間の距離は、約 0.5 mm とした。

3. 実験結果および考察

図1に各種粉末の粒度分布測定の結果と破碎 Cr 粉末の SEM 像を示した。粒度分布測定より、粉末 B と粉末 C は同一の粒度分布を呈しているのに対して、粉末 A の粒度分布曲線は高粒径側にシフトしていることが分かった。すなわち、標準粉末であっても同一の粒度分布を呈している必要はなく、粒度分布特性には一定の許容範囲があることが明らかとなった。この結果を鑑み、破碎 Cr 粉末の粒径が 45 μm 以下となるように粉末を調整した。粒度分布曲線に示すように、粉末 A と同等の粒度分布特性となり、そのメディアン径は 48.1 μm であった。目的の粒径より若干高いが、概ね粒径調整が可能である見通しを得た。図1(b)は調整した Cr 粉末の SEM 像である。破碎工程に起因する歪な粉末形状を呈していることが分かる。しかし、図2の流動性評価より、Cr 粉末の流動性は標準材料の粉末 A と同等以上であることが明らかになった。これらの結果より、調整した破碎 Cr 粉末は、金属 AM 用材料としての粉末特性を有することが確認できた。

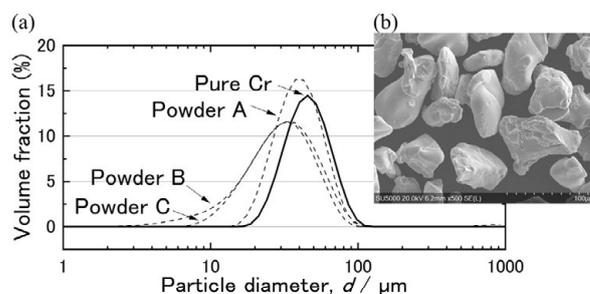


図1 (a)粒度分布曲線と(b)Cr 粉末の SEM 像

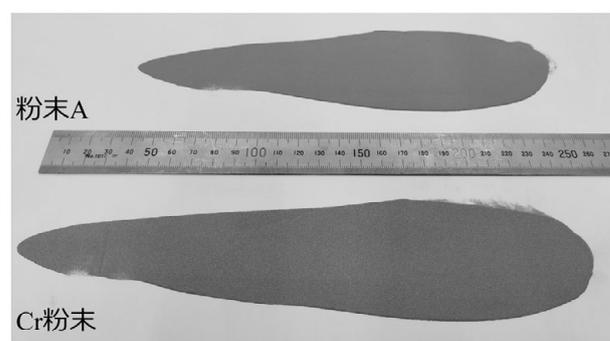


図2 粉末の流動性試験の結果(下:Cr 粉末、上:粉末A)

香気成分の合成に関する研究

ものづくり基盤技術課 山崎茂一、出村奈々海 生活工学研究所 吉田 巧
有限会社アンティアンティ 宮崎 真、坂本沙恵、石坂里咲

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る合成香料がある。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、化学合成により天然品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。

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、ニオイスマレの花香を有するイロンと呼ばれる香気物質がある。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。そのため、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、前年度に引き続き検討を行った。

2. 結果と考察

代表的なイロンの分子構造を図1に示す。イロンの分子中には2つの不斉炭素が存在し、また環上の二重結合の位置の違いや側鎖の二重結合に *cis*, *trans* 異性があるなど、多数の異性体が存在する。[1] 天然のイリス抽出物からは6種のイロン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*- γ -イロンと *cis*- α -イロンである。前年度までは *cis*- γ -イロンの合成を行って来たが、本年度は別の異性体の合成について検討した。

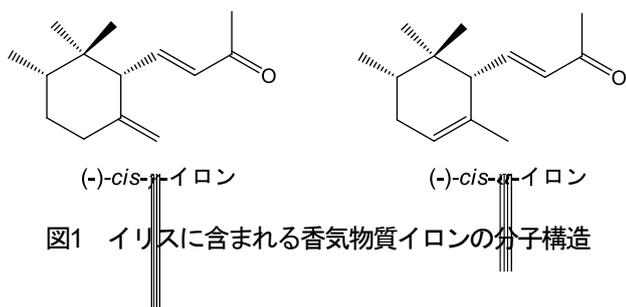


図1 イリスに含まれる香気物質イロンの分子構造

出発原料として、安価に市販され入手が容易な化合物を選択し、既に報告されているイロン合成に関する論文を参考に合成ルートを考案した。各反応ステップで使用する試薬類も、できるだけ安価で市販され入手が容易なものを使用するようにした。反応は、反応系中に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や長時間の高温加熱が必要な反応を避けるなどすることにより、反応操作および後処理ができるだけ容易になるよう工夫した。

今回の合成ルートは、昨年まで検討していた *cis*- γ -イロンの合成ルートと途中まで共通であることもあり、最終目的物質の合成まで行うことができた。各反応ステップにおける中間生成物の収率は、中程度のものから高収率のものが混在しており、改良の余地がまだ多く残されていると考えられることから、今後も検討を続けて行く予定である。

反応の最終ステップにおける精製前の目的とするイロンの純度は、立体異性体の混合物として 50~60%程度であったが、その純度のままでは良好な香気を感じることはできなかった。これを、カラムクロマトグラフと蒸留を組み合わせ、95%以上の純度に精製することにより、良好な香気を感じるようになるようになった。現状、最終生成物のイロンは立体異性体の混合物であるが、その状態でも良好な香気を有していることが確認できている。しかし、現在の精製方法は非常に手間と時間のかかる方法であり、実用化のためには、より簡便で効率的な精製方法を開発する必要がある。

3. まとめ

良好な香気を有するイロンの異性体を合成することができたが、収率向上のためにさらなる改良が必要である。また、良好な香気を発現させるために、合成したイロンの効率的な精製法の開発が必要である。

「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.

セルロースナノファイバー(CNF)を配合した 新規生分解性複合材料の開発

ものづくり基盤技術課 川野優希、高松周一、岡野 優、出村奈々海、水野 渡*1
中越パルプ工業株式会社 永田健二、坪井国雄、橋場洋美、明野美也子

1. 緒言

天然由来成分であるセルロースナノファイバー(CNF)は、地球上での保有量が1兆トンと最も多い再生可能な資源である。また、近年マイクロプラスチック問題が世界的に大きな問題となっており生分解性プラスチックの開発への取り組みが進められている。

本研究では、マイクロプラスチック問題を解決できる可能性を持つ生分解性樹脂であるポリブチレンサクシネート(PBS)とCNFを複合化することで、生分解性樹脂の欠点を補い一般的な使用に耐え得る新規生分解性複合樹脂(CNF/PBS)を開発することを目的とした。

2. 実験方法

高混練二軸押出機を用いて、生分解性プラスチックのPBS(三菱ケミカル株式会社製、ZM7B01)とセルロースナノファイバー(中越パルプ工業株式会社製、nanoforest-PDP)の複合材料の作製を行った。CNF含有量は重量比で複合材料に対して5%(CNF(5%)/PBS)および10%(CNF(10%)/PBS)の2種類とした。

メルトフローレート測定はJIS K7210に準じてメルトインデクサーを用いて測定温度190℃、測定荷重2.16kgで行った。引張試験はJIS K7162に準じて、曲げ試験はJIS K7171に準じて小型強度試験機を用いて行った。シャルピー衝撃試験はJIS K7111-1/1eAに準じて衝撃試験機を用いて行った。生分解性試験はCNF(10%)/PBSを用いて腐葉土中にダンベル試験片を入れ60℃の環境下にて4、7、14、21、28日後に試験前の試料に対する重量保持率および強度保持率を求め評価した。

3. 実験結果および考察

CNFとPBSを溶融混練しメルトフローレートを測定した結果、PBSは24、CNF(5%)/PBSは18、CNF(10%)/PBSは12となり、CNFの添加量を増加することでMFR値は小さくなることを確認した。CNFを添加することでMFR値を小さくすることができるため射出成形やフィルム成形などの成形性が向上することが示唆された。

強度試験の結果、引張強度はCNFの添加量の増加に伴い低下が見られCNF(10%)/PBSにおいてPBSと比較して15%の低下を示した。曲げ強度は添加量の増加に伴い

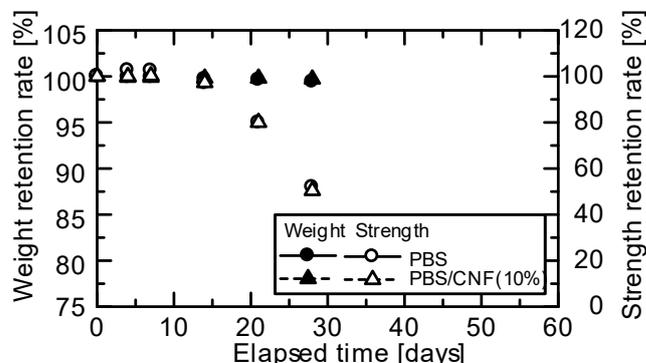


Fig. 1 Relationships between weight retention rate or strength retention rate and elapsed time

若干の向上が見られ、CNF(10%)/PBSにおいてPBSと比較して10%程度高い値を示した。引張弾性率、曲げ弾性率は添加量の増加に伴い向上が見られ、いずれもCNF(10%)/PBSにおいてPBSと比較して20%程度の向上を示した。シャルピー衝撃値はCNFを添加することで向上が見られ、最大81%の向上が見られた。

Fig. 1に生分解性試験による重量保持率および強度保持率の変化を示す。重量保持率はCNFの添加に関わらず28日目までに変化は見られなかった。強度保持率はCNFの添加に関わらず生分解性試験14日目までは変化が見られず、その後減少がみられ28日後には50%程度となった。重量保持率は低下が見られず強度保持率の低下が見られることから加水分解が起きていると推察され、今回用いた腐葉土中では生分解は起きていないと考えられる。ここで、PBSは土壌環境(畑地および山林)によって生分解性が異なるとの報告があることから、今後は生分解性試験の温度や土壌環境を検討していく必要がある。

4. 結言

強度試験の結果、CNFを添加したPBSは曲げ強度、引張弾性率、曲げ弾性率およびシャルピー衝撃値において強度向上がみられた。腐葉土による生分解性試験の結果、CNFの添加に関わらず試験14日目以降において加水分解による強度保持率の減少が確認された。

参考文献

1) 沖野義郎: 環境技術, 34, 6(2005)407-408

*1 現 企画管理部

鉄道車両用構造体の軽量化のための

高強度アルミニウム合金構造体のレーザー溶接工法の開発

機能素材加工課 山岸英樹、佐藤 智
中善工業株式会社 中川達也、中川かおり

1. はじめに

高速鉄道車両を中心に、車両構体軽量化のためアルミニウム合金が利用されている。アルミによる軽量化は、輸送の高速化、車両デザイン性及び製造工程での生産性向上に寄与することから、各車両メーカーではアルミ化に伴う様々な技術開発が進められている。

本研究は、次世代高速鉄道車両や一般鉄道車両台車部材の軽量化の課題に対して、中善工業㈱が長年培ってきた溶接技術と台車製造のノウハウを活かし、台車用部材用途を想定した高強度アルミニウム合金の高効率レーザー溶接技術の開発とその施工法の構築を目指すものである。

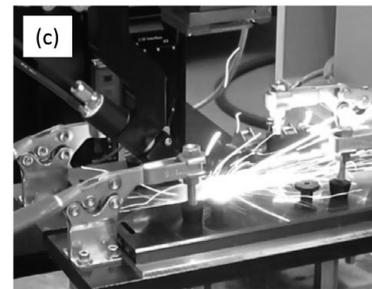
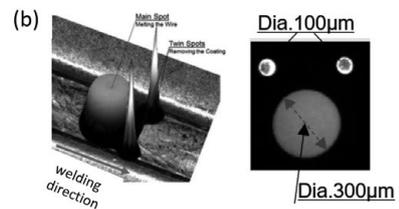
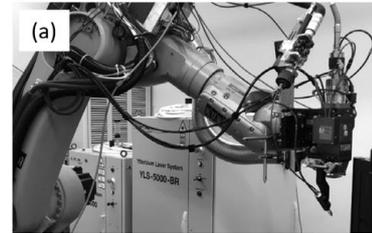


図1 (a)溶接装置外観、(b)Trifocal Laserの概略、(c)溶接加工の様子

2. 試験結果など

本年度は、アルミニウム合金部材の低変形・高能率接合技術の確立に取り組んだ。レーザー用付け用のレーザー光学装置として開発された高出力レーザー用マルチレーザー照射光学システム(略称: Trifocal Fiber Laser Brazing(TFLB)システム)を適用したファイバーレーザー溶接手法による薄・中板(3~10 mm)アルミニウム合金のレーザー溶接技術について検討した。図1(a)にその溶接装置外観を示す。本レーザー装置の原理は、波長 1026 nm のレーザー発振器から独立した3本の高出力ファイバーレーザービームを合成することなく伝送し、出射口のコネクタ部分の石英を介して、3つのビームスポットを形成するものである(図1(b))。当該システムによる加工の様子を図1(c)に示す。

TFLB と従来のシングル・レーザーによる溶融形態の違いを突合せ溶接により検討した。結果の一例を示す。供試材は板厚 3 mm の A5052 を用いた。溶加材には直径 1.2 mm の A4043WY を用い、また接合速度は 1.2 m/min. で行った。図2は、これらプロセスにおける表面及び断面の光学顕微鏡像である。TFLB では、3つのビームスポットを得られる。ビームをぼかすディフォーカス法とは異なり、焦点を絞った状態で広い溶接スポット径が得られることから、同一レーザー出力でも溶接ビード表面が滑らかになることが分かった。また開先精度の裕度が高まることから、溶接施工が容易となることなども期待できる。

A5052, 3mm / A4043WY(1.2mm Dia.), 1.2 m/min.	
Trifocal Laser welding	Single Beam Laser welding
2700 + 400 + 400 (W)	3500 (W)

図2 Trifocal laser と Single beam laser の溶接品質の比較(表面及び断面形態)

謝辞

本研究は(公財)富山県新世紀産業機構のR2年度産学官連携推進事業(新ものづくり戦略推進枠)において実施した。

電子セラミックス向け BNF 添加スラリーの研究開発

デジタルものづくり課 丹保浩行^{*1}、能登有里彩、鍋澤浩文 機械電子研究所 坂井雄一

株式会社スギノマシン 近藤兼司、森本裕輝、小倉孝太、峯村 淳

1. 緒言

IoT や AI 等を用いたデータ駆動型社会において、デジタルデータの重要性が高まっている。スマートフォン等には、電子部品の積層セラミックスコンデンサが数多く搭載され、小型・軽量化が求められている。セラミックス製造に用いられている有機溶剤は、CO₂ を排出することから、環境負荷の低い水系へのシフトが望まれている。本研究では電子材料向けセラミックスを指向したスラリーの開発を行う。BNF(バイオマス・ナノファイバー)をバインダーとして添加したスラリーを用いて、ハンドリング性や微細加工性の高い成形体の作製を目的とした。

2. 実験方法

BNF は BiNF_i-s(株スギノマシン製:セルロース BMa(長繊維)、FMa(極短繊維)等)、比較にポリビニルアルコール(PVA)を用いた。粉末状の酸化アルミニウム(Al₂O₃)あるいはチタン酸バリウム(BaTiO₃)に分散剤、バインダーや分散媒等を加えてスラリーを調整した。Al₂O₃ 粉末を用いたスラリー形成には遊星型ボールミルを使用した。粉末を繋ぐバインダーに用いる BNF と PVA は濃度 10 wt%水溶液とした。このスラリーを乾燥・造粒して得た粉体を 20 MPa で加圧しグリーンボディを成形した。このボディに脱バインダー、加熱を行うことで焼成体を形成した。BaTiO₃ 粉末を用いたスラリー形成には自転公転ミキサーを使用してスクリーニングを進めた。バインダーには濃度 2 wt%の BNF と PVA を用いた。約 800 μm の隙間を形成したアプリケーションでスラリー塗布しグリーンシートを形成した。構造評価には日本電子(株)製 JSM-7001FTTLs、強度試験には(株)島津製作所製 AG-50kNX を用いた。

3. 実験結果および考察

3.1 酸化アルミニウム(Al₂O₃)

BNF と Al₂O₃ 粉末を用いて作製した成形体の強度は、3点曲げ試験で評価を行った(図 1)。グリーンボディとその焼成体ともに長繊維の BMa を添加した試作品が高い曲げ強度を示し、FMa と PVA の強度に大きな差異は確認できなかった。曲げ強度試験した焼成体の破断面について、FE-SEM を用いて評価した。BMa を添加して焼成した Al₂O₃ 試作品からは、マイクロサイズの孔、その孔付近には小さな球状の塊が複数観察された。この原因の一つと

して考えられるバインダーについて熱分析を行った。BNF の分解・燃焼反応が進む 600°C までの昇温条件を改善することにより、BNF のガス膨張を抑制した孔サイズの小さい高密度 Al₂O₃ 成形品ができると推察した。そこで、Al₂O₃ の成形・焼結を外部委託したところ、20 MPa の加圧で、理論値に近い密度 3.95 g/cm³ の焼結体が得られ、BNF を用いた水系スラリーの有用性を確認できた。

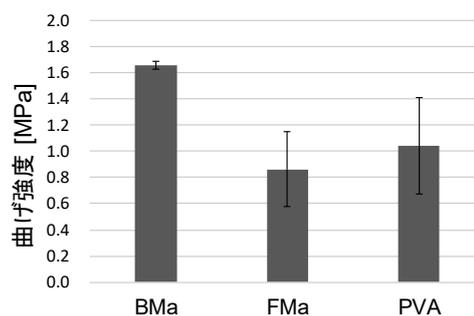


図 1 グリーンボディの曲げ強度

3.2 チタン酸バリウム(BaTiO₃)

BaTiO₃ 粉末と BNF を用いて調整した水系スラリーを剥離剤量の異なる PET フィルム上に塗布し、グリーンシートを形成できる条件を見出した。シートを剥離し、破断なく試験片形状に加工できることを示した(図 2)。

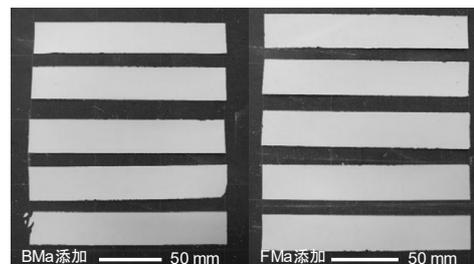


図 2 BNF 添加水系グリーンシートの外観

4. 結言

BNF をバインダーとして用いて水系スラリーを調整し、セラミックスのグリーンボディ、グリーンシート、その焼成体を作製した。次年度は、BNF 添加量を抑えたグリーンシートの積層・高強度化の検討を行い、セラミックス焼成技術の確立を目指す。

謝辞

本共同研究は、(公財)富山県新世紀産業機構の産学官オープンイノベーション推進事業(新ものづくり戦略推進枠)において実施した。

^{*1} 現 生活工学研究所

希少細胞の高感度捕捉・選択的脱離回収フィルターの開発

生活資材開発課 寺田堂彦*1

1. 緒言

日本では毎年 100 万人以上ががん罹患し、30 万人以上が死亡するといわれている。他方で、医療技術の進歩により、早期（ステージ I）に発見された場合は、治癒することが可能である（5 年生存率 80~90%）。血中循環腫瘍細胞（CTC）は、がん患者の血中に流れる腫瘍由来の細胞であり、早期発見のためのバイオマーカーの一つとして注目されている。しかし、CTC は、罹患した人の血中に低濃度（~数個/10⁵~10⁷ 血球細胞）でしか存在しないため、この細胞を高感度に検出することは容易ではない。

ナノマテリアルは、その形態自体が細胞へのシグナルとして機能し、接着や分化といった挙動に影響することが知られている。本研究課題では、血液検査によって CTC を高感度に検出するために、CTC の表面たんぱく質に対する抗体を担持したナノファイバーの開発に取り組んできた。可滅菌性および臨床での使用実績（人工透析膜）という観点から、ナノファイバーの素材としてポリエーテルスルホン（PES）を選択し、エレクトロスピンニング法によりナノファイバーが作製できることは既に報告した。

本年度は、PES 表面の改質により、抗体等の機能性分子を担持するための表面修飾について検討した。

2. 実験方法

PES（BASF 社製 E6020P）を N-メチル-2-ピロリドン（NMP）を主成分とする混合溶媒に溶解し、紡糸実験およびスピコート法によるフィルム作製に供した。作製したファイバーおよびフィルムに対して、表面に官能基を発生させるために酸素プラズマ処理を行った。プラズマ処理後のファイバーに対してヒドラジド標識ストレプトアビジンを結合させ、ビオチン標識された蛍光色素を標識することによって化学修飾の可否について検討した。

3. 実験結果および考察

スピコートフィルムに対して酸素プラズマ処理を施し、液滴法により接触角の変化を測定したところ、温和な処理条件（出力 50 W、1 min、酸素流量 30 ml/min.）であっても接触角は急激に低下（未処理 76°、処理後 37°）したことから、表面に何らかの官能基が発生したと推定された。化学修飾の標的となるカルボキシ基の存在を確認するため、ジ-*n*-ブチルカルボジイミドとピリジン存在下でトリフルオロエタノールを反応させ、エックス線光電子分光法によりフッ素原子の定量を行ったところ、フッ

素の原子濃度は約 0.8 atomic %であった。この結果から、酸素プラズマ処理によって PES 表面にカルボキシ基が発生したと判断した。また、出力 50 W の温和な条件であれば、PES ファイバーは繊維の形態を維持できるが、80 W と 110 W に出力を上げると繊維は破断、消失することを確認した。酸素プラズマ処理（出力 50 W、1 min、酸素流量 30 ml/min.）を PES ファイバーに施し、表面に発生したカルボキシ基を標的として、EDC/NHS を用いてヒドラジド標識されたストレプトアビジンを反応させた。その後、ビオチン標識された FITC（緑色の蛍光色素）を結合させ、蛍光観察を行ったところ、繊維の発光が確認された（図 1）。

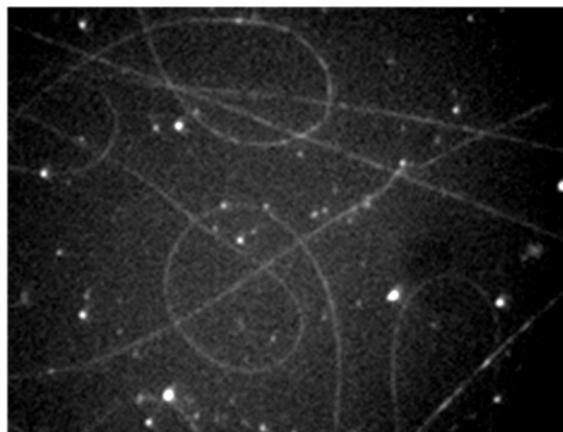


Fig. 1 Fluorescence micrograph of the FITC-labelled electro-spun PES fibers

このことから、PES ファイバー表面のカルボキシ基とヒドラジドとが結合し、PES ファイバー表面にストレプトアビジンを導入可能であること、さらには、PES ファイバー表面に導入したストレプトアビジンへビオチン標識分子が結合することを確認した。以上の結果より、ビオチン標識抗体等の種々の機能性分子を、PES ファイバー表面に固定できると結論づけられた。

4. 結言

ナノファイバーを破断させない程度の温和な条件での酸素プラズマ処理により、PES 表面に官能基を発生させ、その官能基を化学修飾の標的として利用することができた。これにより、PES ナノファイバーに抗体等の様々な機能性分子を担持させることが可能である。

謝 辞

本研究は、JSPS 科研費 JP19K12858 の助成を受けたものです。ここに謝意を表します。

*1 現 企画調整課

循環腫瘍細胞・セルクラー・セルフリー核酸を調べつくすための シンプルな分離法

生活資材開発課 高田耕児

富山県立大学 安田佳織 北海道大学 菊地 央

1. 緒言

リキッドバイオプシーは身体への負担が少ない液性検体（血液など）を診断等に利用する技術である。リキッドバイオプシーの検体から循環腫瘍細胞（CTC）、セルクラー、セルフリー核酸を分離してそれぞれを調べることができれば、次世代シーケンスをはじめとした解析技術の進歩を多面的・重層的に利用できるようになり、癌の不均一性をより深く理解することのできる新しいリキッドバイオプシーを生み出すことができると考えられる。その実現のために必要となるのがシンプルな分離法である。本研究では、CTC だけではなくセルクラー、セルフリー核酸を分離するためのシンプルなチップとシンプルなデバイスを開発することを目的とする。

2. 実験

これまでの研究で、Deterministic Lateral Displacement 法²⁾を利用したマイクロ流路チップを開発し²⁾、血液から培養がん細胞を分離できることを示してきた。今年度は、このマイクロ流路チップ技術を利用して、セルクラーを分離するための閾値の大きいチップを4種類設計し、シリコン鋳型を作製した。

具体的には、従来の細胞用はポスト直径70 μm でポスト間ギャップ30 μm のチップであったが、新たに、ポスト直径70 μm でポスト間ギャップ60 μm のチップ（Fig. 1）、ポスト直径70 μm でポスト間ギャップ90 μm のチップ（Fig. 2）、ポスト直径100 μm でポスト間ギャップ60 μm のチップ、ポスト直径100 μm でポスト間ギャップ90 μm のチップの4種類についてシリコン微細加工によりシリコン鋳型を作製した。従来のギャップ30 μm のチップは計算上の閾値が8 μm 程度であるのに対し、ギャップ60 μm のチップは計算上の閾値が16 μm 程度、ギャップ90 μm のチップは計算上の閾値が24 μm 程度となる。以前、従来のギャップ30 μm のチップでセルクラーを分離することができたが、すぐにチップが詰まってしまった。今回開発しているギャップ60 μm のチップまたはギャップ90 μm のチップでそれぞれ16 μm 、24 μm 以上の大きさのセルクラーを分離し、その後、従来のギャップ30 μm のチップに流せば、チップは詰まることなく、CTCも分離することができると考えられる。

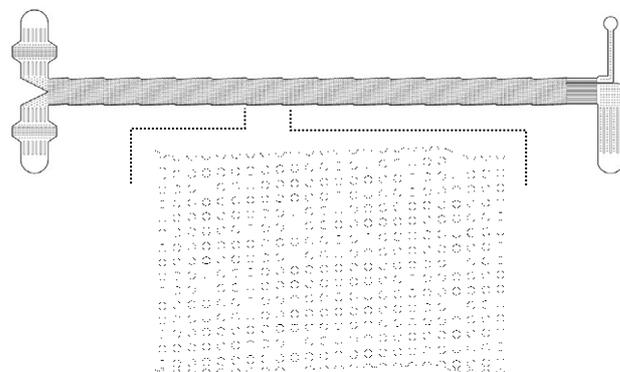


Fig. 1 Schematic diagram for a microchannel with 70 μm diameter posts and 60 μm gap between posts

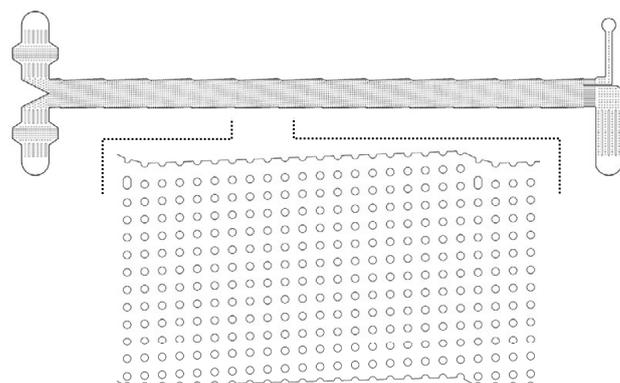


Fig. 2 Schematic diagram for a microchannel with 70 μm diameter posts and 90 μm gap between posts

3. 結言

セルクラーを分離するための閾値の大きいチップを4種類設計し、シリコン鋳型を作製した。これにより、今後、チップを作製し、セルクラーを分離する実験を行うことができるようになった。

参考文献

- 1)Huang *et al.* Science **304** (2004) 987-990
- 2)富山県工業技術センター研究報告 **30** (2016) 89
- 3)富山県工業技術センター研究報告 **31** (2017) 112

謝辞

本研究はJSPS 科研費 JP20K12706 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

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社会的意義が極めて大きい。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。

産技研ではこれまで、Deterministic Lateral Displacement (DLD) 法¹⁾を利用したマイクロ流路チップ²⁾を開発してきており、この技術を利用して、精子を回収するための研究を行っている。

精子は頭部が 3 μm から 5 μm で、尾部を含めた長さは 60 μm という細長い粒子であり、これをソートするために閾値が約 4 μm のマイクロ流路チップを設計し、シリコン微細加工により射出成形に利用するシリコン鋳型を作製した。これにより今後チップが作製できるようになった。

また、チップの閾値を簡便に調べるための研究を行った。チップを作製した際にはサイズの異なるビーズを用いた閾値の確認を行うが、従来は粒子 1 つずつのサイズを確認してカウントしており、時間を要した。そこで、撮影した写真から画像処理ソフトを用いてサイズの異なるビーズを別々にカウントする方法を検討した。具体的には、コントラストの良い写真を撮影し、二値化、真円度の高いものを選択することで連なったものや夾雑物を削除し、粒子一つ一つの面積をプロットするという処理手順である。これにより 8 μm 、10 μm 、12 μm 、15 μm のビーズを分けてカウントすることができた。今後、より小さいサイズのビーズについても検討する。

参考文献

- 1) Huang *et al.* Science **304** (2004) 987-990
- 2) 富山県工業技術センター研究報告 **31** (2017) 112

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

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

するりことで HDL ナノ粒子を作製する方法に取り組んでいる。3 つの入口から入った試料が 1 つに合流することでマイクロボルテックスを発生させて急速混合し、その後中央に収束する生成物と未反応の材料を分けるため出口を 3 つとしたチップ 2 種類を開発し、射出成形に利用するシリコン製鋳型を新たに作製した。これにより今後、射出成形によって新しい急速混合チップを作製することができるようになった。また、従来はシリンジポンプ等を用いた送液システムを用いており、操作が煩雑であった。そこで新たにコンプレッサーと圧力制御回路を用いて一定の圧力で送液することのできるシステム (Fig. 1) を開発した。

参考文献

- 1) Kim *et al.* ACS Nano **7** (2013) 9975-9983

謝辞

本研究は JSPS 科研費 JP18K18460 の助成を受けたものです。

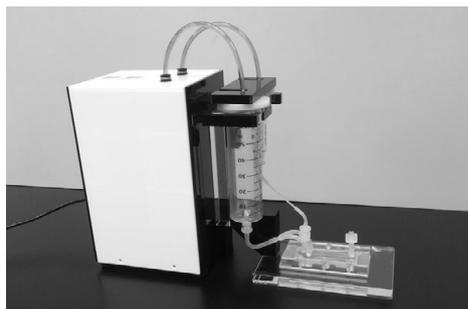


Fig. 1 Newly developed system for rapid mixing

大動物を用いた人工血管評価と細径人工血管の開発

生活資材開発課 吉田 巧 旭川医科大学 紙谷寛之、小山恭平、若林尚宏

直径 5 mm 以下の人工血管は開存性が低いことから実用化に至っていないが、冠動脈バイパス術や下肢血行再建術などにおける需要は高く、その開発が望まれている。

本研究は、臨床応用可能な内径 3 mm 以下の小口径代用血管の開発を目的とする。当センターでは、これまでエレクトロスピンニング法を利用したナノファイバーシートの開発に取り組んでおり、ナノファイバーシートを利用して、内径 1~3 mm の人工血管を試作した(Fig. 1)。さらに、試作した人工血管に対してコーティングを施すことにより、剛性や弾性及びハンドリング性を改善することに成功した。

開発した内径 1 mm の人工血管を、旭川医科大学においてラットに移植し開存性の評価を行ったところ、良好な開存率を示した。

また、各種径の人工血管に対して、微小圧力による圧縮試験、蒸留水を用いた耐水圧試験、接触角計を用いた親水性の評価、SEM によるコーティング状態の確認等、実用化のために必要な物性評価を行った。

今後は、内径 3 mm の人工血管を用いて、ブタ等の大動物で実用性試験を行う予定である。

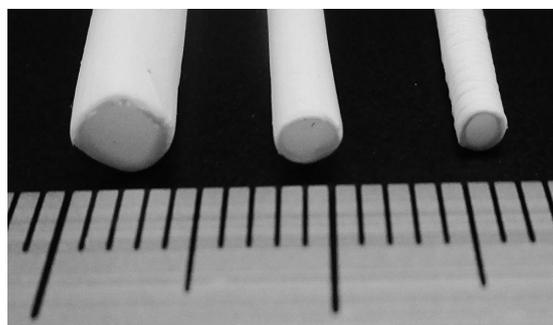


Fig.1 試作した人工血管

参考文献

1)金丸亮二, 産学官連携ジャーナル, 13, 14-16 (2017).

謝辞

本研究は JSPS 科研費 JP19K09258 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

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。産技研ではこれまで、Deterministic Lateral Displacement (DLD) 法¹⁾を利用したマイクロ流路チップを開発し²⁾、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、さらにマイクロ流路チップと送液システムの改良を行っている。

今年度は、プライミング (初めにチップに液を満たす作業)や圧力制御が自動化された送液システムについて、

低コストで作製できるものを新たに開発した。企業と共同で開発した従来の装置はコストが高く、研究目的で利用するには適切ではない。そこで必要性の低い機能を省略し、材料等を見直すことにより従来の 3 分の 1 のコストで作製することができる装置を開発した。

また、白血球の混入を減らすために、閾値をこれまでより 10%大きくしたチップについて射出成形に利用するシリコン鋳型を作製した。これにより今後このチップを作製できるようになった。

参考文献

1)Huang *et al.* Science 304 (2004) 987-990

2)富山県工業技術センター研究報告 30 (2016) 89

謝辞

本研究は JSPS 科研費 JP18H03006 の助成を受けたものです。

水中リグニンのフロー分離、生化学変換系の探求

生活資材開発課 高田耕児 京都大学 西村裕志

リグニンは木材の主要な成分の一つであり、セルロースに次いで、地球上で最も豊富に存在する天然高分子である。しかし3次元網目構造で水不溶性の不定形ポリマーであり、その利活用の難しさが課題である。本研究では、リグニンを水中で均一分散体として、生化学反応によるリグニンの分解・修飾・重合反応を探索し、マイクロ流路デバイスによる分離および反応系を構築することを目的としている。天然型高分子リグニンを基質として水系で行う生化学反応系の構築は、リグニンの根源的な性質の理解に結びつくと期待される。

産技研ではこれまで、Deterministic Lateral Displacement (DLD) 法¹⁾を利用したサイズで分離するマイクロ流路チップ²⁾を開発してきており、このマイクロ流路チップを応用して水中で分散させたリグニン粒子を分離する研究を行う。水中に分散したリグニン粒子は溶媒条件によって様々な粒径となる。以前の研究で閾値が約8 μm のチップでのリグニン粒子の分離を確認したが、今年度は、より小さい閾値でのリグニン粒子を分離するために計算

上の閾値が約1.8 μm 、約2 μm の2種類のチップについてシリコン微細加工によってシリコン鋳型を作製した。これにより今後チップを作製して実験を行うことができるようになった。

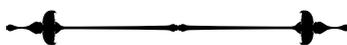
また、マイクロ流路チップから回収される粒子を観察するためのデバイスを新たに設計した。サイズで分離するマイクロ流路チップの回収側排出口からは標的粒子が濃縮されて出てくるが、この回収液の流速は遅い(50 $\mu\text{l}/\text{min}$ 程度)。流速が遅いことを利用して粒子は沈降させ、上澄みのみを排出するような構造とすることで、標的粒子をデバイスに溜めて、後から顕微鏡で容易に観察できるようにしたデバイスを開発した。

参考文献

- 1)Huang *et al.* Science **304** (2004) 987-990
- 2)富山県工業技術センター研究報告 **30** (2016) 89

謝辞

本研究はJSPS 科研費 JP20K21333 の助成を受けたものです。



ポリプロピレン繊維の染色技術の開発

生活資材開発課 吉田 巧

1. 背景

ポリプロピレン(PP)は汎用樹脂の中で最も比重が小さく、耐熱性、剛性に優れるうえ、透明性、耐水性、耐薬品性、絶縁性も良好である。PPはこれらの優れた特性から、自動車、雑貨、家電、医療機器、繊維など様々な分野で利用されている。しかしながら、繊維用途としては、染色座席を全く持たない分子構造に由来する染色性の乏しさから、ファッション性が要求される服地用途には向かないという短所があった。この課題を解決すべく、当センターでは、カチオン染料の還元と酸化作用に着眼して、これを応用した新たなPP繊維の染色方法を考案した¹⁾。しかしながら、この方法により、いくつかの市販のカチオン染料を用いたPP繊維の染色を試みたが、染料の種類によっては良好な染色結果が得られなかった。そこで本研究では、分子構造の異なる様々なカチオン染料を用いて染色実験を行い、その染料の分子構造を比較することにより、本染色方法に有効な染料の構造を明らかにすることを目指した。さらに、有機合成的な手法を用いて、この染色方法に有効な置換基や分子骨格を詳細に検討した。

2. 実験方法

2.1 染色実験

容器に蒸留水 100 mL と PP ニット生地 0.5 g を入れて、40℃ に加熱し、染料 15 mg を投入した。その後も加熱し続け、60℃ で一旦加温を停止し、還元剤を 2.0 g/L、水酸化ナトリウムを 1.0 g/L となるように加え、容器に蓋をした。5 分後に加熱を再開し、沸騰した後、30 分間沸騰状態を維持した。加熱停止後、容器から PP 生地を取り出し、酸化助剤を 3 g/L となるように加えた 60℃ の水溶液に 30 分間浸漬した。その後、浸漬した PP 生地を水でよく洗い、80℃ の HIPOM MC-2300 水溶液(3 g/L)で 20 分間ソーピングを行った。

2.2 測色試験

コニカミノルタ社製 分光測色計 CM-3600d を用いて、 $L^*a^*b^*$ 値を D65 光源下、視野 10°、SCE モードで測定した。

3. 結果及び考察

実験方法 2.1 に記載の手順により、以下の構造既知の染料を用いた染色実験を行った。青系染料: Basic Blue 1(以下 BB.)、BB. 3、BB. 7、BB. 9、BB. 12、BB. 17。赤系染料: Basic Red 1(以下 BR.)、BR. 2、BR. 5、BR. 9、BR. 14。黄色系染料: Basic Yellow 1(以下 BY.)、BY. 2、BY. 7、Acridine Yellow、Basic

Orange 14(以下 BO.)。なお、染色された生地の色味の評価は実験方法 2.2 に記載の条件により行った。染色実験の結果、各系統色の中で最も濃色に染色できたのは、BB. 3、BR. 2、BY. 7、BO. 14 であった。これらの結果から、本研究で考案した染色方法においては、青系では Phenoxazine、赤系では Phenazine、黄色系では Acridine 由来の主骨格を持つ染料が有効であることが分かった。次に、Fig. 1 に示す種々の BB. 3 誘導体を合成し、合成した染料を用いて染色実験を行うことにより、この染色方法に有効な置換基と分子骨格をさらに詳細に検討した。

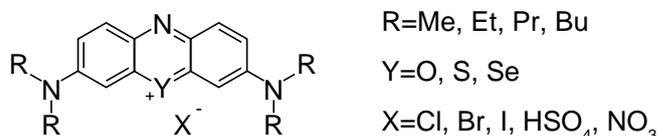


Fig. 1 合成した BB. 3 誘導体

その結果、立体的に嵩高い染料、硫黄原子やセレン原子を持つ染料、アミノ基の脱離反応が生じやすい染料は本染色方法に適さないことが確認された。また、対アニオンは本染色方法に影響を与えないという知見を得た。

4. まとめ

構造既知の市販カチオン染料を用いて、新たに考案した方法により PP ニット生地に対して染色実験を行ったところ、青系では Phenoxazine、赤系では Phenazine、黄色系では Acridine 由来の主骨格を持つ染料が良好な染色性を示す結果が得られた。また、合成した BB. 3 誘導体を用いて染色実験を行ったところ、立体的な嵩高さ、16 族元素の種類、アミノ基の脱離しやすさが本染色方法に適した染料の選定を行う上で重要な因子であることが分かった。

参考文献

- 1) 吉田巧ほか: 富山県産業技術研究開発センター研究報告 32, 68 (2018).

謝辞

本研究は、公益財団法人タナカ財団からの研究助成金を受けて行ったことを記して謝意を表す。

歩行動作時の身体挙動推定技術の開発

生活科学課 佐々木克浩、浦上 晃、塚本吉俊 生活工学研究所 溝口正人
ものづくり研究開発センター 上野 実 機械電子研究所 金森直希

1. 緒言

超高齢社会における健康維持のために、身体機能の衰えの予測・予防が重要となっている。身体的な衰えの判定として、日本版 CHS 基準の一項目に歩行速度がある。また、高齢女性の転倒等の徴候に対する歩容(歩行速度、歩幅、ストライド等)の関連可能性が研究されている¹⁾。これらの歩行動作を計測する装置例としてはカメラがあるが、試験室等の固定場所での計測であり、緩やかな身体機能の衰えや要介護の必要性を早期に発見するためには、常時計測が望ましい。常時計測の一手段として、慣性センサの利用が研究されている^{2,3)}。本研究では、歩行動作の常時計測の第一歩として、足部に装着した慣性センサを用いて歩行速度等を推定するシステムを構築するとともに、トレッドミルを用いた評価を行った。

2. 推定方法

2.1 基本方法と速度補正

足に装着した慣性センサ(加速度・角速度)を用いて、移動距離を求めるためには、センサ座標系から重力を基準とした絶対座標系への変換が必要である。絶対座標系の XYZ 各軸回りの回転角度をそれぞれロール角 ϕ 、ピッチ角 θ 、ヨー角 ψ とし、これらは次式により求められる。

$$\begin{bmatrix} \psi \\ \theta \\ \phi \end{bmatrix} = \int \begin{bmatrix} \dot{\psi} \\ \dot{\theta} \\ \dot{\phi} \end{bmatrix} dt + \begin{bmatrix} \psi_0 \\ \theta_0 \\ \phi_0 \end{bmatrix} \quad (1)$$

$\dot{\phi}$ 、 $\dot{\theta}$ 、 $\dot{\psi}$ は、センサ座標系における X 軸角速度 ω_x 、Y 軸角速度 ω_y 、Z 軸角速度 ω_z と ϕ 、 θ から計算される。また、 ϕ_0 と θ_0 はそれぞれロール角とピッチ角の初期値であり、動的加速度が小さい場合、重力加速度から求められ、ヨー角の初期値 ψ_0 は相対変化を扱う場合は 0° とすればよい。 ϕ 、 θ 、 ψ を関数とする回転行列と 3 軸加速度との行列の積から、絶対座標系における 3 軸加速度が得られる^{4,5)}。この加速度を積分することで速度が求まる。しかし、積分処理の際に誤差が蓄積していくため、誤差補正を行う必要がある。対策として文献 2) に基づいた以下の方法をとる。図 1 の立脚相において慣性センサの出力が所定の範囲内となった場合を静止と仮定し、図 2 に示すように速度をゼロにする。静止検知の時刻から次の静止検知の直前 T_s まで絶対座標系の加速度 $a(\tau)$ の積分を行う際に、 T_s における速度 V_e を線形誤差と仮定して補正する。補正後の次式 $v_c(t)$ を積分することで移動距離が求まる(図 2)。

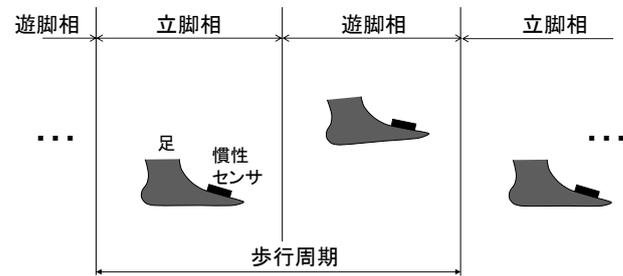


図 1 歩行における各相と歩行周期

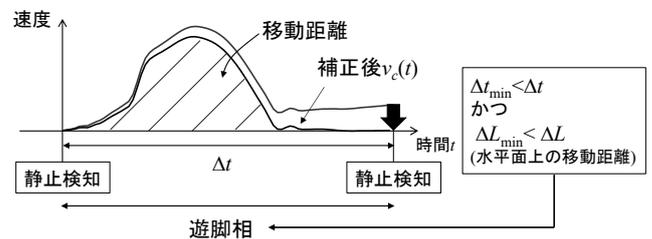


図 2 速度補正と遊脚相の判定の説明図

$$v_c(t) = \int_0^{T_s} a(\tau) d\tau - \frac{V_e}{T_s} t \quad (2)$$

2.2 歩行速度およびストライド長の算出

本研究では図 2 に示す静止検知間の時間 Δt と Δt における水平面上の移動距離 ΔL が、それぞれ閾値 Δt_{\min} と ΔL_{\min} より大きい場合は遊脚相と定義した。また、遊脚相における ΔL をストライド長 L_i とし、遊脚相の終了から次の遊脚相の終了までの時間を歩行周期 T_i と定義した(図 1)。歩行速度 S_i は、 L_i を T_i で除して求めた。なお、(1)式の積分による誤差蓄積も軽減する狙いで、静止検知時に ϕ と θ を再設定し、 ψ_0 は 0° とした。以上のデータ処理を Python により実装し、処理システムを構築した。

3. 歩行実験

2 の処理システムを検証するため、フォースプレート内蔵型のトレッドミル(テック技販社製、FTMH-1244WA)を用いた歩行実験を行った。設定速度 V_s は 2km/h、3.5km/h および 5km/h の 3 条件とした。また、ストライド長の基準値を得るため、動作解析装置(ライブラリー社製、Carrot)のマーカを左足の靴に装着して計測した。各装置を図 3(a)に、装着したマーカ等を図 3(b)に示す。マーカ①に着目し、歩行における進行方向の軸の計測値について、トレッド

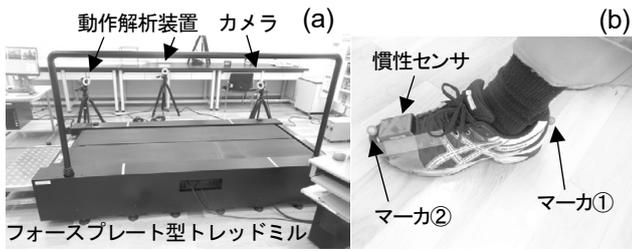


図3 実験の概要 (a) 環境、(b) 慣性センサとマーカ

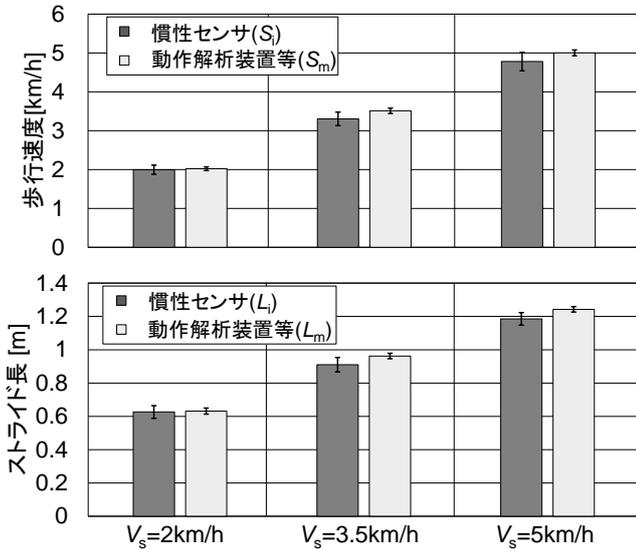


図4 歩行速度とストライド長の算出結果例

ミルの速度を基に平地歩行の距離に置き換えた。フォースプレートの鉛直方向成分の立ち上がり時刻から左足の初期接地時刻を定め、その時刻間から歩行周期 T_m を求めた。 T_m における距離の変化量からストライド長 L_m を算出し、 L_m を T_m で除して歩行速度 S_m を求めた。慣性センサは、スポーツセンシング社製の DSP ワイヤレス 9 軸モーションセンサ SS-MS-HMA16G15 を用い、図 3(b) に示す位置に装着した。サンプリング周波数 100Hz として計測し、保存したデータを解析した。測定加速度の大きさが重力加速度の 0.92~1.08 倍以内でかつ α_x の大きさが 1.2rad/s

以内の状態が 6 サンプル以上継続した場合²⁾、静止と判定した。遊脚相の判定に関しては、 $\Delta t_{\min}=0.1s$ 、 $\Delta d_{\min}=0.01m$ とした。慣性センサ、動作解析装置とトレッドミルは同期して計測を開始して 15 秒間を計測対象とし、最初の遊脚相終了付近からを評価対象とした。以上により、各値を算出した結果例を図 4 に示す。同図では、評価対象の値(11~15 個)の平均値を棒グラフで、標準偏差をエラーバーにより示している。同図より、慣性センサを用いた場合の平均値は、動作解析装置等の結果と概ね同様の傾向が得られ、慣性センサの方が最大 6%程度小さかった。この対策のひとつとして、(1)式や(2)式に関連する計算の補正方法等、検討の余地があると考えられる。また図 4 の例では、慣性センサを用いた場合、標準偏差は平均値に対して 7%未満であった。ここでは歩行周期ごとに各値を算出したが、実用に応じて複数周期の平均値を用いる等の対応が考えられる。

4. 結言

靴のつま先付近に装着した慣性センサを用いて、歩行速度とストライド長を推定するシステムの動作を確認した。これにより、慣性センサを用いて、歩行動作を常時計測する基盤が構築された。今後は、本研究をもとに、さらに歩行の他のパラメータの推定を検討する予定である。また、複数の被験者による実証実験を行うとともに、補正のパラメータ等の最適化を行うことも課題である。

参考文献

- 1) 金 他, 日老医誌, Vol.50, No.4, (2013) 528.
- 2) 佐川 他, 計測自動制御学会論文集, Vol.40, No.6, (2004) 635.
- 3) 澤留 他, 日本機械学会論文集, Vol.84, No.864, (2018) 1.
- 4) 廣瀬 他, スポーツ産業学研究, Vol.22, No.2, (2012) 255.
- 5) 廣瀬 他, 人間工学, Vol.50, No.4, (2014) 182.

キーワード：慣性センサ、歩行速度、ストライド長、トレッドミル、動作解析装置

An Estimation Technique for Walking Motion

Human Engineering Section; Katsuhiko SASAKI, Akira URAKAMI and Yoshitoshi TSUKAMOTO,
 Human Life Technology Research Institute; Masato MIZOGUCHI
 Product and Function Evaluation Section; Minoru UENO,
 Mechanics and Digital Engineering Section; Naoki KANAMORI

A system for estimating walking speed and stride length was constructed using an inertial sensor attached to near the toe of a shoe. In the system, the data processing algorithm to compensate calculated velocities and determine the swing phase was implemented. The fundamental performance of the system was confirmed with a treadmill and a motion analysis system.

ナノファイバー不織布に包含された機能性薬剤の 基布等への移行性に関する研究

生活資材開発課 吉田 巧、寺田堂彦*1

1. 緒言

当センターではこれまでに、害虫忌避剤や保湿剤、着色剤など様々な機能性薬剤を繊維中に包含させたナノファイバー(NF)不織布の開発に取り組んできた¹⁾。これらの研究において、包含させた薬剤がNF不織布から製造、保管、移送時などにNFと常に接触しているコレクター離型シートへ移行している可能性があることが分かった。このような離型シートへの移行は、薬剤包含NFの効果持続時間の減少や、製造コストの増加を招くと予想される。さらに、NFは比表面積が大きいという特徴をもつため、一般的なプラスチック製品において生じる可塑剤の移行と比較して、その移行量はより多いと考えられる。また、NFはその機械的強度の低さから基布や基材と貼合せて使用する機会が多いことから、基布、基材に対しても薬剤の移行が懸念される。

そこで本研究では、機能性薬剤の離型シートや基布への移行性を調査し、移行の要因を明らかにすることによりこの問題の解決を目指す。

2. 実験方法

2.1 NF不織布の作製

市販のポリフッ化ビニリデン(PVDF)を有機溶剤に溶解し、その溶液に機能性薬剤として殺虫剤を添加した紡糸用樹脂溶液を調整した。この樹脂溶液を、自作したシングルノズルエレクトロスピン装置を用いて紡糸し、NF不織布(繊維径約250 nm、厚さ20 μm)を得た。

2.2 移行試験

2.2.1 NF中の薬剤残存量の評価

2.1で作製したNF不織布(100×100 mm)と、ポリプロピレン(PP)またはポリエチレンテレフタレート(PET)の樹脂板(アズワン 100×100×2 mm)を、Fig. 1に示す状態で接触させた。この上に、重さが3.14 kgのおもりと、ガラス板を重ねて密着度を高めた。この接触試験は温度20℃、湿度65%RHの環境下で行い、接触試験を開始してから3日後および7日後にNFを回収し、40℃の恒温槽中でCHCl₃(10 mL)を用いて殺虫剤を抽出した。また、コントロールとして、樹脂版と接触させていないNFについても同様の抽出処理を行った。これらの抽出液を10 mLにメスアップした後、GCMS(島津製作所 GCMSQP2010Plus)を用いて絶対検量線法による定量を行った。

2.2.2 移行量の評価

2.2.1と同様の試験条件で、樹脂板の代わりにPPまたはPET樹脂フィルム(PP:アクリサンデー PPクラフトシート 100×100×0.2 mm、PET:東レ ルミラーフィルム T60 100×100×0.188 mm)を用いて、NF不織布とそれらのフィルムをFig. 1に示すように接触させた。接触試験を開始してから3日後および6日後に樹脂フィルムを回収し、約1.5 cm角に裁断後、40℃の恒温槽中でCHCl₃(10 mL)を用いて殺虫剤を抽出した。その後、2.2.1と同様の条件でGCMSを用いた定量を行った。



Fig. 1 移行性試験

3. 実験結果および考察

作製した殺虫剤を包含したPVDFナノファイバー不織布をPPまたはPET樹脂板に接触させ、NF中の殺虫剤残存量を調査した結果、コントロールに比べて、樹脂版と接触していたNF中の殺虫剤残存量はいずれも少なかった。また、PP板と接触していたNFの方が、PET板と接触していたNFに比べて殺虫剤残存量が明らかに少なかった(Fig. 2)。また、接触実験開始から3日後に至るまでよりも、3日後から7日後に至るまでの方がいずれの樹脂版を用いた場合であっても減少のペースが緩やかであることがわかった。

次に、殺虫剤を包含したPVDFナノファイバー不織布をPPまたはPETフィルムに接触させ、そのフィルム中の殺虫剤量を測定することにより移行量を調査した。その結果、接触させた両方のフィルムから殺虫剤が検出され、PP

*1 現 企画調整課

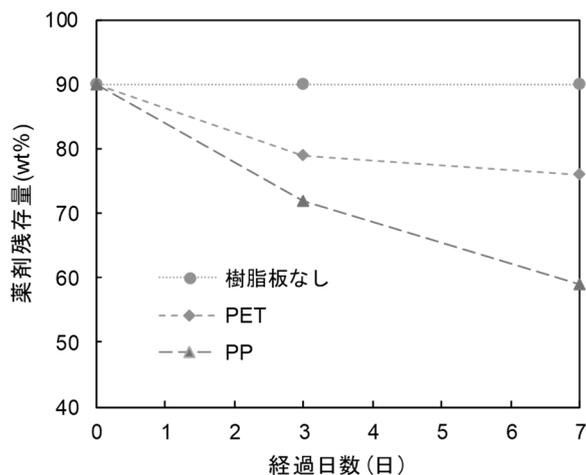


Fig. 2 残存量

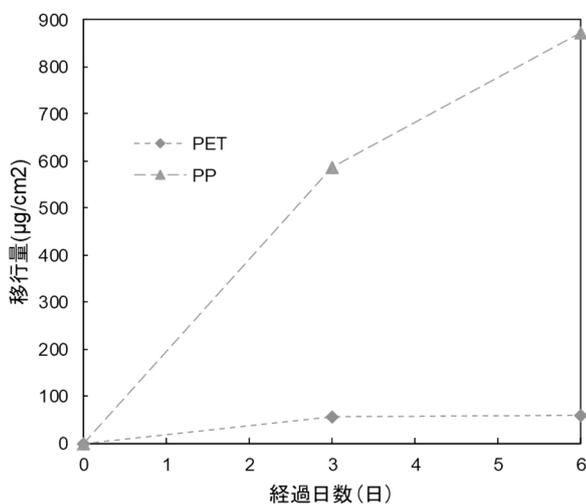


Fig. 3 移行量

フィルムから検出された殺虫剤量の方が明らかに多かった(Fig. 3)。また、移行のペースはNF中の殺虫剤残存量の調査結果と同様に、3日後から7日後に至るまでの方が緩

やかであった。この移行ペースの鈍化は、移行した殺虫剤がフィルム中で飽和濃度に近づき、拡散速度が減少したためであると推量するが、より確度の高い考察を行うためにはさらに詳細な検討が必要である。

これらの結果から、殺虫剤はNFから樹脂へ移行しており、この殺虫剤はPETよりもPPへ移行しやすいことが分かった。PPへの移行性が高かった理由としては、以下が考えられる。PPは完全な炭化水素から成り、その親油性の高さから油吸着材にも使用される樹脂である。そして、今回実験に使用した殺虫剤も水に溶けにくい油性の化学物質である。したがって、PETよりもより親油性の高いPPにより多くの殺虫剤が移行したと推測する。

今後は、PP、PET以外の樹脂に対する移行量を調査することで、親油性等の樹脂物性と移行量の関係を明らかにしていく。

4. 結言

殺虫剤を包含したNF不織布とPPまたはPET樹脂とを数日間接触させたところ、NF不織布中の殺虫剤量は減少し、樹脂からは殺虫剤が検出された。また、このNFからの減少量と樹脂からの検出量は時間経過とともに大きくなった。この結果は、NF不織布中の殺虫剤が樹脂へ移行したことを示している。また、その減少量および検出量はPETに比べてPPの方が多く、PETよりもPPへの移行性がより高いことが明らかとなった。

参考文献

- 1) 吉田巧ほか:富山県産業技術研究開発センター研究報告, **33** (2019) pp. 59-60
- 2) 吉田巧ほか:富山県産業技術研究開発センター研究報告, **34** (2020) pp. 71

キーワード: ナノファイバー、不織布、殺虫剤、移行性

Study on Transferability of Functional Agents Contained in Nanofiber Non-Woven Fabrics

Life Materials Development Section; Takumi YOSHIDA and Dohiko TERADA*¹

When nanofiber non-woven fabrics containing an insecticide was brought into contact with a PP or PET resin for several days, the amount of the insecticide in the nanofiber non-woven fabric decreased, and the insecticide was detected in their resins. The amount of decrease in the insecticide from the nanofiber and the amount detected from their resins increased with the passage of time. This result indicates that the insecticide in the nanofiber non-woven fabric was transferred to resins. In addition, it was ascertained that the amount of decrease and the amount detected in PP was larger than that in PET, and the transferability to PP was higher than that in PET.

レーザー樹脂溶着用の光熱変換効率の高い吸光剤の開発

生活資材開発課 藤牧寛城 ものづくり研究開発センター 山崎茂一、高松周一

1. 緒言

レーザー樹脂溶着法は、熱板溶着や超音波溶着と比べて製品へのダメージが低く、製品ごとの型が不必要であり、微細加工が可能であるというメリットを有している。

一般的なレーザー樹脂溶着法はレーザー光を透過する光透過性樹脂と吸光剤を予め練り込ませた光吸収性樹脂の2種類を重ね合わせて溶着する。光透過性樹脂側からレーザー光を照射し、光吸収性樹脂側で光熱変換が行われ、熔融する。この熱が光透過性樹脂側へ伝播することで両者を熔融させる。その後、樹脂を放熱によって固化させることで樹脂と樹脂を接合させる原理である。

しかし、材料メーカーで添加された吸光剤（主にカーボンブラックが多用される）や配合は様々であるため、樹脂によってレーザー照射条件の検討を行う必要があり、用いる樹脂によって条件が大きく左右されるという問題点がある。そのため、吸光剤を後付けで塗布し、レーザー照射するだけで溶着が可能な手法が望まれている。

そこで本研究では、光熱変換効率が高いことが予想されるアゾ色素を中心骨格とした新たなレーザー溶着用吸光剤を開発することを目的として、樹脂間に塗布したのちにレーザー照射を行うだけで溶着が可能な吸光剤を合成し、吸収波長や塗布条件の最適化を目指した。(Fig. 1)

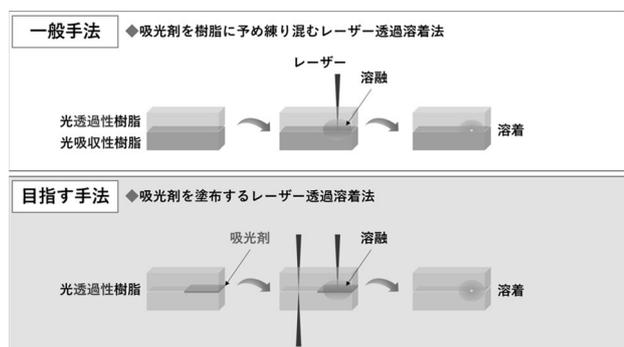


Fig. 1 Laser welding method

2. 実験方法

2.1 アゾ色素の合成

まず、大気雰囲気下で炭酸カリウム（富士フィルム和光純薬製）を添加した IPA/H₂O 溶媒中にて *N*-メチルアニリン（東京化成工業社製）に対し、1-ヨードペンタンまたは1-ヨードデカン（東京化成工業社製）を作用させ、炭素鎖の導入を行った。

次に、0°C の DMF 溶媒中で4-アミノ安息香酸（東京化成工業社製）に対し、亜硝酸ナトリウム（東京化成工業社

製）と塩酸を添加し、塩化ベンゼンジアゾニウム塩を生じさせた後、炭素鎖を導入したアニリンを添加し、ジアゾカップリング反応を行った。

最後に、炭酸カリウム（富士フィルム和光純薬製）を添加した DMF 溶媒中で、アゾ体に対して1-ヨードペンタンまたは1-ヨードデカン（東京化成工業社製）を作用させ、エステル化による炭素鎖の導入を行った。

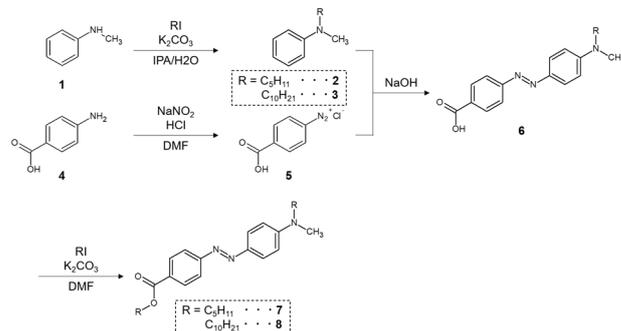
2.2 アゾ色素の分析

合成したアゾ色素は核磁気共鳴装置（NMR）（日本電子製、JNM-ECS400）を用いて構造決定し、分光光度計（島津製作所製、UV-2450）を用いて、吸光度の測定を行った。

3. 実験結果および考察

アゾ色素は導入する置換基によって、吸収波長が変化することが知られている。本研究では、用いるレーザー加工機のレーザー波長である445 nm に吸収帯を有するように置換基の導入を行った。また、光熱変換効率を比較する目的で、長さの異なる炭素鎖を導入した。(Scheme 1)

N-メチルアニリン (1) に対し、塩基性条件下で1-ヨードペンタンおよび1-ヨードデカンを作用させ、化合物2、3を得た。酸性条件下で4-アミノ安息香酸 (4) に亜硝酸ナトリウムを反応させ、ジアゾニウム塩5を生じさせた後、化合物2、3を添加することで、ジアゾカップリング体6を得た。最後に、ジアゾカップリング体6のカルボン酸部位に1-ヨードペンタンおよび1-ヨードデカンを作用させ、炭素鎖を導入し、化合物7および8を得た。



Scheme 1 Synthesis of the azo dye

続いて、合成した色素がレーザー加工機のレーザー波長445 nm に吸収帯を有することを確認する目的で、吸光度測定を行った。さらに、炭素鎖長の違いによる吸光度の変化を調査するため、炭素鎖を導入していない化合物9も合成し、色素7、8と比較した。

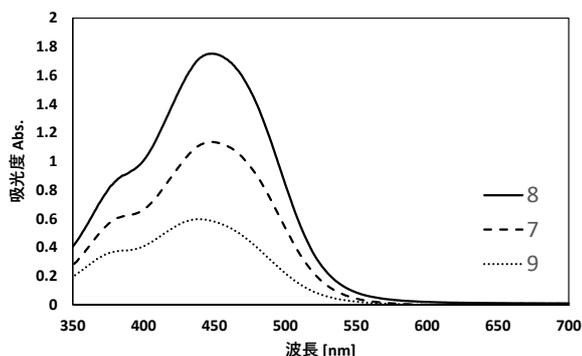


Fig. 2 Absorbance of compounds 7,8,9

合成した化合物はそれぞれ 445 nm 付近に極大吸収波長を有することが確認され、目的のレーザー波長と一致させることができた。また、吸光度に着目すると、炭素鎖が長いほど吸光度が増加していることがわかる。(Fig. 2)

次に、合成した吸光剤 7、8、9 にレーザーを照射した際の温度を測定した。ポリプロピレン樹脂上に吸光剤を塗布し、低出力に設定したレーザーを 1 点に照射し続け、レーザー照射開始から 20 秒後の樹脂表面の温度を赤外線サーモグラフィカメラで撮影した。その結果、化合物 7 が最も高く発熱することが示された。この結果から、炭素鎖長が長いほど光熱変換効率が高いわけではなく、適切な長さが存在することが示唆された。

レーザー溶着時の吸光剤塗布条件の検討を行った。実験には、最も高く発熱することが示唆された化合物 7 を用いた。まず、吸光剤を固体状態で溶着する方法(方法①)と有機溶媒に溶解させた液体状態で溶着する方法(方法②)の 2 種類を試した。しかし、レーザー強度や走査時間を検討しても方法①、②ともに溶着はできなかった。方法①では樹脂間に固体を挟んでいることによって樹脂同士の密着性が低下し、熱伝導が生じにくくなったことが原因だと考えられる。また、方法②では、レーザー照射によって生じた熱により有機溶媒が揮発し、吸光剤が固体に

変化したため、方法①と同様の原因で溶着できなかったと考えられた。(Fig. 3)

そこで、有機溶媒に溶解させるのではなく、流動パラフィンに色素を溶解させて吸光剤とする方法③を思案した。

流動パラフィン沸点 300°C 以上のため、揮発しない。また、有機溶媒と異なり粘性があるため、樹脂上に塗布した際に溶着部位のみに留まらせることができると考えた。

実際に、方法③でレーザー強度や走査時間を検討しつつ溶着を行ったところ、PMMA 樹脂同士の溶着に成功した。同様の方法で、ポリプロピレン樹脂同士でも溶着が可能なが確認できたことから、レーザー光を透過する樹脂であれば本手法が適用可能であると期待される。

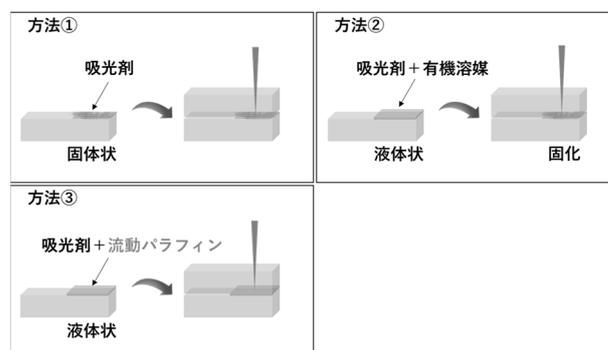


Fig. 3 Method of applying absorber

4. 結言

樹脂間に塗布し、レーザー照射を行うだけで溶着が可能な光熱変換効率の高い吸光剤の開発を目指し、化合物の合成、光吸収特性の測定、レーザー照射時の温度測定、塗布条件の検討を行い、合成した吸光剤でレーザー溶着が可能であることを示した。また、長さの異なる炭素鎖の導入により、高い光熱変換効率を得るためには適切な長さが必要であることが示唆された。

参考文献

- 1) 山下達人:精密工学会誌, **84** (2018) pp. 423-426

キーワード：レーザー樹脂溶着、吸光剤、光熱変換、アゾ色素

Development of high photothermal conversion efficiency laser-ray absorber designed for resin welding

Life Materials Development Section; Hiroki FUJIMAKI,

Monozukuri Research and Development Center; Shigekazu YAMAZAKI, Shuichi TAKAMATSU

The laser welding method for resin has some problems that the conditions are greatly influenced by the resin used. In this study, we aimed to develop a new laser-ray absorber. The azo compounds which is expected to have high photothermal conversion efficiency were designed, and it was expected that the introduction of carbon chains would improve the photothermal conversion efficiency.

画像情報による作業分析に向けた手の動作検出に関する基礎研究

生活科学課 佐々木克浩、浦上 晃、塚本吉俊 機械電子研究所 金森直希

1. 緒言

現在、WHOのガイドライン等に推奨する手洗い手順などが示されているが、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を行ったかを自動認識できるシステムが望まれる。特に最近では、HACCP (Hazard Analysis and Critical Control Point) に沿った衛生管理や感染症対策の支援のため、その必要性が高まっている。手洗い動作の判定に関しては、RGB画像^{1,3)}や距離画像^{3,4)}を利用したものがある。RGB画像を用いて手を検出する場合、手に洗剤が付着している状況や手の背景が肌色に近い場合に検出に影響を与える可能性があるが、距離画像はこれらの影響を直接的に受けにくい特徴がある。また、動作認識については、姿勢だけでなく動きの検出も重要と考えられるが、両方を勘案したシステム⁵⁾は少ない。

筆者らは、距離画像センサを用いて手の姿勢と動きの両方を考慮した動作認識を目指した研究を行ってきた⁵⁾。これまでは、手の前方にセンサを設置したが、手の傾き等の影響があり、動作識別のための特徴量が十分ではなかった。このため本研究では、手の斜め上部にセンサを設置して距離画像を取得することで、手領域を選定し、画像特徴量の適用を検討する。本年度は、特徴量抽出の前段として、手付近の領域を選定するシステムを検討した。

2. ROIの選定方法

手の斜め上方に距離画像センサを設置して取得した距離画像について、手付近の関心領域 (Region of Interest: ROI) を選定²⁾するため、図1および図2に示すデータ処理を行う。はじめに図1①に示すように、距離 D が D_{\min} ~ D_{\max} の範囲内の画素を原点座標から x 軸方向に順次探索し、最初と最後に条件を満たした画素(同図中の灰色)を検知と定義する。同様に、 y 軸方向に走査して最後に検知となった画素を手の先端と仮定して、その y 座標を Y_t とする(ROIの先端)。次に、1つの検知の画素に着目して、図1②に \times で示す隣接する5画素との距離差 ΔD が $0 \sim \Delta D_{\max}$ の範囲内であった画素も検知とする。この処理を図1③に示す矢印の方向に走査することで、同図中の灰色(検知)領域で示すように、手および腕を含む領域が検出される。この領域から両手が組合さる付近をROIの後端として定めるため、以下の処理を行う。図2左の矢印で示す Y_t から開始する x 軸方向の走査において、検知の画素が N_d 個以上連続した後、非検知が N_n 個以上続き、再度

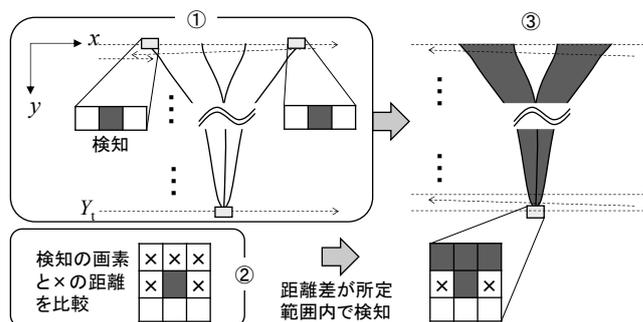


図1 手および腕等の検出の説明図

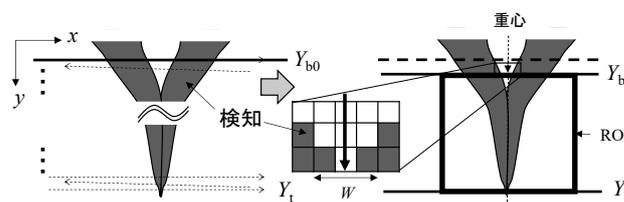


図2 ROIの選定の説明図

検知が N_d 個以上連続した最初の y 座標を Y_{b0} とする。これにより、 $Y_{b0} \sim Y_t$ 間で求める重心の x 座標 X_g をROIの中心とする。さらに、 Y_{b0} から y 軸方向に走査して、 X_g に対称な画素数 W の中に検知が存在した最初の y 座標 Y_b をROIの後端とする。以上より、手の先端(Y_t)、後端(Y_b)と X_g で定まる正方形をROIとする(図2右)。

3. システム

距離画像センサ (Creative社製 Intel RealSense SR300) を手の斜め上方に設置し、テーブル上において手洗いを模擬した代表的な動作(図3(a)から(f))を行ってもらい、計測した。パーソナルコンピュータに画像サイズ 640×480 ピクセルの距離データを取り込んだ(周期: 30フレーム/秒)。このデータに対して2の方法でROIを選定するシステムを、開発言語Pythonを用いて構築した。データ処理を行うピクセル数は画像サイズの半分とし、処理条件は $D_{\min}=400\text{mm}$ 、 $D_{\max}=700\text{mm}$ 、 $\Delta D_{\max}=5\text{mm}$ 、 $N_d=20$ 、 $N_n=30$ 、 $W=21\text{pixel}$ とした。図3(a)の動作について、図1の手順に基づいて手および腕を含む領域を検出した結果を図4(a)に示す。同図では、検知となった座標を白丸で示しており、白色の領域から手および腕を含む領域を概ね検出できていることがわかる。次に、図2の手順に基づいてROIを選定した結果例を図4(b)に示す。同図において、選定したROIを白枠により示しており、手付近の領域を選定できていることがわかる。他の動作も含めて同様のデータ処

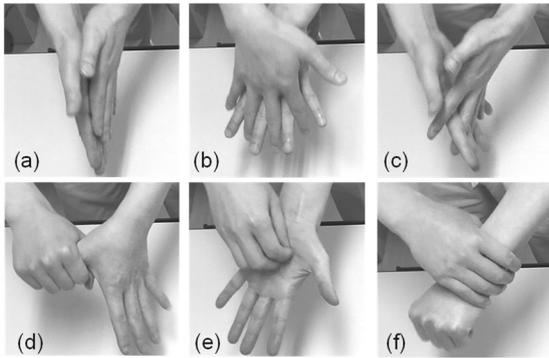


図3 手洗い模擬動作

(a) 手のひら、(b) 手の甲、(c) 指の間、
(d) 親指、(e) 指先・爪、(f) 手首

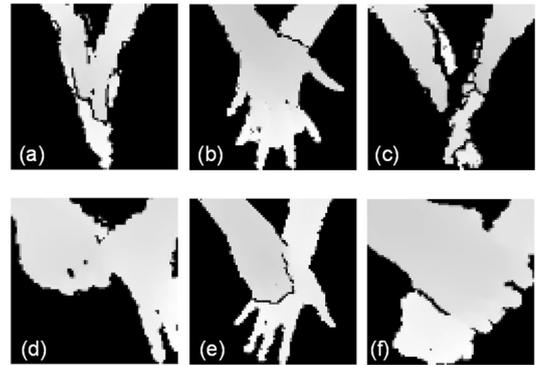


図5 各動作におけるROIの選定結果例

(背景除去、リサイズ処理後)
(a)~(f)は図3(a)~(f)の動作に対応

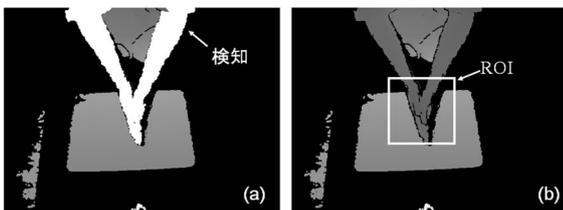


図4 データ処理の例

(a) 手および腕等の検出、(b) ROIの選定

理を行い、選定したROI領域において、 D_{max} より長い距離の座標はゼロとして背景除去を行った後、 80×80 ピクセルにリサイズ (OpenCVのresize関数を利用) した例を図5に示す (グレースケール表示)。同図(a)から(f)より、各1フレームの例示ではあるが、6種の動作に対してROIを選定する部分のシステム動作を概ね確認できた。今後は、複数の被験者による検証実験とともに、データ処理条件の最適化が課題となる。図5(d)については、ROIの画像の右側において手のはみでる場合があった。対応策としては、ROIのサイズを検知領域の最大値等で決定することが考えられる。このような場合を含めたROIの調整と妥当性の判断については、動作識別への

影響を考慮して、次年度に特徴量抽出と併せて総合的に検討する予定である。

4. 結言

手の斜め上部に設置した距離画像センサから取得したデータに対して、手付近のROI選定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ROI選定例を示し、本システムの基本的な動作を確認した。今後は、ROIの画像に対してHOG (Histogram of Gradient)^{2,4)}等の特徴量を適用した動作識別や動きの検出に関して検討する予定である。

参考文献

- 1) <https://pr.fujitsu.com/jp/news/2020/05/26.html>
- 2) D. F. Llorca *et al.*: In BMVC Proc. Brit Mach Vision Conference (2007) 213.
- 3) B. Xia *et al.*: Proceedings of the 17th Irish Machine Vision and Image Processing conference (2015) 43.
- 4) <https://www.contec.com/jp/news/2020/2020070900/>
- 5) 佐々木 他, 富山県産業技術研究開発センター研究報告, No34, (2020) 9.

キーワード：距離画像、手洗い、動作、ROI、システム

Detection of Hand Motions for Work Analysis Using Image Processing

Human Engineering Section; Katsuhiro SASAKI, Akira URAKAMI and Yoshitoshi TSUKAMOTO,
Mechanics and Digital Engineering Section; Naoki KANAMORI

A data processing system to detect the region around hands was constructed using a depth camera installed diagonally above the hands. In the system, the data processing algorithm to select the ROI for six kinds of hand washing motions was implemented in Python. The examples of the selected ROI were presented, and the fundamental performance of the system was confirmed.

フレキシブルな高熱伝導性電子デバイス用材料の開発

生活資材開発課 早苗徳光 機械電子研究所 横山義之

1. 緒言

電子機器の小型軽量化が進み、部品実装の狭所化が求められる現状において、放熱対策は重要な課題である。その解決策の一つとして、形状の自由度や施工性に優れた高分子マトリクス系のフレキシブルな熱伝導性複合材が利用されている。しかし、熱伝導性能は無機フィラーの充填量に依存するため、高充填・高熱伝導化を図るとフレキシビリティは失われ、高分子マトリクスである利点を損なってしまう。本研究では、これらの特性を両立させるための基本的な材料特性の把握と、無機フィラーの表面処理による性能向上について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 使用材料

マトリクスは二液性付加硬化型シリコンゴム(RTV)とし、高強度タイプ(RTV-H)およびゲルタイプ(RTV-G)の2種を使用した。

熱伝導性無機フィラーは酸化マグネシウム(MgO)とし、平均粒径 2 μ m タイプ(MD₂)および 20 μ m タイプ(MD₂₀)の2種を使用した。

MgOの表面処理には、試薬のシラン系表面処理剤3種(SC-I~III)、ヘキサシラン、エタノールをそのまま用いた。水は蒸留水を用いた。

2.2 試験および評価

MgOの表面処理は、表1に示す割合で混合した材料を、フラスコ中で溶媒還流下2時間処理したのち、窒素ガスを流通させて溶媒を蒸発除去し、さらに乾燥機中、表面処理剤の沸点以上の温度で4時間処理した。

複合材は、所定の充填率となるよう MgO とマトリクスを混合し、フッ素樹脂製シートで挟んで平板状に整え、40°C で24時間硬化させ作成した。

複合材の熱伝導率は、ホットディスク方式により 20°C・65%RH 環境下で測定した。試験体形状は直径 13mm×厚さ 5mm とした。

複合材のフレキシビリティは、動的粘弾性測定における貯蔵弾性率(E')を指標とした。測定は、圧縮モード、周波数 1Hz にて行った。試験体形状は、直径 7mm×厚さ 5mm の円柱形状とした。

3. 実験結果および考察

3.1 マトリクスへの MgO の充填

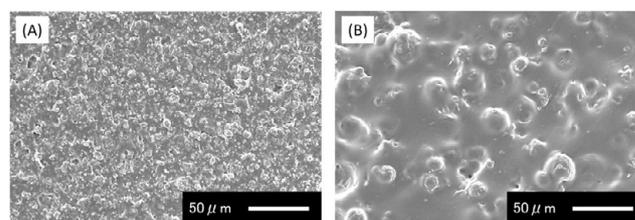
MgOの充填量には限度があり、マトリクスが RTV-H の場合、表面処理の有無や処理剤種類に関係なく、MD₂ で 40vol%程度、MD₂₀ で 50vol%程度までであった。一方、マトリクスが RTV-G の場合は多くの MgO で硬化不良が発生し、複合材を作成できたのは、blank MD₂₀、SC-I処理 MD₂₀、SC-II処理 MD₂₀ の3種のみであった。また、これらは 50vol%程度まで充填可能であったものの、マトリクスの粘度が低いため 30vol%以下では沈降してしまい、均質な複合材が得られなかった。図1に、充填率が 40vol%のときの表面処理無し(blank)MgO/RTV-H 系複合材の断面を例示する。MgOの分散は比較的良好であるが、若干の界面剥離やポイドが確認される。

3.2 複合材の熱伝導率

作成した複合材の熱伝導率について検討した。MD₂₀/RTV-H 系複合材の結果を図2に示す。図中、破線で示した曲線は Bruggeman 式による予測値である。図より、MgO 充填率が高くなるほど熱伝導率は向上するが、予測値と比較してやや低く、充填率 50vol%では計算値の約 8割程度の値となった。また、表面処理の影響はほとんど見られなかった。図にはないが、MD₂/RTV-H 系複合材、並びに、MD₂₀/RTV-G 系複合材の熱伝導率もほぼ同様の結果となり、MgO 粒径やマトリクスの違いによる影響も見られなかった。以上の結果から、MgO とマトリクス界面の密着性は不十分で、今回使用した表面処理剤によっても改善できていないことが示唆された。

表1 MgO 表面処理の配合割合

表面処理剤	配合割合 (重量比)				
	MgO	SC	ヘキサシラン	エタノール	水
無し (blank)	100	-	-	100	2
SC-I	100	1	100	-	-
SC-II、III	100	1	-	100	2



(A) blank MD₂/RTV-H (B) blank MD₂₀/RTV-H

図1 充填率 40vol%の複合材断面

3.3 複合材のフレキシビリティ

次に、各複合材のフレキシビリティについて検討した。図3に、 M_{D20} 充填系複合材の 20°C における E' を示す。なお、フレキシビリティの目安として、市販のシリコンゴムシート(SR)と塩化ビニルシート(PVC)の値も示した。図より、 MgO 充填率の増加に伴い E' も高くなるが、マトリクスが RTV-G の場合は SR より低く、RTV-H の場合には PVC より低い値を示し、いずれもフレキシビリティを持つことが確認できた。感覚的にやや硬く感じられる PVC(約 $1 \times 10^8 \text{ Pa}$) を上限と想定すると、 E' が $1 \times 10^7 \text{ Pa}$ より低いマトリクスを選択する必要があると考える。

表面処理の影響については、SC-III処理の場合に最も顕著で、3.1項のとおり、マトリクスが RTV-G の場合には硬化不良を引き起こし、RTV-H の場合にも E' の低下が見られた。SC-IIIは構造中にビニル基を持っており、それがマトリクス分子鎖中の反応基(Si-H 基)と反応して硬化を阻害することが原因の一つと考える。このことは逆に、正常な硬化が可能なだけの Si-H 基をマトリクスに導入しておけば、マトリクスと表面処理剤間の結合を強固にできることを意味しており、表面処理を改善する一つの手がかりと考えられる。

4. 結言

フレキシブルな高熱伝導材料の開発を目的として、 MgO/RTV 系複合材の作成と性能向上について検討した。その結果、得られた複合材の熱伝導率は予測値より低くなり、界面の密着性が不十分と考えられた。そこで、 MgO の表面処理による性能向上を試みたが、改善には至らなかった。また、複合材のフレキシブル化については、マトリクスに求められる E' に関して知見が得られた一方、表面処理によって RTV の硬化が阻害される場合があるとわかった。以上の結果から、マトリクス側からのアプローチも含め、表面処理技術の開発による界面の密着性改善が課題として残された。

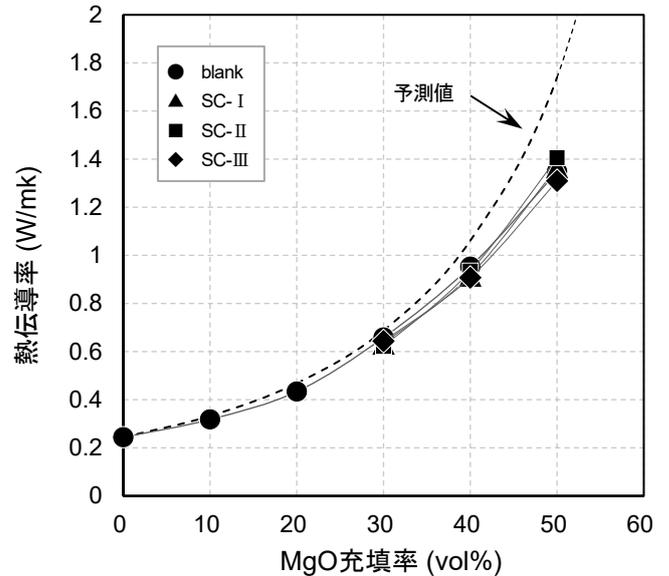


図2 $M_{D20}/\text{RTV-H}$ 系複合材の熱伝導率

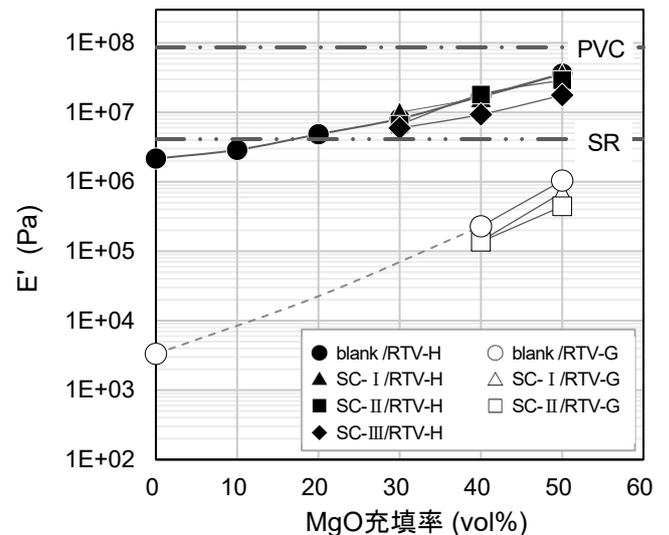


図3 M_{D20} 充填系複合材の貯蔵弾性率 (at 20°C)

キーワード：高熱伝導性、フレキシビリティ、シリコン、酸化マグネシウム、表面処理

Development of flexible composite materials for high thermal conductivity electronic devices

Norimitsu SANAE and Yoshiyuki YOKOYMA

For the purpose of development of the flexible and highly thermally conductive materials, we molded composite materials filled with magnesium oxide (MgO) in crosslinked silicone rubber, and examined the improvement of their performance. As a result, although the flexibility of the composite materials could be obtained, the thermal conductivity was lower than expected, for example, when the MgO filling rate was 50vol%, the measured value was about 80% of the predicted value. Therefore, we tried to improve the performance by surface treatment of MgO , but we could not be improved it.

情報端末を用いた健康管理機器に関する研究

生活科学課 浦上 晃、塚本吉俊

1. 背景

高齢社会の到来により、在宅での医療、介護の機会が増加するとともに、健康管理意識も高まっている。これまでスマートフォンを中継装置として、手動入力または通信機能付の健康管理機器(血圧計等)からデータを取得し、データベースに蓄積するシステムの開発を行ってきた⁽¹⁾。しかしながら、通信機能を有する機器は高価で、高齢者には操作が難しい等の問題がある。

そこで本研究では、通信機能を持たない機器でも比較的安価で簡単にデータ取得が可能なシステムについて検討した。昨年度は機器を撮影した画像から数値データ領域の抽出と認識手法について研究したが⁽²⁾、本報告では画像認識プログラムおよび人工知能(ディープラーニング)の手法を使用し、健康管理機器を含む画像から対象機器やその表示数値データの認識手法について検討した。

2. AIによる対象機器の認識

健康管理機器を含む画像からその数値データを認識する手順を、図1に示す。

まず健康管理機器を特定するため、ディープラーニングを用いた物体検出の手法を適用し、機器の種類と画像中の位置を求める。さらに検出された機器の領域に対し、昨年度の手法⁽²⁾を用いて数値表示領域を抽出し、この抽出された領域中の数字の部分を持ち出し、判定する。



機器を含む画像撮影

数値表示領域抽出

1 2 1
7 0
6 5
画像処理プログラムによる数値判定



図1 画像から機器の表示数値を認識するまでの手順

本研究では、Python 上で稼働するオープンソースの機械学習ライブラリ TensorFlow2.0 と、物体検出アルゴリズムに畳み込みニューラルネットワークを用いた機械学習モデル YOLOV3 を使用した。

学習の手順として、

- i Web 上から健康管理機器(今回は血圧計)を含む任意の 50 枚の JPEG 画像を収集
- ii iの画像を全て 320×320 ピクセルにサイズ変換したのち、機器部分の選択とラベル付けを実施
- iii iiの画像のうち 40 枚は訓練データとし、残り 10 枚についてはテストデータとして学習
- iv iiiにより学習したネットワークを用いて対象機器を判定とした。判定結果例を図 2 に示す。画像中の血圧計について、その位置と機器の種類(血圧計である確率 98.16%)を精度よく判定することができた。

Sphygmomanometer 0.9816
(血圧計である確率 98.16%)



機器の位置を検出

図2 ディープラーニングによる機器認識

3. 数値データの認識

検出された数値表示領域に対して、二値化、ノイズ除去、モルフォロジー処理を行い、輪郭検出により個々の数字部分を切り出した。この数字の部分(この段階では単なる絵)を個別に判定するため、Python を用いた数値判定プログラムを作成した。デジタル数字は、手書き数字とは異なりメーカーや機種によらず比較的類似性が高いため、あらかじめ0から9までの数字を 160×220 ピクセルのテンプレート画像として登録し、同サイズに変換した判定対象画像と登録画像との類似性を比較した。

類似性の判断基準として、

- ①一致度：画像を重ねた場合の形が一致する割合
(数値が1に近いほど類似性が高い)
- ②重心：横(X)方向と縦(Y)方向の重心位置
- ③類似度：数字の輪郭(縁)部分の類似性
(数値が小さいほど類似性が高い)

の3要素について比較し、総合的に最も類似した数字を測定値として採用した。

数値判定例を、図3に示す。例として、判定対象画像から「9」を抽出した場合、①一致度について、登録数字9との値が最も1に近い、②重心位置について、登録数字9と最も値が似ている、③類似度について、登録数字9との値が最も小さい。このことから、この抽出した数字は「9」であると総合的に判断でき、精度良く画像中の数値を判定することが可能となった。

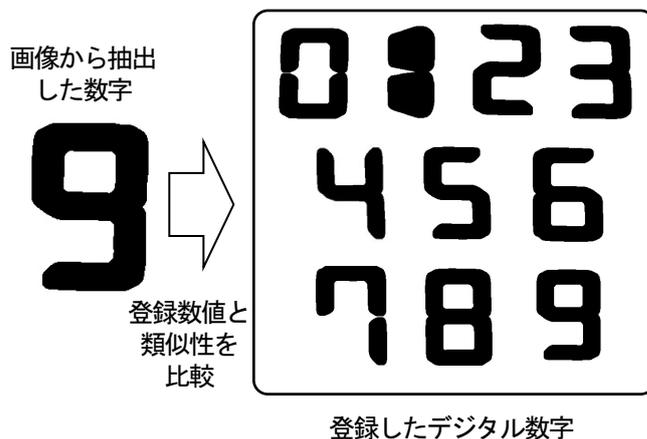
また、個々の判定対象画像は元の画像の位置(座標)情報を保持していることから、対象機器の種類の情報とあわせて意味のある測定値(例えば、血圧計であれば「最高血圧値」「最低血圧値」「脈拍数」など)として再構築できる。

今後は、学習する機器の種類を増やし、さらに多くの健康管理機器が判定できるようにしたい。

4. まとめ

通信機能を持たない健康管理機器でも比較的安価で簡単にデータ取得が可能なシステムについて検討した。Pythonを用いた画像認識プログラムおよび人工知能(ディープラーニング)の手法を使用し、健康管理機器を含む画像から対象機器の特定とその表示された数値データの認識が可能となった。

今後は、RFIDによる複数利用者への対応、登録データの可視化ツールの開発等について検討する予定である。



	①一致度	②重心		③類似度	
		X	Y		
画像から抽出した数字 (例として9の場合)	—	71	117	—	
登録 デ ジ タ ル 数 字	0	0.71	78	110	0.58
	1	0.53	75	107	0.25
	2	0.67	79	109	0.78
	3	0.83	66	111	1.24
	4	0.71	72	118	1.43
	5	0.75	82	113	1.06
	6	0.69	93	102	0.07
	7	0.62	69	133	0.41
	8	0.75	78	105	0.31
	9	0.89	71	115	0.01

一致度、重心、類似度を比較し、
総合的に最も類似性の高い「9」と判断

図3 数値判定例

参考文献

- (1)塚本ほか：富山県産業技術研究開発センター研究報告 No.32 (2018)38
- (2)浦上ほか：富山県産業技術研究開発センター研究報告 No.34(2020)63

キーワード：情報端末、健康管理機器、画像処理プログラム、ディープラーニング

Study on health care support using information terminal equipment

Human Engineering Section; Akira URAKAMI and Yoshitoshi Tsukamoto

In a rapidly aging society, the number of opportunities for home nursing service and medical care has increased, and awareness of health management is increasing. We have developed the system to accumulate data of health care equipment with communication function in a data base. But there was a problem that the equipment with a communication function was expensive, and that operation was difficult for senior users. In this study, the system to acquire the measure of the equipment with no communication function by image recognition is developed. The system is been developed to recognize the type of target device from the captured picture and obtain measurement values.

つまずき予防サポーターの設計に関する研究

生活科学課 中橋美幸、浦上 晃 生活資材開発課 吉田 巧

1. 緒言

加齢による筋力低下等が原因とみられる高齢者のつまずき転倒は、自宅内、しかも庭等の屋外より屋内で多発しているという報告がみられる。特に高齢者では、つまずき転倒がきっかけで寝たきりを引き起こしてしまう場合もあると懸念されることから、つまずきを予防し、転倒事故を減少させる対策をとることが重要である。

高齢者の住宅内転倒を防ぐためには、手摺の設置や床の段差解消等により住環境を整えること、筋力トレーニングにより筋力を維持・向上させること、つまずきにくい靴下を選んで着用することなどが挙げられる。転倒防止を謳った靴下については、足底に滑り止め機能がついているタイプのもが多くみられるものの、つま先を上げやすくする構造をもつものは非常に少ない。

そこで本研究では、つま先を上げやすくつまずき転倒を予防できる機能をもつ衣料(サポーター)を開発することを目的とし、まず基礎研究として、既存のつまずき予防ソックスやサポーターの特徴を明らかにし、今後の課題について検討した。

2. 実験方法

2.1 実験試料

市販品の中から実験試料として選んだ4種の着用状態を図1に示す。(A): 編み構造によりつま先アップ効果を謳った靴下、(B): つまずき防止を目的とするサポーターを足首から土踏まずに向けて巻くのではなく、足趾の裏にかかるように巻いた場合、(C): テーピングテープを足の甲から膝下へ前脛骨筋上に貼った場合、(D): 比較用のノーマル靴下について着用実験を行った。

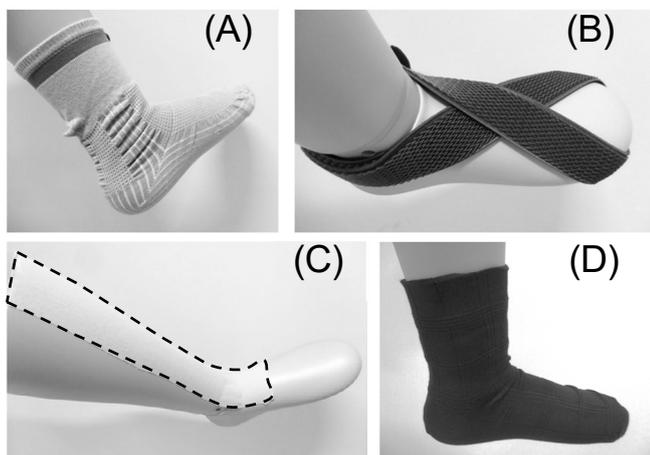


図1 実験試料の着用状態

2.2 歩行動作時の足部の動き分析

健康な成人女性1名が実験試料を着用して歩行動作を行ったときの1歩分の足部の動きを分析することとし、図2に示すように、右足部の第一趾尖点①、外果突点②、踵点③の3点にマーカーを貼付した。動作解析装置Carrot(㈱ライブラリー製、カメラ2台)を用い、撮影速度を250fpsとし、各マーカーの位置データを計測した。



図2 マーカーの貼付位置

2.3 歩行動作時の筋電図測定

試料着用による歩行動作時の活動筋への影響をみるために、図3に示すように、右下腿部の前脛骨筋(TA)、腓腹筋の内側頭(GMH)および外側頭(GLH)に電極を貼付し、テレメータ筋電計DL-5000(有)エスアンドエムイー製)を用いて表面筋電図を測定した。

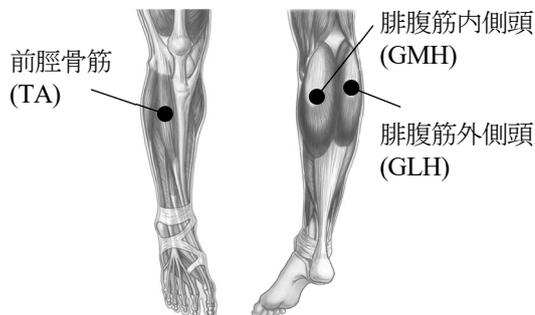


図3 表面筋電図の測定部位

3. 実験結果および考察

3.1 試料着用が歩行時の足部の動きに及ぼす影響

図4は、両足が床面に着いている両脚支持期から、右足の踵が床面から離地して左足のみが床面に着いている状態(右遊脚期)を経て、再び右足が前方床面に接地するまでの右足第一趾尖点①に貼付したマーカーの床面からの高さの変化挙動を示している。両足が床面に着いている両脚支持期においては、試料(A)、(B)着用時の①の高さが試料(C)、(D)の場合より5mm程度高いことがわかり、試料(A)、(B)では、着用によって若干つま先が持ち上げられる効果のあることがわかった。

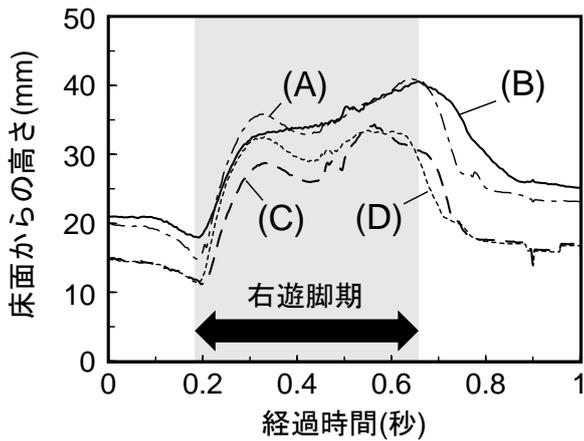


図4 歩行動作1歩における第一趾尖点①の変化挙動

次に、右遊脚期における①の変化挙動を比較してみると、試料(A)、(C)、(D)では、右足を蹴り出した後、①の高さが上昇→下降→上昇→下降とアルファベットの「M」の形状に似た曲線で変化するのに対して、試料(B)の場合は①の高さが右足の踵離地後もゆるやかに上昇しながら前進し次に右足踵接地後にはじめて下降する傾向を示した。これらのことから、試料(B)では、伸縮ベルト等によりつま先をもち上げる効果を常に維持できるサポーター構造として有用であると思われた。

3.2 試料着用が歩行時の活動筋に及ぼす影響

歩行動作時における活動筋の仕事量をみるために、測定した表面筋電図の生波形を全波整流した後、各活動筋の単位時間当たりの積分値 *IEMG* (筋の仕事量) を算出した。

図5は、前脛骨筋(TA)と腓腹筋外側頭(GLH)の *IEMG* の平均値を示している。腓腹筋内側頭(GMH)では、*IEMG* に試料間の差がみられなかったが、試料(C)では他に比べて前脛骨筋および腓腹筋外側頭の *IEMG* がやや小さくなる傾向がみられた。つま先をあげる主導筋である前脛骨筋上にテーピングを行うことにより、両筋の仕事量が小さくなり筋負担が軽減されることがわかった。また、試料(A)、(B)の *IEMG* はノーマル靴下の(D)と同程度であった

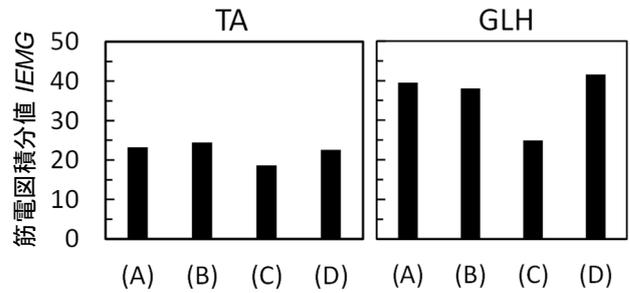


図5 歩行動作時の活動筋の筋電図積分値 (*IEMG*)

TA:前脛骨筋, GLH:腓腹筋外側頭

ことから、衣料等によって強制的につま先をもち上げることによる下腿部の活動筋へのマイナス影響は少ないと考えられた。

4. 結言

つま先を上げやすくつまずき転倒を予防できる機能をもつサポーターの開発を最終目標とし、今年度は、既存のつまずき予防ソックスやサポーター、テーピングの効果を明らかにした。その結果、伸縮ベルトによりつま先を強制的に持ち上げる構造をもつサポーターでは、歩行動作時につま先の高さが常に床面より高く維持できる可能性のあることがわかった。また、つま先を上げる筋活動の負担を軽減するためには、前脛骨筋やその拮抗筋の収縮・伸張運動を支援できるサポーター構造であることが必要であることもわかった。次年度は、つま先を持ち上げる構造をもちながら、活動筋の負担を軽減できるサポーターの設計・開発を目指したい。

参考文献

- 1) 東京消防庁:救急搬送データからみる高齢者の事故,
https://www.tfd.metro.tokyo.lg.jp/lfe/topics/202009/kkhan_soudeta.html

キーワード：つまずき予防、サポーター、動作解析、筋電図、高齢者

Development of Supporter with the Function Preventing Fall by Stumbling

Human Engineering Section; Miyuki NAKAHASHI, Akira URAKAMI

Life Materials Development Section; Takumi YOSHIDA

The purpose of this research is to design and develop comfort leg supporter with the function preventing fall by stumbling. We investigated the effect of commercial socks, elastic belt and taping on the movement of the toe of the foot using 3D motion analysis and electromyogram analysis. As the results, we avoided stumbling to the floor by wearing the toe-lifting supporter. When we taped on the tibialis anterior, we clarified that the muscle road to lift the toe was reduced.

ナノファイバー模擬皮膚材をベースとしたヘルスケア用品の開発

生活資材開発課 吉田 巧、藤牧寛城

第一編物株式会社 成瀬大輔、奥野一詩

1. 緒言

これまでの研究において開発したナノファイバー貼付剤は、ナノファイバーシートの極薄かつ柔軟性による優れた皮膚追従性と、10万 $\text{g}/\text{m}^2/24\text{h}$ に及ぶ高い透湿性により、従来にない快適性を有するうえ、貼付時に皮膚色と高度に同化し、剥離時の刺激も従来品の1/5程度に抑えられるなど、様々な優れた特徴をもつ。

本研究では、ナノファイバー貼付剤の高い皮膚追従性および皮膚色との高度な同化性に着目し、医療用途のみならず、肌の傷やあざ、しわ、シミなどの悩みをもつ、より多くの対象者に向けたコスメティック分野や、ウェアラブルデバイス貼付用シートへの応用を目指した。

2. 結果と考察

昨年度開発したスキンケア製剤を塗工したコスメ用のナノファイバー模擬皮膚材²⁾には、角捲れしやすいという欠点があった。これは、粘着成分の粘着力が弱いことおよび塗工した粘着成分を含む薬液がナノファイバー層から表面に染み出し、模擬皮膚材表面の摩擦が大きくなってしまふことに起因すると推測される。そこで、模擬皮膚材に塗工する粘着成分を最適化することにより、薬液の染み出しを抑えながらも透明性、粘着強さ、剥離しやすさを併せもつスキンケア用ナノファイバーシートを開発することができた。角捲れの評価として、学振型摩擦試験機(テスター産業 AB-301)を用い、80gの荷重をかけた状態で模擬皮膚材に対して摩擦試験を行った。その結果、100回往復摩擦時においても捲れが発生しないことが確認できた。80g荷重での摩擦運動は、指で擦った際のシート表面の負荷とほぼ同等であることから、粘着成分の改善により一般的な着用時の角捲れの発生を抑制することができると思われる。

次に、ナノファイバー模擬皮膚材のウェアラブルデバイス貼付用のシートへの応用を検討した。模擬皮膚材にアクリル系エマルジョンと吸水ポリマーを組み合わせた特殊な糊剤を塗工することにより、ウェアラブルデバイス貼付用のシートに適した性能をもつ貼付材を開発した。さらに、貼付用シートに対して、実際の運動条件下を想定したデバイスの保持能力およびシート剥離時の刺激性の評価を行った。まず、本シートにウェアラブルデバイス電極ユニットおよび心拍計を取り付け、それを人工皮膚板

に貼付してから、デマッチャ試験機(大栄科学精器製作所製 DC-3)を用いて、100mmのストロークで繰り返し上下運動させ、その保持性能の確認試験を行った(Fig.1)。この試験において、上下運動に伴う振動による心拍計の脱落や貼付シートの剥離は発生しなかった。次に、引張試験機を用いて180°剥離試験を行った。その結果、市販品と比較して1/5程度の剥離強度であることがわかった。これらの結果は、本シートがウェアラブルデバイスを保持するための十分な貼付強度と剥離時の低刺激性を両立していることを示している。

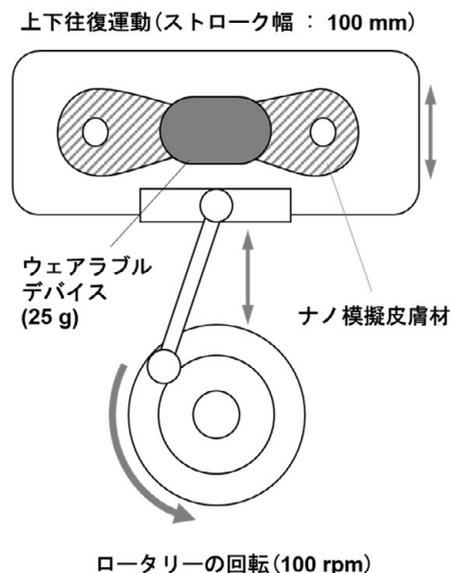


Fig. 1 デマッチャ試験機を用いた心拍計保持試験

3. まとめ

ナノファイバー模擬皮膚材に塗工する粘着成分を最適化することにより、課題であった貼付時の角捲れを改善することができた。また、この模擬皮膚材にアクリル系エマルジョンと吸水ポリマーを組み合わせた特殊な糊剤を塗工することにより、ウェアラブルデバイス貼付用のシートに適した性能をもつ貼付材を開発することができた。

参考文献

- 1) 山下義裕(監修), エレクトロスプレー/スピニング法とその応用, 株式会社シーエムシー出版, pp.334-341 (2021).
- 2) 吉田巧, 金丸亮二, 成瀬大輔, 奥野一詩, 石地敦司, 富山県産業技術研究開発センター研究報告書, 34, 71 (2020).

画像処理・各種センサ技術を用いた高性能見守りシステムの開発

生活科学課 浦上 晃、中橋美幸、佐々木克浩、塚本吉俊

株式会社シキノハイテック 石川 晃、田中康寛、御手洗新一、神保康彦、真鍋剛介、紅林広亮

1. 背景

居住部屋の被介護者の行動状態や体温を含む多様なバイタル情報の自動センシング・解析が可能な見守りシステムの実現のため、電波センサと近・遠赤外線センサを統合したシステムについて検討した。これによって、従来製品に比べて導入コストを大幅に抑えつつも、従前の心拍・呼吸に新たに体温を加えた、より総合的なバイタル情報に基づく見守り環境を提供できるため、被介護者の安全・快適な介護品質向上、及び介護者の負担軽減を強く促進することが可能となる。

2. 実験方法

離床センシング（近赤外線イメージセンサ）とバイタルセンシング（心拍、呼吸（電波センサ）、体温（遠赤外線センサ））を1パッケージとして統合したシステムを試作（図1）し、その感度性能、通信性能等について評価した。実験はヘルスケア製品開発棟内の人間行動観察測定室にて実施した（図2）。心拍測定にはウェアラブル心拍センサ My Beat_WHS-1/RRD-1 を、呼吸測定には呼吸波センサ DL-230 及び呼吸代謝測定装置 DL-5000 を、体温測定にはコアテンプ CM-210（生体現象計測システム）を使用し、試作センサで検出した数値と比較、検討した。



図1 試作したセンサ（左：正面、右：背面）



図2 実験風景（人間行動観察測定室）

3. 結果及び考察

試作センサでの検出値と、各データ計測器での測定値を比較したグラフを図3に示す（上図：心拍、下図：呼吸）。心拍並びに呼吸計測については、計測器測定値に対するバラつきはあるものの傾向としては測定値に追従しており、絶対的な計測は難しいとしてもバイタルの急変を捉える用途としては実用化できる精度であった。一方、体温計測については測定値との乖離が大きい結果となった。原因として外部環境温度の影響が挙げられ、今後は環境温度センサを併用し、測定値に対して適切に補正を掛ける必要がある。

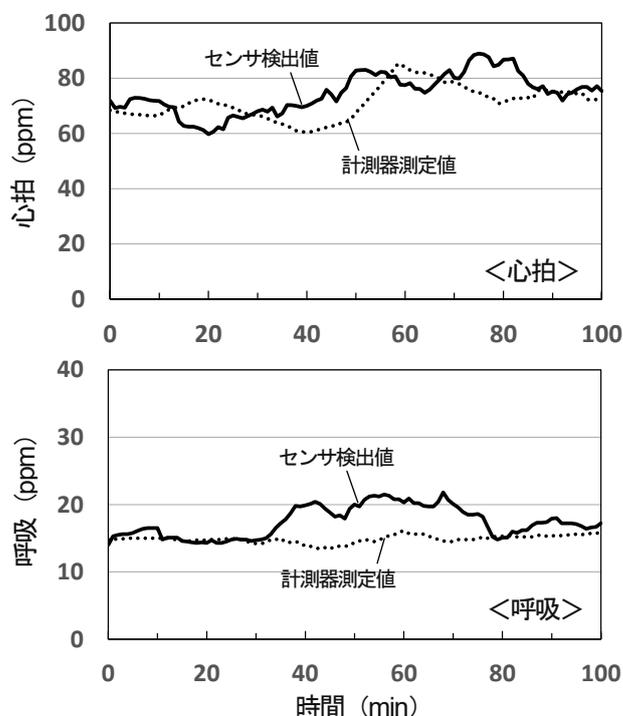


図3 試作センサ検出値と計測器測定値の比較

4. まとめ

ベッド上での行動状態とバイタル状態（心拍、呼吸、体温）を非接触センシングすることを目標とし、1つのセンサユニットとして統合したシステムを試作した。また、その試作センサの感度性能等の評価を行った。その結果、心拍および呼吸計測については、バイタルの急変を捉える用途としては精度良く計測することが可能となった。しかしながら、体温計測については実用可能な水準には達しておらず、今後の改善が不可欠である。

介助者の身体負荷軽減を目指した介護服の開発

生活科学課 中橋美幸、浦上 晃 生活資材開発課 吉田 巧
ケーシーアイ・ワープニット株式会社 坂下 剛、高島恭平

1. 緒言

介護現場においては、ベッドや車椅子などへの移乗介助が頻繁に行われている。介助者側の腰痛予防や身体負荷軽減のため、移乗用具を用いたり、サポータやベルト等を着用したりする方法があるものの、腰痛やその他の身体的不調により離職する介護従事者も少なくない。介助者側の身体負荷軽減のための効果的な対策が必要である。

本研究では、身体サポート機能をもたせるためのパンツ用の高伸縮性素材を開発するとともに、伸縮性の異なる開発素材の配置により介助者にかかる下半身への負担をできるだけ軽減できる介護服パンツを開発した。

2. 介護服パンツのための高伸縮性素材の開発

繰り返しパンツ構造により身体サポート機能もつ介護服パンツの設計を行うこととし、介護服パンツを構成するための生地として、ベース生地 1 種とサポート生地 2 種 (I, II) の計 3 種の伸縮性素材を開発した。Fig. 1 に、開発生地と市販生地の引張曲線を示す。開発ベース生地は、ポリエステル糸とポリエステル弾性糸との交編生地であり、市販トレーニングパンツよりも若干伸びやすいことがわかる。また、サポート生地 2 種 (I, II) については、ポリエステル糸とパワーの異なるポリウレタン弾性糸との交編生地であり、市販スポーツタイツと同等の伸縮性をもつことがわかる。これらを用い、パンツ全体にベース生地、介助動作時に負荷のかかる膝部周辺にはサポート生地を配置することとした。また、腰部～臀部にサポータ構造をもたせることとし、身体サポート機能をもつ介護服パンツ 2 種を試作した (Fig. 2 : TP①, ②)。

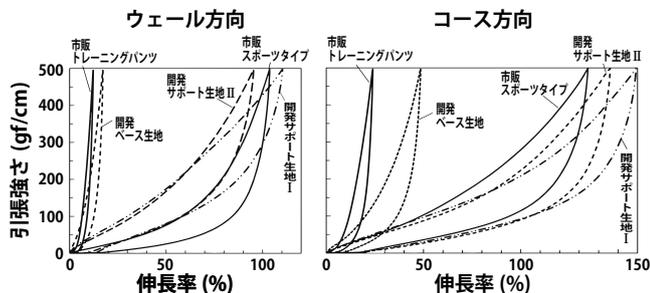


Fig. 1 Tensile properties of the fabric of pants

3. 試作した介護服パンツの着用が身体負荷に及ぼす影響

3.1 実験用パンツおよび実験方法

Fig. 2 は、着用実験に用いたパンツ写真である。市販のトレーニングパンツ (JP)、ストレッチパンツ (SP) を比

較対象とし、試作パンツ① (TP①)、試作パンツ② (TP②) の計 4 種の実験用パンツを健康な成人男性 1 名に着用させ、簡易人体ダミー (1200mm/40 kg) を用いて介助動作を行ったときの活動筋の筋電図を測定した。



Fig. 2 Pants for wearing experiments

3.2 実験結果および考察

Fig. 3 は、体位変換介助動作時および上半身起こし介助動作時の活動筋の筋電図から積分値 (IEMG) を算出し、筋の仕事量として比較した結果である。どちらの動作時でも、主動筋である大腿直筋、大腿二頭筋、大臀筋では、パンツ JP>SP>TP①>TP②の順に IEMG (筋の仕事量) が小さくなる傾向がみられ、試作パンツの腰部および膝部のサポート効果が筋負担を軽減させたのではないかと推察された。主観評価においても、筋電図の場合と同様に、試作パンツ着用の方が疲労感が小さいと評価された。

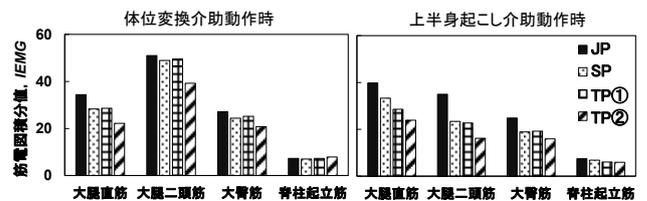


Fig. 3 IEMG during assisting motion

4. 結言

介助者の身体負荷軽減を目指した介護服パンツを開発した。新たに伸縮性素材を開発し、それらを用いて身体サポート機能をもつ介護服パンツを試作し、着用実験を行った。その結果、試作パンツ着用では、市販品より介助動作時の筋負担が小さく、疲労感も小さいことがわかった。試作パンツの身体負荷軽減効果を確認できた。

謝辞

試作パンツの着用感に関するアンケート調査にご協力をいただきました特定医療法人財団五省会みどり苑とデイサービス結の皆様へ深く感謝致します。

嚥下機能スクリーニング装置の開発

生活科学課 佐々木克浩、浦上 晃、中橋美幸、塚本吉俊

株式会社エクシーズ 青山和也、寺林賢太朗

1. 緒言

超高齢社会において、誤嚥性肺炎の予防が重要視されている中、その検査は、病院での侵襲的なものや、熟練した医療従事者による聴診に限られていることから、事前に危険性を察知できる簡便な手段が望まれている。このため、本研究では、被検者に負担がないセンサを使って飲み込む際の喉の音を検出し、簡単に誤嚥の危険性を察知できる嚥下機能スクリーニング装置の開発を目指した。本報では、そのセンサ部の検討結果を報告する。

2. システム

本研究では、比較的簡便に装着できる咽喉マイクを用いることとした。これまでは、センサと端末間是有線接続が多かったが、配線の煩わしさをなくし手軽に利用できる装置開発を目指し、センサと端末間の無線化を検討した。図1にシステム構成を、図2に試作システムの外観を示す。咽喉マイク（南豆無線電機 SH-12jKL）からの音声信号を、USB オーディオ変換アダプタ（USB Audio Adapter 1475）を介してシングルボードコンピュータ（Raspberry Pi 3 Model B）に入力した。シングルボードコンピュータでは、録音と波形データの前処理を行うとともに、タブレット端末（NEC LAVIE Tab E PC-TE510JAW）と Bluetooth によるソケット通信を行った。シングルボードコンピュータはモバイルバッテリーで給電した。システム開発は、シングルボードコンピュータは Python、タブレット端末は Java を用いた。

タブレット端末からコマンドを送信すると、シングルボードコンピュータにおいて録音（5 秒間）が行われ、処理波形のデータをタブレット端末に転送するようにした。録音のサンプリング周波数は Compact Disc 品質と同様の 44.1kHz とした。文献 1)より、嚥下音の主要な周波数成分は最大 4kHz 程度であることがわかり、サンプリング定理からサンプリング周波数は 2 倍の 8kHz 程度で元波形が再現できる。このため、ソフトウェア処理により 44.1kHz の 1/5 の 8.82kHz にダウンサンプリングしてデータ転送を行った。転送データの形式は、今後の音声分類に必要なデータ等に応じてカスタマイズすることが可能である。

被験者に水（薬盃 5mL）を指示するタイミングで嚥下してもらい、本システムの動作を確認する実験を行った。その結果、シングルボードコンピュータからタブレット

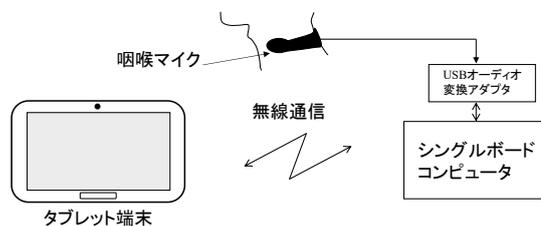


図1 システム構成

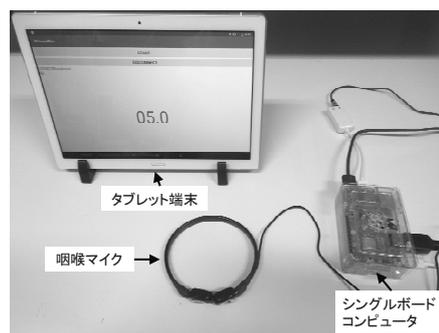


図2 試作システムの外観

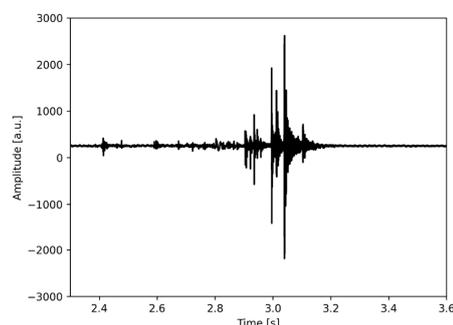


図3 タブレット端末に転送された波形データの一例

端末に、無線通信を介して波形データを転送できた。転送データを PC 上でグラフにし、嚥下時付近を表示したものを図3に示す。

3. 結言

咽喉マイクとシングルボードコンピュータにより取得した波形データについて、Bluetooth による無線通信を介してタブレット端末に転送するシステムを構築し、その動作を確認した。これにより、嚥下音をワイヤレスでタブレット等の携帯端末に取り込むシステムの枠組みを開発した。今後は、ハードウェア等の作り込みとともに嚥下音波形の解析が課題となる。

参考文献

- 1) 大野木, 頸部聴診法トレーニング, メディカ出版

世界初の磁束集中型誘導加熱機構と高度制御可能な高周波インバータを用いた高熱容量端子対応局所 IH はんだ付け装置の開発

電子デバイス技術課 坂井雄一 機械情報システム課 清水孝晃

株式会社スフィンクス・テクノロジーズ、富山大学、アポロ精工株式会社、シードシステムズ株式会社

1. 緒言

電子部品の高密度化や大電力化が進み、熱容量の大きな部品や局所を短時間かつ非接触ではんだ付けする技術が求められている。そこで、コイルで発生した磁束を利用して、はんだ付け部のみ局所的に加熱する磁束集中型誘導加熱機構を有する IH はんだ付け手法の開発を行っている。本事業では、細い端子から高熱容量の太い端子まで非接触かつ安定に接合可能な局所 IH はんだ付け装置の開発を目的とし、今年度は、はんだ付け工程の観察やはんだ組織の確認を行った。

2. 実験方法

スルーホールにピンを挿入し、はんだごてを用いて通常のはんだ付けを行った試料と IH はんだ付け装置を用い、はんだ付けを行った試料を作製した。IH はんだ付けの動作を確認するため、ハイスピードカメラではんだ付けの様子を撮影した。はんだ付けした試料は、基板を切断、樹脂包埋、研磨したのち、観察及び元素分析を行った。

3. 実験結果および考察

ハイスピードカメラで撮影した IH はんだ付けの様子を図 1 に示す。中央にピンがあり溶融した糸はんだが濡れあがっている様子が観察できる。また、動画撮影ではピン表面の Sn めっきがピンの上部から基板側にかけて溶融していく様子が観察された。これは、予備加熱によってピンが Sn の融点である 232°C 上に加熱されていることを示しており、予備加熱で十分にピンが加熱されていると考えられた。図 2 に(a)はんだ付け前および(b)IH はんだ付け後の写真を示す。すべてのピンにはんだ付けが行われ、フィレット形状も安定していることが確認できる。はんだ付けを行った試料を樹脂包埋し、研磨を行ったのち、はんだ部分を SEM 観察した。図 3 に(a) はんだごて、および(b)IH はんだ付け装置をそれぞれ使用してはんだ付けを行った試料の反射電子像(組成像)を示す。どちらの試料も使用した Sn-3Ag-0.5Cu はんだで一般的にみられる Cu_6Sn_5 相、 β -Sn 相、 Ag_3Sn 相が見られ、従来から行われてきたこてはんだ付けと IH はんだ付けではんだ組織は特に変わらないことを確認した。

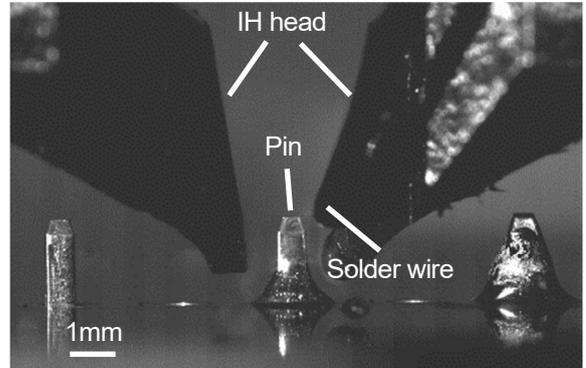


Fig. 1 Optical image of IH soldering for electrical connector pin

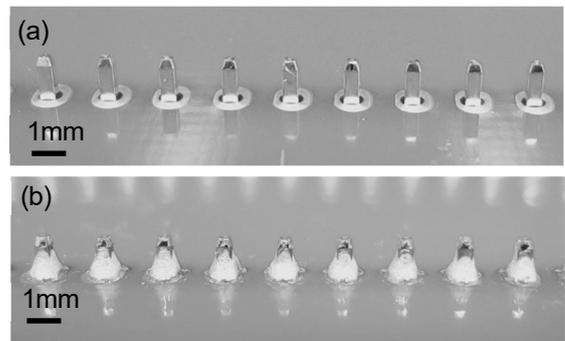


Fig. 2 Optical images of electrical connector pins (a) before and (b) after IH soldering

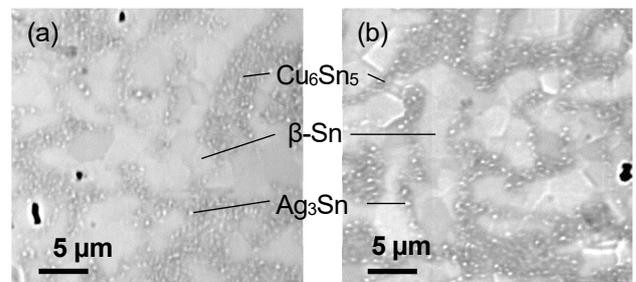


Fig. 3 COMPO images of (a) conventional soldering sample and (b) IH soldering sample

4. 結言

ハイスピードカメラで IH はんだ付け時の撮影を実施したところ、余熱でピンが十分に加熱されていることが確認できた。また、通常のこてはんだで作製した試料と IH はんだ付けをした試料で観察されるはんだ組織は同じであることを確認した。

射出成形用微細ナノ加工ハイブリッド金型の開発

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 川野優希
三光合成株式会社 杉野直人、亀田隆夫 富山県立大学 竹井 敏、安田佳織

1. 緒言

身の回りにあるプラスチック製品の多くは、鋳型となる金型に樹脂を流し込む射出成形と呼ばれる方法で、非常に安価に製造されている。射出成形法は、様々な形状の製品を連続的に大量生産することが可能で、製造コストの面で優れている。しかし、ナノレベルの微細な凹凸形状を製品に与えることが可能な射出成形用金型を製作することは困難であった。

そこで、本研究では、ナノレベルの微細な凹凸形状を持つプラスチック製品を安価に製造できる高性能な金型「射出成形用微細ナノ加工金型」の開発に取り組んだ。

2. 実験

プラスチック材料の表面に、ナノレベルの微細な凹凸をつける際、樹脂を流し込む金型に微細凹凸構造を施しても、目的とする微細加工表面を持つプラスチック成形品を得ることは難しい。実際には、微細な突起部分が欠けた成形不良品が多く発生してしまう。これは、従来の金型のままでは、金型に樹脂を流し込んだ際に内部にガスがたまり、微細部分へのプラスチックの充填が不十分となることで、突起部分が欠けた成形品になるためである。そこで、これを解決するために、ガスを透過する性質のあるナノ加工金型の作製を検討した(図1)。

具体的には、(1) 金型の最表面にナノレベルの微細な凹凸加工を施し、さらに、(2) 金型全体として内部に溜まったガスを透過できる性質、および、(3) 繰り返しの射出成形プロセスに耐えうる強度や耐熱性を兼ね備える金型構造を考案した(図2)。

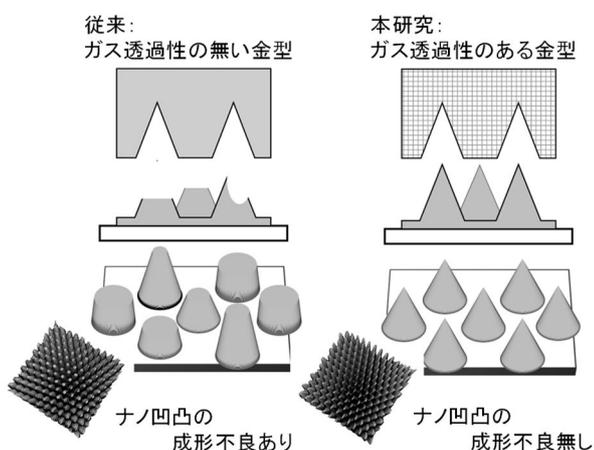


図1 ナノ加工成形におけるガス透過性金型の効果

はじめに、開発したナノ加工金型を用いて、射出成形プロセスを実施し、種々の汎用プラスチック材料に対して、微細な凹凸形状の転写を試みた。その結果を図3に示す。金型の最表面に形成した微細形状(凹凸の高さ:440nm)が、汎用プラスチック(ポリプロピレン)に対して、ほぼ良好に転写されていることが確認できた(凹凸の高さ:340nm)。

次に、金型の耐久性を確認するために、射出成形プロセスを連続して50回実施した。連続成形を行っても、金型自体および金型表面の微細な凹凸形状が大きく変形することは無く、十分な強度や耐熱性を有していることがわかった。

今後は、微細な凹凸形状をより高精度に転写できるように、金型の性能向上を図っていく。さらには、本技術で得られるナノレベルの微細凹凸形状を持たせたプラスチック製品の用途探索にも、積極的に取り組んでいく予定である。

3. 結言

本技術は、汎用プラスチック素材に新たな付加価値をつけることにつながると期待され、一般家庭用品だけでなく、電気・電子機器、自動車部品、医療機器など、非常に幅広い製品に対して貢献できる技術だと思われる。

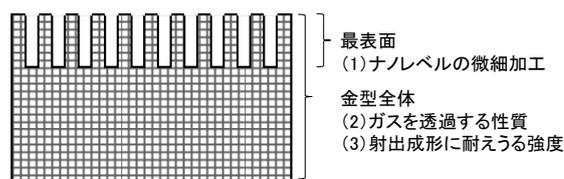


図2 (1)~(3)の機能を兼ね備えた射出成形用微細ナノ加工金型のイメージ図

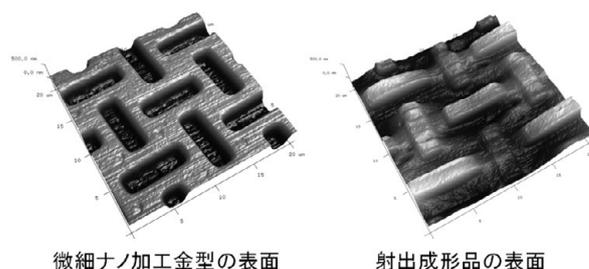


図3 本研究で作製した射出成形用微細ナノ加工金型(左)と、射出成形品(右)

高温利用可能な配向性無鉛圧電膜パターンの新規作製手法に関する研究

電子デバイス技術課 坂井雄一 富山県立大学 唐木智明

1. 緒言

センサ、アクチュエータ等で用いられる圧電材料においてチタン酸ジルコン酸鉛(PZT)が広く使用されているが有害な鉛を含有することから、無鉛系材料の開発が望まれている。無鉛圧電材料の有力候補のひとつとして、 $(1-x)(\text{Bi,Na})\text{TiO}_3-x\text{BaTiO}_3$ 系(BNT-BT系)材料がある。この材料は、圧電性のなくなる脱分極温度(T_d)が約 100-150°Cと比較的低温度にあり、幅広い温度範囲での使用は難しいとされてきたが、スクリーン印刷で形成した $(1-x)(\text{Bi,Na})\text{TiO}_3-x\text{BaTiO}_3$ 膜について、基板からの圧縮応力を利用することで T_d が高温化することを見出した^{1,3)}。これまで特性が良好と見込まれる Morphotropic Phase Boundary(MPB)領域を中心とした $0.3 \leq x \leq 0.17$ の組成で厚膜化を検討したところ、 $x=0.17$ の組成が最も T_d の高温化が進んだ一方、室温での特性は $x=0.07$ から 0.09 が良かった。³⁾そこで、高い温度でも利用可能な $x=0.17$ の組成について、室温付近での特性の向上について検討した。

2. 実験方法

固相反応法により、 $0.83(\text{Bi,Na})\text{TiO}_3-0.17\text{BaTiO}_3$ (以下、BNT-0.17BT)粉末を作製した。この粉末に MnO_2 を0.2~0.6wt%混合した。作製粉末をもとにスクリーン印刷用のペーストを作製し、イットリア安定化ジルコニア(YSZ)基板上に上下を電極で挟まれた構造の厚膜を作製した。^{1,3)}作製した厚膜は $P-E$ ヒステリシスカーブを測定し、残留分極値 P_r を評価した。基板上に形成された厚膜の圧電定数 d_{31}^* は分極した圧電体厚膜に電圧を印加した際の変位量をレーザー変位計で測定、算出した⁴⁾。

3. 実験結果および考察

YSZ基板上に作製した厚膜のX線回折測定の結果を図1に示す。無添加および MnO_2 の添加量が0.2wt%のものはペロブスカイト構造単相であったが0.4、0.6wt%添加したものは帰属不明の異相が見られた。圧電定数 $-d_{31}^*$ の MnO_2 添加量依存性を図2に示す。 MnO_2 を0.2wt%添加した厚膜が最も圧電定数が高くなった。室温における残留分極値 P_r も MnO_2 添加によって改善し、無添加時 $15\mu\text{C}/\text{cm}^2$ に対し、0.2wt%添加の時、最大値 $26\mu\text{C}/\text{cm}^2$ を示した。 MnO_2 添加による特性改善は、Mnがドナーとして機能し、酸素空孔を低減したためと考えられた。

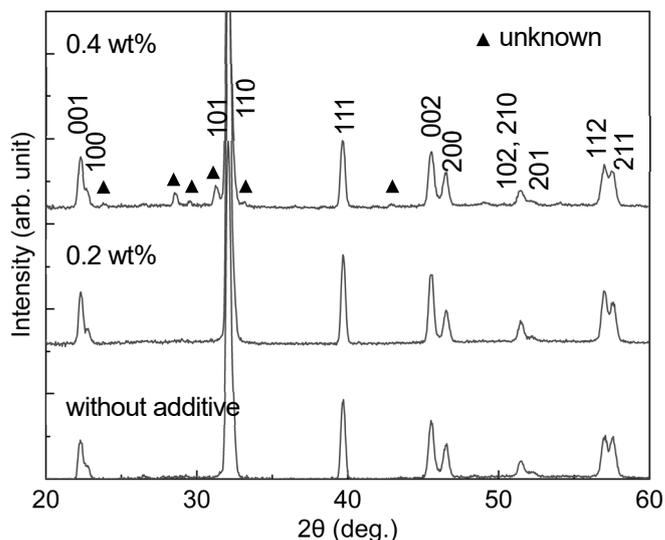


Fig. 1 XRD charts of BNT-17BT thick films without additive, and thick films with 0.2 and 0.4 wt% MnO_2 addition

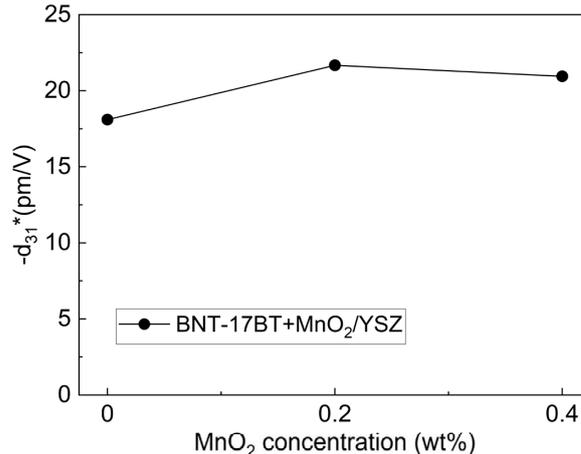


Fig. 2 MnO_2 concentration dependence of piezoelectric constant $-d_{31}^*$ of BNT-17BT thick films

4. 結言

BNT-0.17BT厚膜に MnO_2 を適量添加することで室温付近での電気特性が向上することが明らかとなった。今後、高温での特性について検討する。

参考文献

- 1) 坂井ほか:富山県工業技術センター研究報告 32 (2018) 77
- 2) Y. Sakai *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys. **56** (2017) 10PF01
- 3) Y. Sakai *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys. **59** (2020) SPPB05
- 4) I. Kanno *et al.* Sensor and Actuators A 107 (2003)

謝辞

本研究は、JSPS 科研費 20K05083 の助成を受けたものです。

チューリップのカメラ画像による病株判定システムの開発

機械情報システム課 金森直希、林 千歳 電子デバイス技術課 本保栄治*1

農林水産総合技術センター 園芸研究所 八重樫元*2、西村麻実、西畑秀次

1. 緒言

富山県における花卉産業の主力品目であるチューリップ球根の生産は、人件費の削減が喫緊の課題であり、植込から収穫までの一連の作業を自動化する取組が進められている。機械化できていない工程として、栽培中に高頻度で行う必要のある病株抜き取り作業がある。ウイルス罹病株では、品種、ウイルス種、および生育段階によって異なる病徴が現れ、診断には経験を要することから、現状では熟練農家に頼っており、その負担は大きい。病株検知が容易になれば、作業の省力化等に繋がる。

そこで本研究では、栽培中のチューリップをカメラ撮影したデジタル画像から、株が病株か否かを判定する AI 利用の病株判定システムを開発することとした。本報告では、複数の品種・ウイルスによる病徴を対象として、病株判定システムの学習に資する画像データベースの作成、病株判定システムの試作・評価、およびモバイル機器を使った実圃場での撮影・判定動作確認について述べる。

2. 画像データベースの作成

病株検知の省力化メリットがより大きいと考えられる 4 品種（黄小町（黄色）、ベンバンザンテン（赤色）、紅美人（赤色）、白雲（白色））を露地栽培し、栽培中の株を週 1 回程度の間隔でカメラ撮影することで、複数の品種・生育段階における画像を取得した。株の撮影に当たっては、病株判定システムの学習効果がより得られ、安定した判定精度が得られるような工夫を施した。具体的には、複数種類のデジタルカメラを用い、株を様々な角度から撮影し、株以外の部分（地面などの背景）の様子が撮影の度に異なるようにした。また、株ごとに各ウイルスに特異的な抗体を用いた Tissue-blot immunoassay (TBIA) 検定を実施し、ウイルス感染の有無と画像をリンクさせた。取得した画像枚数は、紅美人のチューリップモザイクウイルス (TulMV) のものについては Table 1 に、黄小町の条斑病ウイルス (TuSV) およびユリ潜在ウイルス (LSV) のものについては Table 2 に示す。残る 2 品種の他のウイルス病徴のものについても同程度の枚数を取得した。

3. 病株判定システムの作成・評価

前章に挙げた各品種の日齢ごとに、対象のウイルス罹病株であるか否かを判定する病株判定器を作成した。先

Table 1 Number of images of Tulipa Kurenai-bijin

Days after planting	TulMV	
	Positive	Negative
136	1,324	2,518
147	1,751	3,350
155	2,476	4,680
164	1,508	2,832
170	1,294	2,578
173	1,236	2,418
202	1,072	1,995

Table 2 Number of images of Tulipa Kikomachi

Days after planting	TuSV		LSV	
	Positive	Negative	Positive	Negative
139	765	4,278	876	4,176
148	1,023	5,022	1,067	4,978
156	1,020	4,395	949	4,466
164	611	3,087	632	3,066
171	581	2,771	584	2,768
177	541	2,452	527	2,466
184	1,239	1,682	515	2,406
213	505	2,379	520	2,364

行研究により、生育段階ごとに判定器を設けると判定精度が向上することが分かっている。判定器には、学習速度と精度のバランス、および使用するコンピュータの性能（計算時間）を考慮して、事前学習済の畳み込みニューラルネットワーク ResNet-50 をカスタム化したもの (CNN) を使用した。使用した GPU は NVIDIA GeForce RTX3090 ×1 個、同 RTX2080Ti ×2 個、同 RTX2080 ×1 個であり、使用したソフトウェアは MATLAB である。

各品種・各ウイルス病徴の日齢ごとに、画像データベースに登録された画像から無作為に 70% を選び、これらの画像に対して前処理・データ拡張を施したデータセットを用いて判定器を学習させ、残りの 30% の画像で判定器の性能を評価した。この学習・評価過程を 3 回繰り返し、評価の平均値を算出した。Table 1 に示した紅美人の画像を用いて学習・評価した結果を Table 3 に示す。例えば、日齢が 136 日の株について、TBIA 検定で陽性であると判定された株の 99.83% を正しく判定し、残る 0.17% を陰性であると誤判定したことを示しており、TBIA 検定で陰性であると判定された株については、99.60% を正しく判定し、残る 0.40% を誤判定したことを示している。同様に、Table 2 に示した黄小町の画像を用いて学習・評価した結

*1 現 ものづくり研究開発センター、*2 現 岩手大学

Table 3 Classification accuracy of Kurenai-bijin (unit : %)

Days after planting	Virus assay	Classifier output	
		Positive	Negative
136	Positive	99.83	0.17
	Negative	0.40	99.60
147	Positive	99.81	0.19
	Negative	0.36	99.64
155	Positive	99.82	0.18
	Negative	0.07	99.93
164	Positive	99.56	0.44
	Negative	0.47	99.53
170	Positive	99.48	0.52
	Negative	0	100
173	Positive	99.46	0.54
	Negative	1.10	98.90
202	Positive	99.07	0.93
	Negative	0.33	99.67

Table 4 Classification accuracy of Kikomachi (unit : %)

Days after planting	Virus assay	Classifier output			
		TuSV		LSV	
		Positive	Negative	Positive	Negative
139	Positive	96.36	3.64	94.30	5.70
	Negative	0.16	99.84	0.21	99.79
148	Positive	97.39	2.61	94.69	5.31
	Negative	0.29	99.71	0.07	99.93
156	Positive	98.15	1.85	98.71	1.29
	Negative	0.05	99.95	0.10	99.90
164	Positive	96.72	3.28	92.81	7.19
	Negative	0.40	99.60	0.18	99.82
171	Positive	98.08	1.92	96.95	3.05
	Negative	0.56	99.44	0.36	99.64
177	Positive	97.33	2.67	94.73	5.27
	Negative	0.59	99.41	0.18	99.82
184	Positive	95.02	4.98	90.69	9.31
	Negative	0.60	99.40	0.14	99.86
213	Positive	94.70	5.30	91.67	8.33
	Negative	0.33	99.67	0.24	99.76

キーワード：チューリップ、画像、病株、判定、深層学習

Development of Disease Determination System Using Tulip Camera Images

Mechanics and Digital Engineering Section; Naoki KANAMORI, Chitoshi HAYASHI,

Electronics and Device Technology Section; Eiji Honbo,

Bulletin of the Horticultural Research Institute, Agricultural, Forestry and Fisheries Research Center;

Hajime YAEGASHI, Mami NISHIMURA and Hidetsugu NISHIHATA

We created image databases that contribute to learning of disease determination systems using tulip camera images, and prototyped and evaluated disease determination systems.

果を Table 4 に示す。昨年度の試行²⁾と比べると、品種等が異なるものもあるが、判定精度は大きく向上した。対象とした 4 品種の全日齢・全ウイルス病徴について、90%以上の陽性正答率・陰性正答率が得られた。

4. 実圃場での動作確認

今後実施予定の実圃場での判定実験に向け、テスト用の CNN をカメラ付きモバイル機器へ実装し、実圃場において動作確認を実施し、正常に撮影・判定動作することが確認できた。動作確認の様子を Fig. 1 に示す。



Fig. 1 Operation check using a mobile device in the actual field

5. 結言

チューリップの複数の品種・ウイルス病徴を対象として、カメラ画像による病株判定システムの、学習に供される画像データベースの作成および病株判定システムの試作・評価を行い、概して高い正答率が得られた。また、モバイル機器へ実装して実圃場での撮影・判定動作の確認ができた。実用化のためには、様々な状況の画像を収集・作成し、実圃場での検証を繰り返すことを通して、判定の安定性をより高めることが必要である。

参考文献

- 1) 金森ほか：富山県産業技術研究開発センター研究報告, 33 (2019), 75-76.
- 2) 金森ほか：富山県産業技術研究開発センター研究報告, 34 (2020), 76-77.

構造最適化を用いた傾斜機能ラティス構造体の開発に関する研究

機械情報システム課 中村陽文 ものづくり研究開発センター 山本貴文

1. 緒言

ラティス構造（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ずに軽量化しつ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。近年では、複雑な形状を直接成形できる積層造形装置、ならびに CAE を用いた最適化設計を活用したデジタルものづくりによって、機械設計の多様なニーズに応え得るものづくりが発展してきている。しかしながら、ラティス構造の設計に関する研究はまだまだ十分ではなく、設計指針の構築が望まれている。本研究では、ドローンフレームの軽量化を目的として、構造最適化を用いた傾斜機能ラティス構造の作成、試作および実験的評価を行った。

2. 実験方法

2.1 解析方法

本研究の実験対象として、図 1a に示すようなドローンフレームを想定し、モーターを取り付ける部分と胴体をつなぐ梁の部分にラティス構造に置き換えることとした。なお、フレームの各部の寸法は市販のドローンを参考にして作図した。図 1b に CAE の解析モデルを示す。解析対象は対称性を考慮して 4 分の 1 の大きさのモデルとした。万能試験機による試験を模擬して胴体上面に剛体の治具を設置し、モーターによる鉛直方向の浮力に相当する 3.5N の-Z 方向荷重をかけた。固定位置はモーターの載る部分とした。

構造最適化を用いた傾斜ラティス構造の作成は、先行研究で開発した方法を用いて行った。ラティス構造のユニットセルは BCC 型とし、ユニットセルの体積率と均質化弾性係数の補間関数を多項式の近似式で表した。求めた補間関数を、3次元中空構造の物性と最適化に用いる設計変数の関係として導入し、最適化計算を行うことでユニットセルの最適な分布を求めた。目的関数はコンプライアンスとし、制約条件は体積を元の形状の 50% にす

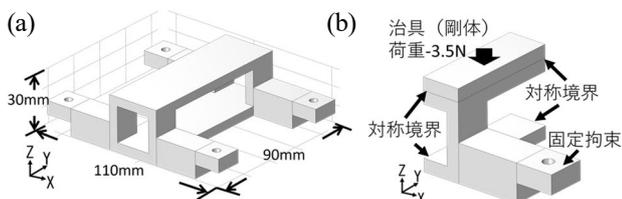


Fig. 1 (a)Dimensions and (b)boundary conditions of the drone frame

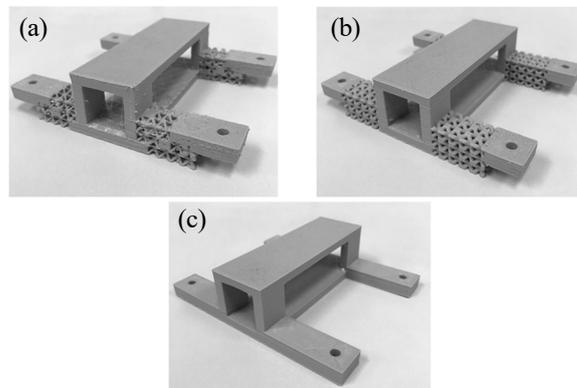


Fig. 2 Specimens fabricated by 3D-printing. (a)Graded lattice. (b)Uniform lattice. (c)Solid

るように設定した。なお、コンプライアンスの最小化は、荷重点の荷重方向変位の最小化に等しく、剛性を最大化することにつながる。最適化は数値計算ソフト (MATLAB, The MathWorks) および汎用解析ソフト (COMSOL Multiphysics, COMSOL) を用いた。最適化計算の反復回数が 150 回に達した段階で計算を終了した。最適化後の設計変数の分布から、CAD を用いて傾斜機能ラティス構造を作成し、図 1b に示される解析条件で静解析を行うことにより計算値の剛性を評価した。

2.2 作製および実験方法

実験的評価を目的として、FDM 方式の積層造形機 (Creator Pro2, Flash Forge) による試作を行った。作製した試験体は、最適化したラティス構造を用いたもの (傾斜ラティス)、比較対照として梁の部分の体積を元の形状の 50% となるように均一なラティス構造で置き換えたもの (均一ラティス)、ならびに梁の部分の厚みを半分にした中実のもの (ソリッド) を作製した。材料は PLA (ポアソン比: 0.36、ヤング率: 3.5 GPa) とした。積層造形の際の 1 層分の積層厚は、傾斜ラティスは造形性を考慮して 0.12mm とし、その他の試験体は 0.18mm とした。

実験的評価は、万能試験機 (5567, Instron) を用いて行った。作製モデルのモーターを載せる部分を専用の治具を用いて固定し、フレームの上面に 0.1mm/min の速度で荷重を荷重させることにより行った。

3. 実験結果および考察

図 2 に積層造形機で作製した傾斜ラティス、均一ラティスおよびソリッドの外観を示す。X 線 CT 装置 (inspeXio

SMX-225CTFPDHR, 島津製作所) を用いて、作製した試験片の形状評価および欠陥の観察を行った。傾斜ラティスおよび均一ラティスには、融着しきれなかったと考えられる糸状の樹脂がラティス構造内部に確認されたものの、各試験体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。図 3 に、各試験体の代表的な箇所における Z 方向の断層画像を示す。図 3 に示されるように、すべての試験体において内部に直径 0.1-1mm 程度の空隙が多数認められた。これは、造形中においてフィラメントの充填量および融着が不足したことによるものと考えられる。表 1 に、各試験体の剛性について、CAE で求めた計算値および実験から求めた実験値を示す。実験値の剛性は、実験により得られた荷重-変位線図の傾きが直線となる部分より計算した。表 1 に示されるように、実験値において、傾斜ラティスの剛性は、均一ラティスおよびソリッドに比べて、それぞれ約 13% および約 15% 高い値を示した。しかしながら、各モデルにおいて実験値は計算値の 3 割程度の値を示しており、この要因として、作製した試験体には前述したような内部の空隙があること、ならびに本研究の静解析に使用した物性値は規格値を用いており実際の材料特性とは異なる可能性が

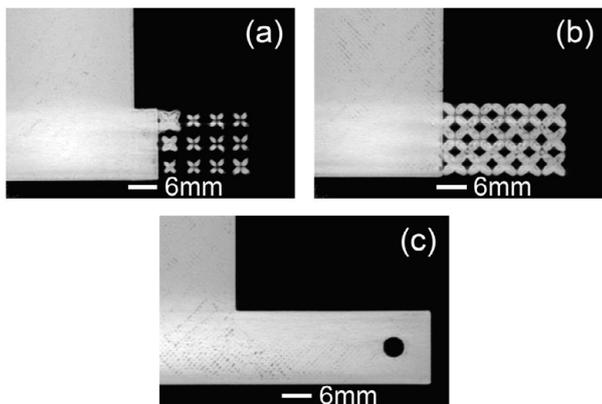


Fig. 3CT images of specimens (a)Graded lattice (b)Uniform lattice (c)Solid

キーワード : CAE、最適化、積層造形、ラティス構造

Study on graded lattice structure design using CAE for lightweight and high-performance application

Mechanics and Digital Engineering Section; Takafumi NAKAMURA,
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 lattice structure for high-performance applications. In this study, taking a drone flame as an experimental example, homogenization and structural topology optimization was performed to capture the effective mechanical properties of the unit cells and optimize distribution of the unit cells for the part being optimized. In conclusion, stiffness of the drone flame composed by graded lattice structure increases 15% compared to that of a solid structure.

あること、が考えられる。試験体において確認された内部の空隙は、造形条件の改善、もしくは、より精度の高い積層造形方式の装置で作製することより改善する余地があると考えられる。

4. 結言

本研究では、CAE によるラティス構造の単位格子の等価物性値の算出ならびに等価物性値を用いたトポロジー最適化を行うことで、ドローンフレームの軽量化を試みた。積層造形による試作ならびに万能試験機による剛性評価を行った結果、傾斜機能ラティス構造を用いた試験体の剛性は均一に配置したラティスおよび同体積のソリッドモデルに比べてそれぞれ約 13% および約 15% 高い値を示した。試験体の造形品質には改善の余地はあるものの、傾斜機能ラティス構造を用いた構造部材軽量化の有効性を確認することができた。

参考文献

- 1) 中村陽文他, 富山県産業技術研究開発センター研究報告, **34**, (2020) 90-91.

謝辞

本研究推進にあたり早稲田大学理工学術院の竹澤晃弘准教授に多大なご協力を頂きました。深く感謝致します。

Table 1 Summary of stiffness of specimens

試験体	剛性[N/mm]	
	計算値	実験値
傾斜ラティス	745	215
均一ラティス	495	188
ソリッド	565	190

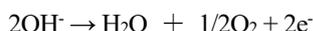
水電解による小水力発電の水素エネルギー化技術

電子デバイス技術課 國方伸亮、横山義之

1. 緒言

環境意識の高まりを背景に、再生可能エネルギーの活用が注目を集めている。本県は包蔵水力が全国第2位という地域特性から小水力発電に高いポテンシャルを有している。発電した電気エネルギーを有効に活用するためには需給バランスに応えるエネルギー貯蔵の技術が求められており、水電解による水素生成は小水力発電の電気エネルギーをオンサイトで水素エネルギーに変換する手段として有望である。県内各地における河川や用水路の豊富な水量を活かして小水力発電と一体型の自立型水素ステーションを開発することができれば、水素エネルギーの地産地消が可能であると考えられ、SDGsへの取り組みとして水素利活用の推進に取り組む本県にとって非常に重要な知見となる。

水電解手法として一般的なアルカリ水電解において金属ニッケルが電極に使用されるが、酸素発生反応(OER)は水素発生反応より大きな過電圧を要することが知られている。過電圧は反応における活性化エネルギーに相当するものであることから、電極触媒によってOER過電圧を低減させることができれば、水電解全体のエネルギー効率が改善する。アルカリ水電解のOERにおける反応過程は、



として示される。そこで本研究では、主骨格の一部のカチオンを Al^{3+} で置換した α 型水酸化ニッケル(Ni-Al LDH)が水酸化物イオン伝導性を有することに着目し、小水力発電機に電解セルを直結させた小水力発電一体型水電解水素生成システムの開発を念頭に、良好な反応効率を発揮する新規複合電極を検討する。

Ni-Al LDHは2価のニッケルイオンに3価のアルミニウムイオンが固溶した複水酸化物で、層間に水分子や陰イオンを挟み水酸化物イオン伝導性を示す。Mizuhata *et al.*は、金属フッ化物錯体の加水分解変更反応を利用した液相析出(Liquid Phase Deposition: LPD)法によって、常温・常圧の条件において種々のセラミックス材料の合成が可能であり、基板との良好な密着性や形状追従性に起因して電気伝導度に優れた電極極板の修飾が可能であることを報告している¹⁾。本実験では、金属ニッケル板を基板としてNi-Al LDHを表面析出させた複合電極を作製し、ラボレベルで評価を行った。

2. 実験方法

金属フッ化物錯体の加水分解変更反応を利用した液相析出法を用いて、Ni-Al LDHを金属ニッケル基板へ析出させた。硝酸ニッケル水溶液にアンモニア水を添加して得た反応沈殿物をろ過し、HF水溶液を添加してニッケルフッ化物錯体水溶液を作成した。これを所定量の硝酸アルミニウム水溶液と混合し、pH8.2となるよう調整した後、基板となるニッケル板を垂直懸架で浸漬し、50°C、48hにて反応を行った。反応後のニッケル板を、6mol/L KOH水溶液にて24hイオン交換を行うことで、複合電極Ni/Ni-Al LDHを得た。

試料の評価として、Rigaku製Smart LabによるX線回折(XRD)測定および日立ハイテクノロジーズ製電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM)SU5000を用いた表面観察を行った。また、合成したNi/Ni-Al LDHを作用極とし、東陽テクニカ製Si1287および3極式セルを用いて電気化学測定を実施した。対極はPt線、参照極はAg/AgCl電極とし、6mol/L KOH水溶液を電解液として用いた。

3. 実験結果および考察

Fig.1に、XRD測定より得られた回折パターンを示す。図中のNi/Ni-Al LDH(as depo.)はイオン交換を行う前の試料である。LPD法にて合成したNi-Al LDHはフッ化物錯体由来のフッ素イオンを含むため、KOH水溶液にて水酸化物イオンとのイオン交換反応を行った。反応後のNi/Ni-Al LDHにおいてNi-Al LDHに帰属される回折ピークが確認され、イオン交換反応の前後で層状構造は安定に保たれていることが確認された。LPD反応後のサンプルからは電気伝導性の低い β -Ni(OH)₂に伴うピークも確認された。LPD反応がpH8.2で進行するため、金属ニッケル基板表面に生成した副生成物と考えられる。Fig.2にFE-SEMを用いて観察した表面形状を示す。Ni-Al LDHに特徴的な構造を有する析出物がニッケル基板表面に均一に分布していることを確認した。

Fig.3に電気化学測定によるサイクリックボルタメトリーの結果を示した。電位掃引速度5mV/sec.で貴方向へ分極したところ、Ni/Ni-Al LDHにおいては+0.55V vs. SHE付近にNiサイトの酸化還元に伴うピークが確認され、さらに貴に掃引したところ+0.66V vs. SHE付近で急峻な電流の増加を確認した。電極表面から気泡の発生が確認されたことから、OERに伴う電流と考えられる。ニッケル板を作用極として同様の電位掃引を行った結果

と比較したところ、Ni/Ni-Al LDH は OER 過電圧が 0.1 V 程度低下することが確認され、OER 活性を示す電極触媒として有望であることが示唆された。

4. 結言

金属フッ化物錯体の加水分解変更反応を利用した液相析出 (LPD) 法によって金属ニッケル板を基板として Ni-Al LDH を析出させた複合電極を合成し、ラボレベルで評価を行った。

ニッケル板を電極とした場合と比較したところ、複合電極は OER 過電圧の低減に成功したものの、電極作成時に基板に用いたニッケル板上に β 型水酸化ニッケルが副生されることを確認した。

参考文献

- 1) 水畑 穰 他: *Electrochemistry*, **81** (9) (2013) pp. 702-709.
- 2) H. Maki 他: *Materials Chemistry and Physics*, **141** (2013) pp.445-453.
- 3) H. Maki 他: *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **7** (2015) pp.17188-17198.
- 4) M. Takigawa 他: *Electrochemistry*, **83** (10) (2015) pp. 803-806.

謝辞

小水力発電機の動作確認については株式会社北陸精機様にご協力いただいた。この場をお借りして御礼を申し上げます。

キーワード：水電解、Ni-Al LDH、小水力発電

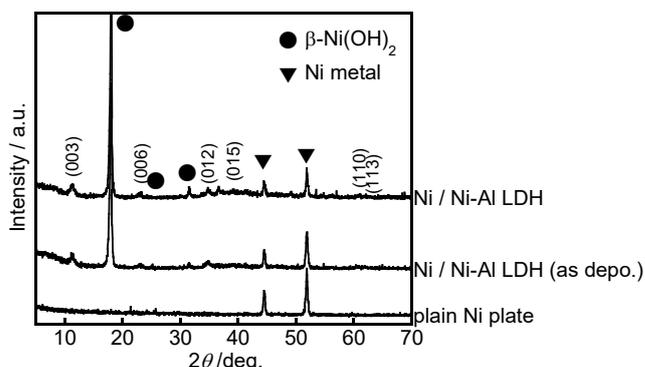


Fig. 1 X-ray diffraction patterns of Ni-Al LDH thin films on the surface of Ni plate deposited by the LPD reaction at 50 °C for 48 h

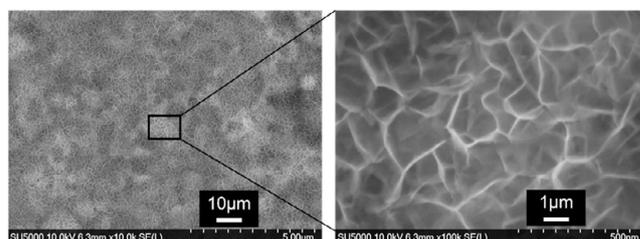


Fig. 2 Surface morphologies by FE-SEM of the Ni-Al LDH thin films on the surfaces of Ni plate

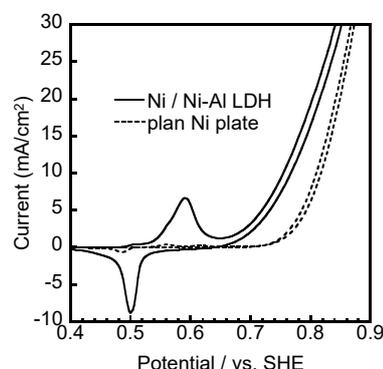


Fig. 3 Cyclic voltammogram of Ni / Ni-Al LDH and plain Ni plate at 25 °C

Research on Energy Conversion Technology from Electricity by Small Hydroelectric Generation to Hydrogen by Water Electrolysis

Electronics and Device Technology Section; Nobuaki KUNIKATA, Yoshiyuki YOKOYAMA

Using a liquid phase deposition method, an Ni-Al layered double hydroxide (Ni-Al LDH) was directly precipitated on the metal nickel substrate to obtain a composite electrode Ni / Ni-Al LDH. X-ray diffraction measurement revealed that Ni / Ni-Al LDH was successfully synthesized while β -Ni(OH)₂ also precipitated as a by-product. Comparing with a plain nickel plate, the OER overvoltage of Ni / Ni-Al LDH as the working electrode decreased by about 0.1 V.

スクリーン印刷法による薄膜固体電解質二次電池の開発

電子デバイス技術課 角田龍則、坂井雄一、本保栄治*

1. 緒言

現在リチウムイオン二次電池は、高出力電源として様々な電気機器に採用されており、今後 IoT 関連の無線通信が普及していくとともに、ますます需要増が期待されるデバイスである。現在、多くの材料メーカーや研究機関で高容量化・高信頼性化を目標に、様々な材料開発がすすめられている。その中でも固体電解質電池は、電解液を使用しないリチウム単一イオン伝導の電池である。有機溶媒を使用しないため、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。エネルギー密度を増やすためには絶縁層を薄膜化する必要があり、その結果として短絡の危険性が増加するが、固体は比較的取り扱いが楽である。このような根本的な構造の違いから従来よりも高い長期信頼性と良好な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、硫化物系は低温での加圧焼成で固体界面を形成できるという特徴がある。また、酸化物系は、硫化物系よりも高温で加圧焼結する必要があり、比較的安定である。本開発では、酸化物系固体電解質を採用した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 スクリーン印刷法による固体電解質膜の作製

まず、固体電解質材料を得るために Li_3BO_3 と Li_2SO_4 粉末をそれぞれ乳鉢で 30 分間混合し 400°C で仮焼成した。図 1 は Li 塩混合物の仮焼成前後の X 線回折プロファイルを示す。仮焼成前後でプロファイルと比較すると、いずれの回折ピークも強度が減少し、より Li_2SO_4 の減少が大きいことがわかる。またピーク半値幅も大きくなっており、仮焼成後では結晶構造が大きく変化しているこ

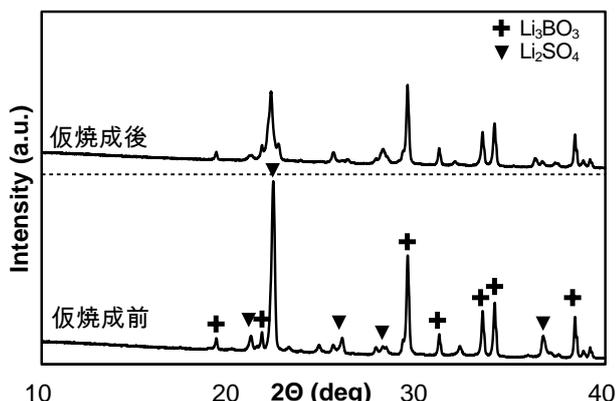


Fig. 1 X-ray diffraction patterns of $\text{Li}_3\text{BO}_3+\text{Li}_2\text{SO}_4$ powders

*1 現 ものづくり研究開発センター

とがわかる。

次に、仮焼成した Li 塩混合物を直径 40mm のカーボンの型に 2g 充填し、約 $500\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で加圧焼成した。得られた板は厚さ約 1mm であった。両面に電極を形成して、交流インピーダンス法によりイオン伝導度を測定した。表 1 は Li_3BO_3 と Li_2SO_4 の混合比、焼成温度、固体電解質の抵抗成分値と算出したイオン伝導度を示す。約 $2.0 \times 10^{-7}\text{S}/\text{cm}$ と値は小さいが、約 600°C の加圧焼成でイオン伝導を示す材料を作製することができた。なおイオン伝導度があまり大きくならなかった原因は、固体電解質の加工が主に大気中だったためと考えている。極力大気に曝さず、リチウム塩の化学変化を防ぐ必要がある。

Table 1 Ion Conductivity of $\text{Li}_3\text{BO}_3+\text{Li}_2\text{SO}_4$ sheets

$\text{Li}_3\text{BO}_3 : \text{Li}_2\text{SO}_4$ 混合重量比	2:1	4:1	4:1	4:1
焼成温度 ($^\circ\text{C}$)	600	630	645	660
抵抗値 (k Ω)	1,500	測定不可	1,000	測定不可
伝導度 ($\times 10^{-7}\text{S}/\text{cm}$)	1.5	—	2.2	—

次に、コバルト酸リチウム(LCO)粉末と仮焼成した Li 塩混合物を、重量比 1:1 で秤量し乳鉢で混合した。混合粉末をカーボン型に充填し約 $500\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で加圧焼成($550^\circ\text{C}30\text{min}$)した。図 2 は作製した板厚約 1mm の正極基板を示す。



Fig. 2 Pressure sintered cathode substrate



Fig. 3 Cathode substrate layered solid electrolyte

その基板に仮焼成済 Li 塩とバインダー等を混ぜ合わせた印刷用ペーストをスクリーン印刷した。 100°C 乾燥 500°C 脱バインダ後、 600°C で加圧焼成した。得られた多層膜を 20mm 角にカットし表面を研磨した。図 3 は固体電解質を塗布後加圧焼成し切断後の試料である。断面観察の結果固体電解質の膜厚はおおよそ $20\mu\text{m}$ であった。正極側に集電電極、電解質側にインジウムを溶解し電池評価セルにて電気特性を確認したが、充放電特性は得られなかった。電解質イオン伝導度が低く内部抵抗が高いためと考えられる。

2.2 気相法による薄膜二次電池の作製

続いて、真空成膜法(スパッタリング法)により Ti 基板に正極、固体電解質、負極をそれぞれ成膜し、最後に保護膜として樹脂層をスクリーン印刷することで薄膜二次電池を作製した。まずは正極の加工条件を決定するために成膜温度を変えながら加工し、正極の容量評価をおこなった。測定は、コバルト酸リチウム(LCO)を成膜した Ti 基板を評価用セルに入れ、さらにセパレータ、電解液および金属リチウムを入れたハーフセル、レート 1C で実施した。表 2 は各成膜温度の LCO 薄膜の容量値、図 4 はその放電曲線を示す。

Table 2 Discharge capacity of LCO electrode by heating

成膜温度 (°C)	300	400	500	500
Au 層	—	—	—	○
容量 (μAh/cm ²)	48.4	47.4	44.1	53.0

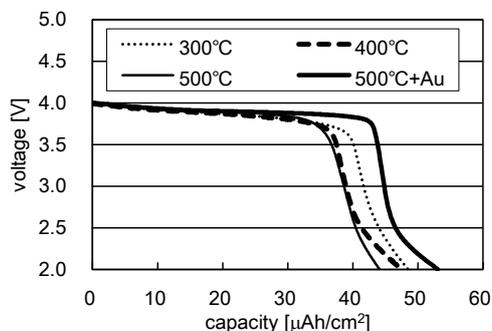


Fig.4 Discharge characteristics of LCO electrode

LCO 薄膜はいずれの成膜温度でも 3.8V でプラトー(放電カーブがフラットな領域)がある曲線となり、特に 500°C で成膜し LCO と Ti の間に Au 層を形成した場合、面積当たりの放電容量が最も大きくなった。これは LCO 薄膜の結晶性向上によって内部インピーダンスが低下したことと、Au 層を形成することで LCO と Ti 間の化合物形成が抑えられたためである。

次に、スパッタリング法により固体電解質膜の窒化リン酸リチウム(LiPON)を成膜した。ホットプレスにより作製した直径 75mm の Li₃PO₄ ターゲットを、Ar と N₂ の導入量を変えて成膜した。表 3 はそれぞれの条件で成膜した LiPON 薄膜のイオン伝導度を示す。N₂ 導入量が大きくなるほど、膜の抵抗成分値が小さくなり高い伝導度が得られた。

キーワード：酸化物系固体電解質、リチウムイオン二次電池

Development of the thick film secondary battery using oxide-based solid electrolyte

Electronics and Device Technology Section; Tatsunori KAKUDA, Yuichi SAKAI and Eiji HONBO

In this study, we improved the lithium ion secondary battery using a solid electrolyte experimentally. Specifically, we improved solid electrolyte Li₃BO₃+Li₂SO₄ by solid-phase method and formed a thick film pattern by the screen-printing method and evaluated the electric characteristic of the secondary battery.

最後に負極として Si を成膜し、スクリーン印刷法で保護膜を形成した後、集電電極としてインジウムを溶融塗布した。得られた多層膜をセルに組み込み充放電特性を評価した。図 5 はその充放電曲線とサイクル特性を示す。容量は数十 μAh/cm² と小さいが、約 3V でプラトーな領域を示す放電曲線が得られた。サイクル特性は 50 サイクルで初期の 8 割まで減少し、その後 80 サイクルで半分まで減少した。Si 負極の剥離が原因であった。また、この多層膜を断面加工後 SEM 観察し膜厚を測定したところ、正極 0.3μm、固体電解質 0.6μm、負極 0.2μm であった。サイクル特性改善には、膜厚および成膜条件の最適化および材料と構造の再検討が必要である。

Table 3 Conductivity of LiPON thin layer

Ar 導入量 (×10 ⁻³ Pa)	17	10	2
N ₂ 導入量 (×10 ⁻³ Pa)	7	14	22
抵抗 (Ω)	290	150	110
面積 (cm ²)	0.4	0.4	0.4
厚さ (×10 ⁻⁴ cm)	1.5	1.3	1.6
伝導度 (×10 ⁻⁶ S/cm)	1.3	2.2	3.6

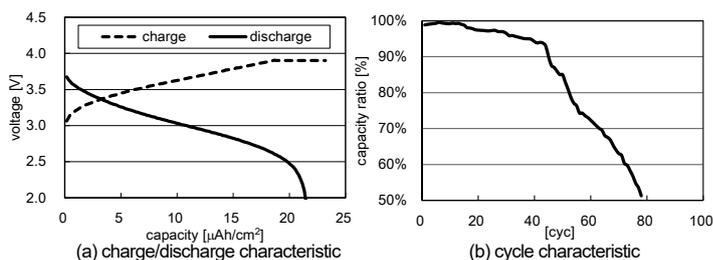


Fig.5 Charge/discharge characteristics of thin film battery(1C)

3. 結言

本研究では、スクリーン印刷法と気相法により固体電解質膜を作成し、そのイオン伝導度を交流インピーダンス法により評価した。また、イオンミリングで断面加工をおこない、その断面構造を確認した。また、気相法により正極、電解質、負極を成膜し、スクリーン印刷法で保護膜を作成して充放電可能な二次電池を試作できた。サイクル特性は充分ではないが、負極材料の検討と連続成膜加工などにより特性の向上が可能と考えている。

面内異方性を有するフレキシブルな透明配線パターンの作製

電子デバイス技術課 横山義之 生活工学研究所 寺田堂彦*1

1. 緒言

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

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

さらに、我々は、エレクトロスピン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ンニングする技術 (感光性ナノファイバー化技術) を開発してきた³⁾。

本研究では、高分子ナノファイバーを利用した透明導電性フィルムの形成手法に、独自の感光性ナノファイバー化技術を組み合わせることで、様々な物理的・機械的な面内異方性を有するフレキシブルな透明配線パターンの作製を試みた。本報告の中では、この面内異方性を得るために新たに調整した感光性ナノファイバーの種々の特性について報告する。

2. 実験方法

図1に、感光性ナノファイバーを利用した透明配線パターンの形成プロセスを示す。

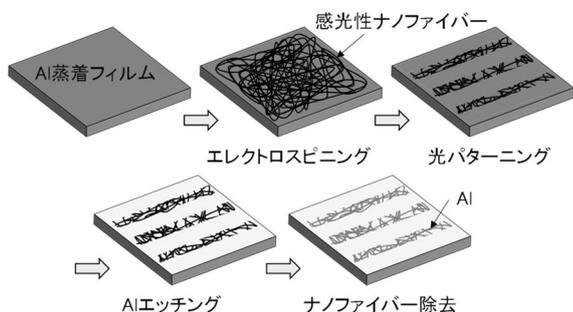


図1 感光性ナノファイバーを用いた透明配線パターンの形成プロセス

このプロセスでは、はじめに、PET フィルムに蒸着した Al 薄膜上に、エレクトロスピンニング法によって感光性ナノファイバーを堆積する。次に、任意の配線状に光パタ

ーニングした後、これをマスクとして、Al 薄膜をエッチングする。最後に、ナノファイバーを除去し、Al の細い網目状ナノネットワーク構造からなる透明配線パターンを露出させる。この透明配線では、Al ナノネットワークを伝わって電気が流れるため導電性を持たせることができ、同時に、Al ナノネットワークの隙間を光が通過することで、透明性も持たせることができる。

本研究で調整した感光性ナノファイバーには、溶解阻害型のポジ型 (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 (図2) を組み込んだ。この感光性ナノファイバーは、ベースポリマーと光反応性の溶解阻害剤から構成されている。ベースポリマーは、アルカリ性の現像液に対してある程度の溶解性を示すが、溶解阻害剤を一定量以上加えることで、現像液に対して不溶となる。しかし、溶解阻害剤は光が当たると、化学反応により溶解促進剤へと大きく特性が変化することから、露光部では、現像液に対して再び溶解性を示すようになる。このように、露光部と未露光部で現像液に対する溶解性にコントラストをつけることで、光パターンニングを可能にしている。

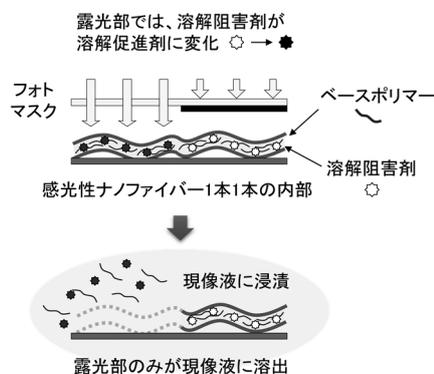


図2 溶解阻害型のポジ型感光機構

また、エレクトロスピンニング時に、連続して広範囲に均一なナノファイバーの堆積が行えるように、感光性ナノファイバーの溶液組成についても、複数の紡糸助剤を組み合わせる等の改良を新たに行った。

3. 実験結果

3.1 感光特性および現像特性

ここでは、面内異方性を与えるために新たに調整した感光性ナノファイバーについて、感光特性および現像特性を調査した。はじめに、Al 蒸着 PET フィルム上に堆積

*1 現 企画調整課

した感光性ナノファイバーに、超高圧水銀ランプを光源とするマスクアライナー (PEM-800、ユニオン光学 (株)) を用いて、露光を行った。次に、アルカリ現像液 (PK-DEX4000T、(株) パーカーコーポレーション) を用いた現像を 90 秒間行い、露光部のナノファイバーのみを選択的に溶解させることで、光パターンニングを行った。種々の露光量を試した結果、露光量が $50\text{mJ}/\text{cm}^2$ の時、最も明瞭な微細パターンが得られることがわかった。

また、現像時間を変化させた時の未露光部の感光性ナノファイバーの形状を走査型プローブ顕微鏡によって拡大観察した (図 3)。現像時間が 90 秒では、感光性ナノファイバーのネットワーク形状が維持されているのに対し、現像時間が 180 秒になると、未露光部であっても、ナノファイバーの溶解が見られ、大部分のネットワークが断絶してしまうことがわかった。

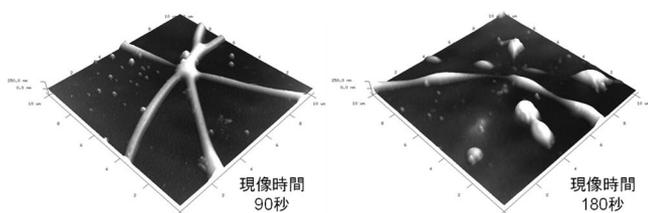


図 3 現像後の未露光部における感光性ナノファイバーの形状

3.2 エッチングマスクとしての特性

ここでは、感光性ナノファイバーのエッチングマスクとしての特性を調査した。エッチング液には、Pure Etch AS1 (リン酸・硝酸・酢酸混合液、林純薬工業 (株)) を用いた。感光性ナノファイバーを最適条件で光パターンニングした後、AI 蒸着 PET フィルムをエッチングし、アセ

トンを用いてナノファイバーの除去を行った。図 4 に、エッチング時間を変化させた時の AI ネットワーク形状を拡大観察した結果を示す。エッチング時間が 120 秒では、AI ナノネットワークが転写されているのに対し、エッチング時間が 240 秒では、AI のエッチングが過剰となり、ネットワークの多くが断絶してしまうことがわかった。

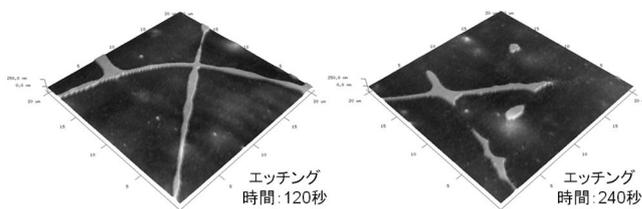


図 4 エッチング後の AI ナノネットワーク形状

4. 結言

本研究では、面内異方性を有するフレキシブルな透明配線を作製するために、感光性ナノファイバーを新たに調整し、その特性を調査した。最適露光量や現像時間、エッチング時間等の検討を行った結果、良好な光パターンニングや AI ナノネットワーク形成が行える条件を見出した。

今後は、今回の実験結果を活用しながら、エレクトロスピニング時の堆積方法や形成する透明回路のパターン形状についても検討を行い、様々な面内異方性を有するフレキシブルな透明配線パターンの作製を試みる。

参考文献

- 1) K. Azuma *et al. Mat. Lett.*, **115** (2014) 187-189
- 2) T. He *et al. ACS Nano.*, **8**(5) (2014) 4782-4789
- 3) 特許 6786071, 感光性繊維及び繊維パターンの形成方法

キーワード：ナノファイバー，エレクトロスピニング，感光性高分子，透明電極

Fabrication of Flexible Transparent Circuit Patterns with In-Plane Anisotropy

Electronics and Device Technology Section; Yoshiyuki YOKOYAMA,
Human Life Technology Research Institute; Dohiko TERADA

We have been developing a method to form highly functional transparent conductive wiring patterns to replace conventional ITO wiring patterns. In this method, a photosensitive nanofiber consisting of a mesh-like nanonetwork structure is first fabricated by electrospinning, and then photo-patterned into the desired wiring shape. Next, using the resulting wiring pattern as an etching mask, the metal thin film on the flexible film is etched. Finally, the nanofibers are dissolved and removed to form a conductive, transparent wiring pattern. In this study, the photosensitive nanofibers were modified and their properties were investigated. In the future, we plan to use these photosensitive nanofibers to fabricate flexible transparent wiring patterns with in-plane anisotropy.

大量の教師データを要する検知/判別システムのための 学習作業の省力化に関する研究

機械情報システム課 金森直希、釣谷浩之

1. 緒言

事前に大量の教師データによる学習を要するAIを用いた検知/判別システムを稼働させるには、事前に教師データを大量に収集してAIへ入力する作業を要するため、工程の種類や生産規模によっては作業負担がAI導入前よりも増加する懸念がある。検知/判別精度を保ちつつ教師データ量を大幅に削減できれば、工程の省力化に繋がる。そこで、本研究では昨年度より、既に取得済の教師データをもとに、それらのデータが取得された際の状況を考慮して新たな教師データを作成して教師データ群を拡張する方法を検討している。本報告では、昨年度とは異なるデータ拡張法について検討・試行した結果を述べる。

2. 対象とするAIシステムおよび教師データの拡張方法

カラーカメラで撮影されたデジタル画像を2つのクラスに分別するAIシステムを対象とした。具体的には、畳み込みニューラルネットワークにより画像の特徴を抽出し、SVM(サポートベクタマシン)により2クラスに分別するシステムである。

撮影時の状況を考慮したデータ拡張の考え方として、

(1) カメラと撮影対象の幾何学的関係の変化、(2) カメラレンズの移動、および(3) 現像段階における変化(画素信号の色空間特徴の変化)、の3点に着目した。これら3つの「変化」を仮想的に実現する方法として今回の試行では、元の画像に対して、(1) 画像の色相・彩度・明度の移動、(2) 画像の拡大縮小、または(3) 画像の水平・垂直移動、を実施し、元の画像群に加えることでデータ拡張を行った。元の画像1枚に対してデータ拡張を1回のみ実施することとしたため、データ拡張後の画像枚数は元の画像枚数の2倍となる。

3. 拡張データによる分別実験

3.1 概要

2章で述べたAIシステムへ入力する画像群として、異なる24の画像群(各画像は227×227ピクセルのRGB画像)を用意し、それぞれの画像群に対してデータ拡張を実施した。分別実験は、(1) 拡張された画像群を教師用データと評価用データとに7:3の割合で分割し、(2) 教師用データを使ってAIを学習させ、(3) 評価用データを使ってAIの正答率(第1クラスの正答率)を算出する、

という手順で行い、これを3回実施して正答率の平均値を求めた。さらに、これを24の画像群について実施し、正答率の平均値を算出した。なお、データ拡張前の正答率の平均値は96.0%であり、この値をデータ拡張法の比較・評価のための基準値とした。

3.2 色相を移動させた場合

画像の色相のみを移動させて作成した画像でデータ拡張した場合の正答率をFig.1に示す。色相を多少移動させると正答率が向上する傾向が見られ、色相を1%移動させた場合に正答率が最も向上した。色相を1%移動させてデータ拡張する場合、元の教師データを50%減少させても正答率は基準値と同程度を維持できることがわかった。

なお、図示しないが、彩度および明度を多少移動させた場合も、色相を移動させた場合と同様の傾向が見られた。

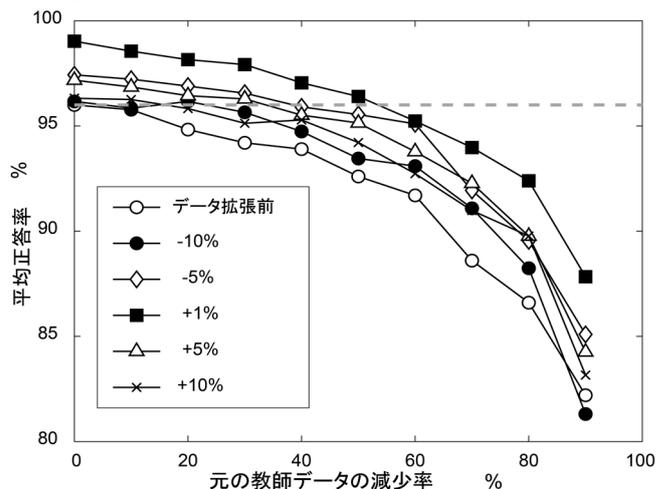


Fig. 1 色相移動によりデータ拡張した場合の効果

3.3 画像を拡大縮小した場合

画像を拡大縮小した画像でデータ拡張した場合の正答率をFig.2に示す。画像を多少大きくした場合に正答率が基準値を上回った。とくに、1.1倍の場合に正答率の向上が最も顕著となり、このとき元の教師データを30%減少させても正答率は基準値と同程度を維持できることがわかった。なお、図示しないが、画像を垂直移動させた場合も、水平移動させた場合と同様の傾向が見られた。

3.4 画像を水平移動した場合

画像を水平移動した画像でデータ拡張した場合の正答率をFig.3に示す。試行したすべてのパラメータにおいて

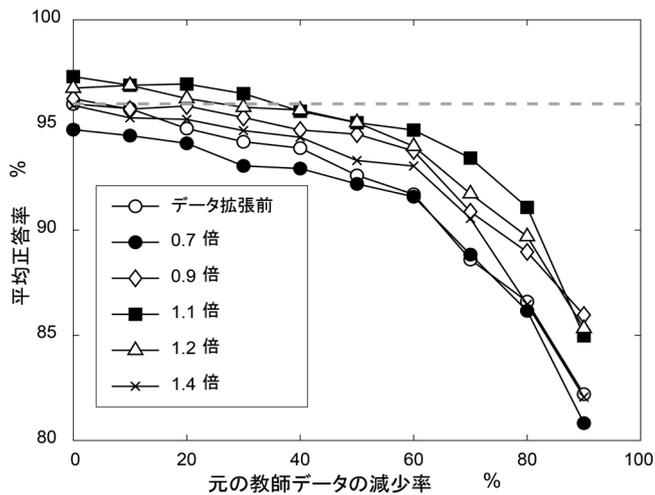


Fig. 2 画像の拡張によるデータ拡張の効果

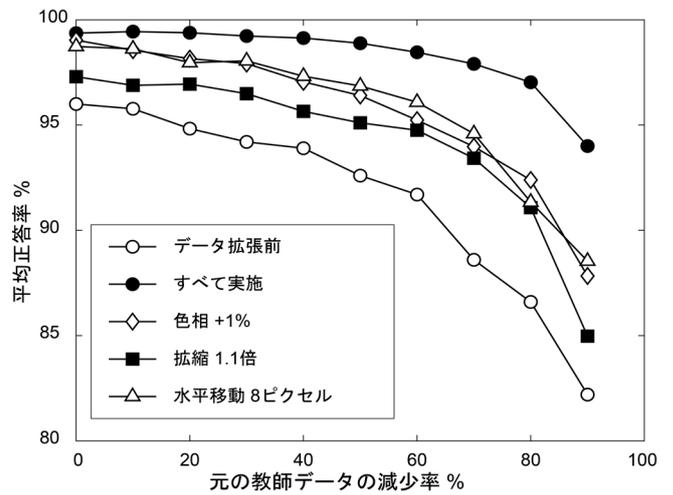


Fig. 4 すべてのデータ拡張法を適用した場合の効果

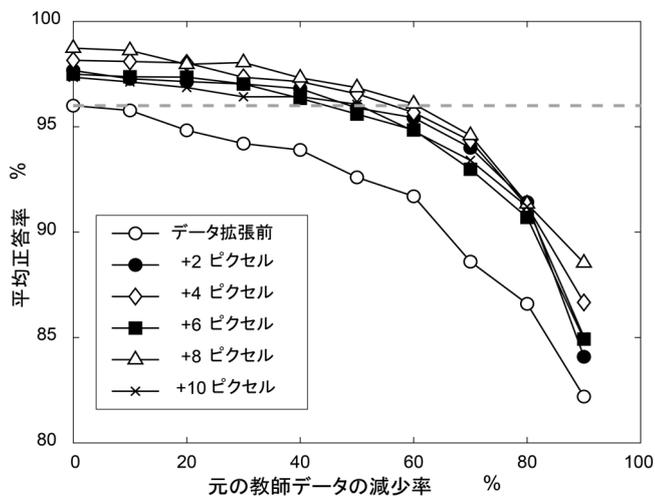


Fig. 3 画像の水平移動によるデータ拡張の効果

正答率が基準値を上回った。とくに、8ピクセル移動させた場合に正答率が最も向上し、このとき元の教師データを60%減少させても正答率は基準値と同程度を維持できることがわかった。

3.5 データ拡張法をすべて実施した場合

3.2~3.4節でそれぞれ最も正答率が高くなった場合のデータ拡張法をすべて実施した場合の正答率を Fig. 4 に示す。元の画像に対して色相・彩度・明度の移動、拡張、

キーワード：教師データ、データ拡張、画像処理、深層学習、機械学習

水平・垂直の移動をそれぞれ実施して画像を集約したものであり、データ拡張後の画像数は元の7倍になっている。今回検討したデータ拡張法をすべて実施した場合、いずれかのデータ拡張法1つを実施した場合よりも正答率が高くなった。今回の試行では、元の教師データを80%減少させても正答率は基準値と同程度を維持できることがわかった。

4. 結言

既に取得済の教師データをもとに、それらのデータが取得された際の状況を考慮して新たな教師データを作成して教師データ群を拡張する方法を検討し、画像分別システムを対象として具体的な3つのデータ拡張法を試行したところ、今回のAIシステムおよび画像群においては、教師画像数を大幅に減少させた場合でも元の教師画像枚数と同程度の分別精度を維持できることがわかった。

参考文献

- 1) 金森ほか：富山県産業技術研究開発センター研究報告, 34 (2020), 86-87.

Research on Labor Saving of Learning Work of Detection / Classification System that Requires a Large Amount of Training Data

Mechanics and Digital Engineering Section; Naoki KANAMORI and Hiroyuki TSURITANI

For the AI teacher image group with a significantly reduced number of images, data expansion was performed considering the geometrical relationship between the camera and the shooting target, the camera lens position, and the pixel signal processing process. As the results of passing through the classification system, it was possible to obtain the same classification accuracy as in the case of the original number of teacher images.

デジタルカメラを用いた振動解析の高周波化に関する研究

機械情報システム課 釣谷浩之、金森直希

1. 緒言

製品開発の際には、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。一般に振動計測には、加速度センサーが用いられるが、センサーを取付けた場所しか計測ができない、センサーの取付けが困難な場合がある、センサーの取付けによって振動特性が変化する場合がある、などの問題がある。この問題を解決するために、デジタル画像相関法を用いて、動画から振動計測を行う方法をこれまで開発してきた。しかし、動画を用いた解析では、動画のフレームレートにより解析できる周波数が制限され、通常のフレームレート(60fps)では、高い周波数の振動解析ができないという課題があり、これを解決するために、高価な高速度カメラを用いれば、利便性が損なわれてしまう。一方で、振動が一定で、振動周波数がある程度推定できる状況下では、アンダーサンプリングしたデータから高周波の解析を行うことが可能である²⁾。例えば、現実の場面でも、振動試験機を用いて強制加振した製品の応答特性を計測するような場合は、アンダーサンプリングデータから高周波振動特性を解析できると考えられる。本研究では、一般的な動画のフレームレートで撮影した画像から、高周波振動特性の解析を可能にすることで、デジタルカメラによる簡易な振動測定法の適用範囲を大きく拡大しようとするものである。本年度は、電子基板を対象にサンプリング周波数よりも高い周波数領域での振動特性の計測を試みた。

2. 実験方法

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、縦 115 mm×横 160 mm×厚さ 1.2 mm のガラスコンポジット基板である。この試験体を四隅でアルミ製のスペーサーを介して 6mm の隙間を空けて振動試験機に固定した。固定した試験体を

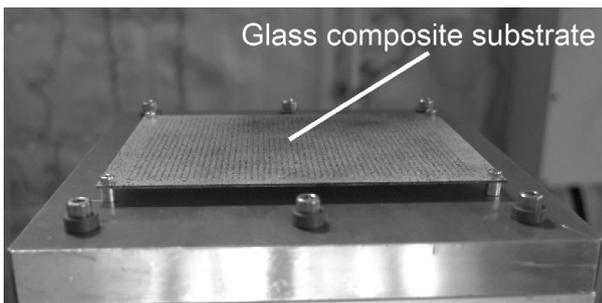


Fig. 1 Electronic substrate specimen

10 Hz ~ 190 Hz の間の任意の周波数で、速度振幅 0.1 m/s の一定振動で強制振動させ、デジタルカメラによって動画撮影を行った。動画の画像サイズは、縦 1,080 pixel×横 1,920 pixel、撮影間隔は、秒間 60 フレームとし、180 フレーム分、3 秒の画像を用いてデジタル画像相関法により変位を計測した。デジタル画像相関法による変位計測を確実にするため、試験体に黒色の塗料で薄く着色し、ランダムパターンを施した。

2.2 デジタル画像相関法による計測

デジタル画像相関法では、サブセットと呼ばれる一定のサイズの領域を決め、この領域単位で計算を行う。まず、粗探索により、残差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。次に詳細探索を行い、1 pixel 未満の精度で変位を求める。詳細探索では、次式で示す相互相関式を基礎とした評価関数を用いる。

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

X, Y は、次式で表され、剛体変形および一様ひずみまを考慮している。

$$X = x + u + \frac{\partial u}{\partial x} i + \frac{\partial u}{\partial y} j, \quad Y = y + v + \frac{\partial v}{\partial x} i + \frac{\partial v}{\partial y} j \dots (2)$$

ここで、 (u, v) は、サブセットの中心における変位を示している。評価関数の未知数 $(u, v, \partial u/\partial x, \partial u/\partial y, \partial v/\partial x, \partial v/\partial y)$ を Newton-Raphson 法を用いて求めることで、高い精度で変位計測が可能になる。

2.3 アンダーサンプリングによるパラメータの推定

今、観察対象の振動が、次式で表される単一正弦波であることがわかっているものとする。

$$x(t) = A \cos(2\pi f t + \theta) + d \dots (3)$$

ここで、 A は振幅、 f は周波数、 θ は初期位相、 d は直流成分の大きさである。この振動を周波数 f_s でサンプリングし、標本値を得るものとする。このとき、連続した 4 標本を用いることで、Prony 法により各パラメータの推定値

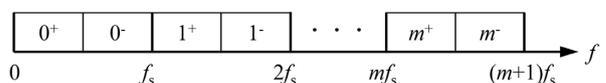


Fig. 2 Sampling mode definition

$(\tilde{A}, \tilde{f}, \tilde{\theta}, \tilde{d})$ を求めることができる。本研究では、1つの周波数あたり3秒、180標本について、計算を行った。実際の振動周波数 f に応じてサンプリングモードをFig.2のように定義すると、アンダーサンプリングで標準化したデータを用いた場合、Prony法により求めたパラメータの推定値と実際の振動のパラメータの間には、モードに応じて次の関係が成り立つ²⁾。

$$\begin{aligned} m^+ \text{モード} : \tilde{f} &= f - mfs, \tilde{\theta} = \theta, \tilde{A} = A \\ m^- \text{モード} : \tilde{f} &= (m+1)f_s - f, \tilde{\theta} = -\theta, \tilde{A} = A \quad \dots (4) \end{aligned}$$

これにより、アンダーサンプリングにより得られたデータから実際の振動パラメータを推定した。

3. 実験結果

Fig.3は、撮影した動画から計測した試験体の振動特性を示す。試験体の任意の点において、3秒分、180標本について、連続する4標本を用いて求めた周波数と最大速度の中央値を示す。図から、110Hz付近で明瞭なピークが確認でき、この周波数が、試験体の一次共振周波数であることがわかる。一方で、グラフ上で×で示した、116Hz、118Hz、125Hzでは、周波数が正しく計測できなかった。Prony法では、サンプリング周波数の1/2の整数倍の周波数では、正しく計算が行うことができないため今回計測した周波数範囲では、30Hz、60Hz、90Hz、120Hz、150Hz、180Hz、を計算から除外しているが、周波数が高くなるに従って変位も小さくなるため、120Hz付近では、十分な精度の計測が行えず正しく計算できなかった可能性がある。160Hzについては、急に速度が大きくなっているが、近傍の周波数を細かく計測できていないため、これが二次共振点かどうかは、判断としない。また、170Hz、190Hzでは速度が非常に小さくなっている。これについては、反共振の影響が出ている可能性があるが、前述のとおり周波数が高くなるに従って変位振幅が非常に小さくなるため、正しく計測できていない可能性についても否定できない。

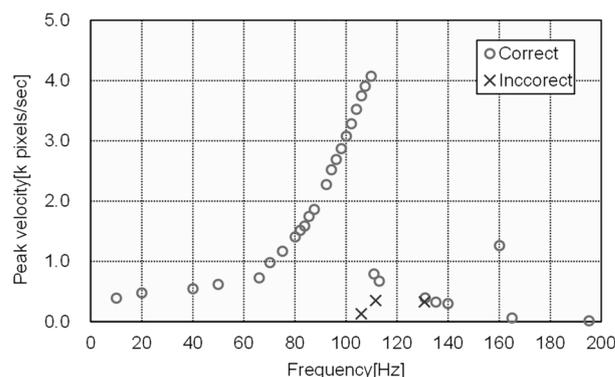


Fig. 3 Vibration character by under sampling

一次共振点については、明確なピークが確認できたが、高い周波数領域では、さらに細かく計測する必要がある。また、レーザー変位計など、別の手段による計測を行い検証する必要がある。

4. 結言

本研究では、デジタルカメラによる簡易な振動測定法の適用範囲を拡大するために、一般的な動画のフレームレートである60fpsで撮影した動画から、周波数特性の計測を試みた。その結果、サンプリング周波数よりも高い周波数の一次共振点を明瞭に確認することができた。一方で、120Hz付近の周波数では、計測できない周波数が何点かあった。また、160Hz以上の周波数領域については、データが不足しており、計測値が正しいかどうか判断がつかなかった。これについては、計測点を増やし、またレーザー変位計など、別の手段での計測も実施し、さらに検証を行う必要がある。

参考文献

- 1) 釣谷浩之ほか、富山県産業技術研究開発センター研究報告、No33(2019), pp.77-78
- 2) 久保和良、計測自動制御学会論文集、Vol.43, No.9(2007), pp.765-773

キーワード：デジタル画像相関法、振動計測、振動解析、アンダーサンプリング

Vibration Analysis from Undersampled Moving Images Based on Digital Image Correlation

Mechanics and Digital Engineering Section; Hiroyuki TSURITANI, Naoki KANAMORI

In this work, we tried vibration analysis from undersampled moving images. Electronic substrate fixed on plastic case was vibrated by vibration-testing machine. Moving images were recorded by digital camera that frame rate is 60 fps. Displacement distribution were measured from moving images by digital image correlation. Velocity and frequency of vibration were calculated from displacement distribution by Prony method. In the result, the primary resonance frequency was clearly detected.

イオン液体を用いた高効率水電解

電子デバイス技術課 國方伸亮 ものづくり研究開発センター 山岸英樹、佐藤 智

1. 緒言

地球環境問題やエネルギー安全保障への関心から、水素社会の実現に向けた取り組みが注目を集めている。水素生成の手法として一般的な水の電気分解において、水素は電気エネルギーを利用することで得られる二次エネルギーであり、コスト面で一次エネルギーと比較して不利であるため、より効率的な水素生成のための技術開発が水素エネルギーの普及に必要である。

水電解において、反応温度が上昇することで電解に必要な電気エネルギーの割合が熱力学的に小さくなることが知られている。また、温度上昇させることで電極反応速度が増加するため電極過電圧の低下も期待される。しかしながら、安価な水素製造法として一般的なアルカリ水電解において使用する電解液は腐食性の高い強アルカリ性であるため、商用電解では90℃程度の作動にとどまっている。また、動作中の電解液濃度は安定せず、電解に供する原料も強アルカリ水溶液となるため取り扱いに注意を要する。そこで、KOHやNaOHなどの従来の電解質の代替としてイオン液体を用いることで、より高温でも安定に動作可能な反応系を開発できるのではないかと考えた。

イオン液体は一般に100℃以下に融点をもつ有機塩であり、電気伝導性や比較的高い熱的安定性、非常に低い蒸気圧など様々な特徴を有することから、ユニークな液体材料として知られている。多くのイオン液体は疎水性で水と相溶性を示さず、一般的に電解質として使用する場合は不純物として残存する水分を真空乾燥によって除去し、不活性雰囲気下で取り扱う必要がある。しかしながらイオン液体を水電解の反応場としてとらえると、イオン液体の熱的および化学的安定性を利用した新規なデザインが可能となると考える。Grotthuss機構によるプロトン移動を示すプロトン性イオン液体や、金属カチオンなど複数のイオン種を有する多元系イオン液体など、非常に興味深い。そこで本研究では、水素発生効率と安定性に優れた水電解系を開発することを目的として、イオン液体を水電解の反応場として用い、従来の強アルカリ水溶液と比較した。

本研究が目指す水素生成の高効率化は水素価格の低減や水素エネルギーの地産地消を目的とした基盤研究であり、SDGsへの取り組みとして水素利活用の推進に取り組む本県にとって非常に重要である。

2. 実験方法

水電解の反応場として用いるイオン液体を合成することを目的として、アニオン交換法によりイオン液体を合成した。等モル量の1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロリド (1-Ethyl-3-methylimidazolium Chloride: EMImCl) とビス(トリフルオロメタンスルホニル)アミドリチウム (Lithium Bis(trifluoromethanesulfonyl)amide: LiTFSA) をそれぞれ水溶液とし、これらを50℃にて混合し反応させた。得られた油相を純水で洗浄し、95℃にて真空乾燥させることでイオン液体 EMImTFSA を得た。これを純水と24h攪拌させた後、静置することで試料とした。同様の手法で1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムクロリド (1-Butyl-3-methylimidazolium Chloride: BMImCl) をカチオン源として使用し、イオン液体 BMImTFSA を得た。これらは非プロトン性のイオン液体である。また、ブレンステッド酸塩基反応により1-メチルイミダゾール (1-Methylimidazole)、1-エチルイミダゾール (1-Ethylimidazole)、1-プロピルイミダゾール (1-Propylimidazole)、1-ブチルイミダゾール (1-Butylimidazole)、N,N-ジエチルメチルアミン (N,N-Diethylmethanamine) をそれぞれビス(トリフルオロメタンスルホニル)アミド (Bis(trifluoromethanesulfonyl)amide: HTFSA) と等モル比で混合することで、プロトン性イオン液体 MHImTFSA、EHImTFSA、PHImTFSA、BHImTFSA、DEMATFSA を合成し、非プロトン性イオン液体と同様の手法にて水分を含ませた。

イオン液体中の水分含有量は京都電子工業製カールフィッシャー水分計 MKV-710S にて測定した。得られたイオン液体を電解質とし、東陽テクニカ製 Si1287 を用いて電気化学測定を行った。作用極に Pt および Ni 板、対極には Pt 線を使用し、大気雰囲気下にて測定を行った。

3. 実験結果および考察

Fig. 1 にカールフィッシャー水分計による容量滴定の結果と、水分量から得られた水とイオン液体の純物質同士のモル比を示した。イオン液体は一般的にかさ高く分子量が大きいため、数 wt% 程度の含水率でも水分子のモル比は大きくなる。プロトン性イオン液体は非プロトン性と比べて含水率が大きく、水分子のモル比は EHImTFSA で最大となり、イオン液体の1つのカチオン-アニオン対に対して水分子が2つとなることが確認された。エチルからブチルへの変化による含水率の低下は、ア

ルキル基の増加に伴う疎水性の増大によるものと考えられる。

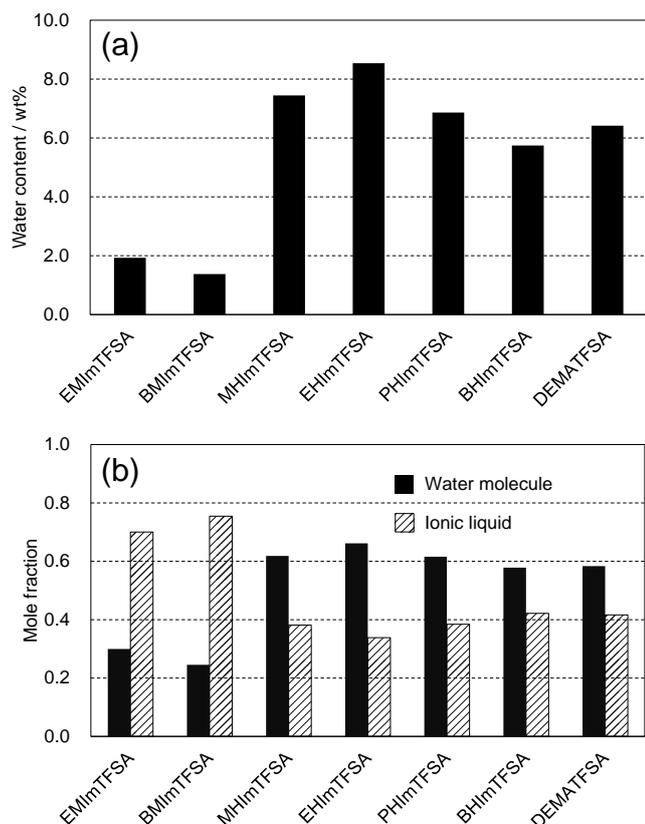


Fig. 1 (a) Water content and (b) mole fraction of each samples determined using Karl Fischer titration method

Fig. 2 には電気化学測定によるリニアスイープボルタメトリーの結果を示した。Pt を作用極としてプロトン性イオン液体 EHImTFSA 中にて卑に分極したところ、-1.4V 付近から電流値の増加と共に電極表面から気泡の生成を確認し、イオン液体を電解質とした水電解が可能であることを示す結果が得られた。従来法にて電解質に用いられる KOH 水溶液と比較したところ、電流の立ち上

がり電位は同程度であったが、電流量は KOH 水溶液のほうが高く、気泡の発生量も大であった。これは電解質の粘性および電気伝導度の違いに起因するものと思われ、さらに研究が必要である。非プロトン性イオン液体の EMImTFSA については過電圧がより大きく、電流値の立ち上がりは-2.0V 以上で見られた。また、Ni を作用極としたところ、同様に水分解できることを確認した。

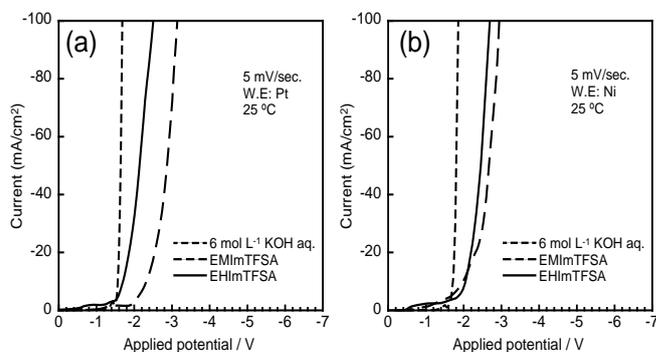


Fig. 2 Linear sweep voltammetry using two-electrode cell with (a) Pt and (b) Ni as working electrode

4. 結言

水と分相性のイオン液体を電解質とし、不純物として含まれる水を電気分解して水素ガスを得ることができることを確認した。

参考文献

- 1) 客野貴広 他: 電学論 B, 124 (4) (2004) pp. 605-611.

謝辞

カールフィッシャー水分計の使用については富山県薬事総合研究開発センターの竹林憲司主任研究員にご協力いただいた。この場をお借りして御礼を申し上げる。

キーワード：水電解、水素、イオン液体、異相

Water Splitting of Electrolyte Solution Promoted by Ionic Liquid

Electronics and Device Technology Section; Nobuaki KUNIKATA, Monozukuri Research and Development Center; Hideki YAMAGISHI and Masaru SATO

Protic and aprotic ionic liquids were synthesized for the purpose of using it as a reaction field for water splitting. We confirmed the water content by Karl Fischer titration. Although the amount of hydrogen generation was inferior to that of an alkaline aqueous solution, electrochemical measurements have revealed that ionic liquids, especially protic ionic liquids, are promising candidates for water splitting.

3D プリンタ造形物への切削加工性能

機械情報システム課 清水孝晃、中村陽文

ものづくり研究開発センター 山本貴文

1. 緒言

近年、3D プリンタによる工作が注目されており、複雑形状の造形が可能とされているが、それで作られた造形物にも機械工作による後加工が必要となる。特に、穴あけ、ねじ加工は従来の機械工作においても過半数を占めており、3D プリンタによる工作になっても不可欠な工作方法であると考えられる。本研究で用いた 3D プリンタは EOSINT M280 (EOS GmbH) であるが、これはパウダーベッド方式と呼ばれるレーザー光を用いて微小領域を急速溶融と凝固を繰り返し造形していく方式である。造形物の結晶構造は圧延材や鍛造材とは異なっており、その被削性については従来の知見が適用できない場合が多い。

本研究では SUS316L 材を対象に $\phi 1.6$ mm の穴あけを行い、その被削性を圧延材と比較するとともに圧延材同等の工具寿命や経済性を達成できる加工条件について検討した。

2. 実験方法

被削材は市販の SUS316L 圧延材(以下圧延材)と 3D プリンタで造形した SUS316L 鋼(以下 3D 造形材)であり、その硬さは圧延材では 83HRB、3D 造形材では 84HRB であるが圧延材はばらつきが 5 点測定し 1HRB 以下であるのに対し、3D 造形材は 80.3~87.0HRB の範囲に分布した。

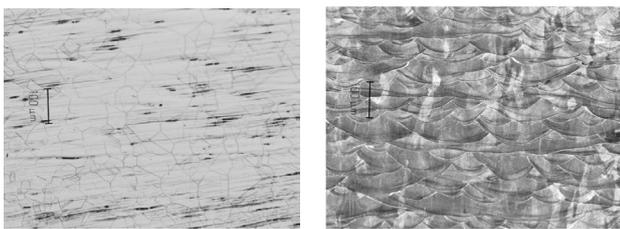


図 1 被削材の結晶状態

図 1 にそれぞれの金属組織を示す。圧延材は結晶の形状は丸に近いのに対し、3D 造形材は結晶が大きく形状が扇型で溶融したものが再度凝固した様子がわかる。金属組織には方向性が認められるが、いずれも写真上下方向に穴あけを行った。

加工はステンレス用ハイスドリルを用いて行った。加工条件を表 1 に示す。条件 2,3 は 3D 造形材のみで行った。水溶性切削液を使用し、穴深さは 6 mm とし条

件 2 では 3 mm 毎の間欠送り、条件 3 では送り速度を半減した。切削抵抗としてドリル進行方向の抵抗(スラスト力)とトルクを測定した。

表 1 穴あけ条件

切削条件	条件 1	条件 2	条件 3
主軸回転数(rpm)	3,980(周速 20m/min)		
送り速度(mm/rev)	0.025	0.025	0.0125
1 回あたりの穴深さ(mm)	6	3	6

3. 実験結果および考察

スラスト力の推移を図 2 に示す。同一送り速度($F=0.025$ mm/rev)の場合初期には大きな違いは見られないが、穴数が増えるに従い大きくなり、ある穴数から急激に上昇しており穴あけ不可能になり工具寿命に達した。

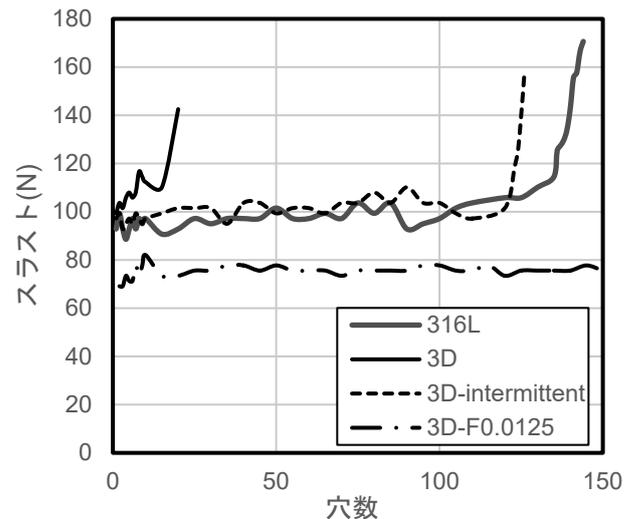


図 2 スラスト力の変化

20 穴時および 100 穴時の逃げ面の状態を図 3 に示す。条件 1 の場合、圧延材では 20 穴終了時摩耗の進行は見られないが、3D 造形材では逃げ面のドリル外周部が大きく摩耗し寿命に達しており圧延材に比較し摩耗の進行が速いことがわかる。なお、摩耗量は外周部において $80\mu\text{m}$ 程度で推移しスラスト力が急激に増大したときに摩耗も増大していると考えられる。

100 穴終了時においては条件 2, 3 では圧延材加工時と同等であり摩耗が抑えられている。穴あけを進めていくと圧延材では 140 穴、3D 造形材では条件 2 で 125 穴で寿命に達し、条件 3 では 150 穴終了時においても摩耗は抑えられており加工継続可能な状態であった。

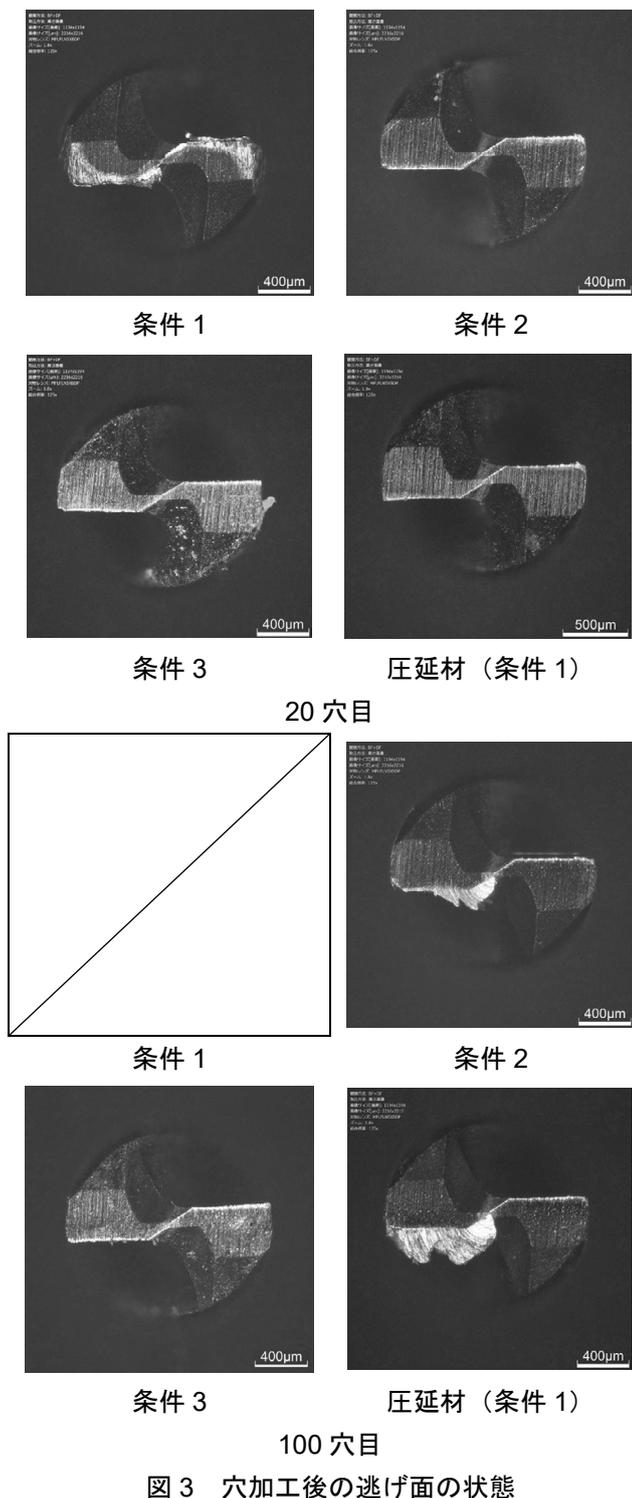


図3 穴加工後の逃げ面の状態

1穴当たりのスラスト力の変化を図4に示す。条件1での圧延材と3D造形材を比較するとスラスト、トルクとも20%程度3D造形材が大きな抵抗を示す。間欠送りの場合、前半においてはスラスト、トルクとも違いは認められないが、後半においては連続送りに比べ切削抵抗の上昇が抑えられている。一度穴あけを中断することによる刃先の冷却による影響と考えられる。送り速度を低くした場合、スラスト、トルクとも小さな値を示した。

1穴あたりの加工時間は $F=0.025\text{mm/rev}$ での連続送りの場合約3.5s、間欠送りの場合約5s、 $F=0.0125\text{mm/rev}$ の場合約7sとなる。間欠送りの場合、早送り速度やR点座標の工夫により更に1s程度の短縮は可能である。

加工した穴径はいずれも1.63~1.66mmの範囲にあり、圧延材と造形材の間で違いは見られなかった。

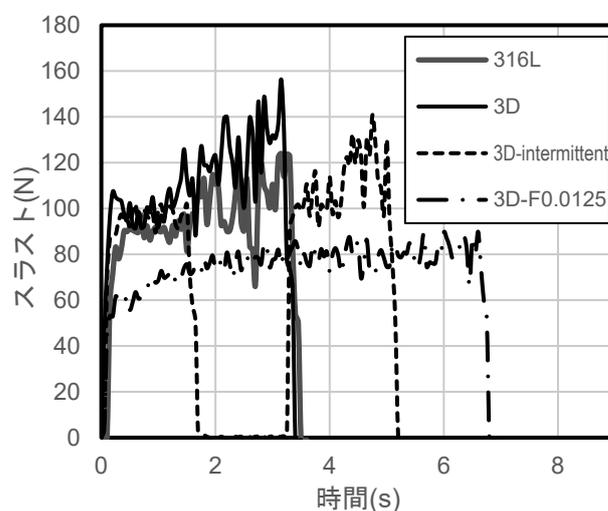


図4 1穴当たりのスラスト力の推移

4.結論

- ・3次元造形材を穴あけする場合、間欠送りや送り速度低減の改善策は有効である。
- ・間欠送りや送り速度の低減を行うことで切削抵抗が低減される。
- ・切削時間を考慮すると間欠送りが有効な対策である。

Drilling in Accumulated Metals by 3D Printer

Mechanics and Disital Engineering Section; Takaaki SHIMIZU, Takafumi NAKAMURA

Digital Manufacturing Section; Takafumi YAMAMOTO

There was sharply difference of tool life between rolled bulk metals and 3D-printed metals at $\phi 1.6$ drill. 3D-printed metal was difficult-to-drill material. It's life was under 20 holls. We drilled 3D-printed metal using low-rate-feed-speed and intermittent-feed, tool-life was same level at drilling rolled bulk metals.

人工光合成に関する研究 I

～電子輸送と水の光分解(明反応)を中心に～

電子デバイス技術課 寺澤孝志*1、角田龍則 ものづくり研究開発センター 山崎茂一

1. 緒言

光合成では、太陽光をエネルギー源とし、水と二酸化炭素(CO₂)から酸素と糖を合成する。これを模したシステム開発の試みは、今世紀に入ってから機運が高まり、2015年の持続可能な開発目標(SDGs)を追い風に活発になっている¹⁾。本研究では、光、水とCO₂からエタノールを合成するシステム(触媒電極と電池モジュール)の開発を目標とした。図1に、光合成と人工光合成の対応、および研究項目①、②、③を示す。触媒電極では、C₆₀触媒電極とCu-C₆₀触媒電極を作製、評価を、電池モジュールでは、有機薄膜太陽電池のモジュール化を行った。

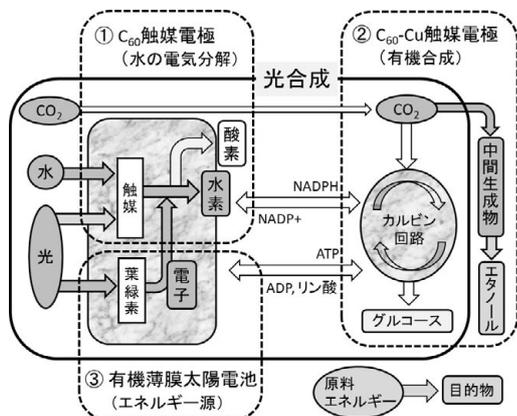


Fig. 1 Correspondence between photosynthesis and artificial-photosynthesis, and research items

2. 実験方法、実験結果および考察

2.1 Cu 触媒電極、Cu-C₆₀ 触媒電極の構成と作製

バックミンスターフラーレン(C₆₀)は、直径が約 1nm の球状分子であり、ナノ構造に由来する触媒機能がある。銅(Cu)は、CO₂の還元に使われる触媒であり、CO₂を一酸化炭素(CO)、ギ酸(HCOOH)、メタン(CH₄)、エチレン(C₂H₄)などに、電気化学的に変換できる。白金(Pt)は、水素発生の還元電位が最も小さく、安定なことから電気化学で多用される。透明電極の酸化インジウムスズ(ITO)は、光触媒機能が期待できる。図2に、Cu 触媒電極(Cu 電極)と Cu-C₆₀ 触媒電極(Cu-C₆₀ 電極)の機序と期待される反応、構造、および外観を示す。Cu 電極、Cu-C₆₀ 電極の用途は、それぞれ水の電気分解と有機合成である。電極の動作時の電位や電流を安定に保つために下地に ITO または Pt を挿入した。

触媒電極は、ガラス基板(#7740、コーニング製)に、ITO、

Pt、Cu、C₆₀ を成膜して作製した。使用した装置は、スパッタリング装置(SH250、アルバック製)と真空蒸着装置(高真空蒸着装置、アネルバ製)である。膜厚計(ペルトメータ、マール製)で測定した結果、膜厚(実測値 nm/目標値 nm)は、ITO(464/450)、Pt(461/450)、Cu(412/400)、C₆₀(411/400)であった。

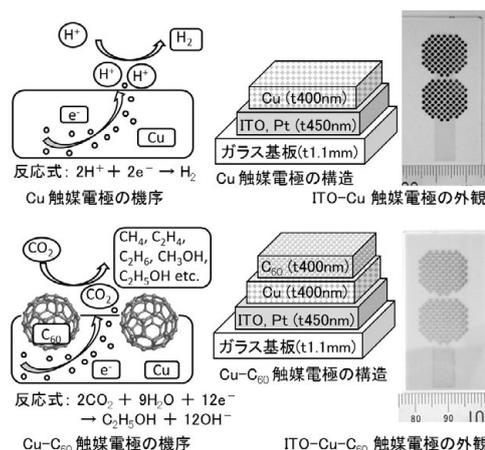


Fig. 2 Mechanism of Cu and Cu-C₆₀ catalyst electrode, expected reaction, structure, and appearance

電気化学では、反応のエネルギーを電極の電位 E[V]で制御し、電流密度 J[A/cm²]として反応を評価する。サイクリックボルタンメトリーで、電極の電子の授受による酸化還元反応を調べ、目的とする電極反応を選び、定電位電解(PE)で目的物の合成を行った。電気化学測定は、3電極法(動作電極、基準電極、対電極)で行い、ポテンシostat/ガルバノスタット(1278A、ソーラトロン製)を用いた。動作電極は作製した触媒電極(ITO-Cu、Pt-Cu、ITO-Cu-C₆₀、Pt-Cu-C₆₀)を用いた。基準電極(Ag/AgCl 電極、HX-R6)、対電極(Pt 電極、HX-C14)は共に北斗電工 製を用いた。電解液は、0.2mol/L の炭酸水 100mL に、緩衝液(20×SSC ; Standard Saline Citrate buffer S8015、シグマ製)を 2mL 加えたものを使用した。緩衝液は 0.3 mol/L クエン酸ナトリウム、3 mol/L 塩化ナトリウムからなり、pH は 7.0 である。

2.2 Cu 触媒電極、Cu-C₆₀ 触媒電極の電気化学特性

CO₂ を原料とし、CO₂ の還元による有機物(HCOOH、CH₄、C₂H₄、CH₃OH、C₂H₅OH など)合成を目的とするため、電位 E を、0 から -1.2 V(vs. Ag/AgCl) まで掃引した。結果のサイクリックボルタモグラムの、図3に示す。

Pt-Cu、Pt-Cu-C₆₀ では、-0.2V から還元電流が流れ、Pt-Cu

*1 現 ものづくり研究開発センター

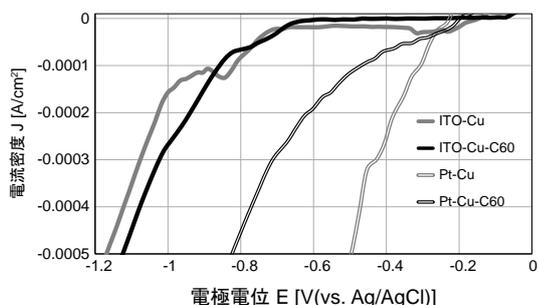


Fig. 3 Cyclic voltamogram swept on reducing side

では急激な水素発生(-0.5V、0.5mA/cm²)が見られ、Pt-Cu-C₆₀では緩やかでありC₆₀被覆の効果が認められた。ITO-Cu、ITO-Cu-C₆₀では、-0.65Vから電流が流れ、それぞれ-0.85V、-0.8Vに水素の還元とは別の還元が見られた。水素発生の水素過電圧は-1.0Vと大きく、ITOに起因するものである。次に、-0.8V付近での還元反応を継続させるために、定電位電解(PE)を、電位-0.8Vで行った。結果を、図4に示す。

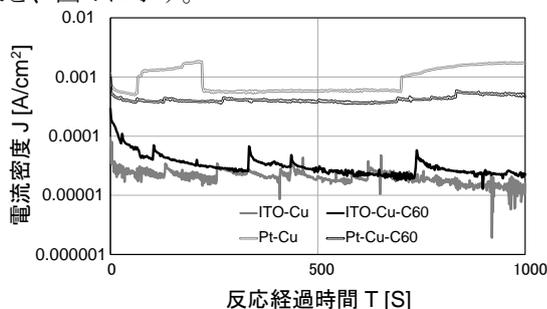


Fig. 4 Potentiostatic electrolysis at -0.8V

Pt-Cu、Pt-Cu-C₆₀では、還元電流(1mA/cm²)が一定に流れ、ITO-Cu、ITO-Cu-C₆₀では、Pt-Cu、Pt-Cu-C₆₀の1/100程度の還元電流(0.01mA/cm²)が流れた。

2.3 CO₂の還元による有機物の合成

ガスクロマトグラフ(GC-2010、島津製作所製)を用いて、有機物の合成を確認した。カラム(DB-624、アジレントテクノロジー製)を用い、PE後の電解液を、80°Cに加熱、気化した成分を分析した。結果を、図5に示す。3つのピーク(2.4、2.8、4.8min)が見られ、それぞれアセトアルデヒド(CH₃CHO)、メタノール(CH₃OH)、ジクロロエ

キーワード：人工光合成、CO₂の還元、Cu-C₆₀触媒電極、有機薄膜太陽電池

チレン(C₂H₂Cl₂)に帰属された。Clは緩衝液由来である。Pt-Cu-C₆₀、ITO-Cu-C₆₀のGCプロファイルに変化はなく、PtとITOによる差異はなかった。4.8minのピークから、C₆₀の被覆がC₂H₂Cl₂の生成を抑制しており、エタノール(C₂H₅OH)の合成を、C₂H₄の水和反応とするなら、C₂H₄の塩素化の阻止は意味がある。

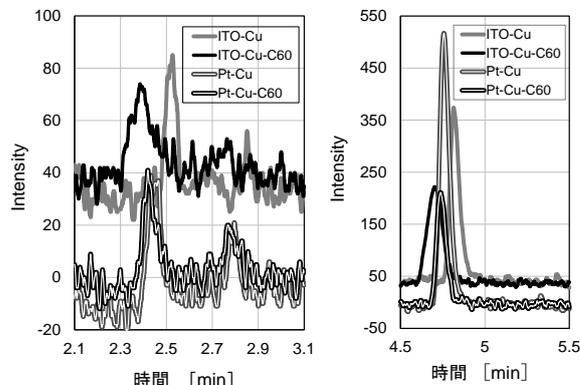


Fig. 5 Gas chromatography of electrolyte solution after potentiostatic electrolysis

2.4 有機薄膜太陽電池のモジュール化

有機薄膜太陽電池(OSC)のモジュール化²⁾を継続した結果、電流には大面積化または並列接続が、起電力には直列接続が有効であった。起電力は0.84V(直列の3段接続)を得ており、CO₂の還元による有機物合成に必要な1.2Vには、直列の段数で対応できることが判った。

3. 結言

水とCO₂からC₂H₅OHを合成する触媒開発を行った結果、C₂H₅OHは得られなかったが、前駆体の候補(CH₃CHO、CH₃OH、C₂H₂Cl₂)を確認した。また、有機薄膜太陽電池のモジュール化では、起電力0.84Vを得た。

参考文献

- 1) Yang Song, et al., *Chemistry Select* 2016, 1, 6055-6061.
- 2) 富山県産業技術研究開発センター研究報告 34, 78-79 (2020)

Research on Artificial Photosynthesis I ~ Focusing on Electrolysis of Carbonated Water ~

Electronics and Device Technology Section; Takashi TERASAWA, Tatsunori KAKUDA

Monozukuri Research and Development Center; Shigekazu YAMAZAKI

As a result of developing a catalyst that synthesizes ethanol(C₂H₅OH) from water and CO₂ with the aim of artificial photosynthesis, ethanol was not obtained, but precursor candidates(CH₃CHO, CH₃OH, C₂H₂Cl₂) were confirmed. In addition, when organic thin-film solar cells were modularized as an energy source for photosynthesis, an electromotive force of 0.84V was obtained.

スプレーレス測定応用による 非接触 3D スキャナの高精度表面形状測定に関する研究

機械情報システム課 吉田 勉、金森直希 ものづくり研究開発センター 能登有里彩、宮田直幸

1. 緒言

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を行っている。本年度は、平板カムを対象に検討を行ったので、その詳細について述べる。

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。

表 1 実験に用いた非接触 3D スキャナの概要

型式	株式会社小坂研究所製 VECTRON VMC6646M
測定レンジ	1750mm
レーザのライン幅	52mm~68mm
測定精度(2 σ)	0.07mm

2.2 試験体

測定対象には、直動型平板カムである。カム曲線の種類はサイクロイド曲線であり、角度 340°-20°で Rmin、角度 160°-200°で Rmax となる停留状態となる。Rmax は 50mm で固定であるが、Rmin は 22mm、35 mm の 2 種類のサイズのものを用意した。また、マシニングセンターで切削加工されたもの、切削加工後さらに焼入れ、研削加工されたものをそれぞれ用意した。

Rmin が 22 mm の場合に計算で得られた輪郭曲線、タイミング線図をそれぞれ図 1、図 2 に示す。また、圧力角 φ の変動について、計算式^{*)}で得られた結果を図 3 に示す。直動型平板カムの圧力角（絶対値）は、カムに生じる摩擦力の低減のため 30 度を超えないよう設計する必要がある。Rmin22 mm の板カムは 30 度を若干上回っている。従って、実用上、表面勾配がこれ以上きついカムは現実にはないことになる。カム表面にはカム輪郭曲線に平行に周期的な加工条痕が認められた。各試験体のカム輪郭表面形状については、当センターの接触式三次元測定機（株ミットヨ製 型式 LEGEX574 以下 CMM と記す。）を用いて校正した。

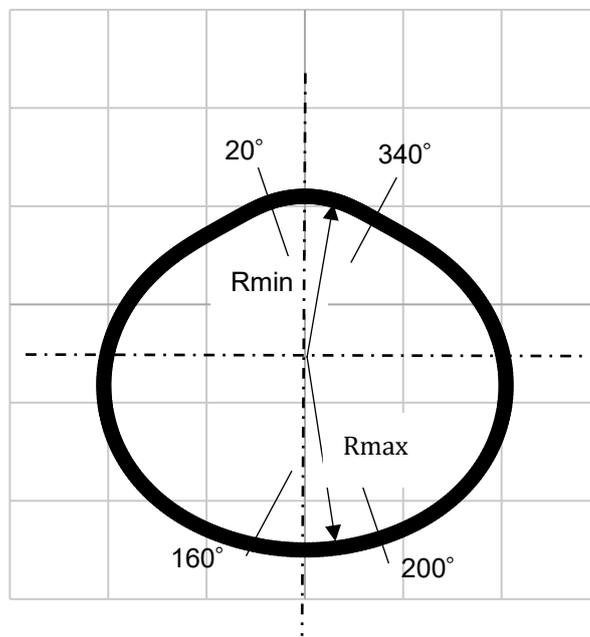


図 1 直動板カムの輪郭曲線

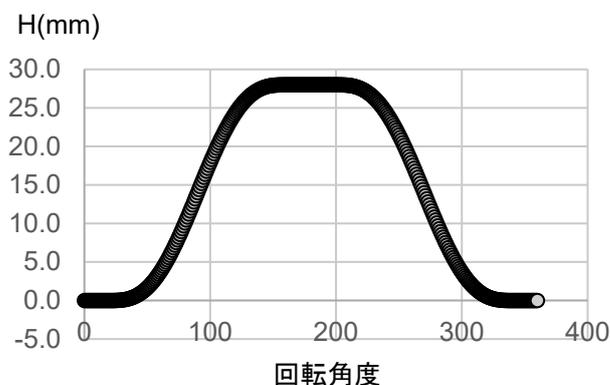


図 2 タイミング線図

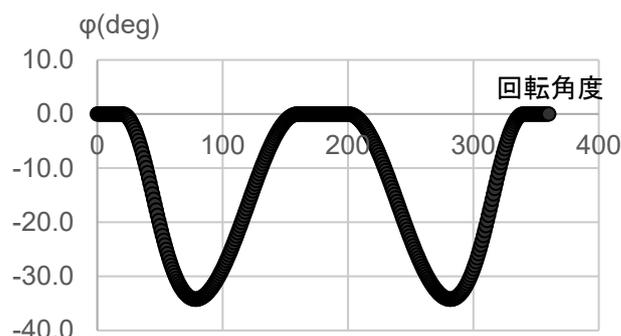


図 3 圧力角の変動

3. 測定方法

作成した専用ジグに試験体（平板カム）をイモネジで取付け固定した。また、繋ぎ用マーカのナットを専用ジグにネジ込み取付けて測定実験を実施した。なお、測定実験実施前に予め試験体表面をエタノールで脱脂洗浄を行った。

4. 実験結果および考察

測定実験の結果得られた点群データを図4に示す。カム面データが欠落することなく、全ての試験体がスプレーレス測定できているのが確認された。

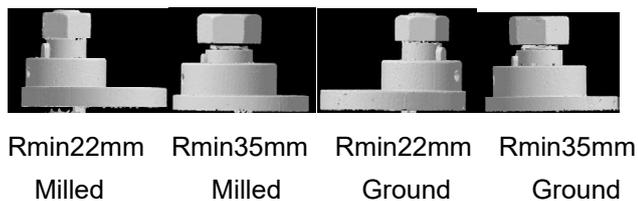


図4 点群データ測定結果

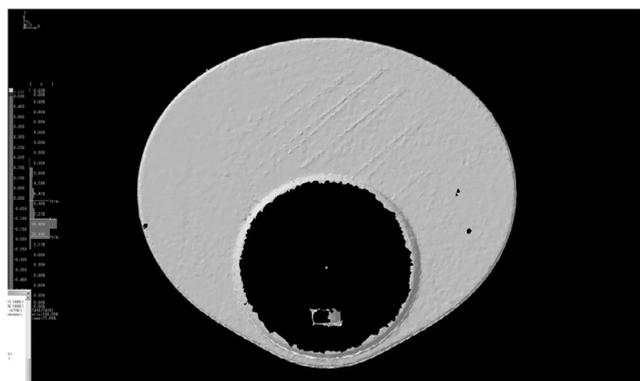


図5 CMM測定データと比較結果

CMM測定データと比較した結果の一例を図5に示す。測定誤差は、0.1mm程度と機器の仕様測定精度を勘案すると妥当な結果と言える。しかしながら、平板カムに要求される精度には全く及ばない、厳しい結果となった。

5. 結言

平板カムについて、異なる機種でスプレーレス測定を試みたところ、点群データの取得は全て可能であった。測定誤差は0.1mm程度と測定機器の仕様上のスペックを反映する結果であった。しかしながら、平板カムの表面形状評価に要求される精度は最低0.01mm以下であることを考慮すると、実用面で全く及ばない厳しい結果しか得られないことが再確認された。

今後は、当所所有の適切な機器を用いてカム形状スプレーレス測定実験を実施する予定である。

参考文献

「機械部品の計算機援用設計・加工システムに関する研究」山縣敬一、1982 大阪大学博士論文

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 without using spray treatment

Mechanics and Electronics Research Institute: Tsutomu YOSHIDA, Naoki KANAMORI,
Monozukuri Research and Development Center: Arisa NOTO, Naoyuki MIYATA

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 have been delved into concerning about the precisely milled or ground surfaces of products of steel material.

生体適合性と感光性を併せ持つ材料の開発

電子デバイス技術課 横山義之 日産化学株式会社 岸岡高広

1. 緒言

熱、光、pH、電気などの外部刺激に対応して、種々の特性を変化させる刺激応答性高分子は、インテリジェントマテリアルと呼ばれ、近年、盛んに研究が行われている。その中でも、特定の温度（転移温度）を境に特性を変化させる温度応答性高分子は、医薬・バイオ分野で大きな注目を集めている。この温度応答性高分子を3次元架橋させて得られる温度応答性ゲルは、温度変化に伴って可逆的な膨潤と収縮を引き起こし、大量の水を吸収・放出したり、体積を大きく変化させたりする。

この温度応答性ゲルを、マイクロ～ナノメートルスケールに微細加工できれば、可逆的な体積変化や物質の放出制御などの温度応答性ゲルの特徴を、種々のマイクロデバイス上で利用可能になる。特に、近年の細胞解析の分野では、1細胞レベルでの細胞操作が行える高度な細胞チップの開発が求められており、微細加工した温度応答性ゲルは、細胞のような微小な物体を扱うバイオチップ上でのマイクロポンプやバルブ、ピンセットとしての利用が期待される。

これまでの研究で、この温度応答性ゲルに半導体フォトレジストのような感光性を付与し、フォトリソグラフィ法で直接微細パターンニングできるように検討を行ってきた。上記のフォトレジスト化した温度応答性ゲルを我々は「バイオレジスト[®]」と名づけ、医療・バイオ・MEMS分野での実用化を目指している。本研究では、このバイオレジストの一層の機能改善に取り組んだ。具体的には、バイオレジストの溶液組成を変更・改良し、これまで以上に、より微小・薄膜に加工できるバイオレジストの開発を目指した。

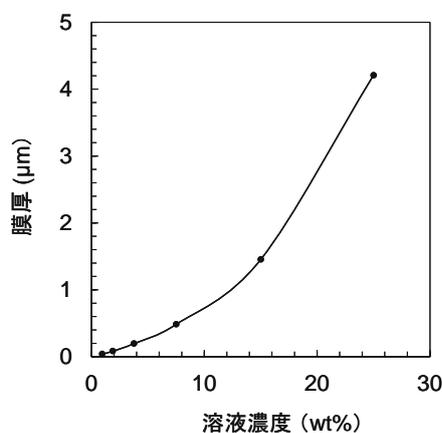


図1 バイオレジストの溶液濃度と膜厚の関係

2. バイオレジストの薄膜化

これまでは、数μm～数十μm程度の膜厚の厚いバイオレジストが得られるように、バイオレジスト溶液の組成を調整していた。そこで、より薄膜のバイオレジストが得られるように、溶液濃度を変化させたバイオレジスト溶液を新たに調整した。シリコン基板上に、調整した種々の濃度のバイオレジスト溶液をスピコート（回転数：3000rpm）し、ベーク後、走査型プローブ顕微鏡により膜厚を測定した。その結果を図1に示す。

バイオレジストの溶液濃度が低くなるにつれ、得られる膜厚は薄くなった。溶液濃度を7.5wt%以下にすることで、膜厚は1μm以下となった。さらに、1.8wt%以下とすることで、膜厚100nm以下の超薄膜も得られることがわかった。

3. 薄膜での光パターンニング

膜厚が約200nmの薄膜となるように調整したバイオレジスト溶液（溶液濃度：3.8wt%）に対して、架橋剤や感光剤などの微調整を行い、シリコン基板上での光パターンニング特性の最適化を行った。最適化したバイオレジストに対して、光パターンニング実験を行った結果を図2に示す。膜厚200nmの薄膜であっても、良好な光パターンニングが行えることが確認できた。

4. 結言

本研究では、より薄膜を形成できるバイオレジストの開発を行った。開発したバイオレジストは、シリコン基板上で1μm以下の薄膜を形成でき、薄膜状態でも良好な光パターンニングが行えることがわかった。

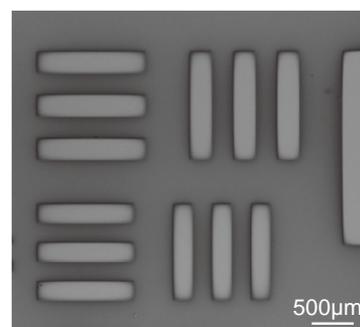


図2 薄膜(膜厚:200nm)での光パターンニングの結果

周期構造体を用いた電磁波制御に関する研究

製品・機能評価課 宮田直幸

1. 概要

電磁ノイズ対策の一つとして、多層基板における EBG 構造が注目されており、より低コストで効果的なものが求められている。このような背景の下、本研究では多層基

板における新規の EBG 構造を考案した。数値計算を行ったところ、Toyao らのオープスタブ EBG 構造と比較して、同等の単位セル面積とバンドギャップを持つことがわかった。

<※研究内容詳細の省略について>

本研究内容に含まれる技術情報については、現在特許の出願手続中のため、特許出願公開後まで公表を差し控えさせていただきます。



富山県産業技術研究開発センター研究報告

№35 2021

発行日 令和3年7月29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番地の1
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/>

富山県産業技術研究開発券 No. 352021

富山県産業技術研究開発券 No. 352021