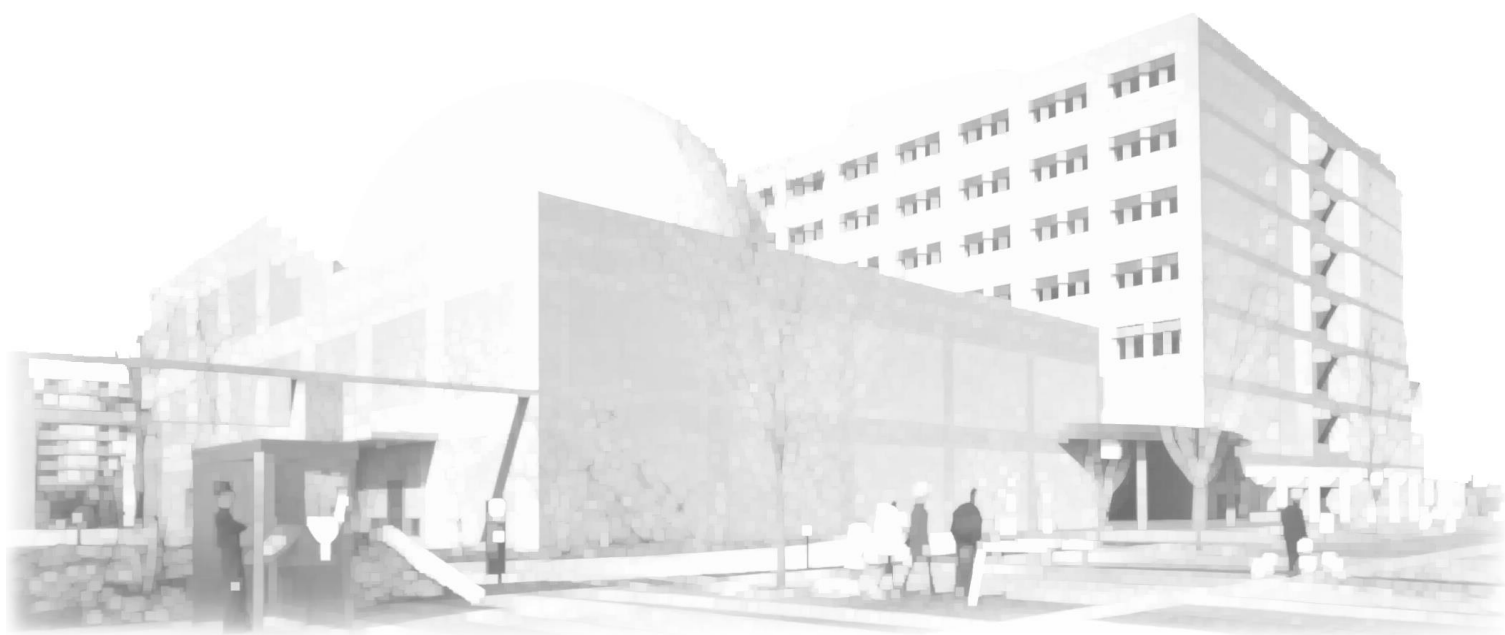


埼玉県産業技術総合センター

研究報告

第15巻 平成28年度

REPORTS
OF
SAITAMA
INDUSTRIAL
TECHNOLOGY
CENTER
Vol. 15 / 2016



平成30年(2018)発行

平成28年度埼玉県産業技術総合センター研究報告

第15巻

目 次 CONTENTS

ページ

○産業支援研究

・混合溶剤による熱可塑性CFRPのリサイクル	1
・次世代輸送機器に向けた、軽量繊維強化熱可塑性プラスチックの製造(2)	6
・ソフトスチーム技術を利用した高機能穀粉の製粉技術の開発(2)	
－雑穀へのソフトスチーム技術の利用－	10
・高周波誘電加熱を利用した異種材料の接合	16
・ハイブリッド繊維強化複合材料の強度向上	20
・導電ネット-ナノ粒子複合体の形成	25
・普及型水蒸気透過度測定装置の開発	29

○新技術創出調査研究

1. 独創的技術形成研究

・新たな車椅子強度基準の提案	33
----------------	----

2. 技術支援高度化研究

・熱分解GC/MSを用いた微量付着物質の定性分析	
－包装材に印刷された塗料の分析－	36

○外部資金導入研究

(公財) JKA 共同研究

・新機構を用いた超高分解能リニアモータの実用化に関する研究	41
-------------------------------	----

混合溶剤による熱可塑性CFRPのリサイクル

坂本大輔*¹ 熊谷知哉*¹ 小熊広之*² 原田雅典*³ 関根正裕*⁴

Recycling of Carbon Fiber Reinforced Thermoplastics in a Mixed Solvent

SAKAMOTO Daisuke*¹, KUMAGAI Tomoya*¹, OGUMA Hiroyuki*², Harada Masanori*³,
SEKINE Masahiro*⁴

抄録

炭素繊維強化熱可塑性プラスチック (CFRTP) から炭素繊維(CF)、樹脂、溶剤をそれぞれ回収することを目的として、混合溶剤によるCFRTPの溶解-分離方法について検討した。CFRTPの樹脂には、ポリカーボネート(Polycarbonate (PC))を使用した。1,3-Dioxolane-THF (Tetrahydrofuran) 系混合溶剤を用いて超音波処理によりCFRTP中のPCを溶解させ、CFを分離回収することができた。溶解後の溶液は、蒸留により混合溶剤を回収でき、残液からはPCを分離回収することができた。Hansen溶解度パラメータ(HSP)を利用して溶剤の混合比を評価した結果、実験結果と類似の傾向を示すことが確認できた。

キーワード：炭素繊維強化プラスチック，ポリカーボネート，リサイクル，
混合溶剤，Hansen溶解度パラメータ（HSP），超音波処理

1 はじめに

熱可塑性樹脂を使用した炭素繊維強化プラスチック(CFRTP)は、成形時間の短縮が可能であることから、今後、自動車産業への普及が見込まれている¹⁾。一方、使用量の増加は、処分や再利用の難しい成形廃材、不良品、廃材の大量発生につながり、環境負荷の増大が懸念されており、現実的な廃材処理手段となるリサイクル技術の開発が求められている。

CFRTPのリサイクルについては、樹脂を高温で分解してCFを回収する熱分解法や、CFRTPを粉砕して再成形するマテリアルリサイクル等、様々な方法が検討されている^{2,3)}。

本研究では、CFRTPの廃材等から常温常圧下で

*¹ 技術支援室 化学技術担当*² 技術支援室 機械技術担当*³ 技術支援室 材料技術担当*⁴ 技術支援室

CF、樹脂および溶剤を簡易な方法で回収することを目的として、混合溶剤によるCFRTPの化学処理リサイクルについて検討を行っている。

昨年度は、1,3-Dioxolane + Isophorone系2種混合溶剤を用いて超音波処理によりCFRTP中のPCを溶解させ、CFを分離回収した結果を報告した⁴⁾。本年度は、CFRTPシートを用い、CF、溶剤、樹脂を全て回収するリサイクルシステムについての検討を行ない、併せて、選定した混合溶剤について、Hansen溶解度パラメータによる評価を試みた。

2 実験方法

2.1 試料

Hansen 溶解度パラメータ(HSP)を用いた溶解性評価用の樹脂として、PC ペレット (パンライト L-1250Y、帝人)を使用した。

CFRTP には、PC をマトリックス樹脂として、3K 平織の CF を 8 層積層した市販の CFRTP シー

ト（一村産業）をダイヤモンドカッターで 15mm×15mm×2mm および 150mm×30mm×2mm に切断したものを用いた。溶解実験に用いた試薬は、市販品（特級、関東化学）をそのまま使用した。

2.2 溶解・回収実験

2.2.1 PC ペレットの溶解実験

昨年度までの研究において、PC に対して良好な溶解性を示した 1,3-Dioxolane、THF（Tetrahydrofuran）、NMP（N-Methyl-2-Pyrrolidone）の3種を選定し、このうち1種および2種混合溶剤によるPCペレットの溶解実験を行った。

PCペレット0.3gに溶剤10mlを添加し、25°Cの恒温振とう器で、100rpmにて10分間振とうした。残留物を105°Cで乾燥し、処理前後の質量から溶解率を算出した。

2.2.2 CF RTP の溶解実験

15mm×15mm×2mmのCF RTP1枚を50mlの共栓付き三角フラスコに加え、溶剤を10ml添加し、25°Cの恒温振とう器で、100rpmにて所定時間振とうした。また、振とう処理の比較として、超音波処理も行った。上記と同様の試料を超音波洗浄器（US-10RS、エスエヌディ社製）により、周波数28kHzの超音波を所定時間照射した。処理後、CF RTPを取り出し、混合溶剤で洗浄した後、105°Cの乾燥器で乾燥し、処理前後の質量から溶解率を算出した。

2.2.3 CF RTP シートの溶解・回収実験

150mm×30mmに切断した厚さ2mmのCF RTPシート1枚をアルミ製バットに入れ、混合溶剤を300ml添加し、蓋をした状態で超音波洗浄器により、周波数28kHzの超音波を60分間照射した。シートを取り出し、CF RTPシートを105°Cの乾燥器で乾燥し、処理前後の質量から溶解率を算出した。処理後のシートに再度、混合溶剤を300ml添加し同様の処理を行った。

混合溶剤で溶解させ、CFを分離した後の溶液は、既報⁵⁾と同様、蒸留装置により溶剤の回収を行った。また、PCの回収のため、蒸留後の残液にエタノールを添加し、生成した固形物をろ過、

水洗、乾燥後、質量を測定した。

2.3 HSP を用いた PC の溶解性評価⁶⁾

HSPは、ヒルデブランドの溶解度パラメータ(SP値)を分散項(dD)、極性項(dP)、水素結合項(dH)の3つに分解し、3次元ベクトルとして表したものである。そして、そのベクトルが似ているもの同士（ベクトル間の距離(HSP-D)が短い)は溶解性が高いと判断する。

HSP-Dは、溶質と溶剤の溶解度パラメータより、以下の式により求められる。

$$HSP-D(Ra) = \{4 \cdot (dD1 - dD2)^2 + (dP1 - dP2)^2 + (dH1 - dH2)^2\}^{0.5}$$

2成分混合溶剤のHSP[dDm(分散項)、dPm(極性項)、dHm(水素結合項)]は、ベクトルの足し算で表現することができる。溶剤1と溶剤2の体積比をa:bで混合すると、混合溶剤のHSPは下記式で表すことができる^{7,8)}。

$$[dDm, dPm, dHm] = [(a \cdot dD1 + b \cdot dD2), (a \cdot dP1 + b \cdot dP2), (a \cdot dH1 + b \cdot dH2)] / (a + b)$$

この混合ベクトルと溶質との距離(HSP-D)が短ければ、溶解性が高いと判断する。

なお、HSP-Dの計算は、ソフトウェアHansen Solubility Parameter in Practice (HSPiP ver. 4.1)の溶媒最適化プログラム(Solvent Optimizer)により行った。

3 結果及び考察

3.1 PC ペレット溶解実験

1,3-Dioxolane、THF、NMPの3種のうち1種および体積比50:50の混合溶剤によるPCペレットの溶解実験を実施した結果を表1に示した。1,3-Dioxolane、THFでは、良好な溶解性を示し、1,3-Dioxolane:THF=50:50(Vol.%)の混合溶剤では、1種溶剤よりも溶解性が向上した。溶解性の評価をHSPにより行うため、それぞれの溶剤のHSP-Dを計算した結果を表1に併せて示した。なお、PCのハンセン溶解度パラメータは、HSPiP ver. 4.1に記載のPolycarbonate(PC)(dD、dP、dH)=(18.2、5.9、6.9)の値を用いた。ここで、HSP-Dは、PCと溶剤のベクトル間距離を表

しており、HSP-D が短いほど溶解性が高いと判断できる。表1の結果から、溶解率が良好な組成ほど HSP-D の値が小さくなっており、HSP により溶解性を評価できると考えられた。

表1 3種溶剤によるPCペレットの溶解率

1,3-Dioxolane (Vol.%)	THF (Vol.%)	NMP (Vol.%)	溶解率 (%)	HSP-D (J/cm ³) ^{1/2}
100	0	0	73.2	2.5
50	50	0	73.9	2.3
0	100	0	68.4	3.0
0	50	50	54.1	3.6
0	0	100	28.2	6.4
50	0	50	46.5	3.8

3.2 CFRTP 溶解実験およびHSPによる評価

PCペレットによる溶解性評価の結果より、1,3-Dioxolane-THF系混合溶剤で良好な溶解性を示すことが分かったため、15mm四方のCFRTPを用いて混合溶剤の各種比率で混合し、最適混合比を検討した。温度25°Cで1時間振とうした時の溶解率と混合溶剤のHSP-Dの計算結果を図1に示した。表1の結果と同様、1,3-Dioxolane-THF系混合溶剤を用いた方が1種溶剤よりも溶解性が向上した。混合溶剤の配合比は、1,3-Dioxolane : THF=75 : 25(Vol.%)付近で溶解率は最も高い値

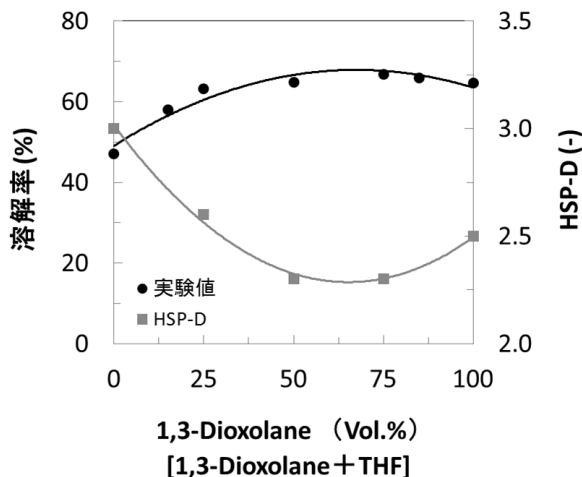


図1 2種混合溶剤によるCFRTPの溶解 (1時間振とう)

を示した。HSP-Dによる計算でも同様の傾向であり、1,3-Dioxolane : THF = 50 : 50 ~ 75 : 25(Vol.%)付近でHSP-D値は低い値を示した。以上の結果から、PCの溶剤として、1,3-Dioxolane : THF=75 : 25(Vol.%)の混合溶剤を選定した。また、HSPにより混合溶媒の配合比を推定できることが確認できた。

3.3 超音波処理によるCFRTPの溶解実験および回収CFの評価

これまでの研究から、CFRTPの樹脂溶解速度は、ペレット単体での溶解速度よりも低下するが、ガラス器具の洗浄等で利用される超音波処理が溶解時間の短縮に有効な手段となることが分かっている⁴⁾。そこで、1,3-Dioxolane : THF=75 : 25(Vol.%)の混合溶剤を用い、15mm四方のCFRTPを超音波処理し、振とう法による溶解と比較を行った結果を図2に示した。

振とう処理では、樹脂を100%溶解するためには180分要するが、超音波処理では、60分となり、処理時間を1/3に短縮することができた。

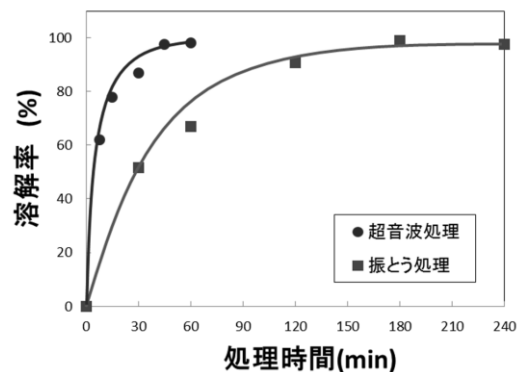


図2 2種混合溶剤によるCFRTPの溶解

溶解処理したCF表面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した画像を図3に示した。比較として、未使用のCFについても併せて示した。回収したCFのSEM画像からは、未使用CFと比較して微小の残留物が確認できたものの、CFの劣化は見られなかった。

次に、溶解処理したCF表面の化学結合状態を確認するため、XPS分析した結果を図4(a)に示した。比較として、小熊ら⁹⁾による未使用

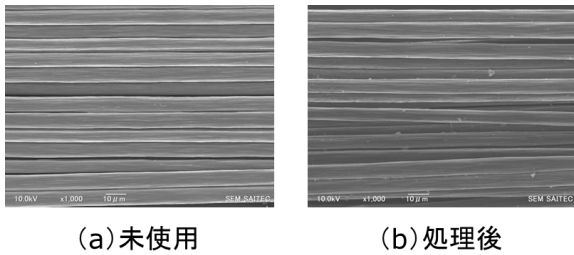


図3 CFのSEM画像

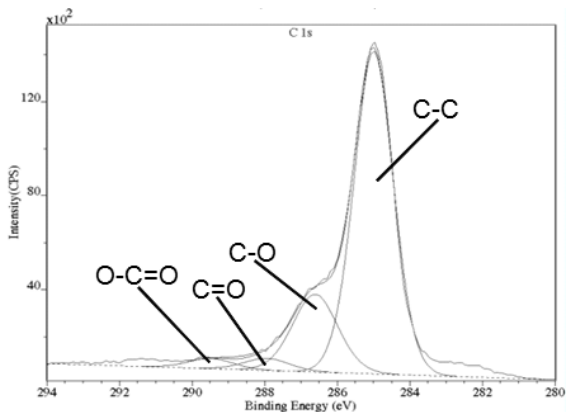
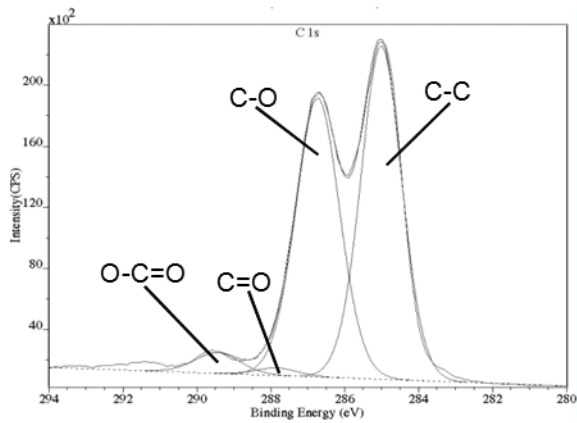
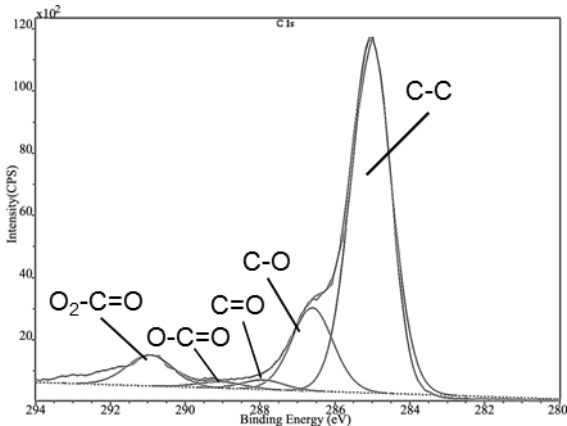


図4 CF表面のXPSスペクトル

CFの表面および未使用CFに塗付されたエポキシ系サイジング剤をアセトン洗浄により除去したCF表面のXPS分析結果を図4(b)、(c)に併せて示した。溶解処理後のCF表面のスペクトルは、280~290eVの範囲ではアセトン洗浄CFと類似していることから、溶解処理後のCF表面は、サイジング剤が除去された状態であることが確認できた。さらに、291eV付近には、アセトン洗浄CFには見られない炭酸エステル($O_2-C=O$)結合のピークが確認された。これは、PCの炭酸エステル結合由来と推定され、SEM画像の結果からも、溶解処理後のCF表面には、微量のPCが残存していることが考えられた。

3.4 CFRTPシートの溶解および溶解液からの溶剤、樹脂の回収実験

15mm四方のCFRTPでは、超音波処理により60分間で樹脂を溶解することができたため、次に150mm×30mmのCFRTPシートを用いて溶解実験および溶剤、樹脂の回収実験を行った。CFRTPシートから溶解分離し、回収したCFとPCを図5に示した。シートのサイズを大きくすると60分間の溶解率は91.5%であったが、同じ処理を再度行うことで、樹脂を完全に溶解することができた。また、溶解処理後のCF回収率を求めると95.0%であった。

CFRTPシートを溶解させた後、CFを分離した溶解液から蒸留により混合溶剤の回収を行った結果、回収率は89.8%となった。溶解に使用した混合溶剤および回収した混合溶剤の組成をガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)(7200 Q-TOF GC/MS, アジレント・テクノロジー社製)により分析した結果、回収溶剤の組成は、溶解に使用した混合溶剤の組成と変化なかったことが確認できた。このことから、溶解処理した回収液から蒸留により溶剤を回収し、再度、樹脂の溶解プロセスに利用可能であることが示された。

次に、蒸留後の残液にエタノールを添加してPCを回収した結果、白色の樹脂を回収することができ、回収率は98.1%であった。

FT-IRを用いて1回反射ATR法により回収物

の分析を行った結果を図6に示した。回収物はPCの波形であり、PCペレットと比較して、スペクトルに大きな差異はないことが確認できた。

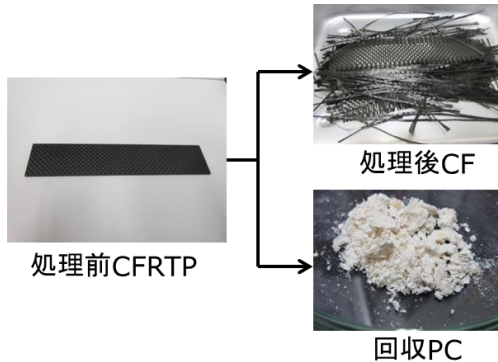


図5 溶解処理後のCFとPC

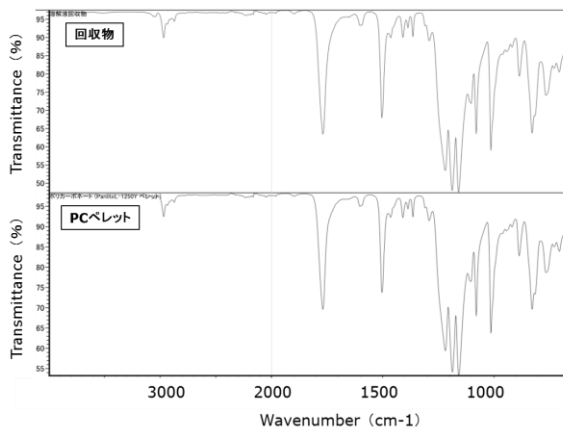


図6 回収物のFT-IRスペクトル

4 まとめ

(1) 混合溶剤の選定

3種の溶剤を用いてPCの溶解実験を行った結果、1,3-Dioxolane : THF=75 : 25(Vol.%)の2種混合溶剤が最も良好な溶解性を示した。それぞれの溶剤の溶解性を評価するためHSP-Dを計算した結果、実験結果と類似の傾向を示し、HSPにより評価可能であることが確認できた。

(2) CFRTTPシートの溶解

1,3-Dioxolane : THF=75 : 25(Vol.%)の2種混合溶剤により、CFRTTPシートの溶解実験を行った結果、PCの溶解率100%、CFの回収率95.0%であった。溶解後の溶液を蒸留により回収した結果、溶剤回収率は89.8%、PCの回収率は98.1%となった。

以上のことから、混合溶剤を用いて熱可塑性CFRP(CFRTP)を溶解することにより、CF、PC、溶剤の分離回収が可能であることが分かった。今後は、他のCFRTPへの適用についても検討を進めていく予定である。

参考文献

- 1) 影山裕史, 廃棄物資源循環学会誌 **24**,5(2013) 351
- 2) (株)三菱総合研究所, 平成21年度経済産業省委託調査 炭素繊維・複合材料のリサイクル技術等に関する調査成果報告書
- 3) NEDO 平成20年度~24年度成果報告書, サステナブルハイパーコンポジット技術の開発
- 4) 坂本大輔, 熊谷知哉, 小熊広之, 関根正裕: 混合溶剤による熱可塑性CFRPのリサイクル, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **14**, (2016),39
- 5) 坂本大輔, 関根正裕: 高度FRPリサイクルシステムの開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **13**, (2015),40
- 6) 山本秀樹: Hansen溶解度パラメータ(HSP値)を用いた溶解性評価, 接着の技術, **34**,3 (2014)
- 7) ハンセン溶解度パラメータ・ユーザーフォーラム, <http://www.pirika.com/NewHP-/JP/polymer-solvent.html>, 2017.3.10
- 8) 山本博志: Hansen溶解度パラメータを用いたポリマーの溶媒探索, 化学工業, **61**,4 (2010) 62
- 9) 小熊広之, 熊谷知哉, 佐野勝, 坂本大輔, 井上裕之, 篠崎誠, 細見喜洋, 関根正裕: オゾン酸化処理による連続炭素繊維強化熱可塑性樹脂複合材料の力学特性向上, 成形加工, **27**,3 (2015) 102

次世代輸送機器に向けた、軽量繊維強化熱可塑性プラスチックの製造 (2)

山田岳大*** 宮崎智詞* 内藤理恵*

Manufacturing of Light Weigh Fiber Reinforced Thermoplastics for Next Generation Transportation Applications (2)

YAMADA Takehiro***, MIYAZAKI Tomonori*, NAITO Rie*

抄録

次世代輸送機器に用いる軽量高剛性部材として、発泡コアに熱可塑性プラスチック含浸炭素繊維シート（プリプレグ）を貼り合わせたサンドイッチ複合体が注目されている。本研究では、微細発泡射出成形によりプリプレグと発泡樹脂を金型内で一体化し、低コストでサンドイッチ複合体を製造する技術の確立を目標とした。本年度は、矩形単純形状のキャビティを用いて発泡コアサンドイッチ複合体の成形条件を検討し、プリプレグと発泡樹脂の境界における密着性とボイド生成について調査した。その結果、保圧条件とガス量の最適化によりボイド低減が可能なことが示された。

キーワード：超臨界窒素，微細発泡，PC，インサート成形

1 はじめに

地球温暖化対策としての自動車の低燃費化や次世代自動車の航続距離向上のためには、車重の大幅な軽量化が求められる¹⁾。この要望に対応する部材として、軽量と高剛性を併せ持つ炭素繊維強化プラスチックが注目され、特に量産車においては、リサイクル性や生産性に優れた繊維強化熱可塑性プラスチック(織布 FRTP)が期待されている²⁾。しかし、高価な炭素繊維を量産車で利用するためには、材料コストの大幅な低減が求められる。強度とコストの問題を解決する複合材料として軽量材を高強度な薄板で挟んだ発泡コアサンドイッチ構造が検討され、近年では炭素織布 FRTPシート（プリプレグ）を発泡プラスチックの表面に張り合わせた発泡コアサンドイッチ複合体が軽量化部品として適用されつつある³⁾。

しかし、発泡コアサンドイッチ複合体の作製では、貼りつけ作業が必要となるため、製造に数十

分から数時間を要する。この製造時間を短縮できれば、FRTP 発泡コアサンドイッチ複合体の実用化促進が期待できる。

本研究では、窒素や二酸化炭素などの物理発泡剤によりリサイクル性の優れた軽量発泡成形品を得られる微細発泡射出成形を用いて、プリプレグと発泡樹脂を金型内で一体化させ、発泡コアサンドイッチ複合体を迅速に成形できる技術を検討した。昨年度までに、発泡コアサンドイッチ複合体を1分以内に成形できることを確認したが、図1に示すとおり、プリプレグ（CF層）と発泡コアとの境界にボイドが生じ、密着性が低下する問題が生じた⁴⁾。

そこで本研究では、各成形条件にて矩形単純形状の発泡コアサンドイッチ複合体を作製し、ボイドの形成状況を明らかにするとともに、ボイドの削減とCF層と発泡コアの境界面の密着性向上について検討した。

*** 現 埼玉県計量検定所

* 技術支援室 機械技術担当

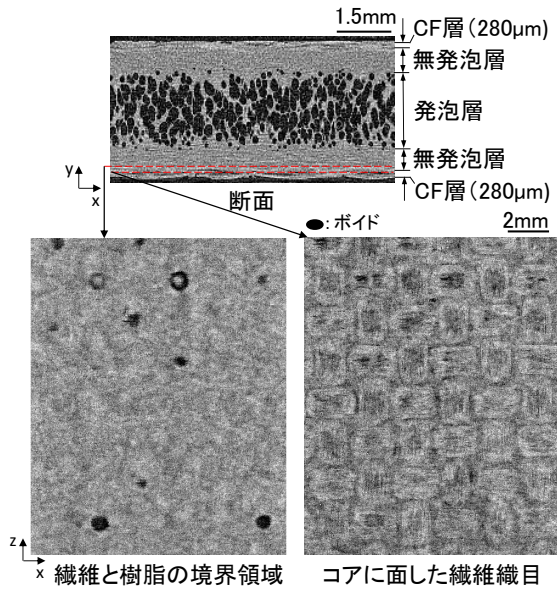


図1 発泡コアサンドイッチ複合体の X線CT画像⁴⁾

2 実験方法

2.1 実験装置

微細発泡射出成形機 (J85EL III -110H-Mucell 型、(株)日本製鋼所) を用いて成形試験を行った。図2にキャビティ形状と得られた成形品の観察領域を示す。P部に圧力センサ Type9221 (日本キスラー(株)) を配置し、樹脂圧力を測定した。

2.2 材料

成形用の樹脂としてポリカーボネート(PC)(ユーピロン ML-400R, 三菱エンジニアリングプラスチックス(株))を使用した。PCのガラス転移点(T_g)は 141°C、メルトボリュームレート(MVR)は 31cm³/10min である。樹脂は熱風循環乾燥機(TG112F, 谷藤機械工業(株))を用いて 120°C、4時間乾燥させた後、成形試験を行った。物理発泡剤として窒素を使用した。織布繊維強化材には CF 単層、厚さ:300µm の炭素繊維(CF)プリプレグ(PC-A-3KP1, 一村産業(株))を使用した。JISK7075 (繊維質量含有率測定)による測定結果から、炭素繊維比率は 70%であった。CFプリプレグは、成形直前に定温乾燥器(FS-420, アドバンテック東洋(株))を用いて 120°Cで4時間乾燥した。

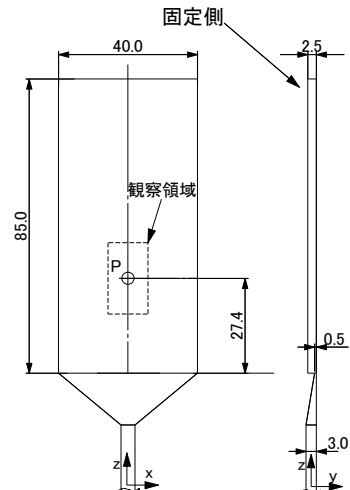


図2 キャビティ形状

表1 成形条件

	微細発泡射出成形
成形温度 (°C)	300(N)-290-290-290-290-280-270(H)
金型温度 (°C)	85
射出容量 (cm ³)	20.7
射出率 (cm ³ /s)	40.2
保圧 (MPa)	0 / 10 / 30 / 70 / 90
保圧時間 (s)	2
背圧 (MPa)	15
冷却時間 (s)	60 / 30
窒素添加量 (wt%)	0.2 / 0.3 / 0.4 / 0.5
コアバック量 (mm)	1.5
コアバック速度 (mm/s)	1

2.3 成形方法

図3に成形方法の概略を示す。あらかじめ固定側と可動側のキャビティ面に配置した CF プリプレグに発泡剤を含浸させた PC を充填する。充填後、圧力保持操作により金型内で発泡した PC と CF プリプレグを一体化させて、表面の CF プリプレグで微細発泡射出成形品を挟んだ発泡コアサンドイッチ複合体を作製した。金型に樹脂を充填した後にキャビティを拡大させるコアバック法によって、発泡倍率を調整した。

成形条件を表1に示す。保持における圧力(保圧)と発泡剤として添加する窒素の量を変化させて成形した。窒素の量は安定して成形できる 0.5wt%以下の範囲で条件を操作した。

2.4 評価方法

X線CT三次元測定機 METROTOM800(カルルツァイス(株))を用いて成形品の構造を観察した。3次元画像処理ソフト VG Studio Max2.2 (ボリュームグラフィックス(株))を用いて、断面の表示やボイド体積、境界領域におけるボイドが占める体積の割合(空隙率)を算出した。

3 結果及び考察

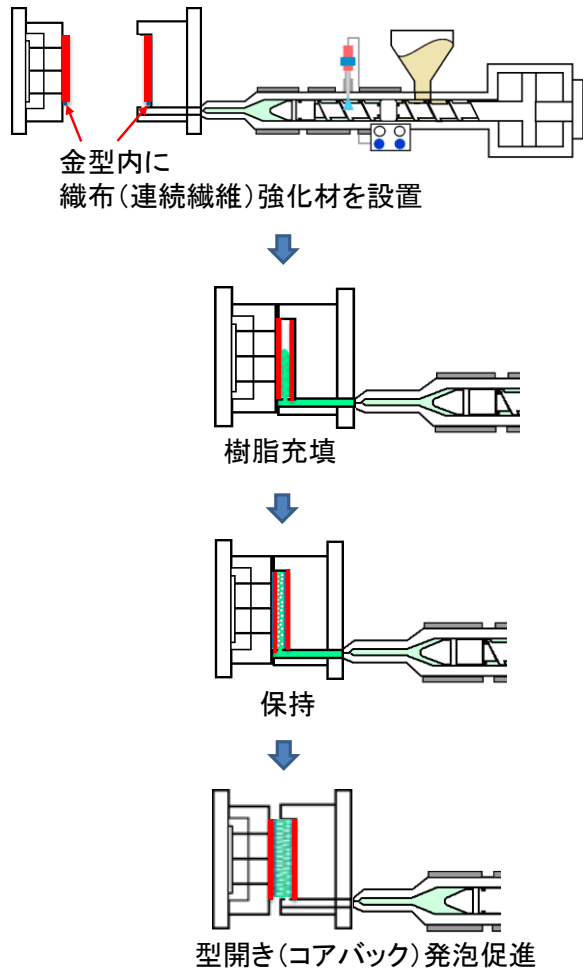


図3 成形方法の概略図

図4に各保圧条件で得られた成形品内のCF層と発泡コアの境界面(固定側)を示す。図5に保圧条件と、境界領域におけるボイドが占める体積の割合(空隙率)の関係を示す。キャビティ内の樹脂圧力測定結果から、保圧の上昇に伴い、キャビティ内の樹脂圧力が増加した。保圧が低い場合、繊維の折り目に沿って多数のボイドが形成された。保圧が増加するとともにボイドの数が減少し、形成されるボイド体積も減少した。保圧が70MPaで大きなボイドが消失した。しかし、保圧を90MPaまで上昇させるとボイドが形成された。図6に窒素添加量の変化における発泡コアとCF層の境界領域の断面図を示す。また、図7に無発泡層とCF層の境界領域における空隙率と窒素添加量の関係を示す。窒素添加量が増加すると、CF層と無発泡層の境界領域におけるボイド数が減少し、無発泡層とCF層の境界領域に形成される空隙率が低下した。

異種材の境界領域では、気泡の成長が促進されることが報告された⁵⁾。充填工程で熔融樹脂先端から放出された一部のガスがCF層と熔融樹脂の境界領域に留まる。コアバック時にCF層と発泡コアの境界領域で、この滞留ガスが起点となってボイドが形成されたものと推察した。保圧の低下は充填・保圧中に滞留したガスを残存させる。さらに、ガス量の低下と90MPaといった過剰な保圧

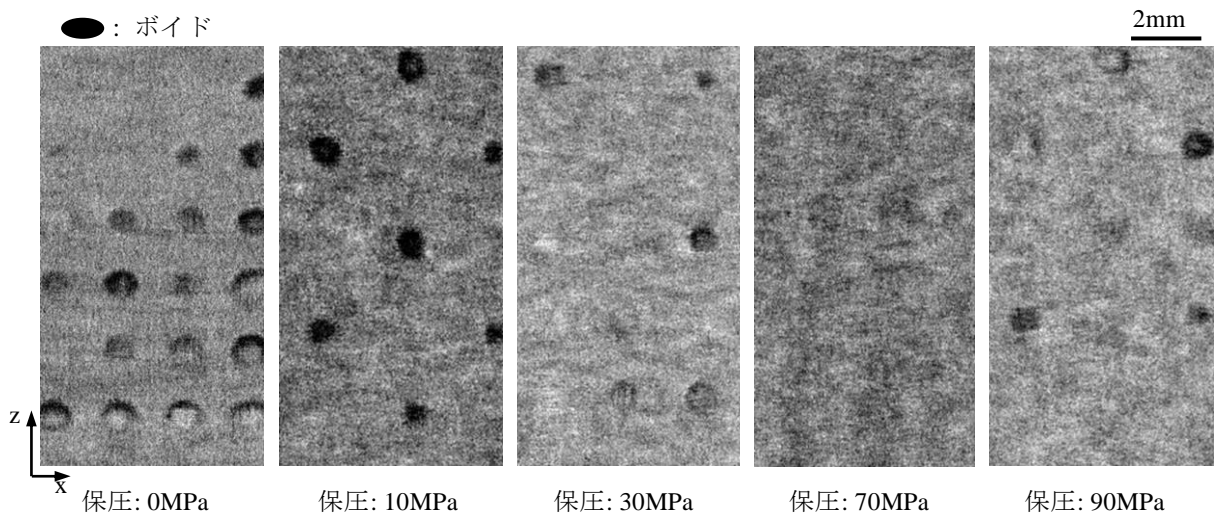


図4 各保圧条件におけるCF層と発泡コアの境界領域面図(固定側)

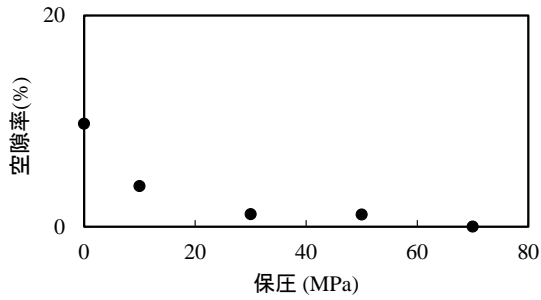


図5 CF層と発泡コアの境界領域の空隙率と保圧の関係

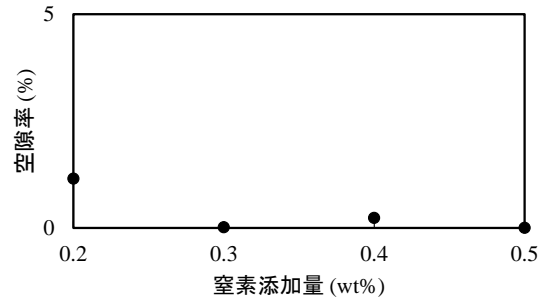


図7 CF層と発泡コアの境界領域の空隙率と窒素添加量の関係

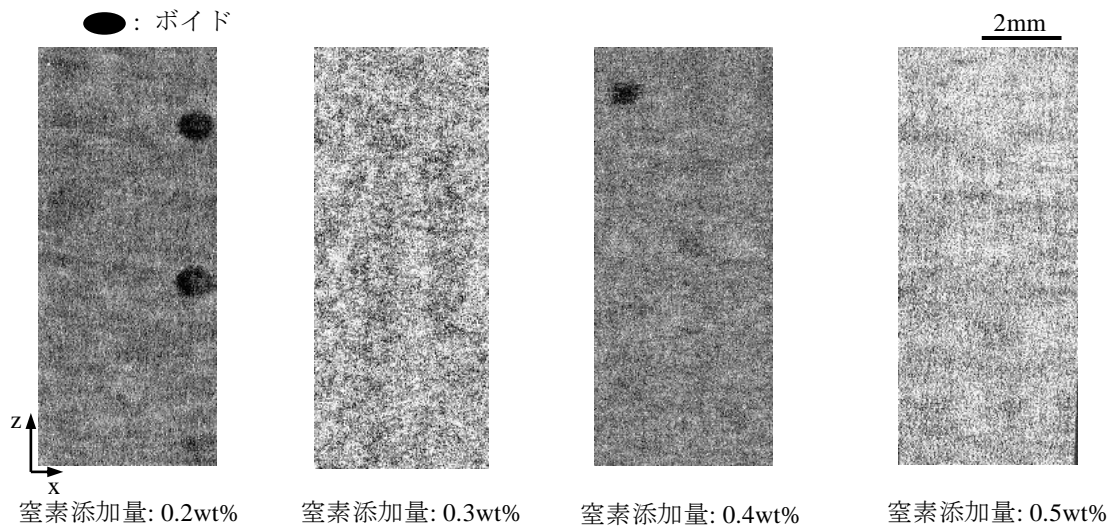


図6 各窒素ガス添加条件におけるCF層と発泡コアの境界領域面図 (固定側)

によりコア領域の発泡性が低下し、コアバック時における発泡樹脂とCF層の密着性を低下させる。このガスの残存とコアバック時の密着性の低下がCF層と無発泡層の境界におけるボイドの成長を促進したものと推察した。以上から発泡性を抑制させずに、高いキャビティ圧力を維持できる保圧制御と、適正に成形できる程度の発泡剤の添加量の増加が発泡コア境界領域の密着性を向上させるものと考えた。今回の実験における最適な保圧条件は70MPa、最適な窒素ガス添加量は0.3-0.5wt%となった。

4 まとめ

各種成形条件において、発泡コアサンドイッチ複合体における無発泡層に発泡層が挟まれた発泡コアとその表面に貼りつけられた炭素繊維含浸シート (CFプリプレグ) の境界領域に形成されるボイド分布状態を調査した。

- 1) 保圧を上昇させることにより、この境界領域において形成されるボイドの量と体積が減少した。
- 2) ガス量を増加させることにより、この境界領域に形成されるボイドの量と体積が減少した。

参考文献

- 1) 仁杉圭延：次世代自動車産業をめぐる動き、中経連、(2013)10
- 2) 経済産業省産業技術環境局:研究開発課革新的新構造材料等技術開発説明資料、(2014)
- 3) 人見一迅：炭素繊維の技術開発 CFRP複合発泡成形体の開発、JETI, **62**, 13(2014)73
- 4) 山田岳大 et al：次世代輸送機器に向けた、軽量繊維強化熱可塑性プラスチックの製造、埼玉県産業技術総合センター研究報告, **14**, (2016)
- 5) Sharudin, R. W. B. et al：PP/PS/PMMA3成分系ポリマーブレンドの発泡—モルフォロジーとセル構造、成形加工 (年次大会), **20**, (2009)85

ソフトスチーム技術を利用した高機能穀粉の製粉技術の開発(2)

－雑穀へのソフトスチーム技術の利用－

常見崇史*¹ 仲島日出男*¹ 樋口誠一*¹ 和田健太郎*² 関根正裕*³

Development of Milling Technology of High-function Flour by Soft Steaming (2)

－Application of soft steaming for millet－

TSUNEMI Takashi*¹, NAKAJIMA Hideo*¹, HIGUCHI Seiichi*¹,
WADA Kentaro*², SEKINE Masahiro*³

抄録

雑穀を原料とした高機能穀粉の製造へのソフトスチーム技術の適用について検討した。浸漬後の雑穀にソフトスチーム処理をすると、モチキビ、アマランサス、キヌアにおいて遊離糖の合計量が増加し、特にキヌアとモチキビについては、遊離糖の合計量の増加割合が大きかった。遊離糖の中ではグルコースの増加が顕著であった。また、GC/MSによる揮発性成分の分析結果から、モチキビにおいてソフトスチーム処理による特徴的な成分の変化がみられた。

キーワード：ソフトスチーム，高機能穀粉，雑穀，GC/MS

1 はじめに

食生活の多様化と健康志向の高まりに伴い、米、小麦の主要穀類以外に、栄養価にすぐれ機能性成分が豊富に含まれている雑穀等が注目されている。雑穀は、米飯、パン等に雑穀自体を混ぜることにより用いられることが多い。この他に、雑穀原料を穀粉として処理し加工品に利用する報告が多く見られる。特に近年においては、雑穀の持つ機能性に着目して、高付加価値をもつ加工食品に利用が可能な高機能な雑穀粉の開発と、栄養機能に優れた食品やグルテンフリー食品への応用が望まれている¹⁾。

雑穀の機能性としては、マウスにおけるキビたんぱく質含有餌を与えることによる血中コレス

テロールの是正作用の報告²⁾のほか、黒米では、抗酸化作用が報告されているアントシアニンを含むことから、各種疾患の予防が期待されている³⁾。また、アマランサスにおいては、含まれる不飽和脂肪酸のスクアレンによるコレステロール濃度低下作用⁴⁾が報告され、ビタミンEとして知られるトコフェロールも豊富に含まれる⁵⁾。キヌアにはβ-シトステロールやカンペステロールといった植物ステロールが含まれる⁶⁾が、このようなステロールには、抗酸化、抗炎症作用があることが知られている。このほか、キヌア投与によるラットの血圧低下作用⁷⁾等多くの報告がある。アマランサス、キヌアはグルテンフリー穀物とみなされ、食品アレルギーやグルテンに対する免疫反応により引き起こされるセリアック病等にも有効であるとされている⁵⁾。このように雑穀には様々な機能性があり、健康食ブームの昨今においてその利用が期待されている。アマランサス、キヌアについては現

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当

*² 現 北部研究所 食品・バイオ技術担当

*³ 技術支援室

表1 穀類の栄養成分

100gあたり	黒米	モチキビ	アマランサス	キヌア	精白米
エネルギー (kcal)	356	382	371	368	358
タンパク質 (g)	8.9	10.8	13.6	14.1	6.1
脂質 (g)	3.3	4.3	7	6.1	0.9
食物繊維 (g)	2.2	3.5	6.7	7	0.5
炭水化物 (g)	75.6	75.1	65.3	64.2	77.6

精白米は日本食品標準成分表(七訂)

精白米以外は USDA: National Nutrient Database for Standard Reference より引用

代人に不足しがちなカルシウム、鉄、マグネシウム、といったミネラルが小麦の数倍以上多く含まれる。特にアマランサスでは、カルシウム、マグネシウムの含有量が多く、キヌアにはカリウムが多く含まれる⁵⁾。ビタミンについても、チアミン、リボフラビン、ナイアシンといったビタミンB群がキヌアには豊富に含まれている⁵⁾。

このように様々な有効成分を含有するほかに、基本となる栄養価も高いことが知られ、精白米と比べて2倍以上のタンパク質、6倍以上の脂質、10倍以上の食物繊維が含まれる(表1)ことから、栄養食としての利用について注目が集まっている。しかし、米、小麦、とうもろこしをはじめとする主穀と比較すると消費量が増えていない。この原因として旨み、香りの趣向等の観点があげられる。

我々はこれまでに、ソフトスチーム(SS)処理技術を活用した食品の高付加価値化について検討してきた。ソフトスチーム加工では、食材中の糖分量や機能性成分量などが上昇し、高品質・高機能な食材の調整が可能であることが確認されている

表2 GC/MS分析条件

DHS	バージガス	N2	CIS	トラップ温度	15°C
	トランスファーライン温度	150°C		ライナー充填剤	TENAX TA
	試料加熱 温度	60°C		平衡化時間	1分
	時間	5分		昇温速度	720°C/min
	試料抽出 試料温度	60°C		最終温度	240°C
	流速	10ml/min		保持時間	8分
	流量	40ml	GC	キャリアガス	He
	捕集管充填剤	TENAX TA		試料注入	スプリット(1:20)
	捕集管温度	25°C		カラム	DB-WAX
	試料乾燥 流速	50ml/min			(60m×0.25mm i.d., 膜厚 0.25µ m)
	流量	280ml		カラム流量	2ml/min
	捕集管温度	40°C		カラム温度	40°C 10分保持→4°C/min昇温 →200°C 10分保持
TDU	開始温度	30°C	MS	インターフェース温度	260°C
	昇温速度	720°C/min		イオン化方法	電子イオン化(EI)
	脱着温度	240°C		イオン源温度	230°C
	脱着時間	5分		質量範囲	m/z 40-300
	トランスファーライン温度	300°C		コリジョンガス	OFF

⁸⁾。また、前報では、主穀である米について、SS処理を用いた米粉の作成技術のほか、製造コスト低減のため、製粉時間の短縮に向けた新たな製粉技術についても報告した⁹⁾。雑穀の可能性が見直されている近年では、粒状の利用のみならずその利用拡大へ向け、食味に優れた雑穀粉の製造への要望が強くなっている。

このような背景から、本研究では、食味に劣る雑穀への付加価値を付与した穀粉を開発することを目的として、SS処理技術を応用し、黒米、モチキビ、アマランサス、キヌアについてのSS処理穀粉を製造し、その諸特性を検討した。また、原料粉および蒸し器による通常の蒸し処理をした雑穀についても粉碎処理を行い、遊離糖およびアミノ酸成分量の比較を行うとともに、GC/MS測定により、SS処理、蒸し処理に伴う揮発性成分の変化を検討した。

2 実験方法

2.1 供試試料

量販店より購入した黒米(国内産)、モチキビ(中国産)、アマランサス(ペルー産)、外皮が除かれたキヌア(ペルー産)を試料として用いた。原料粒を岩谷産業(株)製ミルサー720G-Wを用いて製粉し、原料粉とした。

2.2 ソフトスチーム処理

35℃の蒸留水に3時間浸漬した黒米、モチキビ、アマランサス、キヌアに対してソフトスチーム加工装置(㈱TML製SSB-6)を用いてソフトスチーム処理(SS処理)を行った。SS処理温度条件は70℃に設定した。庫内をあらかじめ設定温度に予熱した後、浸漬した穀粒を庫内に入れSS処理を2時間行った。また、浸漬後のそれぞれの穀粒について、市販蒸し鍋(㈱カインズ製)を用いて2時間蒸し処理を行った。SS処理、蒸し処理後のそれぞれの穀粒について、60℃で1晩通風乾燥を行った。乾燥後の穀粒についてミルサーを用いて製粉し、それぞれSS粉、蒸し粉とした。

2.3 遊離糖の測定

四種類の試料の原料粉、SS粉、蒸し粉それぞれ(黒米、キヌア、モチキビは乾物重量1g、アマランサスは乾物重量0.5g相当する量)に対して、既報⁹⁾と同様に、エタノール終濃度75%となるように抽出操作を行い、50mLに定容した。その内5mLを秤量後に減圧乾固し、移動相を添加して再溶解し、メンブランろ過した試料溶液を高速液体クロマトグラフ(HPLC)にて測定した。カラムはAsahipakNH2P-40 3E(昭和電工(株)製)、移動相はアセトニトリル/水=75/25(v/v)、流速0.35mL/minとし、示差屈折計で検出した。

2.4 遊離アミノ酸の測定

遊離糖の測定で調製した試料溶液を遊離アミノ酸の測定に使用した。標準試料はアミノ酸混合標

準液(H型:和光純薬工業(株)製、各2.5μmol/mL)を0.1mol/Lの塩酸を用いて20、40、80倍に希釈した。試料溶液については20μL、アミノ酸標準溶液は20μLをそれぞれ減圧乾燥し、既報⁹⁾と同様に誘導化を行った後、再度減圧乾燥して余剰の誘導化試薬を除去し、HPLCで測定した。

2.5 GC/MS測定

試料原料粉、SS粉、蒸し粉の揮発性成分分析には、7200B GC/Q-TOF(アジレント・テクノロジー製)を用いた。ゲステル製のMPS2オートサンプラー、加熱脱着装置(TDU)およびクールドインジェクションシステム(CIS)を装備した7890Bガスクロマトグラフ(アジレント・テクノロジー製)をホスト側のGCとして使用した。20mlバイアル中に穀粉0.1gを測りとり、揮発性成分を、ダイナミックヘッドスペース(DHS)法により抽出した¹⁰⁾。分析方法の詳細を表2に示した。得られたクロマトグラムについて、MassHunter Quantitative Analysisソフトウェアパッケージ(アジレント・テクノロジー製)中のUnknown Analysisツールを用いてデコンボリューション処理を行った。その後、NIST14ライブラリと照合して化合物を推定するとともに、ピーク面積について統計解析ソフトを利用して主成分分析を行った¹¹⁾。

3 結果及び考察

3.1 ソフトスチーム処理による遊離糖量の変化

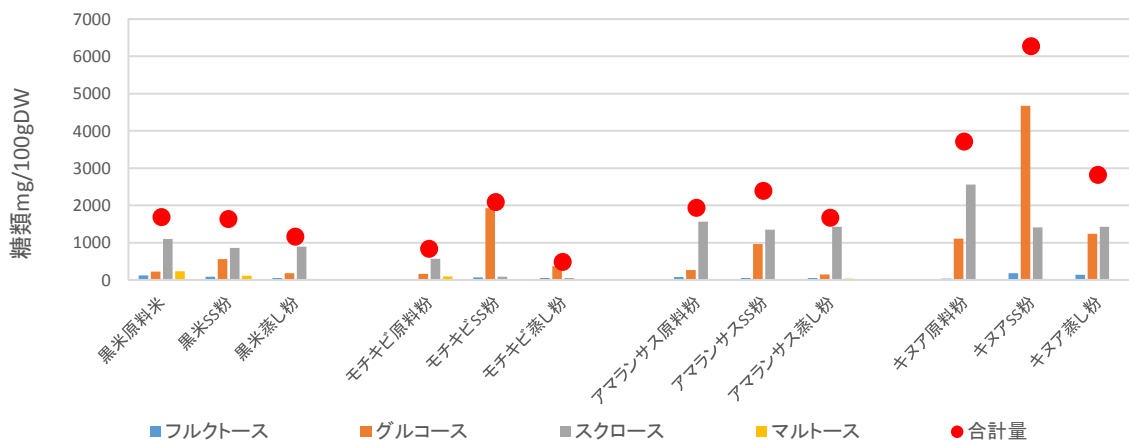
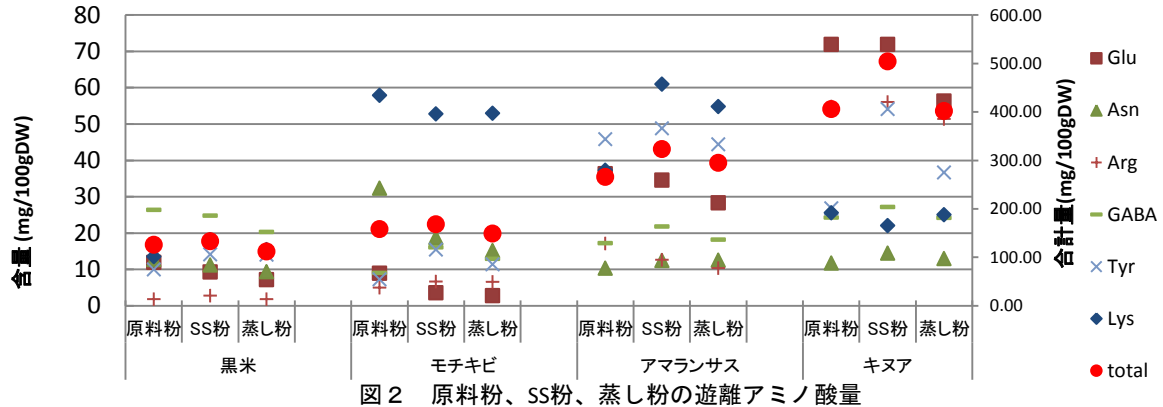


図1 原料粉、SS粉、蒸し粉の遊離糖量



黒米、モチキビ、アマランサス、キヌアの原料粉、SS粉、蒸し粉それぞれについて、遊離糖及びその合計量を図1に示した。

SS処理をすることにより、モチキビ、アマランサス、キヌアの遊離糖の合計量は原料粉よりも増加した。また、黒米においてSS処理を行った粉の遊離糖の合計量は原料粉とほぼ同等量であった。これに対し、蒸し粉においては、四種類全ての穀類において、遊離糖の合計量は原料粉よりも低下した。黒米原料米に多く含まれていたスクロースはSS処理、蒸し処理後に減少した。これは、原料米中のスクロースの外在率が60%以上と高いため¹²⁾、浸漬処理中に流出したものと考えられた。また、モチキビ、アマランサス、キヌアにおいてもスクロースはSS処理、蒸し処理後に減少した。これらについても浸漬処理中に流出したことが考えられる。また、全ての穀粉について、SS粉におけるグルコースの増加が確認された。黒米においてソフトスチーム処理により、グルコースが増加した原因としては、黒米内在性酵素である α -グルコシダーゼ及び α -アミラーゼ¹³⁾によるデンプンの分解反応が進んだことによるものと考えられ、他の穀粉についても α -アミラーゼをはじめとする酵素の影響によりグルコース量が増加したものと考えられる。

遊離糖の合計量については、SS粉においてキヌアでは原料粉の合計糖分量の1.7倍、モチキビについては原料粉の合計糖分量の2.5倍となった。特にキヌアでは、SS処理により100gあたり遊離糖の合計量が6gを超え、SS粉を食してみると粉

自体の甘みを感じることができ、甘みの強い穀粉の作成が可能となった。

3.2 ソフトスチーム処理による遊離アミノ酸量の変化

四種類の穀物の原料粉、SS粉、蒸し粉の遊離アミノ酸量について図2に示した。遊離アミノ酸の合計量はキヌアが最も多かった。また、モチキビ、

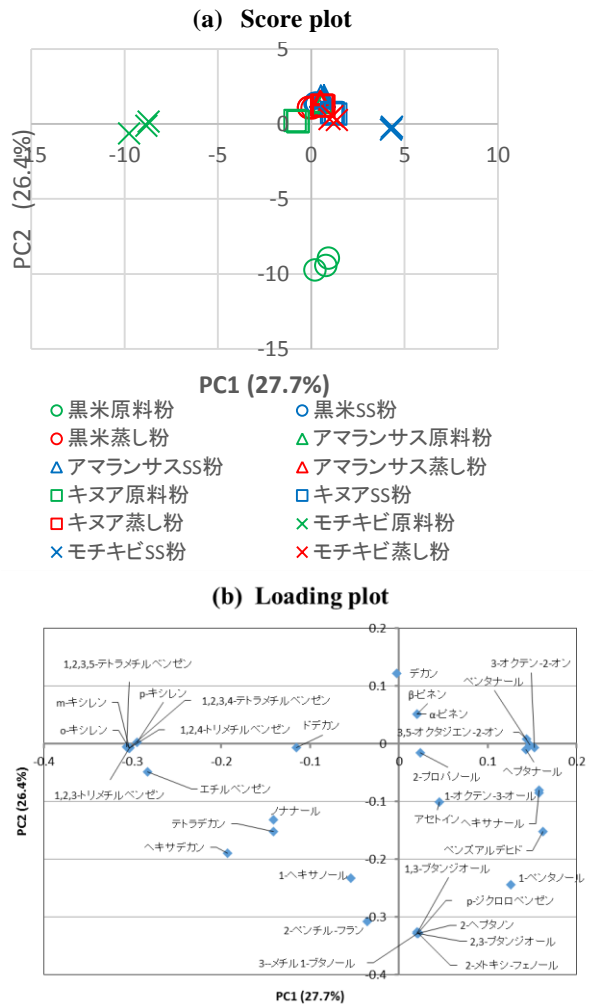


図3 穀粉のGC/MS測定結果による主成分分析

アマランサスにはリシンが多くまれ、キヌアにはグルタミン酸とアルギニンが多く含まれていた。SS 処理および蒸し処理をすることにより、黒米とモチキビにおいては遊離アミノ酸の量の変化はあまり見られなかったが、アマランサスにおいてはリシン、キヌアにおいてはチロシンが SS 処理を行うことにより増加した。

遊離アミノ酸量が SS 処理により増加するのは、穀粉中のアミノ酸やペプチド生成に寄与するプロテアーゼの影響と考えられる。プロテアーゼには多種の種類があり、酵素が失活する前にアミノ酸を生成することにより、SS 処理によるアミノ酸量が増加したと考えられた。しかし、遊離糖の増加と比べるとアミノ酸の増加量は少なかった。

3.3 GC/MS による揮発性成分分析

それぞれの穀粉の GC/MS による揮発性成分測定についての主成分分析結果を図 3 に示した。スコアプロット(a)では、黒米原料粉、モチキビ原料粉、モチキビ SS 粉が他と異なる揮発性成分の特徴を持つことが示された。スコアプロット及びローディングプロットの位置関係は対応しているため、(b)のローディングプロットから、黒米原料粉の揮発性成分は、1,3-butanediol、2,3-butanediol などのアルコール類と 2-heptanon といったケトン類を含むことが特徴であることがわかった。2-heptanon は果実香やゴルゴンゾーラチーズの匂いの成分といわれ、黒米に対して、SS 処理や蒸し処理などの加熱を行うことによりこのような香りが低減することが示唆された。モチキビ原料粉においては trimethylbenzen や xylen などのメチル基を有する芳香族化合物の寄与が大きいことがわかった。また、モチキビ SS 粉では、pentanal や heptanal をはじめとする直鎖状脂肪族アルデヒドのほかに 3-octen-2-one や 3,5-octadiene-2-one などのケトン類が揮発性成分として確認された。全穀粉から 2-pentyl-furan が検出されたが、これは、こげ臭や油の酸化臭として認知されているものである。黒米原料粉に多かったほか、SS 粉、蒸し粉全般からも検出された。

本研究における四種類の穀粉において、黒米、

アマランサスおよびキヌアに関しては、SS 処理及び蒸し処理を施してもその揮発性成分は原料粉と大きな違いが見られなかった。しかし、モチキビ粉は他の三種類と異なり、SS 処理、蒸し処理後に新たな揮発性成分の生成がみられるなど、特徴的な傾向を示した。

3.4 SS 処理穀粉の利用

遊離糖の含有量が多かった SS 処理キヌア粉を小麦薄力粉に 25% 混合した粉を用いて、焼き菓子の試作を行ったところ、キヌア特有の風味と甘みが感じられた (図 4)。栄養、機能性に優れる穀類素材に関して、SS 処理によって、風味・甘みの向上した菓子類の製造が可能な付加価値の高い穀粉が得られることが期待できた。



図4 キヌア粉含有クッキーの試作品

4 まとめ

- (1) 穀粉に含まれるグルコース量は通常の蒸し処理ではあまり増加しないが、SS 処理を行うことによる大幅な増加が見られた。モチキビ、アマランサス、キヌアにおいて原料粉と比べて SS 処理により遊離糖の合計量が増加した。特にモチキビとキヌアにおいて、SS 処理による遊離糖の合計量の増加が大きく、遊離糖含有量の多い雑穀粉の製造が可能となった。
- (2) SS 処理、蒸し処理による穀粉のアミノ酸量の変化は、SS 処理により増加する成分も見られたが、遊離糖の増加と比べるとその量は少なかった。
- (3) それぞれの穀粉の揮発性成分の GC/MS 測定結果から、黒米原料粉、モチキビ原料粉、モチキビ SS 粉に揮発性成分の特徴的な傾向が現れ、モチキビにおいては、SS 処理を行うことにより、原料粉と異なる揮発性成分が検出されることがわかった。
- (4) 栄養価に富む様々な雑穀等に関して、SS 処理

を行うことによって、遊離糖をはじめとする成分の量が増加することから、付加価値の向上した穀粉の製造が可能になることが期待でき、焼き菓子に使用することにより、良好な風味を有する試作品が作成できた。

参考文献

- 1) Laura Alvarez-Jubete, Mark Auty, Elke K. Arendt, and Eimear Gallagher: Baking properties and microstructure of pseudocereal flours in gluten-free bread formulation, *European Food Research and Technology* **230** (2010), 437
- 2) Naoyuki Nishizawa and Yoshiharu Fudamoto: The Elevation of Plasma Concentration of High-density Lipoprotein Cholesterol in Mice Fed with Protein from Proso Millet, *Biosci. Biotech. Biochem* **59** (1995), 333
- 3) 猪谷富雄, 建本秀樹, 岡本実剛, 藤井一範, 武藤徳男: 有色米の抗酸化活性とポリフェノール成分の品種間差異, *日本食品科学工業学会誌*, **49**, (2002) 540
- 4) D.H. Shin, H.J. Heo, Y.J. Lee and H.K. Kim: Amaranth squalene reduces serum and liver lipid levels in rats fed a cholesterol diet, *British Journal of Biomedical Science*. **611** (2004)
- 5) Bsatriz Valcarcel-Yamani and Suzana Caetano de Silva Lannes: Applications of Quinoa (*Chenopodium Quinoa* Wild.) and Amaranth (*Amaranthus* Spp.) and Their Influence in the Nutritional Value of Cereal Based Foods, *Food and Public Health* **2**(6) (2012), 265
- 6) E. Ryan, K. Galvin, T. P. O'Connor, A. R. Maguire, N. M. O'Brien: Phytosterol, Squalene, Tocopherol Content and Fatty Acid Profile of Selected Seeds, Grains, and Legumes, *Plant Foods Hum Nutr* **62** (2007), 85
- 7) 小川博, 渡辺克美, 光永俊郎, 目黒忠道: キノア投与が食餌性高脂血症誘導高血圧自然発症ラット(SHR)の血圧, 脂質代謝に及ぼす影響, *日本栄養・食料学会誌*, **54**, (2001) 221
- 8) 関根正裕, 常見崇史, 樋口誠一, 高橋学, 山川裕夫: 低温スチーム技術を利用した高品位食品加工技術, *埼玉県産業技術総合センター研究報告*, **6**, (2008) 78
- 9) 常見崇史, 樋口誠一, 和田健太郎, 関根正裕: ソフトスチーム技術を利用した高機能穀粉の製粉技術の開発, *埼玉県産業技術総合センター研究報告*, **14**, (2016) 78
- 10) 成澤朋之, 仲島日出男, 樋口誠一, 横堀正敏, 高橋広子, 小島登貴子, 山田昌治: フレーバー評価技術の確立による製品の高付加価値化と品質管理への応用, *埼玉県産業技術総合センター研究報告*, **14**, (2016) 86
- 11) 樋口誠一, 横堀正敏, 仲島日出男: 県産食品の網羅的成分分析と品質管理への利用, *埼玉県産業技術総合センター研究報告*, **14**, (2016)
- 12) 杉山智美, 小西雅子, 寺崎大二郎, 畑江敬子, 島田淳子: 米粒中の微量成分とその偏在, *日本食品科学工業学会誌*, **42**, (1995) 339
- 13) 綾部園子, 和田尚子, 大石恭子, 香西みどり: 黒米の炊飯による理化学的变化, *日本調理科学会誌*, **47**, (2014) 76

高周波誘電加熱を利用した異種材料の接合

佐野 勝*¹ 秋山 稔*² 関根 正裕*³

High-frequency Welding of Dissimilar Materials

SANO Masaru*¹, AKIYAMA Minoru*², SEKINE Masahiro*³

抄録

近年、複数の材料を適材適所に用いるマルチマテリアル化の要求に対し、異種材料を接合する技術の重要性が増加している。そこで熱可塑性接着材を用いた高周波誘電加熱によるアルミ板とガラス繊維強化ポリプロピレン (GF-PP) の接合を検討した。まず、湿式研磨処理あるいは化学エッチング処理したアルミ板とGF-PP間に誘電加熱用の接着材を挟んで誘電加熱接合を試みたが、GF-PPと接着材間のみ接合し、アルミ板と接着材は接合しなかった。次に化学エッチング処理したアルミ板に接着材をあらかじめ熱プレスし、その後GF-PPを配置して誘電加熱したところ、出力200W、20s間の高周波印加で接着材が溶融してGF-PPと接合し、アルミ板とGF-PPが接合した。得られた接合試験片の引張せん断試験では8.2MPaの強度が得られ、高周波誘電加熱を用いた金属-樹脂間の異種材料接合の可能性が示唆された。

キーワード：誘電加熱，異種材料接合，アルミ，ガラス繊維強化ポリプロピレン

1 はじめに

近年、自動車分野等において燃費の向上を目的として、軽量化が進められている。軽量化の手法としては普通鋼から薄くて強いハイテン鋼への置換、比重が小さいアルミ材への転換、さらに軽量の樹脂及び樹脂複合材料の採用が挙げられ^{1)~4)}、近年では特に、これら種類の異なる材料を適材適所に使用するマルチマテリアル化が重要といわれている。このマルチマテリアル化の実現には金属と樹脂等の異種材料を接合する技術の開発が要求されている^{1), 5), 6)}。

これまで我々は、熱可塑性接着材を使用した誘電加熱による手法を用いて、通常の

接着剤による接合が困難なPP板⁷⁾、ガラス繊維強化ポリプロピレン (GF-PP)⁸⁾及びポリアセタール⁹⁾の短時間・高強度接合を可能とした。更には、異種材料であるGF-PPとガラス繊維強化ポリアミドの誘電加熱による接合も可能とした¹⁰⁾。

本研究では、マルチマテリアル化への社会的要求を踏まえ、金属と樹脂、具体的にはアルミ板とGF-PPの異種材料間の高周波誘電加熱による接合について検討した。

2 実験方法

2.1 供試材料

被着材として用いたアルミ板 (100mm×25mm×1.5mm、材質：A5052) は、#800のサンドペーパーによる湿式機械研磨処理したもの或いは化学エッチング処理をした市販

*¹ 現 企画・総務室 企画担当*² 北部研究所 材料・機械技術担当*³ 技術支援室

のものを用いた。同じく被着材とした GF-PP は 3mm 厚の TEPEX dynalite104 (Bond-Laminates GmbH) を 100mm×25mm の大きさに切断し、試験に供した。また、分析走査型電子顕微鏡 (JSM-IT300LA、日本電子) を用いて、接着材を熱プレスしたアルミ板の断面観察を行った。

接合用接着材の基材は、ポリプロピレンペレット (ノバテック MH4、日本ポリプロ) とポリオレフィン系樹脂改質剤を 8:2 (樹脂①) 及び 6:4 の割合で混合したもの (樹脂②) 非晶質ポリアルファオレフィン系ホットメルト接着剤 (樹脂③)、ポリオレフィン系接着性樹脂 (樹脂④) を用いた。接着材に添加するセラミックスは、既報³⁾にて GF-PP の短時間接合が可能であった ZnO (和光純薬工業、メジアン径: 0.96 μ m) を用いた。

2.2 熱可塑性接着材の作製

アルミ板と GF-PP との接合用の接着材は以下の手順で作製した。2.1 で示した 4 種類の接着剤基材 (樹脂①～④) それぞれに ZnO 粒子を所定量配合し、ラボプラストミル (10C100 R60、東洋精機製作所) を用いて基材樹脂の種類に応じて 175～200℃で 6 分間混練した。その後、この混練物を混練と同様の温度で熱プレスして (圧力は全て 1MPa)、基材樹脂が異なる 4 種類のシート状熱可塑性接着材を作製した。またこの接着材のアルミ板へのコーティングも上記同様の熱プレス条件で行った。

2.3 高周波誘電加熱による接合試験

接合試験は 2.2 で作製した 23×11×1mm の熱可塑性接着材をアルミ板と GF-PP との間に挟み、ハイブリッドウェルダ (YRP-400T-A、山本ビニター、発振周波数: 40.68MHz) の電極間に 0.4MPa の圧力で固定した。この状態で所定の出力・時間の高周波を印加して接着材を加熱溶解させた後に高周波の印加を停止した。その後所定の時間放冷し、圧力

を解除して接合試験片を作製した。

2.4 接合試験片の接合強度の評価

高周波誘電加熱により接合した試験片の接合強度は、万能材料試験器 (AG-100KNI、島津製作所) を用いて引張せん断試験により評価した (N=3)。試験条件は、つかみ具間距離 90mm、試験速度は 2mm/min. で行った。また、試験の際に接合面に荷重が正しくかかるように、つかみ部には被着材と同じ厚さの当て板を使用した。

3 結果及び考察

3.1 表面処理したアルミ板と GF-PP との誘電加熱接合

図 1 に #800 のサンドペーパーによる湿式研磨処理をしたアルミ板の表面を示した。

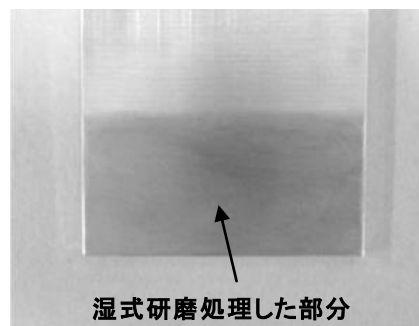


図 1 #800 のサンドペーパーによる湿式研磨処理をしたアルミ板

図 1 に示した湿式研磨アルミ板と GF-PP の被着材に対し、樹脂①を基材とする接着材を用いて誘電加熱接合試験を実施した結果を図 2 に示した。



図 2 樹脂①を使用した接着材による湿式研磨アルミ板と GF-PP の誘電加熱接合

GF-PPに面した接着材は200W、16sの高周波印加で加温溶融し、接着材とGF-PPは接合したが、アルミ板に面した接着材の表面はほとんど溶けておらず、アルミ板と接着材は接合しなかった。この現象は他の接着材の基材(②、③及び④)を用いた場合、あるいは化学エッチング処理をしたアルミ板(化学エッチングアルミ板)を用いた場合にも見られ、接着材とGF-PPは接合したが、アルミ板と接着材は接合しなかった。これについては、高周波印加によって接着材が加熱されても、熱伝導率が高いアルミ板に面した側はアルミへの放熱が起り易いため溶融しなかったと考えられた。

そこで、あらかじめ誘電加熱接着材と同様の成分をコーティングしたアルミ板を用いることによって、高周波印加でコーティング膜が自己発熱するとともに、加熱された接着材からアルミ板への放熱が抑制され、アルミ板とGF-PPが接合するか検討した。図3に、化学エッチング処理したアルミ板に樹脂④を用いた接着材をあらかじめコーティングし(コーティングアルミ板:膜厚約80 μ m)、樹脂④を用いた1mm厚の接着材を用いてGF-PPとの誘電加熱接合試験を行った後の試験片を示した。

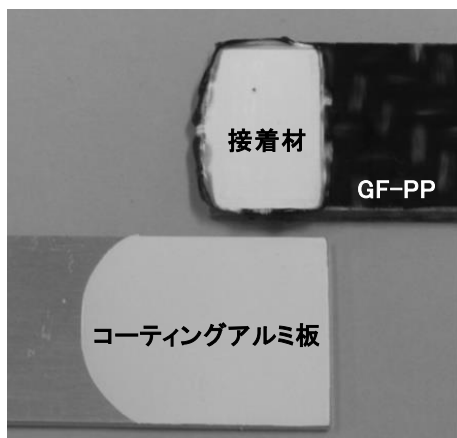


図3 樹脂④を用いた接着材をコーティングしたアルミ板とGF-PPの誘電加熱接合

GF-PPに面した接着材は高周波により十分に溶融して接着材とGF-PPは接合したが、コーテ

ィングアルミ板に面した接着材の表面中心部はほとんど溶けておらず、コーティングアルミ板と接着材は接合しなかった。

3.2 あらかじめ接着材を熱プレス(熱圧着)したアルミ板とGF-PPとの誘電加熱接合

3.1において、高周波を印加してもアルミ板に面した接着材表面はほとんど溶けずに、アルミ板と接着材は接合しなかった。そこで、あらかじめ化学エッチングアルミ板に接着材(樹脂④使用)を約0.8mmの厚さに熱プレスし(図4上図)、その後誘電加熱によってGF-PPとの接合試験を実施した。

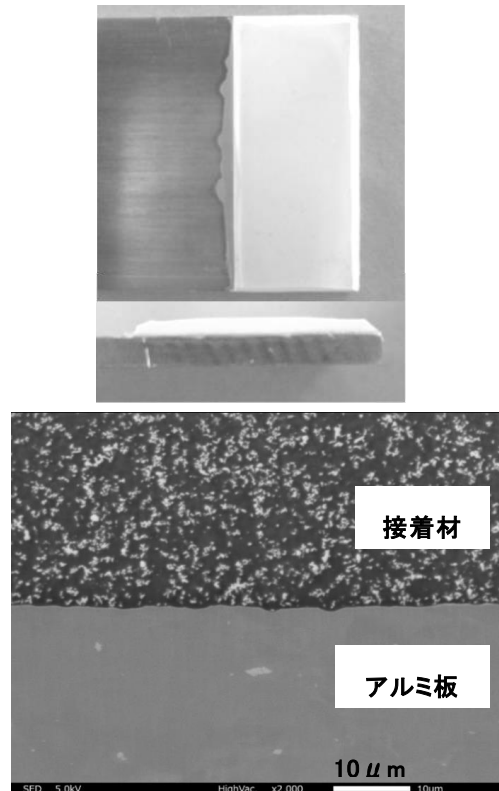


図4 樹脂④を用いた接着材を溶着熱プレスした化学エッチングアルミ板(上図)及び接着材をアルミ板に熱プレスした後の断面SEM像(下図:2,000倍)

接着材を190 $^{\circ}$ Cで熱プレスした後の断面のSEM像を図4下図に示したが、接着材が化学エッチングアルミ板の表面に隙間なく接触してい

ることが確認された。

続いて、図4上図の様にあらかじめ接着材を熱プレスしたアルミ板を用いてGF-PPとの誘電加熱接合を行ったところ、200W、20Sの高周波印加で接着材が十分熔融してGF-PPと接合し、化学エッチングアルミ板とGF-PPが接合した。また、接合試験片の引張せん断試験では8.2MPaの強度が得られた。図5に引張せん断試験後の試験片を示したが、GF-PPの一部表層が接着材に付着している部分（丸囲い部分）や、接着剤内部での破壊も一部見られた。しかし、化学エッチングアルミ板と接着材との界面破壊もまだ多く見られており、この部分の接着性の改善により、さらなる接合強度の向上が期待できる。

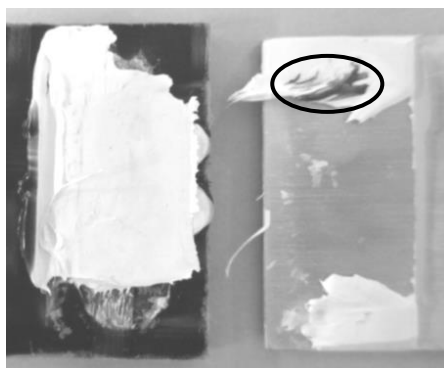


図5 接合試験片の引張せん断試験後の状況

4 まとめ

高周波誘電加熱を利用したアルミ板とGF-PPの異種材料間接合方法について検討した。

まず、湿式研磨処理あるいは化学エッチング処理により表面処理したアルミ板とGF-PPの誘電接合を試みた結果、いずれもGF-PPと接着材の間のみ接合し、アルミ板と接着材の間では接合しなかった。

次に化学エッチング処理したアルミ板にあらかじめ接着剤を熱プレス（圧着）し、その後GF-PPを配置して誘電加熱したところ、200W、20s間の高周波印加で接着材が熔融してGF-PPと接合し、アルミ板とGF-PPが接合した。接合試験片の引張せん断試験では8.2MPaの強度が得られた。

参考文献

- 1) 永塚公彬, 田中宏宜, 肖伯律, 土谷敦岐, 中田一博, 摩擦重ね接合によるアルミニウム合金と炭素繊維強化樹脂の異材接合特性に及ぼすシランカップリング処理の影響, 溶接学会論文集, 33, 4, (2015)317-325.
- 2) 影山裕史, 自動車用CFRP技術の最新動向, まてりあ, 53, 12, (2014)612-615.
- 3) P. Amend, S. Pfindel, M. Schmidt,: Thermal joining of thermoplastic metal hybrids by means of mono- and polychromatic radiation, Physics Procedia. 41 (2013) 98-105.
- 4) M. Goede, M. Stehlin, L. Rafflenbeul, G. Kopp, E. Beeh: Super Light Car-lightweight construction thanks to a multi-material design and function integration, Eur. Transp. Res. Rev. 1 (2009) 5-10.
- 5) 小椋智, 廣瀬明夫, アルミニウム合金/鋼異種金属接合における界面組織制御と機械的特性, 軽金属, 66, 9, (2016)503-511.
- 6) 堀内伸, 樹脂-金属異種材料複合体接合特性の評価試験方法の国際標準, 計測と制御, 54, 10, (2015)743-747.
- 7) M. Sano, H. Oguma, M. Sekine, C. Sato: High-frequency welding of polypropylene using dielectric ceramic compounds in composite adhesive layers, Int. J. Adhes. Adhes. 47 (2013) 57-62.
- 8) M. Sano, H. Oguma, M. Sekine, Y. Sekiguchi and C. Sato, High-frequency welding of glass-fibre-reinforced polypropylene with a thermoplastic adhesive layer: Effects of ceramic type and long-term exposure on lap shear strength, Int. J. Adhes. Adhes. 59 (2015) 7-13.
- 9) 佐野勝, 関根正裕: 高周波誘電加熱を利用した軽量・高強度部材の接合技術の実用化, 平成26年度埼玉県産業技術総合センター研究報告, 13, (2015).
- 10) 佐野勝, 鈴木啓介, 関根正裕: 高周波誘電加熱を利用した軽量・高強度部材の接合技術の実用化(II), 平成27年度埼玉県産業技術総合センター研究報告, 14, (2016).

ハイブリッド繊維強化複合材料の強度向上

小熊広之*¹ 関根正裕*²

Improvement of Strength of Hybrid Fiber Reinforced Composite Materials

OGUMA Hiroyuki*¹, SEKINE Masahiro*²

抄録

ポリプロピレン(PP)をマトリックス樹脂とし、最外層に炭素繊維(CF)織物、内部にガラス繊維(GF)を配置したハイブリッド繊維強化複合材料の強度を向上させるため、極性基を導入したPPを用いたところ、通常のPPを用いた場合と比較して曲げ強さが2.8倍に、曲げ弾性率は2.1倍に向上した。これは極性基を導入したPPと、CFあるいはGFとの界面接着性が向上したためと考えられる。また、シャルピー衝撃強さに対して、極性基導入による効果は見られなかった。

キーワード：ハイブリッド複合材料，熱可塑性樹脂，曲げ強度，シャルピー衝撃強さ

1 はじめに

近年、温室効果ガスの削減を目的として、車輻軽量化による燃費向上の取り組みが各所で進められている。車輻構造部材を金属から比強度・比剛性に優れる炭素繊維強化繊維強化プラスチック(CFRP)に変更すれば軽量化効果が大きい、コスト等の問題により汎用車ではほとんど実用化されていないのが現状であり、軽量・高強度でありながら、リサイクル性・成形性・耐衝撃性に優れ、安価な繊維強化プラスチック(FRP)の開発が市場から求められている。

また、FRPは錆びないため海岸付近の橋梁や船等の構造部材へ広く適用されることが望まれている。

本研究では曲げ荷重が付加された際、最も大きな負荷がかかる最外層に強度・剛性に優れる炭素繊維(CF)を、内側に安価で衝撃吸収性に優れるガラス繊維(GF)を、マトリックス樹脂としてリサイ

クル性・生産性に優れ安価なポリプロピレン(PP)を用いることにより、低コストでありながらCFRPに近い強度・剛性を持ち、更にガラス繊維強化プラスチック(GFRP)と同等の衝撃吸収性を有するハイブリッド繊維強化複合材料(HFRP)の開発を目的とした。

2 実験方法

2.1 使用基材

本研究ではCF平織(T300-3000、(株)東レ製)、GF平織(WEA22F-BX、日東紡績(株)製)、マトリックス樹脂のPPはノバテックPP(MH4、日本ポリプロ(株)製)、極性基を導入したPPとしてモディックPP(P908、三菱化学(株)製)を材料として使用した。

2.2 曲げ試験

図1に示すとおりPPフィルム(MH4)11枚と最外層にCF織物を1枚ずつ、内部にGF織物8枚を交互に積層して型に入れ、熱プレスで220℃、無圧で5分間保持してPPフィルムを溶融させた。その後、成形圧力を2MPaで3分間加圧し室温ま

*¹ 技術支援室 機械技術担当

*² 技術支援室

で冷却することにより図2のと通りの HFRP 板 (110mm×120mm×2mm)を成形した。続いてファイナカッターを用いて JIS-K7074 に規定されている短冊型の試験片寸法(100mm×15mm×2mm)に切り出した。更に比較のため、CF 織物を 8 枚積層した CFRP 試験片、GF 織物を 11 枚積層した GFRP 試験片も作製した。それぞれの試験片は繊維体積含有率が 45%になる構成にて成形した。

また、PP は表面が極めて低活性¹⁾なため強化繊維との界面接着性が弱いことが指摘されている²⁾ことから、極性基を導入した PP (P908)を用いて同様の試験片を作成し、効果を検証した。

各試料とも JIS-K7074 に準じて 5 本の試験片について、万能材料試験機 AUTOGRAPH(AG-I 100kN、(株)島津製作所製)を使用し、5kN のロードセルを用い、試験速度 5mm/min、支点間距離 80mm で 3 点曲げ試験を行った。

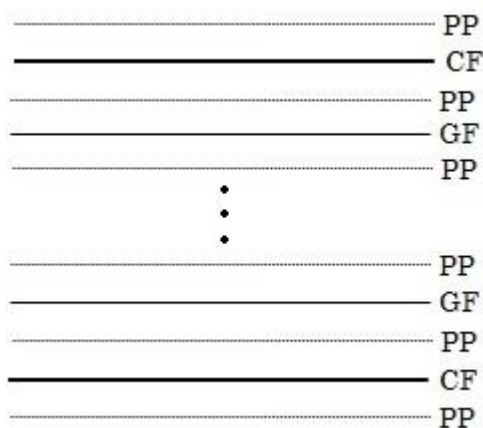


図1 積層方法

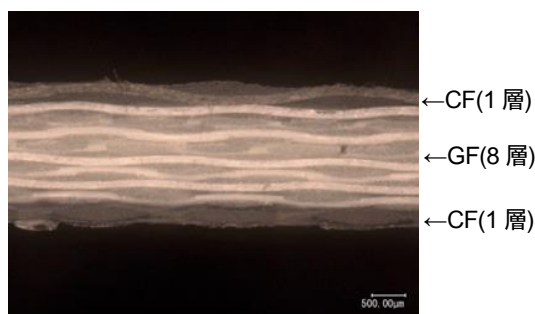


図2 HFRP 板の積層面

2.3 シャルピー衝撃試験

前項と同様の方法で FRP 板を成形し、JIS-K7077 に規定された試験片寸法(80mm×10mm×2mm)に切

り出した。

各試料とも、JIS-K7077 に準じて 10 本の試験片について、シャルピー衝撃試験機 (DG-UB、(株)東洋精機製作所製) を使用し、ひょう量 5J のハンマーを用いて衝撃試験を行った。

3 結果及び考察

3.1 曲げ試験結果

図3、図4にマトリックス樹脂として MH4 を使用した際の曲げ強さ、曲げ弾性率の結果を示した。また、図5に各試料の代表的な応力-ひずみ線図を示した。これらの結果から曲げ強さが最大となったのは GFRP であり、曲げ弾性率は CFRP が最大となった。HFRP は曲げ強さでは GFRP に劣り、曲げ弾性率は最も低く、CF と GF の複合構造による効果が見られなかった。この原因を検証するため、HFRP の曲げ試験後の破損面を光学顕微鏡で観察した結果を図6に示した。JIS-K7074 に規定されている曲げ試験方法では、試験片に上側には圧縮応力、下側には引張応力が生じる³⁾が、図6を見ると試料上側で圧縮応力により層間剥離が発生し破損している。これは CF と GF の各層の界面における接着性が悪いため、圧縮変形により各所で発生した層間剥離が進展し、破損に至ったものと推定される⁴⁾。

また、CFRP の曲げ強さが最も低かったのは、CF 表面にはエポキシ系のサイジング剤⁵⁾が塗布されているため、表面が極めて低活性な PP との界面接着性が弱かったためではないかと考えた。

次に極性基導入の効果を検証するため、マトリックス樹脂として P908 を使用した際の曲げ強さ、曲げ弾性率の結果を、MH4 を使用した結果と併せてそれぞれ図7、図8に示し、図9に各試料の代表的な応力-ひずみ線図を示した。

これらの結果から、極性基導入の効果により曲げ強さが 2.1 倍～3.2 倍に、曲げ弾性率は 16%～2.1 倍に向上した。曲げ強さは HFRP が最も大きくなり、弾性率は CFRP に次ぐ値となったことから、MH4 では得られなかったハイブリッド化による強度向上効果を得ることができた。

また、P908 を用いた HFRP の曲げ試験後の破損面の光学顕微鏡写真を図 10 に示した。本図では、試料上部に発生する圧縮変形による層間剥離は観察されず、下部の CF が破断したことが観察された。これは、極性基導入の効果により CF、GF との接着性が向上し層間剥離が抑制されたため、下部に生じる引張変形によって CF が破断するまで複合材料として耐えたのではないかと考察した。この界面接着性の向上により曲げ強さ、曲げ弾性率が向上したと推察した。

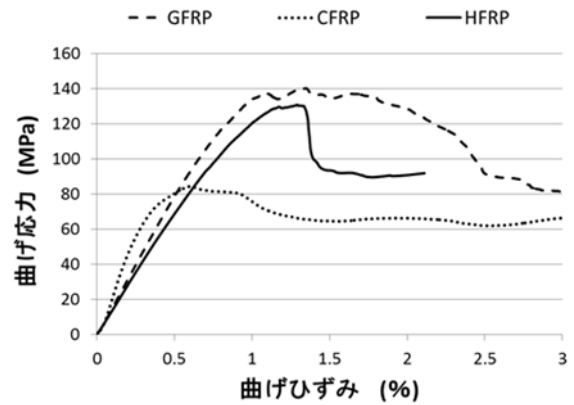


図 5 各試料の代表的な応力-ひずみ線図 (樹脂: MH4)

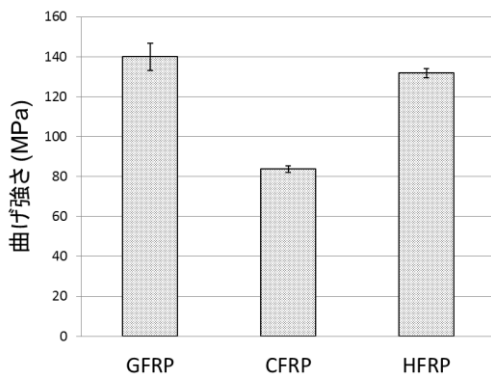


図 3 曲げ強さの結果 (樹脂: MH4)

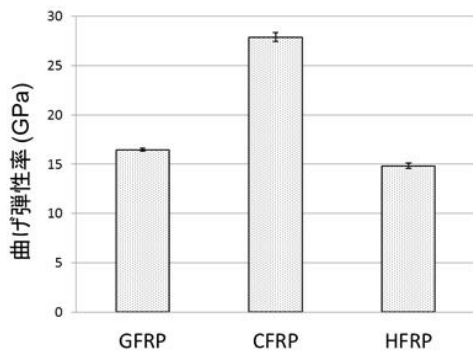


図 4 曲げ弾性率の結果 (樹脂: MH4)

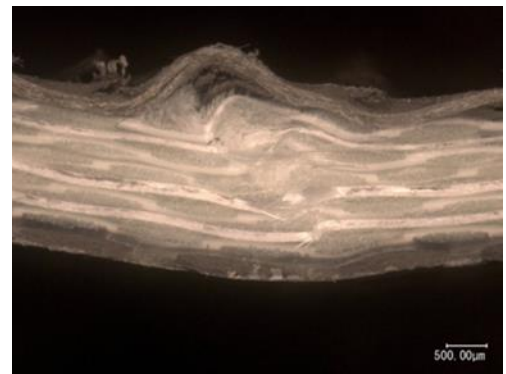


図 6 HFRP の破損面 (樹脂: MH4)

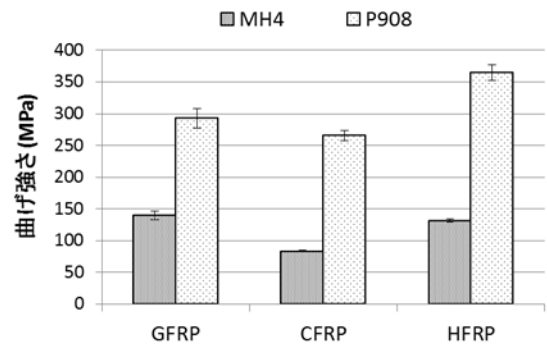


図 7 曲げ強さの結果(MH4 vs. P908)

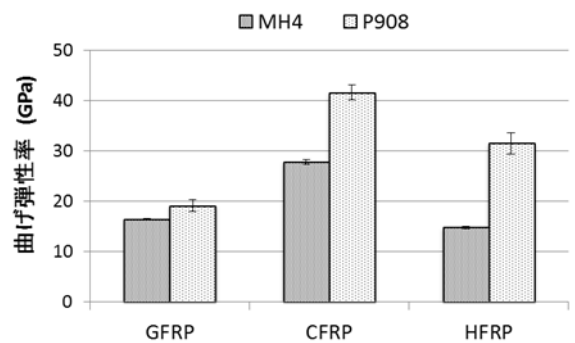


図 8 曲げ弾性率の結果(MH4 vs. P908)

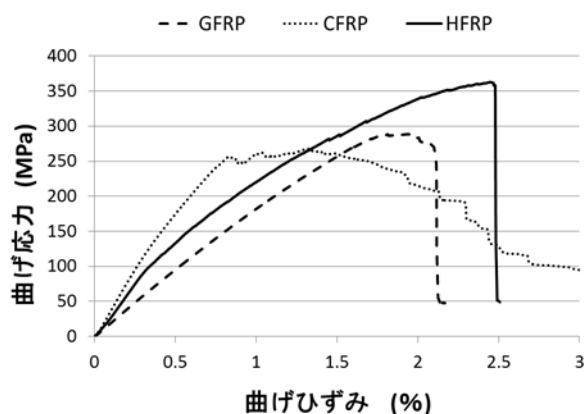


図9 各試料の代表的な応力-ひずみ線図
(樹脂：P908)

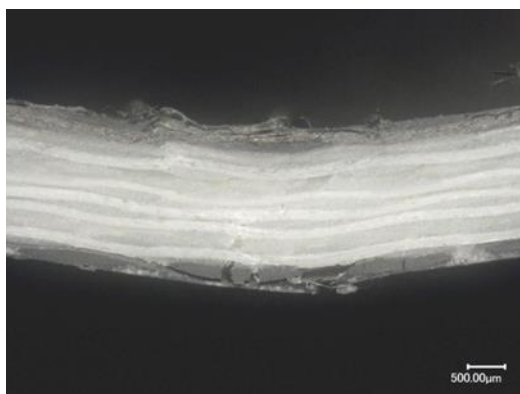


図10 HFRPの破損面 (樹脂：P908)

3.2 シャルピー衝撃試験結果

図11にマトリックス樹脂としてMH4とP908を用いた際のシャルピー衝撃試験結果を示した。この結果より、樹脂の違いによりシャルピー衝撃強さに顕著な違いが見られないことから、極性基導入によるPP改質が衝撃強さには影響を与えないことが示された。

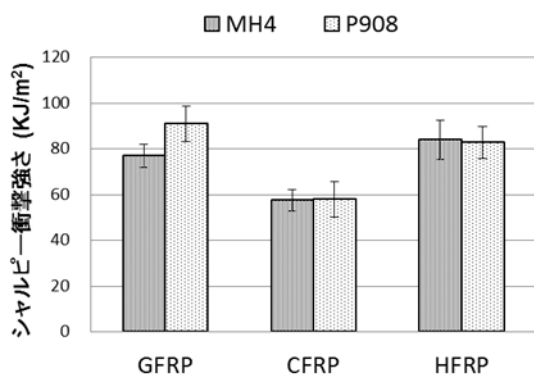


図11 シャルピー衝撃強さの結果

4 まとめ

PPをマトリックス樹脂とし、最外層に炭素繊維CF織物、内部にGF織物を配置したHFRPについて、曲げ強度、シャルピー衝撃試験値に与える影響を検証した。

(1) 極性基導入が曲げ強度に与える影響

極性基を導入したPPを用いることにより、HFRPの曲げ強さが2.8倍、曲げ弾性率が2.1倍となった。この理由は、破損面写真の観察結果から、極性基がCFとGFとの界面接着性を向上させたためと考えられる。

(2) 極性基導入がシャルピー衝撃強さに与える影響

PPへの極性基導入の有無により、シャルピー衝撃強さの値は顕著な影響は受けなかったことが明らかとなった。

CFとGFの互いの長所を活かすことにより、CFRPに近い強度・剛性を持ち、衝撃吸収性がGFRPと同等であるHFRPの開発を目的として研究を行った結果、曲げ強さはCFRPの1.4倍、曲げ弾性率は76%の値を得ることができた。またシャルピー衝撃強さはGFRPと同等という目標は達成された。

今後は、CFとGFの積層構成の検討、界面接着性を向上させるための表面処理等の検討を行うことで、特に曲げ弾性率の向上を図る予定である。

また、構造部材への応用展開のための成形方法についても検討を行う予定である。

謝辞

本研究を進めるに当たり、客員研究員として御指導いただきました名古屋大学の邊 吾一 客員教授に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 于 健, 白石振作: オゾン酸化処理によるポリプロピレンの塗装性の改良, 表面技術, **41**, 3(1990)87
- 2) 圖子博昭, 田村 学, 大澤 勇, 鶴沢 潔, 高橋 淳, 安田 浩: 炭素繊維一方向強化ポリブ

ロピレンの力学特性評価, 日本複合材料学会誌, **32**, 4 (2006)154

3) 林 洋次: 機械設計 I (堤 茂雄, 三上 勝, 中川恵二, 大塚康正, 岩崎利信, 内海 明, 坂田充弘, 笹平篤生, 平木和秋, 堀池 徹, 宮本 滋, 村田和雄編), 実教出版株式会社, (2013)122

4) 小熊広之, 熊谷知哉, 坂本大輔, 関根正裕, 平山紀夫, 邊 吾一: 連続炭素繊維強化ポリカーボネートのオゾン酸化処理による強度向上, 日本複合材料学会誌, **42**, 4 (2016)183

5) 前田 豊: 炭素繊維の応用と市場, シーエムシー出版, (2008)47

導電ネット-ナノ粒子複合体の形成

内藤理恵*¹ 関根正裕*² 鈴木昌資*³

Formation Material with Conductive Fiber and Nano-particle

NAITO Rie*¹, SEKINE Masahiro*², SUZUKI Masashi*³

抄録

次世代電池や排気ガス浄化フィルターに用いる電気化学リアクタ材料として利用するため、導電性カーボン繊維に金属ナノ粒子を凝集させた新規材料の開発を試みた。本材料では、セルロースゲル中に分散させた導電性カーボン繊維の交点を、金属ナノ粒子で包埋することで結着させて高導電性を付与し、さらにカーボン繊維の周囲に金属ナノ粒子を析出させて比表面積の増大を目指した。Cuナノ粒子とカーボンフェルトの組み合わせにより、電極材料として用いられる活性炭の1/5の比表面積と1/250の電気抵抗率を得た。

キーワード：ナノ粒子，カーボン繊維，セルロース，ゲル，複合材料，無電解めっき

1 はじめに

燃料電池や二次電池の電極、排気ガスや汚水の浄化フィルターには、表面に多量の触媒を担持でき、内部の電子移動が容易な電気化学リアクタ材料が求められる。従来の金属平板電極では、表面積が足りず、また活性炭やCNTなどの炭素系素材には炭素の連続構造に欠損があるため、導電性、集電性が不十分であった^{1), 2)}。そこで、導電性カーボン繊維の交点を金属ナノ粒子凝集体により結着した導電骨格と、金属ナノ粒子の持つ大表面積を利用した、新機能性複合材料の開発を試みた。

2 実験方法

2.1 金属ナノ粒子凝集体の生成

金属ナノ粒子凝集体は、ナノセルロースゲル（樹木やパルプなどを構成するセルロース分子

の最初単位であるセルロースマイクロフィブリルを水中でネットワーク化させたもの）中で金属イオンを還元し析出させることにより生成した。以下に具体的な実験方法を示した。

2.1.1 ナノセルロースゲル調製

水酸化リチウム8.05g、尿素15g、純水78.95gの配合にて水酸化リチウム-尿素水溶液を調製した。この溶液10g に対し0.2g のセルロース繊維（ベンコットン：旭化成）を加え、-10℃で30分静置して分散させセルローススラリーとした。これをガラス板上で2mm の厚さに伸ばし、大量のエタノールに20分浸した後、水道水でエタノールを洗いナノセルロースゲルを得た(図1)³⁾。

2.1.2 Cu ナノ粒子の生成

表1の組成による硫酸Pd水溶液5mlに、幅1cm、長さ5.5cmの短冊状にカットしたナノセルロースゲルを入れ、30分間静置した。このナノセルロースゲルを純水5mL中で10分間2回静置して洗浄し、つづいて表1のCuめっき液150mLに入れて、液温30℃、2時間振盪してCuの還元析出を行った⁴⁾。また硫酸Pd水溶液中の

*¹ 技術支援室 機械技術担当

*² 技術支援室

*³ 技術支援室 化学技術担当

PdSO₄ 濃度を適宜変え、粒子生成への影響を検討した。

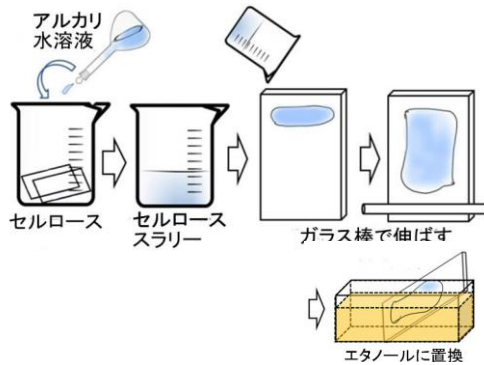


図1 ナノセルロースゲル作成法³⁾

表 1 Cuナノ粒子の生成に用いた試薬

液名	使用薬品名	重量%
硫酸Pd水溶液	PdSO ₄	0.08
	H ₂ SO ₄	22.00
	純水	77.92
Cuめっき液 ⁴⁾	CuSO ₄ ・5H ₂ O	1.30
	HCHO	4.50
	NaOH	1.00
	EDTA・2Na	1.80
	純水	91.40

2.2 複合体の作製

導電カーボン繊維として、トレカ・ミルドファイバー300（東レ）とカーボンフェルト（日本カーボン）を用いた。カーボンフェルトは、凝集を防ぐため、5%次亜塩素酸ナトリウムに24時間浸し、純水で洗浄し乾燥させ、回転刃式ミキサーで粉砕しメッシュ 200μm の篩を通したものをを用いた。前節のナノセルロースゲル作成において水酸化リチウム-尿素水溶液 10g にカーボン繊維 0.5g をあらかじめ分散させて用いることにより、カーボン繊維を均一に分散させたナノセルロースゲルを作製した。このナノセルロースゲルを幅 1cm、長さ 5.5cm の短冊状に切出し、Cu 粒子を析出させた。

2.3 物性評価

試料外観はデジタルカメラで撮影し、破断面は SEM (SU3500 日立ハイテクノロジーズ) を用いて観察した。電気抵抗率は乾燥した試料 1×1.5cm に対し、低抵抗抵抗率計（ロレスタ

GX、三菱化学リアナテック製）を用いて中心部を四端子法により測定した。比表面積は乾燥した試料の約 20mg を、比表面積計（NOVA3000、ユアサイオニクス製）を用いて BET 法⁵⁾にて測定した。

3 結果及び考察

3.1 金属ナノ粒子凝集体の製造

Cu の析出したナノセルロースゲルの外観を図 2 に示した。硫酸 Pd の原液および 12.5 倍希釈液を用いた場合、ナノセルロースゲルの全面に Cu が析出したが、125 倍希釈では Cu は析出しなかった。また Cu の析出したナノセルロースゲルの破断面の SEM 画像を図 3(a)に示した。表層には多数の Cu ナノ粒子が観察されたが、中心部に粒子は見られなかった。この原因としてナノセルロースゲルの表層で Cu ナノ粒子が急激に析出し、中心部まで Cu イオンが供給されず、中心部で粒子の析出が抑制されたと考えられた。そこで表 1 の Cu めっき液に Cu 還元反応に抑制効果のあるポリエチレングリコール (PEG)⁶⁾ を 0.006 重量%入れたところ、図 3(b) に示すとおり、中心部まで均一に粒子形成させることができた。

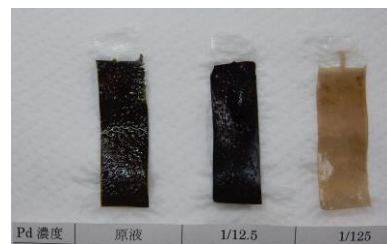


図2 Cuめっきの結果

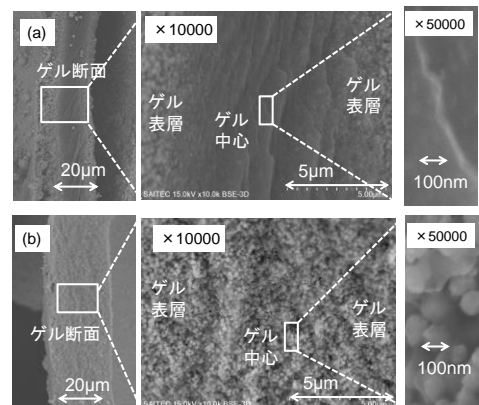


図3 Cu粒子析出済みゲル破断面のSEM画像

3.2 複合体の形成

トレカ・ミルドファイバー及びカーボンフェルトを分散させたナノセルロースゲルの外観を図4に示した。トレカ・ミルドファイバー(図4a)は均一に分散したが、カーボンフェルト(図4b)は凝集して沈降した。そこで、カーボンフェルトを5%次亜塩素酸ナトリウム溶液に浸漬させ、表面を酸化処理した結果、ナノセルロースゲルに均一に分散した(図4(c))。XPSによりカーボンフェルトの表層状態を調べた結果、表面にNa,Cl,Oなどがみられ、これらが繊維の表面を親水化し、分散したと考えられた(図5)。

このナノセルロースゲルにCu粒子を析出させた複合体のSEM写真を図6に示した。導電カーボン繊維の表層にCuナノ粒子が析出していることが観察され、繊維の表層状態がCu析出に影響していることが示唆された。

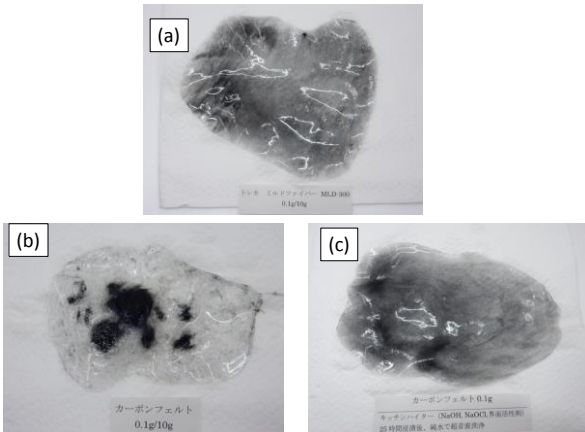


図4 導電カーボン繊維分散ゲル

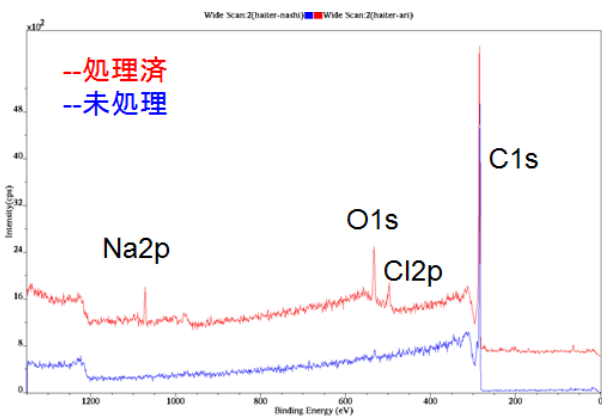


図5 カーボンフェルト表層のXPS

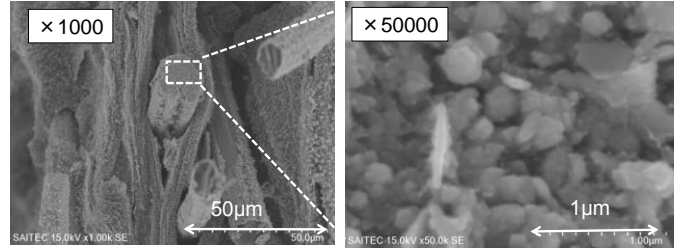


図6 導電カーボン繊維分散ゲル上のCu粒子

3.3 物性評価

電気抵抗率の測定結果を図7に示した。トレカ・ミルドファイバー300およびカーボンフェルトの両者とも添加量の増加に伴い電気抵抗率が低下した。トレカ・ミルドファイバー0.5gの電気抵抗率は $4.0 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ 、カーボンフェルト0.5gの電気抵抗率は $14.2 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、活性炭の電気抵抗率の $1.0 \times 10^0 \Omega \cdot \text{cm}$ と比較すると、約1/250の抵抗率となった。

比表面積測定の結果を図8に示した。Cu粒子を析出させたゲルを測定したところ、 $74 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ であり、活性炭の $400 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ と比較すると1/5の値であった。

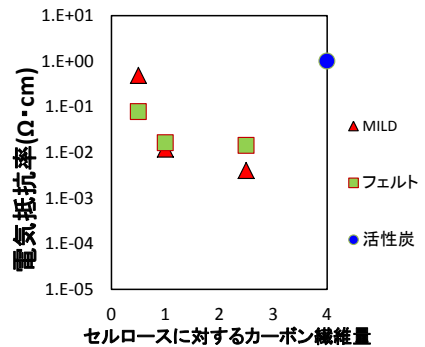


図7 電気抵抗率

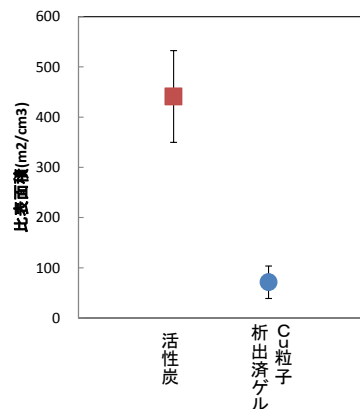


図8 比表面積

4 まとめ

ナノセルロースゲル中における Cu 粒子形成において、Cu めっき液へ PEG を添加することによりゲル中心部まで一様に Cu 粒子が析出した。

5%次亜塩素酸ナトリウムによる表面酸化処理によりカーボン繊維のナノセルロースゲルへの分散を可能にし、高導電性、大表面積を有するカーボン繊維-金属ナノ粒子複合体を作製した。

謝 辞

本研究を進めるに当たり、客員研究員として御指導いただきました空閑重則東京大学名誉教授に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 日立化成テクニカルレポートN0.51,2008-7
- 2) 極少量の単層カーボンナノチューブを添加して作った導電性樹脂、産業技術総合研究所 2011年研究成果一覧
- 3) 空閑重則：無機ナノ粒子-セルロースゲル複合体 およびその製造法 特願 2007-179064
- 4) 日本カニゼン株式会社：
<http://www.kanigen.co.jp/> (2011).
- 5) ISO 15901-1, Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption -Part 1: Mercury porosimetry
- 6) QCM およびエリプソメトリーを用いた添加剤吸着状態の解析、三菱マテリアル株式会社、表面技術協会 第135回年次会 09D-10

普及型水蒸気透過度測定装置の開発

飯塚 真也*¹ 関根 正裕*²

Development of an Automatic Measuring Instrument for Water Vapor Permeability

IIZUKA Shinya*¹, SEKINE Masahiro*²

抄録

カップ法による水蒸気透過度測定技術を基本とする自動水蒸気透過度測定装置の開発を試みた。恒温恒湿容器内に設置された分析用電子天秤の秤量部と直結する試料カップ台に無水塩化カルシウムを詰めて樹脂フィルムを組付けた試験カップを置き、カップ質量を所定時間毎に自動測定することにより、樹脂フィルムの水蒸気透過量を求め、水蒸気透過度を算出した。水蒸気透過度が6.6~3,700 g/(m²・24h)の範囲にある5種類の樹脂フィルムを測定したところ、いずれもJIS Z 0208の測定法と一致した値が得られた。

キーワード：水蒸気透過度，透湿度，カップ法，JIS Z 0208，JIS K 7129

1 はじめに

水蒸気透過度（透湿度）とは、フィルムを透過する水蒸気の質量をその1 m²あたり、1日あたりに換算して g/(m²・24h) の単位で表したものである。食品包装フィルムや電子部材の防湿性、あるいは衣服生地や医療用テープの透湿性など、薄膜材料の性能を定量的に示すパラメータとして利用されている。

JIS Z 0208¹⁾に定められた「カップ法」は最も基本的かつ安価な水蒸気透過度測定方法であるが、1~4日毎にカップを手作業で秤量を行い、測定終了までには1週間~1ヶ月の長い時間を要する。他方、JIS K 7129²⁾に定められた「機器測定法」は短時間測定と自動測定が可能な優れた測定方法であるが、測定機が非常に高価なため³⁻⁵⁾、産業分野における普及は進んでいない。

そこで本研究では、安価かつ短時間で自動測定が可能な水蒸気透過度測定装置を産業界に提供することを目的として、カップ法による水蒸気透過度測定を自動化した測定装置の開発を試みた。

開発にあたり、

1. 安価に製造できる測定装置であること。
2. カップ法で1週間かかる試験片に対してこれを2日以内で測定できること。
3. カップ法と同等の結果が得られること。

の三点を目標とした。

2 実験方法

2.1 恒温恒湿セル

分析用電子天秤の秤量皿上部に、恒温恒湿槽、補助温調室を図1のとおり設置した。各セルの中仕切り部分に小穴を開けて脚長秤量皿を通し、恒温恒湿セル内に置かれたカップを秤量できるようにした。恒温恒湿セル、および恒温セルの内部は40±0.2℃で一定となるようにフィルムヒーター

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当

*² 技術支援室

で加熱制御した。恒温恒湿セル内部には攪拌ファン、温湿度センサ、および後述する湿潤空気の導出入口を備え付けた。

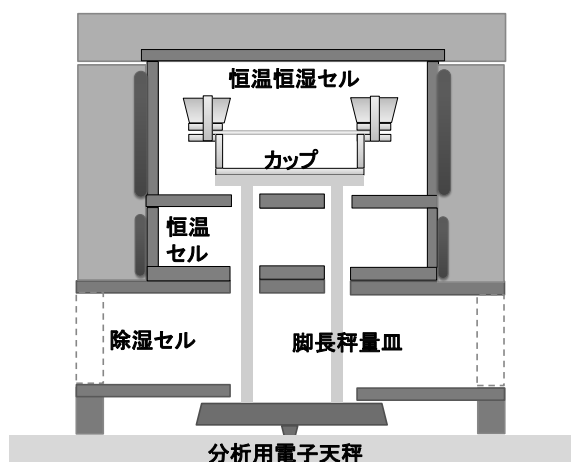


図1 恒温恒湿セルの模式図

2.2 湿潤空気

エアポンプを用いて、一定温度に保持した蒸留水槽内に空気を通過させ、得られた湿潤空気を図1の恒温恒湿セル内へ導入した。温湿度センサで測定した恒温恒湿セル内の相対湿度が $90 \pm 2\%$ となるように、エアポンプ出力をフィードバック制御した。

2.3 制御システム

温湿度測定、攪拌ファン制御、エアポンプ制御、および天秤による秤量は、PCに接続したシングルマイコンボード（Arduino UNO、Arduino SRL社）により一括制御した。温湿度調整操作では、まず、恒温恒湿槽内攪拌ファンとエアポンプを起動し、その後、セル内相対湿度が90%となるようにエアポンプの駆動出力を制御した。所定時間ごとに、攪拌ファンおよびエアポンプを停止させた状態でカップの秤量を繰り返し、カップ質量増加量を求めた。

2.4 試験片

樹脂フィルムとして、ポリエチレンナフタレート（PEN、テオネックス Q51、膜厚 25 μm 、帝人

デュボンフィルム製）、ポリエチレンテレフタレート（PET、ルミラー T60、膜厚 25 μm 、東レ製）、ポリイミド（PI、カプトン 50H、膜厚 12.5 μm 、東レ・デュボン製）、三酢酸セルロース（CTA、高品質アセテートフィルム、膜厚 80 μm 、ホルベイン画材製）、および粘着剤付きポリウレタン（PU、エアウォール、共和製）をそのまま用いた。

2.5 水蒸気透過度測定

JIS Z 0208 に基づいた測定（以下、JIS法）を行った。ただし、水蒸気透過度の大きいCTAおよびPUは、秤量間隔をそれぞれ2時間および1時間とした。

開発した装置による測定（以下、開発法）では、2秤量間のカップ質量増加が0.0200 g以上となるように10分～96時間の範囲でカップ秤量間隔を変動させ、2秤量間の質量増加が5%以内で一定となったところで水蒸気透過度を決定した。

3 結果及び考察

恒温恒湿セル内の温湿度測定結果を図2に示す。セル内は 40 ± 0.2 °C、 $90 \pm 2\%$ RHで一定となり、フィルムヒーターによる加熱制御、およびエアポンプ出力のフィードバック制御によって一定温度・湿度が維持できることが確認された。

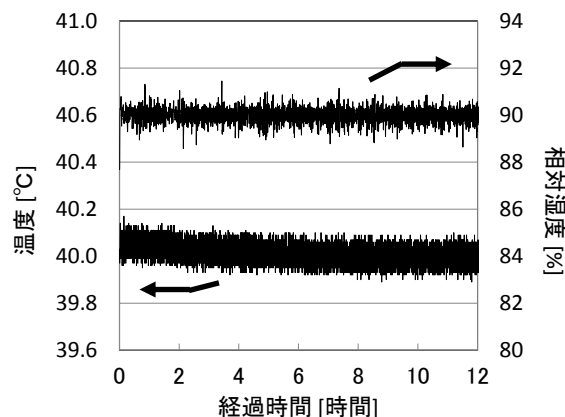


図2 恒温恒湿セル内の温湿度測定結果

40 °C、90% RH に保たれた恒温恒湿セル内に設置された脚長秤量皿の質量経時変化を図3に示す。脚長秤量皿の吸湿、および分析用電子天秤のドリフト等によって測定値は変化したが、その値は±0.0020 g の範囲内に収まり、カップを設置しないゼロ点における安定性が確認された。水蒸気透過度測定時には、図3の変動を考慮して、2秤量間のカップ質量増加量が 0.0200 g 以上となる間隔で秤量を行うこととした。

開発法で PI を測定した際のカップ質量と経過時間の関係を図4に示す。前処理は 1.4 時間、本測定の秤量間隔は 1.5 時間であり、測定開始から 5.9 時間で水蒸気透過度が決定できた。

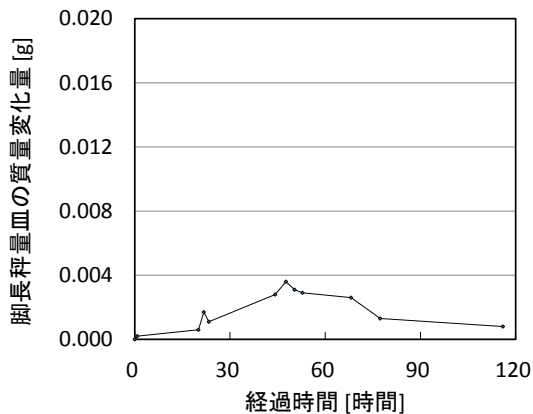


図3 脚長秤量皿の質量変化

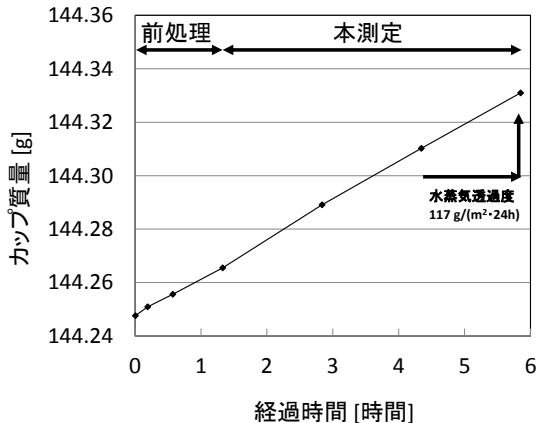


図4 PI を組み付けたカップの質量変化

5 種類の試験片について、開発法および JIS 法で得られた水蒸気透過度、および測定に要した時間を表1に示す。また、開発法および JIS 法による測定値の関係を図5に示す。開発法は、水蒸気透過度 6.6~3,700 g/(m²·24h)の試料に対して JIS 法と同等の結果が得られた。また、開発法の測定時間は、いずれの試料に対しても JIS 法の 1/4 以下となった。

表1 水蒸気透過度および測定時間の比較

試験片	水蒸気透過度 [g/(m ² ·24h)]		測定時間	
	JIS 法	開発法	JIS 法	開発法
PEN	6.6	6.8	8 日	2 日
PET	24.2	24.1	4 日	1 日
PI	113	117	4 日	5.9 時間
CTA	607	594	8 時間	1.4 時間
PU	3660	3780	3 時間	0.6 時間

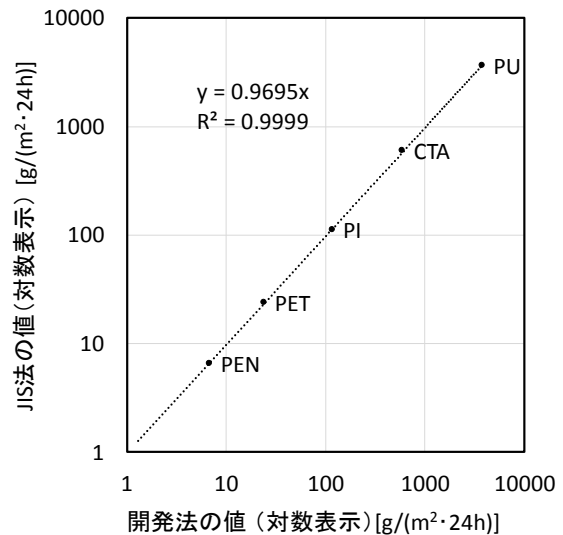


図5 開発法と JIS 法の測定値の関係

JIS 法および開発法におけるカップ秤量間隔の概略図を図6に示す。JIS 法のカップ秤量は、「カップを恒温恒湿槽から取り出し、室温まで冷却し、秤量して、槽内へ戻す」ため、一連の作業に 15 分程度を要する。この間にカップ周辺の温度および湿度が変動して測定誤差につながるた

め、この誤差が無視できるように透過時間を24時間(≒1500分)以上とする必要がある⁶⁾。一方、開発法のカップ秤量は15秒程度と極めて短く、秤量中も環境中の温度および湿度はほぼ変動しないため、JIS法のような長期の透過時間を必要としない。したがって、試験片の水蒸気透過度に合わせて秤量間隔を調整でき、質量変化が計測できる範囲で測定時間の短縮が可能になるものと考えられる。

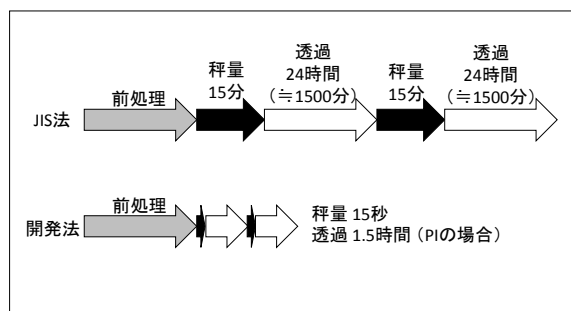


図6 秤量間隔の概略図

4 まとめ

カップ法の測定作業を自動化することで、開発目標を達成する水蒸気透過度測定装置が得られた。本研究の成果は技術指導等を通して企業へ提供し、産業支援へ繋げるものとした。

参考文献

- 1) JIS Z 0208:1976 防湿包装材料の透湿度試験方法 (カップ法)
- 2) JIS K 7129:2008 プラスチックフィルム及びシート-水蒸気透過度の求め方 (機器測定法) ISO
- 3) Lissy L80-5000, Systech Illinois
<https://www.systechillinois.com>
- 4) PERMATRAN-W® Model 3/33, MOCON
<http://www.mocon.com>
- 5) GTR-30X, GTR テック
<http://www.gtr-tec.com>
- 6) ASTM E96 / E96M - 16 Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials.

新たな車椅子強度基準の提案

香西良彦*¹ 佐藤宏惟*² 増淵維摩*³ 半田隆志*⁴

Development of a New Strength Criterion for Wheelchairs

KOZAI Yoshihiko*¹, SATO Hirotsada*², MASUBUCHI Yuma*³, HANDA Takashi*⁴

抄録

車椅子の強度はJIS等により規定され使用者の安全が図られているが、キャスタアップ動作時に背もたれが破損する事故が臨床現場で起きている。そこで本研究では、キャスタアップ動作時における車椅子の耐久性の検証をおこなった。その結果、JISに規定された手押しハンドルを水平に引く方法よりも、手押しハンドルを下方に押す方法の方が車椅子にかかる負荷が大きいことが判った。このことよりキャスタアップ試験においては、下方に押す方法での耐久試験も追加する必要があると考える。

キーワード：車椅子，負荷計測，ひずみゲージ，キャスタアップ

1 はじめに

車椅子は自力での移動が困難な障害者や高齢者の生活を補佐する重要な機器である。その強度はJISや厚生労働省基準（座位保持装置部品の認定基準及び基準確認方法（改訂2版））により規定されている。しかし、これらの規格を満たした車椅子において、キャスタアップ動作時に車椅子の背もたれが破損する事故が臨床現場で起きている。現在、JIS T 9201:2016 手動車いす¹⁾に、キャスタアップ時の負荷を想定した耐久試験であるキャスタアップ繰返し試験が記載されている。ここでキャスタアップする方法として、手押しハンドルを水平に引くよう規定されているが、実際には車椅子の手押しハンドルに体重をかけて押すなど異なる方法でキャスタアップする者も多いという報告もある。

そこで本研究では、キャスタアップの方法として、水平方向に引く方法だけでなく、45° 方向に引く、下方に押すという方法も想定し、キャスタアップ繰返し試験の試験方法に関して、より実用性の高い試験方法の提案を行うことを目的とした。

2 実験方法

2.1 キャスタアップ試験

ISO 用ダミー（75.4kg）を乗せた車椅子にひずみゲージ（共和電業製 KFG-5-120-C1-11L1M2R（ゲージ長 5mm、ゲージ抵抗 $120.4 \pm 0.4 \Omega$ 、ゲージ率 $2.14 \pm 1.0\%$ ））を貼付し（図 1、2）、キャスタアップ時における、ひずみ量（ μST ）を計測した。キャスタアップはティッピングレバー（介助者が足で踏んで前輪を持ち上げるためのもの、位置は図 1、2 参照）を足で押さえた状態で、①手押しハンドルを水平方向に引く、②45° 方向に引く、③ティッピングレバーには触れずに手押しハンドルに体重をかけて下方に押す、という 3 種類の方法で行い、それぞれ 3 回繰り返した。ひずみゲージの出力は計測ユニット（NR-ST04 キーエンス製）

*¹ 技術支援室 電気・電子技術担当

*² 技術支援室 機械技術担当

*³ 事業化支援室 事業化支援担当

*⁴ 技術支援室 戦略プロジェクト推進担当

を用いて1秒間あたりにつき100回コンピュータに保存し、解析を行った。また、試験風景はビデオカメラ（HC-W580M パナソニック製）にて試験経過を撮影した。

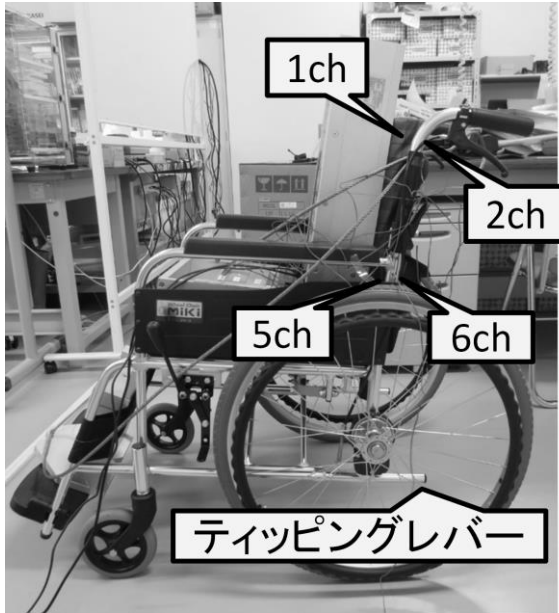


図1 ひずみゲージ貼付位置（左側面）

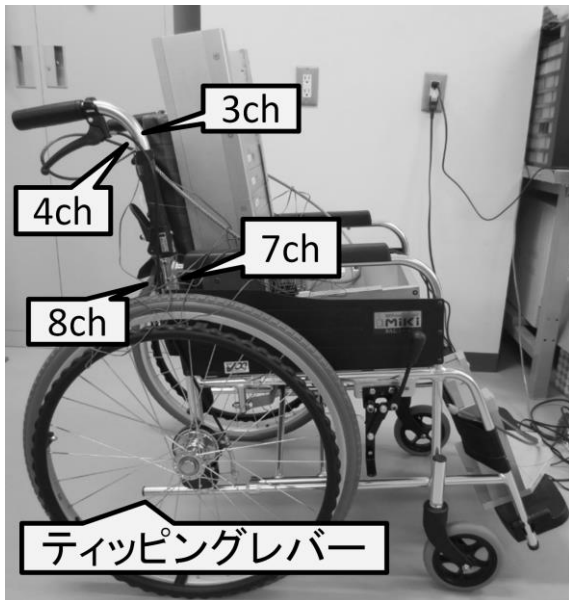


図2 ひずみゲージ貼付位置（右側面）

3 結果及び考察

3.1 キャスタアップ試験

それぞれのキャスタアップ方法でのひずみ量は図3~5のとおりであった。なお、正の値はひずみゲージが伸展、負の値は圧縮したことを意味する。

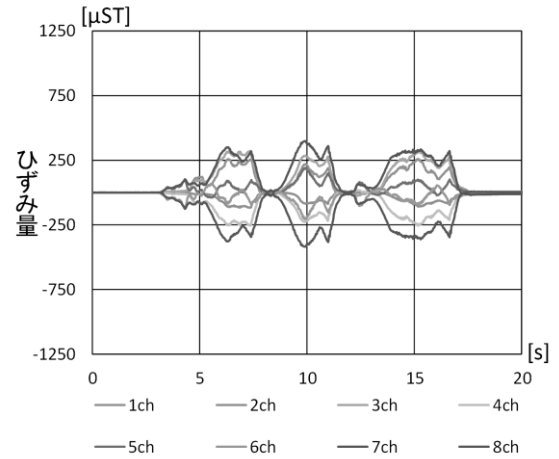


図3 水平方向に引いた時のひずみ量
(各chの貼付位置については図1、2参照)

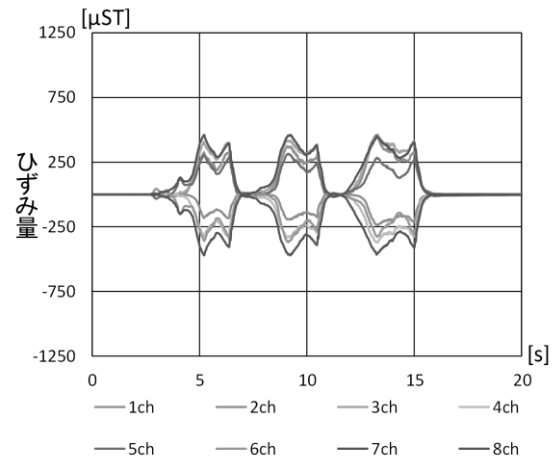


図4 45°方向に引いた時のひずみ量
(各chの貼付位置については図1、2参照)

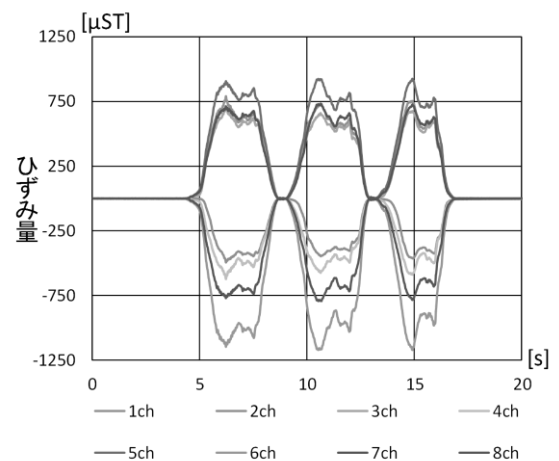


図5 下方に押した時のひずみ量
(各chの貼付位置については図1、2参照)

最大のひずみ量は手押しハンドルを下方に押し
た時の6chの1171.9 μ STであった。この結果より、
手押しハンドルを水平に引く方法よりも体重をか
けて下方に押す方法の方が車椅子の背もたれの部
位への負荷は高いことが判った。また、ビデオカ
メラでの撮影動画より、最もひずみ量が大いのは
キャストが浮く瞬間であることが確認できた。

4 まとめ

JIS T 9201:2016 手動車椅子¹⁾におけるキャスト
アップ試験では、手押しハンドルを水平に引く方法
が規定されているが、手押しハンドルを下方に押す
方が車椅子への負荷は高く、実際にも行われるこ
とも多いことから、下方に押すキャストアップも試
験に追加する必要があると考える。

今回の研究では、ひずみ量を比較することでキャ
スタアップ方法の検証を行ったが、今後は引張り荷
重についても正確なデータを計測し、構造解析シミ
ュレーションを行う。

謝 辞

本研究を進めるに当たり、客員研究員として御
指導いただきました財団法人日本車椅子シーティ
ング財団の廣瀬秀行代表理事に感謝の意を表しま
す。

参考文献

- 1) JIS T9201:2016 手動車いす

熱分解GC/MSを用いた微量付着物質の定性分析

— 包装材に印刷された塗料の分析 —

熊谷知哉*

Qualitative Analysis of Trace Pollutant using Pyrolysis GC/MS

— Paint on packing material —

KUMAGAI Tomoya*

抄録

樹脂等に付着した微量物質に対する定性分析手段について検討した。樹脂に付着したインクを樹脂ごと採取し、熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置を用いて求めたクロマトグラムと樹脂のみのクロマトグラムを相互減算することにより、インクに由来する数本のシグナルを抽出した。これらのシグナルを指標として、異なるインクを識別できた。本方法は、包装材や樹脂材に付着した異物等の定性分析に応用可能である。

キーワード：熱分解GC/MS，微量付着物質，定性分析

1 はじめに

製品に付着した汚れや異物の分析に関する技術相談がしばしば寄せられる。赤外線分光分析等の直接分析で解決できない場合、ガスクロマトグラフ装置(以下:GC)や液体クロマトグラフ装置等を用いた分離分析を検討するが、付着物が微量な場合、製品から抽出して分析するのは難しい。

そこで、固体試料を熱分解し、直接GCに導入し質量解析を行うことのできる熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置(以下、Py-GC/MS)を用いて、最小限の前処理により微量な付着物の定性分析が可能かどうか検討した。分析の一例として、包装材に塗布されたインクを挙げ、種類の異なるインクに由来するシグナルの抽出、さらにこれらのシグナルを指標としたインクの識別の可能性について検討した。

2 実験方法

2.1 測定装置

四重極空間飛行時間型ガスクロマトグラフ質量分析装置(Agilent社製GC-QTOF7890/7200)に、マルチショットパイロライザ(Frontier-lab社製MODELEGA/PY-3030D)を搭載し測定に用いた。

2.2 測定手順

2.2.1 試料

樹脂として、外装部材や包装材に多用されるABS樹脂、PE樹脂を選んだ。

樹脂試料として、ナイフで各樹脂を0.5mg(±50%)採取した。各樹脂に市販マジックインク

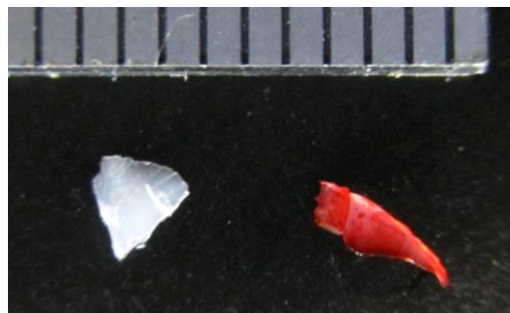


図1 試料外観(左:樹脂のみ、右:インク塗布)

* 技術支援室 化学技術担当

にて異なる色のインク（赤、黒）を付着させた試料、金属片に各インクを付着させた試料（即ち、インクのみを測定対象とした試料）を熱分解ガスクロマトグラフ試験に供した。

図1にPE樹脂のみの試料、赤インクを塗布した試料の外観を示した。

2.2.2 Py-GC/MS 条件

パイロライザーによる加熱は、炉内温度 350℃ に固定した炉内に、専用カップに含ませた検体を投下するシングルショット方式とした。投下後 3min 後に炉内温度を降下させた。クロマトグラフの測定条件は表1に従った。

表1 クロマトグラフ測定条件

＜気化室＞	
温度 300℃	スプリッド比:400:1
＜カラム＞	
DB-1ms	内径 0.25mm×長さ 30m×膜厚 0.25µm
温度	: 40 °C(0 min) -20°C/min→320 °C(10 min)
キャリアガス	: He、カラム流量: 2.0mL/min
＜検出器＞	
TOF (シングル MS モード)、イオン化法: EI	

2.2.3 データ解析

データ解析には、Py-GC/MS 制御ソフトに付属

の Agilent Masshunter Qualitative Analysis B.07.00 を用いた。

樹脂+インクのクロマトグラムから樹脂のみのクロマトグラムを縦軸に沿って差し引くことにより差分データを描き、インク成分に由来すると予測されるシグナルを抽出した。

抽出されたシグナルがインク成分に由来するものであることを確認するため、差分データとインクのみクロマトグラムを比較した。

比較するに当たり、質量スペクトルのライブラリ検索による成分の推定も適宜行った。

3 結果及び考察

3.1 樹脂表面に塗布したインクの分析

図2にABS樹脂と赤インクの組み合わせによる実験結果を示した。ABS樹脂のみのクロマトグラムでは測定時間（以下:RT）8.4min から 16.4min の間に数多くの明瞭なシグナルが検出された。これらはパイロライザーでの温度 350℃加熱によるABS樹脂からの熱分解生成物に由来するシグナルと考えられた。ABS樹脂+赤インクのクロマトグラムは樹脂のみの結果とは見分けのつかないほどにパターンが類似していたが、ABS樹脂のみの結果を差し引いた差分データでは、RT:13.2min、13.4min、16.2min にシグナルが抽出された。（図中矢印↓で示唆）、赤インクのみクロマトグラ

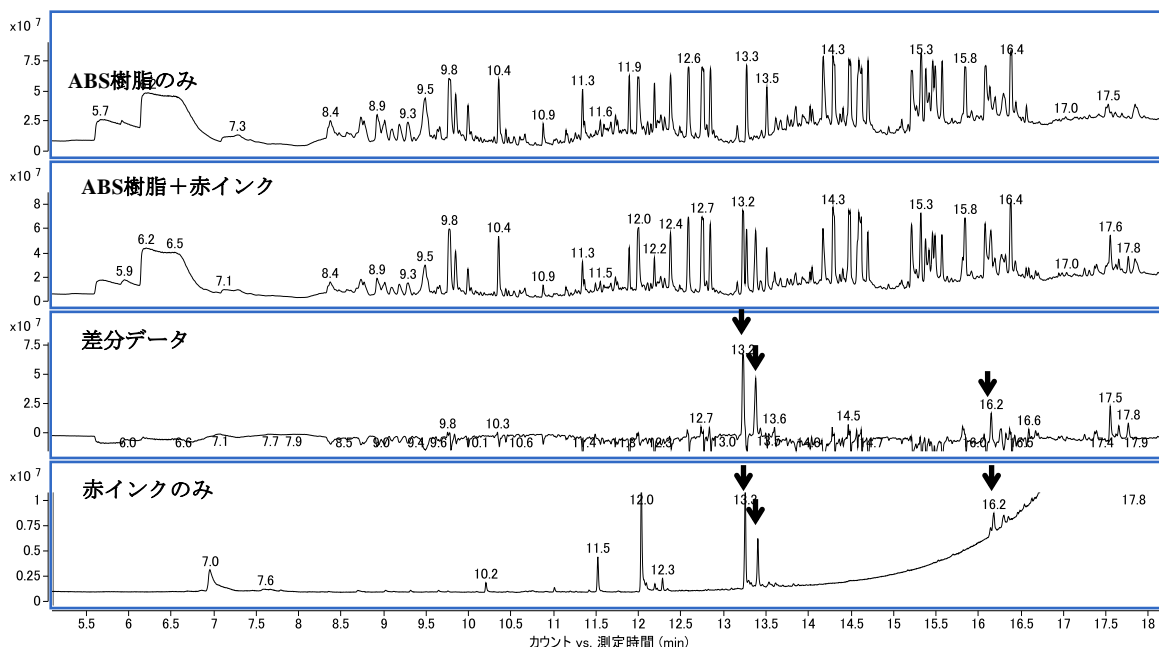


図2 クロマトグラム（上から ABS 樹脂のみ、ABS 樹脂+赤インク、差分データ、赤インクのみ）

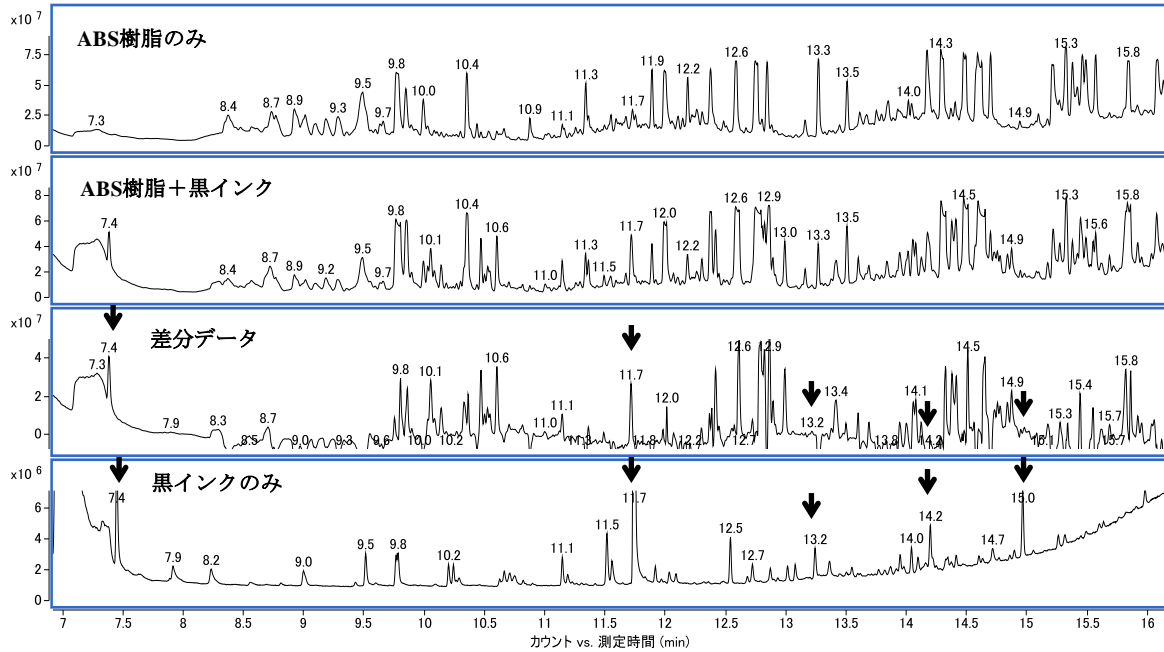


図3 クロマトグラム（上からABS樹脂のみ、ABS樹脂+黒インク、差分データ、黒インクのみ）

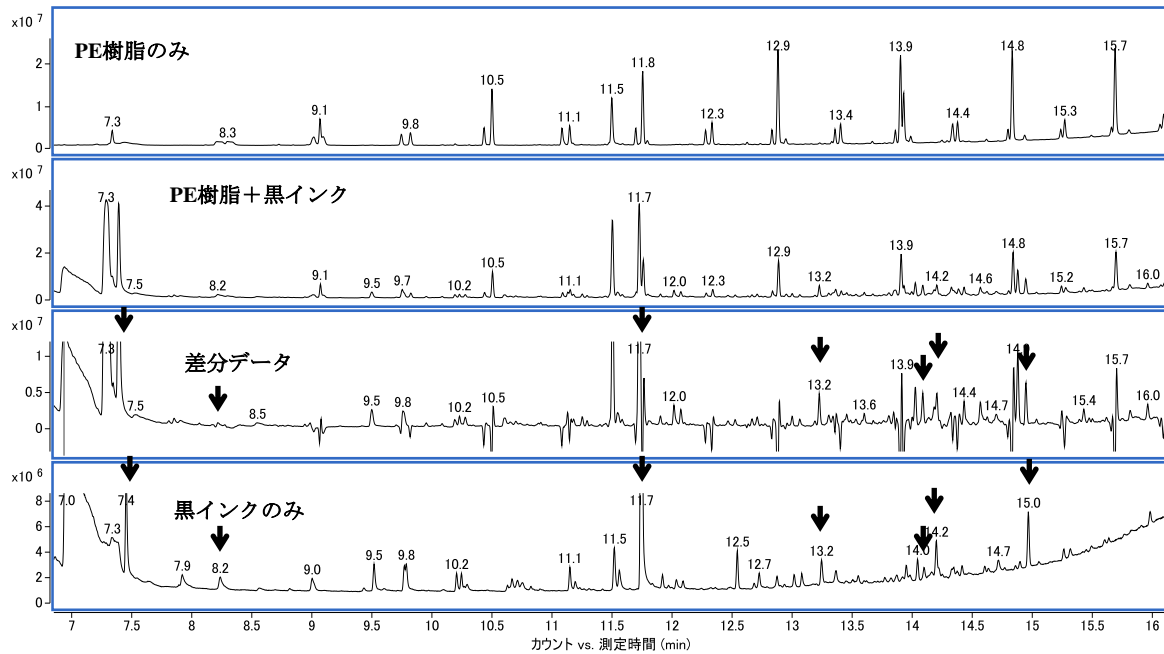


図4 クロマトグラム（上からPE樹脂のみ、PE樹脂+黒インク、差分データ、黒インクのみ）

ムにおいても RT:13.3min、13.4min、16.2min でシグナルが検出されることから、抽出シグナルは赤インクの成分またはその熱分解生成物に由来するシグナルと考えられた。

図3に、ABS樹脂と黒インクの組み合わせによる実験結果を示した。ABS樹脂+黒インクの結果からABS樹脂のみの結果を差し引いた差分データで RT:7.5min、11.7min、13.2min、14.2min、

15.0min に抽出されたシグナルは、黒インクのみのクロマトグラムにおいても検出されることから、これらは黒インクの成分またはその熱分解生成物に由来するシグナルと考えられた。

図2（赤インク）と図3（黒インク）の差分データを比較したところ、図3の RT:13.2min 以外のシグナルは図2では認められなかった。従って本方法によりABS樹脂に付着した2色のインクを

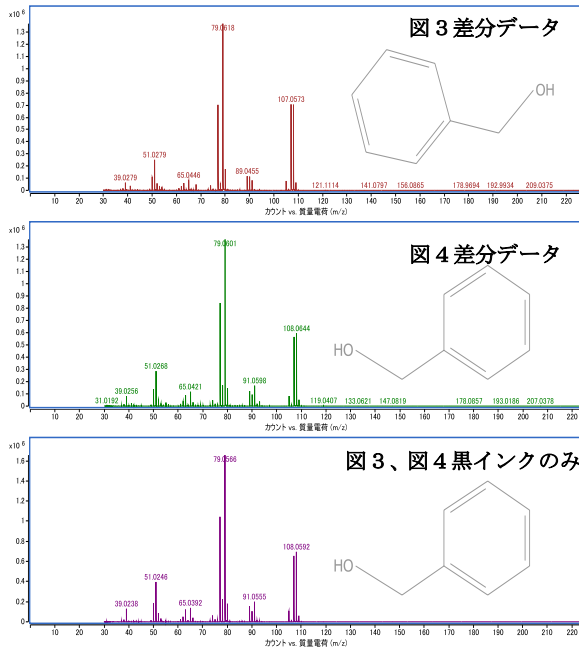


図5 RT7.5minの質量解析結果(上から図3差分データ、図4差分データ、黒インクのみ)

識別できることが判った。

図4に、PE樹脂と黒インクの組み合わせによる実験結果を示した。PE樹脂のみのクロマトグラムでは、RT:7.3min以降に概ね等間隔でシグナルが認められ、パイロライザーでの加熱でPE樹脂の熱分解が徐々に起こり、炭素数の異なる炭化水素類が検出されたものと推定された。PE樹脂

+黒インクの結果からPE樹脂のみの結果を差し引いた差分データで、RT:7.5min、8.3min、11.7min、13.2min、14.1min、14.2min、15.0minに抽出されたシグナルは、黒インクのみクロマトグラムにおいても同じRTで検出されることから、これらは黒インクの成分またはその熱分解生成物に由来するシグナルと考えられた。

以上の結果から、PE樹脂上の黒インクについても識別して検出することが可能なことが示された。

図3の差分データ、図4の差分データ及びピインクのみクロマトグラムにおいてそれぞれ検出されたRT:7.5minのシグナルについて質量解析とライブラリ検索を行った。その結果、いずれのクロマトグラムのシグナルについても、図5に示すベンジルアルコールが最も可能性の高い成分として示唆され、インク由来の同様の成分によるシグナルであることが確認できた。

3.2 包装材料印刷面の分析

図6に包装材料に対する実験結果を示した。印刷のない部分についてのクロマトグラムでは、図4に示したPE樹脂のみのクロマトグラムと同様のパターンでシグナルが検出され、包装材料がPE樹脂製であることが再確認できた。印刷面につい

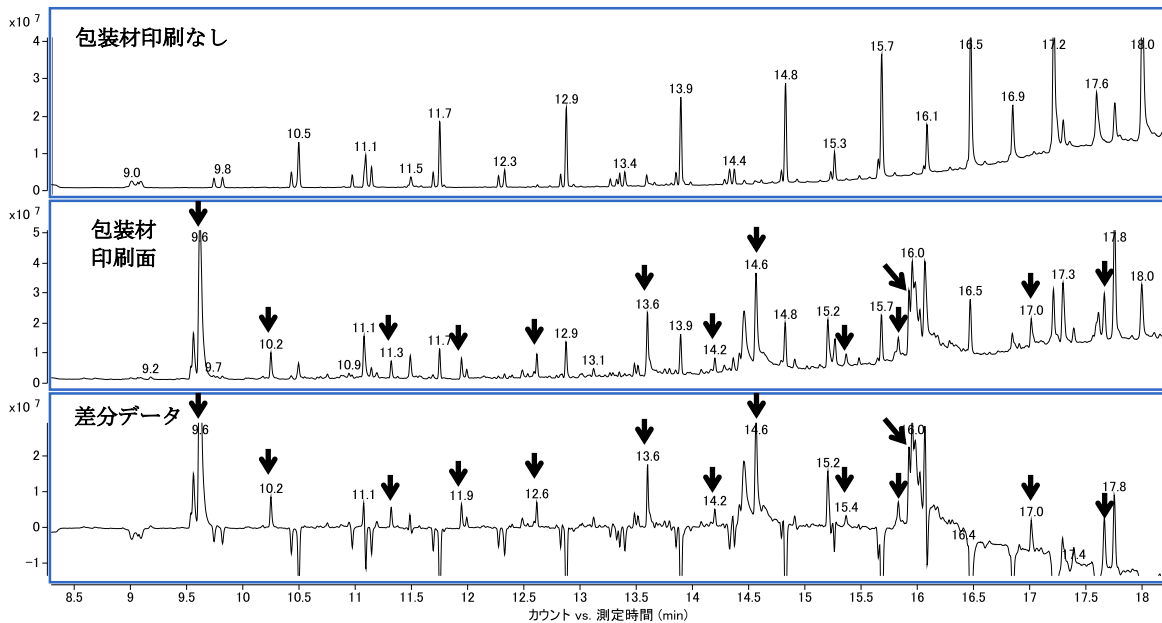


図6 クロマトグラム(上から包装材料印刷なし、包装材料印刷面、差分データ)

てのクロマトグラムから印刷の無い部分のクロマトグラムを差し引いた差分データでは、RT:9.6min、10.2min、11.3min、11.9min、12.6min、13.6min、14.2min、14.6min、15.4min、15.8min、15.9min、17.0min、17.7min にシグナルが抽出された。そのうちいくつかのシグナルについて、図5と同様の質量解析とライブラリ検索を行ったところ、蛍光染料に多用されるオキサジン類 (RT:11.9min) や、コーティング用エマルジョンとして用いられる脂肪酸アミド類 (RT:17.0min) の存在が示唆された。

以上の結果から、包装材の印刷面のクロマトグラムから、印刷の無い部分のクロマトグラムを差し引いた差分データには、包装材表面に付着した印刷インクに由来するシグナルが抽出されているものと推定された。

4 まとめ

(1) 樹脂材の表面上に塗布したインクの分析

樹脂ごと採取したインクを Py-GC/MS により測定したクロマトグラムから、樹脂のみのクロマトグラムを差し引くことにより、インクに由来するシグナルを抽出でき、インクの種類も可能であった

(2) 包装材印刷面の分析

(1)と同様に、包装材表面上の印刷成分に由来すると考えられるシグナルを抽出できた。

新機構を用いた超高分解能リニアモータの実用化に関する研究

荻野重人* 徐世傑**

Development of a Hi-driving-force Linear Motor using a Progressive Mechanism

OGINO Shigeto*, Chee Sze Keat**

抄録

様々な技術の進歩により、精密位置決め技術も身近な技術となっており、簡素でコンパクトな高分解能リニアモータが望まれている。このような背景から、昨年度までリニアモータの試作開発を行ってきた結果、基本原理・前進後進動作および一定の性能は確認している。そこで、実用化を目指すため簡素化・コンパクト化を主眼に置いた、新たな試作機を製作し動作確認と性能試験を行った。昨年度までの試作機に動作機構の変更を加えたので、前進・後進共に安定動作をすることができた。推進力15N・保持力20Nとなり、推進速度は1.5mm/sを得ることができた。

キーワード：リニアモータ，アクチュエータ，高推力，ピエゾ

1 はじめに

精密位置決め技術は、工作機械・測定機・半導体製造装置等になくはならないものであり、我が国のものづくりを根底から支えている技術である。その中でも、我が国の超精密位置決め技術は世界をリードしており、「技術立国日本」の牽引役となっている。

その中で、近年のハイテク機器用部品の生産技術やナノテクノロジー研究開発の進展にともない、ナノメータ位置制御の必要性はますます高まっている。また、これまでは高精度を得るために剛性を高めた大型装置を用いていたが、装置を小型にして装置変形の絶対量を減少させる手法が認識されつつある。これらのことから、高分解能かつ小型化に有利なピエゾ素子が増え重要性となり、高付加価値製品を生み出す製造・検査・分

析機器には欠かせない存在となっている¹⁾。

ピエゾ素子に利用されているチタン酸バリウムやチタン酸ジルコン酸鉛は、圧力を加えると電圧を発生する圧電機能をもっており、点火器やマイクロホンなどに使われている²⁾。反対にピエゾ素子は、電界を印加して圧電体を変形させる逆圧電効果を利用しており、高分解能を生かした微小駆動用アクチュエータとして利用されている。しかし、ストロークが数十 μm と小さく、そのままでは使用用途は限られていた。

ピエゾ素子を使った、ストロークを大きくする技術として、インパクトドライブモータがある^{3),4)}。これは、微小ステップずつの自走機構であり、ピエゾ素子の急速変形に伴う慣性力の反作用と摩擦との差異を利用することによって、微小距離の移動を得るものである。これは、簡単な機構で微小ステップ駆動することが可能なため、近年、多くの企業で研究開発が行われ、実用化したものも出てきている⁵⁾。

* 事業化支援室 製品開発支援担当

** 有限会社メカノトランスフォーマー

しかし、このタイプのモータは、一般的に推力が不足している。 piezo素子は発生応力が大きく、800N^①にも及ぶが、インパクトドライブモータに使われている piezo素子は、多くは 1mm 以下の厚さで、なおかつ、摩擦ホールドしている軸をスライドしながら動作するもので、仕組み上、大きな推力を得ることができない。このことが、利用用途を限定する要因となっていて、普及の足かせとなっている。

また、高推力のリニアアクチュエータとして、インチワーム機構が広く知られている。インチワーム機構は、尺取り虫 (inch worm) が移動するように、微小距離ずつ移動する機構である。 piezo素子などの微小変位が得られる固体素子の両端にクランプ機構を取り付ける。クランプ機構のクランプと解除と固体変形素子の伸縮を順に繰り返すことによって、固体変形素子の伸縮量に相当する微小距離ずつのステップ移動を連続して得ることができる⁷⁾。

このインチワーム機構は、高推力が利点ではあるが、3つのアンプを用い3つの piezo素子を複雑なシーケンスで制御する必要がある。このため数百万円もする非常に高価なものとなっている。

そこで、 piezo素子を2本しか用いることなく、大きな発生力をダイレクトに推力とする、新しい機構のリニアモータを開発する。そして、実用化をにらみ簡素・コンパクトな実用的超精密位置決め用リニアモータとする。

2 実験方法

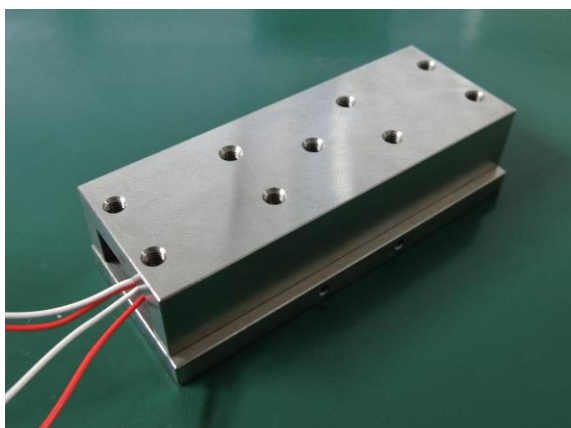


図1 試作リニアモータ

図1に試作したリニアモータを示す。また、本モータの動作原理を図2に示す。上下にレール (壁) があり、これに突っ張ることにより支える構造である。① (赤) の piezo素子をはじめに伸ばすと、素子は両端に伸びようとする。しかし、両端にあるくさびブロックは、左端はくさびが利く方向であるので動作できず、右端はくさびが解除される方向であるので、伸びることができる。②続いて、 (白) の piezo素子は隙間を埋めるように伸びる。③ (赤) の piezo素子の両端が縮もうとするとするが、右端はくさびが利く方向であるので動作できず、左端はくさびが解除される方向であるので縮むことができる。④続いて、 (白) が隙間を埋めるように縮む。⑤これにより、1ステップ右に動作したことになる。これを繰り返すことにより、連続して右に進むことができる。

左方向に進みたい時は、 (白) の piezo素子を先に伸ばすことにより、左側に進むことができる。

それぞれの piezo素子への入力電圧は、0V→150V の正弦波であり、それぞれの位相差は 90°で行う。

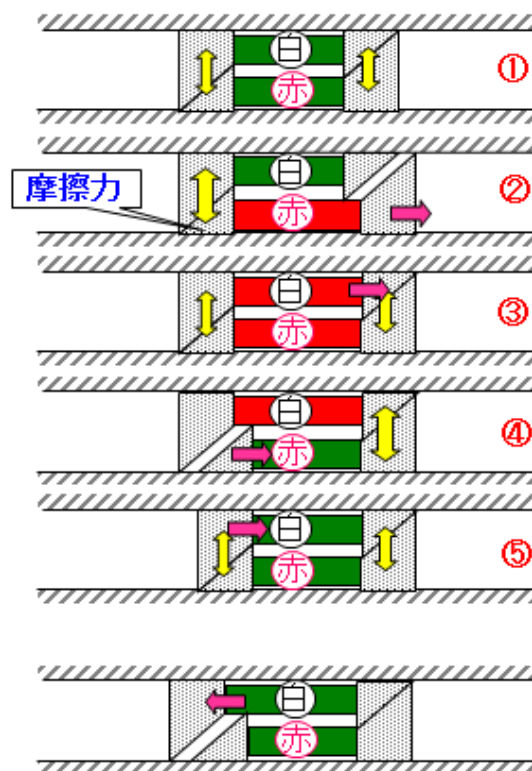


図2 動作原理

2.1 ステップ動作の確認

本モータはより確実な「くさび効果」を得ようと、前年度までの試作機のくさび角度 76°を 82°に変更した。この試作機を用い、1Hz の正弦波電圧 (0V→150V) を位相差 90°で入力し、その時の変位量をレーザー変位計により行った。本リニアモータの1ステップにおける前進・後進動作の確認を行った。

<レーザー変位計>

コントローラ：パナソニック社製 HL-C2C

測定ヘッド：パナソニック社製 HL-C203B-MK

2.2 往復動作の確認

10Hz の正弦波電圧 (0 V→150V) を位相差 90°で入力し、3 秒ごとに前進・後進の切り替えを行った。変位量をレーザー変位計により計測した。

2.3 推進速度の計測

本リニアモータはよりコンパクト化を目指し、昨年度までのピエゾ素子長 40mm を 20mm に変更した。この試作機に 200Hz の矩形波電圧 (0V→150V) を入力し、レーザー変位計とデータレコーダーを用いて計測した。データレコーダーの横軸は時間、縦軸はレーザー変位計出力なので、「レーザー変位計出力/時間」により速度を算出した。

<データレコーダー>

日置電機社製 MEMORY HiCORDER 8826

2.4 推力・保持力の測定

試作機に 50Hz の矩形波電圧 (0V→150V) を入力した。その時の推力を、フォースゲージにより計測した。また、保持力は無通電状態時にフォースゲージで引張り、モータが保持できなくなった時にフォースゲージが示している値を読み取っ

た。

<フォースゲージ>

アイコーエンジニアリング社製

Digital Force Gage SX-5

3 結果および考察

3.1 ステップ動作の確認

結果を「変位量-時間」グラフ 図3に示す。前進・後進共に約 7 μ m の階段状となった。前進・後進のステップに1ステップ分のずれが見られるが、反転タイミングにより反転1サイクル目のステップ量が多くなることがあることによる。1ステップ目以降はステップの安定が見られる。

図3の様に、1Hz の低速動作でも前進・後進ともに1ステップごとに確実に動作していることが分かる。前年度までの試作機のくさび角度 76°を本モータでは 82°へ変更したことにより、ステップの安定性が向上した。

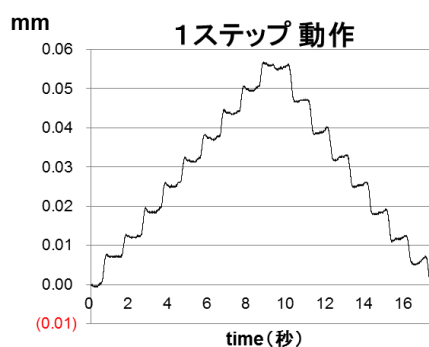


図3 1ステップ動作確認

3.2 往復動作の確認

結果を図4に示す。3秒間の間に、前進・後進共に 0.21mm 程進んでいる。前進・後進の推進量がほぼ同じ結果となった。210 μ m/(3秒×10Hz)=7となるので、10Hz においても1ステップの推進量は約 7 μ m であることが分かった。

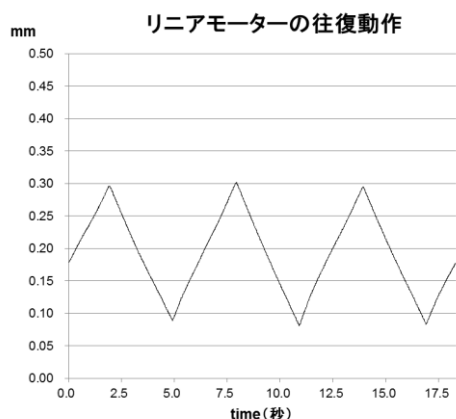


図4 10Hzにおける往復動作

3.3 推進速度の計測

試作機の推進速度は、1.5mm/s であった。昨年度までの試作機に使用していたピエゾ素子の長さは、40mm であった。本リニアモータのピエゾ素子は 20mm のものを用いており、同性能であれば速度は半減する。よって、昨年度の試作機の換算スピードは 1.8mm/s となる。実質的な速度でも昨年度に達していないが、昨年度までの8割以上に達しているため、実用上問題はないと考えられる。

3.4 推力・保持力の測定

推力は 15N、保持力は 20N となった。推力・保持力は本リニアモータと進行レールとの摩擦に依存する。推力<保持力となっているのは、これらの摩擦力の違いによるものだと考えられる。

保持力は、静止状態なので、摩擦力は静止摩擦係数により計算される。一方、本リニアモータの推力は、保持状態ではなく作動状態なので、動摩擦係数により計算される。一般に、動摩擦係数は静止摩擦係数と比較して 50%以下になってしまうので、このような結果になったと考えられる⁸⁾。

4 まとめ

(1) 試作したリニアモータの性能結果

性能試験結果を表1にまとめる。保持力は目標

を達成し、推進速度・推進力も8割の達成度である。

表1 性能実測値

	目標値	実測値
推進速度	1.8mm/s	1.5mm/s
推進力	20N	15N
保持力	20N	20N

(2) 今後の展開

試作したリニアモータは、目標位置まで推進して行き、最後はピエゾ素子の伸縮により微調整ができるようになっている。ピエゾ素子の分解能は電源の分解能となるので、電源さえ高分解能であればピエゾ素子の分解能もサブナノメートルオーダー以下とすることができる。

しかし、「分解能=位置決め精度」ではないので、用途によっては、「位置決め精度」を追求していく必要がある。位置決め精度を上げるためには、位置センサによるフィードバック制御が必須であり、その代表的なものは、リニアエンコーダである。リニアエンコーダは、分解能 0.1mm 以上の粗領域から 1nm 以下の超微細領域までの位置決め・測定に応用されている⁹⁾。今後は、リニアエンコーダを搭載しフィードバック制御を行い、位置決め精度の向上を検討する。

構造の簡素化・コンパクト化をはかり一定の性能を得ることができたので、今後は実用化に向けて商品化試作機を製作していきたい。

5 謝辞

本研究は、平成 28 年度に公益財団法人 JKA の「公設工業試験研究所等における共同研究補助事業」(オートレースの補助、28-98)を受けて実施したものです。

参考文献

- 1) 実用 精密位置決め技術事典 編集委員会：実用精密位置決め技術事典，株式会社産業技術サービスセンター，(2008)211
- 2) 通産資料調査会：実用新素材技術便覧，株式会社マイガイア，(1996)21

- 3) マイクロアクチュエータ研究会：マイクロをめざすニューアクチュエータ，株式会社工業調査会，(1994)49
- 4) (社)精密工学会 超精密位置決め専門委員会：実用 精密位置決め技術事典，株式会社フジテクノシステム，(2000)393
- 5) テクノハンズ株式会社，
<http://www.technohands.co.jp/>，2011.3.22
- 6) 荻野重人，浅海暁：高分解能アクチュエータ用高剛性変位拡大機構の開発，埼玉県産業技術総合センター研究報告，**7**，(2009)96
- 7) (社)精密工学会 超精密位置決め専門委員会：次世代精密位置決め技術，株式会社フジテクノシステム，(2000)389
- 8) 荻野重人，浅海暁：ピエゾ素子を用いた高推力リニアモータの開発，埼玉県産業技術総合センター研究報告，**11**，(2013)
- 9) 荻野重人：高分解能高推力リニアモータの開発，埼玉県産業技術総合センター研究報告，**9**，(2010)63

【問い合わせ先】



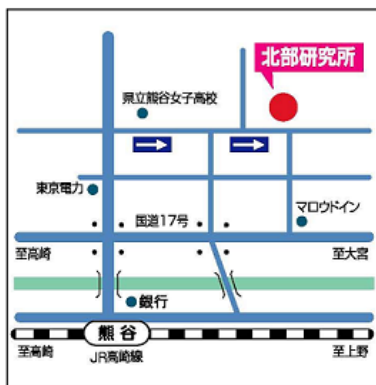
埼玉県産業技術総合センター

〒333-0844

埼玉県川口市上青木 3-12-18

TEL 048-265-1311

FAX 048-265-1334



埼玉県産業技術総合センター

北部研究所

〒360-0031

埼玉県熊谷市末広 2-133

TEL 048-521-0614

FAX 048-525-6052

平成28年度 埼玉県産業技術総合センター研究報告 Vol.15

平成30年1月発行

発行：埼玉県産業技術総合センター
〒333-0844 埼玉県川口市上青木 3-12-18
TEL 048-265-1311 (金・繰越 金) FAX 048-265-1334
URL <http://www.saitec.pref.saitama.lg.jp/>

無断複写・転載を禁じます