# 山形県工業技術センター報告

## REPORTS OF YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

No. 46 (2014)

山形県工業技術センター

YAMAGATA RESEARCH INSTITUTE OF TECHNOLOGY

論	文
ねず	み鋳鉄の肉厚感受性に及ぼす合金元素の影響
機械	n工による微細構造光学素子用金型の開発
ポリ	乳酸樹脂の固化挙動分析
平面	デージを用いた画像処理による高精度寸法計測システムの開発

目 次

# CONTENTS

## Papers

Influence of alloying elements on mass effect of gray cast iron 1 Toshiro MATSUKI Tomoki FUJINO Shuhei MURAKAMI Hitoshi GOTO

Thermal transition analysis of poly lactic acid classified in crystalline resin<sup>11</sup> Kiichi GOTO

Development of Image Correction System using Optical Grid for Precise Measurement 15 Shunsuke KONNO

Abstracts 19

## ねずみ鋳鉄の肉厚感受性に及ぼす合金元素の影響

【自動車キーテクノロジー支援研究開発事業】

松木俊朗 藤野知樹 村上周平 後藤仁

Influence of alloying elements on mass effect of gray cast iron.

Toshiro MATSUKI	Tomoki FUJINO	Shuhei MURAKAMI	Hitoshi GOTO

#### 1 緒 言

ねずみ鋳鉄(片状黒鉛鋳鉄,FC)は,鋳造性 や機械加工性が良く,振動減衰能が高い <sup>1)</sup>こと などから,一般機械部品等に多用されている。 しかし,FC は同一の溶湯により鋳造しても厚 肉部ほど強度が低下する「肉厚感受性」が高い (大きい)ことが知られている<sup>2)</sup>。そのため,

製品を設計する際には、この性質を十分考慮す る必要がある。FC の肉厚感受性を低減するこ とができれば、設計における自由度が向上する とともに、実体強度の保証の観点からも有益と 考えられる。しかし、肉厚感受性に関する研究 例 <sup>3</sup>は少ない。

一般に, FC の強度は基地組織の連続部分の面 積に基地組織の強度を乗じたものとされている 4)。基地組織の連続部分の面積は黒鉛組織(量, 形状)によって決まり,炭素,けい素量や溶湯処 理(接種)が影響すると考えられる。基地組織の 強度はパーライトの比率及び強度によって決ま り,主に含有する合金元素が影響すると考えられ る。本研究では,黒鉛組織を同等とした FC につ いて,基地組織の強化による肉厚感受性の低減を 目指し,合金元素が基地組織に及ぼす影響を調べ た。

#### 2 実験方法

供試材は,基本組成を炭素(C) 3.40mass% (以下 mass は省略),けい素(Si) 2.10%, りん(P) 0.04%,硫黄(S) 0.02%とし,強度 の向上が期待される合金元素としてマンガン (Mn) 1.0%,銅(Cu) 1.0%,すず(Sn) 0.05% を単独又は複合で添加した計8水準とした。な お,Mn は一般的な原材料に不可避的に含有す ることから,無添加の供試材でも約 0.3%とし た。

溶解には実験室の高周波溶解炉(10kHz, 50kW)を用い,1回の溶解量を約10kgとして 実験を行った。銑鉄,電解鉄,合金鉄等を溶解 して元湯を作製し,出湯時にストロンチウム含 有接種剤(Fe-74%Si-0.9%Sr-0.4%Al)を0.3% 添加して接種を行った後,直径20,30,50mm の丸棒鋳型(生型)に注湯した。

得られた各直径の丸棒供試材(n=1)は,平 行部直径がそれぞれ12.5,20,40mmのダンベ ル形試験片に加工し,油圧式万能試験機により 引張試験を行った。さらに,引張試験後の試験 片について化学分析及び組織観察を行った。

#### 3 実験結果

表1に供試材の化学組成を、図1に各試験片 の引張強さをそれぞれ示す。いずれの合金元素 でも添加により引張強さが向上することがわか った。同時に,直径の増加に伴う強度低下も緩 やかとなり,肉厚感受性が低減した。鋳込み直 径20mmから50mmでの強度低下率は,合金 元素無添加の場合は約22%であったが,単独添 加ではSn添加が最小で約8%,複合添加では Mn,Cuの添加の場合最小で約7%となった。

各鋳込み直径で合金元素の効果を比較するた

表1 供試材の化学組成

		化学組成 (mass%)						炭素		
添加元素			С	Si	Mn	Р	S	Cu	Sn	飽和度 Sc
			3.37	2.08	0.24	0.052	0.019	Ι	—	0.934
Mn			3.40	2.06	0.92	0.040	0.018	0.01	0.000	0.940
	Cu		3.38	2.06	0.28	0.034	0.018	1.00	0.000	0.935
		Sn	3.40	2.10	0.32	0.050	0.020	0.01	0.050	0.943
Mn	Cu		3.39	2.09	0.94	0.035	0.014	0.99	0.000	0.940
	Cu	Sn	3.43	2.15	0.28	0.039	0.018	0.97	0.050	0.956
Mn		Sn	3.47	2.11	0.98	0.043	0.015	0.01	0.048	0.964
Mn	Cu	Sn	3.42	2.09	0.93	0.039	0.017	0.98	0.051	0.948



図1 引張強さに及ぼす合金元素の影響

め,標準引張強さを用いた強度の補正を行った。 これは,供試材により C, Si 量に 0.1 ポイント 程度のばらつきがあり,この影響を緩和するた めである。本研究では,標準引張強さ(otn)と して以下の経験式を用いた。

```
鋳込み直径による標準引張強さ ^{5)}
20mm: \sigma_{tn} = 989.8 - 754.6 Sc (MPa)
30mm: \sigma_{tn} = 999.6 - 808.5 Sc
50mm: \sigma_{tn} = 984.9 - 833 Sc
炭素飽和度 Sc = \%C/(4.26-(\%Si/3.2))
```

各試験片における実際の引張強さ( $\sigma$ t)及び C, Si 分析値から求めた標準引張強さ( $\sigma$ tnx)と, 本研究の基本組成(Sc=0.943)における標準引 張強さ( $\sigma$ tn0.943)を用い,以下の式により補正 引張強さ( $\sigma$ t)を求めた。



補正引張強さ  $\sigma_{t'} = (\sigma_t / \sigma_{tnx}) \times \sigma_{tn0.943}$ 

図2に各試験片の補正引張強さを示す。合金元 素を単独で添加した場合,直径20,30mmでは Mnを添加したものが,Cu,Snを添加したも のと比較して引張強さが高い傾向だったのに対 し,直径50mmでは逆にMnを添加したものが 低くなった。複合添加の場合,直径50mmでは いずれも単独添加より引張強さが高くなり, Mn-Cu及びMn-Cu-Snの複合添加では特に高 強度となった。一方,直径20mm,30mmでは, 50mmと同様にMn-Cu及びMn-Cu-Snを複合 添加したものの引張強さが高かったが,その他 の水準では必ずしも複合添加の方が単独添加と 比べ高い結果とはならなかった。

図3に合金元素無添加及び各元素を単独添加 した丸棒試験片の中央部を光学顕微鏡(OM) により観察したミクロ組織を示す。図より,直



図3 合金元素を単独添加した試験片の光学顕微鏡(OM)による組織写真

#### 山形県工業技術センター報告 No.46 (2014)



図4 合金元素を単独添加した試験片のパーライト部の電子顕微鏡(SEM)写真



図5Mn-Cu並びにMn-Cu-Snを添加した試験片の光学(OM)及び電子顕微鏡(SEM)写真

径 20mm では、いずれも基地組織がほぼパーラ イトであることがわかった。一方、直径 50mm では、合金元素無添加の試験片において、基地 組織の 25%程度の面積でフェライトが見られ た。また、Mn 添加によりフェライトは減少し たが、黒鉛周囲を中心に 5%程度存在した。一 方、Cu、Sn を添加した場合には、フェライト の析出がほとんど見られなかった。

図4に各試験片のパーライト部を拡大観察した走査電子顕微鏡(SEM)写真を示す。パーライト層間隔を比較すると,Mn又はCuを添加した試験片では無添加のものより小さくなったが,Snを添加した場合は無添加のものと同程度であり,鋳込み直径によらないことがわかった。

図5にMn-Cu及びMn-Cu-Snを複合添加した試験片のOM及びSEM写真を示す。いずれも基地組織は全パーライトで,層間隔も非常に小さいことがわかった。

#### 4 考 察

前述のとおり,基地組織の強度はパーライトの 比率及び強度が影響すると考えられる。したがっ て,基地の強度を向上させるためには,強度が劣 るフェライトの析出を抑制し全パーライト組織 とすることの,パーライトの層間隔を狭小化し組 織を緻密にすること<sup>77</sup>が必要と考えられる。**表2** に本研究の結果よりまとめた各合金元素が組織 に及ぼす影響を示す。表より,元素により基地組 織の強化機構が異なることが示唆された。

合金元素を単独添加した鋳込み直径 50mm 丸棒では, Cu, Sn を添加した試験片の引張強

表2 基地組織に及ぼす各合金元素の効果

元素	パーライト化 (フェライトの抑制)	パーライト層間隔
Mn	フェライトあり	小さい(緻密)
Cu	全パーライト化	やや小さい
Sn	全パーライト化	大きい

さが高かったが、これはフェライトの析出がほ とんどなかったためと考えられる。一方、直径 20mm では Mn, Cu を添加した試験片の引張強 さが高かったが、これは Sn を添加したものよ り基地組織のパーライトが緻密であったためと 考えられる。したがって、Sn を単独添加した際 に直径 20mm から 50mm での強度低下率が小 さくなったのは、基地組織が直径 20mm でも直 径 50mm でも同様に粗い全パーライト組織で あったためと考えられる。

合金元素を複合添加した場合は、各元素の特 徴がそれぞれ組織に現れたと考えられる。特に、 Mn及び Cu を添加した場合は、Mnによるパー ライトの緻密化と、Cu によるフェライト化の 抑制が両立し、緻密な全パーライト組織が得ら れた。これによりいずれの試験片も引張強さが 向上し、特に直径 50mm での強度向上が顕著と なったと考えられる。

添加する合金元素により組織が異なった理由 については、現時点で必ずしも明確ではない。特 に、高純度 Fe<sup>-</sup>C-Si 系の FC では、Cu がパーラ イト化に作用せず、逆にフェライト化を促進する と報告されている<sup>8)</sup>。一方で、FC に含有する微 量(0.01%以上)のS がパーライト化に働くとの 報告<sup>9)</sup>や、Mn/S 比の制御により FC を高強度化 できるとの報告<sup>10)</sup>もある。本研究で鋳造した供 試材には 0.02%程度のS が含有することから、 各合金元素とS との関係を中心に、より詳細な 検討が必要と考えている。

#### 5 結 言

ねずみ鋳鉄の肉厚感受性を低減させること を目的として,鋳込み直径の異なる供試材の強 度に及ぼす合金元素添加の影響を調べた。結果 は以下のとおりである。

- (1) 合金元素の添加により,直径 20mm から 50mm における強度低下率が小さくなり, 肉厚感受性が低減される。
- (2) 添加する合金元素の種類により組織に及 ぼす影響が異なる。
- (3) Mn 及び Cu の複合添加は,基地が緻密な 全パーライト組織となるため,強度の向上 と肉厚感受性の低減に効果がある。

#### 文 献

- 日本鋳造工学会編:鋳造工学便覧,丸 善,2002,232頁.
- 日本鋳造工学会編:新版鋳鉄の材質, 日本鋳造工学会,2012,35頁.
- 中江秀雄,清祐等:鋳物,52(8)(1980)
   481.
- 日本鋳造工学会編:新版鋳鉄の材質, 日本鋳造工学会,2012,29頁.
- 5) 日本鋳物協会編: ユーザーのための鋳 造品ハンドブック, 丸善, 1992, 359 頁.
- 6)日本鋳造工学会編:新版鋳鉄の材質, 日本鋳造工学会,2012,38頁.
- 7)日本熱処理技術協会編:熱処理技術便 覧,日刊工業新聞社,2000,54頁.
- 8) Ying Zou, 駒田賢一, 中江秀雄: 鋳造 工学, 83(7) (2011) 378.
- 9) 中江秀雄,杉田一久,趙柏榮:鋳造工 学,78(9)(2006)457.
- 10) 堀江皓, 平塚貞人, 小綿利憲: 鋳造工学, 84(12)(2012)687.

## 機械加工による微細構造光学素子用金型の開発

【超精密等技術融合プロセス開発事業】

加藤睦人 齊藤寬史 小林庸幸 鈴木庸久 横山和志 高橋俊広 佐藤啓

## Development of manufacturing process for imprinting mold with optical microstructure by using of optical designing and ultra-precision machining

## Mutsuto KATOH Hiroshi SAITO Tsuneyuki KOBAYASHI Tsunehisa SUZUKI Kazushi YOKOYAMA Toshihiro TAKAHASHI Hiraku SATO

#### 1 緒 言

現在,液晶ディスプレイや LED 照明といっ た光学デバイスにおいて,光学的特性を発現す るための微細形状を,熱や光を用いて樹脂表面 に形成する技術:ナノインプリントが注目され ている。ナノインプリントは従来の射出成形に 較べてより微細な金型形状を転写できるが,そ のプロセスが確立されていないことや,転写元 となる微細構造を有する金型の製造方法に関す る課題などにより,いまだ普及に至っていない のが実状である<sup>1),2)</sup>。

本研究では、当センターが保有する超精密加 工技術を基本とし、光学設計から金型加工、熱 式ナノインプリント(以下,熱インプリント) による成形に至る一連の製造プロセスを構築し、 一貫した指導体制の確立を目的としている。デ バイスの例として、LED光源用の導光板をター ゲットとし、光学設計、金型加工、成形条件の 検討を行い、試作を行ったので報告する。

#### 2 実験方法

#### 2.1 導光板の光学設計

図1に、本研究において最終的に試作を行う 面発光体の断面構造及び導光パターン断面形状 を示す。作成する導光板の大きさは、100× 100mm、厚さは1mmとした。成形用金型の加 工にはダイヤモンドバイトを用いた超精密加工 を用いるものとし、加工が容易となるように、 金型表面にV溝を形成するようにした。従って、 この金型を用いた熱インプリントによる転写後



図 1 試作した面発光体の構造及び導光板 の導光パターン断面形状(数値は設計値)





の導光板の表面には、三角形断面の山状の峰が 光源に対して平行に並ぶように配置される。 V溝の配置には、光源からの距離による照度

-5-

の減衰を考慮し、光学設計ソフト ZEMAX<sup>®</sup> EE を用いてシミュレーションし,最適化を行った。

#### 2.2 超精密加工技術による金型加工

金型材料には、Ni-P めっき(P:13mass%) が施された厚さ 20mm, 100×100mm の金型用 鋼(STAVAX®)を用いた。あらかじめ鏡面加工 を施した Ni-P めっき表面に、単結晶ダイヤモ ンドバイト(マイクロ・ダイヤモンド製)を用 い、超精密非球面研削盤(N2C-53US4N4, ナ ガセインテグレックス製)を用い、シェーパー 加工によって所定のV溝の導光パターンを形成 した。加工条件は、加工速度:3000mm/min、 切込み量:5µm/pass とした。試作した導光板 用金型の外観写真を図2に示す。

#### 2.3 熱インプリント

熱インプリントでのプロセス条件を探るため, 図3に示す,機械加工によって作成したブレー ズド回折格子金型を用い,熱インプリント装置 (X-300, SCIVAX 社製)により形状転写を行 った。ステージ温度及びプレス圧力は,各々135 °C~175°C及び1.0MPa~3.0MPaとした。

成形温度の基準となるガラス転移点 Tg が常 温域から離れている方が成形条件を細かく取れ るため,被転写樹脂には、シクロオレフィンコ ポリマー樹脂 (ZF-14 ZEONOR®,日本ゼオン 製,Tg=138°C)を使用した。転写後の出来栄 えを外観,電子顕微鏡 (JSM-6301F,日本電子 製),白色干渉光式三次元表面構造解析顕微鏡





図 3 熱インプリント条件出し用ブレーズ ド回折格子金型外観写真および断面形状

表1 光源の LED アレイの基本仕様

LED チップタイプ	Lextar PT30Z35
光度	2000mcd/チップ
発光部開口サイズ	$2.25 \mathrm{x1.55 mm}$
指向性( $\theta$ )	$119^{\circ}$
チップマウントピッチ	4.93mm

(NewView7300, Zygo 社製)により評価した。

以上の評価で得られた条件により,2.2 で作 成した金型を用い,導光板用樹脂に熱インプリ ントを行い,導光板の試作を行った。樹脂には, 光学アクリルシートのアクリライト®E(三菱レ イヨン製,屈折率1.49,荷重たわみ温度90°C) を用いた。白色干渉光式三次元表面構造解析顕 微鏡により,得られた導光板の導光パターン形 状と金型形状との差異を評価した。

#### 2.4 導光板による LED 面発光体の試作

2.3 で作成した導光板を用い, LED 面発光体 を作成した。図1に示すように,最表面に拡散 シート(スコッチカルフィルム,3M 製),次い で導光パターンを下面に向けた導光板シート, 最表面に銀を蒸着したリフレクター,側面部に LED アレイを配した。使用した LED アレイの 基本仕様を表1に示す。

作成した面発光体を 30 分間点灯させ,安定 化させた後,50cm 離れた点から輝度計 (BM-910D,トプコンテクノハウス製)を用い, 縦横10mm間隔で輝度分布を測定した。

#### 3 結果及び考察

3.1 導光板の光学設計

導光板内における光の減衰状態の概念図を図



- 6 -

4 に示す。光の照度は光源から離れるにつれ減 衰する<sup>30</sup>(逆二乗の法則)。いま,導光板内部か ら光を外部に取り出す突起(プリズム)を導光 板の背面に等間隔に配置し,光源から数えて順 にn本とする。n番目の突起の距離を $x_n$ ,距離 $x_n$ において導光板内を通る光の照度を $E(x_n)$ とし, 一つの突起で係数 $\mu$ だけ光が取り出されると仮 定すると,

$$E(x_n) - E(x_{n-1}) = -\mu E(x_{n-1}) \quad (1)$$

となる。µは導光パターンの形状,導光板の材 質によって決まる比例定数である。式(1)を整理 すると,式(2)が得られる。

$$E(x_n) = (1 - \mu) \cdot E(x_{n-1})$$
(2)

式(2)より,

$$E(x_n) = (1 - \mu) \cdot E(x_{n-1})$$
  
=  $(1 - \mu)^2 \cdot E(x_{n-2})$   
:  
=  $(1 - \mu)^n \cdot E(x_0)$  (3)

次に,面内で均一な照度を実現するための突 起の配置を考える。著者らは,ある突起から次 の突起までの距離を,照度に比例した長さに配 置することにより,導光板から射出する光が均 一になると仮定した。即ち,kを定数として次 の式で表される。



図 5 導光板金型の導光パターンの電子顕微 鏡写真

$$x_n - x_{n-1} = kE(x_n) \tag{4}$$

ここでxnは離散的な数値であるため、(4)式は

$$\sum_{0}^{n} (x_{i} - x_{i-1}) = k \sum_{0}^{n} E(x_{i})$$

となり、右辺に(3)式を代入し、

$$x_n - x_0 = k \cdot E(x_0) \sum_{0}^{n} (1 - \mu)^i$$
 (5)

が得られる。

この(5)式において,最小,最大溝間隔及び溝本数から,機械加工可能な範囲に収まるように 定数kを調整した。著者らが使用する光学設計 ソフトでは,ある形状を互いの間隔を変えなが ら不等間隔に配置する機能として,最大で4次 の関数で配置位置を決定することができる。従 って,(5)式を以下の4次関数に回帰近似し,各 定数a,b,c,dを求めた。

$$x_n = a \cdot n + b \cdot n^2 + c \cdot n^3 + d \cdot n^4 \tag{9}$$

得られた定数を元に,光学設計ソフトを用い てプリズムの配置を決定した。

#### 3.2 超精密加工技術による金型加工

3.1 で得られた結果を元に、加工によって得 られた金型のプリズム型導光パターン付近の電 子顕微鏡像を図5に示す。加工によって得られ たV溝は、底部の角の丸まりもなく、非常にシ ャープな形状を呈している。図6に、加工面を 白色干渉光式三次元表面構造解析顕微鏡によっ て解析した結果を示す。V溝の深さは、設計値 の10μmより多少大きい値となっている。また、 解析の結果、溝側面の粗さは、20nm~30nmPV であることがわかった。

#### 3.3 熱インプリント

図7に、ステージ圧力を変化させてインプリントを行った場合の、転写形状の高さを白色干渉光式三次元表面構造解析顕微鏡で測定した結果を示す。なお、この際のステージ温度は155°C、設定温度到達後の保圧時間は60secとした。ブ

レーズ高さの最大値は 2.0MPa で得られており, この値を中心に,低圧側及び高圧側ともに高さ が減少する傾向が観られる。

図8に、各ステージ圧によってインプリント された転写パターンの走査型電子顕微鏡写真を 示す。ステージ圧が1.0MPaの場合、ブレーズ 頂点が不鮮明となっており、樹脂が金型底面ま で達していないことが推察される。また逆に 3.0MPaのステージ圧の場合、低圧の場合より もブレーズ頂点に、ボイドが連続してうねりと





図6 白色干渉光式三次元表面構造解析顕微 鏡による金型の導光パターンの切削断面形 状と切削面の表面粗さ



**図7** 熱インプリント時のステージ圧力と 転写形状の高さの関係



図8 各ステージ圧における転写パターン の電子顕微鏡写真

なった状態が多く観られる。このことから,ス テージ圧が低い場合,樹脂が表面に十分に充填 されないために,金型形状よりも凸部が低くな ってしまい,逆にステージ圧が高い場合は,金 型凹部の空気が閉塞された金型との間隙から抜 け切れず,樹脂の流動を阻害してしまうものと 考えられる。しかし図2に示した,本研究で作 成する導光板金型では閉塞パターンが存在しな いため,ボイドが発生する可能性は低いことが 予想される。そのため,最大高さが得られた 2.0MPa よりも,できるだけ成形圧を高めてシ ョート成形不良に対するプロセスマージンを確 保するため,2.5MPa を最低ステージ圧と規定 する。

**図9**に、ステージ温度を変化させて熱インプ リントを行った場合の,転写形状高さの測定結 果を示す。この際のステージ圧力は 2.5MPa, 温度到達後の保圧時間は 60sec とした。135℃ のステージ温度では、樹脂が軟化しないため金 型形状が殆ど転写されず、155℃~165°C 付近 で最大高さが得られることがわかる。また、高 温になると逆にまた転写高さが低くなる。これ は, ステージ温度が高温の場合, 成形温度に達 した後の冷却プロセスにおいて、常温までの冷 却温度差が大きいため,熱収縮による影響が大 きくなってしまうものと考えられる。これを熱 収縮から考察すると,線膨張係数は温度差に対 しほぼ線形で変化するため、成形温度の差が20 <sup>°</sup>Cの場合は,成形品の寸法変化は16%となる。 従って,成形温度が155°Cの時に転写パターン 高さが 0.23µm とすると, 成形温度が 175°Cの 場合は、約 0.19µmまで転写パターン高さが低 くなることがわかる。したがって、最大転写高

![](_page_11_Figure_3.jpeg)

![](_page_11_Figure_4.jpeg)

さを得られたTg点プラス20~30°Cのステージ 温度を、本装置でのプロセス温度と規定する。

以上の評価結果をもとに,光学アクリルシー トに熱インプリントを行った。図 10 に,図 5 の金型表面の導光パターンと,転写されたアク リルシート表面の導光パターン形状を,白色干 渉光式三次元表面構造解析顕微鏡によって測定, 比較した結果を示す。金型において,パターン エッジ部と頂点部分にあれた部分があるが,金 型とシートの形状はよく一致しており,スパイ クノイズを除いた形状誤差は500nmであった。 形状誤差が小さいことから,成形時のショート 不良は発生していないと判断出来る。一方で, 金型のあれた形状は,シートの塑性変形により 緩和されたため,残存しなかったものと考えら れる。

#### 3.4 導光板による LED 面発光体の試作

3.3 で熱インプリントにより導光パターンを 転写した光学アクリルシートを用い,作成した 図1の構造のLED 面発光体の発光外観を図11 に示す。図11において,光源となるLED アレ

![](_page_11_Picture_9.jpeg)

図11 作成した面発光体の外観

![](_page_12_Figure_1.jpeg)

図12 作成した LED 面発光体の面内輝度 測定結果

イは左側のみに配置されているが、光源の反対 側までほぼ均一に光が取り出されていることが わかる。図12に、作成したLED面発光体の輝 度の測定結果を示す。平均輝度は12.4mcd/m<sup>2</sup>、 面内輝度ばらつき((max-min)/average)は 3.2%と、極めてばらつきが小さい。しかし、光 源の反対側の部分で輝度が高いことがわかった。 これは、導光板の光源と反対側のエッジに到達 した光が反射し、再度導光板中に戻ったことに よる増光と予想される。

#### 4 結言

LED 光源を用いた面発光体の試作を通じて, 光学デバイスの光学設計,金型設計,金型加工, 熱インプリントによる成形及び製品試作までの 一連のプロセスを確立することができた。さら に,各プロセスにおいて以下の知見が得られた。

- (1) 片側光源の面発光体では、逆二乗の法則に 則って媒体中の減光を加味したシミュレー ションを行うことで、均一な光取り出しが可 能である。
- (2)単結晶ダイヤモンドバイトによる Ni-P 金型の V 溝シェーパー切削において、表面粗さが 20nm~30nmPV の安定した加工面が得られる。
- (3)熱インプリントでは、金型パターンによる 大気の封じ込めが無い場合、ステージ圧
   2.0MPa以上、ステージ温度 Tg 点よりも 20 ~30°C 高い温度での成形が最適である。

《謝辞》

本事業の熱インプリント装置は,平成21年度 地域イノベーション創出共同体形成事業で導入 した装置である。記して感謝申し上げます。

#### 文 献

 加藤睦人ほか:山形県工業技術センター第
 75回研究・成果発表会講演要旨集,(2012)P.15.
 加藤睦人ほか:山形県工業技術センター第
 77回研究・成果発表会講演要旨集,(2014)P.5.
 3)田幸敏治ほか:光学的測定ハンドブック, 朝倉書店,1981, P.431

# ポリ乳酸樹脂の固化挙動分析

#### 後藤喜一

#### Thermal transition analysis of poly lactic acid classified in crystalline resin

#### Kiichi GOTO

## 1 緒 言

熱可塑性樹脂は,加熱と冷却による温度変 化により大きく流動性が変化する材料であ る。その特徴を活用することで容易に複雑形 状の部品が作製できることから,主に射出成 形で広く使用されている。熱可塑性樹脂は, 結晶性樹脂と非晶性樹脂に分類される。結晶 性樹脂の構造は,球状の結晶部の間を非晶部 がつなぐ形となっており,結晶部の割合や非 晶部の構造が,成形品の物性や表面形状に大 きな影響を及ぼすことが知られている<sup>1)2)</sup>。

結晶性樹脂が,成形時の溶融状態から固体 状態へ変化する過程では,溶融状態から結晶 状態への相転移と,過冷却状態となっている 部分が非晶状態のまま固化するガラス転移の 現象が起こる。これらの現象は,成形時の冷 却固化条件により割合が大きく変化し,成形 品の品質に影響するため,測定する装置の開 発や学術的研究が広く行われている<sup>3)4)</sup>。

しかし,市販されている樹脂には種類,グ レードが多数あるため,成形に必要な情報が メーカから得られない場合があり,成形に用 いる樹脂について独自に分析しなければなら ないことが多い。

本研究は,結晶性樹脂であるポリ乳酸樹脂 <sup>5)</sup>の冷却固化挙動の把握を目的に,示差走査熱 量分析(DSC)の手法を用い,冷却速度が結 晶化,ガラス転移に与える影響を調べたもの である。

#### 2 実験方法

#### 2.1 入力補償示差走查熱量測定

冷却速度が結晶化,ガラス転移に与える影響は,入力補償示差走査熱量計<sup>6)</sup>(DSC8500 パーキンエルマー(株)製)で測定した。

図 1 は DSC の装置構成を示したものであ る。サンプルおよびリファレンスは,温度制

![](_page_13_Figure_13.jpeg)

図1 DSCの装置構成

![](_page_13_Figure_15.jpeg)

図2 測定原理

御されたヒートシンクに接続するそれぞれ独 立したヒーターと温度センサを持つ容器に設 置する。リファレンスには測定温度範囲内で 状態変化のない材料を用い,サンプルおよび リファレンスの温度を一定の速度で変化させ る。図2は,サンプル温度とリファレンス温 度と,与えた熱量の差分であるDSC曲線を模 式的に示したものである。

プログラムによって両者の温度が等しくな るようコントロールすると、サンプルに吸熱、 発熱の変化がある場合、サンプルに加える熱 量を増減させる必要がある。この加える単位 時間当たりの熱量の差を、温度の関数として 測定することが可能である。サンプルの吸熱 反応は、DSC 曲線で時に上向きのピークとし て表れる。

測定は、図3に示す温度プログラムにより

行った。DSC の測定では,溶融後冷却過程で 測定する場合と,冷却後昇温過程で測定を行 う方法がある。本研究では,異なる冷却速度 履歴のサンプルの固化状態を調べるため,速 度を変えて冷却した後,昇温の際に DSC 曲線 を求め,冷却速度の影響を調べた。融解する ことでそれ以前の冷却履歴の影響が打ち消さ れることから,同一のサンプルに対し,冷却 速度を変化させ,その直後の昇温過程測定に よって比較を行った。

サンプル作製時の熱履歴を打ち消すため, 50℃/minで200℃まで昇温を行った。その後, 1)10℃/minで冷却し,再び50℃/minの昇温 時に測定,2)20℃/minで冷却し,50℃/min の昇温時に測定,3)50℃/min 冷却後に50℃ /minの昇温時に測定,4)100℃/min冷却後, 50℃/minの昇温時に測定と,冷却速度を4水 準に変えた。

![](_page_14_Figure_3.jpeg)

図3 温度プログラム

#### 3 実験結果および考察

#### 3.1 DSC プロファイル

図4に4水準の速度で冷却した後の昇温時 のDSC曲線を示す。各水準での曲線の重複を 避けるため、DSC曲線は上下方向にずらして 表記した。低温側から高温側に沿ってプロフ ァイルを観測すると、約60℃から80℃に上昇 する際のベースラインのシフト、65℃付近の 吸熱に伴うピーク、100℃~150℃での発熱、 160~170℃付近の吸熱のピークが観測され た。ベースラインのシフトはガラス転移、吸 熱はエンタルピー緩和<sup>78</sup>、によるものと考え られる。100℃~150℃の発熱は,再結晶化に 伴う発熱,160~170℃付近の吸熱は融解よる ものと考えられる。

#### 3.2 ガラス転移

熱可塑性樹脂は,高温状態で液体であり, 分子の形態は熱力学的に安定なランダムコイ ル状となり,マクロ及びミクロブラウン運動 をしている。温度を下げていくことでこの運 動が減衰し,一部は結晶状態となり,他の部 分は過冷却状態から非晶状態のまま固化す る。非晶状態のまま固化することをガラス転 移,転移を示す温度はガラス転移温度と呼ぶ。

図5はガラス転移領域の60℃~70℃付近を 拡大して示したものである。ガラス転移温度 は、ガラス転移温度付近を境にした低温側と 高温側の各平坦部に沿って補助線を引き、2

![](_page_14_Figure_12.jpeg)

本の補助線の中央に平行に引いた直線とDSC 曲線が交差する点として求めることができ る。各水準で比較した結果,ガラス転移温度 はいずれの場合も約 62℃で,冷却速度による 差は無かった。

ガラス転移温度以上の温度から樹脂を一定 速度で冷却した時,ガラス転移温度近傍で粘 性が急激に増加し,分子鎖は平衡状態まで到 達することができなくなる。温度がさらに低 下すると分子鎖は非平衡状態のまま凍結す る。しかし,凍結した分子鎖は平衡状態へ近 づこうとする熱力学的駆動力を持ち続けるた め,非晶部をガラス転移温度以下の温度で熱 処理すると平衡状態に近づく。この緩和現象 をフィジカルエージングによるエンタルピー 緩和や体積緩和と呼ばれている。この現象は 引張り強度など力学的性質や成形性等の物性 にも影響を及ぼすと言われている<sup>5)</sup>。

吸熱ピークと高温側の補助線に囲まれる部 分の面積を緩和量とし,異なる冷却速度によ る緩和量を比較した。冷却速度が遅くなるの に伴い緩和量は大きくなっている。遅い冷却 速度の場合,ガラス転移領域を通過する時間

![](_page_15_Figure_3.jpeg)

図5 ガラス転移領域拡大

も長くなる。その結果緩和が進行し,吸熱ピークの面積が大きくなったものと思われる。 したがって,遅い冷却速度ほど平衡状態に近づいていると考えられる。100℃/min に対して10℃/minの冷却速度では,より秩序を持った構造となったと言うことができる。

#### 3.3 再結晶化及び融解

図6は再結晶化領域及び融解領域を拡大したものである。再結晶化に伴う発熱と融解に伴う吸熱を区分するため、80℃付近の平坦部と170℃付近の平坦部の間を結ぶように補助線を引き、DSC曲線と交差する点を再結晶化と融解の境界とした。非晶状態の樹脂を、一定速度で室温から加熱すると、ガラス転移温

度よりも高い温度で結晶核が生成し、さらに 高温で核が成長して再結晶化する<sup>9)</sup>。このこ とから、100℃~150℃付近の発熱は、非晶部 分が昇温時に再結晶化する際の発熱と考えら れる。冷却速度が遅いほど低温で発熱が始ま り、10、20℃/minでは、50、100℃/min に 比べて 20℃以上低温から再結晶化による発熱 が始った。また DSC 曲線と補助線で囲まれた 発熱領域の面積は、10℃/minでは 100℃/min に対して 2 倍程度大きくなった。このことか ら、冷却速度が遅いと再結晶化が低温から始 まり易いことがわかる。これは、エントロピ ー緩和に伴うピークでの考察でも述べたよう

![](_page_15_Figure_9.jpeg)

図6 結晶化領域及び融解領域の拡大

に、冷却速度が遅いと非晶部においても完全 に無秩序な状態とはならず再結晶化が容易と なった結果だと考えられる。低温での再結晶 化が進むことから、成形後、高温環境に置か れる場合、冷却速度が遅い場合、再結晶化に 伴う体積収縮により形状、寸法の変化が大き くなることが考えられる。

165℃付近で観測される吸熱は、冷却過程で 生成した結晶部の融解による吸熱と、昇温過 程で生成した再結晶部の融解による吸熱が合 算されたものと考えられる。そのため DSC 曲 線と補助線で囲まれた吸熱領域の面積から、 DSC 曲線と補助線で囲まれた発熱領域の面積 を差し引いたものは、冷却過程で生成した結

晶部の融解による吸熱と言うことができる。 吸熱ピークの面積は、50℃/min、100℃/min に比べて 10℃/min では, 3 倍程度大きいのに 対し,発熱領域の面積との差分では,2倍程 度となった。このことから,冷却速度10℃/min と 100℃/min の冷却過程で結晶化状態を比較 すると、結晶領域の体積には、著しく大きな 差はないとは言えることがわかった。また、 冷却速度 10℃/min の吸熱ピークが一つの鋭 いピークであるのに対して、50℃/min、100 ℃/min では、高温側に広がったピークとなっ ており、高融点の結晶の割合が増えたものと 考えられる。これは、50℃/min、100℃/min の冷却速度では, 非晶として固化した部分が 多く,昇温時の再結晶化の影響が10℃/min, 20℃/min よりも強く表れたためと考える。こ れは、50℃/min、100℃/minの冷却速度では、 非晶質として固化した部分が多く,昇温時の 再結晶化の影響が 10℃/min, 20℃/min よりも 強く表れたためと考える。

#### 4 結 言

結晶性樹脂であるポリ乳酸について冷却速 度を 10 ~100℃/min と変化させ,示差走査 熱量測定を行ったところ,以下の違いがわか った。

- 冷却速度の違いによるガラス転移温度の変 化は1℃以内となる。
- 2) ガラス転移温度付近の吸熱は冷却速度が遅 いほど大きくなる。
- 3) 10, 20℃/min では、 50, 100℃/min に 比べて 20℃以上低温から再結晶化による 発熱が始まる。
- 4) 10, 20℃/min の冷却速度では、 50, 100
   ℃/min の冷却速度に比べて融解による吸
   熱面積及び結晶化による発熱面積が約3倍
   大きい。
- 5) 冷却速度の違いによる結晶領域の体積に は大きな差異はない。

#### 文 献

- プラスチック成形加工学会編:流す・ 形にする・固める,シグマ出版,1996, 13 頁.,
- 成澤郁夫:プラスチックの機械的性 質,シグマ出版,1994,24頁.,
- プラスチック成形加工学会編:成形 加工におけるプラスチック材料,シグ マ出版,1996,295 頁.,
- 日本熱測定学会編:熱量測定・熱分析 ハンドブック第2版,丸善出版,2010, 78頁.,
- 5) 竹山陽一,水谷善教,押田孝博:成形 加工'14 要旨集,2014,167 頁.,.
- 6)保母敏行監修:高純度化技術大系, (株)フジ・テクノシステム, 1996, 1101頁.,
- 高分子学会編:基礎高分子科学, 2006,235頁.,.
- 8) 吉田博久: Netsu Sokutei, 13(1986)191.
- 9) K. Matusita and M. Tashiro, Phys. Chem. Glasses 14, 77, 1973

## 平面ゲージを用いた画像処理による高精度寸法計測システムの開発

【平成25年度若手チャレンジ研究事業】

工業技術センター 電子情報技術部 今野俊介

Development of Image Correction System using Optical Grid for Precise Measurement

Shunsuke KONNO

#### 1 緒 言

近年、製造工程の自動化及びコスト削減を目 的として、画像処理による製品検査 いに対する ニーズが高まっている。例えば、液晶用偏光フ ィルムなどのプレス加工製品や小型成形部品な どでは高精度な製品寸法の計測ニーズが非常に 多くなっている。一方, 画像取得の手段として, イメージスキャナ(以下,スキャナ)や USB エリアカメラ(以下,カメラ)の高性能化及び 低価格化が進んでおり,低コストで高解像度な 画像を取得できる環境が身近になっており、こ うした撮像機器での画像を利用した寸法計測が 実現できれば低コストで高精度な計測システム が実現できる。しかし、要求精度レベルでは、 撮像画像にレンズ等による画像歪みが発生する ため 50µm 以下程度の精度を実現することは困 難であった。

本研究では、高精度計測を実現するため、撮 像画像を高精度に補正を行う技術を開発した。 具体的には、当センターの技術シーズである MEMS フォトマスク技術 <sup>2)</sup>により全体精度 1µm の補正用平面ゲージを作製し、これを用い た補正画像処理技術を開発して高精度な画像計 測システムを構築した。

#### 2 画像処理アルゴリズム

図 1 に開発したシステムの計測フローを示 す。目盛を示すマークとなるドットがマトリク ス状に並んだ平面ゲージを製作し,これを補正 対象の撮像素子で撮影することで画素位置とマ ーク間距離を対応付けた補正テーブルを生成す る。その後,計測対象のみを撮影し,補正テー ブルを利用して高精度に寸法を計測する。

![](_page_17_Picture_10.jpeg)

![](_page_17_Figure_11.jpeg)

図2 歪み補正画像処理技術

#### 2.1 平面ゲージを用いた補正画像処理技術

平面ゲージを用いた補正画像処理技術の概要 を図2に示す。平面ゲージは、クロム蒸着され た 50×50mm のソーダガラス基板を用いてレ ーザー描画により製作した。マーク形状は円形 で直径が 0.125mm,マーク間隔を 0.25mm と した。画素の明るさによる二値化処理により全 てのマーク画素を識別し、ラベリング処理によ り各マークを構成する画素群を抽出した。各マ ークの中心を算出し、マークを単位とした 2次 元座標を割り当てることで、マークの中心画素 位置とマーク中心距離を対応させた補正テーブ ルを生成した。左上のマークを原点(0,0)と し、原点の右隣のマークを(1,0)、原点の下 隣のマークを(0,1)として全てのマークに座 標を割り当てた。マークを単位とした補正テー ブルはマーク間距離が 0.25mm であるため、こ の補正テーブルを参照することで画素位置とマ ーク間距離の対応付けを行うことを可能とし た。

#### 2.2 寸法計測画像処理技術

図 3 に寸法計測画像処理技術の説明図を示 す。二値化処理によりサンプルを構成する画素 を識別した。投影法により上下左右方向からサ ンプルと背景との境界画素を抽出し輪郭画素群 とした。輪郭画素群に対して式(1)で示され るハフ変換により上下左右の4直線を算出し寸 法計測の基準線とした。基準線上の計測箇所と 最も近いマーク中心座標を補正テーブルから抽 出し,中心画素位置と座標から式(2)から(5) により寸法を補正した。LC,LDはそれぞれ計 測箇所に最も近いマークの中心間の画素数 [pixel]と距離[mm]であり,LPは計測箇所間の 画素数[pixel]である。LDとLCの比をLPに乗 じることで寸法L[mm]を求めた。LDとLCの 比は計測箇所に最も近いマーク間の線分におけ

ρ = x cos θ + y sin θ (1)
 (x, y):輪郭画素座標
 ρ:原点からの距離
 θ:原点を基準とした直線の傾き

$$LC = \sqrt{(x_m - x_n)^2 + (y_m - y_n)^2}$$
(2)

$$LD = 0.25 \times \sqrt{(X_m - X_n)^2 + (Y_m - Y_n)^2}$$
(3)

$$LP = \sqrt{(x_a - x_b)^2 + (y_a - y_b)^2}$$
(4)

$$L = \frac{LP \times LD}{LC}$$
(5)

 $(x_m, y_m), (x_n, y_n): マーク中心座標 [pixel]$  $(X_m, Y_m), (X_n, Y_n): マーク中心座標 [mm]$  $(x_a, y_a), (x_b, y_b): 計測箇所座標 [pixel]$ 

![](_page_18_Figure_10.jpeg)

図3 寸法計測画像処理

る1画素当たりの距離を表しており、この値を 計測箇所間の画素数であるLCに乗じることで 補正された高精度な寸法値を得ることが可能と なる。

#### 3 性能検証

サイズ約 30×30mm の金属プレス製品をスキ ャナ(EPSON 社製 GT-X820:光学解像度 6400dpi)及びカメラ(Watec 社製 WAT-01U2 :解像度 1920×1080)で 20 回撮影し,画像測 定機(ミツトヨ社製 SQV303-PRO,測定精度 :3.5+2 点間寸法/200μm)での計測結果と比較 した。計測箇所は図4に示すようにサンプルを 9等分する縦横それぞれ3直線の線分とした。 A, B, C が水平方向の線分, D, E, F が垂直 方向の線分である。本システムでの結果と画像 測定機との差(3σ)を評価指標として用いた。

A	D	E	F
В			Will Have
C			

図4 計測箇所

![](_page_19_Figure_1.jpeg)

![](_page_19_Figure_2.jpeg)

図6スキャナの構造

## 3.1 スキャナを用いたシステム(1次元光学 系)

スキャナを用いたシステム結果を図 5 に示 す。スキャナの解像度から換算した1 画素当た りの大きさにより求めた結果(補正無し)と平

![](_page_19_Figure_6.jpeg)

面ゲージによる補正を行った結果(補正有り) を比較したところ, ラインセンサ方向の計測箇 所(A, B, C)では 230µm 以上あった誤差が全 ての測定で 50µm 程度の誤差に補正でき, 誤差 の 3σ値で 30μm 程度に補正できた。一方, スキ ャン方向の歪み(D, E, F)の補正効果は誤差の 3oで 50µm 程度と少なかった。これはスキャナ の構造に起因すると考えられる。図6にスキャ ナの構造図を示す。受光素子はセンサ方向に規 則的に並べられているため, 測定毎による誤差 も規則的であると考えられる。一方、スキャン 方向はステッピングモーターの回転による不規 則な誤差であるため,測定毎の誤差の補正効果 が少なかったと考えられる。本方式では初期構 造的な誤差に対する補正効果は大きいが,回転 制御などの動作構造による誤差の補正効果は少 ないことが確認された。

## 3.2 カメラを用いたシステム(2次元光学 系)

カメラを用いたシステムで同様に金属プレス 製品を計測した結果を図7に示す。カメラと被 写体との距離によって撮影サイズが異なるた め、製品寸法を算出するためには平面ゲージに よる補正が必須である。そのため補正有りの結 果のみを示す。平面ゲージで寸法を補正するこ とで 100µm 程度の精度で計測できた。スキャ ナシステムとの性能の違いは撮像素子の画素数 が影響していると考えられる。今回用いたカメ ラの画素数はスキャナの画素数の水平方向及び 垂直方向とも約2分の1であり、マーク及び計 測対象の輪郭の検出精度に影響していると考え られる。今後、高解像度なカメラが普及するこ とで更なる高精度化が可能と考えられる。また, カメラのフレームレートは 30fps であるために 1 秒以下で画像を撮影できることから、高速な 計測システムが実現可能である。

#### 4 結 言

新たに製作した MEMS フォトマスク平面ゲ ージと光学補正画像処理技術を組み合わせるこ とで,低解像度の民生用撮像機器であってもサ イズ約 30×30mm の金属プレス製品を 50μm 精度で計測可能であることを実証した。本研究 の成果はすべての光学系システムに応用できる ものであり,安価な部品を使い高速高精度な計 測システムを実現できる可能性を確認すること ができた。

## 文 献

- 今野俊介他:山形県工業技術センター 報告,43(2011),20-22.
- 2) 峯田貴:電気学会論文誌.E,センサ・マ イクロマシン準部門誌,120(2000), 491

# 抄録 / 投稿論文

Improvement in tool life of electroplated diamond tools by Ni-based carbon nanotube composite coatings

Tsunehisa Suzuki, Takashi Konno\*

Precision Engineering, Volume 38, Issue 3, July 2014, Pages 659-665

カーボンナノチューブ複合ニッケルめっき被 膜により、ガラスの加工においてダイヤモンド 電着砥石の工具寿命の改善が可能であることを 示した.

\*ジャスト株式会社

High-temperature softening of nickel-based carbon nanotube composite coatings for the fabrication of nickel-based nanoimprint molds by thermal imprinting

Tsunehisa Suzuki, Mutsuto Kato, Takeshi Matsuda, Seiya Kobayashi

Journal of Advanced Mechanical Design, Systems, and Manufacturing, Vol. 8, No. 4, 2014, Paper No.14-0111

カーボンナノチューブ複合ニッケルめっき被 膜の高温軟化現象のメカニズムを理解するため に、ニッケルめっき被膜の熱物性、温度による 結晶性変化、硬さの変化などを調べた.

## シリーズ地域繊維産業「9. 最上紅花」 平田充弘

繊維製品消費科学, Vol.54, No.12, pp.1032-1036(2013)

本シリーズは、公設試験研究機関の立場から 地元の繊維企業や産地製品の魅力を紹介するこ とを目的としている。9回目の本稿では、本県 の県花である紅花を対象に、紅花と加工品、カ ルタミンと紅花染めについて解説した。紅花と 加工品では、紅花の品種と特徴、紅花加工品の 用途について紹介した。カルタミンと紅花染め では、カルタミンの構造、精製方法、特性を説 明し、これまで本センターが紅花に関して取り 組んだ事例を紹介した。

## 庄内柿の機能性を活かした食品加工技 術開発と商品開発

菅原哲也 五十嵐喜治\*

日本食品科学工学会誌, Vol. 61, pp. 339-345 (2014)

庄内柿の機能性成分を解析し、タンニン以外 にもスコポレチンや GABA 等が含まれることを 明らかにするとともに、高血圧自然発症ラット を使用して、その血圧調節作用を考察した。

庄内柿の加工利用として、フィブロインタン パクやゼラチンを利用した脱渋技術,渋戻り防 止技術を確立した。本技術を活用し、柿果実か ら、鮮やかなオレンジ色を保ち,機能性成分(カ ロテノイド,ポリフェノール、アミノ酸)を保 持した庄内柿ペーストを開発した。

山形県酒田市の企業が製造する柿酢に特徴 的な機能性成分が含まれることを明らかにする とともに、その生産機構について検討した。ま た、企業と連携し、柿酢を利用して、山形県産 果実と柿酢をブレンドした新規な柿酢飲料や調 味料を開発した。

\*山形大学農学部

#### 録 / 学会発表等 抄

Improvement of adhesion of Ni-based carbon nanotube composite coating on stainless steels by using a scanning electroplating (口頭)

Tsunehisa Suzuki, Mutsuto Kato

26th International Microprocesses and Nanotechnology Conference (2013.11.7)

ステンレス基板上への Ni-CNT 複合めっき被 膜の密着性改善のために、走査型電気めっき法 を用い、中間層なしで高密着性めっき被膜が形 成できることを示した.

Fabrication of replica nickel molds containing carbon nanotube by thermal nanoimprint (口頭)

Tsunehisa Suzuki, Mutsuto Kato, Takeshi Matsuda, Seiva Kobavashi

The 7th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century (2013.11.8)

カーボンナノチューブ複合化による高温軟化 現象を用いて,熱ナノインプリントによるカー ボンナノチューブ複合ニッケル転写型の形成が 可能であることを示した.

## 油中パルス放電によるニッケル基板上 への炭化チタン被膜の形成 (口頭)

鈴木 庸久, 横山 和志

表面技術協会第129回講演大会(2014.3.14) 電着砥石において砥粒を保持するめっき被膜 の耐摩耗性の改善を目的とし, 放電表面処理に よるニッケルめっき被膜への TiC 被膜の成膜を 検討し、ニッケルめっき被膜上への TiC の成膜 が可能であることを示した.

油中パルス放電によるダイヤモンド複 合炭化チタン被膜の形成 (口頭) 鈴木 庸久, 横山 和志 2014 年度精密工学会春季大会学術講演会 (2014.3.19)

TiC 圧粉体電極を用いた油中パルス放電によ るダイヤモンド複合ニッケルめっき被膜の表面 改質を行った. 放電時間および極性の違いが, 表面高さ,表面粗さおよび被膜組成に及ぼす影 響を調べ,ダイヤモンド砥粒を Ni 被膜で電着 した砥石のボンド表面にTiCの形成が可能であ ることを確認した.

Fabrication of nickel-based composite coatings by using scanning electroplating with intense ultrasound (口頭)

Tsunehisa Suzuki, Mutsuto Kato, Muraoka Jun-ichi

International Forum Ultrasonic on Applications 2014 (2014.3.27)

砥粒集中度の制御および成膜速度の改善を目 的とし, 超音波音場による砥粒の制御と走査型 電気めっき法を組み合わせた高速複合めっき法 を提案し、超音波、走査速度、電流密度などの めっき条件がダイヤモンド複合ニッケルめっき 被膜の形成に及ぼす影響を調べ、音響放射力を 用いて線状に複合粒子を配置できること等を示 した.

Carbon nanotube reinforced metal-matrix composite coatings for tools (口頭)

Tsunehisa Suzuki

International Symposium on Micro/Nano Mechanical Machining and Manufacturing (2014.4.22)

研削砥石, 放電加工用電極など加工ツールの ためのカーボンナノチューブ複合コーティング について, その特性, 工具寿命や電極消耗など の改善事例を報告した.

## 単結晶ダイヤモンド工具の機上成形に よる工具刃先の精密位置合わせと球面 加工 (口頭) 小林庸幸 齊藤寬史 一刀弘真

2014年度砥粒加工学会学術講演会(2014.9)

単結晶ダイヤモンド工具を加工機に取り付け たまま工具刃先を成形する機上成形は,工具刃 先を加工機の回転テーブル中心軸に高精度に合 わせることができるため,同時多軸制御による 複雑形状加工に有利である。本研究では,V形 状単結晶ダイヤモンドバイトを用いた凹面球面 形状の3軸同時旋削加工に機上成形を適用した 事例について報告した。

## ダイヤモンドコーティング工具による 金型鋼の楕円振動切削(口頭)

齊藤寬史 社本英二\*

2014 年度精密工学会春季大会学術講演会 (2014.3.18)

ダイヤモンドコーティング工具は、安価で高 硬度な被膜を有する工具である。通常の切削技 術では摩耗が激しく鉄系材料の加工は困難であ るが、楕円振動切削では、摩耗が大幅に低減さ れるため、鉄系材料にも適用が可能となる。従 来の TiN コーティング工具とダイヤモンドコ ーティング工具を用いて金型鋼の楕円振動切削 実験を行い、工具形状の転写性を断面形状の相 関関数を用いて比較した。その結果、送り量 20µm でもダイヤコート工具が2倍以上転写性 が高いことがわかった。

\*名古屋大学

## バルクマイクロマシニングを用いた中 空構造 a-InGaZnO TFT の開発 (口頭)

岩松新之輔 阿部泰 矢作徹 小林誠也 竹知 和重\*,田邊 浩\*

第61回応用物理学春季学術講演会(2014.3.18)

a-InGaZnO は、汎用的な成膜装置により薄膜 形成が可能であることから、フラットパネルデ ィスプレイ用駆動素子のみならず、電子回路、 センサデバイス等への応用が検討されている。 我々は、a-InGaZnO 薄膜の残留応力が成膜圧力 により制御可能であることを明らかにしてお り、薄膜ベースの MEMS デバイスとの親和性 が高い材料と考えている。本研究は、 a-InGaZnO の MEMS デバイスへの応用を目 的として、バルクマイクロマシニングにより形 成したダイアフラムにより TFT を保持した中 空構造 a-InGaZnO TFT の作製について検討し た。

\*NLT テクノロジー(株)

# トップゲート効果を活用した a-InGaZnO TFT pH センサ(3) (口頭) 岩松 新之輔, 阿部 泰, 矢作 徹, 小林誠也, 竹知 和重\*,田邉 浩\* 第75回応用物理学秋季学術講演会(2014.9.18) ボトムゲート型 a-InGaZnO TFT pH センサに おいて、イオン感応絶縁膜に高誘電率の TaOx を用いることで、固液界面に発生する電気二重 層電位差をボトムゲート絶縁膜とのカップリン グ容量比により増幅し、高感度な pH 測定を実 現できることを示している。一方、我々が提案 する本測定原理の信頼性を実証するためには、 pH 感度のみならず、様々な観点からの検証が 必要となる。本研究では、センサデバイスに求 められる基本的な特性を把握するため、微小 pH 変化への追随性、長期安定性の評価を行っ た。

\*NLT テクノロジー(株)

## 酸化銅含有ガス感応膜の反応性スパッ タリング法による形成 (口頭)

阿部泰 矢作徹 岩松新之輔 小林誠也 平成 26 年電気学会全国大会 (2014.3.17) 半導体式ガスセンサは、酸化物半導体をガス感 応膜とし、周囲環境変化に伴う酸化物半導体の インピーダンス変化によりガスを検知するセン サであるが、ガス感応膜となる酸化物半導体の 形成は焼結や熱酸化等の MEMS への適合性が 高くないプロセスが用いられている。ガス感応 膜である酸化物を反応性スパッタリング法によ り形成することができれば、より柔軟な MEMS プロセスを適用することが可能になる。一方で、 酸化銅を含有する酸化物が二酸化炭素に対する 感度を有することが知られているため、反応性 スパッタリング法によりガス感応膜を形成し た。その作製と二酸化炭素感度について報告す る。

## 多孔質シリコンの形成と C<sub>4</sub>F<sub>8</sub> プラズ マによる濡れ性の変化(口頭)

矢作徹,阿部泰,岩松新之輔,小林誠也 表面技術協会第129回講演大会(2014.3.14)

多孔質シリコン(PSi)は微細な細孔を有する スポンジ状のシリコンであり,表面積が大きく, 可視発光を示すなど通常のシリコンにはない物 性をもつ。本研究では,マイクロ化学分析シス テム等で用いられる撥水表面への応用をめざ し,フッ酸溶液に種々の添加剤を加えて表面構 造の異なる PSi を形成した。さらに  $C_4F_8$ プラズ マ処理による濡れ性の変化について検討した。 処理時間 30~60sの場合は PSi 細孔が重合膜で 十分に被覆されておらず,さらに細孔が内部で 繋がっているため液滴が徐々に基板内部に浸透 した。60~180s では微細凹凸構造により Cassie モデルの濡れ状態となり、接触角が大きくなっ た。180~300s では重合膜の堆積により凹凸構 造の影響が低減し,接触角が低下した。

## AI-Mg 系合金鋳物の結晶粒微細化 (口頭)

齋藤壱実 藤野知樹 松木俊朗 村上穣

岩手非鉄金属加工研究会第 84 回研究会 (2013.11.22)

(公社) 鋳造工学会第 88 回東北支部鋳造技術 部会(2014.3.4) \*

Al-Mg 系合金鋳物である AC7A に、Ti-B 系 の結晶粒微細化剤を添加した肉厚 5~50mm の 階段状試験片を作製した。Ti 濃度が 0.05~ 0.15%になるよう調整した試料において、いず れの肉厚でも結晶粒が均一に微細化し、結晶粒 中心付近で Ti が濃化した金属組織を呈してい ることを報告した。

## 粒状ゲルを内包したゲルと果実の食感

(ポスター)

野内義之 城祥子 安食雄介 飛塚幸喜 平成 25 年度全国食品技術研究会(2013.10.31)

モモ生果実に近い食感を有するゲルを開発 するため、粒状に成形した寒天ゲルをジェラン ガムで内包した"粒状ゲル内包型ゲル"を調製 した。対照にジェランガムと寒天を混合溶解さ せたゲルを調製し、等速圧縮試験により力学的 特性を比較検討した。粒状ゲルを内包させた事 により圧縮初期の荷重ピーク値が減少し,圧縮 率 20 %以降ほぼ一定の荷重値を示す等,モモ 生果実により近い力学的特性を示した。

## 山形県オリジナル発泡清酒「スパークリ ング-ワイ」の開発(口頭)

石垣浩佳

全国食品関係試験研究場所長会記念講演 (2014.2.27)

山形県独自のチロソール高生産性酵母と酒 造好適米「出羽の里」を使用し,従来の製品 になかったクリアでコクのある低アルコール 発泡清酒を開発した。平成 19 年には経済産 業省の支援を受け,当センターを含む県内 4 団体が協力して共同研究を実施した。その結 果、平成 21 年に山形県オリジナル発泡清酒 「スパークリング・ワイ」が誕生し,県内9社 から新製品が発表され事業化に到っている。

# ジオテキスタイルの縫い目強度試験に ついて(口頭)

齋藤洋

平成 25 年度産業技術連携推進会議ナノテクノ ロジー・材料部会繊維分科会繊維試験法研究会 (2013.11.7)

県内企業から,ジオテキスタイルの縫い目強 度に関する試験を行いたいという相談があり, その方法について検討した。

ジオテキスタイルの縫い目強度に関しては JIS 未制定となっていることから, JIS L 1096

「織物及び編物の生地試験方法」を参考にし, 試験を行った。試験にあたっては,滑脱を防ぐ ため,裁断面に熱融着加工を施したり,チャッ ク切れを防止するためゴム張りチャックを使用 するなどの工夫を行った。

Water Treatment by Bubbling of Atmospheric-Pressure Plasma Radical Flow (口頭)

Hiroyuki Yoshiki\* Kouhei Sato\* Syafiq\* Tetuya Sugawara 注射針電極に高電圧を印加し,発生させた大 気圧プラズマに酸素・窒素混合ガスを通気し, セラミックバブラーを使用して水中で微細気泡 化させた(プラズマガスバブル)。

酸素・窒素混合ガスを通気した場合,酸素ガ スの濃度に依存してインジゴカルミン(有機物 分解の指標とされる青色素)の脱色,分解が促 進され,大腸菌の殺菌も同様の傾向を示した。

プラズマガスバブルのインジゴカルミン分 解や大腸菌の殺菌には,水中で発生する酸素ガ スや窒素ガスに起因する活性種の関与が示唆さ れた。

\*鶴岡高専

## 山形県庄内産野菜・漬物由来の乳酸菌を 活用した漬物開発

長 俊 広 菅 原 哲 也 石 塚 健 中 東 憲 治\* 中西裕美子\* 平山明由\* 大滝久美子\*\*

日本乳酸菌学会 2014 年度大会(2014.7.17) 庄内産野菜・漬物から分離, 選抜した乳酸菌 6 株の漬物への利用を図るため, キュウリ漬け を試作し特性を比較した。

官能評価で, *Ped.parvulus* 1072 株を用いた キュウリ漬けの食味が最も良好であった。また, 1072 株を用いたキュウリ漬けの CE/MS 解析お よび GC/MS 分析を行った結果, コントロール に比べ, 乳酸, グルタミンの濃度が高く, 香り 成分比に違いがあることが確認された。

平成 26 年に漬物企業と共同で,1072 株を使 用した外内島キュウリピクルスを開発した。 \*慶應義塾大学先端生命科学研究所

\*\*株式会社本長

## プラズマガス-バブルの有機物分解と非 加熱殺菌利用(口頭)

菅原哲也 吉木宏之\*

日本食品工学会第15回年次大会(2014.8.8) 注射針電極に高電圧を印加し,発生させた大 気圧プラズマに酸素ガスを通気し,セラミック バブラーを使用して水中で微細気泡化させた (プラズマガスバブル)。プラズマガスバブル はヒドロキシラジカル等の活性酸素種を含み, 有機物分解の指標として用いられるインジゴカ ルミン(青色素)を効率よく分解した。また,大 腸菌,枯草菌,酵母の標準菌株3種に対して強 い殺菌効果を示した。蕎麦の実に対してプラズ マバブル処理を行い、処理時間5分で一般細菌 数を1/50程度に低減できることを明らかにす ることができた。 \*鶴岡高専

## イチゴ(Fragaria L.) 栽培品種に含ま れるポリフェノールとラジカル消去活 性(口頭)

菅原哲也 五十嵐喜治\*

日本食品科学工学会第 61 回大会(2014.8.30)

・サマーティアラ、(四季成り性)は山形県 が開発したイチゴ(Fragaria L.)のオリジナル 品種であり,これまで主要なアントシアニンと して,シアニジン 3・O・グルコシド,ペラルゴニ ジン 3・O・グルコシド,ペラルゴニジン・ルチノ シド,ペラルゴニジン 3・O(6"・Oマロニル)・グ ルコシドを同定している。また、ラジカル消去 活性の強いポリフェノール成分としてエラグタ ンニンの一種であるアグリモニインを同定して いる。そこで、'サマーティアラ'果実に含ま れるアントシアニン、アグリモニイン含有量お よび果実のラジカル消去活性を測定し、全国の 主要なイチゴ栽培品種と比較するとともに、ポ リフェノール成分のイチゴ果実におけるラジカ ル消去活性の寄与率について検討した。

\*山形大学農学部

## 研究成果広報委員

軽	部	毅	靖	松	田	義	弘
高	橋	俊	広	大	沼	広	昭
松	木	和	久	石	垣	浩	佳
中	野		哲	渡	部	光	隆

**山形県工業技術センター報告** No.46 (2014) 2015 年(平成 27 年) 2 月

- 発行山形県工業技術センター 〒 990・2473 山形市松栄二丁目2番1号 Tel. (023)644・3222
- 印 刷 株式会社大風印刷