

テクノネットワーク

No.126
2019/秋号

企業と共に歩む技術支援の拠点をめざします。

滋賀県工業技術総合センター

目次

	お知らせ
「一般公開」の開催案内	1
	事業紹介
3Dイノベーション創出推進事業	2-3
	機器紹介
新規導入機器の紹介	4-5
	研究紹介
研究テーマ紹介（有機材料係、無機材料係、食品・プロダクト デザイン係、陶磁器デザイン係、セラミック材料係）	6-7
	研修報告
InN・InGaN粉体作成に関する研究	8

2019 滋賀県工業技術総合センター

「一般公開」の開催案内

研究成果報告・見学ツアーを11月26日(火曜日)に同日開催します。

お知らせ

工業技術総合センターが保有する設備や技術を県内企業の方や一般の方々に広く活用していただくことを目的に、「一般公開」を開催します。今回は、3D設計・試作などの高度なモノづくりを支援するために本年4月にオープンした「高度モノづくり試作開発センター」をメインテーマに開催します。3D試作に関連した講演、試作開発センターの設備を活用した研究成果報告、見学ツアーを予定しています。

普段から当センターを活用いただいている企業の方でも、まだ利用されたことのない設備、装置を知る良い機会となりますので、ぜひご参加ください。詳細はセンターのホームページをご覧ください。

<https://www.shiga-irc.go.jp>



見学ツアーの様子（エネルギー分散型蛍光X線分析装置）

3Dイノベーション創出推進事業

滋賀県工業技術総合センターでは、平成30年度に最新鋭のDED方式*1金属3Dプリンタ*2を「生産性革命に資する地方創生拠点整備交付金」（平成29年度内閣府補正予算）により整備しました。

この最新鋭の金属3Dプリンタを活用し、県内企業への3Dモノづくり技術の普及と技術革新の創出をバックアップするため、情報共有や先行試作などの活動を行う「**滋賀3Dイノベーション研究会**」を設立し、今年度の8月6日に第1回研究会を開催しました。 ※1 DED方式：指向性エネルギー堆積法、※2 三菱重工工作機械株式会社製 型式LAMDA200

はじめに

2013年の米国オバマ大統領（当時）が一般教書演説で3Dプリンタに触れて以来、樹脂や金属の3Dプリンタを活用した、製造業の「3Dモノづくり革命」や「積層造形技術」などのキーワードを、メディアや展示会などで目にするようになりました。

これら3Dプリンタが実現する積層造形技術は、Additive Manufacturing（付加製造、以下、AM）技術と呼ばれるものであり、3次元造形物を作るために一層一層積み上げていく加工法としてASTM（American Society for Testing and Materials：米国試験材料協会）において2009年度頃から定義されているキーワードです。AM技術（付加製造技術）の言葉のとおり、切削加工に代表される従来の加工法（除去加工）と対をなす、新しい加工法として知られています。

ここで、金属3Dプリンタにおいては、世界的な流れもあり、2014年の工作機器展示会開催頃から装置市場が活況を帯びてきました。

我が国においても、三次元造形等の高度な生産技術を地域のモノづくり産業に適用し、新たなモノづくり産業の創出を目的に、素材や機械制御技術等の日本の強みを活かした三次元造形システムの研究開発を国家プロジェクト（例えば、技術研究組合次世代3D積層造形技術総合開発機構：TRAFAMや戦略的イノベーション創造プログラム：SIPなど）として推進されてきました。

主要な金属3Dプリンタ造形方法とその特徴

図1に示すように、金属3Dプリンタを用いた主な金属積層造形方法に、粉末床溶融結合法（以下、PB方式）と指向性エネルギー堆積法（以下、DED方式）の二つが挙げられます。これらの方式は、各々の特徴を活かした用途に応じた使い分けがなされるべきものであり、どちらも後処理（熱処理や切削加工など）は必要です。

従来から一般的なPB方式は、コーターを用いて粉末を一層ならし、後にレーザー照射による溶融というプロセスを



写真1 金属粉末積層造形装置 (DED方式)
三菱重工工作機械株式会社製 型式:LAMDA200

繰り返し造形を行います。一方、DED方式は、レーザー照射と同時に同じノズルから粉末を吐出し、肉盛り溶接のように一層一層積層造形を行います。このように、PB方式はゼロからの造形に対し、DED方式は溶接に類似することから、より高速に付加造形が行えることが挙げられます。

表1に各造形方法の特徴を示します。大きな特徴として、PB方式はより細かい粒径を要求することやサポートが付与可能であるため、複雑形状の造形に適しています。ただし、そのために、ヒュームの発生による再現性の低下などが問

題となります。

一方、DED方式は前述のように肉盛り溶接のような方式であるため、PB方式とは異なり異種材料の積層造形、任意の複合材料や傾斜機能材料(接合)の造形などが行えることが大きな特徴となります。

以上のことから、各方式の特徴をまとめると、PB方式は製品の形状設計の自由度が大きい、DED方式は製品の材料設計の自由度が大きいことが明らかとなります。

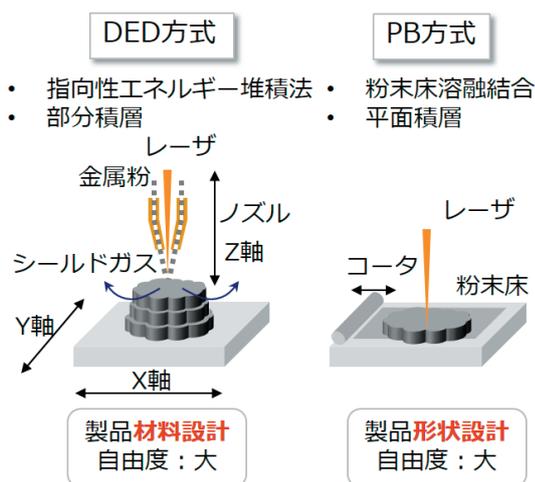


図1 主要な金属3Dプリンタ造形方法

表1 金属3Dプリンタ造形方法の特徴

	DED方式	PB方式
造形の特徴	付加	ゼロから
造形速度	○ (高速)	△
原料粉末コスト	○	△
形状自由度 (複雑形状含む)	△	○
精度 (形状)	△	○
精度 (再現性)	○	△
メンテナンス性	○	△
異種材料複合	○	×
接合・傾斜機能材料	○	×

センター整備 金属3Dプリンタについて

前に記しました金属3Dプリンタ造形方式において、センターでは平成30年度にDED方式の金属3Dプリンタ(機器名称:X35 金属粉末積層造形装置(DED方式))を整備しました。表2に装置の主な仕様を示します。

本装置は、従来より製造されている金属部品に、耐熱性や耐摩耗性を有する異種材料を積層造形可能ですので、製造業を支えている素形材産業など(鍛造、プレス、鋳造など)の皆様方への、従来の技術を活かした新しい3Dモノづく

り新技術・新製品開発に活用していただきたいと思います。

表2 金属粉末積層造形装置(DED方式)の主な仕様

稼働軸	XY(テーブル), Z(ノズル)
最大造形サイズ	200 x 200 x 200mm
レーザー出力	最大2kW
パウダフィーダ	数量: 2つ(2種材料混合可能)
粉末粒径	約45~150µm
材種	SUS, マルエージング鋼, チタン合金, インコネルetc

滋賀3Dイノベーション研究会 会員募集

滋賀県工業技術総合センターでは、「滋賀3Dイノベーション研究会」を設立し、活動しています。会員につきましては、随時募集しています。

【募集対象】

- 3Dモノづくりへの挑戦を検討している滋賀県内に事業所がある企業
- 研究会において企業の技術支援に協力できる大学等研究機関

【参加費】 無料

【活動内容】

- 金属3Dプリンタに関する技術情報の共有
研究会や講演会を定期的開催し、装置メーカーや大学等研究機関を交えながら、金属3Dプリンタなど3Dモノづくりに関する企業の課題など情報の収集と共有を図り、新製品や新技術開発の促進を目指します。
- 金属3Dプリンタを活用した試作実験の共同実施
会員企業の具体的な技術課題から選定したテーマについて、金属3Dプリンタによる先行試作を行い、大学やメーカーのアドバイスをいただきながら、少数精鋭で課題解決を目指します。 ※材料の一部を県が準備します(ただし、ご利用方法によってはご準備いただく場合があります)。

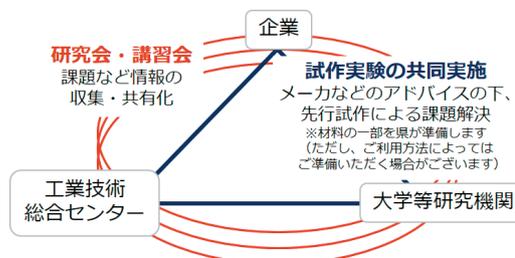


図2 研究会の内容概略

【問い合わせ】

滋賀3Dイノベーション研究会 斧(おの)、柳澤、山下
URL: <https://www.shiga-irc.go.jp/activities/forums/3dinnovation/>

新規導入機器の紹介-2

「高度モノづくり試作開発センター」に新規導入した機器をご紹介します。詳細は各担当者にお尋ねください。

豎型精密射出成形機



用途・特徴

少量サンプルでJIS対応の樹脂試験片を精度良く成形するための装置です。豎型であることから、インサート成形等の特殊成形にも対応することが可能です。樹脂の種類や内容にもよりますが、200～300g程度の樹脂材料で一通りの成形実験を行うことができます。

(有機材料係 神澤)

機種

メーカー：日精樹脂工業株式会社

型式：ハイブリッド式小型豎型射出成形機STX10-2V

仕様

<成形機本体>

方式：電気/油圧ハイブリッド式

型締力：94kN(約10t)

スクリュー径：16mmφ

最大射出圧力：263MPa

射出体積：13ml

最大射出速度：150mm/s

最大スクリュー回転速度：280rpm

最小使用金型厚：130mm

最大型開距離：300mm

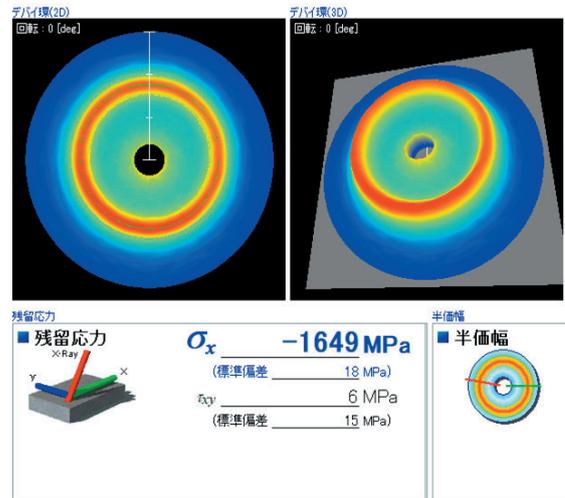
<成形可能サンプル>

(1) ダンベル (JIS K7139 タイプCP12 準拠)

(2) 多目的試験片 (JIS K7139 タイプB 準拠) 各1個取り



残留応力測定装置



用途・特徴

金属部材の残留応力を測定します。X線を試料に照射し、二次元検出器で取得した回折環からひずみを解析することで応力を求めるcos α法を用いた測定方法です。従来の測定手法より短時間で測定できます。また、標準コリメータ径がφ1mmであるため、実物試料の小さい面積の箇所もピンポイントで測定可能です。

(無機材料係 田中)

機種

メーカー：パルステック工業株式会社

型式：μ-X360s

仕様

計測方法：cos α法 (二次元検出器を用いた解析法)

測定項目：残留応力、半値幅、残留オーステナイトの解析

対象金属：Fe、Al、Ni、Ti など

コリメータ径：φ1mm、0.3mm

(実際の照射径は約2倍になります)

X線管球：Cr、V、Mn

測定時間：約60秒 (鉄系、コリメータφ1mmの場合)

キセノンウェザーメータ (大型高促進型)



用途・特徴

太陽光に似た波長スペクトルを持つキセノンランプを光源とした耐候性試験装置であり、JIS やISO規格などに対応した劣化試験ができます。例えばプラスチックの劣化による強度低下や塗料・繊維製品などの退色やほこり、自動車部品の信頼性確認などに使用されます。標準サイズの試験サンプルであれば多数一度に試験できる大型の試験槽を持ち、従来までの装置同様、太陽光と同じから3倍の高照度での試験に加えて、サンプルにより5倍の超高照度での劣化促進試験が初めて可能となりました。

(有機材料係 白井・大山)

機種

メーカー：スガ試験機株式会社

型式：SX120ZS

仕様

試験片：標準サイズ 70x150mm厚さ 1mm 最大100枚

照射：60-300W/m²(300-400nm)

温度制御：BPT(黒色板温度) 63～89℃

サイクル：照射→降雨 の繰り返しサイクルなど対応可能

冷熱衝撃試験機



用途・特徴

高温と低温の温度変化を交互に切り替えることにより、急激な温度変化(ヒートショック)に対する、電子部品や機械モジュール、工業材料等の耐性を評価することができます。JIS規格やIEC規格に準拠した試験機でこれらの対応試験が実施可能です。

(電子システム係 木村)

機種

メーカー：エスペック株式会社

型式：TSA-103ES-W

仕様

高温側温度：+60～+200℃(±0.5℃)

低温側温度：-70～-0℃(±0.5℃)

温度復帰時間：5分以内

2ゾーンまたは3ゾーンのサイクル試験可能

テストエリア寸法：W650xH460xD370mm

テストエリア全耐荷重：50kg

中間棚耐荷重：30kg(但し付属カゴは5kg)

陶磁器デザイン係、セラミック材料係、有機材料係、無機材料係、食品・プロダクトデザイン係

研究テーマ紹介（令和元年度）

令和元年度に取り組んでいる研究テーマ（重点研究、経常研究）とその概要を紹介します。



信楽焼坪庭の試作品

陶磁器デザイン係

大物陶製品用陶土の開発 - 県内リサイクル原料による陶土の改良 - (R1 ~ R3)

西尾 隆臣

概要：県内のリサイクル原料を活用し、低価格で浴槽製造（直径90cm以上）に使用できる大物製品用陶土の開発を目指す
 今年度：リサイクル原料の検討および陶土の調合試験
 図説明：信楽焼産地企業における浴槽の製造



信楽焼坪庭製品の市場開拓に向けた開発研究 (H30 ~ R2)

高畑 宏亮 および係員

概要：坪庭用陶製品の開発と和風モダンな坪庭のデザイン提案により、国内外の市場開拓を図る
 今年度：陶製品の試作開発と冷却機能の評価
 図説明：前年度に提案した坪庭製品



セラミック材料係

生物由来合成ハイドロキシアパタイトを用いたセラミックスの研究開発 (R1 ~ R3)

植西 寛

概要：卵の殻という未利用資源から得られる生物由来合成ハイドロキシアパタイトを陶磁器素地の原料として活用する技術の開発研究
 今年度：活用に向けた市場調査、陶磁器素地に利用するための構成の検討（粒径、添加剤、物性特性等）
 図説明：（左）卵の殻 / （右）卵殻由来合成ハイドロキシアパタイト



窯業系廃棄物を活用した園芸土木資材の開発 (R1 ~ R3 重点研究)

神屋 道也

概要：陶磁器やその原料の製造工程で発生する窯業系廃棄物を再利用した園芸土木資材の開発
 今年度：廃棄物の成分迅速評価方法の確立と廃棄物の変動状況の確認
 図説明：（左）釉薬製造時の廃棄物 / （右）園芸土木資材イメージ



高感度蛍光検出技術を応用したタンパク質状態を評価する技術開発 (R1 ~ R3)

白井 伸明

概要：タンパク質は、熱やpHなどの変化により構造状態が変化しますが、構造変化や凝集をFCS測定を利用して調べる技術の開発
 今年度：モデルとなるタンパク質での構造変化をPAGE法などで精密に調べる

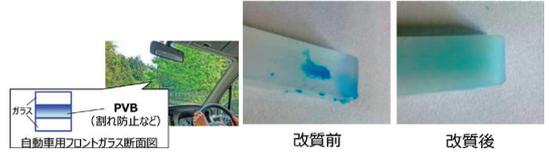


図説明：(左) タンパク質構造変化 / (右) FCS測定のイメージ

合わせガラス中間膜シート用材料を活用した革新的リサイクル技術の開発 (H30 ~ R2)

神澤 岳史

概要：合わせガラス中間膜シート素材であるポリビニルアセタール (PVAc) 樹脂の汎用樹脂添加剤としての新たな利活用技術の開発
 今年度：汎用樹脂改良メカニズムの考察、改良検討と実用化に向けた課題抽出

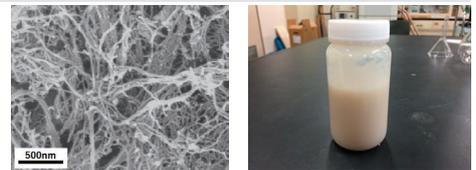


図説明：(左)自動車フロントガラスイメージ / (中) (右)樹脂改質例

水生植物からのセルロースナノファイバー創製と複合材料化に関する研究 (H29 ~ R1 重点研究)

大山 雅寿

概要：琵琶湖で異常繁殖する水生植物 (水草) について、セルロースナノファイバー (CNF) 化による高付加価値変換の検討
 今年度：水草から作製したCNFを用いた複合材料を作成し、その特性を調査する

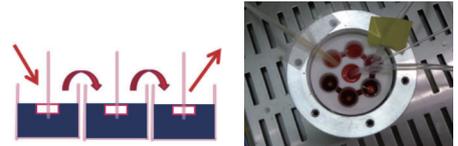


図説明：(左)水草CNFのSEM像 / (右)CNF複合材料

フロー式反応装置の作製とそれを用いた合成に関する研究 (H29 ~ R2)

中居 直浩

概要：高純度な化合物合成が期待できる新規フロー式反応装置を試作し、それを用いて高付加価値材料の合成を検討
 今年度：新規フロー式反応装置における加熱・混合・分離などの特徴を生かした化学合成反応を検討する



図説明：(左) フロー式反応装置のモデル / (右) 色素合成反応の実施例

プラズマを用いた窒化炭素系金属表面処理技術の開発 (R1 ~ R3)

佐々木 宗生

概要：工具や金型および電子材料など様々な素材等に多く用いられる炭素材料のプラズマによる高機能化技術の開発
 今年度：スパッタリング法による炭素材料の窒化技術の検討
 図説明：(左) スパッタリング装置 / (右) 原料粉末

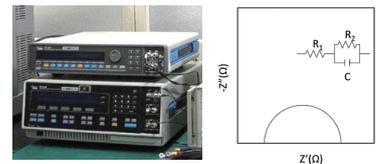


電池デバイスの評価技術の検討 (H30 ~ R2)

田中 喜樹

概要：電池デバイスの評価技術の一つである内部抵抗評価について、測定に影響を及ぼす要因を追求するため、基準サンプルを作製し評価する

今年度：測定環境の把握および適切な環境の形成
 図説明：(左) 内部抵抗評価装置 / (右) 測定結果の一例

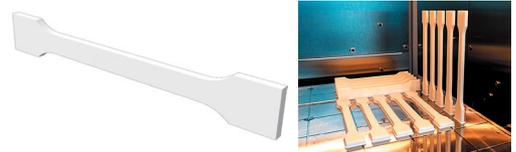


3Dプリンタの活用方法の調査 (R1 ~ R2)

山下 誠児

概要：3Dプリンタの造形品の精度や強度、硬さなどを測定し、企業支援に役立てるため、試験片を3Dプリンタで造形し、引張り、曲げ、ひずみについて各種試験を実施する

今年度：測定用試験片の造形と引張り強度測定
 図説明：(左) 測定用試験片のCADデータ / (右) 試験片の造形



「近江の地酒」の酒質向上に向けた小規模試験醸造による実証研究 (H30 ~ R2 重点研究)

岡田 俊樹

概要：県産酒質の向上、新製品開発を目指すために必要な醸造条件を研究し、得られた実証データを清酒醸造所と協働で醸造技術強化等へ繋げる

今年度：醸造試験設備の運用構築と実証試験、および県保有酵母を活用してニーズに合った醸造用酵母の取得を目指す
 図説明：(左) 日本酒醸造試験室 麹製造施設 / (右) 発酵タンク施設



InN・InGaN粉体作成に関する研究

平成30年度に「窒化インジウム (InN)・窒化インジウムガリウム (InGaN) 粉体作成に関する研究」をテーマに京都工芸繊維大学工学科学研究科 岩崎仁准教授の指導を受け、外部の方とも共同で研究を行いましたので、その一部を紹介します。

金属窒化物は様々な特性をもっており、耐熱材料や研磨剤、超硬材料、潤滑剤として広く実用化されています。中でもⅢ族金属の窒化物である窒化ガリウム (GaN) やInGaNは青色発光ダイオードの材料として利用されています。

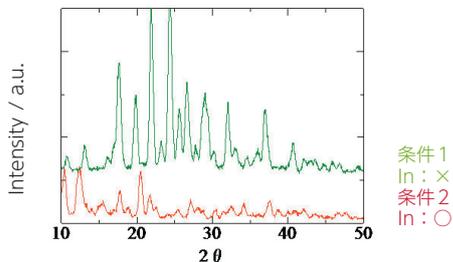
InNのもつバンドギャップは、0.65eVであり、およそ1900 nmの赤外波長域まで吸収をもちます。一方、GaNのもつバンドギャップは3.4eVであり365nmの紫外波長域までの吸収となります。InNとGaNの混晶であるInGaNは、InとGaの組成比を制御することで、InNからGaNのまでの0.65～3.4eVの任意のバンドギャップを実現することができ、太陽電池や電子材料、光機能材料などへの展開が期待されています。

InNやInGaNの主たる合成法は、サファイアなどの基板の上に結晶を成長させる有機金属気相成長法 (MOVPE) と呼ばれる方法です。この方法は、薄膜の作製には適していますが、粉体の合成には不向きで、InNおよびInGaN粉体の合成に関する研究はあまりおこなわれていません。

今回は、汎用性が高く作製も容易な粉体の合成方法として、金属錯体を前駆体とした化学的な作成法の可能性について研究を進めました。

前駆体となるEDTA-錯化合物の合成

硝酸インジウムまたは硝酸ガリウム、またはこれらの混合物を出発原料とし、エチレンジアミン四酢酸アンモニウム塩 (EDTA・2NH₄・H₂O、以下EDTAと称す) を用いて、In³⁺イオンおよびGa³⁺イオンを錯化して前駆体となる固体EDTA-錯化合物を合成しました。



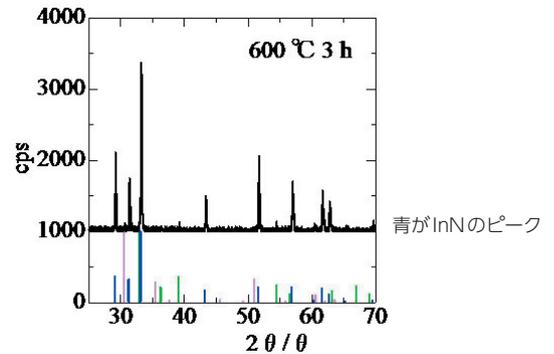
EDTA-In前駆体のXRD測定結果

前駆体の合成は反応の条件により、得られる物質の構造に違いが見られ、条件によっては前駆体にインジウムが含まれないものも見られました。

このようにして合成した前駆体を窒化処理することで、InN粉体およびInGaN粉体を合成するプロセスについて検討しました。

InGaNの合成

インジウムを含む前駆体 (EDTA-In) の窒化処理は管状炉を用いておこないました。窒化にはアンモニアガスと窒素ガスを利用し、ガスの流量や混合比、炉の温度条件を検討した結果、InN粉体を合成できる条件を見いだすことができました。



合成した粉体のXRD測定結果

EDTA-Inと同様にガリウムを含む前駆体 (EDTA-Ga) を合成し、これらを種々の比率で混合したものを、InN粉体の合成に成功した条件で窒化処理を試みました。得られた粉体をX線回折によりその構造を調べたところ、InNの構造が観察され、Gaに起因する成分は検出されませんでした。InNとGaNでは窒化が起こる温度に違いがあり、これが原因と考えられました。このため、まずEDTA-Gaのみを窒化処理した後、EDTA-Inを混合して再度窒化処理するプロセスを検討したところ、InGaNと類推できる粉体が合成できました。内部標準法を利用したX線回折による検証で、この粉体は、GaN結晶に約3%のInが固溶した構造であろうと推定されました。

今後、この研修で得られた窒化物合成プロセスに関する知見を大学や企業との産学官連携での共同研究や技術開発のきっかけとしたいと考えています。

(セラミック材料係 植西)

