平成23年度戦略的基盤技術高度化支援事業

## 「電子ビーム微細溶融加工による医薬・医薬部品用金型 の表面機能化技術の開発」

## 研究開発成果報告書概要版

## 平成24年3月

- 委託者 中部経済産業局
- 委託先 財団法人富山県新世紀産業機構

- 第1章 研究開発の概要
  - 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標
  - 1-2 研究体制(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)
  - 1-3 成果概要
  - 1-4 当該プロジェクト連絡窓口
- 第2章 研究開発成果の詳細
  - 2-1 成形シミュレーションを対応させた電子ビーム3D表面溶融加工技術の開発
  - 2-2 電子ビーム微細溶融加工による微小テクスチャ形成技術の開発
  - 2-3 放電及び電子ビーム複合加工による表面拡散浸透技術の開発
  - 2-4 サーボモータによる打錠評価試験機の開発
- 第3章 全体総括
  - 3-1 成果の総括
  - 3-2 今後の取組み
  - 3-3 事業化への検討

#### 第1章 研究開発の概要

#### 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

(1) 研究開発の背景

医療分野における製剤工程では、薬剤(粉末)を上下の打錠杵(金型)で打錠成形して製造する。この 錠剤には、メーカ名やロット番号等のマーキングを施すことが多く、打錠杵(金型)には微細な刻印が加工 される。この際、薬剤の物性や成形条件によって、金型への薬剤(粉体)の付着(スティッキング)や刻印 部と金型外周部(ランド部)への応力集中などに起因した割れや欠けなどが発生することがしばしばある。 これを防止するため、錠剤の製造における金型には、錠剤の品質維持のための高寸法精度や生産コス ト低減のための粉離れ性や耐久性などが求められている。

医薬部品のうちポリプロピレンやポリエチレンテレフタレートを原料とした薬容器、注射薬シリンジ、カテ ーテルバルーンなどは、樹脂の射出成形、ブロー成形あるいはディッピング加工により製造される。容器 類については、製品の透明性を高めるため、金型の表面仕上げの精度(光沢度)の向上とともに、樹脂添 加物減量化に対応する金型の離型性改善や耐食性向上が求められる。また、生産性向上のために金型 の強度や耐摩耗性の改善による耐久性の向上も必要とされる。

#### (2)研究の目的

本研究では、錠剤の品質維持のための寸法精度の向上や生産コスト低減のための粉離れ性や耐久性 の向上を目的とした打錠金型の表面機能化技術を開発する。また、医薬部品の研究では、容器製品の透 明性を高めるための金型の表面仕上げ精度(光沢度)の向上とともに、樹脂添加物減量化に対応する金型 の離型性や耐食性向上を目的とした表面機能化技術を開発する。最終的な技術目標値を以下に示す。

打錠成形	医薬部品の成形
打錠杵寿命:従来比2倍	金型寿命:従来比2倍
打錠サイクル:従来比 20%アップ	成形サイクル:従来比 20%アップ
耐スティッキング時間:従来比 20%アップ	

(3) 目標

上記目的と技術目標を達成するため以下の4課題について本年度の目標を設定した。 【課題①成形シミュレーションを対応させた電子ビーム3D表面溶融加工技術の開発】<u>試作金型の打錠評価試験及び実機評価</u>では、電子ビーム溶融加工機を使用し、⑦放電加工、<sup>①</sup>切削加工、<sup>①</sup>プレス成形+ 電子ビーム照射、<sup>②</sup>プレス成形、それぞれの加工法による杵面の耐圧性試験を実施するとともに実機ロ ータリー打錠機で効果を確認する。

【課題②電子ビーム微細溶融加工による微小テクスチャ形成技術の開発】<u>電子ビームドット制御による表面粗さ制御技術の検討</u>では電子ビーム溶融加工機を使用し、溝幅と溝深さが異なるテクスチャの形成技術を確立する。金型表面の形状・性能評価では、摩擦摩耗試験機を用いてテクスチャの摩擦挙動を調査するとともに、真空加熱炉を用いてテクスチャに対する樹脂の濡れ性を調査してテクスチャの離型性改善の理由を明らかにする。試作金型の実機搭載評価では、実機射出成形機を用いてテクスチャの微細形状(溝幅と溝深さ)が離型性に及ぼす効果を確認するとともに、打錠評価試験機を用いてテクスチャの粉離れ性効果を確認する。

【課題③放電及び電子ビーム複合加工による表面拡散浸透技術の開発】加工処理材の性能評価では高濃度の CrC 焼結電極を作成し、複合加工表面の微細構造評価と性能変化メカニズムの解明を進める。<u>試作 金型の実機搭載評価</u>では、実機射出成形により複合加工表面の離型性を評価するとともに、打錠評価試 験により複合加工表面の粉離れ性を評価する。

【課題④サーボモータによる打錠評価試験機の開発】<u>試作評価試験機による打錠試験</u>では打錠モーション 制御による粉離れ性を調査してロータリー打錠機の問題を明らかにする。また、打錠評価試験機のメンテ ナンス方法や精度確認方法を確立する。



管理体制

①事業管理機関

【財団法人富山県新世紀産業機構】



②再委託先

【株式会社北熱】



【株式会社斉藤製作所】



【三晶エムイーシー株式会社】



【国立大学法人富山大学】



【富山県工業技術センター】



## (2)研究者氏名

#### 株式会社北熱

氏名	所属·役職		
政 誠一	代表取締役社長		
中井 徹	製造部 マシニング課 次長		
山口絵美	開発営業部		
吉澤 秀俊	製造部 マシニング課		
吉野 俊彦	製造部 マシニング課 担当職長		

株式会社斉藤製作所

氏名	所属·役職
相馬 優	技術部

## 三晶エムイーシー株式会社

氏名		所属·役職	
一色 勝彦	自動機部 部長		
山平 和広	自動機部 設計課長	長	

## 国立大学法人富山大学

氏名	所属·役職		
長柄 毅一	芸術文化学部 芸術文化学科 准教授		

## 富山県工業技術センター

氏 名	所属・役職		
冨田 正吾	中央研究所 加工技術課長		
山岸 英樹	企画管理部 產学官連携推進担当 主任研究員		
川堰 宣隆	中央研究所 加工技術課 主任研究員		
柿内 茂樹	中央研究所 加工技術課 主任研究員		

(3)協力者

日医工株式会社 開発本部 開発センター 製剤開発部長	金井	達夫
日医工株式会社 生産本部 生産技術部長	原	豊
ゼオンメディカル株式会社 取締役生産管掌兼高岡工場長	大関	宏
高周波精密株式会社 専務取締役総務企画室長	柏木	健

1-3 成果概要

(1) 成形シミュレーションを対応させた電子ビーム3D表面溶融加工技術の開発

昨年度は、打錠成形時-杵面変形量の解析結果から、杵面成形には切削加工か放電加工による成形 が望ましいと判断した。本年度は、杵の耐圧性能を評価するため、プレス成形【従来法】、切削加工(放電 加工)および切削加工(放電加工)に電子ビーム照射【開発法】した打錠杵について荷重 100KN における 変形量、応力および歪量をシミュレーション解析した。その結果、切削加工(放電加工)に電子ビーム照射 した打錠杵が最も優れることを確認した。

また、同打錠杵を用いて打錠評価試験機および実機ロータリー打錠機で打錠成形した場合、ランド部 に割れや欠けなどの発生は無く打錠杵として十分な性能を有することが実証されている。

(2) 電子ビーム微細溶融加工による微小テクスチャ形成技術の開発

昨年度は、<u>電子ビームドット制御による表面粗さ制御技術の検討</u>においてテクスチャが射出成形の離型 性に効果があることを確認した。本年度は、当該テクスチャを構成する溝幅と溝深さの形成条件について 検討し、電子ビーム照射条件とテクスチャ形状との相関関係を明らかにした。

本年度の金型表面の形状・性能評価は、摩擦摩耗試験を用いてライン、格子、放射などのテクスチャに 対する摩擦挙動を調査してテクスチャの粉離れ性や離型性改善の理由を明らかにした。また、昨年度未達 成となった微小テクスチャ形成表面に対する樹脂のぬれ性評価を実施した。

昨年度は、<u>試作金型の実機搭載評価</u>の実機射出成形によりテクスチャパターンの効果を検証し、その 中で特異な方向性を有するテクスチャが離型性に効果があることを確認した。本年度は、当該テクスチャ の微細形状(溝幅と溝深さ)が離型性に及ぼす効果を実機射出成形にて調査した。同様に、テクスチャの 粉離れ性についてもテクスチャ形成杵を用いて打錠試験機で効果を検証した。

(3) 放電及び電子ビーム複合加工による表面拡散浸透技術の開発

昨年度は、加工処理材の性能評価の放電処理(EDC)の電極材として CrC 焼結材が有用である可能性 が見出せたことから、本年度は、高濃度の CrC 焼結電極を作成し、複合加工表面の微細構造評価と性能 変化メカニズムの解明を進めた。

本年度の<u>試作金型の実機搭載評価</u>は、試作金型を用いた実機射出成形により複合加工表面の離型性 を評価した。また複合加工表面の打錠成形における粉離れ性評価を打錠試験機にて実施した。その結果、 複合加工表面は粉離れ性に劣ることを確認した。

(4)サーボモータによる打錠評価試験機の開発

本年度の<u>試作評価試験機による打錠試験</u>は、製作した試験機の問題点の把握を行い、調整・改良を行った後、サーボモータ打錠試験機とロータリープレス打錠機の整合性確認を行い、打錠評価試験機のメン テナンス方法や精度確認方法を確立した。

## 1-4 当該プロジェクト連絡窓口

#### (1)事業管理機関

法人名:財団法人富山県新世紀産業機構(代表者 理事長 石井隆一) 住 所:〒930-0866富山県富山市高田529番地 連絡担当者名、所属役職名:藤城 敏史 産学官連携推進センター部長 TEL:076-444-5636 FAX:076-444-5630 e-mail:fk @tonio.or.jp

(2)総括研究代表者

氏 名:政 誠一 組織名:株式会社北熱 所属役職名:代表取締役社長 TEL:076-436-1431 FAX:076-436-1432 e-mail:smasa@hokunetsu.com

(3) 副総括研究代表者

氏 名:一色 勝彦 組織名:三晶エムイーシー株式会社 所属役職名:自動機部 部長 TEL:076-472-5099 FAX:076-473-2154 e-mail:isshiki@sansho-mec.co.jp

(4)研究実施者

機関名	代表者役職氏名	連絡先		
株式会社北熱	代表取締役社長	〒930-0106		
	政 誠一	富山県富山市高木西 115		
		TEL:076-436-1431 FAX:076-436-1432		
		代表取締役社長 政 誠一		
		E-mail :smasa@hokunetsu.com		
株式会社	代表取締役社長	〒939-2251		
斉藤製作所	斉藤 恵三	富山県富山市下大久保 61 番地		
		TEL:076-468-2727 FAX:076-468-3911		
		技術部 相馬 優		
		E−mail :kaihatu2@saito−inc.com		
三晶エムイーシー	代表取締役社長	〒930-0301		
株式会社	今家 英明	富山県中新川郡上市町竹鼻 723		
		TEL:076-472-5099 FAX:076-473-2154		
		目動機部部長一色勝彦		
同去上兴法士		E-mail: isshiki@sansho-mec.co.jp		
国业人子法人	子長	〒933-8088 宮山順吉岡古二ト町 100 乗地		
<b>畠山八子</b>	速滕 俊郎			
		芸術文化学部 芸術文化学科 准教授 長柄 毅一		
		E-mail: tnagae@tad.u-tovama.ac.ip		
富山県	所長	〒933-0981		
工業技術センター	榎本祐嗣	富山県高岡市二上町 150 番地		
		TEL:0766-21-2121 FAX:0766-21-2402		
		中央研究所 加工技術課長 富田 正吾		
		E-mail: tomida@itc.pref.toyama.jp		

#### 2-1 成形シミュレーションを対応させた電子ビーム3D表面溶融加工技術の開発

#### 【研究目的及び目標】

電子ビーム加工機を用いた微細溶融加工法と三次元形状データを組み合わせることで、複雑三次元形 状や微細形状を有する金型表面の表面物性及び表面形状を制御することが可能になる。さらに、製品の 成形シミュレーションによる金型応力分布解析で改善を必要とする部分が特定できれば表面物性の制御 はさらに高精度になるものと考える。これには金型の三次元データと連動する NC 制御の装置開発が求め られる。成形シミュレーションと組み合わせた3D 表面加工による効果を確認するため、打錠障害が大きな 課題となる打錠杵に適用し、試作した打錠評価試験機にて評価を実施する。また、あらゆる3D形状に対応 した表面加工方法を確立することにより、複雑形状金型への3D表面加工技術を開発する。

昨年度は、打錠成形時一杵面変形量の解析結果から杵面成形にあたっては歪分布を伴うプレス成形を 避けて放電や切削による成形が望ましいと判断した。また、電子ビーム(以下 EB)を照射する場合には、偏 った部位への照射を避け、打錠面全体が同等の熱影響を受けるような照射方法が望ましいことを確認して いる。さらに、放電加工により成形した文字入り杵を研磨する場合にも、電子ビーム加工で杵面全面に照 射することが必要と提案した。

本年度は、杵面の耐圧性評価を行うため、応力解析シミュレーションソフトにより解析を実施した。高荷 重をかけた杵の変形量、応力および歪を比較し、杵の最適製作条件を選択した。杵の製作方法は、①プレ ス加工、②切削加工または放電加工、③電子ビーム加工(均一な全面照射)の3方法とし、製作方法による 耐圧性を評価することにより、事業化における打錠杵の一貫加工方法の参考とした。その結果、電子ビー ム照射した打錠杵(試作金型)の耐圧性能は、従来のプレス成形による打錠杵に比べて優れた性能を有す ることが確認された。

#### 2-1-1 試作金型の打錠評価試験及び実機評価

【実験方法】

#### 応力解析シミュレーションによる耐圧性評価

応力解析シミュレーションにより、製作方法の異なる打錠杵の耐圧性の評価を実施した。打錠杵の製作 方法は①プレス加工(以下プレス)、②切削加工または放電加工(以下切削・放電)、③電子ビーム加工(以 下EB)の3種とした。EB 照射は昨年度解析から局所的な照射は望ましくないことが判明しているため、打 錠面全体を均一に照射した場合のモデルで解析を行った。

杵製作方法	特徴			
プレス	プレス成形より材料に歪が生じているため、ランド近傍が硬い			
切削·放電	切削加工または放電加工では均一な硬さ分布となる			
EB	打錠面全体に EB 照射することにより表層に硬化層が形成			

表 1-1 耐圧性評価試験杵



図1-1 製作方法による杵断面硬さのイメージ

解析時に要素指定を行うための分割図を図 1-2 に示す。打錠面からの深さ方向は EB の溶融層に相当 する 0~30 μm、熱影響層に相当する 30~50 μm に分割し、プレスおよび切削・放電の該当する箇所の測 定値(ヤング率)をプロットするものとした。円周方向の分割は、硬さ(ヤング率)の測定値に合わせ分割した。 (円周方向に相当する測定箇所は 1=7、2=6、3=5 である)



図 1-2 杵モデルの分割と硬さ(ヤング率)測定位置

解析に使用した製作方法毎の硬さおよびヤング率の分布を図 1-3 に示す。SKD61 の場合、硬さが増加するとヤング率は低下する傾向が見られる。製作方法が切削・放電の場合、材料の硬さが均一であるため、ヤング率は分割箇所によらず一定の値である。深さ 50μm 以上の値は製作方法によらず、硬さ;480HV、ヤング率;218GPa とした。



図 1-3 硬さおよびヤング率の分布

応力解析条件を表 1-2、応力解析イメージを図 1-4 に示す。プレス、切削・放電、EB のヤング率をプロットしたモデルに対し、2~100kN の荷重をかけ、変形量・応力・歪の比較を行った。杵材質は SKD61(HRC48 ~50)を使用し、加工により硬さやヤング率が異なる。(図 1-1 および図 1-3 参照)

解析には応力解析シミュレーションソフト(ANSYS Professional NLS)を使用し、解析のためのモデル作図 には Design Modeler(ANSYS Design Modeler)を使用した。

エニッ	打錠杵先端部形状: Ø 8mm、12R			
$\tau$	杵材質:SKD61			
	打錠面全体に荷重をかけ、変形量・応力・歪を比較			
解析	荷重:2、6、10、20、30、50、100kN			
	※1Nは0.102kgfのため、2kN=204kgf、10kN=1020kgf(約1tに相当)			
	①全変形量		モデル全体の変形量を比較	
比較項目	②応力	最大主応力	応力の最大値を比較	
		中間主応力	応力の平均値を比較	
	<u></u>	最大弾性主歪	歪の最大値を比較	
	し 正	中間弾性主歪	歪の平均値を比較	

表 1-2 応力解析条件



図 1-4 応力解析イメージ

【研究成果】

応力解析シミュレーションによる耐圧性評価

①全変形量

変形量の比較結果を表 1-3 および図 1-5 に示す。変形量はプレス>切削・放電>EB であり、EB 杵が最 も変形量が小さいことが確認されたが、数値の差は非常に小さく、100kN かけた際でも変形量の差は 0.05 μm 以下であった。このことから、変形量は製作方法によらず、同等であると考えられる。

表 1-3 全変形量					
荷重	プレス	切削·放電	EB		
[kN]	[ <i>μ</i> m]	[ <i>μ</i> m]	[µm]		
2	1.1009	1.1004	1.1001		
6	3.3026	3.3013	3.3004		
10	5.5043	5.5021	5.5007		
20	11.0090	11.0040	11.0010		
30	16.5130	16.5060	16.5020		
50	27.5220	27.5110	27.5040		
100	55.0430	55.0210	55.0070		



図 1-5 全変形量の比較

②応力

応力の比較結果を表 1-4 に示す。最大主応力の差異はないが、中間主応力には差異が確認された。差 異が確認された中間主応力の分布を図 1-6 に示す。

中間主応力は EB>切削・放電>プレスであり、EB 杵が最も応力が高いことが確認された。

荷重	プレス		切削·放電		EB	
	最大主応力	中間主応力	最大主応力	中間主応力	最大主応力	中間主応力
[kN]	[Mpa]	[Mpa]	[Mpa]	[Mpa]	[Mpa]	[Mpa]
2	8.69	2.91	8.69	3.22	8.69	3.57
6	26.07	8.73	26.07	9.65	26.07	10.72
10	43.44	14.55	43.44	16.08	43.44	17.87
20	86.88	29.10	86.88	32.17	86.88	35.74
30	130.32	43.65	130.32	48.25	130.32	53.60
50	217.21	72.76	217.21	80.41	217.21	89.34
100	434.42	145.51	434.42	160.83	434.42	178.68

表 1-4 最大主応力·中間主応力



図 1-6 中間主応力の分布

③歪

歪の比較結果を表 1−5、中間弾性主歪の分布を図 1−7 に示す。最大弾性主歪の差異は殆ど無く、中間弾性主歪でわずかに差異が確認されたが、100kN の場合でも差が 0.01 μ m 以下とごく僅かである。

	プレ	プレス		切削·放電		EB	
荷重	最大弾性	中間弾性	最大弾性	中間弾性	最大弾性	中間弾性	
	主歪	主歪	主歪	主歪	主歪	主歪	
[kN]	[µm∕µm]	[µm∕µm]	$[\mu  \text{m} / \mu  \text{m}]$	$[\mu  \text{m}/\mu  \text{m}]$	[µm∕µm]	$[\mu  \text{m} / \mu  \text{m}]$	
2	0.1181	0.0637	0.1181	0.0637	0.1181	0.0637	
6	0.3542	0.1911	0.3542	0.1910	0.3542	0.1910	
10	0.5903	0.3185	0.5903	0.3184	0.5903	0.3183	
20	1.1807	0.6369	1.1806	0.6367	1.1806	0.6365	
30	1.7710	0.9554	1.7710	0.9551	1.7710	0.9548	
50	2.9516	1.5923	2.9516	1.5918	2.9516	1.5913	
100	5.9033	3.1845	5.9032	3.1836	5.9032	3.1825	

表 1-5 最大弹性主歪·中間弾性主歪



図 1-7 中間弾性主歪の分布図

#### まとめ

①プレス加工、②切削加工または放電加工、③電子ビーム加工の製作方法の違いによる杵面の耐圧 性を比較した結果、変形量と歪の差はごく僅かであったが、応力では差異が見られ、EB>切削・放電>プ レスの順に大きく EB が最も優れていた。電子ビーム照射杵を打錠評価試験(第3章および第5章)に用い た場合においても、問題なく打錠が出来ることを確認済である。

#### 2-2 電子ビーム微細溶融加工による微小テクスチャ形成技術の開発

【研究目的及び目標】

本研究開発は軸受けなどの潤滑油による摺動面にならい、薬剤や樹脂など有機材料と金型の間に空 気溜りを設けることで有機材料成形時の粉離れ性・離型性改善を目指すものである。実際の生産現場で の射出成形金型には、コアやキャビティの形状によって離型性や成形性を改善するため、成形品の抜き 方向に対し金型表面にヘアーライン加工を施すことが知られている。また、樹脂の金型への密着度合によ り離型工程において製品に反り・捲れ・キズ等の悪影響が発生することがしばしば在る。そこで樹脂成形 金型の離型性の改善を目的とし、金型部品の表面粗さやコーティング膜、及び微小テクスチャ形成表面に よる離型への影響を調査するための試作金型を設計・製作し評価する。

『電子ビームドット制御による表面粗さ制御技術の検討』では、昨年度までの研究では成形方向に対し 特異な方向性を有するテクスチャが樹脂製品の離型性に効果があることを確認した。本年度は、電子ビー ム溶融加工機を使用し、溝幅と溝深さが異なる当該テクスチャの形成方法について検討を行った。『金型 表面の形状・性能評価』では、昨年度までの研究で摩擦摩耗試験機を用いた樹脂ボール(ポリアセタール) と微小テクスチャ形成表面とのトライボ評価を行い、金型表面と有機材料との親和性評価に有効と判断し た。

本年度は、摩擦摩耗試験機を用いて異方テクスチャに対する摩擦方向の影響を調査し、テクスチャの離型性改善理由を調査した。また、実験用真空加熱炉を用いて微小テクスチャ形成表面に対する樹脂のぬれ性評価を実施した。『試作金型の実機搭載評価』では、昨年度までの研究で射出成形および打錠成形において成形方向に対し、特異な方向性を有するテクスチャが離型や粉離れに効果があることを確認した。 本年度は、射出成形金型(コア)のテクスチャのピッチや幅が離型性に及ぼす影響について調査し実用化可能な条件を選択した。また、打錠杵では最もスティッキングが発生しやすいとされる文字形状杵にテクスチャを適用し、打錠評価試験機にて粉離れ性の効果を確認した。

#### 2-2-1 電子ビームドット制御による表面粗さ制御技術の検討

【実験方法】

①NC によるテクスチャ形成

テクスチャ形成時の照射条件(ピッチ、ビーム電流)を調整し、テクスチャ形成を行い、条件によるテクス チャの線幅の計測を行った。ピッチ 0.2~0.4mm ではピッチによる比較を行い、1.0mm ではビーム電流値に よる線幅の増加傾向の調査を行った。

被加工材	材質;SUS304、Ø1	線幅の計測	
	ピッチ[mm]	ビーム電流[mA]	
EB	0.2	0.8、0.9、1.0、1.1、1.2	線幅
照射	0.3	0.8, 0.9, 1.0, 1.1, 1.2	<b>+</b>
条件	0.4	0.8, 0.9, 1.0, 1.1, 1.2	
	1.0	1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、4.0、4.5	
司法	外観観察(拡大鏡、	レーザー顕微鏡(KEYENCE))	HALL CH
計画	・線幅の計測		
ノム	・テクスチャ形成可能	能な照射条件(限界条件)の把握	

表 2-1 試験概要(NC によるテクスチャ形成)

②ドット偏向によるラインテクスチャ形成

ドット偏向の XY ピッチを調整し、ライン状の溶融痕を形成した後照射条件による線幅や溶融痕の形状に ついて調査を行った。ドット偏向による照射条件は、『平面』、『ワーク固定』、『照射面積の限定(ビーム偏向 範囲)』での照射となる。

	祝とと 武沢城安(1)7 備所になるアラバア(1)0次/				
EB	ドットピッチ	X:0.04mm、Y:0.1、0.3、0.5mm			
照射条件	ビーム電流	0.9~1.5mA(0.9mA 以上でライン状の溶融痕が形成可能)			
被加工材	SUS304 (2B 材) サイズ: 100×50×3t (mm)				
評価方法	外観観察および	び線幅測定(レーザー顕微鏡(KEYENCE 製))			





図 2-1 ドット偏向によるラインテクスチャ形成方法

### 【研究成果】

①NC によるテクスチャ形成

螺旋ピッチ 0.2、0.3、0.4mm のビーム電流 0.8、1.0、1.2mA の外観と線幅を図 2-2 に示す。線幅はピッチに よらず、ビーム電流の増加に伴い、広がることが確認出来る。当該照射の場合、ピッチが溶融量に与える 影響は無く、ビーム電流値により線幅が制御できる。

EB丶	ピッチ	0.2mm	0.3mm	0.4mm
0.8mA	200 倍	100 <u># m</u>	100 <u> </u>	100 <u>µm</u>
	線幅	約 139 <i>µ</i> m	約 136 <i>µ</i> m	約 126 <i>µ</i> m
1.0mA	200 倍	100 <u>µ m</u>	100 <u>#m</u>	100 <u>µm</u>
	線幅	約 163 <i>µ</i> m	約163 <i>μ</i> m	約 167 <i>µ</i> m
1.2mA	200 倍	100 <u># m</u>	100 <u># m</u>	100 <u>µ m</u>
	線幅	約181µm	約184 <i>μ</i> m	約174 <i>μ</i> m

図 2-2 ピッチとビーム電流および線幅の比較

ピッチ 0.2~0.4mm の線幅(溶融幅)の計測結果を表 2-3 および図 2-3 に示す。図 2-2 の観察結果と同様 に、当該照射方法で形成される線幅はピッチによらず、ビーム電流値により変化することが確認された。



図 2-3 線幅測定結果

ピッチ1.0mm、ビーム電流1.0、2.0、3.0、4.0mAのテクスチャを図2-4に示す。外観(目視)では線幅の違い は分かりにくいが、200倍で比較すると、線幅の違いが明確に確認出来る。LSM 像ではビーム電流の増加 に伴い、溶融部の盛り上がりも増加していることを確認した。

EB	200 位	200 位,514 色	高低差	線幅
(mA)	200 1音	200 1日 <sup></sup> LSINI 1家	[ <i>μ</i> m]	[ <i>μ</i> m]
1.0	100 <u>µ m</u>	高低	1.0~ 2.0	163
2.0	100 <u>µ m</u>		1.5~ 2.0	214
3.0	100 <u>µ</u> m	*	2.0~ 3.0	254
4.0	100 <u>µ m</u>		3.0 <b>~</b> 5.0	264

図 2-4 ピッチ 1.0mm のテクスチャ外観

②ドット偏向によるラインテクスチャ形成

Y pich:0.1~0.5mm、ビーム電流:0.9~1.5mA の線幅計測結果を表 2-4 および図 2-5 に示す。ビーム電 流値が低い(0.9mA、1.0mA)場合、線幅に 10μm 前後のばらつきがあるが、ほぼ同等の線幅であることが 確認された。

表 2-4	線幅計測結	課(線幅:μι	m)	160	
Y pich EB	0.1mm	0.2mm	0.3mm	140 E 100	
0.9mA	58.26	55.34	69.91		
1.0mA	72.82	74.28	87.39	影 60	
1.1mA	97.58	91.75	97.58	a 。 御 40	pich 0.1mm
1.2mA	-	113.60	112.15	20	pich 0.3mm
1.3mA	-	122.34	116.52	0	pieri 0.5mm
1.4mA	-	128.17	123.80		0.9 1.0 1.1 1.2 1.3 1.4 1.5
1.5mA	_	136.91	138.36		ビーム電流[mA]

図 2-5 線幅測定結果

Y pich:0.5mm の溶融痕の凹凸形状観察結果を図 2-6 に示す。溶融痕の高低差はビーム電流値の増加 に伴い増加し、0.9mA では 1 μ m 以下であるが、1.5mA では 2~4 μ m の高低差が確認された。1.0mA 以下 では溝は確認出来なかったが、1.1mA 以上の場合の溝深さは高低差よりやや大きい傾向が見られ、計測 箇所により数値にばらつき(3.0~7.0µm等)が見られた。

	0.9mA	1.1mA	1.3mA	1.5mA
外観	100 <i>,u</i> m	s= 100 <u>µ m</u>	100 <u>µ</u> m	100 <u>µ m</u>
LSM 像		×1		5
高低差	1.0μm以下	1.0 <b>~</b> 2.0µm	2.0∼4.0µm	2.0∼4.0µm
溝深さ	計測不可(溝なし)	1.5 <b>~</b> 3.0µm	3.0 <b>~</b> 7.0µm	5.0 <b>~</b> 8.0µm

図 2-6 Y pich:0.5mm 溶融痕



#### 2-2-2 金型表面の形状・性能評価

#### 【実験方法】

#### ①樹脂材料とテクスチャの摩擦摩耗評価

EBによるテクスチャ形成面とPOMの摩擦摩耗試験を行い、テクスチャの効果の確認を行った。テクスチャ形成面は相手材(POM(ポリアセタール))との接触面積が減少し、耐摩耗性向上が期待される。テクスチャはライン、格子、放射状、テクスチャ無は鏡面および#220 研磨面を用いた。テクスチャ照射前の TP は鏡面仕上げである。(テクスチャ=鏡面+EB、EB 照射条件;0.8mA(共通))

摩擦摩耗	試験機:)	試験機:摩擦摩耗試験機(C-SEM 製)				
試験条件	荷重:5N	、速度:10cm/sec、距	離;30m、ボー	-ル:POM		
		TP	Ra[ <i>μ</i> m]	Rt[ <i>µ</i> m]	Rz[μm]	
	=~	ライン 0.5mm	0.082	1.738	0.999	
		ライン 0.3mm	0.132	1.883	1.063	
<del>≣≁</del> ₩£⊉ ⊮≟	格子	格子 0.5mm	0.118	1.898	1.197	
		格子 0.3mm	0.167	2.200	1.407	
(州貝; SKD01)	放射	放射 11.25 <sup>°</sup>	0.070	1.278	0.868	
		放射 5.625°	0.122	1.940	1.294	
		#220	0.174	2.463	1.701	
	無処理	鏡面	0.005	0.128	0.064	
<b>彭海士注</b>	摩擦係数およびボール摩耗量計測(摩耗径より算出)					
計画力法	・摩耗痕外観観察:樹脂付着の有無確認					

表 2-5 試験概要





▶ 摩耗痕を観察し、樹脂 付着の有無を確認

図 2-7 摩擦摩耗試験機およびテクスチャ形成 TP

#### ②微小テクスチャ形成面のぬれ性評価



#### 図 2-8 ぬれ性、 撥水性と 接触角の 関係 1)

図 2-9 に基板ガラス表面のぬれ性試験方法の静滴法による接触角測定装置の基本構成(図 2-9(A))および試験片上に水滴を形成させるための注射器(図 2-9(B))を示す。接触角測定装置の基本構成は、試料台、光源、光学的読取装置から構成されており、注射器から試験片へ水滴を滴下させた後、光源により水滴の像を光学的読取装置の視野内に形成させ、接触角の読み取りを行う。なお、測定の時間は、水滴を試験片上に静置してから1分以内となっている。



(A) 静滴法による接触角測定装置の基本構成 (B) 試験片上に水滴を形成させるための注射器 図 2-9 基板ガラス表面のぬれ性試験方法<sup>2)</sup>

以上のことを鑑みて、樹脂接触角測定装置を図 2-10 のように構成した。装置は、カメラ、光源、モニタ、 チャンバーで構成されている。本実験では、樹脂を液滴にした状態での滴下試験であるため、チャンバー 内部にはヒーターが設置されており、変圧器によりヒーターの温度を調整した。なお、試験片の表面に熱 電対を接触させて、データロガーにより試験片表面温度を記録した。



図 2-10 静滴法による樹脂接触角測定装置の構成

図 2-11 に樹脂試料の固定方法と外観写真を示す。樹脂試料としてはポリプロピレン (以下、PP)を用いた。PP をチャンバー上部の断熱材中で保持、融解させて、試験片上に滴下させるために、PP の中心に穴を空け(図 2-11(A))、冶具に固定した(図 2-11(B))。なお、PP は 10 mg に秤量し、ぬれ性試験に供した。

図 2-12 に本試験で用いた PP の DSC 曲線を示す。DSC 曲線測定時の昇温速度は、5 °C/min とした。 その結果、PP の融点 (M.P.)は約 144 °Cであった。そこで本実験の基板表面の温度は、PP の融点よりも 約 50°C高い 200°C になるように変圧器でヒーター電圧を調整した。



図 2-11 樹脂試料 (PP) の外観写真(A)と固定方法(B)



図 2-12 樹脂試料 (PP) の DSC 曲線

図 2-13 に SUS304 に対する PP のぬれ性評価試験のフローチャートを示す。本実験では、① 基板の予 熱、② 樹脂試料設置および加熱、③ 溶融した PP を自重により基板表面に落下、④ 基板に着地後に時 間および基板表面温度を計測、⑤ 着地後 1 min に溶融した PP の状態を撮影しぬれ角を測定、⑥ 10min 加熱後、基板を取り出し空冷・樹脂固化、⑦ 外観撮影を行った。本実験では、樹脂試料が落下してから 10min 間の基板の表面温度を測定した結果、およそ 200°Cでほぼ一定であった。また、試験雰囲気は大気 中とした。なお、接触角は、左右 2 箇所の接触角を測定し、その平均値を求めた。



図 2-13 SUS304 に対する樹脂ぬれ性試験のフローチャート

基板の供試材料としては、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 を用いた。基板の寸法は約 20 × 20 × 5 とし、EB 照射前の加工面の表面粗さを調整する目的で SiC ペーパーによる湿式研磨およびバフ研磨 (ダイヤモンドペースト 1 μ m) を行い、EB 照射試験に供した。

次に、EB 照射条件を表 2-6 に示す。本実験では、基板表面に種々のテクスチャを形成させるために、 EB の照射パターン、EB を照射位置の間隔、ビーム電流を種々に変化させた。EB の照射パターンとしては、 ライン、格子、ドット、同心円とした。なお、ラインとは EB を一方向にのみ所定の間隔で線状に照射して、パ ス間の重なりのないようにビードを形成するパターン、格子とは、EB を一方向に所定の間隔で線状に照射 した後に、さらに線状照射した方向に対して、直角の方向に EB を照射して格子状のビードを形成するパタ ーン、ドットとは、EB を所定のビーム照射位置の間隔(ドットピッチ)で点状に照射するパターン、同心円は、 EB を所定の間隔でビードが形成されるように、半径が異なるを円を線状に照射したパターン、すなわち同 心円状にビードを形成させるパターンである。

また、ぬれ角測定試験の比較材として、SiCペーパ(#80、#220)およびバフ研磨(ダイヤモンドペースト1 μm)により、種々に表面性状を変化させた材料を用いた。

TP	EB 照射パターン	EB 照射条件			
1	ライン	ライン Pitch:0.2 mm、EB: 1.2 mA			
2	ライン	ライン Pitch:0.3 mm、EB: 1.2 mA			
3	格子	格子 Pitch:0.2 mm、EB: 1.2 mA			
4	格子	格子 Pitch:0.3 mm、EB: 1.2 mA			
5	ドット	ドット Pitch:0.1 mm、EB: 3.0 mA			
6	ドット	ドット Pitch:0.04 mm、EB: 1.2mA			
7	同心円	同心円 Pitch:0.2 mm、EB: 1.0 mA			
8	同心円	同心円 Pitch:0.3 mm、EB: 1.0 mA			

表 2-6 EB 照射条件

【研究成果】

#### ①樹脂材料とテクスチャの摩擦摩耗評価

摩擦係数および POM ボール摩耗量を表 2-7 および図 2-14、2-15 に示す。摩擦係数は、無処理(鏡面) が最も高く、テクスチャ形成面では摩擦係数の低減が確認された。ボール摩耗量は放射状のテクスチャで 少ない傾向が見られた。表面粗さと摩擦係数およびボール摩耗量には相関が無く、テクスチャの特異な形 状により差が生じたと推測される。

テクスチャ		摩擦係数	ボール摩耗量[mm3]	表面粗さ Ra[µm]
= ~ .	0.5mm	0.315	0.0006	0.082
	0.3mm	0.309	0.0013	0.132
格子	0.5mm	0.420	0.0008	0.118
	0.3mm	0.404	0.0007	0.167
放射	11.25	0.273	0.0005	0.070
	5.625	0.265	0.0006	0.122
無処理	#220	0.415	0.0026	0.174
	鏡面	0.619	0.0012	0.005

表 2-7 摩擦係数および POM ボール摩耗量



図 2-14 摩擦係数および樹脂の付着の有無



図 2-15 ボール摩耗量

②微小テクスチャ形成面のぬれ性評価

図 2-16 に鏡面研磨した SUS304 表面に滴下した PP の経過時間ごとの形態、図 2-17 に図 2-16 で示した鏡面研磨材における PP の時間経過による平均接触角の変化を示す。滴下直後、時間の経過に伴い、 PP の中心の高さは減少し、基板に接触している PP の幅が広がり、平均接触角が減少する傾向を示した。



図 2-16 鏡面研磨した SUS304 表面に滴下した PP の経過時間ごとの形態 図 2-17 接触角の変化

図 2–18 に湿式研磨により表面性状を調整した SUS304 表面の反射電子 (BSE TOPO, 凹凸)像および滴下 1min 後に撮影した PP の形態を示す。なお、溶融した樹脂の撮影方向は研磨痕に対して水平方向である。#80 研磨面および#220 研磨面の表面性状は、大小の研磨痕が折り重なった形態を示していた。また、鏡面研磨面の表面には研磨痕がほとんど認められなかった。#80 の研磨面の算術平均粗さは Ra=0.801  $\mu$  m、#220 の研磨面の算術平均粗さは Ra=0.181  $\mu$  m、ダイヤモンドペースト 1  $\mu$  m でバフ研磨した研磨面の算術平均粗さは Ra=0.005  $\mu$  m であった。基板と PP の平均接触角は、#80 研磨面の場合、 $\theta$ =9°、#220 研磨面の場合、 $\theta$ =8°、鏡面研磨面の場合、 $\theta$ =8°であった。



図 2-18 湿式研磨した SUS304 表面の反射電子 (TOPO, 凹凸) 像および滴下 1min 後の PP の形態

図 2-19 にライン状に EB 照射した SUS304 表面の BSE TOPO 像、断面曲線および滴下 1min 後に撮影 した PP の形態を示す。BSE TOPO 像および断面曲線より、EB 照射間隔が 0.2 mm、0.3 mm のいずれの場 合においても、ビードの中心間の距離は、ほぼ指示どおりの間隔で凹凸が形成されていた。また、ビード の重なりは認められなかった。なお、断面曲線から求めたビードの高さは、およそ1  $\mu$ m であった。基板と PP の平均接触角は、ピッチが 0.2 mm の場合 (図中 A)、 $\theta$ =17°、ピッチが 0.3 mm の場合 (図中 B)、 $\theta$ =19°であった。これらは、先の図 2-18 で示したいずれの研磨面の接触角よりも大きい傾向であった。



図 2-19 ライン状に EB を線状に照射した SUS304 表面の反射電子 (TOPO, 凹凸)像 断面曲線および滴下 1min 後の PP の形態

図 2-20 に格子状に EB 照射した SUS304 表面の BSE TOPO 像および滴下 1min 後に撮影した PP の形態を示す。BSE TOPO 像より、EB 照射間隔が 0.2 mm、0.3 mm のいずれの場合においても、ビードの中心間の距離がほぼ指示どおりの間隔でビードが交差して形成されていた。すなわち格子状に凹凸が形成されていた。基板と PP の平均接触角は、ピッチが 0.2 mm の場合 (図中 A)、 $\theta$ =15°、ピッチが 0.3 mm の場合 (図中 B)、 $\theta$ =16°であった。



図 2-20 格子状に EB を線状に照射した SUS304 表面の反射電子 (TOPO, 凹凸)像 および滴下 1min 後の PP の形態

図 2-21 にドット状に EB 照射した SUS304 表面の BSE TOPO 像および滴下 1min 後に撮影した PP の 形態を示す。BSE TOPO 像より、EB 照射間隔が 0.1mm の場合は、ドット状の凹凸の中心が 0.1 mm 間隔で 形成されていた。EB 照射間隔が 0.04 mm の場合は、ドット状の凹凸は認められず、パス間のビードが重な った表面形態を有していた。基板とPP の平均接触角は、ピッチが 0.1 mm の場合(図中 A)、 $\theta$ =19°、ピッ チが 0.3 mm の場合(図中 B)、 $\theta$ =17°であった。



図 2-21 ドット状に EB を照射した SUS304 表面の反射電子 (TOPO, 凹凸)像 および滴下 1min 後の PP の形態

図 2-22 に同心円状に EB を線状に照射した SUS304 表面の反射電子 (TOPO, 凹凸)像および滴下 1min 後の PP の形態を示す。BSE TOPO 像より、EB 照射間隔が 0.2 mm、0.3 mm のいずれの場合においても、 ビードの中心間の距離は、ほぼ指示どおりの間隔で凹凸が形成されていた。また、ビードの重なりは認め られなかった。基板と PP の平均接触角は、ピッチが 0.2 mm の場合 (図中 A)、 $\theta$ =12°、ピッチが 0.3 mm の場合 (図中 B)、 $\theta$ =12°であった。



図 2-22 同心円状に EB を線状に照射した SUS304 表面の反射電子 (TOPO, 凹凸)像 および滴下 1min 後の PP の形態

図 2-23 には湿式研磨材のぬれ性試験後 (10min 加熱後空冷・固化時)の外観写真を、図 2-24 には EB 照射材のぬれ性試験後 (10min 加熱後空冷・固化時)の外観写真を示した。いずれの試料においても、PP に焼けはほとんど認められなかった。鏡面研磨材の PP の流れは、ほぼ放射状に流れていた。一方、EB 照射材の一部には、PP が不規則に流れていおり (ライン 0.2、格子状 0.3)、鏡面研磨材と比較して、PP の 流れに障害が生じていることを示唆している。



図 2-23 湿式研磨材のぬれ性試験後 (10min 加熱後空冷・固化時)の外観写真



図 2-24 EB 照射材のぬれ性試験後 (10min 加熱後空冷・固化時)の外観写真

図 2-25 に湿式研磨材および EB 照射材の樹脂試料滴下後 1 min の接触角を示す。いずれの表面形態に おいても PP は SUS304 に対して良好なぬれ性( $\theta$ <90°)を示した。滴下後 1 min 後の平均接触角は、湿 式研磨面の場合は、8~9°であり、EB 照射面の場合は 12~19°であった。この結果は先に示したよう に、種々の表面形態を与えた一部の試料では、液滴の流動性がテクスチャの方向や形状に影響を受ける ことが示唆された<sup>3</sup>。



図 2-25 湿式研磨材および EB 照射材の樹脂試料滴下後 1 min の接触角

#### 参考文献

- 1) 山口昌樹: 表面, 48 (6), p.26 (2010)
- 2) JIS R 3257:1999, 基板ガラス表面のぬれ性試験方法
- 3) 諸貫信行:日本機械学会誌, Vol. 112, No.1086, pp.42-45. (2009)

#### 2-2-3 試作金型の実機搭載評価

#### 【実験方法】

## ①射出成形評価方法

EBによるテクスチャを形成したコアで射出成形試験を行い、離型性、製品の表面性状(転写や傷)の評価 を実施した。昨年度年度の試験では成形方法に対し、特異な方向性を有するテクスチャ(ピッチ 0.4mm、 EB;0.8mA)で良好な結果が得られている。本年度は、ピッチおよび電流値を変化させたものを数種作製し、 ピッチと電流値の関係について調査を行った。

ピッチ[mm]	電流値[mA]	コア	備考
0.2	0.8	#12A	テクスチャ形成前表面:鏡面
0.2	1.0	#27	ピッチおよび電流値の異なるテクスチャを
	0.8	#10	作製し、効果を比較する
0.4	1.0	#6	
	1.2	#7	ピッチ:0.2、0.4、0.6mm
0.6	0.8	#9	電流値[mA]:0.8、1.0、1.2mA

表 2-8 テクスチャのピッチおよび電流値

評価方法を表 2-9、図 2-26 に示す。製品の観察は、レプリカ採取により成形品内筒部表面で観察を行った。

22.5 計画方法					
項目	内容	分析機器			
コア表面外観観察	コア表面の外観、テクスチャの観察	レーザー顕微鏡(KEYENCE 製)			
製品(成形品)表面観察	転写有無、抜き加工傷の有無確認	レーザー顕微鏡(KEYENCE 製)			
離型性評価	突出圧力 NG%で評価※	斉藤製作所の実機による			

表 2-9 評価方法

※突出圧力 NG[%]は 100%=1,800kgf



テクスチャ形成部; Ø 9.8、83mm

図 2-26 評価方法(観察箇所)

調査項目を表 2-10 に示す。テクスチャの違いによる効果の比較を行うほか、コーティングの影響の調査 を実施した。また、これまで試験を行ってきた樹脂材料(PP)より軟質で成形困難な樹脂材料(エラストマ)で の試験も実施した。

調査項目	内容
1. テクスチャEB処理条件の検討	テクスチャの違いによる比較(コーティングなし)
2. CX コーティングの影響	CX コーティングの影響調査
3. テクスチャへの CX コーティングの影響	テクスチャ+CXコーティングの効果確認
4. テクスチャへの DLC コーティングの影響	テクスチャ有無による DLC コーティングの影響
5. 軟質材(エラストマ)へのテクスチャ適用	離型性の悪い軟質材での成形を実施し、効果を検証

②打錠評価試験方法

打錠試験条件を表2-11に示す。スティッキングしやすい文字入り杵にテクスチャを形成し、テクスチャの 効果を検証した。本試験においてはテクスチャによる粉離れ性評価のために、あえてスティッキングの発 生しやすい薬剤を使用し試験前後で打錠面の外観評価(スティッキング評価)を行った。

試験1では、テクスチャを3水準、無処理を1水準とし、4水準での評価を実施した。試験2ではスティッキングが発生する杵についてテクスチャ形成を行い、打錠した錠剤の文字形状(形状崩れや欠けなど)の 比較を行い、テクスチャ有無で錠剤形状に影響があるか検証を行った。

<補足>文字高さが高い杵ではスティッキングが発生する。試験1で使用した杵の文字高さ0.15mm、試験2で使用した杵は0.3mmである。試験2ではよりスティッキングが発生しやすい杵で試験を実施している。

Ŧ	T錠機	サーボモータ打錠機	
+T给条件 予圧:100kg、本圧:600kg C/T 2秒、打錠時間:2時間		予圧:100kg、本圧:600kg C/T 2秒、打錠時間:2時間	
打延采件		薬剤:スティッキングしやすい薬剤(1 錠剤あたりの重量 180mg)	
		【テクスチャの種類による比較】	
		打錠部外径: \$ 8.3mm、形状: 隅角 R 文字入 表面処理: ①~④(4 水準)	
	<del>∃.+</del> E∲ 1	①テクスチャなし+H-Cr メッキ	
「二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二二		②テクスチャ(ピッチ 0.25mm)+H-Cr メッキ	
<u>ተ</u> ] ራኅ		③テクスチャ(ピッチ 0.5mm)+H-Cr メッキ	
步		④EB 全面照射+H-Cr メッキ	
<b>1</b> †		【錠剤形状の比較】	
	言弁歴会の	打錠部外径: \$ 8.3mm、形状: 隅角R 文字入 表面処理: ①~④(2水準)	
	□九尚央∠	①テクスチャなし+H-Cr メッキ	
②テクスチャ(ピッチ 0.25mm)+H–Cr メッキ		②テクスチャ(ピッチ 0.25mm)+H-Cr メッキ	
評	価方法	30 分毎に装置から杵を外し、スティッキングの有無を確認	

表 2-11 打錠試験条件

【研究成果】

①射出成形実機評価結果

1. テクスチャEB処理条件の検討

昨年度の実機搭載評価試験によりコア No.10 テクスチャ(ピッチ 0.4mm、電流値 0.8mA)が成形品の離型 傷・透明度・突出圧力の全てにおいて最も良好な結果となった。そこで更に良好な表面性状を求めるべく以 下の条件で形成したテクスチャにて試験を行った。なお、コア下地は全てダイヤモンドペースト#14,000 仕 上げとした。試験結果を図 2-27 に示す。

ピッチによる比較を行うと、ピッチ 0.4mm のみ製品に傷が無いことが確認できる。傷の量で比較すると、 0.2mm>0.6mm>0.4mm であった。突出圧力 NG[%]は 0.2mm、0.4mm が 11 で、0.6mm が 12 であった。 0.6mm は鏡面の面積が多いため、コアと製品の接触面が広くなり、抜けにくくなったものと推測する。

ビーム電流値による比較抜き抵抗NG[%]は全て11と差異は見られなかったが、製品の抜き傷に差異が 見られた。ビーム電流値の増加に伴い、製品の抜き傷が増加する傾向が見られる。

電流値の増加およびピッチの減少により離型傷が深く、かつ多くなることが確認された。また、ピッチを 拡げると離型抵抗が増加することがコア#9 において確認された。結果としてコア#10 が最も良好な表面性 状が得られることがわかった。

コア No.#	コア表面	製品レプリカ表面	テクスチャ形成 EB処理条件	突出圧力 NG[%]
10	400 /µ m	4 <u>00 <i>µ</i> m</u>	ピッチ 0.4mm 電流値 0.8mA	11
6	4 <u>00 <i>µ</i> m</u>	400 <u>µ m</u>	ピッチ 0.4mm 電流値 1.0mA	11
7	400 µ m	4 <u>00 µ m</u>	ピッチ 0.4mm 電流値 1.2mA	11
9	400 <u>µ m</u>	400 μ m	ピッチ 0.6mm 電流値 0.8mA	12
27	4 <u>00 µ m</u>	4 <u>00 µ m</u>	ピッチ 0.2mm 電流値 1.0mA	11
12A	40 <u>0 µ m</u>	4 <u>00 µ m</u>	ピッチ 0.2mm 電流値 0.8mA	11

図 2-27 テクスチャのEB処理条件ごとの試験結果

#### 2. CX コーティングの影響評価

POM 樹脂を用いた摩擦摩耗試験により、Cr は樹脂に対して耐摩耗性が優れる結果であった。そこで本 試験コアへの適用を試みた。図 2-28 に試験結果を示す。

ダイヤモンドペースト#3,000 仕上げをしたコア(#24)の離型に必要な突出圧力 NG[%]は 12 であったが、ラ ジカル窒化(RN)及び CX コーティングを施したコア(#24A、#24B)の突出圧力 NG[%]は 11 となり、離型への 効果が確認された。また、CX コーティング後にラップ処理を施した#24A とラップ処理をしていない#24B の 成形品外観に明確な差は確認されなかった。

コア No.#	コア表面	製品 レプリカ表面	コア 表面処理	突出圧力 NG[%]
24	<u>400 µ m</u>	400 μ m	DP#3,000	12
24B (CX)	<u>400 μ m</u>	<u>400 μ m</u>	DP#3,000 RN+CX ラップなし	11
24A (CX)	<u>400 µ m</u>	<u>400 µ m</u>	DP#3,000 RN+CX ラップあり	11

図 2-28 CX コーティングの影響評価試験結果

3. テクスチャへの CX コーティングの影響

前項試験2の結果から、良好な表面性状を示すコア#10にCXコーティングを施す試験を行った。また、コ ア#5 に#10 同様のテクスチャを施し、再現試験を試みるとともに、ラップ有り・無しの再確認を行った。試験 結果を図 2-29 に示す。

CXコーティングを施したことにより、テクスチャのみより細かな離型傷が発生していることが確認された。 これはコーティングの薄膜が電子ビーム痕の溝を埋めてしまい、テクスチャ効果を減少させているためで あると考察される。また、ラップ有・無の成形品外観に明確な差は前項試験2同様に確認されなかった。

コア No.#	コア表面	製品 レプリカ表面	EB 処理条件 表面処理	突出 圧力 NG[%]
5 (CX)	<u>400 µ m</u>	<u>400 μ m</u>	ピッチ 0.4mm 電流値 0.8mA CX	11
10A (CX)	<u>400 µ m</u>	<u>400 µ m</u>	ピッチ 0.4mm 電流値 0.8mA CX+ラップ	11

図 2-29 テクスチャへの CX コーティングの影響評価試験結果

#### 4. テクスチャへの DLC コーティングの影響

昨年度までの試験(コア#12、#15)でダイヤモンドペースト#14,000 鏡面光沢仕上げのコアに DLC コーティ ングを施したコアの離型性(突出圧力 NG[%])が最も悪いという結果が得られており、コア#10 同等のテクス チャコア#8 に DLC コーティングを施した場合の変化を評価する試験を行った。図 2-30 に試験結果を示す。 テクスチャのない#12、#15 では突出圧力 NG[%]が共に 13 であったが、テクスチャを施した#8 は 11 であり、 離型抵抗が大幅に減少されることが確認できた。離型時に成形品とコアの間に空気が入り込む吸気音も 確認されなかった。また、CX コーティング同様に薄膜が電子ビーム痕による溝を埋めてしまうため、DLC コーティングにおいても成形品に細かな離型傷が確認された。

コア No.#	コア表面	製品 レプリカ表面	コア 表面処理	突出圧力 NG[%]
12	400 <u>µ m</u>	400 <u>µ</u> m	DP#14,000	13 吸気音小
15 (DLC)	400 μ m	400 <u><i>µ</i> m</u>	DP#14,000 DLC	13 吸気音大
8 (DLC)	400 <u>µ</u> m	40 <u>0 µ</u> m	DP#14,000 テクスチャ DLC	11

図 2-30 テクスチャへの DLC コーティングの影響評価試験結果

#### 5. 軟質材(エラストマ)へのテクスチャの適用

軟質材の成形において離型時に成形品の変形が起こりやすく、連続的な生産を阻害する重大な要素となっている。本年度の試験で得られた識見を元に、テクスチャを施したコアを用いて事業化へ向けた軟質材成形を試みた。試験成形品を図 2-31、図 2-32 に示す。離型性の悪いコア#15 では離型時に成形品が変形を起こし、製品口部から突出しによる捲れが発生しており、不良な製品しか成形できなかった。テクスチャを施したコアでは離型抵抗が減少し、捲れや変形が発生せずに成形することが可能であった。



図 2-31 鏡面DLCコアでの軟質材成形 (コア#15)



図 2-32 テクスチャコアでの軟質材成形 (コア#5)

#### ②打錠評価結果

#### 試験1 テクスチャの種類による比較

テクスチャ;ピッチ 0.25mm、0.5mm および全面に電子ビームを照射した杵では 120min 打錠後もスティッ キングが発生せず、テクスチャ無の杵では打錠 30min 時に確認したところスティッキングが確認された。こ のことから、EB 照射によりスティッキングの抑制に効果が得られたものと推定する。

#### 試験2 錠剤形状の比較

文字形状の凸部が高い杵はスティッキングが発生しやすいことから、試験2ではあえて文字高さが高い 杵にテクスチャを形成し、スティッキングの状態や錠剤形状を比較し、EBの効果を検証した。テクスチャ有 の杵で成形した錠剤は、文字部の形状崩れが少なく、粉離れ性に効果を発揮した。

#### 2-3 放電及び電子ビーム複合加工による表面拡散浸透技術の開発

#### 【研究目的及び目標】

本項は、錠剤製造や医療用樹脂製品の製造に用いられている金型の耐久性及び耐食性向上のために、 放電表面加工(以下、EDC)法、電子ビーム(以下、EB)微細溶融加工法を応用して、EDC+EB による複合 加工を行い、金型の表面拡散浸透技術を開発することを目的としている。放電加工は液中で生ずるアーク 放電による熱溶融除去現象を利用する加工法で、加工表面には母材とは材質の異なる層が形成されるこ とが知られている。

これまでの研究では、放電加工(EDC)によりを材料表面に形成したW、Cr、Co、TiCを電子ビーム溶融加 エにより拡散浸透させた複合加工表面の機械的性能と化学的性能を調査し、TiCの溶融拡散は硬さの向 上が認めら、Crの溶融拡散は耐食性向上に効果があること確認した。

『加工処理材の性能評価』では、昨年度までの研究で放電処理(EDC)の電極材として CrC 焼結材が有 用である可能性が見出せたことから、本年度はさらに高濃度の CrC 焼結電極を作成し、複合加工表面の 微細構造評価と性能変化メカニズムの解明を進めた。しかしながら、均一な組成および硬さを持つ表面処 理部は得られず、金型材料の表面処理への適用は困難と考えられた。

『試作金型の実機搭載評価』では、試作金型を用いた実機射出成形により複合加工表面の離型性を評価し、同複合加工表面の粉離れ性評価を打錠評価試験機にて実施した。しかし、TiC の溶融拡散層は薬剤や樹脂との親和性が高く、打錠成形の粉離れ性や射出成形の離型性に劣ることが確認されたので TiC を 主な組成とする複合表面の実用化は断念した。

#### 2-3-1 加工処理材の性能評価

#### 【実験方法】

EDC 用焼結電極の出発原料としては、クロム粉末、チタン粉末、炭素粉末、炭化クロム粉末、炭化チタン 粉末を用いた。これらを所定の量配合し、下記の比率となるよう混合粉末を秤量し、放電プラズマ焼結装置 (SPS)によって焼結成形した。

- •Cr系 Cr<sub>100</sub>
- •Cr-C系 Cr<sub>50</sub>C<sub>50</sub>
- •Ti-C系 Ti<sub>50</sub>C<sub>50</sub>
- •Ti-Cr-C 系 Ti<sub>10</sub>Cr<sub>40</sub>C<sub>50</sub>、Ti<sub>20</sub>Cr<sub>30</sub>C<sub>50</sub>、Ti<sub>30</sub>Cr<sub>20</sub>C<sub>50</sub>、Ti<sub>40</sub>Cr<sub>10</sub>C<sub>50</sub>

(元素記号の右の下付数字はそれぞれの原子パーセントを表す)

なお、SPS はホットプレスの一種であり、グラファイトダイス中に入れた粉末を上下のパンチで加圧成形 しながら、このパンチを通じて試料粉末およびダイスへ直接パルス通電をすることによってジュール加熱 により昇温、焼結する装置である。図 3-1 に SPS の模式図を示す。急速に、高温加熱することができるた め、難焼結材料の高速焼結に適している。

また、低密度の電極をあえて作製し、電極素材が基材へ簡単に移行すれば EDC 工程における改質効率が大きくなるのではないかと考え、Cr 電極について、種々の相対密度の焼結体を作製した。焼結温度と 相対密度の関係を図 3-2 に示す。焼結密度は 65%まで低下させることができた。

作製した焼結電極を用いて、SKD61上にEDC処理を行った。さらに、電極材を鋼材内部へ拡散浸透させることを目的に、EDC処理層に対してEB溶融処理を行った。



図 3-1 放電プラズマ焼結装置の模式図

EDC 処理材料および EDC+EB 複合処理材料の表面改質層の厚さおよび EB 照射領域に形成された溶融 領域について調査するために、各種処理材料の表面の成分分析(エネルギー分散型 X 線分光法 (EDS))、 断面組織の SEM 観察および成分分析を行った。各種処理材の断面ミクロ組織は、鏡面研磨後、エタノール による超音波洗浄を行った後、5%ナイタルによる金属組織を露出させ観察した。

各種表面処理部の機械的性質の評価は、各種処理部断面の表面からの深さ方向へのヌープ硬度分布 測定を行った。なお、試験荷重は 0.245 N (25 g)、負荷時間は 10 sec とした。

【研究成果】

#### ①放電表面加工(EDC)材料およびEDC+EB複合加工材料の組織および硬度分布

図 3-3 に Cr および Ti の量を変化させた電極(1. Cr: 50 at%、C: 50 at% (以下、Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub>と表記)、2. Cr: 20 at%、 Ti: 30 at%、C: 50 at% (以下、Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub>と表記)、3. Ti: 50at%、C: 50 at% (以下、Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub>と表記))を使用した場合 の放電表面加工(EDC)部の断面の SEM 像および反射電子組成像(BSE (COMP))を示す。なお、断面に認 められる菱形状の圧痕はヌープ硬さ試験の際にダイヤモンド圧子を圧入した際に生じた圧痕である。 圧痕 の水平方向の長さが小さいことは、圧入した組織が硬いことを示している。 Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub> および Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub> の電 極を使用した場合においても、EDC 処理部にはクラックおよびボイドが形成されていた。



図 3-3 Cr, Ti, C 系複合電極による EDC 処理部断面の SEM および反射電子組成 (BSE COMP)像 (A: Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub>、B: Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub>、C: Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub>)

図 3-2 焼結温度とCr 焼結体の相対密度

図 3-4 には図 3-3 に示した EDC 処理部断面の特性 X 線像を示した。 $Cr_{50} C_{50}$  (図中 A)の表面改質部に は母材の成分と比較して Cr の増加が認められる。 $Cr_{20} Ti_{30} C_{50}$  (図中 B)の表面改質部には母材の成分と比 較して Cr および Ti の分布が認められた。 $Ti_{50} C_{50}$  (図中 C)の表面改質部には、Ti の分布が認められ、母材 の Cr の濃度よりも減少する傾向であった。なお、表面改質部の Fe の分布はいずれの電極を用いた場合 においても、母材の Fe 濃度よりも減少した。また、いずれの電極においても C を 50 at%含んでいるにもか かわらず、表面改質部の C 量の顕著な濃度分布は認められなかった。



図 3-4 Cr, Ti, C 系複合電極による EDC 処理部断面の反射電子像および特性 X 線像 (A: Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub>、B: Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub>、C: Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub>)

図 3-5 に先の図 3-3、図 3-4 に示した Cr, Ti, C 系複合電極を用いて処理した EDC 処理部断面の表面からの深さ方向の硬度分布を示す。EDC 改質層のヌープ硬さは Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub>の場合は、602~799 HK0.025、Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub>の場合は、602~975 HK0.025、Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub>の場合は、830~1028 HK0.025 であった。なお、母材の平均 硬さはおよそ 540 HK0.025 であり、いずれの電極を用いた場合でも、改質層の硬さは母材の硬さよりも増 加した。しかしながら、これらの EDC 改質層の硬さのバラツキの範囲は Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub> の電極を使用した場合 が最も大きく、約 400 HK0.025 の分布 が認められた。

EDC 改質層のヌープ硬さを 5 点平均硬さにまとめて比較を行うと、Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub> の場合は、696 HK0.025、Cr20 Ti30 C50 の場合は、794 HK0.025、Ti50 C50 の場合は、911 HK0.025 であり、電極の Ti 量を増加させると、 改質層の平均硬さは増加する傾向になった。





図 3-6 には Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub> 複合電極による EDC 処理部表面の SEM 像、反射電子組成像 (BSE)および特性 X 線像を示す。表面にはクレーター状の凹凸が認められ、一部にはクラックが認められる。反射電子組成 像には、黒色の領域が認められた。反射電子組成像のコントラストは、反射電子放出率が原子番号の増 加に伴って、一様に増加する<sup>1)</sup>ため、図 3-6 の BSE に認められる黒色の領域は、周囲の灰色の領域より も軽元素の成分が含まれていることを示唆している。C の特性 X 線像より BSE の黒色の領域には C の分 布が認められ、その周囲には Ti と Cr の分布が認められた。また、これらの元素が分布している領域は Fe の分布が減少する傾向であった。



図 3-6 Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub> 複合電極による EDC 処理部表面の SEM 像、反射電子組成像および特性 X 線像

図 3-7 には先の図 3-3 に示した EDC 処理部の表面に EB を照射した EDC+EB 複合処理部断面の SEM 像および反射電子組成像を示した。なお、断面に認められる菱形状の圧痕はヌープ硬さ試験の際にダイ ヤモンド圧子を圧入した際に生じた圧痕である。いずれの電極を使用した場合においても、EDC+EB 処理 部には、図 3-3 で示した EDC 処理部で認められたクラックやボイドは認められず、表面から約 30  $\mu$  m に微 細な凝固組織が認められた。図中の反射電子組成像において、 $Cr_{20}$  Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub> の電極を使用した場合には、 微細な凝固組織の内部に黒色の粒状組織が認められ、Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub> の電極を使用した場合には、 よび縞状組織が認められた。黒色部の圧痕は母材部近傍の圧痕の水平方向の長さと比較して、短い傾向 であった。この結果は、 $Cr_{20}$  Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub> および Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub> の凝固組織内部に認められる黒色部の領域は母材よりも 硬質な組織であることが示唆される。



図 3-7 Cr, Ti, C 系複合電極による EDC+EB 複合処理部断面の SEM および反射電子組成 (BSE COMP)像(A: Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub>、B: Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub>、C: Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub>)

図 3-8 には先の図 3-7 に示した Cr, Ti, C 系複合電極を用いて処理した EDC+EB 複合処理部断面の表面 からの深さ方向の硬度分布を示した。EDC+EB 溶融部の最表面近傍ヌープ硬さは Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub> の場合は、393 ~618 HK0.025、Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub>の場合は、451~1074 HK0.025、Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub>の場合は、613~1217 HK0.025 であった。 なお、母材の平均硬さはおよそ 530 HK0.025 であり、Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub> および Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub> の電極を用いた場合の、 部組織には母材硬さより低下した領域が認められたが、Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub> の電極を用いた場合では、EDC+EB 溶融 部の硬さはいずれの測定部分の場合でも、母材の硬さよりも増加した。しかしながら、、Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub> の電極を用 いた場合では、EDC+EB 複合処理部の最表面近傍の硬さのバラツキが、約 600 HK0.025 と大きな硬さの分 布 が認められ、均一な硬さを有する EDC+EB 複合処理部は得られなかった。なお、EDC+EB 複合処理部 の最表面近傍のヌープ硬さを 5 点平均硬さにまとめて比較を行うと、Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub> の場合は、551 HK0.025、Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub> の場合は、730 HK0.025、Ti50 C50 の場合は、844 HK0.025 であり、電極の Ti 量を増大させると、 EDC+EB 複合処理部最表面の平均硬さは増大する傾向になった。



図 3-8 Cr, Ti, C 系複合電極による EDC+EB 複合処理部断面のヌープ硬度分布 (A: Cr<sub>50</sub> C<sub>50</sub>、B: Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub>、C: Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub>)

次に、図 3-8 に示したように、Cr, Ti, C 系複合電極を用いて処理した EDC+EB 複合処理部において均一な硬さが得られなかったことについて検討するために、Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub>の EDC+EB 複合処理部の断面組織の成分 分析を行った。図 3-9 に Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub> 電極による EDC+EB 複合処理部断面のSEM像反射電子組成像および特性 X 線像を示す。 先の図 7 で述べたように、縞状の組織は硬いことがわかる。図 3-9 の特性 X 線像より、SE および BSE COMP 像に認められる黒色の縞状の硬質な組織には、Ti および C の分布が認められ、Cr、Fe の分布が少ないことが認められる。また、黒色の縞状組織の下部の圧痕には Ti および C の分布が少 なく、Cr、Fe が分布していた。



図 3-9 Cr, Ti, C 系複合電極による EDC+EB 複合処理部断面のSEM像反射電子組成像および 特性 X 線像(EDC 電極: Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub>)

図 3-10 に、 $Cr_{20}$  Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub> (図 A)および Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub> (図 B)電極による EDC 処理部および EDC+EB 複合処理部 表面の SEM 像、反射電子組成像 (BSE) および特性 X 線像を示す。いずれの電極を用いた場合において も、EDC 処理部の表面には、クレーター状の凹凸が認められるが、EDC+EB 処理部の表面には、クレータ ー状の凹凸は認められなかった。EDC 処理部の C の特性 X 線像より BSE の黒色の領域には C、一部に は Ti の分布が認められ、これらの元素が分布している領域は Cr および Fe の分布が減少する傾向であっ た。一方、EDC+EB 複合処理部の C と Ti の分布はほぼ一致しており、C、Ti の分布が認められる部分には Fe の分布は減少する傾向であった。このことより、 $Cr_{20}$  Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub> 電極を用いた場合の EDC+EB 複合処理部では Ti、C、Fe が不均一に分布しているため、硬さバラツキの一因となったと考えられる。





図 3-10 Cr, Ti, C 系複合電極による EDC、EDC+EB 複合処理部断面のSEM像、 反射電子組成像および特性 X 線像(A: Cr<sub>20</sub> Ti<sub>30</sub> C<sub>50</sub>、B: Ti<sub>50</sub> C<sub>50</sub>)

参考文献

1) 堀内繁雄, 弘津禎彦, 朝倉健太郎: 電子顕微鏡 Q&A, アグネ承風社 (1996) p.30.

#### ②焼結電極による EDC+EB 複合加工表面の相変化

図 3-11 に Cr-50at%C 焼結電極、EDC 改質層、EDC+EB 複合加工表面の XRD 結果を示す。焼結電極は Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>と未反応の Cr、C からなる(昨年度作製した電極(Cr-14at%C、Cr-20at%C)は Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>、Cr、C からなる)。 これを用いて作製した EDC 層では Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>はみられず、Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>がみられた。EDC+EB 複合処理層は EB の急 速加熱、急速冷却によって生成したと見られるマルテンサイトと残留オーステナイトが見られた。また、炭 化物はみられなかった。EB 照射によって、炭化物がいったんマトリックス中へ固溶したものと思われる。



図 3-11 Cr-50at%C 電極による EDC+EB 処理後の構造変化

図 3-12 は電極側表面の SEM 像である。Cr-14at%C 電極表面の SEM 像とあわせて示す。電極そのもの は EDC 処理後も目立った消耗は見られず、また、SEM 像からわかるように、いずれの電極においても、基 材の Fe が粒状となって付着している様子が観察された。電極への基材の付着は電極素材の基材への移 行を妨げると考えられるので、改質効率を上げるには、Fe の付着を抑制することが必要である。



図 3-12 Cr-C 電極の EDC 処理後の SEM 像 (a) Cr-14at%C、(b) Cr-50at%C

図 3-13 に Cr-50at%Ti 焼結電極、EDC 改質層、EDC+EB 複合加工表面の XRD 結果を示す。焼結電極は、 TiC と未反応の Ti、C からなる。EDC 改質層は α-Fe とわずかに見られる TiC 層、それと同定できなかっ たが何らかの反応生成物からなる。EDC+EB 複合加工層では、Cr-C 電極による改質層にみられたと同様、 マルテンサイトと残留オーステナイトが主たるピークとして検出された。また、TiC とみられるピークも確認 することができた。



図 3-13 Ti-50at%C 電極による EDC+EB 処理後の構造変化

また、Ti-Cr-C 三元系焼結電極による改質実験も行った。この系では、4 種類(Ti<sub>40</sub>Cr<sub>10</sub>C<sub>50</sub>、Ti<sub>30</sub>Cr<sub>20</sub>C<sub>50</sub>、Ti<sub>20</sub>Cr<sub>30</sub>C<sub>50</sub>、Ti<sub>10</sub>Cr<sub>40</sub>C<sub>50</sub>)の複合電極を作製し、表面改質を行った。代表して、Ti<sub>30</sub>Cr<sub>20</sub>C<sub>50</sub>の例を図3-14に示す。 電極は TiC、Cr<sub>3</sub>C2、Ti、Cr および C からなる。EDC 改質層では TiC ピークは消失した。Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>に替わって、Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> とみられるピークが確認できた。電極側を観察すると、消耗すべき電極があまり消耗していなかった。



 $2\theta$ , deg

#### 図 3-14 Ti30Cr20C50 電極による EDC+EB 処理後の構造変化

図 3-15 は EDC 処理後の電極表面の SEM-EDX による面分析結果である。電極表面に Ti、Cr、C などの 改質材が現れているとはいうものの、Cr-C 電極で見られたのと同様、Fe が付着している様子が観察され る。三元系焼結電極で、硬質の TiC が効率よく基材表面に移行するよう、補完研究により電極の性能を改 善することが必要である。



100 µm

子顕微鏡像1



C Ka1\_2



Ti Ka1





Fe Ka1

図 3-15 Ti-Cr-C 電極の EDC 処理後の SEM 像とX 線像

#### ③低密度電極による改質層形成

図 3-16 に低密度 Cr 電極(相対密度 65%)を用いて作製した改質層表面の SEM 像と Fe、 Cr、 C の線分析 データを示す。焼結 Cr 電極では、改質部へ電極材料の Cr が移行していない。より電極が崩れやすく、基 材と電極の間に Cr 粉末が高い濃度で存在するような工夫が必要であると考えており、補完研究で引き続 き検討する予定にしている。



図 3-16 低密度 Cr 電極による EDC 改質表面の線分析結果

本実験では、昨年度に実施した Cr 系電極の EDC+EB 複合処理において得られた、高耐食性表面改質 部の高硬度化について検討するために、放電プラズマ焼結法を用いて、Cr, Ti, C 系の EDC 電極を作製し て、EDC+EB 複合処理を試みた結果、部分的に良好な硬さが得られたが、均一な組成および硬さを持つ表 面処理部は得られず、金型材料の表面処理への適用は困難と考えられた。

#### 2-3-2 試作金型の実機搭載評価

#### 【実験方法】

#### ①射出成形評価方法

EDC(Cr)+EB では表面粗さを調整した3本のコアを用意し、試験を行った。EB 照射方法およびコア表面粗 さを表 3-1 に示す。コア#23A は EDC による凹凸をドット状のビーム痕で馴らした後、隙間を空けずに全面 に EB 照射を行ったものである。コア#4 はドット状の照射を行わずに、全面に照射を行った。コア#3 は#4 の 条件で照射した後、表面粗さを更に小さくする目的で、細かなピッチでの照射を追加した。#3 は細かなピッ チでの照射を2回行っている。2回目の照射時に1回目より細かいピッチで照射を行い、表面粗さの低減を 狙ったものである。コア#3A は#3 のコアに CX コーティングを行ったものである。

評価方法は「2-2-3試作金型の実機搭載評価」での射出成形試験と同様の方法で行った。(製品の観察 はレプリカ採取により成形品内筒部表面の観察を行い、転写や抜き傷有無の確認を行った)

コア 表面処理	主西加田	表面粗さ			
	衣面処理	Ra[ <i>μ</i> m]	$Rt[\mu m]$	Rz[μm]	
#23A	EDC(Cr)+EB	0.575	3.647	2.780	
#4	EDC(Cr)+EB	0.453	3.089	2.096	
#3	EDC(Cr)+EB	0.260	1.736	1.368	
#3A	EDC(Cr)+EB+CX	0.264	2.296	1.633	

表 3-1 コアの表面処理および表面粗さ

<u>②打錠評価試験方法</u>

昨年度は、EDC(TiC)+EB 杵で実験を行ったが、スティッキングが発生した。各種コーティング膜で打錠試験を行い、被膜成分によるスティッキングの傾向を調査した結果、Ti および C はスティッキングが起こりやすく、Cr 系被膜はスティッキングが起こりにくいことが確認された。そこで、本年度は Cr 電極を用いた複合加工 EDC(Cr)+EB 杵での試験を実施した。

また、EDC+EB の表面は凹凸があり、凹凸形状もスティッキングに影響を与えると考えられることから、 EDC+EB 後に研磨を行い、研磨有・無の比較を実施した。

打錠機	サーボモータ打錠機
+〒4位タル	予圧:100kg、本圧:600kg C/T 2秒、打錠時間:2時間
打延未什	薬剤:スティッキングしやすい薬剤(1 錠剤あたりの重量 180mg)
打錠部外径: ∮8mm、形状: 単純R(R12)	
打錠杵	①EDC(Cr)+EB 研磨無
	②EDC(Cr)+EB 研磨有
評価方法	30 分毎に装置から杵を外し、スティッキングの有無を確認

表 3-2 打錠試験条件

打錠条件(打圧、粉末成分等)は、「2-2-3試作金型の実機搭載評価」で述べた試験条件と同じである。

【研究成果】

#### ①射出成形実機評価結果

EDC+EB コアでの試験結果を図 3-17 に示す。比較として、EDC(TiC)+EB の結果(コア#2)を併せて記載した。EDC+EB 面は表面粗さが粗いため、照射方法を変えた3種のコアで試験を行ったが、突出圧力 NG%は全て 11%であり、差異は確認されなかった。また、全ての製品で抜き加工傷が確認された。EDC(Cr)+EB はその特異な凹凸形状から、抜き加工傷の発生の仕方に特長があり、傷の途切れる箇所が見受けられる。これはコアの凹凸形状が転写し、引き抜き時に製品に接触している箇所としてない箇所があるためと考えられる。#3 のコアは表面粗さ Ra が 0.260 µ m である。この数値は EDC 処理面に EB 照射を行った場合の最も低い表面粗さ値の限界に近いため、EB によりこれ以上表面粗さを小さくすることは困難である。

昨年度は、EDC に TiC 電極を使用しての複合加工を行っていたが、成形品に微細なクラックが確認され ていた。本年度は EDC に Cr 電極を用いて複合加工を行い、電子ビーム 2 回照射による放電目除去を行っ た後に成形試験を行った(コア#3)。しかし離型傷が多く、透明度も低いため良質な成形品を得ることがで きなかった。そこで、微小テクスチャ形成技術の知見を活用し、コア#3 に追加工でテクスチャと CX コーティ ングを施しての試験を行った(コア#3A)。

TiC 電極では突出圧力 NG[%]が 13 であったが、Cr 電極を用いた本年度試験では 11 となり、離型抵抗の 減少は確認できた。しかし、テクスチャと CX コーティングを施した効果はほとんど確認されなかった。 複合 加工の成形品の状態から EB 処理前にコアの研磨工程は必須であると判断するに至ったが、研磨代の寸 法変化を考慮すると、現段階においての実用化は難しいと考えられる。

コア No.#	コア表面	製品レプリカ表面	EB 処理条件 表面処理	突出 圧力 NG[%]
23	<u>400 µ m</u>	<u>400 µ m</u>	P0.2mm/6mA + P0.06mm/1.2mA	11
4	<u>400 µm</u>	<u>400 µ m</u>	P0.06mm/1.2mA	11
3	<u>400 µ m</u>	400 µ m	P0.06mm/1.2mA + P0.04mm/0.8mA	11
3A (CX)	<u>400 µ m</u>	<u>400 µ m</u>	3の条件 + P0.4mm/0.8mA + CX	11
2 (TiC)	<u>400 µ m</u>	<u>400 µ m</u>	P0.2mm/9mA + P0.06mm/1.8mA	13

図 3-17 複合加工へのテクスチャ応用試験結果

#### ②打錠評価結果

EDC(Cr)+EB の打錠試験結果を図 3-18 に示す。比較として「EDC(TiC)+EB 研磨有」の結果を合わせて記載した。EDC+EB では EDC の電極成分によらず、スティッキングが発生することを確認した。スティッキングが発生したが、電極成分により、スティッキングの仕方に違いが見られ、スティッキングの粉量を比較すると、TiC より Cr のスティッキング量が少ないことが明確であった。これは、昨年度の試験で成分によりスティッキングへの影響の調査を行った結果とも合致する。

EDC(Cr)+EB の研磨有無の比較を行うと、研磨有のスティッキング量が少ないことが確認されたが、研磨 によりスティッキング量を減少させることは確認出来たが、スティッキング発生の抑制には至らなかった。 射出成形試験と同様に、現段階では EDC+EB の実用化は難しいと考えられる。



図 3-18 EDC(Cr)+EB の打錠試験結果

複合加工の実機試験結果をまとめると、EDC+EB は特異な凹凸形状を有するため、表面粗さの低減が 課題であるが、電子ビームによる表面粗さは Ra で 0.2 μ m 程度が限界である。EDC+EB に研磨を加えるこ とにより表面粗さを低減させることは可能であると考えられるが、工程が多く、平滑な Cr 被膜であれば、 CX や Cr メッキで代用可能であるため、あまり実用的ではない。

EDC+EB においては EDC の電極成分を問わず、放電による表面の凹凸が問題となると考えられ、当該 研究の実機試験(射出成形および打錠)において性能を発揮することは困難であると推測され、別の用途 開発が必要であると考える。

	农。。 利田沃///350/11 戴亚王 ·07 陵口加工07 遮/加加木			
試験	射出成形		打	錠
	組成の適・不適	離型性	組成の適・不適	離型性
TiC	×	×	×	×
Cr	0	×	0	×

表 3-3 射出成形および打錠金型への複合加工の適用結果

#### 2-4 サーボモータによる打錠評価試験機の開発

#### 【研究目的及び目標】

従来の打錠用金型の評価には、量産機と同機構を持った小型タイプの打錠機を使用しているが、打錠 に関わる条件要素が、回転板回転速度、予圧力、本圧力に限られており、しかもその条件はハンドル操作 にてアナログ的な設定方法となっており、試作試験機としては操作性、モニター性が良くなかった。今回開 発するサーボモータを使用した打錠評価試験機は、上下打錠金型の位置及び速度制御を数値で設定でき る上、データのサンプリングも正確、簡単に実施できるため、評価試験の信頼性及びスピードUPが可能と なる。上記の打錠評価試験機を製作することにより、表面加工を行った打錠杵を用いた試作評価試験機に よる打錠試験を行い、実機への適用効果を判断する。

昨年度は、サーボモータ打錠試験機とロータリープレス打錠機の整合性確認を行ったところ、1)薬剤重 量の変化量がロータリー打錠機と比較して大きい、2)操作パネル上に打錠圧の表示が無い、3)原点復帰 動作中にエラーが発生するなどの問題点が明らかとなった。

本年度は、これらの問題点の原因を明らかにして、調整・改良を加え試験機として完成させた。その後、錠 剤の物性評価を行い、改良後の性能調査のための打錠を行った。テクスチャ形成杵および複合加工杵に ついて打錠評価試験での粉離れ性を評価した。(テクスチャ杵の結果は「2-2-3 試作金型の実機搭載 評価」、複合加工杵の結果については2-3-2 試作金型の実機搭載評価に記載)

#### 2-4-1 試作評価試験機による打錠試験

#### 【実験方法】

<打錠評価試験機の調整・改良>

打錠評価試験機での打錠評価試験を行うにあたり、表 4-1 に示す問題点の改良が必要であり、各項目の調整及び改良を行った。

問題点1)は、薬剤重量が打錠時間とともに減少する点である。ホッパーからの薬剤の供給過程に問題 があると考えられ、錠剤重量を安定したものとするため、調整および改良を行った。また、改良後に打錠を 行い、錠剤の重量を測定し、効果を確認した。

問題点2)は、打錠機の操作パネル上に打錠圧の表示が無い点である。表示がないため、打錠中の打圧が把握できず、異常が発生した際の発見が遅れる等の危険が懸念されたため、改良を実施した。

問題点 3)は原点復帰中にエラーが発生する点である。以前まではこのようなエラーが発生していなかったため、原因の調査を行うとともに、調整を行った。

問題点	内容
1)薬剤重量の変化量がロータリー打錠機	連続打錠を行うと、時間の経過と共に薬剤重量が減少
と比較して大きい	傾向を示す。ホッパー内の薬剤残量の変化が影響して
	いると思われる。
2)操作パネル上に打錠圧の表示が無い	操作パネル上に打錠圧の表示が無く、打錠試験中の打
	錠圧がリアルタイムで把握できない。その為、何らかの
	異常が発生した際の発見が遅れてしまう。
3)原点復帰動作中にエラーが発生する	電源投入後には必ず原点復帰動作を行う必要がある
	が、その際にエラーが発生するようになった。(以前は
	発生しなかった現象)

表 4-1 打錠評価試験機の問題点

問題点 1)の解決方法として、薬剤供給を安定させるため、ホッパーの改良が必要であると考えられる。 図 4-1 にホッパーの改善図を示す。



図 4-1 薬剤重量安定のためのホッパーの改善

ホッパー改良後に打錠を行い、錠剤物性の確認を実施した。打錠条件を表 4-2、錠剤の物性評価項目を 表 4-3 に示す。サーボモータ打錠試験機で打錠した錠剤を 30 分毎に採取し、各評価項目につき 20 錠ずつ 評価に使用した。重量のほか、厚み・外径・硬さの評価を行った。

表 4-2 打錠試験条件

打錠機	サーボモータ打錠試験機
打錠条件	予圧:100kg、本圧:600kg C/T 2秒、打錠時間:2時間 薬剤:1錠剤あたりの重量 180mg
打錠杵	菊水タイプ 錠剤外径:8mm 錠剤形状:単R(R12)、表面処理:CX コーティング
評価方法	30 分毎に装置から杵を外し、表 4-3 の4項目の物性評価を実施

評価項目	サンプル数	日医工㈱管理基準
重量	20 錠	平均值士5%
厚み	20 錠	平均值士0.2mm
外径	20 錠	平均值士3%
硬さ	20 錠	30N 以上(Ø8mmの錠剤の場合)

表 4-3 錠剤物性評価項目(30分毎に錠剤を採取)

(錠剤物性評価は日医工㈱の機器を使用)

問題点2)では、操作画面上に圧力表示がなく、打錠時のリアルタイムでの打圧が把握できない状態である。そのため、打錠圧設定時の打圧はPCに取り込んだCSVデータを確認しなければならず、作業性が悪い。また、表示がないことにより、打錠中の打圧が把握できず、異常が発生した際の発見が遅れる等の危険が懸念される。

この問題の解決を図るため、打錠圧がリアルタイムで操作パネルに表示されるよう改良を行った。リア ルタイム表示だけでなく、過去10打錠の平均圧力も表示されるよう改良を行った。

#### 【研究成果】

#### 打錠評価試験機の調整・改良

問題点1)~3)について調整・改良を行った結果を以下に示す。

問題点1)薬剤重量の変化量がロータリー打錠機と比較して大きい原因としては、ホッパー内の薬剤残 量の減少により臼にかかる荷重が減少し、臼へ供給される薬剤の量が減少する事が考えられ、対策とし て、ホッパー内薬剤残量の変化の影響を受けにくくする為に構造を見直した。

改良前の構造を図 4-2 に示す。可動ホッパー全体が動く構造の為、可動ホッパー内の薬剤の重量がそのまま臼にかかる。ホッパー内の薬剤残量が変わると臼へ供給される薬剤の量も変化する。

改良後の構造を図 4-3 に示す。ホッパーを固定し、ホッパーの下部に可動ブロックを設置した。薬剤は 可動ブロックにより臼上部へ供給される。一定の体積の薬剤のみを臼上部へ供給できるようになり、ホッ パー内の薬剤残量の変化の影響を受けにくい形状に改善された。



ホッパーを固定し、ホッパーの 下部に可動ブロックを設置 →薬剤は可動ブロックにより臼 上部へ供給される

ー定の体積の薬剤のみ 臼上部へ供給できるため、 <u>ホッパー内の薬剤残量の</u> <u>影響を受けない</u>



図 4-3 薬剤供給用ホッパー形状(改良後)

薬剤供給ホッパーは、ホッパー内で薬剤が引っ掛かりにくい形状に改良し、薬剤供給用のシューターを 増設した。(ロータリー打錠機の薬剤供給部を参考に設計。)



図 4-4 薬剤供給ホッパー

図 4-5 新規シューター

時間の経過に伴う薬剤重量の変化を図4-6に示す。改造前に見られた薬剤重量の減少傾向が改善され、 ロータリー打錠機とほぼ同等の結果が得られた。改善前は打錠時間とともに錠剤重量が減少していくこと が明らかであったが、改良後は安定した重量を保っていることが確認できた。ロータリー打錠機との重量も 同等であり、ロータリー打錠機相当の重量精度が得られていると考えられる。



図 4-6 打錠時間の経過に伴う重量変化

ホッパー改良前後の錠剤物性の詳細を表 4-4 および図 4-7~4-10 に示す。前掲錠剤重量に加え、厚み、 外径、硬さのすべてが規格を満たしていることが確認された。

- ・ 改良前の錠剤重量は打錠時間とともに減少していくが、改良後は 180~181mg で一定化している。
- ・ 錠剤の厚みは打錠時間とともにやや減少したが、改良後は 3.6 mmで一定化した。
- 外径は、改良後に8mmで一定化した。
- ・ 錠剤硬さは、改良前は格の35N以上を満たしているもののばらつきが見られたが、改良後にばらつ きが改善された。

時間	重量[mg]		厚み[mm]		外径[mm]		硬さ[N]	
[min]	改良前	改良後	改良前	改良後	改良前	改良後	改良前	改良後
0	180.5	180.5	3.59	3.63	7.96	8.02	43.1	49.1
30	179.7	180.7	3.57	3.61	7.90	8.03	49.8	51.3
60	179.6	180.5	3.55	3.61	7.90	8.02	49.8	49.2
90	177.8	180.4	3.54	3.61	7.90	8.02	47.0	49.6
120	177.1	180.5	3.53	3.61	7.89	8.02	45.6	50.7
規格	平均值±5%		平均值:	±0.2mm	平均值	直士3%	30N	以上

表 4-4 ホッパー改良前後の錠剤物性











図 4-9 錠剤外径



図 4-10 錠剤硬さ

問題点2)操作パネルに打錠圧の表示が無い点に関しては、操作パネルに表示を追加した。改良前は 打錠圧の表示は無く、データをパソコン等に取り込んで確認する必要があったが、打錠圧の表示を追加し た事により、打錠評価中の打錠圧をリアルタイムで確認する事ができ、作業の効率化に繋がった。



図 4-12 操作パネル(改良後)

問題点3)の原点復帰動作中にエラーが発生する点では、電源投入後には必ず原点復帰動作を行う必要があるが、その際にエラーが発生するようになっており、当初杵破損防止の目的で杵の動作範囲に制限を設けていたが、センサーの位置ズレが原因で原点運転復帰動作中に杵の位置が動作範囲を超えてしまったために発生していたため、センサー位置の再調整を行い、エラーが再発しないことを確認した。

#### 3-1 成果の総括

総じて計画とおりの進捗率を達成した。『成形シミュレーションを対応させた電子ビーム3D表面溶融加 工技術の開発』、『電子ビーム微細溶融加工による微小テクスチャ形成技術の開発』、『放電及び電子ビー ム複合加工による表面拡散浸透技術の開発』および『サーボモータによる打錠評価試験機の開発』の各課 題で実用化に向けた実機評価が実施され事業化のための多くの成果が得られたと確信する。特に微小テ クスチャ形成技術は打錠成形の粉離れ性改善効果と射出成形の離型性改善効果が顕著で、川下ユーザ における量産評価でも研究結果と同等の効果が確認され早々の実用化を求められている。以下サブテー マごとに総括する。

#### (1) 成形シミュレーションを対応させた電子ビーム3D表面溶融加工技術の開発(担当:株式会社北熱)

<u>試作金型の打錠評価試験及び実機評価</u>では、電子ビーム照射した打錠杵(試作金型)の耐圧性能をシミ ュレーション解析したところ、従来のプレス成形による打錠杵に比べて優れた性能を有することが確認され た。また、同打錠杵を用いて打錠評価試験機および実機ロータリ打錠機で打錠成形した場合、電子ビーム 照射により強度が増した打錠杵のランド部周辺に割れや欠けの発生は無く打錠杵としての十分な性能を 有することが確認されている。昨年度の研究でNCデータに基づき複雑な3D形状への照射方法が技術確 立し、本年度の研究で電子ビーム照射した金型の性能が確認されていることから、成形シミュレーションを 対応させた電子ビーム3D表面溶融加工技術は既に実用化段階にある技術と判断する。

# (2) 電子ビーム微細溶融加工による微小テクスチャ形成技術の開発(担当:株式会社北熱、株式会社斉藤製作所、富山県工業技術センター)

<u>電子ビームドット制御による表面粗さ制御技術の検討</u>では、電子ビーム溶融加工機を使用し、テクスチャを構成する溝幅と溝深さの形成条件について検討し、電子ビーム照射条件とテクスチャ形状との相関関係を明らかにした。昨年度の研究では電子ビーム加工により三次元形状のあらゆる部分に微細溶融加工を施すことを可能としているので、複雑形状の金型に任意のテクスチャ形成が実用化レベルにあると判断する。

<u>金型表面の形状・性能評価</u>では、摩擦摩耗試験を用いてライン、格子、放射などテクスチャの摩擦挙動 を調査してテクスチャの粉離れ性や離型性改善の理由を明らかにして特許出願した。

<u>試作金型の実機搭載評価</u>では、テクスチャの微細形状(溝幅と溝深さ)が離型性に及ぼす効果を実機射 出成形にて調査したところ、ある特定条件のテクスチャが最適であると判断された。また、従来法では困難 とされた軟質材の射出成形に当該テクスチャを応用したところ良好な成形結果が得られた。さらに、このテ クスチャを自動車部品加工用のシェービングパンチに応用して量産評価したところ、従来パンチでは困難 と判断された成形が可能になったとして適用範囲の拡大を要請されている。

テクスチャは打錠杵でも薬剤の粉離れ性効果が確認され、かつて打錠障害が発生した打錠杵をテクス チャ形成杵に改修したところ障害がなくなるなど、その効果は顕著であった。以上、テクスチャ形成技術は 様々な金型に適用され十分に効果を実証したので、既に実用化段階にあると考える。

## (3) 放電及び電子ビーム複合加工による表面拡散浸透技術の開発(担当:株式会社北熱、株式会社斉藤製作所、国立大学法人富山大学、富山県工業技術センター)

加工処理材の性能評価では、放電処理(EDC)の電極材としての濃度の異なる TiCrC 焼結電極を作成し、 複合加工表面の微細構造評価と性能変化メカニズムの解明を進めた。電極の Cr/Ti 比率に準じて Cr また は Ti が分布し、不均一に分布する C と反応して改質層が硬くなる現象を確認した。しかし、現段階で Cr に よる耐食性と TiC による硬さを両立する放電条件は確認できなかった。

<u>試作金型の実機搭載評価</u>では、試作金型を用いた実機射出成形により TiC 電極放電加工+電子ビーム 加工および Cr 電極放電加工+電子ビーム加工の複合加工表面の離型性を評価した。また同複合加工表面 の打錠成形における粉離れ性評価も実施した。その結果、TiC 電極放電加工+電子ビーム加工の複合加工 表面は離型性と粉離れ性に劣ることが明らかになり、Cr 電極放電加工+電子ビーム加工の複合加工表面 は硬さが低下するなど基本性能に問題があった。以上の結果から放電及び電子ビーム複合加工による表 面拡散浸透技術の射出成形型と打錠杵への適用は断念し、昨年度の研究で明らかにした Cr 電極放電加 工+電子ビーム加工の複合加工による耐食性向上効果については他の用途開発を進めたい。

#### (4) サーボモータによる打錠評価試験機の開発(担当:株式会社北熱、三晶エムイーシー株式会社)

<u>試作評価試験機による打錠試験</u>では、打錠評価試験機の打錠モーション制御による粉離れ性を調査し てロータリ打錠機の問題点を明らかにすることを課題に挙げたが、確立したロータリ打錠機の製剤基本条 件の変更はリスクが非常に高いことを確認した。実薬剤を用いた打錠評価試験により打錠評価試験機の 問題点も明らかになり、ロータリープレス打錠機と比較することで原因が明らかとなり改良につながった。 サーボモータ打錠試験機とロータリープレス打錠機の整合性が確認されたことからテクスチャ形成杵の打 錠評価も進み、機能化技術を実証することができた。

#### 3-2 今後の取組み

本研究の目的は、製剤の粉離れ性や耐久性向上のための打錠金型の表面機能化技術の開発であり、 医療プラスチック射出成形の離型性向上のための表面機能化技術の開発である。(㈱北熱、(㈱斉藤製作所 および三晶MEC(㈱は、これまでの研究成果を実用化レベルまで完成させて、【1】機能化表面を有する 打錠杵の一貫加工(北熱)、【2】射出成形型・ブロー成形型等の機能化表面の受託加工及び金型の一貫 加工(北熱)、【3】機能化技術を用いた医薬用プラスチック部品の製造(斉藤製作所)、【4】サーボ機構によ る打錠評価試験機及び打錠機の製造(三晶エムイーシー)を事業化する。

#### 【1】機能化表面を有する打錠杵の一貫加工(北熱)

『機能化表面を有する打錠杵の一貫加工』の事業化では、新規打錠杵の表面加工(文字部磨きおよ <u>びテクスチャ形成)、使用打錠杵の補修リサイクル</u>および<u>新規打錠杵の一貫加工</u>を事業対象とする。 本研究成果を事業化するには、打錠面の文字形成と一貫加工品の寸法精度確認が不可欠であり、実 用化課題として《放電加工による文字形成》と《打錠杵の一貫加工》に取り組む。さらに、テクスチャ形成 の生産性向上のための《レーザー加工によるテクスチャ形成と表面物性調査》と打錠杵の補修リサイクル に備えた《打錠杵面のコーティング剥離技術の標準化》を継続研究課題とする。

#### 【2】射出成形型・ブロー成形型等の機能化表面の受託加工及び金型の一貫加工(北熱)

『射出成形型・ブロー成形型等に機能化表面の受託加工及び金型の一貫加工』の事業化では、<u>製品アス</u> ペクト比が大きい場合に離型性が要求されるコアと、パリソンの平滑表面形成に必要なダイスを事業対象 とする。本研究成果を事業化するには、テクスチャのバリエーションと成形品の表面性状との相関関係を 明らかにして顧客の選択範囲を広げる必要があり、実用化課題として《テクスチャのバリエーションをマッ プ化》に取り組む。

#### 【3】機能化技術を用いた医薬用プラスチック部品の製造(斉藤製作所)

『機能化技術を用いた医薬用プラスチック部品の製造』の事業化では、<u>テクスチャを施したコアの製品化</u>を事業対象とし、実用化課題として《軟質材製品の成形に係る量産評価》と《冷却時間短縮によるハイサイクル生産》に取り組む。

また、<u>生産性向上へのスムースCXコーティング適用</u>も事業化対象に含め、継続研究課題として《各種樹脂とCXコーティングの相性確認》と《ブロー成形機での実機搭載評価》に取り組む。

#### 【4】サーボ機構による打錠評価試験機及び打錠機の製造(三晶エムイーシー)

『サーボ機構による打錠評価試験機及び打錠機の製造』の事業化では、本研究で試作した打錠評価試 験機をベースにした小型機が対象であり、継続研究課題として《製品化に向けた詳細仕様の決定》と《コス トダウンに向けた部品構成の見直し等の設計変更》に取り組む。

## 6-3 事業化への検討

事業化にあたっては、これまでの研究協力先である(株)斉藤製作所(医薬容器の製造)、三晶エムイーシー(株)(打錠評価試験機の製造)、日医工(株)(医薬品製造)およびゼオンメディカル(株)(医療用プラスチックの 製造)の協力を得て実施する。

#### 【目標】

機能化表面打錠杵の事業化では、新規打錠杵のテクスチャ形成(文字形成含む)、使用打錠杵の補修リ サイクルおよび新規打錠杵の一貫加工を事業化する。下表に目標を示す。

製品	加工方法	加工期間	販売量/年
補修リサイクル	除膜⇒機械加工⇒(放電加工)⇒電子ビーム 加工⇒PVD	10日	8,100 本
打錠杵の一貫加工	焼入れ焼き戻し⇒機械加工⇒放電加工⇒電 子ビーム加工⇒PVD	20 日	8,100 本

#### 機能化表面打錠杵の事業化目標

射出成形型・ブロー成形型の機能化表面の受託加工の事業化では製品アスペクト比が大きい場合に離型性が要求されるコアと、パリソンの平滑表面形成に必要なダイスを事業化対象と位置づける。下表に目標を示す。

#### 射出成形型・ブロー成形型の機能化表面の受託加工事業化目標

			1.1
製品	加工方法	加工期間	販売量/年
コア/ダイス	電子ビーム加工⇒PVD	3日	1,920 個

#### 【実用化の課題】

		平成 24 年度スケジュール			
段階	課題	4~6月	7~9 月	10~12 月	1~3月
量産評価	放電加工による文字形成				
試作品製造	打錠杵の一貫加工				

【事業化計画】

		平成 24 年度スケジュール			
段階	課題	4~6月	7~9 月	10~12月	1~3月
	量産評価				
補修リサイクル	標準化		1		
	PR/販売開始				
	試作品製造				
	量産評価				
「打ѿ什の一頁加工	標準化				
	PR/販売開始				
コア/ダイス	PR/販売開始				