

【公開版】

近畿経済産業局補助事業

平成 28 年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「リチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置における
“低摩擦係数溶射皮膜”の研究開発」

研究開発成果等報告書

平成 29 年 5 月

担当局 近畿経済産業局

補助事業者 一般財団法人大阪科学技術センター

目次

第1章 研究開発の概要	… 1
1. 研究開発の背景	… 2
2. 研究開発の目標	… 4
3. 研究開発の取り組み、評価	… 5
4. 研究開発体制（研究組織及び管理体制）	… 7
5. 成果概要	… 9
6. 当該研究開発の連絡窓口	… 10
第2章 本論	… 11
1-1.低摩擦係数溶射材料の開発	… 12
1-2.溶射施工条件の開発	… 14
1-3.円筒研削加工条件の開発	… 17
1-4.低摩擦係数溶射皮膜の検証(試験片)	… 19
2-1.メタリングロールへの溶射施工	… 28
2-2.メタリングロールへ形成した低摩擦係数溶射皮膜の検証	… 28
最終章 全体総括	… 29
1. 複数年の研究開発成果及び事業化展開	… 30
2. 事業化実現への販売戦略	… 31

第1章 研究開発の概要

研究開発の概要

1. 研究開発の背景

近年、リチウムイオン電池に関する分野は、スマートフォン・タブレット PC・デジタルカメラ等の電子機器向けの小型民生用仕様と電気自動車・電力貯蔵システム等の大型仕様の実用化が進んでおり、この急激な市場規模の拡大に伴い、常に技術的革新が要求されており、これらを背景にリチウムイオン電池に関する分野は、海外メーカーに対抗するため国際競争力の強化が急務となっており、川下製造業者からは、生産性の向上及び低コスト化が強く求められている。

本研究開発は、このリチウムイオン電池内に構成されるリチウムイオン電池セパレータフィルムの製造工程におけるメタリングロールへの新たな表面改質技術を提案し、生産性の向上及び低コスト化の実現に必須の要素技術の研究開発を行い、他国にはない性能を発揮し、川下製造業者のニーズ応えるものである。

①リチウムイオン電池の構造及びリチウムイオン電池セパレータフィルムの役割

リチウムイオン電池は、主に金属シートに電極材料を塗工した正極シート、負極シート、電解液及びリチウムイオン電池セパレータフィルムから構成されている。

このリチウムイオン電池セパレータフィルムは、主に樹脂が塗工されたポリオレフィン系微多孔質セパレータフィルムが用いられており、リチウムイオン電池の性能及び安全性に直結する非常に重要なものである。

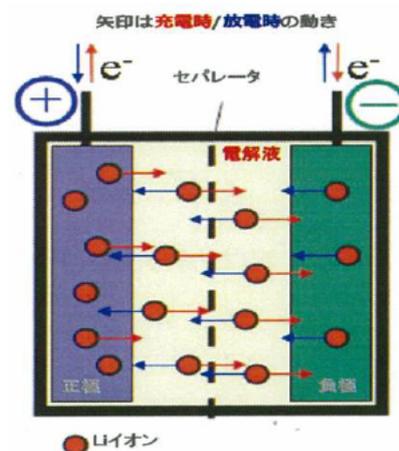


図 1. リチウムイオン電池の模式図

②リチウムイオン電池セパレータフィルム製造時のニーズ

このリチウムイオン電池セパレータフィルム製造時の塗工工程では、スロットダイから塗工液を押し出しながら、リチウムイオン電池セパレータフィルムへ塗工液のコーティングを施しており、このコーティングの膜厚制御は、スロットダイからの吐出量と基材となるリチウムイオン電池セパレータフィルムの送り速度により決定する。また、このスロットダイからの吐出量は、吐出口の寸法・形状及び塗工液の粘度や塗工液の供給方式から調整が可能であるため、生産性の向上を実現するには、リチウムイオン電池セパレータフィルム

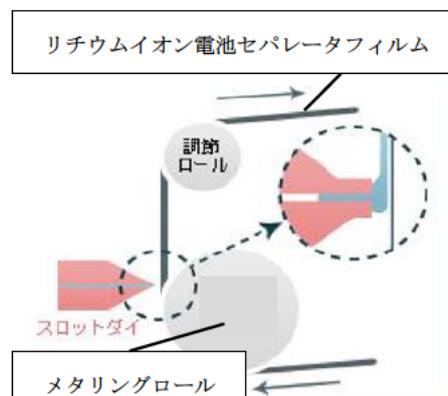


図 2. 塗工工程の構造

とスロットダイ部に接して搬送を行うメタリングロールの送り速度の向上が重要なポイント

となっている。このメタリングロールの表面には、リチウムイオン電池セパレータフィルムの搬送を円滑にし、且つ搬送時の『スリップ』及び『シワ寄り』の発生を防止するために摩擦係数の低減が求められている。更に、スロットダイと隣接しリチウムイオン電池セパレータフィルムを挟み込み均一な塗工を行うため、スロットダイとの隙間制御が非常にシビアであり平滑な『表面粗さ』並びにロール表面と回転軸との高精度な『円筒度及び同心度』が求められている。

したがって川下製造業者からは生産性向上のため、これらの要求事項を満たした従来よりも優れた表面改質技術の研究開発が望まれており、具体的には、**メタリングロールの表面改質を行い、リチウムイオン電池セパレータフィルムの送り速度を従来比の3倍に向上させることが求められている。**

研究開発動向として、以下の①～③の課題及び取り組みを挙げる。

①従来技術とその課題

従来、メタリングロールの表面には、摩擦係数の低減と表面平滑性(表面粗さ・円筒度・同心度)の向上のためにめっき法によるハードクロムめっきが採用されてきたが、ハードクロムめっきが有する摩擦係数は高いため、現状よりもリチウムイオン電池セパレータフィルムを高速回転で連続搬送させることは『スリップ』及び『シワ寄り』が発生するため困難である。

②新技術への取り組み

そこで本研究開発では摩擦係数を低減し、更に従来までの溶射法の課題であった表面平滑性をも克服した“**低摩擦係数溶射皮膜**”の研究開発を行い、川下製造業者のニーズに応えるものである。

③新技術実現のための取り組み

川下製造業者からのニーズである表面平滑性を得るためには、一般に溶射材料粒子の微細化が必要不可欠であるが微細な粒子の溶射材料は流動性が悪く、粉末供給器から溶射ガンへの安定した供給は困難である。そのため、この課題を克服し、これに適合させた『低摩擦係数』溶射材料の最適な成分特性・媒体・流動性に関連する様々な設計項目を見出し、更にこれに適合した溶射施工条件及び円筒研削加工条件の開発を行うことで、これらを実現するための課題を克服し、川下製造業者からのニーズに応えるものである。

2. 研究開発の目標

本研究開発は、前述のように従来にはない摩擦係数の低減及び表面平滑性を向上させた『低摩擦係数溶射皮膜』の研究開発を行なうことを目的としており、以下に本研究開発の目標を示す。

川下製造業者が使用するリチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置に組み込まれるメタリングロール表面へ本件にて開発した『低摩擦係数溶射皮膜』を施工することにより、本件の『高度化目標』として掲げる従来比の3倍の送り速度でメタリングロールを高速回転し、リチウムイオン電池セパレータに『スリップ』、『シワ寄り』が生じることなく、連続稼働を可能とするものである。

これにより、リチウムイオン電池セパレータフィルムの大幅な生産性の向上及び低コスト化を実現する。この高度化目標の達成を実現するために2つのサブテーマを挙げ、それぞれの概要を記す。

サブテーマ1：低摩擦係数溶射皮膜の研究開発

本件の高度化実現のため、従来にはない摩擦係数の低減及び表面平滑性の優れた低摩擦係数溶射皮膜の開発を目指す。この低摩擦係数溶射皮膜を実現させるために低摩擦係数溶射材料及びこの溶射材料に最適な溶射施工条件の開発、更に円筒研削加工条件を開発する。

その後、試験片へ形成した低摩擦係数溶射皮膜を確認し、目標設定値を満たしているか検証する。このサブテーマ1により形成される低摩擦係数溶射皮膜の目標値は、以下の通りである。

【表1. サブテーマ1における目標値】

目標項目	目標値
a) 摩擦係数	従来までの摩擦係数を大幅に低減
b) 表面粗さ	最大高さ 0.4 μ mRz 以下
c) 円筒度・同心度	円筒度及び同心度ともに 0.003mm 以内

サブテーマ2：リチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置への施工検証

サブテーマ1で得られた試験片での検証結果から、最適な低摩擦係数溶射材料及び、この溶射材料に最適な溶射施工条件、円筒研削加工条件を用いて、川下製造業者が使用するリチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置に組み込まれるメタリングロール表面に施工を行い、実際に川下製造業者が要求する本件の高度化目標を満たすことを目的とする。

【表 2. 本件の高度化目標（サブテーマ①における目標値）】

川下製造業者のニーズ	本件の高度化目標
リチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置の生産性向上	メタリングロールを従来比 3 倍の送り速度で連続稼働し、リチウムイオン電池セパレータフィルムに『スリップ』、『シワ寄り』が生じないこと

3. 研究開発の取り組み、評価

この従来にはない摩擦係数の低減及び優れた表面平滑性を有する低摩擦係数溶射皮膜をリチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置に組み込まれるメタリングロールへ実用化するため、2つのサブテーマを挙げ、各々の概要を記す。

サブテーマ 1：低摩擦係数溶射皮膜の研究開発

前述の高度化目標の実現のために、下記の 1-1、1-2、1-3、1-4 の開発を行なう。

1-1. 低摩擦係数溶射材料の開発

本件に適合した低摩擦係数溶射材料の開発を行なうために、これまでの基礎研究及び実績データを基に低摩擦係数溶射材料の『成分(組成)』, 『媒体』, 『粒子径』, 『粒度濃度』, 『減粘剤』が異なる溶射材料の試作開発を行なう。

溶射材料全般に言えることであるが、本件において要求される最も重要な要素として、溶射材料を溶射フレームまで安定供給させるための流動性の確保が挙げられる。この流動性を確保するために前述の項目を組み合わせた試作材料を製作し、各々の試作した低摩擦係数溶射材料の『粘度』を評価することで、仕様選定の絞り込みを行なう。

その後、1-2. 溶射施工条件の開発及び 1-3. 円筒研削加工条件の開発を行うことにより、更に仕様選定の絞り込み進めた上で、1-4. にて形成された低摩擦係数溶射皮膜の検証(試験片)での結果及びこれまでの実績データから仕様の調整・追加等の見直しを図ることとなる。

1-2. 溶射施工条件の開発

前述 1-1. にて開発を行なった低摩擦係数溶射材料の特性に適合する溶射施工条件を、これまでの弊社のノウハウと基礎研究での施工実績を融合して導き出す。そのために試験片へテスト溶射を行なう。

1-2. では、安定した溶射施工が可能であるかが重要なポイントとなる。加えて、実用化に向けての重要なポイントとして、材料供給量及び溶射距離の違いによる溶射皮膜の成膜効率の差異が挙げられる。これは、実用化の際の施工コストに繋がるためである。

この 1-2. にて絞り込んだ仕様に対して、1-4. にて溶射皮膜の特性を検証する。ただし、溶射皮膜として形成したとしても、前述の材料供給量及び溶射距離等の影響で、著しく成膜効率が低くなる等の問題が見受けられた場合は、1-4. の検証を行なわないこともある。

1-3. 円筒研削加工条件の開発

前述 1-1 及び 1-2 にて得られた低摩擦係数溶射皮膜に適合する円筒研削加工条件を、これまでの株式会社シンコーメタリコンのノウハウと基礎研究等をベースに導き出すために試験片へ研削加工を行う。

1-4. 低摩擦係数溶射皮膜の検証(試験片)

前述の 1-1, 1-2, 1-3 にて形成した低摩擦係数溶射皮膜が表 2. のサブテーマ 1 における目標値を満たしているか検証を行なう。

検証には、以下の a)～c)の方法を用いる。

a)摩擦係数

試験片の表面に施した低摩擦係数溶射皮膜と接触させ、摩擦係数を測定し、検証する。

b)表面粗さ

触針式表面粗さ計にて検証する。

c)円筒度・同心度

ロール表面の円筒度とロール表面と軸部の同心度をダイヤルゲージにて検証する。

上記の a)～c)による検証データを基にフィードバックが必要な項目及び進め方を検討する。

サブテーマ 2 : リチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置への施工検証

サブテーマ 1 にて研究開発した低摩擦係数溶射皮膜を川下製造業者が使用するリチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置に組み込まれるメタリングロール表面へ施工し、形成された低摩擦係数溶射皮膜が、川下製造業者が要求する本件の高度化目標を満たしているか検証する。

2-1. メタリングロールへの溶射施工

サブテーマ 1 にて開発された低摩擦係数溶射皮膜を川下製造業者にて使用されるメタリングロールへ施工する。

2-2. メタリングロールへ形成した低摩擦係数溶射皮膜の検証

前述の 2-1 にて形成した低摩擦係数溶射皮膜が本件の高度化目標を満たしているか検証する。

4. 研究開発体制（研究組織及び管理体制）

本プロジェクト事業の管理・運営は、一般財団法人大阪科学技術センターが実施する。本プロジェクト事業が適切かつ効果的に運営され、所期の目的が達成されると共に大きな成果が得られるよう、研究開発推進委員会にて成果報告と議論を実施した。また、適切な経費の執行がなされるようプロジェクトの運営・管理を行なった。事業管理者の所在地及び研究実施場所は、以下の通りとする。

・事業管理者

【一般財団法人大阪科学技術センター】

（最寄り駅：大阪市営地下鉄 本町駅）

〒550-0004 大阪府大阪市西区靱本町1丁目8番4号

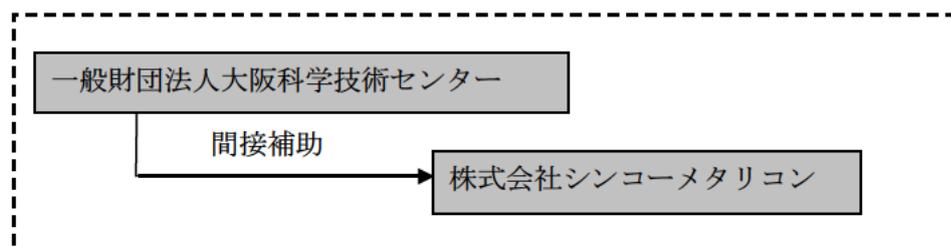
・研究実施場所

【株式会社シンコーメタリコン】

（最寄り駅：西日本旅客鉄道東海道本線草津線 三雲駅）

〒520-3222 滋賀県湖南市吉永405

○研究組織（全体）



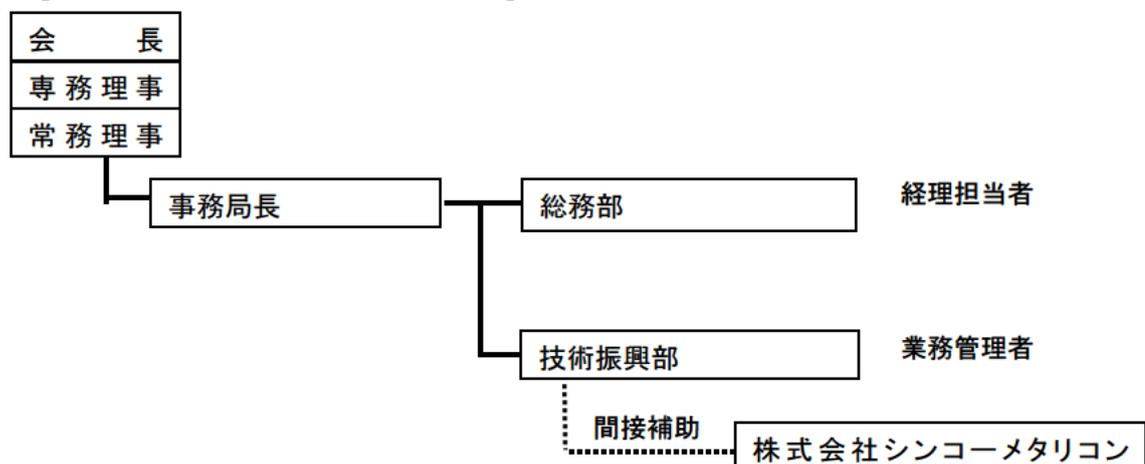
総括研究代表者(PL)
 所属：株式会社 シンコーメタリコン
 役職：取締役技術部 部長
 氏名：吉田 満

副総括研究代表者(SL)
 所属：株式会社 シンコーメタリコン
 役職：技術部 技術課 課長
 氏名：大塚 正

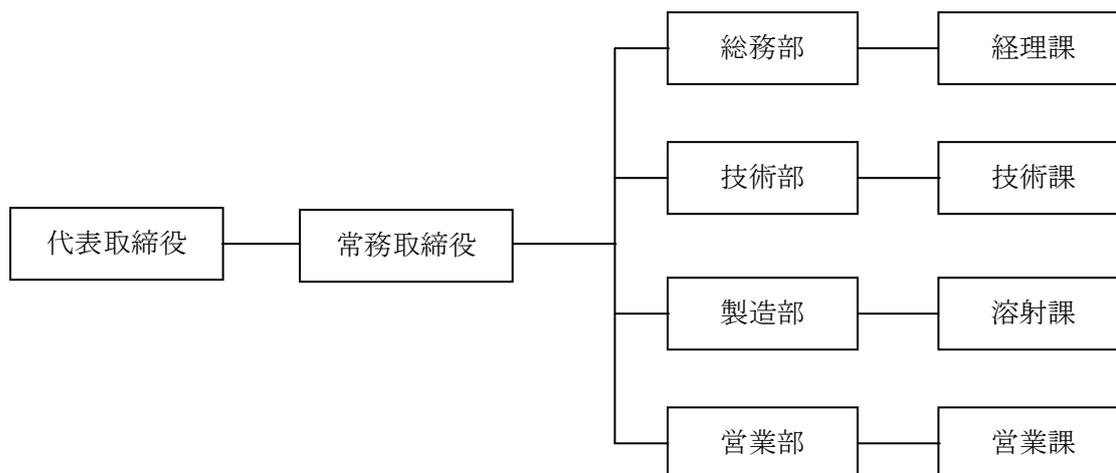
○管理体制

・事業管理機関

【一般財団法人大阪科学技術センター】



・間接補助事業者
【株式会社シンコーメタリコン】



○プロジェクトの管理員及び研究員

・事業管理者

【一般財団法人大阪科学技術センター】

氏名	所属・役職
小島 一哉	常務理事・技術振興部長
森山 昌己	技術振興部・副部長
川口 満	技術振興部・副部長
吉本 美佐子	技術振興部
長田 圭子	技術振興部

・間接補助事業者

【株式会社シンコーメタリコン】

氏名	所属・役職
吉田 満	取締役技術部 部長
大塚 正	技術部 技術課 課長
近藤 元幸	技術部 技術課 係長
綾野 道雄	取締役製造部 部長
小本 隆	製造部 溶射課 課長

5. 成果概要

本件では、メタリングロールの表面改質を行い、低摩擦係数溶射皮膜を実現することにより、リチウムイオン電池セパレータフィルムの送り速度を従来比の3倍に向上させることを高度化目標として掲げ、以下の研究開発を行なった成果として、この高度化目標を実現した。

サブテーマ1：低摩擦係数溶射皮膜の研究開発

前述の高度化目標の実現のために、下記の1-1、1-2、1-3、1-4の開発を行なった。

1-1. 低摩擦係数溶射材料の開発

本件に適合した低摩擦係数溶射材料の開発を行なうために、これまでの基礎研究及び実績データを基に『成分(組成)』、『媒体』、『粒子径』、『粒度濃度』、『減粘剤』が異なる低摩擦係数溶射材料の試作開発を行なった。

その後、後述の1-2. 溶射施工条件の開発及び1-3. 円筒研削加工条件の開発を行うことにより、更に仕様を絞り込み、1-4.にて形成された低摩擦係数溶射皮膜の検証(試験片)を進めた。

1-2. 溶射施工条件の開発

前述 1-1 にて開発を行なった低摩擦係数溶射材料の特性に適合する溶射施工条件を、これまでの弊社のノウハウと基礎研究での施工実績を融合して導き出し、開発した。

1-3. 円筒研削加工条件の開発

前述 1-1 及び 1-2 にて得られた低摩擦係数溶射皮膜に適合する円筒研削加工条件を、これまでの株式会社シンコーメタリコンのノウハウと基礎研究等をベースに導き出し、最適な円筒研削加工条件の開発を行なった。

1-4. 低摩擦係数溶射皮膜の検証(試験片)

前述の1-1, 1-2, 1-3 にて形成した低摩擦係数溶射皮膜が表2.のサブテーマ1における目標値を満たしているか検証し、掲げていた「摩擦係数」、「表面粗さ」、「円筒度・同心度」の全ての検証方法にて、目標値を満たしていることを確認した。

サブテーマ2：リチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置への施工検証

サブテーマ1にて研究開発した低摩擦係数溶射皮膜を川下製造業者が使用するリチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置に組み込まれるメタリングロール表面へ施工し、それに形成された低摩擦係数溶射皮膜が、川下製造業者が要求する本件の高度化目標を満たしていることを確認した。

2-1. メタリングロールへの溶射施工

サブテーマ1にて開発された低摩擦係数溶射皮膜を川下製造業者にて使用されるメタリングロールへ施工した。

2-2. メタリングロールへ形成した低摩擦係数溶射皮膜の検証

前述の2-1にて形成した低摩擦係数溶射皮膜が本件の高度化目標を満たしていることを確認した。

6. 当該研究開発の連絡窓口

〒550-0004 大阪市西区靱本町1丁目8番4号

一般財団法人 大阪科学技術センター 技術振興部 川口 満

Tel : 06-6443-5322 Fax:06-6443-5319

E-mail:m.kawaguchi@ostec.or.jp

第2章 本論

1. 低摩擦係数溶射皮膜の研究開発

本研究開発では、「低摩擦係数溶射材料の開発」ならびに「溶射施工条件の開発」を行ない、これにより試験片へ形成した低摩擦係数溶射皮膜に最適な「円筒研削加工条件の開発」を行なった。その後、円筒研削加工後の低摩擦係数溶射皮膜の検証を行なった。

1-1. 低摩擦係数溶射材料の開発

本研究開発となる低摩擦係数溶射材料は、幅広い組成範囲を有する固溶体であることから、これまでの弊社での基礎研究を基に、粉末材料の製法には、原料及び添加剤の調整が容易な造粒焼結法を選定した。

また、粒子の成分(組成)仕様についても、これまでの基礎研究の実績を基に絞り込みを行い、試作を行なった。

<目標設定項目>

- ・媒体 … 溶媒には『蒸留水』を選定した。この『蒸留水』は可燃性物質に比べて蒸発しにくく冷却作用により溶射フレーム温度を低下させやすい方向となるが、これまでの基礎研究の実績から比較的溶射フレーム温度が低い高速フレーム溶射法においても十分に熔融されていることが確認できており、また、弊社のこれまでの基礎研究結果からも、この冷却作用の緩和には、溶媒中の粒子の濃度を高め、溶射材料の供給量を減らすことが有効であることを把握しており、これらを調整し開発する低摩擦係数溶射材料に最適な仕様を見出した。
- ・粒子径 … 粒子径は、造粒焼結法による粒子で、これまでの基礎研究を基に設定した。
- ・粒子濃度… 粒子濃度においても、これまでの弊社での基礎研究を基に粒子濃度(重量%)30%を基準値とし、その前後に±10%の幅を設け、20%, 30%, 40%の3種類として溶媒(蒸留水)と組み合わせ方向性を見出した。
- ・減粘剤… 溶射材料における流動性の向上は、最も重要な要素の一つとして挙げられ、この流動性向上のためには、減粘剤が有効である。これを添加することにより、粘度が低減され、粒子の安定供給を行うことが可能となる。

これまでの弊社での基礎研究結果から、粘度の低減及び濡れ性、凝集防止効果等を考慮し、減粘剤を選定とその添加量及び粒子径、粒子濃度との最適な

組み合わせを確認した。はじめに溶射施工が可能であるかどうかを評価するために、これら試作溶射材料の粘度を検証することにより、流動性の評価を行なった。

前述の通り、溶射材料においては、流動性の確保が大きな影響を及ぼす重要な事項の一つであり、この流動性を確保するためには、粒子径(ϕ)、粒子濃度(重量%)の最適値の選定及び減粘剤の添加による粘度の低減が必要となる。

そこで、本件では、実際の溶射装置の使用環境に即した測定方法となる三角すい形状のコーンプレートを使用した後述の E 型粘度計を用い、目標値を設定した。



【写真 1 TVE-25 形粘度計の外観写真】

以上を踏まえて、各目標設定項目(成分(組成)、媒体、粒子径、粒子濃度、減粘剤)の仕様について、最適な仕様の確認を行い、選定を進めた。

前述までの各開発項目の仕様について、粘度測定を行なった結果、粒子径の差異による粘度への影響は見られなかった。

一方、粒子濃度は、粒子濃度が低い方が低粘度であり、粒子濃度が高い方が高粘度となる傾向が見られた。一般に溶射施工時の成膜効率は、粒子濃度が高い方が良好であり、1 パス当たりの成膜量も多くなることから、実用化の際の溶射施工コストの低減に有利となる。そのため、粒子濃度のバランスについては、再度、2 回目の粘度測定を行なった。

具体的には、減粘剤を当初、A, B, C の 3 種類で試作したが、この粘度の確認結果から、B 仕様の減粘剤に絞り込んだ上で、粒子径 $\phi 5 \mu\text{m}$ 及び $\phi 10 \mu\text{m}$ と粒子濃度 20wt%、30wt%、40wt%とを組み合わせた各仕様に対して、添加量を 0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、0.5%と変えて行なった。

この 2 回目の粘度測定の結果から、1 回目の粘度測定結果と同様に粒子径が $\phi 5 \mu\text{m}$ 仕様と $\phi 10 \mu\text{m}$ 仕様においては粒子径の差異による大きな差異は見られず、また、粒子濃度は、これも 1 回目と同じく粒子濃度が低い方が低粘度であり、粒子濃度が高い方が高粘度となる傾向が見られた。この粘度の値から、粒子濃度が 20wt%及び 30wt%で添加量が 0.3%の仕様は、当初の粘度の目標設定値には、わずか

に届かないものの、良好な結果が得られた。一方で、粒子濃度が 40wt%の仕様においては、大きく高粘度になっていることを確認した。

これらの結果から、1-1.において、粒子径を $\phi 5\mu\text{m}$ と $\phi 10\mu\text{m}$ の2種類、粒子濃度を 20wt%と 30wt%の2種類として、この4仕様に減粘剤 B を 0.3%添加した計4仕様に絞り込み、引き続き、1-2. **溶射施工条件の開発**に進めた。

1-2. 溶射施工条件の開発

前述の 1-1.にて開発し、絞り込んだ以下の4種類の低摩擦係数溶射材料を用い、各種パラメータから最適な溶射施工条件を導き出すために試験片へ溶射施工し、目標設定項目を満たす最適な溶射施工条件の開発を行なった。

【表 3. 4種類の低摩擦係数溶射材料の仕様】

名称	粒子径	粒子濃度	減粘剤
溶射材料 1	$\phi 5\mu\text{m}$	20wt%	減粘剤 B 添加量 0.3%
溶射材料 2		30wt%	
溶射材料 3	$\phi 10\mu\text{m}$	20wt%	
溶射材料 4		30wt%	

※溶媒は、4種類とも「蒸留水」仕様

加えて、以下に、この 1-2.にて掲げる目標設定値を示す。前述の4種類の溶射材料を用いて、以下の各目標設定項目を満たす溶射材料仕様及び溶射施工条件の開発を行なった。

【目標設定項目】

- ・作業性・・・継続して溶射施工が可能であり、安定して溶射皮膜が形成できるか検証する。
- ・溶射材料の供給量・・・生産性を考慮し、粒子の供給量を 20g/min.以上確保し継続して安定供給が可能であるか検証する。これは 1-1.にて開発した低摩擦係数溶射材料の流動性の評価となる。
- ・溶射距離・・・溶射距離を目標値以上確保する。溶射距離は、基材過熱やロボット施工の観点から実用化に向けて重要な項目となる。
- ・成膜効率・・・溶射材料の供給量 20g/min.を満たした上で、目標値以上の成膜効率を確保する。
- ・皮膜組織の結晶構造・・・形成された低摩擦係数溶射皮膜を X 線回折により分析し、結晶構造のピークが得られているか検証する。

- ・皮膜断面の気孔率・・・形成された低摩擦係数溶射皮膜断面を画像解析法により測定する。この溶射施工時の段階にて既に多孔質な溶射皮膜を形成していた場合、後工程の円筒研削加工の最適化を行ったとしても、円筒研削加工後に目標となる表面平滑性を得ることは困難になるため、一旦、この気孔率の測定により検証し行い、この時点で気孔率の目標値以下のち密な溶射皮膜の条件を満たしていることを確認する。

前述の目標設定項目を満たすように、各パラメータを設定する。形成された溶射皮膜の摩擦係数及び表面平滑性の最終評価は、溶射施工後の円筒研削加工を行わなければ評価できないため、まずは、前述の目標設定項目の目標値を満たしたことを確認し、1-3.に進めた。

溶射施工条件の開発の流れとしては、各4仕様の低摩擦係数溶射材料毎に材料供給量を目標設定値(@20g/min.)前後で設定し、それによる成膜効率が目標値を確保できているかを検証した。その後、溶射距離を目標値から、実際の施工時に想定される若干長くなった溶射距離にて、同じく成膜効率が確保できているか検証を行なった。更に、これらの選定した溶射材料の溶射施工条件にて、形成された皮膜組織の結晶構造及び皮膜断面気孔率の検証を行なった。前述の目標項目における検証結果を以下に示す。

『作業性：継続して、安定した溶射施工が可能あること』については、4仕様に絞り込んだ低摩擦係数溶射材料1~4ともに、連続して20分間、安定して溶射可能であることを確認した。

『溶射距離を目標値以上確保すること』については、4仕様の低摩擦係数溶射材料ともに、一般的な想定通りの結果となる溶射距離が長くなるにつれて、成膜効率が減少していく傾向であったが、その中で粒子径の差異による減少傾向への大きな影響は見られなかった。一方で、粒子濃度が30wt%と高い溶射材料2の方が粒子濃度20wt%の低摩擦係数溶射材料1と比べると、成膜効率の減少傾向が少ない傾向が見られた。この結果から、溶射距離においては粒子濃度30wt%の方が有利であると言え、30wt%では目標値よりも更にプラス10mmまで確保可能であることを確認した。

『溶射材料の供給量：粒子の供給量を@20g/min.以上確保し、溶射可能であること』については、4仕様の低摩擦係数溶射材料ともに、安定して供給可能であることを確認した。ただし、供給量を@24g/min.以上に増加させても、成膜効率は上がり供給時に脈動が生じることから、実用化時の生産性を考慮して@20g/min.が安定して溶射施工可能な目安であると考えた。

『成膜効率：前述までの目標設定項目を満たした上で、目標値の成膜効率を確保する。』について、4仕様の低摩擦係数溶射材料ともに目標値を満たしていることを確認した。

『皮膜組織の結晶構造：X線回折により成分のピークが確認できること』については、

4 仕様の低摩擦係数溶射材料とともに粒子(粉末溶射材料)と同様の結晶構造のピークを確認した。また、これら各 4 仕様の低摩擦係数溶射材料により形成された溶射皮膜では、差異は見られなかった。

『皮膜断面の気孔率:皮膜断面の気孔率が目標値以下のち密であること』については、形成された低摩擦係数溶射皮膜の気孔率が目標値以下のち密であることを確認した。

【低摩擦係数溶射材料仕様の違いによる溶射皮膜の傾向】

各 4 仕様の低摩擦係数溶射材料により形成された溶射皮膜特性の傾向を前述の各種測定結果から得られた内容を基に以下にまとめる。

○粒子径($\phi 5\mu\text{m}$ と $\phi 10\mu\text{m}$)の差異

- ・溶射材料供給量の違いによる成膜効率に対して、差異は見られなかった。
- ・溶射距離の違いによる成膜効率に対して、差異は見られなかった。
- ・断面気孔率は、粒子径 $\phi 5\mu\text{m}$ の方が低い傾向であった。

○粒子濃度(20wt%と 30wt%)の差異

- ・粒子濃度が高い仕様(30wt%)の方が全体的に成膜効率の高い傾向であった。
- ・粒子濃度が高い仕様(30wt%)の方が溶射材料供給量を増加すると脈動しやすい傾向であった。
- ・断面気孔率は、粒子濃度が低い仕様(20wt%)の方が成膜効率の低い傾向であった。

前述までの内容を踏まえ、実用化時の溶射皮膜特性及び生産性等を考慮し、4 仕様の低摩擦係数溶射材料の中から、溶射材料 2 (粒子径 $\phi 5\mu\text{m}$ 、粒子濃度 30wt%、添加剤 B (0.3%添加))を選定し、引き続き、1-3. 円筒研削加工条件の開発に進めた。

1-3. 円筒研削加工条件の開発

表面平滑性の優れた溶射皮膜を得るには、形成された溶射皮膜がち密であるとともに、仕上げ加工である円筒研削加工技術の確立が必要不可欠であり、各種パラメータから形成した溶射皮膜特性に適合した研削加工条件を導き出すために試験片へ研削加工を行い、以下の目標設定項目に対して、溶射皮膜に適合した最適な研削加工条件を見出した。

表 4. 円筒研削加工時における目標設定

開発項目	目標設定
ダイヤモンド砥石の選定	番手・ダイヤモンドの集中度・砥石の径及び厚みに最適化
研削手順	数種類の砥石の移行手順の最適化
研削加工条件	ワーク回転数・砥石回転数・圧力・トラバース速度の最適化

前述の 1-1. 1-2. にて絞り込みを行なった溶射材料 2 (粒子径 $\phi 5 \mu\text{m}$ 、粒子濃度 30wt%、添加剤 B (0.3%添加))を用いて、円筒研削加工条件の開発を行なった。

この 1-3.の開発項目のダイヤモンド砥石の選定については、これまでの基礎研究及び弊社における溶射皮膜の円筒研削加工の実績を踏まえ、以下の仕様を選定し、最適な円筒研削加工条件の開発を行なった。

【表 5. ダイヤモンド砥石の仕様】

砥石の番手	ダイヤモンドの集中度	砥石寸法	
		径寸法	厚み寸法
#120	75	$\phi 760\text{mm}$	25mm
#200			
#800			
#1200			

また、試験片として、以下の寸法形状のテストロール($\phi 150 \times 795\text{W} \times 1130\text{L}$)を製作し、これに開発した低摩擦係数溶射皮膜を施工し、それを円筒研削加工することにより検証を行なった。

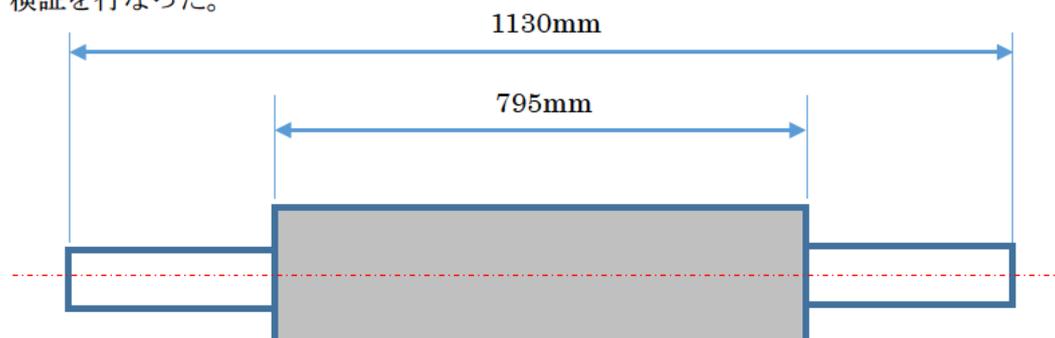


図 3. テストロール形状図



写真 2. ダイヤモンド砥石の外観写真



写真 3. 円筒研削加工時の様子

更に、円筒研削加工中に脱落した研磨砥粒及び溶射皮膜片が研削液を介して、円筒研削加工を施している低摩擦係数溶射皮膜表面にスクラッチ等のキズが生じないように以下の循環している研削液中の異物を除去するための設備も合わせて設置した。

研削手順の開発としては、これら各番手の 4 種類の全ての砥石を用いて、以下の移行順序(円筒研削条件 No.1)にて、円筒研削加工を行なった。

この 4 種類の全ての番手の砥石を使用して円筒研削加工を行なった仕様が最も「表面粗さ」と「円筒度及び同心度」の値を抑制できると考え、初めに行なった。

【表 6. 円筒研削加工条件 No.1 の砥石移行順序】

円筒研削加工条件 No.	1 番目	2 番目	3 番目	4 番目
1	#120	#200	#800	#1200

研削加工条件におけるパラメータとしては、「ロール基材の回転数」、「砥石回転数」、「各種砥石番手毎の切り込み深さ」があり、各項目の設定値については、これまでの基礎研究及び実績・経験を基に設定し、試験ロールへ円筒研削加工を行ない、後述の 1-4.にて目標設定値を満たしているか検証した。

1-4. 低摩擦係数溶射皮膜の検証(試験片)

前述の 1-3.の円筒研削加工条件の開発に沿って、検証を進めた。

なお、この 1-4.低摩擦係数溶射皮膜の検証(試験片)では、円筒研削加工後の以下の目標値を各々、満たしているかを検証するが、このうち、初めに仕上がり表面の状態を含めた「表面粗さ」の検証を行ない、一旦、その時点で円筒研削加工条件を絞り込んだ上、「円筒度及び同心度」及び「摩擦係数」の検証に進めることとした。

(なお、この 1-4.低摩擦係数溶射皮膜の検証(試験片)の内容は、1-3.円筒研削加工条件の開発に密接にリンクしているため、1-3.円筒研削加工条件の開発内容が後述に示している。)

表 7. 試験片(試験ロール)へ形成した低摩擦係数溶射皮膜の目標設定

開発項目		目標設定
特性	摩擦係数	従来までの摩擦係数を大幅に低減
平滑性	表面粗さ	0.4 μ mRz 以下(最大高さ)
	円筒度・同心度	円筒度及び同心度ともに 0.003mm 以内

①円筒研削加工条件 No.1 による検証結果 (表面状態・表面粗さ)

円筒研削加工後の低摩擦係数溶射皮膜の表面の状態について、以下に光学顕微鏡にて撮影した表面写真及び触針式表面粗さ計にて計測した表面粗さデータ(砥石の番手毎の粗さデータ)を示す。仕上げ表面には、スクラッチ等のキズは見られず、表面粗さは、0.038 μ mRa が得られ、目標値である『最大高さ: 0.4 μ mRz 以下』を満たしていることを確認した。

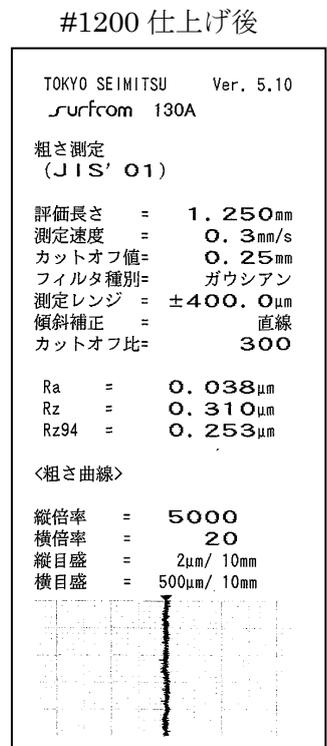
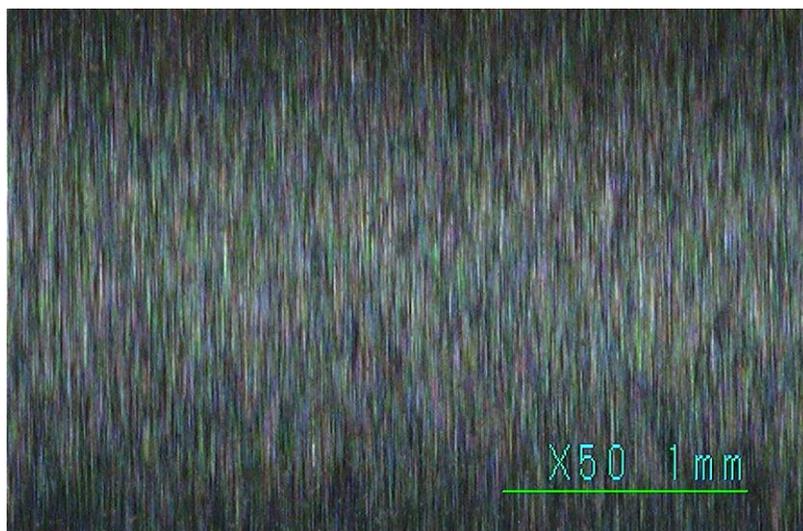


写真 4. 円筒研削加工条件 No.1 の表面写真(#1200 仕上げ後)

データ 1. 研削加工後の表面粗さ <円筒研削加工条件 No.1>

前述のように、この円筒研削加工条件 No.1 は、目標となる表面粗さの値を満たしたも

この、4種類の番手の砥石を使用するため、円筒研削加工時間が、1本のテストロールを施工するために合計6時間以上を要しており、事業化を見据えた量産仕様を考慮すると、3時間程度の円筒研削加工時間に抑えたいと考える。

そこで、円筒研削加工時間の短縮を目的とし、更に、砥石番手の種類を少なくした条件となる円筒研削加工条件 No.2～5 のテストを行い、これらの中の円筒研削加工条件にて目標となる表面粗さ $0.4\mu\text{mRz}$ 以下が得られるかを検証した。(表 27.)

【表 8. 円筒研削加工条件 一覧】

砥石の移行順序				
円筒研削加工条件 No.	1 番目	2 番目	3 番目	4 番目
1	#120	#200	#800	#1200
2	#120	#1200		
3	#120	#800	#1200	
4	#200	#1200		
5	#200	#800	#1200	

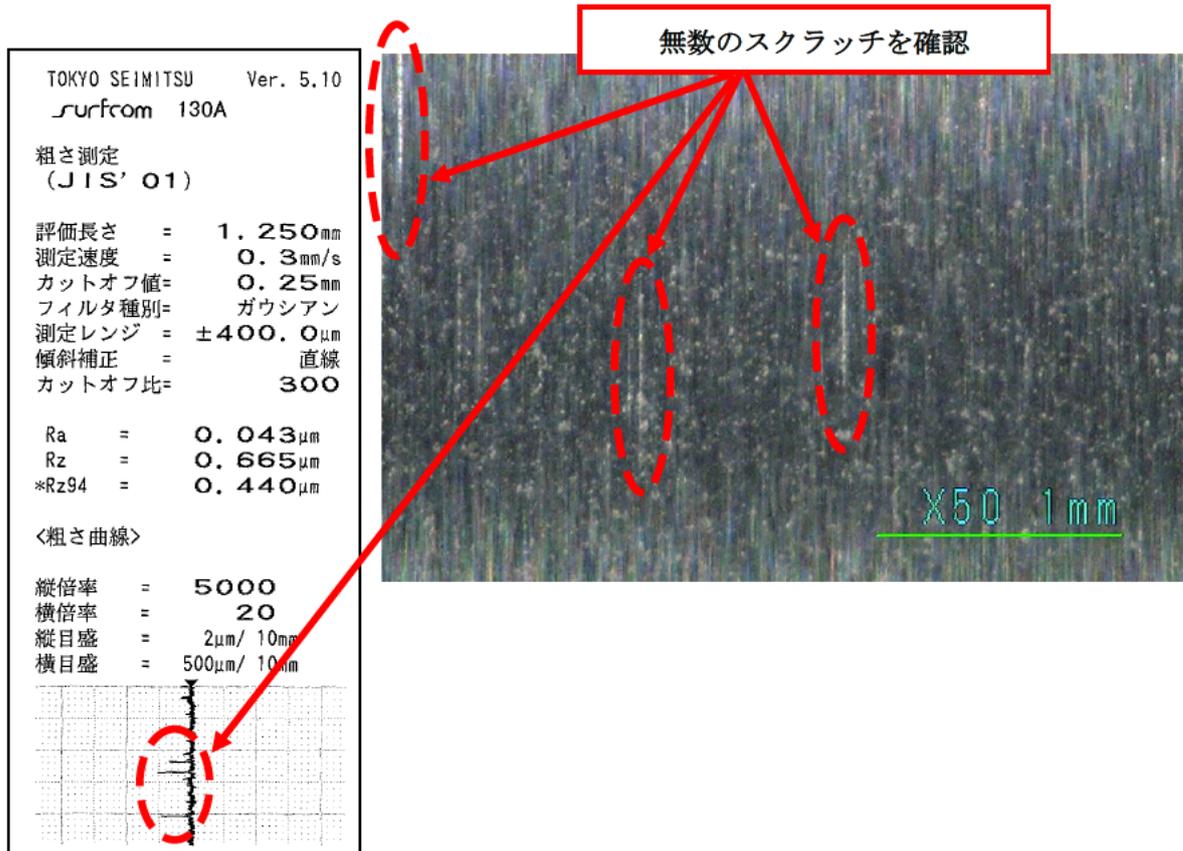
なお、円筒研削加工条件となる『ワーク回転数』、『砥石回転数』、『各種番手ごとの砥石の切り込み深さ』については、前述の円筒研削加工条件 No.1 の各種番手ごとと同仕様にて行なった。

②円筒研削加工条件 No.2 による検証結果（表面状態・表面粗さ）

前述の円筒研削加工条件 No.1 と比較し、砥石の施工順序を粗めの#120 の後に#1200 まで飛ばす仕様にした影響により、研削加工時間は、No.1 の条件の 6 時間よりも 2.5 時間と大幅に短縮されたものの、低摩擦係数溶射皮膜表面の状態は、光学顕微鏡による表面写真及び触針式表面粗さ計による粗さデータからも、無数のスクラッチが見られ、このスクラッチが起因し、目標値である『最大高さ: 0.4 μ mRz 以下』を満たせていないことを確認した。

【表 9. 円筒研削加工条件 No.2 の仕様及び研削加工時間】

円筒研削加工条件 No.	砥石の移行順序				研削加工時間
	1 番目	2 番目	3 番目	4 番目	
2	#120	#1200			2.5 時間



データ 2. 円筒研削加工条件 No.2 の#1200 仕上げ後の表面写真及び表面粗さデータ

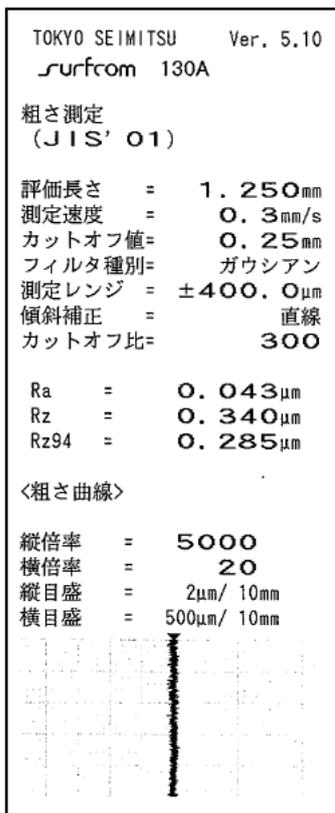
③円筒研削加工条件 No.3 による検証結果（表面状態・表面粗さ）

砥石の施工順序を粗めの#120の後に#800を挟み、#1200にて仕上げ加工を行なった。低摩擦係数溶射皮膜表面の状態においては、光学顕微鏡による表面写真及び触針式表面粗さ計による粗さデータからも、スクラッチは見られず良好であり、目標値である『最大高さ: 0.4 μmRz 以下』を満たしていることを確認した。

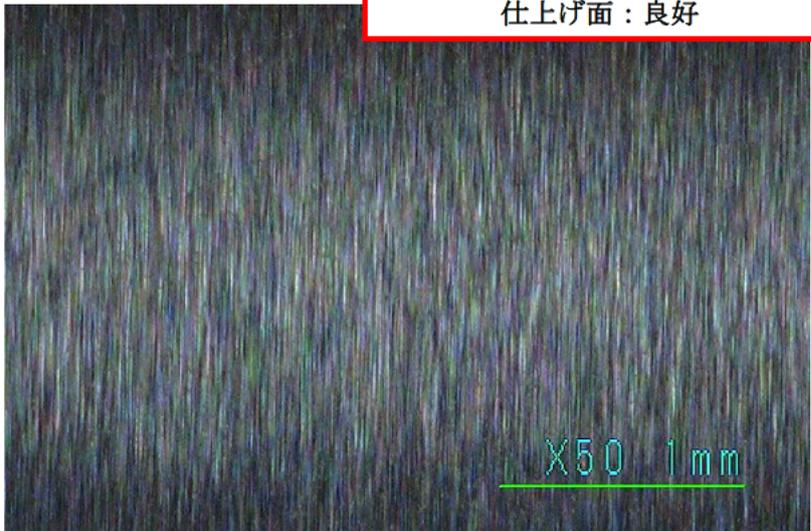
ただし、研削加工時間が4時間程度となり、No.1の条件での6時間よりは短縮できたものの、事業化を見据えた量産を考慮した場合、更なる短縮をしていきたいと考える。

【表 10. 円筒研削加工条件 No.3 の仕様及び研削加工時間】

砥石の移行順序					研削加工時間
円筒研削加工条件 No.	1 番目	2 番目	3 番目	4 番目	
3	#120	#800	#1200		4 時間



スクラッチは見られなかった。
仕上げ面：良好



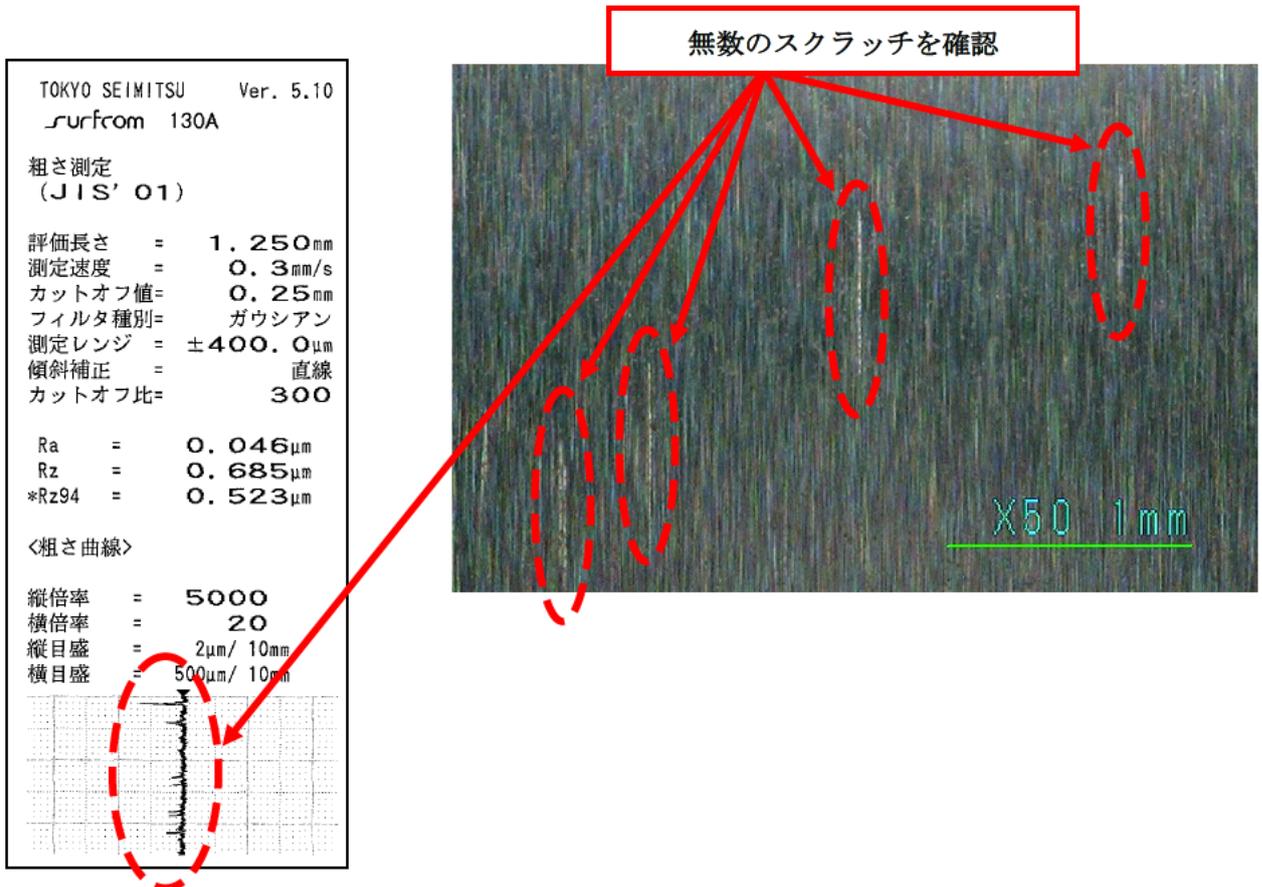
データ 3. 円筒研削加工条件 No.3 の#1200 仕上げ後の表面写真及び表面粗さデータ

④円筒研削加工条件 No.4 による検証結果（表面状態・表面粗さ）

#200 と#1200 の 2 種類の砥石にて円筒研削加工を行なった。研削加工時間を 2.5 時間と大幅に短縮できたものの、円筒研削加工条件 No.2 と同様に低摩擦係数溶射皮膜表面に無数のスクラッチが見られ、このスクラッチが起因し、目標値である『最大高さ: 0.4 μmRz 以下』を満たせていないことを確認した。

【表 11. 円筒研削加工条件 No.4 の仕様及び研削加工時間】

円筒研削加工条件 No.	砥石の移行順序				研削加工時間
	1 番目	2 番目	3 番目	4 番目	
4	#200	#1200			2.5 時間



データ 4 円筒研削加工条件 No.4 の#1200 仕上げ後の表面写真及び表面粗さデータ

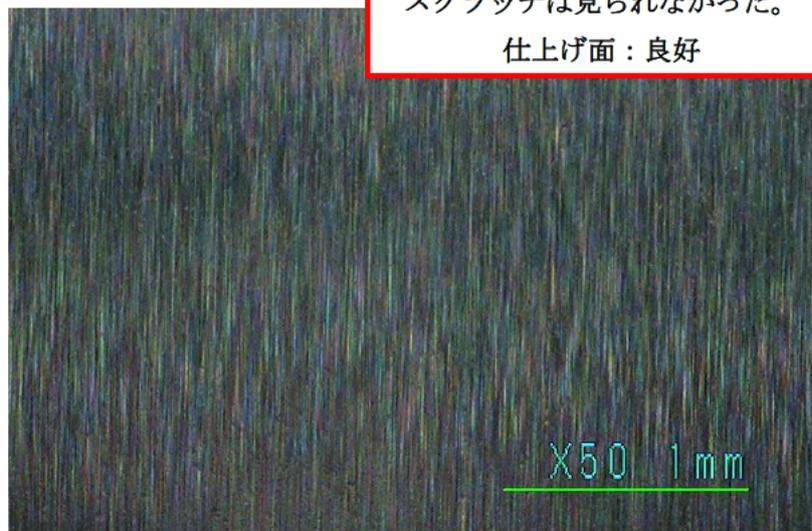
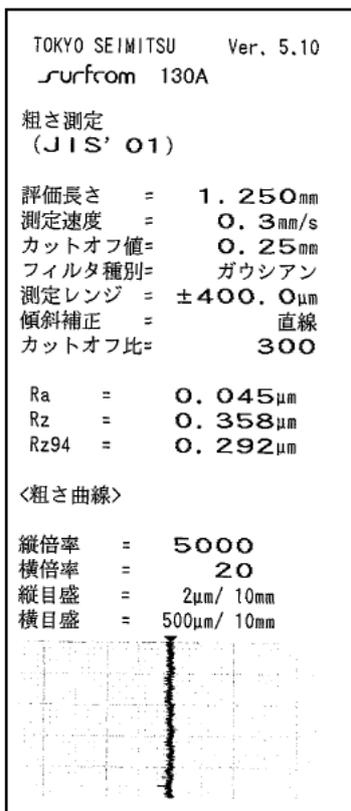
⑤円筒研削加工条件 No.5 による検証結果（表面状態・表面粗さ）

砥石の施工順序を粗めの#200の後に#800を挟み、#1200にて仕上げ加工を行なった。低摩擦係数溶射皮膜表面の状態においては、円筒研削加工条件 No.3 と同様に光学顕微鏡による表面写真及び触針式表面粗さ計による粗さデータからも、スクラッチは見られず良好であり、目標値である『最大高さ: 0.4 μ mRz 以下』を満たしていることを確認した。

更に研削加工時間においても 3.5 時間程度となり、今回、検証した各円筒研削加工条件の中で、最も研削加工時間を短縮することができた。

【表 12. 円筒研削加工条件 No.5 の仕様及び研削加工時間】

円筒研削加工条件 No.	砥石の移行順序				研削加工時間
	1 番目	2 番目	3 番目	4 番目	
5	#200	#800	#1200		3.5 時間



データ 5. 円筒研削加工条件 No.5 の#1200 仕上げ後の表面写真及び表面粗さデータ

<円筒研削加工条件別の表面状態・表面粗さ及び研削加工時間に関する検証結果>

前述の円筒研削加工条件 No.1～5 の検証結果の一覧を以下に示す。

検証結果中の評価結果については、スクラッチの有無と研削加工時間から判断し、研削加工後に低摩擦係数溶射皮膜表面にスクラッチが発生せず、且つ研削加工時間を短縮できた仕様を◎、○としている。

【表 13. 円筒研削加工条件の検証結果】

砥石の移行順序					検証結果			
No.	1 番目	2 番目	3 番目	4 番目	表面粗さ 【 μ mRz】	スクラッチ の有無	研削加工時間 【時間】	評価結果
1	#120	#200	#800	#1200	0.310	○：無し	6.0	○
2	#120	#1200			0.665	××：有り	2.5	××
3	#120	#800	#1200		0.340	○：無し	4.0	○
4	#200	#1200			0.685	×：有り	2.5	×
5	#200	#800	#1200		0.358	○：無し	3.5	◎

前述の通り、一旦、この円筒研削加工条件については、上記までの時点で仕上げ加工表面の状態が良好で、且つ研削加工時間を最も短縮可能となった円筒研削加工条件 No.5 を選定することとし、引き続き、「円筒度及び同心度」を検証及び「摩擦係数」の検証に進めた。

また、それに並行して、この円筒研削加工条件 No.5 の砥石の移行手順にて、更に切り込み深さとワーク及び砥石回転数の条件設定を見直すことによる研削加工時間短縮の開発も進めた。

⑥円筒度の検証結果

円筒研削加工条件 No.5 を選定し、以下の A～C の箇所測定することにより、『円筒度：0.003mm 以内』を満たしているか検証した。

検証の結果、目標値である 0.003mm 以内を満たしていることを確認した。

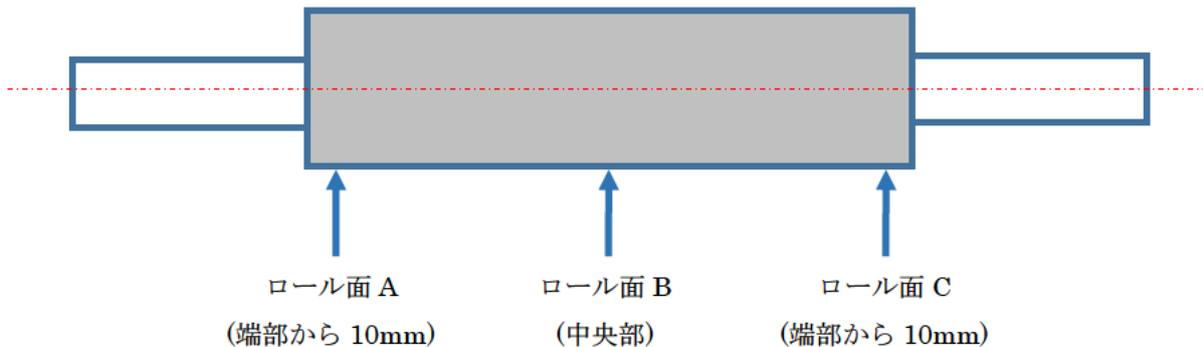


図 4. テストロール測定箇所 (円筒度)

【表 14. 円筒度の検証結果】

		測定値 (φ 150mm に対しての仕上がり公差)		
		ロール面 A	ロール面 B	ロール面 C
マイクロゲージにて 測定	X 方向	+0.002	+0.001	+0.002
	Y 方向	+0.001	+0.001	+0.001



写真 5. 円筒度測定の様子(マイクロゲージにて)

⑦同心度の検証結果

円筒度につき、同心度についても研削加工条件 No.5 を選定し、以下の A~C の箇所を測定することにより、『同心度：0.003mm 以内』を満たしているか検証した。

検証の結果、目標値である 0.003mm 以内を満たしていることを確認した。

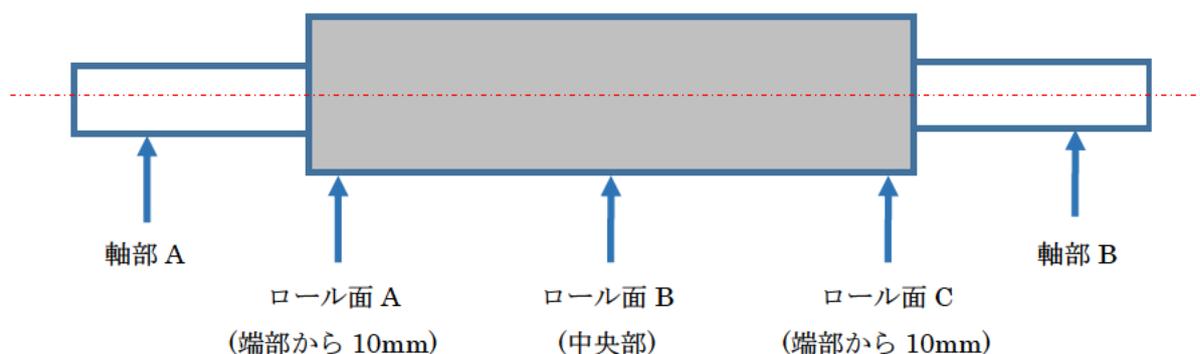


図 5. テストロール測定箇所 (同心度)

【表 15. 同心度の検証結果】

	測定箇所				
	軸部 A	ロール面 A	ロール面 B	ロール面 C	軸部 B
ダイヤルゲージにて測定	±0	0.001	0.002	0.001	0.001



写真 6. 同心度測定の様子(ダイヤルゲージにて)

⑧摩擦係数の検証結果

摩擦係数においては、川下製造業者が使用されるセパレータフィルムを用い、川下製造業者からの要望事項に順じた算出方法にて、川下製造業者からの条件である『おもり張力(T_1)を 0.196N/mm』となるように、おもり(W)を 19.6N(2kgf)、フィルムの幅寸法 100mm に設定し、摩擦係数の算出を行なった。

この測定結果から、目標値である『摩擦係数 0.10 以下』を満たしていることを確認した。

<低摩擦係数溶射皮膜の検証結果>

前述の通り、今回、選定した円筒研削加工条件 No.5 にて施工したところ、設定した目標値である「摩擦係数」、「表面粗さ」、「円筒度・同心度」を全て満たしていることを確認した。

更に円筒研削加工時間についても、#200 での円筒研削加工時の切り込み深さを当初の設定値から 1.5 倍深くし、且つ#800 での円筒研削加工時の切り込み深さを 2 倍にしたことにより、円筒研削加工時間を 3 時間以内に短縮することができ、今後とも、引き続き、量産を見据えた低コスト化に努めるものの、これらの結果から、次項の川下製造業者へのメタリングロールへ施工し、評価して頂くこととする。

2. リチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置への施工検証

2-1. メタリングロールへの溶射施工

川下製造業者から、リチウムイオン電池セパレータフィルムに組み込まれるメタリングロールへ開発した低摩擦係数溶射を施し、その後、開発した円筒研削加工条件にて研削仕上げを行なった。

2-2. メタリングロールへ形成した低摩擦係数溶射皮膜の検証

実際に川下製造業者が使用されるリチウムイオン電池セパレータフィルム製造時の塗工工程に本件の開発により施工を施したメタリングロールを組み込んで頂き、高度化目標を満たしているか評価頂いた。

川下製造業者には、メタリングロールを従来比の 3 倍の送り速度で連続稼働して頂くように依頼し、評価して頂いた。

その結果、川下製造業者からは、従来比の 3 倍の送り速度で連続稼働したが、搬送されるリチウムイオン電池セパレータフィルムへは、「スリップ」や「シワ寄り」等の不具合が発生しなかったことを確認して頂き、高評価を得られた。

このことから、川下製造業者からのニーズであった本件の高度化目標を満たしていることを確認した。

最終章
全体総括

最終章 全体総括

本事業では、リチウムイオン電池セパレータフィルム製造装置を構成するメタリングロールへ優れた表面平滑性及び低摩擦係数を実現した溶射皮膜を開発した。

これは、リチウムイオン電池の生産性の向上・コスト低減に大きく寄与するものである。

この分野においては、今後、急速な事業展開が見込まれることから、我が国製造業全体の発展に資する計画であると考えている。

更に本研究開発内容は、様々な産業分野への省エネルギー化や生産性向上等により、他の新たな事業への展開も高く見込まれている。

1. 複数年の研究開発成果及び事業化展開

①リチウムイオン電池セパレータフィルムへの事業展開

リチウムイオン電池セパレータフィルムの製造工程(塗工工程)にて用いられるメタリングロールについての高速回転時のスリップ及びシワの発生対策として、本件にて開発した低摩擦係数を有し、且つ表面平滑性の優れた溶射皮膜のコーティング技術を新技術として、メタリングロールへ適用することが対応方針となる。

この新技術の適用により、メタリングロールを従来比 3 倍の送り速度で連続稼働することを可能とし、リチウムイオン電池セパレータフィルムの生産性の向上及び低コスト化を実現し、この新技術による費用対効果から既存技術のめっき法によるハードクロムめっき仕様のメタリングロールへ順次適用していく。

②液晶製造装置等の光学ロールへの事業展開

液晶ディスプレイ等の重要なパーツである光学フィルムの製造装置を構成する光学ロールは、その平滑性がそのまま光学フィルムへ転写されることから表面の平滑性が強く求められている。さらに、近年では液晶ディスプレイの大型化や高精細化に伴う品質の向上、また有機 EL ディスプレイへの適用などにより急激な需要の伸びが見込まれ、生産性の向上や低コスト化も強く求められている。一方で価格競争の面から生産工場の海外進出などから設備投資も活発となりますますの需要の高まりを見せている。

このような背景から本研究開発の成果物である摩擦係数を低減し表面平滑性の優れた溶射皮膜はこれらのニーズに合致するものであり、この新技術による費用対効果を提案することにより、順次、光学ロールへ適用していく。

③自動車関連部品への事業展開

日本の基幹産業である自動車関連分野におけるニーズは安全性の向上はもちろんのこと地球環境に配慮した省エネルギー化であることから、自動車を構成する部品には耐摩耗性・硬度・潤滑性を求めるケースが多く、本研究開発での成果物である低摩擦係数及び優れた表面平滑性が、これらの要求を満たすものでありシリンダ、ピストンリング、シャフトなどへ展開することで、燃費の改善や出力の増加などに寄与するものであり、この新技術による費用対効果を提案することにより、順次、適用を進める。

④各種産業分野への事業展開

様々な産業分野にて使用される機械や装置類は高圧化、高速化あるいは、より高温下での運転が求められるなどして、それらを構成している部品や部材の使用環境がますます厳しくなっており、表面改質の重要性は増すばかりであり、本研究開発の成果物はこれらのニーズに応えるものである。金属加工用の圧延ロールや印刷用ロール、粉体攪拌用の攪拌羽根の軸部などその用途は広い。

2. 事業化実現への販売戦略

本件にて開発した摩擦係数を低減し、優れた表面平滑性を有する低摩擦係数溶射皮膜のサンプルを作成し、各分野の川下製造業者に、本件の低摩擦係数溶射皮膜を採用した場合の費用対効果を理解してもらうことにより、順次、既存技術から本件の新技術への適用を進める。また、本件で開発した摩擦係数を低減し表面平滑性の優れた溶射皮膜の拡販のため、パンフレット・テクニカルデータ・配布用の溶射皮膜サンプルを作成する。これに並行してタブレット型PCでの動画PR等の各種媒体を作成し、川下製造業者並びに各ユーザーへの拡販活動を行う。

更に新規顧客獲得のため、国際二次電池展や機械要素技術展、表面技術要素展等へ展示ブースを出展し、また、国際溶射会議(ITSC)や(一社)日本溶射学会が主催する講演大会等で各ユーザーへ新技術による本件の低摩擦係数溶射皮膜の情報発信を行い、各関連分野への販売促進活動を予定している。

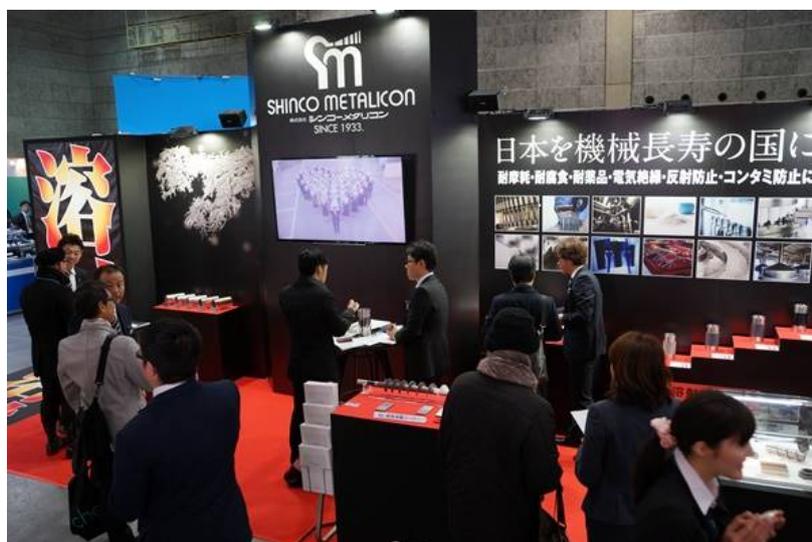


写真 7. 弊社が出展した展示会の様子