

# 他誌掲載論文等概要

(2008.7.1 ~ 2009.6.30)



## Burner Flame Detection in a High Temperature Furnace

東 忠宏 \* 井本泰造 \*\*

高温炉のバーナが失火や断火したときに、火炎検出器が火炎無しと検知し、燃料遮断しないと重大な事故につながるので、炉壁からの放射光より火炎光の強度が十分に大きい波長域を検知対象とする火炎検出器を選択することが必要である。そこで、水冷壁炉および耐火壁炉でガスや油を燃焼したときの火炎や炉壁からの分光放射強度分布を計測した結果、紫外光域での火炎光は炉壁からの放射光に比べて十分に大きくガス、

油ともに火炎検知でき、可視光～赤外光域での油火炎は炉壁からの放射光より強く、火炎検知できるが、ガス火炎光は高温炉壁からの放射光にうもれ、火炎検知し難いことがわかった。

Journal of the Technical Association of Refractories, Japan, **28**, 4 (2008) 270.

\* 業務推進部 技術普及課

\*\* 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

## Development of Computer Generated Hologram for Laser Processing of a High Power Diode Laser

萩野秀樹 \* 安藤 輝 \* 菊田久雄 \*

光ファイバーで導光する高出力半導体レーザを用いたレーザ焼入れ用の計算機ホログラム (CGH) を開発した。ここでは CGH を用いてレーザ光強度分布を整形し、レーザ焼入れの焼入れ深さ分布を均一にすることを目標とした。整形する強度分布は有限要素法に基づいたシミュレーションによって決定した。CGH は石英ガラスを素材とし、バイナリー形状とした。製作した CGH で得られた強度分布と比較のためにガウス

分布、フラットトップ分布のレーザ光を用いてレーザ焼入れ実験を行った。その結果、CGH を用いて強度分布整形を行うことにより他の強度分布よりも焼入れ深さの均一性を高めることができた。

Congress Proceedings of 27th International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics, (2008) 569.

\* 機械金属部 加工成形系

\*\* 大阪府立大学大学院 工学研究科

## Plasma Nitriding to Selective Laser Sintering Parts with SCM430 Powder

中本貴之 \* 白川信彦 \* 上田順弘 \*\*

宮田良雄 \* 曾根 匠 \*\*\*

選択的レーザ焼結 (SLS) 法は、ラピッドプロトタイプング (RP) 法の 1 つであり、樹脂金型の迅速作製や少量生産の機械部品分野において魅力的な方法とされている。しかし、プレス金型のように機械的強度が要求される分野ではほとんど実例がない。本研究では、より高強度な SLS 造形物を得ることを目的に、SLS 法の金属粉末として低合金鋼 SCM430 粉末を試験し、得られた SLS 造形物に表面硬化処理としてプラズマ窒化処理の適用を検討した。その結果、プラズマ窒化

処理後の SLS 造形物表面において、窒素化合物層と拡散層が形成され、その硬度は、元の SLS 造形物に比べはるかに高い値を示した。また、耐摩耗性の向上も確認した。

Surface and Coatings Technology, **202** (2008) 5484.

\* 機械金属部 加工成形系

\*\* 機械金属部 金属表面処理系

\*\*\* 東大阪市立産業技術支援センター

## 原料ガス削減と選択的炉内 H<sub>2</sub> 除去による CO<sub>2</sub> 排出抑制型新ガス浸炭処理法

水越朋之\* 星野英光\* 横山雄二郎\*  
石神逸男\*\* 碓井建夫\*\*\*

炉内雰囲気から水素ガスを選択的に除去する機能を備えた新しいガス浸炭炉の開発に取り組んだ。水素ガスの良好な選択透過性を有するフィルターとして市販のポリイミド中空糸膜を選定した。さまざまなガスの透過特性を調べた結果、このフィルターは水素ガスの優れた選択透過性を有することを確認した。このガスフィルターを用いて炉内から水素ガスを選択的に除去できる機能を備えた新しいガス浸炭炉を試作した。試作炉を用いたガス浸炭処理では標準的なキャリアガス

流量の 25% 以下の流量で炉内雰囲気を安定化させることができ、処理された鋼の浸炭状態は標準的なキャリアガス流量条件で浸炭処理された鋼の浸炭状態と同等であることが確認された。

高温学会誌, **35**, 1 (2009) 50.

\* 機械金属部 金属材料系

\*\* 次長

\*\*\* 大阪大学大学院 工学研究科

## Development of X-ray Stress Measurement Technique for a Round Corner Inside Deep Groove

小栗泰造\* 村田一夫\*\* 山口勝己\*\*\*

新しい X 線応力測定技術「擬似  $\psi$  角変化法」を開発した。これは、歯車の歯元など深溝底の円弧コーナー部の周方向応力を測定するものである。X 線経路はコーナー近傍の側壁と干渉しない面内にとる。 $\psi$  回転の代わりに照射位置をコーナー円周に沿って変化させ、異なる位置について  $\psi = 0^\circ$  時の回折角を多点測定する。位置の変化により回折ピークシフトが生じる。円弧の一部を成す照射領域が入射 X 線に対して異なる傾斜角を有するからである。周方向応力は、照射位

置と  $\psi = 0^\circ$  時の回折角との関係から求められる。本手法と従来法をラックおよび歯車のモデル試料に適用し、両測定値を比較することにより、本手法の妥当性を検証した。

Journal of Strain Analysis for Engineering Design, **43** (2008) 395.

\* 機械金属部 金属材料系

\*\* 東大阪市立産業技術支援センター

\*\*\* 機械金属部 加工成形系

## ダイヤモンドライクカーボン (DLC) コーティング

三浦健一\*

DLC 膜はその優れた特性から、広範な分野で実用化研究が進められており、これまでのドライコーティング膜にはない広がりを見せている。しかし、DLC 膜はその定義が曖昧であり、様々な炭素系アモルファス膜の総称となっていることから、成膜法や含有元素によって千差万別であることを理解しておく必要がある。本稿では DLC 膜の歴史と定義について触れ、

DLC と称される様々な性質の膜が存在することについて述べた上で、主な成膜法と応用分野について概説した。そして、これまで筆者らが取り組んできた DLC 膜の膜質制御に関する研究内容の一部を紹介するとともに、DLC 膜の将来について展望した。

科学と工業, **83**, 4 (2009) 140.

\* 機械金属部 金属表面処理系

## UBM スパッタ法により形成した DLC 膜の 残留応力に及ぼす被覆条件の影響

中村守正\* 三浦健一\*\* 松岡 敬\*\*\*  
平山朋子\*\*\*

基板バイアス電圧, 被覆温度, メタンガス混合比, ガス圧力を変化させて UBM スパッタ法により形成した DLC 膜の残留応力の変化を調べた. 実験には, Cr/C 傾斜中間層と a-C:H 層の 2 層構造を有する DLC 膜を用いた. 残留応力の測定には基板変形法を用い, Stoney の式を基にして 2 層構造の皮膜に適用できる新たな式を構築することにより, Cr/C 層, a-C:H 層それぞれの残留応力値を求めた. a-C:H 層の残留応力に

対する影響因子について考察したところ, 皮膜の水素濃度の増大, 被覆中の Ar イオンアシスト効果の抑制, そして約 530 K 以上の基板温度で被覆することが圧縮残留応力の低下に有効であることがわかった.

材料, **57**, 5 (2008) 488.

\* 京都工芸繊維大学大学院 工芸科学研究科

\*\* 機械金属部 金属表面処理系

\*\*\* 同志社大学大学院 工学研究科

## Effects of Deposition Conditions on Adhesion of DLC Films Prepared by UBM Sputtering

中村守正\* 三浦健一\*\* 松岡 敬\*\*\*  
平山朋子\*\*\* 森脇一郎\*

UBM スパッタ法により形成した DLC 膜の密着エネルギーに及ぼす被覆条件の影響について調べるとともに, 密着エネルギーの変化に対する普遍因子について検討した. 被覆条件は基板バイアス電圧, メタンガス混合比, 被覆温度, 全ガス圧力, 被覆時間をそれぞれ変化させた. それぞれの被覆条件により DLC 膜の密着エネルギーが大きく変化し, その変化に対して皮膜のヤング率が大きく起因していることがわかった. さらに, ヤング率の変化はラマン分光分析により得られ

るスペクトルから算出できる D ピークと G ピークの強度比, そして, G ピーク位置のバックグラウンド強度とこれを除いた G ピーク強度の比でおおむね説明できることがわかった.

Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, **3**, 5 (2009) 743.

\* 京都工芸繊維大学大学院 工芸科学研究科

\*\* 機械金属部 金属表面処理系

\*\*\* 同志社大学大学院 工学研究科

## Preparation of Novel Pt-based Nanoparticles by Double Potential Step Electrolysis and Their Electrocatalytic Activity for Oxygen Reduction Reaction

西村 崇\* 森河 務\* 横井昌幸\*\*  
岩倉千秋\*\*\* 井上博史\*\*\*

固体高分子形燃料電池の触媒として白金合金触媒を用いる研究が数多く行われている. 合金を用いると活性が上がり, その結果, 白金の使用量を低減することが可能となる. しかし, 白金合金触媒は合金金属の溶解が起こり, 耐食性の面で満足なものが得られていない. また, 触媒作製法も, 金属の塩などを水素や薬品で還元する方法が主流であるが, これらの手法では反

応の制御が困難であるという問題もある. 本報告では, 反応の制御が容易で安価な電析法(ダブルポテンシャルステップ法)を用いて構造を制御した PtNi 合金微粒子の作製を試みた. また, その酸素還元特性および耐食性を確認した.

Electrochimica Acta, **54** (2008) 499.

\* 機械金属部 金属表面処理系

## 摩擦攪拌接合による曲面接合

大川裕蔵\*

摩擦攪拌接合は金属を溶融させることなく塑性流動によって固相で接合するため、溶融溶接に比べ材質の劣化や変形が非常に少なく継手効率も高い接合方法として注目を浴びている。またこの技術は溶融溶接では難しい軽金属の接合に適しているため、航空機やロケットの外装接合、列車や自動車の製造などに用いられている。しかし、実用化されている分野は直線接合やスポット接合が主であり、利用範囲の広い曲線や曲

面での接合はほとんど行われていない。そこで当研究所では摩擦攪拌接合装置を新規に開発し、曲線接合のための支援ソフトを作成して曲線接合の自動化を行った。また、曲面の接合についても様々な実験を行い、良好な結果を得ることができた。

商工振興, **61**, 4 (2008) 16.

\* 情報電子部 制御情報系

## 三次元摩擦攪拌接合での継手特性 —非直線接合のプロセス最適化—

辻川正人\* 大川裕蔵\*\* 沖 幸男\*\*\*  
東 健司\*

原理的に直線接合を得意とする摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding, FSW) を非直線の継手に適用するとき、以下の二つの問題が発生する。ツール姿勢・位置制御の複雑化による接合パラメータの適正値からの「ずれ」の発生と、複合的かつ連続的なパラメータ変化による非定常領域の発生である。三次元のロボット制御等が既存の技術として確立されている現在、実際に三次元接合の実用化が進まないのはこれらが大き

く影響しているためと考えられる。本論では、これらの問題を明らかにするとともに、その研究の現状と解決法について述べた。

塑性と加工, **49**, 572 (2008) 866.

\* 大阪府立大学大学院 工学研究科

\*\* 情報電子部 制御情報系

\*\*\* 近畿大学 理工学部

## 製造業向け生産業務管理システム

新田 仁\*

本システムは「受注 → 材料発注 → 材料入庫 → 指示書発行 → 検品 → 在庫反映 → 納品 → 請求 → 回収」という製造業における一般的な業務フローと在庫管理等の照会機能をサポートしている。製造業の中小企業であれば、自社の業務がこの流れから大きく逸脱することは少なく、カスタマイズしなくてもある程度は使用できる。本格的な情報システム導入の前に、本シス

テムを用いて導入の効果を見極めることで、効果のない投資を未然に防止できる。また、本システムの利用を通して、システム導入時の安易なカスタマイズを避ける手法を身につけることで、システム導入費用が大幅に抑制されることが期待される。

加工技術, **43**, 12(2008) 789.

\* 情報電子部 制御情報系

## IT 活用において知っておくべき知識とマナー 第1回 電子メールの活用

平松初珠 \*

インターネットの普及とともに、コンピュータはなくてはならないほど身近な情報通信機器になった。現在では、文章作成、情報伝達、情報共有など、様々な面でコンピュータを使用している。このように広く普及しているコンピュータを利用するにあたって、ちょっとしたマナー、活用法について、3回シリーズで連載した。第1回目は、電子メールの活用法について、以

下の視点から紹介した。安全にメールを受け取るための工夫としてメールの表示形式やフィルタリングなど、相手に不安を感じさせないための工夫として宛先指定の使い分けや添付ファイルの容量削減などを紹介した。商工振興, 62, 1 (2009) 16.

\* 情報電子部 制御情報系

## IT 活用において知っておくべき知識とマナー 第2回 読み手に伝わるホームページの作り方

平松初珠 \*

広く普及しているコンピュータを利用するにあたっての、ちょっとしたマナー、活用法について3回シリーズで掲載している記事の第2回目として、読み手に伝わるホームページの作り方について、以下の視点から紹介した。ホームページを閲覧してもらうために、配置や配色の工夫や複数のブラウザでの確認、他のページも閲覧してもらうための工夫などである。また、検

索結果で上位に表示されるために、検索サイトの検索結果で上位に表示される仕組みや SEO(Search Engine Optimization: 検索エンジン最適化) 対策などについて紹介した。

商工振興, 62, 2 (2009) 33.

\* 情報電子部 制御情報系

## IT 活用において知っておくべき知識とマナー 第3回 社内外でのデータの取り扱い

平松初珠 \*

広く普及しているコンピュータを利用するにあたっての、ちょっとしたマナー、活用法について3回シリーズで掲載している記事の第3回目として、社内外でより安心してデータの取り扱うための工夫や管理などについて、比較的手軽に行える手法を中心に紹介した。データの取り扱いに対する重要性、社内外でのデータ

の取り扱いとして、ファイルを共有する際の工夫やセキュリティ管理、コンピュータをはじめとする記憶媒体の運用面および物理面でのセキュリティ管理、ファイルの暗号化やデータ削除などについて紹介した。

商工振興, 62, 3 (2009) 14.

\* 情報電子部 制御情報系

## Passive Step-Climbing Mechanism for a Mobility Aid

崔 鎮圭 \* 朴 忠植 \* 北川貴弘 \*  
中谷幸太郎 \* 杉井春夫 \*

歩行機能が低下した高齢者の安全な歩行の支援を目的とした新たな段差乗り越え機構を提案する。市販のシルバーカーはその前輪半径の半分程度の段差でも乗り越えが困難であるが、本機構を取り付けたシルバーカーは前輪より高い段差の乗り越えも可能である。さらに、段差との衝突時に生じる衝撃を緩和する性質をも有している。本論文では、まず、提案する段差乗り

越え機構の構成と原理について説明し、次に、提案する機構を取り付けたシルバーカーの理論的解析を行い、段差乗り越えのための幾何学的・力学的条件とその性能を明らかにする。最後に、本機構にパワーアシスト方式を併用した応用例を紹介した。

Advanced Robotics, **23** (2009) 45.

\* 情報電子部 制御情報系

## Utilization of Reaction Force Information for Robotic Mobility Aids for the Elderly

崔 鎮圭\* 朴 忠植\*

これまでの手押しタイプの歩行支援機器(以下、支援機器)の研究・開発においては、主に自動誘導、障害物回避、健康モニタリングなどの高機能化に焦点が当てられ、支援機器の使用時において、事故の大部分を占める歩行者の転倒に対する具体的な対策がなされていない。転倒の原因として、歩行者の過度の力による支援機器の急激な速度変化や段差、凹凸路における支援機器の不安定な姿勢が考えられる。本研究では、各車輪での反力情報を用い、2足歩行ロボットで用いられる転倒安定性の指標であるZMP (Zero-Moment Point)の応用を図る。さらに、反力情報から機器の姿

勢、歩行者からの力、車輪での負荷、機器の質量と質量中心の位置をリアルタイムで検出する手法をも提案する。これにより、歩行支援機器の現在の状態を歩行者および走行制御器に伝えることができ、より安全な歩行支援が実現可能となる。本論文では、まず、上記の各項目を求める手法の定式化を行い、その後、例題による検証を行った。

International Journal of Assistive Robotics and Mechatronics, **9**, 4 (2008) 85.

\* 情報電子部 制御情報系

## 繊維製品の帯電現象と正しい測定方法および静電気対策

木村裕和\*

本稿では、繊維製品の帯電現象と静電気関連の試験評価方法について述べた。まず、最初に繊維の種類と電氣的性質を概説し、これまでに発生した静電気トラブルと代表的な帯電防止技術を紹介した。さらに、静電気を活用した技術からエレクトレットフィルター、静電植毛ならびに最近盛んに研究が進められているエレクトロスピニング法によるナノファイバーの創製の

3テーマをピックアップし、その内容を解説した。そして、最後に日本工業規格(JIS)に規定されている繊維製品関連の静電気測定方法の特徴について逐一詳細に述べるとともに試験実施時に留意すべき点について解説した。

帯電の測定方法と静電気障害対策, (2008) 208.

\* 情報電子部 信頼性・生活科学系

## 褥瘡発生メカニズム解明のための生体シミュレーション (その1 有限要素法による検討)

山本洋志郎\* 土井佑介\* 秋山庸子\*  
泉 佳伸\* 木村裕和\*\* 西嶋茂宏\*

褥瘡は長時間にわたる生体への加圧が引き起こす虚血性の組織壊死である。しかし、その発生メカニズムについては未だに不明な点が多い。そこで、本研究では褥瘡の発生ならびに進展のメカニズムを明らかにする目的から有限要素法を用いた生体組織の力学的特性解析を行った。解析計算は、マルチスケールモデルによって、褥瘡の最好発部位である人体仙骨部近傍の毛細血管の変形を対象に行った。そして、得られた結果

から褥瘡の発生と進展メカニズムの検討を行い、この手法を応用することによって褥瘡の発生および進展を予測することが可能となり、予防に対しても有効に活用できる可能性が見出せた。

日本生体医工学会誌, **46**, 5 (2008) 489.

\* 大阪大学大学院 工学研究科

\*\* 情報電子部 信頼性・生活科学系

## 褥瘡予防に対するシープスキンの有効性

木村裕和\* 山本貴則\* 片桐真子\*  
平井 学\* 松岡敏生\*\* 松本陽一\*\*\*  
西嶋茂宏\*\*\*\*

数年前から褥瘡予防寝具の性能に関する検討を行い、様々な種類の寝具類を試料として被験者実験を行い、人体各部に加わる圧力や寝床内気候に関する調査を行ってきた。そして、シープスキンは快適な寝床内温湿度環境を維持できることや低反発ウレタンマットレスのような体圧分散マットレスにオーバーレイすることにより優れた減圧効果が期待できることを報告した。今回、褥瘡予防に対するシープスキンの有効性を検証するために複数のシープスキン試料を用いて、人

体仙骨部に加わる圧力と組織血流量を同時に測定した。また、シープスキン試料と低反発ウレタン褥瘡予防マットレスとのオーバーレイ効果についても実験的検討を実施した。

Journal of Textile Engineering, **55**, 2 (2009) 61.

\* 情報電子部 信頼性・生活科学系

\*\* 三重県工業研究所

\*\*\* 信州大学 繊維学部

\*\*\*\* 大阪大学大学院 工学研究科

## 包装学関連の博士取得に関するアンケート調査報告

中嶋隆勝\*

包装学会の活性化および論文投稿数の増強をめざした一つの取り組みとして、包装学に関する博士号を審査できる大学教員と、企業等で包装技術にたずさわの方々との橋渡しを行いたいと考え、それぞれに対して博士号取得に関するアンケート調査を実施した。アンケート調査の結果、包装学関連の博士号取得の必要条件(目安)を把握することができた。また、回答のあつ

た研究者・技術者の内、約25%が、「博士号取得に興味あり」かつ「紹介(橋渡し)を希望する」と回答していることがわかった。今後、大学教員の示す条件にふさわしい研究者・技術者から、紹介(橋渡し)を実施したいと考えている。

日本包装学会誌, **18**, 2 (2009) 127.

\* 情報電子部 信頼性・生活科学系

## 振動試験仕様の開発支援 — 蓄積疲労振動試験システム「K2 FATIGUE」 —

中嶋隆勝\* 津田和城\*

包装貨物の出荷前に振動試験がよく実施されるが、

その試験方法は時代とともに進化し続けている。現在、

JIS Z 0232などで採用されている試験方法はランダム振動であり、その試験仕様の開発は、一般に Tailoring と呼ばれる手法が用いられている。著者らは、従来の Tailoring における理論的不完全さを解消するため、蓄積疲労スペクトルと呼ぶ評価指標を考案した。さらに、従来の振動台ではなく、応答振動を基準とした試験条

件導出システムを考案し、包装貨物特有の非線形振動伝達にも対応できるようにした。本システムは製品化され当研究所にも導入されているので、多くの企業の積極的な活用を期待している。

日本包装学会誌, **18**, 3 (2009) 177.

\* 情報電子部 信頼性・生活科学系

## 振動試験と加速係数

津田和城\*

輸送中の振動による製品の破損を未然に防止するために、振動試験が行われている。効率的に試験するために、輸送環境を加速して試験時間の短縮がはかられている。現在の輸送環境の加速(試験条件の導出)方法として、S-N 曲線を用いた方法がある。この方法では、振動による製品の破損を疲労破壊と考え、この曲線の縦軸の応力を加振加速度、横軸の繰り返し回数を

加振時間に置き換え、試験条件が導出されている。ただし現実には、いくつかの問題があるため、このように置き換えて試験条件を導出できない。そこで現在、これらの問題にも対応して試験条件を導出できる蓄積疲労振動試験システムが提案されている。

日本包装学会誌, **18**, 2 (2009) 160.

\* 情報電子部 信頼性・生活科学系

## 非ガウス型ランダム振動

細山 亮\*

製品をメーカーからユーザーへ輸送する場合、ユーザーの手に届くまで様々な振動を受ける。そうした振動に製品が耐えることができるかどうか確認するために振動試験が実施されてきた。現在、ランダム振動試験が一般的に実施されている。ランダム振動の加速度の確率密度分布は、ガウス分布(正規分布)であるので、発生する加速度としては、標準偏差の3倍までが

ほとんどである。しかし、実際の輸送時に受ける振動はガウス分布とならない場合が多く、非ガウス型ランダム振動となる場合が多い。この非ガウス型ランダム振動の用語について解説を行った。

日本包装学会誌, **18**, 2 (2009) 161.

\* 情報電子部 信頼性・生活科学系

## 絶縁試験法 — 絶縁破壊の強さ試験 —

村上義夫\* 山東悠介\*

身の回りの多く使用されている電気製品には絶縁材料が欠かせないこと、その絶縁材料が劣化することにより火災事故などの重大な事故に至る例が多いことを説明し、絶縁材料の電気特性の概要と重要な試験・評価項目の一つである絶縁破壊の強さについて、その定義、試験方法について解説した。また、絶縁破壊の強さ試験・評価に用いる電極などについての説明と、

絶縁破壊の強さの測定値の材料間比較を行う場合、その試験に用いる試験片の厚み影響が大きいため、その影響度を測定例を基にわかりやすく説明を加え、絶縁設計時の参考となるようにした。

商工振興, **61**, 9 (2008) 19.

\* 情報電子部 信頼性・生活科学系

## Optical and Electrical Properties of CuScO<sub>2</sub> Epitaxial Films Prepared by Combining Two-Step Deposition and Postannealing Techniques

筧 芳治\* 佐藤和郎\* 四谷 任\*\*  
益子慶一郎\*\* 吉村 武\*\* 芦田 淳\*\*  
藤村紀文\*\*

p型透明導電性酸化物材料であるCuScO<sub>2</sub>のエピタキシャル薄膜を再現性よく作製するために、PLD法を用いた2段階製膜と酸素圧を制御したポストアニール処理を組み合わせる方法を開発した。最初に、サファイアa面基板上に面内配向性を制御する厚さ10 nm以下のバッファ層を作製し、さらにバッファ層上に厚さ240 nmの多結晶膜を作製した。この2層膜をポストアニール処理することで、バッファ層と同じ面内配

向性を持つ厚さ250 nmのCuScO<sub>2</sub>(0001)エピタキシャル薄膜を作製できた。このエピタキシャル薄膜の透過率は可視光領域で60%以上有し、この材料系では初めてホール効果の温度依存性を測定することに成功した。

Journal of Crystal Growth, **311** (2009) 1117.

\* 情報電子部 電子・光材料系

\*\* 大阪府立大学大学院 工学研究科

## Infrared Reflection of Zn<sub>2</sub>SnO<sub>4</sub> Thin Films Deposited on Silica Substrate by Radio Frequency Magnetron Sputtering

M. V. Nikolic\* 佐藤和郎\*\* T. Ivetic\*\*\*  
K. M. Paraskevopoulos\*\*\*\* T. T. Zorba\*\*\*\*\* V. Blagojevic\*\*\*\*\*  
L. Mancic\*\*\* P. M. Nikolic\*\*\*

RFマグネトロンスパッタリング法により石英基板上に作製したZn<sub>2</sub>SnO<sub>4</sub>薄膜の赤外反射分光測定を行った。赤外反射分光測定は室温で行い、得られたスペクトルは4パラメータモデルにて解析を行った。その結果、スピネル結晶に属する7つの振動モードの光学パラメータを決定することができた。これらの振動モードの起源と薄膜の理想的な組成比からのずれおよび結晶中のカチオンのdisorderとの関係の議論を行った。また、縦光学フォノンと横光学フォノンのピークの振動数差を解析することによりBorn有効電荷の決定を

行うことができた。

Thin solid films, **516** (2008) 6293.

\* Institute for Multidisciplinary Research

\*\* 情報電子部 電子・光材料系

\*\*\* Institute of Technical Science of SASA

\*\*\*\* Solid State Section, Physics Department, Aristotle University

\*\*\*\*\* Faculty of Electronic Engineering, University of Belgrade

## High-Mobility Organic Single-Crystal Transistors with Amorphous Fluoropolymer Gate Insulators

宇野真由美\* 富成征弘\*\* 竹谷純一\*\*

有機単結晶半導体を用いた電界効果型トランジスタについて、ゲート絶縁膜にフッ素樹脂を用いたプロセスを新たに開発した。有機単結晶材料は、結晶粒界等の影響がなく材料本来の電荷輸送特性を評価できるため、有機材料の実力を知る上で重要な情報が得られ

る。今回、従来は微細加工が困難だった撥水・撥油性をもつフッ素樹脂をゲート絶縁膜に採用し、表面エッチングと再アニールにより、清浄・平坦な絶縁体界面をもつトランジスタ構造を作製できた。その結果、世界最高レベルの移動度(30 cm<sup>2</sup>/Vs, 4端子測定で67

cm<sup>2</sup>/Vs)を達成することができた。今後、高機能の分子デバイス、分子センサ等への応用が期待できる。  
MRS2008 Proceedings, **1091** (2008) AA11.53.

\* 情報電子部 電子・光材料系  
\*\* 大阪大学大学院 理学研究科

## Fabrication of High-Mobility Organic Single-Crystal Field-Effect Transistors with Amorphous Fluoropolymer Gate Insulators

宇野真由美 \* 富成征弘 \*\* 竹谷純一 \*\*

有機単結晶半導体を用いた電界効果型トランジスタについて、ゲート絶縁膜にフッ素樹脂を用いたプロセスを新たに開発した。有機単結晶材料は、結晶粒界等の影響がなく材料本来の電荷輸送特性を評価できるため、有機材料の実力を知る上で重要な情報が得られる。今回、従来は微細加工が困難だった撥水・撥油性をもつフッ素樹脂をゲート絶縁膜に採用し、表面エッチングと再アニールにより、清浄・平坦な絶縁体界面をも

つトランジスタ構造を作製できた。その結果、世界最高レベルの移動度(約 30 cm<sup>2</sup>/Vs, 4端子測定で 67 cm<sup>2</sup>/Vs)を達成することができた。今後、高機能の分子デバイス、分子センサ等への応用が期待できる。

Organic Electronics, **9** (2008) 753.

\* 情報電子部 電子・光材料系  
\*\* 大阪大学大学院 理学研究科

## Three-Dimensional Organic Field-Effect Transistors: Charge Accumulation in the Vertical Semiconductor Channels

宇野真由美 \* 富成征弘 \*\* 竹谷純一 \*\*

地球規模での環境問題対策が必要とされる社会情勢にあって、製造工程に高温プロセスを必要とせず、省電力、安価で製造でき、柔軟性といった新機能性を有する有機トランジスタが注目を集めている。しかしその性能は実用上十分であるとはいえず、低キャリア移動度、低動作電流、高駆動電圧、大気中安定性が不十分といった課題がある。これらを解決し移動度が低くても十分な動作電流を得るために、微細加工技術を利

用して立体的な有機トランジスタ構造を作製し、実効的なチャンネル幅を十分大きくとることを提案する。今回は半導体の移動度が 10<sup>4</sup> cm<sup>2</sup>/Vs 程度であったが、有機 EL 素子で必要とされる 1 μA 程度の動作電流を得た。

Applied Physics Letters, **93** (2008) 173301.

\* 情報電子部 電子・光材料系  
\*\* 大阪大学大学院 理学研究科

## Three-Dimensional Organic Field-Effect Transistors with High Output Current and High On-Off Ratio

宇野真由美 \* 土井伊織 \*\* 瀧宮和男 \*\*  
竹谷純一 \*\*\*

有機半導体トランジスタは、フレキシブルデバイスへ適用でき、製造プロセスの環境負荷が比較的小さいため、現在非常に活発に研究開発がなされている。しかし、有機半導体薄膜のキャリア移動度は 1 ~ 3 cm<sup>2</sup>/Vs と低く、動作電流を大きくできないことが

実用上大きな課題となっている。これを解決するため、基板上に微細な立体構造を作製し、その側面全てをチャンネルとして用いた 3次元有機トランジスタを開発した。有機半導体として、大気中で安定で高移動度の DNTT を用い、縦型構造上での移動度 0.3 cm<sup>2</sup>/Vs

と比較的高い値を得た。この結果，出力電流値が  $0.60 \text{ A/cm}^2$  と，実用上の要求仕様をはるかに超える性能を達成した。

Applied Physics Letters, **94** (2008) 103307.

\* 情報電子部 電子・光材料系  
\*\* 広島大学大学院 工学研究科  
\*\*\* 大阪大学大学院 理学研究科

## Moderately Anisotropic Field-Effect Mobility in Dinaphtho[2,3-*b*:2',3'-*f*]Thiopheno[3,2-*b*]Thiophenes Single-Crystal Transistors

宇野真由美\* 富成征弘\*\* 山岸正和\*\*  
土井伊織\*\*\* 宮崎栄吾\*\*\* 瀧宮和男\*\*\*  
竹谷純一\*\*

有機トランジスタで用いる有機半導体材料として，大気中で安定であり  $1 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  以上の高い移動度が再現性よく得られる材料として，縮環チオフェン系の DNTT が提案されている。本報告では，多結晶薄膜で比較的高い移動度が得られる本材料を用いて，単結晶を作製し，結晶の方向性による移動度の依存性を評価するデバイスを作製し評価した。その結果，a-b 軸平面内での電子の伝導度は，これまで高移動度が報告されている他の材料（ペンタセン，ルブレン等）に比べて

方向依存性が小さいことがわかった。このことが，多結晶薄膜であっても比較的高移動度が得られる一因であると考えられ，実用上の材料開発のための重要な指針となる。

Applied Physics Letters, **94** (2009) 223308.

\* 情報電子部 電子・光材料系  
\*\* 大阪大学大学院 理学研究科  
\*\*\* 広島大学大学院 工学研究科

## Preparation of Core-Shell Particles by Dispersion Polymerization with a Poly(Ethylene Oxide) Macroazoinitiator

木本正樹\* 山元和彦\* 日置亜也子\*  
井上陽太郎\*

ポリエチレンオキシド (PEO) ブロック含有高分子アゾ重合開始剤 (MAI) およびメタクリル酸メチルを用いてエタノール (EtOH) / 水混合溶媒中において分散重合により高分子微粒子を調製した。高分子微粒子の分子量，粒子径，化学構造におよぼすモノマー / MAI 比 (RMI)，溶液中の水含有率の影響について検討した。水含有率が  $50 \sim 90 \text{ vol}\%$ ，RMI が  $20 \sim 400$  の

範囲において微粒子分散溶液が得られた。高分子微粒子の粒子径は  $100 \sim 400 \text{ nm}$  程度で，PEO ブロックがシェル層，ポリメタクリル酸メチルがコア層のコア-シェル型単分散微粒子が主として得られた。

Journal of Applied Polymer Science, **110** (2008) 1469.

\* 化学環境部 化学材料系

## Crack-Growth Behavior of Epoxy Adhesives Modified with Liquid Rubber and Cross-Linked Rubber Particles under Mode I Loading

今中 誠\* 本橋 悟\* 西 一暁\*  
中村吉伸\*\* 木本正樹\*\*\*

液状ゴム (CTBN) および架橋ゴム粒子 (DCS) によ

る二種類のゴム変性エポキシ樹脂について，バルクの

三点曲げ (SENB) および接着層のダブルカンチレバービーム法 (DCB) により, モード I 荷重下におけるクラック進展抵抗 (R 曲線) の検討を行った. SENB および DCB のいずれの場合も R 曲線の傾きは DCS 変性の方が CTBN 変性に比べて大であったが, 破壊じん性の差は SENB に比べて DCB の方が小さかった. SEM の破断面では CTBN 変性の場合, SENB と DCB で荒れ方はほぼ同じであったが, DCS 変性では DCB での荒れ方は SENB に比べて小さかった. Gurson モ

デルによるクラック進展のシミュレーションを行い, これらの結果は初期のボイド率およびクラック進展に伴うボイドの成長によって説明できることがわかった.

International Journal of Adhesion & Adhesives, **29** (2009) 45.

\* 大阪教育大学 教育学部

\*\* 大阪工業大学

\*\*\* 化学環境部 化学材料系

## 凹凸型単分散ゲル微粒子の一段階による調製 I. 調製条件の影響

木本正樹 \* 日置亜也子 \* 井上陽太郎 \*

ポリエチレングリコール (PEG) ブロックとアゾ基を含むマクロアゾ重合開始剤 (PEG-MAI) を用いて, モノマーとして二官能性モノマーを用い, 水/エタノール混合溶媒中においてゲル微粒子の調製を試みた. ゲル微粒子の粒子径, 形態などにおよぼすモノマー濃度, モノマー/PEG-MAI 比, 溶媒組成などの影響について検討した. 得られたゲル微粒子は粒子径 100 ~ 400

nm 程度のほぼ単分散微粒子であり, 表面に 20 nm 程度の凹凸を有していた. 微粒子表面の柔軟な PEG ブロック・シェル層と硬いコア層の組み合わせによって凹凸構造ができやすいものと推定された.

日本接着学会誌, **45**, 1 (2009) 10.

\* 化学環境部 化学材料系

## 凹凸型単分散ゲル微粒子の一段階による調製 II. ゲル微粒子の生成機構

木本正樹 \* 日置亜也子 \* 井上陽太郎 \*

ポリエチレングリコール (PEG) ブロックを含むマクロアゾ重合開始剤 (PEG-MAI) を用いて, モノマーとして二官能性モノマーを用い, 水/エタノール混合溶媒中において重合を行うことで, 凹凸を有する単分散のゲル微粒子が得られた. ゲル微粒子の生成過程における反応率および微粒子の形態変化を観察し, ゲル微粒子調製時の重合温度, モノマー種などの影響を検討することで, 凹凸を有するゲル微粒子の生成機構につ

いて考察した. 一次粒子の柔軟性, 溶媒との親和性などによって得られたゲル微粒子の形態は異なり, PEG ブロックにより分散安定化された一次粒子の集合体が成長することで凹凸のあるゲル微粒子が生成しているものと考えられる.

日本接着学会誌, **45**, 2 (2009) 44.

\* 化学環境部 化学材料系

## 沈殿重合法による単分散球状ポリイミド微粒子の調製

浅尾勝哉 \*

非プロトン極性溶媒中でポリアミド酸を加熱イミド化し, 単分散球状のポリイミド微粒子を調製する方法

を検討した. 非プロトン極性溶媒に相溶性のポリイミドと非相溶性のポリイミドとの共重合体を沈殿重合し

て単分散で球状のポリイミド微粒子が得られることを見出した。これは、微粒子形成過程において粒子表面に相溶性のポリイミド分子鎖が安定層を形成して分散効果をもたらすためであると考えられる。しかし、無定形状の微粒子を生成する非相溶性ポリイミドとの組み合わせでは単分散で球状微粒子を得ることができな

かった。また、同法によって官能基としてアミノ基を付与した粒子径のそろった球状のポリイミド微粒子の調製が可能であり、アミノ基は酸クロライドと反応性を示した。

ネットワークポリマー, **29**, 3 (2008) 132.

\* 化学環境部 化学材料系

## 機能性ポリイミド微粒子の開発と応用

浅尾勝哉\*

ポリイミド微粒子は優れた耐熱性、機械的性質、耐薬品性を有する。そのため長期的に安定した性能を維持する。また、微粒子表面への官能基の導入や機能性材料による修飾が可能である。今後、ポリイミド微粒子は各種先端分野のキーマテリアルになると期待でき

る。本稿では、ポリイミド微粒子の調製方法と応用技術について紹介した。

高分子, **57** (2008) 617.

\* 化学環境部 化学材料系

## 高速気流中衝撃法による反応性ポリイミド粒子と球状多孔性シリカゲルとの複合化

浅尾勝哉\* 綿野 悟\*\*

高速気流中衝撃法によって、アミノ基を有する球状の反応性ポリイミド粒子(約3 μm)と球状の多孔性シリカゲル(約50 μm)との複合化を検討した。複合粒子は反応性ポリイミド粒子(子粒子)が扁平化して多孔性シリカゲル(母粒子)の表面を膜状に被覆した形態で得られた。複合粒子は母粒子の形態や特徴である多孔性やハンドリング特性を保持することがわかっ

た。また、複合粒子の表面を被覆した反応性ポリイミド粒子のアミノ基は反応性を有しており、酸クロライドとアミド化反応することを確認した。

化学工学論文集, **35**, 2 (2009) 221.

\* 化学環境部 化学材料系

\*\* 大阪府立大学大学院 工学研究科

## BIP法 —半固形モールドを用いた新たな粉末加圧成形法—

垣辻 篤\* 津守不二夫\*\*

新たに開発した、セラミックス製造プロセスに適用可能な新しい加圧成形法についての解説を行った。これは、モールド材に半固形材料を利用する方法で、半固形材料がビンガム流体的挙動を示すことを利用しており、BIP (Bingham solid/fluid Isostatic Pressing) 法と命名したものである。本方法は、等方加圧による均一な充填密度の成形体を作製できること、ならびに従来

の等方加圧成形法では成形が不可能であった複雑形状のものが割れなく成形できることを最大の特徴としている。本論文では、BIP法の概要ならびに実用化に向けて各種検討を行った結果について報告した。

機能材料, **28**, 12 (2008) 40.

\* 化学環境部 化学材料系

\*\* 京都大学大学院 工学研究科

## CNT を添加した VGCF / アルミニウム複合材料の熱伝導特性

今西輝光\* 佐々木克彦\*\* 片桐一彰\*  
垣辻 篤\*\*

気相成長炭素繊維 (VGCF) やカーボンナノチューブ (CNT) の特徴の一つである高い熱伝導性を利用した高熱伝導性アルミニウム基複合材料を開発した。これは、VGCF を熱流方向に配向させる組織制御によって実現している。今回は、さらなる熱伝導性の向上を目指し、複合材料に CNT を添加した結果について検討した。まず、数値解析により CNT の微量添加が複合材料の熱伝導率向上に有効であることを示した。次いで、この材料設計指針に基づき実際に試料を作製した

ところ、CNT 添加により、VGCF 含有量に関わらず、複合材料の熱伝導率は向上し、CNT の添加量が多いと向上率が低下することがわかった。CNT を 0.2% 添加することにより、熱伝導率が最高 25% 向上し、700 W/mK 近い高熱伝導性材料を作製することができた。日本機械学会論文集, **75**, 749 (2009) 27.

\* 住友精密工業株式会社

\*\* 北海道大学大学院 工学研究科

\*\*\* 化学環境部 化学材料系

## Measurement of Strain Distributions Near the Steel/Epoxy Interface by Micro-Raman Spectroscopy under Tensile Load Condition

今中 誠\* 石川理佳\* 櫻井芳昭\*\*  
越智光一\*\*\*

SWNT をエポキシ樹脂に分散させた混合物を硬化させて作成したバルクの十字型試験片を用いて 2 軸応力状態における D\* バンドのシフト量の測定を行い、2 軸応力状態においても、D\* バンドのシフトは偏光方向のひずみにより整理できることを確認した。次に、この結果を踏まえて、鋼と SWNT 分散エポキシ樹脂接合体の引張荷重下における樹脂界面近傍のひずみ分布をラマンシフトから算出するとともに、有限要素解析により得られたひずみ分布と比較した。その結果、

測定値は界面近傍において、応力特異場の影響による発散傾向が確認された。さらに、 $0.03 \text{ mm} < X < 10 \text{ mm}$  の広範囲において解析値と測定値がよく一致していることが認められた。

Journal of Materials Science, **44** (2009) 976.

\* 大阪教育大学 教育学部

\*\* 化学環境部 化学材料系

\*\*\* 関西大学 化学生命工学部

## Preparation of Nano-Sized Polybenzimidazole and Carbon Particles via Poly(amino-amide) Particles

吉岡弥生\* 浅尾勝哉\*

芳香族テトラアミンと芳香族ジ酸クロライドを超音波照射下沈澱重合することによって、2 種類のポリアミノアミド微粒子が得られた。これらは、ナノサイズの単分散性に優れた球状微粒子で、水中において優れた分散安定性を示した。また、これらは乾式熱処理によってポリベンズイミダゾールへ変化した。このとき、閉環率は熱処理温度に依存したが、モルフォロジーは熱処理温度に依存せず微粒子の形状を保持していた。

一方、結晶化度は両者の間で異なっていた。さらに 1000 °C まで温度を上昇させると、一方はカーボン微粒子へもう一方はカーボンバルクへ変化した。これらの結果より、粒子の特性および機能制御に関する有用な知見が得られた。

Colloid and Polymer Science, **286** (2008) 1157.

\* 化学環境部 化学材料系

## Preparation of Pie-Shaped and Rugged Aromatic Polyamide Particles

吉岡弥生\* 浅尾勝哉\*

ジアミンおよびジ酸クロライドを重合することによって、狭いサイズ分布を有するサブミクロンサイズのパイ状および襷状芳香族ポリアミド微粒子が得られた。反応系に加える水の量、反応溶媒および仕込みモノマー濃度に対して、これら粒子の表面モルフォロジーは変化するのに対して、結晶化度は一定であった。また、得られる生成物の分子量は、加える水の量

および仕込みモノマー濃度に依存していた。一方、粒子形成過程においては、まず反応の初期段階で粒子の結晶化度が決定されるのに対して、その表面モルフォロジーや分子量は反応時間とともにその後も徐々に変化していくことが明らかとなった。

Macromolecular Reaction Engineering, **2** (2008) 407.

\* 化学環境部 化学材料系

## 木質系廃材のガス化メタノール製造法の開発

井本泰造\*

地球温暖化防止、循環型社会の形成等の観点から、カーボンニュートラルという性質を有しているバイオマスが注目されている。本研究では、ダウンドラフト型固定床ガス化炉を試作し、ガス化剤（空気、酸素富加）を変化させ、木質系建築廃材チップのガス化試験を行った。その結果、高濃度の $H_2$ 及び $CO$ ガスが得られることが確認され、冷ガス効率は60%前後で

あった。また、液体燃料合成時（メタノール反応 $(2H_2 + CO \rightarrow CH_3OH)$ の量論比： $H_2 / CO$ 値は2）の両論比を表す $H_2 / CO$ 値は1.2前後であった。しかし、酸素富加により、生成ガス中の $H_2$ 及び $CO$ ガスの分圧が上がり、合成圧力を低減できる可能性が確認できた。

財団法人谷川熱技術振興基金事業報告書, **27** (2009) 26.

\* 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

## 関西支部の研究拠点～公的研究機関紹介 (5) 大阪府立産業技術総合研究所

増井昭彦\*

学会誌の各地域支部の活動を紹介するコーナーにおいて、本研究所の紹介を行った。研究所の概要、業務、組織等を紹介し、生物工学会に関連する部門の研究紹

介を行った。

生物工学会誌, **86**, 9 (2008) 458.

\* 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

## 環境有害物質の規制動向と分析方法

中島陽一\* 林 寛一\*

各国において有害物質の使用規制が行われ始めている。とりわけEU（欧州連合）では、製品に含まれる有害物質を憂慮し、有害物質の使用を制限する諸規制が施行された。また、我が国でも家電7品目に対する有害物質含有の表示義務が課せられた。これらの規制では、有害物質の量的な管理が必須であり、当研究所

にも様々な製品に関する相談や測定依頼が持ち込まれている。しかし、その測定手法については標準化されたものは少ない。このような点をふまえ、今回は環境有害物質規制動向とその対象化学物質の分析方法について、EUの例を中心に紹介した。また、当研究所で取り組んだ有害物質の分析について報告した。

## Fe(III) 酸化鉄による OH ラジカルの生成と環境中有機物の処理技術 — VOC を中心に —

林 寛一\* 中島陽一\* 勝又英之\*\*

環境中有害有機化合物を簡便かつ安全・安価に無害化することは、大気・水中に関わらず、重要な課題である。これまで行ってきた、酸化鉄種を用いる環境中有機物の酸化分解法に関する開発事例について紹介した。とりわけ、本酸化分解における活性種としてのヒドロキシラジカルと酸化鉄類との関係について述べた。また、酸化鉄類の中でもヒドロキシラジカル生成

に関して有用であることを見出したオキシ水酸化鉄を利用する方法により、VOC、農薬等の分解実験を行った結果について詳述した。

OH ラジカル類の生成と応用技術 — オゾンを中心とした活性種の特性と利用 —, (2008) 356.

\* 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

\*\* 三重大学大学院 工学研究科

## 蒸気ボイラの蒸気ドレンからの廃熱回収によるエネルギー削減

大山将央\* 宮内修平\*

近年、異常気象などによる地球温暖化の深刻化が指摘され、その原因物質である二酸化炭素の削減は資源・エネルギーの面から取り組むべき課題である。給湯のために大量のエネルギーを消費する温泉旅館においても、エネルギー削減は大きな課題となっている。大阪府中小企業家同友会環境新エネルギー研究会が、大阪府立産業技術総合研究所の支援のもと、既存技術を応用した低温排熱回収システムを研究してきた。今回、

兵庫県有馬温泉にある温泉旅館「月光園」に蒸気ボイラの蒸気ドレンからの排熱回収システムを提案・導入することになり、その結果導入前に比べ A 重油消費量を約 7% 低減することに成功した。

省エネルギー技術に関する導入事例 & シーズ集, PART 3 (2009) 7.

\* 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

## 誘電泳動と位相差顕微鏡を組み合わせた、新しい迅速菌数測定システム

藤原信明\* 増井昭彦\*

菌数測定において現在、最も普及している方法は、寒天平板培地を用いた生育菌数の計測であるが、結果の判定に 2~3 日を要することから、迅速な測定が望まれている。既に多くの迅速測定技術が紹介されているが、ここでは、誘電泳動現象を利用して細菌を電極に捕捉し、固定した菌を位相差顕微鏡で電極に沿って走査させながら観察、得られた画像を解析して菌数を

計測する、簡易な新しい方法を紹介した。また、具体的な応用例として、培養経過における菌数の計測、ヨーグルト中および高分子エマルジョン中の菌数測定などから、その有用性を検証した。

日本防菌防黴学会誌, 37, 4 (2009) 263.

\* 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

## 金属イオンを用いた綿布の過酸化水素漂白

田原 充\* 梁 善美\*\* 前川昌子\*\*\*

過酸化水素による綿布の漂白を酸性あるいは中性条件において加工するために、硫酸第2鉄を用いて綿布の前処理を行い、硫酸第2鉄浴での処理条件と漂白布の白色度や引張り強度の関係を調べた。その結果、高い漂白効果を得る条件では綿布の強度低下が避けられないことがわかった。本報ではさらに水酸化ナトリウムの添加によって強度低下を抑制する方法について検討した。また、電子スピン共鳴装置 (ESR) を用いて生

成するラジカルと白色度の関係についても検討した結果、この機構の詳細は明確ではないが、ラジカル量が増加することが影響していると考えられる。

繊維学会誌, **64**, 12 (2008) 366.

\* 化学環境部 繊維応用系

\*\* 奈良女子大学大学院 人間文化研究科

\*\*\* 奈良女子大学 生活環境学部

## 廃棄物最終処分場キャッピング用ジオコンポジットの摩擦特性評価

西村正樹\* 赤井智幸\* 嘉門雅史\*\*

筆者らはこれまで、多孔質シートと不織布から成るジオコンポジット (GC) について、廃棄物最終処分場の最終カバー層に用いるキャッピング材料としての基本性能を評価してきた。GCを斜面部に適用するためには、GCの上部に設置される覆土との界面において、すべりに対する安定性が要求される。本研究では、表面状態の異なるGCの土との界面における摩擦特性を評価するとともに、土層の締め固めの影響について検

討した。その結果、覆土と接触する不織布の表面状態を改良することで、土との界面における摩擦特性が向上することが明らかになった。また、GCと土との界面の摩擦特性は、土の締め固め条件の影響を受けることがわかった。

ジオシンセティックス論文集, **23** (2008) 247.

\* 化学環境部 繊維応用系

\*\* 京都大学大学院 地球環境学堂

## ドライクリーニングが革の耐水性低下に及ぼす影響

稲次俊敬\* 佐藤恭司\* 中村 蔚\*\*  
中野英彦\*\*\* 山本統平\*\*\*

革衣料は一般的にドライクリーニング (以下 DC) が行われる。革衣料を DC すると、耐水性が著しく低下することが知られている。そこで、この耐水性低下要因を究明する目的で研究を行った。まず耐水性に優れた革を調製し、これを用いて JIS 試験方法に基づいて DC を行い、革の耐水性を動的防水試験と浮沈法による臨界面張力 ( $\gamma_c$ ) の測定から評価した。その結果、革を DC すると耐水性が低下することを確認した。この低下要因は界面活性剤の革への吸着によるもので、特に、ノニオンよりアニオン系界面活性剤の方が大きく係わっていることを明らかにした。さらに、この界

面活性剤の革への吸着挙動を解明するために、クロムなめし革粉を用いて、非水系における革粉への界面活性剤の吸着量を測定したところ、クロム含有量の増加に伴って最大吸着量は多くなる傾向が認められた。わずかに 0.3 mmol/g 前後の界面活性剤の吸着で革の動的防水性が低下していることがわかった。

皮革科学, **54**, 2 (2008) 90.

\* 皮革試験所 皮革応用系

\*\* 皮革消費科学研究会

\*\*\* 兵庫県立大学大学院 工学研究科

## 市場流通革の日本エコレザー基準値に対する適合性調査研究

稲次俊敬\* 汐崎久芳\* 佐藤恭司\*  
奥村 章\* 道志 智\* 倉田澄美\*

市場流通革として、かばん、袋物、ハンドバッグ用、靴用、手袋用の革を中心に国産革を33点、中国を除くアジア系の輸入革10点収集し、一般的な化学組成を測定するとともに日本エコレザー (JEL) 基準の項目について測定、並びに分析を行った。その結果、JEL 基準値に対する分析結果から、不適合要因として臭気、溶出重金属の鉛、染色摩擦堅ろう度試験の乾燥、湿潤試験が挙げられた。特に、染色堅ろう度に関しては国産革の方が勝っていた。しかしながら、溶出重金属の

鉛においては、輸入革では全く検出されなかったのに対して、国産革では3点基準値を超えていた。また、国産革、輸入革ともに六価クロムは一切検出されなかった。JEL 基準に適合したものは、国産革33点中28点で適合率85%であった。一方、輸入革は10点中8点で適合率は80%といずれも高い水準にあった。平成20年度環境対応革開発実用化事業報告書、(2009) 1.

\* 皮革試験所 皮革応用系

## 耐水処理が革の染色堅ろう度に及ぼす影響

稲次俊敬\* 佐藤恭司\* 中野英彦\*\*  
山本統平\*\*

皮革の染色堅ろう度は低く、その向上が強く望まれている。また、種々耐水処理剤の開発により革は高度に疎水化され、耐水性に優れた革が得られるようになったが、耐水処理剤の性質、染料の特性とそれらの処理順序によって、革の耐水性や染色堅ろう性が変化する。そこで、主要な耐水処理剤と構造既知の代表的な酸性染料、あるいはリン酸化染料を組み合わせ耐水処理および染色を行い、耐水処理と染色の選択と組み合わせが革の染色堅ろう性に及ぼす影響について検討した。耐水性は動的防水度で、染色堅ろう度は摩擦、汗、ウエットクリーニング、ドライクリーニング、耐光性で評価した。その結果、耐水性並びに耐光性に

優れていたのは耐水処理後染色した場合で、耐光性以外の染色堅ろう度試験に対して優れていたのは染色後耐水処理した場合であった。また、リン酸化染料染色革は全ての革で優れた性能を示した。全ての項目を満たす染色革は得られなかったが、用途・目的に合わせて染色と耐水処理の処理順序の選択を行えば、現状より耐水性や染色堅ろう性に優れた革の製造が可能になる。

皮革科学, 54, 3 (2008) 150.

\* 皮革試験所 皮革応用系

\*\* 兵庫県立大学大学院 工学研究科

## コラーゲン・皮革と水の相互作用 —吸着水の吸着状態—

佐藤恭司\*

標準状態において皮革には吸着水が約15%程度存在している。皮革成分であるコラーゲンはらせん構造と広大な表面積をもつ複雑な繊維構造をとっており、使用環境や鞣しなどによって吸着水分量が変化し、皮革の物理的および化学的性質や微生物の繁殖などに大きな影響を及ぼす。吸着水の挙動を理解することは皮

革製造上の問題や皮革製品使用時のトラブルの防止や解明に重要である。吸着水が皮革の性質などに及ぼす影響を理解しやすくするために、著者の研究も含めてその評価方法と吸着状態について紹介した。

皮革科学, 54, 2 (2008) 55.

\* 皮革試験所 皮革応用系

## リン酸化染料の実用化

佐藤恭司\* 汐崎久芳\* 奥村 章\*  
稲次俊敬\* 道志 智\* 倉田澄美\*

リン酸化染料による皮革の染色方法は温和な染色条件で高堅ろう性が得られることがわかっていたが、染料が高価であることが原因で広く使用されていなかった。そこで種々検討した結果、染料を比較的安価に製造する方法を開発し、試作した染料で羊革と牛革を染色した。羊革についてはドレス用手袋を試作して21名による着用試験を実施し堅ろう性について評価し

た。その結果、リン酸化染料で染色した革の染色堅ろう度は環境対応革の基準値を満足し、着用試験においても対照として試作した酸性染料染色革より優れているという評価が得られた。

環境対応革実用化研究報告書 (I), (2009) 1.

\* 皮革試験所 皮革応用系

## 市販手袋革の染色摩擦堅ろう度調査報告 (II) —淡色革—

汐崎久芳\* 稲次俊敬\* 藤田恵美\*\*

淡色革 37 点について染色摩擦堅ろう度汚染等級分布を検討した。乾燥・湿潤摩擦では 81% 以上が、またアルカリ性汗摩擦では 73% 以上の革が 4 級以上と、非常に良好な堅ろう度を示した。国産革と輸入革の間に明確な差は認められなかった。銀付革と起毛革の比較では、乾燥摩擦では銀付革が高い等級となり、湿潤ではそれが逆転して起毛革が高い等級となっていた。

ISO 11640 を用いる場合には、試料革の状態 (乾燥あるいは湿潤)、摩擦回数および摩擦荷重を明記する必要があることを指摘した。

皮革科学, **54**, 2 (2008) 64.

\* 皮革試験所 皮革応用系

\*\* 岡本株式会社

## Reaction, Identification, and Fluorescence of Aminoperfluorophenazines

松居正樹\* 鈴木雅之\* 布目 美\*  
窪田好浩\* 船曳一正\* 城 元雄\*\*  
松本真哉\*\*\* 汐崎久芳\*\*\*\*

ペルフルオロフェナジンは立体選択的にアルキルアミンと反応して、2-アミノ誘導体を与える。さらにアルキルアミンを反応させると 2, 7-ジアミノ誘導体を与える。フッ素置換されていない化合物の場合、通常は 1 位および 1, 6 位置換体が生成する。この特異的な立体選択性を説明するために非経験的分子軌道計算 (B3LYP/6-31G\*) を行った。遷移状態構造最適化を行い、反応の活性化エネルギーを求め、この遷移状態構

造の安定性が反応の立体選択性を決定していることを示した。また反応座標解析から 4 中心型遷移状態構造を経由して反応が進むことも示した。

Tetrahedron, **64** (2008) 8830.

\* 岐阜大学 工学部

\*\* 株式会社リガク

\*\*\* 横浜国立大学大学院 環境情報研究院

\*\*\*\* 皮革試験所 皮革応用系



# 口頭発表概要

(2008.7.1 ~ 2009.6.30)



## ニッケルめっきプロセスのクローズド化についての研究

第 10 回関西表面技術フォーラム (神戸市) (20.12.3)

横井昌幸, 森河 務, ○他

半光沢/光沢ニッケルめっきラインに不溶性陽極と濃縮回収装置を導入し、めっきラインのクローズド化の可能性を検討した。光沢めっき槽および半光沢めっき槽にカチオン交換膜付き不溶性陽極を設置し、各槽の陽極電流の内約 3% をこの陽極に配分する。これにより、Ni 陽極の過剰な溶解を防止するとともにこれらの槽への硫酸補給を無くす。同時に回収液を濃縮回収装置により濃縮し、めっき槽に返すことで排出量を大幅に削減する。ここでは、現状ラインの硫酸ニッケル成分の物質収支 (マスバランス) を調べるとともに、濃縮回収装置を導入して得られる濃縮液の状態、濃縮回収装置および不溶性陽極を導入した場合のマスバランスを調べた。その結果、安定しためっきが得られかつめっき液成分排出量を大幅に削減できることを確認した。

## 晶出バナジウム炭化物の球状化、これまでの現象を再整理する

日本 Casting 工学会関西支部 Casting 懇話会 (吹田市) (21.1.17)

○橘堂 忠

バナジウム炭化物の球状化処理を見い出してから、様々な合金系にこの球状化処理を適用してきた。この過程で、バナジウム炭化物は球状化から cubic や球状化の崩れた形態に変化した。これらの変化を整理するとともに、多元系状態図作成ソフトから得られる凝固条件と関連させて検討した。

## 球状バナジウム炭化物耐久材料の開発と実用化

大阪府・大阪市連携事業 技術情報セミナー (大阪市) (21.2.4)

○橘堂 忠

高炭素、高バナジウム量とした Fe-C-V 系組成において、晶出するバナジウム炭化物を球状化する溶湯処理を見出し、この技術を応用して、バナジウム炭化物の存在による耐摩耗性と基地そのものが有する特性を兼ね備えた新しい鑄造材料の開発を行っている。この球状炭化物材料の製造法や特性および実用化した事例を紹介した。

## 金型のナノ加工・計測を実現する環境補償技術の開発

第 3 回産学技術交流マッチング会 (大阪市) (20.11.26)

○山口勝己

レーザー干渉測長器は、超高精度・非接触測定など優れた特徴を有する反面、計測時の環境が変化するとレーザー測長誤差を生じることが知られている。今回はレーザー測長誤差を解消するために開発した環境補正装置について述べた。具体的には、レーザー干渉測長器の適用対象として超精密加工機を取り上げ、温度・湿度に加え気圧を補正してやることによりレーザー測長誤差が抑止可能なことを理論的に示し、そのための装置構成やアルゴリズムを説明するとともに、長時間に及ぶ相対変位測定や加工実験の結果を通じて本補正装置の有効性・実用性について報告した。

## 高精度金型加工を目指した超精密加工機のための環境補正装置の実用化

第 8 回金型に関する研究助成者研究成果発表会 (千葉市) (20.7.8)

○足立和俊, 山口勝己

レーザー干渉測長器を位置決め機構に利用する超精密加工機の場合、気圧等の環境条件の変化に伴う測長誤差が加工対象の形状精度に大きな影響を及ぼす。本研究では、測長誤差を低減するために開発を行ってきた環境補正装置の実用化を目指して種々の検討を行った。まず、補正性能に大きな影響を及ぼすデッドパス長さについて定量的な影響評価を行い、実際の光学系における値を推定するための手法の確立を行った。また、レーザーパルス数の直接測定を行うためのシステムを導入して装置の補正限界を明らかにした。さらに、このシステムを利用して補正性能の評価を行った。

## 放電加工によるチタン材の着色描画

特許市場一外観新素材・工法に関する開放特許 (大阪市) (20.9.16)

○南 久

特許 3867112 「チタン材の着色方法、及び描画方法」について、内容の説明依頼を受けた。本着色手法の特徴や発色のメカニズム、着色制御法、着色面の特性、カラフルな文字や図柄模様の描画法、眼鏡や時計、アクセサリなど、主に身の回りのチタン製品など実用化への課題について説明した。

## 放電加工によるダイヤモンド工具の機上ツルーイング

ネオクラスター共同企画室「PCD(コバルト焼結ダイヤモンド)金型部品によるプレス生産性の向上」第 2 回定例会議 (大阪市) (20.11.19)

○南 久, 渡邊幸司

焼結ダイヤモンドは、極めて高い耐摩耗性を有し、

金型や工具材として注目されているが、微細形状に加工することは極めて困難であり、高精度なツルーイング技術の確立が求められている。そこで、焼結ダイヤモンドの放電加工特性やマイクロ工具の機上成形例、および電着ダイヤモンド工具の機上ツルーイングなどについて、これまでに得られた研究成果を紹介した。

#### 焼結ダイヤモンドの放電加工特性

ネオクラスター共同企画室「PCD(コバルト焼結ダイヤモンド)金型部品によるプレス生産性の向上」第4回定例会議(大阪市)(21.3.12)

○南 久, 渡邊幸司

焼結ダイヤモンドは、金属バインダを通して通電性があるため放電加工は可能であるが、電極形状を相手材に転写する形彫り放電加工においては電極消耗に注意する必要がある。そこで、PCDの放電加工特性(特に電極消耗率)について、これまでに得られた研究成果を紹介した。

小径軸付電着ダイヤモンド砥石の放電ツルーイング  
2009年度関西地方定期学術講演会(豊中市)(21.5.13)

○南 久, 渡邊幸司

電着ダイヤモンド砥石は、安価な微細工具として期待されているが、砥粒切れ刃高さを均一に揃えるための適切なツルーイング方法がないため、高精度加工には利用されていない。本研究では突出したダイヤモンド砥粒の先端部だけを選択的に除去する新しい放電ツルーイング法を提案し、その有効性について検討した。ダイヤモンドは導電性がないため、通常の方法では放電加工できないが、加工中に加工油から生成される熱分解カーボンをダイヤモンドの表面に付着させながら加工することで、ダイヤモンド自体を直接放電加工することができた。また、本ツルーイング法を小径の軸付砥石に適用し、加工面粗さを向上させることができた。

#### Development of Computer Generated Hologram for Laser Processing of a High Power Diode Laser

27th International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics (Temecula, USA) (20.10.22)

○萩野秀樹, 他

光ファイバーから出力される高出力半導体レーザー光の強度分布を所望の分布に整形する計算機ホログラムを開発した。本研究では光ファイバーから出力される光を対象にするため、従来のレーザー発振機からの光を整形する素子の設計法が利用できない。今回、素子の

設計方法を新たに考案した。ここでは鉄鋼材料のレーザー焼入れ用の素子を研究目標として取り上げ、素子の設計、製作を行った。はじめにレーザー焼入れ時に焼入れ深さが均一になるようなレーザー光強度分布をについてシミュレーションを利用して求め、その強度分布を実現する素子を設計、製作し、レーザー焼入れ実験を行った。その結果、計算通りに均一な焼入れ深さを得ることができた。

#### 高出力半導体レーザーを用いた焼入れ技術

知財ビジネスマッチングフェア 2008(大阪市)(20.11.26)

○萩野秀樹, 宮田良雄

レーザー焼入れは局部的な処理が可能であり、変形が少なく、被加工物のダメージが小さいということや大気中で非接触な処理であり、電気炉などが不要で加工物の形状の制約が少ないなどの利点や、処理に要する時間も短く、自己冷却による急冷処理となり、冷却剤も不要で、低環境負荷といった特長を持っている。以上から、レーザー焼入れは有効な処理手法である。しかし、レーザー表面処理はまだ十分に普及していない。本発表ではレーザー焼入れの特長を広めるとともに、企業の実製品へのレーザー焼入れの支援に結びつけることを目的として行った。

#### 回折型ビーム整形素子を利用したレーザー焼入れ

第71回レーザー加工学会講演会(東京都)(20.12.9)

○萩野秀樹, 他

これまでに光ファイバーから出力される半導体レーザー光の強度分布を所望の分布に整形する計算機ホログラム(以下CGH)の開発に取り組み、所望の分布への強度分布整形を実現した。本研究ではCGHをレーザー焼入れの焼入れ形状制御に適用した。レーザー焼入れで得られる焼入れ部の断面形状はレーザー光強度分布の影響を受け、一般的には照射部中央において焼入れ深さが深い皿状の形状となる。本研究では、焼入れ深さの均一性を高めることを目標として、最適なレーザー光強度分布をシミュレーションによって求め、その分布に整形するCGHを設計、製作した。実際に製作したCGHを用いてレーザー焼入れ実験を行った。これらの結果について報告した。

#### 回折型ビーム整形素子を利用したレーザー焼入れ

2009年度関西地方定期学術講演会(豊中市)(21.5.13)

○萩野秀樹

レーザー加工では、レーザー光の強度分布が加工品質に

大きく影響し、強度分布を整形することで加工品質を向上させることができる。本研究ではレーザー光の強度分布を所望とする分布に整形できる回折型ビーム整形素子 (CGH) を開発し、応用例として炭素鋼 (S45C) 平板の焼入れ深さ均一化に取り組んだ。実際に CGH を試作してレーザー加工機に搭載し、焼入れ実験を行った。その結果、レーザー光の強度分布を所望とする強度分布に整形することができ、焼入れ深さの均一性も高めることができた。

### 電圧印加による難削材の超精密切削加工

第7回生産加工・工作機械部門講演会(岐阜市) (20.11.22)

○本田索郎, 山口勝己, 足立和俊, 他

ダイヤモンド工具で鉄系材料等の難削材を超精密切削する際、工具の急速な熱化学的摩耗が問題となる。この摩耗は工具-被削材間への通電によってある程度抑制できるが、製作の難しい導電性ダイヤモンド工具が必要になる難点がある。本研究では通常の絶縁性ダイヤモンド工具を用い、工具-被削材間への電圧印加のみで摩耗抑制と仕上げ面性状改善を試みた。多結晶 CVD ダイヤモンド工具による炭素鋼 SS400 の切削では、電圧印加によって工具摩耗が減少するとともに、仕上げ面のむしれ痕が大幅に減少し、粗さが大きく向上した。また、単結晶ダイヤモンド工具による SS400 の切削においても、電圧印加によって仕上げ面性状が大きく改善された。

### 試作金型・小ロット部品を目指した炭素鋼粉末の選択的レーザー焼結法による高硬度造形物の創製

産学官連携推進大会 2008 in 北大阪(大阪市) (20.7.9)

○中本貴之

金属粉末の選択的レーザー焼結法 (SLS 法) は、金型や機械部品などの試作・開発や小ロット生産分野で注目されている。本研究では、SLS 造形物の高硬度化を目的に、炭素鋼粉末を用い、レーザーの照射条件が造形特性に及ぼす影響と、炭素量が造形物の機械的性質に及ぼす影響について検討した。レーザーの照射条件により造形物の高密度化を、また、炭素量の増大により造形物の高硬度化を達成できることがわかった。さらに、試作プレス金型への適用を目指した造形を試み、板材の深絞り試験を行ったところ、鉄系標準粉末による金型に比べて、炭素鋼粉末による金型では耐久性の向上が確認された。

### 軸付電着ダイヤモンド砥石の放電ツルーイング ー導

### 電性皮膜の検討ー

電気加工学会全国大会 2008(東京都) (20.11.27)

○渡邊幸司, 南 久, 他

これまで、軸付電着ダイヤモンド砥石の放電ツルーイングについて検討し、突出したダイヤモンド砥粒の先端部のみを放電加工することで砥粒の切れ刃高さを均一化できることを確認している。本報では、ダイヤモンド砥粒の放電加工に適し、安定した放電ツルーイングが行える導電性皮膜について検討した。その結果、今回実施した成膜条件では、スパッタリングでダイヤモンド表面に Au の導電性処理を行った後、電気めっきでめっき層を 5 μm 以上形成した場合に、導電性被膜の剥離を起こさずに、ダイヤモンドを最も安定して放電加工できることがわかった。

### 放電加工によるダイヤモンド砥石のツルーイング

近畿歯車懇話会第 655 回研究会(和泉市) (21.3.26)

○渡邊幸司, 南 久

電着ダイヤモンド砥石は、ものづくりの現場で広く利用されているが、切れ刃高さを揃えるためのツルーイング法がないため、高精度加工には適用されていない。本研究では、通常では放電加工できないダイヤモンド砥粒を直接放電加工する技術を開発し、電着ダイヤモンド砥石のツルーイングに応用することで、電着砥石を用いた際の研削加工精度を向上させることができた。

### Numerical Analysis on Carbon Concentration Profiles of Gas Carburized Low Alloy Steel under Fluctuating Atmosphere

17th IFHTSE Congress 2008 (Kobe, Japan) (20.10.27)

○水越朋之, 星野英光, 横山雄二郎, 石神逸男, 他

変動する雰囲気条件下での浸炭処理に対しても精度よく処理後の炭素濃度分布が予測できる数値計算モデルの有効性を、工業炉を用いた低合金鋼の処理について検証した。炭素活量および炭素拡散係数に与える合金元素の影響を考慮した本モデルを用いた炭素濃度分布計算結果は、雰囲気条件を意図的に変動させて処理を行った試験片の炭素濃度分布分析結果とよい一致を示した。本モデルは、さまざまな低合金浸炭用鋼の浸炭熱処理プロセス制御に役立てることができると思われる。

### 狭隘部の X 線残留応力測定技術の開発

第 157 回 X 線材料強度部門委員会(京都市) (21.2.20)

○小栗泰造

X線応力測定法は残留応力のもっとも一般的な非破壊測定手法であるが、これを狭隘部(歯車の歯元部等、奥まった領域)の応力測定に適用することは測定原理上難しい。測定領域周辺にある障害物が、X線入射角の広範な変化を妨げるからである。そこで著者らは、X線応力測定法を基礎として、狭隘部の応力測定に対応し得る三種の測定技術—面積変化法、擬似 $\psi$ 角変化法、および二軸傾斜法—を考案した。各手法の原理、効果、および適用条件について説明するとともに、これらを着想する契機となった曲面部X線応力測定の研究について述べた。

**球状バナジウム炭化物白鉄の熱処理による高硬度化**  
日本鑄造工学会関西支部秋季支部講演大会(東大阪市)  
(20.11.13)

○武村 守, 橘堂 忠, 松室光昭, 他

熱処理によって基地をマルテンサイト組織とする球状炭化物白鉄材料の炭素量およびオーステナイト化温度が硬さや熱処理特性におよぼす影響について調査した。炭素量が高く、オーステナイト化温度が高いほど残留オーステナイトが増加し、硬さが低下する傾向があった。また、連続冷却変態線図を作成するとマルテンサイト変態開始温度が低下していることが分かった。これら一連の現象は計算状態図ソフトによる基地中の固溶炭素量の計算値と傾向が一致し、固溶炭素量が多くなるような条件で熱処理をすると上記のような現象が生じるものと考えられた。

**Relationship between Vacuum Carburizing Conditions and Surface Carbon Concentration of SNCM815**

17th IFHTSE Congress 2008 (Kobe, Japan) (20.10.27)

○横山雄二郎, 水越朋之, 石神逸男, 他

温度 1273 K, 時間 1.8 ~ 5.4 ks, 圧力 2.67 kPa のプロパン雰囲気中で低合金鋼 SNCM815 に対して浸炭処理を行い、引き続き圧力 0.133 Pa 以下, 温度 1273 K, 時間 1.8 ~ 21.6 ks の拡散処理を行った。炭素濃度分布の実測値は、解析モデルによる計算値よりも高炭素側にかい離した。浸炭処理のみの試片表面には煤の生成が確認されたため、拡散処理へ移行後もこの煤による浸炭が続いていたとして再計算したところ、実測値と計算値がよく一致した。さらに解析および分析の結果から浸炭時間と拡散時間の比が一定であれば、表面炭素濃度は同じ値を示すことを明らかにした。

**金属間化合物粒子が分散した複合強化アルミニウム材料の開発**

第3回(大阪・兵庫・和歌山地区)非公開型科学技術情報交換会(大阪市)(20.11.19)

○松室光昭

アルミニウム溶湯を攪拌しながら金属粉末を添加する手法により、添加金属のアルミニウム化合物粒子を材料中に分散できる。本手法は粉末冶金法をはじめとする従来のプロセスに比べ、低温かつ簡便に材料作製が可能である。本報告では、添加する粉末としてニッケル、クロム、ジルコニウム、モリブデンなどを選定し、純アルミニウム溶湯に添加することにより、それぞれのアルミニウム化合物粒子を分散できること、および JIS AC8A アルミニウム合金溶湯に種々の量のニッケル粉末を添加し  $Al_3Ni$  の分散率を変化させることにより硬さや耐摩耗性を制御できることなど、これまでに得られている主要な結果をまとめた。

**溶湯攪拌法による金属間化合物粒子強化アルミニウム材料の開発**

大阪府・大阪市連携事業技術情報セミナー(大阪市)  
(21.2.4)

○松室光昭

簡便な溶湯攪拌法を用い、アルミニウム溶湯に従来の SiC をはじめとするセラミックスではなく金属粉末を添加し、溶湯と金属粉末の反応を利用して金属間化合物粒子を生成・分散させるこれまでの試みを紹介する。従来の複合材料の作製方法との比較により本プロセスの優位性を示した後、純 Al 溶湯に Ni 粉末を添加・攪拌した場合について、種々の作製条件が凝固組織や機械的性質に与える影響についてまとめた。さらに、各種合金系へ本プロセスを適用した場合の凝固組織や JIS AC4CH アルミニウム合金に  $Al_3Ni$  を分散した材料の時効硬化熱処理の影響などについても説明した。

**摩擦攪拌技術を利用したものづくり**

産学官連携推進大会 2008(大阪市)(20.7.9)

○平田智丈

摩擦攪拌接合(FSW)は次世代の高品位接合技術として注目されている技術である。しかしながら、その適用例は大部分が2次元接合であり、接合システム構築の困難さから3次元接合での普及はほとんど進んでいない。一方、近年、輸送機器等の構造部材の軽量化という観点から、異種材料や異種金属を組み合わせたハイブリッド構造体が注目されている。摩擦攪拌接合は溶融することなく接合できる技術であり、かつ接合後の重量増加もないので、異種金属の接合法としても今後期待されている。このような背景のもと、摩擦攪

拌接合による3次元接合技術あるいは異材接合技術の確立を目指して遂行した研究内容について報告した。

### Fe/Al 異材摩擦攪拌接合材の接合性に及ぼすアルミニウムの熱的特性の影響

溶接学会秋季大会(北九州市)(20.9.12)

○平田智丈, 田中 努, 森重大樹

次世代の接合技術として注目されている摩擦攪拌接合により, 鋼と種々のアルミニウム合金の異材突合せ接合を試みた。材料は鋼にSS400, アルミに純アルミと5083アルミニウム合金を用いた。摩擦攪拌接合の接合条件が同じであっても, アルミ合金種により接合特性が大きく異なることがわかった。この要因は, 接合界面の組織観察により, 界面に生成した金属間化合物層の影響が考えられた。他の因子も今後検討する必要があるが, 接合温度にのみ注目すると, 同接合条件であっても熱的特性に起因して摩擦攪拌接合時の接合温度に違いが現れ, そのため接合界面反応速度に影響が及び接合特性の違いが現れることが示唆された。

### FSWによるAl/Mg異種金属継手の継手効率向上

日本鑄造学会秋季大会(金沢市)(20.10.26)

平田智丈, ○他

熔融溶接でAl/Mg異種金属接合を行うと突合せ面に硬くて脆い金属間化合物が多量にできて, すぐに割れてしまう。一方, 摩擦攪拌接合では欠陥や金属間化合物の少ない接合が可能である。FSW条件を変えることで, 継手の機械的特性が変わることが今までにわかっているが, それに関わるパラメーターとしてFSW中の温度測定によって入熱がどのように影響しているかを調べた。FSWによるAl/Mgの異種金属接合において, 入熱を制御することにより金属間化合物の生成を抑えることができ, 最高継手強度として継手効率70%近い接合ができた。

### 5052アルミニウム合金とAZ31マグネシウム合金の摩擦点接合

軽金属学会秋季大会(東京都)(20.11.15)

○平田智丈, 森重大樹, 田中 努, 他

FSWは固相接合であるがゆえに異種金属間の界面反応が制御しやすく, アルミニウム合金とマグネシウム合金の異種金属接合法としても期待は高い。しかしながら, 接合界面反応の解明は十分とはいえず, また継手形式の影響も明確になっていない。本研究では, 5052アルミニウム合金とAZ31マグネシウム合金を用いて, 摩擦点接合による接合特性を調査した。5052

を上板, AZ31を下板に配置すると, 接合後わずかな負荷によって破断した。一方, AZ31を上板, 5052を下板に配置して接合すると, 比較的高いせん断荷重が得られた。この違いは接合部の金属間化合物の形成が考えられ, 接合中の温度が影響していることが示唆された。

### 摩擦攪拌接合による鋼/アルミニウム合金接合材の深絞り成形性

塑性加工学会春季大会(京都市)(21.5.31)

○平田智丈, 田中 努, 森重大樹, 白川信彦

アルミニウム合金と鉄鋼材料において摩擦攪拌接合を利用して接合を試みた研究は多々あるが, それらは一軸変形のみの評価が大半であった。そこで本研究において5052アルミニウム合金と亜鉛めっき鋼板のテーラードブランク作製を試みた結果, 適切な摩擦攪拌接合条件を選択することにより, 単軸変形のみではなく二軸変形においても十分信頼性の高い継手を作製することに成功した。エリクセン試験, 円筒深絞り試験によりブランクの成形性は母材同等とまでいかないもののプレス成形も十分可能なレベルに到達していた。

### SS400と5083アルミニウム合金の異材摩擦攪拌接合

若手研究者・院生による研究発表会(吹田市)(21.1.7)

○田中 努, 平田智丈, 森重大樹

高品質な異材接合技術の確立が求められている背景として, アルミニウム合金(Al-Mg系)と一般鋼(SS400)を摩擦攪拌接合装置により接合をし, 接合中の温度測定, 組織観察, 強度試験を行うことで接合特性を評価した。その結果, 接合温度の上昇とともに, 接合界面での金属間化合物相の厚さが増加し, 接合強度は低下した。純アルミニウムでの接合特性と比較すると, 同じ接合条件にも関わらず, 純アルミニウムでは接合温度が低く, 金属間化合物も生成されていなかった。これは, 合金元素添加による熱的特性の変化が影響していると考えられるため, 高品質な接合材を得るためには各合金種での接合温度の制御が重要であることが示唆された。

### 鋼/アルミニウム合金摩擦攪拌接合材における接合界面強度の実験的予測

平成21年度春季全国大会(東京都)(21.4.24)

○田中 努, 平田智丈, 森重大樹

鋼とアルミニウム合金の高品質異種金属接合材の作製を目的として, 接合中に生成する脆弱な金属間化合

物相の制御に着目して研究を行った。具体的には、一般構造用圧延鋼と種々のアルミニウム合金において異種金属摩擦攪拌接合を行い、接合材の金属間化合物相の厚さと接合温度および接合強度との関係性を調査した。化合物相厚と温度の関係では、アルミ合金種による依存性はなく、約 330 °C を基点として異なる傾向を示した。また、化合物相厚と接合強度との関係でも、アルミ合金種の依存性はなく、化合物相厚の減少とともに指数関数的に接合強度は増加した。

#### 5052 アルミニウム合金と AZ31 マグネシウム合金の異種金属摩擦接合特性

若手研究者・院生による研究発表会(吹田市)(21.1.7)

○森重大樹, 田中 努, 平田智丈, 他

近年、鉄鋼材料に代わりアルミニウム合金やマグネシウム合金などの軽金属材料の適用が拡大している。また、異種材料を組み合わせたマルチマテリアル部材も注目されている。しかし、異材接合継手においては金属間化合物の過剰生成が継手強度の低下を招いてしまう。溶融溶接に比べて投入エネルギーの低い摩擦攪拌接合においては、金属間化合物の生成を抑制することが可能といわれているが、それでも金属間化合物の局所的な生成によって継手強度が低下する。本研究では、摩擦点接合によるアルミニウム合金 A5052-H34 材とマグネシウム合金 AZ31B-O 材の異材継手を作製し、アルミニウム合金とマグネシウム合金の異材接合特性を調査した。

#### UBM スパッタ法による積層 DLC 膜のトライボロジー特性

表面技術協会第 118 回講演大会(東大阪市)(20.9.1)

○三浦健一, 他

優れた摩擦および摩耗の両特性を同時に発現させるための積層成膜について検討を行った。ガス流量  $\text{Ar} + \text{CH}_4 = 30 + 1.5 \text{ sccm}$  一定下において、装置制約上の最短周期 12 s での基板バイアス電圧 ON/OFF 成膜を試みた結果、単層膜では正常膜が形成されなかった -300 V において、摩擦特性は 0 V 単層膜に及ばないが、優れた摩耗特性が発現した。そこで、膜中の水素濃度を制御するため電圧 OFF 時の  $\text{CH}_4$  流量の影響について調べた結果、5.5 sccm のとき 0 V および -300 V 単層膜を上回る摩擦・摩耗特性が認められた。すなわち、電圧の ON/OFF だけでなく  $\text{CH}_4$  流量をも制御することで単層膜を超える機能が発現した。

#### UBM スパッタ法 Si-C 膜の密着性および対ガラス不親

#### 和性に及ぼす被覆条件の影響

第 10 回関西表面技術フォーラム(神戸市)(20.12.2)

○三浦健一, 他

Si-C 膜は  $\text{Ar} + \text{CH}_4$  雰囲気下での Si スパッタリングにより超硬合金 FB01 上に形成した。基材との密着性を同程度とするため、基材側での  $\text{Ar}/\text{CH}_4$  流量比を 361/38 に固定して、表面側の流量比を変化させた積層膜を形成したところ、組成比  $\text{C}/(\text{Si} + \text{C})$  が 0.736 以上で良好なガラス離型性が発現した。さらに、表面側の流量比を良好な離型性が得られた 353/46 に固定して、基材側の流量比を変化させたところ、361/38 のとき最も優れた密着性が得られた。得られた Si-C 膜と現行技術の Pt-Ir 膜および DLC 膜をガラスプレス試験に供した結果、Si-C 膜が最も優れた対ガラス不親和性を示すことが確認された。

#### 電析 Ni-W-P 合金めっき電極の水素発生挙動の検討

表面技術協会 第 118 回講演大会(東大阪市)(20.9.1)

○中出卓男, 西村 崇, 横井昌幸, 長瀧敬行

Ni および Ni 合金は、水素発生反応に対して高い電極触媒活性を示すことが知られており、特に Ni-W-P あるいは Ni-Mo-P は、皮膜組成の最適化により白金電極とほぼ同等の水素発生能を示すことが Guojin らによって報告されている。しかし、いずれも無電解めっき法によって作製されたものであるため、検討されている皮膜組成範囲は限られている [Ni-W-P (W: 3 ~ 9at%, P: 5 ~ 13at%); Ni-Mo-P (Mo: 16 ~ 19at%, P: 2 ~ 5at%) ]。各元素による影響をさらに深く調べるため、本報告では、電析法により Ni-W-P 合金めっきを作製し、電極を硫酸水溶液中における水素発生反応への組成の影響を調べた。比較のため、Ni, Ni-W, Ni-P 合金めっきおよび Pt 電極についても評価を行った。

#### 亜鉛-鉄合金ジンケート処理におけるアルミニウム表面の XPS による検討

表面技術協会 第 118 回講演大会(東大阪市)(20.9.1)

中出卓男, 横井昌幸, ○他

アルミニウム合金上のめっき皮膜の密着性を向上させる前処理方法としては、一般に亜鉛置換法が使われている。ジンケート処理は、アルカリ性ジンケート置換液にアルミニウム合金を浸漬することによって置換亜鉛層を形成し、その上に銅めっきやニッケルめっきなどを施す。ジンケート処理では、1 回目の置換亜鉛層を硝酸ではなく離して再度ジンケート処理する方法や置換層を鉄やニッケルなどと合金化することにより、密着性が向上するとされる。しかし、ジンケート処

理については不明な点が多くあり、密着性の改善には置換層と素地との界面構造を明確にする必要がある。我々は、ダブルジンケート処理におけるアルミニウム合金表面を X 線光電子分光装置により調べ、置換層の硝酸はく離処理において不動態膜中へ亜鉛微粒子が取り込まれること、ダブルジンケート処理で不動態膜が溶解し、露出した亜鉛粒子を核として緻密な亜鉛層が析出することを報告した。ここでは、亜鉛-鉄合金ジンケート処理の各工程におけるアルミニウム合金表面を XPS により調べた。

### 環境および資源問題に配慮した耐摩耗セラミックス溶射皮膜

第 3 回 (大阪・兵庫・和歌山地区) 非公開型科学技術情報交換会 (大阪市) (20.11.19)

○足立振一郎

金属製品の耐摩耗用途のコーティング皮膜として、環境および資源問題に配慮した Ti-Al 溶射皮膜を下地皮膜とするアルミナ溶射皮膜を開発した。本皮膜はボール・オン・プレート試験においてクロムめっきより約 9 倍の耐摩耗性が確認された。また、塩水噴霧試験においてクロムめっきが 1 日で基材 (SS400) から赤錆が発生したのに対して、アルミナ/Ti-Al 二層溶射皮膜は 50 日間の長期に亘り基材からの赤錆発生を抑制しており、基材防食性能も高いことが確認された。このアルミナ/Ti-Al 二層溶射皮膜はクロムめっきの代替皮膜などへの適用が期待できる。

### セラミックス溶射皮膜の残留応力

TPS 研究会 (神戸市) (20.11.28)

○足立振一郎

セラミックス溶射皮膜の一例として、プラズマ溶射法により作製したアルミナ溶射皮膜の残留応力を X 線応力測定法により測定することを試み、溶射条件と残留応力の関係について検討した。その結果、アルミナ溶射皮膜には引張り残留応力が認められた。この引張り残留応力は皮膜厚さ、基材予熱温度、溶射材料の粒径により変化した。基材 (JIS 規格 SS400 鋼材) とアルミナ皮膜の熱膨張係数の差異、および溶融したアルミナ粒子が基材上で急冷凝固する際の収縮により引張り残留応力は発生する。一方、過度の残留応力はアルミナ皮膜に亀裂が発生し、その際に応力が開放されることなどを明らかにした。

### Effect of Cold Forming on Low Temperature Plasma Nitriding and Carburizing Characteristics of

### Austenitic Stainless Steel

PSE2008 Eleventh International Conference on Plasma Surface Engineering (Garmisch-Partenkirchen, Germany) (20.9.15)

○榮川元雄, 上田順弘, 他

オーステナイト相の安定度の異なる 2 種類のオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304, SUS316) について、冷間ロール圧延を施した後に低温プラズマ窒化処理および低温プラズマ浸炭処理を施し、基材中の冷間加工組織がプラズマ窒化・浸炭処理特性に及ぼす影響について調査を行った。窒化処理では、冷間加工によりマルテンサイト組織が多く生成した試料ほど厚い窒化層が形成されていた。一方、浸炭処理では鋼種、加工度によらず浸炭層の厚さはほぼ一定であり、基材の加工組織が及ぼす影響は窒化処理と浸炭処理とで全く異なっていた。

### Corrosion Resistance of Low Temperature Plasma Diffusion Treated Austenitic Stainless Steel

PSE2008 Eleventh International Conference on Plasma Surface Engineering (Garmisch-Partenkirchen, Germany) (20.9.15)

榮川元雄, 上田順弘, ○他

オーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304J3) を対象材として、低温プラズマ浸炭・窒化複合処理を施し、表面層の耐食性を評価した。低温プラズマ処理により、ステンレス鋼の表面には硬化層が形成されたが、5% 硫酸水溶液中でアノード分極曲線を測定した結果、最も耐食性に優れていたのは未処理の SUS304J3 基材であった。以下、8 時間浸炭処理、4 時間浸炭+4 時間窒化複合処理、8 時間窒化処理の順に耐食性は劣化した。

### Effect of Solution Treatment Temperature on Case Thickness by Low Temperature Nitriding and Carburizing

PSE2008 Eleventh International Conference on Plasma Surface Engineering (Garmisch-Partenkirchen, Germany) (20.9.15)

榮川元雄, 上田順弘, ○他

3 水準の温度 (1303 K, 1373 K, 1463 K) で固溶化熱処理を施すことにより、 $\gamma$  結晶粒度の異なる SUS304 の基材を作製した。これらについてプラズマ窒化処理および浸炭処理を施し、 $\gamma$  結晶粒度がプラズマ窒化および浸炭処理特性に及ぼす影響について調査を行った。ミクロ組織観察および GDS 分析の結果、高い温度で固溶化熱処理を施し結晶粒径が大きい試料の方が、生成

層の厚さが大きかった。つまり、拡散の優先経路としての結晶粒界の効果は見られなかった。

#### The Effect of Hydrogen and Carbon Implantation Followed by Plasma-Nitriding of Austenitic Stainless Steel 316L on the S-Phase Layer

17th IFHTSE Congress 2008 (Kobe, Japan) (20.10.28)

○榮川元雄, 上田順弘, 他

オーステナイト系ステンレス鋼 (SUS316L) に水素および炭素のイオン注入とプラズマ窒化処理の複合表面処理をほどこし、注入されたイオンがプラズマ窒化特性に及ぼす影響について調査を行った。イオン注入した鋼の表面に形成される窒化層の厚さは未注入品とほぼ同等であった。炭素を注入した鋼ではその後の窒化処理によって炭素が鋼のより深い位置に押し込まれる現象が見られ、窒化による S 相と炭素による S 相の 2 層構造が観察された。

#### Development of Austenitic Stainless Screw with Excellent Toughness and High Surface Hardness

17th IFHTSE Congress 2008 (Kobe, Japan) (20.10.28)

榮川元雄, ○他

近年、木造家屋の耐震補強金具の締結具として焼入鋼からなる木ネジが用いられることが多くなっている。しかし、焼入ネジは韌性に劣るために地震による揺れで破断するおそれがあった。また、木ネジの頭部が腐食されると締結力を失うことから、耐食性の向上に対するニーズもあった。オーステナイト系ステンレス鋼製の木ネジは硬さが低いために堅い木材にねじ込むことができなかつたが、プラズマ浸炭および窒化処理を施すことにより表面硬度の問題を解決し、硬さおよび耐食性に優れた表面層と韌性に優れた芯部とを持つタッピングねじを開発することができた。

#### Duplex Surface Layer of S Phase by Low Temperature Carborizing and Nitriding

17th IFHTSE Congress 2008 (Kobe, Japan) (20.10.28)

榮川元雄, 上田順弘, ○他

オーステナイト系ステンレス鋼に低温プラズマ窒化処理を施すと、表面に硬さと耐食性を兼ね備えた S 相と呼ばれる窒化層を形成することができる。しかしながら、窒化による S 相は深さ方向に対する硬度が急峻に低下する欠点があった。一方、低温プラズマ浸炭処理は深さ方向に対する硬度の低下が比較的穏やかであるが、最表面の硬度が窒化に比べて低い欠点があった。そこで、両者の特長を活かして硬化層の厚さと硬度分

布曲線の改善を図るため、浸炭と窒化を順次施す、低温プラズマ浸炭・窒化複合処理を試みた。

#### Effect of Alloying Elements on Characteristic of S-Phase by Low Temperature Plasma Treatment

17th IFHTSE Congress 2008 (Kobe, Japan) (20.10.28)

榮川元雄, 上田順弘, ○他

オーステナイト系ステンレス鋼に低温プラズマ窒化・浸炭処理を施すことにより、1000 Hk を超える硬さと優れた耐食性を兼ね備えた S 相と呼ばれる表面層を形成することができる。これまで、オーステナイト系ステンレス鋼に添加した Mo や Cu が S 相の生成に及ぼす影響について調査を行ってきた。本研究では、より炭化物や窒化物の生成自由エネルギーの低い、Ti と Nb を添加した鋼について低温プラズマ処理を施し、より硬度の高い表面層の形成について検討した。

#### ダブルポテンシャルステップ法で作製した PtNi 微粒子の電気化学的安定性

表面技術協会第 118 回講演大会 (東大阪市) (20.9.1)

○西村 崇, 横井昌幸, 他

固体高分子形燃料電池の触媒として白金微粒子が用いられるが、高コストであるためその使用量を低減する必要がある。白金の使用を抑える方法として、白金合金触媒の利用が挙げられ、中でも、遷移金属との合金は、酸素還元能が白金より優れており、酸素極への適用が期待されている。しかしながら、遷移金属が溶解するという問題があり、耐食性の点で満足なものが得られていない。これまでに我々は、ポテンシャルステップ法を用いて PtNi 合金微粒子を作製し、耐食性の高い微粒子が得られることを確認している。ポテンシャルステップ法で作製した PtNi 合金微粒子の電気化学的安定性について報告した。

#### ダブルポテンシャルステップ法で作製した Pt 合金微粒子の電気化学的安定性

第 10 回関西表面技術フォーラム (神戸市) (20.12.2)

○西村 崇, 横井昌幸, 他

白金触媒は燃料電池の電極としても注目され、使用量が増加している。しかし、埋蔵量などを考慮すると、その使用量を大幅に低減する必要がある。白金の使用を抑える方法として、白金合金の利用が挙げられ、その中でも、遷移金属との合金は、空気極への適用が期待されている。しかし、遷移金属が溶解し活性が低下する問題がある。これまでに、ダブルポテンシャルステップ法を用いて構造を制御した PtNi 合金微粒子を

作製し、酸素還元特性に優れ、かつ耐食性の高い微粒子が得られることを明らかにした。ダブルポテンシャルステップ法で作製した PtNi および PtCo 合金微粒子の電気化学的安定性について報告した。

### ダブルポテンシャルステップ法で作製した Pt 合金微粒子の電気化学的安定性

電気化学会第 76 回大会 (京都市) (21.3.29)

○西村 崇, 横井昌幸, 他

固体高分子形燃料電池の酸素極として白金と遷移金属 (主にコバルトやニッケルなど) の合金の適用が期待されている。しかし、遷移金属の溶解による活性の低下など、耐食性の点で満足できるものが得られていない。これまでに、ダブルポテンシャルステップ法を用いて構造を制御した PtNi 合金微粒子を作製することを試み、酸素還元特性に優れ、かつ耐食性の高い微粒子が得られることを明らかにした。今回、ダブルポテンシャルステップ法で作製した PtNi および PtCo 合金微粒子の電気化学的安定性を調べ、遷移金属の種類やその含有率による安定性への影響を確認した。

### BMB-4th.2 新機能の紹介

ビジネスマッチングブログ第 6 回オフ会 (東大阪市) (20.7.23)

○中西 隆

原材料高や製品単価の低下など中小企業を取り巻く情勢はますます厳しくなっている。そこで、大阪府では、ものづくりの中小企業者やデザイナーが、技術力や理念をホームページを利用して発信し合うことで新しい連携の機会を提供するホームページサイト (ビジネスマッチングブログ) を開発し、運営を開始した。今回、このサイトに新たに新機能としてページ検索、関連記事連携、閲覧ランキング機能を導入した。これによって過去に書かれた記事でも閲覧される機会を増やし、より効果的に会員のプロフィールを発信することができるようになる。さらにランキング機能によって会員が記事を投稿する動機付けとなることを狙っている。オフ会では、会員向けにこれらの機能の使い方と目的を紹介した。

### 大阪府のものづくり支援コミュニケーションサイト【BMB】

関西オープンソース 2008 (大阪市) (20.11.8)

○中西 隆, 袖岡孝好, 他

ビジネスマッチングブログ (BMB) は、中小企業者がブログを通して自社の特徴や経営理念を発信し合う

ことで信頼関係を築き、ビジネス上の連携につながることを目指したインターネットサイトである。このような予測が難しい人間活動を対象とした事業では、サイトの設計-構築 (ソフトウェア開発) -実施というプロセスは向いていない。BMB ではオープンソース (OSS) の CMS (コンテンツマネージメントシステム) である Geeklog をベースとすることにより短期間でサイトを立ち上げ、効果を検証しながらその都度必要な機能を追加するというサイト開発プロセスを採ってきた。これによって、少人数のスタッフでサイト開発からコミュニティ運営までを行う、コンパクトで効果的な事業として継続できている。本発表では、OSS をベースとして開発を継続することで事業に合わせて等身大に成長させてきた BMB サイトの開発プロセスについて紹介した。

### 筋・腱直結型電動義手の研究

産技研技術フォーラム (和泉市) (20.7.18)

○朴 忠植, 谷口正志, 北川貴弘, 他

2006 年度共同研究「感覚フィードバック型電動義手の研究」および 2006 年度先行研究「電動義手用人体インターフェイスの研究」の成果として、人体への感覚のフィードバックを可能とする電動義手のシステム構成、試作した実験装置および実験結果について報告した。

### 段差乗り越え機能を有するカートの開発

産技研技術フォーラム (大阪市) (20.7.18)

○朴 忠植, 北川貴弘, 中谷幸太郎, 崔 鎮圭, 他

文部科学省知的クラスタ創成事業「ヒューマン・エルキューブ産業創成のための研究プロジェクト」の研究課題「クリニカルパスに基づく在宅酸素療法患者の看護支援システムの創成」の一部として、大阪府試験研究機関提案型調査研究事業の研究成果を利用した段差機能付き酸素カートについて報告した。

### 府立産技研メカトロニクス分野研究の RT 一歩行支援のための段差乗り越え技術と微細加工における高精度位置決め技術

第 26 回日本ロボット学会学術講演会我が研究室の RT セッション (神戸市) (20.9.11)

○朴 忠植, 北川貴弘, 中谷幸太郎, 崔 鎮圭, 杉井春夫

歩行機能の低下した高齢者が利用する歩行補助車に関して、従来の歩行補助車では困難であった前輪の段差乗り越えを容易にする乗り越え機構および在宅酸素療

法患者の QOL 向上を目的とした酸素カートへの応用例, およびパラレルメカニズムを顕微鏡下に設置するステージに適用することを想定し, 絶対位置決め精度を向上させるための機構パラメータのキャリブレーション方法について, メカトロニクス分野の 2 件のシーズ技術について紹介した。

### Cultivation History Entry System for Agricultural Products

ITC-CSCC2008 the 23rd International Technical Conference on Circuits/Systems, Computers and Communications (Shimonoseki, Japan) (20.7.8)

○新田 仁, 竹田裕紀, 他

日本の農薬取締法は非常に複雑であり, 農業生産者がこの法のすべてを理解するのは至難の業である。この問題を解決するために, 「農作物栽培履歴入力システム」を開発した。このシステムを使用することによって, 完全に農薬取締法を理解していない農業生産者でさえ, 農薬取締法を遵守した農作物の栽培を実践することが可能になる。このシステムは AJAX(Asynchronous JavaScript + XML) 技術の採用によって, 改良されたユーザビリティを備える。この技術は, 画面遷移を伴わないサーバアクセスを可能にするので, このシステムは応答性能と視認性において農産物に関する過去のシステムより優れている。

### フォークリフトが段差を乗り越える場合の振動衝撃について

日本包装学会第 17 回年次大会 (神戸市) (20.7.3)

○高田利夫, 寺岸義春, 岡市 敏, 津田和城, 中嶋隆勝, 森岡亮治郎

振動試験の加速度より 1 桁大きい加速度の正弦半波の衝撃を数回加えると製品のハザードを再現できることがある。そこで, フォークリフトが段差のある場所を乗り越えた場合に発生する振動衝撃を測定したところ以下のことがわかった。作用時間は 1 msec 以下であるが振動試験で行われる加速度と比較して 2 桁以上大きい加速度がパレットの鉛直方向に発生して, 貨物にも作用時間が 1 msec 以上で 1 桁以上大きい加速度を発生し, 段積みされた貨物では上段より下段の方が大きい加速度を生じる。また, フォークリフトの平均速度が速い程大きい加速度になり易く, 積載重量が重い程, 段差による影響を受けにくい。

### QOL の定量化に関する調査研究

産技研技術フォーラム (大阪市) (20.7.18)

○木村裕和

人の QOL(生活の質)を客観的に評価することによって, より水準(質)の高い生活の具現化や QOL 向上のための生活習慣改善提案が可能になる。現在, 共同研究において福祉を工学的観点から支援するための QOL 定量化について検討を進めている。今回, 主観的概念の定量化項目の選定方法ならびに客観的観点から ADL(日常生活動作)をベースにした QOL 指標構築に関する議論の内容を紹介した。

### 静的荷重に対するロングパイル人工芝の回復挙動

第 17 回繊維連合研究発表会 (奈良市) (20.8.28)

○木村裕和, 山本貴則, 北野美代子, 他

サッカー競技場に施工されているタフトッドロングパイル人工芝を対象に静的荷重に対する特性を調べた。試料には 5 種類の人工芝を用いた。パイルの材質は 4 種類がポリエチレンで, 1 種類がポリアミドである。静的荷重に対する厚さ回復性は, ポリエチレン製の試料では単位面積当たりのパイル質量が大きく, ステッチ数の多いものほど良好な結果を示した。また, ポリアミドの試料は, ポリエチレン製の試料より回復速度が速いことがわかった。さらに, いずれの試料も指数関数的な回復挙動を示し, これらはフォークト要素から得られる指数関数によって近似でき, 遅延時間の短い試料と長い試料に分類できることがわかった。

### 貨物共振振動数の変化が振動試験精度に及ぼす影響

第 17 回日本包装学会年次大会 (神戸市) (20.7.3)

○中嶋隆勝, 津田和城, 他

段ボール包装貨物などの輸送振動に対する耐久性の評価精度向上をめざし蓄積疲労振動試験システムを開発した。本研究では, ダミー DVD 入り段ボール包装貨物を試料とし, 開発システムの手順に従って振動試験の共振条件を導出した。その結果, 入力振動により貨物の共振振動数がシフトし, その結果, 振動試験の精度が著しく低下することを見いだした。さらにその対策として, 貨物から内部の製品を取り出した状態(製品単体)で本試験を実施する方法を考案した。考案法により目標とする蓄積疲労スペクトルを正確に供試品内部に加えることができ試験精度が向上することがわかった。

### 事故防止のための蓄積疲労振動試験システムの開発

#### — 振動試験の精度が向上しクレームが削減 —

テクノパワー 2008 in Osaka「ものづくり日本! 関西の技!! -ORD-」(大阪市) (20.8.4)

○中嶋隆勝, 津田和城, 他

振動試験は、製品出荷前に安全を確認する試験である。企業の社会的責任に対する要求が高まる中、振動試験は、多くの企業にとって必要不可欠な試験である。試験の対象品は、一般に、輸送振動で損傷する可能性のある製品、車両搭載機器・部品などである。開発した蓄積疲労振動試験システムにより、振動試験の加振条件が自動的に導出でき、その結果、試験精度が向上する。そして、振動耐久性に関する技術的知見も得られる。今後、各社・各製品の事情にあった適切な加振条件(試験条件)を導出する技術支援サービス(受託研究または依頼試験, 設備利用)を提供し、振動が原因となる破損事故防止に貢献していく。

#### 「包装貨物振動試験の基礎から応用まで」－蓄積疲労振動試験システムが利用可能になりました－

産技研技術セミナー(大阪市)(20.10.7)

○中嶋隆勝

多くの企業において、製品出荷後の破損トラブルを未然に防ぐために振動試験が行われているが、企業倫理・社会的責任の徹底が進められる中、振動試験の重要性はさらに高まる傾向にある。そこで、振動試験の専門用語の説明、包装貨物振動試験方法の紹介および注意事項の説明、蓄積疲労振動試験システムの紹介をした。蓄積疲労振動試験システムは、産技研での研究成果を基にIMV(株)と共同開発した最新振動試験システムであり、製品や物流に応じた適切な試験条件が導出できる特徴を有する。今年度より、設備開放などでの利用が可能となった。

#### 蓄積疲労振動試験システムによる振動条件の導出と評価精度の向上－非線形振動伝達にまつわる問題点の顕在化－

エスペック信頼性ソリューションフォーラム 2008  
カーエレクトロニクス市場の拡大による信頼性課題と市場故障現象に基づいた評価方法の紹介(東京都)(20.11.4)

エスペック信頼性ソリューションフォーラム 2008  
カーエレクトロニクス市場の拡大による信頼性課題と市場故障現象に基づいた評価方法の紹介(大阪市)(20.11.19)

○中嶋隆勝

企業の安全や安心に対する社会的ニーズの高まりとともに、振動耐久性を検証する重要性も高まりつつある。一方で原油・鉄鋼価格の高止まりなどから、積極的なコストダウンが必要となり、新たな取り組みが求

められている。しかし従来の振動試験方法は合否判定をベースとしたものが多く、高い評価精度を追求した試験方法は少ない状況だった。開発した「蓄積疲労振動試験システム」は、製品・部品などの非線形振動伝達にまつわる問題点を顕在化することが可能となり、試験精度そのものを向上させることができる。本講演では、顕在化された問題点を紹介すると共に、振動試験の評価精度の向上について蓄積疲労スペクトルを用いて定量化できる。

#### 破損部位別損傷境界曲線による製品改良指針の作成方法

第46回全日本包装技術研究大会(千葉市)(20.12.9)

○中嶋隆勝

一般的に、製品設計の後、衝撃強さ試験が行われ、その結果を基に包装設計が行われる。衝撃強さ試験を規定する公的規格には、JIS Z 0119「包装及び製品設計のための衝撃強さ試験方法」がある。この規格はR. E. Newtonにより考案された、製品の許容速度変化と許容加速度を調べた後、損傷境界曲線を導出する方法が採用されている。これまでに、損傷境界曲線をさらに高精度で評価する方法、簡易に損傷境界曲線を導出する方法などを提案してきた。本研究では、JIS Z 0119とほぼ同じ手順で破損部位別に損傷境界曲線が導出できる評価法を用いて、製品の改良指針を作成する方法を提案した。

#### 褥瘡予防寝具の性能と人体の体組成率との関係

産技研技術フォーラム/第3回応用福祉工学シンポジウム(大阪市)(20.7.18)

○山本貴則, 片桐真子, 木村裕和, 他

優れた性能を有する安価で汎用性の高い褥瘡予防寝具類の提案を目的として、高齢被験者を用いて代表的な褥瘡予防寝具に仰臥したときの人体仙骨部における接触圧や皮膚組織血流量と人体の体組成率との関係について検討を行った。その結果、人体仙骨部の接触圧ならびに皮膚組織血流量は、ベースマットのような寝具ではヒトの皮下脂肪率や体脂肪率によって変化することがわかった。以上の結果より、使用者にとって褥瘡予防に優れた寝具の設計・開発においては、高齢者の仙骨部における接触圧や皮膚組織血流量とともに皮下脂肪率などの身体状況についても考慮する必要がある。

#### 褥瘡予防寝具の圧縮特性と人体仙骨部における接触圧の関係

第 17 回繊維連合研究発表会 (奈良市) (20.8.29)

○山本貴則, 片桐真子, 木村裕和, 他

安価で汎用性の高い褥瘡予防寝具の提案を目的として, 褥瘡の最好発部位である人体仙骨部の接触圧と皮膚組織血流量との関係について検討してきた。本研究では, 非破壊型圧縮試験器を用いて, 代表的な静止型マットレスの圧縮特性を測定し, 人体仙骨部の接触圧との関連性について検討した。その結果, 加圧子の直径 6.0 cm の場合では初荷重における厚さから荷重 5 分後の厚さから求めた厚さ減少量と人体仙骨部から得られた接触圧との関係がほぼ直線的に接触圧が減少していることがわかった。すなわち仙骨部における接触圧と褥瘡予防寝具の圧縮特性との間には, ある特定の測定条件において, 良好な関係性が成立するものと考えられ, 圧縮特性に関する適切な測定条件と評価手法を確立した上で, 褥瘡予防寝具の性能を明らかにすることが重要である。

#### 褥瘡予防寝具の性能とその官能評価

第 10 回日本感性工学会大会 (東京都) (20.9.9)

○山本貴則, 片桐真子, 平井 学, 木村裕和, 他

褥瘡 (床ずれ) 予防を目的とした寝具 (マットレス) は主に体圧の分散性を考慮して設計, 開発されている。しかし, 褥瘡予防寝具の性能を評価する方法は確立されておらず, また, 素材の硬さや質が多様多様であり, 寝心地がよくないなどの問題点がある。本研究では, 優れた性能を有する安価で汎用性の高い寝具の設計と開発を目的として, 代表的な静止型マットレスに仰臥したときの人体仙骨部における接触圧と皮膚組織血流量を測定した。さらに仰臥位における官能評価を行い, 褥瘡予防寝具の性能との関係について検討した。その結果, 褥瘡今回行った実験から得られた接触圧の範囲においては, 官能評価に有意な差は認められなかった。優れた性能を有する褥瘡予防寝具を設計開発するためには, 幅広い接触圧領域において官能評価との関係を検討する必要がある。

#### 加圧チャンバを用いた人体各部位の皮膚組織血流量測定

平成 21 年度繊維学会年次大会 (東京都) (21.6.11)

○山本貴則, 木村裕和, 片桐真子, 平井 学, 他

褥瘡 (床ずれ) は, 持続的圧迫による人体局所の虚血性皮膚壊死である。そこで, 今回は加圧チャンバを用いて皮下脂肪などの軟部組織が少なく, 比較的骨が突起した仙骨部や膝部などの部位を強制的に加圧し, そのときの人体の局所に加わる圧力 (接触圧) と加圧

部位における皮膚組織血流量の変化について検討した。その結果, 仙骨部の皮膚組織血流量は接触圧の上昇に伴って減少した。すなわち, 仙骨部では外部からの強制的な圧力によって皮膚組織血流量は阻害されているものと考えられる。また, 仙骨部, 膝部の皮膚組織血流量は, 加圧に伴って減少していることから, 仙骨部ならびに膝部では, 強制的に加わる圧力に対して同じような変化を示すものと考えられる。

#### ミリ波帯域におけるカーボンナノコイルシートの電磁波吸収特性

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」成果発表 (和泉市) (20.11.13)

○田中健一郎, 野坂俊紀, 他

スチレン系エラストマの溶液中に CNC を超音波分散し, 0.5 mm, 1.6 mm, 3.0 mm の各厚みを持つ CNC 濃度 5wt% の複合材シートを作製した。各シートの複素誘電率を同軸管法および自由空間法により測定した。SEM による表面観察より, CNC は樹脂中でほぼ均一分散していた。各サンプルの測定結果より, シート厚みを制御することで 0.7 ~ 110 GHz の任意の周波数で 20 dB を超える電磁波吸収を示すことが分かった。とくに厚みが 1.6 mm のサンプルにおいては, 100 GHz で 20 dB を超える電磁波吸収特性を得られており, シート厚みを変えることでミリ波帯全域にわたって良好な吸収体となることが確認できた。

#### ストレス評価指標構築のための基礎的研究

産技研技術フォーラム (大阪市) (20.7.18)

片桐真子, ○他

ストレスが蓄積されると, 作業効率の低下や誤作動にとどまらず, うつ病に示されるような精神的疾患を引き起こす可能性が生じ, そのために長期的な治療を余儀なくされるなど社会的問題になっている。このような現状をふまえ, 労働現場などではメンタルヘルスケアの取り組みが実施され始めている。しかしながら, ストレスを評価する客観的指標の構築は未だ確立されていないため, 評価基準が不明瞭になる。本研究では, 生体信号からストレスの客観的評価指標を構築するため, 脳波計測および音声解析によりストレス状態と安静状態の差異を見出すことを目標としている。

#### ストレス評価指標構築のための基礎的研究

第 6 回生活支援工学系学会連合大会 (宇部市) (20.9.17)

片桐真子, ○他

うつ病に代表されるような精神的疾患を引き起こ

す要因のひとつとして、ストレスに注目されるようになって久しい。ストレスの蓄積は、作業効率の低下や誤操作など日常生活におけるミスを増大を招き、このような状態が改善されなければ、精神的疾患から長期の療養を余儀なくされる、といった負の連鎖につながる。しかしながら、ストレスを評価する客観的な指標は、未だ確立されていないのが現状である。本研究では、生体信号からストレスおよび心理療法効果の客観的評価指標を構築するため、音声解析を中心に脳波計測と心拍変動解析によりストレス状態と安静状態の差異を見出すことを目標としている。

### 音響解析による共振現象検出システムの開発 (第3報)

日本包装学会第17回年次大会(神戸市)(20.7.3)

○君田隆男, 中嶋隆勝

振動試験時に現場で簡単に製品の共振現象を検出する手法として、音響解析による手法を考案し、開発を進めている。本手法は、振動試験供試品の共振時に発生する音を解析することで、供試品の共振振動数を検出する手法である。音響解析手法として時間波形からのピーク間隔抽出手法を取り上げ、解析の自動化を軸に検討した内容について紹介した。本手法を用いて、板材の共振振動数の検出を行った結果、複数の共振振動数を弁別して検出することができた。また、パラメータを視覚的に確認しながら、簡単な入力操作だけで共振振動数検出までを自動的に行うことができるプログラムを作成し、その有効性を明らかにした。

### 音響解析による共振現象検出システムの開発 –ピーク間隔抽出による解析の自動化–

産業技術連携推進会議情報通信・エレクトロニクス部会 情報技術分科会第2回音・振動研究会(岡山市)(20.10.30)

○君田隆男, 中嶋隆勝

振動が原因となる損傷事故の未然防止や、製品の輸送包装方法の改善に役立つシステムの開発を目指し、音響解析による共振現象検出法を考案し、研究を進めている。考案法は、振動試験供試品から発生する音を解析することで、供試品の共振振動数を検出するものである。振動試験現場で簡単かつ正確に、製品の共振現象を検出することを目的としている。音響解析手法として時間波形からのピーク間隔抽出を取り上げ、解析の自動化を軸に検討した内容を紹介した。解析手順とプログラムの説明、検証実験とその結果を紹介し、現段階で得られた成果と抱えている技術的な課題について報告した。

### 製品の共振現象を音響解析により検出する方法

知財ビジネスマッチングフェア2008(大阪市)(20.11.26)

○君田隆男, 中嶋隆勝

製品振動時に発生する特徴的な音(ガタつき音など)を計測解析することで、製品の共振現象を検出する方法に関する特許は、振動計測による従来法に比べて、より簡単に共振現象を検出できることが利点としてあげられる。輸送中の製品損傷事故の防止や輸送包装設計の改善に活かせるツールの開発を目標に、現在も研究を進めている。特許については、以前の先行研究で出願していたものであるが、最新の研究成果を交えて紹介し、実用化のパートナー探しや、用途展開の可能性を探る。

### 音響解析による共振現象検出システムの開発 (第5報)

#### –検出手法の自動処理システムの構築–

第46回全日本包装技術研究大会(千葉市)(20.12.9)

○君田隆男, 中嶋隆勝

振動が原因となる損傷事故の未然防止や、製品の輸送包装方法の改善に役立つシステムの開発を目指し、音響解析による共振現象検出法を考案し、研究を進めている。考案法は、振動試験供試品から発生する音を解析することで、供試品の共振振動数を検出するものである。現場で簡単かつ正確に、製品の共振現象を検出することを目的としている。音響解析手法として時間波形からのピーク間隔抽出を取り上げ、解析の自動化を軸に検討した内容を紹介する。板材の共振検出実験を行った結果、従来法とほぼ同様の検出結果が得られただけでなく、同時に発生した複数の異なる共振振動数を区別して検出することができた。

### 貨物の段積みの影響を考慮した振動試験条件の導出

日本包装学会第17回年次大会(神戸市)(20.7.3)

○津田和城, 中嶋隆勝, 他

これまでに、製品への振動伝達を考慮できる蓄積疲労振動試験システムを開発してきた。このシステムには、段積み貨物の各段の蓄積疲労スペクトルを計測・解析する機能があるものの、その効果については実験的に十分検討されていなかった。そこで5段積みした貨物を用いて振動実験を行い、その効果について検討した。その結果、段積みにより各段の蓄積疲労スペクトルが明らかに異なることが確認された。次に各段の蓄積疲労スペクトルの包絡線を目標として、段積みの影響を考慮した試験条件の導出を試みた。その結果、高い振動数帯では目標と一致しないものの、低い振動

数帯 (70 Hz 以下) ではほぼ一致する試験条件を導出できることを示した。

### 赤外線と超音波を用いた人体追尾ロボット

産技研セミナー (大阪市) (20.12.9)

○井上幸二

超音波を用いて物体の位置を検出し、赤外線を用いてその物体が人体かどうかを判別する小型システムを開発した。また、そのシステムを小型の移動車両に搭載し、人体を追尾するロボットを開発した。半径 2 m, 中心角  $\pm 45$  度の扇型の範囲の人体を検出でき、距離 30 cm を保つように追尾する。障害物があれば避けることができる。講演では検出システムの概要とロボットの動作についてビデオを交えて紹介した。

### Cr-O 薄膜ストレインゲージを用いた柔軟な触覚センサの開発

第 3 回 (大阪・兵庫・和歌山地区) 非公開型科学技術情報交換会 (大阪市) (20.11.19)

○日下忠興

触覚センサはロボットなどの人工物が人間や物体と接触する接点として様々な機能が要求される重要かつ不可欠なセンサであり、把持力や滑り検出が可能で柔軟な分布型触覚センサの開発を目標に凸型シリコン樹脂と高感度なひずみ検出用 Cr-O 薄膜を組み合わせた新しい柔軟な触覚センサを提案し開発を進めている。これまでに、センサ上面に対して、接線方向に作用する力の面内方向と大きさが検出できること、回転力が作用するときの力検出が可能であることが判明した。

### ポリイミドフィルム基板を用いた TaAl-N 薄膜真空センサの評価

第 49 回真空に関する連合講演会 (松江市) (20.10.29)

岡本昭夫, ○他

ピラニ真空計に用いられている白金細線よりも抵抗温度係数の大きなセンサ材料として TaAl-N 複合薄膜を開発し、真空圧力センサの試作評価を行っている。これまでに、基板として厚さ 25  $\mu\text{m}$  のポリイミドフィルムを用いることにより大気圧から  $10^{-4}$  Pa 台までの広い圧力範囲において真空計測が可能となることを示した。今回、より高感度な真空圧力センサを目指して、より薄く耐熱性に優れた、厚さ 5  $\mu\text{m}$  のポリイミドフィルムを用いることを検討した結果、このフィルム厚においても TaAl-N 薄膜を用いた小型熱伝導型真空圧力センサの試作が可能であることがわかり、ポリイミドフィルム厚さや薄膜センサ感応部形状の違いによるセ

ンサ特性の違いなどについて報告した。

### Ta-Al 合金ターゲットを用いて反応性スパッタ法により作製した窒化物薄膜の特性

第 49 回真空に関する連合講演会 (松江市) (20.10.29)

岡本昭夫, ○他

ピラニ真空計の白金細線に代わるセンサ材料として抵抗温度係数 (TCR) の大きな TaAl-N 薄膜を開発しており、Ar/N<sub>2</sub> 流量比やターゲット組成の Ta/Al 比によって、TaAl-N 薄膜の比抵抗や TCR をある程度コントロールできることがわかっている。今回は、薄膜の諸特性の再現性及び生産性向上を図るため Ta-Al 合金ターゲットを用いた。また、その組成比は、TaAl-N 薄膜を真空センサ等に用いるための駆動回路との適合性のよい抵抗値を実現するため、より Al 組成の大きいものとした。このターゲットを用いて作製した TaAl-N 薄膜について、窒素分圧等の作製条件と電気特性との関連性について検討した結果について報告した。

### Effect of Doping on Optical and Electrical Properties of CuScO<sub>2</sub> (0001) Epitaxial Films

4th Vacuum and Surface Sciences Conference of Asia and Australia (VASSCAA-4) (Matsue, Japan) (20.10.28)

○笥 芳治, 佐藤和郎, 他

PLD 法を用いて、CuScO<sub>2</sub> 薄膜の導電性の制御を目的として、Sc サイトに 2 価のカチオンである Mg をドーピングしたエピタキシャル薄膜を作製し、ホール効果測定によるキャリア密度およびホール移動度を評価した。その結果、Mg をドーピングするとキャリア密度の増加が見られたが、ホール移動度は減少した。この原因として、Mg ドーピングにより薄膜の a 軸長 (結晶の Cu-Cu 間) が増加したため、Cu 原子間の相互作用が減少し、キャリアの移動が妨げられたことが考えられる。そこで、Sc よりもイオン半径の小さい Cr を一緒にドーピングすることで、薄膜の a 軸長の減少を試みた結果、ホール移動度を含めた電気特性の改善がみられた。

### RF マグネトロンスパッタ法により作製された Cr-N 薄膜の電気特性 - 窒素流量比依存性 -

第 56 回応用物理学関係連合講演会 (つくば市) (21.3.30)

○笥 芳治, 佐藤和郎, 他

高硬度で優れた耐食性や耐摩耗性を有する窒化クロム (Cr-N) は、2 種類の結晶構造において窒素含有量の異なる不定比の Cr-N の存在が知られている。今回、

RF マグネトロンスパッタ法を用いて、窒素流量比を変化させて酸化膜付き Si(100) 基板上に窒素含有量の異なる Cr-N 薄膜を作製し、主に電気特性の評価を行った。その結果、作製した Cr-N 薄膜の室温における電気抵抗率は、窒素流量比の増加とともに急激に増加するが、10% を超えると減少傾向を示した。これは、膜中に取り込まれた過剰窒素によりキャリアが生成されたことが原因であると考えられる。

### ZnO-SnO<sub>2</sub> 薄膜の電気および光学特性の真空アニール効果 (II)

第 69 回応用物理学学術講演会 (春日井市) (20.9.2)

○佐藤和郎, 寛 芳治, 村上修一, 岡本昭夫, 森脇耕介

ZnO-SnO<sub>2</sub>(ZTO) 薄膜は可視光領域で高い透過率を示すと同時に電気導電性も有するため、次世代の透明導電膜材料として研究されている。しかし、他の透明導電膜に比べて電気抵抗率は高く、その低減が応用に向けての課題となっている。本研究では、成膜時の基板温度を変化させた ZTO 薄膜に対して真空アニール処理を行い、電気および光学特性に与える効果を調べた。ZTO 薄膜は RF マグネトロンスパッタ法により石英基板上に成膜した。成膜後、真空中で 500-580 °C、20 分間ポストアニール処理を行った。その結果、真空アニール処理により電気抵抗率はいずれの基板温度で成膜した試料も減少することがわかった。

### RF マグネトロンスパッタリング法により作製した Cr-N 薄膜の電気特性の温度依存性

第 56 回応用物理学関係連合講演会 (つくば市) (21.3.30)

○佐藤和郎, 寛 芳治, 宇野真由美, 他

Cr-N 薄膜は、高い硬度を持つと同時に耐摩耗性、耐腐食性にも優れることから、切削工具などのコーティング材料として使用されている。我々の研究グループでは、Cr-N 薄膜の電気特性に着目し、新規のセンサ材料としての可能性を探索することを目的として研究を行ってきた。本研究では、RF マグネトロンスパッタリング法により、膜厚 500 nm の酸化膜付き Si 基板上に作製した Cr-N 薄膜の電気抵抗率の温度依存性を調べた。ターゲットには Cr(純度 99.99%)、スパッタガスとしては Ar と N<sub>2</sub> の混合ガスを用いた。作製した薄膜の評価方法としては、XRD 測定、電気抵抗の温度依存性の測定を行った。

### MEMS 技術を用いた新規センサの開発センサ

エキスポジャパン 2009 次世代センサフォーラム 展示コーナー (東京都) (21.4.8)

○田中 恒久, 井上幸二

マイクロデバイス開発支援センターが保有する装置や技術などの支援機能のアピールを行う。また、多くの国プロ等の研究成果である超音波センサや赤外線センサなどのデバイスとシステムのポスターと実物の展示を行った。

### Fabrication of Poly(3-hexylthiophene) Field-Effect Transistors with Poly(methylsilsequioxane) Gate Dielectrics on Plastic Substrates

2008 the 15th International Workshop on Active-Matrix Flatpanel Displays and Devices (Tokyo, Japan) (20.7.2)

村上修一, ○他

今までに我々は有機半導体として poly(3-hexylthiophene), ゲート絶縁膜として poly(methylsilsequioxane) を用いてガラス基板上にトップコンタクト & ボトムゲート型有機 FET を作製し、良好なトランジスタ特性を得ている。今回、フレキシブルなポリカーボネート基板上に同様に有機 FET を作製しトランジスタ特性を評価したところ、ガラス基板上の有機 FET と比較してオフ電流が増大しオンオフ比が 2 桁以上低下した。ポリカーボネート基板に含まれる酸素、水分が主原因と考えられ、真空中で適切な熱処理を行うことによりトランジスタ特性の改善ができた。また、ポリカーボネート基板を撓ませてもトランジスタ特性に大きな影響がないことも確認した。

### MEMS 技術によるマイクロセンサデバイスの開発

産学官連携推進大会 2008 in 北大阪 (大阪市) (20.7.9)

○村上修一

当所では、マイクロデバイス開発支援センターを設置し、フォトリソグラフィを主とした微細加工技術と機能性薄膜作製技術を組み合わせ、一般企業への技術支援、マイクロセンサデバイスの開発を行っている。現在開発を進めている赤外線センサ、音響センサなどの紹介を通じて MEMS に関する技術シーズの詳細を述べる。さらに今までの実用化事例として流量センサ、圧力センサを採り上げ紹介した。

### 高誘電率ポリシルセスキオキサンゲート絶縁膜を用いたポリマトランジスタの作製と評価

第 69 回応用物理学学会学術講演会 (春日井市) (20.9.2)

村上修一, ○他

有機薄膜トランジスタ (OTFT) の低コスト化、フレ

キシブル化において溶液プロセスで塗布が可能なゲート絶縁膜は特に重要である。これまでに、プラスチック基板への製膜が可能な低温硬化型のポリメチルシルセスキオキサン (PMSQ) ゲート絶縁膜を開発し、トランジスタ特性の評価を行ってきた。今回、トランジスタ特性の向上のために、極性の大きいシアノ (CN) 基を側鎖に導入することで PMSQ(CN-PMSQ) の高誘電率化を実現した。同 CN-PMSQ をゲート絶縁膜として用いて OTFT を試作しトランジスタ特性を評価したところ、駆動電圧の低減化が可能であることがわかった。

### ポリフルオレン $\beta$ 相薄膜の電場変調スペクトルの電界強度依存性

第 69 回応用物理学会学術講演会 (春日井市) (20.9.2)

村上修一, ○他

poly(9, 9-dioctylfluorene)(F8) は  $\pi$  電子共役で主鎖を構成する一次元有機高分子で、近年、有機発光素子における青色発光材料として注目されている。F8 は製膜条件によりアモルファス相、結晶相、 $\beta$  相と異なる相を形成し、今回は 3 相でもとりわけ蛍光量子収率の高い  $\beta$  相に着目した。キャスト法により  $\beta$  相の F8 薄膜を製膜し、電場変調 (EA) スペクトル測定を行った。その結果、EA スペクトルにおいて光吸収スペクトルのエネルギー一次微分に対応する対応するピークが現れ、信号強度が電界強度の 2 乗に比例する励起子の Stark 効果が見られるなどの知見が得られた。

### 強誘電ポリマー P(VDF/TrFE/CTFE) 薄膜の作製と赤外線センサ応用への検討

第 56 回応用物理学関係連合講演会 (つくば市) (21.3.30)

○村上修一, 宇野真由美, 佐藤和郎, 櫻井芳昭, 他

これまでに、熱 (非冷却) 型に分類される誘電ポロメータ型赤外線センサの開発を行っている。このセンサは赤外線入射による赤外線受光部の微小な温度変化をセンサ材料の誘電率変化として捉え赤外線を検知する。したがって、センサの作動温度である室温付近で誘電率温度係数 (TCD) が高いことがセンサ材料に求められる。また、赤外線受光部の熱容量低減化などからセンサ材料の薄膜化も重要なポイントである。今回、センサ材料として、室温付近で高い TCD を示すことが期待できる VDF/TrFE/CTFE 共重合体の薄膜化を試みた。同薄膜の誘電率温度依存性等の電気特性から誘電ポロメータ型赤外線センサのセンサ材料として有望であることがわかった。

### Low Temperature Thermal Conductivity of Nubrene Single Crystals

International Symposium on Organic Transistors and Functional Interfaces (Iwanuma, Japan) (20.8.20)

宇野真由美, ○他

分子単結晶等の数 100  $\mu\text{m}$  角程度といった非常に微小な試料の熱物性を測定可能な MEMS デバイスを開発した成果を用い、室温付近から極低温の領域でルブレン単結晶の熱伝導率測定を行った。気相成長したルブレン単結晶の熱伝導率は、5 ~ 10 K の領域で鋭いピークを示したため、フォノンの散乱が小さく非常に高純度の結晶が得られていることが明らかになった。液相成長したルブレン単結晶は、このピークがなだらかなり、不純物やディフェクトが局在することがわかった。これまで微小結晶の純度評価の手段がなかったが、今回の結果と、FET 特性、ホール効果特性等を比較することにより、新たな評価手法を確立できると考えている。

### MEMS 技術を用いた微小試料の熱伝導率測定デバイスの開発

JST イノベーションブリッジ非公開型科学技術情報交換会 (大阪市) (20.11.19)

○宇野真由美

近年、有機材料やバイオ材料等で新奇材料が多く提案されているが、試料サイズが小さいためその熱物性値の測定は従来困難であった。そこで、数 100  $\mu\text{m}$  角程度といった非常に微小な試料について、熱伝導率値の測定を可能にした MEMS デバイスを開発したので報告する。MEMS 技術を用いて作製した断熱構造内に、マイクロヒータとマイクロ温度計とを作製し、この上に試料を保持することによってカスタマイズされた熱測定を可能とした。10 K 以下の低温まで熱伝導率が精度よく測定できており、新たな材料評価手法を提供できると考えている。当日は、当所保有の MEMS 関連の要素技術や一連の装置についても紹介した。

### Organic Three-Dimensional Field-Effect Transistors

Materials Research Society (Boston, USA) (20.12.1)

○宇野真由美, 他

近年、有機半導体材料を用いた電界効果トランジスタが活発に開発されているが、半導体薄膜のキャリア移動度が 1 ~ 3  $\text{cm}^2/\text{Vs}$  と低く、動作電流を大きくできないことが実用上大きな課題となっている。これを解決するため、基板上に微細な立体構造を作製し、そ

の側面全てをチャネルとして用いた3次元有機トランジスタを開発した。ゲート絶縁体としてイオン性液体を用い、半導体との界面に高密度の電気二重層を作製し、高密度のキャリア注入を行う新しい手法を提案する。有機半導体表面の移動度は、薄膜のモフォロジーの影響を受けるため移動度はまだ低いものの、1 V以下での動作といった従来と比べて桁違いの低電圧駆動を実現した。

### 3-Dimensional Organic Field Effect Transistors: Charge Accumulation in the Vertical Semiconductor Channels

4th International Meeting on Molecular Electronics (ElecMol'08) (Grenoble, France) (20.12.8)

○宇野真由美, 他

近年、有機半導体材料を用いた電界効果トランジスタが活発に開発されているが、半導体薄膜のキャリア移動度が $1 \sim 3 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ と低く、動作電流を大きくできないことが実用上大きな課題となっている。これを解決するため、基板上に微細な立体構造を作製し、その側面全てをチャネルとして用いた3次元有機トランジスタを開発した。これにより、空間利用効率を大きく向上させることができ、 $500 \mu\text{m}$ 角のエリアで8 mAの動作電流という、ディスプレイデバイス要求性能( $100 \mu\text{m}$ 角で $1 \mu\text{A}$ 以上)をはるかに超える性能を実現した。有機半導体には、大気安定性が良好で高移動度のDNTTを用い、移動度 $0.75 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ を実現した。

### 大電流動作のための立体構造を有する有機電界効果トランジスタ

第56回応用物理学関係連合講演会(つくば市) (21.3.30)

○宇野真由美, 他

有機電界効果トランジスタは、高温の製造プロセスが不要で環境負荷が小さく、またフレキシブルデバイスへも応用可能なため、現在非常に活発に研究開発がなされているが、半導体薄膜のキャリア移動度が最高でも $1 \sim 3 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ 程度と低く、動作電流を大きくできないことが実用上大きな課題となっている。これを解決するため、微細な立体構造の側面全てをチャネルとして用いたトランジスタ構造を開発した。有機半導体には大気安定性が良好で高移動度のDNTT(構造上での移動度は $0.3 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ )を用いることにより、 $500 \mu\text{m}$ 角エリアで8 mAの動作電流という、ディスプレイ素子要求性能をはるかに超える性能を実現した。

### 有機トランジスタにおける第二ゲートを用いた局所キャリア蓄積と接触抵抗の低減効果

第56回応用物理学関係連合講演会(つくば市) (21.3.30)

宇野真由美, ○他

有機トランジスタにおいて金属電極/有機半導体の異種材料界面の接触抵抗は、しばしば素子特性を低下させることが問題となっている。本研究では、ゲート電極と有機半導体層との間の絶縁体中に配置した2つの第二ゲート電極にあらかじめ電圧を加えることによって、ソースおよびドレイン電極近傍の有機半導体に局所的なキャリアリッチ領域を形成し、同種材料界面からの低接触抵抗のキャリア注入を実現した。実用上、非常に短いチャネル長(デバイスサイズ)での性能が今後重要になってくるが、今回得られた知見をもとにキャリア注入障壁の小さい材料界面の開発を今後行っていく。

### 3-Dimensional Organic Field Effect Transistors: Charge Accumulation in their Vertical Semiconductor Channels

MRS2009 Spring Meeting (San Francisco, USA) (21.4.16)

○宇野真由美, 他

近年フレキシブルデバイスを駆動する素子として、有機電界効果型トランジスタが活発に開発されているが、有機半導体薄膜の電荷移動度が $1 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ 程度と低く、動作電流が小さいことが実用上大きな課題となっている。これを解決するため、微細な立体構造上に縦型チャネルを多数作製した3次元有機トランジスタを開発し、Si基板を用いた場合で $2.6 \text{ A}/\text{cm}^2$ と、実用上の要求性能をはるかに超える大電流化を達成した。プラスチック基板上でも素子を開発し、大きい動作電流 $7 \text{ mA}/\text{cm}^2$ と高on-off比を実現した。

### 酸化クロム薄膜ひずみゲージを用いた柔軟な触覚センサの開発

電気学会全国大会(札幌市) (21.3.19)

○松永 崇, 日下忠興, 小栗泰造, 筧 芳治, 岡本昭夫, 佐藤和郎, 吉竹正明

これまでにシリコーンゴムやポリイミドフィルム上に酸化クロム薄膜歪みゲージを形成したフレキシブル触覚・力覚センサを作製し、荷重の方向の検出など、センサとしての有効性を確認した。しかしながら、酸化クロム薄膜にクラックが入ることによる歩留り低下の改善など、実用化には解決すべき課題がある。そこで本研究では、DLC薄膜等を中間層に用いて膜内応力をキャンセルし、酸化クロム薄膜の自己破壊を防止す

ることを試みた。また、センサパターンの作製には、メタルマスクを用いることで、作製工程を可能な限りシンプルにした。その結果、従来よりも大幅に安定してセンサを作製することが可能となった。

#### 大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」プロジェクト

国際フロンティア産業メッセ(神戸市)(20.10.9)

○野坂俊紀

ナノカーボン材料であるカーボンナノチューブやカーボンナノコイルの諸特性を解説するとともに、大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」プロジェクトで得られた研究成果(CNT合成技術, CNC合成技術, CNT撚糸, CNC透明帯電防止膜, 制振材, 電磁波吸収材)を紹介した。

#### 大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」

産業技術連携推進会議近畿地域部会ナノテクノロジー分科会第2回技術交流キャラバン(和泉市)(20.10.31)

○野坂俊紀

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」において、これまで得られたカーボンナノチューブ(CNT)合成技術やCNTを用いた電気二重層キャパシタやCNT撚糸への応用開発あるいはカーボンナノコイル(CNC)の合成技術とCNCを用いた制振材や電磁波吸収材などへの応用開発の成果について紹介した。

#### カーボンナノコイル-樹脂複合体の電磁波吸収特性

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」成果発表(和泉市)(20.11.13)

野坂俊紀, ○他

カーボンナノコイル(CNC)を5wt%含むスチレン系エラストマー複合体を作製し、同軸管法により700MHz~18GHzの周波数範囲で複素比誘電率を測定した。また、測定した複素比誘電率から電磁波吸収特性を求め、測定値を無反射曲線上にプロットした。その結果、5wt%CNC複合体は無反射曲線上にのり、広い周波数範囲にわたり良好な電磁波吸収体となることがわかった。

#### カーボンナノコイル配合開繊炭素繊維強化プラスチックの開発

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」成果発表(和泉市)(20.11.13)

野坂俊紀, ○他

0.5wt%カーボンナノコイル(CNC)をポリカーボネート樹脂に添加後、開繊炭素繊維に含浸させて作製したプリプレグの曲げ試験及び制振試験を行った。その結果、CNCを0.5wt%添加することで曲げ弾性率を低下させることなく制振特性を20%向上できることがわかった。

#### 大阪府地域結集共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」

Nanotech 2009 国際ナノテクノロジー総合展・技術会議(東京都)(21.2.18)

○野坂俊紀

大阪府地域結集共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」の紹介およびナノカーボン材料の特性を解説するとともに、カーボンナノコイル(CNC)の合成技術, CNCサンプル供給開始について説明する。また、これまでにカーボンナノコイルと高分子材料との複合化によりCNC透明導電膜, 遠方界・近傍界用CNC電磁波吸収体およびCNC制振材を開発した成果について紹介した。

#### 有機無機複合微粒子の調製と応用

化学工学会関西支部開発型中堅企業連携委員会セミナー(和泉市)(20.7.3)

○木本正樹

ポリマー溶液中あるいはポリマー微粒子分散溶液中において金属アルコキシドの加水分解, 重縮合などの反応を行い、主としてシリカと高分子との複合微粒子を調製している。ヒドロキシプロピルセルロース系, カルボキシル基含有アクリルシリコン系, コアシェル型ポリマー微粒子-シリカなどの複合微粒子を中心に、複合微粒子の調製方法, 得られた微粒子の特性, 応用について紹介した。得られた複合微粒子は、多孔性微粒子, 透明性の高い超撥水性材料, 中空微粒子, カプセル材料などへの応用を検討している。

#### PEGブロック含有アゾ重合開始剤によるコアシェル型凹凸ゲル微粒子の合成と分離材料への応用

高分子討論会(大阪市)(20.9.26)

○木本正樹, 日置亜也子, 井上陽太郎

水/エタノール中においてPEGブロック含有アゾ重合開始剤と二官能性ビニル系モノマーを用いて分散重合を行い、表面に凹凸を有するコアシェル型ゲル微粒子を合成した。さらに、凹凸型ゲル微粒子の固定によりナノフィルターを調製し、金ナノ粒子を用い

てナノフィルターの評価を行った。ゲル微粒子を固定化する際のバインダー樹脂含有率を 20wt% としてナノフィルターを調製した場合、フィルター表面にはクラックが見られなかった。このナノフィルターを用いて金ナノ粒子分散液の濾過を行った場合、金ナノ粒子濾過率は 98.8%、濾過時間は 2-3 分程度であった。濾過後のナノフィルター上には金ナノ粒子が付着していることが確認できた。

### In-Situ Preparations of SERICITE-Spherical Particles Hybrid Powder in Polymer Solutions and its Application to Base Make Up Products

25th International Congress of the International Federation of Societies of Cosmetic Chemists (IFSCC) (Barcelona, Spain) (20.10.6)

木本正樹, 日置亜也子, ○他

無機平板粒子上への高分子化合物の吸着効果とその後の溶液中におけるシリカアルコキシド (TEOS) の加水分解・重縮合, またはメタクリル酸メチル (MMA) の重合を組み合わせることで, 複合微粒子の調製を行った。得られた複合微粒子について, 化粧品におけるソフトフォーカス効果と関連した値である全光線透過率 (Tt), 拡散透過率 (Td) およびその比 (H) の測定を行った。溶液中に分散させる平板粒子, TEOS の濃度, あるいは MMA の濃度などを制御することによって, 大きい H の値を示すシリカー平板粒子またはポリマー粒子-平板粒子の複合微粒子を調製することができた。

### コアシェル型凹凸ゲル微粒子の合成と分離材料への応用

第 3 回兵庫・大阪・和歌山地区非公開型科学技術情報交換会 (JST イノベーションブリッジ) (大阪市) (20.11.19)

○木本正樹

ゲル微粒子は, 薬剤内包・制御放出の可能性, 調光材料, 分子認識材料などへの応用も含めて活発に研究開発が行われている。我々は, 分子内に分散性の良好なポリエチレングリコール (PEG)・ブロックと重合開始能を有するアゾ基の両方を有する PEG-MAI を用いて, 溶液中における分散重合によって, 凹凸型ゲル微粒子を調製した。ゲル微粒子の微細構造, 特性について検討した。さらに凹凸型ゲル微粒子を市販のメンブレンフィルター上に固定化することで, ナノフィルターを調製した。ナノフィルターにより金ナノ粒子分散液の濾過を行ったところ, ほぼ 100% 金ナノ粒子を

回収できることがわかった。

### 凹凸型ゲル微粒子およびナノフィルターへの応用

知財ビジネスマッチングフェア (大阪市) (20.11.26)

○木本正樹

高分子微粒子はカプセル材料, オプトエレクトロニクス材料, 医用材料など機能性材料への応用が進められており, 架橋構造を導入したゲル微粒子についても, 薬剤内包・制御放出の可能性, 調光材料, 分子認識材料への応用も含め活発に研究開発が行われている。我々は, 凹凸型で粒子径が揃ったゲル微粒子の調製を試みた。ゲル微粒子の調製方法, 微細構造, 特性について説明するとともに, ゲル微粒子を利用したナノフィルターの調製およびその特性について紹介した。

### コアシェル型凹凸ゲル微粒子の合成と分離材料への応用

高分子学会第 17 回ポリマー材料フォーラム (広島市) (20.11.27)

○木本正樹, 日置亜也子, 井上陽太郎

水/エタノール混合溶媒中において, 分散重合により凹凸を有する単分散ゲル微粒子の調製を行うとともに, ゲル微粒子の固定化によるナノフィルターの調製, および金ナノ粒子を用いたナノフィルターの評価について検討した。得られたゲル微粒子の形態はモノマーの種類によって異なった。微粒子の形態には, 溶媒とモノマーおよび生成ポリマーの親和性, 反応性, 架橋点間分子量などが関係している。得られたゲル微粒子を用い, バインダー樹脂とともに市販のメンブレンフィルター上に固定してナノフィルターを調製した。このナノフィルターにより金ナノ粒子の濾過を行った場合, 濾過率は 98.8%, 濾過時間は 2~3 分程度であった。

### 複合微粒子の調製と応用

第 17 回複合材料界面シンポジウム (京都市) (21.4.23)

○木本正樹

主として溶液中における複合化によってシリカー高分子系, あるいは高分子-金属複合微粒子の調製を行い, 多孔性シリカ, 超撥水性表面処理剤などへの応用の可能性について検討した。シリカー高分子系およびゲル微粒子-金ナノ粒子系などにおける複合微粒子の調製法, 調製条件と複合微粒子の形態, ならびに特性との関係, などについて検討した結果について説明した。複合化において高分子, 金ナノ粒子の吸着が重要な役割を果たしており, 複合化の手法あるいは用いる

物質の選択によって、機能性複合微粒子の調製が可能であることがわかった。

#### Preparations of Core-Shell Gel Particles with Projections and Applications to Filters for Filtration of Au Nano Particles

3rd Asian Conference on Adhesion(Hhamamatsu, japan)  
(21.6.8)

○木本正樹, 日置亜也子

エチレングリコールジメタクリレートとポリエチレングリコールブロックアゾ重合開始剤を用いて、分散重合によって単分散凹凸型ゲル微粒子を調製した。得られたゲル微粒子をポリウレタンバインダーとともに市販のメンブレンフィルター上に固定することで、ナノフィルターを調製した。得られたナノフィルターの表面は、用いたゲル微粒子の組成によって異なっており、バインダーと相溶性のよいゲル微粒子を用いた場合には、クラックなどが少ないことがわかった。クラックの少ないナノフィルターを用いて金ナノ粒子コロイドを減圧濾過した場合、数分でほぼ 100% 濾過することができた。

#### In-Situ Preparations of SERICITE-Spherical Particles Hybrid Powder in Polymer Solutions

3rd Asian conference on adhesion (Hamamatsu, japan)  
(21.6.8)

木本正樹, 日置亜也子, ○他

平板状粒子であるセリサイトを溶液中に分散させた状態において、ヒドロキシプロピルセルロース (HPC) とともにテトラエトキシシラン (TEOS) の加水分解・重縮合を行うことで、球状シリカとセリサイトの複合微粒子を調製した。複合微粒子をシリコーンオイル中に分散した際の光散乱に関連した値として、ヘイズ値により評価した。セリサイト濃度、HPC 濃度などについて、ヘイズ値が高くなる条件を得ることができた。本研究で得られた複合微粒子をメイクアップ化粧品中に調製することで、皮膚の欠陥を覆い、自然な光沢を保つことができるものと期待できる。

#### ポリイミド微粒子の開発と利用

開発型中堅企業連携委員会セミナー & ミキサー (和泉市) (20.7.3)

○浅尾勝哉

ポリイミド微粒子は汎用ポリマー微粒子の特徴に加えて、それらの抱える問題点を克服することが可能であり、次世代の工業材料として多くのでの利用が期待できる。そこで、ポリイミド微粒子の製造方法を検討

し、単分散化技術、サイズコントロール、微粒子表面への官能基の導入や機能性材料の担持技術、他材料との複合化微粒化の方法、さらにこれらの粒子の量産化技術を確立した。これらの微粒子は優れた耐熱性や耐薬品性を示す。その為、寿命が長く厳しい環境下においても信頼性の高い微粒子として使用できると思われる。今後、ポリイミド微粒子は各種先端分野でのキーマテリアルになる可能性がある。当所が開発したサイズコントロールが容易な沈殿重合法によるナノ～マイクロサイズの単分散球状ポリイミド微粒子の調製と機能性材料による修飾方法について紹介した。

#### 高速気流中衝撃法によるポリイミド粒子と多孔性シリカゲルとの複合化

第 54 回高分子研究発表会 (神戸市) (20.7.18)

○浅尾勝哉, 木本正樹, 吉岡弥生, 日置亜也子

官能基を有するポリイミドワニスをも多孔性シリカゲル粒子に含浸したものを加熱乾燥することによって調製した複合粒子はイオン補足能力、耐熱性やハンドリング性が良好であると報告されている。しかし、多孔性シリカゲル粒子の細孔内部にポリイミドが充填されたため、特徴である多孔性が失われる問題点がある。この問題点は高速気流中衝撃法によって解決できる可能性がある。高速気流中衝撃法は乾式で物理的エネルギーを用いて母粒子の表面を異なる素材の子粒子で改質することによって機能性複合粒子を創製する技術である。本法を用いて多孔性シリカゲルの特徴である内部の細孔を保持したまま、表面をポリイミド粒子による改質が可能であると考えられる。そこで本研究では高速気流中衝撃処理法を用い、アミノ基を有する球状の反応性ポリイミド粒子と球状のクロマトグラフ用多孔性シリカゲル粒子との複合化を試み、良好な結果が得られたので報告した。

#### 単分散球状のポリイミド微粒子の製造

第 57 回高分子討論会 (大阪市) (20.9.24)

○浅尾勝哉, 吉岡弥生

ポリイミド酸を非プロトン極性溶媒中で加熱攪拌しながらイミド化することによって球状や無定形状の形態を有するポリイミド微粒子の調製方法について報告した。用途展開を考慮した場合、素材として多分散や無定形状の微粒子より、球状で単分散のものや官能基を持つ微粒子の方が有用であると考えられる。そこで前報の方法を改良し、非プロトン極性溶媒に溶解性のポリイミドと非溶解性のポリイミドを共重合して単分散球状のポリイミド微粒子の製造方法を新たに見出し

たので報告した。

### ポリイミド微粒子の開発と利用

先端技術普及セミナー(京都市)(21.2.24)

関西ゴム技術研修所講習会・見学会(和泉市)(21.4.20)

○浅尾勝哉

ポリイミドは優れた耐熱性、機械的性質、耐薬品性を有するポリマーのひとつで、スーパーエンジニアリングプラスチックの代表格であります。また、ポリイミドはその形態が微粒子であっても、フィルムや成形物など他の形態のものと同様に優れた特性を示します。粒子サイズがサブミクロになると表面効果が現れ、その特徴を活かして電気・電子、光・情報、バイオ・医療、精密化学などの次世代の各種先端分野での利用が期待できる。サブミクロン～ミクロンサイズのポリイミド微粒子の調製方法、粒子径の制御、粒子表面の化学修飾や利用技術等について紹介した。

### 単分散全芳香族ポリイミド微粒子の調製

第58回高分子学会年次大会(神戸市)(21.5.27)

○浅尾勝哉, 吉岡弥生

これまでにサブミクロン(100～1000 nm)サイズの単分散球状のポリイミド微粒子の調製方法を報告した。それらの微粒子は従来の高分子微粒子と比べて優れた特性を示すが、加工性を良好にするために主鎖骨格にエーテルやケトンなどの柔軟骨格を導入しポリイミド本来の耐熱性を犠牲にしている。しかし、芳香属性を高めれば耐熱性や信頼性は向上するが不融不溶となり成形加工が困難となる。ところで、粒子径を100 nm以下に微細化すると比表面積が急激に増大して表面効果により不融不融の化学構造を有する全芳香族ポリイミドでも良好な成形性を示すと考えられる。そこでサイズが100 nm以下の全芳香族ポリイミド微粒子の調製方法を見出したので報告した。

### Composite Method of Polyimide Particles and Porous Silica Gels by Dry Impact Blending Preparation Technology

The 3rd Asian Conference on Adhesion (Hamamatsu, Japan) (21.6.8)

○浅尾勝哉, 他

高速気流中衝撃法によって、アミノ基を有する球状の反応性ポリイミド粒子と球状の多孔性シリカゲルとの複合化を検討した。複合粒子は反応性ポリイミド粒子(子粒子)が扁平化して多孔性シリカゲル(母粒子)の表面を膜状に被覆した形態で得られた。複合粒子は

母粒子の形態や特徴である多孔性やハンドリング特性を保持することがわかった。また、複合粒子の表面を被覆した反応性ポリイミド粒子のアミノ基は反応性を有しており、酸クロライドとアミド化反応することを確認した。

### Development and Application of Polyimide Particles

The 3rd Asian Conference on Adhesion (Hamamatsu, Japan) (21.6.8)

○浅尾勝哉

芳香族ポリイミドは優れた耐熱性を有する樹脂のひとつで、電子材料や航空宇宙をはじめとする多くの産業で幅広く利用されている。ポリイミドは1960年代に開発されて以来、様々な形態(フィルム、複合材料マトリックス、接着剤、板材料)のものが開発されている。しかし、ポリイミドの粒子については1990年代の半ば以降に僅かに検討されているのみである。ポリイミドは粒子状にしても、優れた特長を保持すると考えられる。そこで我々はポリイミド粒子の調製方法を検討し、以下に示す2つの調製方法を確立した。有機溶剤中でジアミンと無水テトラカルボン酸を超音波照射下で混合してポリアミド酸粒子を沈澱重合し、つぎに生成したポリアミド酸を40～200℃で加熱してポリイミド粒子を得る方法。この方法で得られるポリイミド粒子はサブミクロンオーダーで任意にサイズコントロールでき、また官能基を導入することもできる。非プロトン極性溶媒のポリイミド溶液を加熱イミド化してポリイミド粒子を沈澱生成する方法があり、この方法で得ることのできる粒子はミクロンサイズの単分散球状であり、さらに粒子への官能基を導入することができる。

### VGCF/アルミニウム複合材料の熱伝導特性に対するCNT添加の影響

2008年度年次大会(横浜市)(20.8.4)

垣辻 篤, ○他

気相成長カーボンナノファイバー(VGCF)をアルミニウム中に、適切な材料設計の基に分散させた複合材料を作製すると、熱伝導率がアルミニウムと比較して2.5倍以上向上する。さらにこの複合材料にカーボンナノチューブ(CNT)を添加することにより、約20%の熱伝導率が向上することを実験により明らかにした。この熱伝導率向上の原因を考察するために、有限要素モデルならびにマイクロ熱伝導解析の代表的モデルであるNanモデルに応用した解析を行った。その結果、複合材料内部で分離していたVGCFをCNTが

架橋したことが原因の一つであることが示唆された。

### Effect of CNT Addition on Thermal Conductivity of VGCF/Aluminum Composite Materials

The 6th Asia-Australasian Conference on Composite Materials (Kumamoto, Japan) (20.9.24)

垣辻 篤, ○他

熱伝導率に優れたカーボンナノチューブ (CNT) ならびに気相成長炭素繊維 (VGCF) をアルミニウム中に分散させた複合材料を放電プラズマ焼結法によって作製し, 高熱伝導材料の作製を試みた. VGCF をマトリックス中に熱流方向に制御して分散させた複合材料の熱伝導率はマトリックスの 3 倍以上に向上した. この複合材料に CNT を微量添加すると, さらに熱伝導率が 8 ~ 25% 向上することを見いだした. この原因を考察するために, 有限要素解析ならびに分散材の組織観察を実施した. その結果, CNT 添加による熱伝導率の向上は, VGCF 間を架橋したことが一因であると示唆された.

### Numerical Simulations of Strength of VGCF/Aluminum Composite Materials

The 6th Asia-Australasian Conference on Composite Materials (Kumamoto, Japan) (20.9.24)

垣辻 篤, ○他

気相成長炭素繊維 (VGCF) をアルミニウム中に組織制御して分散させた複合材料を, 放電プラズマ焼結法によって作製した. この複合材料の熱伝導率はアルミニウムの 3 倍以上の高い熱伝導性を有するものであった. この複合材料の引張り試験を実施したところ, 脆性的な破壊形態を呈した. この原因を考察するために, 各種数値解析を実施した. その結果, マトリックスと分散相である VGCF との界面の強度が不十分であることが示唆された.

### 化学気相反応を用いた高気孔率・高強度炭化ケイ素多孔体の合成

日本金属学会 2008 年秋期大会 (熊本市) (20.9.25)

垣辻 篤, ○他

Si 粉末を微量な CO ガスおよび CO<sub>2</sub> ガスと反応させ, 炭化反応と酸化反応を同時に行わせる化学気相反応を用いると, 気孔径が 10 ~ 100 nm の貫通孔を持つ SiC 多孔質粉末を in-situ で合成することが可能である. ここでは, 本合成法を用いて, 高気孔率・高強度を有するバルク状の SiC 多孔体を作製した結果を報告する. 試料の作製には, Si 粉末を化学気相反応によ

り SiC 多孔質粉末を作製し, これら粉末をパルス通電焼結により SiC 多孔体を得る方法と, Si 粉末について条件を変化させた真空焼結を実施することにより Si 多孔体を作製し, その後に化学気相反応を行う 2 通りのプロセスを採用した. 各種条件を変化させることにより, SiC 多孔体の強度と気孔率を広範囲に制御できた. 特に後者のプロセスで作製した試料では, 60% 以上の高気孔率で圧縮強度が 50 MPa 以上と多孔体として十分な強度を有する SiC 多孔体を作製することが可能となった.

### パルス通電焼結法による高熱伝導性アルミニウム基複合材料の開発

第 13 回 SPS 研究会 (三条市) (20.11.27)

○垣辻 篤, 他

アルミニウム中にカーボンナノチューブに代表される新規な炭素系繊維を分散させることによって, アルミニウムの 4 倍近くの高い熱伝導性を有する材料を開発した. これは, 分散材として気相成長カーボンファイバーを用い, アルミニウム粉末中に熱流方向に配向する組織制御を行い, 放電プラズマ焼結機 (パルス通電焼結法) を用いて焼結して作製したものである. この組織制御技術ならびに, 複合材料の熱伝導率向上に大きく寄与した他の要素技術もあわせて, 本高熱伝導性アルミニウムの諸特性について報告した.

### Microstructural Factors Affecting Strength Property of Dual Two-Phase Intermetallic Alloys Based on Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>V Pseudo-Binary System

MRS Fall Meeting 2008 (Boston, USA) (20.12.1)

垣辻 篤, ○他

2 重複相ナノ組織金属間化合物は, ミクロンレベルおよびナノレベルでの組織制御を実施することによって, 高温強度と靱性を兼ね備えた特性を持った新しい材料である. 今回は, 本材料のうち Nb を添加した Ni<sub>3</sub>Al-Ni<sub>3</sub>V について, 微細組織と強度との関係を明らかにすることを目的とする. すなわち, 本材料のミクロンレベルの組織は, 初晶の Ni<sub>3</sub>Al と, Ni<sub>3</sub>Al ならびに Ni<sub>3</sub>V によって構成される共晶領域から成り, 合金組成を変化させることによって, これらが高温硬度に及ぼす影響について調査した. その結果, 本材料の高温硬度に及ぼす影響は, 初晶の Ni<sub>3</sub>Al の体積含有量が第一で, 次いで初晶の Ni<sub>3</sub>Al と共晶領域の界面であることが明らかになった.

### VGCF/CNT を利用した高熱伝導性複合材料の開発

ニューセラミックス懇話会第 185 回特別研究会 (大阪市) (20.12.12)

○垣辻 篤

アルミニウム中にカーボンナノチューブ (CNT) に代表される新規な炭素系繊維を分散させることによって、アルミニウムの 4 倍近くの高い熱伝導性を有する材料を開発した。これは、分散材として気相成長カーボンファイバー (VGCF) を用い、アルミニウムマトリックス中に熱流方向に配向する組織制御、Al-Si 粉末添加による固液共存領域での焼結でもたらされるマトリックスと分散相との界面の改善、ならびに VGCF/CNT 複合添加などによって達成したものである。この様にして開発した高熱伝導性材料についての概要について紹介した。

**半固形モールドを用いた加圧成形法 (BIP 法) の高精度化に向けたパラメータの検討**

セラミックス分科会第 12 回窯業研究会 (栗東市) (21.1.21)

○垣辻 篤

BIP 法は、従来用いられていたゴム型に変えて、半固形物質より作製した型を使用する新しい粉末加圧成形法である。これにより、加圧成形法の特徴である高密度で均一な成形体が作製できることに加えて、ゴム型を用いた際には成形が不可能であった凹凸を有する複雑な形状のものを成形することが出来る画期的な方法である。本方法を開発に至った経緯に触れつつ、原理ならびに実用化するうえで重要な要素となる製品の寸法精度向上に取り組んだ結果について報告した。

**アルミニウム基高熱伝導複合材料**

粉体粉末冶金協会平成 21 年度春季講演大会 (京都市) (21.6.3)

垣辻 篤, ○他

熱伝導特性, 導電特性, 強度特性が著しく優れたカーボンナノチューブや気相成長カーボンファイバーをアルミニウムマトリックス中に分散させる事により、熱伝導率がマトリックスの 4 倍近く向上し、強度がマトリックスと同等の高熱伝導性材料を開発した。本材料の高熱伝導性は気相成長カーボンファイバーを熱流方向に並べる組織制御を行うことで実現している。方向制御した気相成長カーボンファイバーにカーボンナノチューブを適量添加すると、複合材料の熱伝導率がさらに向上することを見いだした。このカーボンナノチューブの添加効果について詳細に報告した。

**高熱伝導 VGCF/アルミニウム複合材料の強度特性解析**

日本材料学会第 58 期学術講演会 (松山市) (21.5.24)

垣辻 篤, ○他

高熱伝導性材料の創製を目的として、放電プラズマ焼結法により、気相成長カーボンファイバー (VGCF) をアルミニウム中に分散させた複合材料を作製した。本材料の熱伝導率はマトリックスのアルミニウムと比較して 4 倍近くに向上した。今回はこの材料の室温における引張り試験の数値解析を行った。試験時に試料中に発生するマトリックスならびにマトリックスと分散材との界面の内部欠陥を考慮してモデル構築を行ったところ、実際の試験により得られた応力-歪み曲線とよく一致する解析結果が得られた。本結果より、VGCF 含有量を変化させた際の複合材料の強度ならびに伸び値を予測することが可能となった。

**蛍光色素を発光ドーパントとする高分子電界発光素子の開発**

2008 光化学討論会 (堺市) (20.9.12)

櫻井芳昭, ○他

新規ベンゾオキサジノン系色素を合成し、色素分散型高分子 EL 素子 (PLED) の作製と評価を行った。合成色素は溶液中で緑色の蛍光 (PL, 530 nm) を示し、絶対量子収率は 0.89 であった。極めて効率的な発光を示すため、この色素を用いてポリビニルカルバザールをホスト高分子とする PLED 素子を作製し、電界発光 (EL) 特性を調べた。その結果、素子の EL 波長は、PL 波長と比較して 11 nm の長波長下が認められ、発光への媒体効果が示唆された。また、PVCz 層の色素濃度と発光輝度との関係については、色素の組成が 0.1wt% で最大輝度を与え、真空中、19 V において 2940 cd/m<sup>2</sup> であった。

**マラカイトグリーン部位を有するポリビニルアルコールの光異性化とレオロジー変化**

第 57 回高分子討論会 (大阪市) (20.9.25)

櫻井芳昭, ○他

マラカイトグリーン誘導体は紫外光照射によりシアノ基を脱離し、分子上に正電荷を生じるフォトクロミズムを示す。ポリビニルアルコールは界面活性剤として水溶液中で分子集合体を形成するが、側鎖にマラカイトグリーン部位を有することで、光照射によって得られた正電荷の影響を受け集合体に変化することが期待される。本研究では、マラカイトグリーン部位を有するポリビニルアルコールを合成し、集合体形成につ

いての知見を臨界ミセル濃度や動的散乱から得た。また蛍光プローブ分子を用いた評価から、光異性化反応に伴い中空状の構造は破壊する傾向にあることが示された。

#### 光応答性マラカイトグリーン誘導体によるベシクル形態変化

日本化学会春季年会 (船橋市) (21.3.27)

櫻井芳昭, ○他

長鎖アルキル基を有するマラカイトグリーン誘導体は、光イオン化したマラカイトグリーン部位が親水基、長鎖アルキル基が疎水基として働き、光照射によって両親媒性が現れると考えられる。この化合物を二分子膜中に含有させたベシクルに紫外光を照射し、マラカイトグリーンが及ぼすベシクル形態変化と蛍光物質の放出について検討した。モル濃度が二分子膜構成脂質に対して数%のマラカイトグリーン誘導体を用いることで、100%の破壊を実現できることが示された。さらに、透過型電子顕微鏡によるベシクル形態変化の観察を行った。

#### スピロベンゾピラン誘導体を含むベシクルのフォトクロミック効果

日本化学会春季年会 (船橋市) (21.3.29)

櫻井芳昭, ○他

ベシクルに頭部のかさ高い界面活性剤を添加すると、二分子膜の配列を乱し、ベシクル形態に影響を与えることが知られている。本研究では紫外光を照射することで脂溶性化合物から双性イオンとなる長鎖アルキル基を有するスピロベンゾピラン誘導体を用いて、スピロベンゾピラン誘導体がベシクル二分子膜に及ぼす効果について検討した。また、ベシクル二分子膜中でのフォトクロミズムを評価し、二分子膜が与える光異性化反応への影響についても考察した。

#### 1-(ジベンゾフラン-4-イル)イソキノリンを配位子とする新規赤色りん光性イリジウム(III)錯体の合成と光学特性

日本化学会春季年会 (船橋市) (21.3.29)

櫻井芳昭, ○他

有機EL素子開発において、高効率発光を得るためにりん光材料が盛んに利用されているが、赤色発光材料は本質的に励起状態からの無放射失活がおりやすいため、高い内部量子効率を示す赤色りん光材料の開発が望まれる。本研究では、新規合成したイリジウム(III)錯体が効率的な赤色りん光特性を示すことを見出

したので報告する。クロロホルム中におけるイリジウム(III)錯体のPL発光については、鮮やかな赤色りん光が639 nmに観測された。積分球を用いてIr-1のPL量子収率を測定したところ、 $\Phi_{PL} = 0.38$ が得られ、室温赤色りん光としては高い量子収率が認められた。

#### 1-(ジベンゾフラン-4-イル)イソキノリンを配位子とする新規赤色りん光性イリジウム(III)錯体の電界発光特性

日本化学会春季年会 (船橋市) (21.3.29)

櫻井芳昭, ○他

塗布法による高分子電界発光素子では、高い内部量子効率を示し、かつホストポリマーにドープ可能なりん光材料の開発が期待されている。今回、新規合成した赤色りん光性イリジウム(III)錯体を用いてポリビニルカルバゾールをホストポリマーとするPLEDの作製を試みたので報告した。作製したPLEDに電圧を印加し、電界発光特性を評価したところ、648 nmに発光極大を示す、色度座標(0.68, 0.31)の鮮やかな赤色発光が認められた。発光層の組成、膜厚および電子注入材料の最適化について検討したところ、さらなる高輝度化および駆動電圧の低減化など、素子特性の改善が可能となった。

#### Novel Red Phosphorescent Iridium(III) Complexes for Solution-Processable Organic Light-Emitting Diodes

4th East Asia Symposium on Functional Dyes and Advanced Materials (Osaka, Japan) (21.6.3)

櫻井芳昭, ○他

白色実現のために三原色の一つとして赤色発光材料が盛んに研究されている。本研究では1-(dibenzofuran-4-yl)-isoquinoline, 1,3-Bis(3,4-dimethoxyphenyl)propane-1,3-dioneを配位子とするIr(III)錯体(Ir-1)を合成した。Ir-1は639 nmに極大を持つ発光スペクトルを示し、純粋な赤色発光が認められた。また量子収率は0.61 (toluene, r.t.) となり高い値であった。さらに、Ir-1の収率を向上すべく反応条件の検討を行ったところ、合成初期の段階では10%であったが、55%まで向上させることに成功した。

#### White Electroluminescence Obtained from a Polymer Light-emitting Diode Containing Two Phosphorescent Iridium(III) Complexes in an Emitting Layer

4th East Asia Symposium on Functional Dyes and Advanced Materials (Osaka, Japan) (21.6.3)

櫻井芳昭, ○他

有機白色発光ダイオードはディスプレイ等の発光素子への利用が可能なることから非常に注目されている。一般に、白色発光を得るためには、発光層中に、2種類もしくは3種類の発光材料を単層、もしくは多層で導入する必要がある。特に、これらの発光材料の組み合わせは、発光層が単層である有機白色発光ダイオードの性能に大きく影響を与える。今回の報告では、2種類の燐光性イリジウム錯体を用いた白色ポリマー分散型発光ダイオードの結果について述べた。得られた発光ダイオードの白色は、色度座標において  $(x, y) = (0.36, 0.38)$  であり、これは実際の白色素子  $(0.34, 0.34)$  と非常に近い値であった。

#### **Polymer Light-Emitting Diodes using Novel Platinum(II) Complexes with Oligocarbazole-Based Cyclometalated Ligands as Emitting Dopants**

4th East Asia Symposium on Functional Dyes and Advanced Materials (Osaka, Japan) (21.6.3)

櫻井芳昭, ○他

電界発光デバイスの素子性能を向上させるためには、発光層への電荷輸送と発光中心での効率的な電荷再結合が必要である。本研究では、発光層への電荷輸送と発光中心での効率的な電荷再結合を期待し、オリゴカルバゾールを基本骨格としたシクロメタル化配位子による新規燐光性 Pt(II) 錯体 Pt-1 を合成した。Pt-1 の溶液中での発光波長は 596 nm であった。さらに、ポリビニルカルバゾールをマトリックスとし、Pt(II) 錯体をドーブした PLEDs を作製したところ、溶液中での発光波長に応じた赤色電界発光が認められた。このことは、新規化合物 Pt1 が発光中心となっていることを示唆している。

#### **Development of Polymer Light-Emitting Diodes Using Organic Fluorescent Dyes as Emitting Dopants**

4th East Asia Symposium on Functional Dyes and Advanced Materials (Osaka, Japan) (21.6.3)

櫻井芳昭, ○他

近年、有機電界発光 (EL) 素子はフラットパネルディスプレイや照明用途への応用展開が注目されている。溶液塗布法においてホストポリマーに蛍光色素をドーパントとして分散させることにより任意波長の発光を得ることができるが、高効率化のためには高い量子収率を有する蛍光色素の探索が必要である。そこで、蛍光色素としてベンゾオキサジン系色素を選択し、末端置換基を変化させ、それぞれ蛍光量子収率について検討した。その結果、溶液において 90%、PMMA フィ

ルムにおいても 70% という高い蛍光量子収率を有する色素が得られた。これらの色素を用いて EL 特性について検討した結果、発光層に分散させるドーパントの濃度によって EL 特性が大きく変化し、最適な分散量が存在することが判明した。

#### **Synthesis and Photoluminescent Properties of Novel Platinum(II) Complexes with Oligocarbazole-Based Cyclometalated Ligands**

4th East Asia Symposium on Functional Dyes and Advanced Materials (Osaka, Japan) (21.6.4)

櫻井芳昭, ○他

高分子電界発光素子 (PLED) はインクジェット法やスピコート法を利用できるため注目されている。より高性能の PLED を開発するためには、発光層での効率の良い電荷再結合が必要である。その観点から、ホール輸送性オリゴカルバゾールユニットを持つシクロメタレート白金 (II) 錯体を検討した。白金 (II) 錯体はコアとなる白金錯体とカルバゾイルボロン酸から鈴木カップリングを用いて合成した。得られた白金 (II) 錯体 Pt-1 は 561 nm にりん光発光を示した。さらに、Pt-1 にカルバゾールユニットを付与した Pt-2 は発光が 36 nm レッドシフトした。しかし、Pt-2 にカルバゾールを拡張した Pt-3 では、発光のレッドシフトはほとんど見られなかった。

#### **Polymer Light-Emitting Diodes using a Novel Red Phosphorescent Iridium(III) Complex as an Emitting Dopant**

4th East Asia Symposium on Functional Dyes and Advanced Materials (Osaka, Japan) (21.6.4)

櫻井芳昭, ○他

近年、有機 EL 素子の発光ドーパントとして高い内部量子効率を有するりん光材料の開発が盛んに行われている。本研究では、新規開発した赤色りん光性イリジウム (III) 錯体 Ir-1 を発光ドーパントとする色素分散型高分子電界発光素子を作製し、その電界発光特性について検討した。電子注入材料および発光層膜厚や組成を最適化することにより、駆動電圧 15V にて発光輝度 5425 cd/m<sup>2</sup> の電界発光が得られた。また、素子からの発光は、発光波長 637 nm、色度座標  $(x, y) = (0.68, 0.31)$  の優れた赤色であった。このことから、Ir-1 は赤色電界発光材料として好適である。

#### **CNC とその先端触媒粒子の TEM 観察**

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技

術の創成」成果発表(和泉市)(20.11.13)

○久米秀樹, 野坂俊紀, 他

大阪府地域結集型共同研究事業において製造しているカーボンナノコイル(CNC)ならびにCNC先端触媒粒子のTEM観察結果をポスターにより紹介した。触媒粒子は、電子線回折図形の解析より、立方晶系の $\text{Fe}_3\text{SnC}(a=3.86 \text{ \AA})$ であった。同一の触媒粒子を傾斜させて $[100]$ ,  $[111]$ ,  $[112]$ の3つの方向から観察したところ触媒粒子の結晶面ごとにカーボンの成長状態が明らかに異なっていることがわかった。この観察結果は、CVD中に結晶面ごとにカーボンの排出速度が異なることによりカーボンがコイル状に成長し、結果的にCNCが生成することを示唆している。

#### カーボンナノコイル先端触媒の透過電子顕微鏡(TEM)観察

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」プロジェクト」第3回研究成果報告会(大阪市)(20.11.21)

ニューセラミックス懇話会第185回特別研究会(大阪市)(20.12.12)

○久米秀樹, 野坂俊紀, 他

大阪府地域結集型共同研究事業において製造しているカーボンナノコイル(CNC)ならびにCNC先端触媒粒子のTEM観察結果をポスターにより紹介した。触媒粒子は、電子線回折図形の解析より、立方晶系の $\text{Fe}_3\text{SnC}(a=3.86 \text{ \AA})$ であった。同一の触媒粒子を傾斜させて $[100]$ ,  $[111]$ ,  $[112]$ の3つの方向から観察したところ触媒粒子の結晶面ごとにカーボンの成長状態が明らかに異なっていることがわかった。この観察結果は、CVD中に結晶面ごとにカーボンの排出速度が異なることによりカーボンがコイル状に成長し、結果的にCNCが生成することを示唆している。

#### 芳香族ポリアミド微粒子の調製および複合化

第54回高分子研究発表会(神戸市)(20.7.18)

○吉岡弥生, 浅尾勝哉

高分子微粒子は、塗料や医療用担体などをはじめとする様々な用途展開が期待できることから、盛んに研究が行われている。そこで本研究では、ジ酸クロライドおよびテトラアミン化合物から超音波照射下沈澱重合を行うことにより、アミノ基を有するナノサイズの芳香族ポリアミド微粒子、ポリ(アミノアミド)微粒子を調製した。次にこれら微粒子を用い、シランカップリング剤で粒子表面の化学修飾を行った後、これらを用いZnO微粒子との複合化についても検討した。

用いたZnO微粒子は紫外線遮蔽能も有することから、芳香族ポリアミド微粒子と複合化することによって、新たな用途展開が期待できる。

#### 芳香族ポリアミド微粒子の表面修飾と複合化

第57回高分子討論会(大阪市)(20.9.26)

○吉岡弥生, 浅尾勝哉

近年、高分子微粒子は塗料や医療用担体などへの応用をはじめとする幅広い用途が期待できることから、盛んに研究されている。我々はこれまでに、ナノサイズのアミノ基を有する芳香族ポリアミド微粒子について報告している。本研究では、これらの粒子表面をシランカップリング剤で処理した微粒子とZnO微粒子との複合化を試みた。その結果、粒子表面のシランカップリング剤の担持量は用いる反応溶媒の種類により変化することが明らかとなった。また、表面処理前後で粒子の熱特性には大きな変化が見られたが、その形状には変化が見られなかった。さらに、これらシランカップリング剤を用いることでZnO微粒子との複合化も可能であった。

#### 芳香族ポリアミド微粒子の調製および応用

第58回ネットワークポリマー講演討論会(東京都)(20.10.9)

○吉岡弥生, 浅尾勝哉

ポリアミドは、耐熱性、耐薬品性、力学的特性等に優れていることから、幅広い分野で用いられている。特に、これらの特性においては、ケブラー(商品名)などで代表される芳香族ポリアミドは、脂肪族ポリアミド(例えば、ナイロン)よりもさらに優れている。このような特性を有しかつ、ナノ・サブミクロンサイズでサイズ分布が狭い芳香族ポリアミド微粒子は、様々な分野での用途展開が期待できる。本発表では、ジ酸クロライドおよびテトラアミンを超音波照射下アセトン中などで反応させることにより得られるナノサイズのポリ(アミノアミド)微粒子を用い、その表面修飾や熱処理を行った結果について報告した。

#### 官能基を有する芳香族ポリアミド微粒子の調製

日本化学会西日本大会(長崎市)(20.11.15)

○吉岡弥生, 浅尾勝哉

これまでに酸クロライドおよびアミン化合物を超音波照射下アセトン中などで反応させることにより、様々な形状や特性を有する芳香族ポリアミド微粒子が得られることを見出している。本手法を応用することによって水酸基を有する芳香族ポリアミド微粒子の作

製に取り組んだ。その結果、反応系に水あるいはピリジン少量添加することによって、得られるポリアミド微粒子の粒子径、表面モルフォロジーや結晶化度が大きく変化することが明らかとなった。このようなことから、水およびピリジンの添加量と粒子の形状および特性との相関について検討を行った。

#### ピリジンおよび水添加系における芳香族ポリアミド微粒子の調製

第 58 回高分子学会年次大会 (神戸市) (21.5.27)

○吉岡弥生, 浅尾勝哉

これまでに、酸クロライドとアミン化合物を超音波照射下アセトンなどに水を添加した系で沈澱重合を行うことにより、ナノ・サブミクロンサイズの芳香族ポリアミド微粒子が得られることを見出している。一方、最近ほぼ同様の反応系において、水の代わりにピリジンを添加することで、ナノ・サブミクロンサイズの芳香族ポリアミド微粒子が得られることも明らかとなった。このようなことから、ピリジン添加系における反応条件の最適化を行うとともに、両者の反応系で得られたそれぞれの微粒子について評価を行い、これらの特性比較を行った。

#### 芳香族ポリアミド微粒子の作製および複合化

第 4 回技術交流キャラバン (大阪市) (21.6.11)

○吉岡弥生

これまでに酸クロライドおよびアミン化合物から超音波照射下沈澱重合を行うことにより、様々な形状や特性を有するナノ・サブミクロンサイズの芳香族ポリアミド微粒子の作製に成功している。そこで本発表においては、これら微粒子の作製方法やこれまでに得られている微粒子 (官能基を持たないもの、アミノ基やカルボキシル基などの官能基を有するものなど) の形状や特性などについて紹介する。また、アミノ基を有する芳香族ポリアミド微粒子については、これらとさらに他の材料 (酸化亜鉛など) とを複合化することによって得られる微粒子の作製方法や形状を紹介した。

#### 湿式法を用いた 6 インチウェハーへの垂直配向カーボンナノチューブの合成

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」成果発表 (和泉市) (20.11.13)

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」プロジェクト第 3 回研究成果報告会 (大阪市) (20.11.21)

ニューセラミックス懇話会第 185 回特別研究会 (大阪

市) (20.12.12)

○渡辺義人, 他

垂直配向 CNT を作製する際の触媒層形成手段として、湿式担持法を検討した。硝酸鉄の溶媒としてエタノールと  $\alpha$ -テルピネオールの混合液 (80:20 重量%) を用いた場合、溶解液の変性のため、CNT 生成量や高さの変動が生じていた。エタノールとジメチルホルムアミド (DMF) の混合液 (80:20 重量%) を用いたところ、粒度分布の時間変化が無く、変性は生じなかった。直径 6 インチのウェハー 1 枚あたりの CNT 生成量の変動幅を 20 mg 以内に、CNT 高さの平均値の変動幅を 30  $\mu\text{m}$  程度に収めることができた。また、ウェハー 1 枚あたりの CNT 生成量で 50 mg 以上、CNT 高さの平均値で 150  $\mu\text{m}$  程度を達成することができた。

#### 新規光触媒の創製

産技術研 (TRI) 実用化技術発表会 環境技術の新たな展開 (大阪市) (21.3.6)

○日置亜也子

酸化チタン ( $\text{TiO}_2$ ) は屈折率が高く、化学的に安定で、安価なことや、光電効果を有することから、白色顔料、紫外線遮蔽剤、光触媒、太陽電池といった幅広い分野に応用されている。それぞれの分野で、応用製品の改良開発はもちろん、 $\text{TiO}_2$  自身に対してもその高性能化、高機能化が求められる。本方法では、針状形状を持ち、粒径のそろった  $\text{TiO}_2$  微粒子を、高価な装置や特殊な反応条件を必要とせず、簡便に製造することが可能である。得られた微粒子は高い光触媒活性を有することがわかった。

#### 異形 $\text{TiO}_2$ 微粒子の調製と光触媒能評価

産業技術連係推進会議 近畿地域部会 ナノテクノロジー分科会 第 4 回技術交流キャラバン (大阪市) (21.6.11)

○日置亜也子

酸化チタン ( $\text{TiO}_2$ ) は化学的に安定で、屈折率が高く、光電効果を有することから、白色顔料、紫外線遮蔽剤、光触媒、太陽電池といった幅広い分野で利用されている。それぞれの分野で、応用製品の改良開発はもちろん、 $\text{TiO}_2$  自身に対してもその高性能化、高機能化が求められる。本発表では、反応条件を選択することにより、様々な形状で粒径のそろった  $\text{TiO}_2$  微粒子を、簡便に製造する方法について報告した。また、得られた微粒子の光触媒活性について評価した結果もあわせて報告した。

### 易剥離粘着剤の作製

第 57 回高分子討論会 (大阪市) (20.9.24)

○館 秀樹, 山元和彦

粘着剤には, 使用時に適度な圧力を加えることで他の被着体に接着し, 使用後は速やかに被着体から容易に剥離できる性能が要求される. また, 被着体への密着性に優れることや剥離時の糊残りが無いことなど他にも要求される性能は多い. 光や熱などの外部刺激により粘着力が短時間で著しく低下し, 被着体から容易に剥離することができるような易剥離粘着剤が開発できればさまざまな用途への応用が期待できる. 熱によって易剥離可能な粘着剤を新規に作製し, その粘着性および易剥離性の評価を行った結果について報告した.

### 易剥離粘着剤の刺激応答性評価

第 17 回ポリマー材料フォーラム (広島市) (20.11.27)

○館 秀樹, 山元和彦

光や熱などの外部刺激により粘着力が低下する刺激応答性粘着剤は, 刺激を与えることにより短時間で粘着力が著しく低下し, 被着体から易剥離することが可能となる. 近年, 高効率化や生産性の向上から, 刺激応答性粘着剤は製造プロセスにおける仮固定やマスキング, 搬送材, 補強材としての用途に注目を集めている. これまでに刺激応答性易剥離粘着剤として報告されているものは, 応答性や刺激前後で粘着力のコントラストが悪いという問題があった. 本研究ではこれらの問題を解決するために刺激応答性に優れ, 高い粘着性を有する新しい刺激応答性易剥離粘着剤の開発を行った. 刺激応答性と粘着性の評価について報告した.

### 刺激応答性易剥離粘着剤

第 4 回「易解体材料技術研究会」(東京都) (21.1.22)

○館 秀樹, 山元和彦

刺激応答性易剥離粘着剤は, 光や熱などの外部刺激を与えることで初期粘着力よりも粘着力が低下し容易に剥離することが可能である. この場合, 固定等の粘着力を必要とする使用時はしっかりと張り付いているが, 使用後は速やかに容易に剥離可能であることが要求される. これらの機能性粘着剤は家電リサイクルやマテリアルリサイクル, リユースの観点から有用であり大きな注目を集めている. 刺激応答性易剥離粘着剤に関するこれまでの研究データをまとめた報告した. また, 潜在性化合物と粘着剤を組み合わせた刺激応答性易剥離粘着剤について, その概要, 反応メカニズム, 易剥離能, 応用等について報告した.

### 溶解性に優れた潜在性化合物の開発と粘着剤への応用

第 58 回高分子年次大会 (神戸市) (21.5.28)

○館 秀樹, 山元和彦

近年, 使用後に容易に剥離可能な粘着剤に注目が集まっている. このような粘着剤には, 光や熱などの刺激により活性種(トリガー)を生成する潜在性化合物を用い, 粘着剤を架橋・硬化させる方法が用いられる. これまでに熱によりアミンやイソシアネートを生成する潜在性化合物であるアミンイミドを各種合成し, その反応性について検討している. アミンイミドは塩構造を有しているため, 汎用の有機溶媒への溶解性が悪く, 高分子への溶解性が悪いという問題点があった. 溶解性に優れた潜在性化合物を新規に作製し, 易剥離粘着剤への応用を行った結果について報告した.

### マレイミド基をもつシルセスキオキサンの合成と特性

第 58 回高分子学会年次大会 (神戸市) (21.5.28)

○井上陽太郎, 櫻井芳昭

光重合開始剤なしで光重合が開始するだけでなく, 光重合を阻害する酸素の影響を受けないマレイミド基を感光性基に, また, 熱安定性に優れたシルセスキオキサン基を主骨格に導入することにより, 新規マレイミド基を有する光硬化性シルセスキオキサンの作製を目指した. 得られた化合物へ光照射したところ, 光硬化反応が進行し硬化した. また, 照射後の硬化物耐熱性, 耐薬品性について検討したところ, 300 °C 付近までの熱安定性を有し, 紫外光照射後の光硬化物は各種有機溶剤に対して優れた耐薬品性を示すことが明らかになった.

### 乾式法を用いたカーボンナノコイル合成用触媒の作製

大阪府地域結集型共同研究事業第 3 回研究成果報告会 (大阪市) (20.11.21)

○長谷川泰則, 久米秀樹, 野坂俊紀

カーボンナノコイルの量産化を目指し, 大量合成・安定供給に適したカーボンナノコイル合成用触媒作製法の探索を行った. ここでは, プロセスがシンプルでランニングコストが低く, 量産化に適していると考えられるメカノケミカル法(乾式)を用いたカーボンナノコイル大量合成用触媒の製造方法についての検討を行った. メカノケミカル法により触媒担持粒子を作製し, 得られた触媒担持粒子に対し, 行った種々の評価(担持体上での触媒担持状態, 触媒厚み等), ならびにその触媒を用いカーボンナノコイル合成を試みた.

### カーボンナノコイル(CNC)の量産化を目指した触媒

### 担持粒子の作製

ニューセラミックス懇話会第 185 回特別研究会「技術・情報の交流と創造展」(大阪市)(20.12.12)

○長谷川泰則, 久米秀樹, 野坂俊紀, 他

カーボンナノコイル(CNC)はカーボンナノチューブ(CNT)に匹敵する高い導電性と機械的強度を有することに加え, 従来の素材には見られない特異な構造(ナノオーダーのコイル径を持つらせん構造)をとるがゆえに電磁波に活性や強靱なバネ特性等の優れた性質を数多く持ち, ナノ複合材(複合樹脂等), 電磁波吸収材, 制振材料, ナノバネなど幅広い材料への応用が期待されている。しかし, これまで CNC の安定・大量供給を可能とする技術が見出されていないため, それらが実用化された例はほとんどない。そこで, 本発表では CNC の量産化を目指したメカノケミカル法(乾式法)による CNC 大量合成用触媒の製造方法について検討した。

### 木質系廃棄物の燃料化技術の紹介

産技研(TRI) 実用化技術発表会 環境技術の新たな展開(大阪市)(21.3.6)

○井本泰造, 大山将央, 岩崎和弥, 宮内修平

バイオマスのエネルギー転換技術としてガス化法が注目されており, 貯蔵・輸送の面から生成ガスの液体燃料化が望まれている。そこで, 本研究では, ダウンドラフト型固定床ガス化炉を試作し, ガス化剤(空気, 酸素富加)を変化させ, 木質系建築廃材チップのガス化試験を行った。その結果, 高濃度の  $H_2$  及び  $CO$  ガスが得られることが確認され, 冷ガス効率は 60% 前後であった。また, 液体燃料合成時(メタノール反応( $2H_2 + CO \rightarrow CH_3OH$ )の量論比:  $H_2/CO$  値は 2)の両論比を表す  $H_2/CO$  値は 1.2 前後であった。しかし, 酸素富加により, 生成ガス中の  $H_2$  及び  $CO$  ガスの分圧が上がり, 合成圧力を低減できる可能性が確認できた。

### メタン発酵ガスの脱炭酸システム

産技研(TRI) 実用化技術発表会 環境技術の新たな展開(大阪市)(21.3.6)

○井本泰造, 大山将央, 岩崎和弥, 宮内修平, 他

効率的なメタン発酵ガスの脱炭酸システムを開発した。本システムは, 吸収塔と放散塔から構成され, 吸収塔では向流式充填塔を用いて常圧下で  $CH_4$  発酵ガス中に含まれる  $CO_2$  を水に吸収させ, 放散塔では真空ポンプを用いて減圧状態にすることによって水から  $CO_2$  を放散する。この一連の操作を繰り返すことによって脱  $CO_2$  を行うシステムである。本システム

を表現する計算システムを作成し, これを用いて運転条件及び規模について検討を行った。その結果,  $4000 \text{ m}^3/\text{day}$  の  $CH_4$  発酵ガスから  $CH_4$  純度 95% 以上の  $CH_4$  ガスを得ることが可能であることが判明した。

### 生分解性マルチがタマネギの生育・収量に及ぼす影響

日本生物環境工学会年大会(松山市)(20.9.9)

増井昭彦, 井川 聡, 藤原信明, ○他

生分解性マルチは展張時に通常のポリエチレンマルチとほぼ同じ作業性を有しながら, 作物の収穫後に土壌へ鋤込むことで微生物により二酸化炭素と水に分解される。このためマルチの回収に対する労力が不要となり, 作業能率が高まることから注目されている。しかし, 生分解マルチが継続的に鋤込まれることにより, 生分解性マルチの分解菌と土壌微生物の間に起こる競合が懸念されている。そこで, 生分解性マルチを利用したサツマイモ栽培後, 生分解性マルチを鋤込み, 引き続き生分解性マルチを用いてタマネギを栽培し, 生育・収量に及ぼす影響及び土壌微生物について調査した。

### 生分解性プラスチックの農業利用

日本農業気象学会近畿支部大会(堺市)(20.12.6)

○増井昭彦, 井川 聡, 藤原信明, 他

生分解性プラスチックは, 土壌環境中で微生物活動により分解され, 土壌環境中に還元される。そのため, その資化過程(自然環境への還元過程)において, 土壌微生物への影響が指摘されている。特に, 農地においては, 生分解性マルチフィルムを継続的に使用し, 使用後鋤込んだ場合, 分解菌の増大が土壌微生物叢のバランスを崩すことが懸念される。このことから, 農地を対象とした生分解性マルチフィルムの継続的使用が土壌微生物に及ぼす影響について調査を行った。

### バイオマスプラスチックの土壌環境への影響

産技研(TRI) 実用化技術発表会 環境技術の新たな展開(大阪市)(21.3.6)

○増井昭彦, 井川 聡, 藤原信明

生分解性プラスチックは, 土壌環境中の微生物活動により分解され, 土壌環境に還元される。そのため, その資化過程(自然環境への還元過程)において, 土壌微生物への影響が指摘されている。特に, 農地においては, 生分解性マルチフィルムを継続的に使用し, 使用後鋤込んだ場合, 分解菌の増大が土壌微生物叢のバランスを崩すことが懸念される。このことから, 農地を対象とした生分解性マルチフィルムの継続的使用

が土壌微生物に及ぼす影響について研究を行った。

### 内装材から放散される室内空気汚染物質の測定

産技研 (TRI) 実用化技術発表会 環境技術の新たな展開 (大阪市) (21.3.6)

○小河 宏

近年、シックハウス問題を契機として各種材料から放散される揮発性有機化合物 (VOC) による室内空気汚染が大きな社会問題となり、消費者の室内空気質に対する関心が高まっている。さらに、最近では、自動車内装材から放散される VOC による車室内の空気汚染が問題視されている。以上のような点をふまえて、建築および自動車業界では、室内空気汚染源のひとつである内装材から放散される VOC を測定するための試験方法をそれぞれ JIS, JASO として規格化した。その測定方法として、建築内装材については小形チャンバー法 (チャンバー法) が、一方の車輛用内装材はサンプリングバッグ法 (バッグ法) が採用された。そこで、チャンバー法およびバッグ法による内装材からの VOC 放散挙動について、両試験方法の相関性について検討した。

### ラジカル測定による光触媒評価

産技研 (TRI) 実用化技術発表会 環境技術の新たな展開 (大阪市) (21.3.6)

○岩崎和弥, 林 寛一, 日置亜也子

酸化チタン (TiO<sub>2</sub>) 光触媒は水質浄化や有害ガス分解など多くの分野で利用されている。その機能は複雑であるが一般的に水中では光触媒作用により発生する OH ラジカル等の活性酸素が起因していると考えられている。そこで本研究では水中での光触媒に注目して、水系での評価に多く用いられているメチレンブルーの脱色率と ESR による OH ラジカルの測定結果について検討した結果、両者には良好な相関が認められた。また ESR による OH ラジカルの測定条件を検討することにより再現性の良い測定結果が得られた。

### 三価クロム系化成皮膜からの Cr(VI) の溶出挙動

日本分析化学会第 57 年会 (福岡市) (20.9.12)

○中島陽一, 林 寛一, 他

近年環境意識の高まりから、様々な製品に対する有害化学物質使用規制が始まっている。有害物質の中でも六価クロム (Cr(VI)) は、めっき皮膜の性能向上のために広く用いられてきたが、Cr(III) を用いる化成処理への代替が急速に進められている。この代替品である三価クロム系化成皮膜からの Cr(VI) 溶出挙動は不明

な点も多く、分析法標準化における課題の一つとなっている。今回、処理工程の異なる試料を用い、各試料の Cr(VI) 溶出挙動を、溶出温度、溶出時間等のパラメータを変化させ検討した。また、長期間保管した場合の Cr(VI) 溶出量の変化も調べた。

### 有害物質の規制動向と分析方法

産技研技術開発協力会月例研究会 (大阪市) (21.3.5)

○中島陽一

EU の規制である RoHS 指令が 2006 年に発効し、EU 市場に外部より投入される電気電子機器には、鉛、六価クロムなど 6 物質の含有が原則禁止されている。このような規制は、新たな技術開発を引き起こし、率先して対応している企業の取り組みが評価される機会になるとも考えられる。EU の有害化学物質規制は、わが国をはじめ、他の国々の規制のあり方にも影響している。各国の化学物質の安全性と管理に対する考え方の違いを中心に報告した。また、有害化学物質の分析法についても概説した。

### 環境有害化学物質の分析と規制動向

産技研 (TRI) 実用化技術発表会 環境技術の新たな展開 (大阪市) (21.3.6)

○中島陽一, 林 寛一

環境問題が国際社会における共通の重要課題として認識されて久しい。環境・人にやさしい「ものづくり」の観点から、製品中の重金属類や難分解性有機化合物等の有害物質を制限する施策が世界的に行われ、わが国も例外ではなくなっている。今回、このような環境有害物質規制動向とその対象化学物質の分析法について、その概略を紹介する。また、当研究所で取り組んだ有害物質の分析について、表面処理皮膜中の六価クロムの例を中心に報告した。

### 三価クロム系化成皮膜からの六価クロム溶出挙動

電気鍍金研究会 研究例会 (大阪市) (21.6.10)

○中島陽一, 林 寛一, 西村 崇, 他

現在、クロメート皮膜から三価クロム系への代替が進んでいるが、その代替皮膜からの Cr(VI) 溶出挙動は不明な点が多い。一方、化成皮膜中の Cr(VI) の評価法には JIS H 8625, ISO 3613, EN 15205 など様々な公定法が存在するが、前処理手法により溶出量が異なるなどの問題点を抱えている。特に代替品である三価クロム系化成皮膜からの Cr(VI) 溶出挙動は不明な点も多く、分析法標準化における課題の一つとなっている。今回、処理工程の異なる試料を用い、各試料から

のCr(VI)溶出挙動を、溶出温度、溶出時間等を変化させ検討した。その結果を中心に報告した。

#### 液中プラズマプロセスによる殺菌メカニズムの検証

応用物理学会プラズマエレクトロニクス分科会第1回プラズマ新領域研究会—プラズマを用いた滅菌・殺菌技術—(吹田市)(20.8.8)

○井川 聡, 他

非平衡大気圧プラズマを液体と接触させることにより、新しい反応場を作り出すことが出来る。その応用として液中殺菌の研究に取り組み、溶液のpHを制御することにより殺菌力を劇的に向上させる技術の開発に成功した。さらに殺菌の主な原因として酸素ラジカル( $O^{\cdot-}$ )に着目し、殺菌機構の検証を行った。その結果、プラズマによる液中殺菌には気相中から供給される $O^{\cdot-}$ が深く関与していることが明らかとなった。

#### 大気圧低温プラズマジェットを用いた液中滅菌プロセスの解明 II

第69回応用物理学会学術講演会(春日井市)(20.9.2)

井川 聡, ○他

Heを燃料とする低周波大気圧マイクロプラズマジェット(LFジェット)は、室温程度の中性ガス温度を持つ低温プラズマであるために、液体等のソフトマテリアルに対して熱負荷を与えることなくプロセスが可能である。これまでの研究により対象となる液体を酸性に制御することで非常に高い滅菌力を実現した。この滅菌力の上昇はプラズマによって液中に供給されるスーパーオキシドアニオン( $\cdot O^{\cdot-}$ )が、酸性条件下で水素イオンと結合し、ヒドロペルオキシラジカル( $HOO\cdot$ )に変化するからだと考えられる。ただし、雰囲気ガス中に窒素が含まれている時に大きな滅菌力が得られており、窒素系ラジカルも関与していると考えられる。

#### Electron Spin Resonance (ESR) Study of Free Radical Formation in Water during Atmospheric-Pressure Plasma Processing in Liquids

The International Interdisciplinary-Symposium on Gaseous and Liquid Plasmas (Sendai, Japan) (20.9.5)

井川 聡, ○他

大気圧低温プラズマを照射することで液中に供給されるフリーラジカルに関して、電子スピン共鳴装置(ESR)を用いて研究を行った。ラジカルとラップ剤であるCYPMPOを用いて、ヒドロキシラジカル( $OH\cdot$ )やスーパーオキシド( $O^{\cdot-}$ )を安定な状態でトラップ

し、ESRで測定した。その結果、酸素を含む雰囲気下でプラズマ照射した場合のみ、液中の $OH\cdot$ や $O^{\cdot-}$ が検出された。このことは、液中ラジカルはプラズマの雰囲気ガスの成分に影響されることを示している。

#### 液体へのプラズマプロセッシングにおける液中フリーラジカルの診断と応用

プラズマ科学シンポジウム2009/第26回プラズマプロセッシング研究会(名古屋市)(21.2.2)

井川 聡, ○他

低温大気圧プラズマを液体と接触させることで液中プラズマプロセスを行ったところ、 $pH = 4.7$ 以下の酸性条件下において、微生物を不活化することに成功した。このような結果は、プラズマによって酸素が励起されてスーパーオキシドラジカル( $O^{\cdot-}$ )となって液中に拡散し、さらに酸性条件下で水素イオンと結合することで殺菌力が極めてたかいヒドロペルオキシラジカル( $HOO\cdot$ )に変化したためと考えられた。ESR(電子スピン共鳴)法を用いて液中のラジカルを測定したところ、プラズマ照射によって $O^{\cdot-}$ が液中に供給されていることが確認された。

#### Bacterial Inactivation and Free Radical Generation in Aqueous Solutions by Nonequilibrium Atmospheric Plasma Application

2nd International Conference on Plasma Medicine (ICPM-2) (San Antonio, USA) (21.3.16)

井川 聡, ○他

大気圧低温プラズマを液中の微生物に照射したところ、プラズマに含まれる高エネルギーの電子やイオンは液中に侵入できないにもかかわらず液体全体を殺菌することに成功した。殺菌後の微生物からDNAを抽出して調べた結果、DNAダメージは一切見られなかったことから、従来から考えられていたUVによる殺菌効果とは異なるメカニズムであることが明らかとなった。さらに研究を進めた結果、殺菌には液中に供給されるフリーラジカルが重要であることが分かってきた。電子スピン共鳴装置(ESR)を用いて液中ラジカルを測定した結果、酸素を含む雰囲気下でプラズマ照射した場合のみ、フリーラジカルである $OH\cdot$ や $O^{\cdot-}$ が検出された。

#### 液体のプラズマ滅菌とメカニズム

電気学会全国大会(札幌市)(21.3.17)

井川 聡, ○他

大気圧プラズマの一つであるLFマイクロプラズマ

ジェットは、時間・空間的に非平衡なプラズマであり、指で触れることが可能なほど低温である。このような LF ジェットの発生装置を簡単かつ安価に作製することに成功し、さらに大幅な小型化にも成功した。この LF ジェットの応用例としてプラズマ滅菌の研究を行い、特に非常に低温であるという特長を活かした技術として、液中滅菌技術の開発を試みた。その結果、液体の pH を酸性に制御することで極めて高い殺菌力を得ることに成功した。さらにその殺菌メカニズムに関しても研究を行い、活性酸素の一種であるスーパーオキシドラジカルが関与していることを明らかにした。

### 酸化鉄を用いる環境浄化法の開発

産技研 (TRI) 実用化技術発表会 環境技術の新たな展開 (大阪市) (21.3.6)

○林 寛一, 中島陽一

環境中有機化合物の酸化分解法としてフェントン反応を基本として、酸化鉄廃棄物の再利用、および、鉄サビのひとつである III 価鉄種の利用を意図した研究で、トルエンやカルボフランの分解も可能であることから技術シーズとして期待がもてる結果が得られた。特に、その反応機構や活性種、さらに分解生成物について検討し、新しい OH ラジカル生成触媒の可能性を見出した点について詳述した。

### プラズマ CVD 法による高分子表面への DLC 膜の形成

日本機械学会第 4 回分科会 (横浜市) (20.8.4)

○田原 充

プラズマ CVD 法によって  $N_2/CH_4$  あるいは  $Ar/CH_4$  混合ガスを用い PC 表面上に形成された薄膜はラマン散乱スペクトルの解析結果より a-C:H 膜の化学構造を持つことが確認された。しかし、この膜は摩擦係数の変動が激しかった。そこで、 $H_2/CH_4$  混合ガスによる膜を、この膜の上に形成したところ、低い摩擦係数を保持できることがわかった。このように  $Ar/CH_4$  混合ガスによる膜を中間層として用い、 $H_2/CH_4$  膜を形成することで密着性の良好な硬質膜が得られることがわかった。この手法を用いてシリコンゴムへの膜形成を行った。また、市販の CD、DVD への成膜を行い、その作動を確認した。

### 大気圧プラズマ重合による PTFE の表面改質 — 接着・めっきへの応用 —

第 48 回染色化学討論会 (奈良市) (20.8.29)

○田原 充, 出水 敬, 中出卓男, 他

Ar ガス雰囲気中にアクリル酸の蒸気を混入して試料の PTFE 表面にプラズマグラフト重合を行った。本報による方法では大気圧の状態で行うことができ、簡易な装置で連続処理、大型化が可能になると考えられる。フッ素樹脂はその耐薬品性、高周波域での誘電特性など非常に優れた材料であるが、難接着性のため、応用範囲が限られてきた。接着向上のための金属ナトリウム処理は処理むらが大きく、また、PTFE 表面が非常に荒くなるため、均一で微細な処理が必要とされるものには用いることができなかった。プラズマ重合ではこのような分野での応用が考えられる。ここではその一つの応用例としてプラズマ重合した PTFE に銅めっきを行い、良好な密着性が得られた。PTFE のプラズマ重合による表面改質はプリント基板や高周波アンテナなどの分野への応用が期待できる。

### 最近のトラブル原因解析事例 ( 特によく起きる可塑剤関連 )

産業技術連携推進会議 ナノテクノロジー・材料部会 繊維分科会近畿地域繊維担当者会議 (長浜市) (21.2.6)

○浅沢英夫

従来からの衣料用繊維関連でのトラブル原因解析の経験を生かして、有機高分子材料製品での解析事例を報告する。ナイロン樹脂で被覆された管を滅菌操作したところ、部分的に表面のナイロン樹脂が黄変した。これは被覆ナイロン樹脂の下の白文字が黄色く見えることから判明した。FT-IR による解析から、正常部と比較して黄変部分では、アミノ基とアミド基の減少が見られた。これは衣料用のナイロン繊維でもよく起きていた現象であり、その解析事例を応用して、酸化傷害と酸加水分解を受けていると考えられた。医療用黒塩ビ管を過酸化水素プラズマ滅菌処理したところまだら状に白くなった。それについて FT-IR で正常部、異常部の比較を行うと、異常部では表面に可塑剤が多くブルーミングしていることが判明した。使用中のホットカーペットの裏が斑点状に汚れた原因解析を行った。塩ビ被覆ヒーター線を不織布で挟み、接着剤で貼り合わせている構造のホットカーペットであり、汚れ部分は接着剤とヒーター線の交点である。塩ビに使用している可塑剤が接着剤との相互作用によりヒーター線表面にブルーミングしてきてカーペット裏まで浸透しフローリング剤を溶かし汚れとなったと考えられた。

カーボンナノチューブの製糸に関する研究 (5) 撚糸径を制御したブラシ状 CNT の紡糸方法

## 第 17 回繊維連合研究発表会 (奈良市) (20.8.28)

○喜多幸司, 赤井智幸, 西村正樹, 他

CNT 撚糸製造プロセスにおいては, CNT 撚糸の糸径は, ブラシ状 CNT から引き出される繊維状集合体の幅(引き出し幅)に依存する. 任意の糸径に制御された均質な CNT 撚糸を作製するために, 本研究では, ブラシ状 CNT を一定幅にパターン化することによって引き出し幅を制御する方法について検討を行った. 制御には, CO<sub>2</sub> レーザマーカを使用して, ブラシ状 CNT の一部を直線状に焼失させることで, 数 100 μm ~ 数 mm オーダーの等幅にパターン化する手法が有効であった. そして, 種々の幅に等幅パターン化されたブラシ状 CNT を用いて製糸実験を行った結果, 任意の糸径に制御された均質な CNT 撚糸の作製に成功した.

## カーボンナノチューブ撚糸の糸径制御技術の開発

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」成果発表 (和泉市) (20.11.13)

○喜多幸司, 赤井智幸, 西村正樹, 他

CNT 撚糸の糸径は, ブラシ状 CNT から引き出される CNT 繊維状集合体の幅(引き出し幅)に依存する. したがって, 任意の糸径に制御された CNT 撚糸を作製するには, CNT を一定幅にパターン化し, 引き出し幅を制御することが必要になると考えられる. 本研究では, CNT のパターン化方法について検討し, パターン化された CNT 基板を用いて製糸実験を行い, 得られた CNT 撚糸の物性を評価した. その結果, パターン化された基板を用いることで, 所望の糸径の CNT 撚糸の作製が可能となった. CNT 撚糸の引張り強度は, 撚り角度が 20 ~ 30 ° 付近で極大値を示す. 引張り強度の向上には, 細径化が有効であることがわかった.

## CNT による紡糸・撚糸技術の開発

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」第 3 回研究成果報告会 (大阪市) (20.11.21)

○喜多幸司, 赤井智幸, 西村正樹, 他

大阪府地域結集型共同研究事業の, CNT による紡糸・撚糸技術に関する研究開発成果を報告した. 19 年度上期の成果は, 撚糸の均質化に関するものであり, CNT の引き出し幅を制御するための, レーザマーカを用いた CNT 基板微細パターンニング技術についてである. 当該技術により, 所望の糸径を有する均質な撚糸の作り分けが可能となった. 19 年度下期の成果は, 撚糸の強度向上に寄与する製糸方法の改良に関するも

のである. 具体的には, 撚糸を高密度化するために, 撚り掛け前の CNT 繊維状集合体に揮発性溶剤を噴霧し, 凝集させる技術である.

## カーボンナノチューブ撚糸の糸径制御技術の開発

大阪府地域結集型共同研究事業「ナノカーボン活用技術の創成」第 3 回研究成果報告会 (大阪市) (20.11.21)

○喜多幸司, 赤井智幸, 西村正樹, 他

大阪府地域結集型共同研究事業の, CNT による紡糸・撚糸技術に関する 19 年度上期の研究開発成果を報告した. 具体的には, 撚糸の均質化に関するものであり, CNT の引き出し幅を制御するための, レーザマーカを用いた CNT 基板微細パターンニング技術の開発と, 作製した撚糸の物性について述べた. 微細パターンニングのためのレーザ照射最適条件は, レーザ照射後の CNT 基板をマイクロスコプで詳細に観察することで見出した. その最適照射条件でパターンニングした基板を用いることで, 均質かつ所望の糸径の撚糸作製が可能となった. また, 物性評価結果から, 引張り強度は撚り角度が 20 ~ 30 ° 付近で極大値を示すこと, 引張り強度の向上には細径化が有効であることがわかった.

## 「におい」に関する技術支援

産技研 (TRI) 実用化技術発表会 環境技術の新たな展開 (大阪市) (21.3.6)

○喜多幸司

私たちが日常生活で感じる「におい」には, 快感を与える「匂い」と不快感を与える「臭い(臭気)」がある. 近年, 清潔志向により生活空間の「臭い」が減少したと言われるが, 依然として, 消費者の「臭い」に対する関心は高く, とりわけ無臭への要求が強い. 産技研では, においに関する技術支援として, ガスクロマトグラフ質量分析計を用いて, 各種工業製品から発生した異臭の原因となるにおい物質の分析と, ガス検知管を用いて, 消臭・脱臭製品の臭気ガスの分解・吸着性能評価試験を行っている. 今回はこれらの事例について紹介した.

## カーボンナノチューブの製糸技術開発

日本繊維機械学会 第 62 回年次大会 (大阪市) (21.5.21)

○喜多幸司, 赤井智幸, 西村正樹, 他

平成 21 年度日本繊維機械学会賞技術賞を拝受した, 大阪府地域結集型共同研究事業における, カーボンナノチューブ (CNT) の製糸技術開発に関する成果を報告した. 本技術の根幹は, Si ウェハ上に垂直配向した

CNT から直接、CNT 撚糸を作製する「CNT 糸連続製造装置」であり、これには、糸端緒作製技術、連続製糸技術、糸切れ検知技術が含まれるが、均斉な糸を作るための糸径制御技術、糸の高密度化技術も同時に開発している。本技術は、炭素系ナノ材料である CNT を糸にし、また、製糸と同時にポビンに巻き取ることで、そのハンドリング性を飛躍的に向上させており、より広範な工業分野への CNT の適用を可能とするものである。

### 廃棄物最終処分場キャッピング用ジオコンポジットにおける貫入抵抗性

第 17 回繊維連合研究発表会 (奈良市) (20.8.28)

○西村正樹, 赤井智幸, 他

ガス透過性と遮水性を併せ持つ多孔質シートと、多孔質シートを保護し施工耐久性を付与する不織布から成るジオコンポジット (GC) は、廃棄物最終処分場キャッピング用途への適用が期待されている。本研究では、多孔質シート単体および GC について貫入試験を行い、貫入に対する抵抗性を評価するとともに、貫入変形時の遮水性の低下に対する抑制効果について調べた。その結果、厚手で単位面積質量の大きい不織布を積層・複合化することで、貫入に対する抵抗性が増加することが確認された。また、巨視的な材料破損が発生するような大きな変形を受けなければ、多孔質シートあるいは GC の遮水性は保持されることが考えられた。

### キャッピング工法 斜面適用性検証実験 (概要と経過)

ジオシンセティックス技術研究会平成 20 年度第 2 回総会 (京都府船井郡) (20.10.3)

○西村正樹

ガス透過性と遮水性を併せ持つ多孔質シートと、多孔質シートを保護し施工耐久性を付与する不織布から成るジオコンポジット (GC) は、廃棄物最終処分場のキャッピング用途への適用が期待されている。GC を廃棄物最終処分場の斜面部に適用する場合には、すべりに対する安定性が要求される。そこで、斜面部への GC の適用性を検証するため、覆土層厚 0.5m、勾配 1:2 の斜面に実際に GC を敷設し、斜面適用性検証実験を継続実施した。

### キャッピング工法 斜面適用性検証実験

ジオシンセティックス技術研究会平成 20 年度第 3 回総会 (大阪市) (21.3.27)

○西村正樹

ガス透過性と遮水性を併せ持つ多孔質材料と、多孔質材料を保護し施工耐久性を付与する不織布から成るジオコンポジット (GC) は、廃棄物最終処分場のキャッピング材料として期待されている。斜面部に GC を適用する場合、GC は遮水性を有するので、覆土との界面が潜在的すべり面になると考えられ、斜面適用性を評価するためには、自然環境下で、降水の影響を含めて斜面の安定性を検証することが重要である。先行研究において、勾配 1:2.0 の屋外実験斜面に実際に GC を敷設し、斜面適用性検証実験を継続実施しており、実験開始直後の計測上の問題点を克服し、さらに蓄積したデータを基に、これまでの実験結果を報告した。

### 廃棄物最終処分場キャッピング用ジオコンポジットの土層に対する摩擦特性評価

日本繊維機械学会 第 62 回年次大会 (大阪市) (21.5.21)

○西村正樹, 赤井智幸, 他

これまで、多孔質フィルムと不織布から成るジオコンポジット (以下、「GC」と称す。)について、廃棄物最終処分場の閉鎖時に用いるキャッピング材料としての適用性を評価してきた。廃棄物最終処分場の斜面部に GC を適用する場合、GC とその上部に敷設される覆土との界面が潜在的すべり面になると考えられ、この界面には、すべりに対する安定性が要求される。ここでは、GC と土層との界面の摩擦特性を室内実験により評価した結果を示す。また、それらの評価結果を基に、屋外の実験斜面に実際に GC を敷設し、GC の斜面適用性を自然環境下で検証した結果について報告した。

### 市場流通革の日本エコレザー基準 (JES) 適合率と課題

第 55 回皮革研究発表会 (姫路市) (21.5.20)

稲次俊敬, ○他

平成 20 年度特別共同研究で得られた成果とその後、追加試験 (国産革 17 点) を行った成果を中心に報告した。同時に、平成 14 年度から収集してきたデータを交えても考察を行った。すなわち、市場流通革 (国産 142 点, 輸入 56 点併せて 198 点) について日本エコレザー基準 (JES) に基づいた分析結果を基に適合率と不適合要因について検証した結果を報告する。国産革の不適合要因として鉛の溶出が最も多く 6 点、次いで、臭いが 3 点、ホルムアルデヒド、芳香族アミンが各 1 点であった。6 価クロム、並びに総クロムについては国産、輸入革ともに特に問題はなかった。

### 皮革の色彩測定における測色計の機差の検討

## 第 55 回皮革研究発表会 (姫路市) (21.5.20)

稲次俊敬, ○他

日本エコレザー基準 (JES) の中で染色摩擦堅ろう度の試験項目が採用された。この中で、基準値に革の色彩の濃淡別の判断基準が設けられた。このため、色の色彩の濃淡を判定するために革の表面を測色する必要性が出てきた。3箇所の公設試験研究機関の協力を得て、同一の試料革の測色を同一手法で測定したところ、測色結果に機差が生じることが明らかになった。このため、測色計の特性の違いを明らかにするとともに、同時に、平滑な革と起毛革の光沢の有無の効果についても検討した。成牛革の場合、明度、色濃度指数では、3者はほぼ一致した。色相度 $\Delta H$ は黒、灰色などの無彩色で機差が大きかった。

## 熱収縮時におけるコラーゲン線維の収縮挙動

## 第 55 回皮革研究発表会 (姫路市) (21.5.20)

○奥村 章, 道志 智

皮革が熱収縮する時のコラーゲン線維の収縮の様子を調べた。3種類のなめし (ホルマリン、クロム、植物タンニン) の鹿革について、乾燥および湿潤状態での加熱処理により熱収縮させたところ、コラーゲン線維は非常に興味深い“捻れ”、“絡み”の挙動を示した。このコラーゲン線維の特徴的な熱収縮挙動の観察は、皮革毛皮製品の熱による品質変化に関する評価を行う場合に、熱分析とともに、有効な品質評価手法になりうる。

## 無機系抗菌剤の新規加工方法

## 第 55 回皮革研究発表会 (姫路市) (21.5.20)

○道志 智, 佐藤恭司

これまでの練りこみ法やバインダーを用いた加工ではほとんどの抗菌剤が素材やバインダー中に埋没しており、表面に頭だしされたわずかな抗菌剤だけが、抗菌効果に寄与していた。本研究では静電的な力を利用して表面のみに抗菌剤を固定化する技術を開発した。従来と同程度あるいはより高い抗菌性を示した。また、ホルムアルデヒドの除去性能については、従来と比較すると非常に高い性能を示した。

## 皮革中の 6 価クロムに関する研究 — 薄層クロマトグラフによって分離した油剤の 6 価クロム生成および抑制に関する研究 —

## 第 55 回皮革研究発表会 (姫路市) (21.5.20)

○佐藤恭司, 道志 智, 倉田澄美, 汐崎久芳, 他

環境対応革実用化研究において、市販革を分析すると一部ではあるが 6 価クロムが検出される革が存在した。6 価クロムは製造工程では使用していないことを確認し、その発生原因について確認するために本研究を実施した。皮革製造工程で使用される加脂剤成分の酸化に着目し、さまざまな酸化条件で 6 価クロムの生成状況を検討したところ、次の結果が得られた。飽和化合物の油剤では 6 価クロムは生成しなかったが、油剤分子に 2 重結合が 1 個でも存在すると酸化によって 6 価クロムが生成した。一方、水分、コラーゲン、植物タンニンなどが存在すると抑制された。

## Phosphorescent Platinum(II) Complexes Applicable to Polymer Light-Emitting Diode

The 8th International Symposium on Functional  $\pi$ -Electron Systems (Graz, Austria) (20.7.21)

汐崎久芳, 櫻井芳昭, ○他

有機電界発光 (EL) 素子は、次世代薄型ディスプレイや照明装置への応用の観点から注目を集めている。効率的な電界発光を達成する手段としてりん光性発光材料の利用が挙げられ、これまでに遷移金属を中心とする金属錯体のりん光特性に多くの関心が寄せられてきた。りん光性金属錯体はまた、生産性の向上や大判素子の開発などの観点から、溶液塗布法による有機 EL 素子作製への応用が期待されている。今回、我々は有機溶媒ならびに高分子系キャリア輸送材料に対して高い溶解性を示すりん光性白金 (II) 錯体の開発、ならびに、これらを発光材料とする高分子 EL 素子の作製について報告した。

## りん光性白金 (II) 錯体を用いた高分子電界発光素子の EL 特性評価

## 色材研究発表会 (名古屋市) (20.9.12)

汐崎久芳, 櫻井芳昭, ○他

スピンコート法などの溶液塗布法により多様なサイズの素子を作製できる色素分散型高分子 EL 素子 (PLED) に注目し、新規りん光性発光材料の開発を行っている。りん光性白金錯体における C<sup>N</sup> 配位子の  $\pi$  共役の拡張により、PLED の発光波長を緑色から赤色まで長波長化することに成功し、有機 EL 用赤色発光材料の開発に対して指針を得た。しかし、 $\pi$  共役拡張に伴う発光輝度の低下は、発光量子収率の低下に起因すると考えられ、今後発光量子収率の高い赤色発光材料の設計と合成について検討する必要がある。

平成 20 年度産技研研究発表会 (20.11.13)  
(口頭発表およびポスター発表)

**焼結ダイヤモンド工具の放電成形加工**

○南 久, 渡邊幸司

焼結ダイヤモンド (PCD) は, 極めて高い耐摩耗性を有し, 高脆材料を高精度に加工するための工具材として注目されている. しかしながら, PCD をマイクロ工具形状に成形することは極めて困難であり, 高精度なツルージング技術の確立が必要である. 本研究では, 放電加工による高精度ツルージング法の確立を目的として, PCD に対する放電加工特性について検討した.

**薄鋼板のプレス成形におけるプレスモーション制御の影響**

○白川信彦, 宮田良雄, 中本貴之

サーボプレスは, 採用する加工法に応じてプレスモーションを最適化することができ, これまで困難とされていた高精度成形や難加工材成形に対応できるプレス加工機器として, 業界の注目を集めている. 当所のサーボプレスは, プレススライドだけでなく, 下方からの加圧を行うダイクッションもサーボモータを動力源としており, それら両方のモーションをプレス加工中に高精度に制御することができる. このスライドモーション制御とダイクッション制御を冷間圧延薄鋼板の円筒深絞り成形に適用し, 成形品の板厚分布に及ぼす影響を調べた. 特に, ダイクッション制御により板厚減少を抑制し, 成形限界を向上できることを明らかにした.

**電圧印加による難削材の超精密切削加工**

○本田索郎, 山口勝己, 足立和俊, 他

ダイヤモンド工具によって鉄系材料等の難削材を超精密切削する際, 工具の急速な熱化学的摩耗が問題となる. この摩耗は工具-被削材間に電流を流すことである程度抑制できることが分かっているが, この場合導電性ダイヤモンド工具が必要となり, 工具製作の時間・コスト面で不利である. 本研究では通常の絶縁性ダイヤモンド工具を用い, 工具-被削材間に電圧のみ印加する方法で, 工具摩耗の抑制と仕上げ面性状の改善を試みた. 多結晶 CVD ダイヤモンド工具による炭素鋼 SS400 の切削において, 10 V の電圧印加により, 工具の逃げ面摩耗が約 3 分の 2 に減少するとともに, 加工面のむしれ痕が大幅に減少し, 仕上げ面粗さが大きく向上した.

**SCM430 粉末のラピッドプロトタイプングとプラズマ窒化による造形物の高硬度化**

○中本貴之, 白川信彦, 宮田良雄, 上田順弘

金属粉末ラピッドプロトタイプング造形物の高硬度化を目的に, 低合金鋼 SCM430 粉末を取り上げ, レーザの照射条件が造形特性や機械的性質に及ぼす影響を調べるとともに, 造形後に熱処理およびプラズマ窒化処理を施し, 造形物の硬度向上について検証した. その結果, 造形したままの状態でも高硬度な造形物を得るには, 高密度を維持しながらも投入されるレーザの総エネルギー量をできるだけ少なくして造形することが必要であった. 造形物の硬さは, 造形したままが平均 345 HV であるのに対し, 熱処理を行うことで 500 HV 程度まで向上でき, また, プラズマ窒化処理後の造形物表面の硬さは約 680 HV となり, 造形したままに比べて約 2 倍に向上できた.

**軸付電着ダイヤモンド砥石の放電ツルージング**

○渡邊幸司, 南 久, 平松初珠, 石島 悌

電着ダイヤモンド砥石は, その製法上, 砥粒切れ刃高さを均一に揃えることは困難なことから, 高精度加工には適用されていない. 砥粒切れ刃高さを均一化できる適切なツルージング手法が開発されれば, 加工精度は大幅に向上し, 電着ダイヤモンド砥石の適用分野は飛躍的に拡大すると考えられる. 筆者らは, これまでに電着ダイヤモンド砥石の放電ツルージングについて検討し, ダイヤモンド砥粒自体を直接放電加工できることを示した. 本報では, 放電ツルージングに適した加工条件について検討した結果, 放電持続時間を短く設定した方が, 電着ダイヤモンド砥石を高効率にツルージングできることがわかった.

**ドリル加工における抜け際バリ生成機構について**

○安木誠一, 藤原久一

ドリル加工における抜け際に生成するバリを低コストで抑制できる手法の確立を目的として, 標準型ドリルを用いた場合における抜け際バリの生成過程と切削条件 (切削速度・送り量) の影響について調査した. バリ生成時の被削材底面の変形過程を観察し, 比較したことにより, 底面の伸びや破れなどといった変形の違いがバリ形態の違いに影響を与えることがわかった. また, 切削条件を変化させていく中で, バリ形態の変化と同時に一般式から外れたスラスト力の急増が確認された. バリ生成に影響を及ぼす, 切削現象もしくは物性の変化点の存在が示唆された.

## CO<sub>2</sub> 排出を著しく削減可能な新しい常圧ガス浸炭処理法

○水越朋之, 星野英光, 横山雄二郎, 石神逸男

広く普及している鋼のガス浸炭処理において, 余剰ガスを燃焼処理する際に発生する CO<sub>2</sub> の削減に取り組んだ. キャリアガス流量を著しく抑制した条件でも現状の浸炭処理と同じ処理結果が得られるガス浸炭処理炉として, 炉内 H<sub>2</sub> を選択的に排出できる炉内雰囲気安定化装置を備えた新しいガス浸炭炉を考案し, 工業規模の試作炉を製作した. この炉を用いた新しいガス浸炭処理では従来と同じ浸炭処理結果が得られるとともに, キャリアガス流量を著しく抑制することができ, これにより余剰ガス燃焼による CO<sub>2</sub> の排出を通常の 75% 以上削減することが可能となった.

## 金属と溶湯のその場反応を利用した新規アルミニウム基複合材料の創製

○松室光昭

アルミニウム溶湯に金属粉末を添加・攪拌する手法により, 添加金属のアルミニウム化合物粒子をその場で材料中に分散できる. 本研究では添加金属粉末として比較的安価な Ti または Ni を選定し, 各種アルミニウム合金溶湯に本手法を適用し, 新たな材料創製の可能性について調査した. Al-Si 溶湯に Ti 粉末を添加した場合, 低 Si 濃度の場合には Ti 粉末の反応は十分には進行しないが, 高 Si 濃度の場合には, Al<sub>3</sub>Ti ではなく, 高硬度の Si<sub>12</sub>Ti<sub>7</sub>Al<sub>5</sub> が分散することが分かった. 上記以外の添加金属と溶湯の組合せについても状態図を用いて調査し, それを基に各種 3 元系金属間化合物をアルミニウム中に微細に分散させることができた.

## 摩擦攪拌接合法による SS400 と 5083 アルミニウム合金の異種金属材料接合

○田中 努, 平田智丈, 森重大樹, 小栗泰造, 萩野秀樹

構造材料としてよく用いられている Al-Mg 系アルミニウム合金 (5083) と鋼 (SS400) の摩擦攪拌接合法による継手の強度を評価するとともに, 純アルミニウム (1100) と鋼の継手強度と比較することで合金元素による継手特性への影響を調査した. 5083 は 1100 に比べて接合が困難であり, 接合の入熱が高くなるに従って継手強度が低下した. これは, 入熱の増加とともに接合界面における金属間化合物相の生成量が増加したためであると考えられる. また, 1100 と比較検討した結果, 材料の熱伝導度によっても接合強度が依存していることがわかった.

## ダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜の現状とトライボロジー特性

○三浦健一, 他

ドライコーティング技術の進歩による密着性の改善と近年の環境問題を背景として, 最近, DLC 膜に大きな注目が集まっており, 幅広い分野で実用化研究が盛んに進められている. DLC 膜の現状として, DLC 膜の定義が曖昧でかつ諸特性が非常に広範であること, そして, 磁気記録媒体, 各種自動車関連部品や生体適合性・抗血栓性材料などへの適用事例について概説した. また, 大阪府産技研における研究内容として, 特に DLC 膜のトライボロジー特性制御に関する取り組みの中から摩擦特性のラマン G ピーク位置依存性と積層化によるトライボロジー特性の改善について紹介した.

## 電析 Ni-W-P 合金めっき電極の水素発生挙動の検討

○中出卓男, 西村 崇, 横井昌幸, 長瀧敬行

水素エネルギーは, 使用時に炭酸ガスなどの環境負荷物質を排出しないことから, 『クリーンエネルギー』として注目されている. その製造方法の 1 つとして高いエネルギー効率が得られる固体高分子水電解法が期待されている. しかし, この電極として, 白金族の金属やその合金, あるいはその酸化物を用いるため, 埋蔵量やコストの面から代替触媒材料が求められている. Ni および Ni 合金は, 水素発生反応に対して高い電極触媒活性を示すことが知られており, 特に Ni-W-P あるいは Ni-Mo-P は, 皮膜組成の最適化により白金電極とほぼ同等の水素発生能を示すことがすでに報告されている. しかし, いずれも無電解めっき法によって作製されたものであるため, 検討されている皮膜組成範囲が限定されている. 本報告では, 電析法により Ni-W-P 合金めっきを作製し, 硫酸水溶液中において皮膜組成が水素発生反応へ及ぼす影響について検討した.

## アルミナ溶射用 Ti-Al 下地皮膜の強化機構の検討

○足立振一郎

クロムめっき代替を目的として, Ti 粉末と Al 粉末の混合粉末をプラズマ溶射して得られる Ti-Al 皮膜をアルミナ溶射皮膜の下地皮膜とすることで, 密着力および基材防食性に優れた耐摩耗皮膜を開発した. Ti-Al 皮膜は硬質な Ti 化合物層と軟質な Al 層によりラメラ組織を形成しているが, 有限要素法 (FEM) による応力解析と実際の Ti-Al 皮膜の強度試験を行った.

その結果、引張応力下において Ti-Al 皮膜は Ti 化合物層の重なり部に応力が集中すること、および Ti 化合物層のヤング率が応力分布に影響することを明らかにし、これらが実際の皮膜強度と相関することを確認した。Ti-Al 皮膜のラメラ組織は複合強化材料と同様の挙動を示すことを明らかにした。

### 冷間加工を施したステンレス鋼に対する低温プラズマ窒化処理

○榮川元雄, 上田順弘, 他

冷間鍛造により成形したオーステナイト系ステンレス鋼部品の表面を硬化することを目的として低温プラズマ窒化処理を適用することを想定し、冷間加工による組織変化がプラズマ処理特性に及ぼす影響について調査を行った。SUS304 と SUS316 を供試材として調査した結果、加工誘起マルテンサイトが多いほど、より厚い窒化層が形成されることがわかった。これは、冷間加工により生成したマルテンサイト組織(フェライト相)が窒素の拡散を促進した結果であると考えられる。

### ダブルポテンシャルステップ法で作製した Pt 系合金微粒子触媒の安定性

○西村 崇, 横井昌幸, 他

白金合金触媒は、燃料電池の電極触媒として、現在多くの研究が行われている。白金合金触媒は、触媒特性が白金単体に比べ優れているため、白金の使用量を低減する効果がある。しかし、合金金属が溶解するという問題があり、耐食性の点で満足なものが得られていない。これまでに我々は、ポテンシャルステップ法を用いて構造を制御した PtNi 合金微粒子を作製し、酸素還元及び CO の酸化特性に優れ、かつ耐食性の高い微粒子が得られることを明らかにした。ポテンシャルステップ法で作製した PtNi 合金微粒子の電気化学的安定性について報告した。

### 摩擦攪拌接合装置のための支援ソフトの開発

○大川裕蔵

摩擦攪拌接合 (FSW) とはツールとワークの間に生じる摩擦熱を利用して金属を接合する技術で、通常の溶接が不得手とするアルミニウム合金などの軽金属の接合に適している。軽量化や高機能化の観点から軽金属合金を多用し始めている鉄道や自動車、重工メーカーなどから注目を集めている。中でも接合する部材の形状に対する制限が少ない曲面の接合技術は様々な分野に応用できるため、その開発が待たれているが、

FSW 特有の問題であるワークに対するツールの姿勢(位置と向き)の維持が難しくなり、FSW の曲面接合は実験レベルでしか実現していない。そこで FSW の曲面接合を支援するためにワークに対するツールの姿勢を表示するソフトウェアを開発した。

### 段差乗り越え機能を有する歩行支援器の運動性能向上について

○朴 忠植, 崔 鎮圭

従来の段差乗り越え時に歩行者が過度の力で押すと、歩行器自体の加速度が急激に増加し、歩行者が歩行器に追い付けなくなり転倒する。または、前輪が段差を昇った直後において、歩行者が歩行器を支えながら押す力のモーメントが、歩行器の重心に対して転倒方向に働き、歩行者の転倒につながる可能性が大きい。新たに考案した歩行者の転倒危険度をリアルタイムで検出する手法および歩行者の意図に沿うスムーズなアシストを行う手法について報告した。

### コンピュータウイルス対策の現状と課題

○石島 悌, 平松初珠

パソコンは多くの組織で日用品として利用され、日々の業務を支えている。業務の継続性を確保することが強く求められている現代社会においては、適切なセキュリティ対策をほどこし、パソコンや情報システムを障害から守ることが重要である。障害の主な原因として、コンピュータウイルスが広く認知されている。現状では、多くの組織において、パソコンにウイルス対策ソフトウェアなどの導入が進んでいるが、そうではないパソコンもやはり存在する。そのようなパソコンに対する解決策として、ウイルス検疫システムを提案する。ウイルス対策は、自組織だけではなく他組織を守るためにも実施すべき社会的責務である。

### インタラクティブ型電動義手の開発

○北川貴弘, 谷口正志, 朴 忠植, 他

現在、上肢切断者の多くが装飾義手を使用しており、電動義手の普及は欧米より大きな遅れをとっている。その理由として、高価であるため自費での購入が困難であることや、助成により筋電義手を入手しても操作習熟が困難であるため使用を断念してしまうことなどが考えられている。そこで、操作習熟が容易な新しい電動義手を、シネプラスティをメカトロニクス技術で高度化させる方法で開発を行った。試作システムを用いて実際に人体に接続しての動作実験を行った結果、開閉動作において誤動作は認められず、さらに大小の

判別も可能となる情報を人体にフィードバックできることが確認でき、インタラクティブな電動義手を構築することができた。

### 簡単、低コストで利用できる製造業向け情報化支援ソフトウェアの紹介

○新田 仁, 竹田裕紀

今あるパソコンで簡単且つ低コストに利用できる製造業向け情報化支援ソフトウェアを開発した。本ソフトウェアは「受注 → 材料発注 → 材料入庫 → 指示書発行 → 検品 → 在庫反映 → 納品 → 請求 → 回収」という製造業における一般的な業務フローと在庫管理等の照会機能をサポートするため、システム未導入の中小企業が手始めに導入するのに適している。本ソフトウェアは、1台のパソコンだけで手軽に利用できるスタンドアロン版と、サーバーを用いて複数のパソコンからの利用を可能にするクライアントサーバー版の両方に対応している。クライアントサーバー版では、サーバーのファイル共有機能との相乗効果により、さらに効率的な社内情報化を実現できる。

### ブロードバンド環境を利用した対外サービスの取り組み事例

○平松初珠, 石島 悌

インターネットが誕生して以来、我々の社会生活は大きく変化した。特にこの十年の進展は目覚ましく、もはやネットワークは社会インフラといっても過言ではないほどに成長した。また、ネットワークインフラの整備が進んだことにより、音声や映像をはじめとするデータ量が多くより広いネットワーク帯域を必要とするコンテンツが増え、その利用が急速に伸びている。本稿では、日本のブロードバンドの普及状況や国内のインターネットトラフィックの推移について述べる。また、当研究所での取り組み事例として、テレビ会議システムの利用を紹介した。

### 段積み貨物の共振について

○高田利夫, 君田隆男, 中嶋隆勝, 津田和城, 細山亮

輸送中の製品の危害を未然防止するために振動試験を行う。その時、振動数、加速度、パワースペクトル密度および加振時間などの条件は規格で規定されているが、段積みや固定方法は規定されていないので差異があることを明確にするために、包装貨物の共振を測定して以下の結果を得た。バンド固定した方が共振加速度は大きくなり、底面固定した方が共振振動数は高

く共振加速度は小さくなる傾向になる。積み段数が多くなる程、共振振動数は、上段が低くなり下段が高くなる傾向があり、共振加速度は、垂直加振では上段が大きく下段が小さくなるのに、水平加振では上段が小さく下段が大きくなる傾向にある。

### 車両用衝突緩衝装置の開発

○中嶋隆勝, 他

安全・安心な道路環境を実現するため、分岐部などの危険地点に車両衝突緩衝装置を設置することになり、高性能な車両衝突用緩衝装置を開発することになった。最初に開発した時速 100 km 対応型ショックプロテクターは、慣性質量体を配置したものであり、これにより、衝撃エネルギーの吸収効率が改善されるだけでなく、設定以上の衝突速度に対しては、吸収エネルギーが大きくなり、逆に設定以下の場合、よりやさしく車両を受け止めることが可能になった。その後、ポールクッション、テールプロテクターを開発した。今後も、新たな開発を進めるとともに、既開発品の性能向上、信頼性向上にも取り組む予定である。

### 褥瘡予防寝具使用時における人体仙骨部の接触圧と体組成率との関係

○山本貴則, 片桐真子, 平井 学, 木村裕和, 他

褥瘡(床ずれ)予防寝具としては、接触圧(体圧)を分散し皮下組織の虚血状態を抑制することが重要である。しかし、これら褥瘡予防寝具を用いたときの接触圧やその分散性に関しては明確なエビデンスが少ない。そこで、生理的、感覚的に最適な褥瘡予防寝具の設計・開発を目的として、高齢被験者を用いて代表的な褥瘡予防寝具に仰臥したときの人体仙骨部の接触圧や組織血流量を計測し、皮下脂肪率などの身体状況との関係について検討を行った。その結果、人体仙骨部の接触圧、ならびに皮膚組織血流量は、褥瘡予防寝具の組み合わせによって変化した。また、ベースマットのような寝具では、体脂肪率や皮下脂肪率によって接触圧や皮膚組織血流量が変化することがわかった。

### 振動試験中の共振現象を音響解析により検出するシステムの開発

○君田隆男, 中嶋隆勝

振動試験現場で簡単に製品の共振現象を検出する方法として、「音響解析による共振現象検出法」を考案し、開発を進めている。考案法は、振動試験供試品の共振時に発生する音を解析することで、供試品の共振振動数を検出する方法である。考案法に用いる解析手

法として、音圧時間波形からのピーク間隔抽出について検討すると同時に、その自動処理プログラムの内容を紹介した。板材の共振振動数検出の実験を行った結果、同時に発生した複数の異なる共振振動数を、区別して検出することができた。また、考案法を簡単な入力操作だけで自動処理できるプログラムを作成し、その有効性を確認することができた。

#### 貨物の段積みの影響を考慮した振動試験条件の導出

○津田和城，中嶋隆勝，高田利夫

これまでに、大阪府立産技研とIMV株式会社は、製品への振動伝達や製品の破損確率などを考慮できる蓄積疲労振動試験システムを共同開発してきた。このシステムには、段積み貨物の各段の蓄積疲労スペクトルを計測・解析する機能があるため、これまでは困難であった貨物の段積みの影響を考慮した試験が可能になるものの、実験的には十分検討されていなかった。そこで、段積み貨物を用いて振動実験を行い、この機能を利用して、段積みの影響を考慮した試験条件の導出を試みた。その結果、高い振動数帯では目標と一致していないものの、低い振動数帯では目標とほぼ一致する試験条件を導出でき、段積みの影響を考慮した試験ができることがわかった。

#### 真空を利用した高分子フィルムの水蒸気透過性評価方法の開発

○岡本昭夫

高分子フィルム基板のガスバリア性の評価には従来法では、非常に時間がかかる、実用上の測定限界を超えている、等の問題点があり、実際には、有機EL発光素子の経時劣化により評価しているのが現状であり、簡便な評価方法の確立が望まれている。本研究で真空を利用した比較的簡便なガスバリア性の評価方法を検討するため、四重極質量分析計を用いたガスバリア性能評価装置の試作を行い、酸素ガス透過に関する評価の可能性を確認した。本装置で水蒸気透過度の評価を行うため、水蒸気発生装置の試作を行い、真空チャンバーへの水蒸気導入の可否及び水蒸気透過度に関する評価の可能性を検討した結果について報告した。

#### 2段階製膜およびポストアニール処理を用いたCuScO<sub>2</sub>薄膜のエピタキシャル成長

○寛 芳治，佐藤和郎

PLD法によりサファイヤ基板上に2段階製膜(10 nm以下のCSO(0001)エピタキシャル薄膜上に数100 nm厚のCSO多結晶薄膜を作製)を行い、得られた薄

膜に対してポストアニール処理を施した。その結果、再現性よく数100 nm厚のCSO(0001)エピタキシャル薄膜を作製することに成功した。作製された薄膜は、可視光領域で60%以上の透過率を有し、ホール効果測定温度依存性を測定した結果、この材料系において初めて通常の半導体的な電気特性の温度依存性が観察された。ここでキャリア密度の温度依存性の結果から見積もられた活性化エネルギーは約0.62 eVであり、非常に大きいことがわかった。

#### ZnO-SnO<sub>2</sub>薄膜の電気および光学特性に与える真空アニールの効果

○佐藤和郎，寛 芳治，村上修一，岡本昭夫，森脇耕介

ZnO-SnO<sub>2</sub>(ZTO)薄膜は可視光領域で高い透過率を示し、また電気伝導性も有する。加えて、ZTOは亜鉛とスズという豊富でかつ比較的安価な環境に負荷をかけない元素で構成されている。このためZTOは新しい透明導電膜材料候補として研究が進められている。しかしながらその電気抵抗率は高く、その低減が応用に向けての課題となっている。これまでに成膜条件の最適化やドーピングなどの手法によりZTO薄膜の電気抵抗率の低減を目指し、研究を進めてきた。ZTO薄膜の電気抵抗率の改善を目的として、真空中でポストアニール処理を行った結果について報告した。

#### 水中用薄膜型超音波センサの作製

○田中恒久，井上幸二，福田宏輝，他

水中用ロボットの障害物検知装置への利用を目標にして、MEMS技術を用いてシリコン基板上に小型の水中用薄膜型超音波センサを作製した。センサはダイアフラム構造であり、積層膜の最上層には、PZT薄膜や白金電極が直接露出しない様に撥水撥油性のフッ素系高分子樹脂を全面に塗布している。純水中の評価において、音源に水中用超音波トランスデューサ、受信機に作製した水中用薄膜型超音波センサを用いて、約170 mm離れた物体の検出に成功した。今後の課題は、センサの高感度化、アレイ化、受信特性の水中評価技術の確立である。

#### 有機発光材料poly(9,9-dioctylfluorene)の高秩序配向膜の光物性

○村上修一，他

poly(9,9-dioctylfluorene)(F8)はπ電子共役で主鎖を構成する一次元有機高分子であり、熱的、化学的に安

定で高効率青色発光特性を有することから、近年、有機発光素子における青色発光材料として注目されている。特に、配向層上に分子配向させることができるため、液晶ディスプレイ向け偏光光源など偏光デバイスへの応用が期待されている。F8は製膜条件によりアモルファス相、結晶相、 $\beta$ 相と異なる3相を形成し、とりわけ $\beta$ 相の蛍光量子収率が高いことが知られている。 $\beta$ 相配向膜を作製し、その光物性と構造解析の評価を行ったところ、蛍光量子収率と光学異方性の高い結果が得られたので報告した。

### フッ素樹脂をゲート絶縁膜に用いた有機単結晶トランジスタの開発

○宇野真由美, 他

有機半導体単結晶を用いた電界効果トランジスタは、結晶粒界等の影響がないため有機材料では最高レベルの移動度 ( $\sim 30 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ ) を達成することができ、これまでにない高機能の分子デバイス、センサ等への幅広い応用が期待できる。この有機単結晶トランジスタについて、これまで実績のあるフッ素樹脂系のゲート絶縁膜を適用し、有機半導体とゲート絶縁膜の界面で問題となる水分等の不純物の低減をはかった。ルブレン結晶、及びn型有機半導体であるTCNQ結晶について評価した結果、ON/OFF時のヒステリシスが大幅に低減し、再現性良く高い移動度値が得られた。本技術は新材料の評価手法としても用いることができる。

### 酸化クロム薄膜歪ゲージを用いたフレキシブル触覚・力覚センサの開発 (II)

○松永 崇, 日下忠興, 箕 芳治, 岡本昭夫, 佐藤和郎

これまでにシリコーンゴムやポリイミドフィルム上に酸化クロム薄膜歪ゲージを形成したフレキシブル触覚・力覚センサを作製し、荷重の方向の検出など、センサとしての有効性を確認した。しかしながら、酸化クロム薄膜にクラックが入ることによる歩留り低下の改善など、実用化には解決すべき課題がある。そこで本研究では、DLC薄膜等を中間層に用いて膜内応力をキャンセルし、酸化クロム薄膜の自己破壊を防止することを試みた。また、センサパターン作製には、メタルマスクを用いることで、作製工程を可能な限りシンプルにした。その結果、従来よりも大幅に安定してセンサを作製することが可能となった。

### 超音波パルスのスペクトラム拡散による位置計測

○金岡祐介, 井上幸二, 田中恒久

超音波を用いた距離の計測は、送信側から単純に1パルスの音波を発信し、対象物からの反射波をセンサで観測すれば、その時間差から距離の推定が可能である。しかし、この測定方法では、反射した音波と同等かそれ以上の音圧を有する音源が近くに存在する場合、測定は困難である。超音波による空間の位置計測技術を産業用ロボットに搭載することを考えると、工場などの生産現場では機械の動作音などが問題になる。そこで、送信波に対しM系列による変調でスペクトラム拡散を施し、受信した音波に対し復調を行うことにより、目的の音波のみの情報を抽出可能か検討した。

### 凹凸型ゲル微粒子の調製とその特性

○木本正樹

水/エタノール混合溶媒中においてポリエチレングリコールブロック含有マクロアゾ重合開始剤および二官能性モノマーを用いて、ゲル微粒子の調製を試みた。得られたゲル微粒子の微細構造について検討するとともに、膨潤度および色素などの吸着特性について検討した。得られたゲル微粒子の形態はモノマーの種類によって異なった。微粒子の形態には、溶媒とモノマーおよび生成ポリマーの親和性、反応性、架橋点間分子量などが関係している。得られたゲル微粒子はトルエンにより膨潤し、用いたモノマーの極性によって膨潤度は異なった。また、ゲル微粒子は色素、金ナノ粒子などを吸着することがわかった。

### 高速気流中衝撃法による反応性ポリイミドと多孔性シリカゲルとの複合粒子の作製

○浅尾勝哉

官能基を有するポリイミドワニスをも多孔性シリカゲル粒子に含浸したものを加熱乾燥することによって調製した複合粒子は反応性、耐熱性やハンドリング性が良好である。しかし、シリカゲル粒子の細孔内部にポリイミドが充填され、特徴である多孔性が失われる。その解決策として高速気流中衝撃法による複合化技術が考えられる。高速気流中衝撃法は乾式で物理的エネルギーを用いて母粒子の表面を異なる素材の子粒子で改質して機能性複合粒子を創製する技術である。本技術を用いることで多孔性シリカゲル粒子の特徴である内部の細孔を保持し、表面にポリイミド粒子を被覆するが可能であると考えられる。高速気流中衝撃法を用い、アミノ基を有する球状の反応性ポリイミド粒子と球状のクロマトグラフ用多孔性シリカゲル粒子との複

合化を試みた。

### 化学気相反応法ならびにパルス通電焼結法による SiC 多孔体の作製

○垣辻 篤, 他

化学気相反応を用いて SiC 多孔体の作製を試みた。試料の作製には 2 つのプロセスを採用した。一つは、大小粒径の異なる 2 種類の Si 粉末を化学気相反応により SiC 多孔質粉末を作製し、これら粉末をパルス通電焼結を用いて SiC 多孔体を得る方法ある。もう一方は微粒の Si 粉末を焼結温度ならびに焼結時間を変化させた真空焼結を実施することにより Si 多孔体を作製し、その後に化学気相反応を行うものである。この様に、各種条件を変化させることにより、SiC 多孔体の強度と気孔率を広範囲に制御できることを示した。特に後者のプロセスで作製した試料では、60% 以上の高気孔率で圧縮強度が 50MPa 以上と多孔体として十分な強度を有する SiC 多孔体を作製することが可能となった。

### 微細金型による光学素子の複製

○櫻井芳昭, 佐藤和郎, 福田宏輝, 他

電子線リソグラフィを研究する過程で、従来のレジストである PMMA とは全く異なるシロキサン (Si-O-Si) を骨格とする高感度のポリシロキサンレジスト (PMVS) を見出した。さらに、透明導電膜付きガラス上に電子線リソグラフィを用いて PMVS パターンからなる CGH を作製することに成功した。そこで、透明導電膜付きガラス上に作製した CGH 素子 (マスタパターン) の複製を目的に、一連のプロセスの開発を行った。その結果、マスタパターンとほぼ同じ表面構造を有するレプリカが得られたので、マスタパターンから複製用電鋳型 (微細金型) の作製、微細金型からレプリカの作製およびその結果について報告した。

### Ba 系磁性誘電体単結晶薄膜の TEM 観察

○久米秀樹, 他

BaFeO<sub>3</sub>(BFO) 単結晶薄膜は、磁性誘電体薄膜材料として注目されている。BFO 薄膜の Fe の一部を Zr に置換することにより磁性誘電特性が向上する結果が得られ、この Ba(Fe<sub>1-x</sub>Zr<sub>x</sub>)O<sub>3-d</sub>(BFZO) 薄膜の微細構造を TEM 観察することを目的とした。膜面には、数ナノメートルの格子歪に起因するコントラストが多数確認された。これは、Zr 置換固溶に伴い形成された Fe イオンを含む強磁性クラスターの存在を示唆し、膜の磁気特性に関与していると考えられる。基板と BFZO 薄

膜の界面は、原子レベルで整合し、電子線回折からもアモルファス相や析出物などの第 2 相は存在しないことを確認した。芳香族ポリアミド微粒子の表面修飾および機能化吉岡弥生ナノサイズのアミノ基を有する芳香族ポリアミド微粒子を用い、これらの粒子表面をシランカップリング剤で処理した。このとき、用いた反応溶媒の種類によって、シランカップリング剤の担持量を制御できた。また、このようにして得られた処理後の微粒子は、処理前の粒子形状を保持していた。さらに、これら微粒子と ZnO 微粒子との複合化を行い、これらポリアミド微粒子表面に ZnO 微粒子を担持することができた。これらの複合化により、ZnO 微粒子が有する機能および特性の新たな付与が可能であることから、本微粒子の新たな用途展開が期待できる。

### アミンイミドを用いた刺激応答性粘着剤の開発

○館 秀樹

粘着剤には接着力よりも、容易に剥がせ、剥がした相手を傷つけたり汚したりしない性能が求められる。さらに光や熱などの外部刺激により、粘着力の急速低下と、被着体から迅速剥離ができる易剥離粘着剤の開発は全く新たな用途展開が期待できる。市販されている刺激応答性易剥離粘着剤は、硬化剤を用いて系全体を硬化させる方法が主流である。この方法では刺激応答性に乏しく剥離不良が起こる問題がある。これらの問題を解決するために、粘着成分そのものが架橋反応に関与する粘着剤と潜在性化合物とを組み合わせ、新規な刺激応答性易剥離粘着剤の開発に至った。その粘着性および易剥離性の試験結果について報告した。

### 光硬化性シルセスキオキサンの開発

○井上陽太郎

光重合開始剤なしで光重合が開始するだけでなく、光重合を阻害する酸素の影響を受けないマレイミド基を感光性基として熱安定性に優れたシルセスキオキサン基を主骨格に導入することにより、新規マレイミド基を有する光硬化性シルセスキオキサンを合成した。ガラス上に製膜したシルセスキオキサンに紫外光を照射することにより光重合開始剤なしで容易に硬化した。このシルセスキオキサンの光硬化物は有機溶媒には不溶で、優れた耐薬品性を示し、さらに熱重量分析から、300 °C までの熱安定性を示すことが明らかになった。

### カーボンナノコイル (CNC) の量産化を目指した触媒担持粒子の作製

## ○長谷川泰則, 久米秀樹, 野坂俊紀, 他

カーボンナノコイル (CNC) はカーボンナノチューブ (CNT) に匹敵する高い導電性と機械的強度を有することに加え, 従来の素材には見られない特異な構造 (ナノメートルオーダーのコイル径を持つらせん構造) をとるがゆえに電磁波に活性, 強靱なバネ特性, など優れた性質を数多く持ち, ナノ複合材 (複合樹脂等), 電界電子放出源, 電磁波吸収材, ナノバネなど幅広い材料への応用が期待されている. しかし, これまでこれらを実現するために不可欠な CNC の安定・大量供給を可能とする技術は見出されていない. そこで, CNC の量産化を目指し, メカノケミカル法による CNC 大量合成用触媒の製造方法について検討した.

**木質系廃材のガス化メタノール製造法の開発**

## ○井本泰造, 大山将央, 岩崎和弥, 宮内修平

バイオマスのエネルギー転換技術としてガス化法が注目されており, 貯蔵・輸送の面から生成ガスの液体燃料化が望まれている. そこで, 本研究では, ダウンドラフト型固定床ガス化炉 (塔高さ 2.8 m, 内容量 325 lit.) を試作し, ガス化剤として空気を使用し木質系建築廃材のガス化試験を行った. その結果, 高濃度の  $H_2$  及び  $CO$  ガスが得られることが確認された. しかし, メタノール反応 ( $2H_2 + CO \rightarrow CH_3OH$ ) の量論比を表す  $H_2/CO$  値は 2 であるが, 本試験では  $H_2$  のガス化炉内での生成割合が  $CO$  に比較し少ないことがわかった.

**内装材から放散される室内空気汚染物質の測定**

## ○小河 宏

近年, シックハウス問題を契機として各種材料から放散される揮発性有機化合物 (VOC) による室内空気汚染が大きな社会問題となり, 消費者の室内空気質に対する関心が高まっている. さらに, 最近では, 自動車内装材から放散される VOC による車室内の空気汚染が問題視されている. 以上のような点をふまえて, 建築および自動車業界では, 室内空気汚染源のひとつである内装材から放散される VOC を測定するための試験方法をそれぞれ JIS, JASO として規格化した. その測定方法として, 建築内装材については小形チャンバー法 (チャンバー法) が, 一方の車輻用内装材はサンプリングバッグ法 (バッグ法) が採用された. そこで, チャンバー法およびバッグ法による内装材からの VOC 放散挙動について研究するとともに両試験方法の相関性について検討した.

**水中の光触媒から発生する OH ラジカルの測定 —メチレンブルー分解と ESR によるラジカル測定の相関について—**

## ○岩崎和弥, 日置亜也子, 林 寛一

酸化チタン ( $TiO_2$ ) 光触媒は水質浄化や有害ガス分解など多くの分野で利用されている. その機能は複雑であるが一般的に水中では光触媒作用により発生する OH ラジカル等の活性酸素が起因していると考えられている. そこで本研究では水中での光触媒に注目して, 水系での評価に多く用いられているメチレンブルーの脱色率と ESR による OH ラジカルの測定結果について検討した結果, 両者には良好な相関が認められた. また ESR による OH ラジカルの測定条件を検討することにより再現性の良い測定結果が得られた.

**Fe(III) 酸化鉄による OH ラジカルの生成と環境中有機物の処理技術**

## ○林 寛一, 中島陽一, 他

環境中有機化合物の酸化分解法としてフェントン反応を基本として, 酸化鉄廃棄物の再利用, および, 鉄サビのひとつである III 価鉄種の利用とともに, これら酸化鉄触媒の水溶液中での OH ラジカル生成について検討した. さらに, この鉄触媒を用いる VOC や農薬に対する分解能, 推定される分解反応の詳細について研究した. その結果, オキシ水酸化鉄/過酸化水素系においてフェントン反応に替わる新しい OH ラジカル生成触媒の可能性を見出した. また, この III 価鉄種によるトルエンやカルボフランの分解も可能であることが明らかになり鉄廃棄物の再利用などにも期待がもてる結果が得られた.

**大気圧でのプラズマ重合による PTFE のめっき技術**

## ○田原 充, 出水 敬, 中出卓男, 他

Ar ガス雰囲気中にアクリル酸の蒸気を混入して試料の PTFE 表面にプラズマグラフト重合を行った. ここの方法は大気圧の状態で行うことができ, 簡易な装置で連続処理, 大型化が可能になると考えられる. フッ素樹脂はその耐薬品性, 高周波域での誘電特性など非常に優れた材料であるが, 難接着性のため, 金属ナトリウム処理がかかせなかった. しかし, 処理むらが大きく, また, PTFE 表面が非常に荒くなるため, 均一で微細な処理が必要とされるものには用いることができなかった. プラズマ重合した PTFE に銅めっきを行い, 良好な密着性が得られたことから, 金属ナトリウム処理で困難であった微細なプリント基板やギガヘルツ域の高周波アンテナなどの分野への応用が期待

できる。

### 介護用シーツ製品の防水性評価

○宮崎克彦

介護用シーツは、シーツ上にこぼれた水分がベッドや敷ふとんに浸透することを防ぐ機能が重要視される。しかし、その一方で発汗などの水分を吸収する機能も求められるため、防水性と吸水性の相反する機能を複合的に評価する必要がある。介護用シーツに関し、新たな防水性評価法を提案する。本評価法は、実際の使用形態を想定し、試料表面に規定量の水分を滴下し、表面から一定条件で荷重を負荷した後、試料裏面へ浸透した水分量で評価する。従来法による、試料表面のはっ水機能を評価対象とするのと異なり、吸水性の良い素材を表面に使用したシーツ製品なども的確に評価することができた。

### 廃棄物処分場キャッピング用ジオコンポジットの開発と評価

○西村正樹, 赤井智幸, 他

埋め立てが終了した廃棄物最終処分場の適切な閉鎖や、不適切処分された廃棄物の封じ込めは、重要な環境課題であり、安全で信頼性が高く、かつ低コストの対策が必要とされる。これらの課題を解決できるキャッピング材料として、ガス透過性と遮水性を有する多孔質シートと、多孔質シートを保護し施工耐久性を付与する不織布から成る複合材料(ジオコンポジット)が注目されており、室内実験および屋外実験によって、その基本性能ならびに適用性を評価してきた。屋外実験による評価結果を中心に、ジオコンポジッ

トのキャッピング材料としての適用性について検討した。

### 獣毛を鑑定する

○奥村 章

獣毛の動物種の鑑定法として、毛小皮紋理, 毛髄質, 毛横断面等の形態観察の組み合わせ, 特に毛髄質(縦断面)のSEM観察が有効あり, 毛皮, 獣毛混用繊維, 食品等の混入物, 文化財等の獣毛素材の判定に応用できる。36種類の獣毛について, 刺毛のSEM観察を行い, 毛髄質(縦断面)の標本作成手法の概要, 毛小皮紋理(基底部)と毛髄質(楯状部)の分類組み合わせによる判定, 各種の毛皮動物毛のSEM写真集について報告した。

### コラーゲン線維を鋳型に用いた多孔質シリカの合成(2) -コラーゲン線維の除去方法の影響-

○道志 智

コラーゲン線維を鋳型に用いてコラーゲン線維/シリカ複合体を合成し, 高温で焼成することで大きな比表面積とミクロ孔を有する多孔質シリカが合成できることは既に報告した。しかし, 高温での焼成においては細孔の収縮や崩壊が起こる可能性がある。そこで, コラーゲンの酸への溶解性に着目し, 酸抽出によりコラーゲン線維を除去した。その結果, 焼成により除去した多孔質シリカと比較し, より大きな比表面積, 細孔容積, 細孔径を有する多孔質シリカを得ることができ, 酸抽出を行うことで, 細孔の収縮, 崩壊が起こらないことが示唆された。

# 産業財産権

(2008.7.1 ~ 2009.6.30)



### 1. シリカ微粒子及びその製造方法：特許 4155442 号（共有）

本発明は、自動車、家電、建築などの塗装表面、窓ガラスなどへの水滴の付着を防止することを目的としている。アクリルシリコン樹脂および揮発性のアルカリ物質存在下、アルコールなどの溶液中においてアルコキシシラン又はアルキルジシラザンなどを加水分解・重縮合することによって撥水性シリカ微粒子のコロイド分散溶液が得られる。このコロイド分散溶液をガラスなどの基材に塗布、乾燥することで、水に対する接触角が 120° から 150° 程度の撥水性塗膜が得られる。本発明による撥水性シリカ微粒子は、金属、プラスチック、ガラスなどの素材表面あるいはそれらの塗装表面などの被覆に用いることができる。

### 2. 染料及び色素吸着剤及び処理方法：特許 4189540 号

バイオ分野の必須技術である電気泳動分析において、分離されたバンドは目視できるように染料で染められる。タンパク質の場合は Coomassie Brilliant Blue (CBB) が、遺伝子 (DNA) の場合は Ethidium Bromide (EtBr) が用いられるが、CBB の脱色液はメタノールと酢酸を高濃度に含むことから再利用が望ましく、また、EtBr は変異原性が高いことから、使用後は確実な処理が求められている。食品廃棄物である“おから”は、現行の活性炭より優れた吸着能力と吸着速度を持つことから、これらを可能にする新しい吸着システムの開発が期待できる。

### 3. 耐摩耗性に優れた球状バナジウム炭化物含有低熱膨張材料及びこの製造方法：特許 4278060 号（共有）

精密加工分野では求められる加工精度がミクロンオーダーからサブミクロンオーダーになりこれらを加工する機械の精度が問題となっている。この加工機の温度変化による寸法変化も問題とされるため、使用される部材にも温度変化による寸法変化の少ない材料の使用が必要とされている。これらの要求を満たす材料として広く知られているものに、鉄-ニッケル系を基本組成とする合金のインバー、スーパーインバーなどの低熱膨張材料がある。しかし、一般にこれらの低熱膨張材料は、極めて硬度が低く、摺動摩耗のような耐摩耗性に劣る欠点を有している。そこで当所で見出しているバナジウム炭化物球状化処理の手法を、上述の鉄-ニッケル系の合金に適用して、低熱膨張性を有する基地中に球状バナジウム炭化物を分散させた硬度の高い材料を開発し、標記特許とした。本材料は低熱膨張性ととともに、硬質な炭化物粒子が分散しているため、インバー、スーパーインバーなどの低熱膨張材料よりも耐摩耗性が格段に優れている。

### 4. ポリイミド微粒子およびその製造方法：特許 4284451 号

本発明は化学反応を用いて、高い耐熱性を有する多孔性ポリイミド微粒子およびその作製法を提供するものである。具体的には超音波を照射しながら溶媒中でテトラカルボン酸二無水物とジイソシアナートの反応を行うことで、粒子表面が多数の棒状ないしは板状の凸部及び開放気孔から形成される多孔性ポリイミド微粒子を得ることができる。従来の発明では球形状ポリイミドで表面に突起や空孔を有しておらず、多孔性のポリイミド微粒子を得ることができなかった。用途として、電機・電子材料、層間絶縁膜、クロマトグラフ用材料などへの応用が期待できる。

### 5. 受圧管一体型圧力センサ受圧管一体型圧力センサ：特許 4284508 号（共有）

本発明の圧力センサは、受圧管とダイヤフラムを備えた小型の受圧管一体型圧力センサである。感圧素子材料等を改善したことで、動作温度として 250℃ 以上、特に 350～400℃ の高温でも安定に動作する。また、上記の温度範囲でも温度補償を行うことなく、直線性に優れた出力を示し、安定した圧力測定が可能である。そのため、自動車用エンジンなどの内燃機関の燃料圧制御、高温下で使用される産業用機械の圧力制御への利用が期待できる。

### 6. ポリアミド微粒子およびその製造方法：特許 4304434 号（共有）

本発明は、サブミクロンサイズのポリアミド微粒子およびその製造方法に関するものである。従来では、温度や溶解度の厳密な制御の下、相分離などにより微粒子を析出させる方法などが用いられていた。本製造方法では、アミンと酸クロライド化合物を超音波照射下アセトン中などで反応させることによりワンステップでポリアミド微粒子を作製することができる。この製造工程は、温度や溶解度の厳密な制御も必要なく非常に簡便であることから工業的にも優れていると言える。また、得られる微粒子は優れた単分散性、耐熱性、耐薬品性を有するサブミクロンサイズのポリアミド微粒子であり、塗料、充填剤、改質剤、炭素材料などとしての応用が期待できる。



編集委員（50音順）

○印 委員長

稲次俊敬 宇治 忠 大西 均

橘堂 忠 花立有功 ○水谷 潔

宮内修平

（事務局） 野口修一

大阪府立産業技術総合研究所報告

通巻 No.23

平成21年9月30日発行

---

編集・発行 大阪府立産業技術総合研究所  
情報編集・活用運営委員会  
〒594-1157 和泉市あゆみ野2丁目7番1号  
Phone (0725) 51-2517

---

本誌に掲載された著作物は、大阪府立産業技術総合研究所の  
許可なく転載・複写することはできません。

本誌ご入用の方は、当所業務推進部研究調整課までお問合せ下さい。

この冊子は1,000部作成し、一部あたりの単価は294円です。

