

技 術 論 文

時効処理を施したチタン合金の摩擦摩耗特性

Tribological Properties of Aging Treated Titanium Alloy

道山 泰宏* 出水 敬**
Yasuhiro Michiyama Kei Demizu

(2010年6月7日 受理)

This study examines the tribological properties of a titanium alloy. Especially, the effects of aging treatment on the tribological properties, such as wear amount and coefficient of friction, were investigated systematically for the beta type titanium alloy (Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al). Accelerated aging treatment was conducted at temperatures of 350–550°C for 2–72 hr after solution treatment at 850°C for 2 hr. A ball-on-flat type friction and wear tester were used to evaluate tribological properties at 25°C and 50%RH under a dry sliding condition in which an SUJ2 steel ball was used as the counter-face material. Microvickers hardness values of the titanium alloys with aging treatment were 260–440 HV. The wear amount and the hardness of the titanium alloy did not correlate linearly. The wear amount values of the titanium alloys were almost identical in the treatment range of 450–550°C for 16–48 hr. The wear amount of the titanium alloy was affected by the precipitation morphologies of the alpha phase.

Key words: tribology, titanium alloy, aging, precipitate hardening, wear, friction

1. はじめに

チタン材料は、比強度が高い、耐食性が高いなどの優れた特性をもつため、産業機械部品、自動車部品などの分野へ用途が拡大している¹⁾。しかし、鉄鋼材料に比べて耐摩耗性に劣るため、しゅう動部品への適用を見送られる場合が多い。それは、チタン材料が鉄鋼材料に比べ、軟らかく、熱伝導率が低く、非常に活性であり相手材と凝着を起しやすいたことが原因である。したがって、しゅう動部品への適用を図るには、その耐摩耗性の改善が必要とされる²⁾。

最近、チタン材料の耐摩耗性改善を目的とした表面改質に関する研究開発が盛んに進められるようになってきた³⁾。一方、耐摩耗性を改善するもう一つの方法として、表面のみを改質するのではなく、母材全体を硬化させる時効硬化処理がある。時効処理は時効条件により強度特性がさまざまに変化するので、所望の強度レベルに応じて時効条件を選定することが可能であ

る⁴⁾。ところが、時効処理の影響に関する報告の多くは、引張強さや伸びに対するものであり、摩擦摩耗特性に関する報告はほとんどない。

そこで本研究では、時効処理が可能なβ型チタン合金を選定し、さまざまな条件下で時効処理を行って摩擦摩耗特性について検討した。

2. 実験方法

2.1 試料

本実験では、時効処理ができるチタン合金であるβ型チタン合金 Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al (以後 15-3) を試料として用いた。このチタン合金の組成を Table 1 に示す。

入手材を 850°C, 2 h の条件で溶体化処理した後、

Table 1 Chemical composition of 15-3 alloy used. (mass%)

V	Cr	Sn	Al	Ti
15.0	3.05	3.06	2.99	Bal.

* 機械金属部 金属材料系

** 情報電子部 信頼性・生活科学系

Table 2 List of specimens.

		Aging temperature (°C)				
		350	400	450	500	550
Aging time (h)	0	000-00				
	2	350-02	400-02	450-02	500-02	550-02
	4	350-04	400-04	450-04	500-04	550-04
	8	350-08	400-08	450-08	500-08	550-08
	16	350-16	400-16	450-16	500-16	550-16
	24	350-24	400-24	450-24	500-24	550-24
	48	350-48	400-48	450-48	500-48	550-48
	72	350-72	400-72			

6×20×2 mm に機械加工し平板試料とした。

2.2 時効処理

マuffle炉を用いて後述する時効処理条件の温度および時間で加熱，水冷した。すべての処理は大気中で行った。

時効処理温度は 350°C，400°C，450°C，500°C および 550°C の 5 種類とし，それぞれの温度で処理時間を 2 h，4 h，8 h，16 h，24 h および 48 h とした。350°C，400°C については更に 72 h を加えた。今回，時効処理によって得られた試料が多種あるため，時効温度，時間別にそれぞれを簡略化して試料名とした。その試料名を表にまとめたものを Table 2 に示す。得られた試料の硬さ試験，組織観察，X 線回折をそれぞれ行った。

2.3 摩擦摩耗実験

Fig. 1 に示すような Ball-on-Flat 型往復動式摩擦摩耗試験機を用いた。平板試料 (Flat) であるチタン合金は，エメリー紙で 2000 番まで研磨 (Ra=0.03 μm) してエチルアルコールで洗浄し，乾燥させた。摩擦相手材 (Ball) は，相手材として摩擦摩耗試験に多く用いられる鋼球 (SUS2，直径 4.76 mm) を用いた。鋼球は，防錆油など

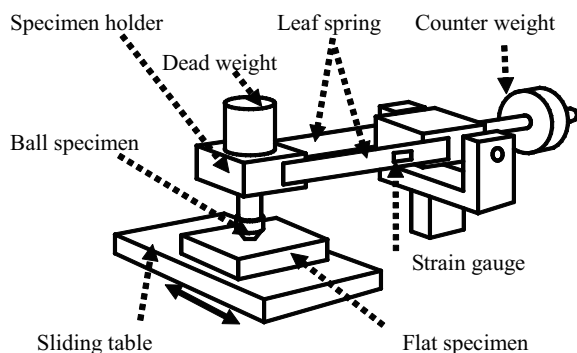


Fig. 1 Schematic drawing of the ball-on-flat type friction and wear tester.

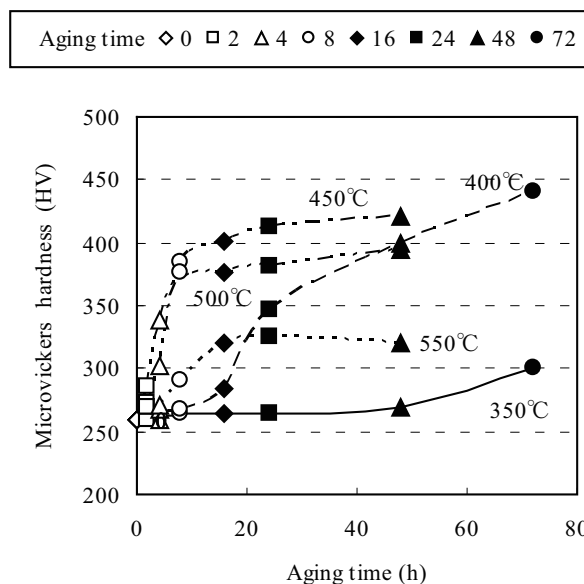


Fig. 2 Age hardening behavior at 350-550°C in the solution treated specimens.

による汚れを取り除くため，ヘキサン，アセトン，エチルアルコールでそれぞれ 10 min の超音波洗浄を行い，乾燥させてから試験機に取り付けた。実験条件は，荷重 0.98 N，振動数 1 Hz，振幅 5 mm，摩擦距離 36 m，無潤滑，大気中 (温度 25°C，湿度 50%RH) とした。実験は，各試料につき 4 回行った。実験後の試料に対して表面粗さ計による三次元断面形状測定を行い，摩耗体積を算出した。また，4 回の実験の摩耗体積を平均して，各試料の摩耗量とした。

3. 実験結果

3.1 硬さ試験結果

時効処理時間と硬さの関係を図 2 に示す。処理時間による硬さの変化は，各時効処理温度において異なっている。本実験で得られた試料のうち，最も高い硬さは，400°C，72 h 処理 (400-72) において得られる 440HV である。350°C で処理した試料の硬さは，処理時間とともに上昇するが，72 h 処理を行っても 300HV であり，増加量はわずかである。450°C，500°C および 550°C で処理した試料の硬さは，処理時間が 16 h までは上昇するが，それ以上処理時間を延長してもそれぞれの硬さは変わらない。550-48 は，550-24 よりも硬さが下がっていることから過時効であると思われる。溶体化処理材 (000-00, 260HV) を種々の条件で時効処理することによって 260 ~ 440HV の範囲の硬さを有する試料が得られる。

3.2 組織観察結果

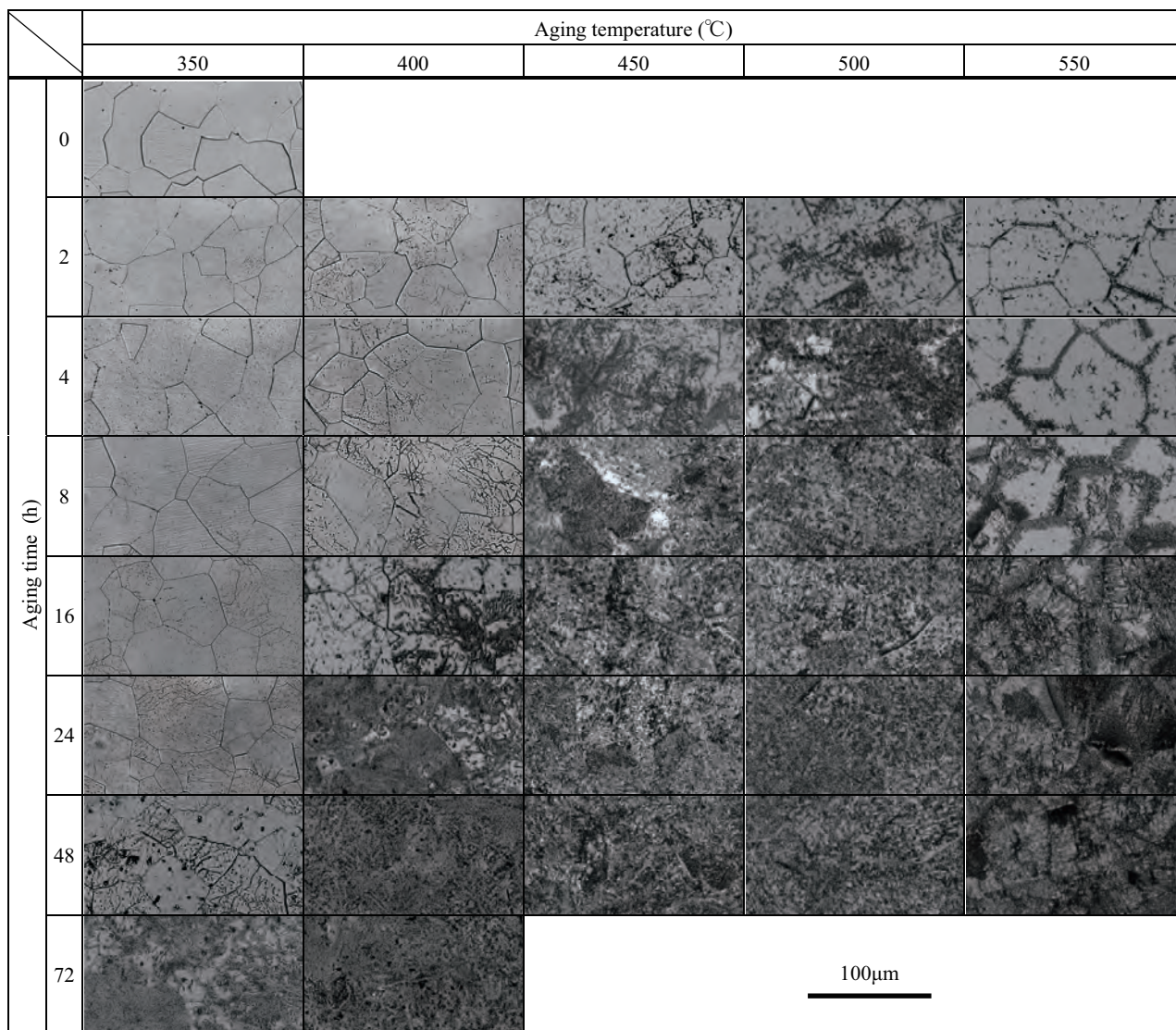


Fig. 3 Optical micrographs of titanium alloy.

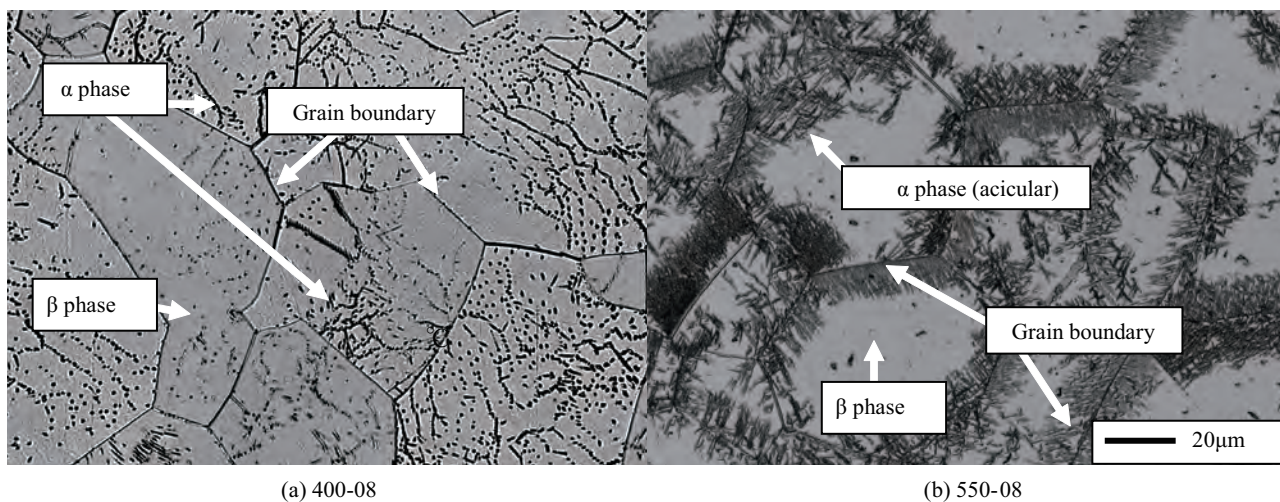


Fig. 4 Optical micrographs of the specimens aged at (a) 400°C for 8 h and (b) 550°C for 8 h.

組織観察結果を Fig. 3 および Fig. 4 に示す。 Fig.4 (a), (b) は Fig. 3 の 400-08, 550-08 を拡大したものである。本実験で使用したチタン合金は、溶体化処理材

の 000-00 からわかるように 50 ~ 100 μm の混粒組織である。どの時効処理温度をみても時間が経過するにつれて β 相である母相から第 2 相である析出物がみら

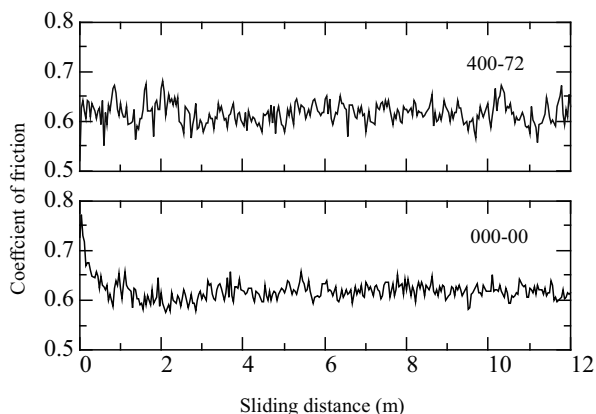


Fig. 5 Relation between sliding distance and coefficient of friction.

れる。この析出物は X 線回折によって α 相であると確認できた。350℃から 500℃までは、たとえば 400-08(Fig. 4(a)) のように、析出物が結晶粒内から析出しているが、550℃においては、Fig. 4(b) に示すように結晶粒界から析出している。また 550℃は析出物が針状になっており、他の処理温度とは異なった析出形態である。

3.3 摩擦摩耗実験結果

摩擦距離と摩擦係数の関係の一例を Fig. 5 に示す。000-00 の摩擦係数は、試験開始直後が 0.8 付近であり、摩擦距離が 1 m 以降になると 0.6 付近に下がり、以後は一定(定常状態)になる。400-72 の摩擦係数は、試験開始直後の変動がみられない。他の試料の摩擦係数の挙動も上記の 2 種類に大別される。

硬さと摩耗量の関係を Fig.6 に示す。溶体化処理材(000-00)の硬さと摩耗量は、それぞれ 260HV と 0.030 mm³ である。硬さが 260 ~ 300HV の試料の摩耗量は、000-00 より多いものも少ないものもあり硬さと摩耗量の相関は認められない。それに対して 300HV 以上の試料の摩耗量は、時効処理温度別でみれば硬さの増加に伴い減少する傾向にある。しかし、すべての試料を比較すると最も摩耗量が少ない試料は、最も硬い 400-72(440HV) でなく、550-48(321HV) である。

Fig. 7 に 350 ~ 450℃で処理した試料の時効処理時間と摩耗量の関係を示す。エラーバーは、摩耗量のばらつきを示している。いずれの処理温度においても時効処理時間が 16 h 以下の試料の摩耗量は、ばらつきが大きい。しかし、時効処理温度が 400℃および 450℃で処理時間が 16 h を超える試料の摩耗量は、ばらつきが小さい。また、時効処理温度が 500℃および 550℃の試料の時効処理時間と摩耗量の関係は、Fig. 7(c) の 450℃の試料と同じ傾向であった。

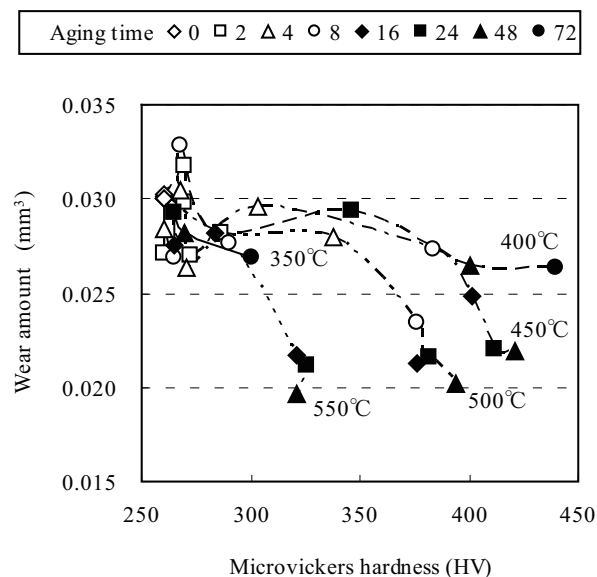
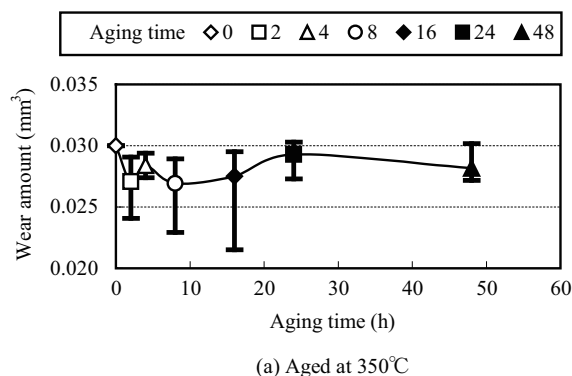
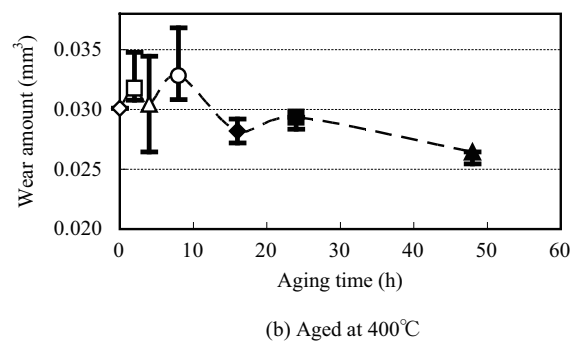


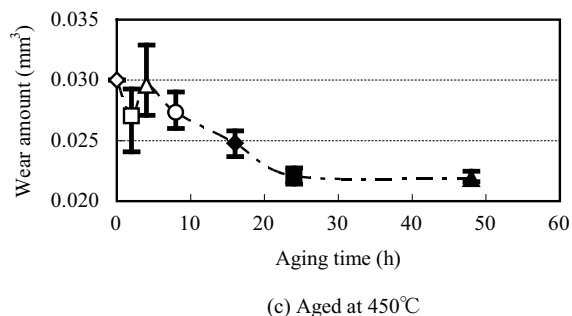
Fig. 6 Relation between microvickers hardness and wear amount.



(a) Aged at 350℃



(b) Aged at 400℃



(c) Aged at 450℃

Fig. 7 Relation between aging time and wear amount.

4. 考察

Fig. 6 に示す硬さと摩耗量の関係から、単に硬ければ摩耗量が減少するわけではないことがわかった。

一般に時効硬化する金属は、母相中に GP ゾーンを形成して結晶をひずませて硬化する⁵⁾。本実験で用いたβ型チタン合金は、母相からα相が析出することで硬化するが、処理条件によっては多量に析出して過時効となり軟化する場合もある。チタン合金の時効硬化による機械的性質の変化は、α相の析出状態(析出量, 大きさ, 分布状態)に影響すると報告されている^{6,9)}。このため摩耗量の変化についてもα相の析出量や分布状態などが影響する¹⁰⁾と考えられる。

Fig. 3 のα相の析出量を明瞭にするため、母相であるβ相を白、析出物であるα相などを主とした母相とは色が異なるものすべてを黒として二値化を行い、画像解析から簡易的にα相の面積率を求めて定量化を行った。したがって、実際のα相、β相の比率とは異なるが、面積率からα相の析出状態をおおまかに把握することができる。このα相の面積率と時効処理時間の関係を Fig. 8 に示す。溶体化処理材である 000-00 の面積率は 3% となっているが、これは二値化において、結晶粒界なども黒と認識してしまうためである。350℃で処理した試料を除き、いずれの試料もα相は、時効処理時間が増すにつれ多くなり、やがて飽和状態に達している。

α相の面積率と摩耗量の関係を Fig. 9 に示す。摩耗量の少ない 550-48 の面積率は 98% である。550℃以外の試料の摩耗量は、α相の面積率がほぼ 98% 以上になると減少している。この結果から、摩耗量の減少に効果があるのは、母相中に析出するα相の分布状態が、部分的ではなく全面に多く析出した状態のみと考えられる。

摩擦係数は Fig. 5 に示すように 2 種類の挙動に大別された。摩擦係数と組織観察結果を対比させると、α相の面積率がおよそ 50% 未満のものは、000-00 のように初期変動(初期 0.8→定常 0.6)を示し、それ以上のものは 400-72 のように初期変動がないことがわかった。これらのことから摩擦初期において、析出物の存在が摩擦係数を下げていると考えられる。

15-3 チタン合金の時効による析出挙動は、溶体化処理の状況により異なると報告されている¹¹⁾。本研究で調製(溶体化処理および時効処理)して得られた結晶粒の平均粒径が 50 ~ 100 μm 程度のチタン合金の場合には、析出したα相が結晶粒全体に存在していれば、硬さ増加に寄与していない過時効であっても初

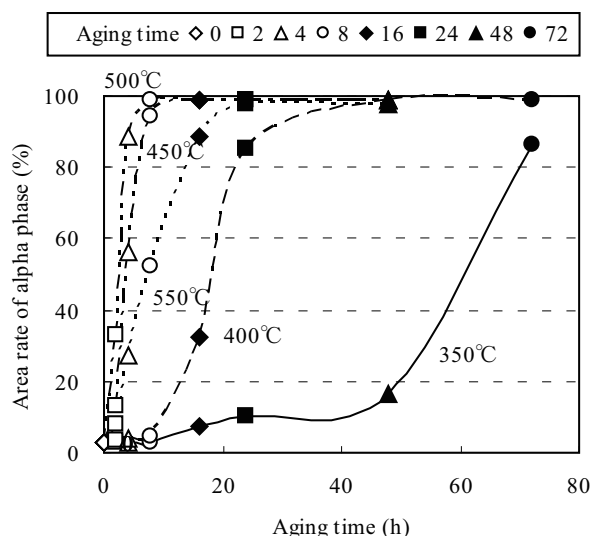


Fig. 8 Relation between aging time and area rate of alpha phase.

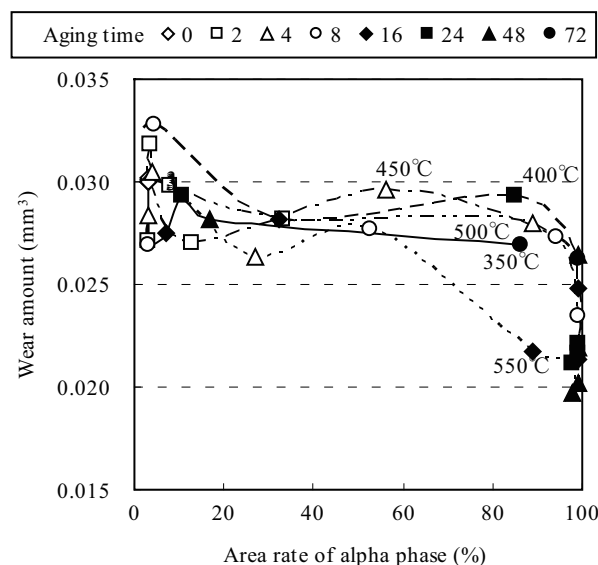


Fig. 9 Relation between area rate of alpha phase and wear amount.

期摩擦係数を下げ、摩耗量の減少に効果があることがわかる。

これはα相が析出することによって、表面の機械的性質や化学的性質が変化したためではないかと考えられるが、摩耗機構の解明については今後の課題である。

5. おわりに

温度 350 ~ 550℃, 時間 2 ~ 72 h で時効処理した 15-3 チタン合金の摩擦摩耗実験を、相手材: 鋼球, 温度: 25℃, 湿度: 50%RH の条件で行い、摩擦摩耗特性に及ぼす時効処理の影響について検討した。本実験で得

られた結論を示す。

- (1) 種々の時効処理によって異なる硬さのチタン合金が得られた。その硬さと摩耗量には、一様な相関が認められなかった。
- (2) 組織写真の画像解析によって得られた α 相の面積率から、 α 相が母相中に析出して、面積率で98%以上になると摩耗量が低下する傾向がわかった。
- (3) α 相の面積率が50%未満の試料は、摩擦係数に初期変動をともなう摩擦挙動を示すが、50%以上の試料は、初期変動をともなわず、すぐに定常状態に推移した。
- (4) 時効処理条件が温度450～550℃、時間16～48 hの範囲の試料において、摩耗量は硬さの差に依存せずほぼ同じ値を示した。
- (5) 時効処理温度400～550℃において、摩耗特性の安定した(摩耗量のばらつきが小さい)材料を得るには、16 h以上の時効処理が必要である。また、 α 相を多く析出させれば軟化した過時効

試料であっても耐摩耗性が向上した。

参考文献

- 1) (社)日本チタン協会編：現場で生かす金属材料シリーズチタン，工業調査会(2007) 18.
- 2) 中山武則，加藤 淳，漆原 亘，寺田好則：金属，**66**，11(1996) 986.
- 3) (社)日本チタン協会編：チタンの加工技術，日刊工業新聞社(1992) 178.
- 4) (社)日本塑性加工学会：チタンの基礎と加工，コロナ社(2008) 46.
- 5) 不二越熱処理研究グループ：知りたい熱処理，ジャパンマシニスト社(1992) 31.
- 6) 稲葉輝彦，飴山 恵，時実正治：日本金属学会誌，**54**，8(1990) 853.
- 7) 稲葉輝彦，飴山 恵，時実正治：日本金属学会誌，**56**，8(1992) 881.
- 8) 宗木政一，河部義邦，貝沼紀夫，高橋順次：日本金属学会誌，**55**，2(1991) 158.
- 9) 宮野公樹，則村貴洋，稲葉輝彦，飴山 恵：日本金属学会誌，**71**，5(2007) 469.
- 10) 松井昭彦：トライボロジスト，**40**，2(1995) 173.
- 11) H.Fujii and H.G.Suzuki: JIM, **34**，4(1993) 373.

ひずみゲージを用いた柔軟な四軸触覚センサの開発 —酸化クロム薄膜ひずみゲージの作製—

Development of a Four-axis Flexible Tactile Sensor with Strain Gauges — Using Cr-O Thin Film as Strain Gauges —

松永 崇*	小栗 泰造**	日下 忠興*
<i>Takashi Matsunaga</i>	<i>Taizo Oguri</i>	<i>Tadaoki Kusaka</i>
寛 芳治*	岡本 昭夫*	佐藤 和郎*
<i>Yoshiharu Kakehi</i>	<i>Akio Okamoto</i>	<i>Kazuo Satoh</i>
山元 和彦***	吉竹 正明****	
<i>Kazuhiko Yamamoto</i>	<i>Masaaki Yoshitake</i>	

(2010年6月21日 受理)

A flexible tactile sensor using a Cr-O thin film strain gauge has been developed. The Cr-O thin film strain gauges are sputter-deposited on a polyimide film and patterned photolithographically. Both diamond-like carbon (DLC) and SiC thin films deposited by chemical vapor deposition (CVD) method are also used as intermediate layers between the Cr-O thin film and the polyimide film. The Cr-O thin film strain gauge on the polyimide film is patched on the side of a four-sided truncated silicone rubber pyramid. The ability to detect the direction of the horizontal force applied to the top face of a four-sided truncated pyramid and to detect the vertical force are the salient characteristics of this flexible tactile sensor. In this paper, we also propose measurement of torque using a flexible tactile sensor. Therefore, this sensor is useful as a four-axis flexible tactile sensor.

Key words: tactile sensor, Cr-O thin film, strain gauge, soft material

1. はじめに

近年、高機能なロボットの研究開発が活発に行われている。特に知能化、自立化したロボットは、従来の産業用ロボットに限らず、福祉、医療分野、家庭環境など人の生活環境での実用化が望まれているが、そのためには各種センサの開発が非常に重要となる¹⁾。中でも、生物の皮膚感覚の役割を担う触覚センサは、高

感度で高集積化が可能であると同時に、柔軟性も要求される。そこで触覚センサの開発では、それらの要求を満たし、かつ比較的簡便に加工できるセンサ材料として、感圧導電ゴムが用いられている²⁾。しかし感圧導電ゴムは、センサ表面に対して垂直方向の荷重成分は検出可能だが、滑り、把持力の検出に必要な水平(面内)方向の荷重成分が検出できない。そのため、触覚センサの機能としては不十分である。特に医療、福祉の分野では要求を満たさない。そこで筆者らは、四角錐台形のシリコンゴムの側面に、ポリイミドフィルム上に作製した酸化クロム薄膜ひずみゲージを貼り付けた触覚センサを考案した。本センサは、センサへの

* 情報電子部 電子・光材料系

** 機械金属部 金属材料系

*** 化学環境部 化学材料系

**** 元 業務推進部 研究調整課

荷重の垂直成分だけでなく、水平成分も検出可能であるため、前述の滑り、把持力の検出に必要な機能を持つ。本報告では、面内方向(x, y)及び垂直方向(z)の荷重におけるセンサの諸特性について述べるとともに、垂直方向を軸とした回転力(トルク)の検出方法について検討した結果を報告する。

2. 触覚センサの構造及び動作原理

Fig. 1 に作製した触覚センサの概略図とその断面図を示す。本センサは、ポリイミドフィルム上に形成された酸化クロム薄膜ひずみゲージを、高さ5 mm、底面の1辺が10 mm、底面と側面が成す角度(テーパー角)が75°のシリコンゴム製の四角錐台の4つの側面に1つずつ貼り付けた構造となっている。ここで、ポリイミドフィルムは、フレキシブルプリント基板として広く使われており、またシリコンゴムは、人肌程度の柔らかさが実現可能で、さらに、用途に応じてその硬度のコントロールが比較的容易であるため、本センサの構成材料として使用することとした。なお、図では側面に形成したセンサの厚みは誇張して示しており、実際の厚さは後述のように25 μm 程度である。

Fig. 2 に外力の検出方法を示す。例えば、底面が固定された触覚センサに、図中の矢印に示す様に、図の左から右に水平方向に荷重を印加したとすると、右側のひずみゲージには圧縮応力、左側のひずみゲージには引張応力が加えられ、それぞれの抵抗値が変化する

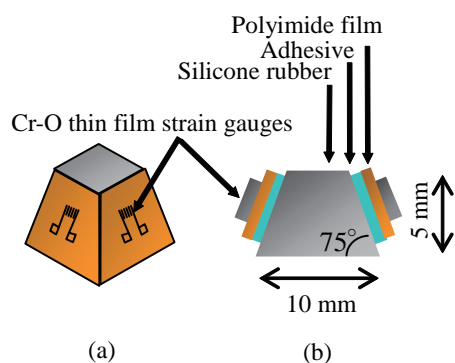


Fig. 1 Schematic illustration of tactile sensor (a) and its cross section (b).

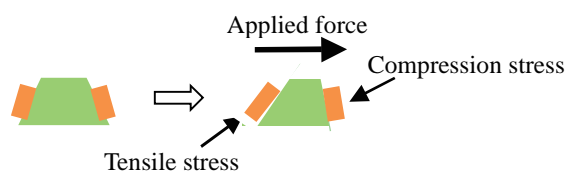


Fig. 2 Schematic drawing of measurement method for the applied force.

ので、荷重の方向が検知できる。

この様に凸型の構造を持ち、その側面にひずみセンサを有することで、せん断力及び垂直荷重の検知が可能となり、本センサの主要な特徴となる。

3. 酸化クロム薄膜ひずみゲージの作製

クロムは、ひずみゲージとして用いる場合の感度の目安となるゲージファクタが比較的大きい材料として知られている。しかし、純クロムは電気抵抗が低いため、センサの抵抗体としては、より高抵抗な酸化クロムの方がひずみゲージとして扱い易い。我々は、これまでに金属ダイヤモンド上に酸化クロム薄膜ひずみゲージを配置した圧力センサを開発し、実用化することに成功している³⁾。そこで、比較的ゲージファクタが大きく、技術的蓄積がある酸化クロム薄膜を、本触覚センサのひずみゲージとして用いることとした。

酸化クロム薄膜は反応性スパッタ法を用いて作成した。Fig. 3 に、酸化クロム薄膜の比抵抗のスパッタ時の酸素ガス流量依存性を、Fig 4 に酸化クロム薄膜の抵抗温度係数 (TCR: Temperature Coefficient of

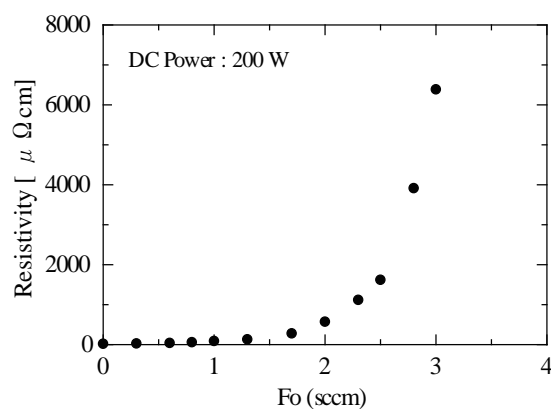


Fig. 3 Resistivity of Cr-O film as a function of O_2 flow rate.

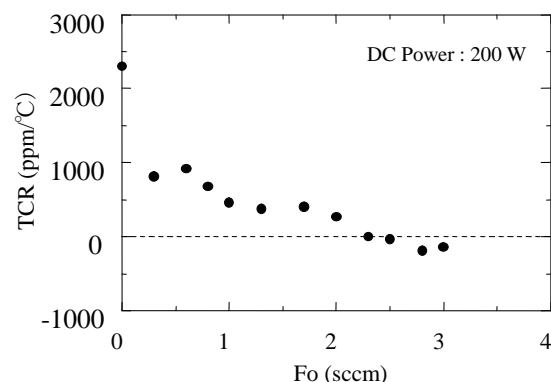


Fig. 4 TCR of Cr-O films as a function of O_2 flow rate.

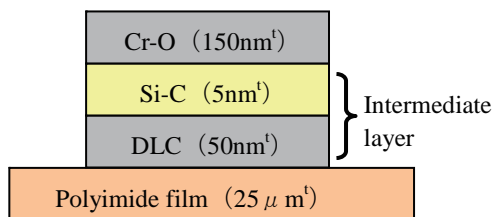


Fig. 5 Schematic drawing of Cr-O thin film strain gauge.

Resistance) を示す。酸素ガス流量が増加するに従い、クロムの酸化の割合が進むため比抵抗は増加するが、TCR は金属クロムの約 2300 ppm から 0 をはさんで - 数百 ppm の範囲に減少した。TCR は 0 に近いことが望ましいが、0 に近くなる酸素流量 2.5 [sccm] 付近では、比抵抗が急峻に変化する。そのため、素子の抵抗値を制御しにくい。本センサの使用目的から室温での使用を前提としているため、比較的溫度変化の少ない環境であることを考慮して、酸化クロム薄膜作製時の酸素ガス流量は、1.5 ~ 2.0 [sccm] とした。

この領域では、膜中の酸素含有量が少ないものは、ゲージファクターが大きく、センサ感度の向上に繋がるが、同時に内部応力が大きく、膜に亀裂、剥離が起こる可能性がある。本センサでは、酸化クロム薄膜とポリイミドフィルムの中に中間層(DLC: ダイヤモンドライカーボン膜)を挟むことで膜の応力を緩和し、酸化クロム薄膜がその内部応力によって自己破壊することを防いでいる。Fig. 5 に酸化クロム薄膜ひずみゲージと中間層の断面概略図を示す。

DLC は、シリコーンゴムなどの上に直接成膜可能で、基材の変形に比較的追従することが知られている。酸化クロム薄膜、及び中間層(DLC、Si-C)の成膜には、(株)神港精機製高密度プラズマアシスト成膜装置 ACV-1060 を使用した。本装置の概略図を Fig. 6 に示す。

本装置は、低エネルギー且つ大電流のイオン照射が可能のため、高分子基材の様に融点の低い材料上にも、比較的高速に成膜することが可能である。また、ガスを原料としたプラズマアシスト成膜と、装置側面のターゲットを用いたスパッタ成膜が可能であるので、前処理としてのポリイミドフィルムへのイオン照射から、最上層の酸化クロム薄膜まで、途中、試料を大気に曝すことなく処理することができる。そのため、各層間の高密着性が期待できる。

膜のパターンニングはフォトリソグラフィによるリフトオフ法を用いた。まず、レジストによるセンサのネガパターンが形成されたポリイミドフィルム上に DLC を成膜し、次に DLC 及びクロム系薄膜双方と良

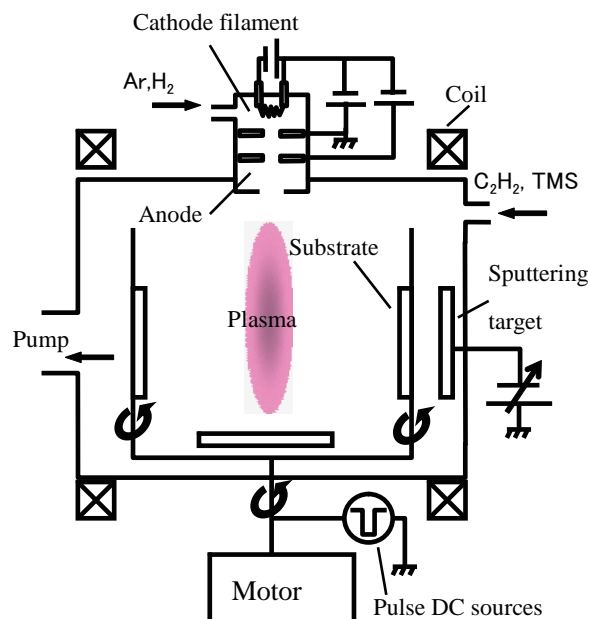


Fig. 6 Schematic diagram of PIG-PECVD apparatus.

好な密着性を持つ SiC を成膜する。これらの中間層の上に、クロムターゲット、及びアルゴンガス、酸素ガスを用いた反応性スパッタ法によって、酸化クロム薄膜を成膜した。これら一連の薄膜作製プロセスの後に、レジストをアセトンで除去することで、酸化クロム薄膜ひずみゲージを作製した。以上の方法で作製した酸化クロム薄膜のゲージファクターは、市販のゲージファクターが既知の金属ひずみゲージをリファレンスとすることで測定した結果、約 7 であった⁴⁾。市販の一般的な金属ひずみゲージのゲージファクターが、2 前後であることから、この酸化クロム薄膜ひずみゲージを使用することで、比較的高感度なひずみ検出が可能となる。

4. 触覚センサの作製

第 2 章で述べたように、本センサの特徴には、その立体的な構造が重要な要素となっている。しかし、一般的に構造物の側面に薄膜パターンを形成することは、非常に困難である。そこで我々は、できるだけ簡便な方法として、以下の方法を考案した(Fig. 7)。まず、ポリイミドフィルム(東レ・デュボン(株)製 カプトン 100H)上に真空薄膜作製プロセスと、フォトリソグラフィ技術によるリフトオフ法を用いて 4 つの酸化クロム薄膜ひずみゲージを作製し、その中心部に十字に切り込みを入れた。この中心部を、シリコーンゴム製の四角錘台に被せて、ポリイミドフィルムとシリコーンゴムを接着すると、触覚センサの 1 ユニットの完成となる。ここで、酸化クロム薄膜ひずみゲージは、

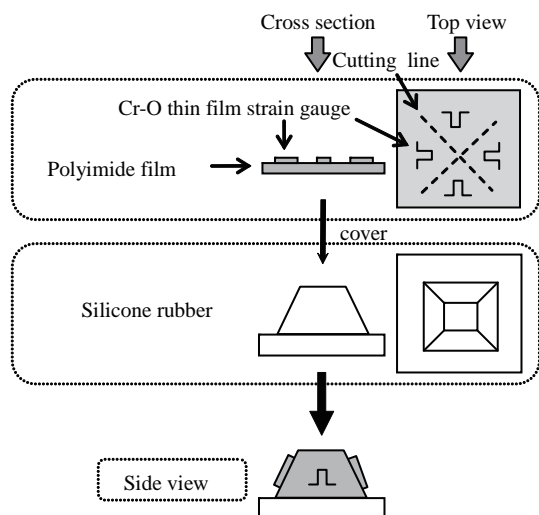


Fig. 7 Fabrication process of the tactile sensor.

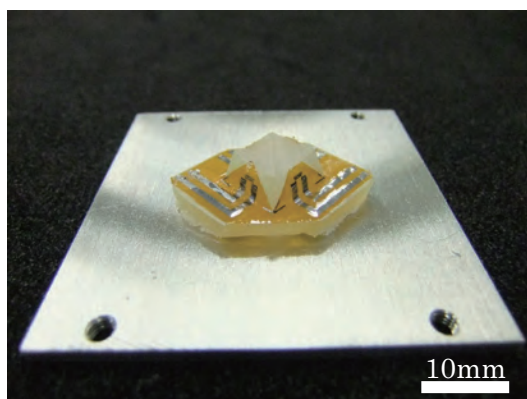


Fig. 8 External view of the flexible tactile sensor.

四角錐台の側面の対角線の交点に位置し、高さ方向のひずみを検知するように形成した。なお、ポリイミドフィルムとシリコーンゴムを接着する接着剤には、弾性接着剤(セメダイン(株)製 スーパー X)を使用した。乾燥後、硬化する接着剤では、触覚センサの外力による変形が妨げられ、感度低下につながる。乾燥後もその柔軟性を保つ弾性接着剤を用いることで、ソフトマテリアルの柔軟性を維持し、センサの高感度化を図った。

以上の方法で作製した触覚センサの写真を Fig. 8 に示す。まず平坦なフィルム上に薄膜ひずみゲージを形成し、それを凸構造のゴムに被せて接着することで、比較的簡便にせん断力の検知が可能な触覚センサの作製が可能となった。また、フォトリソグラフィ技術を使用しているため、センサの集積化が可能となる。

5. 触覚センサの諸特性

四角錐台の4つの側面に形成された薄膜ひずみゲ

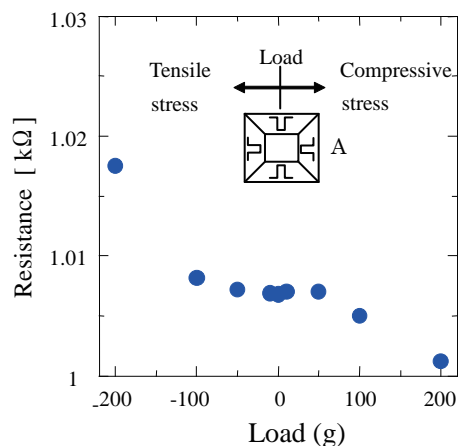


Fig. 9 Relation between load and resistance of Cr-O thin film strain gauge A.

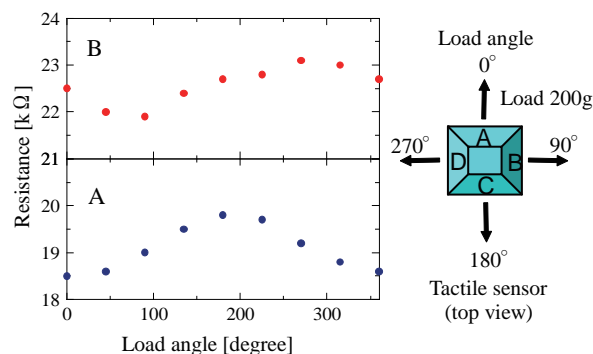


Fig. 10 Relation between load angle and resistance of Cr-O thin film strain gauge A, B. (load 200 g)

ジを A, B, C, D とする。Fig. 9 に作製したセンサの上面に平行に荷重を加えた時の、薄膜ひずみゲージ A の電気抵抗の荷重依存性を示す。図より、薄膜ひずみゲージに圧縮応力が印加されると電気抵抗が減少し、引っ張り応力が印加されると電気抵抗が増加することが分かる。また、荷重の増加とともに電気抵抗の変化も増加することが分かる。つまり、電気抵抗の変化から、面内の荷重の方向及び大きさを推測することができる。

Fig. 10 に、作製したセンサの上面に平行に 200 g の荷重を加えた時の、荷重の方向と、A 面、B 面の薄膜ひずみゲージの電気抵抗の変化を示す。この様に隣り合う位置のひずみゲージは、電気抵抗変化の位相が 90° ずれるので、それらの電気抵抗を計測することで、面内の荷重の方向を推測することができる。また、垂直荷重については、すべての薄膜ひずみゲージの電気抵抗が、一様に変化することで、検出することができる。この様に、本センサは、面内方向 (x, y)、垂直方向 (z) の 3 軸触覚センサとして有効であることがわか

る。なお、この結果は、有限要素解析を用いた本センサの外力に対するひずみ応答特性のシミュレーション結果と一致する⁵⁾。

6. トルクの検出

前章までは高さ方向のひずみが検出可能な様に、ひずみゲージを側面の対角線の交点上に、底面と頂面を結ぶ方向に感度があるように作製していたが、本章では、トルクを検出するために、Fig. 11 の様に底面が固定された四角錐台の側面に、ひずみゲージを対角線方向に設置する構造を検討した結果について述べる。シミュレーションから、Fig. 11 のように配置した場合、時計方向のトルクでは圧縮応力、反時計方向のトルクでは、引っ張り応力となることがわかっている⁵⁾。

Fig. 11 に示す構造の妥当性を検証するために、市販のひずみゲージを四角錐台形のシリコンゴムに貼り付け、検証用試料とした。Fig. 12 に、この試料に回転力を印加した時の、各面のひずみゲージの抵抗値の時間変化を示す。回転の方向に応じて、抵抗値が変化しているのがわかる。この結果から、本構造の妥当性が立証され、トルクの検出が可能であることがわかった。

7. まとめ

ソフトマテリアルを用いた柔軟な触覚センサを開発した。四角錐台形の側面に酸化クロム薄膜ひずみゲージを配置することで、滑りや、把持力の検出に不可欠な、荷重の内面方向の検出が可能となった。提案した作製方法は、集積化が可能で、比較的簡便なため、企業への技術移転が容易であると考えられる。また、トルクの検出方法について検討した結果、ひずみゲージを側面の対角方向に作製することにより、トルクが検出可能であることが分かった。現在、3軸とトルクを同時に計測可能な触覚センサの構造について検討中である。

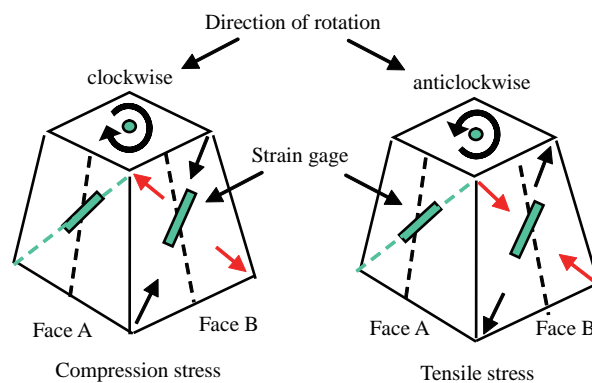


Fig. 11 Schematic view of tactile sensor to measure torque.

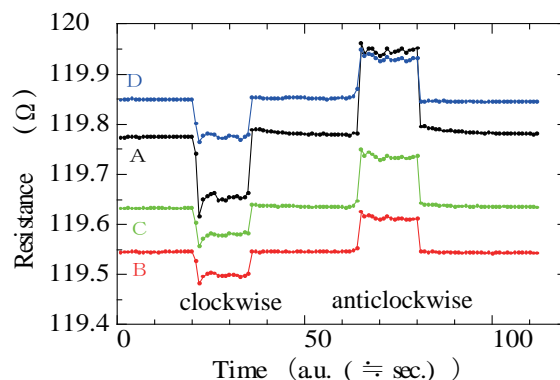


Fig. 12 Relation between rotational force and resistance of strain gauges.

参考文献

- 1) 向井利春他(全63名):超五感センサの開発最前線,(株)エヌ・ティ・エス(2005)251.
- 2) 勅使河原誠一, 清水 智, 多田隅建二郎, 明 愛国, 石川正俊, 下条 誠:第27回日本ロボット学会学術講演会講演論文集, RJSJ2009AC3I1-04(2009)
- 3) 吉竹正明, 野坂俊紀, 日下忠興, 鈴木義彦, 竹中 宏, 沢村幹雄:電気学会論文誌E, **124**(2004)183.
- 4) 日下忠興, 松永 崇, 筧 芳治, 岡本昭夫, 佐藤和郎, 小栗泰造, 山元和彦, 吉竹正明:第25回日本ロボット学会学術講演会講演論文集, 3O17(2007)
- 5) 小栗泰造, 松永 崇, 日下忠興, 筧 芳治, 岡本昭夫, 佐藤和郎, 山元和彦, 吉竹正明:大阪府立産業技術総合研究所報告, No.24(2010)59.

ひずみゲージを用いた柔軟な四軸触覚センサの開発 — センサ形態および外力推定方法に関する基礎的検討 —

Development of a Four-axis Flexible Tactile Sensor with Strain Gauges — Fundamental Investigation of the Sensor Shape and an Estimation Method for the External Force Applied on the Sensor —

小栗 泰造 *	松永 崇 **	日下 忠興 **
Taizo Oguri	Takashi Matsunaga	Tadaoki Kusaka
笥 芳治 **	岡本 昭夫 **	佐藤 和郎 **
Yoshiharu Kakehi	Akio Okamoto	Kazuo Satoh
山元 和彦 ***	吉竹 正明 ****	
Kazuhiko Yamamoto	Masaaki Yoshitake	

(2010年6月17日 受理)

A new type of a flexible tactile sensor is proposed. It comprises a truncated quadrangular pyramid-shaped silicone rubber and four strain gauges patched on four side surfaces of the rubber. The application of force to the tactile sensor causes deformation of the sensor and a change in the resistance of the strain gauges. The strain responses of the sensor to external forces of various types were investigated analytically and experimentally. Results showed that the horizontal force, the vertical force, and the torque are detectable from the combination of a change in the resistance of the strain gauges.

Key words: flexible sensor, tactile sensor, torque, silicone rubber

1. 序 論

ロボットハンドに人間の手に匹敵する把持動作を行わせるには、視覚および触覚の知覚機能が必要であると考えられている¹⁾。このため、知覚センサの開発が活発に行われており、触覚についても様々な方式のセンサが報告されている²⁻⁷⁾。しかし、触覚センサが備えるべき検出機能(接触点検出機能、形状検出機能、力覚検出機能、および滑り検出機能)をすべて備える

ものは、まだ存在しないように思われる。

接触点検出および形状検出の点で優れているのは、感圧導電ゴム型の触覚センサであると考えられる。柔軟でロボットハンドの把持面全体を覆うことができるため、接触点の任意性を担保できるうえ、把持部が被把持物の形状にならうことを利用してその形状を容易に捉え得るからである。

しかし、この方式では外力の作用方向を特定することが難しく⁸⁾、力覚検出機能および滑り検出機能が十分ではない。

そこで、筆者らは、柔軟な立体形状弾性体に複数のひずみゲージを貼付し、これを面状に多数アレイ化することにより構成する四軸触覚センサ(並進三軸およ

* 機械金属部 金属材料系
** 情報電子部 電子・光材料系
*** 化学環境部 化学材料系
**** 元 業務推進部 研究調整課

び回転一軸)を提案する。複数のひずみ測定値を組み合わせることにより、作用方向の特定を含む高い力覚検出機能および滑り検出機能が得られるものと期待される。また、シンプルな形態であるため、小型化とアレイ化を図ることができ、接触点検出機能および形状検出機能も付与することが可能である。

本研究では、提案の有効性を確認するための第一段階として、一個の立体形状弾性体に外力が作用したときに生じるひずみから、当該外力を逆解析できるか否かについて調べた。具体的には、外力推定に適する立体形状について検討した後、適すると判断した立体形状に関して、並進三軸および回転一軸の外力成分を推定する方法について検討した。また、モデル試料として、汎用ひずみゲージを側面に貼付した一個の四角錐台形シリコンゴムを作製し、ひずみ応答特性を調べるとともに前記推定法に基づく外力推定の実験を行った。

2. 柔軟な触覚センサ

望ましいセンサ形状を選定し、選定した形状のセンサについて、ひずみ応答特性を解析的に求めた。

2.1 センサ形状

ここでいう柔軟な触覚センサの仕様は次のとおりである：(1)柔軟な触覚センサは、外力を検出し得る柔軟な小型センサ(以下「センサ要素」という。)を把持面に多数配列することによって構成するものとする。(2)センサ要素は、柔軟な立体形状弾性体とその表面に設けたひずみゲージで構成するものとする。(3)推定の目的とする外力成分は並進三軸および回転一軸の計4成分であるものとする。

したがって、センサ要素の形状が満たすべき条件は、以下のとおりである。

- (1) 配列させたときに平面を隙間なく埋め尽くせること(接触点の任意性を担保するため)。
- (2) 外力を推定するのに必要な情報量(最低4個の独立したひずみ)が得られる形状であること。
- (3) 外力によって誘起されるひずみが大きいこと。

条件(1)および(2)から、Fig. 1に示すような六面体形状が適していると考えられた。4つの側面にそれぞれひずみゲージが貼付でき、四角形は平面を埋め尽くすことができるからである。なお、候補形状Fig. 1(a)、(b)および(c)は、底面寸法および高さが同一で、底面に対する側面の傾きのみが異なっている。

候補形状Fig. 1(a)、(b)および(c)の間で頂面に作用する外力を一定とした場合、条件(3)にもっとも適合

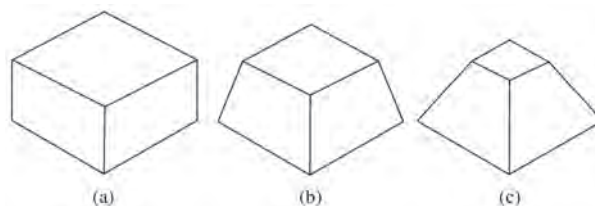


Fig. 1 Schematic illustrations of the shape of the sensor-element proposed.

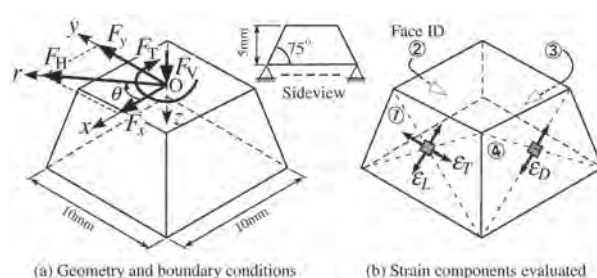


Fig. 2 Conditions for the analysis. Young's modulus: 2.57 MPa, Poisson's ratio: 0.499, $F_H = F_V = 1$ N, $F_T = 1$ N·mm.

する形状はFig. 1(c)である。体積が最小で、剛性が最小だからである。しかし、センサ要素をアレイ化した際には、側面の傾きが大きくなるとともに隣り合う頂面間の間隔が広がり、条件(1)からの乖離が大きくなる。したがって、側面の傾きはできる限り小さい方がよい。

以上の検討に基づき、四角錐台形状Fig.1(b)が適していると判断した。なお、入手可能な試料は、底面と側面のなす角が75°のものであったので、以下では、その角度のものについて検討した。

2.2 ひずみ応答特性

使用するひずみゲージは一軸ゲージであるから、その感度軸は、外力4成分を分離し得る範囲内で、できる限りひずみが大きく現れる方向に向けるべきである。そこで、有限要素解析を通じて、外力作用時におけるセンサ要素側面部のひずみ応答特性を調べ、採るべき感度軸の方向について検討した。

2.2.1 FEM 解析条件

Fig. 2(a)に解析対象の形状・寸法および境界条件を示す。頂面の中心を原点Oとする直角座標系O-xyzおよび極座標系O-rθzを定める。z軸は頂面の法線に平行とし、x軸は頂面の一辺に直交する方向にとるものとする。θの基準軸はx軸とし、θの正の方向はz軸方向に進む右ねじが回転する方向とする。四つの側面を識別するための指数として、面番号①、②、③および④を定義する。面番号は、Fig. 2(b)に示すように、x軸を基準としてθ軸の正方向に順に定めるものとする。

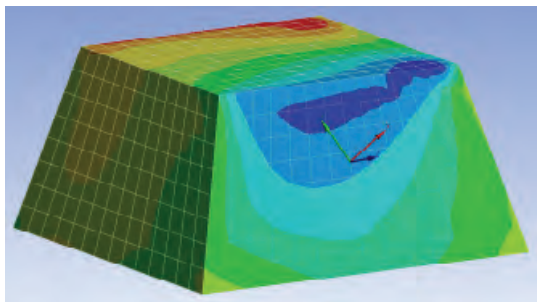


Fig. 3 Contour plot of the normal strain, ϵ_D , calculated for the torque F_T applied on the top of the sensor element.

る。

拘束条件としては、底面全体を完全拘束する条件を与えた。荷重条件は、 r 軸方向の力 F_H (以下「水平方向力」という。), z 軸方向の力 F_V (以下「垂直方向力」という。), および z 軸まわりのモーメント荷重 F_T (以下「トルク」という。) のいずれか一つを頂面全体に与えた。 F_H および F_V は 1 N とし、 F_T は 1 N·mm とした。トルクの正の方向は、座標軸 θ に準拠するものとする。

Fig. 2(b) に、評価対象とするひずみ成分を示す。評価するひずみは、垂直ひずみおよびせん断ひずみのうち、ひずみゲージで測定し得る垂直ひずみとし、側面の二つの対角線が交わる位置における当該側面に平行な方向の垂直ひずみのうち、以下の三成分とした： xy 平面に平行な方向のひずみ ϵ_T (以下「横方向ひずみ」という。), ϵ_T に直交する方向のひずみ ϵ_L (以下「縦方向ひずみ」という。), および対角線 (当該側面にある二つの対角線のうち、頂面を上にして当該側面の外側に正対したときに右上がりとなる対角線) に平行な方向のひずみ ϵ_D (以下「対角方向ひずみ」という。). 各ひずみは、四側面のそれぞれについてコンター図 (Fig. 3) から読み取った。

センサ要素の基材の物性値には、シリコーンゴムの値 (ヤング率 2.57 MPa, ポアソン比 0.499) を用いた。解析システムには ANSYS Design Space 9.0 を用い、線形静解析を行った。非線形性に関する事項は、各種負荷モードに対する相対的なひずみ応答特性を調べることが目的であることから、無視した。

2.2.2 解析結果

Fig. 4 に、水平方向力のみを $0 \leq \theta < 360^\circ$ の範囲内で作用させたときの各側面における前記垂直ひずみ三成分の応答を示す。いずれのひずみ成分に注目した場合でも、特定の作用方向 θ における四側面のひずみ値の組み合わせは、 θ に関して重複していない。例えば対角ひずみ ϵ_D (Fig. 4(c)) に着目した場合、 $\theta = 45^\circ$ における各側面のひずみ値は、第②面および第③面では

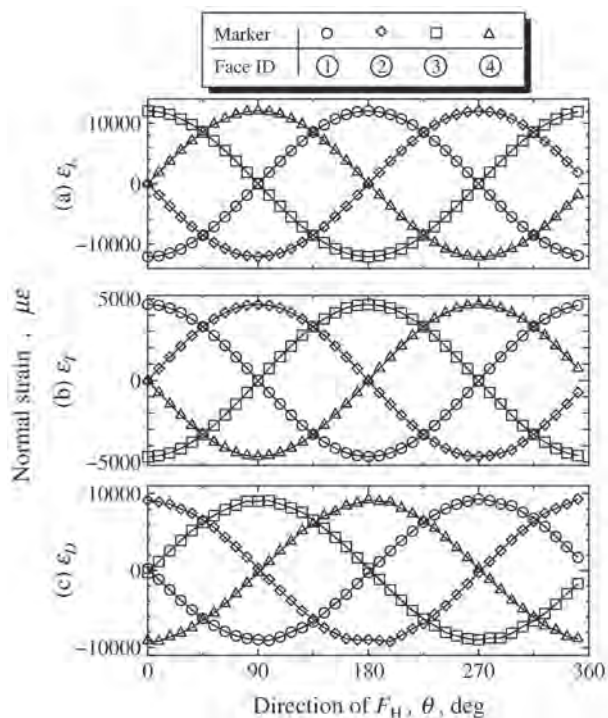


Fig. 4 Relations between the direction of the horizontal force F_H , θ and the normal strain (a) ϵ_L , (b) ϵ_T and (c) ϵ_D calculated for the respective sides of the sensor (face ID from ① to ④) under the condition of the single horizontal load F_H .

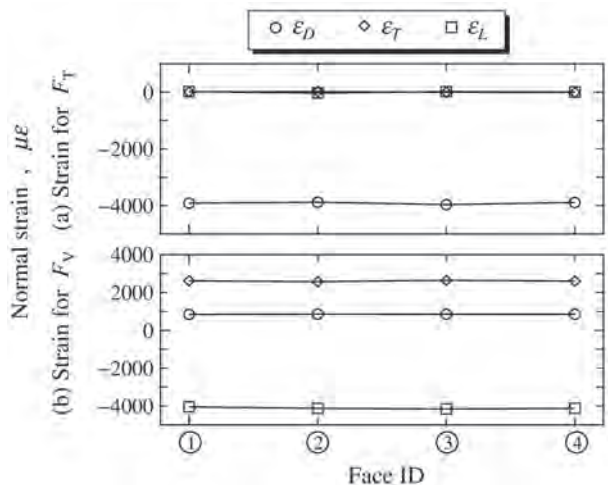


Fig. 5 Relations between the face ID and the three normal strain components ϵ_L , ϵ_T and ϵ_D calculated for the single load: (a) the torque F_T and (b) the vertical force F_V respectively.

約 8000 $\mu\epsilon$ で、第①面および第④面では約 -8000 $\mu\epsilon$ である。この値の組合せは、 $0 \leq \theta < 360^\circ$ の範囲内で一組しか存在しない。これは、水平方向力のみが作用する場合に、その作用方向を特定し得ること、ならびに前記垂直ひずみ三成分のいずれれに着目してもその効果が得られることを示している。ただし、横方向ひずみ

値の大きさは他の二成分のそれと比べて小さいことから、感度の観点からは縦方向ひずみまたは対角方向ひずみに着目することが望ましいと考えられた。

Fig. 5 に、トルクおよび垂直方向力をそれぞれ作用させたときの各側面における前記垂直ひずみ三成分の応答を示す。Fig. 5 によれば、いずれのひずみ成分についても、ひずみ値は全側面ではほぼ一定である。これは、トルクおよび垂直方向力が複合して作用した場合には、単一のひずみ成分に依っては両荷重を区別して認識できないことを示している。一方、両外力間では、同一側面かつ同一成分のひずみ値は異なっている。例えば第①面の対角ひずみ ϵ_D に着目した場合、トルク作用時のひずみ値は約 $-4000 \mu\epsilon$ であるのに対し、垂直方向力作用時のひずみ値は約 $1000 \mu\epsilon$ である。すなわち、複合負荷に対応するには、二以上のひずみ成分に注目して、これらひずみ成分間の外力に対する感度差を利用する必要のあることが示された。

3. 作用力の推定方法

前章での検討結果に基づき、外力四成分 (F_H , F_V , F_T , F_T または $F_H(\theta)$, F_V , F_T) を特定するには、縦方向ひずみと対角方向ひずみの双方を利用する必要がある。そこで、Fig. 6 に示すような 2 モデルを想定し、頂面に未知の複合的外力が作用した場合における外力推定方法について述べるものとする。

Fig. 2 に示す三種の外力 (F_H , F_V および F_T) がそれぞれ単独で作用する場合における、側面の縦方向ひずみを ${}^j\epsilon_{Li}$ と、対角方向ひずみを ${}^j\epsilon_{Di}$ と記述するものとする。添字 i はセンサ要素の側面の面番号とし、①, ②, ③または④のいずれかをとるものとする。添字 j は外力識別子とし、 H_x (水平方向力の x 成分), H_y (水平方向力の y 成分), V (垂直方向力), または T (トルク) のいずれかをとるものとする。同様に、前記三種の外力が同時に作用した場合における、側面に生じる縦方向ひずみを ϵ_{Li} と、対角方向ひずみを ϵ_{Di} と記述するものとする。

単一の外力成分に対するひずみ応答は、他の外力成分に対するそれとは独立していると考えられる。したがって、外力が複合的に作用した場合における、一の側面 (面番号 i) に生じる縦方向ひずみ ϵ_{Li} および対角方向ひずみ ϵ_{Di} は、単一外力 (識別子 j) により生じるひずみ (${}^j\epsilon_{Li}$ および ${}^j\epsilon_{Di}$) の外力様式 (j) に関する線形和で表すことができる。

$$\epsilon_{Li} = \sum_j {}^j\epsilon_{Li} \quad (1)$$

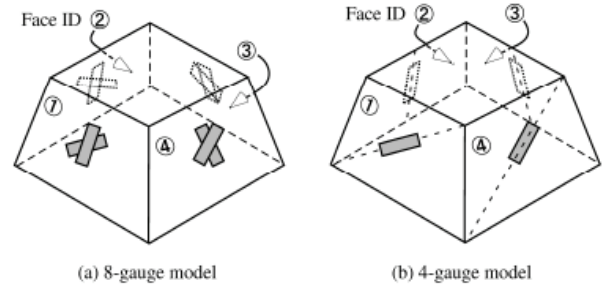


Fig. 6 Schematic illustrations of the sensor element with (a) 8 strain gauges, (b) 4 strain gauges.

$$\epsilon_{Di} = \sum_j {}^j\epsilon_{Di} \quad (2)$$

ところで、単一外力に対する個々の成分のひずみは、その外力に比例すると考えられる。その比例係数は、外力様式、ひずみゲージの方向、貼付面の外力に対する方向、およびセンサ要素基材の物性に依存すると考えられ、センサ要素に貼付された各ひずみゲージに固有の感度係数と捉えることができる。したがって、前二式の右辺のひずみは、単一外力 (識別子 j) とこれに対応する縦方向ひずみに関する感度係数 ${}^ja_{Li}$ または対角方向ひずみに関する感度係数 ${}^ja_{Di}$ の積でそれぞれ表すことができると考えられる。

$${}^j\epsilon_{Li} = {}^ja_{Li} \cdot F_j \quad (3)$$

$${}^j\epsilon_{Di} = {}^ja_{Di} \cdot F_j \quad (4)$$

よって、式 (1) および式 (2) は次のように変形できる。

$$\epsilon_{Li} = \sum_j {}^ja_{Li} \cdot F_j \quad (5)$$

$$\epsilon_{Di} = \sum_j {}^ja_{Di} \cdot F_j \quad (6)$$

さらに、添字 i および j を展開して全式を行列形式にまとめれば、8 ゲージモデルの場合は次のように変形できる。

$$\epsilon = \mathbf{A} \mathbf{x} \quad (7)$$

$$\epsilon = \begin{bmatrix} \epsilon_{L1} & \epsilon_{L2} & \epsilon_{L3} & \epsilon_{L4} & \epsilon_{D1} & \epsilon_{D2} & \epsilon_{D3} & \epsilon_{D4} \end{bmatrix}^T$$

$$\mathbf{A} = \begin{bmatrix} H_x a_{L1} & H_y a_{L1} & V a_{L1} & T a_{L1} \\ H_x a_{L2} & H_y a_{L2} & V a_{L2} & T a_{L2} \\ H_x a_{L3} & H_y a_{L3} & V a_{L3} & T a_{L3} \\ H_x a_{L4} & H_y a_{L4} & V a_{L4} & T a_{L4} \\ H_x a_{D1} & H_y a_{D1} & V a_{D1} & T a_{D1} \\ H_x a_{D2} & H_y a_{D2} & V a_{D2} & T a_{D2} \\ H_x a_{D3} & H_y a_{D3} & V a_{D3} & T a_{D3} \\ H_x a_{D4} & H_y a_{D4} & V a_{D4} & T a_{D4} \end{bmatrix}$$

$$\mathbf{x} = \begin{bmatrix} F_{Hx} & F_{Hy} & F_V & F_T \end{bmatrix}^T$$

式 (7) の行列 \mathbf{A} は、センサ要素の感度特性を示す量であり、実験的に定めるべきものである。推定目的量

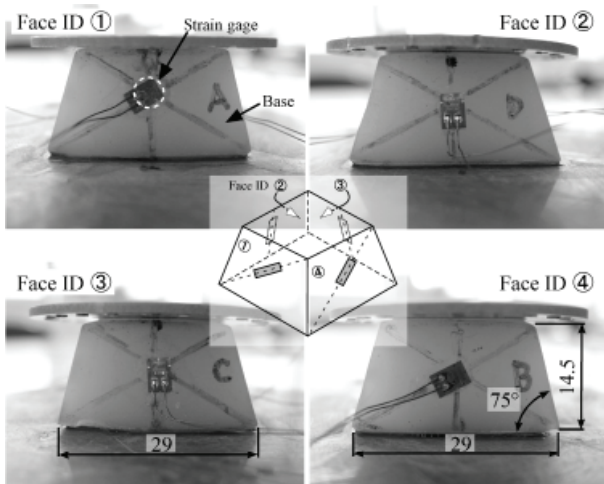


Fig. 7 Appearance of the specimen prepared.

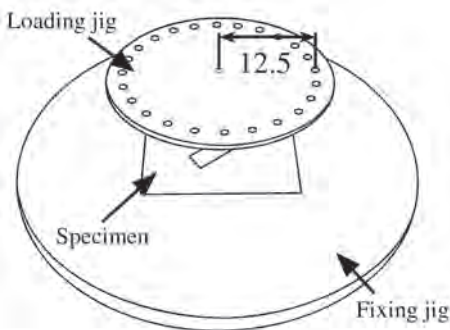


Fig. 8 Schematic illustration of the specimen combined with the loading jig and the fixing jig.

である外力 \mathbf{x} は、ひずみ値 ϵ を測定した後に式 (7) を \mathbf{x} について解くことにより得ることができる。8ゲージモデルの場合は未知数よりも式の数が多い優決定連立一次方程式となるから、未知数は最小二乗法によって求める必要がある。最小二乗解は、次の正規方程式の解 \mathbf{x} である。

$$\mathbf{A}^T \mathbf{A} \mathbf{x} = \mathbf{A}^T \epsilon \tag{8}$$

なお、Fig. 6(b) に示す 4ゲージモデルの場合は、面番号①および④が対角方向ひずみを、面番号②および③が縦方向ひずみを測定し得るように構成されているから、式 (7) の行列 \mathbf{A} および列ベクトルから第 1 行、第 4 行、第 6 行、および第 7 行を削除して、先と同様の手続きを経ることにより解を得ることができる。

4. 実験

提案したセンサ要素形態および外力推定方法の妥当性を検証するため、モデル試料を作製して外力に対するひずみ応答特性を調べるとともに、既知複合外力に対するひずみ応答から当該複合外力を正しく逆解析することができるか否かを調べた。

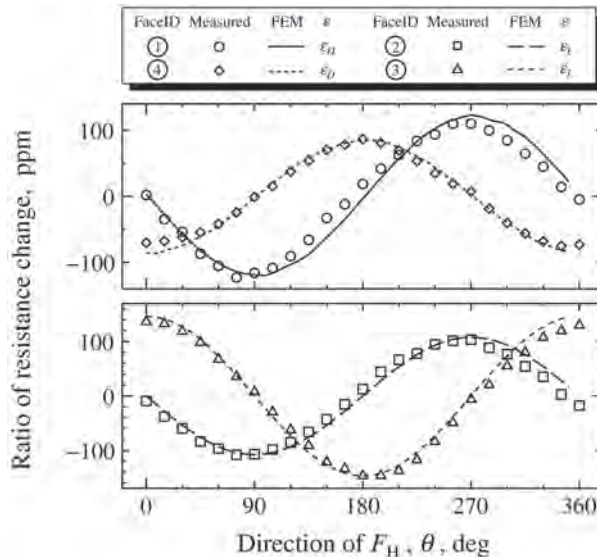


Fig. 9 Comparison of the experimental results with the FEM results on the relations between the direction of the horizontal force F_H , θ and the strain on the sides of the sensor (face ID from ① to ④) induced by the single horizontal load F_H .

4.1 実験方法

モデル試料として、4ゲージモデルのセンサ要素を用意した。Fig. 7に、作製したモデル試料の外観を示す。基材はシリコンゴム (ゴム硬度 50) である。ひずみゲージには、汎用箔ひずみゲージ KFG-03-120-C1-11N15C2((株)共和電業)を用いた。ひずみゲージは、Fig. 6(b) に示す配置で、シアノアクリレート系瞬間接着剤 (コニシ (株) 製アロンアルファ) で基材に貼付した。

Fig. 8 に、試料を組み付けた負荷ジグの外観を示す。試料とジグ (固定板、載荷板) とは、シアノアクリレート系瞬間接着剤で接着した。水平方向力は、載荷板の外周部に設けた孔に糸を結んだフックをかけ、プーリーを介して他端に分銅をぶら下げるにより与えた。トルクは、偶力となる一対の水平方向力を前記方法で負荷することにより与えた。垂直方向力は、載荷板の上部に分銅を載せることにより与えた。

抵抗変化率は、測定電流を 1 mA としてひずみゲージの出力電圧を 4 端子法により測定し、除荷時の抵抗値を基準として求めた。

4.2 実験結果

4.2.1 応答特性

Fig. 9 に、200 g の分銅を用いて水平方向力のみを種々の方向に作用させたときの、各ひずみゲージの応答特性を示す。ただし、図中の FEM による結果は、その最大値とこれに対応する実験結果の最大値とが一致するように規格化してある。ひずみゲージ出力の応

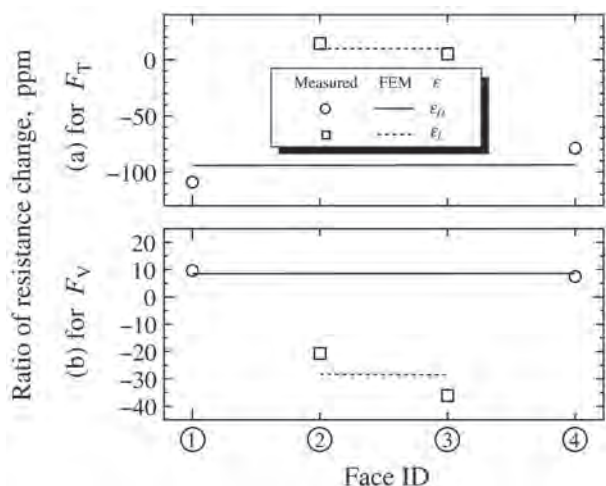


Fig. 10 Comparison of the experimental results with the FEM results on the relations between the applied load, F_T or F_V and the strain on the sides of the sensor (face ID from ① to ④).

答特性は、FEM による結果とよく一致している。

Fig. 10 に、正方向のトルクまたは垂直方向力のみが作用したときの各ひずみゲージの応答特性を示す。ただし、図中の FEM による結果は、その平均値とこれに対応する実験結果の平均値とが一致するように規格化してある。用いた分銅は、トルクについては片側 50 g、垂直方向力については 200 g である。トルクまたは垂直方向力に対するセンサの応答は、センサ間の感度のばらつきが若干認められるものの、FEM による解析結果とおおむね一致している。

4.2.2 複合外力の逆解析

前節で示した実験結果から試料の感度特性行列 \mathbf{A} を求めた。また、試料に既知の複合外力 \mathbf{x}_0 を作用させたときの各ひずみゲージ出力 $\boldsymbol{\epsilon}$ を測定し、前記 \mathbf{A} と $\boldsymbol{\epsilon}$ を式 (7) に代入して解いた \mathbf{x} が \mathbf{x}_0 と実質的に一致するか否かについて調べた。

試料は、Fig. 7 に示したように 4 ゲージタイプであるから、試料の感度特性行列は、式 (7) の行列 \mathbf{A} および列ベクトル $\boldsymbol{\epsilon}$ から第 1 行、第 4 行、第 6 行、および第 7 行を削除したものである。感度特性行列の各成分には、単一の外力成分が作用したときに各面に生じる単位力あたりのひずみゲージ出力値をあてはめればよい。

具体的には、第 1 列は x 軸方向に作用する水平方向力に対応する応答特性であるから、Fig. 9 の $\theta = 0$ deg 時における各面の実験値を読み、負荷荷重 $F_H = 200$ gf ≈ 1.96 N で除したものをあてはめる。同様に、第 2 列は y 軸方向に作用する水平方向力に対応する応答特性であるから、 $\theta = 90$ deg 時における各面の実験値を

み、1.96 N で除した数値をあてはめる。第 3 列 (垂直方向力成分) および第 4 列 (トルク成分) については、Fig. 10 から各面の実験値を読み、前者は負荷荷重 $F_V \approx 1.96$ N で、後者は負荷トルク $F_T = 50$ gf \cdot 25mm ≈ 12.3 N \cdot mm でそれぞれ除したものをあてはめる。

これより、試料の感度特性行列 \mathbf{A} は次のように求められる。

$$\mathbf{A} = \begin{bmatrix} H^x a_{L2} & H^y a_{L2} & V a_{L2} & T a_{L2} \\ H^x a_{L3} & H^y a_{L3} & V a_{L3} & T a_{L3} \\ H^x a_{D1} & H^y a_{D1} & V a_{D1} & T a_{D1} \\ H^x a_{D4} & H^y a_{D4} & V a_{D4} & T a_{D4} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -4.7 & -54.5 & -10.5 & 1.2 \\ 69.6 & 3.6 & -18.4 & 0.4 \\ 1.0 & -59.2 & 5.0 & -8.9 \\ -35.9 & -0.6 & 3.8 & -6.4 \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \text{ppm/N} \\ \text{or} \\ \text{ppm/N} \cdot \text{mm} \end{pmatrix} \quad (9)$$

式 (9) を第 3 節の作用力推定法にあてはめ、複合外力の逆解析を行った。試料に複合外力 \mathbf{x}_0 を負荷し、各ひずみゲージの出力を測定したところ $\boldsymbol{\epsilon}$ であった。

$$\mathbf{x}_0 = \begin{bmatrix} F_{Hx} & F_{Hy} & F_V & F_T \end{bmatrix}^T = \begin{bmatrix} 1.96 & 0 & 2.94 & 12.3 \end{bmatrix}^T \text{ (N, N} \cdot \text{mm)} \quad (10)$$

$$\boldsymbol{\epsilon} = \begin{bmatrix} \epsilon_{L2} & \epsilon_{L3} & \epsilon_{D1} & \epsilon_{D4} \end{bmatrix}^T = \begin{bmatrix} -47.5 & 65.8 & -115.6 & -156.8 \end{bmatrix}^T \text{ (ppm)} \quad (11)$$

式 (9) と式 (11) を式 (7) に代入し、 \mathbf{x} について解けば、次式が得られる。

$$\mathbf{x} \approx \begin{bmatrix} 2.1 & 0.1 & 4.9 & 15.4 \end{bmatrix}^T \text{ (N, N} \cdot \text{mm)} \quad (12)$$

式 (12) と式 (10) を対比することにより、推定誤差が次のように求められた：水平方向力 7%、トルク 25%、垂直方向力 65%。水平方向力については、おおむね正しく推定できているが、トルクと垂直方向力については、やや誤差が大きい。垂直方向力の推定誤差がきわだって大きいのは、Fig. 9 および Fig. 10 から明らかのように、ひずみ量が水平方向力およびトルクの場合に比べて小さく、測定誤差の影響を受けやすいためと考えられる。

推定精度の向上を図る方策としては、以下のものが考えられる。(1) 高感度なひずみゲージを用いること、(2) ひずみゲージ数を増して情報量を増すこと (例えば 8 ゲージモデル)、(3) センサ要素の垂直方向の剛性を下げて発生ひずみ量を増すこと。

筆者らは、高感度の酸化クロム薄膜ひずみゲージ (ゲージ率約 7)⁹⁾ を開発中であり、これを用いた触覚センサについて別途検討している¹⁰⁾。

5. 結 論

- (1) FEM 解析を通じて、水平方向力、垂直方向力、およびトルクを検出するのに適した触覚センサの形態を探索した。触覚センサを四角錐台形にすれば、その四側面に生じるひずみから、前記外力を成分ごとに分離して求め得ることを明らかにした。
- (2) 四角錐台形触覚センサで外力を分離して求めるためには、側面における縦方向ひずみおよび対角方向ひずみを測定しなければならない。測定精度上は、四側面のすべてについて両ひずみ成分を測定することが望ましいが、一側面につき一方のひずみ成分のみの測定であっても外力推定は可能である。ただし、測定するひずみの成分が対向する側面間で同一にならないよう、四側面で両ひずみ成分を混在させる必要がある。
- (3) シリコンゴム製四角錐台の側面にひずみゲージを貼付したモデル試料を作製し、外力に対する応答特性を調べた。また、複合的に外力が作用したときの応答から当該外力を求める逆解析を行った。応答特性は、FEM 解析から予測され

た特性とおおむね一致した。複合外力の逆解析においては、推定誤差は、水平方向力 7%、トルク 25%、垂直方向力 65% であった。

参考文献

- 1) 金子 真：日本ロボット学会誌, **11** (1993) 21.
- 2) 多田泰徳, 細田 耕, 浅田 稔：日本ロボット学会誌, **23** (2005) 482.
- 3) 武繩 悟, 中本裕之, 北川洋一, 一森和之, 今村信昭：日本ロボット学会誌, **26** (2007) 90.
- 4) 元尾幸平, 新井史人, 福田敏男：日本ロボット学会誌, **24** (2006) 408.
- 5) 郡司大輔, 荒木拓真, 並木明夫, 明 愛国, 下条 誠：日本ロボット学会誌, **25** (2007) 970.
- 6) 堀川晴信, 増田良介：第 25 回日本ロボット学会学術講演会講演論文集, 3018 (2007)
- 7) 吉海智晃, 稲葉雅幸：第 27 回日本ロボット学会学術講演会講演論文集, **RSJ2009AC3I2-02** (2009)
- 8) 勅使河原誠一, 清水 智, 多田隈建二郎, 明 愛国, 石川正俊, 下条 誠：第 27 回日本ロボット学会学術講演会講演論文集, **RSJ2009AC3I1-04** (2009)
- 9) 吉竹正明, 野坂俊紀, 日下忠興, 鈴木義彦, 竹中 宏, 沢村幹雄：電気学会論文誌 E, **124** (2004) 183.
- 10) 松永 崇, 小栗泰造, 日下忠興, 寛 芳治, 岡本昭夫, 佐藤和郎, 山元和彦, 吉竹正明：大阪府立産業技術総合研究所報告, No.24 (2010) 53.

大気圧プラズマ重合によるフッ素樹脂の表面改質 — 接着・めっきへの応用 —

Surface Modification of Polytetrafluoroethylene Films Using Atmospheric-Pressure Plasma Graft-Polymerization — Application for Adhesion and Plating —

田原 充* 大久保 雅章**
Mitsuru Tahara Masaaki Ohkubo

(2010年6月24日 受理)

A surface modification technique that improves the adhesion of fluorocarbon polymer films such as polytetrafluoroethylene (PTFE) was developed using nonthermal atmospheric pressure plasma under argon and acrylic acid vapor. Results of the 90° peeling test show that the peeling strength of the treated PTFE film is greater than 1 N/mm. X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and scanning electron microscope (SEM) analyses confirmed that chemical bonds with F atoms greatly decrease on the surface and that a hydrophilic layer is formed because of the plasma graft polymerization process. A low-environmental-load surface modification technique for plating the fluorocarbon polymers films is developed using this technology of the atmospheric-pressure plasma graft-polymerization. The results of the 90° peeling test show that the peeling strength of copper plating on the treated PTFE film has sufficient strength for practical use.

Key words: atmospheric-pressure plasma graft-polymerization, fluorocarbon polymer, adhesion, plating

1. はじめに

フッ素樹脂はその耐薬品性、高周波域での誘電特性などにおいて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。フッ素樹脂は現在、金属ナトリウムを用いた処理によって接着性を付与しているが^{1,2)}、この方法は環境負荷が大きく、危険を伴う。また、変色を伴い、処理むらも大きく、PTFE(ポリテトラフルオロエチレン)表面が非常に粗くなるので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い。これらの解決のため、代替の処理法が検討されている²⁻⁴⁾。我々は金属ナトリウムを用いた処理に代わって、プラズマ処理によるフッ素

樹脂の表面改質を試みたが、フッ素樹脂の中でも特にPTFEに対しては効果が得られなかった。そこで、プラズマを用いて親水性ポリマーをフッ素樹脂表面にグラフト重合することを検討してきた。このプラズマ重合により、ある程度の接着改善を確認できた⁵⁾。しかし、プラズマ重合は減圧したチャンバー内で行う必要があり、実用化が困難と考えられる。そのため、本報では大気圧でのプラズマ重合を試みた。

大気圧プラズマ処理は近年、多くの研究グループで検討されており⁶⁾、様々な装置が開発されている⁷⁾。しかし、大気圧プラズマ重合に関してはまだ報告がきわめて少ない^{8,9)}。大気圧でのプラズマ重合は従来の減圧の必要なプラズマチャンバーとはその密閉性に対する要求が全く異なり、非常にラフなもので十分である。本報ではプラスチック容器のシンプルな装置を用いて大気圧プラズマ重合を試行し、その可能性を探っ

* 化学環境部 繊維応用系

** 大阪府立大学大学院 工学研究科

た。モノマーについてはアクリル酸に限定し検討を行った。

また、大気圧プラズマ重合の応用として PTFE の接着性改善の他、PTFE へのめっきの密着性改善についても検討した。

2. 実験方法

2.1 大気圧プラズマ重合

試料として 0.3 mm 厚の PTFE(日本バルカー工業(株))を用いた。

大気圧プラズマの発生には Fig. 1 に示すように吹き出し式コロナ(パール工業(株))を用いた¹⁰⁾。出力電圧 24 kV, パルス周波数 60 Hz, Ar ガス流量 100 l/min, 照射距離 10 mm の条件で PTFE 表面にプラズマ照射した。その時、モノマーとしてアクリル酸をチャンバー内のバットに容れ、温度 40 ~ 50 °C に加熱し、チャンバー内をモノマーガスで満たし処理を行った。

2.2 90° はく離試験

試料の PTFE は接着前にエタノール浴で超音波洗浄した。ベーカー式アプリーケータにて 10 mil. (約 250 μm) の厚みで未硬化エポキシ樹脂(コニシ製 E-セット)をコーティングした 0.3 mm 厚の Al 板に幅 25 mm の PTFE 試料を接着し、5 N の荷重をかけて 24 時間室温放置で硬化させた。90° はく離試験は島津製オートグラフ AG-10kNG を用い、クロスヘッド速度 100 mm/min で測定した。

2.3 無電解めっき

グラフト重合した PTFE に無電解銅めっきを行うため、前処理として、センシタイジング 5 分 (SnCl₂ 20 ~ 40 g/l, HCl 20 ~ 40 ml/l), アクチベーション 5 分 (PdCl₂ 0.25 ~ 0.5 g/l, HCl 2.5 ~ 5 ml/l) を行った後、アルカリ洗浄 (10 % NaOH) を行った。その後、攪拌

しながら浸漬時間 3 分として無電解銅めっきを以下の処方で行った。

・ CuSO₄ 3.5 g/l, ロッセル塩 34 g/l, Na₂CO₃ 3 g/l, NaOH 7 g/l, ホルマリン (37 %) 13 ml/l

2.4 その他の評価試験

グラフト重合した PTFE の表面粗さ測定, 接触角測定, ESCA 分析, SEM 観察を行った。

3. 結果と考察

3.1 接着性改善

プラズマ重合した PTFE 表面は FTIR のスペクトルでは 1700 cm⁻¹ 付近にカルボキシル基の吸収が見られた。ESCA の C1s スペクトルからも Fig. 2 のようにカルボキシル基のピークが見られ、官能基としてカルボキシル基を持つ重合膜が生成していると考えられる。また、接触角は未処理 PTFE の 104° からプラズマ重合した PTFE では 49° と濡れ性が向上した。PTFE の表面自由エネルギーは 18 mJ/m² であり、硬化したエポキシ樹脂表面の 42 mJ/m² と比較して低い表面自由エネルギーとなっている¹¹⁾。プラズマ重合した PTFE では 46 mJ/m² であり、接着剤であるエポキシ樹脂よりも高い表面自由エネルギーとなり、接着性向上に影響を及ぼすと考えられる。また、カルボキシル基は親水性に寄与する極性基であり、接着剤と水素結合を生じることで接着力向上が期待される¹²⁾。

次に、プラズマ重合した PTFE の表面の SEM 観察を行った。プラズマ重合した PTFE (Fig. 3(b)) は金属ナトリウム/アンモニア処理した PTFE (Fig. 3(c)) と比較して平滑な表面となっており、PTFE の損傷は少ないことがわかった。

また、触針式の粗さ計で 10 分間プラズマ重合した

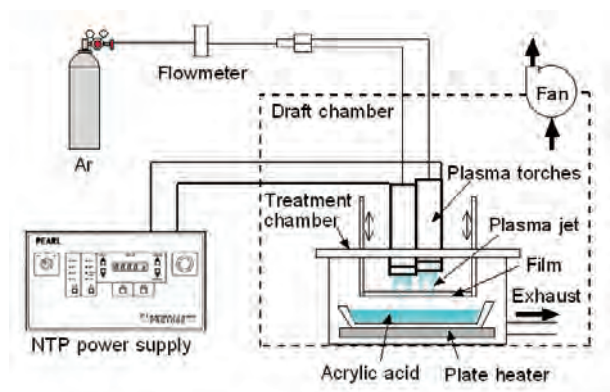


Fig. 1 Layout of experimental setup for atmospheric-pressure polymerization.

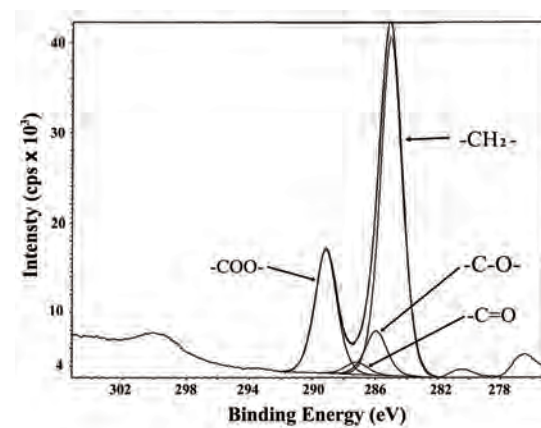


Fig. 2 XPS spectrum of the C1s peak of plasma graft-polymerized PTFE film surfaces treated by atmospheric pressure polymerization for 4 min.

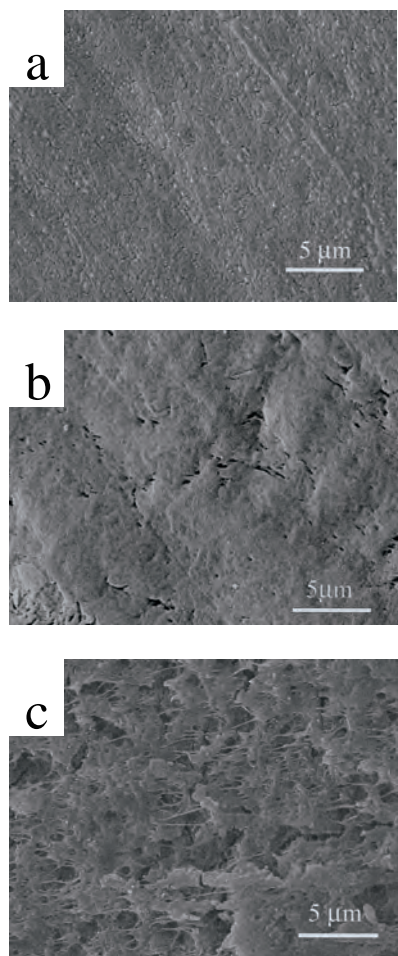


Fig. 3 SEM micrographs of surface morphology of PTFE films.
 (a) blank.
 (b) plasma polymerization with acetic acid for 4 min.
 (c) treated with metal Na and NH₃.

PTFE を測定した結果を Table 1 に示した. このように金属ナトリウム/アンモニア処理した PTFE は未処理の PTFE と比較して表面が粗くなった. 一方, プラズマ重合した PTFE は金属ナトリウム処理と比較して非常に平滑であるが, 未処理の PTFE と比較しても, より平滑な表面となっている.

プラズマ重合した PTFE の 90° 接着はく離強度を Fig. 4 に示した. ブランクの PTFE ではエポキシ樹脂にほとんど接着しないため, はく離強度の測定はできなかった. また, モノマーを用いず Ar ガスだけでプラズマ処理した場合ははく離強度は 0.1 N/mm 以下の低い値となった. 一方, プラズマ重合時間を変化させたところ, Fig. 4 に示したように 4 分間の処理で最も高い強度が得られた. これは PTFE にグラフトするポリマー数が増加するのに時間が必要であり, 接着におよぼす効果が得られるにはある程度の処理時間(重合時間)が必要であるためと考えられる. また, 5 分

Table 1 Roughness of the surface of treated PTFE.

	blank	Na/NH ₃	plasma polymerization (10 min)
Ra (μm)	0.3	0.4	0.2

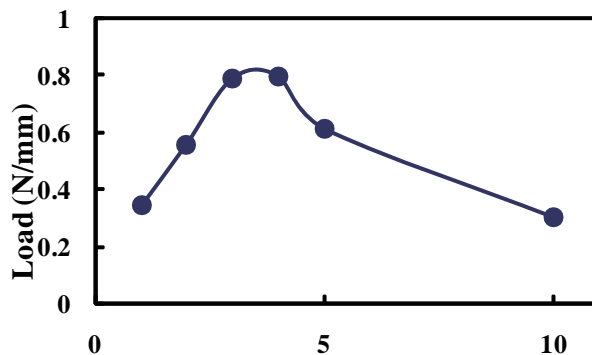


Fig. 4 Result of 90° peeling test for the treated PTFE film with the copper plating as a function of the polymerization time.

Table 2 Atomic ratio of surface of test pieces by ESCA.

substrate	blank	polymerization film		Al
	PTFE	before peeling test	after peeling test	
C	33.9	PTFE 65.9	PTFE 35.4	37.0
O	0.1	33.4	1.5	2.4
F	66.0	0.7	63.1	60.4
Al	-	-	0.1	0.3

以上の処理では接着強度が低下しているが, これは PTFE にグラフトしていないため, 接着性に寄与しないホモポリマーの分子量が, 重合時間が長くなると大きくなり, 洗浄しても除去できないホモポリマーが増えることが原因ではないかと考えられる.

次にはく離の界面がどこであるか検討した. はく離界面は次の 4 種類が考えられる.

- ① ポリマーがグラフトしていない (PTFE 上に堆積しているだけ) ため, ポリマーは接着剤に接着しているが, ポリマーと PTFE の間ではく離がおこる場合.
- ② ポリマーの接着性不足のため接着剤とポリマーの界面ではく離がおこる場合.
- ③ 接着剤層の中ではく離がおこる凝集破壊.
- ④ PTFE 強度不足のため PTFE の中ではく離がおこる材料破壊.

はく離の界面がどこであるかの特定をするために, はく離試験終了後の PTFE のはく離面およびアルミ板のはく離面について ESCA 分析を行った. その結果,

Table 2 に示すように PTFE 側およびアルミ板側ともにブランクの PTFE とほぼ同様の元素比となり、はく離の破断面が PTFE 内部で起こっているよう考えられる。

また、はく離試験した後の PTFE の破断面は Fig. 5 のようになることから、PTFE の材料内部での破壊（材料破壊）が起こっていると考えられる。このように大気圧プラズマ重合では PTFE 表面は平滑な状態でありながら、高い接着強度が得られることがわかった。

さらに、プラズマ重合時間が短く、はく離強度が低かった試料についても、はく離終了後の PTFE のはく離面およびアルミ板のはく離面を ESCA 分析した。その結果、重合時間 1 分のはく離強度の低かった試料ではフッ素の元素比が 55.3 といくぶん小さくなるが、アルミ板側にも PTFE が存在し、低いはく離強度でも PTFE 内部の材料破壊が起こっているように見える。この説明のため、Fig. 6 のような模式図を検討した。この図ではプラズマ重合時間が短く、はく離強度が低かった試料では PTFE 表面に生成するプラズマ重合膜の密度が低く、露出している PTFE 表面が多くなる。しかし、プラズマ重合膜の存在している部分の接着強度は非常に大きいため、この部分では PTFE 内部ではく離が起こったと考えられる。

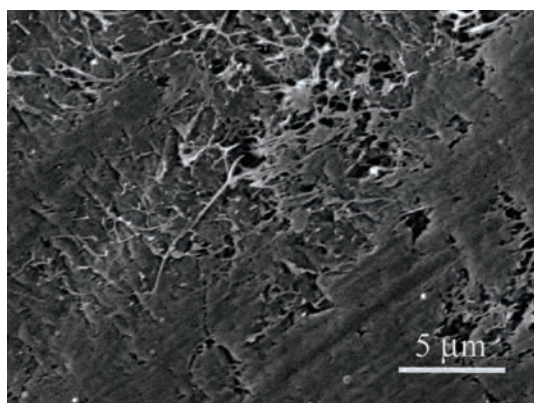


Fig. 5 SEM micrograph of the polymerization treated PTFE film after peeling test.

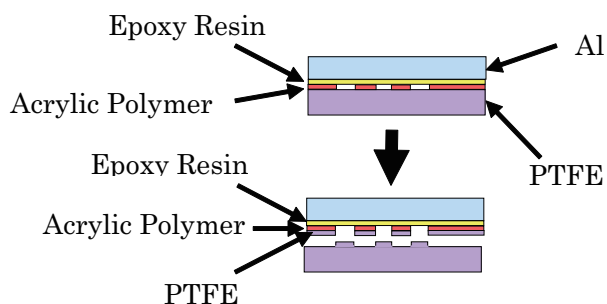


Fig. 6 Schematic diagram of adhesion mechanism of treated PTFE.

3.2 めっきへの応用

このように大気圧プラズマ重合によって平滑な親水性の表面を作成できたことから、応用として PTFE のめっきを検討した。PTFE は誘電率、誘電正接が小さいことから特に高周波向けのプリント基板に最適と考えられてきた。しかし、めっきの密着性がないという問題点が存在した。PTFE の表面ではめっき液をはじくために均一にめっきはできず、めっき密着性はほとんどない。一方、プラズマ重合した PTFE では均一なめっき膜が得られた。表面を親水性とすることによって、PTFE のめっきが可能になると考えられる。

アクリル酸から作製したプラズマ重合膜はアルカリに弱く、無電解の銅めっきを長時間行うと重合膜がはがれるが、銅めっきの時間が 4 分まででは重合膜がはがれるということがなく、均一なめっきができた¹³⁾。ここでは無電解銅めっきを 3 分行い、PTFE とめっき膜の密着性を測定した。その結果を Fig. 7 に示した。エポキシ樹脂を用いた接着性の試験のときと同様に、あるプラズマ重合時間のときに最大のめっき密着性が得られた。これは金属ナトリウム/アンモニアを用いて前処理しためっき試料 (0.4 N/mm) と比較しても非常に大きな密着強度となった¹⁴⁾。このようにアクリル酸からの重合膜では、アルカリでの無電解めっき処理の時間的制限があるが、良好な密着性のあるめっきが可能であり、無電解めっきの後に電解めっきをすることによって厚い膜厚のめっきを作製することも可能である。

さらに、Ar ガス流量を 100 l/min から変化させてプラズマ重合を行った結果、Fig. 8 に示すように Ar ガス流量を 40 l/min としたときに最も高いめっき密着性が得られた。しかし、ガス流量を 40 l/min より低くすると均一なめっきが得られないことがわかった。

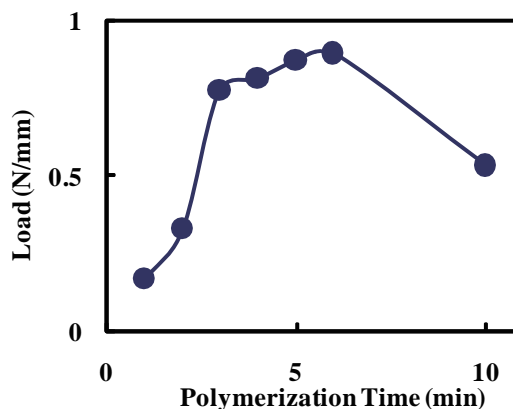


Fig. 7 Peeling strengths for the treated PTFE film with copper plating as a function of the polymerization time.

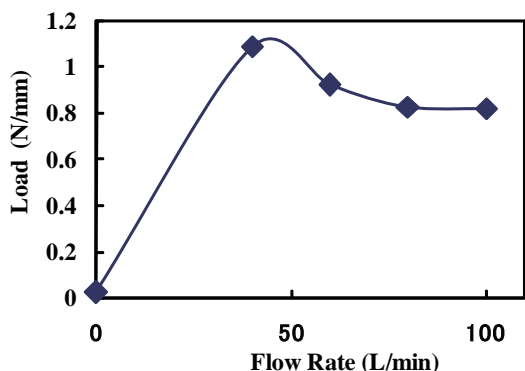


Fig. 8 Peeling strengths for the treated PTFE film with copper plating as a function of the flow rate of Ar gas.

4. おわりに

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。本報では基本的な装置を用いた実験の結果であるが、プラズマ重合の装置、処理条件を改変することによって、現時点で 2 N/mm 以上の接着強度が得られるようになった。この接着強度は金属ナトリウム/アンモニア処理した PTFE の 3.1 N/mm にはおよばないが、金属ナトリウム-ナフタレン/THF(テトラヒドロフラン)処理した PTFE の 1 N/mm を大きく上回る結果となっている¹⁵⁾。

大気圧プラズマ重合による表面改質では PTFE 表面が平滑であり、変色がないため、新た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 に銅めっきを行ったところ、良好な密着性が得られた。また、フォトソグラフィに

よってこのめっきした PTFE からパターンを作製できた^{16,17)}。このように、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。

さらに、本報で用いた方法では大気圧の状態での処理を行うことができるため、簡易な装置で連続処理や大型化についても可能になると考えられる。

参考文献

- 1) E. R. Nelson, T. J. Kilduff and A. A. Benderly: *Ind. Eng. Chem.*, **50** (1958) 329.
- 2) A. A. Benderly: *J. Appl. Poly. Sci.*, **6**, 20 (1962) 221.
- 3) 小駒益弘: *J. Plasma Fusion Res.*, **79**, 10 (2003) 1009.
- 4) J. Heitz, H. Niino and A. Yabe: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **35** (1996) 4110.
- 5) 油谷 康, 田原 充: *繊維学会予稿集*, **62**, 1 (2007) 198.
- 6) 小駒ら: *電気学会誌*, **126** (2006) 779.
- 7) 田原 充: *テクニカルニュース*, No.07012 (2008)
- 8) 今井康隆, 高野清子, 黒田真一: 第 13 回高分子表面研究討論会講演要旨集 (2009) 33.
- 9) 志岐 肇, 山中重宣, 大川 隆, 辻井謙一, 源 潤一, 鹿又大資, 須田善行, 滝川浩史: 第 57 回応用物理関係連合講演会講演予稿集 (2010)
- 10) 田原 充, 大久保雅章: *繊維学会予稿集*, **62**, 3 (2007) 85.
- 11) A. V. Pocius: *接着剤と接着技術入門*, 日刊工業新聞社 (1999) 169.
- 12) 角田光雄, 大場洋一, 千葉克義, 福村勉郎: *日本化学会誌*, No.5 (1978) 659.
- 13) 田原 充, 大久保雅章: *繊維学会予稿集*, **63**, 1・2 (2008) 301.
- 14) 柴原正文, 赤松正守, 神崎仁, 山村和也: *表面技術*, **58** (2007) 420.
- 15) 田畑晴夫: *日本接着学会誌*, **20**, 7 (1984) 316.
- 16) 田原 充: 平成 20 年度大阪府立産業技術総合研究所研究発表会要旨集 (2008) 78.
- 17) 大久保雅章, 田原 充: *日本接着学会誌*, **46** (2010) 11.

炭素鋼粉末の選択的レーザー焼結に及ぼす炭素量の影響

Effect of Carbon Content on Selective Laser Sintering of Carbon Steel Powders

中本 貴之* 白川 信彦* 宮田 良雄**
Takayuki Nakamoto Nobuhiko Shirakawa Yoshio Miyata
乾 晴行***
Haruyuki Inui

(2010年7月29日 受理)

Optimum conditions for laser irradiation to achieve fully dense high-carbon steel selective laser sintering (SLS) specimens have been investigated as a function of carbon content in steel powders using steel powders with different carbon contents of 0.33–1.04 mass% C. Full densification is easily achieved by SLS processing for all high-carbon steel powders. The energy density during the SLS process necessary for full densification decreases as the carbon content increases from 400 J/mm³ for 0.33 and 0.49 mass% C to 267 J/mm³ for 0.76 and 1.04 mass% C, which is considered to be attributable to the increased wettability of molten Fe–C alloys on steel powders and sintered specimens for the higher carbon contents. The values of yield stress and microhardness of fully dense SLS specimens tend to increase concomitantly with increased carbon content in steel powder. At a given carbon content, the values of yield stress and microhardness of fully dense SLS specimens tend to be higher for those produced with a lower energy input.

Key words: selective laser sintering (SLS), carbon steel powder, densification, microstructure, mechanical property, rapid prototyping (RP)

1. はじめに

近年、携帯電話・ノート PC・デジタルカメラなどのモバイル機器や家電商品は、ライフサイクルが非常に短い上に、多品種少量生産への対応が必須とされている。そのような製品の「ものづくり」を支える金型や機械部品においては、リードタイムの短縮と低コスト化が最重要課題である。このような状況の下で、選択的レーザー焼結法（以後、「SLS法」と略す）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¹⁻³⁾。SLS法は薄く敷き詰めた金属粉末

にレーザーを照射して焼結し順次積層していくことで、複雑形状を CAD モデルから直接造形する加工法であり、ラピッドプロトタイプング法の一つである¹⁾。我々は、低炭素鋼（炭素量 0.14 mass%, S15C 相当）粉末の SLS 特性を調査し、SLS 造形物の延性と強度の向上には空隙の完全な除去が不可欠であり、溶製材並みの完全な緻密体を得るには、エネルギー密度（積層 1 層分の単位体積あたりに投入されるエネルギー量）⁴⁾が 800 J/mm³ 以上必要であることを明らかにした⁵⁾。しかし、SLS 技術を樹脂成形用金型やプレス金型ならびに機械部品などに適用するという実用性を考慮すると、さらに炭素量の多い鋼粉末の SLS 特性を把握することが重要となる。

高炭素量を有する鋼粉末の SLS 法に関する研究は、例えば、高速度鋼粉末^{6,7)}、工具鋼粉末⁸⁾、鉄粉と炭素（黒

* 機械金属部 加工成形系

** 機械金属部 加工成形系（現 東大阪市立産業技術支援センター）

*** 京都大学大学院 工学研究科

鉛) 粉の混合粉末⁹⁻¹¹⁾を用いて報告されているが、いずれも溶製材並みの緻密な造形物を得るに至っていない。この原因は、高合金鋼粉末や、鉄粉と炭素粉の混合粉末を用いた SLS 法では、それぞれ高融点の炭化物と黒鉛を含んでおり、投入されるエネルギー密度が不足しているためであると考えられる。一方、Simchi と Pohl¹⁰⁾、Rombouts ら¹¹⁾は、鉄粉と炭素粉の混合粉末を用いた SLS 法では、炭素量の増加とともに溶融した鉄-炭素合金の表面張力が低下し、溶湯の流れ性が向上するため、造形物の密度は増加すると報告している。従って、高炭素量を有する鋼粉末を用いた SLS 法において、投入されるエネルギー密度を十分高くし、さらに炭素量を増加させることで、緻密な造形物はより容易に得られることが期待できる。しかし、詳細な検討はなされていない。

本研究では、高炭素量を有する鋼の緻密で高強度な SLS 造形物を得ることを目的とし、高融点の黒鉛を含むため緻密化が難しいと考えられる鉄粉と炭素粉の混合粉末の代わりに、高炭素鋼粉末を用いて、投入されるエネルギー密度を高くできるようなレーザー照射条件を検討し、造形メカニズムに及ぼすレーザー照射条件および炭素量の影響について調査した。また、SLS 造形物のマイクロ組織と機械的性質に及ぼすレーザー照射条件および炭素量の影響についても調査した。

2. 実験方法

炭素鋼粉末は水アトマイズ法により作製された粉末(平均粒径およそ 30 μm)で、Table 1 に示す化学成分のように、けい素、マンガン、リン、および硫黄量はほぼ同等とし、炭素量が 0.33-1.04 mass% の範囲で異なる 4 種類の粉末を使用した。炭素量が 0.33 mass%、0.49 mass% の各粉末の化学成分は、それぞれ JIS 規

Table 1 Chemical compositions of carbon steel powders (mass%).

Numbers in () indicate the carbon contents after SLS processing.

Material	C	Si	Mn	P	S
S33C	0.33 (0.31)	0.19	0.64	0.010	0.003
S50C	0.49 (0.46)	0.22	0.79	0.006	0.005
S75C	0.76 (0.71)	0.28	0.77	0.009	0.008
S105C	1.04 (0.99)	0.21	0.74	0.009	0.007

Table 2 Laser irradiation conditions.

Laser power	/W	200
Scan speed	/mm/s	50, 100, 150, 200
Scan spacing	/mm	0.1, 0.2, 0.3, 0.4
Layer thickness	/mm	0.05

格の S33C, S50C に相当する。一方、炭素量が 0.76 mass%、1.04 mass% の各粉末の化学成分は、JIS 規格にない。本論文では炭素量を変化させた炭素鋼粉末として、便宜上 S75C, S105C と呼ぶことにする。

造形には、金属粉末ラピッドプロトタイプング (RP) 装置 (ドイツ EOS 社製 EOSINT-M250 Xtended) を用いた。使用するレーザーは出力 200 W の CO₂ レーザーで、ビームスポット径は 0.4 mm である。造形物は直径 8 mm × 高さ 15 mm の円柱状試験片とし、レーザー照射条件 (走査速度, 走査ピッチ) を Table 2 のように変化させて作製した。

造形物の密度測定は JIS Z 2501 に準拠してアルキメデス法にて行った。また、造形物の内部組織は、積層方向に平行な断面を鏡面になるまで研磨し、3% ナイタル液 (硝酸アルコール液) または塩酸ピクラル液を用いて組織を現出させ、金属顕微鏡により観察した。造形物の表面形態は走査電子顕微鏡 (SEM) にて観察した。

機械的性質は、圧縮試験とビッカース硬さ試験で評価した。圧縮試験は、インストロン材料試験機を使用し、2 mm/min. の試験速度で行った。また、ビッカース硬さは、円柱状試験片の積層方向に平行な断面に対し、マイクロビッカース硬さ計により荷重 4.9 N で測定した。

3. 結果と考察

3.1 SLS 造形物の空隙分布と密度

S75C 粉末を用いて、種々のレーザー照射条件で造形した円柱の断面写真を Fig. 1 に示す。黒色の領域は空隙に相当する。いずれの走査速度においても、走査ピッ

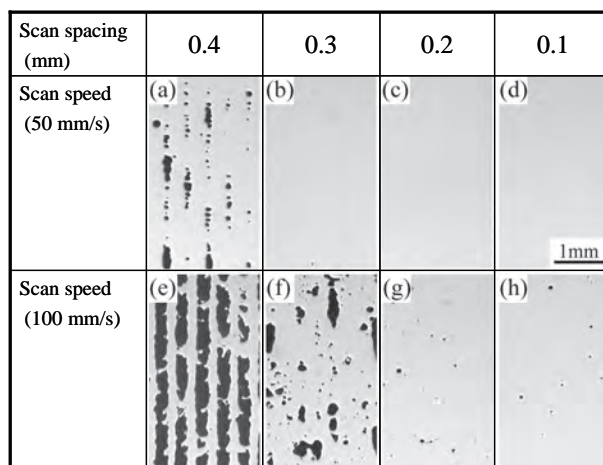


Fig. 1 Optical microstructures of SLS specimens produced with S75C steel powder under various laser irradiation conditions. Observations were made in a cross-section cut parallel to the building direction.

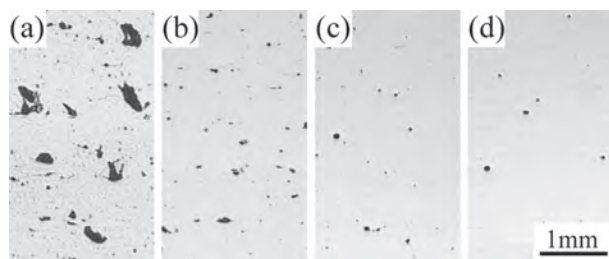


Fig. 2 Optical microstructures of SLS specimens produced with (a) S33C, (b) S50C, (c) S75C and (d) S105C steel powders at the scan speed of 100 mm/s and scan spacing of 0.2 mm. Observations were made in a cross-section cut parallel to the building direction.

チが 0.4 mm の条件 ((a), (e)) では、レーザの走査間で積層方向に連続的に空隙が多く残る。走査ピッチを 0.4 mm ((a), (e)) から 0.3 mm ((b), (f)), 0.2 mm ((c), (g)) に狭くし、レーザのビームスポット径が重なるように走査すると、空隙の体積割合は急激に減少する。一方、走査速度については、走査ピッチが同じであれば、100 mm/s よりも 50 mm/s のほうが空隙の体積割合は減少する。その結果、Fig. 1(b)-(d) のように、走査ピッチが 0.3 mm 以下、走査速度が 50 mm/s の条件では、空隙が認められない緻密な造形物が得られる。しかしながら、走査速度が 150 mm/s 以上に速くなると、走査ピッチが 0.1 mm の条件でも、所定の高さまで造形することは困難であった。この理由は、走査速度 150 mm/s 以上では、造形物の表層に高い突起物が不規則に形成し、数層の造形後、高い突起物と粉末を敷き詰めるブレードが衝突したためである。詳細は 3.2 節で述べる。同様の傾向は他の炭素鋼粉末についても認められ、走査速度および走査ピッチを適切に小さくすると、空隙が認められない緻密な SLS 造形物が得られた。

ところが、レーザ照射条件が同一であっても、緻密化の挙動は炭素量により異なる。Fig. 2 は、炭素量の異なる炭素鋼粉末を用いて、走査速度を 100 mm/s、走査ピッチを 0.2 mm の条件で造形した円柱の断面写真を示したものである。このレーザ照射条件は、S75C の場合にほとんど空隙が認められない SLS 造形物が得られた Fig. 1(g) の条件と同じである。造形物内の空隙の体積割合は、(c)S75C と (d)S105C では明らかに少ないが、(c)S75C から (b)S50C, (a)S33C へと炭素量が減少するに従って空隙の体積割合は増加する。同様の傾向は、鉄粉と炭素粉の混合粉末を用いた SLS 法において報告されている¹⁰⁾。しかしながら、本研究の炭素鋼粉末を用いて得られる SLS 造形物の最大密度 (7.76–7.81 g/cm³) は、相当する溶製材の密度 (およそ 7.83–7.86 g/cm³)¹²⁾ とほとんど一致し、鉄粉と炭素粉の混合粉末を用いて得られる SLS 造形物の密度

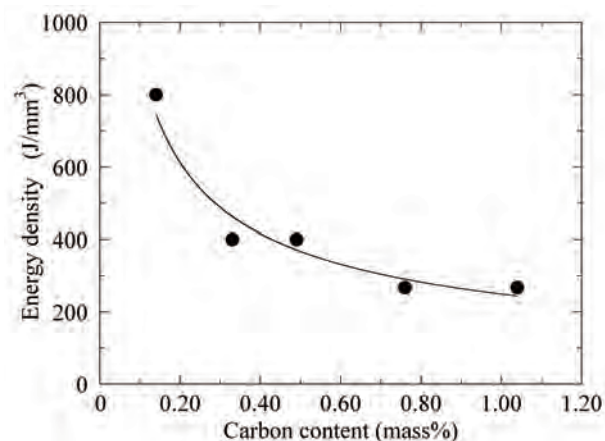


Fig. 3 Energy density required for full densification by SLS processing plotted as a function of carbon content in steel powders.

(7.127 g/cm³ (Murali ら)⁹⁾, 6.3 g/cm³ (Simchi と Pohl)¹⁰⁾, 7.3 g/cm³ (Rombouts ら)¹¹⁾) に比べてかなり高い。

このように、炭素鋼粉末の炭素量の多少により、空隙が認められない緻密な SLS 造形物が得られるレーザ照射条件 (走査速度および走査ピッチ) は異なる。すなわち、各炭素量において、空隙が認められない緻密な SLS 造形物が得られるエネルギー密度のしきい値が存在する。Fig. 3 は、各種炭素鋼粉末で完全な緻密体を得るのに必要なエネルギー密度を炭素量で整理したものである。炭素量の増加とともに、緻密化に必要なエネルギー密度は、炭素量 0.14 mass% の場合の 800 J/mm³ から⁹⁾、炭素量 0.33 と 0.49 mass% では 400 J/mm³、炭素量 0.76 と 1.04 mass% では 267 J/mm³ へと減少する。

3.2 造形メカニズム

造形メカニズムについて考察するため、平板 (S50C) 上に厚さ 0.05 mm で敷き詰めた炭素鋼粉末に対し、レーザを 1 回走査させた場合と、走査ピッチを変化させてレーザを 2 回走査させた場合のレーザ走査痕を詳しく調べた。まず Fig. 4 に、S75C 粉末を用いて、50 ~ 200 mm/s の走査速度でレーザを 1 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザ走査痕の断面組織写真を示す。レーザの走査速度に応じた大きさや形状の突起物が形成されている。走査速度が 50 mm/s から 200 mm/s まで増加するに従って、突起物の高さは増加し、その幅は減少している。走査速度が 150 mm/s 以上では、突起物の高さはおよそ 0.08 mm と、粉末の厚さ (0.05 mm) に比べて高くなっている。この結果は、走査速度を 150 mm/s 以上に速くした場合に、粉末を敷き詰めるブレードと造形物が衝突し、所定の高さまで造形することが困難であったことを裏付けてい

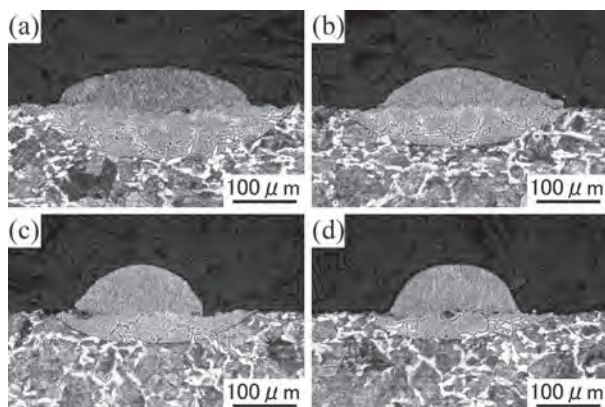


Fig. 4 Optical microstructures of single-line laser scan tracks formed with S75C steel powder on the flat substrate at various scan speeds of (a) 50 mm/s, (b) 100 mm/s, (c) 150 mm/s and (d) 200 mm/s. Observations were made in a cross-section cut perpendicular to the scan direction at the middle of the track length (8mm).

る。

Fig. 5 に、S75C 粉末を用いて、走査ピッチを 0.1, 0.2, 0.3 mm としてレーザを 2 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザ走査痕の断面組織写真を示す。走査速度を 100 mm/s と一定にして、レーザを所定の走査ピッチで前後に走査させることで、2 本のレーザ走査痕を得た。走査ピッチが広がるに従って、2 本のレーザ走査痕に対応する両突起物の間に、大きな隙間が形成される。このような隙間があると、次のレーザ走査では、粉末層の厚さが著しく増加し、粉末層の底部は容易に焼結されない。すなわち、それに相当する部分が、未焼結粉末のくぼみのままで残り、造形物内の空隙になると考えられる。

Fig. 6 に、炭素量の異なる炭素鋼粉末を用いて、走査速度を 100 mm/s、走査ピッチを 0.2 mm と一定にしてレーザを 2 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザ走査痕の断面組織写真を示す。炭素量の増加とともに、突起物の高さは減少し、その幅は増加している。すなわち、炭素量の減少とともに、両突起物の間に形成される隙間はより大きくなり、未焼結部を作ること示している。この結果は、3.1 節で述べたように、炭素量の減少とともに、SLS 造形物内の空隙の体積割合が増加する実験結果と一致する。

Fig. 7 に、炭素量の異なる炭素鋼粉末を用いて、走査速度を 100 mm/s と一定にしてレーザを 1 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザ走査痕を示す。炭素量の少ない (a)S33C, (b)S50C では、レーザ走査痕は不連続となり、レーザ走査痕周辺に小滴が観察されるが、(c)S75C, (d)S105C のように、炭素量が増加するに従って、レーザ走査痕の幅が増加するとともに連

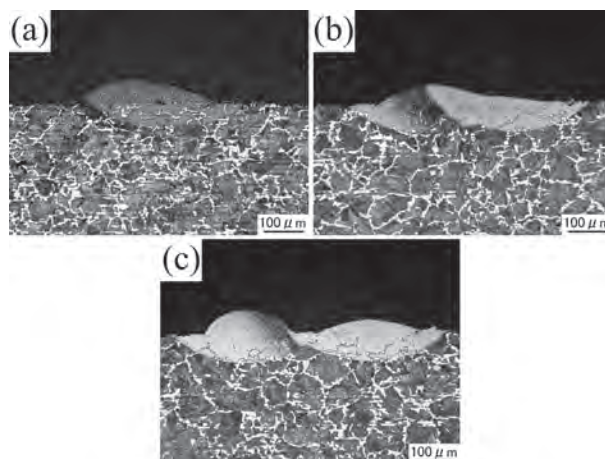


Fig. 5 Optical microstructures of double-line laser scan tracks formed with S75C steel powder on the flat substrate at various scan spacings of (a) 0.1 mm, (b) 0.2 mm and (c) 0.3 mm. The laser scan was made back and forth to draw a double-line track at a constant scan speed of 100 mm/s. Observations were made in a cross-section cut perpendicular to the scan direction at the middle of the track length (8mm).

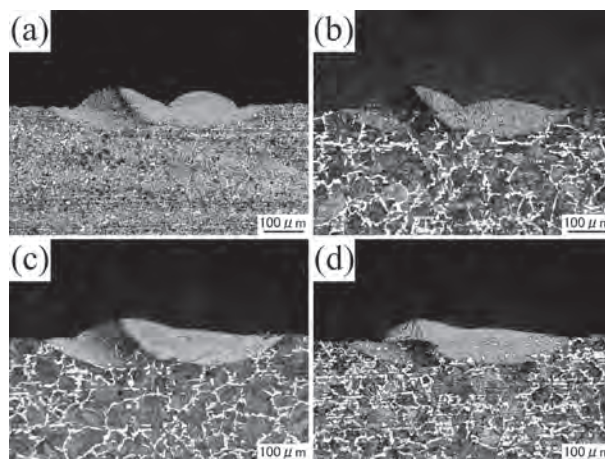


Fig. 6 Optical microstructures of double-line laser scan tracks formed with (a) S33C, (b) S50C, (c) S75C and (d) S105C steel powders on the flat substrate at the constant scan spacing of 0.2 mm and scan speed of 100 mm/s. The laser scan was made back and forth to draw a double-line track. Observations were made in a cross-section cut perpendicular to the scan direction at the middle of the track length (8mm).

続性（焼結の安定性）は明らかに向上している。

一般的に、今回の炭素量の実験条件の範囲では、炭素量が増加すると、熔融した鉄-炭素合金の表面張力は減少し^{13, 14)}、鉄-炭素二元合金の融点は低下すること¹⁵⁾が知られている。炭素量の増加に伴う表面張力の減少や融点の低下は、レーザ照射で熔融した部分と粉末あるいは既積層部との濡れ性を向上させ、Fig. 7(d) のようなレーザ焼結の安定性につながったと考え

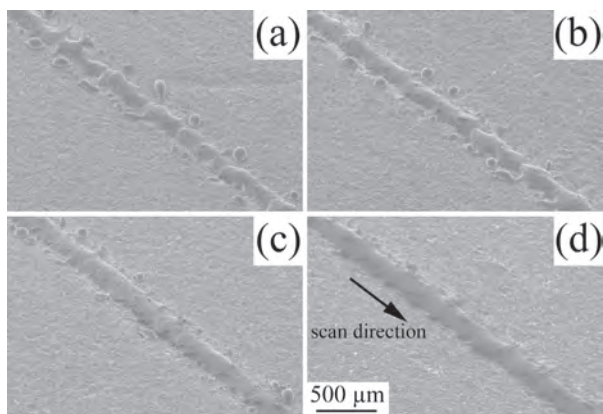


Fig. 7 Plan views of single-line laser scan tracks formed with (a) S33C, (b) S50C, (c) S75C and (d) S105C steel powders on the flat substrate at a constant scan speed of 100 mm/s.

られる。また、このようなレーザ走査痕の特徴的な変化は、高炭素鋼のSLS造形物で空隙の体積割合が少なくなるメカニズムをうまく説明できる。

3.3 ミクロ組織と機械的性質

3.3.1 レーザ照射条件の影響

Fig. 8は、空隙が認められない緻密なSLS造形物の表面部と内部の組織を比較した結果である。造形条件は、S75C粉末を用いて、走査速度を50 mm/s、走査ピッチを0.1 mmとした。(a)の表面部で観察される組織は(b)の内部のそれと大きく異なる。表面部は均一なマルテンサイト組織(深さ200 μm程度に達する)を呈しており、最後に造形された数層が急冷(焼入れ)されたと考えられる。一方、内部は微細パーライト組織を呈しており、表面部で観察された組織が積層造形時に熱影響を繰り返し受けて焼戻しされたと考えられる。その結果は、表面部のビッカース硬さ816HVと内部の硬さ418HVの違いとなって現れている。

Table 3に、S75C粉末を用いて、種々のレーザ照射条件にて得られた空隙が認められない、またはほとんど認められないSLS造形物について、圧縮試験を行ったときの降伏応力(0.2%耐力)と、造形物内部のビッカース硬さ測定結果を示す。降伏応力、ビッカース硬

Table 3 Average values of yield stress and microhardness of the interior regions of SLS specimens produced with S75C steel powder under various laser irradiation conditions.

Scan speed (mm/s)	Scan spacing (mm)	Energy density (J/mm ³)	Yield stress (MPa)	Hardness (HV0.5)
50	0.1	800	1153	418
50	0.2	400	1188	454
50	0.3	267	1273	484
100	0.1	400	1163	451

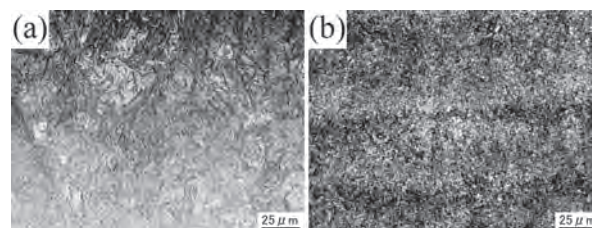


Fig. 8 Optical microstructures of the surface (a) and the interior (b) regions of a pore-free SLS specimen produced under the same condition of Fig. 1(d) (scan speed of 50 mm/s and scan spacing of 0.1 mm) using S75C steel powder.

さのいずれも、同一の走査速度(50 mm/s)において、走査ピッチが狭いほうが低い。これは、走査ピッチが狭いほうが、投入されるエネルギー密度が高くなり、造形物内部の組織がより高温で焼戻しされて硬度低下を生じたためと考えられる。また、走査速度を50 mm/s、走査ピッチを0.2 mmの条件にて得られた造形物の降伏応力およびビッカース硬さは、走査速度を100 mm/s、走査ピッチを0.1 mmの条件にて得られた造形物とほぼ同じ値を示す。これはいずれのレーザ照射条件とも同じエネルギー密度になるためである。このように、降伏応力、ビッカース硬さはいずれも、投入されるエネルギー量がより低い造形物で、より高い値を示す傾向が認められる。従って、造形したままの状態を高強度・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エネルギー密度をできるだけ低くして造形することが必要である。

3.3.2 炭素量の影響

Fig. 9は、走査速度を50 mm/s、走査ピッチを0.1 mmの条件で造形した空隙が認められない緻密なSLS造形物において、降伏応力と造形物内部のビッカース

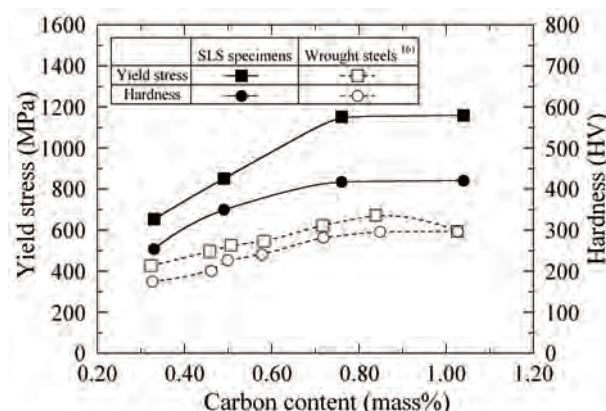


Fig. 9 Yield stress and microhardness of the interior regions of each pore-free SLS specimen produced at the scan speed of 50 mm/s and scan spacing of 0.1 mm plotted as a function of carbon content in steel powders.

硬さ測定結果を炭素量で整理したものである。降伏応力、ビッカース硬さのいずれも、炭素量の増加とともに上昇する傾向が認められる。SLS造形物の降伏応力やビッカース硬さは、いずれの炭素量の場合にも650℃で焼戻しされた溶製材¹⁶⁾に比べて大きな値となっている。これは、SLS法の大きな特長でもあるが、溶湯からの急冷により微細な結晶組織が形成されることに起因すると考えられる。

4. まとめ

高炭素量を有する鋼の緻密で高強度なSLS造形物を得るために、高炭素鋼粉末を用いて、投入されるエネルギー密度を高くできるようなレーザー照射条件を検討し、造形メカニズムに及ぼすレーザー照射条件および炭素量の影響について調査した。また、SLS造形物のミクロ組織と機械的性質に及ぼすレーザー照射条件および炭素量の影響についても調査した。結果をまとめると以下ようになる。

- (1) SLS造形物内の空隙の体積割合は、走査速度および走査ピッチが小さくなるに従って減少する。また、炭素鋼粉末に含まれる炭素量の増加とともに、空隙の体積割合は減少する。
- (2) 高炭素量を有する炭素鋼粉末を用いたSLS法では、投入されるエネルギー密度が十分高い場合、溶製材並みの緻密な造形物は容易に得られる。緻密化に必要なエネルギー密度は、炭素量0.33と0.49 mass%では400 J/mm³、炭素量0.76と1.04 mass%では267 J/mm³と、炭素量の増加とともに減少する。
- (3) 空隙が認められない緻密なSLS造形物の降伏応力と硬さは、炭素鋼粉末に含まれる炭素量の増加とともに上昇する。また、炭素量が決まった場合に、

高強度・高硬度な造形物を得るためには、高密度な造形物を得ることができる造形条件の中で、投入エネルギー密度を極力低くすることが必要である。

参考文献

- 1) J. P. Kruth, X. Wang, T. Laoui and L. Froyen: Proc. of the 13th International Symposium for Electromachining (ISEM-XIII) Vol.II (2001) 21.
- 2) G. N. Levy, R. Schindel and J. P. Kruth: Annals of the CIRP, **52**, 2 (2003) 589.
- 3) S. Abe, Y. Higashi, I. Fuwa, N. Yoshida and T. Yoneyama: The 11th International Conference on Precision Engineering (ICPE) (2006) 285.
- 4) A. Simchi and H. Pohl: Mater. Sci. Eng., **A 359** (2003) 119.
- 5) T. Nakamoto, N. Shirakawa, Y. Miyata, T. Sone and H. Inui: Int. J. of Automation Technology, **2**, 3 (2008) 168.
- 6) A. Simchi and H. Asgharzadeh: Mater. Sci. Technol., **20** (2004) 1462.
- 7) H. J. Niu and I. T. H. Chang: Scripta Mater., **39**, 1 (1998) 67.
- 8) M. Otsu, T. Fukunaga, M. Uemura, T. Takemasu and H. Miura: The 2nd JSME/ASME International Conference on Materials and Processing APP-02 (2005) 1.
- 9) K. Murali, A. N. Chatterjee, P. Saha, R. Palai, S. Kumar, S. K. Roy, P. K. Mishra and A. Roy Choudhury: J. Mater. Process. Technol., **136** (2003) 179.
- 10) A. Simchi and H. Pohl: Mater. Sci. Eng., **A 383** (2004) 191.
- 11) M. Rombouts, J. P. Kruth, L. Froyen and P. Mercelis: CIRP Annals, **55**, 1 (2006) 187.
- 12) T. Lyman (Ed.): Metals Handbook 8th ed. Vol. 1, ASM, Metals Park, Ohio, (1961) 52.
- 13) P. Kozakevitch and G. Urbain: Mém. Sci. Rev. Mét., **58** (1961) 931.
- 14) B. V. Tsarevskii and S. I. Popel': Izv. VUZov. Cher. Met., No. 8 (1960) 15.
- 15) T. B. Massalski, J. L. Murray, L. H. Bennett and H. Baker (Eds.): Binary Alloy Phase Diagrams Vol. 1, ASM, Metals Park, Ohio, (1986) 562.
- 16) 門間改三：鉄鋼材料学改訂版，実教出版，(1981) 179.

他誌掲載論文等概要

(2009.7.1 ~ 2010.6.30)

プラスチック製品分野における CAD/CAE 利用

吉川忠作 *

プラスチック製品分野における CAD/CAE 技術について、当所に導入し、企業利用に対応しているシステムを例として解説した。CAD/CAM/CAE/FP の各技術および 3 次元形状データ利用について説明し、CAD/CAE 連携の例として、ミッドレンジ CAD と簡易構造

解析そして簡易射出成形 CAE を適用した事例を解説した。

MOULDERS, 47, 9 (2009) 2.

* 機械金属部 加工成形系

放電加工による焼結ダイヤモンド工具の成形加工

南 久* 渡邊幸司* 増井清徳**
鍋倉伸嘉***

焼結ダイヤモンドは、極めて高い硬度と耐摩耗性、さらに優れた強度を有することから、超硬合金やセラミックス、ガラスなどの硬脆材料に対して、微細な形状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、焼結ダイヤモンド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、高精度な工具成形(ツールイング)技術の確立が求められている。本研究では、放電加工による高精度ツールイング法の確立を目的として、焼結ダイヤモンドに対する放

電加工現象、および放電加工特性について検討した。その結果、焼結ダイヤモンドを構成するダイヤモンド粒子そのものを放電加工し、高精度な工具成形が可能であることがわかった。

電気加工学会誌, 44, 105 (2010) 17.

* 機械金属部 加工成形系

** E.D.M. ラボ

*** 株式会社ソディック

大阪府立産技研における CAE を用いた技術支援 — CAE を活用した技術支援を通して見えてきたこと —

白川信彦 *

技術支援業務で行なっているプレス CAE を用いた中小企業支援について、機器利用技術講習会の紹介も交えて述べるとともに、これまでの支援を通して明らかになった問題点とその捉え方、対応について述べた。また、平成 15 年度から 3 年間にわたって実施された戦略的基盤技術力強化事業において、当所はマグネシウムのプレス成形シミュレーションを担当し、プレス

CAE を用いた金型設計・工程設計の支援を行なった。それらのデータの一部を紹介してその取組みにおける CAE 活用の考え方、CAE 導入のメリットなどを、具体例を挙げて解説した。

プレス技術, 47, 13 (2009) 64.

* 機械金属部 加工成形系

AC サーボ順送プレス装置

白川信彦 *

近年のプレス加工およびプレス金型業界を取り巻く

厳しい環境の中で、サーボプレスは業界が取り組むべ

き重点技術開発事項に対して大きな役割を果たすものとして期待されている。本稿では、この業界の注目を集めているサーボプレスについて、当所に導入された機器の構成・仕様を中心に紹介した。また、サーボプ

レスをめぐる動向などについても述べるとともに、当所の支援体制についても説明した。

商工振興, **62**, 9 (2009) 48.

* 機械金属部 加工成形系

コンパウンディング技術によるプラスチック材料の改質

奥村俊彦*

プラスチック製品は日用品から、工業部品、機能部品と様々な用途で目にする事ができる。用途拡大にあわせて、複数の異なるプラスチックを組合せた材料(ポリマーアロイ・ブレンド)や様々な添加剤により改質された材料が広く使用されている。プラスチック材料の改質についての知見を持つことはプラスチック製

品開発への大きな強みになると思われる。本報では、コンパウンディング技術によるプラスチック材料の改質について、当所に設置し、企業利用に対応している加工機器を例として解説した。

MOULDERS, **48**, 1 (2010) 2.

* 機械金属部 加工成形系

レーザー焼き入れ

萩野秀樹*

レーザー加工の初心者を対象とした入門書として、レーザー焼き入れについて分担執筆した。執筆内容はレーザー焼き入れの原理およびレーザー焼き入れに必要な設備やレーザー焼き入れに適したレーザー、レーザー焼き入れの課題、具体的な焼き入れ事例などである。レーザー照射パラメータと焼き入れ形状の関係、試料の表面状態や試料の前処理状態

が焼き入れ結果に及ぼす影響などのデータについては、研究で得られた成果を用いた。

レーザーものづくり入門—基礎から装置導入まで— (2010) 117.

* 機械金属部 加工成形系

Selective Laser Sintering of High Carbon Steel Powders Studied as a Function of Carbon Content

中本貴之* 白川信彦* 宮田良雄**
乾 晴行***

炭素鋼粉末の選択的レーザー焼結(SLS)法において、造形物の高密度化を達成するためのレーザーの照射条件を、炭素量の変化(0.33~1.05mass%)に応じて調査した。溶製材並みの高密度な造形物を得るために必要とされるレーザーのエネルギー密度は、炭素量の増大とともに減少した。これは、高炭素になるほど溶湯の濡れ性が向上するためと考えられる。造形物の機械的性質(硬さと降伏応力)は、炭素量の増大とともに向上した。さらに、同じ炭素量で高硬度・高強度な造形物を得る

には、高密度は維持しながらも投入されるレーザー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ることがわかった。

Journal of Materials Processing Technology, **209** (2009) 5653.

* 機械金属部 加工成形系

** 機械金属部 加工成形系 (現)東大阪市立産業技術支援センター

*** 京都大学大学院 工学研究科

Incomplete Transformation of Upper Bainite in Nb Bearing Low Carbon Steels

古原 忠* 山口拓人** 宮本吾郎*
牧 正志***

Nb は、熱間圧延時のオーステナイトの再結晶を抑制し、結晶粒を微細化する効果がある元素である。一方、Nb を添加した鋼を溶接すると熱影響部において MA と呼ばれる脆化相が形成されやすく、靱性が低下することが報告されている。本研究では MA 形成要因におよぼす Nb 添加の影響を調べるため、種々の熱処理条件における微細組織変化を詳細に調べた。その結果、Nb 添加鋼では特定の温度で恒温変態させるとベイ

ナイト変態の進行が一時的に停留する現象が起こることが分かった。Nb 添加鋼では、このベイナイトの不完全変態によって未変態のオーステナイトが残存しやすく、MA の形成につながるということがわかった。

Materials Science and Technology, **26**, 4 (2010) 392.

* 東北大学 金属材料研究所

** 機械金属部 加工成形系

*** 新日本製鐵株式会社

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

水越朋之* 星野英光* 横山雄二郎*
石神逸男** 碓井建夫***

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。

NETSU SHORI, **49**, special issue Vol.1 (2009) 319.

* 機械金属部 金属材料系

** 次長 (現) 独立行政法人科学技術振興機構

*** 大阪大学大学院 工学研究科

チタン合金の摩擦摩耗特性に及ぼす時効処理の影響

道山泰宏* 出水 敬**

チタン合金の時効処理の影響に関する報告の多くは、引張強さや伸びに対するものであり、摩擦摩耗特性に関する報告はほとんどない。そこで本研究では、時効処理が可能な β 型チタン合金 Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al を選定し、さまざまな条件下でチタン合金を時効処理して摩擦摩耗特性について検討した。本実験で調製 (溶体化処理および時効処理) して得られた結晶粒の平均粒径が 50 ~ 100 μm 程度のチタン合金の硬さは 260 ~

440HV であり、この範囲では、硬さと摩耗量の相関はなく、析出した α 相が結晶粒全体に存在していれば、硬さ増加に寄与していない過時効であっても初期摩擦係数を下げ、摩耗量の減少に効果があることがわかった。

トライボロジスト, **54**, 11 (2009) 62.

* 機械金属部 金属材料系

** 情報電子部 信頼性・生活科学系

摩擦攪拌接合による高品位金属接合

平田智丈* 田中 努*

金属製品・一般機械などを金属材料で製造する際に、組み立て生産技術のキーポイントとなるのが「接合技術」であるが、近年、従来の接合方法とはまったく異なる“摩擦攪拌接合“という画期的な高品位接合技術が考案された。摩擦攪拌接合は軽金属材料を対象とした製造業分野において目覚ましい発展を遂げ、国内では鉄道車両、自動車、船舶、橋梁等にすでに活用されている。最近では、鉄鋼材料等の高融点金属、あるいは

異種材料間における摩擦攪拌接合にも強い関心が寄せられており、国内外問わず積極的な研究が展開されている。本解説では摩擦攪拌接合の基礎的な原理、特徴をはじめ、摩擦攪拌接合に関する最近の研究・開発動向を紹介した。

科学と工業, **83**, 8 (2009) 356.

* 機械金属部 金属材料系

The Use of Friction Stir Welding for Manufacturing Small-Scale Structures

平田智丈* 東 健司**

大阪府では、平成16～18年度に「次世代の高品位接合技術の開発」というテーマで、文部科学省の都市エリア産学官連携促進事業を実施した。この事業は、大阪東部エリアを中心に、次世代の高品位接合技術として注目されていた「摩擦攪拌接合」に関する研究開発を中心に実施したものである。このプロジェクトの目的は、これまで大企業に限られてきた摩擦攪拌接合技術の実用化を大阪府内の中小企業へ還元することで

あり、事業の中で摩擦攪拌接合における様々な問題点を克服し、実用化促進を目指した。本論文ではプロジェクトの中で得られた成果を中心に、試作品を含めた様々な製品の「ものづくり」への摩擦攪拌接合技術の適用成功例を紹介した。

JOM, **62**, 2 (2010) 42.

* 機械金属部 金属材料系

** 大阪府立大学大学院 工学研究科

大阪府立産業技術総合研究所 —機械金属部 金属材料系—

平田智丈*

当所は、府内の産業育成のため、とりわけ中小企業の技術向上を目的として昭和4年に大阪府工業奨励館として大阪市内に設置されたのを始まりとしている。当所の主な業務としては、企業支援としての技術相談・指導、依頼試験および新しい支援技術を醸成する研究開発という3つの柱を基本としている。それらを通じて主に大阪府内の中小企業がかかえる様々な技術的課

題の解決に取り組み、かつ地域結集型共同研究や地域コンソーシアム等の産学官の連携・交流も積極的に展開している。本解説では、当所の機械金属部・金属材料系を中心に、職員がよく使用する機器、それらを使用した研究内容について解説した。

塑性と加工, **51**, 592 (2010) 416.

* 機械金属部 金属材料系

Comprehensive Analysis of Joint Strength for Dissimilar Friction Stir Welds of Mild Steel to Aluminum Alloys

田中 努* 森重大樹* 平田智丈*

一般構造用圧延鋼と種々のアルミニウム合金の摩擦攪拌接合材において接合強度と接合中に生成する脆弱な金属間化合物の関連性を調査するとともに、接合中の入熱に着目し健全な接合材を作製するための適正な接合条件を明確にすることを目的とした。金属間化合物の厚さが減少するに従って指数関数的に接合強度が上昇することがわかった。また、摩擦攪拌接合中の温

度上昇分布を表現した近似式から得られるパラメータは接合強度と関連性があることがわかり、このパラメータを用いれば健全な接合材を得るための適正接合条件を把握できる可能性が示唆された。

Scripta Materialia, **61**, 7 (2009) 756.

* 機械金属部 金属材料系

FSW 導入による中小企業活性化に向けた取組み

田中 努* 平田智丈*

中小企業が FSW を導入する際に障害となりやすい課題について、「接合適正条件の探索」、「施工上の問題点とその対策」、「FSW 適用拡大」の3つテーマに分割し、平成 16 年の大阪東部都市エリア研究事業以来蓄積してきたノウハウや研究結果を中心に紹介した。「接合適正条件の探索」では、より短期間で FSW を導入するために、接合適正条件を迅速に探索するノウハウを紹介し、

「施工上の問題点とその対策」では、健全な接合材を得るうえで施工上問題となるギャップ精度や倣い精度等についての知見を、「FSW 適用拡大」では、3次元接合や異種金属接合、接合材の成形性等の研究結果を簡潔に報告した。

溶接技術, **58**, 6 (2010) 64.

* 機械金属部 金属材料系

クロムめっき 第1部 クロムめっき浴の変遷

森河 務*

わが国でクロムめっきが工業化されて約 85 年が経過した。この間に、浴組成、めっき条件、めっき皮膜の硬さ、耐食性などが明らかにされている。また、その時代のニーズに応じて、めっき浴の改良、皮膜性能の改善、めっき設備の自動化と大型化、作業環境へ対策、めっき排水処理方法の確立と徹底化、めっき薬品のリサイクル

化、環境に向けた取り組みが行われてきた。ここでは、クロムめっきの歩みをテーマに、6 価クロムめっき浴の変遷、めっき皮膜の析出と性能の追求、3 価クロム浴の状況などについて紹介した。

表面技術, **60**, 11 (2009) 720.

* 機械金属部 金属表面処理系

クロムめっき 第2部 めっき皮膜の析出と性能の追求

森河 務*

クロム酸-硫酸浴の発見から既に 90 年を経ようとしているが、この浴をベースとした開発の流れは健在であり、電流効率の改善、めっきの高速化、皮膜物性の改善などが続けられている。歴史を積み、適用範囲が拡大したクロムめっきではあるが、その電析現象や優れた物性の発起原因については不明な点が多く残っ

ている。今後のクロムめっきの展開にあたっては、過去の知見を整理し、課題を理解して、開発に活かすことが必要である。第2部では、クロムめっきの歩みとして、クロムめっき皮膜の析出と性能の追求をテーマとして紹介した。

表面技術, **60**, 12 (2009) 780.

* 機械金属部 金属表面処理系

クロムめっき 第3部 3価クロムめっきの過去, 現在, そして未来へ

森河 務*

3価クロムめっき浴の歴史的な取り組みは, 6価クロム浴より古い, その実用化は遅れている. 近年, 環境意識への高まりが後押しとなり, 装飾用の3価クロム浴の活用が進められているが, 未だに工業用めっきへの適用については皆無である. これは, 3価クロム浴の安定性やクロム電析が明らかにされておらず, 皮膜の耐摩耗性, 硬さ, 皮膜韌性, 厚付けなどの課題も

解決できていないためである. 第3部では, 「3価クロムめっきの過去・現在・そして未来へ」をテーマとして, 6価クロムめっきの規制動向, 3価クロム浴の歴史と現状, 今後のめっき浴開発の課題について紹介した. 表面技術 61, 1 (2010) 36.

* 機械金属部 金属表面処理系

クロムめっき

森河 務*

クロムめっきにおいては, クロム酸-硫酸浴が長年に渡って使われている. クロムめっき技術の開発としては, クロムめっき浴が有する欠点を改良する方向で進められている. ここでは, クロムめっき技術の現状と研究開発課題を紹介するとともに, この10年間に

おける研究課題(高速度めっき, 物性改善, 環境対応)の開発状況を解説した.

表面技術, 61, 2 (2010) 128.

* 機械金属部 金属表面処理系

大阪府立産業技術総合研究所

中出卓男*

当所の歴史, 組織および金属表面処理系の業務内容(指導相談・依頼試験・研究)についての紹介を行った.

めっき技術, 22, 10 (2009) 35.

* 機械金属部 金属表面処理系

Tribological Properties of WC/12Co Cermet-Fe-Based Metallic Glass Spray Coating

寺島岳史* 竹内史哉* 中田一博*

足立振一郎** 中島浩二*** 五十嵐貴教***

HVOF 溶射装置により SUS304 基材上において金属ガラス ($\text{Fe}_{43}\text{Cr}_{16}\text{Mo}_{16}\text{C}_{15}\text{B}_{10}$) にサーメット (WC/12Co) を複合化した溶射皮膜の作製に成功した. この皮膜の構造は非晶質である $\text{Fe}_{43}\text{Cr}_{16}\text{Mo}_{16}\text{C}_{15}\text{B}_{10}$ 相の内部に偏平化した WC/12Co 相が分布しており, 8%WC/12Co を複合

化した皮膜はビッカース硬さ 870HV と複合化により約 200HV 硬さの向上が認められた. また, 摩擦係数に関しては複合化前 0.65 から複合化後 0.5 と減少した. 金属ガラスに WC/12Co を複合化した溶射皮膜は従来の溶射皮膜より優れた摩擦特性を有することが確認された.

Transactions of JWRI, 38, 1 (2009) 75.

* 大阪大学 接合科学研究所

** 機械金属部 金属表面処理系

*** トピー工業株式会社

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

榮川元雄 * 上田順弘 * 曾根 匠 **

市井一男 *** 赤松勝也 *** 中田一博 ****

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。

NETSU SHORI, 49, special issue Vol.1 (2009) 316.

* 機械金属部 金属表面処理系

** 機械金属部 (現) 東大阪市立産業技術支援センター

*** 関西大学 工学部

**** 大阪大学 接合科学研究所

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

澤井 幹 * 坂田博史 * 平田政弘 *

長田幸雄 ** 榮川元雄 *** 辻川 正 ****

中田一博 *****

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ったが、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。

NETSU SHORI, 49, special issue Vol.1 (2009) 338.

* 平田ネジ株式会社

** 株式会社ケー・ブラッシュ商会

*** 機械金属部 金属表面処理系

**** 大阪府立大学大学院 工学研究科

***** 大阪大学 接合科学研究所

Effect of Cold Forming on Low-Temperature Plasma Nitriding and Carburizing Characteristics of Austenitic Stainless Steel

榮川元雄 * 松田恭司 ** 上田順弘 *

曾根 匠 *** 辻川正人 **** 中田一博 *****

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、加工度の高い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、加工組織が表面層の成長に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。

Plasma Processes and Polymers, 6 (2009) S893.

- * 機械金属部 金属表面処理系
- ** 住友金属テクノロジー株式会社
- *** 機械金属部 (現)東大阪市立産業技術支援センター
- **** 大阪府立大学大学院 工学研究科
- ***** 大阪大学 接合科学研究所

Duplex Surface Layer of S Phase by Low Temperature Carburizing and Nitriding

榮川元雄* 辻川正人** 阪本充弘**
上田順弘* 中田一博***

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、両者の長を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。

NETSU SHORI, 49, special issue Vol.1 (2009) 73.

- * 機械金属部 金属表面処理系
- ** 大阪府立大学大学院 工学研究科
- *** 大阪大学 接合科学研究所

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

阪本充弘* 辻川正人* 榮川元雄**
上田順弘** 中田一博***

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、1000HK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。

NETSU SHORI, 49, special issue Vol.1 (2009) 85.

- * 大阪府立大学大学院 工学研究科
- ** 機械金属部 金属表面処理系
- *** 大阪大学 接合科学研究所

Tipover Stability Measure for Pedestrian Mobility Aids for the Elderly and Its Representation for User's Monitoring

崔 鎮圭* 朴 忠植**

手押しタイプ歩行支援機器の事故の大半は歩行者転倒である。転倒防止対策に際して、歩行支援機器の転倒の危険性をリアルタイムで歩行者に伝え、歩行者自

身の注意、または操作により転倒を回避する方法は、歩行者の自立性を促し、歩行機能の低下を防ぐ利点があると考えられる。この観点から、本論文では、ロボッ

トマニピューレータの可操作度理論を応用した新たな転倒安定性尺度およびその表示方法を提案した。まず、2リンク平面マニピューレータの姿勢と転倒との類似点を挙げ、2リンク平面マニピューレータの可操作度が転倒安定性尺度として適用可能であることを示した。次に、定式化を行った後、従来の転倒安定性尺度との比較を行い、その有効性を明らかにした。最後に、提案する

表示方法により、転倒安定性尺度と同時に転倒回避のための加えるべき力の方向に関する情報を歩行者に知らせることが可能であることを示した。

International Journal of Assistive Robotics and Systems, **10**, 3 (2009).

* 情報電子部 制御情報系 (現)東京海洋大学

** 情報電子部 制御情報系

適用時間を限定した greylisting の透過型プロキシを用いた実装と評価

石島 悌* 平松初珠* 中井 亮**

中小規模の事業者の多くは、情報通信ネットワークに関する初期投資が負担であることや、その運用や管理に携わる人材が不足していることが課題であると認識している。しかし、電子メールをはじめとするネットワークシステムの安定した運用は、組織規模の大小にかかわらず求められる。特に電子メールにおいては、迷惑メールを排除し、必要なメールを遅滞なく確実に配送することが求められている。そこで、本稿では適用時間を限定した greylisting による迷惑メール対策手法を廉価な PC に透過型プロキシとして実装すること

を提案する。これにより、導入にかかる負担が低下し、運用や管理も容易となる。およそ半年にわたる運用の結果、この方式は中小規模の事業者にとって負担が少なく、また迷惑メール対策手法として有効であることを確認することができた。

情報処理学会インターネット運用技術シンポジウム 2009 論文集 (2009) 61.

* 情報電子部 制御情報系

** 財団法人大阪市都市型産業振興センター

適用時間限定型 greylisting を用いた迷惑メール対策における配送遅延の改善

石島 悌* 平松初珠* 林 治尚**

迷惑メール対策において重要なことは、単に迷惑メールの排除を図ることだけではなく、見落としはならないメールを遅滞なく確実に配送することである。迷惑メールを排除する手法の1つに greylisting があるが、配送遅延の発生が問題となる。本論文では、利用者が見るメールを利用しない時間帯にのみ greylisting を適用し、24時間適用する throttling を併用する手法を提案する。これにより、メールの配送遅延や作業負担など、従来

の greylisting が抱える問題を軽減することが可能となる。2年間にわたって本システムを運用してきたが、業務上問題となる配送遅延は発生せず、提案方式の有効性を確認することができた。

情報処理学会論文誌, **51**, 3 (2010) 989.

* 情報電子部 制御情報系

** 兵庫県立大学 学術総合情報センター

変換テーブルを活用した冗長な農薬使用基準データのデータベース化手法

新田 仁* 竹田裕紀**

農作物の栽培で農薬を使用するには、農薬取締法の基準を守らなければならない。しかし、この基準に記載される表現は、各農薬メーカーが適宜作成したもの

であり、整合性がなく、また、正規化されていない。このため、例えば、「果樹、野菜等の薬液のつきやすい作物」や「散布は3回以内、配置の総使用回数は定め

られていない」などの冗長な表現が多用されデータベース化を困難にしている。本論文では、データベース内に変換テーブルを作成することによって、この問題を解決する手法について紹介した。この手法を用いることで、システムの利用者は複雑な使用基準を意識する

ことなく、法律を遵守した農薬使用が可能になる。電子情報通信学会技術研究報告, **109**, 186 (2009) 7.

* 情報電子部 制御情報系
** 業務推進部 技術普及課

製品衝撃強さ試験の改正に向けた取り組み —破損部位別 DBC による製品改良指針の作成—

中嶋隆勝 *

財団法人日本規格協会においてフィージビリティスタディ(実行可能性・実現可能性の検証)が実施されび手法の確立)が1テーマとして採択され、標記の取組みが大きく前進した。本稿において、まず、実際の包装設計において遭遇する誤った緩衝包装設計の一例として、JIS C 60068-2-27 に基づく緩衝包装設計を紹介しその対策を解説した。そして、現在提案している

ており、平成20年度「包装設計の適正化に向けた標準化(包装設計のための製品衝撃強さ評価精度の向上及改正案を説明した後、指定研究21002のサブテーマとして実施した市販DVDプレーヤーを用いた実証試験の結果も掲載した。

日本包装学会誌, **19**, 1 (2010) 17.

* 情報電子部 信頼性・生活科学系

台車振動と試験振動における蓄積疲労の比較 —確率密度分布が蓄積疲労に与える影響—

細山 亮* 中嶋隆勝 *

これまで振動試験は試験精度向上のために、一定振動試験、一定掃引試験、ランダム振動試験へと変遷してきたが、現在のランダム振動試験においても実輸送時の振動を再現しているとは言えない。そこで、振動試験の精度向上を目的とし、ランダム振動加速度の確率密度分布が疲労に与える影響を明らかにするために数値解析による検討を行った結果、精度の高い振動試験を行うためには、輸送データのパワースペクトル密

度だけでなく確率密度分布にも着目する必要があることがわかった。また、実際の輸送と振動試験の蓄積疲労の違いを比較するために走行実験を行った結果、振動試験は実際の輸送に対して必ずしも等価な試験にはならないことがわかった。

日本包装学会誌, **19**, 2 (2010) 113.

* 情報電子部 信頼性・生活科学系

Effects of Mg Doping on Structural, Optical, and Electrical Properties of $\text{CuScO}_2(0001)$ Epitaxial Films

笥 芳治* 佐藤和郎* 吉村 武**
芦田 淳** 藤村紀文**

2段階製膜およびポストアニール法を用いてMg含有量の異なる3種類の薄膜を作製し、得られた薄膜の結晶学的、光学、電気特性に及ぼすMg含有量の効果を調べた。Mg 1at%含有した薄膜は、サファイヤa

面基板上にエピタキシャル成長するが、Mg含有量が1at%を超えると Cu_2MgO_3 が析出した。また、薄膜の格子定数は1at%以上含有量で一定になる傾向を示した。Mg 1at%を含有する $\text{CuScO}_2(0001)$ エピタキシャル

薄膜の光学バンドギャップは約 3.7 eV であった。一方、ホール効果測定の結果から、導電率およびキャリア密度は増加し、ホール移動度は減少する傾向が見られた。

Vacuum, **84** (2010) 618.

* 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

Control of Carrier Concentration of P-type Transparent Conducting $\text{CuScO}_2(0001)$ Epitaxial Films

寛 芳治* 佐藤和郎* 吉村 武**
藤村紀文**

PLD 法とポストアニール処理により、a 面サファイヤ基板上に作製した p 型透明導電膜 $\text{CuScO}_2(0001)$ 薄膜のキャリア密度を制御する方法として、過剰酸素とした。この原因として、1 面内方向の結晶性の改善、2 過剰酸素によるホールキャリアの発生、3 過剰酸素による Cu-O 間の軌道の重なる増加が考えられる。また、得られた薄膜は可視光領域で透明性を有しており、この材料が透明酸化物半導体 (TOS) であることを初めて

Mg を同時ドーピングすることを試みた。その結果、キャリア密度として $10^{-16}(\text{cm}^{-3}) \sim 10^{-18}(\text{cm}^{-3})$ の範囲を制御でき、さらにホール移動度も改善されることがわかって確認できた。

Thin Solid Films, **518** (2010) 3097.

* 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

大阪府立産業技術総合研究所 マイクロデバイス開発支援センター

田中恒久* 村上修一* 宇野真由美*
金岡祐介* 井上幸二*

当所は、昭和 4 年に大阪府工業奨励館として創設されて以来、大阪府内の中小企業が抱える様々な技術課題の解決を支援してきた。平成 8 年からは先導的研究事業「スーパーアイ・イメージセンサプロジェクト」を行い、マイクロデバイスに関する研究成果やノウハウを蓄積した。その普及発展のためにマイクロデバイス開発支援センター(以下 MD)を平成 13 年に開設した。

現在 MD には研究員が 5 名と技術専門スタッフが 1 名所属し、大阪府内の中小企業等のマイクロデバイス開発を支援している。本研究室へには、設備開放及び依頼試験の紹介と、最新の研究紹介を掲載している。

電気学会論文誌 センサ・マイクロマシン部門誌, **130**, 6 (2010) 256.

* 情報電子部 電子・光材料系

Electroabsorption Study of Orderd Polyfluorene Thin Films: Origin of Oscillatory Structure Near the Bottom of the Continuum State

遠藤歳幸* 井亀 諭* 小林隆史*
永瀬 隆* 村上修一** 内藤裕義*

π 共役系高分子は次世代の電子デバイス材料として注目されているが、不均一広がりのため詳細な電子状態は明らかにされていない。我々はポリフルオレンの高秩序薄膜を作製し、線形および非線形分光によりそ

の励起状態構造を調べたところ、従来の標準的なモデル(4 準位モデル)では説明できない振動構造が現れることを見出した。これは不均一広がり減少により、多くの分子内励起準位の影響が顕在化した結果であり、

少なくとも7つの分子内励起準位が存在することを明らかにした。これは π 共役系高分子の電子状態を説明するための大きな手掛かりとなり得る。

PHYSICAL REVIEW, **B81** (2010) 075203.

* 大阪府立大学大学院 工学研究科

** 情報電子部 電子・光材料系

高分子溶液中におけるシリカ複合微粒子の調製とその特性

木本正樹*

高分子とシリカから構成される複合微粒子の溶液中における調製法について紹介するとともに、この方法によって得られる複合微粒子の形態や特性について記した。また、高分子微粒子あるいは板状無機微粒子の分散系においてシリカとの複合微粒子を調製する方法についても説明した。官能基を有する高分子の溶液中において、シリカアルコキシドの加水分解・重縮合を行うことで高分子-シリカ複合微粒子の調製ができる

こと、また撥水性のアクリルシリコンおよびヘキサメチルジシラザンを用いた場合には、得られた複合微粒子は小さくなり、分散コロイド塗膜の接触角は 150° 以上の超撥水性を示すことなどについて解説した。シリカ微粒子の特性と表面改質および分散・凝集の制御 (2009) 154.

* 化学環境部 化学材料系

高分子系複合微粒子の溶液中における調製とその特性

木本正樹*

シリカを中心とする無機化合物と高分子とから構成される複合微粒子の溶液中における調製法について紹介した。またこの方法によって得られる複合微粒子の形態や特性についても記述した。シリカアルコキシドの加水分解、重縮合などの反応あるいは金ナノ粒子の吸着によって、複合微粒子が得られることを見出した。また、これらの複合微粒子をもとにして、多孔性微粒

子、撥水剤、中空微粒子などに展開できることを示した。現在、シリカ系微粒子、コア-シェル型高分子微粒子、ゲル微粒子を用いて複合化による新たな機能性材料の創製に取り組んでいる。

日本接着学会誌, **45**, 10 (2009) 394.

* 化学環境部 化学材料系

粘着3要素【タック性・粘着力・保持力】の特性と評価 —ポリメタクリル酸ラウリルをグラフトしたSISの粘着特性—

山元和彦*

高分子グラフト重合法を利用して一成分系から成るゴム系粘着剤の開発を行った。ゴム成分として熱可塑性エラストマーであるポリスチレン-ポリイソプレンブロック共重合体SISに、タック・粘着力を有するポリメタクリル酸ラウリルのグラフト重合を行った。新しいゴム系粘着剤の合成方法と粘着3要素(タック, 粘着力, 保持力)の特性及び粘弾性挙動に及ぼすポリ

メタクリル酸ラウリルの影響について報告した。また、現在研究中の刺激応答性易剥離粘着剤開発の概要も併せて報告した。

粘着剤(フィルム・テープ)の材料設計と機能性付与 (2009) 330.

* 化学環境部 化学材料系

ポリイミド微粒子の開発と応用

浅尾勝哉*

高分子微粒子の一般的な特長は比重が小さい、比表面積が大きい、表面の化学修飾が容易などが挙げられる。しかし、市販されている高分子微粒子の大半は汎用プラスチックを微粒子化したものが主で耐熱性、機械的性質や耐溶剤性に難点があり信頼性や耐久性を要する部材としての利用が困難である。そこで、スーパーエンブレであるポリイミドを微粒子化すれば汎用プラ

スチック微粒子の特長を保持した上に、短所を解消でき重要な材料の一つに成長する期待が持てる。本稿では、ポリイミドの重合時に微粒子化させる化学合成的な方法によるサブミクロンからミクロンサイズのポリイミド微粒子の調製方法と応用技術について解説した。日本接着学会誌, **45**, 12 (2009) 488.

* 化学環境部 化学材料系

Microstructural Factors Affecting Hardness Property of Dual Two-Phase Intermetallic Alloys Based on Ni₃Al-Ni₃V Pseudo-Binary Alloy System

高杉隆幸* 河原弘治* 金野泰幸*
垣辻 篤**

Nb を添加した Ni₃Al-Ni₃V 2 重複相ナノ組織金属間化合物の微細組織が強度特性に及ぼす影響について報告する。本材料の組織は、初晶の Ni₃Al と、Ni₃Al ならびに Ni₃V 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た際の組織の変化が高温硬度に及ぼす影響について調査した。その結果、初晶の Ni₃Al の体積含有量変化が高温硬度に及ぼす影響が最も大きく、含有量が増大するにつれて全ての温度域で硬度が減少す

ること、次いで、初晶の Ni₃Al と共晶領域の界面の量が及ぼす影響が大きく、複合則から予想されるよりも大きな硬度上昇をもたらし、界面が最も多い組成で最も高い硬度上昇を示すことが明らかとなった。

Intermetallics, **17** (2009) 938.

* 大阪府立大学大学院 工学研究科

** 化学環境部 化学材料系

Photoluminescent Properties of Heteroleptic Cyclometalated Platinum(II) Complexes Bearing 1,3-bis(3,4-dibutoxyphenyl)propane-1,3-dionate as an Ancillary Ligand

八木繁幸* 辻元英孝* 本田裕一郎*
寺尾洋人* 前田壮志* 中澄博行*
櫻井芳昭**

有機溶剤に対する高い溶解性を示す 1,3-ビス(3,4-ジブトキシフェニル)プロパン-1,3-ジオンを補助配位子に用いた新規りん光性白金(II)錯体を合成した。これらの錯体の光学特性について検討したところ、 π -拡張型芳香環および電子ドナー性が高いヘテロ環を有する錯体は緑から近赤外領域までの発光を示した。また 100 nm 以上のストークスシフトおよびサブマイクロか

らマイクロ秒の発光寿命よりりん光性錯体であることが示された。発光量子収率は脂肪族補助配位子を有する錯体と比べ高い値を示した。

Journal of Luminescence, **130** (2010) 217.

* 大阪府立大学大学院 工学研究科

** 化学環境部 化学材料系

Effect of Film Thickness on Structural and Magnetic Properties of Single Crystalline $\text{Ba}(\text{Fe}_{0.2}\text{Zr}_{0.8})\text{O}_{3-\delta}$ Thin Films on (001) SrTiO_3 Substrates

金谷日出和 * 松井利之 * 平尾法恵 **
山本博之 ** 馬場祐治 ** 久米秀樹 ***
岩瀬彰宏 *

パルスレーザ蒸着 (PLD) 法により, (001) SrTiO_3 (STO) 基板上に $\text{Ba}(\text{Fe}_{0.2}\text{Zr}_{0.8})\text{O}_{3-\delta}$ (BFZO) 単結晶薄膜を 30 ~ 170 nm の範囲の膜厚で製膜した. STO 基板と BFZO 薄膜の界面を透過電子顕微鏡 (TEM) で断面観察したところ, (100)BFZO がエピタキシャル成長していた. BFZO 薄膜の飽和磁化率を測定したところ, 30 ~ 80 nm の膜厚では一定であるものの, 80 ~ 170 nm の膜厚範囲で

は, 膜厚の増加とともに, 磁化率の低下が認められた. X線光電子分光 (XPS) 測定の結果から, 4 価の鉄イオンの減少がその原因のひとつと考えられる.

Journal of Applied Physics, **107** (2010) 09E312.

* 大阪府立大学大学院 工学研究科
** 独立行政法人日本原子力研究開発機構
*** 化学環境部 化学材料系

Preparation of Poly(amino-amide) Particles Complexed with ZnO Particles Using Silane Coupling Agents

吉岡弥生 *

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, 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の表面修飾を行った後, ZnO 微粒子との複合化についても検討を行った. その結果, 粒子形状を保持したまま, シ

ランカップリング剤の担持量が制御できる他, これら微粒子表面に ZnO 微粒子を担持することも明らかとなった. 用いた ZnO 微粒子には紫外線遮蔽能があることから, 新たな用途展開が期待できる.

Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry, **47** (2009) 4908.

* 化学環境部 化学材料系

Synthesis of Brushlike Carbon Nanotubes Using Wet-Processed Catalyst

長坂岳志 * 山村昌大 ** 近藤正樹 **
渡辺義人 *** 赤坂京子 * 平原佳織 ****
中山喜萬 *****

湿式法を用いてシリコン基板上に鉄触媒膜を成膜し, アセチレンガスを用いた熱化学気相合成 (CVD) 法により, 垂直配向したカーボンナノチューブを合成した. 鉄触媒層の作製の際, 硝酸鉄の溶媒にジメチルホルムアミド (DMF) を使用することにより, 基板との濡れ性が良くなり, また溶液の安定性が増すことにより, 直径 6 インチのシリコンウェハー上に均一に塗布することができた. 作製したカーボンナノチューブは, 走査型電子顕微鏡による観察では 170 μm の高さであり, 透

過型電子顕微鏡による観察では, 外径 8 ~ 17 nm, 内径 5 ~ 10 nm, 層数 4 ~ 10 であった. また, ラマン分光測定による G/D 比の値は 0.7 ~ 0.8 であった.

Japanese Journal of Applied Physics, **48** (2009) 06FF06.

* 太陽日酸株式会社
** 財団法人大阪科学技術センター
*** 化学環境部 化学材料系
**** 大阪大学大学院 工学研究科

酵素への除放射性付与と応用 —インテリジェントな除放射性システムを利用した新しい殺菌方法の開発—

増井昭彦* 藤原信明*

微生物の制御(殺菌・滅菌等)は、医療・衛生面だけでなく、食品をはじめとする多くの産業界において、操業の信頼性を確保するため、共通の課題である。そのため、個々の用途に適した多種類の合成殺菌剤が販売されている。しかし、化学合成殺菌剤の中には、発がん性物質あるいは環境ホルモンの原因物質として、長期にわたって人体へ悪影響を及ぼす可能性もあるた

め、化学合成殺菌剤の使用量削減、さらには新しい殺菌システムの開発が望まれている。本報では、切削加工油の微生物制御を例として、溶菌酵素を用いた腐敗制御とインテリジェントな徐放射性システムを利用した殺菌方法の開発について報告した。

酵素活用ハンドブック(2010)304.

* 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

建築物と自動車用内装材から放散される揮発性有機化合物の測定

小河 宏* 喜多幸司**

シックハウス問題とシックカー問題は、建築物と自動車に使用される内装材の表面から放散される揮発性有機化合物(VOC)が原因とされている。本解説では、試料の種類および放散されるVOCに応じた種々の測定方法と、測定の具体例を紹介した。測定の具体例では、まず、建築物用内装材に関して、同一試料から放散されるVOCを小型チャンバー法およびサンプリングバッグ法により測定し、両測定法による結果の相関につ

いて検討した。次に、自動車用内装材から放散されるVOCについては、サンプリングバッグ法による測定を行い、試料を加熱する温度と放散されるVOCの量との関係について検討した。

皮革科学, 55, 4 (2010) 122.

* 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

** 化学環境部 繊維応用系

Effects of pH on Bacterial Inactivation in Aqueous Solutions Due to Low-Temperature Atmospheric Pressure Plasma Application

井川 聡* 北野勝久** 浜口智志**

大気圧低温プラズマを用いて、液中殺菌を行った。細菌を懸濁した水溶液のpHを4.7以下に調整することで、プラズマによる殺菌力を劇的に向上させることに成功した。この高い殺菌活性は、プラズマが空気と接触している時のみ観察された。また、酸素ラジカル消去剤であるSODと呼ばれる酵素を添加した場合に、

殺菌効果の低下が確認された。以上のことから、プラズマ照射による液中殺菌は酸素ラジカル的一种であるスーパーオキシドが関与していると考えられる。

Plasma Processes and Polymers, 7 (2010) 33.

* 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

** 大阪大学大学院 工学研究科

小型プラズマ発生装置を用いた殺菌

北野勝久* 井川 聡** 浜口智志*

現在、医療現場で広く利用されている滅菌方法に代

わって、熱負荷や残留毒性の心配がない新しい殺菌技

術としてプラズマ滅菌が注目されている。我々は大気圧プラズマの一つであり、指で触れることが可能なほど低温である LF マイクロプラズマジェットに注目し、小型の LF ジェット発生装置を極めて簡便かつ安価に作製することに成功した。LF ジェットを用いて液中滅菌技術の開発を試みた結果、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ついても研究を行い、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。

バイオインダストリー, 26, 6 (2009) 16.

* 大阪大学大学院 工学研究科

** 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

大気圧プラズマ複合表面処理によるフッ素樹脂の接着性向上とその応用

大久保雅章* 田原 充**

フッ素系樹脂材料は、耐熱性、耐薬品性、電気絶縁性、ガスバリア性、難燃性、電気特性、低摩擦性などにおいて優れた基本性能を有しているが、自己または他物質と接着し難く、積層化やめっきが極めて困難である。これらを可能にできれば多方面の応用が開ける。一例として、PCTFE の高いガスバリア性、水蒸気バリア性から、超長寿命の有機EL(Electro Luminescence)電子ペーパー画像表示装置、めっきによる電子回路形成、フレキシブル多層配線基板、導波管などを実現できる。本総

説では、フッ素樹脂の接着性向上に関して環境負荷が極めて低い革新的な表面処理方法として、著者らの開発した大気圧プラズマグラフト重合を取り上げる。親水性モノマーをプラズマグラフト重合して A4 サイズのフッ素系樹脂シートの表面改質を行い、接着性の革新的向上を実現した結果を紹介した。

日本接着学会誌, 46, 3 (2010) 121.

* 大阪府立大学大学院 工学研究科

** 化学環境部 繊維応用系

建築物と自動車用内装材から放散される揮発性有機化合物 (VOC) の測定方法と測定事例 (1) 規格化の経緯と VOC の捕集方法

喜多幸司* 小河 宏**

シックハウスやシックカーと称される室内空間の空気室の問題に対応するため、わが国では、室内空間の VOC に関する指針を示し、測定方法の規格化を行ってきた。また、建築物と自動車に関連する業界では、材料から放散される VOC 濃度に基づいた自主基準を定め、さらに、測定方法の規格化も行ってきた。そこで、建築物と自動車用内装材から放散される VOC に関する規格化の経緯、放散される VOC の捕集とその分析

からなる VOC の測定方法、VOC の測定事例について 2 回にわたって解説することとした。本解説では、建築物と自動車用内装材から放散される VOC に関する規格化の経緯と、放散される VOC の捕集方法について紹介した。

加工技術, 45, 5 (2010) 320.

* 化学環境部 繊維応用系

** 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

建築物と自動車用内装材から放散される揮発性有機化合物 (VOC) の測定方法と測定事例 (2) VOC の分析方法と測定事例

喜多幸司* 小河 宏**

シックハウスやシックカーと称される居室内空気室の問題に対応するため、わが国では、室内空間の VOC に関する指針を示し、その測定方法の規格化を行ってきた。また、建築物と自動車に関連する業界においても、各種内装材から放散される VOC の測定方法の規格化を行い、さらに、その濃度に基づいた自主基準を定めてきた。そこで、建築物と自動車用内装材から放散される VOC に関する規格化の経緯、放散される VOC の

捕集とその分析からなる VOC の測定方法、その測定事例について 2 回にわたって解説することとした。2 回目となる本解説では、捕集した VOC の分析方法と、その測定事例について紹介した。

加工技術, 45, 6 (2010) 381.

* 化学環境部 繊維応用系

** 化学環境部 環境・エネルギー・バイオ系

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不織布の保護性能

西村正樹* 赤井智幸* 嘉門雅史**

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、GC およびその構成材料の貫入変形に対する力学特性を調べるとともに、多孔質シート単体および GC について、貫入変形時の遮水性の変化について評価した。さらに、実際に廃棄物最終処分場のキャッピ

ング材料として土層中に敷設された GC の上面に、土層内の礫が強く接触する場合を想定し、GC の下部に土層を設置した条件で貫入実験を行うことで、GC における不織布の力学的保護性能について検討した。

Journal of Textile Engineering, 55, 5 (2009) 129.

* 化学環境部 繊維応用系

** 高松工業高等専門学校

廃棄物最終処分場キャッピング用ジオコンポジットの斜面部への適用に関する研究

西村正樹* 赤井智幸* 和田昭太**

新開千弘** 浅田 毅** 嘉門雅史***

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、筆者らは、多孔質シートと不織布から成るジオコンポジット (GC) を開発し、その適用性を評価してきた。ここでは、屋外実験斜面に GC を敷設し、その上部に覆土を設置して、降雨の影響を含めて、施工後 1 年にわたり実験斜面のすべりに対する安定性を

評価した結果を述べた。また、GC を適用した斜面部最終カバー層について、設計方法の概要を示した。

ジオシンセティックス論文集, 24 (2009) 31.

* 化学環境部 繊維応用系

** ジオシンセティックス技術研究会

*** 国立香川高等専門学校

市場流通革の現状調査

稲次俊敬* 倉田澄美* 汐崎久芳*

佐藤恭司* 奥村 章* 道志 智*

昨年度に引き続き市場流通革の日本エコレザー (JES) 基準分析に基づく現状調査を行った。今年度は、市場

流通革として、かばん、ハンドバッグ用革、袋物用革、並びに靴甲革を中心に国産革を 22 点、中国に限定し

たアジア系の輸入革8点を収集して、一般的な化学組成を測定するとともにJES基準に基づく試験・分析項目について測定を行った。その結果、JES基準値に対する分析結果から、不適合要因として臭気、溶出重金属の鉛と総クロム、発がん性芳香族アミンを含むアゾ染料、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、溶出重金属の鉛においては、国産革では全く検出されなかったのに対して、輸入革では1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、PCP、水銀は一切検出されなかった。JES基準に適合したものは、国産革22点中16点で適合率

73%であった。一方、輸入革は8点中5点で適合率は62.5%であった。昨年の調査結果と比較すると、国産革、輸入革ともに昨年は80%以上であったが、今年度の調査ではそれを下回る結果となった。これらの結果を基に不適合革については、この後不適合要因から製造工程の改善を指導し、JES基準適合率100%を目指して業界に対してさらに普及・指導・啓蒙を行っていかなければならないことが明確となった。

環境対応革開発実用化研究報告書(2010)1.

* 皮革試験所 皮革応用系

皮革における6価クロム生成と対策

佐藤恭司* 倉田澄美* 汐崎久芳*
奥村 章* 稲次俊敬* 道志 智*

皮革製品中において通常は検出されないが、再鞣し処理を行っていない床革などで6価クロムが時々検出されることがある。安全性、環境面あるいは輸出入取引などの面から問題となっている。そこでその発生メカニズムや抑制方法などについて検討した。その結果、柔軟剤として皮革に加えられた加脂剤中の不飽和脂肪酸の酸化が6価クロム生成の大きな要因となっており、天然油を原料として使用する市販加脂剤のほとんどに不飽和脂肪酸が含まれていた。一方、生成した6価ク

ロムは革中のpHが酸性のため不安定であるため、長時間放置した場合、還元されて検出されなくなる。さらに、合成タンニンや植物タンニンなど再鞣し剤のラジカル補足能や抗酸化能を測定したところ、植物タンニンや一部の合成タンニンにおいてそれらの強い還元効果が認められた。さらにそれらを皮革製造に使用した場合、6価クロムの抑制効果が認められた。

環境対応革実用化研究報告書(2010)14.

* 皮革試験所 皮革応用系

皮革中の6価クロムに関する化学的性質および研究の紹介

佐藤恭司*

皮革製造工程において通常は使用されない6価クロムが皮革製品において検出されることがあるため、その原因と対策について共同研究を実施してきた。この問題は早急に解決しなければならないが、本報告は現時点で得られた知見や海外の文献を紹介し、6価クロム削減の対策方法を紹介するものである。対策方法として、6価クロムは酸性側で還元されやすいため、で

きるだけ低いpHを維持することや、柔軟剤として添加された不飽和脂肪酸の酸化で発生するフリーラジカルによって3価から6価に酸化されることから、可能な限り飽和の油剤を必要最小限使用することなどを紹介した。

皮革科学, 55, 3 (2009) 75.

* 皮革試験所 皮革応用系

不飽和脂肪酸の酸化による6価クロム生成および合成鞣剤の抗酸化性

佐藤恭司*

通常の革製品は酸性状態であり、還元力のあるフェノール化合物を再鞣剤として使用しているものが多いため、6価クロムはほとんど検出されないが、皮革製品の一部から微量の6価クロムが時々検出される。その要因として加脂剤や地脂中に存在する不飽和脂肪酸の酸化が引き金となって生成することをすでに報告した。そこで、今回は6価クロム生成あるいは抑制条件

を理解するために、油脂の酸化機構や油脂の酸化を促進するさまざまな因子および6価クロムの抑制因子として皮革製品、再鞣剤などの酸化還元電位や再鞣剤や還元剤などの抗酸化性能を評価した結果などを紹介した。

皮革科学, **56**, 1 (2010) 15.

* 皮革試験所 皮革応用系

染色摩擦堅ろう度試験方法 ISO 11640 の紹介

汐崎久芳*

ISO 11640 は皮革の染色摩擦堅ろう度試験方法国際規格である。日本国内において皮革の染色摩擦堅ろう度試験は、JIS K6547 に規定されている方法が従来から広く用いられてきた。ところが、旧 JSG(現在の日本エコレザー基準)を策定するに当たって、染色堅ろう度試験方法として ISO 11640 が推奨されたため、日本エコ

レザー基準適合性を検査する目的で ISO 11640 も用いられるようになってきている。ここでは、まず ISO 11640 試験方法の概略を解説し、次いで、JIS 法との比較を含めて、その適用における注意点等を解説した。

皮革科学, **55**, 3 (2009) 85.

* 皮革試験所 皮革応用系

