

ISSN 1343-3555  
CODEN KEHOFI



# 研究所報告

No.27 (2013.9)

地方独立行政法人

**大阪府立産業技術総合研究所**

Technology Research Institute of Osaka Prefecture



## はじめに

大阪府立産業技術総合研究所は、昨年度地方独立行政法人として新たなスタートを切りました。新しい門出にあたっては、ものづくり産業・技術の創成と持続維持に貢献することを理念として中期計画を策定し、以下の5分野を重点研究開発分野として設定しました。

- 高付加価値製品を製造するための高度基盤技術
- ナノテクノロジーによる新製造技術(精密・微細加工等)
- 新エネルギー関連技術(リチウム電池等, 電池関連部品等)
- 環境対応技術(省エネルギー, 生活環境等)
- 生活支援型産業関連技術(医療・介護用機器等)

本報では、昨年度の学協会等への研究成果発信の活動をこれら5分野の関連性に分類して、研究活動の状況を紹介しています。また、比較的長期にわたる研究、試験・指導相談業務での成果をまとめた技術報告を4件、新しい知見を報告する技術論文3件をオリジナル論文として掲載しています。皆様の業務にご活用いただければ幸いです。



技術報告及び技術論文概要	1
--------------	---

## 技術報告

1. 褥瘡予防寝具における仙骨部の接触圧と皮膚組織血流量	山本貴則・片桐真子・平井 学 木村裕和・西嶋茂宏	7
2. ワンチップマイコンを用いた福祉機器の開発	北川貴弘・朴 忠植・谷口正志	13
3. 微小異物のサンプリング方法と FT-IR による分析例	菅井實夫	21
4. SUS316L 溶射皮膜への低温プラズマ処理	足立振一郎・上田順弘	27

## 技術論文

1. インパクト成形における寸法精度向上のためのサーボプレススライドモーションの検討	四宮徳章・白川信彦	35
2. グラフト化スチレンブロック共重合体の分子量評価	山元和彦	41
3. カーボンナノコイルを活用した新規セラミックス複合材料の開発	長谷川泰則・垣辻 篤・久米秀樹 野坂俊紀	47

## 他誌掲載論文等概要

## 【高付加価値製品を製造するための高度基盤技術】

1. レーザ焼入れの概要	萩野秀樹・山口拓人	55
2. レーザ焼入れおよびレーザ合金化	萩野秀樹・山口拓人	55
3. 回折型ビーム整形素子を用いたレーザ合金化技術の開発	萩野秀樹・山口拓人・武村 守	55
4. Electrical Discharge Truing for Electroplated Diamond Tool -The Effect of EDM Condition and Electrode Material-	渡邊幸司・南 久・増井清徳	56
5. ニューラルネットワークを利用したサーボプレスのモーション設定の高度化	白川信彦	56
6. 深絞り加工におけるサーボプレスモーションの評価 —板厚および限界絞り比の測定と NC ダイクッションを用いた TZIP 試験—	四宮徳章・白川信彦	56
7. 環境に優しい浸炭熱処理法を目指して(第2回) —真空浸炭における炭素濃度分布に及ぼす鋼表面に析出する煤の影響—	横山雄二郎・水越朋之・石神逸男 碓井建生	56
8. レーザ加熱による表面溶体化処理を応用した $\beta$ 型チタン合金の表面時効硬化処理とその摩耗特性	道山泰宏・出水 敬	57
9. 共通試料 7075-T6 アルミニウム合金の FSW	平田智丈・田中 努・森重大樹	57
10. 摩擦攪拌接合法によるアルミニウムと鋼の異種金属接合	平田智丈・田中 努・森重大樹 四宮徳章・白川信彦	57
11. Application of Ni Base Dual Two-Phase Intermetallic Alloy Tools for Joining SUS430 Plates	望月 昇・高杉隆幸・金野泰幸 沖 幸男・平田智丈	58
12. 摩擦攪拌接合による鋼と高強度アルミニウム合金の異種金属接合材のプレス成形性	田中 努	58

13. バレル式窒化処理におけるプラズマ特性評価	田代真一・田中 学・高橋良政 坪田輝一・種岡一男・坂田博史 上田順弘・榮川元雄・香山一夫	59
14. Formation of S-Phase Layer on Plasma Sprayed AISI 316L Stainless Steel Coating by Plasma Nitriding at Low Temperature	足立振一郎・上田順弘	59
15. 小物部品のバレル式プラズマ浸炭・窒化処理システムの開発	榮川元雄	59
16. Hardness Profile Improvement of Plasma Nitrided High Speed Steel by Glow Discharge Heating	辻川正人・曾根 匠・榮川元雄 上田順弘・東 健司	60
<b>【ナノテクノロジーによる新製造技術(精密・微細加工等)】</b>		
17. 遊星ボールミルを用いたポリイミド粒子とカーボンナノチューブとの複合粒子の開発	浅尾勝哉・吉岡弥生・綿野 哲	60
18. ポリイミド粒子の開発と応用展開	浅尾勝哉	60
19. Preparation of Poly(vinylidene difluoride/trifluoroethylene/chlorotrifluoroethylene) Terpolymer Thin Films for Dielectric Bolometer Mode Infrared Sensors	村上修一・宇野真由美・佐藤和郎 櫻井芳昭	61
20. Third-Order Optical Susceptibility of Ordered and Disordered Polyfluorene Thin Films	小林隆史・遠藤歳行・永瀬 隆 村上修一・内藤裕義	61
21. Injection in Organic Semiconductor Crystals	宇野真由美・植村隆文・金岡祐介 Zhihua Chen・Antonio Facchetti 竹谷純一	61
22. Flexible Three-Dimensional Organic Field-Effect Transistors Fabricated by an Imprinting Technique	中原理恵・宇野真由美・植村隆文 瀧宮和男・竹谷純一	62
23. カーボンナノ繊維ハイブリッド分散アルミニウム基高熱伝導性複合材料の開発	垣辻 篤	62
24. High-Speed Organic Single-Crystal Transistors Gated with Short-Channel Air Gaps: Efficient Hole and Electron Correlations between Thermal Conductivity and Inelastic Deformation of Aluminum Based Composites Containing VGCF-CNT Network	福地孝平・佐々木克彦・今西輝光 片桐一彰・垣辻 篤	62
25. Operating Voltage-independent White Electroluminescence from Two Phosphorescent Ir(III) Complexes Embedded in Poly(N-vinylcarbazole)	櫻井芳昭・八木繁幸・井川 茂 飛鳥穂高・前田壮志・中澄博行	63
26. Photoluminescence Color Tuning of Phosphorescent Bis-Cyclometalated Iridium(III) Complexes by Ancillary Ligand Replacement	井川 茂・八木繁幸・前田壮志 中澄博行・藤原秀樹・櫻井芳昭	63
27. Photo- and Electroluminescence from 2-(dibenzo[b,d]furan-4-yl)pyridine-based Heteroleptic Cyclometalated Platinum(II) Complexes: Excimer Formation Drastically Facilitated by an Aromatic Diketonate Ancillary Ligand	重広龍矢・八木繁幸・前田壮志 中澄博行・藤原秀紀・櫻井芳昭	63
<b>【新エネルギー関連技術(リチウム電池等、電池関連部品等)】</b>		
28. Preparation of Shape-Controlled Pt Nanoparticles by Galvanostatic Electrolysis	西村 崇・中出卓男・森河 務 井上博史	64
29. Piezoelectric Vibrational Energy Harvester Using Lead-Free Ferroelectric BiFeO <sub>3</sub> Films	吉村 武・村上修一・若園佳佑 苅谷健人・藤村紀文	64

**【環境対応技術 (省エネルギー、生活環境等)】**

30.	内蔵センサを活用した情報機器のスマートメータ化	石島 悌・平松初珠・山東悠介	65
31.	内蔵センサを活用した情報機器の消費エネルギー計測手法	石島 悌・平松初珠・山東悠介 岩田晋弥	65
32.	環境対応型クロムめっきの開発 —耐食性・硬さに優れる工業用クロムめっきの展望—	森河 務	65
33.	段ボール箱の圧縮強度に及ぼす荷重の影響	高田利夫・津田和城	65
34.	非ガウス型ランダム振動が包装内容品の応答に与える影響 —数値計算による検討—	細山 亮・斉藤勝彦・中嶋隆勝	66
35.	水溶性 OH ラジカル生成触媒用固定化担体の合成	林 寛一・中島陽一・木本正樹	66
36.	ニオイに関する基礎知識その1 嗅覚とニオイ物質, ニオイの活用事例	喜多幸司	66
37.	ニオイに関する基礎知識その2 消臭・脱臭の基礎知識と, 消臭・脱臭製品の性能評価方法	喜多幸司	67
38.	ニオイに関する基礎知識その3 サンプリングバッグを用いる消臭・脱臭製品の性能評価方法 —我が国の代表的な2つの静置法—	喜多幸司	67
39.	ガス透過性防水シートの耐久性評価および接合部性能評価	西村正樹・赤井智幸・嘉門雅史	67
40.	接着技術とその応用 (1) 接着剤の基礎 接着原理と種類	舘 秀樹	68
41.	接着技術とその応用 (2) 接着剤の評価 —評価方法と表面処理法—	舘 秀樹	68
42.	接着技術とその応用 (3) 粘着剤の基礎 —種類と評価方法—	山元和彦	68
43.	接着技術とその応用 (4) 自己修復性材料	井上陽太郎	68
44.	接着技術とその応用 (5) 解体性材料	舘 秀樹	69
45.	市場流通革の現状調査	稲次俊敬・汐崎久芳・奥村 章 道志 智	69
46.	6価クロムの抑制方法に関する研究	稲次俊敬・佐藤恭司	69
47.	皮革製造工程における二酸化炭素排出量の削減に関する検討 小規模製革工場における消費電力量の計測と解析	稲次俊敬・汐崎久芳	70
48.	Effect of the Removal Method of Hide Powder on the Porous Properties of Nanoporous Silica	道志 智	70

**【生活支援型産業関連技術 (医療・介護用機器等)】**

49.	褥瘡予防寝具が高齢被験者の仙骨部接触圧と組織血流量に及ぼす影響と身体的特徴との関係	木村裕和・山本貴則・秋山庸子 西嶋茂宏	70
50.	泉州タオル	宮崎克彦	71
51.	高出力レーザーによる生体材料 (純チタン) のレーザー積層造形	中本貴之・白川信彦・四宮徳章 乾 晴行	71
52.	Synthesis of Porous Titanium with Directional Pores by Selective Laser Melting	中本貴之・白川信彦・岸田恭輔 田中克志・乾 晴行	71
53.	Microstructures and Mechanical Properties of Co-29Cr-6Mo Alloy Fabricated by Selective Laser Melting Process for Dental Applications	高市敦士・蘇 亜拉図・中本貴之 上甲夏香・野村直之・堤 祐介 右田 聖・土居 壽・黒須信吾 千葉晶彦・若林則幸・五十嵐順正 塙 隆夫	72
54.	Free Radicals Induced in Aqueous Solution by Non-Contact Atmospheric-Pressure Cold Plasma	谷 篤史・大野友輔・福井 智 井川 聡・北野勝久	72

55.	プラズマプロセスの新展開 医療応用の可能性	北野勝久・谷 篤史・井川 聡 大島朋子	72
-----	-----------------------	------------------------	----

【その他】

56.	Fast Calculation of Computer-Generated Holograms Based on 3-D Fourier Spectrum for Omnidirectional Diffraction from a 3-D Voxel-Based Object	山東悠介・茨田大輔・谷田貝豊彦	73
57.	羊革と山羊革における乳頭層中のエラスチン線維の走行状態の違い	道志 智	73
58.	Development of Quantitative Estimation of Hair Follicle Patterns for Leather Surface by Point Pattern Analysis	道志 智・奥村 章・汐崎久芳	73

口頭発表概要

【高付加価値製品を製造するための高度基盤技術】

1.	超耐熱性プラスチックの特徴と活用 –ポリイミド微粒子の製造から応用展開を解説!!–	○浅尾勝哉	77
2.	両極性パルスによる焼結ダイヤモンドの放電加工	○南 久・渡邊幸司・他	77
3.	放電・レーザによるマイクロ加工 –マイクロ放電加工–	○南 久	77
4.	放電加工の基礎とマイクロ加工への応用	○南 久・渡邊幸司	77
5.	金型の離型性向上の取り組み –撥水・撥油・非粘着の超分子フッ素コーティング–	南 久・渡邊幸司・安木誠一 川村 誠・○他	77
6.	Heat Treatment of Ceramic Coated Steel by Scanning Laser	萩野秀樹・山口拓人・○他	77
7.	レーザ加工	○萩野秀樹	78
8.	軸付電着ダイヤモンド砥石の放電ツルージング –砥石形状の機上計測法に関する検討–	○渡邊幸司・南 久	78
9.	Surface Modification of Carbon Steel by Laser Alloying with Carbide Forming Elements -Wear Property and Carbide Morphology-	○山口拓人・萩野秀樹・武村 守 他	78
10.	レーザ表面処理技術	○山口拓人	78
11.	レーザアロイングによる鋼表面へのバナジウム炭化物含有高耐摩耗性合金層の形成	○山口拓人・萩野秀樹・武村 守 他	78
12.	レーザ表面処理による TiC/Fe 表面複合層の形成と評価	○山口拓人・萩野秀樹・武村 守 他	78
13.	大阪府立産技研におけるサーボプレスを用いた研究事例	○白川信彦・四宮徳章	79
14.	改良バーフロー法による溶融樹脂流れに及ぼす金型表面性状の影響の評価	○吉川忠作・奥村俊彦	79
15.	改良バーフロー法による溶融樹脂流れにおよぼす金型表面性状の影響の評価	○吉川忠作・奥村俊彦	79
16.	チタン粉末のレーザ積層造形	○中本貴之	79
17.	金属粉末 RP(ラピッドプロトタイピング)法によるものづくり	○中本貴之	79
18.	レーザ積層造形 –金属粉末ラピッドプロトタイピング(RP)–	○中本貴之	79
19.	鋼系粉末の積層造形法における造形物の高性能化	○中本貴之・白川信彦・他	80
20.	3D プリンター技術の最新動向と産技研 (TRI Osaka) におけるプラスチックおよび金属 RP(ラピッドプロトタイピング)の取り組み	○中本貴之	80
21.	SUS304 板の深絞り成形における加工発熱の影響	○四宮徳章・白川信彦・中本貴之	80

22. サーボプレスによる A1070 の衝撃押し出し成形	○四宮徳章・白川信彦	80
23. 大阪産技研におけるサーボプレスを用いた研究事例	○四宮徳章・白川信彦	80
24. ステンレス鋼の摩擦攪拌接合	平田智丈・○他	80
25. 共通試料による試験結果 I	○平田智丈・田中 努・他	81
26. 摩擦攪拌接合法によるアルミニウムと鋼の異種金属接合	○平田智丈・田中 努・白川信彦 四宮徳章・他	81
27. 軽金属材料における摩擦攪拌接合 (FSW)	○平田智丈	81
28. 異種金属接合 – 摩擦攪拌接合 (FSW) –	○平田智丈・田中 努	81
29. ダイヤモンドライクカーボン (DLC) コーティング技術講座	○三浦健一	81
30. 機械的評価の取りまとめについて – トライボロジー特性評価 について –	○三浦健一	81
31. ドライコーティング (1), (2)	○三浦健一	82
32. PVD 硬質膜への微細孔形成による潤滑性向上	○三浦健一	82
33. UBMS 法による DLC 膜の表面形態に及ぼす成膜条件の影響	○三浦健一・小島淳平・他	82
34. UBM スパッタ法による DLC 膜の表面形態に及ぼす成膜条件の 影響	○三浦健一・小島淳平・他	82
35. Mg-Li 合金の比強度に及ぼすアルミニウム量の影響	上田順弘・岡本 明・○他	82
36. Surface Hardness Improvement of Plasma Sprayed AISI 316L Stainless Steel Coating by Low Temperature Plasma Carburizing	○足立振一郎・上田順弘	83
37. 溶射技術講座	○足立振一郎	83
38. Combined Low Temperature Plasma Carburizing and Nitriding of Plasma Sprayed Austenitic Stainless Steel Coating	○足立振一郎・上田順弘	83
39. プラズマ窒化処理技術	○榮川元雄	83
40. DLC Coating on Low Temperature Plasma Nitrided or Carburized Austenitic Stainless Steel	榮川元雄・上田順弘・○他	83
41. 小物部品のバレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理システム	○榮川元雄・上田順弘	84
42. アクティブスクリーンプラズマ炭化処理技術	榮川元雄・上田順弘・○他	84
43. オーステナイト系ステンレス鋼に形成した S 相に対する・ショッ トピーニングによる改質	榮川元雄・上田順弘・○他	84
44. 小物部品のバレル式プラズマ浸炭・窒化処理システムの開発	○榮川元雄・上田順弘	84
45. UBM スパッタ法による Ti 基金属ガラス皮膜の形成	○小島淳平・三浦健一	84
46. めっき技術の基礎とその応用	○中出卓男	84
47. Ti 上へのめっき前処理方法と密着性評価の検討	○長瀧敬行	85
48. 各種めっき密着性試験方法の比較検討	○長瀧敬行・中出卓男・森河 務	85
49. スプリットゲート構造を有する高速動作塗布型 OFET	宇野真由美・○他	85
50. High-Mobility Organic Active Matrices Based on Solution-Crystallized TFT Arrays	宇野真由美・金岡祐介・○他	85
51. Crystalline Organic TFTs for Active-Matrix Display Panels	宇野真由美・金岡祐介・○他	85
52. 高速応答 3 次元有機トランジスタ	○宇野真由美・山田義春・他	86
53. High-Speed and High-Power Three-Dimensional Organic Field-Effect Transistors	○宇野真由美・車 溥相・他	86
54. Solution-Crystallized High-Mobility Organic Active Matrices	宇野真由美・金岡祐介・○他	86
55. Control of the Directionality of Wavefront by 3-D Fourier Spectral Filtering toward Applicative Computer-Generated Hologram	○山東悠介・他	86
56. 3 次元空間周波数フィルタリングによる計算機合成レインボーホ ログラム	○山東悠介・他	86

57. ミラー走査による計算機ホログラムの画素数拡大と高速計算法	○山東悠介・他	86
58. 粉末冶金法により作製した Ni 基金属間化合物合金の諸特性	垣辻 篤・○他	87
59. Characterization of Ni <sub>3</sub> (Si,Ti) Intermetallic Alloys Synthesized by Powder Metallurgical Method	垣辻 篤・○他	87
60. 放電プラズマ焼結法による Ni 基金属間化合物(超々合金)の作製	○垣辻 篤	87
61. 放電プラズマ焼結法による Ni 基金属間化合物の作製	○垣辻 篤・他	87
62. 粉末冶金法を用いた Ni <sub>3</sub> (Si,Ti) 合金複合焼結材の作製と特性評価	垣辻 篤・○他	87
63. 沈澱重合法によるナノファイバー状芳香族ポリアミド構造体の作製	○吉岡弥生・浅尾勝哉	88
64. Structure and Property of Self-Assembled Aromatic Polyamide Nanofibers	○吉岡弥生	88
65. 粒子サイズの揃った芳香族ポリアミド微粒子の製造方法	○吉岡弥生	88
66. ナノ・サブミクロンサイズの機能性芳香族ポリアミド微粒子の作製	○吉岡弥生	88
67. ナノファイバー状フッ素含有芳香族ポリアミドのキャラクターゼーション	○吉岡弥生	88
68. 大気圧プラズマによる表面改質と接着性向上技術(フッ素樹脂・ポリマー・ガラス・金属の恒久的表面処理)	陰地威史・田原 充・○他	88
69. 非粘着性コーティングトフマクの開発(1)	○舘 秀樹・山元和彦・出水 敬道 道山泰宏・井上陽太郎・他	89
<b>【ナノテクノロジーによる新製造技術(精密・微細加工等)】</b>		
70. カーボンナノコイルを用いた電磁波吸収体の開発	○野坂俊紀	89
71. 遊星ボールミルを用いたポリイミド粒子とカーボンナノチューブとの複合粒子の開発	○浅尾勝哉・吉岡弥生・他	89
72. 超伝導素子を用いた中性子検出装置	○佐藤和郎	89
73. ZnO-SnO <sub>2</sub> 薄膜を用いた TFT の低温形成	○佐藤和郎・山田義春・村上修一 寛 芳治・櫻井芳昭	89
74. Effects of RF Power and Sputtering Pressure on Properties of ZnO-SnO <sub>2</sub> Films Grown by RF Magnetron Sputtering	○佐藤和郎・村上修一・寛 芳治 櫻井芳昭	89
75. MEMS センサ及びセンシングシステムの開発例	○田中恒久・村上修一・宇野真由美 金岡祐介・松永 崇・寛 芳治 佐藤和郎・日下忠興	90
76. 圧電型 MEMS 超音波センサの特性改善	○田中恒久・他	90
77. ドライエッチング技術を用いたシリコン基板の垂直加工	○田中恒久・宇野真由美・他	90
78. MEMS 技術を使った電子デバイスの開発	○村上修一	90
79. 三次元構造を利用した高出力フレキシブルポリマー TFT	宇野真由美・○他	90
80. 高性能なフレキシブル 3次元有機トランジスタ	○宇野真由美	91
81. High-Speed, Low-Voltage Organic Single-Crystal Transistors Gated with Ionic Liquid	○宇野真由美・車 溥相・他	91
82. イオン液体を用いた低電圧駆動有機単結晶トランジスタの高速化	○車 溥相・宇野真由美・他	91
83. ゲル微粒子の形態制御と複合化	○木本正樹	91
84. 複合微粒子の調製方法と応用展開	○木本正樹	91
85. 水系分散重合による凹凸型ゲル微粒子の合成	○木本正樹	91

86.	両親媒性ゲル微粒子上における形態制御	○木本正樹	91
87.	触媒担体を指向した機能性ナノ複合微粒子の調製	○林 寛一・中島陽一・木本正樹	92
88.	水溶性 OH ラジカル生成触媒用固定化担体の合成	○林 寛一・中島陽一・木本正樹	92
89.	カーボンナノ繊維ハイブリッド分散アルミニウム基高熱伝導性 複合材料の開発	○垣辻 篤	92
90.	VGCF-CNT フィラーを用いた Al 基高熱伝導複合材料の非弾性変 形と熱伝導率の関係	垣辻 篤・○他	92
91.	熱処理を施した CNT と VGCF を含有したアルミニウム基複合材 料の熱伝導特性	垣辻 篤・○他	92
92.	VGCF・CNT を含むアルミニウム高熱伝導複合材料を用いた IGBT クーリングシステムの伝熱解析	垣辻 篤・○他	92
93.	アルミニウム基高熱伝導複合材料に微量添加したカーボンナノ チューブへの熱処理の効果	○垣辻 篤・他	92
94.	VGCF・CNT ネットワーク型 Al 基高熱伝導複合材料作製のため の縮流を用いた VGCF の方向制御	垣辻 篤・○他	93
95.	VGCF-CNT ハイブリッド添加によるアルミニウム基高熱伝導複 合材料の開発	○垣辻 篤	93
96.	IGBT Cooling System Using High Thermal Conductive Aluminum Based Composite Containing VGCF-CNT Network	垣辻 篤・○他	93
97.	高熱伝導性アルミニウム基複合材料の開発	○垣辻 篤	93
98.	高熱伝導性アルミニウム基複合材料の開発	○垣辻 篤	94
99.	配向カーボンナノチューブの作製と評価および樹脂複合材への 応用	○渡辺義人・他	94
100.	材料を「ナノ」より小さな原子のオーダーで観察や分析してみ ませんか? — 球面収差補正機能付走査透過電子顕微鏡の可能 性—	○長谷川泰則	94
101.	産技研での STEM 活用事例	○長谷川泰則	94
102.	球面収差補正機能付走査透過電子顕微鏡 (Cs-corrected STEM) に よる材料評価	○長谷川泰則	94
103.	球面収差補正機能付走査透過電子顕微鏡による材料評価	○長谷川泰則	94
104.	ポリビニルカルバゾール型素子中の新規強発光性 $\pi$ 共役化合物 の電気光学特性	○櫻井 芳昭・他	94
105.	フルオレン系 $\pi$ 共役拡張型シクロメタル化配位子を有するりん 光性白金 (II) 錯体の合成と高分子電界発光素子への応用	櫻井芳昭・○他	95
106.	同一シクロメタル化配位子を有するりん光性ビスシクロメタル 化イリジウム錯体を用いた高分子白色電界発光素子の作製	櫻井芳昭・○他	95
107.	ジピリドフェナジン骨格を構造基盤とする新規 $\pi$ 共役化合物の 合成と発光特性	櫻井芳昭・○他	95
108.	薄膜白色光源用電界発光型インクの開発	○櫻井芳昭・他	95
109.	有機エレクトロニクス材料が目指した有機 EL 素子	○櫻井芳昭	95
110.	ポリマー電着法によるフルカラーマイクロレンズアレイの作製	櫻井芳昭・井上陽太郎・佐藤和郎 ○他	96
111.	遷移金属添加 III 族窒化物薄膜の光学的特性	櫻井芳昭・○他	96
112.	ポリビニルカルバゾール型素子中でのジピリドフェナジン骨格 を構造基盤とする新規強発光性 $\pi$ 共役化合物の電気光学特性	○櫻井芳昭・他	96

113. 超高压液体処理による CNT 系の高強度化	○喜多幸司・赤井智幸・西村正樹 他	96
114. 次世代カーボン材料の研究開発	喜多幸司・赤井智幸・西村正樹 ○他	96
115. カーボンナノチューブ (CNT) 燃糸および加工品	喜多幸司・赤井智幸・西村正樹 ○他	96
116. 大気圧プラズマグラフト重合処理を行ったフッ素樹脂フィルム 上への有機エレクトロルミネッセンス (EL) 層の作製	○陰地威史・田原 充・櫻井芳昭 他	97
117. 電気泳動堆積法による異形酸化チタン微粒子膜の作製とその応 用	○日置亜也子	97
118. 異形酸化チタン光触媒とその固定化膜の作製	○日置亜也子	97
<b>【新エネルギー関連技術 ( リチウム電池等、電池関連部品等 )】</b>		
119. 電解処理法による白金ナノ粒子析出電極の作製	○中出卓男・西村 崇	97
120. 電解法による水素発生用電極の作製とその耐久性評価	○中出卓男・西村 崇・森河 務	97
121. 電解処理法による白金ナノ粒子析出電極の製造	○中出卓男	97
122. 白金使用量を大幅に低減した水素製造用電極とその作製法	○中出卓男	98
123. 白金使用量を大幅に低減した触媒電極とその耐久性	○中出卓男	98
124. 電析法による白金使用量を大幅に低減した水素製造電極の作製 法	○中出卓男・森河 務	98
125. Preparation of Shape-Controlled Pt Nanoparticles by Galvanostatic Electrolysis	○西村 崇・中出卓男・森河 務 他	98
126. 定電流電解による白金微粒子の形態制御	○西村 崇	98
127. 貴金属微粒子の析出に関する研究	○西村 崇・中出卓男・中島陽一 森河 務・他	98
128. 電解処理法による立方体状白金微粒子の形成	○西村 崇・中出卓男・森河 務 他	98
129. 電解処理法を用いた立方体状白金微粒子の作製	○西村 崇・中出卓男・森河 務	99
130. PLD 法単一プロセスによる低温作動型二重電解質 SOFC の開発	寛 芳治・佐藤和郎・日下忠興 ○他	99
131. 強誘電体 MEMS による振動発電	村上修一・○他	99
132. Characterization of Ferroelectric MEMS Vibration Energy Harvester	村上修一・○他	99
133. MEMS 技術を使った振動発電デバイスの開発	○村上修一・他	99
134. Fabrication of Piezoelectric MEMS Vibration Energy Harvester with Low Resonant Frequency	○村上修一・中出卓男・長瀧敬行 他	99
135. 強誘電体 MEMS 圧電型振動発電デバイスの開発	○村上修一・中出卓男・長瀧敬行 中嶋隆勝・他	100
136. BiFeO <sub>3</sub> 薄膜を用いた MEMS 振動発電素子の発電特性	村上修一・○他	100
137. 振動発電応用に向けた BeFeO <sub>3</sub> 薄膜の圧電特性の向上	村上修一・○他	100
138. 太陽電池についてー大阪の現状と産技研における研究開発につ いて	○櫻井芳昭	100
<b>【環境対応技術 ( 省エネルギー、生活環境等 )】</b>		
139. ポリカーボネートの劣化評価の検討	○岩崎和弥・小河 宏・吉岡弥生 奥村俊彦・陰地威史・浅尾 勝哉	100

140.	CPU クロック制御によるサーバのピークエネルギー消費削減の試み	○石島 悌・平松初珠・山東悠介 岩田晋弥	101
141.	ガス消費の著しい削減が可能な鋼の新しい CO ガス浸炭熱処理法	○水越朋之	101
142.	耐久性と省エネルギーを向上させた環境にやさしい金属熱処理法 — 厚い表面硬化層形成を実現するチタン合金の新しい熱処理法	○道山泰宏	101
143.	環境対応型工業用クロムめっきの開発	○森河 務・中出卓男・長瀧敬行	101
144.	スパッタ法による Cr-SiC 高温用歪抵抗薄膜の作製	○寛 芳治・佐藤和郎・他	101
145.	高温用圧力センサへの応用を目指した Cr-SiC 系歪抵抗薄膜の作製	○寛 芳治・佐藤和郎・松永 崇 日下忠興・他	101
146.	Development of CrSiC/Cr/CrSiC Three-Layered Strain Sensitive Films for High-Temperature Pressure Sensors	○寛 芳治・佐藤和郎・松永 崇 日下忠興・他	102
147.	Cr-SiC/Cr/Cr-SiC 高温用歪抵抗薄膜の作製	○寛 芳治・佐藤和郎・松永 崇 日下忠興・他	102
148.	EMC 評価・解析システムおよび雷サージ試験システムの講習会	○松本元一	102
149.	EMC 評価・解析システムおよび雷サージ試験システムの講習会	○田中健一郎・松本元一	102
150.	製品衝撃強さ試験のための統計分析手法についての検討	○中嶋隆勝	102
151.	製品衝撃強さ試験方法に関する概要説明および実演	○中嶋隆勝	103
152.	輸送包装関連の研究動向 — JPI・包装学会・IAPRI(国際包装研究機関連合) など—	○中嶋隆勝	103
153.	衝撃を受けた段積み貨物について — 固定方法の違い—	○高田利夫・津田和城	103
154.	人工気象室を利用した日射および風刺激が人体温冷感に与える影響に関する研究	山本貴則・平井 学・○他	103
155.	人体の顕熱損失特性計測	山本貴則・○他	103
156.	衣服の熱特性計測と人体—衣服—環境系の熱輸送モデルに関する研究	山本貴則・○他	103
157.	繊維製床敷物の摩耗指数 (Wear Index) に関する検討	山本貴則・○他	104
158.	緩衝設計に役立つクッションカーブの作成方法の紹介および実演	○津田和城	104
159.	蓄積疲労スペクトルを用いた振動評価法の提案	○津田和城・中嶋隆勝	104
160.	蓄積疲労スペクトルを用いた振動評価法の提案	○津田和城・中嶋隆勝	104
161.	尖度を考慮した非ガウス型ランダム振動生成法	○細山 亮・中嶋隆勝	104
162.	Effectiveness of Non-Gaussian Random Vibration Test and its Influence on Packaging	○細山 亮・中嶋隆勝・他	105
163.	企業における省エネ対策あれこれ	○村上義夫	105
164.	消臭材料の性能評価方法	○小河 宏	105
165.	印刷技術による低環境負荷型次世代白色有機 EL 照明素子の作製	○櫻井芳昭	105
166.	プリント技術による低環境負荷型次世代白色有機 EL 照明素子の作製	○櫻井芳昭	105
167.	サンプリングバッグを用いる消臭性能評価方法に関する検討	○喜多幸司	105
168.	ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) によるトラブル原因解析	○喜多幸司	106
169.	廃棄物処分場閉鎖時のキャッピングに用いるガス透過性防水シート	○西村正樹・赤井智幸	106
170.	ガス透過性防水シートの耐久性評価および接合部性能評価	○西村正樹・赤井智幸・他	106
171.	HDPE 製遮水シートにおける引張特性値の速度依存性	○西村正樹・赤井智幸	106

172. 「ガス透過性防水シートの震災廃棄物カバーシートとしての適用に関する研究」に向けて	○西村正樹	106
173. 蛍光 X 線を用いたダイズのセシウム蓄積部位の検討	陰地威史・喜多幸司・○他	106
174. リサイクル分野で利用可能な易剥離粘着剤の開発	○館 秀樹・井上陽太郎・山元和彦	107
175. 新規な刺激応答性易剥離粘着剤の開発	○館 秀樹・井上陽太郎・山元和彦	107
176. 新規な熱分解型易剥離粘着剤の開発	○館 秀樹・井上陽太郎・山元和彦	107
177. 新規な刺激応答性易剥離粘着剤の開発	○館 秀樹	107
178. 熱可逆反応性を利用した解体性接着剤の開発	○井上陽太郎・館 秀樹・山元和彦	107
179. フラン官能基を有するコポリマーとマレイミド誘導体との Diels-Alder 反応を利用した解体性接着剤の作製	○井上陽太郎・館 秀樹・山元和彦 櫻井芳昭	108
180. An Investigation about Disappearance of Hexavalent Chromium in Leather	稲次俊敬・吉川章江・倉田澄美 ○他	108
181. 廃棄コラーゲン繊維を利用したマイクロポーラスシリカの合成	○道志 智	108
182. コラーゲン繊維を鋳型として利用した繊維状マイクロポーラスシリカの合成	○道志 智	108
183. An approach to Save Electricity in Leather Manufacture	○汐崎久芳・他	108
<b>【生活支援型産業関連技術 ( 医療・介護用機器等 )】</b>		
184. 災害救援者教育用アプリケーションの開発	○平松初珠・石島 悌・片桐真子 他	108
185. レーザ積層造形法により作製したコバルトクロム合金の機械的特性に及ぼす窒素添加の影響	中本貴之・○他	109
186. レーザ積層造形法により作製したコバルトクロム合金の組織と機械的特性におよぼす造形雰囲気の影響	中本貴之・○他	109
187. Effect of Building Atmosphere on the Microstructure and Mechanical Properties of Co-Cr-Mo Alloy Fabricated by Selective Laser Melting Process	中本貴之・○他	109
188. レーザ積層造形法により作製したコバルトクロム合金の組織と機械的特性におよぼす造形雰囲気の影響	中本貴之・○他	109
189. レーザ積層造形法により作製した Co-Cr-Mo 合金の組織と機械的特性におよぼす造形雰囲気の影響	中本貴之・○他	109
190. レーザ積層造形法の歯科応用 - Co-Cr-Mo 合金の機械的特性と耐食性 -	中本貴之・○他	109
191. Microstructure and Mechanical Properties of Nitrogen-Containing Co-Cr-Mo Alloy Fabricated by Selective Laser Melting Process for Dental Applications	中本貴之・○他	109
192. 3 次元積層造形法を用いた生体用 CoCr 合金多孔体の作製	中本貴之・○他	110
193. 酸化クロム薄膜ひずみゲージを使用した触覚センサーアレイの簡便な製造方法	○寛 芳治・日下忠興・岡本昭夫 松永 崇・佐藤和郎・山元和彦 金岡祐介	110
194. 酸化クロム薄膜ひずみゲージを用いた柔軟な四軸触覚センサの開発	○松永 崇	110
195. 触覚センサ	○松永 崇	110
196. 酸化クロム薄膜ひずみゲージを用いた触覚センサシステムの開発	○松永 崇・金岡祐介・日下忠興	110
197. 触覚センサー及びその製造方法	○松永 崇	111

198.	三次元レーダー用超音波アレイセンサ	○金岡祐介	111
199.	やじろべえ式刈払機による草刈り作業負担の軽減に関する実験的検証	山本貴則・○他	111
200.	褥瘡予防寝具の圧縮特性と仰臥姿勢における圧力分布	○山本貴則・片桐真子・平井 学 木村裕和・他	111
201.	生体データから見る看護実践知の特徴 ―採血技術実施時の脳波および心拍数の分析から―	片桐真子・○他	111
202.	生体データから見る看護実践知の特徴 ―採血技術実施時の脳波および心拍数の分析から―	○片桐真子・他	111
203.	低 pH 法を用いたプラズマ液中殺菌とその分子生物学的メカニズム	○井川 聡・他	112
204.	プラズマの歯科治療応用 ―感染歯質の殺菌―	井川 聡・○他	112
205.	プラズマ処理水と低 pH 法を用いた先進的プラズマ殺菌消毒法	井川 聡・○他	112
206.	プラズマ医療の安全評価に向けた脂質酸化反応の検証	井川 聡・○他	112
207.	歯科ならび外科消毒を目指した低 pH 法とプラズマ処理水を用いた殺菌技術	井川 聡・○他	112
208.	殺菌・消毒のためのプラズマ処理水生成と保存	井川 聡・○他	113
209.	プラズマ処理水を用いた殺菌消毒法	井川 聡・○他	113
210.	大気圧プラズマにより液中に導入される活性酸素種	井川 聡・○他	113
211.	大気圧低温プラズマのう蝕感染象牙質に対する殺菌効果 ―ヒト抜去歯を用いた感染象牙質モデルでの検討―	井川 聡・○他	113
<b>【その他】</b>			
212.	化学分析によるトラブル原因解析	○浅澤英夫	113
213.	工業製品に関わるトラブル原因解析と防止策 ―繊維関連製品を中心として―	○浅澤英夫	113
214.	内蔵センサを活用した情報機器のスマートメータ化	○石島 悌・平松初珠・山東 悠介	114
215.	フェイスブックの利用方法とそのリスク	○新田 仁・平松初珠	114
216.	3次元成形機見学会	○中本貴之	114
217.	公設試における鋳造品の技術相談事例	○武村 守	114
218.	X線による残留応力と残留オーステナイトの測定	○小栗泰造	114
219.	SEM/EBSDによる結晶方位分布評価	○平田智丈・田中 努	114
220.	気化性さび止め性試験における前処理改善方法の検討	○左藤眞市	115
221.	金属腐食における清浄の重要性について	○左藤眞市	115
222.	大阪府立産業技術総合研究所の研究紹介	○寛 芳治・宇野真由美・村上修一 金岡祐介	115
223.	Android 端末によるネットワーク機器制御方法	○朴 忠植・北川貴弘	115
224.	Android 端末によるネットワーク機器制御事例	○朴 忠植・北川貴弘	115
225.	非破壊検査のためのミリ波合成開口イメージング	○田中健一郎・松本元一	115
226.	蛍光 X線分析によるトラブル原因解析	○菅井寛夫	116
227.	鉄が誘発した繊維製品トラブルに対する原因解析例	○陰地威史・浅澤英夫	116
228.	FT-IRによるトラブル原因解析	○陰地威史	116
229.	産技研における高分子材料の分析	○館 秀樹	116
230.	点分布解析による毛穴配列の定量評価方法の開発	○道志 智	116
231.	皮革毛皮製品の技術相談事例の紹介	○奥村 章・道志 智	116

## 【高付加価値製品を製造するための高度基盤技術】

- |                                      |                         |     |
|--------------------------------------|-------------------------|-----|
| 1. 異種両極性パルスによる焼結ダイヤモンドの放電加工          | ○南 久・渡邊幸司               | 118 |
| 2. ファイバーレーザ微細加工装置加工事例                | ○萩野秀樹・山口拓人・武村 守<br>四宮徳章 | 118 |
| 3. 加工発熱を利用した SUS304 板の深絞り成形          | ○四宮徳章                   | 118 |
| 4. Ni 基金属間化合物を利用した摩擦攪拌接合技術           | ○平田智丈・田中 努・他            | 118 |
| 5. 鉄鋼とアルミニウム合金を接合したテーラードブランクのプレス加工技術 | ○田中 努・平田智丈・白川信彦<br>四宮徳章 | 118 |
| 6. ガラスレンズ形成金型用表面処理コーティング膜            | ○三浦健一・他                 | 118 |
| 7. 小物部品のバレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理システム        | ○榮川元雄・上田順弘・他            | 119 |
| 8. ホール効果測定装置を用いた測定事例                 | ○寛 芳治・佐藤和郎・山田義春         | 119 |
| 9. 放電プラズマ焼結法による耐熱用 Ni 基金属間化合物の作製     | ○垣辻 篤                   | 119 |

## 【ナノテクノロジーによる新製造技術 ( 精密・微細加工等 )】

- |  |        |     |
|--|--------|-----|
| 10. 電界放射型電子プローブマイクロアナライザ (FE-EPMA) の分析事例           | ○水越朋之  | 119 |
| 11. フレキシブルな高性能 3 次元有機トランジスタ                        | ○宇野真由美 | 119 |
| 12. 球面収差補正機能付走査透過電子顕微鏡 (Cs-corrected STEM) による材料評価 | ○長谷川泰則 | 119 |

## 【新エネルギー関連技術 ( リチウム電池等、電池関連部品等 )】

- |                                |                 |     |
|--------------------------------|-----------------|-----|
| 13. 白金使用量を大幅に低減した水素製造用電極とその作製法 | ○中出卓男・西村 崇・森河 務 | 120 |
| 14. 電析法を用いた白金ナノ微粒子の形態制御        | ○西村 崇・中出卓男・森河 務 | 120 |
| 15. 圧電体薄膜を用いた振動発電 MEMS デバイス    | ○村上修一           | 120 |

## 【環境対応技術 ( 省エネルギー、生活環境等 )】

- |                              |                 |     |
|------------------------------|-----------------|-----|
| 16. 低密度相の晶出を利用した引け巣のない軽量鋳造材料 | ○松室光昭・武村 守・岡本 明 | 120 |
| 17. 製品衝撃強さ試験結果の統計的解析方法       | ○中嶋隆勝           | 120 |
| 18. ガス透過性防水シートを用いたキャッピング工法   | ○西村正樹・赤井智幸      | 120 |

## 【生活支援型産業関連技術 ( 医療・介護用機器等 )】

- |   |                                  |     |
|---|----------------------------------|-----|
| 19. 触覚センサー及びその製造方法                            | ○松永 崇                            | 121 |
| 20. 人の印象に考慮した気づきやすいサイン音のデザイン<br>面と生理面からのアプローチ | —心理<br>○片桐真子・山本貴則・平井 学<br>木村裕和・他 | 121 |

## 【その他】

- |                                   |            |     |
|-----------------------------------|------------|-----|
| 21. 製品内部の微細構造を観察！ — X 線 CT 撮影の紹介— | ○足立和俊・四宮徳章 | 121 |
| 22. 産技研における金属分析                   | ○岡本 明      | 121 |

## 【高付加価値製品を製造するための高度基盤技術】

1. 焼結ダイヤモンド工具の製作と微細複合加工への適用	○南 久・渡邊幸司	122
2. ファイバーレーザ微細加工装置によるステンレス鋼・アルミ合金の薄板溶接	○萩野秀樹・山口拓人・四宮徳章 武村 守	122
3. 電気援用切削による鉄系材料の超精密切削加工 – アルカリイオン水ミストによる仕上げ面性状の向上 –	○本田索郎・足立和俊・山口勝己 他	122
4. 放電/研削ハイブリッド加工の高精度化 – 机上形状計測に関する検討 –	○渡邊幸司・南 久・平松初珠 石島 悌	122
5. ファイバーレーザによる局所的な耐食性皮膜の形成	○山口拓人・萩野秀樹・他	122
6. 金型表面の粗さと表面処理が溶融樹脂流れにおよぼす影響の改良バーフロー法による評価	○吉川忠作・奥村俊彦	122
7. PP/無機フィラー複合材料の少量(100g程度)での材料開発	○奥村俊彦・吉川忠作	123
8. サーボプレスによるインパクト成形とその成形シミュレーション	○四宮徳章・白川信彦	123
9. レーザを用いた溶体化処理によるチタン合金の表面時効硬化とその摩耗特性	○道山泰宏	123
10. Ni 基金属間化合物を利用した摩擦攪拌接合技術	○平田智丈・田中 努・他	123
11. 鉄鋼とアルミニウム合金を接合したテーラードブランクのプレス加工技術	○田中 努・平田智丈・四宮徳章 白川信彦	123
12. SUS316L 溶射皮膜への低温プラズマ処理	○足立振一郎・上田順弘	123
13. プラズマ窒化・浸炭における後熱処理による耐食性向上	○榮川元雄・上田順弘	124
14. 熱処理による AIP-DLC 膜のマクロパーティクル除去	○小島淳平・三浦健一	124
15. めっき密着性の定量的評価方法の検討	○長瀧敬行・中出卓男・森河 務	124

## 【ナノテクノロジーによる新製造技術(精密・微細加工等)】

16. ポリイミドとカーボンナノチューブとの複合化技術の開発	○浅尾勝哉	124
17. ZnO-SnO <sub>2</sub> 系材料を用いた薄膜トランジスタの作製	○佐藤和郎・村上修一・寛 芳治	124
18. 圧電型 MEMS 超音波センサ構造の最適化	○田中恒久・他	124
19. 高性能なフレキシブル 3 次元有機トランジスタ	○宇野真由美・金岡祐介・他	124
20. ゲル微粒子の形態制御と複合化	○木本正樹	125
21. 金属触媒の担持を意図した微粒子の作製	○林 寛一・中島陽一	125
22. アルミニウム基高熱伝導複合材料に微量添加したカーボンナノチューブへの熱処理の効果	○垣辻 篤・他	125
23. 垂直配向カーボンナノチューブの形状制御の可能性	○渡辺義人・他	125
24. FIB/STEM を用いたセラミックス/ナノカーボン複合材の解析評価	○長谷川泰則	125
25. 酸化チタン配線の作製とその光触媒能評価	○日置垂也子	126

## 【新エネルギー関連技術(リチウム電池等、電池関連部品等)】

26. 燃料電池向け金属セパレータを想定した各種金属薄板のプレス成形	○白川信彦・四宮徳章	126
27. MEMS 技術を使った振動発電デバイスの開発	○村上修一・中出卓男・長瀧敬行 中嶋隆勝・他	126

**【環境対応技術 ( 省エネルギー、生活環境等 )】**

28. プラスチックの耐候性評価 ―屋外曝露試験と高照度キセノンウェザーメーター―	○岩崎和弥・吉岡弥生・小河 宏 奥村俊彦・陰地威史・浅尾勝哉	126
29. CPU クロック制御によるサーバのピークエネルギー消費削減の試み	○石島 悌・平松初珠・山東悠介 岩田晋弥	126
30. 積層構造を利用した高温用 Cr 系歪抵抗薄膜の作製	○笥 芳治・佐藤和郎・松永 崇 日下忠興・他	126
31. 植物工場用光源の光利用効率向上に向けた回折素子による配光制御	○山東悠介・石島 悌・大川裕蔵 岩田晋弥	127
32. 衝撃を受けた段積み貨物の損傷比較	○高田利夫	127
33. インテリアファブリティクス製品による省エネ効果に関する実験的検討	○山本貴則・山東悠介・平井 学 木村裕和・他	127
34. 蓄積疲労スペクトルを用いた実環境と等価な振動試験環境の再現	○津田和城・中嶋隆勝	127
35. 接触帯電特性測定装置の開発	○平井 学	127
36. 非ガウス型ランダム振動試験の有効性検証実験	○細山 亮・中嶋隆勝・他	127
37. 高分子用添加剤の HPLC・GC/MS による分析 (2)	○小河 宏・吉岡弥生・岩崎和弥 奥村俊彦・陰地威史・浅尾勝哉	128
38. バイオマス炭を用いた炭／油混焼技術の検討	○大山将央・井本泰造	128
39. 廃棄物処分場キャッピング用ガス透過性防水シート ―土中埋設時の湿潤状態におけるガス透過性―	○西村正樹・赤井智幸・他	128
40. 熱応答性易剥離粘着剤の開発	○館 秀樹・井上陽太郎・山元和彦	128
41. 可逆反応を利用した解体性接着剤の開発	○井上陽太郎・館 秀樹・山元和彦 櫻井芳昭	128

**【生活支援型産業関連技術 ( 医療・介護用機器等 )】**

42. 酸化クロム薄膜ひずみゲージを用いた触覚センサシステムの開発	○松永 崇・金岡祐介・日下忠興	128
43. 大気圧低温プラズマを利用した液中殺菌技術の開発	○井川 聡・他	129

**【その他】**

44. TV ゲーム用モーションキャプチャを用いた人型ロボットの制御	○井上幸二	129
45. 研究所の法人化を陰で支えた産技研 IT 部門の機動的取り組み	○新田 仁・石島 悌・平松初珠 中西 隆	129
46. 希土類元素間の ICP-AES における干渉影響	○塚原秀和	129
47. 金属分析の製品開発・トラブル品への適用事例	○岡本 明	129
48. インターネット上で操作できるグラフィックスの作成	○大川裕蔵	129
49. ミリ波による非破壊検査技術の開発	○田中健一郎・松本元一	129
50. 統計学的手法による各種動物革の毛穴分布状態の定量評価	○道志 智・奥村 章	130

産業財産権
-------

1. 衝撃強さ評価方法	133
2. 機能性ポリイミド微粒子の製造方法	133
3. 転倒防止装置およびこれを備えた自動販売機	133
4. 高熱伝導複合材料	133
5. 廃棄物被覆用のキャピングシート	133
6. 電磁波吸収装置及び吸収電磁波制御方法	133
7. 微細炭素繊維撚糸の製造装置及び製造方法	134
8. 高熱伝導性複合材料	134
9. 制振用樹脂材料，成形品，制振用硬化性樹脂組成物およびプリプレグ	134
10. 球状ポリマー微粒子被覆板状粉体およびそれを含有する化粧品	134
11. ポリアミド複合粒子，ポリアミド酸複合粒子及びポリイミド複合粒子並びにこれらの製造方法	134
12. 高熱伝導複合材料とその製造方法	135
13. 触媒構造体およびこれを用いたカーボンナノ構造体の製造方法	135
14. 微細炭素繊維糸の製造方法，該製造方法に用いる微細炭素繊維形成基板，及び，前記製造方法によって製造された微細炭素繊維糸	135
15. 高熱伝導性複合材料	135
16. 高熱伝導複合材料	135
17. 炭素系微細構造物群，炭素系微細構造物の集合体，その利用およびその製造方法	136

(○印は講演者，〔他〕は職員以外の共同研究者)



## 技術報告及び技術論文概要

### 【技術報告】

#### 褥瘡予防寝具における人体仙骨部の接触圧と皮膚組織血流量

山本貴則 平井 学 片桐真子  
木村裕和 西嶋茂宏

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。そのために、褥瘡予防の観点からは、寝具により身体に加わる集中的な応力(接触圧)と皮下の微小循環(皮膚組織血流量)との関係性を明確にした上で、接触圧の低減化や持続的圧迫の断絶により皮膚組織血流量の確保を図ることが極めて重要と考えられる。そこで、褥瘡の最好発部位である仙骨部に注目し、高齢被験者が褥瘡予防寝具に仰臥したときの仙骨部接触圧と組織血流量を同時に計測するとともに被験者の身体的特徴との関係について検討した。その結果、仙骨部における接触圧が低い試料では、皮膚組織血流量が増加する傾向がみられた。また、被験者の身体的特徴と仙骨部の接触圧との関係を検討したところ、仙骨部における接触圧は女性被験者に比べて男性被験者において大きい値を示した。一方、皮膚組織血流量では男性被験者に比べて女性被験者において高い値を示す傾向があった。すなわち、皮下脂肪などの軟部組織が少ない被験者においては、仙骨部における接触圧が高く皮膚組織血流量が低い値を示すことから、被験者の体脂肪率や皮下脂肪率などの皮下軟部組織量の違いが影響を及ぼしているものと考えられる。以上の結果より、褥瘡予防寝具の性能を評価するために、仙骨部の接触圧ならびに皮膚組織血流量を同時に測定することは有効である。

#### ワンチップマイコンを用いた福祉機器の開発

北川貴弘 朴 忠植 谷口正志

半導体の高速化・高機能化は留まることなく進展しており、ワンチップマイコンもその例外ではない。それにも関わらず従来のものと価格はほとんど変わっておらず、導入の敷居は高くなっていない。そのため、処理能力やコストの点でマイコンでは実現が難しかった機器への適用が図れるようになっており、特に機器を開発する際の試作機製作には大きな効果を発揮している。このような情勢の中、従来とは異なる考え方に基づく電動義手を共同開発する機会を得た。この電動義手は、操作するために人体の筋あるいは腱と物理的に接続してその収縮量および収縮力を計測することで義手を動作させつつ、義手の開閉度合いと把持力を計測して筋あるいは腱を通じて人体にその結果をフィードバックする、双方向性を有することを特徴としている。本報告では、この電動義手の開発過程で製作した計測・制御システムおよびこの開発のために専用に製作した評価装置を対象として、ワンチップマイコンを用いた機器の開発事例を紹介する。

## トラブル解析における微小・微量異物のサンプリング方法とその分析例

菅井實夫

各種製品に異物が付着、混入するトラブルは、製造、管理、搬送、または消費など様々な過程で生じる。例えば、製品の製造や管理過程で発生したトラブルについては、生産方法や管理体制の見直しを行うことにより、また、搬送過程で生じたトラブルは、搬送方法を変更、改善することで、トラブルの再発防止が図れる。さらに、製品の消費過程で発生するトラブルについては、わかり易いデメリット表示を施すことが、トラブル発生の低減につながる。上述の様々な過程で発生したトラブルの解析においては、フーリエ変換赤外分光分析装置とエネルギー分散型蛍光X線分析装置などにより、重要な知見を得ることができる。特に、トラブル品に含まれる異物が、微小あるいは微量な場合、これらの装置を用いて分析を行うには、異物のサンプリング方法を工夫する必要がある。本技術報告では、トラブル品に含まれる微小あるいは微量異物の分析に関して、これまでに蓄積したサンプリング方法とその分析例を詳しく述べる。

(参考)デメリット表示：商品の性質上あるいは技術的な限界から、消費者にデメリットを与える場合、これを事前に消費者に知らせるもの。

## SUS316L 溶射皮膜の低温プラズマ処理

足立振一郎 上田順弘

オーステナイト系ステンレス鋼溶射皮膜は普通鋼の耐腐食コーティング皮膜として、化学プラントなどの機械部品に適用されている。また、損耗や欠損した機械部品の肉盛り補修などにもよく使用されている。オーステナイト系ステンレス鋼溶射皮膜の表面硬さはビッカース硬さ約 300 HV 程度しかなく、厳しい摩耗環境下において長期間に亘り使用することは困難である。オーステナイト系ステンレス鋼の表面硬化法としては、例えば、773 K 以下の温度で浸炭処理をする低温浸炭処理がある。炭素を過飽和に固溶した拡張オーステナイト (S 相) を表面に形成して硬化する方法であり、従来の浸炭処理で生じるクロム炭化物の生成による固溶クロム量の減少に伴う耐腐食性の低下を抑制することができる。本研究ではプラズマ溶射した SUS316L 溶射皮膜に低温プラズマ浸炭処理を行い、S 相の形成条件の検討、S 相の形成による耐摩耗性の改善および耐腐食性の評価を行った。その結果、SUS316L 溶射皮膜は SUS316L 鋼材と同程度の膜厚の S 相を形成できた。また、耐摩耗性は 100 倍程度の向上が認められたので報告する。

## 【技術論文】

インパクト成形における寸法精度向上のための  
サーボプレススライドモーションの検討

四宮徳章 白川信彦

インパクト成形は、バルク状の素材から深い薄肉容器を一工程で成形できる加工法であり、近年、リチウムイオン電池などの電池筐体の加工において注目を集めている。深い薄肉容器を加工する場合に多工程を要する深絞り成形に比べて、衝撃押出し成形は高効率の製造ができる、残留応力が小さいなどの長所を有するが、寸法精度が低いなどの課題がある。本報では、サーボプレス特有のスライドモーションを活用することにより、インパクト成形の寸法精度向上を試みた。スライドモーションとしては、高速、低速のモーションに加え、成形途中で減速するモーションと成形途中で停止するモーションを設定し、A1070の円筒形状のカップをそれぞれ成形した。成形したカップの内径・外径を測定したところ、成形途中で減速したモーションの寸法精度が高いことがわかった。また、鍛造シミュレータにより成形中の温度を算出したところ、成形途中で減速したモーションでは、成形中の素材温度はほぼ一定であることがわかった。このことから、スライドモーションにより成形中の素材温度を制御できれば、寸法精度の向上を達成できることが明らかになった。

## グラフト化スチレンブロック共重合体の分子量評価

山元和彦

熱可塑性エラストマーであるスチレン-イソプレン-スチレンブロック共重合体(SIS)は、粘着付与剤の添加により粘着剤として利用されている。SISは物理的架橋を形成するハードセグメントであるポリスチレン相とソフトセグメントであるポリイソプレン相がマイクロ相分離構造をとるため粘着特性の一つである高い保持力を示す。高分子材料の改質の手段として用いられているグラフト重合法を利用して、SISに対し粘着性を有するメタクリル酸ラウリル(LMA)モノマーのグラフト重合を行い、粘着付与剤を添加しない一成分系の新しい粘着剤の開発を試みた。SISへLMAをグラフト重合することで得られたグラフト重合体について、光散乱検出器、粘度検出器、屈折検出器の3種類の検出器を備えたゲル浸透クロマトグラフィ(GPC)を用いて、分子量測定を行い、グラフト重合体の分子量評価を行った。その結果、LMAのグラフト率が高くなるに従い、グラフト重合体の分子鎖の広がりを表す回転半径が小さくなり、よりコンパクトな構造を形成していることがわかった。

## カーボンナノコイルを活用した新規セラミックス基複合材料の開発

長谷川泰則 垣辻 篤 久米秀樹  
野坂俊紀

カーボンナノコイル (CNC) は、CNT と同様に高い導電性を持つことに加え、特異なコイル形状ゆえに強靱なバネとしての機械的特性、電磁波に活性など優れた性質を持ち、制振材や電磁波吸収材など幅広い分野への応用が期待されている。中でも電磁波吸収体への応用では、これまでの市販品にはない高周波広帯域での良好な吸収特性が見出されており、次世代材料として有望視されている。しかし、これらの多くは樹脂等の高分子材料との複合化によるものであり、セラミックスとの複合化に関する報告はほとんどない。本研究では、CNC とセラミックスとの融合による新規セラミックス基複合材の開発を目指した。具体的には、CNC と複合化するセラミックスとしてアルミナを選択し、スラリー混合法による分散混合ののち、放電プラズマ焼結法により焼結体を作製した。得られた焼結体に対し、各種評価 ( 機械的・電気的性質等 ) を行うことで、CNC がアルミナの物性に及ぼす効果について検討した。

# 技 術 報 告



# 褥瘡予防寝具における仙骨部の接触圧と 皮膚組織血流量

## *Examination for Contact Pressure and Tissue Blood Flow in the Sacral Skin of Elderly Adults in Bedsore Prevention Mattresse*

山本 貴則\* 片桐 真子\* 平井 学\*  
Takanori Yamamoto Mako Katagiri Manabu Hirai  
木村 裕和\*\* 西嶋 茂宏\*\*\*  
Hirokazu Kimura Shigehiro Nishijima

(2013年6月20日 受理)

キーワード：褥瘡予防寝具，接触圧，皮膚組織血流量

### 1. はじめに

わが国は超高齢社会に突入しており、2010年の国勢調査によると日本の高齢化率は23.1%を示している<sup>1)</sup>。高齢化の進行にともない、2025年には何らかの介護が必要な高齢者は530万人に及び、寝たきりやそれに近い状態の要介護者数は230万に及ぶと考えられている<sup>2)</sup>。また、寝たきりやそれに近い状態の高齢者に頻発する褥瘡も深刻な問題となっており、近年では医学・看護学などの面から様々な検討がなされている。2002年には厚生労働省が医療機関等に対し褥瘡対策未実施減算制度を導入するなど、行政面からの対策も図られている。

医学的には褥瘡は人体局所の持続的圧迫による虚血性の皮膚壊死と定義されている<sup>3)</sup>。褥瘡の発症要因には罹患者の体形、体力、栄養状態、清潔さ、浮腫なども指摘されており、体形的には「るいそう」などの痩せ型に罹患者が多いこともよく知られている<sup>4)</sup>。また、褥瘡は仙骨部や大転子部、踵骨など人体のごく限

られた部位で発症することが報告されている<sup>4,5)</sup>。これらの好発部位はいずれも皮下脂肪などの軟部組織が少なく骨形状が比較的突起しているなどの共通点がみられる。特に、寝たきりやそれに近い状態の高齢褥瘡罹患者には仙骨部における褥瘡の発症率が圧倒的に多く、医療現場からの報告例では、褥瘡発症数の約50%から約80%が仙骨部に集中している<sup>6-10)</sup>。すなわち、仙骨部において発症する褥瘡予防の観点からは、寝具により仙骨部に加わる集中的な応力(接触圧)と皮下の微小循環(皮膚組織血流量)との関係性を明確にした上で、接触圧の低減化や持続的圧迫の断絶により皮膚組織血流量の確保を図ることが極めて重要と考えられる。

これまでも圧力分散や減圧効果を考慮した褥瘡予防寝具や関連製品が研究開発されている。オーストラリアにおいてはシープスキンが褥瘡予防寝具として有効であるとされており、医療用品認定規格も整備されている<sup>11)</sup>。しかし、寝具から仙骨部に加わる接触圧と皮膚組織血流量を同時に直接計測した例や褥瘡発症と罹患者の身体的特徴との関連性に関する研究例はまだ少ない<sup>12,13)</sup>。そこで、褥瘡の好発部位である仙骨部に注目し、高齢被験者が褥瘡予防寝具に仰臥したときの仙骨部接触圧と組織血流量を同時に計測するととも

\* 製品信頼性科

\*\* 顧客サービス室 顧客サービス課(現 信州大学繊維学部)

\*\*\* 大阪大学大学院工学研究科

に被験者の身体的特徴との関係について検討した。

## 2. 倫理的配慮

被験者による実験は、地方独立行政法人大阪府立産業技術総合研究所の「人を対象とする研究に関する倫理ガイドライン」に基づき届け出を行い、承認を得て実施した。なお、各被験者には実験の内容に関する十分なインフォームドコンセントを行い、合意を得た上で実験を行った。

## 3. 実験方法

図1には、試料として用いた褥瘡予防寝具の外観を示した。「ベースマットレス」は、被験者実験に寝台として利用した市販の介護用ギャッチベッドに附属されたマットレス(パラマウントベッド社製プレグラーマットレス KE-553)である。「シープスキン」は、ベースマットレスにシープスキンを直接重ね敷いて用いたものである。「ウレタンマットレス」は、市販されている静止型の褥瘡予防用のウレタンマットレスを用いた。「オーバーレイ」は、ウレタンマットレスにシープスキンを重ね敷いて用いたものである。

各試料における被験者の仙骨部接触圧および組織血流量の測定には、図2に示した接触圧・血流センサー(エイ・エム・アイテクノ社製 A0010T)を用いた。接触圧・血流センサーは、接触圧測定装置(エイ・エ

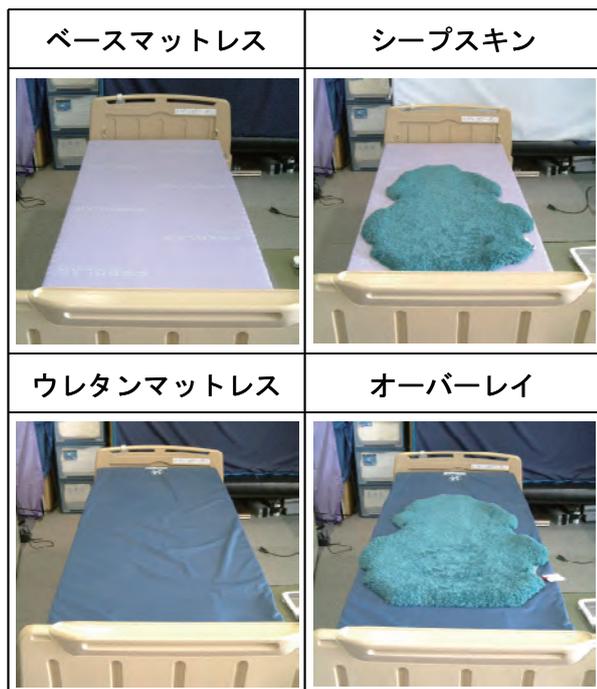


図1 試料とした褥瘡予防寝具

ム・アイテクノ社製 AMI3037-10)ならびにレーザードップラー組織血流計(オメガウェーブ社製 OMEGA FLOW FLO-C1)に接続し、接触圧と皮膚組織血流量を非侵襲で同時に測定した。

本実験における被験者は、高齢者16名(男性8名、女性8名、平均年齢は71.1歳)である。表1には、被験者の身体的特徴の平均値および性別間の有意差を示した。なお、体重、Body Mass Index(BMI)、体脂肪率および皮下脂肪率は、体重体組成計(オムロン社製 HBF-362)を用いて計測した。各項目についてt検定を行った結果、体脂肪率ならびに皮下脂肪率は男性被験者に比べて女性被験者で有意に高かった( $p<0.05$ )。測定は、介護用のパジャマ(素材:綿100%)を着用して行った。接触圧・血流センサーを被験者の仙骨部に貼付し、その後被験者は試料上に仰臥姿勢で静止状態を維持した。

各試料における仙骨部の接触圧ならびに皮膚組織血流量は、体動をしない仰臥姿勢の状態でも60分間測定した。なお、入床直後ならびに測定終了前における被験者の体動を考慮して、測定開始直後からの15分間と測定終了前の15分間を除いた30分間の測定値をデータとして採取し、平均値を求めた。測定は、温湿度 $23\pm 3$  °C、 $50\pm 5$  %RHに調整した実験室内で実施した。

レーザードップラー組織血流計



- ・レーザー光照射ファイバー
- ・レーザー光受光ファイバー
- ・エア圧チューブ

図2 測定装置の概要

表1 被験者の身体的特徴の平均値

	年齢(歳)	体重(kg)	BMI	体脂肪率(%)	皮下脂肪率(%)
男性	74.0	56.4	21.5	25.0	16.8
女性	68.3	58.7	25.2	35.4*	30.2*
平均	71.1	57.5	23.3	30.2	23.5

\*:p<0.05

### 4. 結果

図3には各被験者から得られた仙骨部の接触圧を男性被験者、女性被験者および全被験者別に求めた平均値を示した。また、各試料について男性被験者、女性被験者および全被験者の標準偏差(±σ)をエラーバーで示した。各試料における全被験者の平均接触圧は、ベースマットレスが最も高い値を示し、シープスキンを用いることにより低下した。また、体圧を分散させることにより接触圧を低減させるといわれているウレタンマットレスを用いた試料(ウレタンマットレスとオーバーレイ)では、全被験者の平均接触圧は大きく低減し、ベースマットレスに比べて約60%の減少率を示した。各試料間における全被験者の平均接触圧について、多重比較による有意差検定(クラスカル・ウォリス(Kruskal-Wallis)検定)を行った結果、ベースマットレスの平均接触圧とウレタンマットレスおよびオーバーレイの平均接触圧との間、ならびにシープスキンとウレタンマットレスおよびオーバーレイの平均接触圧との間に有意差が認められた(p<0.01)。

つぎに各試料における男性被験者と女性被験者の平均接触圧を比較したところ、ベースマットレスでは女性被験者に比べて男性被験者の平均接触圧が高く、また被験者間の差も大きくなった。一方、ウレタンマッ

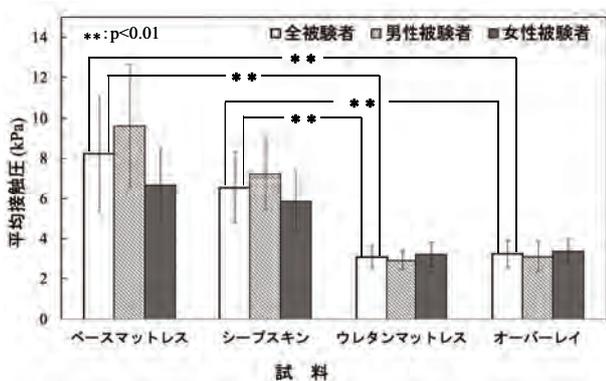


図3 各試料における仙骨部の平均接触圧

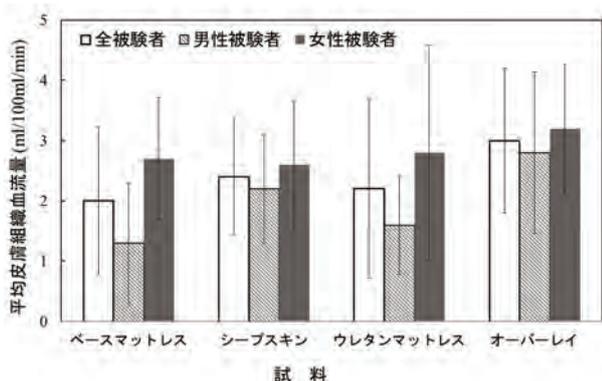


図4 各試料における仙骨部の平均皮膚組織血流量

トレスとオーバーレイでは、男性被験者と女性被験者の平均接触圧がほぼ同じ値を示し、被験者間による差も小さくなった。すなわち、ウレタンマットレスを用いることにより、仙骨部の接触圧がほぼ一定の値を示すものと考えられる。

図4には、各被験者から得られた皮膚組織血流量を男性被験者、女性被験者および全被験者別に平均した結果を示した。また、各試料について標準偏差(±σ)も示した。

各試料における全被験者の平均皮膚組織血流量について平均接触圧と同様に多重比較による有意差検定(クラスカル・ウォリス(Kruskal-Wallis)検定)を行った結果、試料間には有意差がみられなかった。しかし、平均皮膚組織血流量はベースマットレス、ウレタンマットレス、シープスキン、オーバーレイの順に多くなる傾向がみられた。また、シープスキンおよびオーバーレイを使用したときの平均皮膚組織血流量は、ウレタンマットレスに比べて男性被験者では8名中7名、女性被験者では8名中5名で増加した。特に、オーバーレイの場合には、多くの被験者において皮膚組織血流量が著しく増加した。これらの結果は、シープスキンとウレタンマットレスのような静止型の褥瘡予防寝具を併用した場合に皮膚組織血流量が増加する先行研究の結果と一致した<sup>14,15)</sup>。すなわち、シープスキンを用いることによる被験者の肩甲骨部付近から両脚膝部付近にかけての寝具の硬さや被験者全身のアライメント変化<sup>13)</sup>、あるいはシープスキンを構成する羊毛繊維の構造<sup>15)</sup>などが影響しているものと考えられる。

男性被験者と女性被験者による平均皮膚組織血流量を比較したところ、男性被験者に比べて女性被験者で高い値を示した。そこで、高齢被験者の身体的特徴と仙骨部接触圧および組織血流量との関係について検討した。

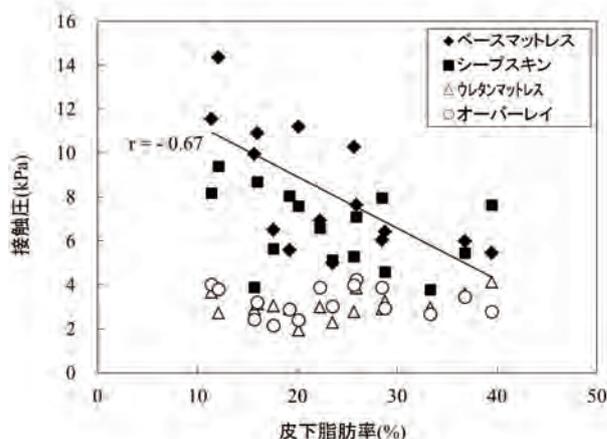


図5 被験者の皮下脂肪率と仙骨部の接触圧の関係

図5には全被験者の皮下脂肪率と仙骨部における接触圧との関係を示した。ベースマットレスにおいて、皮下脂肪率が大きい被験者では仙骨部の接触圧が小さくなる傾向がみられた。また、被験者の皮下脂肪率と仙骨部の接触圧との関係には、やや相関性が認められた(相関係数 $-0.67$ )。なお、図中には最小二乗法により求めた回帰直線を示した。

一方、ウレタンマットレスおよびオーバーレイにおける仙骨部の接触圧は約 $2.0$  kPaから約 $4.0$  kPaの比較的狭い範囲に分布していた。男性被験者と女性被験者の皮下脂肪率を比較したところ、女性被験者は約 $22\%$ 以上、男性被験者はそれ以下に分布しており、表1に示したように女性被験者の方が男性被験者より有意に皮下脂肪率が高い。特にベースマットレスでは女性被験者に比べて男性被験者の平均接触圧が高くなったことから、使用した寝具によっては皮下脂肪率が低い被験者ほど大きな接触圧を受けるものと考えられる。また、皮下脂肪率が $10\%$ 台の2名の被験者においては、ウレタンマットレスを使用した試料(ウレタンマットレスとオーバーレイ)ではベースマットレスに比べて仙骨部の接触圧が約 $80\%$ も低下した。すなわち、皮下脂肪などの軟部組織が少ない被験者においては、ウレタンマットレスのような褥瘡予防寝具を使用することによる減圧効果がより顕著に発現するものと推察される。

図6には、全被験者の皮下脂肪率と皮膚組織血流量との関係を示した。全体にバラツキが大きく、両者の関係性がみられない。しかし、男性被験者に注目すると、ベースマットレスにおいて皮下脂肪率の低い( $22\%$ 以下)男性被験者では皮膚組織血流量が少ない傾向がみられた。また、男性被験者の皮下脂肪率と皮膚組織血流量との間には、やや相関がみられた(相関係数

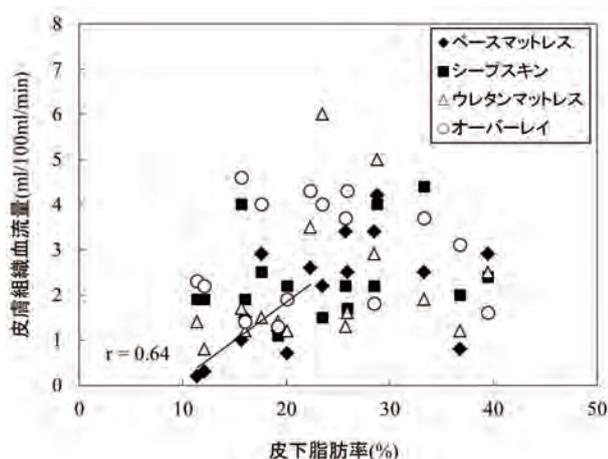


図6 被験者の皮下脂肪率と仙骨部の皮膚組織血流量の関係

$0.64$ )。なお、図中には最少二乗法により求めた回帰直線を示した。一般的に、褥瘡発症にとって脂肪組織量が貧弱な「るいそう」も大きな危険因子の一つであり<sup>4)</sup>、それらの結果とも一致すると考えられる。すなわち、ベースマットレスの使用時においては、皮下脂肪率の低い被験者ほど大きな圧迫力を寝具から仙骨部に受けており、この強い圧迫力により皮下微小循環系が圧迫され、皮膚組織血流量が低下しているものと考えられる<sup>17)</sup>。また、仙骨部の接触圧を低減させることを目的としてウレタンマットレスやオーバーレイのような寝具を使用することは、皮下脂肪率の低い男性被験者において大きな効果が期待できるものであり、皮膚組織血流量を確保する観点からはウレタンマットレスとシープスキンの併用が有効であると考えられる。

## 5. おわりに

褥瘡の最好発部位である仙骨部に注目し、高齢者を被験者として褥瘡予防寝具に静止仰臥したときに仙骨部に加わる接触圧と皮膚組織血流量を同時に計測するとともに被験者の身体的特徴との関係について検討した。その結果、仙骨部の接触圧はベースマットレスで高く、ウレタンマットレスとオーバーレイはほぼ同じレベルであった。また、ベースマットレスの使用時においては、女性被験者に比べて男性被験者においてより大きな仙骨部の接触圧を示しており、体脂肪率や皮下脂肪率などの皮下軟部組織量の違いが影響を及ぼしているものと考えられる。一方、皮膚組織血流量はベースマットレス、ウレタンマットレス、オーバーレイの順に増加する傾向がみられた。また、男性被験者に比べて女性被験者において高い値を示す傾向があった。さらに、被験者の身体的特徴と仙骨部の接触圧および皮膚組織血流量との関係性について検討したところ、特にベースマットレスを使用したときには、皮下脂肪などの軟部組織が少ない被験者においては仙骨部に大きな圧迫力を受けているために、皮膚組織血流量が低下しているものと考えられる。

以上の結果より、褥瘡予防寝具の性能を評価するために、仙骨部の接触圧ならびに皮膚組織血流量を同時に測定することは有効である。

## 謝辞

本実験を進めるにあたり、高齢被験者の手配をくださいました和泉市シルバー人材派遣センターの関係各

位ならびに被験者実験に快くご協力くださいました和泉市シルバー人材派遣センター登録者の皆様に心より感謝申し上げます。

### 参考文献

- 1) 内閣府：高齢化の状況，平成23年度高齢社会白書，印刷通販(2011) 2.
- 2) 鈴木東義：ヘルスケア用機能性合成繊維，日本繊維機械学会誌，**54** (2001) 277.
- 3) 宮地良樹，石川 治：褥瘡の基礎知識 実地医家のための褥瘡ケアハンドブック，医薬ジャーナル(2001) 6.
- 4) 村木良一：褥瘡の基礎知識 在宅褥瘡対応マニュアル，日本医事新報(2003) 11.
- 5) 長谷田泰男，福田智恵子，山下美智子，関 千春：日本褥瘡学会誌，**11** (2009) 549.
- 6) 日本褥瘡学会：褥瘡予防・管理ガイドライン，日本褥瘡学会(2009) 7.
- 7) 井上 歩，須釜淳子，真田弘美，紺家千津子，大桑麻由美，松尾淳子：日本褥瘡学会誌，**11** (2009) 520.
- 8) 阿曾洋子，井上多鶴子，塚田邦夫，矢口美恵子，伊藤美智子，岡本泰岳，真田弘美，竹田和博，沼田美幸，宮嶋正子，大浦武彦：日本褥瘡学会誌，**9** (2007) 546.
- 9) 当山拓也，平林慎一，館 正弘，米原啓之，辻 晋作，渡辺裕美：日本褥瘡学会誌，**6** (2004) 180.
- 10) 黒木ひろみ，渡邊千登世，南 由起子，寺田麻子，佐藤 忍，操 華子，奥 裕美：日本褥瘡学会誌，**6** (2004) 320.
- 11) Australian Standard TM AS4480.1. Textiles for Health Care Facilities and Institutions – Medical Sheepskins Part1: Product Specification and Testing (1998).
- 12) 大浦武彦：褥瘡のケア・治療はこう進める 褥瘡のトータルケア，メディカルトリビューン(2003) 32.
- 13) Y. Akiyama, Y. Yamamoto, Y. Doi, Y. Izumi, S. Nishijima, H. Kimura: J. Medicine and Biology, **81** (2008) 33.
- 14) 木村裕和，井上裕美子，片桐真子，山本貴則：大阪府立産業技術総合研究所報告，No.19 (2005) 33.
- 15) 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：J. Textile Engineering, **55** (2009) 61.
- 16) 木村裕和ほか，日本生理人類学会誌，**17**, 13 (2012) 125.
- 17) 林紘三郎：バイオメカニクス，コロナ(2005) 131.



# ワンチップマイコンを用いた福祉機器の開発

## *Development of Assistive Technology Using One-Chip Microcontroller*

北川 貴弘\* 朴 忠植\* 谷口 正志\*\*  
Takahiro Kitagawa Choong Sik Park Masashi Taniguchi

(2013年7月1日 受理)

キーワード：ワンチップマイコン、マイクロコントローラ、計測、制御、福祉機器

### 1. はじめに

ワンチップマイコンは、CPU、メモリ、入出力装置をワンチップに納めたICで、多くの家庭電化製品や自動車に使用されている。半導体の高速化・高機能化は留まることなく進展しており、ワンチップマイコンもその例外ではない。上位機種になると、データ処理幅が32 bitで処理速度が40 MIPSという高速処理が可能であったり、従来からの汎用入出力やアナログ・デジタル(A/D)変換機能、シリアル通信機能に加えて、モータ制御などでよく用いられるパルス幅変調制御(PWM)やロータリーエンコーダの出力信号を処理する直交エンコーダカウンタインターフェース(QEI)といったメカトロニクス分野でよく使用される機能や、USB(ホスト機能含む)やEthernetなどの通信機能を内蔵しているものまで出てきた。

それにも関わらず従来のワンチップマイコンと価格はほとんど変わっておらず、導入の敷居は高くなっていない。プログラムを開発する環境も無料で使えるものが多く、その上、研究・試作開発用途であればプログラムをマイコンに書き込むための機器も非常に安価に提供されている。

これらのことから、従来のワンチップマイコンでは処理能力が不足したりコストの点で実現が難しかった機器への適用が可能となってきており、特に機器を開発する際の試作機製作に大きな効果を発揮している。

これまで筆者らは、点字時計や歩行支援車など福祉機器の開発に取り組んできた<sup>1-3)</sup>が、従来とは異なる考え方の電動義手を共同で開発する機会を得た<sup>4)</sup>。これまでの電動義手は、腕に筋電センサを貼り付けて腕の表面電位を測定することで操作者の意図を読み取って開閉動作を行っている。今回開発する電動義手は、操作者の筋あるいは腱と電動義手を物理的に接続することで操作者の意図を読み取るとともに、接続している筋あるいは腱を通じて動作結果をフィードバックする双方向性を有することを特徴としたものである。

本稿では、この電動義手の開発過程で製作した計測・制御システムおよびこの開発のために専用に製作した評価装置を事例として、ワンチップマイコンを用いて計測・制御システムを開発することの有効性について報告する。

### 2. ワンチップマイコン

#### 2.1 ワンチップマイコンの特徴

ワンチップマイコンとは、ひとつのICチップ上にプログラムを実行するCPU(Central Processing Unit: 中央処理装置)、プログラムを格納するROM(Read Only Memory: 読み出し専用の記憶装置)、データを保存するRAM(Random Access Memory: 読み書き可能な記憶装置)、入出力装置を備えたマイクロコンピュータの一種である。多くのワンチップマイコンは、パーソナルコンピュータなどに使用されている汎用的なマイクロプロセッサとは異なり、電子機器の制御に適した仕

\* 制御・電子材料科

\*\* 顧客サービス室 顧客サービス課

様となっている。このようにワンチップマイコンは、マイクロコンピュータの中でも数値演算などの汎用的な処理を目的とするのではなく、外部機器を制御(コントロール)することを目的としていることから、ワンチップマイコンの「マイコン」は、マイクロコントローラとも呼ばれている。

ワンチップマイコンを使用するメリットとして、システムを小型化できることやコスト面での優位性が挙げられる。例えばデジタル回路を設計する場合、単一の論理演算機能しか持たない汎用的なロジック IC では、処理内容に応じて多種類の IC を組み合わせなければならず複数の部品が必要となることが多い。一方、ワンチップマイコンであれば多様な論理演算をプログラムで実現できるため一個で同様の内容を処理することが可能となる。このような部品点数の削減は、システムの小型化やコスト面で大いに効果を発揮する。またこの他にも、処理内容をプログラムで実現しているため、回路を変更しなくともプログラムの変更のみで動作を変更でき、システムの修正や機能強化にかかるコストの面でも効果を発揮している。

一方でデメリットもある。最も大きな点として拡張性に乏しいことが挙げられる。必要となる入出力数が搭載されている数を超えた場合、ワンチップマイコンに入出力を追加して対処することは基本的にできず、入出力数の多いものに置き換えなければならない。その場合は基板そのものを作り直すことになり影響が大きい。

この他に選定が難しいということがある。ワンチップマイコンは外部機器の制御を目的としているため豊富な機能が必要となるが、それらを全て搭載するとサイズの大型化と高コスト化を招き、メリットを潰してしまう。そのため用途に合わせて機能が搭載されることになり、同じ外形でも機能が異なるものが多くラインナップされるようになる。さらに ROM や RAM の容量が異なったものが並ぶことが多く、初心者にはどの型番を選択すればよいかを悩むことが起こっている。

## 2.2 ワンチップマイコンの種類

ワンチップマイコンは多数のメーカーから販売されているため、種類が非常に多い。ワンチップマイコンを使う対象を試作機の開発用途とする場合は、データシートのみならず分かりやすい資料が入手できるなど多くの情報が得られることが重要である。その上で少量での購入が可能であり、更に基板に実装しやすい DIP(Dual In-Line Package) であることが望ましい。さらに開発用ソフトウェアや書き込み器など、開発に必要な機材が無料あるいは低価格で入手できれば、より導入しやすくなる。

この観点から、適当と思われるワンチップマイコンを主な特徴を付記して表 1 に示す。この中で Microchip Technology の PIC シリーズや Atmel Corporation の AVR シリーズは、国内では個人のホビー用途として広まったためにインターネット上に多くの情報がある。ただし、これらには十分な検証がなされていない

表 1 主なワンチップマイコン

メーカー	主な特徴	主な製品群 (データ幅ごと)		
		8bit	16bit	32bit
Microchip Technology	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ RISC 風な構造 (32bit の製品は RISC)</li> <li>・ 8bit 製品は内部構造が複雑なため、アセンブラでのプログラミングには経験が必要</li> <li>・ パッケージに DIP タイプがある</li> <li>・ 種類が非常に多い</li> <li>・ 日本語の参考書が豊富</li> </ul>	PIC10F PIC12F PIC16F PIC18F	PIC24F PIC24H dsPIC30F dsPIC33F	PIC32
Atmel Corporation	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ RISC 構造 (8bit の製品は同一クロックの場合 PIC よりも処理速度が速い)</li> <li>・ PIC より内部構造が単純なため、アセンブラでのプログラミングが容易</li> <li>・ パッケージに DIP タイプがある</li> <li>・ 日本語の参考書が増えてきている</li> </ul>	AVR	—	AVR32
ルネサスエレクトロニクス	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 8bit、16bit は CISC、32bit は RISC 構造</li> <li>・ 基本的にフラットパッケージだが、あらかじめ基板に実装している商品もある</li> <li>・ 資料、参考書が多い</li> </ul>	78K H8	H8 R8 M16C	SuperH M32R V850

RISC(Reduced Instruction Set Computer) : 単純な処理を行う命令しかないが一回の処理を高速に実行できる構造の CPU

CISC(Complex Instruction set Computer) : RISC より一回の処理速度は遅いが複雑な処理を行う命令がある構造の CPU

ものも多く、精度や信頼性、耐久性の面からそのままの使用には適さないが、参考資料として有用なものも多い。

**2.3 ワンチップマイコン "PIC" の主な機能**

多くのワンチップマイコンの中で、筆者らは Microchip Technology の PIC シリーズを主に使用している。PIC シリーズに搭載されている主なハードウェア機能を表 2 に示す。ただし、型番によって搭載されている機能は異なるので選定の際には注意が必要である。

**2.4 "PIC" のシステム開発環境**

PIC を用いたシステム開発に必要な機材を図 1 に示す。PIC の開発のためだけに必要となるのは開発用ソフトウェアとプログラムライターで、そのうち開発用ソフトウェアは一定期間経過後に機能制限がかかるものの無償で使用可能なものがメーカーから出されている。なお、機能制限と言ってもプログラムの最適化がなさ

れないだけで、表 2 に掲げた機能の何れかが使用不能になると言うわけではないので、多くの場合で影響は受けない。またプログラムライターも、研究開発用途であればライターとしては非常に安価なものが用意されており、コスト的な導入のハードルは極めて低い。

**3. 福祉機器開発への適応事例**

**3.1 電動義手開発の背景**

国内における上肢切断者が使用している義手は、指などを動かすことのできない装飾義手が多数であり、人体の一部を用いて動かす能動義手が状況に応じて使用されている。その他に、腕の皮膚表面を流れる筋電位を測定することで操作者の意図を読み取って動かすことのできる筋電義手と呼ばれる電動義手があるが、欧米と比較するとほとんど普及していない。その理由としてこれまで、筋電義手が高価であるため自費での

表 2 PIC の主な機能

機能名	内容
GPIO	General Purpose Input/Output の略で、汎用入出力機能のこと。外部からの信号を受け取ったり外部へ信号を出したりする機能。
タイマ	設定した条件で数をカウントする機能。タイマと呼ぶ場合は特に、一定の時間間隔でカウントして、カウントした数に間隔をかけることで時間の経過を測定する機能。
Analog/Digital 変換	アナログ信号（電圧）をデジタル値に変換する機能。型番により分解能が 8~12bit と異なる。
アナログコンパレータ	アナログ信号（電圧）を設定値と比較し、その大小により外部へ信号を出力する機能。
UART	Universal Asynchronous Receiver Transmitter の略で、調歩同期方式のシリアル通信機能のこと。外部に RS-232C に準拠した信号に変換する IC を取り付けて外部機器との通信に使用される。
SPI	Serial Peripheral Interface の略で、主に同じ基板上の IC 間でのシリアル通信を行う機能のこと。
I2C	Inter-Integrated Circuit の略で、SPI と同じく主に同じ基板上の IC 間でのシリアル通信を行う機能のこと。SPI と比較すると通信速度が遅いものの必要なライン数が少ないというメリットがある。
インプットキャプチャ	入力信号がパルス状になっている場合に、そのパルス幅や周期を測定する機能。
PWM 出力	Pulse Width Modulation の略で、出力信号を高周波数のパルス状にし、その信号の High と Low の比率を変化させて出力する機能のこと。外部にローパスフィルタ回路を設けることで、簡易的な Digital/Analog 変換としても使用できる。
QEI	Quadrature Encoder Interface の略で、ロータリーエンコーダなど位相が直交する 2 つの信号とインデックス信号を処理する機能のこと。
USB / USB On-The-Go	USB のデバイス側としてパソコンなどホスト機能を有している機器と通信する機能のこと。USB On-The-Go の場合はホスト機能も有しており、USB メモリなどに直接アクセスすることも可能である。
LAN	イーサネットコントローラを内蔵して LAN に接続できる機能のこと。パルストランス内蔵コネクタのほか数個の部品で LAN に接続する回路が構成できる。



図 1 開発環境

購入が困難であること、また筋電義手を交付する制度はあるがその認定のハードルが高いために活用されて来なかったことなど、経済面や制度面が要因として挙げられてきた。しかし、制度が改正され負担が軽減された後も大きな変化が見られないことから理由がそれだけではなくたことが伺え、筋電義手のリハビリテーションを行う施設が少ないことや筋電義手に精通したリハビリテーションスタッフが少ないことが普及が進まない要因として指摘されている<sup>5)</sup>。つまり、筋電義手を使いこなすには専門家による適切な指導と十分なトレーニングが必要なのである。

そこで、操作習熟が容易になることを目指した新しい電動義手システムの開発を行うこととした。これは、能動義手の操作手法の一つとして使用されていたシネプラスティ (cineplasty) という方法を応用している。シネプラスティとは、筋繊維に直角に作ったトンネルの中に反転させた皮弁を挿入し、このトンネル内に棒を通し、その両端にケーブルを付け、これを義手につなぎ筋力で引っ張って動かす手法のことである<sup>6)</sup>。この手法を応用した電動義手は、操作者の意志により直接的に筋肉を動かすことで義手を操作するとともに、操作している感覚を動かしている筋肉で受け取ることができることから、筋電義手と比較して操作習熟が容易になることが期待できる。

今回開発する電動義手システムは、物を把持するハンド部と、操作者の意図を読み取るとともにハンドで把持している状況を操作者にフィードバックするインターフェース部とで構成される。それぞれにワンチップマイコンを用いて計測・制御を行っているので、ワンチップマイコンを用いた開発事例として紹介する。加えて、インターフェース部の動作特性を検証するための専用測定装置の開発事例も紹介する。

### 3.2 電動義手システムの開発

本電動義手システムの主たる狙いは、操作習熟が容易な電動義手となることである。そのためには、操作しているという感覚が人体にフィードバックされることが最も有効であると考えた。そこで、ハンド部には手先の開閉量を測定する機能と把持力を測定する機能を持たせ、インターフェース部には、筋電位の測定の代わりに操作者の操作指示として筋あるいは腱 (以下筋等とする) の収縮量と収縮力を測定する機能と、操作者へのフィードバックとなる収縮量および収縮力への抵抗となる力を発生させる機能を持たせた。

次節以降に、ハンド部とインターフェース部の開発にワンチップマイコンをどのように活用したかについて説明するが、この電動義手システムの制御の全体の流れについて、図2に示す制御ブロック線図を用いて簡単に説明する。ハンド側のコントローラは、インターフェースの制御量である筋等の収縮量と収縮力を目標値としてハンドの制御量である手先の開閉量と把持力を計算し、制御量をフィードバックさせて目標値と制御量が一致するように制御している。インターフェース側のコントローラは、操作者の操作意図である筋等の収縮量と収縮力およびハンドの制御量である手先の開閉量と把持力を目標値としてインターフェースの制御量である筋等の収縮量と収縮力を計算し、制御量をフィードバックさせて目標値と制御量が一致するように制御している。このインターフェースの制御は、操作者の操作意図を読み取りつつハンドの手先の開閉量や把持力といった状況を受け取ることで、操作者に適切な抵抗、手先の開閉量であれば筋等の収縮量を制限する、把持力であれば筋等が収縮力を持つように負荷を与える、これにより操作している感覚が操作者にフィードバックされる。

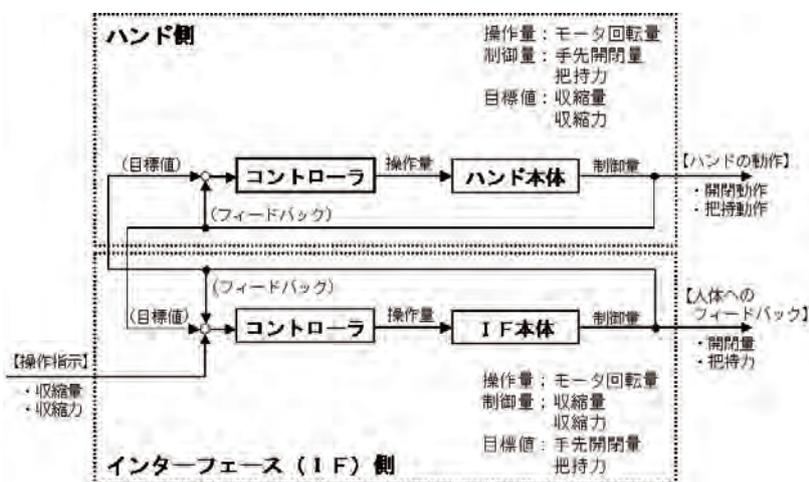


図2 制御ブロック線図

### 3.3 ハンド部の開発

製作したハンドを図3に示す。このハンドは、インターフェースが読み取った操作者の意図に従い手先を開閉する機能と、把持したときの力を測定する機能を有している。

ワンチップマイコンの処理の流れを図4に示す。手先の開閉動作にはステッピングモータを使用した。このモータは、正転もしくは反転の、回転させたい方向に回転させたい数のパルス信号をモータドライバに送信することで制御するため、GPIO機能を使っている。次に、手先の開閉量を測定するためロータリーエンコーダを使用した。これは直交2相信号を出力しており、出力信号数を測定するため、QEI機能を使っている。

最後に、把持力を測定するため荷重に応じて電気抵抗値が変化する圧力センサを使用した。回路を通して電気抵抗値の変化を電圧値の変化とし、電圧値で把持力を測定するため、A/D変換機能を使っている。これらの処理を500 Hzの制御サイクルで実行しているが、この速度で処理が行えるのは、制御量の演算のみがソフトウェアで、それ以外の周辺機器に関する部分はハードウェアの機能を使用しているからである。

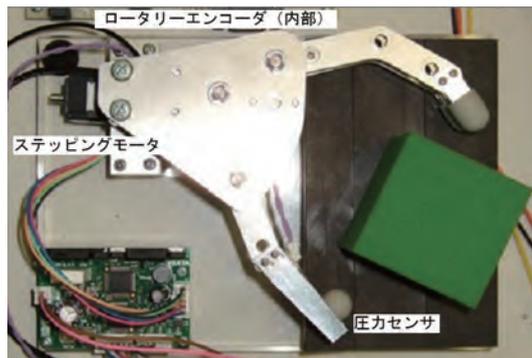


図3 ハンドの外観

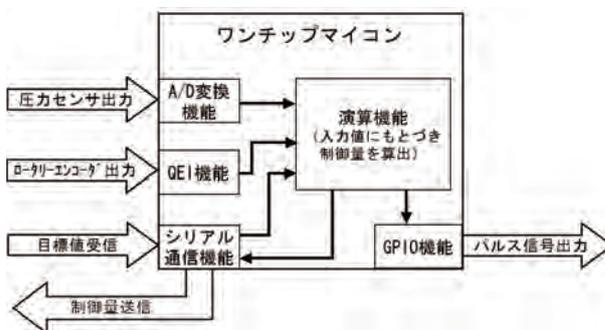


図4 ハンド側マイコンの動作内容

### 3.4 インターフェース部の開発

製作したインターフェースを図5に示す。このインターフェースには、操作者の意図である筋等の収縮量とハンドの手先の開閉量から、操作者の筋等とインターフェースとを物理的に接続しているワイヤを繰り出したり巻き取ったりする機能と、筋等の収縮力を測定する機能がある。

ワンチップマイコンの処理の流れを図6に示す。ワイヤの繰り出し・巻き取り動作にはR/Cサーボモータを使用している。このモータは、10-20 msの周期内に1.5±0.5 ms幅のパルスを送信することで回転位置を制御するため、PWM機能を使っている。

収縮力の測定には加えた力に応じて電気抵抗値が変化するひずみゲージを用いた。これもハンド部の圧力センサと同様に、電圧値の変化へと変換してA/D変換機能を使って測定している。

これらの処理をワンチップマイコンと通信しながら制御を行っているため、こちらも同一周期の500Hzでの制御サイクルで処理を行っている。

### 3.5 特性測定装置の開発

シネプラスティという方法を応用した電動義手システムを開発するにあたり、最も重要となるのは操作者と物理的に接続して意図を読み取るインターフェースの動作特性を適切に設定できるかということであ

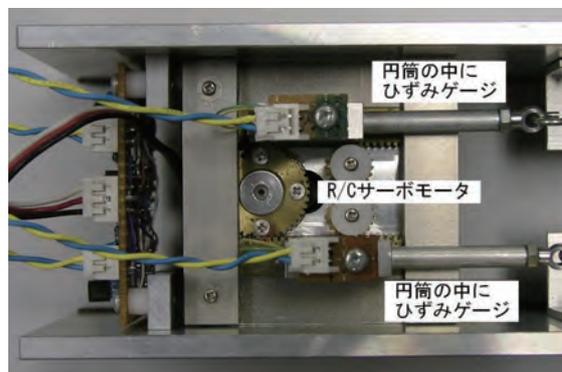


図5 インターフェースの外観

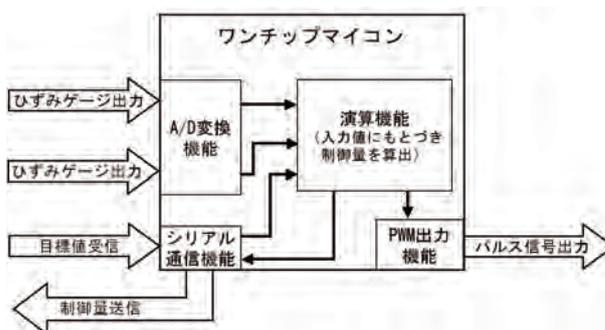


図6 インターフェース側マイコンの動作内容

る。理想的な動作特性を図7に示す。最初に、手先で何も把持していない状態では収縮力が発生しないよう筋等の収縮に追従してワイヤを繰り出していき(A→B→C)、全閉状態では収縮量が生じないようにして収縮力が発生するような特性にする(C→D)。次に、手先で何らかのものを把持する場合は、把持するものに到達するまでは先と同じようにワイヤを繰り出していき(A→B)、ものに手先が当たってからは、その弾性に応じた挙動になるような特性にする。すなわち、剛性が高いもの場合は把持力が発生してもほと

んど変形しないため、収縮量が発生しないようにして収縮力のみが発生するような特性とし(B→E)、剛性が低い場合は、把持力によって変形していくので、収縮量が生じながら収縮力が発生していく特性とする(B→F→HあるいはB→G→H)。

インターフェースの特性を測定するために製作した装置を図8に示す。この装置は、操作者の意図である筋あるいは腱の収縮を模擬して移動するステージとその移動量を測定するセンサ、ステージに搭載して収縮力を測定するセンサで構成している。

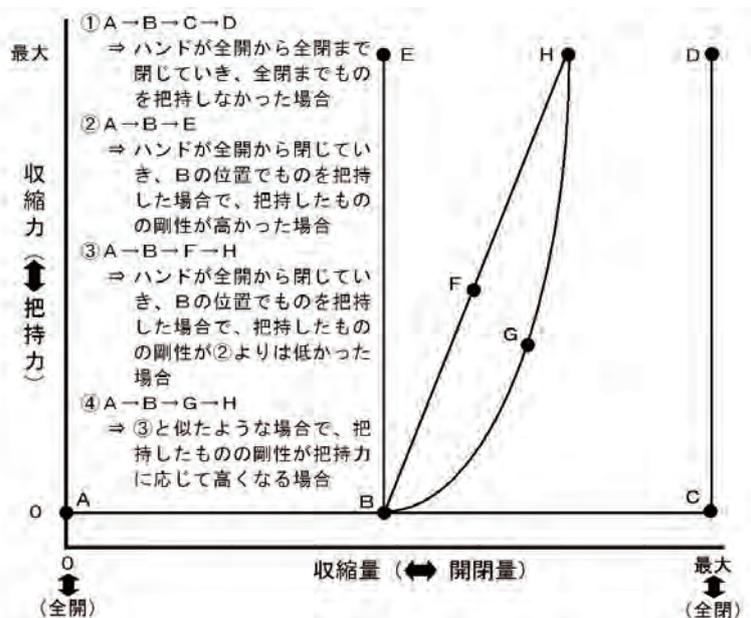


図7 インターフェースの動作特性

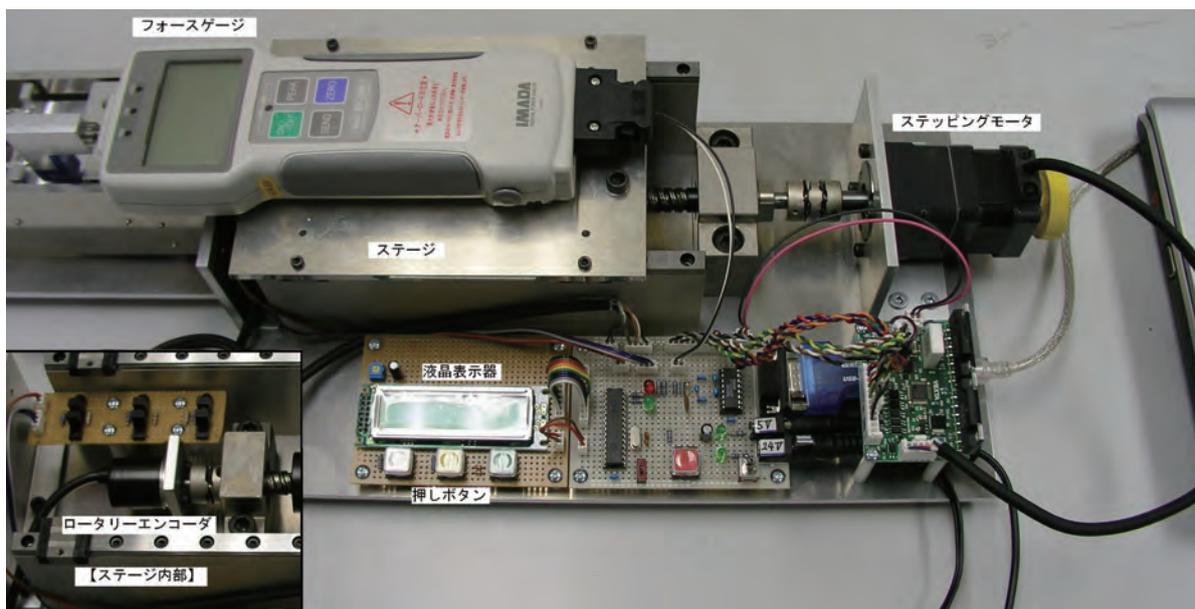


図8 特性測定装置の外観

ワンチップマイコンの処理の流れを図9に示す。ステージの移動にはステッピングモータを使用したため、ハンド部と同様にGPIO機能を使って制御している。移動量はロータリーエンコーダを使用したためQEI機能を使って測定した。収縮力は荷重に応じて電圧値が変化するフォースゲージを使用したため、A/D変換機能を使って測定した。

この測定装置は人体の動作を模擬しているのでハンド部とインターフェース部ほどの高速な処理の必要がなく、100 Hzでの制御サイクルで処理している。

## 2. まとめ

本報告では、最初に高速化・高機能化が進んでいるワンチップマイコンについて説明した後、当所での電動義手システムの開発での適応事例を紹介して、試作機開発におけるワンチップマイコン利用の有効性を説明した。

今回の開発で使用したのはワンチップマイコンの持つ機能のごく一部であるが、一昔前のパソコンに匹敵する処理が可能となっており、機器を開発する際の試作機製作には大きな効果を発揮できる。そのため、当所においては紹介した事例以外でもマイコンの利用技術に関する調査研究を行っており、その成果については受託研究や技術研修生の受け入れなどの方法で企業支援として活用しているので、是非とも御利用いただ

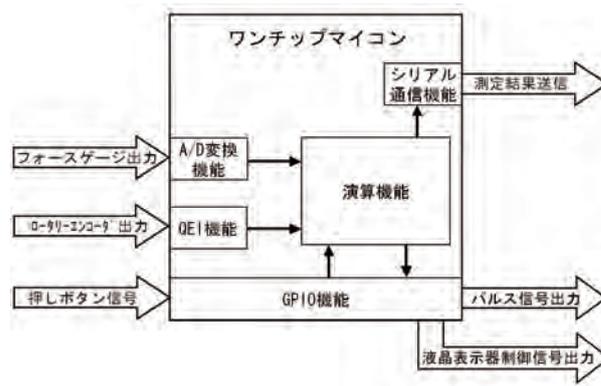


図9 特性測定装置のマイコンの動作内容

きたい。

## 参考文献

- 1) 北川貴弘：平成16年度大阪府立産業技術総合研究所研究発表会要旨集，(2004) 24.
- 2) 北川貴弘，谷口正志：平成17年度大阪府立産業技術総合研究所研究発表会要旨集，(2005) 118.
- 3) 北川貴弘，朴 忠植，中谷幸太郎：平成18年度大阪府立産業技術総合研究所研究発表会要旨集，(2006) 102.
- 4) 南部誠治，池淵充彦，谷口正志，北川貴弘，朴 忠植，酒田圭二，中島重義：第23回日本義肢装具学会学術大会講演集，(2007) 96.
- 5) 陳 隆明：筋電義手訓練マニュアル，全日本病院出版会，(2006) 4.
- 6) 澤村誠志：切断と義肢，医歯薬出版，(2007) 56.



# 微小異物のサンプリング方法と FT-IR による分析例

## *Sampling Methods and Examples of FT-IR Analysis for Minute Foreign Matter*

菅井 實夫\*

Jitsuo Sugai

(2013年7月1日 受理)

キーワード：微小異物, 付着・混入, FT-IR 分析, 転写サンプリング法

### 1. はじめに

近年, 品質管理の高度化に伴って異物のサイズはますます小さくなり, 肉眼の分解能に近い約 0.1 mm の異物が付着・混入した製品の分析が不可欠となっている。これらの微小異物は, 天然繊維や紙類, ナイロンやポリエチレン, ポリエステルなどの合成樹脂類, 金属や無機塩類, さらにカビやバクテリア, 昆虫の破片, フケ, 皮膚, 尿, 唾液など生物に由来する物等, 非常に多種類である。さらに, これらの異物は単独か, あるいは油やワックス等と混在した状態で存在する。これらの異物を構成する物質を特定するには, 被付着物に異物が付着したまま各種分析を行うこともあるが, 被付着物の情報が分析結果をより複雑にする可能性があるため, 被付着物からの異物の分離(サンプリング)が必要となる。

本報告では, これまでの異物分析の事例をふまえながら, 異物のサンプリング方法と, フーリエ変換赤外分光分析装置(FT-IR)による分析事例について述べる。とくに, FT-IR は他の分析方法と異なり, in situ, 顕微透過・反射法を採用することにより, 約 0.1 mm の微小試料からもスペクトルが得られるため, 異物の同定を行える可能性がある。

### 2. 異物の状況確認と予備分析

#### 2.1 異物の状況確認

##### 2.1.1 目視あるいは光学顕微鏡観察

異物の形態と付着・混入状況の特徴を調べるために, 目視あるいは光学顕微鏡観察を必ず行う, とくに, 異物の色や形といった外見だけでなく, 粘性や硬さ, 脆さ等の情報を得るために詳細な観察を行うことが重要である。繊維製品では, 織物や編物の糸中の異物の付着部分や, 糸中の異物の巻き込みについて確認を行う。

##### 2.1.2 紫外線照射による蛍光観察

紫外線照射による蛍光観察は, 付着している油分が共役二重結合を有する有機化合物に由来することが多いため, その確認に役立つ。例えば, 樹脂成型品や金属製品においては, 異物が製品表面のある点を中心に放射状に広がっている場合, 何らかの液体が付着し, 周囲に拡散した可能性がある。このような場合は, ハンディタイプの UV ランプや紫外線顕微鏡により, 異物に紫外線を照射するだけで, 有機化合物の有無が判別できる。

#### 2.2 予備分析

##### 2.2.1 鑑別染料による繊維の識別

繊維製品は, 繊維の種類を識別するための複合染料である鑑別染料で染色すると, 図 1 に示すように繊維の種類(綿, ナイロン, アクリル, 羊毛等)に応じて発色が異なることが知られている。鑑別染料として, ボーケンステイン(一般財団法人ボーケン品質評価機構)や, カヤステイン Q(日本化薬製株式会社)などが市販されている。異物が鑑別染料で発色する繊維で

\* 繊維・高分子料

あれば、わずか 1 mm 程度の大きさでも、その種類を推定することができる。

### 2.2.2 繊維の溶媒に対する溶解性

繊維の種類により、溶解する溶媒が限定されるものがある。例えば、ナイロンは 20% 塩酸に、アセテートは氷酢酸に、羊毛は次亜塩素酸ナトリウム溶液にいずれも室温で溶解するため、溶解実験も物質の特定に役立つ<sup>1)</sup>。

### 2.2.3 元素分析による異物分析

外観観察から、異物が無機物(塩類や金属)であると推測される時は、エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置による元素分析も有益である。

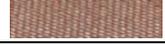
繊維の種類	染色後の様子	JIS Z 8102 による系統色名
綿		灰みの青緑
ナイロン		くすんだ黄緑
アセテート		あざやかな黄赤
羊毛		くすんだ赤みの黄
レーヨン		暗い灰みの青
アクリル		あざやかな赤
絹		くすんだ黄赤
ポリエステル		うすい緑みの黄

図 1 多織交織布を、鑑別染料(ボーケンステイン)により染色した様子

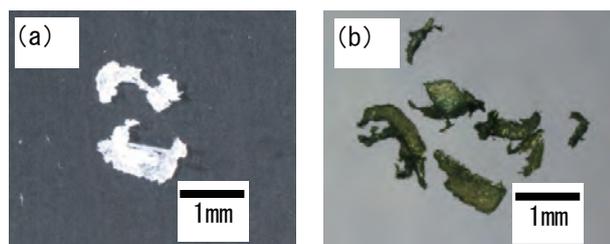


図 2 (a) サンプリングした異物の光学顕微鏡写真  
(b) 鑑別染料により染色した異物の光学顕微鏡写真

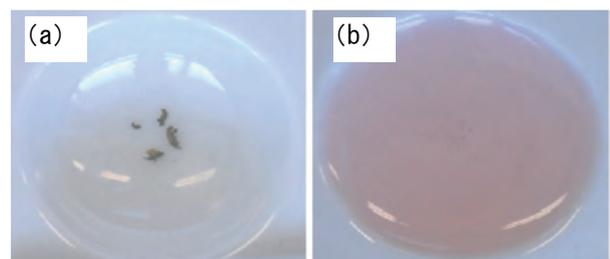


図 3 (a) 滴板に染色後の異物を入れた様子  
(b) 20% 塩酸を加えて静置した後の様子

## 3. FT-IR による分析事例

### 3.1 固体異物の in situ 分析

#### 3.1.1 固体異物のサンプリング

プラスチック容器内の底に、図 2(a) に示すような約 1 mm の白い異物が複数あり、これらを光学顕微鏡で拡大観察しながら、針と先端が鋭利なピンセットを用いて容器からサンプリングした。

#### 3.1.2 鑑別染料による分析

異物の一部について、2.2.1 で記載した鑑別染料(ボーケンステイン)で染色すると、図 2(b) に示すようにくすんだ黄緑色に発色したため、異物はナイロンであると考えられた。

#### 3.1.3 溶解性の評価

次に、溶媒に対する溶解性を評価した。滴板の凹部に染色後の異物を入れ、20% 塩酸を加えて室温で数分間静置した。その結果、図 3(b) から明らかなように異物は全て溶解したため、この異物がナイロンであることを確認できた。

#### 3.1.4 FT-IR による分析

異物について得られた赤外吸収スペクトル(FT-IR スペクトル)を図 4 に示す。また、測定装置に付属のデータベース中のスペクトルとの照合を行った結果を図 5 に示す。鑑別染料による分析結果および溶解性の評価結果と図 5 から、この白い異物はナイロン 6 であることが明らかとなった。

#### 3.1.5 その他の事例

これまでに測定した固体異物として、木材の表面にめり込んだ鋸の破片や鉄さび等、また、生地を構成する繊維と繊維のわずかな隙間に紛れ込んだ異物があ

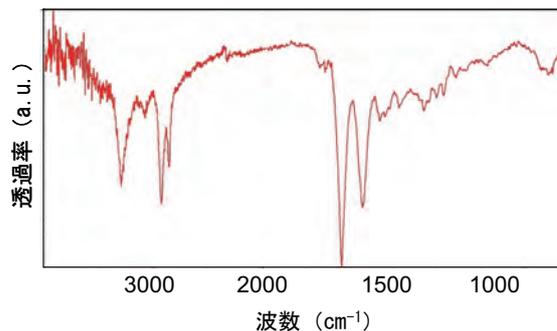


図 4 異物の FT-IR スペクトル

FT-IR; Thermo Nicolet 製 Avatar360  
 付属装置; Split Pea  
 測定方法; 全反射測定(ATR)法(一回反射モード)  
 測定範囲; 4000 ~ 600 cm<sup>-1</sup>  
 分解能; 4 cm<sup>-1</sup>  
 スキャン回数; 128  
 検出器; 焦電型検出器(DTGS)  
 ATR 結晶; ゲルマニウム(Ge)

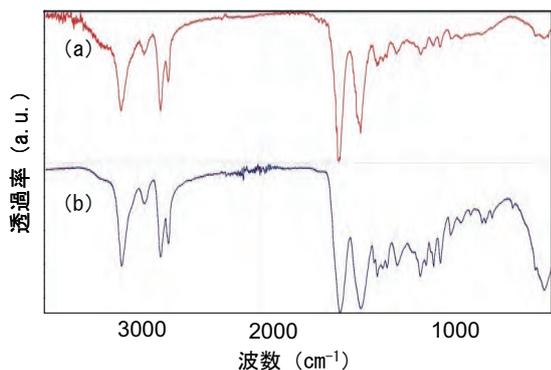


図5 (a) 異物のスペクトル  
(b) データベース中のナイロン6のスペクトル

る. このような場合, 異物がごく微小・微量であっても, ピンセット等でそのままサンプリングできれば FT-IR による分析を行うことができる.

### 3.2 繊維と油が混在している異物の FT-IR 分析

#### 3.2.1 ダイヤモンドセルを用いた繊維と油の分離

繊維と油が混在している異物の場合は, 顕微 IR 用のダイヤモンドセルを用いて繊維を圧縮することで, 繊維からにじみ出た油と繊維とを分離し, 個別に FT-IR による分析が可能となる. ダイヤモンドセル(図6)とは, 直径2~3mmのダイヤモンドの窓板が埋め込まれたディスクが2枚セットになったものであり, 赤外線の透過率を高めるため, 硬い試料を薄くする際によく用いられる. 図7に, 繊維と油が混在している異物の光学顕微鏡写真を示す. この異物を片方のディスクの窓板に載せ, もう片方のディスクと重ね合わせて圧縮し, 繊維から油を分離した.

#### 3.2.2 FT-IR による分析

図7に示す異物の大きさは約0.2mmであり, 約1mm以上の異物分析に適した ATR 法ではスペクトルが得られない可能性があった. そのため, より微小な異物分析に適した顕微透過法を採用した. 上述の, 異物を圧縮したダイヤモンドセルを FT-IR の付属装置に装着し, 繊維部分と油部分を個別に分析した. 図8(a), (b)に, それぞれ繊維部分, 油部分のスペクトルを示す. 繊維部分のスペクトルは, 繊維単体と油のスペクトルが重畳したものに相当するため, 図8(a)と(b)の差スペクトルが繊維単体に由来することになる. 差スペクトルとは, 二つのスペクトルを吸光度スペクトルの形で表示させた上で, それらの差を求めたものであり, 両方のスペクトルに共通に現れる吸収ピークが相殺され, 目的物に起因する吸収ピークのみが表示されるようになる. 図8(c)に示す差スペクトルをデータベースと照合した結果, 繊維は絹であり, 油はシリコンオイルであると認められた.

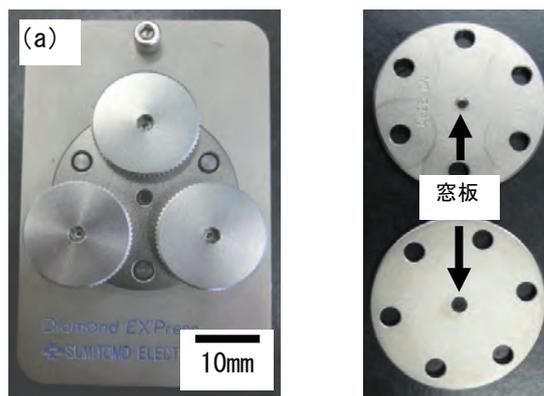


図6 (a) 顕微 IR 用のダイヤモンドセルの外観  
(b) ダイヤモンドの窓板がある2枚のディスク

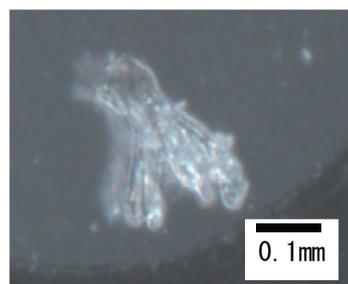


図7 圧縮前の異物の光学顕微鏡写真

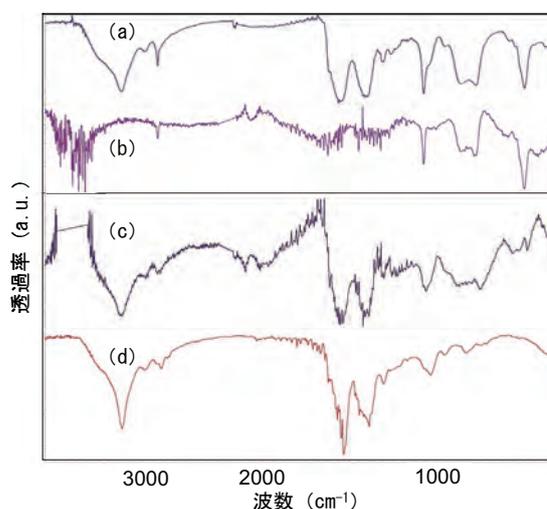


図8 (a) 繊維部分のスペクトル  
(b) 油部分のスペクトル  
(c) 繊維部分と油部分の差スペクトル  
(d) データベース中の絹のスペクトル

FT-IR; Thermo Nicolet 製 Avatar360  
 付属装置; Continuum  
 測定方法; 顕微透過法  
 測定範囲; 4000 ~ 650 cm<sup>-1</sup>  
 分解能; 4 cm<sup>-1</sup>  
 スキャン回数; 64  
 検出器; 半導体型検出器 (MCT)

### 3.3 転写法による固体異物の分析

#### 3.3.1 固体異物のサンプリング

図9に示すように、金属の表面に薄く、強固に付着した白い異物の分析について述べる。光学顕微鏡による形態観察から、異物は、何らかの液体が蒸発して乾固したものであると推測された。通常、固体表面に強固に付着した異物のサンプリングでは、溶剤による抽出と濃縮を繰り返すことで実施する。また、ある程度の厚みのある異物については鋭利なナイフで削り取ってサンプリングすることができる。しかし、硬く、削り取れるほどの厚みがない試料では、転写材に異物を転写する方法(転写サンプリング法)で異物を簡単にサンプリングすることができる。例えば、エタノールで清浄にしたアルミホイルをn-ヘキサンに浸し、素早く異物の上をなぞることにより、n-ヘキサンに溶解した異物をアルミホイル上に転写することができる。なお、転写材として用いたアルミホイルは、異物の形状に応じて変形し、かつ、スペクトルには全く影響を与えない基材として簡便に利用することができる。また、異物がプラスチックに付着しているときは、プラスチックを侵さず、異物のみを溶解する溶媒をあらかじめ検討しておく必要がある。

#### 3.3.2 X線分析顕微鏡による元素分析

得られた異物について、まず、X線分析顕微鏡(堀場製作所, XGT-5200)を用いて元素分析を行ったところ、カルシウムが認められた。

#### 3.3.3 FT-IRによる分析

アルミホイルに転写した異物について得られたスペクトルを図10に示す。図10において $1600 \sim 1200 \text{ cm}^{-1}$ の波数域に表れたブロードなピークから、無機塩類が含まれていることがわかった。

X線分析顕微鏡による元素分析の結果と合わせると、図10の波数 $1600 \sim 1200 \text{ cm}^{-1}$ のピークはカルシウム塩に由来することが明らかとなった。また、カルシウム塩(無機塩)のスペクトルには、C-H伸縮振動に由来する波数 $3000 \text{ cm}^{-1}$ 付近にピークが現れないため、図10の波数 $3000 \text{ cm}^{-1}$ のピークは、他の物質由来であることが示唆された。そこで、図10のスペクトルが、カルシウム塩のスペクトルとその他の物質のスペクトルとが重畳したものと仮定し、スペクトル解析ソフトにより図10のスペクトルを2つのスペクトルに分解した。次に、分解した2つのスペクトルについてデータベースとの照合を行ったところ、図11(b)および(c)の結果が得られた。図11(b)より白い異物を構成する物質の一つは炭酸カルシウムであり、さらに、図11(c)から、もう一つの物質はポリアクリレート樹

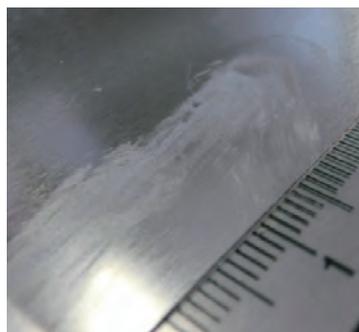


図9 金属表面に付着した異物の様子

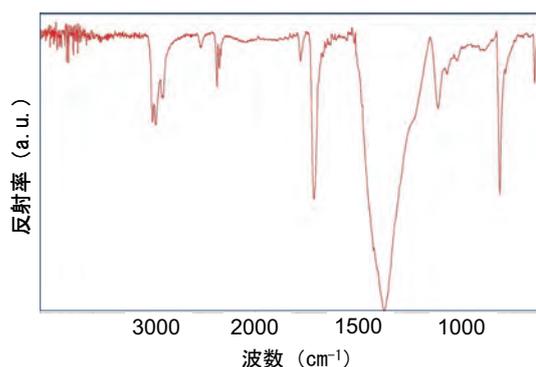


図10 異物のFT-IR スペクトル

FT-IR; Thermo Nicolet 製 Avatar360  
 付属装置 Continuum  
 測定方法; 顕微反射法  
 測定範囲;  $4000 \sim 650 \text{ cm}^{-1}$   
 分解能;  $4 \text{ cm}^{-1}$   
 スキャン回数; 64  
 検出器; MCT.

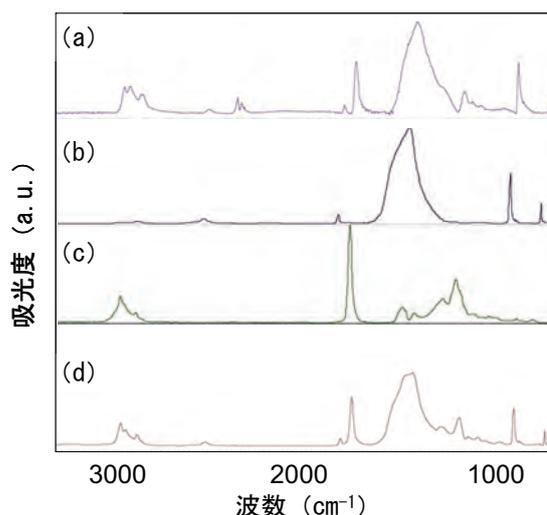


図11 (a) 異物のスペクトル  
 (b) データベース中の炭酸カルシウムのスペクトル  
 (c) データベース中のポリアクリレート樹脂のスペクトル  
 (d) データベース中の2つのスペクトル(bとc)を重畳したスペクトル

脂(アクリル樹脂)であることが推測された。さらに、炭酸カルシウムおよびポリアクリレート樹脂のスペクトルをそれぞれ示す図 11(b) および図 11(c) を解析ソフト上で重ね合わせたものが図 11(d) である。解析ソフト上で重ね合わせたスペクトルである図 11(d) は、異物のスペクトルを示す図 11(a) とよく一致していることが認められた。このことから、少なくとも異物中には、炭酸カルシウムおよびポリアクリレート樹脂が含まれていることがわかった。なお、解析ソフトは吸光度表示で動作するため、反射率表示の図 10 と上下が反転したスペクトルが表示される。

### 3.4 転写法による液体異物の分析

#### 3.4.1 液体異物のサンプリング

図 12 に示すように、金属の表面に付着した極めて少量の液体異物についてのサンプリング例を紹介する。この異物は、通常の液体異物のサンプリングに用いる方法、すなわち、針やパストツールピペットの先端に付着させる方法ではサンプリングできなかった。このような場合は、図 13(a) および (b) に示すように、溶剤を用いない転写サンプリング法によりアルミホイルに転写する方法でサンプリングが可能となる。

#### 3.4.2 FT-IR による分析

転写された異物について、3.3.3 と同じ測定方法および測定条件で FT-IR による分析を行ったところ、図 14(a) に示すスペクトルが得られた。データベース中のスペクトルと照合を行った結果、液体異物はパラフィン系オイルであることがわかった。データベース中のパラフィン系オイルのスペクトルを図 14(b) に示す。さらに、図 14(a) に示すスペクトルにおいて、波数 1700, 1180  $\text{cm}^{-1}$  の小さなピークから、油脂の酸化劣化により、カルボニル基が生成している可能性が示唆された。

## 4. おわりに

微小異物が、各種製品や商品へ付着、あるいは混入すると、その価値が大きく低下する。また、異物を構成する物質や付着の状態によっては、修復できない場合も多い。したがって、異物が付着・混入した原因を調査し、再発防止に向けた取り組みを行うことは、非常に重要である。とくに、製造や流通段階で付着・混入する異物は、各段階の周辺環境と密接に関連した物質であることが多く、異物の形態観察と各種分析技術などを駆使することにより、異物を構成する物質名や発生段階を解析できる場合が多い。

本報告で詳述したように、FT-IR を活用した微小異

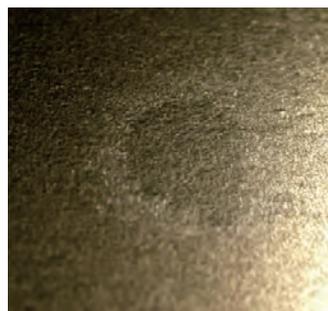


図 12 金属表面に付着した異物の様子

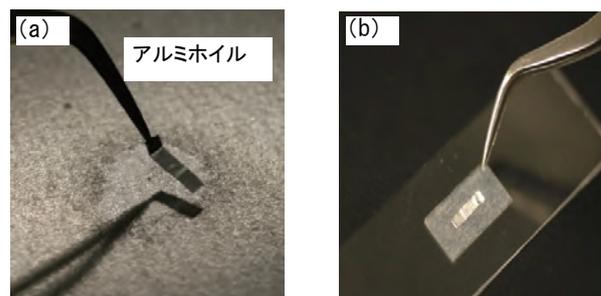


図 13 (a) アルミホイルへの転写の様子  
(b) FT-IR 分析用に、異物を転写したアルミホイルをスライドガラスに貼りつけた様子

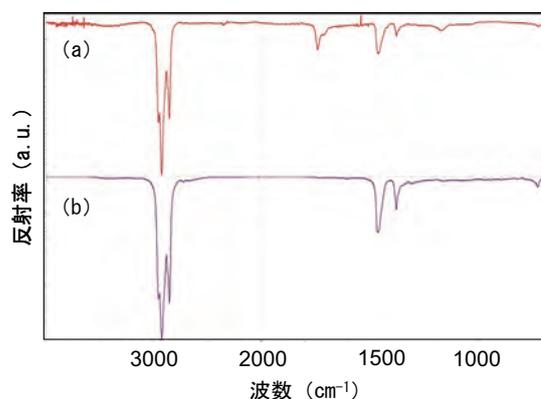


図 14 (a) 異物のスペクトル  
(b) データベース中のパラフィン系オイルのスペクトル

物の分析では、分析対象の異物を効率よくサンプリングすることが重要となる。また、あらかじめ物質名を推定できるほど、外観観察や予備分析を実施することにより、その後の分析が大きく左右されることは言うまでもない。なお、本報告が異物分析の一助になれば幸いである。

## 参考文献

- 1) 新版高分子分析ハンドブック, 社団法人日本分析化学会・高分子分析研究懇談会編, (1995) 879.



# SUS316L 溶射皮膜への低温プラズマ処理

## *Low-Temperature Plasma Treatment of Sprayed SUS 316L Coating*

足立 振一郎\* 上田 順弘\*

*Shinichiro Adachi Nobuhiro Ueda*

(2013年7月2日 受理)

キーワード: プラズマ浸炭, プラズマ窒化, プラズマ溶射, 表面処理, オーステナイト系ステンレス鋼, 摩擦摩耗

### 1. はじめに

近年, 生産コストの低減および廃棄物削減のため, 機械部品や金型など生産設備の長寿命化が求められている. 長期の使用による摩耗などが原因で損耗した部分を, 肉盛り溶接や溶射による肉盛りで補修することが増加しており, 耐摩耗性と耐腐食性を兼ね備えた溶射皮膜が求められている.

現在, 耐摩耗用として一般的によく用いられている溶射皮膜は, WC-Coなどのサーメット皮膜, およびアルミナ, クロミア, チタニアなどの酸化物系セラミックス皮膜がある. しかし, サーメット皮膜はタングステンなどのレアメタルを使用しており, 材料の入手が困難になりつつある. また, セラミックス皮膜は金属溶射皮膜に比べて靱性が劣っており, 皮膜の剥離などが起こりやすく, 高い応力が付加される用途に適用することが難しい.

オーステナイト系ステンレス鋼の溶射皮膜は, 鉄鋼材料と親和性が高く, 耐腐食性に優れていることから, 肉盛り補修に使用されている. しかし, その表面硬さはビッカース硬さで約 300 HV 程度であり硬質ではないため, 厳しい摩耗環境下では長期間使用できないことが問題であった.

そこで, ステンレス溶射皮膜の表面硬さを向上することができれば, 肉盛り補修により装置の使用寿命を従来よりも長期化できるようになり, サーメット溶射

皮膜およびセラミックス溶射皮膜の代替皮膜として用途の拡大が期待できる. また, 環境問題から硬質クロムめっきの代替皮膜としてサーメットなど溶射皮膜の適用事例が増加しているが, ステンレス溶射皮膜での代替が可能になると考えられる.

オーステナイト系ステンレス鋼の表面を硬化する方法として, 773 K 以下の低温で処理を行う低温窒化処理が報告されている<sup>1,2)</sup>. 通常の窒化処理は 500 °C から 600 °C 程度の温度で処理しているが, クロム窒化物の形成により鋼中の固溶クロムが減少して, ステンレス鋼の耐腐食性が著しく低下する課題があった. 低温窒化処理は, S 相と称される窒素を過飽和に固溶した拡張オーステナイトを表面に形成して硬化する方法であり, クロム窒化物が生成しにくいことから, 耐腐食性の低下を抑制できる画期的な処理方法として注目されている.

この方法は, 窒化処理だけでなく浸炭処理にも適用が可能である. 浸炭処理の場合は, クロム炭化物の生成を抑制して耐腐食性の低下を防ぐことが既に報告されており<sup>3,4)</sup>, 窒化処理と同様にオーステナイト系ステンレス鋼の表面硬化方法として期待されている.

我々はプラズマ溶射した SUS316L 溶射皮膜に低温プラズマ窒化処理を試み, 673 K から 723 K の温度範囲で S 相を形成することに成功した<sup>5)</sup>. SUS316L 溶射皮膜のビッカース硬さは約 300 HV であったが, 低温プラズマ窒化処理をすると 1000 HV 以上に硬化するなど, 表面硬さの改善に高い効果が認められた.

研究を進めたところ, 溶射皮膜とバルク材のステン

\* 金属表面処理科

レス鋼材との違いも明らかにできた。プラズマ溶射によるステンレス皮膜は、溶融した粉末粒子が堆積して形成しているため、酸化物が皮膜に含まれており、気孔および亀裂など内部欠陥も存在するなど、バルク材とは大きく異なった組織をしている。そのため、窒素の拡散挙動は、溶射皮膜とバルク材で大きな違いが認められた。

本報告ではプラズマ溶射した SUS316L 溶射皮膜に低温プラズマ浸炭処理を行い、S 相の形成、皮膜の硬さ測定、摩擦摩耗試験、および電気化学測定などの特性評価試験を行った結果について報告する。また、その結果を低温プラズマ窒化処理の結果とも比較した。

## 2. 低温プラズマ浸炭処理

ステンレス溶射皮膜の作製には、溶射材料として山陽特殊製鋼製の SUS316L 粉末を用いた。基材には寸法 25 mm×55 mm 厚さ 5 mm の SUS316L 鋼板を用い、プラズマ溶射装置 (株)エアロプラズマ製 TA-7050) を使用して、厚さ約 300  $\mu\text{m}$  の溶射皮膜を形成した。

溶射したままの皮膜表面は、溶融粒子の積層に伴う凹凸があり、酸化皮膜で覆われている。表面に酸化皮膜があると、浸炭処理を行っても、酸化皮膜が炭素の拡散障壁となり、S 相は形成しない。そこで、溶射皮膜表面の酸化皮膜を除去して平滑化するため、最終 3  $\mu\text{m}$  のダイヤモンドペーストにより、表面の研磨仕上げを行った。

低温浸炭処理には、主にガス浸炭およびプラズマ浸炭の 2 つの方法がある。ガス浸炭は浸炭性雰囲気にした加熱炉の中で処理する方法であり、比較的簡単な設

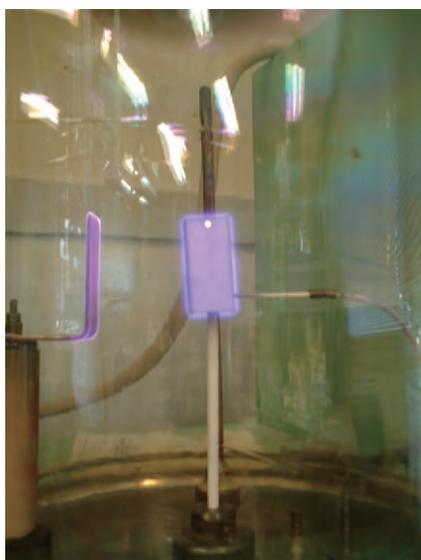


図 1 低温プラズマ処理の外観図

備で浸炭処理ができるが、ステンレス鋼を処理する場合は表面の酸化皮膜 (不動態皮膜) を破壊するため、フッ素ガスなどを導入する必要がある。一方、プラズマ浸炭は、試料に直流電流を印加してグロー放電を発生させ、導入した炭化水素ガスをイオン化することで炭素をステンレス鋼へ侵入・拡散させる。同時に、水素ガスによる還元効果とアルゴンイオンによるスパッタリング効果により、表面をエッチングして酸化皮膜を除去できる。すなわち、ガス浸炭と異なり、プラズマ浸炭は酸化皮膜を除去するための特別な処理が必要ない。そこで、本研究ではプラズマ浸炭処理装置を用いて浸炭処理を行った。

プラズマ浸炭処理は、富士電子工業(株)の FECH-1N を用いた。ベルジャー内を油回転ポンプにより真空引きして、ベルジャー内に  $\text{CH}_4:\text{Ar}:\text{H}_2=5:50:45$  の混合ガスを流量 1.0 L/min でフローし、排気バルブを制御して圧力 667 Pa にした。図 1 に示すように、試験片を陰極として約 300 V の直流電流を印加することでグロー放電を発生させた。試料の温度は、623 K、673 K、723 K および 773 K として、処理時間は 4 h で浸炭処理を行った。なお、プラズマ窒化処理には  $\text{N}_2:\text{H}_2=80:20$  の混合ガスを用いた。

## 3. 拡張オーステナイト (S 相)

### 3.1 X 線回折

図 2 に 623 K から 773 K の温度でプラズマ浸炭処理をした SUS316L 溶射皮膜の X 線回折の結果を示す。溶射したままの SUS316L 溶射皮膜には、オーステナイト相のピークの外に  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 、 $\text{CrO}$  などの酸化物が含まれていた。これは大気中で溶射したため、溶射中に大気酸素と溶融した SUS316L 粒子が反応して生成

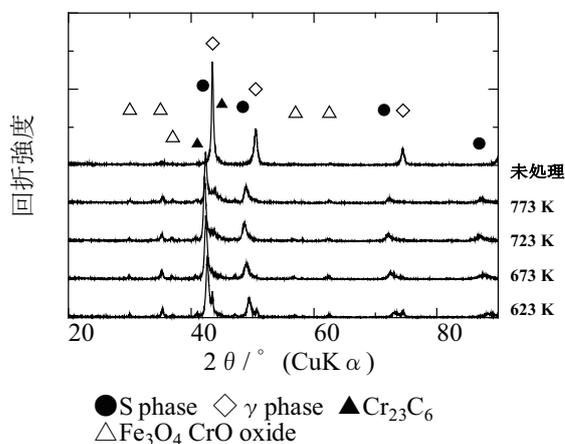


図 2 低温プラズマ浸炭処理をした SUS316L 溶射皮膜の X 線回折の結果

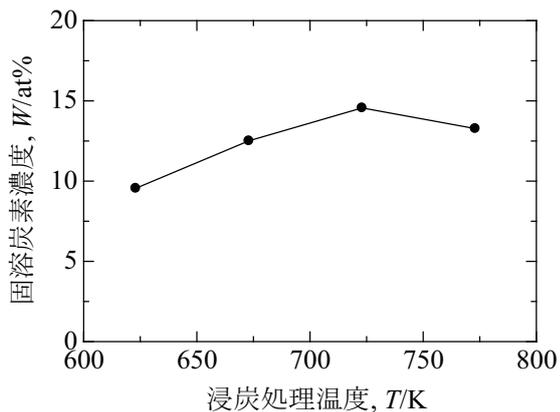


図3 浸炭処理温度と固溶炭素濃度の関係

したことによる。浸炭処理をした試料は、未処理の溶射皮膜に比べて、オーステナイト相の $\gamma(111)$ と $\gamma(200)$ の回折ピークが低角度側へとシフトしている。これは、炭素がオーステナイト相に固溶することで、FCCの結晶構造が膨張して、回折ピークが低角度側にシフトしたためである。図中の●は典型的なS相の回折ピークであり、SUS316L溶射皮膜にS相が生成したことを示している。

これらのオーステナイト相のピークシフトから固溶炭素濃度を下記の式を用いて算出した<sup>9)</sup>。

$$a_{\gamma c} = a_{\gamma} + AC_c$$

ここで、 $a_{\gamma c}$ はS相の格子状数、 $a_{\gamma}$ は未処理皮膜におけるオーステナイトの格子定数、 $A$ はVegard's定数(0.0078 Å per at.%)であり、 $C_c$ は炭素濃度である。

図3に浸炭処理温度と固溶炭素濃度の関係を示す。固溶炭素濃度は10 at% ~ 15 at%であり、処理温度が高いほど固溶炭素濃度も高くなるが、723 Kで最大となり、773 Kでは固溶炭素濃度が減少していた。処理温度623 Kおよび673 Kで浸炭した試料は、図2のX線回折において炭化物が認められなかった。一方、723 Kおよび773 Kで浸炭処理を行った試料は、 $Cr_{23}C_6$ の回折ピークが若干認められた。固溶炭素濃度が減少した理由として、炭化物が析出したことで、オーステナイト相中の固溶炭素濃度が低下したためと考えられる。

図4に示す窒化処理のX線回折の結果を示す。浸炭処理と比較すると、窒化処理の方がオーステナイト相の回折ピークが全体的に低角度側へシフトしている。このピークシフトから算出した固溶窒素濃度は、処理温度673 Kおよび723 Kにおいて約35 at%であった。すなわち、浸炭処理は窒化処理より固溶元素濃度がおおよそ半分程度と少ないことがわかった。

浸炭処理したSUS316L溶射皮膜の断面の組織写真

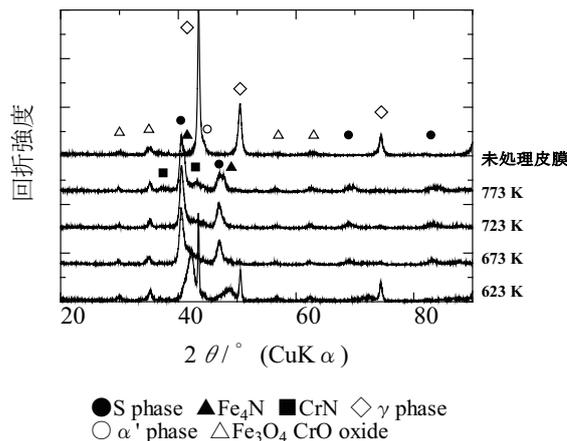


図4 低温プラズマ窒化処理をしたSUS316L溶射皮膜のX線回折の結果

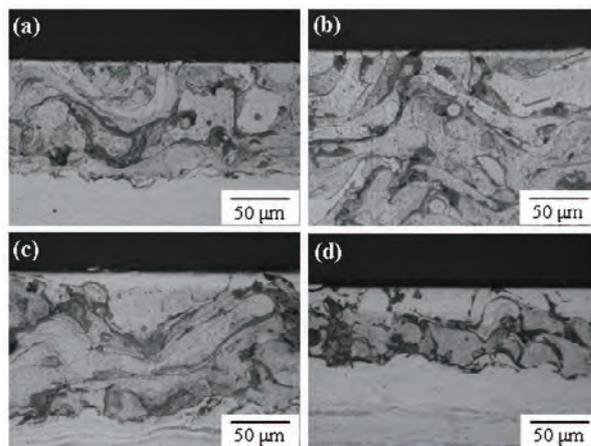


図5 低温プラズマ浸炭処理をしたSUS316L溶射皮膜の断面組織写真 (a) 623 K (b) 673 K (c) 723 K (d) 773 K

を図5に示す。マーブル試液(HCl: 20 ml, H<sub>2</sub>O: 20 ml, CuSO<sub>4</sub>: 4 g)でエッチングしたところ、SUS316L溶射皮膜の表面にコントラストの薄い部分が認められる。これがS相の領域に相当する。

窒化処理をしたSUS316L溶射皮膜の断面組織写真を図6に示す。処理温度773 Kでは窒素が拡散した領域が黒くなっており、窒化物が顕著に形成したことを示している。

一方、浸炭処理は773 Kの処理温度でも図5の断面組織写真において浸炭層が黒くならず、それほど多くの炭化物が形成しなかった。これは、浸炭処理のS相の固溶元素濃度が窒化処理より少ないことに起因している。

図7に図5の断面組織写真から計測した浸炭処理温度と浸炭層の厚さの関係を示す。処理温度が高くなるにつれてS相の厚さは厚くなった。

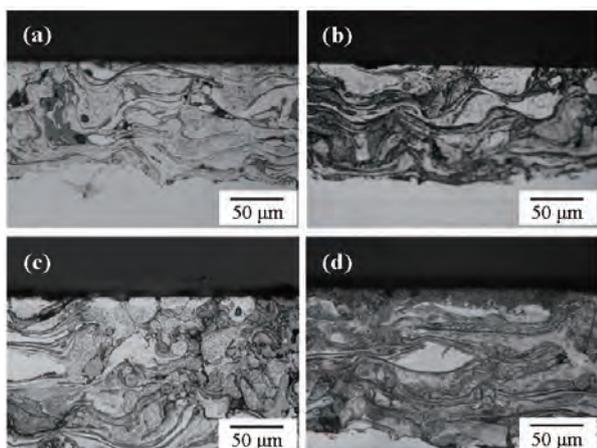


図6 低温プラズマ窒化処理をした SUS316L 溶射皮膜の断面組織写真  
(a) 623 K (b) 673 K (c) 723 K (d) 773 K

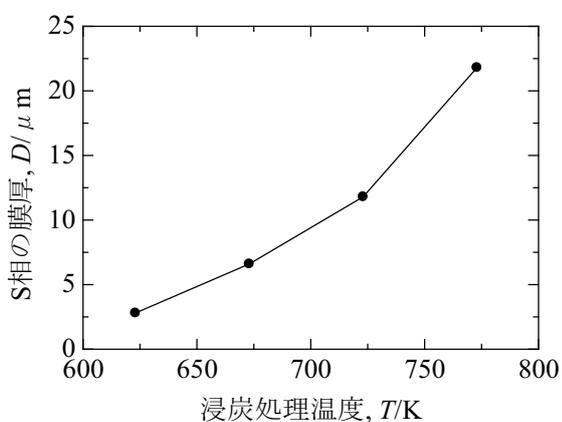


図7 低温プラズマ浸炭処理をした SUS316L 溶射皮膜の S 相の膜厚

以上のことから、固溶元素濃度は浸炭の方が窒化より少ないことが、また浸炭処理は処理温度 623 K から 773 K の温度範囲で S 相が形成できることがわかった。

### 3.2 S 相の耐摩耗性

S 相の硬さを皮膜表面からマイクロビッカース硬さ計を用いて試験力 0.098 N で測定した。未処理の溶射皮膜の硬さは約 320 HV であったが、図 8 に示すように処理温度が高くなるにつれて、表面硬さが高くなり、最大 1100 HV まで硬化した。浸炭処理温度が高いほど硬くなった理由として、X 線回折の結果から固溶炭素濃度が増加したことが、および  $\text{Cr}_2\text{C}_6$  の炭化物が析出したことが考えられる。

耐摩耗性は直径  $\phi 4.76$  mm のアルミナボールを用いて、すべり速度 20 mm/s、すべり距離 144 m、荷重 1.96 N の往復摺動摩擦により評価した。測定した比摩耗量および摩擦係数を図 9 に示す。処理温度 673 K 以上では、比摩耗量の低下が認められた。摩擦係数に関しては、処理温度による違いが特に認められなかった。未

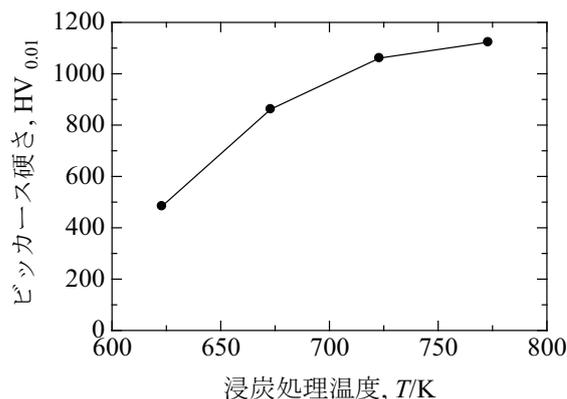


図8 低温プラズマ浸炭処理をした SUS316L 溶射皮膜のビッカース硬さ

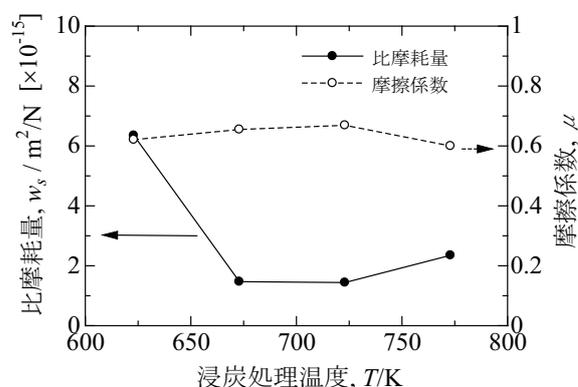


図9 低温プラズマ浸炭処理をした SUS316L 溶射皮膜の比摩耗量と摩擦係数

処理の SUS316L 溶射皮膜と比較すると、未処理皮膜は比摩耗量が  $9.1 \times 10^{-15} \text{ m}^2/\text{N}$  であるのに対し、浸炭処理をした皮膜は比摩耗量が  $1-2 \times 10^{-15} \text{ m}^2/\text{N}$  と、浸炭処理により約 1/100 ほど比摩耗量が低下した。したがって、低温プラズマ浸炭処理は SUS316L 溶射皮膜の耐摩耗性を約 100 倍向上させる、有効な処理方法であることが認められた。

窒化処理による SUS316L 溶射皮膜のビッカース硬さは、処理温度 723 K において約 1300 HV と浸炭処理より若干硬かった。一方、比摩耗量は浸炭処理とほぼ同じ値であった。浸炭処理は窒化処理より固溶元素濃度が少なく、ビッカース硬さも若干低いが、耐摩耗性に関してはほとんど差のないことが認められた。

### 3.3 S 相の硬さ分布

773 K で浸炭処理をした SUS316L 溶射皮膜のグロー放電発光分光分析装置 (GDOES) による深さ方向の炭素の分布、および S 相断面のヌープ硬さ分布の結果を図 10 に示す。

図 7 の組織観察による S 相の厚さは 20  $\mu\text{m}$  であったが、炭素の深さ方向分布からは 30  $\mu\text{m}$  程度まで炭素が拡散していることがわかる。このことは、S 相が形

成されるには、炭素の固溶濃度が閾値を超える必要があることを示している。

一方、断面のヌープ硬さ試験においては、表面から約 9  $\mu\text{m}$  の深さまで 1000 HK 以上の硬さを示した。それより内部方向へ行くにつれて硬さは大きく低下した。このことから、S 相の硬化している領域は S 相の厚さのおよそ半分の 10  $\mu\text{m}$  程度であることがわかった。

### 3.4 S 相の耐腐食性

耐腐食性の評価を電気化学測定で行った。測定装置として参照電極に Ag/AgCl, 対極に白金を用いたポテンショスタットを使用して、電位走査速度 20 mV/min で分極測定した。試験溶液には窒素ガスで 1800 s 脱気した 3.5 mass% の NaCl 溶液を用い、液温は 303 K とした。試料に -0.7 V の電位を 600 s 間印加してから、600 s 放置した後に分極測定をした。測定結果を図 11 に示す。723 K で浸炭処理した SUS316L 溶射皮膜と未処理の溶射皮膜を比較すると、浸炭処理した溶射皮膜は電流密度がわずかに高いが大きな差異はなかった。S 相を形成した SUS316L 溶射皮膜の耐腐食性は、未処理の SUS316L 溶射皮膜とほぼ同程度であると判段される。

## 4. まとめ

低温プラズマ浸炭処理により SUS316L 溶射皮膜には、炭素の過飽和固溶体である S 相が形成されることを確認した、また、処理温度が 723 K 以上では、ビッカース硬さ 1000 HV 以上に表面が硬化して、耐摩耗性が 100 倍ほど向上することもわかった。さらに、浸炭処理により SUS316L 溶射皮膜の耐腐食性はほとんど低下しないなど、浸炭処理が優れた表面硬化処理方法であることを確認した。

なお、プラズマ浸炭処理は固溶元素濃度がプラズマ窒化処理のおよそ半分程度であるが、耐摩耗性は窒化処理とほぼ同程度であった。

低温プラズマ浸炭処理を施した SUS316L 溶射皮膜は、耐摩耗性と耐腐食性を兼ね備えた溶射皮膜として、肉盛り溶射皮膜および硬質クロムめっきの代替皮膜と

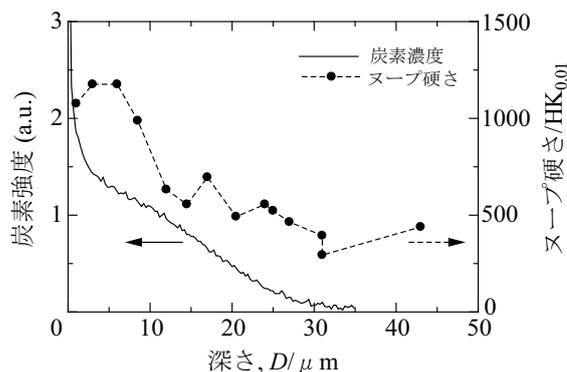


図 10 低温プラズマ浸炭処理をした SUS316L 溶射皮膜の断面のヌープ硬さ分布と炭素の深さ方向分布

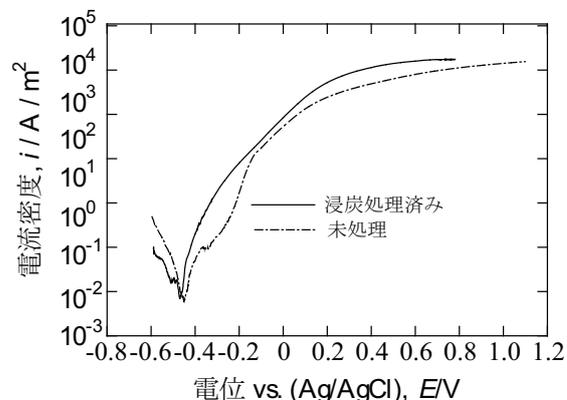


図 11 低温プラズマ浸炭処理をした SUS316L 溶射皮膜と未処理皮膜のアノード分極曲線

して適用が期待できる。

## 参考文献

- 1) K. Ichii, K. Fujimura and T. Takase: Tech. Rep. Kansai Univ. **27** (1986) 135.
- 2) Z. L. Zhang and T. Bell: Surface Engineering 1 (1985) 131.
- 3) Y. Sun, X. Li and T. Bell: Surf. Eng. **15** (1999) 49.
- 4) G. M. Michael, F. Ernst, A. H. Heuer: Metall. Mater. Trans., **A37** (2006) 1819.
- 5) S. Adachi and N. Ueda: Thin Solid Films, **523** (2012) 11.
- 6) RM. Souza, M. Ignat, CE. Pinedo, AP. Tschiptschin: Structure and Properties of Low Temperature Plasma Carburized Austenitic Stainless Steel, Surf Coat Technol, **204** (2009) 11025.



# 技 術 論 文



# インパクト成形における寸法精度向上のための サーボプレススライドモーションの検討

## *Servo Press Slide Motion for Improvement of Dimensional Accuracy in Impact Extrusion*

四宮 徳章\* 白川 信彦\*  
Naruaki Shinomiya Nobuhiko Shirakawa

(2013年6月17日 受理)

Experimental and analytical studies were conducted to clarify the preferred servo press slide motion for obtaining uniform cups by one operation of impact extrusion. Cylindrical billets of aluminum (A1070) were extruded into cups using a servo press. The inner and outer diameters were measured along the longitudinal axes. Effects of the servo press slide motion on the billet temperature were investigated using finite element method. The following results were obtained: 1) Heat generated by processing strongly influenced the cup diameter accuracy. 2) A constant sliding speed made the diameter small at the cup bottom. 3) Slowing the slide speed in the middle of the extrusion process improved the dimensional accuracy.

**Key Words:** plastic working, servo press, impact extrusion, finite element method, heat generation

### 1. はじめに

衝撃押出し成形は、バルク状の素材から深い薄肉容器形状を一工程で成形できる加工法であり、近年、リチウムイオン電池などの電池筐体の加工において注目を集めている。深い薄肉容器形状を加工する場合に多工程を要する深絞り成形に比べて、衝撃押出し成形は高効率の製造ができる、残留応力が小さいなどの長所を有するが、寸法精度が低い、適用できる材料に制限があるなどの課題がある。特に寸法精度は、加工発熱による素材の熱膨張・熱収縮や、金型の弾性変形<sup>1)</sup>などが影響を及ぼすと考えられている。

一方、サーボプレスは、従来のプレス機では実現できなかったスライドモーションの自由な設定を可能にするプレス機である。塑性加工の現場ではサーボプレスの導入が急速に進んでおり、スライドモーションの

検討により、成形性の向上<sup>2)</sup>や寸法精度の向上<sup>3)</sup>を達成した事例が報告されている。しかし、衝撃押出し成形を対象にしたものはほとんど報告されていない。また、スライドモーションの設定を考慮した成形解析を行い、解析からそのメカニズムを明らかにした例も見当たらない。本報では、サーボプレスのスライドモーションを駆使して、加工発熱による素材の温度上昇をコントロールし、衝撃押出し成形において寸法精度を向上させた。さらに、成形解析を用いて成形中の素材の温度分布を明らかにすることで、寸法精度向上のメカニズムについても検討を加えた。

### 2. 実験および解析方法

成形には2000 kN リンク式 AC サーボプレス (コマツ産機, H1F200) を用い、工具には、SKD11 製のパンチおよびコンテナを用いた。また、パンチ上部に設置した SKD11 製の円柱ブロックにひずみゲージを貼

\* 加工成形科

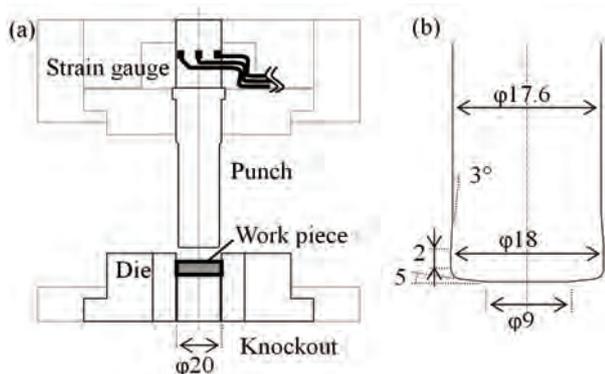


Fig. 1 Schematic illustrations of (a) cross section of experimental apparatus and (b) front edge of punch.

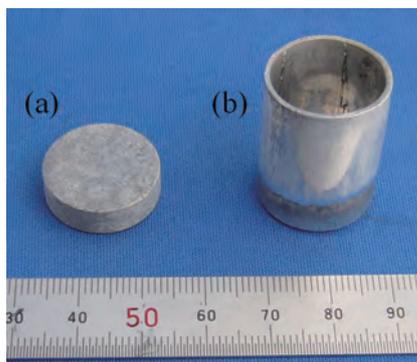


Fig. 2 Appearance of (a) billet and (b) extruded cup.

付して、成形荷重を測定した。Fig. 1 に概略図を示す。素材には、化成皮膜処理を行った直径 19.5 mm、高さ 6 mm の A1070 材 (耐力 : 86 MPa, 引張強さ : 95 MPa, 伸び : 28 %) を用いた。Fig. 2 に素材および成形品を示す。成形品の内・外径の測定には、三次元形状測定機 (ミットヨ, Quick Vision PRO) を用いて、スタイラスにより内径で 8 点、外径で 6 点の座標を測定し、円近似することで直径を求めた。

今回検討を加えたサーボプレスのスライドモーションを Fig. 3 に示す。リンクモーションの 50 spm を 100 % として、① 100 % 一定モーション、② 20 % 一定モーション、③ 下死点上 5 mm で 100 % から 20 % に減速するモーション、④ 下死点上 4 mm で 100 % から 20 % に減速するモーション、⑤ 100 % の速度で下死点上 4 mm において 0.1 s 停止するモーション、⑥ 100 % の速度で下死点上 4 mm において 1 s 停止するモーションの 6 種類を検討した。以降、①②を一定モーション、③④を減速モーション、⑤⑥を停止モーションと称す。

解析には、鍛造シミュレータ (NTT データエンジニアリングシステムズ, simufact. forming 10.0) を用いた。二次元の軸対称問題とし、素材は弾塑性体、工具は弾塑性体と定義した。工具形状は上述の三次元形状測定機

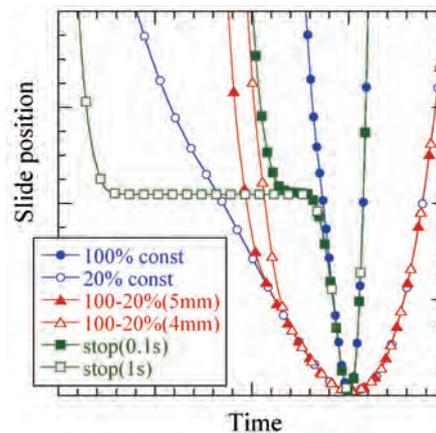


Fig. 3 Various slide motion patterns used in this study.

を用いてパンチ外径について 2 断面およびコンテナ内径について 9 断面の測定を行い、解析に用いた。また、素材および工具の機械的特性には、ソフトウェアに収録されているライブラリデータを引用し、素材には速度依存性 (ひずみ速度  $0.001 \sim 10 \text{ s}^{-1}$ ) および温度依存性 ( $20 \sim 120 \text{ }^\circ\text{C}$ ) を考慮した 1000 番系のアルミニウム、工具には SKD11 を設定した。実際の成形では、スライド条件によりひずみ速度  $10 \text{ s}^{-1}$  や素材温度  $120 \text{ }^\circ\text{C}$  を超える変形箇所が存在すると思われるが、素材の変形抵抗はひずみ速度の低い範囲で支配的に変化し、また、温度依存性については変形時の素材温度を概ね包含していると考えられるため、大きな差異はないと思われる。摩擦係数としては、素材-パンチ、素材-コンテナともせん断摩擦係数を 0.1 に設定し、素材および工具の初期温度は  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 、素材-工具間の熱伝達率は  $20 \text{ kW}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$  に設定した。サーボプレスのスライドモーションの設定には、実際にプレスから出力される時間-ストロークデータを用いた。また、直径は、加工発熱により昇温した成形品の冷却解析を行い、熱収縮後の最終形状を三次元の STL 形式で出力して求めた。

### 3. 実験および解析結果とその考察

#### 3.1 実験および解析結果

設定したスライドモーションと実際のスライド動作にかい離がないかを確認するために、まず、各モーションのスライド速度について調べた。Fig. 4 は、スライド速度を下死点からの距離で整理したものである。100 % 一定モーションでは、下死点上 5 mm の位置まで急激に速度が低下し、その後 1 mm 付近まで 40 mm/s 程度のほぼ一定速になった。これは実験に使用したサーボプレスのリンク機構に起因するものである。また、20 % 一定モーションでは、100 % の 20 %

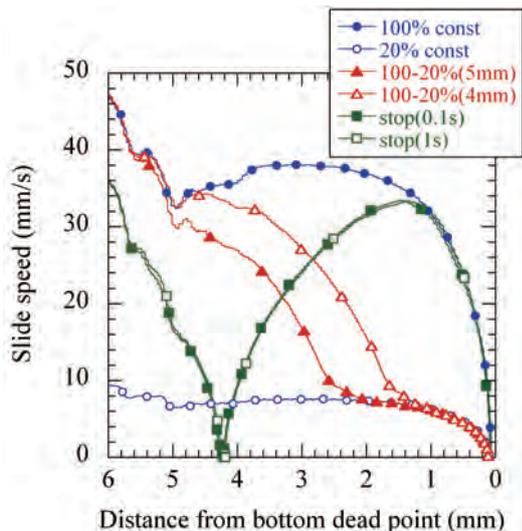


Fig. 4 Slide speed of various slide motion patterns used in this study.

程度の速度 (8 mm/s 程度) になっており、設定どおりに動作したと言える。減速モーションでは、下死点上 5 mm および 4 mm から 20 % の速度に向けて減速を開始するため、2 mm および 1 mm 付近まで 20 % の速度に減速できていなかった。また、停止モーションでは、常に 100 % の速度設定であるにも関わらず、成形開始の 6 mm 付近から 1 mm 付近まで、0.1 s、1 s の両停止モーションとも、100 % 一定モーションより速度が低かった。これは、4 mm での停止に向けた減速区間とその後の再起動による加速区間が必要なためである。素材と金型の熱移動に及ぼすスライド速度の影響は大きく、それによる素材の熱収縮は大きいと思われる。寸法精度の向上を達成するためには、このような実際のスライド動作を把握することが非常に重要であると考えられる。

次に、各モーションで成形した時のパンチ荷重—ストローク線図の一例を Fig. 5 に示す。また、解析結果も併せて示す。最大パンチ荷重はモーション間では大差はないが、実験結果の方が解析結果より高い荷重を示した。これは解析に用いた材料データおよび摩擦係数に起因するものと考えられる。また、成形後半で各モーションのパンチ荷重に差が生じた。成形後半にスライド速度の低い 20 % 一定モーションや減速モーションで荷重が高くなるという傾向は、実験と解析で一致した。素材強度の温度依存性を考慮しない解析の場合には、成形後半のパンチ荷重の低下が現れなかったことより、パンチ荷重の低下は、加工発熱による素材の昇温と素材強度の温度依存性に起因するものと考えられる。

次に、成形品の内径および外径の測定結果を Fig. 6

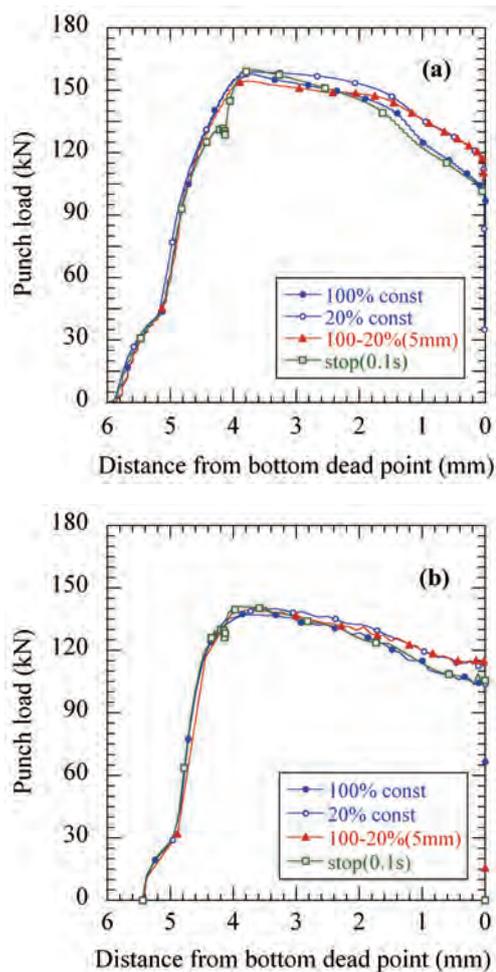


Fig. 5 Load curves for various slide motion patterns of (a) experimental and (b) calculated.

に示す。なお図中、縦軸は成形品の底部を 0 mm としてその高さを示し、本報では、高さ方向の直径の差が小さい場合に寸法精度が良いものとして評価した。図より、減速モーションを除く他のモーションでは、内径および外径は、底部 (高さ 5 mm) から端部 (高さ 21 mm) に向かって徐々に大きくなるのがわかる。また、20 % 一定モーションと比較して、100 % 一定モーションでは、底部から端部のいずれにおいても内径、外径ともに小さかった。これらは成形時の加工発熱に応じた加工後の熱収縮が原因と考えられる。一方、減速モーションでは、高さ方向に対する直径の差が他のモーションに比べて小さく、下死点上 5 mm の減速モーションでは内径において、4 mm の減速モーションでは外径において、直径の差が小さかった。また、停止モーションでは、0.1 s、1 s ともに高さ方向に対する直径の差が大きかった。これらは成形中の素材温度に起因するものと考えられるが、詳しくは次節で考察する。以上より、スライドモーションが直径に及ぼす影響は大きく、スライドを適切に制御することで高さ方向の直径の差を小さくすることができた。また Fig. 7 に示

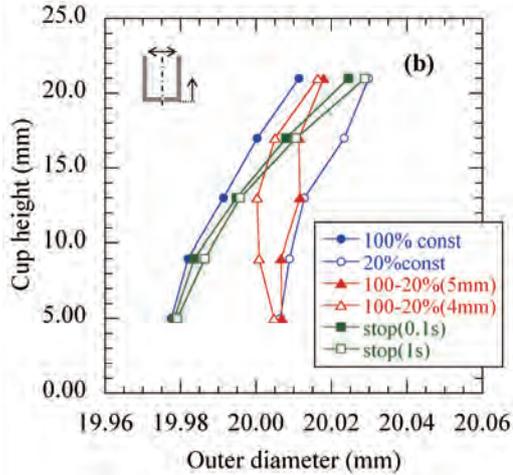
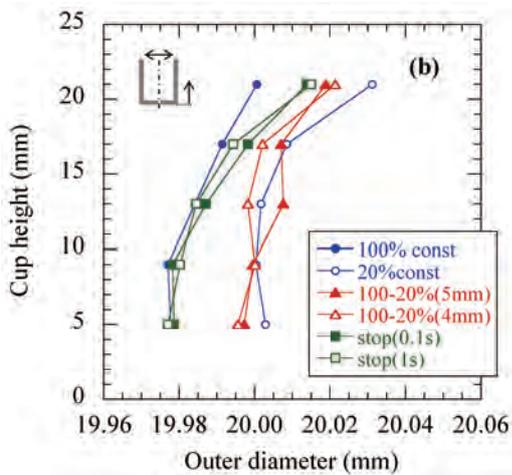
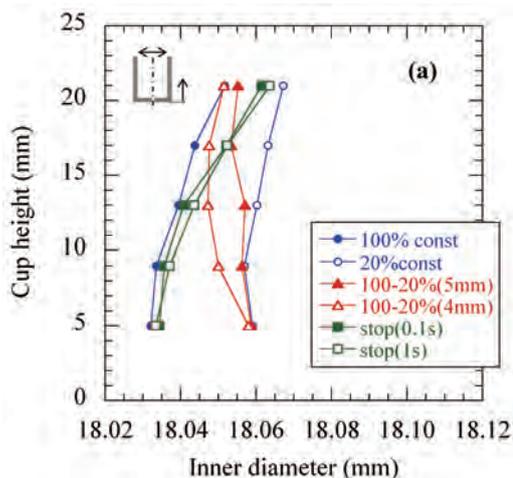
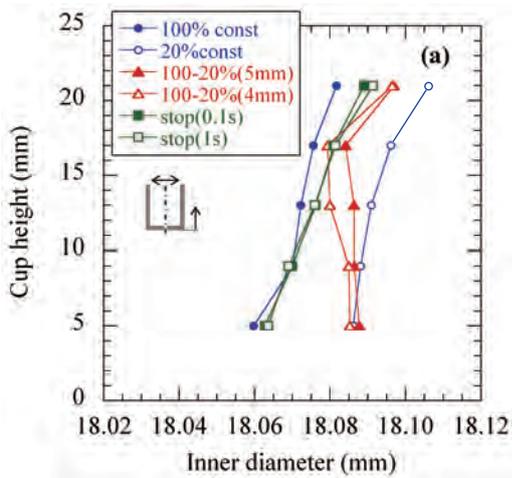


Fig. 6 Variation of (a) inner and (b) outer diameters of impact extruded cup (experimental).

Fig. 7 Variation of (a) inner and (b) outer diameters of impact extruded cup (calculated).

した解析結果においても、内径・外径に及ぼすスライドモーションの影響は実験結果に近い傾向を示し、減速モーションでは、高さ方向の直径の差が小さいことを確認できた。

### 3.2 成形中の素材温度と寸法精度の考察

内径寸法および外径寸法は成形中の素材温度によって大きく影響を受けると考え、成形中に最も素材温度が高くなると思われるパンチ肩近傍の素材温度の推移を、解析により調べた。結果を Fig. 8 に、下死点での素材および金型の温度分布を Fig. 9 に示す。図より、スライド速度が 100 % と高い場合は素材温度の上昇が大きく、最高で約 140 °C に達することがわかる。一方、スライド速度が 20 % と低い場合は、最高温度が 85 °C 程度であった。これは、スライド速度が低速の場合、加工により発生した熱が金型へ多く移動するためと考えられる。また、減速モーションでは、成形初期に素材温度が上昇した後、成形中期以降で素材の昇温が抑制された。特に、下死点上 5 mm の減速モーションでは、下死点上 3 mm 以降の素材温度が 80~85 °C

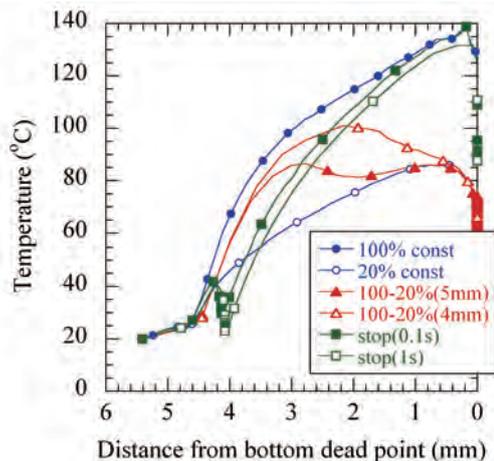


Fig. 8 Effect of slide motion patterns on maximum work piece temperature (calculated).

程度でほぼ一定であった。一方、停止モーションでは、スライド停止の下死点上 4 mm までに素材温度の上昇がほとんどないため、素材温度の低下に対する効果は小さかった。また、再起動後は素材の温度が急激に上昇し、100 % 一定モーションとほぼ同程度の約 140 °C

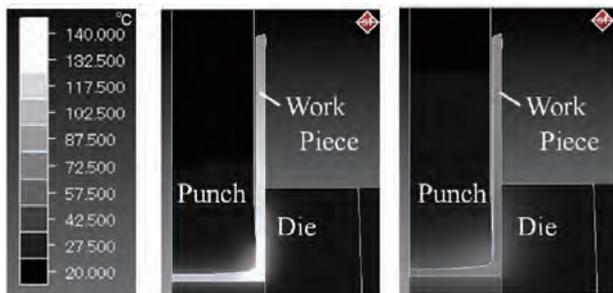


Fig. 9 Distribution of work piece and tools temperature at bottom dead point (calculated).

にまで達した。この点については、スライド停止位置を見直し、素材温度の上昇を抑制するモーションを検討する必要がある。

次に、成形品側壁部の各部位が成形中パンチ肩近傍を通過する際の温度を Fig. 10 に整理した。図より、100 % 一定モーションや停止モーションでは、成形品底部に近いほど成形時の温度がきわめて高く、熱収縮により寸法が小さくなると考えられる。一方で、下死点上 5 mm の減速モーションは、各高さの成形温度が約 80 °C で一定であり、成形高さごとの熱膨張、熱収縮の差が小さいと考えられる。これらは、Fig. 6 および Fig. 7 に示した直径と同様の傾向を示し、成形途中のスライドの減速は、素材温度の適切な制御を可能にするため、成形品高さ方向の直径の差を小さくできることがわかった。

#### 4. まとめ

衝撃押し出し成形の寸法精度向上のため、サーボプレスのスライドモーションの検討を行った。また、解析を用いて現象の解明を試みた。その結果、成形品の内径および外径に及ぼすスライドモーションや加工発熱の影響は大きいことがわかった。また、スライド速度を一定に設定した場合、素材温度は成形初期から完了

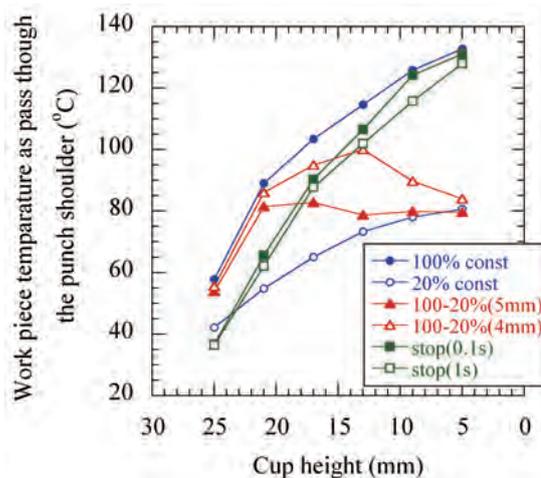


Fig. 10 Distribution of work piece temperature as pass through the punch shoulder (calculated).

まで上昇し続けるため、熱収縮の影響で成形品底部ほど直径が小さくなることがわかった。さらに、成形途中でのスライドの減速は、素材温度の上昇を抑制し、成形品高さ方向の直径の差を小さくできることがわかった。

#### 謝 辞

本研究の一部は、財団法人天田金属加工機械技術振興財団の平成 22 年度一般研究開発助成 (AF-2010020) により行われたものであり、ここに謝意を表す。

#### 参考文献

- 1) 渡辺 翼, 本村 貢, 萩原明夫, 小西玄太: 軽金属, 62, 10 (2012) 363.
- 2) 四宮徳章, 白川信彦: 第 62 回塑性加工連合講演会講演論文集 (2011), 109.
- 3) 寺野元規, 郭 放, 湯川伸樹, 石川孝司: 平成 24 年度塑性加工春季講演会講演論文集 (2012), 119.



# グラフト化スチレンブロック共重合体の分子量評価

## *Molecular Weight Evaluation of Grafted Styrene Block Copolymer*

山元 和彦\*

*Kazuhiko Yamamoto*

(2013年6月19日 受理)

Graft polymerization of lauryl methacrylate (LMA) onto the polystyrene-polyisoprene-polystyrene block copolymer (SIS) by free radical polymerization was conducted at 70 °C. The degree of conversion and graft efficiency in graft polymerization of LMA onto SIS was high. Structures and properties of the obtained grafted SIS were characterized using gel permeation chromatography (GPC) coupled with on-line laser light scattering (LS), differential viscometry (DV), and the differential refractive index (RI). Increasing the degree of grafting of polymerization decreased the molecular size [radius of gyration (Rg)] and intrinsic viscosity ( $[\eta]$ ) of the grafted SIS. Molecular structures of the grafted SIS were densely packed compared with those of SIS.

**Key Words:** SIS, LMA, graft polymerization, GPC, radius of gyration

### 1. はじめに

粘着剤は、被着体に貼った瞬間にある一定の接着強度を発現し、剥がす時には、容易に剥がせ、剥がしたとき基材を汚したりしないという特徴を有した機能性材料である。粘着剤は形態により、溶剤系、ホットメルト系およびエマルジョン系に分類される。ホットメルト系粘着剤の主成分の1つとして、熱可塑性エラストマーのSISがある。SISはポリスチレン-ポリイソプレン-ポリスチレンブロック共重合体であり、物理的架橋を形成するハードセグメントであるポリスチレン相とソフトセグメントであるポリイソプレン相がミクロ相分離構造をとるため粘着特性の一つである高い保持力を示す。しかし、SIS単独では粘着力が弱く、粘着剤として機能しないため、天然樹脂や合成樹脂などの粘着付与剤を添加する必要がある。これまでに高

分子材料の改質の手段として用いられているグラフト重合法を利用して、SISに対し粘着性を有するメタクリル酸ラウリル(LMA)モノマーのグラフト重合を行い、粘着付与剤を添加しない一成分系の新しい粘着剤の開発を試み、その粘着特性については報告した<sup>1)</sup>。

高分子材料の分子量を測定する方法の一つとしてゲル浸透クロマトグラフィ(Gel Permeation Chromatography: GPC)がある。最近、光散乱検出器(Laser Light Scattering: LS)、粘度検出器(Differential Viscometer: DV)および屈折検出器(Differential refractive index: RI)を装備したGPCにより、絶対分子量、分子量分布、固有粘度、回転半径および分岐度など、高分子材料の構造についてより詳しい情報が得られるようになった。そのため、グラフトポリマーやハイパーブランチポリマーなどのデンドリマーポリマーの分子量評価について、3種類の検出器を備えたゲル浸透クロマトグラフィ(GPC)を用いて行った結果について報告されるに至っている<sup>2-7)</sup>。

\* 繊維・高分子科

本研究では、SISへLMAをグラフト重合することにより得られたグラフト重合体について、光散乱、粘度および屈折の3種類の検出器を備えたゲル浸透クロマトグラフィ(GPC)を用いて、分子量測定を行い、グラフト重合体の分子量評価を行った。さらに、グラフト重合体の分子サイズ等について検討を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 試薬と溶媒

SISには、エクソンモービル社製 Vector 4111(スチレン含有量:18%, SIジブロック含有量:<1%)を用いた。また、メタクリル酸ラウリル(LMA)は日本油脂(株)(純度99.6%)のものをそのまま使用した。なお、重合開始剤の2,2'-アゾビス(イソブチロニトリル)(AIBN)はエタノールで再結晶したものを使用した。同様に過酸化ベンゾイル(BPO)は市販品をメタノールで洗浄し、乾燥したものをを用いた。溶媒のトルエンは試薬特級品をそのまま用いた。

### 2.2 実験

#### 2.2.1 メタクリル酸ラウリルの重合

メタクリル酸ラウリルの重合は、100 mlの3口フラスコに20 gのLMAおよび溶媒として30 gのトルエンを入れ、0.171 gのAIBN(LMAに対して1.0 mol%に相当)を開始剤として加え、窒素雰囲気下で70 °C、重合時間15時間で行った。重合後、反応液をメタノール中に投入して重合物を沈殿させた。沈殿した重合物をメタノールで数回洗浄し、乾燥を行い、ポリメタクリル酸ラウリル(PLMA)を得た。

#### 2.2.2 グラフト重合と精製

グラフト重合は、200 mlの4口フラスコに28 gのSIS、12 gのLMAおよび溶媒として60 gのトルエンを入れ、0.171 gのBPO(LMAに対して1.5 mol%に相当)を開始剤として加え、窒素雰囲気下で70 °C、重合時間10時間で行った。重合後、反応液をメタノール中に投入して重合物を沈殿させ、沈殿物の重量より、重合率(仕込みモノマー量に対する重合したモノマーの重量パーセント)を求めた。

グラフト重合物の精製は、沈殿したポリマーを1-ペンタノールで室温下24時間浸漬により行った。この操作を6回繰り返し、1-ペンタノール液に抽出されたグラフト重合していないホモポリマーPLMAの重量を求めた。これより、グラフト率(SISに対するグラフトしたPLMAの重量パーセント)とグラフト効率(重合したモノマーに対するグラフトしたPLMAの重量パーセント)を評価した。

#### 2.3 ゲル浸透クロマトグラフィ(GPC)

ゲル浸透クロマトグラフィのシステム図をFig. 1に示す。クロマト部は東ソー(株)製のデガッサー(SD-8022)、ポンプ(DP-8020)、オートサンプラー(AS-8020)およびカラムオープン(CO-8020)から成り、カラムは東ソー(株)製TSKGel GMHxl(7.8 mmφ×30 cm×2本)を用いた。また、検出部には光散乱、粘度および屈折の3種類から構成されるViscotek社製TriSEC-Model 302 W型検出器を用いた。測定条件は、温度40 °C、移動相テトラヒドロフラン(THF)、試料濃度2 mg/mlおよび流速1 ml/minである。

光散乱検出器からは、MW(絶対分子量)、dn/dc(屈

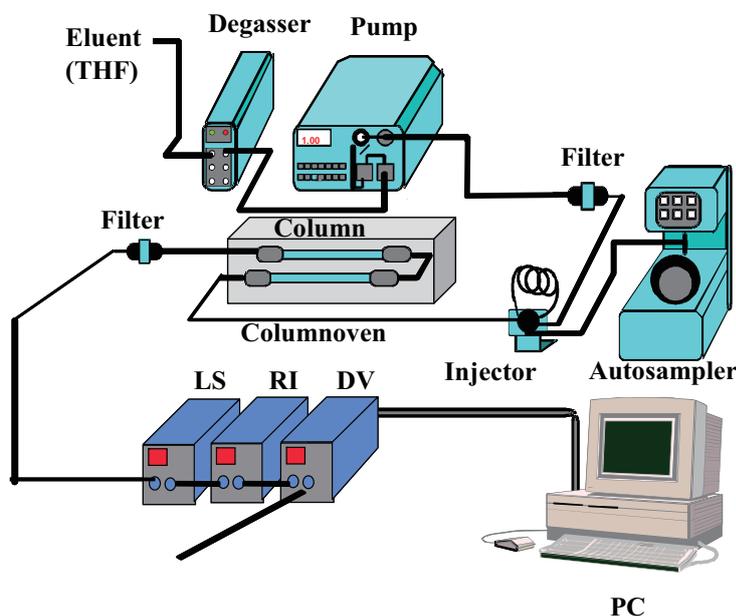


Fig. 1 System of Gel Permeation Chromatography.

**Table 1** Graft Polymerization of LMA onto SIS.

SIS (g)	LMA (g)	Conversion (%)	Degree of grafting (%)	Graft efficiency (%)	Abbreviation
28.0	12.0	75.0	30.0	93.4	SIS-g-PLMA (28:12)
20.0	20.0	82.5	65.6	79.4	SIS-g-PLMA (20:20)
10.0	30.0	80.7	228.8	94.5	SIS-g-PLMA (10:30)

Reaction conditions: solvent; 60 g toluene, initiator; 1.5 mol% BPO to LMA, reaction temp; 70 °C, reaction time; 10 hr, extraction solvent; 1-pentanol.

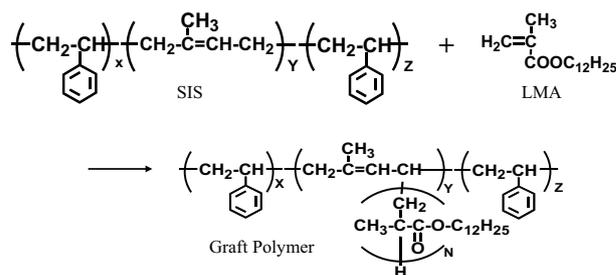
折率増分) および C (濃度) が求められる。粘度検出器からは,  $[\eta_{sp}]$  (比粘度) と  $\eta$  (溶液粘度) が求められる。また, 屈折検出器からは,  $dn/dc$  (屈折率増分) と C (濃度) が求められる。

なお, 解析には Viscotek 社製の TriSEC ソフトウェアを用いた。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 グラフト重合

スチレンブロック共重合体である SIS に粘着性を有する LMA のグラフト重合を試みた。SIS への LMA のグラフト重合は, SIS と LMA の仕込み量をそれぞれ変化させ, トルエン溶液中, 窒素雰囲気下 70 °C で行った。グラフト重合の結果を Table 1 に示す。Table 1 より, 仕込み量を変えて得られたグラフト重合物の重合率 (conversion) は 75.0~82.5 %, グラフト率 (degree of grafting) は 30.0~228.8 %, グラフト効率 (graft efficiency) は 79.4~94.5 % であることがわかる。これらの結果より, SIS への LMA のグラフト重合は仕込み量にかかわらず, 重合率とグラフト効率は高くなり, LMA が効率良くグラフトポリマーの枝ポリマーとして重合することがわかった。その反応式を Fig. 2 に示



**Fig. 2** Graft polymer synthesis.

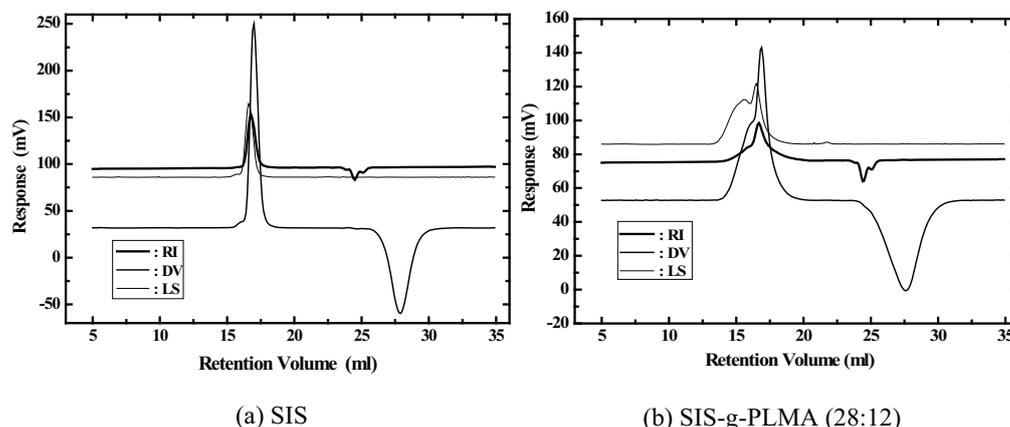
す。また, LMA の添加量の増加に伴い, SIS に対する LMA のグラフト率が増加した。

#### 3.2 GPC クロマトグラム

用いた SIS とグラフト重合体 [SIS-g-PLMA(28:12)] の GPC クロマトグラムを Fig. 3 に示す。Fig. 3 より, SIS は非常にシャープなピークのクロマトグラムを示すことがわかり, 分子量が揃っていることがわかる。また, グラフト重合体のクロマトグラムは SIS の溶出位置より前にショルダーが現れ, PLMA のグラフト化により, 分子量が SIS に比べて大きくなったことが認められる。

#### 3.3 グラフト重合体の分子量分布

SIS とグラフト重合体 [SIS-g-PLMA(28:12)] の分子



**Fig. 3** Gel permeation chromatograms of SIS and SIS-g-PLMA (28:12).

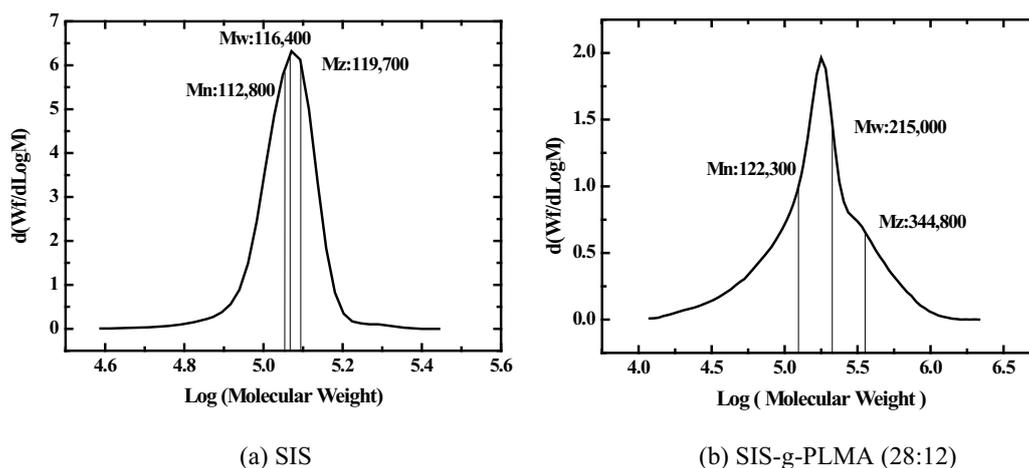


Fig. 4 Molecular weight distributions of SIS and SIS-g-PLMA (28:12).

Table 2 Characterization data of Graft Polymer.

	Mn	Mw	Pd	Rgn <sup>a)</sup> (nm)	Rgw <sup>b)</sup> (nm)	$[\eta]_n$ <sup>c)</sup>	$[\eta]_w$ <sup>d)</sup>
SIS	112,800	116,400	1.03	13.58	15.92	0.987	0.990
SIS-g-PLMA (28:12)	122,300	215,000	1.76	15.65	18.15	0.755	0.893
SIS-g-PLMA (20:20)	121,700	246,000	2.02	13.32	16.54	0.459	0.629
SIS-g-PLMA (10:30)	108,200	285,800	2.64	11.42	15.57	0.303	0.472

a,b) Radius of gyration at number-average molecular weight and weight-average molecular weight, respectively.  
c,d) Intrinsic viscosity at number-average molecular weight and weight-average molecular weight, respectively.

量分布を Fig. 4 に示す。Fig. 4 より、SIS は、数平均分子量 [Mn] および重量平均分子量 [Mw] が 112,800 および 116,400、分散度 ( $Pd=[Mw]/[Mn]$ ) が 1.03 と単分散に近い分子量分布を有するブロック共重合体であることがわかる。一方、SIS-g-PLMA(28:12) では、[Mn] および [Mw] が 122,300 および 215,000 で、Pd は 1.76 であった。このことから、SIS に PLMA をグラフト重合することにより、グラフト重合体の分子量は大きくなり、分散度も大きく、分子量分布が広がった構造であることがわかった。

### 3.4 グラフト重合体の GPC 結果

粘度検出器から得られる  $[\eta]_{sp}$  および屈折検出器から得られる C から、次式 (1) により、

$$[\eta] = \text{Lim}([\eta]_{sp}/C) \quad (1)$$

計算される固有粘度  $[\eta]$  と、絶対分子量 (MW) および固有粘度  $[\eta]$  を用いて、次式 (2) の Flory-Fox 式<sup>8)</sup>より

$$Rg = ([\eta] \cdot MW)^{1/3} / 3.03 \quad (2)$$

得られる分子サイズを示す回転半径 (Rg) と数平均分子量、重量平均分子量および分散度について、Table 2 にまとめた。Table 2 より、グラフト重合体のグラフト率が高くなるに従い、数平均分子量と重量平均分子

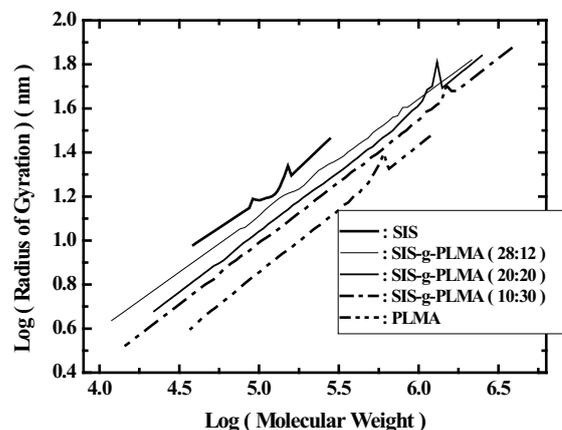


Fig. 5 Radius of gyration of SIS, SIS-g-PLMA and PLMA.

量はともに大きくなり、分散度も大きくなり分子量分布は広がった。しかし、固有粘度と回転半径は小さくなる傾向を示した。

### 3.5 グラフト重合体の分子サイズ

SIS とグラフト重合体 (SIS-g-PLMA) およびポリメタクリル酸ラウリル (PLMA) について、絶対分子量と回転半径の関係を Fig. 5 に示す。回転半径は、SIS、グラフト重合体 (SIS-g-PLMA)、PLMA の順に小さく

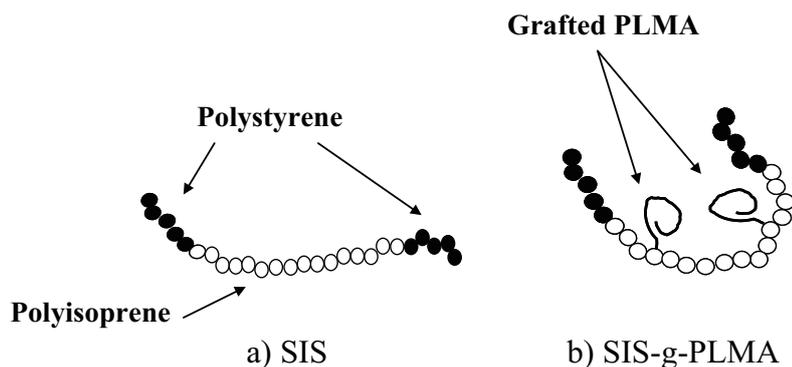


Fig. 6 Schematic of molecular structure of SIS and SIS-g-PLMA.

なった。そして、さらに、グラフト重合体の中でも PLMA のグラフト率が高くなるほど、回転半径は小さくなった。これらの結果より、回転半径の小さい PLMA のグラフト化により、グラフト重合体の分子の広がりや PLMA の立体構造の影響を受け、SIS よりも小さくなり、コンパクトな構造になっていることが注目される。その分子構造の概略図を Fig. 6 に示す。

#### 4. まとめ

熱可塑性エラストマー SIS (ポリスチレン-ポリイソプレン-ポリスチレンブロック共重合体) と粘着性を有するメタクリル酸ラウリルとのグラフト重合体 (SIS-g-PLMA) の分子量評価を行った。グラフト重合は、ラジカル重合法により、30.0%、65.6% および 228.8% のグラフト率の異なるグラフト重合体を合成した。なお、グラフト重合は高い重合率とグラフト効率を示した。

次に、光散乱、粘度および屈折検出器を備えた GPC を用いて、得られたグラフト重合体の分子量の評価を行った。その結果、グラフト重合体の分子量は、

SIS よりも大きくなったが、その回転半径は SIS よりも小さくなった。さらに、PLMA のグラフト率が高くなるに従い、回転半径は小さくなった。このことから、興味深いことに、SIS に LMA をグラフト重合したグラフト重合体 (SIS-g-PLMA) の分子構造は SIS よりもよりコンパクトな構造をしていると考えられる。

#### 参考文献

- 1) 山元和彦：大阪府立産業技術総合研究所平成 20 年度研究所報告, (2006) 49.
- 2) W. J. Wang, S. Kharchenko, K. Migler and S. Zhu: *Polymer*, **45** (2004) 6485.
- 3) X. Q. Wu, F. J. Schork and J. W. Gooch: *J. Polym. Sci. Polym. Chem. Ed.*, (2000) 4159.
- 4) J. F. J. Coelho, P. M. F. O. Goncalves, D. Miranda and M. H. Gil: *Eur. Polym. J.*, **42** (2006) 751.
- 5) A. T. Slark, D. C. Sherrington, A. Titterton and I. K. Martin: *J. Mater. Chem.*, (2003) 2711.
- 6) C. Y. Hong and C. Y. Pan: *Polymer*, **42** (2001) 9385.
- 7) N. O'Brien, A. McKee, D. C. Sherrington, A. T. Slark and A. Titterton: *Polymer*, **41** (2000) 6027.
- 8) P. S. Flory and T. G. Fox: *J. Am. Chem. Soc.*, **73** (1951) 1904.



# カーボンナノコイルを活用した 新規セラミックス基複合材料の開発

## *Development of Novel Ceramic Matrix Composites Utilizing Carbon Nanocoils*

長谷川 泰則\* 垣辻 篤\* 久米 秀樹\*\*  
Yasunori Hasegawa Atushi Kakitsuji Hideki Kume  
野坂 俊紀\*\*\*  
Toshikazu Nosaka

(2013年6月20日 受理)

Carbon nanocoil dispersed alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -CNC) composites were fabricated using spark plasma sintering (SPS) at 1200 °C for 10 min under 40 MPa, using nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$  powders and a carbon nanocoil. The effects of additional CNC contents between 0.5 and 4 wt% on densification, microstructure, mechanical and electrical properties were investigated. The  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -CNC composites by CNC contents below 2 wt% exhibited relative densities higher than 98 %, in which CNCs were well dispersed, while maintaining the coil structure. In terms of Vickers hardness, the composite with the addition of CNC up to 2 wt% showed equal or higher values than those of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . However, further additional CNC contents decreased the hardness because of the formation of many pores located within CNC agglomerates. Indentation fracture toughness increased to 5.3  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  by the CNC content of 2 wt%, which is about 30 % higher than that of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Electrical resistivity of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -CNC composites was decreased drastically by the addition of 0.5 wt% CNC. Up to 2 wt%, it was 14 orders of magnitude lower than that of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

**Key Words:** carbon nanocoils(CNC),  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -CNC composite, spark plasma sintering(SPS), microstructure, mechanical property, electrical resistivity

### 1. はじめに

カーボンナノコイル (Carbon nanocoil: 以下 CNC と表記) は、線径・コイル径がナノメートルオーダーのらせん構造をもつカーボン繊維である。CNC は、カーボンナノチューブ (CNT) と同様に高い導電性を持つことに加え、強靱なバネとしての機械的特性や電磁波に活性など優れた性質を有することから、電界電子放出材、電磁波吸収材、制振材、透明導電膜材など

幅広い分野への応用が期待されている<sup>1-5)</sup>。中でも電磁波吸収材としては、近年これまでの市販品 (炭素材料) にはない高周波広帯域での良好な吸収特性 (1~100 GHz で 20 dB 以上の吸収能) が見出されており<sup>5)</sup>、次世代材料として有望視されている。しかし、それらはエポキシ樹脂等の高分子材をベースとしたものであり、CNC とセラミックスとの複合材に関する報告はほとんどなく、CNC 複合化による効果について検討されていないのが現状である。本研究では、CNC を最も汎用的なセラミックスであるアルミナ ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) と複合化することで  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -CNC 焼結体を作製し、CNC が  $\text{Al}_2\text{O}_3$  の物性に及ぼす効果について検討した。

\* 化学環境科

\*\* 経営企画室 経営戦略課

\*\*\* 経営企画室 経営戦略課 (現 和泉商工会議所)

## 2. 実験方法

### 2.1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CNC 焼結体の作製

出発原料として、市販の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉末 (大明化学工業 (株) 製, TM-DAR) 及び CNC 粉末を用いた。CNC は、大阪府地域結集型共同研究事業から提供を受けたもので、走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真と基本仕様<sup>6)</sup>をそれぞれ Fig. 1, Table 1 に示す。まず、所定量の CNC を 2-プロパノール中にて 5 分間超音波攪拌し、分散処理を行なった後、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉末を添加し、再び超音波攪拌処理を行なった。次いで、大気中及び真空中にて加熱乾燥し、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CNC 混合粉末を得た。得られた混合粉末を用い、放電プラズマ焼結 (SPS: Spark Plasma Sintering) 装置 (住友石炭鉱業 (株), SPS-1020) により、1100~1200 °C、保持時間 600 s、真空中、加圧力 30 又は 40 MPa の条件下で焼結を行なった。比較として、同条件による Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 焼結体の作製も行なった。

### 2.2 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CNC 焼結体の評価

得られた焼結体において、アルキメデス法 (JIS R1634) により嵩密度を測定し、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 及び CNC の理論密度を 4.0<sup>6)</sup> g/cm<sup>3</sup>、1.8<sup>3)</sup> g/cm<sup>3</sup> として相対密度を算出した。次いで、粉末 X 線回折 (XRD) 装置 (リガク, RINT2000) を用いた相の同定、SEM による微細構造観察やラマン分光測定による G/D 比の評価を行なった。また、ビッカース硬度計 (アカシ, AVK-C2) を用い試験荷重 98 N で硬度を測定し、圧子圧入 (IF) 法による破壊靱性試験、Van der Pauw 法を用いた電気抵抗率測定を行い、機械的・電氣的性質についての評価も行なった。

## 3. 実験結果と考察

### 3.1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> と CNC の複合化

Fig. 2 に焼結前の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CNC 混合粉末の SEM 写真を示す。CNC は、全体として比較的均一に分散していることがわかった。Fig. 3 に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> に対し CNC を 2 wt% 添加した試料 (以後、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-2CNC と表記) の各焼結温度 (加圧力: 30 又は 40 MPa) での相対密度を示す。比較のため、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 焼結体の結果も併せて示す。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-2CNC は、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> と同様、焼結温度が高くなるに従い相対密度が向上し、1200 °C で 96 % に達した。加圧力を上げることで (30 → 40 MPa)、相対密度は更に増加し、より緻密な焼結体 (相対密度: 98 %) が得られることがわかった。

Fig. 4 に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ならび Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-2CNC 1200 °C 焼結体の破断面 SEM 写真を示す。CNC の添加により、マトリックスであるアルミナの粒成長は抑制され、また CNC

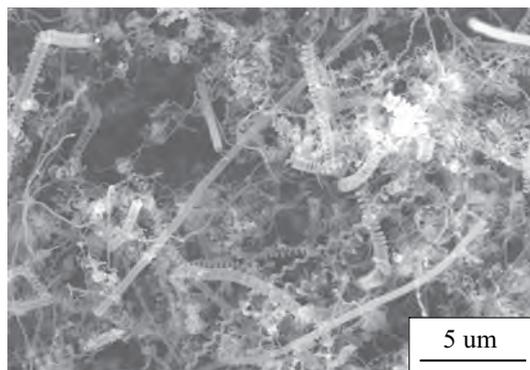


Fig. 1 SEM image of CNCs.

Table 1 Specifications of CNC sample.

Shape	Coil
Coil length	a.v. 20 μm
Fiber diameter	a.v. 150 nm
Coil diameter	a.v. 500 nm
Coil pitch	a.v. 500 nm
Young's modulus	0.1 TPa
Electrical resistivity	1E-2~5E-3 Ω·cm

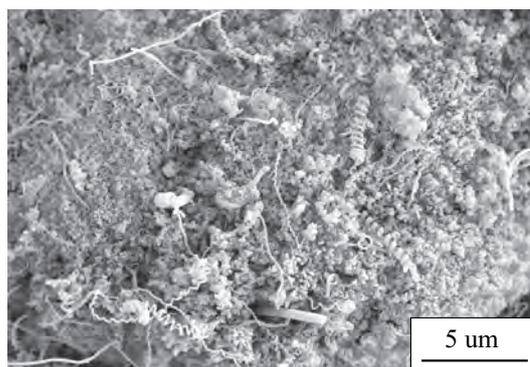


Fig. 2 SEM image of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CNC mixed powder.

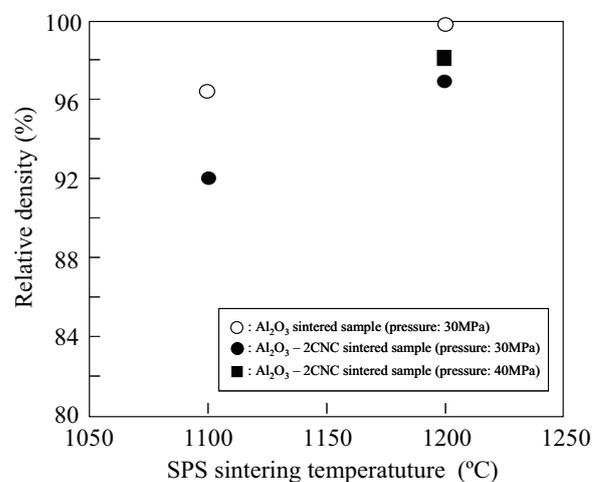
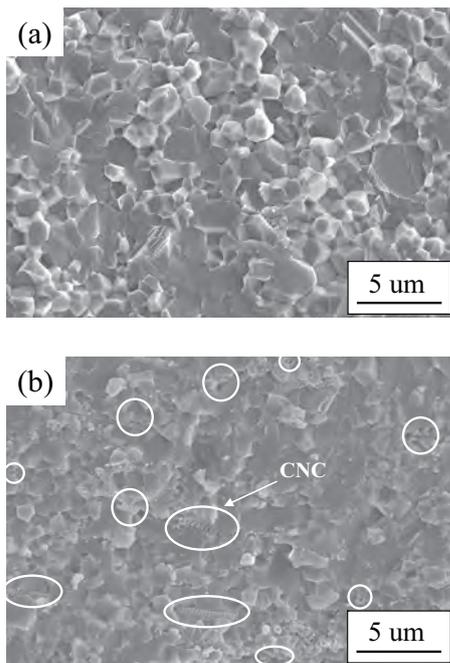


Fig. 3 Relationship between sintering temperature and relative density for Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CNC and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.



**Fig. 4** Fracture surface of sintered samples. (a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (b) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-2CNC

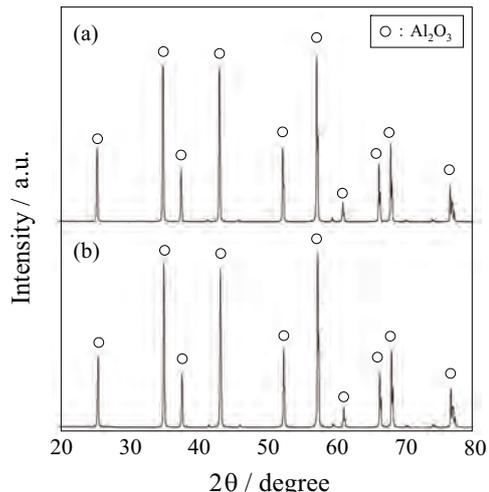
はコイル形状を維持しつつ比較的均一に分散していることがわかった。また、いずれの試料も粒界破壊と粒内破壊の領域が見られるものの、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-2CNCはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>と比べ、粒内破壊がより支配的であった。Fig. 5にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ならびAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-2CNC 1200 °C焼結体のXRDパターンを示す。いずれもAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>に帰属されるピークのみ見られ、CNC添加試料にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>とCNCとの反応物などのピークは確認されなかった。

Fig. 6にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-2CNC 1200 °C焼結体中でCNC存在領域と推測される部位から取得したラマンスペクトルを示す。比較のため、原料CNCのスペクトルも示す。CNC由来のDバンドがマトリックスであるAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>のピークと重なっているため、参考程度になるが、G/D比(各面積から算出)は0.7であり、原料CNCの値(0.4)と比べると高く、結晶性の向上が示唆された。このことについて更に詳細を調べるため、CNCのみを真空中、1200 °CでSPSによる熱処理を行なった。熱処理により、Fig. 7の透過型電子顕微鏡(TEM)写真に見られるようCNCのグラファイト化(結晶化)が進行しており、ラマン分光測定結果と良く一致した。

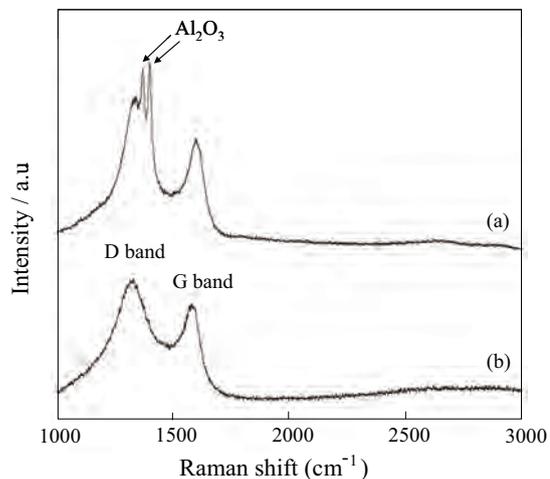
**3.2 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の物性に及ぼすCNC複合化効果**

作製したAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-xCNC(x = 0, 0.5, 1, 2, 4 wt%)焼結体における各種評価の結果を以下に示す。

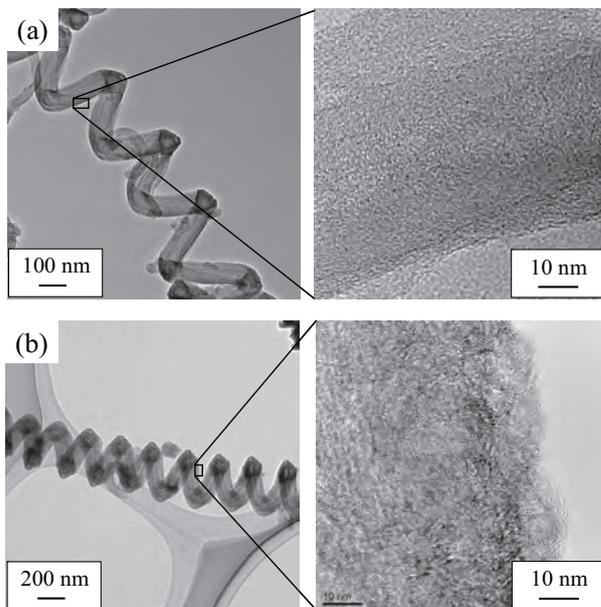
Fig. 8にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-xCNC(x = 0, 0.5, 1, 2, 4 wt%)1200 °C焼結体の硬度と相対密度のCNC添加量依存性を示す。硬度はCNCを0.5 wt%添加したとき、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>より高く



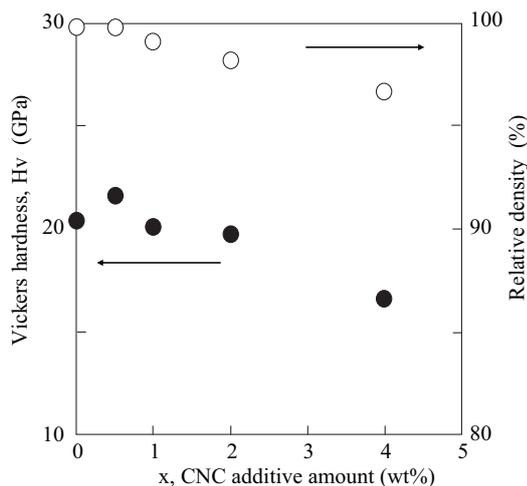
**Fig. 5** XRD patterns of sintered samples. (a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (b) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-2CNC



**Fig. 6** Raman spectra of (a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-2CNC sintered sample and (b) CNC raw powder.



**Fig. 7** TEM images of (a) before and (b) after heat treatment in a vacuum.

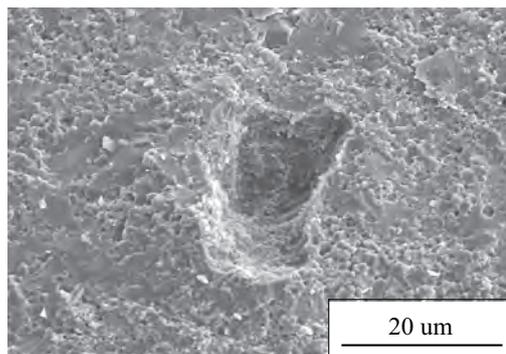


**Fig. 8** Hardness and relative density of sintered body as a function of CNC additive amount.

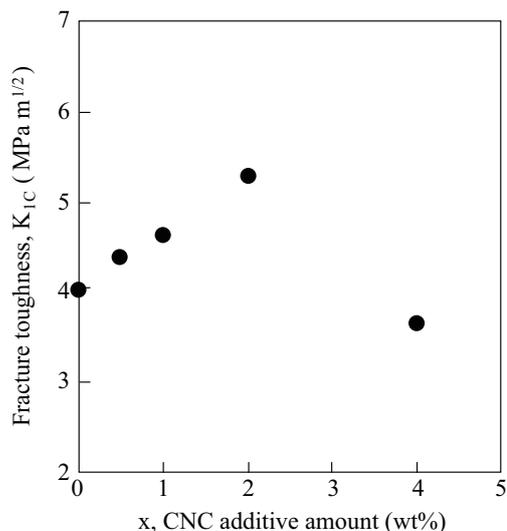
なり, 更に添加量を増やすと, 徐々に低下することがわかった (2 wt% までは  $\text{Al}_2\text{O}_3$  と同程度). これは 0.5 wt% 添加試料では,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  と同程度に緻密で, かつ CNC の添加で粒成長が抑制され  $\text{Al}_2\text{O}_3$  より微細な粒子から成っているためと思われる. 一方, 添加量が増えると CNC 自身が  $\text{Al}_2\text{O}_3$  の焼結を阻害するため相対密度が低下すると共に, CNC の凝集に伴い気孔が生成し (Fig. 9), それが欠陥となることで硬度が大きく低下したと考えられる.

Fig. 10 に  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -xCNC (x = 0, 0.5, 1, 2, 4 wt%) 1200 °C 焼結体の破壊靱性値と CNC 添加量との関係を示す. 破壊靱性値 ( $K_{IC}$ ) は新原の式<sup>8)</sup>より算出した. CNC の添加量が増加するに従い, 靱性は向上し 2 wt% で最大 ( $5.3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ) となり,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  と比べ約 30 % 増大することがわかった. 圧子圧入後のクラック進展の様子を SEM 観察すると,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ではクラックが粒界に沿って直進していたのに対し, CNC を添加した試料では, クラックの偏向や粒内でのクラック進展が確認された. これより, CNC を添加することでクラック進展の緩和が起ったと推測され, CNC 添加試料においては, クラックを進展させるためにより大きな負荷 (破壊エネルギー) が必要となり, これが高靱化の一因と推測された.

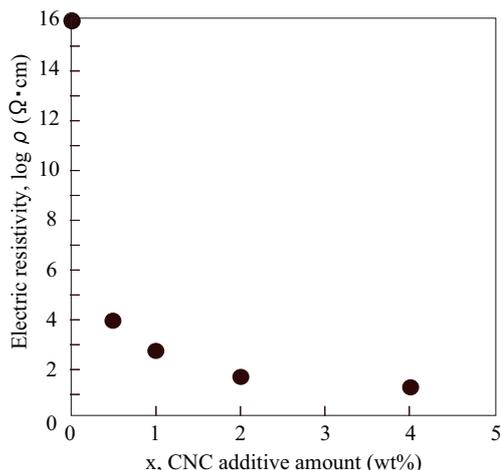
Fig. 11 に  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -xCNC (x = 0, 0.5, 1, 2, 4 wt%) 1200 °C 焼結体の電気抵抗率の CNC 添加量依存性を示す (高抵抗な  $\text{Al}_2\text{O}_3$  については二重リング法により測定). CNC を 0.5 wt% 添加することで抵抗率は急激に減少し, 2 wt% の添加で  $\text{Al}_2\text{O}_3$  より 14 桁低下することがわかった. これは, CNC が  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -CNC 焼結体中で比較的良く分散し, さらに導電パスが形成されやすい形



**Fig. 9** Fracture surface of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -4CNC sintered sample.



**Fig. 10** Relationship between fracture toughness and CNC additive amount.



**Fig. 11** Relationship between electrical resistivity and CNC additive amount.

状 (コイル形状) を持つため, 少ない添加量でも電気的なパーコレーションが形成しやすかったためと考えられる.

#### 4. まとめ

本研究では、近年高機能性ナノカーボン材として注目されている CNC に着目し、セラミックスとの複合化による新規セラミックス基複合材料の開発を目指した。複合化させるセラミックスとしては、最も汎用的なアルミナを選択した。スラリー混合と放電プラズマ焼結により  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -CNC 焼結体を作製し、その際、分散剤を用いない簡便な合成プロセスを採用した。

得られた焼結体について種々評価を行い、CNC が  $\text{Al}_2\text{O}_3$  の物性に及ぼす効果について調べた結果、以下の知見が得られた。

- (1) 分散剤を使用しなくても  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -CNC 混合粉末では、CNC は比較的均一に分散する。
- (2)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -2CNC1200 °C 40 MPa 焼結体では、CNC はコイル構造を保持しながら、比較的均一に分散した状態で緻密化する。CNC の添加により、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  の粒成長が抑制される。
- (3) CNC との複合化により、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  の硬度及び破壊靱性値は向上し、電気抵抗率は大きく低下することがわかった。硬度は 2 wt% 添加までは  $\text{Al}_2\text{O}_3$  と同等以上、靱性値は 2 wt% までは添加量が増えるにつれ増大し、2 wt% で最大値を示した ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  と比

べ約 30 % 向上)。また、電気抵抗率は、0.5 wt% の添加で急激に減少し、2 wt% 添加で  $\text{Al}_2\text{O}_3$  と比較し 14 桁低下した。

#### 謝 辞

カーボンナノコイル (CNC) を供与して頂きました JST 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」の関係各位に感謝の意を表します。

#### 参考文献

- 1) T. Hayashida, L. Pan, Y. Nakayama: Physica B, **323** (2002) 352.
- 2) 中山喜萬：表面科学, **25** (2004) 332.
- 3) 元島栖二, 陳 秀琴, 藩 路軍, 中山喜萬：ナノカーボンハンドブック, (株)エヌ・ティー・エス (2007) 775.
- 4) Dong-Lin Zhao, Zeng-Min Shen: Mater Lett., **62** (2008) 3704.
- 5) 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」プロジェクト最終研究成果報告会資料 (2009).
- 6) 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」URL <http://www.ostec-tec.info/coe-osaka/>
- 7) Powder Diffraction File, Card No.46-1212 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), International Centre for Diffraction Data, Newtown Square, PA, 2001.
- 8) 新原皓一：セラミックス, **20** (1985) 12.

