

ISSN 1343-3555  
CODEN KEHOFI



# 研究所報告

No.29 (2015.9)

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



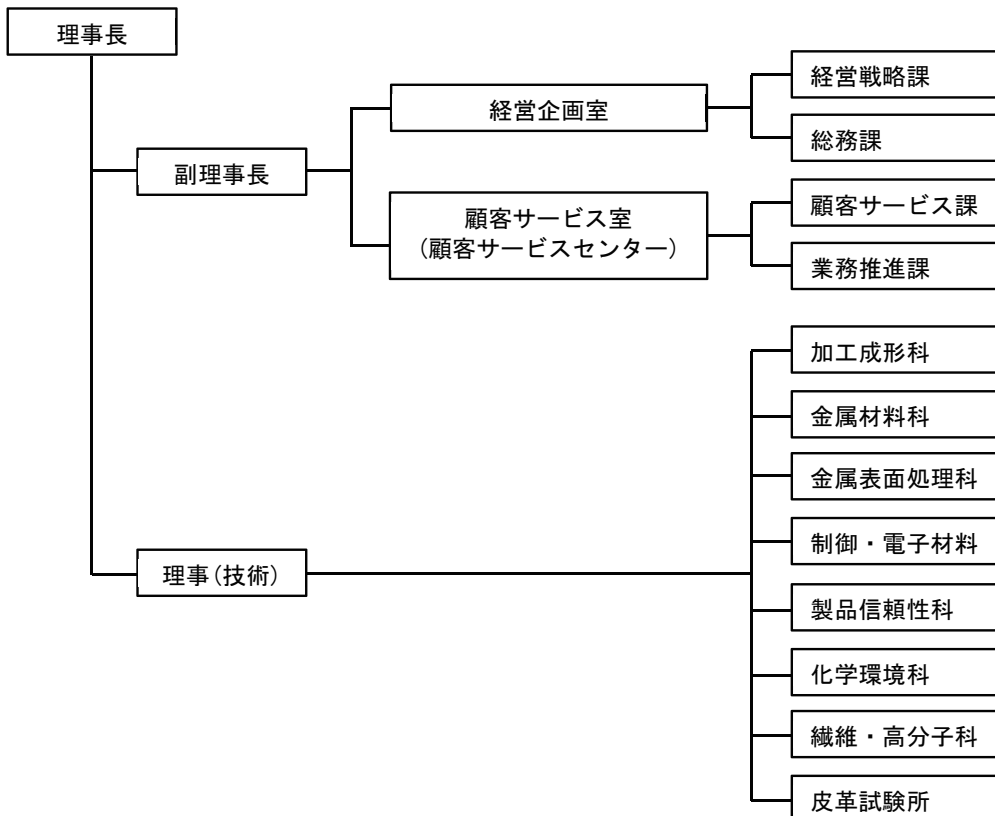
## はじめに

平成 27 年度大阪府立産業技術総合研究所報告 (No.29) を発行いたしました。

本号では、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 3 件、新しい知見を報告する技術論文 4 件をオリジナル論文として掲載しています。

さらに、専門の研究者や一般読者向けに投稿された学会誌や雑誌等への掲載記事概要 63 件、研究推進のための学会等での発表、成果普及のための展示会、講演会での口頭発表概要 242 件、さらに、地方独立行政法人大阪市立工業研究所との合同発表会（平成 26 年 11 月 27 日、地方独立行政法人大阪市立工業研究所）での発表概要 31 件、第 2 回プロジェクト研究報告会（平成 27 年 3 月 9 日、大阪府立産業技術総合研究所）での発表概要 6 件、産業財産権概要 11 件を掲載しました。

本報告が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. ネットワークアナライザを用いた電界効果トランジスタの周波数特性測定	山田義春	7
2. 猛獣排泄物を利用した猫用忌避製品の開発	喜多幸司・山下怜子・太田義隆 星 英之	13
3. 燃料電池金属セパレータの高精度プレス成形技術の開発	白川信彦	21

## 技術論文

1. 電気トリーの3次元構造解析	岩田晋弥	29
2. ガラスクロス/軟質PVC複合シートにおける引張り特性のひずみ速度依存性	西村正樹・四宮徳章・津田和城	33
3. 遺伝子解析法を用いた動物毛の同定方法の検討	増井昭彦・井川 聡	39
4. ステンレス鋼に対する低温プラズマ浸炭処理における耐食異常層の抑制	榮川元雄・上田順弘	45

## 他誌掲載論文等概要

1. Preparation and Application of Polyimide Particles	浅尾勝哉	51
2. 生体利用を目指したダイヤモンドライクカーボン(DLC)の密着性評価	金子 智・安井 学・伊藤 健 堀内崇弘・安原重雄・三尋木勝洋 松永 崇・池永 薫・熊谷正夫 下平英二・須藤理枝子	51
3. Advantages of Externally Powered Prosthesis with Feedback System Using Pseudo-Cineplasty	南部誠治・池淵充彦・谷口正志 朴 忠植・北川貴弘・中島重義 小池達也	51
4. 放電加工の特性を活かした新たな分野への活用例	南 久	52
5. 高機能光学素子の型加工におけるダイヤモンド切削工具の損耗機構	島田尚一・宇田 豊・本田索郎	52
6. ICALEO2014 参加報告	萩野秀樹	52
7. ICALEO2014 優秀ポスター発表賞第3位を受賞して	山口拓人	52
8. グラファイト粉末を用いたレーザ合金化処理によるTi/TiC表面複合層の形成と微細組織の評価	山口拓人・萩野秀樹・武村 守 中平 敦	53
9. Sliding Wear Properties of Ti/TiC Surface Composite Layer Formed by Laser Alloying	山口拓人・萩野秀樹・道山泰宏 中平 敦	53
10. ラピッドプロトタイプング技術の現状と可能性	吉川忠作	53
11. 金属積層造形法を活用した新たなものづくりと機能制御	中本貴之	54
12. レーザを用いた金属の付加製造技術	中本貴之・木村貴広・白川信彦 乾 晴行	54

13.	金属粉末レーザ積層造形装置 EOSINT による材料加工特性	中本貴之・木村貴広・白川信彦	54
14.	金属積層造形装置を用いた金属部品や金型への応用事例および今後の展開	中本貴之	54
15.	摩擦接合材への X 線 CT 装置の適用可能性	四宮徳章・足立和俊・本田索郎	55
16.	金属粉末レーザ積層造形法により作製した Al-10%Si-0.4%Mg 合金の組織と機械的性質	木村貴広・中本貴之	55
17.	環境に優しい浸炭熱処理法を目指して 第 4 回 炉内水素の選択的排出によるガス浸炭処理における省エネルギー・省資源化	水越朋之・石神逸男・横山雄二郎 碓井建夫	55
18.	Thermal and Mechanical Properties of Aluminum Alloy Composite Reinforced with Potassium Hexatitanate Short Fiber	浅野和典・米田博幸・上利泰幸 松室光昭・東 健司	56
19.	レーザ加熱による表面溶体化処理を応用した $\beta$ 型チタン合金の新しい表面硬化処理とそのトライボロジー特性	道山泰宏	56
20.	$\beta$ チタン合金の 2 段階溶体化処理による表面硬化層形成	道山泰宏	56
21.	$\beta$ 型チタン合金のトライボロジー特性向上の解明と新規表面硬化熱処理法の開発	道山泰宏	57
22.	Effect of Pre-Compressive Strain on Work-Hardening Behavior upon Two-Step Loading in a Magnesium Alloy Sheet	浜 孝之・田中悠貴・浦谷政翔 田中 努・藤本 仁・宅田裕彦	57
23.	公設試における DLC ラウンドロビンテスト - DLC 密着性評価方法の検討 -	三浦健一・國次真輔	57
24.	各種成膜法により形成した DLC の特性評価 - 公設試連携 DLC ラウンドロビンテストの試み -	三浦健一・國次真輔	58
25.	Combined Plasma Carburizing and Nitriding of Sprayed AISI 316L Steel Coating for Improved Wear Resistance	足立振一郎・上田順弘	58
26.	塑性加工金型用硬質膜	小島淳平・三浦健一	58
27.	プリンタブル RFID の現状と展望	宇野真由美・竹谷純一	59
28.	High-Speed Organic Transistors with Three-Dimensional Organic Channels and Organic Rectifiers based on them Operating above 20 MHz	宇野真由美・車 溥相・金岡祐介 竹谷純一	59
29.	高性能塗布型有機半導体トランジスタと有機論理回路への応用	宇野真由美・竹谷純一	59
30.	High-Mobility Organic Transistors with Wet-Etch-Patterned Top Electrodes: A Novel Patterning Method for Fine-Pitch Integration of Organic Devices	中山健吾・宇野真由美・植村隆文 難波直子・金岡祐介・加藤哲弥 片山雅之・三津井親彦・岡本敏弘 竹谷純一	60
31.	All Solution-Processed Organic Single-Crystal Transistors with High Mobility and Low-Voltage Operation	境 駿希・添田淳史・R. Häusermann 松井弘之・三津井親彦・岡本敏宏 伊東正浩・廣瀬久美・関口卓也 阿部岳文・宇野真由美・竹谷純一	60
32.	P(VDF/TrFE) 薄膜を用いた MEMS 超音波センサの開発	田中恒久・村上修一・宇野真由美 山下 馨	61
33.	Output Power of Piezoelectric MEMS Vibration Energy Harvesters under Random Oscillations	苅谷健人・吉村 武・村上 修一 藤村紀文	61
34.	Holographic 3D Display Observable for Multiple Simultaneous Viewers from All Horizontal Directions by Using a Time Division Method	山東悠介・茨田大輔・谷田貝豊彦	61
35.	ポリマーナノコンポジットに発生した電気トリートの構造解析	岩田晋弥・四宮徳章・山東悠介 伊藤盛通	62
36.	高機能性電気絶縁材料の創製による電気トリート進展制御	岩田晋弥	62
37.	繊維製床敷物の摩耗指数と物理的耐久性との関係	辻 創・山本貴則	62

38.	サンプリング周期とトリガー	津田和城	63
39.	線形掃引・対数掃引	細山 亮	63
40.	製品衝撃強さ評価のための統計解析手法第四報：2種類の打切りデータを含むデータの統計解析手法	堀口翔伍・中嶋隆勝	63
41.	金属-樹脂間の接着メカニズムと最近の研究例	木本正樹	64
42.	Properties of the Gel Particles with Projections Prepared from PEG Macro-Azo Initiator and Application to Prepare Aromatic Sheets	木本正樹・来島正幸・谷 稔夫	64
43.	Fracture Behaviour of Epoxy Resins Modified with Liquid Rubber and Crosslinked Rubber Particles under Mode I Loading	今中 誠・池田啓亮・中村吉伸 木本正樹	64
44.	めっき製品の六価クロム分析	中島 陽一	65
45.	Self-Assembled Aromatic Polyamide Nanofibers with Trifluoromethyl Groups via Precipitation Polymerization	吉岡弥生・田代孝二	65
46.	低 pH 法を用いたう蝕感染象牙質モデルに対する大気圧低温プラズマの殺菌効果	白井エミ・大島朋子・山崎弘光 井川 聡・北野勝久・前田伸子 桃井保子	65
47.	Chemical Modification of Amino Acids by Atmospheric-Pressure Cold Plasma in Aqueous Solution	高井英輔・北村 豪・桑畑純平 井川 聡・吉澤俊祐・白木賢太郎 川崎英也・荒川隆一・北野勝久	66
48.	飼料成分分析によるバイオマスの発熱量推算	馬場玲子・瀬山智博・大山将央 井本泰造・平康博章・笠井浩司 西村和彦・藤谷泰裕・井田民男	66
49.	産技研における全固体リチウム電池の研究の取り組みについて	園村 浩介	66
50.	White Polymer Light-Emitting Diodes Co-Doped with Three Phosphorescent Iridium(III) Complexes Aimed at Improvement of Color Rendering Properties	井川 茂・八木繁幸・前田壮志 中澄博行・櫻井芳昭	67
51.	Novel 10,13-Disubstituted Dipyrido[3,2-a:2',3'-C]phenazines and Their Platinum(II) Complexes. Highly Luminescent ICT-Type Fluorophores Based on D-A-D Structures	重弘龍也・八木繁幸・前田壮志 中澄博行・藤原秀樹・櫻井芳昭	67
52.	Novel Phosphorescent Platinum(II) Dipyrido[3,2-a:2',3'-C]phenazine Bis(Acetylide) Complexes Bearing Electron-Donating Components at the 2,7-Positions	重弘龍也・川井康裕・八木繁幸 前田壮志・中澄博行・櫻井芳昭	67
53.	ポイントオブケア治療薬物モニタリングに向けた紙製基板を用いた涙液ラマン分光法の可能性	横山萌恵・西村隆宏・山田憲嗣 丁 熹勇・木戸倫子・櫻井芳昭 大野ゆう子	68
54.	ガス透過性防水シート —除染廃棄物仮置場への適用—	西村正樹・赤井智幸・嘉門雅史	68
55.	光分解性架橋剤の開発と易剥離粘着剤への応用	舘 秀樹・陶山寛志	68
56.	Polymerization and Photodegradation of Crosslinkers Bearing Photolabile O-Methacryloyloxime Moieties	陶山寛志・舘 秀樹	69
57.	Novel Photolabile Crosslinkers Based on Oacyloxime Moiety	陶山寛志・舘 秀樹	69
58.	Development of Quantitative Evaluation Method of Hair Follicle Patterns for Identification of Leather Materials (Animal Species)	道志 智	69
59.	Development of Ru Complex-Incorporated MOF Photocatalyst for Hydrogen Production under Visible-Light Irradiation	鳥屋尾 隆・齋藤雅和・道志 智 望月勝紀・岩田真叔・東村秀之 堀内 悠・松岡雅也	70
60.	Zeolitic Imidazolate Frameworks as Heterogeneous Catalysts for a One-Pot P-C Bond Formation Reaction via Knoevenagel Condensation and Phospha-Michael Addition	堀内 悠・鳥屋尾 隆・藤脇未伽 道志 智・Tae-Ho Kim・松岡雅也	70

61. Immobilization of Cu Complex into Zr-Based MOF with Bipyridine Units for Heterogeneous Selective Oxidation	鳥屋尾 隆・宮原謙太・藤脇未伽 Tae-Ho Kim・道志 智・堀内 悠 松岡雅也	70
62. 高機能性革の開発	稲次俊敬・奥村 章・田原 充 道志 智	71
63. 正倉院宝物特別調査 毛材質調査報告	竹之内一昭・奥村 章・福永重治 向久保健蔵・実森康宏・Jorie Johnson 本出ますみ	71

#### □頭発表概要

1. Preparation and Application of Polyimide Particles	○浅尾勝哉	75
2. ポリイミド粒子の開発	○浅尾勝哉・中橋明子	75
3. Temperature Effect on Strength of Aluminum Based High Thermal Conductive Composites Containing VGCF-CNT Filler	垣辻 篤・○他	75
4. チタンバッファを用いたシリコン基板上に成長したダイヤモンドライクカーボン	松永 崇・○他	75
5. 各種成膜法により形成した DLC 膜の密着性 (1) ー公設試連携 DLC ランドロビテスト: ロックウェル圧痕試験ー	松永 崇・三浦健一・小島淳平 ○他	75
6. 大阪府立産業技術総合研究所の活動紹介と企業連携支援について	○山口勝己・中本貴之・木村貴広	75
7. カーボンナノチューブの物性評価手法の研究・開発	○渡辺義人・長谷川泰則・中島陽一 園村浩介・尾崎友厚・他	75
8. 繊維および関連製品のトラブル原因解析概論	○浅澤英夫	76
9. 繊維の吸水性を読み解く ーそれを生かしたモノづくりー	○宮崎克彦	76
10. 産技研の活用事例について	○宮崎克彦	76
11. ファイバーレーザを用いたアルミ, ステンレス, 銅のマイクロ溶接技術	○萩野秀樹	76
12. 大阪府産技研におけるファイバーレーザを用いた加工技術	○萩野秀樹	76
13. レーザ表面処理の現状と展望	○萩野秀樹	76
14. 軸付電着ダイヤモンド砥石の放電ツルーイング ー超音波振動付与によるダイヤモンドの加工速度向上に関する検討ー	○渡邊幸司・柳田大祐・南 久	77
15. 薄膜フッ素コーティングによる金型の離型性向上	○渡邊幸司・南 久・奥村俊彦 他	77
16. 電着ダイヤモンド砥石の放電ツルーイング	○渡邊幸司・南 久・柳田大祐	77
17. Surface Hardening of Titanium by Laser Surface Alloying Using Polyvinyl Alcohol Film	○山口拓人・萩野秀樹・他	77
18. 超純水を用いた焼結ダイヤモンドの放電加工	○柳田大祐・南 久・渡邊幸司	77
19. サーボプレスによるセパレータの高精度成形技術の開発	○白川信彦	77
20. 大阪府立産技研における金属粉末レーザ積層造形法を活用したものづくりと研究開発	○中本貴之	78
21. 金属系材料の 3D プリンティングの現状と将来	○中本貴之・木村貴広・白川信彦	78
22. レーザビーム積層造形法を用いた Co-Cr-Mo 合金の力学機能の任意設計	中本貴之・木村貴広・○他	78
23. レーザ積層造形法により作製した Ti/Zr および TNTZ/Zr 複合材の組織	中本貴之・木村貴広・○他	78
24. 金属粉末レーザ積層造形法を活用した研究開発	○中本貴之	78



25.	レーザー積層造形法を利用した Ti-6Al-7Nb 多孔体の力学特性の異方性制御	○中本貴之・木村貴広・吉川忠作 白川信彦・他	78
26.	三次元積層造形法を用いて作製した生体用高クロム高窒素含有コバルト合金多孔体の機械的性質に対する熱処理の影響	中本貴之・木村貴広・○他	79
27.	レーザー積層造形法により作製した高クロム高窒素含有 Co-Cr-Mo 合金の疲労特性に及ぼす熱処理の影響	中本貴之・木村貴広・○他	79
28.	レーザー積層造形法を用いた銅合金の作製	中本貴之・木村貴広・○他	79
29.	金属粉末ラピッドプロトタイピング	○中本貴之	79
30.	Microstructures and Hardness of Ti/Zr and TNTZ/Zr Composite Materials Fabricated by Selective Laser Melting	中本貴之・木村貴広・○他	79
31.	積層造形法に適した貴金属粉末の開発	中本貴之・白川信彦・木村貴広 ○他	79
32.	金属粉末積層造形法を利用したモノづくり技術開発	○中本貴之	80
33.	金属粉末床溶融結合法 (Powder bed fusion) を利用した研究開発	○中本貴之	80
34.	新規骨インプラント開発のための積層造形法による異方性 Co-Cr-Mo 合金構造体の設計	中本貴之・木村貴広・○他	80
35.	金属粉末積層造形法を活用した研究開発	○中本貴之	80
36.	大阪府立産技研における金属粉末積層造形法を活用した研究開発	○中本貴之	80
37.	金属系 3D プリンターを活用したものづくりと公設試としての取り組み	○中本貴之	80
38.	レーザー積層造形法における力学特性制御	○中本貴之	80
39.	レーザー積層造形法によるものづくりと種々の金属粉末を用いた造形技術の研究開発	○中本貴之	81
40.	レーザービーム積層造形法を利用した Co-Cr-Mo 合金製構造体の異方性設計とその力学機能	中本貴之・木村貴広・○他	81
41.	レーザー積層造形法を用いた生体用高クロム高窒素含有コバルト合金多孔体の作製と評価	中本貴之・木村貴広・○他	81
42.	レーザー積層造形した Co-33Cr-5Mo-0.4N 合金の疲労特性に及ぼす熱処理の影響	中本貴之・木村貴広・○他	81
43.	レーザー積層造形技術を利用した金属部材の研究開発	○中本貴之	81
44.	金属系 3D プリンティングが拓く新たなものづくり	○中本貴之	81
45.	積層造形法を用いた構造制御によるチタン合金の異方的力学機能設計	中本貴之・木村貴広・○他	82
46.	白金基金属ガラスのレーザー積層造形	○中本貴之・木村貴広・白川信彦 他	82
47.	レーザー積層造形法を用いた凝固部/粉末部の配置制御による Co-Cr-Mo 合金の力学機能異方性設計	中本貴之・木村貴広・○他	82
48.	レーザー積層造形法を用いた銅合金の組織	中本貴之・木村貴広・○他	82
49.	金属系 AM を活用したものづくりと公設試としての取り組み	○中本貴之	82
50.	金属粉末レーザー積層造形法を活用した材質制御および構造制御	○中本貴之・木村貴広・白川信彦	82
51.	金属粉末積層造形装置の活用と動向について	○中本貴之	83
52.	金属 3D プリンターを活用した研究開発の取り組み	○中本貴之	83
53.	製品内部の微細構造を観察！ — X 線 CT の紹介—	○四宮徳章・足立和俊・松室光昭 本田索郎・柳田大祐	83
54.	純アルミニウム粉末を用いたレーザー積層造形	○木村貴広・中本貴之	83

55.	レーザ積層造形法により作製した純アルミニウム造形体の熱的および機械的性質	○木村貴広・中本貴之	83
56.	粉体離型剤を用いた金型重力鋳造法で得られた薄肉鋳物の特性評価	○松室光昭・武村 守・他	83
57.	粉体離型剤を用いた金型重力鋳造による薄肉鋳物製造プロセス	松室光昭・武村 守・○他	84
58.	低密度相の晶出を利用した引け巣のない軽量鋳造材料の開発	○松室光昭・武村 守・岡本 明	84
59.	薄肉金型重力鋳造製品における寸法と組織の予測	松室光昭・武村 守・○他	84
60.	レーザ積層造形法で作製された高 Si ステンレス鋼のミクロ組織と機械的性質	○柴田顕弘・中本貴之・木村貴広 武村 守・他	84
61.	二軸傾斜法による円管内面の X 線残留応力測定	○小栗泰造・田中 努・他	84
62.	狭隘部の X 線応力測定技術 –二軸傾斜法の原理と適用方法–	○小栗泰造・他	84
63.	反転負荷を受ける純チタン板における双晶活動	田中 努・西村 崇・○他	85
64.	圧縮ひずみを受けたマグネシウム合金圧延板の変形挙動	田中 努・西村 崇・○他	85
65.	マグネシウム合金圧延板の交差効果に関する結晶塑性有限要素解析	田中 努・西村 崇・○他	85
66.	種々の負荷経路における純チタン板の変形挙動	田中 努・西村 崇・○他	85
67.	電気めっき技能検定学科講習	○森河 務	85
68.	工業用クロムめっき	○森河 務	85
69.	機械部品へのめっき等	○森河 務	86
70.	表面処理技術 –めっき技術の特徴と用途, 基礎知識–	○森河 務	86
71.	表面処理技術 2 –腐食防食の基礎–	○森河 務	86
72.	表面処理技術 3 –腐食防食の基礎–	○森河 務	86
73.	覚えておきたいめっきの基礎	○森河 務	86
74.	めっき皮膜の腐食と防食	○森河 務	86
75.	めっきの硬さ –硬いめっき, 軟らかいめっき–	○森河 務	87
76.	めっきの基礎 –高等めっき講座で学ぶ第一歩–	○森河 務	87
77.	金属材料の種類と材料欠陥材料試験及び検査	○三浦健一	87
78.	公設試連携 DLC ラウンドロビンテストについて –各種成膜法による DLC 膜の特性評価–	○三浦健一	87
79.	各種成膜法により形成した DLC 膜の密着性 (2) –公設試連携 DLC ラウンドロビンテスト: スクラッチ試験–	○三浦健一・松永 崇・小島淳平 他	87
80.	ドライコーティング技術の基礎と応用	○三浦健一	87
81.	ドライコーティング	○三浦健一	88
82.	Cu 微粒子生成技術を利用した微細孔 PVD 硬質膜の形成	○三浦健一・森河 務・出水 敬 白川信彦	88
83.	UBM スパッタ法による DLC 膜の成長形態・表面形態と成膜条件の関係	○三浦健一・小島淳平・他	88
84.	各種成膜法により形成した DLC 膜の特性評価 –公設試連携 DLC ラウンドロビンテストの試み–	○三浦健一	88
85.	ダイヤモンドライクカーボン (DLC) コーティング	○三浦健一	88
86.	フィルタードアーク蒸着法で形成した DLC 膜の諸特性	三浦健一・○他	88
87.	DLC 膜の強度評価を目的とした歯車運転試験の適用可能性	三浦健一・小島淳平・長瀧敬行 ○他	89
88.	全国公設試による DLC のラウンドロビンテストで産業基盤技術の底上げをする	○三浦健一	89

89.	コールドスプレー SUS316L 溶射皮膜への低温窒化処理による S 相による耐摩耗性の改善	○足立振一郎・上田順弘	89
90.	Formation of Expanded Austenite on Cold-Sprayed AISI316L Coating by Low-Temperature Plasma Treatment	○足立振一郎・上田順弘	89
91.	溶射皮膜の窒化処理による皮膜機能性向上に関する研究	○足立振一郎	89
92.	ステンレス鋼に対するプラズマ浸炭処理における耐食異常層の抑制	○榮川元雄・上田順弘	89
93.	UBM スパッタ法による Ti 基金属ガラス薄膜の形成とその特性評価	○小島淳平・三浦健一・他	90
94.	ドライコーティング技術セミナー	○小島淳平	90
95.	UBM スパッタ法による金属ガラス膜の創製と熱インプリント成形	○小島淳平・三浦健一・森河 務 他	90
96.	UBM スパッタ法による金属ガラス薄膜の形成とその特性評価	○小島淳平・三浦健一・森河 務	90
97.	電解処理法による白金ナノ粒子の作製とその特徴	○中出卓男・西村 崇・森河 務	90
98.	銅・ニッケル・クロムめっき, めっきの評価方法	○中出卓男	91
99.	めっきの基礎と評価方法	○中出卓男	91
100.	電解処理法による白金微粒子の作製 —燃料電池用触媒の低コスト化—	○中出卓男・西村 崇・齊藤 誠	91
101.	低温黒色クロムめっきの機能と特徴	中出卓男・森河 務・○他	91
102.	装飾用クロムめっき	○中出卓男	91
103.	第二級アミンの鉄表面吸着について	○左藤真市	91
104.	空気電池の電極開発	○西村 崇・中出卓男・齊藤 誠	92
105.	めっきの密着性評価と界面状態の解析	○長瀧敬行	92
106.	めっき皮膜—素地界面の GDS による解析	○長瀧敬行・中出卓男・森河 務	92
107.	非晶質 Cr-C 合金めっきの耐食性の電気化学的評価	○林 彰平・中出卓男・森河 務	92
108.	非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜の耐食性	○林 彰平・中出卓男・森河 務	92
109.	非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜の各種酸に対する耐食性	○林 彰平・中出卓男・森河 務	92
110.	非晶質 Cr-C 合金めっきの耐薬品性	○林 彰平・中出卓男・森河 務	93
111.	ポリシロキサン系前駆体法による SiOC コート層の作製とその耐酸化性評価	寛 芳治・田中 剛・櫻井芳昭 ○他	93
112.	インプリントによる 3 次元有機トランジスタ	○宇野真由美	93
113.	高性能塗布型有機トランジスタを用いた有機論理素子の開発	○宇野真由美	93
114.	3 次元有機トランジスタを用いた接触荷重センサ	○宇野真由美・金岡祐介・車 溥相 他	93
115.	無電解めっき電極を有するプラスチック基板上高性能有機トランジスタ	宇野真由美・○他	93
116.	高平滑・塗布ゲート電極を有するプラスチック基板上の高性能有機トランジスタ	宇野真由美・金岡祐介・○他	94
117.	オールウェットプロセスによる高移動度有機単結晶トランジスタ	宇野真由美・○他	94
118.	有機トランジスタと論理素子への応用	○宇野真由美	94
119.	高性能有機トランジスタとそのセンサ応用	○宇野真由美	94
120.	短チャネル塗布型有機トランジスタを用いた有機 CMOS 回路	○宇野真由美・金岡祐介・車 溥相 中山健吾・他	94
121.	めっき法により形成した AuAg Hybrid 電極を有する有機トランジスタ	宇野真由美・○他	94

122.	オールウェットプロセスによる低電圧駆動可能な有機単結晶トランジスタ	宇野真由美・金岡祐介・○他	95
123.	塗布型有機単結晶トランジスタを用いた CMOS 集積回路	宇野真由美・金岡祐介・○他	95
124.	高性能塗布型有機半導体トランジスタと有機論理回路への応用	○宇野真由美・他	95
125.	P(VDF/TrFE) 圧電薄膜を用いた MEMS 超音波センサの開発	○田中恒久	95
126.	MEMS 技術を用いたセンサの研究開発について	○田中恒久・村上修一・金岡祐介 宇野真由美	95
127.	P(VDF/TrFE) を用いた MEMS 超音波センサの特性改善	○田中恒久・村上修一・宇野真由美 他	95
128.	ZnO-SnO <sub>2</sub> 薄膜を用いた TFT の低温形成 (III)	○佐藤和郎・山田義春・村上修一 寛 芳治・櫻井芳昭	96
129.	ZnO-SnO <sub>2</sub> 薄膜トランジスタ特性のゲート絶縁膜厚依存性	○佐藤和郎・田中 剛・山田義春 村上修一・寛 芳治・櫻井芳昭	96
130.	BiFeO <sub>3</sub> 非鉛強誘電体薄膜を使った圧電型振動発電デバイス	○村上修一・他	96
131.	BiFeO <sub>3</sub> 非鉛強誘電体薄膜を用いた MEMS 振動発電デバイス	○村上修一	96
132.	圧電 MEMS 振動発電における銅めっきによる錘の形成	○村上修一・中出卓男・長瀧敬行 佐藤和郎・他	96
133.	BiFeO <sub>3</sub> 薄膜を用いた多自由度圧電 MEMS 振動発電素子の試作	村上修一・○他	97
134.	MEMS 技術を使った振動発電デバイスの開発	○村上修一	97
135.	The Output Power of Piezoelectric MEMS Vibration Energy Harvesters under Random Oscillation	村上修一・○他	97
136.	BiFeO <sub>3</sub> 非鉛強誘電体薄膜を用いた圧電型振動発電素子の開発	○村上修一・他	97
137.	圧電 MEMS 振動発電素子の振動モード解析	○村上修一・佐藤和郎・中嶋隆勝 長瀧敬行・中出卓男・他	97
138.	BiFeO <sub>3</sub> 非鉛強誘電体薄膜を使った圧電 MEMS 振動発電デバイス	○村上修一	97
139.	Simulation of Vibration Mode of Multi-Beam Piezoelectric MEMS Vibration Energy Harvesters	○村上修一・中出卓男・長瀧敬行 中嶋隆勝・佐藤和郎・他	98
140.	有機半導体を用いたフレキシブル温度センサと CMOS 読出回路	○中山健吾・宇野真由美・金岡祐介 車 溥相・他	98
141.	高性能有機薄膜トランジスタを用いた電子デバイスの要素技術開発	○金岡祐介・宇野真由美・朴 忠植 北川貴弘	98
142.	培養細胞常時観察装置の開発	朴 忠植・山東悠介・○他	98
143.	インターネットを利用した実験室用環境モニタリングシステムの作成	○大川裕蔵	98
144.	インターネットを利用した実験室の環境モニタリングシステムの作成	○大川裕蔵	98
145.	超音波を用いた位置検出手法の改善とハードウェア開発	○金岡祐介・北川貴弘	99
146.	高速有機整流素子と有機 CMOS リングオシレータを用いた RF 変調回路	○金岡祐介・宇野真由美・中山健吾 他	99
147.	大面積の高移動度塗布型有機半導体結晶薄膜の作製と CMOS 回路	金岡祐介・宇野真由美・○他	99
148.	製品衝撃試験における階段法・Johnson 法・提案法の比較検討	○中嶋隆勝	99
149.	製品衝撃強さ試験における統計解析手法	○中嶋隆勝・堀口翔伍	99
150.	スペクトル分離によるフルカラー再生可能な単一計算機ホログラム	○山東悠介・他	100
151.	波面回転光学系を用いた全水平方向から観測可能なホログラム フィック 3-D ディスプレイの時分割数の削減	○山東悠介・他	100

152.	Holographic 3-D Display Viewable from All Horizontal Directions by Using a Single High-Speed SLM	○山東悠介・他	100
153.	X線CTによる電気トリーの構造解析	○岩田晋弥・四宮徳章・山東悠介 伊藤盛通・他	100
154.	褥瘡予防寝具の性能評価技術	○山本貴則	100
155.	タッピングマシンを用いた床材からの付着粉じん舞い上がり評価の検討	○山本貴則・他	101
156.	全国公設試整備機器データベースの機能改良	○袖岡孝好	101
157.	生体データから見る看護実践知の特徴 —採血実施時の心拍変動分析—	○片桐真子・他	101
158.	歩行帯電シミュレーションの現状	○平井 学・他	101
159.	絶縁体同士の接触帯電量の計測(第2報)	○平井 学・他	101
160.	絶縁体同士の接触帯電量の測定	○平井 学・他	101
161.	包装内容品の3次元振動に注目した輸送環境と試験環境の比較	○津田和城	101
162.	包装貨物の振動試験の条件適正化に向けた取り組み	○津田和城・中嶋隆勝・他	102
163.	Analysis of Transportation Vibrations and Proposal of Method to Calculate Fatigue Equivalent PSD Based on Vibration Fatigue of Packaged Products	○津田和城・他	102
164.	3軸同時振動試験のための輸送環境データの相関分析	○細山亮・津田和城	102
165.	振動試験における供試品の固定の有無が包装内容品に与える影響	○細山 亮・他	102
166.	製品衝撃強さ評価における2種類の打ち切りを含むデータの統計解析手法	○堀口翔伍・中嶋隆勝	102
167.	精密化学分析センター等の機器のご紹介	○木本正樹	103
168.	Properties of the Gel Particles with Projections prepared from PEG Macro-Azo Initiator and Application to Prepare Aromatic Sheets	○木本正樹・他	103
169.	凹凸型ゲル微粒子を用いた共同研究開発	○木本正樹	103
170.	凹凸型ゲル微粒子を用いた共同研究開発	○木本正樹	103
171.	凹凸型ゲル微粒子の特性と応用展開	○木本正樹	103
172.	膨潤ゲル微粒子を用いた芳香性粘着フィルムの調製とその特性	○木本正樹・他	103
173.	—各種質量分析装置の活用例をわかりやすく説明!— 分析でわかること・解決できること	○中島陽一	104
174.	ペルオキソ硝酸のイオンクロマトグラフ分析	○中島陽一・井川聡	104
175.	大阪府立産業技術総合研究所における重量測定の信頼性確保	○中島陽一	104
176.	有害化学物質の管理と分析法	○中島陽一	104
177.	—各種質量分析装置の活用例をわかりやすく説明!— 分析でわかること・解決できること	○小河 宏	104
178.	プラスチック添加剤の分析	○小河 宏・林 寛一	104
179.	官能基を有する芳香族ポリアミド微粒子の作製およびキャラクタリゼーション	○吉岡弥生	105
180.	ナノファイバー状芳香族ポリアミドの転移に伴う構造変化	○吉岡弥生・他	105
181.	CF <sub>3</sub> 基を有する芳香族ポリアミドナノファイバーの相転移における構造変化	○吉岡弥生・他	105
182.	ナノファイバー状芳香族ポリアミド構造体の創製	○吉岡弥生	105
183.	プラズマ処理水による根管消毒の有効性 —Candidaに対する効果—	井川 聡・○他	105
184.	プラズマ処理水を用いた新しい殺菌技術	井川 聡・○他	105

185.	プラズマ処理水に含まれる殺菌活性種の分離精製	○井川 聡・中島陽一・他	106
186.	低 pH 法ならびにプラズマ処理水による液中プラズマ殺菌の化学反応速度論	井川 聡・中島陽一・○他	106
187.	プラズマ液中殺菌における窒素ガスの役割	井川 聡・中島陽一・○他	106
188.	歯科疾患(う蝕および感染根管)の治療のための低 pH 法を用いたプラズマ殺菌効果	井川 聡・○他	106
189.	プラズマ生体相互作用の物理化学研究	井川 聡・中島陽一・○他	106
190.	大気圧低温プラズマ照射が象牙質とコンポジットレジンとの接着強さに及ぼす影響	井川 聡・○他	106
191.	短寿命活性種を用いた新規滅菌技術	○井川 聡	107
192.	Physicochemical Study of Plasma Sterilization in Liquid with the Reduced pH Method and the Plasma-Treated Water (PTW) for Safety and Strong Disinfection	井川 聡・中島陽一・○他	107
193.	殺菌消毒液としてのプラズマ処理水	井川 聡・○他	107
194.	プラズマ処理水のう蝕感染象牙質に対する殺菌効果	井川 聡・○他	107
195.	—各種質量分析装置の活用例をわかりやすく説明!— 分析でわかること・解決できること	○林 寛一	107
196.	Recycle 可能な水溶性 OH ラジカル生成触媒の開発	○林 寛一・中島陽一・木本正樹	108
197.	水溶性ヘテロポリ酸担持ナノ微粒子の調製とその性質	○林 寛一・中島陽一・木本正樹	108
198.	大阪府立産業技術総合研究所での STEM 活用事例	○長谷川泰則	108
199.	硫化物固体電解質を用いた全固体リチウム二次電池の作製と評価	○長谷川泰則・園村浩介・櫻井芳昭	108
200.	放電プラズマ焼結法を用いたカーボンナノコイル添加炭化ケイ素の作製	○長谷川泰則・垣辻 篤・久米秀樹	108
201.	大気非暴露対応 FIB/STEM による電池材料評価	○長谷川泰則	108
202.	カーボンナノコイルの大量合成法と応用技術の開発	○長谷川泰則	108
203.	硫化物固体電解質ガラスの作製と評価	○園村浩介・櫻井芳昭・稲村 偉 長谷川泰則	109
204.	全固体電池におけるアモルファス硫化モリブデン電極活物質の充放電前後における構造解析	尾崎友厚・○他	109
205.	透過型電子顕微鏡による全固体 Li 二次電池の微細構造観察	○尾崎友厚・他	109
206.	TEM Observation of Interfaces and Phase Formation in Diffusion-Bonded Silicon Carbide Ceramics Using Metallic Inter layers	尾崎友厚・長谷川泰則・○他	109
207.	粉末積層造形用原料粉末の特性評価	○陶山 剛・垣辻 篤・渡辺義人 中本貴之・木村貴広	109
208.	Feasibility Study of Paper-Based Surface Enhanced Raman Spectroscopy of Tear Fluids for onsite Therapeutic drug Monitoring	櫻井芳昭・○他	110
209.	次世代白色有機 EL 照明素子の印刷技術による作製	○櫻井芳昭	110
210.	顔料分散ポリマーコロイドによるフルカラーマイクロレンズアレイのシリコン基板への作製	○櫻井芳昭・田中 剛・佐藤和郎 村上修一・田中恒久・松永 崇 他	110
211.	ニオイ分析総合システムによるニオイの分析事例 各種消臭・脱臭製品の性能評価方法	○喜多幸司・山下怜子	110
212.	におい識別装置を用いた消臭性能試験について	○喜多幸司・山下怜子	110
213.	においの分析と消臭・脱臭性能の評価	○喜多幸司	110
214.	においの測定方法と製品開発への利用法	○喜多幸司・山下怜子	111
215.	繊維・高分子系材料の摩擦に関する力学特性評価	○西村正樹	111

216.	ガラスクロス／軟質 PVC 複合シートの高引張り特性	○西村正樹・四宮徳章・津田和城	111
217.	ナフタレンテトラカルボン酸ジイミド誘導体のニオイ物質による色彩変化	○山下怜子・喜多幸司	111
218.	光分解性の O- メタクリロイルオキシム部位を有する架橋剤の重合と光分解	舘 秀樹・○他	111
219.	様々な外部刺激に応答する易剥離粘着剤の開発	○舘 秀樹・井上陽太郎	111
220.	非粘着性コーティングトフマクの開発 (3)	○舘 秀樹・出水 敬・道山泰宏 井上陽太郎・他	112
221.	O- アシルオキシム型光分解性架橋剤の反応と粘着剤への応用	舘 秀樹・井上陽太郎・○他	112
222.	接着剤の基礎と応用	○舘 秀樹	112
223.	接着と粘着の基礎と応用	○舘 秀樹	112
224.	非粘着性コーティングトフマクの開発 (4)	○舘 秀樹・出水 敬・道山泰宏 井上陽太郎・他	112
225.	新規な刺激応答性易剥離粘着剤の開発	○舘 秀樹・井上陽太郎・他	112
226.	接着の基礎	○舘 秀樹	113
227.	非粘着性コーティングトフマクの開発 (5)	○舘 秀樹・出水 敬・道山泰宏 井上陽太郎・岩田晋弥・他	113
228.	非粘着性コーティングトフマクの開発 (6)	○舘 秀樹・出水 敬・道山泰宏 井上陽太郎・岩田晋弥・他	113
229.	O- アシルオキシム型光分解性架橋剤を組み込んだ粘着剤の光解架橋	舘 秀樹・○他	113
230.	赤外レーザー光吸収によるマイクロパターン光触媒センシングの評価	○日置亜也子	113
231.	熱可逆反応を利用したバイオベースネットワークポリマーの合成と特性	○井上陽太郎・舘 秀樹	113
232.	油脂などを原料とした自己修復性材料の開発 (可逆反応を利用したケミカルリサイクル材料)	○井上陽太郎	114
233.	フラン官能基を有する新規植物油誘導体の合成と可逆反応部位を持つネットワークポリマーの作製	○井上陽太郎・舘 秀樹	114
234.	塗布法を利用したバルクヘテロ接合型有機薄膜太陽電池の作製	○田中 剛・櫻井芳昭	114
235.	ポリマー電着法による p 型シリコンウエハへのカラーマイクロレンズアレイの作製	○田中 剛・佐藤和郎・村上修一 櫻井芳昭・他	114
236.	点分布解析を用いた毛穴配列の定量評価方法の開発と皮革素材判別への応用	○道志 智	114
237.	コラーゲンを鋳型に用いて合成したスーパーマイクロポーラスシリカのトルエン動的吸着／脱着特性	○道志 智・他	114
238.	Development of Quantitative Evaluation Method of Hair Follicle Patterns for Identification of Leather Materials(Animal Species)	○道志 智	115
239.	高いトルエン動的吸着／脱着特性を示すスーパーマイクロポーラスシリカの合成	○道志 智・他	115
240.	革の化学試験における JIS K6550 と ISO 法の比較	稲次俊敬・○他	115
241.	革に関連する JIS 改正に関する報告	稲次俊敬・○他	115
242.	高機能性革の開発	稲次俊敬・吉川章江・○他	115

1. 鉄系材料の超精密切削加工におけるダイヤモンド工具の摩耗抑制 —被削材の窒化処理による摩耗抑制効果—	○本田索郎・足立和俊・上田順弘 榮川元雄・山口勝己・他	116
2. ファ이버レーザを用いた異種金属溶接	○萩野秀樹・山口拓人・武村 守 長瀧敬行	116
3. 金属系 3D プリンティングの概論と産技研における研究開発	○中本貴之	116
4. Al-10%Si-0.4%Mg 合金粉末を用いたレーザ積層造形	○木村貴広・中本貴之	116
5. 金型重力鑄造により高強度薄肉アルミニウム鑄物を実現する新規プロセスの開発	○松室光昭・武村 守・他	116
6. X 線応力測定法による管内面の円周方向残留応力の測定	○小栗泰造・田中 努・他	116
7. 純チタン板の面内変形による材料組織変化と加工硬化挙動	○田中 努・西村 崇・他	117
8. UBM スパッタ法による DLC 膜の成長形態・表面形態と成膜条件の関係 (第 2 報)	○三浦健一・小島淳平・他	117
9. ステンレス鋼に対するプラズマ処理における表面異常層の抑制	○榮川元雄・上田順弘	117
10. UBM スパッタ法により形成した金属ガラス膜の熱インプリント成形	○小島淳平・三浦健一・森河 務	117
11. 空気-金属電池用電極触媒の開発	○齊藤 誠・西村 崇・中出卓男	117
12. 非晶質 Cr-C 合金めっきの耐薬品性	○林 彰平・中出卓男・森河 務	117
13. 塗布結晶化による高移動度有機トランジスタと論理素子への応用	○宇野真由美・金岡祐介・中山健吾 近藤裕佑	118
14. 高分子圧電薄膜 P(VDF-TrFE) を用いたマイクロ超音波センサの作製	○田中恒久・村上修一・宇野真由美	118
15. BiFeO <sub>3</sub> 強誘電体薄膜を用いた圧電 MEMS 振動発電デバイス	○村上修一・佐藤和郎・長瀧敬行 中出卓男・中嶋隆勝・他	118
16. インターネットを利用した実験室の環境モニタリングシステムの作成	○大川裕蔵	118
17. 打ち切りデータを含む試験結果の統計解析方法	○中嶋隆勝・堀口翔伍	118
18. 電磁界シミュレーションによるノイズ抑制シートの設計	○伊藤盛通・松本元一	118
19. ポリマーコンポジットにおける温湿度処理と電気絶縁性	○岩田晋弥	118
20. エアコンクリーニングに関する実証実験	○山本貴則・山東悠介・岩田晋弥 他	119
21. トラック輸送において生じる 3 軸加速度の相関分析	○細山 亮	119
22. 短寿命活性種を用いた新規殺菌技術	○井川 聡・他	119
23. Recycle 可能な OH ラジカル生成触媒の開発	○林 寛一・中島陽一・木本正樹	119
24. 大気非暴露対応 FIB/STEM による電池材料評価	○長谷川泰則	119
25. TG-DTA 分析によるバイオマス燃料の燃焼評価手法の開発	○大山将央・井本泰造・陶山 剛	119
26. 猛獣排泄物を利用した猫用忌避製品の開発	○喜多幸司・山下怜子・他	120
27. ニオイ可視化への検討；ニオイ物質に反応する色素の開発	○山下怜子・喜多幸司	120
28. 光分解性架橋剤の反応と粘着剤への応用	○館 秀樹・井上陽太郎・他	120
29. 植物油ポリオールをベースとした可逆的ネットワークポリマーの合成とその特性	○井上陽太郎・館 秀樹	120
30. コラーゲンを鑄型に合成したスーパーマイクロポーラスシリカのトルエン動的吸着／脱着特性	○道志 智・他	120



## 第2回産技研プロジェクト研究報告会

1. 品位医療デバイスのオーダーメイド造形	○中本貴之	121
2. アルミニウム合金粉末を用いた積層造形とその応用	○木村貴広・中本貴之	121
3. 電析法を用いた白金系ナノ粒子触媒の開発	○西村 崇・中出卓男・斉藤 誠 森河 務	121
4. 強誘電体 MEMS による高効率振動発電素子の開発	○村上修一・佐藤和郎・中嶋隆勝 長瀧敬行・中出卓男・他	121
5. ZnO-SnO <sub>2</sub> (ZTO) 薄膜を用いた TFT の作製	○佐藤和郎・田中 剛・山田義春 村上修一・笥 芳治・櫻井芳昭	121
6. 産技研での全固体電池に関する取り組み	○園村浩介・櫻井芳昭・稲村 偉 長谷川泰則・佐藤和郎・村上修一 中橋明子	121

## 産業財産権

1. 炭素繊維配向シート製造方法	125
2. 摩擦加工装置及び摩擦加工方法	125
3. カーボンナノ構造物成長用触媒層形成方法、触媒層形成用液及びカーボンナノ構造物製造方法	125
4. ロープ状炭素構造物及びその製法	125
5. カーボンナノチューブ集合体、その製造方法及びカーボンナノチューブ撚糸	125
6. 摩擦攪拌加工装置及び摩擦攪拌加工方法	125
7. カーボンナノチューブ撚糸およびその製造方法	126
8. ナノカーボン分散ポリイミド溶液及びこれを用いて製造される複合材料	126
9. キャッピングシートの接合方法及び接合構造	126
10. 金属ガラス成形体の製造方法	126
11. 高熱伝導複合材料	126

(○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】

#### ネットワークアナライザを用いた 電界効果トランジスタの周波数特性測定

山田義春

活性層に酸化物半導体や、有機半導体を用いたトランジスタは、シリコン系のトランジスタにはない特徴がある。例えば、有機半導体はフレキシビリティに優れており、酸化物半導体は透明性という点からディスプレイなどの応用展開がなされている。このため、応答速度の観点からはシリコン系のトランジスタと比較して遥かに小さいが、研究開発は盛んであり、当所でも実用化を目指した研究が行われている。トランジスタがどの周波数まで動作するかによって情報処理能力が決定されるため、これらのトランジスタの応用範囲を広げ、より市場規模の大きい広範な製品で使用されるために重要となるのが、遮断周波数などの周波数特性である。周波数特性は単に材料の移動度のみで決定されるのではなく、チャンネル長や寄生容量など構造にも依存するため、試料ごとに簡便に素早く測定できることが望ましい。そこで、ネットワークアナライザを用いたトランジスタの周波数特性測定を検討した。本報告では、ネットワークアナライザを用いる測定の基礎を解説し、トランジスタの電流増幅率を測定した事例を紹介する。

#### 猛獣排泄物を利用した猫用忌避製品の開発

喜多幸司 山下怜子 太田義隆  
星 英之

本稿では、猛獣(ライオン、ヒグマ、オオカミ等)の排泄物そのものを使用するのではなく、排泄物の臭気分析に基づいた模擬臭気により、猫への忌避効果を発現させる忌避製品の開発結果について述べる。まず、排泄物から揮発する化学物質をガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)により分析し、排泄物に似た臭気を放つことができる模擬臭気放散液体(有機酸を主体とした調合液)を調製した。次に、調合液を発泡ウレタンシートに含浸させ、シートをアルミ蒸着フィルム製の袋に入れたのち、スリット付きのプラスチックケース内に装填した。猫を用いた忌避効果の実証実験は、公立大学法人大阪府立大学において実施し、市販品と同等の約4週間保持されることがわかった。また、猫による被害で困っている沖縄県在住者に製品を配布し、アンケート調査も実施した結果、市販品以上の忌避効果と簡便な取り扱いを確認することができた。なお、本研究は、平成24年度ものづくり中小企業・小規模事業者試作開発等支援補助金制度の下、実施委託された。

## 燃料電池金属セパレータの高精度プレス成形技術の開発

白川信彦

クリーンなエネルギー源として注目されている固体高分子形燃料電池は、その構成部品がいずれも高価な素材であり、その普及に際してはさらなる低コスト化が求められている。また、自動車への搭載や可搬型ユニットへの展開、設置スペース削減のニーズから、軽量化・コンパクト化も課題に挙げられている。主要構成部品の一つであるセパレータを金属薄板プレス化することは低コスト化の要求に応えられる最も有効な手段であり、樹脂モールドや切削加工で得られるセパレータに比べて、軽量化・コンパクト化も達成することができる。本報告では、サーボプレス of モーション制御を適用した温間成形により高精度化を達成した金属セパレータの開発について、戦略的基盤技術高度化支援事業とそれに引き続いて実施した共同研究において得られた成果について紹介する。特に、本研究で開発した「温度勾配付与プレス成形技術」について、SUS316L-BA 材を対象にして平坦度の高い高精度のセパレータが得られる条件を検討した結果を報告する。

### 【技術論文】

## 電気トリーの3次元構造解析

岩田晋弥

高分子は電気絶縁材料として幅広い分野で利用されてきた。しかし、長期間にわたり高電界の下で使用すると、絶縁性が低下し絶縁破壊を起こす。電気トリーは絶縁破壊の前駆現象として知られており、絶縁劣化の主な要因の一つである。本稿では、エポキシ樹脂に発生させた電気トリーに対しX線CTを用い3次元的に構造を撮影し、コンピューターシミュレーションによって解析したので報告する。

## ガラスクロス／軟質 PVC 複合シートにおける 引張り特性のひずみ速度依存性

西村正樹 四宮徳章 津田和城

ガラスクロス (GC) に軟質のポリ塩化ビニル (SPVC) がコーティングされた複合シート (GC/SPVC) は、主に建築分野で使用される複合材料である。GC/SPVC は、石膏ボード、木、または金属製の板材に代替する吊り天井部材としての利用が図られており、従来材料より軽量かつ柔軟性を有することから、大規模地震発生時に落下した場合でも、対人危険性を低減する効果が期待される。しかし、地震発生時には、シートの上方に設置された空調機器や照明器具等がシート面に落下する可能性がある。したがって、シートには落下物に対する耐衝撃性が要求され、衝撃的な高速変形がシートに生じた時の力学特性を評価することは極めて重要である。本研究では、GC/SPVC およびポリエステルクロス (PET-C) に SPVC がコーティングされた複合シート (PET-C/SPVC) の 2 種類について、3 m 角程度のシートに対しその上方 1 m から 3 kg の鉄球が落下した場合に相当するひずみ速度 ( $1 \text{ s}^{-1}$ )、およびその 10%、1% のひずみ速度で引張り実験を行い、各複合シートにおける引張り特性のひずみ速度依存性を比較した。

## 遺伝子解析法を用いた動物毛の同定方法の検討

増井昭彦 井川 聡

製品やその製造工程で発生する可能性のある動物毛異物について、遺伝子解析法を用いた同定を行うため、動物毛からの鋳型 DNA の調製、PCR による増幅について検討を行った。試料からの DNA の調製は、抽出キットの種類により抽出量に差が見られた。試料の DNA 量は、毛根部から先端部に行くに従って減少していた。また、動物毛が抜けてから時間が経過した試料についても、DNA の抽出、PCR による増幅は可能であった。しかしながら、抜けてからの履歴によっては、得られる DNA 量が減少している可能性があるため、考慮が必要であることがわかった。PCR による増幅については、種々のプライマーセットについて検討したところ、独自に選択したプライマーセットを用いた場合、ヒト毛髪、獣毛 (ネコ、イヌ) いずれにおいても、良好な増幅結果を示していた。今後、より多くの動物毛を用いて検討することにより、動物毛異物の同定手法の 1 つとして活用できると考えられる。

## ステンレス鋼に対する低温プラズマ浸炭処理における耐食異常層の抑制

榮川元雄 上田順弘

低温プラズマ浸炭処理はオーステナイト系ステンレス鋼の表面にS相と呼ばれる硬度と耐食性を兼ね備えた表面硬化層を形成する手法として知られている。しかしながら、プラズマ処理条件によってはS相の上に耐食性に劣る異常層が薄く形成されることがあり、バフ研磨や酸洗いなどの手法を用いて異常層を除去する必要があった。ここで、プラズマ浸炭処理条件の見直しによって異常層の形成自体を抑制できれば、プロセス全体の処理コストを大きく低減することができると期待される。耐食性の劣化は、耐食異常層に過剰な炭素が含まれ、これがクロム炭化物として析出し、ステンレス鋼中の有効なクロム量が減少するためと考えられた。そこで、表面炭素の低下策として、まずプラズマ浸炭処理時の雰囲気ガス中のメタン濃度を再検討した。次に、プラズマ浸炭後に表層の炭素を拡散させ、最表面の炭素濃度の低下を試みた。さらに、プラズマ浸炭処理終了後に炉内に大気をわずかに導入することで酸化皮膜の形成を促し、耐食性の改善を図った。これらの改善策によって、当初目標としていた耐食性を実現することができた。

# 技 術 報 告





# ネットワークアナライザを用いた 電界効果トランジスタの周波数特性測定

## *Frequency Characteristic Measurements of Field-Effect Transistors Using a Network Analyzer*

山田 義春\*

Yoshiharu Yamada

(2015年6月25日 受理)

キーワード：電界効果トランジスタ, 周波数特性, ネットワークアナライザ

### 1. はじめに

活性層に酸化半導体や有機半導体を用いたトランジスタは、シリコン系のトランジスタにはない特徴がある。例えば、酸化半導体は、透明性という点からディスプレイなどの応用展開がなされており、最近になってInGaZnOを用いた液晶駆動用トランジスタが実用化され、液晶ディスプレイの高精細化や低消費電力化に貢献している。また、有機トランジスタは、製造プロセスが比較的低温であり、柔軟性のあるプラスチック基板への印刷、塗布による大面積集積回路作成が可能のため、電子ペーパーやRFIDタグなどへの応用が期待されている。このため、応答速度の観点からは既存のシリコン系のトランジスタと比較すると小さいが、研究開発は盛んであり、当所でもこれらの実用化を目指した研究が行われている。

トランジスタがどの周波数まで動作するかによって情報処理能力が決定されるため、これらのトランジスタの応用範囲を広げ、より市場規模の大きい広範な製品で使用されるために重要となるのが、電流増幅率の遮断周波数などの周波数特性である。周波数特性は単に材料の移動度のみで決定されるのではなく、チャンネル長や寄生容量など構造にも依存するため、試料ごと

に簡便に素早く測定できることが望ましい。これまで、トランジスタの周波数特性測定には、カレントプローブ（磁氣的結合で交流電流を測定する素子）とオシロスコープを用いてゲート電流、ドレイン電流を直接測定する方法<sup>1)</sup>を用いていたが、この方法は使用する計測器が多く、時間もかかるため簡便とはいえない。さらに、有機半導体などの新規材料のキャリア伝導機構の解明のために温度依存性などを測定するのにも不向きである。そこで、それらの目的に、より適しているネットワークアナライザを用いたトランジスタの周波数特性測定方法を検討した。本報告では、ネットワークアナライザを用いる測定の基礎を解説し、考案した方法で電界効果トランジスタの電流増幅率を測定した事例を紹介する。

### 2. ネットワークアナライザ

#### 2.1 Sパラメータ

ネットワークアナライザとは、入射信号に対する反射信号、透過信号を測定し、振幅および位相が被測定物（DUT：Device Under Test）でどのように変化したのかを測定する測定器である。すなわち、ネットワークアナライザで測定されるのは回路の反射係数、透過係数であり、Sパラメータ<sup>2)</sup>と呼ばれる。これは、電気系技術者により馴染み深いZパラメータやHパラ

\* 制御・電子材料科

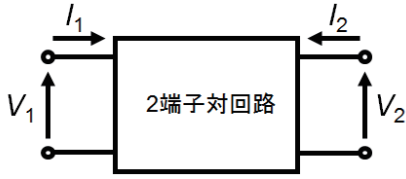


図1 2端子対回路

メータと同じく、二端子対回路<sup>3)</sup>の動作をモデル化するためのパラメータである。ZパラメータやHパラメータは多くの場合、低周波で用いられるパラメータであり、Zパラメータは、図1に示す2端子対回路において

$$\begin{pmatrix} V_1 \\ V_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} Z_{11} & Z_{12} \\ Z_{21} & Z_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} I_1 \\ I_2 \end{pmatrix}$$

$$Z_{11} = \left. \frac{V_1}{I_1} \right|_{I_2=0} \quad Z_{12} = \left. \frac{V_1}{I_2} \right|_{I_1=0}$$

$$Z_{21} = \left. \frac{V_2}{I_1} \right|_{I_2=0} \quad Z_{22} = \left. \frac{V_2}{I_2} \right|_{I_1=0}$$

で定義され、インピーダンスで回路の特性を表している。Hパラメータは

$$\begin{pmatrix} V_1 \\ I_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} H_{11} & H_{12} \\ H_{21} & H_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} I_1 \\ V_2 \end{pmatrix}$$

$$H_{11} = \left. \frac{V_1}{I_1} \right|_{V_2=0} \quad H_{12} = \left. \frac{V_1}{V_2} \right|_{I_1=0}$$

$$H_{21} = \left. \frac{I_2}{I_1} \right|_{V_2=0} \quad H_{22} = \left. \frac{I_2}{V_2} \right|_{I_1=0}$$

で定義され、トランジスタの増幅特性を表すの用いられている。本稿でも、電流増幅率である $H_{21}$ とその周波数依存性に注目する。これらのパラメータを用いることで、回路の細部を考える必要がなくなり、分析が単純化されて動作の予測がやりやすくなる。しかし、周波数が高くなるとともに、これらのモデルは扱いにくいものになってくる。これは、数MHz以上に周波数が高くなってくると、ZパラメータやHパラメータの定義に必要な電流、電圧を直接測定することが困難になってくるからである。例えば、オシロスコープのプロブを回路に接続したとき、プロブの容量やオシロスコープの入力容量の影響によるインピーダンスの低下の影響が無視できなくなってきて正確な電圧の測定が困難になる。さらに、ZパラメータやHパラメータの定義に必要な完全なオープン( $I_{1,2} = 0$ )、完全なショート( $V_{1,2} = 0$ )の実現も困難になる。信号線路とGNDの間がつながっていないなくてもそこには浮遊容量が存在し、周波数が高くなるとその間のインピーダンスは低下してきて完全なオープンとは言えない状態になるからである。また、ショートの場合も、周波数

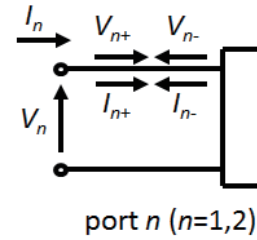


図2 進行波と反射波

が高くなると信号線路とGNDを接続する導体のインダクタンスが無視できなくなってきて完全なショートとは言えない状態になる。

このように、電圧、電流の測定は困難になり、ZパラメータやHパラメータを用いるのは適切でなくなるので、高周波でも測定が容易で、電圧、電流とも関係する量として電力が利用されている。Sパラメータは、回路に入っていく電力と回路から出てくる電力に注目するものである。電力で回路の特性を評価する場合、測定系と回路とのインピーダンスの関係が重要となり、ある決まったインピーダンスをもつ測定器で測定を行う必要がある。一般に、その基準インピーダンスとして $50 \Omega$ が使用されている。図2においてポート $n$  ( $n = 1, 2$ )の電圧 $V_n$ 、電流 $I_n$ は回路に入っていく進行波 $V_{n+}$ 、 $I_{n+}$ と回路から出てくる反射波 $V_{n-}$ 、 $I_{n-}$ を使って表される。

$$V_n = V_{n+} + V_{n-}, \quad I_n = I_{n+} - I_{n-}$$

ここで、進行波に関する $a_n$ と反射波に関する $b_n$ を次のように定義する。

$$a_n = \frac{V_{n+}}{\sqrt{Z_0}} = I_{n+}\sqrt{Z_0}, \quad b_n = \frac{V_{n-}}{\sqrt{Z_0}} = I_{n-}\sqrt{Z_0}$$

式中の $Z_0$ はSパラメータの定義に必要な基準インピーダンスで通常 $Z_0 = 50 \Omega$ である。 $a_n$ 、 $b_n$ は絶対値の2乗が電力を表すことが分かる。Sパラメータはこの $a_n$ 、 $b_n$ を関係づけたもので、

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix}$$

$$S_{11} = \left. \frac{b_1}{a_1} \right|_{a_2=0} \quad S_{12} = \left. \frac{b_1}{a_2} \right|_{a_1=0}$$

$$S_{21} = \left. \frac{b_2}{a_1} \right|_{a_2=0} \quad S_{22} = \left. \frac{b_2}{a_2} \right|_{a_1=0}$$

で定義され、対角成分が反射係数、非対角成分が透過係数を表すことが分かる。Sパラメータの測定はオープン、ショートでなく基準インピーダンスで終端することで行われるので高周波でもそれほど困難でない。さらに、ZパラメータやHパラメータなど他のパラメータ形式にも容易に変換できる。例えば、トランジ

スタの電流増幅率である  $H_{21}$  は、

$$H_{21} = \frac{-2S_{21}}{(1 - S_{11})(1 + S_{22}) + S_{12}S_{21}} \quad (1)$$

から求めることができる。

### 2.2 ネットワークアナライザの動作原理

実際に  $S$  パラメータを測定するネットワークアナライザの簡略化したブロック図<sup>4)</sup>を図3に示す。この図は  $S_{11}$ ,  $S_{21}$  を測定する場合のスイッチ (SW) の配置であり、高周波 (RF) 信号源から出力された信号は SW0, SW1, 双方向性結合器1 を通ってポート1に到達し、DUTの入力端子に入力される。このとき、双方向性結合器1によって入力信号の一部が  $a_1$  端子から取り出される。また、DUTの入力端子で反射された信号の一部が  $b_1$  端子から取り出される。DUTを通過した信号は双方向性結合器2に入力され、その一部が  $b_2$  端子から取り出される。そして、双方向性結合器2を通過した信号は、SW2 を通って  $Z_0$  で無反射終端される。 $a_1$ ,  $b_1$  を測定しその比から  $S_{11}$  が、 $a_1$ ,  $b_2$  の比から  $S_{21}$  が求められる。また、 $S_{12}$ ,  $S_{22}$  は SW0, SW1, SW2 を逆に接続して、同様の測定から求められる。ネットワークアナライザは RF 信号源のパワー (振幅) と周波数範囲を決めたら自動で  $S$  パラメータの周波数特性を測定する装置である。

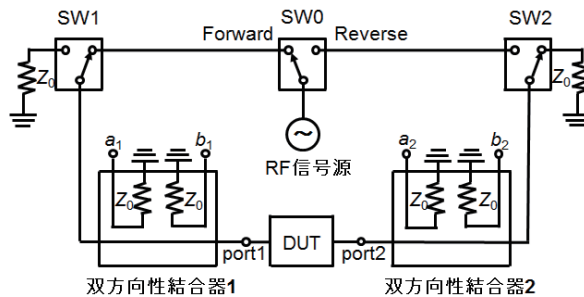


図3 ネットワークアナライザのブロック図<sup>4)</sup>

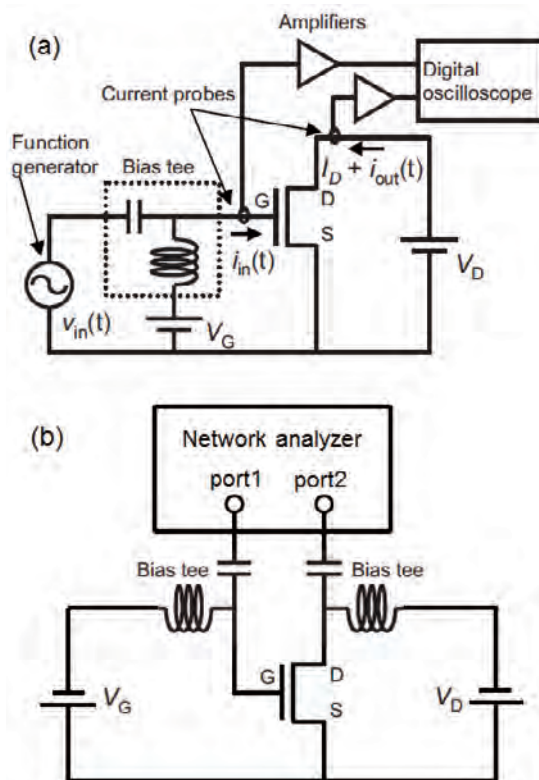


図4 (a) オシロスコープ<sup>1)</sup>, (b) ネットワークアナライザを利用したトランジスタ測定回路

## 3. 電界効果トランジスタの測定

### 3.1 測定回路

次に、電界効果トランジスタの周波数特性測定回路について説明する。図4(a)はカレントプローブを利用して交流のゲート電流、ドレイン電流を電圧に変換して、オシロスコープで直接測定する回路である。図中のバイアスティ (Bias tee) はトランジスタに直流バイアスするために直流と交流の和を出力する素子である。これについては次節でもう少し説明する。図4(a)を見ると分かるように必要な素子、計測器が多く、また、オシロスコープは時間領域の計測器であるので周波数特性の計測には時間がかかる。さらに、カレントプローブを利用しているのは温度依存性測定なども困難である。図4(b)に、ネットワークアナライザを利用した測定回路を示す。直流バイアスのためのバイアスティと直流電源は必要であるが、図4(a)と比較して簡便で、高速に測定できる。それぞれバイアスティを通過してポート1がゲートに、ポート2がドレインに接続される。このような回路構成で  $S$  パラメータを測定して複素数である  $H_{21}$  に変換することで、ドレイン電流とゲート電流の振幅比 (増幅率) と位相差の周波

数特性が分かる。

### 3.2 低周波用バイアスティの作製

バイアスティは前述したように交流特性を測定するトランジスタに直流バイアスするための素子で、信号の周波数帯に応じて集中定数で構成したものと分布定数で構成したものが使い分けられている。本来高周波用の素子であるため、市販のもの多くは使用周波数帯の下限が 100 kHz 程度である。ここでは、応答速度が比較的小さい有機トランジスタにも広範囲な測定を可能とするため、低周波 (~10 kHz) まで使用可能な集中定数のバイアスティ (上限は ~10 MHz) を作製したのでこれについて説明する。

集中定数のバイアスティは図4にあるようにコンデンサ  $C$  とインダクタ  $L$  で構成される。図4でトラ

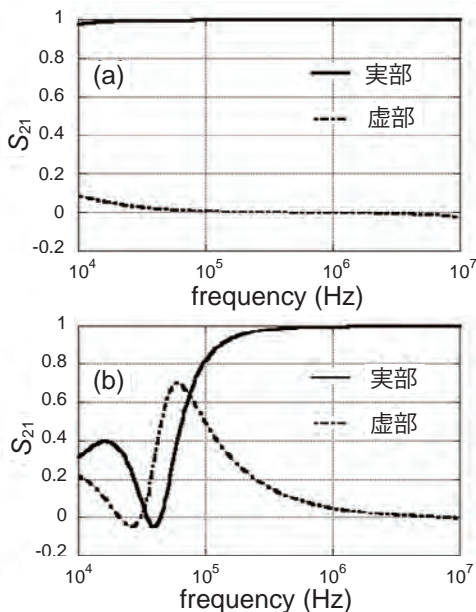


図5 (a)今回作製したバイアスティーと(b) ZX85-12Gの透過係数  $S_{21}$

ンジスタのゲートにねらい通りの直流と交流の和が印加されるためには  $C$  と  $L$  には次の条件が課される。  $C$  は、直流をカットし、交流信号は通すので、使用する周波数帯で低インピーダンス ( $\sim 0 \Omega$ ) であることが必要である。また、  $L$  は、交流信号をカットし、直流は通すので使用する周波数帯で  $Z_0 = 50 \Omega$  と比較して高インピーダンスであることが必要である。これらの  $C$  と  $L$  に対する条件はいずれも周波数が低くなるほど  $C$  と  $L$  が大きくなると満たせなくなる。ここでは、条件を満たすため、  $47 \mu\text{F}$  のコンデンサと  $4.7 \text{ mH}$  のインダクタを選択した。これらの素子に対して、  $f = 10 \text{ kHz}$  のとき、  $\omega L = 295 \Omega$ ,  $1/\omega C = 0.34 \Omega$  である。これらの素子と、紙フェノール基板、基板加工機を利用してバイアスティーを作製した。ここで、図4には示されていないが、実際には直流電源に接続される回路のインピーダンスの影響を排除するためのバイパスコンデンサも挿入した。今回作製したバイアスティーの特性をネットワークアナライザ (KEYSIGHT E5071C) で測定した結果を図5(a)に示す。測定したのは交流を入力する端子をポート1に、直流と交流の和を出力する端子をポート2に接続したときの  $S_{21}$  (透過係数) であり、周波数に依存せず実数の1であることが理想である。作製したバイアスティーは測定範囲内で理想に近いことが分かる。比較対象として図5(b)に市販のバイアスティー、ZX85-12G (Mini-Circuits 社、使用周波数帯下限  $200 \text{ kHz}$ ) の特性を示す。下限以下では大きく変動しており、これは、バイアスティー内の  $C$  と  $L$  が直列共振しているためと考えられる。

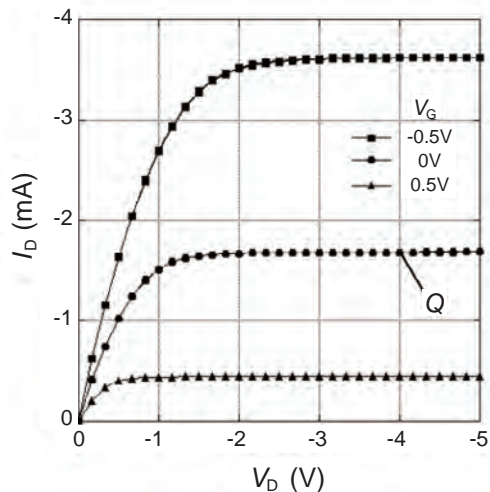


図6 JFET (2SJ105) の出力特性

### 3.3 電界効果トランジスタの測定例

$10 \text{ kHz} \sim 10 \text{ MHz}$  で使用可能なバイアスティーを利用して、実際に市販の電界効果トランジスタの測定を試みた。トランジスタは、現在有機トランジスタの研究でターゲットにしているものと遮断周波数の近い東芝製接合型FETの2SJ105を選択した。まず直流でソースを接地したときの2SJ105の出力特性の測定結果を図6に示す。周波数特性の測定は、作製したバイアスティーを用いて図6のQ点 ( $V_G = 0 \text{ V}$ ,  $V_D = -4 \text{ V}$ ) にバイアスして、ネットワークアナライザを図4(b)のように接続して  $10 \text{ kHz} \sim 10 \text{ MHz}$  の周波数範囲で  $S$  パラメータを測定した。信号源の出力は  $1 \text{ mW}$  とした。このとき、交流電圧の実効値は  $v^2/Z_0 = 0.001$  から、  $v = 0.22 \text{ V}$  である。

測定された4つの  $S$  パラメータを図7(a)~(d)に示す。図7(a)の  $S_{11}$  はゲート側からみた反射係数である。ほぼ実数の1であり、開放端の全反射のように振舞っていることが分かる。これはゲート・ソース間は容量だからであり、インピーダンスが大きく  $Z_0$  と整合していないためである。高周波側では容量のインピーダンスが下がってきて位相がずれはじめている。図7(b)の  $S_{21}$  はゲート側からドレイン側への透過係数であり、ほぼ実数の  $-0.2$  となっている。ドレイン側の交流電圧はゲート電圧によって変調されるドレイン電流がネットワークアナライザ内の  $Z_0$  を流れることで発生している。  $S_{11}$  から分かるように入力是全反射しているので、このエネルギーは直流電源由来である。負号は位相反転を表す。図7(c)の  $S_{12}$  はドレイン側からゲート側への透過係数であり、ほぼ0である。これは、図6のQ点は飽和領域であるのでドレイン電圧を変調してもゲート側に影響がほとんどないことを示している。図7(c)からは分かりにくいですが、  $S_{12}$  は実際にはほ

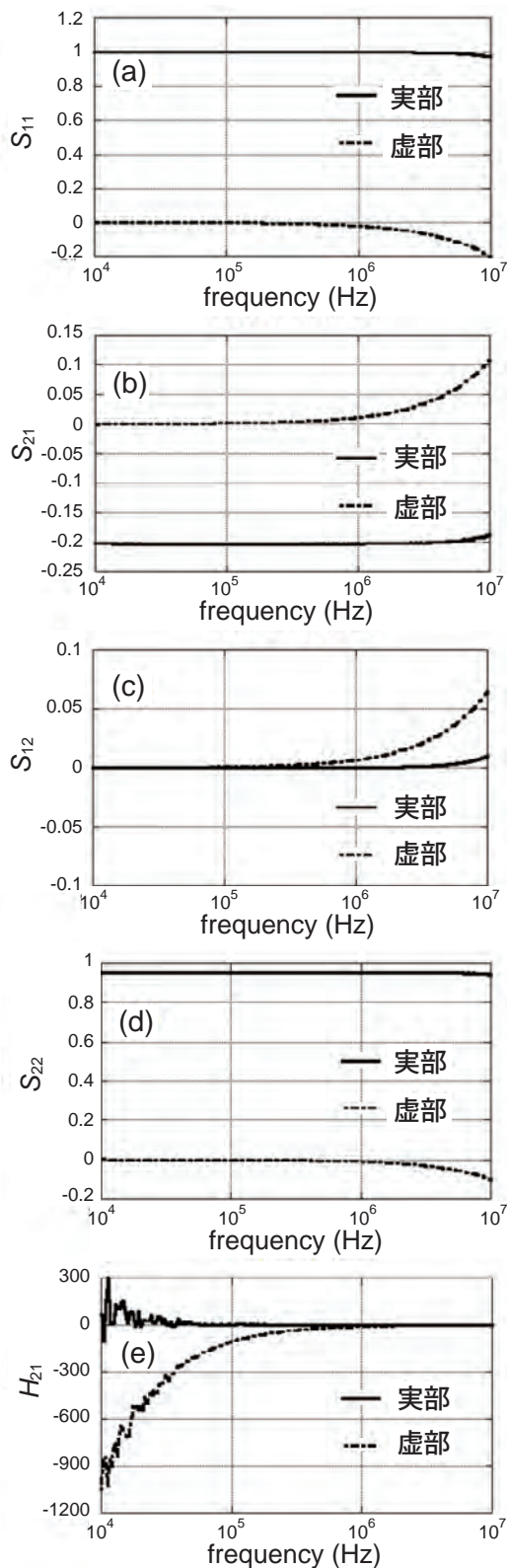


図7 JFET (2SJ105) の S パラメータと  $H_{21}$

ば純虚数であり、位相が  $90^\circ$  ずれている。図 7(d) の  $S_{22}$  はドレイン側からみた反射係数であり、ほぼ実数の 0.95 である。ドレイン・ソース間のインピーダン

スも  $Z_0$  と整合していないためほとんど反射しているが、ゲートからの容量と異なり抵抗であるので、一部は FET 内で散逸していることを意味している。

図 7(a)~(d) の S パラメータを (1) 式に代入して計算された  $H_{21}$  を図 7(e) に示す。定義から分かるようにこれはドレイン側の負荷をショートしたときの電流増幅率を示しており、その周波数依存性である。低周波側の、特に実部が乱れているが、これは低周波側で、(1) 式の分母が非常に小さい値になっていき、わずかなノイズの影響も大きくなってしまいうためである。特に  $S_{12}$  のノイズの影響が大きいと考えられ、実際には低周波側の実部はほぼ 0 と考えられる。このため、現状では増幅率の非常に大きい領域の精密な測定は難しい。この点をのぞくと、 $H_{21}$  はほぼ負の純虚数となっており、ドレイン電流はゲート電流にたいして  $90^\circ$  遅れており、虚部の値が増幅率を示している。ネットワークアナライザを利用した方法で、図 4(a) の回路を用いた場合よりも周波数範囲は広がり、精度も向上して、測定時間も短縮することができた。

#### 4. おわりに

酸化物や有機物など新規材料によるトランジスタの周波数特性測定の高速度化、簡便化などを目指し、これまでのカレントプローブとオシロスコープを利用した測定から変更してネットワークアナライザを利用した測定を試みた。また、研究途上で十分高速でない試料にも対応するため、使用周波数帯 10 kHz~10 MHz 程度のバイアスティーの作製を行った。これらから、現在有機半導体がターゲットにしている周波数範囲で電流増幅率の周波数依存性を高速に測定できるようになった。さらに、この測定法は、カレントプローブを利用しないので、低温測定や、オートプローバを利用した測定などにも対応可能であると考えている。今後、この測定法を用いて有機トランジスタなどの物性測定を行っていく予定である。

#### 参考文献

- 1) M. Kitamura and Y. Arakawa: Appl. Phys. Lett., 95 (2009) 023503.
- 2) 小西良弘：マイクロ波回路の基礎とその応用，(1990) 総合電子出版者。
- 3) 石橋幸男：アナログ電子回路，(1990) 培風館。
- 4) 市川古都美，市川裕一：高周波回路設計のための S パラメータ詳解，(2008) CQ 出版社。



# 猛獣排泄物を利用した猫用忌避製品の開発

## *Development of Cat Repellent Using Excrement of Fierce Animals*

喜多 幸司\* 山下 怜子\* 太田 義隆\*\*  
Koji Kita Reiko Yamashita Yoshitaka Ota  
星 英之\*\*\*  
Hidenobu Hoshi

(2015年6月30日 受理)

キーワード：猫用忌避製品，猛獣排泄物，模擬臭気，調合液，持続性

### 1. はじめに

住宅、マンション、公園等において、猫（特に野良猫）の排泄物による悪臭、発情期の鳴き声による騒音、ゴミ置場を荒らすなどの被害は依然として多く、環境省の各自治体へのアンケート調査によると、2011年度の苦情件数は約83,000件であった<sup>1)</sup>。このような猫による被害を減少させるためには、地域猫活動による避妊手術（自治体が手術補助金を交付）を通じ、個体数を減らすとともに、忌避製品を用い、猫を好まない住民の生活環境から遠ざけることが有効である。

猫用の忌避製品は、化学物質を使用し、猫の嗅覚に作用する製品と、超音波や赤外線を使用し、猫の聴覚や視覚に作用する製品に大別される。化学物質を使用する製品は、木酢液や、刺激性の植物抽出物（ハーブ類、ワサビ、トウガラシ等）、香料等を主に使用している。また、トラ、ライオンおよびオオカミ等の猛獣の排泄物は、強い臭気（悪臭）を放ち、鹿や猪、猿などが本能的に嫌う化学物質が含まれているため、排泄物そのものによる忌避効果についての研究が実施されてきた<sup>2)</sup>。

本研究では、猫用忌避製品として、猛獣の排泄物そのものを使用するのではなく、排泄物の臭気分析に基

づいた模擬臭気により、猫への忌避効果を発現させることとした。具体的には、排泄物から揮発する忌避物質をガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS）により分析し、排泄物に似た臭気を放つことができる模擬臭気放散液体（調合液）を調製後、調合液を使用した忌避製品を作製した。

忌避効果の実証実験は、大阪府立大学の敷地内に生息する野良猫を用い、忌避効果の持続性の目標値は、市販品と同等の約4週間とした。また、猫による被害で困っている沖縄県の住民に忌避製品を配布し、その効果に関するアンケート調査も実施した。

### 2. 調合液の作製

#### 2.1 猛獣排泄物から揮発する忌避物質の分析

動物飼育施設から調達したライオン糞（実物）、ヒグマ糞（実物）およびオオカミ尿（有限会社エイアイ企画、ウルフピー）を試料とし、それぞれから揮発する忌避物質（揮発性有機化合物）の分析を行った。

5 L サンプルングバッグ（近江オドエアサービス株式会社、アナリティックバリアバッグ、以下バッグと称す）の一隅をカットし、試料1 gを入れたガラスシャーレをバッグに入れ、カット部分を塞いだ。次に、バッグ内に窒素ガス1 Lを、積算流量計（コフロック株式会社、ACM-1）を通じ注入し、20℃の恒温室に静置した。1時間後、Tenax-TA(2,6-Diphenyl-p-phenylene

\* 繊維・高分子科

\*\* 株式会社オオタ

\*\*\* 大阪府立大学現代システム科学域

表1 分析装置および分析条件

ガスクロマトグラフ質量分析計	株式会社島津製作所、GCMS QP-2010Ultra
多機能注入口	ASTS GL International BV、OPTIC-4 Multimode GC Inlet
キャリアガス流量	4 mL/min
加熱脱着温度	280°C
加熱脱着時間	3 分間
クライオトラップ冷却温度	-90°C
クライオトラップ冷却時間	3 分間
クライオトラップ加熱温度	280°C
キャピラリーカラム	RESTEK.Co、Rtx-5MS (長さ; 30 m、内径; 0.25 mm、膜厚; 0.25 μm)
カラム槽温度条件	40°C・1 分間保持→(昇温速度: 10°C/min) →280°C
スプリット比	スプリットレス

表2 揮発性有機化合物の分類と比率

試料	分類	比率 (%)
ライオン糞 (実物)	アルコール	8
	カルボン酸	86
	エステル	5
	アルデヒド	1
ヒグマ糞 (実物)	アルコール	36
	カルボン酸	48
	エステル	8
	アルデヒド	8
オオカミ尿 (ウルフピー)	カルボン酸	68
	アルデヒド	30
	硫黄化合物	2

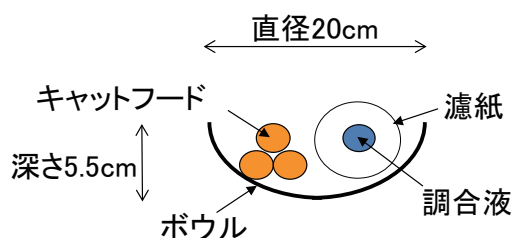


図1 実験に用いたボウルの概略図

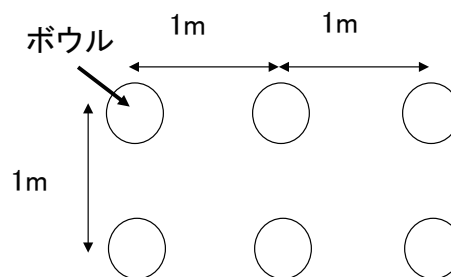


図2 ボウルの配置

Oxide) が充填されたカートリッジ (GL サイエンス株式会社, Packed Liner with Tenax TA 60/80) により, バッグ内の窒素ガス 0.2 L に含まれる揮発性有機化合物を捕集し, ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) により分析を行った. なお, 分析装置および条件は表 1 のとおりである.

## 2.2 分析結果

試料からの放散が推測された揮発性有機化合物の分類と比率を, GC/MS に附属の解析ソフト (GCMS solution Ver.2.6) およびライブラリ検索ソフト (NIST11) により求めた. その結果を表 2 に示す. 分析結果に基づき, 入手可能な試薬を用い, 排泄物の模擬臭気となる調合液を調製した. なお, 各試薬の調合比率は, GC/MS 分析で得られたトータルイオンクロマトグラムにおける各物質のピーク面積値の比率に基づいた.



図3 実験の様子



### 3. 調合液の忌避効果の評価

#### 3.1 実験方法

ライオン糞，ヒグマ糞，オオカミ尿の分析結果に基づいた調合液およびそれら3種類の調合液を1:1:1の比で混合したものの合計4種類の調合液について、猫を用いた忌避効果の確認実験を行った。

実験には、大学（なかもずキャンパス）内に生息している野良猫6頭（雄3頭，雌3頭，推定年齢1~2歳）を用いた。図1に示すように、直径20 cm，深さ5.5 cmのステンレス製ボウル内に、15 gのキャットフード（ネスレ日本株式会社，ピュリナフリスキー美味しく毛玉ケア・チキン味・野菜味・ビーフ味）と、調合液をしみ込ませた濾紙（GEヘルスケアジャパン株式会社，ワットマンNo.2，直径9 cm）を入れ，複数の猫が、一定時間後にボウル内のキャットフードを食べた量を観察した。また，陰性対照として蒸留水をしみ込ませた濾紙，陽性対照として液体の忌避剤である木酢液およびウルフピーをしみ込ませた濾紙を用いた。キャットフードと濾紙を入れたボウルは，お互いの臭気が影響しないように1 m間隔で設置した（図2）。実験の様子を図3に示す。なお，実験は11~13時に行い，1日に3~4回，2~3日間で実施し，その際，猫がボウルの位置を覚えることを防ぐため，実験ごとにボウルの位置をシャッフルした。忌避効果は，複数の猫がキャットフードを食べた量で判定し，忌避効果の高い順に，食べない（無食）>全て食べずに残す（部分食）>全て食べる（完食）の3段階で評価した。

#### 3.2 実験結果

陰性対照，陽性対照，および4種類の調合液について，全て1 mLを濾紙にしみ込ませ，予備実験を行ったところ，調合液については全て無食となり，高い忌避効果が見られた。しかし，調合液間での効果の比較ができないため，調合液については濾紙にしみ込ませる量を0.01 mLに減らし，評価を行った。

ボウル内のキャットフードを食べた量をのべ9回調査した結果を図4に示す。無食の頻度（回数）を比較すると，調合液（混合比1:1:1）>調合液（ヒグマ糞）=陽性対照（ウルフピー）>調合液（オオカミ尿）>調合液（ライオン糞）=陽性対照（木酢液）の順であり，各調合液は，陽性対照の1/100の量でも十分な忌避効果を発揮することがわかった。また，調合液間で比較すると，ライオン糞を基にした調合液の効果が一番低かったが，その理由として，ライオンが，被検動物の猫と同じ猫科であるためと考えられる。以上の実験結果から，3種類の調合液を混合した調合液を，忌避物

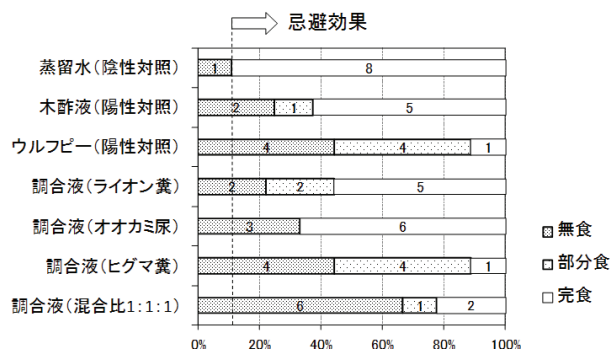


図4 忌避効果の評価結果  
(データラベルは回数を示す。)

質として採用することとした。

### 4. 忌避製品の作製条件の検討

#### 4.1 忌避物質の放散持続性の評価方法

忌避製品のベースとなる部分は，調合液を飽和するまで含浸させた親水性発泡ウレタンシート（グローリ産業株式会社，以下「シート」と称す）に，アクリル樹脂系の無臭塗料（大同塗料株式会社，無臭コート艶消し白）および無臭シンナー（大同塗料株式会社，無臭コートシンナー）を1:1で混合した塗料をスプレーガンにより塗装し，作製した。塗装した理由は，シート最表面に塗膜を形成させ，シート内に含まれる忌避物質が短時間で放散することを抑制するためである。ドラフト内に，塗装後のシートを静置し，所定時間後にシートをバッグに入れ，積算流量計を通じ窒素ガス0.5 Lを，バッグ内に注入後，20℃の恒温室に1時間静置した。次に，バッグ内の窒素ガス0.5 Lに含まれる揮発性有機化合物をTenax-TAカートリッジにより捕集し，GC/MSにより分析し，忌避物質の放散持続性（シート内部への残留性）を評価した。なお，分析条件は表1と同じとし，評価には，トータルイオンクロマトグラムにおける各物質のピーク面積の総和を用いた。

#### 4.2 忌避物質の放散持続性の評価結果

##### 4.2.1 塗膜形成による影響

塗膜形成による忌避物質の放散の抑制効果を検討した。調合液を含浸させた5 cm角のシートを対照試料とし，含浸後，塗料を両面に1回塗装した試料および5回塗装した試料をそれぞれ作製した。ドラフト内にシートを静置し，所定期間後に，シートから放散される忌避物質をGC/MSにより測定した。各忌避物質のピーク面積の総和の経時変化を図5に示す。全ての試料で静置開始からピーク面積の減少，すなわち，放散

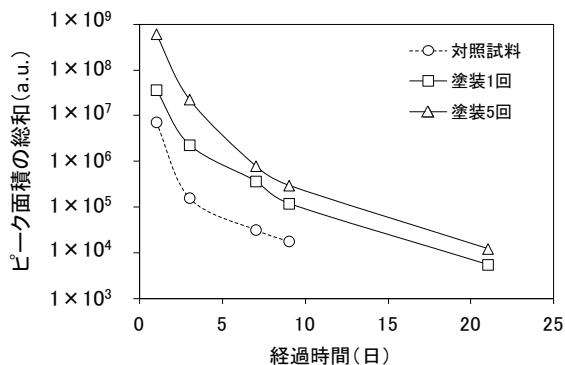


図5 シートから放散される忌避物質の放散量(ピーク面積の総和)の経時変化

量の減少が始まるが、対照試料(塗装なしのシート)では、21日後には忌避物質の放散が認められなかった。しかし、塗装したシートでは、21日後も放散持続性が認められた。この結果から、シート表面に塗膜を形成させることにより、シート表面からの忌避物質の放散を抑制できることがわかった。

4.2.2 シートの厚さと密度による影響

シートの厚さや密度が忌避物質の放散持続性に及ぼす影響を調べるため、表3に示す5種類のシートについて検討を行った。調合液を含浸させた5cm角のシートに塗料を5回塗装後、ドラフト内にシートを静置し、所定期間後にシートから放散される忌避物質をGC/MSにより測定した。忌避物質のピーク面積の総和の経時変化を図6に示す。図6から、シートの厚みが3mm以上であれば、忌避物質の放散持続性に顕著な影響を与えないことがわかる。そのため、シート3からシート5のうち、一番安価なシート3を採用した。

4.3 放散持続性を延長させる方法の検討

シートからの忌避物質の放散持続性を延長させるため、塗装後のシートを袋に密封後、小さな開口部を設ける方法を考案し、その効果を検討した。

アルミニウムフィルムを積層した密閉袋(アルミパック)内に、忌避物質を15g含浸させたシート(5cm×10cm)を入れ、ヒートシーラーを用い密封した。ここで、アルミパックの片面には、忌避物質放散用の開口部として、直径1cmの円形の切り込みが4か所あるが、その上に無色透明の粘着フィルムを張り付け、密封した。なお、使用時に、粘着フィルムをはがすと、開口部としてアルミパックに直径1cmの円形の穴が4か所開くことになる。さらに、シートを封入したアルミパックは、図7に示すように、シートおよびアルミパックを保護するためのスリット付きプラスチックケースに装填した。加えて、プラスチックケースの表

表3 5種類のシートの厚さと密度

	厚さ (mm)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
シート1	1.5	0.30
シート2	3.0	0.19
シート3	3.0	0.25
シート4	6.0	0.25
シート5	7.0	0.30

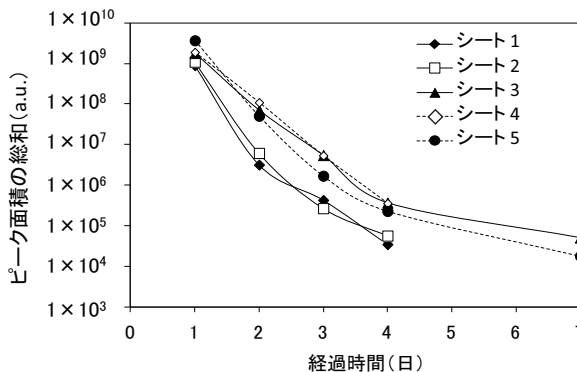


図6 シートから放散される忌避物質の放散量(ピーク面積の総和)の経時変化

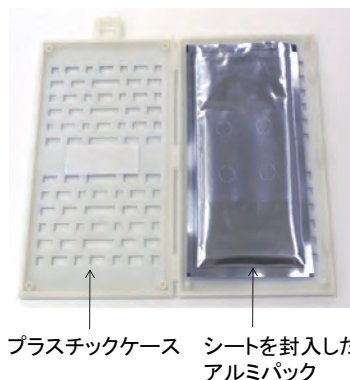


図7 プラスチックケースにアルミパックを装填した様子

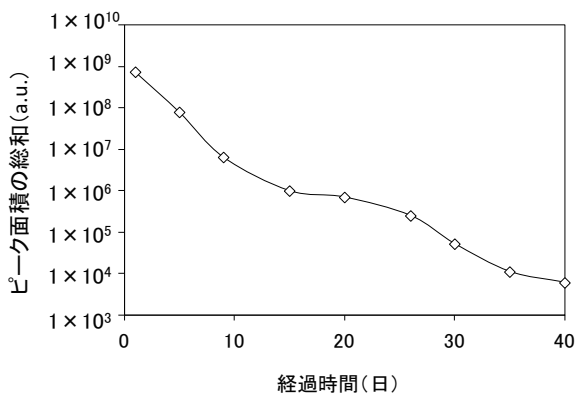


図8 シートから放散される忌避物質の放散量(ピーク面積の総和)の経時変化

表4 陽性対照とした市販の猫用忌避製品

試料名	形状	色	成分
市販品-1	粒状 (約 5mm)	緑	ワサビ (イソチアン酸アリル)、チョウジ油、シソ抽出物、チモール (植物由来成分)
市販品-2		黄緑	香料 (シナモン系、シトラス系、フルーツ系等) ペッパーオイル、サリチル酸メチル、消臭剤 (ミカン科植物油等)
市販品-3		茶	シトラール系精油

面には、光の反射を嫌う猫の性質を利用し、忌避効果をもたせることを想定し、アルミフィルムを張り付けた。アルミパック上の粘着シールをはがし、開口部が開いた状態でドラフト内にシートを静置し、所定期間後に、シートから放散される忌避物質を GC/MS により測定した。忌避物質のピーク面積の総和の経時変化を図 8 に示す。その結果、時間経過に伴いピーク面積の総和が減少しているが、40 日後でも忌避物質の放散が持続していることがわかった。

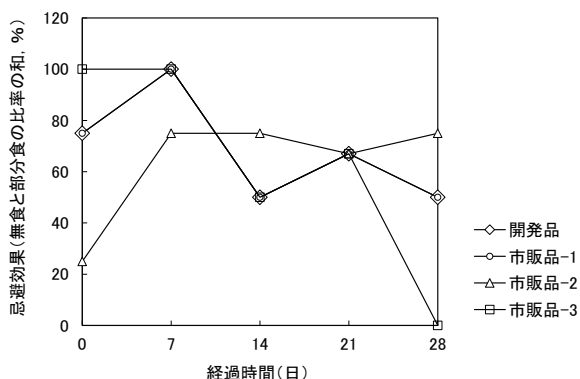


図9 忌避効果の持続性評価の結果



図10 配布した開発品 (左: 外箱, 右: 本体)

## 5. 開発した忌避製品の忌避効果の評価

### 5.1 実験方法

猫を用いた忌避効果の確認実験については、ボウル内に、キャットフードと開発した忌避製品 (以下、開発品と称す) 1 個をアルミパックの開口部を開けた状態で入れ、複数の猫が、ボウル内のキャットフードを食べた量を観察した。この観察を一週間ごとに継続実施することにより忌避効果の持続性を評価した。なお、この観察には、陰性対照として蒸留水を、陽性対照として表 4 に示す 3 種類の市販の忌避製品 (以下、市販品と称す) を用いた。市販品については、15 g をシャーレに入れ、ボウル内に設置した。なお、3.1 と同様に、評価は複数回実施し、猫がボウルの位置を覚えることを防ぐため、実験ごとにボウルの位置をシャッフルした。

### 5.2 実験結果

一週間ごとに、無食と部分食の割合の合計を忌避効果とし、それらの経時変化を比較した結果を図 9 に示した。図 9 より、市販品-3 は、1 週間までは 100 % の忌避効果を示したが、28 日 (4 週間) 後には、忌避効果が消失していることがわかる。一方、開発品は、4 週間後でも市販品-1 と同等の忌避効果を示し、持続性の目標である 4 週間を達成することに成功した。

## 6. アンケート調査

### 6.1 調査方法

開発品の忌避効果の確認のため、猫による被害で困っている沖縄県の一般の方を対象にアンケート調査を実施した。平成 26 年 5 月に、沖縄市、那覇市、およびうるま市の各市役所職員を窓口とし、各市内在住の 17 人に図 10 に示す開発品を配布し、約 4 週間の使用期間での忌避効果について調査をして頂いた。

### 6.2 調査結果

回答が得られた 14 名についての調査結果から、開発品は、市販品と同等の忌避効果の持続性を示し、かつ、取り扱いの簡便さも確認できた。

## 【アンケート調査結果】

## 質問 1；猫による被害内容（複数回答）

被害内容	件数	割合 (%)
猫の存在が嫌い	4	11
通り道にされる	12	34
糞尿のニオイ	4	11
発情期の鳴き声	3	9
子猫の繁殖	5	14
樹木で爪を研ぐ	1	3
花壇を荒らす	6	17
砂場を荒らす	4	11
ゴミを荒らす	12	34
抜け毛	4	11

## 質問 2；猫による被害の対策

対策	件数	割合 (%)
あり	12	86
なし	2	14

## 質問 3；対策内容（複数回答）

対策内容	件数	割合 (%)
網を張った	2	9
物を置いた	6	26
市販品（液体や錠剤）を置いた	10	43
市販品（超音波等）を置いた	4	17
その他	1	4

## 質問 4；市販品の価格（複数回答）

価格	件数	割合 (%)
約 100 円	2	17
約 500 円	3	25
約 1,000 円	4	33
約 2,000 円	1	8
約 3,000 円	1	8
5,000 円以上	1	8

## 質問 5；市販品の忌避効果の持続性（複数回答）

持続期間	件数	割合 (%)
効果なし	5	38
1～2 日間	1	8
1 週間以内	4	31
2 週間以内	1	8
1 ヶ月以内	1	8
1 ヶ月以上	1	8

## 質問 6；開発品の忌避効果の持続性

持続期間	件数	割合 (%)
効果なし	2	14
1～2 日間	0	0
1 週間以内	3	21
2 週間以内	8	57
1 ヶ月以内	1	7

## 質問 7；開発品の取り扱い性

持続期間	件数	割合 (%)
とても簡単	5	36
簡単	7	50
やや難しい	1	7
難しい	1	7

## 質問 8；開発品の希望小売価格

価格	件数	割合 (%)
約 100 円	6	50
約 500 円	3	25
約 1,000 円	3	25
約 2,000 円	0	0
約 3,000 円	0	0
5,000 円以上	0	0

## 7. まとめ

猛獣排泄物を利用した猫用忌避製品の開発に関し、得られた成果について以下に総括する。

- ライオン糞、ヒグマ糞、およびオオカミ尿について、それらから揮発する忌避物質の分析を行い、その結果に基づき試薬を調査し、排泄物の模擬臭である複数の調合液を作製した。猫を用いた確認実験結果に基づき開発品に使用する調合液を選定した。
- 発泡ウレタンシートに調合液を含浸後、アクリル樹脂系の無臭塗料を塗装したシートからの忌避物質の放散持続性に関し、塗装回数やシートの厚さおよび密度による影響を検討し、作製条件を決定した。
- 忌避物質の放散持続性を確保するため、放散用の開口部を設けたアルミパック内にシートを密封する方法を採用した。また、アルミパックは、保護用のスリット付きプラスチックケースに装填することとした。
- 猫を用いた実験により、開発品は、4 週間後でも市販品と同等の忌避効果を示し、持続性の目標値を達成することに成功した。
- 猫による被害で困っている沖縄県の一般の方に開発品を配布し、アンケート調査を実施した結果、市販品と同等の忌避持続性および簡便な取り扱い性を確認できた。

## 謝 辞

本研究は、平成 24 年度補正ものづくり中小企業・小規模事業者試作開発等支援補助金制度の下、株式会社オオタからの委託を受け、実施したものである。本

研究にご協力いただいた関係各位に深謝の意を表す。

### 参考文献

1) 環境省：飼い主のいない猫等について都道府県等アン

ケート調査結果(2011).

[http://www.env.go.jp/council/14animal/y143-19/mat07\\_1.pdf](http://www.env.go.jp/council/14animal/y143-19/mat07_1.pdf)

2) 川村英人：徳島県立農林水産総合技術センター森林林業研究所研究報告, No.2 (2003).

[http://www.pref.tokushima.jp/\\_files/00101806/03-0202.pdf](http://www.pref.tokushima.jp/_files/00101806/03-0202.pdf)



# 燃料電池金属セパレータの 高精度プレス成形技術の開発

## *Development of High-Precision Sheet Metal Forming for Fuel Cell Metal Separator*

白川 信彦\*

Nobuhiko Shirakawa

(2015年6月30日 受理)

キーワード：金属セパレータ，プレス成形，サーボプレス，温間成形，燃料電池

### 1. はじめに

水素と酸素を反応させて電気を取り出す燃料電池 (Fuel Cell) は、高効率でクリーンなエネルギー源として注目され、精力的に研究開発が進められている。中でも固体高分子形燃料電池 (PEFC, Polymer Electrolyte Fuel Cell) は、発電の際の作動温度が 100℃以下で取り扱いが容易である上に高い出力密度が得られ、軽量小型化も可能であることから、自動車や家庭用分散電源、可搬型電源など幅広い分野での実用化開発が盛んに行われ、市場投入や実証試験も始まっている。しかし、これらの燃料電池においては、発電の心臓部ともいえる膜・電極接合体 (MEA, Membrane Electrode Assembly) をはじめとしてその構成部品がいずれも高価な素材であり、その普及に際してはさらなる低コスト化が求められている。主要構成部品の一つであるセパレータを金属薄板プレス化することは低コスト化の要求に応えられる有効な手段であり、カーボン樹脂モールドや切削加工で製造されるセパレータに比べてコンパクト化も達成することができる。

セパレータの金属薄板プレス化については、材料面でのアプローチも含め、サーボプレスのモーション制御の適用などこれまで数多くの取組み<sup>1)~7)</sup>がなされており、戦略的基盤技術高度化支援事業 (サポイン事業) においても、金型精度およびプレス技術の高度化に取

り組んだ幾つかの事例<sup>8)~10)</sup>がある。

当所においては、平成 22~24 年度のサポイン事業「固体高分子形燃料電池の低コスト化・コンパクト化及び高生産性に資する金属セパレータ成形技術の開発とそれによるセルスタックの自動組立技術の開発」に参画した後、その参画企業の内の一社と事業化を見据えた共同研究を継続し、計 5 年間にわたってセパレータの金属薄板プレス化のための技術開発を行った。一連の研究開発においては、サーボプレスのモーション制御と温間成形の組み合わせにより高精度のプレス成形が実現できることを明らかにした。また、この金属薄板セパレータを実際に燃料電池に組み込んで発電実験を行い、セパレータとしての要求性能が満足されていることを実証した。

本報告では、この開発の経緯を紹介するとともに、当所が実施した高精度プレス成形技術の開発について述べる。

### 2. 開発の経緯

#### 2.1 対象材料の選定

セパレータに要求される性能には表 1 に示すようなものがあげられるが、この中で「発電環境での耐食性」を重視すると、金属薄板材でターゲットとなる材質は自ずとステンレス材やチタン材が主体になる。しかし、その他の要求性能である「低い固有抵抗および接触抵抗」、「高い熱伝導率」などを考慮すると、銅板に金メッ

\* 加工成形科

キを施すなどのアプローチも候補になる。そこで開発の初期においては、ステンレス系材料として光輝焼鈍された SUS304-BA, SUS316L-BA の 2 種類, チタン系材料として TR270C, 銅系材料として C1100P-O, アルミニウム系材料として A1050P-O の 5 種類を対象に検討した。図 1 にこれらの材料を冷間で成形した結果を示す。ここでは、サーボプレス of モーション制御によって下死点で 1 秒間停止させるリンクモーションを用いて成形した。C1100P-O 材では平面度の高い比較的良好な成形を行うことができたが、SUS304-BA や SUS316L-BA 材ではひねりやペコつき, TR270C 材や A1050P-O 材では凹面状の反りなどの成形不良が発生した。これらの成形不良はサーボプレス of モーション制御を変更するだけでは解消できなかったが、150~200 °C 程度に素板を加熱して成形したところ、特に SUS 系材料において成形不良が低減し、高精度な成形加工を実現できる可能性があることがわかった。また、最終的には成形したセパレータを発電実験に供することから、市中で容易に入手でき、一定レベル以上の耐食性を有する SUS316L-BA 材 (公称板厚 0.2 mm, 130 mm × 130 mm サイズ) を対象材料として選定し、開発を進めた。

2.2 セパレータ形状の検討

本サポイン事業では、セルカートリッジ発電能力の

表 1 セパレータに要求される性能

① 発電環境での耐食性	
② 低い固有抵抗および接触抵抗	
③ 高い熱伝導率	
④ 高強度 (割れ, 破損の恐れがない)	
⑤ 水素ガスを透過させない	
⑥ 軽量, コンパクト性	...など

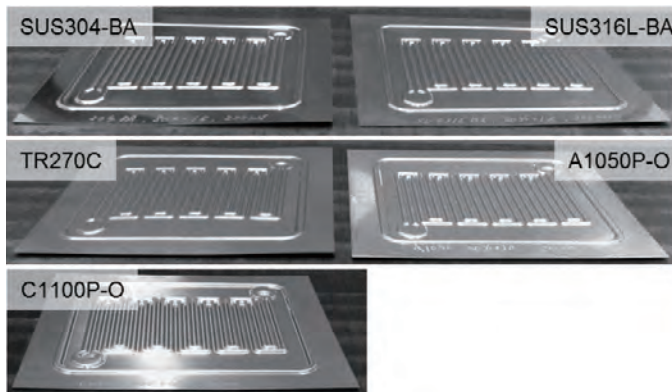


図 1 各種材料の冷間成形結果

数値目標 (発電電圧: 0.7 V/セル, 発電電流: 0.2 A/cm<sup>2</sup>) を達成するために、金属セパレータの形状について検討した。図 2 にこれまで検討したセパレータの形状を示す。ガス導入口/排出口の形状や個数, サーペンタイン流路の形状, 組立時の締付けによる変形を防止するためのディンプルやビードなどの追加が主な変更点である。これらの形状変更を行うごとに後述のプレス成形条件についても再検討した。

最終的に決定したセパレータの概略を図 3 に示す。流路形状は、溝幅約 1.8 mm, 溝深さ約 0.55 mm のサーペンタイン流路で、反応部面積は約 50 cm<sup>2</sup> である。

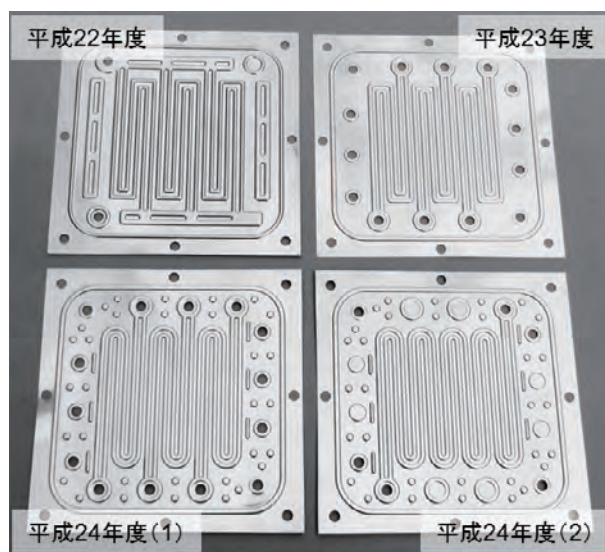


図 2 セパレータ形状の変遷

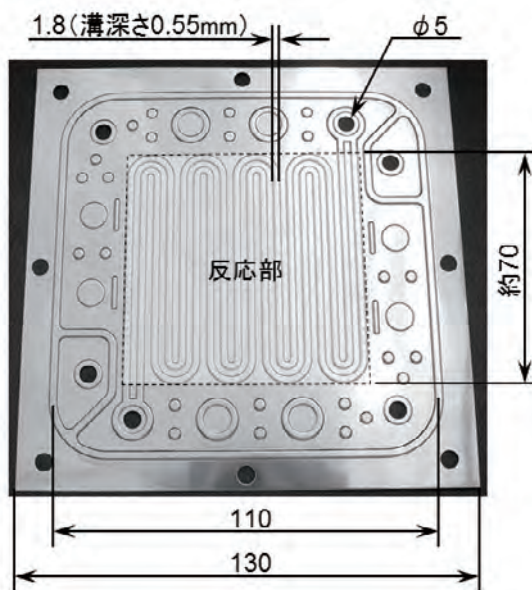


図 3 セパレータ概略



### 3. 高精度プレス成形技術の開発

#### 3.1 プレス機械および加熱方法

実験に使用したプレス機械は、図4に示す加圧能力2,000 kNのACサーボプレス(コマツ産機(株)製H1F200CS)で、最大クッション力200 kNのサーボモータ式ダイクッションを装備している。

温間成形を行う場合、成形前に素板を電気炉等で加熱する方法と金型を加熱して成形中に熱伝導により昇温する方法が考えられる。さらに金型を加熱する場合を分別すると、金型全体を同温度にする場合と、加熱冷却深絞り法<sup>11)</sup>のように、ダイとブランクホルダを加熱しながらパンチを冷却し、部位によって温度差をつける場合がある。本研究開発においても、当初はダイとパンチをカートリッジヒータで加熱し、ブランクホルダを内蔵する水管で冷却して温度差をつける温間成形法を検討したが、加熱したいパンチと冷却したいブランクホルダが近接しており、温度を制御することが難しかったため断念した。そこで本研究開発では、素板をあらかじめ電気炉等で200℃程度に加熱し、これを加熱していない常温の金型で成形する方法を採用した。



図4 サーボプレス外観

素板の加熱には、送風定温恒温器(ヤマト科学(株)製DKN302, 最高使用温度260℃)を使用した。金型に対しては積極的に冷却するなどの温度制御を行わなかったため、金型温度は外気温によって変動したが、おおよそ10~20℃の範囲で成形実験を行った。なお、成形に際して潤滑剤は使用しなかった。

#### 3.2 温度勾配付与プレス成形

電気炉で加熱した素板を人手で金型にセットしてプレスする実験では、移送の間の温度低下や金型に接触してから成形開始までの熱伝導による部分的な温度低下など、成形条件にばらつきが生じる要因が多い。開発当初は素板を電気炉から取り出した後、できるだけ迅速にプレス成形(高速のリンクモーションで加工し、下死点で1秒間保持)することを試みていたが、様々な加熱温度で実験したところ、金型にセットしてから成形するまでの時間を長くした場合に、成形されたセパレータの平面度が向上した。これは、プレス成形までに金型と接触している部分(成形品のフランジ部)で、熱伝導によって素板に部分的な温度低下が生じて適当な温度勾配が発生したためではないかと考えられる。すなわち、材料の変形抵抗は温度によって異なるため、素板に温度勾配があると場所によって変形抵抗がわずかに変化し、このことが結果的に成形品の平面度を向上させたものと思われる。

そこで、素板を予めやや高い温度で加熱しておき、成形前に外周フランジ部をダイとブランクホルダで一定時間拘束保持して温度低下を生じさせ、流路成形部の中央付近から外周フランジ部に向かって温度勾配を与えるプレス工法(温度勾配付与プレス成形: 図5)を考案した。図6にスライドモーション線図、クッション力の制御線図を示す。図6(a)はスライドモーションの制御イメージ、図6(b)は成形時のスライド位置とクッション力の実測データである。成形条件は、下死点上7mmまでスライドを高速で下降させて

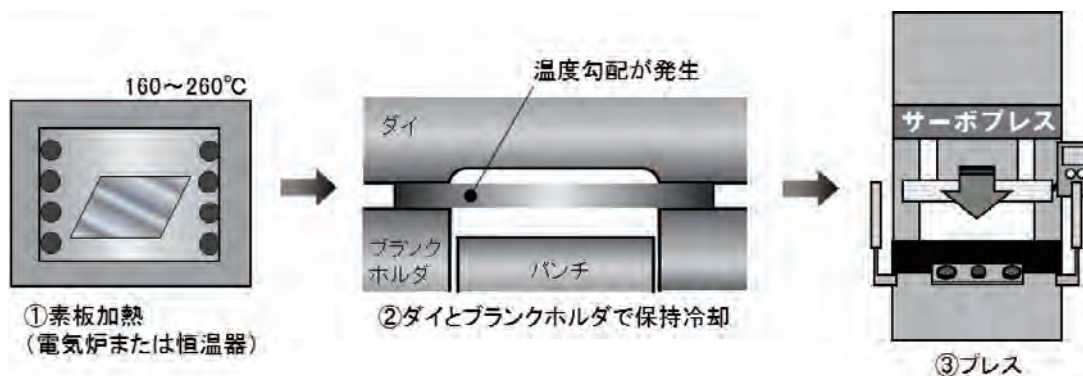


図5 温度勾配付与プレス成形

素板のフランジ部を2秒間拘束保持した後、プレス成形して下死点で1秒間保持するスライドモーションであり、クッション力については成形前の拘束保持時に50 kN、成形時に200 kNになるように制御したものである。

### 3.3 成形精度に及ぼす加熱温度と拘束保持時間の影響

素板の加熱温度を160℃から260℃まで変化させ、前述のスライドモーションにおける拘束保持時間を0秒（保持なし）から10秒まで変化させて成形したセパレータについて、それぞれの形状精度を調べた。結果を表2に示す。

常温での成形（冷間成形）における成形不良としては、全体形状にひねりと凹面状の反りが発生している。

これに対して素板を加熱する温間成形では、180℃以下の比較的加熱温度が低い場合にはひねり（ペコつき）が発生し、240℃以上に加熱した場合には、凸面状の反りが発生している。このように、加熱温度によって成形不良の形態が異なることがわかる。

拘束保持時間に着目すると、保持時間が長くなるにつれてフランジ部分のひずみ（うねり）が顕著になり、中央部が浮き上がる形状となる。これは、保持時間が長くなることにより外周フランジ部の温度低下が大きくなり、中央成形部との温度差が過大になると考えられる。

以上のことから、加熱温度と拘束保持時間には最適な条件が存在し、本開発でのセパレータ形状および使用素材(SUS316L-BA材)に対しては、表中の破線で

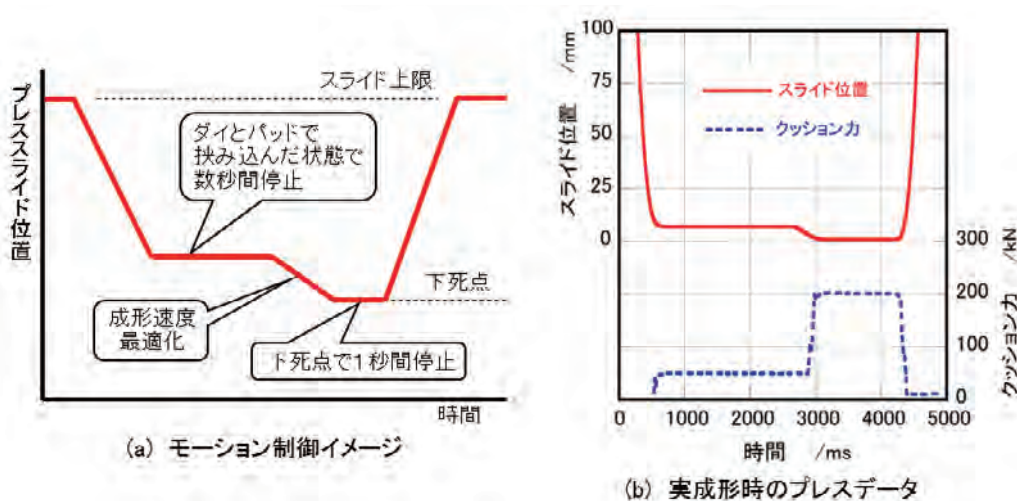


図6 スライドモーション線図（制御イメージ図と実測データ）

表2 成形精度に及ぼす加熱温度と拘束保持時間の影響

		常温	160℃	180℃	200℃	220℃	240℃	260℃
拘束保持時間 (秒)	0	・ひねり：× ・凹反り：× ・Fうねり：×	・ひねり：× ・Fうねり：△	・ひねり：△ ・Fうねり：△	・ひねり：△ ・Fうねり：△	・凸反り：△ ・Fうねり：－	・凸反り：△ ・Fうねり：－	・凸反り：× ・Fうねり：－
	3		・ひねり：△ (ペコつき) ・Fうねり：△	・ひねり：▲ (ペコつき) ・Fうねり：△	・良好 ・Fうねり：－	・良好 ・Fうねり：－	・凸反り：× ・Fうねり：－	・凸反り：× ・Fうねり：－
	5		・ひねり：△ ・Fうねり：▲ (中央部浮き)	・ひねり：△ ・Fうねり：▲ (中央部浮き)	・Fうねり：▲ (中央部浮き)	・ほぼ良好 ・Fうねり：△	・凸反り：× ・Fうねり：△	・凸反り：× ・Fうねり：△
	10		・ひねり：× ・Fうねり：× (中央部浮き)	・ひねり：× ・Fうねり：× (中央部浮き)	・Fうねり：× (中央部浮き)	・Fうねり：× (中央部浮き)	・凸反り：× ・Fうねり：▲	・凸反り：× ・Fうねり：▲

※表中の「F」はフランジを表し、記号は×, ▲, △, ーの順に変形が大きいことを示す。

囲んだ加熱温度 200~220 °C, 拘束保持時間 3 秒で成形品の平面度が最も高くなることがわかった。

3.4 加熱ムラの影響

本技術を実生産に適用する場合, 順送プレスまたはトランスファープレスを用いてインラインで加熱し, 自動搬送するという工程が適当である。このとき, 加熱方式の選択は重要なポイントであり, 加熱方式によって素板に加熱ムラが生じた場合, 成形精度に影響すると考えられる。そこで, 加熱ムラが生じると考えられる小型電気炉で素板を加熱した場合と送風定温恒温器で加熱した場合とで成形結果を比較した。

図 7 に, 熱電対を貼付した素板を用いて, 前述の送風定温恒温器と小型電気炉 (光洋サーモシステム (株) 製 KBF828N, 最高使用温度 1,100 °C) 内で加熱した場合の温度測定の結果を示す。図に示すように, 小型電気炉では素板内で最大 19 °C 程度の加熱ムラが認められるのに対し, 送風定温恒温器では加熱ムラが 4 °C 程度に抑制できている。

図 8 に, 送風定温恒温器と小型電気炉で素板を加熱して成形したそれぞれのセパレータのフランジ部の拡大写真を示す。これらの写真はフランジ部に格子模様を写り込ませて撮影したものである。送風定温恒温器で加熱した場合には写り込んだ格子模様の水平線がほぼ直線であるのに対し, 小型電気炉で加熱した場合には水平線が緩やかに湾曲しており, フランジ部にうねりを生じていることがわかる。以上のことから, 加熱ムラによる精度不良を回避するためには, 素板内の温度差を数°C 以内になるように均一に加熱する必要があることがわかった。

3.5 クッション力の影響

3.2 節で述べたように, クッション力を拘束保持時に 50kN, 成形時に 200 kN とした場合, 比較的良好な成形を行うことができた。ここでは, クッション力

が成形精度に及ぼす影響を調べるために, 拘束保持時, 成形時のクッション力を 25 kN 一定で成形した場合と, ブランクホルダで素板を拘束しないフォーム成形の場合について成形実験を行った。結果を図 9 に示す。クッション力が小さい 25kN の場合には顕著なフランジしわが, ブランクホルダを使用しないフォーム成形の場合には凹面状の反りが発生した。このことから, 本成形においては, 外周フランジ部を拘束するクッション力を高くしてプレスすることも成形精度の向上において重要なポイントであることがわかる。



図 7 素板加熱時の温度分布

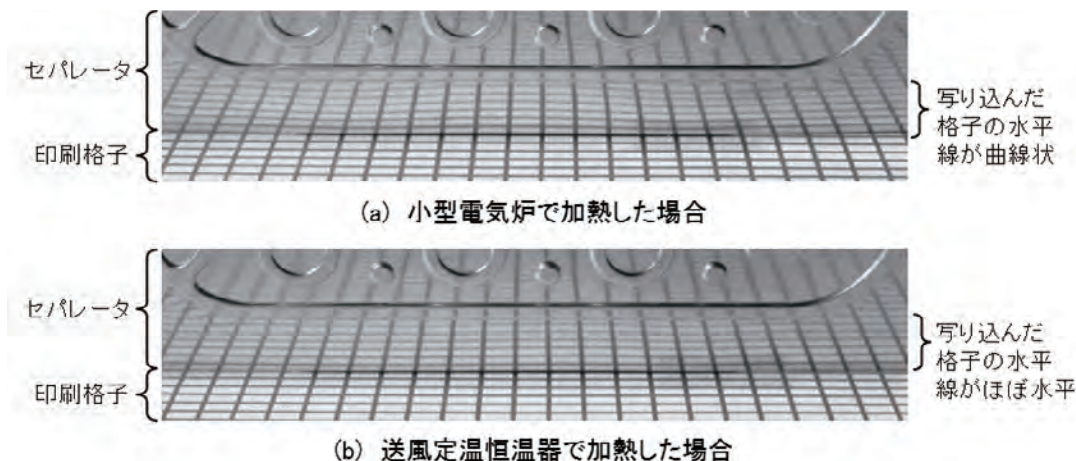
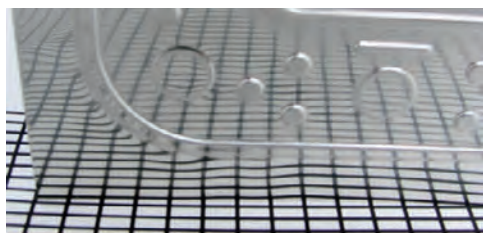


図 8 格子模様を転写した成形品フランジ部の拡大写真



(a) クッション力25kNの場合のフランジしわ



(b) フォーム成形の場合の反り

図9 クッション力の影響

#### 4. おわりに

燃料電池の低コスト化，コンパクト化を実現する金属薄板セパレータの高精度成形を目指し，サーボプレスのモーション制御と温間成形を組み合わせた温度勾配付与プレス成形技術を開発した。また，プレス成形技術の開発で終わるのではなく，成形したセパレータを組み込んだ発電実験を行い，その結果をフィードバックして，所要発電性能を達成するための流路形状や金型について検討した。

本開発で得られた知見は，燃料電池セパレータだけでなく，例えばプレート式熱交換器のパネル部品などの金属薄板プレス成形品にも活用できるものと思われる，広い分野でのものづくり支援に役立てることができる。

#### 参考文献

- 1) 樽谷芳男，花尾方史，小川和博，浜田龍次，有園太策：まてりあ，**48**, 1 (2009) 23.
- 2) 清藤雅宏，中川和彦，山内博史：第57回塑性加工連合講演会講演論文集(2006) 153.
- 3) 浅川洋平，中川和彦，清藤雅宏，上野恵尉：第57回塑性加工連合講演会講演論文集(2006) 155.
- 4) 宮川和幸，石田正文，斎藤修，渡辺政廣，柴田正実，佐藤幸徳，武田敏充，松下清人：山梨県工業技術センター研究報告，No.21 (2007) 1.
- 5) 宮川和幸，石田正文，早川 亮，渡辺政廣，柴田正実，佐藤幸徳，武田敏充，松下清人：山梨県工業技術センター研究報告，No.22 (2008) 1.
- 6) 宮川和幸，石田正文，早川 亮，有泉直子，渡辺政廣，柴田正実，佐藤幸徳，武田敏充，松下清人：山梨県工業技術センター研究報告，No.23 (2009) 33.
- 7) 加藤俊二：天田金属加工機械技術振興財団研究概要報告書 (2010) 50.
- 8) 戦略的基盤技術高度化支援事業研究開発成果事例集 (平成 18~20 年度PJ)，78.
- 9) 戦略的基盤技術高度化支援事業研究開発成果事例集 (平成 19~21 年度研究開発PJ)，112.
- 10) 戦略的基盤技術高度化支援事業研究開発成果事例集 (平成 21~23 年度採択事業)，122.
- 11) 渡部豊臣：塑性と加工，**33**, 375 (1992) 396.

# 技 術 論 文



# 電気トリーの3次元構造解析

## *Three-Dimensional Structural Analysis of Electrical Tree*

岩田 晋弥\*

Shinya Iwata

(2015年6月22日 受理)

Polymers have been used widely for electrical insulation. However, polymers' insulating performance degrades when they are used for a long time under a high alternating electric field or electrostatic field. Eventually, electrical breakdown occurs. Electrical treeing, a pre-breakdown phenomenon, is a main reason for the electrical insulation degradation of polymers. This paper presents results of three-dimensional structural analysis of electrical treeing in epoxy resin using X-ray computed tomography (X-CT) and dielectric breakdown numerical calculation.

**Key Words:** electrical tree, electrical breakdown, X-ray computed tomography, dielectric breakdown model

### 1. はじめに

高分子材料はその優れた電気絶縁性により、電力ケーブル、電気機器、電子デバイス等に幅広く利用されている。しかし、近年では機器の小型化や高電圧駆動化が進み、使用される環境も多様化しており、従来以上に厳しい条件下でも安全に長期間使用できる電気絶縁材料の開発が求められている。一般的に、絶縁材料は体積抵抗、絶縁破壊強さ、部分放電、雷インパルス、電気トリー等によって評価が行われ、その信頼性や寿命が検討される。本研究では、絶縁破壊の前駆現象である電気トリーに着目し、3次元的な構造解析と描画シミュレーションを行った。

電気トリーは、高分子を中心とした絶縁材料に高電圧を印加したときに、内部に生じる部分的な破壊現象であり、部分放電とともに絶縁破壊の前駆現象として知られている。電気トリーの発生は、潜伏期、発生・進展期の二段階に分けて考えることができる。潜伏期では、材料内での電荷蓄積や化学結合の変化が進み、発生・進展期では破壊が生じる。電気トリーの発生条件や進展後の形状の調査は、材料の絶縁性を評価

する上で重要であり、1950年前後から研究が進められている<sup>1,2)</sup>。電気トリーは自己相似形を有しているため、形状評価にはフラクタル次元を用いて解析することができる<sup>3-6)</sup>。また、DBM (Dielectric Breakdown Model) やDLA (Diffusion Limited Aggregation) モデルによって計算機シミュレーションができる<sup>7-10)</sup>。DBMはLaplace方程式に基づく電位から高分子の破壊確率を算出することで、電気トリーの進展を確率論的に表現する。

これまでの研究の多くは、観察実験、計算機シミュレーションともに電気トリーを2次元的に扱ってきた。しかし、電気トリーは3次元的な広がりを持ち、その内部構造も未解明な点が多い。また、近年では複合材料を電気絶縁材料として用いる傾向があるが、そのような物質中での電気トリーの進展は、均一な物質と比較してより複雑になると考えられる。

#### 1.1 研究の目的

上記のような背景を踏まえ、本研究の目的を以下のとおりとした。

- ・高分子に発生した電気トリーを1  $\mu\text{m}$  オーダーの空間分解能で観察し、3次元的な構造評価を行う。
- ・DBMモデルに基づく計算機シミュレーションにより3次元的に電気トリーを描画する。

\* 製品信頼性科

## 2. 方法

本研究ではエポキシ樹脂に電気トリートを発生させた。発生させた電気トリートは、X-CT(X-ray Computed Tomography)によって撮影し、3次元再構成を行った。また、再構成データを元に、電気トリートの体積を算出し、3次元フラクタル次元を導出した。DBMシミュレーションと合わせて、以下に研究手法の詳細を述べる。

### 2.1 試料

試料はビスフェノール A 型のエポキシ樹脂を使用した。Fig. 1 に示すように、電気トリート発生用の針電極を挿入した状態で硬化させた。針電極の先端から対向電極までの距離は 2 mm である。試料の大きさは、沿面放電が生じないように決定した。

### 2.2 電気トリート発生実験

電気トリート発生実験には東京変圧器製 20 kVA 100 kV 交流高圧発生装置を用いた。装置の外観を Fig. 2 に示す。試験規格 ASTM D3756-97 (2010) を参考にし、大気中において交流電圧 (20 kV, 60 Hz) を 60 分間印加し電気トリートを発生させた。電圧上昇速度は 1 kV/sec とした。

### 2.3 電気トリートの観察

電圧印加後、目視や光学顕微鏡観察によって電気トリートの発生を確認できる。しかし、電気トリートは 3 次的に進展しているため、形状や長さを定量的に評価することは難しく、内部構造に関する情報もほとんど得られない。そこで本研究では、エポキシ樹脂に発生させた電気トリートを SPring-8 BL20XU における X-CT 装置<sup>11, 12)</sup>によって断層を撮影し 3 次元再構成した。検出器は、Beam Monitor AA50 および ORCA FLASH 4.0 を用いた。試料ステージの写真を Fig. 3 に示す。試料ホルダーから検出器までの距離は約 10 mm とした。その他の測定条件を Table 1 に示す。視野は 1 mm、空間分解能は 1.5  $\mu\text{m}$  を得た。撮影した断層画像は、可視化・解析ソフト VGStudio を用いて 3 次元再構成した。

### 2.4 DBM シミュレーション

電気トリートはフラクタル構造を有しており、DBM や DLA モデルによってシミュレーションする方法が知られている。本研究では、DBM を用い電気トリートの 3 次元描画を行なった。描画シミュレーションに用いた格子モデルを Fig. 4 に示す。図中の太線が針電極から発生した最初の電気トリートを示し、その点 (i) からトリートが進展する。点 i における破壊候補点 j は、図中の点 1~5 である。点 i では電位を  $\phi_i = 1$  とし、破壊候補点のポテンシャル  $\phi_j$  を Laplace 方程式に基づい

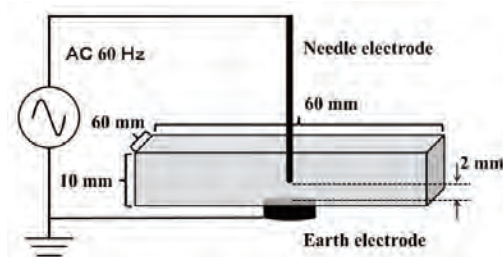


Fig. 1 Schematic illustration of experimental setup for electrical treeing test.



Fig. 2 High voltage generator.

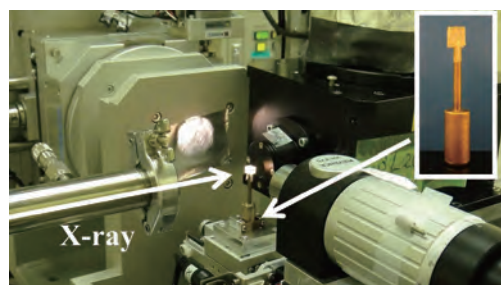


Fig. 3 Sample stage of BL20XU.

Table 1 Measurement parameters

X-ray energy	12.4 keV
Exposure time	150 ms/frame
Rotation speed	1.1 degree/s

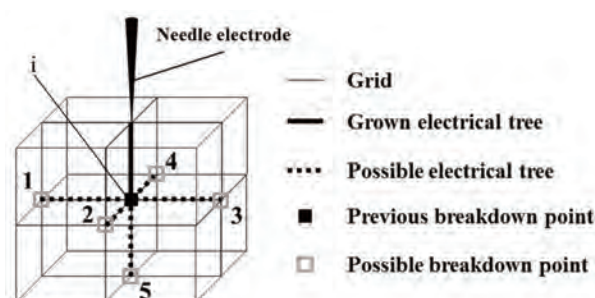


Fig. 4 Schematic illustration of tree propagation by DBM.



て算出する。ただし、針電極とトリーでは  $\phi = 1$ , 対向電極とでは  $\phi = 0$  としている。さらに、点  $i$  から点  $j$  への破壊確率  $P_{(i,j)}$  を以下の式 (1) を用いて算出する。

$$P_{(i,j)} = \phi_j^\eta / \sum \phi_j^\eta \quad (1)$$

ここで、 $\eta$  は形状パラメータであるが、 $\eta = 1$  の場合は DBM と DLA は等価である<sup>9)</sup>。本研究では  $\eta = 1$  とした。式 (1) で求めた確率を重みとして、最終的な破壊点をランダムに決定し、枝の分岐を作る。この計算を繰り返すことによって、電気トリーが形成される。アルゴリズムの構築と描画には、Visual C++ および gnuplot を用いた。

### 2.5 フラクタル次元の導出

電気トリーは自己相似形を有するため、フラクタル次元によって解析することができる。これまで報告された研究の多くが 2 次元的な解析であり、3 次元的にフラクタル次元を求めた例は少ない。本研究では、2 次元的な解析例を参考とし、3 次元におけるフラクタル次元を定義する。Fig. 5 に示すように、電気トリーを包含する立方体を規定し、その一片の長さを  $l$  とする。また、立方体が内包する電気トリーの体積を  $V$  とし

$$d_f = \ln V / \ln l \quad (2)$$

によって表される  $d_f$  をフラクタル次元と定義した。X-CT および DBM によるシミュレーション結果に対して、同様の手法で解析した。

## 3. 結果

### 3.1 電気トリーの再構成画像

Fig. 6 にエポキシ樹脂に発生した電気トリーの 3 次元再構成画像を示す。一般的に、電気トリーは形状の特徴から、樹枝状トリー (branch type tree) とブッシュ状トリー (bush type tree) に分類することが多いが、Fig. 6 で得られたものは典型的な樹枝状トリーと考えられる。また、Fig. 7 にトリーの断層画像の例を示す。同図から分かるように、太さ  $5 \mu\text{m}$  程度の枝から約  $3 \mu\text{m}$  の枝が分岐している様子が撮影できた。3 次元再構成したデータでは、任意の断層面を抽出できるため、トリーの内部構造やポイドの分布を確認することもできる。また、コントラストを定義することにより、トリーの体積を求めることも可能である。

### 3.2 電気トリーのシミュレーション

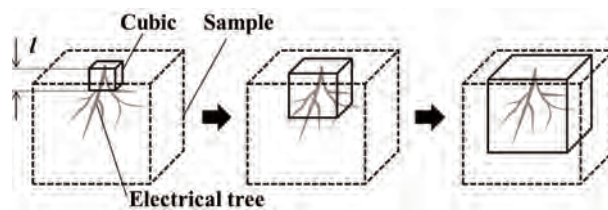


Fig. 5 Schematic illustration of definition of a fractal dimension.

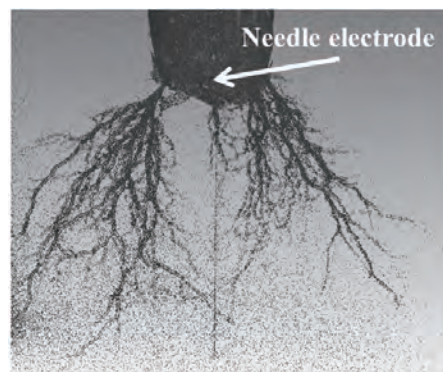


Fig. 6 Reconstructed image of electrical tree.

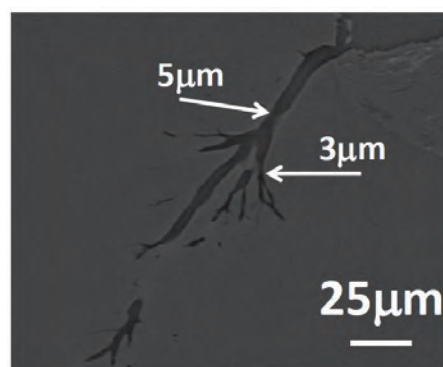


Fig. 7 Tomographic image of electrical tree.

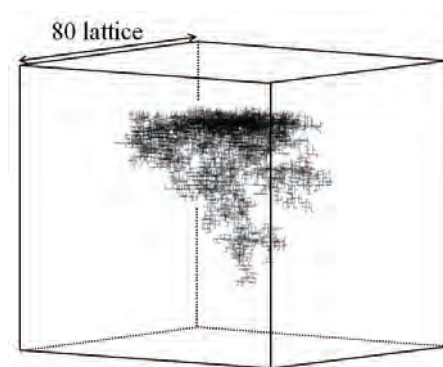
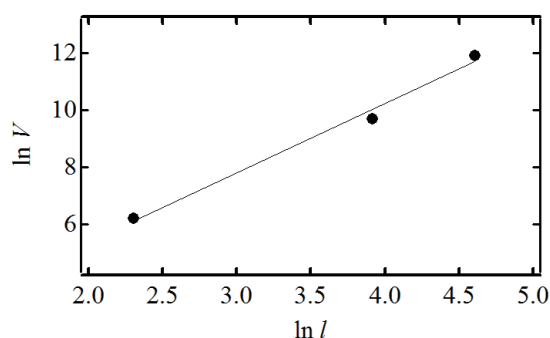


Fig. 8 Simulated structure of electrical tree by DBM.

DBM に基づく電気トリーの描画を Fig. 8 に示す。針電極の先端から、対向電極に向かってトリーが成長している様子を再現した。得られたデータを元に、フラクタル次元を算出することができる。



**Fig. 9**  $\ln V$  versus  $\ln l$ . The solid line is regression line. The slope corresponds to the fractal dimension.

#### 4. 考 察

Fig. 6 で示した電気トリーの再構成データを用い、Fig. 5 に示した手法によってフラクタル次元を解析した。電気トリーを囲む立方体の一辺の長さ $l$ と電気トリーの体積 $V$ の関係は Fig. 9 のようになる。同図より傾きを求めるとフラクタル次元となり、この場合 2.4 となった。一方、同様の手法で Fig. 9 の電気トリーのフラクタル次元を求めると 2.4 となり実験結果と良い一致を示した。本研究の DBM では、均一な材質であることを前提としており、絶縁破壊が針電極から対向電極へ向かって、等方的に進展している。実験で用いたエポキシ樹脂においても、フィラー等の添加物によるトリー進展のブロックが無い<sup>13</sup>ため、対向電極へ向かって樹枝状に進展している。

#### 5. まとめと今後の展望

電気トリーを X 線 CT によって断層撮影し再構成することで、これまでにない高空間分解能で 3 次的に観察・評価することができた。また、DBM に基づく確率論的な描画シミュレーションプログラムを構築し、3 次的に電気トリーを描画した。

電気絶縁材料の分野では、高分子材料のコンポジット化が検討されているが<sup>13, 14)</sup>、電気トリーの進展に関しては未解明な点が多いため、本手法を活用したい。また、絶縁破壊現象と分子レベルでの材料特性に関する

研究も進められ、量子化学計算による分析や分子設計が注目されている<sup>15, 16)</sup>。今後は、分子サイズでの絶縁破壊現象、電気トリー発生に関する考察を進めたい。

#### 6. 謝 辞

本研究は JSPS 科研費 26630337 の助成を受けたものである。X-CT 実験は SPring-8 課題採択 (No.2014A1511) を受けたものである。

#### 参考文献

- 1) J. H. Mason: Proceedings of the IEE - Part I General, **98** (1951) 44.
- 2) D. W. Kitchin and O.S. Pratt: Power Apparatus and Systems, Part III. Transactions of the American Institute of Electrical Engineers, **81** (1962) 112.
- 3) L. Niemeyer, L. Pietronero and H. J. Wiesmann: Phys. Rev. Lett., **52** (1984) 1033.
- 4) J. C. Fothergill, L. A. Dissado and P.J.J. Sweeney: IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., **1** (1994) 474.
- 5) L. A. Dissado, S. J. Dodd, J. V. Champion, P.I. Williams and J. M. Alison: IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., **4** (1997) 259.
- 6) K. Kudo: IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., **5** (1998) 713.
- 7) J. L. Vicente, A. C. Razzitte, M. C. Cordero and E.E. Mola: Phys. Rev. E, **57** (1998) R1.
- 8) L. A. Dissado, J. C. Fothergill, N. Wise and J. Cooper: J. Phys. D: Appl. Phys., **33** (2000) L109.
- 9) I. M. Irurzun, P. Bergero, V. Mola, M. C. Cordero, J.L. Vicente and E. E. Mola: Chaos, Solitons & Fractals, **13** (2002) 1333.
- 10) P. L. Dammig Quina, L. Herrera, I. M. Irurzun and E. E. Mola: Comput. Mater. Sci., **44** (2008) 330.
- 11) Y. Suzuki, K. Uesugi, N. Takimoto, T. Fukui, K. Aoyama, A. Takeuchi, H. Takano, N. Yagi, T. Mochizuki, S. Goto, K. Takeshita, S. Takahashi, H. Ohashi, Y. Furukawa, T. Ohata, T. Matsushita, Y. Ishizawa, H. Yamazaki, M. Yabashi, T. Tanaka, H. Kitamura and T. Ishikawa: AIP Conf. Proc., **705** (2004) 344.
- 12) K. Uesugi, M. Hoshino, A. Takeuchi, Y. Suzuki, and N. Yagi, Proc. SPIE, **8506** (2012) 85060I1.
- 13) 電気学会技術報告, 第 1051 号 (2006)
- 14) 電気学会技術報告, 第 1148 号 (2009)
- 15) T. Takada, T. Ishii, Y. Komiyama, H. Miyake and Y. Tanaka, IEEJ Trans. FM, **132** (2010) 1151.
- 16) T. Takada, T. Ishii, Y. Komiyama, H. Miyake and Y. Tanaka, IEEJ Trans. FM, **133** (2013) 313.

# ガラスクロス／軟質 PVC 複合シートにおける 引張り特性のひずみ速度依存性

## *Strain Rate Dependence of Tensile Properties for Glass-Cloth/Soft-PVC Composite Sheet*

西村 正樹\* 四宮 徳章\*\* 津田 和城\*\*\*  
Masaki Nishimura Naruaki Shinomiya Kazuki Tsuda

(2015 年 6 月 24 日 受理)

Glass-fiber cloth (GC)/ Soft-PVC (SPVC) composite sheet (GC/SPVC) is used as an architectural material. Recently, this sheet's application to suspended ceiling membranes is anticipated. They can replace traditional suspended ceilings made of gypsum, wood, or metallic panels. Using a high-speed tensile testing machine, tensile tests were conducted for this study under different strain rates for GC/SPVC and PET-fiber cloth (PET-C)/SPVC composite sheets (PET-C/SPVC). Particularly, we examined the strain-rate dependence of tensile strength and tensile strain at tensile strength. Results showed that GC/SPVC and PET-C/SPVC exhibits a distinct difference not only of tensile characteristics but also of their strain rate dependences, which suggests that the tensile characteristics and strain rate dependences of sheets were affected by those of GC and PET-C.

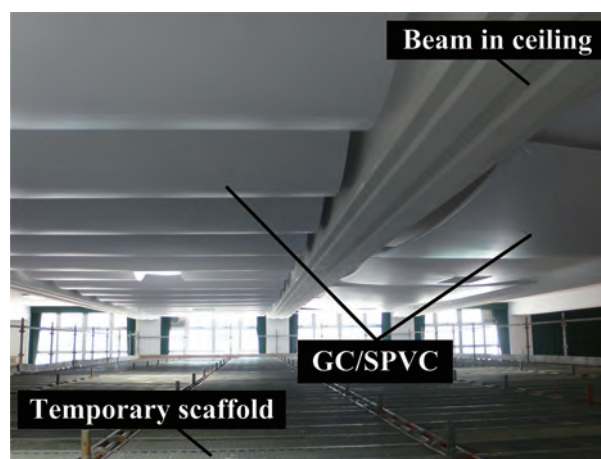
**Key Words:** composite sheet, tensile property, strain rate dependence, high-speed tensile testing machine

### 1. はじめに

ガラスクロス (GC) に軟質のポリ塩化ビニル (SPVC) がコーティングされた複合シート (以下、GC/SPVC と称す) は、SPVC の柔軟性に由来する施工性や意匠性、および GC に由来する耐熱性から、主に建築分野で使用される複合材料である。

一方、体育館や屋内プール、空港等の公共施設においては、東北地方太平洋沖地震や兵庫県南部地震などの大規模地震発生時に、吊り天井が落下する事故が多数発生した<sup>1)</sup>。そのため、一般社団法人日本建築学会において、落下事故防止のためのガイドライン<sup>1)</sup>が策定されるに至った。その中でも、吊り天井の落下への対策は極めて重要な課題となっており、補強金具による吊り天井の耐震性付与や、従来の吊り天井から他の天井部材への転換など、種々の改善が要請されている。

このような背景の下、GC/SPVC は、石膏ボード、木、または金属製の板材に代替する吊り天井部材としての利用 (Fig. 1) が図られている<sup>2)</sup>。本シートは、従来材料より軽量かつ柔軟性を有することから、大規模地震発生時に落下した場合でも、対人危険性を低減する効



**Fig. 1** Test construction of GC/SPVC for suspended ceiling membrane.

\* 繊維・高分子科

\*\* 加工成形科

\*\*\* 製品信頼性科

果が期待される。しかし、地震発生時には、シートの上方に設置された空調機器や照明器具等がシート面に落下する可能性があるため、シートには落下物に対する耐衝撃性が要求される。したがって、シートの力学特性、とりわけ耐衝撃性に直結する高速変形時の力学特性を評価することは極めて重要である。

筆者らは、GC/SPVC およびポリエステルクロス (PET-C) に SPVC がコーティングされた複合シート (以下、PET-C/SPVC と称す) について、各シートを使用した吊り天井部材を予め作製し、そのシートに鉄球および砂袋を落下させる落錘モデル実験を行うことで、耐衝撃性について検討を行った。また、落錘モデル実験に対応した落錘解析を実施し、シートを使用した吊り天井部材に対し、その上方 1 m から 3 kg の鉄球が落下した場合に、シートに加わるひずみ速度が最大  $1 \text{ s}^{-1}$  程度であることを明らかにした。

ここでは、落錘解析の結果に準じたひずみ速度 ( $1 \text{ s}^{-1}$ ) およびその 10%、1% のひずみ速度 ( $0.1$ ,  $0.01 \text{ s}^{-1}$ ) で引張り実験を行い、両シートの引張り特性のひずみ速度依存性を比較した結果を報告する。

## 2. 実験方法

### 2.1 シートの物理特性

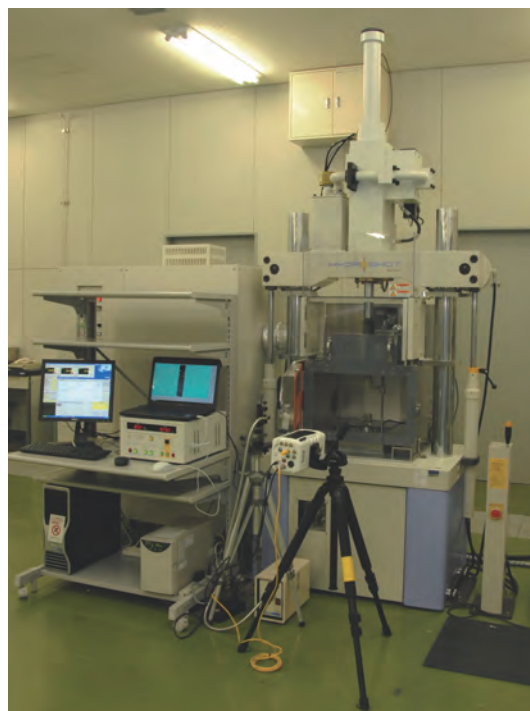
本研究で用いた GC/SPVC および PET-C/SPVC の厚さ、単位面積あたりの質量を Table 1 に示す。なお、Table 1 に示した各シートの厚さは、マイクロメーター (株式会社ミットヨ製 MDC-25MJ) による 15 箇所 (20 cm 角の試験片 3 枚 × 各 5 箇所) の計測値の平均である。また、単位面積あたりの質量に関しては、上記の 3 枚の試験片の質量を電子天秤 (株式会社エー・アンド・デイ製 FA-2000) で計測し、その平均値に  $25 (=10000 \text{ cm}^2 / 400 \text{ cm}^2)$  を乗じて  $1 \text{ m}^2$  あたりに換算した。

### 2.2 引張り実験

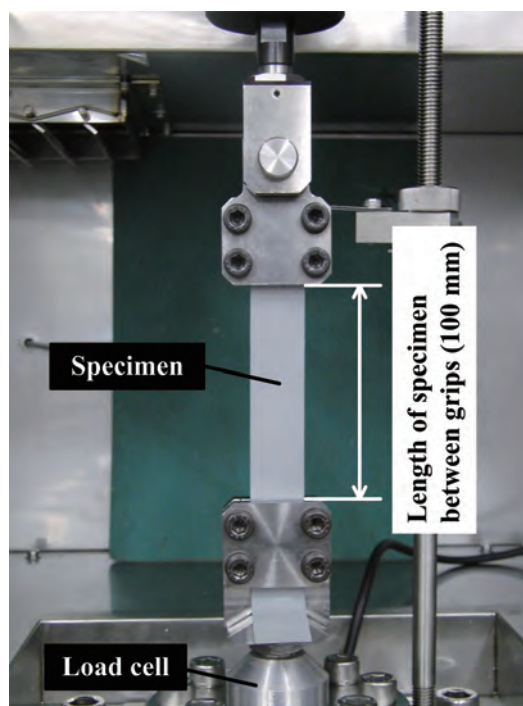
各シートの原反から、たて方向 (原反の長手方向: 以下、MD と称す) およびよこ方向 (原反の幅方向: 以下、TD と称す) を長辺とする試験片を切り出した。これらの試験片について、高速引張り試験機 (株式会社島津製作所製 HITS-T10-S)<sup>3)</sup> を用い、 $0.01$ 、 $0.1$  および  $1 \text{ s}^{-1}$  の 3 種類のひずみ速度で 3 回ずつ引張り実験を行った。高速引張り試験機の外観および高速引張り試験機への試験片の取り付け状況を、それぞれ Fig. 2 および Fig. 3 に示す。また、試験片の形状および実験条件を Table 2 に示す。なお、実験は室温 ( $20 \sim 25 \text{ }^\circ\text{C}$ ) で行った。

**Table 1** Physical properties of the sheets.

Sheet	Thickness (mm)	Mass per unit area ( $\text{g}/\text{m}^2$ )
GC/SPVC	0.26	$4.0 \times 10^2$
PET-C/SPVC	0.32	$4.2 \times 10^2$



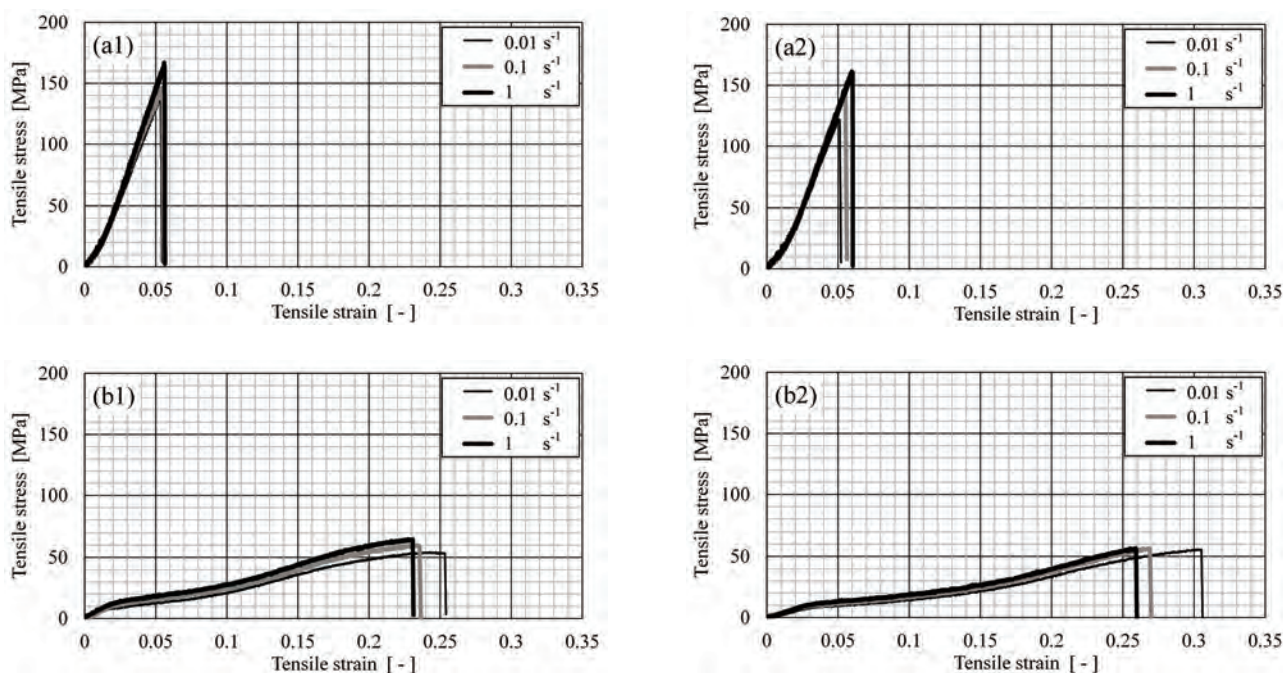
**Fig. 2** High-speed tensile testing machine.



**Fig. 3** Specimen installed in high-speed tensile testing machine.

**Table 2** Specimen configurations and experimental conditions.

Specimen configurations	Width : Narrow side ( $w$ )	(mm)	25		
	Length : Long side ( $L$ )	(mm)	200		
Experimental conditions	Length of specimen between grips ( $L_0$ )	(mm)	100		
	Speed of testing ( $v$ )	(mm/s)	1	10	100
	Strain rate ( $\dot{\epsilon} = v/L_0$ )	( $s^{-1}$ )	0.01	0.1	1



**Fig. 4** Typical relationship between tensile stress and tensile strain at different strain rates for (a1) GC/SPVC-MD, (a2) GC/SPVC-TD, (b1) PET-C/SPVC-MD, and (b2) PET-C/SPVC TD.

### 3. 結果と考察

GC/SPVC および PET-C/SPVC について、MD または TD の各ひずみ速度 (0.01, 0.1 および  $1 s^{-1}$ ) における引張り実験で得られた引張りひずみ (公称ひずみ) と引張り応力 (公称応力) の関係を Fig. 4 に示す。また、各実験における引張りひずみと引張り応力の関係から、「引張り強さ」および「引張り強さ時ひずみ」の2種類の引張り特性値を求めた。ただし、引張り応力の最大値を「引張り強さ」とし、引張り応力が最大値を示した時の引張りひずみを「引張り強さ時ひずみ」とした。それぞれのシートの MD および TD における各特性値とひずみ速度との関係を Fig. 5 に示す。

Fig. 4 より、GC/SPVC および PET-C/SPVC の引張り特性は明確に異なり、GC/SPVC は引張り強さが著しく大きく、かつ引張り強さ時ひずみが顕著に小さいことが確認された。また、引張り強さについては、両シートとも、TD より MD で大きな値を示した。引張り強さ時ひずみに関しては、GC/SPVC では方向によ

る差異は認められなかったが、PET-C/SPVC では MD よりも TD で引張り強さ時ひずみが大きくなった。これらの結果には、GC と PET-C の引張り特性が大きく影響していると考えられる。

また、Fig. 5 (a1), (a2) より、GC/SPVC では、ひずみ速度の増大に伴い、引張り強さおよび引張り強さ時ひずみがともに増加することがわかった。一方、PET-C/SPVC においては、ひずみ速度が大きくなると、引張り強さは大きくなり、引張り強さ時ひずみは小さくなることが確認された (Fig. 5 (b1), (b2))。

GC/SPVC は、ガラス繊維製のクロス (GC) と高分子材料である SPVC から構成され、PET-C/SPVC は、2つの高分子材料 (PET 繊維製クロス (PET-C) および SPVC) から成る。これらのうち、ガラス繊維は、ひずみ速度の増大に伴い、引張り強さおよび引張り強さ時ひずみが増加することが報告されている<sup>4,5)</sup>。一方、高分子材料は、粘性と弾性とを併せ持つ粘弾性体であり、一般的には、ひずみ速度の増大に伴い、引張り強さは増加するが、引張り強さ時ひずみは低下す

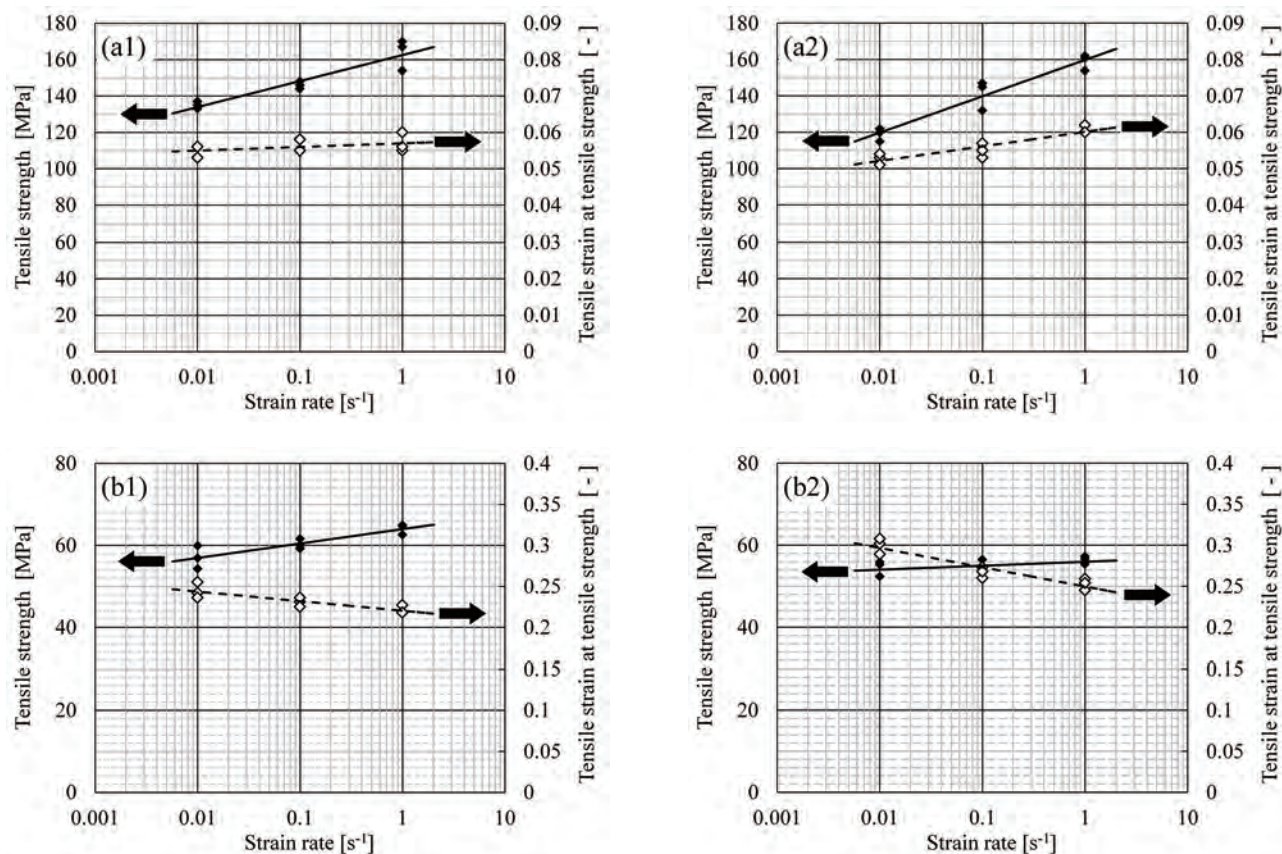


Fig. 5 Strain rate dependence of tensile strength and tensile strain at tensile strength for (a1) GC/SPVC-MD, (a2) GC/SPVC-TD, (b1) PET-C/SPVC-MD, and (b2) PET-C/SPVC-TD.

る<sup>6,7)</sup>。SPVCの引張り特性がシートの引張り特性に与える影響や、シート間での影響の違いは不明であるが、Fig. 5に示したひずみ速度依存性は、上記のガラス繊維および高分子材料における引張り特性のひずみ速度依存性と合致している。このことから、各シートにおける引張り特性のひずみ速度依存性には、GCおよびPET-Cのひずみ速度依存性が大きく寄与していると考えられる。

#### 4. まとめ

GC/SPVCおよびPET-C/SPVCについて、0.01, 0.1および $1 \text{ s}^{-1}$ の3種類のひずみ速度で引張り実験を行い、両シートの引張り特性のひずみ速度依存性を比較した。その結果、両シートの引張り特性およびそのひずみ速度依存性は大きく異なることがわかった。両シートの引張り特性およびそのひずみ速度依存性には、GCおよびPET-Cの引張り特性およびそのひずみ速度依存性が大きく寄与していると考えられる。

建築・土木分野において、建造物に対し、地震発生時を想定した安全性が要求されることは言うまでもない。さらに、建造物の耐震性に直結する構造部材のみ

ならず、本研究で対象とした吊り天井部材のような非構造部材においても、地震発生時のさまざまな状況を想定した製品の設計・評価が必要である。今後、建築・土木用資材を含め、高速で衝撃的な変形が加わりうる状況で使用される各種の製品においては、実際に高速変形時の力学特性を評価することが、ますます重要になると考えられる。

#### 謝 辞

本研究は、平成25年度ものづくり中小企業・小規模事業者試作開発等支援補助金制度の下、大阪府テントシート工業組合からの委託を受け、実施したものである。本研究にご協力いただいた関係各位に深謝の意を表す。

#### 参考文献

- 1) 一般社団法人日本建築学会 非構造材の安全評価及び落下事故防止に関する特別調査委員会：天井等の非構造材の落下事故防止ガイドライン，(2013) 7.
- 2) 大阪府テントシート工業組合ウェブサイト：組合紹介．<[http:// www.tent.or.jp/userhtml/usertop.html](http://www.tent.or.jp/userhtml/usertop.html)>

- 3) 西村正樹：地方独立行政法人大阪府立産業技術総合研究所 Technical Sheet, No.13005 (2013).  
< <http://tri-osaka.jp/technicalsheet/13005.PDF> >
- 4) 谷口憲彦, 荒尾与史彦, 西脇剛史, 平山紀夫, 中村幸一, 川田宏之：日本複合材料学会誌, 38, 4 (2012) 137.
- 5) Y. Arao, N. Taniguchi, T. Nishiwaki, N. Hirayama and H. Kawada: J. Mater. Sci., 47 (2012) 4895.
- 6) 西村正樹：地方独立行政法人大阪府立産業技術総合研究所 Technical Sheet, No.09009 (2010).  
< <http://tri-osaka.jp/technicalsheet/09009.PDF> >
- 7) 西村正樹, 赤井智幸：地方独立行政法人大阪府立産業技術総合研究所報告, No.26 (2012) 49.  
< [http://tri-osaka.jp/densi\\_kannkoubutu/syoho/TRI26\(2012\)49.pdf](http://tri-osaka.jp/densi_kannkoubutu/syoho/TRI26(2012)49.pdf) >





# 遺伝子解析法を用いた動物毛の同定方法の検討

## *Identification of Animal Hair Using DNA Sequencing Analysis*

増井 昭彦\* 井川 聡\*  
Akihiko Masui Satoshi Ikawa

(2015年6月24日 受理)

To analyze animal hair found in products and manufacturing processes, we investigated DNA extraction and PCR amplification conditions from animal hair for DNA sequencing analysis. The amounts of DNA extraction from animal hair samples differed according to the kind of extraction kits. Extraction amounts decreased from the root part to the point part of hair. In fact, DNA extraction and PCR amplification were done for six months after the hair had fallen. The amount of DNA extraction was affected by the conditions after the hair had fallen. PCR amplification was investigated using various primer sets. Satisfactory amplification was possible in both human hair and animal (cat and dog) hair using the originally chosen primer set.

**Key Words:** animal hair, identification, DNA sequence, PCR, primer

### 1. はじめに

種々の製品あるいはその製造工程における異物(微生物, 動物毛等)の発生は, 生産管理上, 大きな問題である。このため, 原因となる微生物等の同定は, 異物混入の原因解明に必要不可欠である。

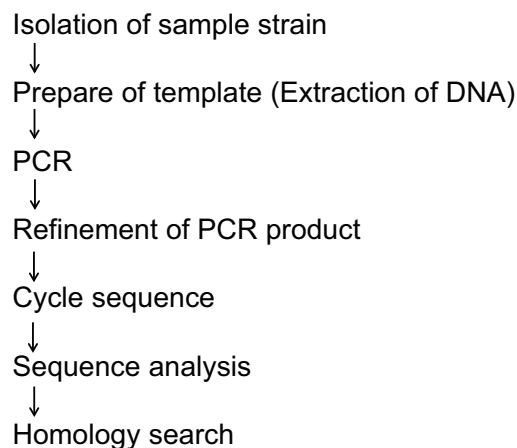
従来, 微生物の同定方法は, 微生物の形態観察や生理・生化学性状解析等を組み合わせる方法が広く用いられてきた。遺伝子解析技術の進展により, 現在は遺伝子解析による迅速な同定方法が可能となっている<sup>1)</sup>。

動物毛(ヒト毛髪, 獣毛)異物についても, それらがヒト由来であるか動物由来であるかにより, トラブルの解決方法が異なってくることから, 同定等の対応が望まれている。

微生物の遺伝子解析手法による同定方法(Fig. 1)をもとにして, 動物毛(ヒト毛髪, 獣毛)についても, 同様に同定が可能であると考えられるが, 鋳型 DNA の調製(DNA の抽出), Polymerase Chain Reaction (PCR)

による増幅等については, 動物毛に適した方法で行う必要がある。

そこで, 本研究では, 遺伝子解析手法を用いて動物毛の同定を行うため, 動物毛(ヒト毛髪, 獣毛)からの鋳型 DNA の調製(DNA の抽出), PCR による増幅について検討を行った。



**Fig. 1** Identification method by DNA sequence analysis of microorganism.

\* 化学環境科

PCR mixture		PCR condition	
Template DNA	1 $\mu$ L	94°C	2 min.
2 × PCR buffer	10 $\mu$ L	98°C	10sec.
dNTPs (2mM each)	4 $\mu$ L	58°C	30sec.
Primer-forward (10 $\mu$ M)	1 $\mu$ L	68°C	30sec.
Primer-reverse (10 $\mu$ M)	1 $\mu$ L	68°C	30sec.
KOD FX Neo	0.5 $\mu$ L		
D.W.	2.5 $\mu$ L		
<b>Total</b>	<b>20<math>\mu</math>L</b>		

} 35 cycles

Fig. 2 Experimental conditions of PCR

PCR mixture		PCR condition	
Template DNA	2.0 $\mu$ L	98°C	2 min.
2 × KOD SYBR mix	5.0 $\mu$ L	98°C	10sec.
Primer-forward (10 $\mu$ M)	0.2 $\mu$ L	58°C	30sec.
Primer-reverse (10 $\mu$ M)	0.2 $\mu$ L	68°C	30sec.
D.W.	2.6 $\mu$ L		
<b>Total</b>	<b>10<math>\mu</math>L</b>		

} 45 cycles

Fig. 3 Experimental conditions of quantitative PCR  
Primer set: VF0, VR2

## 2. 実験方法

### 2.1 試料

動物毛試料としては、ヒト毛髪、獣毛(ネコ、イヌ)を用い、それぞれエタノール洗浄を行ってDNAの調製に供した。

### 2.2 動物毛からのDNAの調製

市販のDNA抽出キット(プロテアーゼ処理タイプ2種類、アルカリ処理タイプ2種類)について、使用マニュアルに従って調製した。

### 2.3 プライマー

日本バーコードオブライフ・イニシアチブの動物のバーコーディングに記載されているプライマーセット(LCO, HCO)<sup>2)</sup>、及びミトコンドリア ctyb 領域より独自に選択した2種類のプライマーセット(VF0, VR2)、(VF2, VR3)を依頼合成(インビトロジェン社)し、使用した。

### 2.4 PCR

PCRは、DNAポリメラーゼとしてKOD FX Neo(東洋紡社)、DNAサーマルサイクラーとして2720 Thermal Cycler(アプライド バイオシステムズ社)、を用いてFig. 2に示した条件で行った。

### 2.5 定量PCR

リアルタイムサーマルサイクラーとして

PIKOREAL 96(サーモサイエンティフィック社)を用いて、Fig. 3に示した条件で行った。

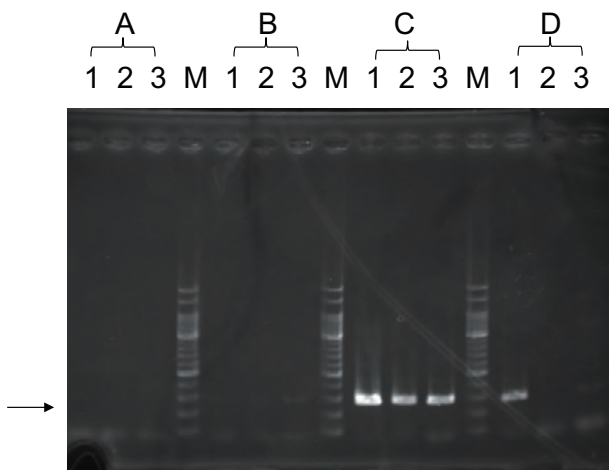
### 2.6 DNA増幅産物の検出

2 $\mu$ lのPCR反応溶液を1%アガロースゲルにより電気泳動を行い、ゲルをエチジウムブロマイドで染色した。その後、ゲル写真撮影装置Printgraph(アトー社)を用いて写真撮影を行い、増幅されたDNA産物の検出を行った。

## 3. 結果と考察

### 3.1 試料からのDNAの抽出(抽出方法)

試料からの直接PCRではヒトの毛髪以外は増幅が十分ではなかった。そのため、DNA抽出キットを用いてDNAの抽出を行った。抽出されたDNAについて、PCRを行い増幅産物の検出を行ったところ(Fig. 4)、抽出キットCを用いた場合、ヒト毛髪の毛根部と毛幹部のいずれにおいても目的となる約600bpのバンドが増幅した。一方、抽出キットDでは、毛根部からの抽出試料のみ目的のバンドが増幅した。抽出キットAとBでは、毛根部と毛幹部のいずれにおいても増幅バンドが得られなかった。この結果から、抽出キットの種類により動物毛からのDNAの抽出効率に差があることがわかった。以後の実験においては、抽出キッ



**Fig. 4** Extraction of DNA from human hair.  
 A,B,C,D : DNA extraction kit  
 1: 0~3 cm from hair root  
 2: 3~6 cm from hair root  
 3: 6~9 cm from hair root  
 M: Marker (200 bp ladder)  
 Arrow: position of extracted DNA  
 Primer set: VF2, VR3

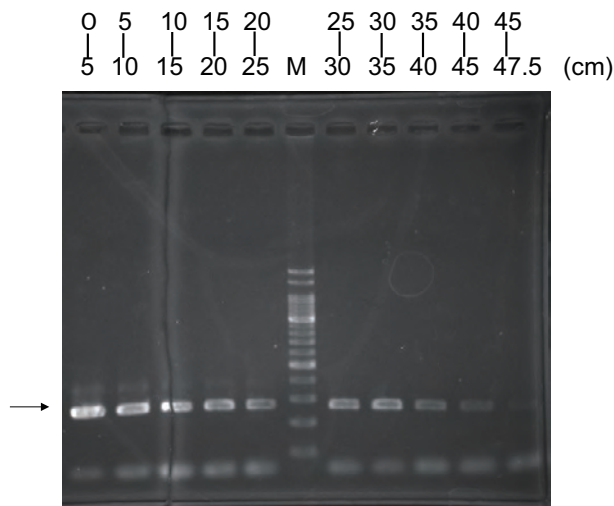
ト C を用いて DNA の抽出を行った。

**3.2 試料からの DNA の抽出 (試料の部位と DNA 量)**

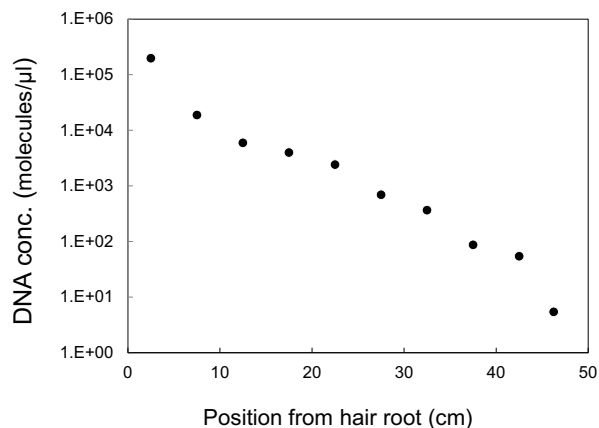
動物毛から DNA を抽出する場合、毛髪の部位によって得られる DNA 量に差があると予想される。そこで、全長 47.5 cm のヒト毛髪について、毛根部から 5 cm ずつに切り取り、それぞれについて DNA の抽出、PCR による増幅を行った。また、定量 PCR も行った。その結果、ヒト毛髪の先端部に行くに従って増幅量は減少し、毛根を含んだ部位と最先端部 (試料長 2.5 cm) を除くとほぼ直線的であることがわかった (Fig. 5, 6)。このことから、毛根部には毛幹部に比べて多量の DNA が含まれていること、毛幹部においては、先端部に行くに従って DNA 量が減少していることがわかった。そのため、実際の同定の際には、なるべく毛根部を含むか、毛根部に近い部位を用いて解析することが望ましいと考えられる。

**3.3 試料からの DNA の抽出 (試料の時間経過と DNA 量)**

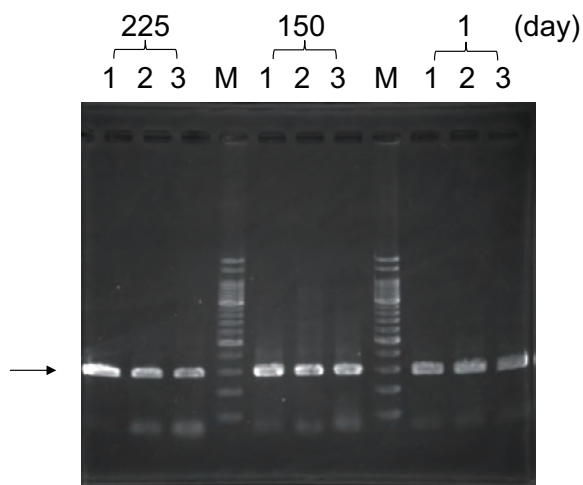
動物毛から回収できる DNA 量は、動物毛が抜けた後、時間経過とともに減少していく可能性が考えられる。そこで脱毛後、動物毛を冷蔵庫に保存しておいたものについて、DNA の抽出、PCR による増幅を行った。その結果、ヒト毛髪では、脱毛後 225 日経過した試料からも明確な DNA の増幅が確認できた (Fig. 7)。また、同様に獣毛 (イヌ) については 270 日経過した試料から目的となる DNA の増幅が認められた (Fig. 8)。このことから、ヒト毛髪、獣毛 (イヌ) について、抜けて



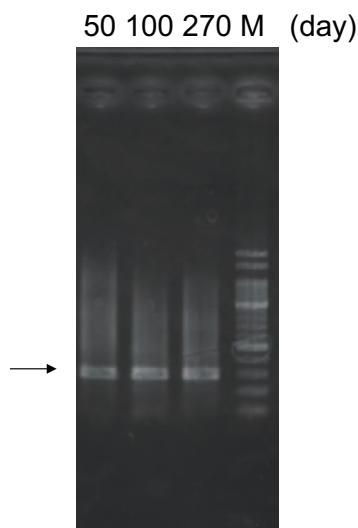
**Fig. 5** Extraction of DNA from human hair.  
 M: Marker (200 bp ladder)  
 Arrow: position of extracted DNA  
 Primer set: VF0, VR2



**Fig. 6** Quantitative PCR of DNA extracted from human hair.



**Fig. 7** Extraction of DNA from human hair.  
 1: 0~3 cm from hair root  
 2: 3~9 cm from hair root  
 3: 9~15 cm from hair root  
 M: Marker (200 bp ladder)  
 Arrow: position of extracted DNA  
 Primer set: VF2, VR3



**Fig. 8** Extraction of DNA from dog hair.  
All hairs were used 0~3 cm from root  
M: Marker (200 bp ladder)  
Arrow: position of extracted DNA  
Primer set: VF2, VR3

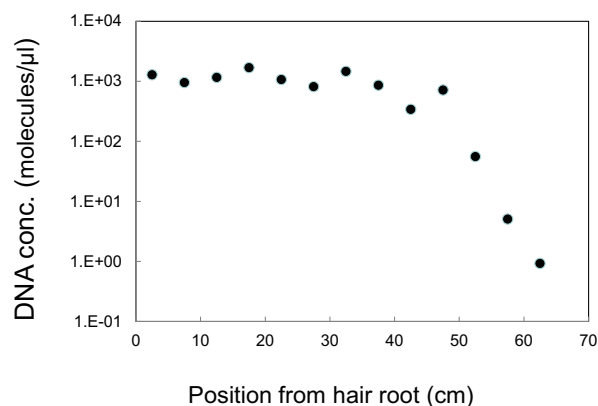
から半年以上経過した試料でも、DNAの抽出、PCRによる増幅は可能であることがわかった。

### 3.4 試料からのDNAの抽出（試料の損傷度）

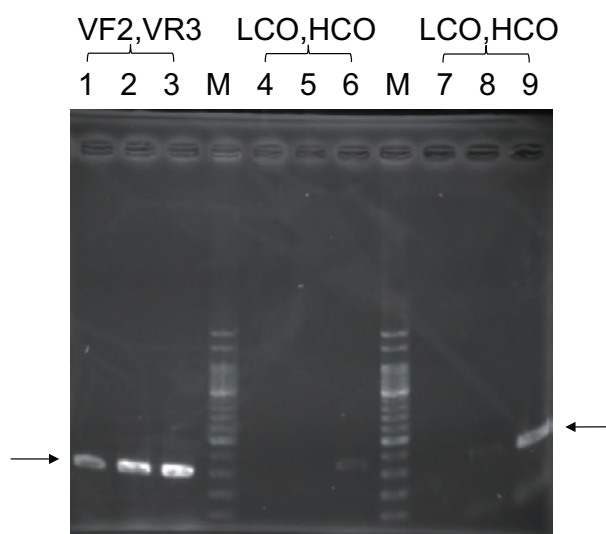
製品や製造工程から検出される動物毛異物は、脱毛後、熱などによる損傷を受けている可能性が考えられる。そこで、損傷のモデルとして、ピーカーにヒト毛髪と滅菌水を入れ、オートクレーブ処理（121°C、15分）を行った後、DNAの抽出、定量PCRを行った。その結果（Fig. 9）、Fig. 6と比較すると、毛根部から毛幹部30 cmまでは増幅されたDNA量が全体的に減少し、毛根部から毛幹部50 cmにかけてほぼ一定であった。これは、毛根部に近い部位は、表面部に多くのDNAが含まれていて、オートクレーブ処理が表面部のDNAに何らかの影響を及ぼしたと考えられる。一方、中心部のDNAは、本実験のオートクレーブ処理条件ではダメージを受けていないと考えられる。このことから、毛根部を含んだ動物毛異物が得られた場合でも、試料の損傷度（履歴）によって得られるDNA量は異なると考えられる。そのため、DNAの抽出に際しては、試料の履歴を考慮する必要がある。

### 3.5 PCRによる増幅（プライマー、増幅条件）

3種類のプライマーセット（LCO, CO）、（VF0, VR2）、（VF2, VR3）を用いて、ヒト毛髪及び獣毛（ネコ、イヌ）から抽出されたDNAのPCRによる増幅反応を行った。その結果、プライマーセット（VF2, VR3）を用いた場合は、ヒト毛髪、獣毛（ネコ、イヌ）いずれについても目的のバンドが増幅された（Fig. 10~12）。また、

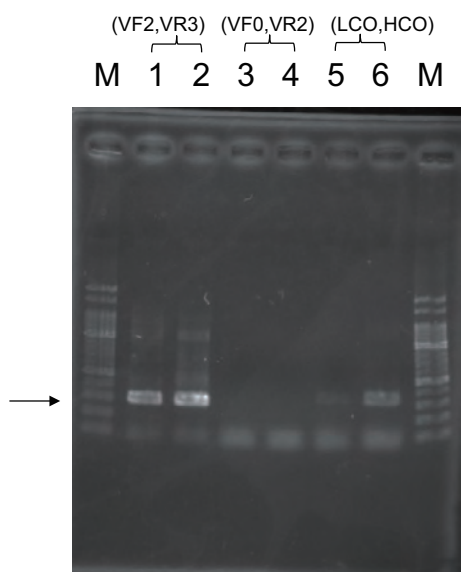


**Fig. 9** Quantitative PCR of DNA extracted from damaged human hair.



**Fig. 10** PCR amplification of human DNA  
Amplification cycle: 30 cycle (No. 1, 4, 7),  
35 (No. 2, 5, 8), 40 (No. 3, 6, 9)  
Annealing temperature: 58°C (No. 1~6),  
55°C (No. 7~9)  
M: Marker (200 bp ladder)  
Arrow: position of extracted DNA

増幅されたDNA断片を用いて塩基配列の決定、塩基配列の解析<sup>3)</sup>を行ったところ、いずれも正しく動物種を同定できた。プライマーセット（VF0, VR2）を用いた場合、ヒト毛髪では増幅したが（Fig. 5）、獣毛（ネコ、イヌ）では増幅しなかった（Fig. 11, 12）。一方、プライマーセット（LCO, HCO）を用いた場合、ヒト毛髪と獣毛（ネコ）では、アニーリング反応温度を58°Cから55°Cに下げ反応サイクルを増やしたところ、増幅バンドが得られたが（Fig. 10, 11）、同条件では、獣毛（イヌ）では目的のバンドが得られなかった（Fig. 12）。さらに、プライマーセット（LCO, HCO）について、種々の増幅条件を検討したが、検討した範囲ではヒト毛髪、獣毛（ネコ、イヌ）で共通してバンドが増幅するPCRの反応条件は見出せなかった。



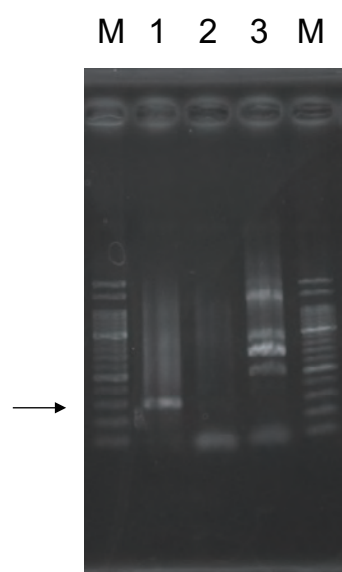
**Fig. 11** PCR amplification of cat DNA  
 Amplification cycle: 35 cycle (No. 1, 3),  
 40 (No. 2, 4, 5), 45 (No. 6)  
 Annealing temperature: 58°C (No. 1~4),  
 55°C (No. 5, 6)  
 M: Marker (200 bp ladder)  
 Arrow: position of extracted DNA

#### 4. まとめ

製品やその製造工程で発生する可能性のある動物毛（ヒト毛髪，獣毛）異物について，遺伝子解析法を用いた同定を行うため，動物毛（ヒト毛髪，獣毛）からの鋳型 DNA の調製（DNA の抽出），PCR による増幅について検討を行った。

試料からの DNA の抽出方法では，抽出キットの種類によって増幅量に差が見られた。試料の DNA 量については，毛根部から先端部に行くに従って減少していた。また，動物毛が抜けてから時間が経過（7~9 ヶ月）した試料についても，DNA の抽出，PCR による増幅は可能であることがわかった。しかしながら，抜けてからの履歴によっては，得られる DNA 量が減少している可能性があるため，考慮が必要であることがわかった。

PCR による増幅については，既知及び独自に選択



**Fig. 12** PCR amplification of dog DNA  
 1: VF2, VR3 (primer)  
 2: VF0, VR2 (primer)  
 3: LCO, HCO (primer)  
 Amplification cycle: 35 cycle (No. 1, 2),  
 45 (No. 3)  
 Annealing temperature: 58°C (No. 1, 2),  
 55°C (No. 3)  
 M : Marker (200 bp ladder)  
 Arrow : position of extracted DNA

したプライマーセットについて検討したところ，独自に選択したプライマーセット（VF2, VR3）を用いた場合，ヒト毛髪，獣毛（ネコ，イヌ）いずれにおいても，良好な増幅結果を示した。

今後，より多くの動物毛を用いて検討することにより，実際の動物毛異物の同定手法の1つとして活用できると考えられる。

#### 参考文献

- 1) 第十六改正日本薬局方 (2011) : 遺伝子解析による微生物の迅速同定法
- 2) 日本バーコードオブライフ・イニシアチブ : <http://www.jboli.org/>
- 3) NCBI Blast: <http://blast.ncbi.nlm.nih.gov/>  
 DDBJ: <http://blast.ddbj.nig.ac.jp/top-j.html>



# ステンレス鋼に対する 低温プラズマ浸炭処理における耐食異常層の抑制

## *Reduction in Low-Corrosion-Resistant Layer Formation in Low-Temperature Plasma Carburizing for Austenitic Stainless Steel*

榮川 元雄\* 上田 順弘\*

Motoo Egawa Nobuhiro Ueda

(2015年7月17日 受理)

Because of the low hardness and poor friction and wear properties of austenitic stainless steels, they have not been used for industrial components exposed to severe friction despite their good corrosion resistance. Low-temperature plasma carburizing of austenitic stainless steels can produce a specific carburized layer, so-called “S-phase” or “expanded austenite”, with high hardness and good corrosion resistance. However, regarding low-temperature plasma carburizing treatment, low-corrosion-resistant layers often form on top of the S-phase layer. Therefore, removal of the low-corrosion-resistant layer is necessary to ascertain the original corrosion resistance of S-phase. Reduction in methane partial pressure during carburizing, the additive diffusion treatment after carburizing, and the oxidation treatment in cooling period are effective to reduce excess carbon in the low-corrosion-resistant layer and to improve the corrosion resistance of carburized layers.

**Key Words:** S-phase, austenitic stainless steel, plasma carburizing, corrosion resistance, diffusion treatment, oxidation treatment

### 1. はじめに

オーステナイト系ステンレス鋼は、耐食性が高く韌性に優れた高機能性の鋼材である。しかし、硬さや耐摩耗性が低く、焼き付きを起こしやすいため、過酷な摩擦環境にさらされるような用途には適用されなかった。オーステナイト系ステンレス鋼の表面に高硬度で耐摩耗性の高い表面硬化層を形成できれば、高機能材料として適用範囲が大きく広がると考えられる。

低温プラズマ浸炭処理は、オーステナイト系ステンレス鋼に対して400℃程度の比較的低い温度でプラズマ浸炭処理を施す比較的新しい熱処理法であり<sup>1)</sup>、焼入れ処理の効かないオーステナイト系ステンレス鋼

に表面硬化層を形成できる手法として注目されている。600℃前後の温度でオーステナイト系ステンレス鋼にプラズマ浸炭処理を施すと、浸炭層の耐食性が著しく低下してしまうのに対して、低温プラズマ処理ではS相（あるいは拡張オーステナイト相 extended austenite）と呼ばれる、高い硬度と優れた耐食性を兼ね備えた浸炭層を形成することができる<sup>2,3)</sup>。

浸炭処理温度によって浸炭層の耐食性が大きく変化する理由は、以下のように考えられている<sup>4,5)</sup>。通常のプラズマ処理温度で浸炭処理を施すと、鋼の表面から侵入した炭素とステンレス鋼中のクロムが結合してクロム炭化物となり、浸炭層内にクロム炭化物の析出物が生成・成長する。析出物の近傍にはクロム欠乏領域が形成され、安定した不動態皮膜が形成できないため、耐食性が著しく低下してしまう。ところが、通常

\* 金属表面処理科

よりも低い 400 °C 程度でプラズマ浸炭処理を施すと、温度が低いためにクロムの拡散速度が遅くなり、クロム炭化物の析出・成長が抑制される。その結果、クロム欠乏領域が生じることなく、ステンレス鋼としての耐食性を維持した浸炭層を形成することができる。

オーステナイト系ステンレス鋼に対する S 相の形成は優れた耐食性と表面硬度を両立できる手法として注目されたが、実際の製品への適用事例は多くない。その理由として、S 相の特性に未知の部分が多く処理法として十分に確立されていないこと、低温での拡散処理であるため最大十数ミクロン程度の薄い硬化層しか得られないこと、元のステンレス鋼と同等の耐食性を備えているわけではないことなどが挙げられる。

当研究所では、これまで長年にわたって S 相の実用化に向けた研究を進めてきた。特に、地域新生コンソーシアム研究開発事業「革新的低温表面熱処理技術とステンレス鋼の耐食・耐摩耗部材開発」(平成 18~19 年度)、および戦略的基盤技術高度化支援事業「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の開発研究」(平成 20~22 年度)では、企業や大学との共同研究により S 相の形成機構に関して新たな知見が得られ、ネジなどの小物部品への適用において大きな成果を得ることができた<sup>6,7)</sup>。しかし、実製品の適用においては、異常層の形成による耐食性の低下が課題となっている。低温プラズマ浸炭処理では、S 相の最表面に炭素濃度が高い異常層が形成される場合があり、これが S 相の耐食性を下げる原因となっていた。このため、製品ではバフ研磨や酸洗いによりこの異常層を除去する必要がある。これらの後工程は製造工程を煩雑なものとし、製造コストを大幅に増加させてしまう。このため、より低コストな耐食性改善法の開発が望まれていた。

ここでは、低温プラズマ浸炭後における耐食性改善として炉内における追加処理による異常層の除去法、プラズマ浸炭雰囲気の見直しによる異常層形成の抑制などについて報告する。

## 2. 実験方法

実験には SUS304 の板材を用いた。Table 1 に鋼材の化学組成を示す。25×50×5 mm の板状の鋼材を鏡面仕上げし、試験片とした。

Table 1 Chemical composition of specimen. (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
0.06	0.40	0.94	0.037	0.003	8.3	18.8	0.21

プラズマ処理は、DC (直流) プラズマ浸炭・窒化装置を用いて施した。プラズマ浸炭処理では CH<sub>4</sub>:H<sub>2</sub>:Ar = 5:45:50 のプロセスガスを 1.0 L/min の流量でベルジャー内に導入した。プラズマ処理中のベルジャー内の圧力は 667 Pa とした。プロセスガス導入後、試験片を陰極として 300 V 程度の直流電圧を印加し、グロー放電によるプラズマを発生させた。試験片はグロー放電により加熱されるが、試験片に直接挿入した熱電対により試験片温度を測定し、400 °C で一定となるようプラズマ電流をフィードバック制御した。この状態で 4 時間保持することによりプラズマ浸炭処理を施した。

試料表面の炭素の濃度分布の測定には、グロー放電分光装置 (Glow discharge spectrometer 以下 GDS, (株)リガク製 System3860 あるいは (株)リガク製 GDA750) を用いた。耐食性は JIS H8502「めっきの耐食性試験方法」中の中性塩水噴霧試験方法に準拠して評価した。

## 3. 結果

### 3.1 後熱処理による炭素の拡散の検討

Fig. 1 に、プラズマ浸炭処理後にバフ研磨により異常層を除去する前後の炭素濃度分布の変化を示す<sup>8)</sup>。低温プラズマ浸炭処理したままの表面には約 0.2 μm の炭素濃縮領域が存在している。一方、浸炭後軽いバフ研磨を施すと、最表面の炭素濃度の高い領域の大部分を除去できることがわかる。両者を塩水噴霧試験に供すると、浸炭処理のままの試料では試験開始後 4 時間で変色が生じ、2 日後には赤錆が発生した。一方、バフ研磨後の試料では 7 日経過後も赤錆が生じなかった。このことより、最表面の高炭素濃度領域の除去が耐食性の改善に有効であることが確認できた。

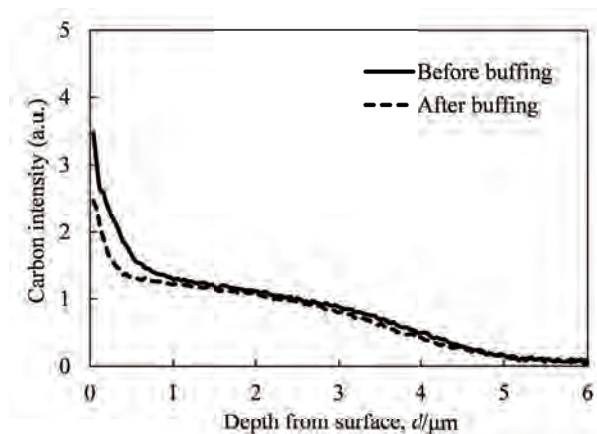


Fig. 1 The difference of carbon depth profiles in before and after buffing.



最表面の炭素濃度が最も高い領域を除去することによって十分な耐食性を発揮できることから、プラズマ浸炭処理後に最表面の過剰な炭素を低減させるために、拡散工程について検討を進めた。拡散処理としてはプラズマ浸炭処理後にメタンガスを停止し、 $\text{CH}_4$ : $\text{H}_2$ : $\text{Ar} = 0:45:50$  の雰囲気中でプラズマ処理を継続し、炭素の拡散を進めるものである。拡散工程の温度は  $400^\circ\text{C}$  とし、保持時間を  $0.0\text{ h}$ 、 $0.5\text{ h}$ 、 $1.0\text{ h}$  と3段階に変化させた。拡散工程後は、速やかにグロー放電を停止、供給ガスを停止し、排気バルブを全開にして試験片を炉中で自然冷却する。

Fig. 2 に各試料の炭素濃度分布を示す<sup>8)</sup>。プラズマ浸炭後の拡散工程によって最表面の炭素濃度が減少していることがわかる。拡散工程を1時間施した試料では、バフ研磨によって異常層を除去した場合と同程度レベルまで最表面の炭素濃度を低減できた。なお、拡散工程を追加するとより深い領域にまで炭素が拡散し、浸炭層の厚さが増加する副次的な効用もみられた。

これらの試料の塩水噴霧試験結果としては、 $0.0\text{ h}$  (拡散工程なし) では試験開始4時間で変色が見られ、2日後に赤錆が発生した。拡散工程  $0.5\text{ h}$  の試料では試験開始8時間で変色が生じ、2日後に赤錆が発生した。一方、 $1.0\text{ h}$  の試料では7日間経過後でも赤錆は発生しなかった。以上のことから、耐食性を回復させるには、プラズマ浸炭処理後に1時間程度の拡散工程を追加することが有効であると結論できる。

### 3.2 メタン濃度の低減の検討

これまでオーステナイト系ステンレス鋼に対する低温プラズマ浸炭処理では、メタン濃度を  $5.0\%$  で固定していた ( $\text{CH}_4$ : $\text{H}_2$ : $\text{Ar} = 5:45:50$ )。ここでは、プラズマ浸炭処理における試験片表面への炭素の供給を制限する目的で、 $1.0\%$  と  $0.4\%$  にメタン濃度を減らすことで表面異常層の低減について検討した。メタン濃度低減の効果を明らかにするため、ここでは拡散処理は行っていない。

Fig. 3 にプラズマ浸炭時の雰囲気ガス中のメタン濃度による炭素濃度分布の変化を示す。Fig. 3(a) に示す浸炭層全体の炭素濃度分布ではメタン濃度の低減による浸炭硬化層深さの減少は見られず、浸炭硬化層の形成に必要な炭素量はメタン  $0.4\%$  でも十分に供給されることがわかった。Fig. 3(b) には表層近傍の拡大図を示す。プラズマ処理中のメタン濃度の低減によって異常層の内部の炭素濃度がわずかに減少する。特に、メタン濃度を  $5.0\%$  から  $0.4\%$  に低減することで浸炭硬化層深さを維持しつつ異常層中の過剰な炭素を低減できた。

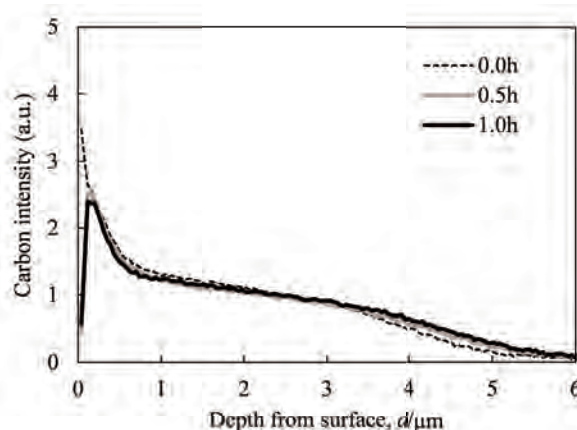


Fig. 2 The variation in carbon depth profiles by diffusion treatment time.

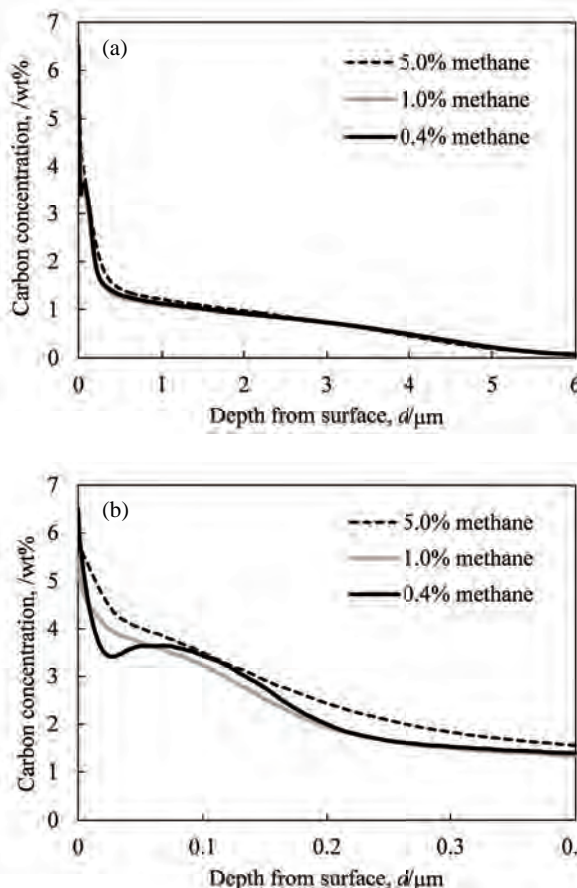


Fig. 3 The variation in carbon depth profiles by methane concentration, (a) whole plots, and (b) enlarged plots of surface region.

このようにして得た試料を塩水噴霧試験に供した。 $5.0\%$  メタンと  $1.0\%$  メタンのいずれの試料も試験開始2日後には赤錆が発生した。過剰な炭素を低減したメタン  $0.4\%$  の試料でも試験開始3日後には赤錆が発生した。このことより、低温プラズマ浸炭時のメタン濃度の低減によって耐食性が改善される傾向はみられるが、十分なものではないことがわかった。

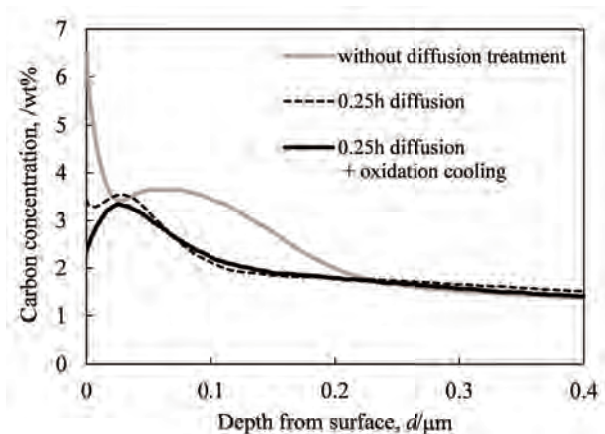


Fig. 4 The variation in carbon depth profiles by diffusion treatment, and by oxidation cooling process.

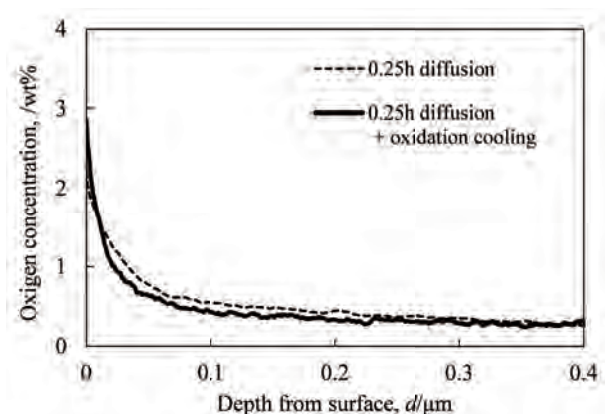


Fig. 5 The variation in oxygen depth profiles by oxidation cooling process.

### 3.3 メタン濃度低減と拡散工程の複合化および炉内酸化処理の検討

3.1 節で 0.5 h の拡散工程で耐食性が十分に回復しなかったのは、異常層中の炭素が十分に拡散しきれなかったためと考えられる。そこで 3.2 節において異常層中の過剰な炭素を低減した試料について拡散処理を施し、拡散工程に要する時間の短縮について検討した。また、これまではプラズマ浸炭、拡散工程の終了後は、雰囲気ガスの導入を停止して 1.3 Pa 程度の真空下で炉冷していたが、アルゴンと大気のみを混合ガスを 667Pa 程度の圧力で炉内に導入し、酸化雰囲気中で炉冷することによる、浸炭層の表面の酸化皮膜の強化の効果についても検討した。

Fig. 4 にこれらの試料における表層近傍の炭素濃度分布を示す。拡散工程は 0.25 h と短時間であるにもかかわらず異常層内の炭素を大きく低減することができ

た。これは拡散処理の効率化に対するメタン濃度低減の効果を活かした結果である。また、酸化雰囲気中で炉冷することで、最表面の炭素濃度をさらに低減することもできた。

Fig. 5 に酸化雰囲気下での炉冷工程の導入による表面近傍の酸素濃度の変化を示す。酸化炉冷工程の導入により最表面の酸素濃度は約 2.0 % から約 2.7 % に増加した。

これらの試料を塩水噴霧試験に供した。0.25 h の拡散工程を追加した試料では 4 日後まで赤錆の発生を遅らせることができた。さらに酸化炉冷工程を導入した試料では、7 日経過後も赤錆は発生せず、目標とする耐食性を発揮させることができた。

## 4. まとめ

オーステナイト系ステンレス鋼への低温プラズマ浸炭処理で生じる耐食性に劣る最表面の異常層の形成の抑制について検討を行った。

異常層はプラズマ浸炭処理によって最表面に形成される炭素の過剰な領域であった。浸炭処理後の炭素拡散工程の追加、プラズマ浸炭処理時のメタン濃度の低減、および炉内冷却工程における酸化雰囲気中の導入により、異常層中の炭素濃度を低下させ、耐食性を回復させることができた。

本成果により、これまで行ってきた異常層を除去するためのバフ研磨や酸洗いなどの後工程が不要となり、プロセスのコストを大きく削減することができた。

## 参考文献

- 1) K. Aoki, K. Kitano: *Surface Engineering*, 18 (2002) 462.
- 2) M. J. Baldwin, M. P. Fewell, S. C. Haydon, S. Kumar, G. A. Collins, K. T. Short, J. Tendys: *Surface & Coatings Technology*, **98** (1998) 1187.
- 3) B. A. Latella, K. T. Short: *Journal of Materials Science*, **39** (2004) 4321.
- 4) M. Egawa, M. Tsujikawa, M. Sakamoto, N. Ueda, K. Nakata: *Netsu Shori*, **49** (special issue vol. 1) (2009) 73.
- 5) M. Egawa, N. Ueda, T. Sone, K. Ichii, K. Akamatsu, K. Nakata: *Netsu Shori*, **49** (special issue vol. 1) (2009) 316.
- 6) 榮川元雄：第 74 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, (2012) 63.
- 7) 榮川元雄：熱処理, **53** (2013) 265.
- 8) 榮川元雄, 上田順弘：第 76 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, (2013) 69.

# 他誌掲載論文等概要

(2014.7.1 ~ 2015.6.30)



## Preparation and Application of Polyimide Particles

浅尾勝哉\*

ポリイミドは非常に優れた耐熱性や力学的性質を有し、微細化しても素材としての優れた物性を損なわず、汎用高分子の粒子では用いることのできない信頼性や耐久性を要する用途での利用が期待されている。そこで、沈殿重合法によりポリイミド粒子の合成および高機能化の検討を行った。その結果、サブナノメートル～マイクロメートルサイズにおいて単分散球状の粒子

を合成することができた。また、反応条件を変えることによって任意に粒子径を制御できることがわかった。さらに、多官能のジアミンを原料に用いることにより反応性を付与することができた。

Journal of Photopolymer Science and Technology, **27**, 2 (2014) 181.

\* 経営戦略課

## 生体利用を目指したダイヤモンドライクカーボン (DLC) の密着性評価

金子 智\*      安井 学\*      伊藤 健\*  
堀内崇弘\*      安原重雄\*\*      三尋木勝洋\*\*  
松永 崇\*\*\*      池永 薫\*\*\*\*      熊谷正夫\*\*\*\*\*  
下平英二\*\*\*\*\*      須藤理枝子\*\*\*\*\*

優れた生体親和性を示すチタンへのダイヤモンドライクカーボン(DLC)のコーティングを試みた。シリコン基板上の表面粗さの異なるチタン薄膜上へのDLCの積層を行った。また、チタンとDLCの界面にテトラメチルシランを緩衝膜として用いた。チタン表面粗さと緩衝膜がDLC膜に与える影響を調べたところ、緩衝膜を5nm程度積層すると密着性が向上することがわかった。

神奈川県産業技術センター研究報告, No.20 (2014) 70.

\* 神奈川県産業技術センター  
\*\* 株式会社ジャパン・アドバンスド・ケミカルズ  
\*\*\* 経営戦略課  
\*\*\*\* 日本電子工業株式会社  
\*\*\*\*\* 株式会社不二WPC  
\*\*\*\*\* 株式会社さがみはら産業創造センターさがみはら表面技術研究所

## Advantages of Externally Powered Prosthesis with Feedback System Using Pseudo-Cineplasty

南部誠治\*      池淵充彦\*      谷口正志\*\*  
朴 忠植\*\*\*      北川貴弘\*\*\*      中島重義\*\*\*\*  
小池達也\*

一般的な電動義手は、把持した感覚を人体にフィードバックすることが十分ではないため、使いこなすことが困難である。また最近ではニューロプロテーゼと呼ばれる手法も開発されているが、高価である上に複雑であり、途上である。そこで、感覚を人体にフィードバックするために、疑似シネプラスティと人体が元から持っている感覚を組み合わせた簡単なシステムを構築した。疑似シネプラスティは、人体で使用されているピアスを経皮的に長掌筋腱を貫通させて行った。

このピアスを計測制御システムに接続し、視覚情報なしに把持対象物の大きさを判断する実験を行った。その結果、大小は100%、大中小は80%の精度で識別できた。Journal of Rehabilitation Research & Development, **51**, 7 (2014) 1095.

\* 大阪市立大学大学院医学研究科  
\*\* 顧客サービス課  
\*\*\* 制御・電子材料科  
\*\*\*\* 大阪市立大学大学院工学研究科

## 放電加工の特性を活かした新たな分野への活用例

南 久\*

「一さらなる付加価値向上と適用分野の拡大へー 金型・部品製作における放電加工の新たな活用技術」として、当所が取り組んでいる研究について解説した。放電加工を用いた焼結ダイヤモンド(PCD)工具の成形や電着ダイヤモンド砥石の放電ツルージングについて解説する。PCDの放電加工については、すでに大手企

業において実用化されており、放電加工はダイヤモンドを基材とした素材の有効な加工法である。特に、マイクロ工具やマイクロ金型の製作において、今後、放電加工への期待は高まると考えられる。

型技術, **29**, 11 (2014) 23.

\* 加工成形科

## 高機能光学素子の型加工におけるダイヤモンド切削工具の損耗機構

島田尚一\* 宇田 豊\* 本田素郎\*\*

ニッケル(Ni)は鉄と同様、ダイヤモンド切削において工具を激しく摩耗させる。しかしリン(P)が添加された無電解Ni-Pめっきでは、摩耗は著しく減少する。その機構を解明するため、Niおよび12%相当のPを添加したNi-Pについて、第一原理分子動力学によりダイヤモンドとの相互作用を計算した。その結果NiではNi原子とダイヤモンドの炭素(C)原子の間にイオン結合が生じてC原子が脱離しやすくなるのに対し、Ni-P

ではNi原子がP原子と優先的にイオン結合し、C原子が脱離しにくくなることがわかった。このことから、Niと化学的性質に近い鉄でも、適切な元素の添加によりダイヤモンド切削が可能になると期待できる。

大阪大学サイバーメディア HPC ジャーナル, No.4 (2014) 33.

\* 大阪電気通信大学工学部

\*\* 加工成形科

## ICALEO2014 参加報告

萩野秀樹\*

2014年10月に米国カリフォルニア州で開催されたレーザー加工の国際会議ICALEO2014(33rd International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics)にて聴講した研究発表の中で、価値が高いと思われるレー

ザクラディングとレーザー溶接に関する研究6件についてその研究内容を紹介した

レーザー加工学会誌, **22**, 2 (2015) 116.

\* 加工成形科

## ICALEO2014 優秀ポスター発表賞第3位を受賞して

山口拓人\*

米国カリフォルニア州、サンディエゴにて開催されたICALEO2014(The 33rd International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics)にて発表した、"Surface Hardening of Titanium by Laser Surface Alloying using Polyvinyl Alcohol Film"の研究内容に対し、ポス

ター発表賞(世界第3位)を受賞した。受賞報告について研究の概要を紹介した。

レーザー加工学会誌, **22**, 2 (2015) 126.

\* 加工成形科

## グラファイト粉末を用いたレーザ合金化処理による Ti/TiC 表面複合層の形成と微細組織の評価

山口拓人\* 萩野秀樹\* 武村 守\*\*  
中平 敦\*\*\*

チタンは高い比強度や優れた耐食性を有するため、航空機部材や生体用材料など幅広い分野で使用されている。しかしチタンは耐摩耗性に乏しいという欠点があり、耐摩耗性の改善が課題である。純チタンの耐摩耗性の向上を目的として、グラファイト粉末を用いたレーザ合金化処理により硬質な炭化チタン粒子を含んだ硬化層を形成させる手法を試みた。主にグラファイト粉末の粒径やレーザ照射パラメータが Ti/TiC 表面複

合層の微細組織に与える影響について詳細に調査し、未溶解グラファイトの残存の無い均質な改質層を得るための条件を見出した。

粉体および粉末冶金, **61**, 10 (2014) 481.

\* 加工成形科

\*\* 金属材料科

\*\*\* 大阪府立大学大学院工学研究科

## Sliding Wear Properties of Ti/TiC Surface Composite Layer Formed by Laser Alloying

山口拓人\* 萩野秀樹\* 道山泰宏\*\*  
中平 敦\*\*\*

グラファイト粉末を用いたレーザ合金化処理により純チタン基材表面に形成させた Ti/TiC 複合層のトライボロジー特性について報告した。本プロセスで得た Ti/TiC 複合層は、鋼相手材では摩耗痕を生じないほど耐摩耗性が向上するが、アルミナを相手材とした場合には耐摩耗性の向上が見られず、摩耗相手材の硬度レベルによって摩耗特性が異なることを明らかにした。アルミナ相手材において耐摩耗性が向上しなかった理由

について、TiC の組成比が不完全であり十分な硬さが得られなかったことや、摩耗粉中に含む TiC が砥粒の効果で摩耗を促進させたことなど、種々の原因を挙げ考察した。

Materials Transactions, **56**, 3 (2015) 361.

\* 加工成形科

\*\* 金属材料科

\*\*\* 大阪府立大学大学院工学研究科

## ラピッドプロトタイピング技術の現状と可能性

吉川忠作\*

RP(ラピッドプロトタイピング)技術は、積層を繰り返しながら立体形状を作り出す工法であり、3DプリンタやAM(アディティブマニュファクチャリング)とも呼ばれる。RP技術が可能とする迅速試作は、製品開発期間の短縮や試作コスト削減、多品種少量生産への適合性などから、関心が高まっている。プラスチック RP 技術の概要として、造形原理、各種造形方式、3次

元形状データを活用したデジタルものづくりについて報告した。また、当所の RP 装置の、仕様、造形の実際、造形物の例を示し、造形品の寸法精度、表面粗度について検討した結果を報告した。

日本接着学会誌, **50**, 12 (2014) 442.

\* 加工成形科

## 金属積層造形法を活用した新たなものづくりと機能制御

中本貴之\*

金属系材料の積層造形法は、複雑な3次元形状を迅速に造形できる新しいものづくり技術として、工業分野、医療分野を問わず注目されている。金属積層造形法の原理と特徴、造形事例ならびに技術動向を解説するとともに、機能制御(材質制御および構造制御)技

術としての研究開発事例について、当所の取り組みを中心に紹介した。

機能材料, **34,9** (2014) 25.

\* 加工成形科

## レーザーを用いた金属の付加製造技術

中本貴之\* 木村貴広\* 白川信彦\*  
乾 晴行\*\*

加工熱源にレーザーを用いる金属(粉末)積層造形法は、金属LAM(Laser Additive Manufacturing)と呼ばれている。はじめに金属LAM技術の原理と特徴、造形事例ならびに技術動向を解説する。次に、当所における種々の金属粉末を用いたLAM技術開発の中から、金型や機械部品への展開を目指した炭素鋼粉末による造

形物の高密度化・高強度化技術の開発、および生体インプラントへの展開を目指したチタン系粉末による低弾性率多孔体の造形技術の開発について紹介した。

レーザー研究, **42**, 11 (2014) 828.

\* 加工成形科

\*\* 京都大学大学院工学研究科

## 金属粉末レーザー積層造形装置 EOSINT による材料加工特性

中本貴之\* 木村貴広\* 白川信彦\*

当所では2台のSLM(Selective laser melting)装置を導入し、種々の粉末材料を用いた造形技術の開発に取り組んできた。はじめにSLM装置の特長と技術動向を解説する。次に、機能制御技術としての研究開発事例として、金型や機械部品への展開を目指した炭素鋼粉末による造形物の高密度化・高強度化技術の開発、アルミニウ

ム合金粉末のSLMにおける造形物の高強度・高延性化、および生体インプラントへの展開を目指したチタン系粉末による低弾性率多孔体の造形技術の開発など、当所での取り組みを中心に紹介した。

計測と制御, **54**, 6 (2015) 392.

\* 加工成形科

## 金属積層造形装置を用いた金属部品や金型への応用事例および今後の展開

中本貴之\*

金属系材料を用いた付加製造(Additive Manufacturing; AM)技術のうち、熱源にレーザーを用いた粉末床溶融結合(Powder bed fusion)法は特に選択的レーザー溶融(Selective laser melting; SLM)法と呼ばれている。鋼系粉末材料のSLMに関する基礎的検討として、炭素量を変化させた機械構造用炭素鋼粉末の造形に関する検討

と、造形物のさらなる高機能化を目指して、低合金鋼のSLM造形物にプラズマ窒化処理を適用した事例について紹介した。

産業用3Dプリンターの最新技術・材料・応用事例(2015) 184.

\* 加工成形科



## 摩擦接合材への X 線 CT 装置の適用可能性

四宮徳章\* 足立和俊\* 本田索郎\*

X 線 CT 装置は撮影対象物の断面を非破壊で撮影できる装置であり、医療用途として幅広く利用されている。近年、X 線発生器や検出器の高度化に伴い、産業用途として、微細な内部構造を撮影できる X 線 CT 装置が多く登場しており、今後ますますの利用が期待される。産業用 X 線 CT 装置の概要を説明するとともに、摩擦接合材の内部欠陥観察において、装置の選択とそ

の適用可能性を検討した。その結果、直交型 X 線 CT では摩擦圧接材、傾斜型 X 線 CT では摩擦攪拌接合材という具合に、装置を適宜選択することで、摩擦接合材の非破壊検査に X 線 CT 装置を活用できると考える。摩擦接合, **13**, 2 (2014) 15.

\* 加工成形科

## 金属粉末レーザー積層造形法により作製した Al-10%Si-0.4%Mg 合金の組織と機械的性質

木村貴広\* 中本貴之\*

金属粉末レーザー積層造形法により作製した Al-10%Si-0.4%Mg 合金の基礎特性について調査した。まず、出力 400 W のファイバーレーザーを搭載した積層造形装置を用いて、造形体の高密度化を目的にレーザー照射条件を探索し、相対密度がほぼ 100 % の高密度体を得ることができた。次に、得られた造形体の金属組織および機械的性質を調査した。造形まま材は、セル状微細組

織であることに起因し、同組成のダイカスト材に比べて優れた引張強さ(450 MPa 以上)、破断伸び(10 % 以上)を示した。また、従来の時効熱処理が組織および機械的性質に及ぼす影響を調査し、積層造形体の熱処理挙動は鋳造等の溶製材と異なることがわかった。

粉体および粉末冶金, **1**, 11 (2014) 531.

\* 加工成形科

## 環境に優しい浸炭熱処理法を目指して 第 4 回 炉内水素の選択的排出による ガス浸炭処理における省エネルギー・省資源化

水越朋之\* 石神逸男\*\* 横山雄二郎\*  
確井建夫\*\*\*

工業的なガス浸炭処理における大幅な省エネルギー・省資源化を実現するために、炉内雰囲気から水素ガスを選択的に除去する機能を備えた新しいガス浸炭炉を試作し、この試作した炉を用いることでガス浸炭処理を行う際のガス消費量の劇的な削減に成功した。「環境に優しい浸炭熱処理法を目指して」と題した 4 回シリーズの連載講座の最終回では、ガス浸炭処理における省エネルギー・省資源化を実現するための筆者らの基本

的な考え方を解説するとともに、試作した新型炉によるガス浸炭実証実験の結果の一部を具体的なデータを交えながら紹介した。

熱処理, **54**, 4 (2014) 205.

\* 金属材料科

\*\* 顧客サービス室

\*\*\* 大阪大学接合科学研究所

## Thermal and Mechanical Properties of Aluminum Alloy Composite Reinforced with Potassium Hexatitanate Short Fiber

浅野和典\* 米田博幸\* 上利泰幸\*\*  
松室光昭\*\*\* 東 健司\*\*\*\*

6チタン酸カリウム短繊維を強化材に用いることにより、高強度、高剛性、低熱膨張率である被削性に優れたアルミニウム複合材料の開発を目指した。マトリックスには JIS-AC8A を用い、加圧含浸法により試料を作製し、微細組織、熱伝導特性、熱膨張特性、および圧縮強度特性を調査した。強化材は3次元ランダムに配向しており、凝集やポロシティは認められなかった。熱伝導率および熱膨張率は強化材の体積率の増加と共に減少した。縦弾性係数および 0.2 % 耐力は、室温お

よび 523 K において強化材の体積率の増加と共に増加したが、25 vol% から 45 vol% への強化材の体積率増分の影響は小さかった。

Materials Transactions, **56**, 1 (2015) 160.

\* 近畿大学理工学部

\*\* 大阪市立工業研究所

\*\*\* 金属材料科

\*\*\*\* 株式会社クボタ

## レーザ加熱による表面溶体化処理を応用した β型チタン合金の新しい表面硬化処理とそのトライボロジー特性

道山泰宏\*

炉による全体加熱とレーザによる局所高温加熱を組合せた2段階溶体化処理後に時効処理を行なうことで代表的な2種類のβ型チタン合金の表面に厚い硬化層を形成させることができるのかを検討した。それぞれのチタン合金について熱処理を行なった結果、硬化層深さ1 mm以上の表面硬化層を部分的に形成することができた。また、表面硬化層が形成するのに有効な局所高温加熱前の全体加熱の溶体化処理温度条件は、β変

態点以下(650 °C)であることがわかった。また、形成された硬化層は、良好な耐摩耗性を示し、β型チタン合金の種類に関係なく硬さの増加にともない摩耗量が減少した。この熱処理方法は、すべてのβ型チタン合金に適用できると推察される。

天田財団 研究成果報告書, **27** (2014) 132.

\* 金属材料科

## βチタン合金の2段階溶体化処理による表面硬化層形成

道山泰宏\*

一般に鉄鋼材料は、熱処理により表面のみを硬くすることで構造体としての靱性を保ちながら耐摩耗性を付与することができるため、耐摩耗性を必要とする部品、部材として広く用いられている。時効硬化型のβ型チタン合金において、全体加熱と局所高温加熱の組合せによる2段階溶体化処理を用いることで、鉄鋼材料のように表面に厚い硬化層ができないか試みた。その

結果、表面硬化層を1 mm以上形成させるのに有効な局所高温加熱前の全体加熱の溶体化処理温度条件は、β変態点以下の温度とすることが適切であることが明らかとなった。また、この表面硬化処理技術は、すべてのβ型チタン合金に適用できるものと推察される。

熱処理, **54**, 4 (2014) 212.

\* 金属材料科

## β型チタン合金のトライボロジー特性向上の解明と 新規表面硬化熱処理法の開発

道山泰宏\*

溶体化処理とその後の時効処理により硬化現象の認められる材料として知られているβ型チタン合金において、溶体化処理温度と時効硬化速度の関係に注目し、全体加熱と局所高温加熱を組合せた新しい2段階処理とすることで表面に厚い硬化層を形成させる新規表面硬化熱処理法について研究を行ってきた。その結果、熱処理によりチタン合金において1 mm以上の厚さを有

する表面硬化層の形成を実現するとともに、その手法はすべてのβ型チタン合金に対して適用可能であることを明らかにしてきた。β型チタン合金の新規表面硬化熱処理法とそのトライボロジー特性など、研究から得られた結果の一部について紹介した。

チタン, **63**, 2 (2015) 146.

\* 金属材料科

## Effect of Pre-Compressive Strain on Work-Hardening Behavior upon Two-Step Loading in a Magnesium Alloy Sheet

浜 孝之\* 田中悠貴\* 浦谷政翔\*  
田中 努\*\* 藤本 仁\* 宅田裕彦\*

AZ31 マグネシウム合金圧延材に対して、平面圧縮変形後、圧縮方向に対して種々の角度(0, 30, 60, 90度)で小型試験片を切り取り、その試験片に対して引張変形を付与したときの変形挙動および金属組織を調査した。2回目の引張変形中、0, 30度試験片では、降伏応力が低下しその後二度目の応力上昇を示すS字状の応力ひずみ曲線となった。一方、60, 90度試験片ではそ

のような現象は起こらなかった。このような変形挙動の異方性は、引張方向によって双晶回復や柱面すべり系の活動が異なるためであることが組織観察によって示唆された。

Key Engineering Materials, **639** (2015) 347.

\* 京都大学大学院エネルギー科学研究科

\*\* 金属材料科

## 公設試における DLC ラウンドロビンテスト — DLC 密着性評価方法の検討 —

三浦健一\* 國次真輔\*\*

平成 25 年度、産業技術総合研究所の事業である技術向上支援事業「DLC 密着性評価方法の検討」が、全国 14 の公設試が参加する形で実施された。8 機関から 10 種類の DLC 膜が供出され、ロックウェル圧痕試験およびスクラッチ試験による密着性評価ラウンドロビンテストが行われた。ロックウェル圧痕試験では、試験者によって結果にばらつきが生じることが認められた。

スクラッチ試験では、準拠する規格を明確にしておくことが重要であることが確認された。ロックウェル圧痕試験では試験荷重と基板材料が同じ場合、スクラッチ試験の結果と相関があることがわかった。

メカニカル・サーフェス・テック, No.021 (2014) 26.

\* 金属表面処理科

\*\* 岡山県工業技術センター

## 各種成膜法により形成した DLC の特性評価 —公設試連携 DLC ラウンドロビンテストの試み—

三浦健一\* 國次真輔\*\*

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) の第3次研究ブームが到来し、各地域の中小企業を支援する地方公設試としては DLC に関する技術力をより一層向上させる必要があった。このような背景から全国 19 の公設試が参加する形で、平成 24、25 年度の 2 年間、産技連技術向上支援事業が実施され、各種成膜法により形成した DLC についてのラウンドロビンテストが実施され

た。その中で DLC 膜の分類に必要な化学的評価およびトライボロジー特性などの機械的評価、そして、もっとも基本的な特性である密着性評価に関して実施されたラウンドロビンテストの結果を紹介した。

塗装工学, **50**, 6 (2015) 186.

\* 金属表面処理科

\*\* 岡山県工業技術センター

## Combined Plasma Carburizing and Nitriding of Sprayed AISI 316L Steel Coating for Improved Wear Resistance

足立振一郎\* 上田順弘\*

これまでの研究で、ステンレス溶射皮膜の耐摩耗性を低温プラズマ窒化処理および浸炭処理により改善することを達成した。しかし、形成した拡散層の膜厚が薄いことから、厚膜化を試みた。プラズマ溶射した AISI316L 皮膜に、低温プラズマ窒化処理と低温プラズマ浸炭処理の複合化処理を行った。浸炭処理をした後に窒化処理を行った場合、窒化処理の単独処理と比較

して、拡散層の厚膜化が認められなかった。一方、浸炭処理と窒化処理を同時に行った場合は、厚膜化が認められた。耐摩耗性に関しては、何れの複合化処理においても 1000 HV 以上に硬化しており、大幅な改善が認められた。

Surface & Coatings Technology, **259** (2014) 44.

\* 金属表面処理科

## 塑性加工金型用硬質膜

小島淳平\* 三浦健一\*

塑性加工は、製品・部品の製造を支える基盤技術として幅広く利用されており、塑性加工に使用される金型の高機能化と高寿命化に対しては、炭化物や窒化物などの硬質膜形成が大きな効果を挙げている。硬質膜のコーティング技術の良し悪しが金型の性能を左右するため、金型に要求される特性に応じて硬質膜を選択するには、硬質膜の成膜方法や主たる特徴を理解して

おく必要がある。硬質膜の代表的な成膜方法を説明し、塑性加工金型に適用されている硬質膜の特徴について述べた。加えて、これまでに取り組んできた硬質膜に関する研究の一部を紹介した。

科学と工業, **88**, 8 (2014) 283.

\* 金属表面処理科

## プリンタブル RFID の現状と展望

宇野真由美\* 竹谷純一\*\*

現在、民生用としても普及しつつある非接触タグについて、より低コスト、高機能化をはかるために印刷法や塗布法での素子作製技術が重要となってきている。高性能の塗布型有機トランジスタを用いて、非接触 IC の通信周波数である 13.56 MHz 帯に対応可能な有機整流素子を開発した例について紹介した。従来は有機トランジスタの応答速度が低く高速駆動が困難であったが、塗布結晶化法により高移動度の有機半導体を作製

でき、高速駆動を実現した。本技術は有機トランジスタとそれらを用いた有機論理回路の実用化のためのブレイクスルーとなる性能を示すものであり、現在の技術レベルと今後の展望について解説した。

自動認識, **28**, 1 (2015) 39.

\* 制御・電子材料科

\*\* 東京大学新領域創成科学研究科

## High-Speed Organic Transistors with Three-Dimensional Organic Channels and Organic Rectifiers based on them Operating above 20 MHz

宇野真由美\* 車 溥相\* 金岡祐介\*  
竹谷純一\*\*

有機トランジスタの高性能化をはかるために、当所ではこれまでに微細構造を用いた 3 次元有機トランジスタ (3D-OFETs) の開発を行っている。チャンネル方向を縦に形成することにより、平面方向の加工分解能を超えた短チャンネルデバイスが可能となり、従来に比べて飛躍的な出力電流の増大と高速応答性能を実現してきた。高速応答を阻害するゲート寄生容量を減らした構造を新たに開発することにより、20 MHz 程度の非常に

高い動作速度を実現した。また、本トランジスタをダイオード接続した高速整流素子を作製し、RFID タグで用いられる 13.56 MHz での整流が十分可能であることを実証した。

Organic Electronics, **20** (2015) 119.

\* 制御・電子材料科

\*\* 東京大学新領域創成科学研究科

## 高性能塗布型有機半導体トランジスタと有機論理回路への応用

宇野真由美\* 竹谷純一\*\*

有機トランジスタは、塗布法を用いて低温プロセスで簡便に作製できるため、フレキシブルデバイスといった魅力的な素子を実現するための次世代エレクトロニクスを担う技術として期待されている。近年、耐熱性、安定性の高い新規有機半導体材料が開発されており、当所では、これらの新材料を用いた有機論理回路の開発、微細加工技術を応用した作製プロセス開発を行い、

高性能な有機回路素子を実証してきた。これまでの高性能有機トランジスタに関する取り組みを紹介し、実用化に向けての現状と今後の展望について解説した。

応用物理学会 有機分子・バイオエレクトロニクス分科会誌, **26**, 2 (2015) 55.

\* 制御・電子材料科

\*\* 東京大学 新領域創成科学研究科

## High-Mobility Organic Transistors with Wet-Etch-Patterned Top Electrodes: A Novel Patterning Method for Fine-Pitch Integration of Organic Devices

中山健吾\* 宇野真由美\*\* 植村隆文\*  
難波直子\* 金岡祐介\*\* 加藤哲弥\*\*\*  
片山雅之\*\*\* 三津井親彦\*\*\*\* 岡本敏弘\*\*\*\*  
竹谷純一\*\*\*\*

有機半導体トランジスタの性能向上のためには、チャネル長を短く、かつ接触抵抗を低くすることが必須であるが、従来は有機半導体分子膜の上で微細加工を行った場合、フォトリソグラフィで使用する薬品によって分子膜がダメージを受けるため、良好な特性を保ったままの微細加工が困難であった。分子膜へのダメージが少ないフッ素系のレジスト材料を用い、また分子のHOMOレベルと加工用エッチング液の酸化ポテンシャルを適切に選択することにより、分子膜へのダメージ

なく微細加工が可能なことを明らかにした。有機半導体を用いた高性能デバイスを作製するための基盤技術となるものである。

Advanced Materials Interfaces, **1**, 5 (2014) 1300124.

\* 大阪大学産業科学研究所

\*\* 制御・電子材料科

\*\*\* 株式会社デンソー

\*\*\*\* 東京大学新領域創成科学研究科

## All Solution-Processed Organic Single-Crystal Transistors with High Mobility and Low-Voltage Operation

境 駿希\* 添田淳史\* R. Häusermann\*  
松井弘之\* 三津井親彦\* 岡本敏宏\*  
伊東正浩\*\* 廣瀬久美\*\*\* 関口卓也\*\*\*  
阿部岳文\*\*\*\* 宇野真由美\*\*\*\*\* 竹谷純一\*

有機半導体デバイスは、塗布などの非常に簡便な方法で作製できるため、設備投資が少なく低コストでの素子作製が可能であるという利点を持つ。全て塗布プロセスを用いて有機半導体トランジスタを作製し、5 Vの低電圧駆動であっても  $6.9 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  とこれまでにない高い移動度を得ることができた。ゲート電極にはトッパン・フォームズ社の非常に表面が平坦なAg塗布膜を用い、この上にポリマー絶縁膜、有機半導体膜を塗布法により作製した。ソース/ドレイン電極の作製は、

無電解めっき法を用いて行い、全ての作製プロセスで、真空プロセスを用いずに作製を行った。今後の低コスト素子作製のための基盤技術となると考えている。

Organic Electronics, **22** (2015) 1.

\* 東京大学 新領域創成科学研究科

\*\* 日本エレクトロプレイティング・エンジニアーズ株式会社

\*\*\* トッパン・フォームズ株式会社

\*\*\*\* 旭硝子株式会社

\*\*\*\*\* 制御・電子材料科

## P(VDF/TrFE) 薄膜を用いた MEMS 超音波センサの開発

田中恒久\* 村上修一\* 宇野真由美\*  
山下 馨\*\*

圧電体材料として P(VDF/TrFE) 薄膜を用いた MEMS 超音波センサを開発した。MEMS 超音波センサ上に作製した膜厚 1.25  $\mu\text{m}$  の P(VDF/TrFE) 薄膜のは、良好な強誘電性を示した。ダイアフラムの支持層から  $\text{SiO}_2$  薄膜を除去することにより、センサ感度が 45  $\mu\text{V}/\text{Pa}$  と約 25 % 大きくなることが解った。ダイアフラムの剛性が下がり変位が増加して感度が向上したためである。ダ

イアフラムの最適化設計やプロセスの新規開発により、ダイアフラムの曲げ剛性や、寄生容量を小さくするか、センサの静電容量を大きくすれば、受信感度の向上が可能であると考えられる。

電気学会 論文誌 E, **135**, 5 (2015) 145.

\* 制御・電子材料科

\*\* 京都工芸繊維大学大学院工芸化学研究科

## Output Power of Piezoelectric MEMS Vibration Energy Harvesters under Random Oscillations

苅谷健人\* 吉村 武\* 村上修一\*\*  
藤村紀文\*

近年、「トリリオン・センサ」、「Internet of Things (IoT)」という言葉が飛び交うようになり、センサモジュールなどの電子デバイスがあらゆる場所に設置される近未来の社会が語られるようになった。これに伴い、光、振動、熱など身近にあるエネルギー源から電力をかすめ取り、電子デバイスへ給電する環境発電が注目されるようになった。筆者らはエネルギー源として振動に着目し、シリコン MEMS 微細加工を用いて、圧電型振

動発電素子の開発を行ってきた。今まで発電性能の評価では理想的な正弦振動を印加していたが、実環境に近いランダム振動を印加した。この際の共振振動に関して新たな知見が得られたので報告した。

Journal of Physics, **557** (2014) 012101.

\* 大阪府立大学大学院工学研究科

\*\* 制御・電子材料科

## Holographic 3D Display Observable for Multiple Simultaneous Viewers from All Horizontal Directions by Using a Time Division Method

山東悠介\* 茨田大輔\*\* 谷田貝豊彦\*\*

これまで、電子ホログラフィーを用いた 3 次元ディスプレイでは、視野角の狭さが問題となっていた。筆者らは、高速応答可能な空間光変調器 (SLM) を用いた時分割方式により、視野角を 360° に拡大することで、この問題を解決したので報告した。本方式では、水平方向に対し 45° 傾いた回転ミラーに対し、SLM により変調を受けた波面が鉛直下向きに入射する。SLM のパ

ターンとミラーの回転角を同期制御することで、360° 全水平方向に渡り任意の波面を再生することができる。実際に試作機を開発し、視野角が 360° にまで拡大されていることを実証した。

Optics Letters, **39**, 19 (2014) 5555.

\* 製品信頼性科

\*\* 宇都宮大学オプティクス教育研究センター

## ポリマーナノコンポジットに発生した電気トリーの構造解析

岩田晋弥\* 四宮徳章\*\* 山東悠介\*  
伊藤盛通\*

電気・電子機器の小型化，軽量化，高電圧駆動化が進み，電気絶縁材料にもこれまで以上の安全性や耐久性が求められている．絶縁材料が絶縁破壊を起こす前駆現象として電気トリーが発生することが知られているが，3次元的な構造を明らかにした例はほとんどない．SPring-8 BL20XUのX線CTを用い，電気トリーの微細構造を観察し，その特徴を評価することを目的

とした実験により，空間分解能1 $\mu\text{m}$ より優れた分解能でエポキシおよびエポキシベースコンポジットに発生した電気トリーの撮影に成功した．

SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題（産業分野）実施報告書(2014)7.

\* 製品信頼性科

\*\* 加工成形科

## 高機能性電気絶縁材料の創製による電気トリー進展制御

岩田晋弥\*

電気トリーは絶縁破壊の前駆現象として知られており，その発生や進展の抑制は，材料の長寿命化の観点から重要である．量子化学計算により材料のイオン化エネルギーを求め，電気トリー発生時間との関係について考察した．エポキシ樹脂およびシリカによりコンポジット化した試料に対して電気トリー発生試験を行い，断層撮影によりその構造を評価した．それぞれの

試料に発生した電気トリーの構造に違いが確認できた．さらに，密度汎関数理論に基づく量子化学計算の結果，コンポジット化によるイオン化エネルギーの増大が明らかとなり，電気トリー発生時間の長期化が期待できる．

京都技術科学センター研究助成成果報告書(2015)38.

\* 製品信頼性科

## 繊維製床敷物の摩耗指数と物理的耐久性との関係

辻 創\* 山本貴則\*\*

国内で消費される素材や表面形態が異なる繊維製床敷物について，ヨーロッパ規格の摩耗指数(WI)と構造因子との関係ならびにJISに規定された摩擦を伴う動的荷重試験による厚さ減少率との関係について検討を行った．その結果，単位面積当たりの基部上のパイル質量が増加すると摩耗指数が向上することがわかった．

また摩耗指数と摩擦を伴った動的荷重試験による厚さ減少率との関係には対数関数で近似できることが明らかになった．

Journal of Textile Engineering, **60**, 5 (2014) 77.

\* 一般財団法人カケンテストセンター

\*\* 製品信頼性科



## サンプリング周期とトリガー

津田和城\*

輸送振動によるトラブルを未然に防止するために、出荷前に包装貨物の振動試験が行われている。しかし試験精度は十分ではなく、トラブルを完全に防止できていない。そのためトラブルの原因究明や試験条件の適正化を図る目的で、輸送中の振動衝撃や温湿度を調べる輸送環境調査が行われている。この調査では輸送中に各センサーから出力される信号を計測し、メモリー

などに記録している。ここでは計測・記録の際によく用いられる「サンプリング周期」と「トリガー」について解説する。なおトリガーでは「タイムトリガー」と「レベルトリガー」を取り上げて説明した。

日本包装学会誌, 23, 4 (2014) 317.

\* 製品信頼性科

## 線形掃引・対数掃引

細山 亮\*

線形掃引および対数掃引は、正弦波掃引振動試験を実施する際の掃引方法である。線形掃引は周波数を直線的に変化させる方法で、定められた周波数の範囲を一定速度で変化していく。一方、対数掃引は周波数を変えることを示している。現在、包装の JIS 規格にはランダム振動試験と正弦波掃引振動試験が記載され、正弦波掃引振動試験では線形掃引ではなく対数掃引で行う

指数関数的に変化させる方法で、掃引速度は「octave/min」という単位で表される。1 octave 上がることは周波数が 2 倍になることを意味し、1 octave/min での対数掃引は、1 分間で周波数が 2 倍になるように変化させることが規定されている。

日本包装学会誌, 23, 44 (2014) 316.

\* 製品信頼性科

## 製品衝撃強さ評価のための統計解析手法第四報： 2 種類の打ち切りデータを含むデータの統計解析手法

堀口翔伍\* 中嶋隆勝\*

衝撃試験を実施すると 1 回目の衝撃で破損してしまうデータ(初期打ち切りデータ)や最後の衝撃でも破損しないデータ(中途打ち切りデータ)に遭遇することがある。これらのデータは統計解析することを困難にする。また、これらのデータを無視すると統計値の精度は低下する。今回、我々は初期打ち切り、中途打ち切りの両方を含むデータに対しても統計解析できる手法を考

案した。本手法は、これまで算出が困難だった順位数を、打ち切りデータが存在する期待値を足し合わせることで算出可能とする手法である。鶏卵についての衝撃試験結果へ適用し、平均値及び標準偏差の推定精度向上が確認されたので報告した。

日本包装学会誌, 25, 3 (2015) 145.

\* 製品信頼性科

## 金属-樹脂間の接着メカニズムと最近の研究例

木本正樹 \*

接着の基本となる分子間力についての説明と本書のテーマである金属-樹脂接着の分野での最近の研究例の内、接着機構や接着における分子のはたらきに関わるものをいくつか紹介する。分子間力は、配向力、誘起力、分散力の3要素から成り立っている。レナード-ジョーンズ型ポテンシャルから考えて、分子間力が作用するためには、接着剤と被着体が十分に近づく必

要があり、接着において、接着剤が被着体とよくぬれることが重要である。分子間力と凝集エネルギーさらには表面張力は互いに関係づけられ、接着と分子間力が密接に関係していることを解説した。

樹脂/金属の接着・接合技術と評価, 試験 (2014) 3.

\* 化学環境科

## Properties of the Gel Particles with Projections Prepared from PEG Macro-Azo Initiator and Application to Prepare Aromatic Sheets

木本正樹 \* 来島正幸 \*\* 谷 稔夫 \*\*

2官能性ビニルまたはアクリルモノマーとポリエチレングリコールブロックマクロアゾ重合開始剤を用いて水/アルコール中における1ステップの分散重合により、粒子径の揃った凹凸型ゲル微粒子が得られる。得られたゲル微粒子は100~500 nm程度の粒子径であり、比表面積も100 m<sup>2</sup>/g程度と大きく、水、トルエンなどにより、10~20倍程度膨潤する。また、ゲル微粒子の特長である、油成分による膨潤、種々の樹脂中で

の分散性、を活用して、膨潤ゲル微粒子を粘着剤に分散させた芳香性ゲルシートを調製した。ゲルシートの特性についても紹介した。

Proceeding of the 5th World Congress on Adhesion and Related Phenomena(WCARP-V) (2014) 169.

\* 化学環境科

\*\* Efligo 合同会社

## Fracture Behaviour of Epoxy Resins Modified with Liquid Rubber and Crosslinked Rubber Particles under Mode I Loading

今中 誠 \* 池田啓亮 \* 中村吉伸 \*\*

木本正樹 \*\*\*

2種類のゴム(液状ゴムCTBNおよび架橋ゴムナノ粒子XER)により変性したエポキシ樹脂について、三点曲げ破壊靱性試験を行い、クラック成長抵抗曲線(R曲線)およびクラック先端付近のダメージゾーンを各試料について比較した。その結果クラック進展に伴う白化領域は、XER変性試料の方がCTBN変性のものより大きいことがわかった。SEMなどの結果から、XER変性試料では局在化したXERを連結するように、XER

の部分がボイド化して塑性変形によりクラックが進展することで、比較的大きい白化領域が生成するものと考えられた。

Polymers & Polymer Composites, **23**, 6 (2015) 399.

\* 大阪教育大学

\*\* 大阪工業大学

\*\*\* 化学環境科

## めっき製品の六価クロム分析

中島 陽一 \*

RoHS 指令や J-Moss など、製品中の有害化学物質を規制する動きが全世界的に広がっている。中でもめっき業界においては、六価クロムが有害物質として問題視されており、原材料を六価クロムから三価クロムへ代替するための研究開発が行われている。めっき皮膜中の六価クロムの評価法には JIS H 8625, ISO 3613, EN 15205 など様々な公定法が存在するが、前処理手法

により溶出量が異なるなどの問題点を抱えている。このような状況を踏まえ、ここでは六価クロムを用いるめっき皮膜及び化成皮膜について簡単に述べた。加えて、六価クロムの分析法について、各公定法の概説などを行った。

微量金属分析とその前処理技術 (2015) 443.

\* 化学環境科

## Self-Assembled Aromatic Polyamide Nanofibers with Trifluoromethyl Groups via Precipitation Polymerization

吉岡弥生 \* 田代孝二 \*\*

ナノファイバーを2・3次元的に集合・階層化した構造体は、ナノ材料の1つとして近年注目されており、例えば触媒担体やフィルターなどとしても現在利用されている。これまでに、沈澱重合法を用いることによってトリフルオロメチル基を有する芳香族ポリアミドナノファイバー構造体が作製できることを見出している。様々な分析手法を用い、得られた構造体の形成メカニ

ズムや時間変化に伴う構造および特性変化について明らかにした。これらの知見は、今後の材料特性やモルフロジー制御に活用できるものと考えられる。

Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, **447** (2014) 148.

\* 化学環境科

\*\* 豊田工業大学

## 低 pH 法を用いたう蝕感染象牙質モデルに対する大気圧低温プラズマの殺菌効果

白井エミ \* 大島朋子 \* 山崎弘光 \*  
井川 聡 \*\* 北野勝久 \*\*\* 前田伸子 \*  
桃井保子 \*

大気圧プラズマによる殺菌技術の歯科治療分野への応用として、プラズマ照射による感染象牙質の無菌化試験を行った。ヒト抜去歯を用いたう蝕モデルを作製し、感染象牙質にプラズマ照射を行ったところ、酸性条件下でのみ強い殺菌力が見られ、3分のプラズマ照射で検出限界以下まで殺菌できることが確かめられた。一方で、中性条件でプラズマ照射した場合は殺菌効果は見られなかった。これは酸素ラジカルの一種である

$O_2\cdot$  による殺菌効果が関与していることを示唆している。この技術を応用することで、切削を行わずにう蝕を治療できる新たな治療法の開発が可能であると考えられる。

日本歯科保存学会誌, **58**, 2 (2015) 101.

\* 鶴見大学歯学部

\*\* 化学環境科

\*\*\* 大阪大学大学院工学研究科

## Chemical Modification of Amino Acids by Atmospheric-Pressure Cold Plasma in Aqueous Solution

高井英輔\* 北村 豪\*\* 桑畑純平\*  
井川 聡\*\*\* 吉澤俊祐\* 白木賢太郎\*  
川崎英也\*\* 荒川隆一\*\* 北野勝久\*\*\*\*

プラズマの医療応用を考慮すると、プラズマによる生体分子への影響を理解することはきわめて重要である。水溶液中の20種類の天然アミノ酸に大気圧低温プラズマを照射した際の影響を質量分析装置を用いて調べた。その結果、様々なアミノ酸において、酸化、ニトロ化、スルホン化、スルホキシド化、アミド化などの化学修飾が確認された。また、20種類すべてのアミノ酸を用いた競合反応実験において、含硫黄および芳香族アミノ酸が優先的に反応することが示された。こ

れらのデータは生体にプラズマを照射した際のタンパク質の不活性化のメカニズムを解明するための重要な知見となると考えられる。

Journal of physics D: Applied physics, 7 (2014) 285403.

\* 筑波大学大学院数理工学研究所  
\*\* 関西大学化学生命工学部  
\*\*\* 化学環境科  
\*\*\*\* 大阪大学大学院工学研究科

## 飼料成分分析によるバイオマスの発熱量推算

馬場玲子\* 瀬山智博\*\* 大山将央\*\*\*  
井本泰造\*\*\* 平康博章\*\* 笠井浩司\*\*  
西村和彦\*\* 藤谷泰裕\*\* 井田民男\*\*\*\*

発熱量の推定は、石炭研究においては元素組成からDulong式を用いて求める方法が定石であるが、この方法はバイオマスの発熱量推定には有機特性等から適合しづらいことが知られており、幾通りもの推算式が提案されている。しかし、ほかに決定的な予測式が提唱されていないため実務的には補正式により推算する例が見られる。本研究では、5種類の有機成分から推算

した高位発熱量がボンベ熱量計による実測値にほぼ一致することを確認した。

スマートプロセス学会誌, 3, 5 (2014) 262.

\* 大阪府中部農と緑の総合事務所  
\*\* 大阪府立環境農林水産総合研究所  
\*\*\* 化学環境科  
\*\*\*\* 近畿大学理工学部

## 産技研における全固体リチウム電池の研究の取り組みについて

園村 浩介\*

近年、ハイブリット自動車の普及や自然エネルギー発電の拡大に伴い、より高性能な蓄電池の開発が求められている。現行のリチウムイオン二次電池のエネルギー密度は250 W/kg程度が限界と言われているため、500 Wh/kg以上のより高いエネルギー密度を有する革新型電池の開発が期待されている。その革新型電池の候補の一つに全固体リチウム電池が挙げられる。現在、産技研においては、将来における大阪府内企業の競争

力強化につながる革新型電池に関する技術を先行して開発するため、プロジェクトチームを組み、全固体電池及び太陽電池、空気電池等について研究を進めている。本稿では、産技研での全固体リチウム電池の試作及び評価技術について紹介した。

ニューセラミックスレター, No.55 (2015) 4.

\* 化学環境科

## White Polymer Light-Emitting Diodes Co-Doped with Three Phosphorescent Iridium(III) Complexes Aimed at Improvement of Color Rendering Properties

井川 茂\* 八木繁幸\* 前田壮志\*  
中澄博行\* 櫻井芳昭\*\*

高演色性白色電界発光を得るために、青色、黄色、および赤色りん光性ビスシクロメタル化イリジウム(III)錯体(それぞれ、Ir-1, Ir-2, および Ir-3)をホール輸送性高分子ホスト(PVCz)と電子輸送材料(OXD-7)の混合膜に共ドーブした単一発光層からなる高分子電界発光素子(PLED)を作製した。Ir-1, Ir-2, Ir-3, PVCz, および OXD-7 の比を調節することで、国際照明委員会の定める色度にして(0.38, 0.44), 平均演色評価指数が83の白色電界発光を得た。発光層中でのりん

光材料間のエネルギー移動について発光層モデル薄膜を作製して調べたところ、Ir-1 から Ir-2 および Ir-3 への直接的なエネルギー移動に加え、Ir-2 を介した Ir-1 から Ir-3 へのカスケード的なエネルギー移動が白色電界の形成に寄与していることがわかった。

Journal of Luminescence, **155** (2014) 368.

\* 大阪府立大学大学院工学研究科

\*\* 繊維・高分子科

## Novel 10,13-Disubstituted Dipyrido[3,2-a:2',3'-C]phenazines and Their Platinum(II) Complexes. Highly Luminescent ICT-Type Fluorophores Based on D-A-D Structures

重弘龍也\* 八木繁幸\* 前田壮志\*  
中澄博行\* 藤原秀樹\* 櫻井芳昭\*\*

ジピリド [3,2-a:2',3'-c] フェナジン (dppz) を基盤とする新規なドナー-アクセプター-ドナー (D-A-D) 型  $\pi$  共役分子を合成し、それらの発光特性について検討した。dppz の 10 位および 13 位に様々なアリール基を導入することによって D-A-D 型発色団の分子内電荷移動型遷移を調節することができ、発光特性を調節するこ

とができた。また、dppz のジイミン部位に白金(II)を配位させることによって分子内電荷移動が促進され、著しい発光の長波長化が認められた。

Tetrahedron Letters, **55**, (2014) 5195.

\* 大阪府立大学大学院工学研究科

\*\* 繊維・高分子科

## Novel Phosphorescent Platinum(II) Dipyrido[3,2-a:2',3'-C]phenazine Bis(Acetylide) Complexes Bearing Electron-Donating Components at the 2,7-Positions

重弘龍也\* 川井康裕\* 八木繁幸\*  
前田壮志\* 中澄博行\* 櫻井芳昭\*\*

2,7-位に電子供与性側鎖を有する新規なりん光性ジピリド [3,2-a:2',3'-c] フェナジン-ビス(フェニルアセチリド)-白金(II)錯体を合成した。これら錯体は、比較的強い橙色室温りん光を示した。一方、10,13-位に電子供与性側鎖を有する参照錯体は赤橙色の蛍光を示したことから、側鎖の導入位置はりん光発現に重要

であることがわかった。さらに、TD-DFT 計算から、2,7-位に導入した強い電子供与性側鎖は、発光性励起三重項状態の形成に重要な役割を果たすことわかった。

Chemistry Letters, **44**, 3 (2015) 288.

\* 大阪府立大学大学院工学研究科

\*\* 繊維・高分子科

## ポイントオブケア治療薬物モニタリングに向けた 紙製基板を用いた涙液ラマン分光法の可能性

横山萌恵\* 西村隆宏\* 山田憲嗣\*  
丁 熹勇\* 木戸倫子\* 櫻井芳昭\*\*  
大野ゆう子\*

患者のいるその場で行える治療薬物濃度のモニタリング (Therapeutic Drug Monitoring: TDM) は、安全で効果的な薬物治療のために有用である。採血不要で迅速な TDM を目指し、涙液を検体とする紙製基板を用いたラマン分光を検討している。この実現のためには、涙液中の薬物を同定できること、TDM に必要な感度を達成できること、紙製基板上の薬物を同定できることを明らかにする必要がある。シリコンコートガラス基

板上に滴下した人工涙液中の薬物をラマン分光で検出できること、涙液に分泌される濃度の薬物を検出する感度があること、紙に吸収された薬物がスペクトル分離により検出可能であることを実験により確認した。  
看護理工学会誌, **2**, 1 (2015) 25.

\* 大阪大学大学院医学系研究科

\*\* 繊維・高分子科

## ガス透過性防水シート — 除染廃棄物仮置場への適用 —

西村正樹\* 赤井智幸\*\* 嘉門雅史\*\*\*

ガス透過性防水シートは、遮水性とガス透過性を併せ持つ微多孔膜と、微多孔膜を保護・補強する不織布から成る 3 層構造の複合材料である。本シートは、環境省の除染等工事共通仕様書、除染廃棄物関係ガイドラインにおいて、除染により発生した廃棄物の仮置場 (除染廃棄物仮置場) の上部シートに使用される「通気性防水シート」としての要求性能を満たしており、環境省や現地自治体等の発注工事において、除染廃棄物

仮置場で実際に適用されている。ここでは、ガス透過性防水シートの特長を示すとともに、除染廃棄物仮置場における上部シートへの適用状況について述べた。  
地盤工学会誌, **62**, 7 (2014) 34.

\* 繊維・高分子科

\*\* 理事

\*\*\* 京都大学名誉教授

## 光分解性架橋剤の開発と易剥離粘着剤への応用

館 秀樹\* 陶山寛志\*\*

近年、国内外を問わず、使用後に容易に解体することができる設計や解体性の技術に大きな注目が集まっている。このような解体性材料は、リサイクルや環境、省エネルギー、省資源、製造プロセスの高効率化などの観点から、さらにニーズが高まることは明らかであり、要求に応じた性能設計が非常に重要である。しかしながら、その開発の歴史が浅く、また、解体性付与と初期物性との両立が非常に難しいため、解体性材料

の研究はあまり進んでいない。解体性材料の概要を述べるとともに、大阪府立大学と共同開発した新規な光分解性架橋剤について、開発背景やその特徴および解体性材料としての応用例などについて紹介した。  
コンバーテック, **43**, 6 (2015) 108.

\* 繊維・高分子科

\*\* 大阪府立大学高等教育機構

## Polymerization and Photodegradation of Crosslinkers Bearing Photolabile O-Methacryloyloxime Moieties

陶山寛志\* 舘 秀樹\*\*

解架橋は優れた機械的・熱的性質を有する架橋樹脂の劇的な物理化学的変化を引き起こす。そのため、架橋後に何らかの外部刺激により分解を引き起こすことができる架橋剤は、機能性材料の構成要素として非常に魅力的である。また、このような架橋剤は、架橋高分子のリサイクルの観点からも有用である。特に光照射による解架橋は、加熱分解のような基材ダメージを与えることなく、時間的および空間的な分解が非常

に容易という大きなメリットが存在する。本コミュニケーションでは、2官能および3官能光分解性架橋剤の特性と光分解挙動について報告した。

Journal of Photopolymer Science and Technology, **27**, 2 (2014) 231.

\* 大阪府立大学高等教育機構

\*\* 繊維・高分子科

## Novel Photolabile Crosslinkers Based on Oacyloxime Moiety

陶山寛志\* 舘 秀樹\*\*

解架橋は、優れた機械的・熱性質を有する架橋樹脂の劇的な物理化学変引き起こす。そのため、架橋後に何らかの方法で分解できる架橋剤は、機能性材料の構成要素として非常に魅力的である。また、このような架橋剤は架橋高分子のリサイクルの観点からも大変有用である。架橋後に解架橋が可能な分解性架橋剤は、架橋樹脂の劇的な物性変化を引き起こすことが期待でき

る。重合部位(アクリルまたはメタクリル基)と解架橋部位(O-アシルオキシム部位)を有する2種類の新しい光分解性架橋剤について、合成方法、重合および光分解特性について報告した。

RSC Advances, **5** (2015) 31506.

\* 大阪府立大学高等教育機構

\*\* 繊維・高分子科

## Development of Quantitative Evaluation Method of Hair Follicle Patterns for Identification of Leather Materials (Animal Species)

道志 智\*

日本では、家庭用品品質表示法により革製のかばん、衣料、手袋、家具において皮革素材(動物種)を表示することが義務付けられている。これまでは、革表面の毛穴配列と断面の繊維構造を顕微鏡で観察し、判別してきた。しかし、この方法は主観的な方法であり、正確に判別するためにはかなりの経験が必要である。そこで、客観的な皮革素材判別方法として点分布解析

による毛穴配列の定量評価方法を提案した。この方法を用いると、顕微鏡観察だけでは区別が難しい、羊革と山羊革を確実に判別できることをあきらかにした。

Proceedings of 10th Asia International Conference on Leather Science and Technology (2014)

\* 皮革試験所

## Development of Ru Complex-Incorporated MOF Photocatalyst for Hydrogen Production under Visible-Light Irradiation

鳥屋尾 隆\* 齋藤雅和\* 道志 智\*\*  
望月勝紀\*\*\* 岩田真叔\*\*\* 東村秀之\*\*\*  
堀内 悠\* 松岡雅也\*

有機リンカーとして bis(4'-(4-carboxyphenyl)-terpyridine) Ru(II) 錯体を用い, Ti ベースの MOF(Metal Organic Framework) を合成した (Ti-MOF-Ru(tpy)). この光触媒は電子ドナーを用いることで, 620 nm までの可視光照射下で水から水素を生成することができた. 620 nm の可視光を利用して水から水素を発生させた MOF 光触媒

としては世界でも初めての報告であった.  
Chemical Communications, **50** (2014) 6779.

\* 大阪府立大学大学院工学研究科

\*\* 皮革試験所

\*\*\* 住友化学株式会社

## Zeolitic Imidazolate Frameworks as Heterogeneous Catalysts for a One-Pot P-C Bond Formation Reaction via Knoevenagel Condensation and Phospha-Michael Addition

堀内 悠\* 鳥屋尾 隆\* 藤脇未伽\*  
道志 智\*\* Tae-Ho Kim\*\*\* 松岡雅也\*

Knoevenagel 縮合と phospha-Michael 付加反応によるワンポット P-C 結合形成において, ZIF-8 の不均一系触媒としての可能性を検討した. ワンポット反応は ZIF-8 触媒上で効率よく進行し, 非常に高い選択性で目的の有機リン化合物を得た. ZIF-8 の骨格構造は 2-メチルイミダゾールアニオン由来の塩基点と Zn<sup>2+</sup> カチオン由来のルイス酸点の両方を有しており, ワンポッ

ト反応の進行に有利であることがわかった. さらに, ZIF-8 触媒は繰り返し利用しても選択性と活性は大きく低下することはなかった.

RSC Advances, **5** (2015) 24687.

\* 大阪府立大学大学院工学研究科

\*\* 皮革試験所

\*\*\* Sun Moon University

## Immobilization of Cu Complex into Zr-Based MOF with Bipyridine Units for Heterogeneous Selective Oxidation

鳥屋尾 隆\* 宮原謙太\* 藤脇未伽\*  
Tae-Ho Kim\*\* 道志 智\*\*\* 堀内 悠\*  
松岡雅也\*

CuBr<sub>2</sub> を用いてポストシンセシス法により Zr ベースの金属-有機構造体 (Zr-MOF-bpy) に Cu 種を担持した. 種々の構造解析により, Cu 種はビピリジンの 2 つの N 原子と CuBr<sub>2</sub> の 2 つの Br 原子が配位する形で担持されていることを明らかにした. また, シクロオクテンの選択酸化反応を検討したところ, 高い触媒活性とシクロオクテンオキシサイドへの高い選択性を示した. さら

に, 繰り返し利用しても, 活性, 選択性とも低下することはなかった.

The Journal of Physical Chemistry C, **119** (2015) 8131.

\* 大阪府立大学大学院工学研究科

\*\* Sun Moon University

\*\*\* 皮革試験所



## 高機能性革の開発

稲次俊敬\* 奥村 章\* 田原 充\*  
道志 智\*

革本来の透湿性や吸湿性を損なうことなく、また、天然皮革独特の柔軟性に優れ、かつ高い染色堅ろう性を持った黒色染色革の開発を目的に研究を行った。その結果、市販モノアルキルリン酸エステルを加脂剤として使用して、吸・透湿性を低下させずに耐水性や柔軟性などを向上させることができた。さらに、リン酸化染料と可溶性硫化染料を併用した黒色染色革の摩擦

堅ろう度は3~4級程度とやや低かったが、アルカリ性汗試験、洗濯試験、耐光性などは4~5級と優れていた。この染色革を加熱処理しても、6価クロムは全く検出されなかった。

環境対応革開発実用化事業報告書(2015)41.

\* 皮革試験所

## 正倉院宝物特別調査 毛材質調査報告

竹之内一昭\* 奥村 章\*\* 福永重治\*\*\*  
向久保健蔵\*\*\*\* 実森康宏\*\*\*\*\* Jorie Johnson\*\*\*\*\*  
本出ますみ\*\*\*\*\*

正倉院に収蔵されている動物毛を使用した宝物の特別材質調査の委嘱を受け、筆18本、伎楽面46面、毛氈43点、その他(塵尾、鞆、障泥、鞆など)、総数117点について、毛材質を中心に、構造や技法などの調査を行なった。主な調査結果は、当所の保有技術により、多数の未調査宝物の毛材質判定ができた、また、これまでの調査結果を再確認あるいは訂正できた。さらに、筆の構造や花氈の文様技法が推測・判明できたなどの成果を得た。

正倉院紀要, 37 (2014) 1.

\* 元北海道大学農学研究科

\*\* 皮革試験所

\*\*\* 北海道大学農学研究科

\*\*\*\* 文学堂製筆株式会社

\*\*\*\*\* 実森誠実堂

\*\*\*\*\* 京都造形芸術大学

\*\*\*\*\* スピナッツ



# 口頭発表概要

(2014.7.1 ~ 2015.6.30)



### Preparation and Application of Polyimide Particles

31st International Conference of Photopolymer Science and Technology(ICPST-31)(Chiba, Japan)(26.7.9)

○浅尾勝哉

ポリイミドは最も耐熱性に優れた高分子材料のひとつで、スーパーエンジニアリングプラスチックの代名詞となっている。ポリイミドは耐熱性だけでなく、機械的性質、電気的性質、耐薬品性や難燃性にも優れ、過酷な条件下でも使用可能であり、無くてはならない高分子材料の一つである。また、ポリイミドは微細化しても素材としての優れた物性を損なわず、汎用高分子の粒子では用いることのできない信頼性や耐久性を要する用途での利用が期待されている。本発表ではポリイミド粒子の合成方法、粒子径の制御および機能化について発表した。

### ポリイミド粒子の開発

兵庫県立工業技術センター & 関西広域連合公設試験研究機関研究成果発表会(神戸市)(26.10.27)

○浅尾勝哉, 中橋明子

ポリイミドは耐熱性、機械的性質、電気的性質、耐薬品性や難燃性に優れ、過酷な条件下でも使用可能であり、無くてはならない高分子材料の一つである。また、ポリイミドは微細化しても素材としての優れた物性を損なわず、汎用高分子粒子では用いることのできない信頼性や耐久性を要する用途での利用が期待されている。ポリイミド粒子の合成方法、機能化や複合化について報告した。

### Temperature Effect on Strength of Aluminum Based High Thermal Conductive Composites Containing VGCF-CNT Filler

Asian-Pacific Conference on Fracture and Strength 2014 and the International Conference on Structural Integrity and Failure (Sydney, Australia)(26.12.10)

垣辻 篤, ○他

アルミニウムをマトリックスとし、気相成長カーボンファイバー(VGCF)ならびにカーボンナノチューブ(CNT)を組織制御しつつハイブリッド分散させることにより、VGCF配向方向の熱伝導率がアルミニウムと比較して3倍以上に向上した高熱伝導材料を開発した。この複合材料の配向方向、配向と鉛直方向ならびに繊維積層方向の3方向についての室温から400℃までの熱伝導率ならびに引張り試験を行い、引張り強さならびに熱伝導率の方位依存性および試験温度依存性について明らかにした結果を報告した。

### チタンバッファを用いたシリコン基板上に成長したダイヤモンドライクカーボン

第75回応用物理学会秋季学術講演会(札幌市)(26.9.17)  
松永 崇, ○他

優れた生体親和性を示すチタンへのダイヤモンドライクカーボン(DLC)のコーティングを試みた。シリコン基板上の表面粗さの異なるチタン薄膜上へのDLCの積層を行った。Ti層の膜厚が厚くなると、Ti層の表面粗さが粗くなった。また、チタンとDLCの界面にテトラメチルシランを緩衝膜として用いた。スクラッチ試験機を用いて、チタン表面粗さと緩衝膜がDLC膜に与える影響を調べたところ、緩衝膜を50nm程度積層すると密着性が向上することがわかった。

### 各種成膜法により形成したDLC膜の密着性(1) ー公設試験連携DLCランドロビンテスト：ロックウェル圧痕試験ー

表面技術協会第130回講演大会(京都市)(26.9.22)

松永 崇, 三浦健一, 小島淳平, ○他

産技連・製造プロセス部会・表面技術分科会では、平成24年度に公設試のDLC技術に関する連携と向上を目的として、産技連技術向上支援事業「ものづくりに向けたDLCコーティング評価法の検討」を実施した。平成25年度は、その事業の継続性が認められ「DLC密着性評価方法の検討」へと発展した。その中で、ロックウェル圧痕試験を行なった結果、密着性と膜の圧縮残留応力の関りに相関は認められなかった。一方、GDSにより膜/基板界面の組成分析を行った結果、低い密着性を示した試料の界面からはH, O, OHが多く検出されたことから、基板の洗浄不足や酸化皮膜の除去が不十分であったことが低い密着性を示した原因と考えられた。

### 大阪府立産業技術総合研究所の活動紹介と企業連携支援について

SIP異方性カスタム拠点キックオフ公開シンポジウム(吹田市)(27.5.19)

○山口勝己, 中本貴之, 木村貴広

SIP研究開発プログラム「三次元異方性カスタマイズ化設計・付加製造拠点の構築と地域実証」におけるH26年度研究成果について、キックオフ公開シンポジウムで報告した。当所の紹介、活動内容に始まり、H26年度の広報・啓蒙活動、企業の抱える課題集約、アルミ合金の特性における異方性などについて報告した。

### カーボンナノチューブの物性評価手法の研究・開発

Nanotech 2015 第14回国際ナノテクノロジー総合展・技術会議(東京都)(27.1.28)

○渡辺義人,長谷川泰則,中島陽一,園村浩介,尾崎友厚,他

太陽日酸株式会社との共同研究を通じてカーボンナノチューブの評価技術の研究・開発を実施しており,当所の取り組みを紹介した.シリコン基板上に垂直方向に垂直配向したカーボンナノチューブ(CNT)を対象として,顕微ラマン分光光度計による結晶性の評価および,走査電子顕微鏡によるCNTの高さの計測,形状の観察,走査透過電子顕微鏡(STEM)によるCNTの層数評価,ICP発光分析による不純物量の評価を実施した.垂直方向のG/D比の値の変化を調べた結果,0.9~1.0程度であり,大きな変動は見られなかった.STEMによる観察の結果,層数は7~13層の範囲であった.

### 繊維および関連製品のトラブル原因解析概論

産技研技術セミナー(和泉市)(27.1.29)

○浅澤英夫

繊維およびその関連製品の典型的な事故事例から,その原因と解析方法を解説し,対策防止法を講演した.具体的には繊維製品の変色で多様な事故事例を述べた.セルロース繊維の劣化により染料や蛍光染料が還元されることによる退色や,汗により含金染料から金属元素が引き抜かれることによる退色の事故事例とそのメカニズム,解析方法を説明した.また,染料の分子構造崩壊より退色する以外に,キレート生成など分子構造合成による変色についても説明した.これらの知見から対策防止方法も説明した.

### 繊維の吸水性を読み解くーそれを生かしたモノづくりー

2014 大阪・泉州テキスタイル・ファッション・コンシェルジュ展(東京都)(26.10.17)

○宮崎克彦

大阪繊維産地のものづくりメーカーが合同で出展する展示会において開催されるセミナーにて,来場者を対象に講演を行った.タオル製品の吸水性,市販タオルの吸水性データベース,吸水性試験方法,綿繊維の精練と吸水性発現,人間工学的視点で行ったタオルの実験,やわらかさに関するモニターテスト,やわらかく吸水性の良い製品設計など,総合的内容についてを紹介した.

### 産技研の活用事例について

大阪タオル工業組合青年部産地懇談会(泉佐野市)(26.11.8)

○宮崎克彦

タオル製造業に対する当所の技術支援事例(タオル製品のデータベース化)を交えながら,クレーム解析のポイント,蛍光X線分析装置,フーリエ変換分析装置などの原理,測定事例について講演を行った.

### ファイバーレーザを用いたアルミ,ステンレス,銅のマイクロ溶接技術

産技研技術交流会(大阪市)(26.9.2)

○萩野秀樹

近年,電子機器,医療機器などでは装置や部品の小型化が進んでおり,溶接・接合に関しても小さな部品を接合したいというニーズが高まっている.微細接合を実現する方法としては,小さなスポットに集光できるレーザを用いた接合方法が有力な手法であり,中でもファイバーレーザは数10 $\mu\text{m}$ のスポットに集光することができ,微細接合に適したレーザである.ファイバーレーザを用いてステンレス,アルミニウム,銅の同種材料の溶接とステンレスとアルミニウムの溶接といった異種材料の組み合わせでのレーザ溶接結果について紹介した.

### 大阪府産技研におけるファイバーレーザを用いた加工技術

西淀川区ものづくり技術支援セミナー(大阪市)(27.4.28)

○萩野秀樹

当所の紹介および当所の金属分野における技術支援の紹介,ファイバーレーザ微細加工装置の紹介と装置を用いた加工事例の紹介を行った.加工事例の中では特にレーザ穴あけ,レーザ彫刻を取り上げ詳細に説明した.また,研究として取り組んでいるステンレス鋼,アルミニウム,銅の同種材料の溶接および銅とアルミニウムの溶接などの異種材料のレーザ溶接の成果についても紹介した.

### レーザ表面処理の現状と展望

レーザプラットフォーム協議会回フォーラム(茨木市)(27.6.17)

○萩野秀樹

レーザ表面処理の現状と展望について講演した.主にレーザ焼入れとレーザクラディングについて述べた.レーザ焼入れでは品質保証が重要であり,レーザ照射時の試料の温度管理が品質保証の手段として検討され,研究が行われていることを紹介した.また,レー

ザクラディングでは共同研究で得られたデータの一部について紹介するとともに最新の装置の構成や特徴について紹介した。また、昨年参加したアメリカでの国際会議で発表されていた割れやポロシティ(気孔)といった欠陥に対する対策について取り組まれている研究を紹介した。その他、レーザ合金化やレーザ彫刻などの表面処理についても紹介した。

#### 軸付電着ダイヤモンド砥石の放電ツルーイングー超音波振動付与によるダイヤモンドの加工速度向上に関する検討ー

電気加工学会全国大会(新潟市)(26.12.4)

○渡邊幸司, 柳田大祐, 南 久

これまでに小径の軸付電着ダイヤモンド砥石の放電ツルーイングについて検討し、突出したダイヤモンド砥粒の先端部のみを放電加工により除去することで、砥粒突き出し高さを均一化できることを報告している。しかし、ダイヤモンドの加工速度の低いことが、放電ツルーイングを実用化する上での課題となっている。ツルーイングの高能率化を目的として、ダイヤモンドに超音波振動を付与しながら加工を行う超音波放電加工法について検討した。その結果、周波数による顕著な差は見られないが、振幅が2 $\mu\text{m}$ 程度の振動を付加することで、加工速度が向上することがわかった。

#### 薄膜フッ素コーティングによる金型の離型性向上

ビジネス・エンカレッジ・フェア 2014(大阪市)(26.12.9)

○渡邊幸司, 南 久, 奥村俊彦, 他

携帯電話などの液晶画面を保護するための粘着剤付きフィルムを切断するための刃物に対して、切断性能の向上と耐久性の改善が強く求められている。また、プラスチックやゴムの成形においても、金型の離型性を向上させる表面処理技術が求められている。一方、撥水性・撥油性に優れた薄膜フッ素コーティングは、処理温度が低く膜厚が薄いため、金型や刃物の形状精度を低下させることなく、切れ味や離型性を向上できる可能性がある。粘着剤付きフィルム切断用刃物やエラストマー樹脂成形金型に薄膜フッ素コーティングを施した場合の性能を評価した結果、切れ味や離型性が向上することがわかった。

#### 電着ダイヤモンド砥石の放電ツルーイング

電気鍍金研究会(大阪市)(27.6.3)

○渡邊幸司, 南 久, 柳田大祐

めっき製法で作製されている電着ダイヤモンド砥石は、ものづくりの現場で広く利用されているが、切れ

刃高さを揃えるためのツルーイング法がないため、高精度加工には適用されていない。通常では放電加工できないダイヤモンド砥粒を直接放電加工する技術を開発し、電着ダイヤモンド砥石のツルーイングに応用することで、電着砥石を用いた際の研削加工精度を向上させることができた。ダイヤモンドの放電加工原理と放電ツルーイングの有効性について、これまでの研究成果をまとめて報告し、技術普及に努めた。

#### Surface Hardening of Titanium by Laser Surface Alloying Using Polyvinyl Alcohol Film

ICALEO(International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics) 2014(San Diego, USA)(26.10.21)

○山口拓人, 萩野秀樹, 他

チタンおよびチタン合金は高い比強度や耐食性に優れるといった種々の利点を有し、航空機材料や生体材料など幅広い分野で利用されている。しかし、チタンは耐摩耗性に乏しいという欠点があり、摩耗環境下での使用には制約がある。チタンの耐摩耗性の向上を目的として、レーザ合金化プロセスの開発を行った。チタン表面にレーザ光透過性の樹脂を付着させレーザを照射すると、チタン/樹脂の界面で樹脂の熱分解生成物とチタン基材とが反応することで、表面に非常に硬質なチタン系セラミックスの皮膜が形成されることを見出した。ここで開発した手法および改質層の組織、硬さ、摩耗特性について調べた結果について報告した。

#### 超純水を用いた焼結ダイヤモンドの放電加工

電気加工学会全国大会(新潟市)(26.12.4)

○柳田大祐, 南 久, 渡邊幸司

これまでに、焼結ダイヤモンド(PCD)の放電加工について検討し、非導体であるダイヤモンド粒子を直接放電加工することで、高精度な加工が行えることを示してきた。PCD上に形成される熱分解カーボンや工具電極材料は、ダイヤモンド粒子を加工する上で必要不可欠であるが、形成量が多くなるとPCDの加工速度を低下させる原因にもなる。PCDの放電加工速度の向上を目的として、熱分解カーボンが生成されない加工液として超純水を用いた放電加工について検討した。その結果、放電加工油を用いた場合に比べて、加工速度、電極消耗率を改善することができた。

#### サーボプレスによるセパレータの高精度成形技術の開発

○白川信彦

サーボプレスのモーション制御を適用した温間成形

により高精度化を達成した金属セパレータの開発について、戦略的基盤技術高度化支援事業での取り組みと、それに引き続いて実施した共同研究において得られた成果の一部を報告した。特に、開発した「温度勾配付与プレス成形技術」について、プレスモーションと素板の加熱温度、素板の加熱ムラの影響、クッション力の設定について詳細に検討し、SUS316L-BA材を対象にして平坦度の高い高精度のセパレータが得られる条件を明らかにした。また、この金属セパレータを使用した固体高分子形燃料電池の発電実験の様子を紹介した。

#### 大阪府立産技研における金属粉末レーザー積層造形法を活用したものづくりと研究開発

日本金属学会分科会シンポジウム(東京都)(26.9.12)

○中本貴之

当所では、炭酸ガスレーザーを搭載した金属粉末積層造形装置を用いて、鋼系粉末やチタン系粉末など種々の粉末材料を用いた造形技術の開発に取り組んできた。また最近、ファイバーレーザーを搭載した同装置を新たに導入し、アルミニウム系粉末の造形技術の開発も始めている。これらの取り組みから、金属造形技術は、造形物内部の機能制御(材質制御および構造制御)技術として利用できることがわかってきている。当所における取り組みの中から、機能制御技術としての金属造形の活用事例を中心に紹介した。

#### 金属系材料の3Dプリンティングの現状と将来

日本金属学会秋期講演大会(名古屋市)(26.9.26)

○中本貴之, 木村貴広, 白川信彦

3Dプリンティングは、製品に関するCADモデルから複雑な3次元形状を迅速に造形できる加工法であり、ASTM Internationalの規格では、工法により7つのカテゴリーに分類され、総称して付加製造(Additive Manufacturing; AM)と呼ばれている。当所では長年にわたり、種々の金属粉末を用いた造形技術の開発に取り組んでいる。金属系材料のAM技術の原理と特徴、造形物の事例ならびに当所における取り組みについて紹介した。また、本技術の現状と将来展望についても報告した。

#### レーザービーム積層造形法を用いたCo-Cr-Mo合金の力学機能の任意設計

日本金属学会秋期講演大会(名古屋市)(26.9.26)

中本貴之, 木村貴広, ○他

任意三次元構造体の造形を得意とするレーザービーム

積層造形法を用い、骨インプラト用材料の構造体化による任意の力学機能異方化設計を試みた。緻密部と原料粉末ままの要素の組み合わせに特化し(Powder/Solid複合構造体)、計算により見積もった種々の力学機能を有する構造を設計した。Co-Cr-Mo合金粉を用いて造形したPowder/Solid複合構造体のヤング率は、荷重方向に3要素が直列に連結した「柱」構造により主に制御されており、同一構造体内での柱の数を変化させることで異方性制御が実現した。

#### レーザー積層造形法により作製したTi/ZrおよびTNTZ/Zr複合材の組織

日本金属学会秋期講演大会(名古屋市)(26.9.26)

中本貴之, 木村貴広, ○他

TNTZ(Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr)合金は低ヤング率を有し、骨プレート材としての利用が期待されている。しかし、TNTZ合金を抜去可能な骨プレートに応用するには、骨形成を抑制する表面を付与する必要がある。そこで、生体不活性な金属であり、リン酸カルシウムの形成を抑制するZrに着目し、積層造形法によりZr層の形成を試みた。その結果、積層数1層分の造形では、ZrがTNTZ合金プレートと合金化し純Zr層を形成させることができなかったが、積層表面付近ではZr濃度が高くなることがわかった。

#### 金属粉末レーザー積層造形法を活用した研究開発

次世代ものづくり基盤技術産業展 TECH Biz EXP0 2014(名古屋市)(26.10.22)

○中本貴之

当所では200W級の炭酸ガスレーザーおよび400W級のファイバーレーザーを搭載した金属粉末積層造形装置2台を所有しており、ものづくり企業の技術支援を行っている。その中で、さまざまな企業ニーズに応えるため、種々の粉末材料を用いた造形技術の開発に取り組んできた。これらの取り組みの中から、金型や機械部品への展開を目指した鋼系粉末による造形物の高密度化・高強度化技術、生体インプラントへの適用を目指したチタン系粉末による低弾性率多孔体の開発などを中心にくつつかの事例を紹介した。

#### レーザー積層造形法を利用したTi-6Al-7Nb多孔体の力学特性の異方性制御

粉体粉末冶金協会秋季大会(吹田市)(26.10.30)

○中本貴之, 木村貴広, 吉川忠作, 白川信彦, 他

骨と同程度の低弾性率かつ骨よりも高強度で力学特性の異方性を制御したインプラントの提供を目指して、



面内の異方性の小さいハニカム構造体の内部に、ハニカムの面間を補強する位置に種々の水平梁(角柱)を導入したモデルを設計した。Ti-6Al-7Nb 粉末を用いて構造体を積層造形し、梁と平行および垂直方向の力学特性の変化を調査した結果、一方向にのみ梁を導入したモデルでは、梁と垂直方向の弾性率をほとんど変化させることなく、梁と平行方向の弾性率を梁の本数および梁の断面積に比例して制御できることがわかった。

### 三次元積層造形法を用いて作製した生体用高クロム高窒素含有コバルト合金多孔体の機械的性質に対する熱処理の影響

粉体粉末冶金協会秋季大会(吹田市)(26.10.30)

中本貴之, 木村貴広, ○他

皮質骨と同等の弾性率を有する多孔体として、三次元積層造形法により3次元に直交するポアチャンネルを有する高クロム高窒素含有コバルト合金多孔体を作製し、さらに熱処理を施すことにより、強度の向上を図ることを目的とした。その結果、皮質骨と同程度の弾性率を有する多孔体の作製に成功した。また、熱処理を施すことにより多孔体の強度を上昇させることが可能であった。一方で多孔体の弾性率も熱処理により上昇した。気孔率は熱処理前後で変化していないことから、弾性率の上昇は組織変化に起因するものと考えられる。

### レーザ積層造形法により作製した高クロム高窒素含有Co-Cr-Mo合金の疲労特性に及ぼす熱処理の影響

粉体粉末冶金協会秋季大会(吹田市)(26.10.30)

中本貴之, 木村貴広, ○他

これまでに、高クロム高窒素コバルトクロム合金の造形まま材では疲労特性に異方性が存在することを明らかにしている。本造形物への熱処理の有効性を調べた結果、熱処理することで、組織の微細化およびレーザ積層造形中に形成される組織異方性を除去することが可能であった。疲労試験の結果、90°材では熱処理を施した場合に低サイクル疲労強度および高サイクル疲労強度がともに造形まま材に比べて上昇した。また、熱処理を施した0°材と90°材では疲労特性の異方性が存在せず、造形まま材と大きく異なることがわかった。

### レーザ積層造形法を用いた銅合金の作製

粉体粉末冶金協会秋季大会(吹田市)(26.10.30)

中本貴之, 木村貴広, ○他

炭酸ガスレーザよりも波長が短く、また出力が大きいファイバーレーザを用いて銅合金の積層造形を行い、

その組織と機械的性質について調べた。X線回折により造形体の相構成を調べた結果、fcc構造に由来する回折ピークが観察された。積層方向に対して垂直な断面から得られた回折パターンと銅合金粉末から得られたパターンを比較すると、明瞭な結晶配向は認められなかった。また引張試験の結果、20%以上の伸びを示す銅合金造形体を作製可能であることがわかった。

### 金属粉末ラピッドプロトタイプング

東大阪市モノづくり開発研究会(和泉市)(26.11.12)

○中本貴之

最近3Dプリンターと称して話題になっている金属粉末ラピッドプロトタイプング(積層造形)技術の原理、特徴、造形事例、将来展望について解説した。また、各メーカーの金属粉末積層造形装置の特徴、技術動向についても詳述する。さらに、当所における金属粉末レーザ積層造形技術に関するこれまでの取組みとして、鉄系粉末材料および非鉄系粉末材料それぞれの造形技術開発事例についても紹介した。

### Microstructures and Hardness of Ti/Zr and TNTZ/Zr Composite Materials Fabricated by Selective Laser Melting

The 5th International Symposium on Advanced Materials Development and Integration of Novel Structural Metallic and Inorganic Materials(AMDI-5) with 6th IBB Frontier Symposium (Tokyo, Japan)(26.11.19)

中本貴之, 木村貴広, ○他

TNTZ(Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr)合金は低ヤング率を有し、骨プレート材としての利用が期待されている。しかし、TNTZ合金を抜去可能な骨プレートに応用するには、骨形成を抑制する表面を付与する必要がある。そこで、生体不活性な金属でありリン酸カルシウムの形成を抑制するZrに着目し、積層造形法によりZr層の形成を試みた。その結果、積層数1層分の造形では、ZrがTNTZ合金プレートと合金化し純Zr層を形成させることができなかったが、積層表面付近ではZr濃度が高くなることがわかった。

### 積層造形法に適した貴金属粉末の開発

国際粉体工業展東京2014(東京都)(26.11.26)

中本貴之, 白川信彦, 木村貴広, ○他

田中貴金属工業は、2004年に白金基金属ガラスの組成で特許を取得しているが、この度独自の加工設備を用いて粒径や流動性などを調整することで、既存の粉末焼結式積層法に用いられる3Dプリンター装置で使用可能な白金基金属ガラスの粉体化に世界で初めて成

功した。また、当所との共同研究において、粉末の材質および形状に適したレーザー照射条件を探索することにより、白金基金属ガラス、イリジウム添加ニッケル基金属、白金の各造形物の作製に成功した。

#### 金属粉末積層造形法を利用したモノづくり技術開発

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(26.12.5)

○中本貴之

当所では、金属粉末レーザー積層造形装置をいち早く導入し、各種金属材料に対する研究開発を行ってきた。それらの中から、金型や機械部品への展開を目指した鋼系粉末ならびに、プロジェクト研究にて取り組んでいる生体インプラントへの適用を目指したチタン系粉末による低弾性率多孔体の開発など、いくつかの例を紹介した。

#### 金属粉末床溶融結合法 (Powder bed fusion) を利用した研究開発

Additive Manufacturing シンポジウム(東京都)(27.1.23)

○中本貴之

当所では炭酸ガスレーザーを搭載した Additive Manufacturing(AM) 装置 (EOSINT-M250) とファイバーレーザーを搭載した AM 装置 (EOSINT-M280) を導入し、炭素鋼、合金鋼などの鋼系粉末や、チタン系粉末、アルミニウム系粉末など種々の粉末材料を用いた造形技術の開発に取り組んできた。これらの取組みから、金属 AM 技術は造形物内部の機能制御(材質制御および構造制御)技術として利用できることがわかってきている。機能制御技術としての AM の活用事例を中心に紹介した。

#### 新規骨インプラント開発のための積層造形法による異方性 Co-Cr-Mo 合金構造体の設計

日本鉄鋼協会・日本金属学会関西支部材料開発研究会(吹田市)(27.1.23)

中本貴之, 木村貴広, ○他

金属積層造形法は構造・材質制御のための極めて有効な構造体化法であり、構造設計は CAD モデルに基づき、材質設計は熱流の優先分布に基づき制御可能となる。種々の異方性をもつ生体組織へのインプラント材料の適用を目指して、レーザービーム積層造形法を用い、構造パラメータに重点を置いた Co-Cr-Mo 合金製構造体の異方性構造・機能設計を試みた。構造体の力学機能の異方性は主に、荷重軸方向に連結した「柱」構造の有無と数によって支配され、低ヤング率化には凝固部要素の斜め方向への連結が有効であることが示

された。

#### 金属粉末積層造形法を活用した研究開発

AM ソリューションセミナー(東京都)(27.1.30)

○中本貴之

当所では約 15 年前に EOS 製の金属粉末積層造形装置 (EOSINT-M250) を導入し、さらに 2 年前には最新の装置 (EOSINT-M280) も導入し、ものづくり企業の技術支援に活用している。その中で、さまざまな企業ニーズに応えるため、種々の粉末材料を用いた造形技術の開発に取り組んできた。これらの取組みの中から、金型や機械部品への展開を目指した鋼系粉末による造形物の高密度化・高強度化技術、生体インプラントへの適用を目指したチタン系粉末による低弾性率多孔体の開発などを中心にいくつかの事例を紹介した。

#### 大阪府立産技研における金属粉末積層造形法を活用した研究開発

産業技術連携推進会議製造プロセス部会総会(つくば市)(27.2.5)

○中本貴之

当所は約 15 年間にわたり金属粉末積層造形法を活用した技術支援および研究開発を続けてきた。最近では 3D プリンターのブームも重なり、全国から多数の問い合わせを受けて多忙な状況にある。本講演会は全国の公設試の造形担当者が集まる会であり、その中で、数少ない金属造形装置を所有する公設試として、これまでの取組み、現状の課題、今後の展開について詳述した。

#### 金属系 3D プリンターを活用したものづくりと公設試としての取組み

製造業のための今求められる 3 次元 CAD/CAM3D プリンター活用 EXPO(名古屋市)(27.2.13)

○中本貴之

当所は金属系 3D プリンター(金属粉末レーザー積層造形装置)を活用して、公設試としてものづくり企業の技術支援を行ってきた。その中で、さまざまな企業ニーズに応えるため、種々の粉末材料を用いた造形技術の研究開発に取り組んでいる。金属系 3D プリンティングの特徴・造形事例などの概論と、当所における鋼系・チタン系・アルミニウム系粉末などを用いた造形技術の研究事例について紹介した。

#### レーザー積層造形法における力学特性制御

日本金属学会東海支部・日本鉄鋼協会東海支部学術討論会(名古屋市)(27.2.23)

## ○中本貴之

金属粉末レーザー積層造形技術は、造形物内部の機能制御(材質制御および構造制御)技術として利用できる。当所におけるこれまでの取り組みの中から、機能制御技術としての金属造形の活用事例を中心に紹介した。炭素鋼では、投入エネルギー密度による金属組織および機械的性質の制御技術について述べた。アルミニウム合金では、金属組織微細化と機械的性質の関係について述べた。また、チタン合金では、構造制御による骨に類似した弾性率の異方性制御技術について述べた。

### レーザー積層造形法によるものづくりと種々の金属粉末を用いた造形技術の研究開発

塑性加工技術フォーラム(東京都)(27.3.6)

## ○中本貴之

金属粉末レーザー積層造形技術の特徴、造形事例ならびに技術動向について解説した。当所ではさまざまな企業ニーズに応えるため、鋼系粉末、チタン系粉末、アルミニウム系粉末など種々の金属粉末を用いた造形技術開発に取り組んでおり、それらについて紹介した。特に、金型や機械部品への展開を目指した鋼系粉末による造形物の高密度化・高強度化技術の開発では、プレス金型への適用性について検討しており、その結果も報告した。

### レーザービーム積層造形法を利用した Co-Cr-Mo 合金製構造体の異方性設計とその力学機能

日本金属学会春期講演大会(東京都)(27.3.20)

中本貴之, 木村貴広, ○他

レーザービーム積層造形法を用い、構造パラメータに重点を置いた Co-Cr-Mo 合金製構造体の異方性構造・機能設計を試みた。構造体の力学機能の異方性は主に、荷重軸方向に連結した「柱」構造の有無と数によって支配され、低ヤング率化には凝固部要素の斜め方向への連結が有効であることが示された。こうした連結部では応力集中による局所的な塑性変形によりひずみ誘起  $\gamma \rightarrow \epsilon$  変態を生じ、材質パラメータによる力学機能の改善が期待された。

### レーザー積層造形法を用いた生体用高クロム高窒素含有コバルト合金多孔体の作製と評価

日本金属学会春期講演大会(東京都)(27.3.20)

中本貴之, 木村貴広, ○他

皮質骨と同等の弾性率を有する多孔体として、三次元積層造形法により3次元に直交するポアチャンネルを

有するコバルトクロム合金多孔体を作製し、さらに熱処理を施すことにより、強度の向上を図ることを目的とした。多孔体の気孔率は熱処理前後で変化がなかった。また熱処理を施すことにより多孔体の曲げ強さを上昇させることが可能であった。一方で多孔体の弾性率も熱処理により上昇しており、粉末積層方向に沿って伸長するセル状デンドライト組織の異方性の消失に起因するものと考えられる。

### レーザー積層造形した Co-33Cr-5Mo-0.4N 合金の疲労特性に及ぼす熱処理の影響

日本金属学会春期講演大会(東京都)(27.3.20)

中本貴之, 木村貴広, ○他

積層造形法は任意形状を歩留まりよく成形できるため、歯科鑄造法に替わる新たな歯科補綴物作製プロセスとして注目されている。積層造形したコバルト合金(Co-33Cr-5Mo-0.4N 合金)に熱処理を施すことで、組織異方性を除去すると同時に組織の微細化を行い、疲労特性の改善を試みた。熱処理後の試験片では低サイクルおよび高サイクル疲労強度ともに、造形まま材に比べて上昇した。また熱処理を施した0°材と90°材の結果から、疲労特性の異方性は存在せず、造形まま材の場合と大きく異なることがわかった。

### レーザー積層造形技術を利用した金属部材の研究開発

日本塑性加工学会中国四国支部総会および塑性加工研究会(岡山市)(27.4.13)

## ○中本貴之

金属粉末レーザー積層造形技術の特徴、造形事例ならびに技術動向について解説した。当所ではさまざまな企業ニーズに応えるため、鋼系粉末、チタン系粉末、アルミニウム系粉末など種々の金属粉末を用いた造形技術開発に取り組んでおり、それらについて紹介した。特に、金型や機械部品への展開を目指した鋼系粉末による造形物の高密度化・高強度化技術の開発では、プレス金型への適用性について検討しており、その結果も報告した。

### 金属系 3D プリンティングが拓く新たなものづくり

TMC 技術研修会(大阪市)(27.4.22)

## ○中本貴之

3D プリンティングは製品に関する CAD モデルから複雑な3次元形状を迅速に造形できる加工法であり、近年 Additive Manufacturing(AM)とも呼ばれている。特に金属系 3D プリンティングは、工業分野では金型、機械部品の試作・開発や小ロット部品の迅速な製造技

術として、また医療分野ではテーラーメイドの各種インプラントを作製できる技術として注目されている。本工法の特徴と造形事例、ならびに当所にて取り組んできた種々の金属粉末による造形技術の研究開発について紹介した。

### 積層造形法を用いた構造制御によるチタン合金の異方的力学機能設計

軽金属学会春期大会 (仙台市) (27.5.17)

中本貴之, 木村貴広, ○他

異方性と低弾性率を同時発現するインプラント用部材の創成のため、電子ビーム積層造形 (EBM) 法を用いた構造・機能制御を試みた。1辺3 mmの立方体要素27個から構成された1辺10 mmの立方体を設計した。各要素に、電子線照射の凝固部もしくは電子線未照射の粉末部を配置した。その結果、緻密部と粉末部からなる複合体化により、骨類似の低ヤング率からTi-6Al-4Vの緻密体の値である約110 GPaまでの広い幅を持つヤング率の制御化を達成した。その数値ならびに異方性は、複合則での計算結果と良く一致した。

### 白金基金属ガラスのレーザ積層造形

粉体粉末冶金協会春季大会 (東京都) (27.5.26)

○中本貴之, 木村貴広, 白川信彦, 他

白金基金属ガラスは通常、銅鋳型鋳造法で作製されており、急冷可能な金属製鋳型を複雑形状に加工することが難しいため、形状の自由度およびサイズに限度があった。そこで、金属粉末レーザ積層造形法に着目し、レーザ照射条件の最適化により、空隙がほとんど認められない緻密な造形物が得られた。X線回折の結果、粉末および造形物ともに明確な結晶相のピークは認められず、非晶質に特有のハローパターンのみが現れた。またDSC測定の結果からも、両者ともにほぼ等しいガラス遷移温度および結晶化開始温度を有することを確認した。

### レーザ積層造形法を用いた凝固部/粉末部の配置制御によるCo-Cr-Mo合金の力学機能異方性設計

粉体粉末冶金協会春季大会 (東京都) (27.5.26)

中本貴之, 木村貴広, ○他

生体骨の階層構造を模倣した金属凝固部と金属粉末充填部から構成される複合構造体を設計し、凝固部要素・粉末部要素の配置を制御することで力学機能やその異方性の任意制御を目指した。レーザ積層造形法により緻密部と粉末部からなる複合体を造形した結果、骨に近い弾性率から緻密体の弾性率まで広い幅を持つ

弾性率の制御に成功した。さらに熱処理により構成相の改変を行うことで弾性率や耐力値、延性といった力学機能の制御が可能となった。すなわち、本手法・本構造体が構造パラメータと材質パラメータの協調的制御による異方性構造・機能設計が可能なテーラーメイド材料創製に有効であることが示された。

### レーザ積層造形法を用いた銅合金の組織

粉体粉末冶金協会春季大会 (東京都) (27.5.26)

中本貴之, 木村貴広, ○他

ロケットの燃焼器の製作工程の簡略化や工期の短縮のため、銅合金粉末のレーザ積層造形法を適用することを検討し、得られた造形体の組織について調査した。積層造形体の最上部表面をSEMにより観察した結果、レーザを照射することにより形成したビードが整列している様子が観察された。EBSDを用いてビードの内部に存在する結晶粒の分布を調べた結果、結晶粒は細長い形状を示し、ジグザグに配列している様子が観察された。ビードの辺縁部から結晶粒が成長しビード中心部が最終凝固部となると考えると、結晶粒が鋭角に接する場所がビードの中心であると考えられた。

### 金属系AMを活用したものづくりと公設試としての取り組み

近畿歯車懇話会研究会 (和泉市) (27.6.4)

○中本貴之

3Dプリンターは製品に関するCADモデルから複雑な3次元形状を迅速に造形できる加工機であり、ASTMの規格によると近年Additive Manufacturing (AM) と呼ばれるようになってきている。当所における金属粉末積層造形 (AM) 装置を利用した研究開発事例と、金属AMを活用した公設試としてのものづくり企業への技術支援事例を講演するとともに、当所で保有する金属・プラスチック積層造形機と周辺装置の見学も行った。

### 金属粉末レーザ積層造形法を活用した材質制御および構造制御

レーザ加工学会講演会 (吹田市) (27.6.12)

○中本貴之, 木村貴広, 白川信彦

当所はこれまで、銅系粉末、チタン系粉末、アルミニウム系粉末など種々の粉末材料を用いた金属粉末レーザ積層造形 (SLM) 技術の開発に取り組んできた。その中で、SLMは造形物の機能制御 (材質制御および構造制御) 技術としても活用できることがわかってきている。SLMを活用した機能制御技術として、金型や

機械部品への展開を目指した炭素鋼粉末による造形物の高密度化・高強度化技術の開発，および生体インプラントへの展開を目指したチタン系粉末による低弾性率多孔体の造形技術の開発など，当所での取り組みを中心に紹介した。

#### 金属粉末積層造形装置の活用と動向について

3D プリンター活用講座 (寝屋川市)(27.6.17)

○中本貴之

金属系 3D プリンティング (金属粉末積層造形法) の原理，特徴と造形事例について解説した。また，最近の技術動向として，各メーカーの金属粉末積層造形装置の特徴についても説明した。さらに，当所における金属粉末レーザ積層造形技術に関するこれまでの取組みとして，鉄系粉末材料および非鉄系粉末材料を用いた造形技術の開発について紹介した。

#### 金属 3D プリンタを活用した研究開発の取り組み

3D プリンター研究会第 3 回造形分科会 (金沢市)(27.6.30)

○中本貴之

当所は約 15 年間にわたり金属系 3D プリンティング (金属粉末積層造形法) を活用したのものづくり支援を行ってきている。石川県でも昨年度金属造形装置を導入しており，石川県内の企業や研究機関の方々を対象に，本加工法の活用方法として，原理，特徴，造形事例について解説し，また最近の大阪府における装置の利用状況について紹介した。また，当所における金属粉末レーザ積層造形技術に関するこれまでの取組みとして，鉄系粉末材料および非鉄系粉末材料を用いた造形技術の開発について紹介した。

#### 製品内部の微細構造を観察！ - X 線 CT の紹介 -

ビジネス・エンカレッジ・フェア 2014(大阪市)(26.12.9)

○四宮徳章，足立和俊，松室光昭，本田索郎，柳田大祐

X 線 CT は内部の構造を非破壊で観察できる装置である。プラスチック製品や鋳造品の内部欠陥やクラックの観察，アセンブリした製品内部の構造観察等に用いられている。また，近年の 3D 技術の普及により，3D スキャナとしての利用が検討されており，非接触のデジタルでは測定不能な複雑形状や内部構造のスキャニングも行われている。断層写真およびその立体表示といった一般的な X 線 CT 撮影の事例紹介に加えて，鋳造品の内部欠陥解析や，3D プリンタでのレプリカ作製について紹介した。

#### 純アルミニウム粉末を用いたレーザ積層造形

軽金属学会春期大会 (仙台市)(27.5.16)

○木村貴広，中本貴之

アルミニウムを用いた積層造形法は，その高熱伝導性・低比重を活かし，熱交換器などの熱制御部品や軽量化部材への応用が期待されている。純アルミニウム粉末を用いて，レーザ照射パラメータを探索し，相対密度 99.5 % 以上の高密度体を得られる最適条件を見出した。さらに，最適条件にて作製した純アルミニウム造形体の基礎特性 (金属組織，機械的性質，熱伝導率) を調査した。その結果，造形体はサブミクロンオーダーの球状もしくはネットワーク状の微細組織から成り，同組成の展伸材と比べて高い強度を示すと共に良好な熱伝導率を有することがわかった。

#### レーザ積層造形法により作製した純アルミニウム造形体の熱的および機械的性質

粉体粉末冶金協会春季大会 (東京都)(27.5.26)

○木村貴広，中本貴之

レーザ積層造形により作製した純アルミニウム造形体の基礎特性を調査した。まず，レーザ照射条件を最適化することで，相対密度 99.5 % 以上の高密度体を作製可能な造形条件を確立した。次に，最適条件にて作製した造形体の組織および特性を調査した。その結果，造形体は微細な粒状もしくはネットワーク状の組織を呈し，同組成の展伸材と比較して優れた強度を有する一方，熱伝導率は 30 W/m・K 程度低いことがわかった。加えて，熱処理による特性の変化について調査し，450 °C×10 min の焼鈍で，耐力および伸びは若干低下するものの，熱伝導率は展伸材と同等まで回復することを明らかにした。

#### 粉体離型剤を用いた金型重力鋳造法で得られた薄肉鋳物の特性評価

日本鋳造工学会全国講演大会 (北九州市)(26.10.19)

○松室光昭，武村 守，他

金型重力鋳造は溶湯の層流充填によって鋳造欠陥が少なく，高品質の鋳物を得ることができる。一方，現状の金型重力鋳造は金型で溶湯温度の低下を防ぐために断熱性のセラミックス系塗型剤を金型表面に厚く塗りつけることが必要で薄肉鋳造品には適さない。JIS AC4C を用い，金型表面に粉体離型剤を適用することにより，最小肉厚 2 mm の鋳物を作製した。本鋳物の凝固組織観察，引張試験，および X 線 CT スキャナを用いた欠陥解析を実施した結果，肉厚 2 mm の部位においては，微細な凝固組織を呈しており，引張強度 (T6

材)はおよそ 300 MPa であった。また薄肉部における  
 鑄造欠陥は厚肉部に比べて僅かであった。

### 粉体離型剤を用いた金型重力鑄造による薄肉鑄物製造 プロセス

日本鑄造工学会全国講演大会(北九州市)(26.10.19)

松室光昭, 武村 守, ○他

金型重力鑄造は溶湯の層流充填によって鑄造欠陥が  
 少なく, 高品質の鑄物を得ることができる。一方, 現  
 状の金型重力鑄造は金型で溶湯温度の低下を防ぐため  
 に断熱性のセラミックス系塗型剤を金型表面に厚く塗  
 りつけることが必要で薄肉鑄造品には適さない。そこ  
 で, 従来の塗型剤から金型/溶湯間の流動抵抗を低減  
 可能とする粉体離型剤へと変更するためのシステム検  
 討を行った。まず, 粉体離型剤の膜厚を調査することで,  
 どのような付着挙動を示し, 製品充填に与える影響を  
 調査した。次いで, 金型面に付着した粉体離型剤の製  
 品への影響, すなわち, 粉体離型剤の溶湯流動による  
 製品への巻き込み等についての表面分析を行った。

### 低密度相の晶出を利用した引け巣のない軽量鑄造材料 の開発

日本鑄造工学会関西支部秋季支部講演大会(吹田市)  
 (26.11.5)

○松室光昭, 武村 守, 岡本 明

安価な軽量材料として期待できる Al-Si-Mg 系合金に  
 着目し, 低比重の Si および  $Mg_2Si$  の晶出による凝固膨  
 張を利用した引け巣のない高信頼性鑄造材料の開発を  
 目指した。種々の組成の合金を引け特性調査用の砂型  
 に鑄造し, 凝固膨張の量を比較した。さらに試料断面  
 の組織観察を実施した。一部の試料については引張試  
 験, プリネル硬さ試験を実施した。その結果, 本材料  
 は Si と  $Mg_2Si$  の晶出量を制御することにより, 凝固膨  
 張を示す材料となり得ることが明らかとなった。また,  
 材料中には高硬度相が分散しており, 高い硬度を示す  
 ことがわかった。

### 薄肉金型重力鑄造製品における寸法と組織の予測

日本鑄造工学会全国講演大会(東京都)(27.5.24)

松室光昭, 武村 守, ○他

金型重力鑄造において, 金型に粉体離型剤を塗布す  
 ることにより薄肉かつ高強度の鑄物を得ることができ  
 る。薄肉鑄物を設計する際には縮み代が重要となる。  
 本来, 縮み代は鑄造条件, 部位により異なるはずであ  
 るが, 一律で設定されることが多い。JIS AC4C アルミ  
 ニウム合金を対象とし, 金型と製品の熱変形解析を行っ

た場合と縮み代を一定と仮定した場合の製品予測寸法  
 を実際に鑄造された製品を X 線 CT スキャナにより計  
 測した製品寸法と比較し, 熱変形解析により最適縮  
 み代を決定する方法について検討した。また湯流れ・  
 凝固解析を行い, 得られた冷却曲線から予測される 2  
 次デンドライトアーム間隔を実測値と比較・検討した。

### レーザ積層造形法で作製された高 Si ステンレス鋼のミ クロ組織と機械的性質

粉体粉末冶金協会春季大会(東京都)(27.5.26)

○柴田顕弘, 中本貴之, 木村貴広, 武村 守, 他

高珪素ステンレス鋼は優れた強度, 耐摩耗性および  
 耐食性を有しており, 連続鑄造用ローラーといった過  
 酷な環境下で用いられている。従来の鑄造・圧延に変  
 わる成形方法としてレーザ積層造形法を採用し, 造形  
 条件と相対密度およびマイクロ組織の関係を調査した。  
 また, 最も緻密となる造形条件で作製した試料を用い  
 て引張試験を行った結果, レーザ出力 300 W, レーザ  
 走査速度 800 mm/s および走査ピッチ 0.08 mm において,  
 相対密度 99.32 % で最大引張強さ約 1800 MPa に達した。  
 これはマルエージング鋼に匹敵する高強度である。

### 二軸傾斜法による円管内面の X 線残留応力測定

日本材料学会 X 線材料強度に関するシンポジウム(大  
 阪市)(26.7.24)

○小栗泰造, 田中 努, 他

管にその内面側を起点とする軸方向の割れが生じた  
 場合など, 管の内面側の円周方向残留応力の測定が必  
 要になる場合がある。しかし, 従来の X 線応力測定法  
 では管壁を避けて照射 X 線と回折 X 線の光軸を設定で  
 きないため, 開口端面に近い箇所ですらこれを測定す  
 ることができない。そこで, 二軸傾斜法のほか狭隘部  
 に適用可能な複数の X 線応力測定技術を用いて炭素鋼  
 管およびステンレス鋼管の内面の円周方向応力の測定  
 を試み, これらの手法を管に適用する場合に生じる固  
 有の問題, 測定値の確度および適用条件について検討  
 した。

### 狭隘部の X 線応力測定技術 — 二軸傾斜法の原理と適 用方法 —

X 線材料強度に関する討論会テーマ(名古屋市)  
 (26.12.5)

○小栗泰造, 他

機械要素は一般に複雑な形状を有しており, 応力測  
 定が必要な強度上の重要箇所は奥まった位置にあるこ  
 とが少なくない。二軸傾斜法は, 既存の X 線応力測定

装置で実施可能な、狭隘部の X 線応力測定技術である。並傾法と側傾法を併用するものであり、いずれかの走査法しか使用しない従来法に比して X 線光軸の制約が緩やかになるため、狭隘部の形態によっては応力測定が可能となる。最近、二軸傾斜法を利用した実例が産業界から報告され始めた。今後さらに利用が進むことを期待して、二軸傾斜法の理論と適用方法および留意点について説明した。

#### 反転負荷を受ける純チタン板における双晶活動

日本機械学会 M&M 2014 材料力学カンファレンス(福島市)(26.7.19)

田中 努, 西村 崇, ○他

工業用純チタン板に、単純圧縮、単純引張、圧縮→引張の反転負荷を付与した際の加工硬化挙動および双晶活動について調査を行った。純チタン板でも、マグネシウム合金圧延板に見られるような反転負荷後の双晶回復が起こることが確認された。しかしながら、マグネシウム合金圧延板では引張と圧縮時の降伏応力が異なること、反転負荷後に S 字状の曲線が現れるが、チタン板では引張と圧縮の降伏応力はほぼ同じで、反転負荷後も S 字の曲線を示さず、マグネシウム合金板と大きく異なる挙動を示した。これは、二つの材料で双晶の臨界分解せん断応力が異なり、そのため変形中の双晶活動量が大きく異なることが原因の一つと考えられた。

#### 圧縮ひずみを受けたマグネシウム合金圧延板の変形挙動

日本機械学会 M&M 2014 材料力学カンファレンス(福島市)(26.7.19)

田中 努, 西村 崇, ○他

マグネシウム合金は強い異方性を示し、塑性変形後結晶方位が大きく変化する。そこで、塑性変形挙動がひずみ経路(履歴)によってどう変化するかを、実験および有限要素法によって解析した。面内圧縮変形により予ひずみを与えることで、その後の引張応力一ひずみ挙動に強い異方性が生じることがわかった。予ひずみ方向と引張方向のなす角度が小さい場合には双晶回復が起こりやすくなり、降伏応力が低下し S 字状の曲線となった。予ひずみ方向からの角度が大きくなると双晶回復は起こりにくくなり、代わりに柱面すべりが活発になり高い降伏応力を示すことがわかった。

#### マグネシウム合金圧延板の交差効果に関する結晶塑性有限要素解析

塑性加工連合講演会(岡山市)(26.10.11)

田中 努, 西村 崇, ○他

マグネシウム合金はその結晶構造に由来して強い異方性を示す材料である。そこで、圧縮予ひずみ後各方向に引張試験を行うことで、塑性変形挙動がどのように変化するかを実験および有限要素解析によって解析した。圧縮予ひずみを与えることで、その後の引張応力一ひずみ挙動に強い異方性が生じることがわかった。予ひずみ方向と引張方向のなす角度が小さい場合には、降伏応力が低下しその後二度目の応力上昇を示す曲線となった。予ひずみ方向からの角度が大きい場合には一様な応力上昇のみを示した。このような異方性は、引張方向によって双晶回復や柱面すべり系の活動が異なるためであることが有限要素解析によって示唆された。

#### 種々の負荷経路における純チタン板の変形挙動

塑性加工連合講演会(岡山市)(26.10.11)

田中 努, 西村 崇, ○他

工業用純チタン板に、単純圧縮、単純引張、圧縮→引張の反転負荷を付与した際の加工硬化挙動および双晶活動について調査を行った。純チタン板でも、マグネシウム合金圧延板に見られるような反転負荷後の双晶回復が起こることが確認された。しかしながら、マグネシウム合金圧延板では引張と圧縮時の降伏応力が異なること、反転負荷後に S 字状の曲線が現れるが、チタン板では引張と圧縮の降伏応力はほぼ同じで、反転負荷後も S 字の曲線を示さず、マグネシウム合金板と大きく異なる挙動を示した。これは、二つの材料で双晶の臨界分解せん断応力が異なり、そのため変形中の双晶活動量が大きく異なることが原因の一つと考えられた。

#### 電気めっき技能検定学科講習

電気めっき技能検定学科講習会(大阪市)(26.7.30)

○森河 務

中央職業能力開発協会が毎年実施している電気めっき技能検定の学科試験対策として、その基準及びその細目に従って、過去の試験問題などを含めて解説した。

#### 工業用クロムめっき

高等めっき技術訓練校「工業用クロムめっき」(大阪市)(26.8.28)

○森河 務

クロムめっきは、用途によって装飾用と工業用に大別される。装飾用クロムめっきは、約 0.1 μm の薄いめっき皮膜で、銅/ニッケルまたはニッケル下地めっきの

上に最終めっきとして施され、その美観を長期間維持する。一方、工業用クロムめっきは、厚さ 5~500  $\mu\text{m}$  程度の皮膜で、硬質な特性を利用し、耐摩耗性が要求される工業用部品に利用されている。クロムめっきは、1925 年アメリカでの印刷板への適用が最初といわれ、その後、機械、繊維、自動車など様々な工業分野で用いられている。ここでは、工業用クロムめっきのめっきプロセス、管理方法、皮膜の特性などについて紹介した。

### 機械部品へのめっき等

大阪高等めっき技術訓練校(大阪市)(26.8.28)

○森河 務

めっき膜は薄膜であるために、機械的性質を測定するには試験片の採取や作製は制限される。このため、容易に測定できる硬さ値がめっき皮膜の機械的性質の尺度として用いられていることが多い。めっき皮膜の硬さは、冶金学方法によって製造され金属とは大きく異なり、クロムめっきやロジウムめっきでは数倍以上の硬さ値を示す。硬質めっき皮膜は耐摩耗性が必要な工業用部品で利用されている。逆に、軟らかいめっきである鉛、インジウム、スズめっきは低負荷条件における潤滑性めっきとして素地の摩耗防止に利用される。ここでは、めっき皮膜の硬さに注目し、硬さに及ぼすめっき条件、組成、皮膜構造について触れるとともに、機械部品への適用例を紹介した。

### 表面処理技術 一めっき技術の特徴と用途, 基礎知識一

大阪府工業技術大学講座(大阪市)(26.9.29)

○森河 務

めっき技術は、材料・製品の表面を種々の金属で覆うことによって、様々な表面機能性をもたらすことができる。めっき技術へのニーズは多様化、高機能化してきており、従来めっき皮膜が担ってきた装飾性、耐食性、耐摩耗性に加えて、様々な表面機能性を有しためっき皮膜の開発も進められている。表面処理として“めっき技術”を取り上げ、皮膜の表面機能性と適用例、めっき方法などについて解説した。

### 表面処理技術 2 一腐食防食の基礎一

大阪府工業技術大学講座(大阪市)(26.10.6)

○森河 務

「腐食が生じた」との表現は、良いことで用いられることはほとんどなく、製品・材料のトラブルに直結する問題と捕らえられることが一般的である。実際、腐食が起こると、金銭をとまなう損失が発生する。腐食

による損失を軽減させるためには、技術者、研究者、装置設計者などが、腐食・防食知識を身に付けることが必要であり、環境や材料に応じた防食技術の選択し、活用することが大切である。腐食の反応機構、形態、ならびにこれを加速する因子など、腐食防食の基礎知識について解説した。

### 表面処理技術 3 一腐食防食の基礎一

大阪府工業技術大学講座(大阪市)(26.10.20)

○森河 務

電子機器では部品のわずかな腐食でも故障の原因となる。また、国際的な品調達が進められるにつれて、国外での生産プロセスの相違や製造環境の差、輸送が関係するような腐食トラブルも増加している。一方、生産工程における汚染は、部品の歩留まりを増加し、汚染に気づかないまま出荷してしまうと多大な損害が発生する。このためには、日頃から腐食の要因を取り除くように管理を心がけるとともに、発生したトラブルへの迅速な対応が不可欠となっている。めっき皮膜の腐食を取り上げるとともに、腐食の原因調査に必要な表面分析の基礎知識、めっき皮膜の腐食とその対策、腐食原因の解析法などを解説した。

### 覚えておきたいめっきの基礎

めっき技術短期講習会(大阪市)(26.10.28)

○森河 務

めっき技術は、材料・製品の表面を種々の金属で覆うことによって、様々な表面機能性をもたらすことができる。めっき技術へのニーズは多様化、高機能化してきており、従来めっき皮膜が担ってきた装飾性、耐食性、耐摩耗性に加えて、様々な表面機能性を有しためっき皮膜の開発も進められている。めっきに関わる技術者を対象として、めっき皮膜の機能性、知っておきたい基礎知識、密着性などのトラブル対策などについて解説した。

### めっき皮膜の腐食と防食

兵庫県メッキ研究会例会(神戸市)(26.12.11)

○森河 務

めっき皮膜の用途には、装飾、防食性、耐摩耗性、各種機能性がある。これらの機能を十分に発揮させるためには、使用環境に耐えるめっき皮膜の耐食性が必要となる。めっき皮膜の耐食性を向上させる知識として、腐食が起こる要因、腐食加速因子、腐食の形態の分類とそれらの対策について概要を解説するとともに、めっきの耐食性としての役割、めっき皮膜の耐食性の向上手法、腐食トラブルがおきた場合の分析と解析方



法などについて紹介した。

#### めっきの硬さ —硬いめっき, 軟らかいめっき—

ファインプレーティング研究会例会 (大阪市)(27.2.6)

○森河 務

めっき皮膜は, 各種素材に種々の表面機能性を付加させる。その例としては, 表面強化を目的とする工業用めっきがある。機械的性質では, 強さ, 韌性, 硬さ, 柔軟性などが求められ, 耐摩耗性, 潤滑性を発揮して素材を守る。めっき膜は薄膜であるため, 機械的性質を測定するには試験片の大きさ・作製が制限される。このため, 容易に測定できる硬さ値がめっき皮膜の機械的性質の尺度として用いられる。めっき皮膜の硬さに注目し, めっき皮膜の硬さの意義, めっき皮膜の硬さに及ぼす各種因子, 硬さを利用した適用例を紹介した。

#### めっきの基礎 —高等めっき講座で学ぶ第一歩—

大阪高等めっき技術訓練校入校式 (大阪市)(27.4.2)

○森河 務

めっき技術は, 材料・製品の表面を種々の金属で覆うことによって, 様々な表面機能性をもたらすことができる。めっき技術へのニーズは多様化, 高機能化してきており, 従来めっき皮膜が担ってきた装飾性, 耐食性, 耐摩耗性に加えて, 様々な表面機能性を有しためっき皮膜の開発が進められている。高等めっき技術訓練校への新規入校生を対象として, めっき皮膜の機能性, めっきの基礎知識, 年間講義予定との関係について紹介した。

#### 金属材料の種類と材料欠陥材料試験及び検査

金属熱処理技能検定学科試験講習会 (大阪市)(26.7.19)

○三浦健一

中央職業能力開発協会が毎年実施している金属熱処理技能検定の学科試験対策として, その基準及びその細目に従って解説する。具体的には, 一般社団法人日本熱処理技術協会編集熱処理技術入門をテキストとして, I 金属材料 (1) 製鋼法による鋼の分類 (脱酸の程度による分類), (2) 素材に生じる欠陥 (凝固過程に生じる欠陥・熱間加工によって生じる欠陥), (3) 主な JIS 規格鋼および非鉄金属の成分と性質および用途, (4) 熱処理と鋼の各種性質, II 鉄鋼材料の試験と検査 (1) 金属組織試験, (2) 硬さ試験, (3) 引張試験, (4) 衝撃試験, (5) 非破壊検査について講義するとともに, これらに関連する過去に実際に出題された学科試験問題を取り上げて解説した。

#### 公設試連携 DLC ラウンドロビンテストについて —各種成膜法による DLC 膜の特性評価—

CSMEvolutionParty(東京都)(26.8.22)

○三浦健一

産業技術連携推進会議製造プロセス部会表面技術分科会が主体となって平成 24, 25 年度に実施した産技連技術向上支援事業について講演した。本事業では「ものづくりに向けた DLC 評価法の検討」, 「DLC 密着性評価法の検討」が実施され, 全国公設試 14 機関が参加する形でラウンドロビンテストを行った。DLC 膜の GDS 分析を行うことで中間層構成元素を特定できるだけでなく, 膜中の水素濃度, 膜の硬さを定性的に評価できることを明らかにした。また, DLC 膜の密着性が評価に対するロックウェル圧痕試験の適用性について検討した結果, 同一基材, 同一荷重での試験では密着性を評価することが可能であることを確認した。

#### 各種成膜法により形成した DLC 膜の密着性 (2) —公設試連携 DLC ラウンドロビンテスト: スクラッチ試験— 表面技術協会講演大会 (京都市)(26.9.22)

○三浦健一, 松永 崇, 小島淳平, 他

産技連・製造プロセス部会・表面技術分科会では, 平成 24 年度に公設試の DLC 技術に関する連携と向上を目的として, 産技連技術向上支援事業「ものづくりに向けた DLC コーティング評価法の検討」を実施した。平成 25 年度は, その事業の継続性が認められ「DLC 密着性評価方法の検討」へと発展した。本事業では, スクラッチ試験とロックウェル圧痕試験を行なった。その結果, 両試験は全く逆の結果を示した。ただし, 基板の種類毎に両結果を比較したところ, 同一基板, 同一試験荷重の場合には密着性の評価は可能であると結論付けた。

#### ドライコーティング技術の基礎と応用

東大阪市モノづくり開発研究会 (東大阪市)(26.10.31)

○三浦健一

物理蒸着法および化学蒸着法とプラズマについて講義した上で, 現在工業的に最も多用されているイオンプレーティング法に関する歴史的背景, 基本原理, 成膜法について述べ, イオンプレーティング法により形成される各種皮膜の特徴と実際について解説した。さらに, 現在, 実用化が急速に進んでいるダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜について, 定義, 分類, 成膜法について概説し, いくつかの応用事例を紹介した。また, 当所におけるドライコーティング関連研究として, 微細孔形成技術, ガラス金型用表面処理技術, 現

在取り組んでいる窒化ホウ素膜形成のための要素技術開発などを紹介した。

### ドライコーティング

大阪高等めっき技術訓練校(大阪市)(26.11.6)

○三浦健一

イオンプレーティング法, スパッタリング法による硬質膜形成技術に代表されるドライコーティング技術に関して講義した。具体的には, ドライコーティングの概要として, CVD 法, PVD 法および両成膜法において積極的に利用されるプラズマに関して概説した。その上で, 硬質膜形成に最も多用されているイオンプレーティング法に関して, その歴史, 原理, 成膜法および特徴と実際について解説した。また, 最近急速な実用展開が図られている DLC 膜について, その定義, 特徴, 成膜法, 実用例について述べた。最後に, 産研における研究を紹介するとともに, 今後のドライコーティング技術の課題を整理して総括した。

**Cu 微粒子生成技術を利用した微細孔 PVD 硬質膜の形成**  
機能性コーティングフェア 2014 in 大阪(大阪市)(26.12.9)

○三浦健一, 森河 務, 出水 敬, 白川信彦

金型に用いる PVD 硬質膜の潤滑性を向上させるため, 膜に潤滑剤を保持させるための微細孔を高分子微粒子を用いて形成する技術を開発した。その後, 本技術で使用している高分子微粒子のコスト高と耐熱性の低さを改善すべく, 新しく基材上に金属微粒子を直接形成する技術を利用する方法を開発した。新たに開発した Cu 微粒子生成技術と, それを利用して形成した微細孔 CrN 膜の性能評価として円筒深絞り試験に供した結果について発表した。従来技術である高分子微粒子を用いたプロセスおよび Cu 微粒子を用いたプロセスによる CrN 膜ともに, 通常の CrN 膜に対する優位性を確認した。

**UBM スパッタ法による DLC 膜の成長形態・表面形態と成膜条件の関係**

機能性コーティングフェア 2014 in 大阪(大阪市)(26.12.9)

○三浦健一, 小島淳平, 他

アンバランスドマグネトロン(UBM)スパッタ法による DLC 膜の表面形態はかならずしも平滑ではなく, 特徴的な凹凸形態が良好な摩擦特性をもたらすことがある。UBM スパッタ法による表面形態制御技術を確立するため, 膜の成長形態・表面形態と成膜条件の関係について検討した。DLC 膜表面の凹凸形態は, Cr/C 中間層の成長形態である柱状構造に起因していた。さらに,

成膜パラメーターである基板バイアス電圧, 全ガス圧力の影響, そして, 中間層構成元素を W とした場合の影響を調べた結果, 凹凸形態の変化は概ね Thornton の堆積モデルに合致していることがわかった。

**各種成膜法により形成した DLC 膜の特性評価** — 公設試連携 DLC ラウンドロビンテストの試み—

機能性コーティングフェア 2014 in 大阪(大阪市)(26.12.9)

○三浦健一

ダイヤモンドライクカーボン(DLC)膜は, 近年, 研究開発が盛んに進められているコーティング膜である。産業技術連携推進会議表面技術分科会の調査によると, DLC に関する支援体制を整備している公設試は全国で 20 機関以上であり, もはや DLC は我が国のものづくり基盤技術としての地位を確立したと言える。このような状況の下, 地域のものづくり産業を支援する設試としては DLC に関する技術力をより一層向上させる必要性を共有していた。そこで, 全国 19 機関が参加する形で公設試連携 DLC ラウンドロビンテストが実施された。実施内容の一部を紹介し, 公設試が取り組もうとしている DLC 技術の今後について述べた。

**ダイヤモンドライクカーボン(DLC)コーティング**

熱処理中堅技術者講習会(大阪市)(26.12.11)

○三浦健一

DLC 膜はその優れたトライボロジー特性から, 近年の環境・エネルギー問題への高い関心を背景として, 自動車など各種機械部品への適用が進んでいる。また, 他の優れた特性にも注目が集まり, 生体材料や装飾用途など, 応用分野は多岐にわたっている。このような中, 用途に応じた DLC 膜を適用することの重要性が認識されはじめ, 国際標準化に向けた活動も進められている。DLC 膜の基礎として, 定義・分類, 成膜法について概説した上で, 現状として, 代表的な適用事例や大当所での研究内容の一部を紹介した。さらに, 当所も参加して実施された公設試連携 DLC ラウンドロビンテストの概要についても紹介した。

**フィルタードアーク蒸着法で形成した DLC 膜の諸特性**  
表面技術協会講演大会(横浜市)(27.3.5)

三浦健一, ○他

T 字状フィルタードアーク蒸着装置を用いて Si 基板上に形成した DLC 膜の緒特性に及ぼす基板バイアス電圧の影響について調べた。ラマン分光分析の結果, DC-100 V を中心として負側, 正側ともに G バンドが低波数側にシフトした。X 線反射率法により形成した

DLC 膜の密度を測定した結果、DC-100 V がもっとも高い値を示した。DLC 膜の硬さは密度と相関があることが知られており、DC-100 V で形成した膜の硬さがもっとも高いことが予想される。また、G バンドの低歯数側へのシフトはグラファイト構造の増加を意味しており、予測される硬さの結果と矛盾しない。なお、硬さについては調査中である。

#### DLC 膜の強度評価を目的とした歯車運転試験の適用可能性

トライボロジー会議 2015 春姫路 (姫路市)(27.5.27)

三浦健一, 小島淳平, 長瀧敬行, ○他

歯車歯面に DLC 膜を形成して運転試験に供することで、DLC 膜の滑りおよび転がり接触下での耐久性評価への適用可能性について検討した。基材には POM 製樹脂歯車を使用し、下地処理として無電解 Ni めっき + ウッドニッケルストライクめっきを施して、UBM スパッタ法により Cr/C 傾斜組成中間層を有する DLC 膜を形成した。歯車運転試験に供した結果、DLC 膜の損傷を確認することができた。その損傷過程を高速度カメラで撮影した画像を解析した結果、膜の損傷は、はく離ではなく摩耗であることが明らかとなった。すなわち、DLC 膜を形成した歯車を用いた運転試験を行うことにより、DLC 膜の強度評価が行える可能性が見出された。

#### 全国公設試による DLC のラウンドロビンテストで産業基盤技術の底上げをする

プラズマ材料科学第 153 委員会研究会 (東京都)(27.6.11)

○三浦健一

第 3 次 DLC ブームが到来している。これまで様子見だった中小企業が DLC の適用を本格的に検討し始めたためである。産技連が平成 23 年度に調査した結果でも、DLC 技術支援体制を整備している公設試は 20 機関に上ることがわかった。したがって、DLC はもはや我が国のものづくり基盤技術としての地位を確立したと言える。地域のものづくり中小企業の技術支援を通じて産業基盤技術の底上げを使命とする公設試としては、DLC 全般に関する技術力をより一層向上させる必要があった。公設試の技術力向上と中小企業が使いやすい評価法という観点で実施された、公設試連携 DLC ラウンドロビンテストの概要を紹介した。

#### コールドスプレー SUS316L 溶射皮膜への低温窒化処理による S 相による耐摩耗性の改善

日本溶射学会全国講演大会 (豊橋市)(26.11.5)

○足立振一郎, 上田順弘

コールドスプレーの溶射条件であるスプレーガス温度および圧力が、SUS316L 皮膜の組織に及ぼす影響を検討した。しかし、コールドスプレーだけで十分に緻密な溶射皮膜を形成するまでに至らなかった。そこで、成膜後にレーザーを照射して再溶融することで溶射皮膜の緻密化を試みた。次に、ステンレス溶射皮膜の耐摩耗性を改善するため、低温プラズマ窒化処理を検討した。コールドスプレー溶射皮膜の緻密化には、レーザー再溶融処理が有効であることが認められた。また、低温プラズマ窒化処理により、SUS316L 皮膜の表面硬さを 1200HV 程度まで向上させることができた。

#### Formation of Expanded Austenite on Cold-Sprayed AISI316L Coating by Low-Temperature Plasma Treatment

6th Asian Thermal Spray Conference(ATSC2014)(Hyderabad, India)(26.11.24)

○足立振一郎, 上田順弘

コールドスプレー法による AISI316L 溶射皮膜は、酸化物などを含まず材料の変質がほとんどないが、気孔および亀裂などの欠陥が多くあった。そこで、レーザーによる再溶融処理をすることで、皮膜欠陥を大幅に低減して、バルク材のような緻密な組織を得ることができた。また、AISI316L 皮膜の耐摩耗性を改善するために、低温プラズマ窒化処理および浸炭処理をすることで、ピッカース硬さで 1000HV 以上まで硬化することを達成した。これらにより、AISI316L 皮膜は耐摩耗性と耐食性を兼ね備えたコーティング皮膜として適用が期待できる。

#### 溶射皮膜の窒化処理による皮膜機能性向上に関する研究

日本溶射学会関西支部講演会 (大阪市)(27.3.11)

○足立振一郎

低温プラズマ窒化処理を行い、拡張オーステナイト (S 相) を形成することで、耐摩耗性に優れたステンレス (SUS316L) 溶射皮膜の開発を試みた。窒化処理温度 673 K および 723 K において、S 相が形成された。形成した S 相の表面硬さは、マイクロピッカース硬さで 1200HV であり、耐摩耗性の向上が認められた。さらに、低温プラズマ浸炭処理についても検討を行い、表面硬さがマイクロピッカース硬さで約 1000HV あることから、浸炭処理も窒化処理と同様に表面の硬化が認められた。また、低温プラズマ窒化処理と浸炭処理の S 相の特性比較などについても報告した。

#### ステンレス鋼に対するプラズマ浸炭処理における耐食

## 異常層の抑制

表面技術協会講演大会(横浜市)(27.3.4)

○榮川元雄, 上田順弘

低温プラズマ浸炭処理はオーステナイト系ステンレス鋼の表面に硬度と耐食性を兼ね備えた表面硬化層(S相)を形成する手法として知られているが, 処理条件によってはS相の上に炭素濃度が高く耐食性に劣る異常層が形成されることがある. このため, バフ研磨や酸洗いなどの後工程により異常層を除去する必要がある, プロセスのコストを増大させる要因となっていた. 当研究所では, 後工程の追加によるのではなく, プラズマ浸炭処理時のメタン濃度の見直し, 浸炭後の拡散処理の追加, 冷却工程におけるガス雰囲気の見直しなどの手法により異常層の除去あるいは異常層形成の抑制を試み, 目標とする耐食性を実現することに成功した.

## UBM スパッタ法による Ti 基金属ガラス薄膜の形成とその特性評価

表面技術協会講演大会(京都市)(26.9.22)

○小島淳平, 三浦健一, 他

金属ガラスは, 室温では, 高強度, 高弾性, 高耐食性を示し, 高温では過冷却液体を利用した高精度の加工成形も可能である. これら特性を示す金属ガラスの薄膜は, コーティング, ナノインプリント, MEMSなどの技術分野での実用化が検討されている. UBM スパッタ法による金属ガラスの薄膜化とその膜質制御に関する研究を行っており, Ti 基金属ガラス組成の焼結ターゲットを用いて, 基板バイアス電圧を変えて成膜を行った結果, バイアス電圧の印加により膜の構造をアモルファス構造からガラス構造へ変化させることができ, 過冷却液体領域を拡大することができた.

## ドライコーティング技術セミナー

八尾商工会議所ものづくりセミナー(和泉市)(26.12.5)

○小島淳平

近年, 金属材料部材の薄肉・高強度化が進み, 塑性加工分野では難加工が急増し, 塑性加工に使用される金型の使用環境は苛酷になってきている. 現在, 金型の高機能化と長寿命化を図るため, ドライコーティングによる硬質膜の形成が幅広く適用されており, 大きな効果を上げている. ドライコーティング技術の基礎として, 硬質膜の代表的な成膜方法と塑性加工金型に適用されている硬質膜の特徴, これまでに報告されている金型への応用例について解説した. 加えて, これまでに当研究所が取り組んできた硬質膜に関する研究

の一部を紹介した.

## UBM スパッタ法による金属ガラス膜の創製と熱インプリント成形

機能性コーティングフェア(大阪市)(26.12.9)

○小島淳平, 三浦健一, 森河 務, 他

近年, 薄膜にナノスケールの凹凸パターンを形成させて表面物性を制御する試みが産業界で推進されており, 次世代技術を担う薄膜には加工成形性が求められている. これら背景の中, 薄膜分野への金属ガラスの適用が注目されている. 金属ガラスは, 金属元素を主成分とした多成分非晶質合金であり, ポリマー等に見られるガラス転移を示す. そして, ガラス転移温度と結晶化温度の間の過冷却液体では, 粘度が大きく低下することから高精度の成形が可能である. UBM スパッタ法による金属ガラスの薄膜化と膜質制御に関する研究結果の一例を紹介した.

## UBM スパッタ法による金属ガラス薄膜の形成とその特性評価

表面改質技術研究委員会(尼崎市)(27.2.5)

○小島淳平, 三浦健一, 森河 務

近年, 薄膜にナノスケールのパターンを形成させて表面物性を制御する試みが産業界で推進されており, 次世代技術を担う金属薄膜には加工成形性が求められている. これら背景の中, 薄膜分野への金属ガラスの適用が注目されている. 金属ガラスは, 金属元素を主成分とした非晶質合金でありながら, ポリマー等に見られるガラス転移を示し, ガラス転移温度と結晶化温度の間では, 低粘度の過冷却液体となり, 高精度の成形が可能である. UBM スパッタ法による金属ガラスの薄膜化に関する研究を実施しており, イオンアシスト効果が膜質に与える影響および金属ガラス膜のナノインプリント技術への応用について発表した.

## 電解処理法による白金ナノ粒子の作製とその特徴

関西表面技術シンポジウム(大阪市)(26.7.23)

○中出卓男, 西村 崇, 森河 務

無機酸溶液中で白金板をアノード電極, グラファイト板をカソード電極として電解するだけで, グラファイト電極表面にナノメートルサイズの白金ナノ粒子触媒を作製することができる電解白金処理法の概要, 特徴について紹介した. さらに, 作製した触媒電極を用いて長時間連続水電解を行った場合の耐食性(外観, 触媒性能の変化)や, ナノ粒子の形状制御を目的として, 電解条件を変化させた時の白金ナノ粒子の形状変

化を電子顕微鏡観察および電気化学測定法によって検討した結果についても報告した。

### 銅・ニッケル・クロムめっき, めっきの評価方法

防錆技術学校面接講義(大阪市)(26.9.4)

○中出卓男

防錆技術学校のカリキュラムの1つである“銅・ニッケル・クロムめっき, めっきの試験方法”について講義を行った。めっき技術は、自動車、飛行機をはじめ高い精度が要求される電子制御部品に対しても広く用いられているが、その使い方を誤ると大きなトラブルになる場合が少なくない。めっきを利用する上で最低限理解しておくべき内容をはじめ、銅・ニッケルおよびクロムめっきについての基礎、めっきの試験方法、めっき関連の相談あるいはトラブル事例について紹介した。

### めっきの基礎と評価方法

八尾商工会議所ものづくりセミナー(八尾市)(26.10.30)

○中出卓男

めっきを利用するユーザー向けの基礎講座として、湿式めっきの種類と特徴、めっきによる防食メカニズム、クロメート皮膜、ニッケルめっき、クロムめっきの用途・特性、工業用クロムめっきと装飾用クロムめっきの違い、めっき浴の種類とその管理方法、自動車用樹脂めっき、めっき不良とその対策について解説を行った。また、塩水噴霧試験、キャス試験等の腐食促進試験の概要と試験によって得られる結果の考え方、めっき厚さ測定方法、日常業務で得られためっきに関するトラブル・相談事例および産技研におけるめっき関連の取り組みについても紹介した。

### 電解処理法による白金微粒子の作製 - 燃料電池用触媒の低コスト化 -

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(26.11.21)

○中出卓男, 西村 崇, 斉藤 誠

白金ナノ粒子は、一般に白金塩などを化学的に還元して作製するが、反応速度の制御が困難で、製造工程も複雑でコストが高い欠点がある。また、溶液管理や廃液処理も問題となる。安価で大量生産が可能な製造技術である電析法に注目して、白金ナノ粒子の作製を試みた。その結果、酸性水溶液中で白金を陽極とし陰極にカーボン基板を用いて電解することで陰極板上に白金ナノ粒子の析出が可能であることを見出した。空気電池の特徴と課題、および空気電池用正極への適用を目指した電解白金処理法の開発状況について紹介し

た。

### 低温黒色クロムめっきの機能と特徴

関西表面技術フォーラム(神戸市)(26.11.28)

中出卓男, 森河 務, ○他

M社では低温黒色クロムめっき処理を中心とした表面処理事業を営んでおり、鉄系素材、ステンレス、銅合金等に対してこのめっき処理を行っている。この処理は極薄膜であり製品精度に影響を与えない、またコーティングと強固に密着することから、主に半導体製造装置等で使用されるレール、ブロック、軸、ナットをはじめ、塗装下地処理としても使用されている。低温黒色クロムめっきが優れた耐食性および塗装密着性を示すメカニズムについてSEM, XRD, GDS および塩水噴霧試験により検討した結果について紹介した。

### 装飾用クロムめっき

大阪高等めっき技術訓練校(大阪市)(27.6.11)

○中出卓男

高等めっき訓練校における学科カリキュラムの1つである“装飾用クロムめっき”について、講義として、クロムめっきの用途・特性、工業用クロムめっきとの違い、めっき浴の種類とその管理方法、めっき条件による皮膜特性、めっき不良とその対策、耐食性評価方法および環境対応型3価クロムめっきなどについて解説を行った。また、日常業務で得られためっきに関するトラブル・相談事例および当所におけるめっき関連の取り組みについても紹介した。

### 第二級アミンの鉄表面吸着について

関西金属表面処理若手研究者連絡会議(KYMFES)例会(京都市)(26.10.8)

○左藤真市

中員環のアザシクロアルカンが、同じ炭素数を持つジアルキルアミンに比べて、鉄の腐食抑制作用が高いことが知られているが、その理由は未解明であった。腐食抑制機構の解明を目的として量子化学計算によりその原因を調べた結果、これらの二級アミンが鉄表面に吸着する際、アザシクロアルカンは構造を変えずに吸着できるが、対応するジアルキルアミンは、そのアルキル基が鉄表面と立体障害を起こし、構造変化を伴い、その結果のエネルギー損失が腐食抑制作用の違いとしてあらわれることがわかった。従来、二級アミンでは、C-N-C角度の大きい方が、吸着エネルギーが大きいと言われていたが、それが間違いであることも解明した。

### 空気電池の電極開発

関西金属表面処理若手研究者連絡会議 (KYMFES) 例会 (京都市)(26.10.8)

○西村 崇, 中出卓男, 齊藤 誠

次世代の高容量電池として, 金属空気二次電池が注目されている。しかし, いくつかの重大な課題があり, 未だ実用化には至っていない。その課題の一つとして, 高活性かつ高耐久性を有する正極開発が遅れていることが挙げられ, 新たな正極の開発が望まれている。これまでに, 硝酸水溶液中で白金板を陽極として定電流電解することで, 白金塩を用いることなく, 陰極上に白金微粒子の析出が可能で, さらに電解条件により白金ナノ粒子の形状が制御できることを見出した。この技術を金属空気二次電池の正極作製にも適用し, 高活性触媒の開発を行っている。

### めっきの密着性評価と界面状態の解析

関西金属表面処理若手研究者連絡会議 (KYMFES) 例会 (京都市)(26.10.8)

○長瀧敬行

めっき製品の性能を発揮させるためには, めっき皮膜の密着性の確保が重要であり, 実使用においてめっき剥離が起こらない程度の密着性が求められる。めっきの密着性試験方法については, JIS H8504 などに規定されている。試験を行うことで密着性の評価は可能であるが, 密着不良などの原因については判断できない。本発表では, めっき皮膜界面の密着不良などの因子の検出を目的として, 素材表面に酸化物皮膜を有するめっき試料を作製した。得られた試料について, GDS, XPS 等の表面分析手法を用いて素地とめっき皮膜との界面状態について解析した結果について紹介した。

### めっき皮膜-素地界面の GDS による解析

表面技術協会講演大会 (横浜市)(27.3.4)

○長瀧敬行, 中出卓男, 森河 務

めっきの密着不良の主な原因として, 脱脂, 酸洗等の前処理不良が挙げられる。密着性を確保するためには, それらの原因による影響を把握すること, すなわち界面状態の把握が重要である。しかしながら, 密着不良を引き起こす因子(油脂, 介在物, 酸化皮膜など)の存在量は極めて少ないため, 一般的にめっき皮膜-素地界面の分析は非常に困難である。各種めっき皮膜-素地界面に存在する元素の検出方法として, グロー放電発光分光分析法 (GDS) について検討した。その結果, 素地界面に存在する微量元素の検出が可能であることがわかった。

### 非晶質 Cr-C 合金めっきの耐食性の電気化学的評価

表面技術協会講演大会 (京都市)(26.9.23)

○林 彰平, 中出卓男, 森河 務

当所ではクロム酸の一部をシュウ酸で還元した 6 価クロム-3 価クロム折衷浴を開発した。本めっき浴から得られる非晶質 Cr-C 合金めっき (以下 Cr-C) について各種酸水溶液中での電気化学測定により 6 価 Cr めっきと耐食性を比較評価した。0.1M 塩酸中および 0.5M 硫酸中でアノード分極測定した結果, Cr は活性溶解した後に不動態化を示した一方, Cr-C では明瞭な活性溶解は認められず水素発生から不動態域へ直接移行した。Cr-C は塩化物イオンおよび酸の存在下において Cr よりも不動態皮膜の自己修復が起こりやすいと考えられる。1M 酢酸中では Cr および Cr-C はどちらも活性溶解を示さず不動態を示した。

### 非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜の耐食性

関西金属表面処理若手研究者連絡会議 (KYMFES) 例会 (京都市)(26.10.8)

○林 彰平, 中出卓男, 森河 務

非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜の耐食性について, 従来の Cr めっき皮膜と比較検討した。分極測定により, Cr は酸中での活性化後に活性溶解するが Cr-C はしないこと, Cr-C は Cr より不動態維持電流が小さな傾向を示すことがわかった。浸漬電位測定により, HCl 中では Cr の浸漬電位は不動態化後に活性溶解域へ変化するが, Cr-C は不動態化・活性化後にかかわらず不動態域を維持することがわかった。溶出試験からは Cr-C 合金めっき皮膜は Cr めっき皮膜に比べ, 1M HCl, 0.5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 中で高い耐食性を示し, 特に HCl 中での溶出量は 10 万倍以上の違いを示した。

### 非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜の各種酸に対する耐食性

関西表面技術フォーラム (神戸市)(26.11.28)

○林 彰平, 中出卓男, 森河 務

非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜とサージェント浴からの Cr めっき皮膜の耐食性を電気化学測定および溶出試験により比較した。分極測定の結果, Cr は 0.1 M HCl, 1M HCl および 0.5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 水溶液中での活性化処理後に活性溶解を示したが, Cr-C は示さなかった。浸漬電位測定の結果, Cr は活性化処理後および HCl 水溶液中での不動態処理後に活性電位を示したが, Cr-C はいずれの条件でも不動態域の電位を示した。浸漬試験により溶出量を測定した結果, HCl 水溶液では Cr は大きな溶出量を示した一方, Cr-C の溶出量は非常に小さかった。これらの結果から, Cr-C は酸, 特に HCl 水溶液に

対する耐食性に優れることがわかった。

### 非晶質 Cr-C 合金めっきの耐薬品性

高機能金属展 (東京都)(27.4.8)

○林 彰平, 中出卓男, 森河 務

非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜とサージェント浴からの Cr めっき皮膜の耐食性を電気化学測定および溶出試験により比較した。分極測定の結果, Cr は 1M HCl および 0.5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 水溶液中での活性化処理後に活性溶解を示したが, Cr-C は示さなかった。浸漬電位測定の結果, Cr は活性化処理後および HCl 水溶液中での不動態処理後に活性電位を示したが, Cr-C はいずれの条件でも不動態域の電位を示した。浸漬試験により溶出量を測定した結果, HCl 水溶液では Cr は大きな溶出量を示した一方, Cr-C の溶出量は非常に小さかった。これらの結果から, Cr-C は酸, 特に HCl 水溶液に対する耐食性に優れることがわかった。

### ポリシロキサン系前駆体法による SiOC コート層の作製とその耐酸化性評価

日本セラミックス協会関西支部学術講演会 (堺市)(26.7.25)

寛 芳治, 田中 剛, 櫻井芳昭, ○他

高温高圧環境で使用される金属材料に対して, 材料の使用寿命を延ばすために遮熱コーティングが用いられているが, 長期間使用により遮熱コーティングの一部が酸化され, 剥離の原因となる問題が生じる。この遮熱コーティングの剥離を防ぎうる中間コーティング層としての役割を担う SiOC 層の作製を前駆体法によって試みた。その結果, YR3370 を用いた 10 wt% シリコン樹脂イソプロパノール溶液を調製し, 回転数 3000 rpm でスピコートした試料は焼成後の割れが最も少なく, 酸化試験の結果から最も耐酸化性があった。さらに, 800 °C 以上で耐酸化性付与が働き始めることを見出した。

### インプリントによる 3 次元有機トランジスタ

応用物理学会シングルナノパターンニング研究グループ講演会 (茨木市)(26.7.15)

○宇野真由美

有機トランジスタの高性能化をはかるために, これまでに微細構造を用いた 3 次元有機トランジスタ (3D-OFETs) の開発を行い, 従来に比べて飛躍的な出力電流の増大と高速応答性能を実現してきた。微細な凹凸構造をプラスチック基板上に作製する方法として, UV インプリント技術を用いて, 非常に簡便にフレキ

シブルな 3D-OFETs 構造を作製するプロセスを開発した。インプリントの型の垂直性を高めることにより, 縦チャンネルで良好な移動度が得られ, 大出力電流密度と 7 MHz 程度の高速応答性能を実現した。これまでの開発内容について報告した。

### 高性能塗布型有機トランジスタを用いた有機論理素子の開発

センサエキスポジャパン 2014(東京都)(26.9.17)

○宇野真由美

センサネットワーク社会のインフラ構築のためには, あらゆる場所に取付け可能なセンサ素子の開発が非常に重要である。有機トランジスタは, 自由な曲面に取付け可能なフレキシブルデバイスを実現するための要となる素子であり, 活発に開発が進められている。これまでに, 塗布法を用いて高移動度有機トランジスタを作製し, かつ有機膜にダメージを与えない手法で微細加工を行うことにより, 世界最速レベルの高速応答性能を実現してきた。センサ関連技術の展示会にて, 高性能化を実現するためのプロセス基盤技術と, 有機デバイスの実現によって広がる応用例として, RF-ID タグ, 有機 CMOS 高速論理素子について紹介した。

### 3 次元有機トランジスタを用いた接触荷重センサ

応用物理学会秋季学術講演会 (札幌市)(26.9.17)

○宇野真由美, 金岡祐介, 車 溥相, 他

フレキシブルな接触センサとして, 従来は静電容量型のものが一般に知られているが, 有機トランジスタの構造変形を検知する方式を用いることにより, より接触位置の検知分解能に優れたマッピングが可能になると考えられる。高性能な接触荷重の 2 次元マッピングが可能フレキシブル接触センサの実現を目指して, これまでに開発した縦型半導体チャンネルを有する 3 次元有機トランジスタ (3D-OFETs) 構造の荷重センサへの応用について検討を行った。縦型チャンネルに荷重が加わった際のチャンネル歪みによる電流値の変化を可逆的に読み取ることができ, 接触圧のセンシングが可能であることを明らかにした。

### 無電解めっき電極を有するプラスチック基板上高性能有機トランジスタ

応用物理学会秋季学術講演会 (札幌市)(26.9.17)

宇野真由美, ○他

フレキシブルかつ大面積エレクトロニクスデバイスを作製する上で, 真空プロセスを用いない塗布・印刷プロセスの重要性が高まっている。有機トランジスタ

の電極作製方法として、従来の真空蒸着法ではなく、無電解めっき反応による電極作製方法を検討した。めっき法は低温、大気圧下での金属成膜が可能であり、真空蒸着や金属インク等の金属成膜技術と比較して、成膜速度が速く、析出金属の純度も高いことが利点である。プラスチック基板上に形成した有機半導体結晶上に、無電解 Au めっきによりソース・ドレイン電極を形成し、トランジスタ特性を評価した結果、非常に低い接触抵抗値が得られた。

### 高平滑・塗布ゲート電極を有するプラスチック基板上の高性能有機トランジスタ

応用物理学会秋季学術講演会(札幌市)(26.9.17)

宇野真由美, 金岡祐介, ○他

フレキシブル大面積基板上の塗布プロセスが可能なることから、低コスト量産化を目指した有機電界効果トランジスタ(OFET)の研究が精力的に行われている。特に RFID タグにおいては、限られた電力で通信する必要があるため、低電圧駆動のトランジスタが求められるため、表面が高平滑なゲート電極が求められる。高平滑な塗布ゲート電極としてトップン・フォームズ社製銀インクを用いることにより、従来の銀ナノインクでは困難であった、非常に高平滑な膜 ( $Ra \leq 5 \text{ nm}$ ) の作製を実現した。本電極を用いて、従来の真空蒸着膜の場合と同程度の移動度と高速応答性能が実現できることを明らかにした。

### オールウェットプロセスによる高移動度有機単結晶トランジスタ

応用物理学会秋季学術講演会(札幌市)(26.9.18)

宇野真由美, ○他

有機トランジスタは軽量、フレキシブル、安価な製造コストといった特徴を有することから、次世代のエレクトロニクスデバイスとしての実用化が期待されている。そのためには、溶液プロセスを中心とした真空フリー工程で有機トランジスタの製造コストを低く抑えると同時に、RFID タグなどの論理回路を駆動するための高い移動度を実現する必要がある。各種塗布プロセスとめっきプロセスを組み合わせ、半導体として塗布した C10-DNBDT 単結晶膜を用いることにより、真空フリープロセスのみを用いて、飽和移動度  $6.8 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  を示すトランジスタの作製を実現した。

### 有機トランジスタと論理素子への応用

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(26.9.26)

○宇野真由美

有機トランジスタは、プラスチック基板上へ塗布するだけの簡単な方法で作製でき、大型の設備投資を必要としないため、フレキシブルデバイスといった次世代エレクトロニクス産業創出を実現するための重要な素子である。これまでに開発を行ってきた高移動度の有機半導体結晶膜の作製手法や、柔らかい有機膜上への微細加工技術、及び 3D 構造を有する有機トランジスタの要素技術について紹介した。また応用例として、液晶ディスプレイの高速駆動や、p 型、n 型を組み合わせた CMOS を用いた RF-ID タグなどについて紹介した。

### 高性能有機トランジスタとそのセンサ応用

新無機膜研究会技術調査委員会(和泉市)(27.3.2)

○宇野真由美

有機トランジスタは、プラスチック基板上へ塗布するだけの簡単な方法で作製でき、フレキシブルデバイスといった次世代エレクトロニクス産業創出を実現するための要となるデバイスである。これまでに開発を行ってきた高移動度の有機半導体結晶膜の作製手法や、柔らかい有機膜上への微細加工技術、及び 3D 構造を有する有機トランジスタの要素技術について紹介した。また応用例として、センサの読み出し回路を有機で作製した例や、フレキシブル温度センサ、接触圧センサ、また、p 型、n 型を組み合わせた CMOS を用いた RF-ID タグなどについて紹介した。

### 短チャネル塗布型有機トランジスタを用いた有機 CMOS 回路

応用物理学会春季学術講演会(東平塚市)(27.3.14)

○宇野真由美, 金岡祐介, 車 溥相, 中山健吾, 他

有機トランジスタは低温プロセスで簡便に作製できるため、次世代のエレクトロニクス産業を担うフレキシブルデバイスや低コストデバイスといった魅力的な素子を実現する技術として期待されている。近年、耐熱性、安定性の高い高移動度有機半導体材料が新たに開発されており、実用化に向けた有機論理回路の技術開発の重要性が高まっている。これまでに、有機半導体膜上でフォトリソグラフィを行うことにより、短チャネル・高移動度のトップコンタクト型有機トランジスタを開発してきた。有機 CMOS 素子を構成するために、p 型用、n 型用有機半導体膜上でフォトリソグラフィによるパターンニングを行い、有機フリップフロップ素子、及び有機 CMOS リングオシレータを作製し、その動作を実現させた。

めっき法により形成した AuAg Hybrid 電極を有する有



## 機トランジスタ

応用物理学会春季学術講演会(平塚市)(27.3.14)

宇野真由美, ○他

有機半導体デバイスは、室温付近の低温・溶液プロセスを用いてもデバイス製造が可能であり、格段の低コスト化が期待できるため、研究開発が活発に行われている。有機トランジスタを構成するための電極の形成についても、真空技術を用いない、めっき等の電気化学的手法による溶液作製法が重要となっている。有機半導体上に、無電解めっき法を用いて Au と Ag の hybrid 電極を作製する手法を開発した。p, n 両方のトランジスタを動作させるため、有機半導体に Au と Ag の両方が接触する構造とし、p 型半導体の場合には Au から、n 型半導体の場合には Ag からキャリア注入が行われることにより、両極性での良好な動作を実現させた。

## オールウェットプロセスによる低電圧駆動可能な有機単結晶トランジスタ

応用物理学会春季学術講演会(平塚市)(27.3.14)

宇野真由美, 金岡祐介, ○他

軽量、フレキシブル、安価な製造コストといった特長を有する有機半導体デバイス実現のため、真空フリーのオールウェットプロセスで素子作製を行うプロセス開発が求められている。従来、全て塗布法で作製した素子は、有機半導体の移動度が低く、実用化のために必要な素子性能が十分得られていなかった。そこで、有機半導体膜を結晶化させる方法、及び溶液を用いたパターニング手法を開発することにより、塗布プロセスを用いた場合でも性能が良く高移動度の有機トランジスタを開発した。駆動電圧が 5V と十分低い場合でも移動度  $6.9 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  を示す有機トランジスタを実現した。

## 塗布型有機単結晶トランジスタを用いた CMOS 集積回路

応用物理学会春季学術講演会(平塚市)(27.3.14)

宇野真由美, 金岡祐介, ○他

有機トランジスタは低コストで印刷可能な次世代エレクトロニクスデバイスとして近年注目を集めており、RF-ID タグなどの論理回路への応用が期待されている。これまでの研究開発において、有機半導体分子の溶液を幅数 cm 程度のブレードで保持し、一方向に連続的に乾燥・成長させることによって、均一な有機単結晶薄膜を数 cm にわたって得ることができている。この大面積有機半導体膜を、p 型および n 型半導体を塗り分けて作製し、フリップフロップ回路といったより高

度な有機 CMOS 論理回路を動作させた内容について報告した。

## 高性能塗布型有機半導体トランジスタと有機論理回路への応用

応用物理学会有機分子・バイオエレクトロニクス分科会研究会(富山市)(27.5.28)

○宇野真由美, 他

有機トランジスタは、塗布法を用いて低温プロセスで簡便に作製できるため、フレキシブルデバイスといった魅力的な素子を実現するための次世代エレクトロニクスを担う技術として期待されている。近年、耐熱性、安定性の高い新規有機半導体材料が開発されており、当所では、これらの新材料を用いた有機論理回路の開発、微細加工技術を応用した作製プロセス開発を行い、高性能な有機回路素子を実証してきた。これまでの高性能有機トランジスタに関する取り組みを紹介し、実用化に向けての現状と今後の展望について解説した。

## P(VDF/TrFE) 圧電薄膜を用いた MEMS 超音波センサの開発

センサエキスポジャパン 2014 次世代センサフォーラム 展示コーナー(東京都)(26.9.17)

○田中恒久

自律移動ロボットの障害物検知用小型超音波アレイセンサの開発を行った。圧電薄膜には P(VDF/TrFE) を用いた。MEMS 技術を用いた超音波センサの作製プロセスを開発した。塗布法により作製した P(VDF/TrFE) 薄膜は、良好な強誘電特性を示した。試作した MEMS 超音波センサは、良好な超音波の受信特性を示した。

## MEMS 技術を用いたセンサの研究開発について

高機能センサ展セミナー(大阪市)(26.11.7)

○田中恒久, 村上修一, 金岡祐介, 宇野真由美

センサの小型化、高性能化などが期待される MEMS 技術を用いたセンサ及び、センサシステムの研究開発について、当所での研究開発事例として、MEMS 赤外線センサ、MEMS 超音波センサ、センサシステム、自律移動ロボット、MEMS 振動発電デバイス等について紹介した。

## P(VDF/TrFE) を用いた MEMS 超音波センサの特性改善

電気学会全国大会(東京都)(27.3.24)

○田中恒久, 村上修一, 宇野真由美, 他

お掃除ロボットや自動搬送ロボット等の自律移動ロボットの普及が進み、安全装置として衝突防止装置の

必要性が高まっている。衝突防止装置用に小型の超音波センサを、MEMS 技術を用いて開発している。受信特性の改善のために MEMS 超音波センサのダイアフラム構造の最適化設計、試作実験、特性評価を行った。改良した部分は、ダイアフラム部の残留応力の低減、ダイアフラム部の薄膜化である。作製したセンサの受信感度は -82 dBV、共振周波数が 86.7 kHz、Q 値が 9 である。昨年度と比較して、受信感度が約 2 倍向上した。

### ZnO-SnO<sub>2</sub> 薄膜を用いた TFT の低温形成 (III)

応用物理学会秋季学術講演会 (札幌市)(26.9.17)

○佐藤和郎, 山田義春, 村上修一, 寛 芳治, 櫻井芳昭

モバイル端末の軽量化やウェアラブルコンピュータの実現のため、軽くて割れにくく高精細なディスプレイの開発が求められている。これを実現するために、ディスプレイ駆動用薄膜トランジスタ (TFT) 材料として InGaZnO(IGZO) の研究が進められている。TFT 材料として優れた性質を有する IGZO であるが、その構成元素にレアメタルである In と Ga を含むという課題がある。これに対し、ZnO-SnO<sub>2</sub>(ZTO) は、非加熱条件で成膜を行っても比較的高い Hall 移動度を有し、安価で環境に負荷をかけない元素で構成されている。ZTO 成膜時のスパッタリング圧力等が TFT 特性に与える影響を調べた。

### ZnO-SnO<sub>2</sub> 薄膜トランジスタ特性のゲート絶縁膜厚依存性

真空に関する連合講演会 (大阪市)(26.11.18)

○佐藤和郎, 田中 剛, 山田義春, 村上修一, 寛 芳治, 櫻井芳昭

軽量のモバイル端末やウェアラブルコンピュータの実現のために、高精細で軽量かつ割れにくいディスプレイの開発が望まれている。ディスプレイを高精細化するためには、電界効果移動度の高い、ディスプレイ駆動用薄膜トランジスタ (TFT) が必要となる。また、割れにくいプラスチック基板を使用するためには、TFT を 150 °C 以下の低温プロセスで作製する必要がある。ZnO-SnO<sub>2</sub>(ZTO) は、安価で環境に負荷をかけない材料である。加えて、非加熱で成膜したアモルファス ZTO 薄膜の Hall 移動度は比較的高い。このため、新たなフレキシブルディスプレイ用 TFT 材料として期待されている。ゲート絶縁膜厚が ZTO を用いた TFT の特性に与える影響を調べたので報告した。

### BiFeO<sub>3</sub> 非鉛強誘電体薄膜を使った圧電型振動発電デバ

イス

エネルギーハーベスティングコンソーシアム (東京都)(26.7.4)

○村上修一, 他

当所と大阪府立大学は、圧電型振動発電デバイスの研究開発を進めている。振動発電デバイス向け圧電材料として、早期に BiFeO<sub>3</sub>(BFO) 薄膜に着目して、世界で初めて BFO 薄膜キャパシタを微小なシリコン片持ち梁上に形成し、世界最高レベルの発電出力密度を得ることができた。BiFeO<sub>3</sub> 薄膜を (100) 配向させることによる圧電性能の飛躍的な向上による高い発電性能指数の実現や、MEMS プロセスを経ても圧電性能が劣化しないことが鍵となった。これまでの研究成果と今後の展望について述べた。

### BiFeO<sub>3</sub> 非鉛強誘電体薄膜を用いた MEMS 振動発電デバイス

センサエキスポジャパン 2014 次世代センサフォーラム 展示コーナー (東京都)(26.9.17)

○村上修一

近年、身近にある光、振動、熱、電磁波などをエネルギー源とするエネルギーハーベスティング (環境発電) に注目が集まっている。これは、センサネットワークの広域化により、センサノードそのものが発電して自給電して電池・配線フリーになることが求められているためである。大阪府立大学との共同研究により、フォトリソグラフィを主とした MEMS 微細加工技術を使って圧電型振動発電デバイスを研究開発している。振動周波数 100 Hz 周辺で素子単位体積当りの発電量が世界最高レベルに達した。その研究成果や今後の展望について紹介した。

### 圧電 MEMS 振動発電における銅めっきによる錘の形成

応用物理学会秋季学術講演会 (札幌市)(26.9.17)

○村上修一, 中出卓男, 長瀧敬行, 佐藤和郎, 他

近年、身近な環境に存在する微小なエネルギー源から電力を得る環境発電が注目を集めている。これまでに発電性能指数の高い BiFeO<sub>3</sub> 強誘電体薄膜を搭載した圧電 MEMS 振動発電素子の開発を行い、10.5 uW・mm<sup>-3</sup>・G<sup>-2</sup>(G: 重力加速度) という高い発電性能を実現している。素子の共振周波数と発電性能には、カンチレバー先端に形成する錘も大きな影響を及ぼすが、その錘を精度よく形成するプロセスが確立していなかった。錘の作製方法として銅めっきを採用し、圧電 MEMS 振動発電素子における錘の形成に有望なプロセスであることがわかった。

### BiFeO<sub>3</sub> 薄膜を用いた多自由度圧電 MEMS 振動発電素子の試作

応用物理学会秋季学術講演会(札幌市)(26.9.17)

村上修一, ○他

多くの圧電 MEMS 振動発電素子において先端に錘を有する片持ち梁構造が採用されており, BiFeO<sub>3</sub> 薄膜を用いた片持ち梁型振動発電素子の試作を行ってきた。構造が単純であること, 素子の小型化と低共振周波数化を両立できることなどの利点がある一方で, 錘に回転運動が生じるという欠点もある。そのため素子を小型化すると比較的低い印加加速度で, (発電量) ∝ (印加加速度)<sup>2</sup> の関係を満たさなくなる。錘の回転運動を防ぐには, 両持ち梁構造にすることが有効であるが, この場合バネ定数が大きくなり低共振周波数化が困難となる。そこで, 片持ち梁構造と両持ち梁構造の利点を併せ持つ新規な多自由度構造を考案し素子の試作と特性評価を行った。

### MEMS 技術を使った振動発電デバイスの開発

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(26.9.26)

○村上修一

近年, 身近にある光, 振動, 熱, 電磁波などをエネルギー源とするエネルギーハーベスティング(環境発電)に注目が集まっている。当研では, フォトリソグラフィを主とした MEMS 微細加工技術を使って圧電型振動発電デバイスの研究開発をしている。その研究成果・今後の展望について述べた。さらに, MEMS 技術に関する最近の動向や当所が実施している技術支援内容を紹介した。

### The Output Power of Piezoelectric MEMS Vibration Energy Harvesters under Random Oscillation

Power MEMS 2014(The 14th International Conference on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications)(Awaji, Japan)(26.11.20)

村上修一, ○他

今までに我々はシリコン基板上に下部電極として(100)配向したLaNiO<sub>3</sub>薄膜を使い, (100)配向したBiFeO<sub>3</sub>非鉛強誘電体薄膜を製膜した片持ち梁構造の圧電型振動発電素子を試作している。同薄膜の製膜条件や構造の最適により, 振動周波数100 Hz周辺において, 他のポピュラーな圧電材料Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub>やAlN薄膜を使った振動発電素子と同等以上の性能を得ている。しかしながら, これまでの発電性能の評価においては, 素子に理想的な正弦波振動を与えていて, 実際の環境にある振動とは異なるものである。発電素子にランダ

ムな振動を与えた場合に発電性能にどのような影響が及ぶか知見を得たので報告した。

### BiFeO<sub>3</sub> 非鉛強誘電体薄膜を用いた圧電型振動発電素子の開発

エネルギーハーベスティングコンソーシアム(東京都)(26.12.9)

○村上修一, 他

近年, 自己給電する自立型センサモジュールが多数配置されるセンサネットワークの構築などがBEMS(Building Energy Management System)で必要とされることなど環境発電(エネルギーハーベスティング)が注目されている。エネルギー源として, 光, 振動, 熱などがある。そこで振動に着目し, 今後Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub>(PZT)の代替として期待できるBiFeO<sub>3</sub>非鉛強誘電体(圧電体)を使った圧電型振動発電素子の開発を行っている。圧電材料の開発, 圧電体薄膜の製膜プロセスとMEMSプロセスの融合, めっきプロセスを使った微小な錘形成プロセスについて報告した。

### 圧電 MEMS 振動発電素子の振動モード解析

電気学会全国大会(東京都)(27.3.24)

○村上修一, 佐藤和郎, 中嶋隆勝, 長瀧敬行, 中出卓男, 他

近年, 光, 振動, 熱など身近な環境に存在する微小エネルギーを電気エネルギーに変換する環境発電が注目されている。今までにBiFeO<sub>3</sub>非鉛強誘電体薄膜を用いた片持ち梁構造の圧電型振動発電素子を試作し, 高い発電性能を得ている。しかしながら, 片持ち梁構造では印加加速度を大きくするにつれて錘の回転運動が生じ発電効率が低下する問題点がある。一方, 両持ち梁構造にすると共振周波数の低減が困難になる。そこで, 錘の回転運動の抑制と共振周波数の低減化を両立する複数梁構造を考案し, 振動発電素子の試作と評価も進めている。有限要素法により複数梁構造の振動モード解析を行い, 各振動モードにおける梁の変形と共振周波数に関する知見が得られたので報告した。

### BiFeO<sub>3</sub> 非鉛強誘電体薄膜を使った圧電 MEMS 振動発電デバイス

低温工学・超電導学会関西支部度講演会(和泉市)(27.5.15)

○村上修一

圧電 MEMS 振動発電デバイスについて, BiFeO<sub>3</sub>(BFO)非鉛強誘電体薄膜の配向制御による発電性能指数の向上, MEMS プロセスと BFO 製膜プロセスの融合, めっ

きプロセスによる錘の形成，発電性能，振動モード解析をメインに今までに得られた成果を報告した。この他，MEMS 技術とはそもそもどのような技術なのかを解説し，応用分野とその今後の市場規模予測等を述べた。さらに，当所が保有する MEMS 技術に関連した装置（例えば，マスク作製装置，マスクアライナー，各種製膜装置，電気特性評価機器など）や技術支援内容を紹介した。

#### Simulation of Vibration Mode of Multi-Beam Piezoelectric MEMS Vibration Energy Harvesters

2015 Joint ISAF-ISIF-PFM Conference(Singapore)(27.5.25)

○村上修一，中出卓男，長瀧敬行，中嶋隆勝，佐藤和郎，他

近年，MEMS 振動発電デバイスが脚光を浴びている。これは，今後需要が高まることが予想されている自給電型ワイヤレスセンサ向け電源として期待されていることに起因する。現在，振動発電デバイスの開発においては国内外を問わず，発電能力の向上の他，振動周波数の帯域に関心が集まっている。これまでに BiFeO<sub>3</sub> 強誘電体薄膜を搭載した片持ち梁構造をもつ振動発電素子が高い発電能力を持つことを示してきた。片持ち梁構造と比較して，振動周波数帯域が広く，出力電圧が高くなることを期待できる両持ち梁を考案し，その振動モード解析を行うことにより，今後の設計指針となる知見が得られたので報告した。

#### 有機半導体を用いたフレキシブル温度センサと CMOS 読出回路

応用物理学会春季学術講演会（平塚市）(27.3.11)

○中山健吾，宇野真由美，金岡祐介，車 溥相，他

現在，センサネットワークが高度にはりめぐらされた社会基盤が構築されつつあり，工場や物流，教育，医療等の様々な分野において，センシング機能をもったデバイスを設置する必要性が増している。自由な曲面形状に作製できる種々のセンサは，従来よりも多様な場面でのセンシングを可能にし，より安全・安心な社会の実現に貢献できる。有機半導体は，軽量性や柔軟性，低温作製が可能といった特徴により，フレキシブルエレクトロニクスを実現するためのキーデバイスとして注目されている。塗布成膜した有機半導体活性層を有するフレキシブル有機温度センサと有機トランジスタから構成される CMOS 読出回路を作製したので報告した。

#### 高性能有機薄膜トランジスタを用いた電子デバイスの

#### 要素技術開発

ビジネス・エンカレッジ・フェア 2014(大阪市)(26.12.9)

○金岡祐介，宇野真由美，朴 忠植，北川貴弘

有機半導体はフレキシブルな基板上に塗布で電子回路が作製可能なことから注目を集めているが，高性能な有機半導体結晶が作製できる専用装置は未だない。結晶を作製するプロセスは研究段階であるため，手作業や非効率的な作業がある。そこで手作業で行っているプロセスをメカトロニクスの技術で，自動化を図る。電子制御であれば，ばらつきや再現性の問題が改善されることや効率良く結晶を作製可能になることが期待される。高性能な有機トランジスタと有機半導体の塗布に関する装置や課題について報告した。

#### 培養細胞常時観察装置の開発

生体医工学シンポジウム 2014(小金井市)(26.9.26)

朴 忠植，山東悠介，○他

今日，少子化対策として高度生殖補助医療 (ART) が注目されている。ART においては培養中の受精卵 (胚) に加わるストレスを最小化し，致命的な医療事故である胚の取り違いを未然に防止することが重要である。インキュベータ内で培養中の胚の常時観察を行うことで，前述の問題点を解消しつつ，良好な発生過程をたどった高品質な胚を特定できる培養細胞常時監視装置を開発し，ウシ胚の卵割過程の観察に成功した。

#### インターネットを利用した実験室用環境モニタリングシステムの作成

和泉ビジネス交流会（和泉市）(26.9.5)

○大川裕蔵

所内の実験室等の部屋の環境をセンシングし，インターネットを用いて一元的に管理するシステムを作成した。積分球や大型配光装置は運用・管理に当たって，規定の温度・湿度に維持されることが求められている。そこで厳しい管理環境が求められている実験室の温度と湿度をセンシングし，それらのデータをインターネットを通じてモニタするようにした。温度・湿度のモニタリングにはそれらをセンシングできるセンサとマイコンを組み合わせ，フリーで利用できるプログラミング言語を用い，システムを低コストで作成した。それらのデータをインターネットを通じて外部からモニタすることができる。

#### インターネットを利用した実験室の環境モニタリングシステムの作成

産業技術連携推進会議近畿地域部会情報・電子分科会

交流会 (福井市)(26.11.13)

○大川裕蔵

当所には運用・管理に際し、規定の温度・湿度に維持されることが必要な装置が多数ある。通常それらの装置は適切な環境で管理されているが、現場でしか使用環境を知ることができない。そこで複数の研究室の温度と湿度をセンシングし、それらのデータをインターネットでモニタするシステムをマイコンとフリーのプログラム言語を用いて作成した。このシステムを用いれば離れた場所にある工場や倉庫の環境をモニタすることができる。保守・点検に係る労力やコストの低減、ひいては全体的な省エネ・省人化に役立つと考えられる。

**超音波を用いた位置検出手法の改善とハードウェア開発**  
センサエキスポジャパン 2014 次世代センサフォーラム  
展示コーナー (東京都)(26.9.17)

○金岡祐介, 北川貴弘

超音波を用いた物体検知、距離計測は、安価な部品で構成が可能であることや演算量が少ないことから幅広く利用されている。超音波を用いて位置計測するために従来は演算量の少ない遅延加算法を採用し、追尾ロボット等に搭載していたが、サイドローブや角度分解能に問題があった。アレイアンテナの分野で提案されている高分解能な到来方向推定法は演算量が多く複雑でリアルタイム化は困難であったが、ICの集積化の進展や開発ツールの入手性の充実から複雑な計算も扱いやすくなってきた。ここでは、高分解能な到来方向推定法である Capon 法と線形予測法をハードウェア化を見据え、計算機シミュレーションと実環境下で評価した結果について報告した。

**高速有機整流素子と有機 CMOS リングオシレータを用いた RF 変調回路**

応用物理学会秋季学術講演会 (札幌市)(26.9.18)

○金岡祐介, 宇野真由美, 中山健吾, 他

有機トランジスタは低温プロセスで作製できるため、プラスチック上の半導体論理デバイスの候補として、研究開発が進められている。応用先の一つとして RFID タグがあり、有機材料の特徴である塗布プロセスを利用することで、アンテナを搭載するフィルムに直接作製が可能になると考えられる。RFID タグは内部にエネルギー源を持たないものが多く、電磁誘導でリーダから電力を得ている。従って、搬送波から DC 電圧へ変換するための高速有機整流素子が重要である。ここでは、高移動度 p 型有機 TFT を整流素子に利用し、有機

CMOS リングオシレータと組み合わせて搬送波を変調する回路を作製したので報告した。

**大面積の高移動度塗布型有機半導体結晶薄膜の作製と CMOS 回路**

応用物理学会秋季学術講演会 (札幌市)(26.9.18)

金岡祐介, 宇野真由美, ○他

近年高移動度の有機半導体材料の開発が進み、有機トランジスタをセンサデバイスや RFID 通信デバイスの論理回路に実装する技術開発に期待が高まってきている。有機半導体を用いることによって、印刷可能な p 型及び n 型のトランジスタを構成し、低消費電力の CMOS 回路を構築できることは、低コストかつ少量多品種生産を可能とする次世代型半導体産業にフィットする基盤技術として大変魅力的である。大面積にわたって高い均一性の高移動度有機トランジスタアレイを構成するための基盤技術として、最大で 10 cm 角程度の p 型及び n 型の有機半導体結晶薄膜を成長する溶液プロセスを確立したので報告した。

**製品衝撃試験における階段法・Johnson 法・提案法の比較検討**

日本包装学会年次大会 (東京都)(26.7.4)

○中嶋隆勝

製品衝撃強さの統計的解析方法として、二つの方法、通常の試験方法に Johnson 法・提案法を適用する方法 (以下、A 法と称す) と、系統的に合否判定試験を繰り返す階段法 (以下、B 法と称す) がある。両者を比較検討し各特徴を整理し、得られた結論は以下のとおりである。A 法では必要とする試料数は B 法の約半分である。A 法では蓄積疲労の影響があり、特に、入力衝撃の増加率を 1.1 倍以下に設定すると、蓄積疲労が増大し評価精度が低下する危険性がある。B 法では試験前の製品衝撃強さの予測精度が低いと、必要試料数の増加あるいは統計解析精度の低下がもたらされる。

**製品衝撃強さ試験における統計解析手法**

日本信頼性学会秋季信頼性シンポジウム (東京都)(26.11.19)

○中嶋隆勝, 堀口翔伍

輸送中の製品破損率を抑えるには、製品衝撃強さを統計解析することが大切である。まず、二つの統計解析手法、「全試料について製品衝撃強さ試験を繰り返す方法」(以下、A 法と称す) と「系統的に入力衝撃レベルを調整し合否判定試験を繰り返す階段法」(以下、B 法と称す) を比較検討し、次の特徴があることを明ら

かにした。B法ではA法での約2倍の試料数が必要となる。A法では蓄積疲労があり、評価精度を上げるため増加率 $r$ を小さくすると蓄積疲労が増大する。次に、A法でよく遭遇する初期打ち切りデータと、中途打ち切りデータを適切に処理する方法を考案し、その精度を確認し、考案法の有効性を確認した。

#### スペクトル分離によるフルカラー再生可能な単一計算機ホログラム

日本光学会年次学術講演会(東京都)(26.11.5)

○山東悠介, 他

ホログラフィを用いた3次元ディスプレイを実用化するためには、RGB各色の光源を用いたフルカラー再生が必要不可欠である。しかし、RGB各色に対し空間光変調器(SLM)を用いると、光学系のサイズが大きくなる、コストがかかる、光軸調整が難しい、などの課題がある。これまで、単一SLMを用いたフルカラー再生については、多くの方式が報告されている。各色のスペクトルをフーリエ空間上で分離させることで、単一SLMによるフルカラー再生を行うための計算方法と、それを実現するための光学系を提案した。数値シミュレーションにより、3次元フルカラー再生が出来ることを示した。

#### 波面回転光学系を用いた全水平方向から観測可能なホログラフィック3-Dディスプレイの時分割数の削減 応用物理学会春季学術講演会(平塚市)(27.3.14)

○山東悠介, 他

ホログラフィック3-Dディスプレイは、最も自然に物体を再生できることから、将来的な3-Dディスプレイとして期待されている。筆者らは、これまで視域の拡大化について、回転ミラーと空間光変調器の組み合わせの時分割方式を用い、水平方向の視域を360°全周囲にまで拡大する手法を提案した。しかし、本システムでは、ミラーの回転に伴い、座標系も回転し、結果として像にボケが生じる。これを軽減するため、時分割数を理論値より遥かに多い値に設定する必要がある。座標系の回転を光学的手法により補正することで、再生像のボケの軽減し、時分割数の削減につながる方法を提案する。また、その実験結果について報告した。

#### Holographic 3-D Display Viewable from All Horizontal Directions by Using a Single High-Speed SLM

14th Workshop on Information Optics(Kyoto, Japan)(27.6.3)

○山東悠介, 他

ホログラフィック3-Dディスプレイは、立体視に関

する生理的知覚要因をすべて満たすため、最も理想的な3-Dディスプレイであると考えられている。しかし、その観測範囲(視野角)の狭さが実用化には至らない大きな要因の一つとなっている。高速応答可能な空間光変調器を用いた時分割再生を行うことで、この問題に取り組んだ。結果として360°の完全な水平方向の視野角を実現し、両眼視差に加え、十分な運動視差も再現できたため、従来の3-Dディスプレイにはない臨場感を得ることができた。360°の視野角を実現するための光学系、それに必要なホログラムの計算法、ならび実験結果について報告した。

#### X線CTによる電気トリーの構造解析

電気学会全国大会(東京都)(27.3.26)

○岩田晋弥, 四宮徳章, 山東悠介, 伊藤盛通, 他

高分子材料を高電界のもとで長期間使用すると絶縁性能が低下し、最悪の場合は絶縁破壊に至る。電気トリーは絶縁破壊の前駆現象として知られている。電気トリーの長さや形状を調査することは、材料の絶縁性を評価する上で非常に重要である。高空間分解能X線CTを用い、電気トリーの微細構造を3次元的に観察し、その特徴を評価することを目的として研究を行った。X線CTは非破壊の構造分析手法として知られているが、電気トリーに適応した例はわずかである。特に、視野を1mmのオーダーに保ち空間分解能を5 $\mu$ mより優れた状態で撮影した例はほとんどない。空間分解能1.5 $\mu$ mで電気トリーの3次元的な構造の観察に成功した。

#### 褥瘡予防寝具の性能評価技術

メディカルジャパン2015大阪(大阪市)(27.2.6)

○山本貴則

医学的には褥瘡(床ずれ)は、人体局所の持続的圧迫による虚血性の皮膚壊死とされている。また、褥瘡は仙骨部や踵骨部など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人体の部位に好発することが報告されている。これらの部位は、外部からの応力(接触圧)が加わったときに虚血状態に陥りやすい人体部位と考えられる。したがって、静止形の褥瘡予防寝具には、寝たときに身体と接触する面積を広げ、長時間にわたり人体の同一部位にかかる接触圧を低減させる性能が求められる。褥瘡予防寝具の性能評価技術を確立するために、褥瘡の最好発部位である仙骨部に注目し高齢被験者が代表的な静止形の褥瘡予防寝具に仰臥したときの仙骨部接触圧と皮膚組織血流量を同時に計測した。また、センサがシート状の圧力分

布測定装置を用いて仰臥位における圧力分布を測定するとともに、寝具の機械的特性（圧縮特性）との関係を検討した。

### タッピングマシンを用いた床材からの付着粉じん舞い上がり評価の検討

繊維学会年次大会（東京都）(27.6.12)

○山本貴則，他

室内の粉じんにはアレルギーとなるハウスダストが含まれており、堆積・沈着したものが歩行などの動作にともなって再び舞い上がったときにも室内空気汚染源となる。タッピングマシン（軽量床衝撃音発生装置）を用いて床材に衝撃を与えたときに飛散する粉じん量を実験的に検討した。その結果、繊維製床材ではパイルに付着した粉体が一時的にパイルの空隙や繊維間に取り込まれたために衝撃により舞い上がった粉じん量（濃度）が木質系床材に比べて少なくなった。また、タッピングマシンを用いることによって床材からの粉じん舞い上がりを評価できることがわかった。

### 全国公設整備機器データベースの機能改良

音・振動研究会（岡山市）(26.10.2)

○袖岡孝好

音・振動研究会（産業技術連絡会議情報通信・エレクトロニクス部会情報技術分科会）が整理・蓄積してきた整備機器に関する情報を、汎用ソフトを用いて業務に利用し易いプロトタイプを構築・提案した。

### 生体データから見る看護実践知の特徴 —採血実施時の心拍変動分析—

計測自動制御学会システム・情報部門学術講演会（岡山市）(26.11.22)

○片桐真子，他

看護技術として採血実施時の看護師と初学者の緊張状態の比較から、その特徴を定量的に明らかにすることを目的とし、生体データとして、自律神経反応である心拍変動に着目した。計測した心電図波形から正確な R-R 間隔を導出し、時間解析と周波数解析を行った。時間解析では副交感神経指標である CVI を、周波数解析では低周波成分 LF と高周波成分 HF から LF/HF を求め、これらの相関を求めた。その結果、看護師では CVI と LF/HF に負の相関が強く落ち着いた精神状態であるのに対し、初学者では採血技術に対して不安定な状態であったことから、心拍変動が採血技術の心理状態を表す客観的な指標となりうることがわかった。

### 歩行帯電シミュレーションの現状

日本物理学会秋季大会（春日井市）(26.9.8)

○平井 学，他

我々が冬場のような乾燥時期に頻繁に経験する電撃ショックは、静電気放電によるものであり、身近な物理現象である。前回の報告で、歩行によって人体が帯電することを紹介したが、この事はすでによく知られている。この現象を説明するために人体の電位変動の波形を計算で再現することが試みられてきた。これまでに考えられたモデルや計算方法はいくつかあるが、それぞれの長所と短所なども整理されておらず、予測を目的として有用かどうかは明確ではない。これまでに報告されているシミュレーションを調査、整理した。

### 絶縁体同士の接触帯電量の計測（第2報）

静電気学会春期講演会（東京都）(27.3.5)

○平井 学，他

絶縁体同士の接触帯電については未解明であり、その解明を目指している。また、それはその原理を利用するアプリケーションの設計にとっても非常に重要である。我々は、真空装置と除電器を利用して接触帯電の実験を行った。実験結果にゼロ電荷が含まれていたが、接触面積の下限値から予想される接触帯電量は測定器の最小目盛を目分量で 10 分割したときの電荷量よりも小さかったためにゼロとみなされている可能性も十分にあることがわかった。ゆえに、今の実験の測定感度、精度では絶縁体同士の接触帯電の有無について結論付けることはできない。今後、測定器の感度と精度を改良する必要がある。

### 絶縁体同士の接触帯電量の測定

日本物理学会年次大会（東京都）(27.3.21)

○平井 学，他

接触帯電についての研究は様々な実験方法が検討・実施され、金属と半導体においてはほぼ明らかになっている。しかし、絶縁体については未だに議論が続いている。絶縁体同士の接触帯電を調査するため、真空装置を利用した方法を検討した。この方法は、絶縁体同士を接触させるときに使用する治具等との接触分離によって発生した電荷を除電して、試料間の接触分離でのみ発生した電荷量を直接ファラデーケージに投入して測定することができる。今回は装置紹介とこれまでに得られたデータを示し、見えてきた課題について報告した。

### 包装内容品の 3 次元振動に注目した輸送環境と試験環

## 境の比較

日本包装学会年次大会(東京都)(26.7.3)

○津田和城

著包装貨物の振動試験の精度向上を図るために、箱内の内容品の振動に注目して輸送と等価な試験を行うシステムの研究開発に取り組んでいる。前報で1軸加振中の内容品の振動を調べたところ、内容品は3次元に振動し非加振方向にも振動していた。そこで、XYZ各方向の内容品の疲労度合に注目し、輸送環境と試験環境でどの程度の違いがあるのかを調べた。ここでは、内容品入り包装貨物を用いてトラック輸送およびJIS試験を行い、XYZ各方向の内容品の蓄積疲労を算出し比較した。その結果、試験でZ方向に加えてXY各方向の加振を適切に組み合わせることにより、両環境における蓄積疲労が近づく可能性があることがわかった。

## 包装貨物の振動試験の条件適正化に向けた取り組み

近畿ポリテックビジョン 2015(岸和田市)(27.2.20)

○津田和城, 中嶋隆勝, 他

さまざまな業界で包装貨物の振動試験が行われ、出荷前に振動によるトラブルの有無が調べられている。しかし現在の試験方法には課題があり、試験条件が実輸送を反映しているとは言い難い。そこで条件適正化を目指し、内容品にかかる負荷に注目して実輸送と等価な試験が可能な蓄積疲労振動試験システムが開発された。本システムの活用方法として、実輸送と等価な試験条件の作成方法について紹介した。さらに、本システムの3次元化に向けた取り組みとして、輸送中および試験中における内容品の3次元振動の計測結果についても紹介した。

## Analysis of Transportation Vibrations and Proposal of Method to Calculate Fatigue Equivalent PSD Based on Vibration Fatigue of Packaged Products

IAPRI Symposium on Packaging 2015(Valencia, Spain)(27.6.9)

○津田和城, 他

振動試験の条件適正化を図るために、輸送振動の測定が数多く行われている。輸送振動には大小さまざまな振動が含まれているが、その詳細は十分検討されていない。また輸送振動から試験条件を導出する際には、輸送振動の厳しさを表すPSD(疲労等価PSD)を求める必要がある。そこで、内容品の蓄積疲労スペクトルに注目し、輸送振動の分析および疲労等価PSDの簡易算出法の提案を行った。その結果、輸送振動に含まれている大きな振動は短時間にもかかわらず、その振動が

内容品に及ぼす影響は大きいことが確認された。また提案法を用いれば、比較的単純な計算の繰り返しにより、輸送振動の疲労等価PSDを計算できることを示した。

## 3軸同時振動試験のための輸送環境データの相関分析

日本包装学会年次大会(東京都)(26.7.3)

○細山 亮, 津田和城

振動試験を実施し、包装内容品に問題がないことを確認したにもかかわらず、実際に輸送すると内容品に破損が見られることがある。その原因の一つとして、実輸送中には3軸方向同時に揺れが生じるのに対し、振動試験では3軸方向を単軸ずつ加振していることが挙げられる。そこで、3軸同時振動試験を実施することで試験精度の向上が期待できるが、その試験方法は確立されていないのが現状である。トラックの荷台に生じる加速度を、進行方向、横方向および鉛直方向について計測し、進行方向と横方向、進行方向と鉛直方向、横方向と鉛直方向について相関を分析することで、3軸同時振動試験のための振動試験条件について検討した。

## 振動試験における供試品の固定の有無が包装内容品に与える影響

全日本包装技術研究大会(札幌市)(26.11.20)

○細山 亮, 他

2013年に、JIS Z0200の改正によって、供試品を振動台に固定して行う振動試験(以下、通常の振動試験と呼ぶ)に続き、追加で跳ね上がり振動試験を行うことが規定された。跳ね上がり振動試験は供試品を振動台に固定せずに行う試験であるため、通常の振動試験と異なる負荷が包装内容品に加わると考えられるが、振動負荷にどの程度の差があるのかを示す定量的な調査は見当たらない。ダミー包装品を振動台に載せ、跳ね上がり振動試験と通常の振動試験を行い、内容品に生じる加速度を計測した。内容品に生じる加速度からパワースペクトル密度と確率密度分布を求め、跳ね上がり振動試験と通常の振動試験の差を明らかにした。

## 製品衝撃強さ評価における2種類の打切りを含むデータの統計解析手法

全日本包装技術研究大会(札幌市)(26.11.20)

○堀口翔伍, 中嶋隆勝

製品衝撃強さを評価するため衝撃試験が実施されている。製品衝撃強さの評価精度の向上は市場での商品破損率の予測精度の向上に直結する。しかし、衝撃試



験を実施すると1回目の衝撃で破損してしまうデータ(初期打ち切りデータ)や最後の衝撃でも破損しないデータ(中途打ち切りデータ)が発生することがある。これらのデータは衝撃強さの値が不明なデータであり、発生すると統計解析することは困難となり、無視すると統計値の精度が低下してしまう。これら2種類の打ち切りデータを同時に含むデータの統計解析手法を考案したので報告した。

### 精密化学分析センター等の機器のご紹介

彩都バイオサイエンスセミナー(茨木市)(26.9.4)

○木本正樹

機器利用などの特集として、医薬基盤研究機構、大阪大学産学連携本部とともに、当所および関連装置等の紹介を行った。当所の沿革、事業内容とともに昨年度整備した精密化学分析センターの液体クロマトグラフ質量分析装置、熱分解総合解析システム、ICP質量分析装置、熱分析システム、球面収差補正機能付走査透過型電子顕微鏡などについて機能や分析対象などを説明した。

### Properties of the Gel Particles with Projections prepared from PEG Macro-Azo Initiator and Application to Prepare Aromatic Sheets

The 5th World Congress on Adhesion and Related Phenomena (WCARP-V)(Nara, Japan)(26.9.9)

○木本正樹, 他

ゲル微粒子を精油により膨潤させ、膨潤ゲル微粒子を粘着剤に分散させることで、芳香性粘着シートを調製した。乾燥させたゲル微粒子に精油を添加すると1時間程度で膨潤した。膨潤したゲル微粒子はアクリルエマルション中に容易に分散し、PETフィルム上にキャスト後乾燥させることで、芳香性粘着シートを調製することができた。アクリル粘着剤中に、乾燥ゲル微粒子(0.3wt%)を加えた場合、剥離強度は元の粘着剤に比べてわずかに向上したが、精油膨潤ゲル20wt%を添加した場合には剥離強度は約1/2に低下した。ゲル微粒子を添加した粘着シートはいずれも再剥離性を示した。また芳香性粘着シートの香りは1週間以上継続した。

### 凹凸型ゲル微粒子を用いた共同研究開発

ビジネス・エンカレッジ・フェア 2014(大阪市)(26.12.9)

○木本正樹

通常水のゲル化は比較的容易であり、ハイドロゲルも多くの種類があるが、油性成分のゲル化剤は少なく、オイルのゲル化には70℃程度の加熱が必要である。

薬品によっては加熱により、揮発したり、変性する場合もあり、室温付近でゲル化可能な素材が求められている。当所では、精油などの芳香成分や薬剤を室温で容易に保持(ゲル化)できる凹凸型ゲル微粒子を開発している。本ゲル微粒子は水、有機溶媒等によって20倍程度膨潤し、比表面積も比較的大きく、膨潤した微粒子を他の材料と混合・再分散できる、などの特色を活かして、企業との共同開発により芳香性ゲルシートや再剥離粘着剤などを開発している。

### 凹凸型ゲル微粒子を用いた共同研究開発

高機能プラスチック・ゴム展(大阪市)(27.1.27)

○木本正樹

凹凸型ゲル微粒子は比較的比表面積が大きく、水や有機溶媒によって10~20倍膨潤し、樹脂などへの混合・分散も良好、などの特長を有している。精油を室温で膨潤・ゲル化できるゲル化剤は非常に少なく、ゲル化した精油とスポンジを組み合わせ、芳香性ゲルシートや芳香性の粘着剤を共同開発してきた。高機能プラスチック・ゴム展では、本ゲル微粒子の特長を活かした顕色剤や経皮吸収薬、など新たな応用展開の部分での共同研究・開発の可能性をアピールした。

### 凹凸型ゲル微粒子の特性と応用展開

ナノテクフォーラム 2015(豊中市)(27.3.16)

○木本正樹

ポリエチレングリコール(PEG)ブロックを有する高分子アゾ重合開始剤(PEG-MAI)と多官能性のモノマーを用い、水/アルコール混合溶媒中における分散重合によって、特徴的な凹凸を有するゲル微粒子が得られることを見出した。凹凸型ゲル微粒子の調製法およびその特性とゲル微粒子を用いた応用について紹介した。モノマーが重合した一次粒子をシェル部分のPEGブロックが連結し、比較的膨潤しやすい構造となっている。シェル部がPEGブロックで覆われているため、水だけでなく、有機溶媒でも膨潤する。また各種溶媒や樹脂エマルションなどへの分散性が良好であり、比較的容易に混合して、塗膜やフィルムを形成することができる。これらの特長を活かして用途開発を進めている。

### 膨潤ゲル微粒子を用いた芳香性粘着フィルムの調製とその特性

日本接着学会年次大会(豊田市)(27.6.19)

○木本正樹, 他

我々は、単分散の凹凸型ゲル微粒子が水/アルコー

ル混合溶媒中における一段階の分散重合によって、比較的容易に調製できることを報告してきた。凹凸型ゲル微粒子の特徴である、膨潤と他の樹脂等への良好な分散性を活かして、ゲル微粒子に芳香性精油を含浸させ、さらにエマルジョン粘着剤に分散させて芳香性粘着フィルム調製の試みた。芳香性粘着フィルムの調製法とその特性についての結果を報告した。粘着剤に分散・混合するゲル微粒子の形態の違いや精油による膨潤によって、粘着剤としての挙動が大きく変化することがわかった。

**－各種質量分析装置の活用例をわかりやすく説明！－  
分析でわかること・解決できること**

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(26.7.18)

○中島陽一

分析、特に化学分析に関して、念頭においておくべきことを概説した。加えて、ICP質量分析法の概説、前処理法、測定事例などの解説を行った。

**ペルオキシ硝酸のイオンクロマトグラフ分析**

分析化学会年会(東広島市)(26.9.17)

○中島陽一、井川聡

酸性条件下、イオンクロマトグラフを用いて、きわめて不安定な物質であるペルオキシ硝酸の分析を行った。まず、溶離液のpHや種類などを変化させ、亜硝酸及び硝酸との分離挙動などを検討し、良い分離条件を見出した。また、分離カラムを冷却することで、ペルオキシ硝酸をそのまま測定することが可能となった。加えて、フォトダイオードアレイ検出器を用い、単離後の紫外可視スペクトルを得ることができた。このスペクトルは既報とよく一致していた。

**大阪府立産業技術総合研究所における重量測定の信頼性確保**

産業技術連携推進会議知的基盤部会分析分科会(岐阜市)(26.12.4)

○中島陽一

高度な技術開発や製造現場などでは計量管理手法の導入が不可欠である。当所における重量測定の標準的な管理手法の確立を目的とし、標準分銅の継続的な測定、データ収集及びその解析を行った。得られたデータから、測定室温の影響が大きいこと、てんびんの内部調整機能が有効であることなどを見出した。加えて、データ解析結果から、感度係数および許容されるばらつきなどの管理値を提案した。さらに、1gの校正分銅を用いた所内てんびんの動作チェックを行った。こ

の手法はてんびんの維持管理手法として有効であった。これら得られた知見について報告した。

**有害化学物質の管理と分析法**

関西ゴム技術研修所見学会(和泉市)(27.4.10)

○中島陽一

EUにおいて、RoHS指令が施行され、鉛、六価クロムなど6物質が規制対象となって8年あまりが経過した。さらにEUでは、今まで問題視されなかった一般的な化学物質も管理対象とするREACH規則も施行されている。我が国でも化審法、化管法が改正され、より総合的な化学物質管理がなされようとしている。このように製造業での化学物質管理は、業種を問わず避けて通れない問題となってきている。REACH規則、化審法、化管法など総合的な化学物質管理の概要を述べた。また、新たに加わった規制対象有害物質を含め、一般的に問題視される化学物質についてその性質と分析法を初学者にも分かりやすく概説した。

**－各種質量分析装置の活用例をわかりやすく説明！－  
分析でわかること・解決できること**

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(26.7.18)

○小河 宏

昨年度新規導入/更新したガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)について解説するとともに、測定事例としてプラスチック添加剤の分析について紹介した。高分子材料の特性を理解するには添加剤の分析が重要である。しかし、添加剤の種類は多岐に渡り、また、使用量は1%以下であることが多いため、分析が困難となっている。そこで、汎用性プラスチック(ポリカーボネート、ポリプロピレン)を中心に、前処理方法について解説するとともに、GC/MSを用いた添加剤の同定について紹介した。

**プラスチック添加剤の分析**

高機能プラスチック・ゴム展(大阪市)(27.1.27)

○小河 宏、林 寛一

高分子材料の劣化を解析するには、その性能を維持・向上させるために用いられる紫外線吸収剤や酸化防止剤などの添加剤を同定することは必要不可欠である。プラスチックに用いられている添加剤を同定し、データベース化することを目的として、添加剤の抽出方法や誘導体化法などの前処理方法について検討を行った。今回は、昨年度導入/更新した機器および検討した誘導体化分析について、分析例とともに紹介した。

### 官能基を有する芳香族ポリアミド微粒子の作製および キャラクターゼーション

高分子研究発表会(神戸市)(26.7.24)

○吉岡弥生

高分子微粒子は塗料や医療用担体などをはじめとする様々な分野での用途展開が期待できることから、近年盛んに研究されている。特に官能基を有する微粒子は、さらなる機能化および複合化が可能であると考えられる。これまでに、酸クロライドとアミン化合物を超音波照射下、ピリジンを追加した反応系で沈澱重合を行うことにより、ナノ・サブミクロンサイズの芳香族ポリアミド微粒子が得られることを見出している。上記の作製手法を用いて官能基を有する微粒子を調製するとともに、粒子サイズのコントロールおよび粒子特性について検討を行った。また、クラウンエーテルとの複合化による高機能化も試みた。

### ナノファイバー状芳香族ポリアミドの転移に伴う構造 変化

高分子研究発表会(神戸市)(26.7.24)

○吉岡弥生, 他

近年、ナノ材料の1つとしてナノファイバーを2.3次元的に集合・階層化した構造体が注目されており、触媒担体、フィルター、センサーなどへの応用が期待されている。我々はこれまでに、沈澱重合法によって合成した、トリフルオロメチル基を有する芳香族ポリアミドがナノファイバー状構造体を呈することを見出している。しかしながら、その構造は非常に複雑であると推定される。構造と特性との詳細な相関を明らかにするため、赤外スペクトルおよびX線回折の温度変化測定を行い、構造変化について検討を行った。その結果、広い温度域(200~300℃)において、分子構造が変化していることがわかった。

### CF<sub>3</sub>基を有する芳香族ポリアミドナノファイバーの相 転移における構造変化

高分子討論会(長崎市)(26.9.25)

○吉岡弥生, 他

ナノファイバーから構成される構造体は、触媒担体やフィルターなどへの応用が期待され、実用化が試みられている。ナノファイバーの作製においては幾つかの手法があるが、芳香族ポリアミドのように高い耐熱性や耐薬品性を有する材料に対しては、その手法がかなり限定される。これまでに、沈澱重合法によって合成したトリフルオロメチル基を有する芳香族ポリアミドがナノファイバー状構造体を呈することを見出して

いる。しかしながら、その構造は非常に複雑であり、特性との詳細な相関も明らかでない。ナノファイバーの分子構造や温度変化に伴う構造変化について検討を行った。

### ナノファイバー状芳香族ポリアミド構造体の創製

次世代ナノテクフォーラム2015(豊中市)(27.3.16)

○吉岡弥生

ナノファイバーは、ファイバー径におけるサイズ効果のみならず、これらを集合・階層化することによっても高機能化が可能であり、触媒担体やフィルターなどへの応用も期待できる。そこで、芳香族ポリアミドを用い、沈澱重合法により耐熱性や耐薬品性に優れたナノファイバー構造体を作製した。得られたナノファイバー構造体のモルフォロジーや特性を評価するとともに、その分子構造や温度変化に伴う構造変化についても検討を行った。

### プラズマ処理水による根管消毒の有効性 — Candida に対する効果 —

歯科保存学会秋期学術大会(山形市)(26.10.30)

井川 聡, ○他

歯科における感染根管治療では、根尖性歯周炎の原因となる感染歯質を除去し、根管を無菌状態にすることが重要である。しかしながら、既存の技術では感染根管を無菌化するのは難しく、再発を完全に防ぐことは出来ていない。特に殺菌が難しいカンジダ菌を用いて抜去歯感染モデルを作製し、プラズマ処理水による殺菌の有効性を評価した。高濃度プラズマ処理水を酸性バッファーと共に抜去歯感染モデルの根管内に注入し、1分間作用させた後に無菌化の確認を行った。その結果、Candida albicansでは100%、Candida glabrataで88%の無菌化成功率となり、根管治療に有効であることが確認された。

### プラズマ処理水を用いた新しい殺菌技術

日本歯科保存学会秋期学術大会(山形市)(26.10.30)

井川 聡, ○他

大気圧プラズマを人体組織へ照射して医療行為を行うPlasma Medicineと呼ばれる研究分野は世界的に高い注目を集めており、その中でもプラズマによる殺菌・消毒の研究を進めている。プラズマを照射した水(プラズマ処理水)が低pH条件下で高い殺菌活性を示し、しかも短時間で失活することを発見した。このプラズマ処理水生成のための専用装置を製作することで、高濃度のプラズマ処理水を生成出来るようになり、細菌

芽胞を完全に無菌化することに成功した。高い殺菌力を持ちつつ、残留毒性を示さないという安全性も兼ね備えたプラズマ処理水は、歯科領域の様々な分野で活用が期待される。

#### プラズマ処理水に含まれる殺菌活性種の分離精製

Plasma Conference 2014(新潟市)(26.11.18)

○井川 聡, 中島陽一, 他

プラズマを照射した液体(プラズマ処理水)に短時間だけ高い殺菌活性が保持されていることが分かっている。このしかし、プラズマ処理水には過酸化水素や窒素酸化物などの様々な物質が含まれており、主要な殺菌因子が何であるかは不明であった。プラズマ処理水に含まれる殺菌活性種の生成を目的として実験を行った。特殊な条件でイオンクロマトグラフ分析を行うことにより、プラズマ処理水に含まれる殺菌活性種の分離精製に成功した。その結果、殺菌活性が単一の物質によるものであることが明らかとなった。

#### 低 pH 法ならびにプラズマ処理水による液中プラズマ殺菌の化学反応速度論

Plasma Conference 2014(新潟市)(26.11.18)

井川 聡, 中島陽一, ○他

プラズマの医療応用を目指して、人体組織の殺菌・消毒方法の研究を進めている。これまでの研究により、酸性条件下でプラズマを照射することできわめて高い殺菌力を得ることが出来る技術(低 pH 法)の開発に成功している。この技術を人体組織殺菌消毒に用いる場合、効果だけでなく安全性も重要となるため、その殺菌メカニズムを詳細に調べる必要があり、そのためにはプラズマによって誘起される液中化学反応の速度論的解析が重要となる。液体の温度および pH を変化させてプラズマ殺菌実験を行い、速度論的に解析した。その結果、プラズマを直接照射した際の殺菌因子が  $\text{HOO}\cdot$  であることが明らかとなった。

#### プラズマ液中殺菌における窒素ガスの役割

Plasma Conference 2014(新潟市)(26.11.18)

井川 聡, 中島陽一, ○他

プラズマによる液中殺菌では活性酸素のような活性種が重要な役割を果たしている。その活性種はプラズマと接触した周辺ガスが励起されることで供給される。プラズマを超純水に照射することで生成されるプラズマ処理水中に含まれる殺菌活性種に注目した。この殺菌活性種は室温で数分の寿命を有しており、プラズマ周辺の雰囲気ガスおよび溶存ガスの両方に窒素を含む

場合にのみ生成される。それにもかかわらず、この活性種は  $\text{O}_2\cdot^-$  を放出することが ESR によって確認されている。これらの結果は、 $\text{O}_2\cdot^-$  の前駆がプラズマ処理水中に形成されていることを示唆している。

#### 歯科疾患(う蝕および感染根管)の治療のための低 pH 法を用いたプラズマ殺菌効果

Plasma Conference 2014(新潟市)(26.11.18)

井川 聡, ○他

歯科における感染性微生物の制御が極めて重要であるが、複雑な微細構造を持つ象牙質の滅菌方法は未だ確立されていない。プラズマ液中殺菌技術に着目し、感染歯質の殺菌に効果があるかどうか検討した。殺菌対象となる液体をあらかじめ酸性にしておくことでプラズマの殺菌力を劇的に向上することが出来る「低 pH 法」を用い、プラズマジェット照射によって *invitro* の微生物懸濁液の滅菌効果を確認した。さらに、プラズマジェットによる感染う蝕モデルの無菌化や、プラズマ処理水を用いた感染根管モデルの無菌化にも成功した。

#### プラズマ生体相互作用の物理化学研究

Plasma Conference 2014(新潟市)(26.11.20)

井川 聡, 中島陽一, ○他

現在、プラズマの医療応用を目指して世界中で様々な研究が進められている。プラズマ科学と医学との組み合わせは、学際領域での研究が重要となる。プラズマは気相と液相中に活性種を供給し、それら活性種が生物の持つ生体高分子と反応して何らかの生理的な結果(細胞増殖や分化の促進, 細胞死など)を引き起こす。プラズマは魔法の道具ではなく、化学反応を誘起するためのツールであり、プラズマの有効利用のためには他の既存の方法によって達成することができないアプリケーションを見つけることが重要である。プラズマによって誘起される化学反応を素課程から解明する方法について述べた。

#### 大気圧低温プラズマ照射が象牙質とコンポジットレジンの接着強さに及ぼす影響

日本接着歯学会学術大会(神戸市)(26.12.13)

井川 聡, ○他

これまでの研究により、低 pH 環境下における大気圧低温プラズマ照射が、う蝕感染象牙質に対して良好な殺菌効果を示すことを確認している。しかし酸性条件では象牙質の脱灰が起きるため、その後のレジン修復における接着性が低下する可能性が懸念される。そ

ここで、ヒト歯冠象牙質切断面において低 pH 条件でのプラズマ照射がレジンの接着強度を低下させるかどうか微小引張り試験で評価すると同時に、処理象牙質面を SEM 観察した。その結果、酸性条件において象牙質面のスマイヤ層が完全に除去されていることが SEM 観察で確認されたものの、接着強度の低下は認められなかった。

#### 短寿命活性種を用いた新規滅菌技術

関西医療機器開発・製造展(メディカルジャパン 2015)  
研究成果企業化促進セミナー(大阪市)(27.2.5)

○井川 聡

近年、大気圧プラズマを用いた殺菌技術が医療応用の分野を中心に注目されている。我々は大阪大学で開発されたプラズマジェットを用い、液中殺菌技術の開発を進めてきた。これまでの研究により、プラズマを照射した液体(プラズマ処理水)に短時間だけ殺菌力が保持される現象を発見した。新たに連続処理可能な装置を開発し、従来は難しかった枯草菌の芽胞を不活化することも可能な高濃度プラズマ処理水の作製に成功した。高い殺菌力を示す一方で、短寿命活性種を利用した殺菌効果であるため、使用後速やかに分解・失活することから、副作用の少ない安全な殺菌剤として利用が期待される。

#### Physicochemical Study of Plasma Sterilization in Liquid with the Reduced pH Method and the Plasma-Treated Water(PTW) for Safety and Strong Disinfection

8th International Workshop on Microplasmias(IWM2015)  
(South Orange, USA)(27.5.11)

井川 聡, 中島陽一, ○他

プラズマ医療の研究が世界中で活発になされているが、プラズマを人体組織へ適応させる場合には、液体中での殺菌技術がきわめて重要となる。プラズマを照射した液体(プラズマ処理水)が低 pH 条件において非常に高い殺菌力を示すことがこれまでの研究でわかっていたが、さらにその活性の半減期が高い温度依存性を示すことを見出した。プラズマ処理水に含まれる殺菌活性種は大気圧プラズマによって誘導されたものであり、本発表ではこの活性種の化学反応について、化学反応速度論に基づいて議論した。

#### 殺菌消毒液としてのプラズマ処理水

日本歯科保存学会春季学術大会(北九州市)(27.6.25)

井川 聡, ○他

大気圧プラズマの医療応用に関する研究は世界的に

高い注目を集めており、その中でもプラズマによる殺菌・消毒の研究を進めている。これまでの研究により、プラズマを照射した液体(プラズマ処理水)によって効果的に液中殺菌を行う技術を開発している。このプラズマ処理水は *B.subtilis* の芽胞を完全に不活化できる画期的な殺菌力があることが判明しており、既存の化学薬液と比較しても高い効果を示す。一方で体温程度の温度上昇で速やかに失活することから、消毒で用いる際の残留毒性が低いと考えられ、生体為害性の少ない理想的な液体と期待できる。現在、このプラズマ処理水を用いて歯科治療を行う技術の研究・開発を進めている。

#### プラズマ処理水のう蝕感染象牙質に対する殺菌効果

日本歯科保存学会春季学術大会(北九州市)(27.6.25)

井川 聡, ○他

歯髄温存療法において露髄を回避するため、感染象牙質を非侵襲的に 1 回で無菌化する新たな治療技術を模索する中で、大気圧低温プラズマによる殺菌方法に着目した。すでに、120~180 秒のプラズマ照射が、ヒト抜去歯象牙質感染モデルに対し著明な殺菌効果を示すことを報告している。しかし臨床応用するには、殺菌に要する時間が 180 秒と長いことが問題となる可能性がある。そこで、活性種を高濃度に含有させたプラズマ処理水を作製し、これをヒト抜去歯う蝕感染象牙質モデルの窩洞に適用した場合の殺菌効果を検討した。実験の結果、10 秒間の応用で窩洞内の生菌数は検出限界以下となり、本手法は臨床面においてきわめて有用であると考えられた。

#### ー各種質量分析装置の活用例をわかりやすく説明！ー 分析でわかること・解決できること

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(26.7.18)

○林 寛一

質量分析法は、物質の同定や構造決定において重要な手法である。さらに、本手法と分離分析とを組み合わせた GC-MS や LC-MS は、有機化合物分析の上で欠かせない装置となっている。また、元素分析の分野でも質量分析法は利用されており、中でも高感度分析が可能な ICP-MS は、環境分析やファインエンジニアリング分野などで広く用いられている。このうち、LC-MS(液体クロマトグラフ質量分析装置)についてその原理や特徴、データの解析法及び実際に行った食品・天然物中の未知成分分析といった活用例を初心者にもわかりやすく紹介した。

### Recycle 可能な水溶性 OH ラジカル生成触媒の開発

次世代ナノテクフォーラム 2015(豊中市)(27.3.16)

○林 寛一, 中島陽一, 木本正樹

新しい水処理技術への応用を最終的な目標に, グリーンケミストリー(持続可能な社会への実現)の観点から, 回収・Recycle が可能な環境調和型触媒の開発を目指し, 触媒固定化用担体としてシリカを用いたナノサイズ球状微粒子の合成を行い, 固定化用官能基としてポリアリルアミンの導入・さらにモデル触媒を担持させることに成功した. なお, 触媒には水溶性の OH ラジカル生成金属酸化物を用いた. また, 本触媒は 0.01 mmol/L 以上の OH ラジカル生成が可能であること, さらに使用後触媒を遠心分離等行った後回収し, 電気化学的手法を用いることで, 触媒のリサイクルが可能であることを明らかにした.

### 水溶性ヘテロポリ酸担持ナノ微粒子の調製とその性質

日本化学会春季年会(船橋市)(27.3.27)

○林 寛一, 中島陽一, 木本正樹

グリーンケミストリーの観点から, Recovery・Recycle が可能な環境調和型触媒の開発を目指して, 担持用ナノサイズ球状シリカ微粒子の合成を行った. さらに触媒固定化用官能基としてポリアリルアミンを導入し, 触媒を担持させた. その結果, 本触媒は 0.01 mmol/L 以上の OH ラジカル生成が可能であることがわかった. また使用後, 触媒をろ過・乾燥させ再びラジカル生成量を測定したところ, その生成能は 1/2~1/5 程度減少していた. そこで, 電気化学的手法により触媒再生したところ, 初回時と同様 0.01 mmol/L 以上の OH ラジカルの生成が確認できたことから, Recycle が可能であることが明らかとなった.

### 大阪府立産業技術総合研究所での STEM 活用事例

産技研技術セミナー(和泉市)(26.8.27)

○長谷川泰則

走査透過電子顕微鏡(STEM)は, 材料内部の微細構造や組成などを原子のオーダーで観察や分析を行うことができる. そのため, 様々な材料中のナノ領域(最表面, 界面など)での形状, 膜厚, 結晶構造, 組成分布などについて情報を得ることが可能である. 当研所有の STEM を用いた各種材料評価事例をはじめ, STEM 用試料作製方法, 大気非暴露試験(FIB/STEM 雰囲気遮断システムの活用)について紹介した. 具体的にはナノ粒子やナノカーボン, 複合材料, 半導体デバイス, 電池材料など多種多様な材料についての解析評価技術について紹介した.

### 硫化物固体電解質を用いた全固体リチウム二次電池の作製と評価

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(26.11.21)

○長谷川泰則, 園村浩介, 櫻井芳昭

電解液ではなく, 固体を電解質に用いる”全固体電池”は, 従来の二次電池と比べ, 安全性やエネルギー密度(バッテリー密度)が高められるとして現在, 国内外の大学・企業で研究開発が活発に進められている. 硫化物固体電解質を用いた全固体リチウム二次電池について, 固体電解質材料を中心に, 評価技術等を紹介した.

### 放電プラズマ焼結法を用いたカーボンナノコイル添加炭化ケイ素の作製

産業技術連携推進会議近畿地域部会セラミックス分科会総会窯業研究会(京都市)(26.12.1)

○長谷川泰則, 垣辻 篤, 久米秀樹

優れた特長(高導電性・優れた機械的強度・電磁波に活性等)を有するカーボンナノコイルの新用途展開を目標に, セラミックスとの複合化による新たな材料の開発を行った. 短時間低温焼結が可能な放電プラズマ焼結法によるカーボンナノコイル添加炭化ケイ素焼結体の作製を行い, その焼結性や機械的性質等を評価した. その結果, 難焼結性の炭化ケイ素に対し, カーボンナノコイルを添加することで, 焼結助剤を用いずに緻密な焼結体が作製できることがわかった. また, 炭化ケイ素の高硬度化と高韌化を同時に達成できることも明らかとなった.

### 大気非暴露対応 FIB/STEM による電池材料評価

ニューセラミックス懇話会特別研究会(大阪市)(26.12.15)

○長谷川泰則

近年, リチウムイオン二次電池の材料開発や劣化解析において大気非暴露下での評価の重要性が高まっている. 中でも, 大気非暴露対応 FIB/STEM(集束イオンビーム加工/走査透過電子顕微鏡観察)システムは, 水分や酸素との反応性が高く大気中で変質しやすい(粉末・バルク形状)電池材料のナノ構造解析評価に不可欠な解析ツールとなっている. 本システムの概要ならび, 本システムを用いた材料評価技術について紹介した. ここでは, 次世代電池として近年注目される全固体型リチウム二次電池の正極材料について評価を行った.

### カーボンナノコイルの大量合成法と応用技術の開発

新無機膜研究会技術調査委員会(和泉市)(27.3.2)

○長谷川泰則

カーボンナノコイル(CNC)は、線径がナノメートルオーダーのらせん状のカーボン繊維で、その特異な形状とサイズを活かした高機能材料の開発が期待されている。当所で確立したCNCの大量合成法やセラミックスへの複合化技術、さらにTEM/STEMを用いたCNC解析技術について紹介した。

### 硫化物固体電解質ガラスの作製と評価

ニューセラミックス懇話会特別研究会(大阪市)(26.12.15)

○園村浩介, 櫻井芳昭, 稲村 偉, 長谷川泰則

硫化物固体電解質ガラスは、 $3 \times 10^{-4}$  S/cm程度のイオン伝導率を示すため、これを用いた全固体電池の開発が期待される。産業的な利点を考慮すると、特にシート型の全固体電池の開発が望まれる。しかしながら、現状では十分に薄く、かつ均質な固体電解質および電極シートを作製することが困難であるため、ほとんど報告がない。そのようなシートを作製するためには、最適な粒子サイズおよび形状を選定する必要がある。そこで、硫化物固体電解質ガラスを作製し、粒子径分布測定および走査型電子顕微鏡による観察を行うことによって、粒子サイズおよび形状について評価した。

### 全固体電池におけるアモルファス硫化モリブデン電極活物質の充放電前後における構造解析

電池討論会(京都市)(26.11.20)

尾崎友厚, ○他

近年、有機電解液を不燃性の無機固体電解質に置き換えた全固体リチウム二次電池の研究が盛んに行われている。特に、アモルファス硫化モリブデン( $\text{MoS}_3$ )電極活物質を用いた全固体電池は、初期放電容量が約760 mAh/gの高容量を示す魅力的な電極材料である。さらなる電池の特性向上のためには、この電極活物質の充放電前後における構造変化を明らかにし、電極活物質の充放電反応機構を理解することが重要である。そこで、全固体電池におけるアモルファス $\text{MoS}_3$ 電極活物質の充放電前後における構造解析を様々な手法を用いて行ったので報告した。

### 透過型電子顕微鏡による全固体Li二次電池の微細構造観察

ニューセラミックス懇話会特別研究会(大阪市)(26.12.15)

○尾崎友厚, 他

全固体Li二次電池が革新的蓄電池として注目を集めている。特に正極活物質として硫化物を用いた全固体電池は大きな理論エネルギー密度を持つことから注目されている。全固体電池の高性能化に向けた指針を得るためには、微細構造、界面構造の詳細な解析が重要であり、電極活物質と固体電解質、導電助剤がナノスケールで複合化された電極複合体を解析するには微細構造の観察や結晶構造解析を同時に行うことができる。透過型電子顕微鏡(TEM)観察が有効である。充放電を行った全固体電池セルから電極複合体を不活性ガス雰囲気下でサンプリングすることでTEM試料とし、透過型電子顕微鏡を用いて微細構造や結晶構造について調べた。

### TEM Observation of Interfaces and Phase Formation in Diffusion-Bonded Silicon Carbide Ceramics Using Metallic Inter layers

11th International Conference on Ceramic Materials and Components for Energy and Environmental Applications (Vancouver, Canada)(27.6.19)

尾崎友厚, 長谷川泰則, ○他

SiCセラミックスは耐酸化性、熱安定性に優れた高温構造材料である。大型、複雑形状部品の作製のため、SiCを接合するための技術がこれまで多く開発されてきた。しかし、SiCの接合界面の微細構造を透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて詳細に観察した研究は、接合界面部からのTEM試料作製の困難さから、これまで行われていなかった。そこで、SiCセラミックスを金属中間層を介して拡散接合処理した試料から、集束イオンビーム(FIB)を用いて接合界面部のTEM試料を作製し、詳細なTEM観察を行った。SEM観察、元素分析、TEM観察により得られたSiC接合界面の微細構造について報告した。

### 粉末積層造形用原料粉末の特性評価

ニューセラミックス懇話会特別研究会(大阪市)(26.12.15)

○陶山 剛, 垣辻 篤, 渡辺義人, 中本貴之, 木村貴広

SLS(粉末焼結積層造形法)はレーザにより粉末を焼結積層するRP装置であり、CADモデルから複雑な3次元形状を迅速に造形可能なことから、金型や機械部品の試作・開発や医療分野などの小ロット生産分野で注目されている。この方法では、薄く敷き詰めた粉末にレーザを照射して熔融・焼結し、順次積層することで3次元の造形物を得る。粉末を敷き詰めるプロセス

では均一な粉の層の形成が重要であるため、積層造形用新規材料開発の際は、高い流動性を備えた粉体を設計する必要がある。RP用粉体の流動性制御に関する基礎的な知見を得ることを目的として、原料粉体の流動性をCarrの流動性指数により評価し、一次物性を測定した。

#### Feasibility Study of Paper-Based Surface Enhanced Raman Spectroscopy of Tear Fluids for onsite Therapeutic drug Monitoring

2014 World Automation Congress(Kona, USA)(26.8.5)

櫻井芳昭, ○他

ラマン分光に基づく涙液中薬物測定を目指し、薬物水溶液のラマン分光測定を行ったところ、薬物ピークが検出可能であった。また、採取と表面増強ラマン散乱(SERS)基板として用いることを目指し、金ナノ構造体と紙を用いて基板を作成したところ、金ナノ構造体が紙表面に様に吸着されていることがSEM画像により確認された。

#### 次世代白色有機 EL 照明素子の印刷技術による作製

有機エレクトロニクス研究会(和歌山市)(26.11.11)

○櫻井芳昭

白色発光性高分子 EL 素子は面発光の特徴を活用した表示・照明応用が可能であり、EL素子のコスト削減を達成するために発光効率かつ選択的発光性に優れた機能性色素が求められている。新たに開発した機能性色素を用いた、シンプルな膜構成で大面積塗布を可能にする環境低負荷型の白色 EL 素子用インクの調製、さらに、この白色 EL 素子用インクを用いて溶液塗布法により作製した分子分散型白色発光性高分子 EL 素子の特徴について述べた。

#### 顔料分散ポリマーコロイドによるフルカラーマイクロレンズアレイのシリコン基板への作製

応用物理学会春季学術講演会(平塚市)(27.3.13)

○櫻井芳昭, 田中 剛, 佐藤和郎, 村上修一, 田中恒久, 松永 崇, 他

よりコンパクトな光システムを実現するために、集光度と色彩機能を合わせ持つフルカラーマイクロレンズアレイが必要となる。シリコンウエハ上にポジ型レジストを塗布し、マスク(50 μm角)を通じて露光を行った。ポリマーコロイド溶液と赤色顔料分散液から調製した溶液に、露光基板を浸漬し、電圧を印加した。露光部分のみに、赤色顔料分散ポリマーが堆積し、その後、加熱処理を行うことで、赤色レンズが得られた。さら

に、同一基板上に、赤色レンズを作製した同じ方法で、緑および青色顔料分散体から、それぞれ緑および青色レンズを順次作製した。その結果、シリコン基板上に混色がなく、均一な大きさを有するマイクロレンズアレイを作製することに成功した。

#### ニオイ分析総合システムによるニオイの分析事例

##### 各種消臭・脱臭製品の性能評価方法

香りの技術・製品展(大阪市)(26.7.2)

○喜多幸司, 山下怜子

ニオイに係る支援業務として、当所が実施しているニオイ分析総合システムによる分析事例、および各種消臭・脱臭製品の性能評価方法を紹介した。ニオイ分析総合システムの複合型ガスセンサー(におい識別装置)を用い、脱臭剤による生ゴミから発生する臭気の抑制効果を評価した事例や、ニオイ嗅ぎガスクロマトグラフ質量分析(GC/MS)を用い、芳香製品からのニオイの持続性を評価した事例等を紹介した。また、消臭・脱臭性能評価方法については、サンプリングバッグを用いる静置法と、連続通気法(ワンパス法)による消臭・脱臭性能の持続性評価方法を紹介した。

#### におい識別装置を用いた消臭性能試験について

産業技術連携推進会議ナノテクノロジー・材料部会繊維分科会近畿地域繊維担当者会議(奈良市)(26.10.17)

○喜多幸司, 山下怜子

国内での繊維製品の消臭性能評価は、ガス検知管とガスクロマトグラフを用いる一般財団法人繊維製品評価技術協議会の消臭性試験方法(消臭加工認証基準)が広く認知されている。今年、それらの方法のISO化とともに、金属半導体酸化物センサー(株式会社島津製作所製におい識別装置を想定)を用いた消臭性能評価方法もISO化された。新しくISO化された評価方法をわかりやすく解説するとともに、におい識別装置を用いると低濃度の複合臭気における消臭・脱臭性能評価が可能であるため、それらを実施した事例もあわせて紹介した。

#### においの分析と消臭・脱臭性能の評価

府市合同セミナー(大阪市)(27.2.6)

○喜多幸司

一般家庭および車用の消臭・脱臭製品の開発に役立つ情報を提供した。具体的には、におい物質の特徴、においの分析方法および各種消臭・脱臭製品の性能評価方法について、わかりやすく紹介した。消臭・脱臭製品を開発するには、嗅覚の特徴やにおい物質の性質



を正しく理解しておく必要がある。また、性能評価方法も、試料の形態および対象とするにおい物質に応じて、適切な方法を選択する必要がある。さらに、2014年4月にISO化された消臭方法のうち、混合臭気を取り扱う方法についても触れた。

#### においの測定方法と製品開発への利用法

低温工学・超電導学会関西支部講演会(和泉市)(27.5.15)

○喜多幸司, 山下怜子

においに関する基礎知識として、においの利用事例(医療分野, 防災分野), 嗅覚とにおい物質およびにおいの各種測定方法(官能評価, 機器分析)について解説したのち、当所で依頼試験および受託研究で多数実施している消臭・脱臭性能評価方法と、製品開発の支援事例を紹介した。支援事例は平成24年度以降、組合や企業からの受託研究において実施した、消臭・脱臭性能評価技術を活用した脱臭帆布および脱臭インソールの開発について、また、ガスクロマトグラフ質量分析計によるにおい分析技術を活用した猫用忌避製品の開発について説明した。

#### 繊維・高分子系材料の摩擦に関する力学特性評価

カケンテストセンターとの技術交流会(和泉市)(26.8.28)

○西村正樹

講はじめに、摩擦特性評価に関する考え方および実際の評価におけるポイントを概説した。また、当所が研究や技術支援で活用しているジオシンセティックス摩擦特性装置(株式会社丸東製作所製SI-49S)について、前述の評価におけるポイントと対応させつつ、装置の特徴を示した。最後に、ガス透過性防水シートや遮水シートに関する摩擦特性評価の事例を紹介した。

ガラスクロス/軟質PVC複合シートの高速引張り特性  
日本複合材料会議(JCCM-6)(東京都)(27.3.4)

○西村正樹, 四宮徳章, 津田和城

ガラスクロス(GC)に軟質ポリ塩化ビニル(PVC)がコーティングされた複合シート(GC/PVC)は、石膏ボード、木、または金属製の板材に代替する非構造天井部材(吊り天井部材)としての利用が図られている。このような用途においては、落下物に対する耐衝撃性がシートに要求されるため、衝撃的な高速変形がシートに生じた時の力学特性を評価することは極めて重要である。GC/PVCおよびポリエステルクロス(PET-C)/PVC複合シート(PET-C/PVC)について、3種類のひずみ速度で引張り実験を行い、両シートの力学特性およ

びそのひずみ速度依存性の差異を検討した結果を報告した。

#### ナフタレンテトラカルボン酸ジイミド誘導体のニオイ物質による色彩変化

日本化学会春季年会(船橋市)(27.3.26)

○山下怜子, 喜多幸司

寿命インジケータ材料として、生活空間におけるニオイ物質(臭気物質)の存在を、視覚で簡便に認識できる物質を実現するために、異なる官能基を導入したナフタレンテトラカルボン酸ジイミド誘導体を数種合成した。それぞれの誘導体のニオイ物質に対する色彩変化について検討した結果、導入した官能基の種類によって酢酸、アセトアルデヒドの各種ニオイ物質に対しての反応性が異なり、誘導体がニオイを識別できなかった。置換基の違いによるニオイ物質に対する反応性の違い、および吸光度の変化について検討した。

#### 光分解性のO-メタクリロイルオキシム部位を有する架橋剤の重合と光分解

国際フォトポリマーコンファレンス(千葉市)(26.7.11)

館 秀樹, ○他

架橋樹脂の分解(解架橋)は、リサイクルの観点から今後注目を集める技術である。架橋樹脂は、その優れた機械特性から家庭用汎用材料から工業用の高耐久性部材に至るまで様々な分野で利用されている。一方で、使用後の架橋樹脂をリサイクルする場合には、架橋構造により溶融や分解させることが困難であるため大きな課題を有しており、架橋樹脂に導入可能な分解性材料が望まれていた。架橋後に解架橋が可能な分解性架橋剤は、架橋樹脂の劇的な物性変化を引き起こすことが期待できる。本発表では光分解可能な新しい架橋剤について合成および評価を行った結果について報告した。

#### 様々な外部刺激に応答する易剥離粘着剤の開発

高分子討論会(長崎市)(26.9.24)

○館 秀樹, 井上陽太郎

近年、資源の有効利用やリサイクルの観点から、使用後の製品を容易に解体する技術(解体性技術)に注目が集まっている。これまでに解体性を付与した粘着剤と潜在性化合物の組み合わせにより、架橋型および分解型の易剥離粘着剤などの、様々な刺激に応答し剥離可能な易剥離粘着剤を報告してきた。光や熱などの外部刺激により活性種を生成する潜在性化合物と分解

性粘着剤を組み合わせた易解体性粘着剤を作製し、その粘着特性評価を行った結果について報告した。さらに、超音波照射を外部刺激として利用した新しい易解体性粘着剤についても報告した。

### 非粘着性コーティングトフマクの開発 (3)

高分子討論会(長崎市)(26.9.25)

○館 秀樹, 出水 敬, 道山泰宏, 井上陽太郎, 他

近年、高付加価値の多層フィルムや粘着テープ・シート等の需要が急増している。これらを切断、加工する際に、切断面から発生した切断粉やはみだした粘着剤等が刃物に付着し、刃物の切れ味や切断寿命の著しい低下を引き起こすことが問題となっている。上記問題を解決するために切れ味が持続する刃物用非粘着性コーティングトフマクの開発を行ってきた。このコーティングは、シリカ、半球状シリカおよびシリコンオイルの3層構造からなり、様々な刃物の表面に塗布が可能である。切れ味の持続性に優れた刃物用非粘着性コーティングトフマクについて、塗布型および皮膜型トフマクの特性評価を行った結果について報告した。

### O-アシルオキム型光分解性架橋剤の反応と粘着剤への応用

高分子討論会(長崎市)(26.9.25)

館 秀樹, 井上陽太郎, ○他

解架橋は、優れた機械的・熱性質を有する架橋樹脂の劇的な物理化学変引き起こす。そのため、架橋後に何らかの方法で分解できる架橋剤は、機能性材料の構成要素として非常に魅力的である。また、このような架橋剤は架橋高分子のリサイクルの観点からも大変有用である。特に架橋樹脂を光照射で解架橋することができると、加熱で分解するときのように基材ダメージを与えず、時間的・空間的な分解が容易というメリットがあるため、応用範囲が著しく広がる。重合部位と解架橋部位を有する2種類のO-アシルオキム型光分解性架橋剤について、その重合と光分解および粘着剤への応用を報告した。

### 接着剤の基礎と応用

接着・粘着の基礎と応用講座(栗東市)(26.10.17)

○館 秀樹

最も身近であり、広範囲の産業分野で利用されている接着剤や粘着剤は、「物をくっつける」目的で使用されている。しかし、目的は同じでも、液状やゼリー状が多い接着剤、テープやシート状の製品になっている粘着剤と、身の回りにある接着剤と粘着剤は大きく異

なる。また、「くっつけた」はずの物が外れたというトラブルや、逆に「くっつけた」物をきれいに外したいなどの要望もある。接着と粘着の「物をくっつける」仕組み、接着剤と粘着剤の種類や性質、評価などについて分かりやすく解説した。さらに当所での研究事例についても紹介した。

### 接着と粘着の基礎と応用

接着と粘着の基礎と応用セミナー(近江八幡市)(26.10.24)

○館 秀樹

最も身近であり、広範囲の産業分野で利用されている接着剤や粘着剤は、「物をくっつける」目的で使用されている。接着剤も粘着剤も昔からよく使われている基盤技術であるが、それぞれの特性が大きく異なるだけでなく、はがれるなどのクレームへの対処方法は、接着剤と粘着剤では大きく異なる。それぞれの材料の特性について理解を深めるために、接着と粘着の「物をくっつける」仕組み、接着剤と粘着剤の種類や性質、評価などについて分かりやすく解説した。

### 非粘着性コーティングトフマクの開発 (4)

ポリマー材料フォーラム(奈良市)(26.11.6)

○館 秀樹, 出水 敬, 道山泰宏, 井上陽太郎, 他

非粘着性コーティングは、材料同士の摩擦を低減し長寿命化を図ることが可能であり、摺動部品、金型、刃物等への応用が期待されている。これまでに切れ味が持続する刃物用非粘着性コーティング「トフマク」の開発を行ってきた。本コーティングは、シリカ連続膜の上に半球状シリカおよびシリコンオイルからなる三層コーティングであり、材質を問わず様々な基材上に塗布が可能である。切れ味の持続性に優れた刃物用非粘着性コーティング「トフマク」について、塗布型および皮膜型コーティングの比較を行った結果について報告した。

### 新規な刺激応答性易剥離粘着剤の開発

UV/EB 研究会(大阪市)(26.11.7)

○館 秀樹, 井上陽太郎, 他

刺激応答性易剥離性粘着剤は、光や熱等の外部刺激に応じて容易に剥離する粘着剤であり、製品の解体やリサイクル分野で大きく注目されている。しかし、解体性材料への取り組みは歴史が浅く、また、解体性付与と初期物性との両立が非常に難しいため、解体性材料の研究はあまり進んでいない。光および熱等の刺激に応答し、粘着力が低下する分解型等の易剥離粘着剤

について紹介するとともに、架橋と光分解が可能な新しい架橋剤を用いた光剥離型粘着剤について報告した。

### 接着の基礎

生産技術研究会研究例会(大阪市)(26.11.11)

○館 秀樹

接着剤や粘着剤は、「物をくっつける」目的で使用されている。接着剤による接着は、ボルト・ナットや溶接による接合とは大きく異なり、穴加工等の追加加工を必要とせず、面で接着することが可能である。さらに、軽量、異種金属の接着が容易、用途に合わせ種類が多い等、様々な利点を有している。接着という技術についてさらに理解を深めるために、接着の基礎と題し、接着の「物をくっつける」仕組み、接着剤の種類や性質および金属材料の接着を中心に講演を行った。

### 非粘着性コーティングトフマクの開発(5)

高分子年次大会(札幌市)(27.5.27)

○館 秀樹, 出水 敬, 道山泰宏, 井上陽太郎, 岩田晋弥, 他

粘着テープやフィルムの切断、加工時には、切断精度が重要であるが、切断面から発生した切断粉やほみだした粘着剤等が刃物に付着し、刃物の切れ味や切断寿命(回数)の著しい低下を引き起こすことが問題となっている。上記問題を解決するために切れ味が持続する刃物用非粘着性コーティングトフマクの開発を行ってきた。このコーティングは、シリカ、半球状シリカおよびシリコンオイルの3層構造からなり、様々な刃物の表面に塗布が可能である。切れ味の持続性に優れた刃物用非粘着性コーティングトフマクについて、耐熱耐久性(非粘着性能の温度依存性・耐熱寿命)について検討した結果について報告した。

### 非粘着性コーティングトフマクの開発(6)

日本接着学会年次大会(豊田市)(27.6.19)

○館 秀樹, 出水 敬, 道山泰宏, 井上陽太郎, 岩田晋弥, 他

刃物用非粘着性コーティングは、刃物やフィルム加工などの業界では、粘着シートなどを切断する際に発生する糊玉や切断粉の付着を防止することができるため、非常に大きなニーズを有している。これまでに企業と共同で刃物用非粘着性コーティングの開発を進めてきた。この非粘着性コーティングは、優れた非粘着性能と摩擦耐久性を有していることをこれまでに報告している。切れ味の持続性に優れた非粘着性コーティングについて、耐熱耐久性(非粘着性能の温度依存性・

耐熱寿命)およびその切れ味評価について検討した結果について報告した。

### O-アシルオキシム型光分解性架橋剤を組み込んだ粘着剤の光解架橋

国際フォトポリマーコンファレンス(千葉市)(27.6.24)

館 秀樹, ○他

近年、使用後に容易に解体することができる解体性技術に大きな注目が集まっている。このような解体性技術は、樹脂リサイクルへの適用が期待されているが、解体性付与と初期物性との両立が非常に難しいため、その研究はあまり進んでいない。これまでに、大阪府立大学と共同で、解体性材料として有用な光分解性架橋剤の開発を行ってきた。光分解性架橋剤は、架橋可能部位と光分解性部位を併せ持ち、樹脂中へ導入することで容易に光解架橋できることを報告している。光分解性架橋剤を用いて作製した粘着剤について、その光はく離性および光分解特性について、レオメータを用いて解析した結果を報告した。

### 赤外レーザー光吸収によるマイクロパターン光触媒センシングの評価

テクノメイトコープ産技研技術交流会(大阪市)(27.6.19)

○日置亜也子

光触媒の用途拡大につれて、光触媒材料の安価で簡便な評価方法の需要が高まっている。しかし、現在JIS等で微粒子状光触媒を簡便に評価する方法は規定されていない。そこで、微粒子状光触媒の新規な評価方法として、代表的な光触媒材料である酸化チタン( $\text{TiO}_2$ )微粒子からなるマイクロパターンを作製し、その赤外レーザー光吸収を利用した光触媒センシングの開発を行った。作製した $\text{TiO}_2$ マイクロパターンは光触媒活性を保持し、その触媒活性によるアセトアルデヒドガスの分解を、赤外レーザー光の吸収の変化で確認した成果について発表した。

### 熱可逆反応を利用したバイオベースネットワークポリマーの合成と特性

高分子討論会(長崎市)(26.9.24)

○井上陽太郎, 館 秀樹

フラン-マレイミド間の可逆的なDiels-Alder反応はこ室温から90°Cの範囲内では環化付加反応が優先的に進行し、90°C以上では解離反応が優先することが知られている。フラン官能基を硬化ひまし油およびひまし油に導入し、多官能性マレイミドとの組み合わせに

よるバイオベースネットワークポリマーを合成し、機械的特性について検討した。フラン官能基修飾ひまし油とマレイミドから作製したネットワークポリマーは引強度が最大 22 MPa であったのに対し、フラン官能基修飾硬化ひまし油と 1,3-フェニレンビスマレイミドからなるネットワークポリマーは引張強度が約 26 MPa まで向上した。塗布したネットワークポリマーを人為的にキズをつけても、加熱による再架橋により修復されることが明らかとなった。

#### 油脂などを原料とした自己修復性材料の開発 (可逆反応を利用したケミカルリサイクル材料)

府市合同セミナー (大阪市)(27.2.6)

○井上陽太郎

一般にプラスチック材料は利便性を前提に設計されていない。プラスチック製品が破損した場合、接着剤や補修剤で修復するよりも新品に交換する方が安全と考えられる。しかし、材料が受けた傷を生物のように自身で修復できれば、補修の手間をかけずに製品の耐久性や寿命をのばすことができ、製品の廃棄・交換サイクルの低減にもつながると期待されている。近年、研究が盛んになっている自己修復性材料の過研究開発事例の紹介とともに、油脂などを原料として、可逆反応を利用した自己修復性材料の開発について紹介した。

#### フラン官能基を有する新規植物油誘導体の合成と可逆反応部位を持つネットワークポリマーの作製

日本化学会春季年会 (船橋市)(27.3.26)

○井上陽太郎, 舘 秀樹

ひまし油の構成成分のうち約 90% を占めるリシノール酸の不飽和基に対し、メルカプトエタノールとのチオール-エン反応により、新規な植物油ポリオールを合成し、続いて、フラン官能基を導入した。次に、このフラン誘導体とビス(3-エチル-5-メチル-4-マレイミドフェニル)メタンとの官能基当量をあわせ、少量の THF に溶かし、Diels-Alder 反応を行ったところ、淡黄色透明な固いネットワークポリマーが得られた。作製したポリマーを引張試験により評価を行ったところ、破断時の応力は 30.5 MPa を示した。

#### 塗布法を利用したバルクヘテロ接合型有機薄膜太陽電池の作製

産技研技術交流セミナー (東大阪市)(26.11.21)

○田中 剛, 櫻井芳昭

近年、再生可能な自然エネルギーの利用が注目を集めており、その中でも太陽電池への関心が高まってい

る。塗布の利用により低コストで作製できる太陽電池として、バルクヘテロ接合型有機薄膜太陽電池がある。性能が低いことが一つの問題点であるが、性能を向上させるために、近赤外領域で吸収する材料を用いて有機薄膜太陽電池を作製する研究が盛んに行われている。近赤外光領域で光電変換を示し、塗布で成膜できるスクアリリウムジケトピロロピロールの共重合ポリマーを用いたバルクヘテロ接合型有機薄膜太陽電池について紹介した。

#### ポリマー電着法による p 型シリコンウエハへのカラーマイクロレンズアレイの作製

日本化学会春季年会 (船橋市)(27.3.27)

○田中 剛, 佐藤和郎, 村上修一, 櫻井芳昭, 他

さらなる光システムの微小化を実現するために、高い集光度と色彩機能を併せ持つカラーマイクロレンズアレイの作製方法の検討を行っている。P 型シリコン基板にレジストを塗布し、マスクを通じ露光を行った。次に、このパターンニング基板をポリマーコロイド溶液と赤色顔料分散液から調製した電着液に浸漬し電圧を印加すると、パターンニングを施した部分にのみ赤色顔料分散ポリマーが柱状に堆積した。それから、基板の加熱により、堆積されたポリマーをレンズ状に形成し、赤色マイクロレンズアレイを得ることに成功した。さらに、同じ作製方法で、電着液の顔料を変更するだけで、緑および青色マイクロレンズアレイを作製することができた。

#### 点分布解析を用いた毛穴配列の定量評価方法の開発と皮革素材判別への応用

皮革研究発表会 (東京都)(27.6.12)

○道志 智

点分布解析を用いて、牛革と馬革の毛穴配列を定量評価した。その結果、牛革はいずれの部位もランダムに毛穴が配列していることがわかった。一方、馬革は集中分布を示したが、部位により集中の度合いが変化することがわかった。点分布解析を用いると、観察だけでは判別が難しい牛革と馬革を正確に判別できることが示唆された。

#### コラーゲンを鋳型に用いて合成したスーパーマイクロポーラスシリカのトルエン動的吸着/脱着特性

日本吸着学会研究発表会 (札幌市)(26.10.23)

○道志 智, 他

スーパーマイクロポーラスシリカ (SMPS) のトルエン動的吸着量は MCM-41 の約 4 倍、シリカゲルの約 2 倍

であった。さらに、MCM-41は吸着したトルエンの99.8%が30℃で脱離することがわかった。一方で、SMPSやマイクロ孔を有する市販のシリカゲルは、30℃での脱離量はMCM-41より若干少なく、約93%であった。TPD曲線から、SMPS、シリカゲルとも150℃程度でほぼすべて脱離していることがわかった。合成したSMPSはシリカ系材料としては非常に高いトルエン動的吸着特性を有するとともに、再生しやすい吸着剤であることがわかった。

#### Development of Quantitative Evaluation Method of Hair Follicle Patterns for Identification of Leather Materials (Animal Species)

10th AsiaInternational Conference on Leather Science and Technology(Okayama, Japan)(26.11.24)

○道志 智

日本では、家庭用品品質表示法により革製のかばん、衣料、手袋、家具において皮革素材(動物種)を表示することが義務付けられている。これまでは、革表面の毛穴配列と断面の繊維構造を顕微鏡で観察し、判別してきた。しかし、この方法は主観的な方法であり、正確に判別するためにはかなりの経験が必要である。そこで、客観的な皮革素材判別方法として点分布解析による毛穴配列の定量評価方法を提案した。この方法を用いると、顕微鏡観察だけでは区別が難しい、羊革と山羊革を確実に判別できることをあきらかにした。

#### 高いトルエン動的吸着/脱着特性を示すスーパーマイクロポーラスシリカの合成

日本化学会春季年会(船橋市)(27.3.28)

○道志 智, 他

コラーゲンを鋳型に合成したスーパーマイクロポーラスシリカはメソポーラスシリカやシリカゲル、ゼオライトと比較すると、非常に高いトルエン動的吸着特性を示した。また、活性炭と比較すると、総吸着量は半分程度であったが、実際に吸着操作を止める吸着破過点までの吸着量を比較すると、大きな違いはなかった。吸着破過点からの立ち上がりも急激であり、動的吸着剤としては理想的な吸着破過曲線を示すことがわかった。さらに、脱着特性を評価したところ、スーパーマイクロポーラスシリカに吸着したトルエンは30℃で乾燥空気を流すと、90%以上脱離できることがわかった。残留分についても150℃の比較的低温ですべて脱離することがわかった。

#### 革の化学試験におけるJIS K6550とISO法の比較

皮革研究発表会(東京都)(27.6.12)

稲次俊敬, ○他

平成25年度に一般社団法人日本皮革産業連合会において、JIS原案作成委員会及び分科会を設置し、革に関するJIS改正作業を行っている。今回の改正ではISOとの整合性を図ることを目的としているが、革試験方法(JIS K6550)とそれに対応するISO規格では試験方法が若干異なっている。そこで、両者についてそれぞれ試験を行い、分析結果の差異を明らかにすることを目的に検証を行った。

#### 革に関連するJIS改正に関する報告

皮革研究発表会(東京都)(27.6.12)

稲次俊敬, ○他

革に関連する日本工業規格(以下JIS)については、国際的対応の必要性から国際標準化機構(以下ISO)規格との整合化に関する検討が必要であったが、種々の理由から今日まで見送りになっていた。平成25年度に皮革産業連合会が原案作成委員会、及び分科会を立ち上げてJIS改正作業を開始した。今回の改正では、JISとISO規格との整合性を図ることを主目的としている。まず、革試験方法(JIS K6550)について、3分割して作業を進めた。現在、JIS K6550の第1部~第19部までJIS原案の作成を終えて、日本規格協会に提出したところである。今後、革に関する残されたその他のJISの見直し、改正、さらには、JISに必要なISO規格を選択し、JIS原案を作成していく計画である。

#### 高機能性革の開発

皮革研究発表会(東京都)(27.6.12)

稲次俊敬, 吉川章江, ○他

革本来の透湿性や吸湿性を損なうことなく、また、天然皮革独特の柔軟性に優れ、かつ高い染色堅ろう性を持った黒色染色革の開発を目的に研究を行った。その結果、市販モノアルキルリン酸エステルを加脂剤として使用して、吸・透湿性を低下させずに耐水性や柔軟性を向上させることができた。さらに、リン酸化染料と可溶性硫化染料を併用した黒色染色革の摩擦堅ろう度は3~4級程度とやや低かったが、アルカリ性汗試験、洗濯試験、耐光性などは4~5級と優れていた。この染色革を加熱処理しても、6価クロムは全く検出されなかった。

平成 26 年度大阪府立産技研研究所・大阪市立工業研究所合同発表会(大阪市)(26.11.27)(口頭発表およびポスター発表)

### 鉄系材料の超精密切削加工におけるダイヤモンド工具の摩耗抑制 —被削材の窒化処理による摩耗抑制効果—

○本田索郎, 足立和俊, 上田順弘, 榮川元雄, 山口勝己, 他

次世代光学素子は形状の複雑化・微細化とともに、プラスチックからガラスへの材料転換が進むと予想される。その製作には、ガラス成形用の耐熱性の高い鉄系金型を超精密切削加工する必要がある。しかし鉄系材料の超精密切削は、単結晶ダイヤモンド工具の急速な熱化学的摩耗のため、現状では困難である。鉄系材料の表面に窒化処理を施し、ダイヤモンドとの親和性が低い窒化層を切削することで、工具摩耗の抑制を試みた。炭素鋼(S45C)および光学部品用金型用鋼(SUS420J2改良鋼)にプラズマ窒化処理を施し、平面旋削実験を行った結果、いずれの材料でも工具摩耗の大幅な減少と、仕上げ面性状の顕著な向上を確認できた。

### ファイバーレーザを用いた異種金属溶接

○萩野秀樹, 山口拓人, 武村 守, 長瀧敬行

近年、様々な産業分野で製品の高機能化、低コスト化のために複数の素材を適材適所で用いるマルチマテリアル化が望まれている。それに対し、溶融幅 1 mm 以下のマイクロ溶接が可能なレーザ溶接は異種金属溶接への適用が期待されている。ステンレス、銅、アルミニウムなど実用的な金属を対象とし、ファイバーレーザを用いて板状の試験片を重ねて溶接し、断面観察および引張せん断試験により、各異種金属間の溶接性を評価した。その結果、ステンレスと銅の溶接では、欠陥が無く、高強度のレーザ溶接が可能であった。他の組み合わせについては割れなどの欠陥が発生したため、実用化のためには欠陥対策を図る必要があることがわかった。

### 金属系 3D プリンティングの概論と産技研における研究開発

○中本貴之

金属系材料の 3D プリンティングは CAD データから金型や機械部品等の立体形状を直接造形できる加工法であり、近年 Additive Manufacturing(AM)とも呼ばれている。金属 AM 法の特徴、造形事例ならびに将来展望について解説する。また、当所では種々の金属粉末に

よる造形技術の開発に長年取り組んでおり、その中から、材質制御技術としての AM の利用、および構造制御技術としての AM の利用について紹介した。

### Al-10%Si-0.4%Mg 合金粉末を用いたレーザ積層造形

○木村貴広, 中本貴之

金属粉末レーザ積層造形法(金属 3D プリンタ)により作製した Al-10%Si-0.4%Mg 合金材の基礎的な特性について調査した。まず、造形体の高密度化を目的に、最大出力 400 W のファイバーレーザを搭載した積層造形装置を用いてレーザ照射条件を探索し、相対密度がほぼ 100 % の高密度体を得ることができる条件を見出した。最適条件にて作製した造形体はサブミクロンオーダーの極めて微細なセル状組織を呈し、造形まま材でも同組成のダイカスト材に比べて優れた引張強さ(450 MPa 以上)および破断伸び(10 % 以上)を示すことがわかった。

### 金型重力鋳造により高強度薄肉アルミニウム鋳物を実現する新規プロセスの開発

○松室光昭, 武村 守, 他

環境問題への対応により車両部材には軽量化・高強度化の要請がある。そこで、JIS AC4C を用い、金型重力鋳造により高強度薄肉鋳物の作製を試みた。現状の金型重力鋳造で用いられている塗型剤は使用せずに、鋳造毎に粉体離型剤を塗布することにより、溶湯流動性と寸法精度の向上を目指した。その結果、長手方向が 300 mm、最小肉厚 2 mm の鋳物を精度よく作製できた。製品の鋳造欠陥は僅かであり、鋳造組織は微細化していた。引張強度(T6 材)はおよそ 300 MPa であった。本プロセスはアルミニウム鋳物の軽量化・大型化に対応可能なプロセスである。

### X 線応力測定法による管内面の円周方向残留応力の測定

○小栗泰造, 田中 努, 他

管にその内面側を起点とする軸方向の割れが生じた場合など、管の内面側の円周方向残留応力の測定が必要になる場合がある。しかし  $\sin 2\psi$  法を基礎とする従来の X 線応力測定法でこれを測定することはできない。従来法の光学配置では、管壁を避けて照射 X 線と回折 X 線の光軸を設定することができないからである。二軸傾斜法は並傾法と側傾法を併用した X 線応力測定技術であり、X 線光軸の制約が従来法より緩やかなため狭隘部の応力測定に適している。内外面をプラスト処理した炭素鋼管を試料として、その内面の円周方向応力の測定を二軸傾斜法で試みた結果、走査角度の範囲

とバックグラウンド処理に注意すれば測定できることがわかった。

### 純チタン板の面内変形による材料組織変化と加工硬化挙動

○田中 努, 西村 崇, 他

純チタン板は、加工硬化指数の低さから曲げ加工性や張り出し加工性が劣っており、近年の高度化・多様化したプレス加工品に適用するためには、加工硬化指数の高いチタン板の開発が重要となっている。チタンと同じ結晶方位を有するマグネシウムで、面内変形を施すことにより材料組織（双晶の活動）が変化し、加工硬化挙動にも違いが現れることが見出された。しかしながら、チタンに関するそのような知見は未だ報告されていない。そこで、純チタン板に3条件（10%引張、10%圧縮、10%圧縮後10%引張）の面内変形を施し、双晶の活動や結晶配向を調査するとともに、加工硬化挙動にどのような影響を及ぼすのかを調査した。

### UBM スパッタ法による DLC 膜の成長形態・表面形態と成膜条件の関係（第2報）

○三浦健一, 小島淳平, 他

昨年は、UBM スパッタ法による DLC 膜の表面形態が Thornton の堆積モデルに合致して変化することを報告した。今回は、Thornton の堆積モデルにはないパラメーターである  $\text{CH}_4$  流量の影響と中間層構成元素として W を用いた場合の挙動を調べた。 $\text{CH}_4$  流量は DLC 膜の表面凹凸形態だけでなく、成長構造にも影響を及ぼし、DLC 層の緻密化に寄与していることがわかった。W を中間層構成元素として用いた場合、Cr の場合に比べて DLC 層表面の凹凸ピッチが小さくなった。すなわち、より融点が高い元素ほど表面に形成される凹凸ピッチが小さくなるという Thornton の堆積モデルに合致する結果が得られた。

### ステンレス鋼に対するプラズマ処理における表面異常層の抑制

○榮川元雄, 上田順弘

オーステナイト系ステンレス鋼の低温プラズマ浸炭処理では、浸炭硬化層の上に炭素濃度の高い異常層が生じて緻密な酸化皮膜の形成が妨げられることで、耐食性が劣化してしまうことがある。従来は浸炭後にバフ研磨や酸洗いなどの後処理を施すことによりこれらの異常層を除去していたが、処理コストの上積みが問題となっていた。当所ではこれまで、追加プラズマ処理による異常層中の炭素の拡散処理や、浸炭時のメタ

ン濃度の低減による異常層形成の抑制が有効であることを明らかにしてきた。炉内における酸化処理を検討した結果、プラズマ処理後にアルゴンと大気の混合雰囲気 で除冷することにより、耐食性をさらに向上させることに成功した。

### UBM スパッタ法により形成した金属ガラス膜の熱インプリント成形

○小島淳平, 三浦健一, 森河 務

近年、薄膜にナノスケールのパターンを形成させて表面物性を制御する試みが産業界で推進されており、次世代技術を担う金属薄膜には加工成形性が求められている。これら背景の中、薄膜分野への金属ガラスの適用が注目されている。金属ガラスは、金属元素を主成分とした非晶質合金でありながら、ポリマー等に見られるガラス転移を示し、ガラス転移温度と結晶化温度の間では、低粘度の過冷却液体となり、高精度の成形が可能である。UBM スパッタ法による金属ガラスの薄膜化に関する研究を実施しており、本発表では作製した薄膜に対して熱ナノインプリント成形を実施した結果について紹介した。

### 空気-金属電池用電極触媒の開発

○斉藤 誠, 西村 崇, 中出卓男

空気-金属電池は、空気中の酸素を正極活性物質として用いることから、従来の電池と比較して高いエネルギー密度が期待でき、小型・軽量のポストリチウム二次電池として注目されている。空気-金属電池の正極（空気極）の耐久性・コスト性の向上を目的として新たな電極触媒の開発に取り組んでおり、カーボンフリーの金属酸化物系触媒について報告した。

### 非晶質 Cr-C 合金めっきの耐薬品性

○林 彰平, 中出卓男, 森河 務

非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜とサージェント浴からの Cr めっき皮膜の耐食性を電気化学測定および溶出試験により比較した。分極測定の結果、Cr は 1M HCl および 0.5M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  水溶液中での活性化処理後に活性溶解を示したが、Cr-C は示さなかった。浸漬電位測定の結果、Cr は活性化処理後および HCl 水溶液中での不動態処理後に活性電位を示したが、Cr-C はいずれの条件でも不動態域の電位を示した。浸漬試験により溶出量を測定した結果、HCl 水溶液では Cr は大きな溶出量を示した一方、Cr-C の溶出量は非常に小さかった。これらの結果から、Cr-C は酸、特に HCl 水溶液に対する耐食性に優れることがわかった。

## 塗布結晶化による高移動度有機トランジスタと論理素子への応用

○宇野真由美, 金岡祐介, 中山健吾, 近藤裕佑

有機トランジスタは、自由曲面に取付け可能なフレキシブルデバイスを実現するための要となる論理素子であり、活発に開発が進められている。これまでに、塗布法を用いて高移動度有機トランジスタを作製し、かつ有機膜にダメージを与えない手法で微細加工を行うことにより、世界最高レベルの高速応答性能を実現してきた。これにより、従来は困難であった、非接触 IC タグの周波数である 13.56 MHz 帯でも応答する有機トランジスタが可能となり、電池レスの RFID 伝送を実現させることができた。高性能化を実現するためのプロセス基盤技術と、有機整流素子を用いた RF-ID タグの動作、有機 CMOS 高速論理素子について紹介した。

## 高分子圧電薄膜 P(VDF-TrFE) を用いたマイクロ超音波センサの作製

○田中恒久, 村上修一, 宇野真由美

近年、自律移動ロボットの普及が進み、障害物検知用センサとして電子走査用の超音波アレイセンサが注目されている。自律移動ロボットの障害物検知装置に使用可能な小型の超音波アレイセンサを作製した。センサ構造はダイアフラム構造であり、MEMS プロセスを用いて作製した。P(VDF-TrFE) 薄膜は、スピコート法を用いて作製した。作製した P(VDF-TrFE) 薄膜は、良好な強誘電特性を示した。作製した超音波センサの受信特性は、受信感度が 0.089 mV/Pa, 共振周波数が 56.2 kHz, Q 値が 13 であった。

## BiFeO<sub>3</sub> 強誘電体薄膜を用いた圧電 MEMS 振動発電デバイス

○村上修一, 佐藤和郎, 長瀧敬行, 中出卓男, 中嶋隆勝, 他

近年、エネルギー・ハーベスティング(環境発電)技術に期待が寄せられている。環境発電ではエネルギー源として、光、振動、熱、電磁波などが挙げられるが、我々は振動に着目し圧電型振動発電デバイスの開発を行っている。圧電体として BiFeO<sub>3</sub> 薄膜を搭載した微小な片持ち梁を MEMS 技術により形成し振動発電素子を試作した。Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> や AlN などの圧電体薄膜を使った他グループの振動発電素子と同等あるいは同等以上の発電能力を示した。今後の発電能力向上のために重要なポイントとなる BiFeO<sub>3</sub> 圧電体薄膜の材料開発、片持ち梁の先端に錘を形成するためのめっき技術をメインに報告した。

## インターネットを利用した実験室の環境モニタリングシステムの作成

○大川裕蔵

当所には運用・管理に際し、規定の温度・湿度に維持されることが必要な装置が多数ある。通常それらの装置は適切な環境で管理されているが、現場に行かないと使用環境を知ることができない。そこで複数の研究室の温度と湿度をセンシングし、それらのデータをインターネットを通じてモニタするシステムをフリーのプログラム言語を用いて作成した。このシステムを応用すると離れた場所にある工場や実験室の環境を低コストでモニタすることができる。保守・点検に係るコストを低減させ、全体的な省エネ・省人化に役立つと考えられる。

## 打切りデータを含む試験結果の統計解析方法

○中嶋隆勝, 堀口翔伍

ある試料について衝撃試験を実施すると、最初(最小)の衝撃で破損すれば「初期打切りデータ」となり、最後(最高)の衝撃でも破損しなければ「中途打切りデータ」となる。これらの打切りデータは、試料の強度が大きくばらついた場合に発生することが多く、平均値・標準偏差に大きく影響する重要なデータである。しかし、通常の統計解析の公式では打切りデータを扱うことができない。また、寿命評価で活用される Johnson 法も、中途打切りデータにしか対応できない。そこで、初期打切りデータに対応できるように Johnson 法を改良した。さらに、改良した方法を多量の鶏卵の落下試験データに適用しその有効性を確認した。

## 電磁界シミュレーションによるノイズ抑制シートの設計

○伊藤盛通, 松本元一

高周波電子機器の増加に伴い、漏洩する電磁ノイズによる電磁環境悪化が懸念されている。対策手段としてノイズ抑制シートを回路基板に貼りつける方法が広く用いられている。IEC62333-1 に定められたノイズ抑制シートの性能指標のひとつ伝送減衰率(Rtp)の測定系を、汎用電磁界シミュレーションソフトウェア『Wipl-D』上に再現し、ノイズ抑制シートの電気・磁気定数から Rtp を求められるようにした。シミュレーションによるシート設計と併せて、当所が所有する測定システムで実製品の性能を確認できるため、効率的な開発が可能になる。

## ポリマーコンポジットにおける温湿度処理と電気絶縁性

○岩田晋弥



電気・電子機器の小型化・高電圧駆動化が進み、電気絶縁材料にはこれまで以上の耐久性や安全性が求められている。新規材料として、ポリマー系コンポジットが注目されており、耐電圧、電気トリー進展等について、優れた特性を有することが指摘されている。しかし、多湿環境が絶縁性に与える影響については、未知の部分が多いのが現状である。エポキシおよびエポキシ/SiO<sub>2</sub>コンポジットについて湿度処理の有無による絶縁破壊電圧の変化について調査を行った。コンポジット材料では、湿度処理による破壊電圧の低下率が軽減することがわかった。

### エアコンクリーニングに関する実証実験

○山本貴則, 山東悠介, 岩田晋弥, 他

長期間使用したエアコンには、吸い込んだほこりなどが内部に堆積する。そのため、室内の空気を汚すとともに冷暖房時の効率が悪くなることが推察される。家庭用エアコンの室内機の内部を洗浄したときの節電・省エネルギー効果を検証するために、洗浄前後におけるエアコン運転時の性能を比較した。その結果、吹出部の風速は、冷房および暖房運転ともに洗浄前に比べて内部洗浄後に高くなった。しかし、消費電力量には明確な変化は認められなかった。そこで、吹出部と吸込部の温度差、吹出風速、消費電力量から熱交換比率を定義し算出したところ、洗浄前に比べて洗浄後の熱交換比率が高い値を示した。すなわち、エアコンの内部洗浄を行うことにより、室内機での熱交換の効率が改善されたものと考えられる。

### トラック輸送において生じる3軸加速度の相関分析

○細山 亮

現状の振動試験では上下、前後および左右方向に単軸ずつ加振していくことが一般的であるが、実際の輸送中には3軸方向同時に揺れが生じている。そのため、振動試験の試験精度を向上させるためには、3軸同時振動試験を実施することが求められるが、どのような試験条件を設定して振動試験を行えばよいか明らかではない。トラック輸送で生じる加速度を、上下、前後、左右の3方向について計測した。得られた加速度時刻歴データから、上下と前後、上下と左右、前後と左右の方向について、どのような相関があるのか分析し、3軸同時振動試験の振動試験条件を検討した。

### 短寿命活性種を用いた新規殺菌技術

○井川 聡, 他

近年、大気圧プラズマを用いた殺菌技術が医療応用

の分野を中心に注目されている。大阪大学で開発されたプラズマジェットを用い、液中殺菌技術の開発を進めてきた。これまでの研究により、プラズマを照射した液体(プラズマ処理水)に短時間だけ殺菌力が保持される現象を発見した。新たに連続処理可能な装置を開発し、従来は難しかった枯草菌の芽胞を不活化することも可能な高濃度プラズマ処理水の作製に成功した。高い殺菌力を示す一方で、短寿命活性種を利用した殺菌効果であるため、使用後速やかに分解・失活することから、副作用の少ない安全な殺菌剤として利用が期待される。

### Recycle可能なOHラジカル生成触媒の開発

○林 寛一, 中島陽一, 木本正樹

グリーンケミストリー(持続可能な社会への実現)の観点から、回収・Recycleが可能な環境調和型触媒の開発を目指し、触媒固定化用担体としてシリカを用いたナノサイズ球状微粒子の合成を行い、固定化用官能基としてポリアリルアミンの導入・さらにモデル触媒を担持させることに成功した。なお、触媒には水溶性のOHラジカル生成金属酸化物を用いた。また、本触媒は0.01 mmol/L以上のOHラジカル生成が可能であること、さらに使用後触媒を遠心分離等行った後回収し、電気化学的手法を用いることで、触媒のリサイクルが可能であることを明らかにした。

### 大気非暴露対応FIB/STEMによる電池材料評価

○長谷川泰則

近年、リチウムイオン二次電池の材料開発や劣化解析において大気非暴露下での評価の重要性が高まっている。中でも、大気非暴露対応FIB/STEM(集束イオンビーム加工/走査透過電子顕微鏡観察)システムは、水分や酸素との反応性が高く大気中で変質しやすい(粉末・バルク形状)電池材料のナノ構造解析評価に不可欠な解析ツールとなっている。本システムの概要ならび、本システムを用いた材料評価技術について紹介した。ここでは、次世代電池として近年注目される全固体型リチウム二次電池の正極材料について評価した。

### TG-DTA分析によるバイオマス燃料の燃焼評価手法の開発

○大山将央, 井本泰造, 陶山 剛

現在、バイオマスや有機性廃棄物をボイラー用など燃料としての利用が進められている。固体燃料の燃焼特性を把握する際、水分や灰分、発熱量などの燃料分析が行われているが、これらの値から実際の燃焼状態

を把握することは難しい。一方、固形燃料の燃焼特性を把握する手法として、TG-DTAを用いた方法が用いられている。しかし、実際の燃焼条件を想定した検討は少ない。そこで、バイオマス燃料の燃焼評価手法の開発を目的とし、昇温速度を実際の燃焼条件に近い40 K/min以上でバイオマス燃料のTG測定を行い、得られた結果をFriedman-小澤法により解析することで、バイオマス燃料の燃焼挙動を把握した。

### 猛獣排泄物を利用した猫用忌避製品の開発

○喜多幸司, 山下怜子, 他

猫用忌避剤として猛獣の排泄物そのものを使用するのではなく、排泄物の臭気分析に基づき、作製した模擬臭気により、猫への忌避効果の発現を検討した。ガスクロマトグラフ質量分析計による排泄物の臭気分析結果を基に、各動物排泄物の模擬臭気となる調合液を作製した。その忌避効果は、調合液とキャットフードを同じ皿内に入れ、複数の猫が食べたキャットフードの量で判定し、確認した。調合液を用いた試作品での忌避効果の調査は、沖縄県と香川県で猫の被害に困っている住民へのアンケート形式で実施し、1か月程度の忌避効果持続性と簡易な取扱いを確認することができた。

### ニオイ可視化への検討；ニオイ物質に反応する色素の開発

○山下怜子, 喜多幸司

現在、市場には活性炭やゼオライトおよび珪藻土など多孔質を用いた数多くの家庭用脱臭剤が販売されている。これらの脱臭剤はニオイ物質に対して高い吸着性を示すものの、ニオイ物質を吸着しても色彩の変化がなく、吸着飽和(脱臭剤の寿命)を容易に把握できない。そこで、脱臭剤の寿命を把握するためのインジケータとして、ニオイ物質と反応し色彩が変化する色素の開発を行った。開発した色素は、硫化水素、プロピオンアルデヒド、アセトアルデヒド、酢酸ガスに接触後、それぞれ異なる色として識別できるほどの色差を示すことが確認された。

### 光分解性架橋剤の反応と粘着剤への応用

○舘 秀樹, 井上陽太郎, 他

架橋樹脂は優れた機械特性と熱的性質を有し、機械

部品や電子部品など様々な分野で利用されている。その一方で、架橋樹脂は、その構造から使用後に再生・分解等のリサイクルを行うことが非常に困難であった。そのため、架橋樹脂の分解(解架橋)は、リサイクルの観点から今後注目を集める技術である。架橋後に解架橋が可能な架橋剤は、架橋樹脂の劇的な物性変化を引き起こすことが期待できる。光分解可能な新しい架橋剤の開発および粘着剤への応用を検討した結果について報告した。

### 植物油ポリオールをベースとした可逆的ネットワークポリマーの合成とその特性

○井上陽太郎, 舘 秀樹

フラン-マレイミド間のDiels-Alder反応は可逆反応性に着目し、フラン官能基を導入したひまし油および硬化ひまし油誘導体と多官能性マレイミドとの反応により可逆反応部位を有するネットワークポリマーを合成した。得られたポリマーはいずれも柔軟性があり透明性を有することがあきらかとなった。これらのポリマーの機械的特性を検討したところ、ひまし油誘導体とビス(エチルメチル-4-マレイミドフェニル)メタンとからなるポリマーは破断応力が最大21 MPaを示した。硬化ひまし油誘導体とN,N'-1,3-フェニレンビスマレイミドとの組み合わせにより作製したポリマーは破断応力が26 MPaを示した。マレイミド誘導体との組み合わせにより、得られたポリマーは機械的特性が大きく変化することが明らかとなった。

### コラーゲンを鋳型に合成したスーパーマイクロポーラスシリカのトルエン動的吸着/脱着特性

○道志 智, 他

スーパーマイクロポーラスシリカ(SMPS)はMCM-41やシリカゲルと比較して非常に高いトルエン動的吸着特性を示すことがわかった。また、MCM-41は吸着したトルエンのほぼすべてが30℃で脱離することがわかった。一方で、SMPSやマイクロ孔を有する市販のシリカゲルは、30℃での脱離量はMCM-41より若干少なく、約93%であった。TPD曲線から、SMPS、シリカゲルとも150℃程度でほぼすべて脱離していることがわかった。本研究で合成したSMPSはシリカ系材料としては非常に高いトルエン動的吸着特性を有するとともに、再生しやすい吸着剤であることがわかった。

## 第2回産技研プロジェクト研究報告会(和泉市)(27.3.9)

(口頭発表およびポスター発表)

### 高品位医療デバイスのオーダーメイド造形

○中本貴之

骨と同程度の低弾性率かつ骨よりも高強度で力学特性の異方性を制御したインプラントの提供を目指して、面内の異方性の小さいハニカム構造体の内部に、ハニカムの面間を補強する位置に種々の水平梁(角柱)を導入したモデルを設計した。Ti-6Al-7Nb粉末を用いて構造体を積層造形し、梁と平行および垂直方向の力学特性の変化を調査した結果、一方向にのみ梁を導入したモデルでは、梁と垂直方向の弾性率をほとんど変化させることなく、梁と平行方向の弾性率を梁の本数および梁の断面積に比例して制御できることがわかった。

### アルミニウム合金粉末を用いた積層造形とその応用

○木村貴広, 中本貴之

最先端粉体設計プロジェクトテーマ「積層造形法を用いた金属部材の軽量化」の成果として、アルミニウム合金(Al-10%Si-0.4%Mg)粉末を用いた造形条件探索およびその実用化事例について紹介した。条件探索は造形体の高密度化を目的とし、相対密度がほぼ100%の高密度体を得ることができる条件を見出した。また、最適条件にて作製した造形体は、サブミクロンオーダーの微細セル状組織を呈し、造形まま材でも同組成のダイカスト材に比べて優れた機械的性質を示すことがわかった。また、企業との取り組みの中で実用化した、積層造形法による高機能アルミニウムヒートシンクの事例について紹介した。

### 電析法を用いた白金系ナノ粒子触媒の開発

○西村 崇, 中出卓男, 斉藤 誠, 森河 務

金属空気二次電池は、空気中の酸素を取り込み反応させるため正極活物質をセル内に保有する必要がない。そのため、エネルギー密度を大きくすることが可能で、次世代の電池として期待されている。金属空気二次電池の正極として、貴金属や金属酸化物触媒が研究されているが、活性や耐久性で十分なものが得られておらず、新たな正極の開発が望まれている。これまでに、酸性水溶液中で白金板を陽極として定電流電解すること(電解処理法)で、陰極上に白金微粒子の析出が可能で、さらに電解条件により白金ナノ粒子の形状が制御できることを見出した。この技術を金属空気二次電池の正極作製にも適用し、高活性かつ高耐久性触媒の

開発を行う。

### 強誘電体 MEMS による高効率振動発電素子の開発

○村上修一, 佐藤和郎, 中嶋隆勝, 長瀧敬行, 中出卓男, 他

毎年100兆個ものセンサが消費されると言われている「トリリオンセンサ」社会の実現が現実味を帯びている。そこではセンサモジュールの電源が課題になっていて、環境発電(エネルギーハーベスティング)技術が注目されている。環境発電のエネルギー源については太陽光、室内光、振動、熱、電磁波など注目されているが、我々は振動に着目した。MEMS技術を使った圧電型振動発電素子の開発においては、非鉛BiFeO<sub>3</sub>強誘電(圧電)体薄膜の材料開発、その製膜技術とMEMSプロセスとの整合性、片持ち梁先端の錘形成などを課題として取り組み、世界最高レベルの発電性能を実現した。今までの研究開発成果と今後の展望について述べた。

### ZnO-SnO<sub>2</sub>(ZTO) 薄膜を用いた TFT の作製

○佐藤和郎, 田中 剛, 山田義春, 村上修一, 寛 芳治, 櫻井芳昭

軽量なモバイル端末の実現のためには、高精細で軽量かつ割れにくいディスプレイの開発が必要とされている。高精細なディスプレイを実現するためには、電界効果移動度の高い、ディスプレイ駆動用薄膜トランジスタ(TFT)が必要となる。また、軽量で割れにくいプラスチック基板を使用するためには、TFTを低温プロセスで作製する必要がある。ZnO-SnO<sub>2</sub>(ZTO)は、安価で環境に負荷をかけない材料である。加えて、非加熱で成膜してもZTO薄膜のHall移動度は比較的高い。このため、新たなTFT材料として期待されている。ZTOを用いて実際にTFTを作製し、その結果、得られたTFTの性能について紹介した。

### 産技研での全固体電池に関する取り組み

○園村浩介, 櫻井芳昭, 稲村 偉, 長谷川泰則, 佐藤和郎, 村上修一, 中橋明子

近年、ハイブリッド、電気自動車の普及や再生可能エネルギー発電の拡大に伴い、エネルギー(電力)貯蔵のできる“蓄電池”の重要性が高まっている。その有力な候補の一つとして、全固体リチウム電池が注目されている。全固体リチウム電池は、有機電解液ではなく固体電解質を使用するので、過電圧や漏れによる発火の恐れがない。また現行のリチウムイオン二次電池と比較して作動温度範囲が広いので、安全性、信頼性

が高い電池と言える。全固体リチウム電池の特長について説明し、固体電解質とそれを用いた試作電池の作

製および評価例について紹介した。

# 産業財産権

(2014.7.1 ~ 2015.6.30)



### 1. 炭素繊維配向シート製造方法：特許第 5569839 号（共有）

アルミニウムマトリックス中に気相成長炭素繊維を一方向に配向し、かつカーボンナノチューブを微量に添加することによって、熱伝導率がアルミニウムの 4 倍近くに向上した高熱伝導性材料が作製出来る。本発明は、この複合材料の製造に必要な、一方向に配向した気相成長炭素繊維シートの作製方法を提供するものである。カーボンナノチューブ、気相成長炭素繊維に代表される繊維状炭素材料をナノバブル噴流液中に投入すると、ナノバブルにより繊維状炭素材料が液体表面に均一分散しつつ、液流の効果により繊維方向に軽く配向している。この状態の繊維状炭素材料を櫛形治具にて捕獲することにより、繊維軸方向に強く配向した繊維シートを作製するもので、分散材として有機物を使用しないことを特徴にしている。本方法は、ここに掲げるナノ炭素材料にとどまらず、通常の炭素繊維にも適用可能である。

### 2. 摩擦加工装置及び摩擦加工方法：特許第 5613898 号（共有）

鉄鋼材料等の比較的融点の高い金属材料を摩擦攪拌加工する場合、そのときに使用するツールの耐久性が課題であり、特にツールの中央に突設するプローブの摩耗が顕著である。本発明では、前記課題を克服するために、プローブを設けずショルダ面のみで形成されるツールおよびそれを効率的に使用できる装置を開発した。このツールは、ツールの摩耗による加工品質の劣化や生産速度の低下を抑制でき、特に薄板の加工時に効果的である。さらに、仮に加工によりショルダ面が摩耗した場合でも、ショルダ面を研削して復元できる機能を備えた開発装置を使用することで、ツールが更に高寿命化してより効率的に加工を実施でき、生産性の向上が期待できる。

### 3. カーボンナノ構造物成長用触媒層形成方法、触媒層形成用液及びカーボンナノ構造物製造方法：特許第 5629868 号（共有）

本発明は、基板全面にわたって均質な高配向カーボンナノチューブを成長させることができ、量産化を実現できる製造方法に関するものである。従来技術では、触媒層形成用液における水分の影響により触媒層が形成されない場所が生じ、基板の一部にカーボンナノチューブが成長しないことがあった。水分の影響を解消し、基板との濡れ性に富んだ溶媒に触媒金属を含む触媒金属塩を溶解させた触媒金属塩溶液を調製し、その触媒金属塩溶液を基板上に薄膜状に塗布し、ついで、薄膜を加熱処理することにより、基板全面に均一な触媒層を形成することを可能とした。また、触媒層の形成に湿式法を用いるため、真空引きの工程が不要であり、カーボンナノチューブの量産化に寄与することができる。

### 4. ロープ状炭素構造物及びその製法：特許第 5629869 号（共有）

本発明は、基板表面に配向して成長したカーボンナノチューブ、およびこの配向カーボンナノチューブから作製されたロープ状カーボンナノチューブの製造方法に関するものである。これまで、ロープ状カーボンナノチューブを作製する最適な条件は明らかになっていなかった。外径、内径分布、層数分布が 2 つ以上の分布ピークを有し、平均高さが 80  $\mu\text{m}$  以上、かさ密度が 40  $\text{mg}/\text{cm}^3$  以上の配向カーボンナノチューブからロープ状カーボンナノチューブを作製できることを見いだした。そして、そのような条件を満たすカーボンナノチューブの製造条件として、触媒層の形成に用いる硝酸鉄溶液の濃度および熱 CVD 温度を見いだした。この発明によりロープ状カーボンナノチューブを製造できる条件を明らかにした。

### 5. カーボンナノチューブ集合体、その製造方法及びカーボンナノチューブ撚糸：特許第 5629918 号（共有）

本発明は、化学気相成長法により基板上に合成した微細炭素繊維（カーボンナノチューブ：CNT）の集合体から、CNT 撚糸を製造する技術に関し、電気特性および力学特性に優れた CNT 撚糸を製造することができる CNT 集合体の製造方法に関するものである。従来技術では、製造された CNT 撚糸の導電性および強度が十分ではないという課題があった。そこで、合成条件の精査により、CNT 集合体が、特定の直線性、表面平滑さ、および密度を有する場合、その CNT 集合体を用い製造した CNT 撚糸の電気特性および力学特性が向上することを見いだした。この発明によりハンドリングに適した導電性および強度を有する CNT 撚糸の製造が可能となった。

### 6. 摩擦攪拌加工装置及び摩擦攪拌加工方法：特許第 5633006 号（共有）

摩擦攪拌加工においては、使用するツールの耐久性が接合品質に大きく影響する。しかしながら、鉄鋼材料等の比

較的融点の高い金属材料を摩擦攪拌加工する場合、ツールの摩耗が激しく実用的課題となっている。本発明では、ツールの摩耗による接合品質の劣化を抑制できる加工法および加工装置を開発した。摩耗によるツールの形状変化を予めデータ化し、そのデータを開発装置にインプットして加工条件を制御することで、連続的な加工においても加工品質の維持が可能となる。さらに同装置は、摩耗により形状が変化したツールの先端のみを再度加工できる機能も兼ね備え、それによりツールを復元して再使用することが可能で、生産性の向上も期待できる。

#### 7. カーボンナノチューブ燃糸およびその製造方法：特許第 5699387 号（共有）

本発明は、化学気相成長法により基板上に合成した微細炭素繊維（カーボンナノチューブ：CNT）の集合体から、連続的に CNT 燃糸を製造する際に、CNT シートを引き延ばす工程を追加した製造方法に関するものである。従来技術では、製造された CNT 燃糸の強度が十分ではないという課題があった。そこで、CNT 集合体から引き出した CNT シートを積層後、液体ミストにより凝集させ、延伸機により引き延ばした後、撚り掛けを行うことにより燃糸の強度が向上することを見いだした。この発明によりハンドリングに適した強度を有する CNT 燃糸の連続的製造が可能となった。

#### 8. ナノカーボン分散ポリイミド溶液及びこれを用いて製造される複合材料：特許第 5728681 号（共有）

本発明は、ナノカーボン（CNT）が均一分散したポリイミド溶液およびこれを用いた複合材料に関するものである。従来から、CNT の有機溶媒分散液とポリイミドの前駆体であるポリアミド酸溶液と均一混合し、共沈することによる均一複合化の検討されていた。しかし、ポリアミド酸を用いた場合、成形加工後に脱水縮合を伴うイミド化処理が必要であるため、フィルムなどの薄膜の成形以外に利用することができない。そこで、今回、新規に合成した高分子量の有機溶剤に溶解するポリイミドと CNT の有機溶媒分散液を用いて均一な混合液を開発した。更に、この混合液を用いてハンドリングが良好で CNT の飛散が無く、容易にナノ複合材料の成形加工が可能な CNT とポリイミド多孔性複合ペレットを開発した。

#### 9. キャッピングシートの接合方法及び接合構造：特許 5737862 号（共有）

廃棄物処分場や不法投棄現場などでは、雨水の浸透を遮断し、且つ、各種ガスや水蒸気を透過させるキャッピングシートが使用される。本シートは、透湿防水フィルムの両面に不織布を積層した構造であり、実際の施工現場では、複数枚のシートを敷設し、隣接するシートの端縁同士を接合して用いられる。しかし、シートを構成する不織布が空隙を有するため、接合部において不織布の空隙から漏水が生じ、雨水の浸透を防ぐことが困難であった。本発明は、シートの接合部となる部分を圧縮するか、または、接合部に流動性を有する物質で構成された粘着層を介在させ、不織布層の内部に入り込ませることで、上記課題を解決するキャッピングシートの接合方法および接合構造を提供するものである。

#### 10. 金属ガラス成形体の製造方法：特許第 5760222 号（所単独）

金属ガラスは低ヤング率、高強度、超高耐食性などの優れた特性を有しており、種々の製品での利用が期待されている。金属ガラスの製造では金属を熔融状態からある冷却速度以上で急冷することが必須であり、主に鋳造法が用いられているが、型を用いるため製造できる金属ガラスの大きさや形状に制限がある。本発明の製造方法によれば、金属ガラスを構成する複数種の元素粉末が混合された材料粉末を使用して、レーザー光または電子ビームの照射によりブロック体を作製し、複数のブロック体を積層一体化することで金属ガラス成形体を製造することができる。これにより低コストかつ効率よく、所望の大きさや形状を有する金属ガラス成形体を製造することができる。

#### 11. 高熱伝導複合材料：韓国 10-1506976（共有）

本発明は、金属ならびにセラミックスの熱伝導率を向上させるために気相成長炭素繊維ならびにカーボンナノチューブを分散させた複合材料の製造方法に関するものである。気相成長炭素繊維を繊維軸方向に配向させたシートを作製し、これとマトリックス粉末を交互に積層し、放電プラズマ焼結法によって作製している。本発明ではさらに、気相成長炭素繊維配向シートに微量のカーボンナノチューブを添加することによって、複合材料の熱伝導率をさらに向上させたことを特徴としている。本方法により作製した複合材料の高熱伝導性を活かした、熱交換器ならびに各種電子機器用放熱基板等への応用が期待される。



技術報告・技術論文査読委員(50音順)

○印 全体査読

岡本昭夫 木本正樹 櫻井芳昭  
中島隆勝 水越朋之 南 久  
森河 務 ○森田 均

(事務局) 中西 隆 野口修一

地方独立行政法人  
大阪府立産業技術総合研究所報告  
通巻 No.29  
平成27年9月30日発行

---

編集・発行 地方独立行政法人  
大阪府立産業技術総合研究所  
〒594-1157 和泉市あゆみ野2丁目7番1号  
Phone (0725) 51-2517 (顧客サービス室業務推進課)

---

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

本誌ご入用の方は、当所顧客サービス室業務推進課までお問合せ下さい。



地方独立行政法人

大阪府立産業技術総合研究所

平成 27 年 9 月

〒 594-1157 和泉市あゆみ野 2 丁目 7 番 1 号