

ISSN 1343-3555
CODEN KEHOFI



研究所報告

No.30 (2016.9)

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 28 年度大阪府立産業技術総合研究所報告 (No.30) 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 5 件、新しい知見を報告する技術論文 7 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 57 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 258 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 27 年 12 月 1 日、大阪産業創造館）での発表概要 30 件、第 3 回プロジェクト研究報告会（平成 28 年 3 月 17 日、大阪商工会議所）での発表概要 13 件、産業財産権概要 10 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. 高純度鉄中の微量含有成分の分析 | 塚原秀和 | 9 |
| 2. 走査電子顕微鏡による結晶方位解析を利用した極微小領域の結晶解析 | 田中 努・内田壮平・平田智文 | 15 |
| 3. X線分析顕微鏡を用いた非放射性セシウムのダイズへの蓄積に関する検討 | 陰地威史・喜多幸司・伊藤嘉昭
杉山暁史 | 21 |
| 4. 市販マイコンによるセンサ情報の収集とインターネット回線による遠隔でのモニタリングに関する一手法 | 朴 忠植・金子憲一 | 25 |
| 5. 走査透過電子顕微鏡を用いた電子線回折法による局所構造解析 | 尾崎友厚・長谷川泰則 | 33 |

技術論文

- | | | |
|--|----------------------------------|----|
| 1. 時分割方式による全周囲から観測可能なホログラフィック3次元ディスプレイ | 山東悠介・茨田大輔・谷田貝豊彦 | 39 |
| 2. 亜鉛 - 空気二次電池用新規正極触媒の創製 | 西村 崇・斉藤 誠・中出卓男 | 45 |
| 3. 金属配線が導入されたITO膜を利用したP3HT:PC61BM型太陽電池の面積化 | 田中 剛・米川 穰・森 隆志
佐藤和郎・村上修一・櫻井芳昭 | 51 |
| 4. レーザ積層造形法を用いて作製したAC4CHアルミニウム合金の組織と機械的性質 | 木村貴広・中本貴之 | 55 |
| 5. 全固体リチウム電池に用いる硫化物系固体電解質粉末の粒子制御 | 園村浩介・長谷川泰則・中橋明子 | 61 |
| 6. 選択的レーザー溶融間接法によるセラミックス3D造形に関する基礎的検討 | 陶山 剛・尾崎友厚 | 69 |
| 7. 金属製インプラントの低弾性率化を目指したチタン系粉末のレーザー積層造形法による多孔体の作製 | 中本貴之・木村貴広・吉川忠作
白川信彦 | 73 |

他誌掲載論文等概要

- | | | |
|---|---|----|
| 1. プロジェクト研究報告『SIP(戦略的イノベーション創造プログラム) / 革新的設計生産技術「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」』はじめに | 掛下知行・田中敏宏・中野貴由
荒木秀樹・古寺雅晴・山口勝己
西田一人・寺西正俊 | 83 |
| 2. 異方性カスタム新市場の創成・新規参入支援について | 古寺雅晴・山口勝己・南 久
中本貴之 | 83 |
| 3. - SIP 革新的設計生産技術「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」プロジェクト遂行にあたって - | 古寺雅晴・山口勝己・南 久
中本貴之 | 83 |
| 4. イオンプレーティング法 | 三浦健一 | 84 |
| 5. 全国公設試による中小企業技術支援を念頭に置いたDLCラウンドロビンテストの試み | 三浦健一 | 84 |
| 6. 広報業務を通じて考えること | 久米秀樹 | 84 |

7. Substituent Effect on Photo- and Electroluminescence Properties of Heteroleptic Cyclometalated Platinum(II) Complexes Based on a 2-(dibenzo[b,d]furan-4-yl)Pyridine Ligand	重広龍矢・Qiang Chen・八木繁幸 前田壮志・中澄博行・櫻井芳昭	85
8. Electrical Discharge Machining of PCD in Ultrapure Water	柳田大祐・南 久・渡邊幸司	85
9. 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	85
10. ファ이버レーザを用いたアルミニウムと銅の異種金属溶接	萩野秀樹・山口拓人	86
11. 大阪府立産業技術総合研究所の取組み	中本貴之・木村貴広	86
12. 大阪府立産業技術総合研究所における AM 技術の現状と取組み	中本貴之・四宮徳章・北川貴弘	86
13. 材料の機能制御による金属積層造形技術の新たな活用	中本貴之	86
14. Fatigue Strength of Co-Cr-Mo Alloy Clasps Prepared by Selective Laser Melting	加嶋祐佳・高市敦士・中本貴之 木村貴広・余語良章・蘆田茉希 土居 壽・野村直之・高橋英和 塙 隆夫・若林則幸	87
15. スライドモーション制御による角筒インパクト成形の高精度化	四宮徳章・白川信彦	87
16. インパクト成形における寸法精度向上のためのスライドモーションの検討	四宮徳章・白川信彦	87
17. 中堅・中小企業のためのシミュレーション活用のポイント	四宮徳章・白川信彦	88
18. Microstructures and Mechanical Properties of A356(AlSi7Mg0.3) Aluminum Alloy Fabricated by Selective Laser Melting	木村貴広・中本貴之	88
19. レーザ積層造形法により作製した工業用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	88
20. ポリマーの熱分解生成物を利用したレーザ合金化によるチタンの表面硬化	山口拓人	88
21. 33rd International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics (ICALEO2014)	山口拓人	89
22. X 線応力測定法による孔の円周方向残留応力の測定	小栗泰造・田中 努・岡野俊之 村田一夫	89
23. Analysis of Material Flow in the Sheet Forming of Friction-Stir Welds on Alloys of Mild Steel and Aluminum	田中 努・平田智丈・白川信彦 四宮徳章	89
24. 摩擦重ね接合によるアルミニウム合金と樹脂材料の直接接合特性に及ぼすアルマイト皮膜処理の影響	岡田俊哉・内田壮平・中田一博	90
25. アルミニウム上へのめっき	森河 務	90
26. めっき膜の不良解析への分析装置の適用	森河 務	90
27. Fe 合金ジンケート処理におけるアルミニウム合金表面の XPS による検討	森河 務・中出卓男	91
28. アルミニウム製品へのめっき技術の現状と課題	森河 務	91
29. 低温プラズマ処理による耐摩耗 SUS316L 溶射皮膜の開発	足立振一郎・上田順弘	91
30. Formation of Expanded Austenite on Cold-Sprayed AISI316L Coating by Low-Temperature Plasma Nitriding	足立振一郎・上田順弘	92
31. Rapid Diamond Deposition on Ni and Co Coatings by Using Twin Acetylene/Oxygen Gas Welding Torches	安藤康高・野田佳雅・足立振一郎	92
32. チャンネル型微細溝を有した塑性加工金型用硬質厚膜の開発	小島淳平・三浦健一・四宮徳章 森河 務	92
33. Multi Graphene Growth on Lead Pencil Drawn Sliver-Halide Print Paper Irradiated by Scanning Femtosecond Laser	金子 智・清水芳忠・良知 健 加藤千尋・田中聡美・長沼康弘 片倉 亨・佐藤和郎・牛山幹夫	93

	小沼誠司・伊藤裕子・滝川浩史 Goon Tan・松田晃史・吉本 護	
34. Low-Resistance Contacts of Electroless-Plated Metals with High-Mobility Organic Semiconductors: Novel Organic Field-Effect Transistors with Solution-Processed Electrodes	伊東正浩・宇野真由美・竹谷純一	93
35. Short-Channel Solution-Processed Organic Semiconductor Transistors and their Application in High-Speed Organic Complementary Circuits and Organic Rectifiers	宇野真由美・金岡祐介・車 溥相 諫早伸明・境 駿希・松井弘之 三津井親彦・岡本敏宏・竹谷純一 加藤哲弥・片山雅之・宇佐美由久 山上 剛	93
36. P(VDF/TrFE) 薄膜を用いた MEMS 超音波センサの感度改善	田中恒久・村上修一・宇野真由美 山下 馨	94
37. 圧電効果	吉村 武・村上修一	94
38. Organic Temperature Sensors and Organic Analog-to-Digital Converters Based on P-Type and N-Type Organic Transistors	中山健吾・車 溥相・金岡祐介 諫早伸明・小森真梨子・宇野真由美 竹谷純一	95
39. Development and Reliability Evaluation of Embryo Monitoring System Using Time-Lapse Cinematography	宮田 静・朴 忠植・山東悠介 藤木雄太・佐伯和弘・加藤暢彦	95
40. ライティング教材作成を目指した日本語学術文長単位解析の試行	堀 一成・坂尻彰宏・石島 悌	95
41. Study on Three-Dimensional Structural Analysis Method for Electrical Tree	岩田晋弥	96
42. 絶縁材料におけるイオン化ポテンシャルの電場依存性 - 量子化学計算によるアプローチ -	岩田晋弥	96
43. 住宅外皮チャンバーを用いたインテリアファブリックスによる断熱性評価	山本貴則・木村裕和・山東悠介 窪田 衛・大谷正男	96
44. プラスチックの帯電性評価	平井 学	97
45. カーボンナノ繊維ハイブリッド分散アルミニウム基高熱伝導性複合材料の放熱部材への適用	垣辻 篤	97
46. Ion-Exchange Chromatographic Analysis of Peroxynitric Acid	中島陽一・井川 聡・谷 篤史 北野勝久	97
47. ナノファイバー状芳香族ポリアミドの相転移挙動の解明	吉岡弥生	97
48. Evaluation of Fatty Acid Oxidation by Reactive Oxygen Species Induced in Liquids Using Atmospheric-Pressure Nonthermal Plasma Jets	谷 篤史・福井 智・井川 聡 北野勝久	98
49. Determination of the Antibacterial Constituents Produced by Lactobacilli Against a Periodontal Pathogen: Sodium Lactate and a Low Molecular Weight Substance	河井智美・大島朋子・新 良一 井川 聡・前田伸子・五味一博	98
50. 凹凸型ゲル微粒子のミクロ構造 (高分子微粒子)	木本正樹	98
51. ゲル微粒子と金ナノ粒子の複合微粒子におけるミクロ構造 (複合微粒子)	木本正樹	99
52. 技術賞を受賞して	西村正樹・赤井智幸・嘉門雅史	99
53. Comparative Field Experiment on Gas Permeability of Cover Sheets for Temporary Storage Sites of Decontamination Waste	榎尾孝之・石田正利・西村正樹 赤井智幸	99
54. Photodegradable Cross-linking Reagents and Their Application to Easy-peel PSA	舘 秀樹・陶山寛志	100
55. Photo-Induced Decrosslinking in Pressure-Sensitive Adhesives Composed of O-Acyloxime-Based Photolabile Crosslinkers	陶山寛志・舘 秀樹	100

56. Synthesis and Bifunctional Catalysis of Metal Nanoparticle-Loaded Periodic Mesoporous Organosilicas Modified with Amino Groups	堀内 悠・Dang Do Van・米澤祐介 齋藤雅和・道志 智・Tae-Ho Kim 松岡雅也	100
--	---	-----

口頭発表概要

1. 金属材料の種類と材料欠陥材料試験及び検査	三浦健一	103
2. TiN および DLC の硬さについて	三浦健一	103
3. ドライコーティング技術の基礎と応用	三浦健一	103
4. ドライコーティング	三浦健一	103
5. 公設試連携による中小企業支援のための DLC 評価技術の検討	三浦健一	103
6. 公設試連携によるドライコーティング膜のナノインデンテーション評価に関する検討	三浦健一	103
7. 繊維および関連製品のトラブル原因解析概論	浅澤英夫	104
8. 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	山口勝己・中本貴之・ 他	104
9. Luminescent Properties of Green Phosphorescent Cyclometalated Platinum(II) Complexes in Polymer Thin Films	櫻井芳昭・他	104
10. 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	104
11. 緑色りん光性シクロメタル化白金錯体 (II) の PL および EL 特性	櫻井芳昭・他	104
12. Carrier-Transporting Phosphorescent Organoiridium Complexes Aimed at Application to Solution-Processed OLEDs	櫻井芳昭・ 他	105
13. カルバゾール部位を導入したアセチリド配位子を有するりん光性ジピリドフェナジン白金 (II) 錯体の合成と発光特性	櫻井芳昭・ 他	105
14. Development of Phosphorescent Organoiridium Complexes Bearing Carrier-Transporting Moieties Aimed at OLED Applications	櫻井芳昭・ 他	105
15. X 線 CT による非破壊観察とデジタルものづくり	足立和俊	105
16. 精細金型用鋼の超精密切削加工におけるダイヤモンド工具の長寿命化	本田索郎・ 他	105
17. Suppression of Tool Wear in Ultra-Precision Diamond Turning of Steel by Nitriding	本田索郎・ 他	105
18. 微小径ダイヤモンド工具の放電ツルーイング	渡邊幸司・南 久・柳田大祐	106
19. 超純水を用いた焼結ダイヤモンドの放電加工 - 加工液の比抵抗と温度の影響 -	柳田大祐・渡邊幸司・南 久	106
20. 多層フィルムを用いた熱可塑性 CFRP の開発	奥村俊彦	106
21. Selective Laser Melting of High-Temperature Intermetallic Compounds	中本貴之・木村貴広・ 他	106
22. レーザ積層造形法を用いて作製した銅合金の組織と機械的性質	中本貴之・木村貴広・ 他	106
23. レーザー積層造形法を活用した金属造形物の機能制御	中本貴之・木村貴広・白川信彦	106
24. Mechanical Properties of Selective Laser Melted Co-Cr-Mo Alloys for Biomedical Applications	中本貴之・木村貴広・ 他	107
25. レーザ積層造形法による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	107
26. レーザー積層造形法で製作した Co-Cr-Mo 合金クラスプの疲労強度	中本貴之・ 他	107
27. 金属粉末積層造形法の概論と大阪府立産技研における研究開発	中本貴之	107
28. 銅系材料を用いた金属粉末レーザー積層造形	中本貴之・木村貴広	107
29. 種々の金属粉末を用いたレーザー積層造形技術の研究開発	中本貴之	107

30.	金属粉末積層造形技術の応用展開	中本貴之	108
31.	金属粉末ラピッドプロトタイピング	中本貴之	108
32.	Fatigue Resistance of Co-Cr-Mo Alloy Clasps Fabricated by SelectiveLaser Melting Process	中本貴之・木村貴広・他	108
33.	金属粉末レーザ積層造形法における造形物の高性能化	中本貴之	108
34.	大阪府立産技研における金属 AM を活用した研究開発と技術支援	中本貴之・木村貴広	108
35.	宇宙・航空産業に利用可能な積層造形技術の研究開発	中本貴之	108
36.	ユーザ視点からの金属 3D プリンタの現状と将来展望について	中本貴之	109
37.	材料の機能制御による金属積層の新たな活用開発	中本貴之	109
38.	金属粉末積層造形(3D プリンティング)技術の概論 - レーザ積層造形技術を中心に -	中本貴之	109
39.	Selective Laser Melting of MoSi ₂ Based Alloys	中本貴之・木村貴広・他	109
40.	積層造形法による高電流用水冷トーチの開発	中本貴之・木村貴広・武村 守 内田壮平・他	109
41.	金属粉末レーザ積層造形法による高機能造形物の開発	中本貴之・木村貴広	109
42.	レーザ積層造形法により作製した銅合金の組織と機械的性質	中本貴之・木村貴広・他	109
43.	Effect of Powder Fabrication Process on Microstructure and Mechanical Properties of Selective Laser Melted Metals for Biomedical Applications	中本貴之・木村貴広・他	110
44.	レーザー積層造形法を用いた銅合金の組織と機械的性質に及ぼす造形パラメータの影響	中本貴之・木村貴広・他	110
45.	金属積層造形技術を用いた新たな活用展開	中本貴之	110
46.	X 線 CT スキャナを用いたデジタルものづくり技術	四宮徳章	110
47.	X 線 CT スキャナを用いた 3D デジタルものづくりの取り組み	四宮徳章・吉川忠作・柳田大祐 足立和俊	110
48.	大阪産技研における simufact.forming を用いた技術支援・研究開発の取り組みについて	四宮徳章	110
49.	X 線 CT スキャナを用いたデジタルものづくり技術	四宮徳章	111
50.	アルミニウム粉末を用いた 3D プリンティングとその応用	木村貴広	111
51.	レーザ積層造形法を用いて作製した AC4CH アルミニウム合金の組織と機械的性質	木村貴広・中本貴之・他	111
52.	AC4CH アルミニウム合金粉末を用いたレーザ積層造形	木村貴広・中本貴之・他	111
53.	アルミニウム系粉末を用いた積層造形とその応用	木村貴広	111
54.	アルミニウム系粉末を用いたレーザ積層造形技術の開発	木村貴広	111
55.	レーザ積層造形法を用いて作製した AC4CH アルミニウム合金の組織と機械的性質	木村貴広・中本貴之・他	112
56.	レーザメタルデポジションによる局所的な表面改質技術	山口拓人	112
57.	レーザプロセスを用いた金属表面改質技術	山口拓人	112
58.	光透過性樹脂を用いたレーザアロイングによるチタンの耐摩耗性向上	山口拓人・萩野秀樹	112
59.	光透過性樹脂を用いたレーザ合金化技術	山口拓人	112
60.	レーザメタルデポジションによる高品位な肉盛加工技術	山口拓人	112
61.	光透過性樹脂を用いたレーザアロイングによるチタン表面への炭化物形成	山口拓人・萩野秀樹	113
62.	レーザ肉盛によって作製した Ni 基金属間化合物合金コーティングの特性評価	山口拓人・萩野秀樹・他	113
63.	Ni 基金属間化合物合金を用いた鉄鋼材料へのレーザ肉盛と評価	山口拓人・萩野秀樹・他	113

64.	レーザ表面改質の現状と光透過性樹脂を用いたレーザ合金化プロセス	山口拓人	113
65.	NC ダイクッションとスライドモーション制御を適用したストレッチドロー成形	白川信彦・四宮徳章	113
66.	アセチレンを用いた真空浸炭の炭素流入速度	星野英光	114
67.	粉体離型剤を用いた金型重力鋳造法における溶湯流動特性	松室光昭・武村 守・ 他	114
68.	厚い表面硬化層形成を実現するβ型チタン合金の新規熱処理法	道山泰宏	114
69.	β型チタン合金の厚い硬化層を実現させる新規表面硬化熱処理技術と耐摩耗性向上の考え方	道山泰宏	114
70.	レーザ積層造形法で作製したシリコイ(R)の凝固および熱処理組織	柴田顕弘・中本貴之・木村貴広 武村 守・他	114
71.	レーザ積層造形法を用いたシリコイ®の造形	柴田顕弘・中本貴之・木村貴広 武村 守	114
72.	粉末材料からレーザ積層造形したシリコイの特性	柴田顕弘・中本貴之・木村貴広 武村 守・他	114
73.	レーザ積層造形法により作製したAl-10%Si-0.4%Mg合金の疲労特性に及ぼす内部欠陥の影響	平田智丈・中本貴之・木村貴広	115
74.	鋼とアルミニウム合金の異種金属接合材の成形性	田中 努・平田智丈・白川信彦 四宮徳章	115
75.	反転負荷を受けるマグネシウム合金圧延板におけるひずみ挙動	内田壮平・田中 努・ 他	115
76.	マグネシウム合金圧延板における双晶活動の板厚ひずみに及ぼす影響	内田壮平・田中 努・ 他	115
77.	Work-Hardening Behavior of Commercially Pure Titanium JIS Grade 1 Sheet upon Reverse Loading	内田壮平・ 他	115
78.	予圧縮を受けたマグネシウム合金板の引張変形特性に及ぼす双晶の影響	内田壮平・ 他	115
79.	電気めっき技能検定学科講習	森河 務	116
80.	機械部品へのめっき	森河 務	116
81.	工業用クロムめっき	森河 務	116
82.	産技研・金属表面処理科の開発支援事例と保有技術	森河 務	116
83.	覚えておきたいめっきの基礎	森河 務	116
84.	表面処理技術 - めっき技術の特徴と用途, 基礎知識 -	森河 務	116
85.	表面処理技術 2 - 腐食防食の基礎 -	森河 務	116
86.	腐食防食 - 基礎 -	森河 務	117
87.	表面処理技術 3 - めっき技術の腐食と分析 -	森河 務	117
88.	腐食防食 - めっき -	森河 務	117
89.	めっき膜の機能性と応用 - 知っておきたい基礎知識と活用ポイント -	森河 務	117
90.	Effect of Combined Plasma Carburizing and Nitriding on a Cold-Sprayed AISI 316L Coating	足立振一郎・上田順弘	117
91.	溶射技術による金属材料の高機能化	足立振一郎	117
92.	- 初心者から現場作業者のための基礎力養成講座 - 覚えておきたい装飾めっき技術	足立振一郎	118
93.	ステンレス溶射皮膜の開発と取り組み	足立振一郎	118
94.	オーステナイト系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	118

95.	保油性を高めた複合表面処理被膜の創製と金型への適用	小島淳平・三浦健一・四宮徳章 森河 務	118
96.	網目状微細溝を有した PVD 硬質厚膜の形成と膜特性の評価	小島淳平・三浦健一・四宮徳章 森河 務	118
97.	チャンネル型微細溝を有した PVD 硬質厚膜の形成と膜特性の評価	小島淳平・三浦健一・四宮徳章 森河 務	118
98.	網目状微細溝を有した PVD 硬質厚膜の形成とその特性評価	小島淳平・三浦健一・四宮徳章 森河 務・他	119
99.	UBMS 法により形成した金属ガラス薄膜の特性とナノインプリント成形	小島淳平	119
100.	チャンネル型微細溝を有した PVD 硬質膜の形成とその摩擦特性の評価	小島淳平	119
101.	銅・ニッケル・クロムめっき, めっきの試験方法	中出卓男	119
102.	電析法を利用した白金ナノ粒子触媒電極の開発 - 白金系触媒の低コスト化 -	中出卓男	119
103.	装飾用クロムめっき	中出卓男	120
104.	鉄腐食生成物の環境依存性に関する基礎的研究	左藤眞市・ 他	120
105.	電析法を用いた空気電池用正極の作製	西村 崇・中出卓男・斉藤 誠	120
106.	素地 - めっき皮膜界面の解析方法の検討	長瀧敬行	120
107.	大阪の電池産業を応援します	斉藤 誠・西村 崇・中出卓男 園村浩介・長谷川泰則・米川 穰 田中 剛・森 隆志・中橋明子 櫻井芳昭	120
108.	非晶質 Cr-C 合金めっきの開発	林 彰平・中出卓男・森河 務 長瀧敬行	120
109.	非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜の熱処理による影響	林 彰平・中出卓男・森河 務	121
110.	Multi Graphene Growth on Silver-Halide Print Paper Irradiated by Femtosecond Laser	佐藤和郎・ 他	121
111.	Multi Graphene on 10B Pencil Drawing Print Paper Irradiated by Femtosecond Laser	佐藤和郎・ 他	121
112.	Growth of Multigraphene on 10B Pencil Drawn Paper Irradiated by Femtosecond Laser	佐藤和郎・ 他	121
113.	Multi-Graphene Growth on 10B Pencil Drawn Paper Irradiated Using Femtosecond Laser	佐藤和郎・ 他	121
114.	Graphen Growth:10B Lead Pencil, Print Paper, and Femtosecond Laser	佐藤和郎・ 他	121
115.	Multigraphene Grown on 10B Pencil Drawing Area on Printing Paper Irradiated by Femtosecond Laser	佐藤和郎・ 他	122
116.	Raman Spectroscopy of Ti-Cleaned Single-Layer Graphene and Transfer on Paper Substrate	佐藤和郎・村上修一・ 他	122
117.	大阪府立産業技術総合研究所の研究紹介	佐藤和郎・渡辺義人・金岡祐介 村上修一・北川貴弘・笥 芳治	122
118.	Electronic Properties of Multigraphene Grown on 10B Pencil Drawing Area on Printing Paper Irradiated by Femtosecond Laser	佐藤和郎・ 他	122
119.	ゲート絶縁膜厚が ZnO-SnO ₂ 薄膜を用いた TFT 特性に与える影響	佐藤和郎・田中 剛・山田義春 村上修一・笥 芳治・櫻井芳昭	122

120.	Multi Graphene on 10B Pencil Drawing Print Paper Irradiated by Femtosecond Laser	佐藤和郎・他	123
121.	高性能有機トランジスタと論理回路・センサへの応用	宇野真由美	123
122.	高性能塗布型有機トランジスタと論理回路・センサへの応用	宇野真由美	123
123.	高性能有機トランジスタの基盤技術と将来展望	宇野真由美・中山健吾	123
124.	Organic Temperature Sensors and 3-bit ADC Read-Out Circuits Using Organic Transistors	宇野真由美・中山健吾・車 溥相 他	123
125.	P(VDF/TrFE) 薄膜を用いた MEMS 超音波センサの感度改善	田中恒久・村上修一・宇野真由美 他	123
126.	P(VDF/TrFE) 圧電薄膜を用いた MEMS 超音波センサ	田中恒久	124
127.	P(VDF/TrFE) を用いた MEMS 超音波センサの共振周波数特性	田中恒久・村上修一・宇野真由美 他	124
128.	積層型歪抵抗薄膜を用いた高温オイルレス圧力センサの開発	筧 芳治・佐藤和郎・小栗泰造	124
129.	複数梁構造をもつ圧電型振動発電素子の振動解析	村上修一・中嶋隆勝・佐藤和郎 他	124
130.	IoT に向けた小型・高出力振動発電デバイス	村上修一・他	124
131.	微小試料スピン熱輸送特性測定系にむけた素子開発	村上修一・四谷 任・他	125
132.	IoT に向けた小型・高出力振動発電デバイス	村上修一・他	125
133.	MEMS 技術に関する技術支援・研究開発 - Deep RIE 装置の導入 -	村上修一・田中恒久・佐藤和郎 宇野真由美	125
134.	圧電体薄膜を使った MEMS デバイスの基礎と応用事例	村上修一	125
135.	ポリマー電着法を用いたマイクロレンズアレイの作製と屈折率測定	金岡祐介・櫻井芳昭・山東悠介 田中 剛・佐藤和郎・村上修一 他	125
136.	振動発電応用に向けた BiFeO ₃ 厚膜の作製	村上修一・他	125
137.	齧歯類動物の聴覚中枢神経刺激に向けた周波数選択的音響センサの開発とその特性評価	村上修一・佐藤和郎・他	126
138.	(Ti,Co)O ₂ スパッタ薄膜の磁性への電界効果	山田義春・佐藤和郎	126
139.	センサ信号読出のための有機 AD コンバータ	中山健吾・宇野真由美・金岡祐介 車 溥相・他	126
140.	フレキシブル温度センサと有機 CMOS 読出回路	中山健吾・宇野真由美・車 溥相 金岡祐介	126
141.	有機半導体を用いた温度センサと読出回路	中山健吾・宇野真由美・金岡祐介 車 溥相・他	126
142.	フレキシブル温度センサと有機読出回路の開発	中山健吾・宇野真由美・金岡祐介	127
143.	有機トランジスタの高性能化技術とフレキシブルセンサへの応用	中山健吾・宇野真由美・金岡祐介 車 溥相	127
144.	TRI 試作工房・工業デザインモデル完成披露会 3D プリンタ TIPS 集	北川貴弘	127
145.	ものづくり設計試作支援工房について	北川貴弘	127
146.	産技研におけるものづくり設計試作支援 - 3D プリンタでの造形のコツ	北川貴弘	127
147.	ものづくり設計試作支援工房の紹介, 工房ショーケース展示までの経緯報告	朴 忠植	127
148.	開発したタイムラプスモニタリング装置によるウシ胚体外培養の観察	朴 忠植・山東悠介・他	127

149.	大阪府立産業技術総合研究所におけるメカトロニクス関連のものづくり支援の取組みについて	朴 忠植	127
150.	ポリマー電着法を用いたカラーマイクロレンズアレイの作製と評価	金岡祐介・櫻井芳昭・村上修一 佐藤和郎・山東悠介・田中 剛 他	128
151.	ポリマー電着法を用いたマイクロレンズアレイの作製と評価	金岡祐介・山東悠介・田中 剛 佐藤和郎・村上修一・櫻井芳昭 他	128
152.	耳介伝達関数を用いた個人認証の検討	喜多俊輔・ 他	128
153.	耳介伝達関数を用いた個人認証	喜多俊輔・他	128
154.	製品衝撃強さ評価のための統計解析手法第三報：階段法との比較検討	中嶋隆勝	128
155.	空洞共振器摂動法による誘電率測定ソフトの開発	田中健一郎	129
156.	大阪府立産技研におけるノイズ抑制体に関する取組み	伊藤盛通・松本元一	129
157.	電子機器への電磁ノイズの影響について	伊藤盛通	129
158.	電磁界シミュレータによるノイズ抑制シート的设计	伊藤盛通・松本元一	129
159.	医用機器の電磁環境安全性についてならびに、電子・光評価支援センターのご紹介	伊藤盛通	129
160.	円筒形ホログラムと多角形ホログラムの高速計算法の性能比較	山東悠介・他	129
161.	Study on Three-Dimensional Structural Analysis Method for Electrical Tree	岩田晋弥	130
162.	絶縁材料におけるイオン化ポテンシャルの電場依存性 - 量子化学計算によるアプローチ -	岩田晋弥	130
163.	量子化学計算による電気絶縁材料の探索 - イオン化ポテンシャルの計算 -	岩田晋弥	130
164.	絶縁材料と計算機シミュレーション	岩田晋弥	130
165.	症候性側彎患者に対する動的体幹装具と従来型固定的体幹装具の装着時接触内圧測定による比較検討	山本貴則・ 他	130
166.	褥瘡予防寝具の性能評価技術	山本貴則	131
167.	タッピングマシンを用いた床材からの粉じん舞い上がり評価方法の検討	山本貴則・他	131
168.	心拍変動を活用した熟練性評価の可能性について - 採血実施時における看護師と初学者との比較 -	片桐真子・他	131
169.	自律神経活動に着目した刺激に対するヒトの反応	片桐真子	131
170.	被包装物のガタ振動特性および蓄積疲労スペクトル評価に関する研究	津田和城	131
171.	非定常振動試験のための輸送環境データの相関解析	細山 亮	131
172.	2種類の打切りデータを含む場合の統計解析における順位数算出手法	堀口翔伍・中嶋隆勝	132
173.	粉末冶金法による Ni 基金属間化合物の作製	垣辻 篤	132
174.	「精密化学分析センター」のご紹介	中島陽一	132
175.	耐候性試験による樹脂中添加剤の減衰挙動調査	小河 宏・吉岡弥生・岩崎和彰 林 寛一	132
176.	官能基を有する耐熱性高分子微粒子の粒子径および特性制御	吉岡弥生	132
177.	ファイバー状芳香族ポリアミドおよびモデル化合物の相転移挙動に関する構造化学的検討	吉岡弥生・他	132

178.	CF ₃ 基を有する芳香族ポリアミドナノファイバーの相転移挙動に関する構造化学的検討	吉岡弥生・他	133
179.	芳香族ポリアミド微粒子の作製およびその特性	吉岡弥生	133
180.	芳香族ポリアミド系ナノ材料の創製および評価	吉岡弥生	133
181.	ナノファイバー状芳香族ポリアミドの形成過程における構造変化	吉岡弥生・他	133
182.	Extraction of Bactericidal Components in Cryopreserved Plasma-Treated Water	井川 聡・中島陽一・ 他	133
183.	プラズマ直接照射とプラズマ処理水の液中殺菌力の比較	井川 聡・中島陽一・ 他	134
184.	13 種類のタンパク質溶液に対して大気圧低温プラズマを照射した際の酸化部位の推定と失活機構の検討	井川 聡・ 他	134
185.	Innovative Medical Technology in Plasma Disinfection of Human Body with Low-Temperature Atmospheric-Pressure Plasmas -the Reduced-pH Method and the Plasma-Treated Water (PTW) -	井川 聡・中島陽一・ 他	134
186.	低 pH 法を用いた大気圧低温プラズマによるブタ皮表面の殺菌	井川 聡・ 他	134
187.	反応速度論に基づくプラズマ処理水殺菌活性の pH 依存の物理化学機構	井川 聡・中島陽一・ 他	134
188.	低 pH 法を用いた大気圧低温プラズマによるブタ皮表面の殺菌	井川 聡・ 他	134
189.	反応速度論に基づくプラズマ処理水殺菌活性の pH 依存の物理化学機構	井川 聡・中島陽一・ 他	135
190.	<i>Lactobacillus Fermentum</i> によって産生された <i>Porphyromonas Gingivalis</i> に対する抗菌物質	井川 聡・ 他	135
191.	Plasma-Treated Water Disinfected Cariogenic Bacteria in Infected Dentin Model	井川 聡・ 他	135
192.	Efficacy of Plasma-Treated Water in Root Canal Disinfection	井川 聡・ 他	135
193.	The Antibacterial Constituents Produced by <i>Lactobacillus Fermentum</i> Against <i>Porphyromonas Gingivalis</i>	井川 聡・ 他	135
194.	ポリアリルアミンを用いた有機無機ハイブリッド微粒子による触媒材料の開発とクロマト分析への応用	林 寛一・中島陽一・吉岡弥生 木本正樹	136
195.	ポリアリルアミンを用いた有機無機ハイブリッド微粒子による触媒材料の開発とクロマト分析への応用	林 寛一・中島陽一・吉岡弥生 木本正樹	136
196.	ポリアリルアミンを用いたラズベリー状微粒子の合成とその応用	林 寛一・中島陽一・吉岡弥生 木本正樹	136
197.	機能性微粒子を用いた環境触媒, カラム材料の開発	林 寛一・中島陽一・吉岡弥生 木本正樹	136
198.	全固体リチウム電池に関する取り組みについて	長谷川泰則・園村浩介	136
199.	カーボンナノコイルを活用した新規な耐摩耗セラミックスの開発	長谷川泰則	136
200.	全固体リチウム電池に関する産技研での取り組み	園村浩介・稲村 偉・長谷川泰則	137
201.	インサート金属を用いて拡散接合した SiC 接合界面の TEM 観察	尾崎友厚・長谷川泰則・他	137
202.	TEM Analysis of Interfaces in Diffusion-Bonded Silicon Carbide Ceramics Joined Using Metallic Interlayers	尾崎友厚・長谷川泰則・他	137
203.	未利用バイオマスからのエネルギー製造に関する技術動向の紹介	山口真平・大山将央	137
204.	セラミックス積層造形用粉末の開発に向けた粒子径制御技術	陶山 剛・尾崎友厚	137
205.	粉末積層造形用原料粉体の特性評価	陶山 剛・垣辻 篤・中本貴之 木村貴広・渡辺義人	138
206.	セラミックス積層造形用粉末の開発に向けた粒子径制御技術	陶山 剛・尾崎友厚	138
207.	加熱炉の省エネルギー対策	大山将央・山口真平	138

208.	空気雰囲気におけるバイオマス熱分解時のタール及びチャーの生成挙動	大山将央・他	138
209.	産技研が取り組むバイオマスのガス化技術	大山将央・山口真平	138
210.	高分子系微粒子の基礎と応用のいろいろ - 接着剤, 塗料から医療分野まで -	木本正樹	138
211.	FRP	木本正樹	139
212.	新規ゲル微粒子の応用展開	木本正樹	139
213.	ナノ複合材料の開発および表面機能性材料としての応用展開	木本正樹	139
214.	ゲル微粒子による薬剤内包と放散性	木本正樹・喜多幸司・林 寛一 他	139
215.	消臭加工繊維製品の性能試験方法 (ISO 17299)	喜多幸司	139
216.	猫用忌避製品の開発	喜多幸司・山下怜子・ 他	139
217.	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・他	139
218.	新規導入装置「時間領域分光式テラヘルツシステム」のご紹介	日置亜也子	140
219.	電気泳動堆積法による TiO ₂ マイクロパターンの作製と光触媒活性評価方法への応用	日置亜也子・佐藤和郎・村上修一 他	140
220.	除染廃棄物仮置場用上部シートの開発	西村正樹	140
221.	Knot Pusher による手術用縫合糸の結紮における抵抗荷重の評価	西村正樹・北川貴弘・大川裕蔵 喜多俊輔・安木誠一・他	140
222.	除染廃棄物仮置場用上部シートの風による張力測定	西村正樹・赤井智幸・ 他	140
223.	ノットプッシャーを用いた結紮技術に関する研究: どのように助手は糸を牽引すべきか?	西村正樹・北川貴弘・安木誠一 喜多俊輔・大川裕蔵・ 他	140
224.	Knot Pusher を用いた手術用縫合糸の結紮における抵抗荷重に関する研究	西村正樹・喜多俊輔・北川貴弘 安木誠一・他	141
225.	Knot Pusher を用いた手術用縫合糸の結紮における抵抗荷重の検討	西村正樹・喜多俊輔・北川貴弘 安木誠一・他	141
226.	非臨床実験による Knot Pusher を用いた結紮プロセスの検証	西村正樹・喜多俊輔・北川貴弘 安木誠一・他	141
227.	天然物を用いて真球状ナノ粒子が極短時間で製造可能	道志 智	141
228.	形態観察による毛皮の動物種の判定	陰地威史	141
229.	皮革についての基礎知識	陰地威史	141
230.	Color Change of Naphthalenetetracarboxylic Acid Diimide Derivatives by Odor Substances	山下怜子・喜多幸司	142
231.	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	142
232.	ニオイの可視化技術	山下怜子	142
233.	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	142
234.	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	142
235.	O-Acyloxime-Based Photolabile Crosslinkers	舘 秀樹・ 他	143
236.	様々な外部刺激に応答する易剥離粘着剤の開発 (2)	舘 秀樹・井上陽太郎	143
237.	O- アシルオキシム型光分解性架橋剤の長波長感光化	舘 秀樹・ 他	143
238.	非粘着性コーティングトフマクの開発 (7)	舘 秀樹・出水 敬・道山泰宏 井上陽太郎・岩田晋弥・他	143

239.	易解体性材料に資する易剥離粘着剤の開発	舘 秀樹	143
240.	マイクロカプセルを用いた易剥離粘着剤の開発	舘 秀樹	143
241.	光分解性架橋剤を用いた新しい易剥離粘着剤の開発	舘 秀樹・他	144
242.	接着と粘着の基礎 - 「物をくっつける技術を学ぶ」 -	舘 秀樹	144
243.	刺激により易剥離可能な解体性粘着剤の開発	舘 秀樹	144
244.	Photo-Induced Preparation and Degradation of Polymer Networks Composed of O-Acyloxime Based Photolabile Crosslinkers	舘 秀樹・他	144
245.	O-Acyloxime-Based Photolabile Crosslinkers and their Degradation in Polymers	舘 秀樹・他	144
246.	非粘着性コーティングトフマクの開発 (8)	舘 秀樹・出水 敬・道山泰宏 井上陽太郎・岩田晋弥・木谷亮太 他	144
247.	マイクロカプセルを用いた易剥離粘着剤の開発	舘 秀樹・井上陽太郎	145
248.	Photo-Induced Polymerization and Degradation of Formulations Containing Photolabile Crosslinkers Monitored in a Rheometer	舘 秀樹・他	145
249.	可逆的 Diels-Alder 反応による脂肪酸ベースポリマーの合成と植物油ベースネットワークポリマーの作製	井上陽太郎・中橋明子・舘 秀樹	145
250.	新規な植物油ポリオール合成と可逆反応部位を有するネットワークポリマーの作製	井上陽太郎・舘 秀樹	145
251.	可逆反応を利用した植物油ベースケミカルリサイクル材料の開発	井上陽太郎・舘 秀樹	145
252.	動的共有結合をもつ脂肪酸ベースポリマーの合成とその特性	井上陽太郎・中橋明子・舘 秀樹	145
253.	可逆的 Diels-Alder 反応を利用した脂肪酸ベース重付加ポリマーの合成	井上陽太郎・舘 秀樹・中橋明子	146
254.	可逆的 Diels-Alder 反応による植物油ベースネットワークポリマーの合成と機械的特性	井上陽太郎・舘 秀樹	146
255.	フランマレイミド間の可逆反応を利用したネットワークポリマーの作製	井上陽太郎・中橋明子・舘 秀樹	146
256.	ポリイミド微粒子を用いた有機無機複合材料の作製	中橋明子・浅尾勝哉	146
257.	粒径の大きく異なる 2 種の微粒子からなるポリイミド複合体の作製	中橋明子・浅尾勝哉	146
258.	Fabrication of Color Microlens Array Utilizing Polymer Electrodeposition	田中 剛・佐藤和郎・村上修一 櫻井芳昭・他	147

平成 27 年度合同発表会

1.	軸付電着ダイヤモンド砥石の機上形状計測技術の開発	渡邊幸司・柳田大祐・南 久	148
2.	超純水を用いた焼結ダイヤモンドの高エネルギー放電加工技術	柳田大祐・渡邊幸司・南 久	148
3.	ファイバーレーザーを用いたアルミニウムと銅の異種金属溶接	萩野秀樹・山口拓人・武村 守 長瀧敬行	148
4.	多層フィルムを用いた熱可塑性 CFRP の開発	奥村俊彦	148
5.	摩擦摩耗特性に及ぼす湿度の影響	道山泰宏	148
6.	高温での機械的特性に優れた低 Ag 鉛フリーはんだ合金の開発	濱田真行・他	148
7.	レーザー積層造形法を用いたシリコイ (R) の造形	柴田顕弘・中本貴之・木村貴広 武村 守	148
8.	マグネシウム合金圧延板の反転負荷における双晶活動と板厚ひずみ	内田壮平・田中 努・他	148

9. たたら製鉄実習に対する成分分析支援事例	榮川元雄	149
10. チャンネル型微細溝を有した硬質厚膜の形成と膜特性の評価	小島淳平・三浦健一・四宮徳章 森河 務	149
11. 電析法による金属空気二次電池用正極触媒の作製	西村 崇・中出卓男・斉藤 誠	149
12. 非晶質 Cr-C 合金めっきの機械的特性	林 彰平・中出卓男・森河 務	149
13. 高性能塗布型有機トランジスタと論理回路・センサへの応用	宇野真由美	149
14. 高分子圧電材料 P(VDF-TrFE) を用いた MEMS 超音波センサの受信感度向上	田中恒久・村上修一・宇野真由美	149
15. 積層型歪抵抗薄膜を用いた高温オイルレス圧力センサの作製	筧 芳治・佐藤和郎・小栗泰造	149
16. 非鉛 BiFeO ₃ 強誘電体薄膜を使った圧電 MEMS 振動発電デバイスの特性	村上修一・中出卓男・長瀧敬行 中嶋隆勝・佐藤和郎・他	150
17. 電磁界シミュレータによる人工磁性体の設計	伊藤盛通・松本元一	150
18. 繊維製床敷物の摩耗指数と物理的耐久性との関係	山本貴則・他	150
19. 振動試験の条件適正化を目指した内容品のガタ振動調査および蓄積疲労スペクトルの活用	津田和城	150
20. 2 種類の打切りデータを含む試験結果の統計解析	堀口翔伍・中嶋隆勝	150
21. 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	150
22. カーボンナノコイルを活用した新規な耐摩耗部材の開発	長谷川泰則	150
23. 全固体リチウム電池に関する産技研での取り組み	園村浩介・稲村 偉・長谷川泰則	151
24. SiC の拡散接合における接合界面構造の TEM 観察	尾崎友厚・長谷川泰則・他	151
25. ポリフェノールを使用した生ゴミ用消臭剤の開発	喜多幸司・陰地威史	151
26. 天然物を利用した真球状多孔質シリカの新規合成方法の開発	道志 智・他	151
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	151
28. 光分解性架橋剤を用いた易剥離粘着剤の開発	舘 秀樹・他	151
29. 新規な植物油ポリオール合成と可逆反応部位をもつネットワークポリマーの作製	井上陽太郎・舘 秀樹	152
30. シリコン系断熱材料を基板に施した有機太陽電池における温度上昇抑制効果	米川 穰・田中 剛・櫻井芳昭	152

第3回産技研プロジェクト研究報告会

1. 高品質医療用デバイスのオーダーメイド造形	中本貴之・木村貴広	153
2. アルミニウム系粉末を用いた 3D プリンティング技術の開発と熱制御部品への応用	木村貴広	153
3. 金属空気二次電池の新規正極材料の開発および特性評価技術の構築	斉藤 誠・西村 崇・中出卓男	153
4. ZnO-SnO ₂ (ZTO) 薄膜を用いた薄膜トランジスタの作製	佐藤和郎・山田義春・村上修一 筧 芳治・田中 剛・櫻井芳昭	153
5. 高性能塗布型有機トランジスタの基盤技術開発と論理回路・センサへの応用	宇野真由美	153
6. 強誘電体ポリマーを用いた超音波センサの開発	田中恒久・宇野真由美・村上修一	153
7. 受圧管一体型構造を用いた高温用小型・オイルレス圧力センサの開発	筧 芳治・佐藤和郎・小栗泰造	153
8. 強誘電体 MEMS による高効率発電素子の開発	村上修一・佐藤和郎・他	154
9. フレキシブル温度センサとフレキシブル温度センサと有機読出回路の開発	中山健吾・宇野真由美・金岡祐介	154

10. 産技研での全固体リチウム電池に関する取り組み	長谷川泰則・櫻井芳昭・稲村 偉 園村浩介・佐藤和郎・村上修一 中橋明子	154
11. 粉末床溶融結合法によるセラミックス 3D プリンティング	陶山 剛・尾崎友厚・垣辻 篤 木本正樹・吉川忠作	154
12. 有機無機ペロブスカイト太陽電池の開発	森 隆志・田中 剛・米川 穰 佐藤和郎・村上修一・櫻井芳昭	154
13. 有機太陽電池の面積化基盤技術の開発とモジュール作製の検討	田中 剛・米川 穰・森 隆志 佐藤和郎・村上修一・櫻井芳昭	154

産業財産権

1. 湿式触媒を用いた配向 CNT 製造方法：特許第 5802992 号（共有）	159
2. 摩擦攪拌加工装置及び摩擦攪拌加工方法：特許第 5819084 号（共有）	159
3. 輻射ヒーター：特許第 5824689 号（共有）	159
4. 低抵抗金属固定抵抗器の製造方法：特許第 5860639 号（共有）	159
5. 歪抵抗素子およびそれを用いた歪検出装置：特許第 5884110 号（共有）	159
6. 三次元構造を有する薄膜トランジスタ及びその製造方法：特許第 5887591 号（共有）	159
7. マイクロ構造体の製造方法：特許第 5908274 号（共有）	160
8. 歪抵抗薄膜および当該歪抵抗薄膜を用いたセンサ：特許第 5928863 号（共有）	160
9. 摩擦攪拌加工装置及び摩擦攪拌加工方法：特許 5945854 号（共有）	160
10. 高熱伝導性複合材料：韓国 10-1534478(共有)	160

（ 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】

高純度鉄中の微量含有成分の分析

塚原秀和

高純度鉄は、検量線作成のための標準溶液の調整、空試験のための試料など、鉄鋼材料の分析の際に必須となる非常に重要な標準試料である。標準試料を分析で使用するために、予め標準試料の各元素の含有量を正確に把握しておく必要がある。しかし、元素の含有量は ppm オーダーと微量なため、JIS 規格の分析手法のみで行うことは困難である。昨今、微量成分分析では、ICP 質量分析 (ICP-MS) が主流となってきたが、ICP-MS 分析では高塩濃度の試料が投入できないというデメリットを抱えている。そこで、前処理として MIBK による溶媒抽出を用いて鉄を分離除去することで、各成分の定量分析を検討した。なお、MIBK 液で鉄と同時に抽出される元素については、秤量値を減らし、直接投入する形で分析を試みた。これらの手法でも分析できない元素に関しては、吸光光度法、燃焼赤外吸収法、ICP 発光分析、電気加熱原子吸光法などを検討した。併せて微量成分分析で問題となる環境汚染対策についても検討した。本報では、それらの分析手法と結果について報告する。

走査電子顕微鏡による結晶方位解析を利用した極微小領域の結晶解析

田中 努 内田壮平 平田智丈

新素材の開発や材料評価において、表面の観察や組成分析は基礎的な情報として非常に重要である。電子プローブ・マイクロアナライザー (Electron Probe Micro Analyzer: EPMA) は、表面観察だけでなく、試料を構成している元素とその量を知ることができるため、例えば鉄鋼中の不純物の分析など固体材料を扱う分野の研究開発、品質管理、検査など幅広く利用できる分析機器である。近年、材料の組織制御技術の発達により、結晶性材料を構成する結晶構造の同定、さらにその材料の物性に影響を与える結晶方位解析などのミクロ・ナノレベルの解析が求められるようになった。これらの解析は、従来は透過電子顕微鏡を用いる必要があったが、最近では EPMA を含む走査電子顕微鏡 (SEM) に付属した結晶方位解析装置 (電子線後方散乱回折装置 Electron Backscatter Diffraction: EBSD) でも解析が可能となり注目されている。本報告では、試料作製装置の一つであるイオンビーム加工機によってサンプルを作製し、SEM/EBSD を用いた極微小領域解析や結晶同定を行った結果について述べる。

X線分析顕微鏡を用いた非放射性セシウムのダイズへの蓄積に関する検討

陰地威史 喜多幸司 伊藤嘉昭
杉山暁史

2011年に発生した東日本大震災に伴う福島第一原発事故により、広範囲の農地が放射性セシウムに汚染されたため、各種植物内部へのセシウムの蓄積に関し、農業関係者の関心が集まった。東北地方の主要作物であるダイズにおいて、セシウムが蓄積する部位を検討し、蓄積機構を明らかにすることは、安心・安全な作物の提供に貢献する。そこで、ダイズの水耕および土壌栽培が可能な京都大学生存圏研究所と共同研究を行った。本研究では、X線分析顕微鏡の元素マッピング機能を用い、非放射性セシウムを添加して水耕および土壌栽培したダイズの葉や、茎、および種子に対するセシウムの蓄積（分布状況）を検討した。その結果、非放射性セシウムは、カリウムおよびカルシウムと同様に摂取され分布することがわかった。また、マトリックスとして種子粉末に一定量のセシウムを添加した標準試料を作製し、得られた検量線から、種子中のセシウム濃度は、水耕および土壌栽培について、それぞれ約0.9%、0.8%であると推定された。

市販マイコンによるセンサ情報の収集と インターネット回線による遠隔でのモニタリングに関する一手法

朴 忠植 金子憲一

世界中の情報をネットワーク的に結ぶ不可欠なインフラとして確立されたインターネット技術に加え、小型、高精度、高機能なセンサ、マイクロコンピュータが低コストで入手できるようになり、IoT（アイオーティ Internet of Things の略）のキーワードで人と物、物と物に関連する情報をあまねく利活用する製品開発や研究が活発に行われている。一方、当研究所で自動化、計測制御分野を担当する部署では、計測制御対象機器とマイコン、PCを用いた小規模システムの試作を主としてきたが、数年前より大学との共同研究で垂直軸型風力発電に関するモニタリングシステムの開発を担当した。研究においては、しばしば生じる仕様変更に対応し、かつ低コストであることに留意したシステム作りを目指した。本報告では、この研究成果として、低コストで比較的、誰でも入手可能な市販のマイコンおよびフリーウェアのソフトウェアを多用したインターネット回線を介したリモートセンシングシステムの構築手法について述べる。

走査透過電子顕微鏡を用いた電子線回折法による局所構造解析

尾崎友厚 長谷川泰則

球面収差補正機能付き走査透過電子顕微鏡（Cs-STEM）を用いた電子線回折法による局所構造解析手法について紹介する。産技研が所有するCs-STEM、HD-2700では試料の結晶方位合わせ用として電子回折モードが装備されているが、電子線回折法を用いて定性、定量的な結晶構造解析を行うためには、事前の入念な校正が必要となる。今回、Cs-STEMの電子線回折法を局所構造解析に利用するための校正を実施したため、その校正手順と電子線回折法を用いた実際の解析方法について報告する。

【技術論文】

時分割方式による全周囲から観測可能な
ホログラフィック 3次元ディスプレイ

山東悠介 茨田大輔 谷田貝豊彦

近年、3-Dに関する技術が非常に注目を集めており、中でもホログラフィック 3-D ディスプレイは、両眼視差に加え、輻輳、調節にも矛盾のない、次世代の 3-D 表示技術として期待されている。しかしながら、実用化するにあたり、その視域の狭さが課題の一つとして挙げられている。本論文では、この課題を解決するため、高速応答可能な空間光変調器をホログラムの表示デバイスとして用い、また、それに同期制御された回転ミラーを併用することで、水平方向の視域を 360° に拡大する手法を提案する。ミラーの回転数を人の目の応答速度以上にすることで残像効果を生み出し、等価的に視域を 360° に拡大させることができる。また、十分な運動視差も実現することができるため、従来の 2 眼式 3-D ディスプレイにはない、高い臨場感を出すことができる。立体像に至近距離 (~5 cm 程度) にまで近づいても、問題なく立体視できるのも、本手法の大きな特徴である。本提案内容に関し、実際に光学系を構築し、仮想的な地球儀の北半球を立体再生したので報告する。

亜鉛 - 空気二次電池用新規正極触媒の創製

西村 崇 斉藤 誠 中出卓男

金属 - 空気二次電池は、正極活物質として空気中の酸素を、負極活物質としてリチウムや亜鉛などの金属を用いる充電電池である。この電池は、内部に正極活物質を導入する必要がないため、エネルギー密度を高くすることができ、次世代の大容量電池として注目されている。しかし、その実用化には、多くの技術的課題があり、特に、高活性かつ高耐久性、低コストな正極触媒の探索が重要課題となっている。我々は、貴金属触媒のナノ粒子化や高分散化に注目し、その低コスト化および触媒の高性能化を検討している。本報告では、当所で開発した電解処理法を正極触媒作製に適用し、高活性かつサイクル特性に優れた触媒の創生を試みたので報告する。

金属配線が導入された ITO 膜を利用した
P3HT:PC61BM 型太陽電池の大面积化田中 剛 米川 穰 森 隆志
佐藤和郎 村上修一 櫻井芳昭

軽量かつフレキシブルな太陽電池として展開できる有機系太陽電池は、実用化に向け、研究開発が盛んに行われている。しかし、電池の大面积化が困難なために、普及されるほどの実用化には至っていない。そこで、本研究では、有機系太陽電池の中でも研究例の多い電池である、ポリ(3-ヘキシルチオフェン)(P3HT)とフェニル C61 酪酸メチルエステル(PC61BM)を光電変換

層に、さらに酸化インジウムスズ (ITO) を陽極に用いた電池をモデルに、大面積化技術の開発を目指した。有効面積が 0.04 および 9 cm^2 の電池を作製し、性能を評価したところ、有効面積が 0.04 cm^2 の電池の性能 (変換効率: 3.0%) に比べて、 9 cm^2 の電池の性能 (変換効率: 0.28%) は、大幅に低下した。この性能低下は、陽極の ITO の抵抗が大きいことに起因する。有効面積が 9 cm^2 の電池の性能を向上させるためには、陽極の抵抗を下げる必要があり、金属配線を ITO 膜上に導入した。その結果、変換効率 1.8% の性能をもつ電池を作製することができ、金属配線がない電池と比べ、大幅に性能を向上させることに成功した。

レーザ積層造形法を用いて作製した AC4CH アルミニウム合金の組織と機械的性質

木村貴広 中本貴之

金属粉末レーザ積層造形法は金属系 3D プリンティングの一種であり、金属粉末を原料として一層ずつレーザ照射により熔融・積層しながら三次元の金属構造体を造形する加工法である。中でもアルミニウムを用いた積層造形は、その低比重・高熱伝導性を活かし、軽量化部材や熱交換器のような熱制御部品への応用が期待されている。本研究では、高い強度と延性の両立が期待される JIS-AC4CH アルミニウム合金 (Al-7%Si-0.3%Mg) 粉末を用いて、造形体を高密度化するためのレーザ照射条件を探索した。最適条件にて作製した造形体は相対密度 99.8% の高密度体であった。得られた造形体は $0.5 \mu\text{m}$ 以下の極めて微細な dendritic 組織を呈し、造形体の機械的性質は同組成の鋳造材に比べて大幅に高い値 (引張強さ 400 MPa , 0.2% 耐力 200 MPa , 破断伸び $12\sim 17\%$) を示した。熱処理 (焼鈍) による機械的性質の変化は鋳造等の溶製材と異なり、焼鈍温度の上昇に伴って強度は低下するものの、その伸びは大幅に向上することを明らかにした。

全固体リチウム電池に用いる硫化物系固体電解質粉末の粒子制御

園村浩介 長谷川泰則 中橋明子

全固体リチウムイオン電池に用いる $75\text{Li}_2\text{S} \cdot 25\text{P}_2\text{S}_5$ (mol%) ガラスの、湿式ミリングについて、 ZrO_2 ボールサイズが得られるガラス粉末の粒子径に及ぼす影響について調査した。その結果、直径 $0.3, 1, 2 \text{ mm}$ のボールを用いた湿式ミリング後の粉末は、それぞれ、粒子径が $10 \mu\text{m}$ 程度の球形状粉、粒子径が $1\sim 5 \mu\text{m}$ 程度の球形状粉、 $1\sim 10 \mu\text{m}$ 程度の球形状粉と数十 μm から $100 \mu\text{m}$ 程度の角状粉であった。直径 1 mm のボールを用いた場合、最も微細かつ均一な粒子径の粉末が得られた。次にこれらの粉末を用いてペレットを作製し、イオン伝導率を調査した。その結果、それぞれのイオン伝導率は $4.9 \times 10^{-4}, 5.3 \times 10^{-4}, 2.0 \times 10^{-4}, 5.0 \times 10^{-4} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ であった。直径 1 mm のボールを用いた場合のみ値が低いことになる。したがって、電池に使用する粉末は、直径 1 mm でなく直径 2 mm のボールを用いて湿式ミリングをする必要があるとの結論を得た。

選択的レーザー溶融間接法によるセラミックス 3D 造形に関する基礎的検討

陶山 剛 尾崎友厚

選択的レーザー溶融法 (SLM 法) は 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、薄く敷き詰めたプラスチックや金属等の粉末にレーザーを照射して溶融・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体層の形成が造形の可否には重要となるため、SLM 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。そこで本研究では、SLM 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 の流動性指数に基づく特性を測定することで、総合的に評価した。

金属製インプラントの低弾性率化を目指した チタン系粉末のレーザー積層造形法による多孔体の作製

中本貴之 木村貴広 吉川忠作
白川信彦

人工股関節等の金属製インプラントは主にチタン合金等の緻密な溶製材から作製されているが、その弾性率が人の骨よりも過大であることは、ストレスシールド(荷重遮断)による骨吸収につながる大きな問題である。この過大な金属の弾性率を減少させる一つの方法として、金属のポーラス化(多孔質化)が検討されている。本研究では、金属粉末レーザー積層造形法 (Selective Laser Melting: SLM) の形状付与能力に着目し、ロータス型ポーラス金属のような一方向に伸長した気孔から成る異方性を有する構造体の作製を試みた。一方向に伸長した気孔形状をもつ構造体を生体材料の一つである純チタンを用いた SLM で作製した結果、相対密度 60%(気孔率 40%) 程度の多孔体は、気孔の伸長方向への応力負荷時には人の皮質骨と比べて同程度の弾性率とやや高い強度を示すことを見出した。また、一方向に伸長した気孔内部に気孔の伸長方向とは異なる方向に様々な梁を付加して補強した構造体を Ti-6Al-7Nb を用いた SLM で作製した結果、弾性率の異方性を制御できることがわかった。

技 術 報 告

高純度鉄中の微量含有成分の分析

Analysis of Trace Elements in High Grade Pure Iron

塚原 秀和 *

Hidekazu Tsukahara

(2016年6月27日 受理)

キーワード：高純度鉄，微量分析，ICP-MS，溶媒抽出，汚染対策，吸光光度法，分離濃縮

1. はじめに

高純度鉄は，検量線作成のための標準溶液の調整，空試験など，鉄鋼材料の分析の際に必須となる重要な標準物質である．分析で使用するにあたっては，標準物質の各元素の含有量の正確な値が必要となる．しかし，高純度鉄に含まれる元素は ppm オーダーと微量であり，JIS 規格にあるような分析法のみで行うことは困難である．

近年 微量成分分析に対して ICP 質量分析 (ICP-MS) が主流となってきている．しかし，ICP-MS 分析は高感度であるため，分析の際には高塩濃度の試料への対応，環境からの汚染の影響などが問題となる．このため，高純度鉄の分析の際には，どのような前処理手法を行うかが，高精度分析において重要となる．

本報では，高純度鉄の微量元素の分析法として，ICP-MS 分析，吸光光度法，燃焼赤外吸収法，ICP 発光分析および電気加熱原子吸光法（ファーンズ法）などの様々な分析装置を用い，微量成分分析で問題となる環境からの汚染対策，主成分の分離手法，目的成分の分離，濃縮手法など，前処理手法に関する検討を実施し，分析精度の確立を行った．その結果について報告する．

2. 分析方法

分析にあたっては，日本鉄鋼連盟 (JIS)，鉄鋼認証標準物質高純度鋼シリーズ，001-6, 001-7, 003-6 を用

いて，精度を確認した．

分析で使用した試薬については，塩酸，硝酸および硫酸は関東化学製ウルトラピュアー 100 を，MIBK (メチルイソブチルケトン) は和光純薬工業製原子吸光分析用を用いた．吸光光度法で使用した試薬は全て特級試薬を供した．標準試料作製の際の標準液には SPEX 社製 No.XSTEC-622B および和光純薬原子吸光分析用標準液を利用した．なお，分析に使用した水は全て MILLIPORE 製 Milli-Q Element により精製した超純水を用いた．

ICP-MS 装置にはサーモフィッシャーサイエンティフィック社製 X Series を，炭素，硫黄分析には LECO 社製 CS844 を，吸光光度計は島津製作所製 UV-mini1240 を，ICP 発光分析装置は島津製作所製 ICPS-2000 を，原子吸光分析装置はアナリティクイエナ社製 ZEE nit700P をそれぞれ使用した．

3. 分析結果

3.1 ICP-MS 分析 MIBK 抽出鉄分離法

高純度鉄中の微量元素の分析は濃度が ppm オーダーと微量であるため，ICP-MS による分析が主となる．微量元素の分析精度を上げるため，分析試料の秤量を多く取りたいが，ICP-MS では高塩濃度の試料を投入できないという問題を抱えている．このため，主成分の鉄を除去する必要がある．ここでは，JIS G 1224 鉄及び鋼 - アルミニウム定量方法における鉄分離法を参考として，MIBK を用いる鉄の溶媒抽出による除去法を用いた．

分析試料は，秤量を 0.5 g とし，200 ml 石英ビーカー

* 金属表面処理科

を用いて王水 30 ml で加熱分解した。放冷後 MIBK による溶媒抽出を行い、鉄を分離除去した。水層を徐々に加熱し、残留 MIBK の蒸発後、硫酸 (1+1)5 ml を添加、硫酸白煙処理後、100 ml 定容とした。

溶媒抽出に分液漏斗を用いた場合、汚染の影響が認められ、分析精度に問題が生じた。このため、石英ビーカーに直接 MIBK を 30 ml 投入し、テフロンコート回転子によるスターラー攪拌を行い、上方からピペットを用いて MIBK を除去する形で溶媒抽出した。同様の操作を 2 回行ったところ、鉄抽出を十分に実施することができ、分析時の汚染の影響も抑えることができた。

検量線作成用の標準液には硫酸 (1+1)5 ml に各元素を段階的に添加したものをを用いた。ICP-MS による分析結果を表 1 に示す。一連の操作により汚染の影響を低減でき、Mn, Cr, Cu, W, V, Co, Ti, As, Bi, Nb, Pb, Ta, Zr についての分析は良好であった。Ni, Zn は MIBK 中の不純物と推定される汚染があり、分析値が認証値よりも高く出る傾向が見られた。抽出に用いる溶媒については、蒸留などによる精製も適時必要になる。

3.2 ICP-MS 分析 直接法

溶媒側に抽出される Mo や Sn などの元素¹⁾、ならびに環境汚染が大きい Ni, Zn などの元素に関しては、分析試料の秤量を 0.1 g に減じ、溶媒抽出を行わない ICP-MS 直接法を検討した。

試料調整では、汚染対策として、加熱にブロックヒ-

表 1 鉄分離法による ICP-MS 分析結果 (試料: 00-7)

元 素	認証値 (ppm)	不確かさ	分析値 (ppm)
Mn	0.05*	----	0.030
Cr	<0.4*	----	0.105
Cu	0.33	0.06	0.355
W	<0.4	----	<0.10
V	<0.2	----	<0.10
Co	0.26	0.04	0.270
Ti	<0.2*	----	<0.10
As	0.3	0.10	0.225
Bi	<0.1	----	<0.10
Nb	<0.1	----	<0.10
Pb	0.11	0.02	0.115
Ta	<0.1	----	<0.10
Zr	<0.3	----	<0.10

* : 参照値

ターを使用し、容器には 50 ml の遠沈管を用いて、塩酸 5 ml、硝酸 5 ml で加熱分解を行い定容とした。遠沈管の材質は、PFA と PP 製 2 種を検討した。材質の特性上、PFA 製のものには 250 °C、PP 製のものには 100 °C までの加熱となる。両者とも分析値に関してはともに同じ値を示したことから、安価な PP 製での調整で問題がないと考えられた。標準液は高純度鉄の場合、マトリックスマッチングのための試料の確保が困難なため、標準添加法を用いた。その際、微量成分測定では、酸のみで作製した空試験で補正を行うことは必須である。表 2 に分析結果を示す。環境汚染による影響を大幅に抑えることができ、Ni, Mo, Al, Mg, Se, Sn, Sb, Te, Zn の各元素について本法で良好に分析が行えた。クリーンルームではない実験室で分解を実施する際には、このようなブロックヒーターを用い、分解から測定まで、使用容器を限定しての分解手法は環境汚染対策として非常に有効である。

3.3 炭素の分析

炭素の分析は燃焼赤外吸収法により実施した。分析は JIS G 1211-4 で規定されている手法を参照した。

微量の炭素分析では、試料に吸着している吸着炭素汚染が問題となる。そのため、使用するつぼは分析前に、電気炉で大気中で 900 °C で 2 時間加熱した。また、分析試料については 420 °C で 5 分間加熱処理した。助燃剤としては通常タングステンとすずの混合剤が用いられる。しかし、これは加熱処理を行うとタングステンが大気中の二酸化炭素と反応して、炭化タングステンを形成し汚染となる²⁾。そこで助燃剤はすずペレットのみとし、塩酸洗浄後、420 °C で 5 分間加熱した。この助燃剤では硫黄については同時分析が行

表 2 直接法による ICP-MS 分析結果 (試料: 00-7)

元 素	認証値 (ppm)	不確かさ	分析値 (ppm)
Ni	1.43	0.27	1.760
Mo	<0.3*	----	<0.10
Al	<1	----	0.170
Mg	<0.2	----	0.145
Se	<0.5*	----	<0.10
Sb	<0.1	----	<0.10
Sn	0.13	0.05	0.145
Te	<0.5	----	<0.10
Zn	2.91	0.41	3.460

* : 参照値

えない。

分析用検量線の作成には微量炭素の JSS 標準試料 4 種を用いた。表 3 に本法による分析結果を示す。該当規格は 3 ppm 以上であるが、それ以下の微量炭素でも良好な分析結果を示している。

3.4 硫黄の分析

硫黄の分析は、炭素と同様に、燃焼赤外吸収法をもちいた。分析は JIS G 1215-4 に規定されている手法を参照した。硫黄については、炭素のように試料への吸着汚染は少ないため、助燃剤は、通常のタングステン、すずの混合剤を使用できる。しかし、すずの燃焼ガスによる硫黄成分の吸収が分析誤差となるため²⁾、装置燃焼管の十分な清掃が必須である。

分析用検量線は微量硫黄の JSS 標準試料 3 種を用いて作成した。表 4 に分析結果を示す。該当規格は 5 ppm 以上であるが、極微量の硫黄でも良好な結果を示している。

3.5 けい素の分析

けい素の分析にあたっては比較的精度が高い JIS G 1212 モリブドけい酸青吸光度法を参照した。ただし、この規格はけい素が 100 ppm 以上という規定である。微量分析に対応するため、分析試料の秤量を 2 倍とし、使用セルを 1 cm から 2 cm へ変更、還元剤についてはバックグラウンドを低下させるため硫酸アンモニウム鉄() から L+ アルコールピル酸へと変更した。検量線用標準試料については分析試料と同程度の純度の高純度鉄を用い、けい素含有率が 0, 10, 20, 30, 40, 50 ppm となるよう標準液を添加したものを作製し、分析を実施した。なお、試料調整では汚染対策として、ICP-MS 直接法と同様、ブロックヒーターによる加熱を行い、遠沈管で分解、呈色までの操作を実施した。なお、この方法では分析下限値が検量線作成に使用した高純度鉄の認証値に限定される点が課題である。

モリブドけい酸の吸光度は呈色後の時間変化が顕著であるため、呈色時間を 1 分として測定したが、吸光度のばらつきが見られた。そこで、温度を 25 °C 一定に保持、呈色後 30 分放置した後に測定した。これにより、バックグラウンド値は上昇したが、吸光度は安定し、良好な分析値を得ることができた。

この手法を用いても、けい素 1 ppm オーダーの分析値では吸光度が低く、繰り返し精度に問題が認められた。そこで、ふっ化物分離 - モリブデン青吸光度法^{3, 4)}を試みた。用いた装置の概観を図 1 に示す。この手法は、硫酸分解した試料溶液にふっ酸を加え、けい素をふっ化けい素とし、窒素気流で試料溶液から分離させ、ほう酸溶液に吸収させた後にモリブドけい酸とし

表 3 炭素分析結果

試料	認証値 (ppm)	不確かさ	分析値 (ppm)
001-7	1.6	0.3	1.65
001-6	2.4	0.3	2.95

表 4 硫黄分析結果

試料	認証値 (ppm)	不確かさ	分析値 (ppm)
001-7	0.7*	----	1.20
001-6	1.5	0.3	1.93

* : 参照値



図 1 ふっ化物分離法装置の概観

表 5 けい素分析結果

試料	認証値 (ppm)	不確かさ	分析値 (ppm)	
			従来法	ふっ化物分離法
001-7	1.13	0.29	1.01	1.04

て呈色させ、吸光度測定を行うものである。本手法では標準液は硫酸にけい素標準液を添加するのみで、マトリックスマッチングが不要であり、分離段階でけい素の濃縮が行えるため、けい素の微量分析において非常に有用な手法である。

本法で得られた結果を表 5 に、検量線を図 2 に示す。この手法を用いることによって 1 ppm オーダーのけい素の吸光度は大幅に向上し、高い繰り返し精度を確保

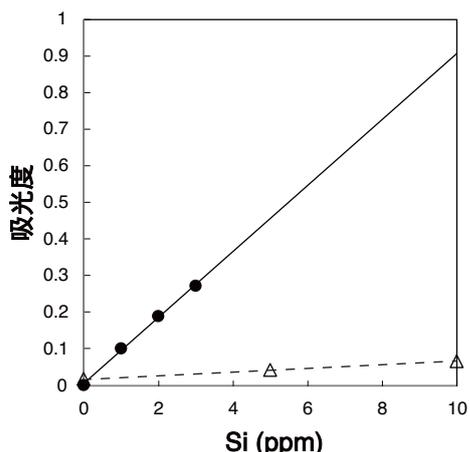


図2 けい素分析の検量線

表6 リン分析結果

試料	認証値(ppm)	分析値(ppm)
001-7	0.4*	0.15
001-6	0.5*	0.34

* : 参照値

表7 カルシウム分析結果

試料	認証値(ppm)	分析値(ppm)
003-6	<1	0.09

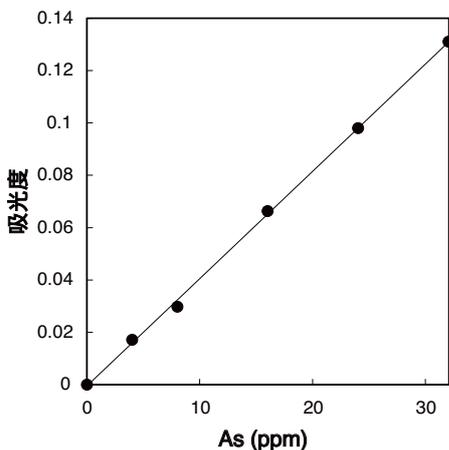


図3 ひ素分析の検量線

表8 原子吸光ファーン分析結果 (試料: 00-7)

元素	認証値(ppm)	不確かさ	分析値(ppm)
Mn	0.05*	---	0.02
Ni	1.43	0.27	1.36
Cr	< 0.4*	---	0.15
Cu	0.33	0.06	0.34

できた。なお、本前処理では使用するゴム材などからのけい素の汚染に注意する必要がある。

3.6 リンの分析

リンの分析にあたっては JIS G 1214 モリブドリン酸抽出吸光度法を参照した。この手法は試料溶液をモリブドリン酸として呈色，酢酸イソブチルで抽出し，抽出した溶媒液の吸光度を測定する。表6に分析結果を示す。該当規格はリン 3 ppm 以上という規定であるが，良好な結果が得られた。この方法も，高純度鉄によるマトリックスマッチングが不要であり，標準液は酸溶液にリン標準液を添加するのみで作成でき有用な手法である。

3.7 カルシウムの分析

カルシウムは環境汚染元素の中でも，著しく環境汚染の影響を受けやすい。そのため，環境や使用する容器に由来する汚染が顕著となり，ブロックヒーター，遠沈管の使用などの対策を講じても，分析精度に問題が見られた。そのため，使用容器全てを使用直前に塩酸(1+3)で洗浄するとともに，使用する超純水，酸はすべて同一品を使用し，加熱分解も全ての試料で同時に行った。

また，カルシウムは ICP-MS より ICP 発光分析での感度が高い元素である。そこで ICP 発光分析を用いた。分析には JIS G 1258-2 の手法を参照し，分析時の洗浄水としては塩酸(1+10)を使用し，装置内を十分に洗浄しながら測定した。当該規格ではカルシウム 10 ppm 以上の規定である。その分析結果を表7に示す。鉄の妨害が見られない 393.4 nm で測定を実施することで良好な結果が得られた。

3.8 原子吸光ファーン分析

ICP-MS で分析する元素の大多数は他の分析手法で確認が困難である。しかし，一部の元素では原子吸光のファーン分析が可能である。JIS でも G 1257-19 ひ素定量方法 - 第1節：電気加熱法などでファーン分析が規定され，その適用も拡大している。この分析装置による鉄鋼分析では，黒鉛炉の消耗が激しく，鉄や酸の影響による干渉も問題となることがあり，測定にあたっては条件の最適化を行う必要がある。その点に留意すれば，多くの元素において良好な値が得られる。図3に原子吸光ファーン分析におけるひ素の検量線，表8にマンガン，ニッケル，クロム，銅の分析結果を示す。

4. おわりに

高純度鉄を鉄鋼分析に使用する際，重要となる各種

微量元素の含有量分析について検討した。高精度な分析結果を得るには、各種分析装置において、試料の前処理が非常に重要であり、鉄成分の除去、環境汚染の除去対策、目的元素の分離濃縮手法など、微量元素分析特有の手法が必要であり、その有効性を確認できた。

現在、高張力鋼などの高性能鋼材において、トランプエレメントの影響が懸念されており⁵⁾、一般鋼材でも微量元素の分析に対する業界からの要望が強い。ここで得られた手法が有効に活用でき、広く普及されることを期待する。

参考文献

- 1) 神森大彦, 高張友夫, 坂東昭次: 分析化学, **16** (1967) 826.
- 2) 針間矢宣一: 鉄と鋼, **16** (1986) 2169.
- 3) 武山主郎, 細谷稔, 分析化学: 33 (1984) 80.
- 4) 清川政義, 山口仁志, 長谷川良佑: 分析化学, **42** (1992) 219.
- 5) (社)日本鉄鋼協会 評価・分析・解析部会: スクラップ利用拡大に伴う鋼中微量不純物分析法の開発研究会最終報告書 (2016).

走査電子顕微鏡による結晶方位解析を利用した 極微小領域の結晶解析

Crystal Analysis in Submicroscopic Area Using Crystal Orientation Analysis by SEM

田中 努* 内田 壮平* 平田 智丈*
Tsutomu Tanaka Sohei Uchida Tomotake Hirata

(2016年6月28日 受理)

キーワード：電子プローブマイクロアナライザ，電子線後方散乱回折，金属間化合物，摩擦攪拌接合

1. はじめに

材料の評価や新素材の研究開発において、表面状態や材料の組織、構成成分は基礎的な情報として非常に重要である。電子プローブマイクロアナライザ (Electron Probe Micro Analyzer: EPMA) は、表面観察だけでなく、試料を構成している元素とその量を知ることができるため、例えば鉄鋼中の不純物の分析など固体材料を扱う分野の研究開発、品質管理、検査など幅広く利用できる分析機器である¹⁾。近年、材料の組織制御技術の発達により、材料組織や成分に加えて、結晶性材料の場合にはその結晶方位や結晶構造などのミクロレベル・ナノレベルの解析が求められるようになった。従来、結晶方位や結晶構造を解析するためには、透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscopy: TEM) を用いる必要があった。具体的には、対象とする結晶から得られる電子回折図形と呼ばれる点群の写真を基に、点と点の距離や角度を調査し解析を行っていた。そのため、TEMによる結晶解析は、TEMの複雑な操作技術だけでなく広範な内容を含む結晶学の知識も必要であり、専門の学者・技術者でしか解析できなかった。しかしながら、最近 EPMA を含む走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscopy: SEM) に付属した電子線後方散乱回折 (Electron Backscatter Diffraction: EBSD) 装置を用いる

ことにより、TEMによる結晶解析に求められるような専門的な知識や技術がなくても、簡単に結晶方位解析ができるようになった。さらに、この結晶方位解析と成分分析を組み合わせることにより結晶構造解析も可能となり、大きな関心が寄せられている²⁾。

本報告では、SEMの中でもより高い空間分解能が得られるショットキー電子銃を搭載した EPMA、いわゆる FE-EPMA を利用して極微小領域の成分分析を実施し、さらに FE-EPMA に付属した EBSD を用いた同領域の結晶方位解析を基にした結晶構造解析を行った結果について述べる。

2. EBSD

ここでは、本報告において結晶解析法として利用する EBSD について簡単に説明する。図1に EBSD の基本的な原理を示す。試料に電子線を照射することにより、様々な信号が発生する。例えば、一般的に言われる SEM 像とはその信号の中の二次電子を検出し、表面の形態を観察した像である。一方、EBSD では反射電子を利用している。発生した反射電子は四方八方に散乱するが、その一部が結晶格子面に対して回折を起こし、試料表面から放出される。この回折線をスクリーンに投影すると菊池線と呼ばれるバンドが現れる。回折に寄与する格子面は複数存在するため、複数の線が重なったパターンが得られる (図2)。これが、いわゆる EBSD パターンである。EBSD パターンは格子面そ

* 金属材料科

のものを表しているため、EBSD パターン内のバンドの配置から、電子線が照射された位置の結晶方位を同定することができる。

具体的な解析プロセスを以下に示す。画像データとしてコンピュータに取り込まれた EBSD パターンは、専用ソフトによって解析される。ソフト内には、様々な元素や化合物があらゆる方向を向いた時の EBSD パターンがデータベース化されており、取り込まれた EBSD パターンとデータベース上にあるパターンをフィッティングさせ、最も一致した方位が結果として導き出される。しかしながら、データベース化されたすべての結晶構造の EBSD パターンをフィッティングさせることは膨大な解析時間を要するため、通常は想定される結晶構造を選択し、その EBSD パターンのみをフィッティングさせて解析する。すなわち、EBSD 解析の前提条件として、解析対象とする元素もしくは化合物を事前に定めておく必要があるため、解析対象がわからない場合には利用できないことになる。しかし、成分分析で解析対象を数種類に絞り込むことができれば、未知の材料であっても、EBSD パターンから結晶構造を推定することが可能となる。

3. EBSD による結晶解析

3.1 解析対象材料

本報告で解析対象とする材料は、鉄鋼とアルミニウムの接合界面の金属組織とした。近年、自動車をはじめとする輸送機器分野では、車体の軽量化技術に大きな関心が寄せられている。その中で鉄鋼とアルミニウムの接合材は、低コストで軽量化効率も高い構造部材として注目されている。しかしながら、従来の熔融溶接では接合界面に脆弱な金属間化合物 (Intermetallic Compound: IMC) が数 μm 以上の厚さで形成され、接合強度の劣化を引き起こすことが問題となっていた³⁾。最近、摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding: FSW⁴⁾) を用いることにより、接合界面に形成する IMC を最大限抑制でき、アルミニウム母材と同程度の接合強度を維持できることが明らかとなった⁵⁻⁶⁾。FSW は図 3 に示すように、ショルダとプローブと呼ばれる部分からなるツール (工具) を高速回転させながらショルダ部を材料表面に接触するまで挿入し、その際発生する摩擦熱により材料を塑性流動させた状態で工具を移動させることで、界面の隙間を消失させて接合する技術である。接合中の界面における材料挙動は不明な点も多く、形成する IMC も厚さ $1\mu\text{m}$ 以下と非常に薄い。しかしながら、接合技術のさらな

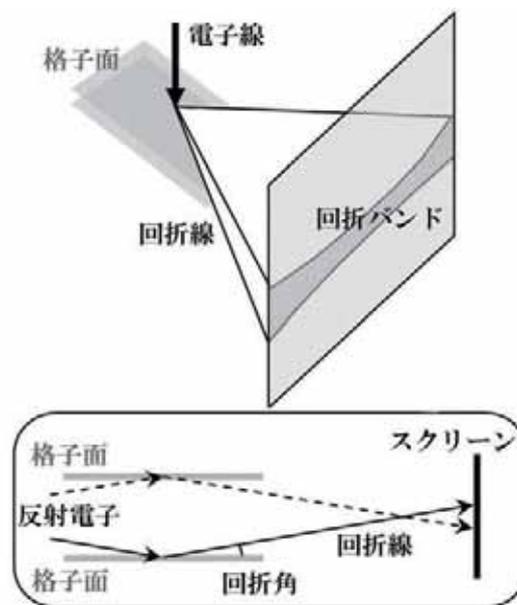


図 1 EBSD 原理の模式図

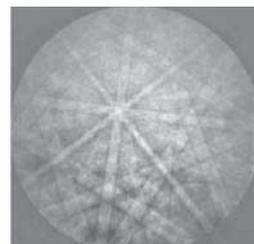


図 2 $\alpha\text{-Fe}$ から得られる EBSD パターン例



図 3 摩擦攪拌接合 (FSW) の模式図

る高度化のためには、接合強度に影響を及ぼす IMC の構造解析が求められる。そこで、本報告では、 $1\mu\text{m}$ 以下の極微小領域における EBSD による結晶解析結果を述べる。

3.2 EPMA による IMC の元素分析

2 章で述べたように、EBSD パターンから結晶解析を行うためには、測定前に解析対象とする元素、もしくは化合物を指定しなければならない。本報告で解析対象としている IMC 相は、主成分が鉄とアルミニウムで構成されていることが予想されるが、その組成比までは把握できていない。Pearson's Handbook⁹⁾ よ

り、鉄とアルミニウムの化合物は表 1 に示す 5 つが考えられ、これらの化合物をさらに絞り込むために、FE-EPMA を用いて組織観察および元素分析を行った。

図 4(a), (b) は、接合部のツール配置とマクロ組織写真、図 4(c) は接合界面付近を 20000 倍に拡大した組織写真である。この組織観察の試料調整法としては、イオンミリングを採用している。図 4 に示す鉄鋼とアルミニウムのように、材料特性が大きく異なる複合材料を従来の湿式研磨により試料調整を行うと、硬い材料の研磨粉が軟らかい材料の表面を傷つけるため、高度解析が可能な表面状態に仕上げることが困難である。また、EBSD 解析では、極表面(数十 nm)の回折線を捉えるため、表面に研磨によるひずみが残っている場合には格子面が乱れて回折線が得られないことになる。したがって、極微小領域の EBSD 解析を行うためには、イオンミリングによる試料調整法がより適している。イオンミリングは、ダイヤモンドなどの高硬度材料、高分子などの軟らかい材料等の断面出しが難しい薄い材料に対しても、簡単に高品質な鏡面試料を作製できるため、最近非常に注目されている技術となっている。

図 4(c) より、解析対象とする材料には、鉄鋼とアルミニウムの界面に厚さ約 1 μ m の IMC が存在していることがわかる。図 4(c) は組成の差をコントラストで表す反射電子像である(重い元素は明るいコントラストで、軽い元素は暗いコントラストで描写される)が、IMC 相の内部に着目すると、IMC 内部でもアルミニウム側に位置するやや暗いグレーの相(以下 IMC1 と称す)と鉄鋼側に位置するやや明るいグレーの相(以下 IMC2 と称す)に分かれていることが観察された。そこで、FE-EPMA による元素分析を行った。図 5 は、図 4(c) と同じ視野のカラーマップである。FE-EPMA の元素分析により、約 1 μ m 厚さの IMC 相は確認できたが、図 4(c) で見られたような IMC 内で二つの相に分かれている様子は認識できなかった。さらに、図 6 には Al \rightarrow IMC \rightarrow Fe にかけて Fe 元素を線分析した結果を示す。図 5 と同様に各相の境界を明確にすること

表 1 Fe-Al 系の金属間化合物

	結晶系	Fe(at%)	Al(at%)
Fe ₃ Al	立方晶	75	25
FeAl	立方晶	50	50
FeAl ₂	三斜晶	33	67
Fe ₂ Al ₅	斜方晶	29	71
FeAl ₃	単斜晶	25	75

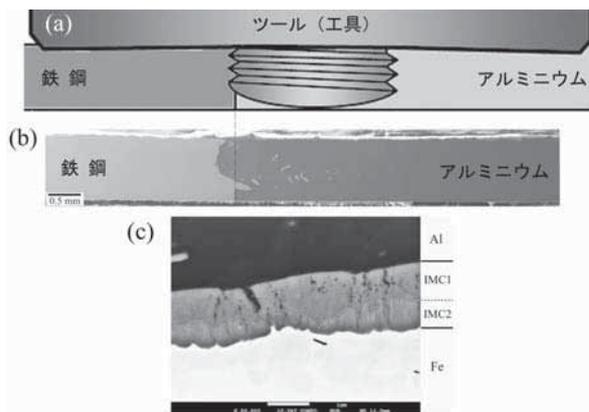


図 4 鉄鋼とアルミニウムの FSW 後の断面組織

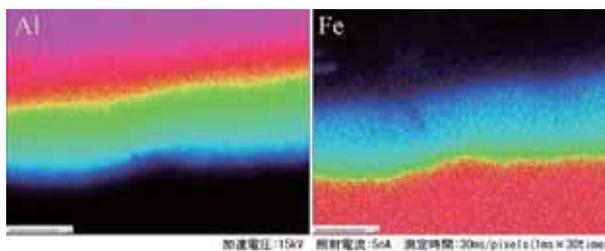


図 5 接合界面におけるカラーマップ[図 4(c)と同視野]

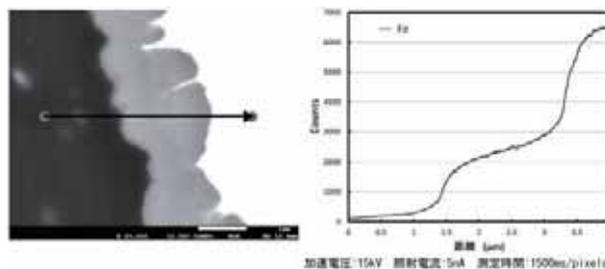


図 6 接合界面における線分析結果

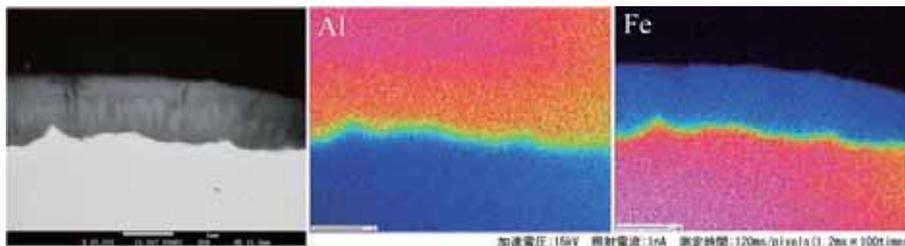


図 7 薄膜試料における接合界面の反射電子像およびカラーマップ

はできず、IMC 内では Fe が一様に変化する結果となり、組成比を明らかにすることは不可能であった。以上のように、FE-EPMA の元素分析は、汎用の EPMA よりは空間分解能に勝るが、反射電子像に比べて空間分解能が顕著に悪くなっていることがわかる。この理由として以下のことが考えられる。EPMA では、元素特有の波長を有する特性 X 線を検出して分析を行うが、特性 X 線は、電子線がバルク体に照射された位置のみでなく、その周囲に拡散した領域から発生する。この拡散領域は、試料を構成する元素にもよるが、1~数 μm である。それゆえ、FE-EPMA で照射する電子線を細く絞って元素分析を行っても、電子線の拡散が広いため $1\mu\text{m}$ 以下の領域を明瞭に区別することができなかつたと考えられる。

そこで、電子線の拡散を抑制し空間分解能を改善することを目的として、厚さ 100nm 以下の薄膜試料を作製して、EPMA の元素分析を行った。薄膜試料の作製は TEM 試料作製で用いられる FIB(Focus Ion Beam)で行った。図 7 に薄膜試料における反射電子像および元素マッピングを示す。図 7 の反射電子像より、図 4(c) と同様に、IMC 内部にはコントラストの異なる 2 つの相が存在することが認められた。元素マッピングでは、試料が非常に薄いため電子線の拡散が抑制され、図 5 と比較すると各相の境界がより鮮明になっていることがわかる。特に Fe の元素マッピングでは、IMC 内において Fe 濃度が高い相と低い相の差をわずかに認識できている。さらに図 8 には、図 6 と同様に $\text{Al} \rightarrow \text{IMC} \rightarrow \text{Fe}$ にかけて Fe 元素を線分析した結果を示す。図 6 と比較すると、各相の境界がより鮮明になっており、IMC 内部においてカウント数がわずかに異なる 2 つの領域が存在することがわかった。これらは、反射電子像で観察された IMC1 および IMC2 と考えられる。図 8 の強度比から Fe と Al の組成比はおよそ 2:8 であり、さらに組成比が非常に近い相が 2 つ存在することから、表 1 より、IMC1 は FeAl_3 ($\text{Fe}:\text{Al}=0.25:0.75$)、IMC2 は Fe_2Al_5 ($\text{Fe}:\text{Al}=0.29:0.71$) と推察される。以上の結果より、薄膜試料を用いることにより、EPMA 分析の空間分解能が向上し、数百 nm の領域であれば、十分元素分析が可能であることがわかった。

3.3 EBSD による IMC の結晶構造解析

薄膜試料の EPMA を用いた元素分析により、IMC1 および IMC2 の組成を推察することができたが、EPMA のカウント数の比だけでは正確性がやや乏しい。そこで EBSD 解析によって IMC1 および IMC2 の結晶構造を調査した。図 9 に、EBSD 結果を基に結晶粒界をわかりやすく表示する Image Quality 像を示

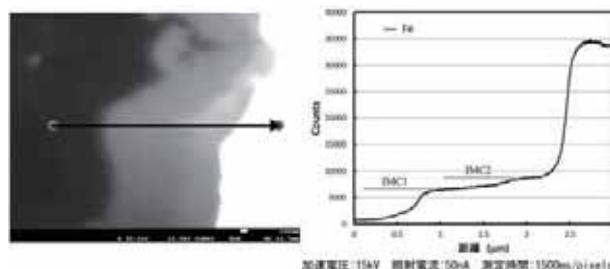


図 8 薄膜試料における接合界面の線分析結果

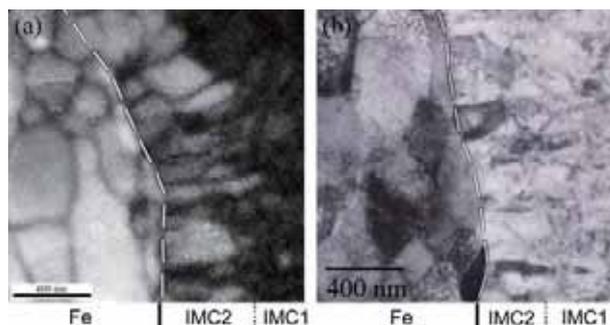


図 9 鉄鋼と IMC の界面における (a)Image Quality 像および (b)TEM 写真

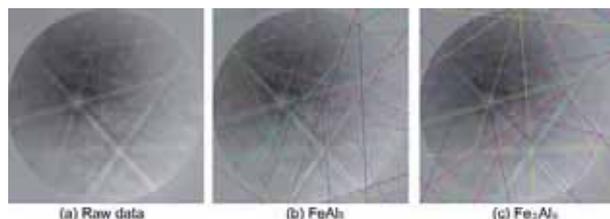


図 10 EBSD 解析によって得られる EBSD パターンを用いた結晶構造解析例 (a)IMC2 から得た EBSD パターン、(b) (a) の EBSD パターンに FeAl_3 の EBSD パターンをフィッティングした結果、(c) (a) の EBSD パターンに Fe_2Al_5 の EBSD パターンをフィッティングした結果

す。比較のため、同等の観察領域（同視野ではない）および観察倍率での TEM 写真も示す。図 9(a) 中の破線が鉄鋼と IMC の界面であるが、鉄鋼側の結晶粒および数百 nm の IMC2 の結晶粒を描くことができおり、TEM 観察結果とも一致している。一方、図 9(a) の IMC1 の領域においては、EBSD パターンが不鮮明となり、明確な結晶粒を描写することができなかったが、TEM 観察より、IMC1 は数十 nm の非常に微細な結晶粒で構成されていることがわかった。

次に、EBSD パターンから結晶構造を同定する解析を行った。図 10 に、IMC2 から得られた菊池線を示す。EPMA の元素分析により、IMC は FeAl_3 もしくは Fe_2Al_5 であることが示唆されたため、IMC2 より得

られた EBSD パターンとこれら二つの IMC の EBSD パターンをフィッティングさせた結果を図 10(b) および (c) に示す。図より, FeAl_3 をフィッティングした場合, 一致する EBSD パターンは少ないが, Fe_2Al_5 の場合には多くの EBSD パターンが一致していることがわかり, EBSD による結晶構造解析からも, IMC2 は Fe_2Al_5 であることが示された。一方, IMC1 については, 明瞭な EBSD パターンを得ることができず, 結晶構造解析を行うことができなかった。IMC1 は結晶粒径が数十 nm の非常に微細な結晶で構成されていることから, このような微細な結晶で EBSD 解析するためには電子線をさらに絞る高度な技術が必要になることがわかった。

4. おわりに

SEM に付属する EBSD 装置を用いた極微小領域の結晶解析について検討を行った。EBSD 装置を用いることにより, TEM による結晶解析に必要とされる高度な知識や技術がなくても, 比較的簡単に結晶構造を特定することができ, 数百 nm の結晶粒であれば, EBSD による結晶構造解析が可能であることがわかった。

さらに, EBSD による結晶構造解析のためには, 対象材料の組成を絞り込む必要があり, 事前に成分分析を行うために, EPMA が必要不可欠な補助ツールとなること, また, 通常の EPMA 分析の空間分解能は $1 \mu\text{m}$ 以上であるが, 薄膜化することにより空間分解能が向上し, 数百 nm の結晶であれば明確に識別できることがわかった。

参考文献

- 1) 日本表面化学会: 電子プローブ・マイクロアナライザー, (1998) 丸善出版。
- 2) 鈴木清一: エレクトロニクス実装学会誌, **13** (2010) 469.
- 3) 森井 泰, 藤田幾雄: 溶接技術, **11** (1974) 20.
- 4) C. J. Dawes and W. M. Thomas: *Welding J.*, **75** (1996) 41.
- 5) T. Tanaka, T. Morishige and T. Hirata: *Scripta Materialia*, **61** (2009) 756.
- 6) 田中 努, 森重大樹, 平田智文: 溶接学会論文集, **29** (2011) 101.
- 7) 渡辺健彦, 柳沢 敦, 高山博史: 溶接学会論文集, **22** (2004) 141.
- 8) 福本昌宏, 椿 正己, 下田陽一郎, 安井利明: 溶接学会論文集, **22** (2004) 309.
- 9) P. Villars: *Pearson's Handbook Desk Edition*, (1997) ASM International.

X線分析顕微鏡を用いた非放射性セシウムの ダイズへの蓄積に関する検討

Investigation of Stable Cesium Accumulation in Soybean by Using X-ray Analytical Microscope

陰地 威史* 喜多 幸司* 伊藤 嘉昭**

Takeshi Onji Koji Kita Yoshiaki Ito

杉山 暁史***

Akifumi Sugiyama

(2016年7月7日 受理)

キーワード：セシウム，ダイズ，蓄積，X線分析顕微鏡

1. はじめに

2011年3月の福島第一原発事故により広範囲の農地が放射性物質で汚染された。汚染土壌で植物を栽培した場合に、根から吸収された放射性セシウムが、どのように蓄積されるかについて、農業関係者からは大きな関心を寄せている。北海道・東北地方の主要作物であるダイズ内にセシウムが蓄積する部位を検討し、その蓄積機構を明らかにすることは、安心・安全な作物の提供に貢献する。

共同研究機関である京大生存圏研究所では、これまでにイネの葉や玄米におけるセシウムの蓄積部位を蛍光X線分析により検討してきた。また、当所では、蛍光X線分析装置として、元素の分布をマッピングにより可視化できるX線分析顕微鏡および測定ノウハウを保有しており、平成24年度から3年間にわたり両方で共同研究を実施した。

本研究では、セシウム元素の供給源として、非放射性の塩化セシウム(セシウム133)を添加した液体肥料水溶液を用いた水耕栽培および非放射性の硝酸セシウムを添加した土壌栽培によりダイズを育成した。得られたダイズの葉、茎および種子について、根から吸

収されたセシウムの各部位への蓄積をX線分析顕微鏡により検討した。

また、種子に蓄積されたセシウムの濃度を推定するために、ダイズ種子粉末(きな粉)に所定比率の塩化セシウムを添加し、プレス成型により作製した標準試料を用いた。標準試料によるマッピング画像の明度を利用した。なお、セシウム濃度を推定には、絶対検量線法を利用した。

2. 各部位におけるセシウム蓄積の検討

2.1 試料の栽培

ダイズの栽培は、共同研究機関が担当した。水耕栽培の様子を図1(a)に示す。液体肥料(窒素、リン、カリウム、およびカルシウムなど)の希釈水溶液に、セ

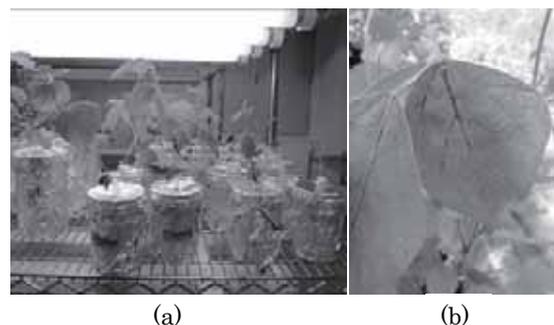


図1 (a)水耕および(b)土壌栽培の様子

* 繊維・高分子科

** 京都大学 化学研究所

*** 京都大学 生存圏研究所

シウム濃度が 1 mM となるように塩化セシウムを添加したものを水耕栽培用の溶液として用いた。なお、放射性同位体であるセシウム 137 および非放射性的のセシウム 133 について、植物（イネ）内部での蓄積挙動がほぼ同じであることが報告されている^{1,2)}。25°C の培養室において、1 日あたり明状態 16 時間、暗状態 8 時間の条件で 2 ヶ月間栽培したダイズ（品種名：福獅子）を測定に供した。

また、土壌栽培の様子を図 1(b) に示す。栽培用ポットに真砂土 2 L、黒土 2 L、および圃場土 0.1 L を入れ、開花期直前に、セシウム濃度が 1,000 ppm となるように土壌に硝酸セシウムを添加し、ダイズ（品種名：エンレイ）を栽培した。葉はセシウム添加後 3 日でサンプリングし、種子ならびに茎は栽培開始から 3 カ月の時点でサンプリングを行った。

2.2 測定方法

セシウムおよび植物中に多く存在する元素であるカリウムとカルシウムの測定には、X 線分析顕微鏡（堀場製作所、XGT-5200WR）を用いた。測定条件は、X 線照射径；1.2 mm または 10 μm 、管電圧；15 kV、積算回数；5~20 回とした。また、セシウムについては $L\alpha$ 線のピークから、カリウムおよびカルシウムについては $K\alpha$ 線のピークからマッピング画像を得た。なお、マッピング画像は、各元素の含有量に比例して輝度が高くなる設定とし、試料および元素種に応じ、最適な輝度が得られるよう、測定条件を調整した。

2.3 葉におけるセシウムの蓄積

水耕および土壌栽培時にセシウムを添加したダイズの葉と、コントロールとしてセシウムがない条件で栽培したダイズの葉についてマッピング測定を行った。各試料を X 線透過フィルムで保持し、X 線分析顕微鏡の試料台上に並べ測定した。測定条件は、X 線照射径；1.2 mm、管電圧；15 kV、積算回数；6 回、測定時間；500 秒および画素数；256 \times 256 とした。水耕栽培したダイズの葉表面の光学顕微鏡写真およびマッピ

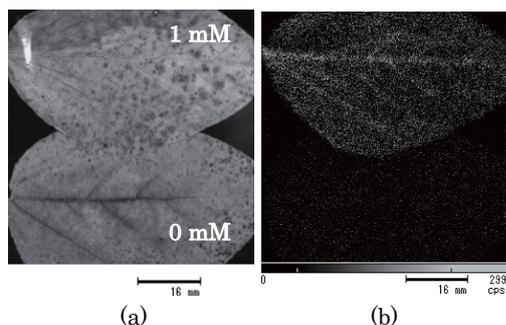


図 2 (a) ダイズの葉表面の光学顕微鏡写真および (b) セシウムの分布（上；セシウム添加，下；コントロール）

ング測定結果を図 2 に示す。

図 2(b) のマッピング画像から、コントロールではセシウムの蓄積は確認されなかったが、塩化セシウムを添加した液体肥料で栽培された葉においては、明らかなセシウムの蓄積が確認でき、また、葉脈に沿って蓄積量が多くなることがわかった。

一方、土壌栽培したダイズの葉についても同様に分析を行ったが、セシウムの蓄積を確認することができなかった。土壌栽培においては、硝酸セシウムを添加してから 3 日後に葉をサンプリングしており、ほぼ成長を終え組織が完成された葉では、この期間中に蓄積されたセシウムの量は、マッピング画像が得られる感度未満であったものと推定される。

2.4 茎におけるセシウムの蓄積

水耕ならびに土壌栽培で育成したダイズの茎の断面を測定した。測定条件は、X 線照射径；10 μm 、管電圧；15 kV、積算回数；20 回、測定時間；300 秒、画素数；256 \times 256 とした。水耕および土壌栽培の茎断面の測定結果を図 3 および図 4 にそれぞれ示す。なお、図には、コントロールおよびセシウム添加試料の光学顕微鏡写

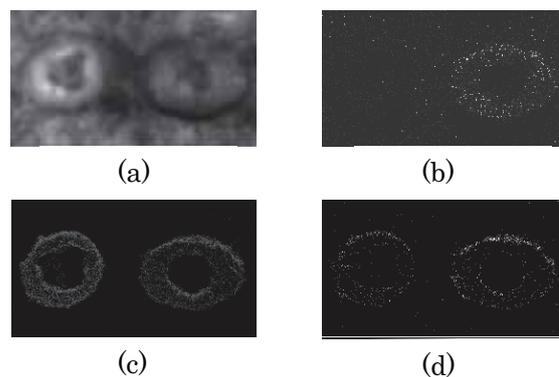


図 3 水耕栽培の茎断面の (a) 光学顕微鏡写真、(b) セシウムの分布、(c) カリウムの分布、および (d) カルシウムの分布（各図中、左；コントロール，右；セシウム添加）

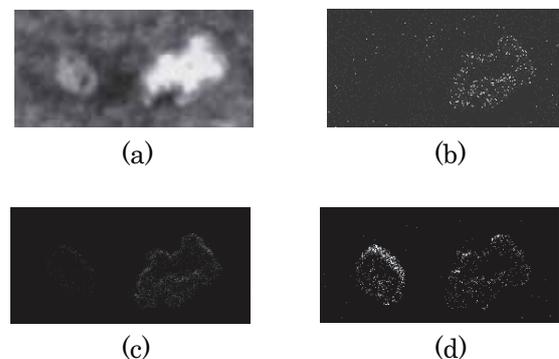


図 4 土壌栽培の茎断面の (a) 光学顕微鏡写真、(b) セシウムの分布、(c) カリウムの分布、および (d) カルシウムの分布（各図中、左；コントロール，右；セシウム添加）

真, セシウム, カリウムおよびカルシウムのマッピング写真を示す.

図3および4から, 両栽培方法により得られた茎中にはセシウムが蓄積していることがわかるが, その分布については, 栽培方法により顕著な差は認められなかった. また, カリウムおよびカルシウムの分布状態と比較したところ, カリウムは, セシウムと同様に茎断面に様に分布しているのに対し, カルシウムは表皮(周辺部)に多く分布していた. この理由として, セシウムは, 同じ第I族の金属であるカリウムと同様の摂取・輸送経路をとっているためと考えられる.

2.5 種子におけるセシウムの蓄積

種子におけるセシウムの蓄積を検討した. 測定条件は, X線照射径; 1.2 mm, 管電圧; 15 kV, 積算回数; 10回, 測定時間; 500秒および画素数; 256×128とした. 水耕および土壌栽培の種子断面の測定結果を, 図5および図6にそれぞれ示す.

どちらの栽培方法においてもセシウムの蓄積が確認されたが, 茎断面と同様に, その分布には栽培方法による違いは認められなかった.

3. 種子中のセシウム濃度の測定

本研究に用いたX線分析顕微鏡は, ダイズの主構成元素である水素, 炭素, 酸素および窒素などの軽元素を検出できないため, 装置付属の簡易定量ソフト(ファンダメンタルパラメータ法)を用いても, ダイズ試料に含まれるセシウム濃度の情報を正確に得ることができない. そこで, 種子の粉末(市販のきな粉)に一定比率のセシウムを添加した標準試料を作製し, マッピング画像の明度を利用した絶対検量線法により, 種子中のセシウム濃度を推定した.

標準試料は, セシウムの重量濃度が0~1.0%となるように, きな粉に炭酸セシウムを添加後, きな粉と同重量の蒸留水を加え, 混練し, 50℃で1時間乾燥後, 錠剤成形機を用いプレス成型した. X線分析顕微鏡の測定条件は, X線照射径; 1.2 mm, 管電圧; 15 kV, 積算回数; 10回, 測定時間; 500秒および画素数; 256×128とした. なお, 標準試料と種子(水耕および土壌栽培)を同一の視野内に配置し, 同時に測定を行い, 観察画像の出力条件も同一となるようにした.

標準試料について, 光学顕微鏡像を図7(a)に, 得られたセシウムのマッピング画像を図7(b)に示す. 図7(b)から標準試料のセシウム濃度の増加とともに, セシウムを示す青色のドットがより明瞭になっていることがわかる. 得られたマッピング画像について, 画

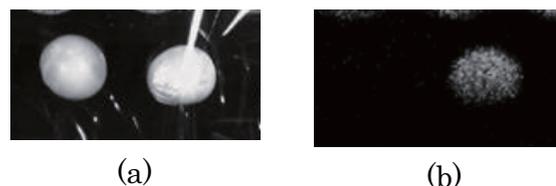


図5 水耕栽培の種子断面の(a)光学顕微鏡写真, (b)セシウムの分布(各図中, 左;コントロール, 右;セシウム添加)



図6 土壌栽培の種子断面の(a)光学顕微鏡写真, (b)セシウムの分布(各図中, 左;コントロール, 右;セシウム添加)

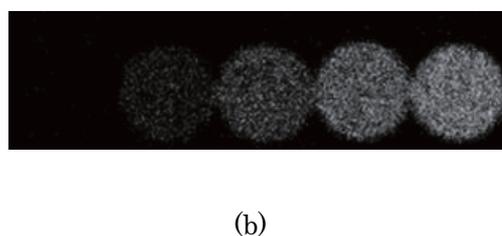
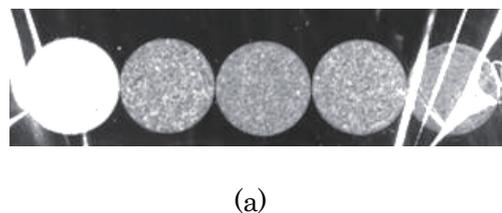


図7 標準試料の(a)光学顕微鏡写真, (b)セシウムの分布(左からセシウム濃度; 0, 0.25, 0.5, 0.75, 1.0%)

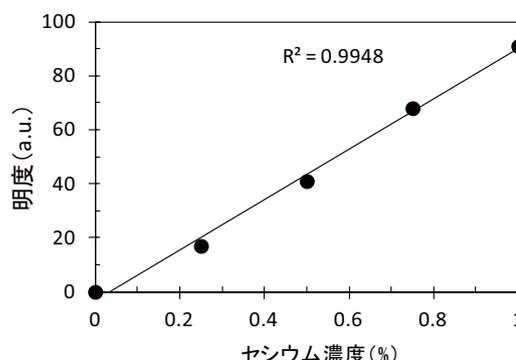


図8 標準試料を用いて作成したセシウムの検量線

像処理ソフト(Paint Shop Pro 4.2J)を用い, 各標準試料のマッピング画像の中心付近の明度を求めた. なお, マッピング画像は, 8ビット単色画像であり, 明度の範囲は, 最小値が0, 最大値が255(無単位)である.

セシウム濃度と明度の関係（検量線）を図8に示す。検量線の相関係数（R2値）は0.99であり、良好な直線性を示したことから、標準試料の内部にセシウムが均一に分散しているものと考えられる。

次に、水耕栽培および土壌栽培で得られた種子断面のマッピング画像の明度から種子中のセシウム濃度を求めた結果を表1に示す。水耕栽培について約0.9%、土壌栽培について約0.8%であると推定され、栽培方法による種子中へのセシウム蓄積量には大きな差は認められなかった。

4. まとめ

セシウムを添加した水耕栽培および土壌栽培で得られたダイズの葉、茎および種子へのセシウムの蓄積を検討した結果を以下に総括する。

- 1) 葉については、葉脈部分にセシウムが多く蓄積されていることがわかった。土壌栽培試料については、蓄積量が少ないため明瞭なマッピング画像が得られなかった。
- 2) 茎については、両栽培方法ともにセシウムの蓄積が確認され顕著な違いはなかった。また、その蓄積の様子は同じ第I族の金属であるカリウムに類似した。

表1 種子中のセシウム濃度の定量結果

	明度（無単位）	セシウム濃度（%）
水耕栽培	81	0.90
土壌栽培	73	0.82

- 3) 種子については、両栽培方法ともに蓄積が確認され、両者に顕著な違いはなかった。
- 4) 種子粉末（きな粉）に炭酸セシウムを添加した標準試料を調製し、セシウム濃度およびマッピング画像の明度から検量線を作成した。また、絶対検量線法を用いて、種子中のセシウム濃度を求めた結果、水耕栽培について約0.9%、土壌栽培について約0.8%であると推定された。

参考文献

- 1) 塚円祥文，鳥山和伸，山口紀子，武田 晃，中尾 淳，原田久富美，高橋知之，山上 睦，小林大輔，吉田 聡，杉山英男，柴田 尚：日本土壌肥科学雑誌，82, 5 (2011) 408.
- 2) 山口紀子，高田裕介，林健太郎，石川 覚，倉俣正人，江口定夫，吉川省子，坂口 敦，朝田 景，和穎朗太，牧野知之，赤羽幾子，平舘俊太郎：独立行政法人農業環境技術研究所報告，(2012) 75.

市販マイコンによるセンサ情報の収集とインターネット回線による遠隔でのモニタリングに関する一手法

A Study on Remote Monitoring System via Internet Communication Using Commercial Microcomputer

朴 忠植* 金子 憲一**
Park Choong Sik Kaneko Kenichi

(2016年7月21日 受理)

キーワード：モニタリング，インターネット，マイコン

1. はじめに

小型，高精度，高機能なセンサやマイコンの低コスト化が進み，企業だけでなく個人でも，容易にモニタリングや機器制御システムの試作が可能になってきている．また，これら電子機器とインターネット技術をリンクさせ，IoT(アイオーティ Internet of Things)のキーワードで人と物，物と物に関連する情報を処理するツールを提供するIT企業が出現している．これらのサービスの中には，単なる情報を蓄積管理するだけでなく，統計処理や機械学習によるデータの特徴や予測に関する分析ツールも提供しているところもある．工業分野では，自社の開発機器のデータ解析や工場内で使用する加工機器などの故障予測にツールを活用し，高品質なものづくりや生産工程の効率化に役立てようとしている企業も増えてきている¹⁾．

当研究所の自動化，計測制御分野を担当する部署では，マイコンやPCを用いた計測制御システムの試作を行ってきた．近年では，大学との共同研究で垂直軸型風力発電に関するインターネット回線を介したモニタリングシステムの開発を行った．本報告では，遠隔でのモニタリングシステムを構成する基本的な技術要素の種類と特徴を述べ，誰でも入手可能で安価な市販のマイコンおよびフリーウェアのソフトウェアを多用したモニタリングシステムの試作事例について紹介する．

2. システム技術要素の種類と特徴

リモートモニタリングシステムの機能は，要約すれば，対象物の状態に関する情報を各種センサで計測し，計測データを保管し，離れた場所のユーザーに計測データの換算値やグラフで認識しやすくディスプレイ画面で表示することである．また，異常検出時にスピーカやランプ等で通報し，場合によっては，対象物の動作を緊急停止させることである．

計測対象とモニタリング場所が近い場合は，RS232CやGPIBなどのレガシーな通信方式により計測機器とPCを接続し，専用ソフトウェアによってデータ表示・計測機器操作を行う構成となるが，RS232Cの最大ケーブル長は15mと短く，また，同方式の長距離用に拡張したRS422Aは1200mではあるが，障害物を越えての敷設は困難である．一方，インターネットはLTE(Long Term Evolution，携帯電話の通信規格)，Wi-Fi(ワイファイ，Wireless Fidelity，無線方式の通信規格)，イーサネット(有線方式の通信規格)など複数の方式で通信インフラとして，至る所で利用が可能である．IPアドレスによる通信相手を特定する世界共通の通信プロトコルで随時インターネットに情報機器を接続すれば，世界中のコンピュータ上の情報を瞬時に入手できる．そのため，リモートモニタリングシステムの開発には，計測対象と観測する場所の距離や数の制約の少ないインターネットによるデータ通信は有効な手段であるといえる．インターネット回線を介

* 制御・電子材料科

** 大阪府立大学大学院工学研究科

表 1 主な市販マイコンボードの種類と仕様

品名 仕様	Arduino UNO	mBed LPC1768	Raspberry Pi	Intel Edison Kit for Arduino
CPU	16MHz 8bit	96MHz 32bit	700MHz 32bit	500MHz 32bit 2 コア
メインメモリ	2K	32KB	512GB	1GB
入出力端子	デジタル入出力 14 アナログ入力 6	アナログ入力 6 アナログ出力 1	デジタル入出力 40	デジタル入出力 20 アナログ入力 6
無線通信	外付け	外付け	外付け	Bluetooth, Wi-Fi
OS	無し	無し	Linux	Linux
プログラム言語	専用言語	専用言語	C, C++, Java など	C, C++, Java など Arduino 用専用言語

してモニタリングシステムを構成するには、センサや計測制御用マイコン、通信デバイス、アプリケーションが基本的な技術要素となる。以下、各構成技術の利用上の注意点を中心に説明する。

2.1 センサ

センサは計測対象の温度や圧力などの物理量や濃度や成分などの化学量を電圧信号に変換して出力する電子部品である。正電圧、正負電圧、パルス電圧や出力範囲が数 mV 程度から数十 V など、出力の仕様はセンサの種類やメーカーによって異なり、センサの出力を処理する計測制御用マイコンの入力仕様の範囲内にあるか注意する必要がある。

マイコンと専用ケーブルで接続し、直接デジタル値を出力する 3 軸加速度センサなどの高機能センサもあるが、マイコン側の接続数に限りがあるので多用はできない。

2.2 計測制御用マイコン

プログラムによりサンプリング周期や各センサ出力の特性やバラツキに応じた処理などを柔軟に調整することができる。国内外メーカーから多くの種類のマイコン用 IC が市販されているが、マイコン選定には、用いるセンサの数や種類に応じた仕様であるか確認が必要である。マイコン用 IC では、マイクロチップ社の PIC が種類も多く、技術情報もインターネット上に豊富にあるので、国内では試作品、製品ともよく使われている IC である。産技研でも PIC を用いた技術支援も多く、PIC の応用開発のレポート²⁾も発行しているので参照されたい。

PIC 自体は IC なので、センサなど周辺の機器と繋ぐのは面倒であるが、基板上に PIC とともに入出力用コネクタや USB やシリアル通信、イーサネット通信機能を有したマイコンボードがあるので、システム試

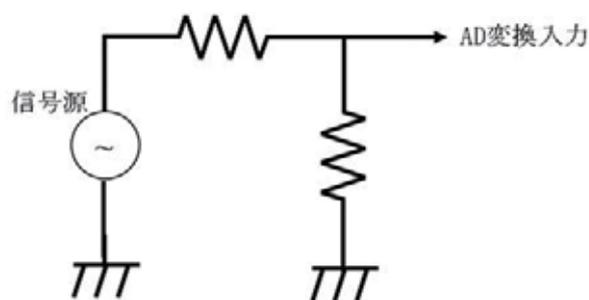


図 1 抵抗分圧回路

作には便利である。表 1 に主な市販のマイコンボードの種類と仕様を示す。いずれも店頭やネットで入手が容易であり、入出力信号の種類（アナログ、デジタル、シリアル通信）、数、コストが選定の際の基準となる。マイコンに関する技術の進化も目覚しく、今後、さらに高性能で低コストなものが利用できるようになるであろう。

マイコンの多くは正信号のみで、かつ最大電圧および入出力電流量も制限がある。センサ出力をそのままマイコンに入力できない場合には、電圧変換等の回路を付加する必要がある。図 1 に基本的な電圧変換回路である抵抗分圧回路を示す。

プログラム言語には、汎用言語のアセンブラや C 言語が利用可能である。また、容易に利用できるように簡潔な書式で処理を記述できるプログラム言語とプログラミングに必要なエディタやコンパイラ、サンプルプログラム等の開発環境をインターネットから無償でダウンロードして利用できるものも多い。

2.3 通信プロトコル

インターネット回線を通じてデータの送受信を行うには、データフォーマットおよび手順を規定する通信プロトコルに従ってプログラムを作成する必要

がある。通信プロトコルを表 2 に示す。データに乗せた電気信号と PC やマイコンで処理するデジタル信号との相互変換を司る再下位層のネットワークインターフェース層から、メール通信や Web などの各種情報処理に応じたプロトコルを定義する上位層のアプリケーション層まで、4 つの階層で区分することができる。

アプリケーション層のプログラムの実行には、トランスポート層のプログラムが呼び出され、トランスポート層のプログラムの実行には、インターネット層のプログラムが呼び出されるような流れとなる。ユーザレベルで情報通信を行うプログラムはアプリケーション層に属する。この層の代表的なプロトコルである Web サーバと Web ブラウザ間の通信プロトコル HTTP(Hiper Text Transfer Protocol) やファイル転送用プロトコル FTP(File Transfer Protocol) は、送受信の要求や送受信確認などの処理により、通信の安定性が重視されている。

表 2 インターネットワーク階層

4 層	アプリケーション層	ユーザーが利用するアプリケーションに関する	HTTP,SMTP FTP,MQTT CoAP
3 層	トランスポート層	データの送受信確認等の手順を規定する通信の信頼性に関する	TCP,UDP
2 層	インターネット層	送受信先の設定に関する	IP,ARP
1 層	ネットワークインターフェース層	物理的な通信方式に関する	イーサネット Wi-Fi

クライアント サーバ クライアント サーバ

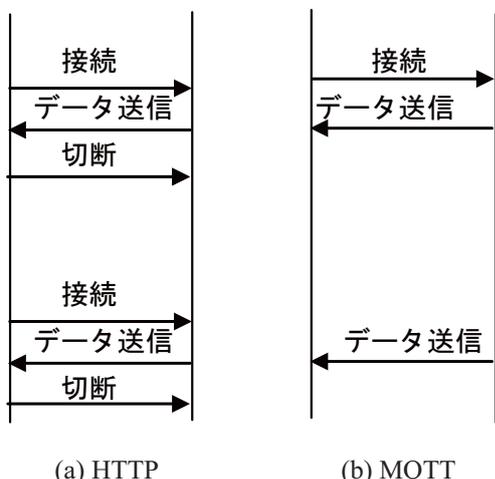


図 2 HTTP(a) と MQTT(b) の通信シーケンス

アプリケーション層の MQTT(Message Queue Telemetry Transport) や CoAP(コープ : Constrained Application Protocol) は、M2M(Machine to Machine) 通信すなわち機械間のリアルタイムのネットワーク通信を目的に作られたプロトコルである。IoT ブームの高まりを受け、最近になり、IBM や Amazon を筆頭に、これらのプロトコルを採用した自社のサーバやクラウドとユーザー側のセンサ機器をつなぐツールを提供する企業が増えている。自前で構築するシステムより自由度は低いが、短期間でシステムを構築できるので、このようなツールの活用も有効である。

MQTT や CoAP は HTTP に比べて軽いプロトコルと表現される。通信データにおいて通信手順を簡略化、すなわち本来のデータの前に付加される、通信のやり取りに用いられるデータ(ヘッダ)を小さくすることにより、送信元と先でのデータ処理時間を短縮している。HTTP のヘッダは最小 50 バイトに比べて、MQTT のヘッダは最小 2 バイトである。

図 2 に HTTP と MQTT との通信手順の概念的なシーケンスを示す(実際は、サーバとクライアント間で場合によって異なる処理となる)。HTTP ではデータの送信毎に接続と切断を行うが、MQTT では、接続後に明示的な切断がなければ、接続の状態を維持しデータが発生した時点で送信が行われるので、HTTP に比べてオーバーヘッドが少なく、より低消費電力でリアルタイムな通信が可能となる。比較的新しいプロトコルなので技術情報も少なく、HTTP や FTP に比べて、導入するには時間がかかるかもしれない。

2.4 無線方式

センサ側からサーバへデータを転送するには、センサの配置や数の変更が容易になるので、有線より無線が有効である。無線方式の種類と仕様を表 3 に示す。

仕様は最大値を表しており、通信速度は公称値、他は、およその値である。ZigBee(ジグビー)や Wi-SUN(Wireless Smart Utility Network) は、65000 以上の対象を同時計測することができ、低消費電力なので多数の対象の計測には向いている。

表 3 主な無線方式の種類と仕様

種類 仕様	Wi-Fi	Wi-SUN	Bluetooth	ZigBee
通信速度	6.4Gbps	400kbps	24Mbps	250kbps
通信距離	100m	500m	100m	70m
接続数	32	65535	7	65535
消費電力	1 W	1mW	100mW	10mW

Wi-Fi 方式以外はインターネット通信プロトコルと異なるため、インターネット経由でサーバと通信するには、他の通信方式でマイコンや PC 上にデータを収集した後、インターネット通信のプロトコル変換をしてサーバに転送するような方法が必要となる。

2.5 データ管理

計測制御用マイコンからサーバにデータを転送する場合に、データ列かファイル形式のいずれかの方法をとることになる。

データ列の場合は、サーバ側でデータを受け取った後、所定のファイルに追記保存するプログラムを事前に作成し、実行させておく必要がある。民間の IoT サービスを用いれば、サーバ側の処理はファイル名などパラメータの設定だけで済むようになっている。

ファイル形式の場合は、HTTP や FTP を利用できるが、マイコン側でサーバからの応答メッセージの解析、判定などの煩雑な処理が必要となり、CPU パワーの小さいマイコンには適していない。3 章の事例では、計測制御用マイコンとサーバ間に、データ列からファイル形式に変換後、サーバに再送するための PC レベルの性能を持つゲートウェイ装置を設置し、FTP によりデータ転送を実現している。

ユーザーへのモニタリングデータの表示は、Web サーバ方式が適している。モニタリング用ソフトをパソコン毎にインストールすることなく、随時、最新の計測データを Web ブラウザで表示でき、同時に複数の場所からモニタリングが行える。また、PHP や JavaScript などのプログラム言語を併用すれば、グラフ処理用のライブラリを利用できる。さらに、サイトの情報にアクセスできる API(Application Programming Interface) をプログラム中に用いて、地図データや気象データ提供サービスサイトと連携させ、多面的に情報のモニタリングも可能である。

3. システム試作事例

3.1 試作目的

風力発電に関する研究用として試作し、大阪府立大学内に設置したモニタリングシステムの事例を紹介する。風力発電は風車の形状により水平および垂直軸型に分けられる。一般的に水平軸型が垂直軸型より発電効率が高く、普及化が進んでいる。一方、垂直軸型は水平軸型と比べて設置・メンテナンスの容易さと風向きに対する依存性がなく、また騒音が小さいということで、人家のある場所にも利用可能であり、太陽電池などと併用した小規模な発電装置を各所に設けて、局

表 4 センサの出力仕様

センサ名	出力仕様
アナログ式風向・風速計	0V~1V
トルク計	-10V~10V
回転数計	0V~10V

地でのエネルギーをまかなう分散型エネルギー源に適していると考えられる。

筆者らは、金属板などのリジッドな材質を用いた従来の導風板を樹脂などの板に置き換えることで、風力に応じて形状が変形するフレキシブルな導風機構 FGV (Flexible Guide Vane) に関する研究開発を行っている³⁾。従来、強風による過剰な回転速度防止のためにある速度以上 (cut out) では強制停止させていた風速域においても、FGV により風の一部を風車に呼び込み、過回転にならない程度で回転させて運転時間を延ばすことで、低い発電効率を補うことが可能であると考えられる。

研究当初は、大学単独で屋外での風の変化に対する機構の動作特性および発電効果を調査するために、風向・風速センサによる風の状態と回転数・トルクセンサによる計測データを実験装置の傍に設置したデータロガーで収集した後、USB メモリを介して、他の場所にある PC でデータ処理を行っていたために作業効率が悪かった。そこで、計測を遠隔で行うモニタリングシステムの開発を当所が行った。

3.2 システム要求仕様

本研究の目的以外のモニタリングツールとして利用できるように、汎用性のあるシステムについて検討し、仕様を以下のように設定した。

(1) 表 4 に示すセンサを用いる。

(2) 風力発電装置のある実験場所から他の建物内の研究室の PC に計測データを保管するサーバを設置する。利用者らが EXCEL 等で解析処理を行えるよう CSV 形式で保存する。

(3) サーバには HTTP 機能を持たせ、別の PC、タブレットなどの情報端末でリアルタイムにモニタリングをする。

(4) 運転状況を画像としてモニタリングする。

(5) センサの種類、個数の変更に対応する。

3.3 システム構成

前節の要求仕様に対して、以下に示す 5 つのモジュール構成とした。

(1) センサ計測装置

マイコンを用いて、センサデータの収集の後、デー

タ変換をし、ゲートウェイ装置にデータ送信を行う。マイコンに Wi-Fi 方式のモジュールを付加し、TCP 通信を行う。マイコンには、Arduino Uno(アールデュイノウノ)を用い、無線モジュールには Wi-Fi 通信が可能な ZigBee モジュールを用いた。

(2) ゲートウェイ装置

センサ計測装置から受信したデータを CSV 形式のデータファイルに変換し、サーバに転送する。装置には Linux OS を搭載したマイコン Raspberry Pi(ラズベリーパイ)を用いた。単一プログラムしか処理できないマイコンに比べて、複数のプログラムを同時に動かすマルチタスク処理ができる。

Linux OS は、OS の機能を利用できるコマンドが豊富にあり、スクリプトプログラム(テキスト形式のコマンドを組み合わせたプログラム)により複雑な処理を行うことができる。スクリプトプログラムは、CPU の仕様に合わせた機械語に変換するコンパイルの必要がなく、処理動作のテスト確認、修正が迅速に行えるので、試作には便利である。

センサ計測装置との通信には、トランスポート層に属する TCP プロトコルを用いた。図 3 に Python 言語で記述したセンサ計測装置からの受信処理のスクリプトプログラムを示す。接続要求や接続承認、接続開始、送信、終了などの処理単位に対応した機能を持つソケット関数を用いている。同じローカルネットワーク内には、センサ計測装置以外に通信する装置がなく、ネットワーク上のトラフィックがほとんどないため、送信エラー時の確認、再送手順などを省略した。通信トラフィックによるエラー処理が必要な場合は、TCP プロトコルで煩雑な処理をプログラムで記述するより、HTTP などを利用すればよい。

計測時間の管理は、センサ計測装置側でネットワーク経由により時計サーバから得た時刻を用いることを考えたが、単体プログラム中でのセンサ計測と時刻取得の同時処理は時間の遅れが生じる。ゲートウェイ装置上で動作する Linux OS のほうが時刻合わせもマルチタスク処理で行え、CPU パワーも PC 並みなので、より正確な時刻を得ることができる。

そこで、ゲートウェイ装置側で、センサ計測装置から受信したデータを CSV ファイルに変換する際に、受信時刻を計測時間として追記することにした。計測直後にデータを Wi-Fi 経由で送信し、ゲートウェイ装置側は秒以下の周期で受信データの有無を確認処理している。同じ Wi-Fi ルータ下でのデータ通信なので、電波上の遅れは無視できるほどであり、計測時間と実際の計測時間との時間差は、通信プロトコル上の処理

◆ ホストの IP アドレスと通信ポートの設定)

```
host = '192.168.11.3'
port = 10002
x=0
```

◆ TCP 通信開始

```
serversock =
socket.socket(socket.AF_INET,socket.SOCK_STREAM)
serversock.setsockopt(socket.SOL_SOCKET,
socket.SO_REUSEADDR, 1)
serversock.bind((host,port))
while True:
    serversock.listen(1)
    clientsock, client_address = serversock.accept()
    x=x+1
```

◆ データ受信時の処理

```
while True:
    rcvmsg = clientsock.recv(1024)
    if rcvmsg != "":
        f = open("wind_monitor_data.txt","w")
        f.write(rcvmsg)
        f.write("\n")
        f.close()
    clientsock.close()
    y=str(x)
    os.system('sh ./wind_monitor_sub.sh '+y)
    break
```

図 3 センサ受信処理のプログラム例

時間のみで数秒程度であり、今回のモニタリングでは問題ないレベルである。

(3) Wi-Fi ルータ

実験場所に学内 LAN と繋がる Wi-Fi ルータを設置し、(1)と(2)の間の通信は Wi-Fi ルータのもとでネットワーク管理される LAN 構成とした。(1)と(2)は、ローカルなアドレスで管理し、Wi-Fi 自体に、データサーバと通信可能な、学内ネットワーク下で管理される固定アドレスを設定した。

(4) モニタリングサーバ

ゲートウェイ装置から送られる CSV 形式のデータファイルを受信する FTP サーバと Web ブラウザでの

モニタリング画面を表示する Web サーバを用いた。サーバ用 PC は Windows7 が搭載されていたので、無償利用可能な Web, FTP サーバなど各種サーバ機能を持つ I2I サーバを採用した。グラフ処理表示にはプラグイン Dygraph(ダイグラフ)を用いた。

(5) 画像モニタリング

ゲートウェイ装置に接続した USB カメラをモニタリングに用いた。画像保存と画像ファイル転送処理はスクリプトプログラムで記述した。動画撮影は、Raspberry Pi では負担が大きく動画が途中で停止した

りする場合があったので、センサデータをサーバに送信する際に、同時に撮影した静止画を送信することにした。画像撮影には、USB カメラ操作ライブラリである fswebcam(エフエスウェブカム)を用いた。

システム構成におけるセンサデータの具体的な流れを図4に示す。センサ計測装置とゲートウェイ装置、WiFi ルータを含む実験装置は大学建物の屋上に設置され、別の建物内にモニタリングサーバを設置した。実験装置の写真を図5に示す。

図6に学内 LAN に接続可能な別の PC のブラウザ

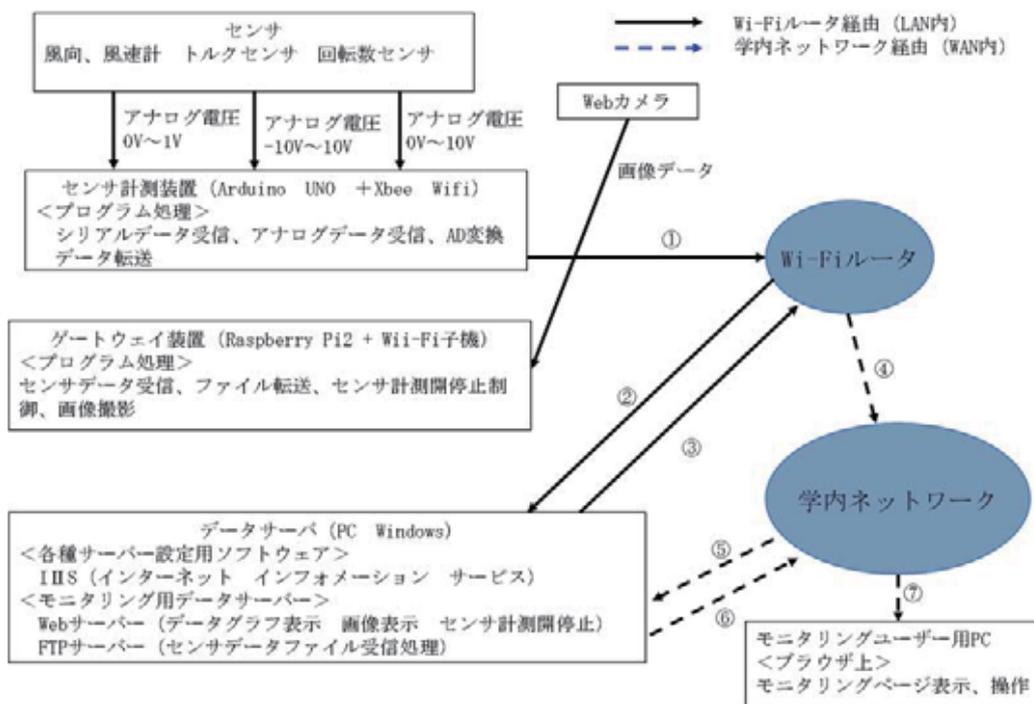


図4 通信データの流れ

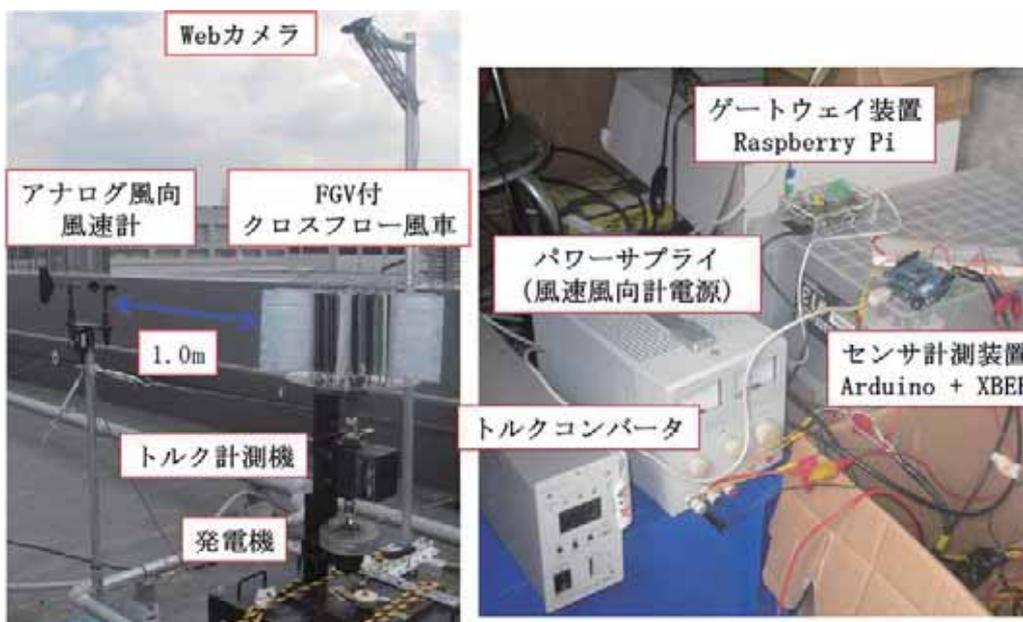


図5 実験装置および実験システム

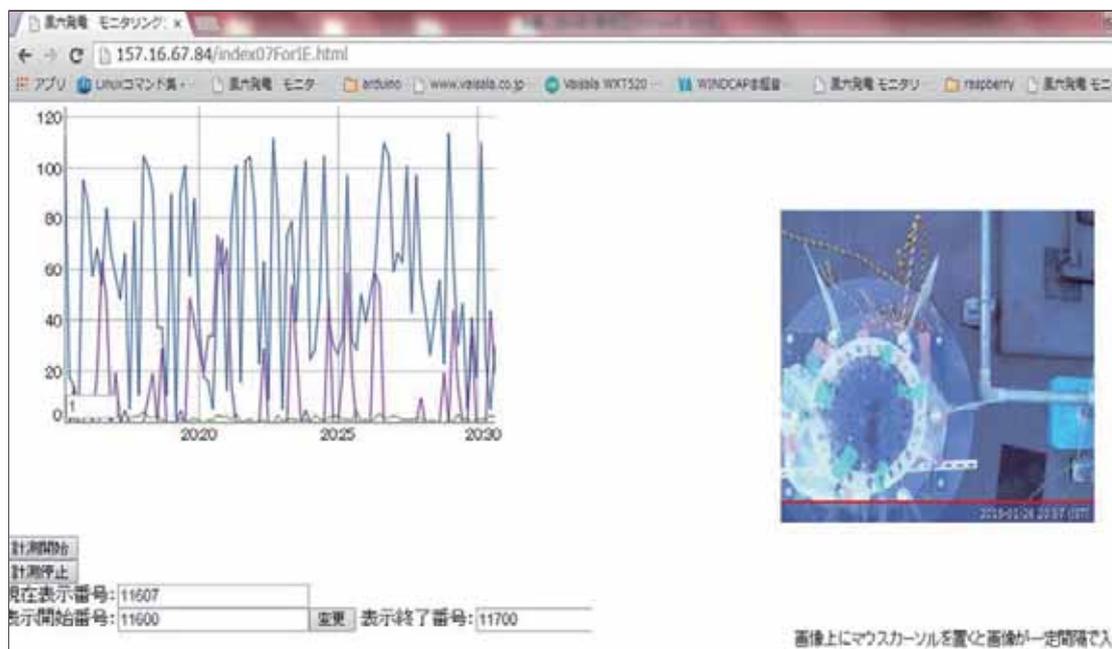


図 6 Web ブラウザ上のモニタリング表示

から見たモニタリング表示画面の一例を示す。10分おきに数日間の風速等のデータが表示されており、自動で更新されるようになっている。また、Dygraphの持つ機能によりマウスで表示範囲の変更などが行える。表示画面下部に、計測開始と停止ボタンを設けている。これは、センサデータのモニタリングと逆方向の流れで、開・停止を表すデータをサーバからゲートウェイ装置、そしてセンサ計測装置へと送受信処理するプログラムを各装置に記述することにより、計測動作の操作を実現している。このように、単にモニタリングだけでなくモニタリング対象への操作も可能となっており、風力発電装置の制御装置が外部入力で操作可能であれば、緊急時の停止や再起動も可能となる。

4. おわりに

市販マイコンを用いたインターネット回線によるモニタリングシステムの構築に関して、主な技術要素と

して、ハードウェアおよびソフトウェアならびに通信方式の種類と特徴について説明し、風力発電装置用モニタリングシステムの試作事例を紹介した。

高機能、高性能なハードウェアやソフトウェアが安価に入手でき、また、インターネットサイトの豊富な技術情報や詳細なシステム化事例を参考にして、アイデアを容易に実現できるようになっている。

本報告が自社の実務や実験ツールとして、モニタリングシステムを導入する際の参考になれば幸いである。

参考文献

- 1) 松元則雄, 今井拓司: 日経エレクトロニクス 4月号, (2016) 49.
- 2) 北川貴宏, 朴 忠植, 谷口正弘: 大阪府立産業技術総合研究所報告, No.27 (2013) 13.
- 3) 金子憲一, 岡田 怜: 日本マリンエンジニアリング学会誌, 49, 2 (2014) 194.

走査透過電子顕微鏡を用いた 電子線回折法による局所構造解析

Local Crystal Structure Analysis by Electron Diffraction Method Using Scanning Transmission Electron Microscopy

尾崎 友厚* 長谷川 泰則*
Tomoatsu Ozaki Yasunori Hasegawa

(2016年8月19日 受理)

キーワード：走査透過電子顕微鏡，STEM，電子線回折，電子回折パターン，結晶構造

1. はじめに

電子線回折法は電子の回折現象を利用した解析手法であり，一般的な透過型電子顕微鏡 (TEM) の標準的な機能として結晶構造解析に利用されている．電子線回折法では結晶の対称性を反映した電子回折パターンを観察し，そのパターンの解析によって格子定数の測定や結晶構造の解析が可能である．類似の技法である X 線回折測定と比較して，ごく少量の試料で測定が可能であること，TEM で高倍率の観察を行いながら測定箇所を選択でき，単結晶領域での測定が可能であるなどの利点がある．電子線回折法の詳細は TEM や電子線回折の専門書に詳しく書かれているので，そちらを参照していただきたい¹⁻³⁾．

産技研では平成 28 年現在，球面収差補正装置を搭載した走査透過電子顕微鏡 (STEM)，HD-2700 (日立ハイテク社製) を保有している (図 1)．この HD-2700 は STEM 専用機であり，TEM としての機能は備わっていないが，STEM 専用機においてもディフラクションカメラ (D カメラと略す) を用いて電子回折パターンの観察を行うことは可能である．しかし，電子回折パターンに対応した電子線の照射領域が分からない，取得した電子回折パターンに対してカメラ長情報が与えられていない，などの不便な点がある．そもそも STEM 専用機は一般的な TEM と比較すると，そのレ

ンズ系の構成から構造的に電子線回折での利用に不利である．図 2 は一般的な TEM と STEM 専用機 (HD-2700) のレンズ系の構造の概略図である．TEM との大きな違いは，観察試料の下に位置する中間レンズが STEM 専用機には存在しない点である．一般的な TEM では試料を透過した並行電子線を中間レンズによって拡大縮小し，蛍光板に像を投影することで結像する．しかしながら，STEM では集束した細い電子プローブをスキャンコイルによって走査し，透過電子を試料下部の検出器で捉えることで走査像を取得する．そのため，STEM 専用機では透過電子を結像するための中間レンズに相当するレンズが存在しない．TEM では試料位置より下の中間レンズを利用することで，照射系レンズを操作せずに実像の観察条件を維持したまま実像と回折パターンの切り替えや電子線回折の調



図 1 HD-2700 装置

* 化学環境科

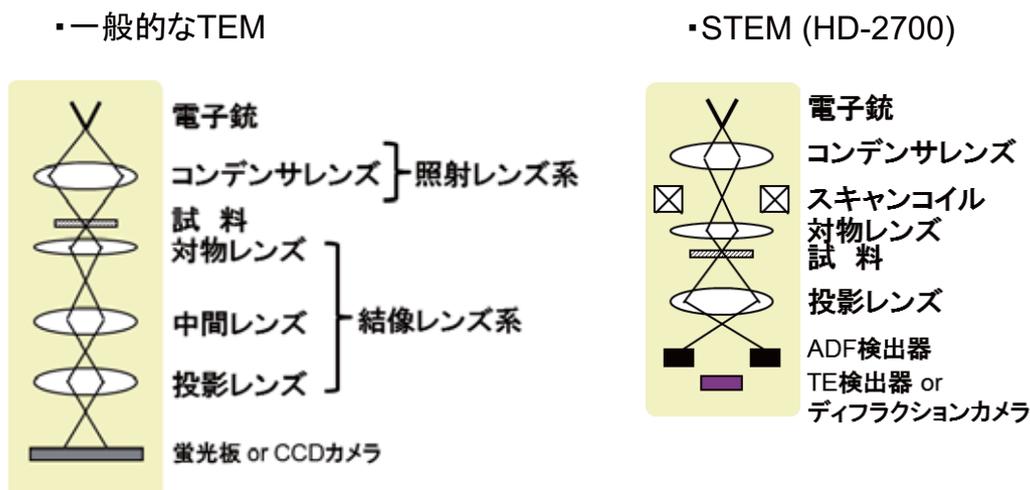


図2 一般的なTEMとSTEMのレンズ系の比較

整を行っている。一方、STEM専用機は中間レンズを持たないため、実像の観察条件を変えずに電子線回折の条件を調整することは困難である。また、レンズの数がTEMよりも少ないため、STEM専用機の取り扱える電子線回折の測定条件は大きく制限される。TEMと比較して電子線回折の調整が難しく、制約が厳しいことは事実だが、STEM専用機の電子回折法においても事前の校正を十分に行い、解析に必要な情報を補足することで、電子回折パターンの定性的な観察だけでなく、格子定数の測定などの定量的な解析もある程度可能となる。

本報告では、STEM専用機であるHD-2700で局所的な結晶構造解析を実施するために、STEM専用機での電子線回折パターンに対応する電子プローブの照射範囲の確認と、Dカメラ上の電子回折パターンのカメラ長を事前の校正情報として得た。以下にこのセットアップの手順を紹介する。

2. 電子線照射範囲の確認

前項で述べたようにSTEM専用機では照射系を固定したまま、電子線回折を調整することは不可能であり、照射系のレンズ電流を調整すると電子線の照射位置や照射範囲は大きく変動する。そのため、電子回折パターンに対応する電子線照射範囲の情報を取得するには、あらかじめDカメラに電子回折パターンを形成するレンズ電流を選んで固定しておく必要がある。今回、校正に用いる電子線回折のレンズ電流としてHD-2700標準のNanoDiffモードの初期レンズ電流値を選び、以降、特に記述が無い限りこのレンズ電流値に固定して実験を行った。

通常、STEMでは点分析モードを用いてSTEM像上で指定した位置での電子回折パターンを取得できるが、STEM検出器から得られる像は、あくまで走査像であるため、電子回折パターンに対応する電子プローブ単独の照射位置の像をSTEM検出器から取得することはできない。しかし、STEMは検出器位置に像面を結んでいないだけで、その光学系には電子プローブに対応する照射位置での像の情報が含まれている。そこで、Dカメラ上の透過スポットを投影レンズを用いて拡大し、Dカメラ上に照射位置の像を結像することで電子プローブの照射位置の像を取得することを試みた。ここで、投影レンズは最下段に配置されている電磁レンズであり、試料位置よりも下に配置されているため、レンズ電流調整による試料照射位置に与える影響は小さい。また、この時にDカメラ上で観察される像は、使用するレンズこそ異なるが通常のTEMの明視野像に相当するものに他ならない。

以上のように、HD-2700標準のNanoDiffモードでの照射範囲を示す像を撮影した(図3)。当然、Dカメラで撮影した像は倍率が校正されておらず、長さ情報を持たない。そこで、照射範囲周辺を高角環状暗視野(HAADF)法で撮影し、その像と比較することで長さ情報を追加した(観察試料に倍率校正に用いられるグレーティングレプリカ等を利用すれば、Dカメラで撮影した像から直接照射範囲を測定することもできる)。それぞれの可動絞りについて照射範囲を測定した結果、電子プローブの照射範囲直径はそれぞれ20~130nmであることが確認された。また、点分析モードで指定したSTEM像上の位置に対して、Dカメラで得られた実際の照射位置はほとんどずれていないことも確認された。

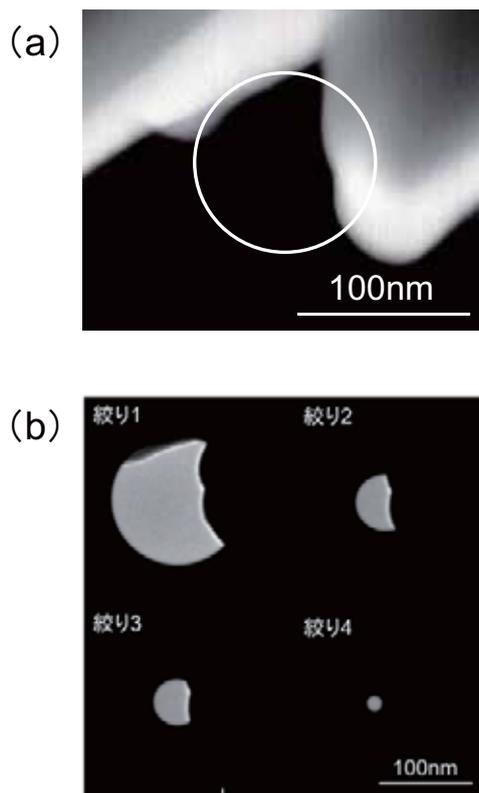


図3 (a) 長さ参照用の HAADF 像
(b) D カメラで撮影した明視野像

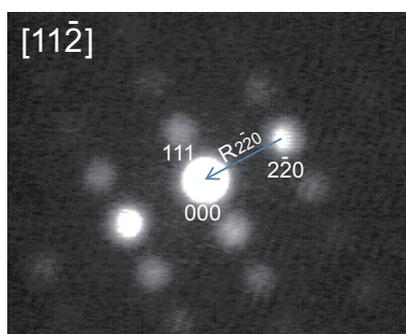


図4 STEM を用いて撮影した金の単結晶パターン

3. カメラ定数の測定

D カメラで撮影する電子回折パターンのカメラ長情報を取得するため、標準試料としてよく用いられる金蒸着微粒子の電子回折パターンを撮影した。図4は電子プローブの照射範囲を単粒子に制限し、金の単結晶パターンを撮影したものである。試料として用いた金の結晶構造は面心立方 (FCC) 構造として既知であり、撮影した電子回折パターンの形状から $[11\bar{2}]$ 入射と判断できるため、電子回折パターンは FCC 構造の $[11\bar{2}]$ 入射として指数付けしている。

電子回折パターンから面間隔 (格子定数) を求める際に、(1) 式で示されるカメラ定数の関係式が使用される。

$$L \cdot \lambda = d \cdot R \quad \dots (1)$$

L: カメラ長, λ : 電子線の波長,

d: 面間隔, R: 透過波から回折波への距離

レンズ電流ならびに加速電圧を固定した条件では、L, λ は一定であるため、 $L \cdot \lambda$ はカメラ定数と呼ばれる装置固有の値となる (厳密には、レンズ電流のヒステリシスや電子線のコンディションで僅かに変動する)。ここで測定した金は既知の結晶構造であることから d は計算で求めることができ、さらに、撮影した電子回折パターンの長さを測定することによって R も求めることができる。その結果、カメラ定数 $L \cdot \lambda$ の値は計算で求められる。図4の例では透過波である 000 から回折波 $2\bar{2}0$ までの距離を R_{220} とすると、金の面間隔 d_{220} は 0.1443 nm であり、これらの積 $d_{220} \cdot R_{220}$ が観察した条件でのカメラ定数となる。

求めたカメラ定数はレンズ電流、加速電圧を変えない限り一定であるため、未知の試料に対しても電子回

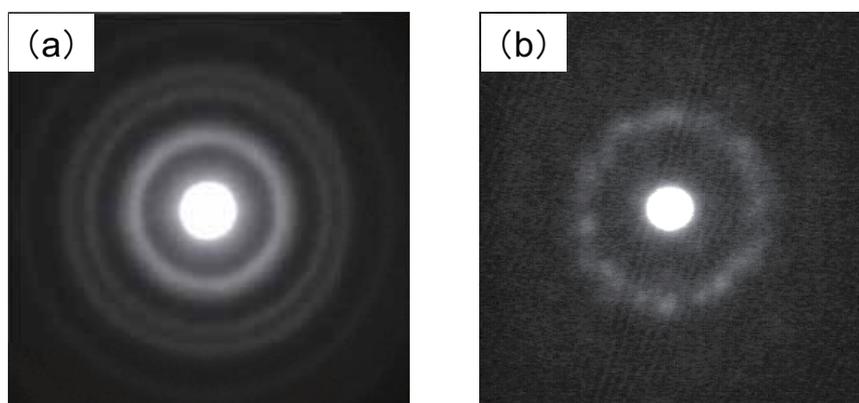


図5 (a) 照射領域を広くした電子回折パターン
(b) 照射領域を数 nm に絞った電子回折パターン

折パターンを撮影し、写真から R を測定することで、金の電子回折パターンから求めたカメラ定数を用いて (1) 式から未知試料の面間隔 d を求めることができる。紹介した照射範囲の確認方法やカメラ定数の測定方法は標準の NanoDiff モードでの電子線回折に限らず、通常の制限視野回折に近い照射領域を広げた条件や照射領域を数 nm 以下に絞った条件など、レンズ電流を調整した条件においても同様の手順で適応可能である (図 5)。

4. おわりに

STEM 専用機である HD-2700 を用いた電子線回折法で局所的な結晶構造解析を行うため、電子回折パターンに対応する電子線の照射範囲の確認方法と、D カメラ上の電子回折パターンのカメラ長情報の取得方

法を紹介した。電子線回折法は、HAADF 法や高分解能像などの実像観察では得られない定量的な情報が得られるだけでなく、STEM 観察で得られた微細組織写真に対して局所的な結晶構造情報を補足する面からも有効な解析手法である。電子線回折が TEM では広く利用されているように、STEM 専用機である HD-2700 においても様々な材料の解析に利用されることを期待したい。

参考文献

- 1) 坂 公恭：結晶電子顕微鏡学 — 材料研究者のための — , 内田老鶴圃 (1997)
- 2) 今野 豊彦：物質からの回折と結像 — 透過電子顕微鏡法の基礎 — , 共立出版 (2003)
- 3) 田中 通義, 寺内 正己, 津田 健治：やさしい電子回折と初等結晶学, 共立出版 (2014)

技 術 論 文

時分割方式による全周囲から観測可能な ホログラフィック 3次元ディスプレイ

Holographic 3D Display for Horizontally Full Viewing Zone Angle Based on Time Division Method

山東 悠介* 茨田 大輔** 谷田貝 豊彦**
Yusuke Sando Daisuke Barada Toyohiko Yatagai

(2016年6月24日 受理)

This report presents a holographic three-dimensional (3D) display system, based on the time division method, having a viewing zone angle of 360°. A digital micromirror device (DMD) is used for the time division method as a high-speed spatial light modulator. The rotating mirror rotation is synchronized with the DMD. After the wavefronts are modulated by the DMD, they enter the rotating mirror, which is tilted by 45° to the horizontal plane. Consequently, the mirror-reflected wavefronts propagate in horizontal directions depending on the mirror rotation angle. When the rotating speed is sufficiently high, the time division method becomes effective. The horizontal viewing zone angle becomes equivalent to 360°. An optical experiment conducted to verify this proposed system demonstrated that binocular vision and motion parallax can be realized from anywhere within the horizontal plane.

Key Words: computer-generated hologram, holography, 3D display, time division, viewing zone, DMD

1. はじめに

3次元(立体)ディスプレイに関する歴史は古く、19世紀には既にステレオグラフィによる立体視に関する研究が報告されている。ステレオグラフィ以外にも多くの立体表示技術は存在するが、原理的な簡便さから駅構内での立体広告やシール等の小物に至るまで、幅広い分野で商品化されている。また、現在市場で流通している3Dテレビも原理的にはステレオグラフィである。2010年は3D元年と呼ばれ、立体技術に関し盛り上がりを見せたのも記憶に新しい。しかしながら、現状では3Dテレビが十分に普及、発展しているとは言い難い。これには多くの要因が挙げられるが、そもそもステレオグラフィでは両眼の網膜に結像される投影像の差異(両眼視差)を手がかりに、観測者自

身が脳内で立体像を合成する方式であり、実空間には立体像は存在(結像)しない。そのため、知覚に関する他の生理的知覚要因(運動視差、輻輳、調節等)との間に矛盾を生じさせ、これが3D酔いの原因となっている。さらに、Fig. 1(a)に示すように市販の3Dテレビでは、観測する位置が変化しても、知覚される立体像に変化はない。つまり運動視差が存在しない。これは、現実世界では起こり得ない奇妙な現象である。運動視差は、両眼視差と共に、立体感に影響を与える主要な要因であり、運動視差の欠如は自然な表示という点では致命的である。また、左右の眼に異なる像を投影するため、専用眼鏡を要することも大きな欠点と言える。これらの欠点は、映画館等ではあまり問題視されないが、家庭用テレビや工業用・医療用ディスプレイでは問題となる。

著者らは、現状の3Dディスプレイで採用されているステレオグラフィとは異なる立体表示技術であるホログラフィック3Dディスプレイについて研究開発

* 製品信頼性科

** 宇都宮大学大学院工学研究科

*** 宇都宮大学オブティクス教育研究センター

を進めてきた．ホログラフィ¹⁾では，実際に3次元空間に立体像を結ぶため，ステレオグラフィでは問題となった生理的知覚要因間の矛盾がない，理想的な立体像を表示することができる．しかし，ホログラフィをディスプレイ用途に応用するためには，動画再生が必要不可欠であるが，従来の光学式写真乾板では不可能である．そこで，空間光変調器 (SLM) を表示素子として用いる電子ホログラフィが1980年代に報告された²⁾．電子ホログラフィで用いるSLMは，微細加工により製造される半導体デバイス的一种である．しかし，光波を空間上で変調できる点数 (画素数)，および解像度 (画素ピッチ) 共に従来の写真乾板と比較して著しく劣っている．これらは表示性能として，表示される立体像の大きさや観測可能な範囲 (視域) に影響を与え，特に視域に関しては，現状のSLMの性能から算出すると，数度程度となり，両眼視が極めて困難であり，運動視差も得られない．

再生像の大きさと視域を共に改善させるには，画素数の向上が不可欠となる．しかし，要求される画素数は少なくとも現状の100倍と推定されるため，今後の半導体技術の進展に加え，技術的な取り組みが重要である．画素数増加に向け，複数のSLMを空間的に並べる空間分割多重方式が最も明確な手法であるが³⁻⁵⁾，コストが増大するという点と光学系が大きくなるという欠点がある．これに対し，高速応答可能なSLMを用いた時分割方式も提案されており^{6,7)}，単一のSLMでありながら，ある程度の運動視差が表現できるホログラフィックディスプレイが報告されている．しかしながら，複数の観測者が観測できる程の十分な視域は実現できていない．そこで本研究では，この時分割方式において，DMDに同期した回転ミラーを用いることで，Fig. 1(b)に示すように全周囲から観測可能な方式を提案し，実証に成功したので報告する．視域が360°に拡大されることで，水平方向に完全な運動視差が得られる．これにより，今まで以上に立体感の得られるディスプレイが実現でき，応用分野の広がりも期待できる．

2. 時分割方式による視域の拡大

本研究では，時分割方式により視域を拡大するため，高速応答可能なSLMとしてDMDを用いる．DMDは，リフレッシュレートが10 kHz以上にも及ぶため，時分割方式のSLMに適している．また，像空間に回転ミラーを設置し，DMDと同期させることで視域を360°にまで拡大させる．

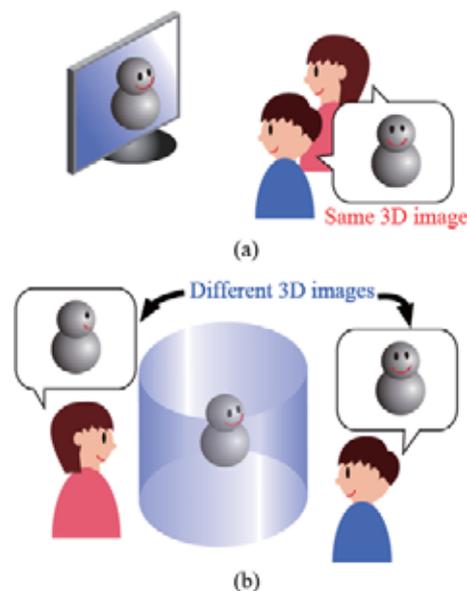


Fig. 1 Comparison of the viewing styles between (a) conventional 3D stereoscopic display and (b) proposed holographic 3D display.

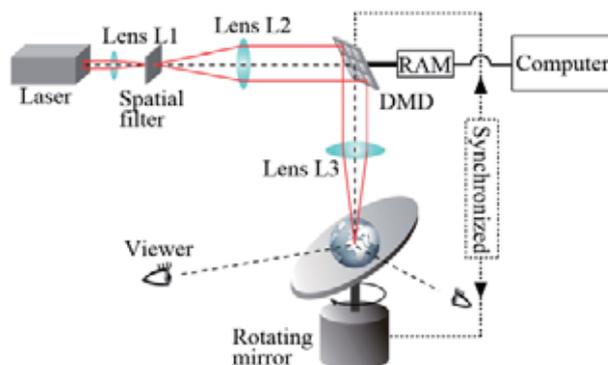


Fig. 2 Schematic of proposed holographic 3D display based on the time division method by using a DMD as an SLM.

2.1 視域拡大のための光学系

水平方向の視域を360°にまで拡大させるため，Fig. 2に示す光学系を用いた．光源としてHe-Neレーザー (波長632.8 nm)を用い，入射光をレンズとスペイシャルフィルタにより平面波に成形する．DMDにより空間的に変調を受けた波面は，レンズL3により光学的にフーリエ変換され，レンズL3の後ろ側焦点付近に立体像を結像する．従って，DMDに表示されるホログラムはフーリエ変換型ホログラムとなる．また，レンズL3の後ろ側焦点には水平面に対し45°傾いた回転ミラーを設置しており，この回転ミラーに鉛直下向きに入射した波面は水平方向に反射する．回転ミラーの回転軸は入射波の光軸に一致しているため，

反射波の水平方向の方位角は，ミラーの向きに一致する．従って，ミラーを回転させることで，全周囲に波面を伝播させることができる．そして，ミラーの回転角とDMDに表示されるホログラムを同期制御させ，且つ，ミラーの回転速度を人間の眼の応答速度以上にすることで，時分割方式に基づき 360° に広がる任意の波面を再生することができる．つまり，立体像の観測できる視域が 360° になり，水平方向に完全な運動視差を持つ3Dディスプレイが実現できる．

2.2 ミラーの回転に伴う波面の回転

Fig. 2 に示すような回転ミラーにより視域を拡大させる光学系では，反射後の波面が光軸回りに回転するという現象が生じるため注意が必要である．ここでは，この現象について Fig. 3 に示す模式図を用いて説明する．ミラーでの反射前の波面の座標系を (x, y, z) とし，光軸を z 軸とする．ミラーの回転軸を V とすると， V と z 軸は平行になる．また，ミラーの水平軸 H は， V に垂直で，且つミラー上と設定する．ミラーの回転角 θ は x 軸と H のなす角として定義される．また，ミラーでの反射後の波面の座標系を (X, Y, Z) とする．ただし， (X, Y, Z) は，ミラーの回転角 θ に依存する．まず，Fig. 3(a) に示すように， $\theta = 0^\circ$ の場合について考える．この時， x 軸と X 軸， H は，全て互いに平行となり， V も Y 軸に平行になる． Z は $\theta = 0^\circ$ の場合 Z_0 であり，このときの座標系を基準とする．次に，Fig. 3(b) に示す $\theta = \Theta$ の場合について考える．この時， x 軸と H のなす角が Θ となる．そのため，簡単な幾何学的計算により，反射後の光軸 Z 軸は， Z_0 に対し方位角方向に Θ だけ回転し，さらに， X 軸と Y 軸についても， Z 軸回りに Θ 回転することがわかる． Z 軸の回転は，伝播方向が水平面で変化することを意味し，これを実現するために本システムを構築している．しかしながら， X 軸と Y 軸の回転は，反射後の波面に回転を与えるため，本回転に関して何も処置を行わなければ，再生像が回転することになる．また，その回転量は，観測位置に応じて異なる．これではディスプレイとして機能しないため，本研究では，事前に逆方向に回転させたホログラムパターンをDMDに表示することで，回転ミラーの反射時に生じる波面の回転を補正するという，ソフトウェア的な手法で解決している．

2.3 多大なホログラムの効率的な計算

Fig. 2 に示すような時分割方式により視域を拡大させるためには，莫大な数のホログラムを計算により合成する必要がある．一般的には，ホログラム数と総計算時間は比例関係にあるため，時分割方式ではその計算時間が問題となる．著者らは，これまでに様々な方

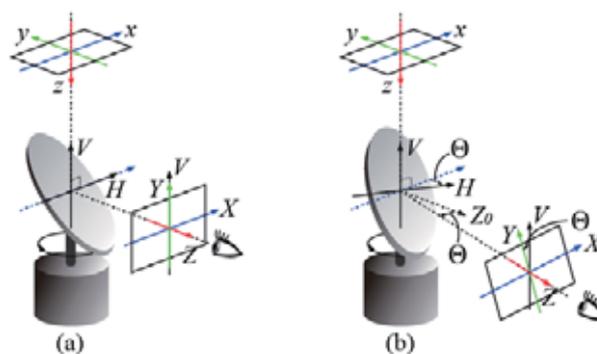


Fig. 3 Schematics of the wavefront rotation by the rotating mirror: (a) $\theta = 0$ and (b) $\theta = \Theta$, respectively.

向に伝播する複数のホログラムを高速に計算する手法を提案した⁸⁾．この手法では，単一のホログラム計算時には利点は少ないが，伝播方向の異なる複数のホログラムを計算する際に極めて効率的に計算できる．以下に計算の流れを簡単に記載する．

1. 表示したい3次元物体のボクセルデータに対し，3次元Fast Fourier transform(3D-FFT)を行う．
2. 得られた3次元スペクトルから球面上の成分を抽出する．
3. 球面上の成分から，伝播方向に対応する軸を回転対称軸(W軸)とした半球成分を抽出する．
4. 抽出した半球成分をW軸方向に投影する．
5. 実部のみを抽出し，干渉縞(ホログラム)を得る．

複数のホログラムを計算する場合，異なる伝播方向に対し，3~5の処理を繰り返し行えばよい．なお，上記の項目の内，計算負荷が大きいのは，1.の3D-FFTのみである．従って，本研究のように，様々な方向に伝播する多くのホログラムを計算するのに，非常に適した計算方法であると言える．さらに，文献⁹⁾の方法を用いて3次元フーリエ変換を行うことで，リアリティのある像の再生に必要な不可欠な陰面処理が行えるのも，本計算方法の大きな利点である．

3. 光学実験による実証

本研究で提案した内容を実証するため，光学実験を行った．Fig. 4 に示すように，本実験では3次元物体として地球儀の北半球を用いた．球ではなく，半球としたのは，ホログラムの課題の一つでもある，再生時に生じる共役像を空間的に分離するためである．入力データの標本点数，および空間サイズは，それぞれ

256×256×256, 17.6×17.6×17.6 mm³ であり, この領域内に半径 6.1 mm の北半球をボクセルデータとして入力した. 地球儀は, Fig. 4(b) に示す平面図を半球面に球面マッピングすることで生成した. また, DMD の画素数および画素ピッチは, 1920×1080, 10.8×10.8 μm² であり, 合成されるホログラムもこれと同様になる. 光源として He-Ne レーザーを用いているため, 波長は 632.8 nm となる. レンズ L3 の焦点距離は 30 cm としたため, 単一のホログラムからの水平視域は 2.2~4.0° と算出され, 観測方向によって変化する. 時分割数は 500 とし, 隣接するホログラムからの再生像を一部互いに重畳させることで, 時分割方向の中間方向から観測した場合の再生像の画質の低下を軽減させている. ミラーの回転数は 10 Hz としたため, DMD のリフレッシュレートは, 10 Hz×500 = 5 kHz となる. なお, 人間の眼の応答速度を考慮すると 10 Hz は実質不十分であるが, 原理検証を行う上では十分と考える. Fig. 5 に実際に構築した光学系の写真を示す. 基本構成は Fig. 2 に示す模式図と同じである. 回転ミラーは, ステッピングモーターの軸に 45° 傾いたミラーを取り付けて作製し, 信号発生器で生成される一定周期の信号を受け取り回転する. また, 回転ミラーに取り付けられているミラーは, 下半部を黒色の吸収素材で覆っている. これにより, 再生時に生じる共役像と 0 次回折光を空間フィルタリングしている. 以上の条件の下, 360° の水平視域を有するホログラフィック 3D ディスプレイの実証実験を行った. 再生された立体像の一例を Fig. 6 に示す. これらの画像は, 観測位置にデジタルカメラを配置し, 回転ミラー付近にフォーカスを合わせて撮影した. ϕ は Fig. 4(a) に示すように, 観測方向と Z_0 とのなす角として定義され, 地球儀での経度に対応する. Fig. 6 の (a), (b), (c) および (d) において, それぞれヨーロッパ大陸, ユーラシア大陸, 日本および北アメリカ大陸が中心に再生されており, 観測位置 ϕ に応じて適切な像が確認されている. 以上の結果から, 本実験において, 水平方向の視域が 360° にまで拡張されていることが実証された. また, 視域が完全な 360° であるため, 至近距離でも両眼視差や運動視差が十分に機能し, これまで以上の立体感が得られるのも特筆に値する. なお, Fig. 6(a) の上部に見える像は共役像の高次回折光である.

4. まとめ

今回, 高速応答可能な DMD を SLM として用いることで, 時分割方式に基づいた 360° の水平視域を有

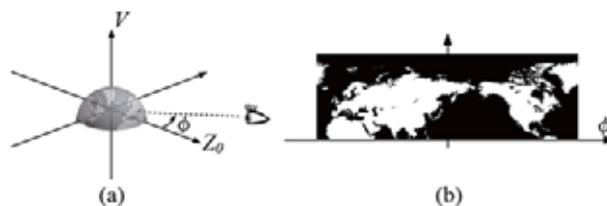


Fig. 4 3D object used for the optical experiment. (a) is the perspective view and (b) is the texture which is spherically mapped on the hemisphere. ϕ is defined as the angle between Z_0 and the observation direction.

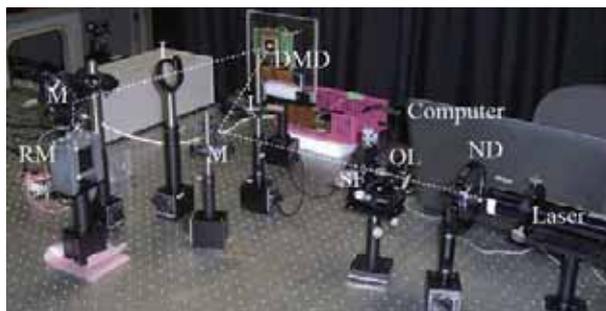


Fig. 5 Picture of the actual holographic 3D display with horizontally full viewing zone angle: M, mirror; L, lens; OL, objective lens; SF, spatial filter; ND, neutral density filter; and RM, rotating mirror.

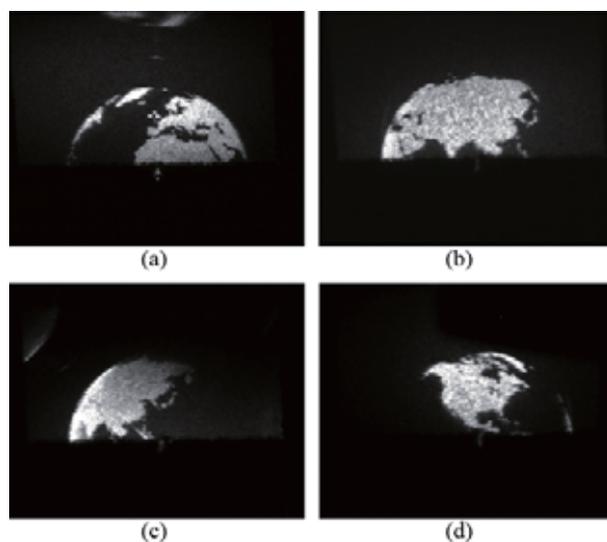


Fig. 6 Optical reconstructed images captured from (a) $\phi = 0^\circ$, (b) $\phi = 90^\circ$, (c) $\phi = 135^\circ$ and (d) $\phi = -90^\circ$, respectively.

するホログラフィック 3D ディスプレイを提案し, 光学実験により実証した. 視域を 360° に拡張するため, 像空間中心に水平方向に対し 45° 傾いた回転ミラーを設置した. また, この回転ミラーに伴う反射波の波面の回転については, 予め逆方向に回転したホログラムを DMD に表示することでソフトウェア的な補正を実

施した．地球儀の北半球を物体として用いて実証実験を行い，理論通り水平方向の視域が 360° に拡張されたことを確認した．本手法は，水平方向に関し完全な両眼視差と運動視差が実現できるため，今まで以上に立体感や臨場感のある自然な 3D ディスプレイが実現できると共に，医療分野での臓器や工業分野での試作品の仮想表示等，これまでエンターテインメント用途に限定されていた 3D ディスプレイの新たな市場開拓にも貢献するものと期待する．今後は，ホログラムの計算速度をさらに向上させ，実時間再生を目指す予定である．上述のような応用を考えた場合，インタラクティブなホログラフィック 3D ディスプレイは必須である．

参考文献

- 1) D. Gabor: Nature, **161**(1948) 1911.
- 2) F. Mok, J. Diep, H.-K. Liu and D. Psaltis: Opt. Lett., **11** (1986) 748.
- 3) J. Hahn, H. Kim, Y. Lim, G. Park and B. Lee: Opt. Express, **16** (2008) 12372.
- 4) F. Yaraş, H. Kang and L. Onural: Opt. Express, **19** (2011) 9147.
- 5) T. Kozacki, M. Kujawińska, G. Finke, B. Hennelly and N. Pandey: Appl. Opt., **51** (2012) 1771.
- 6) Y. Takaki and N. Okada: Appl. Opt., **48** (2009) 3255.
- 7) Y.-Z. Liu, X.-N. Pang, S. Jiang and J.-W. Dong: Opt. Express, **21** (2013) 12068.
- 8) Y. Sando, D. Barada and T. Yatagai: Opt. Express, **20** (2012) 20962.
- 9) Y. Sando, D. Barada and T. Yatagai: Appl. Opt., **52** (2013) 4871.

亜鉛 - 空気二次電池用新規正極触媒の創製

Preparation of Novel Air Cathode for Secondary Zinc-Air Battery

西村 崇* 斉藤 誠* 中出 卓男*
Takashi Nishimura Makoto Saito Takuo Nakade

(2016年6月30日 受理)

A novel air cathode for the secondary zinc-air battery was prepared using a one-step method with galvanostatic electrolysis. Cathodic galvanostatic electrolysis was performed on a gas diffusion layer in a 0.5 M HNO₃ solution containing carbon powder at 50 °C together with a Pt anode electrode. During the galvanostatic electrolysis, Pt and a carbon powder deposited together on the surface of the gas diffusion layer sterically, leading to formation of the air cathode layer. The fabricated cathode showed good performance that was comparable to a commercial Mn-based cathode material used for a primary zinc-air battery.

Key Words: secondary zinc-air battery, galvanostatic electrolysis, air cathode, Pt catalyst

1. はじめに

金属 - 空気二次電池は、負極活物質としてリチウムや亜鉛などの金属を用い、正極活物質として酸素を用いる充電可能な電池で、ポストリチウムイオン電池の一つとして注目されている。金属 - 空気二次電池は、正極活物質に空気中の酸素を利用するため、従来の二次電池とは異なり、電池内部に正極活物質を充填する必要は無い。そのため、電池内部に負極活物質を多く充填でき、大容量化が可能となる。その結果、用途も自動車用から小型蓄電用として幅広い活躍が期待されている。しかしながら、実用化にあたっては、多くの課題が残されている。金属 - 空気二次電池の主な課題を Table 1 に示す。現状、電池を構成するすべての部品や材料において研究段階であり、未だ現行の二次電池と比較して、十分な特性を示すものは開発されていない。

特に、高活性かつ安価な正極触媒の開発は、解決すべき最重要課題の一つである。現在、金属 - 空気二次電池の正極触媒として、貴金属および金属酸化物系触

Table 1 Major challenges for practical use of secondary metal-air battery.

- | |
|---|
| <ul style="list-style-type: none"> ・正極触媒の活性不足 ・充放電の繰り返しによる導電助剤の劣化 ・充放電の繰り返しによる負極活物質のデンドライト成長やシェイプチェンジ(形態変化) ・空気中のCO₂による電解液の炭酸吸収 ・電解液のドライアップによる低寿命化 ・作動温度の範囲の狭さ |
|---|

媒が活発に研究されている^{1,2)}。貴金属系触媒は、高活性かつ高耐食性を有するが、高コストかつ複雑な触媒製造方法が問題となっている。一方、金属酸化物系触媒は、安価で触媒活性も高いが、耐食性とサイクル特性が十分ではない。

本報告では、亜鉛 - 空気二次電池の耐久性の向上およびコストの低減を目標として、当所で開発した電解処理用法を応用して創製した貴金属触媒の特性について述べる。その結果、実際に金属 - 空気二次電池を構成することで、作製した貴金属触媒の活性が従来の亜鉛 - 空気一次電池の触媒と同等であることが明らかとなった。

* 金属表面処理科

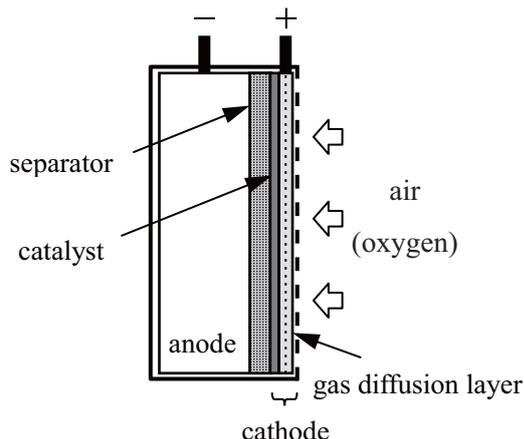


Fig. 1 Schematic diagram of the Zinc-Air Secondary Battery.

2. 実験方法

2.1 正極触媒の作製

2.1.1 亜鉛 - 空気二次電池の構造

Fig.1 に亜鉛 - 空気二次電池の概略図を示す。正極、負極、セパレータおよび電解液からなる基本的な構造は、他の二次電池と同様である。本電池では、正極触媒に空気中の酸素を取り入れる必要があるため、正極触媒が外気にふれる構造となる。また、外気から取り入れた酸素を正極触媒に均等に分散させるためのガス拡散層が必要となる。さらに、ガス拡散層には、外部の酸素を取り入れるが、内部の水分を外に放出させない工夫が不可欠となる。

現在、負極には、亜鉛金属または酸化亜鉛と導電助剤、バインダーからなる合剤負極が、セパレータにはアルカリ電解液を含浸させた不織布が一般的に用いられている。なお、本研究における全電池の評価では、負極には亜鉛金属を用い、セパレータには、親水化ポリオレフィン製の不織布を用いた。また、ガス拡散層には、カーボンペーパー（東レ製 TGP-H060）を用いた。

2.1.2 電解処理法による白金担持カーボンペーパー正極の作製

従来法による正極の作製工程は 2 段階であり、1 段階目で触媒粒子を合成し、2 段階目で合成した触媒粒子をガス拡散層上に固定して、触媒層を形成する。触媒層の形成には、触媒粒子と導電助剤とバインダーを混練した合剤をガス拡散層に塗布・圧着する手法が一般的に用いられるが、この手法は、工程が多段階で、材料のロスが多く、高コストである。

本研究では、当研究所で開発した電解処理法^{3,4)}を応用して触媒層を形成した。この電解処理法は、無機酸溶液中で貴金属を陽極、導電性基板を陰極として定

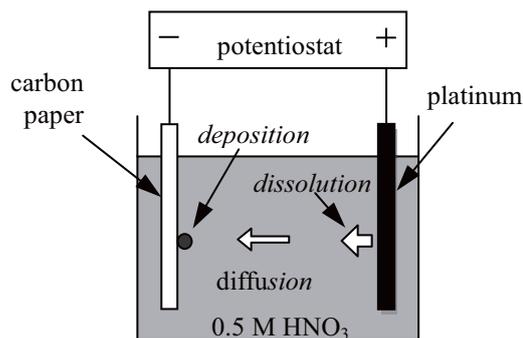


Fig. 2 Schematic diagram of the galvanostatic electrolysis.

電流電解することにより、導電性基板に貴金属ナノ粒子を析出させる極めてシンプルな触媒作製方法である。この方法において、導電性基板としてカーボンペーパー（ガス拡散層）を用いると、カーボンペーパー上に直接触媒層が形成され、1 段階で正極が作製できるため、大きな優位性を有する (Fig. 2)。

触媒層の作製には、2 極式の電気化学系を用い、陰極にはカーボンペーパー (1.5 cm×2 cm) を陽極には白金板 (99.95%, 2 cm×3 cm) を用いて、定電流電解を行った。なお、電解液には硝酸溶液 (0.5 M, 50 °C, 50 ml) を用いた。

2.1.3 電解処理法による白金 / 炭素粉末共担持正極触媒の作製

2.1.2 で示した電解条件に加え、炭素粉末（カーボンブラック）を電解液に分散させて定電流電解を行い、カーボンペーパーに白金と炭素粉末の共担持を行った。共担持に用いた電着（液中に分散している炭素粉末を、電気泳動を用いて析出させる手法）は、多くの方法が検討されている^{5,6)}。しかしながら、そのほとんどが、有機溶媒や熔融塩中で高電圧を印加するものであり、水溶液中での報告例は少ない。本研究で用いた方法は、水溶液中・低電圧（低電流）で電着を行い、かつ同時に白金を析出させる手法は新規手法である。

なお、炭素粉末を分散させるため、前処理として、硝酸による親水処理 (100 °C・1 時間) を行った。

2.2 正極触媒の評価

作製した触媒の表面形態は、FE-SEM(エリオニクス製 ERA8900FE) を、成分分析には SEM-EDX(アメテック製 ApolloX) を用い、充放電試験は、ポテンシオスタット (Biologic 製 VSP-300) を用いた。

充放電特性の評価は、半セルおよび全電池を用いて行った。Fig. 3(a), (b) に、実験に用いた半セルおよび全電池を示す。半セルとは、電池内部の正、負極

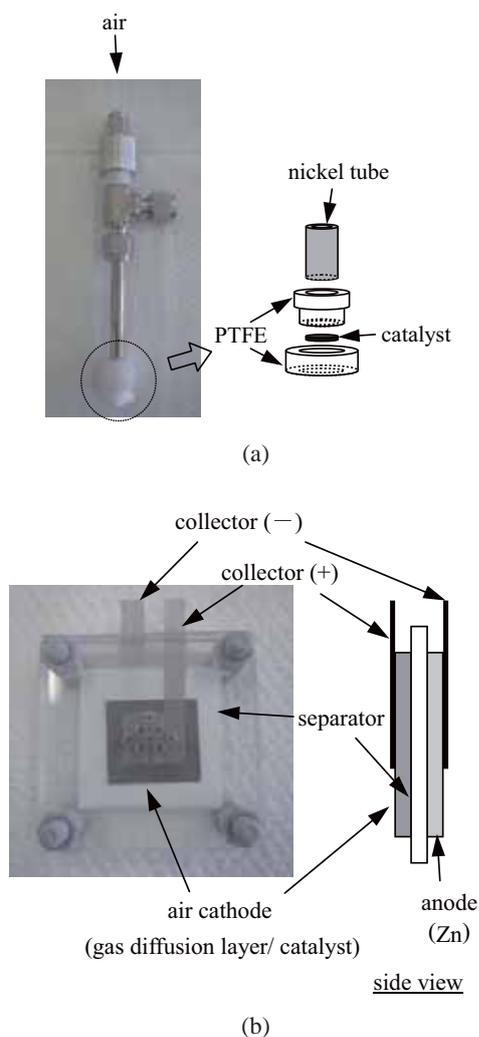


Fig. 3 Photographs of the ; (a) half cell, (b) single cell.

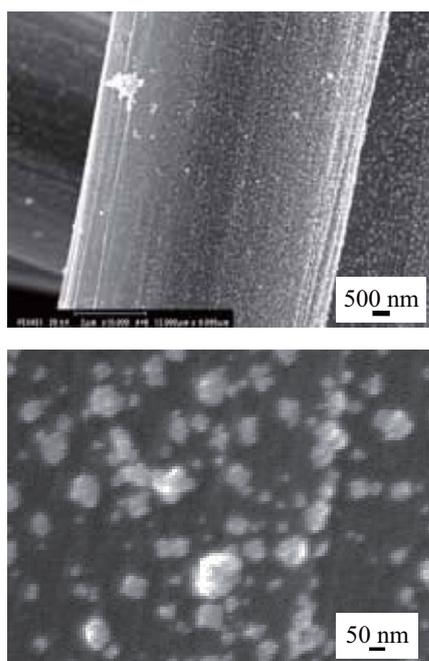


Fig. 4 SEM images of the carbon paper surface after the galvanostatic electrolysis in 0.5M HNO₃ at 50 °C for 8 h. The enlarged view was shown below.

の 2 種類の電極反応を個別に取り出し評価する電気化学セルである。半セルによる測定では、参照および対極にそれぞれ Hg/HgO および白金線を、電解液には、ZnO を飽和させた 4 M KOH 水溶液を用いた。また、Fig. 3(a) に示す通り、外部より触媒層へ一定量の空気を導入し、触媒付近の酸素濃度の低下を防いだ。なお、導入する空気は、4 M KOH 水溶液中を通して CO₂ の除去を予め行った。

初期の放電性能の目標は、現行のマンガン型一次電池用正極と同等レベルの -0.1 V vs. Hg/HgO (1 mA/cm²)、充放電 10 回繰り返した後の性能の目標は終止電圧に相当する -0.35 V vs. Hg/HgO (1 mA/cm²) とした。なお、目標値は、半セルの評価によるものである。

3. 実験および考察

3.1 白金担持カーボンペーパー正極の形状と放電特性

Fig. 4 に、電解処理法を用いて白金触媒を担持させたカーボンペーパーの SEM 写真を示す。数十ナノメートル程度の白金粒子の析出が確認できた。この電極を用いて作製した正極の放電特性を、半セルで評価した結果を Fig. 5 に示す。比較として、カーボンペーパーのみの結果も示した。電解処理したものは、電位がおおよそ -0.86 V から -0.70 V へと約 0.16 V 向上したが目標には到達しなかった。電解処理法は、通電に伴う析出反応を用いる手法であり、カーボンペーパーのような三次元的に入り組んだ構造では、電流が内部まで流れない。そのため、白金粒子がカーボンペーパーの表面でのみ析出し、個々の粒子が大きく成長し、比表面積が小さくなり十分な特性が得られなかったと推察

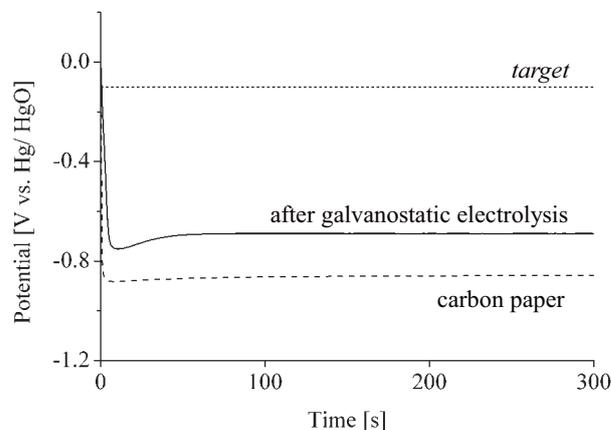


Fig. 5 Discharge performances at 1 mA/cm² of the carbon paper before and after the galvanostatic electrolysis of 300 mA in 0.5M HNO₃ at 50 °C for 8 h.

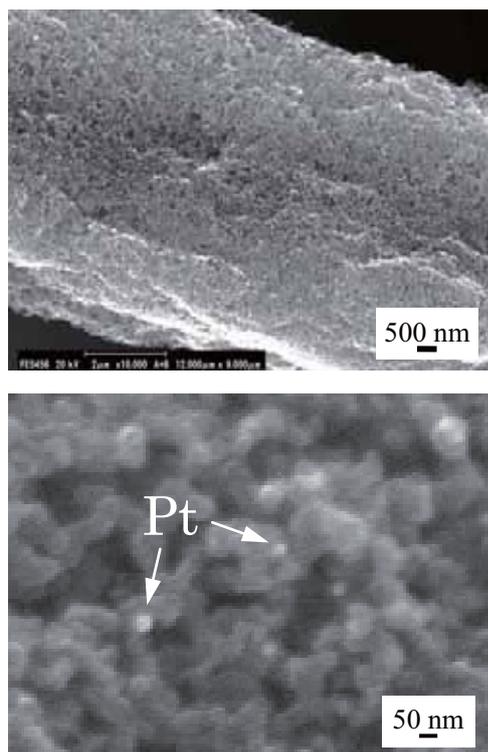


Fig. 6 SEM images of the carbon paper surface after the galvanostatic electrolysis of 300 mA in 0.5M HNO₃ added carbon powder of 0.33 g at 50 °C for 8 h. The enlarged view was shown below.

される。

3.2 白金 / 炭素粉末共担持カーボンペーパー正極の形状と放電特性

Fig. 6 に、炭素粉末を電解液 50 mL に 0.33 g 分散させ、300 mA (カソード: 100 mA/cm²) で電解処理を行ったカーボンペーパーの SEM 写真を示す。また、炭素粉末が析出した部分を SEM-EDX で分析すると、白金が検出された。このことは、炭素粉末と白金が同時に析出することを示している。

電解液中に分散させる炭素粉末の量を調整して形成した触媒層の半セルによる放電特性を Fig. 7 に示す。炭素粒子を同時に析出させることで、放電特性を大きく向上させることができた。炭素粉末を添加しない場合は、白金の析出がカーボンペーパーの最表面でのみ起こり、白金粒子が大きく成長する [Fig. 8(a)]。一方、炭素粉末を添加した場合は、炭素粉末が析出し、最表面は常に新しい炭素粉末となる。その結果、白金の析出が新たに析出した炭素粉末上でも起こり、白金粒子が高分散な構造になると考えられる [Fig. 8(b)]。

電解液 50 ml の場合、炭素粉末量が 0.33 g で最も高い放電特性を示した。液中の炭素粉末が増加すると、カーボンペーパー上に析出する炭素粉末も増加し、表面積が大きく、白金粒子は高分散となり、特性は向上

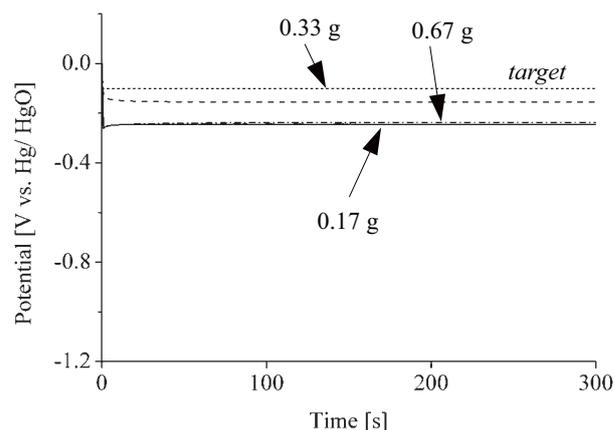


Fig. 7 Discharge performances at 1 mA/cm² of the carbon paper after the galvanostatic electrolysis of 300 mA in 0.5M HNO₃ added carbon powder of 0.17, 0.33, and 0.67 g at 50 °C for 8 h.

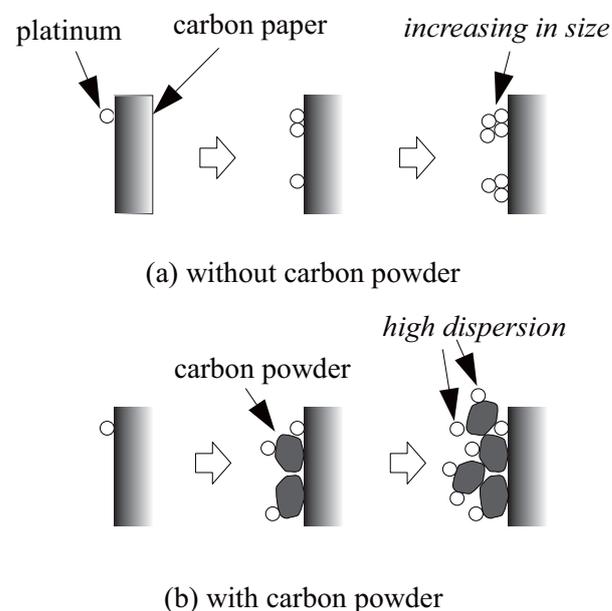


Fig. 8 Schematic diagrams of Pt deposition on the carbon paper during the galvanostatic electrolysis; (a) without carbon paper, (b) with carbon powder.

する。しかし、さらに炭素量が多くなると、析出した白金粒子が触媒層内部に隠れ、有効な白金量が減少し、十分な特性を発揮することができなくなると考えられる。

次に、触媒のサイクル特性を確認するために半セルを用いて、充放電を 1 mA/cm² で 10 サイクル繰り返し、その後の放電特性を調べた。Table 2 に、初期の放電特性と充放電を 10 サイクル繰り返した後の放電特性を示す。初期の特性が高いものは、10 サイクル後の特性も高く維持された。

放電特性およびサイクル特性は、白金触媒の分散度、つまり、炭素粉末と白金粒子の析出のバランスにより

Table 2 Discharge potentials before and after the 10 cycles charge-discharge

電流/ 炭素粉末	初期 (目標; -0.1 V)	10 サイクル後 (目標; -0.35 V)
300 mA/ 0 g	-0.690 V	-0.667 V
300 mA/ 0.17 g	-0.245 V	-0.701 V
300 mA/ 0.33 g	-0.155 V	-0.479 V
300 mA/ 0.67 g	-0.237 V	-0.645 V
600 mA/ 0.33 g	-0.121 V	-0.287 V

決まる．これまで得られた結果では，600 mA の条件で作製した試料が最も高い特性を示し (Fig. 9)，さらに，10 サイクル後の特性において，目標値をクリアできることが分かった (Table 2)．

3.3 全電池における充放電評価

Fig. 10 に，全電池を用いて充放電試験を行った結果を示す．充放電時いずれにおいても，平坦な電圧を示し，作製した正極が二次電池として機能している．全電池で評価する場合，正極のみでなく，セパレータや負極の特性も反映されるため，それぞれの部材の最適化が必要となる．引き続き，各部材の改良を進めて，製品としての評価を実施する．

4. まとめ

金属 - 空気二次電池用正極触媒の新たな作製法について検討した．産技研で開発した電解処理法を応用し，炭素粒子を添加した電解液を用いて，白金と炭素粒子を同時に析出させ，三次元的な構造を有する触媒層の形成させた．その結果，高活性かつサイクル特性に優れた正極触媒層の創製に成功した．

参考文献

- 1) V. Neburchilov, H. Wang, J. J. Martin and W. Qu: J. Power Sources, **195** (2010) 1271.
- 2) M. A. Rahman, X. Wang and C. Wen: J. Electrochem. Soc.,

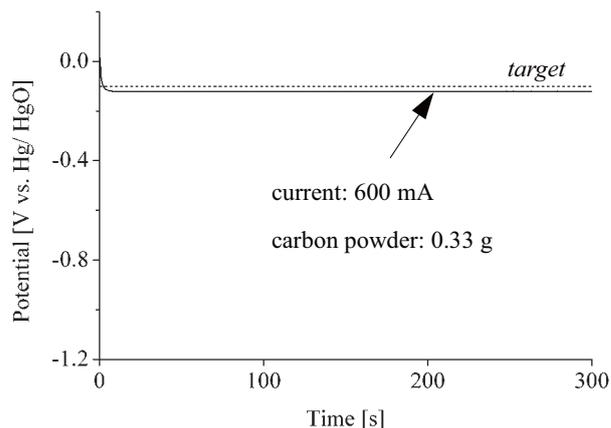


Fig. 9 Discharge performances at 1 mA/cm² of the carbon paper after the galvanostatic electrolysis of 600 mA in 0.5M HNO₃ added carbon powder of 0.33 g at 50 °C for 8 h.

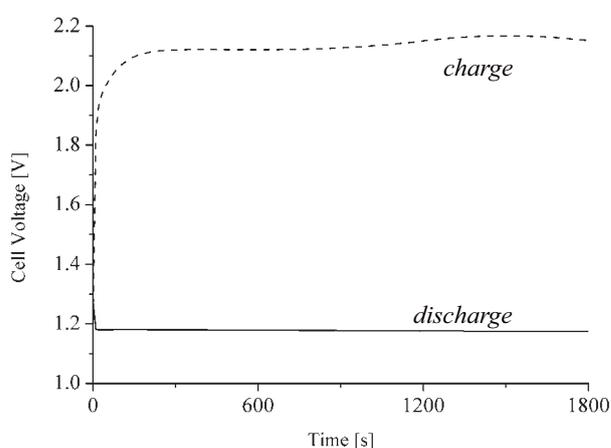


Fig. 10 Charge-discharge performance at 1 mA/cm² of the carbon paper after the galvanostatic electrolysis of 300 mA in 0.5M HNO₃ added carbon powder of 0.33 g at 50 °C for 8 h.

160 (2013) A1759.

- 3) T. Nishimura, T. Nakade, T. Morikawa and H. Inoue: Electrochim. Acta, **129** (2014) 152.
- 4) 西村 崇, 中出卓男, 森河務, 井上博史: 大阪府立産業技術総合研究所報告, No.28 (2014) 55.
- 5) K. Ui and N. Koura: J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy, **55** (2008) 35.
- 6) シャープ: 特開 2002-6394.

金属配線が導入された ITO 膜を利用した P3HT:PC61BM 型太陽電池の大面积化

Enlargement of P3HT:PC61BM Solar Cell with ITO Integrating Metal Grid

田中 剛* 米川 穰* 森 隆志*
Takeshi Tanaka Minoru Yonekawa Takashi Mori
 佐藤 和郎** 村上 修一** 櫻井 芳昭***
Kazuo Satoh Shuichi Murakami Yoshiaki Sakurai

(2016年6月30日 受理)

Organic solar cells are studied intensely because of their great potential for use as an electrical power source. However, their power conversion efficiency depends on the cell area. We attempted to alleviate this constraint by fabricating P3HT:PC61BM solar cells with active areas of 0.04, 1 and 9 cm² onto indium tin oxide (ITO). Compared to the performance of cells with 0.04 and 1 cm² areas, greater degradation of the 9 cm² cell was observed. This result demonstrates some difficulties of cell enlargement. To enhance the 9 cm² cell performance, cells were fabricated with an ITO integrated metal grid. Results show that the cell performance was improved by integrating the metal grid.

Key Words: organic solar cell, P3HT:PC61BM, enlargement of cell, ITO, metal grid

1. はじめに

エネルギーは生活にとって必要不可欠であるが、人類のエネルギー消費は、世界経済の発展に伴い、増加の一途をたどっている。現在の主なエネルギー源は、有限な資源である石油や天然ガス等の化石燃料であるが、化石燃料の使用によって、二酸化炭素等の温室効果ガスが排出されるため、地球温暖化が懸念されている。持続可能な社会を目指し、再生可能エネルギーへの注目が高まっており、その中で、太陽光という無尽蔵のエネルギーを利用できる太陽電池への関心が大きくなっている。

太陽電池は、光電変換部材に n および p 型半導体が使われており、光が照射されると正孔と電子が生成し、電流が発生する。太陽電池の種類は、半導体の部材に

より大別される。シリコン系、化合物系、および有機系が長年研究されており、現在では、シリコン系および化合物系が実用化されている。

一方、有機系太陽電池は、シリコン系や化合物系ほど実用的な普及には至っていないが、部材の使用量が少なく、塗布による製造プロセスが可能であるため、様々な課題を解決できれば、大幅な低コスト化が実現できる。また、電池の製造において高温プロセスがないため、基板にプラスチックの使用が可能であり、軽量かつフレキシブルな太陽電池を作製することができる。これは、設置場所に制限がなく、住宅やビル等の壁面や曲面に設置できることを意味している。さらに、用いる有機材料が電池の色に反映されるため、意匠性の観点からも注目を浴びている。有機系太陽電池のこれらの特徴を活かし、さらなる実用化へとつなげるため、盛んに研究開発が行われている。最近、製品化を視野に入れることができる変換効率率 10% を超える電池が報告されている¹⁻³⁾。しかしながら、電池の有効

* 繊維・高分子科

** 制御・電子材料科

*** 研究管理監

面積が 1 cm^2 にも満たない試験サイズの電池を作製することは可能であっても、試験サイズの性能を保ったまま、電池を大面積化することは難しい^{4,5)}。これは、有機系太陽電池の欠点であり、解決すべき課題の一つである。

そこで、著者らは、有機系太陽電池の中でも研究例の多い電池である p 型材料としてポリ(3-ヘキシルチオフェン)(P3HT) と n 型材料としてフェニル C61 醜酸メチルエステル(PC61BM) を光電変換層に、さらに酸化インジウムスズ(ITO) を陽極に用いた電池を用いて⁶⁻⁸⁾、大面積化技術の開発を目指した。ここでは、有効面積が 0.04 , 1 および 9 cm^2 の電池の作製を行ったので、その結果について報告する。

2. 実験方法

2.1 有効面積が 0.04 cm^2 の電池の作製 (Fig. 1)

25 mm 角の ITO ガラス基板 (ITO 膜厚: 150 nm , ITO 膜抵抗率: $10 \Omega/\text{sq}$, ガラス厚さ: 0.7 mm) に 10 mm 幅のマスキングテープを貼った。 0.1 g の $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を 100 mL の 35% 塩酸水溶液に溶かした溶液を 60°C にした後、基板を 30 秒間浸し、ITO のエッ

チング処理を行った。その後、イオン交換水で基板を洗浄し、続いてマスキングテープを外し、再度イオン交換水で洗浄した (a)。

得られたパターニング基板をエタノール、アセトン、およびイソプロパノールの順に浸し、それぞれ 5 分間超音波洗浄を行い、続いて UV オゾン処理を 5 分間行った。ポリ(3,4-エチレンジオキシチオフェン):ポリスチレンスルホン酸 (PEDOT:PSS) の分散液 (膜の導電率: 10 S/cm) を孔径 $0.8 \mu\text{m}$ のフィルターを通し、スピコート法 (3000 rpm , 30 sec) により ITO 膜上に塗布し、 130°C で 20 分間焼成した (100 nm , b)。次に、アルゴン雰囲気下のグローブボックス内で 25 mg の P3HT (Mw: 37000 , PDI: 1.45) と 20 mg の PC61BM を 2 mL のクロロベンゼンに溶解させた。この液を 50°C で 6 時間加熱し、室温まで冷却後、孔径 $0.45 \mu\text{m}$ のフィルターを通し、スピコート法 (800 rpm , 30 sec) により PEDOT:PSS 膜上に塗布し、 150°C で 10 分間焼成した (120 nm , c)。マスク (開口部分: $2 \text{ mm} \times 12.5 \text{ mm} \times 6$, ITO と Al が重なっている部分が電池の有効面積) を被せ、LiF (1.5 nm) と Al (150 nm) を $4 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ の真空下にて、順に蒸着し、電池を作製した (d)。続いて、ガラスと UV 硬化樹脂を用い得られた電池の封止を行った (e)。

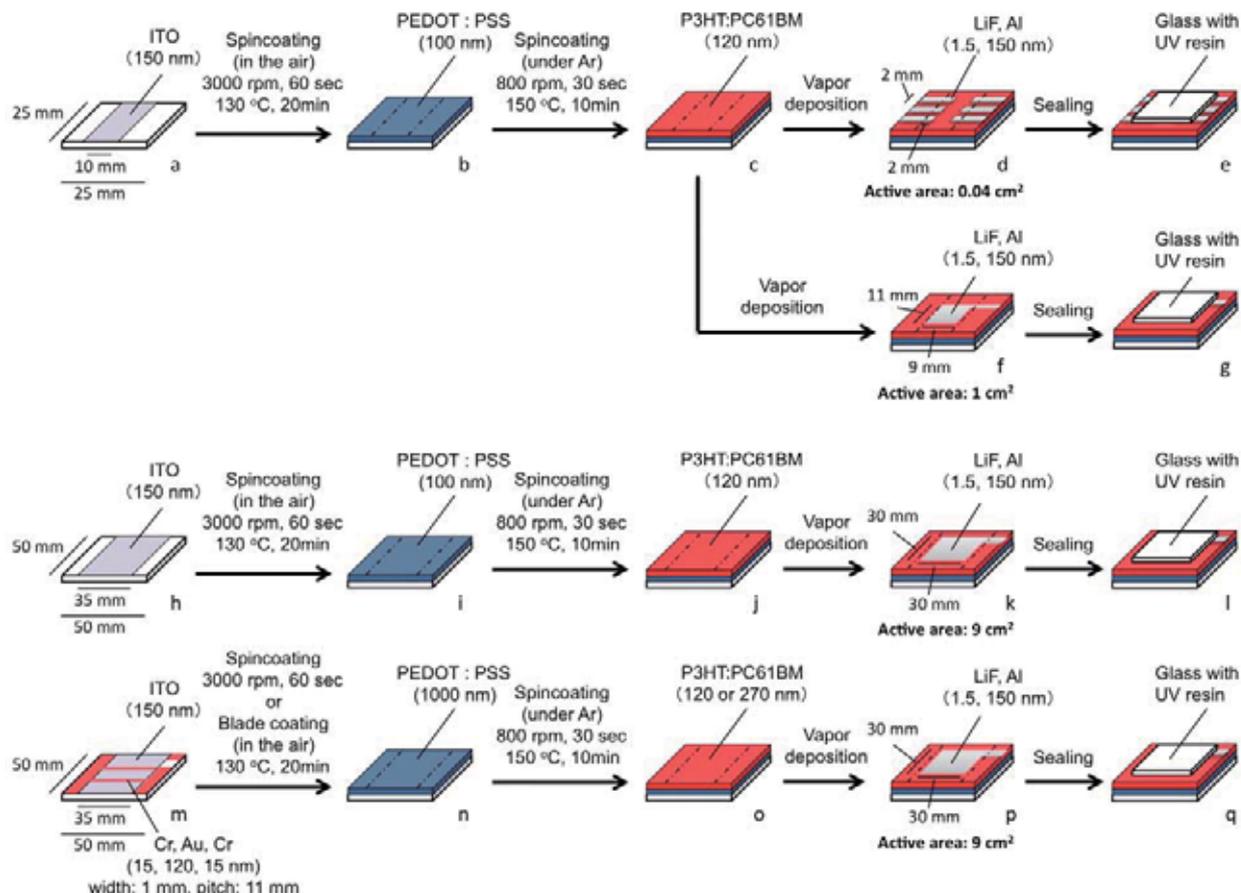


Fig. 1 Schematic illustration of method for fabricating P3HT:PC61BM solar cells.

2.2 有効面積が 1 cm² の電池の作製 (Fig. 1)

LiF と Al の蒸着の際に用いたマスク (開口部分: 9 mm×11 mm) の形状以外, 2.1 に示した方法に従い, 電池を作製した (f, g) .

2.3 有効面積が 9 cm² の電池の作製 (Fig. 1)

50 mm 角の ITO ガラス基板に 35 mm 幅のマスキングテープを貼り, エッチング処理を行ったこと, LiF と Al の蒸着の際に用いたマスク (開口部分: 30 mm×30 mm) の形状以外, 2.1 に示した方法に従い, 電池を作製した (h-l) .

2.4 金属配線を導入した ITO を利用した有効面積が 9 cm² の電池の作製 (Fig. 1)

50 mm 角の ITO ガラス基板に 35 mm 幅のマスキングテープを貼り, エッチング処理を行った. その後, イオン交換水で基板を洗浄し, 続いてマスキングテープを外し, 再度イオン交換水で洗浄した.

次に, パターニング基板をエタノール, アセトン, およびイソプロパノールに浸し, それぞれ 5 分間超音波洗浄を行い, 引き続き UV オゾン処理を 5 分間行った. 基板にマスクを被せ, イオンビーム蒸着装置により Cr(15 nm), Au(120 nm) および Cr(15 nm) の順にそれぞれ蒸着し, ITO 膜上に 1 mm 幅, ピッチ 11 mm の金属配線を導入した (m). 得られたパターニング基板をエタノール, アセトン, およびイソプロパノールの順に浸し, それぞれ 5 分間超音波洗浄を行い, その後 UV オゾン処理を 5 分間行った. 金属配線が導入された ITO 膜上に PEDOT:PSS 膜を形成するために, スピンコート法 (膜の導電率: 10 S/cm, 孔径 0.8 μm のフィルターを通し, 3000 rpm, 30 sec) または, ブレード法 (膜の導電率: 100 S/cm, 隙間: 100 μm) により塗布し, それぞれ 130 °C で 20 分間焼成した (スピンコート法: 100 nm, ブレード法: 1000 nm, n). P3HT:PC61BM 膜を形成するために, アルゴン雰囲気下のグローブボックス内で 25 mg の P3HT と 20 mg の PC61BM を 2 mL

のクロロベンゼンに溶解させた液, もしくは, 37 mg の P3HT と 30 mg の PC61BM を 2 mL のクロロベンゼンに溶解させた液を用いた. 2.1 に示した方法に従い, スピンコート法による塗布を行い, それぞれ 150 °C で 10 分間焼成した (25 mg の P3HT と 20 mg の PC61BM から調製した液: 120 nm, 37 mg の P3HT と 30 mg の PC61BM から調製した液: 270 nm, o). その後の工程は, LiF と Al の蒸着の際に用いたマスク (開口部分: 30 mm×30 mm) の形状以外, 2.1 に示した方法に従い, 電池を作製した (p and q) .

2.5 膜厚測定

段差・表面粗さ・微細形状測定装置を用い, PEDOT:PSS および P3HT:PCBM 膜の膜厚を測定した. LiF および Al の膜厚は, 蒸着装置に備え付けられている水晶振動式膜厚計により求めた.

2.6 電池の性能評価

ソーラーシミュレータにより, 100 mW/cm² の照度の AM1.5G (評価用の基準太陽光, IEC60904-3) の疑似太陽光を電池に照射しながら, 計測電源により電池に電圧を -0.2 V から 0.8 V まで 0.01 V 間隔で掃引し, それぞれの電圧の印加時に発生する電流を測定した. 大面積化に伴う電池の性能を比較するため, 種々の大きさの電池を作製し, 開放端電圧 (Voc), 短絡電流密度 (Jsc), 曲線因子 (FF), および変換効率 (PCE) を求めた.

3. 結果と考察

有効面積が 0.04 cm² の電池では, 開放端電圧が 0.52 V, 短絡電流密度が 10.0 mA/cm², 曲線因子が 0.58, 変換効率が 3.0% の性能であった (Table 1, entry 1). 次に, 有効面積が 1 cm² と大きくしたところ, 変換効率が 2.7% の性能をもつ電池が得られ, 0.04 cm² の電池とほぼ同程度の性能であった (Table 1, entry 2). 有効面積を 9 cm² とさらに大きくしたところ, 開放端電圧は 0.59 V と有効面積が 0.04 および 1 cm² の電池と同程度であったが, 短絡電流密度および曲線因子が低下し, それに伴い, 変換効率は大幅に低下した (Table 1, entry 3). これは, 光電変換層で生成した正孔を効率よく取り出せていないことを意味しており, 陽極の ITO の抵抗が大きいことに起因しているものと考えられる^{4,5)}.

Table 1 Performances of P3HT:PC61BM solar cells with a variety of active areas.

Entry	Area (cm ²)	Voc (V)	Jsc (mA/cm ²)	FF	PCE (%)
1	0.04	0.52	10.0	0.58	3.0
2	1	0.58	9.3	0.51	2.7
3	9	0.59	2.3	0.21	0.28

Table 2 Performance of 9 cm² P3HT:PC61BM solar cells with ITO integrating metal grid.

Entry	PEDOT:PSS (nm)	P3HT:PC61BM (nm)	Voc (V)	Jsc (mA/cm ²)	FF	PCE (%)
1	100	120	0.54	6.4	0.33	1.1
2	1000	120	0.51	7.4	0.35	1.3
3	1000	270	0.55	8.1	0.41	1.8

そこで、ITO 上に金属配線を導入し、陽極の抵抗を低減させ、有効面積が 9 cm^2 の電池性能の向上について検討した。その結果、金属配線が導入されていない電池 (Table 1, entry 3) と比べて、性能が向上した (Table 2, entry 1)。陽極抵抗の低下により、陽極部分での正孔のロスが抑えられたため、短絡電流密度と曲線因子の向上につながったものと考えられる。

また、電池の面積化において問題となるのは、電池の短絡である。陽極と陰極の間にある有機膜にピンホールが多数存在すると短絡する確率が増加する。ピンホールを減らすため、陽極と陰極の間の部材の有機膜を厚くすることを考えた。まず、陽極のバッファ層の PEDOT: PSS を厚くすることを検討した。厚くしても光電変換層で生成した正孔を陽極に到達できるように導電率の高い PEDOT: PSS を用いた。その結果、変換効率が 1.3% の電池を作製することができた (Table 2, entry 2)。また、光電変換層の P3HT: PC61BM 膜を厚くすることによって、変換効率を 1.8% まで向上させることに成功した (Table 2, entry 3)。

4. まとめ

本研究では、有効面積が $0.04, 1$ および 9 cm^2 の P3HT: PC61BM 型太陽電池 (構成: ITO/PEDOT: PSS/P3HT: PC61BM/LiF/Al) の作製を行い、それぞれの電池の性能を比較した。有効面積が 0.04 および 1 cm^2 の電池の性能に比べて、 9 cm^2 の電池の性能は、大幅に低下することがわかった。性能低下は、陽極の ITO の抵抗が大きいことに起因する。有効面積が 9 cm^2 の

電池の性能を向上させるためには、陽極の抵抗を下げるが必要であり、金属配線を ITO 膜上に導入した。さらに、ピンホールを減らすことを目的に陽極のバッファ層の PEDOT: PSS および光電変換層の P3HT: PC61BM 膜を厚くした。その結果、変換効率 1.8% の性能をもつ電池を作製することができ、金属配線がない電池 (変換効率: 0.28%) と比べ、大幅に性能を向上させることに成功した。

5. 謝辞

本研究で用いた P3HT および太陽電池封止剤 (UV 硬化樹脂) は、それぞれダイトーケミックス株式会社および株式会社 MORESCO から御提供頂いた。

参考文献

- 1) NREL: http://www.nrel.gov/ncpv/images/efficiency_chart.jpg
- 2) Y. Liu, J. Zhao, Z. Li, C. Mu, W. Ma, H. Hu, K. Jiang, H. Lin, H. Ade and H. Yan: *Nat. Commun.* **5** (2014) 6293.
- 3) V. Vohra, K. Kawashima, T. Kakara, T. Koganezawa, I. Osaka, K. Takimiya and H. Murata: *Nat. Photon.* **9** (2015) 403
- 4) D. Gupta, M. Bag and K. S. Narayan: *Appl. Phys. Lett.* **93** (2008) 163301.
- 5) S. Choi, W. J. Potscavage Jr. and B. Kippelen: *J. Appl. Phys.* **106** (2009) 054507.
- 6) X. Yang and A. Uddin: *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **30** (2014) 324.
- 7) M. Reyes-Reyes, K. Kim and D. L. Carroll: *Appl. Phys. Lett.* **87** (2005) 083506.
- 8) G. Li, V. Shrotriya, J. Huang, Y. Yao, T. Moriarty, K. Emery and Y. Yang: *Nat. Mater.* **4** (2005) 854.

レーザ積層造形法を用いて作製した AC4CH アルミニウム合金の組織と機械的性質

Microstructures and Mechanical Properties of AC4CH Aluminum Alloy Fabricated Using Selective Laser Melting

木村 貴広* 中本 貴之*

Takahiro Kimura Takayuki Nakamoto

(2016年7月12日 受理)

This study investigated optimum laser irradiation conditions to densify AC4CH alloy fabricated using selective laser melting (SLM), which produced specimens having relative density of 99.8%. The microstructures and mechanical properties of the dense SLM specimens fabricated under the optimum laser irradiation conditions were also investigated. The dense SLM specimens had ultimate tensile strength, yield strength, and breaking elongation of 400 MPa, 200 MPa and 12-17%, respectively. All of these values considerably exceeded those of permanent mold casting materials. The superior mechanical properties of the SLM specimens can be attributed to fine dendritic cellular microstructures and relative density of almost 100%. Investigation of the effects of annealing on the microstructures and mechanical properties revealed a clear difference in annealing behaviors between those of the SLM specimens and those of the casting materials. As the annealing temperature rose, the breaking elongation of the SLM specimen increased extremely, whereas the ultimate tensile strength and yield strength decreased.

Key Words: 3D printing, additive manufacturing, aluminum alloy, microstructure, mechanical property, heat treatment

1. はじめに

積層造形法は、三次元 CAD データから作成したスライスデータに基づいて一層ずつ積み上げて加工する付加製造法 (Additive Manufacturing: AM) であり、近年は 3D プリンティングとも呼ばれている。金属粉末レーザ積層造形法 (Selective Laser Melting: SLM) は金属系 AM の一種であり、金属粉末を原料として一層ずつレーザ照射により溶融・積層しながら三次元の金属構造体を造形する加工法である。SLM は複雑な形状の金属構造体を比較的短時間で造形できるため、各種機械部品や金型等の試作、また最近では多品種少量の生産分野でも注目されている^{1,2)}。

中でもアルミニウムを用いた SLM は、その低比重・高熱伝導性を活かし、航空宇宙や自動車、機械産業

分野等において、軽量化部材や熱交換器・ヒートシンクのような熱制御部品への応用が期待されている^{3,4)}。最近の研究では、Al-10%Si-0.4%Mg (ISO-AlSi10Mg, JIS-ADC3 相当) 合金⁵⁻⁷⁾、Al-12%Si (ISO-AlSi12, JIS-AC3A) 合金⁸⁾、Al-20%Si 合金⁹⁾ などの鑄造系アルミニウム合金粉末を用いて、Yb (イッテルビウム) ファイバーレーザを搭載した積層造形装置により造形することで、相対密度 99.5% 以上の高密度体が得られている。また、アルミニウム合金の SLM 造形体は、レーザ照射による急冷凝固により微細な金属組織を呈し、それに起因して良好な機械的性質を示すことがわかっている。これまでの著者らの研究⁵⁾ により、SLM 用材料として広く用いられている Al-10%Si-0.4%Mg 合金の SLM 造形体は、引張強さ 450 MPa 以上、破断伸び約 10% の良好な機械的性質を示すことが明らかになった。一方で、特に信頼性が要求される用途に対しては、さらに延性の優れた SLM 用アルミニウム材料の適用による

* 加工成形科

Table 1 Chemical composition of AC4CH aluminum alloy powder and its specification in JIS (mass%).

	Fe	Cu	Si	Zn	Mn	Mg	Ti	Al
Powder	0.16	0.01	7.12	0.03	<0.01	0.29	<0.01	Bal.
Specification	<0.20	<0.20	6.5-7.5	<0.10	<0.10	0.25-0.45	<0.20	Bal.

造形が求められている。JIS-AC4CH(Al-7%Si-0.3%Mg)合金は、延性と強度のバランスに優れた重力鑄造用合金として、圧力部品やエンジン部品等の高い信頼性が求められる分野で広く使用されている¹⁰⁾。そのため、AC4CH合金粉末を用いたSLM造形体は延性と強度を両立した機械的性質を示すことが期待されるが、これまでにその造形に関する報告例はほとんどない。

そこで本研究では、AC4CHアルミニウム合金粉末を用いて、AC4CH合金のSLM造形体を高密度化するためのレーザ照射条件を探索した。次に、最適条件にて造形した高密度体の金属組織および機械的性質を評価した。また、熱処理(焼鈍)が造形体の組織と機械的性質に及ぼす影響について調査した。

2. 実験方法

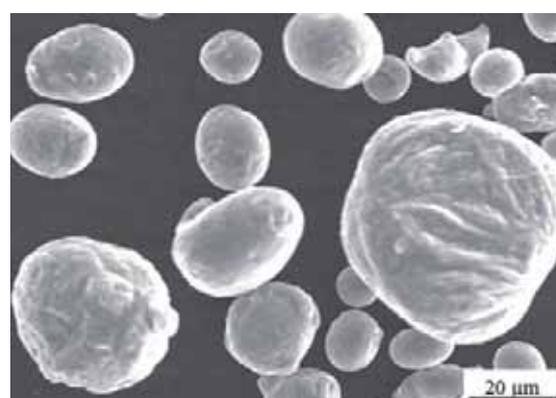
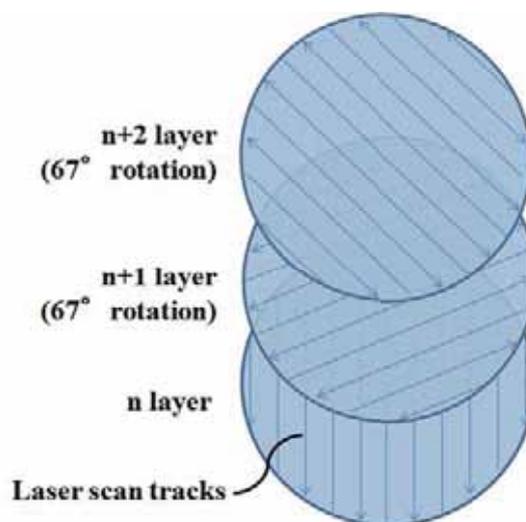
造形には、Ybファイバーレーザ(最大出力:400W、ビームスポット径:約0.1mm、レーザ波長:約1.07 μ m)を搭載した積層造形装置(ドイツEOS製EOSINT M280)を使用した。供試粉末は、大気中、窒素ガスアトマイズ法により作製したAC4CHアルミニウムの合金粉末(東洋アルミニウム製)であり、平均粒径は27.1 μ mである。供試粉末のSEM像をFig. 1に、その合金組成をTable 1に示す。

密度測定用の造形体は、直径8mm×高さ15mmの円柱形状とし、アルゴン雰囲気(残留酸素濃度:約0.1%)中にて作製した。レーザの照射条件は、積層厚を0.03mm一定とし、出力、走査速度および走査ピッチ(レーザの走査間隔)をTable 2に示す範囲内で変化させた。レーザの走査パターンは、Fig. 2に示すように1層毎に走査方向を67°回転させた。造形体の密度は、重量と見かけ体積から求めるアルキメデス法により測定し、AC4CH合金の真密度(2.68 g/cm³)¹¹⁾に対する相対密度を算出した。レーザ照射条件の最適値は、最高密度が得られる条件とした。試料中の残留ガスは、真空中、常温で試料をドリル加工することによって内部のガスを採取し、四重極質量分析計(キャノンアネルバ製M-101QA-TDM)にて測定した。

造形体の金属組織は、水平および鉛直断面(Fig. 3)を鏡面に研磨し、ケラー氏液(HF: 0.5, HCl: 1.5, HNO₃: 2.5, H₂O: 95.5, vol%)を用いて組織を現出さ

Table 2 Laser irradiation conditions.

Layer thickness (mm)	0.03
Laser power (W)	200-370
Scan speed (mm/s)	400-3000
Scan spacing (mm)	0.08-0.18

**Fig. 1** SEM image of AC4CH aluminum alloy powder.**Fig. 2** Schematic illustration of laser scanning pattern.**Fig. 3** Horizontal and vertical cross sections for microstructural observation.

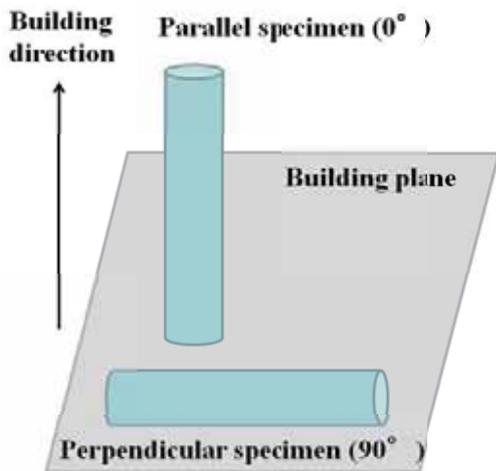


Fig. 4 Arrangement of tensile SLM specimens on a base plate angled at 0° (parallel) and 90° (perpendicular) to a building direction.

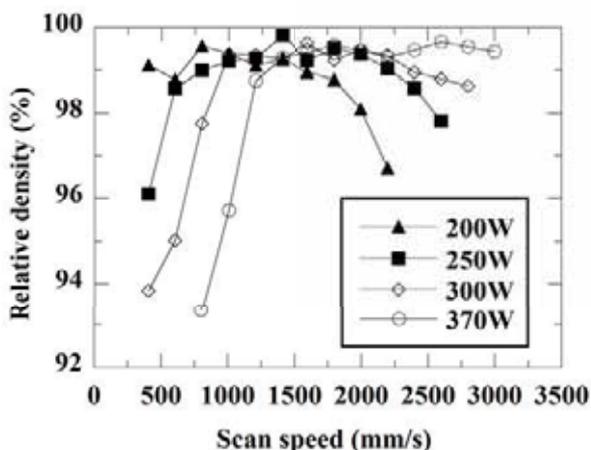


Fig. 5 Relative density of SLM specimens plotted as a function of scan speed and laser power.

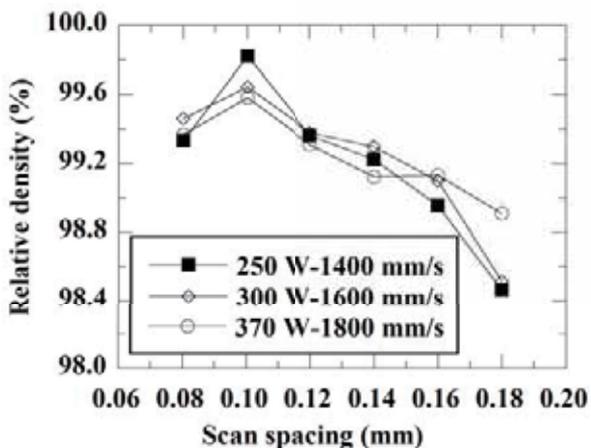


Fig. 6 Relative density of SLM specimens plotted as a function of scan spacing.

せ，光学顕微鏡 (OM)，電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM: 日本電子製 JSM-6301F) により観察した。

造形体の機械的性質は，万能試験機 (INSTRON 製 M4206) を用いて引張試験により評価した。引張試験片は，最適なレーザ照射条件にて直径 6 mm×長さ 38 mm の円柱を円柱軸方向が積層方向と平行 (0°) および垂直 (90°) になるように造形し (Fig. 4)，平行部直径 3.5 mm，平行部長さ 18 mm のダンベル状に旋削して作製した。引張試験時のクロスヘッド速度は，1 mm/min とした。0.2% 耐力は，試験片の側面にひずみゲージを貼付して取得した公称応力 - 公称ひずみ曲線より求めた。

造形体の熱処理 (焼鈍) は，大気中，150, 200, 250, 300 および 350 °C の各温度で 5 時間焼鈍し，その後空冷した。

3. 結果および考察

3.1 レーザ照射条件の探索

Fig. 5 に，走査ピッチを 0.10 mm 一定とし，レーザの出力および走査速度を変化させて作製した造形体の相対密度を示す。いずれの出力においても，走査速度が低速および高速側で密度は低下する傾向にあり，その傾向は低速側で顕著である。また，各出力において密度が最大となる走査速度があり，その値は出力が大きいほど高速側にシフトしている。このことから，レーザの出力を増加させることによって高速造形が可能になることがわかる。

次に，走査ピッチの影響について調査するため，Fig. 5 の結果を基に高密度体を比較的高速で造形できるレーザの出力と走査速度の条件を，それぞれ 250 W-1400 mm/s, 300 W-1600 mm/s, 370 W-1800 mm/s とし，走査ピッチを変化させて同様の実験を行った。Fig. 6 に，その結果を示す。いずれのレーザ出力，走査速度の条件においても，走査ピッチが 0.1 mm で造形体の相対密度は最大となる。

ここで，レーザ照射により粉末層に投入されたエネルギー密度と造形体の相対密度との関係について考察する。エネルギー密度 E_d (J/mm^3) は， P を出力 (W)， v を走査速度 (mm/s)， s を走査ピッチ (mm) および t を積層厚さ (mm) として，以下のように表される^{12, 13)}。

$$E_d = P / (v \cdot s \cdot t) \tag{1}$$

Fig. 5 および 6 に示した各レーザ照射条件で得られた造形体の相対密度を，横軸をエネルギー密度として整理した。Fig. 7 にその結果を示す。エネルギー密度

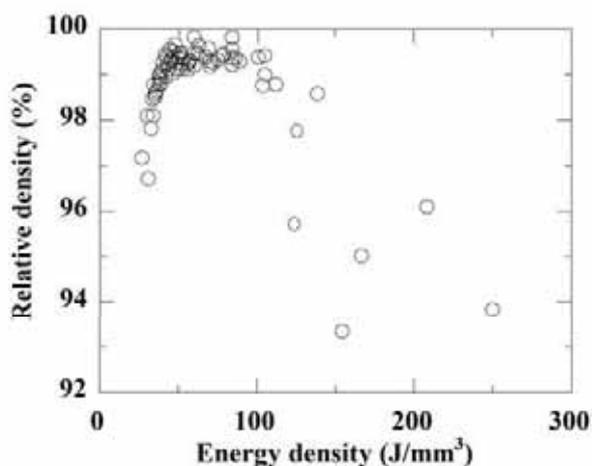


Fig. 7 Relative density of SLM specimens plotted as a function of energy density.

が低い側でも高い側でも相対密度は低下する傾向にあり、特にエネルギー密度が 100 J/mm^3 以上になると著しく低下する。また、相対密度 99.5% 以上の高密度体が得られる条件は、 $E_d = 50\sim 100 \text{ (J/mm}^3)$ の範囲である。これらのことから、エネルギー密度を適切に制御することで高密度体が得られることがわかった。

Fig. 8 に、(a) 低エネルギー密度 (30.3 J/mm^3) および (b) 高エネルギー密度 (250 J/mm^3) 条件にて造形した試験片の水平断面の OM 像を示す。(a) 低エネルギー密度条件で造形した試験片には、不規則形状の空隙が残存し、空隙内部には残留した粉末粒子が認められる。このことから、低エネルギー密度条件の試験片では、投入エネルギー密度が不足したことで粉末層全体を溶解できず、溶け残りによる空隙が発生したため、相対密度が低下したと考えられる。一方、(b) 高エネルギー密度条件で造形した試験片では、球状のガスポアが認められる。Table 3 に、ガスポア内の残留ガスの成分分析結果を示す。ガスポア内の主なガス成分は、アルゴン (67 vol%) および水素 (30 vol%) である。このことから、高エネルギー密度条件の試験片では、投入エネルギー密度が過剰になることで溶湯の流動が盛んになり、雰囲気中のアルゴンおよび粉末中に溶存していた水素を巻き込んだことにより、上記ガスポアが発生したと推測される。

以上より、AC4CH 積層造形体の高密度体を得るための最適条件 (出力 250 W、走査速度 1400 mm/s、走査ピッチ 0.10 mm および積層厚さ 0.03 mm) を見出した。本条件にて作製した造形体の相対密度は 99.8% である。Fig. 9 に、最適条件にて作製した造形体の水平断面の OM 像を示す。図より、欠陥がほとんどない高密度体が得られていることがわかる。

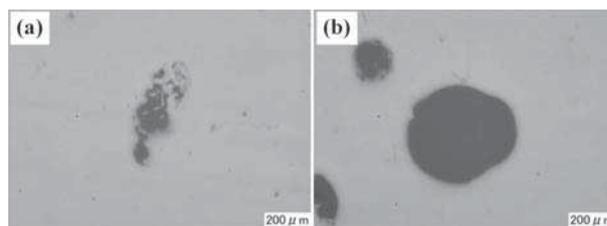


Fig. 8 Optical micrographs of horizontal cross sections of SLM specimens fabricated under the (a) low- and (b) high-energy density conditions.

Table 3 Semi-quantitative gas composition of a high-energy density SLM specimen analyzed by quadrupole mass spectrometer (QMS).

Gas species	Gas content (vol%)
Ar	67
H ₂	30
Others	3



Fig. 9 Optical micrograph of a horizontal cross section of an SLM specimen fabricated under the optimum laser irradiation conditions.

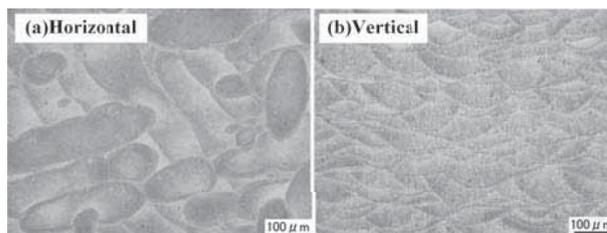


Fig. 10 Optical micrographs of (a) horizontal and (b) vertical cross sections of an SLM specimen fabricated under the optimum laser irradiation conditions.

3.2 造形まま材の組織と機械的性質

Fig. 10 に、最適条件にて作製した造形まま材の (a) 水平および (b) 鉛直断面の OM 像を示す。(a) 水平断面では楕円状の、(b) 鉛直断面では半円状の特徴的な組織形態が認められ、これらはそのサイズ・形態から、レーザの走査痕（溶融境界）と考えられる。このレーザ走査痕の中央部付近を FE-SEM にて拡大観察した結果を Fig. 11 に示す。(a) 水平断面では 0.5 μm 程度の極めて微細なセル状組織を、(b) 鉛直断面ではセル状組織が積層方向すなわち熱流方向に沿って伸長した特異な組織を呈している。セル内は初晶 $\alpha(\text{Al})$ 相、セル境界部は Si 系の晶出相である。これらはレーザ照射によって瞬時に溶解、急冷凝固したことで形成した組織であり、本プロセス特有の組織形態である^{5, 6, 14}。

Fig. 12 に、造形まま材 (SLM) の引張試験の結果を示す。比較として、同図中に同組成 (AC4CH 合金) の金型鑄造材 (PMC) の値を併せて示す¹⁵。造形まま材の機械的性質は、金型鑄造材と比較して引張強さ（約 400 MPa）、0.2% 耐力（約 200 MPa）および破断伸び（12~17%）ともに大幅に高い値を示す。これは、最適条件にて作製した造形体が相対密度ほぼ 100% の高密度体であることに加え、上述のように微細なセル状組織を呈していることに起因すると考えられる。造形方向による機械的性質の異方性に着目すると、引張強さおよび耐力に有意な差は認められないが、伸びは 0° 材 (12.5%) よりも 90° 材 (17.5%) のほうが約 5% 大きくなっている。これは、溶融境界が積層方向に垂直な面で層状に形成されている [Fig. 10(b)] ことに起因する。すなわち、0° 材では引張方向に垂直な面に破断の起点となる溶融境界が形成されるため、90° 材よりも伸びが低下したと考えられる。

3.3 熱処理による機械的性質の変化

Fig. 13, 14 に、それぞれ水平および鉛直断面における熱処理後の金属組織 (SEM 像) を示す。焼鈍温度 250 °C 以下 [(a)~(d)] までは、熱処理材は造形まま材と同様にセル状組織を呈しているが、焼鈍温度の上昇に伴ってセルサイズが若干粗大化していることがわかる。300 °C (e) で、セル境界部の Si が凝集し、0.5 μm 以下の粒状析出組織に大きく変化し、350 °C (f) では粒状相が 1 μm 前後まで粗大化（オストワルド成長）している。

Fig. 15 および 16 に、焼鈍による造形体の機械的性質の変化を示す。焼鈍温度の上昇に伴って、造形体の引張強さおよび耐力は低下するものの (Fig. 15)、伸びは大幅に向上している (Fig. 16)。アルミニウム造形体の焼鈍による機械的性質の変化は、鑄造材における変

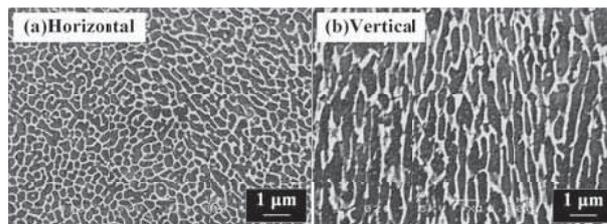


Fig. 11 SEM images of (a) horizontal and (b) vertical cross sections of an SLM specimen fabricated under the optimum laser irradiation conditions.

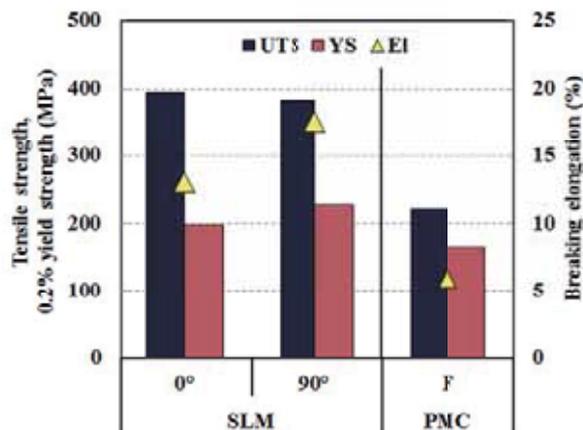


Fig. 12 Mechanical properties of as-fabricated SLM specimens fabricated under the optimum laser irradiation conditions (UTS; ultimate tensile strength, YS; yield strength at 0.2% nominal strain, El; breaking elongation).

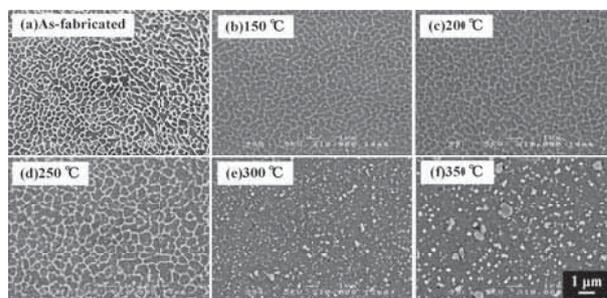


Fig. 13 SEM images of horizontal cross sections of (a) as-fabricated SLM specimen and heat-treated SLM specimens annealed for 5 h at (b) 150 °C, (c) 200 °C, (d) 250 °C, (e) 300 °C and (f) 350 °C.

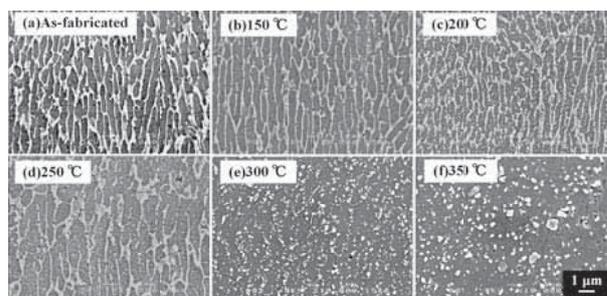


Fig. 14 SEM images of vertical cross sections of (a) as-fabricated SLM specimen and heat-treated SLM specimens annealed for 5 h at (b) 150 °C, (c) 200 °C, (d) 250 °C, (e) 300 °C and (f) 350 °C.

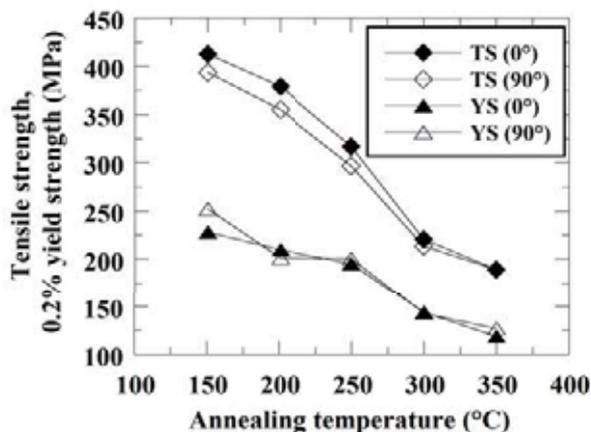


Fig. 15 Change of ultimate tensile strength (TS) and yield strength at 0.2% nominal strain (YS) of heat-treated SLM specimens annealed at various temperatures.

化（焼鈍温度の上昇に伴って、強度は向上し、伸びは低下する）とは逆の傾向を示すことがわかった。焼鈍温度 250 °C 以下では、上述の温度上昇に伴うセル状組織の粗大化により、転位が移動し易くなったことで強度は低下し、伸びは向上したと考えられる。焼鈍温度 300 °C 以上では、セル状組織が消失し粒状組織が形成され、アルミニウムマトリックスが連続的に繋がったことで伸びは大幅に向上した。一方、転位の移動がさらに容易になったことで強度は低下したと推測される。350 °C の焼鈍により、引張強さ、耐力はそれぞれ約 200 MPa, 125 MPa 程度まで低下するものの、伸びは展伸材並の 30% 程度まで向上した。

4. まとめ

JIS-AC4CH アルミニウム合金 (Al-7%Si-0.3%Mg) 粉末を用いて、造形体を高密度化するためのレーザ照射条件を探索した。最適条件にて作製した造形体は相対密度 99.8% の高密度体であった。得られた造形体は 0.5 μm 程度の極めて微細なセル状組織を呈し、造形体の機械的性質は同組成の金型鑄造材に比べて、引張強さ（約 400 MPa）、0.2% 耐力（約 200 MPa）および破断伸び（12~17%）ともに大幅に高い値を示した。

熱処理（焼鈍）による機械的性質の変化は鑄造等溶製材と異なることがわかった。焼鈍温度の上昇に伴って強度は低下するものの、破断伸びは大幅に向上し、350 °C の焼鈍によって伸びは展伸材並の 30% 程度まで向上した。

本研究により、AC4CH 合金を用いて最適条件にて作製したアルミニウム SLM 造形体は、強度・延性のバランスに優れた機械的性質を有することが明らかに

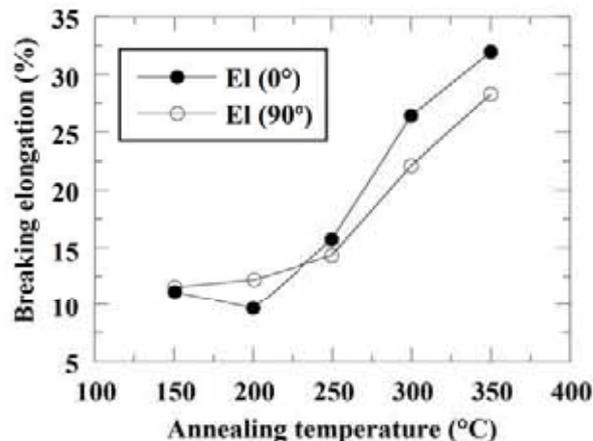


Fig. 16 Change of breaking elongation (EI) of heat-treated SLM specimens annealed at various temperatures.

なった。この結果、AC4CH 合金を用いたアルミニウム SLM 造形体は、高い信頼性（特に延性）が要求される用途への応用が期待される。一方、SLM 用アルミニウム材料のラインナップ（材料物性の選択肢）は未だ限定されている。このため、今後 SLM 法の造形特性を考慮した SLM 用アルミニウム材料の開発を推進する必要がある。

参考文献

- 1) I. Gibson, D. W. Rosen and B. Stucker: Additive manufacturing technologies, New York, Springer, (2010).
- 2) 酒井仁史: 素形材, **54**, 2(2013), 47.
- 3) W. Matthew, S. Tsopanos, J. Chris and O. Leuan: Rapid Prototyp. J., **13** (2007) 291.
- 4) T. Vilaro, S. Abed and W. Knapp: Proc 12th European Forum Rapid Prototyp., Paris, AFPR (2008).
- 5) 木村貴広, 中本貴之: 粉体および粉末冶金, **61** (2014), 531.
- 6) N. T. Aboulkhair, N. M. Everitt, I. Ashcroft and C. Tuck: Additive Manufacturing, **1-4** (2014) 77.
- 7) N. Read, W. Wang, K. Essa and M. M. Attallah: Mater. and Des., **65** (2015) 417.
- 8) K. G. Prashanth, S. Scudino, H. J. Klauss, K. B. Surreddi, L. Lober, Z. Wang, A. K. Chaubey, U. Kuhn and J. Eckert: Mater. Sci. Eng. A, **590** (2014) 153.
- 9) P. Ma, K. G. Prashanth, S. Scudino, Y. Jia, H. Wang, C. Zou, Z. Wei and J. Eckert: Metals, **4** (2014) 28.
- 10) 北岡山治, 藤倉潮三, 神尾彰彦: 軽金属, **38** (1988) 426.
- 11) 軽金属学会編: アルミニウムの組織と性質, (1991) 518.
- 12) T. Nakamoto, N. Shirakawa, Y. Miyata, T. Sone and H. Inui: Int. J. Autom. Tech., **2** (2008) 168.
- 13) A. Shimchi: Mater. Sci. Eng. A, **428** (2006) 148.
- 14) K. N. Amato, S. M. Gaytan, L. E. Murr, E. Martinez, P. W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins and F. Medina: Acta Mater., **60** (2012) 2229.
- 15) A. L. Kearney: ASM Handbook, **2** (1990) 152.

全固体リチウム電池に用いる 硫化物系固体電解質粉末の粒子制御

Particle Control of Sulfide Solid Electrolyte Powder for Use in All-Solid-State Battery

園村 浩介* 長谷川 泰則* 中橋 明子**
Hirosuke Sonomura Yasunori hasegawa Akiko Nakahashi

(2016年7月25日 受理)

Wet milling was performed by changing only the ZrO₂ ball size condition for 75Li₂S·25P₂S₅ (mol%) glass for use in an all-solid-state battery. The effect of the ZrO₂ ball size on a powder particle size was investigated. Results show that the powders obtained after wet milling with ZrO₂ balls (0.3, 1 and 2 mm diameter) were a powder with spherical particles of about 10 μm, a powder with spherical particles of about 1–5 μm, and a powder with spherical particles of about 1–10 μm, in addition to an angular powder with particles from about dozens of micrometers to about 100 μm. The finest and most homogeneous powder was obtained from the use of 1 mm diameter ZrO₂ balls. Next, the ion conductibilities of pellets made from powders were investigated. Consequently, the ion conductibilities obtained when using 0.3, 1, and 2 mm diameter ZrO₂ balls were, respectively, 4.9×10^{-4} , 5.3×10^{-4} , 2.0×10^{-4} , and 5.0×10^{-4} S·cm⁻¹. The value when using 1 mm diameter ZrO₂ balls was low. We therefore concluded that a powder after wet milling with a 2 mm diameter ZrO₂ balls, not 1 mm diameter, should be used for batteries.

Key Words: all-solid-state battery , sulfide solid electrolyte , wet milling , particle control

1. はじめに

現在、実用化されている電気自動車には、長距離を走行するためにリチウムイオン二次電池(以下、LiBと略す)が搭載されている。また、ハイブリット自動車には、回生ブレーキの作動時や発進時において大電流で充放電が行われるため、出力特性に優れたニッケル水素電池が搭載されている。今後は、更なる燃費の向上やCO₂の削減が求められており、次世代自動車には出力特性を改善したLiBが搭載されようとしている¹⁾。その一方で、LiBは可燃性の電解液を使用するため、過電圧や液の漏れによって発火の恐れがあり、安全性が懸念されている。この問題を解決するために、電解液を固体電解質に置き換えた電池、すなわち全固

体リチウム電池の開発が期待されている。

全固体リチウム電池は固体電解質を使用するため、過電圧や液の漏れによる発火の恐れがなく本質的に安全な電池である。電池の作動温度範囲も広いため、高温になる自動車のエンジンルームに搭載した場合でも危険性が低く、信頼性が高い。さらに電池を高電圧化するために、LiBではパックされた一つ一つの電池を直列に繋ぐ必要があるが、全固体リチウム電池は積層することによって容易に高電圧化を実現できる。したがって、電池パックを簡略化することが出来るため、エネルギー密度の向上が望める²⁾。

電池に用いる固体電解質の種類は、高分子、酸化物および硫化物系があり、最近では特に硫化物系固体電解質が注目されている。硫化物系は、室温において高いイオン伝導率を有し、酸化物系に比べて成形性に優れる等の特徴がある。典型的な硫化物系の例として、

* 化学環境科

** 繊維・高分子科

$\text{Li}_2\text{S}\cdot\text{P}_2\text{S}_5$ ガラスが挙げられる．このガラスは，室温で $10^{-4} \text{ S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 程度の高いイオン伝導率を示す．また，5 V 以上の広い電位窓を有しており，リチウムイオンの輸率は 1 であるため，電気化学的特性が良い．また，酸化物系の場合は緻密化するために焼結する必要があるが，硫化物系は成形性に優れるため，未処理で緻密化が可能である²⁾．

以上のような特徴を有する硫化物系固体電解質を用いた電池を実用化するためには，幾つかの課題が残されている．中でも重要なものの一つが電池の内部抵抗の低減である．充放電時の内部抵抗は，Li イオン伝導による抵抗と電極内部および電極と集電体の界面での電子伝導による抵抗に大きく分けられる．さらに Li イオン伝導による抵抗には，Li イオンの固体電解質内部の伝導による抵抗，固体電解質から電極内への移動による抵抗および電極内の拡散による抵抗が含まれていると言われている³⁾．特に，Li イオンの固体電解質内部の伝導による抵抗について注目した場合，現状，固体電解質層の厚さは 300 μm 程度であり，LiB で用いるセパレータの厚さ 25 μm 程度と比較した場合，10 倍以上である⁴⁾．固体電解質層を薄くすることにより，抵抗の低減が可能となり，その結果電池全体を薄くすることが出来る．電池の内部抵抗を低減することが出来れば，高出力特性を有する電池の開発が可能となる．また固体電解質層の重量あるいは体積が小さくなるため，重量あるいは体積当たりにおける電池のエネルギー密度の増加が期待される．

既報では， $\text{Li}_2\text{S}\cdot\text{P}_2\text{S}_5$ ガラスを作製する際には，2 種類以上の原料を容器に入れて機械的攪拌によって化合物を合成する手法（メカニカルミリング法）が用いられている⁵⁾．この手法にて $75\text{Li}_2\text{S}\cdot 25\text{P}_2\text{S}_5$ (mol%) ガ

ラスを作製した場合，Fig. 1 のように得られた粉末は数十から 100 μm 程度の角状粉であり，電解質の薄層化は達成されず，さらなる微細化が必要である⁴⁾．これまでに，湿式ミリング法にて $30\text{Li}\cdot 70[75\text{Li}_2\text{S}\cdot 25\text{P}_2\text{S}_5$ (mol%)] (mol%) ガラスを微細化したという報告がある⁶⁾．ガラス，直径 1 mm の ZrO_2 ボール，脱水ヘプタンおよびブチルエーテルを ZrO_2 ポットに入れ，湿式ミリングを行うことによって，平均粒子径 2.3 μm の粉末を得ることが出来る．また，報告では， ZrO_2 ボールのサイズを変更し，直径 0.3 mm のボールを用いて湿式ミリングを行い，得られた粉末について直径 1 mm の場合のものと比較している．しかしながら， ZrO_2 ボールサイズその他，主溶媒および分散剤の量と混合時間も変更しているため， ZrO_2 ボールの大きさの違いによって粉末の粒子径に違いが生じたのか明確ではない．そこで，本研究では， ZrO_2 ボールサイズのみ変更し $75\text{Li}_2\text{S}\cdot 25\text{P}_2\text{S}_5$ (mol%) ガラスについて湿式ミリングを行い， ZrO_2 ボールサイズが粒子径に及ぼす影響について調査した．

2. 実験方法

最初に，メカニカルミリング法にて $75\text{Li}_2\text{S}\cdot 25\text{P}_2\text{S}_5$ (mol%) ガラス粉末を作製する⁵⁾． Li_2S 粉末（三津和化学製，純度 99.9%）と P_2S_5 粉末（シグマアルドリッチ製，純度 99%）を出発原料として，グローブボックス（アルゴン雰囲気）中にて目的組成になるように秤量し，それらを乳鉢と乳棒を用いて混合した．その後，1.5 g の混合物と 90 g の直径 4 mm の ZrO_2 ボールを 45 ml の ZrO_2 ポットに入れた．ポットが大気に触れないようにするため，ポットをステンレス製のオーバーポットに入れて密封した．オーバーポットをグローブボックスの外に取り出し，遊星型ボールミル装置に装着した．混合は回転速度 510 rpm で 24 時間行い， $75\text{Li}_2\text{S}\cdot 25\text{P}_2\text{S}_5$ (mol%) ガラス粉末を作製した．

次に，湿式ミリング法にて得られた粉末を解砕する⁶⁾．グローブボックス中にて 1 g の作製したガラス，40 g の ZrO_2 ボール，8.9 g の脱水ヘプタンおよび 0.1 g の脱水ブチルエーテルを 45 ml の ZrO_2 ポットに入れた． ZrO_2 ボールは直径 0.3, 1, 2 mm の 3 種類を用いた．遊星型ボールミル装置にて回転速度 210 rpm で 20 h，粉末の解砕を行った．ミリング後，グローブボックス中にて 5 日間，粉末を十分に乾燥させた．溶媒の残存および溶媒による固体電解質変質の有無をラマン分光測定にて確認した．測定は励起波長 532 nm，気密セルを用いて大気非暴露下にて行った．解砕後の粉末



Fig. 1 The SEM image of a $75\text{Li}_2\text{S}\cdot 25\text{P}_2\text{S}_5$ (mol%) glass powder before wet milling.

の粒子径とイオン伝導率をそれぞれ走査型電子顕微鏡（以下，SEM と略す）とインピーダンス測定装置を用いて調査した．インピーダンス測定は，グローブボックス中にてガラス粉末を 80 mg 秤量した後，金型を用いて 360 MPa にて加圧し，作製した直径 10 mm のペレットを電気化学測定治具に入れて行った．集電体にはステンレス鋼を使用した．測定条件は 25 °C，印加電圧 10 mV，周波数域 0.1 Hz~1 MHz であった．

3. 結果と考察

Fig. 2 に湿式ミリング前における粉末のラマン分光測定結果 [200~4000 cm^{-1} (a)] と ZrO_2 ボール [直径 0.3, 1, 2 mm それぞれ (b), (c), (d)] を用いた湿式ミリング後における粉末の結果を示す．各図より，2500~3600 cm^{-1} 付近において粉末が大気中の水分と反応した場合に生じる S-H, O-H, Li-O-H に由来するピークが見られないことから，大気非暴露中状態で粉末が作製できていることがわかった^{5,7)}．また，Fig. 2(b)~(d) よ

り，2900 cm^{-1} 付近において，C-C に由来するピークが見られなかったことから，粉末中にヘプタンが，粉末中に残存していないことを確認した⁸⁾．Fig. 3 は Fig. 2(a)~(d) に示した各図の 200~700 cm^{-1} 領域を拡大表示したものである．いずれの図にも，270, 385, 420, 490, 560 cm^{-1} 付近にピークが見られた．既報により，270, 420, 560 cm^{-1} 付近のピークは PS_4^{3-} ユニットの由来するものであり，385 cm^{-1} 付近および 490 cm^{-1} 付近のピークは，それぞれ $\text{P}_2\text{S}_6^{4-}$ ユニットの S ユニットの由来するものである^{5,7)}．これら全てのピークが全ての粉末で見られたことから，湿式ミリング前後において局所構造が変化しないことが確認出来た．

Fig. 4 に ZrO_2 ボール (直径 0.3, 1, 2 mm) を用いた湿式ミリング後における粉末の SEM 写真を示す．Fig. 4(a) より，直径 0.3 mm のボールを用いて湿式ミリングした場合は，粒子径が 10 μm 程度の球形状粉が得られた．粒子径が湿式ミリング前における粉末の一次粒子のものよりも大きくなっているため，一度解砕された粉末が凝集し，粗大化したと考えられる．

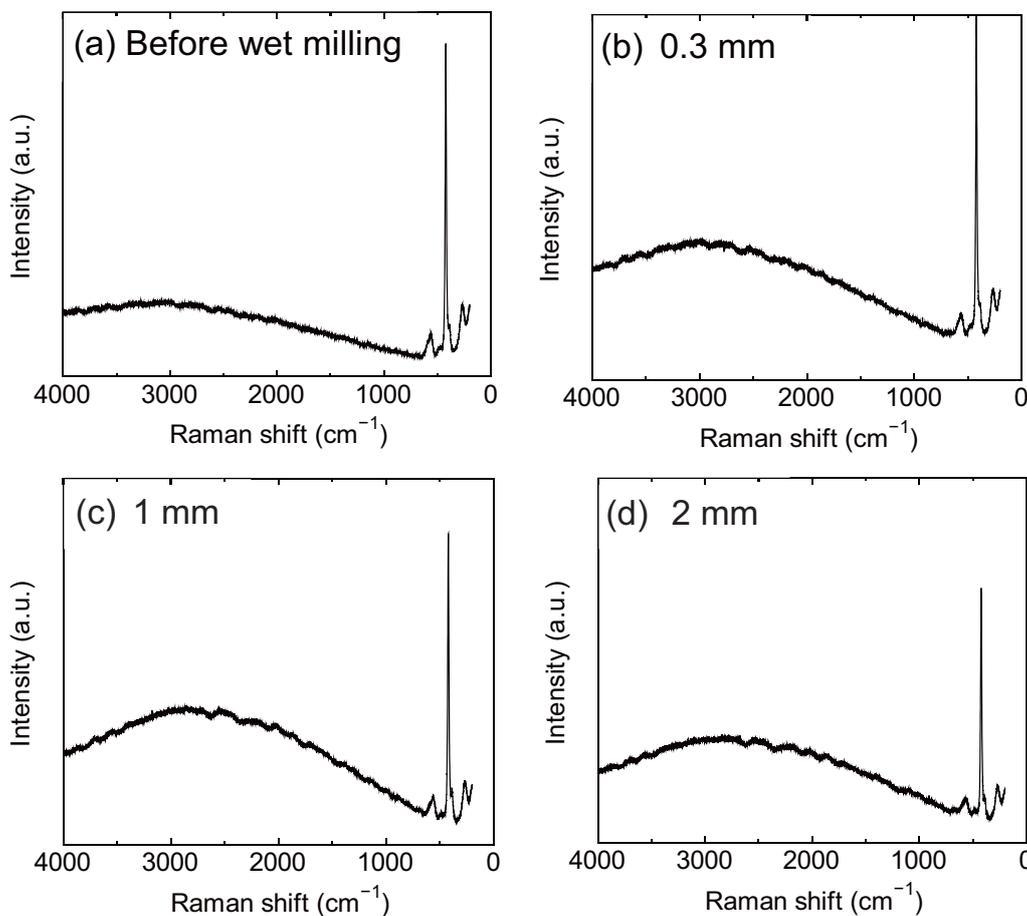


Fig.2 Raman spectroscopies (200 – 4000 cm^{-1}) of a 75L₂S-25P₂S₅ (mol%) glass powder before; (a) and after a wet milling with ZrO_2 balls [diameter 0.3mm; (b), 1 mm; (c) and 2 mm; (d)].

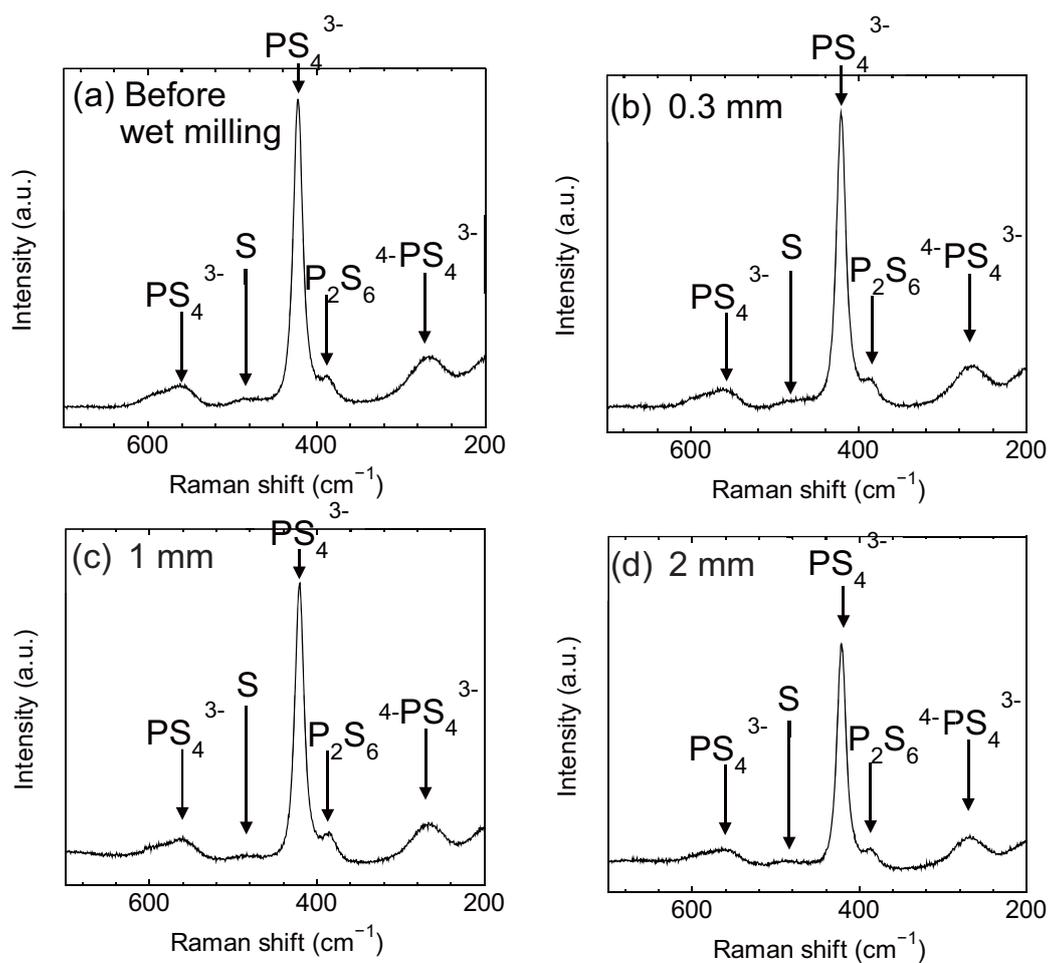


Fig. 3 Raman spectroscopies (200-700 cm⁻¹) of a 75Li₂S·25P₂S₅ (mol%) glass powder before; (a) and after a wet milling with ZrO₂ balls [diameter 0.3mm; (b), 1 mm; (c) and 2 mm; (d)].

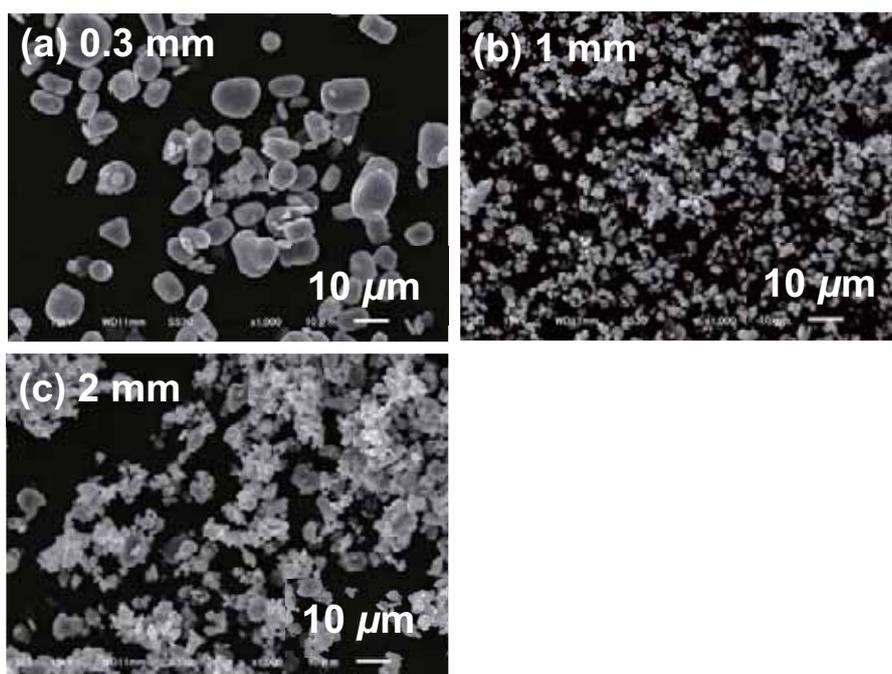


Fig. 4 SEM images of powers after a wet milling with ZrO₂ balls [diameter 0.3mm; (a), 1 mm; (b) and 2 mm; (c)].

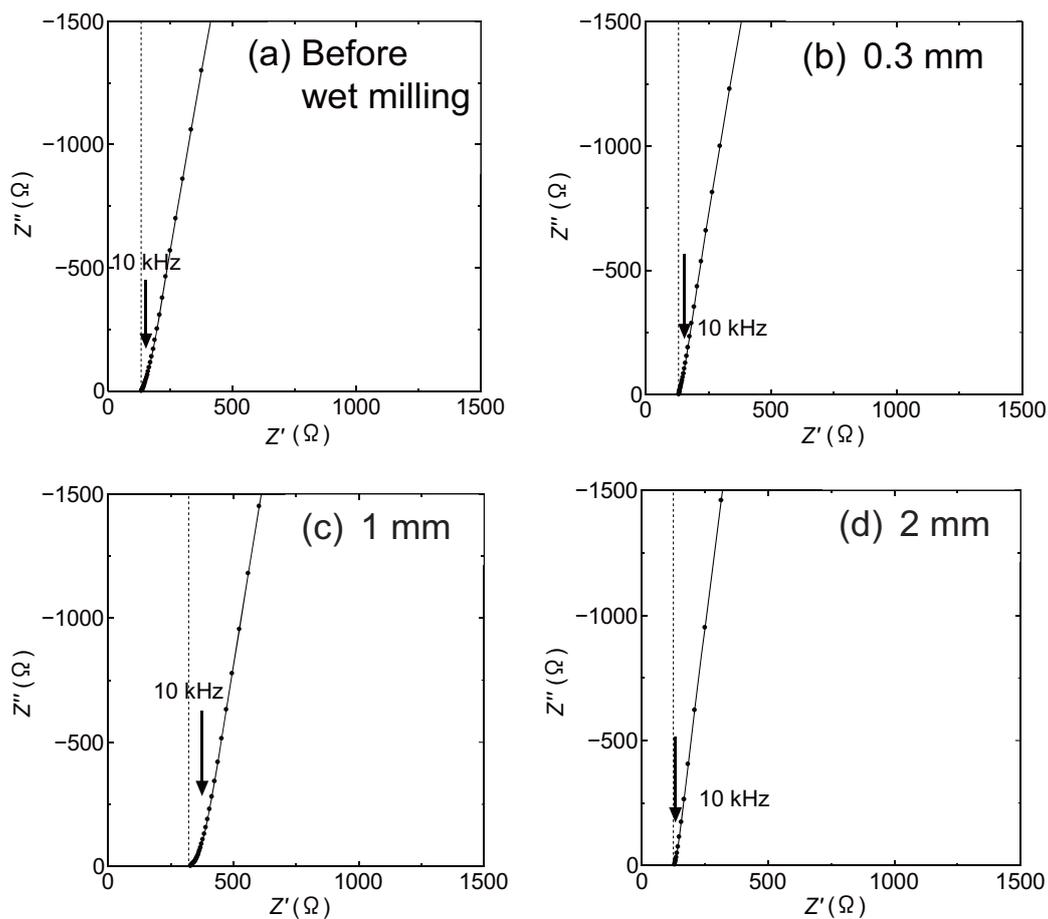


Fig. 5 Impedance measurements of the pellet produced by the powders before; (a) and after a wet milling with ZrO_2 balls [diameter 0.3mm; (b), 1 mm; (c) and 2 mm; (d)].

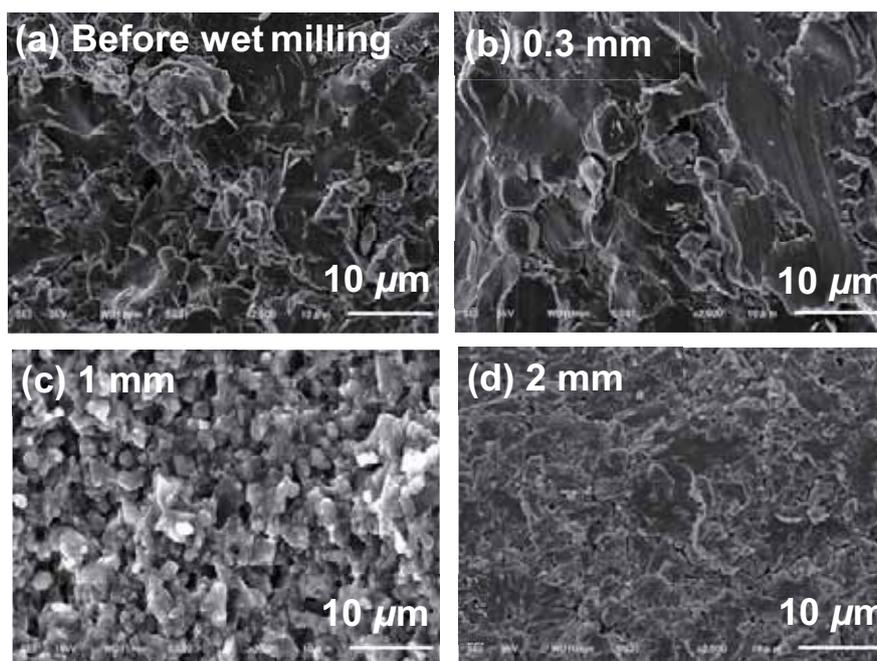


Fig. 6 SEM images of pellet surfaces (The pellet produced by the powders before; (a) and after wet milling with ZrO_2 balls [diameter 0.3 mm; (b), 1 mm; (c) and 2 mm; (d)].

Fig. 4(b) より, 直径 1 mm のボールを用いた場合は, 粒子径が 1~5 μm 程度の球形状粉が得られた. 粒子径が湿式ミリング前における粉末の一次粒子のものと同程度であるため, 二次粒子が解砕されたと示唆される. Fig. 4(c) より, 直径 2 mm のボールを用いた場合は, 1~10 μm 程度の球形状粉と数十から 100 μm 程度の角状粉が得られた. 直径 1 mm のボールの結果と比較した場合, ボールの表面積が小さいため, 十分に二次粒子を解砕することが出来なかったと考えられる.

Fig. 5 に湿式ミリング前および ZrO_2 ボールのサイズを変更して実施した湿式ミリング後の粉末をそれぞれペレットに成形して, それらのインピーダンス測定を行った結果を示す. 固体電解質の抵抗は, 低周波側の直線部分の外挿線と Cole-Cole プロット図における縦軸の Z'' が零である直線の交点を読み取った. 測定結果より, 湿式ミリング前および直径 0.3, 1, 2 mm のボー

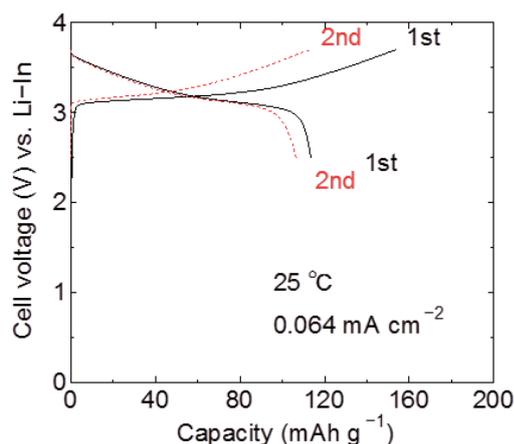


Fig. 7 Charge and discharge measurements of the In-Li/LiNi_{1/3}Mn_{1/3}Co_{1/3}O₂ cell with fine powders of 75Li₂S·25P₂S₅ (mol%) glass.



Fig. 8 An image of the laminated all solid state battery prototype under development.

ルを用いた場合の抵抗はそれぞれ 185, 125, 320 および 125 Ω であった. ペレットの厚さを考慮してイオン伝導率を算出した結果, それぞれ, 4.9×10^{-4} , 5.3×10^{-4} , 2.0×10^{-4} および $5.0 \times 10^{-4} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ となった. 直径 1 mm のボールを用いた場合のみ値が低いことになる. この原因を調査するために, それぞれのペレット表面の SEM 観察を行った. Fig. 6 にペレット表面の SEM 写真を示す. Fig. 6 (c) より, 同じ圧力にてペレットを成形したにも関わらず, 直径 1 mm のボールを用いた場合のみペレット表面に空孔が見られ, 緻密化されていないことが分かる. これは, 微細かつ均一な粒子径の粉末を用いたことに起因すると考えられる. ペレット成形する際には, 比較的大きい粒子径の粉末と小さい粒子径の粉末が混合した方が, ペレットが緻密化され易い. 従って, 直径 1 mm のボールを用いた場合, ペレットが緻密化しなかったと示唆される. このことより, 固体電解質層を薄くするために使用する粉末は, ジルコニアボールの直径は 1 mm ではなく直径 2 mm を用いた場合の方が良いことが分かった. 湿式ミリングにて得られた粉末を用いて全固体リチウム二次電池を作製し, 充放電特性を測定した結果を Fig. 7 に示す. 図より, 得られた粉末を用いた電池が 2 次電池として稼働することがわかった.

現在, 産技研は微細化した粉末を用いて固体電解質層を薄くするとともに, ラミネート型全固体リチウム二次電池の作製を行っている. その試作例を Fig. 8 に示す. このラミネート型電池は軽量かつ薄く, 形状の自由度が高いため, 自動車だけではなく他分野からも開発が望まれている. 今後は, 薄い固体電解質層を有するラミネート型全固体リチウム二次電池を開発する.

4. まとめ

75Li₂S·25P₂S₅ (mol%) ガラスについて, 湿式ミリングにおける, ZrO_2 ボールサイズがガラス粉末の粒子径に及ぼす影響について調査した. その結果, 直径 0.3, 1, 2 mm のボールを用いた湿式ミリング後の粉末は, それぞれ粒子径が 10 μm 程度の球形状粉, 粒子径が 1~5 μm 程度の球形状粉および 1~10 μm 程度の球形状粉と数十 μm から 100 μm 程度の角状粉であった. 直径 1 mm のボールを用いた場合, 最も微細かつ均一な粒子径の粉末が得られた. しかしながら, この粉末を用いてペレットを成形し, イオン伝導率を調査した結果, $2.0 \times 10^{-4} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ であり, 他の条件と比較した場合, 半分にも満たなかった. 以上より, 固体電解質層を薄くするために使用する粉末の作製については, 直

径 1 mm ではなく 2 mm のボールを用いて湿式ミリングをする必要があるとの結論を得た。

謝 辞

本実験の一部は、経済産業省近畿経済産業局平成 24 年度補助事業「地域新産業創出基盤強化事業」(近畿地域)により導入した「先端機能性材料電気評価システム」を用いて実施いたしました。

全固体リチウム電池に関する研究を遂行するにあたり、多大なる御指導、ご助言を賜りました大阪府立大学大学院工学研究科応用化学分野無機化学研究グループの辰巳砂昌弘教授、林晃敏准教授に厚く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) NEDO 技術開発機構, “NEDO 次世代自動車用蓄電池技術開発ロードマップ 2008” (2009).
- 2) 全固体電池開発の最前線, (2011) シーエムシー出版.
- 3) 工藤徹一, 日比野光宏, 本間 格: リチウムイオン電池の科学, (2010) 内田老鶴園.
- 4) Y. Kato, S. Hori, T. Saito, K. Suzuki, M. Hirayama, A. Mitsui, M. Yonemura, H. Iba and R. Kanno: Nature Energy **1** (2016) 16030.
- 5) H. Muramatsu, A. Hayashi, T. Ohtomo, S. Hama and M. Tatsumisago: Solid State Ionics, **182** (2011) 119.
- 6) 特開 2013-20894, “硫化物固体電解質材料の製造方法”.
- 7) F. Mizuno, T. Ohtomo, A. Hayashi, K. Tadanaga and M. Tatsumisago: Solid State Ionics, **177** (2006) 2757.
- 8) “有機化合物のスペクトルデータベース SDBS”, 国立研究開発法人産業技術総合研究所: http://sdb.sdb.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/cre_index.cgi.

選択的レーザー溶融間接法による セラミックス 3D 造形に関する基礎的検討

Fundamental Study of Additive Manufacturing of Ceramics Parts via Indirect Selective Laser Melting

陶山 剛* 尾崎 友厚*
Takeshi Suyama Tomoatsu Ozaki

(2016年8月8日 受理)

Fundamental experiments related to indirect selective laser melting (SLM) for fabrication of Al_2O_3 ceramics parts having a complex shape were conducted for suitable flowability of composite powder, powder bed temperature of SLM condition, degreasing condition, and sintering condition. The Al_2O_3 – thermoplastic resin composite powder was designed to the same Carr's flowability index as that level of plastic powder for a plastic SLM instrument (P110; Formiga). Results showed that powder bed temperature is correlated with the dimensional accuracy. The final Al_2O_3 parts were not cracked during degreasing and sintering, and achieved relative density of 69% after furnace sintering. The results obtained in this study show that, to achieve relatively high density, it is necessary to optimize the ratio of Al_2O_3 and thermoplastic resin, the laser energy density, and the degreasing process.

Key Words: additive manufacturing, indirect selective laser melting, ceramics, alumina, particle design, sintering

1. はじめに

選択的レーザー溶融法 (SLM 法: Selective Laser Melting) は, CAD モデルから 3 次元形状を迅速に造形する付加製造技術の一つであり, 造形形状の自由度が高く材料の無駄が少ないなどの優位性を持つことから, 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床にレーザーを走査して粉末を溶融し, 順次積層することで 3 次元の造形物を得る。粉体材料の特性に着目すると, プロセス中で薄く均一な粉末床の形成が重要であることから, 流動性がよく粒子径の制御された粉体 (平均粒径 20~80 μm) が必要となる。また, 課題としては適用可能な材料の種類が少ないことがあげられ, その数は樹脂, 金属ともに数種に限られている。特に, セラミックスの造形に関しては

レーザーの熱衝撃や粉末の凝集により密度向上が難しいため工業的な部材の製造は行われていない¹⁾。熱衝撃を回避したセラミックスの SLM 法として, 直接セラミックスをレーザー焼結せずに 3 次元造形と密度向上を分離した間接法が考案されている²⁻⁴⁾。間接法ではセラミックスと低融点の樹脂成分を複合化した粉末を用い, 樹脂部分のみをレーザー溶融することでグリーン体にあたる造形物を作製し, その後, 脱脂・焼結することでセラミックス単体の焼結体を得る。間接法による高強度セラミックス部材の作製として, 様々な試みがなされており, 例えば, 造形方法の工夫としては, 粉末床をスラリー状にすることで凝集および充填密度の問題を解決した方法がある。この方法では, 相対密度 98% の焼結体得られるが, スラリーの調整や造形に時間がかかるといった問題がある⁵⁾。また, 脱脂・焼結プロセスの工夫としては, 脱脂前の成形体に CIP 処理を施すことにより相対密度 92% 以上のアルミナ焼結体が作製されている⁶⁾。いずれの方法においても射

* 化学環境科

出成形などの他の工法に比べて生産性や密度が低く工業的な利用に至っていない。高密度焼結体の迅速な3次元造形が実現すれば、金型では製作不可能な複雑形状を活かした高性能セラミックフィルター、耐熱部材および熱交換部材等への利用が期待できる。

本研究ではSLM間接法による高強度アルミナ焼結体の作製を目的として間接法プロセス構築のための基礎的な検討を行った。具体的には、複合粒子の作製においては、SLM装置(FORMIGA P110: EOS社)での造形用として販売されているプラスチックの標準粉末の流動性をCarrの流動性指数によって評価し、粒子設計の指針を得た。さらにその指針を元に間接法に適したアルミナと熱可塑性樹脂の複合粉末の作製を検討した。次に、新規樹脂の条件探索においては、造形の可否および精度にもっとも影響を与える粉末床温度を変化させて新規に作製した複合粉末の造形条件を探索した。

2. 実験方法

2.1 試料

FORMIGA P110の標準粉末であるナイロン12およびポリスチレン粉末の粒子径分布と流動性を測定した。また、間接法用のセラミック原料は平均粒径 $0.3\ \mu\text{m}$ のアルミナ粉末を用い、熱可塑性樹脂を56.7 vol%含有した複合粉末を作製した。

2.2 粉体特性評価

レーザ回折・散乱式の粒子径分布測定装置LA920(堀場製作所)を用いて粉体の粒子径分布を測定し、均一度を算出した。また、A.B.D粉体特性測定器(筒井理化学)を用いて安息角、スパチュラ角および圧縮度を測定しCarrの流動性指数を算出した。

2.3 造形

FORMIGA P110を用いて成形体を作製した。積層厚みを $0.1\ \text{mm}$ としてレーザのエネルギー密度を $0.0187\ \text{J}/\text{mm}^2$ で一定として粉末床の温度を $30\ ^\circ\text{C}$ か

ら $56\ ^\circ\text{C}$ まで変化させた。造形物の形状は、四角片状($30\times 30\times 3\ \text{mm}^3$)とし、寸法と密度の測定を行った。

2.4 焼結

成形体を脱脂後、大気中で $1600\ ^\circ\text{C}$ 、30 hの焼結を行った。評価はアルキメデス法による密度測定を行った。

3. 実験結果

3.1 複合粉末の粉体特性評価

調整した複合粉末、ポリスチレン標準粉末およびナイロン12標準粉末の粒子径分布の測定結果をFig. 1に、粉体特性の評価結果をTable 1に示す。複合粉末の粒子径分布は標準粉末と比較してブロードであった。しかし、流動性指数は複合粉末が75点、ポリスチレン粉末が79.5点と同程度の点数であり、流動性指数の分類ではどちらも普通程度の流動性に分類された。また、複合粉末の実際のプロセス中での流動も良好であった。

3.2 造形

造形物の寸法設定値($30\times 30\times 3\ \text{mm}^3$)と、実際に作製した成形体の積層方向(高さ方向)および水平方向のそれぞれの寸法の差異を測定した。測定したその差異

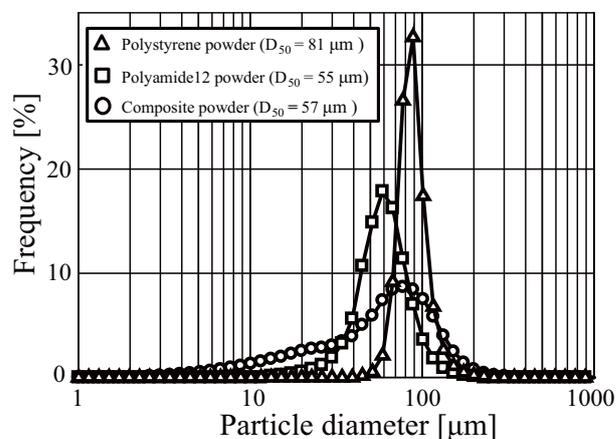


Fig. 1 Particle size distribution of standard powder and composite powder for SLM process.

Table 1 Carr's flowability index of standard powder and composite powder for SLM process.

		Polystyrene powder	Polyamide12 powder	Composite powder
Angle of repose [°]	Angle of repose [°]	42	32	46
	Carr's index [point]	16	22	15
Compressibility Index [-]	Compressibility Index [-]	10	14	11
	Carr's index [point]	22.5	21	22
Angle of spatula [°]	Angle of spatula [°]	48	41	48
	Carr's index [point]	16	18	16
Uniformity	Uniformity [-]	1.3	1.6	5
	Carr's index [point]	25	24	23
	Total flowability index [point]	79.5	85	75

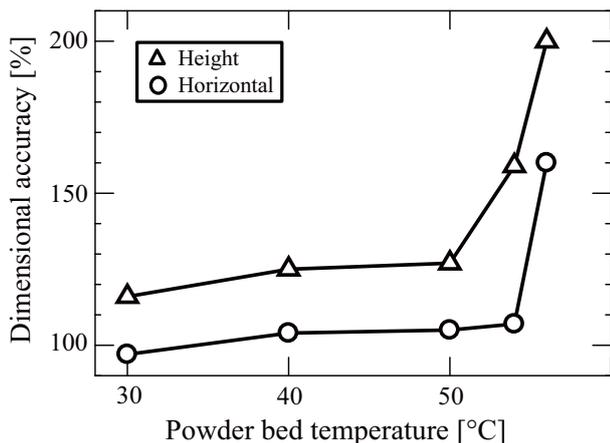


Fig. 2 Effect of powder bed temperature on dimensional accuracy of green body.

と粉末床の温度との関係を Fig. 2 に示す．粉末床の温度が高くなるほど設定値とのずれが大きくなることわかる．これは，レーザ走査により走査部の粉末を熱溶融した際に，成形体周りの非走査部の粉末が熱伝導により溶融したためと考えられる．特に，50 °C 以上の条件では，非走査部の粉末が広く熱溶融し，装置内からの成形体の取り出しが困難であった．本研究で用いた複合粉末は 40 °C 以下で造形を行うことが有効であると考えられる．また，今回の検討では行わなかったが，レーザのオフセット等の詳細な設定を実施することでさらに精度良い造形が可能である．

3.3 焼結

造形室温度 30 および 40 °C で作製した成形体を脱脂した後，1600 °C で焼結した結果，相対密度はそれぞれ 69 および 66% であった．このことから SLM プロセスの粉末床温度の焼結体の密度へ及ぼす影響は小さいことが示唆される．また，複雑形状作製のための基礎検討として，2.3 mm の針状の構造をもった成形体を脱脂・焼結したところ，Fig. 3 に示すようにひびや割れがなく焼結可能なことが確認された．また，焼結時に高さ方向に 29%，水平方向に 16% の収縮がみられたが，SLM の形状データに収縮率をフィードバックすることで設定寸法どおりの製品が作製可能であると考えられる．

4. 考察

本研究で用いた原料アルミナ粉末を単体で焼結した際の成形体密度と焼結体のかさ密度の関係を Fig. 4 に示す．成形体の密度が 1.25 Mg/m³ 以上の場合に，焼結体の密度向上（相対密度 97% 以上）が見込めることが認められる．すなわち，間接法プロセスにおい

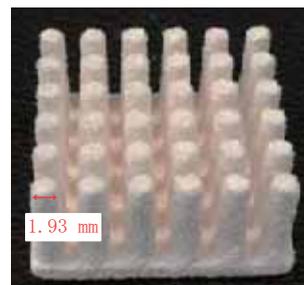


Fig. 3 Outline of Al₂O₃ sintered body with complex shape.

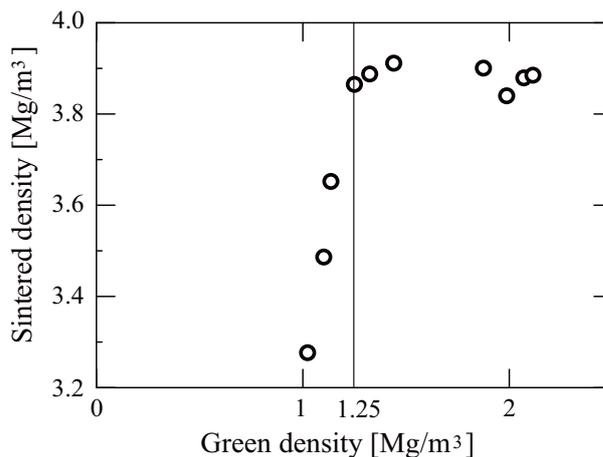


Fig. 4 Sintered density as a function of green density.

ては複合粉末の作製，SLM，および脱脂までの段階でアルミナの相対密度を 1.25 Mg/m³ 以上にするのが重要となる．現状，複合粉末のアルミナの密度は 0.82 Mg/m³，SLM 後の成形体密度は 0.90 Mg/m³ であり，高密度化達成のためには，各プロセスを最適化する必要がある．

5. まとめと今後の展望

間接法による高密度セラミックス造形を目的として基礎的検討を行ったところ，以下に示す知見が得られた．

- 1) 既存の標準樹脂粉末の粉体特性を測定し，SLM プロセス中での流動に問題がない複合粉末を作製し，SLM プロセスに適用可能なことを確認した．
- 2) 複合粉末の SLM 条件を探索し，精度よく造形可能な粉末床温度が 40 °C 以下であることがわかった．
- 3) SLM により得られた成形体を脱脂・焼結することにより相対密度 69% の焼結体の作製に成功した．

今後，焼結体の密度向上（相対密度 97% 以上）を目指し，プロセスの最適化を行う．その方法として，複合粉末中のアルミナ含有量の増加，SLM 造形条件（レーザのエネルギー密度）の最適化，脱脂前の加熱・加圧処理などを検討する必要がある^{2-4,6)}．

参考文献

- 1) F. Klocke: Proceedings of the 9th Solid Freeform Fabrication Symposium, (Austin), (1998) 605.
- 2) K. Subramanian, N. Vail, J. Barlow and H. Marcus: Rapid Prototyping J, **1** (1995) 24.
- 3) Y. Mitsuya: IIC REVIEW, No.42 (2009) 55.
- 4) W. Loeschau, S. Scharek and S. Nowotny: Ind Ceram, **20**, 2 (2000) 95.
- 5) YEN Hsiao-chuan: J Eur Ceram Soc, **31**, 8 (2011) 1383.
- 6) K. Liu, Y. Shi, C. Li and J. Liu: Ceram Int, **40**, 5 (2014) 7099.

金属製インプラントの低弾性率化を目指したチタン系粉末のレーザ積層造形法による多孔体の作製

Synthesis of Porous Structure for Metallic Implants with Low Young's Modulus Using Selective Laser Melting with Titanium Powder

中本 貴之* 木村 貴広* 吉川 忠作*
Takayuki Nakamoto Takahiro Kimura Chyusaku Yoshikawa
白川 信彦**
Nobuhiko Shirakawa

(2016年8月15日 受理)

Growing interest and practical importance have become associated with producing implants such as artificial joints, bone fixators, and spinal fixators made with titanium. To achieve good bone/implant fixation while avoiding bone absorption problems, it is necessary to reduce the Young's modulus of titanium while maintaining high strength to achieve compatibility in these mechanical properties with human cortical bone. We have strived to fabricate porous titanium with directional pores using methods based on selective laser melting (SLM), in which complex three-dimensional parts containing designed shapes of pores are producible by melting successive thin layers of metal powder using a laser beam. This study demonstrates that porous titanium with directional pores aligned in the longitudinal direction of the ingot is produced using the SLM process and that high strength and low modulus comparable to those of human bone are achieved simultaneously when measured in the longitudinal direction of the ingot.

Key Words: selective laser melting (SLM), implant, bone, biomaterial, titanium, powder, porous structure, Young's modulus, anisotropy

1. はじめに

チタンやその合金は、高い耐腐食性、高比強度、優れた生体適合性を有するため、人工関節、骨固定器などのインプラント向け生体用金属材料として多く用いられている^{1,2)}。しかしながら、生体用金属材料に求められる特性のうち問題となる特性の一つは、金属材料と皮質骨との弾性率(ヤング率)の大きな差である。チタンおよびTi-6Al-4V合金のヤング率(それぞ

れ114, 115 GPa)は、他の生体用金属材料であるステンレス鋼やコバルトクロム合金に比べると約2分の1と小さい³⁾が、皮質骨のヤング率(10~30 GPa)¹⁾に比べるとはるかに大きい。これらの金属材料を体内に埋め込んだ際には荷重の大半を金属が受け止めてしまうため、インプラント周辺の正常な骨に荷重が伝わらず、骨の成熟が阻害され脆弱化するという問題が起こる。すなわち、弾性率の大きな違いは、ストレスシールドイング(力学的荷重遮断)による骨吸収という大きな問題につながる⁴⁾。

この過大な金属の弾性率を減少させる一つの方法として、金属のポーラス化(多孔質化)が検討されてい

* 加工成形科

** 金属材料科

る⁵⁻⁷⁾。ポーラス化は気孔を通じてポーラス体内部に生体組織を導入できるため、骨とインプラントの固定にも役立つ⁸⁾。例えば、Ohら⁶⁾はチタンの粉末冶金法を検討し、ヤング率は気孔率の増加とともに直線的に低下することを報告している。しかし、降伏応力もそれに伴って著しく低下し、気孔率が40%以上では焼結体の強度はほぼ0になることが示されている。Fig. 1(a)に示す模式図のように、粉末冶金法で作製した焼結体は、気孔形状が球状に近く異方性のない構造体であるため、荷重を荷重すると気孔周辺に応力集中が生じる。そのため、ヤング率は骨と同程度まで低下できるが、強度は骨(104~121 MPa)⁹⁾に比べて低くなってしまふ。

そこで、著者らは、このような急激な強度低下を生じないポーラス体として、ロータス型ポーラス金属の構造に着目した。Fig. 1(b)の模式図に示すように、ロータス型ポーラス金属は、一方向に伸長した円柱状の気孔から成る構造異方性をもつ¹⁰⁾。例えば、ロータス型ポーラス鉄の場合、気孔の伸長方向への荷重負荷では、降伏応力およびヤング率の変化はいずれも気孔の増加率と一致し、急激な強度低下を生じない。これは、気孔の伸長方向への荷重負荷では気孔周辺で応力集中が生じないためである¹⁰⁻¹³⁾。したがって、ロータス型ポーラス金属は金属製インプラントとして求められる低弾性率と高強度を同時に実現できる構造体として期待できる。このようなロータス型ポーラス金属は、固・液相におけるガス原子の溶解度差を利用し、鋳型鋳造法や連続帯溶融法により作製できる¹⁰⁾が、チタン系のロータス型ポーラス金属に関しては、鋳造凝固時にガス分子がうまく分離されないため、現在のところ十分に均質にポーラス化するための条件は得られていない¹⁴⁾。

著者らは、一方向に伸長した気孔から成る構造体を作製できる別の方法として、金属粉末レーザ積層造形法(Selective Laser Melting: SLM)に着目した。SLMは、薄く敷き詰めた金属粉末にレーザを照射して溶融・焼結し順次積層していくことで、CADモデルから複雑な3次元形状を迅速に造形できる付加製造法(Additive Manufacturing: AM)の一種である。SLMの特長は、従来の金属材料の加工法として知られている機械加工・放電加工のような除去加工や、塑性加工・鋳造のような型を用いる変形加工では製造できなかった複雑形状を作製可能なことである。最近では、この特長を利用した「ものづくり」が盛んになってきており、工業分野における代表的な事例としては、製品形状に応じた任意の冷却流路を金型内部に配置した射出成形金型¹⁵⁾

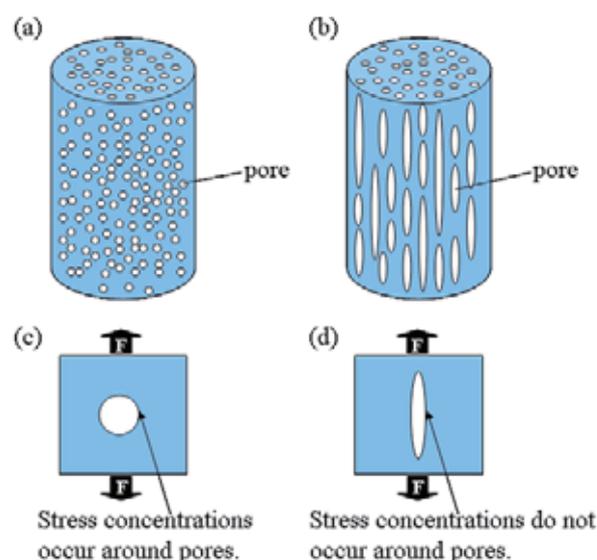


Fig. 1 Schematic drawing of porous structures ((a), (b)) and their stress concentrations ((c), (d)): (a) and (c) porous materials fabricated using powder metallurgy methods and (b) and (d) lotus-type porous materials.

や複雑形状を有するジェットエンジンの燃料噴射ノズルのような航空宇宙部品¹⁶⁾がある。また、医療分野においても、SLMはテーラーメイドの各種インプラント(人工股関節、人工骨、歯科補綴物、骨固定材など)を作製できる技術として注目されている¹⁷⁾。チタン系材料のSLMでは、整形外科用インプラント向けに多孔体の作製が試みられている^{18, 19)}。例えば、福田ら¹⁸⁾は、骨導入に適した多孔体の種類について報告している。また、Stampら¹⁹⁾は、多孔体の機械的強度について報告している。

本研究では、ロータス型ポーラス金属のように一方向に伸長した気孔形状をもつ構造体をチタン系材料を用いた積層造形法で作製することにより、著しい強度低下を抑制しつつ、インプラント材料としての低弾性率化を図ることを検討した。

2. 実験方法

造形には、ドイツEOS社製のEOSINT-M250 Xtended積層造形装置を用いた。使用するレーザは出力200 Wの炭酸ガスレーザで、ビームスポット径は0.4 mmである。供試粉末はガスアトマイズ法により作製された工業用純チタン1種相当の粉末(粒径45 μm以下、大阪チタニウムテクノロジー社製)である。造形物は、主としてFig. 2(a)に示すような直径8 mm×高さ15 mmの円柱状試験片とし、レーザ照射条件(出力、走査速度、走査ピッチ、積層厚さ)をTable 1のよう

に変化させてアルゴン雰囲気（残留酸素濃度 0.1%）下で造形した．レーザの走査方向は，Fig. 2(b) に示すように，1 層ごとに x 方向と y 方向を交互に繰り返した．一方向に伸長した気孔形状をもつ構造体を得るために，レーザは x 方向と y 方向の各層で同じ位置を走査させた．

造形物の密度は重量と見かけ体積から求め，チタンの真密度 (4.51 g/cm³) に対する相対密度を計算した．造形物の表面形態は走査電子顕微鏡 (SEM) にて観察した．また，造形物の内部観察は，積層方向に平行な断面を研磨して光学顕微鏡により行った．

機械的性質は圧縮試験で評価した．圧縮試験片は，直径 8 mm × 高さ 15 mm の円柱を造形し，両端面を高さ 12 mm まで旋削して作製した．圧縮試験は，インストロン材料試験機を使用し，0.1 mm/min の試験速度（初期歪速度 $1.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ）で行った．試験片の側面 2 箇所にはひずみゲージを貼り付けて縦方向（圧縮方向）のひずみを測定し，ヤング率と降伏応力 (0.2% 耐力) を求めた．

3. 実験結果と考察

3.1 造形物の気孔分布と密度

Fig. 3 に，走査ピッチを 0.3 mm に固定し，走査速度を変化させて造形した円柱上面の SEM 写真を示す．走査速度の増加とともにレーザ走査痕の幅は減少し，走査速度が 200 mm/s [Fig. 3(d)] 以上になると，レーザ走査痕の連続性は保たれなくなる．従って，一方向に伸長した貫通孔を有する構造体を得るには，走査速度を 150 mm/s 以下にする必要がある．Fig. 4 は走査速度を 100 mm/s に固定し，走査ピッチを変化させて造形した円柱上面の SEM 写真である．走査ピッチが 0.2 mm 以下 [Fig. 4(a)] の場合，隣り合うレーザ走査痕は重なるが，走査ピッチが 0.3 mm [Fig. 4(b)] 以上に広くなると，隣り合うレーザ走査痕は重ならなくなり気孔が形成される．このような気孔は積層を繰り返すと，積層方向に伸びた穴になると予想できる．しかし実際は，走査ピッチが十分広がらないと，レーザ走査痕で囲まれた領域内に留まる粉末の一部はレーザ走査時の余熱によりレーザ走査痕と焼結して，積層方向の穴を閉じてしまうことになる．走査ピッチが 0.8 mm [Fig. 4(e)] の場合でさえ，積層方向の穴は閉じている．Fig. 4(f) に示すように，走査ピッチが 1.2 mm 以上に広くなると，明瞭な穴が形成されている．Fig. 5 に，走査速度を 100 mm/s に固定し，走査ピッチを変化させて造形した円柱の積層方向に平行な

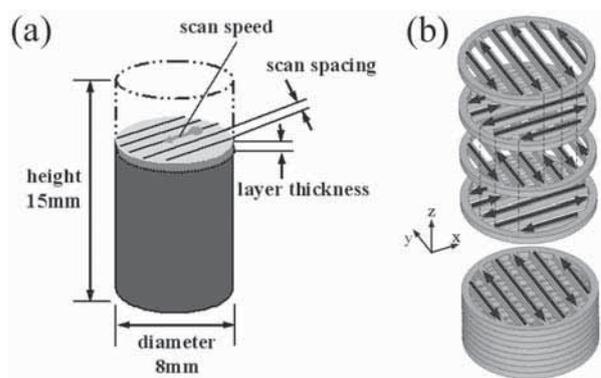


Fig. 2 Schematic illustration of the selective laser melting (SLM) process: (a) cylindrical specimen built under various laser irradiation conditions and (b) laser scanning pattern (direction). Melting is made on each of successive thin layers of powder stacked in the z direction with a laser beam scanned in the x and y directions. Pores are expected to form so as to elongate along the z direction.

Table 1 Laser irradiation conditions.

Laser power	/W	200
Scan speed	/mm/s	50~800
Scan spacing	/mm	0.1~2.0
Layer thickness	/mm	0.05

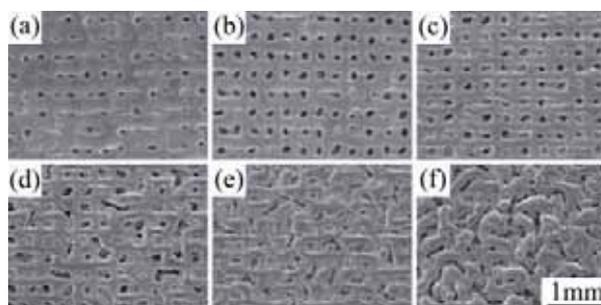


Fig. 3 Top views of SLMed specimens produced at a scan speed of (a) 50, (b) 100, (c) 150, (d) 200, (e) 300 and (f) 400 mm/s at a constant scan spacing of 0.3 mm.

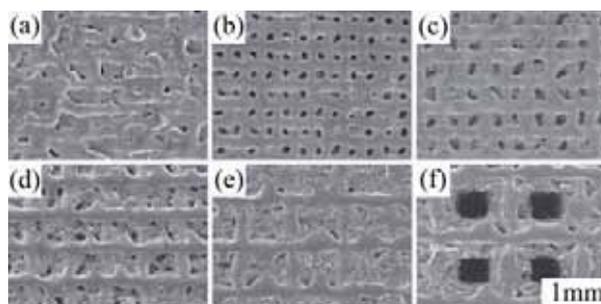


Fig. 4 Top views of SLMed specimens produced at a scan spacing of (a) 0.2, (b) 0.3, (c) 0.4, (d) 0.6, (e) 0.8 and (f) 1.2 mm at a constant scan speed of 100 mm/s.

断面写真を示す．図中，黒色の領域は気孔に相当する．走査ピッチが 0.4 mm [Fig. 5(a)] の条件では，レーザ走査間で積層方向に連続的に気孔は多く残るが，閉じた穴となっており貫通していない．一方，走査ピッチが 1.2 mm 以上 [Fig. 5(b), (c)] の条件では，気孔は積層方向に貫通しており，貫通孔を有する造形物が得られる [Fig. 5(d)]．以上のことから，配列した貫通孔を有する構造体を得るには，レーザ走査痕の連続性が維持できる走査速度で，走査ピッチをレーザのビームスポット径 (0.4 mm) よりも十分に広くする必要がある．

Fig. 6 は，走査速度が 50, 100, 150 mm/s の場合に得られた造形物の相対密度を走査ピッチで整理したものである．図中，黒塗りおよび白抜ききで表示したデータ

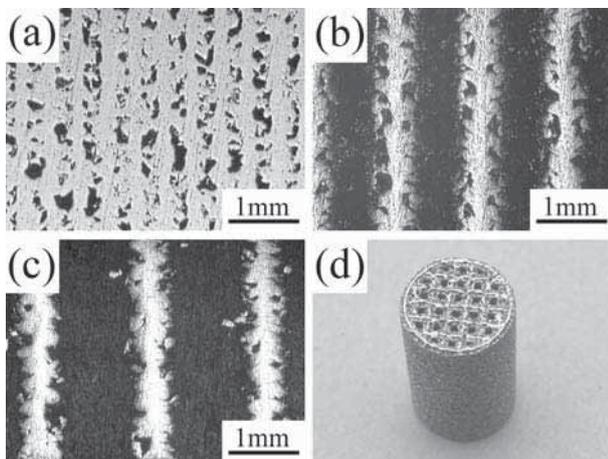


Fig. 5 Longitudinal cross-section views of SLMed specimens produced at a scan spacing of (a) 0.4, (b) 1.2 and (c) 1.6 mm at a constant scan speed of 100 mm/s. An SLMed specimen with penetrating pores parallel to the building direction produced at a scan spacing of 1.2 mm and a scan speed of 100 mm/s is shown in (d).

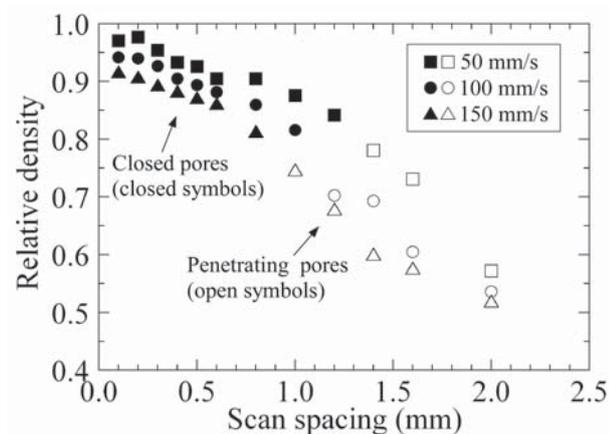


Fig. 6 Relative densities of SLMed specimens produced at scan speeds of 50, 100 and 150 mm/s plotted as a function of scan spacing.

点はそれぞれ，造形物内の気孔が閉じている場合および貫通孔である場合を表している．いずれの走査速度においても，走査ピッチの増加とともに密度は減少する傾向が認められる．一方，走査ピッチが同じであれば，走査速度の増加とともに密度は減少する．これはレーザ走査痕の幅が走査速度の増加とともに減少するためであり，Fig. 3 に示したとおりである．

3.2 造形物のヤング率と強度

Fig. 7 に，積層方向に対して平行方向に圧縮したときのヤング率 (a) および降伏応力 (b) と造形物の相対密度との関係を示す．造形物の相対密度が減少すると，ヤング率と降伏応力はいずれも減少する．相対密度が約 0.7~1.0 の範囲の閉じた気孔を有する造形物では，ヤング率と降伏応力は急激に減少するが，相対密度が約 0.8 以下の範囲の貫通孔を有する造形物では，ヤング率と降伏応力は緩やかに減少する．同じ相対密度で比較すると，貫通孔を有する造形物のヤング率と降伏応力は，閉じた気孔を有する造形物に比べてかなり大きい値を示す．これは，Fig. 5(a) のように閉じた気孔を有する造形物では，粉末冶金法で作製した焼結体と同様に，圧縮すると気孔周辺に応力集中が生じる

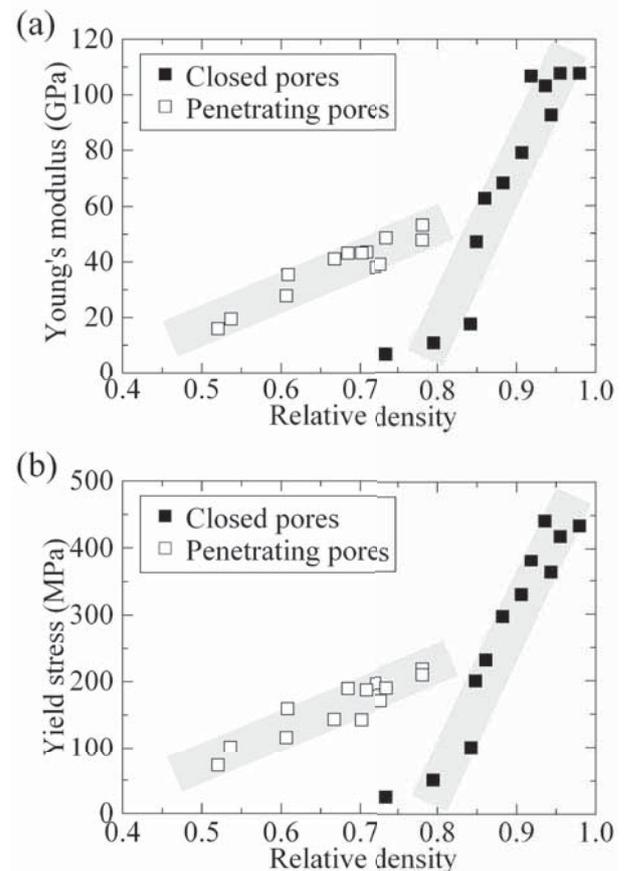


Fig. 7 (a) Young's modulus and (b) yield stress of SLMed specimens measured along the building direction plotted as a function of relative density.

が, Fig. 5 (b), (c) のような貫通孔を有する造形物では, 貫通孔と平行方向に圧縮すると気孔周辺に応力集中が生じにくいのである。貫通孔を有する造形物で相対密度が 0.6 程度の造形物のヤング率は 30 GPa 程度であり, 人間の皮質骨とほぼ同じ値を示す。このとき, 造形物の降伏応力は 130 MPa 程度であり, 骨の強度 (104~121 MPa)⁹⁾ に比べて高い値を示す。Oh らが作製したチタンの粉末焼結体の場合, 皮質骨とほぼ同じヤング率 (30 GPa 程度) を示すポーラス体の降伏応力は 90 MPa 程度⁶⁾ であり, 貫通孔を有する積層造形物に比べて低い値となっている。以上のことから, チタン粉末の積層造形法により作製した, 配列した貫通孔を有するポーラス体は, 骨と比べて同程度の低弾性率とやや高い強度を同時に実現できることがわかった。

積層方向と平行に貫通孔を有する造形物では, ヤング率と降伏応力は圧縮方向によって大きく異なり, 強い異方性を示す。例えば, 走査速度が 100 mm/s, 走査ピッチが 1.2 mm の条件で造形した貫通孔を有する造形物 [Fig. 5(b)] において, 積層方向に対して平行方

向に圧縮したときのヤング率と降伏応力はそれぞれ 44 GPa, 166 MPa と, 垂直方向に圧縮したときのヤング率 (24 GPa) と降伏応力 (109 MPa) に比べてはるかに高い値を示す。一方, 走査速度が 100 mm/s, 走査ピッチが 0.4 mm の条件で造形した閉じた気孔を有する造形物 [Fig. 5(a)] において, 積層方向に対して平行方向に圧縮したときのヤング率と降伏応力はそれぞれ 79 GPa, 330 MPa と, 垂直方向に圧縮したときのヤング率 (63 GPa) と降伏応力 (285 MPa) に比べてやや高い値を示す程度である。一般に, ロータス型ポーラス金属のヤング率と降伏応力は, 経験的に式 (1) のようなべき乗則に従うと報告されている¹¹⁾。

$$M = M_0(1 - p)^m \tag{1}$$

ここで, M と M_0 はそれぞれポーラス体と緻密体の機械的性質であり, p は気孔率, m は応力集中係数である。 $m = 1$ のとき, 気孔周辺に応力集中は生じず, 機械的性質を示す M の値はポーラス体の相対密度 $(1 - p)$ に比例して直線的に変化する。Fig. 8(a) に示すように, 造形物のヤング率に対して式 (1) に基づき m の値を求めると, 荷重方向が積層方向に対して平行, 垂直方向でそれぞれ 2.7, 5.1 となった。同様に, 造形物の降伏応力に対して式 (1) に基づき m の値を求めると, 平行, 垂直方向でそれぞれ 2.5, 3.9 となった [Fig.8(b)]。 m の値は垂直方向に比べて平行方向のほうが小さい値となり, 積層方向と平行に貫通孔を有する造形物は異方性を示す。一方, ロータス型ポーラス金属のヤング率に対して求まる m の値は, 平行, 垂直方向でそれぞれ 1.1~1.3, 2.3~2.6¹¹⁾ であり, ロータス型ポーラス金属に比べて造形物のほうが m の値は大きい。これは, 造形物では, Fig. 5(b), (c) の断面写真に示すように, 柱に凹凸形状や空隙が見られ, これらの箇所若干の応力集中が生じているためと考えられる。このような応力集中を軽減させるには, レーザのビームスポット径を絞ることやレーザの投入エネルギー密度を高めることによる。造形物の寸法精度および密度を向上させる必要があり, そのためには, 炭酸ガスレーザに比べて波長が短く, スポット径が小さいファイバーレーザを用いて造形することが有効であると考えられる。

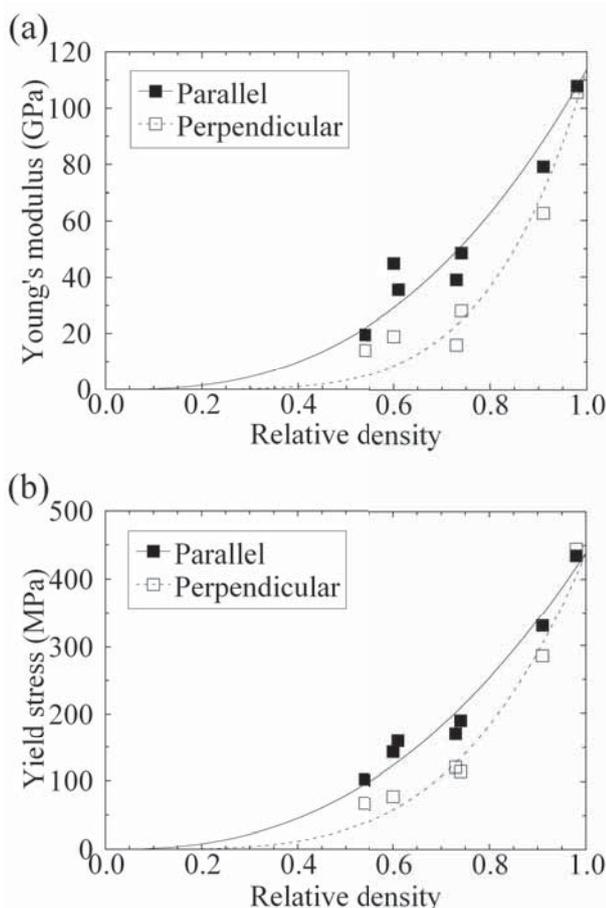


Fig. 8 (a) Young's modulus and (b) yield stress of SLMed specimens measured parallel and perpendicular to the growth direction plotted as a function of relative density.

3.3 多孔四角柱状構造における弾性率の異方性の制御

前節において, 一方向に伸長した気孔形状をもつ構造体は, 気孔の伸長方向に対して平行方向では著しい強度低下を抑制しつつ, インプラント材料としての低

弾性率化を図ることができることを明らかにした。一方、骨は部位により受ける力の大きさと方向が異なる。そのため、中心部の海綿骨は棒や板を網目状につないだ構造を形成することで、部位に応じて様々な力学特性の異方性を発現させている²⁰⁾。例えば、牛の大腿骨では、長軸方向から方位が増加するに従って、ヤング率は低下することが知られている²¹⁾。そこで、骨と同程度の低弾性率かつ骨よりも高強度で、さらに力学特性（弾性率）の異方性を制御したインプラントの提供を目指した。具体的には、毒性が低く、純チタンに比べて高強度の生体材料である Ti-6Al-7Nb を用いたファイバーレーザによる SLM により、一方向に伸長した気孔内部に気孔の伸長方向とは異なる方向に様々な梁を付加して補強した構造体の作製を試み、弾性率の評価を実施した。

供試材は、ガスアトマイズ法により作製された平均粒径 22 μm の Ti-6Al-7Nb 粉末 [(株)大阪チタニウムテクノロジーズ製] とした。積層造形は、ビームスポット径 0.1 mm のファイバーレーザ (最大出力 400 W) を搭載した金属粉末積層造形装置 (独 EOS 社製 EOSINT-M280) を用いて、Ar 雰囲気中にて行った。一方向に気孔が伸長した多孔体の骨格構造として、多孔四角柱状構造を取り扱った。骨格構造の壁の厚さは、緻密な壁を造形可能な最小値として 0.4 mm 一定とした。多孔四角柱状構造の単孔四角形の一辺は約 5 mm とし、単孔四角柱状構造を x, y, z 各方向に 2 個ずつ合計 8 個張り合わせて、試料外形サイズを 10×10×10 mm とした [Fig. 9(I)]。この骨格構造の内部に導入する補強体として、一方向の垂直板 [Fig. 9(II)] および斜めに配置した一方向の垂直板 [Fig. 9(III)] を考え、CAD により構造体を設計した。板の厚さは全て骨格構造の壁の厚さと同じ 0.4 mm とした。力学特性は圧縮試験 (初期歪速度 $1.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) により評価し、圧縮方向は気孔の伸長方向に対し平行 (z 方向) および垂直 [直交する 2 方向 (x, y 方向)] の合計 3 方向とした。また、積層造形した構造体の力学特性の実測値と CAD モデルの有限要素解析の結果を比較した。

Fig. 10 は、多孔四角柱状構造体の造形物の外観写真である。造形物はほぼ CAD モデルどおりの寸法であり、外観上、欠損・空隙などは観察されなかった。また、内部構造を X 線 CT により観察した結果、ほぼ均一な厚さで空隙がほとんど認められない骨格および垂直板が得られていた。Fig. 11 に、CAD モデルの有限要素解析により計算した変形量から求めた弾性率 (a) と積層造形した多孔四角柱状構造体の弾性率の測定結果 (b) を示す。一方向の垂直板を導入した構造体

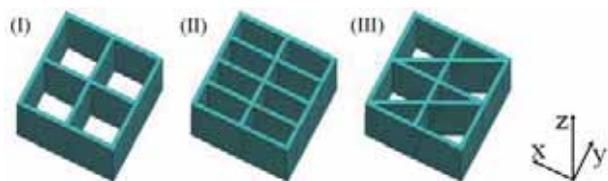


Fig. 9 CAD models with penetrating pores parallel to the direction of build (z direction): (I) a base model of a quadrangular prismatic structure; (II) a reinforced structure with one-directional plates parallel to the x direction and perpendicular to the xy plane inside; (III) a reinforced structure with one-directional plates diagonal to the x and y directions and perpendicular to the xy plane inside.



Fig. 10 SLMed specimens produced from quadrangular prismatic structural CAD models as shown in Fig. 9(I), (II) and (III).

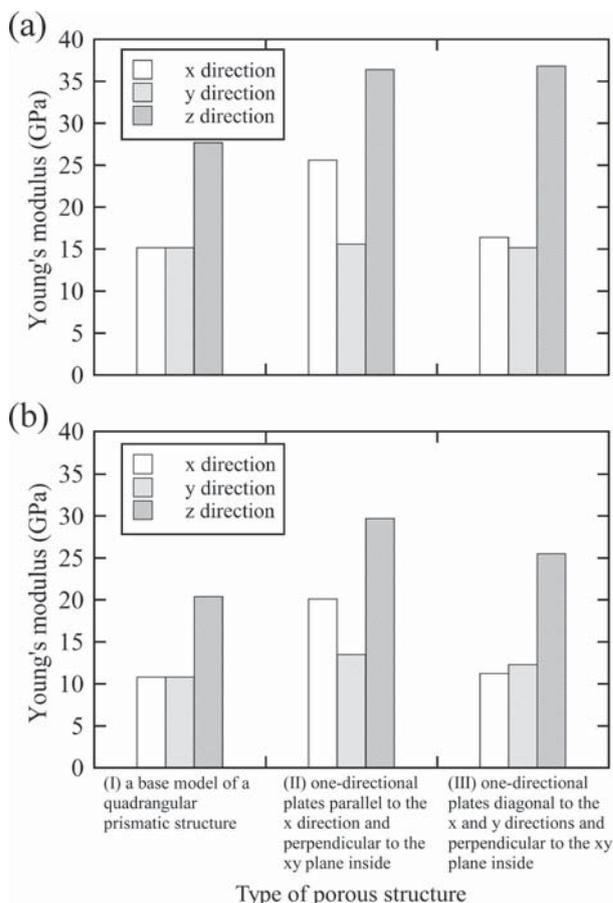


Fig. 11 Young's modulus of (a) CAD models as shown in Fig. 9 and (b) SLMed specimens as shown in Fig. 10 measured along the x, y and z directions.

[タイプ(II)]では, x 方向の弾性率は骨格のみの構造体に比べて大幅に増加するが, y 方向の弾性率はほとんど変化しておらず, x 方向への強化能を発現できている. すなわち, 力学特性の異方性を制御できていることがわかる. 一方, 斜めに配置した一方向の垂直板を導入した構造体[タイプ(III)]では, x, y 方向への強化能をほとんど発現できていない. 解析結果と実験値を比較すると, 各構造体の弾性率は, いずれの圧縮方向に対しても実測値のほうが低い値を示す傾向がある. これは, 造形物にひずみゲージを貼り付ける際に造形物の表面を研磨した結果, 有効壁厚さが設計値よりも薄くなったためと考えられる. ただし, 各構造体の x, y, z 方向に対する弾性率の異方性の傾向は, 有限要素解析の結果と実測値とではほぼ一致している. したがって, 力学特性の異方性を制御したインプラントの作製に際して, あらかじめ有限要素解析を用いて梁補強した多孔体を設計し, 実際に積層造形するアプローチは有効であると言える.

しかしながら, 多孔四角柱状構造はもともと x, y 方向と 45° 方向に面内異方性を有しているため, xy 面内の異方性を低減できる骨格構造として多孔六角柱状(ハニカム)構造に着目し, 現在, 検討を加えているところである. 一例として, Fig. 12 にハニカム構造内部に水平梁を 60° ずつ, 順次, 回転させてらせん配置にした造形物の外観写真を示す. これらの研究成果については, 順次公表していく予定である.

4. まとめ

本研究では, 一方向に伸長した気孔形状をもつ構造体を生体材料の一つである純チタンを用いた積層造形法で作製した. 相対密度 60%(気孔率 40%)程度の多孔体は, 気孔の伸長方向への応力負荷時には人の皮質骨と比べて同程度のヤング率とやや高い強度を示すことを見出した.

また, 一方向に伸長した気孔内部に気孔の伸長方向とは異なる方向に様々な梁を付加して補強した構造体を Ti-6Al-7Nb を用いた積層造形法で作製した結果, 弾性率の異方性を制御できることを見出した.

謝辞

本研究の一部は, 科学研究費補助金挑戦的萌芽研究(21656173)およびA-STEP探索タイプ(AS232Z01971C)の助成により行われました. 謝意を表します.

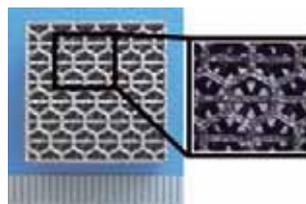


Fig. 12 An SLMed specimen with penetrating pores parallel to the building direction (z direction) produced with Ti-6Al-7Nb powder: the hexagonal prismatic (honeycomb) structure reinforced with three-direction rectangular bars rotated 60° like a spiral in order and parallel to the xy plane inside.

参考文献

- 1) M. Long and H. J. Rack: *Biomaterials*, **19** (1998) 1621.
- 2) N. Niinomi: *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, **1** (2008) 30.
- 3) 塙 隆生, 米山隆之: *金属バイオマテリアル*, コロナ社 (2007) 37.
- 4) M. E. O'Sullivan, E. Y. Chao and P. J. Kelly: *J. Bone Joint Surg.*, **71** (1989) 306.
- 5) C. E. Wen, M. Mabuchi, Y. Yamada, K. Shimojima, Y. Chino and T. Asahina: *Scr. Mater.*, **45** (2001) 1147.
- 6) I. H. Oh, N. Nomura, N. Masahashi and S. Hanada: *Scr. Mater.*, **49** (2003) 1197.
- 7) N. Nomura, T. Kohama, I. H. Oh, S. Hanada, A. Chiba, M. Kanehira and K. Sasaki: *Mater. Sci. Eng. C*, **25** (2005) 330.
- 8) E. Schneider, C. Kinast, J. Eulenberger, D. Wyder, G. Eskilsson and S. M. Perren: *Clin. Orthop. Relat. Res.*, **248** (1989) 200.
- 9) A. H. Burstein, D. T. Reilly and M. Martens: *J. Bone Joint Surg.*, **58** (1976) 82.
- 10) 中嶋英雄, 多根正和, 玄 丞均, 鈴木進補: *まてりあ*, **47** (2008) 196.
- 11) M. Tane, T. Ichitsubo, H. Nakajima, S. K. Hyun and M. Hirao: *Acta Materialia*, **52** (2004) 5195.
- 12) M. Tane, T. Ichitsubo, S. K. Hyun and H. Nakajima: *J. Mater. Res.*, **20** (2005) 135.
- 13) S. K. Hyun, T. Ikeda, and H. Nakajima, *Sci. Tec. Adv. Mat.*, **5** (2004) 201.
- 14) Y. Higuchi, Y. Ohashi and H. Nakajima: *Adv. Eng. Mater.*, **8** (2006) 907.
- 15) 米山 猛, 香川 博之, 阿部 諭, 末廣 栄覚: *精密工学会誌*, **73** (2007) 1046.
- 16) 酒井仁史: *素形材*, **54**, 2 (2013) 47.
- 17) D. A. Hollander, M. von Walter, T. Wirtz, R. Sellei, B. Schmidt-Rohlfing, O. Paar and Hans-Josef Erli: *Biomaterials* **27** (2006) 955.
- 18) A. Fukuda, M. Takemoto, T. Saito, S. Fujibayashi, M. Neo, D. K. Pattanayak, T. Matsushita, K. Sasaki, N. Nishida, T. Kokubo and T. Nakamura: *Acta Biomaterialia*, **7** (2011) 2327.
- 19) R. Stamp, P. Fox, W. O'Neill, E. Jones and C. Sutcliffe: *J. Mater. Sci.: Mater. Med.*, **20** (2009) 1839.
- 20) L. J. Gibson and M. F. Ashby: *セル構造体*, 大塚正久 訳, 内田老鶴園 (1993) 431.
- 21) W. Bonfield and M. D. Grynblas: *Nature*, **270** (1977) 453.

他誌掲載論文等概要

(2015.7.1 ~ 2016.6.30)

プロジェクト研究報告 『SIP(戦略的イノベーション創造プログラム) / 革新的設計生産技術 「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」』 はじめに

掛下知行* 田中敏宏* 中野貴由*
荒木秀樹* 古寺雅晴** 山口勝己***
西田一人**** 寺西正俊****

現在進行中のSIP(戦略的イノベーション創造プログラム) / 革新的設計生産技術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プロジェクトの活動を「生産と技術」(大阪大学発行)に特集号として紹介した。「生産と技術」の”夢はバラ色”欄に、大阪大学、パナソニック(株)、産技研がそれぞれの担当について解説記事を掲載し、同時に3者は、巻頭の「は

じめに」を共同で執筆した。当拠点に関する意義・考え方・活動内容等を示した。

生産と技術, 54, 10 (2015) 491.

* 大阪大学大学院工学研究科

** 理事長

*** 顧客サービス室

**** パナソニック株式会社

異方性カスタム新市場の創成・新規参入支援について

古寺雅晴* 山口勝己** 南 久***
中本貴之****

現在、進行中のSIP(戦略的イノベーション創造プログラム) / 革新的設計生産技術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プロジェクトの活動を紹介した。(1)三次元積層造形による新たなものづくり,(2)プロジェクトの背景と趣旨,参画,(3)AM研究開発センターについて,(4)異方性カスタム材質形状制御について,(5)異方性カスタム医療製品の研究開発について・・・など、メンバーが担当するテーマごとに13タイトルの解説記事を掲載した。大阪大学、パナソニック(株)をはじめ、生体福祉、カスタム個電、航空エネルギー部品の異方性カスタム製品を牽引

する企業が先導的に研究開発・実証を進める中、当所は、地域企業との接点の豊富さ、最新の機械装置の豊富さ、秘密保持に対する信頼性などを背景に、地域企業の積極的な新規参入、企業間連携を推進するための技術支援窓口の機能を担っている。本報告では、最近の技術動向を解説しながら、Delight設計を引き出すプロセスを示した。

日本金属学会会報『まてりあ』, 54, 10 (2015) 517.

* 理事長

** 顧客サービス室

*** 加工成形科

～ SIP 革新的設計生産技術 「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」 プロジェクト遂行にあたって～

古寺雅晴* 山口勝己** 南 久***
中本貴之****

SIP 革新的設計生産技術「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」プロジェクトは、大阪大学「学」、パナソニック株式会社等「産」、

当所「官」の連携により、デライト最適化上流設計と付加製造技術を両輪に、異方性カスタムによる高付加価値化を特色にした上流から下流までを一気通貫する

新ものづくり体制を実証し、地域主体の新たなものづくり技術の確立を進めている。本稿では、本プロジェクトにおける当所の役割、地域企業の革新的設計・付加製造拠点への期待、新規企業の参入、地域活性化への道筋について紹介した。

生産と技術, 67, 4 (2015) 107.

- * 理事長
- ** 顧客サービス室
- *** 加工成形科

イオンプレーティング法

三浦健一 *

イオンプレーティング法は、1963年にD. M. Mattoxによって提唱された成膜法であり、その後、数々の改良を重ね発展してきた。今日では切削工具や金型の寿命延長、難加工対策を目的とした表面処理技術として揺るぎない地位を確立しているばかりでなく、DLC膜の登場以来、各種機械部品や生体材料への応用など着実に広がりを見せている成膜法である。本稿では、イオンプレーティング法の歴史および原理と種類につい

て概説し、イオンプレーティング法による硬質化合物膜の特徴としてTiNを例に挙げて解説した。さらに、イオンプレーティング法による開発事例として、当所において開発した硬質膜への潤滑性付与技術を紹介した。

最新高機能コーティングの技術・材料・評価, (2015) 31.

- * 経営戦略課

全国公設試による中小企業技術支援を念頭に置いた DLC ラウンドロビンテストの試み

三浦健一 *

ダイヤモンドライクカーボン(DLC)の産業応用が急速に進んでいる。もはやDLC技術は中小企業にまで広く注目されるものづくり基盤技術となりつつある。一方で、DLCには「種類」があることから、分類法を提案して国際規格にしようとする活動も進められている。しかし、提案されている分類のための評価法は中小企業にとっては汎用性が低く、分類法自体がうまく活用

されない可能性が懸念される。本稿では、DLCに関する公設試の技術力の向上と、中小企業が使いやすい評価法の提案という観点で、平成24、25年度に全国19機関が参加する形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。

プラズマ・核融合学会誌, 92, 6 (2016) 472.

- * 経営戦略課

広報業務を通じて考えること

久米秀樹 *

業務推進課において広報業務を担当して考えることとして、広報に必要な要素とブランドの重要性について述べた。また、ニューセラミックス懇話会の理念と

ブランド価値にも言及した。

ニューセラミックスレター, 58 (2016) 8.

- * 業務推進課

Substituent Effect on Photo- and Electroluminescence Properties of Heteroleptic Cyclometalated Platinum(II) Complexes Based on a 2-(dibenzo[b,d]furan-4-yl)Pyridine Ligand

重広龍矢* Qiang Chen* 八木繁幸*
前田壮志* 中澄博行* 櫻井芳昭**

4, 5 位をシクロメタル化配位子とするヘテロレプテックシクロメタル化プラチナ錯体を合成し、フォトルミネセンスおよびエレクトロルミネセンスを調べた。シクロロメタン中では、4, 5 位置換体ともにメチルおよびフルオロ基置換体では緑色りん光を示したが、トリフルオロメチル基を導入した錯体では発光波長は長波長化し、黄色りん光を示した。また、4 位置換体のポリメタクリル酸メチル (PMMA) 薄膜中での発光特性は、置換基の種類にかかわらず高い発光量子収率を与

えた。さらに、4 位にメチル基を有する錯体を用いて、有機 EL を作製したところ、錯体のドーブ量により、エキシマー発光色が変わる大変興味深い現象を確認した。なお、CIE 座標は、(0.40, 0.56) (緑) から (0.51, 0.48) (オレンジ) に変化した。

Dyes and Pigments, **124** (2016) 165.

* 大阪府立大学大学院工学研究科

** 研究管理監

Electrical Discharge Machining of PCD in Ultrapure Water

柳田大祐* 南 久* 渡邊幸司*

これまで、焼結ダイヤモンド (PCD) の放電加工について検討し、非導電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。熱分解カーボンや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、その形成量が大きくなると加工能率を低下させる原因にもなる。そこで、加工能率を向上させることを目的として、脱

イオン水中での PCD の放電加工について検討した。その結果、油中と比べて加工速度が改善され、電極はほとんど消耗しないことがわかった。さらに、純水を用いて加工した場合、電解の影響を抑制できることもわかった。

Procedia CIRP, **42** (2016) 292.

* 加工成形科

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*

これまで、油中で放電加工した際に発生する熱分解カーボンや工具電極材料を、焼結ダイヤモンド (PCD) を構成するダイヤモンド粒子表面に導電性皮膜として形成させることで、非導電体であるダイヤモンドを直接放電加工し、高精度な加工が出来ることを示してきた。しかしながら、その形成量が大きくなると加工能率を低下させる原因にもなる。そこで、加工能率を向

上させることを目的として、脱イオン水中での、PCD の放電加工について検討した。さらに、PCD を構成するコバルトが電解溶出することが懸念されるため、加工液の比抵抗、温度、供給方法が電解溶出に与える影響について調べた。

電気加工技術, **40**, 124 (2016) 8.

* 加工成形科

ファイバーレーザを用いたアルミニウムと銅の異種金属溶接

萩野秀樹* 山口拓人*

ファイバーレーザを用いてアルミニウムと銅の異種金属溶接を行い、溶接部の引張せん断試験を行った。電子顕微鏡による溶接部断面の観察、エネルギー分散型 X 線分析装置による金属間化合物の観察および分析結果から、溶接速度を遅くすることにより溶接強度が向上し、レーザパワー 165 W、溶接速度 10 mm/s の溶

接条件で溶接した場合、幅 20 mm の試験片でのせん断強度が平均 330 N であった。また、破断形態は溶接金属部での破断とアルミニウムと銅の金属間化合物層の間の剥離の両方であった。

レーザ加工学会誌, 22, 3 (2015) 186.

* 加工成形科

大阪府立産業技術総合研究所の取組み

中本貴之* 木村貴広*

当所は 3D プリンタ [別名, AM(Additive Manufacturing) 装置] を古くから活用しており、その歴史は 1984 年に丸谷洋二氏 (現, 大阪産業大学名誉教授) が当所に在職時に発表した光造形法にまで遡る。特に、金属 AM 装置については、全国の公設試験研究機関の中でいち早く導入し、以来、今日に至るまで十数年にわたり利

活用している。本稿では、当所における金属 AM に関わる活動内容として、これまでの歴史、技術相談、普及業務、ならびに研究開発事例を中心に紹介した。

「新たなものづくり」3D プリンタ活用最前線, (2015) 235.

* 加工成形科

大阪府立産業技術総合研究所における AM 技術の現状と取組み

中本貴之* 四宮徳章* 北川貴弘**

当所は金属 AM 装置を全国の公設試験研究機関の中でいち早く導入し、種々の金属粉末を用いた造形技術開発に取り組んできている。また、最近では、「ものづくり設計試作支援工房」を開設し、3D データの作成、簡易的な形状試作などの支援を開始した。その後も、従来からの X 線 CT 装置や三次元形状測定機に加えて、3D スキャナや 3D 測定マクロスコープなどを導

入し、三次元計測技術の強化を図っている。本稿では、TRI における 3D デジタルものづくり支援体制の概要、および金属 AM 技術に関する取組みについて述べた。機械技術, 63, 12 (2015) 96.

* 加工成形科

** 制御・電子材料科

材料の機能制御による金属積層造形技術の新たな活用

中本貴之*

当所は 2 台の金属 SLM 装置を所有し、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 SLM 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。本稿では、当所における取組みの中から、機能制御技術としての SLM の活用事例を中心に紹介した。

先端加工技術, No.97 (2015) 13.

* 加工成形科

Fatigue Strength of Co-Cr-Mo Alloy Clasps Prepared by Selective Laser Melting

加嶋祐佳 * 高市敦士 * 中本貴之 **
 木村貴広 ** 余語良章 * 蘆田茉希 *
 土居 壽 * 野村直之 *** 高橋英和 *
 埴 隆夫 * 若林則幸 *

積層造形法で製作した Co-Cr-Mo 合金の歯科クラスプへの適用を目指して、引張試験と疲労試験を実施した。ダンベル形状の引張試験の結果、引張強度、降伏応力ともに、鑄造材に比べて高い値を示した。一方、クラスプ形状の疲労試験の結果、疲労強度は鑄造材に比べて、積層方向と 90 度方向の造形体では高くなるが、0 度、45 度方向の造形体では低くなる傾向を示した。

これは、表面粗さ、結晶方位、結晶粒界などの因子が関係していると考えられる。

Journal of the mechanical behavior of biomedical materials, **59** (2016) 446.

* 東京医科歯科大学

** 加工成形科

*** 東北大学大学院工学研究科

スライドモーション制御による角筒インパクト成形の高精度化

四宮徳章 * 白川信彦 **

角筒インパクト成形において、成形精度を高めるために、サーボプレスのスライドモーション制御の検討を行った。まず、スライド速度が成形品の板厚精度に及ぼす影響を調べた。また、成形中のパンチひずみの推移を測定することで、成形不良が発生する原因について調査した。その結果、成形初期におけるパンチの曲げ方向への弾性変形が板厚精度に影響を及ぼすことがわかった。成形初期においてスラグがダイに充満す

るまでの間に、パンチの進行・後退を繰り返すパルスモーションを行うことで、パンチの曲げ方向への弾性変形を低減でき、成形品の板厚精度を高めることができた。

塑性と加工, **56**, 654 (2015) 570.

* 加工成形科

** 金属材料科

インパクト成形における寸法精度向上のためのスライドモーションの検討

四宮徳章 * 白川信彦 **

インパクト成形の寸法精度に及ぼすサーボプレスのスライドモーションの影響を調べた。スライドモーションとして、速度の高いモーション、速度の低いモーション、途中で減速するモーション(2条件)、途中で停止するモーション(2条件)の6条件を設定し、A1070の円筒形状のカップをそれぞれ成形した。成形したカップの内径・外径を測定したところ、途中で減速したモー

ションの寸法精度が高いことがわかった。また、鍛造シミュレータにより成形中の温度を算出したところ、途中で減速したモーションでは、成形中の素材温度はほぼ一定であることがわかった。

塑性と加工, **57**, 661 (2016) 114.

* 加工成形科

** 金属材料科

中堅・中小企業のためのシミュレーション活用のポイント

四宮徳章* 白川信彦**

中堅・中小企業へのシミュレーションの導入が進んでいるが、人材面から専任の解析者を設けることができないなどの理由で、導入後、十分に活用できていないという話を耳にする。例えば、誤った設定で解析を行った場合でも、見栄えの良いグラフィックスで結果が出力されるため、その結果をそのまま信用してしまうケース、正しく解析された結果に対してどのような

パラメータで評価したら良いか疑問を持たれるケースが多いようである。本報では、主にプレス成形、鍛造の各種 CAE において実務上で課題となっている点について事例を交えながら紹介した。

プレス技術, 54, 3 (2016) 23.

* 加工成形科

** 金属材料科

Microstructures and Mechanical Properties of A356(AlSi7Mg0.3) Aluminum Alloy Fabricated by Selective Laser Melting

木村貴広* 中本貴之*

アルミニウムを用いた積層造形法は、高熱伝導性・低比重を活かし、熱制御部品や軽量化部材への応用が期待されている。本研究では、高い延性が期待される A356.0(JIS-AC4CH) アルミニウム合金粉末を用いて、レーザー照射条件を探索し、相対密度 99.8% 以上の高密度体が得られる条件を見出した。最適条件にて作製した造形体は、1 μm 以下の極めて微細なセル状組織が

ら成り、良好な機械的性質(引張強さ 400 MPa, 耐力 200 MPa, 伸び 12~17%)を示した。さらに造形体に焼鈍を施すことで、引張強さ、耐力はそれぞれ 250 MPa, 125 MPa まで低下する一方、伸びは約 30% まで大幅に向上することがわかった。

Materials & Design, 89 (2016) 1294.

* 加工成形科

レーザー積層造形法により作製した工業用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*

ファイバーレーザーを搭載した積層造形装置を用いて、工業用純アルミニウム造形体を高密度化するためのレーザー照射条件を探索した。得られた造形体は相対密度 99.7% の高密度体であり、アルミニウム、ケイ素もしくは鉄の酸化物が微細 (~0.3 μm) に分散した特異な組織形態を示した。造形体の機械的性質は、上記微細組織および残留応力によるひずみに起因し、良好な値(引

張強さ 110 MPa, 耐力 90 MPa, 破断伸び 30%)を示した。造形体の熱伝導率 (200 W/m \cdot K) は、同組成の展伸材 (230 W/m \cdot K) よりも若干低かったが、熱処理(焼きなまし)により展伸材並に向上することを明らかにした。軽金属, 66, 4 (2016) 167.

* 加工成形科

ポリマーの熱分解生成物を利用したレーザー合金化によるチタンの表面硬化

山口拓人*

チタンおよびチタン合金は高比強度、高耐食性、優

れた生体適合性といった長所を有する一方で、焼付き

を起こしやすく、耐摩耗性に乏しいという欠点がある。本研究ではチタンの耐摩耗性の向上を目的として、光透過性樹脂を用いた新規レーザ合金化プロセスを検討した。ポリビニルアルコール (PVA) を塗布したチタンにレーザを照射すると、PVA の熱分解生成物と熔融チタンが反応することで、表面に硬質な化合物層が形成

されることがわかった。化合物層は TiC を主な構成相とするもので、硬さおよび耐摩耗性に優れることを明らかにした。

天田財団助成研究成果報告書, 28 (2015) 211.

* 加工成形科

33rd International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics (ICALEO2014)

山口拓人 *

2014 年 10 月 19 日から 23 日にわたって、アメリカサンディエゴで開催されたレーザ加工に関する国際会議 (33rd International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics (ICALEO2014)) に参加した。本国際会議には、公益財団法人天田財団の国際会議等参加助成に

より援助を受けて参加したものであり、その参加報告として学会の概要および自身の発表内容について報告した。

天田財団助成研究成果報告書, 28 (2015) 240.

* 加工成形科

X 線応力測定法による孔の円周方向残留応力の測定

小栗泰造 * 田中 努 * 岡野俊之 **
村田一夫 **

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る。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

適しており、管内面の円周方向応力測定にも適用し得ると考えられる。そこで、二軸傾斜法で炭素鋼管の内面の円周方向応力の測定を試み、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。

材料, 64, 7 (2015) 554.

* 金属材料科

** 株式会社オカノプラスト

Analysis of Material Flow in the Sheet Forming of Friction-Stir Welds on Alloys of Mild Steel and Aluminum

田中 努 * 平田智丈 * 白川信彦 *
四宮徳章 **

鉄鋼 (SGCC) と各種アルミニウム合金 (1100, 5052, 5182) の突合せ摩擦攪拌接合材の引張強度とプレス成形性 (深絞り性) に関する研究。これらの接合材の継ぎ手効率は 85% 以上を示したが、深絞り性は母材よりも著しく低下した。これは、深絞りに要する荷重が大

きく異なり、低強度のアルミニウムが鉄鋼側に引張られるためであることが、シミュレーションや EBSD によって明らかになった。さらに、シミュレーション解析により素材と金型の摩擦係数を大きくすることでこのアルミニウムの引張変形を抑制できることがわかっ

た．実際に松脂によって増摩したサンプルでは 19% 深絞り性が改善されることが明らかとなった．

Journal of Materials Processing Technology, 226 (2015) 115.

* 金属材料科

** 加工成形科

摩擦重ね接合によるアルミニウム合金と樹脂材料の直接接合特性に及ぼすアルマイト皮膜処理の影響

岡田俊哉* 内田壮平** 中田一博***

重ね継手が多用される金属と樹脂の異材接合法に、加熱源として摩擦エネルギーを利用する新しい異材接合法である摩擦重ね接合法が提案されている．本報では、金属材料としてアルミニウム合金、ならびに樹脂材料としてポリエチエレン (PE) および接着性に優れたエチレン・アクリル酸コポリマー (EAA) を選択し、摩擦重ね接合法による接合継手特性に及ぼす接合条件およびアルミニウム合金の表面処理条件の影響を明らかにするとともに、接合界面組織の評価を行い、その接合機構を検討した．極性官能基を有する EAA はアルミ

ニウム合金に対して表面処理の有無にかかわらず、良好な接合継手が得られた．極性官能基を持たない PE はアルミニウム合金表面未処理材とでは、接合できなかった．一方、アルマイト皮膜処理を施すことにより良好な接合継手が得られた．

軽金属溶接, 53, 8 (2015) 298.

* 株式会社 UACJ

** 金属材料科

*** 大阪大学接合科学研究所

アルミニウム上へのめっき

森河 務*

アルミニウムの表面処理はアルマイトというのが一般的な構図であった．しかし、アルミニウム素材の利用においては、アルマイトでは発揮できない機能性の付与を求められ、種々の表面機能性を付与できる点からめっきの活用が増えている．ニーズに応じて活用が広がってきたアルミニウムへのめっきであるが、アルミニウム素材に応じた前処理の選定の難しさが、

未だにめっき皮膜の密着性、めっき製品の耐食性などの課題を抱えている．本報告では、アルミニウム材料へのめっき工程の概要を紹介するとともに、めっきにおける課題について紹介した．

近畿アルミニウム表面処理研究会創立 50 周年記念書、(2015) 14.

* 金属表面処理科

めっき膜の不良解析への分析装置の適用

森河 務*

めっき不良には、膨れ、ピット、はく離、ピンホール、ざらつき、腐食、変色などがあり、その発生要因は様々である．不良の要因を特定する場合、様々な分析・解析機器の活用が有用となる．このデータに基づいて不良の発生機構を推定する．近年、材料や製品の不良やトラブル説明では、要因の裏付けとしての分析データが求められ、具体的な対策を含めて提示することが必

要な時代になっている．分析機器を活用するには、各分析機器の特徴、得られるデータの意味を理解するとともに、不良発生の状況とそれをもたらす元素・化合物・化学状態の影響を知り、ターゲットを設定して分析装置を利用する必要がある．本解説では、めっき欠陥への表面分析の適用にあたっての基礎知識として、表面分析の概要と分析機器から得られる情報、めっき不良

要因の解析手順，分析機器の選定ポイントについて紹介した．

表面技術，**66**, 12 (2015) 552.

* 金属表面処理科

Fe 合金ジンケート処理におけるアルミニウム合金表面の XPS による検討

森河 務* 中出卓男**

アルミニウムおよびその合金の表面には，安定な酸化皮膜が形成されており，めっきを施すには，特殊な前処理が必要となる．その処理としては，ジンケート処理と呼ばれる亜鉛置換法が使われている．しかし，1回の亜鉛置換ではめっきの密着性が確保できないため硝酸で置換層を溶解除去し2回の置換処理をしなければならないこと，鉄と合金化することで密着性が向上するが，その機構については明らかにはなっていない．アルミニウム合金へのめっき利用を拡大するには，処

理で形成される表面構造および密着性改善の機構を明らかにし，処理を最適化して商品の信頼性を高めることが不可欠である．本報告では，Fe 合金ジンケート処理の各工程におけるアルミニウム合金表面を XPS で調べた結果について報告するとともに，各プロセスで形成される表面構造および密着性改善の機構についても考察した．

表面技術，**66**, 12 (2015) 658.

* 金属表面処理科

アルミニウム製品へのめっき技術の現状と課題

森河 務*

めっき技術からみると，アルミニウム素材は，活性が高く，密着性が得にくい“難めっき素材”である．当初，不安定で密着性が乏しかったアルミニウムへのめっきも，現在では安定な前処理プロセスが開発され，多くの部品に適用されるようになってきた．しかし，アルミニウムには様々な材種があり，前処理が適切で

ないと密着性が乏しくなる危険が大きい．本報告では，アルミニウム材料へのめっき工程を紹介するとともに，めっき皮膜の形成や活用にあたっての課題について紹介した．

科学と工業，**90**, 2 (2016) 25.

* 金属表面処理科

低温プラズマ処理による耐摩耗 SUS316L 溶射皮膜の開発

足立振一郎* 上田順弘*

オーステナイト系ステンレス溶射皮膜は，被加工物である鉄鋼製品と同じ鉄系材料であることから，被加工物との界面における親和性が高く密着性にも優れ，剥離などの危険性が少ない．さらに，耐腐食性も良好であるが，表面硬さがピッカース硬さ約 300 HV とサーメット皮膜やセラミックス皮膜と比べ軟質であるため，厳しい摩擦摩耗の環境下において長期間の使用が困難

である．そこで，新しい試みとして，プラズマ溶射した SUS316L 溶射皮膜に低温プラズマ浸炭処理，さらに浸炭処理と窒化処理の複合化処理を行い，拡張オーステナイト S 相を形成することで耐摩耗性を改善することを検討した．

溶射技術，**35**, 1 (2015) 44.

* 金属表面処理科

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

足立振一郎* 上田順弘*

窒素ガスを用いたコールドスプレー法による AISI316L 溶射皮膜は、通常の熱溶射とは異なり溶射中に酸化物が生成しないものの、気孔および亀裂などの欠陥が多く存在することが課題であった。レーザによる再溶融処理を施したところ、皮膜欠陥は大幅に低減し、バルク材のような緻密な組織を得ることが出来た。そこで、低温プラズマ窒化処理を試みた結果、ピッカース硬さで

1000 HV 以上までの硬化を達成した。また、耐腐食性に関しても、孔食の発生が抑制されるなどの改善が認められた。これらにより、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。

Journal of Thermal Spray Technology, 24, 8 (2015) 1399.

* 金属表面処理科

Rapid Diamond Deposition on Ni and Co Coatings by Using Twin Acetylene/Oxygen Gas Welding Torches

安藤康高* 野田佳雅* 足立振一郎**

ニッケルおよびコバルトの溶射皮膜の耐摩耗性を改善するため、溶射皮膜表面でのダイヤモンド合成を試みた。また、比較のためモリブデン基材上にも同様にダイヤモンド作製を試みた。その結果、ツイントーチを有するダイヤモンド合成装置に酸素・アセチレンの混合ガスを供給して燃焼合成することで、ダイヤモンド粒子がニッケルおよびコバルト溶射皮膜の表面で生成することが確認された。これは、モリブデン基材の

場合と同様であった。本ダイヤモンド合成方法の特徴として、ダイヤモンドが数分程度と非常に短時間で合成できることがわかった。本方法を適用することで、耐摩耗性に優れた溶射皮膜が作製できると考えられる。Journal of Thermal Spray Technology, 24, 7 (2015) 1408.

* 足利工業大学

** 金属表面処理科

チャンネル型微細溝を有した塑性加工金型用硬質厚膜の開発

小島淳平* 三浦健一** 四宮徳章***
森河 務*

塑性加工分野では、金型の耐久性向上として PVD 硬質膜コーティングの採用と潤滑油の併用が行われてきた。しかし、環境問題の観点から、潤滑油の極圧添加剤の制限や使用量削減が強く求められており、金型の耐摩耗性向上と潤滑油の効率的な利用を両立させる技術の確立が望まれてきた。本研究では、金型表面に微細で連続的な網目状の溝（チャンネル型）を有する硬質クロムめっきを施し、その上に硬質膜を厚く形成す

ることで、チャンネル型微細溝を有した硬質厚膜を新たに開発した。開発した膜は、高い保油性による優れた摩擦摩耗特性を示し、円筒深絞り試験においても成形荷重および潤滑油の低減を示した。

天田財団助成研究成果報告書, 28 (2015)38.

* 金属表面処理科

** 経営戦略課

*** 加工成形科

Multi Graphene Growth on Lead Pencil Drawn Silver-Halide Print Paper Irradiated by Scanning Femtosecond Laser

金子 智 * 清水芳忠 * 良知 健 *
 加藤千尋 * 田中聡美 * 長沼康弘 *
 片倉 亨 ** 佐藤和郎 *** 牛山幹夫 ****
 小沼誠司 **** 伊藤裕子 **** 滝川浩史 *****
 Goon Tan***** 松田晃史 ***** 吉本 護 *****

スコッチテープ法によるグラフェン作製の成功から、様々なグラフェンの作製方法が研究されてきた。本研究では、鉛筆と紙とフェムト秒レーザーを使用した新たな作製方法を提案する。4Hから10Hの鉛筆を用いて、様々な用紙に描画を行った。描画領域にフェムト秒レーザーの照射を試みた。10Bの鉛筆を用いて silver halide 用紙に描画した領域にフェムト秒レーザーを照射し、ラマン測定を行ったところ、大きな信号強度のGピークと小さな信号強度のDピークを得た。このことによ

り、マルチグラフェンが作製できたと考えられる。Japanese Journal of Applied Physics, 55 (2016) 01AE24.

* 神奈川県産業技術センター
 ** ソニー株式会社
 *** 制御・電子材料科
 **** 神奈川科学技術アカデミー
 ***** 豊橋技術科学大学
 ***** 東京工業大学

Low-Resistance Contacts of Electroless-Plated Metals with High-Mobility Organic Semiconductors: Novel Organic Field-Effect Transistors with Solution-Processed Electrodes

伊東正浩 * 宇野真由美 ** 竹谷純一 ***

フレキシブルや大面積の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。

Organic Electronics, 27 (2015) 53.

* 日本エレクトロプレATING・エンジニアーズ株式会社
 ** 制御・電子材料科
 *** 東京大学新領域創成科学研究科

Short-Channel Solution-Processed Organic Semiconductor Transistors and their Application in High-Speed Organic Complementary Circuits and Organic Rectifiers

宇野真由美 * 金岡祐介 * 車 溥相 *
 諫早伸明 ** 境 駿希 *** 松井弘之 ***
 三津井親彦 *** 岡本敏宏 *** 竹谷純一 ***
 加藤哲弥 **** 片山雅之 **** 宇佐美由久 *****
 山上 剛 *****

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、

RFID 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一方向に連続的に乾燥させることによって、有機薄膜の結晶を数 cm にわたって作製することができている。本論文では、この有機半導体膜を p 型と n 型半導体を塗り分けて作製し、CMOS 論理回路の基本となるインバータや発振素子を動作させ、有機 CMOS 回路として高速の応答特性を得た結果を報告した。また、RFID タグ動作のために、高速整流素子と組み合わせ、実際に

タグ動作のデモを実現したので詳細について述べた。Advanced Electric Materials, 1, Issue 12 (2015).

- * 制御・電子材料科
- ** パイクリスタル株式会社
- *** 東京大学新領域創成科学研究科
- **** 株式会社デンソー
- ***** 富士フイルム株式会社
- ***** トッパン・フォームズ株式会社

P(VDF/TrFE) 薄膜を用いた MEMS 超音波センサの感度改善

田中恒久 * 村上修一 * 宇野真由美 *
山下 馨 **

圧電体材料に P(VDF/TrFE) 薄膜を用いた圧電型の MEMS 超音波センサを設計・試作・評価した。これまで開発してきた MEMS 超音波センサの受信感度は小さく、実用化のために感度向上が必要である。そのため本研究ではダイアフラム構造の改良を行い、曲げ剛性の低減による受信感度向上を行った。ダイアフラムにシリコン酸化膜を使用したセンサ（以下従来型センサ）と、ダイアフラムが有機膜主体のセンサ（以下新型センサ）を試作して従来型と比較検討した。新型センサ

は従来型センサと比較して曲げ剛性が約 10.9 分の 1、受信感度が約 5.4 倍、共振周波数が約 3 分の 1 になった。ダイアフラムの曲げ剛性を低減した新規構造を開発することにより、受信感度の高感度化に成功した。電気学会論文誌 E2016 年 5 月号「平成 27 年度センサ・マイクロマシン部門総合研究会」特集, 136, 5 (2016) 134.

- * 制御・電子材料科
- ** 京都工芸繊維大学

圧電効果

吉村 武 * 村上修一 **

近年、身近な環境に存在する光、振動、熱、電磁波などをエネルギー源とする環境発電（エネルギーハーベスティング）が注目を集めている。未だ市場としては本格的に立ち上がってはいないが、今後、発電技術の向上と、センサ、無線ユニット、マイコンなどの消費電力が低減により、普及が進んでいくのは間違いない。今回、エネルギー源を振動とする圧電型振動発電

デバイスに関する圧電効果、デバイスのモデリング、圧電材料、試作例について、詳細に解説した。試作例では、筆者らが開発した BiFeO₃ 強誘電体薄膜を用いた圧電型 MEMS 振動発電素子についても紹介した。エネルギーハーベスティングの設計と応用展開, (2015) 32.

- * 大阪府立大学大学院工学研究科
- ** 制御・電子材料科

Organic Temperature Sensors and Organic Analog-to-Digital Converters Based on P-Type and N-Type Organic Transistors

中山健吾* 車 溥相* 金岡祐介*
諫早伸明** 小森真梨子** 宇野真由美*
竹谷純一***

フレキシブルな有機温度センサ及び有機読出回路から構成されるデジタル出力型の温度検知素子を開発した。有機温度センサは、導電性高分子 Poly(3,4-ethylenedioxythiophene):poly(styrenesulfonate) (PEDOT:PSS) を用いた抵抗変化型素子であり、有機読出回路は塗布成膜の有機半導体結晶膜を用いた CMOS コンパレータから構成される。温度センサのアナログ信号は、読出回路によってデジタル変換される。回路構成により、1 ビット出力と 2 ビット出力の 2 種類の AD 変換回路を

作製した。1 ビット読出の場合、温度センサの温度情報は、ある閾値温度に対する相対的な高低関係（高温なら”H”，低温なら”L”）として出力される。2 ビット出力の場合は、より詳細な温度範囲についての情報が出力される。

Organic Electronics, **36** (2016) 148.

* 制御・電子材料科

** パイクリスタル株式会社

*** 東京大学新領域創成科学研究科

Development and Reliability Evaluation of Embryo Monitoring System Using Time-Lapse Cinematography

宮田 静* 朴 忠植** 山東悠介***
藤木雄太* 佐伯和弘* 加藤暢彦*

高品質な胚盤胞への成長の可能性を持つ受精卵細胞を卵割段階において検出するための簡易タイムラプスシネマトグラフィ (TLC) 装置を開発した。本装置は、光学式顕微鏡システム、照明光システム、PC 制御によるカメラ、フォーカス調整機構から構成されており、これらは、防水性の筐体内に収められている。本装置は、

飽和環境下の CO₂ インキュベーター内に設置され、外部から遠隔で操作が可能となっている。

Advanced Biomedical Engineering, **5** (2016) 83.

* 近畿大学

** 制御・電子材料科

*** 製品信頼性科

ライティング教材作成を目指した日本語学術文長単位解析の試行

堀 一成* 坂尻彰宏* 石島 悌**

大学学部初年次生向け日本語アカデミック・ライティング指導教材を作成する際の基礎データとするため、学術文・技術文の長単位による形態素解析を行い、用いられている一般動詞と普通名詞の頻度情報を得た。学術文の代表として、大阪大学に提出された博士学位論文の要旨文を、技術文の代表として、大阪府立産業技術総合研究所の技術報告概要文を、解析の対象とし

て選定した。いずれも規模は小さく、試行を始めた段階に過ぎないが、長単位による形態素解析をすることで、学術文・技術文の表現特徴をよりよくマイニングすることができることがわかった。

言語処理学会第 22 回年次大会発表論文集, (2016) 685.

* 大阪大学全学教育推進機構

** 製品信頼性科

Study on Three-Dimensional Structural Analysis Method for Electrical Tree

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方法としてコンポジット材料の利用が注目されている。抑制効果を確認するためには、電気トリーを3次元的に観察する必要があるがそのようは研究例は少ない。本研究では、X-CTによって電気トリーを3次元的に観察しDBMモデルによる計算機シミュレーションの結果と比較した。樹枝状トリーではフラクタル次元が約2.4となり、ブッシュ状トリー

ではそれよりも大きな値となることが明らかになった。これはトリーの形状や密度の違いに由来していると考えられ、コンポジット化による効果が確認できた。Proceedings of 2015 IEEE 11th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM 2015), (2015) 236.

* 製品信頼性科

絶縁材料におけるイオン化ポテンシャルの電場依存性 - 量子化学計算によるアプローチ -

岩田晋弥 *

絶縁破壊の前駆現象として、部分放電や電気トリーの発生が知られている。これらを抑制することは、システム全体の信頼性向上にも繋がるため、非常に重要である。近年、材料のコンポジット化によって絶縁性の向上が試みられており、耐電気トリー性も報告されている。電気トリーの進展は材料のイオン化ポテンシャルと関わっているとされているが、詳細については未

解明な点が多い。本研究では電気絶縁材料のイオン化ポテンシャルが外部電場から受ける影響に着目し、密度汎関数理論による計算を行った。

第46回電気電子絶縁材料システムシンポジウム予稿論文集, (2015) 291.

* 製品信頼性科

住宅外皮チャンバーを用いたインテリアファブリックスによる断熱性評価

山本貴則 * 木村裕和 ** 山東悠介 *
窪田 衛 *** 大谷正男 ***

カーテンやカーペットなどのインテリアファブリックスを用いることによる断熱性を評価した。具体的には、一般的な住宅の壁面や床面ならびに窓などの外皮構造(外皮構造)を模倣した住宅外皮チャンバーを作製し、内部に設置した暖房機器の消費電力量の変化から断熱性を検討した。その結果、住宅外皮チャンバーの内部に設置したヒータの消費電力量は、カーテンやカーペットを施工することによって低減し、カーテンならびにカーペットを施工した場合にヒータの消費電力量は最も小さくなった。また、カーテンやカーペッ

トを施工した構造体の外皮平均熱貫流率とヒータの消費電力量との関係には、高い相関性がみられた。以上の結果より、住宅外皮チャンバーを用いることによって、カーテンやカーペットなどのインテリアファブリックスを施工したときの断熱性を実験的に評価できることがわかった。

Journal of Textile Engineering, 61, 4 (2015) 49.

* 製品信頼性科

** 信州大学繊維学部

*** 東リ株式会社

プラスチックの帯電性評価

平井 学 *

一般に、プラスチックは電気絶縁性が高いことが特徴であり、幅広い分野で使用されている。しかし、反面この性質のため容易に帯電し、汚れの付着や印刷不良など様々な静電気に関する問題を引き起こす。そこで、帯電防止機能を付与するなどの対策が行われるが、実際に目的のレベルの機能を発揮していないこともあ

る。したがって、研究開発の段階や品質管理の面でもその検証が求められている。本稿では、帯電性評価方法として、電気抵抗率測定と帯電減衰率測定について概説し、測定事例を紹介した。

電気特性の測定、評価とデータ解釈, (2015) 429.

* 製品信頼性科

カーボンナノ繊維ハイブリッド分散アルミニウム基 高熱伝導性複合材料の放熱部材への適用

垣辻 篤 *

アルミニウム中に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、熱伝導率がアルミニウムの3倍以上に向上した高熱伝導性複合材料の開発を行ってきた。本解説では、熱伝導率向上のた

めの開発指針、作製した材料の熱伝導特性を概説することにより、パワー半導体、高密度半導体レーザーならびにLEDなどの放熱基板への適用可能性について言及した。Material Stage, **15**, 10 (2016) 28.

* 化学環境科

Ion-Exchange Chromatographic Analysis of Peroxynitric Acid

中島陽一* 井川 聡* 谷 篤史**
北野勝久***

紫外可視検出器と氷冷されたイオン交換樹脂カラムを用いた、過硝酸 (O_2NOOH) のイオン交換クロマトグラフ分析法を開発した。この手法を用いて、溶液中での過硝酸の分解挙動を検討することが可能であった。さらに、過硝酸のピークに相当する分画を捕集し、再度分析を行うことで、過硝酸の分解物を研究した。その結果、分解生成物の大部分は硝酸イオンであったが、ごく少量の亜

硝酸イオンも検出された。硝酸イオンと亜硝酸イオン両者の総量と分画に相当する過硝酸のピーク面積の関係から、過硝酸のモル吸光係数を算出することができた。

Journal of Chromatography A, **1431** (2016) 89.

* 化学環境科

** 大阪大学大学院理学研究科

*** 大阪大学大学院工学研究科

ナノファイバー状芳香族ポリアミドの相転移挙動の解明

吉岡弥生 *

近年、ナノファイバーから構成される構造体は、触媒担体、フィルター、センサ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。我々はこれまでに沈澱重合法によって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きた。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。これらの相関を明らかにするため、ナノファイバーの内部構造について、その分子構造や温度変化に伴う構造変化の観点から検討を行った。

文部科学省「ナノテクノロジープラットフォーム」事業微細加工ナノプラットフォームコンソーシアム（公開サイト）、<http://nsn.kyoto-u.ac.jp/> の会員ページ内
* 化学環境科

Evaluation of Fatty Acid Oxidation by Reactive Oxygen Species Induced in Liquids Using Atmospheric-Pressure Nonthermal Plasma Jets

谷 篤史* 福井 智* 井川 聡**
北野勝久***

プラズマ殺菌の医療応用を検討する上で、人体への影響を他方面から評価する必要がある。これまでにタンパク質および核酸に対する影響を評価してきたが、細胞膜を形成する脂質に関する評価は進んでいなかった。そこで本研究では大気圧ヘリウムプラズマによる脂肪酸の酸化について調べた。プラズマの雰囲気ガスを制御することで、液中に供給される一重項酸素、オゾン、及びスーパーオキシドアニオンラジカルの定量を行い、さらにプラズマによる直接的な脂肪酸の酸化

についても評価した。プラズマと酸素が直接接触しない構造にすることで、脂質酸化を防ぎつつ、殺菌に必要な活性種を供給することが可能であり、安全で強力な殺菌技術として期待される。

Journal of Physics D: Applied Physics, 48 (2015) 424010.

* 大阪大学大学院理学研究科

** 化学環境科

*** 大阪大学大学院工学研究科

Determination of the Antibacterial Constituents Produced by Lactobacilli Against a Periodontal Pathogen: Sodium Lactate and a Low Molecular Weight Substance

河井智美* 大島朋子* 新 良一**
井川 聡*** 前田伸子* 五味一博*

近年、口腔の健康促進や口腔疾患の予防を含むプロバイオティクスの効果に関する研究が行われている。歯周病原菌に対するプロバイオティクス菌の抗菌メカニズムを解明するために、代表的な歯周病菌である *P. gingivalis* に対して強い抗菌活性のある *L. fermentum* ALAL020 によって産生された抗菌物質の同定を行った。培養上清中の主な抗菌物質は単一ピーク分画とし

て精製され、その分子量 (m/z) は、226.131 Da であった。この低分子化合物を LC-MS 分析したところ、組成式は $C_{11}H_{18}O_3N_2$ であると明らかになった。

Journal of Probiotics & Health, 3, 3 (2016) 1000135.

* 鶴見大学歯学部

** 株式会社エイエルエー中央研究所

*** 化学環境科

凹凸型ゲル微粒子のミクロ構造 (高分子微粒子)

木本正樹*

アゾ基含有ポリエチレングリコール系重合開始剤 (PEGMAI) を用いて 2 官能性モノマーを水/アルコール混合溶媒中で分散重合を行うと、凹凸型ゲル微粒子が得られる。凹凸型ゲル微粒子のミクロ構造の詳細や、生

成機構を確認するため、微粒子断面 SEM 観察、微粒子合成時における形態変化、粒度分布測定を行った。PEGMAI およびモノマーは溶媒中に溶解しており、重合が開始してしばらくすると PEG ブロックで囲まれた領

域内部で一次粒子が形成される。一次粒子は架橋密度が高く、PEG ブロックと接しているため、合一せずにそれぞれ粒子成長し、その後一次粒子間の架橋も進み、最終

的に凹凸型のゲル微粒子が得られるものと考えられる。粉分析, (2015) 132.

* 繊維・高分子科

ゲル微粒子と金ナノ粒子の複合微粒子におけるミクロ構造 (複合微粒子)

木本正樹 *

アゾ基含有ポリエチレングリコール系重合開始剤 (PEGMAI) を用いて 2 官能性モノマーとともに分散重合を行う事で得られる凹凸型ゲル微粒子はポリエチレングリコールがシェル層を覆っているため分散液は安定であり、ほとんど沈降を生じない。しかし、予め合成した金ナノ粒子分散液を混合すると、赤紫色の沈降物を生じた。この沈降した物質が何かを調べるため、

沈降物の透過型電子顕微鏡による観察、ゲル微粒子および沈降物についての TG-DTA 測定を行った。これらの実験結果から、ゲル微粒子中に残存しているアゾ基が関与することで、金ナノ粒子との間に相互作用を生じて吸着し、複合微粒子が生成しているものと考えられる。粉分析, (2015) 134.

* 繊維・高分子科

技術賞を受賞して

西村正樹 * 赤井智幸 ** 嘉門雅史 ***

ジオシンセティックス技術情報 [29, 3, (2013)] に掲載された技術報文「ガス透過性防水シートを用いたキャッピング工法の開発と除染廃棄物仮置場への適用」に対し、国際ジオシンセティックス学会日本支部より、2014 年度 JC-IGS 技術賞を受賞した。ここでは、受賞に対する所感を述べるとともに、除染廃棄物仮置場の上部シートに要求される性能、およびガス透過性防水

シートが除染廃棄物仮置場の上部シートとして広く適用されるに至った要点について概説した。

ジオシンセティックス技術情報, 31, 1 (2015) 15.

* 繊維・高分子科

** 理事

*** 一般社団法人環境地盤工学研究所

Comparative Field Experiment on Gas Permeability of Cover Sheets for Temporary Storage Sites of Decontamination Waste

榎尾孝之 * 石田正利 * 西村正樹 **
赤井智幸 ***

遮水性とガス透過性を併せ持つガス透過性防水シートは、福島原子力第一発電所の事故に係る除染において、除染廃棄物仮置場のカバーシートとして適用されている。一方、遮水性は有するがガス透過性の無い遮水シートも、ガス抜き管と併用するかたちで、除染廃棄物仮置場のカバーシートとして使用される。本研究では、実際の仮置場において、両シートをそれぞれカバーシートとして適用した際の除染廃棄物際の内の温度および酸素濃度を測定し、気象変化がそれらに及ぼす影響を比

較した。その結果、ガス透過性防水シートは気象変化による大きな影響を受けることなく、仮置場カバーシートとして十分な性能を維持しうることが確認できた。

Proceedings of the 15th Asian Regional Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering, (2015)

* 太陽工業株式会社

** 繊維・高分子科

*** 理事

Photodegradable Cross-linking Reagents and Their Application to Easy-peel PSA

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。本原稿では、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の紹介を行った。CONVERTECH & e-Print, 5, 5 (2015) 99.

* 繊維・高分子科

** 大阪府立大学

Photo-Induced Decrosslinking in Pressure-Sensitive Adhesives Composed of O-Acyloxime-Based Photolabile Crosslinkers

陶山寛志* 館 秀樹**

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。我々は、これまでに、架橋可能部位と光分解性部位を併せ持つ光分解性架橋剤の開発を行い、解体性材料としての応用を検討してきた。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。本論文では、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。

Journal of Photopolymer Science and Technology, 28, 1 (2015) 45.

* 大阪府立大学

** 繊維・高分子科

Synthesis and Bifunctional Catalysis of Metal Nanoparticle-Loaded Periodic Mesoporous Organosilicas Modified with Amino Groups

堀内 悠* Dang Do Van* 米澤祐介*

齋藤雅和** 道志 智*** Tae-Ho Kim****

松岡雅也*

規則性メソポーラス有機シリカを基盤とした酸化と塩基の二元触媒能を有する新規触媒系の構築に関する研究を行った。規則性メソポーラスエチレンシリカ (PME) を担体として、エポキシ化反応により、エチレンジアミンを修飾した (PME-ED)。PME-ED 細孔内に Au を担持することで、アルコール酸化反応と Knoevenagel 縮合のワンポット反応が進行することがわかった。この触媒設計方法は他の二元系触媒にも応用

でき、Pd ナノ粒子と N,N-ジメチルエチレンジアミンで修飾した PME で構成される触媒で Tsuji-Trost 反応が進行することを明らかにした。

RSC Advances, 5 (2015) 72653.

* 大阪府立大学大学院工学研究科

** 群馬工業高等専門学校

*** 繊維・高分子科

**** Sun Moon University

口頭発表概要

(2015.7.1 ~ 2016.6.30)

金属材料の種類と材料欠陥材料試験及び検査

第37回金属熱処理技能検定学科試験講習会(大阪市)(27.7.18)

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学科試験の基準及びその細目に従い、対策を解説した。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の出題問題例を中心に解説した。

TiN および DLC の硬さについて

産業技術連携推進会議技術向上支援事業「ドライコーティング膜のナノインデンテーション評価に関する検討」第1回検討会(鳥栖市)(27.10.2)

三浦健一

HCD法によるTiN膜およびUBMS法によるDLC膜の硬さについて、膜質制御の観点から検討してきた内容をまとめた。TiN膜の硬さは結晶粒径と残留応力に依存しており、それらに及ぼす因子として成膜温度、イオン衝撃、不純物酸素が挙げられた。TiN膜に存在する大きな残留応力は高い硬さをもたすが、膜の環境遮断性(被覆材の耐食性)や耐摩耗性にはむしろ悪影響を及ぼすことがわかった。DLC膜の硬さは水素濃度と残留応力に依存していると考えられ、それらに及ぼす因子として成膜温度とイオンアシスト効果が挙げられた。DLC膜の摩耗には、硬さだけではなく、低摩擦発現に寄与している摩擦生成物が関与している可能性が示唆された。

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)(27.10.27)

三浦健一

ドライコーティング技術の概要として、化学蒸着法、物理蒸着法の定義と特徴に関して説明するとともに、当該技術において広く活用されているプラズマの基礎について講義した。また、ドライコーティング技術の中で構造用皮膜形成に多用されているイオンプレーティング法を取り上げ、その歴史的変遷、各種方式と特徴、応用例を解説した。さらに、最近各種分野において注目されているダイヤモンドライクカーボン膜に

ついて、定義、分類、一般的な特徴、成膜法といった基礎から、応用として代表的な適用事例について概説した。最後に、当所におけるドライコーティング技術に関する開発例を紹介した。

ドライコーティング

第23期大阪高等めっき技術訓練校(大阪市)(27.11.5)

三浦健一

化学蒸着法、物理蒸着法の定義および特徴等、ドライコーティング技術の概要を説明するとともに、プラズマの基礎について講義した。また、ドライコーティング技術の中でも構造用皮膜形成に多用されているイオンプレーティング法を取り上げ、その歴史、変遷、各種方式と特徴、応用例について解説した。また、最近、各種分野において応用が進んでいるダイヤモンドライクカーボン膜について、定義、分類、一般的な特徴、成膜法といった基礎から、応用として代表的な適用事例について概説した。最後に、当所におけるドライコーティング技術に関する開発例を紹介した上で、ドライコーティング技術の課題と今後を展望した。

公設試連携による中小企業支援のためのDLC評価技術の検討

第80回日本熱処理技術協会講演大会(吹田市)(27.12.16)

三浦健一

ダイヤモンドライクカーボン(DLC)膜の実用化が急速に進み、大企業だけでなく中小企業も採用し始めている。一方で、DLCには「種類」があることから、DLCを分類して国際規格にしようとする活動が進められている。しかし、同時に提案されている評価法は中小企業にとって汎用性が低く、分類法も含めてうまく活用されない可能性が懸念される。ここでは、地域のものづくり中小企業の技術支援を使命とする公設試が、公設試自身のDLCに関する技術力の向上と中小企業が使いやすい評価法を提案するという観点で、平成24、25年度に全国19機関が参加する形で実施された公設試連携DLCラウンドロビンテストの内容の一部を紹介した。

公設試連携によるドライコーティング膜のナノインデンテーション評価に関する検討

産業技術連携推進会議製造プロセス部会総会(つくば市)(28.2.4)

三浦健一

ドライコーティング膜の開発や品質管理において、硬さは最も重要な基本特性であり、公設試に寄せられるドライコーティング膜の硬さ試験に関する相談・依

頼は非常に多い。ドライコーティング膜は薄膜のため、ナノインデンテーション法を適用する必要があるが、近年急速に普及しはじめた評価技術で、試験条件に関する確固たる共通認識は今のところ存在していない。そこで、公設試が連携してナノインデンテーション法に関する知識の習得ならびに薄膜に適用する際のガイドラインの策定を目的とした産技連技術向上支援事業が実施されている。本講演では、全国 19 機関が参加して実施された本事業の背景、概要、成果の一例について報告した。

繊維および関連製品のトラブル原因解析概論

大阪府立産業技術総合研究所技術フォーラム(和泉市)(28.3.3)

浅澤英夫

繊維材料およびその関連物質について今までの技術相談から典型的な原因と解析結果をまとめ、生産工程上での役に立つ対策法を述べた。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、染料の分子構造の崩壊による退色以外に、キレート生成などによる変色についても述べた。さらに酸化窒素ガスとフェノール系酸化防止剤により黄色物質が生成し、繊維材料や高分子材料が黄変するメカニズムとその解析方法についても述べ、これらの知見から対策防止方法も説明した。

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

SIP 革新的設計生産技術公開シンポジウム 2015(東京都)(27.9.17)

山口勝己, 中本貴之, 他

SIP(戦略的イノベーション創造プログラム) / 革新的設計生産技術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プロジェクトは、「デライトものづくり」を実現する技術や仕組みを開発することで、産業を活性化し、競争力のある高付加価値な新市場を創出するモデルの構築と実証を行うものである。今回は、SIP 革新的設計生産技術公開シンポジウム 2015 にて、これまでの本拠点の活動・成果を報告し、デライトなものづくりを啓蒙するとともに、新規参入企業に対し PR を実施した。

Luminescent Properties of Green Phosphorescent

Cyclometalated Platinum(II) Complexes in Polymer Thin Films

The Seventh East Asia Symposium on Functional Dyes and Advanced Materials (EAS7)(Sakai, Osaka)(27.9.3)

櫻井芳昭, 他

2-(ジベンゾ [b,d] フラン -4- イル) ピリジン (dbfp) をシクロメタル化配位子とする強発光性シクロメタル化白金 (II) 錯体を開発することを目的として、dbfp の 4 位および 5 位にメチル基、フルオロ基、もしくはトリフルオロメチル基を導入した錯体を合成し、発光特性への置換基効果について調べた。4 位置換体、5 位置換体ともにメチル基およびフルオロ基置換体では無置換体と同様の緑色りん光を示したが、トリフルオロメチル基を導入した錯体では発光波長は長波長化し、黄色りん光を示した。ポリメタクリル酸メチル薄膜中での発光特性は、各錯体とも溶液中とほぼ同じ発光スペクトルを与えたが、興味深いことに、4 位置換体は置換基の種類にかかわらず 0.7 以上の高い発光量子収率を与えることがわかった。

次世代白色有機 EL 照明素子の印刷技術による作製

第 46 回中部化学関係学協会支部連合秋季大会(津市)(27.11.7)

櫻井芳昭

照明光源を用途とする大面積有機 EL 素子作製に適した低コストプロセスとして、印刷技術を基盤とする溶液塗布法に着目し、溶液塗布法に応用可能な新規蛍光、りん光材料の開発および新規材料を用いた溶液塗布法からの分子分散型白色発光高分子 EL 素子の作製を行ってきた。ここでは、新規に開発した蛍光またはりん光材料および電子輸送材料である OXD-7 を正孔輸送材料であるポリビニルカルバゾール(非共役系高分子)に混合した単層型発光層を有する高分子 EL 素子を作製し、その電界発光特性を評価した結果について述べた。

緑色りん光性シクロメタル化白金錯体 (II) の PL および EL 特性

第 63 回応用物理学学会(東京都)(28.3.19)

櫻井芳昭, 他

2-(ジベンゾ [b,d] フラン -4- イル) ピリジン (dbfp) をシクロメタル化配位子とする強発光性シクロメタル化白金 (II) 錯体の開発を目的として、dbfp の 4 位および 5 位にメチル基、フルオロ基、もしくはトリフルオロメチル基を導入した錯体を合成し、発光特性への置換基効果について調べた。また、4 位置換体のポリメタクリル酸メチル薄膜中での発光特性は、置換基の種類

にかかわらず，高い発光量子収率を与えた．さらに，4位にメチル基を有する錯体を用いて，ポリマー型有機ELを作製したところ，錯体のドーブ量により，エキシマー発光色が変わる大変ユニークな現象を確認した．

Carrier-Transporting Phosphorescent Organoiridium Complexes Aimed at Application to Solution-Processed OLEDs

日本化学会第96春季年会(京田辺市)(28.3.24)

櫻井芳昭， 他

有機EL素子(OLED)の発光層は，発光およびキャリア輸送材料から構成される．しかし，単層発光層を形成する発光材料において，キャリア輸送機能が，適切に付与できれば，キャリアとエキシトンを発光中心に対し効率高く注入できる．そこで，本研究では，シクロメタル化補助配位子上に電子輸送性部位を有するリン光性有機金属錯体を合成した．さらに，合成した新規金属錯体を使い，溶液プロセスから作製した単層発光層から構成されるOLEDの特性についても調べた．その結果，緑色の電界発光が観測され，この発光色は，従来のシクロメタレート型イリジウム錯体の発光色と同じであった．このことから，構造新規錯体は，非ドーブ型OLED用緑色発光材料として有用であることがわかった．

カルバゾール部位を導入したアセチリド配位子を有するりん光性ジピリドフェナジン白金(II)錯体の合成と発光特性

日本化学会第96春季年会(京田辺市)(28.3.25)

櫻井芳昭， 他

本研究では，ジピリド[3,2-a:2',3'-c]フェナジン(dppz)を基盤とする新規りん光性白金(II)錯体のフェニルアセチリド配位子上に，ホール輸送性原子団としてカルバゾールを導入した新規錯体を合成し，非ドーブ型OLED用発光材料としての有用性について検討した．とくに，新規錯体から構成される薄膜を発光層とする非ドーブ型OLEDを作製したところ，赤橙色の電界発光が観測され[CIE色度;(x,y)=(0.62,0.38)]，薄膜の発光と同様の電界発光スペクトルが得られた．このことから，新規錯体は，非ドーブ型OLED用発光材料として有用であることがわかった．

Development of Phosphorescent Organoiridium Complexes Bearing Carrier-Transporting Moieties Aimed at OLED Applications

日本化学会第96春季年会(京田辺市)(28.3.25)

櫻井芳昭， 他

有機EL素子(OLED)の発光層は，発光およびキャリア輸送材料から構成される．しかし，単層発光層を形成する発光材料において，キャリア輸送機能が，適切に付与できれば，キャリアとエキシトンを発光中心に対し，効率高く，注入できる．そこで，本研究では，シクロメタル化，補助配位子上にキャリア輸送性部位を有するリン光性有機金属錯体を合成した．さらに，合成した新規金属錯体を使い，溶液プロセスから作製したOLEDの特性についても調べた．その結果，作製したOLEDでは，電子輸送性材料をドーブしなくても，緑色発光を確認できた．このことは，単層素子の作製がより簡単にできることを示唆している．

X線CTによる非破壊観察とデジタルものづくり

府市合同セミナー2016(大阪市)(28.2.23)

足立和俊

X線CTスキャナは，非破壊で内部が観察できる装置であり，ものづくり産業においても近年盛んに活用されるようになってきている．一方向からの観察である透視撮影と異なり，CTを用いれば任意の方向の断面を観察でき，さらに三次元的な表示も行うことができる．また，CT画像を三次元形状データに変換して，3Dプリンタでの造形に用いることも可能である．本講演では，X線CTスキャンの概要及び当所に設置されている2台の装置(直交CTと斜めCT)の特徴・差異について説明した後，撮影事例や三次元スキャナとしての活用事例を紹介した．

精細金型用鋼の超精密切削加工におけるダイヤモンド工具の長寿命化

精密工学会北海道支部学術講演会(千歳市)(27.8.29)

本田索郎， 他

ガラス製の高性能光学素子の成形には，耐熱性の高い鉄系材料の精細金型が必要である．しかし，これを超精密切削加工するには，ダイヤモンド工具の激しい熱化学的摩耗が問題となる．本研究では，代表的な精細金型用鋼であるSUS420J2改良鋼にプラズマ窒化処理を施し，ダイヤモンド工具との親和性を低下させることで，工具摩耗の抑制を試みた．端面切削実験の結果，工具摩耗は大幅に減少し，鏡面の創成も可能であることが確認できた．また，削り代としての窒化層深さも100 μm 以上確保できており，実際の光学素子用金型の加工に適用できる可能性がある．

Suppression of Tool Wear in Ultra-Precision Diamond Turning of Steel by Nitriding

30th ASPE Annual Meeting(Austin, USA)(27.11.3)

本田索郎, 他

鉄系材料の超精密切削加工では、単結晶ダイヤモンド工具の急速な熱化学的摩耗が問題となる。本研究では、鉄系被削材の表面に窒化処理を施し、ダイヤモンド工具との親和性を低下させることで、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材料であるマルテンサイト系ステンレス鋼(SUS420J2改良鋼)にプラズマ窒化処理を施し、端面旋削実験を行った。その結果、いずれの材料においても工具摩耗の著しい減少と、仕上げ面粗さの顕著な向上を確認できた。またマルテンサイト系ステンレス鋼においては、窒化層(拡散層)の下端近くでも強い摩耗抑制効果が発揮されることが判明した。

微小径ダイヤモンド工具の放電ツルイーイング

溶接学会第111回マイクロ接合研究委員会(大阪市)(27.9.9)

渡邊幸司, 南 久, 柳田大祐

微小径ダイヤモンド工具として広く用いられている電着ダイヤモンド砥石は、安価な微細工具として期待されているが、砥粒切れ刃高さを均一に揃えるための適切なツルイーイング方法がないため、高精度加工には利用されていない。これまでに、突出したダイヤモンド砥粒の先端部だけを選択的に除去する新しい放電ツルイーイング法を提案し、放電加工で砥粒突き出し高さを均一化できること、また、ツルイーイングした砥石を用いることで研削加工面の表面粗さを向上できることがわかっている。本発表では、これまでの成果をまとめて報告した。

超純水を用いた焼結ダイヤモンドの放電加工 - 加工液の比抵抗と温度の影響 -

電気加工学会全国大会(徳島市)(27.12.3)

柳田大祐, 渡邊幸司, 南 久

これまでに焼結ダイヤモンド(PCD)の放電加工において、非導電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。また、超純水中でPCDを放電加工すれば、油中加工に比べて、加工能率、電極消耗率を改善できることも報告した。本報告では、PCDを水中で放電加工した場合、焼結助剤であるCoが電解溶出し、PCDの機械的特性を損なうことが懸念されるため、加工液(純水)の比抵抗や温度の違いがCoの電解溶出現象に与える影響について調べた。その結果、加工液の比抵抗値が高い程、また液温が低い程、Coの電解溶出現象を抑制できることがわかった。

多層フィルムを用いた熱可塑性CFRPの開発

産業技術連携推進会議ナノテクノロジー・材料部会第53回高分子分科会(金沢市)(27.10.22)

奥村俊彦

近年、マトリックス樹脂に熱可塑性樹脂を用いた炭素繊維強化複合材料(CFRP)が注目されている。現在、プレス成形用の熱可塑性CFRPシートの開発が進められているが、熱可塑性樹脂は一般に粘度が高く、炭素繊維に含浸しにくいことが製作上の課題となっている。本研究では、比較的流動性に優れるポリプロピレン(PP)樹脂と炭素繊維との接着性に優れるポリアミド(PA)樹脂とを組み合わせた多層フィルムを用いて熱可塑性CFRPシートの作製を試み、その機械的特性を評価した。その結果、外層がPP樹脂である多層フィルムを用いてCFRPシートを作成した場合、曲げ弾性率や曲げ強度などの曲げ特性が向上することがわかった。

Selective Laser Melting of High-Temperature Intermetallic Compounds

日本金属学会秋期講演大会(福岡市)(27.9.17)

中本貴之, 木村貴広, 他

近年、金属粉末積層造形法分野では、高温金属間化合物材料を用いた研究が盛んになってきており、特にNi基超合金の単結晶の造形事例のように新たな単結晶の製法として注目されている。本研究では、MoSi₂およびTiAl基合金に着目し、種付けによる単結晶の造形の可能性について調査した。その結果、MoSi₂のSelective laser meltingにおいて、レーザー出力および走査速度を検討することで、種付けが可能であることを明らかにした。

レーザー積層造形法を用いて作製した銅合金の組織と機械的性質

日本鉄鋼協会第170回秋季講演大会(福岡市)(27.9.17)

中本貴之, 木村貴広, 他

ロケットエンジンの内壁は、内部に複雑かつ微細な溝構造が施され、その溝構造に液化燃料を流すことにより冷却が行われている。本研究では、複雑形状を作製可能な積層造形に着目し、銅合金(Cu-Cr-Zr)のレーザー照射条件を探索した。その結果、貫通した溝構造を有する造形体の作製に成功したが、造形体内部に三日月状の形態を有する気孔が観察された。これはレーザー照射時における銅合金の湯流れ不足や溶融プールの肥大化により生じるポーリング現象が原因として考えられる。

レーザー積層造形法を活用した金属造形物の機能制御

レーザー学会第 481 回研究会「次世代レーザー加工」(和泉市)(27.9.29)

中本貴之, 木村貴広, 白川信彦

金属粉末レーザー積層造形法 (SLM) を利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。また, 現在, 当所が参画中の SIP 革新的設計生産技術「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」プロジェクトについても紹介した。

Mechanical Properties of Selective Laser Melted Co-Cr-Mo Alloys for Biomedical Applications

Brazil MRS Meeting XIV(Rio de Janeiro, Brazil)(27.9.29)

中本貴之, 木村貴広, 他

Co-Cr-Mo 合金は優れた耐食性を示し, 歯科部材として広く利用されている。本研究では, レーザ積層造形法により作製した Co-33Cr-5Mo-0.3N 合金の組織と機械的特性について調査した。組織観察の結果, 数 μm 程度のセル状デンドライトが積層方向に伸長していた。また, Co-33Cr-5Mo-0.3N 合金造形体の機械的性質は Co-29Cr-6Mo に比べて高強度・高延性を示した。これらのことから, 本合金を積層造形により成形するプロセスは Co-Cr-Mo 合金の機械的性質の向上に有効であることがわかった。

レーザー積層造形法による力学特性の異方性制御

第 26 回新構造・機能制御と傾斜機能材料シンポジウム (FGMs-2015 in 福岡)(福岡市)(27.9.30)

中本貴之, 木村貴広, 吉川忠作, 白川信彦

人工股関節等の金属製インプラントでは, 弾性率が人の骨よりも過大であることは, ストレスシールドイング(荷重遮断)による骨吸収につながる大きな問題である。本研究では, 骨と同程度の低弾性率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, Ti-6Al-7Nb 粉末のレーザー積層造形により, ハニカム構造の内部に気孔の伸長方向とは異なる方向に様々な水平梁を付加した構造体の作製を試みた。その結果, 梁の方向と本数に応じて, X,Y,Z 方向の弾性率の異方性を制御できることがわかった。

レーザー積層造形法で製作した Co-Cr-Mo 合金クラスプの疲労強度

第 66 回日本歯科理工学会学術講演会(東京都)(27.10.3)

中本貴之, 他

歯科用部材であるクラスプでは疲労強度が重要な性質である。本研究では, 積層造形法で製作したクラスプの疲労強度を評価した。クラスプの造形方向は, 積層方向と 0 度(平行), 45 度, 90 度(垂直)の 3 方向とした。疲労試験の結果, 90 度方向の造形体は, 鑄造材に比べて高い疲労強度を示すが, 0 度, 45 度方向の造形体は, 低い疲労強度を示した。クラスプの造形体の疲労強度は異方性を有することが確認され, 造形方向に留意することで既存の歯科鑄造を上回る疲労強度を有したクラスプの製作が可能であることが明らかになった。

金属粉末積層造形法の概論と大阪府立産技研における研究開発

日本鑄造工学会鑄造設備部会第 6 回研究会(名古屋市)(27.10.5)

中本貴之

本講演では, 鑄造設備に関する企業や研究機関の方々を対象に, 金属粉末積層造形法の概論として, 原理, 特徴, 造形事例について解説した。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。当所ではこれまで種々の金属粉末を用いた造形技術の研究開発を行ってきている。その中で, 特に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おり, 炭素鋼粉末の造形における金属組織と力学特性の関係, チタン系粉末の造形における梁構造体と弾性率の異方性の関係など, 種々の機能制御技術について紹介した。

銅系材料を用いた金属粉末レーザー積層造形

産業技術連携推進会議製造プロセス部会第 2 回 3D ものづくり特別分科会(大阪市)(27.10.8)

中本貴之, 木村貴広

銅系材料のレーザー積層造形では, 銅の高い反射率, 高い熱伝導率のため, 緻密体を得ることが難しいという問題があり, 装置メーカーの標準材料のラインアップに未だに無い。本研究では, レーザ積層造形に適した新規銅合金粉末の開発, および高密度・高導電率を達成できる造形パラメータ(レーザー照射条件)の開発を目指した。その結果, 相対密度 99% 程度の緻密体を得ることに成功した。また, 引張強さと伸び, 導電率ともに, 黄銅と同等の特性を有する合金を見出した。

種々の金属粉末を用いたレーザー積層造形技術の研究開発
金属 3D プリンタ・シンポジウム - 新たなものづくりの現状と将来展望 - (豊田市)(27.10.26)

中本貴之

本講演では、金属粉末積層造形法の概論として、原理、特徴、造形事例について解説した。また、最近の大阪府における本工法の相談傾向について紹介した。当所では、これまで種々の金属粉末を用いた造形技術の研究開発を行ってきた。その中で、本工法は機能制御（材質制御および構造制御）技術として利用できていることがわかってきている。研究開発事例として、アルミニウム合金粉末の造形における金属組織と力学特性の関係、チタン系粉末の造形における梁構造体と弾性率の異方性の関係などについて紹介した。

金属粉末積層造形技術の応用展開

ものづくり技術シーズ発表会（和泉市）(27.10.29)

中本貴之

金属粉末積層造形法（3D プリンティング）は、CAD モデルから複雑な機械部品や金型、テーラーメイドの生体インプラント等を直接造形できる加工法として注目されている。また、近年、本加工法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ていることがわかってきている。本講演では、金属粉末積層造形技術の特徴と当所における研究開発事例について紹介した。

金属粉末ラピッドプロトタイピング

東大阪市モノづくり開発研究会（和泉市）(27.12.2)

中本貴之

近年 3D プリンティング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ピング（積層造形）技術の原理、特徴、造形事例など概要を解説した。また当所における金属粉末積層造形装置の特徴や利用事例、技術相談傾向についても詳述した。当所はこれまで種々の金属材料によるレーザー積層造形技術の開発に取り組んできた。これらの中から、鉄系および非鉄系粉末材料それぞれの造形技術開発事例を中心に、本技術の機能制御技術としての活用法について紹介した。

Fatigue Resistance of Co-Cr-Mo Alloy Clasps Fabricated by Selective Laser Melting Process

6th International Conference on Mechanics of Biomaterials and Tissues(Waikoloa, Hawaii, USA)(27.12.7)

中本貴之，木村貴広，他

本研究では、Co-Cr-Mo 合金の積層造形法で製作した歯科クラスプの疲労強度を評価した。疲労試験の結果、積層方向と 90 度方向の試料は、鋳造材と比較して高強度であったが、0 度、45 度方向の試料はともに低めであった。90 度材では、結晶粒界が荷重負荷方向と垂直

になるため、疲労強度は向上したと考えられる。造形方向に留意することで、既存の歯科鋳造材を上回る疲労強度を有したクラスプの製作が積層造形法により可能であることがわかった。

金属粉末レーザー積層造形法における造形物の高性能化
第 56 回材質制御研究会「3D プリンタによる金属部材の積層造形技術」（鳥取市）(27.12.11)

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（材質および構造制御）技術として利用できる。本講演では、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。炭素鋼およびアルミニウム合金の造形では、機械的性質の向上を目指した金属組織（材質）制御について述べた。また、チタン合金の造形では、骨に類似した弾性率の異方性制御を目指した構造制御について述べた。さらに、構造制御の事例として、ラティス構造を利用した実用化事例についても紹介した。

大阪府立産技研における金属 AM を活用した研究開発と技術支援

第 1 回地方公設試験研究機関金属 AM 技術担当者会議（東京都）(28.1.20)

中本貴之，木村貴広

当所は全国の公設試験研究期間の中でいち早く金属粉末積層造形装置を導入し、技術支援および研究開発に利活用してきた。最近では 3D プリンターのブームと重なり、全国から多数の問い合わせを受け、多忙な状況にある。本会議は全国の公設試から金属積層造形の担当者が集まる会であり、その中で、当所のこれまで約 15 年間にわたる取組みとして、種々の金属粉末を用いた造形技術の研究開発事例、実用化事例、今後の当所の役割について発表した。

宇宙・航空産業に利用可能な積層造形技術の研究開発
宇宙・航空関連ものづくりシンポジウム（堺市）(28.2.22)

中本貴之

当所は、金属粉末レーザー積層造形法を利用した造形物内部の機能制御（材質および構造制御）技術の研究開発に取り組んできた。本講演では、まず、金属粉末レーザー積層造形技術の特徴について解説した。次に、当所におけるこれまでの取り組みの中から、宇宙・航空産業に利用可能な積層造形技術として、材質制御による高温耐熱材料の開発事例、および構造制御によるヒートシンクの開発事例について紹介した。

ユーザ視点からの金属 3D プリンタの現状と将来展望について

金属粉末3D プリンティング技術講演会(長野市)(28.2.25)
中本貴之

金属粉末積層造形技術は近年 3D プリンティングと称され、簡便な金属加工法として捉えられているが、その本質、留意点など十分に理解されていない点が多い。本講演では、当所のこれまでの経験を踏まえて、ユーザ視点からの装置活用状況として、本工法の長所・短所、造形事例、留意点、各メーカーの装置の特徴、全国の公設試の導入状況などについて解説した。また、当所における最新の応用例についても紹介した。

材料の機能制御による金属積層の新たな活用開発
先端加工技術講演会「素材革命で広がる 3D プリンター
技術の最前線」(東京都)(28.2.26)

中本貴之

金属粉末積層造形法 (AM) の原理、特徴、造形事例について紹介した。また、当所における金属粉末レーザー積層造形 (SLM) を利用した機能制御技術に関するこれまでの取組みとして、材質および構造制御技術としての SLM の活用について紹介した。

金属粉末積層造形 (3D プリンティング) 技術の概論 -
レーザー積層造形技術を中心に -
西部金属熱処理工業協同組合第 2 回技術講習会 (大阪
市)(28.3.8)

中本貴之

金属粉末積層造形 (3D プリンティング) 技術は、複雑な機械部品や金型、テーラーメイドの生体インプラント等を CAD モデルから直接造形できる加工法として注目されている。本加工法は、CAD モデル通りの外形状を造形できることはよく知られているが、近年、造形物内部の機能制御 (材質および構造制御) 技術として利用できていることがわかってきている。本講演では、金属粉末積層造形技術の特徴と造形事例を概説し、当所にて取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。

Selective Laser Melting of MoSi₂ Based Alloys

日本金属学会春期講演大会 (東京都)(28.3.25)
中本貴之, 木村貴広, 他

近年、金属 AM (Additive manufacturing) の分野では、従来の標準的な材料に限らず、TiAl のような高温の金属間化合物を用いた研究が盛んになってきているが、報告事例はまだ少ない。そのため、遷移金属シリサイ

ドのような高温の金属間化合物に対する AM の適用可能性を調査することは重要である。本研究では、MoSi₂ 基金属間化合物に着目し、種付けによる単結晶造形の可能性について調査した。EBSD 分析の結果、レーザー照射条件を最適化することで、1 層目の方位が種結晶と同じであることを明らかにした。

積層造形法による高電流用水冷トーチの開発
国際ウエルディングショー (大阪市)(28.4.13)

中本貴之, 木村貴広, 武村 守, 内田壮平, 他

溶接トーチに要求される機能として、不活性ガスによるシールド性、電流による発熱やアーク輻射熱に対する耐熱性、小型・軽量化、強度が挙げられる。共同研究において、産業用機器対応可能な導電率、熱伝導率ならびに機械強度を有する銅合金粉末の開発と積層造形手法の確立を行った。今回、これらの成果を活用して、高冷却性能を有する大電流対応の小型トーチの製作に世界で初めて成功し、国際ウエルディングショーにて初披露した。

金属粉末レーザー積層造形法による高機能造形物の開発
溶接学会春季全国大会 (大阪市)(28.4.14)

中本貴之, 木村貴広

金属粉末積層造形法は付加製造法 (AM) の一種であり、製品に関する CAD モデルから複雑な金属形状を迅速に造形できる加工法である。本発表では、本加工法を利用した、材質制御あるいは構造制御による造形物の高機能化技術について、当所における研究開発事例を紹介した。例えば、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開発では、ハニカム構造内部に様々な水平梁を付加した構造体を造形することで、骨類似の弾性率の異方性を発現できることを見出した。

レーザー積層造形法により作製した銅合金の組織と機械的性質

溶接学会春季全国大会 (大阪市)(28.4.14)

中本貴之, 木村貴広, 他

Cu-Cr-Zr 合金は高強度、高熱伝導率であるため、ロケットエンジンの燃焼器に使用されている。燃焼器の内壁では、複雑かつ微細な溝構造を付与し、液化燃料を流すことにより冷却が行われているが、従来の製法では工数の多さが問題となっていた。そこで本研究では、複雑形状を作製可能な積層造形法に着目し、Cu-Cr-Zr 合金の積層造形特性について調査した。造形体内部には三日月状の形態を有する気孔が観察されたもの

の、引張試験の結果より、比較的高い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。

Effect of Powder Fabrication Process on Microstructure and Mechanical Properties of Selective Laser Melted Metals for Biomedical Applications

10th World Biomaterials Congress(Montreal, Canada)(28.5.21)

中本貴之, 木村貴広, 他

コバルトクロム合金は強度と耐磨耗性に優れることから、整形外科や歯科分野で広く使用されている。本研究では水アトマイズ法とガスアトマイズ法により高クロム高窒素含有コバルトクロム合金粉末を作製し、レーザ積層造形体の組織と機械的性質の差異について調査した。その結果、水アトマイズ粉末を用いた造形体は、ガスアトマイズ粉末のもの比べて、残留気孔が少ないため、高い強度と伸びを示すことがわかった。両者の粉末に含有される酸素濃度の差異が造形体の緻密化に寄与したものと考えられる。

レーザー積層造形法を用いた銅合金の組織と機械的性質に及ぼす造形パラメータの影響

粉末粉末冶金協会春季大会(京都市)(28.5.26)

中本貴之, 木村貴広, 他

ロケットエンジンの内壁には、液化燃料を流し燃焼器を冷却するための複雑かつ微細な溝構造が施された銅合金が用いられている。この燃焼器の製作プロセスにレーザー積層造形法の適用を検討するにあたり、本研究では銅合金造形体の組織と機械的性質に及ぼす造形パラメータの影響について調べることを目的とした。引張試験の結果、レーザー走査速度に依存して造形体の0.2%耐力は変化し、走査速度600 mm/sのとき最大値を示した。XRD解析の結果、造形体の結晶配向性と0.2%耐力に相関があることを明らかにした。

金属積層造形技術を用いた新たな活用展開

素材技術セミナー「3Dプリンタ(付加製造技術)を用いた新たなビジネス展開への取組みと期待」(東京都)(28.6.22)

中本貴之

金属積層造形技術は、造形物内部の材質制御技術あるいは構造制御技術として利用できていることがわかってきている。本発表では、金属造形物の高機能化技術としての研究開発事例として、炭素鋼やアルミニウム合金の組織制御技術、および15-5PHやTi合金の構造制御技術を中心に紹介した。また、現在参画中のSIP事業についても紹介した。

X線CTスキャナを用いたデジタルものづくり技術

日本塑性加工学会西日本若手の会技術交流コロキウム(和泉市)(27.12.4)

四宮徳章

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。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、非接触のデジタイザでは測定不能な複雑形状や内部構造のスキャンも行われている。本発表では、一般的なX線CT撮影の事例紹介に加えて、X線CTスキャナを3Dスキャナとして利用した事例を報告するもので、CADで利用可能なデータ形式への変換や3Dプリンタでの造形対応といったデジタルものづくりへの応用例を紹介した。

X線CTスキャナを用いた3Dデジタルものづくりの取り組み

近畿ポリテクビジョン2016(岸和田市)(28.2.26)

四宮徳章, 吉川忠作, 柳田大祐, 足立和俊

X線CTスキャナ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。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、従来のデジタイザでは測定できなかった複雑形状や内部構造の測定に使われている。本報では、一般的なX線CT撮影の事例紹介に加えて、X線CTスキャナを3Dスキャナとして利用し、CADで利用可能なデータ形式への変換や3Dプリンタでの造形を含めたデジタルものづくりへの応用例を紹介した。

大阪産技研におけるsimufact.formingを用いた技術支援・研究開発の取り組みについて

MSC Software 2016 Users Conference(東京都)(28.6.8)

四宮徳章

鍛造CAEを用いた当所における技術支援事例、研究開発事例について紹介を行う。技術支援事例としてはボルトのヘッド加工などを紹介した。また研究開発事例としては、インパクト成形の寸法精度に及ぼすサーボプレスのスライドモーションの影響について報告した。スライドモーションとして、高速、低速、途中で減速するモーション、途中で停止するモーションを設定し、アルミニウム製の円筒形状のカップをそれぞれ成形した。成形したカップの内径・外径は、途中で減速したモーションの寸法精度が高いことがわかった。

また、CAEにより成形中の温度を算出したところ、途中で減速したモーションでは、素材温度はほぼ一定であった。

X線CTスキャナを用いたデジタルものづくり技術
塑性加工春季講演会(京都市)(28.5.20)

四宮徳章

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。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ンも行われている。本発表では、一般的なX線CT撮影の事例紹介に加えて、X線CTスキャナを3Dスキャナとして利用した事例を報告するもので、CADで利用可能なデータ形式への変換や3Dプリンタでの造形対応といったデジタルものづくりへの応用例を紹介した。

アルミニウム粉末を用いた3Dプリンティングとその
応用

金型総合技術研究会総会記念講演会(大阪市)(27.8.7)

木村貴広

金属系3Dプリンタは、複雑な形状を比較的短時間で造形できるため、各種機械部品や金型等の試作、最近では多品種少量の生産分野で注目されている。中でも、アルミニウムを用いた3Dプリンティングは、その高熱伝導性・低比重を活かし、航空宇宙や自動車、産業機械分野等において、熱交換器のような熱制御部品や軽量化部材への応用が期待されている。本講演では、金属系3Dプリンティング技術全般について概説し、当所で行っているアルミニウム粉末を用いた3Dプリンティングに関する研究開発事例を報告した。また、アルミニウムヒートシンクへの実用化事例について紹介した。

レーザー積層造形法を用いて作製したAC4CHアルミニウム合金の組織と機械的性質

軽金属学会関西支部若手研究者・院生による研究発表会(大阪市)(27.12.16)

木村貴広, 中本貴之, 他

本研究では、金属粉末レーザー積層造形法により作製したAC4CHアルミニウム合金造形体の組織と機械的性質の関係、および熱処理がそれらに及ぼす影響を調査した。まず緻密体を得るためのレーザー照射条件を探索し、相対密度99.8%以上の高密度体を得られる条件を確立した。最適条件にて作製した造形体は、0.5 μm

以下の微細なセル状組織を呈し、それに起因して機械的性質は強度・伸び共に同組成の溶製材に比べて大幅に優れた値を示した。また、従来強度向上のために用いられてきた時効熱処理は、本造形体においては逆の効果を示し、強度は低下する一方、伸びは大幅に向上することがわかった。

AC4CHアルミニウム合金粉末を用いたレーザー積層造形材料開発研究会(姫路市)(27.12.24)

木村貴広, 中本貴之, 他

延性と強度を両立するレーザー積層造形用アルミニウム材の開発を目指し、AC4CHアルミニウム合金粉末を用いてレーザー照射条件の探索および機械的性質・金属組織の調査を行った。レーザー照射条件の最適化により、相対密度99.8%以上の緻密体が見出された。最適条件にて作製した造形体は、0.5 μm以下の微細セル状組織から成り、同組成の溶製材と比べて非常に優れた機械的性質(引張強さ400 MPa, 耐力200 MPa, 伸び12~17%)を示した。また、熱処理(150~350 °C×5時間)により、強度は低下するものの、伸びは最大30%前後(展伸材並)まで大幅に向上することがわかった。

アルミニウム系粉末を用いた積層造形とその応用

第4回粉末積層3D造形技術委員会講演会(大阪市)(28.3.1)

木村貴広

アルミニウム系粉末を用いた積層造形法は、その低比重・高熱伝導性を活かし、航空宇宙や自動車分野等において、軽量化部材や熱交換器・ヒートシンクのような熱制御部品への応用が期待されている。当所では本技術の適用拡大を目指し、積層造形用アルミニウム系粉末材料やその造形技術の研究を進めてきた。本講演ではそれらの中から、アルミニウム積層造形体の高密度化への取り組み、各種アルミニウム系粉末を用いて作製した積層造形体の組織と熱的・機械的性質、熱処理による各特性の変化を中心に報告した。また、企業と共同で本技術の実用化に成功したヒートシンクの事例についても併せて紹介した。

アルミニウム系粉末を用いたレーザー積層造形技術の開発

軽金属学会東北支部講演会およびイブニングセミナー(仙台市)(28.3.11)

木村貴広

アルミニウム系粉末を用いた積層造形技術について、これまで当所で行ってきた研究事例および熱制御部品への実用化事例について紹介した。レーザー照射条件を最適化して作製したAl-10%Si-0.4%Mg合金造形体は相

対密度ほぼ 100% の緻密体であり、その組織は極めて微細なセル状組織を呈す。それにより、造形体の機械的性質は同組成のダイカスト材よりも強度・伸び共に大幅に優れた値を示した。また、熱処理による造形体の特性の変化は鑄造等溶製材と異なり、時効温度の上昇に伴って、強度は低下し、伸び・熱伝導率は向上することがわかった。

レーザー積層造形法を用いて作製した AC4CH アルミニウム合金の組織と機械的性質

軽金属学会第 130 回春期大会 (吹田市) (28.5.29)

木村貴広, 中本貴之, 他

金属粉末レーザー積層造形法により作製した AC4CH (Al-7%Si-0.3%Mg) アルミニウム合金造形体の組織と機械的性質の関係および熱処理による機械的性質の変化について調査した。最初に 緻密化のためのレーザー照射条件を探索し、高密度体 (相対密度 99.8% 以上) が得られる条件を見出した。最適条件にて作製した造形体は、極めて微細な dendrite セル状組織を呈し、機械的性質は同組成の金型鑄造材に比べて大幅に優れた値を示した。また熱処理 (焼きなまし) により、造形体の強度は低下する一方、伸びは大幅に向上することがわかった。

レーザーメタルデポジションによる局所的な表面改質技術ものづくり技術シーズ発表 (和泉市) (27.10.29)

山口拓人

レーザーメタルデポジション (LMD) は基材にレーザー光を照射しながら粉末材料を供給することで、耐摩耗性や耐食性に優れた肉盛層を基材表面に形成する手法である。本技術は、機械部品や金型などに新しい機能を付加することができる局所的な表面改質技術として利用可能である。本講演では、平成 25 年度地域オープンイノベーション促進事業にて当所に導入された LMD システムの概要と活用事例について紹介した。研究事例として、複数の粉末供給経路を利用したコバルト合金と硬質炭化物粒子 (炭化タングステン) の複合材料のレーザー肉盛を紹介した。

レーザープロセスを用いた金属表面改質技術

産官金ネットワーク構築による公設試の橋渡し機能強化事業第 1 回公設試シーズ発表会 (大阪市) (27.12.2)

山口拓人

レーザー合金化はレーザーを照射した領域に他の物質を添加することで、基材と組成の異なる合金層を局所的に形成させ、表面を高機能化する手法である。本手法

は必要な箇所に短時間で密着性に優れた合金層の形成が可能であるが、合金化材料の供給方法に課題がある。例えば、粉末を使用する場合には粉末の供給ムラやレーザー照射時に飛散することによって不均一な合金層となりやすい。そこで、より簡易な方法で表面硬化層を形成させる新規なレーザー合金化プロセスを検討することとした。本発表ではこの新規レーザー合金化プロセス開発の経緯と概要、適用例としてチタンの耐摩耗性向上の事例を取り上げて講演を行った。

光透過性樹脂を用いたレーザーアロイングによるチタンの耐摩耗性向上

第 84 回レーザー加工学会講演会 (名古屋市) (28.1.19)

山口拓人, 萩野秀樹

レーザーアロイングは、レーザー照射によって局所的に溶融された母材表面に他の物質を混合し、母材と異なる組成の合金層を形成させる手法であるが、従来の手法では合金化元素の供給方法等に課題があった。我々は、均一な合金層を安定して得られる新たなプロセスとして、光透過性樹脂を用いる方法を考案した。本発表では、チタンの耐摩耗性向上を目的とし、光透過性樹脂に PMMA (ポリメタクリル酸メチル) を使用して合金層の形成を試みた。超硬合金を相手材とした摩擦摩耗試験を行った結果、合金層は未処理部と比べて摩擦係数が大きく低減し、摩耗も抑制されることが明らかとなった。

光透過性樹脂を用いたレーザー合金化技術

表面改質技術研究委員会 (大阪市) (28.2.2)

山口拓人

レーザー合金化は、レーザー照射によって局所的に溶融させた基材表面に他の物質を添加することで、基材と異なる組成の合金層を形成させ、表面を高機能化する手法である。この手法の特長は、処理物全体を加熱することなく、必要な箇所だけに短時間で密着性に優れた合金層の形成が可能なことであるが、合金化材料の供給方法に課題があり、均一な組成の合金層を狙い通りに形成させることが困難であった。しかし簡易な方法で表面硬化層を形成させる新規なレーザー合金化プロセスとして、光透過性の樹脂を使用する手法を考案した。本発表では、レーザー表面改質の概要と光透過性樹脂を用いたレーザー合金化技術の開発経緯について報告した。

レーザーメタルデポジションによる高品位な肉盛加工技術府市合同セミナー 2016 (大阪市) (28.2.23)

山口拓人

レーザーメタルデポジション (LMD) は基材にレーザー光を照射しながら粉末材料を供給することで、耐摩耗性や耐食性に優れた肉盛層を基材表面に形成する手法である。本技術は、機械部品や金型などに新しい機能を付加することができる局所的な表面改質技術として利用可能である。本講演では、レーザー表面改質の概要と平成 25 年度地域オープンイノベーション促進事業にて当所に導入された LMD システムの活用事例について紹介した。研究事例として、コバルト合金のレーザー肉盛、および複数の粉末供給経路を利用したコバルト合金と硬質炭化物粒子の複合材料のレーザー肉盛を紹介した。

光透過性樹脂を用いたレーザーアロイングによるチタン表面への炭化物形成

日本金属学会春期講演大会 (東京都) (28.3.23)

山口拓人, 萩野秀樹

レーザーアロイングは、レーザー照射によって局所的に溶解された母材表面に他の物質を混合し、母材と異なる組成の合金層を形成させ、耐摩耗性などの機能を付与する手法である。本研究では、チタンの耐摩耗性向上を目的として、光透過性樹脂を用いてレーザーアロイングを行うことにより、樹脂/チタンの界面において、樹脂の熱分解によって生じた炭素との反応による炭化物の形成を試みた。本発表では、表面の化合物層について X 線回折による結晶構造解析・FE-EPMA および GDS による組成分析を行った結果を中心に報告した。その結果、最表面は酸素の混入が認められるものの、炭化物の形成が確認でき、耐摩耗性も向上することがわかった。

レーザー肉盛によって作製した Ni 基金属間化合物合金コーティングの特性評価

日本金属学会春期講演大会 (第 158 回) (東京都) (28.3.24)

山口拓人, 萩野秀樹, 他

Ni 基超々合金は、立方体形状の初析 $\text{Ni}_3\text{Al}(\text{L}_{1_2})$ 相を取り囲むチャンネル部が $\text{Ni}_3\text{V}(\text{D}_{0_{22}})$ 相と Ni_3Al 相との共析組織から構成される 2 重複相組織を特徴とする複相金属間化合物で、高温での強度や硬さ特性に優れる。一方、近年普及が進みつつあるレーザーを用いた肉盛コーティングはミリオーダーの厚膜作製や入熱量を精度よく制御できることから基材成分による希釈を最小限に抑えた肉盛層が作製できる利点を有している。本発表では、レーザー肉盛条件を変化させ、良好な Ni 基超々合金の肉盛層を得るための加工条件を調査した結果を報告した。

Ni 基金属間化合物合金を用いた鉄鋼材料へのレーザー肉

盛と評価

日本鉄鋼協会第 171 回春季講演大会 (東京都) (28.3.24)

山口拓人, 萩野秀樹, 他

Ni 基超々合金は、立方体形状の初析 $\text{Ni}_3\text{Al}(\text{L}_{1_2})$ 相を取り囲むチャンネル部が $\text{Ni}_3\text{V}(\text{D}_{0_{22}})$ 相と Ni_3Al 相との共析組織から構成される 2 重複相組織を特徴とする複相金属間化合物で、高温での強度や硬さ特性に優れる。一方、近年普及が進みつつあるレーザーを用いた肉盛コーティングはミリオーダーの厚膜作製や入熱量を精度よく制御できることから基材成分による希釈を最小限に抑えた肉盛層が作製できる利点を有している。本講演では、単層の肉盛において良好な Ni 基超々合金の特性を発現させるためのレーザー照射条件と、多層肉盛時における肉盛層の組織と特性について明らかにした結果を報告した。

レーザー表面改質の現状と光透過性樹脂を用いたレーザー合金化プロセス

第 85 回レーザー加工学会講演会 (吹田市) (28.6.10)

山口拓人

レーザーを用いた焼入れ、肉盛、合金化といった表面改質技術は、レーザー加工が始められた当初から研究されているものの、広く普及しているとは言い難かった。しかし、近年レーザー発振器や周辺装置の進歩とともに、レーザー表面改質の適用を目指した研究が再び盛んに行われるようになってきた。本発表では、レーザー加工学会からの依頼により、これらのレーザー表面改質を取り巻く現状と、レーザー合金化技術について研究事例の紹介を行った。研究紹介では、グラファイト粉末を利用したレーザー合金化の特徴と課題について述べ、発表者らの開発した光透過性樹脂を用いた新規のレーザー合金化プロセスを報告した。

NC ダイクッションとスライドモーション制御を適用したストレッチドロー成形

塑性加工連合講演会 (いわき市) (27.10.30)

白川信彦, 四宮徳章

電池筐体等の深い薄肉容器の成形は、一般的に多段の深絞り加工によって行われているが、この工程数の削減を目指して、製缶分野で実用化されているストレッチドロー成形について検討した。サーボプレスのスライドモーション制御と NC ダイクッションによるしわ抑え力制御を適用し、絞り-ストレッチドローの二工程で深い薄肉容器を得ることのできる成形条件について検討した。その結果、しわ抑え力制御により効果的なストレッチドローを発現させ、さらにステップモー

ションを組み合わせることなくびれや割れを回避し、通常の再絞り成形で得られる成形高さに対して 30% 以上成形高さを向上させた深い薄肉容器を成形できることがわかった。

アセチレンを用いた真空浸炭の炭素流入速度

日本熱処理技術協会秋季講演大会(吹田市)(27.12.15)

星野英光

真空浸炭の制御のためには鋼に炭素が流入する速度を制御する必要があるが、炭素流入速度に関する報告は少ない。本講演では、アセチレンガスを用いた真空浸炭における炭素流入速度をガス圧力 0.5~1.33 kPa、処理温度 1148~1198 K において測定したので報告した。

粉体離型剤を用いた金型重力鋳造法における溶湯流動特性

日本鋳造工学会第 167 回全国講演大会(室蘭市)(27.10.25)

松室光昭, 武村 守, 他

金型重力鋳造において、従来の塗型剤の代替として粉体離型剤を塗布することにより薄肉鋳物の製造が可能であり、得られた鋳物の機械的性質が向上することが明らかとなっている。ただし、粉体離型剤の種類を変更した場合の流動性については、これまでの実機を用いたテストでは明確な差は確認できていない。そこで本研究では JIS AC4CH を用い、流動長測定に及ぼすばらつき要因を極力抑える工夫を施した実験装置を製作し、2 種類の粉体離型剤と、比較として BN 塗型剤を用いた流動長測定実験を行った。その結果、それらの流動性に及ぼす影響を明らかにすることができた。

厚い表面硬化層形成を実現する β 型チタン合金の新規熱処理法

産官金ネットワーク構築による公設試の橋渡し機能強化事業第 1 回公設試シーズ発表会の概要について(大阪市)(27.12.2)

道山泰宏

本熱処理法は、一般に熱処理によって全体が硬化する時効硬化型の β 型チタン合金において、2 段階溶体化処理と時効硬化処理を調整することで、表面のみ部分的に硬くすることを可能にする全く新しい技術である。形成された硬化層の特徴は、めっきや溶射被膜などとは異なり剥離が起こらない。また、チタン母材表面に厚い硬化層が形成できることは、研削による精密部品、再研削による再利用など、従来技術では不可能な領域にチタン材料が応用できるため、チタン製品の利用範囲が格段に広がる可能性がある。

β 型チタン合金の厚い硬化層を実現させる新規表面硬化熱処理技術と耐摩耗性向上の考え方

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(28.1.22)

道山泰宏

β 型チタン合金の表面に 1 mm 以上の厚い硬化層を実現させ、靱性と耐摩耗性の両方の特性を持たせる新規の熱処理技術の紹介としゅう動部材など耐摩耗性が重要な箇所に利用するために考慮すべき点や注意しなくてはならない点などを詳しく説明した。

レーザ積層造形法で作製したシリコロイ (R) の凝固および熱処理組織

日本鋳造工学会関西支部秋季講演大会(吹田市)(27.11.11)

柴田顕弘, 中本貴之, 木村貴広, 武村 守, 他

析出硬化系高珪素ステンレス鋼であるシリコロイ A2 について、レーザ積層造形の造形プロセスやその後の熱処理がミクロ組織に及ぼす影響を明らかにした。造形ままでは、フェライト、オーステナイト、マルテンサイトの混合組織である。これはレーザの走査方向の変化によって、各照射点の熱履歴(到達温度や冷却速度)が異なってくるためと考えられる。また、熱処理によって全体がマルテンサイトと微細な析出物の均一なミクロ組織となり、この変化は硬度の増加に現れている。

レーザ積層造形法を用いたシリコロイ®の造形

ニューテクノフェア 2015(大阪市)(27.12.8)

柴田顕弘, 中本貴之, 木村貴広, 武村 守

高珪素ステンレス鋼であるシリコロイ®は、高強度、高耐食性、耐焼き付き性といった複数の優れた特性を有する。レーザ積層造形法で造形し、レーザ照射条件の影響や機械的性質について調査した結果を紹介した。

粉末材料からレーザ積層造形したシリコロイの特性

西部金属熱処理工業共同組合第 2 回技術講習会(大阪市)(28.3.8)

柴田顕弘, 中本貴之, 木村貴広, 武村 守, 他

本講習会では、レーザ積層造形したシリコロイと熱処理の効果について、以下の概要のとおり発表した。高珪素ステンレス鋼であるシリコロイにレーザ積層造形法が適用可能であれば、従来の加工方法では困難な複雑形状および長寿命を有する製品の実現につながる期待できる。しかし、レーザ積層造形法が高珪素ステンレス鋼に適用可能かについては不明である。本講演では、析出硬化系に分類されるシリコロイ A2 について、レーザ出力や走査速度といった造形条件が緻密さに及ぼす影響を調査した結果を報告した。また、熱

処理によってミクロ組織や機械的特性がどのように変化していくかについても紹介した。

レーザ積層造形法により作製した Al-10%Si-0.4%Mg 合金の疲労特性に及ぼす内部欠陥の影響

軽金属学会春期大会 (吹田市) (28.5.29)

平田智丈, 中本貴之, 木村貴広

ダイカスト用合金として広く使用されている Al-10%Si-0.4%Mg の合金粉を使用して, レーザ照射により積層造形体を作製し, その疲労挙動を調査した。疲労限は引張強度が同程度の他のアルミニウム合金と同程度であったが, S-N 曲線のばらつきは非常に大きかった。すべての疲労試験条件において, 疲労き裂は内部の空洞欠陥を起点としており, 空洞欠陥が疲労特性に少なからず影響していることが示唆された。起点となった空洞欠陥の大きさや位置は試験片により異なるため, これが S-N 曲線のばらつきの要因の一つと考えられた。今後, 造形体の疲労特性に及ぼす空洞欠陥の影響をより定量的に評価し整理する。

鋼とアルミニウム合金の異種金属接合材の成形性

第 318 回塑性加工シンポジウム「鉄鋼材料への摩擦攪拌接合 (FSW) の適用の現状と課題」(大阪市) (28.2.24)

田中 努, 平田智丈, 白川信彦, 四宮徳章

鉄鋼と各種アルミニウム合金 (A1100, A5052, A5182) の突合せ摩擦攪拌接合材を作製し, 引張強度と深絞り性を調査した。各接合材の引張試験では, アルミニウム母材強度の 85% 以上を示したが, 深絞り性では母材よりも著しく低下した。この原因は, 鉄鋼とアルミニウムの強度の差により塑性変形が局所化し, 早期に破断するためであることが, シミュレーションや EBSD によって明らかとなった。そこで, 塑性変形の局所化を抑制することを目的とし, 深絞り加工時の摩擦力と材料に負荷されるひずみとの関係をシミュレーションや実験で調査したところ, 摩擦係数を増加させることで塑性変形の局所化が消滅することがわかった。

反転負荷を受けるマグネシウム合金圧延板におけるひずみ挙動

第 66 回塑性加工連合講演会 (いわき市) (27.10.29)

内田壮平, 田中 努, 他

六方晶金属である Mg 合金圧延板は強い底面集合組織を持つため, 常温の成形では, 引張双晶の活動が板厚変化に大きく影響すると考えられる。このことから, すべり変形だけでは板厚変化が生じにくい圧延板では, 双晶の活動を援用することで大きな板厚変化が得られ

る可能性がある。そこで, 圧縮 - 引張の反転負荷を受ける Mg 合金板において, 双晶活動が板厚方向のひずみに与える影響を定量的に調査した。双晶回復が活発な引張変形前期では, すべり変形が支配的な変形後期に比べて, 板厚ひずみの変化率が大きいことが明らかとなった。また変形前期では, 双晶回復が板厚ひずみに及ぼす影響はすべり変形による影響と同程度であることが示唆された。

マグネシウム合金圧延板における双晶活動の板厚ひずみに及ぼす影響

M&M 2015 材料力学カンファレンス (横浜市) (27.11.21)

内田壮平, 田中 努, 他

常温における Mg 合金の塑性変形では, 双晶の活動が重要な役割を担っていることが知られている。特に, Mg 合金圧延板では, 双晶の活動が板厚ひずみに大きく影響することが考えられる。しかしながら, 双晶が板厚ひずみに及ぼす影響が詳細に検討された事例はこれまでほとんどなく, すべり変形に比べてどの程度の影響があるのか明らかではない。Mg 合金圧延板に圧縮から引張への反転負荷を与えた場合, 引張変形は双晶回復が活発な領域とすべり変形が支配的な領域に分けられる点に着目して, 双晶の活動が板厚変化に及ぼす影響を詳細に調査した。その結果, 双晶により最大ですべり変形と同程度の板厚ひずみが生じることが明らかになった。

Work-Hardening Behavior of Commercially Pure Titanium JIS Grade 1 Sheet upon Reverse Loading

19th ESAFORM Conference(Nantes, France)(28.4.28)

内田壮平, 他

工業用純チタン板が反転負荷を受けた際の加工硬化挙動と双晶の活動を調査した。試料には JIS1 種純チタン板を用いた。圧延方向への圧縮 - 引張の反転負荷試験を行った。応力 - ひずみ線図の引張変形領域では S 字状曲線が現れ, それに続き, 小さいピークが出現した。EBSD により双晶活動を観察したところ, 圧縮時および引張時にはそれぞれ {10-12} および {11-22} 双晶の活動が観察された。一方, 圧縮から反転後の引張時には, 初期には {10-12} 双晶の回復が確認されたが, 応力 - ひずみ線図におけるピークではほぼ回復が収束し, その後は {11-22} 双晶の活動が観察された。以上の結果から, 引張時のピークおよび S 字曲線の出現は, {10-12} の双晶回復に起因すると推測される。

予圧縮を受けたマグネシウム合金板の引張変形特性に

及ぼす双晶の影響

塑性加工春季講演会(京都市)(28.5.21)

内田壮平, 他

予圧縮を受けたマグネシウム合金板の引張変形特性に与える双晶回復の影響を調査した。また、予圧縮で生じた残留応力や転位密度上昇の引張応力挙動への影響についても検討した。残留応力等を取り除くために予圧縮後のマグネシウム合金板を焼鈍し、その後に引張試験を行い、未焼鈍材と比較した。さらに、EBSDにより引張変形中の双晶活動を観察した。その結果、焼鈍は双晶回復の進展にはほとんど影響を与えない一方で、焼鈍により引張負荷時の降伏応力が著しく上昇することが確認された。この結果から、残留応力等に起因する背応力が双晶回復の開始を容易にすることが裏付けられた。

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)(27.7.29)

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。

機械部品へのめっき

高等めっき技術訓練校「機械部品へのめっき」(大阪市)(27.8.27)

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、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。

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)(27.8.27)

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 $0.1\ \mu\text{m}$ 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 $5\sim 500\ \mu\text{m}$ 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。

産技研・金属表面処理科の開発支援事例と保有技術

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(27.10.20)

森河 務

当所・金属表面処理科を活用するにあたって、知ってもらいたい技術担当分野、主要な業務項目について紹介した。また、活用の事例として、サポイン研究における支援メニューの利用、当所との共同研究で得られたメリットなども紹介した。さらに、今後の共同研究を目指し、現在取り組んでいる研究開発テーマ、ならびに研究で生まれてきた技術や特許シーズについても触れた。

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)(27.10.27)

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。めっきへのニーズは多様化、高機能化しており、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。本講習会では、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講義した。

表面処理技術 - めっき技術の特徴と用途, 基礎知識 -

大阪府工業技術大学講座(大阪市)(27.12.14)

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。本講座では、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講義した。

表面処理技術2 - 腐食防食の基礎 -

大阪府工業技術大学講座(大阪市)(28.1.25)

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、金銭をとも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を選択し、活用することが大切である。本講座では、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講義した。

腐食防食 - 基礎 -

鍍秀会技術セミナー(京都市)(28.2.5)

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、金銭をとも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。本セミナーでは、腐食の反応機構、形態、ならびにこれを加速する因子など、腐食防食の基礎について講義した。

表面処理技術3 - めっき技術の腐食と分析 -

大阪府工業技術大学講座(大阪市)(28.2.8)

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、国際的な部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。ここでは、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講義した。

腐食防食 - めっき -

鍍秀会技術セミナー(京都市)(28.2.12)

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、国際的な部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。ここでは、めっき皮膜の腐食を取り上げ、めっき皮膜の腐食とその対策、腐食原因の解析法などについて講義した。

めっき膜の機能性と応用 - 知っておきたい基礎知識と活用ポイント -

産技研ベテラン研究員による、役立つ!ものづくり基盤技術・交流セミナー(東大阪市)(28.5.31)

森河 務

めっき技術は、材料・製品の表面をいろいろな金属膜で覆うことにより、様々な機能性を付与できる基盤技術として広く利用されている。本セミナーでは、めっき膜の活用にあたって、知っておきたい基礎知識を中心に、技術の特徴、加工方法、膜の機能性と活用事例、発注にあたってのポイントなどについて概説した。また、当所におけるめっきの開発事例についても紹介した。

Effect of Combined Plasma Carburizing and Nitriding on a Cold-Sprayed AISI 316L Coating

7th Asian Thermal Spray Conference (ATSC2015)(Xi'an, China)(27.9.24)

足立振一郎, 上田順弘

コールドスプレー法により作成した AISI316L 溶射皮膜は、プラズマ溶射などの熱溶射法で作成した皮膜より酸化物が少なく、皮膜自体の耐食性は優れている。今回、このコールドスプレー法により作成した AISI316L 溶射皮膜に低温プラズマ窒化処理と浸炭処理の複合化処理を行った。耐摩耗性および耐食性などの評価を行い、複合化処理と窒化処理および浸炭処理の単独処理との違いや効果について検討した。

溶射技術による金属材料の高機能化

ものづくり技術シーズ発表会(和泉市)(27.10.29)

足立振一郎

溶融した材料を吹き付けてコーティング皮膜を形成する溶射技術は、金属の表面改質法として広く産業界で利用されている。当所では、ステンレス溶射皮膜と低温プラズマ処理を複合化することで、セラミックス

に匹敵する優れた耐摩耗性を実現した。また、社会問題になっているインフラ構造物の腐食を抑制する効果が期待できる防食溶射皮膜について紹介した。

- 初心者から現場作業者のための基礎力養成講座 - 覚えておきたい装飾めっき技術

防食用アルミニウム溶射皮膜における添加元素の効果
日本溶射学会第 102 回全国講演大会(東京都)(27.11.12)
足立振一郎

橋梁などインフラ構造物において、鉄鋼材料の腐食による劣化損傷、経済的損失および安全性への問題が社会的に重要な課題として認識されている。これら大型鋼構造物の防食を目的とする溶射皮膜は、アルミニウム皮膜、亜鉛・アルミニウム合金皮膜、およびアルミニウム・マグネシウム合金皮膜などがあり、鋼材より溶射皮膜が優先的に溶出することで、鋼材の腐食を抑制する。Li, Ca, Zn, Sn, Y および Bi を添加することで、電位を下げる効果がある可能性を見出した。本講演では、これら金属元素を添加した Al 溶射皮膜および Al-5Mg 溶射皮膜を実際に作製し、特性評価を行ったので報告した。

ステンレス溶射皮膜の開発と取り組み

機能性コーティングフェア 2015in 大阪(大阪市)(27.12.8)
足立振一郎

当所における溶射技術の取り組みについて講演した。ステンレス溶射皮膜に低温プラズマ窒化処理または浸炭処理することで拡張オーステナイト S 相を形成した。S 相の形成機構、耐摩耗性および耐腐食性の改善効果などについて解説した。また、ステンレス溶射皮膜の作製方法は、プラズマ溶射法とコールドスプレー法で行ったが、それぞれの溶射方法の特徴や、コールドスプレー法に関しては、緻密なステンレス溶射皮膜を作製するための方法や、レーザーによる熱処理方法などについても言及した。

オーステナイト系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

第 80 回日本熱処理技術協会講演大会(吹田市)(27.12.15)
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 S 相と呼ばれる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 相の極表面に炭素濃度が高い異常層が形成され、これが耐食性の評価を下げる原因となる場合があった。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しなくてはならない。我々は、浸炭処理後にプラズマ炉の中で追加のプラズマ処理を施すことによる異常層の除去に取り組んだ。プラズマ処理時のメタン濃度の最適化と、プラズマ処理後の拡散処理、冷却時の酸化雰囲気導入により、耐食性を改善することができた。

保油性を高めた複合表面処理被膜の創製と金型への適用
産技研技術交流セミナー(東大阪市)(27.10.20)

小島淳平, 三浦健一, 四宮徳章, 森河 務

塑性加工分野では、金型の耐久性向上として PVD 硬質膜コーティングの採用と潤滑油の併用が行われてきた。しかし、環境問題の観点から、潤滑油の極圧添加剤の制限や使用量削減が強く求められており、金型の耐摩耗性向上と潤滑油の効率的な利用を両立させる技術の確立が望まれてきた。本研究では、金型表面に微細で連続的な網目状の溝(チャンネル型)を有する硬質クロムめっきを施し、その上に硬質膜を厚く形成することで、チャンネル型微細溝を有した硬質厚膜を新たに開発した。開発した膜は、高い保油性による優れた摩擦摩耗特性を示し、円筒深絞り試験においても成形荷重および潤滑油の低減を示した。

網目状微細溝を有した PVD 硬質厚膜の形成と膜特性の評価

機能性コーティングフェア 2015in 大阪(大阪市)(27.12.8)
小島淳平, 三浦健一, 四宮徳章, 森河 務

塑性加工分野では、金型の耐久性向上として PVD 硬質膜コーティングの採用と潤滑油の併用が行われてきた。しかし、環境問題の観点から、潤滑油の極圧添加剤の制限や使用量削減が強く求められており、金型の耐摩耗性向上と潤滑油の効率的な利用を両立させる技術の確立が望まれてきた。本研究では、金型表面に微細で連続的な網目状の溝(チャンネル型)を有する硬質クロムめっきを施し、その上に硬質膜を厚く形成することで、チャンネル型微細溝を有した硬質厚膜を新たに開発した。開発した膜は、高い保油性による優れた摩擦摩耗特性を示し、円筒深絞り試験においても成形荷重および潤滑油の低減を示した。

チャンネル型微細溝を有した PVD 硬質厚膜の形成と膜特性の評価

第 45 回ドライコーティング研究会(尼崎市)(28.1.29)

小島淳平, 三浦健一, 四宮徳章, 森河 務

塑性加工分野では、金型の耐久性向上として PVD 硬質膜コーティングの採用と潤滑油の併用が行われてき

た。しかし、環境問題の観点から、潤滑油の極圧添加剤の制限や使用量削減が強く求められており、金型の耐摩耗性向上と潤滑油の効率的な利用を両立させる技術の確立が望まれてきた。本研究では、金型表面に微細で連続的な網目状の溝（チャンネル型）を有する硬質クロムめっきを施し、その上に硬質膜を厚く形成することで、チャンネル型微細溝を有した硬質厚膜を新たに開発した。開発した膜は、高い保油性による優れた摩擦摩耗特性を示し、円筒深絞り試験においても成形荷重および潤滑油の低減を示した。

網目状微細溝を有した PVD 硬質厚膜の形成とその特性評価

表面技術協会第 133 回講演大会（東京都）(28.3.22)

小島淳平，三浦健一，四宮徳章，森河 務，他

塑性加工分野では、金型の耐久性向上として PVD 硬質膜コーティングの採用と潤滑油の併用が行われてきた。しかし、環境問題の観点から、潤滑油の極圧添加剤の制限や使用量削減が強く求められており、金型の耐摩耗性向上と潤滑油の効率的な利用を両立させる技術の確立が望まれてきた。本研究では、金型表面に微細で連続的な網目状の溝（チャンネル型）を有する硬質クロムめっきを施し、その上に硬質膜を厚く形成することで、チャンネル型微細溝を有した硬質厚膜を新たに開発した。開発した膜は、高い保油性による優れた摩擦摩耗特性を示し、円筒深絞り試験においても成形荷重および潤滑油の低減を示した。

UBMS 法により形成した金属ガラス薄膜の特性とナノインプリント成形

日本材料学会金属ガラス部門委員会第 36 回研究会（堺市）(28.5.12)

小島淳平

近年、薄膜にナノスケールのパターンを形成し、表面物性を制御する試みが産業界で推進されており、次世代技術の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、とくに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。我々のグループでは、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報告した。

チャンネル型微細溝を有した PVD 硬質膜の形成とその摩擦特性の評価

電気鍍金研究会研究例会（大阪市）(28.6.8)

小島淳平

塑性加工分野では、金型の耐久性向上として PVD 硬質膜コーティングの採用と潤滑油の併用が行われてきた。しかし、環境問題の観点から、潤滑油の極圧添加剤の制限や使用量削減が強く求められており、金型の耐摩耗性向上と潤滑油の効率的な利用を両立させる技術の確立が望まれてきた。本研究では、金型表面に微細で連続的な網目状の溝（チャンネル型）を有する硬質クロムめっきを施し、その上に硬質膜を厚く形成することで、チャンネル型微細溝を有した硬質厚膜を新たに開発した。開発した膜は、高い保油性による優れた摩擦摩耗特性を示し、円筒深絞り試験においても成形荷重および潤滑油の低減を示した。

銅・ニッケル・クロムめっき、めっきの試験方法

防錆技術学校面接講義（大阪市）(27.9.3)

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”について講義を行う。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。本講演では、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、めっきによる防食技術、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。さらに、当所におけるめっきの研究成果の報告も行った。

電析法を利用した白金ナノ粒子触媒電極の開発 - 白金系触媒の低コスト化 -

産技研技術交流セミナー役立つ、わかりやすい、産技研シーズ紹介シリーズ第 2 回（東大阪市）(27.10.20)

中出卓男

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。我々は、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。本報告では、水素製造用触媒電極、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。

装飾用クロムめっき

高等めっき訓練校(大阪市)(28.6.16)

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、講義を行った。内容としては、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、めっきにおける腐食メカニズムと耐食性改善方法および耐食性評価方法等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、当所において現在取り組んでいる環境対応型クロムめっきについても紹介した。

鉄腐食生成物の環境依存性に関する基礎的研究

物理化学的解釈に基づく電気化学的計測手法の体系化に関するシンポジウム(東京都)(27.9.7)

左藤眞市, 他

最近の研究から、コンクリート中の鉄筋腐食において生じる腐食物の種類に応じて、ひび割れ幅と腐食量の関係に大きな違いがあることが報告されており、環境条件から腐食物の種類を推定することを目的に、pH、Cl⁻/OH⁻ および溶存酸素が腐食生成物に与える影響を検討した。X線光電子分光により、鉄の不動態皮膜の組成は濃硝酸中では γ -Fe₂O₃、水酸化ナトリウム水溶液中ではFe₃O₄であることを明らかとした。鉄の腐食物はpH13の環境ではFe₃O₄が生じやすく、pHが低下すると γ -FeOOHが生じる傾向が認められた。また、 γ -FeOOHが生じやすい環境でも腐食環境の溶存酸素が不足すると、Fe₃O₄が生成する。

電析法を用いた空気電池用正極の作製

関西金属表面処理若手研究者連絡会議(KYMFES)第128回例会(大阪市)(27.10.14)

西村 崇, 中出卓男, 斉藤 誠

金属空気二次電池の正極は、金属酸化物触媒が候補だが、触媒活性およびサイクル特性が十分ではない。また、高活性かつ優れたサイクル特性を有する正極触媒として、貴金属ナノ粒子触媒が挙げられるが、現在の製造方法では、工程が複雑で高コストという問題がある。高活性な貴金属ナノ粒子触媒を、安価にかつ大量に製造できれば、電池の低コスト化につながり、金属空気電池の実用化に向け、大きく前進すると考えら

れる。今回、安価かつ簡便な手法である電析法を用いて、金属空気二次電池の正極触媒を作製し、放電特性評価を行ったので報告した。

素地 - めっき皮膜界面の解析方法の検討

第128回関西金属表面処理若手研究者連絡会議(KYMFES)例会(大阪市)(27.10.14)

長瀧敬行

素地 - めっき皮膜の界面は、めっき前処理等が適切になされていれば、その結合様式が金属 - 金属結合となるため、めっき剥離は起こらない。しかし、前処理不良等で密着阻害因子が存在する場合には、金属 - 金属結合を阻害するため、めっき密着不良を引き起こす。これらの阻害因子を検出できれば、原因の究明が可能となり適切な処置が行える。しかしながら、界面に存在する成分の検出は、その存在量が極めて少ないため困難なものとなっている。本発表では、界面に存在する成分の検出に関してこれまでに検討した方法について説明した。さらに、めっき条件および密着性との関係について検討した結果の一例についても説明した。

大阪の電池産業を応援します

第2回[関西]二次電池展 - バッテリー大阪 - (大阪市)(27.9.3)

斉藤 誠, 西村 崇, 中出卓男, 園村浩介, 長谷川泰則, 米川 穰, 田中 剛, 森 隆志, 中橋明子, 櫻井芳昭

リチウムイオン二次電池やキャパシタなどの非水系蓄電デバイスの構成部材は、大気中の水分や酸素と反応して速やかに変質する。トランスファーベッセル(不活性雰囲気保持容器)を用いることで、デバイス中での状態に近いままで測定できる。当所の保有する、トランスファーベッセルを備えた分析装置による分析例や、電池の充放電特性評価結果例を示すとともに、実施中のプロジェクト研究の内容についても紹介した。

非晶質 Cr-C 合金めっきの開発

2015年関西表面技術シンポジウム(大阪市)(27.7.22)

林 彰平, 中出卓男, 森河 務, 長瀧敬行

クロムめっきは、耐食性、耐摩耗性に優れる。その耐食性に関しては、クラックを通じた下地の腐食、および塩化物イオンもしくは非酸化性酸の存在下におけるクロムめっき皮膜そのものの腐食が問題となる。一方、我々が開発した非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜は、高い硬さを持つクラックフリーの非晶質 Cr-C 合金であり、優れた耐食性が期待できる。ここでは、Cr-C 合金めっきの耐食性を明らかにすることを目的として、下地に対する防食性を腐食促進試験(塩水噴霧試験およ

びキャス試験)により,また,皮膜自体の耐食性をアノード分極測定および浸漬試験によりそれぞれ評価した結果を報告した。

非晶質 Cr-C 合金めっき皮膜の熱処理による影響

第128回関西金属表面処理若手研究者連絡会議(KYMFES)例会(大阪市)(27.10.14)

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結果,高い耐食性を示すことがわかった。分極測定により, Cr-C は酸中でカソード分極しても活性溶解が認められなかった。その要因として非晶質構造と炭素含有の2つが考えられるため熱処理による結晶化の影響を評価した。その結果,熱処理後の耐食性については分極測定においては低下しないが,外観における耐食性は低下することがわかった。その他,熱処理時の水素放出と硬さの変化の相関についても報告した。

Multi Graphene Growth on Silver-Halide Print Paper Irradiated by Femtosecond Laser

The Twenty-third Annual International Conference on COMPOSITES/NANO ENGINEERING (ICCE-23)(Chengdu, China)(27.7.12)

佐藤和郎, 他

グラフェンは,電子デバイスの新規な材料として注目を集めている物質であり,スコッチテープを用いた剥離法により始めて作製された。その後,SiCの熱分解による作製やCVD(chemical vapor deposition)法など新しい作製方法が研究されてきた。しかしながら,いずれの方法も電気特性や電子デバイスを作製する上では,所望の基板に転写が必要であるなどの課題があった。本研究では,鉛筆により紙を塗りつぶし,塗りつぶした領域にフェムト秒レーザーを照射することにより,グラフェンを成長させるという容易な方法を提案し,実際にグラフェンの成長条件を調べた。

Multi Graphene on 10B Pencil Drawing Print Paper Irradiated by Femtosecond Laser

14th International Union of Materials Research Societies-International Conference on Advanced Materials (IUMRS-ICAM 2015)(Jeju, Korea)(27.10.25)

佐藤和郎, 他

グラフェンは,最初スコッチテープ法により作製された。その後,SiCを用いた熱分解法やCVD(Chemical Vapor Deposition)法による成膜方法が研究されている。

しかしながら,いずれの手法もデバイスを作製するためには,絶縁性の基板に転写を行う必要がある。本研究では,鉛筆を用いて紙の上を塗りつぶすことによりグラファイト状のカーボンを準備し,このグラファイト状のカーボンにフェムト秒レーザーを照射するという新しい手法を提案した。作製された試料は,ラマン測定法や電気特性の測定により評価された。

Growth of Multigraphene on 10B Pencil Drawn Paper Irradiated by Femtosecond Laser

Twelfth International Conference on Flow Dynamics (ICFD 2015)(Sendai, Japan)(27.10.27)

佐藤和郎, 他

通常 graphene は,スコッチテープによる剥離法やCVD(chemical vapor deposition)法により得られる。本実験では,より簡便な手法として,鉛筆と紙を利用した graphene の作製を試みた。10H から 10B までのグレードの異なる鉛筆を使用し,多種類の紙に対して塗りつぶしを行った。塗りつぶし領域に対して,スキャン速度およびレーザーパワーを変えてフェムト秒レーザーを用いて照射を行った。その結果,10B のグレードの鉛筆を用いた塗りつぶし領域にフェムト秒レーザーを最適な条件で照射を行った場合,ラマン測定より multi-graphene が成長していることが確認された。

Multi-Graphene Growth on 10B Pencil Drawn Paper Irradiated Using Femtosecond Laser

The 25th Annual Meeting of MRS-J(Yokohama, Japan)(27.12.8)

佐藤和郎, 他

スコッチテープ法によるグラフェン作製の成功以来,SiCの熱分解法やCVD(Chemical Vapor Deposition)法,等の新たな作製方法が研究されてきた。本研究では,真空を用いない,鉛筆と紙を使用する新たなグラフェンの作製方法について発表を行った。紙の上に10Bの鉛筆により,一様に塗りつぶしを行った。塗りつぶしを行った領域に,フェムト秒レーザーを走査しながら照射した。ラマン測定により,フェムト秒レーザーを照射した領域は,紙上にマルチグラフェンが作製されていることを確認した。また,レーザーを照射した領域は,電気抵抗が減少した。

Graphen Growth:10B Lead Pencil, Print Paper, and Femtosecond Laser

International Conference on Microwave and Photonics (ICMAP2015)(Dhanbad, India)(27.12.11)

佐藤和郎, 他

スコッチテープ法による graphene 作製の成功以来、様々な作製方法が研究されてきた。本研究では、鉛筆と紙とフェムト秒レーザーによる新たな graphene 作製方法を提案した。多種類の紙に様々なグレードの鉛筆により描画を行った。走査速度およびレーザーパワーを変えて、フェムト秒レーザーにより鉛筆描画部分に対して、照射を行った。ラマン測定とマルチメータによる電気特性測定により、照射部分の評価を行った。その結果、10B 鉛筆を用いて、silver-halide 印刷紙に最適条件でフェムト秒レーザーを照射した場合、ラマン測定により、multi-graphene が作製できることがわかった。

Multigraphene Grown on 10B Pencil Drawing Area on Printing Paper Irradiated by Femtosecond Laser

International Conference on Nanoscience, Nanotechnology & Advanced Materials (NANOS 2015)(Rushikonda, India) (27.12.14)

佐藤和郎, 他

スコッチテープ法によるグラフェン作製の発見以来、いくつかの方法によりグラフェンの作製が行われてきた。本研究では、紙の上に鉛筆によりマーキングを行った領域にフェムト秒レーザーを照射することにより、グラフェンを作製する新たな方法を提案した。この方法は、基板を高温で加熱する必要も真空中で成膜する必要もない。Cross section polisher を用いて、基板の紙を切断することにより、走査型電子顕微鏡による断面観察を行うことができた。この観察により、膜の厚みは、およそ $2\ \mu\text{m}$ であることがわかった。

Raman Spectroscopy of Ti-Cleaned Single-Layer Graphene and Transfer on Paper Substrate

第 50 回フラーレン・ナノチューブ・グラフェン総合シンポジウム (東京都) (28.2.20)

佐藤和郎, 村上修一, 他

CVD (Chemical Vapor Deposition) 法により作製したグラフェンは、大きなスケールでデバイスを作製するのに適している。しかしながら、グラフェン表面への分子の吸着や不純物の影響により電荷中性点が、比較的高いゲート電圧で出現する。本研究では、この改善を目指し、Ti クリーニング処理をグラフェンに対して行い、電気特性および光学的特性を調べた。Ti クリーニング処理の結果、電荷中性点の生じるゲート電圧は減少し、移動度は向上した。また、ラマン測定の結果、G と 2D ピーク位置は、時間が経過してもシフトしないことがわかった。

大阪府立産業技術総合研究所の研究紹介

低温工学・超電導学会関西支部第 4 回講演会 (大阪市) (28.2.1)

佐藤和郎, 渡辺義人, 金岡祐介, 村上修一, 北川貴弘, 笥 芳治

本講演においては、最初に当所の沿革、組織、業務内容等の紹介を行った。その後、制御・電子材料科の研究について講演した。講演した研究内容は、「圧電型振動発電デバイス」、「金属ダイヤモンド一体型圧力センサ」、「電着法によるカラーマイクロレンズアレイの作製」、「ものづくり設計試作支援工房の装置」、「ZnO-SnO₂(ZTO) を用いた高移動度薄膜トランジスタの作製」である。特に、「ZnO-SnO₂(ZTO) を用いた高移動度薄膜トランジスタの作製」については、研究内容の詳細について紹介を行った。

Electronic Properties of Multigraphene Grown on 10B Pencil Drawing Area on Printing Paper Irradiated by Femtosecond Laser

8th International Symposium on Advanced Plasma Science and its Applications for Nitrides and Nanomaterials / 9th International Conference on Plasma-Nano Technology and Science (ISPlasma 2016/IC-PLANTS2016)(Nagoya, Japan) (28.3.6)

佐藤和郎, 他

スコッチテープ法によるグラフェンの発見以来、グラフェンは、SiC の熱分解法や触媒を用いた CVD (Chemical Vapor Deposition) 法などにより作製されてきた。本研究では、紙の上に鉛筆によりマーキングされた領域にフェムト秒レーザーを照射することにより graphitic carbon を作製する方法を提案した。silver-halide print paper 上に 10B 鉛筆により描画し、フェムト秒レーザーを照射した。この領域のラマンスペクトルから、マルチグラフェンが作製されていることがわかった。断面を電子顕微鏡で観察することにより、その厚みは、およそ $2\ \mu\text{m}$ であることがわかった。

ゲート絶縁膜厚が ZnO-SnO₂ 薄膜を用いた TFT 特性に与える影響

第 63 回応用物理学会春季学術講演会 (東京都) (28.3.19)

佐藤和郎, 田中 剛, 山田義春, 村上修一, 笥 芳治, 櫻井芳昭

軽量なスマートフォンやウェアラブルコンピュータ実現のため、軽くて割れにくく高精細なフレキシブルディスプレイの開発が必要とされている。そのため、プラスチック基板を変性させない $150\ ^\circ\text{C}$ 以下の低温プロセスで、高移動度のディスプレイ駆動用薄膜トランジスタ (TFT) を作製する必要がある。ZnO-SnO₂(ZTO)

は、安価で環境に負荷をかけない元素で構成されている。また、ZTOは、室温で成膜してもHall移動度が高く、高電界効果移動度を有するTFTの作製が期待できる。本研究では、ゲート絶縁膜の膜厚がZTOを用いたTFTの特性に与える影響について調べた。

Multi Graphene on 10B Pencil Drawing Print Paper Irradiated by Femtosecond Laser

Energy Materials Nanotechnology(EMN) Croatia Meeting 2016(Dubrovnik, Croatia)(28.5.4)

佐藤和郎, 他

スコッチテープを使用した剥離法によるグラフェンの作製以来、様々な作製方法が探索されてきた。SiCを用いた熱分解法や触媒を利用したchemical vapor deposition法等があるが、デバイスを作製するためには、絶縁基板に転写を行う必要がある、等の問題点がある。本研究では、鉛筆により紙を塗りつぶし、その領域にフェムト秒レーザーを照射することによりグラフェンを作製する新たな方法を提案した。この手法では、基板加熱も真空による成膜も必要がない。作製した試料は、電子顕微鏡とラマン測定により評価した。

高性能有機トランジスタと論理回路・センサへの応用
おかやま電池関連技術研究会第1回技術セミナー(岡山市)(27.7.6)

宇野真由美

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。これまで当所にて取り組んだ、高性能有機トランジスタ技術に関する成果を、岡山県産業振興財団主催の講演会にて紹介した。高移動度有機膜の塗布方法、有機膜の新しいパターンニング方法という要素技術の解説と、これらを活用した有機論理回路やディスプレイ駆動回路、RFIDタグ回路、またフレキシブル温度センサとその駆動回路等について紹介した。

高性能塗布型有機トランジスタと論理回路・センサへの応用

応用物理学会関西支部第3回講演会「関西地域における省エネ&創エネデバイス研究」(堺市)(28.2.5)

宇野真由美

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重要な技術として期

待されている。製造プロセスが低温であり、従来のシリコン半導体を用いた回路作製プロセスに比べて、大幅な省エネ化と製造設備のコストダウンが可能であるという利点もある。これまで当所にて取り組んだ、高移動度有機膜の塗布方法、有機膜の新しいパターンニング手法等の基盤技術の開発と、これらを活用した有機論理回路やRFID回路、また、フレキシブル温度センサと有機半導体を用いた読み出し回路等への応用例について紹介した。

高性能有機トランジスタの基盤技術と将来展望

産創館テクニカルセミナー(大阪市)(28.3.2)

宇野真由美, 中山健吾

有機半導体デバイスは、印刷法、塗布法などの簡単なプロセスで作製でき、軽量で柔軟性のあるフレキシブルなデバイスを作製できることから、次世代のエレクトロニクスデバイスを実現するためのキーデバイスとして期待されている。今回、産創館テクニカルセミナーにおいて、近い将来のIoT社会に向けて重要になると期待される、フレキシブル・ウェアラブルデバイスやプリンタブルデバイスの基礎について解説し、有機トランジスタが果たす役割について紹介した。当所で開発を行ってきた高性能な有機膜作製技術やプロセス技術などの基盤技術についても紹介した。

Organic Temperature Sensors and 3-bit ADC Read-Out Circuits Using Organic Transistors

LOPEC 2016(Munich, German)(28.4.5)

宇野真由美, 中山健吾, 車 溥相, 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、フレキシブルなセンサーやディスプレイの駆動素子として非常に期待されている。これまでに開発した基盤技術の産業応用として、「NEDO省エネルギー技術革新プログラム」において、フレキシブルな温度センサ付きのRFIDタグについて開発を進めている。とくに、プラスチック基板上で動作する温度センサと、有機トランジスタを150個程度組み合わせた多ビット有機アナログデジタル変換回路を開発し、その動作を実現している。これらの得られた成果について発信を行った。

P(VDF/TrFE) 薄膜を用いた MEMS 超音波センサの感度改善

電気学会E部門総合研究会フィジカルセンサ研究会(福岡市)(27.7.2)

田中恒久, 村上修一, 宇野真由美, 他

圧電体材料に P(VDF/TrFE) 薄膜を用いた MEMS 超音波センサを設計・試作・評価した。これまで開発してきた MEMS 超音波センサの受信感度が小さく、実用化のためには感度向上が求められていた。受信感度を向上させるために、ダイアフラム構造の曲げ剛性を低減させる改良を行った。ダイアフラムにシリコン酸化膜を使用したセンサ(以下、従来型センサ)と、ダイアフラムからシリコン酸化膜等を除去した有機膜主体のセンサ(以下新型センサ)を試作評価し、比較した。新型センサの曲げ剛性は 37.2×10^{-9} Nm, 受信感度が -74 dBV(1 V/Pa = 0 dBV), 共振周波数が 50.1 kHz, 89.2 kHz となり、従来型センサと比較して曲げ剛性が約 10.9 分の 1, 受信感度が約 5.4 倍, 共振周波数が約 3 分の 1 になった。ダイアフラムの曲げ剛性を低減した新規構造の開発により、受信感度特性の高感度化に成功した。

P(VDF/TrFE) 圧電薄膜を用いた MEMS 超音波センサ
センサエキスポジャパン 2015 次世代センサ展示コーナー(東京都)(27.9.16)

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。受信感度の高感度化のために、ダイアフラムの薄膜化に取り組み、新型の 2 種類のセンサを試作し、従来型のセンサと比較して評価した。その結果、従来型の 5.4 倍の高感度化に成功した。

P(VDF/TrFE) を用いた MEMS 超音波センサの共振周波数特性

電気学会全国大会(仙台市)(28.3.16)

田中恒久, 村上修一, 宇野真由美, 他

P(VDF/TrFE) を用いた MEMS 超音波センサのセンサ形状と共振周波数の関係を試作実験から行い考察した。円形型センサのダイアフラム直径は 0.54 mm から 1.06 mm まで作製した。ダイアフラム直径が 0.64 mm から 0.75 mm までは共振周波数の実測値と計算値がほぼ一致した。ダイアフラム直径が 0.54 mm と 0.86 mm 以上では実測値が計算値より小さくなった。この原因の一つには残留応力の影響が考えられる。今回の試作実験により得られたセンサの共振周波数とダイアフラム直径との関係を用いて、任意の共振周波数のセンサを設計することが可能であると考えられる。

積層型歪抵抗薄膜を用いた高温オイルレス圧力センサの開発

日本セラミックス協会第 28 回秋季シンポジウム(富山

市)(27.9.17)

筧 芳治, 佐藤和郎, 小栗泰造

近年、燃焼効率改善のための自動車・飛行機・船舶等のエンジン燃焼圧、食品産業の殺菌・滅菌処理に使用されるサニタリー用圧力をセンシングすることを目的として、金属あるいはセラミックス製ダイヤフラムを用いた高感度かつ小型の高温オイルレス圧力センサの開発が期待されている。今回、SiC/TiCO_x/Cr/TiCO_x/SiC 積層型歪抵抗薄膜中の Cr 感応層について、酸素添加による室温におけるゲージ率(GF)と電気抵抗の温度微分係数(TCR)の改善を試み、金属ダイヤフラム上に絶縁膜と歪抵抗薄膜を製膜した受圧管一体型圧力センサを試作した。その結果、センサの出力電圧が大きく改善できたので報告した。

複数梁構造をもつ圧電型振動発電素子の振動解析

第6回集積化MEMS技術研究ワークショップ(東京都)(27.7.31)

村上修一, 中嶋隆勝, 佐藤和郎, 他

今までに、我々は BiFeO₃ 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、Pb(Zr,Ti)O₃ を用いた振動発電素子と同等あるいは同等以上の高い発電性能を実現してきた。さらに、非線形共振を回避し発電効率を高めるために複数梁構造を考案し、有限要素法により振動解析を行い、共振周波数が 100 Hz 周辺になるための梁や錘の形状の最適化を進めてきた。本研究では、振動発電素子の振動帯域の広帯域化のために、複数梁に付ける錘の位置変更、分散を検討し振動解析を行った。その結果、今後の振動発電素子を設計する上で重要な指針となる解析結果が得られたので報告した。

IoT に向けた小型・高出力振動発電デバイス

イノベーション・ジャパン 2015(東京都)(27.8.27)

村上修一, 他

圧電方式の振動発電素子は、小型化と高出力化を両立することができ、センサネットワークでの利用に最適である。本研究では MEMS 技術を用いて 1 cm² 以下の素子の開発に取り組んでいる。構築した動作モデルから圧電体薄膜の性能指数を導出し、それに基づいた物質探索を行った。さらに、薄膜の微細制御技術を用いて素子を作製することで、大幅な特性向上に成功した。具体的には、振動発電に適した非鉛圧電体薄膜の開発(PZT と同等の性能)、世界最高レベルの発電性能の達成(10μW・mm⁻²・G⁻²)、高精度なシミュレーション手法の確立、簡便かつ正確な圧電体薄膜の評価技術の構築について報告した。

微小試料スピン熱輸送特性測定系にむけた素子開発
日本物理学会[物性]秋季大会(吹田市)(27.9.16)
村上修一 四谷 任, 他

低次元スピン系が、励起されたスピン波を媒体として大きな熱伝導を示すことが、これまでイオン結晶や銅酸化物の反強磁性体を用いて示されてきた。スピンによる熱伝導には、熱のキャリアとなるスピン波の群速度の情報が含まれるため、相互作用の方向依存性を実験的に抽出することが出来る。本研究では、サブmmサイズの単結晶試料用の熱伝導率測定プローブの開発を行っている。プローブの重要な要素である温度センサには、スパッタ成膜された窒化ニオブを用いる。今回、成膜条件を変化させたNbNx薄膜の電気抵抗の温度・磁場依存性を観測することで、温度センサの作製に向けた最適な条件を探索したので、その結果を報告した。

IoTに向けた小型・高出力振動発電デバイス
エネルギーハーベスティングコンソーシアム(東京都)(27.9.25)
村上修一, 他

今までに我々は非鉛BiFeO₃強誘電体薄膜発電性能指数がPZTと同等か同等以上であることを報告している。さらに、同薄膜をシリコンからなる片持ち梁に搭載し、振動発電素子を試作したところ、世界最高レベルの発電性能を示した。この成果を得るまでに積み上げた技術、振動発電応用に適した強誘電体薄膜の製膜技術、動作モデルに基づいたシミュレーション・設計技術、強誘電体薄膜の製膜プロセスと融合させたMEMSプロセス、評価技術について紹介した。また、今後のIoT社会に向けて期待できる応用について提案した。

MEMS技術に関する技術支援・研究開発 - Deep RIE装置の導入 -
電子・電池材料用銅めっき研究G例会(堺市)(27.12.21)

村上修一, 田中恒久, 佐藤和郎, 宇野真由美

近年、Micro Electro Mechanical Systems(MEMS)技術を使った電子デバイスが身近に普及してきている。自動車、スマートフォン、カメラなどに搭載されているセンサなど枚挙にいとまがない。当所は、これまでにMEMS技術に関する技術支援により、数々の電子デバイスの製品化やトラブル解消に貢献してきた。今回、高速シリコンディープエッチング(DeepRIE)装置を当所に導入し、MEMS技術に関する技術支援内容が更に充実するようになった。本講演では、一般的なMEMS技術の紹介、今までの当所の取組み、今回導入したDeepRIE装置により可能になった技術支援内容の紹介を行った。

圧電体薄膜を使ったMEMSデバイスの基礎と応用事例
先進環境材料・デバイス創製スクール GRENE 講座(東京都)(28.2.4)

村上修一

近年、ほとんどの電子機器の高機能化においてMEMS技術の恩恵を受けている。とりわけ、圧電材料を用いたMEMSデバイスのIoT社会へ向けての応用展開は楽しみである。本講義では、まずMEMS全般についての歴史、特徴、基本的な技術の解説、応用分野の紹介を行った。次に、圧電材料とその薄膜化技術・電気特性など最新でかつ基本的な話から、MEMSプロセスとの融合について説明した。最後に、圧電体薄膜を使ったMEMSデバイスへの応用事例として、SAWデバイス、プリンタノズル、超音波センサ、圧電型振動発電デバイスなど紹介した。

ポリマー電着法を用いたマイクロレンズアレイの作製と屈折率測定

第63回応用物理学会春季学術講演会(東京都)(28.3.20)
金岡祐介, 櫻井芳昭, 山東悠介, 田中 剛, 佐藤和郎,
村上修一, 他

イメージセンサの画素密度の増加が著しいが、高密度化に伴い、画素あたりの受光量の低下が問題になっている。これまでに、光の利用効率を改善するためにイメージセンサ上にカラーマイクロレンズを簡便に作製できるポリマー電着法を提案してきた。一方、デジタル信号処理技術の発達により複眼カメラであるTOMBOやライトフィールドカメラのように、マイクロレンズを利用したコンピューショナルイメージングシステムが実現されている。ポリマー電着法を用いて作製したマイクロレンズを応用するために、材料の基本的な光学特性である屈折率を電着薄膜のエリプソメトリとレンズの焦点距離から算出したので報告した。

振動発電応用に向けたBiFeO₃厚膜の作製
第63回応用物理学会春季学術講演会(東京都)(28.3.21)
村上修一, 他

圧電式の振動発電素子は小型化・高効率化に有利であり、多くの研究が行われている。我々はBiFeO₃薄膜を用いて圧電MEMS振動発電素子を作製し、20%の発電効率を得られたことを報告している。センサノードの電力源として利用するには実環境中の振動(0.1~0.5G)で100 μW程度以上の発電特性が要求されるが、素子の動的モデルを用いたシミュレーションから、その性能を得るには2 μm程度の膜厚のBiFeO₃薄膜が必要となることが明らかになっている。BiFeO₃におい

ては膜厚と圧電特性との関係は明らかになっていない。本研究では、スパッタリング法を用いて膜厚の異なるBiFeO₃薄膜を作製し、その圧電特性を調べた。

齧歯類動物の聴覚中枢神経刺激に向けた周波数選択的音響センサの開発とその特性評価

電子情報通信学会ニューロコンピューティング(NC)研究会(町田市)(28.3.22)

村上修一, 佐藤和郎, 他

我々は、齧歯類動物の聴覚野トノトピー構造に対して、周波数選択的に電気的刺激を行う中枢神経刺激型の聴覚補綴システムの構築を目指している。本研究の目的は、齧歯類実験動物の可聴域に対して、高感度かつ周波数選択的なフロントエンドデバイスとして、多チャンネル音響センサを開発することである。まず、高感度の音響センサとして振動対称性と周波数選択性の特性を得るために、有限要素法による数値計算結果を元に半径が各々異なる9チャンネルの円形振動膜を設計した。次に、MEMS技術を用い、圧電高分子(PVDF)とシリコンを材料とした円形薄膜を製作して、シリコンチップ上に配置した。音響入力に対し、各チャンネルから共振に対応した圧電信号が得られたので報告した。

(Ti,Co)O₂ スパッタ薄膜の磁性への電界効果

第63回応用物理学会春季学術講演会(東京都)(28.3.22)

山田義春, 佐藤和郎

強磁性半導体の中で、酸化物を母体とした(Ti,Co)O₂はキュリー温度が高く、室温で強磁性を示すことで注目されている。また、スパッタ法によって安価なガラス基板上にルチル型(Ti,Co)O₂が作製できることも報告されており、産業応用も期待できる物質である。本研究では、スパッタ法によって作製したアナターゼ型(Ti,Co)O₂磁性薄膜に対してイオン液体による電気二重層トランジスタ構造で磁性の電界制御を試みた。室温でのホール測定の結果、強磁性の特徴である異常ホール効果が確認された。電界効果でキャリア密度を減少させると、異常ホール伝導率の磁場に対する変化分が小さくなり、磁化が減少した可能性を示唆する結果が得られた。

センサ信号読出のための有機ADコンバータ

第76回応用物理学会秋季学術講演会(名古屋市)(27.9.14)

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、医療等の様々な場面において、センシング機能をもったデバ

イスを設置する必要性が高まっている。経済的で設置自由度の高い温度センサを実用化できれば、例えば、医薬品や食品等の冷凍・冷蔵温度での輸送を保證することが可能となり、より安全・安心な社会の実現に貢献できる。これまでに、PEDOT:PSSを用いた抵抗変化型のフレキシブルな温度センサと、2値の区別を行う有機コンパレータを開発し、系の温度が閾温度を超えるか否かを判別するデジタル出力型の温度検知デバイスを報告した。今回、出力の多ビット化によって温度範囲を認識可能な有機ADコンパレータを作製したので発表を行った。

フレキシブル温度センサと有機CMOS読出回路

センサエキスポジャパン2015次世代センサ展示コーナー(東京都)(27.9.16)

中山健吾, 宇野真由美, 車 溥相, 金岡祐介

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、医療等の様々な場面において、センシング機能をもったデバイスを設置する必要性が高まっている。有機半導体は、軽量性や柔軟性といったユニークな特徴を有し、また、簡便なプロセスで作製可能なため、安価で設置自由度の高い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期待されている。今回、塗布成膜した有機感温膜で構成されるフレキシブル有機温度センサと、塗布単結晶有機半導体膜からなるCMOS読出回路を作製し、両者と組み合わせることで閾温度を認識するデジタル出力型の温度検知素子を開発したので発表した。

有機半導体を用いた温度センサと読出回路

第32回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム(新潟市)(27.10.29)

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、医療等の様々な場面において、センシング機能をもったデバイスを設置する必要性が高まっている。有機半導体は、軽量性や柔軟性といった有機物ならではのユニークな特徴を有し、また、簡便なプロセスで作製可能なため、安価で設置自由度の高い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期待されている。今回、塗布成膜した有機感温膜(PEDOT:PSS)で構成されるフレキシブル有機温度センサと読出回路用の有機ADコンパレータとを組み合わせ、デジタル出力型の温度検知素子を作製したので報告した。

フレキシブル温度センサと有機読出回路の開発

第11回ハイエンド有機半導体研究会会場(東京都)(28.2.24)

中山健吾, 宇野真由美, 金岡祐介

有機半導体デバイスは、印刷法、塗布法などの簡単なプロセスで作製でき、軽量、柔軟で、落としても割れないといったユニークな特徴を有するフレキシブルなデバイスを作製できることから、次世代のエレクトロニクスデバイスとして大いに期待されている。今回、当所のこれまでの取り組み例として、塗布法により作製した有機結晶膜と有機膜へのダメージレスな微細加工技術、それらを基にした有機 CMOS 論理回路やアナログ回路の開発、センサデバイスへの応用展開について、ハイエンド有機半導体研究会にて発表を行い、併せて参加者との意見交換を行った。

有機トランジスタの高性能化技術とフレキシブルセンサへの応用

産創館テクニカルセミナー(大阪市)(28.3.2)

中山健吾, 宇野真由美, 金岡祐介, 車 溥相

有機半導体デバイスは、印刷法、塗布法などの簡単なプロセスで作製でき、軽量で柔軟性のあるフレキシブルなデバイスを作製できることから、次世代のエレクトロニクスデバイスを実現するためのキーデバイスとして期待されている。今回、産創館テクニカルセミナーにおいて、有機トランジスタ技術の基礎、最新の技術動向、回路応用やセンサデバイスへの展開について、有機 CMOS 論理回路、非接触式電子タグへの応用・有機トランジスタ駆動型液晶ディスプレイ・フレキシブル温度センサと有機 AD コンバータなどの当所での取り組み例も交えて解説した。

TRI 試作工房・工業デザインモデル完成披露会 3D プリンタ TIPS 集

産技研技術セミナービジネスマッチングブログ(BMB) 第32回勉強会(大阪市)(27.7.9)

北川貴弘

ものづくり設計試作支援工房(TRI 試作工房)とビジネスマッチングブログ(BMB, 事務局:大阪府産業デザインセンター)が平成27年3月に実施した、『TRI 試作工房ショーケース展示品・工業デザインサンプル募集』に関する報告会において、TRI 試作工房の3Dプリンタを有効に活用するためのTIPS(コツ)を紹介した。具体的には、造形前の注意点、3Dプリンタでの効率的な部品配置、出来上がり寸法について、サポート材の活用方法についてなど、あわせて7項目について実例を挙げながら紹介した。

ものづくり設計試作支援工房について

金型技術大学モノづくり支援講座(和泉市)(27.7.28)

北川貴弘

平成26年12月に開設した「ものづくり設計試作支援工房(略称:TRI 試作工房)」に関して、導入した「3Dプリンタ装置」、「3次元切削加工機」、「CADシステム」、「3Dスキャナ装置」のそれぞれについて、主な仕様の紹介や使い方、利用上の注意点を説明した。

産技研におけるものづくり設計試作支援-3Dプリンタでの造形のコツ-

府市合同セミナー(大阪市)(28.2.23)

北川貴弘

当所では平成26年12月に「ものづくり設計試作支援工房(通称:TRI 試作工房)」を開設し、簡易的な3次元切削加工機や3Dスキャナ、3Dプリンタなどを導入し、試作品作りのサポートを行っている。本講演では、導入した機器の概要およびTRI 試作工房の活用方法を説明したのち、TRI 試作工房の3Dプリンタを利用してもらうにあたり、3Dモデルや造形用のデータ作成時に有効なコツを紹介した。

ものづくり設計試作支援工房の紹介、工房ショーケース展示までの経緯報告

産技研技術セミナー(大阪市)(27.7.9)

朴 忠植

ものづくり設計試作支援工房の装置の仕様ならびに利用方法について説明した。また、2015年2,3月にBMBとの共同企画の「TRI 試作工房ショーケース展示品・工業デザインサンプル」の実施内容について紹介した。

開発したタイムラプスモニタリング装置によるウシ胚体外培養の観察

第22回日本胚移植研究会(南国市)(27.8.28)

朴 忠植, 山東悠介, 他

体外受精技術の普及、向上を目的としたタイムラプスモニタリング装置の開発を行っている。本発表では、試作したモニタリング装置と市販装置とのウシ胚体外培養の実験観察を行った結果について報告した。

大阪府立産業技術総合研究所におけるメカトロニクス関連のものづくり支援の取り組みについて

第12回地域交流ワークショップ(横浜市)(28.6.8)

朴 忠植

半導体、MEMS技術を用いたセンサデバイス開発、組み込み技術によるシステム化に関する企業支援、研

究開発事業について紹介した。

ポリマー電着法を用いたカラーマイクロレンズアレイの作製と評価

日本光学会年次学術講演会 Optics & Photonics Japan 2015 (東京都)(27.10.29)

金岡祐介, 櫻井芳昭, 村上修一, 佐藤和郎, 山東悠介, 田中 剛, 他

半導体微細加工技術の進歩とカメラの高画質化の要求から, イメージセンサの画素密度は, 継続的に向上し続けてきた。画素の高密度化は, 解像度が向上する一方で, 各画素の受光面積の減少による S/N の低下を引き起こしている。このために, マイクロレンズとカラーフィルタが一体となったカラーマイクロレンズを提案してきた。従来のイメージセンサにおけるマイクロレンズとカラーフィルタは, 入射光の一部がその界面で反射し, 検出部まで到達しないが, 一体構造であれば界面の反射はなく, 入射光の利用効率の改善が期待できる。本報告では, ポリマー電着法を用いて作製したカラーマイクロレンズとその基本的な光学特性の測定結果について述べた。

ポリマー電着法を用いたマイクロレンズアレイの作製と評価

第 41 回光学シンポジウム (東京都)(28.6.24)

金岡祐介, 山東悠介, 田中 剛, 佐藤和郎, 村上修一, 櫻井芳昭, 他

半導体微細加工技術の進歩とカメラへの高画質化の要求から, イメージセンサの画素密度の増加が著しい。高密度化に伴い, 解像度が向上する一方で, 各画素の受光面積の減少によって, イメージセンサの S/N が低下する。そのような背景から, イメージセンサの光の利用効率を改善するために, センサチップ上にカラーマイクロレンズを簡便に作製可能なポリマー電着法を提案してきた。ポリマー電着法を用いたマイクロレンズをオンチップ用途だけでなく, 複眼カメラやライトフィールドカメラのようなイメージングシステムに適用するために, 材料の基本的な光学特性である屈折率および様々なサイズ, 焦点距離のレンズを作製, 評価したので報告した。

耳介伝達関数を用いた個人認証の検討

電子情報通信学会信号処理研究会 (別府市)(28.3.28)

喜多俊輔, 他

本稿では耳介と耳介道の音響的特徴を用いた生体認証を提案した。提案手法は耳介伝達関数と呼ばれる音

響伝達関数を用いた個人認証である。本手法ではスマートフォンに搭載したスピーカーやマイクロフォンを用いることで実現できるため, 特別な機器を必要としない。システムの構築にあたっては, 多数の耳介伝達関数が必要であるため, 3D スキャナ, 3DCAD, 3D プリンターを活用し, 特徴の異なる 6 種類の耳介モデルを作製した。作製した耳介モデルを用いて, それぞれに対応する音響特性の実測を行った。個人認証においては, 耳介伝達関数の振幅周波数特性を解析するディープニューラルネットワークを作成し, 登録者と詐称者の分類テストを行った。

耳介伝達関数を用いた個人認証

テクノメイトコープ産技研技術交流会 (大阪市)(28.5.30)

喜多俊輔, 他

近年普及しているマイクとスピーカーを搭載した携帯電話を利用し, 耳介によって生じる音響伝達関数である耳介伝達関数を計測することで個人認証を行うという, 新しい個人認証手段の提案を行う。本研究では, 上記個人認証手段の実現性を確認するため, HATS 組み込み耳介部品を再設計し, 様々な特徴を有する耳介部品を作製することで, 耳介形状と耳介伝達関数の因果関係を明確化することを目的としている。3DCAD・3D プリンターを活用して作製した耳介部品を用いて, ディープニューラルネットワーク (DNN) アルゴリズムによる認証実験を行った。その結果, DNN アルゴリズムを用いた模擬認証実験において, 90% 以上の認証精度があることを確認した。

製品衝撃強さ評価のための統計解析手法第三報: 階段法との比較検討

日本包装学会第 24 回年次大会 (東京都)(27.7.3)

中嶋隆勝

製品衝撃強さの統計解析方法には二通りある。一つは, 通常の製品衝撃強さ試験を複数試料について実施する方法 (以下, A 法と称す) であり, ここで問題となる中途・初期打切りデータには, Johnson 法とそれを改良した提案法が適用可能である。もう一つは, 階段法であり, 各試料の系統だった合否判定試験結果を統計解析する方法 (以下, B 法と称す) である。本研究では, A 法と B 法についてその特徴を検討し, 衝撃実験により確認した結果は次の通りである。B 法では A 法の約 2 倍の試料数を必要とする。A 法では蓄積疲労があり衝撃増加倍率 r が小さいと増大するが, 本実験結果では十分に無視できるレベルであった。

空洞共振器摂動法による誘電率測定ソフトの開発
産業技術連携推進会議知的基盤部会第 20 回電磁環境分
科会(名古屋市)(27.11.12)

第 25 回 EMC 研究会(豊田市)(27.11.13)

田中健一郎

短時間で測定可能な空洞共振器摂動法誘電率測定プログラムを独自に開発した。このプログラムを使用し、 $\phi 1$ mm の水柱の誘電率を測定した結果、測定値はデバイモデルによる値より約 10% 小さな値となった。また、 TM_{020} モードによる測定値は、 TM_{010} モードによる測定値より大きくなる傾向が見られた。モーメント法電磁界解析ソフト(WIPL-D Pro V.12)を使用し、 TM_{010} モード円筒型空洞共振器による誘電率測定の実シミュレーションを行った。その結果、試料の誘電率が大きくなるに従って、測定値が実際の値より小さくなり、水の比誘電率(約 80)では実際の値より約 10% 程度小さくなる結果となり、実験結果と一致した。

大阪府立産技研におけるノイズ抑制体に関する取組み
第 25 回 EMC 研究会(豊田市)(27.11.13)

伊藤盛通, 松本元一

高周波機器における電磁ノイズを低減する一手段として、電磁波エネルギーを熱に変換するノイズ抑制シートが用いられている。今後は、0.3~2 GHz のノイズ抑制が重要と考え、特に 1 GHz 付近から低周波にかけて効果の高いノイズ抑制シートを検討することにした。最初に、市販のノイズ抑制シートを元に、伝送減衰率評価系のシミュレータモデルを構築した。次に、磁性体と誘電体をアルミ箔上へ積層したノイズ抑制シートの特性を計算した結果、積層順と厚さでピーク位置およびピーク形状が変化した。これには、積層方向のインピーダンスと透磁率の影響が大きく、特にピークを低周波側へ遷移させるためには透磁率の周波数分散を制御することが有効であると考えられる。

電子機器への電磁ノイズの影響について
産技研技術交流セミナー(東大阪市)(27.11.18)

伊藤盛通

電磁波は、モバイル機器など身近な電化製品に加えて車などでも用いられるようになりつつあり、社会生活に便利さをもたらしている。しかし、その便利さは電磁ノイズによる誤動作の危険性と隣り合わせである。本セミナーでは、電磁ノイズに関する基礎的な知識について講演した。講演内容は、電磁波の基礎知識、誤動作の例、電磁ノイズにまつわる国内、海外の規制、電磁ノイズによる誤動作、あるいは周辺の機器への電

磁ノイズの影響を確認するための試験内容、電磁ノイズが出ている場合の対策の基本(シールドリング、フィルタリング)などである。

電磁界シミュレータによるノイズ抑制シートの設計
産業技術連携推進会議近畿地域部会情報・電子分科会
(和歌山市)(28.1.22)

伊藤盛通, 松本元一

高周波機器における電磁ノイズを低減する一手段として、電磁波エネルギーを熱に変換するノイズ抑制シートが用いられている。今後は 0.3~2 GHz のノイズ抑制が重要と考え、特に 1 GHz 付近から低周波にかけて効果の高いノイズ抑制シートを検討することにした。まず、モーメント法によるシミュレータを用いて、市販のノイズ抑制シートを元にした伝送減衰率評価系のシミュレータモデルを構築した。その上で、アルミ箔基板に誘電体や磁性体を積層させてノイズ抑制シートとした。材料の誘電率および透磁率を操作した結果や、複数の材料を積層した場合の積層順についての検討結果を報告した。

医用機器の電磁環境安全性についてならびに、電子・光評価支援センターのご紹介
メディカルジャパン 2016(大阪市)(28.2.24)

伊藤盛通

電気機器の安全性は、国際電気標準会議を核とした国際的な枠組で規制されている。特に医用電気機器に対する日本での規制には、JIS-T0601-1-2 の他、電波法や薬事法がある。その中には、電磁ノイズ、つまり電磁環境両立性(EMC)に関する規制も入っている。医療の現場でも高周波電子機器が増加しており、EMC 対策は医用電気機器の開発に必須であると言える。EMC 規制に対応した試験の殆どは当所の電子・光評価支援センターで行うことができる。そのほか、材料定数や光学特性といった分野について、技術相談、機器使用、依頼試験など幅広い開発段階での技術支援を行っている。

円筒形ホログラムと多角形ホログラムの高速計算法の性能比較

第 63 回応用物理学会春季学術講演会(東京都)(28.3.22)

山東悠介, 他

ホログラフィック 3-D ディスプレイは、生理的知覚要因に矛盾のない立体像が表示できるため、次世代の 3-D ディスプレイとして注目を浴びている。しかしながら、立体像の観測できる視域が狭いという、極めて深刻な問題がある。これまで、我々は、ホログラム形

状を円筒形や多角形にすることで、視域を拡大する方法を研究してきた。いずれの手法でも視域は 360° にまで拡大可能であるが、両手法の性能比較については、議論が行われてこなかった。特に、ホログラムを合成する際に要する計算時間やメモリ使用量については、応用上重要な指標となるため、本発表では、これらの点について報告した。

Study on Three-Dimensional Structural Analysis Method for Electrical Tree

2015 IEEE 11th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM)(Sydney, Australia)(27.7.20)

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方法としてコンポジット材料の利用が注目されている。抑制効果を確認するためには、電気トリーを3次元的に観察する必要があるが、そのようは研究例は少ない。本研究では、エポキシおよびエポキシ/シリカに発生した電気トリーをX線CTによって3次元的に観察した。エポキシでは樹脂状トリーが、エポキシ/シリカではブッシュ状トリーが発生していることが明らかになった。また、それぞれの電気トリーのフラクタル次元を計算機シミュレーションによって求め、実験結果と比較することで、コンポジット化による抑制効果を確認した。

絶縁材料におけるイオン化ポテンシャルの電場依存性 - 量子化学計算によるアプローチ -

第46回電気電子絶縁材料システムシンポジウム(北九州市)(27.9.4)

岩田晋弥

絶縁破壊の前駆現象として電気トリーや部分放電の発生が知られている。これらを抑制することは、システム全体の信頼性向上にも繋がるため、非常に重要である。近年、材料のコンポジット化によって絶縁性の向上が試みられており、耐電気トリー性も報告されている。電気トリーの発生や進展は、材料のイオン化ポテンシャルが関わっているとされているが、詳細については未解明な点が多い。本研究では、絶縁材料のイオン化ポテンシャルが外部電場から受ける影響に着目し、密度汎関数理論による計算を行った。また、コンポジットの有効性についても評価した。

量子化学計算による電気絶縁材料の探索 - イオン化ポテンシャルの計算 -

第2回進化するテラメイドコンポジット絶縁材料に関する調査専門委員会(東京都)(27.10.7)

岩田晋弥

電気絶縁材料の分野では、高分子のコンポジット化によりその性能を飛躍的に向上させることが注目されている。分子のイオン化ポテンシャルについては破壊強度や電気トリー進展との関わりが指摘されており、その本質的な理解が求められている。本発表では、 $C_{20}H_{42}$ をベースとし、シリコンによるコンポジット化がイオン化ポテンシャルに与える影響を密度汎関数法によって求めた。イオン化ポテンシャルは、中性分子とカチオンの安定化エネルギーの差によって算出した。計算レベルは、B3LYP, 6-31g*である。また、ナノメートルサイズの酸化シリコンクラスターの構造や電子状態も計算したので議論した。

絶縁材料と計算機シミュレーション

電気学会第4回進化するテラメイドコンポジット絶縁材料に関する調査専門委員会(町田市)(28.4.14)

岩田晋弥

分子軌道法、密度汎関数法、第一原理バンド計算、分子動力学計算を中心として電気絶縁材料への計算機シミュレーションの利用が注目されている。本発表では、自身の研究において「これまで何ができるか」「今後何ができるか、何をやるべきか」「ナノコンポジットをどのように扱えるか」について報告した。これまでは、単一の樹脂分子を対象とした計算が多かったが、コンポジット化に伴う結合状態、分子間力の取扱についても言及した。また、計算を開始するにあたっての基本的な事項(ソフトウェアの選択、計算時間など)も紹介した。

症候性側彎患者に対する動的体幹装具と従来型固定的体幹装具の装着時接触内圧測定による比較検討

第49回日本側彎症学会学術集会(新潟市)(27.11.6)

山本貴則, 他

症候性側彎患者9名に対して、体幹装具を装着したときに加わる圧力変化を経時で計測し、動的体幹装具と従来型固定的体幹装具の性能を比較、検討した。その結果、従来型固定的体幹装具ではハンブ(突出部)押さえ部位に最大圧力が集中し、経時変化に対する圧力の変動も小さかった。一方、動的体幹装具では接触部位に圧力が分散し、経時変化に対する圧力の変動が大きくなる傾向を示した。すなわち、動的体幹装具では体幹装具により加わる圧力が分散し、患者の動きに応じて変動する性能を示したものと考えられる。

褥瘡予防寝具の性能評価技術

人間工学会関西支部見学会(和泉市)(27.11.12)

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。したがって、静止形の褥瘡予防寝具には、身体を横たえたときに身体と寝具が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。本研究では、褥瘡予防寝具の性能評価技術を確立するために、褥瘡の最後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、圧力センサがシート状の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粉じん舞い上がり評価方法の検討

室内環境学会学術大会(宜野湾市)(27.12.4)

山本貴則, 他

床材に付着した粉じんの舞い上がり評価するために、歩行時の床材への衝撃に注目した。具体的には、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舞い上がる粉じん量を測定し、検討した。木質系床材(複合フローリング)および繊維製床材(タイルカーペット)を試料とし、標準粉体の舞い上がり量を測定した結果、木質系床材に比べて繊維製床材では衝撃による飛散した粉体量(濃度)が明らかに少なくなった。繊維製床材では、表面の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飛散した粉体量が少なかったものと考えられる。以上の結果より、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評価できるものと考えられる。

心拍変動を活用した熟練性評価の可能性についてー採血実施時における看護師と初学者との比較ー

第40回教育システム情報学会全国大会(徳島市)(27.9.3)

片桐真子, 他

看護技術における「熟練の技(わざ)」や「コツ」は、その「暗黙知」ゆえに伝承されにくい。本研究では、看護技術の暗黙的な看護実践知を教授するために、熟練性が要求される専門技術のひとつである採血行為時における心拍に注目し、その変動から特徴を抽出することを試みた。その結果、看護師と初学者では、成功回数と同じでも自律神経反応である心拍のRRI(R-R間

隔)の変動が異なり、採血行為に対する両者の精神面での集中状態が異なることがわかった。この結果から、看護技術の熟練性評価に、心拍のRRIの変動が応用できることがわかった。

自律神経活動に着目した刺激に対するヒトの反応

人間工学会関西支部見学会(和泉市)(27.11.20)

片桐真子

ヒトが刺激に対して感じる印象や評価は、「曖昧」で「多角的」ゆえに「複雑」である。そのため、刺激の程度を客観的に表す物理量の大小だけで評価する従来の方法では不十分なことが多い。可変性が大きい刺激の質にも考慮し、ヒトの反応を刺激の量と質の両面から検討することによって、ヒトが感じる印象を「見える化」できれば、ヒトに寄り添ったモノづくりにつながる考えた。ここでは、音刺激の聴取という受動的な被験者実験と、採血行為という能動的な行動を伴う被験者実験に、人間工学生体計測処理システムを用い、自律神経活動である心拍の変動から被験者の精神状態を検証した事例を紹介した。

被包装物のガタ振動特性および蓄積疲労スペクトル評価に関する研究

日本包装学会第24回年次大会(東京都)(27.7.3)

津田和城

出荷前に包装貨物の振動試験が行われているが、試験結果と輸送結果が一致しないことがある。この一因として、内容品と緩衝材の間の隙間(ガタ)に注目し、ガタが内容品の振動に及ぼす影響を調べた。その結果、内容品の振動は貨物の振動と大きく異なるため、疲労評価では内容品の振動を用いるべきであると指摘した。一方、従来の方法では、振動数ごとの疲労評価ができなかったため、新たに考案された蓄積疲労スペクトルを活用した。その結果、本スペクトルは振動数ごとの疲労評価だけでなく、輸送と等価な試験条件の導出や輸送環境の分析にも役立つことを示した。これらは試験条件の適正化に繋がり、市場トラブルの減少や過剰包装の削減が期待できる。

非定常振動試験のための輸送環境データの相関解析

日本包装学会第24回年次大会(東京都)(27.7.2)

細山 亮

現状のランダム振動試験では、加速度実効値、尖度や歪度といった振動特性は時間に依存しない定常なものであると見なしている。しかしながら、輸送中に発生する振動は、その特性が時間とともに変化する非定

常なものであることが多い。また、これらの振動特性の時間ごとの変化に着目すると、それらは無相関に変動しているのではなく、互いに影響を及ぼしあうことが予想される。そのため、振動の非定常性に加えて各振動特性の相関を考慮することで、振動試験のさらなる向上が期待できるが、各振動特性がどのような相関を持つのか明らかではない。そこで本研究では、各振動特性の相関を明らかにするために、トラック輸送の振動データを用いて相関解析を行った。

2 種類の打切りデータを含む場合の統計解析における順位数算出手法

日本包装学会第 24 回年次大会 (東京都) (27.7.2)

堀口翔伍, 中嶋隆勝

緩衝包装設計において市場破損率を考慮するには製品や包装貨物の衝撃強さの統計解析が不可欠である。衝撃試験では、1 回目の衝撃で破損するデータ (初期打切りデータ) や最後の衝撃でも破損しないデータ (中途打切りデータ) に遭遇する。これらは耐衝撃値が不明確であり統計解析を困難にする。これは順位数の算出方法が困難になるためである。我々は、どちらか 1 種類の打切りデータのみを含む場合の順位数算出手法として Johnson の方法の適用とその改良法の提案を行った。今回は 2 種類の打切りデータを同時に含む場合の順位数算出手法の詳細な手順及び計算式について報告した。

粉末冶金法による Ni 基金属間化合物の作製

京都府中小企業技術センター・関西広域連合公設試験研究機関研究成果発表会 (京都市) (27.8.3)

垣辻 篤

Ni 基超々合金や $Ni_3(Si,Ti)$ 等の Ni 基金属間化合物の新たな作製技術として、要素粉末を原料とし、放電プラズマ焼結法による作製を検討している。本方法では、原料粉末中にセラミックス粒子を混合することによって複合材料の作製も可能である。本発表では、その作製例として $Ni_3(Si,Ti)$ マトリックス中に、SiC を分散させた複合材料について紹介した。SiC 分散により、 $Ni_3(Si,Ti)$ 単相材と比較して、室温ならびに 800 °C までの高温域での硬さが向上することを明らかにし、 $Ni_3(Si,Ti)$ 基金属間化合物の高温用耐熱、耐摩耗材料等へのさらなる適用可能性を示した。

「精密化学分析センター」のご紹介

第二回メディカルジャパン (大阪市) (28.2.24)

中島陽一

ものづくりにおける化学物質管理は、年々高度化し

ている。このような現状を踏まえ、当所では、より高度な化学物質管理に対応すべく、平成 26 年度より「精密化学分析センター」を立ち上げた。当センターでは、液体クロマトグラフ質量分析システムやガスクロマトグラフ質量分析システムなど最新の分析機器を駆使し、新規製品開発や製品トラブルの解析など、専門知識を有する研究員が各企業のものづくりをサポートしている。今回の発表では、「精密化学分析センター」の概要とこれまでに得られたデータの一部を紹介した。

耐候性試験による樹脂中添加剤の減衰挙動調査

第 20 回高分子分析討論会 (つくば市) (27.10.27)

小河 宏, 吉岡弥生, 岩崎和弥, 林 寛一

高分子材料はいまや多くの分野で用いられているが、とくに近年、自動車・航空機・医療分野での使用が増加している。これらの分野では、製品の信頼性、耐久性が極めて重要であり、性能維持のために紫外線吸収剤、酸化防止剤などの添加剤が用いられている。したがって、高分子材料の劣化を解析するためには、これら添加剤の分析が重要となる。本研究では、市販のポリプロピレン、ポリカーボネートについて、GC-MS、LC-MS を用いて添加剤の同定を行うとともに、促進耐候性試験機および屋外暴露による紫外線暴露試験を行い、紫外線吸収剤や酸化防止剤の暴露による影響について調査した。

官能基を有する耐熱性高分子微粒子の粒子径および特性制御

第 61 回高分子研究発表会 (神戸市) (27.7.17)

吉岡弥生

高分子微粒子は、塗料や医療用担体などをはじめとする様々な用途展開が期待でき、盛んに実用化も試みられている。特に官能基を有する微粒子は、クロマトグラフなどの分離担体への応用が大いに期待できる。我々はこれまでに、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。本研究では、上記の作製手法を用いてカルボキシル基とカルボニルクロリド基を有する微粒子を作製し、その粒子径や官能基 (特に、カルボニルクロリド基) の導入量を制御するとともに、粒子形成ファクターについても検討を行った。

ファイバー状芳香族ポリアミドおよびモデル化合物の相転移挙動に関する構造化学的検討

第 61 回高分子研究発表会 (神戸) (27.7.17)

吉岡弥生, 他

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、触媒担体、フィルター、センサーなどへの応用が期待できることから、ナノ材料の1つとして注目されている。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た。この場合、ナノファイバーは重合過程で得られたゲル状試料を乾燥させる過程で形成されていく模様である。その具体的な構造変化過程を調べる上で重要な基本情報として、今回、低分子モデルについて、溶媒の存在の有無がいかなる構造変化を引き起こすのかを詳細に調べた。

CF₃基を有する芳香族ポリアミドナノファイバーの相転移挙動に関する構造化学的検討

繊維学会秋季研究発表会(京都市)(27.10.22)

吉岡弥生, 他

ナノファイバーは触媒担体、フィルター、センサーなどへの応用が期待され、実用化が試みられている。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きた。本研究では、構造と物性との相関を分子レベルから明らかにするため、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。その結果、200~280℃の広い温度領域で相転移が生じ、結晶のパッキング構造や分子鎖のコンフォメーションが顕著に変化することが明らかとなった。また、分子鎖はフィルム表面に平行に存在していることがわかった。

芳香族ポリアミド微粒子の作製およびその特性

次世代ナノテクフォーラム 2016(豊中市)(28.3.7)

吉岡弥生

ポリアミドは、耐熱性、耐薬品性、力学的特性等に優れていることから、幅広い分野で用いられている。特に、芳香族ポリアミドは、脂肪族ポリアミド(例えば、ナイロン)よりもさらに優れた耐熱性や力学的特性を有している。しかしながら、芳香族ポリアミド微粒子についての報告は殆どない。我々は、これまでに酸クロライドおよびアミン化合物を超音波照射下、アセトン中などで反応させることによりワンステップで様々な形状や特性を有する芳香族ポリアミド微粒子が得られることを見出している。本発表では、作製手法とともに、得られた微粒子のモルフォロジーや特性などを紹介した。

芳香族ポリアミド系ナノ材料の創製および評価

次世代ナノテクフォーラム 2016(豊中市)(28.3.7)

吉岡弥生

ナノ材料は、新たな機能の発現などが期待できることから、近年注目されている材料の1つである。例えば、微粒子は、塗料、充填剤、分離担体などとして、ファイバー構造体はフィルターや補強材などとしての応用展開が期待できる。一方、芳香族ポリアミドは耐熱性や耐薬品性に優れた材料であるが成形加工が困難であり、ナノ材料の作製方法は限定されている。そこで、本講演では、我々が独自に確立した沈澱重合法を用い、ナノ・サブミクロンサイズの粒子径の揃った芳香族ポリアミド微粒子や芳香族ポリアミドナノファイバーが密に絡み合った構造体を作製し、これらの特性評価や高機能化に取り組んできた内容について紹介した。

ナノファイバー状芳香族ポリアミドの形成過程における構造変化

第65回高分子学会年次大会(神戸市)(28.5.25)

吉岡弥生, 他

近年、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、触媒担体、フィルター、センサーなどへの応用が期待され、実用化が試みられている。我々はこれまでに、沈澱重合法により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が形成されることを見出してきたが、その形成メカニズムなどについては不明な点も多い。しかしながら、ナノファイバーの実用化においてはその構造および特性制御が必要不可欠である。そこで、本研究においては、溶媒とナノファイバーとの相互作用なども含めた形成過程を明らかにするため、溶媒の存在の有無により生じる構造変化を、ナノファイバー(ポリマー)およびモデル化合物を用いて検討した。

Extraction of Bactericidal Components in Cryopreserved Plasma-Treated Water

22nd International Symposium on Plasma Chemistry (Antwerp, Belgium)(27.7.6)

井川 聡, 中島陽一, 他

純水に大気圧プラズマを照射することによって調製されたプラズマ処理水(PTW)が、酸性条件下で強力な殺菌活性を示すことを見いだした。このPTWに含まれる化学種をイオンクロマトグラフィーにより単離したところ、過酸化水素、亜硝酸イオンおよび硝酸イオンのピークに加えて、未知の物質と思われるピークが検出された。これらの化学種の内、この未知物質を含

む画分だけが殺菌活性を有しており、殺菌活性種の精製に成功した。その他、化学反応速度論に基づき、この殺菌活性種の物理化学的なメカニズムについて議論した。

プラズマ直接照射とプラズマ処理水の液中殺菌力の比較
第76回応用物理学会秋季学術講演会(名古屋市)(27.9.13)
井川 聡, 中島陽一, 他

大気圧プラズマの医療応用として、プラズマ消毒の研究を進めている。人体への応用を考慮すれば液中殺菌技術の開発は必須であり、酸性条件下で殺菌効果が劇的に効果が高まる「低 pH 法」を開発し、歯科や外科への臨床応用に向けた研究を進めている。これまでは、プラズマを直接照射することで殺菌効果を与えていたが、間接的な照射とも言えるプラズマ処理水を用いることで同様の効果が得られることを見いだした。両方の殺菌技術では、活性種供給方法が異なっているにもかかわらず、低 pH 法が同様に有効であり、今回行った様々な実験の結果、両者の殺菌活性種が同一である可能性が高いことが明らかとなった。

13 種類のタンパク質溶液に対して大気圧低温プラズマを照射した際の酸化部位の推定と失活機構の検討
第76回応用物理学会秋季学術講演会(名古屋市)(27.9.13)
井川 聡, 他

プラズマ液中殺菌において、細胞膜を透過した活性種と生体分子、特にタンパク質との反応が殺菌メカニズムを検証する上で重要である。我々はこれまでにプラズマ照射によってリゾチームが失活することや、アミノ酸が特異的に酸化されることなどを明らかにしてきた。本研究では、プラズマ照射によるタンパク質の失活機構に関する一般的な知見を得ることを目的として、性質の異なる 13 種類のタンパク質溶液に対してプラズマ照射を行い、その影響を評価した。その結果、触媒部位及びその近傍にシステインやメチオニンを持つ酵素が特に素早く失活することが確認された。

Innovative Medical Technology in Plasma Disinfection of Human Body with Low-Temperature Atmospheric-Pressure Plasmas -the Reduced-pH Method and the Plasma-Treated Water (PTW) -

25th International Toki Conference (ITC-25)(Toki, Japan)
(27.11.3)

井川 聡, 中島陽一, 他

我々はプラズマ殺菌技術の医療応用を目指して、これまでに、低 pH 法と呼ばれる技術を開発した。これは酸性条件下でプラズマ照射を行うことで、きわめて

高い殺菌力を得ることが出来る技術である。さらに、プラズマを殺菌対象物に直接照射せず、別途プラズマ照射した液体(プラズマ処理水)を用いることで同様の殺菌力を得られることを見いだした。このプラズマ処理水は低温では安定であり、冷凍保存も可能である一方、体温では数秒で失活することから、残留毒性が少ない安全な殺菌剤としての利用が期待される。

低 pH 法を用いた大気圧低温プラズマによるブタ皮表面の殺菌

第 63 回応用物理学会春期学術講演会(東京都)(28.3.19)
井川 聡, 他

プラズマ殺菌技術の医療応用を目指して研究を進めている。これまでに殺菌対象部位を酸性にしておくことが出来る低 pH 法を開発しており、褥瘡などの治療に応用できることが期待されている。本研究では、モデルとして生のブタ皮を用い、実際の生体表皮におけるプラズマ殺菌効果と組織への影響を評価した。pH 3.5 のバッファーで処理した後にプラズマ照射した場合、表皮の生菌数が減少することが確認された。一方で、プラズマによる表皮組織への影響は確認されなかった。このことから、実際の治療においても安全かつ効果的な殺菌が可能と考えられる。

反応速度論に基づくプラズマ処理水殺菌活性の pH 依存の物理化学機構

第 63 回応用物理学会春期学術講演会(東京都)(28.3.19)
井川 聡, 中島陽一, 他

プラズマによる液中殺菌の研究を進めており、プラズマを照射した水(プラズマ処理水)に短時間だけ高い殺菌力が保持されていることをこれまでの研究で明らかにしてきた。医療応用を考えた際に、このプラズマ処理水の殺菌因子を同定し、作用メカニズムを明らかにすることは必要不可欠であるため、殺菌因子について解析を行った。プラズマ処理水には短時間で失活する物質が含まれており、その寿命は pH によって変化する。殺菌力も高い pH 依存性を示すが、当該物質の寿命変化だけでは物理化学的に説明が付かない。この短寿命物質が酸素ラジカル($O_2\cdot$)を放出するモデルを考えた場合、実験結果と一致することから、直接的な殺菌因子は $O_2\cdot$ だと推察される。

低 pH 法を用いた大気圧低温プラズマによるブタ皮表面の殺菌

第 63 回応用物理学会春期学術講演会(東京都)(28.3.19)

井川 聡, 他

プラズマ殺菌技術の医療応用を目指して研究を進めている。これまでに殺菌対象部位を酸性にしておくことで、プラズマ照射による殺菌効果を劇的に向上させることが出来る低 pH 法を開発しており、褥瘡などの治療に応用できることが期待されている。本研究ではモデルとして生のブタ皮を用い、実際の生体表皮におけるプラズマ殺菌効果と組織への影響を評価した。pH3.5 のバッファーで処理した後にプラズマ照射した場合、表皮の生菌数の減少が確認された。一方で、プラズマによる表皮組織への影響は確認されなかった。このことから、実際の治療においても安全かつ効果的な殺菌が可能と考えられる。

反応速度論に基づくプラズマ処理水殺菌活性の pH 依存の物理化学機構

第 63 回応用物理学学会春期学術講演会 (東京都)(28.3.19)

井川 聡, 中島陽一, 他

プラズマによる液中殺菌の研究を進めており、プラズマを照射した水(プラズマ処理水)に短時間だけ高い殺菌力が保持されていることをこれまでの研究で明らかにしてきた。医療応用を考えた際に、このプラズマ処理水の殺菌因子を同定し、作用メカニズムを明らかにすることは必要不可欠であるため、殺菌因子について解析を行った。プラズマ処理水には短時間で失活する物質が含まれており、その寿命は pH によって変化する。殺菌力も高い pH 依存性を示すが、当該物質の寿命変化だけでは物理化学的に説明が付かない。この短寿命物質が酸素ラジカル ($O_2\cdot$) を放出するモデルを考えた場合、実験結果と一致することから、直接的な殺菌因子は $O_2\cdot$ だと推察される。

Lactobacillus Fermentum によって産生された *Porphyromonas Gingivalis* に対する抗菌物質

第 20 回腸内細菌学会 (東京都)(28.6.9)

井川 聡, 他

歯周病はむし歯と並ぶ口腔二大疾患の一つであり、*Porphyromonas gingivalis* を代表とする歯周病原細菌が原因となる感染性疾患である。成人の 70~80% が罹患しているとされ、全身疾患と深く関わると考えられている。これまでの研究で *P. gingivalis* に対する抗菌活性を示す乳酸菌を見いだしており、その単離に成功している。本研究では、この抗菌物質の構造を調べ、環状ジペプチドであることを明らかにした。環状ジペプチドが口腔内細菌に与える影響に関する報告はなく、口腔カンジダ症の原因である真菌に対しても効果が期待

できる。

Plasma-Treated Water Disinfected Cariogenic Bacteria in Infected Dentin Model

35th Annual Meeting of the IADR Korean Division(Seoul, Korea)(28.6.22)

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。本研究では、活性種として高い殺菌力を有する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応用した場合の殺菌効果を検討した。実験の結果、10 秒間の処理で深さ 0.8 mm までの生菌数は検出限界以下となり、さらに深さ 2.4 mm までも有意に生菌数が減少していた。本手法を用いることで、従来の象牙質の切削よりも露髄リスクの低い治療が可能になると期待される。

Efficacy of Plasma-Treated Water in Root Canal Disinfection

35th Annual Meeting of the IADR Korean Division(Seoul, Korea)(28.6.22)

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。本研究では、高い殺菌力を有するプラズマ処理水 (PTW) 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。ヒト抜去歯を用いて感染根管モデルを作製し、PTW による殺菌処理を行ったところ、細菌だけでなく真菌にもほぼすべての試験で無菌化に成功した。さらにラットを用いた感染根管の殺菌実験を行い、その結果についても報告した。

The Antibacterial Constituents Produced by *Lactobacillus Fermentum* Against *Porphyromonas Gingivalis*

35th Annual Meeting of the IADR Korean Division(Seoul, Korea)(28.6.22)

井川 聡, 他

歯周病はむし歯と並ぶ口腔二大疾患の一つであり、全身疾患にも深く関わると考えられ、近年、その予防・治療技術が注目されている。*Porphyromonas gingivalis* は代表的な歯周病原細菌であり、これまでの研究で *P. gingivalis* に対する抗菌活性を示す乳酸菌を見だし、その単離に成功している。本研究では、LC-MS や NMR などの分析機器を用いてこの抗菌物質の構造を解

析し、環状ジペプチドであることを明らかとした。同様の環状ジペプチドには細菌だけでなく、真菌やウイルスなどに対しても効果があることが報告されており、今回構造が明らかになった抗菌物質が歯周病の予防・治療に役立つと期待される。

ポリアリルアミンを用いた有機無機ハイブリッド微粒子による触媒材料の開発とクロマト分析への応用

第 20 回高分子分析討論会(つくば市)(27.10.27)

林 寛一, 中島陽一, 吉岡弥生, 木本正樹

本研究では、我々が開発した水処理用触媒としてのヘテロポリオキソメタレート (POM) 触媒をより実用的なものにするため、その固定化を目指し、担体として比表面積の大きいナノサイズ球状微粒子の合成を行った。さらに、固定化用官能基としてポリアリルアミンを導入したシリカ微粒子を用いて、OH ラジカル生成触媒の合成を行い、ラジカル生成および生成触媒が再生可能であることを ESR 測定により確認した。また、合成した微粒子の特徴を活かし、タンデム型多層構造微粒子の調製を行い、液体クロマトグラフを用いる分離技術への応用についても検討した。

ポリアリルアミンを用いた有機無機ハイブリッド微粒子による触媒材料の開発とクロマト分析への応用

次世代ナノテクフォーラム 2016(豊中市)(28.3.7)

林 寛一, 中島陽一, 吉岡弥生, 木本正樹

今、触媒は環境調和型であることが求められている。これまで、我々は水処理用触媒として、ヘテロポリオキソメタレート (POM) を用いた水溶性鉄含有酸化触媒について研究を行ってきたが、触媒の回収やリサイクルといった実用化の観点からの課題が残った。そこで本研究では、触媒と基質との反応効率を高めるために、固定化に用いる担体を多孔性化、微粒子化し、比表面積の増大を目指した。具体的には、ナノサイズ球状微粒子の合成を行い、OH ラジカル生成および触媒として再生可能であることを ESR 測定により確認した。また、合成した微粒子の特徴を活かし、タンデム型多層構造微粒子の調製を行い、分離技術への応用についても検討した。

ポリアリルアミンを用いたラズベリー状微粒子の合成とその応用

日本化学会第 96 春季年会(京田辺市)(28.3.25)

林 寛一, 中島陽一, 吉岡弥生, 木本正樹

表面多孔性粒子は、触媒分野など様々な応用展開が期待されており、溶液中の化学物質の分離、分析を行

う高速液体クロマトグラフィー (HPLC) 用充填剤としての利用についても注目されている。本研究では、表面に官能基や他のナノ粒子を吸着接合させたタンデム型表面多孔性のラズベリー状微粒子の合成を行い、カラム材料としての利用、特に HPLC への適応について検討した。その結果、ポリアリルアミンを担持させた微粒子を得た。この微粒子を湿式充填法によりカラムにパッキングし、サッカリン等の分離実験を行ったが、強い保持力を持っていたため、ポリアリルアミン添加量を調整し、分離条件について検討した。

機能性微粒子を用いた環境触媒、カラム材料の開発

ゴム研修所見学会(和泉市)(28.4.11)

林 寛一, 中島陽一, 吉岡弥生, 木本正樹

今、触媒は環境調和型であることが求められている。これまで、我々は水処理用触媒として、ヘテロポリオキソメタレート (POM) を用いた水溶性鉄含有酸化触媒について研究を行ってきたが、触媒の回収やリサイクルといった課題が残った。本研究では、POM 触媒をより実用的なものにするため、固定化用官能基としてアミノ基を導入した比表面積の大きいナノサイズ球状微粒子を利用した、OH ラジカル生成触媒の合成を行った。また、合成した微粒子の特徴を活かし、タンデム型多層構造微粒子の調製を行い、分離技術への応用に関する検討結果についても、当所で所有するクロマトグラフの基礎的な利用法と併せて紹介した。

全固体リチウム電池に関する取り組みについて

第 158 回産業技術連携推進会議近畿地域部会第 18 回窯業研究会(甲賀市)(27.10.27)

長谷川泰則, 園村浩介

近年、電気自動車等の普及に伴い、大容量で高性能な電池の需要が増している。このような背景のもと、高エネルギー密度と高い安全性を兼ね備えた革新的な電池の開発が望まれる。その候補の一つとして、有機電解液を不燃性の無機固体電解質で置き換えた全固体リチウム電池がある。本発表では、所内プロジェクト研究や基盤研究等で行ってきた全固体電池に関する取り組みの一部として、硫化物固体電解質を用いた全固体リチウム電池の作製と評価事例等について紹介した。

カーボンナノコイルを活用した新規な耐摩耗セラミックスの開発

ニューセラミックス懇話会第 216 回特別研究会(大阪市)(27.12.15)

長谷川泰則

カーボンナノコイルはカーボンナノチューブと同様に高い導電性を示し、らせん構造を持つことで強靱なバネ特性や高周波広帯域での良好な電磁波吸収能など優れた性質をもつため、幅広い分野への応用が期待される。本研究では、アルミナとの複合材について摩擦摩耗特性の評価を行った。その結果、カーボンナノコイルを少量添加することで、静電気除去レベルの導電性の付与とともに、耐摩耗性が向上することがわかった。

全固体リチウム電池に関する産技研での取り組み
ニューセラミックス懇話会第 220 回特別研究会(大阪市)(27.12.15)

園村浩介, 稲村 偉, 長谷川泰則

全固体リチウム電池は、有機電解液ではなく無機固体電解質を使用する。そのため、作動温度範囲が既存のリチウムイオン二次電池と比べて広く、安全性、信頼性が高い電池として注目されている。当所においては 2013 年 4 月より全固体リチウム電池の研究開発及びその支援体制を整え始め、現在では硫化物固体電解質の作製及び評価、その固体電解質を用いた全固体リチウム電池の作製及び評価が行うことが出来るようになった。本研究では、全固体リチウム電池の特長を説明し、当所にて実施した固体電解質の作製方法とその評価装置について紹介した。

インサート金属を用いて拡散接合した SiC 接合界面の TEM 観察

ニューセラミックス懇話会第 220 回特別研究会(大阪市)(27.12.15)

尾崎友厚, 長谷川泰則, 他

SiC セラミックスは、構造材として優れた高温強度、耐食性、熱安定性を持つため、航空宇宙産業やエネルギー分野での応用が期待されている。金属を中間層とした拡散接合は有力な SiC 接合技術の一つであり、その接合界面で出現が予想される反応化合物相の把握は機械的強度や熱伝導特性を制御するにあたっての重要な知見となる。今回、SiC セラミックスの拡散接合部に形成される化合物相などの接合界面での微細構造を明らかにするために、集束イオンビーム装置により拡散接合部の断面試料を作製し、走査透過電子顕微鏡による微細構造の観察を行った。

TEM Analysis of Interfaces in Diffusion-Bonded Silicon Carbide Ceramics Joined Using Metallic Interlayers

ICACC 2016(Daytona Beach, USA)(28.1.26)

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、我々は、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。発表では TEM 観察によって得られた Ti, Mo 箔を中間層に用いた SiC 拡散接合界面の微細構造について報告した。

未利用バイオマスからのエネルギー製造に関する技術動向の紹介

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(27.12.15)

山口真平, 大山将央

人類の生産活動に伴い地球温暖化問題が深刻化している。こうした中、短期間で自発的に再生される自然現象に由来し、枯渇しない再生可能エネルギーの利用が注目を集めている。再生可能エネルギーの中でも、天候に左右されにくく安定なエネルギー源としてバイオマスの利用が進められている。わが国では、2012 年より再生可能エネルギー電力を一定期間・固定価格で買い取る固定価格買取制度(FIT)制度が開始している。FIT 制度は年毎に買取価格が変更され、2015 年度のバイオマス由来電力の買取価格は前年より増額されている。本講習では、こうしたバイオマスエネルギーの関連制度や利用状況および製造技術の動向について紹介した。

セラミックス積層造形用粉末の開発に向けた粒子径制御技術

粉体処理技術展 2015(大阪市)(27.8.6)

陶山 剛, 尾崎友厚

粉末床熔融結合法による積層造形技術は造形形状の自由度が高く、材料の無駄が少ないなどの優位性を持つ。この方法をセラミックス材料に適用した例は少なく、新規材料を開発することで積層造形技術の用途拡大が期待できる。このプロセスの特性上、高品位な造形体を得るには流動性がよく粒子径の制御された粉体が必要となる(中位径 20~80 μm)。本研究では、2 台の造粒機、スプレードライヤ、およびスパルタンリユージャーを用いてアルミナ粉末に対して造粒操作を行い、造粒粉末の粒子径分布の制御を試みた。その結果、それぞれ、スプレードライヤで中位径 38 μm 、スパルタンリユージャーで 62 μm の積層造形可能な粒子径の粉末を得た。

粉末積層造形用原料粉体の特性評価

粉体処理技術展 2015(大阪市)(27.8.6)

陶山 剛, 垣辻 篤, 中本貴之, 木村貴広, 渡辺義人
SLM(粉末床溶融結合法)はレーザーにより粉末を焼結積層する RP 技術であり, 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ーを照射して溶融・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においては, 高い流動性を備えた粉体を設計する必要がある。本研究では, 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。

セラミックス積層造形用粉末の開発に向けた粒子径制御技術

ニューセラミックス懇話会第 220 回特別研究会(大阪市)(27.12.15)

陶山 剛, 尾崎友厚

粉末床溶融結合法による積層造形技術は造形形状の自由度が高く, 材料の無駄が少ないなどの優位性を持つ。この方法をセラミックス材料に適用した例は少なく, 新規材料を開発することで積層造形技術の用途拡大が期待できる。このプロセスの特性上, 高品位な造形体を得るには流動性がよく粒子径の制御された粉体が必要となる(中位径 20~80 μm)。本研究では, 2 台の造粒機, スプレードライヤ, およびスパルタンリユーズを用いてアルミナ粉末に対して造粒操作を行い, 造粒粉末の粒子径分布の制御を試みた。その結果, それぞれ, スプレードライヤで中位径 38 μm , スパルタンリユーズで 62 μm の積層造形可能な粒子径の粉末を得た。

加熱炉の省エネルギー対策

省エネルギー対策セミナー(岸和田市)(27.7.21)

大山将央, 山口真平

日本の原子力発電所の稼働停止が長期化し, 発電費用の増加が電力価格の上昇を生じている。大阪府内の企業においても, 電力価格の上昇による影響を受けており, 商品への価格転嫁での対応も限界がある。そのため, 電力価格の上昇への対策の一つである生産現場の省エネルギー化は, 中小企業にとって緊急に取り組むべき課題となっている。本セミナーでは, 大阪府内の

中小企業を取り巻くエネルギー事情を解説するとともに, 生産活動の中でも特にエネルギー多消費プロセスである「加熱炉」に着目し, 熱管理の手法や省エネ機器の導入について事例を交えて分かりやすく紹介した。

空気雰囲気におけるバイオマス熱分解時のタール及びチャーの生成挙動

第 24 回日本エネルギー学会大会(札幌市)(27.8.4)

大山将央, 他

これまで, ダウンドラフト型ガス化炉を用いた小型バイオマス発電ユニットの開発を行っており, ヒノキを用いたガス化試験では, エネルギー回収率が高く, 発生ガスにタール成分をほとんど含まない良好な結果が得られている。その際, ガス化炉内の熱分解部で酸素濃度の低下が確認された。既に, 空気雰囲気におけるバイオマスの熱分解挙動は報告されているが, 特にチャー及びタールに着目した報告はほとんどない。そのため, ガス化炉内のガス化挙動を把握するために, 空気雰囲気におけるバイオマスの熱分解時のタール及びチャーの生成挙動について TG-DTA 装置を用いて検討した。

産技研が取り組むバイオマスのガス化技術

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(27.12.15)

大山将央, 山口真平

現在, 地球温暖化防止に向けて, カーボンニュートラルで再生可能なエネルギー源であるバイオマスが注目されている。当所では, 熱電併給型の小型バイオマス発電装置の開発に取り組んでおり, その取り組み内容について紹介した。本セミナーでは, 先行技術や導入事例を交えて現在の小型バイオマスガス化発電装置の課題点について紹介した。また, 当所で行った固定床ガス化炉を用いたガス化試験を行った結果を報告した。さらに, 当所に対応可能なバイオマス関連の技術支援, 特に新しく導入したボンベ発熱計, ガス分析装置, 元素分析装置を中心に紹介するとともに, バイオマス燃焼装置の評価試験についても説明した。

高分子系微粒子の基礎と応用のいろいろ - 接着剤, 塗料から医療分野まで -

テクニカルセミナー(大阪市)(27.10.26)

木本正樹

高分子微粒子は, 比較的古くから接着剤や塗料などの身近な用途で利用されてきたが, 近年, ディスプレー用材料, 反射防止膜, 薬剤キャリア, 診断薬, など多彩な分野で用いられるようになってきている。本セミナー

では、高分子系微粒子の合成法や複合化、評価方法の基礎から、従来製品、新たな分野での応用展開まで、弊所での開発例も含めて、幅広く解説した。

FRP

東大阪市モノづくり開発研究会(東大阪市)(27.12.22)

木本正樹

FRPは比較的新しい材料であり、現在でも自動車用に向けた新しい成形法の開発が進んでいる。FRPの原材料、成形法、評価などについて概説した。

新規ゲル微粒子の応用展開

次世代ナノテクフォーラム(豊中市)(28.3.7)

木本正樹

最近、忌避剤、殺虫剤、芳香剤、薬品などの長期保持や制御放出技術への要望が高まっている。当所では、ゲル微粒子を用いて精油などの芳香成分を容易に保持できる新規ゲル微粒子を開発している。本ゲル微粒子は親水性および親油性の液体を10~20倍程度膨潤可能であり、他の樹脂等との親和性などの特徴を有している。これらの特長を活かした用途例について紹介した。

ナノ複合材料の開発および表面機能性材料としての応用展開

第54回日本接着学会年次大会 / 6th Asian Conference on Adhesion(東京都)(28.6.16)

木本正樹

ポリマーアロイや有機無機ハイブリッドの分野では、組み合わせる各構成材料(成分)の特長を活かし、調製方法や成形方法を工夫することで、構成材料を超える性能や新たな特性の発現をもたらす新規な材料が創製されている。我々は、新規微粒子の調製やナノ複合化の手法の開発によって、新たな機能や特性を発現するいくつかの機能性材料の開発に取り組んできた。カルボキシ基含有シリコンブロックコポリマー溶液中において、シランカップリング剤等とともにシリカナノ粒子を生成することで、水の接触角が150°を超え、高い透明性を有する超撥水性膜が調製できることを明らかにした検討内容などについて紹介した。

ゲル微粒子による薬剤内包と放散性

第54回日本接着学会年次大会 / the 6th Asian Conference on Adhesion(東京都)(28.6.17)

木本正樹, 喜多幸司, 林 寛一, 他

薬剤の制御放出が可能なテープやデバイスの調製を目的として、合成条件の異なるゲル微粒子を用い、モ

デル薬剤の内包膨潤および放散特性について検討した。3種類のゲル微粒子と4種類のモデル薬剤について、膨潤度を調べた結果、ネットワーク状の凹凸ゲルの膨潤度が他のゲル微粒子に比べて大きいことがわかった。またモデル薬剤の放散の経時変化を測定した結果、放散速度は各ゲル微粒子と薬剤成分の組み合わせによって異なり、ゲル微粒子のコア部分とモデル薬剤との親和性が関係していることが示唆された。

消臭加工繊維製品の性能試験方法(ISO 17299)

日本不織布協会「第7回産官学連携の集い」(大阪市)(27.7.10)

喜多幸司

国内での繊維製品の消臭性能評価については、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。昨年4月、それらの方法のISO化とともに、金属半導体酸化物センサ(株式会社島津製作所)の識別装置を想定)を用いた消臭性能評価方法もISO 17299 Part 5として規格化された。当所でも対応可能なISO 17299 Part 5の試験方法を紹介し、依頼試験や受託研究での顧客拡大を図った。

猫用忌避製品の開発

ものづくり補助事業成果発表・ビジネスマッチング会「中小企業新ものづくり・新サービス展」九州・沖縄ブロック(小倉市)(27.12.8)

喜多幸司, 山下怜子, 他

ものづくり補助事業で得られた成果を、本展示会においてブース展示およびプレゼンテーションを行い、ビジネスマッチングの機会を得るものである。開発品により、猫(特に野良猫)による被害・苦情を低減させるために全国自治体が実施している「地域猫活動」への貢献を目指している。平成25~26年度において、猛獣排泄物の臭気分析に基づき作製した模擬臭気(調合液)を用い、市販品と同等の忌避効果(1か月)を実証した。現在、忌避の持続性をより長く(約3か月)するため、高分子吸収体に調合液を含浸させる方法を検討しており、効果検証についてはフィールド調査において猫の糞重量および出没頻度の減少量による確認を実施している。

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

地域産業活性化人材育成事業成果発表会(パートナーシップ発表会)(つくば市)(27.9.10)

日置亜也子, 他

光触媒の用途拡大に伴い、微粒子状光触媒の安価で簡便な評価方法への需要が高まっている。これまでに、この需要に応えるべく、代表的な光触媒材料である酸化チタン微粒子からなるマイクロパターンを用いた新規な光触媒センシングを検討してきた。この光触媒センシングの実用化を目指し、産総研の赤外レーザー光源およびそれを用いた評価に関する知見を活用して、さらに検討した成果について報告した。

新規導入装置「時間領域分光式テラヘルツシステム」のご紹介

センシング技術応用研究会第194回研究例会(吹田市)(28.1.18)

日置亜也子

平成26年度地域オープンイノベーション促進事業(関東圏と関西圏の広域連携による医療機器産業競争力強化事業)についての概要を説明し、その一環として平成27年度導入予定の時間領域分光式テラヘルツ分光システムについて、装置の応用例と合わせて紹介した。

電気泳動堆積法によるTiO₂マイクロパターンの作製と光触媒活性評価方法への応用

第63回応用物理学会春季学術講演会(東京都)(28.3.19)

日置亜也子, 佐藤和郎, 村上修一, 他

電気泳動堆積法は、バインダーを用いることなく基材に微粒子を担持することができるため、光触媒のように基材への担持にバインダーを用いることで活性が低下するような材料の固定化に適した方法である。また、光触媒の代表的な材料であるTiO₂は赤外光の透過率に優れ、高い屈折率を有する。従って、TiO₂から作製される線状パターンは赤外光の導波路となる。そこで、電気泳動堆積法によりTiO₂微粒子からマイクロパターンを作製し、得られたパターンの一端から入射した赤外レーザー光の、アセトアルデヒドガス暴露前後での出射光量の変化を検出することで、TiO₂微粒子の光触媒活性を評価した結果について報告した。

除染廃棄物仮置場用上部シートの開発

日本不織布協会「第7回産官学連携の集い」(大阪市)(27.7.10)

西村正樹

我々の開発した微多孔膜(微細孔構造により遮水性とガス透過性を両立)と不織布(微多孔膜を保護・補強)から成るガス透過性防水シートは、福島原子力第一発電所の事故に係る除染において、腐敗性廃棄物や除染土壌等の仮置場の上部シートとして、環境省や現地自治体の発注工事に採用されている。本シートの特長は、

シート単体のみならずシート同士の接合部においても遮水性を有することと、優れた現場作業性・施工性をもたらす軽量性にあり、国際ジオシンセティックス学会日本支部の2014年度JC-IGS技術賞を受賞するなど、高い評価を受けている。ここでは、当所繊維分野の研究・技術支援事例の一つとして、本シートの特長や実績を紹介した。

Knot Pusherによる手術用縫合糸の結紮(けっさつ)における抵抗荷重の評価

日本不織布協会「第7回産官学連携の集い」(大阪市)(27.7.10)

西村正樹, 北川貴弘, 大川裕蔵, 喜多俊輔, 安木誠一, 他

近年、外科手術において、患者の負担低減を目的とした小切開手術への転換が加速している。例えば、人工心臓弁を体内に留置する際、縫合糸で弁と心臓組織を結紮する必要があるが、体内への指の挿入が不可能である。そのため、あらかじめ体外で作成した結び目をKnot Pusher(KP)を用いて体内に押し込む術式が有効となる。しかしながら、KPを用いた結紮術は、医師らの臨床経験に基づくノウハウ等に大きく依存した術式である。そこで、結紮プロセスを汎用の材料試験機上に模擬的に再現し、非臨床実験による結紮プロセスの検証を行った。ここでは、当所繊維分野の研究・技術支援事例の一つとして、結紮プロセスの抵抗荷重評価結果を紹介した。

除染廃棄物仮置場上部シートの風による張力測定

全国大会第70回年次学術講演会(岡山市)(27.9.16)

西村正樹, 赤井智幸, 他

福島第一原発事故に伴う除染廃棄物等の仮置場においては、除染廃棄物等が入ったフレキシブルコンテナバッグが遮水シート上に段積みされた後、上部シートでカバーされ、保管される。特に除染廃棄物が腐敗性の場合、ガス透過性防水シートが上部シートとして使用される。ここで、仮置場でガス透過性防水シートに作用する外力のうち、比較的大きなものは風荷重である。そのため筆者らはこれまで、数値解析を行い、実際の仮置場を模擬したモデルに風に由来する外力を与えた際に、ガス透過性防水シートに作用する張力を見積もった。ここでは、この数値解析結果を踏まえ、実際の仮置場に各種計測装置を取り付け、それらの実測結果から風荷重の影響を調べた結果を示した。

ノットプッシャーを用いた結紮技術に関する研究:どのように助手は糸を牽引すべきか?

第68回胸部外科学会定期学術集会(神戸市)(27.10.17)

西村正樹, 北川貴弘, 安木誠一, 喜多俊輔, 大川裕蔵, 他
近年, 手術の低侵襲化のために MICS 手術や鏡視下手術が普及してきている。それに伴い, ノットプッシャー (Knot Pusher: 以下 KP) による結紮が必須となっている。器具を使用した結紮では助手との共同作業が必要となり, 引っかかり感や抜けるような感じを持つことがある。そこで, より安全な結紮器具使用のため, KP での結紮の工学的非臨床実験を行った。その結果, 術者が KP を押す際の抵抗力は助手の牽引力に依存するところが大きいことが示された。また, 結び目の横を押す方が抵抗荷重は低値であった。さらに, 軸系が変化する際に大きな抵抗の変化が生じることが分かった。より安全な結紮のためには, 助手との連携と軸系の意識が重要と考えられる。

Knot Pusher を用いた手術用縫合糸の結紮における抵抗荷重に関する研究

日本材料学会関西支部第 10 回若手シンポジウム (大阪市) (27.12.18)

西村正樹, 喜多俊輔, 北川貴弘, 安木誠一, 他

心臓外科においては, 手術時および手術後の患者の負担低減を目的とした低侵襲心臓手術の普及に伴い, 小開胸手術への転換が図られている。そのため, 例えば, 小開胸手術により人工心臓弁を体内に留置させる場合, Kont Pusher(KP) と呼ばれる医療器具を用い, 患者体内の深部で, 縫合糸により人工弁と心臓とを結紮する必要が生じる。ただし, KP を用いた深部結紮は, 医師らの臨床経験に基づくノウハウと連携を必須とする術式である。そこで, KP による結紮プロセスを材料試験機上に模擬的に再現し, 心臓外科手術で多用される 3 種類の縫合糸について, 縫合糸の交絡点への水分付与が抵抗荷重に及ぼす影響について検討した。

Knot Pusher を用いた手術用縫合糸の結紮における抵抗荷重の検討

繊維学会年次大会 (東京都) (28.6.8)

西村正樹, 喜多俊輔, 北川貴弘, 安木誠一, 他

心臓外科での低侵襲手術において, 縫合糸で人工弁などを結紮する際, 体内への指の挿入が不可能なため, Knot Pusher(KP) を用いた深部結紮が有効となる。しかし, KP を使用した結紮では, 術者および補助者の臨床経験に基づくノウハウと, 両者の連携が必須となる。したがって, より安全・安心な手術を行うためには, 非臨床実験に基づく客観的データにより, KP を用いた結紮プロセスを検証することが必要である。我々はこれまで, 汎用の材料試験機上に KP による結紮プロセ

スを模擬的に再現し, 種々の条件で実験を行ってきた。ここでは, 心臓外科手術で多用される 3 種類の縫合糸について, 比較, 検討した結果を報告した。

非臨床実験による Knot Pusher を用いた結紮プロセスの検証

第 91 回日本医療機器学会大会 (大阪市) (28.6.23)

西村正樹, 喜多俊輔, 北川貴弘, 安木誠一, 他

近年, 心臓外科において低侵襲心臓手術 (MICS) や鏡視下手術が普及しつつあり, それらの手術では Knot Pusher(KP) を用いた結紮が不可欠となる。ただし, KP での結紮は, 術者および補助者の臨床経験に基づくノウハウに依存し, 且つ, 両者の連携を必須とする。従って, 安全・安心な手術を行うために, 非臨床実験に基づき, KP を用いた結紮プロセスを検証することが求められている。そこで, 同プロセスを汎用の材料試験機上に模擬的に再現し, 種々の条件で実験を行った。その結果, 縫合糸の種類および水分付与の有無により, KP による縫合糸結紮プロセスにおける抵抗荷重およびその変動に差異が現れることがわかった。

天然物を用いて真球状ナノ粒子が極短時間で製造可能マイドームビジネスフェスタ 2015 (大阪市) (27.11.25)

道志 智

ポリフェノール類を用いて真球状ナノ粒子を極短時間で合成する方法を紹介した。また, その応用展開についても説明した。

形態観察による毛皮の動物種の判定

産業技術連携推進会議ナノテクノロジー・材料部会繊維分科会近畿地域繊維担当者会議 (長浜市) (27.11.20)

陰地威史

毛の形態観察により動物種を識別する方法により, 毛皮製品 (コート, ストール, バッグなど) の素材判定, および各種製品に混入した繊維状の異物の推定などの支援業務を実施している。動物種を識別する際に参照とするライブラリを作成するため, 毛の同一箇所から毛小皮紋理ならびに毛髄質を, 光学顕微鏡と SEM を用いて観察するサンプリング方法を開発した。また, この方法を用い毛皮製品として主要なミンク, フォックス, およびラクーンについて, 毛小皮紋理と毛髄質の形態データを蓄積した。本発表では, 開発したサンプリング方法, および得られた形態データについて報告した。

皮革についての基礎知識

繊維製品品質管理士 (TES) 会西日本支部講演会・見学

会(和泉市)(28.6.17)

陰地威史

繊維製品品質管理士(TES)会西日本支部の講演会・見学会において、皮革についての概要を紹介した後に、皮革材料の特性、皮革材料に由来するクレームについて説明した。参加者の業務から関心が高いと思われる、革の長所・短所、革の機械的特性(革の強さ)、革の熱的特性(革の耐熱性)、革の水に対する性質、各種試験方法について重点をおいて説明した。

Color Change of Naphthalenetetracarboxylic Acid Diimide Derivatives by Odor Substances

7th East Asia Symposium on Functional Dyes and Advanced Materials(Sakai, Japan)(27.9.3)

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、基盤研究において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、アセトアルデヒド等の各種ニオイ物質に対して、反応性が異なり、誘導体がニオイを識別できることがわかった。本発表では、導入した官能基が異なる誘導体5種とさまざまなニオイ物質との反応による色彩変化および吸光度の変化について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

色材研究発表会(習志野市)(27.10.21)

山下怜子

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、基盤研究において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、アセトアルデヒド等の各種ニオイ物質に対して、反応性が異なり、誘導体がニオイを識別できることがわかった。本発表では、導入した官能基が異なる誘導体5種とさまざまなニオイ物質との反応による色差の変化および吸光度の変化について検討した結果を報告した。

ニオイの可視化技術

産官金ネットワーク構築による公設試の橋渡し機能強化事業第2回公設試シーズ発表会(大阪市)(28.1.22)

山下怜子

近年、ニオイ(悪臭)の無い生活空間が求められており、各種の脱臭剤が市販されており、工場においても脱臭設備が設けられている。これらに用いられる脱臭剤は、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、本研究では、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、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彩変化を示すことが確認された。この特性は、ニオイ物質の可視化による脱臭剤の寿命判別技術に利用できるものである。

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

次世代ナノテクフォーラム2016(豊中市)(28.3.7)

山下怜子

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、基盤研究において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、アセトアルデヒド等の各種ニオイ物質に対して、反応性が異なり、誘導体がニオイを識別できることがわかった。本発表では、導入した官能基が異なる誘導体5種とさまざまなニオイ物質との反応による色差の変化および吸光度の変化について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第96春季年会(京田辺市)(28.3.25)

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、基盤研究において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、アセトアルデヒド等の各種ニオイ物質に対して、反応性が異なり、誘導体

がニオイを識別できることがわかった。本発表では、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結果を報告した。

O-Acyloxime-Based Photolabile Crosslinkers

7th East Asia Symposium on Functional Dyes and Advanced Materials (EAS7)(Sakai, Japan)(27.9.3)

舘 秀樹, 他

解架橋は、熱的にも化学的にも非常に安定かつ高強度な架橋ポリマーの物性を大きく変化させることができるため、リサイクルや機能性材料の分野において大きな注目を集めている技術である。しかしながら、要求に応じて分解反応を引き起こすような解架橋能を有する化合物の設計は難しく、あまり報告されていない。近年、重合可能官能基と光分解性官能基を1つの分子内に有する光分解性架橋剤を新たに開発し、その性能や応用について報告してきた。本発表では、光分解性架橋剤を用いてアクリルモノマーの光重合を行うとともに、光剥離型粘着剤への応用を行った結果について説明した。

様々な外部刺激に応答する易剥離粘着剤の開発(2)

第64回高分子討論会(仙台市)(27.9.15)

舘 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、使用後の製品の解体を容易にする解体性材料に注目が集まっている。しかしながら、解体性付与と初期物性の両立が非常に困難であるため、解体性材料の研究はあまり進んでいない。我々は、これまでに、解体性材料として利用可能な外部刺激により易剥離可能となる粘着剤について報告してきた。本発表では、潜在性化合物と分解性粘着剤を組み合わせた易剥離粘着剤の粘着特性について報告した。さらに、マイクロカプセルを用いることで超音波照射によって易剥離が可能となる新しい粘着剤の粘着特性とその耐熱性について報告した。

O-アシルオキシム型光分解性架橋剤の長波長感光化

第64回高分子討論会(仙台市)(27.9.15)

舘 秀樹, 他

架橋後に光照射で分解できる光分解性架橋剤は、優れた特性を有する架橋樹脂の劇的な物理的・化学的変化を引き起こすため、機能性材料の構成要素として魅力的である。我々は、重合性のメタクリル部位と光分解性O-アシルオキシム部位を一つの分子内に有する光分解性架橋剤を合成し、これらがラジカル重合により架橋高分子を形成すること、254 nm光を照射することで

解架橋すること、さらに、これらの光分解性架橋剤を用いた粘着剤は光照射により粘着力が低下することを見出している。本討論会では、光反応増感剤を用いて光分解性架橋剤の長波長感光化を試みた結果について発表した。とくに光レオメーターを用いて、光照射に伴う粘着剤の粘弾性パラメータ変化について報告した。

非粘着性コーティングトフマクの開発(7)

第64回高分子討論会(仙台市)(27.9.16)

舘 秀樹, 出水 敬, 道山泰宏, 井上陽太郎, 岩田晋弥, 他

近年、刃物用非粘着コーティングに大きな注目が集まっている。切断刃の表面に付着物が無く切断を行うことができれば、刃物の長寿命化や生産効率の向上につながり、はさみのような日用品だけでなく、精密材料や先端材料用の切断刃としても大きな用途を見出すことが可能となる。これまでに、シリカ、半球状シリカおよびシリコンからなる3層コーティング非粘着性トフマクの開発を行ってきた。本発表では、切れ味の持続性に優れた非粘着性トフマクについて、溶液型および皮膜型トフマクの性能比較、耐熱耐久性(非粘着性能の温度依存性・耐熱寿命)およびコーティング後の刃物の切れ味について検討した結果について報告した。

易解体性材料に資する易剥離粘着剤の開発

産技研技術交流セミナー(東大阪市)(27.9.29)

舘 秀樹

資源の有効利用やリサイクルの観点から、製品を簡単に解体できるテープやシール(易解体性材料)が注目を集めている。これらの易解体性材料には、光や熱などの外部刺激によって容易に剥離を誘起する易剥離粘着剤が用いられている。しかしながら、1つの粘着剤に「貼る」「剥がす」という2つの全く相反する機能を兼ね備えることは非常に困難であり、易解体性材料の研究や実用化例はほとんど報告されていない。本セミナーでは、新規に開発した外部刺激に応答する易剥離粘着剤および新規易解体性材料を用いた粘着剤の作製について紹介した。

マイクロカプセルを用いた易剥離粘着剤の開発

第11回接着学会関西支部若手の会(姫路市)(27.11.27)

舘 秀樹

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材料(解体性材料)に注目が集まっている。解体性材料の設計には、解体性付与と初期物性の両立が重要であるが、非常に困難であり解体性材料の研究はあまり進んでいない。我々は、

光や熱などの外部刺激をトリガーに用いて易剥離可能となる易剥離粘着剤についてこれまでに報告してきた。様々な粘着剤と潜在性化合物を組み合わせることで、架橋および分解型の易剥離粘着剤が作製可能である。本発表では、マイクロカプセルと潜在性化合物を用いて、超音波照射により易剥離が可能となる粘着剤について報告した。

光分解性架橋剤を用いた新しい易剥離粘着剤の開発
第 11 回接着学会関西支部若手の会 (姫路市)(27.11.27)
館 秀樹, 他

架橋樹脂は、優れた機械的・熱的性質を有するが、架橋後に分解が困難であり、利用後のリサイクル方法に課題があった。架橋樹脂を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。我々は、これまでに、重合可能部位と光分解性部位を 1 つの分子内に併せ持つ光分解性架橋剤について報告してきた。この架橋剤はラジカル重合により架橋高分子を形成すること、および 254 nm 光を照射することで架橋解除することを見出している。本発表では、光増感剤を用いて光分解性架橋剤の長波長感光化を試みた。UV レオメーターを用いて、光照射に伴う粘着剤の粘弾性パラメータの変化について報告した。

接着と粘着の基礎—「物をくっつける技術を学ぶ」—
ものづくりセミナー (八尾市)(27.12.4)
館 秀樹

「物をくっつける」接着剤や粘着剤は、産業分野で広く利用されている。しかし、接着剤や粘着剤は、どうしてくっつくのか、どうすれば剥れにくくなるかなど、基礎的な接着理論は意外に知られていない。さらに、接着剤とテープやシート状の粘着製品では、「物をくっつける」という目的は同じでも、その分類や使い方、使用上の注意点が大きく異なる。それらを正しく理解することで、接着剤や粘着剤に関するトラブルを大きく減らすことができる。本セミナーでは、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、当所での研究開発事例についても説明した。

刺激により易剥離可能な解体性粘着剤の開発
テクノメイトコープ技術交流会 (大阪市)(27.12.9)
館 秀樹

資源の有効利用やリサイクルの観点から、製品を簡単に解体できるテープやシール (易解体性材料) に注目が集まっている。これらの易解体性材料には、光や

熱などの外部刺激によって容易に剥離することが可能な易剥離粘着剤が用いられている。当所で開発した外部刺激に反応する易剥離粘着剤の特徴、作製方法および評価方法などについて紹介した。

Photo-Induced Preparation and Degradation of Polymer Networks Composed of O-Acyloxime Based Photolabile Crosslinkers

Pacific Polymer Conference 14(Koloa, Hawaii, USA)
(27.12.11)
館 秀樹, 他

架橋ポリマーは、優れた機械的および熱的な性質を示す。しかし、架橋ポリマーをリサイクルする際には、その優れた特性から分解が困難であり、粉碎や燃焼が一般的であった。我々はこれまでに、光分解性架橋剤について報告してきた。光分解性架橋剤は、架橋剤としてポリマーへ導入後、得られたポリマーを容易に光分解架橋できることを見出している。本発表では、光分解性架橋剤を用いて作製した粘着剤について、光はく離性およびレオメータを用いた光分解特性の測定結果を報告した。さらに、光増感剤を用いてアクリルモノマーの光重合と重合生成物の光分解を連続して行い、レオロジー変化を測定した結果についても説明した。

O-Acyloxime-Based Photolabile Crosslinkers and their Degradation in Polymers

26th IUPAC International Symposium on Photochemistry
(Osaka, Japan)(28.4.4)
館 秀樹, 他

共有結合で架橋されたポリマーは、優れた機械的強度と同様に、より高い熱・化学安定性を示す。そのため、架橋後に分解を可能とする分解性架橋剤は、上記に示すような優れた特性を劇的に変化させることができるため、非常に魅力的な機能性分子である。特に光分解性架橋剤は、波長と光強度の制御により、分解を空間および時間的にコントロールすることが可能である。しかしながら、このような光分解性架橋剤はほとんど報告が無い。我々は、2 官能および 3 官能型の光分解性架橋剤を提案し、その重合と分解の挙動について報告した。

非粘着性コーティングトフマクの開発 (8)
第 65 回高分子年次大会 (神戸市)(28.5.25)

館 秀樹 出水 敬 道山泰宏 井上陽太郎 岩田晋弥, 木谷亮太, 他

我々は、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（以下、非粘着性トフマクと略す）の開発を行ってきた。このコーティングは、下地のシリカ層、接触摩擦を低減する半球状シリカ層および非粘着性を発現する特殊シリコンコーティングの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。本発表では、従来の油膜型に加え、皮膜型非粘着性トフマクの耐熱耐久性（非粘着性能の温度依存性・耐熱寿命）および耐熱耐久性試験後の試料についての分析結果について報告した。

マイクロカプセルを用いた易剥離粘着剤の開発

第 65 回高分子年次大会（神戸市）(28.5.26)

舘 秀樹，井上陽太郎

刺激応答性易剥離粘着剤は、使用時には通常の粘着剤として利用し、使用後には外部から刺激を与えることで強度が低下し易剥離が可能となる粘着剤である。我々は、これまでに、光や熱などの外部刺激をトリガーに用いて易剥離可能となる易剥離粘着剤について報告してきた。様々な粘着剤と潜在性化合物を組み合わせることで、架橋および分解型の易剥離粘着剤が作製可能である。本発表では、熱潜在性化合物を内包したマイクロカプセルと分解性粘着剤を組み合わせた易剥離粘着剤を作製し、評価を行った結果について報告した。

Photo-Induced Polymerization and Degradation of Formulations Containing Photolabile Crosslinkers Monitored in a Rheometer

The 33th International Conference of Photopolymer Science and Technology(Chiba, Japan)(28.6.22)

舘 秀樹，他

光分解性架橋剤は、光照射によって得られた重合物の熱的および機械的な特性を大きく変えることができるため、UV 硬化やリソグラフィー、3次元造形などの分野で注目を集めている。これまでに、熱重合させたポリマーの光分解やそのメカニズムについて報告している。本発表では、ブチルアクリレートの光重合および連続的な光分解について、UV レオメーターを用いて各挙動を測定し、得られた重合物についての解析結果について報告した。

可逆的 Diels-Alder 反応による脂肪酸ベースポリマーの合成と植物油ベースネットワークポリマーの作製

第 54 回油化学会年会（名古屋市）(27.9.8)

井上陽太郎，中橋明子，舘 秀樹

ヒドロキシステアリン酸から 2 官能性フランを有する脂肪酸誘導体を合成し、ピスマレイミドとの反応に

より、可逆反応部位を有する脂肪酸ベースポリマーを得た。特に、1,3-フェニレンピスマレイミドとの組み合わせでは、重量平均分子量が 16000 のポリマーが得られた。このポリマーを重テトラクロロエタンに溶かし、140 °C で 30 分間加熱したところ、retroDiels-Alder 反応が進行し、モノマー成分に完全に返ることが明らかとなった。また、ひまし油誘導体にフラン官能基を導入し、ネットワークポリマーの作製および機械的特性を検討したところ、架橋点の多いひまし油誘導体ほど、強靱なネットワークポリマーが得られることがわかった。

新規な植物油ポリオール合成と可逆反応部位を有するネットワークポリマーの作製

第 64 回高分子討論会（仙台市）(27.9.15)

井上陽太郎，舘 秀樹

大豆油、菜種油、ひまし油の不飽和基に対し、メルカプトエタノールとの Thiol-ene 反応により、植物油ベースポリオールを合成した。続いて、フラン官能基を導入したところ、大豆油誘導体では約 4.1 個、菜種油誘導体は約 3.6 個、ひまし油誘導体では約 5.3 個のフラン骨格を含むことがわかった。フラン末端で修飾した植物油誘導体とピスマレイミドとの Diels-Alder 反応により、ネットワークポリマーを合成し、引張試験による機械的特性を評価した。その結果、ひまし油誘導体と m-フェニレンピスマレイミドとの組み合わせから作製したネットワークポリマーは、破断時の応力が 40 MPa を越えることが明らかとなった。

可逆反応を利用した植物油ベースケミカルリサイクル材料の開発

産技研技術フォーラム（東大阪市）(27.9.29)

井上陽太郎，舘 秀樹

再生可能資源である植物油をベースに開発したケミカルリサイクル材料について、近年活発に行われている研究事例もあわせて紹介した。可逆反応を利用したケミカルリサイクル材料は、柔軟性に富み、密着性に優れるだけでなく材料に付いた傷を共有結合の組み換えにより修復する。そのため、材料に付いた表面の傷を修復できるだけでなく、加熱によりモノマーレベルにまで分解が可能であり、そのまま再生しても初期の機械的特性をほぼ保持できることを明らかにした。

動的共有結合をもつ脂肪酸ベースポリマーの合成とその特性

接着学会若手の会（姫路市）(27.11.27)

井上陽太郎，中橋明子，舘 秀樹

ヒドロキシステアリン酸，リシノール酸，メルカプトエタノール付加ステアリン酸にフラン骨格を導入し，ビスマレイミドとの環化付加反応により重合を行ったところ，分子量1万前後のポリマーが得られた．このポリマーをテトラクロロエタンに溶解させ，140℃で加熱すると，速やかにモノマーの各成分にまで分解することが明らかとなった．さらに，チオール-エン反応により，ひまし油・大豆油ポリオールを合成し，引き続き，フラン骨格を導入した．同様に，ビスマレイミド反応により油種とのネットワークポリマーを作製し，機械的特性について検討したところ，油種とビスマレイミドの組み合わせにより，機械的特性が大きく変化することが明らかとなった．

可逆的 Diels-Alder 反応を利用した脂肪酸ベース重付加ポリマーの合成

日本化学会第96春季年会(京田辺市)(28.3.24)

井上陽太郎，舘 秀樹，中橋明子

12- ヒドロキシステアリン酸およびオレイン酸から脂肪酸ベース2官能性フラン誘導体を合成した．次に，DMF中，ビスマレイミドとのDiels-Alder反応を24時間，65℃の条件下で進行させ，可逆反応部位を有する脂肪酸ベースポリマーを得た．アセトン-ヘキサンで再沈を繰り返して精製し，淡黄色の脆いポリマーを得た．得られたポリマーをテトラクロロエタン-d₂に溶解させ，140℃で30分間加熱後，¹H-NMR測定を行ったところ，ポリマーはモノマーにまで完全に分解していることが明らかとなった．

可逆的 Diels-Alder 反応による植物油ベースネットワークポリマーの合成と機械的特性

日本化学会第96春季年会(京田辺市)(28.3.25)

井上陽太郎，舘 秀樹

2-メルカプトエタノールとのThiol-ene反応により，植物油ポリオールを合成し，続いて，フラン骨格を導入した．次に，植物油誘導体のフランとビスマレイミドとの官能基当量を合わせてTHFに溶解，加熱により得られたプレポリマーを型に流し込み，加熱硬化させ，ネットワークポリマーを作製した．引張試験により機械的特性を評価したところ，プレポリマーの作製条件により，機械的強度が60MPaまで向上することが明らかとなった．また，1,3-ペンタンビスマレイミドとのネットワークポリマーの作製では，キャスト後，熱硬化反応だけで透明性を有するネットワークポリマーを作製できることがわかった．

フランマレイミド間の可逆反応を利用したネットワークポリマーの作製

第5回JACI/GSCシンポジウム(神戸市)(28.6.3)

井上陽太郎，中橋明子，舘 秀樹

フランマレイミド間の可逆反応性を利用し，脂肪酸や植物油にフラン骨格を導入し，二官能性モノマーおよびマクロモノマーを合成した．これらのフランとビスマレイミドとの官能基当量を合わせて，THFへの溶解，加熱により引き続き得られたプレポリマーを型に流し込み，加熱硬化させ，ネットワークポリマーを作製した．溶解性に富むマレイミドに関しては，キャスト後，熱硬化反応だけで直鎖状ポリマーや，ネットワークポリマーの作製に成功した．また，プレポリマーの経路により，得られたポリマーの強度が増すことが明らかとなった．

ポリイミド微粒子を用いた有機無機複合材料の作製

日本接着学会第11回若手の会(姫路市)(27.11.27)

中橋明子，浅尾勝哉

ポリイミドは，優れた耐熱性，力学的強度，および耐候性といった特徴的な性質を有するが，有機溶媒に対し，ほぼ不溶であり，ガラス転移温度(T_g)より高い温度領域においても分子の運動性が低く，加工性が悪いという欠点を有する．そのため，溶融混練やポリマー溶液を用いた成型が不可能であり，成型体の形状をコントロールすることは非常に難しい．本研究では，ポリイミド(PI)微粒子を用いてKBrとの有機無機複合材料の作製を検討した．0.3μm程度のPI微粒子を用いて常温でプレスした場合，僅かながらPI微粒子同士が融着することが確認された．1.5μm程度のPI微粒子を用いた場合はPI微粒子同士の融着が見られなかった．

粒径の大きく異なる2種の微粒子からなるポリイミド複合体の作製

日本化学会第96春季年会(京田辺市)(28.3.25)

中橋明子，浅尾勝哉

ポリイミド(PI)は，ポリマーの中でも優れた耐熱性および耐候性を有するが，有機溶媒に対して不溶であり，熱をかけても変形癒着させることは難しく，有機-無機複合体への応用が難しい．なお，PIは1μm以下の粒径を持つ微粒子として作製することが可能である．本研究では，PI微粒子と数μm以上のサイズの無機材料とを用い，ポリイミドの凝集および空隙が少ない複合材料を作製した．粒径が1μm以下のPI微粒子を用いることにより，PIを溶解，融解させずに複合体を形成できることがわかった．また，粒径がミクロン

サイズの PI 微粒子を用いた場合，空隙が多い複合体となることが確認された．

Fabrication of Color Microlens Array Utilizing Polymer Electrodeposition

The International Chemical Congress of Pacific Basin Societies 2015(Honolulu, USA)(27.12.19)

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 (MLA) の作製方法の検討を行っている．基板 (シリコンおよび ITO ガラス) 上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．その後，基板を加熱すると，堆積されたポリマーがレンズ状に形成し，赤色 MLA 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 MLA を作製することができた．

平成 27 年度大阪府立産業技術総合研究所・
大阪市立工業研究所合同発表会（大阪市）
(27.12.1)
(口頭およびポスター発表)

軸付電着ダイヤモンド砥石の機上形状計測技術の開発
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を用いて高精度な研削加工を行うため，非導電体であるダイヤモンド砥粒自身を放電加工し，砥粒の突き出し高さを均一化する放電ツルーイング法について検討してきた。しかし，研削加工に適したツルーイング量を決定するには，砥石の回転振れや砥粒突き出し高さを加工機上で把握する必要がある。そこで，微小径電着砥石の機上形状測定法について検討した結果，機上計測と放電ツルーイングを併用することで，研削加工に適したツルーイング量の決定と作用砥粒数の制御が可能になった。

超純水を用いた焼結ダイヤモンドの高効率放電加工技術
柳田大祐，渡邊幸司，南 久

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，非導電体であるダイヤモンドの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，その形成量が大きくなると加工能率を低下させる原因にもなる。本研究は，PCDの放電加工速度の向上を目的として，熱分解カーボンの生成がない超純水中での放電加工について検討した。その結果，油中に比べて，加工速度，電極消耗率が改善することがわかった。

ファイバーレーザを用いたアルミニウムと銅の異種金属溶接

萩野秀樹，山口拓人，武村 守，長瀧敬行

アルミニウムと銅の異種金属溶接では脆い金属間化合物が発生するため，高い溶接強度の実現が困難である。本発表では，純アルミニウムと純銅のレーザ溶接を行い，最適な溶接条件についての検討結果について報告した。溶接の継手形状は重ね溶接とし，引張せん断試験により評価した。実験を行った結果，レーザパワー 165 W，溶接速度 10 mm/s，スポット径 30 μm の条件において破断荷重 300 N 以上となり，アルミニウム母材なみの強度を得ることができた。また，溶接速度を速くするほど，強度が低下する傾向が見られた。

多層フィルムを用いた熱可塑性 CFRP の開発
奥村俊彦

近年，マトリックス樹脂に熱可塑性樹脂を用いた炭素繊維強化複合材料(CFRP)が注目されている。現在，プレス成形用の熱可塑性 CFRP シートの開発が進められているが，熱可塑性樹脂は一般に粘度が高く，炭素繊維に含浸しにくいことが製作上の課題となっている。本研究では，比較的流動性に優れるポリプロピレン(PP)樹脂と炭素繊維との接着性に優れるポリアミド(PA)樹脂とを組み合わせた多層フィルムを用いて熱可塑性 CFRP シートの作製を試み，その機械的特性を評価した。その結果，外層が PP 樹脂である多層フィルムを用いて CFRP シートを作成した場合，曲げ弾性率や曲げ強度などの曲げ特性が向上することがわかった。

摩擦摩耗特性に及ぼす湿度の影響

道山泰宏

温度・湿度が摩擦摩耗特性に影響することから，近年，試験条件の項目の中で雰囲気的重要性が高まっている。本研究では，温度を一定とした場合の摩擦摩耗特性に及ぼす湿度の影響について調査した結果を報告した。

高温での機械的特性に優れる低 Ag 鉛フリーはんだ合金の開発

濱田真行，他

本研究では，高温での機械的特性に優れる低 Ag はんだ合金の開発を目指している。高温変形構成式を活用した革新的手法による合金設計に取り組んでおり，合金設計手法とはんだ合金の開発状況について報告した。

レーザ積層造形法を用いたシリコロイ(R)の造形

柴田顕弘，中本貴之，木村貴広，武村 守

高珪素ステンレス鋼であるシリコロイ(R)は，高強度，高耐食性，耐焼き付き性といった複数の優れた特性を持っている。レーザ積層造形法で造形し，レーザ照射条件の影響や機械的性質について調査した結果について報告した。

マグネシウム合金圧延板の反転負荷における双晶活動と板厚ひずみ

内田壮平，田中 努，他

圧縮から引張への反転負荷を受けるマグネシウム合金圧延板において双晶変形が，板厚ひずみに及ぼす影響を調査した。その結果，双晶活動時には，活動しない時に比べて，より大きな板厚ひずみが発生することが明らかとなった。

たたら製鉄実習に対する成分分析支援事例

榮川元雄

堺工科高校では、生徒実習において日本古来の製鉄炉である「たたら炉」を再現して砂鉄と木炭から鋼を製造し、この鋼を材料とした包丁などの製造にも取り組んでいる。たたらにより製造した鋼は、部位による成分のばらつきが大きく、スラグや木炭を巻き込んでいることもあるため、小割りにして選別する必要がある。堺工科高校では切断破面の色や模様などを目視観察して選別しているが、正しく選別できたかどうかは確認できていなかった。最終製品の品質を向上させるため、堺工科高校からの依頼をうけ、産技研では鋼の成分分析手法の確立に取り組んでいる。産技研の持つ測定ノウハウを高校の実習に活用した事例として紹介した。

チャンネル型微細溝を有した硬質厚膜の形成と膜特性の評価

小島淳平, 三浦健一, 四宮徳章, 森河 務

塑性加工分野では、金型の耐久性向上として PVD 硬質膜コーティングの採用と潤滑油の併用が行われてきた。しかし、環境問題の観点から、潤滑油の極圧添加剤の制限や使用量削減が強く求められており、金型の耐摩耗性向上と潤滑油の効率的な利用を両立させる技術の確立が望まれてきた。本研究では、金型表面に微細で連続的な網目状の溝（チャンネル型）を有する硬質クロムめっきを施し、その上に硬質膜を厚く形成することで、チャンネル型微細溝を有した硬質厚膜を新たに開発した。開発した膜は、高い保油性による優れた摩擦摩耗特性を示し、円筒深絞り試験においても成形荷重および潤滑油の低減を示した。

電析法による金属空気二次電池用正極触媒の作製

西村 崇, 中出卓男, 斉藤 誠

金属空気二次電池とは、負極活物質に亜鉛やリチウムなどの金属を、正極活物質に空気中の酸素を用いる充電可能な電池のことで、高エネルギー密度化が可能な次世代の電池として注目されている。その金属空気二次電池の正極触媒として、貴金属触媒が多く研究されているが、現在の製造方法では、工程が複雑で高コストという問題がある。そのため、貴金属触媒を、安価かつ大量に製造できれば、電池の低コスト化につながり、金属空気電池の実用化に向け、大きく前進すると思われる。今回、安価かつ簡便な手法である電析法を用いて、金属空気二次電池の正極触媒を作製し、特性評価を行ったので報告した。

非晶質 Cr-C 合金めっきの機械的特性

林 彰平, 中出卓男, 森河 務

本研究所で開発中の非晶質 Cr-C 合金めっきは、高い硬さを示し、優れた機械的特性が期待される。そこで、硬さおよび摩擦摩耗特性に対する熱処理の影響について評価し従来のクロムめっきと比較した。アルミナボールに対する摩擦摩耗試験の結果、非晶質 Cr-C 合金めっきは熱処理なしで硬質 Cr めっきより高い耐摩耗性を示し、400 °C での熱処理によりさらに耐摩耗性が向上した。テーパー摩耗試験においても同様に硬質 Cr めっきより優れた性質を示した。

高性能塗布型有機トランジスタと論理回路・センサへの応用

宇野真由美

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、フレキシブルなセンサーやディスプレイの駆動素子として非常に期待されている。そこで、有機トランジスタの原理や開発の背景について説明するとともに、これまで当研究所にて取り組んだ、高性能塗布型有機トランジスタ技術に関する成果を紹介した。高移動度の有機結晶薄膜の塗布法による作製方法や、有機膜の新しいパターンニング方法について説明し、これらを応用した有機論理回路、RFID タグ回路や、フレキシブルセンサなどへの応用例について講演した。

高分子圧電材料 P(VDF-TrFE) を用いた MEMS 超音波センサの受信感度向上

田中恒久, 村上修一, 宇野真由美

自動搬送ロボットの安全性確保のために障害物検知用センサの高性能化が求められている。超音波アレイセンサを用いればリアルタイムの 3 次元計測が可能になる。アレイセンサに用いられるセンサは、センサ単体の大きさが直径 1 mm 程度であり、受信感度が低いことが課題である。本研究では、受信感度を向上させる目的で、センサ構造を改良した。改良点は、ダイヤフラム構造の薄膜化による曲げ剛性の低減である。試作した新型センサの受信感度は、従来型のセンサと比較して、約 5.4 倍向上していることがわかった。本研究の結果は小型の超音波アレイセンサの実用化に向けて有益である。

積層型歪抵抗薄膜を用いた高温オイルレス圧力センサの作製

箕 芳治, 佐藤和郎, 小栗泰造

近年、燃焼効率改善のための自動車・飛行機・船舶等

のエンジン燃焼圧，食品産業の殺菌・滅菌処理に使用されるサニタリー用圧力をセンシングすることを目的として，金属あるいはセラミックス製ダイヤフラムを用いた高感度かつ小型の高温オイルレス圧力センサの開発が期待されている．今回，SiC/TiCO_x/Cr/TiCO_x/SiC積層型歪抵抗薄膜中のCr感応層に酸素添加を行い，高いゲージ率(GF)とゼロに近い電気抵抗の温度微分係数(TCR)の両立を行った．さらに，金属ダイヤフラム上に積層型歪抵抗薄膜を製膜した受圧管一体型圧力センサを試作した結果，センサの出力電圧が大きく改善できた．

非鉛 BiFeO₃ 強誘電体薄膜を使った圧電 MEMS 振動発電デバイスの特性

村上修一，中出卓男，長瀧敬行，中嶋隆勝，佐藤和郎，他
非鉛 BiFeO₃ 強誘電体薄膜の製膜プロセスにおいて，LaNiO₃ 下部電極の使用と漏れ電流の低減化により，発電性能指数が飛躍的に向上した．同薄膜を MEMS 微細加工技術によって微細なシリコン片持ち梁に搭載し，振動発電デバイスを試作した．片持ち梁の形状，錘の付与などの最適化を行った結果，100 Hz 周辺の振動環境下において世界最高レベルの発電量 10 $\mu\text{W}\cdot\text{mm}^{-2}\cdot\text{G}^{-2}$ を示した．産業用機器向けとして期待できることが分かった．新規複数梁構造など，様々な設置環境に合わせたデバイス構造の今後の開発についても報告した．

電磁界シミュレータによる人工磁性体の設計

伊藤盛通，松本元一

電磁ノイズ干渉による電子機器誤動作問題への対策として，特定の周波数帯域に利用できるノイズ抑制体が求められている．しかし，フェライトコアやノイズ抑制シートなどの既存品では，特に 0.3~2 GHz の周波数帯域で対応できない．この帯域は一般的な電子機器における利用が増加しており，新たなノイズ抑制体が必要になる．そこで，本研究では，パターン寸法で共振周波数を制御できる人工磁性体に着目した．従来構造は電子機器へ適用するには寸法が大きくなり，本研究では単位構造を見直して小型化を図った．今回は，シミュレータを用いて新たな単位構造を設計した．試作の結果，単位構造での共振周波数はシミュレーションと概ね一致した．

繊維製床敷物の摩耗指数と物理的耐久性との関係

山本貴則，他

繊維製床敷物は，不特定多数の人々が利用する施設や一般家庭のリビングルームなど多様な場所の床面に用いられる．そのため，使用場所や用途に応じて適切

な性能・機能をもつ繊維製床敷物を供給するための分類格付けシステムが各国や地域で独自に考案されている．本研究では，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を試料として，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下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．

振動試験の条件適正化を目指した内容品のガタ振動調査および蓄積疲労スペクトルの活用

津田和城

多くの企業で出荷前に包装貨物の振動試験が行われているが，試験結果と輸送結果が一致しないことがある．この一因として，内容品と緩衝材の間のガタに注目し，ガタが内容品の振動に及ぼす影響を調べた．その結果，内容品の振動は貨物の振動と大きく異なるため，内容品の振動に基づいた疲労評価の必要性を述べた．一方，従来の疲労評価では，振動数ごとの評価ができなかったため，新たに考案された蓄積疲労スペクトルを活用した．その結果，本スペクトルは振動数ごとの疲労評価だけでなく，輸送と等価な試験条件の導出や輸送環境の分析にも役立つことを示した．これらは試験条件の適正化に繋がり，市場トラブルの減少や過剰包装の削減が期待できる．

2種類 の打切りデータを含む試験結果の統計解析

堀口翔伍，中嶋隆勝

衝撃試験では与える衝撃値を段階的に上げる．試料が最初の衝撃で破損すると「その値未満」，最後まで破損しないと「その値以上」という情報しか得られず，統計解析が困難となる．そのため，これらの打切りデータの活用方法について報告した．

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動物毛異物については，異物混入の原因解明のため，同定が必要不可欠である．遺伝子解析法を用いて動物毛の同定を行うことを目的として，動物毛からの DNA の抽出と PCR による増幅について検討した．

カーボンナノコイルを活用した新規な耐摩耗部材の開発

長谷川泰則

カーボンナノコイルはカーボンナノチューブと同様に高い導電性を示し、らせん構造を持つことで強靱なバネ特性や高周波広帯域での良好な電磁波吸収能など優れた性質をもつため、幅広い分野への応用が期待される。本研究では、アルミナとの複合材について摩擦摩耗特性の評価を行った。その結果、カーボンナノコイルを少量添加することで静電気除去レベルの導電性の付与とともに、耐摩耗性が向上することがわかった。

全固体リチウム電池に関する産技研での取り組み

園村浩介, 稲村 偉, 長谷川泰則

全固体リチウム電池は、有機電解液ではなく無機固体電解質を使用する。そのため、作動温度範囲が既存のリチウムイオン二次電池と比べて広く、安全性、信頼性が高い電池として注目されている。産技研においては2013年4月より全固体リチウム電池の研究開発及びその支援体制を整え始め、現在では硫化物固体電解質の作製及び評価、その固体電解質を用いた全固体リチウム電池の作製及び評価が行うことができるようになった。そこで、全固体リチウム電池について多くの企業の方に興味を持ってもらうために、全固体リチウム電池の特長を説明し、産技研にて実施した固体電解質の作製方法とその評価装置について紹介した。

SiCの拡散接合における接合界面構造のTEM観察

尾崎友厚, 長谷川泰則, 他

SiCセラミックスは構造材として優れた高温強度、耐食性、熱安定性を持つため、航空宇宙産業やエネルギー分野での応用が期待されている。金属を中間層とした拡散接合は有力なSiC接合技術の一つであり、その接合界面で出現が予想される反応化合物相の把握は機械的強度や熱伝導特性を制御するにあたっての重要な知見となる。今回、SiCセラミックスの拡散接合部に形成される化合物相などの接合界面での微細構造を明らかにするために、集束イオンビーム装置により拡散接合部の断面試料を作製し、走査透過電子顕微鏡による微細構造の観察を行った。

ポリフェノールを使用した生ゴミ用消臭剤の開発

喜多幸司, 陰地威史

植物抽出物に含まれる生理活性物質であるポリフェノールのみを用い、防臭性と消臭性とを併せ持つ生ゴミ用の消臭剤の開発について報告した。消臭剤による臭気低減の目標は、3日後の臭気指数相当値が10未満とした。なお、臭気指数相当値10とは、その臭気を、

無臭の清浄空気により10倍希釈すると臭気を感じなくなることを意味し、6段階臭気強度表示法における強度2(弱いにおい)に対応する。検討の結果、タンニン(消臭剤)、カテキンおよびケルセチン(防臭剤)の混合物を、標準生ゴミに1%添加することにより生ゴミ臭の発生を抑制し、3日後のバッグ内空気の臭気指数相当値を10未満に維持できることがわかった。

天然物を利用した真球状多孔質シリカの新規合成方法の開発

道志 智, 他

天然物であるポリフェノール類の溶液にシランカップリング剤を添加するだけで、極短時間で真球状のナノ粒子が合成できることを見いだした。シランカップリング剤の官能基が粒子径状に及ぼす影響や合成条件が粒子径に及ぼす影響などを明らかにした。また、合成した真球状ナノ粒子を高温で焼成することで、有機成分を除去し、真球状の多孔質シリカが得られることがわかった。大きな比表面積と非常に小さな細孔(0.4 nm程度)を有することを示した。

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、本研究では、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、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。

光分解性架橋剤を用いた易剥離粘着剤の開発

館 秀樹, 他

リサイクルや新しい機能性材料の構成要素としての観点から、使用後に外部刺激を与えることで製品を簡単に解体できる易解体性材料に注目が集まっている。中でも、光照射による解体は、加熱分解に比べ製品にダメージを与えず、時間・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が、報告例は少ない。そこで、易解体性材料として利用可能な、架橋部位と分解部位を一つの分子内に有する新

しい光分解性架橋剤を用いて、光照射により易剥離可能な粘着剤を作製した。本発表では、光分解性架橋剤の光分解特性と粘着剤の光はく離性について報告した。

新規な植物油ポリオール合成と可逆反応部位をもつネットワークポリマーの作製

井上陽太郎，館 秀樹

植物油（大豆油，菜種油，ひまし油）の持つ不飽和基に対し，メルカプトエタノールとのチオール - エン反応により，水酸基を良好な収率で導入し新規な植物油ポリオールを合成した。続いて，フラン官能基を導入し，ビスマレイミドとの Diels-Alder 反応によりネットワークポリマーを作製した。ネットワークポリマーの特性を引張試験により評価したところ，架橋密度の大きなひまし油誘導体と 1,3-フェニレンビスマレイミドとの組み合わせから作製したポリマーにおいては，破断強度が約 44 MPa を示すことがわかった。また，油種と

マレイミドの組み合わせを変えることにより，破断強度や伸びが大きく変化することが明らかとなった。

シリコン系断熱材料を基板に施した有機太陽電池における温度上昇抑制効果

米川 穰，田中 剛，櫻井芳昭

シリコン系断熱材料として，可視光全域で高い透過率を有するポリメチルシルセスキオキサン (PMSQ) キセロゲルを作製した。得られた PMSQ キセロゲルは，厚さ 500 μm の場合，吸収波長 550 nm において透過率 92% を示した。PMSQ キセロゲルを施した基板を用いて，P3HT と PCBM からなるバルクヘテロ型有機太陽電池を作製した。その結果，PMSQ キセロゲルを施した有機太陽電池では，施していない有機太陽電池と比較した場合，100 $^{\circ}\text{C}$ に加熱した際の光電変換効率の低下を抑制できることがわかった。

第3回産技研プロジェクト研究報告会(大阪市)(28.3.17)

(口頭およびポスター発表)

高品質医療用デバイスのオーダーメイド造形

中本貴之, 木村貴広

人工股関節等の金属製インプラントは主にチタン合金等の緻密な溶製材から作製されている。しかしながら、その弾性率が人の骨よりも過大であることは、ストレスシールド(荷重遮断)による骨吸収につながる大きな問題である。本研究では、骨類似の低弾性率化を目指して、面内異方性の小さいハニカム構造に着目した。気孔内部に様々な水平梁を付加して補強した構造体を設計し、Ti-6Al-7Nb粉末を用いた積層造形法により作製することで、骨類似に力学特性(弾性率)の異方性を制御した構造体の開発に成功した。

アルミニウム系粉末を用いた3Dプリンティング技術の開発と熱制御部品への応用

木村貴広

最先端粉体設計プロジェクト「積層造形法を用いた金属部材の軽量化」の成果として、各種アルミニウム系粉末を用いた積層造形法の技術開発および熱制御部品への実用化事例について紹介した。Al-10%Si-0.4%Mg合金および純アルミニウム粉末を用い、レーザー照射条件を最適化し、高密度体が得られる条件を見出した。最適条件にて作製した造形体は、極めて微細な金属組織を呈し、優れた機械的性質を示すことがわかった。熱伝導率についても、造形体は展伸材には及ばないものの良好であった。また企業と共同で、積層造形法を用いて内部にラティス構造を配したアルミニウムヒートシンクの実用化に成功した。

金属空気二次電池の新規正極材料の開発および特性評価技術の構築

斉藤 誠, 西村 崇, 中出卓男

空気-金属二次電池は、空気中の酸素を正極活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。我々のグループでは、高耐久性・低コストを兼ね備えた正極(空気極)材料の開発に取り組むとともに、空気二次電池部材の評価技術の構築を進めてきた。本発表では、開発した氧化物系正極を用いて試作した亜鉛空気二次電池の放電特性などについて報告した。

ZnO-SnO₂(ZTO)薄膜を用いた薄膜トランジスタの作製

佐藤和郎, 山田義春, 村上修一, 箕 芳治, 田中 剛, 櫻井芳昭

ZnO-SnO₂(ZTO)は、可視光領域で高い透過率を示すと同時に導電性を有する。また、安価で環境に負荷をかけない元素で構成されている。さらに、低温で成膜しても比較的高いHall移動度を示し、アモルファスになりやすい性質を有する。このため、透明酸化材料として期待されている。本研究では、このZTOを用いて、フレキシブル基板上にデバイスを作製することが可能な110℃以下のプロセスで、薄膜トランジスタ(TFT)を作製した。また、スパッタリングによる成膜パラメータがZTOを用いたTFTの特性に与える影響について調べた。

高性能塗布型有機トランジスタの基盤技術開発と論理回路・センサへの応用

宇野真由美

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重要な技術として期待されている。製造プロセスが低温であり、従来のシリコン半導体を用いた回路作製プロセスに比べて、大幅な省エネ化と製造設備のコストダウンが可能であるという利点もある。これまでプロジェクト研究で取り組んだ、高性能有機半導体トランジスタ作製に関する基盤技術と、これらを応用した有機論理回路やRFID回路、またフレキシブル温度センサと有機半導体を用いた読み出し回路等への応用例について紹介した。

強誘電体ポリマーを用いた超音波センサの開発

田中恒久, 宇野真由美, 村上修一

圧電薄膜に強誘電体ポリマーP(VDF/TrFE)を用いたMEMS超音波アレイセンサを新規開発した。従来型センサでは受信感度が悪いという課題があった。振動膜の残留応力の低減や、作製プロセスを改善することにより、振動膜のさらなる薄膜化を可能にした。その結果、振動膜の剛性が小さくなり、超音波の受信感度が5.4倍向上した。今回、開発した超音波センサは小型の物体検知装置への応用展開が期待できる。

受圧管一体型構造を用いた高温用小型・オイルレス圧力センサの開発

箕 芳治, 佐藤和郎, 小栗泰造

近年、燃焼効率改善のための自動車・飛行機・船舶等のエンジン燃焼圧、食品産業の殺菌・滅菌処理に使

用されるサンタリー用圧力をセンシングすることを目的として、高温で破損時の安全性の高い小型の高温オイルレス圧力センサの開発が期待されている。今回、SiC/TiCO_x/CrO_x/TiCO_x/SiC 積層型歪抵抗薄膜中の CrO_x 感応層作製時の酸素流量を変化させ、高いゲージ率 (GF) とゼロに近い電気抵抗の温度微分係数 (TCR) を同時に実現できることを見出した。さらに、金属ダイヤフラム上に積層型歪抵抗薄膜を製膜した受圧管一体型圧力センサを試作した結果、センサの出力電圧が大きく改善できた。

強誘電体 MEMS による高効率発電素子の開発

村上修一, 佐藤和郎, 他

IoT 社会の実現にはセンサノードをあらゆる場所に設置しデータをワイヤレスで収集しモニタリングするセンサネットワークが重要になる。センサノードには環境発電による自動給電が期待されている。圧電型振動発電素子は、小型化と高出力化の両立が期待できる。本研究では非鉛 BiFeO₃ 圧電体薄膜を Si からなる微細な片持ち梁に搭載し振動発電素子を試作した。圧電性の向上や片持ち梁形状の最適化などにより発電性能の大幅な向上に成功した。今後、様々な設置環境にカスタマイズする技術を開発し、実用化を目指す。

フレキシブル温度センサとフレキシブル温度センサと有機読出回路の開発

中山健吾, 宇野真由美, 金岡祐介

有機半導体デバイスは、印刷法やインクジェット法などの塗布プロセスを用いて室温程度の温度で作製することができる。プラスチック基板上に構築することで、軽量、柔軟で、落としても割れないといった利点を有するデバイスを作製でき、次世代のフレキシブルエレクトロニクスを実現するキーデバイスとして期待されている。今回、プロジェクト研究報告会において、インクジェット法を用いて作製した温度センサと、塗布成膜された有機トランジスタを用いて、温度センサと読出回路が一体となったフレキシブル温度検知デバイスについて、ポスター発表とデモ品の展示を行った。

産技研での全固体リチウム電池に関する取り組み

長谷川泰則, 櫻井芳昭, 稲村 偉, 園村浩介, 佐藤和郎, 村上修一, 中橋明子

ハイブリット自動車や電気自動車などに用いられるリチウムイオン二次電池の大型化・高性能化が望まれる中、いかに安全性を高めるかが大きな課題となっている。その解決策の一つとして、電解質として固体を

用いた全固体リチウム電池が高安全性・信頼性を可能とするものとして期待されている。本発表では、産技研でこれまでプロジェクト研究にて行ってきた全固体電池への取り組みとして、全固体電池に関する評価や、各種電池部材(電極シート等)の開発について紹介した。また、ラミネート型やバイポーラ型全固体電池の動作デモを行った。

粉末床熔融結合法によるセラミックス 3D プリンティング

陶山 剛, 尾崎友厚, 垣辻 篤, 木本正樹, 吉川忠作

粉末床熔融結合法による積層造形は造形形状の自由度が高く、材料の無駄が少ないなどの優位性を持つ。これまで樹脂、および金属材料では 3D 造形装置が販売されるなど、造形が普及してきたが、セラミックス材料の造形においては、レーザ熔融による吸熱・急冷により高強度な焼結体を得るのが難しく、高強度部材の 3D 造形が実現していない。高強度セラミックスを得るには、融点以下の長時間の焼結が有効であることから、本研究ではセラミックスと樹脂の複合粉末を作製し、樹脂部分のみをレーザ熔融 / 3D 造形した後、脱脂焼結により強度を高める間接法によるアルミナの 3D 造形を試みた。

有機無機ペロブスカイト太陽電池の開発

森 隆志, 田中 剛, 米川 穰, 佐藤和郎, 村上修一, 櫻井芳昭

高効率次世代太陽電池の開発は、二酸化炭素削減および持続的エネルギー開発の観点から喫緊の課題である。高効率次世代太陽電池の一つとして、変換効率が高く、材料が廉価であり、さらに塗布方式で作製可能なため製造コストが極めて安い特徴をもつペロブスカイト太陽電池が近年、注目を集めている。本研究では、ペロブスカイト太陽電池の性能に重要な影響を及ぼす酸化チタン膜の製膜条件を検討し、膜厚 100 nm で、表面粗さが小さい均質な酸化チタン膜の作製に成功した。この酸化チタン膜を用い、太陽電池を作製した結果、変換効率として約 10% の値が得られた。

有機太陽電池の大面积化基盤技術の開発とモジュール作製の検討

田中 剛, 米川 穰, 森 隆志, 佐藤和郎, 村上修一, 櫻井芳昭

有機太陽電池の作製プロセスにおいて、塗布技術を活用することができるため、低コストで電池を作製することが可能とされている。しかし、均一性の高い膜を成膜することは難しく、このことが、有機太陽電池

を大面積化できない一つの要因である。本研究では、光電変換層にドナーとしてポリチオフェン系高分子の P3HT、アクセプタとしてフラレン誘導体の PC61BM の混合膜を用い、スピンコート条件を検討した。その

結果、有効素子面積が 3 cm 角までの電池を作製することができた。この作製した電池を利用し、直列、もしくは並列に接続することで、モーターやセンサモジュールといったデバイスを駆動させることができた。

産業財産権

(2015.7.1 ~ 2016.6.30)

1. 湿式触媒を用いた配向 CNT 製造方法：特許第 5802992 号（共有）

酸化皮膜等反応防止膜が形成されたシリコン基板上に形成する触媒層の厚さ，およびカーボンナノチューブ合成時の熱 CVD 温度を調整することにより，カーボンナノチューブの外径，内径，層数の分布を制御するものである。触媒層の形成には湿式法を用いる。酸化皮膜等反応防止膜が形成されたシリコン基板上に好適な濡れ性を有する触媒金属塩の溶液を滴下し，スピコート法，ディップコート法等により形成する。触媒層の厚さは触媒金属塩溶液の濃度を制御することにより，可能であることを見いだした。さらに，触媒層が厚くなるほど，また，熱 CVD 温度が高いほど，合成されるカーボンナノチューブの外径，内径，層数の分布は大きいほうに移動していく傾向にあることを見いだした。また，触媒金属塩溶液の濃度および熱 CVD 温度を調整することにより，カーボンナノチューブの形状を制御できることを明らかにした。

2. 摩擦攪拌加工装置及び摩擦攪拌加工方法：特許第 5819084 号（共有）

本発明は，金属材料を安定して高品質に摩擦攪拌加工できる装置及び方法に関するものである。摩擦攪拌加工では，被加工材にツールを押し付けて摩擦熱を生じさせ，被加工材を軟化させた後に加工を開始するが，加工開始すなわちツールを走行させ始めるタイミングは，加工品質に強く影響を及ぼす。したがって，加工に適切な軟化状態を判断できる加工装置および加工方法が必要とされるが，従来の装置や方法ではその判断が不十分で，接合品質にばらつきが生じることがある。そこで本発明では，ツール押し付け抵抗力を検出してそれを解析し，被加工材が適切な軟化状態に摩擦攪拌された時点で確実にツールの走行開始を行うことができる方法およびそれを採用した装置を開発した。

3. 輻射ヒーター：特許第 5824689 号（共有）

一般に輻射ヒーターは，反射板を用いた加熱方法が用いられ，その形状等の工夫により加熱効率の向上が図られている。しかしながら，反射板やヒーターが汚れる使用環境下では加熱効率が落ち，また故障の要因にもなり，その課題解決が望まれていた。本発明では，加熱方向面側の表面に高輻射率の物質を用い，非加熱方向面側の表面に低輻射率の素材を用い，その輻射率の差を利用して，輻射ヒーター自身の表面温度の上昇を図り，加熱方向面の輻射熱を増大して加熱効率を高めたヒーターを提供する。本発明のヒーターの構造では非加熱方向面の輻射熱が少なく，反射板が不要となるため，反射板に起因する従来の課題が解決され，さらには，消費電力量の削減や加熱装置の省スペース化にも貢献する。

4. 低抵抗金属固定抵抗器の製造方法：特許第 5860639 号（共有）

本発明は，電気自動車などに搭載される低抵抗金属固定抵抗器を，高い品質で効率よく製造できる方法に関するものである。低抵抗金属固定抵抗器は，回路を流れる電流を検出する機能を有する重要部品で，板状の抵抗合金と導電性金属との接合体である。しかし，板材を個別に接合するスポット溶接などは，生産性やコストの問題から適用は困難であり，また電子ビーム溶接は，高真空を要するため設備が高価で，かつ接合品質にも課題が残る。本発明では，摩擦攪拌接合に注目し，摩擦攪拌接合にて抵抗合金と導電性金属の長尺薄板を突合せ接合し，さらにその接合体を裁断することで，効率よく品質の高い低抵抗金属固定抵抗器を製造することが可能である。

5. 歪抵抗素子およびそれを用いた歪検出装置：特許第 5884110 号（共有）

姿勢制御センサまたは力覚センサ等の検出部を構成する歪抵抗素子を利用したロボット分野や自動車分野においては，優れたゲージ感度および抵抗温度係数を有するとともに，温度安定性に優れた歪抵抗素子およびそれを備えた歪検出装置に対するニーズが高まっている。従来，歪みに応じて抵抗が変化する薄膜抵抗部として，クロムシリコンカーバイド系複合薄膜を使用した歪抵抗素子が知られているが，本発明では膜厚が 7.5 nm 未満であって，少なくとも 25~250 °C で N 型の電気伝導機構を有していることを特徴とする歪抵抗素子とすることにより，従来のものよりも優れたゲージ感度および抵抗温度係数を有するとともに，温度安定性が優れた歪抵抗素子およびそれを備えた歪検出装置を提供することができる。

6. 三次元構造を有する薄膜トランジスタ及びその製造方法：特許第 5887591 号（共有）

本発明は，有機半導体や酸化物半導体等を用いた薄膜トランジスタに関して，簡便な方法で高速応答特性を高める

ことができる素子構造、及びその製造方法に関するものである。薄膜トランジスタは、自由曲面上にも作製できるため、幅広い応用用途を提案することが可能であるが、その移動度が限られているため、トランジスタ応答速度の高速化が困難であるという課題があった。本発明では、縦型の半導体チャネルを微細構造の側壁部のみに形成することにより、短チャネル長の構造において寄生容量を格段に低減し、トランジスタの応答特性を非常に高めることが可能となった。素子構造の好ましい形状や製造方法、作製条件等についての技術を開示する。

7. マイクロ構造体の製造方法：特許第 5908274 号（共有）

基板の表面状態が親水性、撥水性に関わらず、水系電着液を用いた電着法によりマイクロ構造体、とくにマイクロレンズアレイを基板上に簡便に製造できる方法を提供する。当該方法では、異なる色に着色された複数のマイクロ構造体を基板上に配列させることが可能であり、フルカラーマイクロレンズアレイを製造できる。なお、本発明により、太陽電池パネルの集光用マイクロレンズアレイや、CCD、CMOS 等、イメージングセンサ用受光素子のマイクロレンズアレイ、LED 用レンズ等、デバイス上に直接レンズを形成するオンチップ型マイクロレンズアレイの製造や、紙幣や身分証等の偽造防止に用いるセキュリティリボン用マイクロレンズアレイの製造にも利用可能である。

8. 歪抵抗薄膜および当該歪抵抗薄膜を用いたセンサ：特許第 5928863 号（共有）

本発明は、温度サイクルに対して安定で、高いゲージ率 (GF) とゼロに近い電気抵抗の温度微分係数 (TCR) が実現できる歪抵抗薄膜の作製方法に関するものである。従来技術では、歪抵抗薄膜の一つである Cr 薄膜の膜厚を薄くすることで、高い GF を維持したままゼロに近い TCR を実現できた。しかし、温度サイクル時に Cr 薄膜の酸化や膜形態の変化が容易に起こり、電気抵抗および TCR 値が不安定であった。そこで、高温での耐熱性および耐酸化性に優れた SiC 薄膜で Cr 薄膜の上下面を挟む積層構造にすることにより、温度サイクルに対しても安定で、高い GF を維持したままゼロに近い TCR を有する歪抵抗薄膜を作製できることを見出した。この積層構造を用いた歪抵抗薄膜は、高温で使用可能な圧力センサや力覚センサ等への応用が可能である。

9. 摩擦攪拌加工装置及び摩擦攪拌加工方法：特許 5945854 号（共有）

本発明は、金属材料を安定して高品質に摩擦攪拌加工できる装置及び方法に関するものである。摩擦攪拌加工では、被加工材にツールを押し付けながら加工するが、押し付け加圧力の制御は、加工品質に強く影響を及ぼす。しかし、油圧や空気圧などで被接合材の上方からツールを押し付けると、装置の自重も負荷されるため、場合によっては適正加圧力を大幅に超え、加工が困難になることがある。本発明では、被加工材のテーブル側を空気圧シリンダにより上下動させ、上方からの加圧力を加工中に制御することで、特に薄板など適正ツール加圧力が非常に小さい被加工材であっても、ツール加圧力を小さく保つように荷重制御して摩擦攪拌加工することが可能である。

10. 高熱伝導性複合材料：韓国 10-1534478(共有)

本発明は、気相成長炭素繊維ならびにカーボンナノチューブ分散アルミニウム基複合材料の作製に際し、マトリックス原料の純アルミニウム粉末に、純アルミニウムより低融点の共晶アルミニウム合金粉末を適量添加することによって、作製された複合材料のさらなる熱伝導率向上を図るための製造方法に関するものである。アルミニウム合金粉末を添加することによって、焼結中にこれが溶融し、いわゆる固液共存状態が実現し、分散材との界面の密着性が強化され、もって界面での熱抵抗が低減され、複合材料の熱伝導率が向上することを特徴としている。本方法により作製させるアルミニウム基複合材料は軽量で高熱伝導性を特徴としていることから、電子機器等の放熱材料への適用を始め、多く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	垣辻 篤	木本正樹
櫻井芳昭	白川信彦	中島隆勝
南 久	森河 務	

(事務局) 宮崎克彦 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.30
平成 28 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・複写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 28 年 9 月

〒 594-1157 和泉市あゆみ野 2 丁目 7 番 1 号