

# 細径線材の X 線応力測定における測定精度向上法

## *Improvement of Accuracy in X-ray Stress*

### *Measurement for Thin Wire Rods*

小栗 泰造\* 村田 一夫\*\*

Taizo Oguri Kazuo Murata

(2000年7月10日 受理)

In the case of applying the X-ray stress measuring technique to a curved surface, a large area of X-ray irradiation causes some errors because the surface is not flat. In this paper, the relation between the errors of measured residual stress and sizes of X-ray irradiated areas was investigated experimentally and analytically to evaluate the true stress in the surface layer of a thin wire rod. In the experiment masking tapes on the thin wire rod were used to vary the size of the irradiated area and the residual stresses of the region were measured using the  $\sin^2\psi$  method. In the analysis Bragg's X-ray diffraction in the irradiated regions on the thin wire rod was simulated and residual stresses were calculated according to the  $\sin^2\psi$  method.

These results show that (1)the magnitude of measured circumferential residual stress  $\sigma$  is smaller than true stress  $\sigma_0$ , (2)the ratio between two stresses  $\sigma/\sigma_0$  and the difference in those stresses  $\xi$  are represented by the following approximate relations  $\sigma/\sigma_0 = M \cos\{1.92(\zeta/\rho)\}$ ,  $\xi = \sigma[M^{-1} \sec\{1.92(\zeta/\rho)\} - 1]$ , where  $M \approx 1.81(t/\rho) + 1$ , the X-ray irradiated area  $2\xi$ , the diameter of the wire rod  $2\rho$ , and the thickness of the masking tape  $t$ , and (3) the magnitude of the measured axial residual stress is hardly affected by the X-ray irradiated area or by the diameter of the wire rod.

キーワード：X 線応力測定法，線材，円柱，湾曲面，残留応力， $\sin^2\psi$ 法

## 1. はじめに

残留応力は、外力が作用していないにもかかわらず物体表面ならびに内部に存在する応力であり、熱処理、機械加工、溶接といった製造・加工工程を通じて形成される。残留応力は、製品の疲労破壊や応力腐食割れに大きな影響を及ぼすことが知られており、精密微細加工においては、被加工物の寸法精度を悪化させる要因にもなり得る。<sup>1),2)</sup>したがって、製品の品質向上を図る上で、残留応力を適切に評価し、管理することはきわめて重要である。

残留応力の測定において一般的に用いられている X

線応力測定法<sup>2)-4)</sup>は、X 線回折角（または Bragg 角）<sup>5)</sup>が格子ひずみによって変化することを利用した方法で、表面層（鉄鋼材料の場合で 10 $\mu$ m 程度）の応力を非破壊的に測定できるという特徴を有している。ただし、この方法を適用するためには、その測定原理から、X 線侵入深さ内において深さ方向に応力勾配のない平面応力状態であることが条件となっている。さらに、結晶粒径が小さく、強い優先方位を有しないこと、測定表面は平坦かつ滑らかであることが望まれている。

しかし、実際の測定では、上述の条件を満足しない対象物も多く、とりわけ製品実体の検査においては、湾曲部の応力測定が必要となる場合が少なくない。近年では、X 線束を  $\phi 0.1$ mm 程度まで小さくすることにより微小領域の応力測定を可能とした装置が市販されており、細い線材や微小部品の角部など、曲率半径の小

\* 評価技術部材料評価グループ

\*\* 生産技術部精密機械グループ

さい湾曲部の応力測定に適用されている。しかし、結晶粒の大きさや回折強度などの材料上の問題から、測定面が平坦とみなせる程度に X 線照射領域を小さくできないこともあり、この場合には、測定応力値に試料の湾曲に基づく誤差が生じると予想される。

そこで、本研究では、円柱形状である線材を取り上げ、X 線照射領域の大きさが円周方向および軸方向の表面残留応力測定値に及ぼす影響を調べた。まず、種々の大きさの X 線照射領域を設定し、並傾法により円周方向および軸方向の残留応力を測定した。ついで、種々の X 線入射角における円柱状試料からの回折強度曲線を、 $\sin^2\psi$ 法<sup>2)-4)</sup>の条件に適合する材料内微小領域からの回折強度曲線を X 線侵入深さ内すべてについて重ね合わせることで求め、半価幅法と  $\sin^2\psi$ 法により応力値を解析的に算出した。さらに、これらの結果をもとに、X 線照射領域の大きさ、線材直径、材料の線吸収係数や回折角、X 線侵入深さ、応力の大きさ、および、マスキングテープ厚さなどが測定応力に及ぼす影響を明らかにし、実在する円周方向残留応力の大きさおよび測定誤差を、測定応力をもとに線材直径と X 線照射領域の大きさなどを用いて推定する実用式を提案した。

## 2. 実験

### (1) 実験方法

種々の X 線照射領域における丸棒表面の円周方向および軸方向残留応力を測定し、X 線照射領域の大きさが残留応力値に及ぼす影響を調べた。

測定装置は、微小部 X 線応力測定装置 (PSPC/RSF システム (理学電機)) を用い、試料には炭素工具鋼の丸棒を選択した。

X 線照射領域は、図 1 に示すように、周囲を十分に遮蔽効果のあるテープで覆うことにより定めた。その大

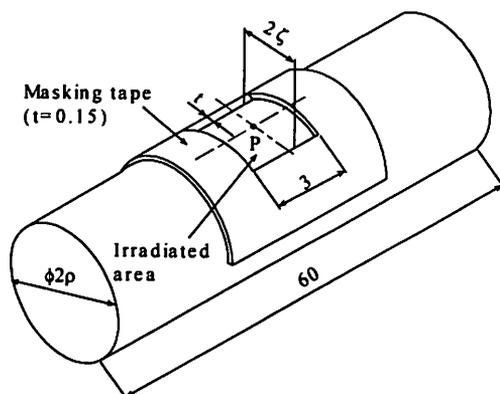


図 1 マスキングテープによる照射領域の設定  
Determination of irradiated area with masking tape.

きさは、軸方向長さ (3mm) を一定とし、円周方向長さ (弦長さ  $2\zeta$ ) を変化させた。試料は、照射領域の中心 P 点がゴニオメータ中心となるようにセットし、丸棒長さ (約 60mm) 中央部付近の円周方向および軸方向の表面残留応力を並傾法により測定した。X 線応力測定条件を表 1 に示す。特性 X 線には  $\text{CrK}\alpha$  線を用い、 $\alpha\text{Fe211}$  回折を測定した。回折角は半価幅法により定め、 $\sin^2\psi$ 法により応力値を算出した。なお、測定精度を高くするため、 $2\theta$ - $\sin^2\psi$ 線図の  $\sin^2\psi$ の値がほぼ等間隔になるように 7 種の  $\psi$ 角を選ぶと共に、応力値は同一箇所 3 回の平均を取った。

### (2) 実験結果

図 2 に線径  $\phi 5\text{mm}$ 、X 線照射領域  $2\zeta=1\text{mm}$ ,  $2\text{mm}$ ,  $3\text{mm}$  における円周方向残留応力測定時の回折強度曲線を示す。いずれの回折強度曲線にも著しい非対称性は見られず、また  $\psi$ 角による極度な強度変化もない。図 3 は、

表 1 X 線応力測定条件

Conditions for X-ray stress measurements.

Characteristic X-ray	$\text{CrK}\alpha$ (Filter: V foil)
Diffraction	$\alpha\text{Fe 211}$
Tube voltage, current	30 kV, 20 mA
Detector	PSPC
Measuring method	Iso Inclination, Fixed $\psi$ .
Peak determination	Half Value Breadth
Correction	Lorentz, Polarity
Linear absorption coefficient	$950.5\text{ cm}^{-1}$
$\psi$ angle	0, 15, 25, 30, 35, 40, 45 deg.
Stress constant	-297 MPa/deg.
Collimator	$\phi 4\text{ mm}$

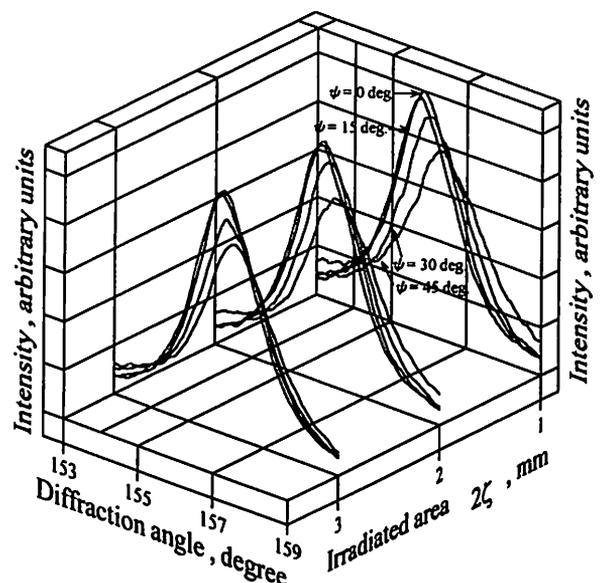


図 2 種々の照射領域の大きさにおける円周方向応力測定時の回折強度曲線 (線径  $\phi 5$ )  
Diffraction profiles measured from various irradiated areas on  $\phi 5$  bar surface for circumferential residual stress.

これらの回折強度曲線から得られた  $2\theta\text{-}\sin^2\psi$  線図である。回帰直線の傾きは、X線照射領域  $2\zeta$  が大きくなるにともなって小さくなるともに、その測定点群はやや上に凸の非線形性を呈する傾向が見られる。しかし、 $2\zeta$  が小さいときの直線性は非常に良い。また、図4に試料表面の顕微鏡写真を示す。図によると結晶粒の大きさは  $10\sim 20\mu\text{m}$  程度であると思われる。これらの結果から、X線侵入深さ内において、急激な応力勾配、集合組織や粗大結晶粒はほとんど存在しないと考えられる。

図5に  $\phi 5\text{mm}$ ,  $\phi 6\text{mm}$ ,  $\phi 8\text{mm}$  の線材表面における円周方向および軸方向残留応力と X線照射領域  $2\zeta$  の関係を示す。なお、図の縦軸は圧縮応力で示している。円周方向残留応力は、X線照射領域を大きくするといずれの径の場合も残留応力は減少し、その減少傾向は小径のものほど大きいことから、円周方向残留応力は X線照射領域と線径に依存すると考えられる。一方、軸方向残留応力は X線照射領域の大きさや線径に関係なく、ほとんど変化していない。

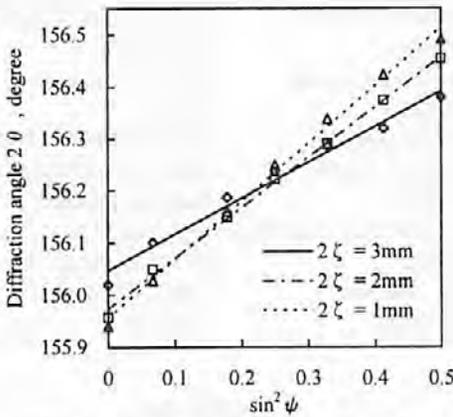


図3 種々の照射領域の大きさにおける円周方向応力測定時の  $2\theta\text{-}\sin^2\psi$  線図 (線径  $\phi 5$ )  
 $2\theta\text{-}\sin^2\psi$  diagrams of circumferential residual stress obtained from various irradiated areas on  $\phi 5$  bar surface.

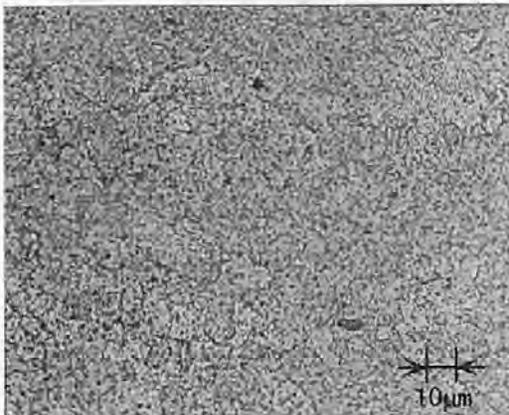


図4 試料表面の顕微鏡写真  
 Surface appearance of the specimen.

### 3. 解析

#### (1) 解析条件

図6、図7に、実験に対応する円周方向および軸方向残留応力測定時の X線照射状況を模式的に示す。図に示すように、円周方向に  $\sigma_\omega$ 、軸方向に  $\sigma_L$  の応力が作用するとして、位置  $(r, \omega)$  の微小体積  $dV$  からの X線回折を考える。

ここで、X線侵入深さ内において、円周方向応力  $\sigma_\omega$  は円周方向に、軸方向応力  $\sigma_L$  は軸方向にそれぞれ一様で半径方向に変化しないものとし、さらに、半径方向

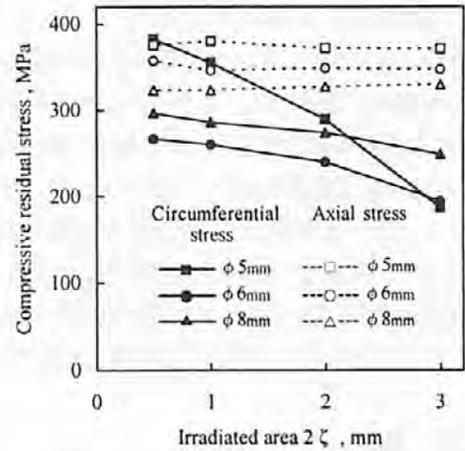


図5 照射領域の大きさと残留応力測定値の関係  
 Relations between measured residual stresses and sizes of irradiated area.

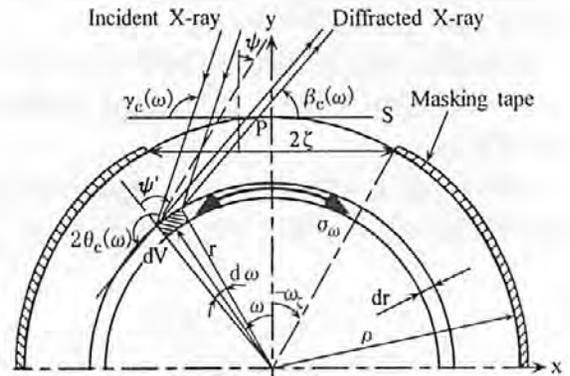


図6 円周方向応力測定時の X線回折の模式図  
 Schematic illustration for circumferential stress analysis.

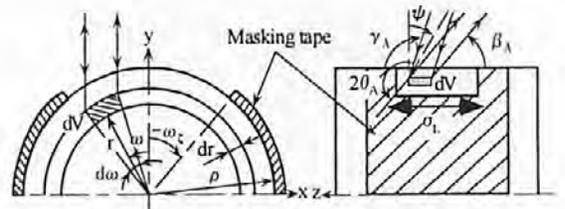


図7 軸方向応力測定時の X線回折の模式図  
 Schematic illustration for axial stress analysis.

応力は存在しないものとする。また、微小体積には多数の結晶粒がランダムな方位をもって存在すると仮定し、 $\sin^2\psi$ 法が適用できるものとする。なお、記号の添字 C, A は、それぞれ円周方向、軸方向であることを示す。

(2) 解析方法

(A) 円周方向応力測定の場合

図6に示すように、x-y 平面内での X 線照射における X 線回折強度を求める。dV における入射 X 線および回折 X 線が、x-z 平面に平行かつ y 軸上の点 P (ゴニオメータ中心) を通る仮想平面 S に対して、それぞれ  $\gamma_c(\omega)$ ,  $\beta_c(\omega)$  の角度をなすとき、dV での回折強度  $dI_{dc}$  は、材料透過時の減衰を考慮して式(1)で表すことができる。

$$dI_{dc} = a b \frac{\sin\{\gamma_c(\omega) + \omega\}}{\sin\gamma_c(\omega)} I_0 e^{-\mu L_c(r, \omega)} r dr d\omega \quad (1)$$

$$L_c(r, \omega) = \left| \sqrt{\rho^2 - r^2 \cos^2\{\gamma_c(\omega) + \omega\}} - r \sin\{\gamma_c(\omega) + \omega\} \right| + \left| \sqrt{\rho^2 - r^2 \cos^2\{\beta_c(\omega) - \omega\}} - r \sin\{\beta_c(\omega) - \omega\} \right|$$

$$\gamma_c(\omega) = \theta_c(\omega) + \psi, \quad \beta_c(\omega) = \theta_c(\omega) - \psi$$

ここで、a は回折に寄与する結晶の体積比、b は単位体積あたりの回折比、 $I_0$  は単位面積あたりの入射 X 線強度、 $\mu$  は材料の線吸収係数、 $L_c(r, \omega)$  は材料中での X 線透過距離である。また、 $\theta_c(\omega)$  は dV における Bragg 角で、式(2)より求められる。

$$2\theta_c(\omega) = \frac{\sigma_a}{K} \sin^2\psi' + 2\hat{\theta}_0, \quad \psi' = \psi + \omega \quad (2)$$

$$2\hat{\theta}_0 = 2\theta_0 - \frac{v}{K(1+v)}(\sigma_1 + \sigma_2)$$

ただし、K は応力定数、 $2\theta_0$  は無ひずみ状態の回折角、 $v$  はポアソン比、 $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  は微小平面内の主応力である。 $2\hat{\theta}_0$  は  $\psi = \omega = 0^\circ$  時の回折角であり、実験から求めることとする。なお、a, b および  $I_0$  は定数として取り扱う。

微小部 dV からの回折強度曲線  $dI_{dc}$  をもとに、X 線照射領域内の合成回折強度曲線  $I_{dc}$  を求める。合成回折強度曲線  $I_{dc}$  は、 $dI_{dc}$  を r について積分し、それがガウス分布形状になると仮定して<sup>6)</sup>、照射領域内の各  $\omega$  の位置

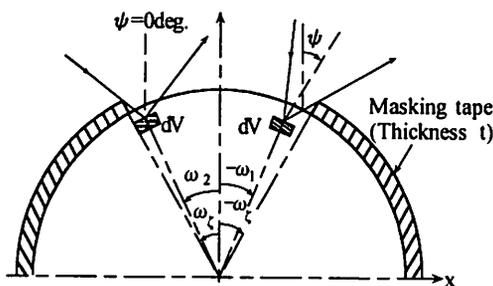


図8 マスキングテープの厚さを考慮したときの照射領域を表す有効角度範囲

Schematic illustration of the effective angles in the diffraction  $\omega_1, \omega_2$  by taking account of masking tape thickness.

でのガウス分布回折強度を重ね合わせるにより得ることができ、式(3)のように表される。

$$I_{dc}(2\theta) = \int_{-\omega_1}^{\omega_2} \int_{\rho-\delta}^{\rho} e^{-U\{2\theta-2\theta_c(\omega)\}^2} dI_{dc} \quad (3)$$

ここで、 $\delta$  は  $\psi = \omega = 0^\circ$  のときの X 線有効侵入深さ、U は回折線の広がりを表すパラメーターである。また、 $\omega_1, \omega_2$  は回折に寄与する微小部の角度位置  $\omega$  の両側最大角を示すもので、図8に示すように、マスキングテープ端部による遮蔽を考慮すれば、次式のように表される。

$\beta_c(-\omega_1) + \omega_c \leq 90^\circ, \gamma_c(\omega_2) + \omega_c \leq 90^\circ$  の場合

$$\omega_1 = -\beta_c(-\omega_1) + \cos^{-1}\left\{(\rho/r + t/r)\cos\{\beta_c(-\omega_1) + \omega_c\}\right\}$$

$$\omega_2 = -\gamma_c(\omega_2) + \cos^{-1}\left\{(\rho/r + t/r)\cos\{\gamma_c(\omega_2) + \omega_c\}\right\}$$

$\beta_c(-\omega_1) + \omega_c \geq 90^\circ, \gamma_c(\omega_2) + \omega_c \leq 90^\circ$  の場合

$$\omega_1 = \omega_2 = \omega_c$$

ただし、 $\omega_c = \sin^{-1}(t/\rho)$

なお、 $\omega_1$  および  $\omega_2$  は、X 線有効侵入深さは試料半径に比べて十分に小さい ( $\delta/\rho \ll 1$ ) と近似するとともに、 $\gamma_c(\omega_2) \approx \hat{\theta}_0 + \psi$ ,  $\beta_c(-\omega_1) \approx \hat{\theta}_0 - \psi$  とすることにより、 $t/\rho, \hat{\theta}_0, \omega_c, \psi$  から求める関数として取り扱った。

さらに、図6に示した円柱形状への X 線照射では、測定面はゴニオメータ中心 P 点より下側になるため、P 点以外の部分では回折角に観測誤差が生じる。その角度誤差は、P. Doig ら<sup>7)</sup> が走査型検出器方式で求めているものを位置敏感型検出器方式の場合に適用すれば、

$$\Delta_{2\theta}(\omega) = \frac{q\rho(1 - \cos\omega)\sin 2\theta_{\pi}(\omega)}{h \sin\{\theta_{\pi}(\omega) + \psi\}} \quad (4)$$

と表される。この場合、観測誤差  $\Delta_{2\theta}(\omega)$  は微小部からの回折角  $2\theta_c(\omega)$  の低角度側に生じることから、 $2\theta_c(\omega)$  を  $-\Delta_{2\theta}(\omega)$  だけ補正する。ここで、q は PSPC の測定角度範囲、h は PSPC の有感部長さである。なお、検出器が PSPC の場合、回折強度曲線が見かけ上歪むが、応力測定に関しては補正の必要性はないとされていることから<sup>8)</sup>、本解析においても考慮しない。

(B) 軸方向応力測定の場合

図7に示す軸方向 X 線照射における、dV からの X 線回折強度  $dI_{dA}$  は、式(5)で表すことができる。

$$dI_{dA} = A B \cos\omega I_0 e^{-\mu L_A(r, \omega)} r dr d\omega \quad (5)$$

$$L_A(r, \omega) = (\rho - r) \sec\omega (\operatorname{cosec}\gamma_A + \operatorname{cosec}\beta_A)$$

$$\gamma_A = \theta_A + \psi, \quad \beta_A = \theta_A - \psi$$

また、円周方向の回折強度を求めた場合と同様に、微小部 dV での回折角  $2\theta_A$  および合成回折強度曲線  $I_{dA}$  は、式(6)、式(7)から求め得る。

$$2\theta_A = (\sigma_L / K) \sin^2\psi + 2\hat{\theta}_0 \quad (6)$$

$$I_{dA}(2\theta) = \int_{-\omega_c}^{\omega_c} \int_{\rho-\delta}^{\rho} e^{-U\{2\theta-2\theta_A\}^2} dI_{dA} \quad (7)$$

なお、測定面が仮想平面 S より下になることによる観測誤差は、前節と同様に考慮している。しかし、照射領域端部でのマスキングテープによる入射 X 線および回折 X 線の遮蔽は、この方向の場合、回折強度には影響するが、回折角には影響しないため考慮しない。

(3) 解析結果

式(3)、式(7)から、並傾法における各 $\psi$ 角の合成回折強度曲線を実験とほぼ同じ条件の下で求めた。そのピーク位置を半価幅法で定め、 $\sin^2\psi$ 法を用いて軸方向および円周方向の残留応力を算出した。解析条件を表 2 に示す。この条件は、前述の実験と同じ  $\text{CrK}_\alpha$ 線による  $\alpha\text{Fe211}$  回折を想定している。また、応力の大きさを示す  $\sigma_\omega/K$ ,  $\sigma_L/K$  は +1deg. (圧縮応力) とするとともに、合成回折強度曲線の半価幅は  $2^\circ \sim 2.5^\circ$  となるように U を選択し、いずれも実験結果とほぼ同程度となるようにした。なお、 $K_{\alpha_1}$  と  $K_{\alpha_2}$  の分離は行っていない。

図 9 に、線径  $\phi 5\text{mm}$ , X 線照射領域  $2\zeta = 1\text{mm}, 2\text{mm}, 3\text{mm}$  (テープ厚さ  $t=0.15\text{mm}$ ) における円周方向応力に対する

表 2 数値解析条件  
Conditions for stress analysis.

Stress factor $\sigma_\omega / K, \sigma_L / K$	+1 deg.
Diffraction angle $2\theta_0$	155.94 deg.
Linear absorption coeff. $\mu$	950.5 $\text{cm}^{-1}$
$\psi$ angle	0, 15, 25, 30, 35, 40, 45 deg.
Gaussian parameter U	0.7 $\text{deg}^{-2}$
Angle range of PSPC q	20 deg.
PSPC active length h	100 mm

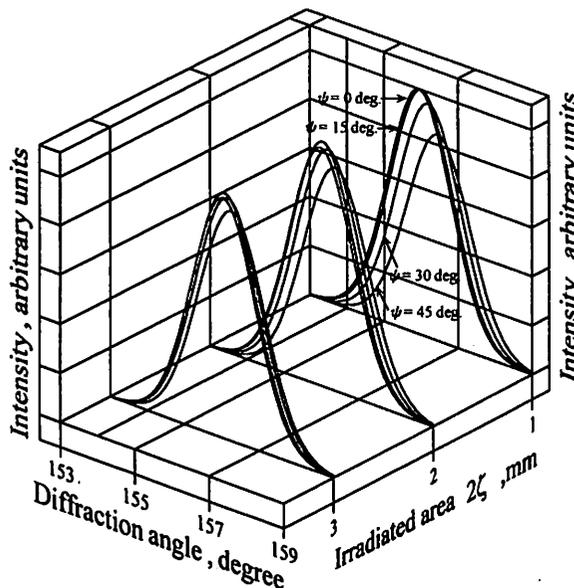


図 9 種々の照射領域の大きさにおける円周方向応力の回折強度曲線 (線径  $\phi 5$ )  
Diffraction profiles of circumferential stress calculated from various irradiated areas on  $\phi 5$  bar surface.

る合成回折強度曲線を示す。また、図 10 は図 9 の回折強度曲線から得られた  $2\theta - \sin^2\psi$  線図である。図 9, 図 10 の解析結果の特徴は、実験結果の特徴とよく一致しており、本解析の妥当性を示すものとなっている。

次に、図 10 の  $2\theta - \sin^2\psi$  線図から求めた残留応力と X 線照射領域の大きさの関係を図 11 に示す。ここで、横軸は X 線照射領域  $2\zeta$  と線材直径  $2\rho$  の比  $\zeta/\rho$ , 縦軸は各 X 線照射領域における評価応力  $\sigma$  と設定応力  $\sigma_0$  または  $\sigma_L$  の比  $\sigma/\sigma_0, \sigma/\sigma_L$  であり、X 線照射領域の大きさおよび残留応力を無次元化して表している。図によると、解析により求めた軸方向残留応力 (●) は照射領域の大きさや線径に関係なくほとんど変化しないが、円周方向残留応力 (■) は、 $\zeta/\rho$  の増加に伴って急激に減少する。これらは図 11 に示す曲線で近似的に表すことができる。なお、円周方向応力の解析結果において、 $\zeta/\rho$  の小さい領域で曲線が存在しないのは、マスキングテ

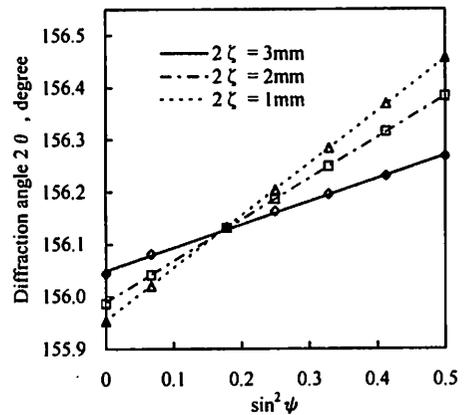


図 10 種々の照射領域の大きさにおける円周方向応力に対する  $2\theta - \sin^2\psi$  線図 (線径  $\phi 5$ )  
 $2\theta - \sin^2\psi$  diagrams of circumferential stress calculated from various irradiated areas on  $\phi 5$  bar surface.

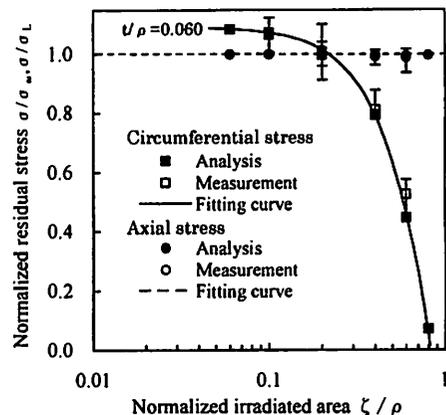


図 11  $\phi 5$  線材の規格化照射領域  $\zeta/\rho$  と規格化応力  $\sigma/\sigma_0, \sigma/\sigma_L$  の関係  
Relations between normalized irradiated area  $\zeta/\rho$  and normalized residual stress  $\sigma/\sigma_0, \sigma/\sigma_L$  on  $\phi 5$  bar surface

一ブ端部の遮蔽により回折が生じないことによる。この円周方向圧縮残留応力の近似曲線は、式(8)で表すことができる。

$$\sigma/\sigma_\omega = M \cos\{p(\zeta/\rho)\} \quad (8)$$

$$M \approx 1.09, p \approx 1.90, \zeta/\rho \leq (\pi/2)/p \approx 0.83$$

図11の解析結果に前述の実験結果を重ねてプロットした。ただし、実験結果については、設定応力 $\sigma_\omega$ 、 $\sigma_c$ が不明のため、最も小さいX線照射領域での $\sigma/\sigma_\omega$ 、 $\sigma/\sigma_c$ が解析結果と一致するとしたときに求められる $\sigma_\omega$ 、 $\sigma_c$ を用いて残留応力測定値を無次元化した。実験で得た照射領域の大きさに対する軸方向および円周方向応力の関係は解析結果とほぼ一致している。

ここで、線径  $\phi 5\text{mm}$  の場合について求めた図11の結果は、横軸が $\zeta/\rho$ と無次元化表示されていることから、すべての径において適合すると見がちである。しかし、実際は図7に示したようにマスキングテープの影響で、式(3)中の $\omega_1$ 、 $\omega_2$ の大きさが異なるため、 $t/\rho$ によって円周方向応力にわずかな差異が生じる。図12に、 $\phi 20\text{mm}$  ( $t/\rho=0.015$ )、 $\phi 8\text{mm}$  ( $t/\rho=0.038$ )、 $\phi 4\text{mm}$  ( $t/\rho=0.075$ ) について求めた円周方向応力の解析結果および前述と

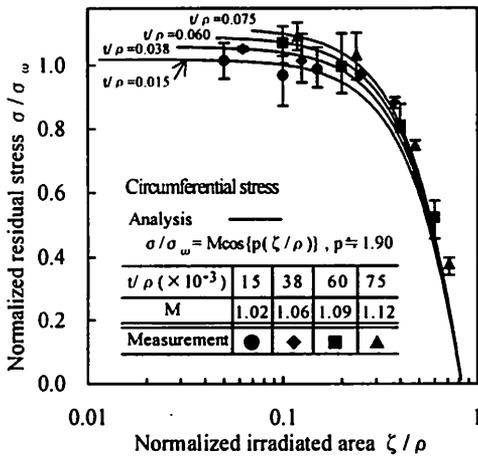


図12 表2の条件下での種々の $t/\rho$ に対する $\sigma/\sigma_\omega$ - $\zeta/\rho$ 近似曲線の変化

Relations between normalized irradiated area  $\zeta/\rho$  and normalized residual stress  $\sigma/\sigma_\omega$  for various values of  $t/\rho$  under the conditions shown in Table 2.

表3 拡大した数値解析条件

Widened conditions of the stress analysis.

Diffraction plane, Characteristic Xray	Diffraction angle $2\theta_\omega$ , degree	Linear absorption coefficient $\mu$ , $\text{cm}^{-1}$
$\alpha$ Fe 211, $\text{CrK}_\alpha$	155.94	950.5
$\gamma$ Fe 311, $\text{CrK}_\beta$	149.6	682.9
Cu 420, $\text{CuK}_\alpha$	144.7	460.3
Al 420, $\text{CoK}_\alpha$	162.1	209.4
Stress factor $\sigma_\omega/K$	-3, -2, -1, +1, +2, +3 deg.	

同様の方法で無次元化した実験結果を $\phi 5\text{mm}$ のものとともに示す。実験結果はおおむね解析結果の近似曲線に一致している。 $t/\rho$ の違いによる近似曲線の差異は式(8)のMで表すことができ、Mの値はほぼ $t/\rho$ に比例して増大する。なお、 $M > 1$ となり、 $\sigma$ が $\sigma_\omega$ より大きくなる可能性があるのは、マスキングテープエッジでの遮蔽により、 $\psi$ 角が大きくなるほど $\omega_1$ が小さくなり、 $0^\circ < \omega \leq \omega_2$ に存在する微小領域の回折寄与分が相対的に大きくなって、圧縮応力の場合、回折角が高角度側にシフトするためである。

ところで、式(8)は、 $\text{CrK}_\alpha$ 線による $\alpha\text{Fe}211$ 回折について求めたものであり、材料やX線の種類(波長)、応力の大きさなどが変われば、 $\mu$ 、 $\delta$ 、 $2\theta_\omega$ 、 $\sigma_\omega/K$ が異なるため、式(8)とは異なる曲線となることが予想される。そこで、 $\mu$ 、 $\delta$ 、 $2\theta_\omega$ が大きく異なるいくつかの材料と特性X線の組み合わせを取り上げ、設定応力の大きさ

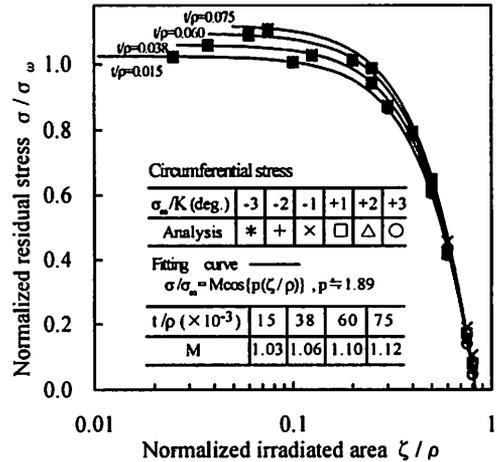


図13  $\text{CoK}_\alpha$ -Al420の $\sigma/\sigma_\omega$ - $\zeta/\rho$ 近似曲線

Relations between normalized irradiated area  $\zeta/\rho$  and normalized residual stress  $\sigma/\sigma_\omega$  for  $\text{CoK}_\alpha$ -Al420.

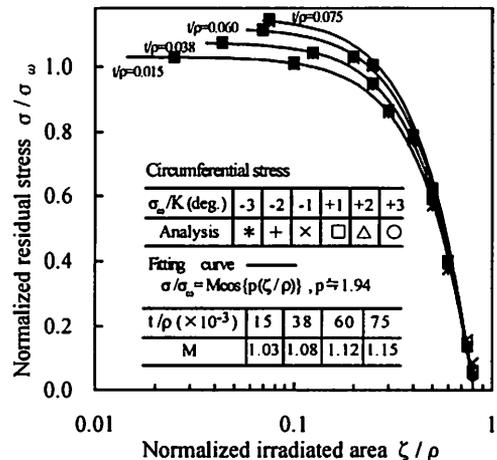


図14  $\text{CuK}_\alpha$ -Cu420の $\sigma/\sigma_\omega$ - $\zeta/\rho$ 近似曲線

Relations between normalized irradiated area  $\zeta/\rho$  and normalized residual stress  $\sigma/\sigma_\omega$  for  $\text{CuK}_\alpha$ -Cu420.

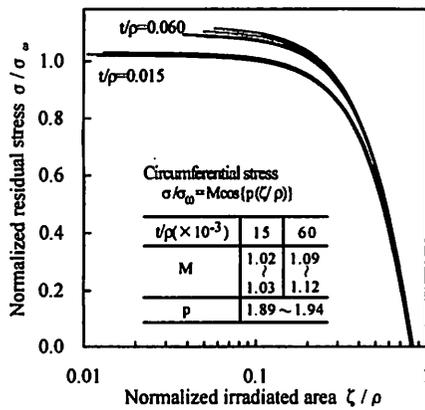


図 15 表 3 に示した種々の材料および応力下での  $\sigma/\sigma_0 - \zeta/\rho$  近似曲線の変化

Variation in the  $\sigma/\sigma_0 - \zeta/\rho$  curves fitting in  $M \cos\{p(\zeta/\rho)\}$  for different diffraction conditions and stress factors  $\sigma_0/K$  shown in Table 3.

を広範囲に変えた場合について解析を行い、図 12 と同様の円周方向残留応力の近似曲線を求めた。取り扱った材料と使用する特性 X 線、回折面、回折角および線吸収係数を表 3 に示す。ただし、 $\alpha\text{Fe211}$  以外については、 $2\theta_0$  として無ひずみ時の回折角を用いた。さらに、応力の大きさに相当する  $\sigma_0/K$  の値 (-3 (引張り応力) ~ +3 (圧縮応力)) も表 3 に合わせて示す。その他の条件は表 2 と同じである。

図 13 および図 14 に、それぞれ Al420 と Cu420 の解析結果を示す。両図における解析結果は、図 12 の場合とほぼ同様の傾向を示しており、したがって、それらの近似曲線はいずれの条件の場合も、式(8)と同様の余弦曲線で表すことができ、それぞれの曲線の違いは M、p の値で表し得ることを示している。

図 15 に、 $t/\rho=0.015$  および  $t/\rho=0.060$  について、表 3 に示した条件下で解析した結果をまとめて示す。厳密には材料、測定条件、応力の大きさに応じて M および p 値を定める必要があるが、それぞれの M、p 値における  $\sigma/\sigma_0$  の差は小さく、実用的には、これらの中間値を用いれば、材料や測定条件、応力の大きさなどの違いによる  $\sigma/\sigma_0$  の変動幅をおおむね  $\pm 0.05$  以下とすることができる。

実際には、照射領域の設定精度やマスキングテープ端面の形状などにより多少の誤差が生じるが、この結

果を用いれば、実測の残留応力から形状因子  $\zeta/\rho$  のみによって、実在する円周方向残留応力を概略推定することができる。

#### 4. 結論

X 線応力測定法標準にしたがって細径線材表面の残留応力を測定する場合の、表面形状に起因した応力値誤差と X 線照射領域の大きさの関係を、実験的および解析的に明らかにした。結果の概要は以下の通りである。

(1) 円周方向残留応力の実測値は、X 線照射領域を大きくすると、実在する残留応力よりも小さく評価される。

(2) 円周方向残留応力の実測値  $\sigma$  と実在する残留応力値  $\sigma_0$  の比および実測残留応力の測定誤差  $\xi$  は、マスキングテープ(厚さ  $t$ ) による遮蔽の影響を考慮すれば、線材直径  $2\rho$  と円周方向の X 線照射領域  $2\zeta$  の比を用いて

$$\begin{aligned} \sigma/\sigma_0 &= M \cos\{p(\zeta/\rho)\} \\ \xi &= \sigma [M^{-1} \sec\{p(\zeta/\rho)\} - 1] \\ M &\approx 1.81(t/\rho) + 1, \quad p \approx 1.93, \quad \zeta/\rho \leq (\pi/2)/p \approx 0.81 \end{aligned}$$

で近似的に表すことができる。これより実在する残留応力や形状に起因する測定誤差を推定することができる。

(3) 軸方向残留応力は、X 線照射領域の大きさや線材直径にほとんど影響されない。

#### 参考文献

- 1) 米谷茂, 残留応力の発生と対策 養賢堂 (1975)
- 2) 日本材料学会編, (改著) X 線応力測定法 養賢堂 (1981)
- 3) 日本材料学会 X 線材料強度部門委員会, X 線応力測定法標準 日本材料学会 (1997)
- 4) 後藤 徹, 大谷真一, 材料, 47, 1188 (1998)
- 5) カリティ, X 線回折要論 アグネ (1980)
- 6) 福良二郎, 藤原晴夫, 日本機械学会論文集(第 1 部), 32, 1597 (1966)
- 7) P. Doig, P. E. J. Flewitt, Phi. Mag., A-37, 749 (1978)
- 8) 大谷真一, 吉岡靖夫, 材料, 38, 617 (1989)

# 他誌掲載論文等概要

(1999.9.1～2000.6.30)



## 放電加工によるチタンの着色・描画と眼鏡フレームへの適用

南 久\* 増井清徳\*

放電加工によるチタンの着色法について、加工法の概説から特徴、発色メカニズムや着色制御法、カラフルな文字や図柄模様の描画法、さらに眼鏡部品など実

用品への適用について紹介した。

眼鏡 514,70-72 (2000)

\* 生産技術部 電気加工グループ

## Materials Processing Characteristics of a 2kW Class High Power Density Direct Diode Laser System

阿部信行\* 東野律子\*\* 塚本雅裕\*  
野口 修一\*\*\* 三宅正司\*

2kW級半導体レーザシステムを開発し、そのビーム特性を測定した。その結果、ダイオードスタックを4本用い、波長合成および変更合成方式により出力2kWが得られ、集光レンズによりビーム径0.96mmに集光し、235kW/cm<sup>2</sup>のエネルギー密度が得られた。次に、このシステムを用い材料加工特性を調べた結果、100kW/cm<sup>2</sup>以上のエネルギー密度によりレーザプラズマが生成されるが、これをアシストガスにより除去することにより、溶接速度0.24mm/minで板厚5mmのSUS304のワ

ンパス貫通溶接が可能となった。このとき得られたビード形状は平行ビードで溶接欠陥もみられなかった。また、板1mmの薄軟鋼の高速度溶接を行った結果、溶接速度4m/minの高速度溶接が可能となった。

Trans. JWRI 28(2), 9-13(1999)

\* 大阪大学接合科学研究所

\*\* 大阪大学大学院

\*\*\* 生産技術部 レーザ加工グループ

## Novel Mold Fabrication for Nano-Imprint Lithography to Fabricate Single-Electron Tunneling Devices

平井義彦\* 金巻泰仁\* 村田一夫\*\*  
田中芳雄\*

単一電子トンネリング素子は、テラビットスケールの集積回路に対する有効な素子として注目されている。量子ドットアレーメモリのような集積化単一電子デバイスを実現するためには、ナノメートルレベルのリソグラフィ技術が不可欠であるが、非常に狭いトンネリングギャップを短時間に成形することが問題点となっている。本研究では、ナノ・インプリント・リソグラフィによる新しいモールド作製方法を提案した。この微細

モールドは、結晶異方性エッチングの特徴を利用して作製するもので、これを基板に転写することにより、非常に狭いギャップを有し構造的に安定な集積化量子ドット結合構造を作製することができる。

Jpn.J.Appl.Phys. 38,Part1(12B),7272-7275(1999)

\* 大阪府立大学

\*\* 生産技術部 精密機械グループ

## Simulation of Diamond Grinding Wheel to Characterize the Surface Topography

水谷勝己\* 川野常夫\*\* 足立和俊\*\*\*  
熊谷信男\*\*\*\*

研削砥石の表面は形や大きさの異なる多数の切れ刃が三次元的に分布して複雑なトポグラフィを形成している。その様相は砥石の種類はもとよりツルーイング、ドレッシングなどによっても変化するものであるため、研削加工の良否を決定する諸要素の中で不確定の性状を多く持つ部分となっている。しかし、研削性能の予測や性能向上策を体系的に取り扱う上で材料除去に直接関係するトポグラフィを明確にすることは不可欠である。本研究は、ダイヤモンド砥石を対象に、砥石表面の生成と砥粒密度などトポグラフィの研削性能に関する特徴的諸量を求めるためのシミュレーション技法の確立を目的とする。シミュレーションでは、モデル化された多数の砥粒を結合剤中へ配置することによ

る砥石の作製とツルーイング、ドレッシングによる砥石表面の成形をコンピュータ上で仮想的に行い、得られた砥石表面のトポグラフィを評価した。その結果、砥粒と結合剤の双方を加工する方法で成形された砥石の単位面積当たりの切れ刃長さは、切れ刃突出し高さが砥石平均粒径のほぼ0.28倍までは粒径が小さいほど大きく、0.28倍を越えると粒径の減少に伴い急激に小さくなること等がわかった。

Int.J.Japan Soc.Prec.Eng. 33 (4), 288-294 (1999)

\* 近畿大学

\*\* 摂南大学

\*\*\* 生産技術部 精密機械グループ

\*\*\*\* 関西大学

## 脳波の測定と着用感評価

山本貴則\*

本稿では、脳波による繊維製品の着用感評価として皮膚からの感覚刺激の違いが生理反応（脳波）にどのように現れるのか、脳波の測定方法と周波数解析を中心に検討した結果について報告する。脳波の周波数解析法は、平均的な脳の活動状態を評価する手法として用いられ、覚醒状態の低下に伴って、周波数帯域が $\alpha$ 波から $\theta$ 波へ移行する。このような周波数帯域の変化を応用して、衣服の着用による皮膚感覚刺激が弱い場合と、発汗によりぬれやべたつきを感じる場合の脳波を測定し、周波数帯域の変化から着用感を評価する手法について検討した。その結果、皮膚感覚からの刺激が弱い場合は、時間経過とともに $\alpha$ 波から $\theta$ 波への移

行を示し、覚醒状態が低下している傾向にあることがわかった。また発汗後に測定した脳波では、ぬれやべたつきを感じたナイロンでは $\alpha$ 波が抑制された傾向を示したのに対して、吸湿性を良くしたT/C混では、覚醒レベルが低下するような傾向が脳波の周波数帯域に現れた。今回は、少数の被験者について行った結果であるが、脳の活動状態や意識レベルを脳波から解析することにより、不快感などの主観的な感覚の計測方法として応用できると考えられる。

繊維機械学会誌 53 (3), 15-19 (2000)

\* 生産技術部 繊維感覚計測グループ

## パルスコロナによる羊毛の防縮加工

田原 充\*

ウレタン系の防縮加工剤シンタプレットBAPを用いた場合、前処理として低温プラズマ処理あるいはパルスコロナ処理のどちらを行っても同様に良好な結果が得られ、樹脂付着量が0.7%以上で収縮率はほぼ0%となる。このように少ない樹脂付着量で防縮加工ができることから風合への影響を小さくできる。パルスコロナ

処理は自動車のバンパー塗装の前処理として開発が進められたが、繊維の加工にも応用が可能と考えられる。これからの加工は環境に負荷がかからないものが求められるが、パルスコロナ処理はドライプロセスのため排水処理が不要であり、この点で将来の加工法として適している。また、現在では1000ppsのパルス頻度を

持つ装置が開発され処理時間を短くできるようになった。

不織布情報 308,16-19 (1999)

\* 生産技術部 高分子表面加工グループ

## 放電を用いた繊維加工の最近の技術動向

田原 充\*

コロナ処理やプラズマ処理はドライプロセスのため排水処理が不要であり、これからの繊維加工への応用が期待される。また、最近、大気圧グローブプラズマ処理法やパルスコロナ処理法が開発され、減圧せずに繊維や高分子を連続処理できる可能性が生まれてきた。

ここではプラズマ加工機など放電を用いたドライプロセスを紹介するとともに当所で行っている常圧でのプラズマ加工を記述した。

日本繊維機械学会誌 52 (10), 417-421 (1999)

\* 生産技術部 高分子表面加工グループ

## 抗菌防臭加工繊維製品中のヒノキチオール分析法

中島晴信\* 宮野直子\* 松永一朗\*  
沢辺善之\* 高塚 正\*\*

繊維製品に使用されているヒノキチオールを定量するために、HPLCによる分析法を検討した結果、検量線は $2\mu\text{g/ml}$ ~ $100\mu\text{g/ml}$ で良好な直線性を示した。そして、ヒノキチオール標準加工布を作製し抽出法の検討および液-液分配およびC18カートリッジカラムを検討した結果、メタノールで還流抽出後、シクロヘキサノ

ンで再抽出し、C18カートリッジカラムに負荷し、メタノールで溶出することによりヒノキチオールの試験液を得て、HPLCで分析し好結果を得た。

繊維学会誌 56 (1), 60-65 (2000)

\* 大阪府立公衆衛生研究所

\*\* 生産技術部 繊維加工グループ

## プラズマ重合法による粉体表面の改質

藤島征雄\*

プラズマ重合法により金属粉体表面に重合膜を被覆し粉体の表面改質を検討した。粉体表面の改質については、粉体の流動性や防湿・防錆効果が期待できる。本報では、研究所で検討したプラズマ重合法による金属粉体表面への重合膜被覆作製技術の内容を含め、重

合膜を被覆した粉体の改質効果について検討した内容を報告した。

コンデンサ研究会30周年記念誌 108-123 (1999)

\* システム技術部 電子計測グループ

## 混合促進型低NO<sub>x</sub>オイルバーナの開発

磯田 徹\*

地球環境保全に対する問題意識の高まりとともに、ボイラ等のNO<sub>x</sub>排出規制もさらに強化されることが予想され、より高性能な液体燃料用低NO<sub>x</sub>バーナの開発

が望まれている。ここでは、二流体噴射ノズルを採用する混合促進型の低NO<sub>x</sub>バーナを試作し、換算蒸発量350kg/hの貫流ボイラを使用して灯油燃料による燃焼実

験を行った結果、NO<sub>x</sub>排出値は35~40ppm(酸素 20%換算値)となり、従来の低NO<sub>x</sub>バーナの1/2程度までNO<sub>x</sub>排出を低減できることが明らかとなった。さらに、燃焼室熱負荷率を定格値の40%程度増大させた場合でも、

同等のNO<sub>x</sub>低減効果が得られることが判明した。  
燃料及燃焼 66 (9), 655-659 (1999)

\* システム技術部 熱・燃焼グループ

## ホローカソード方式イオンプレーティング法で作製した Ti/TiN多層皮膜の耐食・耐摩耗性

石神逸男\* 三浦健一\*\* 星野英光\*\*\*  
水越朋之\*\*\* 浦谷文博\*\*\*\* 小川倉一\*\*\*\*\*

腐食と摩耗に対する保護皮膜としての多層皮膜の的確な設計指針を提示することを目的とした。基板は二種類のCr-Mo系構造用鋼と高速度工具鋼SKH51で、多層化は窒素ガスの供給・停止の繰り返しで行った。厚さ測定に対する高周波グロー放電発光分光分析法(GDS)の適用性を検討した。耐食性は(ABS+PCV)混合樹脂を高温高圧下で加水分解させた雰囲気中に暴露させる方法と臨界不動電流密度法で評価した。摩耗試験は往復摺動型の摩擦摩耗試験機を用い、無潤滑状態で行った。GDSでは各層厚さをかなり精度よく、かつ迅速に測定でき、全厚さが6 $\mu$ mの皮膜では400sにすぎなかった。耐食性はTiとTiNの各層厚さの累積比が1~2

のときによりよい保護機能を示した。最外TiN層が厚く、圧縮応力が高いものでは保護性能を劣化させる傾向が見られる。TiN層では圧縮応力が大きいほど摩耗が急速に進行するが、多層皮膜ではTi層が摩耗の進行を阻止するため、耐摩耗性が大幅に改善される。

真空 43 (4), 524-534 (2000)

\* 材料技術部

\*\* 材料技術部 金属表面改質グループ

\*\*\* 材料技術部 金属材料グループ

\*\*\*\* 評価技術部 金属分析グループ

\*\*\*\*\* 大阪府中小企業支援センター

## 耐摩耗性TiN被膜の酸化処理による耐食性の向上

星野英光\*

近年、金属材料表面にTiNを被覆することにより、耐摩耗性や硬さといった性質を向上させることが行われている。しかし、現在の材料に対する要求はさらに厳しくなっており、耐摩耗性や硬さのほかにも、表面平滑性や耐食性などの性能向上が求められている。今回、

鋼鉄材料に被覆したTiN被膜を酸化処理したところ、耐食性が飛躍的に向上したので報告した。

METALWORK 613,137-138 (1999)

\* 材料技術部 金属材料グループ

## HCD方式反応性イオンプレーティング法により形成した チタン窒化物皮膜の化学組成と硬さに及ぼす成膜条件の影響

三浦健一\* 石神逸男\*\* 水越朋之\*\*\*

チタンと窒素の比に及ぼすプロセスパラメータの影響について調べた。化学組成はEPMA、硬さは超微小硬度計により測定した。基板温度の上昇は高い組成比

をもたらした。GDS分析で組成比が深さ方向に低下していることが分かった。堆積速度の増加で組成比は低下した。わずかなバイアス電圧の印加は組成比を急激

に増加させ、過度の印加は組成比をわずかに低下させた。組成比は全ガス圧力の減少とともに低下した。これは窒素分圧の減少と堆積速度の増加による。ガス混合比の低下は窒素分圧を減少させるが組成比の変化はわずかであった。これは同時に堆積速度が低下するためである。組成比と硬さの関係について吟味した。TiN単相皮膜では組成比の低下とともに硬さが上昇した。同時に皮膜表面に平行な面間隔も増加した。これらの結果は皮膜に存在する圧縮応力が硬さに影響していることを暗示している。いくつかの結果が、硬さの変化

は組成比によるものではなく、結晶粒径や歪みなどの他の因子によるものであることを示した。Ti<sub>2</sub>Nを含む皮膜における $\alpha$ -Tiの析出は硬さを低下させた。 $\alpha$ -Ti単相皮膜では窒素濃度の増加が著しい硬さの上昇をもたらした。

日本金属学会誌 63 (8), 949-958 (1999)

\* 材料技術部 金属表面改質グループ

\*\* 材料技術部

\*\*\* 材料技術部 金属材料グループ

## Synthesis of TiAl-(TiB<sub>2</sub> + Ti<sub>2</sub>AlN) Composites by HIP Reactive Sintering

垣辻 篤\* 宮本大樹\* 間渕 博\*\*  
津田 大\*\* 森井賢二\*\*

TiAl金属間化合物基複合材料をHIP反応焼結法によって作製した。この複合材料は、チタン粉末、アルミニウム粉末ならびに窒化ホウ素粉末の混合粉末圧粉体から合成され、Ti<sub>2</sub>AlN粒子とTiB<sub>2</sub>粒子が分散したものである。組織観察の結果、この複合材料のマトリックスはTiAl中に粒径20 $\mu$ mのTi<sub>3</sub>Alが分散しているdual組織である。一方、強化相であるTi<sub>2</sub>AlNは粒径約20 $\mu$ mの大きさでTiAl中に均一に分散しており、この粒子は約300-500nmの結晶粒子からなる多結晶体である。TiB<sub>2</sub>はナノメータサイズ(粒径約50-100nm)でTi<sub>2</sub>AlN中

に粒状に分散している。得られた複合材料の硬度、圧縮強度ならびに破壊靱性値は、同じ方法で作製した単相のTiAlと比較して向上する。しかしながら、室温の3点曲げ強度はTiAlと同程度にとどまっている。これは、曲げの塑性歪がほとんど得られなかったことに起因しているものと推察される。

Materials Transactions, JIM 40(9), 942-945 (1999)

\* 材料技術部 ファインセラミックスグループ

\*\* 大阪府立大学

## 放電プラズマによるホウ素焼結体の作製

垣辻 篤\*

最近、粉末冶金の分野において、放電プラズマ焼結(Spark plasma Sintering, 以下SPS法; パルス通電焼結と呼ばれることもある)が着目され、盛んに研究が行われている。この方法の原理ならびに事例につい

て報告した。

METALWORK 615, 68-69 (1999)

\* 材料技術部 ファインセラミックスグループ

## Aqueous Precipitation and Attrition Milling-Combined Processes to Fabricate Strengthened Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-5wt%ZrO<sub>2</sub> Composites

久米秀樹\* 西川義人\*\* 稲村 偉\*\*  
宮本大樹\* 加藤泰三\*\*\* 前田岳志\*\*\*\*

アルミニウム、ジルコニウム、イットリウムの塩化物混合溶液にアルミナ粉末を添加した後、スラリーを直径0.5mmのジルコニア製メディアと共に強力攪拌(アトリションミル)すると同時に中和反応を行い、900°Cで仮焼してAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-5wt%ZrO<sub>2</sub>粉末を作製した。アトリションミルによって、アルミナ粒子に強力なせん断力が作用してアルミナ凝集粒子が微粉碎・分散され、アルミナ粒子の表面積が増加した状態で中和反応をさせるため、生成するZr-Al系水酸化物をアルミナ一次粒子表面に均質に分散させることができた。仮焼、所定形状への成形、1500~1625°Cの大気中での焼成後も焼結体中のジルコニアの均質分散性は維持され、かつ、

マトリックスアルミナの微粒子化の効果と相まって、最大1GPa以上の曲げ強度を有する優れた機械的特性が発現した。焼結体の微細組織の観察の結果、ジルコニア粒子が高分散されたことによって、マトリックスアルミナ粒子の粒成長抑制効果が顕著にあらわれたことが、高強度化の要因であると結論づけられた。

CERAMIC TRANSACTIONS 103, 85-92 (2000)

- \* 材料技術部 ファインセラミックグループ
- \*\* 材料技術部 機能性無機材料グループ
- \*\*\* (株)奥村増埜製造所
- \*\*\*\* 京セラ(株)

## 高密度低エネルギーイオン源及びラジカル源の開発と成膜技術への応用

イオンビーム成膜の一環として、当研究所で開発した励起粒子ビーム源の特長を述べるとともに、その励起ビームを利用して、室温基板(ポリカーボネート基板)に高品質な化合物薄膜が作製できたことについて報告した。

重要地域技術研究開発制度「機能性薄膜の精密コーティ

岡本昭夫\* 吉竹正明\* 鈴木義彦\*\*  
日下忠興\*\*\* 野坂俊紀\* 笥 芳治\*\*\*  
小川倉一\*\*\*\* 四谷 任\*\*\*\*\*

ング技術」研究成果報告書 56-65 (1999)

- \* 材料技術部 薄膜材料グループ
- \*\* 材料技術部
- \*\*\* 材料技術部 超材料グループ
- \*\*\*\* 大阪府中小企業支援センター
- \*\*\*\*\* 大阪科学技術センター

## レーザー光エネルギーを利用した複合薄膜の作製

光励起成膜技術の一環として化合物薄膜作製において非常に有効な成膜手段であるレーザーアブレーション法を用いて、巨大磁気抵抗効果を示す(La, Ca) MnOxの薄膜化及びその物性評価、さらに相変態時の電気抵抗の急激な変化を利用したボロメータ型赤外線センサへの応用等について報告した。

重要地域技術研究開発制度「機能性薄膜の精密コーティ

笥 芳治\* 日下忠興\* 四谷 任\*\*  
吉竹正明\*\*\* 野坂俊紀\*\*\* 岡本昭夫\*\*\*  
鈴木義彦\*\*\*\* 小川倉一\*\*\*\*\*

ング技術」研究成果報告書 108-119 (1999)

- \* 材料技術部 超材料グループ
- \*\* 大阪科学技術センター
- \*\*\* 材料技術部 薄膜材料グループ
- \*\*\*\* 材料技術部
- \*\*\*\*\* 大阪府中小企業支援センター

## 両親媒性機能色素の単分子膜・LB膜の構造及び機能

蔵本暢浩\*

スクアリリウム系およびアゾ系の基本色素骨格に長鎖アルキル基を導入して両親媒性機能色素を合成し、その単分子膜の形成挙動の検討や基板上に累積して分子の配向性を保持したLB膜を作製した。これらの光学特性をUV, FT-IR等から調べるとともに、LB膜を熱

処理あるいは酸・アルカリ性の蒸気に曝露したときの可逆的な色調変化のメカニズムや応用面からの検討結果を述べた。

日本顔料技術協会誌 43 (2), 2721-2730 (1999)

\* 材料技術部 有機材料グループ

## 沈殿重合法によるポリイミド微粒子の調製

浅尾勝哉\* 大西 均\* 森田 均\*\*

沈殿重合法により、容易にポリイミド微粒子を調製する方法を見いだした。この方法を使い、無水3,3',4,4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸とジアミンとより、非プロトン極性溶媒中で、ポリイミド微粒子を調製した。走査電子顕微鏡画像より、微粒子の形態は球状、不定形状そしてパイ状で、非常に表面積が大きいことがわかった。微粒子の形態は反応溶媒とポリイミドの

親和性およびポリイミドの分子量によってコントロールされることがわかった。また、これらのポリイミド微粒子はすべて結晶性であり、非常に優れた熱特性を示した。

高分子論文集 57 (5), 271-276 (2000)

\* 材料技術部 高分子材料グループ

\*\* 生産技術部 高分子表面加工グループ

## ポリイミド微粒子とエポキシ樹脂ブレンド物の力学的特性

吉岡弥生\* 浅尾勝哉\* 木本正樹\*\*

3種類のポリイミド微粒子 (PI) を用いて、エポキシ樹脂 (Ep) の強靱化を試みた。Epとのブレンド物を作製し、その材料特性については、曲げ・破壊靱性試験や広角X線回折等を用いて評価した。また、強靱化の機構については、破断面のSEM写真観察などにより考察した。用いた3種類のPIは、結晶化度および分子量が異なっていた。また、それぞれのPI/Epの曲げ特性および破壊靱性値に特徴的な違いが認められた。つまり、結晶性の低いPIを用いた場合では、より高い曲げ強さを

示した。また、結晶性の高いPIを用いた場合では、より高い破壊靱性値を示した。このことから、PI/Epの材料特性は、PIの結晶化度に影響を受けることが分かった。さらに、PI/Epの破壊靱性は、PIの分子量および化学構造にも影響を受けることが分かった。

日本接着学会誌 36 (3), 93-99 (2000)

\* 材料技術部 高分子材料グループ

\*\* 材料技術部 有機材料グループ

## プラスチック製品のぜい性破壊

水谷 潔\*

製品・部品のプラスチック化は、軽量化や低コスト化に加えて、強じん化においても効果を発揮する。しかし、使用中だけでなく製品化の途中に於いても、プ

ラスチックのぜい性破壊が原因と思われる現象がたびたび現れる。これらのぜい性破壊はプラスチックが重要な役割を担っている製品では大きな事故へとつなが

ることになる。ここでは、高分子材料の破壊メカニズムと関連づけながら、数多くのプラスチック成形品のぜい性破壊の事例をその主要因別にまとめた。プラスチック製品のトラブル時の破損解析だけでなく、信頼

性の高い製品の開発にも役立つように、プラスチック製品のぜい性破壊の現象・原因・対策の整理を試みた。  
科学と工業 74 (6), 270-276 (2000)

\* 材料技術部 プラスチック技術グループ

## イオン窒化処理したステンレス鋼の腐食特性

曾根 匠\* 市井一男\*\* 上田順弘\*\*\*

ステンレス鋼は様々な腐食環境に耐える材料として多くの分野で使用されているが、その耐食性を損なうことなく表面硬化できれば、ステンレス鋼の用途拡大につながると考えられる。表面硬化処理の一つである窒化処理を通常の処理条件でステンレス鋼に適用すると、表面硬さを著しく上昇させるが、耐食性を低下させることが知られている。そのような窒化処理した各種ステンレス鋼の腐食特性について述べ、窒化処理は

条件を適宜選定することにより、限られた環境下ではあるが、ステンレス鋼の耐食性向上に有効であることを示した。

熱処理 39 (5), 248-256 (1999)

\* 評価技術部

\*\* 関西大学

\*\*\* 評価技術部 金属分析グループ

## Influence of Matrix Toughness on Damage Initiation and Growth in Carbon Fiber Fabric Composites

上野谷敏之\* 藤井 透\*\*

熱弾性応力解析 (TSA) 法は固体表面の応力分布を提供する比較的新しい実験解析技術である。著者らはすでに複合材料における内部損傷状態をTSAにより検討し、損傷の2次元パターンを検出の可能性を示した。本稿ではTSAイメージをさらに高解像化した熱弾性損傷解析法 (TDA) を提案し、高じん性を目的として新しく開発したエポキシマトリックス樹脂に固体ゴム粒子を分散させた炭素繊維織物強化複合材料について、そのじん性が疲労損傷の発生・進展挙動に与える影響を調べ、新しく導入したTDAによりこれまででない詳細な損傷像 (織り構造レベルの損傷像) が得られた。また、マトリックスの高じん性化により積層板の初期

損傷の開始および進展が明らかに抑制されることをメゾ損傷レベルで明瞭に示した。このことは側面損傷レプリカの光学顕微鏡観察でも類似の挙動が観察された。とりわけ、その形態と進展挙動よりマトリックスのじん性化が高寿命化をもたらすと期待された。さらに、有限要素法により同材料の内部応力分布や損傷開始のひずみレベルなどについても検討した。

Journal of Reinforced Plastics and Composites  
19 (1), 83-94 (2000)

\* 評価技術部 材料評価グループ

\*\* 同志社大学

## 湾曲部のX線応力測定 —円柱形状の場合—

小栗泰造\* 村田一夫\*\* 水谷勝己\*\*\*

$\sin^2 \phi$  法による標準的なX線応力測定法では、測定原理から平坦な測定表面が望まれているが、実際には湾曲部にもこの方法を適用している。しかし、曲率半径

の小さい湾曲部の応力測定を行う場合には、X線照射領域の大きさによって応力値に誤差を生じることが予想される。そこで本研究では、まず、凸状湾曲面となる

円柱形状を取り上げ、実験から求めた円柱表面残留応力と円柱内微小領域の回折曲線の重ね合わせから求める解析的応力値を比較することにより、X線照射領域の大きさと応力値誤差の関係を示すとともに、円柱曲率半径やX線照射領域の大きさの影響を考慮した応力値

算出式を提案した。

材料 49 (6), 645-650 (2000)

\* 評価技術部 材料評価グループ

\*\* 生産技術部 精密機械グループ

\*\*\* 近畿大学

## 段積みされた製品の非線形モデルによる衝撃強さの検討

中嶋隆勝\* 寺岸義春\* 斎藤勝彦\*\*  
久保雅義\*\*

製品の衝撃強さを正確に評価するために、著者らは、前報での線形モデルによる検討に引き続き、2種類の非線形モデルでの数値解析により、段積みされた製品の衝撃強さを検討した。得られた主な結論は以下の通りである。(1) 製品が衝撃荷重によって破損する場合、下段の製品の方が破損しやすく、加速度によって破損する場合、破損する製品の位置(段数)は衝撃パルスによって異なる。(2) 入力パルスが方形波の場合、応答波に2次、3次のピークが発生すると、その衝撃スペク

トル及び損傷境界曲線は階段状に減少する。(3) 衝撃強さ試験で許容加速度を評価する場合、輸送環境での等価落下高さなどの現実的な基準により速度変化を設定しなければ、再現性のある結果が得られない。(4) 衝撃スペクトルに急激な変化がある場合、許容加速度以上の加速度でも破損しない逆転現象が発生する。

日本包装学会誌 9 (1), 33-46 (2000)

\* 評価技術部 包装技術グループ

\*\* 神戸商船大学

## 包装設計のための製品衝撃強さ試験方法に関する提言

中嶋隆勝\* 寺岸義春\* 斎藤勝彦\*\*  
久保雅義\*\*

輸送が終わると廃棄物となる包装材料の使用量を削減し、包装コストを低減するためには製品の衝撃強さを正確に把握しておく必要があるが、JIS Z-0119は1自由度のばね-質量系を製品モデルとして考えられた試験方法である。本研究では、段積みされた製品の衝撃強さを理論解析、数値解析、実験により調べ、本試験

方法の問題点を明らかにし、試験方法の改良方法について検討した。

包装技術 38 (2), 132-134 (2000)

\* 評価技術部 包装技術グループ

\*\* 神戸商船大学

## 粉末パック法によるニッケルのホウ化処理

上田順弘\* 水越朋之\*\* 出水 敬\*\*\*  
曾根 匠\*\*\*\* 池永 明\*\*\*\*\* 川本 信\*\*\*\*\*

ニッケル(Ni)にシリコンを含まないホウ化剤を用いて、粉末パック法によりホウ化処理を試み、生成したホウ化層の組織、相構造、硬さおよび摩擦・摩耗特性について検討した。その結果、このホウ化剤を用いることによりシリコン化を起さず、1173Kで約100 μm

と厚いホウ化層を得ることができた。ホウ化層は1300 HKの硬さを示し、Ni<sub>2</sub>Bからなることが確認できた。また、ホウ化処理材の高温硬さ値は未処理材の値よりも高い値を示した。さらにNiのホウ化処理によりSUJ2, SUS304に対する摩擦係数の低減、耐摩耗性の大幅な改

善と相手材の摩耗量の減少が認められた。したがって、シリコンを含まないホウ化剤を用いた粉末パック法によるホウ化処理はNiの表面改質に非常に有効であることが確認できた。

SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY  
126,25-30 (2000)

- \* 評価技術部 金属分析グループ
- \*\* 材料技術部 金属材料グループ
- \*\*\* 評価技術部 材料評価グループ
- \*\*\*\* 評価技術部
- \*\*\*\*\* 大阪府立大学

## 銅材料の大気汚染による腐食試験法の検討

山内尚彦\* 佐藤幸弘\*\* 前田泰昭\*\*\*  
辻野喜夫\*\*\*\*

銅材料はその優れた耐食性により、広く建築材料として使われてきた。これは、銅の表面に緑青と呼ばれる安定な塩基性銅塩の保護皮膜を生ずるためである。しかし、近年の酸性物質による大気汚染により、緑青の変色や腐食が報告されるようになってきた。本研究では、純銅板試料に対して、1. 酸性溶液（硫酸、硝酸、塩酸）中への浸漬試験、2. SO<sub>2</sub>とNO<sub>2</sub>（およびO<sub>3</sub>添加）によるガス腐食試験、3. 人工酸性雨によるサイクル腐食試験の3種類を実施し、それぞれ腐食減量の測定および腐食生成物の薄膜X線回折による同定を行い、自然環境での暴露試験の結果と比較した。浸漬試験での銅の腐食速度は最初の10日間で最大5000 μm/年

に達したが、時間の経過と共に急速に低下し、150日を経過したものではほとんど検出できなかった。また、ガス腐食試験から得られた腐食生成物は、自然環境での屋内暴露に相当することがわかった。さらに、サイクル腐食試験によっては、亜酸化銅以外の生成物は得られず、自然環境の暴露結果と異なることが確認できた。

伸銅技術研究会誌 38,242-248 (1999)

- \* 評価技術部 金属分析グループ
- \*\* 評価技術部 表面化学グループ
- \*\*\* 大阪府立大学
- \*\*\*\* 大阪府公害監視センター

## 放電加工によるチタンの表面改質

塚原秀和\* 南久\*\* 増井清徳\*\*\*  
出水敬\*\*\*\* 曾根匠\*\*\*\*\*

チタンは比強度が高く、耐食性に優れるなどの特性を有するため、その需要が急速に拡大している。しかし、チタンは難加工材であり、機構部品として用いるには耐摩耗性や耐焼付性が問題とされる。油中で放電加工を行うと、加工液の熱分解で生成される炭素が、加工表面に侵入することが知られている。母材がチタンの場合、炭素の侵入により、表面にTiC層の形成が予想され、耐摩耗性などの向上が期待できる。そこで本研究では、形彫り放電加工によるチタン材の表面改質の可能性について検討を行った。その結果、加工表面には、高硬度のTiC層が形成され、チタン材に比較して相手材を軸受け鋼とした場合の摩擦係数の低減及び耐

摩耗性の向上が認められた。さらに、3%食塩水および20%硫酸に対して良好な耐食性を示した。したがって、油中の放電加工はチタンの表面改質の一手段として利用できることが確認できた。この手法は、表面層のみが高温となるため、母材への熱影響がほとんど生じないことや、部分処理、自動化が容易などの特徴を有している。

電気加工学会誌 33 (74), 9-15 (1999)

- \* 評価技術部 金属分析グループ
- \*\* 生産技術部 電気加工グループ
- \*\*\* 評価技術部 材料評価グループ
- \*\*\*\* 評価技術部

## クロム代替めっき

森河 務\* 中出卓男\* 佐藤幸弘\*  
横井昌幸\*

環境問題の高まりのなか、六価クロムを使わないクロム代替めっきが求められている。ここでは、クロム代替めっきの規制と代替技術の動向、代替めっき皮膜について述べるとともに、当所で開発しているめっき

技術について紹介する。

防錆管理 43 (11), 430-437 (1999)

\* 評価技術部 表面化学グループ

## 犠牲陽極分解剤による電気Ni-W合金メッキ浴の長寿命化

森河 務\* 中出卓男\* 佐藤幸弘\*  
横井昌幸\* 石田幸平\*\*

W合金めっきを工業化して使うためには、不溶性陽極上での有機錯化剤の酸化反応を抑制し、めっき浴を長寿命化することが望まれている。ここでは、Ni-W合金めっきを取り上げ、犠牲陽極分解剤添加による有機錯化剤の電解酸化の抑制への効果について、電気化学的測定ならびにめっき実験により検討し、以下の結果について報告する。犠牲陽極分解剤をめっき液に添加することによって、不溶性陽極上の有機錯化剤の分解

を抑制することが可能であった。Ni-W合金めっきでは、ギ酸がクエン酸の電解酸化を抑制する効果が高い。W金属と不溶性陽極の併用ならびにめっき液へギ酸ニッケルを補給することによって、Ni-W合金めっき浴を長寿命化できることを確認した。

表面技術 50 (12), 1169-1170 (1999)

\* 評価技術部 表面化学グループ

\*\* (株)野村鍍金

## 3価クロムめっき浴からのCr-P-C合金めっき皮膜の耐食性

中出卓男\* 森河 務\* 佐藤幸弘\*  
横井昌幸\*

3価クロムめっき浴からのCr-P-C合金めっきおよび従来のクロムめっきについて、塩酸、フッ酸、王水、硫酸、硝酸および水酸化ナトリウム溶液中における腐食速度を比較した。また、これらの塩酸中における腐食挙動について分極曲線および光電子分光分析(XPS)によって比較検討した。従来のクロムめっき皮膜は、塩酸、フッ酸および王水中で溶解、消失したのに対し

てCr-P-C合金めっき皮膜は、非常に高い耐食性を示した。XPSスペクトルから、Cr-P-C合金めっき皮膜の表面はクロム酸化物層に覆われており、その下層には金属リン化合物濃化層が存在し、それが塩酸中において腐食に対する障壁として働いていることがわかった。

表面技術 50 (12), 1153-1157 (1999)

\* 評価技術部 表面化学グループ

## GHD材補強粘性土急勾配高盛土の水分特性

赤井智幸\* 松本 哲\* 嘉門雅史\*\*  
諏訪靖二\*\*\* 福田光治\*\*\* 加藤 豊\*\*\*  
楠部義夫\*\*\*\* 柳原純夫\*\*\*\*\*

GHD材で補強した粘性土急勾配高盛土の実大規模実験は1996年に完成し、その後、長期的な安定性を調べるため計測を行ってきた。調査結果ではこの期間の盛土の変形は少なく、降雨時にサクションが急激に減少するが降雨が止むとすぐに回復し、水分特性は安定した状態が続いていることを確認している。しかし、盛土内部に水平敷設されたGHD材に沿って斜面から水が浸透すると、盛土内部の水分特性が変化し、粘土の膨潤・軟弱化等につながる懸念もある。そこで、盛土内の水分特性を確認し、安定性を評価するため盛土内に積極的に注水することによってGHD材の排水特性を調べ、定量的評価を行うための基礎データを収集した。

本論文は、注水後の水位低下曲線からGHD材の透水性および排水能を調査した結果ならびに、土中のGHD材上に局部的に約100mmの水が瞬時に供給されたとしても浸潤面の広がりが高々1m以下であることを示す。  
第14回ジオシンセティックスシンポジウム論文集 14, 234-243 (1999)

- \* 評価技術部 産業用繊維グループ
- \*\* 京都大学
- \*\*\* 大阪土質試験所
- \*\*\*\* 大林組
- \*\*\*\*\* 奥村組

## サンドマット代替排水

赤井智幸\*

軟弱地盤対策は、地盤工学における最も重要な課題の一つである。地盤改良工法を原理的に分類すると高密度化、固結、補強、置換の4種類に大別されるが、高密度化、すなわち圧密促進を図るバーチカルドレーン工法による埋立地等の軟弱地盤改良では、鉛直ドレーンによる排水を地表部で水平方向に排水するため、通常サンドマットが併用される。元来、サンドマットは透水性の増大を図る砂層であるため、有効に機能を発揮するには海砂などの良質材が求められる。しかし近年、良質な砂が枯渇し天然資源保護の観点からも、透

水性に優れたサンドマット代替材料の開発が求められている。当所ではジオテキスタイル技術研究会と共同で、材料特性評価結果に基づきサンドマット代替となるジオシンセティック水平排水材を開発した。ここでは、開発材料の現場適用性を検討するため、軟弱地盤改良工の水平ドレーンとして試験的に適用した結果について述べる。

ジオシンセティックス技術情報 15 (3), 26-31 (1999)

- \* 評価技術部 産業用繊維グループ

## 加脂剤

高橋哲威\* 佐藤恭司\*\*

最近使用されている加脂剤の原料およびその組成と加脂効果との関連及び最近の国内外の加脂機構に関する研究を紹介した。

皮革科学 45 (2), 91-100 (1999)

- \* 高橋技術事務所
- \*\* 皮革試験所 製革グループ

# 口頭発表概要

(1999.9.1~2000.6.30)



**酸素噴射ミストによる放電加工特性**

平成11年電気関係学会関西支部連合大会  
(姫路市)(11.11.13)

谷村 毅, ○他

部品加工への適用をはかるため、これまでミスト放電加工の加工速度の向上について種々の検討を行ったところ、目標とした油中放電加工を越える加工速度が得られた。好結果の要因は、電極間への直接的なミスト噴射圧の印可とミスト化の気体として酸素を用いたことと考えられる。いずれも、従来の液中放電加工では適用できない手法であり、ミスト放電加工の特徴を活かした発想ともなっている。ここでは、これらの加工パラメータの効果についてさらに詳細な確認を行うため、想定できる種々の加工環境、例えば、流水中の加工・ミストを用いない酸素噴射のみの加工・窒素噴射ミストによる加工・水中での加工などについて検討した。その結果、いずれも酸素噴射ミストを大幅に下回る加工速度となり、加工速度の向上に対して、噴射圧、酸素、微量な加工液の存在が有効であることが確認できた。

**放電加工によるチタン材の表面改質**

型技術協会型技術者会議'99 (東京都)(11.6.16)

○増井清徳, 塚原秀和, 南 久, 曾根 匠  
出水 敬

チタン材の金型部品への適用を図るために、油中の放電加工によるチタン材の表面改質を行い、耐摩耗性の向上効果について検討した。チタン材を陽極とする低電流仕上げ加工条件において、加工表面では耐摩耗性に優れたTiC層の形成が確認された。また、放電加工面の摩擦係数は、母材の研削面よりも低く、チタン元来の耐食性も損なわれていないことが分かった。

**放電加工によるチタン合金の着色仕上げ(第4報)**

—単純電極による着色描画—

電気加工学会全国大会 (高知県)(11.12.3)

○南 久, 増井清徳, 塚原秀和, 萩野秀樹, 他

形彫り放電加工の機構を利用した単純棒状電極によるチタン合金への着色描画の可能性について検討した結果、工作物表面に垂直な方向に電極サーボを行いながら、一定速度でXY平面を移動させることによって、文字や絵模様の着色描画が可能であり、開放電圧や電極移動速度を制御することにより任意の色相面が得られることがわかった。

**元気な高齢者向けチタン材用具への色づけ技術**

第1回産技総研福祉懇談会 (和泉市)(12.2.15)

○南 久, 増井清徳

「ものづくり」の視点から福祉技術に関する情報交流を行うために産技総研福祉懇談会を発足した。その第1回懇談会における話題提供として、「チタン製福祉器具への着色」について講演を行った。当研究グループで開発された放電加工によるチタンの着色加工法について、福祉器具への適用の可能性などを交えながら、その特徴や概略を紹介した。

**50W級半導体レーザシステムのビーム特性改善と加工特性の検討 —50W級高エネルギー密度半導体レーザの開発(第二報)—**

溶接学会平成11年度春季全国大会 (東京都)(11.4.22)

野口修一, ○他

前報では50W級高エネルギー密度半導体レーザの開発とその溶接特性について報告したが、本報告では光学部品の交換やアライメントの更なる微調整を行うとともに、光学系による出力の損失状況や各ダイオードアレイのビームプロファイルなどを調べ、ビーム特性の改善を試みた。その結果、開発した50W級高エネルギー密度半導体レーザに用いられている光学素子による出力の損失を測定したところ、出力されたビームの75%が1本のビームとして出力されていることがわかった。また、軟鋼に対して切断を行い切断特性を調べた結果、エネルギー密度 $42\text{kW}/\text{cm}^2$ において $0.1\text{mm}$ のSS400を速度 $6\text{mm}/\text{s}$ で切断することができ、エネルギー密度を向上したことで切断特性が改善された。

**材料加工用大出力高エネルギー密度半導体レーザシステム**

第32回高エネルギービーム加工研究委員会

(東京都)(11.9.3)

野口修一, ○他

出力 $2\text{kW}$ の高出力半導体レーザシステムを開発した。焦点距離 $29.5\text{mm}$ におけるビーム径は $966\mu\text{m}$ で、エネルギー密度は $235\text{kW}/\text{cm}^2$ が得られた。また、溶接速度 $0.24\text{mm}/\text{min}$ で板厚 $5\text{mm}$ のSUS304を、 $5.5\text{m}/\text{min}$ で板厚 $1\text{mm}$ のSS400を貫通させることができた。

**大出力炭酸ガスレーザによるセラミックスの溶接**

平成11年度共同研究発表会 (茨木市)(11.9.7)

○野口修一, 他

厚板セラミックスの接合技術の確立を目的として、

87%アルミナセラミックスの溶接への高出力炭酸ガスレーザーの適用を行い、各種溶接条件における溶接特性を調べた結果、次のことが得られた。(1)レーザーパワー10kW、溶接速度6.7mm/sにおいて板厚20mmの溶融ビードの生成によって下向き溶接の可能性を示した。(2)ポロシティの発生は溶接速度が低速で、入熱量の少ないほど少なく、また、ビード中央部に生じる引け巣状のポロシティの発生は、レーザーパワーにあまり依存せず溶接速度が速いほど発生しやすい。(3)溶接継手強度に影響を及ぼす要因として、内部状態があげられ、特にビード中央部に生じる引け巣状のポロシティの大きさ、分布状態が強度低下の原因になる。(4)ニアシングルモードを用いることにより、低入熱溶接が行え、ビード幅の細かい溶接ビードが得られ、ポロシティなどの溶接欠陥は1%以下に抑えることが可能となり、母材と同程度の強度が得られた。

#### 2kW級高出力半導体レーザーシステムによる材料加工特性の検討

平成11年度秋季全国大会（沖縄県中頭郡西原町）(11.11.10)  
野口修一、○他

807nmと940nmの1kW半導体レーザースタックをそれぞれ2本ずつ4本用いてビームを合成し、2kW級半導体レーザーシステムの開発を行った。焦点位置におけるビーム径は966 $\mu$ mで、エネルギー密度235kW/cm<sup>2</sup>が得られた。溶接特性について検討した結果、5mm厚のSUS304を溶接速度0.24m/minで、1mm厚のSS400を5.5m/minでそれぞれ貫通させることができた。

#### W薄膜の作製とその特性 —EB・PVDに関する基礎的研究(第一報)—

平成11年度秋季全国大会（沖縄県中頭郡西原町）(11.11.12)  
野口修一、○他

SiC/SiC複合材料を接合するための表面改質として、基板材への熱損傷が少ないEB-PVD法によりSiC表面へのW皮膜の形成を試みた。その結果、高真空にすることにより不純物混入の低減がはかられ、加速電圧60kV、ビーム電流47mA、るつぼからの距離64mm、成膜時間10secで、一部に密着不良や不均一な成膜も見られるが、40 $\mu$ m以上の膜厚を有するW薄膜がSiC上に形成されたことが確認できた。

#### Materials Processing Characteristics of a 2kW Class High Power Density Direct Diode Laser System

The International Congress on Applications of

Laser and Electro-Optics (ICALEO '99)  
(San Diego,U.S.A.) (11.11.16)

野口修一、○他

半導体レーザーの材料加工への適用を実現するために10W級システムによる材料加工の可能性の検討、50W級システムの開発による高出力化とエネルギー密度増加への可能性の検討および加工特性の検討をして、これを応用した2kW級材料加工システムの開発を行った。2kW級システムでは焦点距離50mmにおいてビーム径966 $\mu$ m、エネルギー密度235kW/cm<sup>2</sup>が達成され、5mm厚のSUS304を24cm/minで、1mm厚のSS400を5.5m/minで貫通させることが出来た。さらに半導体レーザーの出力とエネルギー密度を増加させることは十分可能であり次世代レーザーとして実用可能であるあることが明らかとなった。

高エネルギー密度半導体レーザーシステムによる材料加工  
高温学会秋季総合学術講演会（茨木市）(11.12.7)

野口修一、○他

これまでに50W級半導体レーザーシステムの開発を行いシステムの特性や、軟鋼板に対する切断・溶接実験を行い、出力・エネルギー密度の低さにもかかわらず薄板における溶接・切断が可能であることが明らかとなった。そこで本報告では、厚板の溶接や高速度溶接を目的として更に出力を増加させた2kW級半導体レーザーシステムの開発を行い、そのビーム特性および加工特性を調べた結果について報告した。

#### 高出力・高エネルギー密度半導体レーザーによる薄板の高速度溶接

高温学会春季総合学術講演会（茨木市）(12.5.15)

野口修一、○他

2kW級半導体レーザーシステムを用いて薄鋼板の溶接特性を調べるため、焦点距離30mmの集光レンズを使用し、出力2kW、エネルギー密度274kW/cm<sup>2</sup>でSUS304にビードオン溶接を行った。その結果、CO<sub>2</sub>レーザーやNd:YAGレーザーと同程度の溶込み深さの溶接が可能であることがわかった。また、板厚0.15mmのSUS304を出力100W、溶接速度2m/minで突き合わせ溶接を行った結果、良好な貫通溶接を行うことができた。

位相格子を用いたガウス分布レーザービームの強度均一化  
第9回高機能光学素子WG（大阪市）(11.10.13)

○萩野秀樹、野口修一

レーザービームを用いて加工を行う場合にビームの強度分布が品質に大きく影響する。そこで、本研究では

炭酸ガスレーザを用いた表面改質を取り上げ、ビームの空間強度分布を回折光学素子を用いて改質に適当な強度分布に整形することを目的とした。今回は表面改質を行う際の実験系、素子の材料、整形する強度分布について検討した結果を報告した。また、実際に回折光学素子の設計プログラムを試作し、設計を行った結果について述べた。

#### TiC粉末を用いたCO<sub>2</sub>レーザによるチタンの表面改質 電気加工学会全国大会（高知県香美郡）(11.12.4)

○萩野秀樹，野口修一，増井清徳

チタンは比強度と耐食性に優れているが耐摩耗性に劣る金属である。本研究では、チタンの耐摩耗性を向上させるため、TiC粉末を塗布したチタン材に炭酸ガスレーザを照射して表面処理を行った。試料をビームの焦点位置で往復運動させながら処理を行った結果、0.4 mm~0.5mmの様な厚さで1000~1500HVの硬く、比較的均一な幅の広い処理層を得ることができた。

#### 三次元自由曲面加工技術の研究

大阪府地域結集型共同研究事業 平成12年度第1回合同WG研究成果発表会（大阪市）(12.6.7)

○足立和俊，村田一夫，山口勝己，本田索郎，他

曲面形状と微細回折格子を組み合わせた三次元微細回折光学素子の創製には、エネルギービーム加工の前に基板の高精度三次元曲面加工が求められている。ここでは超精密曲面加工機による三次元曲面形状の研削加工を行い、加工面の形状精度や表面粗さを評価した。また、超精密加工の支援技術としてのオンマシン計測のための基本的なシステムを開発し、測定実験を行った。

#### Nano-imprint lithography for single electron tunneling devices using novel mold Advance Program of 1999 International Microprocess and Nanotechnology Conference (Yokohama, Japan) (11.7.7)

村田一夫，○他

単一電子トネリング素子は、テラビットスケールの集積回路に対する有効な素子として注目されている。量子ドットアレーメモリのような集積化単一電子素子デバイスを実現するためにはナノメートルレベルのリソグラフィ技術が不可欠であるが、非常に狭いトネリングギャップを短時間に成形することが問題点となっている。本研究では、ナノ・インプリント・リソグラフィによる新しいモールド作製方法を提案している。この

微細モールドは結晶異方性エッチングの特徴を利用して作製するもので、これを基板に転写することにより、非常に狭いギャップを有し構造的に安定な集積化量子ドット結合構造を作製することができる。

#### 超精密切削加工の精度限界および3次元加工事例

第7回 3次元光学素子研究G会議（堺市）(11.10.5)

○山口勝己，村田一夫

当研究所に既設の超精密加工機の加工精度限界を、軸対称切削加工における工作機械(運動精度・回転精度)、工具(最小切り取り厚さ・転写性・摩耗特性)、被削材(多結晶材料、単結晶材料、脆性材料、アモルファス材料)の3つの観点から実験と解析により定めるとともに、中核的研究の成果である非軸対称非球面加工(3次元自由曲面加工)の加工結果をベースに加工精度の誤差要因を特定した。

#### 土中埋設環境における球状黒鉛鑄鉄の耐食性改善

(社)日本鑄造工学会関西支部 平成11年度第2回鑄造プロセス研究会（大阪市）(11.10.14)

○武村 守，橘堂 忠，佐藤幸弘，他

球状黒鉛鑄鉄の土中での耐食性を改善する目的で、種々の元素を添加した試料を作製し、酢酸水溶液を使用してその特性を評価した。その結果、Sn, Cu, Ni, Moなどに耐食性改善効果が認められた。そこで、これらの元素を添加した土壌埋設用の球状黒鉛鑄鉄製ボルトを試作して、埋設実験を行った。埋設土壌の腐食性が小さかったために明確な差は現れなかったが、試作ボルトの耐食性は若干改善される傾向があった。

#### 放電を用いた羊毛の防縮加工

テクノリサーチコンファレンス'99（福井市）(11.11.12)

○田原 充

羊毛織物をパルスコロナによって処理することで面積収縮率は47%から20%となり、大きく防縮性が改善される。さらに、マシンウォッシュャブルな防縮法を検討するため、パルスコロナ処理後にウレタン系樹脂の加工を行ったところマシンウォッシュャブルな製品ができた。

#### ドライプロセスを用いた羊毛の防縮加工

羊毛化学研究会（宇治市）(12.5.27)

○田原 充

AOX(吸引性有機ハロゲン)の規制がヨーロッパで始まったことから繊維の加工において塩素系の薬剤の使用が我が国でも将来困難となることが予想される。現

在、羊毛製品の防縮加工には塩素系の処理が行われているが、環境に対する配慮から無塩素の防縮加工が求められている。また、ドライクリーニングに関してもパークロルエチレン等溶剤の環境への負荷からドライクリーニングを必要としない製品が望まれている。我々はこの要求を満たす方法として低温プラズマ処理による羊毛の収縮性に関する検討を行ってきたが、パルスコロナを利用した防縮加工は減圧室が不要のため、より実用化しやすいと考えた。ここではパルスコロナと樹脂加工およびパルスコロナと酵素処理の複合処理について述べた。

#### パルスコロナを前処理とした羊毛の酵素加工

平成12年度繊維学会年次大会（宇治市）(12.6.8)

○田原 充，馬淵伸明，他

現在、羊毛の防縮加工には塩素系の処理が行われているが、環境に対する配慮から無塩素の加工が求められている。そこで、我々は低温プラズマ処理を用いた羊毛の収縮性に関する検討を行ってきた。しかし、処理室の減圧が不可欠なため、装置に多額の費用を要し、加工に時間がかかることが問題であった。そのため、大気中で繊維の加工が可能であるパルスコロナ処理を樹脂加工と併用した場合の加工法を検討してきた。ここでは羊毛織物にパルスコロナ処理を行った後に、酵素で処理する方法を検討した。その結果、パルスコロナ処理後、酵素を用いた処理において防縮性は向上した。次にKESを用いて処理布の風合いを調べた。以前に検討したパルスコロナ処理後に樹脂加工を行う防縮方法では樹脂を減らせることから風合いをある程度改善できた。今回の酵素を用いる方法では原布の状態をほぼ保持できることがわかった。

#### 綿布の天然染料による染色 -カチオン化剤による濃染効果の利用-

産学官技術移転フェア99（大阪市）(11.9.28)

○野澤繁夫

主にセルロース系繊維の改質に利用されるカチオン化剤前処理を適用し、媒染型天然染料である玉葱外皮による木綿染めの濃染化、即ちカチオン化未処理に比べての色濃度の向上を図ることを目的とした。綿布の玉葱媒染染色では、未処理に比べて有効な色濃度上昇が得られた。染色堅牢度のカチオン化による効果はあまり明白ではないが、合格水準の低いところでは、媒染剤によって満足できる場合がある。なお、カチオン化加工に関する研究は、パルプ・木材部門での展開にも期待できる。

#### ポリ乳酸繊維の染色性と染色堅ろう度

平成11年度工業技術連絡会議 繊維連合部会染色加工分科会（奈良市）(11.11.25)

○高塚 正

生分解性合成繊維であるポリ乳酸繊維を衣料素材として展開するには染色性に難点があると言われてきた。今回試験した3原色分散染料は染色助剤を使わない常圧染色機でも中濃色に染色可能で染色性が良く、耐光4級以上、石鹼洗濯、汗、ホットプレッシング5級と染色堅ろう度も良かった。しかし、ノニオン界面活性剤配合のソーピング・還元洗浄・ドライクリーニングの染色堅ろう度は1級または1-2級と良くなかった。

#### 羊毛トップの高分子過酸化物/粉末金属酸化物触媒による防縮加工

日本繊維機械学会 第53回年次大会研究発表会（大阪市）(12.6.1)

○高塚 正，他

塩素系薬剤を使用した現行の羊毛防縮加工ではAOX（吸収性有機ハロゲン）が排出されるため、非塩素防縮加工技術開発が急務となっている。そこで、酸化亜鉛を粉末状態のまま繊維表面に付着させ、ビニールマレイ酸コポリマー4ペルオキシドを作用させることにより、風合いなどの良い物性を保ったまま、クロイ防縮加工に匹敵するフェルト防止性能を得ることができた。同時にリストアクションシェーカーによる試験法を報告した。

#### 羊毛の高圧DSC測定

平成11年度繊維学会年次大会研究発表会（千葉市）(11.5.10)

菅井実夫，○他

羊毛繊維のDSC(DTA)測定は数多く報告されているが、未だ満足すべき説明がなされていない熱現象が残されている。最近、配向 $\alpha$ -ヘリックス構造の相転移に伴う吸熱ピークをより明確に検出しようと密閉容器を用いたDSC測定が行われている。しかし、ピーク形状の再現性や羊毛微細構造との関係など十分に解明されたとは言い難い。そこで、高圧DSC装置を用いより詳細に羊毛繊維のDSC曲線を検討し、これらの課題について考察を試みた。まず、一定の測定条件のもと試料容器の形状や容量の違いがDSC曲線にどのように影響するかについて検討した。結果として、容器の容量、熱媒体の熱伝導性、サンプルとの接触程度およびクリップやシール状態などによってDSC曲線は大きく変化することがわかった。今回行った測定から、ピーク形状

やピーク温度など再現性に優れた曲線が得られる試料容器の容量・形状などのサンプリング条件を決定した。次に、決定した測定条件下での羊毛繊維の熱挙動を追跡した。本報告では、羊毛繊維の $\alpha$ -ヘリックス構造の相転移吸熱ピークの形状および微細構造との関係について議論した。

#### 土中埋設羊毛繊維の構造変化

平成11年度繊維学会年次大会研究発表会  
(千葉市)(11.5.12)

○菅井実夫, 他

われわれは現在、羊毛繊維の生分解制御加工技術の開発を目標とした研究を行っている。しかし、土壌埋設による微生物劣化に関する報告は少なく、生分解制御の基礎知識となるべき土壌中での分解挙動および構造変化等に関する知見が十分であるとは言いがたい。そこで、土壌埋設による羊毛繊維の分解挙動に関する基礎データを得ることを目的とし土壌埋設実験を行った。本報告では、土壌埋設による繊維形態や繊維強度の経時変化および内部構造変化について報告した。劣化が著しく進行した部分では、繊維表面のクチクル消失が観察された。さらに劣化が進んだ著しい損傷部ではフィブリル化が生じていた。また、内部構造変化については損傷程度により異なるが、著しい損傷部では、 $\alpha$ -herix構造は堅持されているものの結晶領域に不斉一化が生じていると考えられる結果が得られた。本報告においては、これらの結果を総合して議論した。

#### ポリ乳酸系ポリエステル不織布の柔軟加工

平成11年度繊維学会年次大会研究発表会  
(千葉市)(11.5.12)

○菅井実夫, 他

近年天然繊維以外の生分解性素材を用い、様々な用途展開を図るための基礎研究が盛んに行われている。現状において、その繊維特性(強度、融点、染色性など)により実用化が期待される素材としてポリ乳酸繊維がある。用途としては包装材、衛生製品などの不織布利用が考えられている。しかし、ポリ乳酸スパンボンドは通常のポリエステル(PET)スパンボンドに比べ剛直性が高く、用途によれば柔軟加工を必要としている。ところが、ポリ乳酸繊維はアルカリによる加水分解性が高く従来のポリエステルで行われるアルカリ減量加工ができない。そのため、プロテアーゼによる酵素減量加工が試みられているが、実用化には至っていない。そこで、我々は新規の物理加工法(特殊形状を持つ針による物理加工)に着目し、その効果について検討した。

その結果、強度低下を伴うが容易に柔軟化できることを見いだしたので報告した。

#### 土中埋設ならびに水中浸漬羊毛繊維の構造変化

第9回ケラチン研究会(大阪市)(11.6.8)

○菅井実夫

土中埋設あるいは水中浸漬することにより微生物劣化を受けた羊毛繊維について、どのような外部変化あるいは内部変化が生じているのかについて講演した。具体的には、土中埋設・水中浸漬した羊毛繊維に生じた経時的変化を、顕微鏡観察等による形態変化ならびに強伸度変化の観点から述べた。さらに、熱分析、FTIR、ギ酸抽出した羊毛コルテックス細胞の形態変化ならびにアミノ酸分析結果を総括し、羊毛繊維内部に何が起きているかについて解説した。

#### 新規物理加工機による風合改質

第9回繊維応用技術研究会(大阪市)(11.11.26)

○菅井実夫, 他

衣料素材等の“風合い”を改質する場合、その方法として「アルカリあるいは酵素(綿セルロース系が中心)による減量加工」「起毛、もみたたきなどによる物理加工」「柔軟剤処理」などの方法がある。これに対しわれわれは、特殊形状を持つ針の作用による新規の物理加工に着目し、その風合改質効果について検討を行ってきた。すなわち様々な素材・組織の生地にも対処できる可能性を持ち、従来法と比べてよりクリーンな新規物理加工法で対象とする生地の物性を改質し、その効果についてKES風合い測定器により風合い変化を計測した。その結果、強度低下を伴うが容易に柔軟化ができることを見いだした。また他の加工法に対する大きなメリット(酵素等の薬剤を用いたWET加工と異なり、容易に任意の加工程度を制御できる。また柔軟剤等に対する過敏症を心配する必要がない。)もあるため、本加工法について解説した。

#### 綿織物の酵素処理におよぼす機械的前処理の効果

平成12年度繊維学会年次大会研究発表会  
(宇治市)(12.6.8)

○菅井実夫, 他

セルロース繊維への酵素(セルラーゼ)の反応は、作用を受ける側(繊維)の化学組成、形態や非晶/結晶構造など、さらには単繊維の微細構造および糸の構造や編織組織などの種々の因子に影響される反応である。このことについては、われわれもこれまでに報告を行ってきた。他方、物理加工機(ニードルブリッカー)によ

り、各種繊維製品(ポリ乳酸系繊維, テンセル, ポリエステルなど)に対し、ニードルによる物理作用が、生地にはどのような効果あるいは変化を生じさせるか検討してきた。本報告では、ニードルプリッカーを綿織物に適用し、この物理処理によりもたらされた織物構造および繊維構造の変化が、それに引き続いて行われる酵素(セルラーゼ)処理において、酵素反応にどのような影響をおよぼすか検討した。その結果、プリッカー処理により引き起こされた物理的構造変化は、この酵素反応の初期段階においては酵素反応速度を抑制し、かつ、酵素反応部位は主として綿生地の強度にはあまり関与しない、フィブリルあるいはセルロース分子に作用しているという結論を得た。すなわちニードルによる物理処理を行ったことが、布表面付近の毛羽状繊維に酵素を作用させるよう、制限しているものと考えることができた。

#### ジュート繊維の酵素分解

平成12年度繊維学会年次大会研究発表会  
(宇治市)(12.6.8)

菅井実夫, ○他

ジュート繊維は太く、硬くてもろく、黄色~褐色を呈することから用途が限られてきた。しかし、環境問題が重要な課題となる来世紀では、有用な天然資源の一つとして新たな用途拡大が期待される。そのためには、これらの欠点を何らかの改質処理により改善する必要がある。本研究では、セルロース系繊維の改質に用いられている酵素処理法が、ジュート繊維においても、その繊維特性を改質する手段として適用することが可能であるかどうか、基礎的知見を得ることを目的とし本研究を行った。ジュート繊維表面には、細胞間を結合する物質であるリグニンあるいはヘミセルロース/リグニンの膠着物質が存在しており、これらが黄色から茶褐色の繊維外観をあたえる原因物質になっている。種々の市販セルラーゼ酵素を用い、これら膠着物質を除去できるか検討した。その結果、セルラーゼ酵素成分中にヘミセルロースの主成分であるキシランを分解する酵素(キシラナーゼ)も含まれていたセルラーゼについては、この酵素の作用により繊維表面の膠着物質が除去されることがわかった。また繊維の白度改善に有効なセルラーゼも有ることがわかった。これらについて得た基礎的な知見について報告した。

#### 画像処理によるカーファブリックの幾何学模様の評価解析

2000年電子情報通信学会総合大会(東広島市)(12.3.29)

○森脇耕介, 中谷幸太郎, 他

カーファブリック(自動車内装用織物)の柄を対象として、人間による評価と模様とに潜在する要素との関連付けを行うために、色彩とその配置状態に着目した解析手法の提案を目的としている。カーファブリックの柄は、多くが比較的単純な幾何学模様を含む。自動車の購入に当たっては消費者の嗜好が強く反映される要素であって、デザイナーが提案した柄について、自動車メーカーはアンケートを主体とする世界規模のマーケティングを通じて選定を行う。デザイナーが、将来の「売れる」デザイン開発の参考のために、「売れた」柄の特徴要因を把握したいという要望に対して、画像解析の技法からのアプローチを試みた。

#### 電気・電子機器の電磁環境対策技術

第13回産官技術交流会(東大阪市)(12.3.8)

○松本元一

近年の電磁環境の悪化を示す事例を紹介し、中でも最近話題となった電動車椅子の誤作動について詳しく述べた。次に、このような誤作動が生じる原因を解説し、対策法を述べた。中でも有効な対策法として用いられる電磁波シールド材について、その原理、理論的設法、性能評価法を述べた。

#### 電波全無響室における電界強度分布のコンピュータシミュレーション

電子連合部会第9回EMC研究会(和泉市)(11.10.7)

○田中健一郎

大阪府立産技研の電波全無響室を対象に、放射電磁界イミュニティ試験の均一電界エリアにおける電界強度分布を幾何光学的手法により計算し、電波吸収体の吸収量と電界均一性との関係および均一性の改善方法を検討した。その結果、高周波領域で均一性が劣化すること、アンテナを部屋の中心軸からずらすことで均一性を改善できることが確認できた。

#### アレイ型匂いセンサの開発

平成11年電気関係学会 関西支部 連合大会  
(姫路市)(11.11.14)

○大川裕蔵, 夏川一輝, 他

$\text{SnO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ 等、数種の半導体型ガス感応薄膜や有機系ガス感応膜を載せたガスセンサシステムを開発している。このシステムは検知ガスに対する各種感応膜の信号を総合的に判断して匂いを識別しようとするものである。感応膜保温用のマイクロヒータをマイクロマシン技術で、信号の計測およびマイクロヒータの制

御回路を半導体プロセスで製作した。今回はエタノールや一酸化炭素等、数種のガスに対する実験結果を報告した。

### 高温シャトル窯の昇温速度に酸素富化空気が与える効果(その2)

耐火物技術協会 平成11年度 第12回年次学術講演会  
(大阪市)(11.12.2)

○入江年優, 表原靖男, 他

セラミック焼成炉における酸素富化燃焼時の省エネルギー効果についての研究を行ってきたが、シャトルキルンでは酸素の富化時期、酸素富化量により、省エネルギー効果、経済性が異なってくる。実験データをベースにシャトルキルンの加熱の過渡的特性の理論式を確立し、過渡的特性の評価を行った。この結果、酸素富化燃焼における酸素富化量、酸素富化時期等の条件を変更した場合の焼成時間の短縮効果、燃料消費量の削減量、酸素富化量、経済効果等の最適な条件設定を計算により、求められるようにした。

### 卸売市場から発生する生ごみのコンポスト化システム 第3回日韓廃棄物シンポジウム(堺市)(12.6.22)

○宮内修平

卸売市場から発生する生ごみをコンポスト化することによって、大幅な減量化を図ることを目的に、約1立方メートルの有効容積に200kg/日の生ごみを投入し実験した結果、約90%程度の減量化が可能となったので報告するとともに、この結果をもとに日量最大50トンの生ごみ減量化実証プラントへの基本的な処理フローおよび全体配置図を紹介した。

### 反射型近接場光学顕微鏡による強誘電体薄膜の観察 第47回応用物理関係学会連合講演会

(東京都)(12.3.28/31)

鈴木義彦, ○他

PZT強誘電体薄膜をLSI等の材料として利用するには微小領域における分極観察評価が重要な課題である。本研究では近接場光学顕微鏡により、PZTの微細構造について観察を試みた。熱処理PZT薄膜は良好な強誘電性を示すが、このような材料では偏光像にトポグラフィ像とは異なったコントラストが見られたが、強誘電性を示さない薄膜ではこのようなコントラストは見られないことが分かった。

### Observation of Ferroelectric Thin Films Using Scanning Near-Field Optical Microscopy

### 第19回電子材料シンポジウム(伊豆長岡市)(12.6.29) 鈴木義彦, ○他

強誘電体薄膜の強誘電性は結晶粒子のサイズや、成膜条件で異なる。この微視的強誘電性を近接場光学顕微鏡(SNOM)にて測定し、その強誘電性評価法としての有用性を調べた。十分解像度の高い像とまでは行かないが、強誘電性の変化により差が生じていることが分かった。

### 反射型近接場光学顕微鏡による強誘電体薄膜の観察 第9回近接場光学研究会(浜松市)(12.6.30)

鈴木義彦, ○他

強誘電体薄膜の微細強誘電性測定としてのSNOMの有用性を確認するために第1段階としてPZT薄膜の測定を行った。PZT薄膜の膜厚、結晶性とSNOM像の相関関係について調べた。その結果強誘電性PZT薄膜の場合に像が最もきれいに見られ、SNOMが微視的強誘電性評価に使用できる可能性が示された。

### アンプ内蔵2次元リングアレイプローブによる3次元超音波イメージングシステム

第17回「センサ・マイクロマシンと応用システム」シンポジウム(川崎市)(12.5.30)

田中恒久, 鈴木義彦, ○他

アンプ内蔵2次元リングアレイプローブによりリアルタイム3次元超音波イメージングを実現した。実験により、測定対象物であるプラスチック球の縦方向の動きを、リアルタイム3次元測定が可能であることを示した。この3次元測定システムのフレームレートは毎秒18フレームである。今後、横方向の解像度を改善することにより、ダイバーの前方探索用のプローブに使用可能である。

### HCD-IP法で作製したTi/TiN多層皮膜の耐食・耐摩耗性 イオン・プラズマ産業応用技術フォーラム-第15回イオン工学特別シンポジウム'99(和泉市)(11.11.26)

○石神逸男, 三浦健一, 星野英光, 水越朋之

浦谷文博, 小川倉一

基板に流れ込む電気量を指標として各層厚さの制御精度に優れたTi/TiN多層皮膜を形成させることができた。多層皮膜では層数が増加するほど遮断性が増したが、その効果はTiとTiNの各層厚さの累積比( $\sum Ti/TiN$ )が1~2のときに長時間維持された。最外TiN層が厚いものは剥離を生じ、遮断効果を劣化させる。TiN層内の圧縮応力は摩耗損傷を促進させるが、Ti層が摩耗の進行を阻止し、耐摩耗性を向上させる。

### プロパンを用いて真空浸炭を行ったSNCM815の浸炭挙動とそれに関する数値解析結果の精度検証

日本熱処理技術協会 平成12年度春季講演大会  
(名古屋市) (12.5.23)

○石神逸男, 横山雄二郎, 三浦健一, 星野英光  
浦谷文博

これまでに考案・改良してきた浸炭解析モデルは鉄-炭素系のS15CKにおいては高い解析精度を示したが, 今回はNi, CrおよびMoを含むSNCM815をプロパンを用いて浸炭したものについて解析精度を検証した. 解析に必要なデータは拡散係数, 炭素固溶限および炭素流入速度である. 拡散係数は熱力学的には合金元素の影響を受けないことが導けるため, 鉄-炭素系でのデータを用いた. 固溶限は薄板を長時間浸炭したものをEPMAと燃焼電量滴定法で求めた. 炭素流入量の時間依存性から求めた流入速度はメタンを用いた場合に比べて著しく大きい値を示した. 流入速度の温度依存性から求めた活性化エネルギーの値から, 浸炭初期のごくわずかな時間は化学反応律速であるが, その後は急速に炭素拡散律速に移行することがわかった. 炭素濃度分布について行った数値解析結果は鋼の表層部において若干低い値を示した. 合金元素の添加によって炭化物形成が起こっていることが一つの原因と推察された.

### TiN被覆材料の酸化処理による耐食性向上の迅速化

日本熱処理技術協会 平成12年度春季講演大会  
(名古屋市) (12.5.23)

○星野英光, 石神逸男, 三浦健一, 水越朋之

これまでにTiNを被覆した材料に酸化処理を施すと耐食性が著しく向上すること, および酸化処理による耐食性向上の機構を明らかにした. 本研究ではそれらの知見に基づいて処理の迅速化を試みた. その結果, 基材に緻密で強固な酸化皮膜を形成すると期待されるSUS420J2を用いるとそれまで72時間かかっていた処理が2時間に短縮できた. また処理温度を550°Cから650°Cにすると同様にそれまで72時間かかっていた処理が2時間に短縮できた.

### S15CKに対するCO-H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>系雰囲気での浸炭速度の温度依存性

日本熱処理技術協会 平成12年度春季講演大会  
(名古屋市) (12.5.24)

○横山雄二郎, 石神逸男, 星野英光, 浦谷文博

温度900~960°C, ガス総流量3L/min, ガス組成比CO:H<sub>2</sub>:N<sub>2</sub>=1:1:2の混合雰囲気中においてS15CKを浸炭した. 浸炭速度は燃焼-赤外吸収法により分析し

た炭素濃度から算出した. 浸炭開始から表面濃度が固溶限に達するまでの期間における浸炭速度の見掛け上の活性化エネルギーは39kJ/molであり, 温度依存性はあまり強くないという結果が得られた.

### 空間を内包する溶射成形品製造技術に関する研究

#### —空間形成における材料の検討—

日本溶射協会 71回全国講演大会 (大阪市) (12.6.26)

○藤田直也, 花立有功, 足立振一郎, 水越朋之  
辻 栄治

鋼溶射体に銅線を内包させた試料, 銅溶射体に錫板を内包させた試料を加熱処理して, それぞれ内包させた材料を溶融して溶射体へ浸透させることで内部に空間を形成できることを明らかにしてきた. 詳細に調べると, 材料により空間形成の機構がことなることがわかってきたため, さらに種々な材料の組み合わせを検討した. 今回は, アルミニウム板を鋼溶射体に内包させた試料を作製し, 種々な加熱処理を行った後, 詳細に調べた. その結果, 空間を得るためには1150°C以上の加熱処理が必用で, また, 得られた空間内に鉄とアルミニウムの合金, または化合物が残留することがわかった.

### HCD法により形成したチタン窒化物皮膜の腐食環境に対する遮断効果の維持に及ぼす残留応力の影響

日本熱処理技術協会 平成12年度春季講演大会  
(名古屋市) (12.5.24)

○三浦健一, 石神逸男, 星野英光, 柴川元雄

腐食環境下における皮膜の遮断効果維持に関する定量的考察を試みた. 定電位電解電流密度の経時変化を測定し, 電流密度の増加を時間の2次関数で回帰することにより, 下地金属の腐食溶解によって皮膜が欠落する速度に比例する量 $v$ を求めた. 圧縮応力が高い皮膜ほど $v$ が大きい傾向が大まかに認められ, 皮膜に存在する圧縮応力は腐食環境下において皮膜の欠落を促進させ, 遮断効果の維持を劣化させる原因となることがわかった.

### アークTi溶射における酸化と窒化反応に関する考察

日本溶射協会 71回全国講演大会 (大阪市) (12.6.26)

○足立振一郎, 藤田直也, 花立有功, 水越朋之  
武村 守

チタンは耐食性や耐熱性に優れていることから, チタンの溶射皮膜は耐食用コーティングなどの用途に対して有効であると考えられる. しかし, 大気中でチタンを溶射するとチタンは活性金属であり反応性が高い

ので、溶射のプロセス中に酸素や窒素と反応して酸化物や窒化物を生成する。そこでアーク溶射によるチタンの反応プロセスを明らかにすることを目的に、X線回折、酸素窒素分析とX線マイクロアナライザーを用いて調べた。その結果、アーク溶射では酸化チタンや窒化チタンなどが生成していることが確認できた。また、皮膜に含まれる酸素や窒素量は溶射距離によりあまり変化しないことも確認できた。これらから、アーク域近傍でのみチタンは酸素や窒素と反応しており、飛行中などはあまり反応していないことなどが明らかとなった。これらの研究成果により、チタン溶射皮膜の改善と、酸化や窒化反応を利用した複合チタン皮膜の開発に有用なデータを収集することができた。

#### HIP反応焼結によるTiAl/TiB<sub>2</sub>複合材料の作製

日本金属学会1999年秋期大会  
(石川県野々市町)(11.11.20)

○垣辻 篤, 宮本大樹, 他

Ti粉末, Al粉末およびB粉末混合圧粉体から、HIP反応焼結によってTiAlマトリックス中にTiB<sub>2</sub>粒子が分散した複合材料を作製した。この作製された複合材料について、反応過程、組織ならびに機械的性質について検討した結果について報告した。

#### TiCコーティング砥粒の研削特性に及ぼす影響

粉体粉末冶金協会平成12年度春季大会  
(京都市)(12.5.16)

垣辻 篤, 宮本大樹, ○他

プラズマCVI装置を用いてTiCコーティングを施したダイヤモンド粉末を作製した。すなわち、粒径20~40 μmのダイヤモンド砥粒表面に、メタンガスと四塩化チタンの原料をパルス的に送り込み、CVD反応を利用して成膜を行った。組織観察の結果、膜厚が50~100nmのTiCがダイヤモンド砥粒を均一かつ連続的に被覆していることがわかった。このダイヤモンド砥粒を用いてホイールを作製し、アルミナーTiCウエハの切断試験を行ったところ、ホイール摩耗量がコーティング処理していない砥粒で作製したものより20%減少した。このことから、ダイヤモンド砥粒へのプラズマCVI装置によるTiC被覆の有効性が確認された。

#### Dislocations in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20wt%ZrO<sub>2</sub>(3Y) Ceramics

JFCC International Workshop on Fine Ceramics 2000  
(名古屋市)(11.3.16)

久米秀樹, 西川義人, 稲村 偉, 垣辻 篤  
宮本大樹, 宮本 敬, ○他

ベアリングボール用に作製したアルミナ-20wt%ジルコニア焼結体の微細組織を高分解能透過型電子顕微鏡で観察した。焼結体中のジルコニア粒子に、正方晶から単斜晶への変態する際に発生する転位の欠陥に起因した微小ひずみの存在が確認された。

#### Interfaces in Alumina-Zirconia Ceramics for Ball-Bearing Applications

International Symposium on Metastable,  
Mechanically Alloyed and Nanocrystallin  
(Dresden, Germany)(11.9.2)

久米秀樹, 西川義人, 稲村 偉, 垣辻 篤,  
宮本大樹, 宮本 敬, ○他

共沈法を利用してアルミナ-5および20wt%ジルコニア焼結体を作製した。この焼結体は、共沈法を利用することにより、ジルコニアが均質に分散するため、抗折強度が1 GPaを越える等の特異な機械的性質を示す。この高強度化発現機構を考察するため、焼結体のアルミナ-ジルコニア界面を高分解能透過型電子顕微鏡(HREM)により観察を行った。その結果、極小領域では、界面での整合性を維持するため、ジルコニアの格子定数の変化、両者の格子面角度の変化等の特異な構造が観察された。

#### セラミックベアリング用ナノ制御材料の研究開発

平成11年度 日本自転車振興会補助事業 先端技術開発  
シンポジウム (大阪市)(11.11.2)

久米秀樹, 宮本大樹, 垣辻 篤, 宮本 敬  
稲村 偉, 西川義人, ○他

共沈法を利用して少量のジルコニア系超微粒子を市販のアルミナ粉末に分散させたアルミナ-ジルコニア系ナノ積層型複合粉末を開発した。この複合粉末においては、マトリックスのアルミナ粉末の周囲にジルコニア系超微粒子が取り囲む様な形態で存在し、適切な条件で成形・常圧焼成を行うことにより、焼成後もアルミナ粒界に一部ジルコニアがコーティングされた状態の組織を維持して緻密化させることができる。このような、マトリックスアルミナ粒界に存在するジルコニアはアルミナ粒子間の粒界結合力の向上に寄与するものと考えられるため、ジルコニア粒子をアルミナ焼結体中に分散させた通常のアルミナ-ジルコニア系焼結体と比較して、少量のジルコニア量でアルミナを高強度化することができる。本材料をセラミックベアリングボールに応用することを目指した。

#### Strengthening of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-5wt%ZrO<sub>2</sub> Composites

### by the Aqueous Precipitation Method

102nd Annual Meeting (St.Louis,USA) (12.5.2)

○久米秀樹, 西川義人, 稲村 偉, 宮本大樹, 他

ジルコニウム, アルミニウム, イットリウムの塩化物水溶液とアルミナ粉末を混合して, アンモニア水により共沈反応させた粉末よりジルコニア分散アルミナ焼結体を作製した結果, 3.5~5wt%のジルコニア添加量で700MPa以上の曲げ強度を有した高強度セラミックスを作製できた. 本研究では, さらにジルコニア添加量を20wt%の場合についても曲げ強度を測定した. これらの機械的性質と微細構造を観察することにより, 焼結体の高強度化機構について考察することを目的とした.

### 共沈法により作製した $Al_2O_3-ZrO_2$ コンポジットの高強度化機構

粉体粉末冶金協会平成12年度春季大会

(京都市) (12.5.16)

○久米秀樹, 西川義人, 稲村 偉, 宮本大樹, 他

共沈法により作製した $Al_2O_3-ZrO_2$ コンポジットの高強度化機構を考察することを目的とした. ジルコニア添加量を3.5wt%と20wt%とした2種類の組成の $Al_2O_3-ZrO_2$ コンポジットを共沈法と比較例としてボールミル混合法により作製した. 製造プロセスの違う両者の焼結体の機械的強度を評価した結果, 共沈法で作製した焼結体の強度が約100MPa程度高いことがわかった. SEMによる組織観察の結果, 共沈法により作製した焼結体中のジルコニアはアルミナ粒界を薄い膜状に存在することがわかった. このジルコニアがアルミナ粒界結合力を向上させることが高強度化の主因であると考えられる.

### 低温焼結高電圧ZnOバリスタの電気特性

第19回電子材料研究討論会 (川崎市) (11.10.28)

○宮本 敬, 宮本大樹, 他

$ZnO+Bi_2O_3+Sb_2O_3$ の系で, 予め $Bi_2O_3+Sb_2O_3$ に熱処理を施しておいてしかる後にZnOに加えて焼結する方法をとると, これらの系は低い温度で焼結することが可能である. この方法を用いて, 低温度焼結で高電圧用ZnOバリスタを作製し電気特性を調べた. その結果, 1) 低温焼結法(850-950°C)でV-I特性の優れたZnOバリスタを得た. 2) 低電流域で非直線抵抗特性が700°Cの熱処理でほとんど劣化しないバリスタ材料が得られた. 3)  $V1mA/mm$ が400以上の材料が得られた. 4) 900°C焼結でV-I特性の優れたアレスタが得られた.

### セラミックベアリング用ナノ制御材料の研究開発

REGTEC 2000 (東京都) (12.3.16)

○稲村 偉

共沈法を利用して少量のジルコニア系超微粒子を市販のアルミナ粉末に分散させたアルミナ-ジルコニア系ナノ積層型複合粉末を開発した. この複合粉末においては, マトリックスのアルミナ粉末の周囲にジルコニア系超微粒子が取り囲む様な形態で存在し, 適切な条件で成形・常圧焼成を行うことにより, 焼成後もアルミナ粒界に一部ジルコニアがコーティングされた状態の組織を維持して緻密化させることができる. このような, マトリックスアルミナ粒界に存在するジルコニアはアルミナ粒子間の粒界結合力の向上に寄与するものと考えられるため, ジルコニア粒子をアルミナ焼結体中に分散させた通常のアルミナ-ジルコニア系焼結体と比較して, 少量のジルコニア量でアルミナを高強度化することができる. 本材料をセラミックベアリングボールに応用することを目指した.

### 共沈法により作製したジルコニア分散アルミナセラミックスの評価

粉体粉末冶金協会 平成11年度秋季大会

(吹田市) (11.11.10)

○西川義人, 久米秀樹, 稲村 偉, 宮本大樹, 他

アルミナの強度向上を目的として, 共沈法によりジルコニアをコートしたアルミナの原料粉末を作製し, 成形体を常圧にて焼成してジルコニアを分散させたアルミナの焼結体を得た. 焼成温度は1550°C, 1575°Cおよび1600°Cとした. また, 一部の焼結体は1450°C, 196 MPaにて1時間HIP処理を行った. かさ密度および曲げ強度を測定して焼結体の評価を行った. HIP処理により, かさ密度は理論密度近くまで上昇した. また曲げ強度に関しても, ジルコニアを20mass%分散させた試料では, 常圧焼成で平均強度が800MPaのものが得られ, さらにHIP処理により1.1GPaまで高強度化することができた. 高強度化の理由を調べるために焼結体の破断面をTEMにより観察した. 数百nm程度の大きさのジルコニアがアルミナマトリックス中に均一に分散していた. このようなジルコニア粒子の存在により, 焼結時のアルミナの結晶成長が抑制され, またアルミナ結晶の粒界結合力が高められている可能性のあることが示唆された.

### Alumina-Cr and -Nb Composites Densified by SPS

第4回SPS研究会 (札幌市) (11.11.25)

○西川義人, 宮本大樹, 他

ミリング処理したNb-50vol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>およびCr-50vol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の粉末を用いて、放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering, 以下SPSという)により1310°Cから1450°Cの温度にて45MPaの圧力を加えながら、保持時間10分にて焼結を行った。また、原料粉末のX線回折を測定し結晶相の同定を行った。焼結体から試験片を切り出し、曲げ強度、密度、ビッカース硬さを測定した。焼結体の破断面をSEMにて観察し、微細組織およびアルミナの結晶粒径を測定した。ミリング時間が長い試料ほど焼結体の微細組織は小さくなり、曲げ強度は大きくなった。曲げ強度が最大となったのは、Nb-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の粉末より作製した焼結体で、825MPaであった。

### Preparation and Evaluation of ZrO<sub>2</sub>-Dispersed and Highly Strengthened Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

第16回日韓国際セラミックスセミナー(岡山市)(11.12.1)

○西川義人, 久米秀樹, 稲村 偉, 宮本大樹, 他

アルミナセラミックスの強度向上を目的として、アルミナ粉末をオキシ塩化ジルコニウム、塩化アルミニウム、塩化イットリウムの混合水溶液中に分散させ、アンモニア水により共沈反応を起こし、乾燥、仮焼によりジルコニアをコートしたアルミナ粉末を作製した。これを出発原料として成形体を作製し常圧にて焼成を行い、ジルコニアを分散させたアルミナの焼結体を得た。ジルコニアの量は20mass%以下とした。一部の焼結体は1450°C、196MPaにて1時間HIP処理を行った。かさ密度および曲げ強度を測定し評価を行った。ジルコニアの割合が大きくなるほど曲げ強度が大きくなる傾向にあった。HIP処理により、かさ密度は理論密度近くの値になり、緻密化できることがわかった。ジルコニアを20mass%分散させた試料では、HIP処理した試料で平均曲げ強度が1.1GPaとなった。TEMにより高強度化の理由を調べた。数百nmの大きさのジルコニア粒子がアルミナマトリックス中に均一に分散していた。このようなジルコニア粒子の存在のために、焼結時にアルミナの結晶成長が抑制されたと考えられる。また、アルミナ結晶の粒界結合力を高めた可能性も考えられる。

### CrOx膜を用いた車輪用リアルタイム摩擦係数測定ひずみセンサの開発

第47回応用物理学会関係連合講演会

(東京都)(12.3.28-31)

○井上幸二, 吉竹正明, 鈴木義彦

車軸中にひずみセンサを埋め込み、タイヤにかかる力を直接計測するため、センサ基板の両面の同じ位置

にひずみセンサを有する素子を開発した。このセンサは温度による変動が少なく、かつ耐環境性も求められるので、ひずみ感知用抗体にCrOx膜を使用した。センサ基板に熱膨張係数の小さな金属インバーを用い、絶縁膜および保護膜としてSiO<sub>2</sub>膜を用いた。プロセスによる膜のはがれや汚れがなく、両面のセンサの位置ずれが3μm以内のものが得られている。

### 反応性対向ターゲットスパッタ法によるPb(Zr,Ti)O<sub>3</sub>薄膜の作製

1999年秋季応用物理学会学術講演会(神戸市)(11.9.4)

○田中恒久, 鈴木義彦, 他

反応性対向ターゲットスパッタ法によるPb(Zr, Ti)O<sub>3</sub>薄膜の作製を行った。ターゲットには、PbおよびZr/Ti合金を用いた。成膜条件は、基板温度350~500度、DCパワー100~600Wである。上記ターゲットにて成膜すると、Pbリッチとなり薄膜にPbO<sub>2</sub>も含まれたので、Pbの比率を抑えるためにPbターゲット上にZr, Tiブロックを追加し成膜した。その結果、(111)配向ペロブスカイト構造のPZT薄膜を作製することができた。また、そのPZT薄膜は強誘電特性を示した。

### 対向ターゲット法による高配向性PZT薄膜の作製

センサ・マイクロマシン準部門 平成11年度総合研究会(東京都)(11.11.11)

田中恒久, 鈴木義彦, ○他

圧電センサ用にPZT薄膜を対向ターゲット法により作製した。低温基板上にPZT結晶配向性の高い薄膜を作製するために(1) Ti seeding基板への成膜(2) 反応性直流スパッタ(3) 成膜した膜の熱処理効果等について調べた。その結果、これら3種類の方法全てにおいて(111)配向性のよい膜が得られた。特に(1)と(2)では従来の成膜に比べ低い基板温度で可能となった。熱処理膜ではさらに強誘電性が良かった。

### 水中用IC一体化超音波センサの作製

平成11年電気関係学会関西支部連合大会

(姫路市)(11.11.13)

○田中恒久, 鈴木義彦, 他

PZT超音波振動子と音響整合層により構成された超音波センサを作製し、この超音波センサとアナログ信号増幅回路を結合したIC一体化超音波センサを作製した。このIC一体化超音波センサの超音波受信特性を評価した結果、既存センサと比較してSN比が20dB以上向上しており、微小な超音波の受信が可能であることがわかった。この結果より、IC一体化超音波センサの特

性は、超音波センサをリングアレイ化して3次元画像を構成するのに最適であることがわかった。そして、実際にリングアレイ超音波センサを作製し、ステンレス球の3次元動画表示を実現した。

#### PZT薄膜のアズーデポとアニール処理におけるリーク電流特性

平成11年電気関係学会関西支部連合大会  
(姫路市) (11.11.13)

田中恒久, 鈴木義彦, ○他

対向ターゲットスパッタ法によるPZT薄膜の作製を行った。アズーデポしたPZT薄膜は、XRDパターンより、ペロブスカイト配向のほかにパイロクロア相や酸化物相、鉛相を示したが、電気特性を測定すると低いリーク電流特性を示した。このPZT薄膜のアニール処理を行ったところリーク電流が増加した。この試料のリーク電流特性は成膜温度とアニール処理温度に強く依存する。

#### 対向ターゲットスパッタリングによる(111)高配向性PZT薄膜の作製

第3回産研国際シンポジウム「ナノエレクトロニクスの最前線：デバイス、マテリアル、コンピューティング」  
(吹田市) (12.3.14)

田中恒久, 鈴木義彦, ○他

対向ターゲットスパッタリング装置によりPZT薄膜を作製した。PZT薄膜において、強誘電特性、圧電特性を得るためには結晶構造としてペロブスカイト構造を有する高配向性薄膜の成膜が必要不可欠である。本研究では、成膜時の基板温度、熱処理プロセス(昇温速度、熱処理温度)を最適化することにより、(111)高配向性PZT薄膜の成膜に成功した。成膜したPZT薄膜の電気特性(P-E特性)を評価したところ、良好な強誘電特性を示した。

#### マイクロ超音波センサの開発に向けたPZT薄膜の多段階プロセスによる厚膜化

2000年春季マイクロメカトロニクス学術講演会  
(東京都) (12.3.17)

田中恒久, 鈴木義彦, ○他

マイクロ超音波薄膜センサの開発に際し、十分な厚さを持ったPZT薄膜が必要となっている。しかし、高配向した良好な強誘電特性を有するPZT薄膜の厚膜化は、熱処理の際にクラックが生じやすいという問題点がある。そこで、多段階プロセスが考えられる。このプロセスはもし、ある層でクラックが生じたとしても、

次の層の堆積をおこなう際に修復されることが期待できる。そこで、本研究では薄膜センサのためのPZT薄膜の厚膜化を行い、良好な特性が得られた。

#### 多層成膜による高配向性PZT薄膜の厚膜化

平成12年春季応用物理学関係連合講演会  
(東京都) (12.3.28)

田中恒久, 鈴木義彦, ○他

共振周波数1から10MHzの超音波センサにPZT薄膜を用いるためには、高配向性PZT薄膜の厚膜化が必要である。また、PZT薄膜の厚膜化によるクラックを防ぐためにスパッタリングプロセスとアニーリングを数回繰り返す多層成膜を行った。膜厚1.2ミクロンの薄膜の2層成膜においては、第一層の膜厚を240nmとした時に一番良い配向性を示した。膜厚6ミクロンの薄膜の成膜においては、2層成膜においてクラックが発生したので、より高次の多層成膜をおこなうことにより、クラックのない薄膜を成膜できた。2層および多層成膜したPZT薄膜の電気的特性をP-Eヒステリシス特性により評価したところ、良好な強誘電特性を示した。

#### 反応性スパッタ法により作製したCr-N薄膜の特性と低温用温度センサへの応用

平成12年春季応用物理学関係連合講演会  
(東京都) (12.3.31)

○吉竹正明, 日下忠興, 笈 芳治, 井上幸二

反応性スパッタ法により作製したCr-N薄膜の低温用温度センサとしての応用について検討した。Cr-N薄膜の作製条件を選択することにより、室温から3.5Kの極低温までの広い温度範囲で1~数十KΩという測定しやすい抵抗値で温度計測を行うことができ、また3.5Kにおいて磁場に対する抵抗の変化率が0.2%以下と小さく、強磁場下でも誤差の少ない温度計測ができることがわかった。この結果、室温から極低温までの温度センサとしての応用が期待できる。

#### 白金担持酸化タングステン薄膜の作製と可視光光触媒活性

1999年秋季応用物理学学会学術講演会 (神戸市) (11.9.3)

○野坂俊紀, 吉竹正明, 岡本昭夫, 小川倉一, 他

光触媒効果を発現させるためにマグネトロンスパッタ法で白金を微量担持した酸化タングステン薄膜を作製した。作製した膜は100ppmのアセトアルデヒドを紫外光照射下で酸化チタン薄膜と同程度の速度で分解した。またこの膜は可視光照射下でもアセトアルデヒドを分解できることが分かった。

**電子ビーム描画による金属配線作製用窒化銅薄膜**

第1回真空・表面科学アジア・オーストラリア会議  
(東京都) (11.9.8)

○野坂俊紀, 吉竹正明, 岡本昭夫, 小川倉一, 他

マグネトロンスパッタ法で作製した窒化銅薄膜は熱分析, 真空中加熱後のX線回折および薄膜から放出されるガス分析の結果から約360度で銅膜に分解することが分かった。この熱分解特性から, 窒化銅薄膜の電子ビーム描画による銅ドットおよび銅細線作製を試みた。その結果, 薄膜上にドットが形成されることが分かった。リソグラフィを行うためにそれぞれの膜の溶解性を検討した。その結果, 窒化銅膜は銅膜に比べ希塩酸溶液中で著しく溶解することが分かった。

**白金担持酸化タングステン薄膜の可視光照射による光触媒作用**

日本化学会 第77秋季年会 化学関係学会連合協議会  
研究発表会合同大会連合討論会 (札幌市) (11.9.26)

野坂俊紀, 小川倉一, ○他

マグネトロンスパッタ法により酸化タングステン薄膜に微量の白金を担持した光触媒膜を作製した。この膜は紫外光照射で100ppmのアセトアルデヒドを酸化チタン膜と同程度に分解するとともに, 可視光でもアセトアルデヒドを分解できることが分かった。

**マグネトロンスパッタ法による光触媒膜の作製**

日本真空協会関西支部研究例会 (寝屋川市) (11.10.22)

○野坂俊紀, 吉竹正明, 小川倉一, 他

DCおよびRFマグネトロンスパッタ法により光触媒活性な酸化チタン膜の作製を検討した。その結果, ブラックライト照射下で100ppmのアセトアルデヒドを1.5時間で分解する酸化チタン膜を作製できた。一方, 可視光照射で光触媒活性な膜を作製するためRFマグネトロンスパッタ法により酸化タングステン膜の作製を検討した。その結果, 作製した膜は可視光照射でアセトアルデヒドを徐々に分解し6時間で15ppmまで分解した。触媒活性を向上させるため白金を膜上に蒸着した。白金膜厚2-3nmを蒸着した酸化タングステン膜は紫外光照射下で酸化チタンと同程度の活性を示し, 可視光照射でも光触媒活性を示すことが分かった。

**高エネルギーイオンビームによる薄膜材料の評価**

電子近畿地方部会 電子技術研究交流会  
(和泉市) (11.12.8)

○岡本昭夫

平成8年度から当研究所に高エネルギーマイクロビー

ム複合分析装置(㈱神戸製鋼所製)が設置されている。本装置は, 高エネルギーのHeまたはHのイオンビームを試料に照射して種々の分析を行う装置で, 入射イオン種と出力信号との組み合わせで, RBS(ラザフォード後方散乱分光: 元素・組成分析, 深さ方向分析), PIXE(粒子線励起X線放出: 高感度元素分析), チャンネリング(結晶性評価), ERDA(弾性反跳粒子検出法: 表面水素含有量)の分析が可能である。ここでは, これまでに本装置を用いて薄膜材料のRBS分析を行った事例を紹介した。

**レーザーアブレーション法によるZnO:X薄膜の作製と誘電特性**

平成11年秋季応用物理学関係連合講演会

(神戸市) (11.9.4)

筧 芳治, 日下忠興, 岡本昭夫, 井上幸二, ○他

LiをドーピングしたZnO薄膜について誘電的特性を調べた。C-Vカーブより, 強誘電性を示すヒステリシスが観察された。しかし, ドーピングしたLi強誘電性発現に関する寄与や可動イオンとしての振る舞いは不明である。今回, C-Vカーブについて挿引速度を変化させたところ, 可動Liイオンの寄与と考えられる容量の増大が見られた。

**Epitaxial Growth of LiNbO<sub>3</sub> Thin Films Using Pulsed Laser Deposition**

First Vacuum and Surface Sciences Conference of Asia and Australia (東京都) (11.9.8)

○筧 芳治, 岡本昭夫, 櫻井芳昭, 西川義人  
小川倉一, 他

レーザーアブレーション法を用いて, サファイヤ基板上にLiNbO<sub>3</sub>薄膜を作製した。種々の製膜パラメータの中で, 特に, レーザの入射エネルギー密度に注目した。その結果, レーザの入射エネルギーは膜中に含まれるLi濃度に影響を与えることが確認された。この理由として, レーザと酸素ガスとの反応によって生成された酸素ラジカルが膜中のLiの再蒸発を抑制することが分かった。

**希薄磁性半導体ZnO:X薄膜の作製と磁気・輸送特性**

平成12年春季応用物理学関係連合講演会

(東京都) (12.3.28)

筧 芳治, 日下忠興, 岡本昭夫, 井上幸二, ○他

ZnOは3価の金属のドーピングによるn型の透明導電膜として非常に有名な材料であったが, 近年励起子を利用した発光素子, 共ドーピング法を利用したp型透明

導電膜の作製など、酸化物を利用したデバイス材料として非常に有望視されている。今回、光ICの構成要素の1つである光アイソレータへの実現に向けて、Mn、Gdなどの磁性元素をドーピングした薄膜をPLD法を用いて作製し、磁気、輸送特性などの基礎的な特性の評価を行った。その結果、Mnについては20at%以上の濃度までドーピングが可能であるが強磁性は出現せず、一方、Gdについては1at%程度までしかドーピングができないものの反強磁性的な振る舞いが観察された。

**Optical Studies and Preparation of Langmuir-Blodgett Films of Quinacridone**  
The Fourth International Symposium on Functional Dyes – Science and Technology of Functional  $\pi$ -Electron Systems –  
(Osaka, Japan) (11.6.2)

○蔵本暢浩, 他

塗料や塗膜に含まれる顔料成分を、複雑な前処理を施すことなく、迅速・簡単に知る分析手法として、ラマン分析法の適用を検討した。その結果、有機顔料または無機顔料を含有する数種のモデル塗膜の表面をラマン測定して得られるスペクトルには、樹脂成分に基づくピークは現れず、ほぼ選択的に顔料成分に由来する振動スペクトルが検出されることから、比較的容易に、かつ非破壊的な塗膜成分分析に応用できることがわかった。この分析法は種々のトラブル解明や新規な塗料開発研究に役立つものと思われる。

**有機顔料薄膜の作製とその蛍光スペクトル**

物質工学連合部会近畿地方部会・化学専門部会研究発表会 (京都市) (11.10.15)

○蔵本暢浩

有機顔料薄膜のフォトニクス材料への展開を図る研究の一環として、キナクリドン色素の蒸着膜およびこの色素の骨格に長鎖アルキル基を導入して両親媒性とした化合物からLB膜を作製した。これらの薄膜の蛍光スペクトルを測定し、前者は分子間での水素結合により会合するが、後者ではこの分子間水素結合が阻害されるため、発光スペクトルや吸収スペクトルに顕著な違いをもたらすことを明らかにした。発光寿命にも会合性の有無に基づく分子間距離が影響を及ぼすことを報告した。

**機能性色素キナクリドンの発光特性**

第10回光物性研究会 (大阪市) (11.10.26)

蔵本暢浩, ○他

キナクリドン類は光電流の機能をもち有機ELデバイスの一成分として注目されている物質である。この物質の希薄溶液における発光効率は非常に高いが、蒸着薄膜でのそれはかなり低下する。本研究では、発光効率の濃度依存性をPMMAポリマー中で調べた。また、発光の時間減衰測定を行い、それらの結果から高濃度では凝集体を形成し易く、分子間距離が短くなるために、励起された電子が基底状態に戻るよりも分子間をすみやかに移動し、電子とホールの再結合確率が減少するため弱くなると考えられることがわかった。

**ラマン分光法を活用する塗膜中顔料成分の直接分析**  
1999年度色材研究発表会 (大阪市) (11.10.25)

○蔵本暢浩

塗料や塗膜に含まれる顔料成分を、複雑な前処理を施すことなく、迅速・簡単に知る分析手法として、ラマン分析法の適用を検討した。その結果、有機顔料または無機顔料を含有する数種のモデル塗膜の表面をラマン測定して得られるスペクトルには、樹脂成分に基づくピークは現れず、ほぼ選択的に顔料成分に由来する振動スペクトルが検出されることから、比較的容易に、かつ非破壊的な塗膜成分分析に応用できることがわかった。この分析法は種々のトラブル解明や新規な塗料開発研究に役立つものと思われる。

**エポキシ樹脂ブレンド系のモルホロジー制御と高性能化**  
日本接着学会 関西ハイブリッド研究会 第5回研究会  
(吹田市) (11.10.15)

○木本正樹

エポキシ樹脂は接着性、耐熱性、耐薬品性、電気絶縁性等に優れ、近年、機械部品、電子、電気部品など広い分野で用いられているが、硬くてもろいという欠点の改善が望まれている。近年、エラストマーや熱可塑性樹脂をブレンドすることで、エポキシ樹脂の靱性の改良が試みられているが、ブレンドの微細構造と力学的特性の関連については、明らかになっていない部分が多い。本講演では、エポキシ系ブレンドの高性能化を図る上で重要な問題である、微細構造と力学的特性の関連およびその制御について、我々の検討した結果を中心に述べた。

**リサイクルに適した機能性薄膜の新規製造法と着色ガラスへの応用に関する研究開発**

先端技術開発シンポジウム (大阪市) (11.11.2)

木本正樹, 櫻井芳昭, ○他

地球環境に調和し、再資源化、省エネルギー化に適

する新材料技術として、ガラス材料表面に機能を付加させる新規薄膜製造法を確立する。この技術手法を着色ガラスに適用して着色ガラスのリサイクル化を促進する先導的技術開発をめざし、また、ガラスの機能化等への応用を計り、ガラス関連業界の着色、機能化に関する新規産業創造を目指すことを目的とする。

#### リガンド修飾導電性高分子膜を利用する匂い・香りセンサ

化学工学会第32回秋季大会（金沢市）(11.9.27)

○櫻井芳昭, 夏川一輝, 他

ガス識別能を有する匂い・香りセンサ応答膜は機能性高分子による修飾が可能であり、半導体ガスセンサと同様の信号処理と一体化が可能である。本研究では、polythiopheneと疎水性空孔を有する calixarene, cyclodextrineなどの重合条件を検討し、polythiophene 応答膜による匂い・香り分子の検出を行った。

#### ゾルゲル用有機顔料の熱分析(2)

1999年度色材協会発表会（大阪市）(11.10.25)

○櫻井芳昭, 夏川一輝, 他

我々は、ガラスビンのリサイクルを目的に、着色ガラスビンに有効に利用するシステムを構築することを目指し、ゾルゲル用有機顔料の熱的安定性を評価している。実際のリサイクルシステムにより近い状態での残存物を検討するために、分子中に金属元素を有するガラス着色ビン製造用ゾルゲル用溶液の熱重量変化を測定し、加熱後残存する灰分について検討した結果は次の通りである。1) 顔料中に含まれる金属元素が酸化されて残存する酸化物はきわめて少ない。2) 加熱後、残存する物は、ゾルゲル試薬に含まれる珪素が酸化され二酸化珪素になったものである。つまり、金属元素が含まれる顔料をゾルゲル用顔料として用いてもガラスリサイクルに与える影響はきわめて小さい。

#### Characterization of Responsive Behaviors of Gas Sensor

The Second COE International Symposium on Atomic Scale Processing and Novel Properties in Nanoscopic Materials (Suita, Japan) (11.12.9)

○櫻井芳昭, 夏川一輝, 他

導電性高分子を用いたガスセンサ応答膜は機能性高分子による修飾が可能であり、半導体ガスセンサと同様の信号処理と一体化が可能である。本研究では polythiophene とその誘導体を電極上に固定化し、温度制御により匂い、香り分子との相互作用を検討した。

この情報を再構築してセンサのパターン化を行った。

#### リサイクルに適した機能性薄膜の新規製造法と着色ガラスへの応用に関する研究開発

工業技術連絡会議資源環境連合部会 近畿地方部会 第11回研究会（奈良県）(12.2.16)

○櫻井芳昭

着色ガラスの新しい製造方法として、機能性着色薄膜の新規製造方法の研究開発、機能性着色薄膜をガラスビンや板ガラスに塗布する装置の開発を行い実用的な着色ガラスビン、板ガラスの製品開発について述べた。機能性着色薄膜の新規製造法と着色ガラスビン、板ガラスへの応用に関する研究開発項目として、①コーティング液の基本組成の開発、②有機・無機ハイブリッド微粒子、有機色素微粒子の制御、③実用スケールでのゾルゲル液の製造管理方法と触媒、安定剤の影響、④着色板ガラス、着色ガラスビンの塗布機器の設計、試作、⑤使用される有機色素の熱分解に関する定性、定量分析について述べた。

#### 修飾polythiophene膜を利用する匂い・香りセンサ

化学工学会第65年会（東京都）(12.3.31)

○櫻井芳昭, 夏川一輝, 他

匂い・香りガスセンサ応答膜として導電性高分子を用いると、半導体ガスセンサと同様の信号処理と一体化が可能である。本研究では polythiophene と polydodecylthiophene を電極上に固定化し、温度制御により異なる匂い、香り分子との相互作用を検討した。この情報を多変量解析の一つである主成分分析を用いて匂い・香りセンサの感応膜の応答性をパターン化した。

#### Pd doped TiO<sub>2</sub> 薄膜の電気的特性に対するアンモニアの影響

第40回 真空に関する連合講演会（東京都）(11.11.11)

○日置亜也子, 夏川一輝, 小川倉一

電子ビーム蒸着法にて作製した Pd doped TiO<sub>2</sub> 薄膜について、200°C から 300°C での抵抗の温度依存性を測定したところ、半導体的性質を示した。この試料の I-V 特性を測定したところ、アンモニア雰囲気中では空気中よりも抵抗値が下がり、200°C から 300°C では温度が低い方が、0V から 5V では電圧が高い方がより感度が高く、アンモニアガスセンサとしての可能性を有することがわかった。

#### サブミクロンサイズのポリアミド酸およびポリイミド微粒子の新規合成法に関する研究

第48回高分子学会年次大会 (京都市) (11.5.28)

○浅尾勝哉, 他

サブミクロンサイズのポリアミド酸およびポリイミドの単分散微粒子の調製方法を検討した。まず、無水テトラカルボン酸とジアミンとをアセトンや酢酸エチルなどの溶媒中で沈殿重合法によってサブミクロンサイズのポリアミド酸微粒子を合成した。つぎに、得られたポリアミド酸微粒子をキシレンやアセトフェノンなどのポリアミド酸およびポリイミドに影響を及ぼさない有機溶媒中に分散し、イミド化温度以上で加熱処理して同サイズのポリイミド微粒子を得た。また、アミド化時の反応条件を調整する事により粒子径を任意にコントロールできることがわかった。

ポリメタクリル酸ラウリルをグラフトしたSISの粘着特性  
第38回日本接着学会年次大会 (吹田市) (12.6.22)

○山元和彦, 坂本義章

熱可塑性エラストマーであるSIS(スチレン-イソプレン-スチレントリブロック共重合体)にポリメタクリル酸ラウリルをグラフトした。ポリメタクリル酸ラウリルの含有量の異なるグラフト物を合成し、剥離接着強さ、J.Dow法によるボールタック、クリープ試験などの粘着特性や動的粘弾性を調べた。

生分解性を有する高分子ゲルの調製

第48回高分子学会年次大会 (京都市) (11.5.27)

○吉岡弥生, 浅尾勝哉, 他

アクリルアミド(AA)と $\epsilon$ -カプロラクトン(CL)を用いて、生分解性高分子ゲルの調製を試みた。アニオン重合の触媒として、水素化カルシウムおよびナトリウムアミドを用いた。また、(AA:CL)の混合比および触媒量も変化させて、調製を行った。FT-IRによる生成物の分析を行った結果より、反応過程においてアニオン重合とともにラジカル重合も起こっているものと考えられる。また、このような結果より、得られる生成物は、反応温度や触媒量に大きく影響をうけるものと考えられる。生分解性の評価として、酵素法(リパーゼ)を用いてTOC値を測定したところ、一定の生分解性を示すことが分かった。

ナイロンモデル化合物の結晶相転移における構造変化

第49回高分子学会年次大会 (京都市) (11.5.29)

○吉岡弥生, 他

温度変化に伴うナイロンの構造と物性の変化について、分子レベルから解明することを目的に、ナイロン10およびナイロン11のモデル化合物を合成し、その挙

動を調べた。ナイロン11の2量体においては、室温でCH<sub>2</sub>横ゆれ振動およびはさみ振動モードが2本に分裂しており、アルキル鎖部分は斜方晶的充填構造をしていると思われる。転移点に近づくにつれてどちらも1本となり、六方晶的充填構造に変化したと思われる。また、X線回折から評価した格子面間隔も、この時点で大きく変化した。しかし、水素結合に関する赤外バンドには大きな変化は認められず、水素結合が保持されている模様である。これらの挙動は、ナイロンのBrill転移とよく似ている。

PC/LCPブレンドフィルムの力学的特性

成形加工シンポジウム'99 (名古屋市) (11.10.13)

○奥村俊彦, 他

液晶ポリマー(LCP)は成形中に伸長力やせん断力を受けて流動方向に容易に配向することが知られている。我々はこれまでにLCPブレンド射出成形品においてLCPの分散状態が成形品の力学的特性に寄与することを明らかにしてきたが、成形法が異なる場合については検討できていなかった。そこで、PC/LCPのブレンドフィルムを作製し、LCP含有量とフィルムの力学的特性およびLCPの分散状態について検討を行った。

切削油腐敗菌溶解酵素生産菌の分離

日本防菌防霉学会第26回年次大会 (豊中市) (11.5.25)

○藤原信明, 増井昭彦, 他

酵素利用による水溶性金属切削加工油の防腐方法の可能性を検討するために、腐敗菌溶解酵素生産菌の分離を試みた。土壌試料約1500から、切削油中で溶菌活性を発現できる酵素の生産菌を10株分離した。H64株の溶菌活性は、DEAE-セルロースの非吸着画分、CM-トヨパール吸着画分に認められたが、酵素生産性は僅かであった。

分離された溶菌酵素生産菌の溶菌活性評価

日本防菌防霉学会第26回年次大会 (豊中市) (11.5.25)

藤原信明, 増井昭彦, ○他

分離した腐敗菌溶解酵素生産菌からの溶菌酵素を用いて、腐敗菌の溶菌活性を評価した。粗酵素液は、アルカリ性L培地で24時間培養し、遠心分離で菌体を除いたものを用いた。溶菌活性は、pH9.5で反応させ、660 nmの吸光度と生菌数の測定で評価した。分離した菌株の内、N7株が高い溶菌活性を持ち、EDTAの添加が必要であった。

分離された切削油腐敗菌由来溶菌酵素の切削油への応用

日本防菌防黴学会第26回年次大会（豊中市）(11.5.25)

藤原信明, 増井昭彦, ○他

分離された溶菌活性を持つ酵素が腐敗菌を分解することが確認された。そこで、金属加工油中で効果を発揮できるかを検討した。金属加工油に対しては、100ppmで効果が認められた。殺菌剤との併用効果を検討したところ、通常200ppm必要である殺菌剤が、50ppmの酵素添加で半分の100ppmの添加で済むことがわかった。

### 環境保全へのバイオテクノロジーの活用

電気鍍金研究会・例会（大阪市）(12.6.28)

○藤原信明

バイオテクノロジーは穏和な反応であることから、環境保全への活用が期待されている。研究所が取り組んだ具体的な研究、例えば生ゴミの微生物処理、写真フィルムリサイクルへの酵素利用、酵素を用いた微生物制御などの紹介を通して、バイオテクノロジー活用の有用性を示した。

### 高じん性炭素繊維強化複合材料の損傷進展抵抗と耐疲労抵抗の向上

日本複合材料学会創立25周年記念第24回複合材料シンポジウム（大阪市）(11.11.19)

○上野谷敏之, 他

すでに開発している高解像化熱弾性解析(TDA)法は複合材料の内部損傷を極めて高いS/Nの画像情報として提供できる。これをじん性レベルの異なる2つの炭素繊維複合材料(CFRP)の疲労に適用し、その初期過程に発生する損傷を定量化し、材料の損傷進展に対する抵抗を評価した。その結果、2種のCFRPについて評価された損傷抵抗の比は両材のS-N線図から得られる疲労に対する抵抗の比とよく一致した。

### 複合材料の損傷状態に関するAE/熱弾性解析ハイブリッド評価

日本材料学会第29回FRPシンポジウム（草津市）(12.3.17)

○上野谷敏之, 他

炭素繊維強化複合材料の構造健全性評価法の開発を目指し、微視的破壊過程の動的検出に優れるAEと損傷の2次元分布評価に優れる熱弾性解析、とりわけ著者らが提案している損傷イメージの高解像化手法である熱弾性損傷解析(TDA)との統合手法を提案し、損傷の定量と同時に損傷のメカニズムの推定が可能であることを示した。

### Quantitative Characterization Approach of Damage Development and Health Level of Carbon Fabric Composites by Using an Enhanced Thermoelastic Technique

SPIE's 14th Annual International Symposium on Aerospace/Defense Sensing, Simulation, and Controls (Florida, USA) (12.4.26)

○上野谷敏之, 他

損傷を非接触で高感度に検出できる熱弾性損傷解析(TDA)を炭素織物複合材料の疲労に適用し、損傷の領域と各部位の損傷レベルを基本パラメータとして材料内部の全損傷を定量的に検討した。その結果、じん性および疲労強度の異なる2つの同種材料の損傷挙動・蓄積および健全度の差を定量的に表現できた。TDAは微視的損傷からなる複合材料損傷をその初期過程から非破壊的・定量的に評価できる有力な手法であることを示した。

### 複合材料の定量的熱弾性損傷解析に及ぼす積層構造の影響

日本材料学会 第49期通常総会・学術講演会（札幌市）(12.5.17)

○上野谷敏之, 他

繊維強化複合材料については熱弾性応力解析法を利用した新しい損傷評価の可能性を報告している。一方、複合材料は金属材料などに比べ、熱弾性的に不均質、顕著な異方性、さらにはメゾ的、巨視的レベルの多相性を示すため、その定量評価にあたりいくつかの基本的な課題がある。本報告では、それらの中、熱弾性計測に及ぼす積層構造の表面温度への影響を、一次構造材としてもよく用いられる炭素繊維織物複合材について検討した。

### レーザーブレーション法によるハイドロキシアパタイト薄膜の力学的評価

日本材料学会 第49期通常総会・学術講演会（札幌市）(12.5.19)

出水 敬, 上野谷敏之, ○他

整形外科分野や歯科分野で利用されているインプラントには耐食性、機械的特性にすぐれたチタンまたはチタン合金が多く用いられている。しかし、これらの材料の生体親和性は十分でなく、長時間の使用に対しては生体組織からの剥離という問題がある。そこで現在、チタン合金上に生体親和性の高いハイドロキシアパタイトをコーティングする方法がとられている。コーティングには主にプラズマ溶射法が用いられるが、こ

の方法で作製された膜は、基板との界面で剥離やクラックが生じやすい。この問題を解決するために、アパタイトに対するその他のコーティング法が盛んに研究されている。本研究では、レーザアブレーション法を用いて、成膜条件および膜の力学的特性について検討した。力学的特性については、スクラッチ試験、引っ張り試験機による引き剥がし試験を行った。とりあえず今回は、レーザアブレーション法により成膜が可能なことと力学的評価が可能なことについて報告した。

#### 湾曲部のX線応力測定 一円柱形状の場合一

日本材料学会第48期学術講演会（福岡市）(11.5.8)

○小栗泰造, 村田一夫, 他

$\sin^2 \psi$ 法による標準的なX線応力測定法では、測定原理から平坦な測定表面が望まれているが、実際には湾曲部にもこの方法を適用している。しかし、曲率半径の小さい湾曲部の応力測定を行う場合には、X線照射領域の大きさによって応力値に誤差を生じることが予想される。そこで本研究では、まず、凸状湾曲面となる円柱形状を取り上げ、実験から求めた円柱表面残留応力と、円柱内微小領域の回折曲線の重ね合わせから求め得る解析的応力値を比較することにより、X線照射領域の大きさが応力値に及ぼす影響を明らかにした。

#### 段ボールの強度劣化について

第37回全日本包装技術研究大会（神戸市）(11.11.26)

○高田利夫, 寺岸義春

段ボールの強度劣化は、主に湿度上昇に伴う段ボールの水分増加と積載荷重によるクリープによって引き起こされる。その内のクリープ特性を把握するには、静荷重と保持時間の関係を調べるクリープ試験を行わなければならないが、試験に時間がかかることとデータにばらつきを生じやすいためあまり行われていない。そこで、比較的短期間にできてデータのばらつきの少ない圧縮試験でクリープ試験を置き換える可能性について検討した。

#### 包装設計のための製品衝撃強さ試験方法に関する提言

第37回全日本包装技術研究大会（神戸市）(11.11.26)

○中嶋隆勝, 寺岸義春, 他

輸送が終わると廃棄物となる包装材料の使用量を削減し、包装コストを低減するためには製品の衝撃強さを正確に把握しておく必要があるが、JIS Z0119は1自由度のばね-質量系を製品モデルとして考えられた試験方法である。本研究では、段積みされた製品の衝撃強さを理論解析、数値解析、実験により調べ、本試験

方法の問題点を明らかにし、試験方法の改良方法について検討した。

#### Test Methods for Mechanical-Shock Fragility of Products

20th IAPRI Symposium (California, USA) (12.6.14)

○中嶋隆勝, 寺岸義春, 他

製品の衝撃強さを評価する試験方法には、JIS Z0119やASTM D3332がある。これらの試験方法は、1自由度のばね-質量系を製品の衝撃応答モデルとして考えられた試験方法であり、このモデルに当てはまらない製品を正しく評価できる保証はない。著者らは、これまでの研究で、数種類の製品モデルに対する衝撃応答を数値解析することによって、現在の試験方法における問題点を見つけだした。本研究では、実際の製品および製品の段積み状態を表した実験モデルに対する衝撃実験を行うことによって、これらの問題点が数値解析上だけでなく、現実に発生する可能性があることを明らかにした。

#### 製品衝撃強さ試験法の実験的検討

日本包装学会 第9回年次大会（東京都）(12.6.29)

○中嶋隆勝, 寺岸義春, 他

JIS Z0119およびASTM D3332において製品の衝撃強さを評価する試験方法が規定されている。これまで行ってきた、数種類の製品衝撃応答モデルに対する理論解析および数値解析の結果、本試験方法では、製品の衝撃強さを誤評価してしまう現象が発生する可能性があることがわかった。本研究は、これらの現象が、数値解析だけでなく、実験でも発生することを確認したものである。

#### スライムフリー硫酸銅めっきシステムの提案

電気鍍金研究会 6月例会（大阪市）(12.6.28)

○横井昌幸, 森河 務, 中出卓男, 佐藤幸弘

酸性硫酸銅溶液中における一価銅イオンの生成挙動および酸化挙動を回転円盤電極を用いて電気化学的手法により調べた。一価銅イオン濃度はPt電極の浸漬電位と関連づけられ、一価銅イオンは酸素により短時間で酸化除去された。めっき槽内にカチオン交換膜でめっき液から隔てた陽極室を設け、この中に銅陽極と不溶性陽極を併設して一価銅イオンを酸化除去するに十分な酸素を不溶性陽極で発生させるシステムで銅めっきを行うと、アノードスライムの生成を抑制して長時間銅めっきできることが分かった。

### めっき皮膜のクラック発生とAE法によるその場測定 第12回AE総合コンファレンス (東京都) (11.11.18)

○森河 務, 他

めっき皮膜のマイクロクラックは, 耐食性, 耐摩耗性などに影響を及ぼすため, その検出ならびに発生状況などの評価法の確立が望まれている. ここでは, めっき時におけるAE信号のその場測定を行い, めっき皮膜のクラック検出とその発生状況の評価を試みた. その結果, AE信号を測定することによって, めっき時におけるクラックの検出が可能であるほか, その発生状況に関する情報が得られることが明らかになった.

### 電気Ni-W合金めっき浴の長寿命化

表面技術協会創立50周年記念 第2回研究発表会  
(大阪市) (11.12.2)

○森河 務, 中出卓男, 佐藤幸弘, 横井昌幸, 他

Ni-W合金めっき皮膜は, 硬く, 耐摩耗性に優れているため工業分野における代替クロムめっきとして期待されている. このめっき液には, タングステン酸とニッケルイオンを安定化させるために有機錯化剤が添加されている. タングステン系合金めっきでは, 一般に不溶性陽極が用いられ, この電極上での有機錯化剤の酸化分解反応が問題となっている. 前報告では, 犠牲陽極分解剤をめっき液に添加することによって, クエン酸の分解反応が抑制できることを報告した. ここでは, 可溶性金属陽極と不溶性陽極を併用しためっき方法について, その効果について報告する. 1) 金属W電極, S-Ni電極を用いると, めっき液に塩化物を添加しなくとも, ほぼ100%の溶解効率で, アノードを溶解させることができる. 2) 可溶性金属陽極と不溶性陽極を併用し, ギ酸をめっき液に添加することによって, 電流効率60%, W含有量40-35wt%のめっき皮膜が連続的に得られた. 3) 本法を用いると, 従来の不溶性陽極のみのめっき法に較べ5倍以上に, めっき浴寿命を伸ばすと期待できる.

### 電気Ni-W合金めっき浴のクローズド化の試み

表面技術協会第101回講演大会 (野田市) (12.3.23)

○森河 務, 中出卓男, 佐藤幸弘, 横井昌幸, 他

Ni-W合金めっきは, 硬く, 耐摩耗性に優れているため工業分野における代替クロムめっきとして期待されている. めっき浴には, タングステン酸塩とニッケルイオンを安定化するため有機錯化剤が添加される. この合金めっきでは, 不溶性陽極が用いられており, めっき時には有機錯化剤の分解が起こる. この分解反応が進行すると, めっき液中での金属塩の沈殿生成, 不溶

性重合物の浮遊, 異臭発生ならびにめっき皮膜の応力増加, 割れなどが発生する. また, 連続めっきでは金属成分を薬品で補給するため無関係塩の蓄積も起こる. このためNi-W合金めっき液は, 定期的に廃浴として処理されている. したがって, Ni-W合金めっきの連続めっきにおいては, 有機錯化剤の酸化反応の抑制方法と金属成分の連続的なめっき液への補給方法の確立が求められている. ここでは, 可溶性金属陽極を用いためっき液への金属成分の補給法, ならびにカチオン交換膜の導入によるNi-W合金めっきのクローズド化の検討結果を報告した.

### 3価クロムめっき浴からのCr-P-C合金めっき皮膜の耐摩耗性

表面技術協会創立50周年記念第2回研究発表会  
(大阪市) (11.12.2)

○中出卓男, 森河 務, 佐藤幸弘, 横井昌幸

耐摩耗性, 耐食性が要求される機械部品, 金型などへの工業用めっきとして硬質クロムめっきが使われている. しかし, 硬質クロムめっき浴の主成分は6価クロムイオンであり, その毒性が環境問題としてクローズアップされている. 特に, 欧米では6価クロムの大気への排出規制などが検討されており, 早急なクロムめっき代替技術の開発が求められている. これまで, カチオン交換膜で不溶性陽極をめっき液から隔てた電解セルを用いて, 塩化クロム, グリシン, 次亜リン酸ナトリウムからなる3価クロムめっき浴からCr-P-C合金めっきが可能であること, その構造は非晶質であり熱処理を行うと皮膜硬さは増大し, 800°Cでの熱処理で軟化することなく硬さ1500HVを維持すること, 皮膜は, 塩酸, フッ酸, 王水に対して従来のCrめっき皮膜よりも優れた耐食性を有することを明らかにした. 本研究では, 3価クロムめっき浴から得られたCr-P-C合金めっき, および従来法によるCrめっき皮膜の熱処理温度による摩擦・摩耗特性の変化について検討した.

### NO<sub>2</sub>のTiO<sub>2</sub>光触媒上における吸着・除去反応

第13回日本吸着学会研究発表会 (堺市) (11.10.28)

○森 正博

TiO<sub>2</sub>光触媒による5ppm程度のNO(空気バランス)の除去・無害化において, UV光照射時にNO<sub>2</sub>の生成することが経験された. そこで, NO<sub>2</sub>(空気バランス)のTiO<sub>2</sub>光触媒における吸着・除去反応の挙動を定電位電解式のNOセンサ, NO<sub>2</sub>センサを組み込んだ装置で調べた. その結果, NO<sub>2</sub>除去率がNO除去率よりも低いので, NO<sub>2</sub>→N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>なる反応が生起しにくいことを示唆している

ことがわかった。エチルシリケート加水分解液を粘結剤とするTiO<sub>2</sub>光触媒は、標準ガスへの混合空気を加湿すると、UV光照射前の吸着過程でNOが生成するなど特異な挙動を示すことがわかった。NO<sub>2</sub>生成の問題はNO<sub>2</sub>吸着材料としてシリカゲルを使用することによって適切に抑制された。

### キャピラリー電気泳動法によるpolyoxotungstate錯体の同定

日本分析化学会第60回分析化学討論会  
(弘前市) (11.5.15)

○中島陽一, 他

キャピラリー電気泳動法の新奇な応用として、水および水-有機混合溶媒中のpolyoxotungstate錯体の同定を試みた。水溶液中では、既存の測定法において観測が困難であった反応中間体からの変換挙動を容易に明らかにすることができた。水-有機混合溶媒中では新規の錯体種を発見することができた。このような結果は平衡反応解析におけるキャピラリー電気泳動法の有用性を示している。

### 化学発光分析法の高分子表面分析への応用

#### ルミノール発光試薬による表面過酸化物の検出

日本分析化学会第48年会 (神戸市) (11.9.10)

○中島陽一, 田原 充, 森田 均, 野澤繁夫  
佐藤幸弘

プラズマ処理効果の評価法の一つとして、ルミノール試薬を用いた化学発光法によるポリエチレン表面の過酸化物検出を試みた。本方法は表面過酸化物の迅速定量に有効であり、プラズマ処理効果のみならず、高分子の劣化等の指標としても用いることが可能であった。

#### ヘテロポリオキソメタレート錯体生成反応のCEへの応用

第19回キャピラリー電気泳動シンポジウム

(東京都) (11.12.8)

○中島陽一, 他

モリブデン酸もしくはタングステン酸イオンとヘテロ原子との縮重合反応によって生成するヘテロポリオキソメタレート錯体をCE分析に応用した。モリブデン酸を反応試薬とした場合、Al(III), Ga(III), Cr(III), Ge(IV), I(VII)などを分析することが可能であった。また、タングステン酸を用いるとNi(II), Zn(II)が分析可能となった。さらに、この錯形成反応を酸化状態分析に応用した例も述べた。

### GHD補強粘性土急勾配高盛土の長期安定性

土木学会第54回年次学術講演会 (東広島市) (11.9.24)

○赤井智幸, 松本 哲, 他

GHD材で補強した粘性土急勾配高盛土の実大規模実験から3年を経過した。この期間の盛土変形は動きが少なく、安定した状態が続いている。降雨に対しても降雨時にサクションが急激に減少するが、降雨が止むとすぐに回復しており、安定した状態が続いている。しかし、降雨時の安定性評価は定性的な段階にとどまっている。そこで、積極的に注水することによってGHD材の排水特性を確認し、定量的評価を行う基礎データ収集のための現地実験を行った。本論文では、その結果について報告した。

### GHD材補強粘性土急勾配高盛土の水分特性

第14回ジオシンセティックスシンポジウム

(大阪市) (11.12.3)

○赤井智幸, 松本 哲, 他

GHD材で補強した実大規模の粘性土急勾配高盛土は、長期的な現場計測の結果から安定した状態にあることを確認している。しかし、盛土内に水平敷設したGHD材を介して斜面から水が浸透すると、盛土内部の水分特性が変化し、粘土の軟弱化につながる懸念もある。そこで本報告では、主として、その確認のために行った盛土内への注水実験の結果ならびに、注水時の水位低下曲線の解析から得られたGHD材の排水能について報告した。

### 各種床材のホルムアルデヒド、VOCに対する吸着性能に関する検討

資源環境連合部会近畿地方部会 第11回研究会

(奈良市) (12.2.16)

○小河 宏

近年、住居の高気密化にともない揮発性有機化合物(VOC)による健康被害が指摘されている。今回、代表的VOCとしてホルムアルデヒド、トルエン、キシレンを選択し、カーペット、木質系などの床材のVOCに対する吸着性能を比較した。結果、ウールおよびナイロンカーペットのホルムアルデヒド吸着性能が高かった。

### 最近の繊維事故事例とその解析

工業技術連絡会議物質工学連合部会 繊維部会 近畿地方部会化学担当者会議 (和泉市) (11.10.15)

○浅沢英夫

最近の繊維関係の事故事例について発表。繊維製品に抗菌加工を施したことによる変色などの事故についてその症状と原因解析の手法について解説。また酸化

窒素ガスによる変色原因が加工薬剤が変化したことによるものがある。たとえば、従来は強カチオン系の柔軟剤を使用していたが、皮膚障害を起こすことから弱カチオン系柔軟剤を使用するようになった。強カチオン系では酸化窒素ガスを強固に保持するために、黄変を起こしにくかった。しかし弱カチオン系では酸化窒素ガスの保持力が弱いために、黄変し易くなったなどが最近の事例である。このように最近の加工状況の変化からその事故などについて発表する。

高圧DSCによる湿潤処理羊毛の構造評価と損傷度の関係  
平成12年度繊維学会年次大会（宇治市）(12.6.8)

浅沢英夫, ○他

染色加工処理以前は十分な柔軟性と風合いを持つカシミアや羊毛などが加工を経るに従いその風合いが減少していく。その減退をできるだけ減らすよう今まで多くの加工面での努力がなされているが、なぜ風合いが減少するかについての構造的な究明が十分になされていなかった。ORT研修から得られた知見を基にして、湿潤処理により羊毛の繊維組織がどのような損傷を受けていくかを、結晶領域の構造変化を調べる高圧DSCのデータと羊毛の機械的強度と関連させて検討した結果を発表した。水のみでの処理では機械的強度変化は見られないが、酸・助剤・染料を入れ処理では変化が見られた。また、機械的強度と熱分析データの相関が見られなかった。羊毛中の構造変化と関係するアルファ結晶融解熱の変化は見られるが、それが力学的特性には関係がないようである。

高齢者向けタオルの調査試作結果

第1回産技総研福祉懇談会（和泉市）(12.2.15)

○赤坂長吉

試作開発した「大判介護用バスタオル」、「ミュール系介護用バスタオル」、「防縮羊毛バスタオル」および「幼児用パジャマセット」について解説を行った。

フィチン酸金属錯体の光触媒反応

第47回皮革研究発表会（東京都）(12.5.19)

○佐藤恭司, 岩崎和弥

米糠の成分であるフィチン酸に銀、コバルトや銅などの金属を配位させて金属錯体を調製した。これらの錯体を水に分散させ光を照射したところヒドロキシラジカルの生成をESR装置による測定で確認した。特に銀錯体でヒドロキシラジカルの顕著なスペクトルを観測した。さらに染料水溶液中にフィチン酸金属錯体を加えて紫外線を照射し、染料分子の分解に伴う吸光度

の変化から光触媒反応を評価した。その結果、フィチン酸銀錯体の染料を分解する効果をもっとも高く、過酸化水素水を添加するとさらに反応が促進された。

固体吸収スペクトル計算

International Workshop on Molecular Design of Photonic Materials (Takarazuka, Japan) (11.12.9)

○汐崎久芳, 櫻井芳昭, 木本正樹, 他

有機ELや有機非線形光学材料等の有機フォトニクス材料では、分子1個としての性質も重要であるが、それにもまして、固体状態における特性が重要となってくる。ここでは溶液状態と固体状態で、その吸収スペクトルが大きく変化する色素について、吸収スペクトル変化を分子軌道計算を用いて解析した。これまで知られている分子軌道計算プログラムでは、この大きな吸収スペクトル変化を説明できなかったため、新たに長距離相互作用を考慮できるプログラムを開発し、このプログラムを用いてこのスペクトル変化を説明した。

MO calculations of dyes for the solid state absorption spectra

5th Int. Conf. on Organic Nonlinear Optics (ICONO'5) (Davos, Switzerland) (12.3.15)

○汐崎久芳, 櫻井芳昭, 木本正樹, 他

2,6-ジブチルアミノジヒドロキシナフトキノンの溶液状態から固体状態へのスペクトル変化について検討した。この色素は、小さいπ電子共役系であるにも関わらず、3次非線形光学材料として高い活性を示すと同時に、溶液から固体へ約100nmもの長波長シフトを示す。我々はこの溶液から固体への長波長シフトが3次非線形光学活性と相関があると考え、分子軌道計算からそのシフトを説明することを試みた。非経験的分子軌道計算から、大きな長波長シフトには分子間のπ-π相互作用が効いていることが示唆された。非経験的分子軌道計算では大きな分子には対応できないため、半経験的分子軌道計算法であるCNDO/Sを用いて計算したところ、そのシフトを再現できなかった。そこで、長距離相互作用を正しく評価できるように、CNDO/Sプログラムの共鳴積分部分を修正し、良好な結果が得られた。

Density Functional Study for the Discoloration Reaction of Titanylporphyrin and Silyl Radical  
The Fourth International Symposium on Functional Dyes - Science and Technology of

Functional  $\pi$ -Electron Systems-

(Osaka, Japan) (11.6.1)

○汐崎久芳, 櫻井芳昭, 他

チタニル-5, 10, 15, 20-テトラフェニルポルフィリンはフェニルメチルポリシラン存在下のトルエン溶液中で紫外光照射により消色する事が認められた。しかし無金属あるいは銅誘導体では消色は認められなかった。この反応性の差を非経験的分子軌道計算の一種である密度汎関数法から得られる電気陰性度を用いて説明した。得られた計算結果は、実験結果と良く一致しており、反応系の中で、チタニルポルフィリンが電子受容体、シリルラジカルが電子供与体として働く事を示唆した。ポルフィリンの1電子酸化あるいは1電子還元はそれぞれ相当する $\pi$ カチオンあるいは $\pi$ アニオンを生成することも示唆された。

## フェノール系合成鞣剤/無機鞣剤複合鞣しによる耐熱性の向上

第47回皮革研究発表会 (東京都) (12.5.19)

○奥村 章

試作および市販非クロム革の耐熱性の実態を調べた結果、90℃以上の革は27点中1点しかなかった。フェノール系合成鞣剤による前鞣および再鞣処理はアルミニウム、クロム、ジルコニウム、鉄の無機鞣剤鞣し革の耐熱性を高めた。

## 靴による足のトラブルについての調査

第13回日本靴医学会研究発表会 (東京都) (10.6.17)

稲次俊敬, ○他

近年、足と靴の諸問題が靴医学会で取り上げられているにも関わらず、靴による足のトラブルは年々増加傾向にある。これらのトラブルの発生頻度、種類、対処の方法、結果等を明らかにする目的で、京阪神地区在住の女性を対象に質問紙法によるアンケート調査を行った。その結果、足のトラブルは81%の女性が経験し、そのほとんどが応急処置的に自分で対処し、根本治療を避ける傾向が認められた。また、足を痛めない靴造り、靴選びが求められていた。

## 非クロム製靴の人体帯電性およびその甲革の帯電性

第47回皮革研究発表会 (東京都) (12.5.19)

○稲次俊敬, 中村 蔚, 木村裕和

革は本来非電導性物質であるが、革の塗装における合成樹脂塗料の使用頻度の増大につれて、革および革製品の帯電性は人体への影響や作業環境の安全性の観点から問題となっている。そこで、クロムおよび非ク

ロム革から製造した靴の使用前後(30万歩歩行)の靴について歩行人体帯電性を測定し、靴甲材料の相違が人体帯電性に及ぼす影響を調べた。また、クロム、非クロムなめし革自体の静電的性質についても、表面電気抵抗測定、半減期および摩擦帯電電荷量測定から検討を行った。

## 平成11年度産技研研究発表会 (H11.11.9-10)

(口頭発表およびポスター発表)

## 高速切削による加工事例 -こんなものまで削れます-

○大山 博, 北口嘉亮, 藤原久一

研究所に設置されている2台の高速加工機で、小径工具による微小切り込み、高速回転、高速送りでおこなった切削加工の加工事例を紹介した。チタン合金の高速切削、HRC40のプリハードン鋼の高速切削、HRC60の高硬度鋼の高速切削、スポンジの高速切削などについて加工条件を示した。

## 放電加工によるチタン合金の着色仕上げ -着色面の性能評価-

○南 久, 増井清徳, 萩野秀樹, 塚原秀和

水中での放電加工で仕上げられた着色面の性能を評価するために耐食、耐候、耐摩耗性試験を行った。その結果、放電加工による着色仕上げでは、チタン元来の優れた耐食性が損なわれず、紫外線に対する光劣化も非常に少ないことが分かった。また、放電による表面硬化で耐摩耗性の向上効果も認められた。

## 炭酸ガスレーザによるNi粉末を用いたチタンの表面改質

○萩野秀樹, 野口修一, 増井清徳

チタンは比強度と耐食性に優れた金属であるが、耐摩耗性に劣っており、摺動機械部品等には適用できないという問題がある。本研究ではチタン表面に炭酸ガスレーザ光を照射し、同時にNi粉末を供給してチタンの表面合金化を試みた。その結果、厚さ0.3~0.8mmの母材よりも硬いTi-Ni合金層が得られた。また摩耗試験により、得られた合金層は母材よりも耐摩耗性に優れていることを確認した。

## 三次元非球面レンズ金型への超精密機械加工技術の適用

○村田一夫, 山口勝己, 足立和俊, 本田素郎

当所の国内最高レベルのCNC超精密加工機(豊田工機(株)AHN60-3D)で得られる非球面形状や3次元自由曲面形状の加工精度および加工上の技術的諸問題を明らか

にすることを目的に、レーザビームプリンタ(LBP)用レンズ金型を想定した3次元自由曲面加工法による超精密切削・研削基礎実験を行った。実験結果をもとに、市販の超精密加工機でのLBP用レンズ金型加工への可能性と、そこに存在するいくつかの問題点を指摘した。

#### 金属粉末ラピッドプロトタイプング成形品の諸特性

○木下俊行, 宮田良雄, 白川信彦,  
松室光昭, 武村 守, 鬼橋保祐

金属粉末ラピッドプロトタイプング(RP)装置によって作製した成形品の焼結や溶浸による高強度化を行い、機械的性質を測定した。この結果、焼結や溶浸により強度が向上できることを明らかにした。また、成形品をアルミ合金(AC4C)の鋳造用金型へ適用する実験も実施し、鋳造品の諸特性を測定した。金型(RP成型品)に塗型を施さなくても鋳造品の表面性状や機械的性質が良好であることを確認した。

#### 展開ブランクのプレス加工による深い容器の成形

○白川信彦

展開ブランクのプレス成形は、絞り成分を減少させるためにフランジの一部を切り取っているため、一工程で非常に深い容器を成形することができる。このプロセスを軟鋼板、ステンレス鋼板、亜鉛メッキ鋼板、アルミニウム板等に適用し、特に変形抵抗が高くスプリングバックも大きい材料の場合に起こりやすい、形状不良等の問題点を明らかにした。また、展開ブランクの形状を変化させ、成形荷重や製品形状に及ぼす影響を調べた。

#### 有機酸環境中での鉄系合金の耐食性改善 ー球状黒鉛鑄鉄の腐食特性に及ぼす水溶液温度の影響ー

○武村 守, 橘堂 忠, 佐藤幸弘

25℃の有機酸水溶液中での球状黒鉛鑄鉄の耐食性はSn, Cu, Ni, Moの添加によって改善することができることを以前に発表した。今回は有機酸水溶液の温度を変化させてこれらの元素による耐食特性の変化を調査した。その結果、Cu, Ni, Moなどは温度の影響を非常に受けやすく、低温では耐食性が向上するが、温度が上昇すると著しく耐食性が劣化した。一方、Snは実験範囲内で良好な耐食特性を維持していた。

#### 紳士服の仕立て後の欠点と生地特性

○澤田高弘, 馬淵伸明, 増田敏男

昨年度まで、紳士服表素材の風合い特性や寸法変化特性を測定するとともに素材情報(構成要素等)を収集

してきた。これらの特性値・素材情報から風合いの良し悪しや仕立て映えの予測等を行ってきたわけであるが、さらに縫製工場での最終仕上がり品の評価(不良の具合:ピリ, ぶくつき, そっくり返りがあるのかないのか)を現場で記入してもらうことによって、当所での生地データ収集の際(既に製品のできた段階)に仕上がり不良の程度を把握することができるようにした。このような仕上がり不良の情報を多数収集すること(データベース化)によって、その不良原因が今までの力学特性値や寸法変化特性値情報の集積から推し量ることができるようになれば、その生地を縫製する際に、生地特性に合わせた縫製の指図(たて・よこ方向のイセ量・配分等)が可能になると考えられる。ミシン縫製は手作業であるから、縫いの段階でその生地の縫製指図があたえられれば、仕上がり品の出来具合が違ってくる。現在のところは随時のデータ収集と「仕立て評価のデータベース化」の段階である。

#### 大気圧プラズマによる高分子の接着性に及ぼす影響

○田原 充

大気圧プラズマ処理は高分子表面にナノメートルレベルの凹凸を生じさせ、また、化学的にも表面の組成が変化することで濡れ性を大きく改善する。しかし、高分子表面に生成したラジカルの量が高分子フィルムの接着性向上に大きな関係があることが分かった。また、大気圧プラズマ処理は低温プラズマ処理と同様の機構で接着性を向上させることが推測される。

#### 西洋茜(アリザリン)による綿染め ーカチオン化剤による濃染効果の利用ー

○野澤繁夫

玉葱外皮による取り組みに加え、西洋茜を天然色料とするテストを暫時試みた。即ち、主にセルロース系繊維の改質に利用されるカチオン化剤前処理を適用して、媒染型天然染料である西洋茜(粗粉)による木綿染めの濃染化を図り、その被染物の色彩性と染色堅牢度を、カチオン化未処理との比較として、検討した。媒染には、一般的な金属塩媒染剤を用いた。

#### 環境負荷軽減に向けた農業用繊維加工技術の開発

##### ーナメクジ忌避資材の開発ー

○近藤 敬, 大家治男, 亀田良兼, 浅尾勝哉  
吉岡弥生, 他

平成10年度はキトサンと酸とが反応してできた塩がナメクジに対して優れた忌避効果を有することが分かった。今年度は酸として天然物に由来するオキシ酸を用

いるとともにキトサンと銅との複合体も検討した。また、陽光散水処理により効果がどれだけ持続できるかも検討した。その結果、キトサン塩を含む複合粒子または銅結合キトサン粉末を塗布したフィルム、キトサン塩を含有するフィルムは陽光散水処理後の忌避効果の低下が少なかった。

### 羊毛繊維の劣化を考える

○菅井実夫, 他

繊維産業の今後の動きを表す一つのキーワードに“生分解”がある。われわれがこれまで研究対象としてきた天然繊維(綿, 麻, 羊毛)は、生分解性をもつ高分子の代表である。ところが、実際にどう生分解が進行しているかについての詳しい報告は少ない。今回、羊毛繊維の生分解挙動について形態変化(繊維の外観ならびに内部組織の形態変化)と高圧示差熱量計による熱分析結果の関係から検討した。またFTIR分析, アミノ酸分析なども実施し、それらを併せ、生分解を受けた羊毛繊維内部の構造変化に対する一考察を試みた。微生物分解による羊毛の繊維形態変化(表面から観察できる損傷程度)と内部構造体であるコルテックス細胞の形態変化とが密接にリンクしている事実が分かった。

### 新しい物理加工機による風合い改質

○菅井実夫, 他

衣料素材等の“風合い”を改質する方法として「アルカリあるいは酵素(綿セルロース系が中心)による減量加工」「起毛, もみたたきなどによる物理加工」「柔軟剤処理」などの方法がある。今回、特殊形状を持つ針の作用による新規の物理加工に着目し、その風合い改質効果について検討を行った。実験に用いた繊維素材は、生分解性があり、これからの繊維として注目されている“ポリ乳酸ポリエステル”によるスパンボンド不織布(以下、ポリ乳酸不織布)を用いた。製品用途としては包装材、衛生製品などでの展開が予想される素材である。しかし、ポリ乳酸不織布は通常のポリエステルスパンボンドに比べ剛直性が高く、用途によっては柔軟加工を必要とするものが多いと考えられる。ところが、ポリ乳酸ポリエステルはアルカリによる加水分解性が高く、従来のポリエステルで行われるアルカリ減量加工が適応できない。そのため、プロテアーゼによる酵素減量加工が試みられているが、まだ実用化には至っていない。このような、従来技術による加工が困難な新素材が開発される可能性は、今後ますます高くなるものと思われ、新しい物理加工法による風合い改質の効果について検討し、容易に柔軟化ができることを見いだした。

### ポリ乳酸繊維の染色性と染色堅ろう度

○高塚 正, 近藤 敬, 菅井実夫

生分解性合成繊維であるポリ乳酸繊維を衣料素材として展開するには染色性に難点があると言われてきた。今回、試験した3原色分散染料は染色助剤を使わない常圧染色機でも中濃色に染色可能で染色性がよく、耐光4級以上、石鹼洗濯、汗、ホットプレッシング5級と染色堅ろう度もよかった。しかし、ノニオン界面活性剤配合のソーピング・還元洗浄・ドライクリーニングの染色堅ろう度は1級または1-2級とよくなかった。

### 基幹系情報の共有と活用のための管理ネットワーク

○吉野正紀

オフコンによる業務処理のためのコンピュータシステムは企業の財務情報管理を効率化することに成功したが、パソコンを使える社員が増え、エンドユーザコンピューティングが浸透してくると新たに社内情報を共有化するための情報ネットワーク構築手法と適切な情報管理技術が必要になる。ここでは受注・出荷のような基幹系情報のタイムリーな発信を促しながら、その情報を全社的に活用するための環境構築について述べた。

### ニット加工業における資金管理に結びついた生産情報の活用

○竹田裕紀, 中辻秀和, 君田隆男

最近, ERP(エンタープライズ・リソース・プランニング)などに代表されるように生産管理や財務管理を含めた統合的な管理システムが注目されている。生産管理システムが稼働すると物やお金の動きに関する情報が取り扱われ、財務管理に関連した様々な情報も同時に発生する。これらの情報は資金管理などに利用することで経営の効率化を図ることができる。資金管理は、経営者にとって大まかな資金の収支を把握し、資金の枯渇を防いだり借入金の検討を行う上で必要となる。また、財務担当者にとっては日々の具体的な支払い状況や入出金情報の把握を行うために欠かせない。本システムは財務情報だけで資金管理を行うのではなく、受注、納品情報等の生産管理情報を用い、未確定ではあるが将来にわたる広範囲な情報も同時に利用して具体的に詳細な資金管理を行うことができるように開発したシステムである。

### 同軸放電方式を用いたパルス炭酸ガスレーザーの試作

○永田伍雄

・印刷原版へ10ミクロン程度の凹凸を含む線で構成さ

れる複雑なパターンが比較的簡単に描画可能になると思われる光干渉加工に使用可能な発振波長10.6ミクロンの可干渉性の良いシングルモードパルス炭酸ガスレーザを試作する。試作中の炭酸ガスレーザにはシングルモードのレーザ光が得られやすい放電とレーザ光が同軸である縦型放電管方式を採用した。微細な凹凸形成には短パルスのレーザ光が必要である。同軸放電方式は放電長が長くなり、短パルス放電に適していないので、改善するため放電管長1mの放電管を2分割し、比較的立ち上がりの早い放電が得られる容量移行型放電回路を2個組み合わせた放電方式を採用した。現在ドーナツモードの発振であるため、予備電離方式を検討して、シングルモード発振に向けて改良中である。

#### 電話回線を用いた遠隔指導診断システム

○中西 隆, 袖岡孝好, 石島 倂, 吉川忠作,  
奥村俊彦, 水谷 潔, 大山 博

最近、遠隔医療やインターネットを利用した遠隔講義などが注目を集めているが、これらは衛星通信を利用した大がかりなものであったり、設備の整った場所での利用に限定されるなど、手軽に利用できるまでには至っていない。当研究所でも、平成9年度から10年度にかけて地域産学官交流促進事業として遠隔移動指導診断システムの構築に取り組んできた。このシステムは府下の企業、あるいは企業の事務所と工場など比較的近い距離での利用を想定し、アナログ電話回線やISDN、PHS携帯電話など利用の容易な通信回線を使用して現在市販されている機器やソフトウェアで利用できる遠隔指導診断システムを構築し、評価することを目的としたものである。本発表では、作成した遠隔指導診断システムの通信システム、画像データベースの構築、対話ソフトの使用例などについて実演を交えて発表した。

#### 画像処理による意匠の視覚的印象の計測

○森脇耕介, 中谷幸太郎, 他

製品の意匠(形状、模様、配色、質感)に潜在する特徴を画像処理技術により数値情報として表現し、意匠の視覚的印象と関係付けるための研究に関する報告である。デザインへの感覚的評価が、数値的に求められる特徴とどんな関係があるかを示すような客観的な評価尺度を解明し、より迅速で効果的な商品開発に貢献することを目指している。本発表では、主として布製品の模様に関して、正確な数値的特徴を得るための色彩情報の精度の改善手法について述べた。イメージスキャナに固有の信号伝送ひずみの校正および露光時間

を対象の明度に適応させて画像を入力する技法についての説明を行った。

#### 画像からの物体の位置と姿勢の計測

○中谷幸太郎

生産現場における各種製品のハンドリングや部品加工処理の自動化に広くロボットが用いられ、省力化のみならず一定品質の製品の生産に貢献している。ロボットの導入で問題となるのは、作業位置の教示に時間を要する点や作業対象物を定められた正確な位置に供給する必要がある点などである。本報告では、これらの問題解決を目的とし、対象物のエッジ画像とCGの重なり度合いを指標とする画像処理により、物体の位置と姿勢を計測する手法について述べた後、カメラ位置と物体形状の特定の組み合わせによっては位置姿勢の計測が安定に行えないケースがあることをシミュレーション実験によって示した。そして、このような計測困難なケースをも回避する手法について考察した。

#### 電波暗室における電磁波伝搬の計算機シミュレーションと計測への応用

○田中健一郎

EMC計測では、内側に電波吸収体を張った通称電波暗室と呼ばれる電磁波シールド室が利用されている。しかし、電波吸収体は計測に関係するすべての周波数範囲にわたって理想的な性能を有している訳ではない。そこで、計算機を使用した電磁波伝搬のシミュレーションを活用することにより、吸収体の不完全さに由来する測定誤差および試験の再現性の低下が極力少なくなるような電波暗室の使用方法について検討した。

#### 電子情報の漏洩事例とセキュリティ管理

○石島 倂

インターネットをはじめとするネットワークの発展はめざましい。その一方で急速な発展に伴ってハイテク犯罪などさまざまなトラブルも発生している。電子情報の漏洩をはじめとするハイテク犯罪の現状とそれを取り締まる法律、ネットワーク時代のセキュリティ管理の重要性、ネットワーク社会を安全に過ごすための心構えなどを事例をあげて具体的に報告した。

#### ビデオ映像によるバーナ火炎の挙動解析

○東 忠宏, 根津 修

未燃物質や窒素酸化物などの公害成分を出さないで省エネルギーが図れる高性能な燃焼装置の開発を行う際に、バーナ火炎の輪郭を求めることが必要である。そ

の火炎輪郭を求める方法として、目視観察は個人差があるので、市販ビデオカメラで撮影した火炎について解析した。この結果と、別に高速カメラシステムにより撮影したOHラジカル火炎画像や火炎中心軸上一酸化炭素濃度分布とを比較し、ビデオによる解析の有効性が分かった。

#### エイジレス社会に向けたデザインモデル開発研究

##### ー加齢による聴力損失のシミュレーションー

○片桐真子, 根津 修

加齢による聴力損失状態をイメージするため、3つの年代別フィルタを作成し聞こえ方の具体的な変化を提示した。加齢に伴う高い周波数帯域における聴取レベルの低下は、音量や音質の変化に影響を及ぼすだけでなく、明瞭度の低下による違和感や不快感を引き起こすと考えられる。また、身の回りの製品に搭載されている電子音は、比較的高音で若年層向きであり、エイジレス商品開発には、簡便な操作性のほかに音への配慮も必要である。

#### ニット加工業における営業と現場情報の一元管理

○君田隆男, 竹田裕紀, 中辻秀和

製造業において、業務を円滑にし、生産効率を上げていくためには、営業部門と生産部門の間での「情報の共有化」が重要になる。これを実現する一つの手段として、営業部門が受注や納品といった情報だけでなく、設計や生産計画などの生産情報も一元管理する方法が考えられる。このような方法で実際に情報管理を行っている企業に対して、そのメリットを活かしたネットワーク型生産管理システムを検討し、設計・開発を行った。

#### 混合促進型低NOxオイルバーナの開発

○磯田 徹, 入江年優, 東 忠宏

分割噴霧式の二流体噴射ノズルを採用し、高速噴霧流を燃焼筒の前端部に衝突させて微粒化を促進する混合促進型の低NOxバーナを、換算蒸発量350kg/hの市販の貫流ボイラに取り付け、A重油燃料(窒素分:0.01%)を使用して燃焼実験を行った結果、NOx排出値は45~50ppm(酸素0%換算値)となり、通常のガンタイプバーナに比べてNOx排出値は約40%低減することが明らかとなった。

#### 巡回式鶏糞焼却炉の開発

○井本泰造, 宮内修平, 岩崎和弥, 他

プロイラー鶏糞は全国で年間約700~800万トン発生

しており、ほとんどが廃棄処分されている。そこで、巡回燃焼方式を採用した鶏糞焼却システムを開発した。その結果、鶏糞400kg/hを炉内温度900°Cで完全燃焼することができ、また、有害物質(ダイオキシン)の排出も抑えることができた。

#### オゾンを用いた廃水処理

○岩崎和弥, 呼子嘉博, 山崎 清

染色排水等の着色排水は含有する有害物質の問題だけでなく視覚的にも汚濁感を与えるため問題となっている。そこでオゾンを用いた染色排水処理を検討するため、模擬排水を用いて脱色試験を行った。反応性染料をイオン交換水で希釈した模擬排水(50ppm)に、オゾン(濃度20mg/L, 流量0.2L/分)を投入した結果、10分から45分でほぼ完全に脱色した。また、オゾン処理後の溶液は分解により有機酸が生成されたためpHが3程度まで低下した。

#### TiN被覆材の酸化処理による皮膜耐食性向上の機構

○星野英光, 石神逸男, 三浦健一, 水越朋之

近年、より過酷な摩擦摩耗環境、腐食環境に耐えうる材料が求められている。耐摩耗性被膜としてよく用いられているTiN皮膜の耐食性が酸化処理によって著しく向上することを見いだしたが、よりすぐれた耐食性を示す材料を開発するためには、酸化処理による耐食性向上の機構を解明する必要がある。本研究ではその機構を解明したので報告した。

#### 浸炭挙動の数値解析と精度阻害要因

○石神逸男, 横山雄二郎, 三浦健一, 星野英光

浦谷文博

S15CKをプロパン圧力2.67kPa, 温度1113~1313Kの雰囲気中で浸炭を行った後、真空中で拡散を施し、水焼入れした。炭素濃度分布は平面研削と発光分光分析の繰り返しによって求めた。浸炭の大部分は鋼中の炭素拡散によって支配されていると考えられた。浸炭と拡散の時間比が一定であれば表面濃度は同じ値を示す。品物の残留油分による硫黄は浸炭を阻害し、目標表面炭素濃度が高いときほど誤差が大きくなった。

#### 次世代型浸炭炉の開発に向けた雰囲気制御システムの構築

○石神逸男, 横山雄二郎, 星野英光, 三浦健一

浦谷文博

あらゆる方式の浸炭に適用可能な解析モデルを提示し、その精度を炭素濃度分布について検証した。S15CK

にメタンとプロパンによる真空浸炭、ブタン変成のRXガスおよび(一酸化炭素+水素+窒素)の組成を変えた雰囲気によるガス浸炭を行った。いずれの浸炭法でも精度よく解析できた。炭素流入速度の値を直接知ることができれば、濃度分布を新たな監視指標としたリアルタイム制御システムを構築することが可能と考えられる。

#### CO-H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>系雰囲気における浸炭速度とガス組成の関係 ○横山雄二郎, 石神逸男, 浦谷文博

S15CKを1173KにおいてCO:H<sub>2</sub>:N<sub>2</sub>=X:(50-X):50の混合雰囲気中で浸炭した。処理は表面濃度が固溶限に達するまでのものとし、試片の表面から平面研削とスパーク放電発光分光分析とを繰り返すことによって炭素濃度分布を求め、炭素流入量や流入速度を決定した。流入速度はCO:H<sub>2</sub>=25:25のとき極大値を示した。この組成の雰囲気を用いれば浸炭の迅速化を図ることが可能と思われる。

#### 機能性材料の創製と高分解能電顕, ナノビーム電子線回折およびEDX分析による評価 -ナノ貴金属合金の微視的構造の解析-

○藤田直也, 他

AuとPdのイオンまたはAuとPtのイオンを含む水溶液に界面活性剤などを添加して超音波照射すると数ナノの直径の微粒子が得られる。これらの条件を変えて作製した試料についてTEM観察により分析を行った結果, Auが中央部に存在するコアシェル構造を取ることを見出した。

#### 溶射法による任意形状空間内包製品の作製

○藤田直也, 花立有功, 足立振一郎, 水越朋之  
藤井俊之, 辻 栄治

銅溶射成形体に任意形状の空間を内包させる製法を検討し、錫線を内包した銅溶射成形体を作製した。この試料に、300℃から1000℃まで還元雰囲気中で加熱処理を行い、試料の断面観察により加熱処理温度の影響を調べた。その結果、800℃以上で錫線の形骸である円筒状の空間を作製することができた。

#### 溶射皮膜の改質処理による高付加価値化

○藤田直也, 花立有功, 足立振一郎, 水越朋之  
藤井俊之, 辻 栄治

銅溶射皮膜を光学顕微鏡で観察すると、溶射特有の層状の組織を示しており、電子顕微鏡で詳細に観察すると細かな柱状晶が見られた。皮膜を加熱処理すると

組織が大きく変化し、層状組織は消失して、直径数ミクロンの再結晶粒と直径1ミクロン程度の銅酸化物粒子が分散している様子が観察された。

#### イオンプレーティング法による化合物皮膜の膜質制御とそれによる機能強化事例

○三浦健一, 石神逸男, 星野英光, 水越朋之,  
浦谷文博, 北原洋爾, 小川倉一

化合物被覆により金属材料の耐食性向上を図る上で、膜質制御ならびに被覆方法の工夫によって、その機能を最大限に発揮する被覆技術の確立を目的とした。圧縮応力によりマクロ欠陥が発生するため、皮膜の遮断性向上には圧縮応力の低減が必要である。Ti-TiN多層被覆ではTiとTiN層厚さの累積比が1~2のとき良好な耐食性が得られる。被覆後の酸化処理による耐食性の向上機構は基材の酸化物生成による欠陥の封孔であった。

#### HCD法によりTiN被覆したSUS304鋼の耐食性について(第2報)

○三浦健一, 石神逸男, 星野英光, 浦谷文博

皮膜の環境遮断性に及ぼす全ガス圧力、ガス混合比、電子ビーム電流の影響について調べた。電子ビーム電流の影響はわずかであったが、全ガス圧力およびガス混合比の減少は遮断性を向上させた。これらの系列では遮断性の向上で圧縮応力が若干増大するというこれまで得られた結果とは全く逆の傾向を示したが、同時に結晶粒が粗大化したことが遮断性を向上させた原因と考えられた。その他、配向性や化学組成も影響するものと思われる。

#### 溶射プロセスでの反応を利用した皮膜の生成

○足立振一郎, 藤田直也, 水越朋之, 花立有功  
辻 栄治

溶射の飛行中や製膜の際の反応によって金属間化合物を生成することは盛んに研究がなされている。Ti-Al金属間化合物皮膜の場合はTiとAlの粉末をメカニカルアロイングや、微細な粉末から造粒することで溶射粉末を作製して、反応溶射によって作製されている。また、耐摩耗性や意匠性に優れたTiN皮膜は窒素雰囲気中でTiを溶射することで、作製することが試みられている。このように溶射プロセスを利用した反応性溶射により金属間化合物やサーメット皮膜を作製することは金属材料の高機能化に有効な手段であるので、現在の概況について報告した。また、空気とTiの反応溶射皮膜を作製したところ、薄金色の耐摩耗性に優れた溶射皮膜

が生成して、意匠性を備えた耐摩耗性コーティングとして期待される。そこで、この反応溶射の反応機構や皮膜の特性等についても報告した。

#### 浸炭窒化材の炭素と窒素の濃度分布のEPMAによる測定

○榮川元雄，石神逸男，水越朋之

浸炭窒化を施した鋼の炭素と窒素の濃度分布を簡便に測定する方法として、EPMAによる定量分析法の可能性を調査した。測定誤差がより小さくなるような測定条件・手法を検討した結果、炭素については実用上十分な精度で濃度分布が測定できた。窒素については濃度のばらつきの小さい標準試料が準備できなかったため測定精度が悪かったが、標準試料の問題を解決すれば炭素と同等の精度で濃度測定が可能であると思われる。

#### アルミナ-ジルコニア複合粉末の合成とTEM観察

○久米秀樹，宮本大樹，西川義人，稲村 偉，他

共沈法を用いることにより、ジルコニア超微粒子がアルミナ粒子間に均質に分散したジルコニア分散アルミナ複合粉末を作製することができる。この方法を用いて得られた原料粉末から作製した常圧焼結体の曲げ強さは、ジルコニア量が5 wt%以下でも、アルミナ単体材と比較して2倍以上に強化することができる。本研究では、この共沈法とアトリッションミリングを組み合わせた新しい方法によりアルミナ-5wt%ジルコニア複合粉末を作製することを試みた。得られた粉末を粒度分布測定ならびにTEM観察することにより複合粉末の性状を明らかにした。

#### 高強度アルミナ-ジルコニア焼結体の機械的特性とTEM観察

○久米秀樹，宮本大樹，西川義人，稲村 偉，他

共沈法を用いることにより、ジルコニア超微粒子がアルミナ粒子間に均質に分散したジルコニア分散アルミナ複合粉末を作製することができる。この方法を用いて得られた原料粉末から作製した常圧焼結体の曲げ強さは、ジルコニア量が5 wt%以下でも、アルミナ単体材と比較して2倍以上に強化することができる。本研究では、この共沈法とアトリッションミリングを組み合わせた新しい方法によりアルミナ-5wt%および-20wt%ジルコニア複合粉末から焼結体を作製した。焼結体のアルミナ/ジルコニア界面の高分解能TEM観察を行った結果、粒界にはアモルファス相は存在せず、ジルコニアの格子面が拡大し、アルミナの格子面がその間に貫入したセミコヒーレント構造が生じていることが分

かった。

#### IC一体型超音波センサの試作

○田中恒久，井上幸二，鈴木義彦，他

PZT超音波振動子と音響整合層により構成された超音波センサを作製し、この超音波センサとアナログ信号増幅回路を結合したIC一体型超音波センサを作製した。このIC一体型超音波センサの超音波受信特性を評価した結果、既存センサと比較してSN比が、20dB以上向上しており、微小な超音波の受信が可能であることが分かった。

#### 反応性マグネトロンスパッタ法により作製したCr-N薄膜の特性とセンサへの応用

○吉竹正明，野坂俊紀，岡本昭夫

反応性スパッタ法で作製した窒化クロム薄膜は、作製条件を選ぶことにより、抵抗温度係数がいろいろと変えることができる。この特性を利用して、温度センサとしての機能素子としての応用について検討を行った。その結果、極低温用温度センサとして室温から4 K以下の極低温までの広い温度領域で使用できることが分かり、またCr-N膜の抵抗温度係数が高い領域の特性を利用することにより、赤外線温度センサとして使用できることが分かった。Cr-N薄膜の作製条件とこれらのセンサ特性についての関係を紹介した。

#### マグネトロンスパッタ法による酸化チタン膜の作製と光触媒膜への応用

○野坂俊紀，吉竹正明，小川倉一，他

DC及びRFマグネトロンスパッタ法により光触媒活性を示すアナターゼ型酸化チタン膜の作製を検討した。その結果、DCスパッタにおいてアナターゼ結晶は基板温度300°Cで酸素分圧40%以上、基板温度400°Cでは酸素分圧4~10%の領域で作製できることが分かった。また光触媒活性の経時劣化はアルゴンプラズマ処理及び基板回転により防止でき、アセトアルデヒドを1.5時間で分解できる光触媒活性な酸化チタン膜が得られた。アナターゼ結晶の成膜条件範囲はDCスパッタよりRFスパッタの方が広いことが分かった。

#### 高エネルギーマイクロイオンビーム分析装置による分析事例 -銀イオン注入プロファイルの測定-

○岡本昭夫，吉竹正明，筧 芳治

高エネルギーマイクロイオンビーム複合分析装置を用いたRBS分析の一つの応用として、Agイオン注入されたTi及びSiO<sub>2</sub>試料を測定した結果、バルク原子の質

量と注入原子の質量とに明確な差があれば、注入原子のピークが独立して検出できるため、非破壊で、比較的容易に、深さ方向濃度分布のプロファイルが算出でき、また、各深さ位置での原子比から注入量も求められることが分かった。

### 強磁場発生装置の材料開発への応用

○日下忠興, 寛 芳治, 吉竹正明

平成10年度に導入した強磁場発生装置の概要を紹介するとともに、本装置を用いて温度センサ用材料としてCrN薄膜の磁気抵抗効果について調べた。その結果、3.5Kにおいて磁場を薄膜表面へ平行に10Tまで印加しても薄膜の電気抵抗の変化は約0.2%であり、磁気抵抗効果の非常に小さい材料であることが分かった。この抵抗の変化を抵抗測温体として用いたときの温度変化に換算すると約20mKであり、CrN薄膜を用いて磁場に影響されない極低温の温度計測が可能であることが分かった。

### ZnO:Li薄膜の強誘電性

○寛 芳治, 日下忠興, 岡本昭夫, 井上幸二, 他

酸化亜鉛は、約3.4eVのバンドギャップを持つII-VI族ワイドバンドギャップ半導体である。その結晶構造はウルツ鉱型で対称中心を持たない。近年、小野寺らのグループによって、バルクにおいてZnサイトの一部をアクセプターであるLiで置換することにより強誘電性の発現が確認された。この材料の分極量および室温でも分極軸(c軸)に配向した薄膜が作製可能な点から、他の強誘電体材料と比べ低温でSi基板上に薄膜が作製可能であり、FET型の不揮発性メモリへの応用が考えられる。そこで今回、レーザアブレーション法によりSi基板上に室温でLiドープZnO(ZnO:Li)薄膜を作製し、結晶性や電気的特性を調べた。その結果、Si基板上にc軸配向膜を室温で作製でき、強誘電体の分極反転型のヒステリシスが確認された。

### ポリメタクリル酸エステルをグラフトしたSISの粘着特性

○山元和彦, 坂本義章

熱可塑性エラストマーであるスチレン-イソプレンブロック共重合体(SIS)にメタクリル酸ラウリルをグラフト重合させて、タック、保持力、接着力の粘着特性にバランスのとれた新規粘着剤の開発を行なった。ここでは、得られたグラフト重合体について、グラフト反応条件および精製したグラフト重合体の粘着特性や動的粘弾性についての結果を報告した。

### プラスチック成形の診断技術

○吉川忠作, 奥村俊彦, 水谷 潔

コンピュータネットワーク利用による指導診断システムを、プラスチック成形加工業に対して、効果的に運用するために必要な課題として取り組んだ。以下の内容について報告した。(1)成形不良品の画像伝達、(2)遠隔機器利用、(3)プラスチック成形の計測技術。それぞれの技術を実例、実演をまじえて説明した。

### バイオテクノロジー活用による印刷製版フィルムからポリエステルと銀の連続分別回収システムの開発研究

○藤原信明, 増井昭彦, 水谷 潔, 吉川忠作

奥村俊彦, 大西 均, 他

現在、リサイクルされることなく廃棄処分されている印刷製版フィルムからポリエステルと銀を回収し、再利用を図るための連続処理装置を設計・製作した。得られた回収PETからシートを再成形し、リサイクルが可能であることを証明した。

### コポリエステルアミド分解菌の分離

○増井昭彦, 吉岡弥生

酵素・微生物分解による生分解性プラスチックのリサイクルシステムの構築を目指して、機械的熱的性質とともに生分解性にも優れた化学合成高分子(実用的な標準生分解性プラスチック)であるコポリエステルアミド分解菌を分離した。

### 有限要素法の応力解析への応用

○小栗泰造

有限要素法(FEM)は、狭義には、応力やひずみを数値計算によって求める手法の一つである。FEMは解析対象の形状に対してまったく制限がないという特徴を有する。このため、製品形状と機械的強度の関係について、より詳細な検討が可能となる。また、破損事故が起きた際に、破面観察に加えてFEM解析を実施し、高応力部位や応力レベルなどを求めることにより、構造的視点から事故原因にアプローチすることも可能である。このようなFEMの活用は、大手企業ではすでに行われている。しかし、FEMの利用にあたっては、高価なシステムが必要となるばかりでなく、FEM特有の知識と経験が求められることから、十分な余力を持たない中小企業においては、まだ一般的な技術になっていないと思われる。ここでは、事故原因の解析にFEMを利用した2つの事例を紹介し、併せて、当研究所の設備環境を説明した。

### CFRP積層板の破壊じん性評価方法の検討 一曲げ試験片切り欠き先端近傍の内部損傷及び表面形状の観察—

○森岡亮治郎

CFRP積層板の破壊じん性は、一方向強化材や織物強化材の層間破壊じん性など、限られた条件での試験方法が規定されているだけであり、その他の積層構成・破壊形態での試験方法の開発が望まれている。そこで本研究では、曲げ試験片に導入した切り欠き先端近傍の表面形状及び内部損傷の観察、背面ひずみの測定を行い、新評価手法開発の可能性を検討した。

### 段ボールの省資源化のための強度評価

○高田利夫, 寺岸義春

段ボール包装貨物を長期間倉庫等に保管すると、湿度やクリープのため積載荷重により段ボール箱が座屈し、内容品に悪影響を及ぼすことがある。それゆえ、湿度や荷重に対する諸特性を把握して段ボール箱の最適設計を行えば省資源に貢献できる。本報告では、クリープ特性を解明することを目的として、段ボールの材質および試料高さをパラメータとして静荷重と保持時間との関係を測定する実験を行った結果について報告した。

### 環境にやさしい高耐食・高硬度めっき技術の開発

○中出卓男, 森河 務, 佐藤幸弘, 横井昌幸

耐摩耗性、耐食性が要求される機械部品、金型などへの工業用めっきとして硬質クロムめっきが使われている。しかし、硬質クロムめっき浴の主成分は6価クロムイオンでありその毒性が環境問題としてクローズアップされている。特に、欧米では6価クロムの大気への排出規制などが検討されており、早急なクロムめっき代替技術の開発が求められている。われわれは、カチオン交換膜を備えた2室セルを用いて、毒性の低い3価クロムめっき浴からのCr-P-C合金めっきを開発した。皮膜構造はアモルファスであり、耐食性および熱処理後の硬さは、従来のクロムめっきよりも優れており代替クロムめっきとして期待できる。

### 水質分析技術の環境対策への応用

○山崎 清, 呼子嘉博, 中島陽一, 佐藤幸弘

森河 務, 松本 哲, 石川 剛, 岩崎和弥

主として環境化学グループが管理する水質分析機器—イオンクロマトグラフ, 自動滴定装置, ガスクロマトグラフ質量分析計, 多項目水質計, フローインジェクション分析装置, 全有機炭素分析計など—を用いた研究, 依頼試験がどのような目的の環境対策に, どのよう

に適用されて来たかを総括・整理したうえで, 今後取り組みが望まれる環境対策(クリーナープロダクション)の方向性および製造技術と環境技術の協力の必要性を提起した。

### 反応染料染色排水の酸化分解による脱色性

○呼子嘉博, 山崎 清, 岩崎和弥

水環境を保全するために, 着色度規制条例の施行が望まれるが, 現状では排水の脱色技術が十分でなく, 業界への負担が大きい。本報告では染色排水中に最も多く残存する市販反応性染料のモデル排水を用い, より実用的かつ効率的な脱色処理システムを構築するため, 次亜塩素酸及びフェントン試薬による脱色性について検討した。その結果, pH, 薬剤量, 触媒のモル比, 処理時間, また, 排水中の混在物の影響などに関する知見を得た。

### 環境保全分野におけるジオシンセティック材料の活用

○赤井智幸, 松本 哲, 玉井輝夫

当グループでは, 産学官による中核的研究事業を中心に, 環境保全分野におけるジオシンセティック材料(土木建設用途の繊維, プラスチック資材)の活用を目指し, 開発研究に取り組んでいる。ここでは, 材料開発や実証実験等の成果に基づき実用化に至った事例ならびに現在取り組んでいる内容について紹介した。

### 各種床材の揮発性有機化合物に対する吸着性能に関する検討

○小河 宏, 木村裕和, 信田尚孝

近年, 住宅の気密性の向上にともない揮発性有機化合物(VOC)による健康被害が指摘されている。一方, ウールなどの繊維がホルムアルデヒドなどの化合物に対して吸着性能を有することも報告されている。今回, 代表的VOCとしてホルムアルデヒド, トルエン, キシレンを選択し, また, カーペットや木質系の床材を用いて, これら床材が化合物に対してどの程度吸着性能を有するのか比較, 検討をおこなった。

### 近赤外分光法の産業的利用法

○豊田佳与, 三嶋洋介, 浅沢英夫, 寺嶋久史

近赤外分光法は非破壊で迅速簡便な品質管理法として農業関連, 食品工業関連分野では既に利用され, 普及している。しかし, 繊維, 化学などの化学工業では, その有用性が認められているものの現場での応用事例が少ないのが現状である。そこで, 繊維分野の品質管理において近赤外分光法が現場的にどの程度利用可能

であるかを検討した。今回、繊維分野の品質管理として、(1)綿繊維の酸化漂白に伴う化学変化および(2)柔軟加工剤の定量について検討した。その結果、(1)においてはppmオーダーの定量となり従来試験値との相関性は認められなかったが、(2)のような0.1~数%の付着量となるものの定量においては相関性があることが分かった。

### 緋調タオルテーブルセンターの試作

○赤坂長吉, 杉本 猛, 住 好一, 宮崎克彦

インテリア製品へのタオル織物の用途拡大を目的として、次の特長のあるタオルテーブルセンターの試作を行った。1. 摩擦抵抗のある金箔糸を先染糸に引き揃え、パイル糸として利用することで製品のパイル抜け抵抗値を増大させることができた。2. おぼろ緋柄の新規な表現手法としてパイル糸を先染綿糸と金箔糸で構成し巻き取り撚を掛け、撚陰の効果でおぼろ緋柄を発生させることができた。

### タオル製品の乾燥効率改善と評価法

○宮崎克彦, 赤坂長吉, 杉本 猛

タオル製品は、毎日繰り返し洗濯、乾燥される。特に大量に消費されている業務用タオルの乾燥は、乾燥機によることが多く、エネルギーの消費を伴う。タオル製品の乾燥効率を改善することで、従来よりも乾燥時間の短縮を図り、省エネの効果を期待する。省エネはCO<sub>2</sub>ガス排出抑制に繋がり、地球温暖化防止にもなる。乾燥性改善のポイントとして、緯糸素材の検討とヘム部分の改良を行い、乾燥性評価法についての改善も行った。

### フィチン酸金属錯体を担持した皮革粉末の消臭効果

○佐藤恭司

米糠副産物であるフィチン酸の金属錯体を合成し、これを皮革粉末に担持させたものの消臭効果を検討した。消臭効果は、ガスクロマトグラフィと臭いセンサによって経時的に数種類の臭い成分(1000ppm濃度)の消長を測定して判定した。その結果、フィチン酸金属錯体を担持した皮革粉末はいずれの臭い成分に対しても測定開始後数分で測定値が1/2になった。この消臭効果は皮革による吸着、フィチン酸アニオンによる化学的吸着に加えて、残留ガスのGC-MSによる分析から何

らかの化学反応によって臭い成分が変化したことが認められた。

### プラズマ処理による革表面特性の改質

○稲次俊敬, 汐崎久芳, 喜多幸司, 田原 充

疎水化した革の接着性の改善を目的に、大気圧ヘリウムプラズマ処理を革表面に施し表面改質を行うことを試みた。その結果、水系ポリウレタン2液型接着剤で接着を行うと、プラズマ処理時間とともに接着性は向上し、最大約4倍の強度が得られた。また、プラズマ処理によって生じた革表面の親水性は、24時間経過後から疎水化に移行する傾向に転じ、いわゆる退行現象を生じていることが、接着強度、ウォータースポットテスト、ESCA分析から確認できた。

### 金属イオンを認識する新規三鎖型多座配位子の開発(第2報)

○喜多幸司

第1報に引き続いて、金属イオンを認識する非環状多座配位子の開発を行った。今回は官能基を天然物の鉄イオン配位子に見られるカルボン酸とヒドロキサム酸にしたところ、第1報に比べクロムイオンとの錯形成能が向上し、銅イオンとの錯形成が低下したためクロムイオンの選択性が改善された。また、液膜輸送により金属イオンの輸送実験を行ったところ塩化メチレン液膜を介して特に鉄イオンを輸送できることが分かった。

### 毛皮のメラニン色素の分布と組成

○奥村 章

毛皮用動物の毛のメラニン色素の分布状態、組成濃度、分離方法と形状を観察・測定した。その結果、以下のことが分かった。色素は毛皮質と毛髄質に存在するが、毛小皮には存在しない。分布状態は、3つのタイプ(均一型、中央集中型、傾斜型)に大別できる。毛色はメラニン色素の組成濃度の差により説明できる。黒色~茶色の毛にはユウメラニンを多く含み、赤色~黄色の毛にはフェオメラニンを多く含む。メラニン色素の分離には、アルカリ分解酵素が有効である。ユウメラニンは楕円状球形、フェオメラニンは球形、楕円形、洋梨形が混在している。

## 編集後記

本誌編集集中に、本号の技術報告「各種繊維製品の特種環境下における機能及び品質性能評価」の図をカラーにして欲しいという要望がありました。人体表面温度をサーモグラフィ解析したときの熱画像(温度分布)はカラーでないとうわかりにくいことや、2画像を比較するときはやはりカラーでないとう明瞭でないなどの理由からです。本誌の本文については白黒一色で印刷するのが従来からの方針ですが、今後、カラー表示でなければ情報としての価値がなくなる(非常に小さくなる)論文も出てくると思われますので、この件につき情報編集委員会に諮りました。

その結果、情報を正確に伝えるということからもカラー化は必要であるが、印刷費を抑えるために、カラー化する図を必要最小限に止めることとして、上記技術報告の図のうち4図のみをカラー印刷することにしました。4図だけのカラー化ですが、少しはわかりやすくなったのではないかと思います。予算の都合もありカラー図を大幅に増やすことはできませんが、今後も、必要な論文についてはカラー化をして行きたいと考えています。

本号も期日通り発行することができました。執筆者、査読委員その他所報発行にご協力いただいた方々、特に、原稿を綺麗に仕上げてくださいいただいた執筆者の皆様にお礼申し上げます。

情報編集委員会事務局

編集委員（50音順）

○印 委員長

岡田英彦 小林正男 坂井芳男  
○鈴木義彦 谷村毅 中村蔚  
野上良亮 吉田総夫 米田明彦  
（事務局） 金田博之 石神逸男

大阪府立産業技術総合研究所報告

通巻 No. 14

平成12年9月29日発行

---

編集・発行 大阪府立産業技術総合研究所  
情報編集委員会

〒594-1157 和泉市あゆみ野2丁目7番1号

Phone (0725) 51-2521

---

本誌ご入用の方は当所企画部情報管理課宛お問い合わせ下さい

本誌は再生紙を使用しています

