

茨城大学重点研究

「分野横断型ニューマテリアル研究プロジェクト」

茨城大学工学部附属

塑性加工科学教育研究センター

2014年度

報告書

茨城大学重点研究プロジェクト「分野横断型ニューマテリアル研究」
平成 26 年度報告書刊行にあたって

プロジェクト代表 伊藤 吾朗

茨城県の産業は農業もさることながら、日立銅山に端を発する県北地域の電気・電子工業や発電産業、鹿島臨海工業地域の鉄鋼・化学工業、東海村を中心とする原子力関係産業に大きく依存しています。その基盤となるのが、構造物や施設を構成する構造用金属材料、半導体材料やその配線に用いられる金属材料、高温や過酷な化学的環境に耐えるセラミック材料であり、これら材料を中心とする素材・材料製造企業集団で地域経済が成り立っているといっても過言ではありません。企業規模は大～中小と多岐にわたり、茨城県は「人・もの・情報の交流を活発にしながら、科学技術を活かした新産業の創出、中小企業の育成、企業誘致の推進、茨城農業改革などに取り組む。」を目指しています。

一方、茨城大学では建学当初から工学部に金属工学科が置かれていました。これは銅山に由来する地域性に基づいたものと考えられますが、地方国立大学では比較的少なく、室蘭、富山、愛媛など数えるほどしかありません。これら他の地方大学に比べて、茨城大学では、現在の工学部マテリアル工学科にとどまらず、広く電気・電子・機械関係の工学部教員が、そして材料創成・解析などの基礎分野に理学系・教育学系の教員が在職しています。

大規模大学の旧金属工学系学科では、日経ビジネス 2008 年 8 月 18 日号に「さらば工学部」という衝撃的な見出しで取り上げられたように、ナノテクや未開拓の新規材料分野など、産業界から乖離した方向に走っています。上述の地方大学においても同様の動きが見られます。このような動きに対して、茨城大学では第 2 期中期計画として、「産学連携の推進」、「重点研究の一つとしてのニューマテリアル研究の推進」を挙げています。「ニューマテリアル」というキーワードからは、産業界から乖離している恐れがある新規材料を連想しがちです。しかしラインパイプ用継ぎ目なし鋼管、内視鏡用超細導線、ハードディスク用アルミニウム基板など、旧来素材でありながら、高精度・信頼性も含めた日本の材料開発力・技術力は世界を席巻しています。また学生・大学院生の就職先として量的に新規材料分野を依然大きく上回っています。本学が、地域経済・社会にマッチし、伝統的な分野を切り捨てることなく、かつ最先端の半導体や磁性材料を含めた幅広い材料分野を重点的に研究することは、本学の特徴を生かすとともに、地域社会からも歓迎されることとなります。そこで茨城大学の教育研究者を有機的に結び付け、材料分野を重点的に研究すること、すなわち本プロジェクト「分野横断型ニューマテリアル研究」を推進することには、大きな意義があると考えます。

2012年8月に文部科学省科学政策研究所から「研究論文に着目した日本のベンチマーキング 2011——大学の個性を活かし、国全体としての水準を向上させるために——」が出されました。この中の研究ポートフォリオで茨城大学は、唯一材料科学の分野においてランク内に入り（分析対象大学は国公私立128大学、材料科学分野でランク内は15大学）、材料科学重心型と分類され

ました。冒頭で述べた本学工学部の歴史に関係して述べたことが、客観的にも裏付けられたこととなります。そしてベンチマーキングに呼応して、2012年10月から始まった国立大学のミッションの再定義において、本学工学部の主な強みとして、金属材料解析と金属材料プロセス開発に関する研究分野が上げられました。ミッションの再定義は、各大学の強みと特色をエビデンスに基づき文部科学省と議論し、練り上げ、今後の全学的施策に反映させようとするものです。したがって現在限られた予算・人的資源で進めているこのプロジェクトは、本学の強みが材料科学分野であることから、全学的により優先度の高い位置に置かれることが期待されます。その分、成果も期待されることになろうと思っておりますので、メンバー一丸となってその期待に応えたいと思っております。

本プロジェクトでは、工学部を中心としながらも全学の構成員の高度な専門性を生かして、構成する物質別（金属、セラミックス、半導体など）、用途別（構造用、電磁気・電子用、生体用など）、製造プロセス別（鋳造、塑性加工、プラズマ・レーザー応用加工、超微粒子製造など）、研究手法別（プロセス開発、理論・シミュレーション解析、機器分析など）など、あらゆる切り口から、材料について縦横無尽に研究し、茨城大学のプレゼンスを高めようとしています。その切り口の一つである塑性加工の分野において、平成24年1月に工学部附属塑性加工科学教育研究センターが設立されました。平成24年度がセンターの本格稼働開始の年度になりましたが、講演依頼・産学連携の模索等、うれしい悲鳴が上がるほどたくさんのお声をかけていただきました。25、26年度も同じような状況が続きました。

本冊子は、重点研究「分野横断型ニューマテリアル研究」の構成員の平成26年度の成果を中心にまとめたものです。ご一読いただき、今後とも分野横断型ニューマテリアル研究、ならびに塑性加工科学教育研究センターに対して、ご理解・ご支援いただければ幸甚に存じます。

—目次—

1. 研究報告

1. ECAP加工によるAl合金の力学的特性変化
(岩瀬謙二) -1-

2. 医療画像診断用 Au/SiO₂ コア-シェル型ナノ粒子の開発
(小林芳男) -4-

3. Al-Zn-Mg 合金中 粒界偏析水素の第一原理計算
(永野隆敏、伊藤吾朗) -6-

4. 超短パルスレーザービーム整形法による金属基板表面の微細加工
(山崎和彦) -8-

2. プロジェクト業績

- 研究論文等発表一覧 -11-

1.研究報告

ECAP 加工による Al 合金の力学的特性変化

Mechanical property of Al alloy by ECAP

岩瀬謙二

工学部マテリアル工学科

Kenji Iwase

Department of Materials Science and Engineering

1. 概要

強塑性加工 (ECAP 加工) によって Al 合金の組織が変化し力学的特性が大きく変化する。原子からミクロスケールに至る結晶構造、組織、結晶方位を調べ引張試験結果との相関を明らかにする。

2. はじめに

金属材料の機械的特性は強塑性加工によって大きく変化することが知られている[1]。その原因要因は塑性加工によって引き起こされるミクロ組織の変化や格子ひずみによるものである。純金属においては、塑性加工によるミクロ組織変化に関する多くの研究報告がなされている。しかしながら、合金において関しては添加する元素の結晶構造や原子半径、融点の違いによって、固溶または析出の状態が異なり、それに応じて塑性加工時における対するミクロ組織や格子ひずみも変化する。それらに応じて、力学的特性も変化する。本研究では、構造用金属材料に広く使用されている軽量の Aluminum に注目した。その Aluminum に Nickel を原子量比で 2% 加えた $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ [2] 合金を用いた。Nickel は Aluminum の原子半径に比べて、ヒュームロザリーの法則から固溶範囲の限界に近く、機械的特性とミクロ組織に大きな影響を及ぼすと考えられるので選択した。機械的特性とミクロ組織を変化させる塑性加工には ECAP (Equal Channel Angular Pressing) 加工を用いた。図 1 に ECAP 加工時の実験の様子と金型を示した。ECAP 加工の特徴として、金型を通す回数 (pass 回数) によって、塑性ひずみ量を比較的容易に変化させることが可能である。

Ni 添加および ECAP 加工による力学的特性の変化と組織変化との相関を明らかにすることを目的とする。

3. 実験結果

高周波溶解後の $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ XRD プロファイルを図 1 に示した。図 1-2 の XRD プロファイルから、Al と Al_3Ni の 2 相合金であることが分かった。Al 相の格子定数は $4.0512(1) \text{ \AA}$ であった。

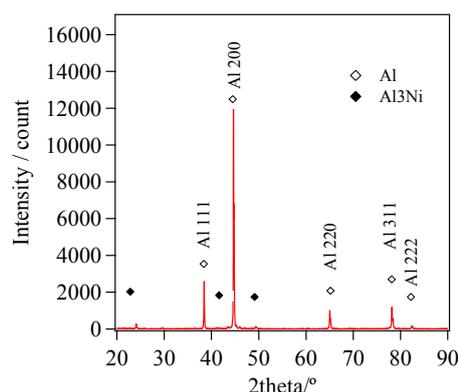


図 1-1 $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ の XRD プロファイル ($2\theta=20\sim90^\circ$)

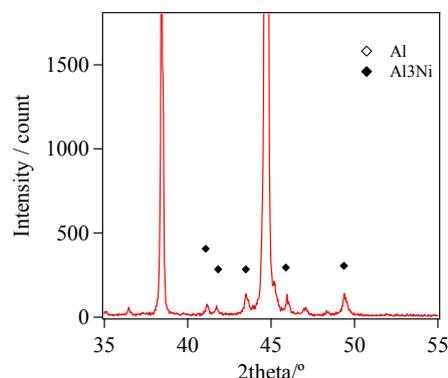


図 1-2 $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ の XRD プロファイル ($2\theta=35\sim55^\circ$)

CPA 加工前後の Al, $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ の引張試験の結果を図 2 に示した。Al の場合、引張応力は約 110% 増加・ひずみは約 50% 減少を示した。 $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ では、引張応力は約 56% 増加・ひずみは約 20% 減少を示した。ECAP 加工によって Al, $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ 共に引張応力が増加している。一方、ひずみでは $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ の減少がかなり小さいことが分かる。Ni の添加によって、引張強度の増加・靱性の維持に効果があることが得られた。

力学的特性の変化について、組織変化の観点から明らかにすることを試みた。走査型電気顕微鏡 (SEM-EDX) によって $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ の加工前後の組織

の変化と元素分析を行った。図3は1000倍で測定したSEM写真である。2相の組織が観察されている

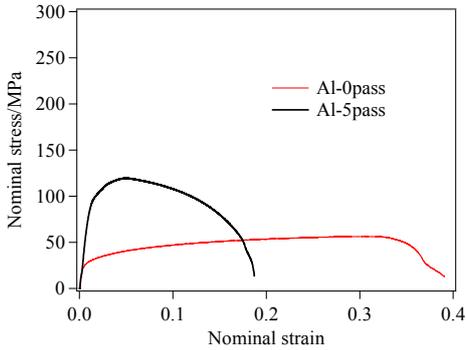


図 2-1 ECAP 加工前後の Al の応力-ひずみ曲線

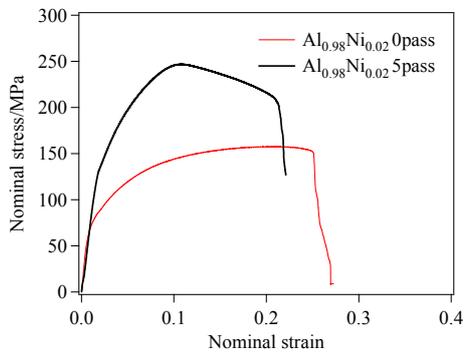


図 2-2 ECAP 加工前後の $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ の応力-ひずみ曲線

ることが分かる。EDXの結果から、暗い組織はAl単相、明るい組織は Al_3Ni 相であることが分かった。更に観察倍率を上げ、10000倍で観察した結果(図5右)、 Al_3Ni 相は200nm程度の微細な粒径が集合していることが得られた。

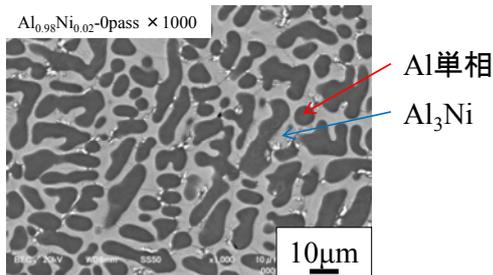


図 3-1 ECAP 加工前の $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ の SEM 写真(1000倍)

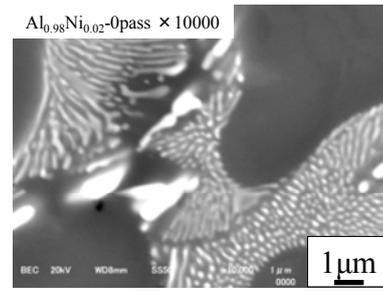


図 3-2 ECAP 加工前の $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ の SEM 写真(10000倍)

$Al_{0.98}Ni_{0.02}$ のECAP加工前後のEBSD測定の結果を図4に示した。ECAP加工前では、Al相(主相)の平均粒径は $390\mu m$ であった。ECAP加工後では、平均粒径は $1\mu m$ に減少した。加工後、粒径には大きなばらつきはなかった。

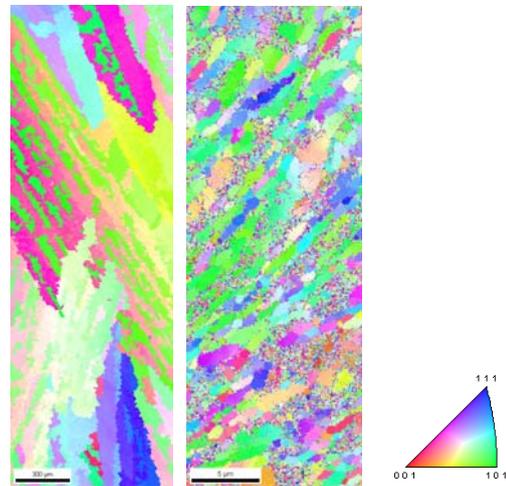


図 4 ECAP 加工前後の EBSD 測定(加工前:左、加工後:右)

ECAP加工後のSEM写真を図5に示した。加工によってAl相(母相)の組織が微細化されていることが分かる。 Al_3Ni 相は微細化されずに伸長した組織に変化していた。

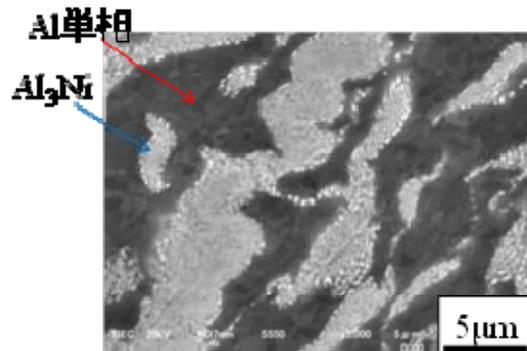


図 5 ECAP 加工後の $Al_{0.98}Ni_{0.02}$ の組織

4. 結論

純 Al の ECAP 加工前後の応力歪曲線を比較すると、加工によって強度が増加し、伸びが著しく減少している。 $\text{Al}_{0.98}\text{Ni}_{0.02}$ 合金では、加工後強度は増加し伸びの減少が小さいことが分かる。SEM/EBSD 測定によって組織を観察した結果、 $\text{Al}_{0.98}\text{Ni}_{0.02}$ 合金は Al(母相)が微細化し析出した Al_3Ni 相の組織が伸長していることが得られた。Al 相が微細化されることによって引張強度が増加し、 Al_3Ni 相が伸長することによって伸びや靱性が著しく減少していないことが考えられる。

5. おわりに

今回の研究では、非鉄系材料の中で軽量である Al 合金の組織変化と力学的特性変化について注目した。ECAP 加工後、組織変化によって応力歪曲線が著しく変化する過程は大変興味深かった。現状では、引張試験前後の組織の変化等を調べているが、引張試験中の材料変化を捉えられると更に機構が理解しやすくなると考えられる。今後は、材料内部の透過性に優れた中性子回折実験によって、引張試験中の変化を捉え力学的特性変化の過程を明らかにしていきたい。

【参考文献】

- 1) 当摩建、竹内庸: アルミニウム合金の加工軟化現象、軽金属、Vol.26, No.10, 510/518(1976)
- 2) Wislei R. Osorio et al.: Assessment of electrochemical and mechanical behavior of hot-extruded powders and as-cast samples of Al-Ni alloys, Int. J. Electrochem. Sci., 7 (2012)

医療画像診断用 Au/SiO₂ コア-シェル型ナノ粒子の開発

Development of Au/SiO₂ Core-Shell Nanoparticles for Medical Diagnosis

小林 芳男

茨城大学工学部生体分子機能工学科

Yoshio KOBAYASHI

Department of Biomolecular Functional Engineering

College of Engineering, Ibaraki University

1.概要

シリコンアルコキッド重合法を展開して、Au ナノ粒子をシリカでカプセル化(Au/SiO₂)する方法を開発した。Au/SiO₂ 粒子の粒径は数十ナノメートル程度であり、各種条件を整えることにより粒子形態を変化できた。Au/SiO₂ 粒子コロイド溶液は CT 造影能を発現した。

2.はじめに (MSP 明朝 11 ポイント, ボールド)

Au の高い電子線吸収能や X 線吸収能は、医療画像診断(TEM イメージングや X 線 CT 造影)の造影剤として利用できる。また、ナノ粒子化により、市販の造影剤と異なる特殊な造影能が期待されるが、血管内で凝集が起こる懸念がある。この問題の解決策として、シリカカプセル化が報告されている。シリカの作製にはしばしば、アミン系触媒を用いたシリコンアルコキッドの加水分解縮合法、いわゆる Stöber 法が用いられる。本研究では生体に対する毒性が比較的小さい非アミン系触媒を用いた Au/SiO₂ コア-シェル粒子の作製法を開発した。さらに、血液滞留性を向上させるため、複合ナノ粒子表面へのポリエチレングリコール(PEG)化法の開発を行った。また、マウスへの投与を行い CT 造影剤としての性能を評価した。

3.実験方法

3.1.Au/SiO₂ 粒子の作製

Au ナノ粒子は、HAuCl₄ を水溶液中にてクエン酸により還元することにより作製した。シリカカプセル化は、H₂O/EtOH 溶液中で Au コロイドと (3-aminopropyl)trimethoxysilane (APMS) を作用させ、その後 Tetraethoxysilane/EtOH 溶液、NaOH 水溶液を順に加え、24 h 反応させることにより行った。

3.2.PEG 化

Au/SiO₂ 粒子作製手順中に APMS を共存させることによりシリカシェル部にアミノ基を導入した (Au/SiO₂-NH₂)。その後、poly (oxy-1,2-ethanediy), α -methyl- ω -[6-[(2,5-dioxo-1-pyrrolidinyl)oxy]-6-oxohexyl oxy] (ME-050HS) 溶液に再分散することにより、粒子表面に PEG 基を導入した (Au/SiO₂-PEG)。

3.3.マウスへの投与

遠心操作により粒子コロイド溶液を数千倍に濃縮した。超音波照射した後、マウスの尾静脈から投与した。

4.結果と考察

Fig.1 に各粒子の TEM 写真を示す。粒径はそれぞれ Au/SiO₂-NH₂ 粒子が 53.0 nm、Au/SiO₂-PEG 粒子が 50.7 nm であり、PEG 化後も粒径の変化は見られなかった。また、PEG 導入後もシリカカプセル化構造は維持された。Fig.2 に種々の粒子の元素分析結果を示す。Au/SiO₂-NH₂ 粒子および Au/SiO₂-PEG 粒子は、Au/SiO₂ 粒子と比較して、C および N 値が上昇した。これは APMS 由来のアミノ基および PEG 由来の有機物が表面に付着したことが原因であると考えられる。また、Au/SiO₂-PEG 粒子は Au/SiO₂-NH₂ 粒子と比較して N 値が減少した。これは粒子表面のアミノ基が PEG 基と結合したためであると推測した。以上より、本法により粒子表面へのアミノ基および PEG 基導入が良好に行われることがわかった。Fig.3 に各造影剤の投与後の各臓器の CT 値変化を示す。市販のヨード系造影剤である Iopamiron は投与直後から心臓の CT 値が上昇し、1 h 後にもわずかに滞留しており、3 h 程度でほぼ排泄されることがわかった。一方で、Au/SiO₂-PEG 粒子は投与後の各臓器の CT 値は投与直後から心臓の CT 値が上昇し、6~9 h 後にゆっくりと減衰していく様子が確認された。また肝臓および脾臓の CT 値が変動せず、ほぼ一

定の値を示した。これは Au/SiO₂-PEG 粒子が体内において異物として認識されず、血液中に長期滞留したことを示している。Au/SiO₂ 粒子表面に PEG が導入されたため、血液滞留性が向上したと考えられる。本法において作製した粒子の血中滞留時間は約 6 h と推測され、Iopamiron の血中滞留時間 (3 h) の 2 倍の長さであった。このことから、長時間の安定した造影が可能であると見込まれる。

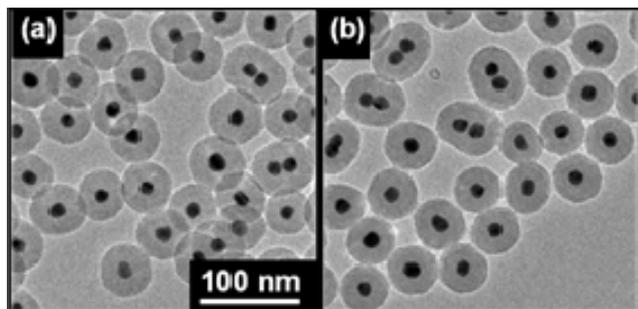


Fig.1 各粒子の TEM 写真
 (a) Au/SiO₂-NH₂, (b) Au/SiO₂-PEG

が CT 造影能を発現することがわかった。実用化を考えた場合、毒性や長期安定性等の調査は十分なされていない。今後の検討が待たれる。

【参考文献】

- 1) Y. Kobayashi, R. Nagasu, K. Shibuya, T. Nakagawa, Y. Kubota, K. Gonda, N. Ohuchi: Synthesis of a Colloid Solution of Silica-Coated Gold Nanoparticles for X-ray Imaging Applications, *J. Nanoparticle Res.*, **16**, 2551 (2014)
- 2) 渋谷恭輔、長須遼子、小林芳男、久保田洋介、中川智彦、権田幸祐、大内憲明: 医療画像診断用 Au/SiO₂ 複合ナノ粒子の開発, 化学工学会第 46 回秋季大会予稿集, W106 (2014)

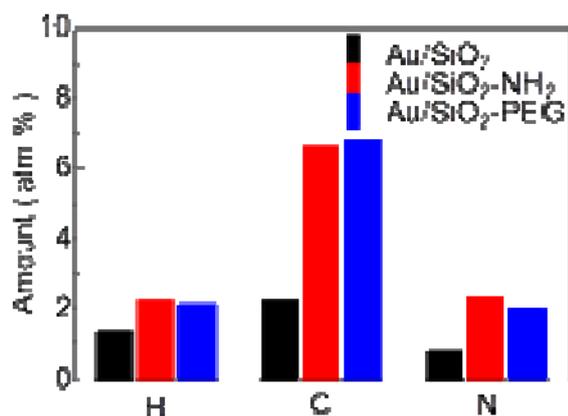


Fig.2 種々の粒子の元素分析結果

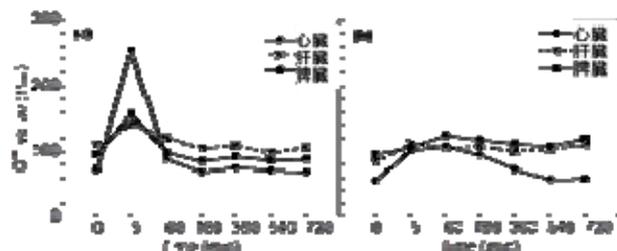


Fig.3 各造影剤投与後の各臓器の CT 値変化
 (a) Iopamiron, (b) Au/SiO₂-PEG

5.結論

以上より、本法で作製した Au/SiO₂ 粒子コロイド溶液

Al-Zn-Mg 合金中 粒界偏析水素の第一原理計算

Ab initio Calculation of Hydrogen Stability at the Grain Boundary of an Al-Zn-Mg Alloy

永野 隆敏、伊藤 吾朗

茨城大学工学部

Takatoshi Nagano, Goroh Itoh

Ibaraki University, 4-12-1 Nakanarusawa, Hitachi, Ibaraki 316-8511, JAPAN

1. 概要

水素感受性が高く、遅れ破壊を起こす Al-Zn-Mg 合金において実験的に観察される母相//母相粒界と母相//析出物粒界の方位関係をモデル化し、それぞれにおける水素の存在しやすさを表す形成エネルギーを第一原理計算を用いて、比較検討した。

水素は MgZn₂ 側では Mg 原子に近寄った位置に侵入しやすい傾向が得られた。粒界では Al, Mg 原子の両方に近い偏った位置に侵入しやすい傾向が得られた。η₁ では MgZn₂ 側に侵入しやすい傾向が得られた。η₂ では粒界に侵入しやすい傾向が得られた。η₁ と η₂ では総じて η₂ の凝集エネルギーが低かった。

2. はじめに

純アルミニウムは水素脆化しないことが知られているが、実際に使用されるアルミニウム合金には水素脆化するものもある。アルミニウム合金の中でも、Al-Zn-Mg 系合金の応力腐食割れの機構として、亀裂発生は粒界と粒内の電位差に基づく陽極溶解により、伝播は水素脆化により起こるとの考えが受け入れられている¹⁾。そして、本合金系では Zn, Mg の添加量が高い方が強度は増すが、合計含有量が 5.5mass%を超えると応力腐食割れの感受性が高くなることが知られている²⁾。含有量が一定を超えると応力腐食割れの感受性が高くなるということは、添加元素 Zn, Mg と水素が互いに影響を及ぼしていることが予測できる。また、本合金系の応力腐食割れは粒界割れであるので粒界析出物と粒界偏析水素との関係が重要である。

本研究では、本系合金での粒界偏析水素が粒界析出物と母相界面に与える影響を第一原理計算より明らかにし、凝集エネルギーの観点から本系合金中の粒界に偏析した水素の偏析位置と粒界割れの関係を調査した。Al-Zn-Mg 系合金は 7000 系アルミニウムとして JIS に登録され、一般に高い比強度が要求される、航空機、鉄道車両、スポーツ用品などの構造部材に用いられている合金である。そのため、その粒界偏析物と母相との粒界の水素の粒界偏析を調査することは工業的にも価値があると考えられる。

3. 計算方法

密度汎関数法に基づく一般化密度勾配近似と PAW (Projector Augmented Wave) 法を用いた第一原理計算を用いた。使用したプログラムパッケージは、ウィーン大学で開発された Vienna Ab initio Simulation Package (VASP) である。

凝集エネルギーは、個々の原子が乱雑な状態と、結晶が凝集した状態とのエネルギー差を指す。凝集エネルギーは、結晶の全エネルギーと、孤立原子の全エネルギーの差であり、次式で定義される。

$$E_{cohesive} = \frac{\{E_{crystal} - (a \times E_{atom}^A + b \times E_{atom}^B + \dots)\}}{X} \quad (1)$$

$E_{crystal}$ はセルの全エネルギー、 E_{atom}^A, E_{atom}^B は A, B 原子それぞれに対するエネルギーである。a, b は A, B 原子の個数で、X はセル内に存在するすべての原子の総数である。

4. 計算条件

計算を行った粒界は本合金系の粒界における典型的な析出物である MgZn₂ 相 (六方晶, Laves 構造) と Al 相の粒界である。その方位関係は多数あるが、高頻度で認められる 2 つの方位について計算を行った。2 つの方位関係を Table 1 に示す。

Table 1 Orientation relationship of grain boundary

Type	Orientation relationship
η ₁	(0001) _{MgZn₂} // (100) _{Al} [10 $\bar{1}$ 0] _{MgZn₂} // [001] _{Al}
η ₂	(0001) _{MgZn₂} // (1 $\bar{1}$ $\bar{1}$) _{Al} [10 $\bar{1}$ 0] _{MgZn₂} // [110] _{Al}

それぞれの方角関係を η₁, η₂ とする。この粒界を含むスーパーセルの体積、形状、最適化させ安定にした。その後水素 1 個をセルに侵入させ水素原子位置の最適化計算を行った。

水素をセルに侵入させる際 Al 相側、粒界上、MgZn₂ 相側と 3 つの条件で行った。粒界の計算に用いたスーパーセルを Fig. 1 に示す。

5. 結果と考察

Fig.2 に第一原理計算によって算出された $MgZn_2$ / Al の粒界上に水素 1 個が偏析した場合の凝集エネルギーを示す。原子位置を最適化した水素は $MgZn_2$ 側において、原子 4 個から構成される四面体の空間へ移動した。この四面体は Mg, Zn 原子各 2 個と, Mg 原子 1 個, Zn 原子 3 個で構成される 2 パターンがあった。そして、この 2 パターンでは Mg, Zn 原子各 2 個で構成される四面体の空間に水素が存在するパターンが、もう一方のパターンより安定である傾向がみられた。また、この 2 パターンの両方において水素は空間の中心ではなく Mg 原子に少し近くに寄った位置に移動する傾向がみられた。

粒界上における水素の挙動は、比較的大きな空間に移動した場合は、Al 原子と Mg 原子に近い位置に移動した。したがって、水素は侵入する空間の偏った位置へ侵入しやすく、Al, Mg 原子に近い位置へ侵入する傾向がある。Fig.2 より、 η_1 では界面内の位置によってばらつきはあるが $MgZn_2$ 側の方が水素は侵入しやすい傾向が得られた。 η_2 では粒界上に侵入しやすい傾向が得られた。また、 η_1 と η_2 を比較すると η_2 の凝集エネルギーが低く安定であった。

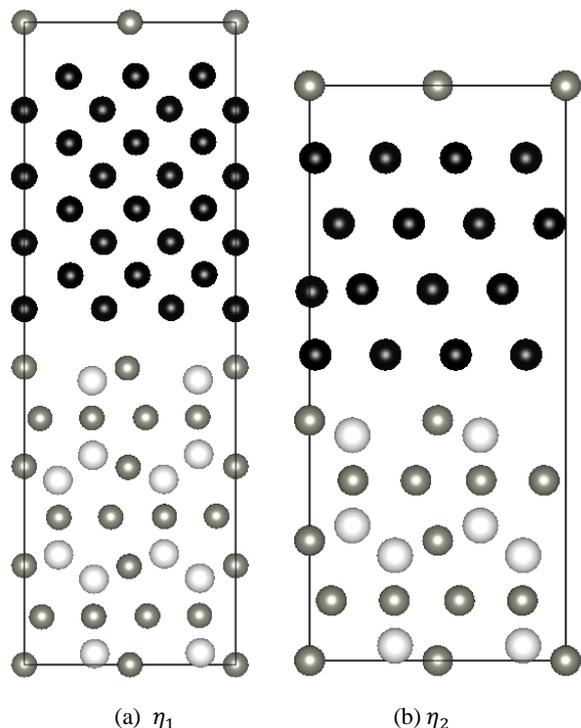


Fig.1 Structure of the supercell is before optimization.
 Lattice constants of $MgZn_2$ and Al are different. To this end, we created the supercell to match the Al phase to the $MgZn_2$ phase.

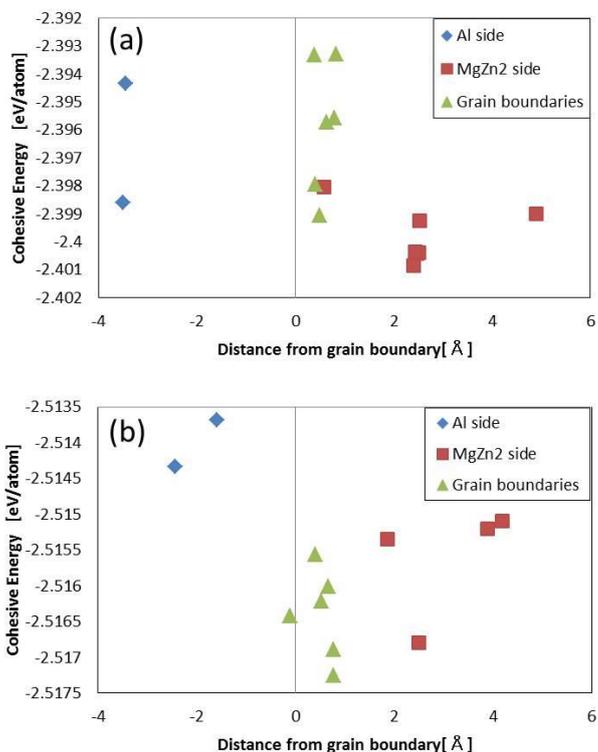


Fig.2 (a) graph of η_1 . (b) graph of η_2 .

Distance from the grain boundary shows how far hydrogen was from the grain boundary. A positive value in $MgZn_2$ side, a negative value is Al side.

5. 結論

水素は $MgZn_2$ 側では Mg 原子に近寄った位置に侵入しやすい傾向が得られた。粒界では Al, Mg 原子の両方に近い偏った位置に侵入しやすい傾向が得られた。 η_1 では $MgZn_2$ 側に、 η_2 では粒界に侵入しやすい傾向が得られた。 η_1 と η_2 では総じて η_2 が凝集エネルギーが低かった。

【参考文献】

- 1)伊藤吾朗, 江藤武比古, 宮木美光, 菅野幹宏: 軽金属, 38 (1988), 818-839.
- 2)福田忠生, 小武内清貴, 尾崎公一, 北浦宏将, 田辺晃弘: Journal of Society of Materials Science, Japan, Vol. 63, No. 2, pp.174-181.

超短パルスレーザービーム整形法による金属基板表面の微細加工

Micro-fabrication on metal surface by using beam shaping of ultra-short pulse

山崎 和彦

茨城大学

Kazuhiko YAMASAKI

Department of Mechanical Engineering, Ibaraki University

1. 概要

超短パルスレーザーによる金属基板表面の微細加工技術として、円形ビームを三角形に整形するビーム整形法を提案する。ビーム整形光学系で得られたビームのプロファイルを評価し、ステンレス基板表面に照射したところ、3光束干渉によって、直径 $100\ \mu\text{m}$ 程度の領域に周期約 $2.54\ \mu\text{m}$ 、深さ約 $0.4\ \mu\text{m}$ の2次元周期構造物が形成され、微細加工技術としての発展性を示した。

2. はじめに

パルス幅がナノ秒以下となる超短パルスレーザー光は、加工部位周辺への熱影響が少なく、波長程度の大きさの微細加工が可能となる。これまでに、単一集光照射によるステンレス基板表面の微細加工を行っている¹⁾。このような単一集光照射と3軸ステージによる3次元走査を組み合わせた微細加工法は、除去エリア全体を走査する必要があるため、六角錐プリズムを用いた新しいビーム整形法を提案する。この整形手法は、フォトマスクが必要なく、同一部位への連続照射による面での加工が可能となる。また整形後のビーム強度の平坦化や、3光束干渉による微細加工が可能となる。

3. 実験材料および実験方法

3.1 実験材料

加工サンプルは、表面を#4000の耐水性SiC研磨紙で研磨したオーステナイト系ステンレス基板(SUS316L, 厚さ1mm)を用いた。基板表面の平均粗さRaは約 $0.19\ \mu\text{m}$ (測定範囲 $500\times 500\ \mu\text{m}$)で、レーザー波長の1064nmにおける反射率Rは約67.4%であった。また膜厚約 $0.4\ \mu\text{m}$ のグラファイト微粉末を塗布し、反射率を約19.8%に低減したサンプルにも照射した(図1参照)。

3.2 ビーム整形法

図1に、六角錐プリズムを用いたビーム整形光学系の概要を示す。頂点角度が173度の六角錐プリズムにレーザー光を入射すると、60度の頂角を持った三角形の6つの平行光束に分割される(図2上参照)。これらの光

束の高強度部位は、ビーム中心から、外側の頂点位置に反転する。その後、2枚の縮小系レンズ対を用い、ビームサイズを任意の倍率に縮小した(図2下参照)。たとえば、レンズ1に焦点距離 f_1 が350mm、レンズ2に焦点距離 f_2 が50mmのレンズを用いると、焦点距離の比 f_2/f_1 からビーム縮小比率は1/7となる。この光路途中にビーム選択板を挿入し、6光束のうち隣同士でない3光束(ひとつ置き)を選択すると、2枚目のレンズ透過後の焦点位置で、同じ方向に頂点を持つ3光束が重ね合わされ三角形のビームに整形される。3光束の高強度な位置(頂点)は、重ね合わされた後の三角形のそれぞれ異なる頂角に位置するため、ビーム強度の強い部分と弱い部分が補間されてビーム強度が平坦化される。

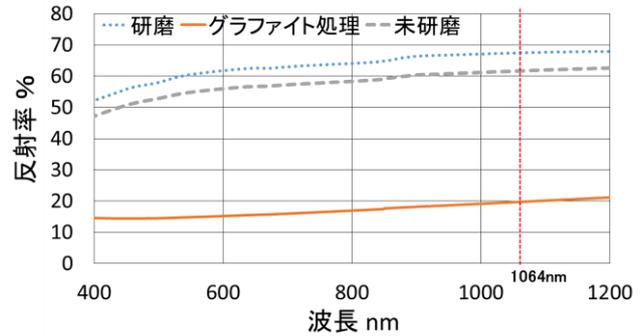


Fig.1 SUS316L 基板表面の反射スペクトル

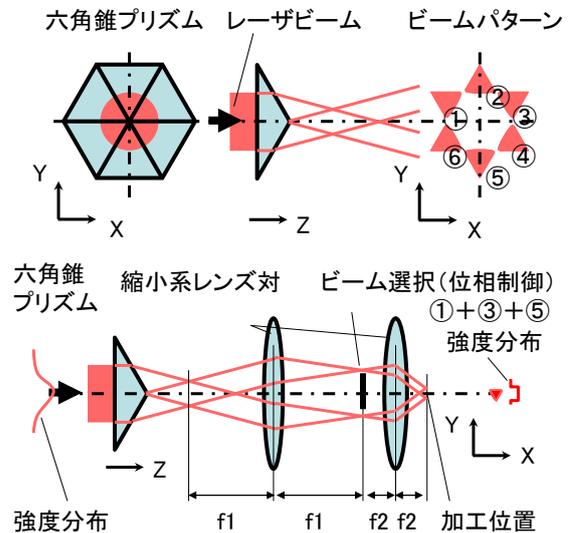


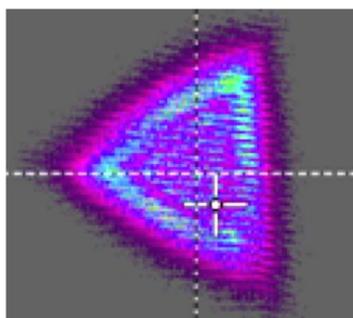
Fig.2 六角錐プリズムの効果(上)と
提案するビーム整形光学系(下)

このビーム整形光学系に、超短パルスレーザー光 (Nd:YAG レーザ, 波長 1064 nm, パルス幅~60 ps, 繰返し周波数 1 kHz, ビーム径 1.5 mm) を導入し, 加工位置でのビームプロファイルを確認した。また, 3光束の合計出力 18~19 μ J, 照射パルス数 500~60,000 の条件で SUS316L 基板に照射し, レーザ顕微鏡や走査型電子顕微鏡 (SEM) による観察を行い, ビームプロファイルと加工後の基板表面を比較した。

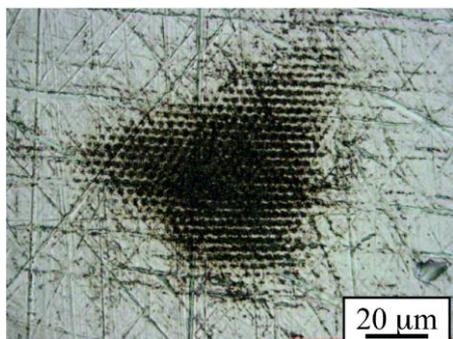
5. 結果および考察

図3(b)に得られた整形ビームのプロファイルを示す。ビームは三角形で, わずかに干渉縞が観察される。ビーム強度は3光束で補間されたものの, ビーム端や中心の強度が比較的高く, 強度の平坦化までには至らなかった。この整形ビームを, SUS316L 基板表面に照射したところ, 図3(a)に示す1辺約 90 μ m の三角形の加工痕が得られ, 加工領域全体に2次元の周期構造物が確認された。このような周期構造の加工が可能となる, 3光束が重なる z 方向の領域は, 約 50 μ m であった。

またビームのフルエンスを向上するため, 焦点距離 f_1 を 500 mm のレンズに変えて照射したところ, 縮小レンズ系のより外側を光が通過するために収差が発生し, 図4のような円形の加工領域となった。加工範囲は約 74 μ m で, その周囲には改質部位も確認できる。3光束干渉によって得られた周期 Λ は約 2.54 μ m で, 各点の加工深さは約 0.4 μ m であった。干渉効果を高めるための位相差制御により, よりはっきりとした加工が期待できる。

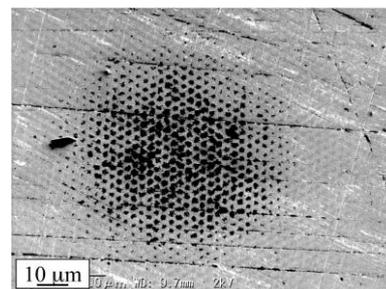


(a) 整形ビームプロファイル

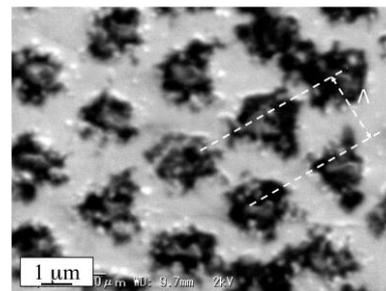


(b) 19 μ J, 60,000 パルス照射後の様子

Fig.3 整形ビームのビームプロファイルと
ビーム照射後の SUS316L 基板表面のレーザ顕微鏡像



(a) 18.5 μ J, 60,000 パルス



(b) (a)の中央部の拡大像

Fig.4 整形ビーム照射後の SUS316L 基板表面の
SEM 像

一方, ビーム吸収率を増加するため, グラファイト微粉末を塗布した基板に整形ビームを照射したが, グラファイト表面にのみ周期構造が形成された。

5. 結論

超短パルスレーザーによる微細加工技術として円形ビームを三角形に整形するビーム整形法を提案した。整形ビームを SUS316L 基板表面に照射したところ, 直径 100 μ m 程度の領域に3光束干渉によって周期約 2.54 μ m, 深さ約 0.4 μ m の2次元周期構造物が形成された。しかしながら, 整形ビーム強度の均一化や位相差制御法の確立などの課題が残された。

6. おわりに

今後, 提案したビーム整形法と単一集光照射法を組み合わせた微細加工技術への展開を考えている。また, 金属基板表面の微細加工技術としてはいくつか課題が残されたものの, より低加工閾値の高分子材料やフォトポリマー等の微細加工技術としての適応も期待できる。

【参考文献】

- 1) 山崎和彦, 横瀬貴行, 船橋護, 前川克廣, 短パルスレーザーによるステンレス基板へのマイクロプリズム加工:加工精度の向上, 平成 24 年度日本機械学会関

茨城大学重点研究プロジェクト「分野横断型ニューマテリアル研究プロジェクト」
塑性加工科学教育研究センター

東支部茨城講演会，茨城大学(2012.8.24) pp.

117-118

2.プロジェクト業績

研究論文等発表一覧

【原著論文】

- 1) Y. Kobayashi, Y. Ishii, H. Yamane, K. Watanabe, H. Koda, H. Kunigami, H. Kunigami, Fabrication of TiO₂/Pt Core-Shell Particles by Electroless Metal Plating, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **448**, 88-92, (2014)
- 2) T. Maeda, Y. Kobayashi, Y. Yasuda, T. Morita, Metal-Metal Bonding Properties of Copper Oxide Nanoparticles, *e-Journal of Surface Science and Nanotechnology*, **12**, 105-108, (2014)
- 3) Y. Kobayashi, K. Gonda, N. Ohuchi, Imaging Processes Using Core-Shell Particle Colloid Solutions for Medical Diagnosis, *Athens Journal of Natural & Formal Sciences*, **1**, 31-41, (2014)
- 4) Y. Kobayashi, Y. Abe, T. Maeda, Y. Yasuda, T. Morita, A Metal-Metal Bonding Process Using Metallic Copper Nanoparticles Produced by Reduction of Copper Oxide Nanoparticles, *Journal of Materials Research and Technology*, **3**, 114-121, (2014)
- 5) Y. Kobayashi, T. Iwasaki, K. Kageyama, S. Ishikuro, K. Yamasaki, T. Yonezawa, A. Takenoshita, Fabrication of Nitrogen-Doped Titanium Oxide/Silica Core-Shell Particles and Their Electrical Conductivity, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **457**, 244-249, (2014)
- 6) Y. Kobayashi, R. Nagasu, K. Shibuya, T. Nakagawa, Y. Kubota, K. Gonda, N. Ohuchi, Synthesis of a Colloid Solution of Silica-Coated Gold Nanoparticles for X-ray Imaging Applications, *Journal of Nanoparticle Research*, **16**, 2551, (2014)
- 7) Yasushi Sasajima, Tatsuya Miyamoto, Takatoshi Saitoh, Takahiro Yokoyama and Jin Onuki, Effectiveness of a periodic annealing method to coarsen Cu grains in very narrow trenches, *Microelectronic Engineering*, **131**, 43-50, (2015)
- 8) Dyah S. Adipranoto, Toru Ishigaki, Akinori Hoshikawa, Kenji Iwase, Masao Yonemura, Kazuhiro Mori, Takashi Kamiyama, Yukio Morii, Makoto Hayashi, Neutron diffraction studies on structural effect for Ni-doping in LiCo_{1-x}Ni_xO₂, *Solid State Ionics*, **262**, 92-97, (2014)
- 9) Yoshiaki Kiyonagi, Hirotaka Sato, Yoshinori Shiota, Takashi Kamiyama, Kenji Iwase, and Shoji Uno, Development of Energy-Selective Neutron Imaging, *JPS Conf. Proc.* **1**, 014008, (2014)
- 10) Kenji Iwase, Naoyoshi Terashita, Kazuhiro Mori, Suguru Tashiro, Hitoshi Yokota, Tetsuya Suzuki, Effects of Mg substitution on crystal structure and hydrogenation properties of Pr_{1-x}Mg_xNi₃, *Int. J. Hydrogen Energy*, **39**, 12773-12777, (2014)
- 11) Kazuhiro Mori, Shogo Tomihira, Kenji Iwase, Toshiharu Fukunaga, Visualization of conduction pathways in a lanthanum lithium titanate superionic conductor synthesized by rapid cooling, *Solid State Ionics*. **268**, 76-81, (2014)
- 12) Kazuhiro Mori, Kenji Iwase, Yojiro Oba, Toshiharu Fukunaga, Masaaki Sugiyama, Surface Observation of LaNi₅ under Deuterium Atmosphere Using Small-Angle Neutron Scattering, *Mater. Trans.* **55**, 1643-1646, (2014)
- 13) Kazuhiro Mori, Kenji Iwase, Toshiharu Fukunaga, Local Structures and Bottleneck Size Distributions of Lithium Ion Conducting Oxides: Li_{3x}La_{2/3-x}TiO₃, *JPS Conf. Proc.* in press
- 14) Liliang Chen, Tsutomu Mashimo, Hiroki Okudera, Chihiro Iwamoto and Emil Omurzak, Synthesis of WO₃·H₂O nanoparticles by pulsed plasma in liquid, *RSC Advances*, **4**, 28673-28677, (2014)
- 15) Zhazgul Kelgenbaeva, Emil Omurzak, Shintaro Takebe, Saadat Sulaimankulova, Zhympargul Abdullaeva, Chihiro Iwamoto, Tsutomu Mashimo, Synthesis of pure iron nanoparticles at liquid-liquid interface using pulsed plasma,

Journal of Nanoparticle Research, **16**, 2603, (2014)

- 16) 車田亮, 伊藤吾朗, 杉田政道, 佐久間隆昭, 割裂加工による銅板の硬さ変化, 銅と銅合金, **53**, 101-105, (2014)
- 17) 真中俊明, 伊藤吾朗, 小山僚人, 引張変形した Al-Mg 合金中の水素挙動, 日本金属学会誌, **79**, 137-141, (2015)

【国際会議論文】

- 1) T. Maeda, H. Nakazawa, Y. Kobayashi, Y. Yasuda, T. Morita, Effects of Reductant Concentration and Reduction Temperature in Synthesis of Copper Nanoparticles on Their Metal-Metal Bonding Properties, International Symposium on Coatings Technology 2014 (ISCT 2014) in 9th International Materials Technology Conference & Exhibition (IMTCE 2014) Book of Abstracts, ISMWT_OS_0136, (2014)
- 2) Y. Kobayashi, T. Ayame, K. Shibuya, T. Nakagawa, Y. Kubota, K. Gonda, N. Ohuchi, Stabilization of Silica-Coated Silver Iodide Nanoparticles by Ethanol-Washing, International Symposium on Coatings Technology 2014 (ISCT 2014) in 9th International Materials Technology Conference & Exhibition (IMTCE 2014) Book of Abstracts, ISCT_OS_0135, (2014)
- 3) Y. Kobayashi, A. Odo, Fabrication of Barium Titanate Nanoparticles/Poly(methylmethacrylate) Composite Films by a Combination of Deposition Process and Spincoating Technique, The Pan American Materials Conference 2014 Official Program, p.41, (2014)
- 4) Y. Kobayashi, R. Nagasu, T. Nakagawa, Y. Kubota, K. Gonda, N. Ohuchi, Preparation of Au/Silica/Poly(ethylene glycol) Nanoparticle Colloid Solution and X-ray Imaging Using It, 9th International Conference on Surfaces, Coatings and Nanostructured Materials (NANOSMAT 2014) Abstracts Book, NANO-10, (2014)
- 5) Y. Kobayashi, K. Shibuya, T. Nakagawa, Y. Kubota, K. Gonda, N. Ohuchi, Direct Immobilization of Gadolinium Complex on Silica Particles and Their MRI Properties, Program/Abstracts of The 7th International Symposium on Surface Science (ISSS-7), 3PN-1, (2014)
- 6) Y. Shindo, Y. Kobayashi, Synthesis of Gd-DTPA Immobilized SiO₂ Nanoparticles and Their Imaging Ability, Proceedings of the 10th International Student Conference at Ibaraki University (ISCIU10), P02, (2014)
- 7) K. Yamamura, Y. Kobayashi, Fabrication of Alumina Thin Films Crystallized at Low Temperature, Proceedings of the 10th International Student Conference at Ibaraki University (ISCIU10), P03, (2014)
- 8) M. Sakai, Y. Kobayashi, Development of Techniques for Fabricating of Platinum-Immobilized Titania Particles by Electroless Plating Process, Proceedings of the 10th International Student Conference at Ibaraki University (ISCIU10), P04, (2014)
- 9) Iya I. Tashlykova-Bushkevich, Keitaro Horikawa and Goroh Itoh, The role of Cr in H desorption kinetics in rapidly solidified Al, Materials Science Forum, Vols. **783-786**, 264-269, (2014)
- 10) Akira Kurumada, Goroh Itoh, Masamichi Sugita, Takaaki Sakuma, Masakatsu Seki, Change of hardness of copper sheet by splitting process, Procedia Engineering, **81**, 861-866, (2014)
- 11) T. Manaka and G. Itoh, Hydrogen behavior in tensile-deformed Al-Zn-Mg alloy and Al-Mg alloy, Recent Advances in Structural Integrity Analysis, Proceedings of the International Congress (APCF/SIF-2014), 412-416, (2014)
- 12) R. YAMADA, S. ISHIZAWA, G. ITOH, A. KURUMADA, M. NAKAI, Effects of environment on fatigue crack growth behaviour of aluminium alloys for aircraft components, Recent Advances in Structural Integrity Analysis: Proceedings of the International Congress (APCF/SIF-2014), 123-126, (2014)

【著書】

- 1) 小林芳男、権田幸祐、大内憲明、マイクロ／ナノカプセルの調製、徐放性制御と応用事例:「ナノカプセル造影剤の開発」、技術情報協会, 264-271, (2014)

【解説,その他】

- 1) 岩瀬謙二、パルス中性子イメージングによる金属材料研究、Isotope News, 725, (2014) 7-11.

【学会等発表 (国内、国際)】

- 1) T. Maeda, H. Nakazawa, Y. Kobayashi, Y. Yasuda, T. Morita, Effects of Reductant Concentration and Reduction Temperature in Synthesis of Copper Nanoparticles on Their Metal-Metal Bonding Properties, International Symposium on Coatings Technology 2014 (ISCT 2014) in 9th International Materials Technology Conference & Exhibition (IMTCE 2014), 2014/5/14
- 2) Y. Kobayashi, T. Ayame, K. Shibuya, T. Nakagawa, Y. Kubota, K. Gonda, N. Ohuchi, Stabilization of Silica-Coated Silver Iodide Nanoparticles by Ethanol-Washing, International Symposium on Coatings Technology 2014 (ISCT 2014) in 9th International Materials Technology Conference & Exhibition (IMTCE 2014), 2014/5/15
- 3) Y. Kobayashi, A. Odo, Fabrication of Barium Titanate Nanoparticles/Poly(methylmethacrylate) Composite Films by a Combination of Deposition Process and Spincoating Technique, The Pan American Materials Conference 2014, 2014/7/23
- 4) Y. Kobayashi, R. Nagasu, T. Nakagawa, Y. Kubota, K. Gonda, N. Ohuchi, Preparation of Au/Silica/Poly(ethylene glycol) Nanoparticle Colloid Solution and X-ray Imaging Using It, 9th International Conference on Surfaces, Coatings and Nanostructured Materials (NANOSMAT 2014), 2014/9/10
- 5) 渋谷恭輔、長須遼子、小林芳男、久保田洋介、中川智彦、権田幸祐、大内憲明、医療画像診断用 Au/SiO₂ 複合ナノ粒子の開発、化学工学会第 46 回秋季大会, 2014/9/17
- 6) 前田貴史、小林芳男、保田雄亮、守田俊章、酸化銅ナノ粒子による金属接合温度の低下効果、化学工学会第 46 回秋季大会, 2014/9/17
- 7) 酒井正堯、山根英之、石井雄也、小林芳男、渡辺健一、甲田秀和、國上溥、無電解メッキを利用した白金担持チタニア粒子の作製法の開発、化学工学会第 46 回秋季大会, 2014/9/18
- 8) 新藤祐太、渋谷恭輔、小林芳男、久保田洋介、権田幸祐、大内憲明、ガドリニウム錯体固定化 SiO₂ ナノ粒子の作製とその造影特性、化学工学会第 46 回秋季大会, 2014/9/18
- 9) 山村克己、小林芳男、守田俊章、保田雄亮、低温条件下におけるアルミナ薄膜の開発、化学工学会第 46 回秋季大会, 2014/9/18
- 10) Y. Kobayashi, K. Shibuya, T. Nakagawa, Y. Kubota, K. Gonda, N. Ohuchi, Direct Immobilization of Gadolinium Complex on Silica Particles and Their MRI Properties, The 7th International Symposium on Surface Science (ISSS-7), , 2014/11/3
- 11) Y. Shindo, Y. Kobayashi, Synthesis of Gd-DTPA Immobilized SiO₂ Nanoparticles and Their Imaging Ability, The 10th International Student Conference at Ibaraki University (ISCIU10), 2014/11/15
- 12) K. Yamamura, Y. Kobayashi, Fabrication of Alumina Thin Films Crystallized at Low Temperature, The 10th International Student Conference at Ibaraki University (ISCIU10), 2014/11/15
- 13) M. Sakai, Y. Kobayashi, Development of Techniques for Fabricating of Platinum-Immobilized Titania Particles by Electroless Plating Process, The 10th International Student Conference at Ibaraki University (ISCIU10), 2014/11/15
- 14) 酒井正堯、山根英之、石井雄也、小林芳男、渡辺健一、甲田秀和、國上溥、無電解めっきを利用した白金コーテ

イングチタニア粒子の作製法の開発, 第5回福島地区 CE セミナー, 2014/12/20

- 15) 新藤祐太、渋谷恭輔、小林芳男、久保田洋介、権田幸祐、大内憲明, Gd 錯体固定化 SiO₂ ナノ粒子の作製およびその造影特性に関する研究, 第5回福島地区 CE セミナー, 2014/12/20
- 16) 山村克己、小林芳男、守田俊章、保田雄亮, 水熱法を利用したアルミナ薄膜の開発, 第5回福島地区 CE セミナー, 2014/12/20
- 17) Ahmad Ehsan MOHDTAMIDI, Yasushi Sasajima, Computer Simulation of Thermal Conductivity and X-ray Diffraction Pattern of Si/Ge Amorphous Multi-Layer Films: Effect of Cu Addition, 第24回日本MRS年次大会 I-P11-026, 2014/12/11
- 18) 劉濱, 篠嶋妥, 岩瀬彰宏, 熱的照射による Al-Cu 合金の析出過程の Phase-Field シミュレーション, 日本金属学会 2015 年春期講演大会 P54, 2015/3/18
- 19) アハマド エサン モハマド タミディ, 江口遼, 永野隆俊, 太田弘道, 佐藤成男, 篠嶋妥, Computer Simulation of Structural Change of Si/Ge Amorphous Multi-Layer Films under annealing: Effect of Cu Addition, 日本金属学会 2015 年春期講演大会, P56, 2015/3/18
- 20) 篠嶋妥, 岩瀬彰宏, Al-Si アモルファス合金の照射耐性と析出促進過程の計算機実験, 日本金属学会 2015 年春期講演大会, 111, 2015/3/19
- 21) 山崎和彦, 金属・セラミックス材料のレーザ焼結技術とその応用, 第70回ELID研削セミナー, 独立行政法人理化学研究所和光研究所, 2014/12/22
- 22) 上野宗紀, 山崎和彦, 前川克廣, 浅本麻紀子, セリア系セラミックス材料のレーザ焼結における中間層導入の効果, 第22回茨城講演会, pp. 113-114, 2014/9/6
- 23) 岩瀬謙二, 田代優, 横田仁志, 鈴木徹也, ECAP 加工による Al 合金の力学的特性変化, 第22回茨城講演会, 2014/9/5
- 24) 岩瀬謙二, 寺下尚克, 森一広, Mg 置換による Gd-Mg-Ni 合金の水素吸蔵放出特性, 日本金属学会 2014 年秋期講演大会, 2014/9/25
- 25) Y. Higashi, C. Iwamoto, Y. Kawamura, Microstructure and mechanical properties of Mg₉₆Zn₂Y₂ alloy joint bonded by ultrasonic wire welding, The 2nd International Symposium on Long-Period Stacking Ordered Structure and Its Related Materials, 2014/10/5-8
- 26) 東雄一, 岩本知広, 河村能人, 超音波接合によって接合された Mg₉₆Zn₂Y₂ 合金の微細構造の特徴, 日本金属学会 2014 年秋期講演大会, 2014/9/24-26
- 27) 東雄一, 岩本知広, 河村能人, 高強度マグネシウム合金の超音波接合, 日本金属学会 2014 年秋期講演大会, 2014/3/21-23
- 28) 岩本知広, 超音波端子接合における界面現象, 第108回マイクロ接合研究委員会, 溶接学会, 2014/11/7
- 29) 岩本知広, マグネシウム合金薄板のスポット接合とその微細組織, 第109回マイクロ接合研究委員会, 溶接学会, 2015/2/23
- 30) 伊藤吾朗, 日本における軽金属産業の発展と研究開発, 台湾軽金属協会会員大会招待講演, 台湾軽金属協会, 2014/11/4
- 31) Toshiaki MANAKA and Goroh ITOH, Hydrogen behavior in tensile-deformed Al-Zn-Mg alloy and Al-Mg alloy, APCFS/SIF-2014 International Congress, 2014/12/11
- 32) Ryuichi YAMADA, Shingo ISHIZAWA, Goroh ITOH, Akira KURUMADA, Manabu NAKAI, Effects of environment on fatigue crack growth behaviour of aluminium alloys for aircraft components, APCFS/SIF-2014 International Congress, 2014/12/11
- 33) Nobuatsu Tanou, Junya Kobayashi, Goroh Itoh, Akira Kurumada, Shingo Mukae, Effects of strain rate on tensile

- properties of tungsten at elevated temperature, The 10th International Student Conference at Ibaraki University, 2014/11/15-16
- 34) Yukimasa Ichimura, Goroh Itoh, Visualization of hydrogen in electrolytically charged cold-rolled austenitic stainless steels, The 10th International Student Conference at Ibaraki University, 2014/11/15-16
- 35) Atsushi Sugawara, Goroh Itoh, Investigation of the diffusion behavior of hydrogen in a ferritic steel by means of hydrogen microprint technique, The 10th International Student Conference at Ibaraki University, 2014/11/15-16
- 36) Akira Kurumada, Goroh Itoh, Masamichi Sugita, Takaaki Sakuma, Masakatsu Seki, Change of hardness of copper sheet by splitting process, International Conference on Technology of Plasticity 2014, 2014/10/21
- 37) 伊藤吾朗, アルミニウム・マグネシウム材料の応力腐食・疲労・水素脆性, 第 57 回材料強度と破壊総合シンポジウム, 2014/4/15
- 38) 山田隆一, 石澤真悟, 伊藤吾朗, 車田亮, 中井学, 航空機用アルミニウム合金の疲労き裂進展挙動に及ぼす環境の影響, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/17
- 39) 國井健生, 比佐遼太, 伊藤吾朗, 山崎倫昭, 河村能人, シンクロ LPSO 型マグネシウム合金の水素脆化に及ぼす α -Mg 相の影響, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/17
- 40) 寺田将也, 伊藤吾朗, 車田亮, 6061 および 7075 アルミニウム合金における長期負荷割れ試験時のき裂進展挙動, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/17
- 41) 中川恵友, 伊藤吾朗, 中井学, 金谷輝人, 松浦洋司, 7000 系アルミニウム合金の疲労特性に及ぼす微量添加元素の影響, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/17
- 42) 石澤真悟, 山田隆一, 伊藤吾朗, 車田亮, 中井学, 航空機用アルミニウム合金の疲労き裂進展特性に及ぼす不純物・添加元素の影響, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/17
- 43) プラズマチャージしたアルミニウム中の水素挙動, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/18
- 44) 青木雅弥, 伊藤吾朗, 小山僚人, 真中俊明, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/18
- 45) 水庭彰, 伊藤吾朗, 真中俊明, アルミニウム合金中の第二相と水素との関係, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/18
- 46) 小塚健司, 伊藤吾朗, 中野貴史, 渡壁尚仁, 中井学, 波多野雄治, Al-Zn-Mg 合金および Al-Cu-Mg 合金における水素侵入挙動, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/18
- 47) 中野貴史, 小塚健司, 伊藤吾朗, 中井学, Al-Cu-Mg 系合金の水素挙動, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/18
- 48) 比佐遼太, 國井健生, 伊藤吾朗, 山崎倫昭, 河村能人, LPSO 相の割合が高いマグネシウム合金の耐水素脆化特性, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/18
- 49) 安藤誠, 鈴木義和, 伊藤吾朗, Mg 添加した自動車熱交換器用材料のろう付過熱後のクリープ挙動, 軽金属学会第 126 回春期大会, 2014/5/18
- 50) 飯島周平, 伊藤吾朗, 向江信悟, 佐久間隆昭, 車田亮, タングステンの高温引張特性——微視組織の影響 第 2 報——, 塑性加工春季講演会, 2014/6/7
- 51) 真中俊明, 伊藤吾朗, 熱間多パス圧延による Zn-Al 共析合金の微細組織形成, 塑性加工春季講演会, 2014/6/8
- 52) 田中瑞輝, 寺田将也, 伊藤吾朗, 6066 および 6069 アルミニウム合金の耐水素脆化特性評価, 第 22 回茨城講演会, 2014/9/5
- 53) 小松建人, 小塚健司, 中野貴史, 伊藤吾朗, Al-Zn-Mg 合金の水素脆化に及ぼす復元時効処理の影響, 第 22 回茨城講演会, 2014/9/5
- 54) 望月健吾, 山田隆一, 伊藤吾朗, 6061 アルミニウム合金の疲労に及ぼす試験温度・環境の影響, 第 22 回茨城講演会

演会, 2014/9/5

- 55) 太田佳宏, 青木雅弥, 伊藤吾朗, プラズマチャージしたアルミニウム合金中の水素挙動, 第 22 回茨城講演会, 2014/9/5
- 56) 小泉彰平, 小林純也, 伊藤吾朗, 6066 および 6069 アルミニウム合金の高温における変形特性, 第 22 回茨城講演会, 2014/9/5
- 57) 深沢周平, 真中俊明, 伊藤吾朗, 引張変形した Al-Cu-Mg 系合金の水素挙動, 第 22 回茨城講演会, 2014/9/5
- 58) 中川雄嗣, 伊藤吾朗, 青木雅弥, 國井健生, 寺田将也, アルミニウム材料の水素分析に及ぼす表面前処理条件の影響, 第 22 回茨城講演会, 2014/9/5
- 59) 久保田光, 伊藤吾朗, 永野隆敏, Al-Zn-Mg 合金中粒界偏析水素の第一原理計算, 第 22 回茨城講演会, 2014/9/5
- 60) 大和田祐輝, 市嶋史典, 車田亮, タングステンと銅の接合材の機械的性質及び微細組織におよぼす中性子照射効果, 第 22 回茨城講演会, 2014/9/5
- 61) 小塚健司, 伊藤吾朗, 中野貴史, 渡壁尚仁, 中井 学, 曲げ応力を負荷した Al-Zn-Mg 合金の水素透過挙動, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11/15
- 62) 水庭彰, 伊藤吾朗, 真中俊明, アルミニウム合金中のクロムと水素の関係, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11/15
- 63) 中野貴史, 小塚健司, 伊藤吾朗, 中井学, Al-Cu-Mg 合金の水素挙動に及ぼす Mn 添加の影響, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11/15
- 64) 比佐遼太, 國井健生, 伊藤吾朗, 山崎倫昭, 河村能人, $Mg_{89}Zn_4Y_7$ 耐水素脆化特性, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11/15
- 65) 山田隆一, 伊藤吾朗, 車田亮, 中井学, 2000 系および 7000 系アルミニウム合金の疲労き裂進展挙動の比較, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11/16
- 66) 寺田将也, 伊藤吾朗, 車田亮, Al-Mg-Si 系合金における長期負荷割れ試験時のき裂進展挙動, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11/16
- 67) 伊藤吾朗, 中川雄嗣, 寺田将也, 國井健生, アルミニウムの水素分析に及ぼす表面状態の影響, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11/16
- 68) 青木雅弥, 伊藤吾朗, プラズマチャージしたアルミニウム中の水素挙動の昇温脱離解析, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11/16
- 69) 國井健生, 比佐遼太, 伊藤吾朗, 山崎倫昭, 河村能人, 湿潤大気環境中における $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金のき裂挙動, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11/16
- 70) 真中俊明, 深沢周平, 伊藤吾朗, 引張変形を与えた Al-Zn-Mg 合金中の水素挙動, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 2014/11/16

【受賞等】

なし

【特許】

- 1) 発明者: 小林芳男, 米澤岳洋, 山崎和彦, 出願人: 国立大学法人茨城大学, 発明の名称: 「ITO 粒子の製造方法」, 出願番号: 特願 2014-209049
- 2) 発明者: 篠嶋妥, 大貫 仁, 永野隆敏, 出願人: 国立大学法人茨城大学, 発明の名称: 「超低抵抗率銅配線を有する半導体集積回路装置」, 出願番号: 特願 2015-

【新聞報道等】

なし

【競争的資金獲得】

1.申請した競争的資金等の外部資金

- 1) 公益財団法人 軽金属奨学会 教育研究資金「アルミニウム合金における照射エネルギーを利用した組織制御プロセスの探索」, 250 千円, 2015 年度(2 年目), 研究代表者: 篠嶋 妥
- 2) 公益財団法人 軽金属奨学会 教育研究資金「7000 系アルミニウム合金中の水素挙動に及ぼす調質条件の影響」, 250 千円, 2015 年度, 研究代表者: 伊藤吾朗
- 3) 公益財団法人 天田財団 一般研究開発助成(レーザプロセッシング), 「ベッセルビームによる炭素繊維強化プラスチック厚板材のレーザ加工技術の開発」, 2,000 千円, 2014 年度～2015 年度, 研究代表者: 山崎和彦
- 4) 公益財団法人 天田財団 一般研究開発助成, 「チタンの塑性加工の基礎と応用」, 2,000 千円, 2014 年度～2017 年度, 研究代表者: 伊藤吾朗
- 5) 公益財団法人 池谷科学技術振興財団, 単年度研究助成, 1,500 千円, 2015 年度, 研究代表者: 岩本知広

2.申請した科学研究費補助金

- 1) 日本学術振興会 平成 27 年度 基盤研究(A), 「多種造影機能を有する異種複合ナノカプセルの開発」, 41,400 千円, 2015 年度～2017 年度, 研究代表者: 小林芳男
- 2) 日本学術振興会 平成 27 年度 挑戦的萌芽研究, 「大気や不活性ガス雰囲気中で接合可能な金属銅系多元金属接合材料の開発」, 4,550 千円, 2015 年度～2016 年度, 研究代表者: 小林芳男
- 3) 日本学術振興会 平成 27 年度 挑戦的萌芽研究, 「シリカコート金ナノ粒子レーザ焼結法によるガラスファイバーへの金膜形成技術」, 5,000 千円, 2015 年度～2016 年度, 研究代表者: 山崎和彦
- 4) 日本学術振興会 平成 27 年度 基盤研究(C), 「歪エネルギー駆動による超微細 Cu 配線の結晶粒粗大化プロセス開発」, 4,315 千円, 2015 年度～2017 年度, 研究代表者: 篠嶋 妥
- 5) 日本学術振興会 平成 27 年度 基盤研究(A), 「イオン・レーザー複合照射場による超非平衡合金構造創製と物性制御への応用」, 2,000 千円(分担), 2015 年度～2018 年度, 研究代表者: 岩瀬彰宏
- 6) 日本学術振興会 平成 27 年度 特別推進研究, 「超塑性現象適用による新接合技術の開発と適用によるワイドバンドギャップ半導体性能の革新」, 6,000 千円(分担), 2015 年度～2019 年度, 研究代表者: 大貫仁
- 7) 日本学術振興会 平成 26 年度若手研究(A), 「レーザアシスト積層造形法によるシングルチャンバー固体酸化物形燃料電池セル製造技術」, 29,670 千円, 2015 年度～2017 年度, 研究代表者: 山崎和彦
- 8) 日本学術振興会 平成 27 年度 基盤研究(B), 「マルチスケール組織その場観察による超音波接合過程の解明と制御」, 19,980 千円, 2015 年度～2017 年度, 研究代表者: 岩本知広
- 9) 日本学術振興会 平成 27 年度 挑戦的萌芽研究, 「極微細領域強化複合組織作製法の開発」, 5,000 千円, 2015 年度～2017 年度, 研究代表者: 岩本知広

3.採択された競争的資金等の外部資金

- 1) 寄附金: 軽金属奨学会 教育研究資金, 「アルミニウム合金における照射エネルギーを利用した組織制御プロセスの探索」, 250 千円, 2014 年度, 研究代表者: 篠嶋 妥
- 2) 前川克廣, 山崎和彦, エフシー開発(株), 「燃料電池用電極の研究」, 100 千円, 2014/4～2015/3
- 3) 受託研究: 水素利用技術研究開発事業/燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準

- 調和・国際標準化に関する研究開発／自動車用圧縮水素容器の基準整備・国際基準調和に関する研究開発 (2013～2015 年度) (委託元: 独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構), 2014 年度獲得金額 4,296 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
- 4) 受託研究: 共通基盤技術の研究調査／革新的新構造材料——軽量金属(アルミニウム、マグネシウム)材料——に関する共通基盤技術の研究調査(2014～2015 年度) (委託元: 新構造材料技術研究組合), 2014 年度獲得金額 5,000 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
 - 5) 受託研究: 平成26年度戦略的基盤技術高度化支援事業(割裂及び加締加工技術による順送加工プレス一体化の研究開発) (2013～2015 年度) (委託元: 公益財団法人日立地区産業支援センター), 2014 年度獲得金額 222.856 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
 - 6) 受託研究: アルミ線の強度低下試験に関する評価(2014 年度) (委託元: 東北電力(株)), 2014 年度獲得金額 421 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
 - 7) 受託事業: ひらめき☆ときめきサイエンス～ようこそ大学の研究室へ～KAKENHI, 金属中の水素を観る(2014 年度), (委託元: 日本学術振興会), 2014 年度獲得金額 403 千円(間接経費を含む), 実施代表者: 伊藤吾朗
 - 8) 共同研究: 水素ステーション高圧水素容器用アルミニウム合金の疲労特性評価(2014 年度) (共同研究先: JX 日鉱日石エネルギー(株)), 2014 年度獲得金額 1,050 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
 - 9) 共同研究: サッシ用アルミ型材の鋳造技術に関する研究(2014 年度) (共同研究先: (株)LIXIL), 2014 年度獲得金額 525 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
 - 10) 共同研究: 非鉄金属における分子間結合の基礎研究(2014 年度) (共同研究先: 公益財団法人日立地区産業支援センター), 2014 年度獲得金額 500 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 中村雅史
 - 11) 共同研究: アルミ合金の鋳造性の研究(2014 年度) (共同研究先: アロイ・テック(株)), 2014 年度獲得金額 540 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
 - 12) 寄附金: 教育研究資金, 高強度アルミニウム合金中の水素挙動(2014 年度) (寄附元: 公益財団法人軽金属奨学会), 2014 年度獲得金額 250 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
 - 13) 寄附金: 大学院博士後期課程 1 年次生真中俊明に対する海外交流補助金(2014 年度) (寄附元: 公益財団法人軽金属奨学会), 2014 年度獲得金額 150 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
 - 14) 寄附金: W, Mo 系抵抗溶接電極材の消耗メカニズム解析に関する研究(2010～2014 年度) (寄附元: 日本タンゲステン(株)), 2014 年度獲得金額 500 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
 - 15) 寄附金: 大学院博士後期課程 1 年次生真中俊明の研究(アルミニウム合金の水素脆化機構の解明)に対する助成(2014～2016 年度) (寄附元: 一般社団法人日本アルミニウム協会), 2014 年度獲得金額 500 千円(間接経費を含む), 研究代表者: 伊藤吾朗
 - 16) 受託研究: 公益財団法人茨城県中小企業振興公社, 180 千円, 研究代表者: 西野創一郎
 - 17) 共同研究: 株式会社河村製作所, 113.4 千円, 研究代表者: 西野創一郎
 - 18) 共同研究: スガノ農機株式会社, 324 千円, 研究代表者: 西野創一郎
 - 19) 共同研究: トーカロ株式会社, 900 千円, 研究代表者: 西野創一郎

4.採択された科学研究費補助金

- 1) 日本学術振興会 平成 26 年度 基盤研究(B), 「高エネルギー非平衡状態を利用した熱電材料のナノ構造化と新機能」, 600 千円(分担), 2014 年度～2016 年度, 研究代表者: 池田 輝之
- 2) 日本学術振興会 平成 26 年度 基盤研究(B), 「3 次元実装用低ひずみ・高アスペクト比 TSV 開発」, 200 千円(分担), 2014 年度～2016 年度, 研究代表者: 大貫仁
- 3) 日本学術振興会 平成 25 年度 若手(B), 「その場観察中性子小角散乱による水素貯蔵材料のナノ構造の解明」,

茨城大学重点研究「分野横断型ニューマテリアル研究プロジェクト」
塑性加工科学教育研究センター

4,290 千円, 2013 年度～2015 年度, 研究代表者: 岩瀬謙二

- 4) 日本学術振興会 平成 26 年度 基盤研究(C), 「界面ナノ組織制御による軽金属溶接法の開発」, 5,460 千円, 2012 年度～2015 年度, 研究代表者: 岩本知広
- 5) 日本学術振興会平成 26 年度 基盤研究(C), 「金属材料の耐水素脆化特性と表面酸化膜構造の関係解明」, 平成 26 年度獲得金額 1,430 千円(間接経費を含む), 2013～2015 年度, 代表者: 伊藤吾朗

茨城大学重点研究

「分野横断型ニューマテリアル研究プロジェクト」

茨城大学工学部附属塑性加工科学教育研究センター

2014年度報告書

発行日 平成27年4月

発行者 茨城大学 工学部 機械工学科
教授 伊藤 吾朗
〒316-8511 日立市中成沢町4-12-1
Tel: 0294-38-5023 Fax: 0294-38-5047

※禁無断転載

茨城大学重点研究

<http://www.ibaraki.ac.jp/generalinfo/activity/researching/juuten/>

茨城大学工学部附属教育研究センター

<http://www.eng.ibaraki.ac.jp/research/centers/index.html>

塑性加工科学教育研究センター

<http://www.eng.ibaraki.ac.jp/research/centers/plastic/index.html>