

他誌掲載論文等概要

硬せい材料の研削における材料端部の欠けの推定

山口勝己* 水谷勝己* 田中芳雄**

本研究は硬せい材料の単粒研削時に被削材の端部で生じる欠けの大きさを被削材に加えられる研削力(集中力)から推定しようとする試みである。最初に、光学ガラスを被削材とする三次元形状の単粒による研削実験を各種の条件で行い、端部欠けの大きさと研削力との関係を実験的に求めた。次いで、前条痕部を後続の砥粒が削る際の干渉モデルによる研削力の定式化、砥粒の軌跡が研削の幾何学に従う場合の研削力(幾何学上の研削力)の解析、

および実測値との比較を行うとともに、両研削力の差異が実干渉深さと幾何学上の干渉深さのずれによって生じることを明らかにした。さらに、本解析モデルと実験結果を用いて両干渉深さのずれを補正した後、その結果を利用し欠けの大きさを推定した。

材料 46(7), 808-813(1997)

* 生産技術部 精密機械グループ

** 大阪府立大学工学部

生地特性把握

増田敏男*

品質の良い衣服を製造するために、生地特性を正確に把握する方法、生地の構成要素、力学特性、寸法変化特性、可縫性、実用性能について解説した。これまで構成要素は縫製工程の管理としてあまり取り入れられて無かつたが、アパレル(縫製工場)側が生地購入に際して、生地をよく知って貰うために取り入れた。力学特性はKESの引張、せん断、曲げ特性について、また寸法変化特性は

プレス収縮を中心に、縫製工程中の寸法変化がどうなるかについて述べた。さらに、可縫性はシームパッカリングの発生機構、実用性能は主に耐久性能について述べた。実践的品質管理—良品を安定して生産するには—(織維流通研究会), 32-42(1997)

* 生産技術部 アパレルグループ

DSC Studies of the Melting Behaviour of

α -Form Crystallites in Wool Keratin

Jinan Cao* 上甲恭平** John R. Cook*

羊毛繊維の結晶領域を構成する α -ヘリックス(A-結晶)の融解挙動は古くからDAT(示差熱分析)、DAT(示差走査熱量計)を用いて絶乾あるいは吸水状態で研究されてきた。本報告では、これまであまり取り上げられなかった吸湿状態でのA-結晶の融解挙動について種々の形態を持つ試料を用いて検討した。

その結果、目的とする融解挙動は試料形態に関係なくシリコンオイルを満たした密閉試料パンを用いることに

よって、ケラチン分子鎖の熱分解挙動と分離することが可能であることを見いだした。この測定方法を用い、標準湿度(65%)下で調整した吸湿試料の融解温度及び融解エンタルピーを求めたところ、166°C, 8.6J/gの値が得られた。

Textile Research Journal 67(2), 117-123(1997)

* CSIRO(オーストラリア国立科学研究所)

** 生産技術部 織維加工グループ

サーモグラフィ解析によるセラミックス加工繊維の保温・温熱性 —遠赤外線放射材料としての繊維の保温性と温冷感覚の検討課題—

石倉信作*

繊維材料の保温効果が皮膚温変化にどの程度現れるかサーモグラフィ解析した。そしてセラミックス加工効果の保温性能を検討した結果、未加工に比べ皮膚温差は認められたが、温冷閾値から見た場合に官能的な違いは認められなかった。

サーモグラフィによる熱的性能を評価する場合、皮膚温変化の有意差をどのように評価基準に設定するか今後の検討課題として提起した。

遠赤外線協会会報 JIRA REPORT 8(4), 7-10(1997)

* 生産技術部 繊維感覚計測グループ

セラミックス加工寝具の生体への温熱性に関する温熱生理学的検討

石倉信作*

セラミックス材の生体への温熱効果を検討するため、セラミックス微粉体配合の寝具を試験試料とし温熱生理学的に評価した。検討法は、寝具の保温効果をサーモグラフィ人体皮膚温解析から、寝具内の寝床内気候による解析から皮膚表面温湿度変化を、また皮膚組織内と外部環境との热収支バランスの理論式から皮膚組織の热伝導係数値を算出し、セラミックス加工効果の温熱性を比較

検討した。その結果、寝具素材、保温時間の選択によって、皮膚温のみで結論付けできる場合と皮膚温に不感蒸散と発汗現象を考慮に入れて結論付けする場合に分類でき、これによりセラミックス加工効果の温熱性をより厳密に評価できる可能性を提起した。

遠赤外線協会会報 JIRA REPORT 8(6),7-14(1997)

* 生産技術部 繊維感覚計測グループ

抗菌製品の開発手法

高塚 正* 上甲恭平*

抗菌製品の開発手法について、抗菌防臭加工繊維製品を中心に抗菌製剤の製法として包接化法・ゼオライト・粘土鉱物・シクロデキストリン・マイクロカプセル化法・微粒子化法、抗菌加工法として後処理加工法・ディッピング法・コロイド染色・パディング法・スプレー法・コーティング法、メッキ法、原糸改良加工法、繊維製品以外

の抗菌防臭加工製品として塗装法、含浸加工法、プラスチック成形法、微生物バランス法を紹介した。

抗菌のすべて—ヘルスケアとメディカル・食品衛生・繊維・プラスチック・金属への展開—(繊維社),

199-214(1997)

* 生産技術部 繊維加工グループ

粗粒ダイヤモンド砥石を用いた正面研削によるセラミックスの鏡面創成

水谷勝己* 足立和俊** 田中芳雄***

構造用セラミックスを鏡面に加工するために従来は研削後にラッピング等が必要とされていたが、最近では研削のみによって高能率に加工するいわゆる鏡面研削が試みられている。そのような試みの大部分は微粒砥石を用いるものであるが、その前加工として粗粒砥石による加工を避けることができない。もし、比較的粗粒の砥石によって鏡面に加工できれば同一研削盤上の一つの砥石で粗から仕上げまでを簡易にかつ能率良く加工できると考えられる。

本研究では、粗粒ダイヤモンド砥石によるセラミックスの鏡面研削の可能性を低速被削材送りの正面研削において検討した。得られた結果は次の通りである。

1. 粒度#140の粗粒砥石によって炭化珪素と窒化珪素

を鏡面にすることができ、加工変質の程度も小さい。また、砥石切り込み深さを大きくしても良好な粗さは保たれる。

2. 粗粒砥石の鋭い切れ刃は、摩耗した平坦部と平坦部の部分的欠けによる新生面との縁に自生的に形成される。
3. 部分安定化ジルコニアは#140砥石によって鏡面にできない。その研削面の加工変質は微粒砥石の場合に比べて大きい。

精密工学会誌 63(11),1578-1582(1997)

* 近畿大学

** 生産技術部 精密機械グループ

*** 大阪府立大学

Preparation of PbTiO₃ Thin Films by Ion-Beam Sputtering

橋間英和* 中島貞夫* 鈴木義彦**
小川倉一***

PbTiO₃薄膜は強誘電体薄膜であり、焦電効果や、圧電効果が著しく、赤外線センサや圧力センサ、音波センサなどに利用が可能である。これらの機能を高めるためにはC軸配向性を持ち、緻密な膜が必要であるが、性能のよい膜形成が困難であった。そこで緻密な膜が作製できるイオンビームスパッタ法によりPbTiO₃薄膜作製を試みた。

基板には電極用として白金板を使用した。PbTiO₃ターゲットは化学量論比からずれたターゲットでは直ぐ破損するので、化学量論比のターゲットを使用したが、作製した膜はいずれもPbが少なかった。そこでPbをターゲッ

ト上に蒸発させながら成膜を試みた。本報告ではPb蒸発条件、酸素分圧と、基板温度による成膜PbTiO₃の結晶構造の変化について調べた。その結果基板温度600°Cで、酸素比37%の条件のもとで、Pbを十分供給する事により強誘電体であるペロブスカイト構造のPbTiO₃薄膜を作製することができた。

Thin Solid Films 281-282,463-465(1996)

* 山村硝子(株)
** 材料技術部 電子デバイスグループ
*** 材料技術部

Pt Thin Films Prepared by Low Energy Plasma Sputtering

鈴木義彦* 岡本昭夫** 吉竹正明**
小川倉一***

X線ミラーや、強誘電体薄膜素子の電極として高品質な白金薄膜が必要とされている。低エネルギー・スパッタ法により白金薄膜を作製し、その表面粗さ、薄膜の中の歪み、結晶粒径、結晶配向性などについてその成膜条件の依存性を調べた。室温基板で、ターゲット電圧20Vで表面粗さ1.1 nmが得られた。オージェ分析の結果この程度の低エネルギー・スパッタでの成膜は層状に近いメカニズムで行われると考えられる。(111)配向膜が30Vのタ

ゲット電圧で得られた。低エネルギー・スパッタ法が表面粗さを小さくし、また(111)配向白金膜作製に有効であることが分かった。

Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 121,107-109(1997)

* 材料技術部 電子デバイスグループ
** 材料技術部 薄膜材料グループ
*** 材料技術部

産業廃棄物としてのフェノール樹脂廃材の有効利用

広畠 健*

フェノール樹脂の廃材は現在ほとんど埋立処理されているが、近年埋立地の確保が難しくなり、加えて地球環境の保全の面でも問題になってきている。従って粉碎により粉体化したものをアスファルトやコンクリートの骨材、あるいは接着性の樹脂等により固形化したブロック類として再利用する案がある。また焼却により生じる熱エネルギーを採熱し、ボイラや発電の熱源として利用する方法もある。これらのフェノール樹脂の再利用については実用化されているものもあるが、いずれも満足すべき段階には至っていない。

フェノール樹脂廃棄物の再利用に関する最近の研究と

しては、1)樹脂廃棄物を粉碎し、得られた粉体をバージン材に混練した成形材料、2)焼成し、活性炭にしたもの、3)樹脂硬化物を塩基性水溶液中オートクレーブで加水分解して低分子化したものを回収しノボラックタイプのフェノール樹脂と同様に使用する方法や、過剰のフェノール中で酸もしくは塩基性触媒中で加熱して分解可溶化して再利用する方法、4)樹脂硬化物を焼成したガラス状炭素材料などがあり、これらについて解説した。

クリーン関西 84,10-22(1997)

* 材料技術部 環境関連材料グループ

ZrO₂ – Al₂O₃系におけるZrO₂固溶体粉体の合成とHIP焼結

山口 修* 廣田 健* 稲村 健**

セラミックスの破壊革性値と強度を改善するため多くの研究がなされてきたが、ジルコニアーアルミナ系においてアルコキシド法によって40モル%のアルミナを含むジルコニア固溶体が準安定に生成することがわかった。HIP焼結により高革性($23\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)のセラミックスを作製した。曲げ強度は700MPaであった。組織は平均粒径50nm以下からなる超微粒子焼結体で、均質で微細な構造を持つ。ジルコニア固溶体セラミックスの強度を向上させることをねらって、微量のイットリアを添加した。これによって、以下の2種類のセラミックスを作製した。1. ジルコニア固溶体セラミックス、2. ジルコ

ニアとアルファアルミナから構成されたコンポジットセラミックス、である。2はアルファアルミナの均一な分散により、著しい強度の増加(1445MPa)が認められた。

また、組成、焼結温度の検討によって、高革性でかつ高強度のセラミックスも得られた。また、800°Cで $1.8 \times 10^{-2}\text{ S/cm}$ の高イオン伝導を示した。

粉体および粉末冶金 43(7), 899-906 (1996)

* 同志社大学工学部

** 材料技術部 機能性無機材料グループ

Infrared Radiation Detector Using YBCO Thin Film

観 芳治* 四谷 任* 日下忠興*
鈴木義彦** 小川倉一*** 妹川博文****

ボロメータ型と呼ばれる式とよく一致し、数値計算より求めた出力電圧とデータより外挿して求めたそれとはほぼ等しかった。

3. 赤外線検出器として評価するために、最大の出力電圧が得られた時の感度およびNEPを求めた。感度は $5.4 \times 10^3 (\text{V/W})$ 、NEPは $5.8 \times 10^{-10} (\text{W/Hz}^{1/2})$ であった。

Proceedings of the 16th Int.Cryogenic Engineering Conf./Int. Cryogenic Materials Conf.

Part 2, 1201-1204 (1997)

* 材料技術部 超材料グループ

** 材料技術部 電子デバイスグループ

*** 材料技術部

****タツタ電線(株)

酸化物超伝導体の1つであるYBa₂Cu₃O_xの薄膜を作製し、赤外線検出器への応用を試みた。膜作製には高周波マグネットロンスパッタ装置を用い、臨界温度80K以上のc軸配向膜を作製した。フォトリソグラフィおよびイオンビームエッチャリング装置による乾式エッチャリングを用いて、試料に微細加工を行った。試料の電気的特性を測定するために試料上に金電極を蒸着し、リード線を取り出して約20Kまで冷却できるクライオスタット中にセットした。光に対する応答特性を調べるために、光源には波長827nmの半導体レーザを用いた。また交流出力電圧はロックインアンプを用いて検出した。得られた結果は以下の通りである。

1. 光に対する出力電圧の温度依存性は熱型応答を表す式とよく一致した。
2. 光に対する出力電圧の変調周波数依存性はマイクロ

Formation and Sintering of 75mol% Alumina/25mol% Zirconia (2-3.5mol% Yttria) Composite Powder Prepared by the Hydrazine Method

後藤俊樹* 廣田 健* 山口 修*
久米秀樹** 稲村 健*** 宮本大樹**

定によって、粉末の性状について調べた。その結果、ジルコニア中のイットリア量によって曲げ強度ならびに破壊革性値が変化し、イットリア量が2~3.5 mol%の範囲では、イットリア量の増加とともに破壊革性値が低下

ヒドラジン法を用いて、ジルコニア中にアルミナを25mol%固溶させた複合粉末を、出発原料粉末として焼結体を作製し、その機械的性質について調べた。また、出発原料粉末の熱分析およびX線回折による結晶相の同

し、曲げ強度はイットリア量が3 mol%のときに最大になることがわかった。

Journal of Materials Science 31(1), 204-208(1996)

* 同志社大学工学部

** 材料技術部 ファインセラミックスグループ

*** 材料技術部 機能性無機材料グループ

共沈超微粉によるアルミニナジルコニア系ナノ複合材料の作製

久米秀樹* 西川義人** 稲村 偉**
宮本大樹* 山部邦宏*** 前田岳志***

ジルコニアおよびアルミニウムの塩化物水溶液の共沈反応により合成したジルコニア系超微粒子粉末を市販のアルミニナ粉末に複合化させた原料を用いて、ジルコニア分散高強度アルミニナ焼結体を作製することを試みた。

その結果、アルミニナ原料に市販の低ソーダ易焼結性アルミニナ粉末を用いて、少量の分散ジルコニア量(3.5wt%)にもかかわらず、常圧焼成で、アルミニナ単独のものと比較して1.5倍の平均曲げ強度を有する焼結体を作製することができた。本方法によると、汎用アルミニナ原料と比較して高価なジルコニア量を少なく抑えてアルミニナ焼結体を強化することができるため、現状の機械部品等に用

いられているアルミニナの代替品として、工業的にも有用な材料となりうる可能性がある。

本稿では、分散用のジルコニア系超微粒子の作成方法、性状ならびに焼結体の微構造に関する考察について述べた後、このジルコニア系超微粒子粉末とアルミニナ粉末との複合とその焼結体の機械的特性ならびに高強度化の機構について述べる。

ニューセラミックス 10(2), 7-12(1997)

* 材料技術部 ファインセラミックスグループ
** 材料技術部 機能性無機材料グループ
*** 京セラ(株)

Blends of Thermoplastic Polyimide with Epoxy Resin Part II Mechanical Studies

木本正樹* 水谷 潔**

2官能エポキシ樹脂(Ep)の破壊じん性を向上させる目的で、熱可塑性ポリイミド(PI)とのブレンド物を調製した。破壊じん性値に及ぼすPI含有率、PIの種類、硬化条件、硬化剤の影響について検討した。硬化物の微細構造と機械的性質の関係についても考察をおこなった。

PI含有率が14wt%程度では、Epリッチ相が母相でPIが分散相の部分とPIが母相でEpが球状の部分が混在していたが、PI含有率が20wt%以上ではPIが母相であり、破壊じん性値も向上した。PI含有率20wt%の硬化物に

ついて破壊じん性値を比較すると、PIおよび硬化剤の種類に依存し、硬化温度が高いほど大きな値を示した。破壊じん性値の大きい硬化物の破断面をSEM観察した結果、PIリッチ相が大きく引き延ばされており、母相となつSEM観察した結果、PIリッチ相が破壊じん性の向上に寄与しているものと考えられる。

Journal of Materials Science 32(9), 2479-2483(1997)

* 材料技術部 高分子材料グループ
** 材料技術部 プラスチック材料グループ

纖維状活性炭による低濃度NOの吸着除去

森 正博* 青木 哲** 磯田 徹***
表原靖男*** 安保正一****

その際、試料ガスは乾燥することが不可欠であった。一方、大気中で加熱前処理したACFのNO吸着能は、PAN系ACFを除いて低かった。

原料を異にする4種類のACFのNO吸着特性は異なり、PAN系ACFがもっとも良好なNO吸着能を示した。加熱処理してもNO吸着能を損なわない条件および加熱で低

交差点やトンネル内におけるような低濃度NOの維状活性炭(ACF)による分離・濃縮に関連して、ACFのNO吸着除去特性を定電位電解方式NOセンサーを組み込んだ流通式・吸着試験により調べた。5ppmという低濃度のNO(空気あるいはN₂中)は、入手した状態のままの未処理のACFによって常温で吸着できることがわかった。

下したACFのNO吸着能を回復させる条件は、ACFがPAN系ACFであって、大気中、383KあるいはN₂気流中、473Kで加熱処理をしたり、加熱処理のあと室内静置による吸湿を行う、といった限定されたものであった。NOを十分吸着したACFから加熱・離脱によって排出されるガス中にはNO₂は少なく主としてNOであった。

日本化学会誌 2,147-152(1997)

- * 材料技術部 環境関連材料グループ
- ** 材料技術部
- *** システム技術部 热・燃焼グループ
- ****大阪府立大学工学部

非対称アゾ色素LB膜 一ベンゾチアゾリウムアゾ系色素LB膜の赤外、ラマン、X線光電子分光法による膜構造評価—

藏本暢浩*

非対称両親媒性のベンゾチアゾリウムアゾ系色素(azo I, azo II)は、水面上で安定な単分子膜を形成し、基板に累積したLB膜(Y型)中でazo Iはダイマーを、azo IIはH-会合体を主として生成する。膜構造を検討した結果、ベンゾチアゾリウム環は基板表面に対してかなり垂直であるが、ベンゼン環部は傾斜した構造が示唆された。また、炭化水素鎖部のメチレン基は、azo Iではゴーシュ形を含み、azo IIはほぼ完全なトランスジグザグ性を

保持している。中央のアゾ基周辺はトランスコンホメーションをとり、1分子当たりの膜厚として1.8nm(azo I), 2.1nm(azo II)の値が得られた。これらの知見は、高機能有機薄膜の開発、アゾ色素系LB膜の応用を考えいく上で有益な情報となるものと思う。

染料と薬品 42(6),145-154(1997)

- * 材料技術部 有機材料グループ

Fiber/Matrix Interfacial Fracture Characterization by Acoustic Emission in Fabric Polymer Matrix Composite Laminates

上野谷敏之*

繊維強化複合材料(FRP)における繊維/樹脂界面の強度評価には、これまで、単繊維を用いたモデル材による評価法が多く実施してきた。しかしながら、モデル材では実用構造材における界面の破壊過程を模擬することはできないため、その評価値を実用材に適用することはできない。そこで、同一繊維/樹脂系に対して繊維の表面処理条件のみを体系的に変えて成形された実用材FRPを用い、著者らが提案しているAEによる損傷過程解析にもとづく界面強度評価法の適用を検討した。

その結果、(1)積層材料において界面はく離は急増現象

を引き起こし、その時点をはく離の開始とすると考えられる。その特徴的挙動は実験的に確認された。その急増開始の判定規準は内部損傷メカニズム解析をもとに実験的に決めることが可能。(2)得られたはく離開始応力と表面処理濃度あるいは引張強さと処理濃度との間に相関関係が認められ、はく離開始応力の向上にともない、あきらかに引張強さが改善された。

Progress in Acoustic Emission VIII,147-157(1996)

- * 評価技術部 材料評価グループ

Electrodeposition of Ni-P Alloys from Ni-Citrate Bath

森河 務* 中出卓男* 横井昌幸*
福本幸男** 岩倉千秋**

電気Ni-P合金めっきは、リン含有量が増加すると非晶質化し、耐食性、硬さなどに優れた特性を示す。本論文では、リンのめっき皮膜への共析機構を明らかにする目的で、クエン酸ニッケル浴を用い、めっき皮膜の電流効率およびリン含有量に及ぼすめっき条件の影響につい

て検討した。

亜リン酸溶液中でニッケル電極を電解すると、電極上にニッケルリン化物が形成された。クエン酸浴におけるNi-P合金めっきの電流効率は、浴温および浴pHの上昇とともに増加するが、リン含有量が25at%で急激に低下

した。浴中の亜リン酸濃度が高く、クエン酸によってニッケル析出が抑制された条件では、幅広い電流密度範囲でニッケル/リンの電流効率比は2となり、化学量論組成 Ni_3P の電気Ni-P合金めっき皮膜を得ることができた。これらの結果より、リンの共析反応においては安定なり

ン化合物の生成が重要であることが明らかとなった。

Electrochimica Acta 42(1), 115-118 (1997)

* 評価技術部 表面化学グループ

** 大阪府立大学工学部

アルミニウム合金上に生成した DLC 膜の摩擦・摩耗特性

出水 敬* 曽根 匠** 足立和俊***
横山雄二郎****

反応ガスとして CH_4 と H_2 の混合ガスを用いた高周波プラズマCVDにより、アルミニウム合金上に硬質なDLC膜を生成した。生成中に基板の軟化を生じないように、 CH_4 濃度、堆積時間、高周波出力の条件を決定した。ガス圧 27Pa, CH_4 濃度30%, 高周波出力300W, 堆積時間 3hの条件において約4 μm の膜厚が得られた。

往復運動型の摩擦・摩耗実験装置を用いて摩擦・摩耗実験を行なった。上述の条件で生成した DLC 膜を、室温から200°Cの温度範囲で軸受鋼の球で摩擦し、基礎的な摩擦・摩耗特性を調べた。その結果を未堆積基板と比

較した。100°Cまでの温度において、DLC膜はアルミニウム合金の摩擦・摩耗を著しく減らした。上述の結果から、DLC膜によって、アルミニウム合金をしゅう動部材として用いる際のトライボロジ特性改善が期待できる。*表面技術* 48(2) 213-218 (1997)

* 評価技術部 材料評価グループ

** 評価技術部 金属分析グループ

*** 生産技術部 精密機械グループ

****材料技術部 金属表面改質グループ

シリコン系セラミックスと純金属との乾燥摩擦 —摩擦特性に対する温度の影響と金属移着—

出水 敬* 石垣博行** 川本 信***

シリコン系セラミックスの摩擦特性に対する温度(20°C ~300°C)の影響について調べるために往復摩擦実験を行った。また、セラミックス表面への金属移着についても調べた。

100°Cまでは、 SiC の摩擦係数は Si_3N_4 に比べて小さい。200°C以上になると摩擦係数は大きくなり、両者の差は無くなる。20°Cにおいては、 Si_3N_4 に対しては、化学的に活性な金属ほど大きな摩擦係数を示した。温度が高くなるにつれて特に SiC に対して、各金属の摩擦係数は大きくなつた。

Agの場合には、両セラミックスに対して摩擦係数は

非常に大きく、例えば、200°C以上においては、2.0以上の値であった。本研究で用いた金属の内、AgとMo以外の金属については、セラミックス表面への移着が起こった。本研究においては、純金属母材のせん断強さが、その金属の酸化物のせん断強さよりも小さい場合に金属移着が生じた。

表面技術 48(2), 219-224 (1997)

* 評価技術部 材料評価グループ

** 姫路工業大学工学部

*** 大阪府立大学工学部

種々の熱処理を施した球状黒鉛鋳鉄の耐食性に及ぼす黒鉛粒径の影響

池永 明* 新田康寛* 川本 信*
曾根 匠** 荒木弘治***

ド分極試験を行うことにより評価した。

その結果、局部電池腐食が生じる黒鉛境界の境界線のトータル距離が長くなる微細黒鉛供試材の耐食性は、基

黒鉛粒径の異なる球状黒鉛鋳鉄にフェライト化焼なまし、オーステンパ処理およびほう化処理を施し、それらの耐食性を0.01Nの塩酸中での腐食電位測定およびアノ-

地組織がいずれの場合も劣っていた。また、オーステンバ処理およびほう化処理を行った供試材は、ともに黒鉛粒径の大きさによって、処理表面の組織が影響を受けることが認められた。したがって、この場合の耐食性に及ぼす黒鉛粒径の影響は、黒鉛粒とそれによる処理表面組

織変化の相乗効果によると考えられた。

熱処理 36(5), 334-341 (1996)

* 大阪府立大学工学部

** 評価技術部 金属分析グループ

*** 奈良県工業技術センター

プラスチック成形雰囲気中における金型の耐食性評価

上田順弘* 佐藤幸弘** 増井清徳***
曾根 匠*

プラスチック製品の高度化にともない樹脂には、種々の添加剤や強化材が用いられており、それを成形する金型では、腐食による型寿命の低下が以前より問題視されるようになってきた。オートクレーブ腐食試験法はプラスチック樹脂を高温高圧下で加水分解させ、その雰囲気中に金型材を暴露させるもので、成形される樹脂と金型材との耐食性評価において、実際の成形環境に近い腐食形態を再現でき、相関性の良い腐食データが迅速に得

られるという特徴がある。このオートクレーブ腐食試験法とそれを用いて、PBT, ABS, PVCの樹脂に対する金型材の耐食性を評価した実施例を紹介した。

合成樹脂 43(2), 58-63 (1997)

* 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

*** 生産技術部 機械加工グループ

流動層によるオーステナイト系ステンレス(SUS304)鋼のほう化処理

上田順弘* 佐藤幸弘** 浦谷文博*
曾根 匠* 池永 明*** 川本 信***

ほう化処理は金属表面にほう素との金属間化合物を形成し、耐摩耗性や耐食性を向上させることが知られている。オーステナイト系ステンレス鋼のほう化処理については従来から研究は行われているが、流動層でのほう化処理したオーステナイト系ステンレス鋼については、ほとんど研究されていない。そこで、SUS304を流動層でのほう化処理し、表面層の解析をグロー放電発光分析(GDS), ESCA, 薄膜X線を用いて行うとともに、生成したほう化層の摩擦・摩耗特性および耐食性について検討した。本研究の結果をまとめると次の通りである。流動層によって得られたSUS304のほう化層は1900HKの硬

さを示し、層状で3層に分かれており、第1層は主にFeB、第2層はFe₂B、第3層はフェライト相から構成されていることが分かった。また、SUJ2、アルミナを相手材に用いた場合、摩耗量は著しく減少し、耐摩耗性の向上が確認できた。さらに、ほう化処理材は0.1N塩酸に対して耐食性の向上が認められた。

表面技術 48(3), 343-348 (1997)

* 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

*** 大阪府立大学工学部

ISOにおける「カーペットの分類格付システム(案)」の最新動向

木村裕和*

1996年10月にベルギー・ブルージュにおいて第18回敷物規格国際会議(18th ISO/TC38/SC12 Meeting)が開催され、40件以上の議題が審議された。中でも我が国の敷物業界が強い関心を寄せているカーペットの品質基準「カーペットの分類格付システム ISO(案)」がかなり具体化してきた。このカーペット用途別分類格付システム

は、CEN(European Committee for Standardization)で検討されている「パイルカーペットの用途別分類格付システム(prEN 1307 (Classification of pile carpets))」をベースにしたものであり、パイルカーペットをパイルの質量とパイル層の厚さから3分類し、摩耗性と外観の保持性の観点から各分類毎に4ランクに格付けするとい

うシステムである。今後、本案はDIS(Draft International Standard : 国際規格案)の段階へ進められることとなった。本稿でISOにおける「カーペットの分類格付システ

ム(案)」の審議経過とその内容を詳細に報告した。
ゆかmonthly 40(2)73-82(1997)
* 評価技術部 敷物技術グループ

In Situ Failure Test of High Water Content Soft Clay Embankments Reinforced by GHDs

赤井智幸* 嘉門雅史** 福田光治***
楠部義夫****

中核的研究事業において盛土高10mのGHD補強粘性土急勾配盛土(勾配1:0.6)を築造するに先立ち、開発したジオシンセティック水平排水材(GHD)の補強効果を確認するため実物大規模のGHD補強高含水比粘性土盛土の崩壊実験を行った。本論文は、材料特性とこの実験で導入したGHDの排水効果を考慮した設計の考え方ならびに崩壊結果について報告した。

Proceedings of International Symposium on Earth Reinforcement/Earth Reinforcement 1, 215-220(1996)

* 評価技術部 ジオテキスタイルグループ
** 京都大学
*** (財)大阪土質試験所
****(株)大林組

繊維事故原因解析について(その5) -化学試験III-

寺嶋久史* 坂口嘉人** 加藤 弘***

繊維事故原因解析における、種々の前処理について、その目的や方法、およびその特性などについて論じた。内容は以下のとおりである。

1. 染色物の還元漂白法(ハイドロサルファイト)
2. 染色物の酸化漂白法(亜塩素酸、過酸化水素)
3. 染色物の染料抽出(ピリジン、塩化メチレン)

4. 繊維の溶解(羊毛の溶解、セルロースの溶解、アクリルの溶解、ナイロンの溶解、エステルの溶解)

染色工業 44(6),273-279(1996)

* 評価技術部 繊維分析グループ
** 樟蔭東女子短期大学
*** 大阪府技術アドバイザー

繊維事故原因解析について(その6) -化学試験IV-

寺嶋久史* 坂口嘉人** 加藤 弘***

ガス体が関与する繊維事故の検証に使用する化学試験法について論じた。内容は以下のとおりである。

1. 繊維に吸着した二酸化窒素のグリース試薬による定性および定量分析
2. グリース試薬の応用として、哺乳類のし尿などによるシミの分析
3. 硫化水素の発生源(ウール中のシスチン、ビスコースレーヨンや段ボール紙中のザントゲン酸ソーダに由来する還元性硫黄)の検出に使用するアジ化ソーダ発

泡試験

4. 硫化水素の検出ための酢酸鉛濾紙試験

5. ホルマリン検出に使用するアセチルアセトン試験

6. フッ化水素酸検出に使用するジルコニウム・アリザリン濾紙試験

染色工業 44(10),490-496(1996)

* 評価技術部 繊維分析グループ
** 樟蔭東女子短期大学
*** 大阪府技術アドバイザー

繊維事故原因解析について(その7) -化学試験V-

寺嶋久史* 坂口嘉人** 加藤 弘***

染料や加工剤、付着異物の分析でよく使用する化学試験、および顕微鏡や拡大鏡観察において、観察の領域を拡大するための次の補助手段について述べた。

1. 界面活性剤のイオン性の分析
2. 無機元素の分析
3. 無機陰イオンの分析
4. 薄層クロマトグラフィー

5. レプリカ法
 6. 光学的消去法
- 染色工業 45(2),76-84 (1997)
- * 評価技術部 繊維分析グループ
 ** 樟蔭東女子短期大学
 *** 大阪府技術アドバイザー

オートクレーブ腐食試験法によるプラスチック成形金型材の耐食性評価技術

上田順弘* 佐藤幸弘** 増井清徳*** 曽根 匠*

オートクレーブ腐食試験法はプラスチック樹脂を高温高圧下で加水分解させ、その雰囲気中に金型材を暴露させるもので、実際の成形環境に近い腐食形態を再現でき、相関性の良い腐食データが迅速に得られるという特徴がある。この具体的な試験法と、放電加工や各種表面処理を行ったプラスチック成形金型材の耐食性を評価した試験例を紹介した。

放電加工の場合、SKH51では腐食の進行にともない表面の白層が剥離される状況が認められた。SUS420J2では、白層のクラックが起点と考えられる大きなクラックが見られ、実際のプラスチック成形金型の腐食例とほぼ同じ腐食形態を示した。また、放電加工で表面仕上げを変化させた場合、最終仕上げ面における腐食が最も少

なく、仕上げ面の影響が確認できた。一方、表面処理については、ブリハードン鋼(SCM440相当)にTiN被覆(イオンプレーティング)、硬質Crめっき、無電解Ni-Pめっき、イオン窒化を施した金型材、無処理材、およびSUS420J2の耐食性を比較した。表面処理の中では、Ni-Pめっきやイオン窒化処理材は顕著な腐食を呈したが、TiNやCrめっき処理材はほとんど腐食は観察されず、耐食性に優れていることがわかった。

- 型技術 12(10),79-86 (1997)
- * 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
 *** 生産技術部 機械加工グループ

革及び革製品のエコラベル基準値の進展

中村 蔚*

消費者対策、PL対策用の革・革製品に対するエコラベルとして、革中の化学物質に関する規制状況と化学物質の分析法について述べた。革が生産や消費において人や環境にやさしく、安全であることは言うまでもない。最近では環境保全やPL問題に刺激され、ほんの僅かの危害があっても、人間の健康に影響を与える物質を排除する傾向にある。特に、ドイツを中心にヨーロッパ内では、有害化学物質有無の試験済に対する認証が行われ、消費者に安全な革製品を市場に出している。

ここでは、エコテックスラベル、トックスプルーフマーク、ドイツ鞣製学校の環境検査マーク、オランダ政府の履物用ミリウォーカーマーク、国際タンナーズ協会のエコトックスラベルをとりあげ、ドイツ政府の禁止アゾ色素、発癌性染料及びアレルギー性染料、重金属含有色素、6価クロム、PCP、ホルムアルデヒド、染色堅ろう度の個々の規制範囲と分析法について述べた。

皮革科学 42(3)155-164 (1996)

- * 皮革試験所

皮革製品の染色加工の実態

中村 蔚*

革の試験結果や革製品の苦情実態から、革の染色加工の問題点を明らかにした。我が国やIFI, NCA, CTTN, Hohensteinなどのクリーニング事故調査からすると、革衣料の事故件数は他繊維製品に比べて毎年、染色堅ろう度、変退色、汚染、艶変化など色に関する項目が上位を占め、染色・塗装技術やクリーニング技術の改善が要求されている。

染色堅ろう度の改善では、錯体形成基を有する染料（リン酸化染料、キュープロ染料）や革内で水不溶性となる染料（水溶性硫化染料、可溶性建染染料）の使用が推奨

される。また、染色後の革表面への塗装作業は風合いを多少悪くするが、最も簡単な摩擦堅ろう度改善法の1つである。

皮革産業を取り巻く環境問題はますます深刻となっており、発癌性アゾ色素、重金属、溶剤、アレルギー物質、有機物などの規制を考慮しながら改善を進める必要がある。

ATTSレポート 84,6-9(1997)

* 皮革試験所

Molecular Orbital Calculations for Acid Induced Ring Opening Reaction of Spiropyran

汐崎久芳*

フォトクロミック化合物としてよく知られているスピロピランは、暗中で酸を添加することにより、光を照射しなくても開環することが分かった。この開環した化合物はシス体と考えられ、紫外線照射によりトランス体に互変異性することが確認された。この開環反応の遷移状態の構造を半経験的分子軌道法MOPACおよびPM3ハミルトニアンを用いて求め、スピロピランのピラン環の開環方向の予測を行った。さらに、この結果から、開環反応を起こしやすくするためにどのような構造修飾が有効であるかを提示した。

次いで、シス体のコンホメーション解析を行い、最安

定のシス体の構造を求めた。この構造を用いて吸収スペクトル計算を用いて行ったところ、実測のスペクトル変化をうまく再現できた。さらに、このシス体は紫外線照射でトランス体に互変異性するが、考えられる4種の立体異性体について構造計算を行い、最安定異性体の構造を求めた。これらの結果は、スピロピランの酸安定性あるいは酸に対する反応性を考慮して分子設計を行う場合の有用な情報となった。

Dyes and Pigments 33(3),229-237(1997)

* 皮革試験所 製革グループ

Conformational Analysis of Aminovinylpyrazine by Semiempirical Molecular Orbital Calculations

汐崎久芳* 押田敦史** Dongfeng Hou**
松岡 賢***

アミノビニルピラジンの立体配座解析を、半経験的分子軌道法MOPACとプロトンNMRを用いて行った。アミノビニルピラジンでは、ビニル基とピラジン環との結合の回転により、2種の異性体が存在しうる。MOPACを用いた計算から、安定な異性体の構造を決定した。また、アミノビニルピラジンのビニル基とピロリジン環との結合も回転可能であり、自由回転が温度を130度まで上昇すると観測された。

分子軌道計算から、この回転における遷移状態ならび

に、そこから求められる回転における活性化エネルギー(8.7 kcal/mol)を求めた。得られた活性化エネルギーは、温度可変NMRから測定された活性化エネルギー(8.0 kcal/mol)と良好な一致を示した。分子軌道計算からは、アミノビニルピラジンが分子内CT型発色機構、平面構造を取っており、回転異性体が高温条件下では存在しうることが示唆された。

Dyes and Pigments 33(1),33-39(1997)

* 皮革試験所 製革グループ

無水珪酸コロイドによるクロム革の再鞣し

奥村 章*

非クロム系皮革改質剤の開発のため、無水珪酸コロイドによりクロム革を処理し、シリカの革への吸着挙動と、処理革の機械的および物理的性質を検討した結果、以下のことが明らかになった。

1. シリカのクロム革への吸着は120分間で定常状態となった。シリカ吸着量は添加量の増加にともない増加するが、シリカ吸着率は添加量が多くなると低下し、 SiO_2 2%添加では吸着率は約50%であった。

2. シリカ処理は、クロム革の機械的性質では、 SiO_2 1~2%添加では強化の傾向を示すが、 SiO_2 4%以上添加すると強度低下を引き起こした。

3. シリカ処理は、クロム革を充填し、腰のある革にする効果があり、柔軟性は低下した。処理革は親水性を増大した。

非クロム系鞣製技術の開発研究報告書 53-57(1997)

* 皮革試験所 製革グループ

リン酸化染料

佐藤恭司*

皮革用高堅ろう染料として開発されたリン酸化染料の特徴と性能について解説した。

本染料は、クロム鞣し革と配位結合で染着する。このため、染色条件は、皮革用染料として最も良く利用されている酸性染料と同じ処方でよい。すなわち、染色温度50~60°C, pH 3~6の酸性浴中で1~2時間処理することで染着する。染色革の染色堅ろう度は、反応染料に匹敵するほど高く、耐光堅ろう度も同じ構造をもつ酸性染料よりも高い。廃液中の染料は、カルシウム、アルミニウムなどの金属塩を添加すると、簡単に沈殿することから処理が簡単である。

皮革科学 43(2), 79-83(1997)

* 皮革試験所 製革グループ

口 頭 発 表 概 要
(平成 8 年度)

高速回転電極上の放電痕跡の観察

平成9年電気学会全国大会(京都府田辺町)(9.3.26)

谷村 毅, ○他

他液中短ギャップ放電における陰極点の大きさを実験的に推定するため、針電極(銅, 陽極)と回転電極(銅, 陰極)の相対速度を変化させて単発放電痕の幅を測定した。針對平板電極が相対的に静止した状態では、放電期中、一定部分に熱エネルギーが供給されるため、クレータ径は陰極点の径よりも大きくなるはずである。それに対して、電極を相対移動させることによって得られるクレータ径は、移動速度の増加とともに、陰極点の径に限りなく近づくことが予想される。実験の結果、最大回転数2万回転、ギャップ長 $10\mu\text{m}$ 、ピーク電流 25A 、パルス幅 $100\mu\text{s}$ の場合の放電終了時における放電痕の幅は約 $170\mu\text{m}$ となった。したがって、これがこの条件での実験的に推定した陰極点の大きさであると考えられた。

放電加工における異常アーク面の解析とその改善 (その2)一両極性パルスによる異常アークの回避

型技術協会 型技術ワーキショップ'96in大阪

(吹田市)(8.11.19)

○増井清徳, 佐藤幸弘, 曽根 匠, 他

電極有消耗仕上げ放電加工における加工状態の改善を目的として、正極パルスに逆極パルスを付加する両極性パルスの効果を検討した。両極性パルスは、異常アークにつながる漏れ電流の発生を抑制し、加工状態の安定化に有効である。また、付加する逆極パルスのピーク電流値は、正極パルスよりも低い方が効果的であり、得られる加工面の性状は、従来からの正極性仕上げ加工面とはほとんど変わらないことを確認した。

放電加工によるTi合金の着色仕上げ

第6回電気加工学会全国大会(和泉市)(8.11.29)

○南 久, 増井清徳, 北口嘉亮, 大山 博, 塚原秀和

チタン合金は高い比強度と優れた耐食性を有することから、その利用分野が急速に拡大しているが、さらに付加価値を高めるために、意匠性付与法として表面の様々な着色法が検討されている。

従来のチタンの着色は、特別な腐食液を必要としたり、形状加工とは別の工程で着色処理が行われているが、本手法は水中で行い、加工と同時に着色面が得られる特徴を有するため、新しい仕上げ加工法の一つとして期待できる。そこで、チタン合金の水中におけるワイヤ放電加工を行い、加工面への着色機構と着色性に及ぼす加工条件の影響について検討した。その結果、次のことがわかった。(1)本着色は放電によって露出した金属面に対して、その直後に発生する電解作用に基づく酸化物によって形成されると考えられる。(2)平均加工電圧を制御することにより加工面を任意の色調に表現できる。

成されると考えられる。(2)平均加工電圧を制御することにより加工面を任意の色調に表現できる。

放電加工によるTi合金の着色仕上げ

電気加工学会 第9回表面加工研究会(和泉市)(9.1.30)

○南 久, 大山 博, 増井清徳, 北口嘉亮, 塚原秀和

チタン合金は付加価値を高める意匠付与法として、表面の様々な着色法が検討されている。

従来のチタンの着色は、特別な腐食液を必要としたり、形状加工とは別の工程で着色処理が行われているが、本手法は水中で行い、加工と同時に着色面が得られる特徴を有するため、新しい仕上げ加工法の一つとして期待できる。そこで、チタン合金の水中におけるワイヤ放電加工を行い、加工面への着色機構と着色性に及ぼす加工条件の影響について検討した。

その結果、(1)本着色は放電によって露出した金属面に対して、その直後に発生する電解作用に基づく酸化物によって形成されると考えられた。(2)平均加工電圧を制御することにより加工面を任意の色調に表現できた。

放電加工によるTi合金の着色仕上げ

電気加工および微細加工に関する合同研究会

(新潟県妙高村)(9.3.7)

○南 久, 大山 博, 増井清徳, 北口嘉亮

最近、チタン合金は付加価値を高めるための意匠性付与法として、様々な表面着色法が検討されている。従来のチタンの着色は、特別な腐食液を必要としたり、形状加工とは別の工程で着色処理が行われているが、本手法は水中で行い、加工と同時に着色面が得られる特徴を有するため、新しい仕上げ加工法の一つとして期待できる。

そこで、チタン合金の水中におけるワイヤ放電加工を行い、加工面への着色機構と着色性に及ぼす加工条件の影響について検討した。その結果、次のことがわかった。(1)本着色は放電によって露出した金属面に対して、その直後に発生する電解作用に基づく酸化物によって形成されると考えられる。(2)平均加工電圧を制御することにより加工面を任意の色調に表現できる。

脆性材料の延性/脆性遷移条件の解析

一押し込みの場合

精密工学会 関西支部定期学術講演会(姫路市)(8.8.5)

○村田一夫, 水谷勝己

超精密研削加工では、脆性材料の場合、き裂を生じない材料除去を行わせること(延性モード研削)が必要欠くべからざる条件となる。延性モード研削を行うためには、種々の材料特性を有する被削材に対してき裂を進展させない条件を選択すること、すなわち、延性モード研削の

ための最大砥粒切り込み深さを定量的に推定することが重要となる。

そこで、本研究では、砥粒を球状の圧子に見立て、球圧子が半分まで押し込まれた(半球圧痕)場合を取り扱い、球圧子押し込み負荷時の応力を弾塑性応力解析により求めた。そして、その応力場での材料内部の先在き裂(メディアンき裂)に対する最大応力拡大係数と、ヤング率、硬さ、ポアソン比などの材料特性との関係を求めた。その結果をもとに、各種脆性材料の延性モード圧子押し込みのための条件を最大圧子半径として示した。この最大圧子半径は、ヤング率と硬さの比やポアソン比によっても変化するが、その程度は小さく、破壊じん性値と硬さの比の2乗によってほぼ決定されるものである。ここで得た延性モード押し込みのための最大圧子半径は延性モード研削を行うための目安となるものである。

圧子押込みによる脆性材料の延性／脆性遷移条件

日本機械学会 関西支部第72期定期総会講演会
(大東市) (9.3.22)

○村田一夫、水谷勝己、他

脆性材料の超精密砥粒加工を目的として、加工時の砥粒の作用を球圧子押込みとして取り扱うことにより、押し込み面下の先在き裂の応力拡大係数と微小欠陥の破壊じん性値から、圧子押込みの延性／脆性遷移条件を解析的に求めた。遷移条件として示した最大圧子半径は、欠陥寸法が結晶粒径と同じとしたとき、破壊じん性値、ビッカース硬さ、ヤング率、ポアソン比、平均結晶粒径を用いて求めること、およびこれらの定数を含む3つの無次元化材料定数によって種々の脆性材料の遷移条件を統一的に表し得ることを示した。

Creation of Mirror Surface of Ceramics by Face Grinding with Coarse Diamond Grains

切削と研削の進歩に関する国際会議'96 (ICPCG'96)
(Izumi, Japan) (8.11.19)

○足立和俊、水谷勝己、他

ファインセラミックスを鏡面に加工する際に従来は研削を施した後にラッピング等の研磨が必要とされていたが、最近では研削工程だけで高能率に加工するいわゆる鏡面研削についての検討が行われている。しかし、それらの多くはせい性材料であるセラミックスに対して塑性流動型の材料除去を実現するために粒度の異なる砥石によるいくつかの工程を経た後、最終仕上げにおいて非常に微細粒の砥石を用いて加工を行うことが前提とされており、加工能率や砥石状態の管理の点でなお問題が残されている。

本研究では加工方式としてカップ型砥石を用いた正面

研削を採用し、比較的粗粒の砥石によってセラミックスを鏡面に加工することを目的とした。本論文では3種類の構造用セラミックス(炭化ケイ素、窒化ケイ素、および部分安定化ジルコニア)を対象として材料除去の規模にかかる要因を変化させた研削実験を行い、正面研削方式による鏡面加工における加工面性状に対する加工条件の影響について検討するとともに、得られた面の加工変質についての評価を行った。

Chipping of the Work at Its Corner in Grinding of Ceramics

切削と研削の進歩に関する国際会議'96 (ICPCG'96)
(Izumi, Japan) (8.11.19)

○山口勝己、水谷勝己、他

セラミックス材料を研削すると、加工物の端部には大きな欠けが生じやすい。この欠けは金属材料の端部におけるバリのように修復可能なものではないため、加工された部品に致命的な害を与える。本報告では、端部欠けの生成機構の解明と防止技術の確立を目的に、欠けの形態や規模の解明、被削材端部と端部から離れたところでのき裂進展の難易の判定、端部を拘束することによる欠けの抑止効果を取り扱っている。これらの検討は、研削の幾何学が明確な単粒研削について行い、被削材はダイヤモンド単粒への損傷の少ないガラス材料を採用した。

フランジの絞り成分を減少させた深絞り加工による深い容器の成形(角筒容器の成形)

第47回塑性加工連合講演会(石川県野々市町) (8.11.3)
白川信彦、○他

慣用の深絞り加工において、深い容器の製品を1工程で成形するためには、絞り加工中のフランジ部の絞り抵抗や摩擦抵抗を減少させ、絞り荷重を負担するポンチ肩部の材料の強度を高めてやればよい。その手法としては温間絞り加工や対向液圧深絞り加工などがあるが、装置や型工具の改造・新規製作が必要となる。

本報告は、フランジ部の絞り抵抗を減少させるために、フランジの一部をある仮定に基づいて切り取った展開ブランクを用いて深い角筒容器を得ることを試み、絞りの成否や製品の形状について調べた。その結果、側壁部に継ぎ目を生じるもの、1工程で深い容器状の製品を成形することができ、ブランク形状とポンチ形状の幾何学的な関係において、継ぎ目の開きやポンチ肩部破断を生じない、成形可能条件が存在することを明らかにした。

側壁部に孔を有する容器の深絞り成形

日本材料学会 第45期第2回塑性工学部門委員会
(大阪市) (8.6.11)

○白川信彦, 和田林良一

側壁部に孔を有する円筒容器を成形するために、あらかじめ孔加工を施したプランクを深絞り加工するというプロセスを採用し、アルミニウム軟質板、軟鋼板、深絞り用鋼板を対象にして、種々の孔を有するプランクの深絞り特性を調べた。

その結果、孔を有するプランクの深絞り最大荷重は孔面積や孔位置に応じて変化すること、絞り後の孔形状の変化に対しては、孔位置の影響が支配的であり、材料の異方性は絞り加工の成否のみに影響することがわかった。また、孔より外側の素材が絞り込まれにくいために成形性が悪化し、孔形状は上部が引き伸ばされた特異な形になることを示し、成形性向上のための側圧付加絞り加工法の適用やコニカルダイを用いた絞り加工法など、さらに検討が必要であることを示した。

高出力CO₂レーザを用いたAl₂O₃セラミックスの溶接
(Ⅲ)

高温学会 春季総合学術講演会(茨木市) (8.5.31)

○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、87% Al₂O₃セラミックス溶接への高出力CO₂レーザの適用を行い、溶接パラメータがポロシティに与える影響を明らかにし、溶接継手強度に与える影響について検討を行った。

その結果、溶接継手強度に影響を及ぼす要因として、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、分布状態が強度の低下の原因になることがわかった。突き合わせ溶接において、裏曲げ強度はレーザパワーに関わらず、母材と同程度の強度が得られた。

プリント基板のスルーホールメッキの熱サイクル特性

—GFRP積層材のレーザ加工面と機械加工面の比較—

第26回FRPシンポジウム (JSMS COMPOSITES-26)

(京都府田辺町) (9.3.14)

北原洋爾, 野口修一, ○他

プリント基板の信頼性は、スルーホールメッキの信頼性といつてもよい。メッキの破壊による断線、密着不良による接続信頼性の欠如は、機器の致命的欠陥となる。そこで、プリント基板用GFRP積層材におけるスルーホールメッキ性の評価を、炭酸ガスレーザによるレーザ切断および機械研磨された面にメッキを施し、両者を比較検討した。

加工試料は、両面銅張ガラス布エポキシ樹脂積層材を用いて、レーザ照射条件と熱影響域の関係を求め、それぞれメッキ後の試料について調査した結果、(1)レーザ切断において損傷域の低減にはパルス発振時の1パルスの

照射時間を小さくすることが有効である。(2)研磨面に比べ、レーザ切断面には、メッキは付きにくく厚さも不均一なものとなる。一方、研磨面は表面粗さが小さいため、メッキのアンカー効果が少なく、熱サイクル後に剥離が発生した。

酢酸水溶液中での球状黒鉛鉄の耐食性改善

—土中埋設環境における高耐食性球状黒鉛鉄の開発—
日本铸造工学会関西支部平成8年度秋期支部講演大会
(和泉市) (8.11.22)

○武村 守, 橋堂 忠, 佐藤幸弘

pH2.5~5.0の酢酸と微量の塩を加えた水溶液中で、球状黒鉛鉄に12種類の元素を微量添加した試料の耐食性を調べ、添加元素の効果について検討した。その結果、pH3.5以上では添加元素の効果は認められなかつたが、pH3.0以下の条件でスズ、pH2.75以下の条件でニッケル、モリブデン、銅の添加が腐食速度を低減した。特にスズや銅を添加した試料は、比較に用いたSUS430やSUS403より優れた耐食性を有することが分かった。

また、リンやアンチモンは耐食性を悪化した。酢酸を使用した腐食試験は土壤での腐食を想定したもので、腐食速度から推定すればこの実験条件は妥当なものであると考えられ、得られた結果が土壤での球状黒鉛鉄の耐食性を改善する手法になると考えられる。

土壤埋設環境における高耐食性球状黒鉛鉄の開発

日本铸造工学会 関西支部環境管理に関する研究会
(大阪市) (9.1.24)

○武村 守, 橋堂 忠, 佐藤幸弘

埋設物の腐食は想定を遥かに越える場合があるなど問題となることが多い。本発表では土中埋設環境の腐食雰囲気を微量の塩を含む酢酸水溶液によってシミュレートし、この溶液中で球状黒鉛鉄の耐食性を改善する添加元素を探査した。

その結果、耐食性を向上させる添加元素として、スズ、銅、ニッケル、モリブデンがあり、特にスズの効果が著しく、また、市販ステンレス鋼との比較や、他の有機酸を用いた場合の無機酸での実験結果を報告した。

プラズマ処理羊毛の収縮性におよぼす電気的性質

第37回真空に関する連合講演会(大阪市) (8.10.30)

○田原 充, 木村裕和, 他

羊毛織物にプラズマ処理を行うと、防縮性を向上させることができる。しかし、防縮性の発現機構については現在まで明確な説明がされていない。ここでは電気特性が要因である可能性を検討するため、ゼータ電位および帯電性の収縮性に及ぼす影響を調べた。pH7でのゼータ

電位はプラズマ処理羊毛では負側に高くなり、纖維間の電気的反発が大きくなる。pH7以下において収縮率に大きな変化が見られない。このことは、ゼータ電位が0に近くなるにもかかわらず収縮率は変化せず、前述の纖維間の電気的反発が大きくなるため収縮率が減少するという考えに反する。

羊毛のプラズマ処理による防縮性

纖維学会 第37回染色化学討論会(大阪市) (8.7.2)

○田原 充, 他

プラズマ処理によって羊毛織物に防縮性が付与される。プラズマ処理羊毛の摩擦係数は大きく変化し、その異方性が収縮性と密接な関係がある。しかし、羊毛表面のジスルフィド結合の割合および摩擦帶電量についても収縮性との間に大きな相関が存在することから、羊毛表面の形態変化以外に表面組成の変化に関する収縮性に影響することが考えられる。

Covalent Coupling of Chitosan to the Surface of Cotton Fiber

Second Asia-Pacific Chitosan Symposium
(Bangkok, Thailand) (8.11.22)

○上甲恭平, 他

キトサンを使用したこれまでの加工は、主にパディング法が主体であった。この方法は織物の表面だけでなく織物の目にもキトサンの皮膜を形成し、織物をより以上に“硬く”する傾向にあった。今回、綿纖維表面を塩化シアヌルを用いて活性化し、導入された活性塩素とキトサンとキトサンとを架橋結合させる方法について検討した。この方法では、纖維表面のみにキトサンが反応するため、不必要的物性低下を防ぐことが期待される。本発表では、塩化シアヌルの反応およびキトサンの反応等の条件および結果を中心に報告した。

羊毛纖維の熱処理による構造変化

平成8年纖維学会年次大会研究発表会(東京都) (8.6.19)

○上甲恭平, 他

羊毛纖維製品は生産工程において種々の熱処理が施されるため、纖維物性は大きく影響をうける。この物性変化と熱処理による構造変化を関係付けることは興味深いことであり古くから試みられてきた。本報告はこの関係の一端を把握することを目的とし、今回は熱による変化が明らかである温度領域での構造変化を熱分析装置を用いて検討した。

その結果、開放系パンを用いた場合、熱変性温度域が200度以上にあることは古くから知られていたが、今回の検討により、この領域でのアルファ結晶領域の崩壊挙

動は結晶域だけでなく、非結晶域の変性をも含んだ混合融体の形成によるものであることが明らかとなった。また、メリノ羊毛にみられる融解(崩壊)二重ピークは、結晶域周辺の微細構造を異としているコルテックス細胞での熱現象に対応しているものと推定できた。

新規タンパク分解酵素による羊毛纖維の改質

纖維学会 第37回染色化学討論会(大阪市) (8.7.2)

○上甲恭平, 高塚 正, 木村和臣, 他

羊毛纖維の加工に有用な新規のタンパク分解酵素の創製を行い、羊毛纖維の防縮加工への適応性について検討した。新規酵素は羊毛ケラチンに対して気質特異性を有していたが、羊毛纖維に対しては重量変化をもたらすように作用しなかった。しかし、処理後の纖維の一部クチクル細胞が剥離している様子が観察された。洗濯収縮試験をサージ生地を用いて行ったところ、酵素単独処理ではフェルト収縮率はわずかな減少に止まったが、過酸化水素併用一浴処理では耐洗滌性基準をクリアした。また、軽塩素化羊毛纖維に対しては酵素単独処理でもフェルト収縮率は基準以下となった。これらの結果から、新規タンパク分解酵素は羊毛加工用酵素として有用な酵素として応用可能であることが明らかとなった。

羊毛纖維の粉末化とその特性

高分子学会 近畿支部第42回高分子研究発表会

(神戸市) (8.7.12)

○上甲恭平

天然纖維廃棄物の利用法のひとつに微粉末にして利用する方法がある。これまで、羊毛纖維のような弾性に富む纖維質状物質の粉末化は一般に困難であるとされてきた。過去、羊毛纖維に関する粉末技術について取り扱った報告および特許は見られるが、微粉末となると十分とはいえないのが現状であった。我々は種々の方法で微粉末化を試み、乾式粉末化法ではほぼ限界であるとされた3 μm ~7 μm の平均粒度を持つ微粉末を得ることができた。さらに、この微粉末化工程において大半は3つの粉碎経路を経て微粉末化されることも見いだした。また得られた種々の粉末について物性を測定した。

精練・染色・加工プロセスへの酵素システムの活用

一綿毛布のペクチナーゼ精練を中心として—

バイオ精練研究会(大阪市) (8.7.5)

○上甲恭平

纖維に含まれるあるいは付着している不純物を取り除きより純粋な成分からなる纖維とする工程を精練という。最近この工程に酵素を用いることが検討されている。我々も以前より酵素精練について検討を行ってきたが、昨年

具体例として綿毛布への適用を試みた。その結果、綿の不純物であるペクチン、コットンワックスのうちペクチンのみを除去し、ワックスの大部分を残留させることができた。この効果により、毛布生地の起毛の際に必要となる起毛剤が不要となり、天然の風合いを持つ毛布の製造が可能となった。本講演では、酵素システム全般について講演するとともに、酵素精練について得られた結果を紹介した。

表面処理法による繊維の機能化

第27回繊維学会夏季セミナー(福井県芦原町) (8.8.29)

○上甲恭平

繊維表面のみを2,3官能基を持つ架橋剤により活性化し、その活性部位に基材である繊維とは異なる性質の機能化剤を反応させる方法について述べ、綿繊維表面の活性化方法と機能化剤としてキトサンを用いた例を紹介した。

水溶性高分子修飾セルラーゼの特性とセルロース系繊維への作用

平成8年度繊維学会年次大会研究発表会(東京都)

(8.6.18)

○菅井 実、上甲恭平

繊維加工への酵素利用は特にここ10年で急速な高まりを見せ、そのいくつかは実用化され、また着実な研究も続けられている。我々も、これまでにセルロース系繊維に対するセルラーゼの作用について種々の検討を行い報告してきた。さらに、市販セルラーゼを水溶性高分子で化学修飾し調製した修飾セルラーゼを用いたセルロース系繊維の新規加工法を開発し、これについても報告してきた。今回の繊維学会年次大会の総合講演において、この修飾セルラーゼの特性ならびにこれを用いて綿糸および麻(ラミー)糸に作用させた場合の挙動についてまとめて報告する。(1)従来型セルラーゼと修飾セルラーゼの酵素特性の相違点を中心とした論をまとめ、酸性セルラーゼを用いながら、中性セルラーゼとして利用できる可能性を見いだしたことまでを総説する。(2)(1)の可能性を受けて、実際に中性領域で作用させた挙動について述べた。

綿毛布の酵素精練

平成8年度繊維学会年次大会研究発表会(東京都)

(8.6.18)

○高塚 正、山本貴則、上甲恭平、木村和臣

生活者に優しい綿毛布の開発の一環としてバイオ精練加工技術の開発を行った。その成果としてペクチナーゼを利用したバイオ精練技術により、綿ワックスを残したままでペクチンを分解することができる条件を見いだす

ことができた。そのため、従来の精練工程のような強アルカリ・高温・柔軟剤を必要とせず、製造工程において環境にやさしく、使用時には肌にやさしい、天然の風合いを備えた綿毛布を作ることができた。

道路交通振動の距離減衰パターンに関する一考察

日本騒音制御工学会 平成8年度研究発表会(京都市)

(8.9.11)

箕輪晃男、○他

道路交通振動は、幹線道路付近の住民に不快感を与えるなど、騒音とともに深刻かつ重要な環境問題の一つである。現在、環境アセスメントに関わる道路交通振動の予測に当たっては、主に建設省土木研究所の提案による予測式(以下、土研式という)が適用されている。しかしながら、実際の振動調査ではこの土研式と適合しない計測事例が報告されており、この差異の要因のひとつとして、振動の伝搬経路である地盤の成層状況が密接に関連していると報告されている。本報告では、大阪府内のいくつかの地盤において、道路交通振動の減衰パターンに関する実測調査を行うとともに、土研式を用いた計算値と実測値との検証を行った。

(1) 布目圧痕土器の画像処理による元の布の糸のピッチの抽出に関する研究 (2) ピークルの自律走行の制御実験を目的とした視覚情報処理システムの新規導入の報告
平成8年度電子連合部会工業技術連絡会議近畿地方部会(彦根市) (8.10.17)

○中谷幸太郎、森脇耕介、佐藤幸弘、酒野敏明

(1) 考古学の分野においては、発掘した遺物を様々な角度から調査し、当時の生活や技術水準を推測することが一つのテーマとなっている。その遺物の中に、土器の表面に布を押し当てた後が残っている「布目圧痕土器」というものがある。この布の圧痕を分析することで、当時使われていた布の種類や織り方などを推定し、当時の布の製造技術レベルを知ることが可能となる。今回は、土器に残った布の後の画像から、押し当てられた元の布の糸のピッチを画像処理によって計測した。

(2) ピークルの自律走行の制御のために、進行方向の壁面、床、障害物などの位置や大きさを、それ自身の画像から推定することを目的とした画像処理実験を行えるシステムを今回導入した。このシステムは、人間のように眼を2つ持ち、その視線の向きを変更できる「ステレオ画像撮像装置」、両眼からの連続した画像を一定期間記録できる「ステレオ動画像記録装置」、記録したステレオ画像を解析し物体の形や大きさを推定する「画像解析用コンピュータ」、解析結果を加工し出力できる「画像データ加工出力機器」から成り立っている。

金型製造業のための統合型生産管理システムの開発

型技術協会型技術ワークショップ'96in大阪

(吹田市) (8.11.19)

○吉野正紀, 竹田裕紀

現在の情報化社会環境の中で金型製造業が勝ち残ってゆくための一つの方策として、企業情報システムを視野に置いた統合型生産管理システムの開発手法について、具体的事例を中心に「情報化基盤構築」「ネットワーク」「データベース」の3つのキーワードから研究成果を紹介した。

全方向移動台車へのロボット言語の実装

第10回アドバンティ・シンポジウム(和泉市) (9.1.28)

○杉井春夫, 浅岡武之, 谷口正志, 大川裕蔵, 朴 忠植

先に当所で開発した全方向移動台車(AGV)の新しい運用方法を提案したが、この運用法で必要となる誘導ラインから離れた自律走行を実現するため、ロボット言語を開発し、AGVに実装した。このロボット言語は、BASIC風なインタプリタであり、AGVの動作を指令するコマンドとして、シーケンス的な処理を行う同期コマンドと割り込みにより並列的に処理される非同期コマンドを備えている。このロボット言語の利用によって、移動中に取得したセンサ情報の結果により行動を変更することが出来る。このロボット言語を使用した誘導例を示すとともに、ロボット言語を使用する危険性についても触れた。

全方向移動機能を活用した無人搬送車の運用

平成8年度機械金属・電子合同研究交流会(工業技術連絡会議機械金属連合部会) (京都市) (9.1.23)

○谷口正志, 杉井春夫, 浅岡武之, 大川裕蔵, 朴 忠植

試作した全方向移動台車の特徴を活かした応用として、レイアウト変更に容易に対応できる運用方法の研究を行ってきた。この方法は作業場全体を囲むような誘導ラインと作業台を示すマーカーを使用し、誘導ラインに沿った移動と誘導ラインを離れての自律的な移動の組み合わせによりレイアウト変更に対して弾力的な運用を可能とするものであるが、その基本的な考え方、および誘導ラインを離れての自律的な移動に欠かせない台車用基本制御ソフトの機能などを解説した。

スラッジによる焼却排ガス中酸性ガスの吸収と飛灰の安定化について

コンクリートスラッジの有効利用に関するシンポジウム
(東京都) (8.5.27)

○岩崎和弥, 井本泰造, 宮内修平, 他

生コンクリート製造工場から発生するスラッジは全国

で年間50~100万トンにもなり、その大部分は埋立処分されている。スラッジは比較的均一な成分であり、またアルカリ性を有していることに注目して、焼却排ガスの中和剤への利用について検討した。

その結果、都市ゴミ清掃工場における試験では、スラッジを都市ゴミに添加して焼却することにより、焼却排ガス中の塩化水素ガスは約70%除去された。また模擬スラッジを用いて塩化水素吸収特性の経時変化を調べた結果、水和時間の長い模擬スラッジほど塩化水素吸収特性の向上が認められた。これは水和反応の進行にともなう粒子表面積の増加と水酸化カルシウム等水和生成物の増加が寄与していると考えられる。さらに焼却飛灰にスラッジを添加した結果、重金属溶出抑制効果が認められた。

中央卸売市場における生ごみの処理について

工業技術連絡会議資源環境連合部会第4回研究発表会
(海老名市) (8.5.30)

○宮内修平, 井本泰造, 岩崎和弥

生ごみの高速堆肥化は、大幅な減量化と製品堆肥は資源リサイクル可能な点から、生ごみの100%減量が期待できるシステムとして注目されている。このことから、小型発酵堆肥化装置を用いて市場内で発生する生ごみを対象に、減量化に主眼をおき実験を行った結果、(1)生ごみの減量率が90%以上確保された。(2)堆肥としての組成は、家畜糞等から従来方法で作られる堆肥と遜色がなかった。(3)水分調整材等の発酵助材の最低必要量を確認する必要がある。(4)排ガス中悪臭成分の除去方法の確立。等が判明した。

予蒸発・予混合方式小型バーナのNOx排出特性

工業技術連絡会議資源環境連合部会近畿地方部会第8回研究会(京都市) (9.2.13)

○磯田 徹, 東忠 宏, 表原靖男

液体燃料を使用する低NOx高負荷バーナの開発を目的として、噴射ノズル、多孔筒、保炎筒等によって構成される予蒸発・予混合バーナを試作し、燃焼室熱負荷率16~25MW/m²の範囲で燃焼実験を行った結果つぎのことが明らかとなった。本バーナのNOx排出量は、空気過剩率を1.3に設定する場合、従来のガンタイブバーナ方式と比較して約45%低減する。これは、水冷壁と火炎分割によって、火炎が冷却されることと、予混合火炎であるため燃焼速度が速く、高温滞留時間が短縮することに起因するものと考えられる。

プラズマ重合法による粉体表面の改質

日本電子機械工業会 関西支部コンデンサ研究会
(大阪市) (9.3.24)

○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。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。

ラングミュア・プロジェクト(LB)法による色素超薄膜の作成

平成8年度秋期物質工学連合部会近畿地方部会化学専門部会(福井市)(8.10.3)

○藏本暢浩

有機物質の薄膜加工法の一つとして近年注目されているラングミュア・プロジェクト(LB)法の特徴、およびスクアリリウム系色素からのLB膜を例に挙げ、その作成法、光学物性、赤外・ラマンスペクトルによる構造評価、ガスセンサ機能などについて紹介した。

色素LB膜の光安定化に及ぼすNi(II)

ージイソノニルジチオカルバメートの共存効果

色材協会1996年度色材研究発表会(大阪市)(8.11.21)

○藏本暢浩、夏川一輝、櫻井芳昭、日置亜也子

ラングミュア・プロジェクト(LB)膜は、分子配向を制御しながら作成した有機超薄膜であり、近年、物質認識素子や光スイッチング素子など電子計測機器部品等への応用が期待されている。LB膜の実用的な応用に当たって、光安定性は重要な特性の一つであるが、光安定化についての研究は比較的少ない。今回、シアニン色素から作成したモデル色素LB膜に、Ni(II)-ジイソノニルジチオカルバメートを共存させると光安定化できることを見いだしたのでその結果を報告し、色素層の光劣化や上記化合物による光安定化メカニズムについても考察した。

ベンゾピラン環を有する非対称型スクアリリウム色素の会合状態

日本化学会 第72春季年会(東京都)(9.3.29)

○藏本暢浩、○他

ベンゾピラン環を有する非対称型スクアリリウム色素の会合状態を解明するために、アルキル基としてオクタデシル基を有するスクアリリウム色素を用いてLB膜を作製し、LB膜中や溶液中の色素の会合状態の違いについて明らかにした。作製したLB膜の吸収波形には580nm付近に新たな吸収がみられ、時間経過とともにその吸収強度が増大し、600nm付近で等吸収点を示すことがわかった。また、DMSO-水混合溶媒中では疎水性相互作用によってH-会合体を形成することを確認した。これらの

成果は、LB膜の機能化とセンサ-等への応用を考えいく上で有益な情報となる。

帯電防止剤としての四級塩化ポリメタクリル酸ジメチルアミノエチル

第45回高分子学会年次大会(名古屋市)(8.5.29)

○遠藤仁子、坂本義章

ポリマーブレンドにおける偏析現象を利用する表面改質法の一つとして帯電防止効果の検討を行った。ポリメタクリル酸ジメチルアミノエチルおよびそのスチレンとのグラフト共重合体を、種々のハロゲン化アルキルで四級塩化した親水性ポリマーをポリスチレンにブレンドし、ブレンドシートの制電性を表面抵抗率および静電気帶電減衰測定により評価した。ブレンドにおける帯電防止効果はハロゲン化アルキルのアルキル鎖によって影響を受け、最適条件を与える鎖長の存在することがわかった。

沈殿重合法によるポリイミド微粒子の調製(Ⅲ)

高分子学会 近畿支部第42回高分子研究発表会
(神戸市)(8.7.12)

○浅尾勝哉、三刀基郷

ポリイミドは非常に優れた化学的および物理的性質を示し、一般に耐熱性樹脂として広く知られており、航空宇宙産業、電気電子産業をはじめ広くハイテク産業分野で使用されている。しかし、ポリイミドの研究や検討の対象とされている形状はフィルム、ワニスやバルク状物が殆どで微粒子や微粉体については余り報告されていない。ポリイミドはその形態が微粒子であっても優れた化学的および物理的性質が期待でき、粉末焼成用材料、クロマト担体、ミクロフィルター、触媒担体、充填剤など多種多様な用途が期待できる。また最近、先端材料や基礎科学でのモデル物質として単分散微粒子のニーズが高い。そこで今回、沈殿重合法でポリイミドをポリイミド微粒子を合成したところ非常に粒度分布の狭い単分散ポリイミド微粒子が調製できた。

沈殿重合法によるポリイミド微粒子の調製に関する研究

第9回高分子ミクロスフェア討論会(つくば市)

(8.11.11)

○浅尾勝哉、吉岡弥生

ポリイミドは非常に耐熱性に優れた樹脂の一つで機械的性質や電気絶縁性においても優れた特性を示し、その特性を生かして、航空宇宙産業分野、電気電子産業分野をはじめ多くのハイテク産業分野で使用されている。しかし、ポリイミドの研究および開発の対象とされている形態はフィルム、ワニス、複合材料用マトリックス、バルク状成型品などがほとんどで、微粒子や粉体に付いて

は殆ど報告されていない。ポリイミドは形態が微粒子であっても優れた化学的及び物理的性質が期待でき、粉末成形用材料、クロマト用担体、ミクロフィルター、充填剤など多種多様な用途が期待できるので、沈殿重合法により種々の形態のポリイミド微粒子および単分散球状微粒子の合成を試み、その結果を報告した。

ポリイミド微粒子の調製と形態

日本接着学会 関西支部見学講演会(和泉市) (8.11.22)

○浅尾勝哉

芳香族ポリイミドは非常に耐熱性に優れた樹脂の一つで、化学的及び物理的性質に於いても優れた特性を示し、航空宇宙産業、電気電子産業をはじめ多くのハイテク産業分野で広く使用されている。しかし、ポリイミドの研究及び検討の対象とされている形状はフィルム、ワニスやバルク状物が殆どで微粒子や微粉体についてはあまり報告されていない。また、ポリイミドはその形状が微粒子であっても優れた化学的及び物理的性質が期待できる。

そこで、芳香族ジアミンと無水テトラカルボン酸より沈殿重合法により種々のポリイミド微粒子の合成を試みた。合成条件の違いにより、種々の形態のポリイミド微粒子が得られた。また、非常に粒径の揃った球状ポリイミド微粒子の合成方法も見いだしたので併せて講演した。

炭素繊維/熱可塑性ポリイミド混合エポキシ樹脂複合材料におけるマトリックスの高次構造

第5回複合材料界面シンポジウム(福岡市) (8.5.15)

○木本正樹、水谷 潔

ブレンド樹脂を複合材料のマトリックスとして用いる場合、強化材界面における拘束、ぬれ等によって、バルク樹脂とは異なる高次構造、物性を示すことが予想されるが、詳細については調べられていないので、エポキシ/熱可塑性ポリイミドブレンドを炭素繊維複合材料のマトリックスとして用い、その高次構造、物性について、バルク樹脂と比較しつつ検討した。また、硬化過程における高次構造形成についても検討した。

FRPの硬化時における粘弾性変化

日本材料学会第26回FRPシンポジウム(京都市) (9.3.14)

○木本正樹

ガラス繊維(GF)/熱硬化性樹脂混合系の硬化初期における粘弾性変化を測定した。また、硬化温度、繊維含有率、マトリックス樹脂の種類、繊維表面処理などの影響についても検討した。硬化剤を含まない不飽和ポリエステル(UP)およびGF/UP混合系の定常流粘度はせん断速度に依存せずほぼ一定で、GF表面処理の影響も顕著ではなかった。硬化時における粘弾性の変化は、GF含有

率および樹脂の種類によって顕著に異なった。

一方、硬化温度の影響は、硬化温度が高いと、硬化温度が低い場合の結果を短時間に圧縮したものに似通っていた。硬化過程における粘弾性変化に及ぼすGF表面処理の影響は顕著ではなかった。しかし、硬化物の粘弾性測定ではGF表面処理の影響が認められ、硬化の後期においてGF表面と樹脂の相互作用が発現するものと考えられる。

プラスチック成形品の脆性破壊

日本レオロジー学会 関西レオロジー研究会(和泉市)

(8.8.30)

○水谷 潔

プラスチック成形品特に射出成形品の脆性破壊について報告した。PL法の施行以降、プラスチック製品あるいは部品の破損解析と破損防止対策に対する関心が高まっている。本報告では、高分子材料特有の破損挙動(クレイズの発生、溶剤クレイズ、溶剤クラックなど)について解説した後、実際の成形品の破損トラブルを例に挙げ、プラスチック成形品の破損メカニズムについて考える。特に今回は、脆性破壊の原因と射出成形条件、あるいは成形品形状との関係について述べた。

液晶高分子の急縮小・急拡大流路内の流れ

日本レオロジー学会 第44回レオロジー討論会

(新潟市) (8.10.23)

○吉川忠作

液晶高分子の急縮小・急拡大流路内の流れの偏光顕微鏡観察および水素気泡法を用いた速度分布の計測について報告した。

液晶高分子として、HPCヒドロキシプロピルセルロースの30, 50wt%水溶液を使用し、それぞれ、等方相および液晶相である。流路の急縮小・急拡大の比率は4:1および1:4として実験を行った。流動中に大きな変形を受ける際の、液晶高分子の流動挙動および配向状態について考察した。

液晶高分子の複雑形状流路内流れ

日本レオロジー学会 関西レオロジー研究会(和泉市)

(8.8.30)

○吉川忠作

液晶高分子の複雑形状流路内の流れについて、実験および計算を行った結果について報告した。液晶高分子として、HPC(ヒドロキシプロピルセルロース) 50, 60wt%水溶液を使用し、複雑形状流路として、円柱を有する流路および急縮小・急拡大を有する流路をとりあげた。実験は、偏光顕微鏡を用いた観察により、液晶高分子が流

動中に受ける変形と配向状態の関係について考察する。計算は、急縮小急拡大流路に対し、修正Doriモデルを用いて差分法により行い、計算結果と実験結果の比較から、モデルの適用性について考察した。

プラスチック射出成形品の安定成形性比較

プラスチック成形加工学会第4回秋季大会成形加工

シンポジア'96(米沢市) (8.10.5)

○奥村俊彦、吉川忠作、他

現在、プラスチック射出成形加工の分野においては「安定成形性」の向上が一つのテーマとして挙げられている。本研究では、安定した成形が行えるといわれているスクリュープリプラ式射出成形機および一般的に用いられているスクリューインライン式射出成形機をそれぞれ用いて同一形状を有するプラスチック成形品の連続成形を行い、得られた成形品の重量および寸法を測定することにより射出機構の違いによるプラスチック射出成形品の成形安定性について検討を行った。その結果、成形品重量においてスクリュープリプラ式はスクリューインライン式と比較してばらつきが少ないことが確認でき、安定成形性の向上に有用な方式であることが確認できた。

Fracture and Development Behavior of LCP Reinforced Polymers

SPE ANTEC97(Society of Plastics Engineering)

(Toronto, Canada) (9.4.27)

奥村俊彦、○他

PPS/LCP(液晶ポリマー)ブレンド射出成形品を作成し、その衝撃特性とモルフォロジーについて検討した。ブレンド物のLCP含有率は10, 25, 50および75wt%とした。LCP含有率が増加するにつれてブレンド物の衝撃特性は増加した。破断した試験片を目視観察した結果、LCP含有率の違いにより破壊進展が異なることがわかった。さらに射出速度の違いにより衝撃値に差が現れたLCP含有率75%について破断面のSEM観察を行った結果、モルフォロジーが大きく異なることが確認できた。

パラフェニルフェノール/テレタルアルデヒド樹脂の炭素化

第23回炭素材料学会年会(水戸市) (8.12.5)

○広畠 健、他

フェノール系樹脂を主体にした16種類の樹脂を合成し、樹脂構造と焼成速度の関係について検討した。

(1) 热重量曲線から、初期耐熱性である5%重量減少時の温度、急激な分解ガス発生の指標である最大減量速度、収率を示す残存重量を求め、汎用フェノール樹脂を規準にして各種樹脂を選定したところパラフェニルフェ

ノール/テレタルアルデヒド樹脂が炭素材料用樹脂として有望なことがわかった。

(2)樹脂を一定の形状にして焼成し、クラック無しで焼成できる時間について調べたところパラフェニルフェノール/テレタルアルデヒド樹脂が汎用フェノール樹脂に比べてエアレーション工程を含めて5.3倍の速度で焼成が可能であった。

(3)パラフェニルフェノール/テレタルアルデヒド樹脂は汎用フェノール樹脂に比べて硬化が遅く、架橋密度が小さく、網目鎖が大きいことが推定された。また開気孔についてはあまり差はみられなかった。

ジルコニア分散アルミナセラミックスの作製

日本金属学会 1996年秋期大会(札幌市) (8.9.29)

○久米秀樹、西川義人、稻村 健、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混合水溶液およびアルミナ粉末(純度99.5%)から原料粉末を作製し、成形、常圧焼結によって焼結体を作製した。焼結体の曲げ強度値、破壊靭性値などの機械的性質について報告する。また、さらに、焼結体の電子顕微鏡による組織観察によって、組織と機械的性質についての関係についての考察を行った結果、ジルコニアの分散状態と、マトリックスのアルミナの結晶粒径が機械的性質に大きく影響することが分かった。

ジルコニア分散によるアルミナの高強度化

日本セラミックス協会 第9回秋季シンポジウム

(金沢市) (8.10.9)

○久米秀樹、西川義人、稻村 健、宮本大樹、他

アルミナの高強度化を目的として、ジルコニウム等の塩化物水溶液にアルミナ原料粉末を混合、共沈、仮焼してアルミナ中にジルコニアを3.5wt%分散させた出発粉末を用いて焼結体を作製すると、その3点曲げ強度は約650MPaであった。本研究では、この高強度アルミナの作製条件を明らかにするため、塩化物水溶液の組成や、アルミナ原料粉末の混合方法等の諸条件を変化させ、焼結体の機械的性質にどのような影響を与えるかについて検討した。

ナノ組織制御による高強度アルミナの作製と機械的特性 平成8年度地域産学官共同研究事業第2回普及講習会 (大阪市) (8.12.5)

○久米秀樹、宮本大樹、西川義人、稻村 健

構造用ファインセラミックス材料は優れた特性をもつ反面、現状では「信頼性が不十分」、「価格が高い」、「利用技術が未確立」等の課題を有する。これらの課題をナノメータレベルでの材料の組織制御により克服すること

を試みた。ジルコニア-アルミナ系のナノメータサイズの超微粒子からなるバルク焼結体を作製する技術を応用して、市販のアルミナ原料粉末(純度99.5%)との複合化により、高強度アルミナ焼結体を作製した。その結果、少量(3.5wt%)のジルコニアとの複合化により、アルミナ焼結体の曲げ強度を2倍以上に向上させることができた。本講演では、この高強度アルミナの作製法ならびに機械的特性について報告をした。

ZrO₂分散高強度Al₂O₃セラミックスの作製(I)

粉体粉末冶金協会 平成8年度春季大会(東京都)

(8.5.22)

○西川義人、久米秀樹、稻村 健、宮本大樹

複合化によるAl₂O₃の高強度化について多くの研究がなされてきているが、ZrO₂(0.5~4 mol % Y₂O₃)をAl₂O₃に分散させることにより、Al₂O₃の強度を向上させることを検討した。さらに、目的とするZrO₂分散Al₂O₃の価格ならびに生産性を考慮して、分散ジルコニア量をできるだけ微量に抑え、製造方法を簡便化することも検討した。塩化アルミニウム、塩化ジルコニウムの混合水溶液をアンモニア水により共沈、乾燥させ、原料粉末を作製した。仮焼成形の後、焼結体を作製し、その機械的特性を評価した。

ZrO₂分散高強度Al₂O₃セラミックスの作製(II)

粉体粉末冶金協会 平成8年度春季大会(東京都)

(8.5.22)

○久米秀樹、西川義人、稻村 健

少量のジルコニアの添加(3.5wt%)によって、アルミナ焼結体を強化する方法を開発した。原料にジルコニウムならびにアルミニウムの塩化物を用い、水溶液とした後、混合、共沈反応によりジルコニウム系超微粒子原料が得られ、それを通常工業的に利用されているアルミナ原料粉末と複合化させることによりアルミナ焼結体の機械的特性を大きく向上させることができた。

ZrO₂分散高強度Al₂O₃セラミックスの作製(III)

粉体粉末冶金協会 平成8年度秋季大会(名古屋市)

(8.11.7)

○西川義人、久米秀樹、稻村 健、宮本大樹、他

前回の発表では、3.5wt%のジルコニアをアルミナのマトリックス中に均質に分散させることにより、常圧焼結でも3点曲げ強度が約650MPaの焼結体を作製することができたことを報告した。

今回はこの焼結体にHIP処理を施して、機械的特性がどこまで向上するかを調べた。マトリックスとなるアルミナには前回と同様に工業用のアルミナ粉末を用いた。

このアルミナ粉末とジルコニウム、アルミニウム、イットリウムの塩化物水溶液を均一に混合し、アンモニア水により共沈、仮焼してジルコニア、アルミナ、イットリウム系の超微粒子を均質にアルミナに分散させたものを出発原料粉末として使用した。

24時間のボールミル粉碎をした後、スプレードライにより造粒、乾燥し、1軸で金型プレス成形し、冷間等方圧プレス処理をし、大気中で焼成した。得られた焼結体をカプセルフリーでHIP処理を施した。そして密度、機械的特性を調べた。HIP処理によりかさ密度は約4.05 g/cm³となり、焼結体を緻密化する事ができた。また3点曲げ強度はHIP処理温度1500℃のもので最高900 MPaであった。

TiN-AlN系固溶体の耐酸化性

日本セラミックス協会 関西・中国四国支部連合学術講演会(大阪市) (8.10.17)

○稻村 健、他

本研究では金属結合性の強いTiN(T)と共有結合性の強いAlN(A)とを組み合わせたTiN-AlN系において、複窒化物の結晶構造、化学結合およびそれにともなう性質が化学組成によってどう変化するかに注目した。端化合物として選んだTは硬度が高く、金色のコーティング材として応用されており耐水性が高いが、高温で酸化されやすい短所を持つ。一方、Aは絶縁体で、熱伝導性が高く、電子デバイスの基板材料として有用であり、乾燥空気中では1000°C度まで安定であるが、水により加水分解されるという短所を持つ。両窒化物はいずれもM(金属元素) : N(窒素) = 1 : 1 ではあるが、結晶構造を見ると、Tは岩塩型でTiもAlも6配位位置を取るのに対して、Aはウルツ鉱型でAlもNも4配位位置を取るというよう、結晶構造および化学結合性が異なるために、従来、M : N = 1 : 1 の相は合成ができなかった。

本研究では、非平衡反応の一つである反応性スパッタ法を適用して、初めてTiN-AlN系窒化物を合成することができたので、組成に対する構造化学的変化と耐酸化性の変化を中心に化学結合という立場から性質の変化を考察した。

セラミックスナノ複合材料の開発 一ジルコニア-アルミナ系超微粒子焼結体、アルミナ-ジルコニア系高強度焼結体一

プレ・ファインセラミックスフェア'97(名古屋市)

(9.3.12-13)

○稻村 健、久米秀樹、西川義人、宮本大樹

ジルコニウム、アルミニウムのアルコキシドを一定の組成比でアルコール系溶媒に溶解して、同時に加水分解

して得られた沈殿を適當な条件で仮焼するとアルミナが固溶したジルコニア超微粒子(一次粒子径10nm以下)を作製することができる。この粉末を成形・HIP焼成すると、大きく粒成長せずに、結晶粒径が50nm程度の超微粒子バルク焼結体を作製することができた。

この手法を用いて作製したジルコニア系超微粒子を通常工業的に用いられる低ソーダ易焼結性アルミナ粉末に効率よく分散させた結果、少量のジルコニア量(3.5wt%)で、アルミナ焼結体の曲げ強度値を2倍以上に向上させることができた。本方法を用いれば、アルミナ原料に比べて高価なジルコニア量を少量に抑えて、アルミナ焼結体の高強度化を達成することができるため、工業的にも有用なアルミナ-ジルコニア複合焼結体の作製方法であるといえる。

Ti-Al-C混合粉末のHIP応焼結によるTiAl基複合材料のin-situ合成

粉体粉末冶金協会 平成8年度秋季大会(名古屋市)
(8.11.9)

○垣辻 篤、宮本大樹、他

Ti、AlおよびCの混合圧粉体をHIP反応焼結させることにより、金属間化物TiAl(マトリックス)と炭化物Ti₂AlC(分散粒子)を同時に合成して、TiAl中にTi₂AlCが粒状に分散した複合材料を作製した。本研究では、合成方法の検討と得られた複合材料の組織および機械的性質(延性、強度)を調査した。

その結果、室温における3点曲げにおける強度が700MPa、延性値が約0.4%と燃焼合成-溶解法で作製したものと同等の値を示した。この結果、本複合材料がHIP反応焼結法でin-situに合成できることが示された。

燃焼合成法により作製した構造材料用金属間化合物の組織制御 一PHIPを中心に一

第19回燃焼合成研究会(大津市)(8.12.20)
○垣辻篤

金属間化合物を構造用材料として使用するためには、その最大の欠点である常温での延性(韌性)を確保する必要がある。その方法は、材料物性そのものを改善する方法、およびプロセス技術を改善する方法がある。材料物性の改善には、金属間化合物がとる結晶構造によって、冶金学的手法、セラミックス学的手法を使い分ける必要がある。我々は、製造プロセスに燃焼合成法を用いることにより、成形段階での形状付与を行い、延性確保の問題を解決してきた。即ち、本方法により材料物性、プロセス技術の改善の両方の効果を与えることが出来る。今回は、TiAl、MoSi₂金属間化合物を燃焼合成法によって作製し、それぞれに冶金学的手法、セラミックス学的

手法を適用した例について述べた。

HCD-IP法によるTi-TiN積層膜の形成とその耐食・耐摩耗性について

日本真空協会 第37回真空に関する連合講演会
(大阪市)(8.10.31)

○石神逸男、三浦健一、久野正人、横山雄二郎
上田順弘、浦谷文博、小川倉一

耐食性は高温高圧腐食試験装置を用い、ポリ塩化ビニルとABS樹脂の熱分解ガスと水蒸気の混合雰囲気中で試験を行った。TiN単層膜は耐食性が悪く、腐食は孔食型であり、皮膜欠陥を通じて基材が侵される。皮膜と基材の密着性は耐食性にそれほど影響しない。積層膜では、層の柱状晶構造に起因した欠陥をTi層で分断することによって、腐食因子が基材に達することを阻害し、耐食性が向上する。耐摩耗性は往復摺動型試験機で行った。TiN単層では、皮膜内の圧縮応力が高いものほど急速に摩耗した。圧縮応力はTiN層内の柱状晶間にせん断応力を与え、摩擦による亀裂進展を促す。積層膜におけるTi層はその亀裂進展を阻止する効果をもち、耐摩耗性を向上させると考えられた。

HCD方式イオンプレーティング法におけるチタン窒化物皮膜の表面あらさにおよぼす被覆条件の影響

日本熱処理技術協会 平成8年度年春期(第42回)講演大会
(吹田市)(8.6.5)

○石神逸男、三浦健一、久野正人、水越朋之、浦谷文博
被覆温度、バイアス電圧、ガス圧力など9系列のプロセスパラメータと表面あらさの関係を明らかにした。その上で表面の荒れを引き起こす原因として次のことを究明した。(1)皮膜は基本的に柱状晶構造からなっている。皮膜には大きな圧縮応力が生じているため、基板表面に垂直方向の応力が働く。そのとき各柱状晶は結晶方向の違いによって歪み量がそれぞれに異なり、そのことによって表面あらさが変化する。したがって、結晶配向性が著しい皮膜ほど平滑な表面となった。逆に結晶方位がアットランダムな皮膜では表面あらさは増大した。(2)被覆温度が室温近くで、圧縮応力が極度に大きい皮膜では、皮膜に亀裂やクレータ状の剥離などマクロ的な欠陥を生じ、表面あらさは著しく増大する。(3)上記のことを考慮し、適当な被覆条件選択することによって、基板表面とほとんど変わらないあらさ(Ry:50~60nm)の皮膜を形成させることができた。

HCD方式反応性イオンプレーティングにより形成したチタン窒化物皮膜の残留応力について

日本熱処理技術協会 平成8年度春季(第42回)講演大会

(吹田市) (8.6.5)

- 三浦健一, 石神逸男, 久野正人, 水越朋之, 浦谷文博
本実験ではチタン窒化物皮膜の残留応力に関する各種プロセスパラメーターとの関係について調べるとともに、それらが皮膜の硬さにおよぼす影響について検討した。

被覆温度, 被覆時間, ビーム電流, ガス混合比およびガス圧力の増加は皮膜の圧縮応力値を減少させ, 逆に基板と蒸発源との距離の延長は皮膜の圧縮応力値を増加させた。また, バイアス電圧の系列では, 0 Vで形成させた皮膜の応力値はほぼ0に近く, バイアス電圧の印加とともに圧縮応力が発生増加し, 過度の印加で若干減少する傾向が認められた。また, このような応力は熱応力の発生のみで説明するにはかなり無理があることがわかった。

皮膜の残留応力と硬さの関係については明瞭な相関性が認められ, 皮膜に存在する圧縮応力が大きくなるほど高い硬さを示した。また, 結晶粒度が小さいものほど圧縮応力が大きいことがわかった。

HCD方式反応性イオンプレーティング法におけるチタン窒化物皮膜の膜質制御

日本真空協会 関西支部平成8年度第2回研究例会
第3回講演会(和泉市) (8.7.9)

- 三浦健一, 石神逸男, 久野正人, 水越朋之, 浦谷文博, 金田博之, 小川倉一

8系列のプロセスパラメーターが膜質におよぼす影響について調べた。そして膜質を支配している本質的な因子を見出すとともにプロセスパラメーターがそれら因子に影響を与える過程について考察した。チタン窒化物皮膜の硬さは超微小硬度計により測定し, 構成相, 結晶粒度, 格子定数および残留応力の解析にはX線回折を用いた。化学組成はEPMAにより決定した。堆積状態および微細構造はSEMおよびTEMを用いて調べた。

基板温度を上昇させるパラメーターの変化は硬さの低下をもたらした。硬さと結晶粒度の間にはホールペッチの法則が成立した。典型的なゾーンI構造の堆積状態は低い硬さをもたらした。高い硬さを示した混合相皮膜の表面にはしばしば微細な歪みが存在していた。軟質の α -Tiの存在は硬さを低下させた。硬さは組成比 ≈ 0.8 で最大値を示した後, 低下した。TiN単相で組成比の低下は格子定数を増加させた。不純物酸素濃度の増加は高い硬さをもたらした。皮膜の圧縮応力の増大は皮膜硬さを増加させた。

以上の結果から、皮膜の硬さには結晶粒度, 堆積状態, 構成相および残留応力が影響しており、皮膜の成長過程における構造緩和がこれらの因子と密接に関係していることがわかった。

LAを用いたLaCaMnOの作製

日本真空協会 第37回真空に関する連合講演会
(大阪市) (8.10.30)

- 四谷 任, 日下忠興, 篠 芳治, 小川倉一, 他

酸化物超伝導体はCuサイトが反強磁性体的なオーダリングを示し, そのことが高い臨界温度の原動力であると言われている。一方同じペロブスカイト結晶構造のLaMnO₃はMnサイトが強磁性体的にオーダリングし, Laの一部を2価のカチオンで置換したものは強磁性と金属的な伝導が同時に発現する材料として古くから注目を浴びいた。この材料で磁場中で電気伝導が著しく増大する効果が発見され, そのメカニズムについて様々な論議があった。今回結晶性のよいLaCaMnOを作製し磁気抵抗効果, 磁化を測定した結果磁気抵抗の起源はMnサイトのスピンのキャンティングであることが分かった。

LaCaMnO/YBCOの超伝導特性

低温工学会 1996年度秋季低温工学・超電導学会
(吹田市) (8.11.7)

- 四谷 任, 日下忠興, 篠 芳治, 他

酸化物超伝導体はCuO平面のCuイオンが反強磁性的に配列し, その配列が超伝導発現に大きな影響を与えていている。一方LaCaMnOの巨大磁気抵抗効果はMnサイトが強磁性体的に配列することがその起源であると考えられている。LaCaMnO薄膜の上にYBCO薄膜を積層した場合, Mnイオンの配列がCuイオンの配列に大きな影響を与える可能性がある。しかもキューリ温度が220Kと高いのでYBCOの超伝導転移温度もその影響を受ける可能性がある。また磁束量子の動きもMnサイトに固定される可能性があり, 電流密度が増加することが期待できる。

これらを実現するためにまずLaCaMnO薄膜をPLAで作製し, 輸送現象の基礎的な特性を測定した。その結果, 基板温度850°CでC軸に配向した膜が得られた。キューリ温度は電気抵抗の測定から110Kと推定できた。また磁気抵抗効果はスピンキャンティングと考えて矛盾がない。ホール効果の測定からキャリヤー密度nはn=N(0)exp(-ΔE/kT); N(0)はホールドープ量, ΔE=0.1eVで計算した値とほぼ一致した。

YBCOマイクロブリッジを用いた赤外線応答

日本真空協会 第37回真空に関する連合講演会
(大阪市) (8.10.31)

- 篠 芳治, 四谷 任, 日下忠興, 小川倉一, 他

YBCO薄膜をマイクロブリッジ状に加工した素子をLaAlO₃(100)基板上に作製した。前回報告したMgO(100)

基板とよく似た応答特性を示すことが確認された。しかし赤外線センサとしての感度およびNEPの値は、約3~4桁程度上昇した。これはマイクロブリッジのサイズだけでなく、基板の熱物性値(熱伝導率、拡散率など)の違いが主な原因であると考えられる。

YBCOマイクロブリッジによる赤外線の応答

低温工学会 1996年度秋季低温工学・超電導学会
(吹田市) (8.11.7)

○覧 芳治, 四谷 任, 日下忠興, 小川倉一, 他

MgO(100)単結晶基板上にYBCO薄膜を作製し、マイクロブリッジに加工した後、その部分に赤外線を照射しその応答信号を検出し、変調周波数依存性について検討し、以下のことがわかった。赤外線が膜に照射されたときの熱応答について2種類考えられている。

1つは赤外線の照射に対しセンサ部分(熱容量Cの基板と膜の一体化)が熱伝導度Gを通してヒートシンクに不連続に接続されている一般的な場合であり、他方は赤外線の照射に対しセンサ部分(膜)が熱伝導率K、比熱c、密度ρをもつ基板を通じてヒートシンクに連続的に接続されている、いわゆるマイクロボロメーターの場合である。変調周波数依存性については、周波数が高くなると前者は $1/f$ に比例し、後者は $1/\sqrt{f}$ に比例する。本実験の結果は、後者の傾向と非常によく一致することがわかった。このことから、素子の内マイクロブリッジ部分でのみ赤外線に応答していると考えられる。

YBCO薄膜を用いた赤外線検出器

第16回国際低温工学会議/国際低温材料会議
(ICEC16/ICMC) (北九州市) (8.5.24)

○覧 芳治, 四谷 任, 日下忠興, 鈴木義彦, 小川倉一
他

c軸配向したYBCO薄膜を乾式エッチングにて微細なくびれをもつマイクロブリッジ型に加工し、そのくびれ部分に赤外線を照射したときの出力信号について検討した。その結果以下のことが分かった。(1)種々の依存性の結果から、出力信号は熱型であった。(2)出力信号の周波数依存性はマイクロボロメータ的であり、それを表す式より求めた理論値と実験値は非常によい一致を示すことがわかった。

YBa₂Cu₃O_x薄膜を用いた赤外線の検出

日本真空協会 関西支部平成8年度第2回研究例会
第3回講演会(和泉市) (8.7.9)

○覧 芳治, 四谷 任, 日下忠興, 鈴木義彦, 小川倉一
他

数μm程度のくびれをもつマイクロブリッジパターン

をc軸配向したYBa₂Cu₃O_x薄膜上に作製し、赤外線を照射したときの応答特性を調べた。得られた結果は以下の通りである。

(1)温度依存性: 熱型応答を示す式を用いてフィッティングさせたところ、実験結果とよく一致する。

(2)変調周波数依存性: 加熱あるいは冷却される物体内の温度が時間的に変化する場合、基板表面の熱応答について2種類考えられている。1つは基板全体で光を感じ、上部の膜と基板の熱伝導が不連続な場合である。他方は光を検知する部分が光の照射面積に比べ著しく小さい場合であり、マイクロボロメータ型と言われているものである。両者に置いて、光の照射による膜の温度変化(ΔT)と変調周波数fとのあいだには以下の関係がある。前者… $\Delta T \propto 1/f$ 、後者… $\Delta T \propto 1/\sqrt{f}$ 。

本実験では、後者のマイクロボロメータ型の応答特性と非常によい一致を示した。

酸化物超伝導体を用いた赤外線検出器

平成8年度工業技術連絡会議機械金属連合部会、電子近畿地方部会合同研究交流会(京都市) (9.1.23)

○覧 芳治, 四谷 任, 日下忠興, 鈴木義彦

酸化物超伝導体の1つであるYBCOを薄膜化およびマイクロブリッジ状に微細加工し、半導体レーザを用いた近赤外光照射に対する応答を調べた。その結果、今まで得られた比較的低いバイアス電流では熱的な応答が主であったが、高バイアス電流の条件下ではT_c(臨界温度)の近傍で非熱的な応答が観察された。この効果はゼルドフ等が主張しているvoltex motion(ピン止めされていた磁束がローレンツ力にて動き抵抗を生じる現象)によく似た挙動を示すことがわかった。

PLD法によるSi基板上へのYBCO薄膜の作製(I)

日本真空協会 第37回真空に関する連合講演会
(大阪市) (8.10.31)

○日下忠興, 四谷 任, 覧 芳治, 小川倉一, 他

PLD法を用いて、酸化層付きSi基板上へバッファー層(YSZ)とYBCO薄膜の作製を試みた。真空中でYSZ薄膜を作製すると配向膜は形成されないが、酸素分圧を増加させるに従って<100>方向へ優先的に配向することが分かった。基板温度750°C、酸素分圧10mTorr、レーザー源出力150mJにて成膜を行うことにより、YSZ<200>配向膜が得られた。

この条件にてYSZを300Å成膜し、さらにYBCO薄膜を基板温度670°C、酸素分圧80mTorr、レーザー源出力150mJの条件にて積層したが良好なYBCO薄膜は形成されなかった。

この原因としては、YSZ膜のX線回折線がブロードで

あることやYBCO薄膜と同じ成膜条件でMgO基板上へ直接成膜すると臨界温度84Kを示す良好なc軸配向膜が得られることから、YSZがエピタキシャル成長していないこと、YSZの膜厚が薄くSi基板の影響を受けていることなどが考えられる。

反応性イオンビームスパッタ法によるZr-N-O膜 —Zrのゲッター作用の効果—

日本真空協会 第37回真空に関する連合講演会
(大阪市) (8.10.31)

○吉竹正明, 岡本昭夫, 野坂俊紀, 小川倉一

Zrを酸素窒素雰囲気中でスパッタを行うとき、反応ガス分圧が低い領域ではZrのゲッター作用によりチャンバー中の酸素分子が減少し、その結果堆積する膜中にも酸素の含有量が少なくなり、窒素リッチのZr-N-O膜ができる。この原因を調べるために、今回の報告ではチャンバー中に導入した酸素分子の行方と、膜の堆積位置が異なった場合の膜中に含まれる酸素の組成比について検討を行った。

オージェ電子分光分析装置による分析結果から膜の堆積位置がターゲット真下の位置より離れるに従い膜中の酸素含有量が増えることがわかり、また同時に膜の堆積速度が減少した。この結果より、スパッタされたZr原子はチャンバー中に広く堆積するため、広い面積にわたってチャンバー中の酸素分子が一様にゲッターされて膜中に取り込まれるが、ターゲット真下の位置ではスパッタされたZr原子の堆積速度が大きいため、相対的に酸素含有量が少ない膜が堆積する。また基板位置が中心より離れるに従い、Zrの堆積速度が小さくなり相対的に酸素含有量が多い膜が堆積する。従って膜組成の堆積位置による依存性があることがわかった。

窒素酸素混合ガス雰囲気中のZrのスパッタ(II)

—低反応ガス圧領域でのZr-N-O膜の堆積—

第7回粒子線の先端的応用技術に関するシンポジウム
(東京都) (8.11.19)

○吉竹正明, 岡本昭夫, 野坂俊紀, 小川倉一

イオンビームスパッタ法により窒素酸素混合ガス雰囲気中でZrの反応性スパッタを行い、低い反応ガス圧領域でのZr-N-O膜の堆積機構について検討した。堆積させる基板の位置の違いにより、膜の堆積速度が異なること、また膜中のZr, NおよびOの組成比が異なることがわかった。堆積した膜中には一定の割合で酸素分子が衝突するが、ターゲットから飛来してくるZrやN原子は基板位置により大きく異なる。実験結果からZr-N-O膜の堆積にはZrのゲッター効果によるO原子の膜中への取り込みと、ターゲット表面からスパッタされるZrおよびN

原子の到達確率が大きく寄与していることがわかった。

酸素窒素混合ガス中での反応性スパッタにおけるZrのゲッター作用

第57回応用物理学会学術講演会(福岡市) (8.9.9)

○吉竹正明, 岡本昭夫, 野坂俊紀, 小川倉一

ZrやTiのようにゲッター効果が大きい材料を酸素窒素混合ガス雰囲気中でスパッタを行うとき、チャンバー中の反応ガス組成比がスパッタを開始するとスパッタ前の組成比から変化し、このことが膜の組成比に影響を及ぼす。これはZrなどのターゲット材料のゲッター作用によるものであり、特に酸素のゲッター量が大きな影響を与える、その膜中に取り込まれる量は、堆積するZr等の金属原子の数に依存する。スパッタチャンバー内の基板位置により膜の堆積速度が異なることから、酸素窒素混合ガス中で反応性スパッタを行うと膜中の酸素、窒素の組成比が異なることが考えられる。

今回は、Zr-N-O膜中に含まれるOの基板位置依存性について検討し、イオンビームスパッタ法により酸素、窒素混合ガス(組成比1:1)雰囲気中でZrの反応性スパッタを行った。基板位置をターゲット中心の下部およびこれより約20cm離れた位置の2カ所に配置し、それぞれの位置で堆積したZr膜中のOの組成比について検討を行った。その結果、ターゲット真下の位置より離れた位置で堆積した膜中のO含有量が大きいことがわかり、基板位置依存性があることが明らかになった。

反応性スパッタリング法による酸化窒化Cr薄膜の歪み抵抗特性

応用物理学会 第44回応用物理学関係連合講演会
(船橋市) (9.3.29)

吉竹正明, 鈴木義彦, ○他

金属クロムを酸素窒素混合ガス中で反応性スパッタ法により酸化窒化Cr薄膜を作製し、歪みセンサとしての特性について検討を行った。酸素および窒素の流量比を変化させると、いずれも歪ゲージ率、抵抗温度係数が変化する。酸素流量を0.7sccmに固定して酸素に対する窒素流量比を増加させると、歪ゲージ率は15程度から少しづつ小さくなる傾向を示すが、抵抗温度係数が300ppm程度から0をとおりマイナスへと変化することがわかった。この結果、酸素、窒素の流量比を選ぶことにより、抵抗温度係数が0付近でのCr-N-O薄膜歪センサを作製することができることがわかった。

光電子陰極用Pd薄膜の表面観察

日本真空協会 第37回真空に関する連合講演会
(大阪市) (8.10.31)

○野坂俊紀, 吉竹正明, 岡本昭夫, 小川倉一

Pd薄膜に光を照射し, 放出される光電子を電子源とした電離真空計を検討した。これまでに透過型及び反射型の光電子陰極用Pd薄膜を用いて, 中空真空領域の真空計として利用できること, Pd膜の成膜条件により光電子電流が変化することを報告した。そこで, Pd膜表面の形状と光電子電流の関係を明らかにするため, 今回はPd膜の表面を走査型トンネル顕微鏡により観察した。その結果, 膜厚4nmのPd膜は粒径10~15nmの大きさからなる連続膜を形成しており, Pd膜の膜厚を増加すると粒径の大きさは増した。また成膜条件である加速電圧を低下させると結晶粒径は小さくなり, 平滑な膜が得られることが分かった。さらに基板を45度に傾斜させた膜の表面は通常の基板配置に比べ結晶粒径が小さく, 結晶成長しにくいことが分かった。

光電子陰極にPd薄膜を用いた中真空用電離真空計の試作(Ⅱ)

第57回応用物理学会学術講演会(福岡市) (8.9.7)

○野坂俊紀, 吉竹正明, 岡本昭夫, 鈴木義彦, 小川倉一

実用化されている電離真空計のフィラメント電子源について, 薄膜から放出される光電子を電子源とした真空計を検討しているが, 薄膜を作製するときのスパッタ条件と光電子放出特性との関係を調べた。

Pd薄膜の膜厚を薄くすると光電子電流は増加し, また作製条件である加速電圧とターゲット電流をそれぞれ500V, 10mAに低下させると光電子電流は1.5倍に増加した。この原因を調べるために膜表面のSTM像および分光反射率を測定した結果を発表した。

低エネルギーイオン・プラズマの利用技術の開発と高品質薄膜形成への応用に関する研究

日本真空協会 第37回真空に関する連合講演会(大阪)

(8.10.30)

○岡本昭夫

日本真空協会の真空進歩賞が、「低エネルギーイオン・プラズマの利用技術の開発と高品質薄膜形成への応用に関する研究」に贈られた。

その内容は、低エネルギー成膜技術をキーワードとして、(1)マルチキャピラリーイオン源とその応用として開発した酸素励起線源について、その照射特性及び励起線アシスト成膜法による化合物薄膜の室温合成、(2)低エネルギー・プラズマスパッタ法により作製したAu-C複合薄膜においてスパッタ電圧を変化させた場合に膜構造や膜の電気的・光学的性質を広範囲に変化できることについて述べた。

低エネルギー・スパッタにより作製した貴金属薄膜

日本真空協会 第37回真空に関する連合講演会(大阪市)
(8.10.31)

○岡本昭夫, 吉竹正明, 野坂俊紀, 小川倉一

プラズマスパッタ法において、スパッタ電圧を低くすることによって、作製中の薄膜へ照射する中性の高エネルギー粒子は低減できる。貴金属薄膜、主に金薄膜を種々のスパッタ電圧により作成した結果、低い電圧でスパッタした薄膜は、膜の比抵抗が小さくなり、結晶粒径も大きくなる傾向が認められた。これらが低電圧スパッタの効果と考えられるので、その詳細について報告した。

Gold-Carbon Composite Thin Films for Electrochemical Gas Sensor Prepared by Reactive Plasma Sputtering
Joint Int. Symposium of the '96 MRS-J Conf. & the 3rd Ion Engineering Conf. (Chiba, Japan) (8.5.24)

○岡本昭夫, 鈴木義彦, 吉竹正明, 小川倉一

プラズマスパッタ法を用いて、金薄膜を作製するときにスパッタガスであるアルゴンガスにメタンガスを導入することにより金と炭素の複合薄膜が形成できる。この方法を用いると作製条件により種々の膜構造が得られることを明らかにしてきた。一方、電気化学式ガスセンサにおいては、毒性ガスを検出するための作用電極材料として、選択性が良くて検出感度が高いものが望まれている。本発表では、この作用電極の候補として、筆者らの金-炭素複合薄膜を用いることを検討し、膜作製条件とセンサ出力の関連性について報告した。

マルチキャピラリー励起線源を用いた炭素系薄膜形成の検討

電気化学会 第64回学術シンポジウム(横浜市) (9.3.26)

○岡本昭夫, 野坂俊紀, 吉竹正明, 小川倉一

化合物薄膜の室温形成等を目的としたアシスト用高周波励起型マルチキャピラリー励起線源を開発してきている。ここでは、この励起線源にメタンガスを導入することで、低ガス圧下における炭素薄膜形成の可能性について検討した結果について報告した。

シリコンメンブレンを用いた超音波センサの試作

日本真空協会 関西支部平成8年度第2回研究例会
第3回講演会(和泉市) (8.7.9)

○井上幸二, 鈴木義彦

シリコンの異方性エッチング技術を用いて厚さ約 $1.5\mu\text{m}$ で2mm角から6mm角のシリコンメンブレンを作製した。非常に薄いにもかかわらず、4mm角のメンブレンは1気圧の圧力差に耐えることができ、センサの作製プロセスや実用に耐えるものであると考えられる。ガラス

基板上に電極を作製したものを直径 $10\text{ }\mu\text{m}$ のガラス球をはさんで対向電極とし、コンデンサマイクロフォン型の超音波センサを試作した。40kHzの超音波に対する感度は、 $67\text{ }\mu\text{V/Pa}$ であった。また、周波数特性も1kHzから40kHzまでほぼフラットであると考えられ、広い周波数範囲で利用可能である。センサの指向性は、メンブレンが大きくなると鋭くなり、アンテナの放射特性を示す理論式に近い。センサのインピーダンスが高くノイズを拾いやすいので、対向電極部の基板にSOS基板を用いソースフォロア回路をセンサと一体化することにより、外来ノイズを非常に小さくすることができた。

窒化クロムを誘起共析したクロムめっき

日本MRSシンポジウム(千葉市)(8.5.22-23)

○森河 務, 横井昌幸

硝酸ナトリウムを添加したクロム酸めっき浴からクロムめっきを行い、めっき皮膜に共析する窒素の状態を、XPS分析とX線回折で検討した。クロムめっき浴の硝酸ナトリウムを4 mMまで増加すると皮膜中の窒素含有率は4.2at%まで増加した。XPS測定によるとN1sとCr2p3/2スペクトルは、Cr-N化合物の存在を示した。X線回折では、めっきしたままの皮膜はhcp構造のクロムであった。600°Cで、4時間熱処理すると結晶構造は、Cr-N化合物を含むbccクロムに変化した。

ニッケルめっき反応における水素の挙動

表面技術協会 第94回講演大会(堺市)(8.9.28)

○森河 務, 中出卓男, 横井昌幸, 他

ニッケルめっきでは、ニッケルの電析と同時に微量の水素が発生する。その一部は、めっき皮膜に共析し、素材への拡散、皮膜からの水素脱離が生じる。このような水素の挙動は、めっき皮膜の電着応力に影響するほかクラック、ボイドなどのめっき欠陥を引き起こす。本報告では、バイポーラセルを用いた電気化学水素透過法でニッケルめっき反応時における水素のその場分析結果について発表した。

2価クロムを含む電解液からのCr-P合金の電析

表面技術協会 第94回講演大会(堺市)(8.9.28)

○中出卓男, 森河 務, 横井昌幸, 佐藤幸弘

金属クロムおよびその合金めっきは、近年環境問題により6価クロム浴の使用を避ける傾向にあり、それに伴い3価クロム浴からの電析を利用しようとする研究が多く見られる。しかし、3価クロムは、配位子交換速度が非常に遅いため熟成が必要であり、また厚めっきが困難である等の欠点がある。2価クロムは、3価クロムに比べると加水分解するpHが高く、また配位子交換速度が

大きいためクロムめっきの可能性を広げることが可能と期待される。2価のクロムからの金属クロムの電析については、すでに報告されているものの、クロム合金めっきについてはほとんど報告されていない。そこで2価のクロム浴からのCr-P合金電析の可能性について検討した。

東アジアにおける大気環境と材料影響調査(I)

第43回腐食防食討論会(吹田市)(8.10.18)

○佐藤幸弘, 他

地球的規模での大気環境汚染が論じられ、環境の材料影響調査においても広範囲にわたる規模での評価が必要である。日本10地点、中国6地点、韓国2地点の東アジアにおいて大気環境と材料に及ぼす影響を国際共同調査した。

その結果、日本の大気中の亜硫酸ガスの平均濃度は約7.0ppbであるが、中国では約75ppbで日本の約10倍の高濃度を示した。一方、亜硝酸ガス濃度は日本の都市部の方が高かった。金属の腐食は材料により異なったが、日本のおおよそ3~6倍で大気汚染の傾向と一致した。

オートクレーブ腐食試験法によるプラスチック成形金型の耐食性評価

型技術協会型技術ワークショップ'96in大阪

(吹田市)(8.11.19)

○上田順弘, 曽根 匠, 佐藤幸弘, 増井清徳

金型材の耐食性評価法として、塩酸や硫酸などによる浸漬試験法が多く用いられているが、これらは実際の成形金型の腐食形態を忠実に再現しているとは言い難い。オートクレーブ腐食試験法は、プラスチック樹脂を高温高圧下で加水分解させ、その雰囲気中に各種金型材を暴露させるもので、実際の成形環境に近い腐食形態を再現でき、相関性に優れた腐食データを迅速に得ることができる。本発表は、このオートクレーブ腐食試験法と、それを用いて放電加工や各種表面処理を施した金型材の耐食性を評価した試験例について報告した。

オーステナイト球状黒鉛鋳鉄の流動層ほう化

日本熱処理技術協会 平成8年度春期(第42回)講演大会(吹田市)(8.6.6)

○曾根匠, 上田順弘, 出水敬, 他

バルブやポンプなどの工業製品によく使用されているオーステナイト球状黒鉛鋳鉄の表面改質法として、流動層を用いたほう化処理を検討した。その結果、流動層によるほう化処理により、オーステナイト球状黒鉛鋳鉄の表面に硬さが約1400HKでFeBおよびFe₂Bから構成されるほう化層が形成し、未処理材比較して、相手材をアル

ミナとした場合の摩擦係数の低減、耐摩耗性の向上が認められた。ほう化処理はオーステナイト球状黒鉛鋳鉄表面改質に有効であることが確認できた。

燃焼合成法を用いた鉄鋼へのNi-Al系金属間化合物コーティング

日本熱処理技術協会 平成8年度春季(第42回)講演大会(吹田市)(8.6.6)

曾根匠、○他

腐食、高温などの特殊環境下における耐摩耗性を向上させる表面改質処理として、鉄鋼基板上にNi-Al系金属間化合物の形成を試みた。その方法には、近年、新しい材料製造プロセスとして注目されている燃焼合成反応を利用して、Ni-Al系金属間化合物を作製すると同時に、その反応熱により鉄鋼基板上にNi-Al系金属間化合物のコーティングを行った。その結果、硬さが500~1000HVで、 Ni_2Al_3 単相のコーティング層が形成できることが確認できた。また、そのコーティング層は鉄鋼基板に良好に接合していることが認められた。

放電加工による高融点金属の表面改質

—Tiの改質処理—

第6回電気加工学会全国大会(和泉市)(8.11.29)

○塚原秀和、南久、増井清徳、出水敬、曾根匠

チタンは難加工材であり、耐摩耗性や耐焼付性が問題となる場合がある。それらを克服するために合金化や表面改質が行われている。放電加工では油中で加工を行うため、加工液の熱分解で生成する炭素が加工表面に侵入することが知られており、チタンの加工の場合にも炭素の侵入により表面にTiC層の生成が期待される。本研究では、チタン材の放電加工による表面改質の可能性を検討した。

その結果、加工表面にはTiC層の生成が確認され、加工条件による皮膜の生成状況や加工面粗さの状態がわかり、有効な表面改質条件の絞り込みが行えた。さらに、放電加工による表面改質がチタン材で問題となる耐摩耗性、耐焼付性の向上に有効な手段であることがわかった。

放電加工による高融点金属の表面改質

—Tiの改質処理—

電気加工学会 第9回表面加工研究会(和泉市)(9.1.30)

○塚原秀和、南久、増井清徳、出水敬、曾根匠

難加工材であるチタンは、耐摩耗性や耐焼付性が問題となる場合があり、それらを克服するために合金化や表面改質が行われている。放電加工では油中で加工を行うため、加工液の熱分解で生成する炭素が加工表面に侵入することが知られており、チタンの加工の場合でも炭素

の侵入により表面にTiC層の生成が期待される。

チタン材の放電加工による表面改質の可能性を検討した結果、加工表面にはTiC層の生成が確認され、加工条件による皮膜の生成状況や加工面粗さの状態がわかり、有効な表面改質条件の絞り込みが行えた。さらに、放電加工による表面改質がチタン材で問題となる耐摩耗性、耐焼付性の向上に有効な手段であることがわかった。

放電加工によるチタンの表面改質

電気加工及び微細加工に関する合同研究会

(新潟県妙高村)(9.3.8)

○塚原秀和、南久、増井清徳、出水敬、曾根匠

チタンは難加工材であるため耐摩耗性や耐焼付性が問題となり、それらを克服するために合金化や各種表面処理が行われている。放電加工では油中で加工を行うため、加工液の熱分解で生成する炭素が加工表面に侵入することが知られており、チタンの加工の場合にも炭素の侵入により表面にTiC層の生成が期待される。

本研究では、チタン材の放電加工による表面改質の可能性を検討した結果、加工表面にはTiC層の生成が確認され、加工条件による皮膜の生成状況や加工面あらさの状態がわかり、有効な表面改質条件の絞り込みが行えた。さらに放電加工による表面改質がチタン材で問題となる耐摩耗性、耐焼付性の向上に有効な手段であることがわかった。

落下試験の現状について

第34回全日本包装技術研究大会(東京都)(8.11.21)

○高田利夫、寺岸義春、中嶋隆勝

府下企業における包装貨物落下試験の精度向上を図るために、府下企業9社へ巡回実験に出向き、各企業の簡易型試験機で落下衝撃値を計測し、試験者による個人差、包装貨物の差および試験機の機差などについて調査した。その結果、懸垂型を基準とした評価について以下のことがわかった。

(1)懸垂型の方が簡易型より試験貨物が回転せずに鉛直方向に落下する。(2)簡易型試験機の機差では、一度真下方向に落下テーブルが下がる機構の方が、試験貨物が落下せずに鉛直方向に落下する。(3)中央置きと試験協力者の落下を比較すると、試験協力者の方が全般的に回転せずに鉛直方向に落下する。(4)簡易型落下試験機の剛性不足により、試験貨物の質量が大きく落下高さが高いほど試験貨物が回転して落下する。

実験損傷解析による織物強化積層板の繊維/樹脂界面の破壊とその強度評価

日本機械学会 第74期全国大会講演会(京都府田辺町)

(8.9.22)

○上野谷敏之, 小栗泰造

繊維/樹脂界面強度を変えるため、繊維の表面処理条件のみを体系的に変えられた同一繊維/樹脂系からなる実用繊維強化複合材料に、著者らが提案しているAEによる損傷過程解析にもとづく実験的評価法を適用し、繊維/樹脂界面の破壊挙動推定と半定量的な界面強度の評価を行った。はく離開始応力と表面処理濃度および引張強さと処理濃度との間にはそれぞれ相関関係が認められた。また、他の手法による評価結果とも同傾向を示した。

高韌化CFRPの疲労損傷と非破壊的手法による推定

日本機械学会 M&M'96材料力学部門講演会(津市)

(8.10.3)

○上野谷敏之, 他

疲労を受ける高韌化炭素繊維織物強化複合材料の損傷挙動を状態量として把握するため、2つの損傷解析：超音波Cスキャン(SAT)と熱弾性応力解析(TSA)により検討した。高韌化マトリックスとしてゴム粒子による変性エポキシを、参照材料としては同種の未変性エポキシを選んだ。その結果、(1)疲労過程で観察されるTSAによる応力分布の乱れ域はSATの損傷観察結果とよく一致し、損傷エリアとして理解された。また、その変化の度合いは最表面層の損傷をより強く反映した。(2)疲労試験の前後に観察される応力分布間の変化を解析することにより、詳細な疲労損傷の成長過程を調べ、損傷開始時期および損傷の進展方向に高韌化材の疲労強度、疲労寿命の改善を裏付ける事象を確認した。

複合材料のアコースティックエミッションの基礎と計測
複合材料のアコースティック・エミッションに関するセミナー(京都府田辺町) (8.11.26)

○上野谷敏之

アコースティックエミッション(AE)の基礎と計測について報告した。おもに、繊維強化複合材料のAEについて、イベントパラメータ計測、位置評定法、AE特性を支配する要因などについて全般的に概説した。また、複合材料分野でのAEに対する今日的期待の背景とAEの可能性について、材料評価のツールとしての側面、および機器、構造物における健全性評価や連続監視のツールとしての側面について詳細に述べた。これらを支えるためには損傷に起因したAEの抽出が重要であり、そのための手法、すなわち、AEのパラメータ解析の改善や、新しいアルゴリズムの開発などの必要性について強調して述べた。また、AEの計測原理から考えられる限界についてもふれた。

Fiber/Matrix Interfacial Fracture Characterization by Acoustic Emission in Fabric Polymer Matrix Composite Laminates

第13回国際アコースティック・エミッションシンポジウム(Nara, Japan) (8.11.28)

○上野谷敏之

繊維強化複合材料(FRP)における繊維/樹脂界面の強度評価には、これまで単繊維を用いたモデル材による評価法が多く実施してきた。しかしながら、モデル材では実用構造材における界面の破壊過程を模擬することはできないため、その評価値を実用材に適用することはできない。そこで、同一繊維/樹脂系に対して繊維の表面処理条件のみを体系的に変えて成形された実用材FRPを用い、著者らが提案しているAEによる損傷過程解析にもとづく界面強度評価法の適用を検討した。

その結果、(1)積層材料において界面はく離は急増現象を引き起こし、その時点をはく離の開始とすると考えられる。その特徴的挙動は実験的に確認された。その急増開始の判定規準は内部損傷メカニズム解析をもとに実験的に決めることができた。(2)得られたはく離開始応力と表面処理濃度あるいは引張強さと処理濃度との間に相関関係が認められ、はく離開始応力の向上にともない、あきらかに引張強さが改善された。

Damage Progression in Composite Laminates

Japan-Hong Kong Joint Seminar on Composite Materials(Hong Kong) (8.12.20)

○上野谷敏之

繊維強化複合材料の損傷は破壊荷重に比べ、比較的低いレベルから発生し、かつ、複数の損傷様式が同時に発生する。そこで、材料内部に発生するその進展挙動をダイナミックに評価するため、損傷に起因して発生するアコースティックエミッションの情報を用いて内部損傷解析された結果を簡単にレビューし、これまでに当所で得られた研究成果をふまえ、(1)損傷に起因したAEの抽出、(2)AE解析による損傷メカニズムの推定法、とくに、クラスター解析を適用した簡易パラメータ解析法および周波数解析法、(3)これらの解析法から推定される準静的引張、曲げ、短時間クリープにおける損傷進展挙動についておもに述べ、さらに、(4)損傷進展解析の実用複合材料における界面強度評価への応用についてもふれた。

Characterization of Real Damage in Carbon Fabric Composite with Toughened Matrix Through Thermoelastic Technique

The 4th Int. Conf. on Deformation and Fracture of Composites(Manchester, U.K.) (9.3.24)

○上野谷敏之, 他

高じん化されたマトリックスからなる炭素繊維織物複合材料(CFRP)に生じる損傷状態をキャラクタリゼイションするため、中央部に円孔切欠きを有する平板片にステップ荷重の繰返し負荷(短期間クリープ試験)および疲労負荷を加えた。試験では、2次元的損傷情報が得られ熱弾性応力解析(TSA)を行い、あわせて、超音波Cスキャン(SAT)による内部損傷観察、およびAE計測を行った。

その結果、(1)TSAにより評価される応力緩和域(損傷域)はクリープ試験では局所に観察され、AEの空間的アクティビティもほぼ同様な傾向を示したが、SATでは対応する損傷像は検出されなかった。一方、疲労試験では、TSA、SATによる評価はよく一致し、負荷回数とともに損傷が2次元的に進展することが観察された。(2)マトリックスを高じん化することにより負荷と直行する繊維束内に発生する横方向損傷の発達が抑制されると考えられた。

Determination of Fiber/Matrix Interface Strength in Real Composite Materials with an Failure Mechanism Analysis by Acoustic Emission

Joint Canada-Japan Workshop on Composites
(Kyoto, Japan) (8.8.22)

○上野谷敏之

繊維/樹脂界面の強度評価には、これまで、単繊維モデル材が多く用いられてきた。しかし、モデル材は実用材と構造・形態的に大きく異なり、また、破壊過程への影響の強い繊維表面処理効果を評価できない。そこで、繊維の表面処理条件のみを体系的に変えられた同一繊維/樹脂系からなる実用繊維強化複合材料に対して、著者らが提案している新しい界面強度評価法を適用し、表面処理濃度のはく離開始応力への影響を示すことができた。

織物CFRPにおけるメゾン損傷の非破壊的観察

日本機械学会 第74期全国大会講演会(京都府田辺町)
(8.9.23)

○上野谷敏之, 他

FRP中のメゾン損傷を状態量として把握するため、繰返しクリープ試験と疲労試験における炭素繊維織物強化複合材料を対象に、2次元的損傷情報が得られる超音波Cスキャン(SAT)と熱弾性応力解析(TSA)による非破壊計測を行い、その可能性を検討した。疲労損傷については両者とも初期損傷レベルから検出でき、よく一致した情報が得られたが、繰り返しの少ない軽微な損傷についてはTSAにより検出可能であった。

Preparation of Titanium Oxide Photocatalysts Dispersed on Porous Silica Glass by a Metal Ion-Im-

plantation Method and Their Photocatalytic Reactivities for the Degradation of 2-Propanol Diluted in Water

The 11th Int. Conf. on Photochemical Conversion and Storage of Solar Energy (Bangalore, India)
(8.7.29)

○波多野泰弘, 他

イオン注入法によって二酸化チタンを透明多孔質シリカガラスに高分散させて得られた光触媒は、最も少ない(最も高分散の)担持量 4.3×10^{-7} mol/g-cat. で最高の2-プロパノール分解の光触媒反応活性が得られた。EXAFSスペクトルなどの測定結果から、打ち込まれたTiイオンは酸素処理後4配位構造(配位不飽和)となっており、高分散によるサイズ量子化効果と相まって高い触媒活性が得られることがわかった。

Report on the Weight Loss of Cut Pile Carpets Examined by Means of Japanese Fiber Bind Equipment

18th ISO/TC38/SC12 Meeting (Brugge, Belgium)
(8.10.21)

○木村裕和, 小河 宏, 呼子嘉博, 信田尚孝, 他

カーペットのパイル糸から遊離、脱落する繊維(ファイバーバインド性)は、カーペットの外観を悪くしたり、質量を減少させたりして問題となる。しかし、現在、カーペットのファイバーバインドを評価する試験法は確立しておらず、ISO/TC38/SC12/WG2(物理試験)では国際的に利用できるファイバーバインド試験評価法の制定に取り組んでいるところである。

日本はJISで規定している試験法を提案しており、国際規格の有力候補となっている。今回は市販のカットパイルカーペットを実験試料とし、JISの試験法により質量減少率を調べ、実用性能との関連性について検討した。その結果、JISの試験機によれば、カットパイルカーペットのファイバーバインドをかなり促進的かつ正確に評価でき、供試料の構造から考えても妥当な結果が得られた。したがって、現在提案中の試験機による質量減少量の測定は、カットパイルカーペットのファイバーバインドを評価する上で極めて有効である。

減圧下熱固相重合法により合成したポリアミドの結晶構造

日本真空協会第37回真空に関する連合講演会
(大阪市) (8.10.31)

○木村裕和, 森田 均

単結晶熱重合法によりモノマー単結晶から合成されるポリアミドの高次構造に及ぼす重合温度ならびに減圧の影響について調べた。試料としては ω -アミノ酸類に属

するグリシン, β -アラニン, ϵ -アミノ- n -カプロン酸の単結晶ならびにナイロン66塩単結晶を用いた。実験の結果, 減圧の有無によってこれら固相重合物の組織構造が変化することが分かった。これは縮合時に発生する重合水が規則構造の形成を阻害することに原因があるものと考えられた。したがって、トポケミカルあるいはトポタクチック的に重合を進行させるためには、重合時に生成する低分子物質の反応系外への拡散を促進的におこなうことが重要である。すなわち、モノマーの結晶構造を反映した3次構造の形成には重合過程における減圧作用が不可欠であると結論された。

GHD材の長期補強効果

地盤工学会 第31回地盤工学研究発表会(北見市)
(8.7.17)

赤井智幸, 松本 哲, ○他

1992年10月に、大阪府堺市の農業基盤整備域で農業盛土の災害復旧を目的としたGHD(ジオシンセティックホリゾンタルドレーン)を用いた盛土試験施工を実施した。施工後3年以上を経過した時点のGHDの長期補強効果を確認するため、材料の排水能と地盤の強度を現地で試験したところ、排水能に低下が見られず、地盤強度的にも良好な補強効果を發揮しているとの結果を得たので報告した。

GHD補強粘性土急勾配盛土実験(その1)

—補強盛土と壁面工の設計の考え方—

土木学会 第51回年次学術講演会(名古屋市)
(8.9.17)

赤井智幸, ○他

平成7年度の中核的研究事業において、建設発生土の粘性土(洪積粘土)を用いた高さ10m、前面勾配1:0.6のGHD補強急勾配盛土実験を行った。この実験における補強盛土と壁面工の設計の考え方について報告した。

GHD補強粘性土急勾配盛土実験(その2)

—GHDと表面保護材の特性および盛立て状況—

土木学会 第51回年次学術講演会(名古屋市)
(8.9.17)

○赤井智幸, 他

平成7年度の中核的研究事業において、建設発生土の粘性土(洪積粘土)を用いた高さ10m、前面勾配1:0.6のGHD補強急勾配盛土実験を行い、GHD(ジオシンセティックホリゾンタルドレーン)と盛土斜面の保護のために新たに開発した表面保護材の特性および盛立て状況について報告した。

GHD補強粘性土急勾配盛土実験(その3)

—盛土の施工管理による粘性土の土質特性—
土木学会 第51回年次学術講演会(名古屋市)
(8.9.17)

松本 哲, ○他

平成7年度の中核的研究事業において、建設発生土の粘性土(洪積粘土)を用いた高さ10m、前面勾配1:0.6のGHD補強急勾配盛土実験を行った。本報告は、盛土中に行った土の強度管理の結果をもとに粘性土の土質特性について報告した。

GHD補強粘性土急勾配盛土実験(その4)

—計測結果によるGHDと盛土の挙動—
土木学会 第51回年次学術講演会(名古屋市)
(8.9.17)

赤井智幸, ○他

平成7年度の中核的研究事業において、建設発生土の粘性土(洪積粘土)を用いた高さ10m、前面勾配1:0.6のGHD補強急勾配盛土実験を行った。計測結果に基づき主として盛立て中のGHD(ジオシンセティック水平排水材)および盛土の挙動について報告した。

In Situ Failure Test of High Water Content Soft Clay Embankments Reinforced by GHDs

Int. Symposium on Earth Reinforcement (IS-Kyushu '96) (Fukuoka, Japan) (8.11.12)

赤井智幸, ○他

実物大規模で行ったGHD補強高含水比粘性土盛土崩壊実験について、材料特性とGHDの排水効果を考慮した設計の考え方、崩壊パターンについて報告した。

革製品の品質基準の現状—管理基準の目安のために—

皮革消費科学研究会 第8回情報交換会(大阪市)
(8.11.25)

○奥村章, 稲次俊敬

革および革製品の品質基準について、JIS(衣料用革改正案含む)および社内品質基準の実状を紹介した。併せて、当所の依頼試験結果(過去2年半)から市販革の品質の実態を紹介した。

Protein Recovery from Chrome Shavings

第3回アジア国際皮革科学技術会議(Himeji, Japan)
(8.9.10)

○倉田彰夫

通常行われている脱クロムや加熱処理をすることなく、クロムシェービング屑から蛋白質を回収した。すなわち、クロムシェービング屑は、その風乾重量の20%の石灰と

1000%の1M塩化カルシウム溶液を用いて30°Cで処理すると、3日後にはほぼ完全に溶解した。クロムを含んだスラッジを沈殿させた後、溶解液を電気透析し、蛋白質と塩化カルシウムとに分離回収した。回収した塩化カルシウムはシェーピング屑の溶解に再使用した。このような処理を5回繰り返し、いずれの回においてもシェーピング屑に含まれる蛋白質の80%以上、塩化カルシウムの85%以上が回収された。

Influence of Hydrophobicity on Physical Properties of Chrome Leather Fatliquored with Monoalkyl Phosphates

第3回アジア国際皮革科学技術会議(Himeji, Japan)

(8.9.9)

○佐藤恭司、中村蔚

皮革繊維表面を高度に疎水化した場合、皮革の物理的性質がどのように変化するかについて報告した。

繊維表面の表面エネルギーの低下で繊維同士が滑りやすくなり、柔軟性が高まる。水分子との相互作用の低下で放湿性、放湿速度は高まる。防水性は飛躍的に向上し、吸水性が低下する。一方、吸湿性は保持され、繊維間隔が広がり透湿性や通気性が増加する。

互変異性するナフトキノン色素の分子軌道計算

第6回計算化学シンポジウム(東京都) (8.5.16)

○汐崎久芳、他

アミノナフトキノン系色素(1)は、3次の非線形光学材料としては小さい化合物であるにもかかわらず大きな χ (3)を示すことがわかっている。それに対して、ほぼ類似の構造である2-ブチル-5,8-ジヒドロキシ1,4ナフトキノン(2)は、3次の非線形光学活性を示さない。また、(1)は溶液中と固体上では λ_{max} が100nmも異なるという特異なスペクトル特性を示すことも明らかにされており、結晶中のパッキング挙動が、非線形光学活性やスペクトル等の物性にかなりの影響を及ぼしていることが推測される。(1)は、結晶中では2,6-ジブチルアミノ-4,8ジヒドロキシ-1,5-ナフトキノン構造で安定化し、分子間水素結合によって"分子シート"状の平面構造をとっていることがわかっている。溶液中では、多くの互変異性構造をとりうる。我々は、この分子構造とパッキング挙動が物性に及ぼす影響を解析し、固体状態の分子設計を行うことを最終目的としているが、ここではその第一歩として、まず、単分子について分子軌道計算を行った。

チタニルフタロシアニン消色反応における分子軌道計算

日本化学会 第72春季年会(東京都) (9.3.28)

○久崎久芳、櫻井芳昭、他

シリルラジカルによるフタロシアニンおよびポルフィリン誘導体の消色反応機構を検討するために分子軌道計算を行った。密度汎関数理論から導かれる電気陰性度、ハードネスおよび反応系間の移動電子数を求めた。得られた移動電子数は実験結果をよく説明した。電気陰性度の計算値はシリルラジカルが塩基、チタニルフタロシアニン、チタニルポルフィリンが酸として働き、シリルラジカルから、これらの酸に向かって電子が移動することを示した。無金属フタロシアニンおよびポルフィリンは電気陰性度が小さく、シリルラジカルとの反応性が低いことがわかった。

編集委員（50音順）

情報管理専門部会 情報編集小委員会

○印 委員長

○青木 啓 黒田 寧 杉前 昭好
野上 良亮 牧尾 雄亮 三刀 基郷

大阪府立産業技術総合研究所報告

通巻 No.11

平成10年3月15日発行

編集・発行 大阪府立産業技術総合研究所

〒594-1157 和泉市あゆみ野2丁目7番1号

TEL. (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



