



研究所報告

No. 14 (2000.9)

特集 測定と分析

大阪府立産業技術総合研究所

Technology Research Institute of Osaka Prefecture

はじめに

研究所ご利用の皆様、日頃お世話になっております皆様方に 2000 年度の「研究所報告」14 号をお届けいたします。

2000 年は 20 世紀最後の年、21 世紀への架け橋の年として、一つの節目の年であります。研究所ではこれまで種々の業務を推進してきておりますが、その一つとして、企業の皆様方から依頼を受けて分析や試験を行い、生産現場の種々の問題解決の手助けを行って参りました。このミレニアムの節目の時に当たり、研究所におけるこれらの技術に焦点を当て、所報の特集号として「測定と分析」を取り上げることにいたしました。研究所で皆様方からご利用していただいております技術分野は多岐にわたっています。そこで従来の特集技術報告とは趣を変えて、研究員が日頃行っている技術問題解決のための、「測定と分析」技術について 13 編、実例も交えながらまとめております。これらの技術報告が皆様方の企業に役立つことを願っておりますので、ご利用いただければ幸いです。また興味を持たれた点、疑問に思われた点等は研究所の方にご連絡いただければ幸いです。

続いて技術論文は、所員による研究成果をまとめたもので、6 編を掲載しました。技術論文では基礎的研究成果というものより、応用性が高く、また研究所として特色のある技術課題、企業の方にとって役立つであろうと考えられる研究成果を基本にして選定しました。

所報で紹介できる成果の数は限られております。所員はそれぞれの研究成果を学会への口頭発表や論文投稿をはじめ業界紙などへの解説論文等の掲載で公表しております。これらの他誌掲載論文 36 編、所内研究発表会を含めた口頭発表 196 編の概要一覧を最後にまとめておりますので、必要があれば所にお問い合わせ下さい。

年一回の発行であります。今後とも内容の充実に努めてまいりますので、是非読者の皆様からのご意見・ご批判をいただければ幸いです。

2000 年 9 月

大阪府立産業技術総合研究所
情報編集委員会



技術報告及び技術論文概要	1
--------------	---

技術報告

1. 高エネルギーイオンビームによる薄膜材料の分析	岡本昭夫・笈 芳治・吉竹正明	9
2. プラスチックの破損とフラクトグラフィー	水谷 潔・吉川忠作・奥村俊彦	13
3. 絶縁材料の電気特性に及ぼす電極の影響	村上義夫	19
4. 研究所の電磁波測定設備とその利用例	田中健一郎・松本元一	23
5. ステンレス鋼製熱交換器における孔食の原因解析	塚原秀和・佐藤幸弘	28
6. アルミニウムドロソ中の金属アルミニウムの簡易分析	石島 悌	33
7. 皮革表面に発生した白い物質の分析	佐藤恭司	39
8. 繊維・高分子材料の静電気測定法とその実際	木村裕和	43
9. 消費動向に対応したタオル製品の品質測定技術 —脱綿現象を中心として—	宮崎克彦	51
10. 工業製品における付着混入異物の分析法と事例	三嶋洋介	56
11. 土中埋設羊毛繊維の高圧示差走査熱量計分析	菅井実夫	62
12. 各種繊維製品の特種環境下における機能及び品質性能評価	石倉信作・山本貴則	68
13. 定電位電解方式のNO _x 、NO ₂ センサを利用した光触媒の NO _x 除去性能の評価	森 正博	76

技術論文

1. 水中用IC一体化超音波センサの作製と3次元画像化	田中恒久・井上幸二・鈴木義彦 溝脇 功・駒井正嗣・土居元紀 千原國宏	85
2. ソルーゲル用有機顔料の熱分析	櫻井芳昭・木本正樹・夏川一輝 中澄博行	92
3. ネットワークシステムとデータベースの設計 第5報：ニット加工業におけるパソコンネットワーク システムの開発	竹田裕紀・君田隆男・中辻秀和	98
4. 混合促進型低NO _x オイルバーナの開発	磯田 徹・入江年優・東 忠宏 表原靖男	104
5. 炭酸ガスレーザによるチタンの溶接	萩野秀樹・野口修一・増井清徳	108
6. 細径線材のX線応力測定における測定精度向上法	小栗泰造・村田一夫	114

他誌掲載論文等概要

1. 放電加工によるチタンの着色・描画と眼鏡フレームへの適用	南 久・増井清徳	123
2. Materials Processing Characteristics of a 2kW Class High Power Density Direct Diode Laser System	阿部信行・東野律子・塚本雅裕 野口修一・三宅正司	123
3. Novel Mold Fabrication for Nano-Imprint Lithography to Fabricate Single-Electron Tunneling Devices	平井義彦・金巻泰仁・村田一夫 田中芳雄	123
4. Simulation of Diamond Grinding Wheel to Characterize the Surface Topography	水谷勝己・川野常夫・足立和俊 熊谷信男	123
5. 脳波の測定と着用感評価	山本貴則	124
6. パルスコロナによる羊毛の防縮加工	田原 充	124
7. 放電を用いた繊維加工の最近の技術動向	田原 充	125
8. 抗菌防臭加工繊維製品中のヒノキチオール分析法	中島晴信・宮野直子・松永一朗	125

9. プラズマ重合法による粉体表面の改質	沢辺善之・高塚 正	
10. 混合促進型低NOxオイルバーナの開発	藤島征雄	125
11. ホローカソード方式イオンプレーティング法で作製したTi/TiN多層皮膜の耐食・耐摩耗性	磯田 徹	125
12. 耐摩耗性TiN被膜の酸化処理による耐食性の向上	石神逸男・三浦健一・星野英光	126
13. HCD方式反応性イオンプレーティング法により形成したチタン窒化物皮膜の化学組成と硬さに及ぼす成膜条件の影響	水越朋之・浦谷文博・小川倉一 星野英光	126
14. Synthesis of TiAl-(TiB ₂ +Ti ₂ AlN) Composites by HIP Reactive Sintering	三浦健一・石神逸男・水越朋之	126
15. 放電プラズマによるホウ素焼結体の作製	垣辻 篤・宮本大樹・間瀬 博	127
16. Aqueous Precipitation and Attrition Milling-Combined Processes to Fabricate Strengthened Al ₂ O ₃ -5wt%ZrO ₂ Composites	津田 大・森井賢二	127
17. 高密度低エネルギーイオン源及びラジカル源の開発と成膜技術への応用	垣辻 篤	127
18. レーザ光エネルギーを利用した複合薄膜の作製	久米秀樹・西川義人・稲村 偉	127
19. 両親媒性機能色素の単分子膜・LB膜の構造及び機能	宮本大樹・加藤泰三・前田岳志	128
20. 沈殿重合法によるポリイミド微粒子の調製	岡本昭夫・吉竹正明・鈴木義彦	128
21. ポリイミド微粒子とエポキシ樹脂ブレンド物の力学的特性	日下忠興・野坂俊紀・笥 芳治	128
22. プラスチック製品のぜい性破壊	小川倉一・四谷 任	128
23. イオン窒化処理したステンレス鋼の腐食特性	笥 芳治・日下忠興・四谷 任	128
24. Influence of Matrix Toughness on Damage Initiation and Growth in Carbon Fiber Fabric Composites	吉竹正明・野坂俊紀・岡本昭夫	128
25. 湾曲部のX線応力測定 -円柱形状の場合-	鈴木義彦・小川倉一	129
26. 段積みされた製品の非線形モデルによる衝撃強さの検討	蔵本暢浩	129
27. 包装設計のための製品衝撃強さ試験方法に関する提言	浅尾勝哉・大西 均・森田 均	129
28. 粉末パック法によるニッケルのホウ化処理	吉岡弥生・浅尾勝哉・木本正樹	129
29. 銅材料の大気汚染による腐食試験法の検討	水谷 潔	129
30. 放電加工によるチタンの表面改質	曾根 匠・市井一男・上田順弘	130
31. クロム代替めっき	上野谷敏之・藤井 透	130
32. 犠牲陽極分解剤による電気Ni-W合金メッキ浴の長寿命化	小栗泰造・村田一夫・水谷勝己	130
33. 3価クロムめっき浴からのCr-P-C合金めっき皮膜の耐食性	中嶋隆勝・寺岸義春・斎藤勝彦	131
34. GHD材補強粘性土急勾配高盛土の水分特性	久保雅義	131
35. サンドマット代替排水	中嶋隆勝・寺岸義春・斎藤勝彦	131
36. 加脂剤	久保雅義	131
	上田順弘・水越朋之・出水 敬	131
	曾根 匠・池永 明・川本 信	132
	山内尚彦・佐藤幸弘・前田泰昭	132
	辻野喜夫	132
	塚原秀和・南 久・増井清徳	132
	出水 敬・曾根 匠	133
	森河 務・中出卓男・佐藤幸弘	133
	横井昌幸	133
	森河 務・中出卓男・佐藤幸弘	133
	横井昌幸・石田幸平	133
	中出卓男・森河 務・佐藤幸弘	133
	横井昌幸	133
	赤井智幸・松本 哲・嘉門雅史	133
	諏訪靖二・福田光治・加藤 豊	134
	楠部義夫・柳原純夫	134
	赤井智幸	134
	高橋哲威・佐藤恭司	134

口頭発表概要

1. 酸素噴射ミストによる放電加工特性	谷村 毅・〇他	137
2. 放電加工によるチタン材の表面改質	〇増井清徳・塚原秀和・南 久 曾根 匠・出水 敬	137
3. 放電加工によるチタン合金の着色仕上げ(第4報) ー単純電極による着色描画ー	〇南 久・増井清徳・塚原秀和 萩野秀樹・他	137
4. 元気な高齢者向けチタン材用具への色づけ技術	〇南 久・増井清徳	137
5. 50W級半導体レーザーシステムのビーム特性改善と加工特性の検討 ー50W級高エネルギー密度半導体レーザーの開発(第二報)ー	野口修一・〇他	137
6. 材料加工用大出力高エネルギー密度半導体レーザーシステム	野口修一・〇他	137
7. 大出力炭酸ガスレーザーによるセラミックスの溶接	〇野口修一・他	137
8. 2kW級高出力半導体レーザーシステムによる材料加工特性の検討	野口修一・〇他	138
9. W薄膜の作製とその特性 ーEB・PVDに関する基礎的研究(第一報)ー	野口修一・〇他	138
10. Materials Processing Characteristics of a 2kW Class High Power Density Direct Diode Laser System	野口修一・〇他	138
11. 高エネルギー密度半導体レーザーシステムによる材料加工	野口修一・〇他	138
12. 高出力・高エネルギー密度半導体レーザーによる薄板の高速度溶接	野口修一・〇他	138
13. 位相格子を用いたガウス分布レーザービームの強度均一化	〇萩野秀樹・野口修一	138
14. TiC粉末を用いたCO ₂ レーザーによるチタンの表面改質	〇萩野秀樹・野口修一・増井清徳	139
15. 三次元自由曲面加工技術の研究	〇足立和俊・村田一夫・山口勝己 本田素郎・他	139
16. Nano-imprint lithography for single electron tunneling devices using novel mold	村田一夫・〇他	139
17. 超精密切削加工の精度限界および3次元加工事例	〇山口勝己・村田一夫	139
18. 土中埋設環境における球状黒鉛鑄鉄の耐食性改善	〇武村 守・橘堂 忠・佐藤幸弘 他	139
19. 放電を用いた羊毛の防縮加工	〇田原 充	139
20. ドライプロセスを用いた羊毛の防縮加工	〇田原 充	139
21. パルスコロナを前処理とした羊毛の酵素加工	〇田原 充・馬淵伸明・他	140
22. 綿布の天然染料による染色ーカチオン化剤による濃染効果の利用ー	〇野澤繁夫	140
23. ポリ乳酸繊維の染色性と染色堅ろう度	〇高塚 正	140
24. 羊毛トップの高分子過酸化/粉末金属酸化物触媒による 防縮加工	〇高塚 正・他	140
25. 羊毛の高圧DSC測定	菅井実夫・〇他	140
26. 土中埋設羊毛繊維の構造変化	〇菅井実夫・他	141
27. ポリ乳酸系ポリエステル不織布の柔軟加工	〇菅井実夫・他	141
28. 土中埋設ならびに水中浸漬羊毛繊維の構造変化	〇菅井実夫	141
29. 新規物理加工機による風合改質	〇菅井実夫・他	141
30. 綿織物の酵素処理におよぼす機械的前処理の効果	〇菅井実夫・他	141
31. ジュート繊維の酵素分解	菅井実夫・〇他	142
32. 画像処理によるカーファブリックの幾何学模様の評価解析	〇森脇耕介・中谷幸太郎・他	142
33. 電気・電子機器の電磁環境対策技術	〇松本元一	142
34. 電波全無響室における電界強度分布のコンピュータ シミュレーション	〇田中健一郎	142
35. アレイ型匂いセンサの開発	〇大川裕蔵・夏川一輝・他	142
36. 高温シャトル窯の昇温速度に酸素富化空気が与える効果(その2)	〇入江年優・表原靖男・他	143
37. 卸売市場から発生する生ごみのコンポスト化システム	〇宮内修平	143
38. 反射型近接場光学顕微鏡による強誘電体薄膜の観察	鈴木義彦・〇他	143

39. Observation of Ferroelectric Thin Films Using Scanning Near-Field Optical Microscopy	鈴木義彦・〇他	143
40. 反射型近接場光学顕微鏡による強誘電体薄膜の観察	鈴木義彦・〇他	143
41. アンパ内蔵2次元リングアレイプローブによる3次元超音波イメージングシステム	田中恒久・鈴木義彦・〇他	143
42. HCD-IP法で作製したTi/TiN多層皮膜の耐食・耐摩耗性	〇石神逸男・三浦健一・星野英光 水越朋之・浦谷文博・小川倉一	143
43. プロパンを用いて真空浸炭を行ったSNCM815の浸炭挙動とそれに関する数値解析結果の精度検証	〇石神逸男・横山雄二郎・三浦健一 星野英光・浦谷文博	144
44. TiN被覆材料の酸化処理による耐食性向上の迅速化	〇星野英光・石神逸男・三浦健一 水越朋之	144
45. S15CKに対するCO-H ₂ -N ₂ 系雰囲気浸炭速度の温度依存性	〇横山雄二郎・石神逸男・星野英光 浦谷文博	144
46. 空間を内包する溶射成形品製造技術に関する研究—空間形成における材料の検討—	〇藤田直也・花立有功・足立振一郎 水越朋之・辻 栄治	144
47. HCD法により形成したチタン窒化物皮膜の腐食環境に対する遮断効果の維持に及ぼす残留応力の影響	〇三浦健一・石神逸男・星野英光 榮川元雄	144
48. アークTi溶射における酸化と窒化反応に関する考察	〇足立振一郎・藤田直也・花立有功 水越朋之・武村 守	144
49. HIP反応焼結によるTiAl/TiB ₂ 複合材料の作製	〇垣辻 篤・宮本大樹・他	145
50. TiCコーティング砥粒の研削特性に及ぼす影響	垣辻 篤・宮本大樹・〇他	145
51. Dislocations in Al ₂ O ₃ -20wt%ZrO ₂ (3 Y) Ceramics	久米秀樹・西川義人・稲村 偉 垣辻 篤・宮本大樹・宮本 敬 〇他	145
52. Interfaces in Alumina-Zirconia Ceramics for Ball-Bearing Applications	久米秀樹・西川義人・稲村 偉 垣辻 篤・宮本大樹・宮本 敬 〇他	145
53. セラミックベアリング用ナノ制御材料の研究開発	久米秀樹・宮本大樹・垣辻 篤 宮本 敬・稲村 偉・西川義人 〇他	145
54. Strengthening of Al ₂ O ₃ -5wt%ZrO ₂ Composites by the Aqueous Precipitation Method	〇久米秀樹・西川義人・稲村 偉 宮本大樹・他	145
55. 共沈法により作製したAl ₂ O ₃ -ZrO ₂ コンポジットの高強度化機構	〇久米秀樹・西川義人・稲村 偉 宮本大樹・他	146
56. 低温焼結高電圧ZnOバリスタの電気特性	〇宮本 敬・宮本大樹・他	146
57. セラミックベアリング用ナノ制御材料の研究開発	〇稲村 偉	146
58. 共沈法により作製したジルコニア分散アルミナセラミックスの評価	〇西川義人・久米秀樹・稲村 偉 宮本大樹・他	146
59. Alumina-Cr and-Nb Composites Densified by SPS	〇西川義人・宮本大樹・他	146
60. Preparation and Evaluation of ZrO ₂ -Dispersed and Highly Strengthened Al ₂ O ₃	〇西川義人・久米秀樹・稲村 偉 宮本大樹・他	147
61. CrO _x 膜を用いた車輪用リアルタイム摩擦係数測定ひずみセンサの開発	〇井上幸二・吉竹正明・鈴木義彦	147
62. 反応性対向ターゲットスパッタ法によるPb(Zr, Ti)O ₃ 薄膜の作製	〇田中恒久・鈴木義彦・他	147
63. 対向ターゲット法による高配向性PZT薄膜の作製	田中恒久・鈴木義彦・〇他	147
64. 水中用IC一体化超音波センサの作製	〇田中恒久・鈴木義彦・他	147
65. PZT薄膜のアズ-デポとアニール処理におけるリーク電流特性	田中恒久・鈴木義彦・〇他	148
66. 対向ターゲットスパッタリングによる(111)高配向性PZT薄膜の作製	田中恒久・鈴木義彦・〇他	148

67. マイクロ超音波センサの開発に向けたPZT薄膜の多段階プロセスによる厚膜化	田中恒久・鈴木義彦・○他	148
68. 多層成膜による高配向性PZT薄膜の厚膜化	田中恒久・鈴木義彦・○他	148
69. 反応性スパッタ法により作製したCr-N薄膜の特性と低温用温度センサへの応用	○吉竹正明・日下忠興・笥 芳治 井上幸二	148
70. 白金担持酸化タングステン薄膜の作製と可視光光触媒活性	○野坂俊紀・吉竹正明・岡本昭夫 小川倉一・他	148
71. 電子ビーム描画による金属配線作製用窒化銅薄膜	○野坂俊紀・吉竹正明・岡本昭夫 小川倉一・他	149
72. 白金担持酸化タングステン薄膜の可視光照射による光触媒作用	野坂俊紀・小川倉一・○他	149
73. マグネトロンスパッタ法による光触媒膜の作製	○野坂俊紀・吉竹正明・小川倉一 他	149
74. 高エネルギーイオンビームによる薄膜材料の評価	○岡本昭夫	149
75. レーザアブレーション法によるZnO:X薄膜の作製と誘電特性	笥 芳治・日下忠興・岡本昭夫 井上幸二・○他	149
76. Epitaxial Growth of LiNbO ₃ Thin Films Using Pulsed Laser Deposition	○笥 芳治・岡本昭夫・櫻井芳昭 西川義人・小川倉一・他	149
77. 希薄磁性半導体ZnO:X薄膜の作製と磁気・輸送特性	笥 芳治・日下忠興・岡本昭夫 井上幸二・○他	149
78. Optical Studies and Preparation of Langmuir-Blodgett Films of Quinacridone	○蔵本暢浩・他	150
79. 有機顔料薄膜の作製とその蛍光スペクトル	○蔵本暢浩	150
80. 機能性色素キナクリドンの発光特性	蔵本暢浩・○他	150
81. ラマン分光法を活用する塗膜中顔料成分の直接分析	○蔵本暢浩	150
82. エポキシ樹脂ブレンド系のモルホロジー制御と高性能化	○木本正樹	150
83. リサイクルに適した機能性薄膜の新規製造法と着色ガラスへの応用に関する研究開発	木本正樹・櫻井芳昭・○他	150
84. リガンド修飾導電性高分子膜を利用する匂い・香りセンサ	○櫻井芳昭・夏川一輝・他	151
85. ゼル用有機顔料の熱分析(2)	○櫻井芳昭・夏川一輝・他	151
86. Characterization of Responsive Behaviors of Gas Sensor	○櫻井芳昭・夏川一輝・他	151
87. リサイクルに適した機能性薄膜の新規製造法と着色ガラスへの応用に関する研究開発	○櫻井芳昭	151
88. 修飾polythiophene膜を利用する匂い・香りセンサ	○櫻井芳昭・夏川一輝・他	151
89. Pd doped TiO ₂ 薄膜の電気的特性に対するアンモニアの影響	○日置亜也子・夏川一輝・小川倉一	151
90. サブミクロンサイズのポリアミド酸およびポリイミド微粒子の新規合成法に関する研究	○浅尾勝哉・他	151
91. ポリメタクリル酸ラウリルをグラフトしたSISの粘着特性	○山元和彦・坂本義章	152
92. 生分解性を有する高分子ゲルの調製	○吉岡弥生・浅尾勝哉・他	152
93. ナイロンモデル化合物の結晶相転移における構造変化	○吉岡弥生・他	152
94. PC/LCPブレンドフィルムの力学的特性	○奥村俊彦・他	152
95. 切削油腐敗菌溶解酵素生産菌の分離	○藤原信明・増井昭彦・他	152
96. 分離された溶菌酵素生産菌の溶菌活性評価	藤原信明・増井昭彦・○他	152
97. 分離された切削油腐敗菌由来溶菌酵素の切削油への応用	藤原信明・増井昭彦・○他	152
98. 環境保全へのバイオテクノロジーの活用	○藤原信明	153
99. 高じん性化炭素繊維強化複合材料の損傷進展抵抗と耐疲労抵抗の向上	○上野谷敏之・他	153
100. 複合材料の損傷状態に関するAE/熱弾性解析ハイブリッド評価	○上野谷敏之・他	153
101. Quantitative Characterization Approach of Damage Development and Health Level of Carbon Fabric Composites by	○上野谷敏之・他	153

	Using an Enhanced Thermoelastic Technique		
102.	複合材料の定量的熱弾性損傷解析に及ぼす積層構造の影響	○上野谷敏之・他	153
103.	レーザアブレーション法によるハイドロキシアパタイト 薄膜の力学的評価	出水 敬・上野谷敏之・○他	153
104.	湾曲部の X線応力測定 ー円柱形状の場合ー	○小栗泰造・村田一夫・他	154
105.	段ボールの強度劣化について	○高田利夫・寺岸義春	154
106.	包装設計のための製品衝撃強さ試験方法に関する提言	○中嶋隆勝・寺岸義春・他	154
107.	Test Methods for Mechanical-shock Fragility of Products	○中嶋隆勝・寺岸義春・他	154
108.	製品衝撃強さ試験法の実験的検討	○中嶋隆勝・寺岸義春・他	154
109.	スライムフリー硫酸銅めっきシステムの提案	○横井昌幸・森河 務・中出卓男 佐藤幸弘	154
110.	めっき皮膜のクラック発生とAE法によるその場測定	○森河 務・他	155
111.	電気Ni-W合金めっき浴の長寿命化	○森河 務・中出卓男・佐藤幸弘	155
		横井昌幸・他	
112.	電気Ni-W合金めっき浴のクロード化の試み	○森河 務・中出卓男・佐藤幸弘	155
		横井昌幸・他	
113.	3価クロムめっき浴からのCr-P-C合金めっき皮膜の 耐摩耗性	○中出卓男・森河 務・佐藤幸弘	155
		横井昌幸	
114.	NO ₂ のTiO ₂ 光触媒上における吸着・除去反応	○森 正博	155
115.	キャピラリー電気泳動法によるpolyoxotungstate錯体の同定	○中島陽一・他	156
116.	化学発光分析法の高分子表面分析への応用 ールミノール発光試薬による表面過酸化物の検出ー	○中島陽一・田原 充・森田 均 野澤繁夫・佐藤幸弘	156
117.	ヘテロポリオキシメタレート錯体生成反応のCEへの応用	○中島陽一・他	156
118.	GHD補強粘性土急勾配高盛土の長期安定性	○赤井智幸・松本 哲・他	156
119.	GHD材補強粘性土急勾配高盛土の水分特性	○赤井智幸・松本 哲・他	156
120.	各種床材のホルムアルデヒド、VOCに対する吸着性能に 関する検討	○小河 宏	156
121.	最近の繊維事故事例とその解析	○浅沢英夫	156
122.	高圧DSCによる湿潤処理羊毛の構造評価と損傷度の関係	浅沢英夫・○他	157
123.	高齢者向けタオルの調査試作結果	○赤坂長吉	157
124.	フィチン酸金属錯体の光触媒反応	○佐藤恭司・岩崎和弥	157
125.	固体吸収スペクトル計算	○汐崎久芳・櫻井芳昭・木本正樹 他	157
126.	MO calculations of dyes for the solid state absorption spectra	○汐崎久芳・櫻井芳昭・木本正樹 他	157
127.	Density Functional Study for the Discoloration Reaction of Titanylporphyrin and Silyl Radical	○汐崎久芳・櫻井芳昭・他	157
128.	フェノール系合成鞣剤/無機鞣剤複合鞣しによる耐熱性の向上	○奥村 章	158
129.	靴による足のトラブルについての調査	稲次俊敬・○他	158
130.	非クロム製靴の人体帯電性およびその甲革の帯電性	○稲次俊敬・中村 蔚・木村裕和	158

平成11年度産技研研究発表会

131.	高速切削による加工事例ーこんなものまで削れますー	○大山 博・北口嘉亮・藤原久一	158
132.	放電加工によるチタン合金の着色仕上げ ー着色面の性能評価ー	○南 久・増井清徳・萩野秀樹 塚原秀和	158
133.	炭酸ガスレーザによるNi粉末を用いたチタンの表面改質	○萩野秀樹・野口修一・増井清徳	158
134.	三次元非球面レンズ金型への超精密機械加工技術の適用	○村田一夫・山口勝己・足立和俊 本田索郎	158
135.	金属粉末ラピッドプロトタイプ成形品の諸特性	○木下俊行・宮田良雄・白川信彦	159

	松室光昭・武村 守・鬼橋保祐	
136. 展開ブランクのプレス加工による深い容器の成形	○白川信彦	159
137. 有機酸環境中での鉄系合金の耐食性改善 ー球状黒鉛鋳鉄の腐食特性に及ぼす水溶液温度の影響ー	○武村 守・橋堂 忠・佐藤幸弘	159
138. 紳士服の仕立て後の欠点と生地特性	○澤田高弘・馬淵伸明・増田敏男	159
139. 大気圧プラズマによる高分子の接着性に及ぼす影響	○田原 充	159
140. 西洋茜(アリザリン)による綿染め ーカチオン化剤による濃染効果の利用ー	○野澤繁夫	159
141. 環境負荷軽減に向けた農業用繊維加工技術の開発 ーナメクジ忌避資材の開発ー	○近藤 敬・大家治男・亀田良兼 浅尾勝哉・吉岡弥生・他	159
142. 羊毛繊維の劣化を考える	○菅井実夫・他	160
143. 新しい物理加工機による風合い改質	○菅井実夫・他	160
144. ポリ乳酸繊維の染色性と染色堅ろう度	○高塚 正・近藤 敬・菅井実夫	160
145. 基幹系情報の共有と活用のための管理ネットワーク	○吉野正紀	160
146. ニット加工業における資金管理に結びついた生産情報の活用	○竹田裕紀・中辻秀和・君田隆男	160
147. 同軸放電方式を用いたパルス炭酸ガスレーザの試作	○永田伍雄	160
148. 電話回線を用いた遠隔指導診断システム	○中西 隆・袖岡孝好・石島 悌 吉川忠作・奥村俊彦・水谷 潔 大山 博	161
149. 画像処理による意匠の視覚的印象の計測	○森脇耕介・中谷幸太郎・他	161
150. 画像からの物体の位置と姿勢の計測	○中谷幸太郎	161
151. 電波暗室における電磁波伝搬の計算機シミュレーションと 計測への応用	○田中健一郎	161
152. 電子情報の漏洩事例とセキュリティ管理	○石島 悌	161
153. ビデオ映像によるバーナ火炎の挙動解析	○東 忠宏・根津 修	161
154. エイジレス社会に向けたデザインモデル開発研究 ー加齢による聴力損失のシミュレーションー	○片桐真子・根津 修	162
155. ニット加工業における営業と現場情報の一元管理	○君田隆男・竹田裕紀・中辻秀和	162
156. 混合促進型低NO _x オイルバーナの開発	○磯田 徹・入江年優・東 忠宏	162
157. 旋回式鶏糞焼却炉の開発	○井本泰造・宮内修平・岩崎和弥 他	162
158. オゾンを用いた廃水処理	○岩崎和弥・呼子嘉博・山崎 清	162
159. TiN被覆材の酸化処理による皮膜耐食性向上の機構	○星野英光・石神逸男・三浦健一 水越朋之	162
160. 浸炭挙動の数値解析と精度阻害要因	○石神逸男・横山雄二郎・三浦健一 星野英光・浦谷文博	162
161. 次世代型浸炭炉の開発に向けた雰囲気制御システムの構築	○石神逸男・横山雄二郎・星野英光 三浦健一・浦谷文博	162
162. CO-H ₂ -N ₂ 系雰囲気における浸炭速度とガス組成の関係	○横山雄二郎・石神逸男・浦谷文博	163
163. 機能性材料の創製と高分解能電顕, ナノビーム電子線回折および EDX分析による評価 ーナノ貴金属合金の微視的構造の解析ー	○藤田直也・他	163
164. 溶射法による任意形状空間内包製品の作製	○藤田直也・花立有功・足立振一郎 水越朋之・藤井俊之・辻 栄治	163
165. 溶射皮膜の改質処理による高付加価値化	○藤田直也・花立有功・足立振一郎 水越朋之・藤井俊之・辻 栄治	163
166. イオンプレーティング法による化合物皮膜の膜質制御と それによる機能強化事例	○三浦健一・石神逸男・星野英光 水越朋之・浦谷文博・北原洋爾 小川倉一	163
167. HCD法によりTiN被覆したSUS304鋼の耐食性について(第2報)	○三浦健一・石神逸男・星野英光	163

168. 溶射プロセスでの反応を利用した皮膜の生成	浦谷文博 ○足立振一郎・藤田直也・水越朋之 163 花立有功・辻 栄治
169. 浸炭窒化材の炭素と窒素の濃度分布のEPMAによる測定	○榮川元雄・石神逸男・水越朋之 164
170. アルミナ-ジルコニア複合粉末の合成とTEM観察	○久米秀樹・宮本大樹・西川義人 164 稲村 偉・他
171. 高強度アルミナ-ジルコニア焼結体の機械的特性とTEM観察	○久米秀樹・宮本大樹・西川義人 164 稲村 偉・他
172. IC一体型超音波センサの試作	○田中恒久・井上幸二・鈴木義彦 164 他
173. 反応性マグネトロンスパッタ法により作製したCr-N薄膜 の特性とセンサへの応用	○吉竹正明・野坂俊紀・岡本昭夫 164
174. マグネトロンスパッタ法による酸化チタン膜の作製と 光触媒膜への応用	○野坂俊紀・吉竹正明・小川倉一 164 他
175. 高エネルギーマイクロイオンビーム分析装置による分析事例 -銀イオン注入プロファイルの測定-	○岡本昭夫・吉竹正明・笈 芳治 164
176. 強磁場発生装置の材料開発への応用	○日下忠興・笈 芳治・吉竹正明 165
177. ZnO:Li薄膜の強誘電性	○笈 芳治・日下忠興・岡本昭夫 165 井上幸二・他
178. ポリメタクリル酸エステルをグラフトしたSISの粘着特性	○山元和彦・坂本義章 165
179. プラスチック成形の診断技術	○吉川忠作・奥村俊彦・水谷 潔 165
180. バイオテクノロジー活用による印刷製版フィルムから ポリエステルと銀の連続分別回収システムの開発研究	○藤原信明・増井昭彦・水谷 潔 165 吉川忠作・奥村俊彦・大西 均 他
181. コポリエステルアミド分解菌の分離	○増井昭彦・吉岡弥生 165
182. 有限要素法の応力解析への応用	○小栗泰造 165
183. CFRP積層板の破壊じん性評価方法の検討 -曲げ試験片切り欠き先端近傍の内部損傷及び表面形状の観察-	○森岡亮治郎 166
184. 段ボールの省資源化のための強度評価	○高田利夫・寺岸義春 166
185. 環境にやさしい高耐食・高硬度めっき技術の開発	○中出卓男・森河 務・佐藤幸弘 166 横井昌幸
186. 水質分析技術の環境対策への応用	○山崎 清・呼子嘉博・中島陽一 166 佐藤幸弘・森河 務・松本 哲 石川 剛・岩崎和弥
187. 反応染料染色排水の酸化分解による脱色性	○呼子嘉博・山崎 清・岩崎和弥 166
188. 環境保全分野におけるジオシンセティック材料の活用	○赤井智幸・松本 哲・玉井輝夫 166
189. 各種床材の揮発性有機化合物に対する吸着性能に関する検討	○小河 宏・木村裕和・信田尚孝 166
190. 近赤外分光法の産業的利用法	○豊田佳与・三嶋洋介・浅沢英夫 166 寺嶋久史
191. 緋調タオルテーブルセンターの試作	○赤坂長吉・杉本 猛・住 好一 167 宮崎克彦
192. タオル製品の乾燥効率改善と評価法	○宮崎克彦・赤坂長吉・杉本 猛 167
193. フィチン酸金属錯体を担持した皮革粉末の消臭効果	○佐藤恭司 167
194. プラズマ処理による革表面特性の改質	稲次俊敬・汐崎久芳・喜多幸司 167 田原 充
195. 金属イオンを認識する新規三鎖型多座配位子の開発(第2報)	○喜多幸司 167
196. 毛皮のメラニン色素の分布と組成	○奥村 章 167

(○印は講演者, 他は職員以外の共同研究者)

技術報告及び技術論文概要

【技術報告】

高エネルギーイオンビームによる薄膜材料の分析

岡本昭夫 笥 芳治 吉竹正明

高エネルギーマイクロビーム複合分析装置(㈱神戸製鋼所製)は、高エネルギーのヘリウムまたは水素のイオンビームを試料に照射して種々の分析を行う装置で、RBS(ラザフォード後方散乱分光：元素・組成分析、深さ方向分析)、PIXE(粒子線励起X線放出：高感度元素分析)等の分析機能を持っている。試料としては、導体・絶縁体を問わず、固体表面から1mm程度の深さまでの非破壊(スパッタリングを行わない)分析が可能であり、具体的には、元素分析や組成分析、微量元素の検出等ができ、特に、薄膜材料においては、その膜厚もしくは密度の決定、界面における相互拡散等の分析が行えることが特長である。

本報告では、まず、RBS法とPIXE法の特長を述べた後、積層薄膜、化合物薄膜のRBS分析、基板材料や膜中及び表面不純物のPIXE分析の例を挙げ、これらの手法が基板上の薄膜や固体表面の分析に対して、充分応用できることを示す。

プラスチックの破損とフラクトグラフィー

水谷 潔 吉川忠作 奥村俊彦

フラクトグラフィーは金属製品の破損解析時には、最も有力で不可欠の手法となっているが、プラスチックに対してはいまだ十分に活用される状況とはなっていない。これは、プラスチックには高分子材料特有の破壊挙動が存在するからであり、このことが金属材料の検査手法や破損解析手法をそのままでは適用できなくしている。そこで本報告では、プラスチック材料の破壊メカニズムに関する最新の研究成果を整理し、当研究所における研究成果などを交えながら、プラスチック材料特有の破損現象を考慮した破断面解析法、すなわち「プラスチックのフラクトグラフィー」について解説する。特に、プラスチック製品のぜい性破壊などのトラブル発生現場周辺ですぐに役立つ「フラクトグラフィー」とするため、クラック伝播の特性、クレイズやせん断降伏の発生・成長の特徴、プラスチックに適したフラクトグラフィーの具体的な手法、疲労や環境応力割れの破断面の特徴などについてまとめる。

絶縁材料の電気特性に及ぼす電極の影響

村上義夫

絶縁材料の電気特性については体積抵抗率、絶縁破壊強さと比誘電率及び損失率などが広く測定されている。特に、体積抵抗率と比誘電率及び損失率の測定には同心円電極を用いることが多く、その電極の大きさも測定試料の大きさによって選ばれるために統一がとれていないのが現状である。主電極(同心円電極の内側電極)と保護電極(外側電極)の組み合わせの違いによる比誘電率の差を測定し、同心円電極を用いた主電極の直径が38mmと50

mmの場合には、電極の大きさに係わらず、数値の一致を見ることができ、主電極から保護電極側への電界の拡がり(縁効果)の補正式の有効性を確認した。この結果を基に体積抵抗率測定時に補正の有無によって主電極直径50mmを用い、試料厚みが3mm以上の範囲で抵抗率の測定結果に対する影響を調べると10%以上の差となることが確認できた。

研究所の電磁波測定設備とその利用例

田中健一郎 松本元一

当研究所では府下企業のEMC技術支援を目的とした各種EMC試験設備を設置している。本報告では、その中で電磁波測定に使用されている幾つかの設備について、設備の概要、電磁波測定の原理、測定方法、測定例を解説した。まず、電波半無響室に関して、標準の測定サイトであるオープンサイトによる放射EMI測定の原理、電波半無響室のサイトアッテネーション特性、自動測定の概要と測定例のほか、測定に使用される広帯域アンテナの評価について解説した。また、電波全無響室に関しては、放射イミュニティ試験で重要な電界均一性について、測定への応用例としてアンテナの指向性の簡易測定およびシールド効果測定について解説した。

ステンレス鋼製熱交換器における孔食の原因解析

塚原秀和 佐藤幸弘

近年におけるエネルギーの有効利用、省エネルギー化という観点から、排ガスを利用した熱交換器も多く使用されている。熱交換器は、内部に水の流れるステンレス鋼製熱交換エレメントの外部に高温の排気ガスを流すことにより温水を得るものである。この熱交換エレメントに錆が発生し、孔食が生じた。同様の腐食を防ぐためには、原因解析が不可欠である。そこで、各種分析機器を用いた評価により、孔食の発生要因を明らかにした。

アルミニウムドロス中の金属アルミニウムの簡易分析

石島 倂

アルミニウム溶解時に発生するアルミニウムドロス(アルミ残灰)に含まれる金属アルミニウム量を測定する方法を研究した。従来から行われている臭素・メタノール分解法は、熟練したオペレータによる長時間の作業を必要とするので、より短い時間で誰でも簡単に測定が行える方法の開発が望まれている。

本研究では、電気的な方法を用いることにより、精度はそれほど高くないものの、誰でも短時間で簡単に測定できる方法を検討した。

皮革表面に発生した白い物質の分析

佐藤恭司

靴、衣料革や鞆などに白い粉末状やカビの菌糸状のものが出現することがある。これらは皮革製品のクレームの原因となっており、原因の追究を依頼される。この白色物質は塩

や脂肪が成分であり、脱脂綿を利用して微量な白色物質を採取し、有機物であればガスクロマトグラフィやGC-MSによって分析する。製造工程で使用した薬品や動物の体脂などを同様の方法で分析した結果と比較し、原因を明らかにした事例を報告する。

繊維・高分子材料の静電気測定法とその実際

木村裕和

静電気が様々なトラブルを引き起こすことはよく知られている。特に、繊維や高分子材料は一般に比抵抗が高く、静電氣的性質が問題になるケースが多い。そこで、これまでに繊維・高分子材料を対象に多数の静電気測定法や帯電性評価方法が考案・開発されてきた。本稿では、繊維製品や高分子材料の帯電性とその評価方法ならびに人体帯電圧測定法について概説するとともに具体的な測定事例を示しながら測定に際しての留意点、問題点について言及する。

消費動向に対応したタオル製品の品質測定技術 — 脱綿現象を中心として —

宮崎克彦

生活様式の多様化にともない、タオル製品に求められる評価技術も変化してきている。従来は、強度を中心とした耐久性評価が主であったが、素材の多様化にともない、高吸水性、速乾性などの付加価値部分、あるいは脱綿(毛羽落ち)などの品質安定化に対する評価が重要視されてきている。本報では、近年、消費者クレーム事例となることが多い、タオル製品の脱綿現象について、その要因について解説を行うとともに、家庭用電気洗濯機を使用した脱綿試験方法についての考察を述べる。

工業製品における付着混入異物の分析法と事例

三嶋洋介

製造工程中の付着混入異物はその後の加工工程の物理的、化学的作用により製品を全く駄目にするケースが多い。そのため、付着混入異物の分析を工程中の何が原因で付着混入したかを工程中の操作の調査とあわせて正確、迅速な分析が求められる。特に、繊維製品は原料から製品になるまでに他の工業品に比べて非常に多くの工程を経るために事故の発生が多く複雑である。この経験を生かし付着混入異物が原因で発生するクレーム解析のための分析方法と事例を紹介する。

土中埋設羊毛繊維の高圧示差走査熱量計分析

菅井実夫

仕上加工などにおける、繊維の劣化あるいは損傷程度を評価するため、高圧示差熱量計による熱分析を行なった。すなわち代表的な天然繊維である羊毛繊維について、羊毛繊維の結晶性変化を羊毛繊維の α ヘリックス構造に由来する融解熱エネルギーから検討した。

その結果、強い損傷を受けていると見なされる部位ほど、結晶融解熱が小さい値となることがわかった。そこで熱挙動やその他の分析結果から、繊維の劣化・損傷程度により、繊維の内部構造にどのような変化が生じているか解説する。

各種繊維製品の特殊環境下における機能及び品質性能評価

石倉信作 山本貴則

環境条件に応じて機能性を付与した繊維製品が数多く開発されている。例えば、保温性に優れた防寒衣料、速乾性に優れた毛布、導電性機能を応用した融雪マット、その他暑熱環境下での防熱性を有する繊維製品などである。温度、湿度、日射、雪、雨、風、気圧等の地球上のあらゆる気象条件を作り出せる特殊環境施設が幾つか導入されており、これらの施設を有効に活用し、特殊環境下で実験した色々な繊維製品の試験・評価事例を、施設概要を交え紹介する。

定電位電解方式のNO、NO₂センサを利用した 光触媒のNO_x除去性能の評価

森 正博

幹線道路沿いにおけるような開放空間におけるNO_xの浄化に、光触媒の利用が注目されていて、最近、光触媒材料の大気浄化性能試験方法が資源環境総合研究所から提出されるなど、評価技術へのニーズが大きい。ここでは、NO_xの測定に化学発光方式の計測器が採用されている。一方、価格が化学発光方式の数分の一の定電位電解方式のNO、NO₂センサーは、測定範囲がそれぞれ、0～10ppmおよび0～20ppm、感度が0.1ppm程度で、試験室における光触媒試料のNO_x除去性能の評価の目的に適合している。測定の実際、測定のいくつかの事例、今後の具備すべき条件について報告する。

【技術論文】

水中用IC一体化超音波センサの作製と3次元画像化

田中恒久 井上幸二 鈴木義彦
溝脇 功 駒井正嗣 土居元紀
千原國宏

バルク型PZT超音波振動子と音響整合層により構成された小型超音波センサと、アナログ信号増幅回路を一体化したIC一体化超音波センサを作製した。このセンサの受信特性は、ICを内蔵しない内製センサと比較してSN比が約40dB程度、市販センサと比較してSN比が20dB以上良く、高感度、高出力特性が得られることがわかり、微小な超音波の受信が可能であることがわかった。また、応用例としてこのIC一体化超音波センサを用いて、リングアレイ超音波センサを作製し、従来センサでは感度が低く観測が難しかった水中を動く球の開口合成法による3次元画像を表示した。

ゾルーゲル用有機顔料の熱分析

櫻井芳昭 木本正樹 夏川一輝
中澄博行

着色ガラスビンのリサイクルを目的にガラスビンを有効に利用するシステムの構築を目指した研究が進んでいる。そのシステムの中で利用するガラスビンの着色に用いるゾルーゲル着色用有機顔料の熱分解生成物を分析するために、代表的な顔料として、ジケトピロロピロール(C.I.PigmentRed 254)、銅フタロシアニン(C.I.PigmentBlue 15:3)、それらを含む分散液の熱分解挙動について調べた。これら顔料の熱重量分析、X線回折分析の結果から、銅フタロシアニンに含まれる銅は1000℃加熱でも酸化銅(Ⅰ)などの金属酸化物として残留し、ゾルーゲル分散液の熱分解でも二酸化ケイ素の中に金属酸化物として微量残留することが明らかとなった。

また、550℃のこれら有機顔料の熱分解では、大部分、二酸化炭素、水に燃焼分解することが、分解ガスの赤外分光分析から明らかとなった。しかしながら、塩素原子を含む赤色顔料の熱分解から多置換塩素芳香族化合物が微量ながら認められた。これらのことを考慮に入れると、着色ガラスビンの燃焼は、リサイクルを考えた場合、ガラス熔融温度(1300℃)以上の高温炉あるいは瞬時加熱が可能な炉で行い、環境に影響を及ぼす顔料の発生を抑えることが非常に重要である。

ネットワークシステムとデータベースの設計

第5報：ニット加工業におけるパソコンネットワークシステムの開発

竹田裕紀 君田隆男 中辻秀和

本報では、パソコンサーバを中心とし、端末10台も一緒に事務所に設置したニット加工業のパソコンネットワーク型生産管理システムの開発事例について報告する。モデルとしたニット加工業では、原料の糸と製品の生地がそれぞれ異なった単位(Kg, 反, m, 玉, 梱)を持っていること、製造だけでなく得意先への企画提案を行っていること、原料と製品の在庫管理など複雑な管理を行っている。また、営業面では得意先と営業担当者との関係が強いのも特徴である。

本研究ではこのような特徴を持ったニット加工業において、生産管理のためのデータベースの設計方法および機器構成やシステム構造について報告する。また、システムのトラブル発生時に事務員によって容易にメンテナンスできる方法についても報告する。

本システムは、サーバにはデータベースソフトSQLSERVER、端末機ではACCESS(マイクロソフト社製)を用いて開発した。

混合促進型低NO_xオイルバーナの開発

磯田 徹 入江年優 東 忠宏
表原靖男

地球環境保全に対する問題意識が高まる中で、より高性能な液体燃料用低NO_xバーナの開発が望まれている。本研究では、分割噴霧式の二流体噴射ノズルを採用し、高速噴霧流を燃焼筒の前端部に衝突させて微粒化を促進すると同時に渦流を形成させ、燃料噴霧と燃焼用空気との混合を促進し、ガス燃焼と同様の青色火炎を形成する構造のバーナを試作し

た。本バーナを換算蒸発量350kg/hの市販の貫流ボイラに取り付け、燃焼試験を行った結果、NO_x排出値は、灯油焚きで35~40ppm、A重油焚きで45~50ppm(いずれも酸素 0%換算値)となり、従来型バーナに比べて40~50%程度NO_x排出を低減できることが明らかとなった。

炭酸ガスレーザーによるチタンの溶接

萩野秀樹 野口修一 増井清徳

本研究では、炭酸ガスレーザーを用い、比較的簡易なシールド方法でチタンの溶接を行い、最適な溶接条件を調べた。また、溶接の品質に影響を及ぼす溶接中の温度変化や温度分布を解析し、TIG溶接の場合と比較検討を行った結果、レーザー溶接では溶接部と熱影響部が急熱急冷状態となっていることがわかった。そのために溶接部および熱影響部への大気の吸収が少なくなり、簡易なシールドでも良好な溶接を行うことができたと思われる。

細径線材のX線応力測定における測定精度向上法

小栗泰造 村田一夫

X線応力測定法は、非破壊的に残留応力を測定する手法として一般的に用いられているが、この方法では、原理上、測定面は平坦であることが望まれている。近年、X線束を $\phi 0.1\text{mm}$ 程度まで小さくすることにより微小領域の応力測定を可能とした装置が市販されており、細い線材や微小部品の角部など、曲率半径の小さい湾曲部の応力測定に適用されている。しかし、結晶粒の大きさや回折強度などの問題から、測定面が平坦とみなせる程度にX線照射領域を小さくできないことがあり、この場合には、試料の湾曲に基づく測定誤差が生じる。

そこで、本研究では、円柱形状である線材を取り上げ、円周方向および軸方向の残留応力測定値に対するX線照射領域の大きさの影響を、実験的、解析的に検討し、湾曲形状起因の測定誤差を推定する実用式を提案した。

技術報告



高エネルギーイオンビームによる薄膜材料の分析

Analysis of Thin Films with High Energy Ion Probe

岡本 昭夫* 笈 芳治** 吉竹 正明*
Akio Okamoto Yoshiharu Kakehi Masaaki Yoshitake

(2000年6月21日 受理)

キーワード：高エネルギーイオンビーム，RBS 分析，PIXE 分析，積層薄膜，化合物薄膜

1. はじめに

当研究所に設置されている高エネルギーマイクロビーム複合分析装置(株神戸製鋼所製)は、高エネルギーの He または H のイオンビームを試料に照射して種々の分析を行う装置で、入射イオン種と出力信号との組み合わせに応じて、

RBS (ラザフォード後方散乱分光：元素・組成分析、深さ方向分析)

PIXE (粒子線励起 X 線放出：高感度元素分析)

Channeling (結晶性評価)

ERDA (弾性反跳粒子検出法：表面水素含有量)

の四つの分析機能を持っている。導体・絶縁体を問わず、固体表面から 1 μ m 程度の深さまでの非破壊(スパッタリングを行わない)分析が可能である。また、ビームを \sim 1 μ m まで絞ることができるため、試料の二次電子像を観察しながらの局所分析も可能である。具体的には、元素分析や組成分析、微量元素の検出等ができ、特に、薄膜材料においては、その膜厚もしくは密度の決定、界面における相互拡散等の分析が行える。

このような分析機能を持つ装置を設置している公設研究機関はほとんどなく、依頼分析はもとより、操作方法を習熟していただくことにより、機器開放も行っている。

本報告では、高エネルギーイオンビームを用いた分析手法、特に RBS 法と PIXE 法について紹介し、これらの分析手法が、基板上の薄膜や固体表面の分析にい

かに適しているかについて、本装置を用いて行った 2、3 の分析例に基づいて述べる。

2. 測定原理

(1) RBS 分析¹⁾

百万電子ボルト (MeV) 程度のエネルギーを持つ軽元素 (H, He) のイオンビームと固体との相互作用は、固体内原子核との弾性散乱および固体中の電子雲との非弾性散乱による入射イオンのエネルギー損失だけで説明され、取り扱いが非常に簡単になる。

具体的には、固体の原子核に弾性散乱で跳ね返された入射 He イオンのエネルギーは、相手の原子核の質量に依存するので、散乱イオンのエネルギースペクトルを測定することにより固体元素の同定ができる。検出対象となる元素は、Li 以上の質量数を持つ元素である。

さらに、試料表面からある深さのところまで散乱されるイオンは、その深さ分の固体内部を通過する時に非弾性衝突によりエネルギーを失うが、このエネルギー損失の大きさにより、イオンが衝突した相手原子の深さ位置がわかるので、元素の深さ方向分布を知ることができる。

(2) PIXE 分析²⁾

固体中では高エネルギーイオンとの相互作用によりたたき出された内殻電子の空席に、より高いエネルギー準位の電子が落ち込む時、いわゆる特性 X 線が放射される。この特性 X 線は原子固有のエネルギースペクトルを持っており、それを調べることで対象元素の同定ができる。また、放射する X 線の強度はその元素

* 材料技術部 薄膜材料グループ

** 材料技術部 超材料グループ

の濃度によって決まるので、標準試料があれば定量分析も可能である。電子ビームをプローブとした同様の分析法の EPMA と比較して、入射粒子の質量が大きいため、分析時にバックグラウンドノイズとなる二次電子の制動放射や原子制動放射が小さく S/N がよくなり、高感度元素分析が行える。分析条件を整えれば、ppm 以下の微量元素の検出が可能である。本装置の X 線検出には、エネルギー分散型 (EDX) の検出器が用いられており、Na 以上の元素が検出できる。

表 1 に以下の分析に用いた主な分析条件を示す。

表 1 主な分析条件

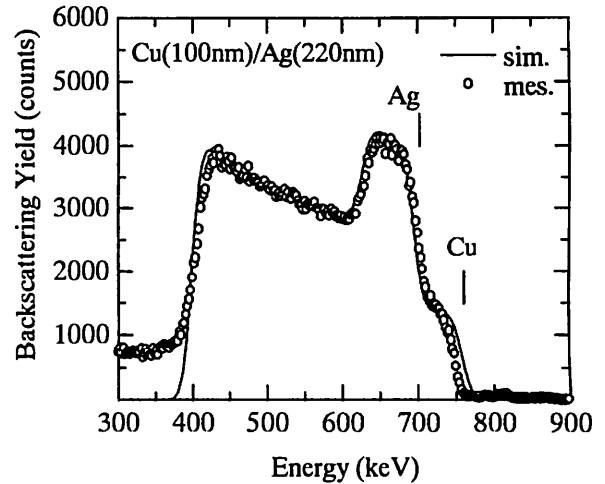
イオン種	He ⁺ , H ⁺
加速エネルギー	950keV
照射電荷量	500~1000nC
ビーム径	1mmφ

3. 分析事例

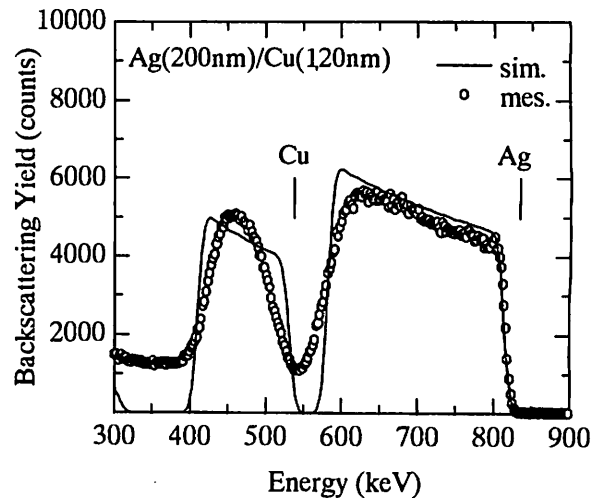
(1) 積層薄膜の RBS 分析 (深さ分析)

図 1 に Ag と Cu の積層薄膜の分析結果を示す。RBS 分析の場合、横軸は後方散乱イオンのエネルギーを表し、縦軸は収率を表す。○ (mes.) は実際の測定データを示し、— (sim.) は図中の膜厚構成でシミュレーションした場合の結果である。(a)は、上層から Cu/Ag/基板という構成、(b)は、上層から Ag/Cu/基板という構成のものである。単層の Ag, Cu の場合、質量数は Ag>Cu なので、後方散乱イオンのエネルギーは、Ag によって散乱されたものが高エネルギー (833keV) 位置になり、Cu によるものはそれより低いエネルギー (761keV) 位置となる。(a)では上層の Cu からのプロファイルの上に、下層の Ag からのプロファイルが重なりあって図のようなプロファイルになっている。これは、Cu 薄膜中を通過した He 原子がエネルギー損失を受けた後、Ag によって散乱されているので、Ag の検出位置が表面にある Cu よりも低エネルギー側に現れるからである。(b)では、質量数の大きい Ag が上層にあるためスペクトルに (a) のような重なりが起らずに独立に検出される。それぞれの図中の膜厚は、シミュレーションにより決定した値で、積層薄膜の下層についても非破壊で膜厚の推定ができることがわかる。また、(b)については、シミュレーションプロファイルとの相違から、Ag/Cu 界面で相互拡散が起っていることもわかる。

単層薄膜の場合でも、基板材料が軽元素で、分析対象薄膜がそれより重い元素である方がプロファイルの重なりが少ない正確な分析が行えることになる。



(a) Cu/Ag/基板



(b) Ag/Cu/基板

図 1 積層薄膜の RBS 測定とシミュレーション結果

(2) 化合物薄膜の RBS 分析 (組成比決定)

化合物薄膜の場合には、構成元素のそれぞれについて、独立な事象として考えられるので、膜密度と膜厚が判明していれば、組成比を決定できる。図 2 は、RBS 測定により、Si 基板上的 Si_xN_y 薄膜の組成比を決定した例である。実測膜厚 120nm、密度 3.1g/cm³ を既知として組成比のみを変化させてシミュレーションを行い、図のように測定結果と一致させることにより組成比を決定できる。また、上記の例とは逆に、測定に先立って、膜構成のシミュレーションを行うことにより、測定プロファイルの予測ができる。つまり、実際に分析を行う前に、予想される組成もしくは膜構成についてシミュレーションすることにより、必要とする情報が得られるかどうかの判断ができる。

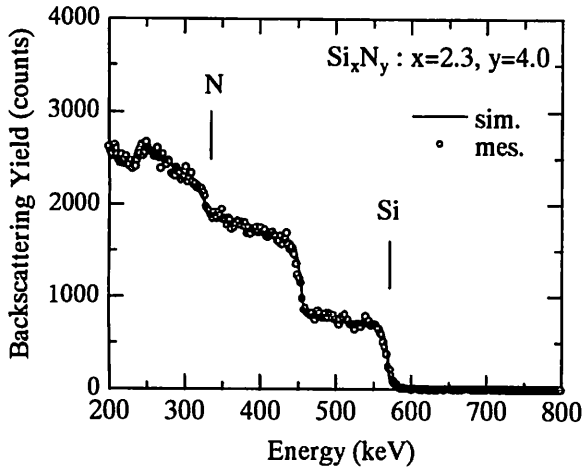


図2 化合物薄膜のRBS測定とシミュレーション結果(窒化珪素の組成比の決定)

(3) 基板材料のPIXE分析(構成元素同定)

図3に薄膜作製によく用いられる基板の分析結果を示す。PIXE分析の場合、横軸は放射される特性X線のエネルギーを表し、縦軸はその収量に相当する。Si基板(図中Si wafer)と石英ガラス(図中quartz glass)の結果からはSiのみ検出されていることがわかる。しかし、#7059無アルカリガラス基板(図中#7059 glass)からは、主成分のSiO₂以外に含まれているBaOのBa、Al₂O₃のAl、CaOのCaが検出されている。このように、半導体であるSiはもとより、絶縁体であるガラス基板等もチャージアップの影響もなく分析可能である。

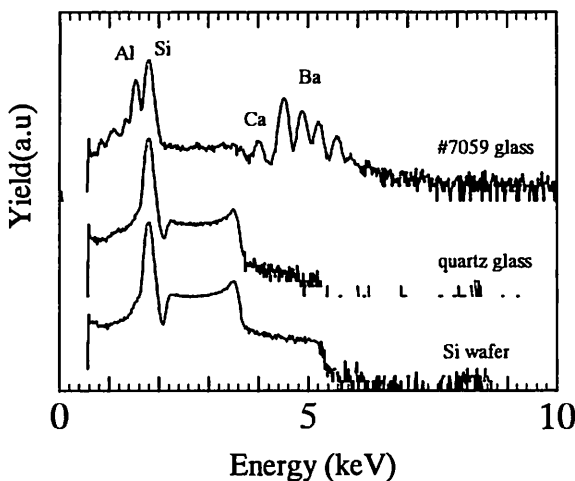


図3 薄膜作製に用いられる主な基板材料のPIXE分析結果

図4には上述の#7059無アルカリガラス基板上にスパッタ法で成膜したAu薄膜(~300nm)の分析結果を示す。図3との比較から、Al, Si, Ba信号は基板材料からの信号であることがわかるが、薄膜中の不純物検出にとっては紛らわしい結果となる。PIXE分析には、入射イオンの固体中でのエネルギーロスが無視できるような厚さの薄膜試料が好ましいのであるが、薄膜材料が基板なしで独立に存在し得ない以上、基板からの信号は少ない方が良く考えられる。つまり、単元素のSi基板やC基板を用いる方が好ましい。

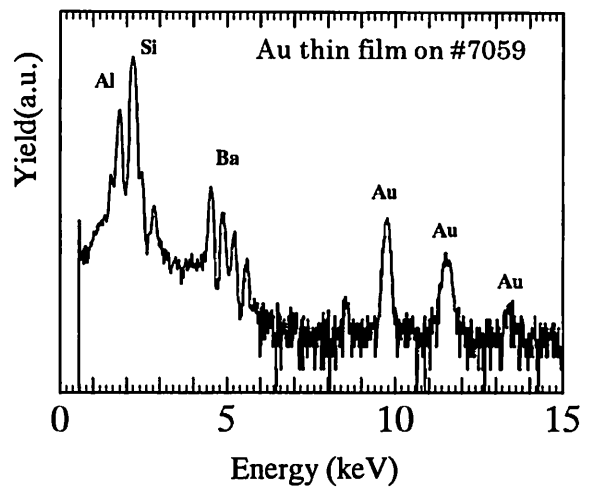


図4 #7059ガラス基板上のAu薄膜のPIXE分析結果

(4) 薄膜及びガラス表面の極微量不純物分析

熱処理により電気特性の劣化が認められたPt薄膜のPIXE分析結果を図5に示す。劣化の認められたPt薄膜のプロファイルはSample A, Bで示し、リファレンスとしてバルクPt (Pt ref.)と石英基板 (Quartz sub.)の測定結果も示してある。Sample A, BにはバルクPtと石英基板に見られるピーク以外のピークが認められ(*:1.0keV, +:3.7keV)、これらは、それぞれ、NaとCaのピークと同定でき、何らかの過程でNa, Caが膜中に混入した可能性があると考えられる。

図6は、プラズマで処理された石英基板の極微量元素をPIXE法により検出した例である。Sampleは目視では全く異常が認められなかった。図中Al, Siはリファレンスとしてピーク位置の確認のため単体を測定したもので、Sub.は、処理をしていない石英基板

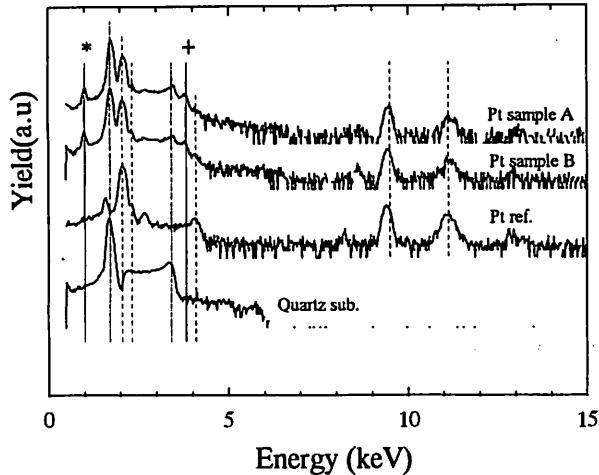


図5 PIXE法によるPt薄膜中の不純物分析結果

を測定した結果である。Sampleの測定結果より、基板に含まれるSiとともに、Al位置にもピークが観測され、基板にAlが存在していることがわかる。このことから、Al製の基板ホルダーがプラズマに晒されることによって、基板に極微量Alが堆積していたことが判明した。

4. まとめ

高エネルギーイオンビームを用いた分析手法を薄膜材料及び固体表面に応用した場合について述べた。

RBS法の場合、薄膜の厚さが、帯状に広がったエネルギースペクトルの幅に対応し、元素の違いはスペクトルの位置の違いとして現れるので、多層薄膜や積層構造の場合でも、一回の照射だけで深さ方向の情報が得られる利点がある。つまり、他の手法による深さ方向分析のようなスパッタエッチングの必要もなく、非破壊で比較的短時間に分析することが可能となる。

本装置の場合は、950keVの入射エネルギーを用いているので、表面から約1 μ mの深さまでの分析が可能である。対象元素はLi以上で、基本的には基板材

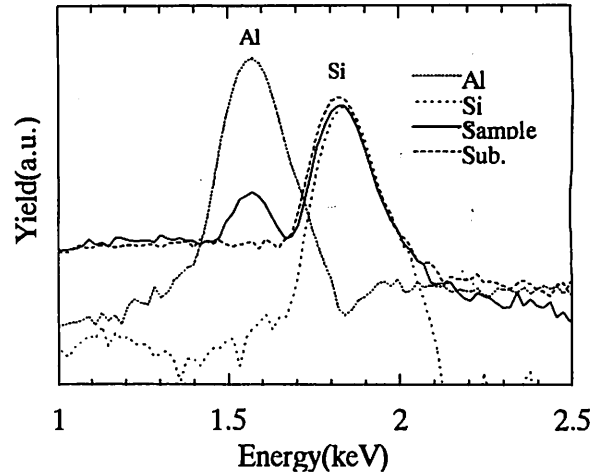


図6 PIXE法による石英基板上的極微量Alの検出

料(母材)の種類は問わない。即ち、高エネルギーイオン照射のためチャージアップの問題もほとんどないので、導電体から絶縁体材料にいたるまで、幅広く利用できる。また、分析対象となる薄膜の構成が既知の場合には、シミュレーションにより、必要とする情報が実際の分析で得られるかどうかの判断もできる。

PIXE法の場合は、上述のRBS法と同じ特長の他、非常に高感度なので、薄膜・表面の不純物検出に対して、有効な分析手法であることがわかる。

以上のように、高エネルギーイオンビームを用いる分析手法は、今後ますます、いろいろな分野における表面層分析への応用が拡がると思われる。

参考文献

- 1) Wei-Kan Chu, James W. Mayer and Marc-A. Nicolet, *Backscattering Spectrometry*, Academic Press, New York, (1978)
- 2) S. A. E. Johansson and J. L. Campbell, *PIXE: A novel technique for elemental analysis*, John Wiley & Sons, (1998)

プラスチックの破損とフラクトグラフィ

Fractography and Failure Mechanisms of Plastics

水谷 潔* 吉川 忠作* 奥村 俊彦*
Kiyoshi Mizutani Chyusaku Yosikawa Toshihiko Okumura

(2000年7月5日 受理)

キーワード：プラスチック、フラクトグラフィ、クラック、クレイズ、せん断降伏、ぜい性破壊、疲労破壊、環境応力割れ

1. はじめに

プラスチックは、製品の軽量化や、製造コスト等の優位性から、エンジニアリング材料としての展開がますます活発になってきている。多方面に及ぶユーザーから、プラスチックをさらに信頼性に優れた部材・部品とするために、各種検査方法の確立や破損時の原因推定手法の確立が求められている。現在のプラスチック製品の検査手法や破損解析手法は、金属に適用される手法を利用することから始まっており、いまだに満足できる状況とは言えない。プラスチックには高分子材料特有の破損挙動も存在し、これが金属の検査・解析手法をそのままでは適用できなくしているためである^{1,2)}。ここでは、破損時になるべく早い時点で行う必要があり、破損解析では最も有力な解析手法であるフラクトグラフィについて解説する。特に、プラスチック材料の破壊メカニズムと、破面に残される特徴を関連づけることによって、トラブル発生現場ですぐに役立つものとした。

2. 高分子材料の3つの破損様式

高分子材料の破損現象は図1に示すように、クラック(Crack)、クレイズ(Craze)、せん断降伏(Shear Yield)の三つの現象に分けることが出来る。この中でクラックはクレイズやせん断降伏が成長した後、これらを二つに分けて進む空隙であり、他の二つとは性格が異なる³⁾。

クレイズは高分子材料特有の現象で、図1(b)のよう

に最大引張応力に垂直方向に成長する。クレイズはマイクロポイドと高分子鎖が配向したフィブリルから構成される。このような構造のため、クレイズは応力を伝達する能力をまだ備えている。クレイズが発生してもすぐには破壊しないのはこのためである。クレイズの発生・成長条件はクラックのそれと同じであることから、クラックの前駆体であるとも考えられる。

せん断降伏は最大せん断応力方向への高分子鎖の滑り現象と考えられる。このため、図1(c)に示すように最大引張方向に対してある角度(最大せん断応力方向)を持って生じる。結晶性プラスチックやポリマーブレンドのようにミクロな構造が不均一な材料では、ミクロなせん断降伏帯が広い範囲にわたって多数発生し、全体が細くくびれるような現象となる。

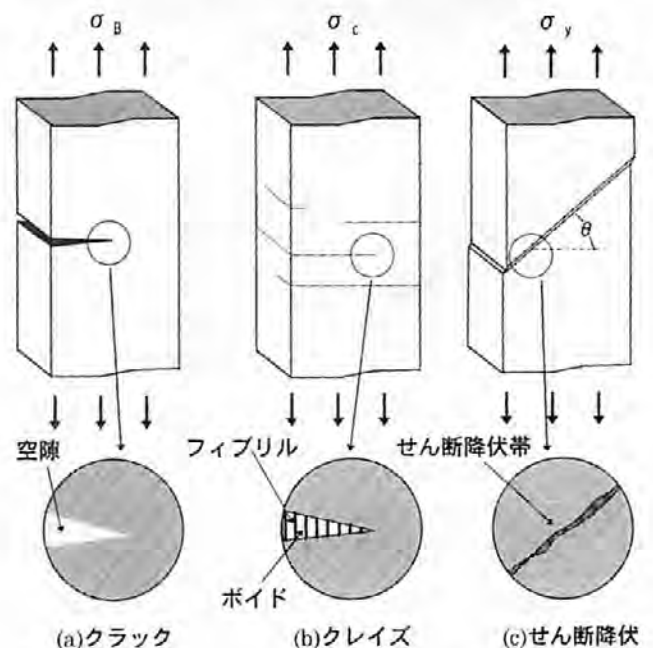


図1 クラック、クレイズ、せん断降伏の形態の特徴

* 材料技術部 プラスチック技術グループ

3. プラスチックのぜい性破壊

プラスチックのぜい性破壊は、せん断降伏が生じるよりも、クレイズ発生が優先的に生じた結果によると言える。すなわち、せん断降伏よりクレイズ発生が先行する条件下での破壊が「ぜい性破壊」であり、せん断降伏

が先行する時が「延性破壊」と考えても大きな間違いではない。クレイズの発生応力を σ_c 、せん断降伏の発生応力（降伏応力）を σ_y とすると、 $\sigma_c < \sigma_y$ の条件下で、ぜい性破壊が起きると考える。同じ材質であっても、 σ_c と σ_y は温度、速度、環境物質による影響の程度が異なるため、ある時にはぜい性破壊、ある時には延性破壊となるのである。表1にこれらの影響をまとめる。

4. プラスチックの結晶性とクレイズ

破断面のパターンは破壊メカニズムと深い関係がある。特にマイクロフラクトグラフィには、破壊メカニズムの理解が必要となる。そこで、図1(b)のクレ

表1 ぜい性破壊が生じる条件 ($\sigma_c < \sigma_y$ を満たす条件)

要因	ぜい性破壊の条件	関連現象
分子量	分子量が小さくなる (σ_c は σ_y より分子量依存性が大きい)	ぜい性-延性転移分子量 表面劣化、可塑化劣化(熱劣化)
温度	温度が低くなる (σ_c は σ_y より温度依存性が小さい)	ぜい性-延性転移温度 低温ぜい化(ぜい化温度)
ひずみ速度	速度が速くなる	ぜい性-延性転移速度 衝撃破壊
外部環境物質の存在	可塑化効果のある物質、表面張力を低下させる物質の吸収	環境応力割れ(ESC) ソルベントクラック

ズをもう少し拡大して詳細に観察をすると、図2のような二種類のモデルを描くことができる。すなわち非晶性プラスチックのクレイズ(a)と、結晶性プラスチックのクレイズ(b)である。

透明なアクリル樹脂(PMMA)やポリカーボネート樹脂(PC)のような非晶性のプラスチックでは、容易に表面クレイズが観察できる。たとえば長年使っているアクリル製の定規の表面には細長い切り傷のように見えるクレイズが見えるし、ポリスチレン(PS)容器を手で変形させれば、無数の表面クレイズが発生する。この表面クレイズからクラックへと成長することになる。このクレイズは図2(a)のようにモデル化できる。

一方、不透明なポリプロピレン(PP)やアセタール樹脂(POM)のような結晶性プラスチックにも、明瞭なクレイズの発生が認められる。しかし、一般的には透明プラスチックの様に表面クレイズが目視で分かるわけではない。クレイズの発生は観察し難いものとなる。これは結晶性高分子の固体構造の不均一性による。すなわち、高分子鎖の立体規則性の高い結晶部分と、アモルファスな非晶性の部分を両方持っていることによる。結晶性プラスチックでは、図2(b)のようにクレイズは主に非晶領域に発生し、境界面に沿って成長する。

クラックの成長はこれらのクレイズのフィブリルを切断して成長する。フィブリルの切断位置として、図中の矢印のように、フィブリルとバルク層との境界域で破断するものと、フィブリルの真ん中で破断するものが観察されている。非晶性、結晶性を問わず、耐熱性の低い汎用プラスチックは前者の破断挙動が主であり、耐熱性のエンジニアリングプラスチックは後者のフィブリル中央部での破断が主となる。これは分子鎖の剛直性と、分子間力の違いによるものと考えられている⁹⁾。いずれにせよ、破面のマイクロな凹凸はこれらのメカニズムの違いによるものである。

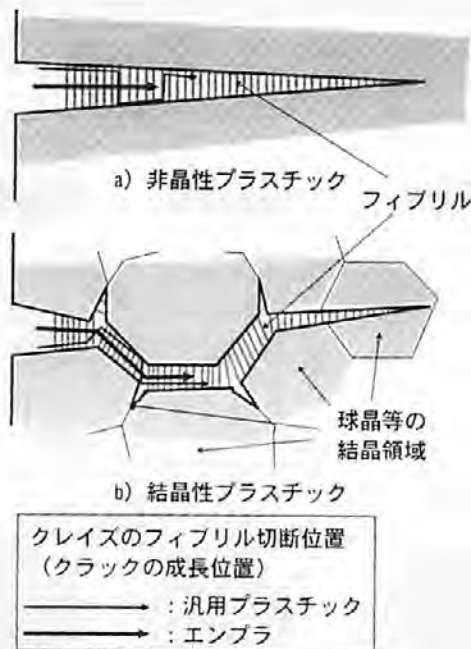


図2 非晶性プラスチックと結晶性プラスチックのクレイズの発生とフィブリルの切断位置(クラック成長メカニズム)

表2 フラクトグラフィーに利用される機器

機器名	手法の特徴	対象とする破面の特徴
目視観察 (ルーペ)	マクロフラクトグラフィー 破断面全体の観察	クラック発生位置、クラックの成長・枝分かれ方向、クラックの進展速度、最大引張方向
反射型干渉顕微鏡	浅い被写界深度、平坦な破断面の観察	環境応力割れ(ESC)の特徴の観察、疲労破面の観察
偏光顕微鏡	スライス片の観察	せん断変形、結晶構造(球晶の不均一)、応力集中部
走査型電子顕微鏡 (SEM)	低倍率から高倍率の破面の観察、深い被写界深度	衝撃破断面の観察、疲労破面の観察、複合材料・ポリマーアロイの破面の観察、破断面の元素分析
超音波顕微鏡 (SAM)	内部欠陥の観察	クラックの枝分かれ 界面剥離

5. プラスチックのフラクトグラフィの特徴

フラクトグラフィー(破面解析学)とは、破壊過程における観察ではなく、破壊後に残された痕跡の観察である。必ずしも破壊過程のすべてが証拠として残されているわけではなく、瞬時に消え失せていることもある。プラスチックは金属の場合よりこの傾向は強い。例えば、ゴムひもを伸ばし、これが切れる(破断する)時、急激な縮みが生じる。つまり、破断直後の様子はすぐに消え失せるのである。プラスチックについても収縮の程度は小さいが、同様の現象となる。かろうじて破断面に何かが残っている状態なのである。また破面はクラック伝播の過程の記録であって、クラック発生までの過程についてはほとんど情報を与えない。なにが原因で初期亀裂が入ったのかは本来判別し難いものなのである。このため、破面の詳細な解析は、ほかの解析法による解析を併せて総合的に判断することが必要である。

フラクトグラフィーの手順は次のようになる。まず、破壊品から、破壊起点部を見つけ出し、クラック伝播部、そして急速伝播部を読みとる。顕微鏡観察などにより、破面の特徴を探し出し、破壊原因を推定する。他の破損解析手法のデータも参考にし、破損原因を突き止める。ここで、フラクトグラフィーに利用される手法、機器とその利用法を表2にまとめる。

6. 目視観察(マクロフラクトグラフィ)

クラックがどこから発生して、どこへ進展していったのかを推定するには、マクロな観察つまり目視(肉

眼)による観察が威力を発揮する。目視による破壊の過程の推測には表3の平田森三の「割れ目の法則」の理解が役立つ。プラスチックのクラックの伝播挙動もこの「割れ目の法則」に従うので、まずはこの法則を理解することが先決となる。これにより「クラックが何処から発生し、どの方向へ、どれぐらいの速度で伝播したのか」がある程度推測できるようになる。一方で、プラスチック射出成形品にはウエルド部やゲート部などク

ラックが発生しやすい部位があるので、これらを検討することも重要である⁵⁾。

透明プラスチックの場合、目視では破断面の特徴を確認できるが、破断面からの反射光量不足のため、接写や、光学顕微鏡による撮影は難しい場合が多い。この場合は、電子顕微鏡撮影と同様に、破面に真空蒸着等を施すことによって撮影可能となる。

7. 延性破壊とせん断降伏

高分子材料のもう一つの変形様式であるせん断降伏が主に起こる破壊が延性破壊である。タフなプラスチ

表3 平田森三の「割れ目の法則」

1	割れ目は最大引張応力則に従う。すなわち最大引張応力に対して垂直になるように進む。少なくとも割れ目と垂直方向に、その部分の最大引張応力が働いていたと考えて矛盾はない。
2	ずれの面があれば、割れ目はそれに沿って現れる。これは1より導かれる。ずれ方向に出来る割れ目は単純な直線状のものではなく、細かく見ると不規則な凹凸になっている。
3	割れ目の慣性は、その両側の物質が担っている。
4	非常に速い衝撃を与えるなど、特別な条件下を別にすれば、割れ目の起点はただ一箇所である。そこで発生した”最初の割れ目”から通常は枝分かれによって多数の割れ目が発生する。
5	速い割れ目は枝分かれするが、遅い割れ目は枝分かれしない。割れ目の進行や分岐はなるべく広い範囲にわたって張力が同時に解消されるように、しかも最小限の変化でそれが達成されるように起きる。分岐は二股にはなるが、三股にはならない。
6	独立な割れ目が交差することはない。

「キリンのまだら 自然界の統計現象」, 平田森三, 中央公論社(1975)より

ックの引張試験を行うとき、せん断降伏によるネッキング現象（くびれ）がみられる。これも延性破壊現象の一つである。延性破壊の場合、破壊原因が分かりやすいことが多い。使用条件が高温域であったとか、予想以上の負荷がかかったとかがそのほとんどで、複雑な破損解析にまで至ることは少ない。また、クラックの進展方向も明らかな場合がほとんどである。

図3に延性的な破断面のモデルを示す。図3(a)では、板の両表面付近には樹脂の盛り上がりが見られる。これはその形態と発生機構からシアリップ(shear lip)と呼ばれる。シアリップはせん断降伏の結果として現れてくる。破断面中央には、ぜい性的なクレイズから発達した破面も同時に観察できる。このようにせん断降伏に基づく破面と混在することも多い。図3(a)は、ポリカーボネート樹脂のようにネッキングなど明瞭な降伏挙動を示す樹脂に見られる。

一方、図3(b)はABS樹脂など、不均一な構造の樹脂に見られる。破断面の断面積の減少や、破断面付近の白化、くぼみ(dimple)、マクロフィブリルの発生などが認められる。

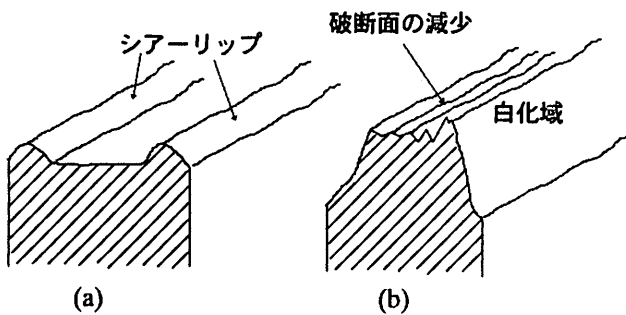


図3 プラスチックの延性破壊の様子

8. ぜい性破面の特徴

一般的なプラスチックのぜい性破断面を図4に示す。破壊の起点は応力集中部である欠陥（ポイド、不純物など）であることが多い。破壊起点付近はクラック成長速度が遅いことから、通常は平滑であり、プラスチックによっては鏡面状になることが多い。この領域には顕微鏡観察ではノジュラー模様(nodular pattern)が見られる。これらの観察には微分干渉顕微鏡が威力を発揮する。

この外側には銀面域[ミスト領域(mist region)]が見られる。顕微鏡では、パラボラ模様(parabola pattern)や、リバーパターン(river pattern)が見られる。更にその外側には、高速クラック伝播の特徴であ

るクラックの分岐が見られる。つまりラフ領域(rough region)となる。これらの特徴から破壊の開始点と、クラックの伝播方向やその時の伝播速度などを推測することができる。

このほかにも、クラック先端と弾性衝撃波との干渉によって生じるウォルナー線(Wallner line)、規則的な高低の繰り返し模様のリブ模様(rib pattern)、スティック・スリップな進行によるアレストライン(停止線)が描くリップ模様(ripple pattern)、クラック進行方向と垂直に発生する比較的規則正しい模様のメクラル模様(mackeral pattern、鯖模様)などがある⁶⁾。

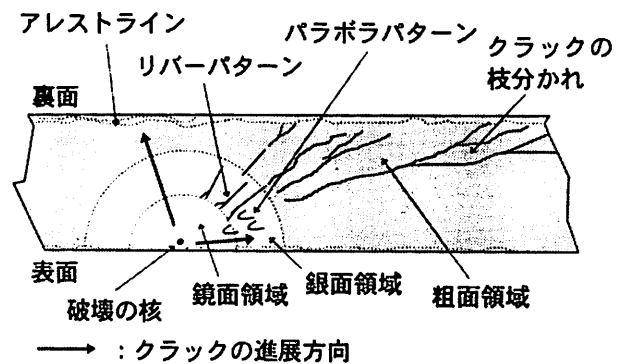


図4 プラスチック成形品に見られるぜい性破断面の特徴

9. 環境応力割れ(ESC)の破断面

溶剤クラックの前駆体としての溶剤クレイズの発生メカニズムについては、二種類のメカニズムが提唱されている。一番目のメカニズムは「可塑化効果」である。プラスチック中に浸透拡散していった溶剤分子が、可塑剤の働きをするというものである。クレイズのフィブリル化は、可塑化によって、より容易に起きるようになるというものである。もう一方のメカニズムは「表面エネルギーの低下」である。クレイズのフィブリル表面に溶剤分子が来ると、その表面が濡れ、表面エネルギーが低下し、安定化するためにクレイズが起こりやすくなる^{7,8)}。

いずれのメカニズムが主であるかは別として、溶剤が存在すれば、ポイドやクレイズがより低い応力下で形成されやすくなる。またこのクレイズフィブリルは粗いものとなり、平均フィブリル間距離が大きくなることも確かめられている。

ESCではクレイズの発達が進められる。破断面にはこの結果が反映され、図5のような虫食い状パターン

等が観察される。このパターンの発生メカニズムも示しておく。

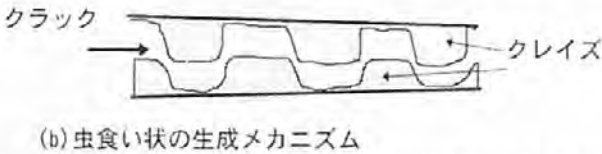
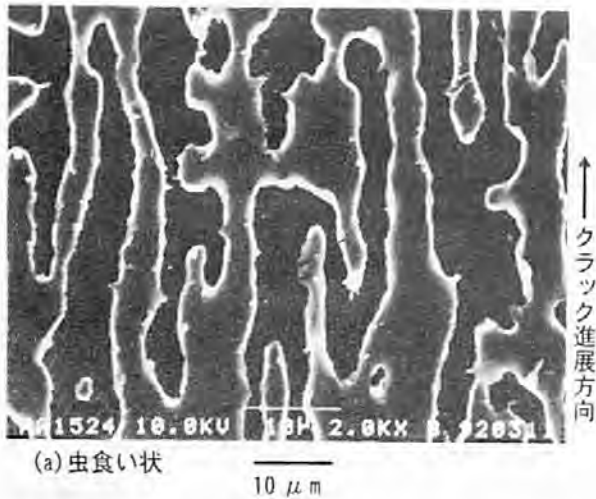


図5 ESC破断面の特徴（銀面領域の見られる虫食い状パターン）

10. 疲労破面

プラスチックの疲労破壊のメカニズムは次のように理解されている⁹⁾。

①繰り返し負荷される応力や変形によって分子量が低下し、材料欠陥部分に微小亀裂（破壊の起点）が発生する。②この微小亀裂が繰り返し負荷により徐々に成長する。③疲労亀裂がある程度進展し、ある限界長さまで達すると、亀裂先端付近の応力集中により一気に全体の破断に至る。このため、疲労破壊した破断面には疲労破断面と、通常の破断面の二種類が見られることが多い。この様子を図6 (a)に示す。疲労クラックの進展により形成される縞模様（ストリエーション）の一例を(b)に示す¹⁰⁾。

②の繰り返し負荷により徐々に拡大する疲労亀裂の進展メカニズムも樹脂の種類によって異なることが成澤によって示されている⁷⁾。ポリカーボネート樹脂のような比較的構造の均一なプラスチックでは繰り返し負荷によって形成されるストリエーションが観察できる。プラスチックの種類と負荷条件によっては、ストリエーションが1サイクルに1本の縞模様という材料もあるが、数サイクルから数十サイクルに1本という場合もあるとされている。また一方で、疲労破面にストリエーションを残さないプラスチックもあると報告

されている。たとえば、耐衝撃性ポリスチレン(HIPS)やABS樹脂など多成分系のプラスチックではストリエーションは観察できない。これは、疲労クラックの進展メカニズムが均質なプラスチックとは異なるためであるとされている。

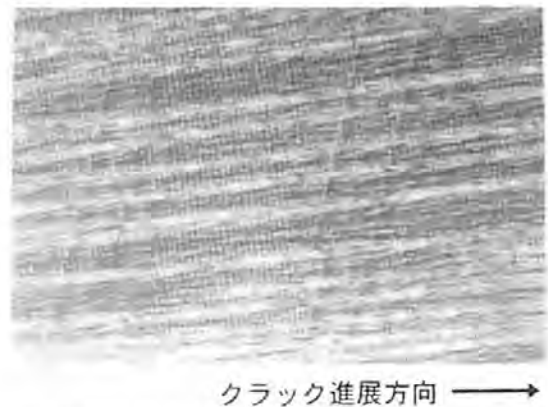
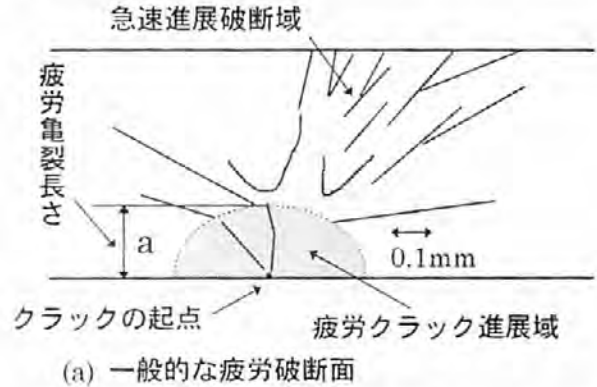


図6 一般的な疲労破壊の破断面とストリエーションの例

11. ポリマーブレンド、複合材料の破断面

ポリマーブレンド、複合材料ではその構造が複雑であり、ミクロな応力分布も複雑となる。このため、応力集中部ではせん断バンドやポイド、それにクレイズなどが多数発生する。このため、破断面の顕微鏡観察では特徴はつかみ難く、破損解析にはマクロな観察が役に立つ。

12. おわりに

プラスチック製品のユーザーにとって、製品の破壊は起こってはならないものであるが、製品メーカーとしては、これらのプラスチック製品の破壊の原因を解明することによって、さらに安全で、信頼性の高い製品開発にこれを活かすことが求められる。破損解析手法の中でも、本報告で解説したフラクトグラフィーが

最も有用なデータを与えてくれる手法である。しかし未だプラスチックのフラクトグラフィーは発展途上にある。最近、通産省製品評価技術センターではこの分野の重要性を認め、各種プラスチックの破断面のデータベースづくりを進めている¹¹⁾。本報告がこの破断面のデータベース利用の促進に役立つことも期待している。

参考文献

- 1) 大武義人, 高分子材料の事故原因究明とPL法, アグネ技術センター (1999)
- 2) M. Ezrin, *Plastics Failure Guide, Cause and Prevention*, Hanser(New York),(1996)
- 3) 水谷 潔, 日本接着学会誌, 28, 98(1992)
- 4) 鶴田 望, 柘植康仁, 前田尚志, 中沖隆彦, 林 久夫, 高分子論文集, 54,199(1997)
- 5) 水谷 潔, 科学と工業, 74, 270(2000)
- 6) A. C. Roulin-Moloney, *Fractography and Failure Mechanisms of Polymers and Composites*, Elsevier Applied Science,(1989)
- 7) 成澤郁夫, 高分子材料強度学, オーム社 (1982)
- 8) 水谷 潔, 大阪府立産業技術総合研究所 テクニカルシート, No.98037(1998)
- 9) 武田邦彦, 高分子加工, 47, 50(1998)
- 10) K. Mizutani, T. Iwatsu, *Polym. Eng. Sci.*, 23, 183(1983)
- 11) 通産省製品評価技術センター, 高分子破壊情報データベース CD-ROM(2000)

絶縁材料の電気特性に及ぼす電極の影響

Electrode Arrangement for Dielectric Constant

村上 義夫*

Yoshio Murakami

(2000年7月7日 受理)

キーワード：比誘電率，有効面積

1. はじめに

絶縁材料の比誘電率及び損失率の測定は、体積抵抗率や絶縁破壊強さなどの測定とともに絶縁材料の性質を表す基本的な電気特性として重要な位置づけがされている。近年の移動通信機器の普及に伴い、回路基板の設計を行う上で、高周波における比誘電率及び損失率（以下、誘電性と云う）の測定に対する重要性が高まってきている。誘電性の測定において測定周波数が数MHz以下の範囲では、同心円電極が、それ以上の周波数では保護電極を用いない2電極法が広く用いられる。いずれの電極構成を用いた場合でも電極の大きさや電極間隔（試料の厚み）によって主電極の外側への電気力線の拡がりの補正（以下、縁端補正という。）が必要なことは知られていた。その計算式には双曲線関数が用いられ計算が面倒なこと、比誘電率の測定が補正に見合う精度で測定できなかったことなどから、この縁端補正のために、同心円電極を用いた誘電性の測定では、主電極と保護電極との間の距離（間隔）が小さい場合にはその間隔を主電極の直径に加え、補正する方法と、単に主電極の直径そのものを用いる方法が用いられてきた。しかし、計測器の精度の向上に伴い補正が必要な静電容量測定が可能となってきた。あわせてパソコン等の計算処理能力向上によって、補正計算が容易な状況となってきた。

当研究所で実施した多くの誘電性測定について、補正の加え方について検討した結果、ASTM規格に採用されている補正式の有効性が確認されたので、測定例を紹介する。

* システム技術部電子計測グループ

2. 比誘電率の算出

図1に示す同心円電極構成で比誘電率 ϵ_r の測定は、測定試料を電極間に挟み、主電極と対電極間の静電容

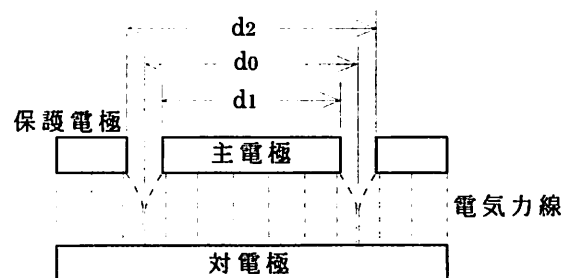


図1 同心円電極配置と電気力線の拡がり

量 C_x を測定し、次式により求める。

$$\epsilon_r = C_x / C_0 \quad \dots (1)$$

ここで、 C_0 は幾何学的静電容量と呼ばれ、電極から試料を取り去った場合の真空中における静電容量で、主電極面積 S (mm^2)と試料厚み t (mm)をもとに次式により算出する。

$$C_0 = 0.0088542 * S / t \quad \dots (2)$$

$$\text{ここで } S = \pi d_1^2 / 4$$

3. 電極有効面積の補正

幾何学的静電容量を決定する場合、電極の面積 S は、主電極の外径 d_1 をもとに算出している。同心円電極を用いて誘電性の測定を行う場合、図1の中で点線で示すように主電極から保護電極の方向に電気力線の拡がりを生じ、主電極直径は見かけ上、 d_0 まで拡がり、

主電極の有効面積が大きくなる。比誘電率の測定に関してはJIS-K-6911「熱硬化性プラスチック一般試験方法」やJIS-C-2141「電気絶縁用セラミック材料試験方法」などの材料試験方法の中で規定されている。これらの規格でもは電極の大きさが異なり、縁端補正についても補正を加えない場合と、補正を加える場合の双方が取り入れられていて、統一されていないのが現状である。この同心円電極を用いた場合の主電極から保護電極の方向への電気力線の拡がりの程度については、多くの理論的な検討が加えられ、その検討結果が材料試験方法の規格の一つであるASTM規格に採用されている。

ASTM-D150¹⁾では詳細な補正を含め電極の厚みおよび電極間の比誘電率の影響を加味した補正式を提案している。提案されている補正式の中から、測定電極に制限の少ないと考えられる2つの補正式によって主電極有効面積を決定する場合と、補正を加えない場合について比較・検討を行った。

主電極の有効面積を求めるために、

a : 主電極の厚み

κ' : 主電極と対電極間にみたまされている材料の誘電率

κ_{κ} : 主電極と保護電極間にみたまされている材料の誘電率

t : 試料厚み (主電極と対電極間の間隔)

とした場合、主電極の厚みが厚く、 $\kappa' \gg \kappa_{\kappa}$ の場合には下記の式(3)で表される¹⁾。

$$2\delta/g = 2/\pi \tan^{-1}(g/2t) - 2t/\pi g \ln[1+(g/2t)^2] \quad \dots (3)$$

また、主電極の厚みにかかわらず $\kappa' \gg \kappa_{\kappa}$ の場合には下記の式(4)で表される¹⁾。

$$2\delta/g = 4t/\pi g \ln \cosh(\pi g/4t) \quad \dots (4)$$

上記式(3)および(4)で得られた $2\delta/g$ の値をもとに補正係数Bを次の式で求める。

$$B = 1 - 2\delta/g$$

この補正係数Bを用いて、電極有効面積 S_e を次の式(5)で決定する。

$$S_e = \pi (d_1 + B * g)^2 / 4 \quad \dots (5)$$

ここで d_1 : 主電極直径(mm)

g : 主電極と保護電極との間隔(mm)

4. 補正式の比較

式(3)および(4)で表した補正式から主電極と

保護電極の間隔gが有効面積に与える割合は、間隔gと主電極と対電極との間隔(以下、試料厚みという)tとの比 g/t に依存することがわかる。この2つの補正式より算出される補正係数Bの値と g/t との関係を図2に示す。

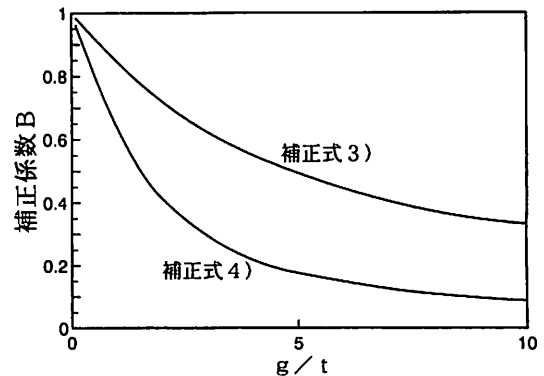


図2 電極間隔gと試料厚みtの比と電極補正係数Bとの関係

図2から、電極の間隔gに比べ試料厚みtが大きく、 g/t が小さい場合には、電極有効面積は主電極の直径に間隔を加えた値に近づくが、逆に試料が薄くなり、 g/t が大きくなると電極有効面積は主電極の面積そのものに近くなることからわかる。さらに、同一寸法の電極配置を用いた場合、式(4)を用いた場合には式(3)に比べ、電気力線の拡がりを低く抑えていることを図2の曲線は示している。実際の測定では、式(3)の補正は粉体の測定のように電極が試料で埋まるような場合に該当すると考えられる。また、式(4)の補正は通常のシート状試料の測定の場合に該当すると考えられるため、補正式の有効性については式(4)の場合を例に検討を進めた。

5. 比誘電率の測定

比誘電率測定はHP社製LCRメータ4284Aと誘電体損測定用電極を組み合わせて行なった。測定電極は表1に示す主電極及び保護電極を組み合わせ、表2に示す材料に対して、測定周波数1kHz、測定電圧1Vの条件で測定した。電極を接続しているリード線、測定器内部の浮遊容量や残留インダクタンス成分の影響によって生じる静電容量の測定誤差を少なくするために、OPENおよびSHORT補正を実施後、電極間の静電容量を測定し、それぞれの比誘電率 ϵ_r を算出した。

表1 電極構成

電極構成	主電極直径 d_1 (mm)	保護電極内径 d_2 (mm)
①	25	35
②	25	39
③	38	39
④	38	51
⑤	50	51
⑥	50	70

表2 測定試料

測定試料	試料名	厚み (mm)
PTFE	4フッ化エチレン樹脂	3
PMMA	アクリル樹脂	3
PF	紙基材フェノール樹脂	1
PET	ポリエステル樹脂 (SMC)	3

比誘電率の算出結果を測定試料の材料別に、表3(1)～(4)にまとめた。表では、比誘電率の算出基礎となる主電極面積の求め方によって、第2列目に主電極寸法を用いた場合、第3列目は主電極直径に間隔を加えた場合、第4列目には式(4)による補正を加えた場合のそれぞれを電極構成ごとに整理した。

これらの結果から、主電極と保護電極との間隔が0.5mmと狭い電極構成③と⑤を用いた場合には、電極寸法及び補正の有無にかかわらず、偏差の最も大きな試料PFの場合でも最大0.2の差となって、補正の効果は見られない。補正式を用いた場合には、試料PFの測定において、直径25mmの主電極を用いた電極構成での補正後の値は他の電極構成に比べて大きな値となり、補正の効果が見られなかったが、他の電極構成では、補正が有効であった。さらに、主電極直径に間隔を加える補正を行う方法は間隔が狭い場合には誤差が少ないが、この間隔が数mm以上に拡がると補正が強くなり、比誘電率の算出結果に誤差を生じる。などがわかる。

測定試料PFにおいて、主電極直径が25mmの時、他の電極構成に比べ、比誘電率が大きく測定された理由については、厚みが1mmと他の試料に比べ薄く、 g/l 比が大きくなり、縁端補正を実施しても電極有効面積が大きくならなかったことが考えられるが、これだけでは理由を十分に説明できない。今後、多くの材料についての測定データを解析することで、このような測定結果を得た理由を特定したいと考えている。

表3 比誘電率測定結果

(1) 測定試料：PTFE

電極構成	比誘電率		
	πd_1^2	$\pi (d_1 + g)^2$	$\pi (d_1 + Bg)^2$
①	2.4	1.7	2.1
②	2.5	1.5	2.1
③	1.9	1.9	1.9
④	2.2	1.6	2.0
⑤	2.0	1.9	1.9
⑥	2.2	1.5	2.1

(2) 測定試料：PMMA

電極構成	比誘電率		
	πd_1^2	$\pi (d_1 + g)^2$	$\pi (d_1 + Bg)^2$
①	3.9	2.7	3.3
②	4.0	2.4	3.3
③	3.1	3.1	3.1
④	3.7	2.7	3.2
⑤	3.2	3.2	3.1
⑥	3.6	2.5	3.3

(3) 測定試料：PF

電極構成	比誘電率		
	πd_1^2	$\pi (d_1 + g)^2$	$\pi (d_1 + Bg)^2$
①	6.2	4.3	5.7
②	6.2	3.8	5.8
③	5.1	4.9	4.9
④	5.3	3.9	5.0
⑤	5.0	4.9	4.9
⑥	5.3	3.6	5.0

(4) 測定試料：PET

電極構成	比誘電率		
	πd_1^2	$\pi (d_1 + g)^2$	$\pi (d_1 + Bg)^2$
①	5.2	3.6	4.3
②	5.5	3.3	4.5
③	4.4	4.3	4.3
④	5.0	3.6	4.4
⑤	4.4	4.3	4.3
⑥	4.9	3.4	4.4

6. 測定結果の検討

電極構成の違いによって、比誘電率の測定値に対し補正を加えた結果に、有意な差があるか否かを測定試料ごとの電極の相違による測定値の大小をもとに符号検定法(数値の大小による検定)を用いて統計的に検定した。その結果、主電極の大きさと比誘電率の関係は25mm電極を用いた電極構成①、②場合には他の電極に比べ、大きい数値を示すが、それ以外の電極構成では補正が有効であることがわかった。数値計算でも、

符号検定の結果を裏付ける検定結果が得られた。

したがって、電極の有効面積補正は有効であり、測定主電極を可能な限り大きくすることで、比誘電率算出のもととなる静電容量測定誤差を小さくできる。

7. 広帯域の測定例

誘電特性の測定周波数については、低周波領域から1 GHz帯までの周波数の広い範囲での測定が要望されてきている。このような広い周波数範囲では1台の測定器で測定することは困難で複数の測定器を用いなければならない。このように複数の装置を用いて測定すると測定器の違いによる誘電性の測定結果の連続性が損なわれることが多いが、電子回路用の印刷配線基板材料について、100Hz～1 GHzの範囲について測定した結果、図3に示すように連続性が保たれる結果を得ることができた。この測定において、低周波側では、主電極は直径50mm、保護電極には内径70mmの電極を用いて、有効面積補正を行なった。高周波側では、比誘電率既知の試料の測定値を測定器内部に記憶させ、実効的な電極の有効面積補正を行なった。

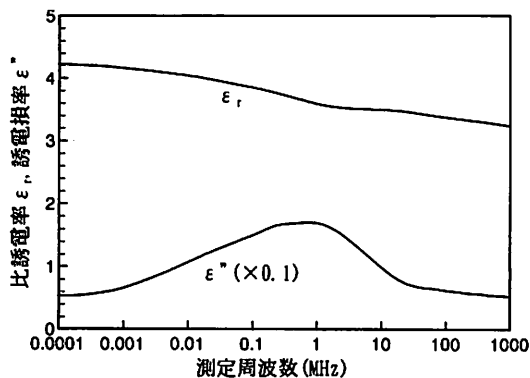


図3 広帯域における誘電特性測定例

8. 体積抵抗率測定時の補正

誘電性測定時には、電気力線の拡がりを押さえるために主電極と保護電極の間隔を十分に狭くすることができるが、誘電性測定と同様の電極構成を用いる体積抵抗率測定では、主電極と保護電極との間隔を狭くしすぎるとこの間の抵抗が小さくなり、測定に影響をおよぼすために狭くできない。そこで、先に述べた補正式(4)を用いて電極の有効面積を測定試料厚みをもとに求めると図4のような結果となって、主電極の直

径が50mmで保護電極内径が70mmの場合には、試料厚みが3mm以上の時、補正後の有効面積をもとに計算された抵抗率は、主電極面積だけをもとに抵抗率を計算する場合に比べ、10%以上高くなる。

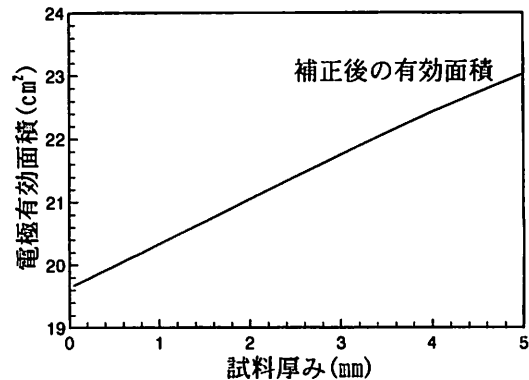


図4 抵抗率測定電極の有効面積と試料厚みの関係

9. 最後に

絶縁材料の誘電性測定は多くの実施例があり、本報告の内容も周知のことが多いと思われる。しかし、先にも述べたようにJIS規格を参考に測定を実施した場合、電極の有効面積について考慮しないことがあり、測定電極の大きさや試料の厚みが異なった場合の相互比較を行う場合には補正が重要であることが、本報告よりわかる。

本測定結果をもとに誘電性および抵抗率測定時の要点をまとめると以下ようになる。

1. 比誘電率の計算には主電極と保護電極との間隔の補正が必要である。
2. 体積抵抗率の計算も抵抗測定機器の精度が向上しているために主電極と保護電極との間隔の補正が必要である。
3. 測定主電極は可能な限り大きな電極を用いる。

当研究所では、以上の理由から、誘電性及び抵抗率の測定に際し、電極の補正を加えて測定を実施しているところである。この報告が同様な測定を行っている技術者各位の参考になれば幸いです。最後に30MHzを超える周波数帯での誘電性測定について、当研究所、システム技術部電子計測グループの田中健一郎氏の協力を得たことに謝辞を申し上げる。

参考文献

- 1) ASTM-D150-1993

研究所の電磁波測定設備とその利用例

RF Measurement Facilities

田中 健一郎*

松本 元一*

*Kenichiro Tanaka**Motoya Matsumoto*

(2000年7月10日 受理)

キーワード： EMC, EMI, EMS, イミュニティ, 電波半無響室, 電波全無響室, シールド効果

1. はじめに

電磁波とは電磁エネルギーが空間を伝搬する現象である。3000GHz以下の周波数の電磁波は電波と呼ばれ、放送や情報通信の手段として古くから利用されている。また、近年では情報化社会の進展と情報技術の発展に伴い、携帯電話等電波を利用する個人向けの情報通信機器が急速に普及する等、電波利用に関連する技術の重要性が増している。

電波を通信に利用する上での問題の一つに、電気・電子機器が非意図的に発生する電磁妨害(EMI; Electromagnetic Interference)と呼ばれる電磁波ノイズがある。電子回路から空間に放射される電磁波ノイズは信号の周波数が高くなるほど強くなる為、機器の情報処理能力を高める目的でデジタル回路のクロック周波数を高くすると、新たなEMI対策が必要になることがある。

この他、電磁波のエネルギーが機器の動作に様々な影響を及ぼすという問題がある。例えば携帯電話のように意図的に電波を放射する機器の近くでは、電子機器が性能低下を来したり、誤動作することがある。

電子機器の多くは程度の差はあれ電磁波の影響を受け得る。この影響の受けやすさを電磁感受性(EMS; Electromagnetic Susceptibility)と呼ぶ。あるいは、感受性とは逆に電磁波への免疫性という意味でイミュニティ(Immunity)という言葉もよく用いられる。

以上に述べたように、複数の機器が電磁波により互いに悪影響を及ぼし合うことなく、正常に動作する為にはEMIの抑制とイミュニティの確保を調和のとれた形で実現する必要がある。この考え方は電磁両立性

(EMC; Electromagnetic Compatibility)と呼ばれている。

さて、現在、世界各国ではEMCに関する法的規制等が行われており、市場を流通する電気・電子機器に対して一定のEMC性能が要求されている。

当研究所では、府下企業のEMCへの技術対応を支援する目的で各種のEMC試験設備を設置している。本報告では電磁波測定用の設備について概要、測定原理および利用例について述べる。

2. 放射EMI測定設備

(1) オープンサイト

EMCの分野では、ケーブル等の電気導体に沿って伝わる電磁ノイズを伝導ノイズ、アンテナから発生する電波と同じように自由空間を伝搬する電磁ノイズを放射ノイズと呼んで区別している。これは対象が伝導ノイズであるか放射ノイズであるかで試験や測定の方法が異なるからである。

伝導EMI測定の場合、電源線インピーダンス安定化回路網(LISN; Line Impedance Stabilization Network)等により電源線を伝わる妨害波を取り出して測定する。このように伝導ノイズが伝搬するのは電源線や信号線等のケーブルなので、測定や試験の為に広い空間は不必要である。

これに対して、放射ノイズは自由空間を伝搬する電磁波である為、測定や試験にはアンテナと反射物のない広い空間が必要である。この為、放射EMIの測定には一定以上の広さを有し、周囲に反射物のない測定サイトが用いられる。規格¹⁾²⁾では、オープンサイトと呼ばれる野外測定サイトが放射EMI測定の標準測定サイトと規定されている。

* システム技術部 電子計測グループ

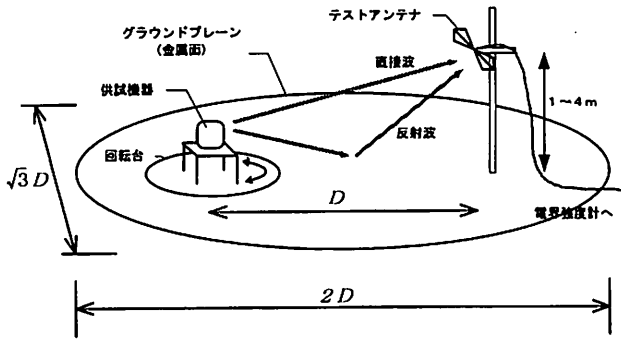


図1 オープンサイトによる放射 EMI 測定

当研究所ではオープンサイトの代替サイトとして電波半無響室を設置しているが、測定の基本的な考え方は両者とも同じであるので、まずオープンサイトについて述べる。

図1にオープンサイトによる放射 EMI 測定の模式図を示す。放射 EMI 測定は、規格で定められた測定距離 D によって 3m 法、10m 法、30m 法の測定法がある。

テストアンテナは供試機器からの直接波と大地反射波の合成電界を受信するので、大地面(グラウンドプレーン)の反射率は一定である必要がある。そこで、グラウンドプレーン上に金属板や金網を敷いて、ほぼ完全な反射面としている。直接波と反射波の打ち消し合いにより電界強度のヌル点が生じる問題は、テストアンテナの高さを 1~4m の範囲で受信電界が最大となる高さとする事で回避している。

理想的なオープンサイトにおける電磁波の伝搬特性は理論的に容易に計算できるが、実際の伝搬特性はグラウンドプレーンの凹凸や立ち木や建造物等周囲の反射物に影響される。そこで、供試機器の代りに送信アンテナ置いて測定サイトの伝搬減衰(サイトアッテネーション)を測定し、理論的に計算される理想サイトの伝搬減衰と比較することが行われている。

(2) 電波半無響室

オープンサイトは放送の電波など測定の妨げになる外来電波の少ない土地に設置する必要があるが、そのような土地を確保し、測定場として使用することには様々な困難がある。また、測定が天候に影響されるという問題もある。

そこで、外来電波を遮断するシールド室を作り、内壁を電波吸収体で覆った電波暗室が作られている。

放射 EMI 測定用の電波暗室はオープンサイトと同等の特性を得る為に床面を金属面としているので、内壁全面を電波吸収体で覆った電波全無響室と区別して電波半無響室と呼ばれている。

当研究所では放射 EMI 測定サイトとして、電波半無響室を設置し、FCC(アメリカ合衆国連邦通信委員会)に登録している。表1に当研究所の電波半無響室の主な仕様を示す。

表1 当研究所の電波半無響室の主な仕様

項目	仕様
対応規格	3m 法/10m 法
内寸	19.3m(L) × 13.1m(W) × 9.0m(H)
搬入口	3.0m(W) × 3.0m(H)
回転台直径	1.5m/5.0m(デュアル式)
回転台最大荷重	2000kg
アンテナ昇降範囲	1.00m~4.00m
シールド性能	100dB 以上(30~1000MHz)
電波吸収体	格子型フェライトとカーボン含浸合成樹脂による複合型

な仕様を示す。

電波半無響室には、オープンサイトに比べて多くの実用上の利点があるが、サイトアッテネーション特性の点ではオープンサイトに及ばないのが現状である。これは、電波吸収体が電波を完全には吸収せず、テストアンテナが壁からの反射波も受信してしまうからである。

図2に当研究所の電波半無響室の正規化サイトアッテネーション(NSA)特性(実線)を示す。破線が理想サイトの NSA 特性、点線が偏差の許容限度である。

(3) 電波半無響室による放射 EMI 測定

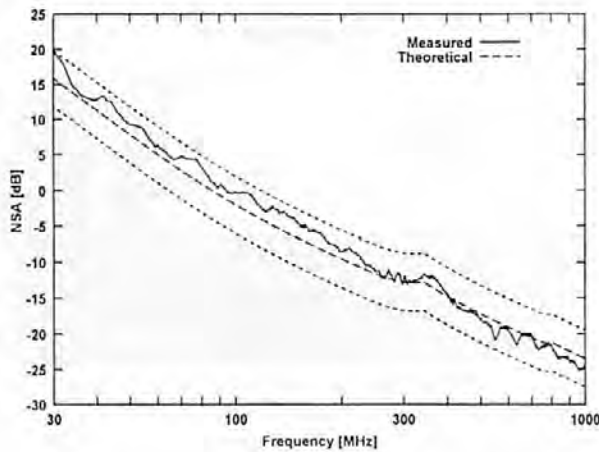
電波半無響室では外来電波が遮断されている為、外来電波と供試機器が発生する電波を区別する必要がなく、測定器をコンピュータ制御することで容易に自動測定が実現できる。当研究所で採用している自動測定システム((株)EMC ジャパン製 TEMS)の自動測定は対策測定(予備測定)と評価測定(本測定)の2段階のプロセスからなる。

(A) 対策測定

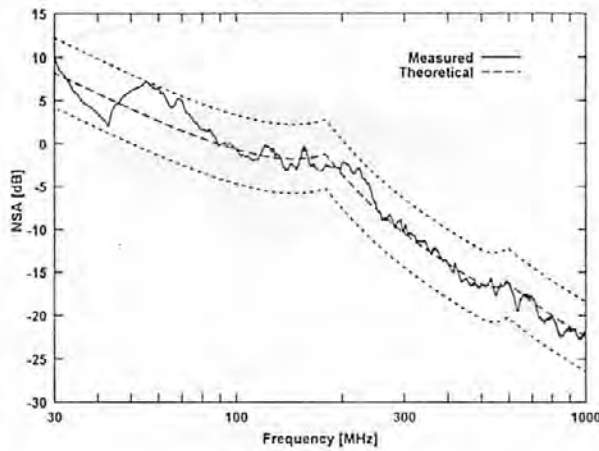
全測定周波数範囲(30~1000MHz)を数バンドに分け、各バンド毎に最大受信レベルが得られるテストアンテナの高さを予め調べておき、バンド毎にテストアンテナの高さを固定して測定する。

測定はスペクトラムアナライザ(アドバンテスト(株)製 R3371A)を最大値保持モードにし、バンド毎に回転台を1回転して行う。対策測定での受信選択度バンド幅は 120kHz、検波モードは尖頭値検波である。ただし、規格¹⁾では充電時定数 1ms に対して放電時定数を 550ms と大きくとった準尖頭値(Quasi Peak)型検波器の使用が規定されている。

スペクトラムアナライザのような周波数掃引式の受信機を準尖頭値モードで使用する場合、検波器の充電および放電時間中に受信周波数が大きく変化しないように、受信周波数の掃引速度を極めて遅くする必要があります。



(a) 水平偏波



(b) 垂直偏波

図2 電波半無響室のNSA特性

(送信アンテナ高さ 1m, 送受信アンテナ間距離 10m)

ある。しかし、これでは 30~1000MHz という広い周波数範囲の測定を現実的な時間で行うことはできない。このような理由から、全周波数範囲を測定する対策測定では尖頭値を測定し、個別周波数を測定する評価測定では準尖頭値を測定する。

なお、デジタル回路のクロックの高調波のようにコヒーレントなノイズでは準尖頭値と尖頭値は一致するが、インコヒーレントなノイズでは準尖頭値は尖頭値より低くなる。図3に対策測定の測定例を示す。

対策測定の結果、放射 EMI レベルが許容値を超える可能性のある周波数があった場合、その周波数について次の評価測定を行う。

(B) 評価測定

前述のように準尖頭値は尖頭値と等しいかそれより低い値をとるので、機器の規格適合性を判定するだけなら、原理的には尖頭値が許容値を超えた周波数を個別に選び、それらについてのみ準尖頭値の測定を行えばよい。これが評価測定である。

評価測定では指定された個別の周波数毎に受信レベルが最大となる供試機器の方位角とテストアンテナの

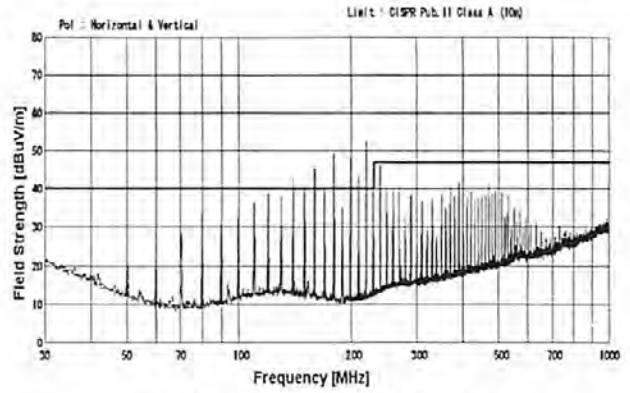


図3 放射 EMI 対策測定の測定例

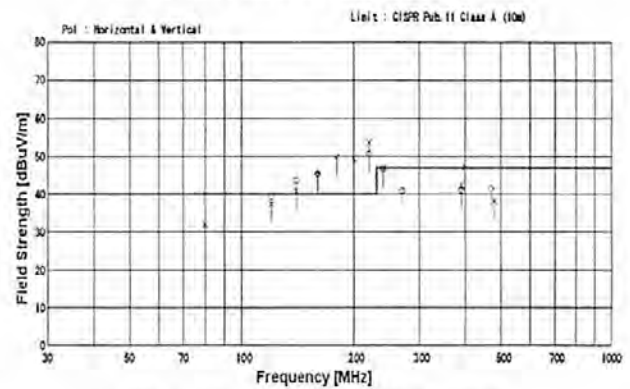


図4 放射 EMI 評価測定の測定例

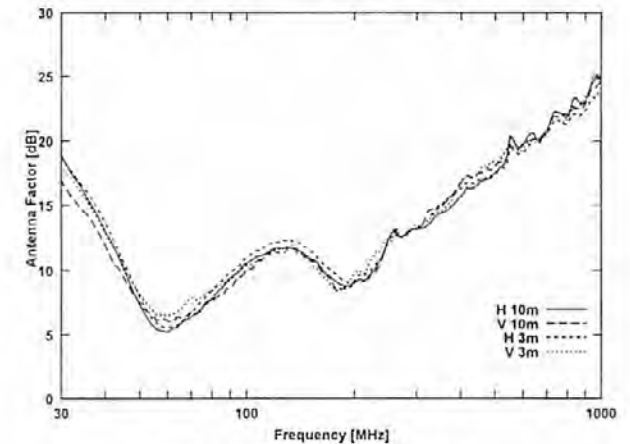


図5 広帯域テストアンテナ (Chase CBL6111A)のアンテナ係数

高さを探査し、電界強度計(ローデ&シュワルツ製 ESS)を使用して受信選択度バンド幅 120kHz での準尖頭値を測定する。準尖頭値の測定値が 1 点でも規格限度値を越えていれば供試機器は不合格となる。図4に評価測定の測定例を示す。

(4) テストアンテナの特性評価

放射 EMI 測定に関する規格¹⁾は、テストアンテナの特性を定期的に確認することを義務づけている。そこで当研究所では民間のオープンサイトを利用し、標準サイト法³⁾によるテストアンテナの特性評価を実施している。図5に標準サイト法により測定した EMI 測定用広帯域アンテナ(Chase 社製 CBL6111A)のアン

テナ係数を示す。

3. 放射イミュニティ試験用設備

(1) 放射イミュニティ試験

放射電磁界イミュニティ試験は放射ノイズに対する機器のイミュニティを調べる試験である。この試験では、図6に示すように電磁界発生用アンテナから一定距離(通常3m)離れた供試体設置エリア内において電界強度が均一であることが要求されている。また、試験室の外に電波が漏洩しないよう、試験室は厳重にシールドされている必要がある。

当研究所では放射電磁界イミュニティ試験用に電磁波シールド室の6面の内壁を格子型フェライト電波吸収体で覆った電波全無響室を設置している。電波全無響室内では床・壁・天井の電波吸収体により定在波が抑制され、均一な電界が得られる。表2に当研究所の電波全無響室の主な仕様を示す。

なお、当研究所の電波全無響室について、図7に幾何光学的手法により電界強度分布を計算した結果を示す。フェライト電波吸収体を使用した電波全無響室では、高い周波数ほど電界強度が不均一になる傾向が見られるが、試験規格に定められた電界均一性を満足する試験環境が実現されている。

(2) 放射パターンの簡易測定

当研究所の電波全無響室は放射電磁界イミュニティ試験において均一電界を得る目的で設置したものであるが、測定にも利用できる。その一例として、図8にアンテナの指向性(放射パターン)を測定した結果を示す。この測定では、電波全無響室内において電波の反射が抑制されており、送信側アンテナからの直接波のみが受信されることを利用している。

(3) 電磁波シールド効果の測定

不要な電磁波を遮断する為に用いられる電磁波シールド材は、電気・電子機器内部や測定室、工場、病院等様々な場所で使用されている。近年、樹脂を主成分

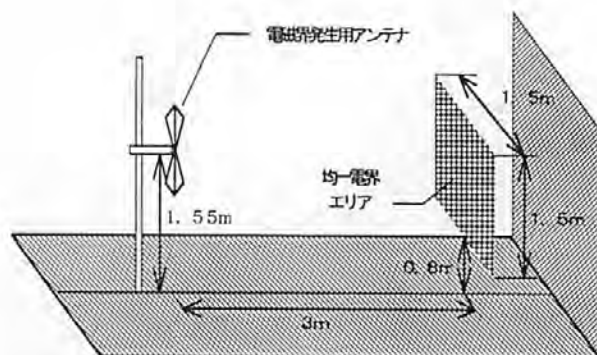
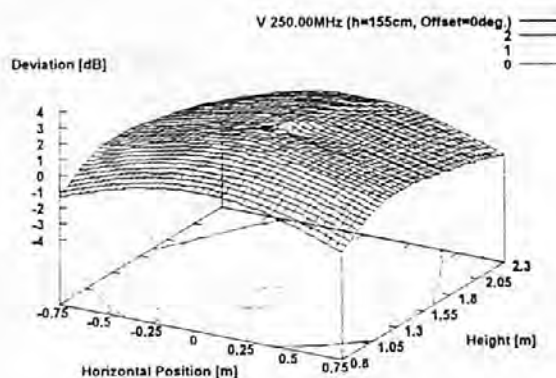
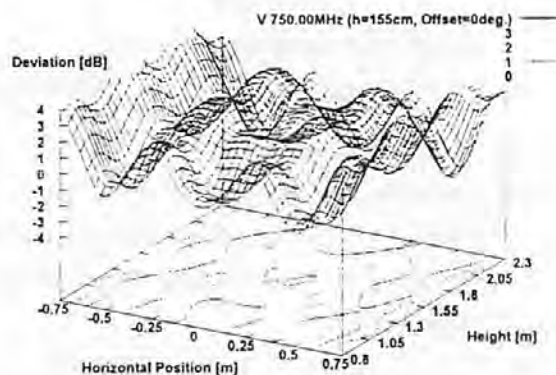


図6 放射電磁界イミュニティ試験における電界均一エリア



(a) 垂直偏波 250MHz



(b) 垂直偏波 750MHz

図7 電界均一エリアの電界強度分布(計算値)

表2 当研究所の電波全無響室の主な仕様

項目	仕様
対応規格	IEC61000-4-3
内寸	7.8m(L)×4.2m(W)×4.0m(H)
搬入口	2.0m(W) × 2.1m(H)
回転台直径	2.0m
回転台最大荷重	150kg
アンテナ昇降範囲	1.00m～2.00m
シールド性能	100dB 以上(30-1000MHz)

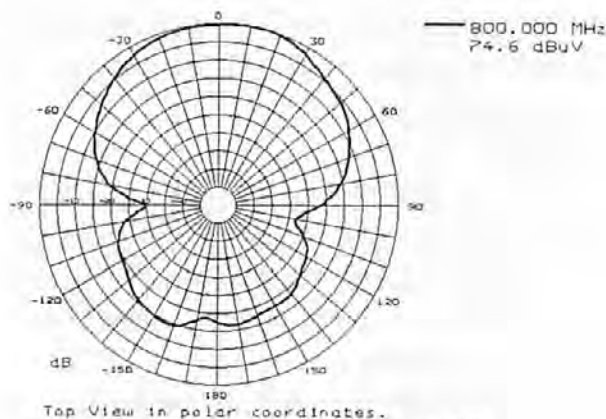


図8 対数周期アレーアンテナの指向性の測定例(水平偏波 800MHz)

とする複合材料や薄膜技術の応用による透明素材、メッキ技術の応用による繊維素材等の新しい素材を利用したものも多数開発されている。電磁波シールド材の性能は、入射エネルギーと透過エネルギーの比であるシールド効果で表されるが、シールド材の使用場所が電波の放射源に近い場合には近接界シールド効果、放射源から遠い場合には遠方界シールド効果を用いなければならない。ここでは、電波全無響室を利用した遠方界シールド効果の測定法を紹介する。

図9に周波数1.5GHzにおける遠方界シールド効果の測定状況を示す。本測定は、電波全無響室の中央に木枠に装着した77cm×120cmの試料を配置し、2つの同等なホーンアンテナをそれぞれ試料から50cmの距離を隔てて対向させ、トラッキングジェネレータ付きスペクトラムアナライザを用いて計測した。図10に測定結果を示す。上部のトレース曲線が試料が存在しないときの受信レベルであり、下部のトレース曲線が試料を配置したときの受信レベルである。1.5GHzにおけるレベル差を見ると約28dBであり、これを試料のシールド効果とした。

図10において、試料が存在する場合のトレース曲線に凹凸が見られることから、電波の壁面反射、あるいは試料縁端からの回り込みが無視できないことがわかる。壁面反射は、電界ベクトル回転法、空間定在波法、ショートパルス法、タイムドメイン法、位相合成法等を用いればその影響を取り除くことが可能であり、現在検討中である。また、電波の試料縁端からの回り込みは、測定周波数が1.5GHzの場合は200cm角以上の試料を用いればその影響を無視できるものと考えられている。

4. おわりに

近年、携帯電話サービスが爆発的に普及したように、今後は2GHz帯、5.3GHz帯を用いる無線インターネットや、2000年から適用される2.4GHz帯、5.2GHz帯を用いる無線LANが急増の兆しである。高周波無線利用が活発化すると、その無線エネルギーが電気・電子機器に与える影響や、電気・電子機器から発生するノイズが通信障害を引き起こす問題が生じる為、1GHzを超える周波数におけるイミュニティ試験やEMI測定の必要性が高まるものと考えられる。さらには、高周波無線利用に供する家電製品に埋め込むアンテナや、高度道路交通システムを利用するアンテナの開発、また無線利用の過密化がもたらす混信、漏話等の通信干渉を回避する為の電波吸収体の開発も今後さらに活発

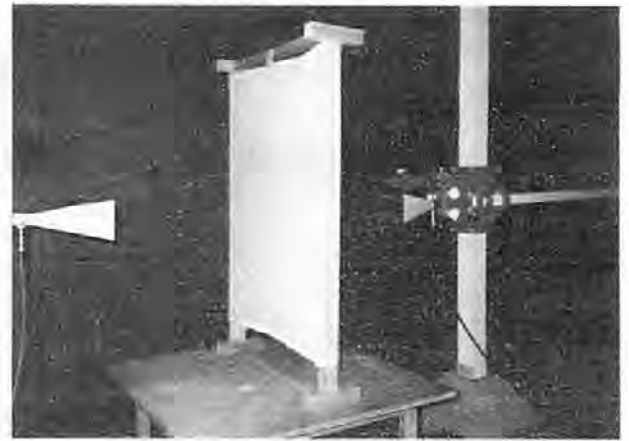


図9 遠方界シールド効果測定

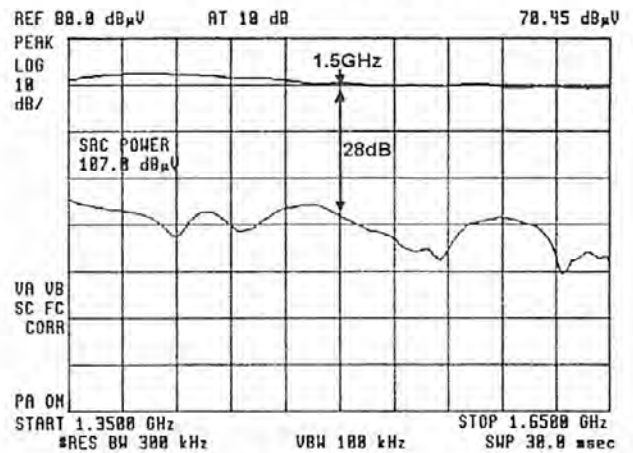


図10 シールド効果測定例

化することが予測され、それらの特性を測定できるマイクロ波電波暗室等の設備を設置する必要性も高まっている。

参考文献

- 1) CISPR Publication 16-1: Specification for radio disturbance and immunity measuring apparatus and methods - Part 1: Radio disturbance and immunity measuring apparatus, (1988)
- 2) ANSI C.63.4-1992: American National Standard for Methods of Measurement of Radio-Noise Emissions from Low-Voltage Electrical and Electronic Equipment in the Range of 9kHz to 40GHz
- 3) ANSI C.63.5-1988: American National Standard For Calibration of Antennas Used for Radiated Emission Measurements in Electromagnetic Interference (EMI) Control
- 4) IEC 61000-4-3: Electromagnetic compatibility (EMC) - Part 4: Testing and measurement techniques - Section 3: Radiated, radio-frequency, electro-magnetic field immunity test, 1995-03
- 5) 橋本 修: 電波吸収体入門, 森北出版, (1997)

ステンレス鋼製熱交換器における孔食の原因解析

Pitting of Heat Exchanger of Stainless Steel

塚原 秀和 *
Hidekazu Tsukahara

佐藤 幸弘**
Yukihiro Sato

(2000年7月10日 受理)

キーワード：孔食，熱交換器，蛍光X線分析，X線回折分析，ポテンショスタット，アノード分極試験

1. はじめに

昨今，環境問題に関する気風が高まってきており，工業的見地からみても，低公害製品，環境に優しい材料の開発，リサイクルなど様々な面での技術開発が行われている。そのような中，エネルギーの有効利用，省エネルギー化という方面からのアプローチも行われており，排ガス熱交換器もそのような観点から利用されている。

熱交換器は，ステンレス鋼製熱交換エレメントの外部に高温の排気ガスを，内部に水を流すことによって温水を得るものである。本事例ではこのステンレス鋼製のエレメントに錆が発生し，孔食が生じた。再度，同様な腐食が生じないためには，原因解明が不可欠である。このような事例の原因解明のためには，材料の性質のみならず，使用環境や設計構造，環境中での金属の腐食挙動についても知る必要があり，これらすべての状況を含めて解明していくことが必要になってくる。

2. 腐食の状況

表1に孔食を生じたエレメントの成分分析結果を示す。鋼種はフェライト系ステンレス鋼であり，規格を十分満足しており，成分的に問題はなかった。エレメントは図1のような構造で，2枚のステンレス鋼を袋状に溶接してあり，外部には上から下の方向に高温の排気ガスを流し，内部には下方から上方に水を流す形状となっている。排気ガス温度は上方で450℃，下方で200℃となっており，温水温度はIN側で85℃，OUT側で95℃となっている。孔食が生じたのはIN側の下方に当たる部分である。

* 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

表1 エレメント材の化学成分(mass%)

	C	Si	Mn	P	S
材質	0.007	0.55	0.18	0.027	0.007
	Cr	Mo	Nb	N	
	18.39	0.50	0.28	0.015	

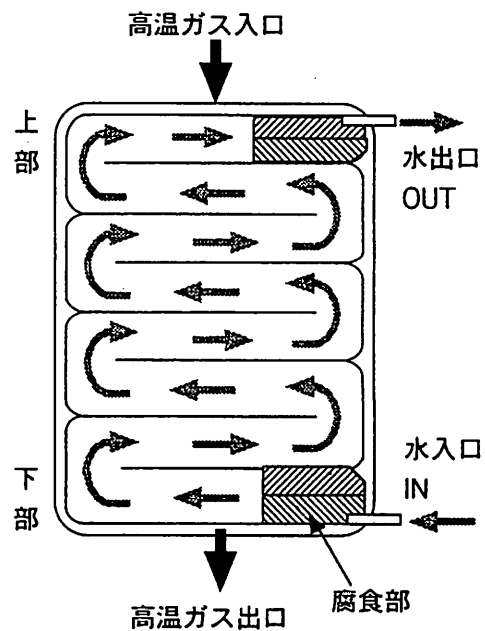


図1 エレメントの構造

今回試料として採取したのは，図1における斜線のエレメント入り口の上側と下側（以下 IN 上，IN 下と呼ぶ）と出口の上側と下側（以下 OUT 上，OUT 下）の部分である。エレメントを切断し，内面を観察したところ，水が流れる部分にはかなり多くの析出物が詰まっていた。熱交換器エレメント内におけるスケールの発生は，適度ならば耐食性の向上に効果があるが，過度に発生すると水の流れの妨げになるほか，熱伝達の障害，エレメント自体の加熱，腐食の促進を引き起こし，さらにはスケールの剥離，飛散，堆積にとまら

て腐食発生の原因になることがある¹⁾。今回、腐食の原因として、この被膜に注目し観察、分析を行った。

このエレメント内面各部分にはそれぞれ特徴的な被膜が生じていた。図2にその状況を示す。それぞれの部分での被膜の付着状態を膜厚、その一様性に注目して表2に示す。

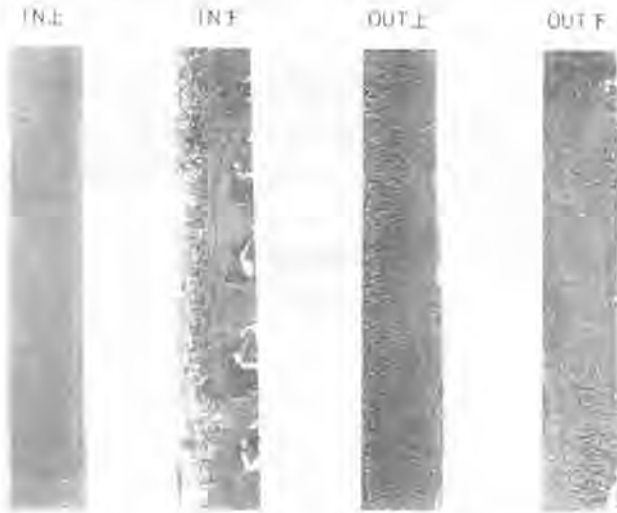


図2 エレメントの内面状態

表2 被膜の付着状況

	場所	膜厚	膜の状態
温度高い ↑↓ 温度低い	OUT上	非常に厚い	表面粗い、均一
	OUT下	厚い	"
	IN上	薄い	表面なめらか、均一
	IN下	"	付着不均一

エレメント温度が高いほど析出が多く、膜厚が厚くなる傾向にある。OUT側の被膜はかなり厚いものになっているが、剥離し易い状況にあり、IN側の被膜は薄いものの母材に密着して付着しているのが特徴である。また注目すべき点は孔食の生じたIN下のみが膜の付着が不均一であるということである。循環水流入部であることや、温度が低い部分であることなどが原因と予想される。

3. 被膜の分析

各試料片における被膜の蛍光X線分析結果を表3に示す。蛍光X線分析には理学電機工業製 RIX3000を用い、Rh管球、管電圧50kV、管電流50mAでF-Uの元素範囲で測定を行った。被膜の主要元素はCaであり、Si、Zn、Cu、Fe、Mgも次いで強い強度で検出されている。

Ca、Si、Mg、Al、Sr、K、P、S等の元素は使用した循環水から、Fe、Cr、Mnは母材から、Cu、Znは熱交換器に接続されている銅合金製の水道管やめっき成分などからのものと考えられる。また、孔食の生じたIN下側の部分からのみClが強く検出されており、塩素イオンによって、孔食が促進されたものと予想される。

表3 蛍光X線分析結果

IN上	Ca, Si, Zn, Mg, Fe, Cu, S, P, Mn, Al, Sr, K
IN下	Ca, Zn, Fe, Si, Cu, Mg, S, P, Al, Mn, Cr, Cl, K, Sr
OUT上	Ca, Zn, Si, Fe, Mg, Cu, P, S, Mn, Al, Sr, K
OUT下	Ca, Zn, Fe, Si, Cu, Mg, P, Cr, S, Al, Mn, Sr, K

つぎに、各試料片の被膜をX線回折で構造解析を行った。その結果を表4に示す。測定は理学電機工業製 RINT1500により行い、Cu K α 線を用い、管電圧40kV、管電流150mAで、モノクロメーターを使用した。表4のように、全ての試験片から強い強度で炭酸カルシウムのピークが検出された。IN側上下部分には微量成分として硫酸カルシウム、SiO₂も検出されている。また、各部分から、非常にブロードなピークながら、鉄、亜鉛の腐食生成物らしきピークも検出されている。

表4 X線回折分析結果

IN上	CaCO ₃ , CaSO ₄ · H ₂ O, SiO ₂	鉄, 亜鉛の 酸化物
IN下	CaCO ₃ , CaSO ₄ · H ₂ O, SiO ₂	
OUT上	CaCO ₃	
OUT下	CaCO ₃	

これらの分析の結果、熱交換器内部に発生した被膜は、腐食生成物の酸化鉄や亜鉛などを含んだ、炭酸カルシウムを主成分とする被膜であることが分かった。

4. 循環水の分析

循環水の水質分析結果を表5に示す。比較対照として、泉北²⁾と鉄鋼業種用途³⁾の工業用水の1例を示す。分析結果によると循環水中の硬度が非常に高いことがわかる。これは、水の含有成分、特に炭酸カルシウムが、循環使用にあたり濃縮されたためと考えられる。この水の成分において、Langelierの式⁴⁾によって飽和指数を求めると2.6の数値が得られる。この材料の

表5 循環水の水質分析結果

	循環水	泉北	鉄鋼業
PH	8.80	6.7	7
電気伝導率 ($\mu\text{S/cm}$)	814	162	—
蒸発残留物 (mg/l)	446	—	200
Mアルカリ度 (CaCO_3 mg/l)	330	24	100
Pアルカリ度 (CaCO_3 mg/l)	22	—	—
全硬度 (CaCO_3 mg/l)	179	29	100
塩化物イオン (mg Cl^- /l)	80	15	50
りん酸イオン (mg PO_4^{3-} /l)	0.19	—	—
温水温度 入口/出口 ($^{\circ}\text{C}$)	85/90	—	—

ように、数値が正の場合は材料上に保護被膜を形成し易い状況にあると判断できる。したがって、この事例の過度の被膜生成の原因には、使用していた循環水の水質が重要な影響を与えていることが分かる。

5. 腐食試験

試験分析ではポテンシostatを用いた分極試験により母材、被膜の腐食特性の評価を行った。また、試験片は薄板であり被膜が付着している状態のままでの試験を行う必要があったため、熱硬化性樹脂に埋め込まずに、図3のような試料ホルダーを作製して試験極とした。試験条件は試験温度を30 $^{\circ}\text{C}$ として、通気を行い、掃印速度を毎秒2mVに設定した。以下すべて分極図は縦軸に照合電極に対する試験極の電位を、横軸に腐食電流密度をとってある。

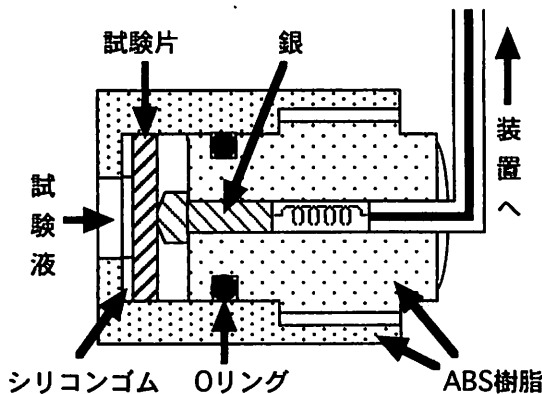


図3 試験用試料ホルダー

(1) 循環水の電気化学的評価

使用されている循環水とエレメントに用いられてい

たステンレス鋼を用いて、アノード、カソード分極試験をそれぞれ行った。各々の試験につき比較対象として、蒸留水に炭酸カルシウム100ppmを添加した液と硫酸イオン、塩化物イオン、炭酸イオンを各100ppm含んでいる合成水 (JIS K 2408 試験水) を試験溶液に用いて試験を行った。ただし炭酸カルシウム水は炭酸カルシウムの溶解度が小さいために完全に溶解せず白濁している状態にある。

図4にアノード分極試験結果を示す。図から明らかに循環水は他の液に比べて、同電位において高い腐食電流値を示した。したがって、この循環水は高い腐食性を持っていることが分かる。

図5にカソード分極試験結果を示す。アノード分極

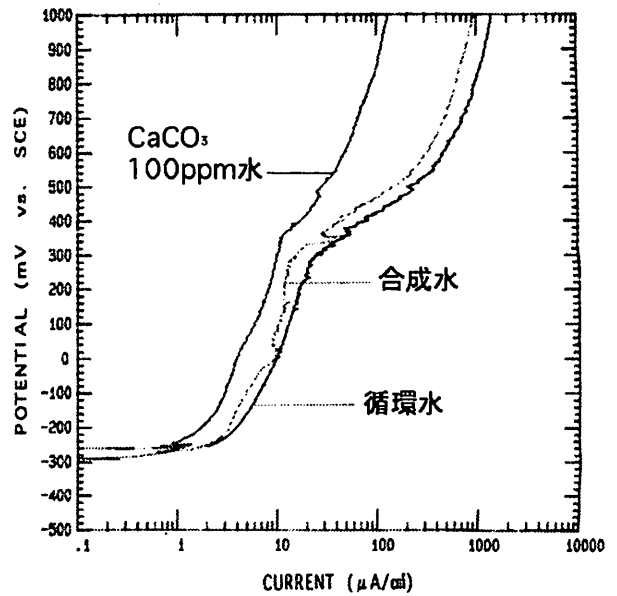


図4 循環水によるアノード分極試験結果

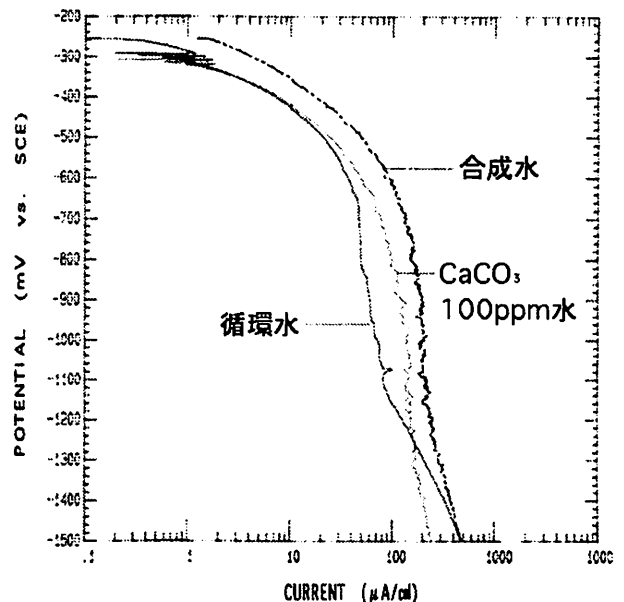


図5 循環水によるカソード分極試験結果

時とは逆に、循環水での腐食電流量が小さく、腐食性が最も小さい結果を示した。この循環水による試験後の試料極には被膜が生成されており、その表面を X 線回折で調べたところ炭酸カルシウムの被膜の存在が確認された。これらの結果から、循環水は炭酸カルシウム被膜を非常に生成しやすい状況にあり、その被膜の生成により当初良好な耐食性を示すが、その被膜が破壊もしくは欠陥が生じると、腐食を生じやすくなり、被膜のある部分とない部分とで局部電池状態が生じ、その面積比が大きいために急激に欠陥部分が腐食していくものと考えられる。

(2) 被膜の耐食性

IN 上, IN 下, OUT 上, OUT 下の各試料において被膜が付着した状態のまま分極操作を行い耐食性を評価した。その結果を図 6 に示す。試験溶液として合成水を用いた。また、比較のために被膜を除去したステンレス鋼母材での試験結果も図中に示した。結果では IN 側と OUT 側とで明瞭に異なる挙動が見て取れる。

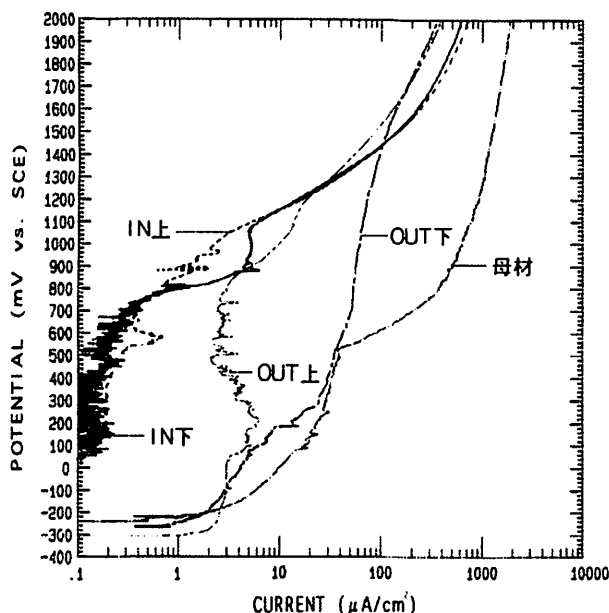


図 6 被膜の差による分極特性の違い

炭酸カルシウム被膜が厚く、粗い付着をしている OUT 側は、薄くほぼ一様に付着している IN 側よりも腐食されやすい傾向にあり、母材と比較すると分極曲線全般で良好な耐食性を示しているが、自然電位に関してはほぼ大差ない状況にある。OUT 側の厚い被膜では、過度な被膜の付着により、被膜の密着性が悪化している。そのため、液が母材表面まで浸入し、腐食が生じていることが考えられる。実際に OUT 側の元素材の被膜を除去した後はスポット的に腐食跡が認められた。

それに対して、IN 側は高い電位まで被膜が保護被膜としての役割を示し、腐食電流は小さく、母材に対しては常に良好な耐食性を示している。これは IN 側の温度が低いために適度に被膜が生じたためと考えられる。試験試料のうち、IN 下側のみは被膜の付着している部分としていない部分を両方含んだ状態で測定しており、自然電位状態から激しい電流値の振れを見せている。これは激しい孔食が起こっていることを示唆している。

ここで、IN 下の被膜のある部分とない部分とを分けて分極試験を行った。被膜なし部分はその箇所を採取したが、被膜ありの部分は被膜の付着している部分のみを残して周囲を樹脂で固めて試験試料とした。図 7 にその結果を示す。被膜ありの部分が被膜なしの部分に対して自然電位が非常に高く、腐食電流値にも差が生じている。このことが腐食要因であり、この電位差により被膜のある部分がカソード、ない部分がアノードとなり腐食が激しく進行したのと考えられる。

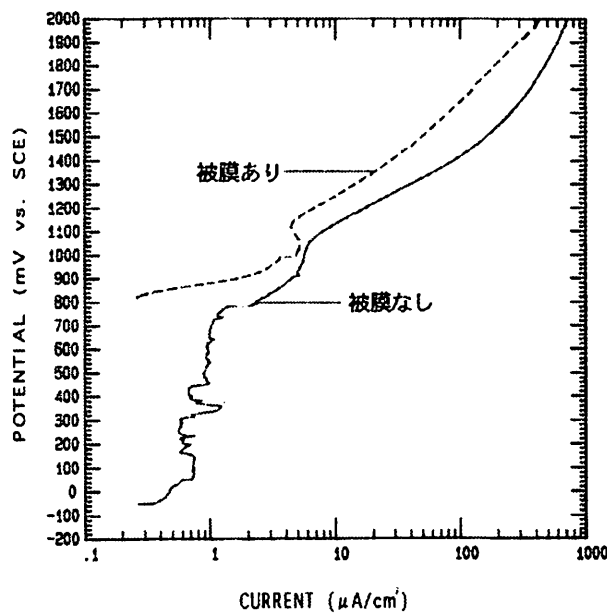


図 7 被膜の有無による分極特性の違い

6. おわりに

今回の腐食の原因は炭酸カルシウムを主成分とした被膜が付着し、その不均一性によってカソード部分にあたる被膜付着部とアノード部分にあたる欠陥部において、局部電池状態、隙間腐食などが激しく進行したためであることが分かった。したがって、この事例の孔食発生要因としては、使用していた循環水の腐食性が高い上に、炭酸カルシウム濃度が高いなど使用に適切でなかったこと、使用環境が高温であり、析出物の量が多く、欠陥が生じ易かったこと、腐食部分にあ

る箇所が流れにより被膜の剥離の激しい水の入り口であったことなどが関連しているものと考えられる。これらの原因をふまえた上で、今後腐食を防ぐ対策としては、使用する前段階での循環水の調整が必要である。それには、PH 値の調整、スケール生成を抑制するインヒビターの注入、循環水中の炭酸カルシウム濃度を低下させることなどが有効な方法としてあげられる。

参考文献

- 1) (社)日本防錆協会編, 最新防錆防食技術の実際, (1985)
- 2) 谷下市松, 大塚誠之, 吉永直一, 桜堀 進 編, 蒸気ボイラ, 共立出版, 413(1958)
- 3) ユーリックレヴィー著, 岡本 剛 監修, 松田誠吾, 松島 巖 共訳, 腐食反応とその制御, 377(1974)

アルミニウムドロス中の金属アルミニウムの簡易分析

Simplified determination of Aluminum in Aluminum Dross

石島 悌*

Dai Ishijima

(2000年7月10日 受理)

キーワード：アルミニウム、ドロス、簡易分析、電磁気的手法

1. はじめに

アルミニウムの溶解時には、介在物やガスなどの不要な成分の除去を目的として溶湯処理が行われる。この工程において、溶湯残渣であるアルミニウムドロスが発生する。除滓されたアルミニウムドロスには、金属アルミニウムが多く含まれている。アルミニウムドロスから金属アルミニウムを搾って回収した残りはアルミ残灰と呼ばれ、これは管理型の産業廃棄物処分場に埋め立て処分されることが多い¹⁾。

アルミニウムは、リサイクル向きの材料として注目を集めている。これは、アルミニウム再生塊の製造に要するエネルギーが新塊を製造する場合の3%で済むからである。しかし、スクラップから再生塊を製造するときに発生するアルミニウムドロスの量は、新塊の製造時よりずっと多い。このため、アルミニウムのリサイクルが進むほど、アルミニウムドロスをどのように処理するかが問題となってくる。すなわち、アルミニウムドロスの発生そのものを抑えること、処分しなければならないアルミ残灰を無害化すること、アルミニウムドロスの有効利用を図ることが課題となっている²⁾。

アルミニウムドロスは鉄鋼用の造滓剤や脱酸剤として再利用されているが、さらに有効活用を図るためには、その組成を調べて、ユーザの要求にあう品質で安定供給できる仕組みが必要である。アルミニウムドロスの組成は、自由に制御できるものではないため、その組成を分析することが重要である。また、アルミニウムドロスが鉄鋼製造向けに再利用される場合は、主にアルミニウムドロス中の金属アルミニウムが有効成分となることが多い。このため、アルミニウムドロス

中の金属成分を分析することが特に重要である。

従来、アルミニウムドロス中の金属アルミニウムを分析するには、臭素メタノール分解法が使用されてきた。この方法の欠点は、長時間の作業が要求されることと、一度に分析できる量が少ないことである。このため、大量のアルミニウムドロスの分析を行おうとすると、サンプリング処理が欠かせないが、アルミニウムドロスの性状は一様でないため、結果として分析精度が悪くなってしまう。

これらの理由から、大量のアルミニウムドロスを、多少精度は悪くても、誰でも簡単に、かつ短時間で分析できる簡易分析法の開発が望まれている。

通常、物質の組成を分析するには化学的処理が欠かせないが、試薬を用いた場合、反応時間を短くすることには困難がある。そのため、電気的な手法であるまったく別のアプローチをとることにした³⁾。

分析したい物質が、金属や誘電体、あるいは高い透磁率などの電氣的に調べることのできる性質を持っていると、その物質を電場あるいは磁場中に配置すれば、その影響が元の電場あるいは磁場などの変化としてただちにあらわれる。電気的な方法を用いたさまざまな分析装置では、この現象を応用して短時間で分析が行えるのが普通である。そこで、これらの分析装置で用いられている方法を応用、あるいは発展させてアルミニウムドロス中の金属アルミニウムの検出を検討した。

2. 測定原理

アルミニウムドロスは、金属アルミニウムなどの導電体と酸化アルミニウムや窒化アルミニウムなどの絶縁体の混合物である。ドロス中の導電体には、金属アルミニウム以外に金属マグネシウムなどが存在する場合もあるが、これらの金属アルミニウム以外の導電体は、金属アルミニウムより含有率がずっと低い。そこ

* システム技術部 電子計測グループ

で、ドロス中の導電体の含有率を測定することができれば、その含有率は金属アルミニウムのそれに十分近い値であるといえる。

ある物質中の導電体と絶縁物の比率は、その物質中の導電体が一種類であれば、その物質の導電率を測定すれば簡単に求めることができる。たとえば、導電率が σ の導電体と絶縁体を混合した物質全体の導電率が σ_{total} であるとする、導電体の含有率 c は $c = \sigma_{total}/\sigma$ で計算することができる。つまり、アルミニウムドロスの導電率を測定し、それが金属アルミニウムの導電率に近ければアルミニウムドロス中の金属アルミニウムの含有率は高く、逆に導電率がゼロに近ければ含有率は低いということになる。

しかし、測定の対象としているアルミニウムドロスは粒状あるいは粉状であり、これにそのまま電極を取り付けて導電率を測定することは困難である。このため、非接触でアルミニウムドロス中の導電体の比率を調べる方法を検討した。

非接触で導電率を調べる方法には、電磁誘導を用いる方法が知られている⁴⁾⁵⁾。これは、交流磁場中に導電体を配置すると、その導電体中に電流が流れることを応用したものである。

図1に示すように、半径 r 、高さ h 、導電率 σ の円柱状の導電体を交流磁場 B 中に配置すると、導電体内部には、誘導電流 I が流れる。この電流は B に垂直な円状に流れるのでうず電流と呼ばれる。

ここで、磁場 B の周波数が f で振幅が B_m とすると、この電流 I は時間 t の関数として

$$I = \frac{2\pi f r^2 h B_m \sigma}{4} \cos 2\pi f t \quad (1)$$

と書ける⁶⁾。ただし、 $B = B_m \sin 2\pi f t$ である。また、この電流は、 B と反対向きの磁場 B' を作り、元の磁場を弱める性質を持つ。そこで、このうず電流 I 、または、これが作る磁場 B' を測定すれば、導電率 σ を求めることができる。

ただし、式(1)からも分かるように、交流磁場中に配置した導電体の寸法が小さいとうず電流は急激に小さくなる。このため、このうず電流をもちいた導電体の特性測定は、一般的にはアルミニウムドロスのような粒状あるいは粉状の物質にはあまり使われていなかった。そこで、今回は磁場の周波数をできるだけ高くし、さらに電気回路的に感度を高める工夫をした。

3. 測定方法

測定には、図2に示す回路を用いた。図2のコイル L_1 と L_2 は、図3のように、内径36mm、外径40mmの

アクリルパイプに直径0.3mmのエナメル線を10ターンずつ巻いたものである。コイル L_1 とコイル L_2 の間隔は10mmである。

図2の回路を用いてコイル L_1 に電流を流すと、アクリルパイプ内に交流磁場が発生する。この磁場はコイル L_2 と鎖交しているため、 L_2 には磁場の大きさに比例した誘導電力が発生する。つまり、コイル L_2 の両端電圧 V を測定することは、間接的にアクリルパイプ内の磁場の大きさを測定することになる。

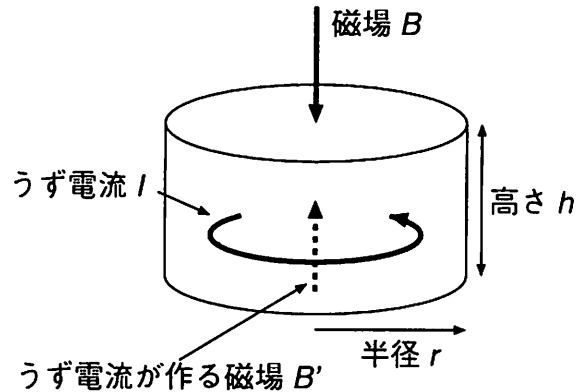


図1 交流磁場中に置かれた導体に誘導されるうず電流

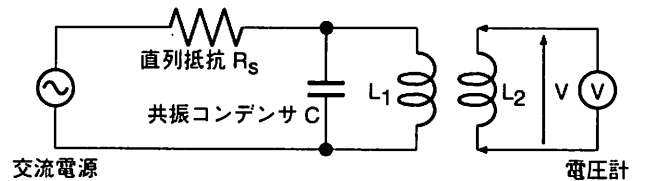


図2 測定に用いた回路

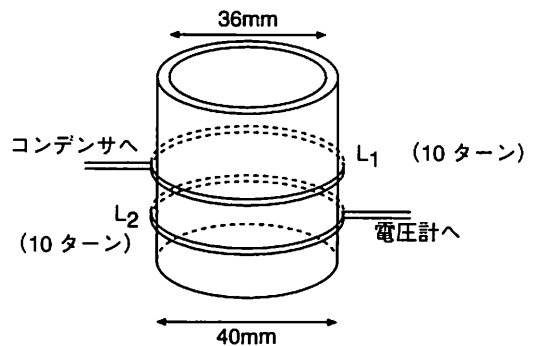


図3 測定に用いたコイル

実際の測定では、アクリルパイプ内が空のときのコイル L_2 の電圧 V_1 と、パイプ内に試料を配置したときの電圧 V_2 を記録する。そして、これらの電圧の変化率 $\Delta V = (V_1 - V_2)/V_1$ を求める。仮にパイプ内に導電体が存在しなければ、うず電流は0であり、パイプ内の磁場は変化しない。このとき、 V_2 と V_1 は等しくなり、 ΔV は0となる。逆に、パイプ内に導電体が多く存在すれば、多くのうず電流が流れ、パイプ内の磁場が弱められる。磁場が弱くなると V_2 が小さくなるので、 ΔV は大きくなる。つまり、 ΔV は、パイプ内の導電体の量に応じて変化するといえる。

コイル L_1 に接続しているコンデンサ C は、並列共振回路を作るためのものである。この並列共振回路の共振周波数を交流電源の周波数と一致させると検出感度が向上する。

また、この測定方法は、電圧を記録するだけで行えるので、きわめて短時間に分析ができ、また人間の介入しない自動化システムの実現も容易である。このため、この方法を用いれば、大量のアルミニウムドロスを自動的に短時間で分析できる装置を作成することも可能であると考えられる。

4. 測定事例

(1) 標準試料を用いた検出

実際のアルミニウムドロスの分析を行う前に、アルミニウムドロスを模した標準試料を用いて、その試料に含まれる金属アルミニウムを電気的に検出できるかどうかを調べた。ここで用いた標準試料は、粉状の金属アルミニウムと酸化アルミニウムを混合したものである。

用いた金属アルミニウムの粒度は $34\mu\text{m}$ 、 $116\mu\text{m}$ 、 $211\mu\text{m}$ の3種類であり、これらの金属アルミニウム粉末を粒度 $4\mu\text{m}$ の酸化アルミニウム粉末と混合した。混合比率は、重量比で20%、40%、60%、80%、100%の5種類である。これらの計15種類の試料をそれぞれ図3のコイル内に配置し、そのときのコイル L_2 の電圧の変化率 ΔV を測定した。共振回路および交流電源の周波数を7MHzとしたときの結果を図4に示す。

図4から、電圧の変化率 ΔV は、金属アルミニウムの含有率が高いほど大きくなり、また、金属アルミニウムの粒度が大きいほど大きくなることわかる。含有率が高いこと、および粒度が大きいことは、アルミニウムドロス中のうず電流を大きくすることなので、この結果は、予想したものと一致する。

また、図4から、それぞれの粒度の含有率と電圧の変化率について検量線を引くことができることわかる。

つまり、電圧の変化率 ΔV は、金属アルミニウムの含有率と粒度の関数であると考えられる。さらに、図4から、あらかじめ金属アルミニウムの粒度が特定できていれば電圧の変化から金属アルミニウムの含有率を求められることがわかる。

ただし、図4の結果では、 $34\mu\text{m}$ は、電圧率の変化が小さく、これについては検出感度が低すぎるということがわかる。そこで、共振回路ならびに電源の周波数を14.1MHzとして同様の測定を行った。結果を図5に示す。この図から、周波数を高くすれば、粒度の小さいものについても検出感度を高めることができることがわかる。これは、式(1)で周波数が高くなるとうず電流が大きくなることと一致する。

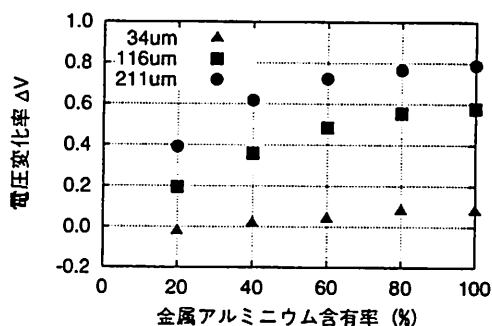


図4 金属アルミニウム含有率と電圧の変化率 ($f = 7 \text{ MHz}$)

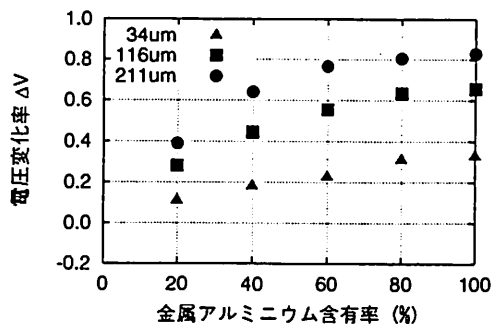


図5 金属アルミニウム含有率と電圧の変化率 ($f = 14.1 \text{ MHz}$)

以上の結果から、電圧の変化率 ΔV は、試料中の金属アルミニウム含有率やその粒度を反映すること、周波数を高くすれば検出感度を向上できることがわかった。そこで、次に、検出感度と測定に用いる周波数の関係を調べた。測定に用いた周波数を変化させた

ときの ΔV の変化を図6に示す。このときの金属アルミニウムの含有率は100%である。

図6において、横軸は周波数であり、実験で使った範囲は5.8MHzから17.3MHzである。それぞれの周波数で用いたコンデンサの容量値を表1に示す。また、図3のコイル L_1 のインピーダンスは $8.5\mu\text{H}$ であり、この値とコンデンサの容量から求められる共振周波数と実際の共振周波数は異なっている。これは、コンデンサの容量の誤差や配線の浮遊容量およびインダクタンスが原因であると考えられる。

図6から周波数が高いほど ΔV が大きくなることがわかる。また、その周波数に対する ΔV の変化は、粒度が小さいものほど大きい。このことは、周波数を変化させて ΔV を測定すれば、粒度が推定できることを意味している。

次に、金属アルミニウムの含有率が40%の試料について同様の測定を行った結果を図7に示す。この場合も、全体的に ΔV が小さいこと以外は含有率が100%の場合と同じ結果が得られた。

以上の結果から、複数の周波数で ΔV を測定すると、まず、試料中の金属アルミニウムの粒度を推定できることがわかる。粒度が特定できれば、図4などの結果から金属アルミニウムの含有率を推定できることがわかる。つまり、最低2回の ΔV の測定で、試料中の金属アルミニウムの粒度と含有率が調べられることが期待できる。

この ΔV の測定は、非常に簡単で短時間に行える作業である。また、電圧計の代わりにA/Dコンバータなどを使い、コンピュータを用いて計測すれば、大量の試料の自動測定が可能となると考えられる。

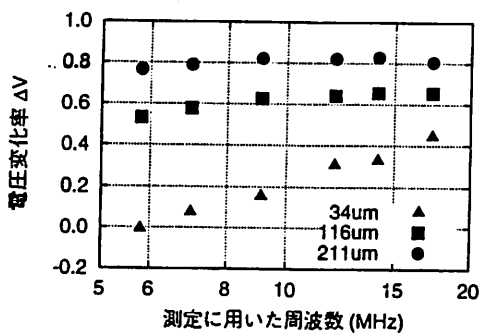


図6 周波数を変化させたときの電圧変化率 (金属アルミニウム含有率: 100%)

表1 測定に用いたコンデンサの容量と共振周波数

容量 C [pF]	共振周波数 f [MHz]	理論値 $(2\pi\sqrt{LC})^{-1}$
5	17.3	24.4
10	14.1	17.3
15	12.0	14.1
33	9.1	9.5
56	7.0	7.3
89	5.8	5.8

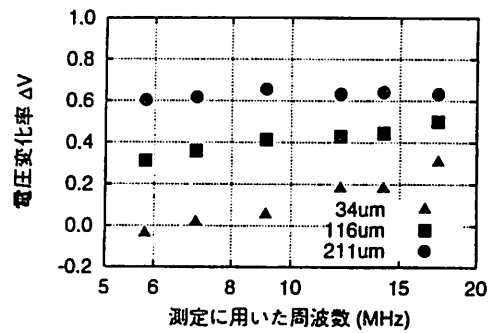


図7 周波数を変化させたときの電圧変化率 (金属アルミニウム含有率: 40%)

(2) 含有率と粒度を求める近似式

標準試料を用いた実験から、コイル L_2 の電圧変化率 ΔV は、金属アルミニウムの含有率 c 、金属アルミニウムの粒度 r 、測定に用いた周波数 f の関数として記述できることがわかった。そこで、 ΔV が c については2次、 r と f については1次の多項式、

$$\begin{aligned} \Delta V(c, r, f) = & a_1c^2rf + a_2c^2r + a_3c^2f + a_4c^2 \\ & + a_5crf + a_6cr + a_7cf + a_8c \\ & + a_9rf + a_{10}r + a_{11}f + a_{12} \end{aligned} \quad (2)$$

で表されると仮定し、上式の係数 a_1, \dots, a_{12} を実験で得られた値を用いて最小二乗法で決定した。

得られた係数 a_1, \dots, a_{12} を使って式(2)をプロットすると、図8および図9のようになる。これらの図から、粒度が小さい場合や金属アルミニウム含有率が低い場合は、式(2)は比較的よい近似であることがわかる。

次に、この式を使って含有率と粒度を推定する方法について考える。2つの周波数で ΔV を測定すると、式(2)で含有率 c と粒度 r を未知数とした式が2つできる。測定に用いた周波数を f_1 および f_2 、そのとき

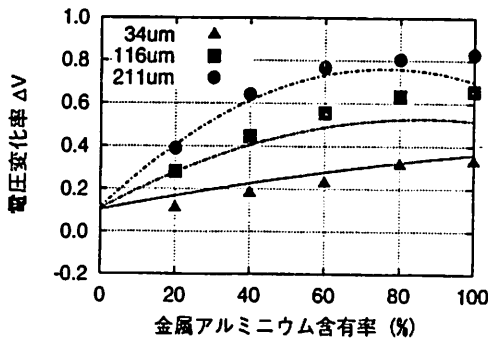


図8 含有率に対する電圧変化率の測定値と近似曲線

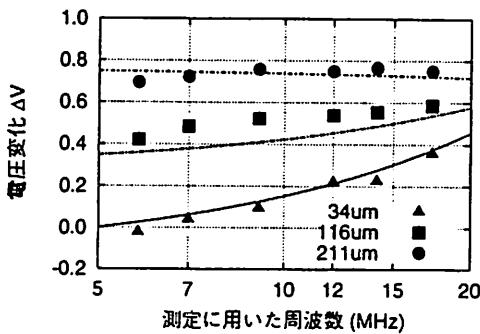


図9 含有率に対する電圧変化率の測定値と近似曲線

の電圧変化率を ΔV_1 および ΔV_2 とすると、これらの式は、それぞれ

$$\begin{aligned} & (a_1 f_1 + a_2) c^2 r + (a_3 f_1 + a_4) c^2 + \\ & (a_5 f_1 + a_6) c r + (a_7 f_1 + a_8) c + \\ & (a_9 f_1 + a_{10}) r + (a_{11} f_1 + a_{12} + \Delta V_1) = 0 \quad (3) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & (a_1 f_2 + a_2) c^2 r + (a_3 f_2 + a_4) c^2 + \\ & (a_5 f_2 + a_6) c r + (a_7 f_2 + a_8) c + \\ & (a_9 f_2 + a_{10}) r + (a_{11} f_2 + a_{12} + \Delta V_2) = 0 \quad (4) \end{aligned}$$

となる。式 (3) と式 (4) の括弧でくくった c および r にかかる係数はすべて定数項であり、未知数は含有率 c と粒度 r である。そこでこれらを c については2次、 r については1次の連立方程式と考えて、 c と r について解けば、含有率 c と粒度 r を求めることができる。測定周波数として7MHzと14.1MHzを用いた場合の結果を表2に示す。

表の各列は、左から試料の金属アルミニウム含有率 c 、金属アルミニウムの粒度 r 、近似式から求めた含有率 c' 、近似式から求めた粒度 r' 、および含有率の真値との差 $c' - c$ と粒度の誤差 $(r' - r)/r$ である。

表2 推定したアルミニウム含有率と誤差

試料		推定値		誤差	
含有率	粒度	含有率	粒度	含有率	粒度
c (%)	r μm	c' (%)	r' μm	(%)	(%)
20	34	2	37	-18	10
40	34	21	40	-19	18
60	34	36	38	-24	13
80	34	73	31	-7	-8
100	34	88	24	-12	-28
20	116	18	127	-2	10
40	116	36	140	-4	21
60	116	46	158	-14	37
80	116	62	156	-18	34
100	116	68	156	-32	34
20	211	17	227	-3	8
40	211	43	202	3	-4
60	211	82	183	22	-13
80	211	85	192	5	-9
100	211	84	198	-16	-6

この結果からアルミニウムの含有率の真値との差は2乗平均値で16%程度であり、粒度の誤差は20%程度であることがわかる。また、表2からは、粒度の誤差が大きいのものは含有率の誤差も大きいことがわかる。これは、まず式 (3) と式 (4) から計算した粒度に誤差があり、その値を元にして含有率の計算をしているからであると考えられる。計算された含有率に誤差が大きいのは、式 (2) の係数を決定するために用いた粒度が3種類と少ないことが原因であると思われる。もっと多くの試料を用いて係数を求めれば、粒度と含有率の双方の推定値の誤差を減らすことができるだろう。

以上の結果から、誤差は大きいものの、電圧の測定という簡単な作業だけで、試料に含まれる金属アルミニウムの含有率と粒度が同時に推定できることがわかった。

(3) 実際のアルミニウムドロスの分析結果

これまでの実験から、誤差はやや大きいものの、非常に簡単な測定で金属アルミニウムの含有率を推定できることがわかった。最後に実際のアルミニウムドロスを用いて同様の実験を行い、従来からの臭素メタノール分解法で求めた金属アルミ含有率との比較を行った。

実験に用いたアルミニウムドロスは 0.84LA, 0.84HA, 3.0HA, 3.0LA の 4種類であり、これを 840 μm , 210 μm , 105 μm の3つのふるいでふるい分け

し、14種類の試料を作成した。結果を表3に示す。

表3の各列は、左から試料名、近似式から推定したアルミニウムドロスの金属アルミニウムの粒度 r' 、含有率 c' 、従来の臭素分解法で測定したアルミニウムドロスの金属アルミニウム含有率 c 、従来法と今回の方法との差 $c' - c$ である。表の試料名の“”の前の数字はふるい分けに用いたふるいの寸法を表しており、“840-”は $840\mu\text{m}$ のふるいの上に残ったものを、“210-840”は $840\mu\text{m}$ のふるいから落ちて $210\mu\text{m}$ のふるいの上に残ったものを、“-105”は $105\mu\text{m}$ のふるいから落ちたものをそれぞれ意味している。

この結果から、含有率についての従来法との差は2乗平均値で18%であることがわかる。模擬試料での推定結果と同様に誤差は大きい、この原因は、やはり近似式の係数を決定するときに使った試料が少ないことによると考えられる。

粒度の推定値は、目の粗いふるいに残ったものについては大きな値が、細かいふるいを通ったものについては小さな値が得られている。この値は、アルミニウムドロス中の金属アルミニウムの平均粒度を反映した値であると思われる。

また、表3に示す結果は、あらかじめふるい分けしであれば、試料105-210:0.84HAと105-210:3.0LAのような例外はあるものの、ある試料と別の試料のいずれの金属アルミニウム含有率が高いかを判定するという目的には使えることを意味している。

5. おわりに

本研究では、電気的な方法を用いてアルミニウムドロス中の金属アルミニウム含有率を測定する方法を検討した。この方法は、交流磁場中にアルミニウムドロスを配置すると、アルミニウムドロス中の金属アルミニウムにうず電流が流れ、その電流によって磁場が弱められることを利用している。実際の測定は、コイルの電圧の変化を読むだけであり、誰でも簡単に、かつ短時間で測定することができる。

測定するコイルの電圧変化は、測定に用いる周波数および試料の金属アルミニウム含有率と粒度によって変化する。実験で測定したこれらの値を近似式に当てはめ、電圧の変化から含有率と粒度を同時に推定する方法を確立した。

実際のアルミニウムドロスを用いた場合、含有率の誤差は±18%程度であり、十分な精度があるとは言え

表3 実際のアルミニウムドロスでの推定値

試料名	推定値			
	粒度 r' (μm)	含有率 c' (%)	従来法 c (%)	誤差 (%)
840-:0.84LA	376	19	29	-10
840-:3.0HA	240	81	70	11
210-840:0.84HA	250	43	54	-11
210-840:0.84LA	309	20	32	-12
210-840:3.0HA	251	38	57	-19
210-840:3.0LA	355	12	22	-10
105-210:0.84HA	110	38	44	-6
105-210:0.84LA	93	29	26	3
105-210:3.0HA	125	35	46	-11
105-210:3.0LA	46	25	13	12
-105:0.84HA	22	62	31	31
-105:0.84LA	22	34	16	18
-105:3.0HA	20	58	20	38
-105:3.0LA	16	26	6	20

ないが、これは、近似式の係数を求めるための試料数が不足しているからであると考えられる。さらに試料を増やして実験を行えば、もっと誤差を小さくできることが期待できる。

最後に、本研究は日本アルミニウム協会の委託研究「アルミドロス中の金属アルミの簡易分析」の一環として進めているものであることを付記し、関係各位に謝意を表します。

参考文献

1. 平成9年度アルミニウムドロスの処理とリサイクルに関する調査研究報告書, 軽金属協会, (1997), 8.
2. 大西 忠一: 軽金属, **46**, (1996), 557.
3. 石島 悌, 浦谷 文博, 薦田 俊策, 山崎 清: 軽金属, **50**, (2000), 276.
4. 小松 伸也, 藤川 辰一郎: 軽金属, **47**, (1997), 170.
5. 新非破壊検査便覧, 日本非破壊検査協会, (1992), 379.
6. 榎本 三治, 金井 兼: わかりやすい電磁気学, (1994), 143.

皮革表面に発生した白い物質の分析

Analysis of White Substance in Leather Surface

佐藤 恭司*

Kyoji Sato

(2000年7月7日 受理)

キーワード：皮革，スピュー，ファットスピュー，ソルトスピュー，ガスクロマトグラフィー，加脂剤，地脂，ウインタリング

1、はじめに

皮革や皮革製品に寄せられるクレームは様々である。皮革や皮革製品に関する情報は繊維製品などと比較すると少なく、発生したクレームに対する誤解が見受けられる。その中で化学的な分析によって成分を明らかにすることが可能で、誤解を解き、発生原因と対処方法を明らかにすることができるクレームの一事例を紹介する。

2、スピュー

カビの孢子に似た粉末状や菌糸状のものが皮革表面に観察され、カビが発生したというクレームが業者や消費者から寄せられることがある。このクレームは特に気温が低下する冬場に多く寄せられる。クレームの革製品を観察すると、革全体に均一に発生したもの、部分的に発生したものなどがあり、衣料用革やバッグなどでは通常白色で、一見するとカビが発生したかのように見える。このようなカビのように見える物質を顕微鏡で観察した結果を図1、2に示す。図1の粉末状に見えるものは、光学顕微鏡で観察すると革表面に開いた微細な穴から絵の具を絞り出したときのように蛇行しながら、革の内部から革表面に出ているように見える。図2の菌糸状に見えるものは、電子顕微鏡で観察すると菌糸のようなものが表面を覆っているように



図1 粉末状スピューの光学顕微鏡写真

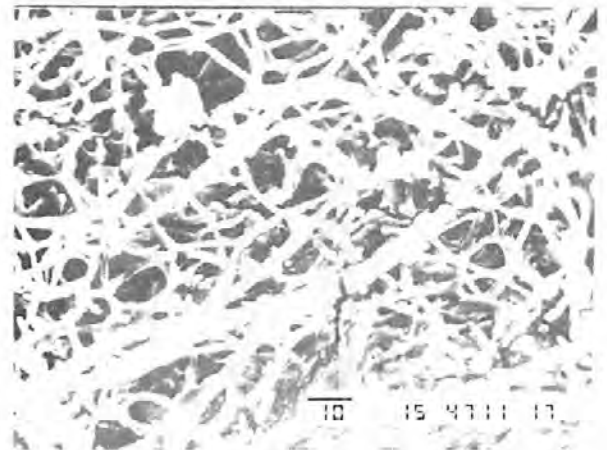


図2 菌糸状スピューの走査型電子顕微鏡写真

* 皮革試験所 製革グループ

見える。これも革表面に開いた多数の微細な穴から連続的に出ており、一部で折れて切断されていることが観察され、このものはある温度以下では脆い性質のものであり、菌糸ではないことがわかる。この物質を加熱したり、有機溶剤を一滴落とすと溶解していったんは消失する。従ってこの物質は比較的に低分子量の有機物であることがわかる。皮革表面に現れるこれらの物質をスピュー (spue) という。これら温度や有機溶媒に対する性質は出現した物質がカビかスピューかを判定する方法にもなっている。このスピューを分析するとワックス、高級脂肪酸、シリコン化合物や石油系パラフィンなどの室温で固体の脂肪が主成分である。これらの脂肪の由来は皮革製造時に柔軟剤として使用される加脂剤中の脂肪と、もともと動物中に存在する地脂の二種類に大別される。動物の地脂中の脂肪酸組成は動物の種類によって固有の組成比を示すことから、スピュー発生原因を明らかにする手段となりうる。さらに図3に羊の革(ウールシープ、毛用種)の例に示すように、背中部分にスピューが偏在する場合がある。羊の皮では脱脂が困難で背中部分に残留しやすい傾向があるために発生しやすい。一方、加脂剤が原因によるスピューの場合は革全体に均一に発生する傾向がある。このようなスピューの発生状態の違いから発生原因を明らかにするときの判断材料の一つになる。

靴を着用中に雨に濡れた後、乾燥したときに主として濡れた部分の外周に発生する白い結晶状のものは先に述べたスピューとは多少外見や感触が異なっている。この場合も白い結晶状のものをスピューと呼んでいるが、加熱や有機溶剤で拭いても消えないで、水に濡らしたあと固く絞った布きれなどで拭くと消える。この場合のスピューの成分は皮革繊維間に存在する塩類が

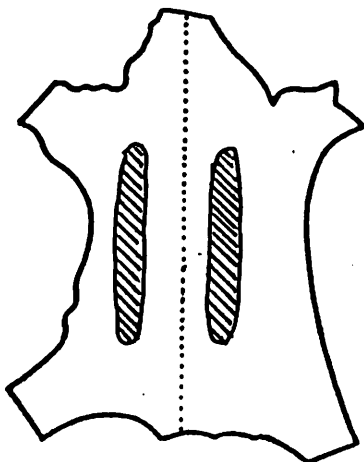


図3 羊革の地脂が原因で発生したスピューの分布

主成分である。これらの塩類は硫酸ナトリウムや塩化ナトリウムなどが主成分で皮革製造工程中で生成または使用されるものが多く、着用中に皮膚表面から分泌される汗の成分も含まれる。前者の油脂類が主成分のスピューをファットスピュー、後者の塩類が主成分のスピューをソルトスピューと呼んでいる。クレームとしてはファットスピューが多く、ソルトスピューに関するクレームは少ない。

その他のスピューの例として、タンニン鞣し革の表面に茶褐色のスピューが発生することがある。これはタンニン中の成分である糖類が表面に析出することによるものである。このスピューのクレーム事例はほとんど無いが、今後タンニン鞣剤の使用量が増加する傾向があるので増える可能性がある。

表面を拭き取った後のスピューの再現試験は次のような方法で行っている。対象の革を25℃、90~100%RHの高湿度下に数日間放置して水分を吸収させ、その後4~10℃程度の低温下に放置しながら吸着した水分を脱着させる。以上の条件で再現することがあるが、短期間では再現しないことが多い。

スピューの発現には、スピュー成分である遊離固形脂肪分の量的な問題や物理的特性が大きな影響を及ぼしていることが考えられる。スピュー成分としてパルミチン酸(C16)やステアリン酸(C18)などの高級飽和脂肪酸が多く検出されるが、不飽和脂肪酸も同時に検出されることが多い。一般的に、不飽和脂肪酸は融点が低く、ある程度スピュー中に存在することにより低温下でスピューの物理的性質に影響を及ぼして移動性を高める効果を与えている可能性がある。その他の重要な因子として皮革中の吸着水分の挙動が大きく関係していることが推測される。示差走査熱量計で求められた皮革中の不凍水分量は30~33g/100g乾燥革(23~25%)であることが報告¹⁾されており、この吸着水分は約80%RH(25℃)における皮革の平衡吸着水分量に相当し、革繊維との相互作用力が強く、溶媒としての効果や運動性が低い。スピューの発生には不凍水分以上の移動しやすい水が存在する必要があることが考えられ、高い湿度と高い吸着水分量が発生の一因の一つと考えられる。しかしながら詳細なメカニズムは不明である。実際にはスピューはいったん拭き取った後もしばらく室内で放置しておくとも再び発生し、完全に止めることは難しい。

国内産加脂剤によるスピューの発生は、加脂剤原料油を冷却処理(ウインタリング)して生成した固形物を取り除いているためにほとんど認められない。

3、スピューの採取と分析法

ファットスピューは主として革衣料、革手袋、バッグ等の製品に発生し、クレームとして持ち込まれることが多い。今後の発生を止めさせるために発生要因を特定し、製造工程を改良したり、使用する加脂剤を変更しなければならない。そのためにスピュー成分を分析し、成分を明らかにする必要がある。ここではファットスピューの分析事例を紹介する。

スピューの分析には次のような条件を考慮しておく必要がある。発生したスピューはごく少量であるため、革製品に付着した汚染物や製造に使用した塗膜成分などを一緒に取り込まないように注意をして最大限のスピューを採取する。採取したスピューはそのままでは沸点が高い成分が多くガスクロマトグラフィー（GLC）では分析できないことが多い。このためメチル化処理を行って沸点を下げる。

以上の条件を考慮して次の方法で分析を行う。

(a) 脱脂綿で皮革表面を傷つけないように軽く拭き、スピューを脱脂綿に付着させる。溶剤は表面の仕上げ塗膜を溶解させ合成樹脂、顔料や染料などが付着しやすくなるので使用しない。

(b) 脱脂綿に付着したスピューを溶剤で溶出する。ガラスフィルターか三角ロート上に脱脂綿を置き、エタノール、酢酸エチルエステルの順に溶剤を滴下して溶出させる。受器に集めたスピュー溶液は脱脂綿の繊維や革繊維が混入したときはろ過して取り除いたあと、溶剤は減圧除去する。

(c) 三フッ化ホウ素-メタノール試薬で、得られたスピューをメチル化する²⁾。メチル化方法は日本油化学協会法に従って行い、メチル化したスピューをそのままGLCまたはGC-MSで分析する。

4、分析結果と対策

上記の方法で分析して得られた二、三の事例を紹介する。

図4には牛革衣料に発生したスピューをDEGSを充填したガラスカラムを使用したGLCで分析した結果を示す。スピュー成分は脂肪酸メチルエステルであり、牛脂と全く同じ組成比を示した。従って、このクレームの場合は牛の地脂が革中に残留しており、製革工程において脱脂処理が不十分であったことが原因と推測され、脱脂処理の改善を助言した。

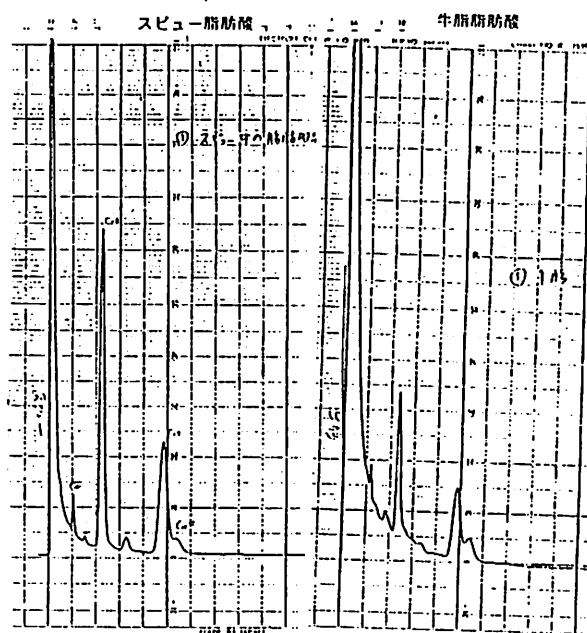


図4 牛革衣料に発生したスピューのガスクロマトグラム

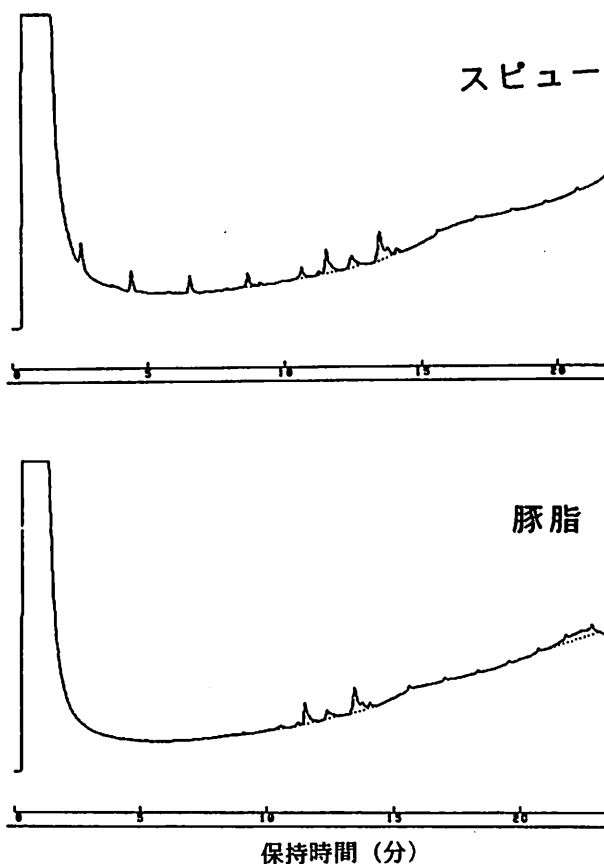


図5 豚革衣料に発生したスピューのガスクロマトグラム

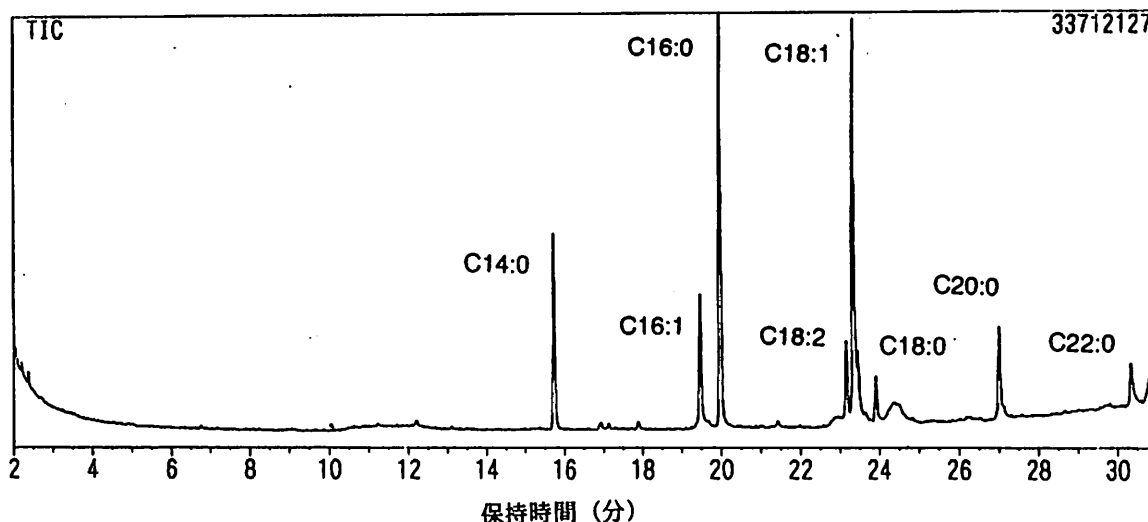


図6 牛革に発生したスピューのGC-MSスペクトル

図5には豚革衣料に発生したスピューの分析結果を示す。スピュー成分として脂肪酸メチルエステルと炭化水素化合物が検出された。脂肪酸組成は豚脂の脂肪酸組成と一致したが、炭化水素化合物は保持時間が短く融点の低い化合物も同時に検出された。これら炭化水素化合物は単に革表面に付着していた可能性が大きく、この場合のスピューの原因物質として豚脂が最も可能性が高い。さらに使用された数種類の加脂剤を同様に分析したところ、ある加脂剤の成分とスピューの炭化水素ピーク位置が一致し、原因となる加脂剤の特定も可能である。

図6にはGC-MSで牛革上に発生したスピューを分析した例を示す。得られたピークはすべて脂肪酸であった。表1の脂肪酸組成比から考えると、牛脂に微量存在するC15:0の奇数炭素数脂肪酸の小さなピークが存在し、豚脂に存在するC18:3のピークが検出されないことから牛脂の脂肪酸組成比に近いと考えられる。しかしC16:0のピークに比べC18:1やC18:0が少なくなっており、牛脂や豚脂には痕跡程度しか存在しないC20

やC22などの長鎖脂肪酸が検出されたことから、他の油脂が混入している可能性がある。

加脂剤は主として動植物油などを硫酸化、亜硫酸化やスルホン化したものが使用される。不飽和脂肪酸の一部は二重結合部位に硫酸基やスルホン酸基が導入されるために、革繊維とイオン結合などにより結合しやすくなる。革中でスピュー成分とは分離されることになり、加脂剤で使用される原油とスピューの脂肪酸組成は異なる。このため加脂剤成分がスピューの原因となっている場合、その特定には使用した加脂剤すべてを同様の条件で分析する必要がある。特定した加脂剤を皮革製造から除外すればスピューの発生は無くなる。

5. おわりに

皮革製品の表面に発生する白色物質の分析方法、成分および対策について二、三の事例とともに紹介した。発生機構については不明な点が多く、推測の領域をでることができなかった。

参考文献

- 1) Kyoji Sato, 4th Asia Int. Conf. of Leather Sci. and Tech. 予稿集, pp. 39 (1998)
- 2) 日本油化学協会編, 基準油脂分析法 (日本油化学協会, 2. 4. 20. 2-77 (1971))
- 3) 阿部芳郎監修, 油脂・油糧ハンドブック (幸書房), pp. 429 (1988)

表1 牛脂と豚脂の脂肪酸組成³⁾

炭素数	C14:0	C16:0	C16:1	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3
豚脂 %	1.5-2	21-23	2.8-3.7	11-13	43-46	9-12	0.8-1.5
牛脂 %	2-2.8	24-37	2-2.7	14-29	40-49	1-4	-

繊維・高分子材料の静電気測定法とその実際

Assessing Methods for Static Electrical Propensities of Textile and Polymer Materials

木村 裕和*

Hirokazu Kimura

(2000年7月7日 受理)

キーワード：静電気，帯電性，繊維・高分子材料，静電気測定法，人体帯電圧

1. はじめに

静電気は、狭義には「空間のあらゆる場所において電荷の移動がないような電気」と定義され、広義には「電荷の空間的移動がわずかであって、それによる磁界の効果が電界の効果に比べて無視できるような電気」と定義されている¹⁾。実際には、その帯電量、すなわち「電荷の発生量－漏えい量」が問題になる場合が多い²⁾。

一般に、繊維や高分子材料は比抵抗が大きいため、電荷の発生量が多く、漏えいしにくい性質を持つ物質である。そこで、これまでに静電気帯電防止の観点から、繊維・高分子材料を中心に多くの帯電防止材(剤)や静電気除去装置が開発されてきた。一方、静電気の持つ性質を積極的かつ有効に活用した技術も実用化されている。代表例としては、複写機やレーザプリンターなどの電子写真関連機器あるいは集塵用エレクトレットフィルターや静電スプレー塗装法などが挙げられる。

いずれの場合にしても、帯電量を正確に把握することが重要となる。しかし、静電気の測定においては電荷を移動させると瞬時に帯電状態が変化したり、接触するだけで電荷の移動が発生するなどの問題がある³⁾。さらに、静電気の発生は表面現象であり、温湿度などの環境条件や取り扱い条件あるいは物体自身の状態に強く影響され、再現性に乏しいという特徴がある⁴⁾。

静電気の測定に際しては、これらの特徴を理解した上で実施し、結果を評価することが重要であり、目的

に応じた測定法を正しく選択することが大切である。

本稿では、人体帯電を含め、繊維製品、高分子材料の静電気測定法とその実際を概説する。

2. 静電気障害と制電加工法

静電気が様々なトラブルを引き起こすことはよく知られている。図1には静電気障害の種類とその一例を示した⁵⁾。ここでは、静電気障害を電気力障害と放電障害に大別しているが、その内容は、自動車の乗降時に受ける電撃ショックや脱衣時に発生する不快な放電音のように日常的に経験する比較的軽微なものから、精密機器への塵埃の付着や印刷、塗装、紡績現場における生産障害あるいは爆発・火災など人命に係わるような深刻な事故に至るものまで実に多くの事例⁶⁾がある。

特に近年、半導体素子の高集積化と静電気に対する脆弱化⁷⁾から、空調の完備したオフィスなどでは人体や椅子からの静電気放電がOA機器の誤動作や故障の原因となることが指摘されている⁸⁾。また、医薬品分野では顆粒剤や散剤などの薬剤と分包紙間の帯電による付着現象が問題視される⁹⁾など新たな課題が発生している。

繊維や高分子材料には、何らかの静電気対策が施されていることが多い。繊維や繊維製品に対する制電性の付与方法には、次のようなものがある¹⁰⁾。

- ①一時制電性の付与方法：帯電防止剤による繊維及び繊維製品の表面処理
- ②永久制電性の付与方法：
 - 1) 帯電防止剤による繊維製品の表面加工

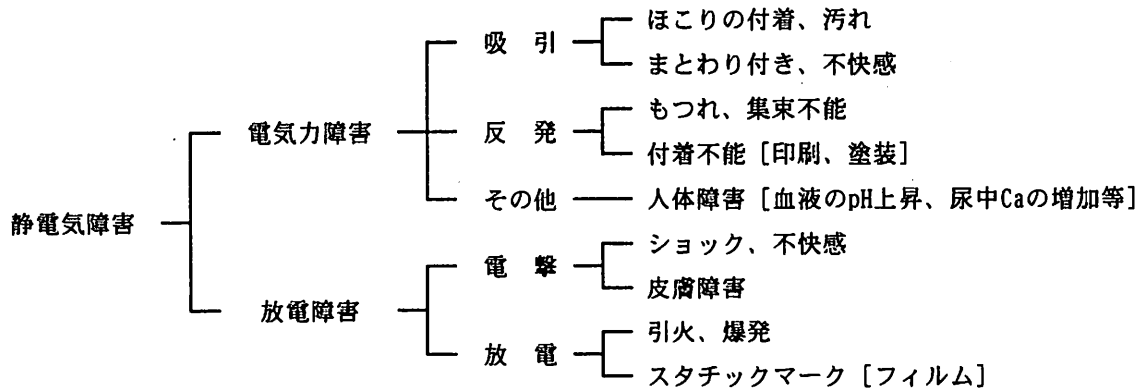


図1 静電気障害の種類とその一例

- 2) 繊維内部への帯電防止剤の練り込み
- 3) 繊維製品への導電性繊維の混入

この中でも、効果が永続、安定的で湿度依存性の少ないものが、導電性繊維の混入法である。導電性繊維は、カーボンや金属のように電気伝導度の高い物質を繊維内部に導入あるいはコーティングして作製されたものである。主な原糸メーカーは、それぞれに工夫を凝らした製品を保有している。図2に、代表的な導電性繊維とその断面形状を示した¹¹⁾。断面の外周以外の黒い部分がカーボンなどの導電性物質である。

メーカー	断面形状	商 標	素 材	長短繊維の割合	導電性繊維の種類 (黒はアニール/フィラメント色、 短はアニールのみ)	外観色
デュボン	◎	アントロンロ	ナイロン	長	25/3	灰
モンサント	◎	ウルترون	ナイロン	長	24/4	黒
ICI	◎	エビトロビック	ポリエステル	短	3	黒
バディッシュ	◎	F-901	ナイロン	長	21/1	黒
東レ	◎	ルアナナ (レベルII)	ナイロン	長	10/1, 25/3, 30/1	灰
		ルアナナT	ポリエステル	長	25/5	灰
東レ	◎	ルアナSA-7	アクリル	短	2.5	黒
希	◎	メタリアン	ナイロン	長	22/1	黒
		セルカット	ナイロン	長	25/3	灰
人	◎	T-25	ポリエステル 白色系物質	長	27/1	白
三菱	◎	サンダーロンSP	アクリル 硬化剤	長	50/30, 75/40	鋼緑
クラレ	◎	クラカーボ	ポリエステル	長	20/2	黒
東洋紡	◎	KE-9	アクリル	短	3	黒
		エミナーU	ナイロン	長	24/4	黒
旭	◎	ベルترون931	ナイロン	長	20/3	黒
				短	3, 5	
		ベルترون961	ナイロン	長	18/1, 20/1, 160/24	灰
短	4, 7					
旭	◎	ベルترونB31	ポリエステル	長	20/6	黒
ユニチカ	◎	ベルترون632	ナイロン 白色系物質	短	5	白
		メガ日	ナイロン	長	20/2	黒
ニチカ	◎	メガーナ	ナイロン 白色系物質	長	25/2	白
		アビニール アルファ	芳香族ポリア ミド	長	2	黒

(注) 三菱のサンダーロンSPは日本製毛染色との共同開発。

図2 導電性繊維の代表例¹¹⁾

導電性繊維による制電効果を調べるために、組織・構造は全く同一で、導電性繊維の混率だけを段階的に変化したウールカーベットを試作し、人体帯電圧を調べた。用いた導電性繊維は、日本蚕毛染色(株)製サンダーロンSPである。結果を図3に示した。導電性繊維未混入の試料からは10kV~12kVもの人体帯電圧が生じている。しかし、導電性繊維をわずか0.15%パイル糸に混入するだけで帯電圧が4kV程度まで急激に減少していることが分かる。一般に、人間は帯電圧が3kVを超えると電撃ショックを感じるといわれている¹²⁾。したがって、3kVが床材の制電性の一つの目安となるが、導電性繊維をパイル糸に0.3%程度も混入すれば、その数値以下に発生静電量を抑えることが可能である。ただし、それ以上導電性繊維の混入量を増加させても帯電圧に大きな変化はみられない。さらに高いレベルの制電性を付与するには、帯電防止剤の併用などを考える必要があろう。

一方、プラスチックなどの高分子樹脂には、発生し

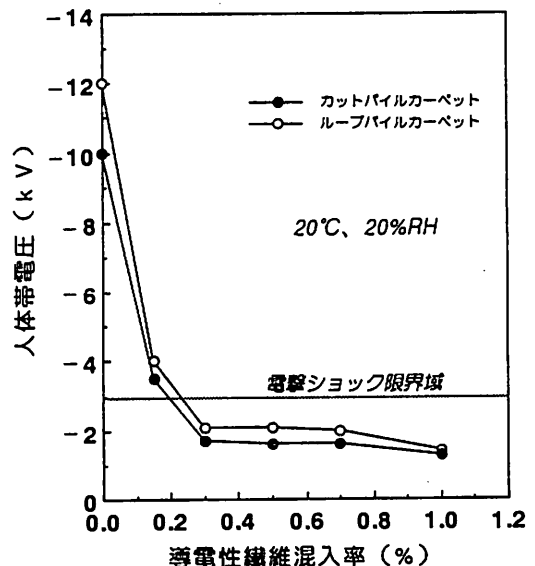


図3 導電性繊維混入率と人体帯電圧の関係

た電荷を積極的に物質外に漏えいさせる目的から界面活性剤系の帯電防止剤がよく利用されている¹³⁾。帯電防止剤は、分子量により低分子型帯電防止剤と高分子型帯電防止剤に分類される。効果の持続性の点では高分子型の方が優れているといわれている¹³⁾。

使用法としては図4に示したように、プラスチックの成形時に練り込む方法とプラスチック表面に塗布する方法がある¹³⁾。前者の場合は練り込まれた帯電防止剤が、成形中や成形後に表面に移行することによって、また後者の場合は塗布後に帯電防止剤溶液の溶媒が揮発することによって、プラスチック表面で帯電防止剤が分子会合層を形成し、帯電防止効果が発現するものと考えられている¹⁴⁾。したがって、この制電加工法はプラスチック表面の表面抵抗率を低下させるだけで、体積抵抗率にはほとんど寄与しない。材料本来の電気的性質を改変するものではなく、帯電防止剤の使用量も比較的少量である。これらの理由から、プラスチック固有の性質を損なうことなく、制電性が付与できるという特長がある¹³⁾。しかし、多くの帯電防止剤は湿度依存性が高い¹³⁾。また、その効果が帯電防止剤の極性によるポリマー母材との相溶性、ポリマー母材のガラス転移温度や結晶性などに影響を受けることから、帯電防止剤の選択には十分な注意を要する。

3. 静電気の湿度依存性

静電気トラブルは夏場より湿度の低下する冬場に多く発生する。これは、静電気発生量は湿度依存性が高く、湿度の低下にともなって発生量が急激に増加するためである。

カーペット歩行時の人体帯電圧と相対湿度の関係を調べた結果を図5に示した。使用したカーペットは、JIS L 1023. 10に規定のナイロン100%のループパイルカーペット（標準カーペット）とこれに導電性繊維を0.3%混入したものの2種類である。履物は、同JISに規定されている甲が革で底が合成ゴム製の靴および甲底とも革製の靴ならびに市販されている運動靴の3種類を用いた。標準カーペットでは、履物の種類にかかわらず、相対湿度の低下に伴い人体帯電圧が大きくなり、20%RHでは帯電圧が10kV前後にまで達している。一方、導電性繊維を混入した試料でも相対湿度の低下にしたがい人体帯電圧は上昇する。しかし、その程度は小さい。また、両試料間にみられる帯電性の差は、低湿度側ほど顕著に現れている。逆にいえば、50%RH以上の高湿度側では制電加工効果の比較は困難だといえる。それゆえ、制電加工性能を評価する際には、低

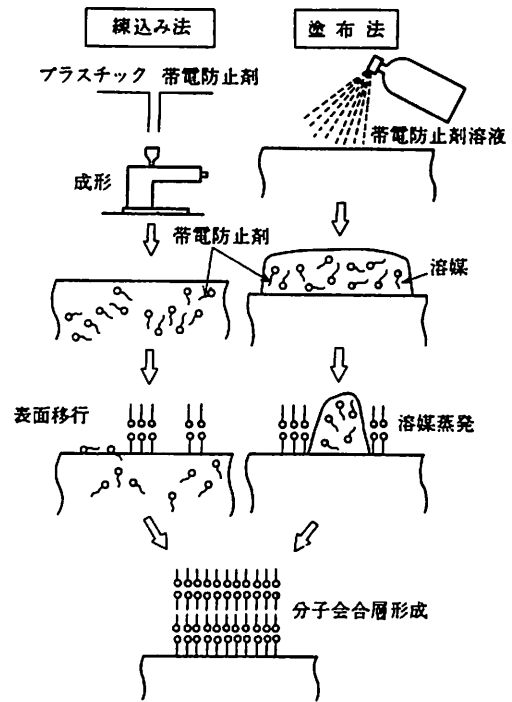


図4 帯電防止剤の使用方法和制電効果の発現機構¹³⁾

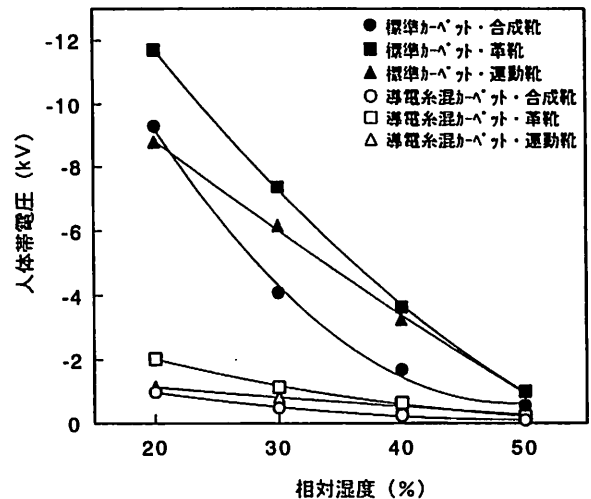


図5 相対湿度と人体帯電圧の関係

湿度環境下で試験・測定を実施すべきである。

なお、このような傾向は人体帯電圧に限ったわけではなく、比抵抗や摩擦帯電圧、布帛のまつわりつき時間なども湿度の低下に伴って悪化することが知られている^{5, 15, 16)}。

4. 繊維・高分子材料の帯電性評価方法と留意点

前述したように、静電気の発生量や帯電性能を厳密かつ高精度で測定することは、なかなか困難である。したがって、これまでに様々な状況に対応した静電気測定法や評価対象物を限定した帯電性評価方法が多数、

研究・考案されてきた¹⁷⁻²²⁾。JIS, ISOやASTMには、摩擦帯電圧、半減期、摩擦帯電電荷量測定法や電気抵抗測定に関する試験方法が制定されている。中でも、JISには「静電気帯電防止作業服」や「静電気防止用安全・作業靴」のように製品毎に特化させ、安全性に重点を置いた規格票が充実している^{23, 24)}。

各試験方法には、それぞれに目的と特徴があり、用い方を誤ると間違った判断を下すことになる。

例えば、図6に表面固有抵抗値と帯電電位の関係を示した²⁵⁾。電気抵抗値が $10^{11}\Omega$ を超えると帯電圧に大きな変化はみられない。また、 $10^{10}\Omega \sim 10^{11}\Omega$ の領域に存在している物質の摩擦帯電圧は、10kV~50kV程度の範囲に広く分布している。さらに、図7には床材の電気抵抗値と人体帯電圧の関係を示した²⁶⁾。両者間の相関性は低く($r^2=0.55$)、バラツキも大きい。電気抵抗は静電気を考える上での必須のパラメーターであるが、このように単に電気抵抗の測定結果からだけで、実用上の性能を評価することは危険である。

その他、一般的な注意事項については、JIS L 1094の解説が詳しい。試験法の選択にあたっては、最低限これを参照すべきである。

試験片の性状や状態によっても誤ったデータを採取してしまうことがある。一例を図8に示した。これはポリエチレンシートの帯電減衰性を半減期測定法により調べたものであるが、測定前に中性洗剤で試料を洗浄している。印加電圧は+10kVで、印加時間は30秒間である。図中に矢印で示したところで電圧の供給を停止している。①に示したデータは、中性洗剤が十分に洗い落とされておらず、試料に残存していたものである。②は、全く同じ試料をアルコールで洗浄し、中性洗剤を完全に除去したものである。①では、初期帯電圧は600V程度、帯電減衰性は極めて良好で、半減期は

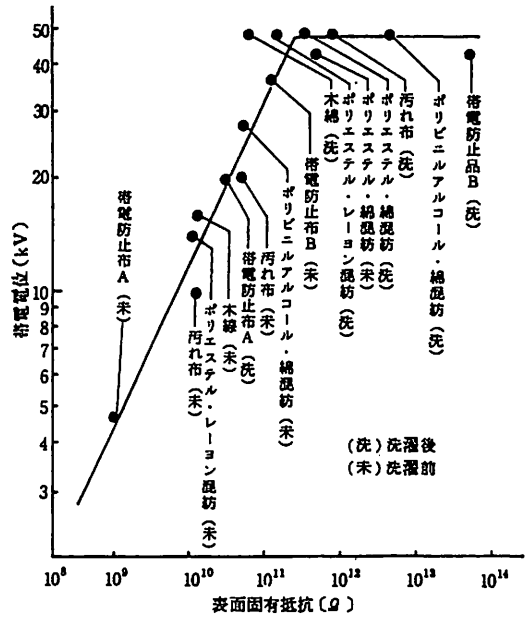


図6 表面固有抵抗値と帯電電位の関係²⁵⁾
材質・汚れ程度の異なる種々の布を用いて得られた値
摩擦布：ポリ塩化ビニル

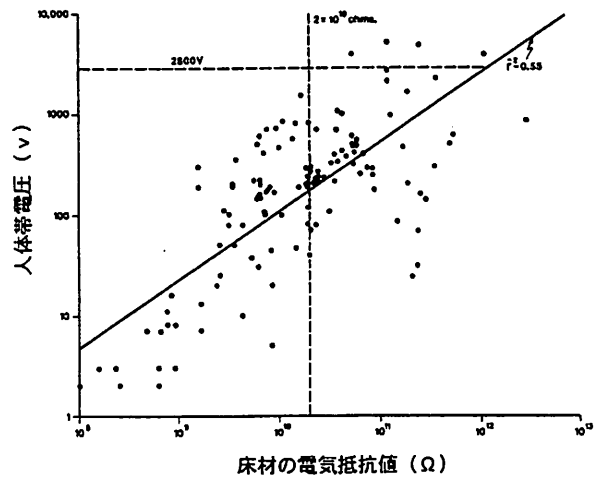


図7 床材の電気抵抗値と人体帯電圧の関係²⁶⁾

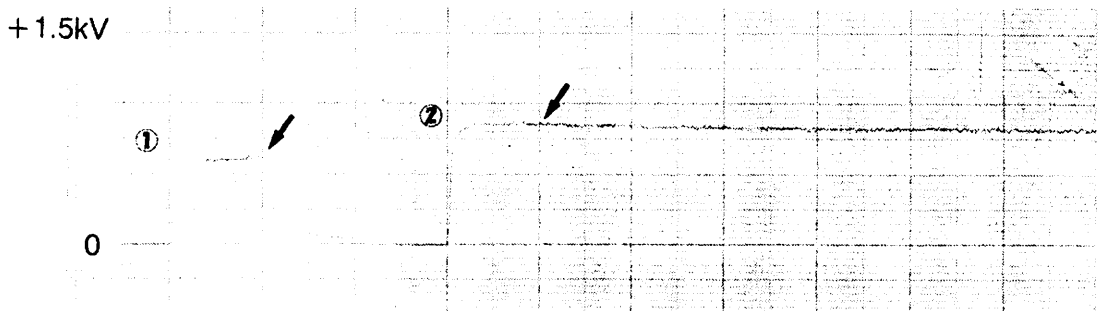


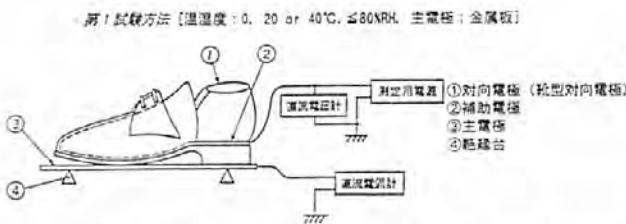
図8 ポリエチレンシートの半減期測定にみられた異常なデータ
・印加電圧：10kV
・試料
①：PEシート
②：①をイソプロピルアルコールで洗浄したもの

約3秒であるが、②では同じ試料であるにもかかわらず、初期帯電圧は850V前後と①に比べてやや高く、減衰性はほとんど認められない。①の試料は、優れた制電性を有するかのような挙動を示しているが、これは明らかに残存洗剤の影響であり、①は正しいデータとはいえない。このように静電気測定にあたっては、試験法の適切な選定に加え、試料の状態や調湿時間などにも気を配る必要がある。

図9には、JIS T 8103に規定の「静電気防止用安全・作業靴」の電気抵抗測定法と基準値を示した。引火、爆発など危険性の高い作業環境で用いられる靴の電気抵抗は、ここに示したように製品全形で測定、評価することが規定されている。破壊試験では、全体の制電性を誤認する可能性があるためと考えられる。さらに、主電極に金属板を用いる方法と水を含んだ軟質スポンジを用いる方法の2種類の測定法が定められている。また、最小着火エネルギーをもとに作業現場での取り扱い物質の危険性を考慮して2つの基準が規定されている。なお、静電気帯電防止作業服についても試料を破壊せず、製品の全体形状を保持したままで帯電性能を評価することが定められている。危険な状況下で使用される物品については、できるだけ使用実態や使用状況に近似した形での計測が必要であろう。

粉体や粒体試料の帯電性評価には、アッシュテストやブローオフ法がよく利用される。アッシュテストは、

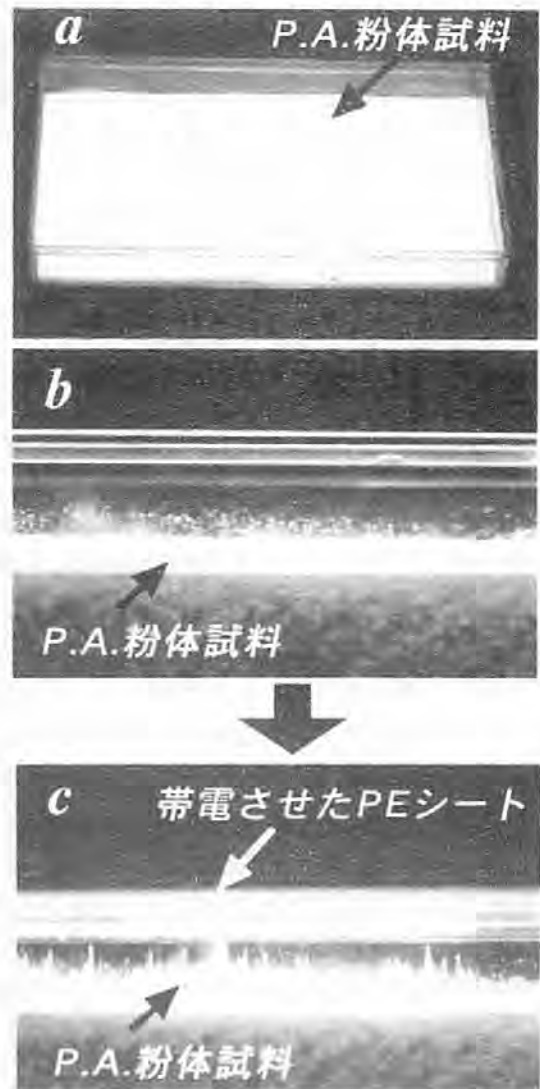
煙草の灰を利用するものである。一般には、被測定物を摩擦やはく離などの適当な方法で帯電させ、煙草の灰に近接させ、付着状態を観察・評価する方法である。アッシュテストの応用例を図10に示した。試料はポリアミド系の粉体原料で、静電気帯電によると思われる生産障害が発生したものである。そこで、これを方形のシャーレに入れ除電後、ナイロン布であらかじめ摩擦帯電させたポリエチレンシートを接近させた。その結果、図10に示したようにポリアミド樹脂粉が静電気力によりシート側に引き寄せられ、樹氷のように立ち上がっていることが分かる。クレームが起こっていない同系粉体原料では、このような現象は観察されなかった。したがって、このクレームは静電気により発生したものと類推される。後に、然るべき制電対策を施したところ、問題の障害は解消した。



静電防止性能別等級

等級	静電靴としての性能 (1個当たりの電気抵抗R) Ω	参 考
1 種	$5 < \log R < 8$	着火エネルギーが0.1 mJ以上の可燃性物質又は蒸気(メタン、プロパンなど)を扱う場合
2 種	$5 < \log R < 7$	着火エネルギーが0.1 mJ未満の可燃性物質(水素、アセチレンなど)を扱う場合

図9 静電気防止用安全・作業靴の電気抵抗測定法と基準値^{2,4)}



(a) 試験前試料の全体
(b) 試験前試料の断面
(c) 帯電したPEシートを接近させたときの状態

図10 アッシュテストの応用例

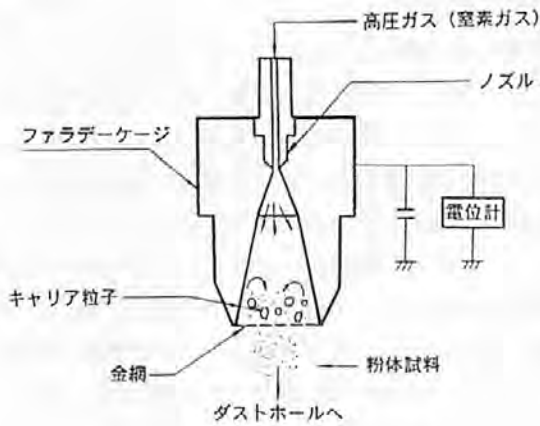


図11 ブローオフ法の概要^{2,7)}

ブローオフ法の概要を図11に示した。キャリア粒子だけが小型のファラデーケージ内に残り、粉体試料は系外に排出されるような適当なサイズのメッシュをケージの下部に取り付け、ケージ内に粉体試料とキャリア粒子を入れる。その後、高圧ガスを噴射し、粉体試料だけを吹き飛ばす。その際に粉体と粒子間の摩擦によってキャリア粒子側に発生した電荷量をファラデーケージに接続した電位計で直接測定するという方法である。カーボントナーや顆粒・粉末状の薬品の帯電性を比較的簡単に知ることができる^{2,8)}。

5. 人体帯電圧測定法と測定事例

床敷物や建築床材の帯電性の評価には、通常人体帯電圧測定法 (Walking Testあるいはストロール法とも呼ばれている) が用いられる。これは試料上を実際に試験者が歩行し、人体に発生する静電気帯電量を測定する方法で、実際的で説得力のある試験法であるため、ISO, AATCC, JISなど国際的に広く採用されている^{2,9-31)}。しかし、表1に示したように規格によって試験片のサイズ、温湿度条件、調湿時間、歩行方法および試験結果の分析法が異なるので、その点に注意が要る。データの分析法を図示すると、図12に示したように、AATCC TM 134では得られた帯電曲線のピーク値、すなわち実線で示した電圧がデータとなる。ISO/TR 6356では、ボトムの高い方から5点の電圧を求め、その平均値で評価する。したがって、データは図に一点鎖線で示したようなレベルになる。JIS L 1023.10においては、チャート紙上に描かれた帯電電圧の高い方から5点と低い方から5点を抽出し、その平均値を求めることとなっている。結果的にJIS法で得られるデータは、AATCC法とISO法の間中間程度になる。これについて10点のカーペットを用い、調べたところAATCC法による結

表1 規格による人体帯電圧測定法の相違

規格	ISO/TR 6356	AATCC TM 134	JIS L 1023.10
試験片の大きさ	200×100cm	約70×90cm	90×90cm
温湿度条件	23℃, 25RH 最低7日間調湿	21℃, 20RH 最低48時間調湿	23℃, 25RH 最低24時間調湿
歩行方法	両足を平行に揃え、足の裏を床面と平行になるような状態で垂直に上げ、体の方向を変えずに前進、後退を繰り返す。横に移動する際も体の向きを変えず、同様の歩行動作を繰り返す。すり足、回転は厳禁。歩行時間は60秒。	ステップテスト (同左) & すり足歩行テストを行う。	並足法 (通常の歩行動作) で試料上を円を描くように歩行するか、または8字状に歩行する。歩行時間は30秒以上とし、帯電圧が平衡になるまで続ける。
歩行速度	2歩/1秒	2歩/1秒	100歩/1分
データの取り方	チャート紙に記録された曲線のボトムの高い方から5点を読み、平均する。	異常値を除き、チャート紙に記録された曲線のピークを読み取る。	チャートに記録された曲線から高い方5点、低い方5点を選び、平均する。

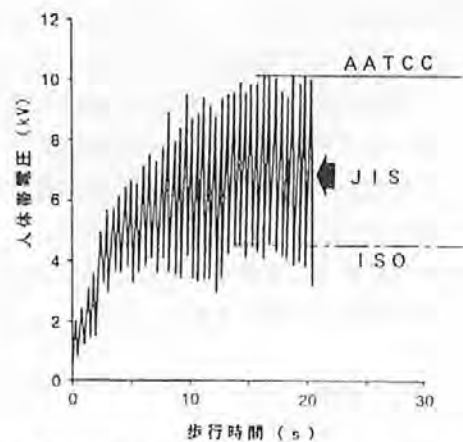


図12 人体帯電性データの採取法^{3,2)} (一部加筆)

果は、ISO法のそれに比べ、50%以上高い値となった。また、試験の性格上試験者によりデータに相違が生じる可能性がある。当所では、4名の試験者により試験者間相違を検討した。2種類の床材を用い、歩行方法および履物を統一・規定して、試験を実施したところ、平均値を中心に約±5%のバラツキがあった。さらに、データの再現性を確認するために、2年間にわたり同一の試験者により、同一の試料から得られる結果を調査した。その結果、ほぼ同一のデータは得られるものの、ここでも平均値を中心に±5%弱の変動が認められた。したがって、人体帯電圧測定では±5%程度の測定誤差を許容する必要があると考えられる。なお、人体の各部位から検出される帯電電圧について検討するため、試験者の右手、左手、胴体の3ヶ所から同時に帯電電圧を測定した。その結果、どの部位からも同等の帯電電圧が検出された。体の部位による有意差

表2 着衣・履物の種類と人体帯電圧の関連

着衣の種類	履物	帯電圧 (V)
なし	なし	-520
下着	綿靴下	-750
下着+綿靴下... (a)	合成靴	-9200
(a)+シャツ	"	-9000
(a)+綿ズボン	"	-8900
(a)+ウールズボン	"	-9000
(a)+カッターシャツ+ウールセーター	"	-9000
作業着	"	-8900
下着+綿靴下	革靴	-11300
作業着	"	-11400
"	ズック靴	-7900
"	綿靴下	-700
"	なし	-480

注) 作業着は、下着、綿靴下、シャツ、カッターシャツ、レーヨン・PET混ズボン着用である。試験室の温湿度は20℃、20%RHとした。

は認められず、人体帯電圧測定についてはマクロ的には人間は一定のレベルに帯電した一つの質点と考えてよいといえる。

次に、着衣や履物が人体帯電に及ぼす影響を調べた結果を表2に示した。床材は、JISに規定の標準カーペットである。履物は、未着用、綿の靴下、JISに規定の靴、甲底とも革製の靴および一般的なズック靴である。着衣の種類は、未着用から順次重ね着をし、最終的にはウールのズボン、カッターシャツにウールのセーターを着込んだ。これにより、無着衣から夏、春秋、冬のスタイルを再現した。ただし、着用物はいずれも制電加工の施されていないものである。無着衣および裸足の場合の帯電圧は約500Vであるが、下着に靴下だけを着用した場合も、冬用のセーターを着込んだ場合も履物が同一であれば、帯電レベルに大きな違いはみられない。しかし、試料と直接接触する履物の種類によって帯電圧に大きな差が現れている。したがって、歩行時に発生する帯電圧は床材と履物に強く依存するが、着衣の種類には影響されないといえる。

そこで履物の影響について、さらに詳細に検討するためJISに規定の合成靴と甲底とも革製の靴の2種類の履物を用い、市販のカーペット約200点を試料として調べた。その結果、両履物間には高い相関性($r^2=0.88$)が認められたが、革靴の方が発生帯電圧の高いことが明らかになった。3kVが電撃ショックの限界域であるので、3kV付近に存在するデータ群を抽出して示した(図13)。図中の網掛け部分に存在する試料は、合成靴では3kV以下の範囲に入っているにもかかわらず、革靴では3kVを超えている。したがって、JISに規定の試験法では、電撃ショックを受けることはないと判断されても、履物が異なればそれ以上の静電気が生じている可能性もある。

最後に、畳表材に化繊を用いた人造畳の帯電性測定

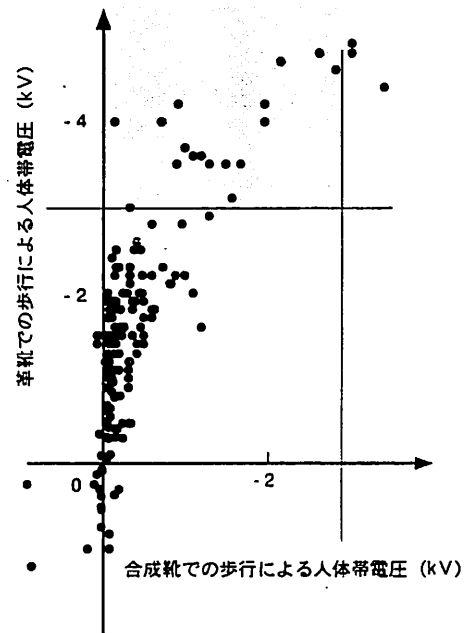


図13 合成靴と革靴による歩行人体帯電圧の関係

の事例を述べる。人造畳の帯電性をJISに規定の方法、すなわち甲が革で底が合成ゴムの靴で調べたところ、人体帯電圧は-4kV近傍にまで達した。次に、畳の実用実態を考慮して数種類の市販の靴下を着用し、同様に測定を行った結果、+600V~+750V程度の帯電圧であり、心配のない数値であった。JIS通りに評価すれば、この試料は、電撃ショックを受ける可能性が非常に高いと判断される。しかし、畳の実際の使用状況から、この場合、靴を履いての評価は適当ではなく、当該試料の帯電レベルは危険なものではないと結論付けるのが妥当であろう。使用実態や状況を考慮に入れない評価は適当ではなく、判断を間違う。なお、靴と靴下で人体帯電圧の極性が変化したが、これは靴と人工畳および靴下の帯電序列によるものと考えられる。極性も含めて静電気を議論する場合は、この点にも配慮する必要がある。

その他、人の諸動作による帯電挙動や靴の電気抵抗値と人体帯電性との関係についても実験を行ったが、これらについては機会があれば別途報告したい。

6. おわりに

静電気の測定は、静電気の持つ固有の特性を理解した上で、実施し、評価を行うことが大切である。また、静電気の発生は表面現象であり、再現性に乏しいため、温湿度のような環境条件や処理条件に配慮する必要がある。特に、使用用途や使用目的を考慮し、それに即

した試験・評価法を選定することが重要であると考えられる。当所では20℃～30℃、20%RH～50%RHの範囲で任意の温湿度条件に設定できる静電気測定室を設置し、新製品の開発や品質向上、品質管理の観点から使用実態や使用環境に応じた静電気測定を実施している。

参考文献

- 1) 静電気学会編：静電気ハンドブック，p. 1，オーム社（1985）
- 2) JIS T 8118：静電気帯電防止作業服解説（1994）
- 3) 森田清三，菅原康弘：静電気学会誌，24，8（2000）
- 4) 静電気学会編：新版静電気ハンドブック，pp. 130-131，オーム社（1998）
- 5) 小野輝道：化繊月報，1980-03，p. 35（1980）
- 6) 田島泰幸，児玉勉：労働省産業安全研究所技術資料，RIIS-TN-74-2（1974）
- 7) 二澤正行：プラスチックスエージ，1998-11，p. 144（1998）
- 8) 本田昌実：エレクトロニクス，1990-01，pp. 30-32（1990）
- 9) 武田豊，中村貴子，大森栄，北田光一，小河剛史：医薬ジャーナル，30，p. 436（1994）
- 10) 奈良寛久：繊維学会誌，40，p. 333（1984）
- 11) 山本雅晴，永安直人：繊維機械学会誌，41，p. 109（1988）
- 12) 田島泰幸：静電気の災害防止対策（静電気安全専門講習会資料）p. 23（1970）
- 13) 静電気学会編：新版静電気ハンドブック，pp. 366-377，オーム社（1998）
- 14) 船津実：表面，16，11（1978）
- 15) P. R. Wilkinson：Modern Textiles，51，35（1970）
- 16) N. Gibson and F. C. Lloyd：J. of Applied Physics，16，1619（1972）
- 17) JIS L 1094（1997）
- 18) JIS K 6911（1995）
- 19) NFPA Code 56A（1973）
- 20) 小野英哲：ゆか，1998-04，p. 31（1998）
- 21) 松井雅男，岡本種男，柏村隆光：繊維機械学会誌，43，9（1991）
- 22) ISO 10965（1998）
- 23) JIS T 8118（1994）
- 24) JIS T 8103（1983）
- 25) 田島泰幸，児玉勉：労働省産業安全研究所技術資料，RIIS-TN-71-1（1972）
- 26) M. T. Pailthorpe：Textile Res. J.，58，335（1988）
- 27) ブローオフ粉体帯電量測定装置カタログ：東芝ケミカル(株)
- 28) 竹内学：粉体と工業，28，4（1996）
- 29) ISO/TR 6356（1982）
- 30) JIS L 1023（1992）
- 31) AATCC TM 134（1996）
- 32) ISO/TC 38/SC12/WG5 N139（1996）