

No. 5 (1992.3)

産業技術総合研究所報告

目次

技術論文

- | | | |
|--|-----------------------------|----|
| 1. 不均質特性を有する円柱の軸対称非定常熱応力
(順問題と逆問題解析) | 大多尾義弘・谷川義信 | 1 |
| 2. MQMG法で作成したYBCO超電導体の臨界電流特性とその
応用 | 四谷 任・鈴木義彦・小川倉一
吉川雅浩・高畑良一 | 8 |
| 3. 強磁性体用マグネトロンスパッタ装置の開発 | 吉竹正明・野坂俊紀・岡本昭夫
小川倉一 | 13 |
| 4. 銅-亜鉛-アルミニウム高温形状変化合金の温度モニター
への適用性 | 藤田直也・藤井俊之・花立有功 | 17 |
| 5. X線光電子分光法によるCr-C合金めっきの検討 | 森河 務・横井昌幸・江口晴一郎 | 22 |
| 6. 急冷凝固したAl-8Fe-2Zr合金の硬さにおよぼす稀土類元素
の影響 | 金田博之・上野谷敏之・藤井俊之 | 27 |
| 7. 損失係数算出ソフトウェアの開発
(第1報 損失係数算出法の定式化と数値計算結果) | 箕輪晃男・中西 隆 | 33 |
| 8. 損失係数算出ソフトウェアの開発
(第2報 実測データにもとづく損失係数算出結果と
従来法との比較) | 箕輪晃男・中西 隆 | 41 |
| 9. 人間感覚における粘性物質の尺度構成 | 浅沢英夫 | 50 |

他誌掲載論文概要

- | | | |
|---|-------------------------|----|
| 1. 水溶性ビロンフィラメントを用いた経糸糊付け
(第2報 合糸に糊剤フィラメントの解舒撚りを利用する方法) | 井上克己・近藤 敬 | 56 |
| 2. ワイヤ放電加工面の硬さ変化 | 増井清徳・曾根 匠・出水 敬 | 56 |
| 3. 硫酸クロム(Ⅲ)-シュウ酸アンモニウム浴からの非晶質
Cr-C合金めっき | 森河 務・横井昌幸・江口晴一郎
福本幸男 | 56 |
| 4. 硫酸クロム(Ⅲ)-カルボン酸浴からのCr-C合金めっき皮
膜の作製 | 森河 務・横井昌幸・江口晴一郎
福本幸男 | 57 |
| 5. 静的緩衝特性の研究
(第2報 データ入力の自動化と静的緩衝特性の信頼性実験) | 寺岸義春・高田利夫・中嶋隆勝
野上良亮 | 57 |
| 6. X線光電子分光法によるシュウ酸アンモニウム
-硫酸クロム(Ⅲ)浴からのCr-C合金めっきの検討 | 森河 務・横井昌幸・江口晴一郎 | 57 |
| 7. 品質の異なる二種の羊毛繊維に対する酸性染料の染色挙動
-メリノウールとリンカーンウールとの比較- | 上甲恭平・古賀城一 | 58 |
| 8. 磷酸化染料によるクロムおよびアルミニウム糝しコラーゲ
ンの染色 | 佐藤恭司・増岡岑夫 | 58 |

9. 低エネルギー酸素イオンアシスト蒸着により作製したCu-O 薄膜	岡本昭夫・小川倉一・鈴木義彦 滝口勝美	59
10. 廃プラスチックの熱分解について	井本泰造	59
11. セラミックス切断・溶接への高出力レーザの適用	野口修一・富江通雄・阿部信行 小田辰春・荒田吉明	59
12. The Magnetic Vector Sensor Using Ultrasonic Bonding Contacts on a $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Superconductor	Yoshihiko Suzuki, Tadaoki Kusaka, Tsutomu Yotsuya, Soichi Ogawa, Shuji Miyake, Takahiro Aoyama	60
13. ネットワーク型生産管理システムの開発手法 (第1報 システムの概要と開発上の問題点)	吉田総夫・袖岡孝好・竹田裕紀 吉野正紀・河野洋一・徳永誠一	60
14. Study of Static Cushioning Properties and Construction of a Database for Static Cushioning Properties	Yoshiharu Teragishi, Toshio Takada Ryosuke Nogami	61
15. LANを利用した生産管理システムの開発 (第2報 ネットワーク環境の整備)	吉田総夫・袖岡孝好・竹田裕紀 吉野正紀・河野洋一・徳永誠一	61
16. 低温プラズマ処理したポリエチレン膜の表面形態	森田 均・坂部 寛・伊藤 孝 小西 孝	61
17. LANを利用した生産管理システムの開発 (第3報 ユーザー環境の設定)	吉田総夫・袖岡孝好・竹田裕紀 吉野正紀・河野洋一・徳永誠一	62
18. 不均質特性を有する中空球の軸対称非定常熱応力	大多尾義弘・谷川義信・中西庸介	62
19. 軸対称非定常加熱条件下での不均質円柱の変位に関する逆 問題解析	大多尾義弘・谷川義信・笠井輝明	62
20. Axisymmetric Transient Thermal Stress Analysis of a Multilayered Composite Hollow Cylinder	Yoshihiro Ootao, Yoshinobu Tanigawa, Toshihiko Fukuda	63
21. 加熱端面の移動を伴う半無限中実円柱の非定常熱応力と熱 変形(端面の熱伝達率による影響)	谷川義信・大多尾義弘・高田伸也	63
22. LANを利用した生産管理システムの開発 (第4報 基本設計と詳細設計)	吉田総夫・袖岡孝好・竹田裕紀 吉野正紀・河野洋一・徳永誠一	63
23. 電子シャッターを利用したCCDカラーカメラの入力補正	森脇耕介・末国建一	64
24. LANを利用した生産管理システムの開発 (第5報 画像情報を付加する-製品部品図の取り込みと印刷)	吉田総夫・袖岡孝好・竹田裕紀 吉野正紀・河野洋一・徳永誠一	64
25. 光安定剤の最近の動向(総説)	汐崎久芳	64
26. Application of ion nitriding to wire-electrical-discharge- machined blanking dies	Takumi Sone, Kiyonori Masui	64
27. Utilization of a Thermostable Alkaline Protease from an Alkalophilic Thermophile for the Recovery of Silver from used X-Ray Film	藤原信明・山元和彦・増井昭彦	65
28. Thermal Bending of Laminated Composite Rectangular Plates and Nonhomogeneous Plates due to Partial Heating	Yoshinobu Tanigawa, Yoshihiro Ootao, Ryusuke Kawamura	65
29. LANを利用した生産管理システムの開発 (第6報 作業用画面の設計と帳票印刷)	吉田総夫・袖岡孝好・竹田裕紀 吉野正紀・河野洋一・徳永誠一	65
30. Resonance Raman study of Langmuir-Blodgett films of 2- (4'-dioctadecylaminophenylazo)-N-methyl benzothiazolium perchlorate	Norihisa Katayama, Yukihiro Ozaki, Nobuhiro Kuramoto	66
31. Molecular Aggregation, Orientation, and Structure in Langmuir-Blodgett Films of 2-(4'-(Ethyl-octadecylamino) phenylazo)-N-methyl benzothiazolium Perchlorate Studied by Infrared, Visible Absorption and Resonance Raman Spectroscopies	Norihisa Katayama, Yukihiro Ozaki, Nobuhiro Kuramoto	66
32. Infrared Radiation Detection with $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ Microbridge	Tsutomu Yotsuya, Hirofumi Imokawa, Qian Sheng Yang	67
33. ウォッシュャブル革開発の可能性	佐藤恭司	67

不均質特性を有する円柱の軸対称非定常熱応力 (順問題と逆問題解析)

Axisymmetric Transient Thermal Stresses of Nonhomogeneous Cylinder (Direct Problem and Inverse Problem Analyses)

大多尾義弘* 谷川 義信**
Yoshihiro Ootao Yoshinobu Tanigawa

This paper is concerned with the theoretical treatment of transient axisymmetric thermal stress problem of the cylinders involving nonhomogeneous material properties. In the concrete, we consider a direct problem of thermal stress for a nonhomogeneous hollow cylinder and an inverse problem of thermal deformation for a nonhomogeneous solid cylinder. We analyze the thermoelastic problem by means of the theory of multilayered composite material and show the numerical results in nonhomogeneous body such as a functionally gradient material.

1. 緒言

最近、超高温耐熱材料として、熱応力緩和型不均質材料（傾斜機能材料）¹⁾の研究、開発が積極的に展開されつつあり、これらの不均質材料の熱応力問題における定性的および定量的評価が必要とされてきている。しかし、熱応力解析において、熱的および力学的材料特性に不均質性を導入した場合、基礎方程式系が非線形となるため、その解析的取り扱いが極めて困難となり、現在まで不均質材料を対象とした報告例は少ないと言える。たとえば、不均質体の熱応力問題を解析的に扱った最近の著名な報告例として、畑がKassirの不均質体を取りあげ、円柱座標系での軸対称定常熱応力問題²⁾³⁾を解析している。また、菅野らは非定常温度場のもとで不均質平板の一次元問題⁴⁾⁵⁾あるいは不均質円板の平面問題⁶⁾⁷⁾を解析しているが、これらの報告例では、不均質性の設定に大きな制約が課せられている場合が多い。また、現在、構造物の最適化の問題は熱的負荷を受ける場合についても重要な課題であるため、熱応力問題に関する一つの新しい取り扱いの動向が生まれてきた。すなわち、順解析において結果としてもたらされた熱変形・熱応力を規定し、逆に原因と

して与えられた温度環境あるいは熱的境界条件等を推定しようとする、いわゆる逆問題（あるいは最適加熱問題）解析である。

そこで、著者らは積層複合材料に対して導いた解析的手法を不均質体に近似的に適用することにより、ビーム⁸⁾、平板¹⁰⁾、円筒¹¹⁾¹²⁾、球¹³⁾の一次元および二次元非定常熱応力の順解析について、すでに報告を行っているが、本研究は、熱的および力学的材料特性、すなわち、物性値が厚さ方向に関して任意に変化する不均質円柱が軸対称加熱を受ける場合の非定常熱応力問題を取り扱ったものである。すなわち、不均質中空円筒の非定常熱応力の順問題解析¹⁴⁾および不均質中空円筒の表面の変位が規定された場合の媒体温度関数の決定という逆問題解析¹⁵⁾を考え、その不均質特性を多層から成る均質材料として近似する手法により理論解析し、数値計算によりその定量的評価を行った。

2. 解析

(1) 軸対称加熱を受ける不均質中空円筒の順問題解析

熱的および力学的特性、すなわち物性値が、半径方向に関し変化する不均質中空円筒を考え、この円筒を、各層が均質等方性であり、かつ隣り合う各層の物性値がわずかずつ変化する多層層状中空円筒により近似する。図1に示すように、 n 層からなる内半径 a 、外半径 b の層

* システム技術部 情報システム研究室

** 大阪府立大学 工学部

状複合中空円筒を考える。

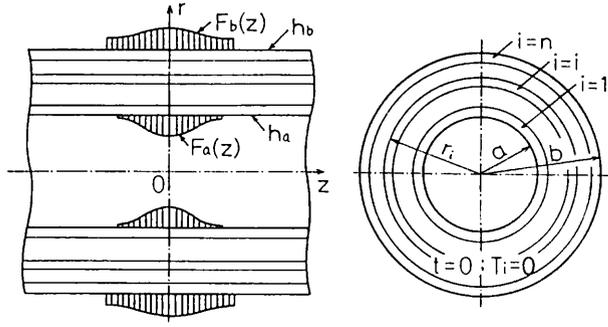


図1 不均質中空円筒の問題設定

Coordinate system and thermal boundary conditions of nonhomogeneous hollow cylinder

加熱条件として、初期温度が零度であり、時刻 $t = 0$ の瞬間より、内側境界 ($r = a$) および外側境界 ($r = b$) が、それぞれ加熱媒体温度関数 $F_a(z)$, $F_b(z)$ により、相対熱伝達率 h_a , h_b で非定常加熱されるものとする。ここで問題の簡単化のため、 $F_a(z)$, $F_b(z)$ は z に関し対称と仮定する。

(A) 温度分布

n 層からなる多層層状中空円筒の各層を内側から順次 1, 2, ..., n と添字を付けて区別する。基礎式、初期条件式、温度境界条件式および界面の熱的連続条件式は、以下のように無次元表示される。

$$\frac{\partial \bar{T}_i}{\partial \tau} = \bar{\kappa}_i \bar{\Delta} \bar{T}_i \quad ; i = 1 \sim n \quad (1)$$

$$\tau = 0 ; \bar{T}_i = 0 \quad ; i = 1 \sim n \quad (2)$$

$$\rho = \bar{a} ; \frac{\partial \bar{T}_1}{\partial \rho} - H_a \bar{T}_1 = -H_a f_a(\zeta) \quad (3)$$

$$\rho = R_i ; \bar{T}_i = \bar{T}_{i+1}, \bar{\lambda}_i \frac{\partial \bar{T}_i}{\partial \rho} = \bar{\lambda}_{i+1} \frac{\partial \bar{T}_{i+1}}{\partial \rho} \quad ; i = 1 \sim (n-1) \quad (4)$$

$$\rho = 1 ; \frac{\partial \bar{T}_n}{\partial \rho} + H_b \bar{T}_n = H_b f_b(\zeta) \quad (5)$$

ただし

$$\bar{\Delta} = \frac{\partial^2}{\partial \rho^2} + \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial}{\partial \rho} + \frac{\partial^2}{\partial \zeta^2} \quad (6)$$

以上の各式において導入した無次元量は、次式で定義される。

$$\left. \begin{aligned} \bar{T}_i &= T_i/T_0, (f_a, f_b) = (F_a, F_b)/T_0, \tau = \kappa_0 t/b^2 \\ (\rho, \zeta) &= (r, z)/b, (\bar{a}, R_i) = (a, r_i)/b \\ \bar{\kappa}_i &= \kappa_i/\kappa_0, \bar{\lambda}_i = \lambda_i/\lambda_0, (H_a, H_b) = (h_a, h_b)b \end{aligned} \right\} \quad (7)$$

ただし、 t は時間、 T_i , κ_i , λ_i , r_i はそれぞれ各層の温度変化、温度伝導率、熱伝導率、外半径であり、 T_0 , κ_0 , λ_0 はそれぞれ基準となる温度、温度伝導率、熱伝導率で

ある。条件式 (2) ~ (5) を満足する式 (1) の解は、ラプラス変換法により、留数定理を用いて求められる。これらの内、温度解 \bar{T}_i の非定常成分 \bar{T}_{i0} は次式で表される。

$$\begin{aligned} \bar{T}_{i0} = \int_0^\infty \left\{ \sum_{j=1}^m \frac{2 \exp(-\omega_j^2 \tau)}{\omega_j \Delta_0'(\omega_j)} [\bar{A}_i I_0(\beta_{ij} \rho) \right. \\ \left. + \bar{B}_i K_0(\beta_{ij} \rho)] \right. \\ \left. + \sum_{j=m+1}^\infty \frac{2 \exp(-\omega_j^2 \tau)}{\omega_j \Delta_0'(\omega_j)} [\bar{A}_i J_0(\gamma_{ij} \rho) \right. \\ \left. + \bar{B}_i Y_0(\gamma_{ij} \rho)] \right\} \cos q \zeta dq \quad (8) \end{aligned}$$

ただし

$$\Delta_0'(\omega_j) = \left\{ \frac{d\Delta_0}{d\omega} \right\} \Big|_{\omega = \omega_j} \quad (9)$$

式 (8) において $J_0(x)$, $Y_0(x)$ は 0 次の第一種および第二種ベッセル関数、 $I_0(x)$, $K_0(x)$ は 0 次の第一種および第二種変形ベッセル関数である。また、境界条件式 (3) ~ (5) から得られる係数行列および定数ベクトルを $[a_{ki}]$, $\{c_k\}$ とし、 Δ_0 を $2n \times 2n$ 行列 $[a_{ki}]$ の行列式とすれば、 \bar{A}_i , \bar{B}_i はそれぞれ係数行列 $[a_{ki}]$ の $2i-1$ 列め、 $2i$ 列めを定数ベクトル $\{c_k\}$ で置換した行列の行列式となる。また ω_j は

$$\Delta_0(\omega) = 0 \quad (10)$$

を満足する j 番目の固有値であり、次式の関係を満たす。

$$\omega_1 < \omega_2 < \dots < \omega_m < \bar{\kappa}_i^{-1/2} q < \omega_{m+1} < \dots \quad (11)$$

なお、 a_{ki} , c_k の成分および温度の定常成分は紙面の制約上省略する。

(B) 熱弾性解析

前項で求められた温度分布により生じる非定常熱応力および熱変位を熱弾性変位ポテンシャルとラブの変位関数により求める。熱弾性変位ポテンシャルを Φ_i 、ラブの変位関数を L_i とすれば、軸対称問題に対する基礎方程式の無次元表示は次式で示される。

$$\bar{\Delta} \bar{\Phi}_i = \bar{\kappa}_i \bar{T}_i \quad (12)$$

$$\bar{\Delta} \bar{\Delta} \bar{L}_i = 0 \quad (13)$$

この時、熱応力、熱変位成分の無次元表示は

$$\bar{\sigma}_{rri} = \frac{\bar{E}_i}{1 + \nu_i} \left(\frac{\partial^2 \bar{\Phi}_i}{\partial \rho^2} - \bar{\Delta} \bar{\Phi}_i \right) + \frac{\partial}{\partial \zeta} \left(\nu_i \bar{\Delta} \bar{L}_i - \frac{\partial^2 \bar{L}_i}{\partial \rho^2} \right)$$

$$\begin{aligned} \bar{\sigma}_{\theta\theta i} &= \frac{\bar{E}_i}{1 + \nu_i} \left(\frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial \bar{\Phi}_i}{\partial \rho} - \bar{\Delta} \bar{\Phi}_i \right) \\ &+ \frac{\partial}{\partial \zeta} \left(\nu_i \bar{\Delta} \bar{L}_i - \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial \bar{L}_i}{\partial \rho} \right) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \bar{\sigma}_{zzi} &= \frac{\bar{E}_i}{1 + \nu_i} \left(\frac{\partial^2 \bar{\Phi}_i}{\partial \zeta^2} - \bar{\Delta} \bar{\Phi}_i \right) \\ &+ \frac{\partial}{\partial \zeta} \left[(2 - \nu_i) \bar{\Delta} \bar{L}_i - \frac{\partial^2 \bar{L}_i}{\partial \zeta^2} \right] \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sigma_{rz} &= \frac{\bar{E}_i}{1+\nu_i} \cdot \frac{\partial^2 \bar{\Phi}_i}{\partial \rho \partial \zeta} + \frac{\partial}{\partial \rho} \left[(1-\nu_i) \bar{\Delta} \bar{L}_i - \frac{\partial^2 \bar{L}_i}{\partial \zeta^2} \right] \\ \bar{u}_{ri} &= \frac{\partial \bar{\Phi}_i}{\partial \rho} - \frac{1+\nu_i}{\bar{E}_i} \cdot \frac{\partial^2 \bar{L}_i}{\partial \rho \partial \zeta} \\ \bar{u}_{zi} &= \frac{\partial \bar{\Phi}_i}{\partial \zeta} + \frac{1+\nu_i}{\bar{E}_i} \left[2(1-\nu_i) \bar{\Delta} \bar{L}_i - \frac{\partial^2 \bar{L}_i}{\partial \zeta^2} \right] \end{aligned} \quad (14)$$

ここで、本問題に適する式(13)の解は次式のようになる。

$$\begin{aligned} \bar{L}_i &= \int_0^\infty [C_{1i} I_0(q\rho) + C_{2i} K_0(q\rho) + C_{3i} \rho I_1(q\rho) \\ &\quad + C_{4i} \rho K_1(q\rho)] \sin q \zeta dq \end{aligned} \quad (15)$$

また、 $\bar{\Phi}_i$ は式(12)の特解として求められる。したがって、熱応力、熱変位成分は $\bar{\Phi}_i$ および式(15)を式(14)に代入することにより容易に定式化される。また、式(15)中に含まれる C_{1i} 、 C_{2i} 、 C_{3i} 、 C_{4i} ($i=1 \sim n$)は力学的境界条件式から決定される未定数である。内外両表面に外力が作用せず、かつ各層の界面が完全に接着されていると考えれば、力学的条件式は次式で示される。

$$\begin{aligned} \rho = a : \sigma_{rri} = 0, \quad \bar{\sigma}_{rzi} = 0 \\ \rho = R_i : \sigma_{rri} = \sigma_{rri+1}, \quad \sigma_{rzi} = \sigma_{rzi+1} \\ \quad u_{ri} = u_{ri+1}, \quad u_{zi} = u_{zi+1} ; i=1 \sim (n-1) \\ \rho = 1 : \sigma_{rri} = 0, \quad \bar{\sigma}_{rzi} = 0 \end{aligned} \quad (16)$$

なお、ここで次式の無次元量を導入した。

$$\begin{aligned} \bar{\Phi}_i &= \Phi_i / (\alpha_0 T_0 b^2), \quad \bar{L}_i = L_i / (\alpha_0 E_0 T_0 b^3) \\ \bar{\sigma}_{kri} &= \sigma_{kri} / (\alpha_0 E_0 T_0), \quad \bar{u}_{ki} = u_{ki} / (\alpha_0 T_0 b) \\ \bar{k}_i &= (1+\nu_i) \bar{\alpha}_i / (1-\nu_i), \quad \alpha_i = \alpha_i / \alpha_0, \quad \bar{E}_i = E_i / E_0 \end{aligned} \quad (17)$$

ただし、 α_i 、 ν_i 、 E_i はそれぞれ各層の線膨張係数、ポアソン比、縦弾性係数であり、 α_0 、 E_0 はそれぞれ基準となる線膨張係数、縦弾性係数を意味する。

(2) 軸対称加熱を受ける不均質円柱の変位に関する逆問題解析

物性値が、半径方向に関し連続的に変化する不均質円柱を考え、この材料を前述の順問題解析と同様、多層層状複合材料により近似する。

図2に示すように、 n 層からなる半径 d の多層層状複合円柱を考える。加熱条件として、初期温度が零度であり、時刻 $t=0$ の瞬間より温度関数 $\Theta(z, t)$ で表される加熱媒体により、円柱側面から、相対熱伝達率 h_d で非常加熱されるものとする。また上述の加熱条件に対し、円柱側面に生じる半径方向変位を $u_0 f(z)g(t)$ により表す。この時、本問題で取り扱う軸対称非常温度場での変位に関する逆問題解析とは、上述の与えられた変位成分に対し媒体温度関数 $\Theta(z, t)$ を決定することである。ここで問題の簡単化のため、 $\Theta(z, t)$ は z に関し対称と仮

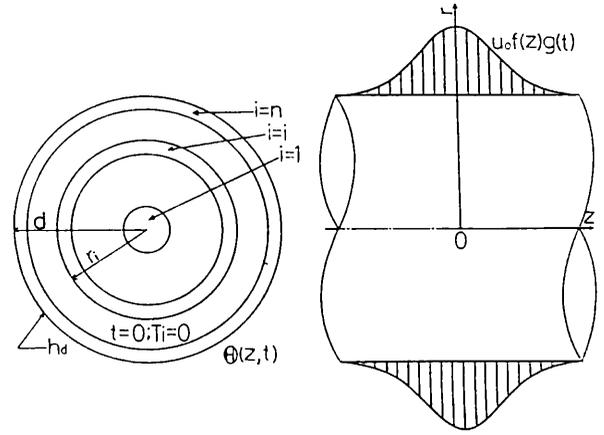


図2 不均質中実円柱の問題設定

Coordinate system and thermal boundary conditions of nonhomogeneous solid cylinder

定する。まず、次式で定義される無次元量を導入する。

$$\left. \begin{aligned} (\rho, \zeta) &= (r, z)/d, \quad \tau = \kappa_0 t/d^2, R_i = r_i/d \\ H_d &= dh_d, \quad \bar{\kappa}_i = \kappa_i / \kappa_0, \quad \bar{\lambda}_i = \lambda_i / \lambda_0, \quad \bar{\alpha}_i = \alpha_i / \alpha_0 \\ \bar{E}_i &= E_i / E_0, \quad \bar{\sigma}_{kri} = \sigma_{kri} d / (E_0 u_0), \quad \bar{u}_{ki} = u_{ki} / u_0 \\ \bar{\Phi}_i &= \Phi_i / (u_0 d), \quad \bar{L}_i = L_i / (E_0 d^2 u_0) \\ (\bar{T}, \bar{\Theta}) &= (T, \Theta) \frac{1+\nu_0}{1-\nu_0} \alpha_0 d / u_0, \quad \bar{k}_i = \frac{1+\nu_i}{1-\nu_i} \bar{\alpha}_i / \frac{1+\nu_0}{1-\nu_0} \end{aligned} \right\} \quad (18)$$

この場合、温度場および熱弾性場における基礎方程式は、前節と同様に、式(1)、(12)、(13)で示される。また、温度場に対する初期条件および境界条件は以下のように無次元表示される。

$$\tau = 0 : \bar{T}_i = 0 \quad ; i=1 \sim n \quad (19)$$

$$\rho = R_i : \bar{T}_i = \bar{T}_{i+1}, \quad \bar{\lambda}_i \frac{\partial \bar{T}_i}{\partial \rho} = \bar{\lambda}_{i+1} \frac{\partial \bar{T}_{i+1}}{\partial \rho} \quad ; i=1 \sim (n-1) \quad (20)$$

$$\rho = 1 : \frac{\partial \bar{T}_n}{\partial \rho} + H_d (\bar{T}_n - \bar{\Theta}) = 0 \quad (21)$$

また、力学的境界条件は以下のように無次元表示される。

$$\left. \begin{aligned} \rho = R_i : \bar{\sigma}_{rri} = \bar{\sigma}_{rri+1}, \quad \bar{\sigma}_{rzi} = \bar{\sigma}_{rzi+1} \\ \bar{u}_{ri} = \bar{u}_{ri+1}, \quad \bar{u}_{zi} = \bar{u}_{zi+1} \\ \quad ; i=1 \sim (n-1) \\ \rho = 1 : \bar{\sigma}_{rri} = 0, \quad \bar{\sigma}_{rzi} = 0, \quad \bar{u}_{ri} = f(\zeta)g(\tau) \end{aligned} \right\} \quad (22)$$

式(1)、(19)～(21)からわかるように、非定常温度場に対する基礎式は境界条件式(21)に未知関数 $\bar{\Theta}(\zeta, \tau)$ が含まれているため、順問題解析のように温度場を独立に解くことができず、熱弾性場との連立によらねばならない。解析の概要は以下に示す通りである。熱弾性変位ポテンシャル $\bar{\Phi}_i$ とラプの変位関数 \bar{L}_i による方法を用いて熱変形、熱応力を定式化した後、ラプラス変換法により式(20)、(22)の条件式を満足するように温度場と熱弾性場を連立して解き、温度変化、熱変位、熱応力を求め

る。さらに、条件式 (21) より、媒体温度関数 $\bar{\Theta}$ を求める。なお、解析にあたり、式 (22) で与えられる円柱側面 ($\rho = 1$) での半径方向変位 \bar{u}_r の任意関数 $f(\zeta)$ および $g(\tau)$ を次式で与えた。

$$f(\zeta) = \exp(-a_1 \zeta^2), g(\tau) = 1 - \exp(-a_2 \tau) \quad (23)$$

ここで、 a_1 および a_2 は側面上で規定された変位関数の数値パラメータである。なお、上述の操作により得られる温度、熱変位、熱応力および媒体温度関数の理論解は紙面の制約上省略する。

3. 数値計算

前章で求めた理論解に対する数値計算結果を以下に示す。まず、不均質中空円筒の順問題解析の計算例として、内側境界から、ステップ状の局部的な加熱を受ける場合を取り上げた。不均質特性として、加熱の作用を受ける内側境界上でアルミナ、冷却を受ける外側境界上でアルミ合金の物性値を持つ不均質材料を考えると、すべての物性値が半径方向に関し直線的な変化の場合を取り上げた。すなわち、加熱条件および円筒の形状に関する計算諸元を次式により与え、物性値を表 1 に示した。

$$\left. \begin{aligned} H_a = H_b = 10.0, \bar{a} = 0.5 \\ f_a(\zeta) = H(\zeta_0 - |\zeta|), \zeta_0 = 1.0, f_b(\zeta) = 0 \end{aligned} \right\} (24)$$

ここで、 $H(x)$ はヘビサイドの単位ステップ関数である。

表 1 アルミナ、アルミ合金の物性値

Material properties of alumina and aluminum alloy

	アルミナ	アルミ合金
温度伝導率 κ_i [m^2/s]	11.9×10^{-6}	90.6×10^{-6}
熱伝導率 λ_i [$W/(mK)$]	3.6×10	22.2×10
線膨張係数 α_i [$1/K$]	8.0×10^{-6}	23.6×10^{-6}
縦弾性係数 E_i [GPa]	34.3×10	7.0×10
ポアソン比 ν_i	0.22	0.33

図 3 は加熱を受ける中央断面 ($\zeta = 0$) での半径方向に関する温度分布を示す。

さらに、図 4 には、図 3 と比較するため、2 層複合円筒 (加熱を受ける内側領域がアルミナ、外側領域がアルミ合金からなり、二つの層が等しい厚さの複合円筒) に対する結果を示す。

これらの図より、2 層複合円筒では物性値の相違により加熱を受ける内側領域で大きな温度勾配を示し、かつ界面で温度勾配の不連続を示すのに対して、不均質円筒では、半径方向に関し滑らかな曲線となることがわかる。

また、垂直応力 $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ 、 $\bar{\sigma}_{zz}$ の分布を図 5 ~ 7 に示す。図 5 および図 6 はそれぞれ加熱を受ける中央断面 ($\zeta = 0$) での半径方向の分布および加熱境界上 ($\rho = 0.5$) での軸方向の分布を示す。また、図 5 との比較のため、前述の 2 層複合円筒に対する $\zeta = 0$ での半径方向の分布を図 7 に示

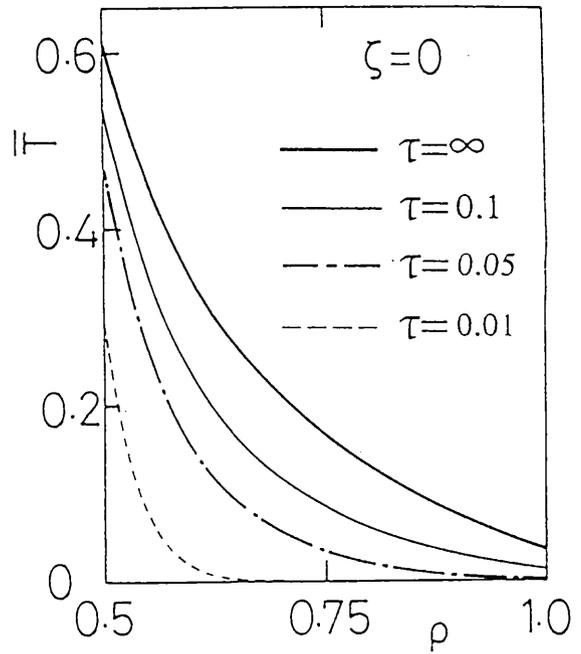


図 3 半径方向温度分布 (不均質円筒, $\zeta = 0$)
Temperature distribution in the radial direction (nonhomogeneous cylinder, $\zeta = 0$)

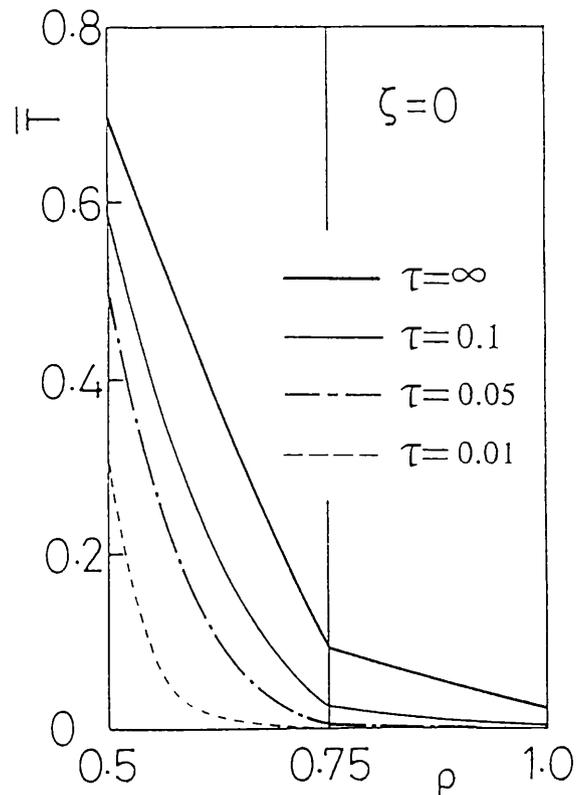


図 4 半径方向温度分布 (2 層複合円筒, $\zeta = 0$)
Temperature distribution in the radial direction (2layered cylinder, $\zeta = 0$)

す。図 6 より加熱領域端 ($\zeta = 1$) 近傍で応力の分布状態が大きく変動することがわかる。図 7 より、円周方向応力 $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ および軸方向応力 $\bar{\sigma}_{zz}$ に関し、2 層複合円筒では異種

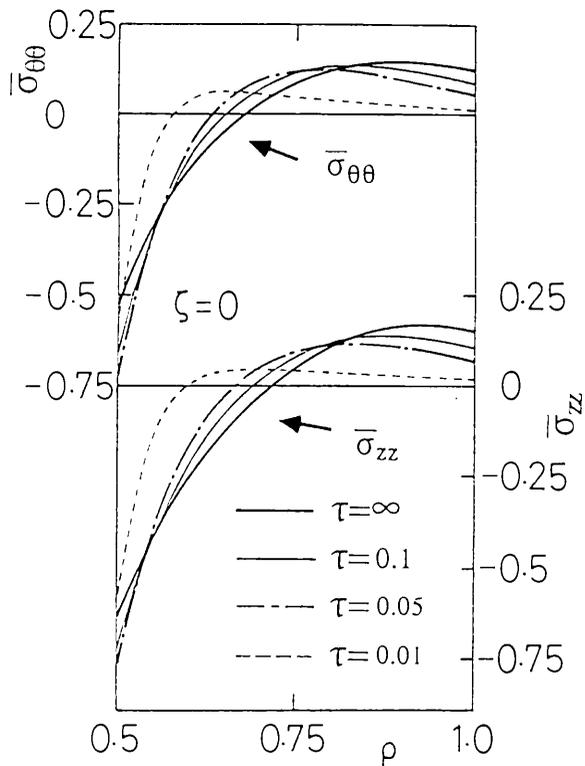


図5 応力 $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ 、 $\bar{\sigma}_{zz}$ の半径方向分布 (不均質円筒, $\zeta = 0$)
Distribution of stress $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ and $\bar{\sigma}_{zz}$ in the radial direction (nonhomogeneous cylinder, $\zeta = 0$)

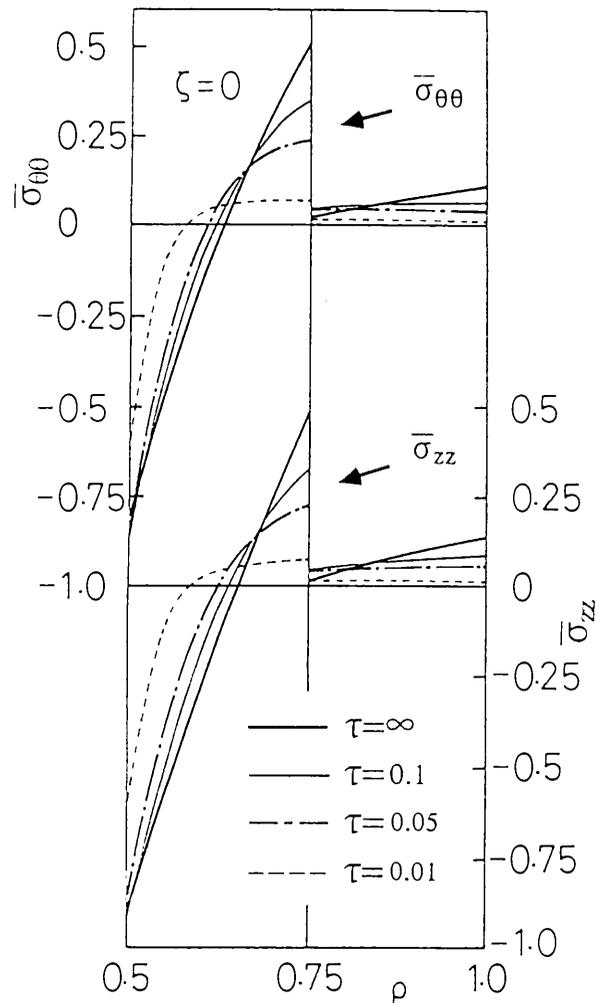


図7 応力 $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ 、 $\bar{\sigma}_{zz}$ の半径方向分布 (2層複合円筒, $\zeta = 0$)
Distribution of stress $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ and $\bar{\sigma}_{zz}$ in the radial direction (2layered cylinder, $\zeta = 0$)

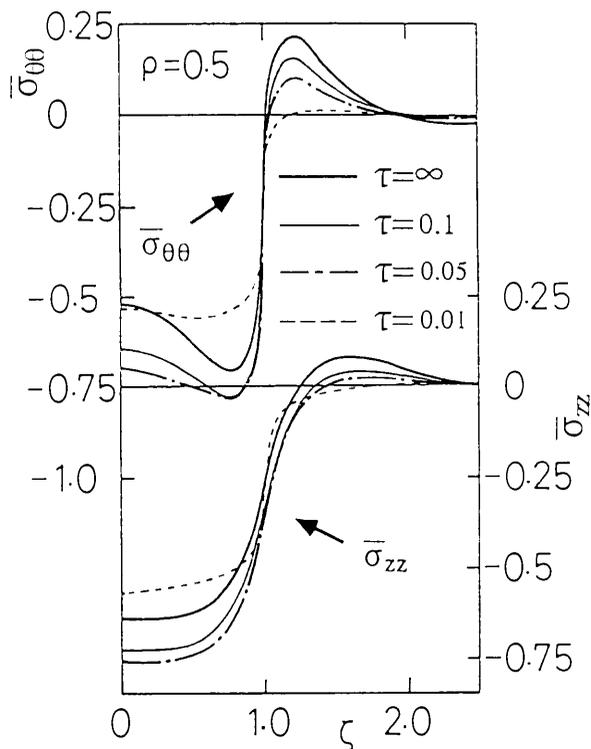


図6 加熱境界上の $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ 、 $\bar{\sigma}_{zz}$ の分布 (不均質円筒, $\rho = 0.5$)
Distribution of stress $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ and $\bar{\sigma}_{zz}$ along the inner surface (nonhomogeneous cylinder, $\rho = 0.5$)

材料間の界面に大きな応力の不連続が現れ、かつ、加熱を受けるアルミナ側に強度上問題となる大きな引張応力が現れることがわかる。図5と図7を比較すれば、生じる熱応力の絶対値に関して、2層材の場合よりも不均質材の場合のほうが、かなり小さく、熱応力緩和効果が明確であることがわかる。

次に、不均質円柱の変位に関する逆問題解析の計算例を示す。中実円柱の不均質特性として、加熱の作用を受ける円柱の側面でアルミナ、円柱の中心でアルミ合金の物性値を持つ不均質材料を考えることとし、すべての物性値が半径方向に関し直線的な変化の場合を取り上げた。また、式(23)で示されるように、円柱側面上 ($\rho = 1$) で規定された半径方向変位の軸方向座標 z および経過時間 τ に関する数値パラメータ a_1 および a_2 ならびに円柱側面上での無次元相対熱伝達率 H_a を以下のように与えた。

$$a_1 = 1, a_2 = 1, H_a = 10.0 \quad (25)$$

図8は円柱側面上で与えられた半径方向変位 \bar{u}_r の軸方向分布を示したものであり、時間の経過にかかわらず $z =$

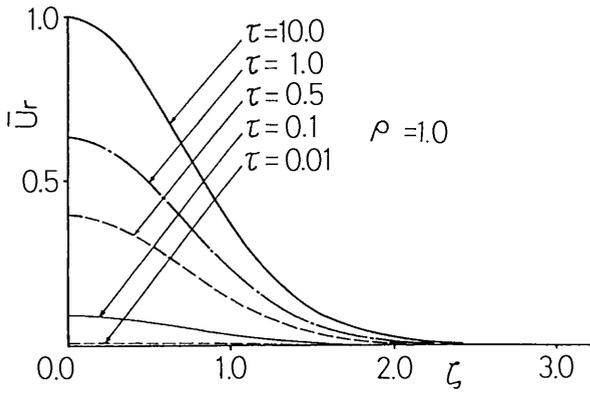


図8 円柱側面上で規定された半径方向変位の時間的变化
Time variation of prescribed radial displacement on the lateral surface of cylinder

2.0程度でほぼ零に収束する関数系で与えられていることがわかる。

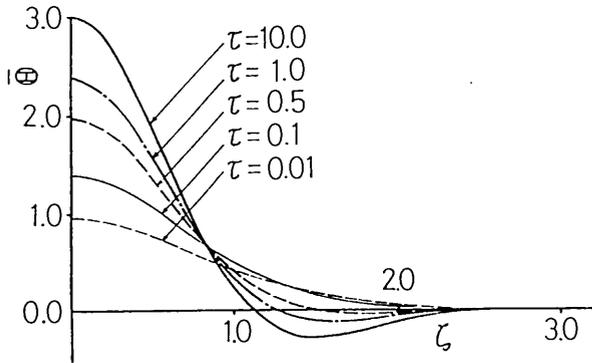


図9 媒体温度関数 $\bar{\Theta}$ の時間的变化
Time variation of heating temperature of surrounding medium

次に、図9は図8で与えられる変位分布に対応した媒体温度関数 $\bar{\Theta}$ の時間の変化を示したものであり、この図より時間の経過とともに $\zeta=1.1\sim 2.5$ の範囲で $\bar{\Theta}$ は冷却領域として与えられることがわかる。

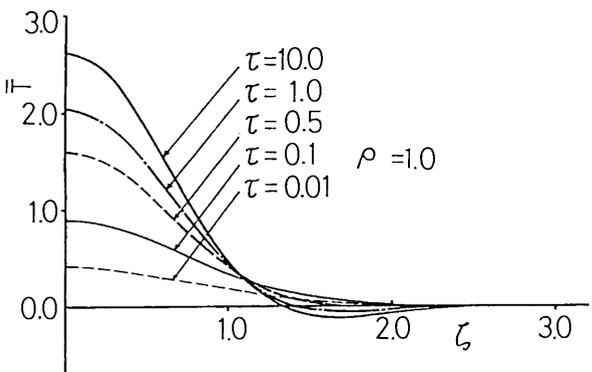


図10 円柱側面上での温度分布
Distribution of temperature on the lateral surface of cylinder

また、図10は円柱側面上 ($\rho = 1$) に生じる温度変化の軸方向の分布を示したものであり、媒体温度関数 $\bar{\Theta}$ の影響により、時間の経過とともに $\zeta=1.4\sim 2.5$ の範囲で温度変化はわずかに負の分布を示すことがわかる。

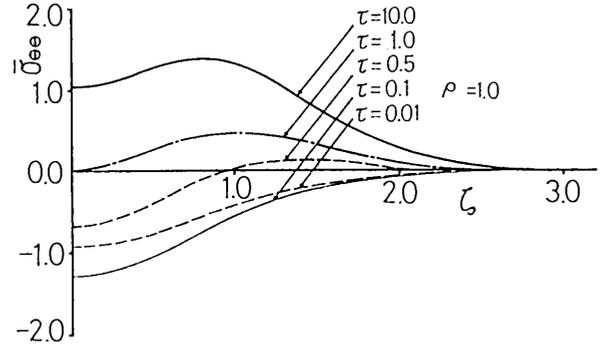


図11 円柱側面上での σ_{zz} の分布
Distribution of stress σ_{zz} on the lateral surface of cylinder

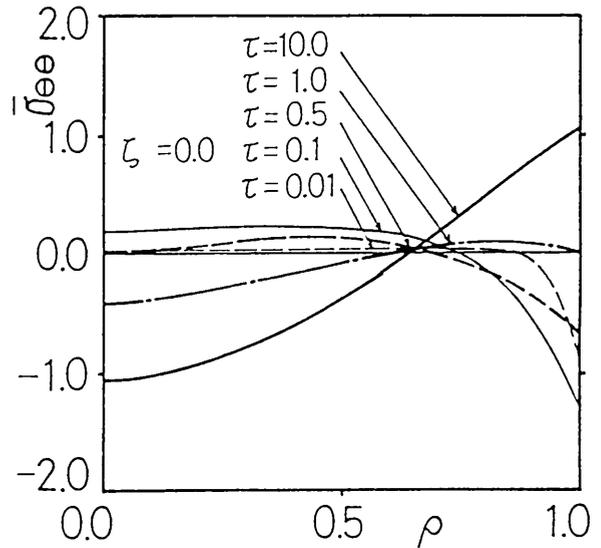


図12 応力 $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ の半径方向分布 ($\zeta=0$)
Distribution of stress $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ in the radial direction ($\zeta=0$)

図11および図12は円周方向応力 $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ について示したものである。すなわち、図11は $\bar{\sigma}_{\theta\theta}$ の円柱側面上での軸方向分布を表したものであり、図12は中央断面上 ($\zeta=0$) での半径方向分布を示したものである。軸方向分布については比較的なめらかな分布を示すこと、また中央断面の半径方向分布については、時間の経過とともにその分布状態が大きく変化し、かつ円柱の中心近傍では円柱の表面と逆の応力状態を示すことなどがうかがえる。

なお、実際の数値計算では、不均質中空円筒および不均質円柱を仮想的な均等厚さの層に分割し、その層の数 n をそれぞれ $n=20, n=10\sim 40$ で演算を行った。また、

無次元量の基準となる物性値 κ_0 , λ_0 , α_0 , E_0 についてはアルミ合金の物性値を用いた。

4. 結 言

本研究では、物性値が半径方向に関し不均質特性を持つ円柱の軸対称非定常熱応力問題を取り上げた。すなわち、不均質中空円筒の非定常熱応力に関する順問題と不均質中空円柱の表面の変位が規定された場合の媒体温度関数の決定という逆問題について理論解析し、数値計算例を示した。得られた結果から、著者らが提案している、不均質材料を区分的に均質な多層材料で近似する手法により、軸対称加熱を受ける不均質円柱の非定常熱応力に関する順解析および変位に関する逆解析が理論的に実行可能であることがわかった。

なお、本研究で用いた手法を拡張することにより、不均質円柱の三次元問題や移動熱源問題に関する順解析および不均質円柱の応力に関する逆解析についても解析が可能であると考えられ、これらについては次報で報告の予定である。

参 考 文 献

- 1) たとえば, Proceedings of The First International Symposium on Functionally Gradient Materials (1990); 第4回傾斜機能材料シンポジウム講演集(1991)
- 2) 畑, 日本機械学会論文集, **49-448A**, 1515 (1983)
- 3) 畑, 日本機械学会論文集, **51-467A**, 1789 (1985)
- 4) Sugano, Y., Theoretical and Applied Mech., **34**, 183 (1986)
- 5) Sugano, Y., Ingenieur-Archiv, **57**, 147 (1987)
- 6) 菅野, 日本機械学会論文集, **54-501A**, 1015 (1988)
- 7) 菅野, 明石, 日本機械学会論文集, **55-509A**, 89 (1989)
- 8) 菅野, 木元, 大坪, 日本機械学会論文集, **56-530A**, 2145 (1990)
- 9) Ootao, Y., Tanigawa, Y. and Murakami, H., J. Thermal Stresses, **13**, 193 (1990)
- 10) 大多尾, 谷川, 日本機械学会論文集, **56-531A**, 2275 (1990)
- 11) 谷川, 福田, 大多尾, 谷村, 日本機械学会論文集, **55-513A**, 1133 (1989)
- 12) Ootao, Y., Fukuda, T. and Tanigawa, Y., Theoretical and Applied Mech., **38**, 177 (1989)
- 13) 大多尾, 谷川, 中西, 日本機械学会論文集, **57-539A**, 1581 (1991)
- 14) Ootao, Y., Tanigawa, Y. and Fukuda, T., J. Thermal Stresses, **14**, 201 (1991)
- 15) 大多尾, 谷川, 笠井, 日本機械学会論文集, **57-537A**, 1161 (1991)

MQMG法で作成したYBCO超電導体の 臨界電流特性とその応用

Critical Current Density for MQMG YBCO Ceramics and its application

四谷 任* 鈴木 義彦* 小川 倉一**
Tsutom Yotsuya Yoshihiko Suzuki Soichi Ogawa

吉川 雅浩*** 高畑 良一****
Masahiro Yoshikawa Ryoichi Takahata

Abstract

A $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ceramics was fabricated by using Melt-Quench Melt Growth method to improve the critical current density. The critical current density was evaluated by a vibrating sample magnetometer. It was higher than $1 \times 10^5 \text{ A/cm}^2$, which was obtained at 77K and 0 field. Under high magnetic field, the critical current density decreased to $1 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$. But this value was about two order higher than that of YBCO bulk ceramics processed by ordinary solid reaction method. The MQMG YBCO showed ability to apply for a magnetic bearing system.

1. はじめに

ベドノルツ、ミュラーによる酸化物超電導体の発見は世界中に強烈なインパクトを与えた。それは、従来までの金属超電導体がヘリウム温度(4.2K)でしか動作しなかったが、酸化物超電導体が工業的にはるかに安価な液体窒素温度(77K)で使用できるという期待感のためである。しかし従来の方法で焼結した酸化物超電導体は臨界温度(T_c)、臨界磁場(H_c)特性は金属系の超電導体に比べて非常に優れているにもかかわらず、臨界電流密度(J_c)が著しく低かった。特に磁場中では外部磁場の増加と共に急速に J_c が低下し、その応用が疑問視されてきた。

YBCOは第2種の超電導体である。この事は超電導体中にピンニングセンターが存在しなければ、 J_c は0であることを意味している。通常の焼結法で作製したYBCO-123相($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$)は77Kでは、たかだか $\sim 100 \text{ A/cm}^2$ 程度しか臨界電流密度がとれなかった。この原因はす

でに様々な面から指摘されているように結晶粒界の存在と、フラックスフローの問題である。特に結晶粒界に融点の低い BaCuO_2 が形成されると粒界間の弱結合をつくり臨界電流密度が著しく低下する。村上ら¹⁾²⁾はあたらしい酸化物超電導体の焼成法(Melt-Quench-Melt-Growth法)を用い高い J_c をもつYBCO超電導体の作製法を提案した。この方法の革新性はピンニングセンターの導入と、粒界の改善を同時に行なう点である。

本論文ではMQMG法で作製したYBCO超電導体の臨界電流、およびその磁気軸受けへの応用に必要な基本的な特性について述べる。

2. MQMG法を用いた試料の作製

ISTECの村上らが提案したMQMG法でのYBCO酸化物超電導体はピンニングセンターとして123相マトリックスに不十分な包晶反応で取り残された Y_2BaCuO_5 (以下211相と略す)と123相の界面を利用している。MQMG法を使用して超電導体を作製するにあたって123相と211相を結ぶ擬2次状態³⁾を図-1に、YBCOの三角相図を図2に示す。図2のA点は123相、B点は211相でありA-B線路上に出発組成があると低融点の BaCuO_2 を粒界に析出しない。

* 材料技術部 電子デバイス研究室

** 材料技術部

*** (株)ホソカワミクロン 粉体工学研究所

**** 光洋精工(株) 研究開発本部

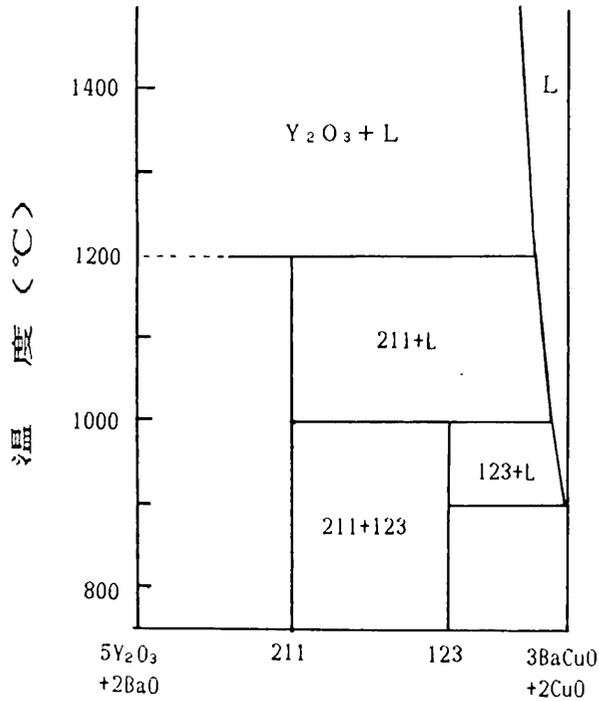


図1 擬2次元系の相図

Phase Diagram of quasi 2 dimensional YBCO system

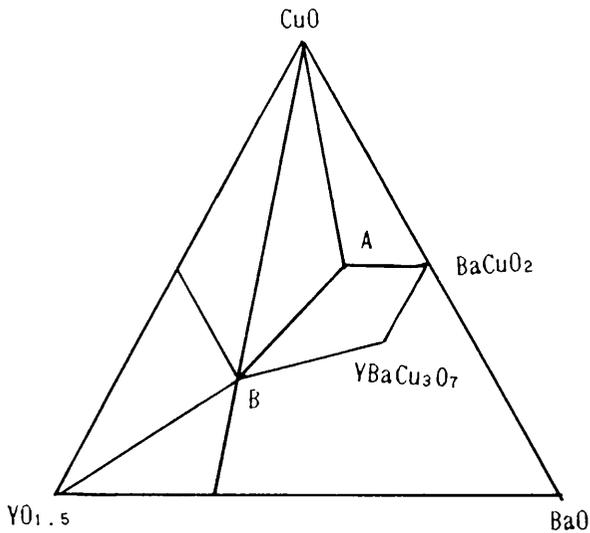


図2 三角相図

Phase diagram for YO_{1.5}, BaO and CuO system

まずY₂O₃, BaCO₃, CuOを123相中に211相がモル比で10~15%入るように入秤し、混合後、アルミナ坩堝で900℃10時間仮焼する。この過程はBaCO₃を反応させてCO₂を取り除くことにある。室温まで冷却した後、粉碎混合し白金坩堝に入れて1400℃30分保持後、Cu板上に急冷した。図1より1400℃ではBa及びCuは、この温度では液相である。一方Y₂O₃はこの温度では固相であり液相のBa-Cu-O中に分散されている。この過程で大切なことは急冷することにより211相を作る事なくBa-Cu-O中にY₂O₃を微細分散させることにある。急冷速度が遅いとY₂O₃は211相を

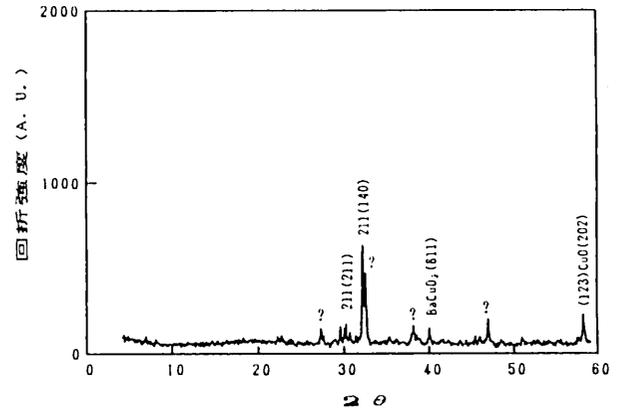


図3 溶融急冷後のYBCOのX線回折パターン

X-ray diffraction pattern for just after melt quenched YBCO

作る可能性があり、好ましくない。図3に1400℃から急冷して得た試料のX線回折結果を示す。図から明らかに各ピークの回折強度は弱く結晶が微細化されていることが判る。

YBCOはコヒーレンス長が1 nm程度であり粒径がμm程度の211相自体がピンニングセンターとして働くことは考えにくい。211相と123相との界面がピンニングセンターとして働くと考えられる。MQMGは1400℃の温度と白金の坩堝が必要であり、またクエンチするときに残渣が残る。Y₂O₃はBa-Cu-Oに比べ重いために組成ずれを生じ易い。そのため急冷後のYBCOの組成をICPAES (Inductively coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy) で測定した後、組成ずれを補正する必要が生じた。また温度を下げる過程で結晶構造がテトラゴナルからオルソロニックに相転移するが、この時a軸には結晶が伸び、b、c軸方向には結晶が縮む。ab軸方向にはツインをつくり結晶歪は吸収することが出来るが、c軸方向の歪は吸収することができない。このためc軸に平行に割れを生じJ_cの低下を生じた。この事を避けるためにAgOを約7 wt%試料に添加した。AgOの過剰添加は123相の結晶成長を妨げたので、最適量を室温での電気抵抗の極小値から決定した。

急冷したYBCOを再度粉碎混合後、圧粉成形してペレットを作製し、次に1100℃30分熱処理後1000~950℃を50時間かけて除冷し、さらに900℃から室温まで酸素雰囲気50時間で冷却して試料を作製した。用いた代表的な温度プロフィールを図4に示す。1100℃の過程は微細分散したY₂O₃を核に微細な211相を析出させるためであり、この過程を長時間保持すると211相が結晶成長を行い巨大化する。1000℃から950℃の過程は211相とBaCuOが反応し、123相を結晶成長させるために必要である。1000℃は123相の融点に近く、この温度で長時間結晶成長させること

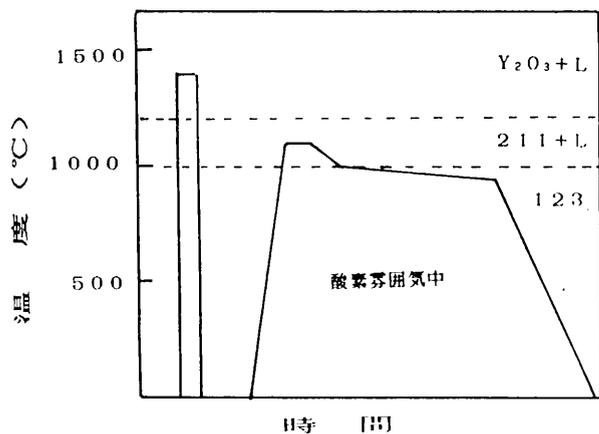


図4 MQMG法の熱処理プログラム
Time Diagram for MQMG YBCO

でほとんど粒界での弱結合が存在しないバルク体を作成することができる。YBCOは650°Cから400°Cで大量の酸素を吸い、結晶構造をテトラゴナルからオルソロンビクへ変化する。酸素の拡散はきわめて遅く、充分な時間の酸素処理が必要である。MQMGで作成した試料は600°Cから450°Cで酸素処理しただけでは酸素は中に入らなかった。そのため900°Cから室温まで50時間以上かけて徐冷した。図5に1100°Cで30分焼成後、950°Cで50時間熱処理を

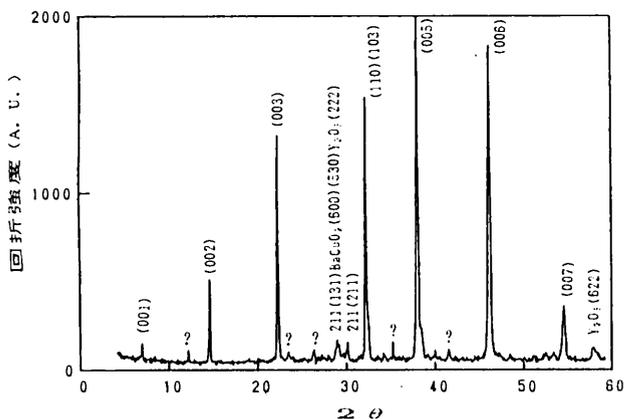


図5 MQMG法で作製したYBCOのX線回折パターン
X-ray diffraction pattern of MQMG YBCO

した試料のX線回折結果を示す。試料は焼成したままの試料でペレットした時の圧縮面に垂直にX線を当てて測定した。この結果からわかるように試料はc軸方向に配向している。

図6にMQMG法で作製した代表的な試料の電気抵抗の温度依存性を示す。室温から温度を下げるにしたがって電気抵抗は直線的に低下し90Kで超電導転移を示した。この試料のRR (Resistance Ratio = R_{300K}/R_T ; R_T は超電導転移直前の電気抵抗) は約7であり通常の固相反応法で得られるYBCOの値4に比べると約2倍ほど大きい。このことはMQMG法の試料は結晶粒界での電子散乱がほ

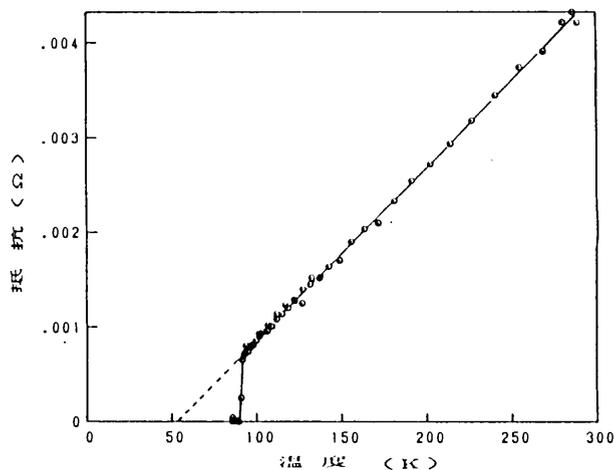


図6 MQMG法で作製したYBCOセラミックスの電気抵抗の温度依存性

Resistance as a function of temperature for MQMG YBCO bulk sample

んど無いことを意味している。換言すれば結晶粒界の少ない試料が焼成できたことを表わしている。

3. 電流密度の測定

YBCO系の臨界電流密度をトランスポート法で測定することは非常に困難である。測定電流を10Aとし、 10^3 A/cm^2 以上の電流密度を測定するためには少なくとも線径を10 μm 程度に加工しなければ臨界電流密度を正確に決定できない。MQMG法で作成したYBCOは極めて硬く、またセラミックス特有の脆性のため線状に加工することが困難であった。このためビーンモデル⁵⁾を使用し、B-H特性から臨界電流密度を求めた。すなわちビーン⁵⁾の提案した

$$J_c = \frac{20 \times \Delta B (H)}{d}$$

を用い、 $\Delta B (H)$ をVSM (振動型磁気測定装置)で測定して J_c を評価した。試料は粉末の試料を使用した。

ここで ΔB は磁束密度の変化量、 H は外部磁場、 d は平均粒径であり粒内には大きな結晶粒界は存在しないと仮定した。

B-HカーブはVSMを使用し、77Kで測定した。その時YBCOの平均粒径はSEMおよびレーザ光の分散特性から求めた。図7に代表的な試料のB-Hカーブを示す。0磁場から H_{c1} まで完全反磁性を示すように直線的に減少した後ゆっくりと増加する。これは H_{c1} を越えると磁束がYBCO内に侵入するために反磁性領域が減少するためである。約1Tまで磁場を印加した後磁場を減少させると試料の磁束密度は符号を変え、あたかも強磁性体のように正の符号に逆転する。この符号の逆転は現象的にはフィッシ

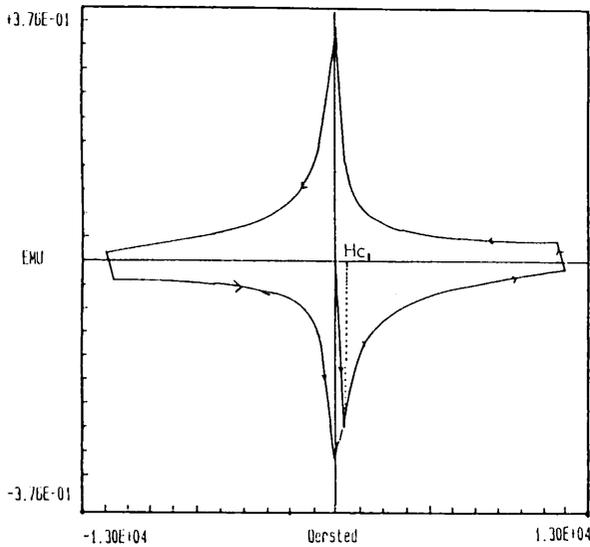


図7 B-Hカーブ
B-H curve measured by VSM

ング効果として知られているように、超電導臨界電流密度の高い試料の特徴である。

図8にMQMG法で作成した試料（出発組成はY：Ba：

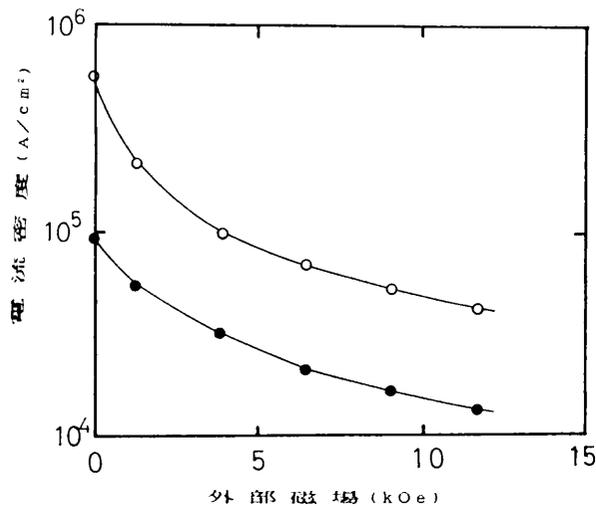


図8 VSMで測定したMQMG YBCOの77Kにおける臨界電流密度

- (○) $Y_{1.6}Ba_2Cu_3O_x$
- (●) $Y_{1.0}Ba_2Cu_3O_x$

Critical Current density for $Y_{1.6}Ba_2Cu_3O_x$ (○) and $Y_{1.0}Ba_2Cu_3O_x$ (●). These samples were measured at 77K

Cu=1.6：2：3)の臨界電流密度の磁場依存性を示す。0磁場では J_c は $1 \times 10^6 A/cm^2$ 以上であり、薄膜を除いては他の方法では得られないほど高い J_c を示した。磁場を印加するにしたがって J_c は低下し1 Tでは0磁場の1/10程度まで減少した。

一方、出発組成がY：Ba：Cu=1：2：3の試料の臨界電流密度を同じグラフ上に示す。図から明らかのように出発組成が変化させ、211相が少ない試料では臨界電流密度

は約1桁小さい。しかし通常の固相反応で作製した試料に比べるとはるかに大きい。211相の微細分散化と123相と211相の体積分率が電流密度に大きな影響を与えることがわかる。

4. MQMGで作製したBULKの応用

MQMG法で作製した試料は高い臨界電流密度を有する。またピンニングポテンシャルが他の試料に比べて大きい。この事は超電導体の上に浮上させたマグネットに対し大きな浮上力を与えることを示している。またあわせて大きなフィッシング効果を示すことより磁気軸受けとしての応用が期待される^{5,6)}。筆者らはマグネト-YBCOの超電導磁気軸受けとしての応用するための基本的な特性を測定した。測定に使用した装置の概略図を図9に示す。

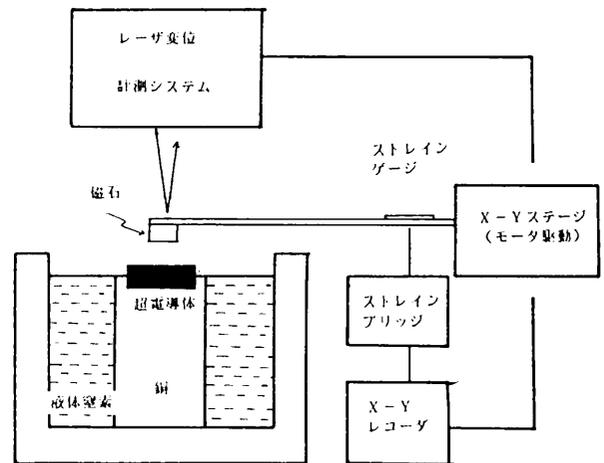


図9 超電導体と永久磁石間に働く力を測定するための装置の概略図

Schematic diagram for attractive/repulsive force which worked between a MQMG superconductor and a permanent magnet

77Kに冷却したYBCO超電導体（図8○印の試料を使用した）に直径3 mm中心磁界3000Gaussの永久磁石を所定の位置に置き、超電導体とマグネットに働く力を測定した。超電導体とマグネットの位置はレーザ変位計を使用し、力はストレインゲージを使用して測定を行った。図10に、YBCOの表面に垂直方向にマグネットを動かしたときの反発力の測定結果を示す。マグネットをYBCOに近づけるに連れて急速に反発力が増加した。1 mmまで接近させた後、距離を離すとヒステリシスカーブを描きながら、反発力は小さくなり、さらに2 mm以上に離すと、超電導体-マグネット間に引力が働くようになる。約4.5 mm離れたところで引力は最大となり、更に離すとその引力も次第に小さくなった。いま軸受けとして動作点を図10のAに選ぶと、Aよりも距離が小さくなると反発力を生じ、Aよりも離れると両者間に引力が働くことを表し

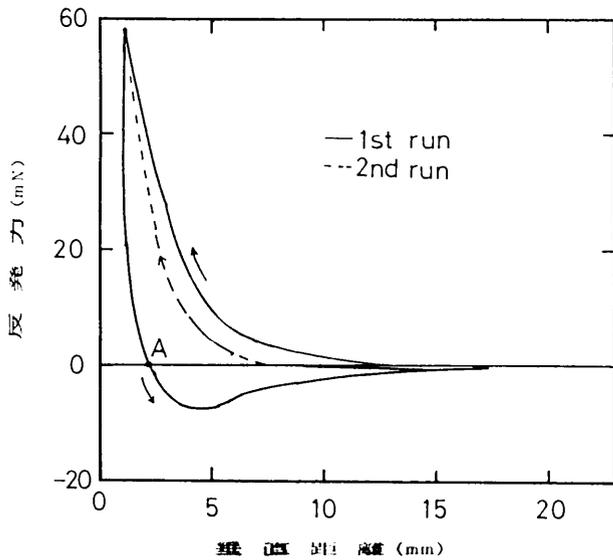


図10 永久磁石を垂直方向に移動させた時の力
Attractive/repulsive force as a function of distance

ている。すなわち点Aは安定な動作点となることを示しており、この系が外部の制御系がなくとも自動調心性があることを表している。さらにこの系が垂直方向の位置

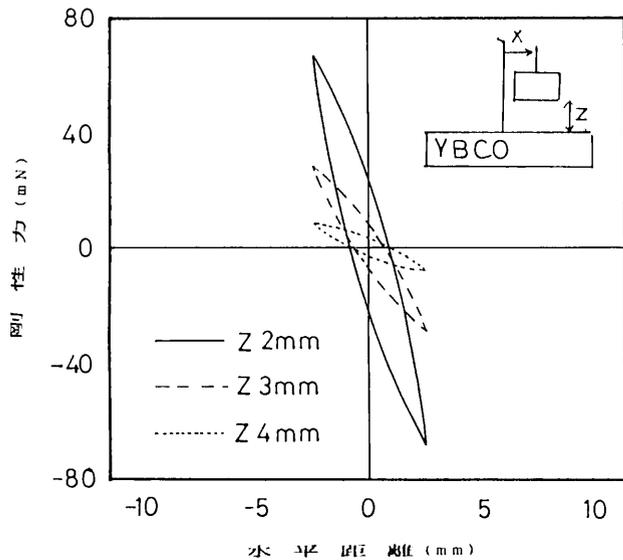


図11 永久磁石を水平方向に移動させた時の剛性力
Radial Rateral force as a function of displacement

の変動に対し大きなヒステリシスを描くことは、ヒステリシスの面積がマグネットの位置の変動に対し消費するエネルギーの大きさを表していることからダンピング係数が大きいことを示している。軸と軸受け間の位置が変動したとしても自動的に（外部の制御系なしに）動作点に速やかに復帰することを示している。同様な結果は図11に示す水平方向の位置変動（剛性力）に対しても得られた。このようにMQMG法で作製したYBCOバルク体は大きなピンニングポテンシャルをもち、このことが磁気軸受けとして優れた特性を示す。

5. 結論

MQMGでYBCO酸化物超電導体を作製し、その臨界電流密度をVSMによるB-Hカーブから評価した。

- 1) 77Kに於ける臨界電流密度は0磁場で 10^4 A/cm^2 であった。
- 2) 1 Tの磁場中においても 10^4 A/cm^2 のJcを示す。
- 3) 高負荷での高速回転用の磁気軸受けの材料として優れた特性を示すことがわかった。

参考文献

- 1) M.Murakami, T.Oyama, H.Fujimoto, T.Taguchi, S.Gotoh, Y.Shiohara, N.Koshizuka and S.Tanaka; Jpn.J.Appl. Phys., II, L1991 (1990)
- 2) H.Fujimoto, M.Murakami, S.Gotoh, T.Oyama, Y.Shiohara, N.Koshizuka, and S.Tanaka; Advance in Superconductivity II (Springer-Verlag, Tokyo, 285, 1990)
- 3) M.Murakami; Mod.Phys.Lett.4, 163 (1990)
- 4) 藤本 浩之; 低温工学25, 78 (1989)
- 5) C.P.Bean; Phys.Rev.Letters, 8, 250 (1962)
- 6) F.C.Moon and P.Z.Chang; Appl.Phys.Lett., 56, 397 (1990)
- 7) R.Takahata and T.Yotsuya; IEEE Trans Magn. 27, 2423 (1991)

強磁性体用マグネトロンスパッタ装置の開発

Magnetron Sputtering System for Ferromagnetic Material

吉竹 正明* 野坂 俊紀*
Masaaki Yoshitake Toshikazu Nosaka

岡本 昭夫* 小川 倉一**
Akio Okamoto Soichi Ogawa

abstract

A magnetron sputtering system for ferromagnetic material was developed. The improved target and backing plate in the sputtering cathode causes magnetic flux leak out above the target surface. The vectors of the leaked magnetic flux had a horizontal component which enabled magnetron discharge to occur. When a Fe target was sputtered using a permanent magnet for magnetron sputtering, the deposition rate was found to be about 4 times larger than that of normal RF sputtering.

1. はじめに

薄膜作製法としてのマグネトロンスパッタ法はその高速スパッタ性から産業界で数多く用いられ、種々の材料の薄膜作製に用いられている。しかしながらターゲットがFe, Ni, Co等の強磁性体である場合は磁束がターゲット内部を通過し、表面にもれ磁場が発生せず、高速スパッタを行なうのが困難という欠点がある。これを解決するためにこれまで対向ターゲットスパッタ装置¹⁾や磁界圧着型スパッタ装置²⁾、ギャップタイプターゲット³⁾を用いたスパッタ法等種々の工夫を凝らした装置が開発されているがそれぞれ一長一短がある。前述のようにマグネトロンスパッタ装置は生産現場や実験室でこれまで数多く使われており、この装置を用いて強磁性体の高速スパッタができれば大きな意味がある。

今回我々は通常のマグネトロンスパッタ装置のカソードを利用し、ターゲットとバックングプレートの形状を工夫することにより強磁性体のマグネトロンスパッタが可能になるように開発を行なった。Feをターゲット材料に選んで実際にスパッタを行った結果、スパッタの高速化が実現できたのでその結果について報告する。

2. マグネロンカソードの設計

マグネロンカソードの設計は従来からある装置を容

易に改良することができるように

- 1) 通常のマグネトロンスパッタ装置に用いることができる
- 2) 加工は旋盤加工だけによる

ことを基本的な考えとして設計を行なった。マグネロンカソードの最も重要な部分はターゲット及びバックングプレートであり、次のように作製を行なった。

(1) ターゲット

通常用いられるプレーナ型マグネトロンスパッタ装置ではターゲットは一枚の円板を使用する。ターゲットが非磁性体であれば問題は生じないが、ターゲットがFe, Ni, Coなどの強磁性体である場合磁気閉回路を作るため、ターゲットの裏面におかれたマグネットから生じるもれ磁場がターゲット内部を通りターゲット表面上に発生しない。この欠点をなくすためにターゲットを図1に示すように内側円板(内部ターゲット)と外側中空円板(外部ターゲット)の2枚に分割して磁氣的なギャップを設け、ターゲット表面にもれ磁場が発生するようにした。この場合、内部ターゲット及び外部ターゲットがそれぞれS極及びN極になる。

ギャップ幅が大きいとプラズマがギャップ内に入る可能性が考えられ、また狭すぎるとターゲット表面上でのもれ磁場が十分に発生しない。今回ギャップ幅は5 mmに設定した。

内部ターゲットと外部ターゲットのギャップがプラズマ側から見える構造であると、ギャップを通してバックングプレートがスパッタされる可能性がある。このため

* 材料技術部 電子デバイス研究室

** 材料技術部

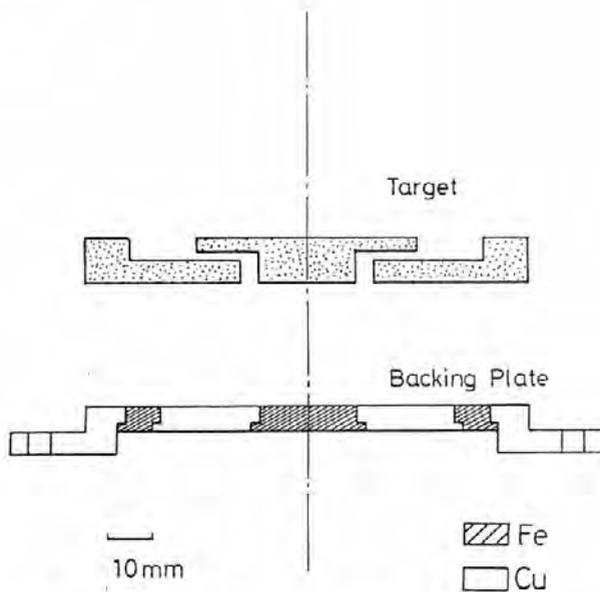


図1 ターゲット及びバックングプレートの概略図
Schematic diagram of target and backing plate

プラズマからギャップを通してバックングプレートが見えなくするため、またもれ磁場をなるべく外側の広い範囲に発生させるためターゲットの内部ターゲットには“つば”を設け、ターゲットの断面が凹形になるような構造にした。

(2) バックングプレート

通常バックングプレートは熱伝導のよい銅で作製されている。しかし銅は非磁性体であるためバックングプレートの厚さだけ磁氣的にギャップが存在している。今回作製したバックングプレートでは、磁束をターゲットに有効に導くためマグネットが接触する部分に強磁性体である鉄を用い、それ以外の部分には熱伝導のよい銅を用いた。この構造にすると、マグネットの極より出た磁束がバックングプレートの鉄の部分を通り、他にもれることなくターゲットの内側及び外側の極へと有効に導くことができると考えられる。銅と鉄のシールはすべてハンダにより行なった。

ターゲットとバックングプレートのボンディングはハンダにより行なった。ターゲットの内部ターゲットと外部ターゲットとのギャップ距離はターゲットの表面上のもれ磁場の大きさに影響を与えるため、ボンディングにあたっては非磁性体であるしんちゅうをスペーサーに用いた。ターゲットホルダーに装着したマグネトロンカソードの外観およびターゲット表面部の写真を図2および図3に示す。

今回設計したマグネトロンカソードはターゲットホルダーを一つのユニットと考えて交換するだけでよく、交換に要する時間は少ない。また従来の装置としての使用も可能であり、基板ホルダーの位置、電源系、水冷機構などまったく同じ物が使用可能であるという特徴がある。



図2 ターゲットカソードの外観
Photograph of target cathode



図3 ターゲット表面
Photograph of target surface

3. 実験方法

(1) 磁場分布の測定

ターゲット表面上に発生する磁場のベクトルおよび分布はガウスメータにより測定した。磁場分布はターゲットの形状が軸対象であるためターゲットの中心を原点ととり、ターゲット表面上及び前面の空間の各座標点で磁場の水平方向および垂直方向成分を測定した。各座標点の間隔は水平方向、垂直方向とも2mmとした。

(2) Feのスパッタ

マグネトロンカソードは、対向二極プレーナ型スパッタ装置に装着しスパッタを行なった。排気は油拡散ポンプ及びロータリーポンプにより行い到達真空度は約 6×10^{-7} Torrである。真空排気後Arガスを導入してスパッタを行った。Arガス圧は 6×10^{-3} Torrと一定にした。ターゲットには強磁性体であるFeを用いた。スパッタ条件を表1に示す。膜の作製を行う場合は成膜前に約10分間のArによるプレスパッタを行った。到達真空度およびガス圧はB-

Aゲージ及びシュルツゲージにより行った、またターゲットのバイアス測定には高耐圧プローブを用いオシロスコープにより測定した。

表1 スパッタ条件
Sputtering condition

到達真空度	約 6×10^{-3} Torr
RFパワー	20~450W
Arガス圧	6×10^{-3} Torr
ターゲット	Fe (外径100mm ϕ)
電極間距離	60mm
基板温度	室温
基板	7059ガラス

4. 実験結果及び考察

(1) 磁場分布

ターゲット表面上の鉄粉による磁場分布を図4に示す、磁場はターゲットの外側から中心に向かって放射状に分

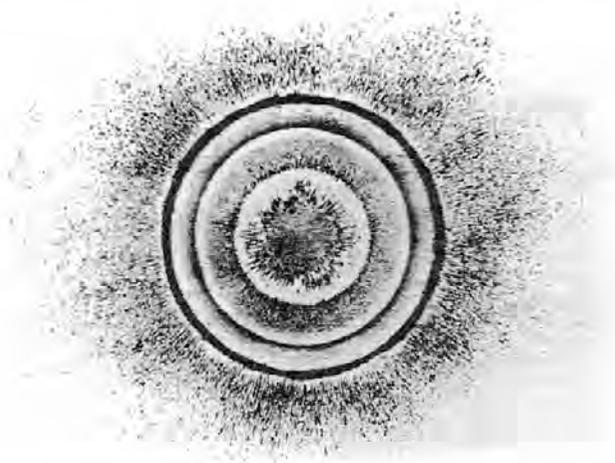


図4 ターゲット表面の磁場分布

Magnetic field distribution on the target surface

布していることがわかる。図5にターゲット前面の空間の磁場分布を示す、磁束は内部ターゲットの上面からは

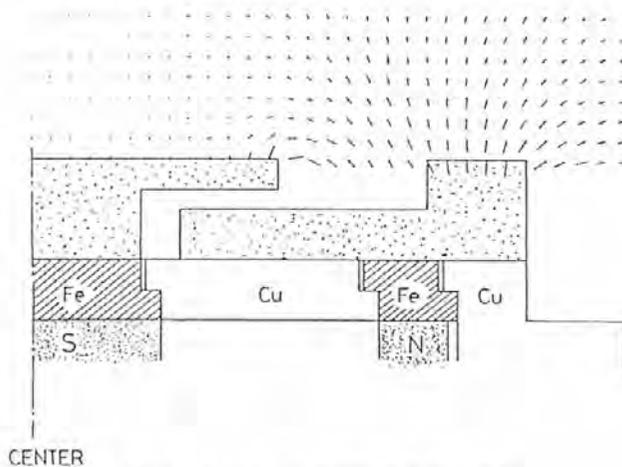


図5 ターゲット前面空間の磁場分布

Magnetic field distribution in the space above the target surface

あまり発生せず、主として内側円板のエッジより外側円板の凹部並びに外周部へと入る。これは鉄が強磁性体であり、N極に近い部分へ磁束が鉄内部を通過するため、内部ターゲットのエッジ付近に磁束が集中するためであると考えられる。磁場ベクトルの方向から凹部上方でマグネトロン放電に必要な磁場の水平方向成分が大きく発生していることがわかる。磁場の水平方向成分の強度は内側円板のエッジ付近が最も大きく400ガウス以上の値が得られた。通常マグネトロンスパッタ法ではターゲット表面上で必要な磁場の水平方向の強さは200~300ガウス程度であり、今回開発したマグネトロンカソードはマグネトロン放電に必要な磁場が発生している。ターゲットのエロージョンエリアは主として外側円板凹部および内側円板のエッジ付近であり、磁場の水平方向成分が最も強い領域に対応している。

(2) セルフバイアス電圧

図6にターゲットのセルフバイアス電圧 (V_{self}) とRFパワー (P_{rf}) との関係を示す。セルフバイアス電圧の値はターゲットに印加される高周波電圧の最大値と最小値

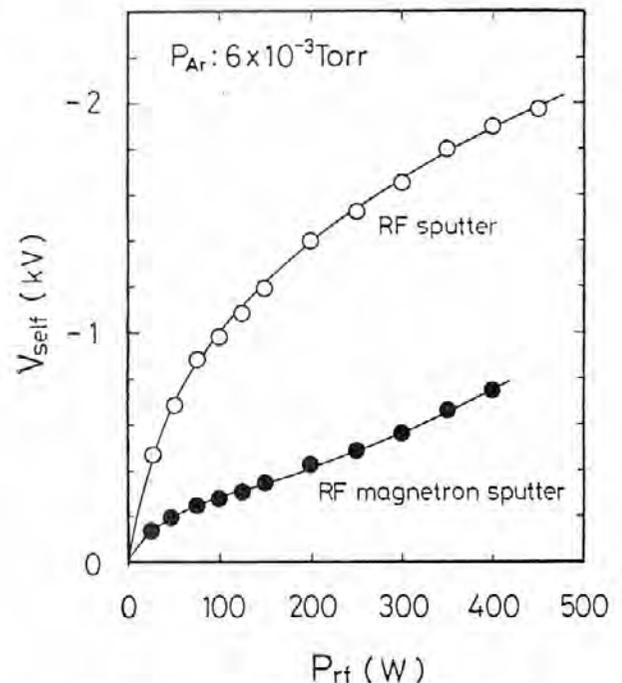


図6 セルフバイアス電圧とRFパワーの関係

Relationship between self-bias voltage and RF power

を測定し平均をとることにより求めた。100W以上のRFパワーで、マグネットを用いない場合、 V_{self} は1kV~2kVと大きい。マグネットを用いることにより数百V程度の大きさに低下する。これはマグネットの磁場の水平方向成分の働きによりマグネトロン放電がocこり、荷電粒子がターゲット表面上でサイクロイド運動を行って他のAr原子との衝突確率が増えるため、Arイオンが増加し放電電流が増加する。このためRFパワーが一定であるとターゲット電圧が低下する。即ちマグネトロンスパッタ

タの特徴である低電圧大電流放電が実現していると考えられる。

(3) 堆積速度

図7にFe膜の堆積速度とRFパワーの関係を示す。堆積速度は膜厚をスパッタ時間で割った値を用いた。マグネットを用いた場合、用いない場合ともに堆積速度はRFパワーに比例して増加し、通常の一枚ターゲットのスパッタの

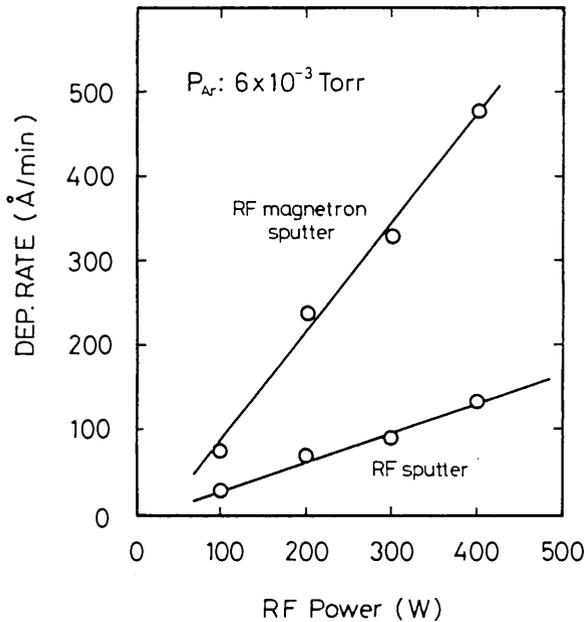


図7 Fe膜の堆積速度とRFパワーの関係
Relationship between deposition rate of Fe film and RF power

場合と同じ特性を示す。マグネットを用いた場合の堆積速度は用いない場合に比べ約4倍程度増加し、所期の目的である強磁性体の高速スパッタを実現できた。これは前述のようにマグネトロン放電によりArイオンが増加し、Fe原子がより多くスパッタされるためであると考えられる。

(4) 膜厚分布

図8に堆積したFe膜の中心の膜厚で規格化した膜厚分布を示す。中心から約30mmの範囲で約10%の分布を示す。マグネットを用いた場合は用いない場合に比べ距離による膜厚の変化が少ない。これはマグネットを用いない場合は放電の最も強い部分がターゲットの中心であるのに対し、マグネットを用いると放電がリング状になり、最も強い部分がターゲットの凹部になる。このため最も多くスパッタされるターゲットの部分が中心からリング状に外側の凹部へ移るため、より外側までスパッタ原子が到達するためであると考えられ、この結果膜厚の分布がマグネットを用いない場合に比べてよくなると考えられる。スパッタされたFe膜は図9のX線回折パターンに見られるようにα-Fe (110) 及び (200) 面からの回折が得られBCC構造を示す。

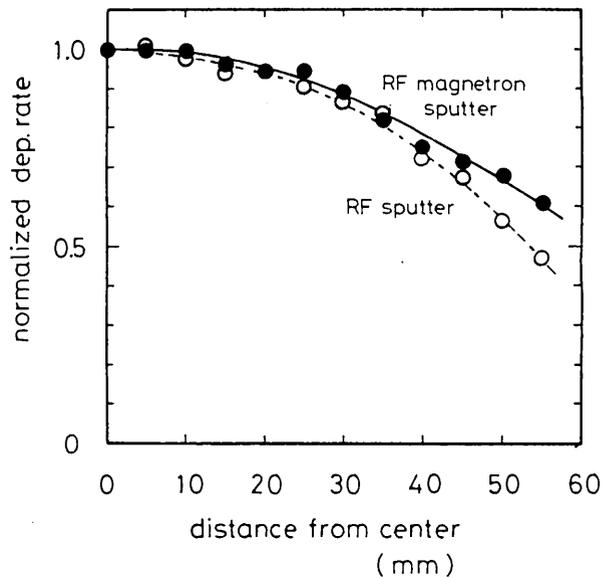


図8 スパッタ膜の膜厚分布
Distribution of deposition rate

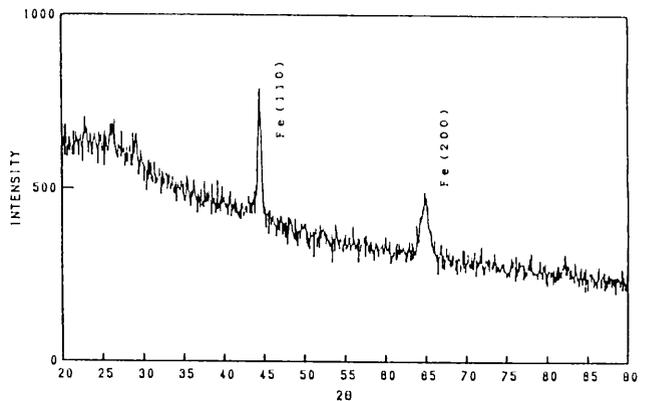


図9 Fe膜のX線回折パターン
X-ray diffraction pattern of Fe film

5. まとめ

ターゲット及びバックングプレートの形状を改良することにより、強磁性体の高速スパッタ装置の開発を行った。この結果、強磁性体ターゲット表面上にもれ磁場を発生させることができ、マグネトロン放電が可能になった。FeをターゲットにArでスパッタを行った結果、マグネットを用いた場合には用いない場合に比べ約4倍の堆積速度が得られた。この装置はCo、Niなどの他の強磁性体への応用が期待でき、また形状等の改良を加えることによりスパッタ速度の向上が期待される。

参考文献

- 1) 星 陽一, 直江正彦, 山中俊一, 電子通信学会論文誌, **J65**, 490 (1982)
- 2) 高橋隆一, 宮田 努, 吉田順作, 電子通信学会論文誌, **J67**, 559 (1984)
- 3) K.Nakamura et.al, IEEE Transactions on Magnetics, **MAG-18**, 1080 (1982)

銅－亜鉛－アルミニウム高温形状変化合金の 温度モニターへの適用性

An Application of High Temperature Shape Change Effects of a Cu-Zn-Al Alloy to a Temperature Monitor

藤田 直也* 藤井 俊之* 花立 有功*
Naoya Fujita Toshiyuki Fujii Yuko Hanatate

It is well known that shape recovery of the shape memory effect (SME) in Cu-Zn-Al alloys is caused by the reverse transformation of the thermoelastic martensite. It has also been reported that the alloys show an inverse shape change, which is attributed to a bainitic transformation. In addition to the aforementioned shape changes, the authors have reported that another kind of shape change appears in the alloys. This shape change phenomenon occurs at approximately 600–1000K, and has been named "High Temperature Shape Change (HTSC)".

In the present paper, the HTSC behavior has been examined by using a Cu-25.3Zn-4.1Al-0.004B-0.002Ni alloy (mass%) at elevated temperature between 600 and 1000K. Specimens of the alloy were tempered at 960, 910 and 860K for 10^3 , 10^4 and 10^5 s, respectively. No shape change was observed during holding at these temperatures. However, when the specimens were cooled from those temperatures, HTSC phenomenon was observed. The magnitude of the shape change was examined on those tempered specimens. The specimen tempered at 960K for 10^5 s indicated the smallest shape change among them, while the specimen tempered 860K for 10^3 s did the largest shape change among them. Consequently, it may be considered that there is a certain obvious relationship between the magnitude of the shape change and the temperature of specimens. Hence, the HTSC in the Cu-Zn-Al alloy may be applicable to a temperature monitor under a condition of low temperatures or short times in tempering treatments.

1. 緒言

一般によく知られている形状記憶合金は、変形を与えても一定温度以上に加熱すると、その形状が復元する性質を持った合金である。著者らは銅－亜鉛－アルミニウム形状記憶合金の実用化を目指し、とくに動作温度の高温化を一つの課題として研究を行ってきた。その結果、従来の銅系形状記憶合金と同組成の合金において、約600～1000Kの高温でも形状変化挙動を示すことを見出した。これを高温形状変化と名付け、当所発表会や学会などで報告してきた^{1)–11)}。一般の形状記憶処理を行った後、曲げ変形を与えた短冊状試料を加熱すると、曲げた方向と逆の方向へ変形して曲げ角度が減少し、冷却時

には曲げた方向へ変形して曲げ角度が増加する様な自発的形狀変化を示す。その動作温度は約600～1000Kであり、従来の形状記憶合金に比べて高く広い温度範囲で作動する。一度高温形状変化を示すようになった試料は、加熱・冷却を繰り返しても同様の形状変化を示し、その変化量は加熱時よりも冷却時の方が大きいため、累積変化量は増加を示す⁶⁾。しかし、動作温度域では銅系合金は強度が低いと、力学的エネルギーを取り出すことは困難があるが、温度変化と形状が一对一の対応をしていれば、温度モニターなどへの応用が可能となる。これまでは主に形状変化量を大きくするための前処理の検討を行い²⁾³⁾⁸⁾¹⁰⁾、応用の可能性の拡大ならびに形状変化量の読み取り精度をあげる研究を進めてきた。その結果、前処理として拘束加熱処理法が大きな変化量を生み出すことを見出した¹⁰⁾。拘束加熱を前処理として適用すると、比較的簡単

* 材料技術部 金属材料研究室

な条件下で大きな変化量を得ることができるようになった。しかし、この高温形状変化の特性を利用して、温度モニターとしての適用を試みる場合には寿命の問題がある。一度高温形状変化を示したものを1~2年間、室温で放置しておいたものが同様な変化を示すことは確認している。したがって室温保存に関しては十分な寿命があると考えられ、これは銅系形状記憶合金の形状記憶特性が劣化することと比べれば勝る。しかし、銅-亜鉛系合金は、酸化、脱亜鉛などの材料の劣化もあり、高温形状変化の現れる約600~1000Kという高温域では、構造材としてもあまり使用されていない。さらに、高温形状変化現象の機構がまだ明らかにされていないため、原子の拡散が活発である高温域で安定に使用できるかどうかは、予測することは困難である。またこれまでの研究では、主に加熱-冷却過程（以下簡単のために単に“熱サイクル”ということにする）での、温度変化に対する形状変化挙動を調べてきたが、高温のある温度に保持した場合に形状も一定に保たれるかどうかについては調べていない。そこで、動作温度内のある温度で一定時間保持することが高温形状変化にどのような影響を与えるかを調べ、温度モニターとしての適用性を検討したので報告する。

2. 実験方法

実験に用いた合金は、所定量に秤量した銅、亜鉛、アルミニウム、そして結晶粒の微細化を目的とした硼素添加のためのニッケル-硼素の粉末を黒鉛のつばに入れ、高周波誘導溶解炉により大気中で溶解して金型に鋳込んだ。合金は約1100Kで鍛造後、0.8mmまで温間で圧延して、50mm×8mm×0.8mmの短冊状試験片を切り出した。試験片は1140Kより氷水中に急冷した後、安定化処理として沸騰水中で30分間加熱した。試験片の変態点、 M_s および M_f はDSC（示差走査熱量計）法により測定したところ、それぞれ314Kおよび300Kであった。試験片の変形は以下のような拘束加熱処理法を適用した。すなわち図1に示す凹形および凸形の金型を用い、273Kのアルコール中で凹形金型に凸形金型で試験片を押し込んで曲げ変形

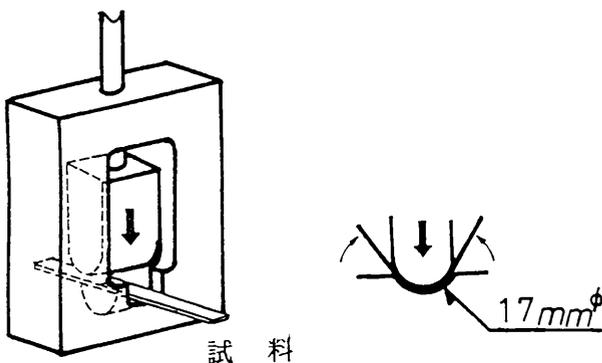


図1 拘束加熱処理に用いた金型の概略図

Schematic diagram of metal die for a constraint annealing

を与えて、押し込んだまま460Kのシリコンオイルバス中に 10^3 s間保持した後、除荷して空冷した。この拘束加熱を前処理とし、すべての試料について同一条件で行なった。次に、前処理した試料の変形部を避けてPR（白金-白金ロジウム）熱電対をスポット溶接し、試料の一端を支持棒にネジ止めして、1000Kに設定した上端開放の縦型炉中に上下することで試料の加熱・冷却を行なった。試料の形状は上方より写真撮影して両端直線部分のなす角度を測定し、これを変位(θ)として変化量($\Delta\theta$)を求めた。試料の形状変化測定用のシステムを図2に示す。初め温度制御器(I)によって1000Kに設定された炉の上方より、除々に試料を下降して昇温し、試料温度の上限が温度制御器(II)によって960Kになるように炉温を制御した。高温域に長時間保持する場合は、試料温度が設定温度に数十K低い温度まで近づいた時点で、透明石英板で炉に蓋をして、保温性を良くすることで温度の揺らぎを少なくした。保持中は透明石英板を透して、適時上方より試料形状を写真撮影して形状を観察した。冷却時には蓋を取り、試料を炉中から上昇させて室温まで冷却した。ここで、種々の温度で種々の時間保持した影響を厳密に評価するため、それらの保持処理の前後に約1K/s

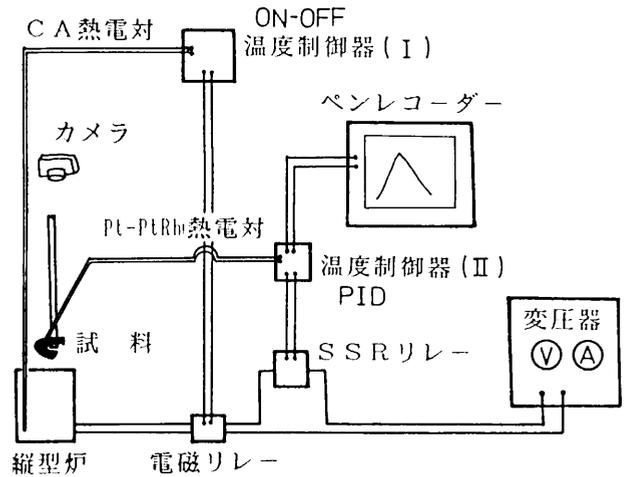


図2 試料の形状変化挙動観察のためのシステムの概略図
Diagram of experimental apparatus

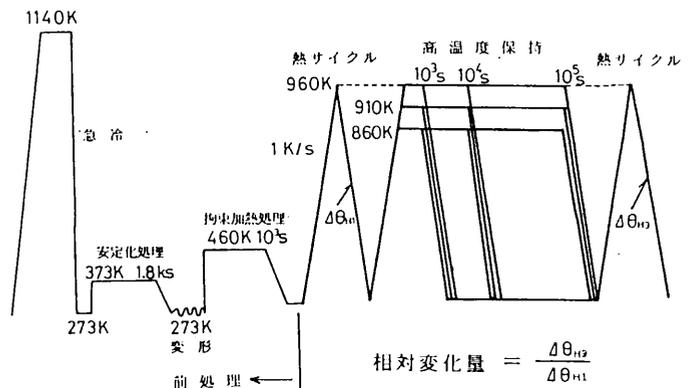


図3 試料の熱履歴の概略図

Condition of temperature cycling

の速さで室温と960Kとの間で熱サイクルを与え、960Kから室温までの冷却中に見られる形状変化量を観察した。両者の変化量の比を相対変化量として求め、960、910および860Kで 10^3 、 10^1 および 10^5 s保持した影響を評価した。この評価のための試料の熱履歴の概略図を図3に示す。試料組成は高周波誘導プラズマ発光分光分析(ICP)法により分析し、その結果、亜鉛は25.3mass%、アルミニウムは4.1mass%、また硼素は0.0004mass%、ニッケルは0.002mass%であった。

3. 実験結果

図4には室温で曲げ変形しただけの試料に、室温と960Kの間で熱サイクルを2回与えた場合の、形状変化挙動を示す。縦軸は試片の両端直線部分のなす角度 θ を変位として表わし、 θ が大きくなるほど試片が曲がることを表わす。横軸は試料温度である。試料の曲げ変形は M_s 点以下で行っており、室温では変形時の形状が残留している。

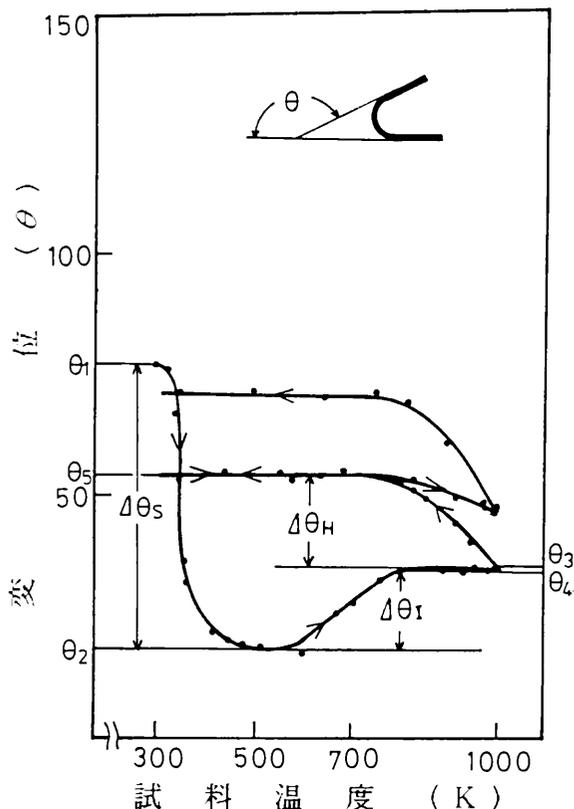


図4 300Kで変形した試料が室温と960Kの間の2回の熱サイクル過程で示す形状変化

Shape changes of a specimen, bent at 300K, during two heat cycles between room temperature and 960K

試料を加熱するにしたがい、 A_s 点で形状回復が始まって θ が減少し、 A_f 点で終わる。この室温での θ_1 と約500Kでの最小値 θ_2 との差を形状記憶効果変化量 $\Delta\theta_s$ とする。続いて約800Kまで加熱を続けると、逆形状記憶効果^{[21][33]}により θ は θ_3 まで増加を始める。この θ の増加分である

$\theta_3 - \theta_2$ を $\Delta\theta_H$ とする。さらに加熱を続けると、 θ は僅かながら θ_4 まで減少する。そして試料組成に固有なある温度(β 単一相になる温度 T_β であると考えられる)^[6]よりも低い温度までの加熱であれば、続く冷却過程では約600Kまで温度が下がるとともに θ が増加して θ_5 となる。この時の θ の増加量 $\theta_5 - \theta_4$ を $\Delta\theta_I$ とする。そのまま試料を室温まで冷却して、さらに同様に熱サイクルを加えれば、約600Kと1000Kの間で見られた変化だけが起る。これを著者らは高温形状変化と呼んでいるが、さらに熱サイクルを何度か繰り返しても、2回目の熱サイクルと同様な高温形状変化が繰り返す起る。

所定の温度で試料を保持する場合に、温度の揺らぎがあるときの影響を調べた。すなわち、保持中は試料に付けたPR熱電対によって炉温を制御するが、これをCA熱電対にして、試料温度が設定温度に近づいた時点で、炉温制御用のCA熱電対と交換し、温度制御器(1)に接続して炉温を制御した。この時SSR駆動リレーは通電した状態にした。さらに石英ガラス製の蓋はせず、ヒーター

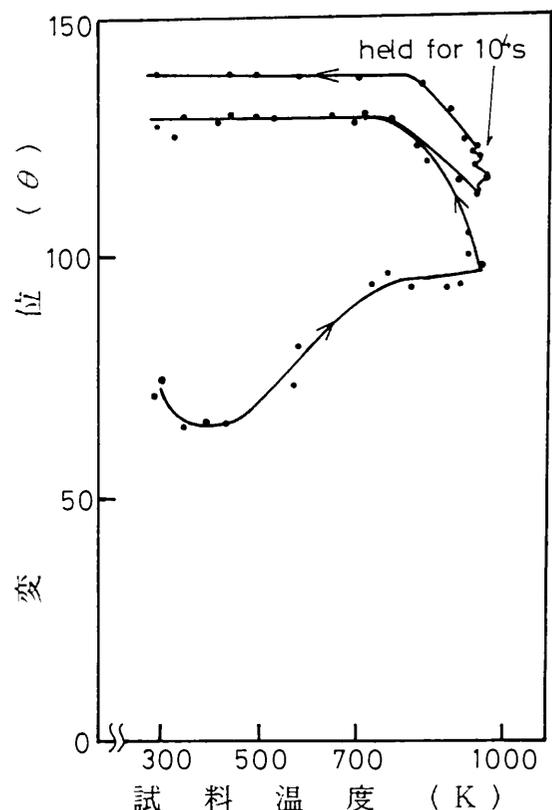


図5 273Kで変形し460Kで 10^3 s間の拘束加熱処理した試料に室温と960Kの間の熱サイクルを2回与え、2回目は960Kで 10^3 sの保持を電磁リレーを用いてON-OFF制御で行った場合の試料の形状変化(数十Kの温度のゆらぎ)

Shape changes of a specimen, constrained at 460K for 10^3 s after bent at 273K, during two heat cycles between room temperature and 960K. On second cycle the specimen was held at 960K for 10^3 s as ON-OFF controlled with electromagnetic relay

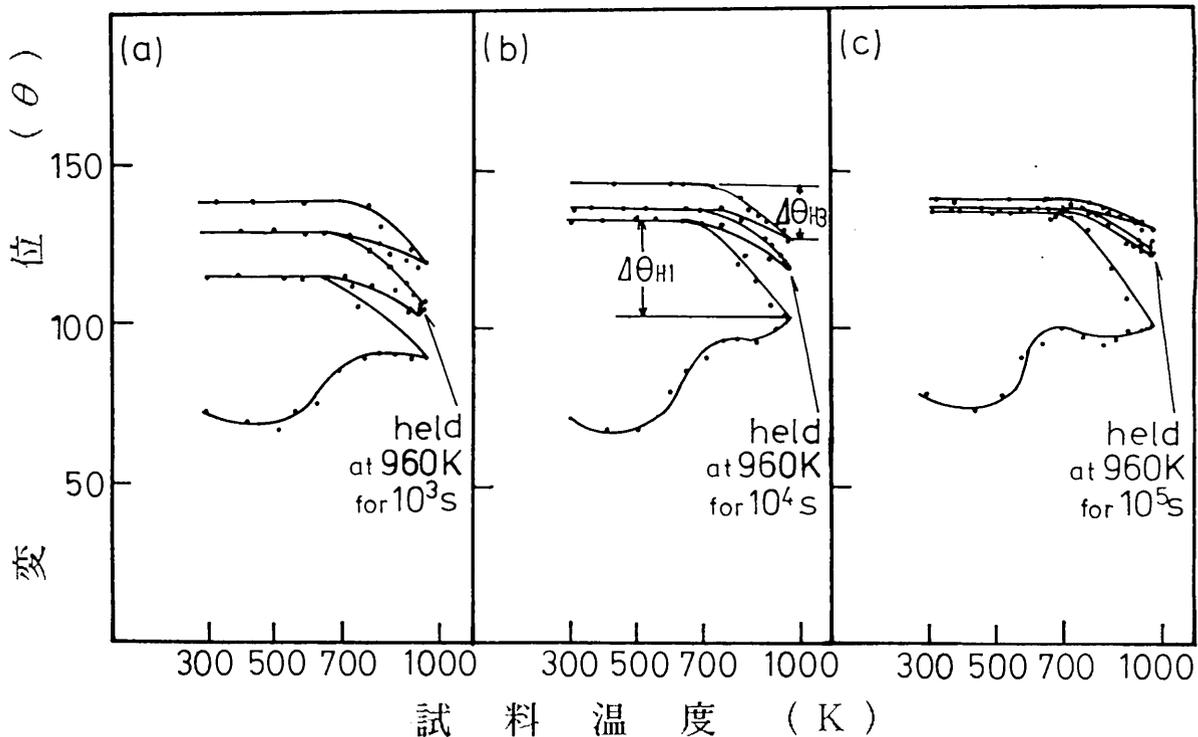


図6 273Kで変形し460Kで 10^3 s間の拘束加熱処理した試料に室温と960Kの間の熱サイクルを3回与え2回目は960Kで(a) 10^3 s (b) 10^4 s (c) 10^5 sの保持をSSR駆動リレーを用いてPID制御で行なった場合の試料の形状変化挙動(温度の揺らぎなし)

Shape changes of three specimens, constrained at 460K for 10^3 s after bent at 273K, during three heat cycles between room temperature and 960K. On second cycle a specimen was held at 960K for (a) 10^3 s, (b) 10^4 s, (c) 10^5 s, respectively, as PID controlled with state relay

の電流を多めに流すことで、保持中の試料温度を設定温度から数十Kの幅をもって変動させた。図5には前処理後の試料を加熱して、室温と960Kの間の熱サイクルを一度与え、再度加熱して960Kに達したところで 10^4 s間の保持をして徐冷した時の、試料の形状変化挙動を示す。縦軸を θ 、横軸を試料温度として、写真撮影による測定点を描き、それらを滑らかに実線で結んである。前処理の拘束加熱処理の影響で形状記憶効果はほとんど現われず、逆形状記憶効果と高温形状変化だけが現れている。960Kで 10^4 sの保持を行なった時に、約20~30Kの幅で10回程度の温度の変動があった。これと同時に θ もわずかに増減を繰り返し、ちょうど繰り返し熱サイクルを与えたように、 θ の増減の繰り返し回数とともに θ が増加している。また高温形状変化による冷却中の変化量 $\Delta\theta_H$ は、1回目の熱サイクルの時に比較して、 10^4 sの保持を行なった後には半減している。

次に図2に示す様なシステムにより、図3に示す様な履歴を与え、試料を960, 910および860Kで 10^3 , 10^4 および 10^5 s保持をした場合に高温形状変化が受ける影響を調べた。所定の温度に保持中は、試料温度による電磁リレーだけの制御に比べて、初めに石英ガラスの蓋をした時に、数回わずかに試料温度が変動したが、全般にほぼ ± 3 Kまでの変動で収まった。図6は、試料を前処理後に3回

の熱サイクルを与え、その内、2回目には960Kで(a) 10^3 s, (b) 10^4 s, (c) 10^5 sの保持を行った場合の、形状変化挙動である。縦軸は変位 θ 、横軸は試料の温度である。適時写真撮影により測定した角度を、滑らかに実線で結んである。保持時間が長くなるにつれて、3回目の変化量は減少しているのが見られる。また、保持中の温度の変動による θ の増加量は図5の場合に比べて、わずかである。

以上の様にして、保持温度ならびに保持時間の影響を調べ、1回目の熱サイクルにおける $\Delta\theta_H$ ($\Delta\theta_{H1}$ とする)と3回目の熱サイクルにおける $\Delta\theta_H$ ($\Delta\theta_{H3}$ とする)の比、 $(\Delta\theta_{H3}/\Delta\theta_{H1}) \times 100$ を相対変化量(%)として整理したものを図7に示す。縦軸は相対変化量、横軸は保持時間を示す。保持温度が高い程、また保持時間が長い程、変化量への影響は大きく、相対変化量は減少している。保持時間が 10^5 sの場合は、960Kでは約20%、910Kでは約40%と大幅に減少しており、図6(c)に見られるように変化量もかなり小さなものである。ここで860Kは60%程度であったので、さらに 10^6 sの保持を行ったところ、これも約20%程度まで減少した。したがって応用に当たっては、定量的な変化が求められる場合、低温度での使用か、もしくは短時間での熱サイクルにおける変化を利用したものに限られることになる。

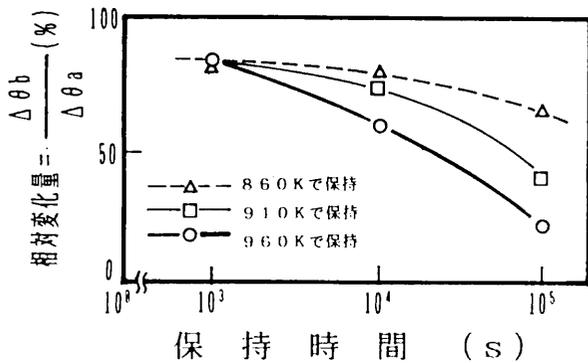


図7 試料の高温形状変化の変化量におよぼす保持時間と保持温度の影響

Effects of holding times and holding temperatures on a magnitude of shape change by HTSC

4. 考察

図5の960Kでの保持過程で見られるように、数十Kの温度の変動でも、高温形状変化による θ の増加が見られる。これに対して図6で見られるように、保持過程での温度の変動がほとんど無い場合には θ も変化せず一定である。これは、高温形状変化現象における形状変化が、試料温度に対して一対一の対応を示すことを意味しており、同じ履歴の試料であれば、温度が決まれば形状も決まり、温度モニターとして適用できることの可能性を示している。例えば、温度に対応して形状が決まることと、加熱過程の変化量と冷却過程での変化量が一定の差を持つこと²⁾を利用することにより、単調な加熱、冷却を示す過程の熱履歴であれば、冷却後にその炉の最高加熱温度を知ることができる。しかし、図6の3回目の熱サイクルでの変化量や、図7に示されるように、保持時間とともに変化量の減少が見られ、高温で長時間おかれるような場合、例えば熱サイクルに要する時間が長い場合などには適さない。また短時間の熱サイクルでも、繰り返し用いる場合にも、同様な影響が考えられる。しかし、熱サイクルの回数とともに θ が増加するため、 θ が大きくなると試片の両端が接触して、それ以上の θ の増加は観察できなくなるため、繰り返し回数の耐久性を定量的に調べることは困難であり、今回の実験の対象とはしなかった。しかし、急速加熱一空冷による形状変化の有無については、数十回程度までは確認した。

5. まとめ

銅-25.3mass% 亜鉛-4.1mass% アルミニウム合金 (0.0004mass% 硼素, 0.002mass% ニッケル) の高温形状変化現象を利用した温度モニターの適用性を検討するための実験を行い、その結果以下のことがわかった。

(1) 960K付近で10⁴s間の保持中の20~30K程度の小さな温度の変動においても高温形状変化挙動が見られたが、±3K以内の温度制御では、ほとんど形状変化は見られず、温度と形状は一対一の対応をしていることが確認された。

(2) 960Kまでの温度で10⁵sまでの時間保持することの影響を調べたが、保持温度が高いほど、また保持時間が長い程、相対変化量は減少する。

したがって、高温形状変化現象の特性を温度モニターとして適用するには、短時間の使用に限られるなど使用条件が限られることがわかった。

最後に、試料作製にご協力頂いた当所素形材加工研究室の橋堂忠主任研究員、試料の分析にご協力頂いた当所分析技術研究室の浦谷文博主任研究員にお礼申し上げます。また、的確なご助言を頂いた大阪大学産業科学研究所清水謙一教授ならびにDSC測定にご協力頂いた清水研究室の皆様にお礼申し上げます。また、実験の遂行にあたり助力を頂いた近畿大学学生大前史君にお礼申し上げます。

参考文献

- 1) 花立有功, 藤田直也, 宮城政和, 浦谷文博, 浜田紉, 日本金属学会昭和60年度春期大会講演概要, 63 (1985)
- 2) 藤田直也, 花立有功, 宮城政和, 日本金属学会昭和60年度秋期大会講演概要, 421 (1985)
- 3) 藤田直也, 花立有功, 辻新次, 宮城政和, 日本金属学会昭和61年度春期大会講演概要, 210 (1986)
- 4) 藤田直也, 花立有功, 辻新次, 宮城政和, 日本金属学会昭和61年度秋期大会講演概要, 386 (1986)
- 5) 藤田直也, 花立有功, 辻新次, 宮城政和, 日本金属学会昭和62年度春期大会講演概要, 230 (1987)
- 6) 花立有功, 藤田直也, 宮城政和, 日本金属学会誌, 50, 1095 (1986)
- 7) 藤田直也, 花立有功, 辻新次, 工業技術研究所昭和62年度研究発表会概要集, 40 (1987)
- 8) 藤田直也, 花立有功, 宮城政和, 日本金属学会誌, 50, 694 (1987)
- 9) 藤田直也, 花立有功, 辻新次, 宮城政和, 日本金属学会昭和63年度年春期大会講演概要, 72 (1988)
- 10) 藤田直也, 花立有功, 辻新次, 宮城政和, 日本金属学会昭和63年度秋期大会講演概要, 662 (1988)
- 11) 藤田直也, 花立有功, 日本金属学会1990年春期大会講演概要, 40 (1990)
- 12) H. Pops, Shape Memory Effect in Alloys, Plenum Press, 525 (1975)
- 13) 武沢和義, 足立健治, 佐藤進一, 日本金属学会誌, 43, 229 (1979)

X線光電子分光法によるCr-C合金めっきの検討

Surface Analysis of Cr-C Alloy Plating by XPS

森河 務* 横井 昌幸* 江口晴一郎**
 Tsutomu Morikawa Masayuki Yokoi Seiichiro Eguchi

Abstracts

Changes in surface constituents and appearance of Cr-C alloy films deposited from Cr(III) sulfate-oxalate bath with plating conditions were investigated by XPS and Hull-cell test.

Carbon content in Cr-C alloy deposits increased with increase in $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ concentration and bath temperature, and decreased with increase in current density. Cr-C alloy deposits containing less oxygen gave a bright smooth appearance. Using 0.5M Cr(III) sulfate bath with addition of 0.2M $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, adjusting the pH at 2.0 and bath temperature of 30°C and applying current density at 20A/dm² were the optimum conditions for depositing bright Cr-C alloy films containing much amounts of carbon and less oxygen.

1. 緒言

有機錯化剤を含むクロムめっき浴からは、非晶質構造を有するCr-C合金めっきが得られる¹⁻⁵⁾。この非晶質Cr-C合金めっきは加熱によって硬化し、高温下で耐摩耗性を要求される部品、金型、ロールなどに有効な表面処理として工業化が進められている^{1,2)}。

Cr-C合金めっき浴としては、クロム酸水溶液にシュウ酸あるいはギ酸を反応させた3価クロムと6価クロムイオンの混合浴^{1,2)}、ギ酸を含んだ3価クロム浴³⁾、種々の有機錯化剤を添加した3価クロム浴⁴⁾などがあり、いずれの浴でもCr-C合金めっきを得られることが報告されている。

本報告では、硫酸クロム(III)-シュウ酸アンモニウム浴からのCr-C合金めっきについて、めっき皮膜の外観ならびに表面皮膜組成とその化学状態への電着条件の影響をX線光電子分光法(XPS)およびハルセル試験を用いて検討し、酸素含有量が少なく、共析炭素量が多い光沢めっきの析出条件を明らかにした。

2. 実験方法

2.1 めっき浴の調整方法

めっき浴は0.5M硫酸クロム(Crとして1M)+1M硫酸アンモニウム溶液を基本浴とし、これにシュウ酸アンモニウムを添加し、90°Cで10~20分間加熱、冷却したの

ちpH調整した。試薬1級(関東化学製Cr量23%)の硫酸クロムを用い、溶液中のCr量は原子吸光法で確認した。pH調整には12M硫酸ならびに28%アンモニア水を用いた。

2.2 ハルセル試験

ハルセル試験は、陽極にグラファイト板、陰極に圧延銅板(厚さ0.2mm)を使用し、シュウ酸アンモニウム添加量0.2M、浴温30°C、浴のpH2.0を基本条件として液量267mL、通電電流10A、電解時間40秒、無かくはんで行なった。

2.3 XPS測定

XPS測定用試料は素地として銅板(面積1cm²)を用い、めっき液をスターラーでゆるやかにかくはんしながらシュウ酸アンモニウム添加量0.2M、浴温30°C、浴のpH2.0、電流密度20A/dm²を基本条件として5~10分間電析した。陽極には、白金板あるいはグラファイト板を用い、めっき液量300mLとした。

XPS測定は入射X線をMgK α 線とするX線光電子分光装置(島津製作所製ESCA850型)を用い、出力10kV、30mA、真空度 1×10^{-7} Pa以下で行った。Ar⁺エッチングは、加速電圧2kV、ビーム電流20mAで、 4×10^{-4} Paで行った。なお、この条件では銅の蒸着膜のエッチング速度は約5nm/minであった。各元素の光電子スペクトルの結合エネルギーは炭素化合物を285.0eVとして補正した。

2.4 表面皮膜組成

めっき皮膜の表面組成は、吸着イオンと有機性汚染物質の影響を除くためAr⁺エッチングを1分間行った後に測定したXPSスペクトルを用い、次式により算出した。

* 材料技術部 表面機能研究室

** 堺技術センター

$$C_a = \frac{(I_a/S_a)}{\sum (I_i/S_i)}$$

(C_a : 元素 a の含有率 (at%),

S_a : 元素 a のスペクトル面積強度,

I_a : 元素 a のスペクトル感度係数

($C_{1s}=1.0, O_{1s}=2.85, Cr_{2p_{3/2}}=7.6$)

S_i : 各スペクトル成分の面積強度

I_i : 各スペクトル成分の感度係数)

C_{1s} スペクトルには、数種の炭素化合物のピークが認められる。このためスペクトルを Gauss 関数に近似して波形解析を行い、各スペクトルの面積強度を表面組成の計算に用いた。

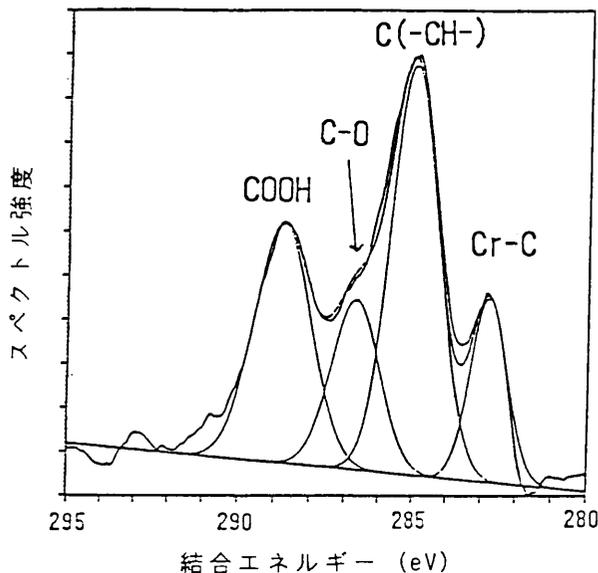


図1 シュウ酸浴からのクロムめっきの C_{1s} スペクトル解析
Analysis of C_{1s} spectrum of Cr deposited from oxalate bath

($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$ 0.2M, 30°C, pH2.0, 20A/dm²)

図1には、シュウ酸添加浴からのクロムめっきの C_{1s} スペクトル解析例を示す。 C_{1s} スペクトルでは汚染有機物に起因する285eVのピーク以外に289eV、283eVにピークが認められた。289eVのピークはカルボン酸の炭素(-COOH)に特有の結合エネルギー位置にあり、1分間の Ar^+ エッチングで消失することから表面に吸着しているCr(III)カルボン酸錯体に同定できる。また、波形解析で認められた約287eVのピークは、シュウ酸の還元生成物(C=OあるいはC-OHなど)に同定され、このピークも Ar^+ エッチングで消失する。一方、283eVのピークはその結合エネルギーから炭素の電気陰性度より小さい元素と炭素が結合していることを示しており、L.Ramqvistら⁹⁾による炭化クロムのケミカルシフトに一致している。

283eVの炭素、すなわちCr-Cは Ar^+ エッチングによっても生成する可能性が考えられるが、シュウ酸アンモニ

ウム添加浴からのクロムめっきでは283eVのピークが Ar^+ エッチングする前から認められること、さらに長時間の Ar^+ エッチングによっても283eVの強度はほとんど変化しないことより、Cr-Cに相当する283eVの炭素は、クロムめっき過程で共析した皮膜成分である¹⁾(以下合金化炭素と呼ぶ)。

$Cr_{2p_{3/2}}$ スペクトルでは、金属クロム、炭化クロムの結合エネルギーのケミカルシフトは小さく、これを分離することはできない。そこで、めっき皮膜中における炭素とクロムの原子比(C_{2s3}/Cr_{574})を求める場合には、574eV付近のスペクトルピーク強度(以下これを金属性 Cr_{574} と呼ぶ)を面積強度に換算し求めた(面積強度=2.156×ピーク強度)。

表1 ESCAスペクトルにおける各種化合物の結合エネルギー
Binding energies in the photoelectron spectroscopy

化合物	$Cr_{2p_{3/2}}$	O_{1s}	C_{1s}
Cr	573.8		
Cr_2O_3	576.7	530.6	
$K[Cr(H_2O)_2(C_2O_4)_2] \cdot 3H_2O$	577.9	532.8	289.4
$K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$	577.6	531.8	288.9
$[Cr(gly)_3] \cdot H_2O$	576.9	531.3	288.1
$[Cr(urea)_6]Cl_3 \cdot H_2O$	578.3	532.4	289.9
$Cr_2(SO_4)_3 \cdot xH_2O$	578.7	532.4	
CrO_3	579.2	530.8	
C(グラファイト)			284.3
C(-CH ₂ -)			285.0
C-O			286~287.5
C=O			288~288.5
COOH			289~289.5

表1に本報告に関連する各種化合物の測定結果を示す。これらの試料として、市販されている化合物は市販の試薬を、クロム錯塩については文献¹⁾に従い合成したものをを用いた。

3. 結果と考察

3.1 ハルセル試験によるクロムめっきの外観

図2に硫酸クロム(III)-シュウ酸アンモニウム浴からのハルセルパターンを示した。シュウ酸アンモニウム濃度が増加すると、めっきの光沢範囲は高電流密度側に広がる傾向を示した。さらに添加量が増加すると光沢めっきの最低析出電流密度は高電流密度側にシフトし、めっき皮膜は薄くなり、その外観は白色金属光沢から黒い色調に変化した。また、めっきの光沢範囲は、浴温の上昇にともない高電流密度側に、浴pHの増加にともない低電流密度側にシフトした。

3.2 XPSスペクトルと表面皮膜組成

3.2.1 シュウ酸アンモニウム濃度の影響

図3に、シュウ酸アンモニウム濃度を変えた場合の代

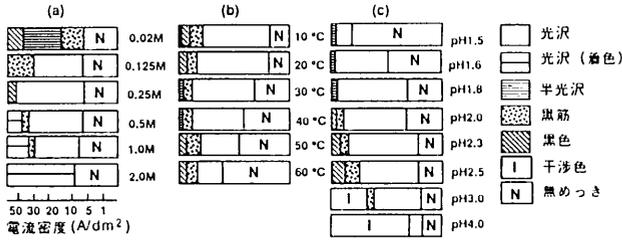


図2 硫酸クロム(III)-シュウ酸アンモニウム浴からのクロムめっきのハルセルパターン

- (a) シュウ酸アンモニウム濃度の影響 (30°C, pH2.0)
- (b) 浴温の影響 ((NH₄)₂C₂O₄·H₂O 0.2M, pH2.0)
- (c) pHの影響 ((NH₄)₂C₂O₄·H₂O 0.2M, 30°C)

Hull cell patterns of Cr deposited from chromium (III) sulfate-ammonium oxalate baths

- a) Effect of concentration of ammonium-oxalate (30°C, pH2.0)
- b) Effect of bath temperature ((NH₄)₂C₂O₄·H₂O 0.2M, pH2.0)
- c) Effect of bath pH ((NH₄)₂C₂O₄·H₂O 0.2M, 30°C)

代表的なXPSスペクトルを示した。C_{1s}スペクトルには、汚染有機物の炭素に相当する285eV、吸着したカルボン酸の炭素に対応する289eVおよび合金化炭素に起因する283eVにピークが認められる。シュウ酸アンモニウム添加量が増加するとともに、283eVのピーク強度は増加した。1分間のAr⁺エッチングしたスペクトルでは、289eVのピークは消失するが、283eVのピーク強度は増加する。これは、カルボン酸イオンは皮膜表面に吸着して存在するが、めっき皮膜中炭素は合金化炭素であることを示している。また、この合金化炭素は、シュウ酸アンモニウム濃度の増加とともに増加する。

O_{1s}スペクトルでは、シュウ酸アンモニウム濃度が増加すると、ピーク位置は高結合エネルギー側にシフトする傾向が認められ、532.2eVと530.5eV付近のピークが明瞭になる。Ar⁺エッチングによりスペクトル強度は減少し、530.5eVのピークだけが観察される。532.2eVのピークは水酸化物および吸着したカルボン酸イオンの酸素に起因し、530.5eVのピークはクロムめっき表面のクロム酸化物に起因すると考えられる。

Cr_{2p_{3/2}}スペクトルでは、シュウ酸アンモニウム添加量が増加するとイオン性クロムに起因する578eV付近のスペクトル強度は減少し、金属性クロムに起因する574eV付近のスペクトル強度が増加した。Ar⁺エッチングにより、この傾向はさらに明瞭となった。これらのことより、シュウ酸アンモニウムの添加は金属クロムへの還元を促進するのであろう。

図4には、XPSスペクトルより求めた表面組成変化を示す。シュウ酸アンモニウム濃度が増加するとともにCr

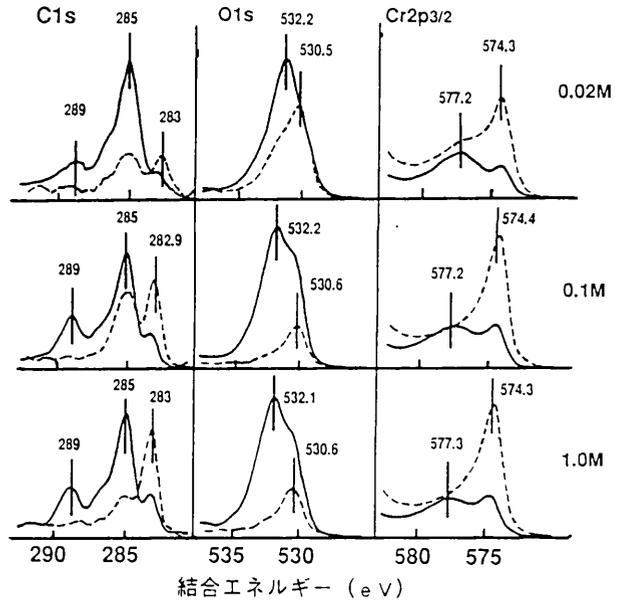


図3 シュウ酸アンモニウム濃度によるESCAスペクトルの変化 (30°C, pH2.0, 20A dm², Ar⁺エッチング— 0分間, …… 1分間)

Changes in ESCA spectra of Cr deposits with (NH₄)₂C₂O₄·H₂O concentration

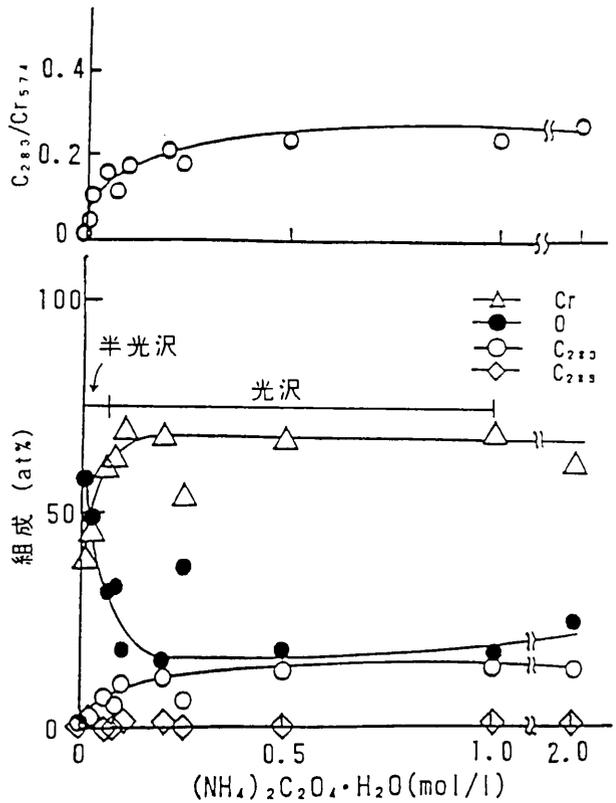


図4 シュウ酸アンモニウム濃度による表面組成とC₂₈₃/Cr₅₇₄比の変化

(30°C, pH2.0, 20A/dm², Ar⁺エッチング1分間)
Changes in surface constituents of Cr deposits and C₂₈₃/Cr₅₇₄ ratio with (NH₄)₂C₂O₄·H₂O concentration

量（イオン性Cr₅₇₈+金属性Cr₅₇₄）ならびにC₂₈₃量は増加し、酸素（O）量は減少するが、0.2M以上ではそれぞれほぼ一定値を示した。図2のハルセルパターンのシユウ酸濃度による変化と対応させると、O量が多い領域はめっき皮膜の外観は半光沢で黒い筋が認められ、O量が約40%以下の領域は光沢めっきになっている。

3. 2. 2 電流密度の影響

図5に、めっき電流密度によるXPSスペクトル変化を示す。C_{1s}スペクトルにおいては、電流密度が増加すると合金化炭素による283eVのピーク強度は減少した。一方、O_{1s}スペクトルのピーク強度は増加し、金属性Cr₅₇₄に起因するピークも強度が減少した。

図6に、XPSスペクトルより求めた表面組成の変化を示した。20A/dm²までは、電流密度が増加するにつれて、C₂₈₃量、Cr量（イオン性Cr₅₇₈+金属性Cr₅₇₄）は増加しO量は減少する。しかし、それ以上の電流密度になるとC₂₈₃量、Cr量は減少しO量は増加する。図2のハルセルパターンとその組成変化はよく対応しており、O量が低く、Cr量が高い領域は光沢めっき範囲であるがO量が40%以上の領域では黒色あるいは半光沢である。

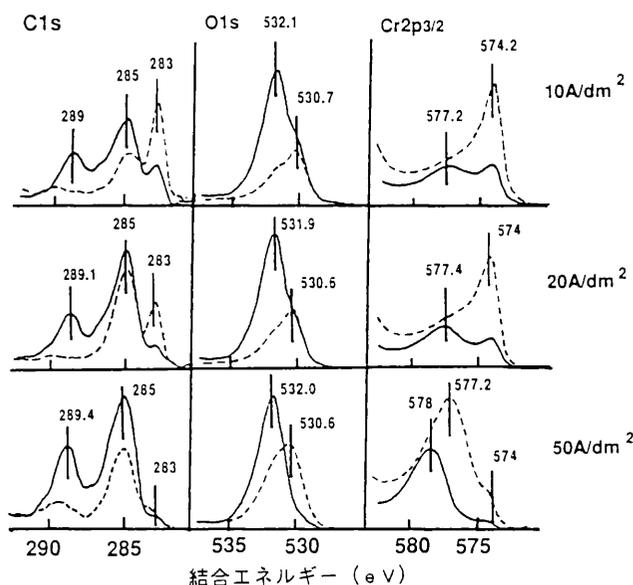


図5 電流密度によるESCAスペクトルの変化
((NH₄)₂C₂O₄·H₂O 0.2M, 30°C, pH2.0,
Ar⁺エッチング — 0分, ---- 1分間)

Changes in ESCA spectra of Cr deposits with the plating current density

3. 2. 3 浴温の影響

図7に、XPSスペクトルの浴温による変化を示す。30°Cにおいては、金属性クロムに起因するピーク強度が高い。一方、10°C、50°CではAr⁺エッチングしても、イオン性クロムに起因するスペクトルピーク位置にブロードな広がりが見られる。また、エッチングによるO_{1s}スペクトル強度の減少割合は30°Cの場合に最も大きかった。

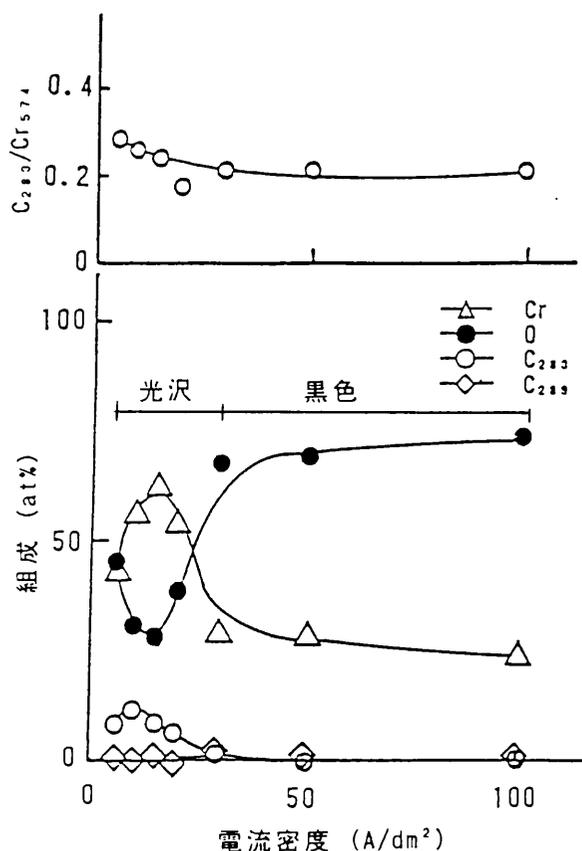


図6 電流密度による表面組成とC₂₈₃/Cr₅₇₄比の変化
((NH₄)₂C₂O₄·H₂O 0.2M, 30°C, pH2.0,
Ar⁺エッチング1分間)

Changes in surface constituents of Cr deposits and C₂₈₃/Cr₅₇₄ ratio with the plating current density

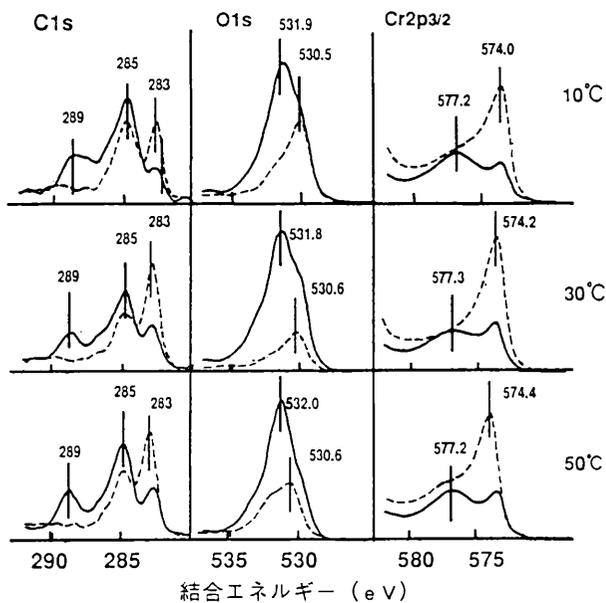


図7 浴温によるESCAスペクトルの変化
((NH₄)₂C₂O₄·H₂O 0.2M, pH2.0, 20A/dm²
Ar⁺エッチング — 0分間, ---- 1分間)

Changes in ESCA spectra of Cr deposits with the bath temperature

図8には、XPSスペクトルより求めた表面組成の変化を示す。温度が高くなるにしたがって C_{283} 量、Cr量（イオン性 Cr_{1574} +金属性 Cr_{1574} ）は増加し、一方、O量は減少する。しかし、 $30^{\circ}C$ 以上になると C_{283} 量、Cr量は逆に減少し、一方、O量は増加した。 $10^{\circ}C$ から $60^{\circ}C$ の温度範囲では光沢めっきであった。

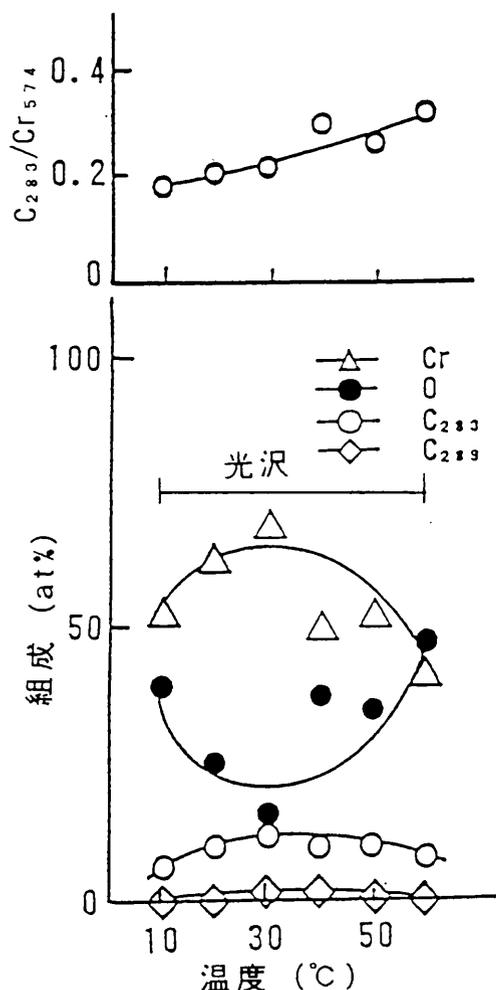


図8 浴温による表面組成と C_{283}/Cr_{574} 比の変化
 $(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$ 0.2M, pH2.0, $20A/dm^2$
 Ar^+ エッチング1分間

Changes in surface constituents of Cr deposits and C_{283}/Cr_{574} ratio with the bath temperature

3.3 電着条件と C_{283}/Cr_{574} 原子比

図4、図6、図8には、各図の上部に合金化炭素成分である C_{283} と金属性 Cr_{1574} のスペクトル強度より計算される C_{283}/Cr_{574} 比を示した。

C_{283} スペクトルは、シュウ酸アンモニウム添加浴の全てで観察され、シュウ酸アンモニウムはCr-C合金めっきを得る錯化剤として有効であることがわかる。

図4に示したように、シュウ酸アンモニウム濃度が増加すると、 C_{283}/Cr_{574} 比は、その初期に急激に増加したが $0.1M$ 以上ではほぼ一定値 0.2 を示した。また、図6に示したように C_{283}/Cr_{574} 比は、電流密度によっても影響を受

けており、低電流密度範囲でやや高く、 $20A/dm^2$ 以上ではほとんど一定であった。電流密度が高い場合には、O量ならびにイオン性クロムは増加するが、合金成分である C_{283}/Cr_{574} は一定であることは興味深い。図8に示したように浴温が上昇すると C_{283}/Cr_{574} 比は増加する傾向が認められた。

めっきの光沢範囲とめっき皮膜のO量は、前節で述べたように一定の関係が認められたが、 C_{283}/Cr_{574} 比とめっきの光沢範囲には、関係は見いだせなかった。

なお、皮膜中の C_{283}/Cr_{574} 比の電着条件による変化は、めっき皮膜中の炭素含有量の分析値とほぼ一致していた¹⁾。また、その傾向は他の金属-非金属(P, S, Bなどメタロイド)系の非晶質合金めっきにおけるメタロイドの共析量に与える電解条件の影響と一致していた¹¹⁾。

4. 結論

硫酸クロム(III)-シュウ酸アンモニウム浴から得られるCr-C合金めっきの表面組成と外観の電着条件による変化をXPSおよびハルセル試験によって調べた。

Cr-C合金めっき皮膜中の炭素含有量はシュウ酸アンモニウム濃度の増加、浴温の上昇に伴って増加するが、電流密度が高くなると減少した。Cr-C合金めっきの外観は、表面組成の酸素含有量が少ないほど光沢性は優れていた。酸素含有量が少なく、共析炭素量が多い光沢Cr-C合金めっきの析出条件は、シュウ酸アンモニウム添加量 $0.2M$, pH2.0, 浴温 $30^{\circ}C$, 電流密度 $20A/dm^2$ が最適であった。

参考文献

- 1) 森河 務, 江口晴一郎, 金属表面技術, 37, 341(1986)
- 2) S.Hoshino, H.A.Laitinen, G.B.Hoflund, J.Electrochem. Soc., 133, 681 (1985)
- 3) 高谷松文, 松永正久, 大高徹雄, 金属表面技術, 37, 621 (1986)
- 4) 森河 務, 横井昌幸, 江口晴一郎, 福本幸男, 表面技術, 42, 95 (1991)
- 5) 森河 務, 横井昌幸, 江口晴一郎, 福本幸男, 表面技術, 42, 100 (1991)
- 6) L.Ramqvist, K.Harmin, G.Johansson, A.Fahlman, C.Nordling, J.Phys.Chem.Solids, 30, 1835 (1969)
- 7) 日本化学会編, 実験化学講座 11, 62, 丸善, (1956)
- 8) A.Brenner, Electrodeposition of Alloys No.2, 461, Academic Press (1963)
- 9) 増井寛二, 丸野重雄, 山田敏夫, 日本金属学会誌, 41, 1130 (1977)
- 10) 山川宏二, 椿野晴繁, 秋吉浩一, 井上博之, 吉本勝利, 金属表面技術, 38, 285 (1987)
- 11) 渡辺 徹, 金山孝範, 表面技術, 40, 425 (1989)

急冷凝固したAl-8Fe-2Zr合金の硬さにおよぼす 稀土類元素の影響

The Effect of Rare Earth Metals on the Hardness of Rapid Solidified Al-8Fe-2Zr Alloy

金田 博之* 上野谷敏之* 藤井 俊之**
Hiroyuki Kaneda Toshiyuki Uenoya Toshiyuki Fujii

Al-8Fe-2Zr-2RE and Al-8Fe-2Zr-5RE alloys (RE:Gd, Er and Nd) were produced in the form of ribbon by rapid solidification processing. The room temperature hardness of the Al-Fe-Zr-RE annealed at the temperature below 450°C is much higher than that of the Al-8Fe-2Zr alloy. By the rare earth additions the supersaturated solid solution of the Al-Fe-Zr-RE alloy could be easily produced and consequently the microstructure of the alloys could be refined further. It has been found that Al-Fe-Zr-RE alloys annealed at 600°C have three different types of the dispersoid; a ternary phase of Al-Fe-RE and the intermetallic compounds of Al-Fe and Al-Zr. Particle size distributions for Al-Fe-Zr-RE alloys indicated that coarsening rate of the dispersoid of Al-Fe-RE was lower than that of the intermetallic compound of Al-Fe.

1. 緒言

溶融状態から 10^3 °C/s以上の冷却速度で合金を急冷することで、合金元素を多量に固溶し時効処理で微細な析出物を均一に分散させ、合金の強度を大幅に改善できる⁽¹⁾。チタン合金、銅合金、ステンレスなど多くの合金系で急冷凝固法による新素材の開発が試みられている。比強度の高い材料を開発する上で、マグネシウムやアルミなどの軽量金属の強化にこの手法が期待されている。特にアルミニウム合金はチタン合金に替わる軽量高温材料としての期待もあり最も盛んに研究が行われている。現在ではAl-FeとAl-Siをベースにした合金系がこの研究の主流となっているが、350から400°Cの温度での加熱で強度の低下が著しく、十分に耐熱性のある材料は開発されていない。ニッケル基耐熱合金がその融点の75%の温度まで耐熱性を有していることの類推から425°Cまでの温度でも十分使用に耐えるアルミニウム合金の開発は可能であると考えられている⁽²⁾。

本研究ではAl-8Fe-2Zrに稀土類元素Gd, Er, Ndを2%

5%添加したアルミニウム合金で急冷凝固を行い、種々の温度で焼鈍後、室温で硬さ測定しこれらの合金の耐熱性について調べた。稀土類元素が球状の析出相の形成を促進し、急冷凝固アルミニウム合金の脆性の改善に寄与するとして、Al-Zr-Gd, Al-Fe-Ceなどの合金で稀土類元素の添加の効果が調べられている⁽³⁾。本研究では軽、中、重稀土類の中からNd, Gd, Erを選んで3元素アルミニウム合金におよぼす影響について調べた。

2. 実験方法

99.99%のアルミニウム、電解鉄、原子力用ジルコニウム、市販純度のガドリニウム、エルビウム、およびネオジウムを用い、真空溶解を行い母合金Al-17Fe, Al-20Zr, Al-18Gd, Al-17Er, Al-20Ndを作製した。これら母合金から急冷凝固用試料に供するため、次の7種類の合金をアーク溶解炉で溶製した。Al-8Fe-2Zr, Al-8Fe-2Zr-2Gd, Al-8Fe-2Zr-5Gd, Al-8Fe-2Zr-2Er, Al-8Fe-2Zr-5Er, Al-8Fe-2Zr-2Nd, Al-8Fe-2Zr-5Ndの7つで、それぞれ合金1, 合金2...合金7と呼ぶこととする。合金の分析値を表1に示す。図1に単ロール急冷凝固装置を示す。ロールはアルミニウム製のブーリーに厚み5mmの純銅製のリングをはめ込んだもので直径が150mmである。先端に

* 評価技術部 機能評価研究室

** 材料技術部 金属材料研究室

直径1 mmのノズルのある不透明石英チューブに約4 g合金を入れ、ロール直上の電気炉で1250~1350℃の温度に加熱し合金が溶け落ちたのち、チューブをロール直上1 mmにまで降ろし圧力0.3kgf/cm²のアルゴンガスで3500~

表1 合金の分析値
Compositions of alloys investigated

		分析元素 (wt%)					
		Fe	Zr	Gd	Er	Nd	Al
合金1	Al-8Fe-2Zr	9.0	2.0	—	—	—	Bal
合金2	Al-8Fe-2Zr-2Gd	7.8	1.6	1.9	—	—	Bal
合金3	Al-8Fe-2Zr-5Gd	8.4	1.9	5.1	—	—	Bal
合金4	Al-8Fe-2Zr-2Er	8.5	1.8	—	3.1	—	Bal
合金5	Al-8Fe-2Zr-5Er	8.1	1.6	—	4.7	—	Bal
合金6	Al-8Fe-2Zr-2Nd	8.0	2.0	—	—	2.3	Bal
合金7	Al-8Fe-2Zr-5Nd	8.0	1.7	—	—	5.0	Bal

4500rpm (周速度27~35m/s) で回転するロールに溶湯を噴出させた。厚み約20μm, 幅2~3 mm, 長さ数mの試料が得られた。各合金試料を100, 200℃, そして200℃以上では50℃置きに600℃までの温度で真空中で1時間焼鈍を行った。熱処理を行った試料の硬さを微小硬さ計で測定した。荷重は10g, 保持時間は15秒とした。600℃で時効した試料については、圧痕が大きくなりすぎるため5 gの荷重で測定した。組織観察は試料の断面を走査電子顕微鏡で行った。腐食液にはKeller試薬を用いた。時効処

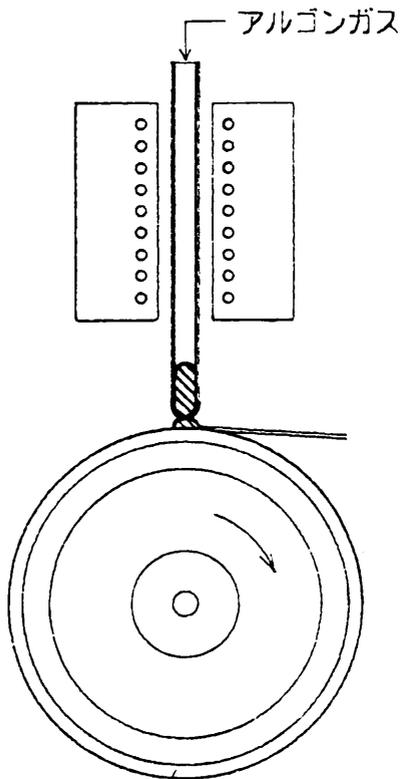


図1 急冷凝固装置

Schematic drawing of the single roller apparatus

理で現れる析出相を調べるためにX線回折も行った。また、析出相の分析をEDX付き走査電子顕微鏡 (エリオニクス社製) で行った。

3. 実験結果および考察

(1) 冷却速度

急冷凝固を行った合金がどの程度の速度で急冷されたかは、急冷後の凝固組織のデンドライトのアーム間隔から推定されるが、本実験試料ではデンドライト組織は認められなかったので神尾ら⁽⁴⁾⁽⁵⁾が行った方法で共晶組成のAl-Cu合金を用いて、共晶組織のラメラ間隔から冷却速度を求めた。ロールの周速度と冷却速度との関係を図2に示す。図から本実験での合金は10³℃/sのオーダーの速度で急冷されているものと思われる。

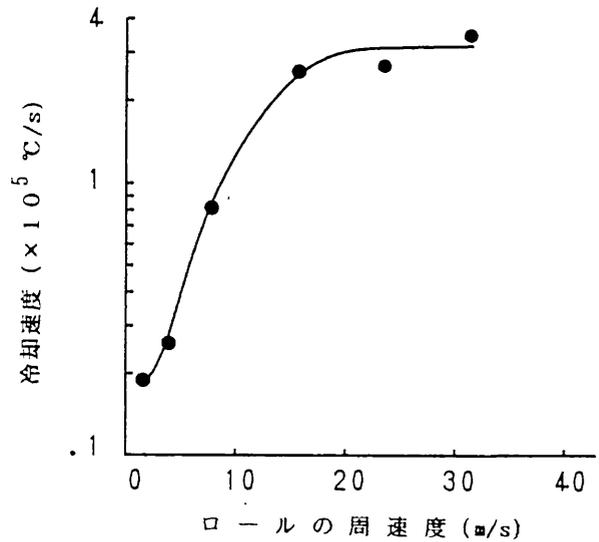


図2 ロールの周速度と冷却速度との関係

The variation of cooling rate with the roller surface velocity

(2) 焼鈍による硬さの変化

試料のロールに接した面とその反対側の自由表面では冷却速度が異なり、ロール面側の硬さが自由表面での硬さより高くなっている。ここでは硬さの測定はロール面側で行った。各温度で1時間焼鈍後室温で10点測定を行った。バラツキがかなりあるので、最大値, 最小値を除いた8点の平均値を硬さのデータとした。図3に合金1と合金2, 3の硬さと焼鈍温度との関係を、合金4, 5については図4に、合金6, 7については図5に示す。いずれの合金も300℃までの焼鈍でも急冷のままの硬さを維持している。300~350℃から硬さが急に低下する。合金1にGd, Er, Ndを添加することで合金1の硬さが大幅に改善されるが、その効果についてはGd, Er, Nd間に差は認められない。添加量についても2%でも5%でも差はわずかである。450℃以上の焼鈍では合金1と他の4

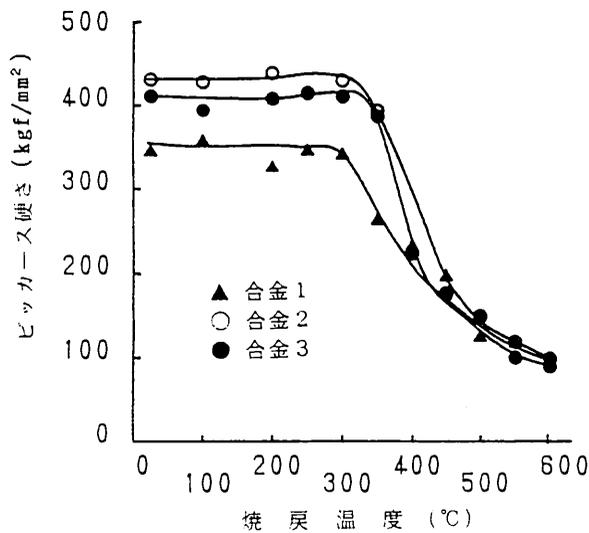


図3 合金1および合金2, 3の硬さと焼鈍温度との関係
The variation of the hardness of the alloy 1, alloy 2 and alloy 3 with annealing temperatures

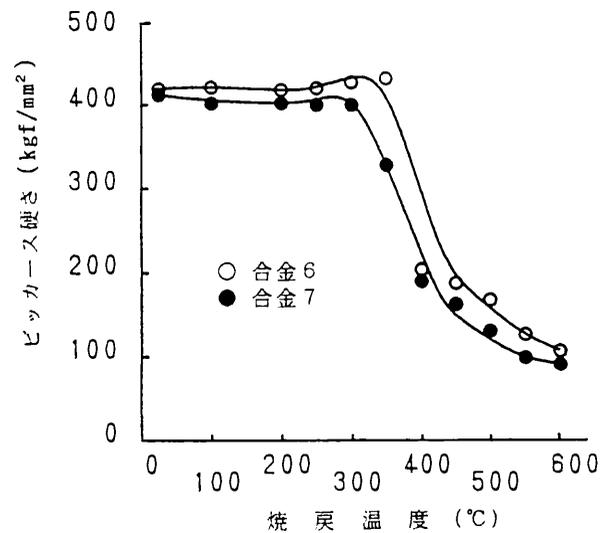


図5 合金6, 7の硬さと焼鈍温度との関係
The variation of the hardness of the alloy 6 and alloy 7 with annealing temperatures

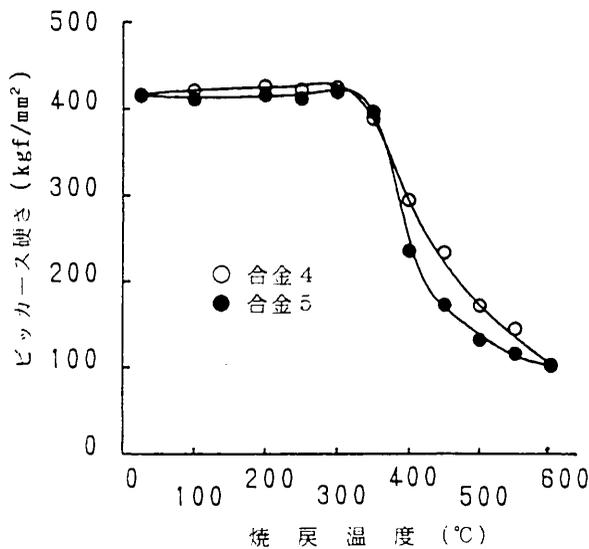


図4 合金4, 5の硬さと焼鈍温度との関係
The variation of the hardness of the alloy 4, alloy 5 with annealing temperatures

元系合金とでは硬さに差はなくなる。

稀土類元素添加による硬さ上昇の理由として、後に述べるように次の3つが考えられる。

1. 急冷の効果がより顕著に現れ、稀土類元素のアルミ中への固溶はもちろんのこと合金1よりもFe, Zrの固溶量が多いと思われる。
2. 急冷中の凝固過程や冷却過程で生成する晶出物、析出物が合金1よりもより微細であると考えられること。
3. 稀土類元素を含む微細3元化合物が焼鈍処理で微細に析出する。

凝固過程で生成する化合物ができるだけ少なく、細かく、そして他元素をより多くマトリックスに固溶出来るかで、うまく急冷されたかどうかの判断になると考えら

れる。このことは硬さを計ることでわかるが、急冷後試料をKeller試薬などの腐食液でエッチングした時の腐食される具合である程度わかる。急冷がうまくいけば全く腐食されないし、不十分であると腐食される。

腐食の全くされない合金1の急冷凝固試料を作ることには出来なかった。稀土類元素を含む合金は比較的容易に急冷された試料を得ることが出来た。3つの稀土類元素のうちGdがこの点で最も優れていた。次にNd, Erの順であった。

(3) 焼鈍による組織の変化

図6に合金2の断面の組織を示す。急冷のままのものには組織らしいものも、晶出物や析出物らしいものも見られない。M.H.Jacobsら⁽⁶⁾はAl-8Fe-1Zr合金で微細なFeAl₃準安定相を報告しており、また神尾ら⁽⁴⁾もAl-8Fe-3Zr合金で微細結晶とFeAl₃相が晶出しているとしている。またAl-8Fe-0.7Zr-2Ce合金で微細な板状のAl-Fe-Ce準安定相の析出が、冷却速度が遅い領域ではAl₃CeFe₃安定相が報告されている⁽⁷⁾。合金2の急冷材にも当然SEMでは検出できない微細な粒子やAl-Fe-Gdの安定、準安定の化合物が晶出しているものと思われる。300°Cで1時間焼鈍しても組織に全く変化はみられない。X線回折でも300°Cまでの焼鈍ではアルミ以外の回折ピークは観察されず、報告されているような化合物相は検出できなかった。

300°Cの焼鈍では急冷時の化合物がわずかに成長する程度で、相変化は見られないとされている。350°Cでは析出物らしいものが認められるが、X線回折では化合物相の回折ピークは観察されなかった。400°Cになると組織写真にも大きな変化が見られ、X線でも多くの回折ピークが現れる。個々のピークの同定は出来なかったが、観察された化合物相は、後の析出相の分析結果から想像されるよ

うにAl-Fe-Gdの3元化合物相, Al-FeおよびAl-Zrの2元化合物相であると思われる, 400℃以上の焼鈍では化合物相が成長するだけで新たな組織変化はない, 500, 600℃と焼鈍温度を上げてX線の回折線のパターンに変化がないことからわかる,

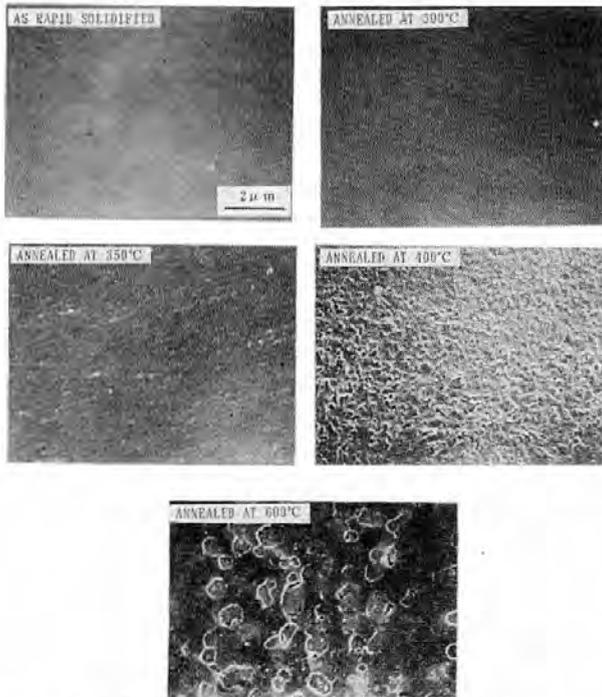


図6 急例のまま、そして300, 350, 400, 600℃で1時間焼鈍したときの合金2の組織写真
Micrographs of the alloy 2 as rapid quenched and annealed at 300, 350, 400 and 600℃ for 1 hour

(4) 析出相の分析

EDX付き走査電子顕微鏡で分析するためには粒子の大きさが数ミクロンなければ精度よく成分分析が出来ないので, 試料を600℃で最高10日間焼鈍を行って析出粒子を大きくした, 図7に見られるように2種類の粗大粒子がある, 白い粒子と灰色の粒子である, 分析はこの2つの粒子とマトリックスについて, 600℃で1時間から24時間焼鈍した試料で行った, 小さな粒子の中にZr濃度の高いものが, 数は少ないが観察されたので, それについても分析を行った, 合金2での測定結果を表2に示す, またEDXの測定誤差を調べるため, 合金2についてICPで測定した値とEDX測定値を比較した, Feは10%強高めに, Gdも30%近く高めに測定される, Zrについてはほぼ同じ様な値になっている, 白色粒子にはGdが数%含まれているが, 灰色粒子には測定誤差程度しか含まれていない, Zrもわずかあるが, Al-Fe-Zr 3元系でもAlとFeおよびAlとZrの2元系金属間化合物が別々に析出するだけで, またCeを含む4元系でもZrを含まない化合物しか報告されていない, 従って白色粒子はAl-Fe-Gd 3元化合物と, 灰色粒子はAlとFeの2元化合物と考えられる, 白色粒子で

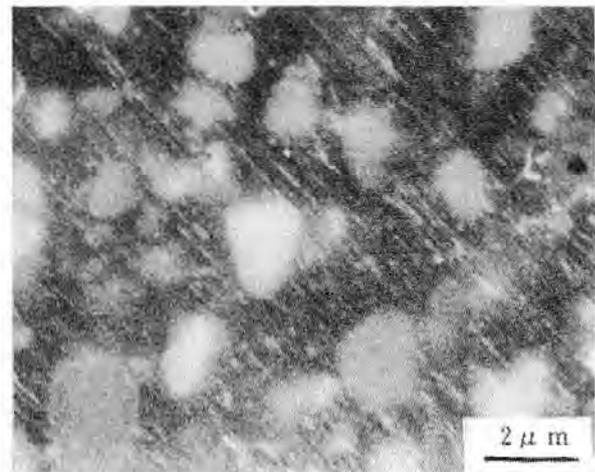


図7 600℃で18時間焼鈍した合金4の粗大粒
Large particles in the alloy 4 annealed at 600℃ for 18 hours

表2 合金2の粒子のEDX分析値

The EDX microanalysis of coarse dispersoids in the alloy 2
白色粒子

焼鈍条件	Al at %	Gd at %	Fe at %	Zr at %
600℃×1 h	91.74	1.92	5.86	0.94
600℃×18 h	88.27	3.83	7.58	0.32
600℃×4 d	87.93	3.36	8.31	0.42
600℃×10 d	86.00	4.60	8.70	0.70

灰色粒子

焼鈍条件	Al at %	Gd at %	Fe at %	Zr at %
600℃×1 h	90.68	0.62	8.09	0.61
600℃×18 h	85.75	0.42	13.23	0.62
600℃×4 d	85.72	0.53	13.12	0.64
600℃×10 d	88.12	0.44	11.00	0.43

細粒

焼鈍条件	Al at %	Gd at %	Fe at %	Zr at %
600℃×4 d	92.82	0.95	3.81	2.42

マトリックス

焼鈍条件	Al at %	Gd at %	Fe at %	Zr at %
600℃×1 h	92.67	0.54	6.30	0.48
600℃×18 h	95.49	1.04	3.00	0.47
600℃×4 d	94.77	0.61	4.02	0.61
600℃×10 d	96.37	0.48	2.64	0.51

は焼鈍時間が長くなるとGdとFeが増え, Alが減少している, この白色粒子は一定の原子比の化合物でなく, ある

組成範囲のある化合物と思われる。灰色粒子については、AlとFeの成分に変動があるのか、ないのかははっきりしない。合金4、6の分析結果でも増えている場合もあり、減少している場合もある。灰色粒子では成分に変動がないと考えると、Al-FeやAl-Fe-Zr合金で観察されるAl₃Feに近い化合物と思われる。しかしAl₃Feは準安定相で安定相Al₃Fe₂変にわかっていくので、600℃で長時間焼鈍しても存在しているとは考えにくい。次に細粒については、1 μm以下の大きさなので粒子以外の周りの情報を取り込むことになるので、分析値にかなりの誤差が生じるが、マトリックスにはほとんどZrがないことを考えると、この粒子のZr濃度はかなり高いと思われる。Feの分析値はマトリックスをそのまま反映していると考え、この細粒はAl-Zr二元化合物でAl₃Zrではないかと思われる。この粒子は数が少なく、まれにしか観察されない。これらの他にも小さな粒子が多くあるが同定することは出来なかった。

白色粒子と灰色粒子の粒子サイズについて調べてみた。粒子の長径と短径の平均値を粒子サイズとし、各サンプルで70から150の粒子を測定し度数分布を求めた。図8、図9、図10に600℃96時間焼鈍を行った合金2、4、6の粒子サイズの度数分布を示す。図からわかるように白色粒子には小さいものが多く、灰色粒子には大きいものが多い。このことは、GdがAl₃Feとて三元化合物を形成することで粒子の成長を抑制していることを示している。Er、Ndについても同様のことが言える。

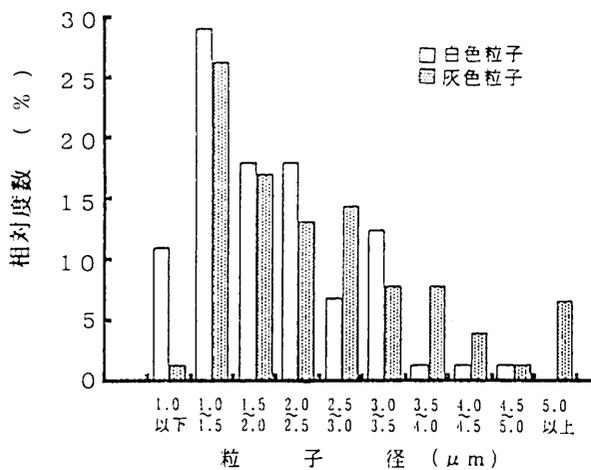


図8 96時間焼鈍を行った合金2の粒子サイズの度数分布
The particle size distribution for the alloy 2 annealed at 600°C for 96 hours

析出相についてここで述べたことは、高温で長時間焼鈍し粗大化した粒子についてであり、強度への寄与が全くなくなった段階での話である。300℃、400℃での粒子にそのまま当てはまるかはわからないが、大きく違うということはないと思われる。

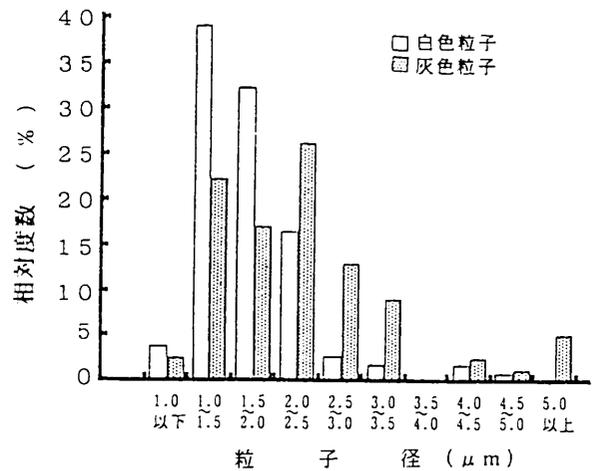


図9 96時間焼鈍を行った合金4の粒子サイズの度数分布
The particle size distribution for the alloy 4 annealed at 600°C for 96 hours

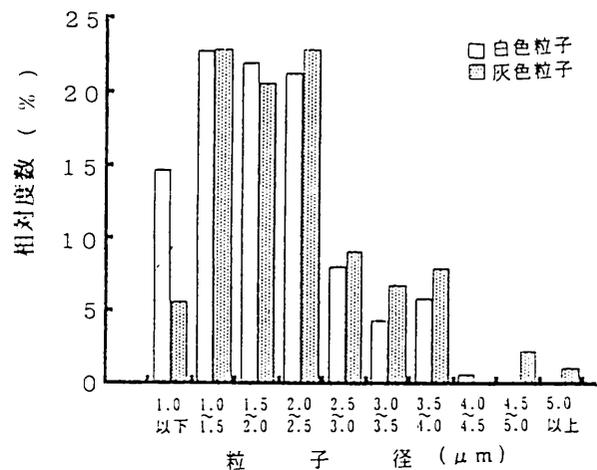


図10 96時間焼鈍を行った合金6の粒子サイズの度数分布
The particle size distribution for the alloy 6 annealed at 600°C for 96 hours

4. まとめ

急冷凝固を行ったAl-8Fe-2Zrの硬さにおよぼす稀土類元素Gd、Er、Ndの影響について調べた。稀土類元素は急冷の効果を高める。Gdが最もよく次にNd、Erの順であった。その結果として合金元素のアルミニウム中への固溶度を大きくし、凝固過程での品出物を微細にし、強度に大きく寄与する。また希土類元素は焼鈍過程で品出物や析出物の成長を抑制すると思われる。主な化合物はAl-Fe-Gd三元化合物、Al-Feの金属間化合物とAl₃Zrと思われる化合物であった。

おわりに、急冷凝固装置を作るにあたりロールのことで光金属株式会社と菱三工業株式会社、また当研究所の山本松雄氏に機械加工で大変お世話になりました。お礼申し上げます。

参 考 文 献

- 1) L.E.Collins : Canadian Metall. Quart., **25**, 59 (1986)
- 2) M.S.Zedalis and M.E.Fine : Metall.Trans., **17A**, 2187 (1986)
- 3) Y.R.Mahajan and S.D.Kirchoff : Scripta Met., **21**, 1125 (1987)
- 4) 神尾彰彦, 手塚裕康, 鈴木 聡, T.H.Long, 高橋恒夫 : 軽金属, **37**, 109 (1987)
- 5) M.H.Burden and H.Jones : J.Inst.Met., **98**, 249 (1970)
- 6) M.H.Jacobs, A.G.Dogget and J.Stowell : J.Mater. Sci., **9**, 1631 (1974)
- 7) 神尾彰彦, 手塚裕康, 村上 雄, 吉永直樹, 桜井喜宣 : 軽金属, **40**, 13 (1990)

損失係数算出ソフトウェアの開発

(第1報 損失係数算出法の定式化と数値計算結果)

Development of some Computer Softwares for Determining the Loss Factor in the Damped Free Vibration

(1st Report, Formulation for Determining the Loss factor and Numerical Computational Results)

箕輪 晃男* 中西 隆**
Akio Minowa Takashi Nakanishi

To determine the wide range of the loss factor from the damped free vibration, the equation and algorithm in the two methods are formulated. These methods are based on the energy method and phase plane analysis. The former method is computed the loss factor from the energies in the half cycles, and the latter method is computed the loss factor from the radius vectors which are transformed from the wave amplitude. From the results of numerical computation, the loss factors in $8 \times 10^{-5} \sim 1.8$ are computed in high accuracy for the natural frequency 100~1500Hz.

1. まえがき

近年、製品の軽薄短小化、高速化、高精度化、高付加価値化、ならびに宇宙や海洋などへの製品の多様化にともなって、素材ならびに構造における動的挙動により発生する振動・音響の制御が重要視され、素材や構造の振動減衰特性が注目されている。

例えば、洗濯機、クーラー、冷蔵庫などの家電製品^{1)~2)}ならびにプリンター、プロッタ³⁾などのOA機器などでは、低振動化・低騒音化を図ることにより、「人にやさしい」製品づくり、すなわち、音環境の快適化⁴⁾をめざした製品の高付加価値化のための開発研究が活発に行われている。一方、基礎研究では損失係数に関する研究^{5)~10)}、制振材の研究^{11)~19)}ならびに、制振処理技術と評価に関する研究および応用研究^{20)~22)}が各方面で行なわれ、また、日本工業規格では損失係数や制振材料の用語²³⁾ならびに測定法関連の統一規格の制定、検討が進められている。

一般に、振動減衰特性は対数減衰率、減衰比、損失係数などで表わされるが、最近では損失係数で表わされる傾

向にあり、その算出法^{24)~26)}には減衰自由振動法および強制振動法などがある。しかし、これらは損失係数の大きさによって算出精度に優劣があるので、損失係数が小さい場合は減衰自由振動法で、損失係数が大きい場合は強制振動法でというように、損失係数の大きさに応じて使い分ける必要がある²⁷⁾ため、これらの欠点を補い広い範囲の損失係数を高精度に算出できる方法が強く望まれている。

本報では、エネルギー法ならびに位相平面解析法を適用して、減衰自由振動から損失係数を算出する基礎式およびアルゴリズムを定式化する。次に、パソコンを用いてサンプリング周波数や設定損失係数などをパラメータとして数値計算を行い、本損失係数算出ソフトウェアが広い範囲の損失係数を高精度で算出できることを述べる。

2. 理論

(1) EN法

粘性減衰力が作用する1自由度系の減衰自由振動を考える。ばね定数をk、粘性減衰係数をc、質量をm、変位をxとすると運動方程式は次式で表わされる。

$$m\ddot{x} + c\dot{x} + kx = 0 \quad (1)$$

ここで、時刻 $t = 0$ のときの変位および速度を各々 x_0 ,

* 評価技術部 信頼性研究室

** システム技術部 情報システム研究室

v_0 とし、 $\omega_0 = \sqrt{k/m}$ (不減衰固有振動数)、 $c_c = 2\sqrt{mk}$ (臨界減衰係数)、 $\zeta = c/c_c$ (減衰比) とおくと、ラプラス変換などにより (1) 式の解は $\zeta < 1$ の場合、次式で表わされる²⁸⁾。

$$x = x_0 \exp(-\zeta \omega_0 t) \left\{ \cos(\sqrt{1-\zeta^2} \omega_0 t) + \frac{\zeta + (v_0/\omega_0 x_0)}{\sqrt{1-\zeta^2}} \sin(\sqrt{1-\zeta^2} \omega_0 t) \right\} \quad (2)$$

この式は変位が時間とともに減少する減衰自由振動を表しており、 $q = \omega_0 \sqrt{1-\zeta^2}$ (減衰固有振動数)、 $\alpha = \zeta/\sqrt{1-\zeta^2}$ 、 $\theta_0 =$ 初期位相とにおいて変換すると、

$$x = x_0 \exp(-\alpha q t) \sin(qt + \theta_0) \quad (3)$$

となる。

ここで、この減衰自由振動の最初の半サイクルが有する振動のエネルギー EA_1 を求めると、(3) 式の振動変位の二乗を半周期 (半サイクル) 積分することにより

$$EA_1 = \int_0^{\pi/q} \left\{ x_0 \exp(-\alpha q t) \sin(qt) \right\}^2 dt = \frac{x_0^2 \{1 - \exp(-2\alpha\pi)\}}{4\alpha q (\alpha^2 + 1)} \quad (4)$$

で表される。但し、 $\theta_0 = 0$ とおく。

同様に、最初の半サイクルから N 番目の半サイクルが有するエネルギー EA_N は、次式で表される。

$$EA_N = \int_{(N-1)\pi/q}^{N\pi/q} \left\{ x_0 \exp(-\alpha q t) \sin(qt) \right\}^2 dt = \frac{x_0^2 \exp\{(N-1)(-2\alpha\pi)\} \{1 - \exp(-2\alpha\pi)\}}{4\alpha q (\alpha^2 + 1)} \quad (5)$$

次に、これらのエネルギー EA_1 と EA_N の比をとると、

$$EA_1/EA_N = \exp\{(N-1)2\alpha\pi\} \quad (6)$$

また、隣り合う半サイクルが有するエネルギーの比は、

$$EA_{N-1}/EA_N = \exp(2\alpha\pi) \quad (7)$$

で表される。ここで、(6) 式を自然対数変換すると、

$$\alpha = (\ln EA_1 - \ln EA_N)/(N-1)2\pi \quad (8)$$

となり、 $\alpha = \zeta/\sqrt{1-\zeta^2}$ の関係式により、損失係数 $\eta (= 2\zeta)$ は次式から算出される。

$$\eta = 2\sqrt{\alpha^2/(1+\alpha^2)} \quad (9)$$

演算処理を簡単にするため、減衰自由振動の各半サイクルが有する波形面積から α を求める。最初の半サイクルが有する波形面積 SA_1 の絶対値 $|SA_1|$ は (3) 式の絶対値を半周期積分すると、

$$|SA_1| = \int_0^{\pi/q} |x_0 \exp(-\alpha q t) \sin(qt)| dt = \frac{x_0 \{1 + \exp(-\alpha\pi)\}}{q(\alpha^2 + 1)} \quad (10)$$

で表される。また、 N 番目の半サイクルが有する波形面積 SA_N の絶対値 $|SA_N|$ は、

$$|SA_N| = \int_{(N-1)\pi/q}^{N\pi/q} |x_0 \exp(-\alpha q t) \sin(qt)| dt = \frac{x_0 \exp\{-\alpha\pi(N-1)\} \{1 + \exp(-\alpha\pi)\}}{q(\alpha^2 + 1)} \quad (11)$$

で表される。これらの比をとり自然対数変換すると、

$$\alpha = (\ln |SA_1| - \ln |SA_N|)/(N-1)\pi \quad (12)$$

となり、これを (9) 式に代入することにより、損失係数が算出できる。

このように、減衰自由振動の各半サイクルが有する振動エネルギー、または波形面積の絶対値の比の自然対数から、損失係数を算出する方法を定式化し、これを EN 法とする。

(2) PP法

位相平面解析法^{29)~31)}により、(1) 式で $y = dx/dt$ とおくと、

$$dy/dx = -(2\zeta \omega_0 y + \omega_0^2 x)/y \quad (13)$$

となる。ここでは周期的運動のみを考えるので、 $\zeta < 1$ の条件下で (13) 式を積分すると、位相面軌道は、

$$y^2 + 2\zeta \omega_0 x y + \omega_0^2 x^2 = C \exp \left\{ \frac{2\zeta}{\sqrt{1-\zeta^2}} \tan^{-1} \frac{y + \zeta \omega_0 x}{\omega_0 x \sqrt{1-\zeta^2}} \right\} \quad (C = \text{定数}) \quad (14)$$

で表され、 $x-y$ 平面では図 1 (a) に示すような変形らせんとなる。

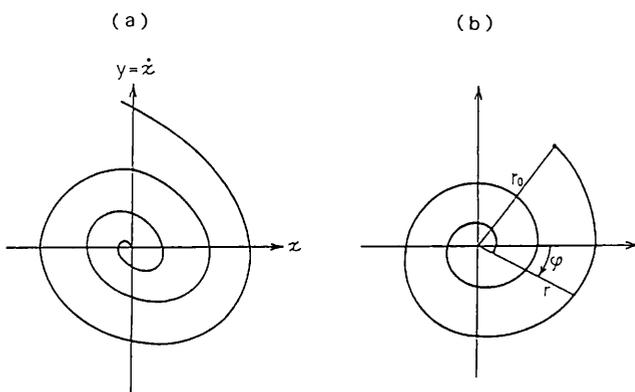


図1 位相面軌道
Phase plane trajectory

いま、(14) 式において

$$\omega_0 x \sqrt{1-\zeta^2} = r \cos \varphi (= qx) \quad (15)$$

$$y + \zeta \omega_0 x = r \sin \varphi (= y + \alpha qx) \quad (16)$$

とおき、新しい座標系 (平面極座標系) を考えると、

$$r = r_0 \exp(\zeta \varphi / \sqrt{1-\zeta^2}) = r_0 \exp(\alpha \varphi) \quad (17)$$

(ここで、 r は動径、 r_0 は定数、 φ は傾角)

となって、位相面軌道は図 1 (b) に示すような対数らせんとなる。この (17) 式は片対数グラフ上で直線となる。

この対数らせんの傾角 φ は、初期値を Φ とすると、

$$\varphi = -qt + \Phi \quad (18)$$

で表される直線式となる。この初期値 Φ は $t = 0$, $t = \Phi/q$, $t = 2\pi/q$ の条件、および (3) 式、(15) ~ (18) 式と $\alpha = \xi/\sqrt{1-\xi^2}$ から、次式で表される。

$$\Phi = \pi/2 - \theta_0 \quad (19)$$

次に、図2に示す減衰自由振動において、任意の時刻 t とこの時刻から t 時間経過した時刻 t_E における変位を各々 x_S , x_E とし、この時の対数らせんの傾角ならびに動径を各々 φ_S , φ_E , r_S , r_E とすると、(17) 式と (18) 式により、各々の動径の比は、

$$\begin{cases} r_S/r_E = \exp\{\alpha(\varphi_S - \varphi_E)\} = \exp(\alpha qt) \\ \varphi_S - \varphi_E = qt' \end{cases} \quad (20)$$

となる、これらから α は、

$$\alpha = (\ln r_S - \ln r_E)/qt' \quad (21)$$

また、(15) 式と (20) 式から、次式で表される。

$$\alpha = (1/qt') \ln \{(x_S/x_E) (\cos \varphi_E / \cos \varphi_S)\} \quad (22)$$

損失係数はこの α を (9) 式に代入することにより算出できる。

従って、位相面軌道の対数らせんの動径および傾角を求めれば、これらから損失係数が算出できることになる。

これらの傾角と動径を求める方法にはいくつかあるが、本方法では図2に示すように減衰自由振動波形を一定の時間間隔 Δt でサンプリングしたと仮定し、変位がゼロとなるゼロクロス点に注目して傾角と動径を求める。

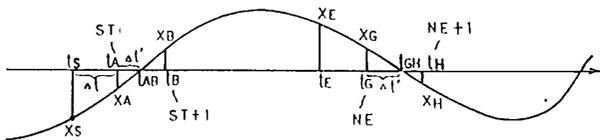


図2 減衰自由振動
Damped free vibration

まず、図において減衰自由振動の変位がゼロクロス点付近で増加する部分について考える。ゼロクロス点の時刻 t_{AH} の前後のデータ点の時刻を各々 t_A , t_B とし ($t_{AB} = t_A + \Delta t$, $t_B = t_A + \Delta t$, $\Delta t < \Delta t$)、その変位を各々 x_A , x_B 、この時の対数らせんの傾角と動径を各々 φ_A , φ_B , r_A , r_B とする。また、ゼロクロス点の傾角と動径を各々 φ_{AB} , r_{AB} とすると、傾角 φ_{AB} は次式で表される。

$$\varphi_{AB} = (1-4m)\pi/2 \quad (m=0, 1, 2, \dots) \quad (23)$$

従って、時刻 t_A における傾角 φ_A および動径 r_A は、

$$\varphi_A = (1-4m)\pi/2 + qt' = \varphi_{AB} + q\Delta t' \quad (24)$$

$$r_A = qx_A / (-\sin q\Delta t') \quad (25)$$

同様に、時刻 t_B における傾角 φ_B および動径 r_B は、

$$\begin{aligned} \varphi_B &= (1-4m)\pi/2 + q\Delta t' - q\Delta t \\ &= \varphi_{AB} + q\Delta t' - q\Delta t = \varphi_A - q\Delta t \end{aligned} \quad (26)$$

$$r_B = qx_B / \sin(q\Delta t - q\Delta t') \quad (27)$$

で表される。

次に、時刻 t_A から $N\Delta t$ 時間経過した時刻 t_N における変位を x_N 、このときの対数らせんの傾角と動径を各々 φ_N , r_N とすると、これらは次式で表される。

$$\begin{aligned} \varphi_N &= (1-4m)\pi/2 + q\Delta t' - Nq\Delta t \\ &= \varphi_{AB} + q\Delta t' - Nq\Delta t \end{aligned} \quad (28)$$

$$r_N = qx_N / \sin(Nq\Delta t - q\Delta t') \quad (29)$$

また、変位がゼロクロス点付近で減少する部分についても同様にして、半サイクルのゼロクロス点直前の時刻 t_G から $N\Delta t$ 時間経過した時刻 t_N における変位を x_N 、このときの傾角と動径を各々 φ_N , r_N とすると、これらは $t_G = t_{GH} - \Delta t$, $t_H = t_G + \Delta t$ の関係から、次式で表される。

$$\begin{aligned} \varphi_N &= (3-4m)\pi/2 + q\Delta t' - Nq\Delta t \\ &= \varphi_{GH} + q\Delta t' - Nq\Delta t \end{aligned} \quad (30)$$

$$\begin{aligned} r_N &= qx_N / \sin(Nq\Delta t' - q\Delta t) \\ &= -qx_N / \sin(Nq\Delta t - q\Delta t') \end{aligned} \quad (31)$$

ここで、(28) 式と (30) 式から傾角は $\pi/2$ 変化し、(29) 式と (31) 式から動径は正を満足する。

以上のことから、半サイクルのゼロクロス点直前の時刻から、 $N\Delta t$ 時間経過した時刻における動径を半サイクル毎に求めるとすると、動径は (31) 式から計算して絶対値をとれば正となるから、次式で表される。

$$|r_N| = q |x_N| / \sin(Nq\Delta t - q\Delta t') \quad (32)$$

従って、(20) 式において、 $t' = N\Delta t$ とおくと、

$$r_S/r_E = \exp(\alpha q N \Delta t) \quad (33)$$

ゆえに、基準とする1番目の動径を R_1 、基準から N 番目の動径を R_N とし、各々の絶対値の比をとると、(33) 式は、次式で表される。

$$|R_1| / |R_N| = \exp\{(N-1)\alpha q \Delta t\} \quad (34)$$

上式を自然対数をとると、次式となる。

$$\ln |R_1| - \ln |R_N| = (N-1)\alpha q \Delta t \quad (35)$$

これから、 α は

$$\alpha = (\ln |R_1| - \ln |R_N|) / (N-1)q \Delta t \quad (36)$$

となり、これを (9) 式に代入することにより損失係数が算出できる。

このように、減衰自由振動の波形そのものが有する情報、すなわち変位を位相平面解析法により動径に変換し、この動径の絶対値の比の自然対数から損失係数を算出する方法を定式化して、これをPP法とする。

3. 演算方法

損失係数は減衰自由振動の変位信号波形をA/D変換器によりサンプリングして、前述の各方法により演算処理して算出する。そのためには、まず初めに半サイクルの前後のゼロクロス点を検出する。次に、ゼロクロス点とゼロクロス点直前のデータ点との位相差を求めて、サン

プリング間隔の単位位相差を求める。このようにして、半サイクルの範囲が確定すると、各半サイクルの振動エネルギー、すなわち波形面積ならびに動径を演算することによって、損失係数が算出できる。

(1) ゼロクロス点

変位がゼロとなるゼロクロス点は、隣接するサンプル値の積を順次求めて、この積が負になる時、両データ点間に存在するとする。ここで、図3の(a), (b)に示すように、A/D変換器の分解能などによって、ゼロクロス点付近に単数または複数のゼロ値が生ずる場合には、積が初めてゼロとなる手前のデータ点のサンプリング番号をゼロクロス点直前のサンプリング番号ST(またはNE)とする。

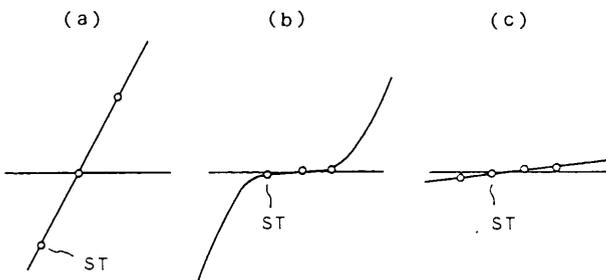


図3 ゼロクロス点
Point of zero-cross

(2) ゼロクロス点とST (NE) 間の位相差の補間

次に、 β_1 と β_2 を正整数とし、サンプリング番号STとST+ β_1 の両サンプル値、およびサンプリング番号NEとNE+ β_2 の両サンプル値から、半サイクル前後のゼロクロス点とSTまたはNEとの位相差(または時間差)を補間により求める。ここで、サンプリング番号ST+ β_1 (NE+ β_2)は、このサンプル値とST(NE)のサンプル値との積が初めて負となるサンプリング番号である。例えば、 $\beta_1=1$ の場合、図2に示すように、サンプリング番号STとST+1のサンプル値を各々、 x_A , x_B とすると、ゼロクロス点とST間の時間差 $\Delta t'$ は、サンプリング間隔を Δt とすると、三角補間により次式で表される。

$$\Delta t' = \frac{|x_B|}{(|x_A| + |x_B|)} \Delta t \quad (37)$$

同様にして、ゼロクロス点とNE間の時間差も求まる。

なお、(37)式の他に、(3)式や正弦関数に基づく補間式を作り、数値計算により補間の精度を調べた結果、(37)式の補間の精度は他の方法に比べて劣っているが、実測データでは最も精度が高かった。

また、ゼロクロス点とST間の位相差は $q \Delta t'$ 、またサンプリング1間隔の単位位相差は $q \Delta t$ であるので、

$$D1 = \Delta t' / \Delta t = |x_B| / (|x_A| + |x_B|) \quad (38)$$

$$DP = q \Delta t \quad (39)$$

とくと、ゼロクロス点とST間の位相差は次式となる。

$$q \Delta t' = D1 \cdot DP \quad (40)$$

同様にして、ゼロクロス点とNE間の位相差も求まるので、半サイクルの前後の2つのD1とST, NE間のサンプル数から、半サイクル内のサンプル数NPTが求まる。

これにより(39)式は、次式で表される。

$$DP = \pi / NPT \quad (41)$$

(3) 半サイクルのエネルギーならびに動径

半サイクルのエネルギー、すなわち半サイクルの波形面積は、前述の半サイクルの前後の $\Delta t'$ 、サンプリング間隔 Δt および半サイクル内のサンプル数とサンプル値から(11)式により求める。

一方、動径は次のように求める。まず、最初の半サイクル内で最大のサンプル値を与えるサンプリング番号をCSTとし、一般性を持たせるためにLS=CSTと設定し直して、このLSとSTとの差をDNとする。次に、このDN、ゼロクロス点とSTとの間隔D1、およびサンプリング番号LSのサンプル値をX(LS)とすると、(32)式から、LSの動径Rは次式で表される。

$$|R| = q |X(LS) / \sin^2(DN - D1) DP| \quad (42)$$

但し、上式において、分母がゼロに近づくゼロクロス点前後のある一定量の動径は誤差が大きいため、演算対象から除外する。この除外の方法としては、正整数の m_1 と m_2 から、NSFをST+ m_1 、NEFをNE- m_2 として、これらのサンプリング番号間のサンプル値のみから動径を求めることにし、 m_1 , m_2 の大きさは半サイクル内のサンプル数の多少により調節して、算出精度の高精度化を行う。

(4) 損失係数算出法

(4) - 1 EN法による損失係数の計算

相続く半サイクルの波形面積から、損失係数を算出する方法にはいくつかあるが、本方法は図4に示すように最初の半サイクルの波形面積の絶対値 $|SA_1|$ の自然対数を $LA_1=SLA$ とし、この値と2番目以降のN番目の波形面積の絶対値 $|SA_N|$ の自然対数 LA_N との差の累積値TLAから損失係数を算出する。

まず、対数SLAとN番目の対数 LA_N の差、つまり減少量を DLA_N とくと、これは(12)式から、次式で表される。

$$DLA_N = SLA - LA_N = (N-1) \alpha \pi \quad (43)$$

従って、累積値TLAは(43)式から、次式となる。

$$TLA = (SLA - LA_2) + (SLA - LA_3) + \dots + (SLA - LA_N) = \{N(N-1)/2\} \alpha \pi \quad (44)$$

ここで、対数 LA_N を図4(b)に示すように、縦軸に波形面積の絶対値の自然対数LA、横軸に半サイクルの数Nをとるグラフにプロットすると、 LA_N は理論上勾配が $\alpha \pi$ の直線にのる。そこで、実測結果から得られる α を α_A とすると、 DLA_N は $(N-1) \alpha_A \pi$ で表わされ、この累積値がTLAに、また、 $N(N-1)/2 = NST$ とくと、NSTは三角形TAの領域内に含まれる $\alpha_A \pi$ の数に対応する。

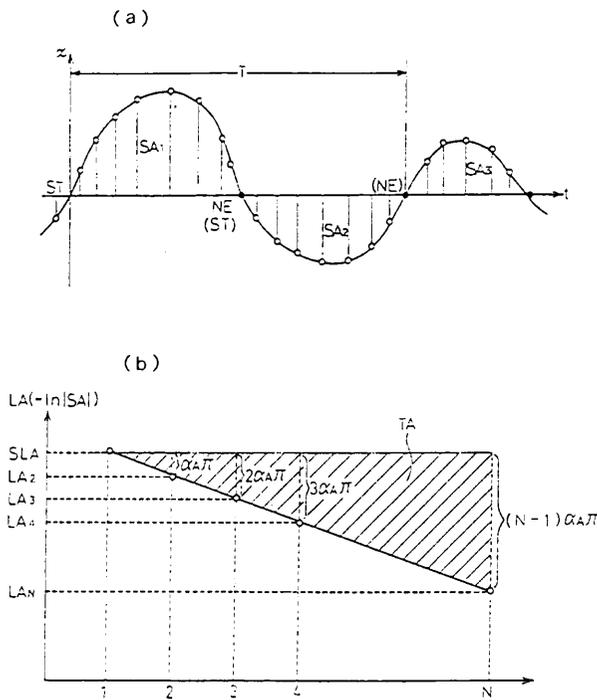


図4 EN法
EN-method

ゆえに、 α_N は(44)式から、次式で表される、

$$\alpha_N = TLA \cdot (\pi \cdot NST) \quad (45)$$

α_N が求まると、(9)式から損失係数が算出できる。

なお、試料の粘性が線形であり、しかも測定の設定アップが理想的であれば、 LA_N のプロット点は理論上直線にのるので、CRT上に表示した実測結果のプロット点が直線上にのるかを確認することにより、粘性の特性や測定の設定アップの良否ならびに損失係数算出のためのデータの抽出領域の選定などの判断や評価ができるようになっている。このことは、後述のPP法にも共通していえる。

(4) - 2 PP法による損失係数の計算

相続く動径から損失係数を算出する方法にはいくつかあるが、本方法は図5に示すように最初の半サイクル内の極値の動径の絶対値 $|R_1|$ の自然対数をSLRとし、この極値のサンプリング番号CSTからN番目の動径の絶対値 R_N の自然対数を LR_N として、SLRと LR_N との差の累積値TLRから損失係数を算出する。

まず、対数SLRとN番目の対数 LR_N の差、つまり、減少量を DLR_N とすると、これは(35)式と(39)式から次式で表される。

$$DLR_N = SLR - LR_N = (N-1)\alpha DP \quad (46)$$

次に、累積値TLRは(46)式から、次式となる。

$$\begin{aligned} TLR &= (SLR - LR_2) + (SLR - LR_3) + \dots + (SLR - LR_N) \\ &= \{N(N-1)/2\} \alpha DP \quad (47) \end{aligned}$$

ここで、 LR_N を図5(b)に示すように、縦軸に動径の絶

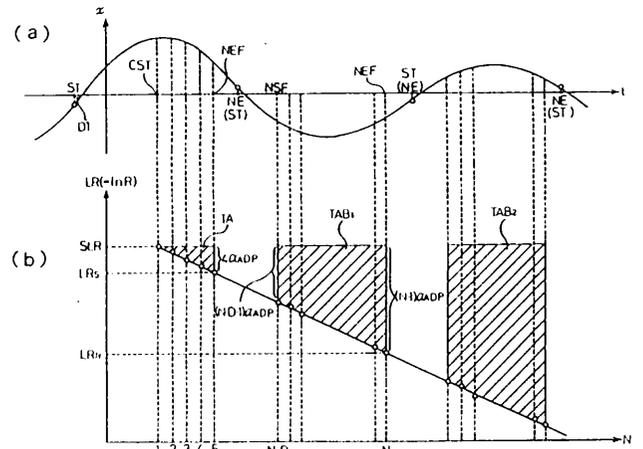


図5 PP法
PP-method

対値の自然対数LR、横軸に動径の数Nをとるグラフにプロットすると、 LR_N は理論上勾配が αDP の直線にのる。そこで、実測結果から得られる α を α_A とすると、TLRは図の斜線部分の DLR_N の累積値、すなわち、ゼロクロス点前後のある一定量の DLR_N を省いて順次加算したSTLRになる。同様に、 $N(N-1)/2$ はゼロクロス点前後のある一定量の DLR_N を省くので、図中の三角形TAおよび台形 TAB_1, TAB_2, \dots の各々の領域内に含まれる αDP の加算値TNSになる。

ゆえに、 α_A は(47)式から、次式で表される。

$$\alpha_A = STLR / (TNS \cdot DP) \quad (48)$$

α_A が求まると、(9)式から損失係数が算出できる。

4. 数値計算の結果と考察

パソコンを用いて、不減衰固有振動数 f_0 (Hz) と設定損失係数 η_T ならびにサンプリング周波数 f_s (kHz) に適当な値を与えて、理論式(3)式から減衰自由振動波形を生成し、本損失係数算出ソフトウェアのEN法およびPP法により数値計算を行い、算出損失係数 η_c を求めた。

η_T に対する η_c の算出精度をみるため、 η_c / η_T の結果を表1と表2に示す。ここで、Nは半サイクル内のサンプル数、TNは計算に使用した総サンプル数を示す。

また、PP法においてはNSFとNEFは各半サイクルの計算開始と終わりのサンプリング番号を、CNはNSFとNEFの範囲内の計算に使用したサンプル数を示す。なお、カッコ内の数字は $\eta_T = 1.8$ の場合のNとCNを示す。

EN法における η_T / η_c の数値計算結果を示す表1をみると、 $f_0 = 100 \sim 1500$ Hzにおいて、 $N \geq 20$ となる f_s であれば、広い範囲の $\eta_T = 2 \times 10^{-5} \sim 1.8$ に対して $\eta_c / \eta_T = 1$ であり、損失係数の算出精度は高いことがわかる。

一方、PP法における η_c / η_T の結果を示す表2-1をみると、 $\eta_T \geq 2 \times 10^{-3}$ の場合は $N \geq 20, CN \geq 6$ であれば、

表1 EN法における η_c/η_T の数計計算結果 (TN=500)
Results of η_c/η_T computed by En-method

f_0 (Hz)	f_s (kHz)	N	η_T							
			2×10^{-5}	8×10^{-5}	2×10^{-4}	2×10^{-3}	2×10^{-2}	2×10^{-1}	1.8	
100	4	20(46)	0.9997	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	6	30(69)	0.9995	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	9	45(103)	0.9986	0.9999	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
389	15	20(45)	0.9954	0.9990	0.9996	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	20	27(59)	0.9975	0.9996	0.9998	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	25	33(74)	1.001	0.9999	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	30	40(89)	1.001	1.000	0.9998	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	35	46(104)	1.001	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
700	35	25(58)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	45	32(74)	1.001	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	55	39(91)	1.002	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
1000	60	30(69)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	70	35(81)	0.9995	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	85	43(98)	0.9990	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
1500	75	25(58)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	100	33(77)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	125	42(96)	0.9977	0.9998	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000

表2-1 PP法における η_c/η_T の数計計算結果 (NSF=ST+8, NEF=NE-7, TN=300)
Results of η_c/η_T computed by PP-method

f_0 (Hz)	f_s (kHz)	N	CN	η_T							
				2×10^{-5}	8×10^{-5}	2×10^{-4}	2×10^{-3}	2×10^{-2}	2×10^{-1}	1.8	
100	5	25(58)	11(44)	1.020	1.005	1.002	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	7	35(81)	21(67)	1.014	1.003	1.001	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	9	45(103)	31(89)	0.9946	0.9983	0.9994	0.9999	1.000	1.000	1.000	1.000
389	15	20(45)	6(31)	0.8320	0.9578	0.9832	0.9983	0.9999	1.000	1.000	1.000
	20	27(59)	13(45)	1.104	1.026	1.010	1.001	1.000	1.000	1.000	1.000
	25	33(74)	19(60)	1.034	1.008	1.003	1.003	1.000	1.000	1.000	1.000
	30	40(89)	26(75)	0.9562	0.9891	0.9958	0.9996	1.000	1.000	1.000	1.000
	35	46(104)	32(90)	0.9953	0.9989	0.9994	0.9999	1.000	1.000	1.000	1.000
700	40	29(66)	15(52)	0.9338	0.9834	0.9933	0.9993	0.9999	1.000	1.000	1.000
	50	36(82)	22(68)	0.9680	0.9922	0.9966	0.9997	1.000	1.000	1.000	1.000
	60	43(99)	29(85)	0.9893	0.9973	0.9989	0.9999	1.000	1.000	1.000	1.000
1000	60	30(69)	16(55)	1.015	1.004	1.001	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	70	35(81)	21(67)	1.014	1.003	1.001	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	85	43(98)	29(84)	1.028	1.007	1.003	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
1500	75	25(58)	11(44)	1.021	1.005	1.002	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	100	33(77)	19(63)	1.034	1.008	1.003	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
	125	42(96)	28(82)	0.9603	0.9900	0.9960	0.9996	1.000	1.000	1.000	1.000

$\eta_c/\eta_T=1$ となり、高い算出精度が得られるが、 $\eta_T \leq 2 \times 10^{-4}$ の場合、Nが少なくなる程算出精度がわずかに低下する。しかし、現在までの文献やデータでは損失係数が 2×10^{-5} となる算出例は見当らず、実測の最少値はほぼ 8×10^{-5} であることから、現実に存在する損失係数は 8×10^{-5} とす

ると、 $N \geq 36$ となる f_s でサンプリングすれば 8×10^{-5} 以上の損失係数を高精度で算出できることがわかる。次に、 $N \geq 35$ となる f_s において NSF と NEF を変化させて、ゼロクロス点付近のサンプルを除外することによる算出精度への影響を調べた結果を示す表 2-2 をみると、 $\eta_T = 8 \times$

表 2-2 PP法における η_c / η_T の数値計算結果 (TN=300)
Results of η_c / η_T computed by PP-method

f_0 (Hz)	f_s (kHz)	N	NSF	NEF	CN	η_T			
						2×10^{-5}	8×10^{-5}	2×10^{-3}	1.8
100	7	35(81)	ST+1	NE-0	35(81)	1.267	1.067	1.003	1.000
			ST+2	NE-1	33(79)	1.038	1.009	1.000	1.000
			ST+4	NE-3	29(75)	1.021	1.005	1.000	1.000
			ST+6	NE-5	25(71)	1.017	1.004	1.000	1.000
			ST+8	NE-7	21(67)	1.014	1.003	1.000	1.000
			ST+10	NE-9	17(63)	1.012	1.003	1.000	1.000
			ST+12	NE-11	13(59)	1.011	1.002	1.000	1.000
389	30	40(89)	ST+1	NE-0	40(89)	1.048	1.012	1.001	1.000
			ST+2	NE-1	38(87)	0.9657	0.9915	0.9997	1.000
			ST+4	NE-3	34(83)	0.9588	0.9900	0.9996	1.000
			ST+6	NE-5	30(79)	0.9569	0.9893	0.9996	1.000
			ST+8	NE-7	26(75)	0.9562	0.9891	0.9996	1.000
			ST+10	NE-9	22(71)	0.9557	0.9890	0.9996	1.000
			ST+12	NE-11	18(67)	0.9557	0.9890	0.9996	1.000
700	50	36(82)	ST+1	NE-0	36(82)	1.066	1.017	1.001	1.000
			ST+2	NE-1	32(80)	0.9692	0.9925	0.9997	1.000
			ST+4	NE-3	28(76)	0.9666	0.9919	0.9997	1.000
			ST+6	NE-5	24(72)	0.9675	0.9921	0.9997	1.000
			ST+8	NE-7	20(68)	0.9680	0.9922	0.9997	1.000
			ST+10	NE-9	16(64)	0.9682	0.9923	0.9997	1.000
			ST+12	NE-11	12(60)	0.9690	0.9925	0.9997	1.000
1500	125	42(96)	ST+1	NE-0	42(96)	1.057	1.014	1.001	1.000
			ST+2	NE-1	40(94)	0.9614	0.9904	0.9996	1.000
			ST+4	NE-3	36(90)	0.9601	0.9900	0.9996	1.000
			ST+6	NE-5	32(86)	0.9604	0.9906	0.9996	1.000
			ST+8	NE-7	28(82)	0.9603	0.9900	0.9996	1.000
			ST+10	NE-9	24(78)	0.9608	0.9901	0.9996	1.000
			ST+12	NE-11	20(74)	0.9608	0.9901	0.9996	1.000

10^{-3} の場合はゼロクロス点付近のサンプルを 3~6 個除外すると、一方、 $\eta_T \geq 2 \times 10^{-3}$ の場合は除外しなくても損失係数を高精度で算出できることがわかる。

以上のことから、半サイクル内のサンプル数は EN 法では 20 個以上に、PP 法では 36 個以上にすると、 $8 \times 10^{-5} \sim 1.8$ の広い範囲の損失係数を高精度で算出できることがわかる。しかし、EN 法と PP 法による損失係数の算出精度を比較するために、半サイクル内のサンプル数は 36 個以上必要であり、そのようにサンプリング周波数を設定すればよい。すなわち、サンプリング周波数としては不減衰固有振動数の 36 倍以上を設定する。また、ゼロクロス点付近のサンプルを除外する量は EN 法ではゼロでもよいが、PP 法では 6 個以上とすれば $8 \times 10^{-5} \sim 1.8$ の広い範囲の損失係数を高精度で算出できることがわかる。

5. まとめ

エネルギー法ならびに位相平面解析法を適用して、EN 法

と PP 法の 2 つの損失係数算出法の基礎式とアルゴリズムを定式化し、パーソナル・コンピュータを用いて数値計算を行い、損失係数の算出精度を検証した結果、次のような結論を得た。

(1) これらの損失係数算出ソフトウェアは、 $8 \times 10^{-5} \sim 1.8$ の広い範囲の損失係数を高精度に算出できる。

(2) 半サイクル内のサンプル数は 36 個以上とすれば、また、PP 法においてはゼロクロス点付近のサンプルを 6 個以上除外すれば、高精度に損失係数が算出できる。

(3) 損失係数算出ソフトウェアは減衰自由振動から損失係数を算出するが、EN 法は減衰自由振動波形の半サイクルが有するエネルギー (波形面積) を基に、半サイクルの数が 2 個以上あれば算出でき、一方、PP 法は減衰自由振動波形の動径を基に、3/4 サイクル以上のデータがあれば算出できる特徴がある。

次報では、実測データから損失係数を算出して、本損失係数算出ソフトウェアの算出精度の検証を行う。

参 考 文 献

- 1) 伊藤宏幸, 稲塚 徹, 岡本營士夫, 南端文雄, 日本騒音制御工学会平成2年度技術発表会講演論文集, 165 (1990)
- 2) 日経メカニカル, 40, 1988.12.12号, 日経BP社
- 3) 松倉宏行, 甘利 章, 日本騒音制御工学会昭和62年度技術発表会講演論文集, 97 (1987)
- 4) 宇治川正人, 日本機械学会誌, 93(863), 819 (1990)
- 5) 苗村 明, 黒崎貞之, 日本音響学会誌, 22(1), 21(1966)
- 6) 田中 治, 久我新一, 騒音制御, 3(5), 39 (1979)
- 7) 高田省一, 日本音響学会平成3年度春季研究発表会講演論文集, 551 (1991)
- 8) 高田省一, 大島 敏, 影山源一, 日本音響学会平成3年度春季研究発表会講演論文集, 553 (1991)
- 9) 立石 覚, 小白井敏明, No.900-59日本機械学会第68期全国大会学術講演会講演論文集(D), 116 (1990)
- 10) 山口道征, 高田省一, 青木忠昭, 岡田 健, 大門静史朗, 日本騒音制御工学会平成2年度技術発表会講演論文集, 309 (1990)
- 11) 杉本孝一, 金属材料, 15(11), 9 (1975)
- 12) 杉本孝一, 機械の研究, 29(1), 177 (1977)
- 13) 井形直弘, 日本機械学会第469回講習会教材, 75 (1978)
- 14) 森本庄吾, 島口 崇, 日本音響学会誌, 36(8), 419 (1980)
- 15) 坂田興亜, 碓井雄一, 昭和55年度精機学会秋季大会学術講演会論文集, 839 (1980)
- 16) 中川雅俊, 騒音制御, 17(1), 37 (1983)
- 17) 前 義治, 配管技術, 73 (1984-10)
- 18) 郡田和彦, 堺 健二, 田中俊光, 騒音制御, 10(4), 39 (1986)
- 19) 鳥阪泰憲, 機械の研究, 39(6), 1 (1987)
- 20) 川辺尚志, 桑原改造, 精密機械, 45(4), 21 (1979)
- 21) 堺 健二, 藤原治生, 日本接着協会誌, 17(9), 378 (1981)
- 22) 網島貞男, 藤井 透, 西田秀治, 日本接着協会誌, 23(4), 131 (1987)
- 23) JIS H7002, 制振材料用語, 日本規格協会 (1989)
- 24) 五十嵐寿一責任編集, 音響と振動, 392, 共立出版, (1968)
- 25) 日本音響材料協会編, 騒音対策ハンドブック, 433, 技報堂, (1974)
- 26) 小野木重治, レオロジー要論, 175, 横書店, (1980)
- 27) 25) のP.441
- 28) 例えば, 亙理 厚, 機械振動, 80, 丸善, (1979)
- 29) S.チモシエンコ, 工業振動学, 谷下市松, 渡辺 茂 訳, 60, 東京図書, (1969)
- 30) 28) のP.26
- 31) 編集委員会代表, 谷口 修, 振動工学ハンドブック, 382, (1976)

損失係数算出ソフトウェアの開発

(第2報 実測データにもとづく損失係数算出結果と従来法との比較)

Development of some Computer Softwares for Determining the Loss Factor in the Damped Free Vibration

(2nd Report, The Result of Loss Factor Computed by Measuring Data and Comparison with Conventional Methods)

箕輪 晃男*

Akio Minowa

中西 隆**

Takashi Nakanishi

In the conventional method determining the loss factor by using the extreme value and the decay rate, the low accuracy which caused by the sampling errors of A/D converter and the limit of the writing speed of the level recorder are examined first. Then these methods are improved in high accuracy by formulating the new algorithm and proposing the method of determining the upper limit of the decay rate. Using these methods and the method of the 1st report, the loss factor are determined from the damped free vibration which is generated by exciting the square plate in the free-free boundary condition, and the true values of the loss factor are discussed by comparing with these results. The superiority of these softwares and measurement system are confirmed by the evaluated result of the loss factor in high accuracy.

1. まえがき

前報¹⁾において、エネルギー法ならびに位相平面解析法を適用して、減衰自由振動から損失係数を算出する基礎式およびアルゴリズムを定式化してEN法とPP法とし、数値計算の結果から、これらの損失係数算出ソフトウェアは広い範囲の損失係数を高精度で算出できることを報告した。

従来、減衰自由振動から損失係数を算出する方法としては、極値から算出する方法²⁾、ならびにレベルレコーダで対数変換した記録から得られる減衰率(減衰度)から算出する方法³⁾などがある。

前者では損失係数が小さい場合はサンプリング誤差に

より、また損失係数が大きい場合は減衰自由振動が短時間でゼロに収束するので、極値の数が少ないことにより損失係数の算出精度は低い。この方法は中程度の損失係数に対して算出精度は高いが、小さい損失係数を高精度に算出した実測例は見当らない。一方、後者では損失係数が小さい場合は前者に比べて損失係数の算出精度は高く、ほぼ真値を与えると評価できるが、損失係数が大きい場合は減衰自由振動の減衰が早いので、レベルレコーダの記録速度が正確に追従できないために真の減衰率が得られないことから、損失係数の算出精度は低い。しかし、真値を与える減衰率の上限値の決定法が確立できれば、高精度に算出できる損失係数の上限が明確になるが、それに関する文献は見当らない。

一般に、損失係数の真値は理論から求められないので、損失係数の真値を推定する場合は、損失係数の大小の各領域を高精度に算出できると評価される複数の損失係数

* 評価技術部 信頼性研究室

** システム技術部 情報システム研究室

算出法、および損失係数測定法を用いて同一試料の損失係数を算出し、比較する方法がとられる。

本報では、まず、従来の極値から算出する方法において、損失係数が小さい場合の算出精度が低い原因を検討して高精度化を図るアルゴリズムを定式化してMAX法とする。また、減衰率から算出する方法(LR法)においては、真値を与える減衰率の上限値を決定する方法を提案し、高精度に算出できる損失係数の範囲を明確にする。さらに、前報¹⁾のPP法の高精度化を図るために、アルゴリズムの一部を変更してPP法(2)とし、未変更の算出法をPP法(1)とする。

次に、正方形板状試料の境界条件を自由-自由とする損失係数測定法で1次振動モードの減衰自由振動を生成し、上記と前報¹⁾の5算出法を用いて実測データから損失係数を算出して、その結果を比較することにより、各損失係数算出法の算出精度を検証する。

これにより、開発した損失係数算出ソフトウェアのEN法、PP法、MAX法の損失係数算出精度、ならびに本損失係数測定法の測定精度の優れた点を述べる。

2. 損失係数算出法

(1) MAX法

粘性減衰力が作用する1自由度系の減衰振動の解は、次式で表される。

$$x = x_0 \exp(-\alpha t) \sin(\omega t + \theta_0) \quad (1)$$

$$\alpha = \zeta / \sqrt{1 - \zeta^2} \quad (2)$$

ここで、 x_0 は時刻 $t=0$ のときの変位、 ζ は減衰比(= c/c_c)、 ω は減衰固有振動数(= $\omega_0 \sqrt{1 - \zeta^2}$)、 θ_0 は初期位相である。

(1)式は図1(a)に示すように、 $2\pi/\omega$ を周期として変位の極大値および極小値が交互に起こることを示している。ここで、相続く極値 x_N と x_{N+1} の絶対値の和を最大値 P_N とし、隣り合う最大値の比を取ると、(1)式から、

$$\frac{P_1}{P_2} = \frac{P_2}{P_3} = \dots = \frac{P_N}{P_{N+1}} = \exp\left(\frac{\zeta \pi}{\sqrt{1 - \zeta^2}}\right) = \exp(\alpha \pi) = \exp(\delta) \quad (3)$$

となって、隣り合う最大値は一定の比を持って減少する。この比の自然対数をとると、これは対数減衰率 δ であり、

$$\delta = \ln(P_N/P_{N+1}) = \pi \zeta / \sqrt{1 - \zeta^2} = \alpha \pi \quad (4)$$

で表される。なお、この式の P_N を x_N とおいても同一式となる。

従来は直接、(4)式から対数減衰率、減衰比、損失係数などを算出するか、あるいは P_N を縦軸に、 P_{N+1} を横軸とする座標に、各々の P_N 、 P_{N+1} をプロットすると、理論上はこれらの点は直線にのるので、この直線の傾き角を回帰式から求めて、間接的に損失係数を算出する方法²⁾な

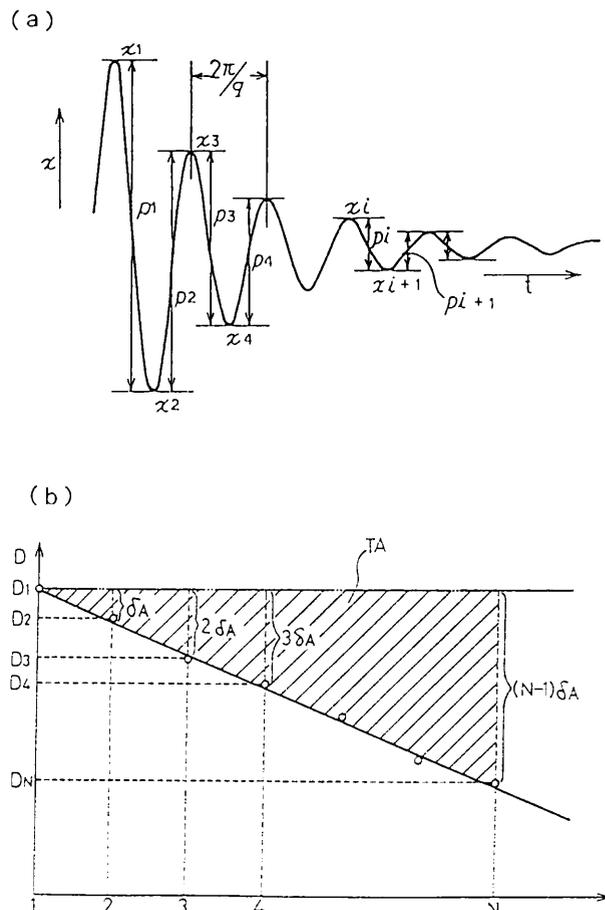


図1 MAX法
MAX-method

どが、一般的に行なわれている。この傾き角 θ は次式で表される。

$$\theta = \tan^{-1} \{ \exp(\pi \zeta / \sqrt{1 - \zeta^2}) - 1 \} \quad (5)$$

これから、損失係数 η (= 2ζ)は次式で算出できる。

$$\eta = 2 [\{ \pi / \ln(\tan \theta + 1) \}^2 + 1]^{-1/2} \approx 2 \ln(\tan \theta) / \pi \quad (6)$$

特に、小さい損失係数を精度よく算出する場合は、

$$\Delta P_N = P_N - P_{N+1} = \{ \exp(\pi \zeta / \sqrt{1 - \zeta^2}) - 1 \} P_{N+1} \quad (7)$$

の関係を用いて、 ΔP_N を縦軸に、 P_{N+1} を横軸とする座標に、 ΔP_N と P_{N+1} をプロットすると、理論上は直線にのるので、この直線の傾き角 θ' は次式で表される。

$$\theta' = \tan^{-1} \{ \exp(\pi \zeta / \sqrt{1 - \zeta^2}) - 1 \} \quad (8)$$

ゆえに、損失係数は次式で算出できる。

$$\eta = 2 [\{ \pi / \ln(\tan \theta' + 1) \}^2 + 1]^{-1/2} \approx 2 \tan \theta' / \pi \quad (9)$$

しかし、損失係数が小さい場合、損失係数を(4)式から直接算出すると、ばらつきが大きいため、また、(6)式と(9)式からでは傾き角 θ と θ' の精度が十分とれないために、損失係数の算出精度は低い。

そこで、(6)式と(9)式を用いて損失係数を算出した場合の算出精度が低い原因を調べるために、直線の傾き角 θ 、 θ' に対する勾配 $\tan \theta$ 、 $\tan \theta'$ および損失係数の関係を調べた結果を表1に示す。これを見ると、 P_N と P_{N+1}

表1 傾き角と損失係数
Inclination versus loss factor

θ (degree)	$\tan \theta$	η (52)式	θ' (degree)	$\tan \theta'$	η (54)式
45	1.000	0	0	0	0
45.001	1.0000349	2.222×10^{-5}	0.001	1.745×10^{-5}	1.111×10^{-5}
45.002	1.0000698	4.444×10^{-5}	0.002	3.491×10^{-5}	2.222×10^{-5}
45.01	1.000349	2.222×10^{-4}	0.01	1.745×10^{-4}	1.111×10^{-4}
45.02	1.000698	4.444×10^{-4}	0.02	3.491×10^{-4}	2.222×10^{-4}
45.1	1.00350	2.222×10^{-3}	0.1	1.745×10^{-3}	1.110×10^{-3}
45.2	1.00706	4.444×10^{-3}	0.2	3.491×10^{-3}	2.218×10^{-3}
46	1.0355	2.223×10^{-2}	1.0	1.746×10^{-2}	1.102×10^{-2}
47	1.0724	4.447×10^{-2}	2.0	3.492×10^{-2}	2.185×10^{-2}
50	1.192	1.115×10^{-1}	5.0	8.749×10^{-2}	5.337×10^{-2}
55	1.428	2.254×10^{-1}	10	1.763×10^{-1}	1.032×10^{-1}
60	1.732	3.445×10^{-1}	20	3.640×10^{-1}	1.966×10^{-1}
70	2.747	6.125×10^{-1}	40	8.391×10^{-1}	3.808×10^{-1}
80	5.671	9.671×10^{-1}	80	5.671	1.034
89.9	572.96	1.793	89.9	572.96	1.793

のプロット点を結ぶ直線の傾き角は45°以上をとるが、損失係数が 10^{-1} 以下であれば、傾き角と勾配は各々45.005°, 1.0001745以下となり、もし、傾き角と勾配の分解能が各々0.01°, 3.49×10^{-4} であれば損失係数の分解能は 2.2×10^{-4} となることわかる。また、損失係数が小さい場合は、損失係数の算出精度の向上のために、 ΔP_N と P_N のプロット点を結ぶ直線の傾き角から求めるが、上述と同じ傾き角と勾配の分解能に対して損失係数の分解能は表から2倍ほど高精度化することがわかる。しかし、実測の ΔP_N と P_N のプロット点はA/D変換器の分解能により、かなりばらつくので最小自乗法などから求める回帰式の勾配は、上述の様な高分解能で得られない。

従って、(6)式と(9)式から損失係数を算出しても算出精度は低く、今までの実測結果では傾き角と勾配の分解能は各々、0.1°と 3×10^{-3} 付近であり、損失係数の最小分解能が 10^{-3} 程度になる理由が解明できた。

そこで、損失係数が小さい場合の算出精度を向上させるために、まず、最大値は正、負の極値付近の複数のサンプル値から2次曲線に基づく補間計算により求める。

次に、図1(b)に示すように、最初の最大値 P_1 の自然対数を D_1 とし、この値と2番目以降、N番目の最大値の自然対数 D_N との差の累積値Sを求めると、(4)式から次式で表される。

$$S = \{N(N-1)/2\} \delta = \{N(N-1)/2\} a \pi \quad (10)$$

ここで、 D_N を縦軸が最大値の自然対数D、横軸が最大値の数Nのグラフにプロットすると、理論上 D_N は勾配が δ の直線にのる。そこで、実測結果から得られる δ を δ_A とすると、 P_1 と P_N の差は(4)式で表され、この量の累積値がSに対応する。また、 $N(N-1)/2 = TN$ とおくと、TN

は図中の三角形TAの領域内に含まれる δ_A の数に対応する。

従って、 α_A は(10)式から

$$\alpha_A = S/TN \cdot \pi = \delta_A/\pi \quad (11)$$

となる。損失係数は(2)式から

$$\eta = 2 \sqrt{a^2/(1+a^2)} \quad (12)$$

と書けるので、(11)式の α_A を(12)式に代入することにより算出できる。

なお、試料の粘性が線形であり、しかも測定の設定アップが理想的であれば、 D_N の各プロット点は理論上直線にのるので、CRT上に表示した実測結果のプロット点が直線上にのるかを確かめることにより、粘性の特性や測定の設定アップの良否、ならびに損失係数算出のためのデータの抽出領域の選定などの判断や評価ができるようになっている。

このように、従来法を改良して損失係数が小さい場合の算出精度の高精度化を図ったアルゴリズムを定式化し、これをMAX法とする。

(2) LR法

減衰自由振動のアナログ信号をレベルレコーダで対数変換して減衰直線を記録させ、この減衰直線の傾きから変位レベル L_N の単位時間当りの減少割合を表わす減衰率 $D(=dL_N/dt)$ を求める。このDと固有振動数fから、損失係数は次式で算出する。

$$D = 27.3f\eta/\sqrt{1-(\eta/2)^2} \approx 27.3f\eta \quad (13)$$

このように、レベルレコーダを用いて、減衰率から損失係数を算出する方法をLR法とする。

レベルレコーダは従来から多用されており、損失係数が小さく、減衰率も小さい場合はレベルレコーダの記録速度WS(mm/sec)⁵⁾は減衰自由振動の減衰に十分追従で

きるので正確な減衰率を与えるが、一方、損失係数が大きく、減衰率がある値以上に大きくなると記録速度が正確に追従できなくなるために、計測した減衰率は真値よりも小さくなり、しかも、その限界が不明という性能上の欠点がある。このように、真値を与える減衰率の上限値がわからないこととパーソナルコンピュータの出現により損失係数の算出がコンピュータ化⁶⁾されたことなどによって、最近では使用例が少なくなっているが、減衰直線のパターンが一目でわかることと、損失係数が小さい場合は損失係数の算出精度が高く、真値を与えることなどの利点がある。そこで、信頼できる減衰率の上限値が明確にできれば、各損失係数算出ソフトウェアの算出精度の検証に活用できると考えて、各記録速度の追従可能な減衰率の上限の限界値を求め、それをもとに、真値を与える減衰率の上限値を求めた。まず、各記録速度の限界値は発信器からの正弦波の定常状態から停止までをレベルレコーダに記録させて、得られた減衰直線の傾きから求めた。その結果を図2 (a)のULで示しているが、図中の表に示す各入力周波数 F_{in} (Hz)のいずれにおいても、ほぼ同様の曲線が得られた。但し、各下限周波数LLF(Hz)によって決まる記録速度の最大値付近では記録速度の限界値は多少ばらつくので、測定値の

最小値を限界値とした。次に、図3に示す損失係数測定装置を用いて、表2に示す試料No.3, 4, 7, 8の1次の振動モードにおける減衰率を記録速度を変化させて計測した結果を図2 (a) ~ (c)に示す。

これらを見ると、試料No.3, 4, 8の減衰率は記録速度が小さいときは記録速度の限界値の曲線に沿って、ほぼ同じ値をとりながら記録速度の上昇とともに増加するが、ある記録速度以上になると減衰率は一定値に近づく傾向を示す。特に、試料No.8の減衰率は一定値を示す記録速度の幅が狭いので、減衰率の上限値に近い値を示していると考えられる。一方、試料No.7の減衰率は記録速度が小さいときは前記と同様であり、ある記録速度以上では記録速度の限界値よりも小さい値をとりながら増加するが、一定値に近づかないことがわかる。もし、減衰率が計測可能な記録速度の範囲内のある記録速度以上で、

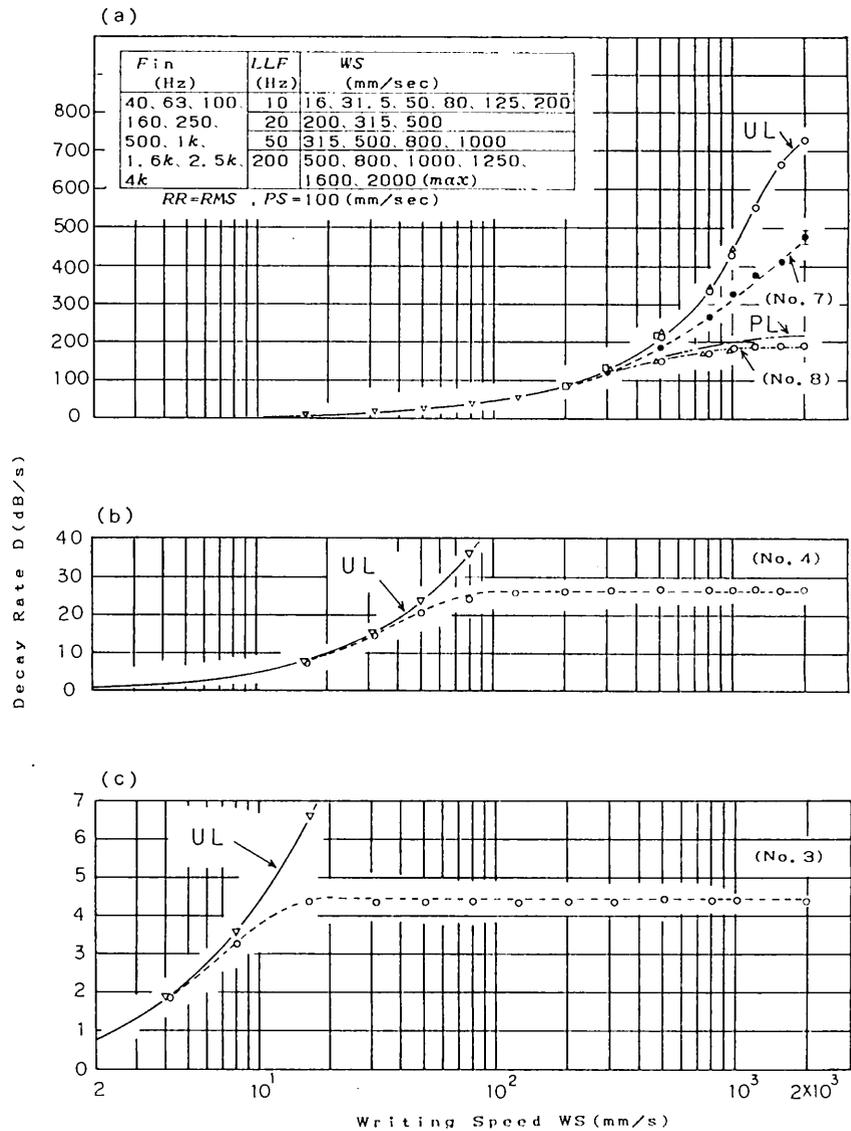


図2 (a)(b)(c) レベルレコーダの記録速度に対する減衰率
Writing speed of level recorder versus decay rate

一定値となるならば、その値は真値を示すと考えられるから、試料No.7の減衰率は最高の記録速度で求めたとしても真値よりも小さい値を示すことがわかる。しかし、もっと早い記録速度が可能であれば、いずれは一定値を示すので、その値が真の減衰率を与える。

以上のことから、減衰率が記録速度の増加に伴って増加し、ある記録速度以上で一定値をとるならば、その値は真値を与えるが、一定値が存在しなければ、最高の記録速度で測定した値であっても真値よりも低い値を与えられ、本実験で使用したレベルレコーダ (Type 2305, B&K)⁵⁾の真値を与える減衰率の上限は試料No.8の減衰率の曲線から類推すると、図2 (a)に示すPLの曲線で表され、下限周波数を200Hz、記録速度を2000mm/secに設定したときの減衰率の上限値は220dB/secであり、この値以下の減衰率は真値を与えると考えられる。

このようにして、LR法における減衰率の真値を与える上限値の決定法を提案し、この上限値以下の減衰率から算出した損失係数は真値として、高精度に算出できる損失係数の範囲を定義した。これをもとに、各損失係数算出ソフトウェアの損失係数算出精度を検証する。

(3) PP法 (2)

前報¹⁾で述べたPP法の損失係数算出精度の高精度化を図るために、アルゴリズムの一部を変更してPP法 (2) とし、前報¹⁾の算出法をPP (1) とする。

動径Rを求める式

$$R = q \cdot X(LS) / \sin(\angle DN - D1) DP \quad (14)$$

において、分母がゼロに近づくゼロクロス点前後のある一定量の動径は誤差が大きいため、演算対象から除外するが、その方法として、PP法 (2) では、ある閾値以上のサンプル値のみから動径を求めるようにした。また、基準とする動径は、この閾値を越えた最初の点とし、半サイクル毎に設けることにした。

3. 損失係数測定法と実験装置

正方形板状試料の面外振動(曲げ振動)の1次振動モードにおける損失係数測定装置の概略を図3に示す。

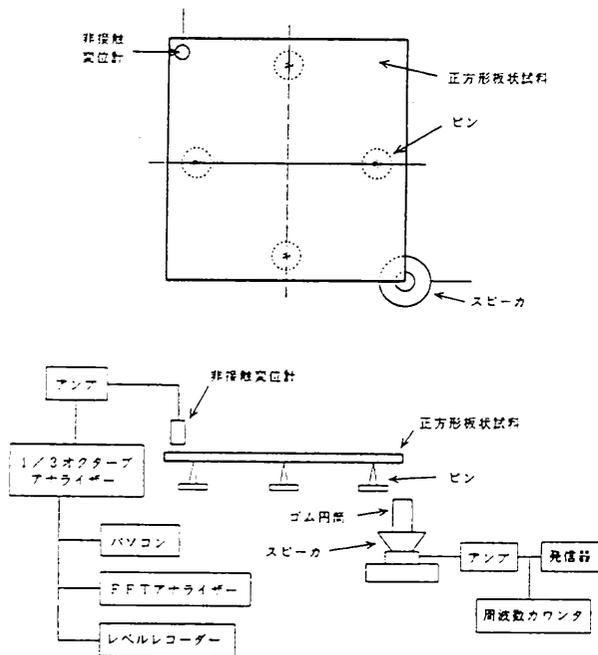


図3 測定装置概略図

Schematic block diagram of vibration-damping thin-plate test apparatus

等方・等質性の正方形薄板の境界条件が自由-自由であるならば、理論上1次振動モードの節線は正方形板の対辺の中央を結ぶ直交直線であり、腹は正方形板の角部である。すなわち、薄板の厚さhの中立面内に直角座標x, yをとり、点(x, y)の面に直角方向の横変位をz(x, y, t)、板の密度をρ、縦弾性係数をE、ポア

ソン比をσ、正方形の一辺をaとすると、運動方程式は次式⁷⁾で表される。

$$\rho h \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} + D \left(\frac{\partial^4 z}{\partial x^4} + 2 \frac{\partial^4 z}{\partial x^2 \partial y^2} + \frac{\partial^4 z}{\partial y^4} \right) = 0 \quad (15)$$

但し、 $D = Eh^3 / 12(1 - \sigma^2)$ = 板の曲げ剛さ

いま、基準座標Z(x, y)を用いて

$$Z(x, y, t) = Z(x, y)(A \sin \omega t + B \cos \omega t) \quad (16)$$

とし、これを(15)式に代入して自由-自由の境界条件のもとで解くと、n次モードの固有振動数 f_n は、

$$f_n = \frac{\alpha_n}{2\pi a^2} \sqrt{\frac{D}{\rho h}} = \frac{\alpha_n h}{4\pi a^2} \sqrt{\frac{E}{3\rho(1-\sigma^2)}} \quad (17)$$

で表される。ここで、 α_n はn次モードの固有値で $\alpha_1 = 14.10$, $\alpha_2 = 20.56$, $\alpha_3 = 23.91$ となり、1次の振動モードの様式 $Z_1(x, y)$ は前述の通りとなる。

しかし、実際の試料は等方・等質性ではないが、理論に準拠して試料の節線をピンにて水平に支持して、腹を加振するとともに振動変位を測定する。加振は正方形板の角部の直下方位置にスピーカを設置して音響放射⁸⁾により非接触加振する。特に、損失係数が高い試料では強力な加振力が必要となるので、スピーカにゴム円筒を取付けて音波を絞る工夫を行い、さらに、振動変位が同相となる正方形板の対角の両角部の直下方位置に、同相出力のゴム円筒付スピーカを各々1個ずつ設置することによって、音圧の増大を図る加振システムを考案した。これにより、あらゆる材質の正方形板を非接触加振できる。一方、振動変位は正方形板の角部の直上方位置にうず電流型の非接触変位計を設置して、非接触測定を行うが、正方形板の材質が非磁性体の場合は、角部に2cm角のアルミ箔⁹⁾を貼るか、レーザ変位計を用いる。

正方形板の1次の減衰自由振動は、1次の固有振動数にて加振し、共振ピークの振動変位が十分に成長して、最大を示す定常状態を確認した後、加振を停止することにより得られる。次に、この減衰自由振動のアナログ信号を1/3octBPFを通した後、12bitのA/D変換器により適当なサンプリング周波数でサンプリングして、パーソナルコンピュータを用いて各損失係数算出ソフトウェアにより、また、1/3octBPF通過後のアナログ信号からLR法により損失係数を算出する。

4. 損失係数算出結果と考察

図3の実験装置により得られた正方形板の面外振動の1次の減衰自由振動から各種損失係数算出法により損失係数ηを算出した結果を表2、表3および図4に示す。表2には測定に使用した試料、各試料の1次の固有振動数 f_1 ならびに損失係数の算出に使用したデータ長 T_D を示す。表2において、ほぼ等方・等質とみなせる試料No.1と5の1次の固有振動数を $E = 1.86 \times 10^{11} \text{ Pa}$, $\rho = 7.9 \times 10^3 \text{ kg/}$

表2 各種試料とデータ長
Samples used for experiment and length of data

試料		No.	1	2	3	4	5	6	7	8
材質		SUS 304	ゴム	SPCC	制振材 ¹⁾	SUS 304	複合プラスチック	複合プラスチック	コンクリート	
寸法(mm)		200 ²⁾ ×1.2 ²⁾	101.5 ¹⁾ ×10.5 ¹⁾	200 ¹⁾ ×1.2 ¹⁾	200 ¹⁾ 2 ²⁾	100 ¹⁾ ×1.2 ¹⁾	103.5 ¹⁾ ×8.5 ¹⁾	99.3 ¹⁾ ×8.0 ¹⁾	100 ¹⁾ ×8.7 ¹⁾ 3 ³⁾	
質量(gr)		365	170	360	1080	95	86	85	170	
f ₁ (Hz)		96.85	120.0	176.35	233.8	388.8	555.4	627.0	1642	
T _D (sec)		EN法	2.781	0.019	2.20	0.500	2.781	0.011	0.013	0.05
		MAX法	"	"	"	"	"	"	"	"
		PP法(1)	0.500	"	0.500	"	0.500	"	"	"
		PP法(2)	"	"	"	"	"	"	"	"
		LR法	75	0.05	4.0	"	20	0.04	0.07	0.07

1) 制振材とはSPCCに鉛シートを接着したもの。

2) SPCCと鉛シートの寸法は、各々200²⁾×2.95²⁾mm, 200²⁾×0.3²⁾mmである。

3) コンクリート板の厚さは不均一であり、平均の厚さを示す。

表3 サンプルング周波数とデータ長に対する損失係数
Variation of loss factor for sampling frequency and data length

f _s (kHz)	T _s (msec)	T _D (msec)	$\bar{N}, \overline{CN}_1,$ \overline{CN}_2	各算出法による損失係数 $\eta (\times 10^{-3})$				
				EN法	PP法(1)-1	PP法(1)-2	PP法(2)	MAX法
25.00	20	80	$\bar{N} = 54$ $\overline{CN}_1 = 42$ $\overline{CN}_2 = 52$	3.44	3.36	3.34	3.77	3.36
		160		3.58	3.52	3.52	3.71	3.52
		320		3.52	3.46	3.46	3.60	3.50
		500		3.50	3.46	3.46	3.56	3.48
	60	320	3.58	3.56	3.56	3.58	3.52	
	100	320	3.54	3.50	3.52	3.36	3.50	
180	320	3.70	3.69	3.70	3.58	3.58		
20.00	20	80	$\bar{N} = 43$	3.38	3.44	3.44	3.38	3.38
		160	$\overline{CN}_1 = 31$	3.44	3.48	3.48	3.38	3.42
		320	$\overline{CN}_2 = 41$	3.48	3.50	3.50	3.42	3.46
16.66	20	80	$\bar{N} = 36$	3.38	3.44	3.42	3.46	3.57
		160	$\overline{CN}_1 = 24$	3.46	3.50	3.50	3.50	3.54
		320	$\overline{CN}_2 = 34$	3.46	3.46	3.46	3.48	3.48
10.00	20	80	$\bar{N} = 22$	3.26	3.24	3.24	3.14	6.82
		160	$\overline{CN}_1 = 10$	3.40	3.40	3.40	3.34	7.12
		320	$\overline{CN}_2 = 20$	3.52	3.50	3.50	3.54	6.72

注) データ取込み時間は f_s=25kHzのとき2.88秒, f_s=10kHzのとき7.20秒である。

注) LR法における損失係数の平均値は $\bar{\eta} = 3.50 \times 10^{-3}$ である。

m³, $\sigma = 0.25$ として(17)式から求めると、各々 97.39Hz, 389.6Hzであり、実測のf₁とよく一致する。

T_Dはサンプルング周波数f_sを25kHzとして、サンプルングしたデータから抽出しているが、減衰自由振動の減衰の程度によりその長さを変えている。すなわち、損失係数が小さい場合は損失係数の算出速度が早いEN法と半サイクルの数が多し程算出精度が高く、算出速度の早いMAX法では、T_Dはできるだけ長く取って同一データから損失

係数を算出した。また、PP法(1)と(2)ではT_Dが長くなると損失係数の算出時間も長くなるので、T_Dを短くして同一のデータから損失係数を算出した。一方、損失係数が大きい場合は減衰自由振動の半サイクルの数が少ないので、各算出法に対して同一のT_Dから算出した。

なお、LR法におけるT_Dは減衰直線の直線部が占める時間長さを表す。ここで、T_Dの長さに対する損失係数の算出精度への影響を調べるために、各算出法による損失係

数がほぼ同じ値に算出された試料No. 4 を使って、 f_1 と T_D および定常状態から減衰自由振動が始まる点の時間を0秒とした時のT、秒後のデータ取込み開始位置(時間)をパラメータとして、LR法を除く各算出法から算出した損失係数を比較した。その結果を表3に示す。これを見ると、 f_1 が16.66kHz以上では T_D の長さやTに対する損失係数の算出精度への影響は各算出法ともに少ない。しかし、 f_1 を10kHzにすると、半サイクル内のサンプル数Nが36個以下となるので、MAX法では最大値の計算誤差が大きくなることから、 T_D を長くとっても損失係数の算出精度は悪い。一方、MAX法以外の算出法では T_D が短い場合、算出精度はわずかに低下するが、 T_D が長ければ $N < 36$ でも算出精度は高く維持できることがわかる。これは前報¹⁾で述べたように半サイクル内のサンプル数が36個以下になれば、損失係数の算出精度が低下することを立証している。また、動径の計算誤差が大きいゼロクロス点付近のサンプルを除外する量と損失係数算出精度の関係を調べるために、PP法(1)においてNSFとNEFの設定値を変えて損失係数を算出した結果も表2に示す。NSFとNEFを各々、ST+7とNE-6、ならびにST+2とNE-1と設定したときの損失係数算出法を各々、PP法(1)-1、PP法(1)-2とし、この時の計算に使用したサンプル数の平均を各々、 \overline{CN}_1 、 \overline{CN}_2 とする。表2をみると、ゼロクロス点付近のサンプル値の除外する量の多少に対して損失係数はほぼ同一値を示している。しかし、ゼロクロス点付近に複数のゼロ値が存在すると、PP法(1)-2ではCRT上にプロットしたゼロクロス点付近の動径の対数変換値が直線にのらない場合が時々発生するので、ゼロクロス点付近の除外するサンプル数は前報¹⁾の数値計算結果と同じく6個とするのが良いと思われる。なお、PP法(2)では閾値の設定量を一定にして損失係数を算出しているが、PP法(1)の算出結果とほぼ同じ値を示していることから、基準とする動径の位置は半サイクルの極値付近であれば、算出精度に影響しないことがわかる。

以上のことから、半サイクル内のサンプル数が約36個以上となるサンプリング周波数でサンプリングすれば各算出法における損失係数算出精度は高精度を維持でき、しかも、損失係数が小さい減衰自由振動ではデータ長の長さやデータ取込み開始位置に対する算出損失係数のばらつきは少ないことがわかる。但し、EN法とMAX法については半サイクルの数ができるだけ多い方が損失係数の算出精度は高く維持できるので、データ長は長く取る必要がある。また、PP法については、ゼロクロス点付近の除外するサンプル数は6個となるように、NSFとNEFならびに閾値を設定すれば、損失係数の算出精度は高く維持できることがわかる。なお、半サイクル内のサンプル数の下限ならびに除外するサンプル数は数値計算の結

果とよく一致していることがわかる。

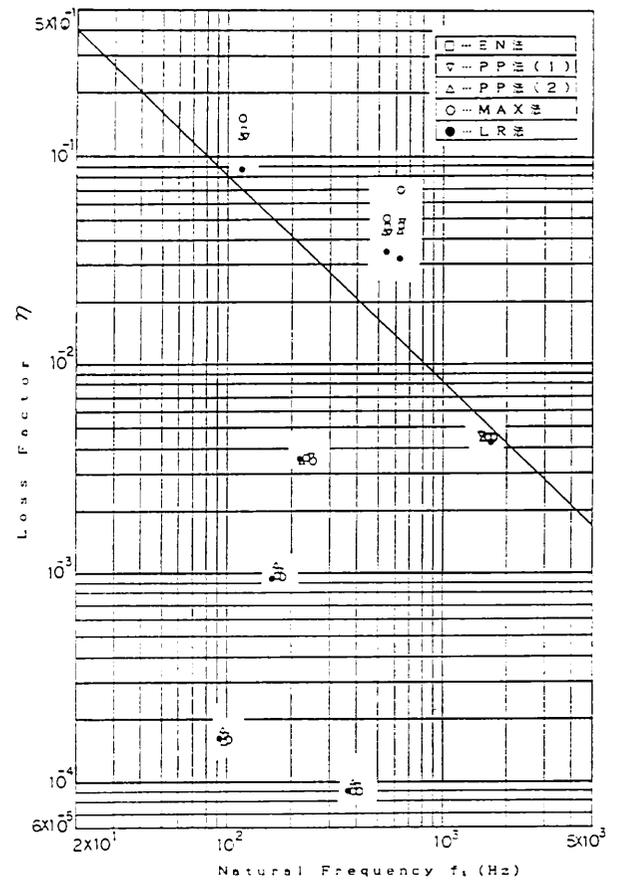


図4 各種試料の損失係数
Loss factor of some samples

次に、図4には各試料の1次の固有振動数 f_1 (Hz)に対して、各算出法から算出した損失係数 η 、ならびに前述の減衰率の上限値220dB/secから算出した損失係数を実線で示す。この実線以下の損失係数は真値とみなせるので、これを基準にして各算出法の損失係数算出精度を評価する。まず、損失係数が実線の値よりも小さい場合は、各算出法による損失係数はほぼ同一の値を示しているため、各算出法の全てが真の損失係数を算出できることがわかる。この時のエネルギー、動径、最大値の対数変換値のプロット点は直線上にのるとともに、LR法の減衰直線は約30dBのダイナミックレンジにおいて直線性を示すことから、各試料の粘性は線形であり、測定のセットアップが良好であることがわかる。一方、損失係数が実線の値よりも大きい場合は、EN法ならびにPP法(1)と(2)から算出した損失係数はほぼ同一の値を示しているが、これらの値に比べてMAX法から算出した損失係数は大きく、LR法から算出した損失係数は小さい。このような差が生ずる理由としては、MAX法では極値の数が少ないことから大きく算出され、LR法では真値を与える減衰率の上限値を越えていることから小さく算出されることが挙げられる。

従って、実線以上の大きな損失係数については、EN法ならびにPP法（1）と（2）から算出した損失係数が真値を与えると考えられる。なお、試料No.7のデータにおける損失係数算出時間は、EN法とMAX法では約1秒、PP法（1）と（2）では約3秒であった。

以上のことから、EN法とPP法（1）と（2）は、広い範囲の損失係数を高精度で自動的に算出できることが、MAX法は 10^{-1} 以下の損失係数をLR法と同程度に算出できることがわかった。

5. 損失係数測定法の特徴

各種試料の損失係数を高精度に算出するためには、損失係数測定法も高精度でなければならない。

そこで、本測定法の測定精度に対する優位性を、損失係数が大きい場合に適用される強制振動法と比較することにより検証する。

強制振動法とは短冊状や棒状試料を正弦波掃引または不規則信号などで加振して、力と振動量のフーリエ変換から損失係数を求める方法である。これには共振曲線の半値幅から求める共振法^{10)~11)}、共振曲線の周辺を抽出して逆フーリエ変換し、ヒルベルト変換を用いてインパルス応答関数のエンベロープから求める方法⁹⁾、ならびに機械インピーダンス線図から求める機械インピーダンス法¹⁰⁾などがある。これらはいずれも、損失係数が小さい場合損失係数の算出精度が低い欠点がある。なぜならば、損失係数が小さい場合は共振ピークが成長して真値に至るには時間がかかるが、正弦波掃引加振では十分時間をかけないうちに次の加振周波数に移行すること、一方、不規則加振では試料の固有振動数と同じ加振周波数成分が不規則に変動することなどから共振ピークが真値に到達していないことにより正確な共振曲線が得られないからである。また、試料を加振するために試料を加振機に強固に固定する場合は、その取付部では試料本来の機械的特性が変化することから正確な損失係数が得られない欠点がある。例えば、取付部の試料が固定時に変形あるいは微小な亀裂などを発生すると、試料本来の機械的特性が失われるために、損失係数は本来の値よりも大きくなる場合が多く、特に、プラスチックやゴムなどでは金属に比べて軟らかいので、その影響は大きい。さらに、取付治具などによる取付部の質量増加ならびに加振機の性能、すなわち試料の共振状態を正確に維持できる能力などが影響して、損失係数の算出精度は変動する。一方、試料を電磁的に非接触加振するならば、試料は磁性体に限られるか、または非磁性体試料であれば、小片の磁性体を貼りつけて加振するので、小片の磁性体の質量が影響して算出する損失係数は試料本来の値よりも大きくなる欠点がある。また、損失係数の算出に手間と時間がか

かる。

本測定法は、3章で述べたように上述のような欠点がなく、材料本来の損失係数を高精度で測定できる長所を有する。すなわち、共振ピークは十分に成長して最大振幅を与える固有振動数を抽出でき、また、試料の節線をピンにて水平に支持するので試料本来の機械的特性を失わず、さらに、スピーカで非接触加振するため、あらゆる材質の試料を加振できるとともに、変位を非接触測定することから、損失係数を高精度で測定できる。

6. まとめ

各種損失係数算出法を定式化し、正方形板状試料の1次の減衰自由振動から、パーソナルコンピュータを用いて損失係数を算出した。また、真値を与える減衰率の決定法を提案して高精度に算出できる損失係数の範囲を明確にした。これに基づいて各種損失係数算出法の算出精度を検討し、損失係数測定法の比較を行った結果、以下の結論を得た。

（1）広範囲の損失係数を高精度で自動的に算出できるEN法とPP法の2つの損失係数算出ソフトウェアの開発ができた。90~1600Hzの固有振動数において、 $8 \times 10^{-3} \sim 0.2$ の損失係数を高精度に算出することが検証できたが、前報¹⁾の数値計算結果から損失係数が1.8の実測データに対しても、高精度に算出できると予測できる。また、極値から損失係数を算出する従来法を改良して、 10^{-1} 以下の損失係数を高精度に算出するMAX法の損失係数算出ソフトウェアが開発できた。これらの算出ソフトウェアでは半サイクル内のサンプル数が36個以上となるサンプリング周波数でサンプリングし、しかも、PP法ではゼロクロス点付近の除外するサンプル数を6個とすれば、損失係数は高精度に算出でき、算出時間はLR法や強制振動法に比べて短縮化が図れた。

（2）LR法については、真値を与える減衰率の上限値を決定する方法を提案し、これにより高精度に算出できる損失係数の範囲が明確になった。

（3）損失係数測定法については、材料固有の損失係数を高精度で測定できることを示し、損失係数が大きい場合に適用される強制振動法に対して測定精度における優位性を明らかにした。

7. あとがき

本研究で開発した損失係数算出ソフトウェアは、現在特許出願中であり、骨組ができたばかりであるので、高性能のA/D変換器、演算プロセッサ、パーソナルコンピュータなどを用いることにより、また、算出ソフトウェアを改良することにより損失係数の算出範囲の拡大、高精度化および算出時間の短縮化などの研究を今後も続ける予

定である。

最後に、本開発研究は（株）ニメックスとの受託研究により加速推進されたものであり、開発研究にご協力頂いた（株）ニメックスの栗原文雄社長、共同研究者として出向された小西康志氏、ならびに公害監視センター騒音検査課の厚井弘志課長、袋谷実前課長、松井千明技師に深く感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) 箕輪晃男, 中西 隆, 大阪府立産業技術総合研究所報告, 5, 33 (1992)
- 2) 亘理 厚, 機械振動, 84, 丸善 (1979)
- 3) HARRIS, HANDBOOK OF NOISE CONTROL, Chapter14, 9, McGRAW-HILL (1957)
- 4) 2) のP.84
- 5) Instruction and Applications, Level Recorder Type2305, BRÜEL & KJAER
- 6) 大門静史郎, 佐藤利和, 石川正臣, 日本音響学会昭和60年度秋季研究発表会講演論文集, 487 (1985)
- 7) 例えば, S.チモシエンコ, 工業振動学, 谷下市松, 渡辺 茂 訳, 60, 東京図書, (1969), 2) のP.65
- 8) 箕輪晃男, 杉井春夫, 大阪府立産業技術総合研究所報告, 1, 1 (1988)
- 9) 非接触変位計技術資料, 2, エミック(株) (1986)
- 10) 例えば, 五十嵐寿一責任編集, 音響と振動, 392, 共立出版, (1968)
- 11) 小野木重治, レオロジー要論, 175, 槇書店, (1980)

人間感覚における粘性物質の尺度構成

Identification of sensory evaluation on viscosity

浅沢 英夫*

Hideo Asazawa

The panel made judgements about the subjective viscosities of sugar water (0~60%) and silicone oils (1000~60000mPa·s). The judgements were made by three procedures : shaking or turning the bottle containing the liquid, stirring the liquid with glass rod with eyes-blindfolded, and stirring with eyes-open.

The scaling of the subjective viscosities were made by large number of magnitude estimation and Scheffe's method.

The results were obtained that sensibility of subjective viscosities became dull with raising of objective viscosities and the sensory evaluation followed the psychophysical nth power law by S.S.Stevens.

1. 緒言

人間が扱うことの多い繊維製品の感性的な研究では、物理的事象とそれに対応する心理的事象との間の数量的関係を明確にすることは非常に重要である。これは人間の感覚が、物理次元上で便宜的に定められた単位とは大きく異なり、人間特有の感覚の鋭敏さを持つためである。

人間は感覚による評定から潜在的に感覚的連続体を形成する。この連続体上に数値を当てはめた場合、これを尺度といい、ある物理量に対する人間感覚の物差しをあてはめた場合に尺度が構成される。すなわち感覚量に目盛りをつけることを尺度構成という。

繊維製品のような人間の感覚が非常に重要視される製品を作るには、その製品が実際にどのような条件下で使用されるかを考え、その条件下での人間感覚的尺度構成を考慮するべきである。

繊維製品を細かく分析して見ると、それらはすべて高分子材料の集合といえる。そこで客観的的物理量として高分子の基本的な性質である粘弾性に着目した。これは繊維製品が人間の生活と深くかかわり合うとき、この粘弾性が人間感覚の主として触覚を司るものだからである¹⁾。それゆえ、粘弾性と人間感覚との関係を考察することが重要である。

本研究では、粘弾性という複合的性質ではなく、最初

にその一部をなす粘性について考察した。これは人間の感覚に時間的要素が関わっていることを探るためでもあり、粘性流動体についての物理的数値に対応する感覚的連続体上の尺度を求めることが粘性体の人間感覚的傾向を探ることにもなる。得られた結果は他の粘弾性物質（例えば繊維高分子材料）に対する人間感覚を類推する手掛かりとなるものである。

2. 実験方法

2-1 実験試料および測定

純水からかなり高粘度の物質まで、粘度で水の6万倍までの広範囲にわたって、粘度という刺激とそれに対する人の感覚による評定についての関係を考察することにした。

表1 実験試料の性能表

Material data for experiments

低粘度用 (low viscosities)

試料名	A	B	C	D	E
蔗糖水溶液の濃度(%)	0	20	40	60	65
粘度 (mPa·s)	1.00	1.97	6.22	56.76	148.63
比重	1.000	1.083	1.179	1.289	1.320

高粘度用 (high viscosities)

試料名	F	G	H	I	J	K
シリコンオイルの粘度 (mPa·s)	1000	3000	6000	10000	30000	60000

* 評価技術部 繊維評価研究室

一般に蔗糖水溶液の粘度は攪拌または振とう速度に依存しないので、視覚または手に感じる抵抗値より粘度を類推する場合にその水溶液が用いられる。したがって低粘度(1~148.63mPa・s)で人間感覚の傾向を見るために、濃度により粘度を簡単に制御できるニュートン流体である蔗糖水溶液を用いた。測定は毛細管型粘度測定装置を用いて、測定温度は20±2℃のもとで行った。また高粘度(1000~60000mPa・s)での感覚測定では、粘度既知のシリコンオイルを用いた。この物質も蔗糖水溶液と同様にニュートン流体であるために、物理的次元では変形速度に影響されることがなく粘度が一定である。表1にそれらの性能を示した。

2-2 官能検査方法

低粘度の蔗糖水溶液を、250mlの円柱形のポリプロピレン製容器中に200mlを入れ、その容器を振とうすることにより、内部の液体の動きから粘度を判断させる方法をとった。

判断結果はScheffeの一对比較法およびマグニチュード推定法によりした。すなわち、一对比較法では、パネラ15人にランダムに2個ずつを提示し、その大小関係を5段階の評点により解答させた。

次に、同じ容器、試料を用いて、充分の期間を置いた後、マグニチュード推定法により1.00(mPa・s)の試料を1としたときに、他の試料はどのような倍数に感じるかを自由に数値で答えさせた。

高粘度のシリコンオイルを用いての官能試験では、マグニチュード推定法のみを行った。ただし、試料を入れるポリプロピレン容器の容積が100mlと250mlの2種類の円柱形容器を用い、変形可能量による感覚の違いも見ることになった。

ポリプロピレン容器を用いたのは、攪拌時にガラス棒と容器とが衝突することにより、破損したり、またその心理的恐怖感を取り除くためである。さらに容器自体を手に握り振とうや攪拌しやすい大きさを考え、100mlと250mlの容積を採用した。

また、振とうによる判断だけではなく、250ml容器中に人が握りやすい大きさの直径1cm長さ20cmのガラス棒を入れ、そのガラス棒で容器内部のシリコンオイルを自由に攪拌させ、その状態を目で見ながら感じた数値を答えさせる方法と、攪拌している状態を見ることなしに手に感じる抵抗値だけから数値を推定させた。基準としたのは表1のFの試料である。同様に他の試料G~KがFに対して何倍に感じられるかを、上述の3種類の実験方法で、20人のパネラにより検査を行った。

3. 実験結果および考察

3-1 低粘度検定

3-1-1 低粘度におけるScheffeの一对比較法

表2 5段階評価の調査結果

Result of survey by method of numerical estimation

右に対する左の得点 (x _i)	+2	+1	0	-1	-2
A-B	0	11	3	1	0
A-C	9	5	1	0	0
A-D	11	4	0	0	0
A-E	13	2	0	0	0
B-C	6	7	2	0	0
B-D	7	7	1	0	0
B-E	9	6	0	0	0
C-D	3	9	3	0	0
C-E	5	7	3	0	0
D-E	0	8	7	0	0

表3 主効果、組合せ効果、分散分析表

Analysis of variance

主効果 (Primary effect)

A	B	C	D	E
-1.16	-0.72	0.13	0.72	1.03

組合せ効果 (Match effect)

	A	B	C	D	E
A	---	-0.67	-1.53	-1.73	-1.87
B	0.67	---	-1.27	-1.40	-1.60
C	1.53	1.27	---	-1.00	-1.13
D	1.73	1.40	1.00	---	-0.53
E	1.87	1.60	1.13	0.53	---

分散分析表 (Analysis of variance)

変動因	自由度	平方和	平均平方	有意差
主効果	4	518.13	129.53	367.595*
組合せ効果	6	21.20	3.53	10.027*
誤差	280	98.67	0.35	
総計	300	638.00		

*: 有意水準 0.05 (5%) で有意といえる。

低粘度用の試料A~Eについて、ランダムに2個ずつの試料をパネラに与え、容器を自由に手で振とうさせ、その液面の変化を観察することにより感覚評価を、「かなり粘い」、「少し粘い」、「ほとんど差を感じない」、「すしサラサラしている」、「かなりサラサラである」の5段階に区別させた。それについて+2~-2の5段階評点を用いて表現すると、表2のごとくになった。表2から導き出されたデータを尺度上に置き換えた結果(主効果、組合せ効果、分散分析表)を表3に示す。主効果については有意であることが認められ、組合せ効果についても

同様に有意であった。主効果の値を一次元上に表した尺度上の値を図1に示した。図中の矢印上の数値はそれぞれ試料の粘度 (mPa・s) を表す。

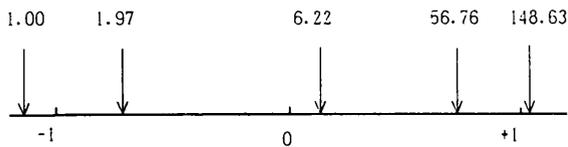


図1 一対比較法によって推定された尺度値

Scaled value estimated by method of paired comparisons

この図1から明らかなように、1.00から6.22 (mPa・s) までの非常に低い粘度付近では鋭敏に選別されるが、6.22から148.63までは次第に粘度に対する感覚があいまいとなる。このことは、最低粘度 (AからB) と最高粘度 (DからE) における平均増加率の違いは150倍近くになっていることから明らかである。

3-1-2 低粘度におけるマグニチュード推定法

同一試料について、水 (1.00mPa・s) を1とした場合、他の試料の粘度との関係を見るため、パネラ15人に自由に数値で答えさせるマグニチュード推定法²⁾を行った。評定値とは刺激値 (この場合、粘度1.00~148.63mPa・s) に対して、評価した数値を表す。同一の刺激を反復して行くと、評定値の分布はかなり歪んでくるのが普通であるので、代表値としては算術平均を用いず、メディア

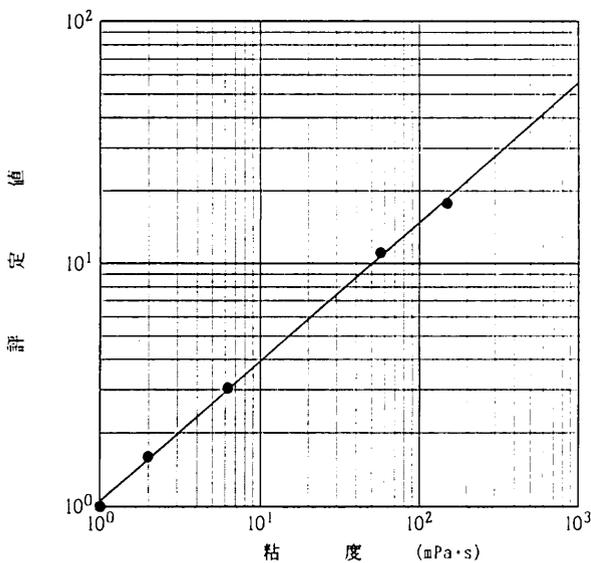


図2 マグニチュード推定法による粘度と感覚的尺度の関係
Relation between viscosities and sensitive scale

表4 関数のあてはめ結果

Applying coefficient by method of least squares

a	0.113	分散分析の判定
b	2.087	有意水準1%で有意

刺激値の対数 (X軸) 評定値の対数 (Y軸)
Y = aX + bの係数

ンまたは幾何平均を一般的に用いる²⁾。ここでは計算により求められる幾何平均値を評定値の代表値とした。横軸に粘度 (mPa・s) を、縦軸にそれぞれの評定値をとり、両対数グラフで示したものが図2である。刺激値と評定値の幾何平均の対数値について関数式のあてはめを最小2乗法により行い、粘度の刺激値の対数に対して評定値 (感覚量) の対数は表4に示したように一次関数的に増加することがわかった。この結果、人間の感覚はほぼ対数的尺度を持つという従来の説²⁾がこの実験でも確かめられた。

評定値と刺激値の関係を実験的に求めると (1) 式のごとくなる。これは感覚と物理的数値である粘度を結び付ける関係式である。

$$\phi = 1.049S^{0.573} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 ϕ は評定値 (感覚値)、Sは刺激値

(粘度 (mPa・s) で表される無次元の数値) を表す。

これはスティーブンスのべき法則⁴⁾ (psychophysical nth power law) と一致するものであり、人間感覚の音の高さと振動数の関係⁵⁾や人間感覚の物の重さと物理的質量の関係⁶⁾と同様な関係であることがわかった。

すなわち、ポリプロピレン容器中に試料を入れ、振とうした時の粘度 (1.00~148.63mPa・s) に対する感覚的な評定は、粘度の小さいところでは刺激の差に対する評定は鋭敏であり、粘度が大きくなるに従って、その評定は鈍くなる傾向が見られた。

これらの各刺激に対する評定値が、正規分布であると仮定し (例えばパネラが100人以上のように充分の実験回数があるとすると)、それぞれの粘度に対する評定値の分布が重なるところで境界となる評定値 (すなわち刺激の境界値) を求めてみると、表5のようなマハラノビスの距離が求められる。

表5 刺激に対する反応の境界値 (マハラノビスの距離)
Boundary values of response

粘 度 (mPa・s)	1.97	6.22	56.76	148.63
評定値の幾何平均	1.60	3.05	11.12	17.81
マハラノビスの距離		2.51	4.44	16.73

このマハラノビスの距離を境界値として、ある刺激に対する評定値が求めれば、それに対応する刺激の基となる試料の物性を一応推定することができる。すなわち、この例ならば、評定値が2.51より小さければ1.97 (mPa・s) の試料、それより大きければ6.22 (mPa・s) の試料と判別できる。

3-2 高粘度におけるマグニチュード推定法

高粘度の試料F~Kを用い、次の3つの条件下で刺激に対する評定を行った。すなわち、①試料の入った容器

を手で振とうさせ、流動変形を観察した場合、②ガラス棒を試料中で攪拌しながら、その試料の流動変形を観察した場合、③ガラス棒で攪拌をするが試料の流動変形を全く見ないで、手に感じる抵抗値だけで評定する場合の3つの場合について、マグニチュード推定法でFの試料を1としたときに、他の試料は何倍に感じるかを答えさせた。なお、流動変形量による違いを見るために、250mlの容器とは別に100mlの容器にその体積の80%まで試料を入れ、振とうによる評定を行った。

3-2-1 流動変形量による高粘度の評定値の比較

100mlと250mlの容器（直径は4.6cmと6.0cm）にそれぞれ80mlと200mlの試料を入れた場合、容器上部の余剰空間の体積はほぼ同じである。しかし、液面の平面的広がり100ml容器の方が小さくなっている。

振とうにより容器内部の液面が流動する様子を観察しながら、マグニチュード推定法を行った。表1に示した同じ粘度の試料F~Kを入れた容器を大小2つで比較した場合の感じ方の違いを図3に示した。ハネラは20人で、低粘度の場合と同様に評定値は幾何平均値をとった。この結果から、同じ粘度の試料でも変形量の小さい方（100ml）は大きい方（250ml）に比べ、約2.8倍から約1.8倍と、評定値が大きくなることからわかる。また粘度が高くなるに従って、大と小容器の違いは次第に小さくなる傾向である。これは単位時間当たりの変形量（変形速度）が小さくなるために、大小2つの容器について主観的に粘りが異なるとする感覚は鈍るためであると考えられる。

図4は容器の違いによる実際の評定値を示した。図3の結果からも類推できるが、流動変形量が小さいとき、同じ粘度の試料でもその評定値は高くなっている。このことから、試料の主観的粘度を視覚により比較するとき、感覚的な変形量で粘度を推定判断していることがわかる。

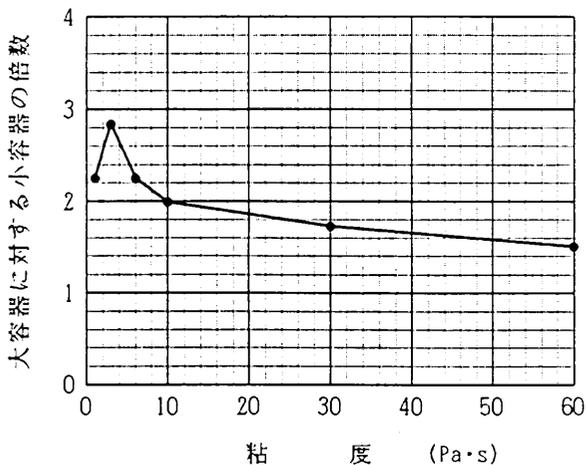


図3 容器の違いによる粘度の評定値 (大容器を1としたとき)

Rating values of viscosities on difference bottles

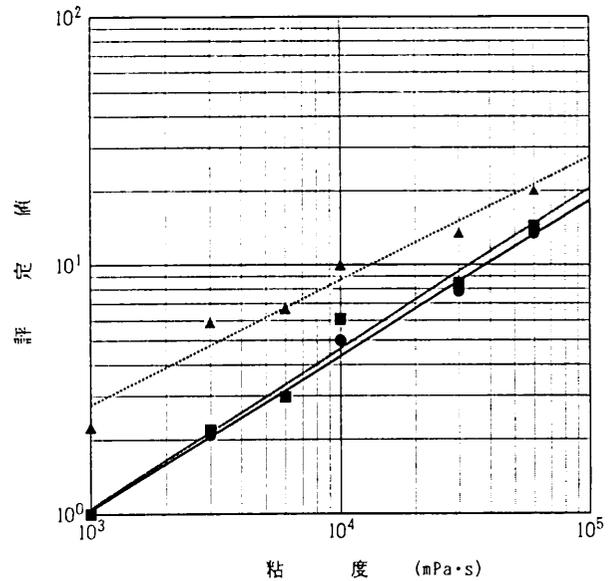


図4 高粘度試料における容器の違いによる評定値
●—●— 大容器, ■■■■■ 小容器, ---▲--- 大に対する小の倍率を考慮した時の小容器での評定値

Rating values of high viscosities

3-2-2 攪拌方法による高粘度の評定

攪拌方法の違いによる評定値の違いについて考察するため高粘度試料F~Kを上述の250mlの容器に200ml入れ、ガラス棒で自由に攪拌させる。そのとき試料の内部を観察しながら、または全く見ないで手に感じる抵抗値だけで上述と同様に試料F（1000mPa·s）を1としたときの、他の試料の評定値をマグニチュード推定法により答えさせた。その結果を図5に示す。

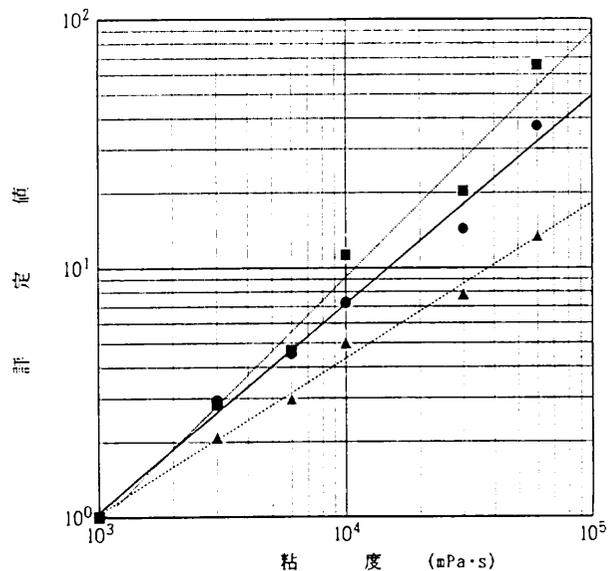


図5 攪拌しながら、容器内部を見てあるいは見ないで判断したときの評定値

●—●— 見ながら攪拌, ■■■■■ 見ないで攪拌, ---▲--- 振騰
Rating values shaking or turning the bottle containing the liquid, stringing the liquid with eyes-blindfolded and stringing with eyes-open

この図から容器内部を見ないで攪拌したとき、すなわち手に感じる抵抗値だけで判断するときは、容器内部を見たときよりも大きく評定していることがわかる。この実験に用いた試料では容器内部を見ることにより得られる感覚が、手に感じられる実際の抵抗値を小さく減じる効果があるように思われる。そこで、表1に示した低粘度の試料を使い、同様の実験を試みたが、有意の結果が得られなかった。すなわち、ある程度以上の粘度でなければ、手に感じる抵抗を感覚器官にて判別することが困難であることがわかった。

また、振とうの結果(①)と比較すると、2種類の攪拌方法(②と③)の方がその評定値は高くなっており、特に容器内部の変形流動を観察する(①と②)場合、攪拌の方(②)がただ単に観察する(①)よりも高くなっている。これは、刺激として視覚以外に、手に感じる抵抗値が評定値を大きくしていると考えられる。

これらのことから、粘度に関しては、特にこの実験に使用した粘性率の範囲内では、視覚的な刺激の他に手に感じる抵抗値も感覚的な評定には重要であることがわかった。

3-2-3 刺激と評定の近似式

高粘度の試料に関して、それぞれの実験方法についてのマグニチュード推定法の結果から、刺激値と評定値の幾何平均の対数値について関数式のあてはめを最小2乗法により行くと、表6のようになる。近似式は刺激値の対数(X軸)、評定値の対数(Y軸)から $Y=aX+b$ とする。すべて、1%の有意水準で有意といえる。低粘度の試料と同様に、刺激値の対数は評定値の対数と一次関数的な関係にあることがわかる。

表6 高粘度試料における関数式あてはめ
Applying coefficient by method of least squares

係 数	a	b
容器(100ml)振騰	0.643	-1.907
容器(250ml)振騰	0.626	-1.854
容器内部を観察しながら攪拌	0.836	-2.491
容器内部を観察しないで攪拌	0.985	-2.977

分散分析の結果：有意水準1%で有意

さらに、この関数式のあてはめから刺激値と評定値との直接の関係式を求めると、(2)、(3)、(4)、(5)式のようになる。

容器(100ml)で振とうする場合
 $\phi = 0.012S^{0.643}$ (2)

容器(250ml)で振とうする場合
 $\phi = 0.014S^{0.626}$ (3)

容器内部を観察しながら攪拌する場合
 $\phi = 0.003S^{0.836}$ (4)

容器内部を観察しないで攪拌する場合
 $\phi = 0.001S^{0.985}$ (5)

(2)から(5)において ϕ は感覚値(試料Aを1としたときの他の試料についての倍数の評定値)、Sは刺激値(物理学的な尺度の粘度(mPa·s)の無次元数値)を表す。

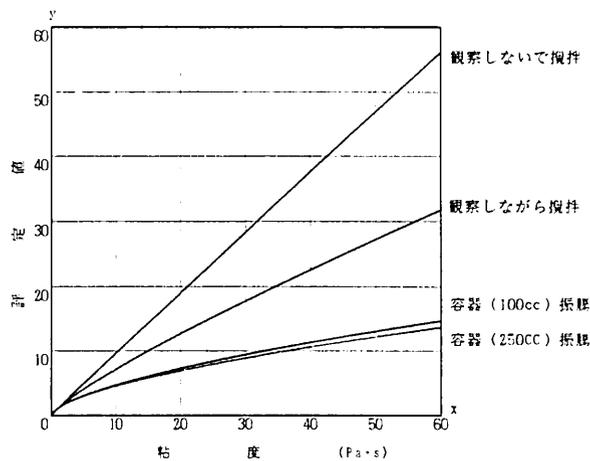


図6 各種実験方法による粘度と評定値の関係
Relation between viscosities and rating values on different procedures

これらの関係式を図6に示した。同図から容器内部を観察することなしに攪拌したとき、粘度と評定値の関係はほとんど一次関数的に増加し、この粘度の範囲内では感覚が鈍るということは見られない。しかしながら、容器内部を観察しながら攪拌すると、その評定値は観察しない場合の約50%近くになり、感覚の鈍化が顕著にみられる。さらに、振とうだけの評定では、観察しながら攪拌した場合の約50%となる。このように、視覚は攪拌における評定値を減じるように働くことがわかる。

容器内部の粘性物質を観察しながら攪拌し判断する場合、時間とともに変わる変形量を視覚を通して刺激としているために、視覚からの刺激がない場合(手に感じる抵抗値のみ)と比較して、その変形量を考慮するために同じ粘度の刺激値に対する評定値を減ずるように、視覚の刺激が働くものと考えられる。

このように、評定する場合の環境条件により、同一刺激でもその評定の傾向は大きく異なり、それぞれの尺度が構成されることが判明した。

4. 結 論

(1) 低粘度(1~148.63mPa·s)の粘性物質の人間感覚による評定では、2つの試料を比較させる一対比較法では、粘度が小さい方では、鋭敏に判別できるが、粘度

が大きくなると、判断は鈍くなる傾向が見られた。基準試料に対する比較試料の倍数を数値で答えさせるマグニチュード推定法では、粘度が高くなるとそれに対する感覚が鈍くなるという一対比較法の結果と同様な結果が得られた。

そのときの刺激値 S と評定値 ϕ との関係は次式で示すことができた。

$$\phi = 1.049S^{0.575}$$

(2) 高精度の粘性物質においては、評定における条件を種々に変えて、マグニチュード推定法のみで評定を行った。人間感覚による粘性物質の評定結果は、判断する場合の条件により左右されることがわかった。すなわち、容器を振とうさせ内部の試料の変形のみを観察する場合が、同じ刺激において最も低く評定され、次にガラス棒で試料を攪拌しながら内部を観察した場合、内部を観察することなしに攪拌した場合の順に大きな値を示した。また、すべての場合において、粘度が高くなるほど感覚が鈍くなる傾向であり、そのときの刺激値と評定値との関係式も求められた。

容器内部を観察しないで、手に感じる抵抗値だけで評定する場合が最も物理的な粘度の尺度に近く、評定値と刺激値の関係は、1000~60000 (mPa·s) 範囲内では一次関数に近い形となった。

(3) 物理的な尺度に最も近い実験方法が人間感覚的に正しいということではなく、各種環境条件下で評定を行っ

た場合、それぞれの異なった尺度が構成されることが判明した。

謝 辞

この研究報告は、大阪府職員研修所による平成2年度大学派遣研修事業により、大阪大学工学部産業機械工学科中村喜代次研究室において研修した結果の一部である。ここに研修先の中村先生に深く感謝申し上げると共に、研究にご協力いただいた千葉訓司助教授ならびに大学院生、4年生の方々に感謝いたします。また、本研究をまとめるにあたってご協力いただいた職員研修所、および繊維評価研究室の方々に感謝申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 例えば、野口博司、熨斗秀夫：繊維製品消費科学会誌、14(5)、168 (1973)
- 2) 例えば、田中良久：心理学的測定法 第2版 東京大学出版会 134 (1977)
- 3) Stevens, S.S. : On the psychophysical law., Psychol. Rev., 64, 153-181 (1957)
- 4) J. P. ギルホード、秋重義治訳：精神測定法 (培風館) 250 (1959)
- 5) J. P. ギルホード、秋重義治訳：精神測定法 (培風館) 260 (1959)

水溶性ビロンフィラメントを用いた経糸糊付け (第2報 合糸に糊剤フィラメントの解舒撚りを利用する方法)

井上 克己* 近藤 敬**

糊剤用ビロンフィラメントの管からの解舒撚りを利用し、糊剤糸を経糸の回りに巻き付かせる新しい糊付けの考案とその方法による基礎的実験および糊付けされた糸の力学的性質を撚糸法で得られた糊付け糸との比較検討を行った。

この方法のメリットは糊付け作業の簡素化あるいは糊付け工程の短縮化にあり、省力化を図ることができる。

糊付け条件の中で温度が大きく影響し、95℃以上の処理

で得られた糊付け糸は良好な製織性が得られることが推察できた。

また、撚糸法と比べ、糊付け糸の追い撚りがなく、力学的性質もあまり変わらず、品質低下は見られなかった。

繊維機械学会誌(繊維工学), 43(12), 691-696 (1990)

* 技術支援部 指導相談室

** 生産技術部 繊維生産技術研究室

ワイヤ放電加工面の硬さ変化

増井 清徳* 曾根 匠** 出水 敬***

ワイヤ放電加工時の熱的作用は、加工面の金属的性状に影響を及ぼす。なかでも、微小な硬さ変化は、放電加工された工具の異常摩耗や、場合によってはチップングを生じ易い。本論文は、鋼を加工した場合の硬さ変化の状況について述べたものである。

得られた結果は、以下の通りである。

(1) 脱イオン水での加工では、焼なまし材の加工面は、硬化処理されるが、焼入焼戻し材では、オーステナイトの生成により軟化される。

(2) 油中加工では、焼なまし材も焼入焼戻し材もともに加工液からの浸炭作用により硬化される。

(3) 放電のエネルギーは、硬さ変化に影響を及ぼす。加工最表面の硬さは、加工液の種類に左右されるが、工作物の前熱処理条件には関係しない。

精密工学会誌, 57(1), 138-143 (1991-1)

* 生産技術部 機械加工研究室

** 材料技術部 表面機能研究室

*** 評価技術部 機能評価研究室

硫酸クロム(III)-シュウ酸アンモニウム浴からの 非晶質Cr-C合金めっき

森河 務* 横井 昌幸*

江口晴一郎** 福本 幸男***

硫酸クロム(III)水溶液にシュウ酸アンモニウムを添加した浴からのCr-C合金めっきについて、めっき皮膜中の炭素共析量とめっきの析出電流効率に与える電解条件と浴組成の影響、めっき皮膜構造、皮膜の熱分析、Cr-C合金めっきの形成条件について検討した。

本浴からのCr-C合金めっきは、電流密度20A/dm²、浴温30℃、pH2.0の電解条件で、高い電流効率と高い炭素含

有量のものが得られた。また、皮膜の炭素含有量は、浴中のシュウ酸アンモニウム濃度の増加により、0.8から3.2wt%まで増加した。めっき皮膜の構造は、炭素含有量が約1.4wt%で結晶から非晶質に変化した。Cr-C合金めっきを加熱すると250~350℃と610~630℃において2度の発熱反応が熱分析で認められ、前者の発熱は非晶質合金からのCr結晶化に、後者の発熱はCr金属マトリックス中にお

けるCr-Cの析出に対応していた、Cr-C化合物の析出と陰極での炭化水素発生は、電析過程においてシュウ酸が炭素原子まで還元されることに起因すると考えられる。

表面技術, 42(1), 100-104 (1991)

* 材料技術部 表面機能研究室
** 堺技術センター
*** 大阪府立大学工学部

硫酸クロム(III)－カルボン酸浴からの Cr-C合金めっき皮膜の作製

森河 務* 横井 昌幸*
江口晴一郎** 福本 幸男***

硫酸クロム(III)水溶液に各種カルボン酸塩を添加した浴からのCr-C合金めっきの可能性について、めっきの外観ならびに皮膜の化学状態、表面組成について検討を行い、次のような結論を得た。

光沢クロムめっきはシュウ酸、マロン酸、グリシン、オキシカルボン酸添加浴から得ることができた。光沢クロムめっきのC1sスペクトルには、Cr(III)カルボン酸錯体に起因する289eVのピークとクロム炭化物(Cr-C)に起因する283eVのピークが観察され、Cr-C合金めっきが

めっき過程で生成することを確認できた。シュウ酸アンモニウムは、Cr-C合金めっきを得るための有効な錯化剤で、めっき中の炭化物量が最も高い値となることを見いだした。

表面技術, 42(1), 95-99 (1991)

* 材料技術部 表面機能研究室
** 堺技術センター
*** 大阪府立大学工学部

静的緩衝特性の研究

(第2報 データ入力の自動化と静的緩衝特性の信頼性実験)

寺岸 義春* 高田 利夫*
中嶋 隆勝* 野上 良亮*

本研究では、包装用緩衝材料の静的緩衝特性のデータベース作成に、コンピュータ制御の圧縮試験機を用いている。ここでは、これまで未開発であったデータ入力の自動化について研究し、圧縮試験結果を入力したディスクケットに直接アクセスできるダイレクトファイル変換プログラム[ZABCON]を開発した。

その結果、データ入力で手作業が排除され、データベースの作成が容易になったほか、静的緩衝特性と圧縮速度

の関係や、そのほかにもこれに関係する応用実験が極めて簡単に行えるようになった。

さらに、本報告では発泡PSの静的緩衝特性をダミー製品の緩衝包装設計に実用し、その信頼性を落下試験で評価した。

包装研究, 11(2), 19-28 (1991-3)

* 評価技術部 信頼性研究室

X線光電子分光法によるシュウ酸アンモニウム －硫酸クロム(III)浴からのCr-C合金めっきの検討

森河 務* 横井 昌幸* 江口晴一郎**

硫酸クロム(III)水溶液にシュウ酸アンモニウムを添

加した浴からのCr-C合金めっきについて、めっきの外観

ならびに皮膜中への化学組成と状態に与える電解条件と浴組成の影響をX線光電子分光法によって検討した。

その結果、硫酸クロム(III)溶液にシュウ酸アンモニウムを添加した浴からは、光沢クロムめっきが可能であった。また、ESCAで得られた表面の化学状態と外観との間には一定の関係が見られ、表面光沢が優れた状態では、金属クロムが多く、酸素ならびにイオン性クロムの含有量は少なかった。皮膜表面組成における C_{2s}/Cr_{3s} 比は、浴温が高く、低電解密度領域で大きく、またシュウ酸ア

ンモニウムの添加量の増加により増加する傾向であった。めっき皮膜の C_{1s} スペクトルには、めっき表面に吸着したCr(III)カルボン酸錯体に起因する289eVのピークとめっき皮膜中のクロム炭化物に起因する283eVのピークが観察され、クロムめっき過程Cr-C結合が形成されると結論できた。

電気鍍金研究会研究報告(めっきの機能向上2), 57 (1991)

* 材料技術部 表面機能研究室

** 堺技術センター

品質の異なる二種の羊毛繊維に対する酸性染料の染色挙動

—メリノウールとリンカーンウールとの比較—

上甲 恭平* 古賀 城一**

メリノウールとリンカーンウールの形態学および組織学的構造の相違が、それぞれの染色挙動にどのように影響するかについて、C.I. Acid Orange 7とRed 73の平衡染着量および染色速度から検討した。未処理メリノおよびリンカーンに対するOrange 7の吸着等温線は一致し、平衡染着量に差が認められなかったが、延伸および過収縮処理により構造変化させた場合、リンカーンの平衡染着量がメリノのそれに比べ高い値が得られた。両ウールの構成アミノ酸組成にほとんど差異が見られないことから、平衡染着量の差は両ウール間に存在する形態学的構造の相違に起因するものと推定した。未処理および改質

繊維に対するRed 73の相対染着量と染色時間の平方根との関係から、見かけの拡散パラメーターと拡散の活性化エネルギーを求めた。未処理および改質繊維のいずれにおいても、同一繊維度であればリンカーンの拡散パラメーターがメリノのそれに比べ大きく、活性化エネルギーにおいても、両ウール間に明らかな違いが認められた。これらの違いは、両ウール間の内部組織(コルテックス細胞)に見られる構造の違いが反映した結果であると推論した。

繊維学会誌, 47(10), 549-556 (1991)

* 泉佐野技術センター 製品開発研究室

** 京都女子大学

燐酸化染料によるクロムおよびアルミニウム鞣しコラーゲンの染色

佐藤 恭司* 増岡 岑夫*

皮革の高堅牢染色を目的として、燐酸基を有する染料のクロムおよびアルミニウム鞣革への染着挙動について検討した。その結果、クロム革へは酸性浴中で50℃の温度条件下で強く染着し、反応性染料なみの高い堅牢性を有する染色革が得られた。アルミニウム鞣し革では、ア

ルミニウムと革との結合性が弱く、染浴中に溶出し、染色革の堅牢性もクロム革のそれより劣っていた。

皮革化学, 37(1), 15-23 (1991)

* 皮革試験所 製革研究室

低エネルギー酸素イオンアシスト蒸着により 作製したCu-O薄膜

岡本 昭夫* 小川 倉一**
鈴木 義彦* 滝口 勝美*

真空蒸着法による銅薄膜作製時に、同時に酸素イオンビームを照射する酸素イオンアシスト蒸着を試み、イオン照射の効果を調べるため基板加熱をせずに、照射イオンビームの加速電圧及び電流量を変化させてCu-O薄膜を作製した。そして、作製したCu-O薄膜の電気的特性及び結晶構造について検討した結果、ビーム電流が0.1mAと少ないときでもCu₂Oの回折ピークが認められ、比抵抗及びX線回折ハタンの加速電圧依存性からイオンの加速電圧100V付近に酸素の取り込みが大きくなる点があることが分かった。

また、ビーム電流を増加させて1.2mAとするとCuの回

折ピークがみられないCu₂O、CuOの薄膜が得られ、加速電圧を100VにすることによりCu₂O薄膜が形成できることが分かった。さらにビーム電流を増加させて、4.4mAとすると加速電圧200VでCuO薄膜が得られた。

以上のことより、本低エネルギー酸素イオンアシスト蒸着において、加速電圧及び照射電流量をコントロールすることによりCu-Cu₂O系薄膜からCu₂O薄膜、及びCuO薄膜が形成できることが分かった。

粉体および粉末冶金, 38(3), 128-131 (1991-4)

* 材料技術部 電子デバイス研究室

** 材料技術部

廃プラスチックの熱分解について

井本 泰造*

廃プラスチックの排出量は、一般廃棄物で250万トン、産業廃棄物で200万トンと推定され、産業の発達と共に今後も増加するものと思われる。廃プラスチックの処理・処分は、大半が埋立処理や焼却処理されているのが現状であるが、処分場の確保難や処分地の跡地利用の点から廃プラスチックの埋め立て用処分地の減少、また極部高温発生のため炉の損傷や塩素ガスの発生など種々の問題があり、早急な対策が望まれている。わが国において、熱分解装置の開発が数多く行われているが、種々の問題から本格的に稼働しているものは、ほとんどないのが現

状であった。

また、ロータリーレトルト法により、近年増加の著しい自動車解体屑から発生するシュレッダーダストの減容化および熱回収についての実験の結果、シュレッダーダストの熱分解は十分可能であり、熱分解は炉内温度200℃前後で進行し、1kg当り2000kcalの熱回収が可能なが判明した。

公害, 26(3), 59-67 (1991)

* システム技術部 生産システム研究室

セラミックス切断・溶接への高出力レーザの適用

野口 修一* 富江 通雄** 阿部 信行**
小田 辰春*** 荒田 吉明***

厚板セラミックスの切断・溶接への高出力CO₂レーザの適用について、アルミナ含有量の異なるセラミックスを用いて切断および溶接を行った結果を紹介し、技術解説を行った。

まず、切断への適用については、従来の同軸ガスノズルの使用だけでは、溶融したセラミックスをうまく吹き

飛ばすことが出来ないが、新たに開発した複合ノズルを用いることにより、76%Al₂O₃および87%Al₂O₃において板厚6mmまでのドロスフリーの切断が可能となることを示した。

次に、溶接への適用については、炉中溶接により板厚10mmまでの87%Al₂O₃の貫通溶接を可能にした。また、

溶接部に生じる割れの発生に対しては、予熱温度を上げること、および貫通溶接を行うことが有効であることを示した。

ジョイテック, 7(5), 77-82 (1991)

* 堺技術センター 材料技術研究室
** 大阪大学溶接工学研究所
*** 大阪大学名誉教授

The Magnetic Vector Sensor Using Ultrasonic Bonding Contacts on a $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Superconductor

Yoshihiko Suzuki* Tadaoki Kusaka* Tsutomu Yotsuya*
Soichi Ogawa** Shuji Miyake*** Takahiro Aoyama****

高温超電導体上に超音波ボンディング法によって形成した金属・高温超電導接合による新しいタイプの磁気センサを提案している。このセンサは簡単な構造で作製も容易である特徴がある。この接合の接触抵抗は超電導転移温度以下では磁場によって影響されるので磁気センサとして応用可能である。このセンサの磁気感度は $5 \times 10^{-5} \Omega/\text{Gauss}$ であった。またこのセンサは臨界磁場 (H_{c1}) 以下ではヒステリシスを示さない。

このセンサは表面の超電導状態を利用しているので、接合表面に垂直と平行では磁気異方性を示すのでこれを利用して新しい磁気ベクトルセンサを提案した。

磁気ベクトルの方位角は互いに直行する2つの磁気セ

ンサの出力から求めることが出来ることを実験的に、また理論的にも明らかにした。磁気ベクトルの方向は小さな摂動磁場（微小交流磁場）をセンサに加えて、抵抗の交流成分をロックインアンプで検出することによってその信号の+信号から判断できることを示し、これらの信号によって磁気ベクトルを検出できることを明らかにした。

TRANSDUCERS' 91Tech Digest, 424 (1991)

* 材料技術部 電子デバイス研究室
** 材料技術部
*** (株)ダイヘン

ネットワーク型生産管理システムの開発手法 (第1報 システムの概要と開発上の問題点)

吉田 総夫* 袖岡 孝好** 竹田 裕紀**
吉野 正紀*** 河野 洋一**** 徳永 誠一*****

本研究は、コンピュータ利用による生産管理システムの開発を従来の業務処理型から情報利用型としても使えるネットワーク型生産管理システムについて行い、システムを開発するための手順の定式化つまり開発手法の確立を目標にした。開発したモデルシステムはエンジニアリング・ワークステーション (EWS) を中核にし、7台のパーソナルコンピュータを端末機にしたネットワークシステムであり、めっき加工生産を対象にした。

本報では、システム開発の目的およびネットワークシステムの概要について述べ、次に開発に使用したUNIX上

で動くデータベース型ソフト Informix-4GL の特徴を明らかにした。最後にめっき加工生産における生産管理システムの構成とネットワーク型生産管理システムの開発手順、作業項目、問題点の全体像を詳述した。

応用機械工学 32(7), 114-120 (1991)

* システム技術部
** システム技術部 情報処理技術研究室
*** 生産技術部 繊維加工技術研究室
**** 住友金属工業(株)
***** 住金ソフトウェアファクトリー(株)

Study of Static Cushioning Properties and Construction of a Database for Static Cushioning Properties

Yoshiharu Teragishi* Toshio Takada*
Ryosuke Nogami*

工業包装設計においても急速にコンピュータ化が進んでおり、迅速な設計とその試作を行うためにパソコンを用いたCAD/CAM化の機運が高まっている。緩衝材が使用される緩衝包装設計に関しては、包装用緩衝材料の緩衝特性をデータベース化したツールが必要になってくる。そこで、最近当所に設置されたコンピュータ制御の圧縮試験機を用い、緩衝材の静的緩衝特性のデータベース化を試み、発泡PE、発泡PP、発泡PE・PS等47試料の特性

値を登録したデータベースを作成した。

本データベースには、(1) 静的緩衝特性の演算 (2) 同演算結果のプリントアウト (3) 緩衝包装設計用特性図の作図 (4) 静的緩衝特性の最適値の表示 (5) 新たな試料の追加登録等の機能があり、ディスクで提供できる。Packaging Technology and Science, 4, 145-155(1991)

* 評価技術部 信頼性研究室

LANを利用した生産管理システムの開発 (第2報 ネットワーク環境の整備)

吉田 総夫* 袖岡 孝好** 竹田 裕紀**
吉野 正紀*** 河野 洋一**** 徳永 誠一*****

本研究では、システム開発のためのネットワーク環境の整備についての手順と必要な事項について検討する。ネットワークシステムを構築するには、機器メーカーにすべて任せてしまうことも可能であるが、機器の増設あるいは更新時には、すべて機器メーカーに依存しなければならず、費用の問題だけでなく、迅速に処理できないので時間がかかることになる。また稼働初期でのソフト的なトラブルは、ネットワーク環境に起因することが多いので、環境設定などの内容を一通り知っておくことは、システム全体を把握するためにも必要なことである。

ネットワーク環境の整備は、ハードウェアとソフトウェアの2つの面から行う。本研究では、はじめにハードウェ

アとして実際に稼働している機器構成例によって機器選択の問題について考察する。次にソフトウェアの問題としてネットワークのための環境設定に必要なファイルと内容について、EWSと端末パソコンの各々について検討する。

応用機械工学, 32(8), 152-159 (1991)

* システム技術部
** システム技術部 情報処理技術研究室
*** 生産技術部 繊維加工技術研究室
**** 住友金属工業(株)
***** 住金ソフトウェアファクトリー(株)

低温プラズマ処理したポリエチレン膜の表面形態

森田 均* 坂部 寛**
伊藤 孝** 小西 孝**

徐冷ポリエチレン膜に形成された球晶に種々のガス(アルゴン、窒素、酸素、四フッ化炭素)雰囲気中で低温プラズマ処理を行った。これを走査形電子顕微鏡で観察した結果、表面形態がガスの種類や処理時間によって異なることがわかった。走査形電子顕微鏡による表面形態観

察の前処理として利用するには酸素プラズマが最適であった。この時のエッチング処理条件は入力電力200Wないし300W、処理時間は20分であった。また低温プラズマ処理によるエッチング特性は、硫酸による化学エッチングと異なっていた。

LANを利用した生産管理システムの開発 (第3報 ユーザー環境の設定)

吉田 総夫* 袖岡 孝好** 竹田 裕紀**
吉野 正紀*** 河野 洋一**** 徳永 誠一*****

本研究では、第2報のネットワーク環境の整備で残されている、EWSおよび各端末パソコンのユーザー環境の設定ファイルlogin(ログイン)の内容と機能について述べるが、その前にOS(UNIXとMS-DOS)およびInformix-4GL上でのアプリケーションプログラムによるネットワークシステム全体の動作の流れを検討する。

また、ログインファイルの起動に関連してEWSと各端末パソコンをユーザーとして登録するのに必要なユーザー環境の設定ファイル、passwd(パスワード)およびgroup

(グループ)について考察する。最後に編集作業用エディタとしてパソコン用のMIFESとEWS用のjviについてそれぞれの特徴を比較検討する。

応用機械工学, 32(9), 140-145 (1991)

* システム技術部
** システム技術部 情報処理技術研究室
*** 生産技術部 繊維加工技術研究室
**** 住友金属工業(株)
***** 住金ソフトウェアファクトリー(株)

不均質特性を有する中空球の軸対称非定常熱応力

大多尾義弘* 谷川 義信** 中西 庸介***

本研究は物性値が半径方向に関して任意に変化する不均質中空球を想定し、この中空球が軸対称な加熱の作用を受ける場合の非定常熱応力問題を取り扱ったものである。理論解析では、多層層状材料に対して導いた解析的手法を用いて、近似的に中空球の不均質性を満足する方法を採用した。なお、熱伝導問題はラプラス変換法を用いて温度分布の解を求め、熱弾性場については熱弾性変

位ポテンシャルと調和関数とを用いる手法を採用した。さらに、数値計算を行い、不均質中空球に対する温度分布ならびに応力分布の定量的評価を行った。

日本機械学会論文集(A編), 57(539), 1581 (1991)

* システム技術部 情報システム研究室
** 大阪府立大学 工学部
*** 大阪府立大学 大学院

軸対称非定常加熱条件下での不均質円柱の変位に関する逆問題解析

大多尾義弘* 谷川 義信** 笠井 輝明***

本研究は不均質材料を区分的に均質な多層材料で近似する手法により、変位が規定された場合の加熱媒体温度関数の決定という逆問題を、物性値が半径方向に関し不均質性を持つ中実無限円柱の軸対称問題について行ったものである。なお解析に当たっては、熱弾性変位ポテンシャルとラブの変位関数による方法を用いて熱変形、熱応力を定式化した後、ラプラス変換法により温度場と変

位場を連立して解き、媒体温度関数、不均質円柱に生じる温度変化、熱変形、熱応力を求め、数値計算を行った。

日本機械学会論文集(A編), 57(537), 1161 (1991)

* システム技術部 情報システム研究室
** 大阪府立大学 工学部
*** 大阪府立大学 大学院

Axisymmetric Transient Thermal Stress Analysis of a Multilayered Composite Hollow Cylinder

Yoshihiro Ootao* Yoshinobu Tanigawa**
Toshihiko Fukuda***

本研究は等方性異種材料からなる多層層状複合中空円筒が、内表面および外表面より軸対称な加熱の作用を受ける場合の非定常熱応力問題を取り扱ったものである。なお、熱伝導問題はフーリエコサイン変換とラプラス変換を用いて温度分布の解を求め、熱弾性場については熱弾性変位ポテンシャルとLoveの変位関数を用いて熱変形、熱応力をもとめた。数値計算の一例として、アルミナとアルミ合金からなる複合中空円筒を取り上げ、異種材料

間の物性値の相違により各層に生じる非定常熱応力を検討した。さらに、上述の多層層状複合円筒の解析的方法を熱応力緩和型不均質材料(傾斜機能材料)の熱応力問題に近似的に適用して、数値計算により定量的評価を行った。

Journal of Thermal Stresses, 14, 201-213 (1991)

* システム技術部 情報システム研究室

** 大阪府立大学 工学部

*** 日立製作所

加熱端面の移動を伴う半無限中実円柱の非定常熱応力と熱変形 (端面の熱伝達率による影響)

谷川 義信* 大多尾義弘** 高田 伸也***

本研究では、半無限中実円柱の端面が切削等により一定速度で移動するとともに、任意の熱伝達率で加熱される場合の軸対称非定常熱応力問題を取り上げ、加熱境界面の移動速度および熱伝達率の変化が、物体内での温度分布、熱応力および熱変形挙動に及ぼす影響について検討した。解析的手法の概略としては、まず移動座標系を導入し、ラプラス変換、ハンケル変換を用いて軸対称非

定常温度分布の解を求めた後、熱弾性場に対しては、熱弾性変位ポテンシャルおよびラブの変位関数を用いて解析し、熱応力、熱変形を求めた。

日本機械学会論文集 (A編), 57(536), 852 (1991)

* 大阪府立大学 工学部

** システム技術部 情報システム研究室

*** (株)クボタ

LANを利用した生産管理システムの開発 (第4報 基本設計と詳細設計)

吉田 総夫* 袖岡 孝好** 竹田 裕紀**
吉野 正紀*** 河野 洋一**** 徳永 誠一*****

本研究では、基本設計、詳細設計の手順について検討する。始めに基本設計としてシステム構成(第1報の図3で概要を示した)の詳細を示す。これによってEWSと各端末パソコンで実行させる業務項目と業務の役割分担が明確になる。次にシステム構成に従ってプログラム名の付いたシステム構造の作成例を示す。システム構成とシステム構造によってシステム全体の姿が把握でき、プログラム本数が計算できるので、開発コストの見積りと開発期間の予測が可能となる。

最後に詳細設計としてデータベース構造の設計方法について述べる。ここでは利用するデータベース型ソフト Informix 4GLのテーブル構造によって具体例を示す。

応用機械工学, 32(10), 153-159 (1991)

* システム技術部

** システム技術部 情報処理技術研究室

*** 生産技術部 繊維加工技術研究室

**** 住友金属工業(株)

***** 住金ソフトウェアファクトリー(株)

電子シャッタを利用したCCDカラーカメラの入力補正

森脇 耕介* 末国 建一**

CCDカメラの可変電子シャッタ機能を、多段階かつ等間隔な露光時間の制御手段として利用し、カラーカメラの入力補正用ルックアップテーブルを作成する方法を提案した。4種の色見本を用いて、rg色度における良好な補正効果を確認した。

電子情報通信学会論文誌, D-II, J74-D-II(9), 1321-1323 (1991-9)

* システム技術部 情報システム研究室

** 北陽電機株式会社

LANを利用した生産管理システムの開発

(第5報 画像情報を付加する—製品部品図の取り込みと印刷)

吉田 総夫* 袖岡 孝好** 竹田 裕紀**

吉野 正紀*** 河野 洋一**** 徳永 誠一*****

本研究では、画像情報である製品部品図の取り込みと、文字情報とともに部品図を作業指図書に印刷したり画面への出力したりする方法、そのためのパソコンとEWSとの処理分担の切り替え方法や画像データのフォーマット変換について報告する。

研究方法は、Informix-4GLで画像を直接処理するのではなく、端末パソコンのパソコン本来の機能を活用するやり方を用いる。つまり、市販されているパソコン用画像読み取りソフトにより画像を読み込み、画像データファイルを作成し、次いでEWS上でInformix-4GLのプログラムにより画像データを文字情報と同じように検索・出

力する方法である。このためパソコン上での処理と、EWSへの転送処理の切り替えが必要になるが、プログラムによって利用者には画像転送を意識しないで使えるようにした。また開発費用の点でも外部委託の1.3程度で済ませることができた。

応用機械工学, 32(11), 145-151 (1991)

* システム技術部

** システム技術部 情報処理技術研究室

*** 生産技術部 繊維加工技術研究室

**** 住友金属工業(株)

***** 住金ソフトウェアファクトリー(株)

光安定剤の最近の動向 (総説)

汐崎 久芳*

色素の色退色抑制効果を有する安定剤の動向について紹介した。まづ安定剤の種類について、紫外線吸収剤とラジカル捕捉作用を有するヒンダードアミン系安定剤を紹介した。さらに一重項酸化反応の反応機構から上記安

定剤の安定化機構を解説した。さらに皮革への応用例についても紹介した。

皮革化学, 37(2), 67-77 (1991)

* 皮革試験所 製革研究室

Application of ion nitriding to wire-electrical-discharge-machined blanking dies

Takumi Sone* Kiyonori Masui**

多くのプレス金型はワイヤ放電加工で製作されている

が、ワイヤ放電加工法では、金型表面が熱的に影響を受

け、軟化層が生じるので、異常摩耗を生じやすく、金型寿命が低下することがある。したがって、そのような軟化層の硬さを回復させることにより、金型寿命の延長が期待できる。

本研究では精密金型の長寿命対策として、ワイヤ放電加工面にイオン窒化処理を適用し、その加工軟化層の硬さ回復効果および実用金型寿命の延長効果を検討した。

その結果、イオン窒化処理はワイヤ放電加工軟化層の硬さを回復し、耐摩耗性を著しく改善することが確認できた。さらに、実用プレス金型において、その寿命延長に対して有効であることがわかった。

Materials Science and Engineering, **A140**, 486 (1991)

* 材料技術部 表面機能研究室

** 生産技術部 機械加工研究室

Utilization of a Thermostable Alkaline Protease from an Alkalophilic Thermophile for the Recovery of Silver from used X-Ray Film

藤原 信明* 山元 和彦* 増井 昭彦*

先にアルカリプロテアーゼを用いた写真フィルムからの銀の連続回収システムを開発したが、今回、処理能力の向上を目指して耐熱性のアルカリプロテアーゼを開発した。新たに開発したプロテアーゼB18'の作用最適pH、温度はそれぞれ、13.0、85℃と中温アルカリプロテアーゼB21'の11.5、60℃よりともに高かった。ゼラチン膜分解

に要する時間は2分で、B2-2酵素の3分より短縮でき、処理能力を5割高めることができる。

Journal of Fermentation and Bioengineering, **72**(4), 306-308 (1991)

* 材料技術部 有機材料研究室

Thermal Bending of Laminated Composite Rectangular Plates and Nonhomogeneous Plates due to Partial Heating

Yoshinobu Tanigawa* Yoshihiro Ootao**
Ryusuke Kawamura****

本研究では等方性の異種材料からなる積層長方形板が全周単純支持および全周固定支持された場合を取り上げ、この積層板の上下両表面より局所的な加熱を受ける場合の熱曲げ問題を解析した。なお解析において、熱伝導問題に対しては有限コサイン変換とラプラス変換を用いて非定常温度分布を求め、さらに応力場に対しては板の古典曲げ理論を用いて熱応力、熱変形を求めた。

さらに上述の積層板の解析方法を板厚方向に不均質性を持つ長方形板（傾斜機能材料）の熱曲げ問題に近似的に適用し、数値計算により定量的評価を行った。

Journal of Thermal Stresses, **14**, 285-308 (1991)

* 大阪府立大学 工学部

** システム技術部 情報システム研究室

*** 大阪府立大学 工学部

LANを利用した生産管理システムの開発 (第6報 作業用画面の設計と帳票印刷)

吉田 総夫* 袖岡 孝好** 竹田 裕紀**
吉野 正紀*** 河野 洋一**** 徳永 誠一*****

本研究では、Informix-4GLの各種の機能を取り込んだ画面設計の方法と、20数種類にわたる帳票の印刷をUNIXとMS-DOSとのデータ変換により適時処理する方法につ

いて述べる。

始めにInformix-4GLのスクロール表示やウィンドウ機能、例示問い合わせ検索を使った画面設計例とプログラ

ム例を示す。これらの機能を使いこなすことは、システムを使いやすくし、同時に開発期間の短縮化と信頼性の向上に役立たせることができる。次に帳票印刷の処理を行う場合、ホストコンピュータであるEWSに接続されたプリンタで印刷する場合と、端末パソコンに接続されたプリンタで行う場合について、両者の違いとEWSから端末パソコンへのデータ送信・漢字コード変換の方法など

について詳細に検討する。

応用機械工学, 33(1), 153-159 (1992)

- * システム技術部
- ** システム技術部 情報処理技術研究室
- *** 生産技術部 繊維加工技術研究室
- **** 住友金属工業(株)
- ***** 住金ソフトウェアファクトリー(株)

Resonance Raman study of Langmuir-Blodgett films of 2-(4'-dioctadecylaminophenylazo)-N-methyl benzothiazolium perchlorate

Norihisa Katayama* Yukihiro Ozaki*
Nobuhiro Kuramoto**

有機分子を分子レベルで配列したり、分子集合状態を制御した有機機能性薄膜を形成することが新材料開発の重要な課題の一つとなってきている。また、このような動向に合わせて、これら膜中の分子構造や配向状態を評価することも重要となっている。

本研究では、アゾ系色素の一種である2-(4'-ジオクタデシルアミノフェニルアゾ)-N-メチルベンゾチアゾリニウム パークロレートからLangmuir-Blodgett法によって作製したLB累積膜の微細構造を、主として共鳴ラマン分光法によって調べた。その結果、①この色素単分子膜を1層だけ累積した膜においても良いS/N比でピー

クが検出でき、②3～9層と層数が多くなるにつれて振動強度が直線的に増加し、層数依存性がないこと、③基板(CaF₂板)との相互作用が殆どないこと、④溶液中やキャスト膜など無配向状態のスペクトルとは、-N=N-振動(1465cm⁻¹)や1350～1150cm⁻¹付近の発色団部に基づくバンド様式が異なること、⑤LB膜では1458cm⁻¹に-N=N-振動が現われ、この結合回りで色素分子はトランス構造をとっていることなどが明らかとなった。

Chemical Physics Letters, 179, 227 (1991)

- * 関西学院大学 理学部
- ** 材料技術部 有機材料研究室

Molecular Aggregation, Orientation, and Structure in Langmuir-Blodgett Films of 2-(4'-(Ethyl octadecylamino)phenylazo)-N-methyl benzothiazolium Perchlorate Studied by Infrared, Visible Absorption and Resonance Raman Spectroscopies

Norihisa Katayama* Yukihiro Ozaki*
Nobuhiro Kuramoto**

アゾ系両親媒性色素からLangmuir-Blodgett法によって作製した超薄膜の構造、分子配向状態をFT/IR、可視および共鳴ラマン分光法から調べた。

アゾ色素として、2-[4'-(エチルオクタデシルアミノ)フェニルアゾ]-N-メチルベンゾチアゾリニウム パークロレートを用い、常法によってLB超薄膜を得た。石英ガラス板上LB膜の可視分光スペクトルは、溶液中に比べてかなりブロードになるとともに、ダイマーやH会合体の生成を示唆した。また、CaF₂または金蒸着ガラス板上に累積した膜の

透過あるいは反射吸収(RA)法で測定したIR分光スペクトルの比較から、長鎖炭化水素鎖部は基板に対してかなり傾いて配向していること、発色団部の特にベンゾチアゾリニウム環部は垂直に近いことなどが明らかになった。さらに、アゾ基(-N=N-)は共鳴ラマン分析からトランス配向をとっていることも示唆された。

本研究で得られたLB膜中での分子構造に関する知見は、今後のアゾ系色素LB膜の機能応用に当たって有益な情報として役立つものと考えられる。

Langmuir, 2827 (1991)

** 材料技術部 有機材料研究室

* 関西学院大学 理学部

Infrared Radiation Detection with $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ Microbridge

Tsutom Yotsuya* Hirofumi Imokawa** Qian Sheng Yang***

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ 薄膜を用いてDC SQUID型の赤外線センサーを作製した。YBCOは200nm厚でMgO (100) 単結晶基板上にrfスパッタで作製した。通常のフォトソグラフィでパターンニングした後ECRでスパッタエッチングを行ってマイクロブリッジを作製した。マイクロブリッジの最小線巾は5 μm でブリッジ部の長さは7.5 μm であった。レーザダイオードより発生した827nmのレーザ光はファンクションジェネレータで直接変調し、光ファイバーで素子の上に照射した。素子はボロメトリックな応答と非ボロメトリックな応答を示した。非ボロメトリックな応答は、

ボルテックスモーションが主要な応答原因であることが判った。レーザ光の入力パワーより計算したNEP値とレスポンスビティは $5 \times 10^{-9} \text{ W}/\sqrt{\text{Hz}}$, 19V/Wであった。

Japanese Journal of Applied Physics, 30(12B), L2091-L2094(1991)

* 材料技術部 電子デバイス研究室

** タツタ電線(株)

*** 中国科学院物理研究所

ウォッシュャブル革開発の可能性

佐藤 恭司*

水洗いができる革の製造方法について説明した。革を洗濯した場合、最も大きなダメージは収縮・硬化および色落ちであることから、結合性の大きなモノアルキル磷酸エステル加脂剤および磷酸基を有する染料で染色すれ

ば上記のようなダメージを防ぐことができる。以上の点について実験結果をもとにして、説明した。

皮革技術, 33(1), 43-48 (1991)

* 皮革試験所 製革研究室

編集委員 (50音順)

○印 委員長

磯田 徹	上野谷敏之	大多尾義弘	岡部 隆
木村 裕和	佐藤 恭司	上甲 恭平	曾根 匠
田原 充	寺 鳴久史	永田 伍雄	西村 章
増井 清徳	○松田 浩身	水谷 潔	森 正博

本誌は大阪府立工業技術研究所報告および大阪府立繊維技術研究所報告を合併し誌名を変更したものです。

大阪府立産業技術総合研究所報告

通 卷 No.5

平成4年3月20日印刷 平成4年3月31日発行

編集・発行 大阪府立産業技術総合研究所

〒550 大阪市西区江之子島二丁目1番53号
TEL. (06) 443-1121(代)

印 刷 丸 善 印 刷 株 式 会 社

本誌ご入用の方は当所研究調整課宛お問い合わせ下さい

No. 5 (1992.3)

REPORTS OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH INSTITUTE

CONTENTS

Technical papers

1. Axisymmetric Transient Thermal Stresses of Nonhomogeneous Cylinder
(Direct Problem and Inverse Problem Analyses) Yoshihiro Ootao, Yoshinobu Tanigawa 1
2. Critical Current Density for MQMG YBCO Ceramics and its application Tsutomu Yotsuya, Yoshihiko Suzuki, Soichi Ogawa, Masahiro Yoshikawa Ryoichi Takahata 8
3. Magnetron Sputtering System for Ferromagnetic Material Masaaki Yoshitake, Toshikazu Nosaka, Akio Okamoto, Soichi Ogawa 13
4. An Application of High Temperature Shape Change Effects of a Cu-Zn-Al Alloy to a Temperature Monitor Naoya Fujita, Tosiya Fujii, Yuko Hanatate 17
5. Surface Analysis of Cr-C Alloy Plating by XPS Tsutomu Morikawa, Masayuki Yokoi, Seiichiro Eguchi 22
6. The Effect of Rare Earth Metals on the Hardness of Rapid Solidified Al-8Fe-2Zr Alloy Hiroyuki Kaneda, Toshiyuki Uenoya, Toshiyuki Fujii 27
7. Development of some Computer Softwares for Determining the Loss Factor in the Damped Free Vibration
(1st Report, Formulation for Determining the Loss factor and Numerical Computational Results) Akio Minowa, Takashi Nakanishi 33
8. Development of some Computer Softwares for Determining the Loss Factor in the Damped Free Vibration
(2nd Report, The Result of Loss Factor Computed by Measuring Data and Comparison with Conventional Methods) Akio Minowa, Takashi Nakanishi 41
9. Identification of sensory evaluation on viscosity Hideo Asazawa 50

Abstract of reports previously issued in other magazine