

広島県立西部工業技術センター研究報告

No. 33

目 次

October 1990

抄 録

一 報 文

- | | | |
|--|---|----|
| 1. 溶媒抽出-ICP発光分析法による触媒中の白金族の定量 | 渡部英雄・田谷征雄・相原将人 | 1 |
| 2. イオンプレーティングによる炭酸化チタン被膜の作成とその性質 | 梶岡 秀・樋口浩一・川下安司 | 5 |
| 3. 複合試験片によるENFTP層間破壊じん性試験 | 好満芳邦・土取功・下原伊智朗・大橋俊彦 | 9 |
| 4. エラストマー材料の高性能化に関する研究
水中浸漬による白化原因物質の評価方法について | 大橋俊彦・好満芳邦・下原伊智朗・渡部英雄 | 13 |
| 5. かき殻を利用した回転円板用接触板の試作 | 丸下清志・世良時夫・中塩武之・関 守雄
藤本宗之 | 17 |
| 6. 光ネットワークによるFA・LANシステムの開発 | 田尾博幸・池田哲宏・岡田芳雄・吉野信行
岡本正幸・南良良治 | 21 |
| 7. ハンドリング装置の節電位制御 | 斯波信雄・坂元康泰・蒲田政信 | 25 |
| 8. 制御機器の筐体によるEMI遮蔽設計に関する研究 | 檜垣和生・岡本正幸・馬場祥宏・南良良治
好満芳邦 | 28 |
| 9. 生産技術における視覚認識・識別システムの開発 | 吉野信行・岡田芳雄・田尾博幸・南良良治 | 32 |
| 10. 「階層的計画法」による制御の知能化 | 坂元康泰・蒲田政信・斯波信雄 | 35 |
| 11. ビームオシレート法によるレーザー硬化処理に関する研究 | 蒲田政信・斯波信雄・池田哲宏・坂元康泰 | 39 |
| 12. 高機能モータ制御装置の開発 | 永山博夫・馬場祥宏 | 43 |
| 13. チタン酸カルciumウイスキー強化アルミニウム合金複合材料の製造と特性 | 土取 功・中村和清・新田 明・筒本隆博
原 信彦・原田秀文・井上保雄・工道幸嗣 | 46 |
| 14. ガラス溶射技術の開発 | 野地英治・原 信彦・畑 徳宣・葦山信行
横山宏樹・渡部英雄・藤本宗之・近藤博美 | 51 |
| 15. アーク溶射による金型の製作 | 原 信彦・野地英治・葦山信行・畑 徳宣
村田正治・藤本良男・荒本秋夫・出張宣明
東山 功・河野秀敏・木山尚志・佐々木薫 | 55 |
| 16. ダイヤモンド薄膜合成装置の開発研究 | 筒本隆博・新田 明・横山宏樹・土取 功
梶岡 秀・中村和清・木本裕司 | 59 |
| 17. アルミナセラミックスと金属の接合に関する研究 | 新田 明・土取 功・世良時夫 | 63 |

一 研究ノート

- | | | |
|--------------------------------------|---|----|
| 1. ハイブリッド化による複合材料の高機能化 | 下原伊智朗・大橋俊彦・好満芳邦・西本義雄
竹内正一・木原隆司・杉原秀明・水崎泰正 | 67 |
| 2. アルミナ添加によるろう石の焼結性改善について | 藤本宗之・関 守雄・丸下清志・藤本範雄 | 75 |
| 3. 陸上における地盤改良工法の海底軟弱土への適用性に関する研究 | 明神久喜・世良時夫・中塩武之 | 78 |
| 4. ダイヤモンド複合合金におけるダイヤモンド保持力と添加合金元素の効果 | 土取 功・新田 明・中村和清・筒本隆博
横山宏樹 | 82 |

BULLETIN

of the

WESTERN HIROSHIMA PREFECTURE INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE

Vol. 33

October 1990

Contents

— Originals —

1. Determination of Platinum Group in Catalysts by ICP-AES Using Solvent Extraction with Potassium Xanthate. 1
WATANABE Hideo, TADANI Isao, and AIHARA Masato*
2. Synthesis of Ti(C,N) Films by Ion Plating and Their Characteristics 5
KAJIOKA Hidesi, HIGUCHI Kouichi, and KAWASIMO Yasusi*
3. Complex ENFTP Testing to Evaluate Interlaminar Fracture Behavior in Composites 9
YOSHIMITSU Yoshikuni, TSUCHITORI Isao, SHIMOHARA Ichiro, and
OHASHI Toshihiko
4. Study on Improvement of Durability of Elastomer (1st. Report) 13
Evaluation of Blooming Phenomena of EPDM Rubber in Water
OHASHI Toshihiko, YOSHIMITSU Yoshikuni, SHIMOHARA Ichiro, and
WATANABE Hideo
5. A Study on the Rotating Biological Contactor Used Oyster Shell 17
MARUSHITA Kiyoshi, SERA Tokio, NAKASHIO Takeyuki, SEKI Morio, and
FUJIMOTO Muneyuki
6. Development of FA-Fiber optic LAN System 21
TAO Hiroyuki, IKEDA Tetsuhiro, OKADA Yoshio, YOSHINO Nobuyuki,
OKAMOTO Masayuki, and NARA Ryoji
7. Development of Handling Equipment Control Technique by Electromyogram 25
SHIBA Nobuo, SAKAMOTO Yasuhiro, and KAMADA Masanobu
8. EMI Shielding Design of Electric Instrument Case 28
HIGAKI Kazuo, OKAMOTO Masayuki, BABA Yoshihiro, NARA Ryoji, and
YOSHIMITSU Yoshikuni
9. A Development of Visual Cognition and Discrimination System for Industrial Engineering Field 32
YOSHINO Nobuyuki, OKADA Yoshio, TAO Hiroyuki, and NARA Ryoji
10. Intelligent Control by Hierarchical Planning 35
SAKAMOTO Yasuhiro, KAMADA Masanobu, and SIBA Nobuo
11. Laser Heat Treatment Made Use of Beam Oscillation 39
KAMADA Masanobu, SHIBA Nobuo, IKEDA Tetsuhiro, and SAKAMOTO
Yasuhiro
12. Accuracy of the Positioning Table Driven by a Microstepping Step Motor 43
NAGAYAMA Hiroo and BABA Yoshiro

13. Fabrication of Potassium Titanate Whisker Reinforced Aluminum Alloy(AC4C) Composite and Their Some Properties	46
TSUCHITORI Isao, NAKAMURA Kazukiyo, NITTA Akira, TSUTSUMOTO Takahiro, HARA Nobuhiko HARADA Hidefumi*, INOUE Yasuo*, and KUDO Koji*	
14. A Study of Thermal Spraying of Glass (1st Report)	51
NOJI Hideharu, HARA Nobuhiko, HATA Noriyoshi, KARIYAMA Nobuyuki, YOKOYAMA Hiroki, WATANABE Hideo, FUJIMOTO Muneyuki, and KONDO Hiromi*	
15. Die Fabricating Technique by ARC Spraying	55
HARA Nobuhiko, NOJI Hideharu, KARIYAMA Nobuyuki, HATA Noriyoshi, MURATA Masaharu*, FUJIMOTO Yoshio*, ARAMOTO Akio*, DEHARI Nobuaki*, HIGASHIYAMA Isao*, KAWANO Hidetoshi*, KIYAMA Hisashi*, and SASAKI Kaoru*	
16. Deposition of Diamond Film by Hot-Filament CVD Method Using a Carbided Ta Filament.	59
TSUTSUMOTO Takahiro, NITTA Akira, YOKOYAMA Hiroki, TSUCHITORI Isao, KAJIOKA Hideshi, NAKAMURA Kazukiyo, and KIMOTO Yuuji*	
17. Joining of Alumina Ceramics to Carbon Steel.....	63
NITTA Akira, TSUCHITORI Isao, and SERA Tokio	
— Notes —	
1. Processing and Application Technologies on the New Engineering Materials	67
— R & D for High Valuable Composite Materials by Hybrid Technology SHIMOHARA Ichiro, OHASHI Toshihiko, YOSHIMITSU Yoshikuni, NISHIMOTO Yoshio TAKEUCHI Shouichi*, KIHARA Takeshi*, SUGIHARA Yoshiaki*, and MIZUSAKI Yasumasa*	
2. Improvement of Sintering Properties of Roseki(Agalmatolite) by Sinterable Alumina Addition	75
FUJIMOTO Muneyuki, SEKI Morio, MARUSHITA Kiyoshi, and KURAMOTO Norio	
3. Research on Applicability of Conventional Soft Soil Improvement Methods to Sea Bottom Foundation	78
MYOJIN Hisayoshi, SERA Tokio, and NAKASHIO Takeyuki	
4. Effect of Additives in Aluminum Alloy and Holding Force of Diamond Reinforced Aluminum Alloy Matrix Composite	82
TSUCHITORI Isao, NITTA Akira, NAKAMURA Kazukiyo, TSUTSUMOTO Takahiro, and YOKOYAMA Hiroki	

Published by

WESTERN HIROSHIMA PREFECTURE INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE

6-21, Nishichuo 3chome Kure-shi
Hiroshima 737 Japan

溶媒抽出-ICP発光分析法による触媒中の白金族の定量

渡部英雄, 田谷征雄, 相原将人

溶媒抽出-ICP発光分析法により、白金族中の微量のロジウム定量法について検討した。ロジウムはキサントゲン酸塩類と錯体を生成するが、温度依存性が認められたため、70℃温浴中で15分以上加熱すると最大かつ一定の発光強度を示し、この時の抽出率は91.2%であった。抽出における最適なpH範囲は7.8~9.0で、ゼンセートの中ではヘキシルゼンセートが最も良い錯

化剤であり、抽出系への添加量は0.04mol以上必要であった。共存イオンの影響について検討したが、ニッケルが5 mg共存すると10%正の干渉を示すが、1%ブールゼンセート10mlを添加して予備抽出することで干渉は除去できた。本法でのロジウムの定量下限は $0.95 \mu\text{g}$ であり、触媒の評価法の一部が確立した。

P 1-4, 表5, 図4, 文献8

イオンブレイティングによる炭素化チタン被膜の作成とその性質

祝岡 秀, 樋口浩一, 川下安司

近年、炭素化チタン被膜は窒化チタンより硬いこと、また窒化チタンの金色とは異なった色を有することから興味を持たれている。しかしこれら被膜に関する情報は限られている。そこで今回は初めて量産型イオンブレイティング装置を用いて炭素化チタン被膜の成膜条件を検討した。次に化学組成分析と被膜特性を評価した。その結果これらの被膜の炭素濃度はアセチレ

ン分圧に比例しており、このことから導入ガス圧比を制御することで、窒化チタンから炭化チタンまで任意の比率の炭素化チタン被膜を作製できることが分かった。また、X線回折結果より全ての被膜の優先配向は(111)面であり、炭素化チタンでは固溶状態であることがわかった。なお、被膜は平坦かつ緻密な被膜が得られた。

P 5-8, 表3, 図4, 写真2, 文献6

複合試験片によるENFTP層間破壊じん性試験

好満芳邦, 土取 功, 下原伊智朗, 大橋俊彦

複合材料開発の最大の課題は、高じん性材料の開発にある。高性能複合材料(例えば、エポキシ/プリプレグ)による一方向CFRP)ENFTP(End Notched Flexure Test Piece)によるモードI, II, IIIの層間破壊じん性試験がある。この手法に着目して、剛性補強型複合試験片、つまり、上下の高剛性補強層(UDCF)の中間にGF/CF等の標的とする層間を配置する積層構成の試

験片を作製して、従来あまり行われていない層間の破壊じん性を種々の層間にまで拡大して評価した。破壊じん性値、光学的観察および走査電子顕微鏡観察等から、エポキシ樹脂は不飽和ポリエステル樹脂に比べてじん性がかなり高いこと、繊維基材による違い等、樹脂の化学的組成および繊維層間組合せ等による特徴的な層間挙動をとらえることが出来た。

P 9-12, 表1, 図2, 写真4, 文献5

○ エラストマー材料の高性能化に関する研究

水中浸漬による白化原因物質の評価方法について

大橋俊彦, 好満芳邦, 下原伊智朗, 渡部英雄

ゴムを水中浸漬した後乾燥すると成分が表面に析出(ブルーム)することにより白化する。これを防止するためには、その原因物質の究明、機構の解明が必要となるが、現時点ではそのための定量的な評価方法も確立しているとはいえない。

そこで、EPDM(エチレン-プロピレン-ジエンゴム)について水中浸漬後の表面および浸漬液を各種の方法

で分析することによりブルームを評価することを試みた。その結果、いくつかの方法で白化の程度、ブルームの進行の程度を定量的に評価できる可能性があることがわかった。

P 13-16, 表2, 図4, 写真1

抄 録

広島県立西部工業技術センター研究報告 (No.33)

かき殻を利用した回転円板用接触板の試作

九下清志、豊島時夫、中塩武之、関守雄、藤本宗之

かき殻を付与した、4種類の回転円板を試作、PVC板を対照に、回分処理方式の回転円板接触法によって水質浄化性能の検討を行った。

1) 微生物保持量は、円板の形状に影響されるが、散布板>溶射板>成形板A>成形板B>PVC板の順に多く、PVC板と同様に、平板状の成形板A及びB、溶射板においても、微生物保持量が多く、かき殻付与の効果が認められた。

2) 散布板はBOD_{3.5g}(COD_{2.6g})/ m^2 /日の面積負荷のもとで、PVC板に比べスタート期間と滞留時間の短縮を可能とした。また、COD除去率は滞留2時間で80%、23時間で90%以上と、総じて安定した生物処理を保ち得、残存COD値に対する分散分析の結果から、水温は浄化効率に影響、試作板は浄化効率の改善に有効と言えた。

P17-20, 表5, 図4, 写真1, 文献2

光ネットワークによるFA・LANシステムの開発

田尾博幸、池田哲宏、岡田芳雄、吉野信行、岡本正幸、南良良治

現在のFAの分野では、生産に関わる全ての情報をネットワークで結んで生産情報を統括的に管理・制御し、生産活動の最適化を図るシステムの構築が行われつつある。本研究では、この生産システム構築に欠かせないネットワーク(LAN)を利用し、生産工程の自動化に重点を置いたFAシステムの構築を図った。

システムは、各工程間を電磁波ノイズに強い光ファ

イバケーブルのFA用LANで接続し、各工程ごとの進捗状況をリアルタイムでモニタリング、効率的なスケジューリングが可能、各工程がきめ細かく管理できるため多品種生産管理が行え、不良品の原因解析が容易である等の特徴を有する。また検査用に対話形式による解析処理が行え、汎用性、柔軟性及び経済性に優れた画像処理システムも併せて開発した。

P21-24, 表5, 図4, 写真1, 文献1

ハンドリング装置の筋電位制御

斯波信雄、坂元康泰、蒲田政信

昨年度開発したハンドリング装置に筋電位計測システムを取り付け、筋電位の大きさに応じてハンドリング装置の制御を行うことのできるシステムを構築した。制御に用いた筋電位は、皮膚の表面に電極を貼りつけて得られる表面筋電位と呼ばれるもので、数kHzの高周波成分を含んだ数 μV ~数mVの電気信号である。この表面筋電位を適当な条件で積分処理し、制御に適し

た信号に加工した後パソコンに取り入れて制御に利用した。このシステムは以下の特長を有する。

- 1) 6カ所の筋電位を用いて、1つの回転と2つの関節の合計3軸の制御ができる。
- 2) 電極はお互いに独立してコントロールできる筋肉に貼る必要があるが、2.5回/秒のスピードで制御できる。

P25-27, 表1, 図5

制御機器の筐体によるEMI遮蔽設計に関する研究

楡垣和生、岡本正幸、馬場祥宏、南良良治、好漢芳邦

電磁波ノイズの発生源における対策は必要であるが、伝播経路での遮蔽技術も筐体設計技術とともに重要である。筐体による遮蔽には使用される材料のシールド性能及び筐体形状、開口部対策等について十分検討する必要がある。そこで、本研究では導電性材料の試作、評価及び筐体形状の相違にともなう筐体内ノイズレベル分布の測定を行った。

- 1) ニッケルメッキ炭素繊維による導電性材料は低インピーダンス磁界で56dBの遮蔽効果があった。
- 2) 評価器でサンプルにより得られる遮蔽効果と筐体に使用した場合、得られる効果は周波数により異なる場合がある。
- 3) 筐体内部で発生するノイズは筐体の開放状態で異なる。

P28-31, 表6, 図5, 文献4

抄 録

広島県立西部工業技術センター研究報告 (No.33)

生産技術における視覚認識・識別システムの開発

吉野信行、岡田芳雄、田尾博幸、南良良治

モアレ法、光切断法等光学的手段による物体の三次元形状認識は、多くの研究者によって行われているが、近年、画像処理技術を利用した非接触三次元形状計測は、生産現場での部品・組立品の形状認識、形状検査、三次元CAD、ロボットの視覚センサ等多方面への応用に関し、益々重要な課題になってきた。

本報告では、既発表のモアレ法に引き続き変形格子像に着目した格子パターン投影法を導入し、物体の表面形状を計測するための三次元形状認識システムの開発を試みた。次いで、本システムを生産現場で重要な一般機械部品、自動車部品等に適用し、その有効性について確認した。

P32~34, 図6

「階層的計画法」による制御の知能化

坂元康泰、蒲田政信、斯波信雄

最近の物流・FAシステムは複数のロボットや搬送装置が動作するための制御が複雑になり、システムの柔軟性に対する要求が高くなってきた。それに応えるため、昨年度の研究成果である「動的プランニングと協調制御」を、より現実的なシステムに発展させることを目的とする。このシステムの特徴は、下記のとおりである。複数タスクの並列処理や複雑な制御手順が記述で

きモデル化能力が強力なベトリネットを導入してクレーン群制御問題を記述した。また、リアルタイムを要求する物流・FA制御にプランニングを導入する上で問題となるプランニング時間の短縮のため、「階層的計画法」の考えを取り入れた。上記の実証モデルとして、3軸移動可能な3台のクレーンをもつ物流システムを試作しその有効性を示した。

P35~38, 表1, 図5, 写真1

ビームオシレート法によるレーザー硬化処理に関する研究

蒲田政信、斯波信雄、池田哲宏、坂元康泰

ビームオシレート法によるレーザー熱処理は比較的出力の低い1KW前後のレーザー加工機でも広い面積の熱処理が可能である。オシレートの幅や周波数などのオシレート条件、レーザービームの強度、レーザービームの移動速度、試料表面とレーザービーム焦点との位置関係など、レーザー硬化処理に及ぼす因子について実験を行った。

また、黒鉛系耐熱塗料をコーティング剤として使用する際の適切な膜厚を求め、薄板にレーザー焼き入れをするため銅裏当金の効果について実験を行った。

その結果、ビームオシレートにより幅10mm、深さ0.8mmの硬化層が得られた。銅裏当金を用いることにより薄板の端面を歪なく焼き入れすることができ、食品機械用の切刃としての適用にメドをたてる事ができた。

P39~42, 図10, 写真1

高機能モータ制御装置の開発

永山博夫、馬場祥宏

DCモータなどと比べ簡単に安価に位置決め制御が可能なステッピングモータを、マイクロステップ駆動で使用するにより高分解能化して、位置決め装置の高機能化を図った。

マイクロステップ駆動では駆動波形をSIN-COS波にすることでステップ角の微少化を実現している。マイクロステップ駆動では、1周期(回転角度7.2°)、移動

距離40 μ m)内の位置決め精度は、定格電流(0.4A)では0.4 μ mとなっている。補正SIN-COS波により駆動した場合、1周期内の位置決め精度が0.3 μ mとなり、この方法が有効なことが分かった。マイクロステップ駆動により最小移動量単位が5 μ m(1-2相励磁)から1 μ m程度に向上した。

P43~45, 図10, 文獻3

抄 録

広島県立西部工業技術センター研究報告 (No.33)

○ チタン酸カリウムウイスキー強化アルミニウム合金複合材料の製造と諸特性

土取 功, 中村和清, 新田 明, 筒本隆博, 原 信彦, 原田秀文, 井上保雄, 工道幸嗣

高温安定性のあるチタン酸カリウムウイスキーを用いて Vf=15%と25%のプリフォームを無機系バインダーを少量加えて、吸引成形法で作製した。これにアルミニウム合金 (AC4C) を加圧含浸させ、ほとんど変形変寸のない複合材料を製造することができた。この

複合材料の常温～高温の引張強度、弾性率、熱膨張、材料減衰能などの諸特性について測定した。その結果、特に Vf=25%の時、Vfが増加した効果が各特性においてわずかしからわれなかった。この原因としてプリフォームの作り方に問題があることが推定された。

P46～50, 図7, 写真2, 文献3

○ ガラス溶射技術の開発

野地英治, 原 信彦, 畑 徳宣, 菊山信行, 横山宏樹, 渡部英雄, 藤本宗之, 近藤博美

従来、困難と考えられていた溶射によるガラスコーティング技術を昨年度の研究で可能としたが、本技術を巾広く業界に技術移転するため、新たに溶射用ガラス材料の試作、最適溶射技術の検討を行い、皮膜の性能評価を行った。

その結果、次のことが判明した。

- 1) 軟鋼をはじめ、ステンレス鋼や銅にも、プラスチックや地溶射等前処理なしで、容易に溶射可能である。
- 2) 予熱が過剰になると基材とガラスの中間層に酸化膜が残留し、性能低下の原因となる。
- 3) ガラス皮膜の密着性、耐衝撃性等の機械的特性は非常にすぐれている。

P51～54, 図5, 表2, 写真2, 文献6

○ アーク溶射による金型の製作

原 信彦, 野地英治, 菊山信行, 畑 徳宣, 村田正治, 藤本良男, 荒本秋夫
出張宜明, 東山 功, 河野秀敏, 木山尚志, 佐々木 薫

商品の多様化により、安価で短時間で金型を製作する技術が求められているため、アーク溶射による金型の製作について検討し、プレス用金型、射出成形用金型、真空成形用金型の試作を行い、その評価を行った。プレス用金型は、本金型と簡易金型を製作した。

本金型では1.4mmの厚みの高張力鋼を500枚、簡易型では0.7mmの鋼板を500枚プレスしたが、金型の異常は

ほとんどなかった。

射出成形用金型は1000ショットまでテストを行い、少しバリが発生したがモールドベースを改良することで十分使用できるものと思われるが、高精度のものには問題がある。真空成形用金型は転写性は良く商品価値を高めることができたが耐久性を改善する必要がある。

P55～58, 表1, 図7, 写真12, 文献1

○ ダイヤモンド薄膜合成装置の開発研究

筒本隆博, 新田 明, 横山宏樹, 土取 功, 梶岡 秀, 中村和清, 木本裕司

十分炭化したTa線をフィラメントに用いて、熱フィラメント法により、5vol%CH₄-H₂, 30Torrの雰囲気中で強化けい素基板上へダイヤモンド薄膜の合成を行った。Taフィラメントを用いることにより、フィラメント温度(T_f)を2600℃まで高めることができた。基板の加熱は、フィラメントからの放射熱のみで行っているため、フィラメント温度を上昇させると、基板温度(T_s)

も上昇し、それに伴い成膜速度も8μm/hrまで上昇した。しかしフィラメントと基板の温度が上がり過ぎた場合(T_f=2580℃, T_s=920℃)、析出物はダイヤモンドではなくガラス状炭素となった。

炭化したTaフィラメントは、高温では変形しなかったが、室温では非常に脆くなり、しばしばフィラメントの断線を引き起こした。

P59～62, 図6, 表1, 写真2, 文献5

抄 録

広島県立西部工業技術センター研究報告 (No.33)

アルミナセラミックスと金属の接合に関する研究

新田 明, 土取 功, 世良時夫

ファインセラミックスは金属にない優れた特性を有するが、難加工性や脆性などの欠点を金属との接合によって補完する技術の確立が必要である。そこでアルミナセラミックスと構造用鋼の接合において、インサート金属Be, Ti, Zr, V系での研究を行い、得られた接合体について光学顕微鏡、EDX、X線回折、オートグラフなどにより解析を行った。

接合強度の影響因子は、インサート材、接合時間、接合温度、応力緩和材の厚さであることがわかった。その他、活性元素の挙動の解明、接合体のせん断強度のワイプル・プロット、接合界面近傍のセラミックス部分に異常層が観察された。

P63-66, 図8, 写真5, 文献7

○ ハイブリッド化による複合材料の高機能化

下原伊智朗, 大橋俊彦, 好満芳邦, 西本義雄, 竹内正一, 木原隆司, 杉原芳明, 水崎泰正

本研究は、平成元年度技術バイオニア養成事業において、先端材料の応用開発を目的に、企業から派遣された技術者の研修をとおして行った結果である。

- 1) アルミとFRPの接着・接合における手法の確立。
- 2) 新規に合成したエポキシアクリレートにより、従来のビニルエステルを改質し、速硬化・低発熱タイプの新しいFRP用樹脂の開発。

- 3) 海上跳走艇用のハイブリッドCFRP製の板ばねの作製と実装性能試験。
- 4) 炭素繊維ペーパーをエポキシシートにより接着し作製した中温型面発熱体を利用した発熱機能付きFRP用成形品の試作。
- 5) ニッケルメッキ炭素繊維を用いて、商用向けの電磁波シールドパネルの開発。

P67-74, 表6, 図10, 写真6

アルミナ添加によるろう石の焼結性改善について

藤本宗之, 関 守雄, 丸下清志, 蔵本範雄

広島県の特産であるろう石の新しい用途開発を目標として実験した。Al₂O₃/SiO₂ (モル比) が1-2対1となるように、ろう石に易焼結性アルミナを添加した後、水分量25%で鋳込み成形し、1400-1600℃で1時間焼成した。焼結体の鉱物組成・熱膨張・見かけ比重・吸水率・曲げ強さを測定した。焼結体中に認められた主要鉱物相はムライト、クリストバライト、クォーツ、

コランダムであった。1500℃以下の焼結中にはコランダムとクリストバライトが多く、特に200-300℃の熱膨張を大きくしている。焼成温度が高いものほど熱膨張率は小となった。見かけ比重はアルミナ添加量に比例し焼成温度に反比例の傾向を示した。吸水率は全ての焼結体が10%以上で、ち密な焼結体は得られなかった。曲げ強さは14kgf/cm²が最高値であった。

P75-77, 表1, 図6,

陸上における地盤改良工法の海底軟弱土への適用性に関する研究

明神久喜, 世良時夫, 中塚武之

ウォーターフロント、海域環境整備、交通空間の拡張、観光レジャーなど海上空間を有効利用するための埋立工事や海域への建造物の構築は、今後も継続して各地で実施されていくと思われる。一般にこのような水域における水底環境は全くといってよい程軟弱で、特に内海ではこの傾向が強く、工事施工に当てて必ずといってよい程地盤補強が必要になっている。

現在海底の地盤改良には、完成された工法が存在しているが、本研究では海洋への応用分野拡大の可能性のために、海洋技術と資源開発の観点から、現存する陸上工法の海洋環境への適用性について調査するとともに、現在産廃となっている「かき殻」のサンドドレーン用砂の代替としての透水試験を行いその有効性を得た。今後土質性状としての総合検討が必要である。

P78-81, 表2, 図3, 写真3, 文献1

抄 録

広島県立西部工業技術センター研究報告 (No.33)

ダイヤモンド複合金におけるダイヤモンド保持力と添加合金元素の効果

土取 功, 新田 明, 中村和清, 筒本隆博, 横山宏樹

焼結法によってダイヤモンド複合金チップを用いた切断砥石やダイヤモンドホイールなどの各種工具が製造されている。我々はアルミニウム合金マトリックスのダイヤモンド複合金を高圧凝固鑄造法で作ることを目的に、アルミ合金のダイヤモンドとの濡れ性に

おけるアルミ合金中の合金元素の効果を実験した。

また一部複合金化を行い、曲げ試験などの強度試験を行うとともにその破断面において合金元素の挙動を調べた。その結果SiとMgが効果的であることが分かった。

P82-84, 図3, 写真4, 文献4

I
E

de
de
ter

10
of
in
A
be
Au
7
wit

解
れで
定量
微量
各
やIC
量に
溶媒
著
を用
告の
有機
錯体
響や
AES
離や
検討
本
*

溶媒抽出—ICP発光分析法による触媒中の白金族の定量*

渡部英雄、田谷征雄、相原将人**

Determination of Platinum Group in Catalysts by ICP-AES Using Solvent Extraction with Potassium Xanthate.

WATANABE Hideo, TADANI Isao, and AIHARA Masato

Rhodium(III) reacts with potassium xanthates (KRX:R=alkyl groups) to form complexes which, like those of molybdenum described in our previous paper, are extractable into xylene. The application of this extraction method with xylene to ICP-AES determination of rhodium in platinum group was investigated. As the formation of rhodium xanthate complex depends on temperature, complete complexation requires holding in a 70°C water bath for more than 15 minutes.

With this method, the detection limit was 19 ng cm⁻³ and the relative standard deviation for the determination of 25, 50 and 100 µg of rhodium after ten runs, respectively, ranged from 1.52 to 1.97%.

Among the KRX examined, hexyl xanthate (KHeX) was the most suitable complexing reagent. For quantitative extraction of Rh-RX complexes into xylene, the optimum pH region is 7.8 to 9.0 and the KHeX concentration should be above 0.04 mol dm⁻³ in the aqueous phase.

A 50-fold amount of Ni(II) interfered positively with the determination of rhodium. The interference of coexistent Ni(II) could be eliminated by the pre-extraction using butyl xanthate at room temperature. A 10-fold amount of K(I), Ca(II), Cu(II), Pd(II), Au(III), Ce(IV) and Pt(IV), a 50-fold amount of Mg(II), a 200-fold of Al(III), or a 6000-fold of Na(I) was tolerable, respectively.

This method was applied to the determination of rhodium in catalysts and the analytical results were in excellent agreement with the reference values.

1. 緒 言

触媒中の白金族の定量には、高い分析精度が要求されているが、重量法や吸光度法では微量の白金族の定量は感度が不十分である。本報告では、白金族中の微量のRhの定量法について検討した。

各種試料中のRhの定量法には、吸光度法¹⁾、AAS²⁾、やICP-AES³⁾が用いられているが、より微量のRhの定量には、濃縮操作が必要である。濃縮操作としては、溶媒抽出法⁴⁾が広く用いられている。

著者らは、既にキサントゲン酸塩類(以下Xanと略記)を用いるMo及びZnの溶媒抽出/ICP-AESについて報告⁵⁾した。Rhもこれらの金属と同様に錯体を生成し、有機溶媒中に抽出されることが判明した。またRh-Xan錯体は温度依存性があるため、抽出における液温の影響やpH、Xanの種類や添加量、共存物質の影響やICP-AES測定における高周波電力、コイルの先端からの距離やアルゴンガス流量などの基礎的な諸条件について検討した。

本報では、Xanのアルキル基をエチル基(Et)、ブチ

ル基(Bu)及びヘキシル基(He)に置換したものの(各々KEtX、KBuX及びKHeXと略記)を合成して使用し、アルミナを担体とするPt-Rh触媒中のRhの定量を行った結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 試薬

Rh(III)標準溶液:市販のAAS用標準溶液を用い、使用に際しては純水で目的の濃度に希釈した。

Xan:既報⁵⁾と同様に合成及び精製したものを用了。クエン酸二アンモニウム溶液:市販のAAS用の試薬を用い、10w/v%溶液を調整した。

その他:市販試薬特級をそのまま用いた。

2.2 装置

ICP-AES装置は島津製作所製ICPS-100V型を用い、恒温振り混ぜ器は太陽科学工業製パーソナルシェーカーを使用し、振り混ぜ器はイワキ製V-D型を用いた。pHは東亜電流工業製HM20B型を用いて測定した。

*「分析化学」Vol.39(1990)に一部掲載 **近畿大学工学部

3. 実験結果と考察

3.1 抽出操作

50mlのピーカーに100 μ gまでのRhを含む試料溶液をとり、10w/v%クエン酸二アンモニウム溶液を10ml加え、アンモニア水(1+1)を用いてpHを約8.5に調整する。この溶液を共栓付三角フラスコに移し、6w/v% KHeX溶液10mlを加えた。純水を加えて水相容量を一定量(40ml)とする。この溶液を70 $^{\circ}$ C温浴中で20分間加温振り混ぜを行い、Rh-Xan錯体を生成させる。冷却後、100mlスキープ型分液ロートに移し、10.0mlのキシレンで5分間振り混ぜて抽出した。水相と分離したキシレン相を直接ICP-AES装置に噴霧して発光強度を測定した。

3.2 測定条件の検討

3.1で抽出したキシレン相中のRhの最適な測定条件を求めるため、高周波電力と測光位置の影響について検討した結果を図1に示す。測光位置が高くなるとスペクトル線/バックグラウンド強度比(以下S/B比と略記)は高くなり、13nmが最も高く、それ以上になるとS/B比は低下する。この現象はどの高周波電力でも同様の傾向を示し、特に1.0kWの時最もS/B比が高い。以上の結果、Rhの最適な測定条件をまとめて表1に示した。

3.3 Rhの抽出における液温の影響

Rhの抽出において予備実験を行ったところ、温度依

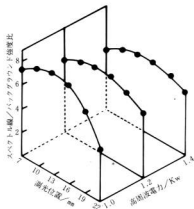


図1 高周波電力と測光位置
[Rh³⁺]: 9.7 $\times 10^{-5}$ mol dm⁻³

高周波周波数	27.12MHz
高周波電力	1.0kW
アルゴンガス流量	
クーラントガス	16.0l/min
ブラズマガス	1.6l/min
キャリアガス	0.6l/min
測光位置	コイルの上部13nm
積分時間	5s
測定波長	233.48nm

存性が認められたため、液温による影響を検討した結果を図2に示す。図2は70 $^{\circ}$ C温浴中での加温時間の影響を示したが、加温するとRhの抽出率は上昇し、15分以上になると最大かつ一定の発光強度を示し、このときの回収率は91.2%であった。以上の結果から、加温時間は70 $^{\circ}$ C温浴中で20分間とした。

3.4 pHの影響

Rhの抽出におけるpHの影響について検討した結果を図3に示す。Rh-Xan錯体はpHが高くなると発光強度は上昇し、pH7.8~9.0で最大かつ一定の発光強度を示し、それ以上のpHでは、発光強度は低下した。従ってRhの抽出に於けるpHは8.5とした。

3.5 キサントゲン酸塩類の添加濃度の影響

Rh量100 μ gに対して、KEtX、KBuX及びKHeXの水

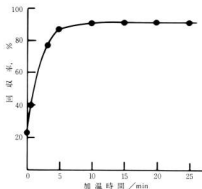


図2. 加温時間の影響
[Rh³⁺]: 9.7 $\times 10^{-5}$ mol dm⁻³

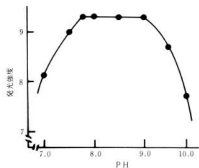


図3. pHの影響
 $[Rh^{2+}] : 9.7 \times 10^{-5} \text{ mol dm}^{-3}$

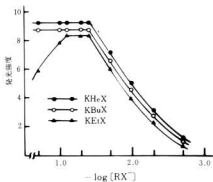


図4. キサントゲン酸塩類の添加濃度の影響
 $[Rh^{2+}] : 9.7 \times 10^{-5} \text{ mol dm}^{-3}$

相への添加量について検討した結果を図3示す。KHeXは0.04mol（水溶液の濃度0.86%）以上0.2mol（水溶液濃度で4.3%）最大かつ一定の発光強度が得られた。KBuXは0.04mol（水溶液の濃度0.75%）以上0.2mol（水溶液の濃度3.75%）で一定の発光強度が得られたが、KHeXに比べ94.5%の発光強度しか示さなかった。KEtXは0.04mol（水溶液の濃度0.64%）以上0.08mol（水溶液の濃度1.3%）で一定の発光強度を示したが、KHeXに比べ91%発光強度しか示さず、それ以上の濃度では、発光強度は低下した。

以上の結果、最も発光強度が高く、低濃度から高濃度まで一定の発光強度を示すKHeXが本抽出試薬として最適と考え、抽出系への添加量は6w/v%溶液10mlとした。

3.7 共存イオンの影響

実試料であるアルミナを担体とする触媒中のRhの定量に本法を応用する場合、共存すると予想される陽イオンの影響について検討した結果を表2に示す。表2はRh量100 μg /40mlとし、各種主成分の影響を検討したものである。Na(I)は試料分解に過酸化ナトリウムを使用したため、同時に検討した。Na(I)、Mg(II)及びAl(III)については共存量を変えて調べたが、Rhの回収率はほぼ100%であり、共存による影響は認められない。Ni(II)は5mg共存するとRhの回収率は109.7%であり、正の干渉を示した。この原因は、Ni(II)はXanと錯体を生成し、Rh(III)と同時にキシレン中に抽出され、Niは233.46nmに弱い発光線があるため、分光干渉によるものと考えられる。しかし1w/v%KBuX10mlを添加して室温で抽出するとNi(II)はキシレン相に抽出されるがRh(III)は全く抽出されず、予備抽出を行うことでNiの影響は除去できた。同様に実試料中に含まれる比較的共存量の少ない陽イオンについて検

表2. 陽イオンの影響

陽イオン	添加量/mg	Rhの抽出量/ μg	回収率/%
Na(I)	1	101.8	101.8
	*	200	101.6
	*	400	101.2
	*	600	100.5
Mg(II)	1	101.6	101.6
	*	5	100.7
Ni(II)	1	101.2	101.2
	*	5	109.7
Al(III)	1	99.2	99.2
	*	20	98.7

*Rh(III)採取量:100 μg

討した結果を表3に示す。各種陽イオンはRh量10倍量共存させてその影響を調べたが、いずれも干渉は認められなかった。さらに陰イオンについて検討したが、塩化物イオン、硝酸イオン、過塩素酸イオン及び硫酸イオンが1000mgまで共存しても、全く影響なかった。

3.7 定量精度

本法における定量精度について調べた結果を表4に示した。Rh(III)量を任意の3段階一定量を取り、それぞれ10回繰り返し定量を行い、定量結果から母平均及び相対標準偏差を計算した。相対標準偏差はいずれも2%以内であり、かなり精度良く定量できた。

表3. 陽イオンの影響

陽イオン*	Rhの抽出量**/μg	回収率, %
K (I)	99.0	99.0
Ca (II)	98.7	98.7
Cu (II)	102.2	102.2
Pd (II)	98.8	98.8
Au (III)	100.1	100.1
Ce (IV)	100.6	100.6
Pt (IV)	99.1	99.1

*陽イオン添加量: 1 mg.

**Rh (III) 採取量: 100 μg

表4. ロジウム量の定量精度

Rh(III)採取量/μg	平均値/μg	相対標準偏差, %
25.0	24.8	1.97
50.0	49.9	1.72
100.0	49.5	1.52

3.8 アルミナを担体とする触媒中のRhの定量

試料0.5gをアルミナするつばに精ひょうし、江藤ら³⁾の方法により、過酸化ナトリウム5gを加え、電気炉中で600°Cで1時間加熱し、温度を800°Cにあげ30分加熱する。冷却後、アルミナするつばをテフロンピーカーに移し、純水60ml、塩酸40mlを加えて可溶性塩類を加熱溶解する。冷却後、アルミナするつばを取り出し、純水で洗浄する。更にフッ化水素酸20ml、過塩素酸10mlを加えて加熱し、乾固する。放冷後、塩酸(1+1)20ml及び純水20mlを加えて加熱溶解し、100mlとする。この溶液5~20mlをとり、10w/v%クエン酸ニアンモニウム溶液10mlを加え、アンモニア水(1+1)を用いてpHを8.5に調整する。この溶液を100mlスキープ型分液ロートに移し、1w/v%K₂BuX10mlを加えて混合し、キシレン10.0mlを加えて5分間振り混ぜて予備抽出を行い、Ni(II)を除去する。水相を共栓付三角フラスコに移し、3.1の抽出操作に従ってRh(III)をキシレン相に抽出した。キシレン相を直接ICP-AES装置に噴霧して発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線よりRh量を求めた。結果を表5に示したが、触媒の参考値と定量値はよく一致しており、十分適用できるものと考えられる。

なおRh濃度0、1、5、10 μg/cm³について検量線

表5. 触媒中のロジウム量の定量

試料	参考値/μg g ⁻¹	定量値/μg g ⁻¹
A	280	275±8
B	545	551±12
C	923	917±18

n=5

を作成したところ、相関係数は0.9999であり、バックグラウンドの標準偏差の3倍の強度を示すの濃度として算出した検出下限は19ngcm⁻³(n=10)であった。

最後に、分析用試料としてアルミナを担体とするPt-Rh触媒を提供していただいたエヌ・イー ケムキャット株式会社川崎研究所に感謝の意を表す。なおこの試料は、同研究所が標準試料として作成したものである。

4. 結 言

触媒中の微量ロジウム量の定量法について検討した結果、次のことが判明した。

- 1) Rh-Xan錯体は温度依存性が認められたが、70°C温浴中で15分以上加熱すると一定の抽出率を示した。
- 2) 抽出におけるpHは、7.8~9.0で最大一定の発光強度を示し、抽出試薬はKHeXが最適であり、このときの添加量は0.04mol以上必要であった。
- 3) 本法により、触媒中の微量ロジウム量の定量が可能になり、触媒の評価法の一部が確立した。

文 献

- 1) R.B.Wilson, W.D.Jacobs: Anal. Chem., **33**, 1654 (1961).
- 2) R.Lockyer, G.E.Hamers: Analyst, **84**, 385 (1959).
- 3) 江藤元則, 徳森尚志: 分析化学, **35**, T39 (1986).
- 4) 江藤元則, 色川 宏: 分析化学, **35**, 849 (1986.)
- 5) S.J.Al-Bazl, A.Chow: Anal. Chem., **53**, 1073 (1981).
- 6) A.Diamantatos: Anal. Chim. Acta, **131**, 53 (1981).
- 7) 渡部英雄, 相原将人, 木ト光夫: 分析化学, **37**, 180, (1988).
- 8) 渡部英雄, 相原将人, 木ト光夫: Chem. Express, **4**, 575 (1989).

イオンプレーティングによる炭窒化チタン被膜の作成とその性質

梶岡 秀, 樋口浩一, 川下安司*

Synthesis of Ti(C,N) Films by Ion Plating and Their Characteristics

KAJIOKA Hidesi, HIGUCHI Kouichi, and KAWASIMO Yasuosi

Recently, Ti(C,N) films have drawn interest because of the fact that they are harder than TiN films and have a color different from the golden color of the latter. However, there are few reports on Ti(C,N) films. Therefore, we investigated the deposition parameters and the characteristics of Ti(C,N) films by ion plating. We found that when the total pressure was kept 2×10^{-4} Torr, the carbon concentration of films was proportional to the partial pressure of acetylene gas $P(C_2H_2)/P(C_2H_2) + P(N_2)$, while nitrogen concentration of films was proportional to the partial pressure of nitrogen. On the other hand, titanium concentration was about 50 at.% in all films. All films were (111) preferred orientation and lattice parameters increased according to increase of carbon concentration of films. The top surface photographs of films by scanning electron microscopy (SEM) showed very smooth surfaces in every case.

1. 緒 言

近年、炭窒化チタン被膜は窒化チタンより硬いこと、また窒化チタンの金色とは異なった色を有するりことから興味を持たれている。しかしこれら被膜に関する情報は限られている。そこで今回は、初めに量産型イオンプレーティング装置を用いて炭窒化チタン被膜の成膜条件を検討した。次にこれらの被膜について、化学組成分析と被膜特性を評価したので報告する。

2. 実験方法

2.1 イオンプレーティング装置と成膜条件

イオンプレーティング装置には神港精機株式会社(AIH-16110SB型 量産用)を用いた。この装置の外観を写真1に示す。またこの装置における蒸発源と基板の位置関係を図1に示す。基板は常に蒸発源の方に向けて公転(1 rpm)させた。基板は市販の鏡面仕上げしたSUS304板を用いた。

成膜条件を表1にまとめて示す。成膜前にアルゴンガスを導入して基板電圧 -600 Vで約10分間ボンバードし基板表面をクリーニングした。その後密着性を良くするため成膜初期3分間は高真空中でチタンのイオンプレーティングをして、その後反応ガスを導入し成膜した。反応ガス(アセチレン及び窒素)はマスフローコントローラーで流量制御した。

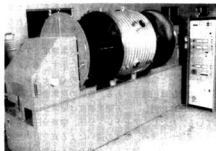


写真1. イオンプレーティング装置

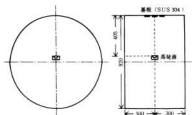


図1. 蒸発源と基板の位置関係

* 神港精機株式会社

表1. イオンブレーティング成膜条件

イオン化電極電圧	40V
イオン化電極電流	70A
基板電圧	-500V
全圧	2×10^{-4} Torr
流量比(C ₂ H ₄ /N ₂)	0/100, 25/75, 50/50
	75/25, 100/0
成膜時間	30min
基板温度	430-490°C

基板温度は、焼き入れた炭素工具鋼(SK5)の硬さの低下から求めた。⁹⁾

2.2 被膜の評価法

組成分析にはEPMA(島津製作所製EPM-810Q)を用い、測定条件を表2に示す。チタンについては標準試料として純チタン(99.5%以上)を用い、濃度は純チタンの強度に対する比から求めた。炭素および窒素の検量線用試料としては濃度既知の炭化チタン、炭酸化チタン、窒化チタンの各粉末(日本新金属製)をホットプレス成形したものをを用いた。長時間電子ビームを照射すると炭素が表面に堆積してくるためカウント法で求めた。また、N(K α)はTi(L α)と重なりピークシフトが見られるのでスペクトルを記録して面積法で求めた。なお、膜厚測定は蛍光X線法で求めた。¹⁰⁾

表2. EPMAの測定条件

加速電圧	10kV
入射電流	200nA
電子プローブ径	100 μ m
X線強度の求め方	
Ti (K α)	カウント法
C (K α)	カウント法
N (K α)	面積法

3. 実験結果と考察

3.1 組成分析

各被膜中のチタン、窒素、炭素の分析結果を表3に示す。なお、すべての被膜厚は1.5~2.0 μ mであった。成膜中基板は公転しているので、蒸発源の上部に位置する場合は成膜速度は大きい、下部に位置するときにはほとんど成膜せず、成膜速度は一定でない。

表3. 炭酸化チタン被膜の化学組成

被膜の記号	重量比 (原子%)			合計
	Ti	C	N	
C0/N100	76.7	0.0	22.2	98.6
	(51.5)	(0.0)	(48.5)	
C25/N75	76.8	4.6	16.4	97.8
	(52.0)	(11.9)	(36.2)	
C50/N50	78.9	9.4	12.3	100.6
	(50.6)	(23.1)	(25.9)	
C75/N25	78.1	16.2	5.0	99.3
	(49.9)	(39.6)	(10.5)	
C100/N0	77.8	19.6	1.2	98.6
	(49.7)	(47.8)	(2.6)	

表中の被膜の記号、例えばC50/N50はアセチレン/窒素の流量比が50/50に対応している。その他の被膜の記号についても同様である。得られた各元素の濃度の合計はいずれの被膜も約100wt.%で分析精度としては十分であると考えられる。ただし導入ガス中に窒素が含まれないにもかかわらずC100/N0被膜で窒素は1.2%を示している。これはN(K α)はTi(L α)と重なり特に窒素濃度が低いときには検量線の勾配が小さくなり読み取り誤差が大きくなるためと考えられる。またいずれの被膜でも、検出されるFe(K α)強度は基板からのFe(K α)強度の1%以下であり、組成分析における下地の影響は無いと考えられる。被膜中のチタン濃度は50~52at.%で残りが炭素および窒素である。このため被膜中の炭素、窒素はチタンと反応し未反応の炭素、窒素は殆ど含まれていないと考えられる。また酸素についても分析したがO(K α)ピークは認められなかった。

次に表3に示した被膜中の窒素、炭素濃度とアセチレン分圧とを関係づけたものを図2に示す。導入ガスはアセチレンと窒素の二元系であるのでアセチレン分圧と窒素分圧は相補性がある。被膜の炭素濃度はアセチレン分圧に比例し、一方窒素濃度は窒素分圧に比例している。ただし、アセチレン分圧、窒素分圧は各々のガス流量から求め、ガスの違いによる真空計の感度補正¹¹⁾はしていない。補正をした場合でも大勢に影響はなくアセチレン分圧、窒素分圧は大きく変わらないのでその影響は無視した。

ENOMOTOらの導入ガスにエチレンと窒素を用いた筋起ARE法による炭酸化チタン成膜では、窒素分圧より被膜の窒素濃度は低い傾向を示すと報告している¹²⁾。

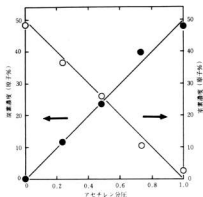


図2. アセチレン分圧と被膜の炭素、窒素濃度の関係

しかし、我々の成膜条件では上述の様に炭素、窒素ともアセチレン、窒素分圧に比例した。すなわちチタンとアセチレン、チタンと窒素との反応確率はほぼ等しいと考えられ、アセチレン分圧、窒素分圧を制御することで炭窒化チタン被膜の組成を制御できることが分かった。

3.2 X線回折

各被膜のX線回折図形を図3に示す。各被膜とも(111)面が主ピークである。炭化チタン、窒化チタン被膜の(111)面のピーク強度は大きい。炭窒化チタンでは強度が大幅に減少した。また炭化チタン、窒化チタン単独では(220)面は見られないが、炭窒化チタンでは(220)面が見られる。このことは配向性が弱くなっていることを示している。また(111)面のピークの半幅は炭化チタンに比べ炭窒化チタンは約2倍(0.43から0.88)に広がった。炭窒化チタンになると結晶子が小さくなっているか、または歪が大きくなっているか、その両方が起きていると示唆される。各試料の(111)面のピークから求めた格子定数とアセチレン分圧との関係を図4に示す。炭窒化チタンでは炭化チタンと窒化チタンの回折線が分離せずアセチレン分圧に比例した。すなわち被膜の炭素濃度に比例して、格子定数は増加する傾向を示している。このことは炭窒化チタンは炭化チタンと窒化チタンが分離して存在しているのではなく固溶状態であると考えられる。

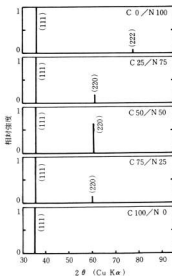


図3. 被膜のX線回折図形

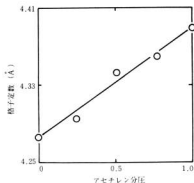


図4. 被膜の格子定数とアセチレン分圧の関係

3.3 表面形態

写真2に成膜したイオンプレーティング被膜表面のSEM写真を示す。いずれの被膜も緻密であり、各被膜間に大きな差異は認められない。

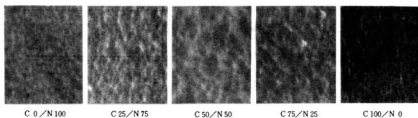


写真2. 被膜表面のSEM写真

1 μ

4. 結 言

量産型イオンプレーティング装置を用いて炭窒化チタン複合被膜の作製条件を検討した。これらの被膜中のチタンは約50at.%であり、炭素、窒素濃度は各々アセチレン分圧、窒素分圧に比例していた。このことから導入ガス圧比を制御することで、窒化チタンから炭化チタンまで任意の比率の炭窒化チタン被膜を作製できることが分かった。また、X線回折結果より全ての被膜の優先配向は(111)面であり、炭窒化チタンでは炭化チタンと窒化チタンの固溶状態であることがわかった。なお、被膜は平坦かつ緻密な被膜が得られた。

文 献

- 1) LAOKI, R.FUKUTOME and Y.ENOMOTO : Thin Solid Films, **130**, 253-260, (1985)
- 2) Y.ENOMOTO, K.YAMANAKA : Thin Solid Films, **86**, L201-L203, (1981)
- 3) H.M.Gabriel and K.H.Kloos : Thin Solid Films **118**, 243-254, (1984)
- 4) 梶岡秀, 丸下清志, 尾辻康博, 川下安司 : 西部工業技術センター報告 No. **32** 54 (1989)
- 5) 梶岡秀, 丸下清志, 尾辻康博, 川下安司 : 西部工業技術センター報告 No. **31** 36 (1988)
- 6) 中山勝矢 : Q&A真空50問 共立出版(1982), 168

Cor
Cor

Th
UDC
meth
fiber

複
織維
ッド
対象
剪断
ス樹
であ
もね
って
価が
NOT
特殊
性試
ラミ
なっ
有効性

2.1
EN
フィル
モート
しての
とする
片構造

複合試験片によるENFTP層間破壊じん性試験

好満芳邦, 土取 功, 下原伊智朗, 大橋俊彦

Complex ENFTP Testing to Evaluate Interlaminar Fracture Behavior in Composites

YOSHIMITSU Yoshikuni, TSUCHITORI Isao, SHIMOHARA Ichiro, and OHASHI Toshihiko

The ENFTP testing for interlaminar fracture toughness is the most useful test method to evaluate interlaminar toughness of UDCF laminates. In this report, complex ENFTP inserted laminate between top and bottom stiff layers was presented for a new method to evaluate interlaminar cracking behavior on various composites, and showed high sensitivity for G_{IC} to various fibrous composition and matrix resin systems.

1. 緒 言

複合材料、特にFRPの高性能化という視点から炭素繊維・アラミド繊維、あるいは他の繊維とのハイブリッド化の検討を行なう際に層間特性が大変重要な評価対象となる。現在まではショートビーム法による層間剪断強度が多く用いられてきた。筆者らもマトリックス樹脂の改質等で評価に用いてきた。¹⁾大変簡易な方法であるが、試料の剛性面の影響があることと、必ずしもねらった層間の特性を表すとはかぎらない側面も持っている。そこで、簡便であって、ねらった層間の評価が確実に行なえる、剛性補強型複合ENFTP (END NOTCHED FLEXURE TEST PIECE) と名づける特殊な試験片を作成して、三点曲げMODE II破壊じん性試験により、炭素繊維(CF)、ガラス繊維(GF)、アラミド繊維(AF)等各種繊維層間破壊挙動の評価を行なって、マトリックス樹脂評価のための手法としての有効性を検討した。

2. 実験方法

2.1 剛性補強型ENFTP複合試験片

ENFTP三点曲げ試験は、試験片端部層間にテフロンフィルム等を配置して、そこに初期クラックを与えてモードII層間じん性を評価する手法である。²⁾ビームとしての剛性が必要であるため、図1に示すように対象とする層間の両側にUDCFの剛性保持層を構成する試験片構造を採用した。積層板は表1の基材を用いて、一

方向炭素繊維(UDCF)エポキシプリプレグおよびUDCF、一方向アラミド繊維(UDAF)、ガラス繊維チョップドストランドマット(GFCSM:以FMと略記)の各種構成について、ビニルエステル(VE)樹脂、CF/Mの場合については不飽和ポリエステル(UP)樹脂およびVEのスチレンの一部を2-hydroxyethyl-methacrylate (HEMA) で置換した3元共重合型樹脂(VE-HEMA)の3種類の樹脂系を用いてウェット積層物を作成したのち3mmのスペーサーを介して、圧力:10kgf/cm²、温度:130(EP)、120(VE)℃、時間:1hrの成形条件で熱間プレス成形した。評価すべき層間を試料の中間に確実に配置するために、層間構成によって、上下補強層(UDCF)の積層数を予備試験での各積層厚さから単純計算により調整した。テフロンフィルムは20μm厚さを用いた。試験片寸法は、25mmB×140mmL×2.9~3.5mm、テフロンによる剥離距離は40mmである。

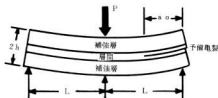


図1. 剛性補強型複合ENFTP試験片とモードII層間じん性試験

表1. 剛性補強型複合ENFTP作製用材料

区分	材 料	商品名
繊維基材	UDCF prepreg	TR340206S
	UDCF cloth	PYROFIL#4190
	UDAF cloth	ADHE K200
	GFCSM	FEM#450
樹脂	EP for prepreg	(GP grade)
	unsaturated polyester	IS-595
	epoxy acrylate (VE)	IS-680I
	modified VE (VE-HEMA)	(non trading)
触媒	[mid. temp. cure type]	PERCURE-0

2.2 層間破壊じん性試験

層間破壊じん性試験にはモードI(開口型), II(縦せん断型), およびIII(横せん断型)がある。モードIIは簡便な手法であるが、モードIと異なって、亀裂進展と関連づけるために特殊な治具が必要となる。

影山は層間のずれ変位と荷重変化を対応させる方法を新式ゲージとともに提案している。²⁾しかし単に亀裂開始点の層間破壊じん性を比較する場合は特に治具等は不要である。詳細な事項については、優れた文献に譲る。³⁾ここでは、亀裂成長開始点の破壊じん性について検討した。G_{ic}の値は簡便な式(1)から求めた。コンプライアンスCについては、PIにおける実測コンプライアンスを採用した。

$$G_{ic} = \frac{9a_0 \delta^2 P_i^2 C}{2B(2L^2 + 3a_0^2)} \quad (1)$$

ここに、

- G_{ic} : モードII層間破壊じん性 (J/m²)
 P_i : 初期限界荷重 (N)
 C : P_i 実測コンプライアンス (m/N)
 a₀ : 初期亀裂長さ (m)
 B : 試験片幅 (m)
 h : 試験片厚さの1/2 (m)
 L : 荷重点から支点迄の距離 (m)

2.3 亀裂成長領域の破面観察

初期亀裂を含めた層間破壊挙動を示す亀裂成長領域は、光学顕微鏡観察および走査型電子顕微鏡観察により行なった。試験片のエッジワイズでの予備亀裂および亀裂成長領域の進展様相は、そのまま、層間破壊挙動のマクロな状況を知るうえで重要である。特に、対

象とする層間を亀裂が進展しているかどうかを確認するだけでなく、繊維界面の破壊あるいは繊維の切断等の現象を把握する必要がある。この観察の後、予備亀裂領域および亀裂成長領域を含める形で試験片を切断して走査型電子顕微鏡用の試料を作成して蒸着後破面の観察を行なった。

3. 実験結果と考察

3.1 各種繊維基材層間の破壊挙動

ENFTP曲げ試験による層間亀裂成長の実態を光学顕微鏡により断面観察した結果を写真1に示す。それぞれの層間において亀裂成長は確実に発生しているが、層間の樹脂層中を亀裂が貫通しているCFプリプレグを除くと、繊維界面に滑りこんだ亀裂、初期亀裂から偏った層への潜入などさまざまである。

1) UDCF層間EPプリプレグの場合は予備亀裂がそのまま成長する。ウェット積層したVEマトリックスの場合も亀裂はそのまま成長するが、毛羽立ちが認められ、CFの切断を伴っている可能性がある。

2) UDAF層間 (VEウェット積層)

予備亀裂が成長しているように見えるが、繊維の色調と相俟って大変観察しにくい対象である。試料によっては、予備亀裂先端からいきなり貫層方向に転移した亀裂成長等不安定な挙動を認めた。

3) GFCSM層間 (VEウェット積層)

層間の樹脂層が明瞭でないため、亀裂が成長しにくい層間であることを認めた。ランダムな亀裂成長を示すジグザクな様相を呈している。

4) UDCF/UDAF層間 (VEウェット積層)

2)と同じ理由で亀裂領域が大変観察しにくい。試験片全てに共通している点は、AF層に亀裂が成長しており予備亀裂の段階で層間から外れていることが予想される。

5) UDAF/GFCSM層間 (VEウェット積層)

4)と同様にAF層内に亀裂が認められる。

6) UDCF/GFCSM層間 (ウェット積層)

ここでは、実用的な観点から、ハイブリッドCFRP用マトリックス樹脂として以前に検討した典型的な樹脂系を用いてマトリックス樹脂の化学的組成と層間破壊挙動について検討した。GFRP用汎用タイプの0-UPの場合はCF層内に亀裂が進展している。ハイブリッドCFRPに有望とされているエビビス系ビニルエステル樹脂(エポキシアクリレート)の場合は層間近傍に亀裂が進展しているが、CF層内である。2-hydroxy ethyl

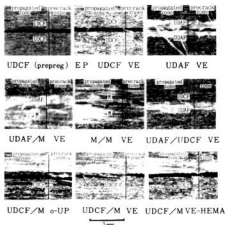


写真1. ENFTPの層間亀裂成長領域断面の光学顕微鏡観察

methacrylate (HEMA) 配合の三元共重合体の場合は、亀裂は確実に層間を進展している様子が認められた。つまり、UDCF複合層の固着性を高めた効果によるものと考えられる。

3.2 各種層間の層間破壊じん性値 (G_{ic})

図2に各種層間における亀裂成長開始点における破壊じん性値 G_{ic} の値および実測コンプライアンス C のプロットを示す。結果だけから見ると、バラツキも比較的小さく、層間の違いに敏感であることが認められる。さらに、補強層に鋼板を用いた試験片についてもオールプリプレグの結果とよく一致しており、剛性補強型複合試験片の適用の可能性を認めた。UDCFにおいて、プリプレグ (EP) とウエット積層 (VE) 品との差が大きいが、これはマトリクス特性と繊維基材の違い、つまり、縦糸CFを固定するために5mm間隔で配置されている、横糸としての細番手のナイロン糸の有無、さらに成形手法から来る含浸性および樹脂層厚さ等によるものと考えられる。M/Mの層間じん性はかなり高いが、これは亀裂成長が層間を貫通しないためである。CF/Mハイブリッド層間に関してマトリクス樹脂を変更した場合、図3に示すように、o-UP、VE、三元共重合体 (VE-HEMA) の順に G_{ic} は向上することを認めた。樹脂系の化学的組成の違いをよく表わしている。光学顕微鏡による観察と重ねて考察すると、CF層の層内破壊および界面破壊を生じさせないマトリクス樹脂が層間じん性値を向上させることがうかがえて大変興味

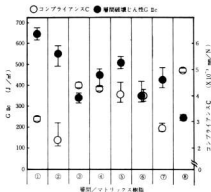


図2. 各種繊維層間における層間破壊じん性 G_{ic} およびコンプライアンス (C)

No.	補強層	層間	No.	補強層	層間
①	UDCF/EP	UDCF/EP	⑤	UDCF/VE	M/VE
②	STEEL	UDCF/EP	⑥	UDCF/VE	UDCF/AF
③	UDCF/VE	UDCF/VE	⑦	UDCF/VE	UDCF/M
④	UDCF/VE	UDCF/VE	⑧	UDCF/VE	UDCF/M

深い。

つまり、層間の樹脂層よりクラッキングを受け易い繊維層を固着して、かつ界面破壊を遅延させる性質を有するマトリクス樹脂がハイブリッド複合材料用マトリクス樹脂として最適であることを示している。

3.3 ENFTP試験後の破面観察

写真2にUDCFプリプレグの破面例を示す。(a)はモードIおよびモードIIの境界領域の低倍率観察、(b)は(a)中の白線内の拡大写真、(c)は対になったもう一方の破面の拡大写真である。亀裂進展に関してモードIは高い確率で層間マトリクス中を、モードIIでは繊維・樹脂界面を主として、それぞれ進展していることが認められる。この挙動がTPを引き裂がして目視観察した場合に色調の変化として明確に認められる理由である。モードIとモードIIの基本的な違いを示す典型的な例である。モードI領域は脆性的な引裂きによるタング破面が支配的である。(d)はモードII領域に典型的に認められる破面で繊維を介した剪断による引裂きモードで、繊維と繊維の隙間 (fiber slit) で引き抜かれる形でマトリクスが引張破断するために、繊維間隙に応じたサイズのタングが認められる。ここでは、UDCFRPに特有の破壊破面としての繊維スリットタング (fiber slit tongue) と名づける。VEを用いた

UDCF, UDCF/M (CF層内) でも同様の破面が認められる。UDCFのVEウェット積層の破面を写真3に示す。(a)はモードIおよびII領域(上~下)を撮影したものであるが明確な違いを認めない。繊維破断も随所に認められ、両モードとも層内破壊および界面破壊が著しいことをうかがわせている。(b)はモードII領域の拡大破面である。前述の繊維スリットタング破面と共存する破面であって、界面破壊が主体的であることを示している。AFにおける破面を写真4に示す。a)はモードIの典型的な破面、(b)は随所に見られるAF自身の縦割れをとらえたものである。CFおよびGFに見られないAFの特徴を示した例である。曲げ試験の比較的初期から割断もしくは亀裂音に似た音を発していた理由とも無関係ではない。この現象があるにもかかわらず層間じん性値は、同じVEマトリックスにおいて、UDCFより相対的に高い値を示している。一つの考え方として、縦割れにより破壊のエネルギを吸収もしくは分散させるという考え方もあるかもしれない。

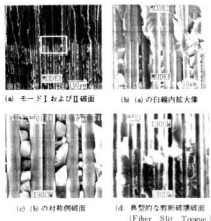


写真2. UDCF プリブレグ積層板ENFTPのモードIおよびII破面の走査電子顕微鏡観察

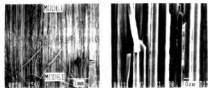


写真3. UDCF/VE積層板の層間破壊破面

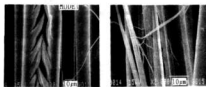


写真4. アラミド繊維層の典型的な破面

4. 結 言

複合材料の層間挙動を評価する目的で剛性補強型複合試験片を作成して、ENFTP層間破壊じん性試験を行った。亀裂成長開始点の破壊じん性値は繊維基材層間の構成およびマトリックス樹脂の違いを敏感に反映すること、また剛性補強型複合試験片によって、同一試験片寸法での、ENFTPモードII層間破壊じん性試験をハイブリッド層間評価への適用の可能性を認めた。各種繊維層間の亀裂進展様相は、繊維基材の形態、特にマトリックスの化学的組成によって大きく変わり、複合材料の層間特性がマトリックス系の特性に大きく支配されることを光学的観察および走査電子顕微鏡観察によって証明することが出来た。層間亀裂に関する破面のSEMではモードIとIIの違い、UDCFRPに特有な繊維スリットタング破面、アラミド繊維の縦割れ現象等多くの貴重な情報を得ることができた。剛性補強型複合試験片によるじん性評価手法は層間の亀裂進展の挙動評価には有効な手法であるが、特性値の信頼性に関してはまだまだ多くの検証が必要である。

文 献

- 1) 好漢芳邦, 大橋俊彦, 筒本隆博: 強化プラスチック, Vol.32, No.10, P7-11, 86
- 2) L. A. Carlsson, J. W. Gillespie, Jr. and R. B. Pipes: J. Comp. Mat., Vol. 20, No.11, P594-604, 86
- 3) 影山和郎: 複合材料の破壊じん性試験法, 日本複合材料学会講習会資料 (11'89), P9
- 4) 影山和郎, 柳澤 昇: 日本複合材料学会誌, Vol. 15, No.2, p23-29, '89
- 5) A. J. Russel, K. N. Street: ICCM-IV, Tokyo, P279-286, '82

エラストマー材料の高性能化に関する研究 (第1報) 水中浸漬による白化原因物質の評価方法について

大橋俊彦, 好満芳邦, 下原伊智朗, 渡部英雄

Study on Improvement of Durability of Elastomer (1st. Report) Evaluation of Blooming Phenomena of EPDM Rubber in Water

OHASHI Toshihiko, YOSHIMITSU Yoshikuni, SHIMOHARA Ichiro, and WATANABE Hideo

It was well known bloom out of EPDM rubber was accelerated in water. Therefore, we investigated the bloom in water. After immersing in water, surface of it and water were analyzed by XPS, FT-IR, SEM, HPLC, and AAS. Then it was found some of elements, such as Zn, S, and others were concentrated on the surface and dissolved in water. And therefore it showed degree of bloom could be evaluated by determination of those elements. But it was very difficult to know the origin of bloom and to keep off it.

1. 緒 言

EPDM (エチレン-プロピレン-ジエンゴム) はその優れた機械的特性と耐光性・耐オゾン性等の故に非常に広い分野で用いられている。しかしその一方で時間経過とともに配合剤や含有成分の一部が表面に移行する現象、いわゆる「ブルーム」によって表面が白化・変色するというトラブルが起こりやすく、その解決が製造メーカーにとって大きな技術的課題の一つとなっている。特に近年自動車をはじめ様々な製品に対する高級指向に伴って耐ブルーム性に対する要求も益々厳しくなり、従来の高温 (70~90℃) 雰囲気暴露による評価よりも更に厳しい水中浸漬による評価をユーザーが要求する例もあらわれてきている。このような厳しい試験に耐え得る材料を製造するためには、ブルーム物質、ブルームの機構、加硫条件の影響等についての知識が必要となってくる。そこで本研究ではこのような知識を得るために基礎的な検討として、ゴムの水中浸漬による成分の表面析出の評価、表面析出物と水中への溶出成分の定性・定量の方法について検討する。また実験によって得られたデータをもとに、ゴムの白化の原因を推定する方法について検討した。

2. 実験方法

S社から供与された発泡EPDM加硫ゴム (厚さ6mm) を3×4cmの大きさに切断し試料とする (重さ約3.5g)。用いた発泡ゴムの大まかな配合を表1に示す。

表1. 試料EPDMの配合処理

配合剤	配合量(phr)
生ゴム	100
硫黄	}
亜鉛	
ステアリン酸	
カーボンブラック	
プロセスオイル	
老化防止剤	
加硫促進剤	
発泡剤	131
発泡助剤	

* S社との約束により配合処理法は明らかにできない。

表2. 実験に用いた分析装置

分析装置	記号	メーカー・型式
赤外分光分析装置	IR	島津製作所機 FT-IR 4000
X線光電子分析装置	XPS	* ESCA 750
高速液体クロマトグラフ	HPLC	* LC-9A
走査電子顕微鏡	SEM	日本電子機 JSM-820
原子吸光分析装置	AAS	日本ジャーレルアッシュ社 AA-8500

この試料を蒸留水 100 ml 中に浸漬して 40℃ で数日～数十日間放置し、取り出して水洗後風乾し、更に常温で 1 週間真空乾燥した表面、および浸漬中の溶存物質を表 2 に示す各種の分析装置によって評価することを試みた。

3. 実験結果と考察

浸漬後のゴムの表面は、まず XPS によって元素分析を行った。図 1 に浸漬前と 30 日間浸漬後の試料のワイドスキャンスペクトルを示す。この方法による分析深さは数 Å 程度である。浸漬前と比べると浸漬後には C と N のピークが小さくなり、Zn、O、S のピークが大きくなっている。XPS スペクトルのピーク面積比には定量性があるので、これによってゴムの数 Å 程度の表面の元素組成を評価できる可能性がある。

同じ試料について IR を用いて ATR 法 (入射角 45°、IRE の材質は Ge) によって得たスペクトルを、図 2

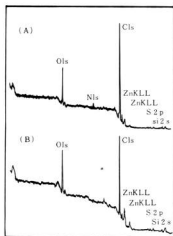


図1. 浸漬前 (A) と浸漬後 (B) の EPDM の XPS ワイドスキャンスペクトル

に示す。この方法によって分析される表面深さは 1 ~ 2 μm である。浸漬前の試料については生ゴム成分に由来する鎖状炭化水素に特徴的なピーク ($R_1 \sim R_4$) と配合成分の反応によって生成したと考えられるステアリン酸亜鉛^{2,3)} ピーク (S_1, S_2) が現われている。これに対して浸漬後の試料ではそれらのピークの強度は低下し別の成分に由来するピーク ($X_1 \sim X_4$) がそれらに重なって現れてきている。これらのピークが白化原因物質によるものと考えられるが、各配合成分単独のスペクトルのいずれとも一致しなかった。このことから配合成分そのものがブルームするのではなく、加硫工程中、保存中、あるいは水中浸漬中に何らかの化学変化によって生じた物質がブルームしてくるものと考

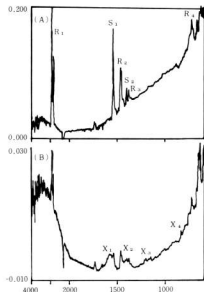


図2. 浸漬前 (A) と浸漬後 (B) の EPDM の ATR による IR スペクトル

えられる⁴⁾。実際、硫黄も低配合であり加硫促進剤もブルーム限界の文献値¹⁾よりもかなり少量を混合して用いており、水中浸漬という厳しい条件ではあってもこれからの配合剤そのもののブルームは考えにくい。通常亜鉛華を配合した場合配合剤は亜鉛の錯体あるいは塩に変化して存在しやすいこと、XPSでは亜鉛が増加しているにもかかわらずIRではステアリン酸亜鉛のピーク強度は低下していることから、白化原因物質は配合成分が変化して生じた亜鉛化合物ではないかと推定される。

浸漬前と浸漬後のゴム表面のSEM像を写真1に示す。浸漬前のゴムにも表面に何か存在しているが、これが外部から付着したものか内部から析出したものかは判断としない。しかし浸漬後の表面と比べると水中浸漬による白化原因物質とは異なるように思われる。また浸漬後の表面を詳細に眺めると粒状の物質と葉状の物質の2種類があるように思われる。これらが同一の成分であるか否か、ちがうならば白化原因はどちらか、その物質が何であるかは今後の検討課題であるが、少なくとも表面を経時的に観察することによりブルームの機構についての知見が得られるものと考えられる。

次に浸漬液中に溶出した成分についての分析を行っ

た。30日間の浸漬では溶出成分の全濃度は10ppm程度であり蒸発乾固等による重量測定はかなり難しい。また数種類の成分が混在している可能性が高い。そこで液体クロマトグラフ分析を行った。測定条件及び結果を図3に示す。分離条件等の検討が十分なされていないので、はっきりしたことは言えないが、浸漬液のクロマトグラムを溶離液のみのものと比べると少くとも3つ以上の成分が存在することがわかる。これらのピークがどの物質に対応するかがわかれば、それを用いて検量線をつくることにより完全な定量が可能であるが、現在はまだそこまで行っていない。しかし測定条件が同一であればピーク強度は成分濃度に比例するので、各浸漬時間ごとのピーク強度をはかることにより成分の溶出の傾向をモニタすることができる。

また定性分析により浸漬液中に元素としてZn、S、Si等が存在することがわかった。これらの元素の濃度をAAS等によって測定することによっても成分の溶出の程度をモニタできると考えられる。

これまでの結果より各種分析方法を用いて白化現象の進行の状況を評価できることがわかった。その一例としてXPSによって求めたZnとSの表面濃度と浸漬時間の関係を、図4に示す。これによるとZn、Sと

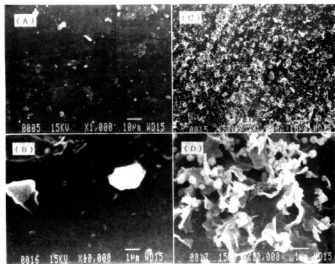


写真1. 浸漬前 (A)、(B) と浸漬後 (C)、(D) のEDDM表面の電子顕微鏡写真

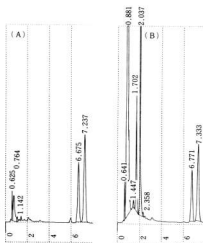


図3. 溶離液のみの場合(A)と浸漬液(30日)を注入した場合のクロマトグラム
カラム: ODS, カラム温度: 40°C, 注入量 20ml
溶離液: アセトニトリル/水=20/80
検出器: UV (250nm)

もに1000時間程度で飽和している。XPSの分析深さは数Å程度であるので本実験の場合、これらの値は表面被覆率というべきであって厚さ方向への析出成分の影響は含まれていない。従ってブルームの進行の程度とは正確には一致しないが、白化の程度はある程度の厚み以上であれば厚みにはよらないと思われるので、白化の程度を表す尺度としては十分利用できると思われる。もしもブルームの進行そのものをとらえるにはもっと分析深さの深い方法(例えばEPMA)を用いるべきかもしれない。また浸漬液中の成分濃度を測定するAASやHPLCはXPSのような測定原理自体に依存する飽和の因子は無いので、その定量値は白化度よりもむしろブルームの進行度に対応していると考えられる。しかしいずれにしても実際の研究に当っては浸漬時間は最大1500時間(約2ヶ月)くらいで十分であろう。

このように水中浸漬後のゴム表面と浸漬液を各種分析法によって分析することにより白化度、ブルームの進行度を評価できることがわかった。今後はこれらの結果をもとに各種配合・条件の下での白化度・ブルームの進行を評価することによってデータを集積し、ブルームの原因を解明することによってその防止対策を確立する予定である。

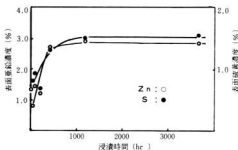


図4. XPSで測定したPDM表面のZnとSの濃度の浸漬時間による変化

4. 結 言

発泡EPDMの水中浸漬による白化現象について、各種分析法を用いた評価法を検討し、次のような成果を得た。

- 1) ゴムの表面には各種の元素が存在するが、ZnとSが白化の進行に伴って表面に濃縮してくる。それは化合物としては配合剤の化学変化によって生じたZn化合物であるらしい。
- 2) 浸漬液中には少くとも3種以上の化合物が存在し、元素としてはZnとSが存在している。
- 3) Zn等を各種分析法で定量することにより白化やブルームの進行の度合を評価できる。従って各種配合や条件によるブルームへの影響を評価することが可能となり、そのようなデータをもとにブルームの原因を解明し防止対策をたてることが可能となる。

最後にあたり、液体クロマトグラフィーの測定に御協力いただきました日新精器株式会社の北村氏、大木氏、立道氏に感謝いたします。

文 献

- 1) 占部誠亮: ポリマーダイジェスト
vol. 36, No. 8, P. 90-91, '84
- 2) * : *
vol. 37, No. 12, P. 88-89, '85
- 3) * : *
vol. 36, No. 12, P. 80, '84
- 4) * : *
vol. 37, No. 11, P. 81-90, '85

かき殻の有効利用に関する研究 (第2報)
かき殻を利用した回転円板用接触板の試作

丸下清志, 世良時夫, 中塩武之, 関 守雄, 藤本宗之

A Study on the Rotating Biological Contactor Used Oyster Shell

MARUSHITA Kiyoshi, SERA Tokio, NAKASHIO Takeyuki, SERI Morio, and FUJIMOTO Muneyuki

Plastic media are widely used the biological treatment of organic waste water. We are carried on the Rotating Biological Contactor sprayed Oyster Shell. The results are as follows:

- (1) Sticking biomass on the contactor sprayed oyster shell were more than the PVC contactor.
- (2) Contactor sprayed oyster shell were able to shorten the induction period and the retention time.
- (3) Contactor sprayed oyster shell were availed as the stable rotating biological contactor for the removal of COD.

1. 結 言

回転円板接触法は、排水中の有機物を回転円板の表面に繁殖させた付着生物(微生物絨膜)、生物学的浄化作用により除去する方法である。活性汚泥法に比較して、MLSSやDO等の調整が不要なことから、安価な設備費と運転管理が容易となるため、比較的小規模な生活排水や工場排水の処理システムとして注目されている。

プラスチックは回転円板(微生物保持体)として広く使用されるが、高濃度のBOD排水や生物分解速度が速い排水の場合には、微生物の増殖速度が速く付着活性力も高いため、特に問題はない。しかしながら、低濃度のBOD排水や生物分解速度の遅い化学工業の排水では、プラスチック回転円板への付着活性力が弱いことから、安定した効率的浄化を困難とし、プラントのスタート期間が遅くなる等の問題がある。

本研究は、当果から多量に排出する「かき殻」の有効利用研究の一環となすもので、微生物保持体として優れた性質を示すかき殻を活用¹⁾して上記、問題の改善を目的とし、プラスチックとかき殻の組み合わせによる回転円板を試作。プラスチックの代表として硬質塩化ビニール(PVC)回転円板を対象、回転円板接触法により水質浄化性能の検討を行った。

2. 実験方法

2.1 かき殻の性状

かき殻は、飼・肥料として市販されているかき殻碎片(海中貯蔵・焼成・破砕・篩分)を入手し、水洗して塩分と微粉を除去後、所定の粒度に篩分けたものを実験に供した。かき殻碎片の化学組成を表1に示す。

かき殻破断面の微細構造は、写真1のSEMにより観察した一例が示すように、多数の空槽の見られることが特徴の一つである。かき殻には微量元素としてMg, Na, K等と、硬タンパク質からなる有機基質(コンキオリン)が数%含有され、主成分である炭酸カルシウムはX線回折法による同定の結果、殆どがカルサイト型炭

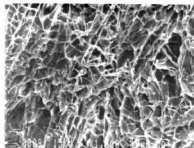


写真1. かき殻破断面のSEM写真 10 μ m

表1. かき殻碎片の化学組成(%)

CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	P ₂ O ₅	CO ₂	有機物
53.5	0.57	0.67	0.01	痕跡	0.27	0.01	0.30	0.10	42.2	2.15

酸カルシウムの結晶で構成されている。

2.2 回転円板の作製方法

回転円板(直径200mm)は、厚さ3mmのPVC板(対象板)とかき殻を付与した成形切断板A及びB、溶射板、散布板の5種類を作製した。

回転円板の作製条件を表2に示す。成形切断板はかき殻と不飽和ポリエステル樹脂(UP)を混合し円柱状に成形後、厚さ5mmの円板に切断加工を行った。溶射板はFRPの基板上にポリエチレン(PE)粉末を下地として溶射後、表面にかき殻粉末を溶射。散布板はFRPの基板上にUPを塗布後、かき殻砕片を散布して固定した。

表2. 回転円板の種類と配合

	成形板A	成形板B	散布板	溶射板
FRP板	—	—	57(5mm)	57(3mm)
EPoxy(5595)	100部	100部	0.8kg/m ²	—
硬化剤(CI-3)	0.5部	0.5部	4.0g/m ²	—
カキ殻繊維	10部	10部	—	—
かき殻砕片(10mm)	91.9部	60部	1.2kg/m ²	—
かき殻粉末(14/100)	—	90部	—	—
かき殻粉末(35/100)	—	—	—	表面
EPoxy溶射用粉末	—	—	—	下地

2.3 回分処理試験

実験装置を図1に示す。

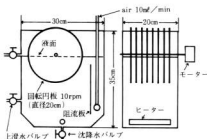


図1. 実験装置

生物膜法の培養は、図2の、定温(25℃)に保持した反応槽(15ℓ)へ回転円板を配置、実験開始時に50ppmとなるよう種汚泥(下水汚泥)を加え、基質(グルコース・ポリペプトン等量混合液)にリン酸二カリを配合、BOD(COD):N:P=100(75):12:5をBOD(COD)3.5g(2.6g)/m²/日の面積負荷となるよう添加、水量負荷(30ℓ/m²/日)、回転速度(10rpm)、空気を(10mℓ/min)送入しながら23時間運転後、30分間静置した反応槽から沈降水5ℓを残し上澄水10ℓ、

1週間経過毎に全量(15ℓ)を排出、槽液を交換する24時間間隔の回分方式による。

3. 実験結果と考察

3.1 生物付着試験

各円板の単位面積当り生物付着量(生物膜量)は、回転円板10枚(5種類×2枚)を反応槽へ配置し、23時間運転後、回転円板を装置から取り外し、30分間放置(風乾)後の湿重量を秤量した。

生物被膜培養による、回転円板への生物付着量の経日変化は、図2に示すように、何れの試作板もPVC板に比べて多いことが明らかである。生物付着量は円板の形状に左右されるが、PVC板と同様に平板状の成形板A及びB・溶射板においても生物付着量が多く、かき殻付与の効果が認められた。

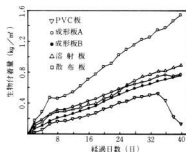


図2. 回転円板の生物付着試験結果

表3. 試作回転円板の吸水量

PVC板	成形板A	成形板B	散布板	溶射板
0 (g/m ²)	42.0 (g/m ²)	21.3 (g/m ²)	197 (g/m ²)	21.2 (g/m ²)

かき殻は、写真1に見られる微細な空隙による吸水性を示し、試作回転円板について測定した、吸水量の測定結果を表3に示す。円板の生物膜量は、円板の吸水量の多少と対応の傾向がみられ、造礁サンゴの生物付着量と吸水率の関係を検討した宮城氏等¹⁾の研究結果と一致する。これらのことから、かき殻は、含有する微量元素やコンキオリン等と微細な空隙の存在が、微生物の生存・増殖に好ましい環境を作りだすものと考えられる。

3.2 水質浄化試験

かき殻を付与した試作板から、生物付着量の最大で

表4. 回転円板曝気法による回分処理実験の結果-1

※: BOD面積負荷 3.5g/m²・日 (COD 120ppm, COD 90ppm, T-N 14ppm, T-P 6.1ppm)

上段: 運転開始経日 下段: BOD面積負荷	COD 経時変化 (ppm)				上 遣 水 (23 hr 処理水)							沈 降 水 S.V.I. MLSS (ppm)	微生物 付着量 (g/m ²)	
	2 hr	4 hr	6 hr	23 hr	pH (ppm)	SS (ppm)	BOD (ppm)	T-N (ppm)	T-P (ppm)	DO (ppm)	透視度 (cm)			
1週目(3/27) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	35	14	11	12	7.6	2.7	3.8	5.52	3.3	7.4	>50	110	360	450
2週目(4/3) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	40	24	16	13	7.5	4.9	10	7.20	3.3	7.6	40	150	690	130
3週目(4/10) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	32	12	9.5	9.3	7.6	5.7	5.6	8.88	4.1	7.2	39	50	200	570
4週目(4/17) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	40	20	13	13	7.5	7.0	9.3	6.48	4.4	7.1	29	130	390	270
5週目(4/24) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	20	7	5.3	8.2	7.5	1.0	2.0	5.28	2.2	7.5	40	100	200	680
6週目(5/1) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	50	23	11	8.5	7.4	7.1	5.3	4.80	2.6	7.6	35	110	850	240
7週目(5/8) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	30	10	7.6	5.8	7.5	2.7	2.6	6.72	3.3	7.2	>50	77	130	860
8週目(5/15) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	45	22	10	7.1	7.4	2.6	4.7	3.84	3.3	7.5	>50	140	620	240
9週目(5/22) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	19	8.3	5.8	5.2	7.8	7.6	3.0	4.08	3.1	7.5	36	87	1260	720
10週目(5/29) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	31	13	7.4	7.9	7.2	7.2	4.0	4.32	3.2	7.6	32	100	980	530
11週目(6/5) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	18	11	6.6	5.9	7.8	9.3	3.5	3.36	3.3	7.8	20	61	2430	280
12週目(6/12) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	29	14	9.1	9.9	6.5	7.1	4.0	6.72	2.7	7.9	24	68	740	610
平均値	25	10	7.6	7.7	7.6	4.8	3.4	5.64	3.2	7.4	39	81	760	590
	39	19	11	9.9	7.3	6.0	6.2	5.96	3.3	7.6	35	120	710	340

表5. 回転円板曝気法による回分処理実験の結果-2

※: *印のMLSSは、細菌汚濁量を合計。

上段: 運転開始経日 下段: BOD面積負荷	COD 経時変化 (ppm)				上 遣 水 (23 hr 処理水)							沈 降 水 S.V.I. MLSS (ppm)	微生物 付着量 (g/m ²)	
	2 hr	4 hr	6 hr	23 hr	pH (ppm)	SS (ppm)	BOD (ppm)	T-N (ppm)	T-P (ppm)	DO (ppm)	透視度 (cm)			
1週目(1/17) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	53	25	12	15	7.6	5.7	10	12	4.4	8.9	24	92	435	282
2週目(1/24) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	59	43	23	17	7.3	8.0	22	9.1	4.9	8.9	14	175	742	237
3週目(1/31) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	33	16	11	10	7.3	3.7	5.4	8.4	2.4	8.8	>50	85	99	796
4週目(2/7) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	51	25	10	11	7.4	3.6	15	5.8	2.5	8.4	48	126	237	418
5週目(2/14) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	24	19	16	9.0	7.2	4.6	1.8	8.2	3.8	8.7	37	72	138	996
6週目(2/21) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	42	24	15	14	7.3	4.0	3.5	8.4	4.4	8.4	42	105	143	674
7週目(2/28) 0.35g/m ² ・日 PVC板	6.6	5.5	5.3	7.9	6.9	5.5	2.4	4.8	1.8	8.5	30	192	260	1300
8週目(3/7) 1.75g/m ² ・日 PVC板	8.2	7.2	6.8	12	6.8	1.5	2.7	4.6	1.7	8.4	45	224	490	959
9週目(3/14) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	19	9.1	7.3	7.6	7.0	2.3	3.1	2.7	1.7	8.3	>50	-	26	1300
10週目(3/21) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	26	12	8.8	6.6	6.5	1.3	3.0	3.2	1.6	8.2	>50	88	113	736
11週目(3/28) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	46	21	13	7.0	6.8	1.4	3.6	4.1	3.2	8.7	>50	103	97	1460
12週目(4/4) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	64	34	23	9.7	6.7	11	8.0	2.6	3.3	8.4	37	207	193	490
13週目(4/11) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	120	66	43	7.7	7.6	2.2	6.5	6.5	8.9	8.6	>50	<150	86	2140
14週目(4/18) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	130	73	52	8.6	7.3	7.2	7.4	6.0	6.5	8.7	>50	250	400	476
15週目(4/25) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	270	220	170	29	7.6	2.4	32	6.2	9.8	7.6	47	290	168	4790
16週目(5/2) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	290	210	160	29	7.5	13	39	6.7	11	7.5	17	370	#1630	2650
17週目(5/9) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	380	240	160	97	7.5	120	250	77	36	0	3	70	#363	16800
18週目(5/16) 3.5 g/m ² ・日 PVC板	330	200	130	78	7.7	100	160	19	31	4.9	2	98	#3870	4750

ある散布板を選びPVC板を対象とし、N、P及び有機物(COD)対応の浄化性能を比較した。円板は2基の反応槽に板間隔20mmで配置、水量負荷(30l/m²/日)を一定、BOD面積負荷を変化させた回分処理を行い、定期的にpH、SS、COD、BOD、T-N、T-P、DO、透視度等の変化を測定した。

表4と5は、BOD(COD)面積負荷3.5g(2.6g)/m²/日、水温25℃の条件と、BOD面積負荷を変化させ水温15℃の条件で行った、回分処理実験の結果を示す。

3.2.1 スタート期間の短縮

図3は、BOD(COD)面積負荷3.5g(2.6g)/m²/日、水温25℃の条件による、回分処理経時COD除去率の経日変化を示す。実験開始後、回分処理4時間の処理水のCOD除去率が80%に達する経過日数を比較すると、PVC板は5週を要すに対し、試作板では1週間の短

期間で、浄化性能安定化の兆しが見え始めた。

基質のN、P及びCODは、生物細胞の合成に消費されるため、同一負荷条件では、生物膜の生成速度は円板の浄化速度と対応する。従って、生物膜の経日増殖量が多い試作板は、PVC板に比較してスタート期が短縮される。

3.2.1 浄化効率の改善と水温の影響

図4は、水温の変化による、試作板とPVC板の基質COD濃度の経時変化を平均値で示す。基質CODは、回分処理1~6時間の範囲で除去され、試作板の残存COD値はPVC板と比較して低値を示した。

回分処理2時間と3時間後処理水の、残存COD値に対し、円板の種類と水温の二水準により、分散分析を行ったが、それぞれ99%信頼限界において有意であり、水温は浄化効率に影響を与え、試作板は浄化効率の改

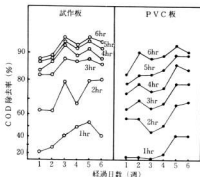


図3. 経時COD除去率の経日変化

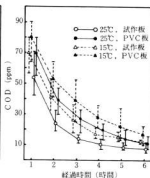


図4. CODに及ぼす水温・円板の影響

善に有効であると言えた。

3.2.3 処理の安定性

水温25℃、BOD(COD)面積負荷3.5g(2.6g)/m²/日、の条件では、PVC板は生物膜の付着が不安定でショックに弱く、槽液交換時に集中して生物膜の剥離が発生し、微細化して透視度を低下させた。また、生物膜の再増殖に際しては、板面に均等に形成されず塊状の生長部分が発生、付着の偏りから水流との接触抵抗を高め、生物膜の剥落を早めた。試作板では、生物膜は板面に均等に形成され、付着の偏りは発生しなかった。

生物膜は実験初期、経日的な増殖で増加、膜の肥厚から内部まで酸素の到達が困難となり、嫌気層が発生、嫌気作用によって付着力が弱まり、活性の乏しい過剰な生物膜が剥離する。従って、この生物膜の消長作用を上手に活用すると、肥厚による閉塞を防止できる。

生物膜の消長(剥離と再生)の周期は、微生物付着力の、優れた試作板と劣るPVC板では、長短異なって出現したが、実験範囲の剥落汚泥(生物)総量は、ほぼ等しかった。

反応槽底部に剥落汚泥(生物)の蓄積による水質への影響は、上澄水のN、P及びCOD残存値を、経日的に微増させるが、清掃後の水質と大差無かった。

水温15℃、BOD(COD)面積負荷3.5g(2.6g)/m²/日、の条件では、生物膜の生物相が、糸状菌を含んだゾーグレアを主体とし、藻類、原生動物、後生動物と多様であることは、水温25℃の生物相と同様であるが、試作板の生物膜では、糸状菌の連なりが長く絡み合い、特に強固であった。

生物膜の付着量は、水温25℃に比較して多く、剥落量が少ないため透視度は良好であった。

水温25℃、BOD(COD)面積負荷3.5g(2.6g)~0.35g(0.3g)~14g(10.4g)/m²/日、の条件では、BOD(COD)面積負荷3.5g(2.6g)に対応して形成された生物膜は、負荷量を減少させると、飢餓状態となり、COD除去率の低下と、過剰となった生物膜から、N、Pの溶出が見られた。負荷量を増加させると、N、P及びCODの除去率は回復するが、経日的に生物膜は増加、微生物付着力の優れた試作板では閉塞に至った。

4. 結 言

かき殻を付与した微生物保持体として、成形成板A及びB、溶射板、散布板の4種類を試作。PVC板を対象に回転円板接触法による、浄化性能を検討した結果は、次のとおりである。

- 1) 微生物保持量は、円板の形状に影響されるが、PVC(対象)板と同様に平板状の成形成板A及びB、溶射板においても、微生物保持量が多く、かき殻付与の効果が認められた。
- 2) 散布板は、BOD3.5g(COD2.6g)/m²/日の面積負荷のもとで、PVC板に比ベスタート期間と滞留時間の短縮を可能とし、COD除去率は滞留23時間で90%以上と絶じて安定した生物処理を保ち得た。

文 献

- 1) 朝日向 他: 下水道協会誌, Vol.18, 1981(11), 36
- 2) 宮城 他: 沖縄県工業試験場報告 Vol.14, 1981, 25

光ネットワークによるFA・LANシステムの開発

田尾博幸, 池田哲宏, 岡田芳雄, 吉野信行, 岡本正幸, 南良良治

Development of FA-Fiberoptic LAN System

TAO Hiroyuki, IKEDA Tetsuhiro, OKADA Yoshio, YOSHINO Nobuyuki, OKAMOTO Masayuki, and NARA Ryoji

We have developed FA system paying special attention to manufacturing processes using fiberoptic LAN (Local Area Network) which deals with information of the key resource in the automated factory.

This system has several functions as follows:

- (1) To monitor real-time processes and trends with graphics,
- (2) To plan and schedule with the production effectively,
- (3) To control the job shop type production with easy,
- (4) To analyze the causes of defects easily with information and data from controller. And also we have developed a low-priced image processing system, which is flexible, practical and easy operation to inspect products.

1. 結 言

現在のFAの分野は、生産に関わる全ての情報をネットワークで接続してデータベースの一元化を行い、コンピュータによって生産情報を統括的に管理・制御し、生産活動の最適化を図るシステムの構築から、さらには経営方針の意志決定支援システムまでもを含めたシステムで考えられつつある。このように情報系と生産系を一体化した生産システムの体系をCIM (Computer Integrated Manufacturing: コンピュータ統合生産システム) と呼ぶ。

本研究では、このCIM構築に欠かす事のできないネットワークであるLAN (Local Area Network) システムを利用し、生産工程の自動化に重点を置いてFAシステムの構築を図った。また検査用に汎用性、柔軟性、経済性に優れた画像処理システムも併せて開発したのでここに報告する。

2. FA用LAN

今回、FAシステムの構築にあたり採用したFA用LANは、トークンリング制御方式を用いた住友電工製のSUMINET-3200をベースに、PC (Programmable Controller) 等との接続を可能にしたSYSNETシステム (オムロン機) である。

これは、各ハードウェアと光ネットワークとの接続がノード (局) によって行われ、次のような特徴がある。

- ① 2 Mbps (bits/sec) の高速で大容量転送が可能。
- ② 伝送路は光ファイバを使用しているので電磁雑音を

発生したり、逆にその影響を受けたりしない。

③ 信号の減衰が少ないため長距離の通信が可能。

④ RAS (Reliability, Availability, Serviceability) 機能により異常発生時のネットワークの保護が可能。

⑤ 一つのループ内に最大126台のノード接続が可能。

このFA用LANの仕様を表1に示す。

表1. FA用LAN (SYSNET) の仕様

アクセス制御	トークンリング制御方式
伝送速度	2Mbps
ネットワーク形態	2芯光ファイバループ
ノード間距離	最大1km
ノード数	最大126台 (ライシオバ1台含む)
ノードの構成	ライシオバ (トークンの管理用) SYSNETクライアント (PCとの接続用) NSU (パソコンとの接続用) NSU (専用機コンピュータとの接続用)
通信形態	n:n
RAS機能	自動ループバック 総環検査によるノードバイパス

3. FA・LANシステム

3.1 FA・LANシステムの構成

今回構築したシステムの外観を写真1に、またシステム構成を図1に示す。

システムは、システム全体の流れを集中管理するパソコンと各工程の機器を制御するコントローラ (パソコン/PC) が、FA用LANで接続されている。

ワークは、ワーク供給工程 (回転テーブル) → 加工工程へのローディング (ロボット1) → 加工工程 (F

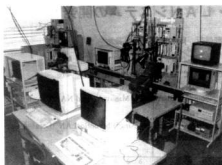


写真1. システムの外観

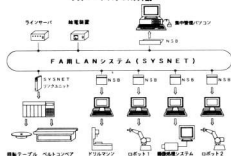


図1. システム構成図

リルマシン → アンローディング (ロボット1) → 搬送工程 (ベルトコンベア) → 検査工程 (画像処理システム) → 搬送工程 (ベルトコンベア) → 仕分け工程 (ロボット2) の順に流れて、加工、検査及びこの結果に基づく仕分けが行われる。

3.2 集中管理パソコン

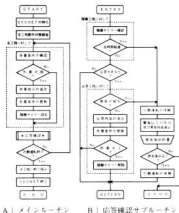
システム全体に必要な情報の管理を行う。機能的には、各工程に対して作業の指示、実績収集とデータ処理、連絡管理、工程監視等を行う。

3.2.1 集中管理パソコンの構成

集中管理パソコンとして使用したのは、32ビットのCPUを持つ日本電気製のPC-98RL5で、高速なデータ処理が容易であるとともに40Mバイトのハードディスクを内蔵しているため多量のデータを高速に格納・呼出が可能である。またディスプレイは、20インチの大ききで視認性に優れている。

3.2.2 集中管理プログラム

図2に、集中管理プログラムを示す。プログラムでは、まずネットワークの初期化を行って各工程の動作状態について調査、表示する。全ての



A) メインルーチン B) 応答確認サブルーチン

図2. 集中管理プログラム

対象となる工程が作業指示待ち状態となれば、各工程に対してネットワークを介し、作業の指示を与える。この指示は、ある工程が終了した時点でその次の工程へとというように工程順に与えるのではなく、各工程が作業を行うために必要な条件を満足していればその工程に作業指示を与えるように設定されており、条件さえ満たせば並列運転が可能な構成となっている。

各工程からの情報は、ネットワークにより送られ、時々刻々変化する作業情報がディスプレイ上に表示されるため、管理者が直ちに現場の稼働状況を判断できる。また各工程から異常を知らせる信号が送られて来た場合、あるいは作業指示を与えて一定時間内に完了信号が来なかった等の異常が発生したときは、警報信号を出力する (回転警告灯の点灯) とともにディスプレイ上に異常の内容を表示して管理者に不具合の解消を促し、これが完了すれば自動運転を再開する。

自動運転を終了するときは、全工程に対して終了指

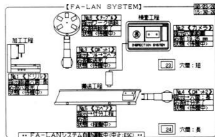


図3. 運轉状況表示例

示を送出し、ネットワークを切放す。

ディスプレイ上に各工程の進捗状況をグラフィック表示した例を図3に示す。

3.3 機器制御コントローラ

集中管理パソコンからの作業指示により機器の制御を行い、作業情報をその都度集中管理コンピュータに対して送る。各工程の進捗状況は、工程ごとに設置してあるパソコンあるいはPCによって容易に把握できるようにしている。

今回のシステムでは、ワーク供給工程及び搬送工程がPCで制御され、残りの工程はパソコンにより制御される。

(1) パソコンによる機器制御

機器制御を行うパソコンとして、日本電気㈱PC-9800シリーズのものを使用し、NSB (Network Support Board) でネットワークに接続した。

このパソコン用機器制御プログラムを図4に示す。

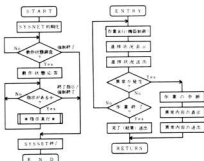


図4. 機器制御プログラム (パソコン)

プログラムでは、まずネットワークの初期化を行い、集中管理パソコンに対して動作状態の調査の応答を行った後、作業指示待ちの状態となる。集中管理パソコンから作業の指示が与えられれば、作業を実行するための機器の制御を行う。作業の進捗状況は、各工程のディスプレイ上にリアルタイムでグラフィック表示され、一目で分かるようになっている。またこれらの情報は集中管理パソコンに対して送られる。作業が終了すれば、完了あるいは測定結果の信号を集中管理パソコンに対して送出し、指示待ちの状態となる。異常が発生した場合は、作業を中断して異常内容の表示及び送出を行い、指示待ちとなる。集中管理パソコンから自動運転の終了指示が来ればネットワークを切放し、プログラムを終了する。

(2) PCによる機器制御

制御を行っているPCは、オムロン㈱のC-2000H(ラダーチャート方式)でI/O処理点数が最大2048点ある等、大規模なシステムにも対応が可能なPCであり、LANを使用するためのSYSNETリンクユニット等が組み込まれている。集中管理パソコンからの指示、あるいは回転テーブル/ベルトコンベアの動作、接点情報等は、このリンクユニットを介してネットワークで交換される。

3.4 各工程の概要

(1) ワーク供給工程 (回転テーブル)

テーブルを回転させてテーブル上のワークの位置決めを行い、ロボットが把持できるようにする。

(2) 加工工程へのローディング/アンローディング(ロボット1)

回転テーブルからワークをドリルマシンへローディング、また加工したワークをベルトコンベアへアンローディングする。

ドリルマシンへのワークのセッティングは、穴あけ位置の精度を確保するため、基準面からの位置を正確に決定する必要がある。本研究では、ロボットの柔軟性を十分に活用し、把持力を調整したハンドとワークの滑りによる合成力を利用して加工テーブルの移動方向に対する位置決めを行った。

使用したロボットの仕様を表2に示す。ロボットは、RS-232C回線によりパソコンに接続されており、作業指示やロボットからの異常情報などがこれにより交換される。

表2. ロボットの仕様

項目	No.	ロボット1	ロボット2
型式		ムーブマスター-RV-M2 (3軸電機機)	ムーブマスター-II(RM-SH) (3軸電機機)
構造		5自由度垂直多関節形	
駆動方式		DCサーボモータ	
合成最大速度		1500mm/秒	400mm/秒
最大可搬重量		2.0kg (ハンド含)	1.2kg (ハンド含)
位置繰返し精度		±0.1mm	±0.5mm
最大動作半径		758mm	594mm

表3. ドリルマシンの仕様

ドリル径	最大10mm
ドリル移動量	5.0mm (スプリングメータによる)
ワークチャック方式	エア駆動 (X3-ローク100mm)
テーブル移動量	250.0mm (車削機専用電機機による)
運転方法	マニュアル/オート自動切替

(3) 加工工程 (ドリルマシン)

ドリルマシンにローディングされ、ロボットにより加工テーブル移動方向に位置決めされたワークをさらにエアシリンダで垂直方向に位置決め後、穴あけ加工を行う。

製作したドリルマシンの仕様を表3に示す。ドリルマシンは、パラレル入出力ボードを介してパソコンに接続される。

(4) 搬送工程 (ベルトコンベア)

穴あけ加工を行ったワークを検査工程へ、また検査工程から仕分け工程へワークを搬送する。

(5) 検査工程 (画像処理システム)

ワークの穴数、穴の位置、面積、直径、円形度、穴間距離等、ワーク表面の加工状況について検査できる経済性に優れた (必要最小構成がカメラと安価なフレームメモリ及びパソコンのみ) 画像処理システムを開

発した。このシステム構成及び仕様を表4に示す。

画像処理における画素数は、精度の面から512×512で行うこととした。処理は対話形式 (カーソルキーによる機能選択・実行方式) で、対象の変更等に対する柔軟性を有し、汎用性を考慮した構成とした。また対象及び測定項目が固定化した場合は、処理手順をルーチン化し、自動処理も簡単に行うことができる。

検査システムの画像処理機能は、表5のとおりであり、検査はこれらの機能を利用して行われる。

(6) 仕分け工程 (ロボット2)

検査の終了したワークを、ベルトコンベアから検査結果に応じて仕分けする。

使用したロボットの仕様を表2に示した。

4. 結 言

今回構築したFA-LANシステムは、次のような特徴を有する。

1) 各工程ごとの進捗状況を生産現場より離れたところでリアルタイムでモニタ可能である。またディスプレイ上にグラフィック表示されるため、一目で稼働状況を把握することができる。

2) 効率的なスケジューリングが可能で、実生産時間の向上とリードタイムの短縮化を図ることができる。

3) 各工程ごとにきめ細かく管理できるため多品種生産管理が容易であるとともに製品ごとの生産実績把握が実現できる。

4) ネットワークによって結合しているため、システムにおいてハード的にもソフト的にも接続や切放しが容易で柔軟性があり、このため拡張性にも優れている。

5) 各工程からのデータがリアルタイムで送られてくるため、不良品の原因をつきとめやすく歩留まりの向上につながる。

6) 異常が発生した場合、直ちに管理者に知らせるとともに異常内容を表示するため、システム停止時間の短縮化が図れる。

また今回検査用に関与した画像処理システムは、次のような特徴がある。

1) 対話形式による解析処理を行え、操作性、実用性が高い。

2) 安価なシステム構成で、経済性に優れる。

3) 対象の変更への対応が容易等、汎用性を有する。

4) 自動処理への対応も簡単である等、柔軟性がある。

文 献

オムロン編撰：FAシステムづくり入門、電気書院

表4. 画像処理システムの構成及び仕様

構成機器	仕 様
CCDカメラ	XC-01 (ソニー製) 解像度: 512×512以上
フレームメモリ	CT-9800B (12) (セイバーテック製) 分解能: 512×512×8ビット×1面 512×256×8ビット×2面 アクセス方式: ディレクトメモリアccess
モ ニ タ	WV-5410 (松下電器工業) 解像度: 850×350以上
パ ソ コ ン	PC-98HA5 (日本電産) CPU: 386ビット ハードディスク: 40Mバイト

表5. 画像処理機能一覧表

機 能 名	画 像 処 理 内 容
① 画 像 入 力	CCDカメラから画像をフレームメモリに格納する。
② ファイル管理	画像及び画像情報 (ランドマーク、2値画像、ラベル画像等) をディスクに格納・呼出す。
③ ウィンドウ設定	ワークあるいはカーソルキーによりウィンドウ (処理範囲) を指定する。①-③の各処理はウィンドウで指定した範囲を対象とする。
④ 空欄ファイル	3×3のパラメータを設定することにより、平均化、差分等のファイル処理を行う。
⑤ 測 量 変 換	線形変換、対称変換、指定の平均値及び標準偏差を持つように正規化、画像のコントラストを増すための平均化あるいは任意の閾値変換テーブルを作成し、これにより濃度ヒストグラムの変換を行う。
⑥ 画 像 の 減 量	画素ごとに画像と定義域での閾値画像あるいは四近隣画像を行う。
⑦ 二 値 化 処 理	しきい値を自動的にあるいは任意の値を与えて画像を二値化する。
⑧ 膨 張 / 収 縮	画像の膨張/収縮を行う。
⑨ 細 線 化 処 理	画像の細線化を行う。
⑩ ラベリング	画像のラベル付けを行う。またラベル座標の上限/下限を設定してその範囲から残れるラベルを削除することができる。小さな成分を無視するとともに除去したり、希望の大きさのものを選択したりすることができる。
⑪ 境界線抽出	ラベル画像の境界線を抽出。また画素数を求める。抽出した境界線は画素形として2次元配列に格納する。
⑫ 特徴量抽出	形状的特徴である面積、重心、傾角、外接長方形、また対象に応じて縦長、円形度等を求める。
⑬ 画 面 上 昇 付	画面上に、縦向きラベル (上段3ビット/下段3ビット) あるいは2値化画像を行う。

ハンドリング装置の筋電位制御

斯波信雄, 坂元康泰, 蒲田政信

Development of Handling Equipment Control Technique by Electromyogram

SHIBA Nobuo, SAKAMOTO Yasuhiro, and KAMADA Masanobu

Last year we have developed the prototype of loading system by using soft actuator which are made of rubbertube. This system can be controlled by teaching-playback mode. In this year, we have added EMG (Electromyogram) control function. By using Our EMG system, one rotation and two joints are controllable, and its characteristics are as follows.

- (1) Improvement of data processing of signal from the muscle enable easy-pretreatment of the skin where electrodes are to be pasted.
- (2) Rotation speed and joint angle speed are controlled to be proportional to the integrated EMG signal level.
By using this processing, joint angle are fixed in a condition of no signal, and it is not necessary for control to excite muscle continuously.
- (3) 2.5 times/sec of total control speed is obtained.

1. 緒 言

現在、産業用ロボットや各種装置の大半がNC制御装置やシーケンスコントローラといった制御機器で制御されている。これらの機器への制御内容の指示は、あらかじめ人がコマンドと座標データの塊といった形で与えたり、座標データをティーチング操作を用いて指示したりしている。したがって、通常は前もって指示された動作しかできない。しかし、制御内容の高度化とかマンマシンインタフェースの改善といった要請から、もう少し違った角度からロボット等を制御する方法が必要とされている。その一つの方法としてマスタースレーブ方式と呼ばれる方法があり、ロボットは人に取り付けられた各種のセンサーからの情報に基づいて人の動作をまねるように制御される。ここで用いられているセンサーとは関節の変化量をとらえるための角度センサーが大半であるが、産業用ではないが腕を失った人が用いる電動義手等では、筋肉が興奮したときに発生する筋電位を用いて義手の制御をしようとする試みがなされている。筋電位は筋内の興奮を直接外部に取り出したものであり、筋電位を用いて装置の制御ができれば、人の持っている高度の判断に基づく動作を装置の動作に直接結び付ける事ができ、信頼度の高い高度な制御が出来るのではないかと考えられる。そこで去年開発したハンドリング装置を筋電位により制御する方法について検討し、制御するための簡易なソフトを開発した。

2. システムの概要

2.1 ハード

昨年年度試作したハンドリング装置は、プリジストン製のラバチューエータとよばれるアクチュエータ（ゴムチューブをネット状の布で包んだもの）を関節の駆動に用いた装置である。今年度は、このハンドリング装置と筋電位計測システムを直結して、得られた筋電位の大きさに従ってラバチューエータの動作スピード等を制御できるようなシステムとした。図1にシステムのブロック図を示す。

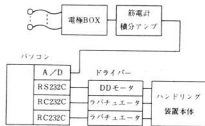


図1. 筋電制御システムブロック図

筋電位とは、筋肉が興奮したときに発生する電位で、筋電位の測定の方法には針電極と呼ばれる電極を筋肉に直接刺入して筋電位を計る方法と、皮膚の表面に電極を貼りつけて計る方法がある。針電極による方法は

局所的な筋電位を直接取り出す事が出来るが、医師とかそれなりの資格を持った人しか扱う事が出来ず、医師以外の者は通常は表面筋電位と呼ばれる筋電位しか扱う事が出来ない。表面筋電位は皮膚に貼られた電極間の内側にある多数の筋肉の興奮状態を表しており、多くの情報を持っているがその情報の内容を解析する事は簡単ではなく、情報の内容を解析する事自体が研究対象となっている。

表面筋電位（以下筋電位と呼ぶ）は、皮膚に貼りつけた電極から得られるので皮膚と電極の状態によって得られる筋電位の大きさが左右されるが、数マイクロボルトとか数ミリボルトといったオーダーの大きさで、数KHzの高周波成分を含んでいる。表面筋電位を測定するのに用いられる電極の一例を図2に示す。電極の

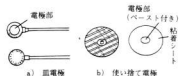


図2. 電極の例

大きさは直径5～10mm程度で、電極には銀や銀の化合物が用いられる。筋電位は筋電計とか生体アンプといった測定機で測定され、特に等尺性収縮時には筋肉の興奮状態により得られる筋電位が変化する。従って筋電位のある条件で積分処理し、得られた積分値の大きさに応じて装置のスピード等の制御をすれば人の力の

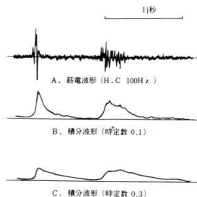


図3. 筋電波形、積分波形の例

いれ具合に応じて装置の制御をする事が可能となる。筋電波形と、積分波形の一例を図3に示す。図3に示した筋電波形は、積分の時定数等各種の定数を検討するために瞬時的に力をいれたり力を抜いたりしたときの波形である。ここで示した筋電波形は前段に100Hzのハイパスフィルターをいれたときの波形であるが、筋肉の緊張と同時にたちあがり、正反両方向振れている様子が見られる。積分波形はこの筋電波形をもとに積分の時定数をそれぞれ0.1, 0.3に設定して処理したもので、時定数が大きくなると応答が遅くなる様子がみられる。このようにして筋電計のカット周波数、時定数、積分計の積分範囲、時定数を変えて波形を検討した。その結果、筋電計および積分計の各定数は表1の様に設定してハンドリング装置の制御に用いる事にした。

表1. 定数の設定

筋電計	カット周波数	100Hz以上
	時定数	0.03以下
積分計	積分範囲	FULL
	時定数	0.1

2.2 ソフト

筋電位の大きさは前述したように皮膚と電極の電気抵抗等により影響を受ける。そこで通常は電極を貼る部分の皮膚をアルコールで良く拭き、次に専用のクリームをつけてよくこすって電極間の抵抗をできるだけ低くして、例えば10KΩ以下で測定するのがよいとされている。しかし今目的としているハンドリング装置の制御では、筋電位の絶対値が必要なのではなくどの程度力が入っているかといった大まかな情報で良い。そこで力を抜いた状態といちばん力が入っている状態を最初に計測し、その間でスピード等のコントロールをする事にすれば電極間の抵抗等にもあまり神経を使わないでも良いと考えられる。そこで作成した制御用ソフトのフローチャートを図4に示す。フローチャートから分かるように、最初に各チャンネルに相当する部位に力をいれるようメッセージが表示され、メッセージに従って順次力をいれていく。その場合力をいれている部位とそうでない部位の筋電位を同時にパソコンに取り込み、両者の差の最小値を制御に使える筋電位情報として使う。そうすることによりハンドリング装置の制御が可能となった。従って目的とする筋電位とその他の筋電位とはレベル的にある程度の差を必要と



図4. 制御フローチャート

し、測っている部位の筋肉をお互いに独立してコントロールできる必要がある。またハンドリング装置と電極を取り付けた位置との関係は、ただ筋肉を緊張させればそれに対応したアクチュエータに筋電位の大きさに対応した制御信号が送られるというだけで、ハンドリング装置の肩に相当する部分の電極が人の肩に貼られているという事ではない。実際制御実験を行うのにハンドリング装置の回転運動を腕に貼った電極間の筋電位で制御し、2つの関節の制御には両足に貼った電極間の筋電位により制御をした。またこうすることによって筋肉をお互いに関係なくコントロールできた訳であり、腕等の欠損者にも腕に相当するハンドリング装置を制御できるということにもなる。

2.3 全体

装置全体の制御はパソコン（エプソンPC286LS）を用い、ソフトはBASICにより作成した。グラフィック等の unnecessary 処理は出来るだけ省いて、単純な処理のみのソフトにして処理スピードを上げるように留意した。しかし筋電位をパソコンに取り込むためのA/D変換、ラバチュエータやDDモータのコントローラとのデータ通信等に時間がかかって1秒間に2.5回程度の処理スピードであった。特にデータ通信に要する時間が支配的であり、現在のハンドリング装置を使う場合はこの程度が限界のように思える。

図5にシステム全体のスケッチ図を示す。ハンドリング装置のマスターに相当する作業者は、等尺性収縮時の筋電位を得るために腕や足を固定する必要があり、専用の椅子が必要になってくる。また電極は各チャン

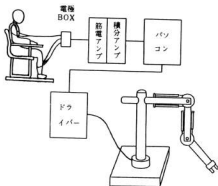


図5. 筋電位制御システム全体図

ネルごとに2個と1個以上のアース用電極が必要で、最低13個の電極が必要である。アクチュエータをパソコンで直接制御できるものにすれば制御スピードをもっと上げることが出来るが、人がハンドリング装置の動きとか位置を見ながら制御するのであまり速くしても仕方ないところもある。

3. 結 言

昨年度製作したハンドリング装置を、人の筋電位により制御できるシステムを構築した。筋電位により制御できるのは回転と2つの関節である。このシステムの特長は

- 1) 筋電位により、ハンドリング装置の制御が出来る。
- 2) 制御できるのは回転と2つの関節の3軸。
- 3) 電極を貼るための前処理にあまり神経をとがらさなくても良い。
- 4) 2.5回/秒のスピードで3軸の制御が可能。
- 5) 電極はお互い独立してコントロールできる筋肉に貼るのが望ましい。

EMI (電磁波障害) 防止技術に関する研究 (第1報)

制御機器の筐体によるEMI遮蔽設計に関する研究

楡垣和生, 岡本正幸, 馬場祥宏, 南良良治, 好満芳邦

EMI Shielding Design of Electric Instrument Case

HIGAKI Kazuo, OKAMOTO Masayuki, BABA Yoshihiro, NARA Ryoji, and YOSHIMITSU Yoshikuni

In the result of conductive composite material shield effect measurement, in use of various electromagnetic shield performance estimation device, the result of case of using these materials to real case and the result of noise generating in the case level distribution measurement, the following items are proved.

- (1) For conductive composite material mixed in resin Nickel-plated carbon fiber is superior and shield effect of 56dB at 500MHz was obtained in low impedance magnetic field.
- (2) Shielding effect in case of using conductive composite material to case is different with dimension, above effect is lower than effect obtained in estimation device sampling in high frequency band over 500MHz and the reversed effect is obtained in low frequency band under 500MHz.
- (3) Both the level and peak frequency of the noise generating in case indicate different behavior between under open condition and closed condition of case, then effective shield performance can't be obtained by only simple enclosure.

1. 緒 言

マイクロコンピュータをはじめとして電子機器のデジタル化が急速に進んでいる。一方、機器筐体はデザイン重視の傾向が強く、コスト低減、軽量化を目的としてプラスチック化が進んでいる。プラスチックは電磁波遮蔽能力がなく、筐体を使用する場合電磁波遮蔽性能の付与が問題となる。

プラスチックに遮蔽性能を付加させる方法はめっき、塗装、溶射、導電性材料の複合化等の手法があり、性能、コスト、寿命等においてそれぞれ長所、短所がある。本報告では導電性材料の複合化について材料を試作し、めっき材料は一般市販材料を使用し遮蔽効果の評価を行った。

2. 実験方法

電磁波ノイズは発生源における対策は当然必要であるが、発生したノイズを外部に漏らさないために伝播経路への対策も重要である。一般にシールドルームおよび筐体の電磁波遮蔽効果はシュルツ、養妻等により次式で示され、次の要因があげられている。¹⁾

$$S = \phi (S_i, \theta_i) \quad (1)$$

ここで、Sは遮蔽性能、 S_i は次に示す係数、 θ_i は位相角である。

- S 1 : 材料係数
- S 2 : 材料構造係数
- S 3 : 形状係数
- S 4 : 寸法係数

- S 5 : 固定継ぎ目係数
- S 6 : 可動継ぎ目係数
- S 7 : ハイブリッド効果係数
- S 8 : 空中線効果係数
- S 9 : フィルタ効果係数

本報告ではS 1からS 4の係数について、材料および筐体形状について筐体設計の面から検討を行った。

2.1 測定装置および電磁波遮蔽材料評価器

サンプルによる遮蔽効果の測定は前報²⁾と同様にヒューレットパッカード製シンセサイザHP8662A(10KHz~1,280MHz)、スペクトラムアナライザHP8568B(100Hz~1,500MHz)を使用し、10MHzから1,000MHzの周波数範囲で10MHz間隔で測定を行った。

筐体での遮蔽効果の測定は図1に示す測定システムで行った。

一般に遮蔽効果は評価器によって異なる結果を示すといわれており、本報告では各種評価器による結果と実際に筐体を使用した場合の相違について検討するため図2に示す評価器を使用した。

2.2 遮蔽材料

導電性材料を複合化した材料の試作はハンドレイアップ成形および熱プレスによる加圧・加熱成形により、評価器用サンプルを試作した。

表1に試作した材料および一般市販材料の仕様を示す。

2.3 筐体形状

筐体形状による遮蔽効果の差異を検討するため図3に示す3種類の筐体を使用した。



試体 A a=200, b=430, C=450(mm)
 試体 B a=400, b=430, C=450(mm)
 試体 C a=630, b=510, C=400(mm)

図3. 試験用試体形状・寸法

ス磁界遮蔽効果で50dB以上のものが得られた。導電性材料としてニッケルメッキ炭素繊維は低インピーダンス磁界、高インピーダンス電界いずれも良好な遮蔽効果を示した。

一般に遮蔽性能は材料の導電率および透磁率を因子として、遠方界はシュルクノフの式、近接界磁界はモーサーの式、近接界電界は養妻の式で表現される。⁴⁾導電性材料の抵抗率を表面抵抗計(三菱油化:MCP-T400)で測定した結果を表3に示す。

表3: 導電性材料の抵抗率

材 料	抵抗率(Ω/cm)
ニッケルメッキポリエスチルフィラメント (メッシュ250本/インチ:0.09mm厚)	2.41×10^{-3}
ニッケルメッキポリエスチルフィラメント (メッシュ135本/インチ:0.09mm厚)	2.64×10^{-3}
銀コートアクリル繊維S (0.35mm厚)	4.61×10^{-2}
銀コートアクリル繊維H (0.35mm厚)	1.67×10^{-3}

3.2 各種評価器による遮蔽性能測定結果

各種評価器による遮蔽効果測定結果を図4に示す。図4に示す3種類の評価器は試料寸法が共通であるがアースとなるべき接触部分が異なるため、条件を共通にするために、市販の表面が導電性がある材料を比較材として使用した。材料によって少し異なるが、400MHz以上の周波数帯域で10dB以上の差が認められるものもあった。したがって、筐体設計に際し評価器で得られるデータを使用する場合、周波数によって遮蔽効果が異なる点を十分検討しておかねばならない。

表4. 筐体面に使用した場合の遮蔽効果

材 料	試体 A				試体 B				試体 C			
	100MHz	300MHz	500MHz	1GHz	100MHz	300MHz	500MHz	1GHz	100MHz	300MHz	500MHz	1GHz
銀コートアクリル繊維S (0.35mm厚)	1.9	3.1	2.0	1.0	1.9	3.0	2.2	2.0	2.8	3.7	3.3	3.0
銀コートアクリル繊維 (0.35mm厚)	2.5	3.1	2.0	1.0	2.9	2.4	2.0	2.1	3.0	3.4	3.9	2.8
ニッケルメッキポリエスチルフィラメント (メッシュ135本/インチ:0.09mm厚)	2.6	3.3	2.0	1.3	2.7	3.4	2.2	2.0	3.0	4.0	3.1	3.0
ニッケルメッキポリエスチルフィラメント (メッシュ250本/インチ:0.09mm厚)	2.6	3.3	2.0	1.3	2.7	2.8	2.8	2.1	2.9	4.0	3.9	3.0

表2-1 エポキシ系接着フィルムによるサンプルの遮蔽効果 (500MHz) (単位: dB)

導 電 性 材 料	KEC法		アドバンテスタ法	
	電界	磁界	電界	磁界
① Niメッキ炭素繊維(クロス)(250g/㎡)	6.8	5.4	6.0	5.6
② Niメッキ炭素繊維(一方向き)(135g/㎡)	3.4	2.9	4.2	2.6
③ Niメッキ炭素繊維(一方向き)	3.6	1.3	2.0	2.2
④ 炭素繊維(クロス)(90g/㎡)	4.8	3.2	4.0	4.1
⑤ ステンレス繊維(クロス)(25g/㎡)	5.1	3.8	4.9	4.6
⑥ ステンレス繊維(一方向き)(1.23g/㎡)	3.3	2.5	4.0	2.8
⑦ ステンレス繊維(一方向き)	3.6	1.3	1.6	2.8
⑧ ニッケルメッキガラスフレーク(300g/㎡)	6.4	2.8	5.6	4.0
⑨ 銅粉(30g/㎡)	1.6	9	1.0	1.2

表2-2 ポリエステル系樹脂サンプルの遮蔽効果 (500MHz) (単位: dB)

導 電 性 材 料	KEC法		アドバンテスタ法		
	電界	磁界	電界	磁界	遠方界
① 炭素繊維(12000本, 10wt%)	3.5	1.6	2.8	2.4	3.3
② 炭素繊維(6000本, 10wt%)	3.5	1.9	2.3	4.0	3.3
③ 炭素繊維(3000本, 10wt%)		2.0			
④ 炭素繊維(12000本, 5wt%)	2.8	8	2.0	1.8	2.3
⑤ 炭素繊維(6000本, 5wt%)	3.2	8	2.5	2.0	2.3
⑥ 炭素繊維(3000本, 5wt%)	3.2	1.1	2.7	2.2	1.3
⑦ ステンレス繊維(1.3g/㎡)	2.7	1.8	4.0	2.2	2.3
⑧ 7%コートガラスフレーク(300g/㎡)	5.2	4.2	4.0	4.4	5.2

表2-3 一般市販導電性材料の遮蔽効果 (500MHz) (単位: dB)

導 電 性 材 料	KEC法		アドバンテスタ法		
	電界	磁界	電界	磁界	遠方界
① ニッケルメッキ25%ガラスコート(メッシュ200本/インチ)	5.5	3.4	4.6	4.6	1.9
② ニッケルメッキ25%ガラスコート(メッシュ135本/インチ)	5.5	3.4	4.2	4.5	1.9
③ 銀コートアクリル繊維S(15g/㎡)	4.2	2.0	2.8	2.8	
④ 銀コートアクリル繊維H(15g/㎡)	6.8	4.6	4.9	5.4	4.4
⑤ ニッケルメッキ炭素繊維(85g/㎡)	5.8	4.0	5.3	5.0	5.3
⑥ ニッケルメッキ不燃紙(13g/㎡)	5.2	3.2	4.2	4.2	5.0
⑦ アモルファスシート(25μm/厚)	3.0				
⑧ アモルファスフレキシブルシート(250g/㎡)	2.2	3.0	3.1	3.3	
⑨ 銅シート(75μm厚)	3.8				
⑩ アルミシート(90μm厚)	5.7				

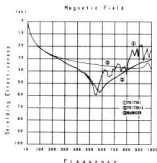


図4. 各種評価器による遮蔽効果測定結果

3.3 実際の筐体に使用した場合の遮蔽効果

寸法の異なる3種類の筐体の一部(フロントパネル)に使用した場合の遮蔽効果を図1に示す測定システムで測定した結果を表4に示す。筐体の寸法に従い遮蔽効果が異なる。200mm×200mmのサンプル試料と比較して500MHz以上では低い遮蔽性能を、また、これより低周波数領域では逆に高い遮蔽性能を示すことがわかる。

3.4 筐体内のノイズレベル分布

筐体内のノイズレベル分布は筐体の寸法、開口部等の条件により異なる。図5に筐体Aのノイズレベルの変化を筐体フロントパネルおよびバックパネルの有無による相違を示す。

測定は径30mmφの微小ループアンテナ(50Ω)を作成し送信用、受信用として使用したもので、開放状態と比較してピーク周波数の変化および十数デシベルのレベルアップが認められる。

筐体の共振周波数は次式で計算され、基本周波数は筐体Aが892MHz、筐体Bが611MHz、筐体Cが533MHzであった。

$$f = 150 \sqrt{\left[\frac{1}{a}\right]^2 + \left[\frac{1}{b}\right]^2 + \left[\frac{1}{c}\right]^2} \quad (2)$$

ここで、a,b,cは図3に示す筐体各部の寸法、i,j,kは1, 2,3の整数である。

なお、筐体底部にアモルファスシートを敷くことによりノイズレベルが抑制される。

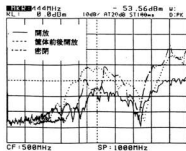


図5. 筐体内のノイズレベルの変化

4. 結 言

各種の電磁波遮蔽性能評価器による導電性材料遮蔽効果測定結果および実際の筐体にこれらの材料を使用した場合の効果、筐体寸法の相違による筐体内ノイズレベル分布測定結果より下記のことが判明した。

- 1) 樹脂に複合化する導電性材料としてニッケルメッキ炭素繊維が優れており、低インピーダンス磁界で56dBの遮蔽効果が得られた。
- 2) 導電性材料を筐体を使用した場合の遮蔽効果は筐体の寸法によって異なり、500MHz以上の高周波数帯域では評価器によるサンプルで得られる効果より低く、これより低い周波数帯域では逆の結果が得られた。
- 3) 筐体内部で発生するノイズは筐体が開放状態と密閉状態でレベル、ピーク周波数とも異なる挙動を示し、単純な囲い込みのみでは有効な遮蔽性能は得られない。

最後に、本研究推進に際し、貴重な助言を頂いた電子技術総合研究所松井直己主任研究官、岡山県工業技術センター青山勝専門研究員に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 関康夫：ノイズ対策最新技術，総合技術出版(1986)，P55～
- 2) 檜垣和生他：広西工技報告，No29(1986)，P9
- 3) 右馬野雅弘：工業材料，36No4，(1988)，P61～
- 4) 関康夫：EMC，No12，(1988)，P61～

生産技術における視覚認識・識別システムの開発

吉野信行、岡田芳雄、田尾博幸、南良良治

A Development of Visual Cognition and Discrimination System for Industrial Engineering Field

YOSHINO Nobuyuki, OKADA Yoshio, TAO Hiroyuki, and NARA Ryoji

In recent years, it has been very important to measure for the surface topography of a three-dimensional (3-D) object without any contact on the 3-D CAD system and robot visual sensor in industrial engineering field.

The studies for these measurement such as a moire topography and a grating projection method has been considered among academic societies and researchers.

In this study, we have developed the measurement system of 3-D surface topography using the deformed grating projection method which was proposed by Yoshizawa etc. and the effectiveness of this system is experimentally confirmed by means of measurement for some automobile products.

1. 緒 言

近年、画像処理技術を利用した非接触3次元形状計測は、生産現場での部品・組立品の形状認識、形状検査、3次元CAD、ロボットの視覚センサ等多方面への応用に関し、益々重要な課題になってきた。一方、非接触方式による3次元形状測定は、点計測と面計測に大別され、特に画像処理を利用した面計測法は、コンピュータ技術の進歩に伴って様々な方法が報告されている。吉沢氏等は、モアレ法の前処理で得られる変形格子パターンを画像処理することにより物体の3次元情報を得る格子パターン投影法¹⁾を提案し、被服、人類学、歯科等の分野で実用化をしている。この方法によれば測定対象を拘束する時間が短く、また、ファイバースコーピングを用いることにより微小変形物体の計測も可能である等の特徴を有する。これらの背景から本研究では、この変形格子像に着目した格子パターン投影法を導入し、3次元形状認識システムの開発を試みた。次いで、本システムが生産現場で重要な一般機械部品、自動車部品等に適用可能であることを確認した。

2. 理論的背景²⁾

基準となる直線状の格子パターンをプロジェクタで測定物体に投影し、これを投影方向とは異なった軸方向上の点からCCDカメラで観測する。この場合、物体

が3次元的な凹凸形状をもつならば、元の基準パターンは、物体表面形状に応じて湾曲し、変形格子パターンとして観測される。この変形格子パターンをコンピュータのフレームメモリに取り込み、演算処理することによって、物体表面の3次元形状を求める方法が格子パターン投影法の原理である。

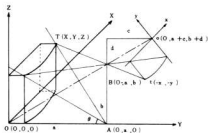


図1 格子パターン投影法の原理図

図1は、格子パターン投影法におけるプロジェクタ・測定対象物体・カメラ内に結像される変形格子パターンの関係を示している。

系全体の原点をO(0, 0, 0)に置き、X・Y・Z直角座標系を物体空間系とする。格子パターン投影のためのプロジェクタレンズの光軸をY軸に合わせ、レ

ズ主点をA (0, a, 0)に置く。また、変形格子パターンを取り込むためのカメラレンズ主点はY-Z平面内の点B (0, a, b)に置き、カメラレンズの光軸は原点Oを通るように配置する。カメラより取り込まれた変形格子画像の面をx-y直角度座標とし、これを観測系とする。観測系の中心をo(0, a+c, b+d)とし、X軸に平行にx軸をとる。点A (プロジェクトレンズ) から射出される格子線の角度を θ とする。

上記の仮定のもと、物体空間系T (X, Y, Z) と変形格子像t (x, y) の関係は次式で表示できる。

$$\left. \begin{aligned} X &= (-b\sqrt{a^2+b^2}x)/H \\ Y &= \{(ma\sqrt{a^2+b^2}-yb)\tan(\theta) \\ &\quad + y(a^2+b^2)\}/H \\ Z &= (mab\sqrt{a^2+b^2}-yb^2)\tan(\theta)/H \end{aligned} \right\} (1)$$

ただし、

$$\begin{aligned} H &= (ma\sqrt{a^2+b^2}-yb)\tan(\theta) \\ &\quad + mb\sqrt{a^2+b^2}+ay \\ m &= c/a, \quad m = d/b \end{aligned}$$

3. 格子パターン投影システム構成

3.1 システムのハードウェア

図2に、格子パターン投影法のシステム構成を示す。本システムは、格子を投影するためのプロジェクト、格子像を取り込むためのCCDカメラ、カメラから画像をAD変換して8ビットに量子化し記憶するためのフレームメモリ、フレームメモリの内容を表示するためのモニター、フレームメモリ内の格子画像を処理するためのパソコン、処理前あるいは処理後の画像を格納するためのハードディスクおよび処理結果を出力するためのディスプレイ、プリンタで構成されている。

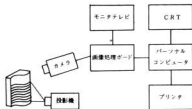


図2. システムのハード構成

使用したCCDカメラは、ソニー製XC-37で512×512の解像度を有し高解像度な画像データの入力が可能であり、レンズの焦点距離fは、28-85mmである。フレームメモリはサイバテック製CT-9800A(2)を使用し、512×256×8ビット×1画面を使用している。スライドプロジェクタは、キャビン製カラーキャビン-III、焦点距離60mm、格子間隔0.468mmを使用した。

3.2 画像解析のソフトウェア

プロジェクトによって投影された基準格子は、物体表面の形状に応じて変形する。この変形格子はCCDカメラによって1/30秒でサンプリングされ256の階調をもつ画像としてフレームメモリに格納される。この画像メモリの内容はモニターテレビで表示される。変形格子像の解析は、32ビットのパソコンで処理され、処理結果はディスプレイとプリンタに出力される。変形格子像の解析は、図3に示すフローチャートの手順によって処理される。

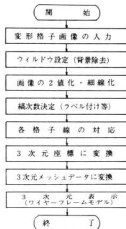


図3. 画像解析のフローチャート

- (1) 変形格子画像の入力：カメラからの変形格子画像をAD変換してデジタル画像に変換し、フレームメモリに格納する。この画像は512×256の標本点に対して8ビット(256レベル)の画素データとなる。
- (2) ウィンドウの設定：画像中、所定区矩形領域内の画素に対してのみ処理を行うため、マウスを使用してウィンドウ設定する。この様に処理対象を明確にすることで、後の各処理が容易になり、また処理時間の短

縮にもつながる。

- (3) 画像の2値化・細線化処理：鮮明な変形格子像の抽出を行うため2値化・細線化処理を行う。
- (4) 格子次数の決定：変形格子にラベル付けを行ってそのラベル番号を格子次数に変換する。
- (5) 各格子線の対応：画像処理装置で計測した結果は画素単位で出力される。この画素単位の計測結果を実際の3次元寸法に変換して出力する。そのため、格子画像上の座標 (x, y) の座標系を変換し、格子次数との対応を行い3次元座標を計算するためのデータを作成する。
- (6) 3次元座標に変換：(1)式により、2次元座標 (x, y) から3次元座標 (X, Y, Z) に変換する。
- (7) 3次元メッシュデータに変換：上記座標は、ランダムな座標で与えられるので、メッシュデータに変換する必要があり、ここでは、弾性ネット近似法を使用し、メッシュデータに変換する。
- (8) 3次元表示：Bスプラインのアルゴリズムを使用しワイヤフレームモデルにより3次元表示を行う。

4. 測定結果

測定に当たっては、(1)式において、 H, m のパラメータは、プロジェクタの位置、カメラのレンズ等の焦点距離に依存する値であり、直接求めることは困難であるため、位置と形状寸法の既知である物体の形状計測にしたがってパラメータを推定して求める必要がある。ここでは、まず、形状寸法の分かったプラスチック製の円筒について測定を行い、次いで自動車部品の一部であるホイールキャップ、ゴム製品について計測した。図4(a)は、円筒に格子パターンを投影したときに観測される変形格子像、(b)は、得られた3次元座標によるワイヤフレームモデルを示す。

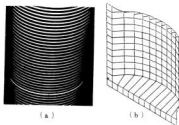


図4. プラスチック製円筒の3次元表示

図5(a)は、自動車ホイールキャップの変形格子像を示す。(b)は、(a)の一部で凹凸の激しい部分について得られた3次元座標のワイヤフレームモデルを示す。

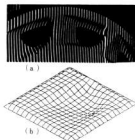


図5. ホイールキャップの3次元表示

図6は、自動車のインストルメントパネルに使用されているゴム製品について得られた3次元座標のワイヤフレームモデルを示す。



図6. インストルメントパネルの3次元表示

5. 結 言

本格子パターン投影システムの開発の結果、物体の3次元表示が簡単にしかも短時間で得られ、生産現場で重要な部品の形状認識、形状検査が可能となった。

自動車部品の形状計測により本システムの有効性を確認したが、測定精度の向上に関しては、 H, m 等のパラメータの推定、部品の形状に応じた測定システムの設定等に留意の必要がある。終わりに、本システムの開発にあたり御指導頂いた東京農工大学吉沢教授、ソフトの開発に御指導頂いた近畿大学富田教授に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 吉沢他：格子パターン投影による3次元形状の自動測定、精密工学会誌、P.533(1987)
- 2) 岡田他：生産技術における視覚認識・識別システムの開発、広西工技報告、No.32 P.33(1989)

知識工学の生産技術への応用研究 「階層的計画法」による制御の知能化

坂元康泰, 蒲田政信, 斯波信雄

Intelligent Control by Hierarchical Planning

SAKAMOTO Yasuhiro, KAMADA Masanobu, and SIBA Nobuo

Recent FA(Factory Automation) or material handling system have become complex, because multi robotic or loading system are moving in a factory or in a yard and these have a demand of flexibility. To respond to it, this year we have had a purpose to expand "Reactive Planning and Cooperative Control" which was a study last year, and to get near a realistic system.

We have used "Petri net model" to express multi-cranes controlling problem and the idea of hierarchical planning in order to reduce a planning time. Lastly, we have showed the effectiveness of these approach by producing real multi-cranes model in that each crane avoid interference.

1. 緒 言

最近の工場・倉庫等の物流・FAシステムは、複数のロボットや搬送装置が動作し、制御が複雑になり、システムの多様性、柔軟性への要求が高くなってきた。それに応えるには、専門家のもつ経験的知識をコンピュータ上に導入することにより、人間が行うような高度で柔軟な制御を実現することを目的とする知識工学的アプローチを積極的に取り入れる必要がある。また、分散した複数のサブシステムを制御するため、並列性・協調性を意識したシステム構築を行わなければならない。

本年度は、昨年度の研究成果である「動的プランニングと協調制御」¹⁾を、より現実的なシステムに発展させるために、その要素技術を明らかにし、実際の物流システムに近いモデルとしてクレーン・ミニモデルを製作し、実証することを目的とする。

2. プランニング

2.1 制御とプランニング

制御工学では、今までの単なる自動化や制御の枠組みを外して、人間の知能が果たすようなコントローラのループをもつ必要性が唱えられており、そのループにはプランニングプロセスが組み込まれている。知識工学からも、複数のエージェントが複数のタスクを効率よく実行するための手段として、エージェント、タスク及びその順序の選択を決定するためのプランニング手法が研究されている。

制御型知識システムにおいて、この過程を組み入れた [プラン] → [実行] → [モニタリング] ループの構図を昨年度の研究報告で示した。しかし、プランニングは基本的には探索問題であり処理時間を要する仕事であるため、リアルタイムを要求する実際の物流・FA制御へ導入することは困難である。よって、処理効率の向上を目指したプランニング手法の検討が必要となってくる。

2.2 階層的計画法

「階層的問題解決」とはプランの主要部を与える上位のプランの作成後、プランの細部に関係する下位のプランを作成する方法であり、各レベルでのプランは適度な長さとなり、プラン作成段階での組合せの爆発(タスク数が n 個あれば、 $n!$ 個の組合せ(順列)が生じる)を防ぐことができる。クレーン群制御問題でのプランニング方法に上記の考え方を取り入れ、処理時間の短縮を図った。

時間が最小、干渉回避動作距離が最小、各クレーンの移動量が同等などのどれかを選択するかにより)異なってくると思われる。各クレーンの干渉動作が少なくなるプランニング方法の一つは図1のように表現できる。この方法はタスクを部分的に並べ替えることにより、タスク全体の並べ替えと比較して処理時間を約1/3に短縮することができる。そして、プラン後は図1(右端)のようなタスク順序系列の生成をねらっているものである。また、良いプランは実際の全タスク実行時間の短縮をも図られることになる。

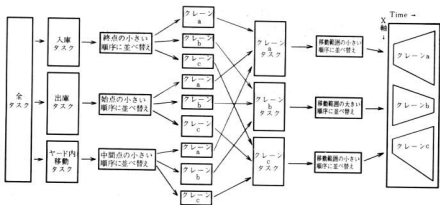


図1. 干渉動作を少なくするプランニング方法

3. 並列的処理

3.1 動的プランナーの実現方法

最近のシステム制御技術の特徴であるシステムの複雑性、柔軟性などへの要求に応えるには、従来の集中管理形システムよりも自律・分散・協調形システム（自律的な構成要素（サブシステム）が分散して存在するが、それらが互いに協調あるいは競合して全体として協力的に働くシステム）²⁾であることが望ましい。今回扱うクレーン群制御問題は、複数のクレーンが複数のタスクを実行しなければならず、互いに干渉が生じる分散協調システムと言える。そして、分散制御を実現するために必要な要素技術の一つは並列的処理である。

「動的プランニングと協調制御」において、実行時間に刻々変化する状況に反応してプランを構築または変更する「動的プランナー」の考え方と、それを実現する一手法としてのリスト構造を用いた並列処理を提案した。しかし、リスト構造はLispやPrologといったAI言語で記述する場合には適しているが、実際の物流・FAシステム制御で用いられているC言語などには必ずしも適切であるとは言えない。また、システムが複雑になるにつれ干渉処理も複雑になり、通常のプログラミング方法ではプログラムが複雑になり拡張・修正が非常に困難になってくる。よって、並列処理が可能で、かつモデル化能力が強力であるとして最近注目を浴びつつあるペトリネットを用い、クレーン群制御問題を

グラフィカルに表現した。

3.2 ペトリネット

ペトリネットはC. Petriの学位論文(1962)により導入された、並列同時進行の複数のプロセスからなる離散事象システムを表現するモデルの一つであり、特徴は並列性を記述できることと、ある初期状態から目標状態に到達が可能かという「可到達問題」や「有界性問題」、「活性問題」などの性能評価が行えることにある³⁾。

クレーンがx, y, z軸上を移動し、各クレーンのハンド間、閉を実行する通常動作ペトリネットモデルを図2に示す。また、干渉回避動作ペトリネットモデルは図3となる。図2, 3においてトランジション「 \uparrow 」が入力アーク「 \leftarrow 」で結ばれているすべてのプレース「O」がトークン「 \bullet 」を持っていると、トランジションは発火し（実行命令を出力し）、出力アークを通して次のプレースにトークンが移る。モデル内をトークンが移動しながら実行処理が進められていくことになる。図2ではx, y軸移動は同時実行が可能なモデルであり、図3では各クレーンは同時に回避動作を行わないモデルとなっている。

トークンの位置を見ればシステムが現在どの状態にいるかが容易にわかり、システムの制御はトークンの位置及び個数を管理することになる。今回製作したクレーン群制御モデルはクレーンが3台あるので図2のモデルが3つ必要となる。

4. クレーン群協調物流よって試す

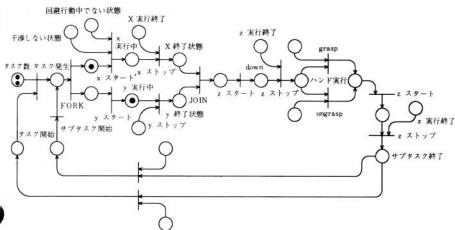


図2. クレーン1台の通常動作ペトリネットモデル

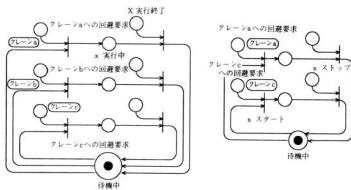


図3. 干渉回避動作ペトリネットモデル

4. クレーン群制御への適用

4.1 クレーン群制御問題とは

クレーン群制御問題は、知識工学からは“プランニング”と“協調”を、制御工学からは“自律・分散・協調”を検討する上でふさおしい問題であり、現実の物流・FAシステムが抱えている諸問題をも含んでいる。よって、実証用モデルとして、クレーン・ミニモデルを試作した。

4.2 クレーン・ミニモデル

試作したクレーン・ミニモデルの外観を写真1に、システム構成を図4に、仕様を表1に示す。各クレー

ンはx, y, z軸上を移動可能であり、タスクは倉庫内の部品を所定の位置へ搬送することである。

4.3 実証

上記のクレーン・ミニモデルを用いて実証を行った。複数のタスクが図1に示したアルゴリズムによりプランニングされ、各クレーンに分配される。各クレーンはプランにそってタスクを実行する。x軸は共通のレール上を走行しているため、衝突を回避（待機または退避）しながら、また同時に実行可能な動作は並列的に実行していく。その様子は図5のようにCRT上に表示される。

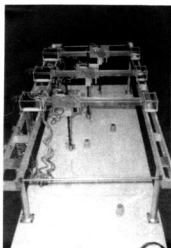


写真1. ミニモデルの外観

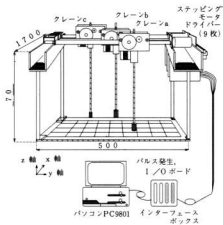


図4. ミニモデルの構成

名称	仕様
ミニ・モデル外形寸法	1700L×500W×70H
クレーン台数/移動方向	3台/x,y,z軸
クレーン各軸の駆動	ステップモーター
制御関係機器	パソコンPC-9801, ステッピングモーター用ドライブ, パルス発生, I/O用ボード
プログラミング言語	c言語

表1. ミニモデルの仕様

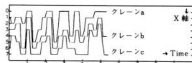


図5. 各クレーンのx軸位置(CRT画面上一部分)

4.4 今後の課題

ベトリネットモデルからプログラムへ移植する際、なるべくプログラマーの能力によらず、かつ、拡張・修正が容易なように、プログラム内でのベトリネットモデルは遷移表で表現されている。これは並列処理が多いシステムでは効率的と言えるが、シーケンシャルな処理が多いモデルでは最適とは言えない。システムがより大規模になった場合、この遷移表表現は処理速度の点から問題となる。

クレーン台数が増加すると干渉によるオーバーヘッド部分も増加するため、台数に比例した処理速度の向上は見られない。よって、実行時におけるオーバーヘッド時間から分散システムとしての効率評価を行う必要がある。

5. 結 言

複数のサブシステムが同時進行し、干渉を伴う物流システムの実証モデルとして、クレーン・ミニモデルを製作した。リアルタイムが要求される制御分野に対応するため、プランニング時間の短縮方法として階層的計画法の考えを取り入れた。さらに、並列制御手法のモデル化はベトリネットを用いて分かりやすく表現した。これらにより、実際の物流・FAシステムにAI的手法を取り入れることと並列的処理を行うためのアプローチを示すことができた。また、クレーン・ミニモデルを用いることによりデモンストレーションが行える環境になり、企業等が物流・FAに分散・協調システムの導入を図る上で視覚的な検討が可能になった。

文 献

- 動的プランニングと協調制御, 知識工学シンポジウム(1989)
- 特集 分散と協調, 計測と制御 26-1(1987)
- J.L.ピーターソン, 市川・小林(訳):ベトリネット入門, 共立出版

ビームオシレート法によるレーザ硬化処理に関する研究

蒲田政信, 新波信雄, 池田哲宏, 坂元康泰

Laser Heat Treatment Maked Use of Beam Osillation

KAMADA Masanobu, SHIBA Nobuo, IKEDA Tetsuhiro, and SAKAMOTO Yasuhiro

The laser is useful to cut the steel plate. But laser beam is too small to apply the heat treatment at local area, so that to use laser for heat treatment laser beam focus keep away from the surface.

At the small and middle company laser machines are almost 1kW power. they are too low power in order that the laser applies to heat treatment. Then we applied beam oscillation for laser heat treatment.

The results obtained are summarized as follows.

- (1) It is possible to quench the steel(S45C) which hardening depth is 0.8mm at 10mm oscillated beam to use 1Kw laser.
- (2) It is impossible to quench at 12mm width of beam oscillated.
- (3) It is same hardening depth at 10~150Hz of beam oscillated.
- (4) $a/b(\text{distance from rene}/\text{distance of focus})=1.3$ is the most suitable for the heat treatment.
- (5) It is necessary for laser quenching to paint the graphite more than $8\mu\text{m}$.
- (6) It is possible to quench the 1.2mm thin plate(SK5) to use the copper back up.

1. 緒 言

レーザビームは集光性能が良い事が特徴としてあげられ、精密切断加工に適用されている。

しかしながら、焼き入れ等、比較的大きな面積を処理しなければならない時は、焦点をずらして照射面積を大きくして処理している。この方法は処理できる面積はレーザビームの大きさに依存することになるため、広い処理面積を得ようとすれば大出力のレーザ装置が必要となってくる。

一方、県下の中小企業でレーザ加工機を導入しているところは切断加工を主体としているため、出力が1kW前後の装置が多い。このため、この焦点はずしの方法では硬化処理面積が充分取れない。

そこで、レーザビームはミラーによって容易に光路を変えることができる特徴を生かして、レーザビームを揺動(ビームオシレート)させ処理面積を広くする事が考えられる。この方法によると、1kWの加工機でもレーザ熱処理が実用化できると予想される。

本研究ではこのビームオシレートによるレーザ硬化処理について基本的な処理条件を確立し、一部実用部品の試作を試みたので報告する。

2. 試料と実験方法

実験に供した試料の材質はS45CとSK5である。

S45Cは110mm×110mmの角材から110×50×15mmの試

験材を切削加工した。

SK5は板厚1.2mmのものを100×100mmに切断し試験に供した。

本実験に使用したレーザは出力1kWの炭酸ガスレーザで、ビームモードはシングルモードである。

炭酸ガスレーザは波長が10.6 μm で鉄鋼材料ではレーザ光をほとんど吸収しない。このため、レーザ光の吸収を高めるためレーザを照射する面に吸収剤をコーティングする必要がある。コーティング剤としては黒鉛系の耐熱塗料や硝酸亜鉛皮膜がよく使用されている。本実験ではS45C材については黒鉛系耐熱塗料を、SK5の薄板材には硝酸亜鉛皮膜を用いた。

レーザビームのオシレートは図1に示すように2枚の反射ミラーを用いてレーザ光を折り曲げ一方のミラーを揺動モーターで揺動させレーザ光をオシレートした。オシレート幅は0~20mmで、オシレート周波数は0~150Hzである。オシレートのための波形はファンクションジェネレータにより正弦波、矩形波、三角波が選択できる。本実験では正弦波を用いた。また、使用したレンズの焦点距離は10 cm である。

レーザ焼入れに及ぼす影響因子をフィッシュボーン線図で示すと図2のように分類される。本研究ではオシレート条件としてはオシレート幅、周波数について、ビーム強度については出力と移動速度について、焦点の位置関係については試料表面と焦点までの距離につ

いて実験を行った。

またコーティング剤については黒鉛系耐熱塗料の膜厚の影響を実験した。膜厚の測定には電顕膜厚計を用いた。

レーザー焼入れは自己冷却により焼きが入るため薄板の焼入れは困難視されている。しかしながら、刃物等へレーザー焼入れを適用するとすれば薄板への焼入れは必要条件である。このため、薄板の裏側に銅板をあてがい焼入れ実験を行って冷却効果と焼入れによる変形を確認した。

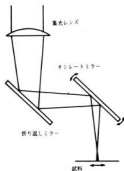


図1. レーザビームのオシレート方法



図2. レーザ焼入れの要因図

3. 実験結果と考察

図3は黒鉛系耐熱塗料を試料表面に塗布しレーザー焼入れを行ったときのコーティング被膜の膜厚の影響について実験したものである。これによると膜厚の影響はあり、膜厚が薄いと硬化層深さは浅くなり、約8 μm から20 μm まではほぼ一定の焼入れ深さとなるようである。この結果から本実験では約15 μm の厚みに塗布した試料を実験に使用した。

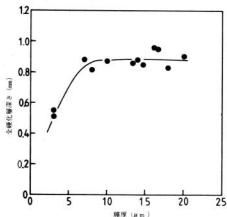


図3. コーティング被膜の膜厚の影響

図4は焦点外し距離の影響について実験したものでa/b(レンズから試料表面までの距離/レンズの焦点距離)が1.25以下では表面に溶融がみられ1.35以上では急激に硬化層深さが減少する傾向がみられた。このことからa/b=1.3前後が適正のようである。

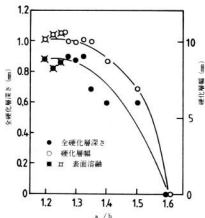


図4. 焦点外し距離の効果

図5はレーザー出力の焼入れ深さに及ぼす影響について実験したものである。オシレート幅10mm、移動速度

20cm/minにおいて出力900Wまでほぼ直線的に焼入れ深さは増加していて1kWになると若干飽和してくる傾向がみられた。

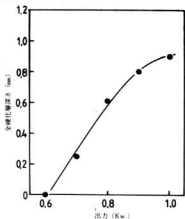


図5. 硬化深さに及ぼす出力の効果

図6はレーザービームの移動速度が焼入れ深さに及ぼす影響について実験したものである。ビーム移動速度の増加とともに焼入れ深さは減少していく。

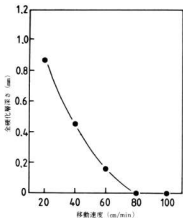


図6. レーザビーム移動速度の効果

図7は焼入れ深さに及ぼすオシレート周波数の影響について実験したものである。オシレート周波数が10Hz以上では焼入れ深さは一定でそれより下では減少している。1Hzでは表面に溶融がみられた。

図8はオシレート幅の影響について実験したものである。出力を1kW、移動速度を20cm/minで焼入れをし

たとき、オシレート幅8mmでは表面が溶融し、オシレート幅15mmになると焼入れは不可能となった。

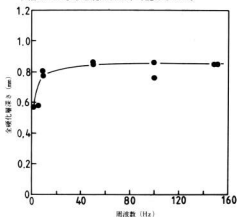


図7. オシレート周波数の影響

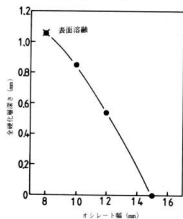


図8. オシレート幅の影響

以上の結果から、出力1kWのレーザー加工機でビームオシレート法を用いてレーザー焼入れすると、幅10mmで深さ0.8mmの焼入れが可能である。移動速度20cm/minでレーザー焼入れした試料断面のマクロ組織を写真1に、硬さの分布を図9に示す。



写真1. レーザ焼入れ部のマクロ組織

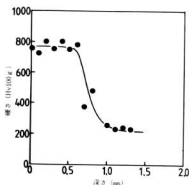


図9. レーザ焼入れ部の硬さ分布

4. 薄板のレーザ焼入れ

レーザによる焼入れは自己冷却によるものなので薄板の焼入れは難しいとされているが、レーザ硬化処理の適用範囲の拡大を図っていくとすれば薄板にレーザ焼入れする技術の開発が必要である。

そこで、刃物への適用性を考えて板厚1.2mmのSK5への焼入れを試みた。

薄板のレーザ焼入れは2つの問題点が考えられる。

1つは板厚が薄いためにレーザにより加熱された部分の冷却速度が遅くなりマルテンサイト変態が起こらず硬化層が得られない事である。

もう1つは焼入れのため変形して実用化できないことである。

前者については冷却速度を早めてやれば良いわけで、処理する薄板の裏面に銅板を当ててレーザ焼入れを行ったところ裏面まで焼入れすることができた。

図10は100×50×1.2mmの大きさの試験片の端面(長さ100mmの側)に幅10mmのオシレートでレーザビームの移動速度と裏当ての状態を変えて、レーザ焼入れした時の変形量を測定したものである。変形量は焼入れした部分の曲がりを輪郭形状測定機で測定し、両端との変位量(d)で評価した。

レーザビームの移動速度が遅いときはレーザ照射面側に凸になるように変形している。そして、移動速度が早くなるとレーザ照射面側に凹になるように変形する。

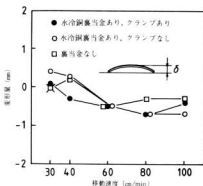


図10. 薄板のレーザ焼入れ時の変形

変形の形態の相違は前者がマルテンサイト変態による体積膨張によって起きたものであり、後者は熱歪型の収縮変形であると考えられる。

レーザ照射面が凸になるように変形した試料は照射された部分がマルテンサイトになっていた。水冷した銅の裏当てを用い、試料をクランプして焼入れすると比較の変形量の少ない硬化層を得ることができた。

水冷の銅裏当てを用いて直径180mm、板厚1.2mmの円盤形の Cutter に焼入れを行い、食品用の機械で耐久性について検討中である。

5. 結 言

レーザビームをオシレートして焼入れを行った結果次のような事がわかった。

- 出力1kWのレーザ加工機に於て幅10mmのオシレートで全硬化層深さ0.8mmの焼入れが可能である。
- オシレートの幅が大きくなると焼入れは困難になり、1kWでは幅12mmが限度である。
- オシレート周波数、10から150Hzまで焼入れ深さは一定である。
- 10インチのレンズを使用したときa/bは1.3がよい。
- レーザ光の吸収をよくするため、黒鉛系の耐熱塗料を塗布した場合、8μm以上の厚みに塗布する必要がある。
- 銅の裏当てを使用することにより1.2mmの薄板の焼入れが可能である。

ASICの応用に関する研究 (第2報) 高機能モータ制御装置の開発

永山博夫、馬場祥宏

Accuracy of the Positioning Table Driven by a Microstepping Step Motor

NAGAYAMA Hiroo and BABA Yoshihiro

The positioning control systems which use a step motor are less expensive and simpler than that use a DC servo motor or an AC servo motor.

Microstepping increases the position resolution and smoothness of conventional hybrid step motors.

The measuring results of the accuracy of the positioning table driven by microstepping(10,000 steps/rev) are as follows:

- (1) The positioning accuracy of the table within 40 μ m is 0.4 μ m at rating coil current.
- (2) By compensating SINE-COSINE drive signals, the positioning accuracy of the table within 40 μ m decreases to 0.3 μ m.

1. 緒 言

近年、CIM(コンピュータ統合生産)の企業への導入が進展しているが、位置決め装置は、その中で多くの分野で使用されている。位置決め装置に用いられているモータとしては、DCサーボモータ、ACサーボモータ、ステッピングモータなどがあるが、この中でステッピングモータ¹⁾は、閉ループ制御が可能のため簡単な制御回路で位置決め装置を構成できる。このため、コンピュータ周辺機器、工作機械、自動制御機器などに広く使用されている。

マイクロ(ミニ)ステップ駆動²⁾を使用することにより、ステッピングモータの高分解能化ができることが知られているが、この手法を用いて位置決め装置の高機能化の実験を行ったので、以下にその結果について報告する。

2. マイクロステップ駆動

ステッピングモータは、外部からの駆動信号に応じて一定ステップ角回転するモータであるが、従来の駆動信号は矩形波であるため、一定のステップ角(4相ステッピングモータの場合0.9度、1-2相励磁)以下にすることができない。マイクロステップ駆動では駆動信号を通常使用されている矩形波(図1)のかわりに図2に示すようにSIN-COS波とし、駆動電流を段階的に変化させることで、ロータの安定点の位置を徐々に移動させて、ステップ角の微小化を実現している。

マイクロステップ駆動の1周期(モータの歯の1ピ

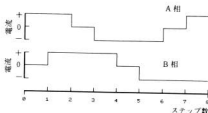


図1. 1-2相励磁(バイポーラ駆動)

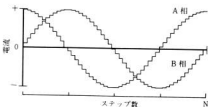


図2. マイクロステップ駆動の励磁波形

ッチ)は、1相励磁や2相励磁の4ステップに、1-2相励磁の8ステップに相当する。また1周期の回転角は、7.2度である。

3. 実験方法

3-1 テーブル位置決め精度測定システム

実験に用いたマイクロステップ駆動によるテーブル位置決め精度測定システムの構成を図3に示す。本システムは、パーソナルコンピュータ、モータ制御装

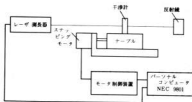


図3. テーブル位置決め精度測定システム

置(マイクロステップ駆動回路、原点検出回路、アドレスデコーダ)、4相ステッピングモータ、テーブル、レーザー測長器から成っている。

パーソナルコンピュータ(日本電気製PC-9801)で、デジタルのSIN-COS波(±7 BIT)を発生する。図4にモータ制御装置の構成を示す。マイクロステップ駆動回路は、D/A変換器(ERICSSON製PBL3717)と定電流駆動回路(ERICSSON製PBL3771)から成り、バイポーラ定電流駆動回路となっており、パーソナルコンピュータからのデジタル値に対応した定電流をステッピングモータのコイルに流すことができる。原点検出回路では、テーブルの原点リミットの検出を行う。アドレスデコーダは、PLD(LATTICE製16V8)で構成している。

4相ステッピングモータはオリエンタル製PH264-02(定格電流0.4A、励磁最大トルク2.9kgfcm、歯数50)を使用した。テーブル(テクニーク製SPT-100C)の仕様は、送りねじリード2mm、バックラッシュ1μm、送り精度8μm/100mmである。テーブルの位置決め精度を、レーザー測長器(HP製5528A分解能0.01μm)で測定する。

3-2 ステッピングモータの駆動条件

ステッピングモータのコイル(励磁)電流(0.1A~0.6A)や励磁方式(1相、2相、1-2相、マイクロステップ)を変えた時のテーブルの位置決め精度をレーザー測長器で測定し、これらの因子が位置決め精度に及ぼす影響を明らかにした。

1相励磁、2相励磁、1-2相励磁駆動時の位置決め精度を測定する場合の移動距離は2mm(1回転)としマイクロステップ駆動の場合は40μm(1周期)とした。1回転は、1相、2相励磁で200ステップ、1-2相励磁の場合は400ステップに相当する。マイクロステップ駆動では1周期当たりのステップ数を40、120、200と変えて実験した。

位置決め精度は、1回転または1周期内の位置決め

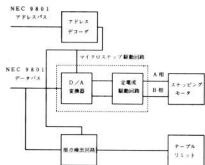


図4. モータ制御装置

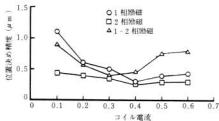


図5. 1回転(2mm)内の位置決め精度

誤差の絶対値の最大値とした。ただし、位置決め誤差は次式で求めた。

$$E_i = L_i - i * L / S$$

E_i : iステップ目の位置決め誤差

L_i : iステップ目の移動量

i : ステップ番号

L : 1回転または1周期当たりの移動量

S : 1回転または1周期当たりの総ステップ数

なお、テーブル負荷は、無負荷である。

4. 実験結果

図5に1相励磁、2相励磁、1-2相励磁で駆動時の1回転(移動距離2mm)内の位置決め精度を示す。1回転内の位置決め精度は、2相励磁方式が1相励磁、1-2相励磁方式と比べ精度が良く、定格電流付近で0.3μmとなっている。図6に1回転内の位置決め誤差の測定例(1相励磁、コイル電流0.4A)を示す。

図7にマイクロステップ駆動時の1周期内の位置決め精度を示す。1周期内の位置決め精度は、1周期当たりのステップ数によらずコイル電流0.4A~0.5A付近で最小となっている。定格電流付近では、1周期当た

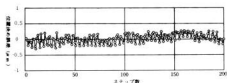


図6. 1周期(2mm)の位置決め誤差(1相励磁、コイル電流0.4A)

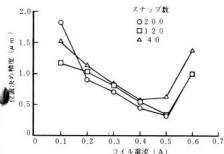


図7. 1周期(0.72°, 40 μ m)内の位置の精度

りのステップ数が200の場合に位置決め精度が最小となっており、コイル電流0.5Aで0.3 μ m、定格電流(0.4A)では0.4 μ mとなっている。低電流では、全体に、位置決め精度が悪くなっている。

図8に1周期内の位置決め誤差の測定例(ステップ数200、コイル電流0.4A)を示す。位置決め誤差が周期的に変動しているが、これはコギングトルクによるものと考えられる¹⁾。この周期的変動を削減するため、駆動電流を図8の測定結果から逆変換²⁾して求めた補正SIN-COS波(図10)とした時の位置決め誤差の測定例を図9に示す。駆動電流を補正することで、位置決め精度が0.4 μ mから0.3 μ mへ向上することがわかる。なお図10の縦軸は、駆動電流のデジタル値(± 7 BIT)を表している。

5. 結 言

マイクロステップ駆動によるステッピングモータの高分解能化の実験により、次の結果を得た。

- 1) マイクロステップ駆動では、1周期(回転角度7.2°、移動距離40 μ m)内の位置決め精度は、定格電流(0.4A)では0.4 μ mとなっている。
- 2) 補正SIN-COS波により駆動した場合、1周期内の位置決め精度が0.3 μ mとなり、この方法が有効なこ

とが分かった。

- 3) マイクロステップ駆動により最小移動量単位が5 μ m(1-2相励磁)から1 μ m程度に向上した。

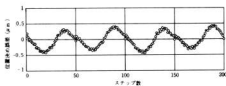


図8. 1周期内(40mm)の位置決め誤差(マイクロステップ駆動、ステップ数200、コイル電流0.4A)

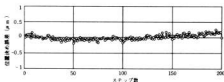


図9. 補正電流で駆動した時の1周期内(40 μ m)の位置の誤差(マイクロステップ駆動、ステップ数200、コイル電流0.4A)

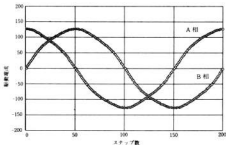


図10. 補正した駆動電流波形(A相、B相)

文 献

- 1) 見城尚志他: ステッピングモータの基礎と応用, 総合電子出版社, 1981
- 2) 樋口俊郎他: PM形ステップモータのミニステップ駆動による高精度位置決めに関する研究, 昭和59年精機学会春季論文集721-722 (1984)
- 3) 樋口俊郎他: ミニステップ駆動によるステップモータの高性能化, 1989年精密工学会春季論文集653-654

チタン酸カリウムウィスカー強化アルミニウム合金複合材料の製造と諸特性

土取 功, 中村和清, 新田 明, 筒本隆博, 原 信彦, 原田秀文*, 井上保雄*, 工道幸嗣*

Fabrication of Potassium Titanate Whisker Reinforced Aluminum Alloy(AC4C) Composite and Their Some Properties

TSUCHITORI Isao, NAKAMURA Kazukiyo, NITTA Akira, TSUTSUMOTO Takahiro, HARA Nobuhiko, HARADA Hidefumi*, INOUE Yasuo*, and KUDO Koji*

Preforms which volume fraction(V_v) were 15% and 25% were made from Potassium Titanate Whisker by vacuum process addition with small amount of inorganic binder. These preforms were infiltrated aluminum alloy(AC4C) by squeeze casting. The composites were fabricated without large deformation and distortion from preform. Some properties of these composites were investigated. Tensile strength from room temperature to 673K, elastic modulus, thermal expansion and damping capacity were examined.

In the case of $V_v=25\%$, the effect of increase of V_v were not slightly reflect on their properties compared with $V_v=15\%$.

1. 緒 言

金属基複合材料(MMC: Metal Matrix Composite)の製造方法は幾つかあるが高圧凝固鑄造法の利用が現時点では最もコスト的に有利な製造法として認識されているようである。この方法は繊維成形体(プリフォーム)の中にアルミニウム合金溶湯を加圧含浸させるわけだが、この時濡れ性の関係からプリフォームが圧縮変形を受けて所定形状・寸法どおりの複合材料を得ることが難しい。我々は前回報告¹⁾と同様にチタン酸カリウムウィスカーをある無機系粘結剤を用いて固定し、アルミニウム合金との複合化を行い、ほとんど変形・変寸のない複合材料を得ることができた。今回は前回のプリフォームの体積率(V_v)15%から25%に増加させて強度の変化を調べるとともに弾性率、材料減衰能や熱膨張などの諸特性調べるとともにプリフォーム中をアルミニウム合金溶湯がどのように浸透していくかなどについても調査した。

2. 実験方法

2.1 供試材及び複合化

実験に用いた強化繊維はチタン工業製、HT-300というチタン酸カリウムウィスカーで、このウィスカーを水の中で攪はん・分散させ、さらに無機系粘結材を少量添加した後、35w×100L×150hの型枠の中に入れ、吸引成形した。成形体を型内より取り出し、電気炉で1073K×1hr. 焼成後、成形体の全ての表面をエメリー

紙にて研磨し、表層を除去したものを複合用のプリフォームとした。このような方法でウィスカーの体積率が15%のもの、吸引成形時に加圧をわずかずつ繰り返し、ウィスカーの V_v を増加させて25%のものを作製した。なお吸引成形後のウィスカーの場所による密度差を無くすため成形体の上部と下部から5mm厚さの試料を切り出し、蛍光X線にてKとSiについてそのX線のカウント数が上下で2%以下となるように吸引成形および加圧を工夫、調整した。

そしてマトリックス材料として前回同様アルミニウム合金鑄物材料であるAC4C(Si: 7.4%, Fe: 0.23%, Cu: 0.02%, Mg: 0.33%, Ca: 0.0021%, Albal)を用いた。

複合化は前回の作製方法と全く同様に同様な条件で行った。

2.2 試験方法

このようにして作られた複合材料を機械加工し、各試験片を作成した。引張試験片は前回¹⁾同様で、減衰能測定用の試験片は10×100×1.0とした。引張試験はインストロン型引張試験機で引張速度1mm/minで試験した。高温での引張試験は熱電対先端を試験片上に接触させ、所定の温度になってから30分間保持後に試験した。弾性率の測定は引張試験片平行部にひずみゲージ(ゲージ長: 5mm)を貼付けて行った。また、減衰能の測定は以前の報告²⁾と同様の方法で行った。これは試

*チタン工業株式会社

試験片を一端固定一端自由振動の振動モードで加振し、二次共振周波数からの自由減衰を測定して Q^{-1} の値として算出する方法である。なお、試験機のトランスデューサーはマグネット式であるため、本研究では試験片のトランスデューサー近傍に軟鋼のフィルムを接着することによってその測定を可能とした。

複合材の熱膨張は示差熱膨張計によりアルミナを標準試料として真空雰囲気 ($6 \sim 8 \times 10^{-2}$ Pa) で測定した。その他、適宜EPMAによる局所分析を行った。

2.3 複合化時のプリフォーム内各位置の温度変化

次に複合化時にプリフォーム中を浴湯がどの様に浸透したかを調べるため、プリフォーム中の各位置に熱電対を挿入し、複合化時の温度変化を測定した。なお熱電対はガラス繊維被覆のK熱電対 (0.3mm) を用い、複合化後のショートを防ぐため、エチルシレートの加水分解液を被覆のガラス繊維に含浸させ、乾燥固化させた。ただし、熱電対先端部は裸のままとした。また、プリフォーム底部を、さきの加水分解液にジルコンパウダーを混合したスラリーで固め、乾燥固化し、底部からの浴湯の進入を防ぐようにした。

3. 実験結果及び考察

得られた複合材料はプリフォーム時の長さがちょうど100mmであったものが複合化後は V_f が15%のものは92mmに、 V_f が25%のものは94mmとなりそれぞれ加圧方向に8mmおよび6mmとわずかながら圧縮されたことになる。他の方向の寸法は 32×35 mmでこれはプリフォーム寸法と同一で全く変化していなかった。したがって加圧方向にこれらの寸法分だけ、わずかに均等圧縮され

たものと思われる。このことから複合材の V_f はプリフォーム時の V_f にこの圧縮分だけを補正した値とした。

高温での引張試験の結果を図1に示す。これは前回の V_f が16.3%の結果に今回の V_f が26.6%のものをつけ加えたものである。しかし、 V_f が26.6%のものでも16.3%の場合とほとんど変わらず室温強度では16.3%のものより低くなっている。次に室温での弾性定数の測定結果を図2に示す。弾性率も引張強さと同様にこのウィスカーの強度特性がまだ正確に把握できないため、理論値 (複合則) との比較はできないが、メーカーカタログ値 (280GPa) からの数値によると、この複合材の弾性率が大幅に上昇することはあまり期待できない。

この複合材の減衰能の測定結果を図3に示す。これによると Q^{-1} の値は複合材の V_f の増加と共にやや大きくなっており、またT5処理したものは複合材よりわずかに下回っている。 Q^{-1} 値のこの程度の増加では、この複合材を叩いたときの音はAC4C材と聴感上はほとんど差がないと思われる。しかし、わずかながら測定値で複合材の方が大きくなるのは、複合化によって異相界面の増加による摩擦箇所増加に起因しているものと思われる。一般に材料の強度と減衰能は反比例の関係にあるが¹⁾、摩擦部分の増加によって振動エネルギーの解放を行う複合材料ではこれがある範囲内で両立させることが可能と思われる。

次に熱膨張試験の結果を図4に示す。複合材は約30%程度の熱膨張係数の低下を示し、673Kでも $20 \times 10^{-6}/K$ を越えず複合化の効果は著しい。しかし、 V_f の効果はほとんどみられない。

図5に高压凝固鑄造による複合化時のプリフォーム

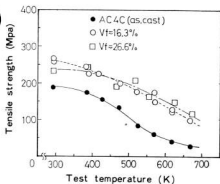


図1. $K_2O \cdot 6TiO_2$ /AC4C複合材とAC4C素材の引張強さ

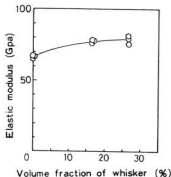


図2. $K_2O \cdot 6TiO_2$ /AC4C複合材とAC4C素材の縦弾性定数

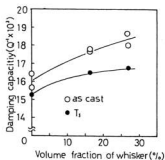


図3. 複合材の減衰能

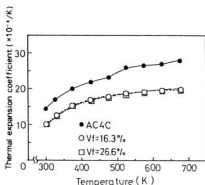


図4. $K_2O \cdot 6TiO_2$ / AC4C 複合材と AC4C 素材の熱膨張係数

内における温度と加圧荷重の変化を示す。図で、⑤、⑥の温度が立ち上がったところが溶湯が注がれた時である。加圧が開始されるとまず、③の温度が急上昇し、ついで④と①が相前後して同時に立ち上がり、プリフォーム中央部の②の温度が最後に上昇している。このことから溶湯はプリフォームの上方周囲および上方から浸透したことがわかる。また、④の立ち上がり初期が、ゆるやかな温度上昇となっているのは側方からの熱伝導によるものと思われる。このことは④の位置は結果的に、溶湯が比較的、浸透しにくいことを示していると考えられる。写真1に未複合事例を示す。これはほとんど複合化しているものの、あとわずかの

ところで浸透が止まった例で加圧荷重は196kN(20tonf)かけたものである。これを見るとプリフォームの底部の側面側面からは溶湯は全く浸透していない。また浸透部の先端は下方に凸になっている。この様子と図5のプリフォーム内の温度変化から、図6のような溶湯の浸透過程が考えられる。すなわち、まず溶湯が注がれるとプリフォームは側面周囲および上方の全てを溶湯に囲まれる。その時、側面周囲部は金型壁に近いので、溶湯温度が急速に低下して溶湯の粘性が増加あるいは一部が凝固することが考えられ、加圧が始まって

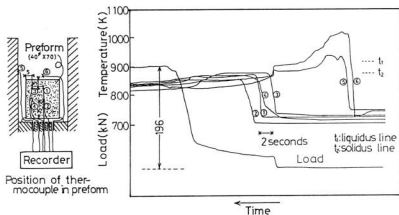


図5. 高圧凝固焼造による複合化時におけるプリフォーム内各位置の温度変化

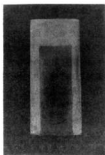


写真1. 高圧凝固製造による複合化が不完全だった時の断面マクロ写真

もこの部分からの浸透が進まないで、上方側面部より1→2→3→4のように浸透していくことが推察できる。しかもこのプリフォーム側面周囲部のアルミニウム合金がプリフォームを拘束支持して、変形を防ぐ働きをしていると考えられる。このような過程で溶湯が浸透していくとプリフォーム中の空気もプリフォーム底部方向へ押し出されていくものと思われる。

前回は一部示したがMgのEPMAによる線分析結果を図7に示す。複合材の表面付近はMgの濃度がAC4Cのレベルより高くなっている。その深さは約1.3mmでそれ

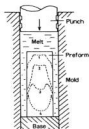
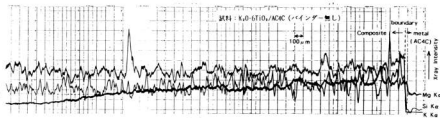


図6. 複合化時における溶湯の浸透過程

より内部では逆に母材の濃度レベルより低くなっているのが分かる。この表面付近にMg濃度が高くなっていることがT6熱処理きなくなる原因と考えられる。そこで純Alとの複合化を実験的にを行い同様に分析した。結果はやはり同様であるがただし、Mg濃度が母材レベルより低くなるのは粘結剤を使った場合より2.5倍くらい長くなるもののこのウィスカーとAl合金中のMgは本質的に吸着或いは反応するものと思われる。いずれにしてもAC4C材中のMgがこのプリフォーム表面付近で濃縮的作用を受けたことが図7の線分析結果から考え



・測定条件
 加速電圧 : 25 kV
 試料電流 : 50nA
 11V, 結定数 : 5steps, 0.5s
 走査速度 : 30 μm/d
 試料送り速度 : 50 μm/min.

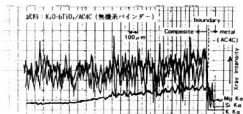


図7. EPMAによる複合部表面→内部の線分析結果

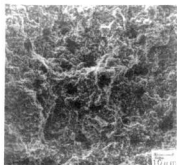


写真2. 引張り試験後 ($V_1 = 26.6\%$) の破断面

られる。

引張強さで V_1 の効果認められない原因については現在のところ、明かではない。しかし、写真2に示すようにプリフォームの V_1 が25%の場合、その複合材の引張試験後の破断面上に斑点状のものが観察されることがまれにあり、バインダーの影響が考えられる。しかし V_1 が15%の場合はこのような斑点は一度も観察されたことはなく、プリフォームの作製に何か原因があるのかもしれない。また熱膨張係数でも V_1 の効果はみられず、弾性率でも V_1 の効果はきわめてわずかしみられないことは結果からみれば V_1 の増加分のウイスキーが繊維強化に寄与していないともいえる。この原因はバインダー、プリフォーム作製上の問題、ウイスキーの損傷等いくつか考えられるが重要な問題であるので、今後、追求していきたい。

5. 結 言

高温安定性を向上させたチタン酸カリウムウイスキーとAC4Cアルミニウム合金とで高压凝固鑄造法によって複合化を試み、今回は前回同様の作り方で V_1 の高い25%の複合材料を製造し、そのときの複合過程や強度試験のみならず減衰能、熱膨張などの特性把握を行った。本実験で得られた複合材料の強さは室温で230~270MPaで573Kでも170MPaの強さを保持したが、 V_1 の効果あまりみられなかった。また複合材の減衰能は V_1 の増加と共にわずかに大きくなる程度であるが、熱膨張係数は約30%の低下がみられた。

短繊維やウイスキーでは複合材作製時(複合化時のみならず予熱前後の取扱いにおいて)にプリフォームがある程度の強度を持っていることが望ましく、そのためにはなんらかの方法で繊維を固定する必要がある。その一方法がバインダーを使うことであり、繊維特性に悪影響を与えないようなバインダーを見い出すとともに適切なプリフォームを作製することが重要であると思われる。

文 献

- 1) 土取 功, 原 信彦, 新田 明, 中村和清, 他3名: 広西工技センター報告, 32(1989), P.41
- 2) 鳥飯泰憲, 土取 功, 宮川松男, : 鉄と鋼, 69(1983), P.845
- 3) 杉本孝一: 鉄と鋼, 60(1974), P.2203

ガラス溶射技術の開発研究 (第1報)*

野地英治, 原 信彦, 畑 徳宣, 菊山信行, 横山宏樹, 渡部英雄, 藤本宗之, 近藤博美**

A Study of Thermal Spraying of Glass (1st Report)

NOJI Hideharu, HARA Nobuhiko, HATA Noriyoshi, KARIYAMA Nobuyuki, YOKOYAMA Hiroki, WATANABE Hideo, FUJIMOTO Muneyuki, and KONDO Hiromi

It had long been considered to be difficult to obtain good coatings of glass materials by thermal spraying. But it was found by our study for the first time that good coating with no crack and porosity could be obtained by using conventional flame spraying apparatus. In the present paper, new glass materials for flame spraying and spraying conditions were studied, and some tests were performed to evaluate the properties of these coatings. By the results, these coatings showed good mechanical properties, and in addition, some problems in preheating substrates were found.

1. 緒 言

従来から、溶射用材料としてセラミックスや金属材料等は広く工学的に用いられている。しかしガラスの溶射は非常に難しいとされ、確立された技術は非常に少ない。昨年度、本技術に関して研究開発を行い、通常のフレーム溶射装置を用いて、ポロシティー等欠陥がなく、かつ優れた特性を持つガラス溶射技術を見出したが¹⁻³⁾、本技術に関する課題も多く残されている。そこで今回これらの課題に取り組み、県内の各産業界にオリジナリティーのある製品を開発するための基礎として、改めて溶射用ガラス材料の試作、溶射技術の全般検討、皮膜の性能評価等の研究を行った。

その結果、今回試作開発を行った溶射用ガラス材料を用いて、欠陥もなく機械的特性も非常に優れているガラス皮膜を得ることが出来ると共に、いくつかの課題も見い出されたので報告する。

2. 実験方法

2.1 ガラス材料

ガラス材料の軟化点を低下させるために SiO_2 をベースとして融点の低い Na_2O 、 B_2O_3 、 CaO 等で調整を図った。又基材との熱膨張係数 (α) を合わせるために、次式

$$d = \sum_{i=1}^n A_i P_i \quad \begin{array}{l} P_i: \text{各成分の重量}\% \\ A_i: \text{各成分の膨張係数因子} \end{array}$$

を使用して、窯業製品用、軟鋼用、鋳物用にほぼ見合った熱膨張係数を有するガラス材料を試作した。

溶解は黒鉛ルツボでガラスを加熱溶解し、冷却後ガラス化したものを $\phi 5\text{mm}$ 程度に破砕し、粉砕混合器で $100\mu\text{m}$ 以下の粉末状に加工調整した。ガラス材料の軟化点及び膨張率の測定は、粉末をガスフレームで再溶融して $\phi 5\text{mm} \times 30\text{mm}$ の試験片を作製し、熱膨張測定装置を用いて計測した。

2.2 溶射条件

溶射装置は、SNMI社(フランス)製の粉末式フレーム溶射装置JET-PMRを用い、材料ホッパー及びガンのノズルをガラス用に改造した。

ガラスの溶射を可能とするには、基材の予熱、ガス流量、溶射距離等の要因が特に重要であり、それら要因を変えて基礎的溶射技術及び方法を検討し、ほぼ適正な溶射方法を見出した。その溶射条件の範囲で、表1に示す要因がガラス皮膜の密着強度に及ぼす影響について実験を行った。ガラス材料は試料Bを用い、基材はプラスト処理したS S 41を用いた。なお下地溶射は全く行わず溶射膜厚は0.3~0.4mmとした。

実験は実験計画法の三元配置法によって行い、統計

要 因	水 準 値
予熱温度	650℃, 700℃, 750℃
ガス流量(アセチレン) (酸素)	161/min, 221/min 281/min, 411/min
溶射距離	100mm, 150mm

*地域技術おこし事業 ** 戦日本鑄造技術研究所

的にデータ解析した。繰り返しは2回とした。

また基材は一部プラストを行っていない軟鋼も含め、さらに銅やステンレス鋼も加えた。

2.3 皮膚の性能評価

密着強度は、J I S H 8664による付着力試験により求めた。ガラス皮膚と基材との界面はE P M Aを用いて解析した。

衝撃試験はJ I S R 4301 (ほうろう製品の品質基準)に基づく鋼球 (200 g) 落下試験法により行った。皮膚厚さは0.6~0.7mmとした。鋼球落下試験の繰り返し数は8回とした。

3. 実験結果及び考察

本研究に用いたガラス材料の化学成分、転位点、軟化点を表2に示す。試料Aは耐食性を有し、熱膨張率の小さい基材用、試料Bは軟鋼や鋳物用、試料Cはカラーガラス作成のためのベース用 (透明ガラス) として試作したものである。添加成分中、 SiO_2 や Al_2O_3 、 ZrO_2 、 TiO_2 などは溶融温度が高く、熱膨張率が小さい。 Na_2O や K_2O 、 B_2O_3 、 ZnO 、 BaO などは溶融温度を下げ、流動性を向上させることにより、溶射性を改善することを目的に添加している¹⁾。

次に3種類のガラス皮膚の熱膨張率を図1に示す。この結果3種類とも軟鋼よりわずかに小さめに作られて

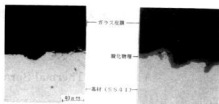


写真1. ガラス溶射皮膚の断面顕微鏡写真

おり、皮膚に圧縮の残留応力が残る。中でも試料Aの膨張率は軟鋼と比較すると相当小さい。そのため軟鋼に厚く溶射すると剥離が生じる危険性があり、むしろ鋳物用に適していると考えられる。

3.2 界面解析

ガラス溶射の密着機構は予熱中に生じる基材表面の酸化層を介してガラス皮膚と化学結合し、強固に密着するため、プラストやアンダーコート無しで容易に溶射が可能であり、それがガラス溶射の大きな特長の一つであることをすでに報告した¹⁻³⁾。しかしその予熱について、予熱過剰になると写真1に示すように基材とガラス溶射層の間に酸化層が残る、この過剰な酸化物の存在は酸化物自体が崩壊または剥離しやすいため、結果として基材とガラス皮膚との密着性が悪くなる。

写真2にステンレス鋼 (SUS 304) 基材への溶射面のSE像及び組成像を示す。ステンレス鋼の場合は軟鋼ほど表面の酸化は生じないが、組成像から界面に若干のFe、Cr、Niの拡散が認められる。この結果、ステンレス鋼も前処理を必要とせず、強固に結合することができる。

同様に銅基材への溶射断面のE P M Aによる解析の結果、銅は軟鋼よりも酸化されやすいので、予熱時間が短くても界面に酸化層が観察され、ガラス皮膚中にCuが溶解しているのも認められた。又Siも同様に界面近域で酸化物中に若干拡散している。この結果から銅へのガラス溶射も容易に溶射が可能であることが確認できた。

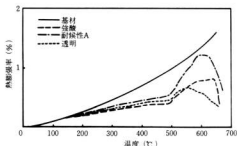


図1. ガラス溶射皮膚の熱膨張率

表2. ガラス材料の化学成分及び転位点、軟化点

試料	化 学 成 分 (wt. %)										転位点 (°C)	軟化点 (°C)
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	ZrO ₂	TiO ₂	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	B ₂ O ₃	ZnO	BaO		
A	37.72	1.21	17.27	11.21	7.52	15.17	0.48	2.28	3.01	—	485	630
B	42.14	6.82	3.11	—	15.02	12.98	6.06	3.68	3.98	3.01	480	600
C	32.99	1.13	—	5.76	6.83	16.90	3.99	19.18	0.68	—	490	540

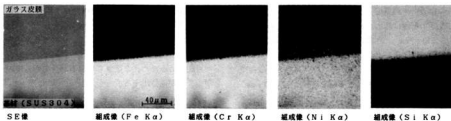


写真2. ステンレス鋼基材への溶射断面のSE像及び組成像

セラミックスや金属等の溶射皮膜と基材との密着機構は、一般にプラストなどによる基材表面の凹凸にからみあって結合するいわゆるアンカー効果が主であるが、これら界面解析の結果ガラス溶射の場合は、基材表面の酸化物を媒体とした化学結合が主要因であると考えられる。^{1)~3)5)}

3.3 密着強度

図2に直径40mmφ、長さ40mmのS S 41基材端面に予熱時間を長くして、溶射した密着強度試験の結果を示す。ガラス材料は試料Bを用いた。この結果、大半の試験片が溶射条件に関係なく基材とガラス皮膜の界面で破断し、その付着力はほぼ $1 \text{ kgf}/\text{mm}^2$ 以下の弱い強度であった。その原因は先の界面解析で述べたように、本試験片は基材表面に過剰な酸化物が形成され、界面に残留するためである。この残留酸化物は、付着力の低下のみならず、衝撃性等他の性能にも悪影響を及ぼす可能性が大であり、厚板や大きな製品に適用する場合に問題となる。そのためにも今後予熱温度の低減を図る技術的検討が必要である。

次に試料Bのガラス材料を用いた溶射条件の密着強度に及ぼす影響についての結果を図3に示す。分散分

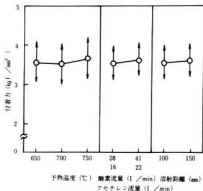


図3. 溶射条件の密着強度に及ぼす影響 (試料B)

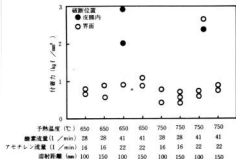


図2. 予熱オーバーの密着強度試験結果

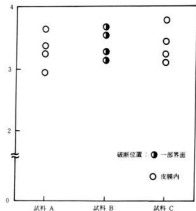


図4. 各種ガラス材料の密着強度試験結果

析の結果、予熱温度、ガス流量、溶射距離とも付着力に及ぼす影響は認められず、いずれの場合も付着力は約 3.5 kg f/cm^2 と非常に良好な結果が得られ、その破断位置はほとんどガラス皮膜内であった。

次に本研究に用いた3種類のガラス材料の密着強度試験結果を図4に示す。いずれの材料とも 3 kg f/cm^2 以上の付着力を有し、非常に優れた付着力を有するガラス材料であることがいえる。

また密着強度に関しては、プラスト無しの場合や、銅、ステンレス鋼基材にも実験を行ったが、いずれも優れた強度を有している。

3.4 耐衝撃性

鋼球落下試験法によるガラス溶射皮膜の耐衝撃性の試験結果を図5に示す。図中の各ポイントは8個の繰り返し実験の平均値を示している。

この結果、耐薬品性を目標に試作した試料Aの皮膜が最も耐衝撃性があり、次いで試料B、試料Cの順となった。この結果は先に報告した各試料の付着力や熱膨張率、また硬さや耐摩耗性等いずれの性能とも関連性がなく独自の特性を示している。耐衝撃性は基材の厚さにも大いに影響するが、例えば200 cmからの鋼球落下でもせいぜい $\phi 5 \text{ mm}$ 程度の割れが発生する程度で、剥離なども全く生じない結果をみても、前報の材料同様

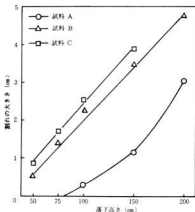


図5. 鋼球(200g)落下による衝撃試験結果

に今回試作したすべてのガラス材料はJ I S R 4301 (ほうろう製品の品質基準)と比較すると、ガラス溶射皮膜の耐衝撃性は相当優れている。またガラス溶射は、溶射技術の特徴の一つである他の材料とのブレンドが可能であるため、今後さらに耐衝撃性のある皮膜を作ることが期待出来る。

4. 結 言

県内の産業界にガラス溶射技術を応用したオリジナリティのある製品を開発するための基礎として、新たに溶射用ガラス材料の試作、適正溶射方法の検討、皮膜の基礎的性能評価を行い、主に次のような結果が得られた。

- 1) 欠陥のないガラス皮膜を得るための適正なフレーム溶射条件を見出し、今回試作したガラス材料の付着力は、ほぼ 3.5 kg f/cm^2 の高い値が得られた。しかし、基材の予熱をオーバーにしすぎると、基材とガラス皮膜の間に酸化層が残り、付着力や他の機械的性能を低下させる。
- 2) ガラス溶射皮膜と基材とは予熱中に生じる酸化物を介して化学的に結合しており、プラスト等前処理やアンダーコート無しに溶射できる。
- 3) 基材は軟鋼以外に銅やステンレス鋼にも溶射でき、付着力も高い。
- 4) ガラス溶射皮膜の耐衝撃性はほうろう製品の品質基準よりも大幅に優れている。

文 献

- 1) H.Noji 他: Proceeding of Surface Engineering International Conference (1988) p 415~
- 2) 野地 他: 溶射技術 vol. 8 No. 1 P 92~ 産報出版
- 3) H.Noji 他: I T S C '89 Thermal Spraying vol. 1 p 14~
- 4) 沢井郁太郎: ガラスホウロウ、日刊工業新聞社 (1959) p 146~
- 5) 成瀬省: ガラス工学、共立出版 (1971) p 274~
- 6) 板井泰: 窯業工学ハンドブック、技報堂 (1966) p 1043~

溶射に関する研究 (第6報)

アーク溶射による金型の製作

原 信彦, 野地英治, 菊山信行, 畑 徳宣, 村田正治,¹⁾ 藤本良男,²⁾
荒本秋夫,³⁾ 出張宣明,⁴⁾ 東山 功,⁵⁾ 河野秀敏,⁶⁾ 木山尚志,⁷⁾ 佐々木薫,⁸⁾

Die Fabricating Technique by ARC Spraying

HARA Nobuhiko, NOJI Hideharu, KARIYAMA Nobuyuki, HATA Noriyoshi, MURATA Masaharu, FUJIMOTO Yoshio, ARAMOTO Akio, DEHARI Nobuaki, HIGASHIYAMA Isao, KAWANO Hidetoshi, KIYAMA Hisashi, and SASAKI Kaoru

Dies for press forming, injection mold and vacuum forming were made by ARC spraying. Some evaluation of dies and products were studied after trial. The results were as follows.

- (1) Die for press forming after 500 times trials using 1.4 mm high tensile steel had no transformation at all, and also accuracies of products were fine.
- (2) Die for injection mold was evaluated after 1000 times trials, and some problems about strength of die occurred, but these could be improved. It's available for small amounts of products.
- (3) Transcription of die for vacuum forming was very fine, but durability of the part of seam pattern was not good.

1. 緒 言

近年、市場ニーズにより商品が多様化され少量ロットの傾向になり、総製造コストに占める金型費の割合が大きくなっている。

又、多種少量生産では、設計から生産までの立上りが短く、金型製作時間の短縮が要望されることが多い。これらの要望を満たすことのできる方法の一つにアーク溶射を利用しての金型の製作が考えられ、前報¹⁾でアーク溶射により金型を製作する場合の基礎となる溶射条件がマスターモデルの加熱及び皮膜の性能に及ぼす影響について検討した。

本報では、プレス用金型、射出成形用金型、真空成形用金型を作成しその評価を行ったので報告する。

なお、本研究は助広島県産業技術振興機構からの委託研究として実施したものである。

2. 金型の製作

2.1 プレス用金型

プレス用金型は、自動車部品で、試作用と本金型を製作した。

マスターモデルは石膏で作製したが、石膏にはSUS 420 J2は溶射できないため石膏マスターから溶射用のモデルを耐熱エポキシ樹脂で積層して製作した、その工程を図1に示す。

プレス用金型の作成は、溶射材料にSUS420J2と黄銅を使用し、溶射用モデルを100メッシュビークの珪砂でブラストした後、ベンガラを水ガラスで溶いた物を離型剤として塗布し乾燥後、溶射した。

溶射皮膜はSUS420J2を1~2mm溶射し、中間層としてSUS420J2と黄銅の異種ワイヤを使用した疑似合金を溶射し、その上に黄銅を1~2mm溶射した。

試作金型と本金型の違いは、溶射皮膜のバックアップ法が異なるだけで、本金型は従来の生産型と同様の鑄鉄構造とし溶射皮膜をエポキシ樹脂で張り付けた後モデルを離型して仕上げを行った。

試作用金型は溶射皮膜を金棒と鉄筋で補強しレジンコンクリートを詰めてバックアップ後、離型して仕上

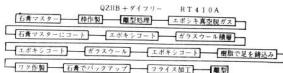


図1. 石膏型からの溶射用マスターモデルの製作工程

- 1) 練クワタ
- 2) 福山ゴム工業㈱
- 3) 供金属熱錬工業㈱
- 4) 視デハリ
- 5) シダマ㈱
- 6) 練ヒロテック
- 7) 大協㈱
- 8) デルタ工業㈱

げを行った。

この工程を本金型、図2に試作用金型、図3に示す。又、製作した本金型を写真1に、その型を使用して作成した製品を写真2に、試作用金型を写真3に製品を写真4に示す。

2.2 射出成形用金型

射出成形用金型はマスターモデルに現物を使用し歯車とダイヤモンド工具の柄を作製した。マスターモデルに現物を使用したため、見切面を出す必要がありモデルを繪型にセットし離型剤（ポリビニールアルコール）を塗布後、亜鉛合金を溶射しモールドベースにセットし低融合金（融点150℃）でバックアップして上型を作製し、その上型に再びモデルをセットし下型を溶射してバックアップ後、仕上げを行い上型と下型を作製した。

その、工程を図4に製作した金型と製品を写真5～8に示す。

2.3 真空成形用金型

真空成形用金型は自動車の内装品製作用の型で、

マスターモデルは革を縫って作り、離型剤としてポリビニールアルコールを塗布し亜鉛合金を溶射後木製の枠にセットして、5号珪砂に樹脂を混ぜたものでバックアップし離型後仕上げを行った。

その工程を図5に、製作した金型を写真9に製品を写真10,11に示す。

3. 製作中に発生した問題点と対策



図2. プレス用本金型の製作工程



図3. プレス用試作用金型の製作工程



写真1. プレス用本金型

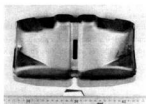


写真2. 製品



写真3. プレス用試作用金型



写真4. 製品

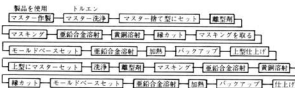


図4. 射出成形用金型の製作工程

3.1 歪みの発生

プレス用金型、射出成形用金型では0.01～0.6mmの歪みが発生した。これは、溶射時のマスターモデルの加熱に起因するものであり、加熱の原因は溶射距離と電流値にあることがわかっている¹⁾。そこで、その原因を調べるため電流値と溶射粒度及び溶射量の関係を求めた。

電流値が粒度分布に及ぼす影響を図6に示す。

亜鉛合金では50Aと90Aで粒度は変わらないが、SUS420J2は50Aと100Aとでは100Aが $297\mu\text{m}$ ~ $105\mu\text{m}$ が多くパン(P)が少なくなっていることから、電流値を上げると粒子は大きくなる傾向にあるが、その値は小さく溶射粒度は電流値にあまり影響されないものと思われる。電流値と溶射量の関係を表1に示す。亜鉛合金、SUS420J2共電流値が高くなると溶射量は上がり50Aと100Aとではほぼ倍になっている。

このことから、マスターモデルの加熱は溶射粒の影響は少なく溶射量の影響が大きいことが分かった。

そのため、金型を製作する場合は溶射量は低下しても電流値を下げて気圧に溶射すると共に、補助冷却装置を使用してモデルを冷却することで歪みは少なくすることが出来るものと思われる。

3.2 強度

プレス金型の溝の部分、射出成形金型の穴、影になる部分に強度の低下が見られた。

前報で平面に角度を変えて溶射した場合 45° が最高値を示したため、今回はテストピースをパイプに入れて穴の中を溶射する場合を再現して強度の測定を行った。

その結果を図7に示す。

穴の中を溶射した場合 45° までは角度がつくと共に強度は少しづつ低下するが 30° は大きく又テストピースの縁にめくれが発生し平面と穴の中では同じ角度でも強度の違いがあることが分かった。

このことから、穴や溝を溶射する際 45° 以上角度が付く場合には、あらかじめ加工した物お理め込むなどの工夫が必要である。

3.3 バックアップ

射出成形用金型のバックアップに巣が出来たため成形中に溶射皮膜の低下やひび割れが発生した。



図5. 真空成形用金型の製作工程

表1. 電流値と溶射量の関係

溶射材料	溶射量kg/h	
	50A	100A
亜鉛合金	5.1	9.9
SUS420J2	2.0	4.2



写真5. 射出成形用金型

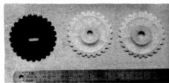


写真6. 製品



写真7. 射出成形用金型

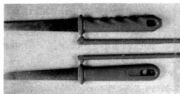


写真8. 製品

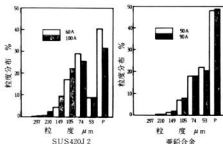


図6. 電流値が粒度分布に及ぼす影響

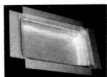


写真9. 真空成形用金型



写真10. 製品

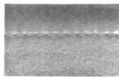


写真11. 製品 縫目模様

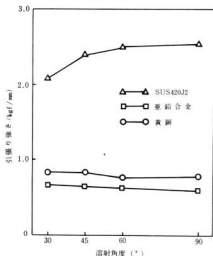


図7. 溶射角度が引張り強さに及ぼす影響

果の様子を写真12に示す。この果は溶射皮膜と低融合金の間に発生したものと、モールドベースのすき間に出来たものである。

これらは、低融合金を鋳込む前にモールドベースを150℃に加熱することとモールドベースとマスターモデルの間隔を大きくすることで果はなくなった。

4. 結 言

アーク溶射によりプレス用金型、射出成形用金型、真空成形用金型の試作を行い、その型を用いて製品を試作し金型及び製品の評価を行った。

1) プレス用金型。

生産用の本金型と試作用の簡易金型を作製した、本金型は1.4mmの高張力鋼をプレス材として使用した。

500枚試作した結果製品は実用できる精度があり、金型はまだ十分使用できる状態であった。



(対像前)



(対像後)

写真12. 射出成形金型に発生した果

このことから一般によく使用される0.7mmの鋼板では小、中量生産用の金型としては十分使用出来るものと思われる。

試作用金型は0.7mmの鋼板を500枚試作したが無傷であった。

2) 射出成形用金型。

本金型として1000ショットテストを行った結果少しバリが発生したがこれはモールドベースを改善することによりなくなるものと思われる。小、中量生産の金型として使用出来るものと思われる。

しかし、寸法精度のきびしい物については縮み代が明らかでないため、使用が困難でありそれを明らかにする必要がある。

3) 真空成形用金型。

縫い目模様などの転写性は良好で商品価値を高めることが出来たが、縫い目模様の先端部の強度が不足しているためこれを改善する必要がある。

文 献

- 1) 広島県立西部工業技術センター研究報告 NO32, 1989.84P

ダイヤモンド薄膜合成装置の開発研究

筒本隆博, 新田 明, 横山宏樹, 土取 功, 梶岡 秀, 中村和清, 木本裕司*

Deposition of Diamond Film by Hot-Filament CVD Method Using a Carbided Ta Filament.

TSUTSUMOTO Takahiro, NITTA Akira, YOKOYAMA Hiroki, TSUCHITORI Isao, KAJIOKA Hideshi, NAKAMURA Kazukiyo, and KIMOTO Yuiji*

Using a fully carbided Ta wire for the filament, diamond films were deposited on the substrate of Si₃N₄ under the condition of H₂-5% CH₄, 30 Torr, by the hot-filament CVD method with elevated filament temperatures up to about 2600°C. Substrate Temperature increases with increase of filament temperature and that causes an increase of deposition rate up to about 8 μm/hr. When the filament and substrate were overheated (T_f=2580°C, T_s=920°C), deposited film was not a diamond but a glassy carbon. Carbided Ta filament did not deform at high temperature, but was very brittle at room temperature which often led to a breaking down of the filament.

1. 緒 言

ダイヤモンドは最も硬い材料として有名であるばかりでなく、低比重で高弾性、高熱伝導性でかつ絶縁性をもち、高い透光性を有するなど、一般の材料には見られない非常に優れた特性を有する材料である。近年気相中で膜状のダイヤモンドを種結晶なしに合成する技術が開発され、これらの特性を実際の応用に活用しようという機運は一層高まっている。

熱フィラメントCVD法はダイヤモンド薄膜の気相合成に最初に成功した方法で、装置の構造が簡単であるという特徴を有する。しかし、炭化性雰囲気中でフィラメントを2000°C以上の高温に加熱するためフィラメントの寿命が短く、長時間の安定な合成ができなくなるという欠点を有する²⁾。これは、フィラメント材料であるタングステンが加熱中炭化し、できた炭化物の耐熱性が低いことが原因で、フィラメントにタンタルを用いることで変形を抑え、フィラメント温度をより一層高温にできることが指摘されている³⁾。

本研究ではタンタルフィラメントを用いた熱フィラメント法によりダイヤモンド薄膜合成装置を試作するとともに、その合成条件の検討を行った。

2. 実験方法

実験装置の概要を図1に示す。フィラメントからの放射熱で周囲が加熱されるため、反応容器、基板支持支柱、フィラメント支持支柱は水冷している。基板の加熱は、外部ヒーターを用いず、フィラメントからの放射熱のみで行っている。

* 興英製作所

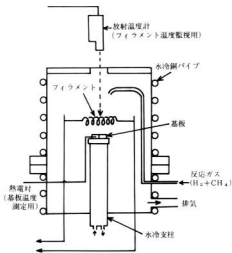


図1. ダイヤモンド薄膜合成装置の概要

フィラメント温度 (T_f) は光高温計 (チノ製IR-U) で測定するとともに赤外線放射温度計で連続的に監視した。なお、測定温度は高温での放射率が不明確なため、測定値の読み取り誤差が大きいため、補正を行っていない。

基板温度 (T_s) は、PRシース熱電対を用い成膜する基板の近くに置いた同質の基板の中心部で測定した。

反応ガスとして、メタンと水素を用い、各ガスの流量はマスフローコントローラーにより調整した。

フィラメントは、0.8mmφのタンタル線をコイル状(直径6mm、10回巻きで長さ36mm)に巻き、それをメタン水素混合ガス中で加熱することにより十分炭化した後

合成実験に用いた。

基板は窒化けい素チップ（京セラ製セラチップ KS8000）を用い、核生成密度を上げるためダイヤモンドパウダーにより傷付け処理した後アセトンで良く洗浄して成膜実験に用いた。

フィラメントの炭化処理及び成膜実験の条件を表1に示す。

表1 炭化処理及び成膜実験の条件

	炭化処理	成膜実験
フィラメント温度, T_f (°C)	2000~2500	2200~2600
基板温度, T_s (°C)	—	600~900
メタン濃度 (%)	5	5
反応槽の圧力 (Torr)	50	30
基板-フィラメント距離 (mm)	—	5, 10
処理時間 (分)	180	30, 60

3. 実験結果及び考察

図2に成膜実験における基板温度 (T_s) とフィラメント温度 (T_f) の関係を示す。

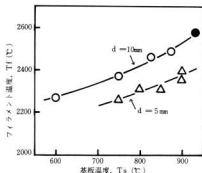


図2. 基板温度 (T_s) とフィラメント温度 (T_f) の関係
(●: 析出物はガラス状炭素, それ以外はダイヤモンド, d: フィラメント-基板距離)

フィラメントからの熱のみで基板を加熱しているため, T_f が変化すれば T_s も変化する。また, フィラメントと基板の間の距離が短いほど, T_s が上昇していることがわかる。

基板は基板台から冷却されているため, 基板の厚み方向にかなりの温度勾配が生じ, 成膜している基板表面の温度は, 基板の中心付近の測定温度より高い値と

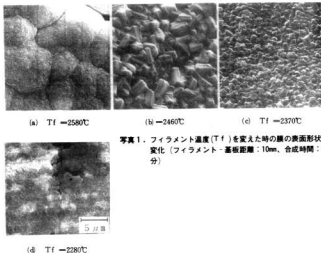


写真1. フィラメント温度 (T_f) を変えた時の膜の表面形状の変化 (フィラメント-基板距離: 10mm, 合成時間: 60分)

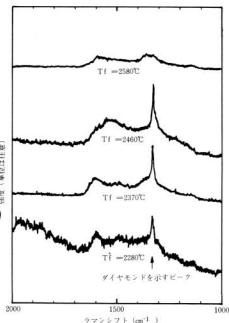


図3. 合成したダイヤモンド薄膜のラマンスペクトルに及ぼすフィラメント温度の影響(フィラメント-基板間距離: 10mm合成時間: 60分)

なっているものと考えられる。

写真1にフィラメント温度(Tf)を変化させた時の膜表面のSEM像の変化を示す。前述した通り、Tfを変化させると、その結果として基板温度も変化するため表面状態はその両者の影響を受けて変化している。

これより、Tfが2580°Cの時、析出物はすでに自形を持ったダイヤモンドでないことがわかる。

また、Tfがそれ以下の温度では、膜表面は明らかにダイヤモンドの自形を持ち、Tfが低下するにつれてその結晶粒は小さくなっていく。

図3に同じ膜の表面のラマン分析の結果を示す。Tfが2460°C以下では、はっきりとしたダイヤモンドを示す 1333 cm^{-1} 付近の鋭いピークと、幅広い2つのピークを持ったガラス状炭素のピークが観察されるが⁶⁾、Tfが2580°Cになるとダイヤモンドのピークは消失し、ガラス状炭素のピークのみが現れている。

また、Tfが2280°Cと最も低い時の膜では、他のものに比べてバックグラウンドが非常に高くなった。

図4に成膜速度(v)とフィラメント温度(Tf)の関係

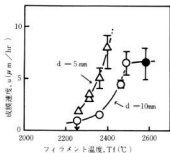


図4. 成膜速度(v)とフィラメント温度(Tf)の関係 (●:析出物なガラス状炭素、それ以外はダイヤモンド、d:フィラメント-基板距離)

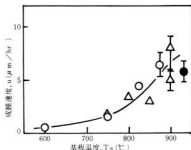


図5. 成膜速度(v)と基板温度(Ts)の関係 (●:析出物はガラス状炭素、それ以外はダイヤモンド、○●:d=10mm, △:d=5mm, d:フィラメント-基板距離)

を示す。これよりTfを上昇させると、vは飛躍的に増加していることがわかる。また、フィラメントと基板間の距離(d)は短いほうが同じTfの時でもvが大きいこともわかる。

図5に成膜速度(v)と基板温度(Ts)の関係を示す。これよりvはTsにより決まるように見えるが、Tfも同時に変化しているため、両者の相乗的な効果として、偶然に基板温度と成膜速度の間で一時的な関係になったものと考えられる。しかしながら同程度の基板温度で、Tfを2000°Cにした従来の方法¹⁾($v \approx 0.5\text{ }\mu\text{m/hr}$)よりかなり大きな成膜速度が得られていることは明らかで、フィラメント温度を高めた効果が現れている。

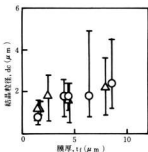


図6. 膜厚 (t_f) と表面の結晶粒径 (d_c) の関係
(フィラメント-基板距離 ○: 10mm, △: 5mm)

図6に膜厚と膜表面の結晶粒径の関係を示す。これより結晶粒径は膜厚の増加とともに大きくなっていることがわかる。

フィラメント温度が低い程膜表面の結晶粒が細かくなったのは、膜厚が薄いためであることがわかる。

結晶粒径の分布を見ると膜厚の厚いものでも、かなり小さな結晶粒径のものも含んでおり、最初の核がそのまま成長しただけでなく、合成中に新たに核生成していることが予想される。

十分炭化したタンタルフィラメントは高温でほとんど変形することはなかったが、室温では非常に脆くなり、ちょっとした衝撃にも破壊してしまう。(写真2参照) このため、実験中フィラメント温度を下げる時などしばしばフィラメントが折れることがあった。フィラメント破損が起きないようにフィラメントの支持方法の改良を行うのが今後の実験上の課題である。

4. 結 言

メタン-水素混合ガス中で十分炭化させたタンタルフィラメントを用い、フィラメント温度を約2600°Cまで上昇させ、水素-5% CH₄、30Torrの雰囲気中で熱フィラメント法により、窒化けい素基板上にダイヤモンド薄膜の合成を行った結果、次のことがわかった。

- 1) フィラメント温度を高めると基板温度は上昇しそれにつれて成膜速度も上昇した。
- 2) フィラメント温度が2580°C、基板温度が920°C以上となると、析出物はダイヤモンドの自形を持たないガラス状炭素となった。

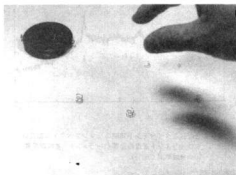
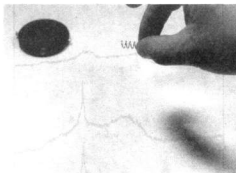


写真2. 落とすだけでこわれる炭化したTaフィラメント

- 3) 膜表面の結晶粒は膜厚が増加するにしたがって大きくなった。
- 4) 炭化したタンタルフィラメントは、高温ではほとんど変形しないが、室温で非常に脆く折れやすくなった。

最後に実験装置の製作、合成実験を行うに当たり、東京大学先端科学技術研究センターの松原秀彰先生に貴重な助言、指導をいただいたことに感謝の意を表します。

文 献

- 1) S.Matsumoto, Y.Sato, M.Kamo and N.Setaka, Jpn.J.Appl.Phys., 21, L183(1982)
- 2) 加茂睦和: NEW DIAMOND, No.1, P23(1985)
- 3) 松原秀彰: NEW DIAMOND, No.16, P9(1990)
- 4) 佐藤洋一郎: NEW DIAMOND, No.3, P17(1986)
- 5) S.Matsumoto, Y.Sato, M.Kamo and N.Setaka, Proc., 7th ICVM, 1982, Tokyo, Japan, P.386

アルミナセラミックスと金属の接合に関する研究

新田 明, 土取 功, 世良時夫

Joining of Alumina Ceramics to Carbon Steel

NITTA Akira, TSUCHITORI Isao, and SERA Tokio

Brazability of alumina ceramics to commercially carbon steel(S45C) with silver base filler metals inserting Be-Cu, Ti, Zr, V-Ni-Cu has been investigated by microscopy, SEM-EDX, X-ray diffraction, micro hardness, and fracture shear test of the joints. Before joining, surface of alumina ceramics were metallized by the different metals used in the temperature ranges 1073 K to 1473 K and in vacuum atmosphere about 4×10^{-3} Pa for 0.5 ks. Main results were as follows.

Joining strength depended on the kind of insert metals, joining time, joining temperature and thickness of stress relieving materials. The experimental conditions which produced the maximum joining strength (98 MPa) were at 1223 K, 0.6 ks of joining time, Zr of inserting metal, and 0.1 M Pa clamping pressure.

1. 結 言

ファインセラミックスは金属材料と比較して、特に耐熱性及び耐食性を始めとする数々の優れた性質を持ちながら、その応用範囲が拡大しないのは、ファインセラミックスが脆性、難加工性のためである。それを補う目的で金属との接合方法などの周辺基盤技術の確立が課題になっている。セラミックスと金属の接合において解決すべき技術的課題の主なもの、セラミックスと金属の熱膨張差による接合界面での熱応力による割れの発生、同界面における反応性および結合性などが挙げられる。セラミックスと金属の接合に関しての文献^{1)~3)}は近年多くなっているが、今回セラミックスの中で将来的に比較的低コスト化が期待できる酸化物系セラミックスである Al_2O_3 を使用し、相手材料として構造用鋼のS45Cを採用し接合体の加工を行った。

本研究は熱応力の緩和方法としてソフトメタル法⁴⁾を採用し、従来の単純な真空ろう付法でアルミナと金属の接合が行なえるインサート金属の開発および接合技術の確立を行うとともに、その接合機構の解明を目的としたものである。本報告では、接合用インサート金属としてBe, Ti, Zr, VなどのIIa, IVa, Va族元素を含んだ金属を銀ろうに挟み、アルミナと金属の接合強さに及ぼすインサート金属組成および接合条件の影響を調査した。

2. 実験方法

実験に用いたファインセラミックスは Al_2O_3 で接合相手材は構造用炭素鋼(S45C)とした。

インサート材は前報と同様Be-Cu, Ti, Zr, V-Ni-Cuを使用した。

Al_2O_3 は予め接合面をエメリーペーパー#400まで仕上げ、トルエン→アセトンにて洗浄を行う。

Al_2O_3 と金属の接合構造は図1のようにZrなどの活性金属を銀ろう(28%Cu, 72%Ag, 厚さ50 μ m)に挟み、Ni箔(厚さ50 μ m以上)をかぶせてメタライズ処理を行う。メタライズのヒートサイクルは真空ホットプレス中で、

昇温、予熱は700 $^{\circ}$ C \times 30分、接合温度800 $^{\circ}$ C \times 10分間メタライズを行った。

V-Ni-Cu系は予熱900 $^{\circ}$ C \times 30分、接合温度1150 $^{\circ}$ C \times 10分の条件でメタライズを行った。加熱雰囲気は $1 \sim 5 \times 10^{-4}$ Torrの真空中で行い、冷却はインサート材の応力緩和のた



図1. Al_2O_3 と金属の接合構造

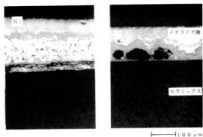
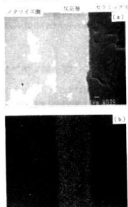


写真1. メタライズ後の断面写真

め600℃×60分間保持後冷却した。接合体のろう付は、銀ろうにより真空中で850℃×10分間加熱し、冷却時に400℃×60分保持後冷却した。なお接合荷重はメタライズ、ろう付とも1 kgf/cm²一定とした。



(a) Compo. Image
(b) Zr-Kα Xray Image

写真2. 接合界面のZr濃度分布

3. 実験結果と考察

写真1はメタライズ後の断面組織を示す。(a)のタイプは接合時間が短いため実質のろう材の温度が低く充填しなかったと思われる、(b)は接合条件が高温長時間すぎるためろう材の流出や蒸発など接合界面において欠落(ろう切れ)現象が生じたと思われるが、これらのポイドの発生には多くの因子の単立影響である。ことが考えられるのでポイド生成原因の解明は今後の検討課題である。

写真2はインサート材Zrで950℃×10分間の条件で接合した界面のEDXによる分析結果であるが、Al₂O₃との界面がWavyになっているのは液相を介した反応の特徴であり、この形状も接合の高強度の要因と推定される。また反応層の厚さと活性金属Zrの高化層がよく対応している。反応時間と反応層の厚さとの関係を示したものが図2であり、図3はせん断強さと

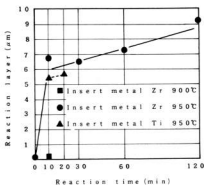


図2. 反応層の厚さと時間の関係

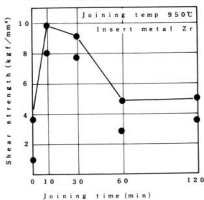


図3. せん断強さと接合時間の関係

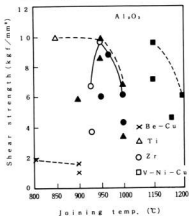


図4. 各種インサート材のせん断強さと接合温度

接合
たもの
は950
件で
後ゆ
めら
断強
間の
した
分間
な条
図
ト材
せん
した
時間
件で
図
さへ
スに
分間
し、
の強
強さ
る。
図
Zr
ト
両
写
タ
バ
さ
分
〜
き
で
が
後

接合時間の関係を示したものである。反応層は950℃×10分間の条件で急激に増加し、以後ゆるやかな増大が認められる。一方、せん断強さは反応時間10分間の条件が最高である。したがって反応時間10分間は必要にして十分な条件と考えられる。

図4は各種インサート材による接合温度とせん断強さの関係を示した結果である。接合時間は10分間一定の条件で行った。

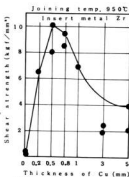


図5. せん断強さへの緩和材の厚さの影響



写真3 せん断試験後の接合体

図5は、応力緩和材である銅の厚さによるせん断強さへの影響を求めた結果である。Al₂O₃セラミックスにおいてインサートZr、メタライズ条件950℃×10分間の場合、銅の厚さ0.5mmが最高のせん断強さを示し、他のデータ⁶⁾では0.8mmとなっており0.5~1mmの銅の厚さが接合体に良い結果をもたらすが、軟質金属がある厚さ以上になると、接合強度は軟質金属自身の強さと等しくなるため強さの低下が生じると考えられる。

図6はAl₂O₃とS45C接合体をインサート材Ti、Zrを介して接合したせん断強さのワイブル・プロットである。接合条件は950℃×10分間一定で行ったが、両者ともバラツキが大きく単一モードでない。そこで写真3の異常破壊(セラミックスでの破壊)したデータを排除しワイブル・プロットしたものが図7であり、バラツキの少ない良好な接合が得られた。

図8のZ10はインサート材Zrで反応時間10分の硬さ分布を示したものであり、T10は同様にTiでの硬さ分布である。写真2に示した反応層はいずれもHV300~400であったが、ここで着目点は反応層近傍に形成されたAl₂O₃中に形成された幅の狭い層(5~6μm)でかなり軟化した(Hv1000~1500)層の存在であるが、他の文献⁷⁾では硬化していると説明しており、今後これからの構造解析を行う必要がある。

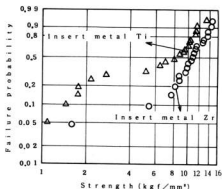


図6. Al₂O₃-S45C接合体のワイブル・プロット

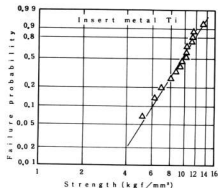


図7. Al₂O₃-S45C接合体のワイブル・プロット

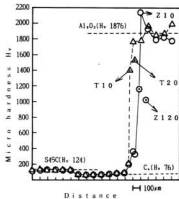


図8. 接合体断面の硬さ分布

写真4はインサート材Zrにおいて、メタライズ条件950℃×10分間で処理した試料のAl₂O₃。界面近傍のEDXによるライン分析結果である。ここで注目すべきはWavyなZrリッチ層の存在であり、同界面のメタライズ側を研削した後、X線回折で観察した結果、ZrO₂の生成が認められた。またインサート材V-Ni-CuではVO₂あるいはV₂O₅などが、インサート材TiではTi₂O₃のピークが同定されることなどから、セラミックスと金属の接合メカニズムは活性金属とセラミックス中の酸素との反応に大きく支配されていることが確認された。

写真5は今回試作したチッパー、固定盤、絶縁治具の試作例を示した。

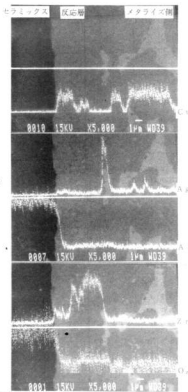


写真4. EDXによる分析結果

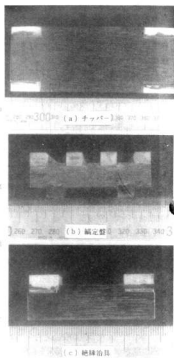


写真5. 接合体の試作例

4. 結 言

Al₂O₃と金属との接合技術の確立を目標にインサート材を開発し、接合体のせん断強さにより評価を行った。これらの結果をまとめると次のとおりである。

- 1) 接合強度に影響する因子は、インサート材、接合時間、接合温度、緩和材の厚さである。
- 2) 最高の接合強度の建節条件は、せん断強度98MPa、接合温度950℃、接合時間10分間、インサート材Zr、接合荷重1kgf/cm²である。

ファインセラミックスと金属の接合体の利用拡大のためのデータとしてせん断強さのワイブル・プロットを行ったが、更に各種セラミックスと金属の接合体のデータが望まれると考えられる。

最後に、株式会社興英製作所 古満氏、石川氏の多大な御協力に対し深く感謝いたします。

文 献

- 1) 岡本：金属学会報，Vol.25 (1986) No5、P417
- 2) 山田：〃，Vol.25 (1986) No5、P436
- 3) 矢野：窯業協会誌，Vol.95 (1987) No3、P357
- 4) 白藜：耐熱金属材料第123委員会研究報告、26-2 (1985)、303-311
- 5) 河野：金属学会誌，Vol.49 (1984) No10、P876
- 6) 白藜：金属学会講演概要、(1985・10月)、P200
- 7) 中尾：溶接学会論文集，Vol.7 (1989) No3、P401

ハイブリッド化による複合素材の高機能化

下原伊智朗, 大橋俊彦, 好満芳邦, 西本義雄,¹⁾ 竹内正一,²⁾ 木原隆司,³⁾ 杉原芳明,⁴⁾ 水崎泰正⁵⁾

Processing and Application Technologies on the New Engineering Materials R & D for High Valuable Composite Materials by Hybrid Technology

SHIMOHARA Ichiro, OHASHI Toshihiko, YOSHIMITSU Yoshikuni, NISHIMOTO Yoshio, TAKEUCHI Shouichi, KIHARA Takeshi, SUGIHARA Yoshiaki, and MIZUSAKI Yasumasa

5 themes for R & D on hybrid composite materials were carried out during "ON THE RESEARCH TRAINING (ORT)", which made staff engineers belong to small companies valuable researchers for a new business or high technologies in our institute for a half year. The outline of these studies were as follows.

- (1) Adhesion and fixing between aluminum structure and FRP structure. Evaluation method and processing on adhesives and fixing aluminum structure with FRP were researched and useful technical points were certified after discussions.
- (2) Synthesis of epoxy acrylate resins and application to hybrid composite. High performance resins with processability, low shrinkage and low styrene were founded.
- (3) High quality springs shaped bar for marine leisure vehicles. The new springs composited of UDFC, GP and pultruded FRP core materials were made by sheet winding process.
- (4) Plane heater used carbon fiber. CF paper/EP composite with Cu terminal were presented to apply to plane heater and these performances were evaluated.
- (5) EMI shielding panell used Ni-metallized carbon fiber composites. Ni-CF/EP composite panell were showed high level EMI shielding, especially lower frequency (e.g. around 100 MHz).

1. アルミ構造とFRP構造の接合

1.1 概要

複合材料の開発が進むに連れて、金属とセラミックとの接合のように、異なる材料間の接合が注目されるようになってきた。このような接合ができれば、より新しい機能を有する材料としての可能性がでてくる。そこで最近よく使用される材料であるアルミニウム

とFRPとの接合について検討した。

1.2 接着剤の検討

まず接合法として最も簡単な接着について検討した。図1-1はアルミとFRPの接着強さの比較である。(a)は不飽和ポリエステル系、(b)はポリウレタン系、(c)はエポキシ系の接着剤である。この中では、(b)の強度が高くせん断強さにして100kgf/cm²以上である。また実用的にも伸びが大きいことから、疲労特性、衝撃特性も良好と考えられアルミ/FRPの優れた接着剤の一つであるといえる。

写真1-1に代表的な接着せん断破面を示す。(a)及び(c)の破面は、FRPの下地がはっきり見えており、接着性の悪さがよく分かる。それに対して(b)の場合は、明らかにFRP側の表面が破壊して、内層のガラス繊維が露出している。(b)はアルミ材と強固に接着し、かつFRP界面の剥離も生じない適当な接着剤であることを認めた。

1.3 アングル材の接合法

接合の手段の代表的な形式であるアングル材の突合せ接合について検討した。

アングル材を図の様にボルト接合する場合、座金部分に応力が集中すると考えられるため、座金の形状・寸法を変えたもの、接合部のFRPの厚さを変えたもの等の効果について、引張試験を行い検討した。結果を表1-1に示す。

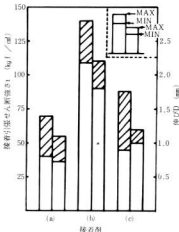


図1-1. 構造用接着剤のAl/FRP接着強さの比較

1) 西ニシモト 2) マナック機 3) 西貝デザイン 4) 大橋俊 5) 中国機械院

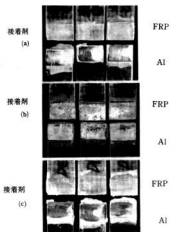


写真1-1. FRP/Al接着せん断引張破面

表1-1. アングル材のボルト接合強度

試料名	幅 mm	厚さ mm	荷重 kgf	せん断応力 kgf/cm ²	引張応力 kgf/cm ²
丸座金 FRP 均一厚さ	40	3.2	145	83	115
丸座金 FRP 接合部肉厚品	40 ^φ	5.4	350	115	160
角座金 FRP 接合部肉厚品	38	5.2	340	52	173
角座金 ゴムライナー3.2mm	39	4.0	230	43	142

表1-1の引張応力は、(破壊荷重)/(接合部のFRP断面積)として表したものである。

これを見ると、FRP形状、特に接合部の肉厚化、そして更に、角座金を用いて締め付け面積を大きく取ることが接合の手法として有効であると認められる。

写真1-2に孔周辺の破損の状況を示す。亀裂及び白化の状況から、破壊はせん断ではなく引張応力と曲げ応力によるものと考えられる。またゴムライナーをFRPとアルミの間に挿入したものは、しないものに比べ白化が全体に広がっており、応力がうまく分散されていると考えられる。次にアングル材を接着で接合して同様の引張試験を行い検討した。

接着引張せん断試験の数値から計算すると、接着面積が約16cm²であるので、破壊荷重は1800kgf程度になる

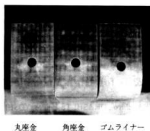


写真1-2. アングル材ボルト接合の破壊状況

はずである。しかし実際には40kgf程度の強度しか出ていない。この方法では接着剤の引張破壊のモードとなったためと考えられる(図1-2)。従って、この様な応力条件下では、接着工法は意味がなく、応力が接着面全体に分散する継ぎ手設計を採用した工法を考慮しなければならないことを認めた。

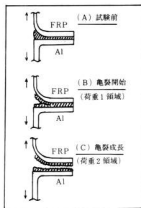


図1-2. アングル材の接着破壊準則

1.4 結 言

アングル材でのFRP/Al接合実験を行い次のことがわかった。

接合部FRPの肉厚化、FRP/Al間へのゴムライナーの挿入と締め付け座金の形状面積が、良好な接合のための要因である。

FRP/Alの接着は、構造用接着剤として一般的な3種類のものについて比較した結果、ポリウレタン系のものが強度、伸び共に優れていた。接着によるアングル

材の接合は、予想よりはるかに低い強度しか得られなかった。アングル材の接合では、単純な引っ張りの応力ではないため、接合方法の工夫が必要である。

2. FRPマトリックス樹脂の合成

2.1 緒言

FRP用樹脂は、小型船舶、住宅機器等の汎用品に使われる不飽和ポリエステル樹脂(UP)、CFRP用の高性能のエポキシ樹脂(EP)、その中間的存在のビニルエステル樹脂(VE)等が一般的である。しかし最近自動車のFRP化が急速に進んで来ており性能もコストも要求される分野が広がってきている。そこでVEの高性能化と成形性の向上を狙って新しいエポキシアクリレート(特殊EPA)を合成し、その硬化特性、機械的特性等を実験検討した。その結果良好な樹脂特性を示す系を認めた。

2.2 EPAの合成

VEのベースポリマー(基本樹脂)であるEPAは、以下のように合成した。エピビス型エポキシ樹脂ELA-128(エポキシ当量188)にメタクリル酸を当量混合した後、重合禁止材100ppm、アミン系触媒2000ppmを添加して加熱攪はんした。反応温度は100~120℃で反応時間は8~9hrを要した。反応速度等は、酸価の測定により追跡チェックした。

特殊EPAについても同様の操作条件で、6~12hr反応させた。

2.3 特殊EPAの効果

VEの硬化特性および特殊EPAの効果把握するため、従来の樹脂組成がEPA:スチレン(ST)/1:4のVEを基準に、スチレンを合成した特殊EPAで置き換えた各種の樹脂組成のものを調整し、硬化時間、最高発熱温度、硬化収縮率を測定した。特殊EPAとしては、3種類の単官能グリシジルエーテル誘導体のメタクリレート(非ハロゲン系の1AB、ハロゲン系の2BB、2CB)を用いた。表2-1にこれらの特性を示す。スチレンをABで置換して行くに連れて硬化は速く、発熱温度は低下している。また硬化収縮率も2割程度低下している。他の特殊1EPA、2BB、2CBについても同様の傾向を示した。

このように特殊EPA配合の新規樹脂は、FRPの成形加工性を高める有力な要素となることを認めた。

表2-1. VE硬化特性および特殊EPAの効果

樹脂組成 EPA:ST:特殊EPA	mol 比	硬化時間	最高発熱温度	硬化収縮率
		min	℃	%
AB	1:4:0	24.0	174	9.71
	1:3:1	16.6	153	9.14
	1:2:2	13.1	137	8.70
	1:1:3	14.8	124	7.90
2BB	1:0:4	15.5	114	8.68
	1:2:2	8.0	126	7.76
2CB	1:0:4	6.4	105	—
	1:2:2	7.7	131	7.38
	1:0:4	7.2	107	—

2.4 FRPの力学的特性

前述した各種樹脂組成の新規樹脂を調整し、それらを用いて炭素繊維18Plyのものと炭素繊維(C)とガラス繊維D0からなるハイブリッド構成(1C/3M/1C/3M/1C)のFRPを成形し、その力学的特性を測定した。その樹脂組成及び力学特性を表2-2に示す。

CFRPの場合、ABを配合した樹脂においては、曲げ強度、衝撃強度、層間せん断強度がいずれも、約1.5倍に向上している。これは、スチレン単独のものより、炭素繊維と樹脂との界面接着性が良くなったためと考えられる。2BB、2CBにおいては、ある程度効果が見られるものの、ABほど顕著ではない。しかし樹脂自身の硬化特性(硬化時間、発熱温度)は、ABよりもかなり優れているため、作業性の面で期待できると考えられる。

2.5 結言

従来のビニルエステル樹脂の改質手段として、新規な単官能エポキシアクリレート(特殊EPA)を合成し、置換スチレンモノマーとして配合した新しい樹脂を調整し、加工性、力学的特性に及ぼす効果について検討した。特殊EPAのモル比が増すにつれて樹脂の硬化は速く(max 3倍)、発熱温度は低下し(min 2/3)、さらに硬化収縮率は低下することを認めた。

特殊EPAの使用によって、ガラス/カーボンハイブリッドFRPでは、顕著な差を認めなかったが、CFRPでは曲げ強度、衝撃強度、層間せん断強度がいずれも、約1.5倍に向上しており、硬化特性の優れた強度的にも性能のよい、基本的にはハイブリッドFRPに適した特性を有するものと考えられる。

表 2-2 FRPの力学的特性—中温硬化品(80℃)

	1:4:0	AB 1:3:1	AB 1:2:2	2BB 1:3:1	2BB 1:2:2	2CB 1:3:1	2CB 1:2:2	AB 1:0:4	AB 1:0:8
密度 (g/cm ³)	31.4	37.4	191	117	667	133.5	820	3276	682
強度 (kg/cm ²) 溶融硬化液	1.0345 1.1458	1.1077 1.3854	1.1955 1.3558	1.1962 1.3116	1.3234 1.5348	1.2026 1.3241	1.3227 1.4388	1.1441 1.2423	1.1388 1.2476
収縮率 (%)	0.71	0.14	6.70	6.80	7.76	6.46	7.36	7.90	6.68
曲げ強さ (kg/cm)	16,611.8	16,411.1	17,180.1	16,511.0	14,311.8	17,511.2	16,410.6	—	11,911.9
弾性率 (kg/cm)	42514	24312	37012	61411	45716	41212	45216	—	37416
曲げ変位量 (mm)	7,011.3	6,711.3	9,810.1	7,010.5	5,110.8	6,011.3	6,910.3	—	6,112.0
引引く強度 (kg/cm ²)	8,111.3	10,711.4	7,511.4	6,811.3	6,910.7	8,512.9	4,710.8	—	3,510.4
厚み (mm)	3,258	3,470	3,244	3,187	3,2576	3,259	3,217	3,332	3,402
曲げ強さ (kg/cm)	33,816.0	45,911.8	47,411.7	30,411.7	41,411.3	35,611.5	38,012.9	46,618.5	44,616.6
弾性率 (kg/cm)	57151122	5095141	54021125	63551235	5048170	5889148	6151172	52761190	5090195
曲げ変位量 (mm)	1,3510.09	1,7213.08	1,7049.17	1,5510.09	1,5110.17	1,4410.09	1,3610.07	1,7710.36	1,6913.18
縦断せん断強さ (kg/cm ²)	2,1410.05	2,8719.06	3,1190.07	2,5010.94	2,5210.01	2,3710.10	2,4310.08	2,4301.08	2,0119.13
引引く強度 (kg/cm ²)	16,911.8	26,912.5	25,643.1	16,211.4	16,511.3	16,911.1	18,412.2	22,912.2	17,111.5
厚み (mm)	3,190	3,122	3,216	3,181	3,217	3,143	3,151	3,134	3,335
曲げ強さ (kg/cm)	43,211.0	42,812.3	42,741.7	45,313.1	44,712.6	45,811.4	43,112.9	41,811.5	49,311.2
弾性率 (kg/cm)	2537178	2093176	2853166	2081161	31391148	20891206	2089123	2767180	2489196
曲げ変位量 (mm)	4,7219.11	5,1510.08	4,5810.16	4,6410.23	4,3210.16	4,7214.21	4,7010.26	4,6310.09	5,4310.32
縦断せん断強さ (kg/cm ²)	2,0219.18	2,5410.05	2,5910.13	2,4801.05	2,8510.12	2,7810.12	2,6110.04	2,8410.1	2,7710.10
引引く強度 (kg/cm ²)	50,1111.5	51,918.8	50,315.0	51,115.5	50,016.3	52,016.8	54,114.3	55,015.2	47,516.4

* 基本強度: ST: 特殊EPA (モル比)

平均値±2σ (mm²/N)

3. ハイブリッドCFRP製板ばねの製作

3.1 緒言

CFRPの用途として、海洋での利用はその強度、弾性率の面の他に、耐久性・耐蝕性が優れていることから特に期待できるものである。今回水域での新しい乗り物、水面跳走艇(スカッドボート)を考案し、その部材として耐蝕性と強度の面からCFRP製の板ばねを製作して、実装試験をおこなった。

スカッドボートの重量が、約310kgの設計であり、板ばね一本当たりが受け持つ荷重は約40kgとなる。そこで破壊荷重は、80kgf以上で、かつできるだけ変形量の大きいものであることを目標とした。

3.2 板ばねの製作

板ばねは、強化繊維の引き抜き成形で作成した100×6×1300mmのFRP製板に、炭素繊維の一方方向織物とガラスマットを交互に巻き付けて積層しハイブリッド構成とした。

強度が大きいかつしなりも大きくするため、根元部から先端部にかけて繊維基材の長さを1200→900→600→300mmというふうに変化させて積層し、長手方向にテーパ形状の板ばねを試作した。さらにフラットテーパ形状の板ばねについても試作した。

3.3 板ばねの評価

製作したいくつかの板ばねの評価は、図3-1に示

す方法で行った。一端を固定し、反対側に荷重をかけ、たわみ量Xを測定し、その効果を評価した。結果を図3-2に示す。テーパ形状の板ばねは、フラット形状のものにくらべやや曲がりも大きいものの、予想したたわみ量は得られなかった。従って板ばねは量産性の高いフラットな形状を採用した。最終的には80kgの荷重時に、破壊を伴うことなく約220mmまでのたわみ量を得ることができた。

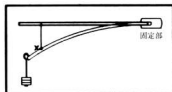


図3-1 板ばねのたわみ量評価方法

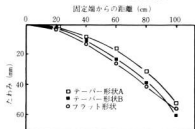


図3-2 板ばねのたわみ量

試作した各種板ばねの機械的強度評価をおこなった結果を、表3-1に示す。表層近傍に炭素繊維の層が多くなるほど弾性率が大きくなる傾向が見られる。これは炭素繊維層の配置を変えることで、たわみ量を制御できることを示している。

表3-1 板ばねの強度試験結果

試料名	板幅 mm	板厚 mm	破壊荷重 kgf	破壊応力 kgf/cm ²	弾性率 kgf/cm ²
実用化板ばね M ² CM ² C ² MC ² C ²	111	16.5	63.3	2550	3860
試作板ばねA M ² CM ² MC ² C ²	109	15.6	61.5	2180	3440
試作板ばねB (CF) ¹ +C ²	105	12.8	54.7	1250	2850
芯材	100	6.0	95.6	765	1960

3.4 顕微鏡観察

板ばねの破断面を写真3-1に示す。炭素繊維が切れている所は、一方方向に繊維を束ねている横糸の部分で生じているのが、観察された。横糸の影響で応力集中が生じているためと考えられる。



写真3-1 板ばねの破断面

3.5 結言

スカッドボート用のハイブリッドCFRP製板ばねを製作した。海上走行試験を行い強度的には充分であり、ばね弾性により乗り心地も良いものであることが確認された。写真3-2に試験の様子を示す。



写真3-2 スカッドボートの走行試験

4. 炭素繊維を用いた面発熱体の樹脂型への応用

4.1 結言

炭素繊維は、機械的強度だけでなく、耐熱性や導電性等の機能性を有している。その中で炭素繊維の利用技術として導電性をとりあげ、面発熱体を試作し実用製品への適用を図った。

4.2 面発熱体の作製

炭素繊維には織物やプリプレグなど多くの形態の製品があるが、今回は面発熱体に最も適する抵抗値の炭素繊維ペーパーを用いた。ペーパーを任意の大きさに(例えば120×120mm)カットし、Cuの薄板を電極として両端に配置した後、2枚のエポキシ接着フィルムで両方からはさみ、130℃、1.5Hr、5 kg/cm²の圧力でプレス成形し面発熱体を作成した。

4.3 面発熱体の発熱特性

図4-1~2に電力量と温度の関係を示す。120℃程度までの温度ならば、発熱体の表面積が変化しても、単位表面積当りの電力と温度は直線関係になっている。また炭素繊維の積層枚数を変えた場合、即ち発熱体の厚さを増した場合でも、比例関係にあることを認めた。

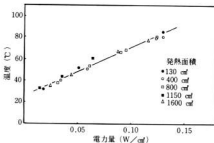


図4-1 発熱面積と温度

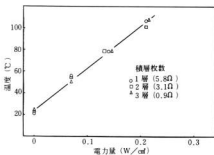


図4-2 積層枚数と温度

次に発熱体の温度分布について検討した。上記の方法で作製した120×120mmの発熱体をFRP中にインサートし、20Wの電力を加えその表面の温度を測定した。図4-3に示す様に発熱体から離れると急激に温度が低下している。これはFRPの低熱伝導性が原因と考えられ、実際に使用するときには、注意を要する。発熱体自身の温度は、77℃であり、若干の温度分布が見られるがヒーターとしては、充分満足できるものであった。炭素繊維ペーパーの分布のむらや成形時の繊維のずれなどが、その主な要因と思われる。

4.4 注型用樹脂型への応用

実製品への応用の第一歩として、発熱体を埋め込んだ発熱機能付き樹脂型を試作し、レジインジェクション(RI)注型品を作成した。図4-4にその硬化特性を示す。硬化挙動は、注入樹脂の温度でモニターした。

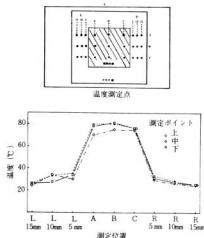


図4-3 発熱体の発熱温度分布

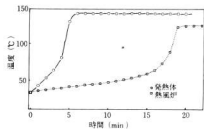


図4-4 硬化時間の比較

従来の熱風炉方式で作成した場合に比べ、硬化時間が1/3ほど短くなっている。また熱風炉式と違い、型のまわりの雰囲気を加熱する必要はなく、エネルギー的にも非常に有利であると思われる。製品の硬化状態もパーコール硬度95で、同じ材料による量産品と同じで問題はなかった。製品の寸法精度等は今後の課題である。

4.4 結 言

炭素繊維を利用した機能性材料として、炭素繊維ペーパーを用いて面発熱体を作成し、それをRI用の樹脂型に応用し、発熱機能付き樹脂型を試作した。

作成した発熱体の大きさは、10×10cm~24×24cmでユニットとして使用でき、大面積化も可能である。発熱温度は、0.2W/cm²で約100℃となる。

発熱機能付き樹脂型は、熱風炉式に比べ樹脂の硬化時間を大幅に減少できるほか、省エネルギー的にも有利である。

5. Ni-CF複合材料による電磁波シールドパネルの開発

5.1 結 言

電子技術のドラスティックな進展に伴って、電磁波障害(EMI)が深刻な問題になっている。技術的にも、初期の導電塗料による塗装からより確実で耐久性の高いメッキ等に移行しつつあるが、いずれも多機能性という点でコスト競争に勝てないのが現状である。

中国紡織株式会社では炭素繊維へのニッケルメッキ技術(以下このメッキ糸をNi-CFと略記する。)を取得しており、軽量にして高強度・高弾性率を有するEMI材料としての応用について検討した。その結果、商業用途などの100MHz付近での近接電界シールド効果は70dB以上を示して、高いレベルのEMI材料であることを認めた。

表5-1 実験に用いた繊維基材の特性(実測値)

品名	R (X 10 ⁻⁵ Ω·cm)	目付量(g/m ²)	Ni量(g/m ²)
Ni-CFローピング	8.5	300	135
同上ペーパー-炭素繊維	22.3	22	12
市販炭素繊維ペーパー	200	30	0

5.2 実験方法

5.2.1 試料

実験に用いた材料は、Ni-CFローピングおよびペーパー状短繊維と比較に用いた市販炭素繊維ペーパーである。これらの繊維基材の体積固有抵抗値 Ω および構成を表5-1に示す。

なお、走査電子顕微鏡観察からNi-CFのメッキ厚さはほぼ均一で、平均 $0.38\mu\text{m}$ であることを認めた。写真5-1に繊維破面の走査電子顕微鏡画像(SEM)を示す。

5.2.2 パネルの作成

25cm角の正方形に調整した、それぞれの繊維基材を同一寸法のエポキシ接着シート(EP91215:横浜ゴム)2枚に挟み、離型フィルム(テフロンフィルム)およびスペーサー(0.4mm)を介して、 $130^\circ\text{C} \times 7\text{kgf/cm}^2 \times 40$ 分の成形条件でプレス成形してパネルを作成し、銅箔等を用いて端面処理を行った。代表的なものを写真5-2に示す。

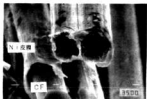


写真5-1 Niメッキ炭素繊維(Ni-CF)の断面

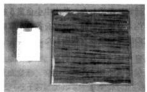


写真5-2 Ni-CFローピング直交配置/EPパネル

5.2.3 EMIシールド評価試験

計測方法としてアドバンテスト法およびKEC法を用いて、近接界および遠方界における電界および磁界に関する周波数減衰特性を計測した。計測方法の詳細については、本書権利と生ほか「EMI(電磁波障害)防止技術に関する研究」の項を参照していただくこととしたい。

5.3 実験結果と考察

近接界の電界及び磁界については、アドバンテスト法およびKEC法の両方で、遠方界については、アドバンテスト法によって評価した。結果を図5-1、2に示す。近接界の電界においては、両方ともほぼ同様の傾向を示しているが、磁界に関しては異なった傾向を示している。KEC法は周辺からのノイズを遮断するため、比較的精度が高いと考えられる。近接界とは、たとえば電線ケーブル等から侵入してくる電磁波を意味しており、周波数的には一般商用分野ではそれほど高い周波数帯域を想定しなくてもよい。そうした視点から考えると、100MHz付近ではNi-CFローピングのパネルは、精度の高いKEC法で、電界の場合80dB程度、磁界の場合45~50dB減衰特性が得られており、良好な電

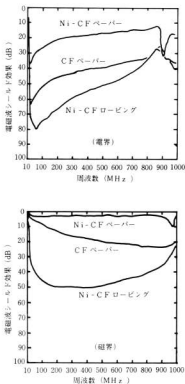


図5-1 各種複合材料パネルの近接界電磁波シールド効果(KEC法)

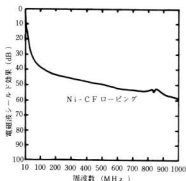


図 5-2 各種複合材料パネルの遠方界電磁波シールド効果 (アドバンテスト法)

表 5-2 各種パネルの電磁波シールド効果 (400MHz, dB)

種 類	近 接 界				遠方界
	電 界		磁 界		
	ADV法	KEC法	ADV法	KEC法	ADV法
Ni-CF パネル	9	17	6	3	—
Ni-CFローピング直交	41	55	27	50	48
CF パネル	34	41	70	17	—

磁波シールド材料と認められる。たとえば、最高級のEMIシールド用を実施されている無電解Cuメッキ-Niメッキ皮膜のトランスミッションライン法による結果として90dBという値が報告されている。表5-2に400MHzにおけるシールド効果をまとめてみた。炭素繊維単独ではEMIシールド材料としては不安があるが、レベルに応じた使用可能な用途もあると考えられる。この周波数帯域では前述のメッキ皮膜が広い周波数帯域で高い減衰性能を発揮するのに比べて、オールマイティではないことを認めざるを得ない。他方、構造材料としての機能を加味した場合には、多機能材料としての用途展開次第では、本研究の手法がより実用的になるものと考えられる。

Ni-CFペーパーが性能を極端に落としている理由は、成形時の圧力と流動によって繊維の連続性が破壊されたためである。今後ペーパーの加工工程およびバンダー等の処理剤を中心に検討していきたい。

5.4 結 言

Ni-CFのEMIシールド材料としてのパネル化およびその性能評価を行った。炭素繊維が有する軽量・高強度・高弾性率性能と易加工性、大型構造物への展開、パネル化による大量生産といった工業的展望といった点でその性能に期待したが、特殊な高周波数帯域の用途を除いた、商業用途にはかなり高いレベルで実用化可能であることを認めた。今後の課題はNi-CFの量産の検討とパネル化した際の周辺技術、特に連結部の導電性の確保等の検討である。

この研究は、平成元年度広島県技術バイオニア養成事業ORT研修に参加した、県内中小企業5社の研修生が自社の抱える研究開発テーマを各々が取組み、実施した研究の成果の概要を報告した。

ろう石の利用技術に関する研究 (第1報)

アルミナ添加によるろう石の焼結性改善について

藤本宗之, 関 守雄, 丸下清志, 蔵本範雄

Improvement of Sintering Properties of Roseki (Agalmatolite) by Sinterable Alumina Addition

FUJIMOTO Muneyuki, SEKI Morio, MARUSHITA Kiyoshi, and KURAMOTO Norio

Shokozan Roseki(Agalmatolite) powder is mixed at the molar ratio of $Al_2O_3:SiO_2=1\sim 2:1$ with sinterable Alumina(Showa Keikinzoku Co. AL-160SG). After slip casting mixed bodies are fired at $1400\sim 1600^\circ C$ for 1hr. Mineralogical, thermal and intensive properties are investigated and results are

- (1) Agalmatolite and Alumina react unsatisfactorily under $1500^\circ C$ and remained cristobalite is caused to large expansion of sintered body under $500^\circ C$.
- (2) Water absorption of all sintered bodies are over 10% because agalmatolite contains poor alkali which acceralate the reaction rate on firing.
- (3) Bending strength of sintered body is improved as rising of firing temperature and alumina content. Maximum strength 14.3kgf/mm² is achieved at $1600^\circ C$ firing with $Al_2O_3/SiO_2=1.5$.

1. 緒 言

広島県の特産であるろう石は庄原市の勝光山地区を中心に年間約15万トンが採掘され、耐火物原料をはじめガラス繊維、農薬、ゴム、製紙などに幅広く利用されている。しかし近年円高の影響を受け、安価な輸入原料に市場を奪われ、農薬や鉄鋼の生産伸び悩みと重なって、ろう石の生産量は低下の傾向をたどっている。

ろう石は耐火物原料としての利用が多いことから分かつり、天然原料の中では耐火性の高い鉱物であり、メーカーによる製品管理もよく行われていることもあり、使いやすい原料といえる。

ろう石は高温で焼結すれば、主鉱物相としてムライトが生成するが、必要とするアルミナ量が不足するため焼成変形、発泡などのトラブルを起こしやすい。そこで、ろう石にアルミナを配合して、焼結反応を安定化することにより、従来のろう石単味で作られたものより高強度・耐火性のセラミックを作り出すことを目標として実験を行った。

2. 実験方法

2.1 試料

ろう石：広島県庄原市の勝光山地区で産出するろう石を粉砕した微粉末（ろう石クレー）を使用した。ろう石の化学成分を表1に示す。

アルミナ：易焼結性アルミナ(昭和軽金属AL-160 SG)を使用した。

2.2 焼結体の作成

Al_2O_3 対 SiO_2 のモル比が1～2対1となるように、ろう石にアルミナを添加した後、水分量25%で24時間ボールミル（アルミナボール、ポリエチレンボット）混合した。泥漿は $20\times 50\times 100$ mmの石膏型に鑄込み、脱型・乾燥後電気炉中 $1400\sim 1600^\circ C$ の所定の温度で一時間焼成した。

2.3 焼結体の物性測定

みかけ比重の測定は水を媒体とするアルキメデス法を用い、減圧吸水により測定した。曲げ強さはJIS R1601の規定に従い3点曲げ強さを求めた。テストピースの作成はSDC400NB85砥石（ $\phi 200$ mm）による平面研削加

表1. 原料ろう石の化学成分 (%)

lg-loss	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
5.0	76.7	17.4	0.39	0.00	0.00	0.16	0.10

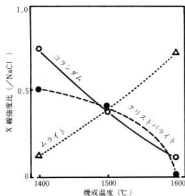


図1. $Al_2O_3/SiO_2=1.5$ 焼結体の生成鉱物量変化

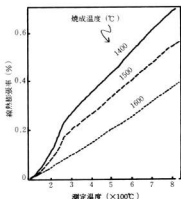


図2. $Al_2O_3/SiO_2=2.0$ 焼結体の熱膨張曲線

工仕上げを行い、曲げ試験測定におけるクロスヘッドスピードは0.5mm/minで測定した。熱膨張測定はリガク・サーモフレックス8141 (TMA) を使用し、昇温速度10°C/minで室温から1400°Cまでの範囲を測定した。

3. 実験結果と考察

原料ろう石の主な構成鉱物はクォーツとパイロフィライトおよびディッカイトであるが、これにアルミナを添加した焼結体中に認められた鉱物相はムライト、クリストバライト、コランダム、クォーツが主なものであった。X線回折法を使いNaClを内標準として $Al_2O_3/SiO_2=1.5$ のばあいの各焼結体に生成した鉱物相の量的変化を定時計数法により求めたものが図1である。ムライトの量論比(1.5:1)となるように配合した組成の試料においても1400°Cの焼結ではまだアルミナ(コランダム)とシリカ(クリストバライト)が多量残っており、ムライトの生成量は少ない。焼結温度の上昇と共にアルミナとシリカは減少し、それに替わってムライトの量は増加し、1600°Cの焼結でシリカはほぼ消滅した。

3.2 熱膨張とアルミナ添加量の関係

次に焼結により生じたこれらの鉱物相と焼結体の物性の比較を行った。図2と図3に示した熱膨張曲線に見られるように、アルミナ添加量が少なく焼結温度の低いものほど200~300°Cにおけるクリストバライトの膨張率が大きくなっている。逆にアルミナ添加量を多

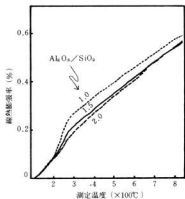


図3. 1500°C焼結体の熱膨張曲線

くし焼結温度を高くしたものほど、焼結体に過剰のアルミナ(コランダム)が残存しているも、ムライト生成量が多くなるにしたがって熱膨張率は小さくなっている。アルミナをムライトの理論組成量以上添加した場合でも1500°C以下の焼成では、ろう石が熱分解した後のシリカがクリストバライトの形で残り、200~300°Cにおける熱膨張収縮の原因となっている。焼結後に未反応のシリカが多量残る理由は、焼成温度以外に原料粒子径がアルミナは平均0.5 μ mであるのに対し、ろう石は数十 μ mであるために、焼成温度が低いと、ろう石の粒子内部までアルミナが速やかに拡散できないため

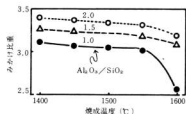


図4. 焼結体のみかけ比重

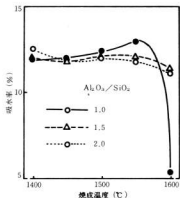


図5. 焼結体の吸水率

と考えられる。クリストプライトを完全に消滅させるためには、焼成温度をさらに上昇する、あるいは原料ろう石を微粒化するか、低温で焼結を進行させるためには融液成分を別に加える必要があると思われる。

3.3 みかけ比重・吸水とアルミナ添加量の関係

みかけ比重は図4に示すようにアルミナの配合比率が増えるほど大きく、また同一配合では焼成温度が上昇するほど低下する傾向を示している。Al₂O₃/SiO₂=1.0の配合で1600℃焼成したものは著しく低い値を示しているが、これは焼結体の破面観察から推定して、焼結の急速による閉気孔の増加によるものと思われる。表1に見られるように、ろう石にはアルカリ含有率が低く、焼結の進行が遅いため、吸水率は図5に示すようにいずれも12~14%と高く、焼結による緻密化が進んでいないことが示されている。緻密化を促進するた

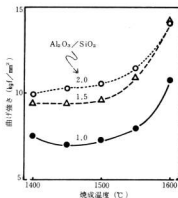


図6. 焼結体の室温曲げ強さ

めには焼成時間を延ばすか、焼成温度を上げる必要があるものと思われる。

3.4 曲げ強さとアルミナ添加量の関係

焼結体の室温曲げ強さを図6に示す。焼成温度が上昇するほど、またアルミナの添加量が増加するほど曲げ強さは上昇したが、15kgf/cm²を越す焼結体は得られなかった。この程度の強さは通常の陶磁器で得られる強さであり、当初期待した強さが得られなかった理由としては、前述したとおり焼結による緻密化が充分進んでいないことが原因と思われる。

4. 結 言

ろう石粉末に易焼結性アルミナを各種比率で添加した焼込み成形体を1400~1600℃で焼成し、得られた焼結体の物性を測定した結果、次のことが明らかとなった。

- 1) 1500℃以下の焼成温度では、ろう石とアルミナの反応は充分進行せず、焼結体中に未反応のアルミナとシリカが残り、500℃以下の低温における焼結体の熱膨張を大きくする原因となっている。
- 2) ろう石はアルカリ含有率が低く、焼結の反応速度が遅いため、いずれの焼結体も吸水率が10%以上あり、緻密な焼結体は得られなかった。
- 3) 焼結体の室温曲げ強さは焼成温度およびアルミナ添加量の増加と共に上昇し、1600℃焼成Al₂O₃/SiO₂=1.5で最高値14.3kgf/cm²が得られた。

陸上における地盤改良工法の海底軟弱土への適用性に関する研究

明神久壽, 世良時夫, 中塩武之

Research on Applicability of Conventional Soft Soil Improvement Methods to Sea Bottom Foundation

MYOJIN Hisayoshi, SERA Tokio, and NAKASHIO Takeyuki

From the marine and resources development point of view the conventional soft soil improvement methods have been generally investigated and also in order to sound the possibility of utilizing effectively as the substitute material of the sand drain method the test for permeability of the oyster shell of the industrial wastage has been carried out. Consequently the followings were confirmed.

- (1) The soft ground improvement methods over the fifty(50) kinds have been already developed and also some kinds of them have been improved for the reinforcement of the sea bottom foundation and have given the many satisfactory results.
- (2) Some other methods having the applicability to the sea bottom were appreciated subject to the development and/or improvement of the apparatuses for marine usage.
- (3) There is no variety in the necessity of soil improvement at the sea bottom therefore the development of new method for marine seems not to need immediately.
- (4) It was found that the crushed oyster shells have the enough permeability as the substitute material of the sand drain method.

1. 緒 言

港湾並びに沿岸工業地帯などの海上空間を有効に利用するための埋立工事や海域への建造物の構築は、従来に引き続き今後も継続して各所で実施されていくことが予測されている。

一般にこのような海域における水底環境は、全くと言って良い程軟弱で、特に遮蔽された内海ではこの傾向が強く、工事施行に当って、その殆んどの場合地盤対策が必要となっている。

土木建築分野ではこのような地盤対策として従来より種々の工法が研究されてきており、陸上を対象とするものでは現在までに相当数の工法が開発されている。しかしながら海洋を対象とする工法は、開発の歴史が比較的新しく、実質的なものを挙げると数種類の工法を数えるしかない現状にある。このように海洋における地盤改良工事は近年になって急激に増大してきたこともあり、業界においては改良開発などのものも含めまだまだ改善の余地がうかがえるようである。また、地盤改良に必要な土砂、砂利などの土木用資材は良質のものが不足傾向にあり、かつ購入価格も高騰してお

り、この点においても代替資源など将来対策を要するところとなっている。

本研究では、このような背景を踏まえ、海洋技術と資源の有効活用の観点から、現存する工法の海洋への応用分野拡大のための総合調査を実施するとともに、海洋への適用性などについての評価を行い、今後の課題を提供することをその主な目的としている。したがって、本研究では専門外である土木分野の詳細にまで立ち入った調査は行っていない。

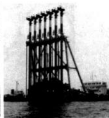
2. 調査報告

2.1 地盤改良対策の現状

軟弱地盤は一般的には軟弱土から成り立っている地盤を言い、その軟弱度は地盤上に構築される建造物の規模や荷重の性状などとの相対的な関係により評価されている。大規模な軟弱地盤の多い我が国では、多少地盤が悪くても利用開発せねばならぬ宿命があり、建設工事や対策工事には安全性と防災上の見地から、これらに多大な影響を与える地盤の沈下、すべり、流動、変形などの地盤性状が詳しく調査され、建設工事に相



(a) L型クレーン



(b) サンドドレーン



(c) サンドコンパクションパイル



(d) 深層混合処理機

写真1. 各種地盤改良作業船

応しい特徴的な対策工法が選択されている)。

陸上における軟弱地盤対策工法は、古来の経験的なものに加え1950年代以降海外からの技術導入や我国独自の開発が進み、現在では細分すると50種を超える状況にある。地盤改良工法を改良原理に基づいて分類すると、置換、高密度化(密度増大)、固結化の3工法となり、現在は「置換工法」から「高密度化工法」を経て「固結工法」の発展段階にあるといわれている)。

海洋における軟弱地盤対策工法は、海洋が陸上と異なる特殊な環境条件にあるため、その基本的原理が陸上と同一であっても施工するための装置や道具類を異にし、陸上工法が50種以上の数に達しているにもかかわらず、海洋で良く適用されている工法は極めて限られたものとなっている。写真1に現在海洋で主要工法となっている「掘削置換工法」「サンドドレーン工法」「サンドコンパクションパイル工法」「深層混合処理工法」における施工装置の代表例を示す。

2.2 海洋への適用性

陸上の地盤対策工法を海洋に適用する場合の大きな問題点は環境の相違にある。陸上の場合、施工機械は動かぬ大地に支持された状態で地盤改良が行われるのに対し、海洋の場合は一般に海面上に浮かぶ浮体上からの作業となり、施工機械は浮体と共に揺れ動く自由度を持つこととなる。したがって海底地盤改良には施工機械の正確な位置決めと移動方法が必要となり、このための浮体制御システムとメカニズムの開発が重要な点となる。浮体制御の問題は、その保留方法が作業能率にも大きく影響するため、地盤改良に限らず、一般に他の作業船に共通する研究課題となっている。

陸上における地盤対策工法の中で、未だ海洋に適用されていない工法が数多くある。これらのうち基本原理のみを限り海洋への適用が可能とみられる工法の

存在が認められるが、この場合それぞれの工法を対象に設備や装置類を海洋向けに開発または改良することが条件となる。又、そのための技術力は十分現存するが、そこまでして海洋における新地盤改良工法を開発する程、現在海洋工事に多様性がなく、開発に当っては既存工法との比較において新工法の適性、利用頻度、経済性など総合的なバランスの見極めが必要となる。

海面埋立土壌の地盤改良については、土砂の投入前や投入中に化学的処理剤や改良装置器具などを効果的に設置することができれば、工程上のメリットが得られ騒音などの環境問題も軽減することが期待される。

3. 新材料導入のための一考察

3.1 産業廃棄物有効活用の可能性

地盤改良対策工法の中で特に地盤改良に必要とされている資材には砂、砂利、砕石の他にドレーン工法用のボード、ペーパー、生石灰、セメント、硬化剤、薬液、爆薬など非常に数が多い。これらのうち砂、砂利は、近年自然界で良質のものが急速に枯渇してきており、これに代る材料としての産業廃棄物の有効活用が最近直視されてきている。

砂、砂利を必要とする地盤改良工法には「掘削置換工法」「サンドドレーン工法」「サンドコンパクションパイル工法」などが代表的であるが、いずれも多量の土砂を必要とする点が特徴的であり、単種類の産業廃棄物ではこれに対応しきれない傾向にある。

一方、産業廃棄物には非常に多くのものがあるが、身近で比較的量がまとまりそうなものに「かき殻」がある。「かき殻」は量的には単一材でこのサンドドレーン工法のドレーン柱に対応することが可能とみられ、当然永久土壌構成材としての適性の詳細研究が必要となるが、ここではその透水性について検討してみた。

3.2 粉砕「かき殻」の有用性

(1) 透水試験

サンドドレーン工法に使用される砂は、良好な透水性が要求されており代替材料候補としての「かき殻」がどの程度の透水性を有しているかを調べるため、日本工業規格に基づきその透水試験を行った。「かき殻」は比較的大きな透水係数を示すとみられるため定水位試験を行うこととし、図1に示すような諸寸法をもった試験装置を準備した。

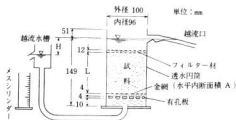


図1. 試験装置の構成

(2) 供試材料

供試材料となる「かき殻」はかき打ち場より身抜きした殻を持ち帰り、自然乾燥させた後クラッシャーで粉砕のうえ、ふるいを用いて粒度別に区分けすることにより調整した。

供試材料の粒径は次の7種類を設定した。

公称粒径 (0.2, 0.3, 0.4, 0.7, 1.0, 2.0, 3.0)

ただし、単位はmmとし、各粒径毎の粒度構成を図2に示す。

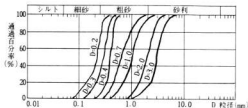
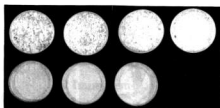


図2. 供試材料の粒度構成

「かき殻」は主成分が炭酸カルシウムで殻の状態時は層状を呈しており、粉砕後は粒径の大きなものは薄い板状となり砂粒のように立体的な形状とはならない。調整後の供試材料の状況を写真2に示す。



説明：上段左よりD=3.0mm, 2.0mm, 1.0mm, 0.7mm
下段左よりD=0.4mm, 0.3mm, 0.2mm

写真2. 調整後の供試材料

また、供試材料の各粒径毎の比重 (G_s , G_{15}) と含水比 (w) を表1に示す。表中の G_{15} は15℃の蒸留水に対する比重を示す。

表1. 供試材料の比重と含水比

粒径 D (mm)	比重		含水比 w (%)
	G_s	G_{15}	
0.2	2,363	2,362	0.444
0.3	1,834	1,834	0.366
0.4	2,073	2,072	0.463
0.7	2,409	2,408	0.427
1.0	2,124	2,124	0.302
2.0	2,139	2,138	0.325
3.0	2,373	2,372	0.410

(3) 試験結果

写真3に試験中の装置を示す。水道の蛇口より静かに注入された透水円筒中の水は、円筒の下部を占有す



写真3. 試験中の装置

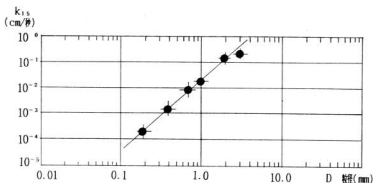


図3. 「かき殻」の粒径と透水係数の関係

「かき殻」試料の中を透過して、円筒底部管より越流水槽へ移動し、その上部放水口よりメスシリンダー内へ越水する。注水中は透水円筒と越流水槽内にHなる水位差を一定に保ちながら、任意の時間(t)間に透水してメスシリンダー内へ溜る水量(Q)を計量する。試料の透水係数(k_T)は得られたデータを用いて次の式より算出する。

$$k_T = \frac{L}{H} \cdot \frac{Q}{At} \quad (\text{符号}L, A \text{は図1を参照})$$

各試料別の透水係数(k_T, k_{1s})、乾燥密度(ρ_d)、間隙比(e)および飽和度(S_r)を表2に示す。表中のk_{1s}は温度15℃に対する透水係数を示す。

図3に「かき殻」の透水係数(k_{1s})と粒径(D)の関係を示す。

表2. 粒径別「かき殻」特性

粒径 D (mm)	透水係数		乾燥密度 ρ _d (g/cm ³)	間隙比 e	飽和度 S _r (%)
	k _T	k _{1s}			
0.2	3.41×10 ⁻⁴	3.96×10 ⁻⁴	0.7800	2.0246	0.5182
0.3	8.91×10 ⁻⁴	8.77×10 ⁻⁴	0.8127	1.2536	0.5395
0.4	1.95×10 ⁻³	1.85×10 ⁻³	0.8055	1.5703	0.6112
0.7	9.58×10 ⁻³	9.43×10 ⁻³	0.9034	1.6640	0.6182
1.0	2.42×10 ⁻²	2.63×10 ⁻²	0.9084	1.3371	0.4797
2.0	1.56×10 ⁻¹	1.67×10 ⁻¹	0.9580	1.2316	0.5644
3.0	3.42×10 ⁻¹	3.77×10 ⁻¹	0.9385	1.5275	0.6370

3.3 考察

サンドドレーン用土砂の所要透水係数は一般に具体的な数値では示されていない。これは所要の透水係数が原地盤の透水係数、改良深度、改良の重要度などによって異なるため一般論として決めるにためである。これまでの実績によると粒径が0.2~1.5mm、透水係数が10⁻³~10⁻¹cm/秒、一般には10⁻³cm/秒以上の砂が使用されている様である。

一方、試験結果によると粉砕「かき殻」粒は粒0.2~0.3mmで透水係数3.06×10⁻⁴~3.77×10⁻¹cm/秒を示し、粒径が0.4mm以上であれば透水係数が10⁻³cm/秒以上となり、ドレーン材として十分な透水性を有すものとみられる。ただし、粒径の大きな「かき殻」粒は板状を呈し、その並び方によって間隙比、透水係数にかなりのバラツキが生じる可能性があるため注意が必要である。

4. 結 言

海洋技術と資源の有効活用の観点より、海洋における軟弱地盤改良工法についての総合調査を実施し、つぎに示すことがらを確認した。

- 1) 陸上における軟弱地盤改良工法は50種類を越える。そのうち数種類の工法が海洋向けに開発され、既にかなりの実績を挙げている。
- 2) 海洋への適用可能とみられる陸上工法が他にも存在するが、何れも海洋向けに新しい装置の開発が必要である。
- 3) 海底地盤改良の動機(防波堤の構築など)に多様性がなく、海洋を対象とする新工法の開発には現時点では緊急性が認められない。
- 4) サンドドレーン用砂の代替候補としての粉砕「かき殻」は適切な粒度をもたせれば有効なドレーン性能を有することが判明した。永久土壌構成材としての強度、安定性、耐久性など今後の研究が必要である。

文 献

- 1) 軟弱地盤ハンドブック編集委員会編:「土木・建築技術者のための最新軟弱地盤ハンドブック」昭和57年3月

ダイヤモンド複合金におけるダイヤモンド保持力と添加合金元素の効果

土取 功, 新田 明, 中村和清, 筒本隆博, 横山宏樹

Effect of Additives in Aluminum Alloy and Holding Force of Diamond Reinforced Aluminum Alloy Matrix Composite

TSUCHITORI Isao, NITTA Akira, NAKAMURA Kazukiyo, TSUTSUMOTO Takahiro, and YOKOYAMA Hiroki

Various diamond tools have been fabricated with some kinds of metal matrix composites by sintering method. These metal matrices were W, Co, Cu, Ni, Fe and their alloys. With the purpose of fabricating the diamond tool of aluminum alloy matrix by infiltrating process, we investigated the effect of some additives in aluminum alloy which influenced the wettability or reactivity between diamond particle and aluminum alloy. Bending test of these composites were carried out, and the impregnated condition on fracture surface were observed and analyzed by SEM-EDX.

1. 緒 言

ダイヤモンド工具に使用されている金属基のダイヤモンド複合金ではそのマトリックスにW, Ni, Co, Cuとその合金が使用されるのが一般的で、その選択はそれぞれの用途及びグレードとコストによって使い分けられている。これに添加元素を加えるのは製造上の問題やマトリックスの改良を目的とした合金化のように技術的な課題を克服しようとするものである。これらマトリックスの添加元素の組成はメーカーの“Trade secret”として明らかにされたことは無い。まさに、このマトリックスをいかなる組成でどのように焼結するかということがダイヤモンド工具性能に関わる技術のほとんどすべてを占めると言っても過言ではない。もちろん、そのほかに使用するダイヤモンドの種類、サイズ、集中度とその分布あるいは複合金チップ形状、配置……等があるが材料的にはそういうことである。これらのことは各メーカーにおいて研究・開発が続けられているが公表されることは今後もないであろう。このような状況下で従来にない特性を求める手段としては新しいマトリックスを開発することであろう。最近の例では鋳鉄ボンドダイヤモンド工具の開発があり、これは高剛性、重研削を特徴としている。我々は新しい試みとしてアルミニウム合金をマトリックスとしたダイヤモンド工具を目指してその複合金化に関する実験を行った。アルミ合金は軽量であるためレジンのダイヤモンド工具でも台金として共晶Si組成の合

金を用いられている。メタルボンドのダイヤモンド複合金は電着は別にして、一般に金属粉末を用いた焼結によって製造されているが、アルミの焼結は高い還元性雰囲気が必要で工業的には難しいとされている。(大きな粒径のアルミ粉末でプレス成形などにより表面酸化皮膜を物理的に破壊すれば焼結は可能) また一般的にアルミは軟らかいイメージがあり、今までダイヤモンド複合金のマトリックスとしては適当でないと考えられているのか今まで試行された例は殆ど無いものと思われる。しかし、現在では急冷アルミ凝固粉末や高Siアルミ合金など様々な種類のアルミ合金が開発されており、また一方で繊維強化、粒子強化アルミ複合金材料なども研究され今や、マトリックスとしての特性をいろいろ調整できるアルミ合金を得ることが可能となっている。我々はこのような観点から比較的難しい焼結法ではなく低コストな高圧凝固鋳造法でダイヤモンド複合金を作ることを前提に複合金化に関する実験を行ったので報告する。

2. 実験方法

高圧凝固鋳造法を用いると強化材とマトリックスが殆ど濡れない組合せでもその複合金化が可能ながよく知られている。しかし、マトリックスのダイヤモンド保持力を考慮すれば、その界面で強い接合があったほうが望ましいと考えられる。従って、全く濡れないで物理的な保持よりも薄い反応層による接合・保持の方

が良く、その方が複合化もより容易に進行するものと思われる。そこで、ダイヤモンドとAl合金との濡れ性及び反応性を調べるため、図1に示すような加熱実験を行った。これは特にAl合金中の合金元素の効果をみるために加熱は真空中 (5×10^{-4} Torr以下) で800°Cまでの範囲で行った。用いたAl合金は純Al(99.99%)、Al-24.9%Si、Al-2%Mg、Al-5%Ti、Al-5%Zrの5種類である。

またこの結果を参考にして真空ホットプレスで板状の複合材料を成形した。図2に示すように10×40mmの黒鉛型内にこれと同じ大きさの予め合金化したアルミ合金の板(約1.5mm厚さ)を2枚配置し、その間にダイヤモンド砥粒の1cm²(見かけの体積)を均一に敷き詰め、図に示すような条件で複合化した。アルミ合金の板は溶解によって純Al及び2元合金をそれぞれ等量ずつ配合して純Al(99.99%)、Al-24.9%Si、Al-5%Mg、Al-5%Ti、Al-Si-Mg、Al-Si-Ti、Al-Si-Mg-Tiの6種類で、一方、ダイヤモンド砥粒は天然でDe Beers社製のEMBS30/40USメッシュのものである。

そして得られたダイヤモンド複合合金は以前の報告と同様に3点曲げ試験を行い強度を評価するとともにその破断面をSEM-EDXによって観察・分析を行った。

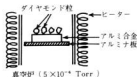


図1. ダイヤモンドとアルミ合金の加熱実験

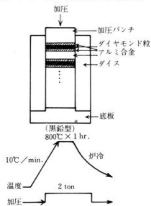
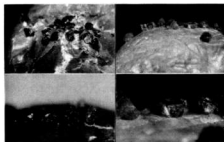


図2. 真空ホットプレスによる複合化実験

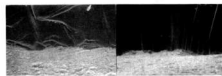
3. 実験結果及び考察

濡れ性及び反応性に関する加熱実験結果を写真1(a) Al-Si及び(b)Al-Mgの場合について示す。写真からも分かるように(a)ではダイヤモンド粒がアルミ合金の中に半分近く埋没しており、良い濡れがあることを示している。(b)ではダイヤモンド粒はアルミ合金上にあるがその接触面では接合している様子が何れ、引き剥そうするとダイヤモンド粒は外れたが、かなり抵抗が感じられたことから、接合していたものと思われる。一方純Al及びAl-Ti、Al-Mgの場合ではこのような接合状態は全く得られず、ただアルミ合金上に乗っている状態ではなかった。一般にTi、ZrはAl、Si、Mgに比べて炭化物生成の自由エネルギーは低く、従ってダイヤモンドとはより強い反応により炭化物を生成するものと思われる。写真1. ではアルミニウムと合金化した場合は結果はむしろ逆でAl-Si、Al-Mgの場合に濡れあるいは反応があったものと考えられる。ダイヤモンドとアルミ合金の表面境界付近を写真2に示す。境界には反応生成物らしきものが観察される。また、アルミ合金部の表面状態は真空中とはいえAlの酸化は防ぐことはできず純Al、Al-Si、Al-Mgでかなり異なっている。純Alは表面は比較的なめらかで白っぽい金属光沢なのに対し、Al-Siではなめらかだが黒っぽい灰色を呈して



(a) Al-Si: 合金 (b) Al-Mg: 合金

写真1. 真空加熱後のダイヤモンドとAl合金の濡れの状況(外観)



(a) Al-Si: 合金 (b) Al-Mg: 合金

写真2. 真空加熱後のダイヤモンドとAl合金の境界付近の拡大写真

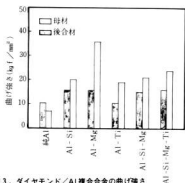


図3. ダイヤモンド/Al複合金の曲げ強さ

おり、またAl-Mgでは表面は白く、表面状態は独特の特徴的な模様をみせている。これは表面の酸化状態が異なっていることを示している。また、Al-Si合金の場合Al中のSiはAlの活量を下げ、 Al_4C_3 の炭化物を生成し易くする効果を持つことが報告されており²⁾、Al-MgにおいてはMgに表面酸化皮膜を破壊する作用があることが³⁾、最近では表面状態は大変複雑な挙動を示すことが報告された⁴⁾。このようにAl合金の酸化・反応挙動はまだ未解明の部分が多く、今後の研究に待たなければならない。

これらの結果を受けて真空ホットプレスによりダイヤモンド複合金の試験片をつくり、曲げ試験した結果を図3に示す。まず、純Alの場合を除いてはすべて複合金化していることが分かる。純AlとAl-Tiが約11kgf/cm²で残りの組み合わせの場合が約16kgf/cm²である。関連して次にこれらの破断面を示す。純Alでは一部空洞だったと思われるような部分が存在し、濡れが良くないことを示していた。これに対し、Al-Tiでは複合金化はほぼ完全に行われており、破断面ではダイヤモンド自体の破壊も多くみられた。写真3のAl-Tiでは複合金化は行われているもの上下端部にアルミ合金だけの層が見られる。分析してみるとこの部分にTiが濃縮していることが分かる。これは状態図からTiが添加されるとMgやSiを添加した場合は異なって液相線は急上昇しており、800℃では二相域でこの場合 α 相が液相で、Tiを殆ど含まないAlが加压によりダイヤモンド粒内に含浸したものと思われる。またAl合金とダイヤモンド境界では酸素が検出され、アルミナを介して接着しているものと思われるが、これは溶湯時の酸化皮膜と思われる。そしてまた、写真4のAl-Mgでは境界部からMgが高くなっているのがみられ、接合になんらかの影響を及ぼしているものと考えられる。このようにAl合金とダイヤモンドとの複合金化を行う際にマト

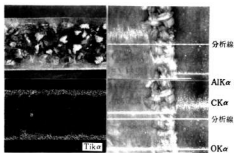


写真3. ダイヤモンド/Al-Tiの破断面と線分析

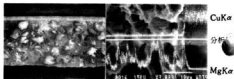


写真4. ダイヤモンド/Al-Mgの破断面と線分析

リックスの合金元素の影響は非常に大きいことが分かる。

4. 結 言

Al合金とダイヤモンド砥粒との複合金化を試み、次のような結果が得られた。

まず、真空炉による加熱実験ではAl-Siの場合、ダイヤモンド粒がAl合金の中に埋没し、Al-Siでは接合状態が得られた。そして純Al及びAl-Ti、Al-Zrではダイヤモンド粒に対し全く濡れた様子はみられなかった。複合金化実験試料ではAl-Si、Al-Mg系では複合金状態も良好で曲げ強さは15~17kgf/cm²であったのに対し、Al-Ti系及び純Alでは複合金も完全でなく、また曲げ強さも約10kgf/cm²でしかもTiの偏析を生じていた。

Alマトリックスのダイヤモンド工具はいくつかの点で従来にない特徴が期待できると思われるので、今後試作を進めて行きたいと考えている。

文 献

- 1) 杉下潤二, 石井正巳, 河端剛次: 精密工学会誌, **3** (1988), P493~499
- 2) T.ISEKI, T.KAMEDA, T.MARUYAMA: J. Mater. Sci., (1984), P1692~1698
- 3) 岡城敏男, 池内建二, 古川 潔: 軽金属, **35** (1985), P38 8~395
- 4) 香川 豊, 大藏明光, 渡辺修一郎: 日本金属学会春期大会講演概要, **4** (1990), P97~98

分析線

AlK α

CK α

分析線

OK α

SuK α

分析線

AgK α

平成 2 年 10 月 15 日 印刷

平成 2 年 10 月 25 日 発行

編集兼
発行 広島県立西部工業技術センター

〒737 呉市西中央3丁目6-21

TEL. (0823) 216438 (代)

FAX. (0823) 244144

印刷所 松広印刷株式会社

〒737 呉市東中央3丁目4-4

TEL. (0823) 2175