

ISSN 0918-0192

CODEN : HKSHEQ

兵庫県立工業技術センター研究報告書

第 8 号

平成 10 年版

兵庫県立工業技術センター

Hyogo Prefectural Institute of Industrial Research

目 次

1 研究報告		
4-アミノベンゼンチオール金の表面への吸着における反応初期の速度論	毛利信幸, 松下 啓	1
メカニカルアロイングー反応熱処理法によるホウ化物粒子分散強化アルミニウム合金のIn-situ作製	高橋輝男, 山田和俊, 元山宗之	5
発泡スチロールの廃棄物の減容化とポリマーアロイ化	西森昭人, 山崎 潔, 長谷朝博, 山口幸一	12
マシンブルセラミックスのドリル加工	岸本 正, 山本章裕, 三宅輝明, 島津忠司	19
チタンおよびチタン合金のプラズマ浸炭	岡本善四郎, 後藤浩二, 林 行信, 沖田耕三, 星加 洋, 松村嘉高	25
2 研究ノート		
アルミニウム鋳物の流動解析事例	柏井茂雄, 平井章夫	33
視点計測による製品のカラリング評価	後藤泰徳, 真鍋元保, 山本郁也, 沖田耕三	35
写真織の実用化研究	古谷 稔, 中野恵之, 瀬川芳孝, 長谷川 勝	37
3 平成9年度研究課題抄録		39
4 平成9年度誌上発表アブストラクト		117
5 平成9年度口頭発表リスト		135
6 その他の執筆		145

1. 研究報告

4-アミノベンゼンチオール金の表面への吸着における 反応初期の速度論

(1998年7月8日 受理)

毛利信幸, 松下 啓*¹

エタノール溶液中での金表面への4-アミノベンゼンチオール(ABT)の吸着における反応初期の速度論について研究した。反応初期では二つの吸着過程が存在する。一つはABT未吸着の金表面へのABTの吸着, もう一つはABTの単分子膜に覆われた金表面へのABTの吸着である。前者の速度定数 k_a は $3.1 \times 10^{-2} \text{min}^{-1} \text{dm}^{-2}$ であり, 後者の速度定数 k_1 は $0.9 \times 10^{-2} \text{min}^{-1} \text{dm}^{-2}$ であった。次に, k_a と k_1 に及ぼす酸素の影響を調べた。窒素雰囲気中での k_a の k_1 値は空气中でより小さい値であった。これらのことから, これらの吸着反応では溶存酸素が水素原子の受容体になっている可能性が考えられる。

キーワード: 4-アミノベンゼンチオール, 吸着, 反応速度論

1 緒言

ジスルフィドが金表面に単分子膜吸着して結合することが, 1983年にNuzzoらによって報告¹⁾されて以来, バイオリアクターやバイオセンサーの開発について非常に興味を持たれ, チオールやジスルフィドの金表面への吸着が電気化学的方法²⁻¹⁶⁾や分光学的方法^{15, 16, 17-23)}により詳細に研究されてきた。その結果, ジスルフィドは, 硫黄分子を介して金表面に化学吸着し, 安定な単分子膜を形成することが明らかにされている。

しかしながら, これまで行われた研究は, いずれも金表面に吸着したチオールやジスルフィドに着目するか, あるいは, チオールやジスルフィドの金表面への吸着を金表面の状態の変化から理解するものであり, 吸着過程における溶液中の吸着種の挙動に着目したものはほとんどない。ジスルフィドやチオールの吸着機構を把握するためには, 金表面の状態に注目するだけでなく, 液相中のチオールやジスルフィドの挙動についても注目する必要がある。

著者らは, このような観点から, エタノール中での4-アミノベンゼンチオール(ABT)の吸着についてエタノール中のABTの濃度変化を測定し, 吸着機構について速度論的に検討してきた^{24, 25)}。その結果, (1)

金粉存在下では, 金粉へのABTの吸着と共にABTの4,4'-ジアミノジフェニルジスルフィド(DDD)への酸化が同時に進行すること, (2)ABTのDDDへの酸化は早く進むこと, (3)金表面に吸着したABTの脱離は非常に遅いことなどから, ABTの金表面からの脱離には二つの過程があることを明らかにした。一つは金表面を覆ったABT単分子膜の表面からの脱離であり, 他のもは, 金表面を覆ったABTの単分子膜に吸着したABT分子の脱離である。すでに, それぞれ速度論的検討を行い, 速度定数を求めた²⁵⁾。

ABTの金表面の吸着についても, 脱着と同様に金表面を覆ったABT単分子膜への吸着とABT未吸着の金表面への単分子膜吸着が考えられる。(1)に関する検討過程で, すでに, 金表面を覆ったABT単分子膜へのABTの吸着に関する速度定数を得たが, ABT未吸着の金表面への単分子吸着に関する速度定数は求められていない。本研究では, ABT未吸着の金表面へのABTの単分子膜吸着に関する知見を得るため, (1)に示した反応初期における速度論的検討を行った。

一方, チオールの金表面への吸着は, チオールから水素原子がとれて, 硫黄原子と金原子が共有結合するものであり, はずれた水素原子の受容体としてアルコール溶液中の溶存酸素が関係することが考えられる。そこで, 本研究では, (1)の反応に及ぼす酸素の影響についても検討した。

開発部

*1 企画情報部

2 実験方法

2.1 試薬

ABTはAldrich Chem.社製のものを使用した。金粉は100メッシュ通過分を使用し、使用する前にエタノールで洗浄したものを用いた。他の試薬は試薬特級を精製せずに使用した。

2.2 ABTの吸着

分光光度計用石英セルにつけたツンベル管中で0.03gの金粉をABTエタノール溶液3mlと混合した。セルをつけたままのツンベル管を室温で振とうし、所定時間ごとに溶液と金粉を分けた。溶液の紫外吸収スペクトルを(株)島津製作所製UV-200で測定した。このスペクトルの256nmおよび293nmの吸光度からABTおよびDDDの濃度を既報²⁴⁾の方法により求めた。

金粉の表面積はPerkin-Elmer 212Dを使用してBET法により測定した。

ABTの吸着と酸化に及ぼす酸素の影響を調べるために窒素雰囲気中で窒素を30分間バブリングしたエタノールを使用して吸着実験を行った。

3 結果と考察

金粉存在下でのABTの吸着、ABTからDDDの酸化とDDDの脱着の過程はScheme 1 以外にScheme 2 も考えられる²⁵⁾。

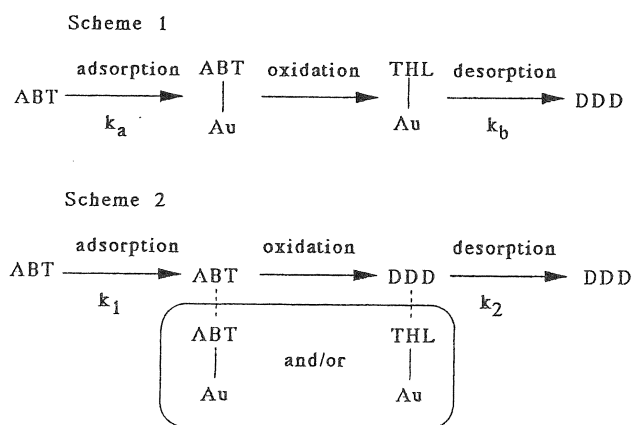


Fig.1 Schemes of adsorption of ABT, oxidation to DDD and desorption of DDD.

ここで、 k_a および k_b はそれぞれABT未吸着の金表面への吸着の速度定数および金表面からの脱着の速度定数を示す。 k_1 および k_2 はそれぞれABTに覆われた金表面へのABTの吸着の速度定数およびABTに覆われた金表面からのABTの脱着の速度定数を示す。ABT-AuおよびTHL (ABTのチオレート)-Auは物理的および化学的に金に結合したABTの化学種を示す。

ABTの金表面への吸着の速度式は(1)式で表すことができる。

$$dx/dt = -k_a x S_a(t) - k_1 x S_1(t) \quad (1)$$

ここで、 x はABT分子の数を示す。 $S_a(t)$ は時間 t で覆われていない金粉の表面積を示す。 $S_1(t)$ は時間 t での単分子層で覆われた面積である。反応初期では二分子で覆われている面積がほとんどない($y \approx 0$)とすると、式(1)から次の式が得られる。

$$dx/dt = -\{k_a S_0 + (k_a - k_1) \theta A\} x - (k_a - k_1) x^2 \quad (2)$$

ここで、 $S_1(t) = S_0 - S_a(t) - y\theta$ であり、 y は金粉表面に吸着したABT分子数、 θ はABTまたはDDD 1分子(チオレート単位)がしめる面積、 S_0 は金粉の全表面積、および A は全分子数である。

ここで、 N , V , C_0 , $[ABT]$ および $[DDD]$ をそれぞれ、アボガドロ数、溶液の体積、ABTとDDDの全初期濃度、ABTの濃度およびDDDの濃度とすると、反応初期では、式(2)は式(3)に書き換えられる。

$$-d[ABT]/dt = \{k_a S_0 - (k_a - k_1) \theta N V C_0\} [ABT] + (k_a - k_1) \theta N V [ABT]^2 \quad (3)$$

Fig. 2に示すように、ABTの吸着初期(曲線がフィットしている部分が吸着初期に相当する)では式(3)の関係が成立する。 θ の値として $39 \text{ \AA} / \text{molecule}$ (これまでに研究²⁴⁾で得た値である)を用いて k_a および k_1 を求めると、それぞれ $3.1 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1} \text{ dm}^{-2}$ および $0.9 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1} \text{ dm}^{-2}$ となった。 k_a は k_1 よりも非常に大きいことがわかる。なお、 k_1 の値はABTの減少速度とDDDの増加速度の等しくなるときに得られている値²⁴⁾ $0.7 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1} \text{ dm}^{-2}$ とほとんど同じである。このことはScheme 2で表される反応速度はほとんど変化しないことを意味している。また、これらの速度定数は、チオールの種類が異なるが、Karpovichらが求めた値($0.8 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1} \text{ dm}^{-2}$)²⁶⁾に近い値であった。

次に、金粉へのABTの吸着に対する酸素の影響を調べるため、窒素雰囲気中で窒素をバブリングしたエタノールを用いて同様の吸着実験を行い、反応初期での k_a および k_1 を求めた。その結果をTable 1に示した。窒素雰囲気中での k_a と k_1 値は空気中でより小さい値であった。これらのことは、Scheme 1および2に示したこれら反応において、酸素がある方が早く進むことを示しており、これらの吸着反応では、溶存酸素が水素原子の受容体に

Table 1 Rate constants of adsorption of ABT.

ethanol	atmosphere	rate constants($\times 10^{-2} \text{ min}^{-1} \text{ dm}^{-2}$)		
		at initial step		at steady state
		k_a	k_i	k_1
native	air	3.1	0.9	0.7
bubbled by N_2 gas	N_2	2.2	0.1	0.4

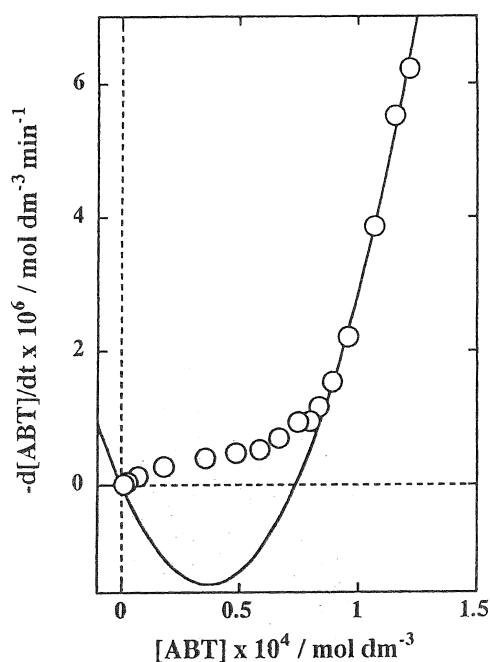


Fig.2 Relationship between $-d[\text{ABT}]/dt$ and $[\text{ABT}]$. Symbols are estimated experimentally. The solid line is calculated from eq. 3.

なっている可能性が考えられる。

なお、本研究は、工業技術院の産業科学技術研究開発制度による「先進バイオ材料の創製加工技術の研究開発（ペプチド応用二酸化炭素固定化・有効利用技術の研究開発）」の一環として、新エネルギー・産業技術総合開発機構からの委託事業として実施したものである。

参考文献

1) R.G. Nuzzo, F.A. Fusco, and D.L. Allara, *J. Am. Chem. Soc.*, **109**(1987), 2358.
 2) I. Taniguchi, K. Toyosawa, H. Yamaguchi, and K. Yasukouchi, *J. Electroanal. Chem.*, **140**(1982), 187.
 3) K.D. Gleria, A.O. Hill, and V.J. Lowe, *J. Electroanal. Chem.*, **213**(1986), 333.

4) E. Sabatani, and I. Rubinstein, *J. Phys. Chem.*, **91**

(1987), 6663.

5) H.O. Finklea, S. Avery, and T. Fursch, *Langmuir*, **3**(1987), 409.

6) I. Rubinstein, S. Steinberg, Y. Tor, A. Shanzer, and J. Sagiv, *Nature*, **332**(1988), 426.

7) B.E. Winger, R.G. Julian, and C.E.D. Chidsey, *J. Am. Chem. Soc.*, **113**(1991), 8967.

8) K. Uosaki, Y. Sato, and H. Kita, *Langmuir*, **7**(1991), 1510.

9) N. Nakashima, T. Taguchi, Y. Takada, M. Kunitake, and O. Manabe, *J. Chem. Soc.: Chem. Commun.*, **1991**, 232.

10) A.M. Backa, and C.J. Miller, *J. Phys. Chem.*, **96**(1992), 2657.

11) I. Taniguchi, M. Iseki, K. Toyosawa, H. Yamaguchi, and K. Yasukouchi, *J. Electroanal. Chem.*, **164**(1984), 385.

12) I. Taniguchi, N. Higo, K. Umekita, and K. Yasukouchi, *J. Electroanal. Chem.*, **206**(1986), 341.

13) E. Sabatani, and I. Rubinstein, *J. Electroanal. Chem.*, **219**(1987), 365.

14) M.A. Bryant, S.L. Joa, and J.E. Pemberton, *Langmuir*, **8**(1992), 753.

15) P.M. Aaien, H.A.O. Hill, and J. Walton, *J. Electroanal. Chem.*, **178**(1984), 69.

16) L. Sun, B. Johnson, and R.M. Crooks, *J. Phys. Chem.*, **94**(1990), 8869.

17) C.D. Bain, E.B. Troubhton, Y-T. Tao, J. Evall, G.M. Whitesides, and R.G.J. Nuzzo, *Am. Chem. Soc.*, **111**(1989), 321.

18) C. Pale-Grosmange, E.S. Simon, K.L. Prime, and G.M. Whitesides, *J. Am. Chem. Soc.*, **113**(1991), 12.

19) P.E. Laibinis, G.M. Whitesides, D.L. Allara, Y-T. Tao, A.N. Parikh, and R.G. Nuzzo, *J. Am. Chem. Soc.*, **113**(1991), 7152.

20) W. Fabianowski, L.C. Coyl, B.A. Weber, R.G. Granata, D.G. Castner, K.A. Sadowini, and S.L. Regen, *Langmuir*,

- 5(1989), 35.
- 21) E. D. Eavns, A. Ulman, K. E. Goopert-Berarducci, and L. J. Cerenser, *J. Am. Chem. Soc.*, 113(1991), 5866.
- 22) R. V. Duevel, and Corn, R. M. *Anal. Chem.*, 64(1992), 337.
- 23) L. Sun, R. C. Thomas, R. M. Crooks, and Ricco, A. *J. Am. Chem. Soc.*, 113(1991), 8550.
- 24) N. Mohri, M. Inoue, and K. Yoshikawa, *Langmuir*, 11(1995), 1612.
- 25) N. Mohri, S. Matsushita, M. Inoue, and K. Yoshikawa, *Langmuir*, 14(1998), 2343.
- 26) D. S. Karpovich, and G. J. Blanchard, *Langmuir*, 10(1994), 3315.

Kinetics of Adsorption of 4-Aminobenzethiol onto Gold Surface at the Initial Step

Nobuyuki Mohri and Satoru Matsushita*¹

Research and Development Department
Hyogo Prefectural Institute of Industrial Research
3-1-12 Yokihira-cho, Suma-ku, Kobe 654-0037, Japan

*1 Planning and Information Department
Hyogo Prefectural Institute of Industrial Research

Kinetics of adsorption of 4-aminobenzethiol (ABT) onto a gold surface in an ethanol solution at the initial step was studied.

There exist two processes of the adsorption at the initial step. One is the adsorption of ABT onto a fresh gold surface, and the other is the adsorption of ABT onto a gold surface covered with ABT monolayer. Both rate constants were obtained from the adsorption experiment; k_a of the former reaction is $3.1 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1} \text{ dm}^{-2}$ and k_1 of the latter are $0.9 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1} \text{ dm}^{-2}$.

Next, The adsorption of ABT was examined in a N_2 -bubbled ethanol solution under N_2 atmosphere. The k_a and k_1 in an atmosphere of nitrogen gas were smaller than those in an ordinary atmosphere. This indicates that the presence of oxygen promotes the adsorption of ABT onto both fresh and monolayered gold surfaces with ABT.

KEY WORDS : 4-aminobenzethiol, Adsorption, Kinetics

メカニカルアロイングー反応熱処理法による ホウ化物粒子分散強化アルミニウム合金の *In-situ* 作製

(1998年7月17日 受理)

高橋輝男, 山田和俊, 元山宗之

出発材料としてアルミニウム, 遷移金属 (Ti, Zr, NbあるいはTa) およびホウ素粉を用い, メカニカルアロイング (MA) および反応熱処理法により粒子分散強化アルミニウム合金が作製された. 72~180ksMAされた粉末は, 真空中で573~873K, 3.6ks加熱された. その結果, Al-Ti-B, Al-Zr-B, Al-Nb-BあるいはAl-Ta-B合金系で, それぞれ非常に微細なTiB₂, ZrB₂, NbB₂あるいはTaB₂粒子が, 773~873Kの加熱により *in-situ* に析出分散した. アルミニウム母相中に分散したホウ化物粒子の大きさは約50nm以下であり, また, アルミニウムの結晶粒径は100~500nmであった.

キーワード: メカニカルアロイング, アルミニウム合金, 遷移金属ホウ化物, 粒子分散強化, *in-situ* 作製

1 緒言

Al合金¹⁾は軽量高強度材料としてこれまでにジュラルミン, 超ジュラルミン, 超々ジュラルミンなど多くの合金が開発されてきた. これらの合金は各種の合金元素を含有し, 時効硬化現象を利用して高強度で高靱性を得ている. しかしながら時効現象を利用した合金は, 高温に曝されると過時効現象によりその強度を失ってしまう. 高温に曝されても強度を保持するようなAl合金を開発するため, 酸化物などの高温でも安定である微粒子を分散させた粒子分散強化アルミニウム合金が研究されている.

高温用耐熱性アルミニウム合金としては, 酸化物²⁻⁶⁾, 炭化物⁷⁻⁹⁾, ホウ化物^{10,11)} あるいは窒化物¹²⁾の粒子で強化した粒子分散強化アルミニウム合金が研究されている. これらの粒子分散強化アルミニウム合金は, 出発材料として酸化物, 炭化物, ホウ化物あるいは窒化物を使用し, ボールミルによりMA処理を行っている. しかしながらこのような方法を採用すれば, MA処理中にこれらの粒子が微細に粉碎されなければ, 十分な分散強化が達成できないと考えられる. また一般に分散強化に十分寄与する微細な粒子を得るのは非常に困難である.

分散強化に十分寄与するような微細な粒子を容易に得

るために, 出発材料に純元素粉を使用してMA処理を行い得られた合金粉を熱処理することによって *in-situ* に析出させる方法がある. この方法は2元系ではAl-C系^{2),13-15)}について, 3元系ではAl-B-C系¹⁶⁾についてのみ行われている. すなわち前者ではAl粉と黒鉛粉をMA処理し, 熱処理を施すことによりAl₄C₃粒子を分散させている. 後者では化学的に安定なAl-B-C三元化合物粒子の微細分散が得られている.

本実験ではAlに対して固溶度の小さい物質の粒子を, 上述の方法で *in-situ* に析出分散させることを試みた. 分散粒子としてTiB₂, ZrB₂, NbB₂およびTaB₂を選定した. 例えばTiB₂の場合, TiB₂と平衡するAl中のTiおよびBの溶解度¹⁷⁾は非常に小さい. 他のホウ化物の場合もほぼ同様と考えられる. 以下に本実験で得られた結果について述べる.

2 実験方法

本実験に用いた原料粉末は, 純Al(平均粒径150 μ m), 純Ti(同14.0 μ m), 純Zr(同5.4 μ m), 純Nb(同21.0 μ m), 純Ta(同1.6 μ m)および無定形B(同0.7 μ m)の各粉末である. ただしZr粉末は少量の水素化合物を含んでいた. 反応熱処理後にそれぞれTiB₂, ZrB₂, NbB₂およびTaB₂粒子が析出するものと仮定し, その体積率が5, 10, 20および30vol%となるように配合した. M

A処理は、ステンレス鋼製(SUS304)容器および1/2インチの鋼球(SUJ2)5個を使用し、Spex 8000粉砕/混合ミル(Spex Co.)でアルゴン雰囲気中で72~180ksまで行った。粉末の全重量は20gとし鋼球との重量比は1:2.2である。MA中の粉末の凝集防止のため、MA開始前に0.2cm³のメチルアルコールを添加した。MA処理による混合粉の状態変化を把握するため、所定時間毎に少量の粉末を採取した。また、72~180ksMAした合金粉を高真空中573~873Kで3.6ks反応熱処理した。

MAの各時間毎に採集した粉末および反応熱処理によって得られた各粉末について、X線回折法(単色化CuK α 線, 40kV, 40mA)によりMA処理粉末の状態変化および生成相を同定した。また873K, 3.6ksで脱ガスを兼ねた反応熱処理を行った粉末を、873Kで熱間押し(押し出し比:16)することにより固化成形した。この試料から水冷式切断機により切断後、エメリーペーパーによる機械的研磨およびアルゴンイオンシニングにより薄片化し、透過電子顕微鏡(TEM:JEM-2010)によりマイクロ組織および析出粒子形態および分布などを観察した。

3 結果および考察

3.1 Al-Ti-B系

Fig. 1は、Al-Ti-B系(30vol%TiB₂相当)混合粉をMA処理した場合のX線回折図形の変化を示す。MAの進行にともないTiの回折線は徐々に小さくなり72~180ksのMA処理により、わずかなTiが残存したAl-Ti-B固溶体と考えられる合金粉が得られた。また同図から明らかなように、ホウ化物の体積率を30vol%TiB₂まで増大させても、MA処理中にTi-B間の自己燃焼反応は発生せず、Al-Ti-B固溶体が形成された。Al-Ti系¹⁸⁾では、Alに対してTiは938Kで1mass%強の固溶度を示すが、本実験では28.7mass%Tiという高濃度にもかかわらずAl固溶体が形成された。MA処理による非平衡相の形成は多くの系で報告されているが、本実験でも

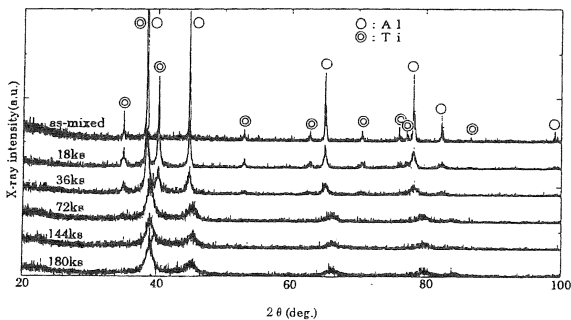


Fig.1 Change in the CuK α X-ray diffraction patterns of Al-Ti-B(30vol%TiB₂) by mechanical alloying.

非常に大きな固溶限の拡大が認められた。

Fig. 2は、Al-Ti-B系(30vol%TiB₂相当)混合粉を72ksMA処理後、573~873Kで3.6ks熱処理した場合のX線回折図形の変化を示す。Al-Ti-B系では得られたMA粉を熱処理すると、TiB₂は673Kから析出し始め、873Kで3.6ksの熱処理によりアルミニウム合金中にTiB₂が析出した粉末が得られた。一般に、ホウ化物を製造する場合、非常に高温で反応させる必要がある¹⁹⁾が、本実験のようにMA処理を行うと、673Kで3.6ksという非常に低温の熱処理でもホウ化物が生成することが明らかになった。

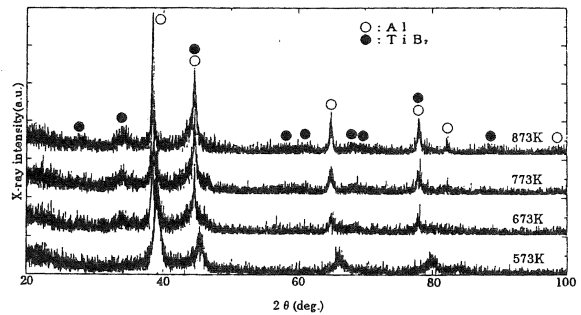


Fig.2 Change in the CuK α X-ray diffraction patterns of Al-Ti-B(30vol%TiB₂) powders mechanically alloyed for 180 ks followed by heating at various temperatures for 3.6 ks.

Fig. 3は5, 10および20vol%TiB₂含有合金押し出し材の典型的なTEM像および制限視野回折(SAD)図形を示す。Alマトリックスの結晶粒径は5vol%TiB₂で約300nmであり、TiB₂含有量の増大とともに小さくなり、20vol%TiB₂含有合金では約100nmになった。SAD図形からも明らかなように、TiB₂粒子の回折リングは連続しておりTiB₂粒子が微細で均一に分布していることが明らかである。ただし5vol%TiB₂含有合金ではTiB₂粒子が少なくそのため回折リングは10および20vol%TiB₂含有合金より不鮮明である。RosterとArzt²⁰⁾は反応ミリング法で作製したAl-2.2C-0.8O(mass%)合金(約8vol%Al₄C₃および1.5vol%Al₂O₃を含有する)のTEM像を報告しているが、それによるとAlの平均結晶粒径は約0.5 μ mであり、平均分散粒子径は43nmである。また、Hawkら⁵⁾およびHawkとWilsdorf⁷⁾も、Al₄C₃およびAl₂O₃を分散粒子としたAl合金において非常に微細な組織が形成されることを報告している。いずれのMA合金においても非常に微細な組織になっており、この原因は分散粒子がAlの結晶粒の成長を阻止するためと考えられる。

3.2 Al-Zr-B系

Fig. 4は、Al-Zr-B系(30vol%ZrB₂相当)混合粉を

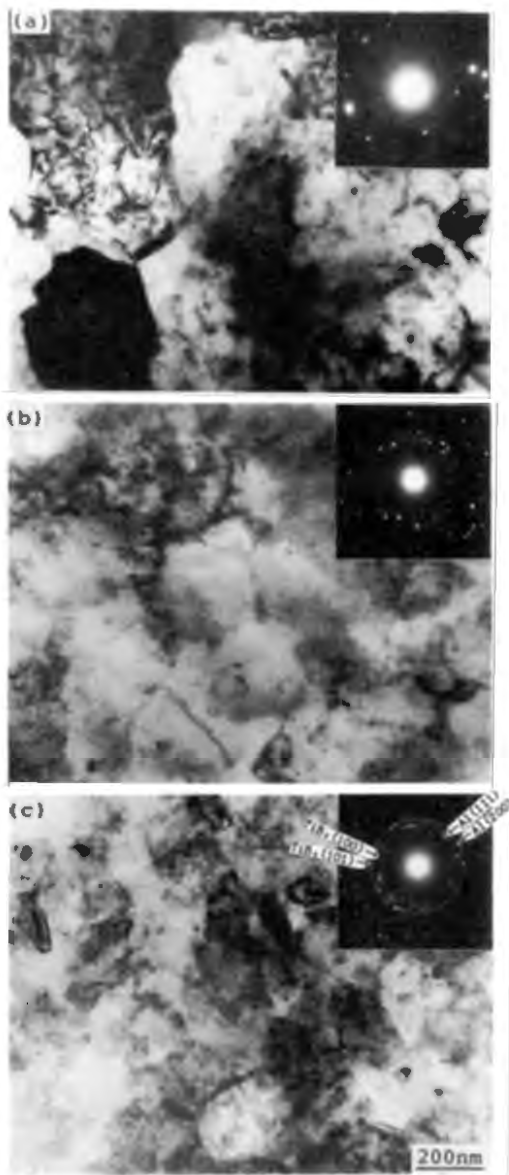


Fig.3 Typical TEM images and SAD patterns taken from (a)Al-5,(b)-10 and (c)-20vol%TiB₂ alloys extruded at 873 K.

MA処理した場合のX線回折図形の変化を示す。Al-Zr-B系では、MA処理の進行によりZr(およびZr水素化物)の回折線は徐々にブローディングし強度は小さくなった。さらにMA処理を行うと、MA処理中36と72ksの間で準安定(A1,Zr)相²¹⁾が生成することが明らかになった。72ksのMA処理により、準安定(A1,Zr)相中にわずかなZrが存在する混合粉末が得られた。

Fig. 5は、Al-Zr-B系(30vol%ZrB₂相当)混合粉を72ksMA処理後、573~873Kで3.6ks熱処理した場合のX線回折図形の変化を示す。本合金系の場合、573Kの熱処理ではZrと準安定(A1,Zr)相の回折線が鮮鋭化するの

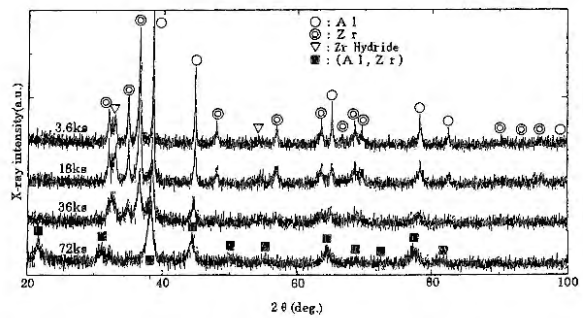


Fig.4 Change in the CuK α X-ray diffraction patterns of Al-Zr-B(30vol%ZrB₂) by mechanical alloying.

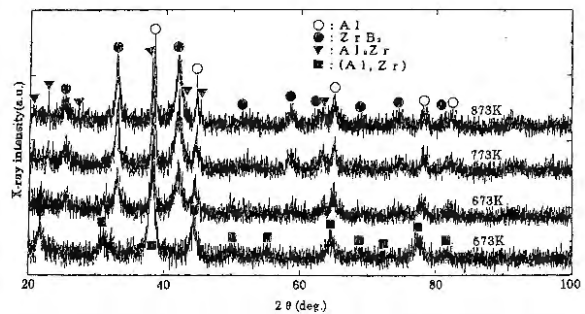


Fig.5 Change in the CuK α X-ray diffraction patterns of Al-Zr-B(30vol%ZrB₂) powders mechanically alloyed for 72 ks followed by heating at various temperatures for 3.6 ks.

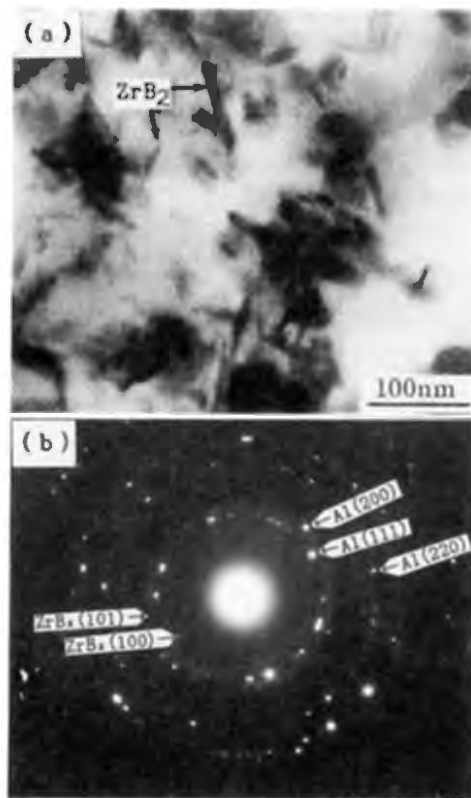


Fig.6 Typical TEM image(a) and SAD pattern(b) taken from Al-10vol%ZrB₂ alloy extruded at 873 K.

みであったが、773Kで3.6ksの熱処理により準安定(Al, Zr)相が消滅し、アルミニウム中にZrB₂が析出した粉末が得られた。熱処理温度を上昇させるとZrB₂の回折線はより鮮鋭化し、ZrB₂の成長が認められた。ただ873Kで3.6ksの熱処理でもわずかなAl₃Zrが残存していた。

Fig. 6は10vol%ZrB₂含有合金押し出し材の典型的なTEM像およびSAD図形を示す。Alマトリックスの結晶粒径は100~300nmであった。図中に矢印で示すようにZrB₂粒子は微細なロッド状で存在し、均一微細に析出分散していた。TiB₂およびZrB₂はいずれも六方晶系のAlB₂型を有しその空間群はD_{6h}²-P6/mmm²²⁾であるが、このように形態的に著しく異なる原因については明らかではない。

3.3 Al-Nb-B系

Fig. 7は、Al-Nb-B系(30vol%NbB₂相当)混合粉をMA処理した場合のX線回折図形の変化を示す。3.6ksのMA処理によりAlの回折線はほとんど移動しないで、Al(111)およびNb(110)回折ピークの低角度側に新たな回折ピークの発生が観察された。20vol%NbB₂相当混合粉でも同様の現象が観察された。このピークは、添加したメチルアルコールとNbが反応した結果生成したNbH_{0.89}であることが明らかになった。さらにMA処理を続行すると、36~72ksの間で自己燃焼反応が生じ、X線回折図形ではわずかなNbH_{0.89}を含んだAl₃Nb²³⁾になった。この場合のBの存在場所については明らかでない。一方、より低濃度(10vol%NbB₂相当以下)においては、72ksのMA処理では自己燃焼反応は生ぜず、Al固溶体とNbH_{0.89}との混合粉が形成された。

一般に、Al₃Nb金属間化合物はAlおよびNbの素粉末を使用し、アーク溶解法²⁴⁾により作製されたインゴットをいったん粉砕し、それをホットプレスで固化成形する方法や、素粉末混合粉を高温でホットプレスすることによって生じる自己燃焼反応²⁵⁾を利用して合成されてい

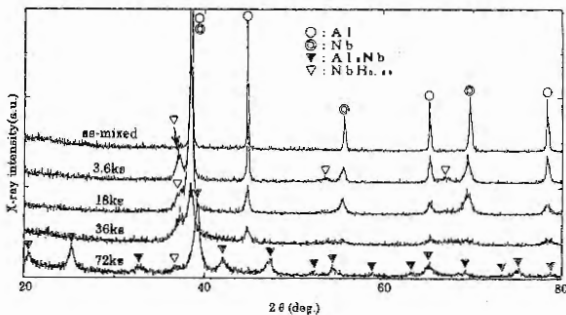


Fig.7 Change in the CuK α X-ray diffraction patterns of Al-Nb-B(30vol%NbB₂) by mechanical alloying.

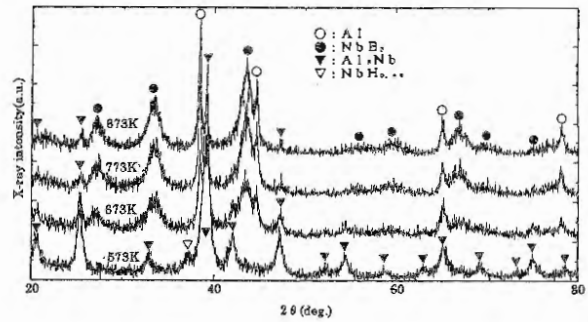


Fig.8 Change in the CuK α X-ray diffraction patterns of Al-Nb-B(30vol%TiB₂) powders mechanically alloyed for 72 ks followed by heating at various temperatures for 3.6 ks.

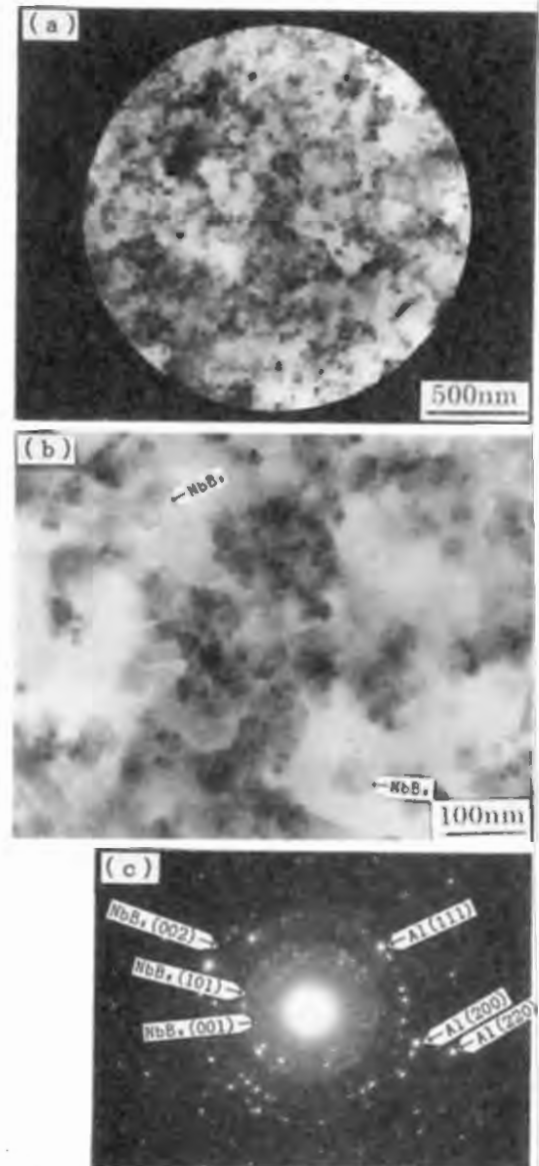


Fig.9 Typical TEM images(a,b) taken from Al-10vol%NbB₂ alloy extruded at 873 K and SAD pattern(c) obtained from the area in figure(a).

る。しかしながら、これらの方法で作製された Al_3Nb 金属間化合物は一般に単相ではなく、またポアが多く残存しており、十分な機械的特性を有していない。十分均質な Al_3Nb 金属間化合物を得るためには、十分な混合と反応を利用する方が良いと考えられる。すなわち、MA法を用いると自己燃焼反応が生じる前にAl-Nb固溶体が形成されるため、その後が生じる自己燃焼反応によって合成される Al_3Nb 金属間化合物は、素粉末を使用したものよりはるかに均質である。

MA粉の光学顕微鏡観察結果から、18~36ksのMA処理により組織は微細になることが明らかになった。純Alおよび純Nb粉末のMA処理により Al_3Nb 金属間化合物粉末が合成できることは、すでにPengら²⁶⁾および Kaneyoshiら²⁷⁾により報告されている。Pengら²⁶⁾は Al_3Nb 金属間化合物粉末の合成のみについて報告しているため、今後MAを利用した方法で得られた Al_3Nb 金属間化合物の機械的性質などについて詳細に検討する必要があると考えられる。

Fig. 8は、Al-Nb-B系(30vol% NbB_2 相当)混合粉を72ksMA処理し、各温度で3.6ks真空熱処理した場合のX線回折図形の変化を示す。573Kでは Al_3Nb 金属間化合物の回折ピークが鮮鋭化するのみで、 NbB_2 の析出は認められなかった。673Kでは NbB_2 が析出し始めることが観察されたが、析出量は少ないと推察される。773~873Kでは多量の NbB_2 の析出、および Al_3Nb の分解による NbB_2 の析出およびAlの析出が観察された。しかしながら、873K、3.6ksの熱処理後でも Al_3Nb 金属間化合物からの微小な回折ピークが観察された。完全に反応を終了させるためにはさらに長時間の熱処理が必要であると考えられる。

Fig. 9は、72ksMAし、873Kで熱間押し出しにより成形したAl-10vol% NbB_2 合金の代表的なTEM像とSAD図形を示す。 NbB_2 粒子はAlマトリックス中に非常に微細な粒子として析出していた。 NbB_2 粒子径は約50nmであり、Alの結晶粒径は200~300nmであった。

3.4 Al-Ta-B系

Fig. 10は、Al-Ta-B系(20vol% TaB_2 相当)混合粉をMA処理した場合のX線回折図形の変化を示す。3.6ksのMA処理により $TaH_{0.8}$ の生成が認められ、72ksのMAによりAlおよび $TaH_{0.8}$ の混合粉が得られた。しかし30vol% NbB_2 相当混合粉では、72ksのMAにより Al_3Ta 金属間化合物になった。

Fig. 11は、Al-Ta-B系(30vol% TaB_2 相当)混合粉を72ksMA処理し、各温度で3.6ks熱処理した場合のX線回折図形の変化を示す。Al-Ta-B系では、573KではAl-Nb-B系と同様に、Ta固溶体の回折ピークが鮮鋭化

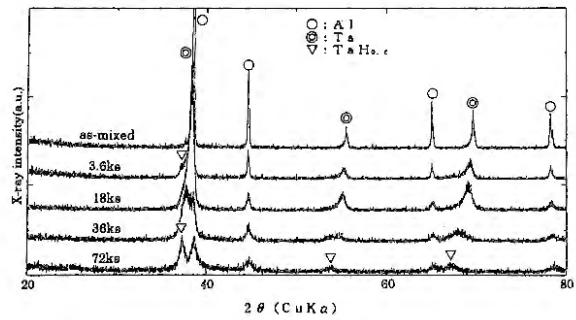


Fig.10 Change in the X-ray diffraction patterns of Al-Ta-B(20vol% TaB_2) by mechanical alloying.

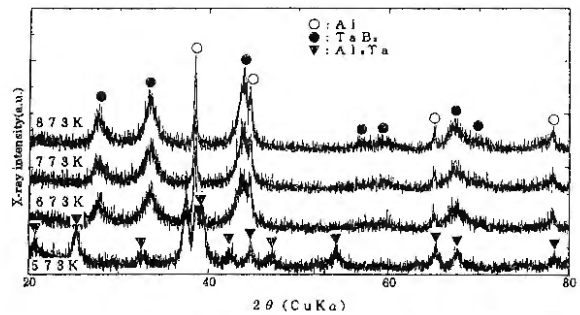


Fig.11 Change in the X-ray diffraction patterns of Al-Ta-B(30vol% TaB_2) powders mechanically alloyed for 72 ks followed by heating at various temperatures for 3.6 ks.

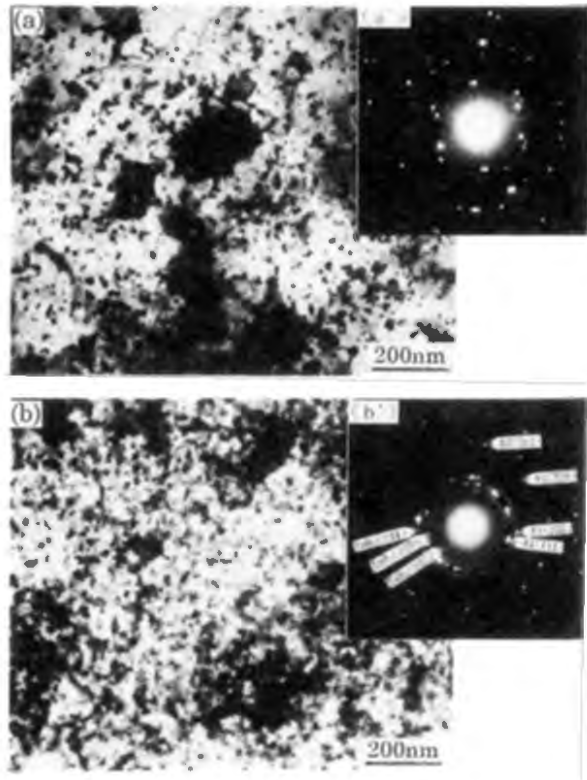


Fig.12 Typical TEM images and SAD patterns taken from (a)Al-5 and (b)-10vol% TaB_2 alloy extruded at 873K.

するのみで、 TaB_2 の析出は認められなかった。しかしながら、673Kでは TaB_2 が析出し、それに伴いAlも析出するのが観察された。773~873Kでは、673KでのX線回折図形と大きな変化は観察されず、673Kでほぼ平衡状態が得られることが明らかになった。

Fig.12は、Al-Ta-B系混合粉を72ksMA処理し、873Kで脱ガスおよび熱間押しにより成形した合金の代表的なTEM像およびSAD図形を示す。 TaB_2 は非常に微細な粒子としてAlマトリックス中に析出分散していた。 TaB_2 の粒子径はAl-10vol% TaB_2 合金で約20nmであった。また、Alマトリックスの結晶粒径は、Al-5および-10vol% TaB_2 合金でそれぞれ500および300nmであった。

4 結 言

ホウ化物粒子分散強化アルミニウム合金を作製する方法として、出発原料に純Al、純遷移金属および無定形Bの各粉末を使用し、MAおよび反応熱処理法を採用した。72~180ksMA粉末を真空中で573~873Kで熱処理した結果、非常に微細な TiB_2 、 ZrB_2 、 NbB_2 あるいは TaB_2 粒子が773~873KでAlマトリックス中に*in-situ*に析出した。Al中に分散したホウ化物粒子の大きさは約50nm以下であり、またAlの結晶粒径は100~500nmであった。

参 考 文 献

- 1) I.J.Polmear, Light Alloys, Metallurgy of the light metals, Third edition, Arnold, London, (1995), p.24.
- 2) G.Jangg, F.Kunter and G.Korb, Powder Met.Int., 9(1977), 24.
- 3) J.S.Benjamin and M.J.Bomford, Metall.Trans., 8A (1977), 1301.
- 4) P.S.Gilman and W.D.Nix, Metall.Trans., 12A(1981), 813.
- 5) J.A.Hawk, H.G.F.Wilsdorf, P.K.Mirchandani and N.R.C.Ben, Dispersion Strengthened Alum.Alloy, (1988), 551.
- 6) S.S.Ezz, A.Lawley and M.J.Koczek, Dispersion Strengthened Alum.Alloy, (1988), 243.
- 7) J.A.Hawk and H.G.F.Wilsdorf, Scr.Metall., 22(1988), 561.
- 8) S.S.Ezz, A.Lawley and M.J.Koczek, Alum.Alloy Their Phys.Mech.Prop., 2(1986), 1013.
- 9) L.Coheur, ATB Metall., 27(1987), 53.
- 10) H.Platt: Int.Conf.Light Metals, 6th(1975), 49.
- 11) H.Platt, Aluminium, 52(1976), 302.
- 12) G.Jangg, F.Kunter and G.Korb, Aluminium, 51(1975), 641.
- 13) G.Jangg, F.Kunter and G.Korb, Powder Metall.Int., 9(1977), 24.
- 14) F.Lobschenko, F.Kunter and G.Jangg, Planseeber. Pulvermetall., 25(1977), 205.
- 15) E.Kubasta, Strength Metals Alloys, 3(1980), 1687.
- 16) T.Takahashi and M.Motoyama, Proc.Adv.Pow.Metall. & Particu.Mater., MPIF, Princeton, N.J., 7(1992), 413.
- 17) E.W.Dewing, Metall.Trans., 20A(1989), 2185.
- 18) Binary Alloy Diagrams, ed.by T.B.Massalski, ASM, Metals Park, Ohio, 1(1987), 173.
- 19) C.F.Powell, High Temperature Materials and Technology, ed.by I.C.Campbell and E.M.Sherwood, John Wiley & Sons, New York, (1967), p.349.
- 20) J.Roster and E.Arzt, New Materials by Mechanical Alloying Techniques, Deutsche Gesellschaft fur Metallkunde, p.279.
- 21) ASTM Card No.26-41.
- 22) G.V.Samsonov and I.M.Vinitskii, Handbook of Refractory Compounds, IFI/Plenum Data Company, New York, (1980), p.32.
- 23) ASTM Card, No.13-146.
- 24) J.H.Schneibel, P.F.Becher and J.A.Horton, J.Mater. Res., 3(1988), 1272.
- 25) D.M.Bowden, P.J.Mescher, L.H.Yu, M.A.Meyers and N.N.Thadhani, J. Metals, (1988), 18.
- 26) Z.Peng, C.Suryanarayana and F.H.Froes, Scr. Metall.Mater., 27(1992), 475.
- 27) T.Kaneyoshi, T.Takahashi, Y.Hayashi and M.Motoyama, Novel Powder Processing, Advance in Powder Metallurgy & Particulate Mater., MPIF, Princeton, N.J., (1992), 421.

In-situ Preparation of Particle-Dispersion-Strengthened Aluminum Alloys by Mechanical Alloying.

Teruo TAKAHASHI, Kazutoshi YAMADA, Muneyuki MOTOYAMA

Hyogo Prefectural Institute of Industrial Research
3-1-12, Yukihiro-cho, Suma-ku, Kobe 654-0037, Japan

Mechanical alloying(MA) and reaction-heat-treatment were employed to prepare the particle-dispersion-strengthened aluminum alloys using elemental aluminum, transition metal; M(M=Ti, Zr, Nb or Ta) and boron powders as starting materials. The powders mechanically alloyed for 72 ~ 180 ks were heat-treated in the temperature range from 573 to 873 K for 3.6 ks in vacuum.

In all systems, very fine particles of TiB_2 , ZrB_2 , NbB_2 or TaB_2 were precipitated and dispersed *in-situ* by heating the MA powders at 773 ~ 873 K in Al-Ti-B, Al-Zr-B, Al-Nb-B and Al-Ta-B systems, respectively. The boride particle sizes dispersed in the Al matrices ranged up to about 50 nm. The grain sizes of Al matrices ranged from 100 to 500 nm.

KEY WORDS : Mechanical alloying, Aluminum alloy, Transition metal diboride, Particle-dispersion-strengthening, *In-situ* preparation

発泡スチロール廃棄物の減容化とポリマーアロイ化

(1998年6月30日 受理)

西森昭人, 山崎 潔, 長谷朝博, 山口幸一

社会問題となっている発泡スチロール廃棄物のリサイクルに関して, 減容化とポリマーアロイ化について検討した。その結果, 120~160°Cに加熱した耐熱オイル中に投入することで比較的短時間に10分の1以下に減容化する技術を確認することができた。また, 減容化して得られたポリスチレンと市販のポリエチレンとのポリマーアロイ化に際して, 減容化に使用した耐熱オイルが相溶化剤の役割をし, 単にアロイ化したものより13倍以上伸びる物性の複合材が得られた。

キーワード: 発泡スチロール, ポリスチレン, ポリエチレン, 減容化, オイル, ポリマーアロイ

1 緒 言

地球環境保全と限りある化石燃料資源の活用から, リサイクル技術の確立が叫ばれている。とりわけ石油から作られ年間消費量が1,200万トンにもおよぶプラスチック材料の使用後における廃棄物処理は大きな社会問題となっている。特に, 家庭において身近な発泡スチロールやポリ塩化ビニルなどではリサイクル技術の確立と他の材料への転換が迫られている。

プラスチック廃棄物のリサイクルには次の三つの方法があり, それそれぞれについて数多くの機関で研究され, 実施されているものもある。

- ① マテリアルリサイクル
- ② ケミカルリサイクル
- ③ サーマルリサイクル

マテリアルリサイクルでは, 回収したプラスチック廃棄物を再生原材料として利用し, 新しくプラスチック製品を製造する。ケミカルリサイクルでは, プラスチック廃棄物に熱や薬品を作用させてプラスチックの原料であるモノマーに還元し, そこから新たなプラスチック製品を製造する。サーマルリサイクルでは, プラスチック廃棄物を油化またはガス化, あるいはそのままの状態に燃焼させ熱エネルギーを回収する。プラスチック廃棄物のリサイクルを考えると, ケミカルリサイクルに比べ再生に必要なエネルギーが少ないマテリアルリサイクルが望ましい方法であるが, しかし, マテリアルリサイクルにおいてもプラスチック廃棄物を運搬・分別・洗浄する手間と, 得られる再生品の品質劣化などの問題があり, リ

サイクルの経済性が悪い。また, サーマルリサイクルでは燃焼の際のダイオキシンの発生など新たな問題が発生している。以上のようにプラスチックリサイクルにおいては, 解決すべき問題が多々残っている。

今回研究対象とした発泡スチロールは, 原料のポリスチレン (PS) に発泡剤の気体を使用して発泡したもので, 軽くて断熱性に優れ, その上白色光沢があり性能・価格の面で優れたプラスチック材料として大量に消費されている。用途としては, 食品用トレーなどの容器や運搬用資材の緩衝材などとして主に包装材料に使用されている。包装材料であるためその大部分は使用後すぐにゴミとして排出されている。一般廃棄物の中で, 発泡スチロールの占める割合は, 重量的には僅かであるが, 容積としては大きく目立つためペットボトルと同様にプラスチックゴミ公害の元凶とされ, その対策が迫られている。食品用トレーは一部販売店や地方自治体で回収されている。また, 緩衝材や魚箱などでは使用者により回収されている。このようにして回収された発泡スチロールから再生ポリスチレンペレットが作られ各種リサイクル製品が製造されるなどして, 現在ではPSの約25%強がリサイクルされている¹⁾。しかし, 再生コストよりも再生ペレットが安く, さらに再生時の高温でPSの物性が低下するなど経済性が成り立たないのが現状である。発泡スチロール廃棄物リサイクルの, 経済面でまず解決しなければならない問題が, 回収の運搬効率の悪さである。発泡体は, 嵩高く重量的に運搬効率が悪い。発泡スチロール製トレーの製造メーカーは, 自社の出荷用車の復路で回収運搬し, 洗浄・粉碎・再生ペレット化のリサイクルシステムを構築しているが, 運用のコスト面では持ち

出しといわれている。

リサイクルの経済性を高めるには、効率よく回収運搬すること、再生ペレットの劣化を防止すること、単純再生とは別の付加価値を持った新素材として再生する技術を開発することが必要である。発泡スチロールトレーの効率的な運搬方法として減容化があり、これまで色々な方法が研究され、実用化されている方法もある¹⁾。その方法の一つに約250°Cの熱風による溶融化がある。この方法では火災の危険性、発生する臭い、発泡スチロールの原料であるPSの物性が低下するなどの欠点がある。また、回転する円盤状の金属板の間の摩擦熱により溶融する方法もあるが、この方法では大きな動力を必要とするなど経済性に問題がある。さらに、発泡スチロールをリモネンなどの溶剤に投入して溶解することで減容化する方法があるが、この方法でも発泡スチロールの溶液からPSを単離するコストが問題と考えられる。これらいずれの方法においても問題があり、新しい減容化技術の開発が望まれている。

実用化されているマテリアルリサイクルは粉碎後および熱溶融後の再生ペレット化がほとんどである²⁾。再生ペレットでは物性の低下、汚れ、臭いが欠点となり³⁾、再生ペレットを原料とした製品では品質の低下、変色などの問題が発生し、その用途が限定され、プラモデル、カセットケース、ペンケース、定規など安価な雑貨品に利用が限られ、リサイクルの経済性は乏しい。

マテリアルリサイクルで、他のゴム・プラスチックなど高分子材料へ配合する方法もあるが、得られた製品の物性面で問題があった。しかし最近、相溶化剤を用いたポリマーアロイ化技術によって物性が改善された複合材が得られることが報告されている。例えば、ポリ塩化ビニル、ナイロン、ポリオレフィン樹脂への配合によって高熱変形温度、靱性、高伸び、および耐衝撃性の改善など物性の優れた複合材が得られている^{1, 4, 5)}。

本研究では、発泡スチロール廃棄物の効率的な回収と熱劣化を防ぐための回収現場での低温減容化技術と、それに続くマテリアルリサイクルとして高付加価値化のための相溶化剤を用いたポリマーアロイ化技術についての検討を行った。

2 実験方法

2.1 試料

発泡スチロールとして、家庭ゴミの代表的な食品トレイ用発泡ポリスチレンペーパー（積水化成工業(株)製、独立気泡14倍発泡、密度0.07g/cm³、以下PSPと省略）を用いた。発泡スチロール廃棄物の回収物のモデル物質として、ポリスチレンペーパーをホットプレス法で減容化

して得られた再生ペレット（積水化成工業(株)製、以下PPSと省略）を用いた。また、比較のため発泡していないPS（旭化成工業(株)製、AS-221、以下APSと省略）も使用した。ポリエチレン（PE）には、低密度PE（住友化学工業(株)製、スミカセン、成形グレードG201、密度0.919g/cm³、以下LDPEと省略）を用いた。相溶化剤には、PEにPSをグラフトさせたポリマーアロイ化用相溶化剤（日本油脂(株)製、モディバーA-1100、PS/PE=70/30）を用いた。この相溶化剤は、ポリオレフィンの剛性、強度、接着性などの改善に有効なものである。その物性をTable 1に示す。

Table 1 Properties of compatibilizer.

Melt index (g/10min)*	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
1.2	20	51

* 190°C, 2.16kgf

2.2 発泡スチロールの減容化法（オイルバス法）

発泡スチロールの材料はPSで他の固体は何も含まれてなく、PSのガラス転移温度が95°Cであることに注目して、熱容量の大きな耐熱オイルに投入し減容化するオイルバス法を考案した。この方法では、オイル中で加熱することにより発泡スチロールに含まれる気体が抜け、PSだけになり収縮し減容化することになる。また従来行われている方法に比べ処理温度が比較的低くてすむことから、PSの熱劣化が少ないものと考えられる。

この減容化方法では使用するオイルの選択が重要で次の条件に合うものが必要となる。

- ① PSを溶解させないこと
- ② 密度が発泡スチロールより大きく、減容化して得られるPSの密度（1.04~1.06g/cm³）⁶⁾より小さいこと
- ③ 引火点温度が200°C以上であること
- ④ 沸点が200°C以上であること
- ⑤ 熱安定性に優れていること
- ⑥ リサイクル物の物性に悪影響を与えないこと

これらの条件に適合するオイルを選択した結果、Table 2に示す4種の耐熱オイル（第4種第四石油類：松村石油(株)製）を用いた⁷⁾。

減容化浴槽として、浴槽温度が100~200°Cで制御できるオイルバスを用いた。減容化処理前に試料の発泡スチロールの重量と体積を測定し、120~160°Cの温度に設定したオイルバスに投入した。減容化し沈殿した発泡スチロールをオイルバスより取り出し、付着したオイルを除いた後、重量と体積を測定し、体積値より減容化率を次

Table 2 Properties of oils used in hot oil bath.

Oil	Density at 15°C (g/cm ³)	Flashing point (°C)	Dynamic Viscosity at 40°C (csp)	Color (ASTM)
Oil A	0.861	220	31.4	L1.0
Oil B	0.859	220	31.9	L1.0
Oil C	0.826	230	28.8	L1.0
Oil D	0.872	210	32.2	L1.0

の式を用いて算出した。

$$\text{減容化率 (\%)} = \frac{\text{減容化後の試料の体積}}{\text{減容化前の試料の体積}} \times 100$$

2.3 ポリマーアロイ化

混練装置として密閉式混練機（㈱東洋精機製作所製，ラボプラストミル，ミキサー容量：100ml，使用温度領域：室温～300°C，ローター回転速度：可変）を用いてPS，PEおよび相溶化剤をミキサーに投入して，ポリマーアロイ化を行った．混練温度は170°Cに設定し，混練中のトルクおよび温度を測定した．

2.4 物性測定

得られたポリマーアロイ化物をホットプレスを用いて，厚さ約0.1～0.15mmのシートに成形した．機械的物性は加硫ゴム試験法に準じて，高延性材料試験機（㈱島津製作所製，オートグラフAG-1000D）を用いて測定した．動的粘弾性挙動については，固体粘弾性測定装置（レオロジー（㈱製，FTレオスペクトラーDVE-V4型）を用いて，-100～200°Cの温度範囲で，貯蔵弾性率（E'），損失弾性率（E''）およびtan δを測定した．

3 結果と考察

3.1 発泡スチロールの減容化

用いた全てのオイルで，オイルバスに発泡スチロールを投入すると最初は密度の関係から浮いているが，オイルに接している部分から収縮し，最終的に沈殿し，予想どおり減容化できることが明らかになった．減容化の温度を120～160°Cに設定して，各オイルにおいて発泡スチロールが元の体積からどの程度小さくなるかを，それぞれの減容化率の経時変化として測定した．その結果をFig. 1に示す．この減容化温度範囲では試料の重量変化はほとんどなく，減容化に際して劣化や溶解が少ないことがわかった．

減容化温度が120°C，処理時間10分ではオイルDのみが減容化率が40%になり，他のオイルでは50%以上であった．140～160°Cでは処理時間が10分で減容化率がほ

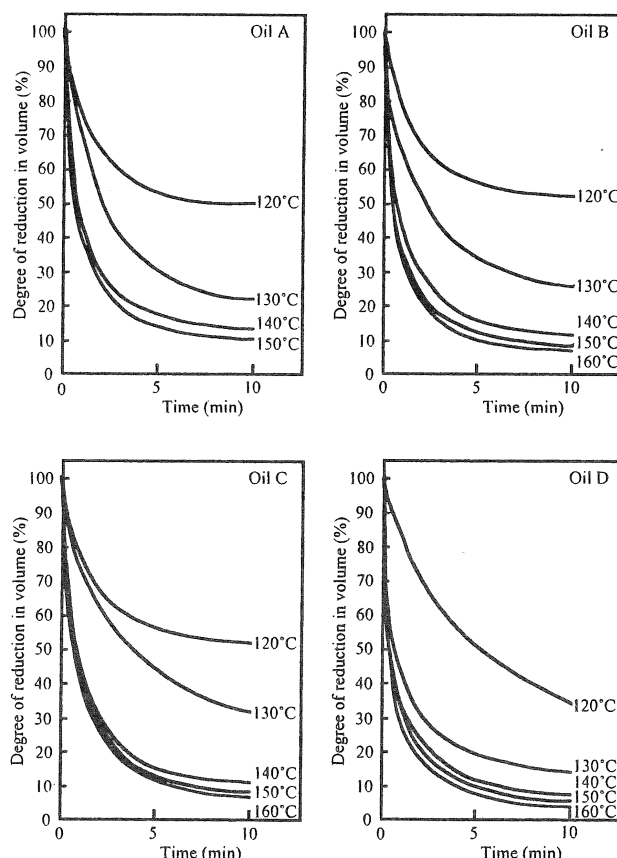


Fig. 1 Time dependence of degree of reduction in volume of waste polystyrene paper in various hot oils.

ぼ一定になり，7～15%であった．特に，減容化温度が160°Cではいずれのオイルでも減容化率が10%以下であった．この値は，使用した発泡倍率14倍の発泡スチロールの中の気体が全て抜けたとする場合の計算値（7.14%）とほぼ等しく，この方法で発泡スチロールをほぼ完全に減容化することができることがわかった．特に，他に比べて低温での減容化能力の高オイルDが最も優れた減容化用オイルであることが判明した．オイルDは他のオイルに比べて比較的低温でも減容化することができ，130°Cでも5分間で約1/5の容積まで減容化することができ

た。この温度では耐熱オイル自体の熱分解等の劣化もない。PSの物性低下を避けることと、減容化に投入するエネルギーを考えると低温で減容化効果の高いオイルDが最も良いと思われる。

今回のオイルバス法ではオイルの中で収縮することから、その時にオイルを包み込むことが考えられ、実際少し含まれることがわかった。これを除くには後処理工程が必要であるが、経済性を考慮するとこれをそのまま有効に活用する方法を目指す方向が最適と考えられる。

3.2 ポリマーアロイ化

マテリアルリサイクルを高付加価値化するためには、再生品がより優れた性能・機能を有することが必要である。そこで、高性能化・高機能化のための技術であるポリマーアロイ化による減容化された発泡スチロールの新規素材への展開を検討した。ポリマーアロイ化の高分子材料としては、高分子材料中で最も消費量の多いPEを用いた。

3.2.1 相溶化剤を添加した系

PSとPEは相溶性が劣り、単に二つを機械的に混合するだけでは均質な複合材を得ることは難しく、優れた物性を有する材料を得ることは不可能である。それを補い均質に混合し複合化する方法として、相溶化剤を活用したポリマーアロイ化があるので、それについて検討した。用いた相溶化剤はTable 1に示したPSグラフト変性PEである。APSとLDPEとを用いての予備実験として、APS/LDPE=40/60, 50/50, 60/40の混合物をミキサー温度170°C、ローター回転速度20rpmの条件で混練し、混練機のトルクおよび温度の測定を行った。混練直後はトルクが大きくなり、ポリマーアロイ化が進むにつれてトルクが低下し、一定の値に落ち着いた。その時点がポリマーアロイ化の終点だと考えられる。次いで、これらの混合物に相溶化剤を添加し、系のトルクが一定の値になるまで混練したポリマーアロイ化物の引張強さおよび伸びを測定した。その結果をFig. 2に示す。引張強さに対し

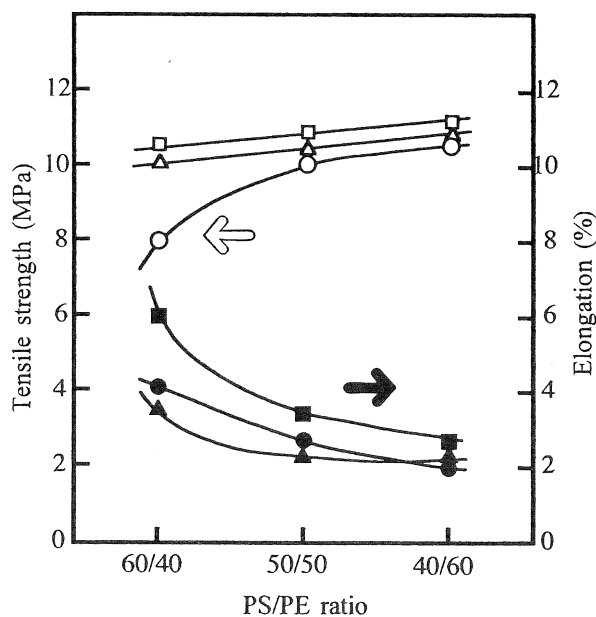


Fig. 2 Effect of compatibilizer on tensile properties of APS and LDPE polymer alloy. APS/LDPE = 40/60, 50/50, 60/40. ○, ●: without compatibilizer △, ▲: with 12.5wt% of compatibilizer □, ■: with 25.0wt% of compatibilizer

ては相溶化剤を12.5wt%以上添加することで効果があり、伸びについても相溶化剤を25.0wt%添加することで改善されることが明らかになった。PEは引張強さが大きく、伸びは小さい。また、PSはPEと逆の物性である。ポリマーアロイ化物では配合比率に併せてこれら物性は連続的に変化した。相溶化剤を添加することによって引張強さが向上し、伸びは大きくなった。これらのPSとPEの複合材における相溶化剤の有効性が明らかになった。

次に、PSPをオイル中で減容化したものとPPSを用いて、ミキサー温度170°CでLDPEとのポリマーアロイ化を行った。Table 3に配合比60/40, 40/60のポリマーアロイ化物の引張強さ、伸びの物性を示す。PEが多いと

Table 3 Tensile properties of PS/PE polymer alloy with 25.0wt% of compatibilizer.

Reducing method	PS/PE = 60/40		PS/PE = 40/60	
	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
Hot press	13.9	1.9	13.4	4.1
Oil A	3.6	2.6	6.4	8.8
Oil B	5.6	3.0	5.9	8.6
Oil C	3.7	2.4	5.1	6.6
Oil D	5.2	3.0	5.9	8.2

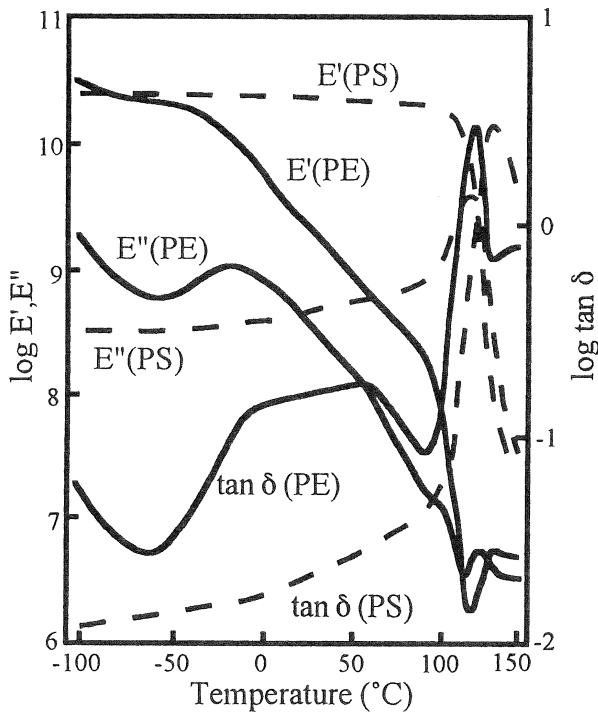


Fig. 3 Temperature dependence of viscoelasticity of commercially available LDPE and APS.
 ————— : LDPE, - - - - - : APS

PPSアロイ化物は新製品以上の物性を示したが、PPSが多い場合は伸びが2分の1以下に減少した。PSPの減容化物は引張強さが半分程度に減少したが、伸びは大きくなる傾向にあった。

ポリマーアロイ化の状態を明らかにするため、粘弾性挙動の温度変化を測定した。それぞれのE', E'', tan deltaをFig. 3およびFig. 4に示す。Fig. 3にはそれぞれLDPE(実線)とAPS(点線)の結果を示す。Fig. 4にはポリマーアロイ化物を示す。PSPとLDPEとのポリマーアロイ化物の結果は実線、PPSとLDPEとのポリマーアロイ化物の結果は点線である。ポリマーアロイ化物の挙動はPEの挙動と類似し、その傾向はオイル中で減容化された発泡スチロールを用いた方が顕著であった。

3.2.2 相溶化剤無添加の系

Table 4に発泡スチロールの減容化条件と相溶化剤の

Table 4 Effect of compatibilizer in tensile properties of PS/PE polymer alloy. PS/PE=40/60.

Reduction method	Hot press		Hot oil D	
	with	without	with	without
Tensile strength (MPa)	13.4	5.9	5.9	3.5
Elongation (%)	4.1	8.2	8.2	26.5

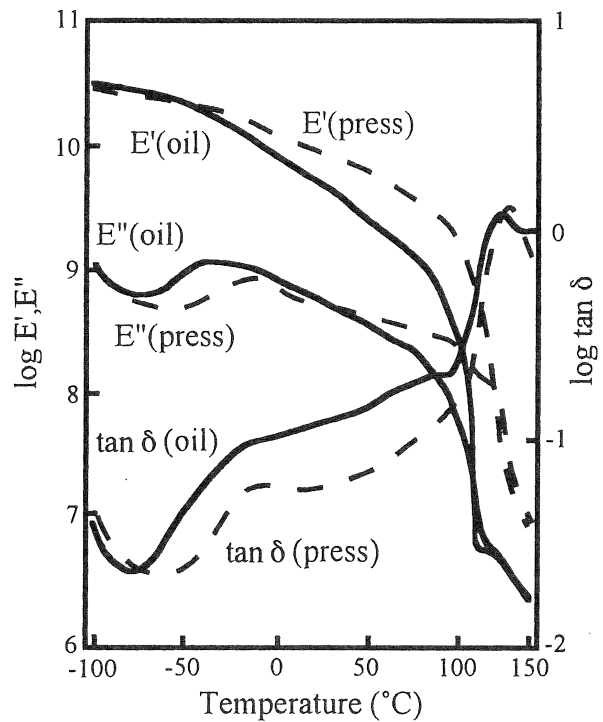


Fig. 4 Temperature dependence of viscoelasticity of polymer alloys without compatibilizer. PS/PE=40/60.

————— : reduced in oil bath (oil D, 130°C)
 - - - - - : reduced by hot press

有無による物性への影響を示す。オイル中で減容化した発泡スチロールのポリマーアロイ化物の引張強さはホットプレス法で得た再生ペレットのポリマーアロイ化物の引張強さより低下しているが、伸びは大きくなった。特に、相溶化剤を用いない系は引張強さは4分の1に低下したが、伸びは6倍以上大きくなった。この値は相溶化剤を用いないでAPSとLDPEとをポリマーアロイ化した場合と比較すると、引張強さでは3分の1になっているが、伸びに関しては13倍以上に向上したことを示しており、柔らかくてよく伸びる複合材が得られた。

動的粘弾性挙動の結果をFig. 5に示す。相溶化剤を配合しないポリマーアロイ化物の挙動は相溶化剤を用いた系よりもPEに近い挙動を示し、この系ではPS成分の分散が細かくなっていることが考えられる。分散性の変化は減容化の際に試料に取り込まれた耐熱オイルの影響を受けたものと考えられ、耐熱オイルがある種の相溶化剤的役割りをしているものと思われる。

これらの結果から、耐熱オイル中で減容化した発泡スチロールはLDPEとのポリマーアロイ化でよく伸びる物性のポリマーアロイ化物が得られ、減容化に用いたオイルが相溶化剤の役割りをすることが明らかになった。

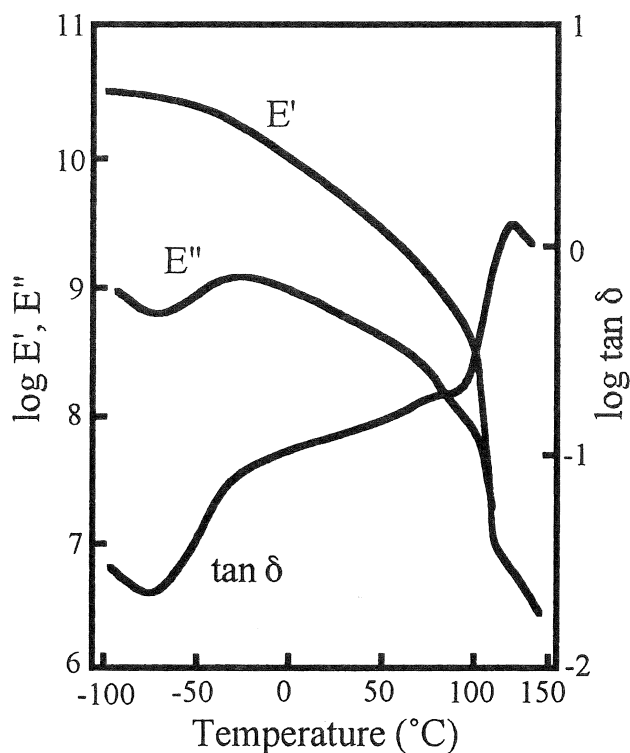


Fig. 5 Temperature dependence of viscoelasticity of PS/PE polymer alloy without compatibilizer. PS/PE=40/60. PS used here was reduced in hot oil.

4 結 言

発泡スチロール廃棄物のリサイクルシステムの出発点となる回収時における減容化と、再利用のための高付加価値化について検討した。その結果、耐熱オイルを用いて減容化を比較的低温（130℃）で行うことによって、PSの熱劣化を少なくしたままで、ほぼ完全に計算値の容積まで減容化することができた。また、高付加価値化のための新規素材の開発では、減容化したポリスチレンとポリエチレンとのポリマーアロイ化を行った。ポリマーアロイ化に際して相溶化剤を用いない方が、ポリエチレン中でポリスチレンがよく分散し、単に2種類の原料をアロイ化したよりも13倍以上もよく伸びるという特長ある物性を持つ材料が得られた。減容化に用いた耐熱オイルが一種の相溶化剤として働き、良好に相溶化することがわかった。

参 考 文 献

- 1)山口幸一, 現代化学, 10,64(1993).
- 2)加納隆司, 鈴木栄治, 包装技術, 31[7],817(1993).
- 3) (社)プラスチック処理促進協会, プラスチック再生利用便覧, (1991),p.47.
- 4)秋山三郎, 表面, 29[1],35(1991).
- 5)秋山三郎, 工業材料, 44[1],98(1996).
- 6)G.Natta, J.Polym.Sci., 16,143(1955).
- 7)松村石油(株)資料.

Reduction in Volume and Polymer Alloying of Waste of Polystyrene Paper

Akihito NISHIMORI, Kiyoshi YAMASAKI, Asahiro NAGATANI, and Koichi YAMAGUCHI

Organic Materials Department
Hyogo Prefectural Institute of Industrial Research
3-1-12, Yukihiro-cho, Suma-ku, Kobe 654-0037, JAPAN

The reduction in volume and the polymer alloying of waste polystyrene paper and polyethylene were investigated to establish the recycling technology that had been known as a severe problem. From the results, it was confirmed that the reduction in volume completely took place with throwing into hot oils (120 ~160°C) in a short period, less than 10 minutes, and that the composites having good properties were obtained by polymer alloying of recovered polystyrene and virgin polyethylene. The elongation of new composite was about 13 times that of old one. The oils used in hot bath played an important role. They acted as a kind of compatibilizer.

KEY WORDS : Waste, Polystyrene, Polyethylene, Reduction in volume, Hot oil, Polymer alloying.

マシナブルセラミックスのドリル加工

(1998年6月25日 受理)

岸本 正, 山本章裕, 三宅輝明*¹, 島津忠司

ドリルによるセラミックスの被削性について検討するため, チタン酸アルミニウム結晶からなるマシナブルセラミックスに乾式で貫通穴のドリル加工による切削試験を行った. 被削性の評価のため, 切削動力, ドリルの摩耗, 表面粗さ, 穴の拡大量を数穴加工することに測定した. 実験結果をもとに以下の結論を得た. 切削速度および送りの大きい方が, 切削動力は大きい. 送りが大きい方が摩耗幅は小さく, どの送りの場合も, 切削速度の増加につれ摩耗幅も増加する. 表面粗さは, 切削速度, 送りおよび穴数には依存しない. 切削速度および送りが大きくなるにつれ, 穴の拡大量も大きくなるといったマシナブルセラミックスの被削性が明らかになった.

キーワード: セラミックス, ドリル加工, 切削力, 摩耗, 表面粗さ, 拡大量

1 緒言

工業材料用セラミックスとして各種のものが市販され, 加工されている今日においても, セラミックスは難削材の代表であり, ダイヤモンド砥石による研削かダイヤモンドバイトによる旋削が主流であり, セラミックスの加工に関する研究もそれらを取り上げたものが多い^{1,2)}.

一方, セラミックスの中にも金属材料と同じように高速度工具鋼や超硬合金のバイトで切削加工ができるマシナブルセラミックスも開発されており, 実際に機械加工され実用に供されているのも事実である. しかし, マシナブルセラミックスの被削性に関する研究は行われているが, 切削条件程度の簡単な技術資料³⁾が発表されているだけで, 論文として系統だった研究報告^{4,5)}は少なく, ドリル加工での被削性について論じたものはない.

そこで, 本研究では, マシナブルセラミックスの中でも被削性に関する研究が行われていないチタン酸アルミニウムを取り上げ, ドリルを用いて貫通穴をあける場合の被削性について検討した.

2 実験方法

2.1 被削材

被削材は, α -アルミナ(Al_2O_3)とルチル(TiO_2)を焼結したチタン酸アルミニウム($Al_2O_3 \cdot TiO_2$)結晶

からなるセラミックスで, 機械加工ができるといわれているものである. Table 1 に被削材の室温での機械的性質を示す.

Table 1 Mechanical properties of workpiece.

Compressive strength	180 MPa
Bending strength	17 MPa
Young's modulus	5.9×10^3 MPa
Rockwell superficial hardness	HR15T 86

2.2 切削試験

本研究の実験方法を, Fig. 1 に示す. 実験には無段変速装置の付いた旋盤 (昌運工作所製 HB500×1000) を用い, 主軸の三爪チャックにコレットチャックを介してドリルを取り付け, バイスを付けた切削動力計を横送り台に治具を介して軸心が主軸と一致するよう固定し, 被削材をつかみ, 旋盤の縦送りを使ってドリル加工を行った.

使用したドリルは, 直径5mm, 先端角 120° , 先端を2段平面研削した超硬合金のソリッドドリル (東芝タンガロイ製 CDS-050) である. ドリルの形状をFig. 2 に示す. ドリルの取り付けに際してはドリル突き出し長さが35mm一定になるようにした. 切削試験として, 厚さ15mmの被削材に乾式でドリルを用いて貫通穴をあけた. また

生産技術部

*1 電子部

切削条件として、切削速度を10~50m/min, 送りを0.1~0.3mm/revの範囲で変化させた。

2.3 測定

被削性の評価のため、切削動力、ドリルの摩耗、表面粗さ、穴の拡大量を数穴加工することに測定した。切削動力の測定には圧電型切削動力計（スイス・キスラー社製 2937型）を用い、切削動力として加工中のトルクとスラストを測定した。ドリルの摩耗として、工具顕微鏡を用いてFig. 3に示すように逃げ面の摩耗幅を測定した。

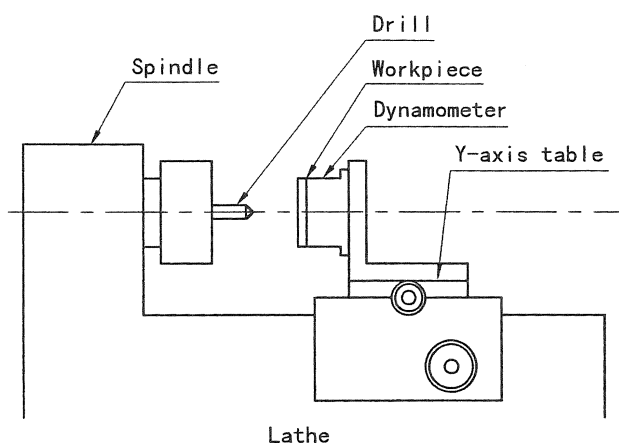


Fig.1 Experimental setup.

また、穴の中央付近において、表面粗さ計で断面曲線と算術平均粗さを、小穴測定機で拡大量を測定した。

3 結果および考察

3.1 切削動力

切削速度30m/min, 送り0.3mm/revとしてドリル加工を行った場合の穴数と切削動力との関係をFig. 4に示す。トルクならびにスラストは、穴の中央付近での安定した部分の測定値である。図より、トルクならびにスラストは、最初穴数が増加するにつれ増加するが、穴数が10回目を越えると徐々に減少している。このことから、切削

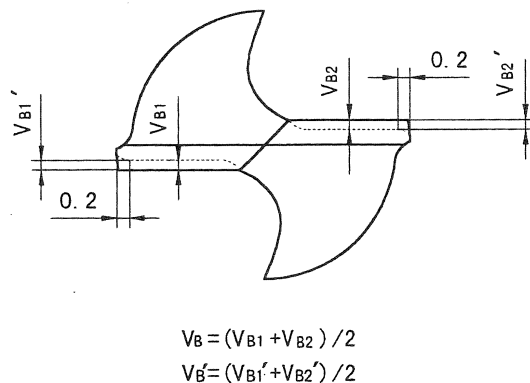


Fig.3 Measurement of drill wear.

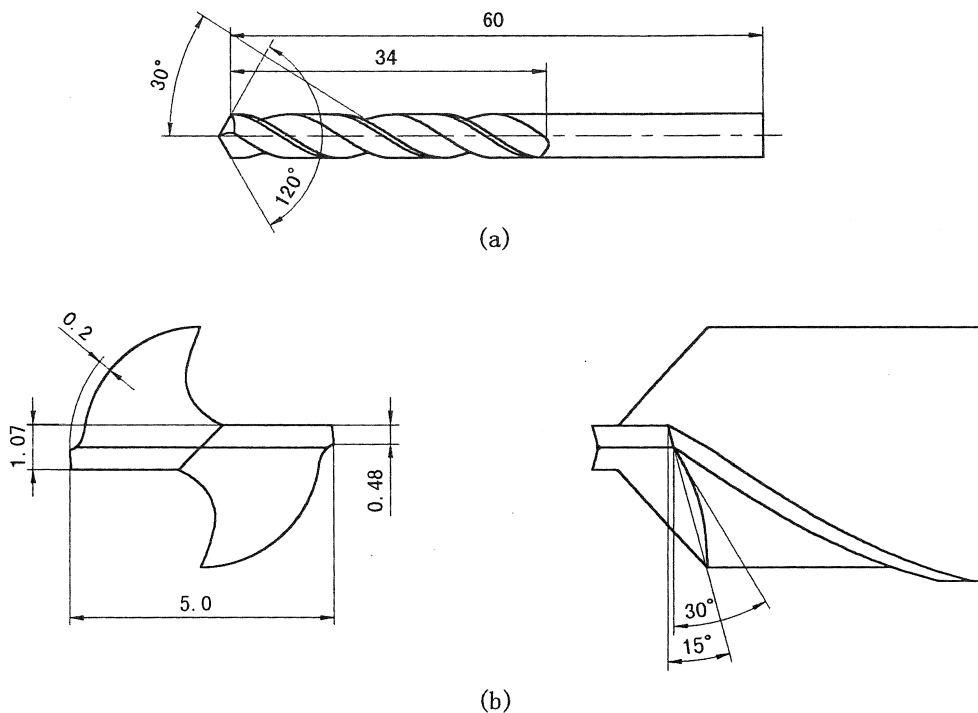


Fig.2 Drill shapes.
(a) Whole drill (b) Drill tip

動力の減少とドリルの初期摩耗には何らかの関係があると考えられる。

切削速度と切削動力との関係をFig. 5に示す。切削動力は、1回目、5回目、10回目のドリル加工の際に測定した値を平均したものである。図より、トルクならびにスラストとともに、いずれの送りにおいても、切削速度が40m/minまでは切削速度が増加するにつれ増加しているが、切削速度が50m/minになると減少している⁵⁾。セラミックスのドメイン（セラミックスの結晶粒子が集まって10~200 μ m程度のかたまりを形成したものの）の境界に生じるき裂の形状（方向、大きさなど）には、速度依存性があることが報告されている³⁾が、この実験結果は、

き裂の方向には変化がなく、き裂の大きさが切削速度50m/minで変化する結果と考えられる。各切削速度における送りの影響を見ると、送りが0.1, 0.2, 0.3mm/revの順で、トルク、スラストともに大きくなっており、送りの大きい方が切削動力が大きいことがわかる。

3.2 ドリルの摩耗

切削速度30m/min, 送り0.3mm/revとしてドリル加工を行った場合の穴数とドリルの逃げ面の摩耗幅との関係をFig. 6に示す。ここでの摩耗幅 V_B ならびに V_B' は切れ刃の中央部ならびに外周部で測定する値である。図より、最初、摩耗は急激に増加し、10回目以降は徐々に増加していることがわかる。そこで、各切削速度における10穴

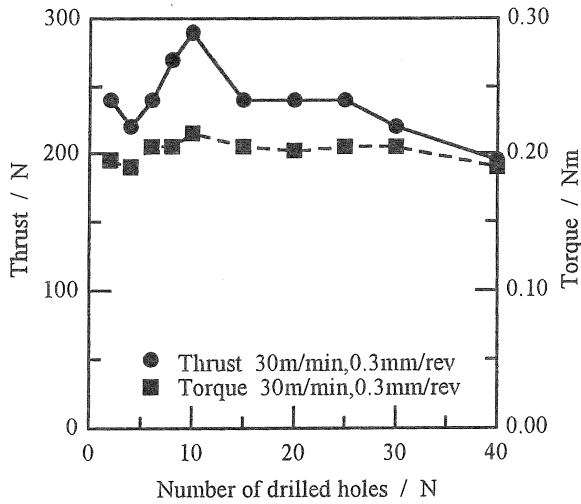


Fig. 4 Relationship between number of drilled holes and cutting forces.

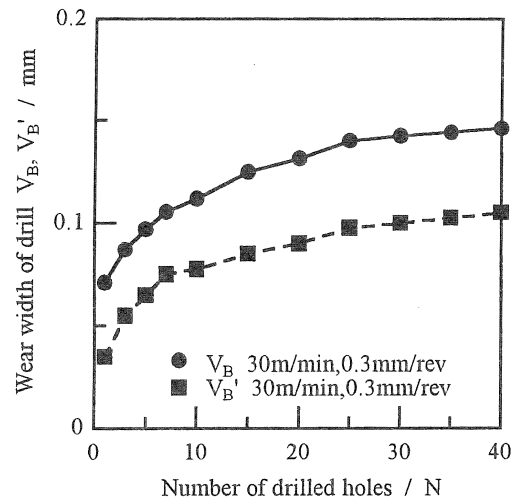


Fig. 6 Relationship between number of drilled holes and wear width of drill.

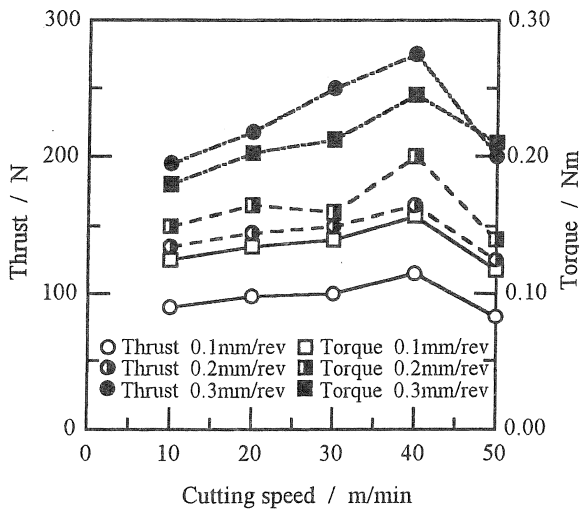


Fig. 5 Relationship between cutting speed and cutting forces.

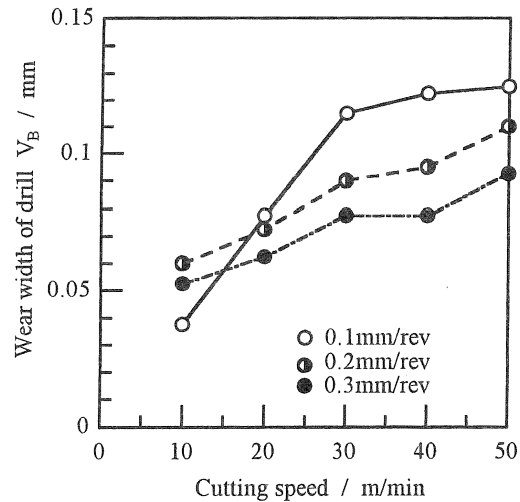


Fig. 7 Relationship between cutting speed and wear width of drill.

加工後のドリルの逃げ面の摩耗幅 V_B をFig. 7に示す。図より、切削速度10m/minを除いて、送りが大きい方が摩耗幅 V_B は小さく、大きな送りで加工した方が、切削速度が同じ場合、摩耗は小さいことになる。一方、切削速度と摩耗幅 V_B の関係をみると、どの送りの場合も、切削速度の増加につれ摩耗幅 V_B は増加しているが0.1mm/revの場合、摩耗幅 V_B の増加の割合は、高速になるほど減少している。

Fig. 8に、各切削速度におけるドリルの逃げ面の摩耗幅 V_B が0.1mmになる場合および摩耗幅 V_B' が0.3mmになる場合の除去体積を示す。図より、摩耗幅 V_B および摩耗幅 V_B' における除去体積はともに、送りが変化しても、切削速度が40m/minまでは切削速度が増加するにつれ緩やかに減少しているが、切削速度が50m/minになると減少する割合が大きくなっている。また、各切削速度における送りの影響を見ると、送りが0.1, 0.2, 0.3mm/revの順で、除去体積が大きくなっており、送りの大きい方が除去体積が大きいことがわかる。除去体積と工具寿命という観点からいえば、切削速度が低速で送りが大きい切削の方が有利なことを示している。切削速度が50m/minにおける除去体積の急激な減少は、Fig. 5に示す切削速度が50m/minにおける切削動力の急激な減少とほぼ一致している。

3.3 穴の内面の表面粗さ

切削速度30m/min, 送り0.3mm/revとして10回目のドリル加工を行った場合の穴の内面および切りくずをFig. 9に示す。穴の内面および切りくずの状態は、いずれの切削条件の場合もほぼ同様である。穴の内面は、セラミックスのドメインの境界で割断され、その後、排出される

切りくずで研磨されるためにこぼこしていると考えられる。

切削速度30m/min, 送り0.3mm/revとしてドリル加工を行った場合の穴数と穴の内面の表面粗さとの関係を、Fig. 10に示す。表面粗さとして、断面曲線より求める最大高さ(Ry)と算術平均粗さ(Ra)を示す。図より、最大高さ(Ry)および算術平均粗さ(Ra)の変化する量は少ないが、穴数が6回目ならびに8回目までは穴数が増加するにつれ

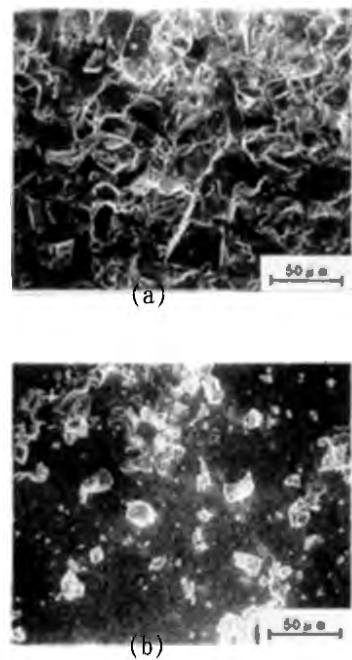


Fig.9 Machined surface and chips.
(a) Machined surface (b) Chips

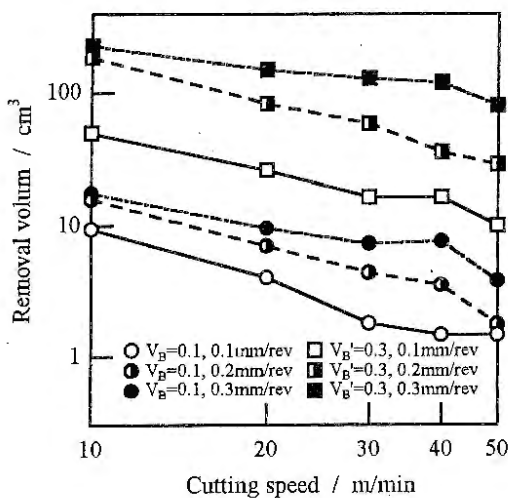


Fig.8 Relationship between cutting speed and removal volume.

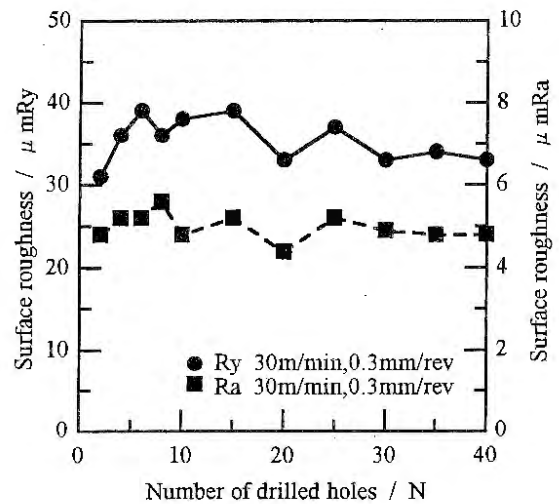


Fig.10 Relationship between number of drilled holes and surface roughness.

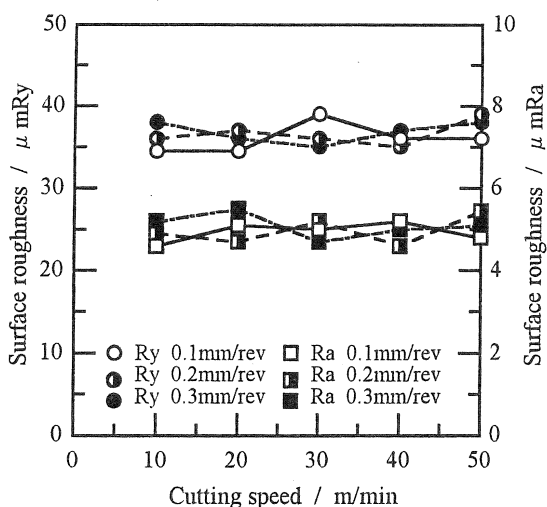


Fig.11 Relationship between cutting speed and surface roughness.

増加し、穴数がさらに増加すると徐々に減少していることがわかる。

切削速度と穴の内面の表面粗さとの関係をFig.11に示す。図より、表面粗さは切削速度が変化しても変化しておらず、また、送りが増変化しても変化していないことがわかる。

表面粗さは、本実験の範囲の切削条件では、切削速度、送りおよび穴数には依存していないことになり、表面粗さは、最大高さで $36\mu\text{mRy}$ 、算術平均粗さで $5\mu\text{mRa}$ 程度である。本実験の範囲の切削条件では、セラミックスのドメインの境界に生じるき裂は、ドリルの刃の進行方向に進み、セラミックスの破壊の原因となるき裂がドリルの刃の進行方向の外側（被削材の内側）に進まないために、き裂の大きさによる穴の内面の変化はない。切断により生じた穴の内面を排出される切りくずが研磨するために、切削条件によらず穴の内面の表面粗さが同程度になると考えられる。

3.4 穴の拡大量

切削速度 30m/min 、送り 0.3mm/rev としてドリル加工を行った場合の穴数と穴の拡大量との関係を、Fig.12に示す。図より、穴のいずれの位置における穴の拡大量も穴数の増加に対する変化はみられず、穴の拡大量は穴数に依存しないことがわかる。また、入口における穴の拡大量は、中央および出口における穴の拡大量に比べて大きいことがわかる。

Fig.13は、切削速度と穴の拡大量の関係を示したもので、穴の拡大量として、各切削条件で1回目、5回目、10回目にあけた穴を測定し、その平均を求めている。切削速度が大きくなるにつれ穴の拡大量も大きくなっている。

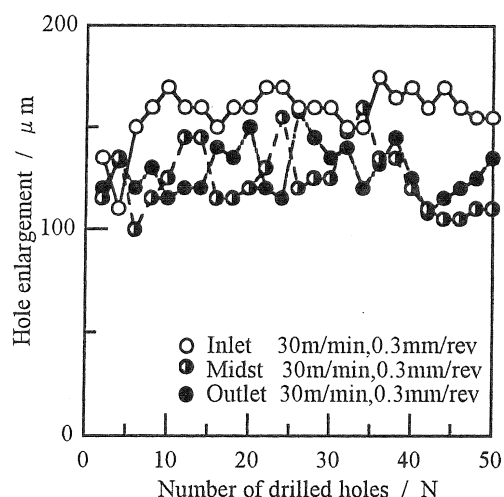


Fig.12 Relationship between number of drilled holes and hole enlargement.

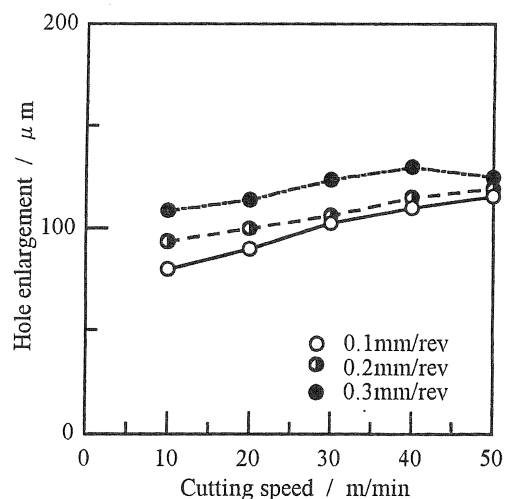


Fig.13 Relationship between cutting speed and hole enlargement.

また、送りが大きい方が穴の拡大量は大きくなっている。これらのことは、切削速度ならびに送りが大きい方が、切削動力が大きいことと関係があると考えられる。

4 結 言

本研究では、チタン酸アルミニウム結晶からなるマシナブルセラミックスの貫通穴のドリル加工による切削試験を行い、被削性について検討を行った結果、以下の結論を得た。

- (1) 切削動力は、穴数が10回を越えるとドリルの摩耗との関係で減少する。切削速度が 40m/min までは切削速度が増加するにつれ増加するが、切削速度が 50m/min

- になると減少する。また、送りの大きい方が、切削動力は大きい。
- (2) 送りが大きい方が摩耗幅 V_b は小さく、どの送りの場合も、切削速度の増加につれ摩耗幅 V_b も増加する。
- (3) 表面粗さは、切削速度、送りおよび穴数には依存しない。
- (4) 切削速度および送りが大きくなるにつれ穴の拡大量も大きくなる。

参 考 文 献

- 1) 中島利勝, 宇野義幸, 吉延英俊, 精密機械, 50[4], (1984)691.
- 2) 飯島昇, 竹山秀彦, 柏瀬雅一, 精密機械, 50[7], (1984)1110.
- 3) セラミックス加工ハンドブック編集委員会: セラミックス加工ハンドブック, 建設産業調査会, (1987), p.165.
- 4) 田中義雄, 和田任弘, 奈良工専研究紀要, 16, (1980) 13.
- 5) 島津忠司, 岸本和一郎, 林 行信, 三宅輝明, 山中啓市, 昭和61年度精密工学会春季大会学術講演会論文集, (1986), p.381.

Drilling of Machinable Ceramics

Tadashi KISHIMOTO, Akihiro YAMAMOTO, Teruaki MIYAKE*¹ and Tadashi SHIMAZU

Production Technology Department,
Hyogo Prefectural Institute of Industrial Research,
3-1-12, Yukihiro-cho, Suma-ku, Kobe, 654-0037, Japan

*¹ Electronics Department,
Hyogo Prefectural Institute of Industrial Research

Drilling test of machinable ceramics made from aluminum titanate has been carried out for investigating its machinability. Through holes are drilled with no cutting fluid and cutting force, drill wear, enlargement of holes and so on have been measured for evaluating machinability. The following remarks are concluded from the experimental result. Cutting force increases with cutting speed and feed. Smaller drill wear width is caused by larger feed. In every feed, drill wear width increases with cutting speed. Surface roughness isn't influenced by cutting speed, feed and number of holes. Hole enlargement increases with cutting speed and feed.

KEY WORDS : Ceramics, Drilling, Cutting force, Wear, Surface roughness, Enlargement

チタンおよびチタン合金のプラズマ浸炭

(1998年8月26日 受理)

岡本善四郎, 後藤浩二, 林 行信, 沖田耕三*1, 星加 洋*2, 松村嘉高*2

純Ti, Ti-6Al-4V, およびTi-15V-3Cr-3Sn-3Al合金の3種類の材料について, 種々の処理条件でプラズマ浸炭を行い, 各材料における浸炭層の生成状況や表面特性などについて検討した. その結果, 次のことが明らかになった.

- 1) 本研究で行った処理条件において, 各材料の試料表面にTiCの炭化物層が形成され, そのTiC層の厚さは処理時間の1/2乗に比例して増大した. また, TiC層の成長は基材が概ね純Ti > Ti-6Al-4V合金 > Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al合金の順序で大きくなった.
- 2) 炭化物層直下の炭素の拡散層は, 純TiおよびTi-6Al-4V合金において, 浸炭処理時間の増大にともない厚くなった. また, その拡散層は, Ti-6Al-4V合金の方が純Tiよりも厚く, 炭素が拡散しやすかった. Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al合金では拡散層の生成は顕微鏡組織的には明確にできなかった.

キーワード: プラズマ浸炭, 純Ti, Ti-6Al-4V合金, Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al合金, TiC, 浸炭層, 硬さ

1 緒言

チタンは軽量, 強度, 耐食性に優れているが, 熱伝導性が低く, 耐摩耗性や耐焼付性に劣るという欠点を持っている. そのため, チタンに対しては, チタンの持つ優れた特性を維持しつつ, なおかつ新しい用途に対応できるような表面改質技術が求められている.

現在, チタンの表面硬化処理法としては, 溶射やめっきなど¹⁾の各分野で種々検討されているが, その中でもイオン窒化法が主流であり, それらに関する研究が数多く報告されている²⁾.

一方, プラズマ浸炭はグロー放電域で炭素をイオン化させ, 処理品に衝突させて浸炭する方法であり, チタンなどの難浸炭材料の表面硬化処理として期待は大きい.

しかしながら, これらプラズマ浸炭によるチタンの表面処理に関する研究は数少なく^{3)~5)}, 各種のチタン材料に対する表面化合物層や化合物層直下の炭素の拡散層の生成状態について検討した例はほとんど無いのが実状である.

そこで, 本研究ではチタンの組織の違いにより, プラ

ズマ浸炭特性がどのように変化するかを調べるため, α -Ti, ($\alpha+\beta$)合金, および β 合金として広く用いられている純Ti, Ti-6Al-4V合金, Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al合金を選び, その処理条件に対する浸炭層や化合物層, および表面硬化現象について検討した.

2 実験方法

供試材は純Ti (以下, α -Tiと称する), Ti-6Al-4V合金 (以下, ($\alpha+\beta$)合金と称する) およびTi-15V-3Cr-3Sn-3Al合金 (以下, β 合金と称する) の3種類を用いた. これらの化学組成をTable 1に示す.

試験片は長さ30mm, 幅10mm, 厚さ2.4mmの形状に切断したものを使用し, その表面を1000番エメリー紙で研磨後, アルミナ粉(0.3 μ m)を用いてバフにて鏡面仕上げした.

Table 1 Chemical compositions of specimens.

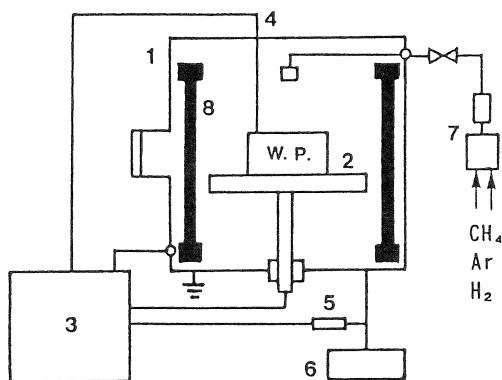
(mass %)

Sample	Ti	Cr	Sn	Al	V	O	N	Fe
α -Ti	bal.	-	-	-	-	0.088	0.0034	0.061
$\alpha+\beta$ alloy	bal.	-	-	6.18	4.15	0.16	0.004	0.20
β alloy	bal.	2.92	3.03	3.19	14.68	0.11	0.004	0.03

機械金属工業指導所

*1 工業技術センター

*2 関西大学工学部 〒564-0073 大阪府吹田市山手町



1. Chamber
2. Work table (Cathode)
3. Heater source (DC source) and Temperature Controller
4. Thermo couple
5. Pirani gauge
6. Rotary pump
7. Gas purifier
8. Heater

Fig.1 Schematic diagram of plasma-carburizing apparatus.

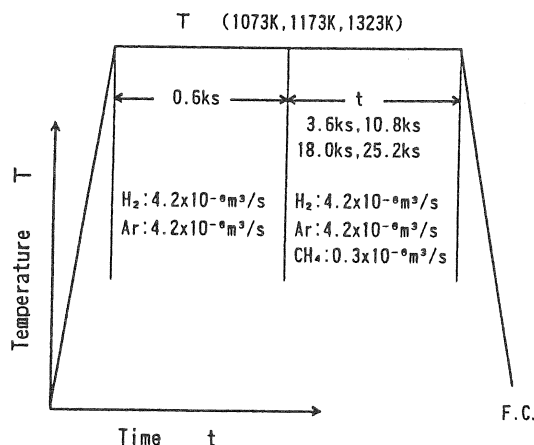


Fig.2 Plasma-carburizing conditions.

研磨後はアセトン中で超音波洗浄し、表面を脱脂した。実験には、プラズマ浸炭装置(日本電子工業(株)製JPE-400H)を用いた。本装置は、試料を取り囲む円筒型の黒鉛製ヒーターを備えた内熱型真空熱処理炉に、マスフローコントローラーを用いたガス制御系と直流プラズマ発生用の高圧電源とを備えたものである。本装置の模式図をFig. 1に示す。

プラズマ浸炭処理は、Fig. 2に示すように、炉内真空を6Paに減圧した後、所定の温度まで昇温させ、その後、 H_2 ガス $4.2 \times 10^{-6} m^3/s$ とArガス $4.2 \times 10^{-6} m^3/s$ の混合ガスを用いてスパッタリングし、試料表面の清浄化と温度の均一化を図るため所定の温度で0.6ks保持した。

その後、浸炭性反応ガスとして CH_4 ガスを $0.3 \times 10^{-6} m^3/s$ 導入し炉内圧力をほぼ250Paに、またグロー放電電流密度を $0.06 A/cm^2$ に保ちながら浸炭処理を行った。

浸炭条件は、処理時間が3.6, 10.8, 18.0および25.2ksの4条件、浸炭温度が1073, 1173および1323Kの3条件とした。処理温度は炉内に取り付けられた熱電対を用いて測定・制御した。浸炭処理終了後、試料は真空排気した炉内で冷却した。その時の冷却速度は、処理温度から673Kまでを $0.4 K/s$ の速度で冷却した。

処理後の試料は、表面に生成した化合物をX線回折装置(理学電機(株)製、管電圧50kV、管電流50mA、管球CuK α モノクロメータ付)を用いて同定し、表面化合物層や浸炭層の厚さ、および浸炭層の組織形態については、試料断面を3 vol% HF - 6 vol% HNO_3 の水溶液を用いて腐食した後、光学顕微鏡ならびにSEMを用いて観察した。

さらに、一部の試料についてはEPMA(日本電子(株)製JAX8800、分光結晶LDE2、加速電圧15kV、試料電流 $3 \times 10^{-2} \mu A$)による炭素の拡散状況を調べた。また、浸炭層の表面硬さ分布をピッカース硬度計により試験荷重0.25Nで測定した。なお、測定は表面化合物層の境界から内部方向へ測定した。

3 実験結果および考察

3.1 X線回折による表面反応生成物の同定

プラズマ浸炭処理を行った試料の表面は、いずれの条件においても黒灰色であり、肉眼観察の結果、表面のはく離やき裂などは認められなかった。

これらの試料について、表面反応生成物を調べるため、X線回折を行った結果の一例をFig. 3と4に示した。

Fig. 3に示すように、 α -Ti, ($\alpha+\beta$)合金では1073K, 3.6ks処理で α 相とともにTiCのピークが認められ、 β 合金では α 相と β 相とともにTiCのピークも認められた。いずれの材料においてもTiCが形成されることがわかる。また、このTiCのピークは処理温度、処理時間の増加とともに高くなり、 α 相のピークが弱くなった。特に、Fig. 4で示すように、($\alpha+\beta$)合金および β 合金における1323Kの25.2ks処理の回折図形では α -Tiに比べて α 相のピークがほとんど認められない程小さくなり、逆にTiCの強度が強くなっている。これは、後述するようにTiCは薄い層状で形成されており、そのTiC層の厚さが大きくなることにより、X線がマトリックスまで侵入できなくなったためと考えられる。これらのことより、処理温度、処理時間が増加するとともに試料表面のTiC層の生成量が增大すると考えられる。

一般に、 α -Tiの変態温度(β トランザス)は、およそ1155Kであり、($\alpha+\beta$)合金では1253Kである⁶⁾。また、チタンは炭素や酸素などの固溶によって、 β トランザスが高温側に移行し、 α 相が安定化することで知られている⁷⁾。したがって、 α -Tiおよび($\alpha+\beta$)合金のX線回折結果でTiCと同時に検出された α 相については、炭素の拡散・固溶にともなって形成された相と考えられる。

ところが、 β 合金の場合では、Fig. 3で示したように1073Kの3.6ks処理では α 相と β 相の2相が検出された

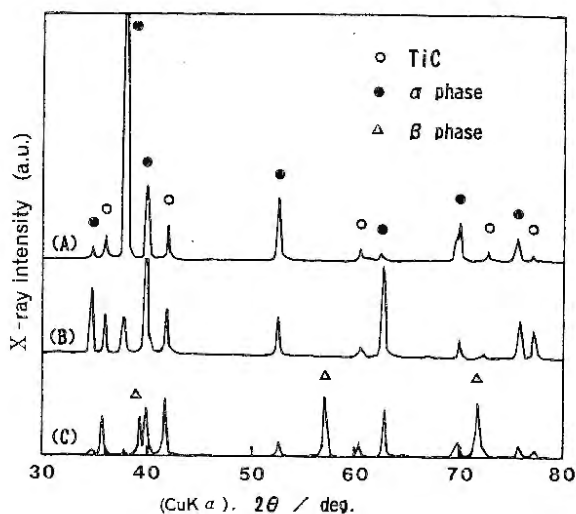


Fig.3 X-ray diffraction patterns of titanium alloys plasma-carburized at 1073K for 3.6ks.
(A): α -Ti, (B):($\alpha+\beta$) alloy, (C): β alloy

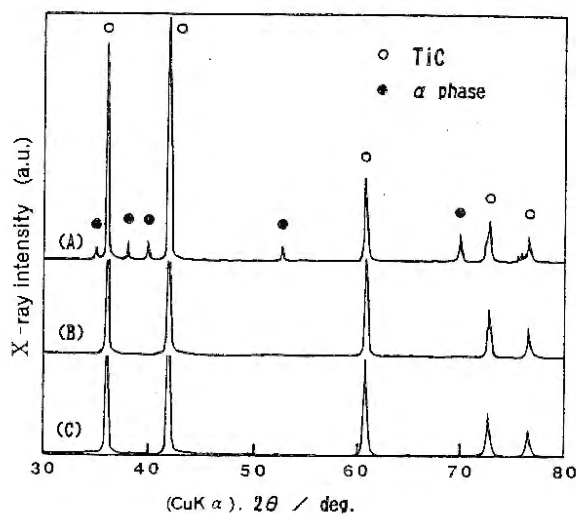


Fig.4 X-ray diffraction patterns of titanium alloys plasma-carburizing at 1323K for 25.2ks.
(A): α -Ti, (B):($\alpha+\beta$) alloy, (C): β alloy

にもかかわらず、1173K、18.0ks処理以上では α 相は検出されずにTiCと β 相となった。このように、 α -Tiおよび($\alpha+\beta$)合金では α 相が形成される反面、 β 合金の場合では処理温度、処理時間の経過とともに α 相が消えて β 相が形成されてくる。このような現象について、Ti-V⁸⁾およびTi-C⁹⁾各2元系状態図を基にTi-V-C3元系状態図を推定すると、 β 合金の β トランザスは炭素濃度の増加にともない、いったんTi-C2元系の包析温度1193K直下まで上昇すると考えられる。そのため、Fig. 3に示すように、低温かつ短時間処理材には α 相が生成されるが、高温かつ長時間処理し、合金中の炭素濃度がさらに増加すると $\beta+TiC$ 2相領域が安定化し、表面からある深さまでのX線回折では α 相ではなく、 β 相が検出されるようになると考えられる。

3.2 純チタンおよびチタン合金の断面組織

α -Ti、($\alpha+\beta$)合金および β 合金にプラズマ浸炭した時の試料断面の組織を調べた。Fig. 5に各材料の1073K、3.6ks処理した試料の顕微鏡組織の一例を示す。

α -Tiでは試料最表面に1~2 μ mの厚さの薄い層が形成され、その下には約25 μ mの深さの白い領域が認められた。EPMAにより炭素分析を行ったところ、23 μ mの深さまで炭素の拡散が確認されたため、この領域は炭素の拡散によって生じたもの(以下、拡散層と称する)と考えられる。また、拡散層から内部方向には、粒内および粒界に多量の析出物と考えられる黒い点が分散した

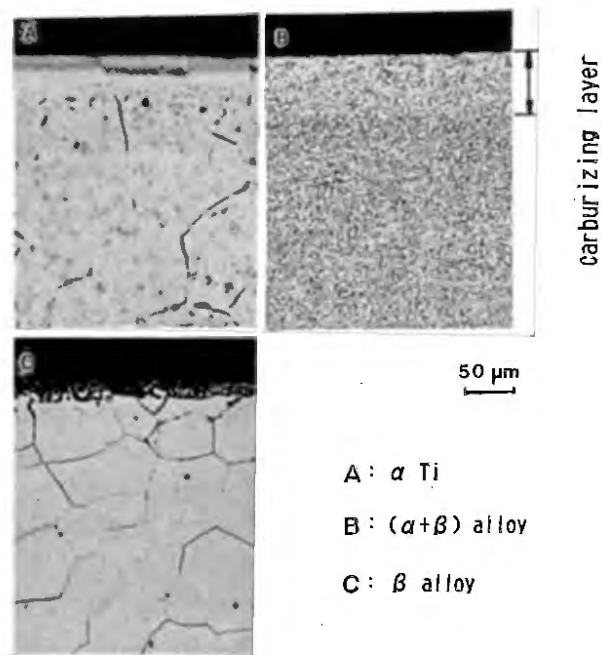


Fig.5 Optical micrographs of cross section of titanium alloys plasma-carburized at 1073K for 3.6ks.

組織が観察された。最表面に形成された薄い層は、X線回折により確認されたTiC層と考えられる。このTiC層は処理温度および処理時間の経過とともに厚くなった。

一方、拡散層については、Ti-C 2元系状態図⁹⁾で示すように、1073Kの処理の場合には β トランザス温度以下であるために、炭素が α 相中に侵入固溶し、 α 相が安定化された状態である。この炭素が固溶したと考えられる拡散層については、TiC層と同様に、処理温度および処理時間の経過とともに層が厚くなった。しかし1323Kにおいては逆に薄くなる傾向がみられた。

マトリックス中に黒く点在した部分については、Ti-H 2元系状態図から判断し、導入ガスに含まれる水素が母相中に浸透し、冷却によってTiH₂などの水素化物として析出したものと推察される¹⁰⁾。

次に、($\alpha+\beta$)合金では α -Tiと同様に試料最表面に1~2 μ mの厚さのTiC層が形成され、そのTiC層の直下には α 相(白色部分)と α' (alpha-prime)相(黒色部分)¹¹⁾の2相の混合組織が認められた。この混合組織は1073Kおよび1173K処理の試料では等軸晶の組織をしていた。

前述のとおり、チタンは炭素の固溶によって α 相が安定化する⁷⁾ため、ここで見られる α 相は炭素が固溶した相であり、一方の α' 相は、本実験上での冷却速度から判断し、旧 β 相が冷却過程でマルテンサイト変態を起こした相である。したがって、組織写真から判断すれば、 α 相(白色部分)の占める割合が多い部分ほど、炭素の拡散が多いと考えられる。本実験の範囲内からすれば、炭素の拡散層は処理温度および処理時間の経過とともに厚くなるのがわかった。

次に、 β 合金では α -Tiおよび($\alpha+\beta$)合金の場合と同様に、最表面部に1~2 μ mのTiC層が形成され、そのTiC層は処理温度および処理時間の経過と共に厚くなった。しかしながら、TiC層直下の拡散層については、 α -Tiおよび($\alpha+\beta$)合金とは異なり、いずれの処理温度、処理時間においても明瞭に現れなかった。これは、本材料が他の材料に比べて合金元素が多いことから、これらの合金元素が炭素の拡散に何らかの影響を与えたものと考えられる。

3.3 TiC層および炭素の拡散層の厚さの測定

TiC層およびTiC層直下の炭素の拡散層の厚さは、チタン材料の摩耗特性に大きく影響することから、これら層の生成状況について調べる必要がある。そこで、各材料のプラズマ浸炭において、種々の処理温度における処理時間と試料表面に生成したTiC層の厚さをSEM観察により測定した結果をFig. 6~8に示した。

図からわかるように、各材料ともTiC層は処理温度

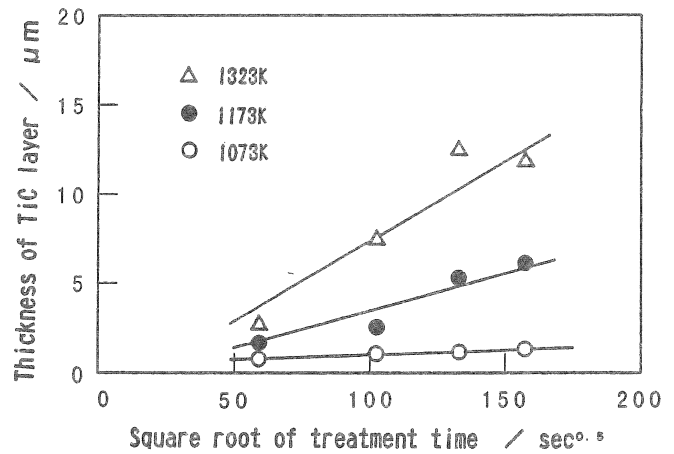


Fig.6 Relation between the square root of treatment time and the thickness of TiC layer in α -Ti.

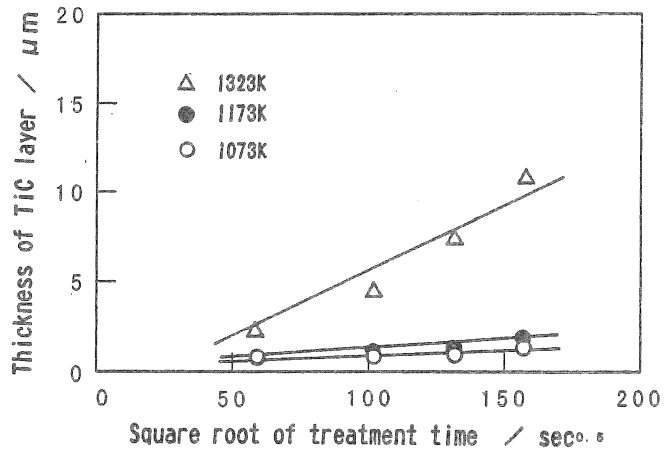


Fig.7 Relation between the square root of treatment time and the thickness of TiC layer in ($\alpha+\beta$) alloy.

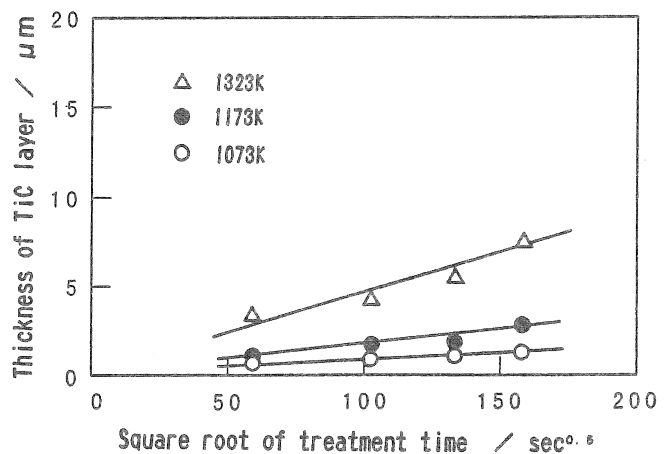


Fig.8 Relation between the square root of treatment time and the thickness of TiC layer in β alloy.

と処理時間によって変化するが、いずれの処理温度においても、概ね、処理時間の1/2乗に比例して増大し、その成長はほぼ放物線則に従った。ただし、直線での原点を通らない温度条件における反応初期のTiC形成については、今後、詳細な検討が必要と考える。

材料別に見た場合、1073Kでは、いずれの材料においても、TiC層の成長は、同じ様な増加傾向を示した。

しかしながら、1173および1323K処理については、材料ごとにTiC層の成長速度が異なり、 α -Tiよりも $(\alpha+\beta)$ 合金や β 合金の方がTiC層の成長速度が小さくなった。

特に、1323Kの処理の場合では、合金元素の多い材料ほどTiC層の成長速度が小さくなっていることがわかる。また、1173K処理では $(\alpha+\beta)$ 合金と β 合金のTiC層の成長速度がどちらも小さく両者間でそれほど変わらないのに対して、 α -Tiの同処理の場合ではTiC層の成長が大きく、前二者の約2~3倍の割合で成長しているのがわかる。

一方、イオン窒化の分野でも α -Tiに比べて合金元素を多く含有するチタン合金ほど表面でのTiN層が生成し難いことについてJ.P.Souchardら^{1,2)}が報告している。このことから、プラズマ浸炭に対しても、材料中に含まれる合金元素がTiC層の生成に何らかの影響を及ぼしたものと考えられる。

次に、炭素の拡散層厚さと処理時間との関係をFig. 9と10に示した。拡散層の厚さについては、TiC層との境界から光学顕微鏡組織的に、ほぼ母材部と識別できなくなるまでの深さとした。

図から明らかなように、各処理条件において処理時間

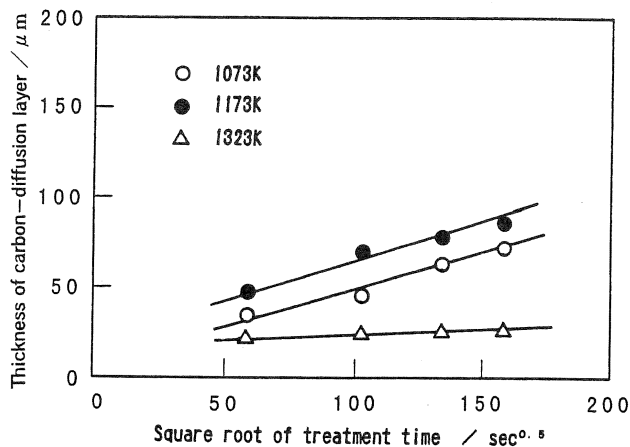


Fig.9 Relation between the square root of treatment time and the thickness of carbon-diffusion layer in α -Ti.

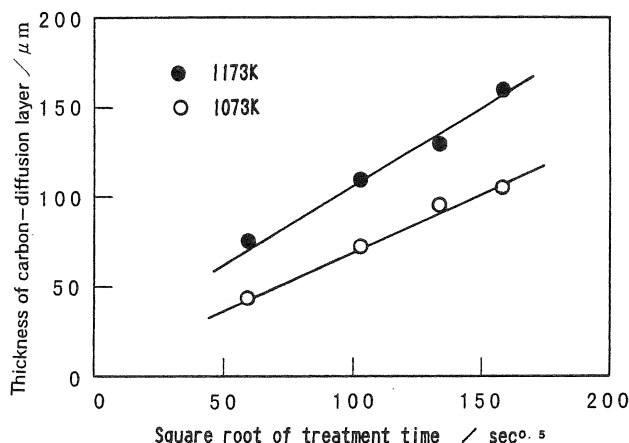


Fig.10 Relation between the square root of treatment time and the thickness of carbon-diffusion layer in $(\alpha+\beta)$ alloy.

の増大にともない拡散層厚さは増加した。同一条件では α -Tiよりも $(\alpha+\beta)$ 合金の方が拡散層の成長速度が大きい。これは前に述べたように、TiC層が $(\alpha+\beta)$ 合金よりも α -Tiの方が速く生成されることから、TiC層の生成が内部への炭素の供給を妨げたものと考えられる。

α -Tiの1323K処理の場合では、1073Kや1173Kに比べて拡散層が薄くなった。これは、Ti-C系状態図⁹⁾で示されているように、1273K以上ではTiCが優先的に生成されることから、急速に厚いTiC層が生成し、内部への炭素の供給を妨げたものと考えられる。

なお、 $(\alpha+\beta)$ 合金の1323K処理では、顕微鏡組織において大きく成長した針状晶の α 相と α' 相が確認され、母材部との境界が不明瞭であったために、拡散層の測定は困難であったが、見かけ上では概ね1173Kの浸炭層より厚く生成していると考えられる。また、 β 合金については拡散層が明瞭に現れなかった。

3.4 拡散層の硬さ分布

α -Tiを浸炭温度1073および1323K、浸炭時間3.6および25.2ksで処理したときの断面の硬さ分布をFig.11に示す。表面から20 μ m付近で炭素の拡散によると考えられる硬化が認められる。処理温度の上昇にともない硬さも上昇している。また、処理時間の増大にともない硬さの低下が緩やかとなり硬化領域の幅が大きくなっていることがわかる。

母相中の硬さは処理温度が1073Kよりも1323Kの方が高くなった。これは温度が高いほど浸透する水素量が多くなり、析出する水素化物の量の差¹⁰⁾に起因したものと考えられる。

次に、 α -Ti、 $(\alpha+\beta)$ 合金、 β 合金の各材料におけ

る、浸炭温度1073K、浸炭時間3.6ks処理の試料の断面硬さ分布測定結果をFig.12に示す。

($\alpha + \beta$)合金は α -Ti同様、表面付近で炭素の拡散によると考えられる硬化が認められ、処理温度および処理時間の関係も α -Tiと同様の傾向であった。

また、同じ処理条件の α -Tiと($\alpha + \beta$)合金の硬さ試験結果を比較すると、($\alpha + \beta$)合金の方が硬さの低下が緩やかであり、炭素が拡散しやすいと考えられる。

次に、 β 合金の硬さは、すべての条件の試料において、硬さの変化はほとんど認められず、 α -Tiや($\alpha + \beta$)合

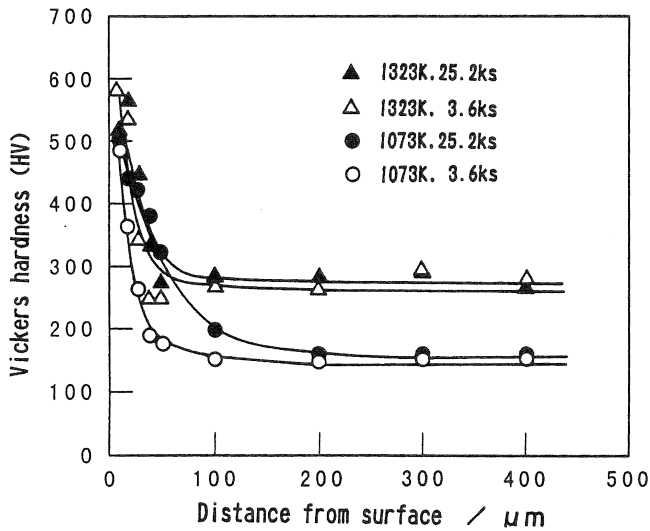


Fig.11 Vickers hardness of α -Ti plasma-carburized at 1073 and 1323K.

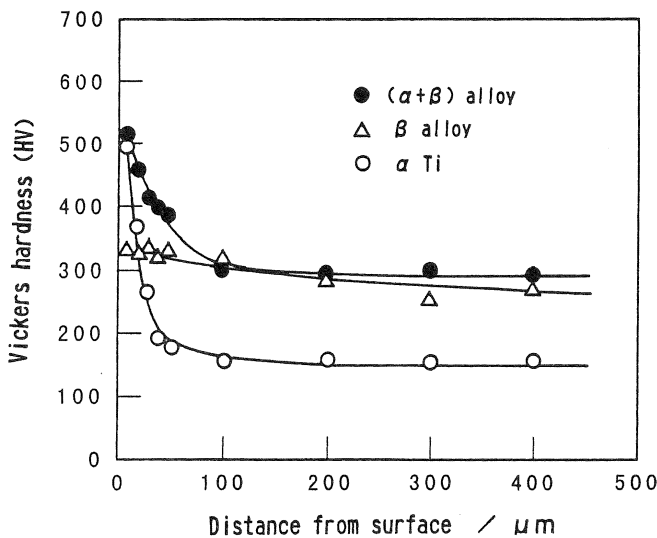


Fig.12 Vickers hardness of titanium alloy plasma-carburized at 1073K for 3.6ks.

金に見られるような炭素の拡散による顕著な表面硬化は確認されなかった。これは顕微鏡による組織写真からも炭素の拡散域が明確にできなかったことと一致する。

なお、各材料において1073K、3.6ks処理した試料の母材硬さは、 α -Tiが140~180HV、($\alpha + \beta$)合金が300~310HV、 β 合金が260~270HVであった。

4 結 言

プラズマ浸炭によるチタンおよびチタン合金の表面改質を行った結果、次のことが明らかとなった。

- 1) 本研究で行った各々の処理条件においては、試料表面にTiCの炭化物層が形成され、そのTiC層の厚さは処理時間の1/2乗に比例して増大した。また、TiC層の成長は概ね α -Ti > ($\alpha + \beta$)合金 > β 合金のマトリックス順序で大きくなった。
- 2) TiC層直下の炭素の拡散層の厚さは、マトリックスが α -Tiおよび($\alpha + \beta$)合金の場合では、浸炭処理時間の増加とともに大きくなった。また、($\alpha + \beta$)合金の方が、 α -Tiよりも拡散層厚さは大きく、炭素が拡散しやすいと考えられる。 β 合金では、拡散層が明瞭に現れず、その成長は明確にできなかった。
- 3) TiC層直下の試料表面付近の硬さは、母材が α -Tiおよび($\alpha + \beta$)合金の場合では、500~580HVであるのに対し、 β 合金の場合では280~320HV程度であった。 β 合金では浸炭による硬さの上昇はそれほど得られないことがわかった。

以上のことより、プラズマ浸炭による α -TiおよびTi合金の表面改質は、TiCの炭化物層が得られるが、含有元素の違いにより、拡散層や炭化物層の形成に差異の生じることがわかった。

最後に、本論文をまとめるにあたり有益な御助言を頂いた関西大学教授杉本隆史氏に感謝の意を表します。また、EPMAによる炭素分析を行って頂いた関西大学工学部技師山下直司氏に感謝致します。

参 考 文 献

- 1) 例えば、E.W.Turns, J.W.Browning and R.L.Jones, *Plating and Surface Finishing*, 62, (1975), 443.
- 2) 例えば、K.T.Kembaiyan, R.D.Doherty, R.P.Singh and R.Verma, *Conf.on Ion Nitriding/Carburizing*, ASM, Cincinnati, (1990), P.119.
- 3) 金山信幸, 堀江 譲, 田辺俊夫, *表面技術*, 44, (1993), 683.
- 4) 前嶋正受, 猿渡光一, 平田晶範, 石禾和男, 伊藤六郎, *表面技術*, 44, (1993), 853.

- 5) 田中弘一, 日本ねじ研究協会誌, 28, (1997), 101.
- 6) Rodney Boyer, Gerhard Welsch, E.W. Collings, Materials Properties Handbook: Titanium Alloys, ASM International, The Materials Information Society, (1994), P.3.
- 7) M.J. Donachie, Jr. (岸 輝雄監修, 鈴木洋夫, 原田健一郎訳): チタンテクニカルガイドー基礎から実務までー, 内田老鶴圃, (1993), p.23.
- 8) J.L. Murray: Phase Diagrams of Binary Titanium Alloys, ASM International, Ohio, (1987), p.319.
- 9) J.L. Murray: Phase Diagrams of Binary Titanium Alloys, ASM International, Ohio, (1987), p.47.
- 10) 村上陽太郎, 亀井 清: 非鉄金属材料学, 朝倉書店, (1989), p.130.
- 11) M.J. Donachie, Jr. (岸 輝雄 監修, 鈴木洋夫, 原田健一郎訳): チタンテクニカルガイドー基礎から実務までー, 内田老鶴圃, (1993), p.31.
- 12) J.P. Souchard, P. Jacquot, B. Coll, and M. Buvron, Proc. Conf. on Ion Nitriding/Carburizing, ASM, Cincinnati, (1990), p.195.

Plasma-Carburizing of Titanium and Its Alloys

Zenshiro OKAMOTO, Kohji GOTOH, Yukinobu HAYASHI, Kouzou OKITA^{*1}
Hiroshi HOSHIKA^{*2} and Yoshitaka MATUMURA^{*2}

Technical Center for Machinery and Metals
Hyogo Prefectural Institute of Industrial Research
240-1 Hirata Aza Fuke, Miki, 673-0405, Japan

*1 Hyogo Prefectural Institute of Industrial Research
3-1-12, Yukihiro-cho, Suma-ku, Kobe, 654-0037, Japan

*2 Department of Materials Science and Engineering, Kansai University,
3-35, Yamate-cho, Suita, 564-0073, Japan

Pure Ti, Ti-6Al-4V and Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloys have been plasma-carburized on various conditions. The structure of the formation of carbon-diffusion layers and surface properties have been studied. The results obtained are summarized as follows :

1) Carbide (TiC) layer was formed on the surface of each materials. The thickness of TiC layer was proportional to the square root of treatment time and became larger in rough order of Pure Ti > Ti-6Al-4V alloy > Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy.

2) The thickness of carbon-diffusion layer just under TiC layer of pure Ti and Ti-6Al-4V alloy increased with carburizing period. The thickness of carbon-diffusion layer of Ti-6Al-4V alloy became larger than that of pure Ti. It is considered that the diffusion rate of carbon atom in Ti-6Al-4V alloy is faster than in pure Ti. However, the formation of carbon-diffusion layer didn't be clearly recognized in Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy.

KEY WORDS : Plasma-carburizing, Titanium, Titanium alloy, Titanium carbide, Carburized layer, Hardness

2. 研究ノート

アルミニウム鋳物の流動解析事例

(1998年7月15日 受理)

柏井茂雄, 平井章夫

キーワード：流動解析, シミュレーション, 鋳物, アルミニウム

1 緒言

鋳造品の欠陥対策や品質の向上のために流動解析の研究が進められている。シミュレーションの実用化では、計算アルゴリズムの開発や水モデルなどによる検証と同時に、製品での比較検討が重要である。しかし、鋳物製品は複雑形状であるため、要素数少ない、処理時間が長いなどの障害があり実用化が遅れている。ダイカスト製品など量産品での事例は報告されているが、砂型重力鋳造品などの少量生産品での適用事例は少ない。そこで、砂型重力鋳造で生産されている実用アルミニウム鋳物への流動解析の適用を目的として、最大要素数の拡大、解析モデルの検討、実鋳物との比較を行うことにより、実用鋳物への流動解析の適用が可能となったので報告する。

2 実験

流動解析計算は大阪大学開発の MULTI FLOW を、結果の検討には JS-CAST (コマツソフト株) を用いた。複雑形状のモデル化を可能にするために、ソフトウェアの拡張により最大要素数を100万から300万に容量拡大し、複雑形状鋳物の解析を試みた。

Fig. 1 に解析したアルミニウム鋳物(Screw)を示した。この鋳物は、肉厚は4.5mm でねじ状の薄肉複雑形状鋳物であり、砂型重力鋳造法で、Al-Zn-Mg 合金により生産されている。

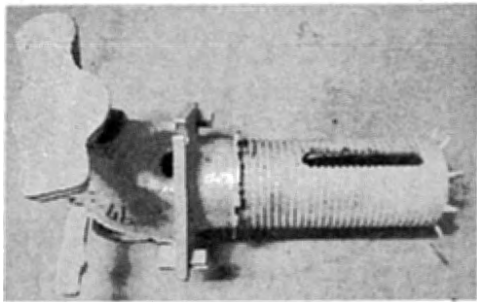


Fig.1 Aluminum screw casting.

無機材料部

計算はアルミニウムの動粘性係数 $0.01\text{cm}^2/\text{s}$ 、溶湯-鋳型間の熱伝達係数 $0.01\text{cal}/\text{cm}^2\cdot\text{s}\cdot\text{deg}$ で一定とし、また流入は圧力境界条件により自然落下で流入するものとして行った。なお実工程との比較のため、鋳込み温度、熱伝達係数を変化させた場合についても計算した。

解析モデルとして、202万要素 (202-sc モデル) の精密モデルと、要素数1/2にした106万要素 (106-sc モデル) およびねじ形状を省略して簡易化 (202-no, 106-no モデル) したモデルを作製した。これらの計算結果を比較し、要素分割による結果の相違について検討した。

実工程の計測は、鋳物内にK型熱電対を設置して行い、流動時間、鋳込み温度、鋳型内溶湯温度を測定した。またビデオカメラにより実際の注湯時間について計測、観察し、解析結果との比較を行った。

3 結果および考察

3.1 要素分割の影響

各モデルの解析結果を Table 1 に示した。充填時間は解析では202-sc, 106-sc の各モデルで7.41sec, 6.9sec で要素分割が増えると長くなる。鋳造実験では注湯時間が8.4sec であった。一方、ねじ形状の有る sc モデルと無

Table 1 Fluid flow simulation results of the aluminum screw casting.

Model	202-sc (screw)	202-no (no-screw)	106-sc (screw)	106-no (no-screw)	
Total elements	2,024,960		1,062,720		
Number of casting elements	246,245	240,270	101,626	99,642	
CPU time (hour)	83	96	21	20	
Simulation time (sec.)	filling time	7.41	7.30	6.90	6.84
	bottom part	0.37	0.23	0.36	0.19
	screw part	3.83	3.77	3.57	3.55

い no モデルを比べると鋳物の底部流動時間が大きく異なり、no モデルは sc モデルより流動が速い。底部の流動状態を時間を追って比較したところ、sc モデルではねじ形状に沿って溶湯が広がっており、すなわちねじ形状が流動に影響を与え、その結果流速が遅くなることが

わかった。底部の流動時間は実測で約0.56secであり、充填時間と同様に実測値よりも短い。この誤差の原因の一つとして、実工程は手作業の注湯であるため注湯が必ずしも一定でないことによると考えられる。さらに要素数が少ないと充填時間が短い、これは要素数が少ない場合は壁面の影響が計算上小さく見積もられた結果によると推定される（壁面に近づくに従い流速は遅くなる）。すなわちモデル精度が高くなるほど実測に近づいており、要素数を増やしモデルを精密化した202-scモデルにより流動状態の評価は可能であると考えられた。

3.2 溶湯温度と湯回り状態

解析計算による本体の最終充填位置はねじ上部スリット付近であるが、この付近には湯回り不良は認められず、主に鋳物下部、ねじ先端部に湯回り不良が認められた。湯回り不良の評価法として、最終充填部や背圧を評価する方法¹⁾、湯回り時の温度を評価する方法²⁾などが提案されている。本報告の砂型鋳物では、鋳型に通気性があるため最終充填位置が必ずしも湯回り不良位置と一致しないこと、また薄肉鋳物ではむしろ溶湯の温度低下が問題になることから、流動中の溶湯温度と湯回り状態について検討を行った。

鋳物底部を流動しているときの溶湯温度は1008K(735℃)と計算されたが、実測値は918K(645℃)であり、計算値は高い値であった。流動中の温度低下は鋳型と溶湯間の熱伝達係数、鋳型の熱伝導率、流速に影響されると考えられる。Fig. 2に熱伝達係数の相違による流動中の溶湯温度の計算結果を示した。熱伝達係数が $0.01\text{cal/cm}^2\cdot\text{s}\cdot\text{deg}$ と $0.1\text{cal/cm}^2\cdot\text{s}\cdot\text{deg}$ の間で急激に溶湯温度が低下している。通常の凝固解析（流動を伴わない）では、

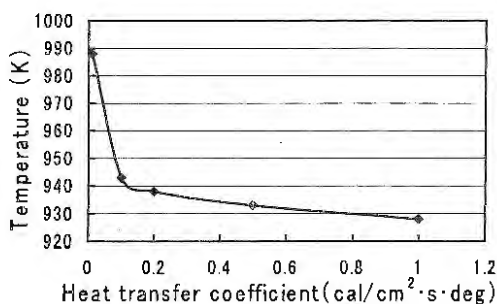


Fig.2 Effect of heat transfer coefficient on calculated temperature of fluid molten metal at 1.9sec for 202-sc model. (initial temperature:1013K)

熱伝達係数として $0.01\text{cal/cm}^2\cdot\text{s}\cdot\text{deg}$ 程度の値が利用されているが、溶湯流動下では熱伝達係数が増加すると考えられることから、実測値との差は熱伝達係数の値が影響していると考えられた。そこで、熱伝達係数を $0.1\text{cal/cm}^2\cdot\text{s}\cdot\text{deg}$ の場合について計算を行い、鋳造実験と



Fig.3 Photograph of the screw casted at 973K. (bottom view)

比較検討した。Fig. 3は溶湯温度973K(700℃)で鋳造を行った時の湯回り不良品を示しているが、流動中の温度低下により鋳物底部スリット付近で流動の停止が認められた（写真は鋳物底部より撮影している）。Fig. 4に流動解析による底部流動時の溶湯温度状態を示した。右側の部分（黒いメッシュの部分）は流動中に凝固が開始している領域を示しており、すなわち溶湯粘性の増加により流動が停止する可能性がある。これより左の着色部は液相部を示しており、この部分までは少なくとも溶湯は流動すると考えられる。Fig. 3の湯回り状態はFig. 4の液相領域とよく対応していることが明らかとなった。以上の結果から、流動解析により流動中の溶湯温度を評価し、固液共存域を流動停止の可能性がある領域と推察する事により、湯回り不良の評価が可能であると考えられた。

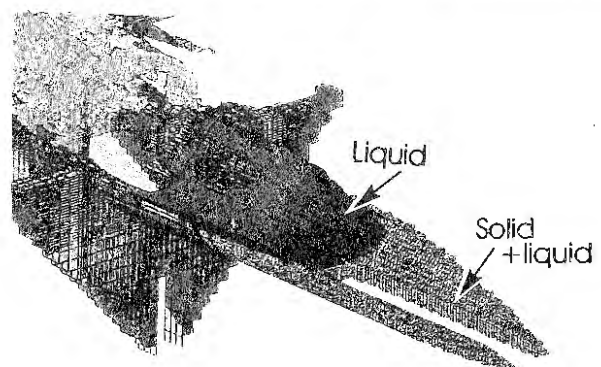


Fig.4 Fluid flow simulation result of the screw on 1.9sec.(heat transfer coefficient $0.1\text{cal/cm}^2\cdot\text{s}\cdot\text{deg}$)

参考文献

- 1)加納慎也, 大塚茂夫, 長坂敬悦, 木口昭二: 鋳物, 第121回全国講演大会概要集, (1992), 51
- 2)K.Kubo and M.Fukuhira, "Numerical Simulation of Casting Solidification in Automotive Application", ed. by C.Kim and C-W.Kim, TMS, (1991), 149.

視点計測による製品の色彩評価

(1998年7月1日 受理)

後藤泰徳, 真鍋元保, 山本郁也, 沖田耕三

キーワード: 色彩, 視点計測, 関心度, 累積滞留時間, デザイン評価

1 緒言

工業製品をデザインする場合の重要な要素として製品機能と形状, 色彩, 質感などがあり, これらの組み合わせが使用者に様々な印象を与える。このうち色彩が製品イメージに最も影響を与えられと考えられる。工業製品をデザインする際も, 単に機能上の配慮だけでなく, 色彩上のやさしさも必要である。従来の製品色彩計画は設問回答に対する聞き取り調査を基に行う方法が一般的であったが, この方法は質問者の期待する回答へ誘導される可能性が残り, 必ずしも回答者の意向を直接に反映できるとは限らない。そこで, アイカメラという人の視点を捕らえる機器を用い, 視点の軌跡と滞留時間を測ることで色彩に対する関心度を把握する方法について検討した。



Fig.1 The scene of experiment.

2 実験方法

まず, 被験者にアイカメラを装着し, モニターを見もらう (Fig. 1)。モニターの画面は4分割され, CGで作成した仮想の製品画像が描かれている。被験者に約20秒間見せる。関心度の高い製品の色彩を把握するた

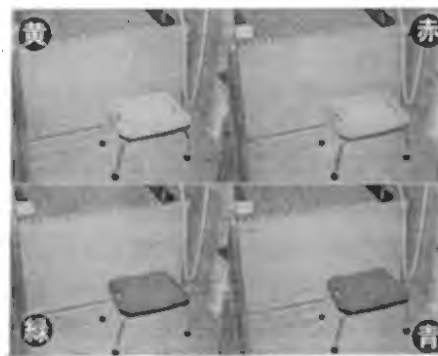


Fig.2 First view, background is a bathroom.

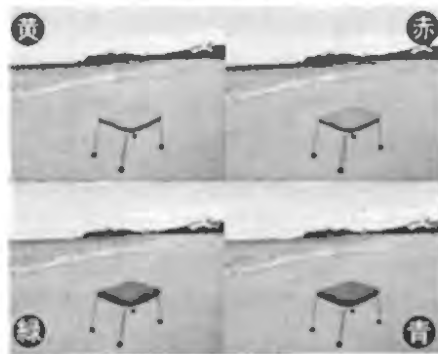


Fig.3 Second view, background is a beach.



Fig.4 Third view, background is a garden.

め, 被験者には見る前に「気に入ったものを見て下さい。」とだけ言う。今回の実験では高齢者向けに開発し

たシャワーチェアを提示画像として使用した。CGで作ったシャワーチェアの配色を4色、背景画像に実写画像を用い合成した (Fig. 2~4)。

Fig. 2, 3 および 4 とも画面上の4つのシャワーチェアがあり、その座面の色は画面左上が黄色 (CIE表色系・ $L=83, a=-8, b=65$)、右上が赤 ($L=56, a=64, b=52$)、右下が青 ($L=83, a=-8, b=65$)、左下が緑 ($L=35, a=38, b=-8$) である。Fig. 2の背景は風呂場、Fig. 3の背景は海岸、Fig. 4の背景は庭園である。それぞれの背景は実写画像である。また、シャワーチェアは3Dモデリングソフトで制作した。

3 結果と考察

以上の3つの画像をデザイン系学生2人に提示した (以後、一方を学生A、もう一方を学生Bと呼ぶ)。Fig. 5, 6 および 7 の上段は学生A、下段は学生Bの視点の軌跡と累積滞留時間である。Fig. 5の上段左部の写真はFig. 2の画像を見せた時の視点の軌跡を表したもので、右部は画面上の各ポイントにおける累積滞留時間である。Fig. 5下段は、Fig. 2の画像を見せた時の学生Bの視点の軌跡と累積滞留時間である。同様に、Fig. 6はFig. 3を見せた時の学生A, Bの視点の軌跡と累積滞留時間、Fig. 7はFig. 4を見せた時の学生A, Bの視点の軌跡と累積滞留時間を示している。Fig. 5, 6 および 7, それぞれの上・下段図の見比べると、同じ画像を提示してもその見方かなりの相違点があることがわかる。Fig. 5のように背景が風呂場の場合、学生Aは赤と青のシャワーチェアを見ている時間が長く、学生Bは緑色を見ている時間が長い。Fig. 6は提示画像の背景を風呂場から海岸に変えたものである。学生Aは黄色をよく見ており、学生Bは青色をよく見ている。Fig. 7は背景を庭園にしたが、学生AはFig. 5のときほど赤には注目していない。逆に学生Bは今まであまり関心を示さなかった黄色に注目している。

この結果は、人によって関心を持つ配色が異なり、さらに同一人物であっても製品が置かれる環境によって関心を持つ配色が異なることを示している。

4 結 論

実際の製品を使用する前に、実際には存在しないバーチャルな製品をデザインし、関心度の高い色彩を把握する方法を検討した。その結果、コンピュータグラフィックスとアイカメラを用いて視点の軌跡と累積滞留時間を測定することにより関心度の高い色彩を探る方法が有効であることが分かった。

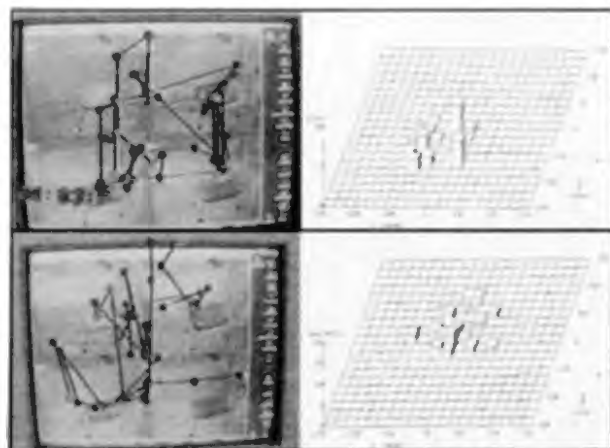


Fig.5 The track of eyemark on first view.

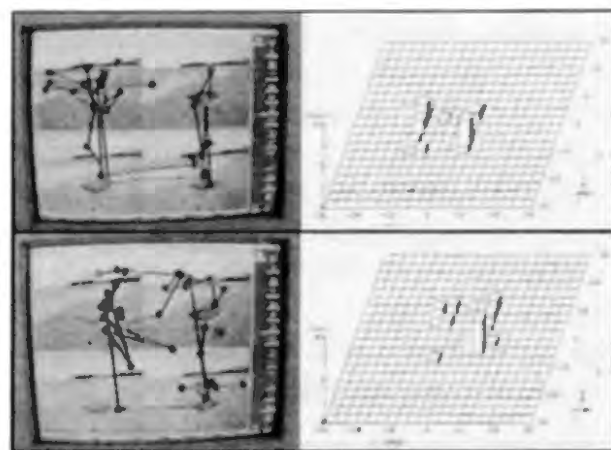


Fig.6 The track of eyemark on second view.

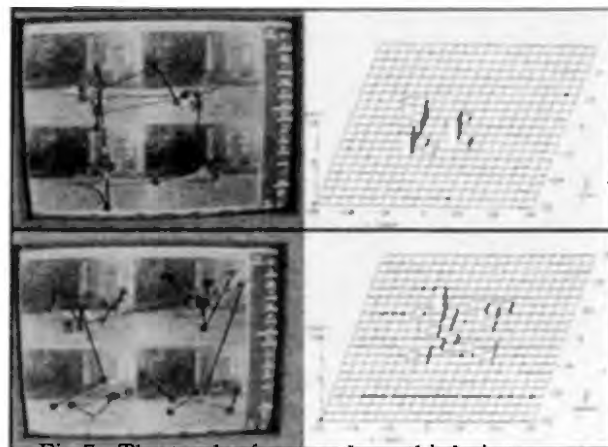


Fig.7 The track of eyemark on third view.

参考文献

- 1) 藤澤英昭, “デザイン・映像の造形心理”, 鳳山社, (1979), p.93.

写真織の実用化研究

(1998年7月1日 受理)

古谷 稔, 中野恵之, 瀬川芳孝, 長谷川 勝

キーワード: 写真織, 電子ジャカード, スリップ幅

1 緒 言

写真織は, 1850年頃に西欧で発達したジャカード織物の一種である。その頃の技術では, 精密な下絵を描いた上で, 十分に吟味された濃淡の織物見本を基に, ジャカード紋ほり職人が精密な写真織になるように紋組織を決定しジャカード織機で製造していた。その後, ジャカード織機に棒刀および伏せ機装置を付けて製織できるようになった。

本研究では, この棒刀, 伏せ機装置を使わず, しかも, より組織を安定させるために, 電子ジャカード織機とパソコンを用い, 写真などの基絵を画像処理して写真織を製織する技術を開発した。写真織は, 色系の疎密を利用して写真を表現するため糸の組織点が不均衡で, 織物の物性, 特にミシン縫い目のスリップ(滑脱)が大きい欠点がある。したがって, 主にインテリア用品に用いられ衣料用にはならなかった。写真織は, 平組織や綾組織など組織点の均衡がとれている織り方では, 表現できないためスリップしやすいことは当然であり, 本研究で開発した新しい写真織では組織点をより多く付加させ, 写真織のデザインの表現力およびスリップ安定性の向上を図り, 衣料用織物としての

実用化を検討した。

2 写真織の製造と実用化の検討

新しい写真織は, 画像処理的手法により棒刀および伏せ機装置を必要とせず, 同等の効果を引き出す方法を導入したもので, 一定の距離を保つ組

織点を二値化した画像に付与することが特徴である。本研究のテーマであるスリップ安定性の向上には, 組織点の数を多くとる必要があり, 写真織の実用化には不可欠な技術であると考えられる。

ここで, 新しい写真織の製織工程を示す。

①基になる絵(ビデオ, 写真, グラビアなど)(Fig. 1)

②パソコンへ画像入力(デジタルカメラなど)

③画像処理(画像の整理, 画像の二値化)(Fig. 2, Fig. 3)

④電子ジャカード用データの作成(棒刀・伏せ機概念の導入)(Fig. 4)

⑤電子ジャカード織機による製織。

Fig. 1は基になる写真であり, グラビアは勿論のことビデオからでも可能で, これをパソコンに入力し二値化したものがFig. 2である。組織点の均衡状態を見るため, Fig. 2の眼の部分を拡大したものをFig. 3に示した。Fig. 3でわかるように連続した黒や白い部分が多く, 組織点の数も少なく均衡がとれていないことがわかる。このデータを用いても製織できるがスリップ幅が大きく商品化が難しい。そこで, Fig. 4に見られるように二値化処理した画像に, 棒刀および伏せ機装置の働きに代わる均等組織付与技術を導入して, 組織していない部分にデザインの表現力を低下させることなく組織点を付加した。すなわち, Fig. 3の黒い部分にFig. 5を, 白い部分にFig. 6の組織を付加するもので, この時用いる組織のレピートサイズは, $8 \times 8 \sim 16 \times 16$ (たて糸レピート本数 \times よこ糸レピート本数)が適当で, これより小さいと表現力が極端に低下し, 大きいとダイヤ状の柄が紋ぐせとして浮かんでくる欠点がある。また, 白い部分と黒い部分に異なるサイズの組織を付与することも可能で, 二値化した画像全体のたて糸とよこ糸が織物表面に現れている割合が大きく違う時には, この差を小さくできる特徴もあ



Fig.1 Original photograph.



Fig.2 Binary image.

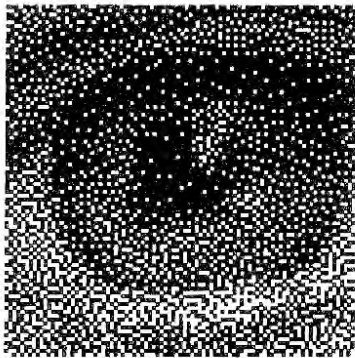


Fig.3 Magnifying image of binary image.

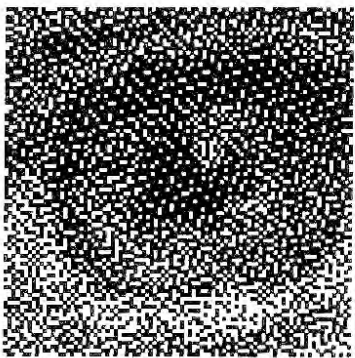


Fig.4 Textile design for photographic woven.

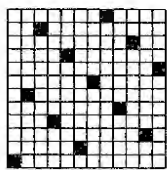


Fig.5 Textile design of across satin.

り、組織の均衡が図れるとともに製織性も向上する。このように製織した新しい写真織は、組織点が多く、当然スリップ安定性も向上していると考えられる。

そこで、従来の写真織（製織工程の③までで製織したものとす）や一般的な標準組織の織物と比較して衣料用としての実用化を検討した。

比較検討した織物は、標準的な平織、綾織、朱子織、バスケット織3種類の6種類と従来法による写真織および新しい写真織の計8種類で、同の素材、番手、密度で製織した。このスリップ量の測定は、JIS L 1096 D法に規定されており、ミシンの縫い目を5kgfの荷重で引張った際に開く幅を測定するもので、産地の織物品質基準として3mm以下とされている。この基準は、標準的な組織の織物でも難しく、一般にスリップ防止加工を施すのが通例となっている。したがって、調整した8種類の織物に対してス

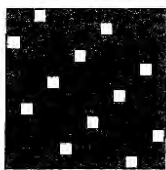


Fig.6 Textile design of vertical satin.

リップ防止剤濃度を0%, 0.5%, 1%, 3%の4段階で加工しスリップ幅を測定した。その結果をFig. 7に示した。織物の組織別で比較すると、スリップ量が小さい織物は、平織、綾織、バスケット織(2/2)、朱子織の順で、写真織は、これらより悪いがバスケット織(3/2)および(4/2)よりスリップしにくいことがわかる。特に、バスケット織(4/2)はスリップしやすいがスリップ防止剤3% (○印)で加工することで大幅に改善されることがわかる。これは、組織点が均衡にあるため写真織のように不均衡な織物はその効果が少ない。しかし、新しい写真織は、従来の写真織と比較してスリップしにくいこと

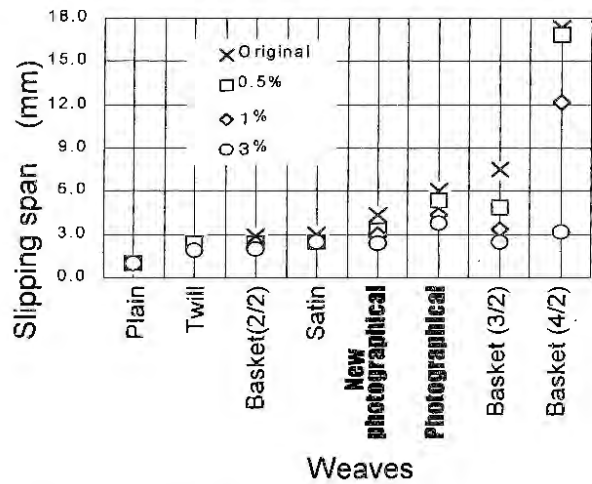


Fig.7 Effect of antislipping agent on photographic woven fabrics

がわかる。これは、組織点が増えたことに起因していると考えられ、しかも、従来の写真織ではスリップ防止加工を施しても3mm以下にはならなかったものが、わずか1% (◇印)の加工剤で3mm以下に抑えられることがわかる。したがって、新しい写真織は、加工剤の助けを借りるものの衣料用への実用化が可能であることがわかった。

3 結 論

棒刀・伏せ機装置に代わる均等組織付与技術を導入した新しい写真織は、デザインの表現力を向上させるとともに、ミシン縫い目のスリップ量が減少し、織物としての安定度が増すことがわかった。この結果、新しい写真織を衣料用途に向く素材として位置づけることができた。

参 考 文 献

- 1) 田島弥一, 織物組織意匠法, 京都書院, (1965), p.24.

3. 平成9年度研究課題抄録

地域中小企業集積創造的発展支援事業

- 1 難加工材の精密加工および評価技術に関する研究 ー接合加工ー
- 2 メカニカルアロイングによる粉末成形加工・評価技術に関する研究 ーメカニカルアロイングー反応熱処理法によるホウ化物粒子分散強化アルミニウム合金のIn-situ作製ー …… 実績は研究報告p.5に掲載
- 3 超精密加工技術と評価技術に関する研究
(1-3: 生産加工技術の高度化に関する研究)
- 4 ケミカルシューズの高機能化及び安全性に関する研究
- 5 新技術・新素材導入に対応した靴設計・製作に関する研究
(豊岡オリジナル靴の開発に関する研究)
- 6 金物製品の高度機械加工技術による高品質化に関する研究
(新金属材料および新加工技術による金物製品の高品质・高機能化に関する研究)
- 7 高感性デザイン技術による新商品開発 ー写真織の実用化研究ー
(新繊維素材による織物生産技術に関する研究) …… 実績は研究ノートp.37に掲載

技術開発研究費補助事業

- 8 水溶性抗酸化剤の大量培養システム技術に関する研究
(有用糸状菌による水溶性抗酸化剤の開発に関する研究)

地域産学官交流促進事業

- 9 シミュレーション技術を用いた品質向上支援システムの開発 ーアルミニウム鋳物の流動解析事例ー
(高付加価値製品生産支援システムの開発) …… 実績は研究ノートp.33に掲載

重要地域技術共同研究

- 10-1 光・イオンを用いた先端的薄膜の創製, 解析および評価に関する研究
- 10-2 ポリフッ化ビニリデン膜へのピオロゲン構造の導入
(全体テーマ: 機能性薄膜の精密コーティング技術)

地域産学官共同研究事業

- 11-1 パワーアシスト付き簡易操作システムの開発
- 11-2 デジタルカメラによる半倒壊家屋の動きの検出システムの開発
- 12 軽量高強度金属を用いた高機能レスキュー工具の開発
- 13 全方位視覚センサを利用した救助用探索システムの開発
(全体テーマ: レスキュー支援機器の研究開発による防災関連産業の創出)

先導的共同研究開発

- 14 高濃度有機物含有排水からの水素エネルギーの生産
- 15 プラスチック・ゴム廃棄物の分別システムと再資源化
- 16 焼却灰のリサイクルによる景観材の開発
(14-16: 環境調和型都市を構成する要素技術に関する研究)
- 17 免振装置管理システムの開発
(情報通信技術による福祉・防災の高度化研究)
- 18 コードシンボルを用いた物流システム構築の研究
(港湾物流の効率化・高度化に関する研究)

S R 利用技術研究

- 19 イソアミラーゼの分子認識機構の解明と新規酵素の開発に関する研究
- 20 クラスタ制御による先端無機材料創製と材料設計
- 21 ゴンプレート (集光基板) による硬X線の集光技術に関する研究
(全体テーマ: S R (シンクロトロン放射光) 利用技術に関する研究)

新産業創造支援事業

- 22 障害物感知システム及び新駆動機構に関する研究
(高齢者・障害者用移動機器の開発)
- 23 地盤震動における地中埋設物の震動特性に関する研究
(配管の耐震性の向上と漏れ箇所検出ツールの開発)

技術改善研究

- 24 液化仕込醸造法による高品質清酒の製造に関する研究
- 25 薄型セラミック建材の開発に関する研究
- 26 足にやさしい靴づくりに関する研究
- 27 複合材料によるコンクリート構造物の補強
- 28 精密工業製品の立体形状の評価技術に関する研究
- 29 イオンプレーティング法による立方晶型炭窒化ホウ素膜の作製
- 30 光触媒を利用したポリエステル繊維表面の処理
(ポリエステル繊維の改質に関する研究)
- 31 非クロム鞣し実用化の検討
(製革工程のクリーン技術に関する研究)

デザイン振興事業

- 32 視点計測による製品のカラリング評価
(人にやさしいデザイン基礎研究) 実績は研究ノートp.35に掲載

先端型重要地域技術共同研究 ((財)大阪科学技術センター委託事業)

- 33 ペプチドの結合試薬の開発
(全体テーマ：先進バイオ材料の創製加工技術の研究開発)

地域コンソーシアム研究開発 ((財)新エネルギー産業技術総合開発機構委託事業)

- 34 S P r i n g - 8 を用いた透明導電膜の評価
(U H Q 透明導電膜形成に関する研究開発)

研究交流促進事業 (新技術事業団委託事業)

- 35 C V M 装置等による表面加工及び物性・機能の測定と評価

中小企業創造基盤技術研究 (中小企業事業団委託事業)

- 36 指の動作解析及び義手の指先形状の最適化
(コンプライアンスの随意制御と体感機能を備えた筋電動義手の開発)
- 37 セルロース系繊維の酵素処理モニタリング技術に関する研究
(酵素・微生物処理による繊維の表面処理技術ーポリエステルを中心にー)

経常研究

- 38 マルトテトラオース生成アミラーゼの構造に関する研究
- 39 粉末冶金ー反応熱処理法による軽合金の作製と評価に関する研究
- 40 金属ー有機物複合皮膜の作製と特性評価に関する研究
- 41 有機無機高分子複合体の高性能化に関する研究
(高機能・高性能高分子複合体の開発に関する研究)
- 42 機能性高分子材料の開発に関する研究
- 43 包装材料の防滑性に関する研究
(高付加価値化包装材料の開発)
- 44 車椅子の機能高度化に関する研究
- 45 アルミニウム合金と異種金属との接合技術に関する研究

- 46 接合継手の界面の力学特性評価に関する研究
- 47 パラメータ自動調整による非線型適応制御に関する研究
- 48 難加工材の新加工技術の開発
- 49 超音波計測による嵌合部品の評価に関する研究
- 50 耐熱鋼の高温強度特性および信頼性評価技術に関する研究
- 51 遠心バレル研摩による表面仕上げに関する研究
- 52 ホログラフィーを用いた計測技術に関する基礎研究
- 53 収束発散2光束レーザービーム干渉計を用いた粒子径測定技術の開発
(52-53：光応用計測技術に関する研究)
- 54 聴覚障害者のためのインターフェイス技術の開発
- 55 手書き文章における文字間隔ゆらぎの研究
- 56 人工現実感を応用したマンマシンインターフェイス技術開発のための調査研究
(54-56：ヒューマンコミュニケーション技術の基礎研究)
- 57 電磁波雑音による電気・電子機器の誤動作を防止するためのセンシング技術に関する研究
- 58 プラズマ浸炭によるチタンおよびステンレス鋼の表面硬化に関する研究
- 59 真空部分焼入法による鋼の組織制御に関する研究
- 60 機能性合金めっき皮膜の作製に関する研究
- 61 チタン材料へのめっき処理に関する研究
- 62 フィックス剤吸着による綿糸の水に対する濡れ性の変化
- 63 スリップ防止加工の高度化に関する研究
- 64 オゾンによる綿製品の劣化に関する研究
- 65 織物の表面反射特性の利用
(織物製品イメージの表現方法に関する研究)
- 66 不織布の材料評価技術に関する研究
(繊維系複合材料の材料評価技術に関する研究)
- 67 経糸用糊材の開発に関する研究
- 68 二酸化炭素による牛皮の脱灰試験
- 69 植物タンニンによるアルミニウム鞣し革の再鞣
- 70 植物タンニン再鞣革の表面染色
- 71 接着加工性の優れたオイルプルアップ革の開発
(68-71：なめし及び仕上げ技術の改善に関する研究)
- 72 回収牛毛可溶化物の分子量分布に関する検討
- 73 皮革屑の亜臨界水処理により得られたペプチドを利用した機能性材料の開発
- 74 アミノ酸含有モノマーによるクロム吸着樹脂の開発
(72-74：未利用タンパク資源の新素材化プロセスの開発研究)
- 75 強エネルギー照射による皮革の耐光性評価
- 76 鞣用革の変形
(75-76：皮革材料の特性評価技術に関する研究)

1. 難加工材の精密加工および評価技術に関する研究 — 接合加工 —

杉本 護, 島津忠司, 森山茂樹, 有年雅敏, 沖田耕三*1,

生産技術部, *1 産業デザインセンター

1 緒 言

アルミニウム(A1)合金は、各種産業機械部品の軽量化、高性能化を図る上で不可欠な構造部材である。A1合金は接合が困難なため、接合技術の開発が急務となっている。

本研究は、A1合金の接合に摩擦圧接法の適用の可能性を検討するため、接合部の金属組織を観察するとともに、継手の強度について調べた。

2 実験方法

使用したA1合金は、A1-Mg-Si系熱処理型6061である。プレーキ式の摩擦圧接装置を用いて、接合部の直径を14mmとして接合した。

継手性能は、引張試験において最も高い引張強さが得られた圧接条件の継手を、大気中および人工海水中で回転曲げ疲労試験を行い、疲労強度と破壊の様相を調べた。

3 実験結果および考察

6061合金同士の継手の引張強さが、母材強度の90%に達した圧接条件の継手を用いて曲げ疲労試験を行った。その結果を Fig. 1 に示す。大気中での 10^7 回における曲げ応力は、6061母材および圧接後熱処理(T6処理)した場合ともに110MPaを示し、圧接のままの90MPaを大きく上回る値を示した。

一方、人工海水中での 10^7 回における曲げ応力は、大気中とは傾向が異なり、母材、圧接後熱処理および圧接のままの場合とも50~65MPaの範囲で、ばらつきが大きくなっていた、3種の試験片の間で強度上の差異は明確に認められなかった。

Fig. 2は、人工海水中でのき裂の進展を調べたものである。圧接後のままの場合は、軟化域の圧接面を進展していた。これに対して、圧接後熱処理の場合、硬度と金属組織が母材とほぼ同等に回復するため、き裂は圧接面ではなく、最弱箇所と思われる圧接面近傍の円周方向と半径方向への流動組織との境界に沿って進展していた。

したがって、6061同士の場合は、圧接後熱処理によって強度が母材まで回復するため、圧接後に熱処理することが必要であると考えられる。

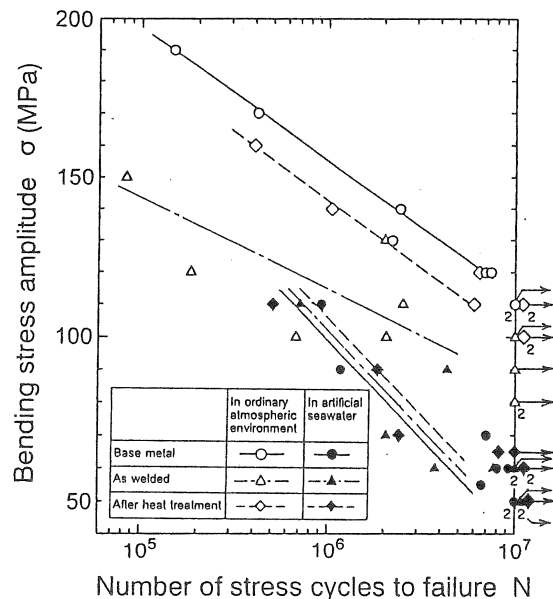


Fig.1 S-N curves in ordinary atmospheric environment and in artificial seawater.

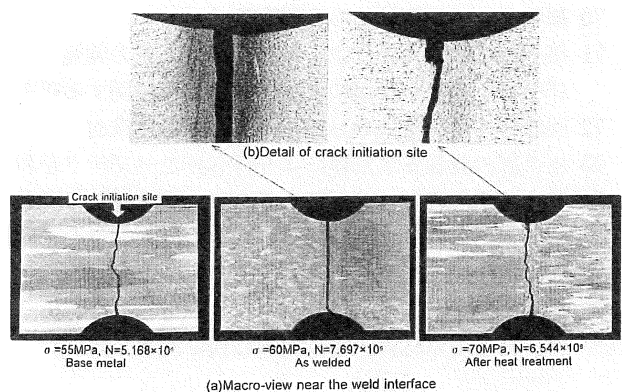


Fig.2 Longitudinal sections of joints in artificial seawater.

4 結 言

6061合金同士の摩擦圧接では、圧接後熱処理によって母材と同等の強度が得られることが明らかになった。これは、硬度が母材と同等まで回復したことも原因の一つと考えられる。このため、A1合金の摩擦圧接を適用することが可能であることが明らかになった。

3. 超精密加工技術と評価技術に関する研究

山中啓市, 永本正義, 柴原正文, 富田友樹, 岡本善四郎, 上月秀徳
後藤浩二, 山岸憲史, 園田 司, 西岡敏明, 林行 信, 脇坂彰一

機械金属工業指導所

1 緒 言

難削材料の精密加工においては、ほとんどが研削、研磨に頼っているのが現状である。また、難削材料はきびしい条件下で使用される部品に用いられることが多いので、加工に際しても仕上げ面粗さや表面品位などに種々な要求が課せられることになる。したがって、これらの要求を満足させながら、なおかつ高能率に加工するための基礎技術が必要である。

そこで本研究では、砥粒入りナイロンブラシをとりあげて、高硬度材料の加工条件と端面に創成されるアール（丸み）ならびに表面仕上げの関係について検討した。

2 実験方法

ブラッシングは、横フライス盤を用い、ダウンカットエアブローで行った。また、ブラッシングに際しては、ブラシの試験片への喰い付きと離脱がブラシの通過ごとに常に同じ状態で同じ端面となるようなテーブルの送りを長手方向とし、ブラシの回転方向も固定した。さらに試験片より幅の広いブラシを使いテーブルの前後方向の送りは行わなかった。ブラッシングは Fig. 1 に示す実験装置で行い、ひずみ型動力計を用い、ブラッシングの際に試験片に作用する接線方向（T：送り方向の力）と法線方向（N：押しつける方向の力）を測定した。実験には、（外径250mm、トリム長35mm、幅40mmで、ディスクを4枚積層圧縮した）円形のブラシを使用した。ディスクは厚さ1 mm の亜鉛めっき板を打ち抜いたもので、ブラシ素材が植毛されている。

本実験では、ブラシ素材として、砥粒（シリコンカーバイト、#240）入りナイロン線（直径0.6mm）を用いた。試験片は、合金工具鋼（SKD11）を熱処理し、熱処理後の試験片の硬さは62HRCであった。そして、表面粗さと除去量の関係、端面の形状の関係を調べるために、ブラシの設定切り込み、送り、回転数を変化させた。

3 結果と考察

除去量（研磨量）は、加工表面が鏡面にくらべて研削

面の方が多く、加工面の表面粗さに影響をうける。また、加工物に作用する力と端面の丸みには関係があることがわかった。設定切り込みの増加につれて、ブラシと加工物の弾性接触量が増加することによって、作用砥粒数が増加し、端面の丸みとブラッシングにより作用する力も大きくなる。研磨回数の増加によって、除去量は増加、仕上げ面粗さは減少するが、仕上げ面粗さはある研磨回数において定常状態となる。

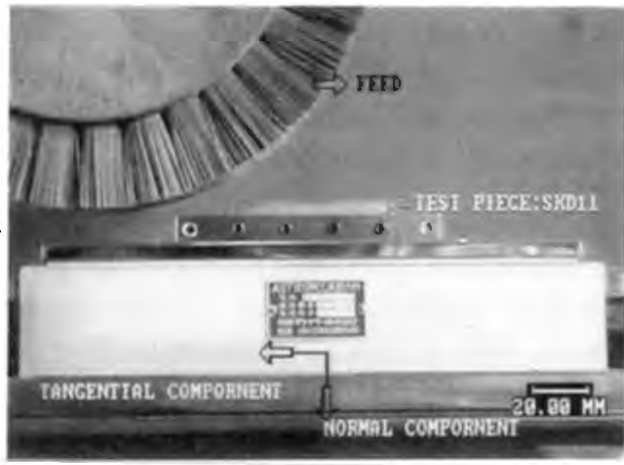


Fig.1 Experimental apparatus.

4 結 言

実製品としては、丸鋸に応用した。丸鋸は、先端部に異種金属（超硬チップ、サーメットなど）をろう付けして製造する。ろう付け後、刃先は研磨されてピン角（シャープ）の状態に仕上げられる。この状態で使用すると刃先は欠けやすくなる。

そこで、ブラシ加工法の応用で刃先の先端部だけ微小の丸みを創成する研磨最適条件を検討した。その結果、刃先の先端部だけに丸みを創成すると、切削動力は多少大きくなるが、衝撃に強くなり欠けにくくなる。

今後は、得られた成果を基にして、この創成方法を他の製品に応用することを検討する。

4. ケミカルシューズの高機能化及び安全性に関する研究

鷲家洋彦, 長谷朝博, 西森昭人, 石原マリ, 森 勝, 奥村城次郎, 山口幸一, 植村 勇*¹

有機材料部, *1 企画情報部

1 緒 言

阪神・淡路大震災で壊滅的な被害を受けた神戸地区のケミカルシューズ産業の復興, 振興を図るためには, 新しい素材による靴, 足にやさしい靴の開発とともに, 靴製造技術を活用したファッション衣類, 小物製造業への展開が必要とされている。

特に足にやさしい靴, 例えば履き心地のよい, 長時間履いていても足が疲れにくいなど, 多くの消費者がそれらを実感して履ける靴作りが重要である。足にやさしい靴については統一された規格的なものではなく, 年々変化する足の計測データも少ないことから, 本当に足にやさしい靴の足形を統一することは困難である。

そこで, 何か指針になるものを考え, ケミカルシューズで売れ筋のよい靴の足形と製造時に使用するラストの形状の測定, およびラストから製造された実際の靴の内法を測定し, 足にやさしい靴となる足形の形状について検討した。

また, 平成7年に施行されたPL法に関する事故例の中では, 靴底の滑りによる例が増加傾向にあり, 特に水に濡れた路面, 凍結面での事故が多い。そこで滑り試験機を用いて, 実際に使用されている各種靴底材について, コンクリート, カーペット, P-タイル, およびステンレスの水に濡れた状態で滑り試験を行った。

2 実験方法

ケミカルシューズ(婦人靴, ヒールもの23.5cm, 24.0cmのサイズのもの)を測定の対象とし, 三次元接触型測定機を使用して, 靴内寸の三次元測定を行った。

靴一足につき約6,000~8,000点の三次元座標を手動により測定し, その三次元座標を三次元CADでスムージングすることにより靴内法の三次元画像データを得た。

3 結果と考察

3.1 三次元測定

三次元画像データより得られた靴の内法のパラメータと, 別の測定で得られているラストのパラメータを比較した例をTable 1に示した。このケミカルシューズが販売店で表示されているサイズは24.0cmである。しかし,

実際に足を入れる部分は24.3cmと長くなっていることがわかる。また, 靴の幅を示す足幅と踵幅はいずれもラストより狭くなっている。

一般に, 靴はラストをもとに甲皮をつり込み, 底材の接着を経て製造されている。これまで製造されてきた靴はラストの形状に成形されると考えられてきたが, 実際にはつり込み, 素材の種類, および遊び寸法などが影響し, ラストの寸法に対して足長方向以外はいずれも小さくなる傾向が認められた。

Table 1 The difference between last and inside shoe.

	Last (mm)	Inside shoe (mm)	Difference (mm)
Foot length	243.1	235.6	+ 7.5
Foot width	88.9	95.6	- 6.7
Foot circumference	231.8	248.1	- 16.3
Foot heel width	57.0	60.5	- 3.5
Foot heel height		13.6	

3.2 滑り試験

靴底材の乾燥面での動摩擦係数は0.5~1.5である。一方, 濡れた面では動摩擦係数が非常に小さくなり, とくにステンレス, P-タイルは意匠デザインを施した底材でも滑りの対策が不十分で, PL法に対処するために今後新しい靴素材, 意匠デザインが必要であることが明らかになった。

4 結 論

ラストから製造された靴が実際にどのような内法で, ラストのサイズとの違いはどれほどあるかはこれまで測定されたことはなく, 今回測定したラストと靴内法の相関関係をラスト, あるいは製造工程に反映することで, ケミカルシューズが足にやさしい靴へのイメージアップにつながる事が期待される。

5. 新技術・新素材導入に対応した鞆設計・製作に関する研究

真鍋元保, 後藤泰徳, 山本郁也, 沖田耕三, 大戸井勝美, 城戸智美,
石川 齊*¹, 古谷 稔*², 志方 徹*³, 桑田 実*³

産業デザインセンター, *1 開発部, *2 繊維工業指導所, *3 皮革工業指導所

1 緒 言

北但馬地域中小企業集積創造的発展支援事業として、鞆産地の高度化と新製品開発による活性化を目的とした技術支援研究を進めた。本年度（3年目）は、「鞆デザイン設計支援システム」の業界普及と鞆生産手法の高度化を進めると共に、これを基盤に商品の競合力、創造性の拡充を目的とした製品開発技術として展開し、「豊岡オリジナル鞆」のデザイン開発要素を拡充させる。

2 鞆用素材開発への展開

鞆産業の主な技術は、鞆需用の対象に向けた機能、形状、構成素材の選定、組立・縫製加工である。

組立・縫製加工前の工程が創造性の要求されるところであり、デザイン技術が問われるところでもある。「システム」の導入により、これらの高度化と省力化が実証されたが、オリジナル鞆の最も大きな要素となる構成素材（鞆材料）は、大手産業開発材によるところとなり、オリジナル性、競合力が時の経過と共に半減してしまうことが否めない。県下関連素材として着目してきた皮革・繊維の鞆用資材は、他産地との差別化要素として効果も高く、皮革加工技術の習得研修事業を発足させるなど、オリジナル皮革の活用素地も産地に根つき始めた。

2.1 鞆用オリジナル皮革

皮革産業で産出される素材の多くは、需用量の多い衣料用・靴用が中心で、風合い、肌合いを重視したきめ細かな仕上げがされている。色彩は、黒・茶を基調にした無難なものが多く、CG上でデザイン加工を実施すると、画像として取り込まれた素材データ（皮革・繊維）は、そのほとんどが色彩とテクスチャー、パターンの縮小あるいは拡大処理が行われていることが判明した。鞆の内でもハンドバックに類するものは、きめ細かな傾向を示し、袋物・スポーツバッグ類は、革シボやテクスチャーの明確な物が好まれ、パターンは、鞆の大きさに比例し拡大・縮小が行われる。CGによるデザインは、その完成度（リアル性）を要求するところから、素材開発の必要性とテクスチャー、パターンの仕様が鞆のオリジナル

性向上に大きな比重を示すことが明らかとなった。

これらの傾向を基に、皮革素材開発現場「兵庫皮革デザインコンクール」に出向き、鞆用としての皮革を選定し、パイロットデザイン（試作）を行った。

2.2 鞆用オリジナル繊維

2.2.1 電子ジャガード織の研究開発において、写真織技術を進めているが、豊岡産地におけるデザインのCAD化が進めば、CG上にイメージされた鞆の製作生地を写真織用画像として処理し、電子ジャガード織機に連携させることが可能である。

イメージ素材をコンピュータに取り込み、織り加工用処理をした上で、電子ジャガード用データを作成する。織機を動かし、鞆用試作生地を作成する。オリジナル性と応用性も高く、業界の関心を高めた。

2.2.2 フロック加工は、生地に機能性を付与することが可能である。この機能の一つに“滑り止め”の効果があり、一方向にだけ“滑る機能”を付与し、鞆用生地としてファッション性と滑り止めを試作品に展開した。

ショルダーバッグのベルト裏地や内容物の保持機能、取り出し機能等活用範囲の広さが実証できた。

3 鞆デザイン・製作の高度化

鞆デザイン手法は、「鞆デザイン設計支援システム」として完成し、業界への普及も進展し、産地支援体制としてCGデザイン教室が開設されるに及んだ。

さらにシステムの特徴として三次元測定機の位置づけがあり、この活用技法を設計工程、さらに人間工学的観点からの活用を付加し、上記新素材を利用した鞆を高度デザイン手法として実施し、「移動にフィット性の高いショルダーバッグの開発」を行った。

4 結 言

目的とする産地活性化支援として、これらの研究成果は、鞆用素材並びにパイロットデザインとして産業界に提示し、業界における具現化（商品化）や産地高度化（デジタル化社会への対応）に着実に根つき始めている。

6. 金物製品の高度機械加工技術による高品質化に関する研究

永本正義, 山中啓市, 富田友樹, 稲葉輝彦, 岡本善四郎, 後藤浩二
柴原正文, 山岸憲史, 西岡敏明, 林 行信, 脇坂彰一

機械金属工業指導所

1 緒 言

兵庫県東播磨の内陸部を中心に利器工器具・家庭刃物・作業用工具などを生産する三木・小野金物産地を特定中小企業集積にかかるとして特定分野とし、「新金属材料及び新加工技術を活用した機能性に富んだ多用途金物製品に関する分野」を発展させるため、支援研究として「新金属材料および新加工技術による金物製品の品質・高機能化に関する研究」に平成6年度から取り組んでいる。

そして、積極的に高付加価値化や新分野進出などへの展開を図っており、本年度（4年目）は、ステンレス鋼とチタン材料の砥石切断加工ならびに型彫り放電加工技術をとりあげ調査・研究を行った。

2 研究概要と結果および考察

2.1 超砥粒ホイールによる砥石切断加工

集積地で鋸、包丁などに多用されている薄物刃物の刃先の加工を目標に、難削材料であるステンレスおよびチタン材料の加工を効率的に行うために、ダイヤモンドとcBNの2種類の超砥粒砥石による加工実験を行った。

実験に供したホイールは、ダイヤモンドとcBN砥粒、結合材はレジンとメタルボンドを選択し、直径175mm、砥石厚1mm、砥石層5mmを形状とするホイールを用いた。被削材は市販のオーステナイトステンレス鋼と純チタンの2種類を選び、幅12mm、板厚1mmの短冊状の板片に加工した。また、研削液はJISW2種1号を用いた。

実験は切断中における切断抵抗をロードセルを介してコンピュータに取り込む装置を利用した。

結果、同じ砥石周速の条件の下ではダイヤモンド砥粒の切り込み速度はcBN砥粒の約1.5倍であった。また、cBN砥粒はメタルおよびレジン結合材ともに毎分2700m以上の周速が必要である。さらに、切り込み速度は毎秒0.5mm以上になると切断抵抗は急速に大きくなるなど、実用上の加工データ得られた。

これらから、ステンレスおよびチタンの薄板の砥石切断ではダイヤモンド砥石が適しているものの、いずれの材料も研削抵抗は大きく、砥石の目づまり対策など多くの残された課題もあり今後検討する必要がある。

2.2 チタンの型彫り放電加工

放電加工は電極と材料の間に放電を起こし、その熱エネルギーによって材料を削り取る加工法で、種々の部品加工に適用されている。型彫り放電加工の場合には電極自身の形状を被加工材に転写する加工法のため、電極の消耗を少なくする加工法を見出す必要がある。

本研究は、加工実績の少ないチタンの型彫り放電加工特性を調べるため、加工実験を通して検討を加えた。

加工実験は型彫り放電加工機（三菱電機(株)製DM-300）を用いて、8mmの六角穴付きボルトの穴加工を行った。被加工材料は純チタン、ステンレス鋼（SUS304）ダイス鋼（SKD11）の3種類の材料を用いて行った。

実験は、同一の電気加工条件の下で30分間の加工を行った。そして、刻々変化する加工深さをデジタルインジケータで測定し、随時パソコンに入力できるようにした。

また、加工前後の電極と被加工材料の重量を測定するとともに電極消耗の形態について観察した。

実験の結果、最も加工速度が大きくなるのはSKD11で、毎分0.3mmの速度で加工が進行し、SUS304もSKD11とほぼ同じ速度で加工が進行する。しかし、チタンの場合は毎分0.05mmの速度で、鉄系材料に比べて1/6程度の加工速度しか得られない。また、時間の経過とともに加工速度は遅くなる。さらに、電極消耗ではSKD11、SUS304は極めて少なく、形状全体にわたって均一に消耗していくが、チタンの場合は銅電極の消耗自体も大きく局部的に凹凸のある消耗形態を示す、などの技術データが得られた。

これらから、チタンの型彫り放電の場合、鉄系材料に比べ高融点、低熱伝導などが相乗して加工速度を低下させるとともに電極消耗にも大きく影響しているものと考えられる。そして、型彫り放電加工では、加工データの蓄積から異常現象を予測し、最適な時期に電極をドレッシングするなどの対策が有効であることがわかった。

3 まとめ

上記の研究成果を基に、本加工技術を現在進めているチタンなどの新材料を用いた新たな新商品開発に活用し、高品質化に結びつけていくことが望まれる。

8. 水溶性抗酸化剤の大量培養システム技術に関する研究

山中克人, 藤村 庄, 石川 齊, 井上守正, 宮本知左子, 安井三雄, 勝矢良雄, 目崎喜弘, 尾野凱生

開発部

1 緒 言

食品中の油脂の自動酸化防止は、天然および合成抗酸化剤を油脂へ添加することに伴う抗酸化剤のラジカル受容機能によって達成されてきた。近年、自然界における新規な抗酸化剤の開発研究が精力的に行われ、数多くの化合物に抗酸化効果が見い出されている。

当センターにおいては、微生物関連抗酸化剤として糸状菌ユーロシウム11-6株を手延素麺から選別し、その効果について研究を重ねてきた¹⁾。

本年度は、糸状菌ユーロシウム11-6が産生する水溶性抗酸化剤の培養条件と精製技術について試験した結果を報告する。

2 実験方法

主原料として手延素麺粉砕物および小麦ふすまを使用した培地に対して2%食塩水中にユーロシウム菌を懸濁させて添加し、28℃で10日培養した。この培養物に2倍量の水を加えて抗酸化剤を抽出した²⁾。

抽出溶液の上澄部から硫酸アンモニウムを使用して抗酸化剤を沈殿させた。沈殿物は限外ろ過法やカラム分離法で精製を行った²⁾。

3 結果と考察

3.1 培養における主培養組成物の影響と培養条件

培地主組成物として手延素麺粉砕物と小麦ふすまを使用した結果、いずれの場合も空気供給量が十分でない、培地表面は菌糸が優勢となり白色化して、期待した子のう果は発現しなかった。この現象は培地量と培養容器の大きさや形状によって空気供給量が規制されるためであり、例えば容器として三角フラスコを使用した時に培地量を増加させると白色化現象が頻発した。また、綿栓の固さも空気供給量と関連するため、子のう果の形成に影響を及ぼし、柔らかな綿栓の使用が効果的であった。

適切な量の空気供給下で培養すると手延素麺、小麦ふすま培地表面には黄色の子のう果が密に形成することが観察できた。手延素麺は高価であるため大量培養を目的とした培地成分としては不相当であると考えられる。

小麦ふすまは安価であり、且つその形状は培地としての使用目的に不都合さは認められなかった。

3.2 培養物から水溶性抗酸化剤の回収

培養物に所定量の水を加えたのち、超音波洗浄器を使用して水溶性抗酸化剤を抽出した。続いて円筒型容器に培養物を移し、水を循環させて抽出を行い、次いで円筒型容器中の新しい培養物に入れ替え、同一抽出液で循環抽出を繰り返すことにより水溶液中の抗酸化剤の濃縮を行った。この操作を4回繰り返した水溶液部に硫酸アンモニウムを加え抗酸化剤を沈殿させた。培養物1kgあたり7gの粗抗酸化剤が得られた。

3.3 水溶性抗酸化剤の精製

粗抗酸化剤の精製は、その推定分子量や推定含有量の低いことから限外ろ過法の使用は回収率が低かった。

カラム分離は前回まで使用してきたSephadex G-50充填カラムでは、抗酸化部位が他の化合物と重なっているため分離操作の再現性の向上を必要としていた。そこで今回Sephacry S-100充填カラムを使用したところ抗酸化剤の精製程度は向上した。すなわち、Sephacry S-100充填カラムの使用結果は、溶出初期に抗酸化剤が他の化合物と分離されていた。この方法で、繰り返し試験を行うことにより高純度抗酸化剤が回収できた。次年度には、この高純度抗酸化剤を使用して抗酸化剤の機能や作用を解明する予定である。

4 結 論

ユーロシウム11-6株を小麦ふすま主組成培地上で培養を行い水溶性抗酸化剤を産生させ、回収・精製法を検討した。研究段階での培養規模は10g/ペトリ皿から200g/容器までスケールアップ可能となり、抽出操作技術の改良により粗抗酸化剤の調製システムが確立できた。

参 考 文 献

- 1)山中克人, 日本食品科学工学会誌, 43, 603(1996), 山中克人, 勝矢良雄, 前川季義, 本誌, No.3, 51(1993).
- 2)山中克人, 油化学, 44, 498(1995).

10-1. 光・イオンを用いた先端的薄膜の創製，解析 および評価に関する研究

松井 博，高谷泰之，元山宗之，吉岡秀樹，石原嗣生，網田佳代子*1，石間健市*1

無機材料部， *1 企画情報部

1 はじめに

本研究は，大阪工業技術試験所および産業と共同し，イオンビームおよび光ビームの有する量子励起効果を活用した新しい発想に基づく低温成膜プロセスによる，超硬質，光機能などの機能を有する薄膜の精密創製技術の開発に関する研究である。

2 研究の経過と考察

2.1 CaZrO₃:Eu蛍光体薄膜の発光機構

薄膜は前報と類似の方法により作製した．生成物の結晶相はCaZrO₃とカルシウム固溶正方晶ジルコニアの混合相であった．

一般に3価のEuは⁵D_J→⁷F_J遷移により，多数の線状発光スペクトルを示す．580nm付近に現れる発光は⁵D₀→⁷F₀に帰属でき，これは禁制遷移であるものの，シオルダーの形で観察された．590nm付近に現れる発光は⁵D₀→⁷F₁に帰属でき，磁気双極子遷移で結晶場の対称性に鈍感であったが，この遷移の起こる比率が高いことが明らかになった．この遷移は結晶の対称性に鈍感であることから，アモルファスを多く含む本研究結果とも一致した．610nm付近に現れる発光は⁵D₀→⁷F₂に，700nm付近に現れる発光は⁵D₀→⁷F₄に帰属でき，ともに電気双極子遷移で結晶場の奇の成分に強く依存し，反転対称のある格子点では弱い．本研究の場合，この発光が主で，対称性のある結晶に依存していることも明らかになった．650nm付近に現れる発光は⁵D₀→⁷F₃に帰属でき，これは禁制遷移であったが，結晶場の歪みにより，発光が観察された．

Caを固溶したZrO₂の場合，この結晶は蛍石構造を有し，EuはCaの位置と置換するか，格子間隙かに存在するものと思われる．CaZrO₃は歪んだペロブスカイト構造で，CaとOが共同で最密充填構造をとり，小さなしかも電荷の大きいZrが8面体間隙に入っている．各Oを4個のCaと8個のOが取り囲んでおり，各Caを12個のOが取り囲んでいる．面心立方単位格子の中心では，電荷の大きなZrに6個のOが8面体に配位している．したがって，EuはCaと置換していると考えるのが妥当である．

2.2 タングステン炭化物系サーメット皮膜の耐食性

バインダーの異なるWC系サーメット溶射皮膜を，高速ガス炎溶射法により炭素鋼上に成膜し，得られた皮膜の耐食性を硫酸ナトリウム水溶液中で調べた．すなわち，水溶液に浸漬したままおよびその時に示す腐食電位より貴な電位に順次1時間設定し，その時に水溶液中に溶出するW，Cr，Ni，Co，Feイオンをプラズマ発光分光分析法により定量した．

各種溶射皮膜を中性水溶液に自然浸漬した場合に溶出するイオン量をFig.1に示す．WC-Co溶射皮膜はWとCoが溶出する．CoバインダーにCrを加えたWC-Co-Cr溶射皮膜では，WとCoの溶出が抑制される．さらに，バインダーのCoをCr-Ni合金に変えたWC-Cr-Ni溶射皮膜では，Wの溶出が著しく抑制される．

次に，腐食電位（約-0.2 vs. Ag/AgCl）から1.4Vの範囲で定電位電解した時の溶出イオン量を比較検討した．それによると，WC-Co溶射皮膜では測定電位範囲でW，Co，Feともに一定した溶出量を示し，WC-Co-Cr溶射皮膜では腐食電位から0.5Vの電位域でCrは溶出せず，Coの溶出が著しく抑制され，WとFeの溶出量は1/10になった．WC-Cr-Ni溶射皮膜ではCrは溶出せず，Wの溶出量がWC-Co-Cr溶射皮膜のものより1/10となった．すなわち，CoバインダーにCrを加えることによってWC系のサーメット溶射皮膜を得ることができた．

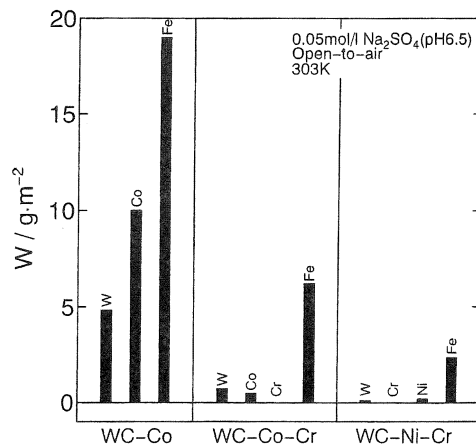


Fig.1 Amount of dissolved metal ions after immersion during 604.8ks in 0.05mol/L Na₂SO₄ (pH6.5) solution open to the air at 323K.

10-2. ポリフッ化ビニリデン膜へのビオロゲン構造の導入

森 勝, 石原マリ, 山口幸一

有機材料部

1 緒言

ビオロゲンはフォトクロミズム, エレクトロクロミズム, および触媒機能などを示すため, ビオロゲン構造を含む様々な膜が合成され, 修飾電極, 電子移動膜, 電子移動触媒などへの応用が研究されてきた. 表面積の大きな多孔性高分子膜にビオロゲン構造を導入できれば膜の力学的強度および耐薬品性などを保持したまま機能を付与できると考えられる. そこで本研究では多孔性ポリフッ化ビニリデン膜表面へのビオロゲン構造の導入について検討した.

2 実験方法

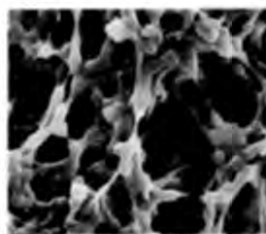
多孔性ポリフッ化ビニリデン(PVDF)膜としてミリポア社の疎水性デュラポア・フィルターHVHPを用いた. プラズマ前処理重合によりPVDF膜にポリアクリル酸(PAAc)をグラフトした後, エピプロモヒドリンを反応させた. さらに, ビオロゲン構造を導入するために, 次の2つの方法を行った. 第1は4,4'-ビピリジン, 臭化n-プロピルを順次反応させる2段階の方法で, 第2は1-ヘプチル-4-(4-ピリジル)-ピリジニウムブロミドを反応させる1段階の方法である. いずれも各反応段階で未反応物を抽出除去後, フーリエ変換赤外分光光度計およびX線光電子分光装置により測定して既報¹⁾と比較することにより生成物の構造の確認を行った. また, 走査電子顕微鏡(SEM)により膜の表面観察を行い, グラフト量の測定は重量分析により行った.

3 結果と考察

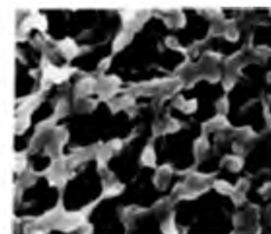
PVDF膜へのPAAcのプラズマ前処理グラフト重合は既報と同様の方法¹⁾で行った. Fig. 1に(a)未処理の膜および(b)~(d)PAAcをグラフトした膜のSEM写真を示す. グラフト量が0.04mmol/g(b)では未処理の膜と区別はつかないが, 0.22mmol/g(c)になるとグラフトされたPAAcのため表面が滑らかになっているのがわかる. この段階ではまだ孔があいているが, グラフト量がさらに増加すると孔が埋まっていき, 1.02mmol/g(d)では孔がほとんど埋まっている. 以上の結果から, 多孔質膜の大きな表面

積を利用するためにはPAAcのグラフト量は0.22mmol/g以下が望ましいと考えられる.

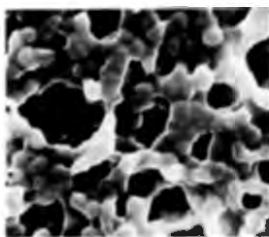
PAAcをグラフトした膜をエピプロモヒドリンに浸し, 加熱してPAAcのカルボキシル基とエピプロモヒドリンのエポキシ基を反応させた. 次にこの膜のC-Br基と4,4'-ビピリジンを四級化反応により結合させた. 結合した4,4'-ビピリジンの未反応の三級窒素を四級化するために, さらに臭化n-プロピルと反応させた. 他方, 膜のC-Br基を1-ヘプチル-4-(4-ピリジル)-ピリジニウムブロミドと反応させると, 四級化反応により結合したが, 4,4'-ビピリジンと反応させるより時間が長かった. これは, 立体障害も原因の1つと考えられる. これらの膜をハイドロサルファイトナトリウム水溶液に入れると還元されて紫色になり, 空気中に出すと, 酸化されて元の色に戻った.



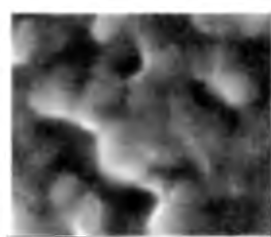
(a) untreated



(b) grafting=0.04mmol/g



(c) grafting=0.22mmol/g



(d) grafting=1.02mmol/g

3 μm

Fig.1 SEM micrographs of the untreated PVDF membrane and the PAAc-grafted PVDF membranes.

参考文献

1) 森 勝, 石原マリ, 山口幸一, 本誌, No.6,56(1996).

1 1-1. パワーアシスト付き簡易操作システムの開発

杉本 護, 島津忠司, 有年雅敏, 阿部 剛

生産技術部

1 緒 言

本事業では、大地震などの大規模災害によって倒壊した家屋に閉じ込められた被災者を、簡便な手動操作で誤動作なく救助することが可能なレスキューロボットの開発を行っている。

本研究は、前年度に製作した試作機をもとにして、多機能でかつ操作性に優れたレスキューロボットにするための改造に取り組んだ。

2 改造項目

前年度に試作したレスキューロボットは、アームの先端にスプレッダーと呼ばれる開閉機能を持つレスキュー工具を装着した構造になっている。レスキュー工具の上下は手元スイッチで、アームの左右、前後移動は手動で操作できる構造になっている。

レスキューロボットに要求される作業は、前年度に装着した機能、倒れた梁をジャッキアップしたり、瓦礫の隙間を押し上げるだけでなく、種々の機能が必要となるため、以下の機能を付加するための改造を行った。

- ①木材、鉄筋などを切断する。
- ②瓦礫を吊り上げて撤去する。
- ③アームとレスキュー工具の操作スイッチを統一する。

3 レスキューロボットの改造

Fig. 1は、改造したレスキューロボットの外観である。

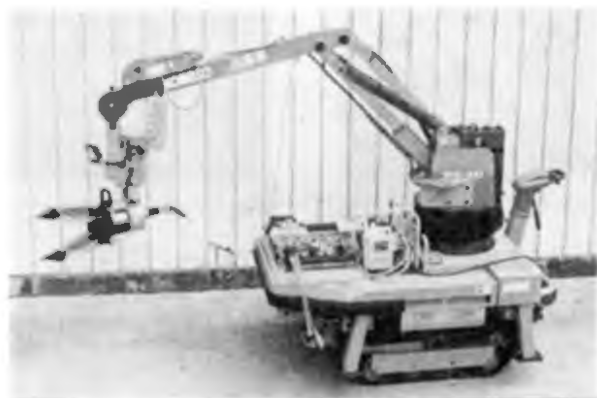


Fig.1 An appearance of remodelled rescue-robot.

レスキュー改造において、レスキュー工具(スプレッダー、カッター、フック)に鉛直方向に荷重を加えた場合、レスキューロボットが転倒する時の限界荷重を機構解析によって算出した。その結果をFig. 2に示す。図は、時間0.2s(↓印)においてレスキューロボットが浮き上がることを示している。したがって、レスキューロボットは、荷重 $0.2 \times 10000 = 2\text{kN}$ で転倒するため、それ以下で作業しなければならないことを示唆している。

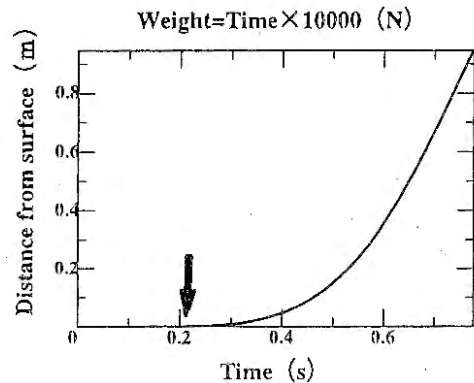


Fig.2 Distance from ground vs time in case of loading the weight to rescue tool.

レスキュー工具(カッターとスプレッダー)の交換が容易にできるようになっている。瓦礫などをフックで吊り上げる場合は、安全を考慮して50kgまでとした。また、吊り上げるためのフックは、アームの先端部に取り付けて、折り畳みができるようになっている。

操作性を検証した結果、アーム、レスキュー工具の操作は、誤動作することなく、前年度よりもさらに円滑になったことが明らかになった。

4 結 言

改造したレスキューロボットの機能について調べた結果、レスキュー工具の上下、揺動、アームの水平バランスなどの操作は、いずれも前年度に試作した場合よりも円滑であった。また、レスキュー工具も容易に交換できるなど、手持ち操作によって安全を確認しながら作業できることが明らかになった。

1 1-2. デジタルカメラによる半倒壊家屋の動きの検出システムの開発

松本哲也, 三宅輝明, 一森和之, 北川洋一, 三浦久典, 金谷典武, 中里一茂, 才木常正, 熊澤由佳子

電子部

1 はじめに

震災などの災害時には、建物内に閉じこめられた生存者を迅速に救出しなければならない。そこで、倒壊家屋の隙間を押し広げてレスキュー隊が建物内に入れるように、重機によりジャッキアップする作業が必要となる。しかしこの作業により、倒壊家屋がさらに崩れて内部の生存者の生命に危険が及ぶことが考えられる。

そこで我々は、デジタルカメラと携帯型パソコンを用い、倒壊家屋の動きを監視する携帯型動き検出システムを開発した。

2 システムの構成と画像処理手法

システムの構成をFig. 1に示す。本システムは、B5サイズの携帯型パーソナルコンピュータと、そのカードスロットに直結される、27万画素1/4型CCD素子を持ったデジタルカメラから構成される。全体の重量は約1.5kg(支持台などを除く)である。

動きの検出はパターンマッチング法により行われる。まず最初に画像を1枚入力する。この画像中で、動きの検出をしたい点を数点、作業者が手入力する。この注目点の周囲11×11画素を探索領域とする。2枚目以降の画像に対してパターンマッチングを施し、探索領域間の強度差が最も小さくなる位置に注目点が移動したと考える。この画像処理演算を繰り返すことにより、対象物の動きを検出、追跡することができる。探索領域を画像入力度に置換するため、夕暮れなど、周囲の明るさが徐々に変化するような状況でも、移動後の点を確実に得ることができる。

3 実験結果と考察

実験では、フレームモデルを作製し、それを手で押して徐々に歪ませてゆき、注目点の二次元的な動きを検出した。入力画像のサイズは320×240画素であった。検出結果をFig. 2に示す。この図は、パソコンの画面のハードコピーである。左上に示すフレームモデルが今回用いたものである。その左上、矢印の先の白丸で示される注目点を作業者が手で入力し、順に動きのある画像が入力

された時に、その点の動きを追跡した結果を、図の右側に点列で示す。大きい白丸が初期位置、多くの小さい白丸が移動後の位置である。対象物に歪みが生じて、動きを検出できていることが分かる。測定時間(画像処理或いは画像入力に要する時間)は、デジタルカメラの画像入力速度により決り、1 frame/sec.であった。

4 むすび

携帯型パソコンとデジタルカメラにより可搬型の画像計測機を構成し、倒壊家屋の動きを検出するシステムを開発した。また実際に、歪みを伴ったフレームモデルの動きを測定し、本システムの有効性を確認した。今後、カメラを2台用いる二眼立体視により、三次元的な動きを検出するシステムに発展できると考えられる。

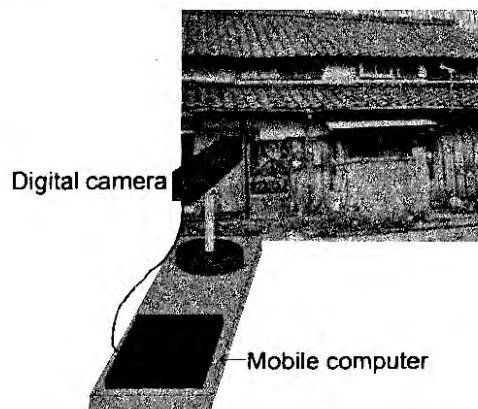


Fig.1 Schematic diagram of motion-tracking system.



Fig.2 Example of 2-D motion tracking.

1.2. 軽量高強度金属を用いた高機能レスキュー工具の開発

富田友樹, 後藤浩二, 永本正義, 園田 司, 岡本善四郎, 上月秀徳, 山岸憲史, 山中啓市, 稲葉輝彦, 西岡敏明, 林 行信, 脇坂彰一, 加藤敏春*¹, 植村 勇*¹, 西羅正芳*¹

機械金属工業指導所, *1 企画情報部

1 緒 言

地震で倒壊した家屋から住民を救出したり, 交通事故によって閉じこめられた車内から人命を救助するためのカッターやスプレッターなどのレスキュー工具は, 現在ヨーロッパなどの外国製のものほとんどである。これらのレスキュー工具は体格の大きい外国人を基準にして作られているため, 重量が重く, 作業性や操作性の面からも一般住民が取り扱うのは困難であるばかりか, 消防士に対しても苛酷な作業を強いているのが現状である。

そこで平成8年度に中小企業事業団の委託を受け, 軽量で可搬性に優れ, 一般住民のような非熟練者でも誤動作なく簡易に操作できる軽量レスキューカッターを開発した¹⁾。しかしながら開発したチタン合金/特殊工具鋼のろう付継手はいまひとつ十分なせん断強度が得られていなかった。このため本年度はより高い接合強度を有するチタン合金/特殊工具鋼継手の開発を行い, 高性能なレスキュー工具の開発を目指した。

2 方 法

ろう付部の硬さ測定や金属組織観察などの予備試験から, チタン合金/特殊工具鋼継手のせん断強度が低かった原因として, ろう材の成分である銅がチタンと反応し, 硬くて脆い反応層(主としてCuTi₃などの金属間化合物)が生成するためであることを明らかにした。そこでこのような脆化層の生成を抑制するために, (a) せん断強度に及ぼす, ろう付温度と保持時間の影響, ならびに (b) チタン合金とろう材との間に拡散防止のための金属をインサート(今回はチタン合金側に厚さ20 μ mのニッケルめっき)する方法の効果を調べた。

一方, レスキュー工具の開発についてはカッター(切断する)機能とスプレッター(狭所を押し広げる)機能を兼ね備えた高機能な軽量レスキュー工具(以下, コンビツール)を設計・試作した。

3 結 果

まず, チタン合金/特殊工具鋼継手のせん断強度の改善を試みた結果, (a) ろう付温度を低く(850 $^{\circ}$ C \rightarrow 830

$^{\circ}$ C)し, 保持時間を短く(30分 \rightarrow 20分)することにより, せん断強度が最大3倍(70 \rightarrow 220N/mm²)まで向上できることが明らかになった。

以上のように最大せん断強度の大きな向上は得られたものの, ろう付面積の大きな試験片では場所によるせん断強度のばらつきが大きいため, 今回のコンビツール製作においては, チタン合金製の台金に対して粉末高速度鋼製(HAP40, 66HRC)の刃をネジ止めする機構を採用することにした。

その結果, 試作したコンビツール(Fig.1)の重量は12kgで, 市販品(14.5~16.5kg)に比較して約20~30%の軽量化が達成できた。また, 切断能力ならびに開口能力は市販品とほぼ同等の性能であることが確認された。

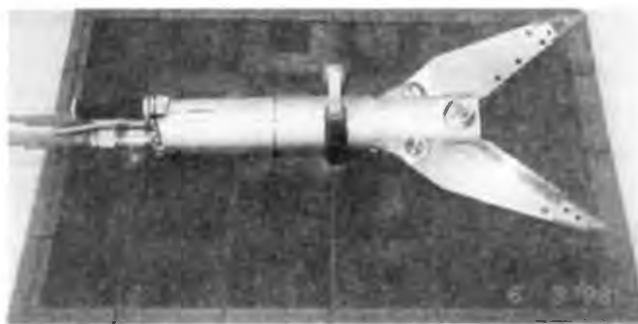


Fig.1 The appearance of manufactured rescue tool for trial. (Conbi-tool)

4 結 言

- (1)チタン合金/特殊工具鋼のろう付部のせん断強度を向上できるろう付条件を見いだした。
- (2)試作したコンビツールは市販品と同程度の切断能力と開口能力を維持しつつ, 市販品よりも20~30%の軽量化を達成することができた。

参 考 文 献

- 1)機械金属工業指導所, 平成8年度特定中小企業集積支援技術開発事業成果報告書, (1998), p.21.

1 3. 全方位視覚センサを利用した救助用探索システムの開発

金谷典武，三宅輝明，一森和之，北川洋一，松本哲也，三浦久典，中里一茂，才木常正，熊澤由佳子

電子部

1 緒 言

産業構造の空洞化や阪神・淡路大震災の影響により，県内の機械・電子業界を取りまく環境は悪化している．早急な業界の復興やさらなる発展のために，県内に防災産業を創出させ，県内企業の新産業分野への進出を誘導することが急務である．地震や火事などの大規模災害時に最も重要なのは人命救助であるが，阪神・淡路大震災において経験したように，倒壊家屋の中に生存者がいるかどうか，また，家屋のどの位置に生存者がいるのか情報が把握できないために救出が遅れた場合が数多くみられた．従って，このような倒壊家屋の内部を探索するレスキュー支援機器が必要になる．そこで，本研究ではパイプの先に全方位の映像を取り込むことができる視覚センサを取り付けた救助用探索システムの開発を行った．

2 探索システムの開発

現在，映像（視覚）を利用することにより探索を行う救助用探索装置としては，ファイバースコープやイメージスコープなどがある．ファイバースコープは，曲げても映像の伝送が可能な光ファイバの束を観察光学系に利用した内視鏡であり，細長い光ファイバを探索すべき場所に挿入することにより内部の観察を可能にする装置である．イメージスコープは装置の先端に小型TVカメラを内蔵した最新の内視鏡であり，装置先端部でとらえた像を電気信号として伝送し直接モニタに映し出す装置である．これらの装置は，手元操作により先端部を湾曲させながら細長いケーブルを探索すべき場所に挿入する操作を必要としており，非熟練者にとってこの操作は困難である．非熟練者でも簡単に使用できる探索装置として，伸縮可能なパイプの先端にTVカメラを取り付けた装置が存在するが，この装置の場合，観察できる範囲が限られているため，TVカメラの死角にいる被災者を探ることが困難である．そこで，非熟練者でも簡単に使用でき，かつ，探索範囲の広い救助用探索システムの開発を行った．

開発した探索システムを Fig. 1 に示す．このシステムは，視覚センサ，伸縮式パイプ，接続ケーブル，制御装置で構成されており，視覚センサは，ミラー，レンズ，



Fig.1 A prototype of the rescue probing system.

CCD，ライトガイドで構成されている．視覚センサのミラーで反射された全方位の映像がCCDに取り込まれ，制御装置上に表示される．本研究では全方位の映像を効果的に表示するためのインタフェースも開発しており，全方位の映像はこのインタフェースにより表示される．また，探索すべき領域が必ずしも明るい場所とは限らないため，制御装置に含まれる光源からの光を接続ケーブル，ライトガイドを経由して探索領域内に供給する．これにより探索すべき領域が暗い場所であっても，ライトガイドから供給される照明をもとに探索が可能になる．

3 結 論

本研究により，全方位視覚センサ，および，このセンサから得られる映像を効果的に表示するヒューマンインタフェース技術を開発することができた．また，これらの技術を利用することにより，複雑な操作を必要としない救助用探索システムを開発することができた．

14. 高濃度有機物含有排水からの水素エネルギーの生産

宮本知左子, 藤村 庄, 井上守正, 石川 齊, 山中克人, 安井三雄,
勝矢良雄, 目崎喜弘, 尾野凱生, 加藤敏春*¹, 毛利信幸*¹

開発部, *1 企画情報部

1 緒 言

昨年度の難分解固形物の液化技術についての研究において、排水処理の律速となる高分子物質の分解、その中でもセルロースの微生物分解の検討を行ったところ、通気性嫌気性菌 *Cellulomonas fimi* (*C.fimi*) による分解には有機酸の生成が伴って培地のpHが下がるため、この有機酸を資化する菌株との混合培養が必要であることがわかった。さらに、この菌株に水素を生産する光合成細菌を用いるとセルロースから水素生産の可能性が見いだされた。本年度は、この結果を踏まえて光合成細菌による水素の生産についての検討を行った。

2 実験方法

光合成細菌には紅色非硫黄細菌 *Rhodobacter sphaeroides* (*R.sphaeroides*) を用いることとした。

単一炭素源として有機酸、グルコース又はセルロースを含む最小培地 [1mM (NH₄)₂SO₄, 75mM HEPES緩衝液 (pH7.5), 9.6mM リン酸緩衝液 (pH6.8), 6mM NaHCO₃, 0.8mM MgSO₄·7H₂O, 0.51mM CaCl₂·2H₂O, 40μM FeSO₄·7H₂O, 45μM H₃BO₃, 9.4μM MnSO₄·H₂O, 3.1μM NaMoO₄·2H₂O, 2.1μM CoCl₂·6H₂O, 0.83μM ZnSO₄·7H₂O, 0.16μM Cu(NO₃)₂·H₂O, 8.1μM ニコチン酸, 2.9μM チアミン塩酸塩, 0.06μM ビオチン, 0.13mM L-メチオニン, 98μM L-トリプトファン, 47μM L-ヒスチジン塩酸塩一水和物] で白熱灯を照射しながら30°Cで培養した。

3 結果と考察

昨年度の *Cellulomonas fimi* のセルロースを単一炭素源とした培養では、生成した有機酸には酢酸、グリコール酸が多く、リンゴ酸の生成はわずかであった。そこで、*R.sphaeroides* での炭素源となる有機酸の種類と水素生産効率の関係を検討したところ、水素の生産性が高かったものは、グルコース、リンゴ酸を炭素源として培養し

たもので、酢酸やグリコール酸ではこれらと比較すると少量であった。

また、嫌気状態で培養を行うために液体培地の上に流動パラフィンを重ねて同じ実験を行った。嫌気状態にするとフマル酸、乳酸、琥珀酸などでガスの生成量が増加した。

一方、単一炭素源として濾紙もしくはアビセルを添加し、*R.sphaeroides* の野生株と *C.fimi* の混合培養によるセルロースからの水素の生産を試みた。*C.fimi* 単独培養と比べると、*C.fimi* の増殖速度、セルロースの分解速度ともに混合培養に遅れが生じた。また、混合培養時の *R.sphaeroides* の菌体濃度は最高でも10⁸であり、*C.fimi* の10⁹に比べると低かった。これは、*C.fimi* により分解されたセロビオースやグルコースの摂取が両者で競争になり、*C.fimi* の増殖が遅れ、菌体数が少ないためにセルロースの分解が進まず、結果的に両者とも増殖が遅れたものと思われる。これより、両者のより菌体高濃度での共存のためには、*C.fimi* の増殖が十分軌道に乗ったところで *R.sphaeroides* を添加する方法を検討することも必要と考えられる。

一方、混合培養では有機酸はほとんど蓄積せず、最高でも10ppm前後であった。これは *R.sphaeroides* が資化しているためであり、昨年pHの変化が抑えられた結果とも合致している。この混合培養での水素の生産量は、セルロース1g当たり約200mlであった。

4 結 論

R.sphaeroides はグルコースや *C.fimi* があまり生産しないリンゴ酸で水素生産効率が高く、多量に生産する酢酸ではあまり水素を生産しなかった。一方、*C.fimi* と *R.sphaeroides* の野生株での混合培養においては、昨年の単独培養よりはセルロースの分解量は減少したが、200ml/g-濾紙の水素の生産が見られた。

15. プラスチック・ゴム廃棄物の分別システムと再資源化

西森昭人, 長谷朝博, 奥村城次郎, 山口幸一

有機材料部

1 緒 言

今日, プラスチック・ゴムなどの高分子化合物に関して, 使用後の処理方法が問題となっている。大半の高分子廃棄物は, 単純または焼却後の埋め立てにより最終的な処分がなされているのが現状である。しかし, 今後は焼却過程における燃焼反応でのダイオキシンなどの有害物質の発生と, 最終埋め立て処分地の枯渇とが大きな問題となり我々の前に現れてくる。これら高分子化合物の廃棄処理問題に対応するためのリサイクル技術について検討した。対象としては, 身近に存在するものを取り扱った。プラスチック廃棄物では食品包装用トレーの原材料である発泡ポリスチレンペーパー, ゴム廃棄物では用済みタイヤの粉碎物を選んだ。発泡ポリスチレンペーパーは密度が小さく嵩張り, リサイクルのための回収時に運搬費用がかかることが問題であり, 回収現場での減容化と減容化したポリスチレンとプラスチックの中で最も消費量の多いポリエチレンとの複合化物の作製を試みた。用済みタイヤの粉碎物は, 密閉したオートクレーブ中で反応雰囲気を窒素置換した後に再生ゴム化反応を行うことで主鎖の熱酸化劣化を避けて脱硫し, 再度加硫可能なゴム材料へと再生し, 新ゴムと混合することを試みた。また, 米国などの海外における用済みタイヤの使用事例についても調査した。

2 実験方法

発泡ポリスチレンペーパー(積水化成工業^(株)製, 14倍発泡)を, オイルバス中で比較的低温な120~160°Cに加熱した耐熱オイル(松村石油^(株)製)に投入することにより減容化した。ポリエチレン(住友化学工業^(株)製, 低密度ポリエチレン)との複合化は, 密閉式混練機(^(株)東洋精機製作所製, ラボプラストミル)中で混練することによって行った。

用済みタイヤでは, タイヤを粉碎した粉末ゴム(^(株)関西タイヤリサイクルセンター製)と再生剤(和光純薬^(株)製, チオフェノール)とを攪拌混合した後にオートクレーブ(日東高圧^(株)製)に入れ, 更に反応雰囲気を窒素置換し200°C, 20時間反応することによって再生反応を行

った。得られた再生ゴムはロールとプレス機を用いてスチレンブタジエンゴム(日本合成ゴム^(株)製, JSR1502)と混練した。得られた複合材は高延性材料試験機(^(株)島津製作所製, オートグラフ)で引張試験などを行い, 物性を評価した。

3 結果と考察

発泡ポリスチレンペーパーは, 耐熱オイルに投入10分後に120°Cでは投入前の容積の40%, 160°Cでは8%まで減容化できた。発泡体中の気体が全て抜け出し減容化した場合の容積の計算値は7.1%なので, 160°Cではほぼ完全に減容化することができている。ポリエチレンとの混合では, 通常は相分離が起こり強度と伸びが低下するが, 耐熱オイルが相溶化剤の作用をしてよく伸びる柔らかい複合材が得られた。

再生ゴムは, JIS-K6031に準じて行った抽出結果から空气中で再生反応を行ったものに比べて今回の窒素中で行ったものは, 主鎖の熱酸化劣化が少なくかつ可塑性の度合いが進んでいることが分かった。スチレンブタジエンゴムとの混練で得られた混合物の引張試験から全体の20%程度までの混合は可能であることが判明した。

4 結 論

発泡ポリスチレンペーパーおよび用済みタイヤのリサイクル技術に関して調査研究し, それぞれよく伸びる柔らかいポリスチレンとポリエチレンとの複合材や, 熱酸化劣化の少ない良質な再生ゴムを得ることができた。

外国での用済みタイヤのリサイクル事例として, 米国では高速道路埋め立て用土砂の代わりに粉碎したスクラップタイヤを使用し¹⁾, 韓国でも山林道の土留め材などの土木工事に用済みタイヤの60%が使用されている²⁾。これら土木工事関係では一ヶ所で大量に消費されるので今後日本でも検討する必要があると思われる。

参 考 文 献

- 1) Scrap Tire News, August 1997, p.1.
- 2) 岡田悦夫, 日本ゴム協会誌, 69, 25(1996).

16. 焼却灰のリサイクルによる景観材の開発

河合 進, 赤松 信, 松井 博, 吉岡秀樹, 石原嗣生, 泉 宏和, 元山宗之

無機材料部

1 緒 言

高度都市システムにおいては、エネルギー問題と環境問題を同時に解決することが必要であり、エネルギーの高効率利用と環境に優しい廃棄物処理・リサイクルなどの要素技術の確立が求められている。

廃棄物処理技術の一つとして、焼却灰の建材への利用があげられるが、排出される焼却灰の性質が著しく変化し、その有効利用技術開発の障害となっている。そこで、焼却灰の景観材への活用を図るため、下水汚泥焼却灰溶融スラグおよび都市廃棄物焼却灰の景観材原料とする屋根材、壁材、レンガ・タイルなどの景観材開発における要素技術の検討を行った。

2 実験方法

下水処理場から排出される焼却灰は、泥状の生汚泥を濃縮、脱水、焼却処理される。下水汚泥焼却灰の組成は、処理場（地域）や凝集剤の種類、さらには季節、天候によっても変動するといわれている。乾燥した下水汚泥焼却灰を約 1300 °C で溶融した後、水砕して粒状化したものが溶融スラグである。一方、一般家庭ごみの焼却場から排出される都市廃棄物焼却灰は、下水汚泥焼却灰と同様にその組成が焼却場や季節によって変動する。さらに、都市廃棄物焼却灰には、石、ガラス瓶、金属類等が混在しており、原料として使用するためにはこれらを分別する必要がある。

試料は溶融スラグを骨材成分、都市廃棄物焼却灰をフラックス成分とし、結合材成分としては瓦用配合粘土を用いた。結合材は乾燥した後 0.5mm 以下に粉碎して使用した。配合は溶融スラグ 30 ~ 70 %、都市廃棄物焼却灰 10 ~ 40 %、結合材 10 ~ 30 % の範囲で変化させ、水分 5 % を添加した半乾式プレス成型法による成型性試験、成形体の焼成試験及び焼成体の物性試験を行った。

3 結果および考察

溶融スラグの外観はガラス状であるが、X線回折結果から Cristobalite および Hematite の存在が確認された。

化学組成は、通常の板ガラスに比べて SiO_2 が少なく、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 CaO 、 P_2O_5 、 SO_3 の多いのが特徴である。熱分析結果によると、750 °C 付近にガラス転移によるベースラインの変化が明瞭に認められ、1140 °C 付近から溶融を開始するが、ガラスの結晶化による発熱ピークは認められなかった。また、800 °C 付近から重量増加が認められ、鉄の酸化によるものと考えられる。

一方、都市廃棄物焼却灰の化学組成は、溶融スラグに比べて SiO_2 、 Al_2O_3 が少なく、 Na_2O 、 K_2O 、 Cl の多いのが特徴である。熱分析結果によると、800 °C 付近に Calcite の分解によるものと考えられる重量減少に伴う吸熱ピークが認められ、溶融開始温度は約 1150 °C であった。

つぎに、半乾式プレス成型法による成型性試験の結果、溶融スラグ 60 % 以上では、成形体の端がかけるなど欠陥が生じやすくなることから、溶融スラグ 40 ~ 60 %、都市廃棄物焼却灰 10 ~ 30 %、結合材 30 % の配合が適当であることが明らかになった。

また、焼成収縮率は、焼成温度の上昇とともに増大するが、1100 °C を越えると減少した。焼成収縮率の減少は素地中に生成したガラス量の増大とともに素地が軟化し、気孔内部のガス圧増大に伴って膨張するためであると考えられる。同様な傾向が、密度、曲げ強度の変化において認められた。一方、吸水率は、焼成温度の上昇に伴って減少し、1150 °C の焼成では吸水率が 1 % 以下となった。以上の結果から、1050 ~ 1100 °C が最適焼成温度であると考えられる。

4 結 論

溶融スラグおよび都市廃棄物焼却灰を原料として、半乾式プレス成型法による成型性、焼成及び物性試験を行った結果、景観材原料としては、溶融スラグ 40 ~ 60 %、都市廃棄物焼却灰 10 ~ 30 %、結合材 30 % の配合が適当であり、焼成体の物性も屋根材や舗装材の規格値を満たしていることが明らかになった。

17. 免震装置管理システムの開発

長谷朝博，鷲家洋彦，西森昭人，奥村城次郎，山口幸一

有機材料部

1 緒言

震災以降，地震対策についての考え方が見直され，免震構法への関心が高まってきている。その一つの表れとして，（財）日本建築センターの構造評定を取得した免震建物が震災後急増しており，今後，震災に強い街づくりに大きく貢献してゆくものと期待される。

一方，先の構造評定を取得した免震建物の歴史は未だ15年程度と浅く，今後，免震装置の適用が進んで行くにともない，免震装置の耐久性が問題となってくる。そこで，免震装置，とくに免震ゴムに使用されるゴム材料の耐久性，さらには耐久性評価についての調査を行い，得られた調査内容をもとにゴム材料の耐久性改良技術について検討する。さらに，免震装置の実使用状態での劣化についても検討を行い，得られたデータを一括管理するようなシステムについて提案する。

2 研究開発の内容

2.1 ゴム材料の耐久性評価技術の調査

免震ゴムに使用されるゴム材料（天然ゴム）は酸化劣化を受けやすい。特に，厚肉ブロックの場合には不均一な劣化を示し，表面および表面近傍では酸化劣化が起り大きな物性変化を生じるが，酸素が拡散されにくいために内部では酸化劣化は起りにくい。

また，酸化劣化により物性が低下する領域の深さ（酸化深さ）は老化温度により異なり，低温ほど内部まで進行するということが報告されている¹⁾。温度範囲60～100℃において酸化深さの対数と絶対温度の逆数の間には比例関係が成立した¹⁾。この比例関係から，常温における酸化深さは約100mm程度になると推察される。このことから，一戸建て住宅用の免震ゴムのように直径の小さいものでは酸素の内部への拡散がとくに問題となる。この場合，免震ゴムの外周部に耐候性に優れたゴムを被覆したり塗料を塗りつけたりすることで対処する必要があると考えられる。

2.2 免震装置の耐久性に関する調査

免震装置（免震ゴム）の耐久性については，使用環境条件下での化学反応および物理反応を考慮した寿命予測

システムが報告されている^{2), 3)}。この場合，化学反応速度論から低温長時間の変化は高温短時間の変化として捉えることができ，長期にわたる劣化反応は加熱促進劣化試験の結果から予測することができる。しかし，実際にはゴム材料は厚みに対して不均一な劣化を示し，経年変化後と高温促進劣化後とは部位によって物性が異なるため，注意を要する。

2.3 ゴム材料の耐久性改良技術

ゴム材料の耐久性を改良する方法の一つとして老化防止剤の配合が考えられるが，老化防止剤の配合によって物性に影響を及ぼすことが懸念される。老化防止剤の併用効果については，天然ゴムに2,6-ジ-tert-ブチル-p-クレゾール(BHT)および4,4'-ジヒドロキシフェニル(DOD)を添加した系の100℃，3日間老化後の引張強度保持率においてその併用効果が認められた⁴⁾。

2.4 劣化の評価基準及び管理システム

免震ゴムの劣化の評価については，先ず実使用状態でのクリープ特性の測定などを定期的に行う。また，外観上からは判断できないような免震ゴム内部のクラックなどを非破壊検査によって検査する必要がある。これらについては現地で自動測定を行い，測定データをパソコンで管理し，先の寿命予測システムから得られたデータとの対比により異常の発生や兆候を捉えるようなシステムが考えられる。

3 まとめ

震災以降，構造物への適用が急増している免震装置の耐久性評価についての基礎的な知見を得ることができた。これによって免震装置の取り替え時期を把握でき，また，評価技術は防振ゴム等のゴム製品の耐久性評価にも応用できるよう展開していく。

参考文献

- 1)村松佳孝，西川一郎，昭和電線レビュー，45,44(1995)。
- 2)深堀美英，日本ゴム協会誌，68,388(1995)。
- 3)深堀美英，まてりあ，35,768(1996)。
- 4)日本ゴム協会編，ゴム工業便覧(1994)。

18. コードシンボルを用いた物流システム構築の研究

山崎 潔, 奥村城次郎, 山口幸一

有機材料部

1 緒 言

神戸港を中心とする港湾物流の効率化・高度化を目的に、コンテナ貨物の取り扱いに関するコンピュータ技術の応用として、コンテナ輸送の容器および貨物の情報管理のために、コードシンボルを用いたシステム導入を検討し、そのメリットを研究した。

2 バーコードシステムの検討

輸出入に係わるコンテナ貨物は、荷主から荷受け主に届く間に数多くの積み替えと、それに付随する伝票・指示書などの情報交換が発生する。これらの情報の元になるコンテナ識別コードは、所有者・一連番号・国籍・コンテナの種類・形式などであり、アルファベットと数字で表示されている。これらの内容をITFコード（物流識別コード）に置き換えを検討した。

しかしこれらは情報の追加入力やアルファベット表示不可など、コンテナ貨物への不都合さが明白となった。

3 データキャリアシステムの検討

データキャリア技術は、移動体に情報を記憶させたカード（又はタグ）を取り付け、電波（光）や電磁波を用いて非接触で情報の読み書きを行うもので、コンテナ輸送への応用を検討した。

本システムを物流に用いた場合の特徴は以下のとおりで、コンテナ貨物の情報交換の手段として最適な方法であると考えられた。

1. 接触抵抗がない；データキャリアの交信に物理的接触がないため、故障が少ない（送りなどの機械的構造が不要）
2. 外的環境に強い；データキャリアとアンテナ間に非金属材料があっても交信可能（水分・油分・ほこり・汚れに強い）
3. 操作手順が少ない；データキャリアとアンテナ間の交信操作の自由度が高い（読み書きとも）
4. 同時アクセスの可能性がある；マルチリード機能を有するものがある

5. 機密性・拡張性が高い；データ照合のためのソフト的な手続きを組み込めるデータ容量が大きい

Table 1 に、データキャリア技術を導入する際のコンテナに取り付けるIDタグに要求される仕様を示した。

Table 1 The specifications of the tag for physical distributions.

ITEM	FORMULA	SUBJECT
<i>memory</i>	<i>identification</i>	~ 128 byte
<i>transmission</i>	<i>indued electro-magnetic wave</i>	<i>induced electromagnetic field</i>
<i>access</i>	<i>WORM type</i>	<i>write once read many</i>
	<i>RW type</i>	<i>read write</i>
<i>power source</i>	<i>passive type</i>	<i>supplied from outer source</i>
<i>receptive distance</i>	<i>adjacet type</i>	many cm~1m
<i>shape & protective case</i>	<i>card type</i>	<i>waterproof, heatresistance</i>

ただし、港湾に入る全貨物に装備の必要な点が問題となる。

4 結 論

コンテナ貨物の情報化について、非接触でデータのやり取りができる物流IDタグを用いたシステムは、情報交換と書き込み・書き換えが容易であり、流通中の各ポイントでのチェックや作業（ヤード内ロケーション）指示などを可能とし、物流効率化に大きく寄与できる。

19. イソアミラーゼの分子認識機構の解明と新規酵素の開発に関する研究

勝矢良雄, 目崎喜弘, 石川 齊, 藤村 庄, 山中克人, 安井三雄, 井上守正, 宮本知左子, 尾野凱生

開発部

1 緒 言

イソアミラーゼは, その基質特異性から枝切りアミラーゼに分類され, デンブンの分岐構造である α -1,6結合のみを認識し加水分解する酵素である. イソアミラーゼのアミノ酸配列には, α -アミラーゼの活性部位と相同性の高い領域があり, 超2次構造として α -アミラーゼ類と同様の $(\beta/\alpha)_8$ バレルが存在することから, α -アミラーゼファミリーに分類される¹⁾. イソアミラーゼの分子認識機構に関する知見を得るため, その分子構造を α -アミラーゼファミリーに属する他の酵素と比較した.

2 実験方法

*Pseudomonas Amyloderamosa*由来のイソアミラーゼの分子モデルの構築と精密化については, 昨年報告した. 既知の α -アミラーゼ類の構造はProtein Data Bank (PDB) に登録されているものの内から, タカアミラーゼA (6TAA), 豚膵臓アミラーゼ (1PPI), 大麦 α -アミラーゼ (1AMY), マルトテトラオース生成アミラーゼ (1AMG), シクロデキストリン合成酵素 (1CYG) を使用した. 構造の比較のための重ね合わせはプログラムQUANTAを用いて, 主ドメインの $(\beta/\alpha)_8$ バレルについて2次構造を対応付けてから, その対応する α 炭素の間の距離が最小になるようにした.

3 結果と考察

3.1 構造上の特色

イソアミラーゼにはN末端側に160残基からなるドメインが存在するが, 対応するドメインは構造が既知の α -アミラーゼ類にはない.

イソアミラーゼの $(\beta/\alpha)_8$ バレルの構造は, 5番目と6番目の β -鎖の間に α -ヘリックスを欠く点で, 構造が既知の α -アミラーゼ類と異なる. また構造が既知の α -アミラーゼ類には, $(\beta/\alpha)_8$ バレルの3番目の β -鎖と α -ヘリックスの間に, ドメインBとして知られる挿入ドメインが存在するが, イソアミラーゼの対応するループは, 4番目の β -鎖と α -ヘリックスの間のループ

と5番目と6番目の β -鎖の間のループと一塊りになっていて, 独立したドメインを形成していない.

構造が既知の α -アミラーゼ類では, 主ドメインとドメインBと呼ばれるサブドメインの間にカルシウムの保存された結合位置の存在が知られているが, イソアミラーゼにおいては, 対応する位置はAsp344の側鎖によって占められている.

3.2 活性残基の特定

2次構造上の対応によってのみ重ね合わせたにもかかわらず, α -アミラーゼ類の活性中心付近の立体構造とイソアミラーゼの対応する領域の立体構造は, 非常に良く重なった. 特に, アミノ酸配列の相同性から活性アスパラギン酸残基と推定されていたAsp375とAsp510は, α -アミラーゼ類の対応するアスパラギン酸残基とほぼ完全に重なった.

α -アミラーゼファミリーの酵素では, 加水分解作用においてグルタミン酸残基が不可欠であることが知られている. イソアミラーゼの活性グルタミン酸残基としては, *Pseudomonas Amyloderamosa* SB15株のアミノ酸配列から²⁾, Glu416³⁾ またはGlu454⁴⁾ が候補として推定されてきた. しかし, 我々が解析したイソアミラーゼにおいて, これらにそれぞれ対応するGlu418やGlu455は, 立体構造上 α -アミラーゼ類の活性グルタミン酸と重ならず, Glu435が立体構造上重なることが分かった. このことから, イソアミラーゼの活性グルタミン酸残基は, Glu435であることを明らかにすることができた.

参 考 文 献

- 1) Svensson, B., Plant Mol. Biol. 25, 141(1994).
- 2) Amemura, A., Chakraborty, R., Fujita, M., Noumi, T & Futai, M., J. Biol. Chem., 263, 9271(1988).
- 3) Jespersen, H.M., MacGregor, E.A., Henrissat, B., Sierks, M.R. & Svensson, B., J. Prot. Chem. 12, 791(1993).
- 4) Kuriki, T. & Imanaka, T., J. Gen. Microbiol. 135, 1521(1989).

20. クラスタ制御による先端無機材料創製と材料設計

兼吉高宏, 泉 宏和, 石原嗣生, 河合 進, 高橋輝男, 柏井茂雄,
吉岡秀樹, 山田和俊, 松井 博, 元山宗之

無機材料部

1 はじめに

SPring-8 に設置される県有ビームラインを有効に活用し, SR利用技術をより強力に推進するため, SR利用技術の応用化研究として無機物質の創製技術および構造解析技術の研究開発を行う。研究結果の一部を紹介する。

2 実験方法とその結果

2.1 レーザーアブレーション法による窒化炭素 (C-N) 系膜の作製

C-N薄膜は機械的・電氣的・光学的にダイヤモンドと同等あるいはそれ以上の特性を有すると言われている。本研究ではレーザーアブレーション法によるC-N系薄膜の作製について検討した。

真空中および窒素雰囲気中で, グラファイトターゲットにKrFエキシマレーザーを照射してアブレーションを起こさせ, 成膜を行った。また一部の試料は, 成膜時に窒素ビームの照射を行った。

窒素雰囲気中で成膜を行うと, 窒素を34%含む膜が得られた。この膜のX線放出スペクトルのピークには, 真空中で成膜した膜のそれには見られなかった高エネルギー側の肩ピークが見られ, これは膜中のC-N結合に基づくものと考えられる。さらに, 窒素雰囲気での成膜時に窒素ビームの照射を行うと, 膜中の窒素濃度は非照射時の約1.4倍となり, X線放出スペクトルの肩ピークも大きくなること明らかになった。

2.2 分子軌道計算法によるC-N系化合物の解析

近年, 超高硬度材料あるいは新機能材料として注目されているC-N化合物について, 種々の方法で作製したC-N化合物のX線スペクトル測定および分子軌道計算によるスペクトルの検討を行った。

レーザーアブレーション法, ECRプラズマスパッタリング法により作製したC-N系化合物薄膜について, 電子線マイクロアナライザー (EPMA) によるCKX

線スペクトルを測定した。また, 種々のC-N構造モデルについてDV-X α 分子軌道法によりC2pの電子状態密度(DOS)を計算しX線スペクトルとの比較, 検討を行った。

各手法により作製したC-N化合物薄膜のCKX線は, C薄膜あるいはグラファイトなどと比べて明らかに異なるスペクトル形状を示しており, いずれもNの含有および反応が認められた。また, DV-X α 法を用いて計算したC2pDOSと比較した結果, ECRプラズマスパッタリング法により作製した薄膜では, β -C₃N₄の構造モデルで計算したC2pDOSと良い一致を示しており, β -C₃N₄が生成していると考えられた。

2.3 ガラスの結晶化に及ぼすレーザー照射効果

パルスレーザー照射によるガラス中への微小結晶の析出は, 新材料の創製方法として期待されている方法である。本研究では, ガラスの熱処理時に, エキシマレーザーを照射し, ガラス表面の結晶化に及ぼす影響について検討を行った。

2価のサマリウムを含有するアノーサイト組成のガラスは, 弱還元雰囲気中で溶融することにより作製した。得られたガラスにKrFエキシマレーザーを照射しながら熱処理を行った。析出した結晶相をXRDにより検討した。

レーザー照射による結晶析出温度および析出結晶相の変化をXRDにより検討した結果, 未照射時には1050℃以上でなければ結晶は析出しなかったが, レーザー照射を行うと900℃から結晶の析出が起り, 結晶析出温度は約150℃低下した。また, 未照射時には, 三斜晶系のアノーサイトが析出し, レーザー照射を行うこと準安定相の六方晶系が析出した。また, 析出した結晶は高度に(001)配向したものであった。

2.1. ゾーンプレート (集光基板) による硬X線の集光技術に関する研究

勝矢良雄, 目崎喜弘, 石川 齊, 尾野凱生, 元山宗之*¹, 兼吉高宏*¹, 泉 宏和*¹

開発部, *1 無機材料部

1 緒 言

波長が0.1nm前後の硬X線は, 生体物質に係る結晶構造解析, 欠陥分析, 元素分析などバイオメディカル分野に対して広範囲に利用されており, 今後もその研究が大いに進展するものと思われる。

高輝度・高指向性のSR光源の出現にともない, 硬X線をマイクロビーム化して, これらの分野に利用するための技術開発, 特に硬X線顕微鏡法の確立と応用に関する研究が急務となっている。硬X線顕微鏡法の高度化, すなわち高分解能化のためには光学素子 (集光素子) の高性能化が必要不可欠である。

本研究では, 硬X線用光学素子として最も有望なフレネル・ゾーンプレート (FZP) を多層薄膜成膜技術を利用して作製し, SPring-8に実用化が可能な仕様・性能を目指す。そのために, 平滑な多層膜の界面 (ゾーン) を形成するための作製技術及びその放射光による集光試験について検討する。

2 実験方法

FZPは, 回転するワイヤー基板 (金: 47 μm ϕ) 上に軽元素 (C, Al) と重元素 (Ag, Cu) を交互にスパッタリング法で成膜後, 低融点合金に埋め込み, 切断, 研磨により薄片化 (厚さ10~20 μm) する方法で作製した。今回は, Ag/C, Cu/Al多層膜 (30層程度) を成膜し, 多層膜界面の形状を観察した。

また, 金細線基板上的薄膜の性質を調べるのが困難なため, 平面基板 (Si, BK7) 上に多層膜 (6層) を成膜し, 応力, X線回折パターンを調べることにより成膜条件の差に起因する膜の性質の違いの傾向を観察した (基板温度がRTについてのみ)。

3 結果と考察

Ag/C, Cu/Al多層膜の界面形状の例をFig. 1に示した。界面形状に及ぼす成膜条件の影響を検討し, 以下の結果が得られた。

- ①基板の回転速度が15rpmの場合, Ar圧力が低い方が, より平滑なゾーンが得られた。
- ②基板の回転速度には関係なく, Ar圧力が低い方が,

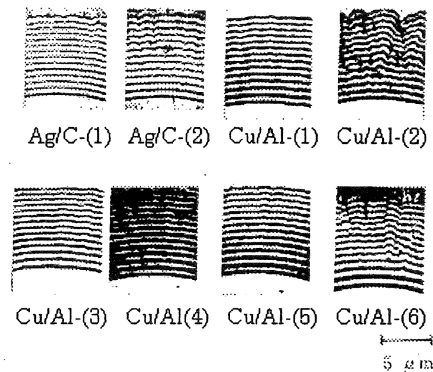


Fig.1 SEM image of several multi layers on gold wire surface. Black layer is formed by C or Al. White layer is formed by Ag or Cu.

重元素の (111) の配向性が強かった。Ar圧力が重元素の (111) の配向性が強かった。Ar圧力が低いほど基板に到達する粒子のエネルギーは高く, そのために薄膜の配向性が強くなったと考えられる。このことが薄膜の微細構造を緻密にし, 基板の回転速度が15rpmの場合には, 平滑な多層膜界面が形成に寄与したと考えられる。50rpmの作製条件の場合については, 層数を増やせばAr圧力の差の影響が現れる可能性がある。

③膜の応力は基板の回転速度が同じ場合には, Ar圧力が低い方が引張り方向に大きな値を示し, また, Ar圧力が同じ場合には, 回転速度が速い方が, 引張り方向に大きな値を示した。

細線基板上的薄膜と平面基板上的薄膜とは応力や配向性は同じでないが, 上述の結果と同様に, 成膜条件の違いによって膜の性質に差が生じると考えられる。

以上の実験と同じ条件でFZP (100層) を作製し, 高エネルギー物理学研究所の放射光を利用して性能評価を行った。その結果, 1次光についてビーム径が1.5 μm ϕ , 集光効率9.29硬X線マイクロビームが得られた。

4 結 言

多層膜界面の平滑性を乱す要因について, さらに検討を行いゾーンの平滑性を図るとともにマイクロビームの更なる微小化を目指す。

2.2. 障害物感知システム及び新駆動機構に関する研究

稲葉輝彦, 北川洋一*¹, 松本哲也*¹, 中里一茂*¹, 阿部 剛*²,
岸本 正*², 島津忠司*², 後藤泰徳*³, 古谷 稔*⁴, 平瀬龍二*⁴

機械金属工業指導所, *1 電子部, *2 生産技術部,
*3 産業デザインセンター, *4 繊維工業指導所

1 緒 言

福祉分野の新産業の創出を目的に, 安全性と利便性に優れた電動車椅子ならびに車椅子に座って用いる福祉用具開発を行う。本研究は, 3 年計画で各要素の基盤技術を開発し, その成果として従来にない高性能な電動車椅子ならびに機能的な用具類を試作する。本年度(2 年度目)の研究成果は以下の通りである,

2 研究概要と結果および考察

2.1 トロコイド推進機構をもつ電動車椅子の開発

昨年度は, 駆動機構部に関する理論計算および設計試作を行った。今年度はこれらの結果を踏まえて, 本体部および電気系統などを加えた設計, 試作を行った。理論計算などの結果からリンク長さ, プーリーの径, 使用するタイヤなどについて決定した。本体部分に関してはプーリーとモーターの距離を基に本体を設計した。材質は本体軽量化のためアルミ合金を使用した。すべての部品を組み上げて, 動作の確認を行った結果, 電気系統に関しては問題なく動作した。機構部については, 操縦者が乗ったときに本体部のアルミ板のひずみから, タイミングベルトとプーリーの位置に問題が生じている。解決策としてひずみを減らすように本体に改良を加える予定である。

最終年度は, 設計における理論計算の妥当性などの検証を, 実機を通じて行い, 改良を加えて完成度を高めていく予定である。

2.2 車椅子に搭載可能な光応用段差センサの開発

車椅子を利用する上で安全性を高めるため, 街で想定される段差を検出し, 車椅子上の障害者にアラームを発せられる, 光応用段差センサを開発している。初年度は基盤技術として, 屋外の外乱光の影響を受けにくい段差測定技術を提案し, その性能を実験室内で評価した。これを受けて今年度は, 制御装置(コンピュータ)の部分を小型軽量化し, 車載できるようにすることを検討した。段差センサを屋外で使用するためには, AC100V 駆動ではなく, バッテリー駆動にする必要がある。そのため, 初年度にワークステーションを用いて行っていた

a) くさび型パターンの生成, ならびに液晶板への出力

b) 電圧信号の入力

を携帯型パソコンにより行い, バッテリー駆動を可能にした。上記 a), b) の信号入出力は, a) パソコンのモニタ出力を NTSC 信号に変換するボードと, b) A/D コンバータボードをパソコンのカードスロットに直結させることで実現される。ボードの制御プログラムは C++ 言語により記述した。実験では, 光源として波長 680nm の半導体レーザーを用い, 1 m 先にある 20mm の段差が検出できることを示した。

結果として, 制御装置部の重量 1.35kg, サイズ w255 × d190 × h40(mm) となり, 試作機として十分車載し得るところまで小型軽量化することができた。

最終年度には, 受光系, ならびに信号処理系を小型化し, 車載して性能を評価する予定である。

2.3 快適性繊維の開発と応用

高齢者や障害者が快適に暮らすために必要な様々な機能を有する快適性繊維の開発を行った。本年度は, 次の 2 種類の繊維を開発し性能の測定を行った。

ひとつは, 座位保持のための滑り止め機能および, 移動しやすいための片滑り機能を有するフロック加工素材を開発し, 静摩擦係数を測定し機能性の効果を確認した。

もう一つは, 帯電防止機能を付与した織物の開発で, 帯電防止剤として導電性高分子であるポリアニリンを選び, 生地との複合を試みた。その結果, アニリンの電気化学重合により, 容易に短時間で生地とポリアニリンを複合できることが明らかとなった。得られた生地には十分な帯電防止機能を有していることが確認できた。

3 結 言

本研究では, さらに福祉用具へのレーザー加工の応用, チタンの適用ならびにバリアフリーデザイン開発を検討している。これらの研究では, 安価な溶接機を用いて簡単に処理できるチタンの表面硬化処理方法の開発や健常者も障害者も共に使いやすい形状の調理包丁を開発し, 特許ならびに意匠出願すると共に県内企業への技術移転を進めている。最終年度は, 各要素の基盤技術開発を完了し, 具体的な試作品を提示することにより新産業創出を支援する予定である。

2.3. 地盤振動における地中埋設物の振動特性に関する研究

福地雄介, 安東隆志, 藤田浩行*1, 石原嗣生*2, 森山茂樹

生産技術部, *1 繊維工業指導所, *2 無機材料部

1 緒言

県下の中小企業の新しい産業の創造, 新分野への進出を支援するため, 地震による地中埋設管などのライフラインの損傷を最小に食い止め, さらに復旧を迅速に行うための2つの基盤技術について開発研究を行った。研究の成果として, 伸縮性と屈曲性の両者の特性をもつ伸縮管継手および地中に埋設された管の漏れ音を基に探査することのできる漏れ箇所検出ツールを試作した。

2 研究概要と成果

2.1 配管の耐震性の向上

地震時に地中に埋設された水道などの配管の耐震性を向上させる一つの方法として, 管の継手部分に柔軟性を持たせることで, 地盤変動による管の伸縮や曲がりを取り除ける構造を持つ継手を採用することである。現在, 種々の伸縮管継手が開発されているが, 性能は優れていてもコストが高かったり, 小型の管径に限られていたり必ずしも満足できるものではない。そこで, 本研究では構造が簡単で, 大管径にも対応できコストが安価なドレッサ形伸縮管継手を基本に伸縮性と屈曲性を向上させた継手を開発目標とした。伸縮管継手の機能と特性を調べるためにJISで規定されている従来型の伸縮管継手について, 有限要素法を用いたシミュレーション解析を行った。本継手では, 管と外管との間に取り付けたゴム製の輪を押輪で締め付けることでシールを保つ構造になっている。Fig. 1に締付け状態で内圧を受けている状態

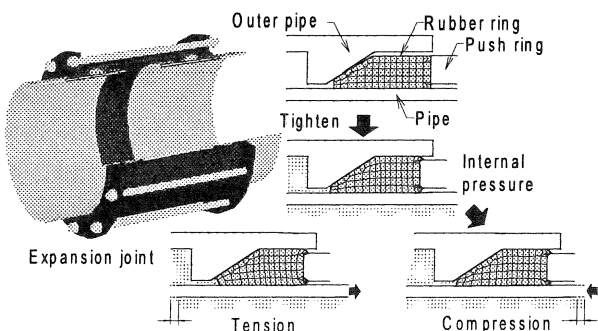


Fig.1 Deformation of rubber ring in expansion coupling.

において, 管が伸縮した場合のゴム輪の変形状態を示す。管が伸縮してもその形状は大きく変わらないでシール性を保っているのがわかる。構築した解析モデルは, 継手の性能を容易に評価でき, 機構設計に有効であることが明らかとなった。種々の機構について検討を行った結果, 伸縮性と屈曲性に優れた新タイプのドレッサ形伸縮管継手を開発した。

2.2 漏れ箇所検出ツールの開発

従来, 地中に埋設された配管が損傷を受けて漏れ箇所が発生した場合, その場所を特定するには困難を擁した。本研究では漏れ音を基に地表から漏れ箇所を容易に探査するための漏れ箇所検出ツールの開発を行った。現在, 漏れ音を単に増幅する装置はあるが, 高度な熟練と感を要するため, 探査は容易ではない。今回開発した本ツールでは, 単に音の大きさだけでなくその方向も測定することのできる音響インテンシティ法を応用することで, 音源の場所の探査を容易にしている。Fig. 2は, 漏れ箇所検出ツールのシステムの概要を示したものである。地表面に設置した探査センサーの2本のコンデンサマイクから音圧を測定し, デジタル信号処理装置(DSP)で信号処理を行って音響インテンシティを求め, コンピュータ上に測定結果を表示するようになっている。探査は複雑な方法を避け, 探査センサーをマイク軸に平行に走査して, インテンシティが零になる地点を探査する零サーチ法を採用している。

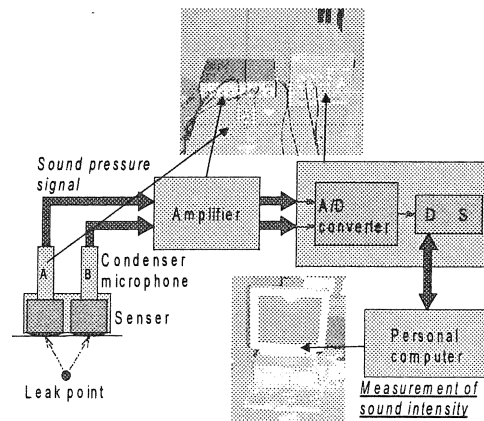


Fig.2 Leak searching system.

24. 液化仕込醸造法による高品質清酒の製造に関する研究

井上守正, 宮本知左子, 藤村 庄, 石川 齊,
山中克人, 安井三雄, 勝矢良雄, 目崎喜弘, 尾野凱生

開発部

1 緒言

液化仕込醸造法による清酒の製造は、大幅に省力化が図れることから徐々に普及しつつある。しかし当該醸造法には「酸が出やすい」「製品の劣化が早い」などの固有の問題点が指摘されており、吟醸酒に代表される高品質清酒の製造には不向きとされている。

本研究では、液化仕込醸造法に指摘される問題点の内「有機酸の異常生成」の原因を推測し、同仕込法の改良を図るための基礎的知見を得ることを目的に検討した。

2 実験方法

2.1 原料処理および仕込

従来法および液化仕込法に用いる原料米は、それぞれ定法に従って処理し、Table 1 に示す配合によって仕込んだ。

Table 1 Preparation share of rice.

	MOTO	SOE	NAKA	TOME	TOTAL
MUSHIMAI(g)	50	200	300	450	1000
KAKEMAI (g)	0	150	250	400	800
KOUJIMAI(g)	50	50	50	50	200
KUMIMIZU(ml)	150	300	500	850	1800

2.2 酒母およびもろみの発酵条件

酒母は協会 9号酵母を用い、0.03%乳酸含有麴汁中に25℃、40時間培養したものを使用した。もろみの仕込温度は、添14℃、仲10℃、留8℃とし、もろみの平均発酵温度は8℃とした。

2.3 有機酸類の分析

清酒中に多く含まれる、クエン酸、リンゴ酸、乳酸、酢酸について、日本ダイオネクス社製イオンクロマトグラフDX-300を用いて分析した。カラムはIonPac ICE-AS1、検出器はCONDUCTIVITY検出器を使用した。

3 結果と考察

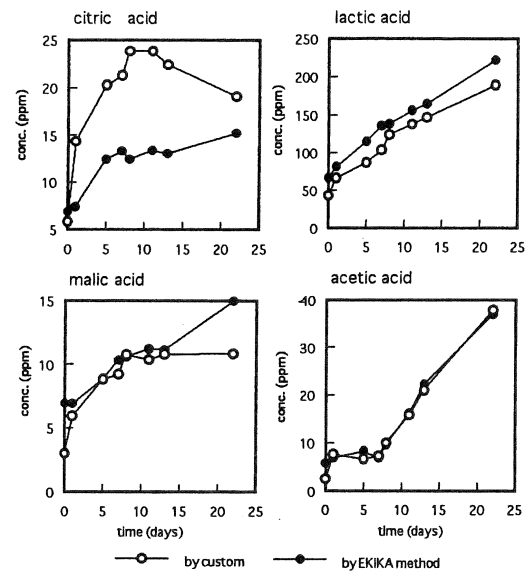


Fig.1 Variation of the organic acids in mashes prepared by custom and ekika method.

有機酸類の分析結果を Fig. 1 に示す。液化仕込法では、従来法のもろみに比べてクエン酸が低めに、乳酸が高めに推移していた。その他の有機酸については顕著な差は見られなかった。

これらの有機酸類は全て酵母により生成され、乳酸は解糖系の最終産物として、クエン酸は解糖系に続くグリオキシル酸回路の中間産物として生成される。

以上のことから液化仕込醸造法では、酵母の代謝経路の内グリオキシル酸回路が制約を受け、その結果クエン酸の生成が抑えられ、乳酸が蓄積したと推測された。

4 結論

液化仕込醸造法において指摘される問題点の内、有機酸の生成異常の原因を推測する目的で、従来法および液化法による小仕込試験を行い、もろみ中の有機酸類を経時的に分析し、比較した。

その結果液化法においては、クエン酸が低めに推移し乳酸が高めに推移した。このことから液化法の有機酸の異常生成は、酵母のグリオキシル酸回路が制約を受けることにより発生すると推測した。

25. 薄型セラミック建材の開発に関する研究

河合 進, 元山宗之, 赤松 信, 松井 博, 吉岡秀樹, 石原嗣生, 網田佳代子*¹, 石間健市*¹

無機材料部, *1 企画情報部

1 緒 言

震災の影響による瓦離れや住宅の洋風化により従来の和型瓦に対する需要の減少が著しく, 軽量化, 平板化を目指した薄形屋根材の開発が求められている。

本研究では, 抄造法, 押出法などによる薄型素地の成形技術を確認するとともに, 薄型セラミック建材の開発のための添加剤, 成型助剤の選定などについて検討した。

2 実験方法

原料として1mm以下の瓦用配合粘土を用い, 珪灰石(天然鉱物繊維)および耐火繊維を添加剤として使用した。

成形方法は, 押出成形法(従来の粘土瓦成型法), 抄造法(原料泥漿を濾布を敷いた金型(300×300mm)に入れ, 下部から減圧脱水した後, 加圧成形する方法)および加圧脱水プレス成型法(原料練土を濾布を敷いた金型に入れ, 下部から減圧脱水しながら上部から加圧する方法)で行い, 成形水分, 脱水時間, 成形圧力などが成形性に与える影響について検討した。

成形体は, 乾燥後, 電気炉を用いて1000~1150°Cで焼成した。試験体の物性は, JIS R 5208の方法に準じて吸水率, 曲げ強度を測定し, かさ比重は重量及び寸法を測定して算出した。

3 結果と考察

3.1 押出成型法

従来の粘土瓦成形と同様の条件(成形水分17%)によって厚さ5~10mmの成形体を押し出すと自重により成形体に変形し, 良好な成形体が得られなかった。また, 成形水分を減少(16%)しても同様であり, 押出法による薄形素地の成形は困難なことが明らかになった。

3.2 抄造法

300×300×50mmの抄造用金型では, 配合粘土57~59%+水41~43%+0.1%水ガラス(分散剤)の泥漿(泥漿粘度 200~300mPa·s)が添加剤を加えることなく, 容易に脱水・成形可能な泥漿濃度であった。また, 450×300×50mmの抄造用金型でも同様の泥漿濃度で脱水・成形が可能であった。吸引時間(吸引開始後, 成形体表面の水膜が認められなくなる時間)は, 上記泥漿濃度では7

~10分であり, 量産化が困難であると考えられる。

3.3 加圧脱水プレス成型法

原料は瓦用粘土に珪灰石を10%添加し, 15~35%の範囲で水分を変化させてオムニミキサーで2分間混合した。原料の金型への充填及び成型は水分15%でも可能であったが, プレス時の流動性を考慮すると20%が最適水分量であった。

加圧脱水プレス成型機(金型450×450mm, 最大荷重500ton)を用いて成型条件の検討を行った結果, 15N/mm²の圧力で30秒間プレスすることにより, 5~10mm厚さの薄形素地の成型が可能であることが明らかになった。得られた成形体は低水分であり, 乾燥後の収縮もほとんど認められなかったことから, 変形が少なく寸法精度の良好な薄形建材製造が可能であると考えられる。

3.4 焼成体物性

加圧脱水プレス成型法で成形した配合粘土単味(A), 珪灰石10%添加試料(B)および耐火繊維7%添加試料(C)の1080°C焼成体(厚さ8mm)の物性をTable 1に示す。繊維材料の添加は曲げ強度を50%以上改善できることが明らかになった。

Table 1 Properties of fired specimens.

Property	A	B	C
Bulk density(g/cm ³)	2.15	2.20	2.18
Water absorption(%)	4.5	4.0	5.0
Modulus of rupture (N/mm ²)	7.2	10.9	11.3

4 結 論

加圧脱水プレス成型法により5~10mm厚さの薄型セラミック建材の成型が可能であり, 量産化も容易なことが明らかになった。得られた成形体は低水分であり, 乾燥後の収縮率も極めて小さいことから, 変形が少なく寸法精度の良好な薄型セラミック建材製造が可能であると考えられる。また, 補強材として天然鉱物繊維や耐火繊維を添加することによって曲げ強度を50%以上改善できることが見いだされた。

26. 足にやさしい靴づくりに関する研究

鷲家洋彦, 長谷朝博, 西森昭人, 石原マリ, 森 勝, 奥村城次郎, 山口幸一

有機材料部

1 緒 言

神戸地区で生産されているケミカルシューズ, そのなかでも婦人靴はデザイン志向が強くデザインが最も重要な開発のポイントとなっている。しかし, ケミカルシューズのイメージアップを図るためにはデザインだけでなく足にやさしい靴, 特に足入れのよいこと, 履き心地のよいことなども重要であるとの認識が高まっている。実際の足入れの良好な靴, 売れ筋のよい靴とはどのような靴なのか解明するために, 靴型の外寸, およびそれらの靴型を用いて生産された靴の内寸を測定し, それぞれのデータの比較を行い, 足にやさしい靴づくりを支援するための基礎データを収集した。

2 測定方法

ケミカルシューズ (婦人靴, ヒールもの23.5cm, 24.0cmのサイズのもの) を測定の対象とした。

三次元接触型測定機は (株) 小坂研究所製, 人体足形状測定機 (VECTRON) を使用して, 靴内寸の三次元座標測定を行った。ここで, 測定に使用するケミカルシューズの踵, つま先の二点を固定し, プロープには長さ20cmで先端に角度を持たせたものを用いた。また, 踵を固定点とし, プロープを靴の内側に接触させながら, 一点ずつ手動による計測を行い, 靴内寸の三次元座標データを得た。

3 結果と考察

天然皮革, 合成皮革, 雑材の三種類の素材を用いて製造されたケミカルシューズ計100足分の三次元座標データを収集した。これらのデータを三次元CADでスムージングし, 得られた靴内寸の三次元図形の例をFig.1に示す。

測定したすべてのケミカルシューズの内寸と靴型を比較するために数種類のパラメータを設定した。足長はつま先の最先端と踵の最先端の距離, 足幅は足囲を求める際の周り寸断面の幅で, 底面に投影したときに第一指中指骨点と第五指中指骨点の距離, 踵幅は底面に投影した

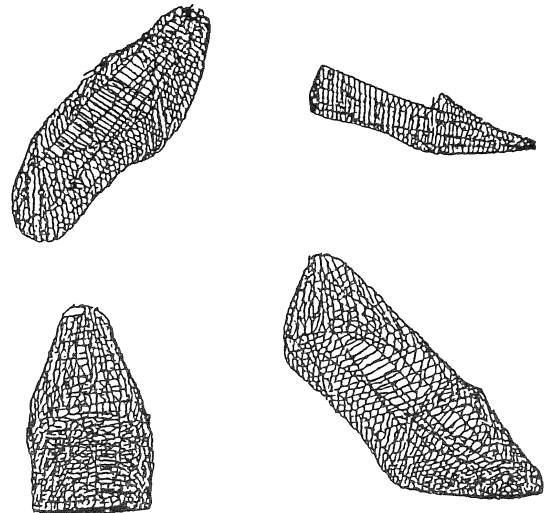


Fig.1 The inside measurement of shoes.

ときの踵点から足長の18%のところの幅を示している。

靴型と靴内寸の寸法差は足長差が-13mm~+9mmで0を中心とした正規分布である。足幅差は+1mm~+14mmであり, すべて靴型の方が大きい。つまり靴内寸の方が小さいことを示している。踵幅差は+1mm~+16mmであり, 足幅差と同様に靴内寸の方が小さいことを示している。これらの結果から靴型と靴のサイズの差は靴に用いる素材, 製造時, とくにつり込み工程で甲材を引っ張る強さに大きく影響されることが明らかになった。

4 結 論

以上の結果から靴型の設計に際して足幅, 踵幅などの部分を補正し, バランスのよい製品作りが可能になり, 人の足形をレーザー法で測定し, 得られたデータを靴型と靴内寸のデータと照合することで, 足入れが良好で, 履き心地のよい靴を消費者が選択する指針とすることができる。

27. 複合材料によるコンクリート構造物の補強

日下貴之, 杉本 護, 島津忠司, 森山茂樹, 有年雅敏, 福地雄介, 山本章裕, 岸本 正, 安東隆志, 阿部 剛

生産技術部

1 緒 言

阪神・淡路大震災では、高速道路を始めとする多くのコンクリート構造物が甚大な損傷を受け、その復旧と今後の震災に備えた補強技術の確立が急務となっている。

一方、コンクリート構造物の補強工法として、近年、CFRP (Carbon Fiber Reinforced Plastic, 炭素繊維強化プラスチック) 材による補強工法が開発され、阪神・淡路大震災の復旧工事にも採用されている。この工法の利点は、CFRP材が鉄鋼材料などに比べてはるかに大きい強度・比剛性を有するため構造物の重量を増加させることなく補強を行うことができるという点と素材が厚さ1mm程度のシート状で供給されるため作業性がよく、工期が短いという点にあるが、その補強メカニズムについては十分な検討がなされているとはいえない。また、補強に用いるCFRP材そのものの機械的特性についても十分に解明されているとはいえない。

以上のことから、本研究では、CFRP材を用いたコンクリート構造物の補強工法について主にコンピュータシミュレーションを用いて解析し、その有効性と問題点について考察した。加えてSHPB (Split Hopkinson Pressure Bar) 法を用いて、地震による衝撃荷重に相当するひずみ速度下でのCFRP材の材料特性について検討した。

2 実験方法と結果

SHPB法を用いて、CFRP材 (T300/2500, 東レ製) の曲げ試験および破壊じん性試験を行い、衝撃荷重下 (負荷速度10m/s) におけるCFRP材の機械的特性を測定した。その際、試験方法はJIS規格に準じた。

実験結果から、縦弾性係数およびポアソン比については、ひずみ速度依存性は小さいことが明らかになった。一方、破壊じん性値には明瞭なひずみ速度依存性が認められ、静的荷重下での破壊じん性値に比べて衝撃荷重下での破壊じん性値は約20%程度低下することが明らかになった。

3 有限要素解析方法と結果

汎用有限要素解析コードMARCを用いて、CFRP材によって補強されたコンクリート円柱の強度解析を行った。コンクリート円柱の直径は500mmとし厚さ0.5~4mmのCFRP材で補強した場合について検討を行った。その際、CFRP材の材料特性は前述の衝撃試験によって測定した実測値を用いた。また、解析では軸対称性を考慮したモデル化を行った。

有限要素解析結果から、未補強の場合に比べて、CFRP材によって補強した場合には、コンクリート円柱に働く応力 (ミーゼスの相当応力) は約5%程度低下することが明らかになった。この結果は、CFRP材による補強がコンクリート円柱の初期損傷を制御する効果が必ずしも大きくないことを示すものであり、従来報告されている実験結果を考慮すると、CFRP材による補強効果は初期損傷の抑制効果よりむしろ初期損傷発生後のき裂進展の防止あるいはエネルギー吸収に有効であることが示唆される。

4 まとめ

CFRP材を用いたコンクリート構造物の補強メカニズムを解明するため、CFRP材の衝撃荷重下での機械的特性の測定とCFRP材によって補強されたコンクリート円柱の強度解析を行った。その結果、CFRP材の弾性率についてはひずみ速度依存性は小さいが、破壊じん性については負のひずみ速度依存性があることが明らかになった。また、CFRP材によるコンクリート構造物の補強効果は初期損傷の抑制という意味では必ずしも大きくないことが明らかになった。

今後、初期損傷発生以後のき裂進展段階における解析を行い、補強メカニズムについてさらなる検討を行うことが必要である。

28. 精密工業製品の立体形状の評価技術に関する研究

松本哲也, 三宅輝明, 一森和之, 北川洋一, 三浦久典, 金谷典武, 中里一茂, 才木常正, 熊澤由佳子

電子部

1 はじめに

精密部品の外観検査などの現場では, 光を用いて物体の三次元形状を測定したいという要求が強い. なかんづく, 最近では, 透明な物体の内部にある「す」などの空隙の厚さを非破壊で測定したいという要望も寄せられている.

そこで我々は, レーザと異なり干渉し得る距離の短い光源で干渉計を構成し, 干渉を生じる距離を高精度に測定する方式(低コヒーレンス干渉法)で, 物体表面内部の空隙を測定する手法を検討した.

2 測定原理

低コヒーレンス干渉法による物体表面内部の空隙(あるいは「す」)測定の原理をFig. 1に示す. SLD(Super Luminescent Diode) から出た光を, 対物レンズにより平行光にし, マイケルソン干渉計に入射させる. SLDのコヒーレンス長(異なる経路をたどった同一光源の光が干渉し得る最大光路差)が数10 μm と非常に小さいため, 物体からの反射光とミラーからの参照光の光路差が数10 μm 以下となる位置でのみ, ビームスプリッターで重ね合された光が干渉する.

このことから, 表面内部の微小空隙測定が可能となる. すなわち, Fig. 1の右に示すように, 光を透過する物体の表面内部に空隙がある場合, 入射光は物体表面, 空隙の前面ならびに後面のそれぞれの境界面で反射する. ビームスプリッターに再入射する光には, これらが重ね合された光が入射する. ここで参照ミラーを一軸微動ステージにより光軸方向に移動させて参照光の光路長を変えてゆくと, フォトディテクタ上では, 測定物体のある1つの境界面からの反射光のみと干渉して干渉信号が現れる. そこで, 空隙の前後面からの反射光と干渉する時の参照ミラーの位置を精度よく求めることで, 表面内部の空隙の厚みを測定することができる.

3 実験結果と考察

実験では, 厚さ1mmのスライドガラスを2枚重ねて用い, その間に厚さ約10 μm の食品用ラップフィルムを2枚

重ねて挟み, 20 μm の空隙を生成させたものを用いた. 参照ミラーの移動距離に対するフォトダイオードの出力信号をFig. 2に示す. 20 μm の空隙の前面からの反射光による干渉信号と, 後面からの反射光によるそれとが分離されていることがわかる. それぞれの干渉信号の中心位置を求め, その2点間のステージ移動量を得ることで, 空隙の厚さが求められる.

4 むすび

空間コヒーレンス長の短い光源を用いた光干渉法により, 物体表面内部の微小空隙の幅を測定する手法を提案した. また, 実際にガラス内部の厚さ20 μm の空隙を測定し, 本方式の有効性を確認した.

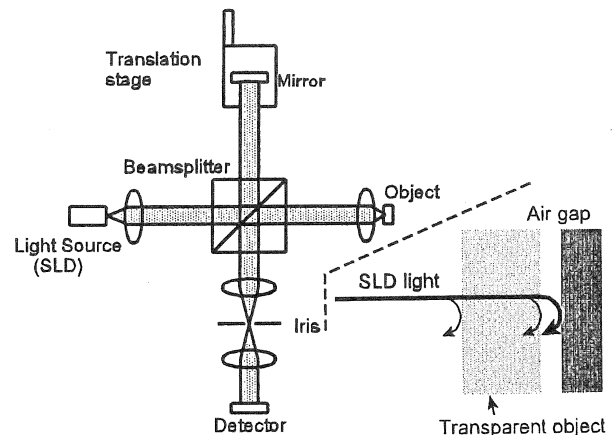


Fig.1 Low-coherence interferometer for air-gap measurement.

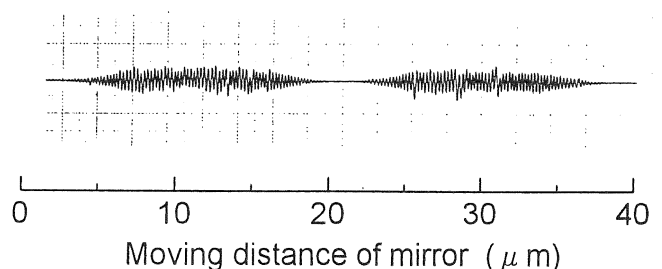


Fig.2 Detector output versus moving distance of reference mirror.

29. イオンプレーティング法による立方晶型炭窒化ホウ素膜の作製

上月秀徳, 後藤浩二, 稲葉輝彦, 園田 司, 山岸憲史, 柴原正文, 林 行信

機械金属工業指導所

1 緒 言

立方晶型炭窒化ホウ素 ($c\text{-BCN}$) は, ダイヤモンドと立方晶窒化ホウ素 ($c\text{-BN}$) の両者の性質を合わせもつ新物質と考えられている. これまでに高温高压条件下での $c\text{-BCN}$ 合成は検討されている. 本研究では低圧気相合成法の1つである反応性イオンプレーティング法による $c\text{-BCN}$ 膜の合成と膜中に存在するCの化学結合状態について検討した.

2 実験方法

平衡磁界中での熱陰極プラズマを用いた反応性イオンプレーティング法により, $c\text{-BCN}$ 膜の作製を行った. 基板にはSiウェハを用い, -65V の基板バイアス電圧を印加した. 圧力 $1 \times 10^{-1}\text{Pa}$ の $\text{Ar} + \text{N}_2 + \text{C}_2\text{H}_2$ プラズマ中で金属ホウ素を電子ビーム蒸発させて成膜した.

膜中のCの化学結合状態は, EPMAで測定したCK X線放射スペクトルのDV-X α 分子軌道計算を用いた解析法により調べた.

3 結果と考察

最大C含有量約10mol%の $c\text{-BCN}$ 膜を作製することができた. これ以上のC含有量をもつBCN膜の結晶構造は六方晶であった.

Fig. 1 (1)にEPMAで測定したCK X線放射スペクトルを示す. 10mol%以下のC含有量の $c\text{-BCN}$ 膜からのCK X線放射スペクトルはいずれもほぼ同じ形状を示し, ダイヤモンド, グラファイト, B_4C からのCK X線放射スペクトル形状とは明らかに異なる. DV-X α 分子軌道法で計算したCの2p電子状態密度から $c\text{-BCN}$ 膜のCK X線放射スペクトルを理論的に求めた. その結果をFig. 1 (2)に示す. この図で上に描いたスペクトルは $c\text{-BN}$ 中のN原子の位置をC原子に置き換えて求めたものであり, 下のスペクトルはB原子位置をC原子に置き換えて求めたものである. 実測CK X線放射スペクトルの主ピーク位置と主ピーク形状が下のスペクトルのものとほぼ一致するため, 膜中のC原子は $c\text{-BN}$ 中のB原子と同じ化学結合状態であり, C-N結合 (sp^3 結合) していると考えられる.

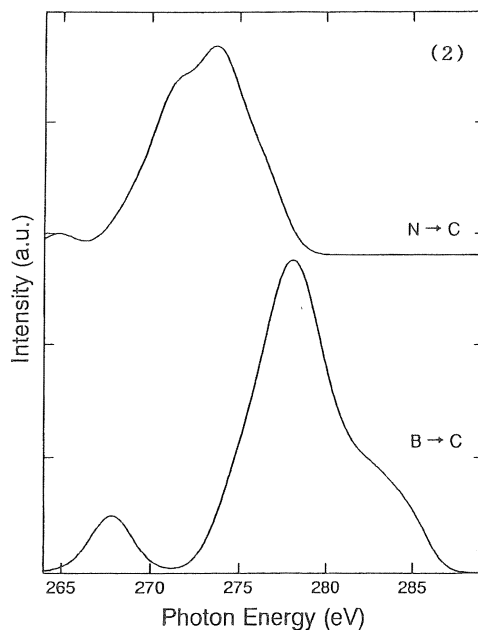
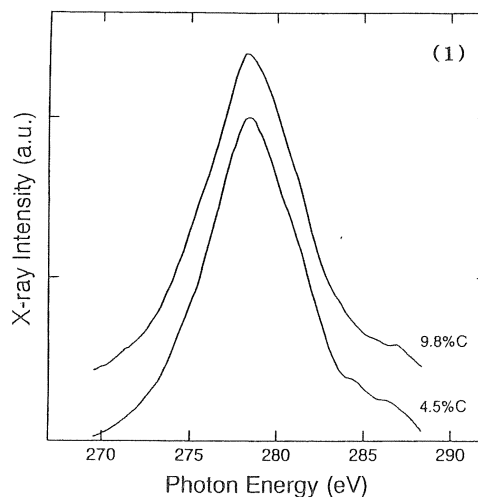


Fig.1 CK-emission spectra of cubic BCN thin film, measured with an EPMA (1) and calculated with the DV-X α method (2).

4 結 論

最大C含有量約10mol%の $c\text{-BCN}$ 膜が作製できた. この膜中のC原子は $c\text{-BN}$ 中のB原子位置と同じ化学結合状態にあり, Nと sp^3 結合していると考えられる.

30. 光触媒を利用したポリエステル繊維表面の処理

杉本 太, 長谷川 勝, 磯野禎三, 瀬川芳孝, 中野恵之, 平瀬龍二, 小紫和彦

繊維工業指導所

1 緒 言

ポリエステル繊維は、高引張強度、耐熱性などを有し、衣料品をはじめ数多く利用されている。しかし、天然繊維に比べ、保水、吸湿性などは低く、帯電し易い。また、染色における黒濃色化処理や深色化（彩度の高い発色）などが乏しい。

そこで本研究では、上記のような機能性の開発を目的として、光触媒機能を有する二酸化チタンを用いて、紫外線照射によるポリエステル繊維表面の改質を挙げ、その表面変化の観察を紫外線単独で照射した場合との比較検討を行った。

2 実 験

2.1 試料および光触媒

PETフィルム（ダイヤホイル、三菱樹脂製）は、厚さ100 μm を使用し、試料表面をメタノールで洗浄後、実験に供した。

使用した二酸化チタン粉末は、富士チタン製光触媒用酸化チタンTP-2Y（一次粒子：0.05 μm 、アナターゼ型）を使用した。

2.2 紫外線照射処理

紫外線照射の光源として、発光管の有光長70mm、400Wの高圧水銀ランプ（理工科学産業製UVL-400HA型）を用い、約5cmの距離で最高24時間まで照射した。試料は、200mg/lの二酸化チタン懸濁液中に浸漬した場合およびPETフィルム表面に二酸化チタン粉末を付与させ適度な湿度を与えた気相系の場合で紫外線照射を行った。なお、装置の概略をFig. 1に示す。

3 結果と考察

水中に二酸化チタン粉末を懸濁させた200mg/l溶液にPETフィルムを浸漬させた状態で紫外線を24時間照射した結果、UV単独（触媒無添加）の場合、Fig. 2(1)に示すように表面の形状は、長さ1~2 μm 程度の縞柄の凹凸が見られ、深さは数nm程度であった。一方、二酸化チタンで処理したものは、深さ数10nmで、穴状（口径約0.5 μm ）の形態が、Fig. 2(2)のSEM像により観察され、UV単独処理とは異なる二酸化チタンの効果が得られた。

この二酸化チタンの光触媒能は、適度の水分がないと

その効果は得られない。かつ、触媒と接する部分でこの効果が起こるものと思われる。そこで、触媒による凹凸効果を見るため、試料表面に触媒を付与し、適度な湿度下でUV照射を行い、その表面の凹凸変化の度合いを観察した。その結果、二酸化チタンで処理した表面の凹凸構造は水中の場合と異なり、穴状形態よりも全体的に凹凸が顕著になり、その規模も大きい。したがって、二酸化チタンの接する度合いが大きいほどその変化は大きく、また、UVの照射時間が5時間で表面形態が変化し、水中の場合よりもその進行が速いことが明らかとなった。

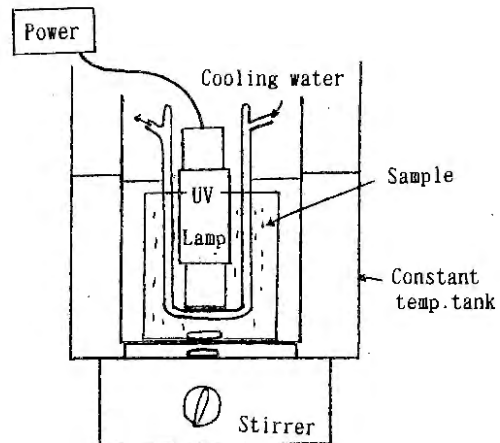


Fig.1 UV-rays irradiation device.

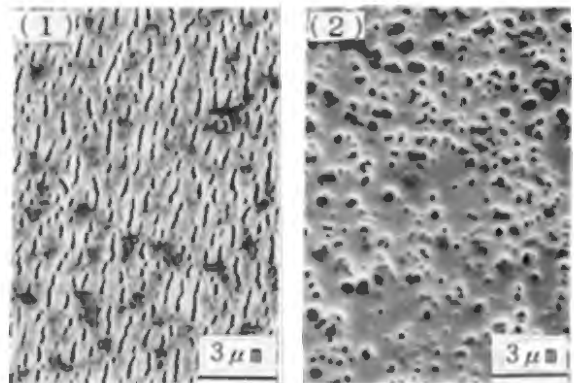


Fig.2 SEM images of the surface treatment of PET. (1) TiO_2 unexistence (2) TiO_2 existence

3 1. 非クロム鞣し実用化の検討

志方 徹, 中川和治, 有馬純治, 杉田正見

皮革工業指導所

1 緒 言

クロム鞣し法は優れた特性を持った革が得られることから、今日では主要な鞣製法になっている。しかしながら、環境配慮製品指向が高まる中で、鞣し革製造から廃棄に至る各段階で環境への負荷を低減する非クロム革が注目されるようになってきた。この非クロム系鞣しの実用化には、機械的、官能的な特性を十分に検討することが課題である。本研究では、脂肪族ジアルデヒド鞣剤で前鞣ししたウェットホワイトから本鞣しに合成鞣剤/植物タンニン剤を使用した非クロム革およびクロム鞣剤を使用したクロム革を調製、それらの革の性状を比較検討し、実用化を図るための示唆を得ることを目的とする。

2 実験方法

2.1 試料革の調製

北米産塩蔵成牛皮を通常の脱毛石灰漬けを行った後、2.5 mmに分割した石灰裸皮を試料皮とし、裸皮重量当たり1.5%の脂肪族ジアルデヒド鞣剤および置換型合成鞣剤1%を使用したウェットホワイトを調製した。次いでTable 1の本鞣し/再鞣処理により各種用途革を調製した。なお、Table 1は本鞣しに使用した主要鞣剤の組合せを示した。

Table 1 List of tanning procedures.

No.	Type of leather	Tannage
1	Shoe upper	Rechroming(6%)
2	Shoe upper	Chrome-free, Vege./synth. tanned
3	Bag	Rechroming(3%)
4	Bag	Chrome-free, Vege./synth. tanned
5	Shoe upper nubuk	Chrome-free, Vege./synth. tanned

2.2 再鞣革の機械的性質と耐乾熱試験

調製された非クロム革およびクロム革は通常の化学分析、機械的性質に加えて、ガーレ法剛軟度、10%伸長下繰返し応力試験を行った。耐熱試験は80、110、140及び170°Cで1時間加熱処理後の面積および柔軟性変化を測定した。

3 結果と考察

再鞣革の液中熱収縮温度および機械的特性をTable 2に示す。非クロム革の機械的性質はクロム革と比べて大きな差異は認められなかった。ガーレ法剛軟度および10

%伸長に要した仕事量は幾分差異が認められるが、これは鞣製処方修正により調整が可能な範囲と考えられる。

Table 2 Mechanical properties and shrinkage temperature of retanned leathers.

No.	Gurley's stiffness (10^{-7} Pa)	10% Modulus (MPa)	U* ²	Hysteresis index	Shrinkage temp. (°C)
1	5.0	0.7	2.6	0.58	117
2	4.0	1.2	4.8	0.66	82
3	3.3	1.9	6.5	0.57	100
4	2.4	1.9	7.7	0.60	83
5	5.8	0.7	2.5	0.60	80

*2 U: Energy input for 10% extension (unit: $\times 10^{-2}$ Joule/cm³)

革の液中熱収縮温度はクロム鞣剤6%を使用した場合117°C、3%で100°Cであった。非クロム革は80~83°Cと低かった。しかし、通常の革の水分(約15%)における耐熱処理(80~170°C, 1 hrs)による面積の収縮は非クロム革が小さいことを認めた。(Fig. 1)

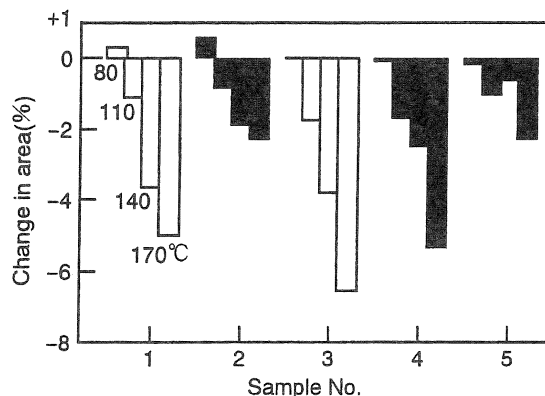


Fig.1 Change in area of leather by heating treatment.

4 結 論

脂肪族ジアルデヒド系鞣剤で前鞣ししたウェットホワイトをさらに植物タンニン剤/合成鞣剤の複合鞣した非クロム革の機械的特性を検討した結果、クロム鞣し革とほぼ同等の革が製造できることを認めた。また、耐熱性についても乾熱条件での面積収縮はクロム革に比べ小さく、また、柔軟性の変化も差異がないことから、実用性に問題がないことを認めた。

3.3. ペプチド結合試薬の開発

尾野凱生, 藤村 庄, 安井三雄, 井上守正, 石川 齊, 山中克人,
宮本知左子, 勝矢良雄, 目崎喜弘, 毛利信幸*¹, 松下 啓*¹

開発部, *1 企画情報部

1 緒言

チオール類などイオウ原子を持つ有機分子が金電極表面に容易に単分子状に配向性をもって吸着され, その吸着は安定であることが前年度までの研究で明らかになった. 本年度はこの成果に基づいて, C末端にシステインを持つ機能性ペプチドを合成し, 金電極表面に固定すると共に, ポルフィリンと複合させることで, この複合体の電子伝達機能を評価した.

2 実験方法

C末端にシステインを持ち, N末端から5番目の位置にポルフィリンのリガンドとなるヒスチジンを配した16アミノ酸残基からなる次の4種の構造形成性ペプチドを固相法によって合成した.

- 1.AC-ALEQKHAALQKLA-βAC-NH₂
- 2.AC-ALEQKHAALQKLA-βAC-NH₂
- 3.AC-ALEQKHAALQKLA-βAC-NH₂
- 4.AC-ALEQKHAALQKLA-βAC-NH₂

これらのペプチドをリン酸緩衝液に溶解(1450μM)し, 金電極基盤を15~30分浸漬固定し, 残余を洗浄除去した後, pH7.5のリン酸ナトリウム中で金属ポルフィリン溶液を加えて10分間反応させ金属ポルフィリン-ペプチド錯体を金電極表面に形成させた.

修飾電極の電気化学的特性は1昨年度の報告書¹⁾に記載した.

3 結果と考察

金電極基板上で目的の機能性ペプチドを固定する場合, 高密度・高配向し, かつリジッドな構造を持たせる必要がある. そのためにはヘリックス構造であることが要求される. 合成した4種のペプチドの円二色性分散計によるCDスペクトルでいずれも典型的なヘリックス構造をとることを確認した.

生体ではヒスチジンがヘムタンパク質に配位した構造となり, 電子伝達機能を司っている. このような生体の機能と構造を模倣したようなタンパク質フラグメントに相当するヘムペプチドを電極基板上に構築した.

Feポルフィリン/ヒスチジン/緩衝液でのモデル反応においてSoretバンドとして知られる紫外線吸収スペ

クトルが得られ, Feポルフィリンとヒスチジンは6配位をとっていることが明らかになった. しかしヒスチジン濃度を低下させると, 5配位構造をとる.

Feポルフィリン/ペプチド/緩衝液系では, 416nmにSoretバンドが強く現れ, 6配位でペプチド中のヒスチジンと錯体を形成していることが推測された.

金電極表面にFeポルフィリン/ペプチド/緩衝液の系でも同様であったので, これらの修飾電極を用いて酸化還元反応に対する応答性をサイクリックボルタンメトリ法で観察した.

リン酸ナトリウム緩衝液中では金電極自体やペプチド修飾電極は酸化還元反応に応答しなかったが, この緩衝液にFeポルフィリン/ペプチドの錯体修飾電極はFig. 1のように金電極は電気化学的応答を示した.

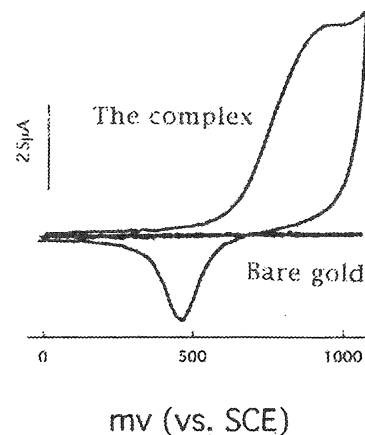


Fig.1 Electrochemical response of peptide Fe-porphyrin complexes in a phosphate buffer solution.

4 結論

固定した機能性ペプチドのヒスチジンの位置でFeポルフィリンと錯体を形成させたところ, 絶縁性のペプチドであるにもかかわらず, 電気化学的な酸化還元反応に応答し電子伝達機能を発現させることができた.

参考文献

- 1)尾野凱生, 毛利信幸他, 本誌, No.6,60(1997).

34. SPring-8を用いた透明導電膜の評価

泉 宏和, 石原嗣生, 吉岡秀樹, 上月秀徳*1, 松井 博, 元山宗之

無機材料部, *1 機械金属工業指導所

1 緒 言

高度情報化社会を担う電子機器の高品質化のために、液晶ディスプレイなどに用いられているインジウム—すず複合酸化物 (ITO) 薄膜に代表される透明導電膜の低抵抗率化、低温作製の要望が産業界で高まっている。しかし現状の製膜プロセスではもはや限界に近く、新規な製膜プロセスの開発が急務である。本プロジェクトでは高密度エネルギービームの複合・融合システムを開発し、実用レベルでの超高品質透明導電膜の作成技術の確立を目的としており、当センターではレーザーアブレーション法による透明導電膜の作製および県有ビームラインに設置されるX線表面分析装置を用いた膜の評価を担当している。今年度はレーザーアブレーション法によるITO薄膜の作製を行った。

2 実験方法

ITO (90wt% In_2O_3 —10wt% SnO_2) 焼結体ターゲットにKrFエキシマレーザーを照射して、ターゲットに対向させた単結晶Si (100) 基板上に成膜した。この時、基板温度を室温から300°C、導入酸素圧力を 1.3×10^{-4} Pa以下 (酸素導入なし) から 1.3×10^0 Paまで変化させた。さらに一部の試料については、酸素ラジカルビームを照射しながら成膜した。

3 結果と考察

レーザーアブレーション法で作製した膜、およびスパッタ法で作製した膜の組成をXPSによって分析したところ、スパッタ法で作製した膜ではターゲットに比べてSnが膜表面に偏析していたのに対し、レーザーアブレーション法で作製した膜では、Snの分布がターゲットのそれとほぼ同じで、Snの膜表面への大きな偏析は見られなかった。

成膜時の酸素圧力を 1.3×10^{-1} Paとし、基板温度を室温から300°Cまで上昇させると、抵抗率は 1.2×10^{-2} Ωcm から 1.3×10^{-4} Ωcm へと低下した (Fig. 1)。また100°C以下で作製した膜のXRDパターンにはブロードなピークしか見られず、結晶化はほとんど起こっていなかった

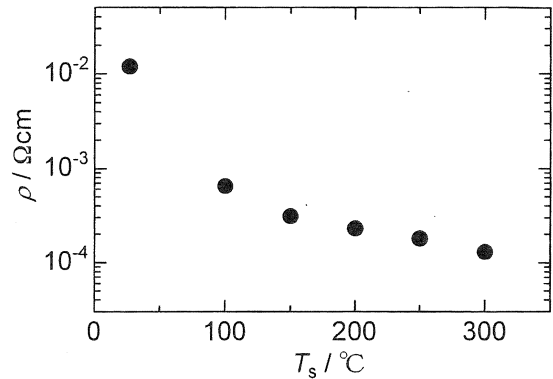


Fig. 1 Resistivity as a function of substrate temperature for ITO films prepared under an oxygen pressure of 1.3×10^{-1} Pa.

のに対して、150°C以上で作製した膜ではピークが見られ、基板温度の上昇とともにその半値幅は狭くなった。

基板温度を200°Cとして成膜時の酸素圧力を変化させたところ、酸素圧力の低下とともに抵抗率は低下した。これは、成膜時の酸素圧力が低くなるにつれて膜中の酸素空孔が増加し、キャリア密度が高くなるためと考えられる。しかしながら、酸素を導入せずに成膜を行うと、 1.2×10^{-4} Ωcm という低い抵抗率を示すものの、膜は褐色に着色し、XRDパターンにはIn金属に同定されるピークが現れた。

成膜時に酸素ラジカルビームを照射すると、基板温度が室温の場合には、抵抗率は著しく低下した。これは、ラジカルビーム中の活性な酸素種の影響によるものと考えられるが、詳細については明らかではない。

4 結 論

レーザーアブレーション法によるITO膜は、スパッタ法による膜と比べ、膜表面へのSnの大きな偏析は見られなかった。得られる膜の抵抗率は、基板温度が高いほど、また酸素圧力が低いほど低かった。さらに、基板温度が室温の場合、成膜時に酸素ラジカルビームを照射すると、抵抗率が著しく低下した。

35. CVM装置等による表面加工及び物性・機能の測定と評価

柴原正文, 園田 司, 富田友樹, 上月秀徳, 山中啓市, 西岡敏明, 林 行信, 脇坂彰一

機械金属工業指導所

1 緒 言

近年, 炭酸ガスレーザー加工は, 高出力化や信頼性の向上が図られ, 切断・穴開け・溶接・焼き入れなどに広く用いられている。レーザー加工機部品の中で, ミラーなどの光学部品は特に使い捨ての消耗品であるために価格が高く, 供給の安定化とリサイクル化が望まれている。レーザーミラー材料には各種のものがあるが, レーザ加工作業中に局部加熱されるために, 皮膜作製ミラーでは表面に亀裂または溶融が生じてしまう。高融点金属材料であるモリブデンは熱特性, 耐食性, 再加工性に優れ, 炭酸ガスレーザーの波長 $10.6\mu\text{m}$ の反射率が98.4%と高いことから, レーザミラー材料に適している。

そこで, モリブデン材料を高出力レーザーミラーとして用いるため, 高精度, 高能率に加工することを目標に, プラズマCVMによるモリブデン単結晶の表面加工実験を行った。そして, 試料温度上昇による効果と反応ガス組成による影響を検討した。

2 実験方法

2.1 実験装置

プラズマ発生用の高周波電力(周波数150MHz)は半同軸型空洞共振器によりチャンバー内のインピーダンスと整合させ, 回転電極(直径120mm, 幅100mm)に供給される。電極はアルミナ碍子, およびテフロン支持のマグネットカップリングにより, チャンバー内の他の構造物より絶縁されており, その表面には2次電子放出によるアーク放電防止並びに耐食性向上のためのアルミナ溶射が施されている。

2.2 加工試料

加工試料には, 2次再結晶法により作製されたモリブデン単結晶(純度99.98%)を用いた。加工試料の前処理方法は, 単結晶素材をワイヤークット放電加工により25mm角に成形し, 表面を研削加工により $500\mu\text{m}$ 除去した後, $50\mu\text{m}$ 湿式化学エッチングしたもので, 表面粗さ(Ra)が $0.456\mu\text{m}$ となった。

2.3 外部因子

プラズマCVM装置のチャンバー内における構成要素は回転電極, 試料, ステージである。試料表面の加工現象を作用する外部因子としては, 反応ガス種 SF_6 濃度, 希釈ガス He 濃度, プラズマへの投入電力:P, 電極と試料のと加工ギャップ, 試料温度, 回転電極周速を考えた。

3 結果と考察

加工速度が $1\text{mm}^3/\text{min}$ 程度以上の加工条件では, 加工表面は鱗状模様になり粗れ, 表面粗さも前処理面より悪化した。鱗状模様発生の原因として, 以下の反応生成物と硫化物の影響を検討した。

3.1 反応生成物

加工部周辺には青く色づいた反応生成物であるモリブデンフッ素化合物が付着した。したがって, 反応生成物が加工現象を阻害している可能性があるかと推察した。そして, 試料温度を上昇させれば, 反応生成物の揮発除去を促進し, 表面粗さが向上できると考えた。そこで, 簡便な昇温方法として石英ガラスを試料とステージの間に挟み込み, 熱的にステージから絶縁した状況で加工実験を行った。結果, 試料温度を 180°C 程度上昇させることにより加工速度及び表面粗さがともに大きく改善した。

今後は, プラズマからの間接的な加熱作用による試料温度の上昇する方法を行うのではなく, 試料台に加熱機構を持たせ, 積極的に試料温度を制御し最適化する必要がある。

3.2 硫化物

反応生成物以外に加工現象に阻害となるものとして, SF_6 から分離した硫化物が考えられる。これを加工表面より除去するため, 酸化化合物 SO_x として気化除去させることを考えた。そこで, SF_6 濃度1%に対して, O_2 濃度を3種類(0%, 0.5%, 1%)設定し, 加工実験を行った。加工ガスに O_2 を含有させた結果, 試料温度が上昇して加工速度が向上するが, 酸化作用が強いために, 表面粗さを悪化させる結果となった。

したがって, 酸素濃度は酸化作用を充分考慮した上で最適化する必要がある。

36. 指の動作解析及び義手の指先形状の最適化

三宅輝明, 一森和之, 北川洋一, 松本哲也, 三浦久典, 中里一茂, 才木常正, 熊澤由佳子

電子部

1 緒言

事故などにより手に損傷を受け、不自由な日常生活を強いられている人は多い。このため、種々の義手が開発されてきたが、装飾性と機能性の2つを満足する義手としては、重量の点から現在では1自由度の電動義手が主流となっている。これらの義手の指先形状は固定であるが、その形状は使い勝手が良いように決められたわけではなかった。

本研究では、健常者の指の関節角度を測定・解析し、義手の最適な指先形状を求めることを目的としている¹⁾。本年度は、実際にその指先形状を有する電動義手を試作し、評価実験を行った。

2 指関節角度測定および筋電義手製作

サイバークロブを装着した被験者10名に様々な対象物を掴んでもらい、指の関節角度を測定した。測定した関節は、示指遠位、示指近位、中指遠位、中指近位関節の4箇所である。対象物は、日常生活で良く掴むペン、スプーン・消しゴムなどの10種類である。そして、この対象物を掴んだときの関節角度データからクラスタ分析により指先形状を決定し万能型義手を試作した。また、食事動作に特化した形状として、特定の被験者のナイフを掴んだときの関節角度データにより、ナイフ型義手を製作した。このようにして求めた万能型およびナイフ型義手の指の関節角度また比較のために制作した従来型義手の指の関節角度をTable 1に、各義手の全体写真をFig. 1に示す。万能型義手と従来型義手の指先形状は比較的似ているが、ナイフ型義手と従来型義手の指先形状は異なっていることがわかる。

Table 1 Joint angles of produced artificial hands.

Joint	Usual (deg.)	Almighty (deg.)	Specialized (deg.)
Index PIJ	144	140	191
Index DIJ	155	170	171
Middle PIJ	144	133	117
Middle DIJ	155	168	149



Fig.1 Photographs of produced artificial hands.

3 製作した義手の評価

製作した義手にナイフを掴ませFig. 2 (a)に示す3つの方向にどの程度力が加えられるかを測定することにより各義手の性能を評価した。方向1はナイフをうい物を切る時に力を加える方向であり、方向2・3はそれに対して直交する方向の力で、どの位安定して使えるかを評価することが可能である。測定結果をFig. 2 (b)に示す。健常者が物を切るとき方向1に加える力を測定した結果、約10~20Nであった。いずれの型の義手もこの方向に加えられる力は8.5Nであることより、非常に堅い物を切るのは困難と考えられるが、通常の使用は十分可能と考えられる。一方、方向2・3については、従来型に対してナイフ型は対象物に作用する力が4割程度大きい事がわかった。以上の結果からナイフ型の指先は従来型、汎用型に比べてナイフを使う場合安定性が高く使い易いと考えられる。このように、指先の形状を改善することにより使いやすい義手とすることが可能となった。

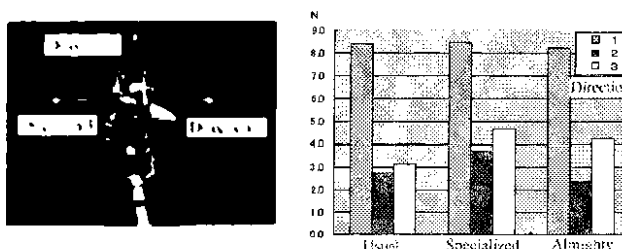


Fig.2 Experimental results of evaluations.

参考文献

- 1)加藤敏春, 北川洋一, 松本哲也, 三浦久典, 才木常正, 熊澤由佳子, 一森和之, 中里一茂, 本誌, No.7, 66(1998).

37. セルロース系繊維の酵素処理モニタリング技術に関する研究

中野恵之, 瀬川芳孝, 杉本 太, 平瀬龍二, 角田和成, 仙崎俊明, 小紫和彦, 木村良晴*1

繊維工業指導所, *1 京都工芸繊維大学

1 緒 言

セルロース系繊維の酵素処理モニタリングについては有効な分析方法がない。これまでの研究で、酵素によるセルロース繊維の分解状態はグルコースを定量することでモニタリングが可能であることが確認されている。

本研究では、酵素を利用した化学発色法により酵素処理モニタリングに必要な0.2g/l以下のグルコースの定量測定を検討した。

2 実験方法

2.1 試薬

(酵素) グルコースオキシダーゼ (以下GODと略す)

ペルオキシダーゼ (以下PODと略す)

(基質) D-グルコース

o-メトキシベンジジン(以下o-D Aと略す)

2.2 準備

1) リン酸緩衝液 (以下PBSと略す) pH6, 0.1mol/lの調整は、リン酸二水素カリウム 0.1mol/l溶液140mlとリン酸二水素ナトリウム 0.1mol/l溶液20mlを合わせて行った。

2) GOD溶液 : 25mg/10ml(PBS)

POD溶液 : 5mg/10ml(PBS)

o-D A溶液 : 15mg/10ml(0.01N塩酸)

を調整する。

3) PBS : o-D A溶液=25 : 1を混合, 100ml調整しA液とする。

2.3 反応操作

A液を5.0mlにPOD溶液を0.2ml, GOD溶液を0.2ml入れ, それに測定液0.5mlを混合し軽く振り混ぜた後, 蓋をして30°Cの恒温水槽に保持する。

2.4 測定

分光光度計 (日立製作所 (株) 製, U-2000A) で450nmで測定した。

3 結果と考察

酵素により化学的発色させたグルコース溶液では0.0125g/lにおいても発色が確認できた。低濃度においても

視覚によって十分に発色濃度が確認できることがわかる。実際の処理工程では、処理液中に脱着した染料や毛羽などの不純物も多く含まれるため、測定において分光光度計を使用した。各濃度での最大吸収波長450nmでの測定が適切と考えて測定した検量線から、低濃度のグルコースの定量測定においても十分な測定精度の得られることがわかった。この測定精度であれば、実用での酵素処理開始からの分解モニタリングが十分に可能と思われる。測定時間については、1分~15分における波長測定を行った結果、1分では吸光度曲線が安定しないが、3分で安定した波形となった (Fig. 1 参照)。

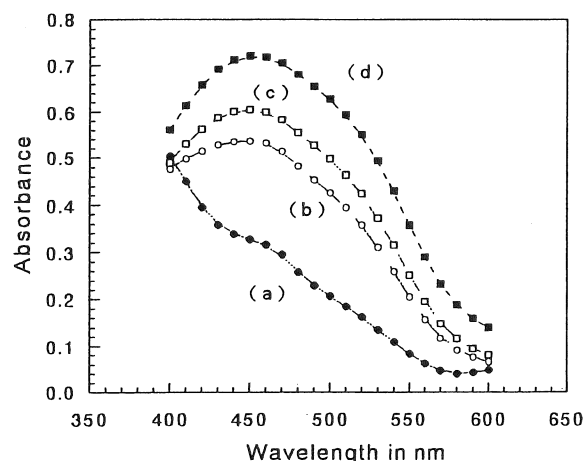


Fig.1 UV spectra of examination solution. Maintain time : (a),1min ; (b),3min ; (c),5min ; (d),15min

4 結 論

これらの結果から、セルロース系繊維の酵素処理モニタリングについては、酵素を利用した化学発色法により精密な定量測定が可能になったことがわかった。さらに、反応時間を正確に3分以上で固定し測定すれば、短時間でも精度良く測定できることが明らかとなった。

本研究は、新エネルギー・産業技術総合開発事業 (略称: NEDO) から中小企業事業団が受託している中小企業創造基盤技術研究事業に係る研究成果である。

38. マルトテトラオース生成アミラーゼの構造に関する研究

目崎喜弘, 勝矢良雄, 石川 齊, 尾野凱生

開発部

1 緒 言

*Pseudomonas stutzeri*の産生するマルトテトラオース生成アミラーゼには、生澱粉分解活性を持つもの(G4-1)と持たないもの(G4-2)とがあることが知られている。G4-2はG4-1の加水分解生成物であり、11kDaの生澱粉吸着ドメイン(SBD)を欠く。今回我々はG4-1を結晶化し、すでに構造のわかっているG4-2¹⁾を用いた分子置換法により、SBDの構造を明らかにすることを試みた。

2 実験方法

G4-1は、硫酸アンモニウムを沈殿剤として用いたハンギングドロップ蒸気拡散法により結晶化した。2週間で最大 $0.3 \times 0.4 \times 0.8 \text{ mm}^3$ の結晶が得られ、 2.2 \AA までの反射を与えた。得られた結晶は斜方晶系で格子定数 $a = 70.4 \text{ \AA}$, $b = 173.6 \text{ \AA}$, $c = 46.8 \text{ \AA}$, 空間群は $P2_12_12_1$ であった。

分子置換法はプログラムX-PLORを用いて行った。G4-2の構造(PDBエントリー2AMG)をサーチモデルとし、 2σ 以上の強度を持つ $15 \sim 4.0 \text{ \AA}$ までの反射4,969個を用いてローテーションサーチおよびトランスレーションサーチを行った。

精密化は 2σ 以上の強度を持つ $6.0 \sim 2.2 \text{ \AA}$ までの反射25,230個を用い、プログラムX-PLORのシミュレーティブドアニーリング法により行った。

3 結果と考察

分子置換法により、サーチモデルである加水分解ドメインをオイラー角で(257.5° , 10° , 100°)だけ回転し、分率座標で(0.035, 0.000, 0.035)だけ平行移動すれば、G4-1結晶での対応するドメインの位置に一致させられることが明らかになった。このときのR値は26.7%であった。引き続いて行った精密化により、R値は22.0%まで低下した。このモデルから計算によって求めた位相を用いて $F_o - F_c$ 差フーリエ電子密度マップを作成したが、SBDに相当する電子密度は見られなかった。データ測定に用いた結晶中の蛋白質をポリアクリルアミドゲルで電気泳動することにより、G4-1のSBDが分解により脱落したのではないことを確認した。SBDは結晶中で

規則正しい配列をしていない(ディスオーダー)ために、X線散乱強度への寄与がなく、電子密度としての観測ができなかったと推定される。

電子密度として観測されたG4-1の加水分解ドメインと、G4-2の加水分解ドメインとを重ね合わせ、アミノ酸残基ごとの原子座標のずれをプロットした(Fig. 1)。

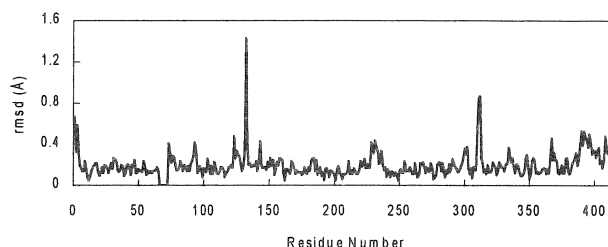


Fig. 1 RMS positional deviations between G4-1 and G4-2 molecules.

最も大きく動いたGly132はサーチモデルにおいてカルボニル酸素のアサインを誤っていたためであり、ディスオーダーしているSBDとの直接の関係はない。2番目に大きく動いているGln311は結晶パッキングの中で、電子密度として観測される最もカルボキシル末端側の残基Ser418とおおよそ 10 \AA の距離にあり、見えないSBDがこの部分を押しつけていることが考えられる。

4 結 論

生澱粉吸着ドメインはマルトテトラオース生成アミラーゼのみならず、グルコアミラーゼ、細菌型 β アミラーゼ、シクロデキストリン合成酵素などさまざまな酵素においてその存在が知られている。この研究により、G4アミラーゼのSBDにおいては加水分解ドメインとの相互作用が弱く、比較的独立に動きうることが示された。

参 考 文 献

- 1) Y. Morishita, K. Hasegawa, Y. Matsuura, Y. Katsube, M. Kubota, and S. Sakai, *J. Mol. Biol.*, **267**, 661, (1997).

3 9 . 粉末冶金－反応熱処理法による軽合金の作製と評価に関する研究

高橋輝男, 山田和俊*¹, 平井章夫, 高谷泰之, 柏井茂雄, 兼吉高宏, 赤松 信, 松井 博, 元山宗之

無機材料部, * 1 企画情報部

1 緒 言

粒子分散強化Al合金を開発するために, 本研究では分散粒子として, 化学的にも安定であると考えられる2ホウ化ジルコニウム(ZrB_2)粒子を採用した. 出発材料として純元素粉を使用し, メカニカルアロイング(MA)法により均質な粉末を作製した後, 加熱処理により合金内部でin-situに ZrB_2 粒子を分散させる方法について検討した.

2 実験方法

用いた粉末は, 純Al, 純Zrおよび無定型Bの各粉末である. 熱処理後に生成する分散粒子体積率が30vol%までとして各粉末を配合し, Spex8000粉碎/混合ミルによりアルゴン雰囲気中でMA処理した. MA合金粉を真空中673~873Kで3.6ks加熱することにより, 脱ガスを兼ねた反応熱処理を行った. 得られた粉末についてX線回折および硬さ測定を行った. 脱ガス後の合金粉については, 873Kで熱間押し出し(押し出し比: 16)することにより固化成形し, 透過型電子顕微鏡(TEM)によりマイクロ組織, 析出粒子形態および分布などを観察した.

3 結果と考察

Fig. 1は, 30vol% ZrB_2 相当の混合粉をMA処理した場合のX線回折図形変化を示す. 本合金系では, MA処理の進行によりZr(およびZr水素化物)の回折線は徐々にブロードニングし強度は小さくなった. さらにMA処理を行うと, MA処理中36と72ksの間で準安定(Al, Zr)相が生成することが明らかになった. 72ksのMA処理により, 準安定(Al, Zr)相中にわずかなZrが存在する混合粉末が得られた.

Fig. 2は30vol% ZrB_2 相当の混合粉を72ksMA処理後, 573~873Kで3.6ks熱処理した場合のX線回折図形変化を示す. 本合金系の場合, 573Kの熱処理ではZrと準安定(Al, Zr)相の回折線が鮮鋭化するのみであったが, 773Kで3.6ksの熱処理により準安定(Al, Zr)相が消滅し, ZrB_2 分散強化Al合金粉になった. 熱処理温度を

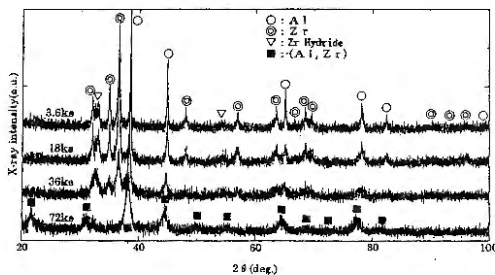


Fig.1 Change in the X-ray diffraction patterns of Al-Zr-B(30vol% ZrB_2) by mechanical alloying.

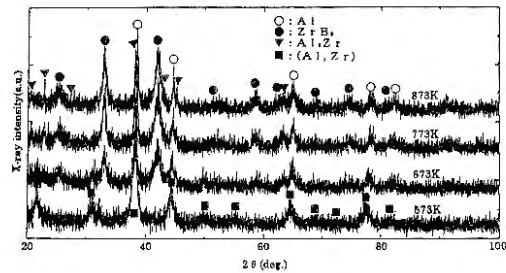


Fig.2 Change in the X-ray diffraction patterns of Al-Zr-B(30vol% ZrB_2) powders mechanically alloyed for 72 ks followed by heating at various temperatures for 3.6 ks..

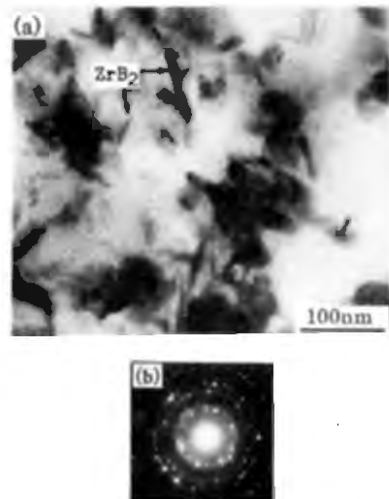


Fig.3 Typical TEM image (a) and SAD pattern (b) obtained from Al-10vol% ZrB_2 alloy extruded at 873K.

上昇させると ZrB_2 の回折線はより鮮鋭化し, ZrB_2 の成長が認められた. ただ, 873Kで3.6ksの熱処理でもわずかな Al_3Zr が残存していた.

Fig. 3 (a)および(b)は10vol% ZrB_2 含有合金押し出し材の典型的なTEM像およびSAD図形を示す. Alマトリックスの結晶粒は100~300nmであった. 図中に矢印で示すように ZrB_2 粒子は微細なロッド状で存在し, 均一微細に析出分散していた.

4 結 言

出発材料として純元素粉を使用し, MA-反応熱処理を行った. その結果, Al中に微細な ZrB_2 粒子がin-situに析出し, その分散は均一であることが明らかになった.

40. 金属-有機物複合皮膜の作製と特性評価に関する研究

西羅正芳, 高谷泰之, 赤松 信*¹

企画情報部, *1 無機材料部

1 緒 言

金属コーティング技術には大きく分けて乾式法と湿式法があり, 現在ではコスト面や加工面積の大きさなどの条件で湿式法が主流であり, 今後においても乾式法が主流になることは考えられない. これからは湿式法でユーザーのニーズに合わせた皮膜の開発が要求されている. その中で無電解Ni-Pめっき皮膜中にPTFE(四フッ化エチレン樹脂)粒子を共析させた複合めっき皮膜は低摩擦係数を有するため摺動摩擦に対して優れた効果を示し, 自己潤滑性皮膜として注目されている. しかし, めっき皮膜中に均一に粒子を共析させることは容易ではなく, 界面活性剤の添加による析出速度の低下または析出するめっき皮膜の表面あれが生ずるなど不都合が起こりやすい.

そこで本研究ではめっき速度の改善および得られた皮膜の摺動特性について検討した.

2 実験方法

界面活性剤にはカチオン性のものを用いた. めっき速度の改善にはめっき浴のpHと温度変化について検討した. 複合めっき皮膜の摺動特性は, 試料を回転台に取り付け, 相手材には直径6mmの鋼球を使用して回転させ, 摩擦部の発熱による温度上昇を測定して比較した.

3 結果と考察

Fig. 1のように, めっき浴(温度80°C)のpH上昇およびめっき浴温度の上昇につれてめっき速度は速くなるが, めっき速度が速くなると試料表面から出る水素ガスも激しくなり, 粒子の共析量は低下する傾向にあることがわかった. 摺動摩擦においては, Fig. 2のように摩擦熱の発生も小さいことが認められた.

4 結 論

- (1) pHおよび浴温を上げることにより, 複合めっき皮膜の析出速度を増加することができるが, 温度上昇によりPTFE粒子の共析量が減少する傾向にある.
- (2) めっき皮膜中にPTFE粒子を共析することにより

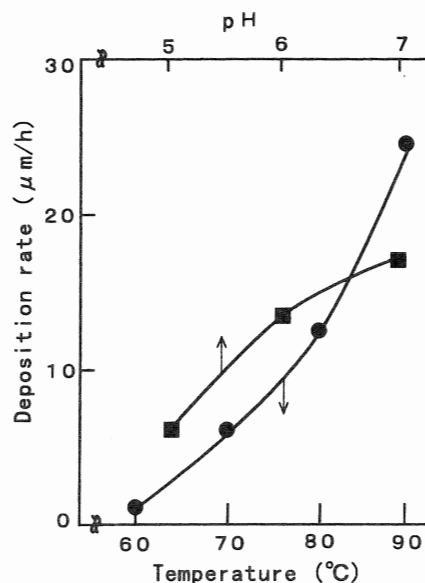


Fig.1 Relation between bath temperature, pH and deposition rate.

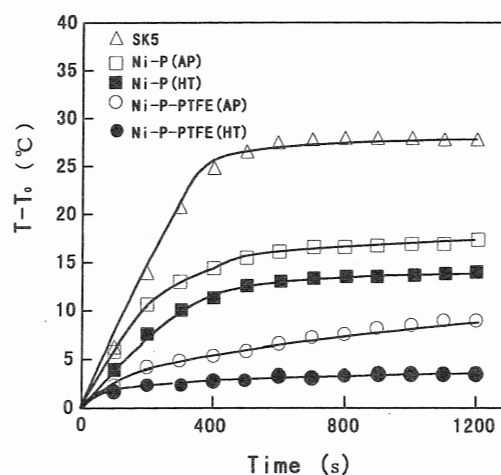


Fig.2 Change in temperature rise with time. (Load : 0.98N, sliding speed : 1.05m/s)

摺動摩擦による摩擦係数は小さくなり, 摩擦熱の発生が抑制された.

4 1. 有機無機高分子複合体の高性能化に関する研究

西森昭人, 長谷朝博, 鷲家洋彦, 奥村城次郎, 山口幸一

有機材料部

1 緒 言

新規素材を新しく合成することが困難になってきており, 代わりに既知の各種異なる材料を組み合わせることや材料の混合方法を改良することによって, それぞれの材料の持つ欠点を補い, 長所を活かした複合材を開発することが盛んに行われるようになってきた. そこで高分子材料の高機能化・高性能化を目指して, 従来無機ガラスやセラミックスの低温作成法として盛んに研究が行われてきたゾルーゲル法¹⁾を有機無機高分子複合体の高性能化に応用することを検討した. ゾルーゲル法には低温で反応でき, 簡便で, 特殊な装置を必要としない, 反応の組み合わせが多種多様であることなどの様々な利点があり有機材料の分野においても近年盛んに研究されるようになり, 様々な新規材料の開発が期待されている. 特に従来の複合材料よりも個々のドメインサイズが小さく, ナノメートルの分子レベルでの分散がなされている, いわゆるハイブリッド材料²⁾の開発においてはゾルーゲル法は大変有効な手段と成りうる可能性がある.

今回我々は高分子化合物に補強効果の高い無機充填剤を効率よく分散させるために, ゾルーゲル法の *in situ* 反応を利用し高分子マトリックス中に無機充填材を分散し高強度なものを得ることを目標とした.

2 調査と考察

高分子化合物としてはゴム, 無機充填剤としてはカーボンプラックに次ぐ補強効果の高いシリカを対象として考えた. ゴムにシリカを充填する場合も, 一般的に行われているゴムに無機材料を充填する方法と同様に, バンパリーミキサーやオープンロールにより機械的に混練することによってなされてきた. しかし, この方法では, いくら長時間をかけて混練したとしてもゴム分子中にシリカ分子を分子レベルでの大きさであるナノメートルスケールで分散させることは不可能である. その一方, ゾルーゲル法を応用することによってシリカをナノメートルのオーダーにまで細かくして分散させることが可能となり得る. そのことが Mark ら³⁾により, ポリマーにテ

トラエトキシシランの *in situ* ゾルーゲル反応を用いたシリカの導入が報告されて以来, 様々なゴムにシリカを充填し補強効果を高める研究が行われている⁴⁾.

固体であるバルク状態のゴムをテトラエトキシシラン水溶液中に浸せきして膨潤させてゴムマトリックスの網目の中を反応場としてゾルーゲル反応を起こさせて補強する方法では, ゴムの厚さ方向でのシリカ濃度の均一性のコントロールが難しいので全体を均一にする別の方法の検討が必要となる. 吉海ら⁵⁾はスチレンブタジエンゴムのラテックスにテトラエトキシシランを含む水溶液を混合攪拌し, ゾルーゲル法により高シリカ含有率で機械的強度の高い複合体を作成している. しかし, 得られた複合体中のシリカの粒子径はマイクロメートルのサイズであり, 今回目標としているナノメートルサイズのハイブリッド材料とはなっていない.

3 結 論

ゾルーゲル法を用いてゴムマトリックス中にシリカを機械的分散より細かく分散させることが可能であることがわかったが, 今後は, 材料全体に均一に分散したハイブリッド材料を作成するために, 浸せきして膨潤する方法ではなく, 溶液系での混合および反応について検討してシリカの補強効果を高める方法を研究する必要がある. さらにシリカの表面についても改質することができれば, 新しい機能を持ったゴムが得られる可能性がある.

参 考 文 献

- 1) 作花 濟夫, ゾルーゲル法の応用, アグネ承風社, (1997).
- 2) 中條善樹, 日本ゴム協会誌, 71, 217(1998).
- 3) Mark, J.E., Pan, S.-J. *Macromol. Chem., Rapid Commun.*, 3, 681(1982).
- 4) 池田裕子, 日本ゴム協会誌, 92, 728(1997).
- 5) 吉海和正, 山口雅裕, 西村克己, 日本ゴム協会誌, 69, 485(1996).

4 2 . 機能性高分子材料の開発に関する研究

石原マリ, 森 勝, 奥村城次郎, 山口幸一

有機材料部

1 緒 言

近年, 導電性などの電子機能やフォトクロミズムなどの光機能を有する有機材料に関する研究が盛んに行われている。電子受容体を有機分子中にドーピングすることにより導電性が向上することはよく知られており, このことを利用した導電性有機材料の開発も数多く行われている。一方, その化学構造については, 機能性発現のメカニズムと関連して重要であるが, 未だ不明な点も多い。

著者らは, ポリスチレン膜中にドーピングしたヨウ素の化学状態を調べた。その結果, ヨウ素は, 膜表面では, 主に I_3^- として存在していることを明らかにした^{1, 2)}。ところで, 銅フタロシアニン(CuPc)は, 青色顔料として広く利用されており, また, p型半導体としての特性を有し, ドーピングによる導電性の向上も報告されている。CuPcとヨウ素との相互作用によるCuPcの分子構造の変化あるいはヨウ素の化学状態の変化については, その導電性とも関連して興味深い。本研究では, ヨウ素ドーブポリスチレンからCuPc膜へ拡散したヨウ素の化学状態について, X線光電子(XP)スペクトルを測定することにより調べた。

2 実験方法

ポリスチレン膜に, ヨウ素蒸気を室温で2.5時間さらし, ヨウ素ドーブポリスチレン膜とした。これに, CuPcを室温, 10^{-5} Torrの真空下, 真空蒸着し, CuPc蒸着膜を得た。得られたCuPc蒸着膜のXPスペクトルの測定を行った。

CuPc蒸着膜の膜厚は, 同時に作製したSi基板上のCuPc膜を用いてエリブソメーターにより測定した。

3 結果と考察

ヨウ素ドーブポリスチレン上に蒸着したCuPc膜の $I_{3d_{5/2}}$ スペクトルについて, ピーク分離を行った結果をTable 1に示す。

いずれの膜厚の場合においてもヨウ素に基づくピークを観測し, ポリスチレンからCuPcへヨウ素が拡散していることを確認した。また, いずれの場合においても少なくとも2つのピークに分離でき, 2種類以上の化学状態のヨウ素が存在していると考えられた。

Table 1 XPS results of copper phthalocyanine films on iodine-doped polystyrene.

Thickness of Films /Å	$I_{3d_{5/2}}$ Binding Energies /eV
40	619.3(s), 620.9(m)
150	619.9(m), 621.7(s)
300	621.0(w), 622.1(s)

(s)strong, (m)medium, (w)weak

XPSは, 試料表面約50Å以内における各元素の化学状態についての情報を得る方法である。したがって, 異なった膜厚のCuPc膜のXPスペクトルから, 拡散過程におけるヨウ素の化学状態の変化を知ることができる。膜厚40Åの場合, 619.3eVおよび620.9eVにピークを観測し, それぞれ I_3^- および I_2 分子あるいは I_5^- に帰属できると考えられる。膜厚が厚くなるにしたがって, 両ピークとも高エネルギー側へシフトして観測された。すなわち, ポリスチレンからCuPc表面までヨウ素が拡散する過程で, ヨウ素からCuPcへの電荷移動が起こった結果, ヨウ素の化学状態は I_3^- , I_2 分子あるいは I_5^- から, より電荷密度の小さい状態に変化したと考えられる。

4 結 論

ヨウ素ドーブポリスチレンからCuPc蒸着膜へのヨウ素の拡散過程にともなうヨウ素の化学状態の変化について, XPSにより調べた。その結果, ポリスチレンからCuPc表面までヨウ素が拡散する過程における, ヨウ素の化学状態についての知見を得ることができた。

参 考 文 献

- 1)石原マリ他, 本誌, No.7,75(1998)。
- 2)M.Ishihara, J.Okumura and K.Yamaguchi, J.Polym. Sci.:PartB:Polym.Phys.,34,587(1996)。

4.3. 包装材料の防滑性に関する研究

山崎 潔, 奥村城次郎, 山口幸一

有機材料部

1 緒言

CO₂規制など省エネルギー時代にあつて物流効率化は大きな命題であり、段ボール包装による一貫パレチゼーションなどのユニットロードシステムの普及が進みつつある。この場合段ボール箱はパレットに積み付けられて輸送するが、積み付け効率や荷崩れ防止対策が問題となる。とくに急速に需要を伸ばしているビールや清涼飲料の段ボール箱では、荷役の工程で大きな外力が加わるため荷崩れ防止のための防滑対策が取られることが多い。

本研究では、構造上の方向性を有する段ボールの滑り特性を検討し、防滑対策に寄与することを目的とした。

2 実験方法

2.1 滑り特性測定装置

段ボールの滑り摩擦係数と滑り傾斜角は、引張試験機（島津オートグラフDCS-100）の下部可動梁にサンプル

支持台を取り付け、Fig.1 のとおり引張荷重の測定から求めた。

2.2 供試品

用いた段ボールは、B級ライナのA段で、印刷済みではあるがインキの乗っていない部分を選んでサンプリングした。

3 結果と考察

Fig.1 の方法により求めた段ボールのフルート（段）方向に対する滑り特性をTable 1 にまとめた。上下の段ボール箱の方向を変えることにより滑り易さに差が生じた。すなわち段ボールの滑りによる荷崩れ防止のためには積み付けの際、風車型あるいはレンガ積みが望ましく、例え棒積みの場合でも交互列積み（JIS,Z-0111）を採用する必要のあることを意味する。

Table 1 The slipping characteristics of corrugated fibreboards.

Flute direction	Friction coefficient		Angle of inclination θ :deg.
	static: μ_s	dynamic: μ_k	
MD/MD	0.54	0.51	26.4
TD/TD	0.48	0.48	25.6
MD/TD	0.53	0.52	27.1

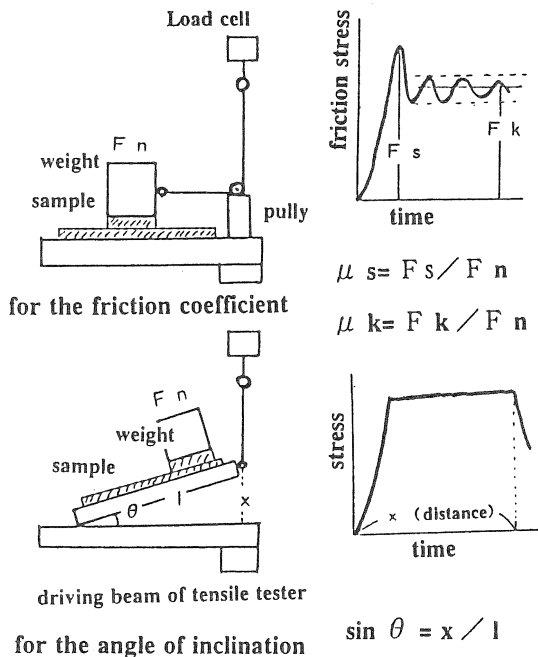


Fig.1 The measuring devices and methods of the slipping characteristics.

4 結論

包装貨物の荷崩れ原因となる段ボール箱の滑りの問題に対し、その評価方法と特徴を研究した。評価に関しては引張試験機にて精度よく測定が可能であった。また滑り防止の意味から段ボール箱積み付けに際して上下のフルート方向の交差が効果のあることが証明された。

4.4. 車椅子の機能高度化に関する研究

阿部 剛, 杉本 護, 島津忠司

生産技術部

1 はじめに

下肢の不自由な人の移動機器としては車いすが一般的である。障害の度合いによって電動のものや手動のものが使用されている。

車いす自身の研究は、ユーザーや理学療法士、作業療法士、およびリハビリテーションの立場からの工夫は行われていたが、経験的なものが支配的で理論的な議論はまだ少ない。そこで昨年度は、手動車いすに関して運動モデルの構築を試み、それをもとにいくつかの解析を行った。今回はその続報である。

2 手動車椅子の運動方程式

前回導き出した車椅子の運動方程式は以下である。

$$f_w + f_c + f_s + f_a = F$$

これは以下の仮定をもとにした。

[仮定]

- 運動方程式の座標系は車いす側面の平面内に限る。
- フレーム部およびシートユニットを一つの剛体とし、駆動輪、キャストの3つの部分を基本とする。
- キャストの鉛直まわりの回転は無いものとする。
- 駆動輪およびキャストの車軸の摩擦は考えないものとする。
- 走行平面は平坦とし、車輪のスリップは無いものとする。

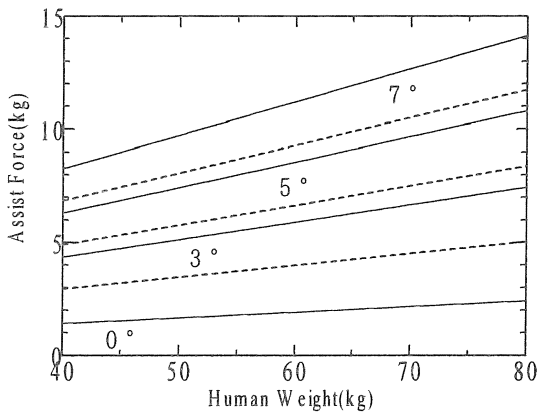


Fig.1 Simulation of assist force.

—— dynamic, - - - - static

f_w : 駆動輪の転がり抵抗, f_c : キャスターの転がり抵抗
 f_s : 勾配抵抗, f_a : 加速抵抗, F : 外力

実際の実験値と比較し、静止状態や一定速度で移動している状態など、釣り合いの取れた状態での結果は良好であり、導いた式の妥当性は検証された。Fig. 1は運動方程式をもとに、0°、3°、5°、7°の傾斜での体重による介護力の変化をシミュレーションしたものである。破線が静止状態で、実線が一定速度で移動中の介護力である。これを用いれば、電動車椅子などで必要なモーターの出力などの設計段階での計算に応用する事も可能である。

3 おわりに

介護力のシミュレーション結果に関しては、別に試作を行っている電動車椅子の設計段階での理論計算に利用し、モーターなどの出力計算に有効である事が分かった。

今回求めた介護力とは別に、外力を作用させた時の挙動についても解析を行ったが、計算結果がうまく求められないケースも出てきた。原因として考えられるのが、始動時における、今回求めた式とは別の力が作用する事や、転がり始めから一定速度に至るまでの抵抗力の変化について不明な点があり、今後はこれらについて検証し、より精度の高い運動方程式を求めていく予定である。

参考文献

- 1) 景山克三, 景山一郎, 自動車力学, 理工図書, (1984).
- 2) 自転車産業振興協会, 平成3年度 車いすの標準化に関する調査研究報告書, (1991).
- 3) Bengt Engstr, からだにやさしい車椅子のすすめ, 三輪書店, (1994).
- 4) 市川誠, 車両移動機構の走行力学, 日本ロボット学会誌, 13,213(1995).
- 5) 大川嗣雄, 伊藤利之, 田中理, 飯島浩, 車いす, 医学書院, (1987).

45. アルミニウム合金と異種金属との接合技術に関する研究

有年雅敏, 杉本 護, 島津忠司, 沖田耕三*1

生産技術部, *1 産業デザインセンター

1 緒 言

アルミニウム合金は、異種金属、例えばステンレス鋼と高い継手性能を持つ接合ができれば、低温・真空機器用部品などの分野に広範に適用されるものと期待される。しかし、従来の溶融接合法では、同金属間において良好な強さが得られる接合はまだ達成されていない。

本研究は、アルミニウム合金と異種金属との接合に固相接合の摩擦圧接法を適用するため、継手の強さを支配する因子の一つである圧接部の金属組織について調べた。

2 実験方法

供試材は、Mg-Si系アルミニウム合金6061とオーステナイト系ステンレス鋼SUS304である。接合部は直径16mmの同径丸棒に加工して、プレーキ式の摩擦圧接機によって接合した。金属組織は、TEM, EPMA, EDSによって観察した。

3 実験結果

Fig. 1は、摩擦圧力 $P_1=30\text{MPa}$ 、アセット圧力 $P_2=60\text{MPa}$ 、摩擦時間 $t_1=3.0\text{s}$ で接合した圧接部のEPMAによる組成分析の結果である。圧接部においてMgが濃化しているのが確認された。そこで圧接部の状態を明らかにするため、TEMによって観察した。Fig. 2は、圧

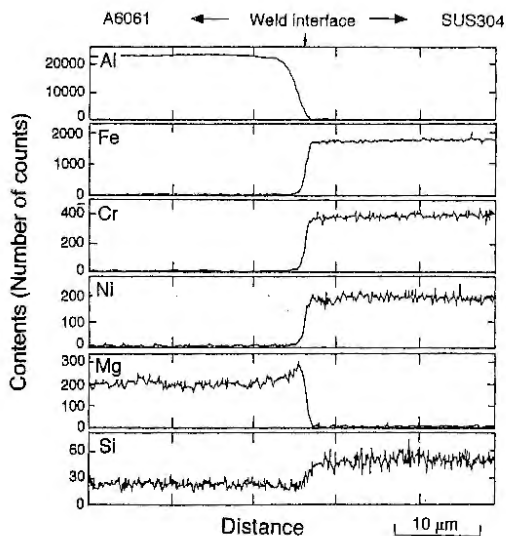


Fig.1 Distribution of each content by EPMA at weld.

接面近くの明視野像(Fig. 2(a))およびEDSによる分析結果(Fig. 2(b))である。明視野像からは明確な反応層は確認することはできないが、EDS分析からは両部材の各元素が相互拡散しており、元素濃度が一定となった部分が認められる。この反応層の厚さは約263nmであった。この圧接面からは反応相を同定することはできなかったため、曲げ試験後の破面から抽出レプリカ法によってTEM試料を作製してTEM観察した結果、 Fe_2Al_5 と同定された。

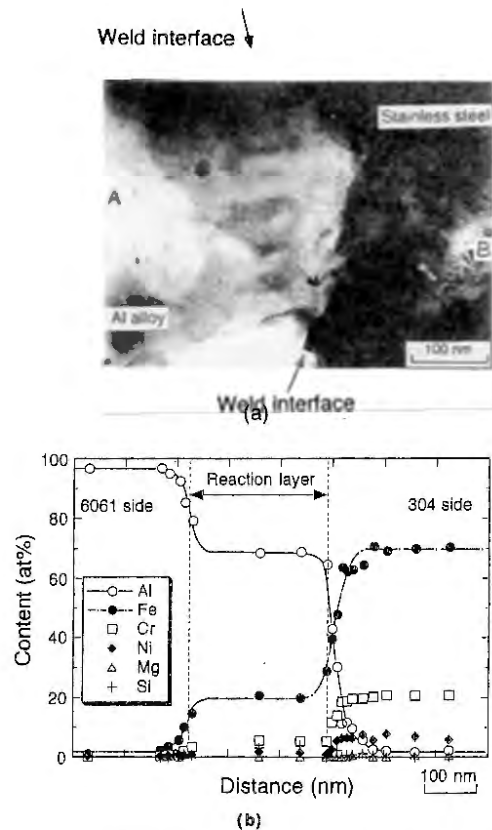


Fig.2 TEM image at peripheral region at weld. (a)bright field image, (b)EDS analysis on line AB.

4 結 言

6061アルミニウム合金とステンレス鋼SUS304との摩擦圧接では、高温強加工によって微細な金属組織が形成されていた。また、圧接面においてはアルミニウム合金とステンレス鋼中の各元素が相互拡散しており、 Fe_2Al_5 の金属間化合物が生じていることが明らかになった。

4 6 . 接合継手の界面の力学特性評価に関する研究

福地雄介, 杉本 護, 島津忠司

生産技術部

1 緒 言

接着接合は, その工程の簡便さから現在, 最も一般に利用されている接合法の一つである。継手の強度の信頼性の向上には, 継手の強度を正確に評価する必要がある。接着継手は, 異種材料継手であるため, 接合界面近傍には高い応力集中が生じ, 継手の強度を支配する重要な因子となる。現在, 種々の継手様式の接着層の応力分布について弾性解析や有限要素法などによる数値解析が行われ, その分布が明らかにされている。これらの解析時の接着層の弾性定数は, 接着層と同じ材料のマクロ試験片を用いて測定された値が利用されている。しかし, 接着層は非常に薄いため, マクロ試験片の結果とは異なることがひずみゲージ法による弾性定数の測定結果より指摘されている。そこで, 本研究では接着層の弾性定数を正確に測定することを目的にレーザー干渉変位計の試作を試みた。

2 レーザー干渉変位計の試作

通常, 接着継手の実験にはエポキシ樹脂系がよく用いられる。弾性定数は, 約3.14GPa程度で被着体によく用いられるアルミニウムの約1/24の値であるため, 被着体に比べて非常に大きな変位が生じる。しかし, 接着層の厚さは, 0.1~0.2mm程度しかないため, 例え継手が破壊しない程度の応力10MPaを加えても変位量が0.3~0.6 μm 程度しかない。ゲージ長さがこれほど小さい変位計はほとんど無く, 接着層の弾性定数の測定は唯一ひずみゲージ法による測定でしか行うことができなかつた。しかし, ひずみゲージ法では, ひずみの量は精度よく測定できても変位量として不正確なものであつた。そこで, 非常に小さなゲージ長さで微小な接着層の変位量を測定できるレーザー干渉変位計の試作を試みた。

Fig. 1は, 試作したレーザー干渉変位計のシステムの概略を示したものである。光ファイバーを用いたFabry-Perot type型干渉計を利用している。センサーに使用したのはマルチモード光ファイバ(大崎電気工業製, 石英系-GI)で, 中心からコア(直径50 μm), クラッド(直径125 μm), コーティング層からなっている。He-Neレーザーか

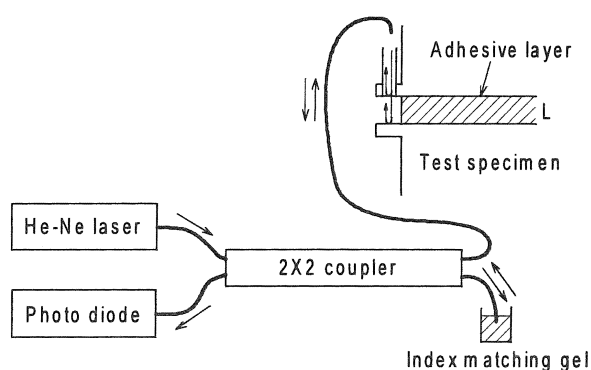


Fig.1 Displacement measuring system by using optical fiber.

らでた波長 $\lambda=0.633\mu\text{m}$ の光はマルチモード光ファイバ(大崎電気工業製, MR形, 分岐比1:1)を用いて2方向に分岐され, 一つはフォトダイオードを用いた光検出器に, もう一つは試験片に取り付けられている。接着継手試験片は, 被着体端部で厚さ1mm程度のフランジ構造をもち, コーティング層を除去した光ファイバーはフランジにあけた穴に垂直に取り付けられている。光源からのレーザー光は, フランジに取り付けた光ファイバー端面で反射するとともに一部は光ファイバーを出てもう一方のフランジ面で反射して再び光ファイバーに戻ってくる。この時, 端面の反射光とフランジ面の反射光との間に位相差が生じて干渉が生じる。この光強度の変化の信号は, フォトダイオードにより電圧変換され計測される。試験片に負荷を与えると接着層厚さも変化し, 光強度は正弦波的に $\lambda/4=0.15\mu\text{m}$ 毎に変化する。従って, 最低1つのピークからピークが測定できれば0.15 μm 程度の精度で変位量の計測が可能である。

3 結 論

今回試作した接着層の変位の測定用の光ファイバー型レーザー干渉変位計は, 非常に小さなゲージ長の変位を測定できることが明らかとなった。しかし, 接着層の弾性定数を求めるにはより高精度化が必要で, 信号処理も含めて今後改良を行う予定である。

4.7. パラメータ自動調整による非線形適応制御に関する研究

安東隆志, 杉本 護, 島津忠司

生産技術部

1 緒 言

製造工程において, 人間の作業を機械に模倣させる必要がある. 本研究では, 適応制御を用いてこれを実現するための検討を行った.

生体の運動制御系は主として, 筋肉, 脊髄, 脳により構成されており, 筋肉の不確定な非線形特性にも関わらず, 肢体を思い通りに制御することができる. これは運動系を学習する能力が生体に備わっており, 強い非線形性をも補償することができるからである. 最近の生理学の研究によれば, 脊髄はフィードバック系として働き, 小脳には運動系の内部モデルが存在することが示唆されている. すなわち, 小脳が運動モデルを獲得し, その逆システムにより運動系に対してフィードフォワード制御を行うと考えられる. しかし, 従来の制御手法(H_∞ 制御など)では, 運動系を内部モデルとして獲得することはなく, 非線形性が強いと, 安定性さえ保証できない場合がある.

そこで, 本研究は運動系を内部モデルとして獲得し, 強い非線形性にも対処できる制御手法を提案する.

2 制御手法の提案

提案する制御構造は不安定な運動系を安定化するフィードバック系, モデルを獲得すると同時にフィードバックゲインを調整する学習系, フィードフォワード制御をおこなうための逆動力系で構成されている. 獲得される非線形モデルは重みを付けた基底関数の級数として表現され, その重みの学習則はPopovの超安定論から導かれる. この表現形式はネットワークとして表わすこともでき, 級数の重みと基底関数はそれぞれネットワークの結合強度とユニットに対応する. この獲得したモデルを用いてフィードバックゲイン調整則を与え, 運動系を線形化するように調整する. また, 逆動力系の構成に必要な剛体の慣性パラメータも同時に獲得され, 逆動力系と線形化された運動系が互いに相殺しあい, 剛体の運動軌道は目標軌道と一致するよう制御する.

本研究は磁気浮上位置決め機構における目標軌道追従制御によって, 提案する手法の効果的な性能を示す. 電磁力は強い非線形特性を持つので, この位置決め機構に

より提案する手法の有効性を示すことができる. この実験では未知の電磁力特性と慣性モーメント, 重心位置などの慣性パラメータを運動学習により獲得する. Fig. 1の運動学習前では, 剛体の運動軌道は目標軌道から外れているが, Fig. 2の運動学習後は両者の軌道が見事に一致し, その学習時間は約30秒である. このことは, 運動系の非線形モデルと慣性パラメータが高速に獲得されると同時に, フィードバックゲインの調整が良好に働いていることを示している.

3 まとめ

提案する手法は未知の非線形性とパラメータを含む現実の制御問題に対して有効であると結論できる. 本論文では, 提案する手法を単体/多力問題に適用したが, ロボットアームのような多体/多力問題に拡張することが可能である.

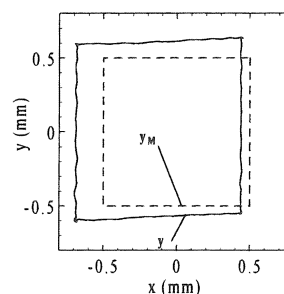


Fig.1 Before motion learning.

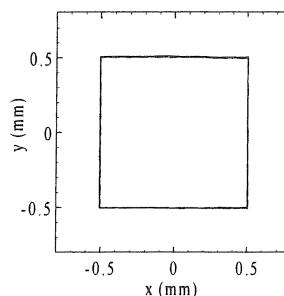


Fig.2 After motion learning

4 8. 難加工材の新加工技術の開発

日下貴之, 森山茂樹, 杉本 護, 島津忠司

生産技術部

1 緒 言

近年, 様々な材料が開発され実用化されているが, その加工技術は従来の鉄鋼材料などの加工に用いてきたものを流用している場合がすくなくない。しかしながら, 炭素繊維強化複合材料やアラミド繊維等のハイブリッド複合材料などに従来の研削, 切削あるいはレーザ加工技術を適用した場合には加工効率が悪く, 加工の際に生じる毛羽立ちや穴まわりの剥離状況, 並びに剥離に伴って生じる強度低下などが問題となっている。

本研究では, 炭素繊維強化プラスチック積層板の穴あけ加工をプレス加工によって行う際の問題点を, 特に毛羽立ち, 穴まわりの剥離状況等の面から検討したので報告する。

2 実験方法

穴あけ加工に供した材料は, 炭素繊維/エポキシ樹脂 (T300/2500) のCFRP板で一方向プリプレグ材を8層及び16層積層したものであり, その積層構成は(0/90/45-45)S及び(0/90/45-45)2Sで, 板厚は各々1.10及び2.15mm, 引張り強度は5本の平均値で559MPaであった。

また, プレスはガラスやセラミックスの穴あけ用に開発した装置を小型化したもので, 試験片にジャッキで予圧縮を加える構造で圧縮力の計測はロードセルにて行った。穴あけ用のダイス (Cr-Mo) の穴径は10, 20及び30mmで穴まわりに幅5mmの環状の段を設け圧縮面を焼入れ研磨した。ポンチ (S45C) は3種類の形状に加工した後焼入れ処理を施したものをを用いた。穴あけ実験に先立ち, 予圧縮装置を用いて1.1mm厚さのCFRP板に平均予圧縮応力180MPaを加え, 板を切断してダイスと押さえ板による被圧縮部コーナの板の損傷を調べ, 内部に顕著な損傷が生じないことを確認した後, 圧縮応力を0~150MPaに設定し穴あけ実験を行った。

穴あけのプロセスを明らかにするために行った観察にはニコン微分干渉顕微鏡を, 穴あけ後の穴まわりの剥離の調査には日立建機製超音波探傷機を用いた。

3 結果と考察

平型, 丸型, 円錐型の3種類のポンチを用い, 負荷速

度1mm/min, 予圧縮力130MPaの下で1.1mm厚の積層板に直径10mmの穴あけ実験を行い, この時の荷重Pとクロスヘッド変位 δ の関係及び陥没の様子を観察した。平ポンチの場合, 不安定破壊の過程で複雑な損傷が生じ, 穴まわりも顕著な損傷を受け層間割れが現れることが多い。丸ポンチで加工を行った断面写真を観察すると荷重が低下し始める点で穴部全域に渡って明瞭な剥離・分断が生じ, 残存板の穴まわりは剥離などの損傷はなかった。円錐ポンチの場合も中央部から陥没・剥離を生じ, 加工プロセスは丸ポンチと同様に中央上面に明瞭なへこみ, 続けて十文字形の貫通穴が生じた。また, 穴まわりの剥離の状況を超音波探傷法で調べた結果, 平ポンチでは剥離が見られるが丸ポンチでは予圧縮力を130MPa程度にすれば穴まわりの剥離はほとんど生じないことが分かった。

炭素繊維積層板のプレスによる穴あけ加工においては, 穴の仕上がり, 剥離などの観点から従来の平ポンチよりも丸, 円錐ポンチを用いる方が好都合であることから, 穴加工された板の強度を調べるのにも丸ポンチを用いた。

この結果, 穴あけされた試料の強度もドリルによる穴あけ試料のそれよりもおよそ16%高いことが判明した。これらのことより, 丸ポンチや円錐ポンチによる穴あけ加工はドリルによるそれよりも強度の面からも優れていることを示している。

4 結 論

複合材料のプレスによる穴あけ法を確立すると共にその成形性を明らかにすることを目的として, 炭素繊維強化積層複合材 (厚さ 1.1~2.15mm) を用いてプレスによる穴あけ実験 (直径D=10~30mm) を行った。この実験においては, 穴まわりに予圧縮を与えたのち加工を行った。得られた結果は次のようにまとめられる。

旧来の平ポンチに替えて, 丸ポンチや円錐ポンチを用いることによって被加工部 (穴部) の中央から積層板を陥没・剥離せしめることができ, その結果予圧縮力が130MPa程度以上であれば穴まわりにほとんど剥離のない良好な穴あけ加工が可能となった。またこれらのポンチを用いることによって, 穴あけのための所要荷重が大幅に軽減できた。

4 9 . 超音波計測による嵌合部品の評価に関する研究

森山茂樹, 島津忠司, 杉本 護

生産技術部

1 緒 言

熱交換器部品として, 円筒形のステンレス鋼の外側に円筒形の銅をロウ付けしたものが使用されている。ステンレス鋼と銅のロウ付けは難しく, 未接合部が存在し, 熱交換の効率が低下する。このため, 生産性の向上と品質の安定性を目的として, 熱交換器部品を焼きばめによって製造する方法を検討している。この焼きばめ部品の品質評価法として, 超音波計測により, 接触面(界面)からのエコー高さの変化を調べる方法がある。この方法を適用するために基礎的な研究を行ったので, その結果を報告する。

2 実験方法

2.1 試験体

試験体の形状, 寸法をFig. 1に示す。円筒状のステンレス鋼は外径が約34.4mm, 内径が約27.5mm, 高さが32mmである。銅は外径が約39.5mm, 内径が約34.4mm, 高さが30mmである。

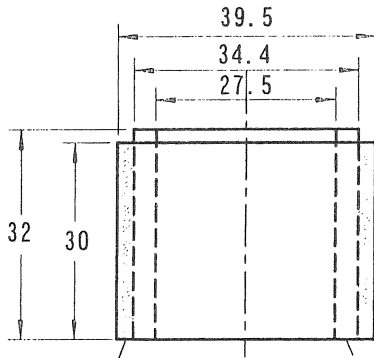


Fig.1 Figure of test specimen.

焼きばめしろは1/100~10/100の間で変化させ, 銅側の温度を約300°Cに加熱し, ステンレス鋼を挿入した。

焼きばめが完了した後, 合わせ面に水や接触媒質が進まないようにシール材を試験体端面に塗布した。

2.2 水浸法による超音波計測

水浸法では, 周波数が5MHzと10MHzで焦点距離が1インチと2インチの探触子を使用した。一周分の界面エコー高さを測定するために, 試験体をターンテーブル上に置いて回転させた。測定箇所は, 試験体の端から10mmの

位置(a)と20mmの位置(b)の2箇所とした。

計測のための感度は, 焦点距離が1インチの探触子では, 銅の表面エコー高さをオシロスコープ上, 1.25Vとした。焦点距離が2インチの探触子では, 表面エコー高さを1.25Vに設定後, 6dB上げた感度とした。

3 実験結果と考察

Fig. 2は, 周波数が5MHzで焦点距離が2インチの探触子での結果である。図に示すように線と線の間は, 試験体の1周分のデータを示している。図の横軸は焼きばめしろで, それぞれの数値は焼きばめしろを示している。また, Bはステンレス鋼を焼きばめしていない銅の底面エコー高さである。極性は正極性の結果を示した。

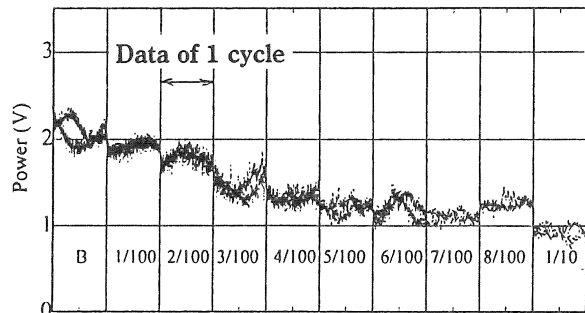


Fig.2 Results of ultrasonic measurement by immersion method.
(Frequency:5MHz Focal length:1 inch)

焼きばめしろが大きくなるとエコー高さが低下していることがわかる。

水浸法で計測する場合, 周波数が5MHzの探触子で探傷し, しかも正極性のエコー高さを測定した方が良かった。

4 まとめ

焼きばめ部品の品質評価のために超音波計測を行った結果, 水浸法で計測する場合, 周波数が5MHzで, 焦点距離は2インチの探触子を使用し, エコーの極性は正極性を選んで測定すれば良いことが分かった。

50. 耐熱鋼の高温強度特性および信頼性評価技術に関する研究

野崎峰男, 福地雄介*¹, 杉本 護*¹, 島津忠司*¹

企画情報部, *1 生産技術部

1 緒 言

耐熱鋼の高温強度特性を調査する際に、再現性を有した応力・ひずみ応答を得るために、強度試験中の正確な温度管理が要求される。特に荷重制御の高温疲労試験において熱電対で温度センシングを行なう場合に、試験片の標点部にひずみが累積するため、スポット溶接または針金などで固定していた熱電対が試験中に脱落し、温度制御が不可能となる場合がある。

そこで本研究では、高温疲労試験中に正確な試験片の温度管理が可能な温度センシング技術を考案するとともに、試験片の昇温試験を行ない、同技術の有効性を確認した。

2 実験方法

試験片の加熱には、電気容量640Wの電気抵抗炉を用いた。電気炉は2つ割りの円筒形で、伸び計を挿入するための窓を有している。発熱体にはカンタル線、断熱材にはアルミナ・シリカ系のセラミックス・ファイバーを用いた。昇温期間中は試験片に生じる熱応力を緩和させるために、荷重制御により試験片への負荷が常に0となるようにした。また同炉の熱が、ロードセルおよびアクチュエータに伝導することを防ぐため、プルロッドを水

冷した。温度の検出・制御はFig. 1に示すように、クロメル-アルメル熱電対を用いて①および②点で行った。①点は標点部の中央で、②点は試験片に比較的近いチャック部である。これは試験中の②点の変位は、①点のそれに比べて無視できるので、②での熱電対の取り付けの方が比較的安定し、検出される温度も安定するためである。熱電対はスポット溶接を用いて固定するのが温度検出には確実な方法ではあるが、標点部にくぼみ等が生じる恐れがあるため、①および②点において熱電対を直径0.3mmのステンレス線で縛り付けた。①点の温度が設定値となるように②点の温度をPIDで電圧を制御した。

3 結果と考察

Fig. 2に①点での設定温度が573Kのときの試験片温度の時間に伴う変化を示す。①点の温度は約20分で約553Kになり、それ以降は徐々に上昇し、約70分で573Kとなった。一方、②点の温度も①点と同じような経時変化を示したが、①点よりも発熱体に近いために583Kで安定した。①点、②点ともに時間経過に伴う変化はほとんどなかった。また、標点部内の軸方向3点において温度測定を行った結果、温度差は±1°Cであり、標点間部の温度は概ね均一であることを確認した。

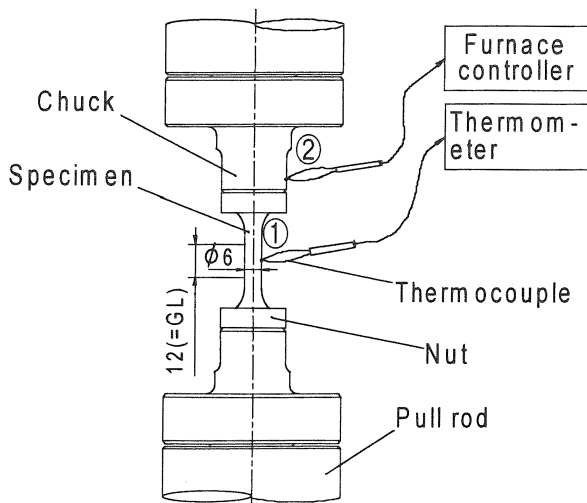


Fig.1 Measuring method of the specimen temperature.

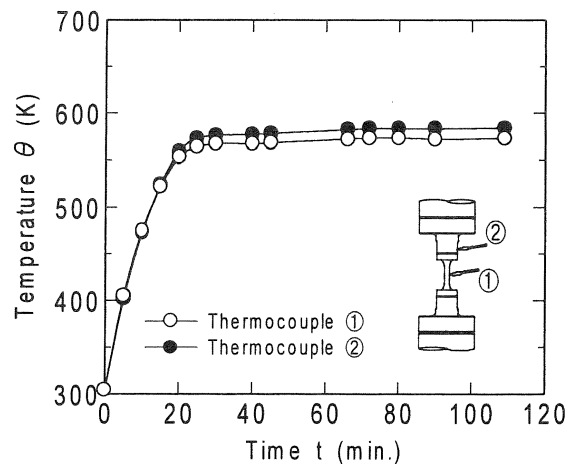


Fig.2 Variation of the temperature of specimen.

5 1 . 遠心バレル研磨による表面仕上げに関する研究

山本章裕, 杉本 護, 島津忠司, 岸本正, 三宅輝明*¹

生産技術部, * 1 電子部

1 目 的

表面粗さは、機械部品の機能を発揮する上で重要であるばかりでなく、寸法や形状精度とは異なり、手触りや外観の美しさという人の感覚に関係するため、製品となった場合に非常に重要な要素となる精度の一つであり、近年表面粗さに対する要求が益々厳しくなる傾向にある。

遠心バレル研磨は、一度に多数の部品を効率よく均一に仕上げることができる加工方法として知られており、このような現状に対応するための研磨方法として、今後益々利用されるようになるものと思われるが、現状では研磨条件等の選定が経験と勘で行われ、必ずしも効率的になっていない場合が多い。

そこで、本研究では機械部品の表面粗さの向上を図るため、遠心バレル研磨における研磨条件が仕上面の表面粗さに及ぼす影響について検討する。

2 実験方法

工作物としては、機械部品に比較的良好に用いられている機械構造用炭素鋼(S45C)、ステンレス鋼(SUS304)、アルミニウム合金(A5056)および銅合金(C3604)の丸棒を取上げ、直径36mmに旋削加工した後、厚さ20mmに切断したものを用意した。そして、タレット回転数を変化させ、バレルへのメディア(研磨石)装入量をバレル容積の50%とし、バレル研磨を行った。

なお、メディアとしては三角柱状に焼成したセラミックス(AT5)を用い、水の量はつら面までとし、コンパウンドは使用しなかった。そして、一定時間研磨毎の工作物の表面粗さを表面形状測定機で測定した。また、使用したバレルは内径130mm、長さ155mmの円柱状のもので、内側にはゴムのライニングが施されている。

3 結果と考察

Fig. 1はタレット回転数181rpmのときの各材質の工作物の仕上面粗さの時間的推移を示したものである。

研磨前の表面粗さは材質により異なっているが、いずれの材質においても、研磨時間60分経過以降は、表面粗さの変化は小さく、材質に応じた仕上面粗さに到達することがわかる。また、この材質に応じた仕上面粗さは、

アルミニウム合金が最も大きく、次いで銅合金、機械構造用炭素鋼、ステンレス鋼という順に小さくなっている。

Fig. 2は2時間研磨後のタレット回転数と各材質の工作物の仕上面粗さの関係を示したものである。

機械構造用炭素鋼を除けば、タレット回転数の増加に伴い仕上面粗さは大きくなっている。また、タレット回転数140rpm以上においては、到達した仕上面粗さの大きさの順は、Fig. 1と同様である。しかし、タレット回転数140rpm以下で機械構造用炭素鋼の仕上面粗さが大きくなっているのは、研磨前の表面粗さが大きい割に、研磨時間が短いからで、さらに研磨を続けると最終的には他の材質と同様の傾向を示すものと思われる。

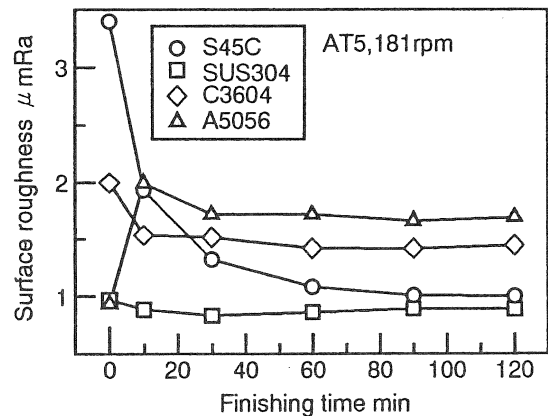


Fig.1 Relationship between finishing time and surface roughness.

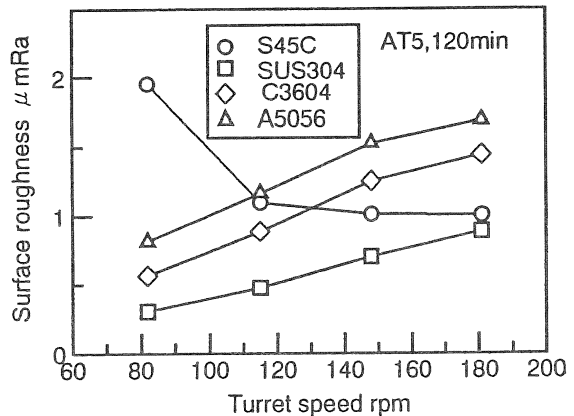


Fig.2 Relationship between turret speed and surface roughness.

5.2. ホログラフィーを用いた計測技術に関する基礎研究

中里一茂, 北川洋一, 松本哲也

電子部

1 緒言

簡素な光の波面計測の方法として点回折干渉計がある。この干渉計は入射光の一部をピンホールで回折させて得た球面波の光とそのまま透過した入射光を干渉させている。このとき、入射光として物体からの反射光を用いた場合、物体表面の凹凸によって反射光の波面が歪むのを利用して物体の表面形状を計測する応用が可能である。

従来の点回折干渉計は点回折光学素子を用いたものについて研究が行われていたが、素子の厚みにより透過した入射光の波面が歪むため、厳密な計測に適していない。そこで、本研究では入力光が歪まないホログラムを用いた点回折干渉計を提案し、基礎実験を行った。

2 ホログラフィック点回折干渉計

ホログラフィック点回折干渉計の原理をFig. 1に示す。まず、収束する入射光に焦点の位置の近くに置かれたピンホールを用いて回折させ、物体光（球面波）としてホログラフィ乾板に入射させる。一方参照光として、軸外し位置から乾板に平行光を入射する(a)。その後、乾板を露光し、そのホログラムを元の位置にセットする。

その後ピンホールを取り外す(b)と、物体光はホログラムを透過し、参照光で再現される球面波と干渉する。もし、波面が理想的な球面波の場合は干渉縞が生じないが、波面に歪みがある場合、一波長ごとの等高線の干渉縞が観測される。この干渉縞により物体の表面形状を測定することができる。

3 実験方法と結果

今回、物体光として平行光を軸外放物面鏡によって反射された球面波を用いた。放物面鏡の大きさは40mm角、焦点距離（軸上）は125mm、焦点距離（軸外）は142mmである。

また、照射光としてHe-Neレーザ、ホログラム感光材は10E75乾板（Agfa製）を使用し、ピンホール径は約0.1mmとした。

実験結果をFig. 2に示す。この干渉縞は放物面鏡をわずかに傾けたときに観測されたティルト干渉縞である。

干渉縞が湾曲しており、このため物体光の波面にわずかな非点収差があることがわかった。

4 結論

点回折干渉計としてホログラフィ干渉を用いたものを提案し、基礎実験を行ったところ、干渉縞による波面の状況が観測でき、物体の表面形状計測への応用が可能であることがわかった。

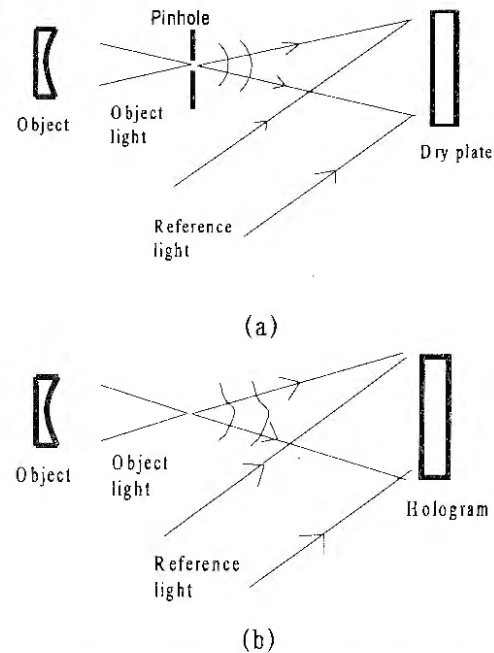


Fig.1 Principle of holographic point diffraction interferometer.



Fig.2 Fringe pattern obtained by holographic point diffraction interferometer. (Tilt pattern)

5.3. 収束発散2光束レーザビーム干渉計を用いた粒子径測定技術の開発

北川洋一, 松本哲也

電子部

1 緒言

近年、環境問題に対応するため、エンジンの高効率化が盛んに研究されている。この研究において、シリンダ内に噴霧された燃料粒子の大きさ、流れなどを測定する装置としては、主に位相ドップラー法の原理に基づいた測定装置が使用されている。これは、2つの平行ビームを交差させ、そこを通過する粒子による散乱光を2つの光検出器で測定し、それらの出力信号の位相差から粒子径を求めるという方法である。しかし、取り扱いが複雑で、しかも測定条件によっては測定誤差が非常に大きくなるという問題があった。

そこで、本研究はこれらの問題点を解決するために全く新たな測定原理に基づく粒子径測定法の開発を行った。

2 測定原理

本測定法の基本構成を Fig. 1 に示す。粒子には収束光と発散光が照射されており、散乱光をレンズ L1 の焦点位置に置かれた幅 W のスリットを通して受光する。スリット上には粒子による散乱光が干渉することにより干渉縞が生じ、その干渉縞は粒子の移動に伴って移動する。

粒子が球形で均質な場合、干渉縞の強度分布は粒子半径、照射光の波長、粒子に入射する光の波面、粒子とその周囲の媒質の屈折率により決まり、粒子の表面における反射光と粒子内部を透過する屈折光の干渉から求めることができる。一例として、粒子の位置とスリット上に生じる干渉縞の空間周波数の関係を求めた結果を Fig. 2 に示す。この図からわかるように、スリット上に生じる干渉縞の空間周波数は粒子の移動に伴って変化する。また、粒子位置に対する干渉縞の空間周波数の変化の割合は、粒子サイズが大きいくほど大きくなる。

一方、スリットはその幅が W のとき、空間周波数 $\mu_0 = 1/W$ のとき透過率が 0 となる空間周波数選択特性を有している。したがって、散乱により生じる干渉縞の空間周波数が μ_0 のとき、光電変換器の出力信号には干渉縞の移動により生じる高周波の振動成分が現れなくなる。すなわち、出力信号のビジビリティが 0 となる。したがって、出力信号のビジビリティが 0 となるときの粒子位置を測定することにより粒子径を求めることができる。

3 実験結果

測定対象に直径が約 100 ~ 200 μm のガラス球を用い、本方法を用いた粒子径測定の実験を行った。測定結果を Fig. 3 に示す。横軸は顕微鏡を用いて測定した値を、縦軸は本方法により測定した値を表している。この図からわかるように、これらの測定値はほぼ一致しており、本方法により粒子径測定の可能なことが確認できた。

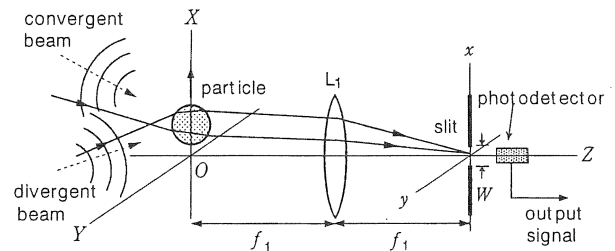


Fig.1 Optical system of proposed method.

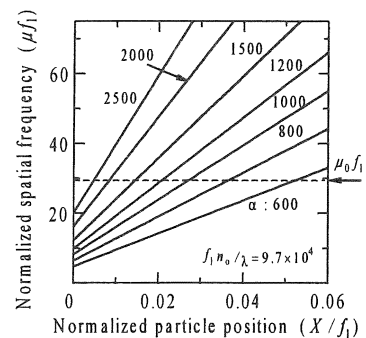


Fig.2 Spatial frequency of interference fringes.

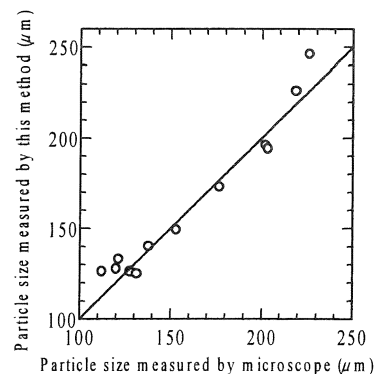


Fig.3 Experimental results of particle size measurements.

5.4. 聴覚障害者のためのインタフェースの開発

熊澤由佳子, 北川洋一

電子部

1 緒言

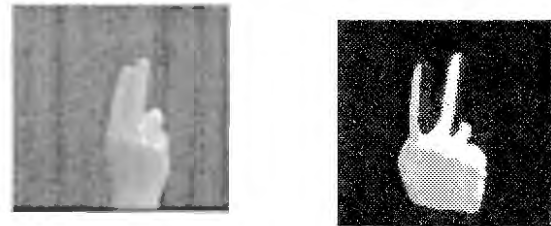
近年、聴覚障害者と健聴者とのコミュニケーションの支援のために、聴覚障害者の日常言語である手話を日本語へ自動翻訳する技術が注目されている。従来の研究は手形状の計測手法によって、データグローブなどの手袋型の計測デバイスを用いる手法と画像処理を用いる手法とに大別できる。前者は接続ケーブルが手話者の妨げとなる問題がある。後者はケーブルレスで計測可能であるが、手や照明、カメラの位置関係などの環境条件によって、認識に十分な画像が得られない場合がある。我々は手話の指文字を対象として、手形状の伸展指特徴を抽出する画像処理を用いた指文字の分類・認識処理について検討を行ってきた¹⁾。指文字は片手で行う手話であり、主に指の伸展と屈曲の状態により日本語の”かな”を表現する。このため伸展指特徴は認識処理において有効と考えられる。伸展指どうしが接触する指文字の場合、手と照明との位置関係によっては特徴抽出が困難な画像となる場合がある。本文ではこのような問題に比較的簡単な画像処理で対処する手法として、伸展指特徴を容易に抽出するための指の側面部分と指と手のひらの境界のみを黒色に着色した白色のグローブを用いる手法を提案し、その有用性について検討を行う。

2 伸展指の特徴抽出実験

グローブを装着した場合と非装着の場合それぞれについて、被験者の右手の指文字画像をフレームメモリ(512 × 480 画素)に撮り込み (Fig. 1), 画像の階調値より濃淡の勾配ベクトルを算出し、これらのうち互いに向かい合う向きで指の幅に相当する位置にあるベクトルの集合を伸展指として抽出する。抽出結果の一例を Fig. 2 に示す。この伸展指特徴を用い、認識処理の前段階としての分類処理を行う。本実験においては、分類処理結果の正誤により評価を行う。

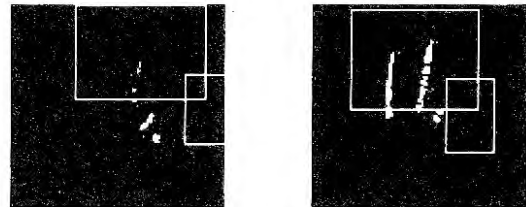
3 実験結果と考察

表現に動きを伴わない指文字 41 種類、82 枚の画像を用いて、装着・非装着それぞれの場合について分類実験を行った。実験結果を Table 1 に示す。非装着の場合、手と照明との位置関係や伸展指どうしの接触により良好



(a)without the glove. (b)with the glove.

Fig.1 Japanese spelling image of "と"



(a)without the glove. (b)with the glove.

Fig.2 The extracted extended fingers.

Table 1 The experimental results (flames).

	without the glove.	with the glove.
TRUE	1 4	7 5
FALSE	6 8	7
TOTAL	8 2	8 2

な画像が得られなかったため、分類率が約 20 %であった。グローブを装着した場合、分類率は約 91 %であり、グローブの有用性が確認できた。この場合、誤分類となったのは、指をやや曲げる形態をとる指文字であり、伸展指特徴以外の特徴を追加し、分類・認識処理を検討することが今後の課題である。

参考文献

- 1)熊澤由佳子, 北川洋一, 上浦尚武, 畑豊, 大和一晴, 第 16 回医療情報学連大, 3-D-3-4(1997).
- 2)熊澤由佳子, 金谷典武, 北川洋一, 上浦尚武, 畑豊, 大和一晴, 1997 年電子情報通信学会総合大会, A-14-24(1997).

5.5. 手書き文章における文字間隔揺らぎの研究

才木常正, 北川洋一

電子部

1 緒言

文章は書き手, 文字の種類, 用いる道具などにより読み手に違った印象を与える。例えば, ワードプロ文章は文字が整っており読みやすいが冷たく, 手書き文章は味わいがあり温かく感じる。この違いを明確にすれば, 人に優しい文字表示装置の開発の可能性がある。このため, 我々は日本語横書き文章における手書きとワードプロ文章の文字重心間隔について検討してきた^{1,2)}。本研究では手書き文章とワードプロ文章における文字中心間隔および文字間の空白の揺らぎについて比較検討した。

2 測定および解析方法

サンプルとする手書き文章 (10人分) とワードプロ文章 (3書体) を用紙 (長さ420mm, 罫線間7mm) に作成し, それをCCDビデオカメラによりコンピュータに取り込み処理した。まず, 取り込まれた画像データ (6000×480画素, 256階調, 解像度440dpi) を2値化する。そして, 罫線方向をx方向とするxy直交座標系を用いて, i番目文字の外接四角形の左上および右下位置を (x_{fi}, y_{fi}) , (x_{ei}, y_{ei}) とし, 各文字の中心位置 $(x_{ci}, y_{ci}) = ((x_{ei} + x_{fi})/2, (y_{ei} + y_{fi})/2)$ を求める (Fig. 1参照)。次に, 前の文字との中心間隔 $\Delta x_{ci} = x_{ci} - x_{ci-1}$ と $\Delta y_{ci} = y_{ci} - y_{ci-1}$ および空白 (外接四角形と外接四角形の間) $s_{ci} = x_{fi} - x_{ei-1}$ から, $g_{\Delta x}(x_{ci}) = \Delta x_{ci}$, $g_{\Delta y}(x_{ci}) = \Delta y_{ci}$, $g_{sc}(x_{si}) = s_{ci}$ の不連続関数を得る。ここで, f_{si} は $(x_{ei-1} + x_{fi}) / 2$ である。そして, これらの不連続関数を3次のスプライン補間で $G_{\Delta x}(x)$, $G_{\Delta y}(x)$, $G_{sc}(x)$ の連続関数にする。これらの連続関数をもとにFFT処理し, パワースペクトルを得る。これらのパワースペクトルはスプラインの影響があるため, 評価範囲を文字間隔のばらつきの平均値 Δx_{cave} で決まる空間周波数 $1/2\Delta x_{cave}$ より低い空間周波数とした。そして, 最小2乗法により評価範囲のパワースペクトルを $1/f^{\gamma}$ で近似した。この γ の値により文字中心間隔および空白の揺らぎ特性を評価した。

3 実験結果

各サンプルに対して得られた γ の値をまとめて Fig. 2

に示す。x方向の文字中心間隔揺らぎ $G_{\Delta x}(x)$ においては, 手書き文章では γ の値が正, ワードプロ文章では負となり顕著な違いが見られた。一方, y方向の文字中心間隔揺らぎ $G_{\Delta y}(x)$ においては, 手書き及びワードプロ文章ともに γ の値は負となり, 大きな違いは見られなかった。また, 文字間の空白の揺らぎ $G_{sc}(x)$ においては, 手書き文章のほうがワードプロ文章より γ の値が小さいことがわかった。

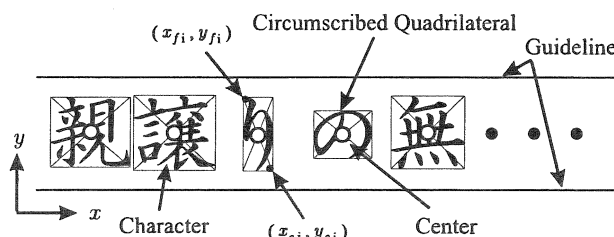


Fig.1 Center position and circumscribed quadrilaterals of characters.

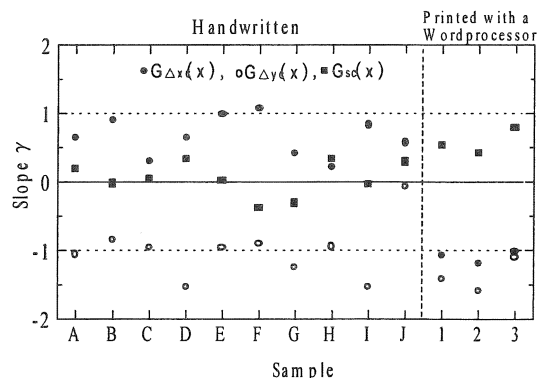


Fig.2 Slope value γ of investigated sample sentences.

参考文献

- 1) 才木常正, 北川洋一, 金谷典武, 熊澤由佳子, 林昭博, 信学論, J80-A[9], p.1572-1573 (1997).
- 2) 才木常正, 北川洋一, 林昭博, 信学技報, HCS97-5, p.29-34(1997).

56. 人工現実感を応用したマンマシンインターフェース 技術開発のための調査研究

三浦久典, 才木常正, 熊澤由佳子, 一森和之

電子部

1 緒言

最近のコンピュータの発展に伴い、機械操作のトレーニングシミュレータ、遠隔制御システム、アミューズメントシステムなど人工現実感(VR)技術を応用したシステムが様々な分野で利用されはじめている。本調査では、福祉分野にターゲットを絞りVR技術を応用した事例の調査を行った。福祉分野においても仮想現実感技術の応用はすすんでおり、心身にわたるリハビリテーションシステムやトレーニングシステム、障害者とのコミュニケーションツールとして応用されるケースが多いことがわかった。

2 調査方法

日本バーチャルリアリティ学会¹⁾、電子情報通信学会²⁾などの学会情報、JICST、新聞記事等の情報をもとにVR技術が福祉分野に展開されている事例を調査した。

3 応用分野

福祉分野の中では、(1)リハビリテーションへの応用、(2)コミュニケーションへの応用、(3)検査システムへの応用という3つの大きなカテゴリに分けられる。

(1)リハビリテーションへの応用

VR技術のリハビリテーションへの適用では、とくにリハビリテーションを楽しくできるようにという側面から応用されている事例が多く見られた。国立身体障害者リハビリセンターと松下電工が共同して「VRを応用した乗馬療法システムの構築」についての研究を行っている。心身を活性化し、反射神経を養うための訓練機を構築し、健常な老人が楽しみながら乗馬療法を行うことができるシミュレータの開発を行っている。長崎総合科学大学では「5軸ディスプレイによるトレーニングシステム」を作成し、上肢の肩、肘の仮想ボーリング体験環境下でのトレーニングやリハビリテーションへの応用の検討を行っている。また具体的な製品として、1997年9月にフランスベッドメディカルサービス(株)から従来のリハビリから高次脳機能障害に至るまで幅広く応用可能な訓練機として「ハイパーセラピィ」という商品名で発売されはじめた例がある。ちなみに価格は1980万円である。また、三菱電機(株)では、ベッドサイドウェルネスシステムとして国立がんセンターなどと共同で入院中の患者の精神面のリハビリテーションシステムを開発中である。

(2)コミュニケーションへの応用

コミュニケーションへの応用として、名工大とソニーの共同研究で「手話学習システムの開発におけるVR」というVR技術を利用した双方向性を持つ手話の独学学習システムの開発を行っている。手話については、この例以外に多くの研究機関、企業で研究開発が行われている。宇都宮大学では、「知的インターラクティブインターフェースによる手話の認識と生成」というテーマで人間の動作を用いた非接触型インターフェースの一例として手話インターフェースの開発を行っている。また、高齢や障害、病気などのため簡単に病院、福祉施設、自宅から外出できない人たちのために、インターネット上での仮想空間の共有技術を用い、コミュニケーションを支援するためにインターネット上で利用できる3次元仮想空間を構築したバーチャルキッズパークというものが開発、実運用されている。(㈱メディアフュージョン、兵庫県福祉のまちづくり工学研究所)

(3)検査システムへの応用

VRは、現実と違った感覚、空間表示が行える。上記2カテゴリ例はなるべく現実空間に近づけようと努力されているが、ここでの応用例では逆の立場でその長所を生かそうとしている。東北大学では、「反転空間・歪空間内トラッキングによる運動失調症検査システム」というテーマで脳機能障害に由来する運動失調症患者に対する臨床神経学的運動機能検査装置として日常感覚と違った空間を被験者に与え、脳機能が正常な人との差異が認められるかどうかで判断しようとの検討が行われている。

4 まとめ

VR技術を福祉分野に応用した研究開発は調査の結果、リハビリテーション、コミュニケーション、検査システムという大きく3つのカテゴリに分けられることがわかった。それぞれVRの長所を生かしたものだがまだ研究段階を脱しきれないもの、価格面でネックとなるものと幅広く世間に流通できるまでにはまだ時間がかかりそうである。当センターでもこの事実を踏まえ、今後の研究開発に取り組む必要がある。

参考文献

- 1)日本バーチャルリアリティ学会第1回全国大会論文集など
- 2)電子情報通信学会1997年総合大会論文集など

57. 電磁波雑音による電気・電子機器の誤動作を防止するためのセンシング技術に関する研究

三浦久典, 才木常正, 三宅輝明

電子部

1 緒言

'96年からのEC輸出に際しての電磁波ノイズ耐性義務化, '98年末のEMC規格のJIS化予定など, 電気・電子機器の電磁ノイズ対策が急務となっている。本研究では, 電磁環境下で信号線路上の電圧・電流をセンシングする技術を確立し, 誤動作させている原因となる部位をいち早く見出し, 有効な誤動作防止対策をたてるようにすることを目的とする。ここでは, 電磁界環境下においてその影響をほとんど受けることなく信号線路上の誘起電圧をセンシング可能な光導波路型の電圧を光に変換するセンサ, および, その光源, 検出器の開発と, これを用いた測定手法を検討した結果を報告する。

2 構成

現在, 検討している光電界センサの構成をFig. 1に示す。プローブ本体には, LiNbO_3 光変調器を用いている。この部分で電圧→光変換を行う。レーザダイオードを光源に用い, 光変調部で検出した電圧を光信号に変換する。変換された光信号は, 光ファイバにより送られ, 光検出部にて電圧に変換される。検討に用いた光源の出力は約0.4mW, 光検出部に用いたデバイスは, NDL5481P (NEC)で, 入力光パワーは約0.4mWである。また, 光検出器部での電氣的増幅率は約25dBである。

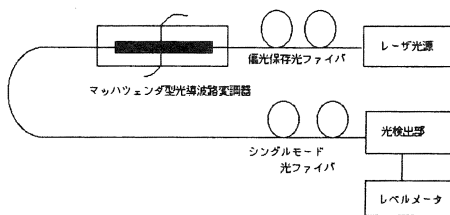


Fig.1 Structure of Optical E-field Sensor.

3 変調原理

光変調部の構造をFig. 2に示す。光源より送られてくる無変調の光信号は, Y-ブランチで分岐される。電極間に電圧が印加される(Fig. 3の V_{in})と, ポッケルス効果によりこの2つの光信号に位相差が生じる。この2信号の干渉により, 出力として電極に印加した電圧の変数を持った光信号が出てくる(Fig. 3の P_{os})。この光信号を

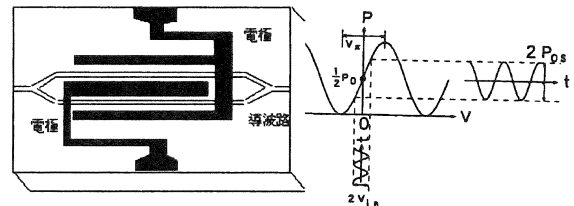


Fig.2 Basic structure of E-O transducer.

Fig.3 Input-Output voltage characteristic.

復調, 電圧に変換することにより, 印加された信号電圧を知ることができる。

4 電界中での感度特性

Fig. 4に電界強度3V/mを印加した時の出力信号強度を示す。電極間同士は, オープンの状態で測定を行った。

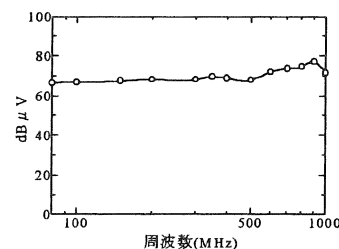


Fig.4 Sensitivity.

5 まとめ

光変調器を信号プローブに用いるメリットは, ①ピックアップ部以外が非金属構成のために電磁界の乱れが少ない②検出した信号を光ファイバで送るので電磁界の影響を受けない③光変調器部はその構造上, 高インピーダンスでかつ低容量であるので信号波形にほとんど影響を与えない④光変調器では, DC~数GHzの周波数特性をもっている, などがある。今後は, 実機器での評価を行い, 問題点の抽出とその解決方法の検討を行っていく予定である。

参考文献

- 1) 桑原伸夫, 田島公博, 雨宮不二雄, EMCJ91-6(1991).
- 2) 戸叶裕一, 田辺高信, 村松良二, 近藤充和, 佐藤由郎, EMCJ94-26(1994).

58. プラズマ浸炭によるチタンおよびステンレス鋼の表面硬化に関する研究

岡本善四郎, 富田友樹, 後藤浩二, 園田 司, 林 行信

機械金属工業指導所

1 緒 言

チタンおよびステンレス材料は、耐食性などに優れている反面、十分な硬さが得られず耐摩耗性の面で難点がある。そこで、本研究では、これらの改善を図るため、プラズマ浸炭において、反応ガス（メタンガス）流量の少ない低濃度域でチタンおよびステンレス材料への炭素の拡散がどの程度起こるかを調べた。そして、メタンガス濃度と浸炭層の生成状態ならびに表面の硬さ分布、さらに耐摩耗性との関連について検討した。

2 実験方法

供試材としては、市販のTi-6Al-4V合金、およびSUS316Lの材料を用いた。

処理方法としては、炉内を6 Paに減圧した後、所定の温度まで昇温し、 H_2 ガス $4.17 \times 10^{-6} m^3/s$ と、Arガス $4.17 \times 10^{-6} m^3/s$ の混合ガスを炉内に導入した。

また、試料表面の清浄化と温度の均一化を図るために、0.6 ksの間そのままの状態を保持した。その後、メタン量が、全ガス量に対して0%、0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、および0.5%の比率になるように、その部度（Ar-10%CH₄）混合ガスを調整して炉内に導入し、浸炭を行った。浸炭温度は1073K、1173K、1323Kの3条件とし、浸炭時間は10.8 ksの1条件とした。また、処理後は試片を炉中にて冷却した。

これらの処理を行った試料について、X線回折法により表面生成物の同定、ならびに光学顕微鏡による表面近傍の組織観察、および硬さ測定を行った。また、スガ摩耗試験機を用いて研磨紙粒度320番、試験荷重29.4 Nで往復運動摩耗試験を行った。

3 結果と考察

3.1 チタン材料のプラズマ浸炭

X線回折法の結果、1073Kの温度でメタンガス濃度が最も低い0.1%においてTiCの形成が確認できた。

回折図形から、メタンガス濃度が高くなればTiCのピーク強度は高くなる傾向を示した。

顕微鏡観察の結果、1173Kおよび1323Kのメタンガス濃度が0.4%以上ではTiCの層が明瞭に確認することが

できた。処理温度が低く、またメタン濃度が0.4%以下の場合では、TiC層の形成が未段階の域にあると考えられる。摩耗試験の結果、いずれの処理温度においてもメタンガス濃度の増加とともに耐摩耗性は向上した。

特に、1073K処理では、メタンガス濃度の増加による耐摩耗性の効果は大きい。

Fig. 1に摩耗試験の結果の一例を示した。

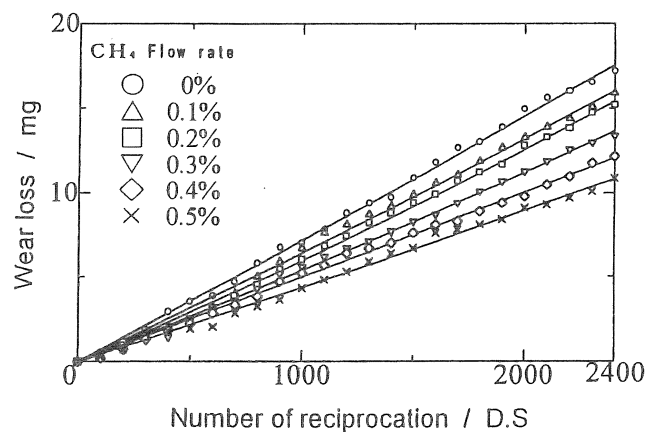


Fig.1 Effect of plasma-carburizing treatment on the abrasion resistance at 1073K.

3.2 ステンレス材料のプラズマ浸炭

表面硬さ測定、および組織試験の結果、メタンが0.5%の高濃度雰囲気では、1073Kの低温度処理において浸炭が行われ、表面から0.1mm内部の硬さは600~650HVであった。また、処理温度が高く、0.5%以下の雰囲気では、浸炭が十分起こらず、表面の硬さは400HV以下であった。

4 結 論

- 1) 本実験の処理範囲内において、表面部にTiCの形成が認められた。摩耗試験の結果、メタンガス濃度の増加とともに耐摩耗性は向上した。1073Kではメタンガス濃度の増加による耐摩耗性の効果は大きい。
- 2) ステンレス材料のプラズマ浸炭では、メタンが0.5%の高濃度雰囲気中において浸炭され、表面硬化する。0.5%以下の雰囲気では十分な表面硬さが得られない。

59. 真空部分焼入法による鋼の組織制御に関する研究

後藤浩二, 山中啓市, 富田友樹, 山岸憲史

機械金属工業指導所

1 緒言

昨年度, ステンレス系材料を使用した刃物・工具類の製造における作業工程の簡素化と省エネルギーを目的に真空熱処理においても部分焼入れが可能となる方法を検討し, 真空部分焼入法を開発した⁽¹⁾⁽²⁾.

本研究では, マルテンサイト系ステンレス鋼と冷間金型用鋼に真空部分焼入法を適用し, 種々検討を行った.

2 実験方法

供試材としてマルテンサイト系ステンレス鋼 (SUS420 J2, SUS440C) および冷間金型用鋼 (SKD11) を用意し, 10 mm角で130mm長さ加工した.

実験では, 耐火レンガを主体とした部分焼入用治具により試験片の半分(75mm)を被覆し, 適切な焼入温度(1323K)と保持時間(1.2ks)で真空ガス焼入れを施した. その後, サブゼロ処理(193K)と焼もどし(473K)を行い, 得られた試料について硬さ分布の測定や組織観察ならびに衝撃試験を実施した.

3 結果と考察

先に報告したように^{1, 2)}, 真空部分焼入法により処理することで, 試料の焼入れ側先端では, 熱処理によって得られる最高硬さが得られ, 被覆側は素材のまま変化しておらず, 硬度的に傾斜機能を持った材料を得ることができた. また, 衝撃試験の結果では, 硬さの曲線をちょうど逆転させた傾向を示し, 焼入れ側から離れるほど靱性が増加した.

さらに, ミクロ組織を観察した結果, 焼入れ側ではマルテンサイト組織が生成され, その結晶粒は被覆部に近づくにしたがって小さくなった. また, 未溶解炭化物の量も多くなった. 被覆部の境界付近では, フェライト組織が見られるようになり, 被覆側は, 素材と同じフェライト組織に炭化物が析出している状態であった. 一例として, SUS420J2のミクロ組織をFig. 1に示す.

4 結論

作業工程の簡素化と省エネルギーを目的に真空部分焼入法を開発し, 被処理材の諸特性について検討を加え, 良好な傾斜機能材料を作製するに至った.

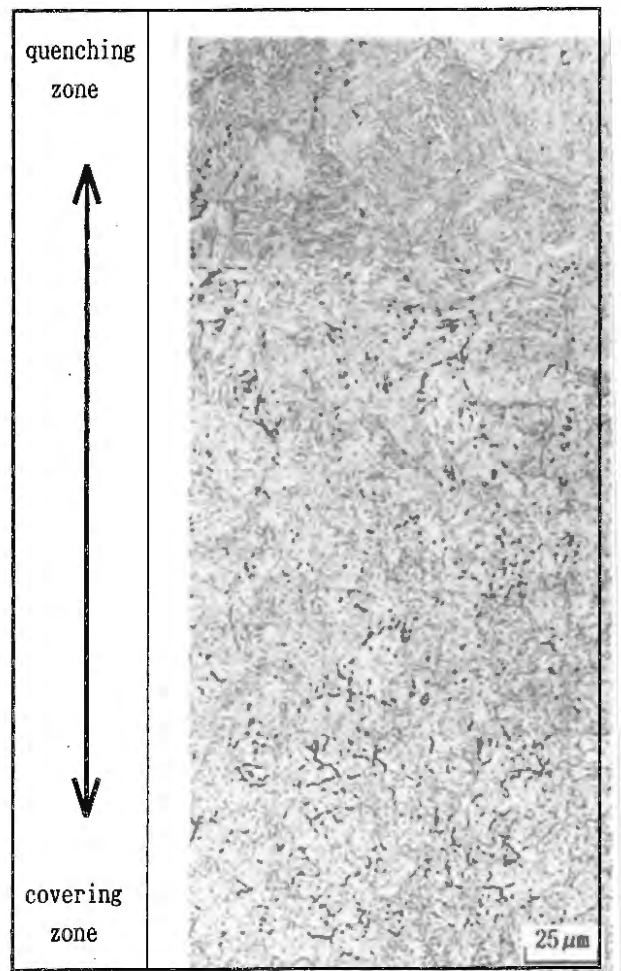


Fig.1 Microstructure of SUS 420J2 partially quenched by vacuum heat treatment.

本材料を利用することにより, 医療用刃物をはじめとする刃物・工具類など, より広範囲なマルテンサイト系ステンレス鋼などの適用が期待される.

参考文献

- 1) 後藤浩二, 岡本善四郎, 上月秀徳, 富田友樹, 稲葉輝彦, 西羅正芳, 沖田耕三, 本誌, No.7, 59(1997).
- 2) 後藤浩二, 平成9年度技術改善研究成果普及講習会テキスト, (1998).

60. 機能性合金めっき皮膜の作製に関する研究

園田 司, 林 行信, 上月秀徳, 山岸憲史

機械金属工業指導所

1 緒 言

無電解ニッケルめっき皮膜は、耐食性、耐摩耗性に優れていることから、自動車、航空機産業をはじめ、幅広く利用されている。無電解ニッケルめっきでは、皮膜の硬さを増大させるために熱処理が行われるが、400°Cでの熱処理により、皮膜表面は青紫系の色調に変化し、耐食性も低下する短所を有するが、上層にスズめっきすることにより、これらの短所が改善されることをすでに報告した¹⁾。しかし、無電解ニッケルめっきは、めっき速度が遅いだけでなく、浴温が高い、浴寿命が短いなどの欠点を有する。

本研究では、めっき速度が速い、浴温が低いなどの特徴を有する電気ニッケル-リン合金めっきを下層に行い、アノード分極曲線に及ぼす熱処理の影響について検討した。

2 実験方法

電気ニッケル-リン合金めっき浴には、市販浴を用い、光沢スズめっき浴には、中性グルコン酸浴¹⁾を使用した。めっき素地として鋼板を使用し、約10 μ mの電気ニッケル-リン合金めっきを行った後、さらに光沢スズめっきを行い、大気雰囲気中、400°Cでの熱処理によりスズ-ニッケル合金皮膜を作製した。合金層の結晶構造は、X線回折法により同定し、30°C、0.1N塩酸中におけるアノード分極曲線の測定により、めっき皮膜の耐食性を評価した。

3 結果と考察

Fig. 1に、下層として約10 μ mの電気ニッケル-リン合金めっきを行ったスズ/ニッケル-リン合金2層めっき皮膜のアノード分極曲線を示す。電気ニッケル-リン合金めっき単一皮膜では、400°C、1hの熱処理により電流値は低下した。さらに、上層にスズめっきを0.1 μ m行った場合には、無電解ニッケル-リン合金めっきを下層とした場合と同様に電流値は大きく低下した。下層を電気ニッケル-リン合金めっきとした場合においても、400°C、1hの熱処理後では、無電解ニッケル-リン合金めっきの場合と同様に、Ni、Ni₃Pなどの回折線が現れた。さらに、電気ニッケル-リン合金めっき単一皮膜では、400°C、1hの熱処理により青く変色したが、上層にスズ

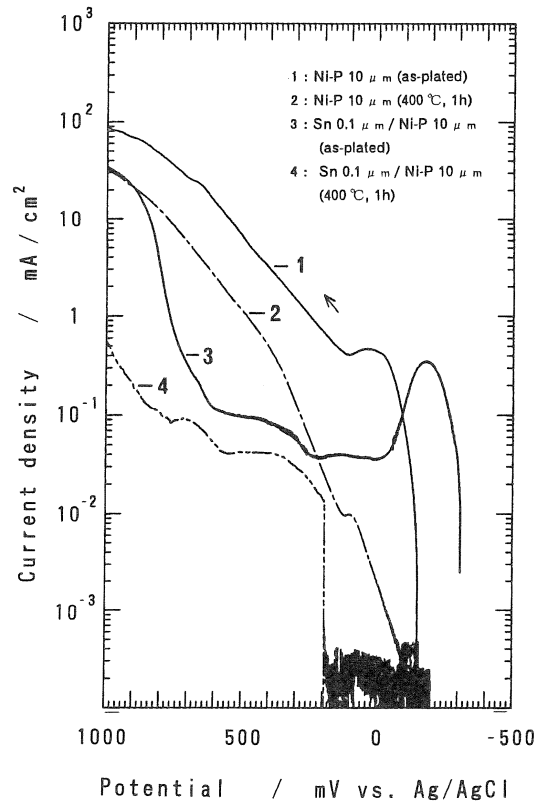


Fig.1 Anodic polarization curves for tin/nickel-phosphorus alloy double plating films with heat-treatment.

めっきを行った2層めっき皮膜では、変色を示さないことがわかった。

4 結 論

下層に電気ニッケル-リン合金めっきを行った後、上層に光沢スズめっきを行い、めっき外観およびアノード分極曲線に及ぼす熱処理の影響について調べた。

その結果、下層に無電解ニッケル-リン合金めっきを行った場合と同様に、400°Cでの熱処理後においてアノード分極曲線における電流値の低下とともに、皮膜の色調も変化しなくなった。X線回折測定の結果から、スズ-ニッケル金属間化合物の形成によると考えられる。

参 考 文 献

- 1) 園田 司, 林 行信, 表面技術, 49, 613(1998).

6 1. チタン材料へのめっき処理に関する研究

山岸憲史, 園田 司, 稲葉輝彦, 西羅正芳*¹

機械金属工業指導所, * 1 企画情報部

1 緒 言

チタンは比強度が高く, 耐食性も非常に良いことから新金属材料として注目されている。これまで, チタンは航空・宇宙材料など特殊な分野でのみ利用されてきたが, 最近では, 金物をはじめとする一般製品への適用が進められ, すでに商品化されているものもある。しかし, チタンは摩耗に対して弱く, 摺動部への利用に難がある。そこで, チタン材料に耐摩耗性などの表面機能を付与することを目的としためっき処理について検討した。チタンは表面に強固な自然酸化膜を作るため, 通常めっき法では密着性が悪く, すぐにはく離してしまう。これまでに, Marshall法やThoma法¹⁾などが紹介されているが, 濃塩酸やクロム酸など危険な薬品を使用すること, 処理条件の設定が難しいことなどから, 安定した密着性が得られないのが現状である。本研究は, できるだけ簡単に, 安全性の高いめっき法の開発を目標に, めっき密着性に及ぼす前処理の影響について検討した。

2 実験方法

試験片には, 30×20×1mmの純チタン板を用い, Fig. 1に示す工程に従ってめっき実験を行った。

めっき浴には, コハク酸, リンゴ酸を錯化剤とした無電解Ni-Pめっき浴を使用した。めっき後に行う密着性の向上を目的とした熱処理は, 通常, 真空中773K前後で行われるが, 本実験では, 大気中にて423~573Kで熱処理を行い, その効果を調べた。

密着性の評価は, クロスカット・テープはく離試験および折り曲げ試験により行った。

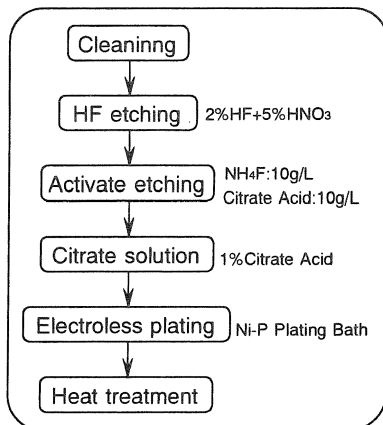


Fig.1 Procedure and condition of plating preparation process.

3 結果と考察

チタン上に直接無電解めっきを行う場合, チタン表面に触媒性を付与するか, 初期通電により電解析出を行う必要がある。今回検討した活性化エッチング処理は, 酸化皮膜の除去と表面粗化をねらったもので, 触媒性を与える処理ではない。活性化した試料を無電解めっき浴に浸漬するとめっきが一部析出した。これは, 試料表面が活性化状態になっており, めっき浴中でこの表面が酸化される時に放たれた電子によってNiが析出, これを核に無電解めっきが進行したものと考えられる。しかし, このめっきはムラであるため, めっきの始動には電解を併用する方法を採用した。また, 活性化エッチング処理により, 試料表面には微細な凹凸が形成されることがSEMによる観察でわかった。これにより, アンカー効果による密着性の向上が期待できる。

活性化エッチング処理後, 水洗を経てめっき浴に移行すると, 水洗時に酸化皮膜が再生することが考えられる。そこで, クエン酸溶液中で洗浄することにした。

次に, めっき浴に浸漬した後, 通電を開始してめっきを行った場合, めっきの密着性はあまり良くなかった。これは, めっき浴浸漬と同時に酸化皮膜が形成されているためと考えられることから, あらかじめ電圧をかけておき, 通電しながらめっき浴に浸漬することにした。これにより, めっきの密着性は向上し, クロスカット試験では, はく離しなくなった。しかし, より過酷な折り曲げ試験では, はく離がみられた。そこで, めっき後に熱処理を行った結果, 非常に低い温度の473K熱処理でも, 密着性の向上に効果があることがわかった。この熱処理により, 折り曲げ試験に対しても, はく離しなくなった。

4 結 論

チタン材料上に無電解めっきを行う1つの方法として, 活性化エッチングと電解始動による方法を考案した。めっき後の低温熱処理と組み合わせることにより, 密着性の良いめっきが可能となった。

参 考 文 献

- 1) M. Thoma, *Plating and Surface Finishing*, 70[5], 96 (1983).

62. フィックス剤吸着による綿糸の水に対する濡れ性の変化

長谷川 勝, 磯野禎三, 杉本 太

繊維工業指導所

1 緒 言

織機の高速度化, 高度化に伴って適切にたて糸に糊付けをすることが, 重要な課題となっている。綿糸を反応性染料で濃色に染めた場合, 糊の付着量または被覆の仕方に問題を生じ, その結果製織時に糸切れのトラブルを発生することがある。この原因としては, 染色堅牢度向上のために使用されているフィックス剤の影響で, 糸が若干疎水化(撥水性)されているためと考えられている^{1, 2)}。しかし, フィックス剤はカチオン性の高分子電解質であり, 親水性は非常に高く, これらが染色糸を被覆しても表面疎水化は起こり難いとも予想される。フィックス剤以外の他の要因も考えられることから, フィックス剤で被覆した時の綿糸, 染色綿糸の表面状態の変化を簡易的な浮沈法(水上に浮くか, 沈むか)で調べた。

2 実験方法

フィックス剤として使用されている9種類の高分子カチオン(1~9)を綿布(添付白布, かなきん3号)と染色綿布(カヤセロンリアクト染料で染色した綿布9種類, A~I)に付着または吸着させ, これらの糸が水に浮くか, 沈むかで撥水性の評価を行った。綿の比重は1.5程度の比重で, 水上に投入すると通常は即座に沈むため, 浮沈の測定は4~5 mm 平方の布(A法)と6~7 mm の糸を指で強く丸めた試料(B法)で行った。

3 結果と考察

綿布にフィックス剤を付着させた試料をA法で調べると, 3種類のフィックス剤(3, 5, 6)で浮力が観察され, B法では1種類(5)だけであった。この結果から, フィックス剤自身は(5)を除くと強い浮力を示さないことが分かった。

染色綿布に対しては, Table 1に示すA法ではフィックス剤(3, 5, 6)を吸着させた試料以外にも浮力が認められ, 染料分子へのフィックス剤の吸着による濡れ性の変化が示唆された。また, Table 1に示した0列はフィックス処理を行っていない系列で, D, F, H, Iのように綿に結合した染料自身が浮力を示すものもあった。しかし, このA法では, はさみによる切断面の毛羽や空気の抱き込みなどによる影響での浮力が考えられ,

Table 1 Wettability of dye-fixing agent absorbing cotton fabric(method A).

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
A	×	×	×	○	×	◎	○	○	×	×
B	×	×	×	○	×	◎	○	○	×	×
C	×	×	×	◎	△	◎	○	○	○	△
D	△	×	○	○	○	◎	○	○	○	○
E	×	×	×	○	○	◎	○	△	×	×
F	○	○	○	○	○	◎	◎	○	○	○
G	×	○	×	×	×	◎	○	○	○	○
H	○	○	○	○	○	◎	○	○	○	○
I	○	○	○	○	○	◎	○	○	○	○

hydrophobic ◎→○→△→× hydrophilic

実験の再現性は乏しかった。これに対してB法では糸を丸める操作により, 毛羽どうしが集合して浮力を減少させるのと内包している空気の除去がある程度行えることから実験結果の再現性は高かった。

B法では未染色糸と同様に(5)のフィックス剤を用いた時に強い浮力が観察され, 他のフィックス剤でも浮力が観察されたのは未染色糸の場合と同じであった〔3(1点), 6(2点)〕。

これらの結果から, 特定のフィックス剤以外は水に対する濡れ性を低下させないと考えられる。

(5)のフィックス剤を付着(未染色糸)または吸着(染色糸)させた試料を水上に置くと, 長時間浮いているがその後沈み, 再度浮上してくるという現象が観察される。この挙動は糊付け糸でも同じで, 浮上の力は糸に内包された空気泡による。(5)のフィックス剤使用糸と糊付け糸が同じ挙動を示すことから, (5)は他のフィックス剤に比べてフィルム形成能があり, さらに, 室温下での水に対する溶解能が低いと推定される。

参 考 文 献

- 1) 麻生信之, 横井克行, 埼玉県繊維工業試験場, “平成8年度研究報告” 28(1996).
- 2) 宮本忠彦, “静岡県浜松工業技術センター研究報告”, 7, 103(1997).

63. スリップ防止加工の高度化に関する研究

瀬川芳孝, 中野恵之, 古谷 稔, 長谷川 勝

繊維工業指導所

1 緒 言

播州織物品質基準の中に「縫い目滑脱抵抗力は3mm以下」とされている。つまり、ミシンの縫い目が引張りによってスリップする幅が3mm以下と定められており、これに適合させるためスリップ防止加工を行っている。この加工は、シリカやセラミックなどの超微粒子を織物に付与して、糸同士の摩擦抵抗力を上げスリップを防いでいる。現在は、加工技術者が長年の経験と勘で加工剤の量を決定しており、織物の風合い調整を困難にしている。したがって、織物規格によって最少加工剤量が把握できれば、風合いの向上と加工の安定性、ラボテストの簡素化、短納期対応など数々のメリットがでてくる。そこで、組織や密度など規格の異なる織物にスリップ防止加工を施し、織物の種類と縫い目滑脱抵抗力の関係を検討した。

2 実験方法

織物は、たて・よこ糸共綿120番手双糸を用い、たて糸密度120本/インチ一定で、よこ糸密度を98, 87, 76, 65本/インチの4種類、組織は、平、綾、朱子、オックス(2/2, 3/2, 4/2)の6種類で計24種類を製織した。この織物を毛焼き、糊抜き、シルケット加工し実験に供した。

スリップ防止加工は、各織物共スリップ防止剤濃度を0, 0.5, 1.0, 3.0wt%に柔軟剤を0.5wt%一律添加して、浸漬、絞り、乾燥した。その後、幅調整と斜形修正するためセット加工とサンフォライズ加工を行った。

滑脱抵抗力は、JIS L 1096 B法に基づき、引張試験機で荷重5kgfまで引張り、縫い目の開き幅を測定した。たて糸に直交縫い目の開きをたて方向、この逆をよこ方向とし、各織物共たて、よこ3点ずつ測定した。

3 結果と考察

スリップの大小は、織物の組織や密度などに起因するところが大きい。これは、たて糸とよこ糸の交錯の仕方や交錯点数、カバーファクターなどによって異なると考えられる。Fig. 1に各種織物(よこ密度87本/インチ)とスリップ幅の関係をスリップ防止剤の濃度別に測定した結果を示す。組織別では、平織物が最もスリップ幅が小さく、次いで綾、朱子、オックスとなり¹⁾、文献と同じ結果を示した。オックスのスリップ幅は、たて方向で

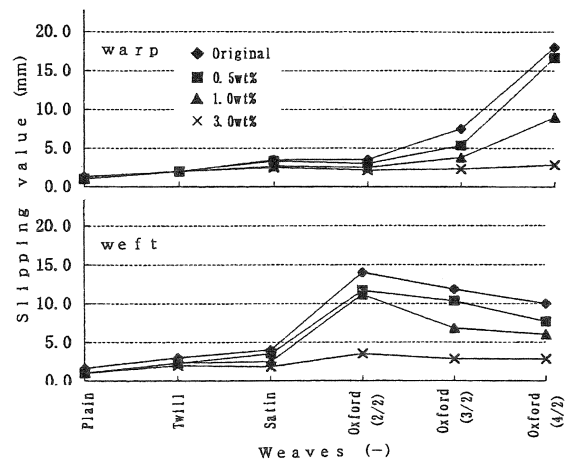


Fig.1 Changes in slipping value with weaves.

は、オックス2/2が最も小さく、順に3/2, 4/2で、よこ方向はこの逆となる。オックス4/2は、たて糸4本によこ糸2本を、オックス2/2は、たて糸2本によこ糸2本を引き揃えて織ったもので、オックス2/2の方が交錯点数が多いにもかかわらずスリップ幅が大きくなる。たて方向は理論どおりと考えられるが、よこ方向は予測とは異なっていた。これは、ミシン縫い目に力が加わったとき、たて糸4本が重なり合って、より太い一本の束となってよこ糸の摩擦抵抗力を大きくしていると推察される。この傾向は、よこ糸密度を変化させても同じ結果になった。

また、スリップ防止剤の効果は、全ての組織において顕著に認められ、特にオックスは効果が大きく、スリップ防止剤の濃度が高くなるほどスリップ幅が小さくなる。しかし、オックスは、3.0wt%が必要である。平織、綾織、朱子織は、0.5wt%濃度で十分に品質基準に適合できるが、よこ密度が76本/インチより少なくなれば、より高濃度のスリップ防止剤が必要となる。この他、各組織ごとに検討を加え一応の成果を見た。この結果は、本研究と同時に実施した一般織物123点のデータと共に「スリップ防止加工データ集」を作成し仕上加工場に配布した。

参考文献

1)山田洋子, 繊維製品消費科学, 28[8], 326(1987).

64. オゾンによる綿製品の劣化に関する研究

磯野禎三, 杉本 太, 平瀬龍二

繊維工業指導所

1 緒 言

オゾンの繊維製品に対する影響としては、アントラキノン系の分散染料を用いて染色したアセテートやナイロン製品が、高温多湿下で退色することが良く知られており、ISO規格にはこれらに対応した試験方法が定められている。一方、反応染料で染色した綿製品がオゾンにより退色したとの報告があるが詳細は明らかでなく、対応した試験方法も存在していない。先染綿製品においては、染色系のみが劣化する事故が存在し、様々な原因が提起されているが、環境中のオゾンの影響も否定できないため、綿糸に対するオゾンの影響について検討を行った。

2 実験方法

綿糸としては、東洋紡績(株)製綿コーマ40番手単糸を用い、チーズ状でTable 1に示す処理を行い、オゾン暴露試験に供した。染色は、C.I. Reactive Blue 221を3%o.w.f.用いて行った。オゾン暴露試験は、試料をポリプロピレン製染色用コーンに約5mmの厚さにソフト巻を行い、(株)山崎精機研究所製GLP-91-C型ガス腐蝕試験装置を用いて行った。暴露後の試料は、(株)住化分析センター製SICOMUC 20 システムを用いて測色を、敷島紡績(株)製ST-2000型全自動単糸強力試験機を用いて引張特性を測定した。

Table 1 Treatings.

Sample	Treating
A	Untreated(GreyYarn)
B	S&B*
C	S&B*---Softening
D	S&B*---Dyeing
E	S&B*---Dyeing---Softening

(S&B*:Scouring and Peroxide Bleaching)

3 結果と考察

オゾン暴露条件としては、オゾン濃度を2.5ppm

とし、温湿度については分散染料で染色したナイロン繊維の退色が高温高湿下で促進すると報告されていることより、50°C、98%とした。

暴露時間と引張強さ及び退色との関係をFig. 1に示す。精練漂白糸であるB,Cは、今回の暴露条件下で物性の低下はほとんどなく、明度(L*)も変化しなかった。しかし、染色を行ったD,Eは、時間経過と共に引張強さと伸び率が低下し、染色濃度も低下した。さらに、なま糸であるAは、D,Eと比較すると少ないが、引張強さと伸び率は低下した。また、色の変化を染色濃度の変化として評価すると、時間経過と共に低下した。劣化の進行に対する柔軟処理の影響は、ほとんど見られなかった。S-S曲線の形状には、暴露時間の影響がほとんど見られないため、糸構造や繊維の表面状態は変化せず、綿単繊維が劣化したと考えられる。

A,D,Eがオゾン暴露により物性の劣化および染色濃度は低下し、B,Cがほとんど劣化しなかったことより、高温高湿の暴露条件下ではオゾンは綿繊維を劣化させないが、オゾンは色素と反応する。さらに、このオゾンと色素の反応は綿単繊維の劣化を引き起こすと考えられる。

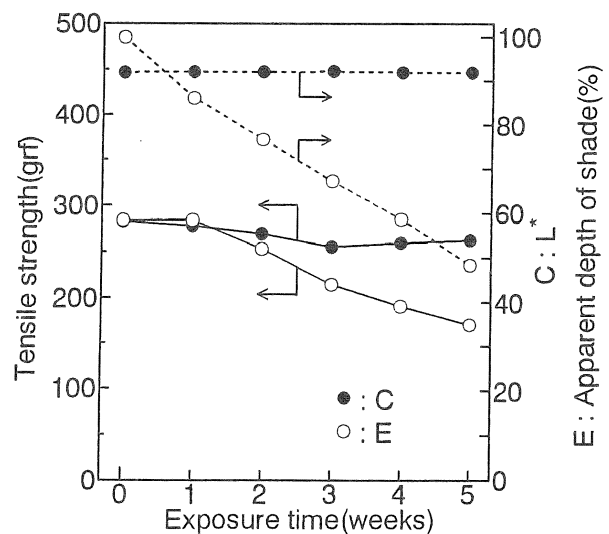


Fig. 1 The effect of exposure time on the cotton yarn C and E.

65. 織物の表面反射特性の利用

佐伯光哉, 古谷 稔, 藤田浩行, 平瀬龍二, 小紫和彦

繊維工業指導所

1 緒言

先染織物の代表的な種類の一つに、たて、よこの糸にそれぞれ濃淡の染色系を配したシャンプレー織物がある。この織物の特徴として、織物表面に見られる玉虫調の視覚効果がある。この視覚効果とは、視点と、照明、織物表面の位置関係に依存して表面色が変化して観察されるものである。テキスタイルCADを用いた織物設計では、仕上がり具合をシミュレーションイメージから評価する必要があるが、このような織物に関しては、その特徴を評価することが困難であった。

そこで、この様な織物表面で生じている反射を分析し、表面反射のモデル化により反射色を予想する方法を提案し検討したので報告する。

2 実験方法

2.1 手法の手順

織物表面色の予想方法は、織物表面の反射モデルを用いたレンダリングにより得られるイメージから、表面反射色を求めた。これによりイメージ生成を行った時の、照明、視点、織物面の位置関係は、Fig. 1 に示すとおりである。この時 γ を $0\sim 90$ 度、 θ を $0\sim 360$ 度の範囲でシミュレーションを行った。

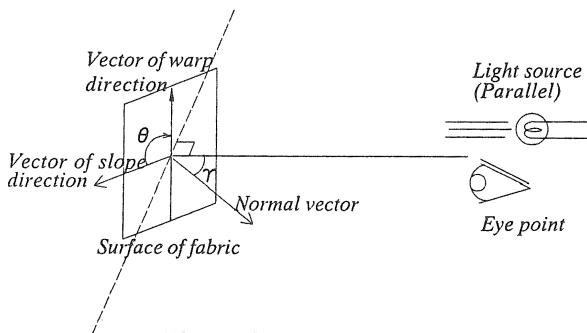


Fig.1 Schematic.

2.2 織物の表面反射モデルの作成

織物表面の反射モデルは、織物の幾何学的構造モデルに対して、測定から得られた糸表面の反射特性を適応することにより得られる。

糸表面の反射特性は、織物のたて、よこに使われている糸を平板にソレノイド状に巻いた試料をゴニオメータを用いて測定した。この時、鏡面反射の影響を少なくするため、光の入射面に対して、糸の長さ方向が、平行になるように配置した。この時の糸巻平板試料に対する照明光の入射角を γ として、 γ を $0\sim 90$ 度の範囲で測定した。この時に観測された表面反射光の輝度と入射角度の関係を示す式を糸表面の反射特性として用いた。織物の幾何学的構造モデルは、織物組織に従って立体的な浮き沈みを創り出すモデリングツールを作成し、これを用いて作成したものを織物構造の幾何学的モデルとした。ここでは、織物の微細構造を忠実にモデルに反映させるための方法として、糸の太さ、断面形状、浮沈の間隔などの構造要因を、拡大画像を用いて計測した。

3 結果と考察

提案する方法による、織物表面の反射モデルを用いたシミュレーションから得られた結果は、実測より得られた輝度変化とほぼ一致していた。この結果より、提案する方法で、異方反射による表面反射色を予想することが可能であることがわかった。

このことより、予想された表面反射色を、2次製品などの織物立体曲面イメージの予想に用いることが可能である。織物の異方反射特性は、入射角度 γ とたて糸方向の回転角度 θ に依存することが、測定結果よりわかっているため、次のような手順により、創作した立体曲面に適用することが可能である。

- 1)織物曲面において、たて糸方向のベクトル、面の法線ベクトルから、表面上における任意の頂点の、入射角度 γ とたて糸方向の回転角度 θ を求める。
- 2)反射色の予想結果より、入射角度 γ と、たて糸方向の回転角度 θ に依存した2次元のシェーディング用 Lookupテーブルを作成する。
- 3)2)で作成したテーブルを用いたシェーディングを実施する。

以上のようにして異方反射を考慮した曲面のイメージの予想が可能であった。

66. 不織布の材料評価技術に関する研究

藤田浩行, 佐伯光哉, 中野恵之, 平瀬龍二, 長谷川 勝

繊維工業指導所

1 緒 言

不織布は構成する繊維の分散度や配向度および繊維長の分布などにより、大きく特性は変化する。特に、カード機によるウェブから作製した不織布は、機械方向(MD)に繊維が配向するために物性に異方性が生じ、使用上問題となることがあるため、作製条件と特性の関係を十分に把握する必要がある。また、不織布は、不均一な構造であり、いわゆる”むら”が存在するため、品質検査を行うことは重要である。不織布の品質検査は、主に目視で行っているのが現状であり、一部、画像処理を利用することにより、不均一性を定量化するシステムも開発されている。綿の不織布は、おしぼりなど生活用品や衣料品などに利用されていることから、その触感に関する評価も重要になってくると考えられる。

そこで、本研究では、綿から作製した不織布の曲げ特性と表面特性を計測し、異方性の評価方法について検討を行った。さらに、表面特性に関して、フラクタルの概念を用いた定量化手法を提案する。

2 実験方法

不織布は、革新織機の耳糸くず(綿糸)と生分解性の熱可塑性樹脂(ポリブチレンサクシネート(PBS))により作製した不織布¹⁾を用いた。作製した不織布はMDおよび直角方向について、カトーテック(株)製の曲げ試験機および表面試験機により、曲げ特性、摩擦係数の変動曲線および粗さ曲線を求めた。曲げ試験は純曲げ試験で、曲率 0.5cm^{-1} まで変形させ、曲率 $0.1 \sim 0.4\text{cm}^{-1}$ の傾きから曲げ剛性を算出した。表面特性は、それらの曲線から平均摩擦係数および中心線平均粗さを求めた。さらに、粗さ曲線については、フーリエ変換により得られるパワースペクトル密度関数の周波数とパワースペクトルの関係から粗さ曲線のフラクタル次元を求めた。

3 結果と考察

Fig. 1に樹脂の配合率と曲げ剛性の関係を示す。樹脂の配合率の増加にしたがって、曲げ剛性は大きくなるが、30数%で曲げ剛性は最大となり、その後減少する傾向を示した。また、MDの方が直角方向よりも曲げ剛性は

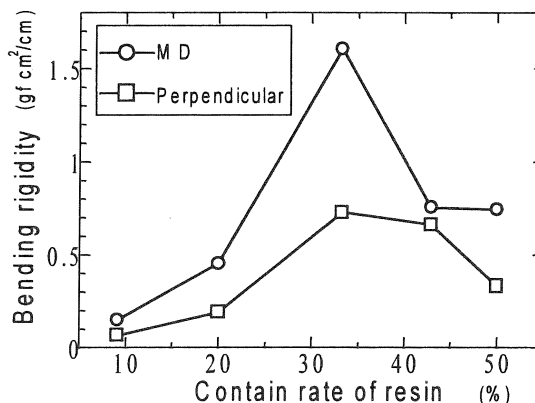


Fig.1 Changes in bending rigidity by resin contained rate.

大きくなっている。これは、MDに繊維が配向したためと考えられる。平均摩擦係数は、樹脂の配合率に関わらず、すべての試料において、直角方向の方が大きくなったが、樹脂の配合率による差はみられなかった。これは、同一試料内におけるむらが大きく影響していると考えられる。粗さ曲線の特徴量として、パワースペクトル密度関数から求めたフラクタル次元により評価を行った。フラクタル次元が大きいほど、波長の周期が短くなる傾向を示し、その周波数分布を定量化することが可能になった。また、粗さ曲線は、階層構造を有しており、実験結果を基にし、階層構造を考慮した逆フーリエ変換を利用したシミュレーションの結果、実験結果と視覚的に近い粗さ曲線を発生させることができた。

4 結 言

不織布の曲げ剛性を最大にする樹脂の配合率が存在し、MDに繊維が配向するために曲げ剛性も異方性を有した。また、フラクタル次元により、表面粗さ曲線を定量化し、評価手法として有効であった。

参 考 文 献

- 1) 藤田浩行, 佐伯光哉, 平瀬龍二, 小紫和彦, 本誌, No.7,97(1997).

67. 経糸用糊材の開発に関する研究

平瀬龍二, 長谷川 勝, 竹内茂樹, 佐伯光哉, 中野恵之

繊維工業指導所

1 緒言

紡績糸を製織するためには経糸に糊付けを施す必要がある。以前は経糸用糊材として澱粉が使用されていたが、織機の高速度化等に伴い、ポリビニルアルコール (PVA) が主流となってきた。現在、主に用いられている糊材は主成分であるPVA (60~70%) に澱粉、油剤等を加えた配合糊である。

この配合糊は次のような問題点を有している。1)澱粉を含んでいるため、糊の調整に高温を必要とする。また、澱粉の老化により糊液の保存性も劣る。2)PVAを有するため糊液の生分解性が低い。また、PVAが水に溶解し難いため、織布から糊が抜け難い。

そこで、本研究では、上述の問題点を克服した経糸用糊材の研究を行った。今回は澱粉を原料として、目的糊材の合成を検討した。

2 実験方法

2.1 強伸度測定用糊フィルムの作成

糊の約10wt%水溶液を調整し、スチロール製のケースにキャストすることにより、強伸度測定用の糊フィルムを得た。

2.2 強伸度測定

(株)島津製作所製の定速伸長型引張試験機AG-1000Bを用いて糊フィルムの強伸度測定を行った。測定条件は、試料幅:10mm, 有効試料長:30mm, 引張速度:30mm/minであった。

2.3 ジアルデヒド澱粉の還元反応

ジアルデヒド澱粉は市販品(ナカライテスク(株))を用いた。蒸留水100mlにジアルデヒド澱粉5gを懸濁させ、15°Cに調整した。懸濁液を攪拌しながら、水素化ホウ素ナトリウム0.875gを蒸留水7.5mlに溶解したものをゆっくり滴下した。滴下終了後、液温を10°Cに保ちながら、さらに4hr攪拌した。反応終了後、反応混合液に希酢酸を加えて所定のpHに調整した。次いで、反応液をメタノール中に投入し、ジアルコール澱粉の沈殿を得た。

3 結果と考察

まず、既存の糊材である澱粉、PVAおよび配合糊につ

Table 1 Properties of films.

Property	Starch	PVA	Blend
Stress(kgf/mm ²)	4.7	4.3	1.6
Strain (%)	6.7	325.1	192.9

いて強伸度測定を行った結果をTable 1に示す。

この結果より、澱粉は伸度(柔軟性)が著しく劣っていることが判明した。これは澱粉の剛直な分子構造に起因するものと考えられ、澱粉分子のグルコピラノース環の開環を検討することにした。

澱粉の2, 3位炭素が切断されてアルデヒド基に置換したジアルデヒド澱粉でフィルムの強伸度測定を行った。このフィルム物性は水素結合のため非常に硬くて脆く、繊維用糊材としては不適切であった。

そこで、ジアルデヒド澱粉のアルデヒド基を還元してアルコールに変換したジアルコール澱粉で検討した。ジアルコール澱粉のフィルム物性をTable 2に示す。

Table 2 Properties of films.

Property	pH		
	7.8	6.8	5.9
Stress(kgf/mm ²)	1.1	0.7	0.1
Strain (%)	88.1	129.4	191.5

ジアルコール澱粉に変換することにより、伸度はかなり改善された。しかし、この材料の物性は合成時のpHに大きく影響された。これは水素化ホウ素ナトリウムの分解物の影響であると考えている。溶解性についても改善されており、常温の水に可溶であった。また、ジアルコール澱粉は分子鎖にエーテル結合を持つことから、生分解性を有していると考えられる。

4 結論

澱粉を化学処理することにより、優れた繊維用糊材を得る可能性が確認できた。

今後は、物性向上を目指す研究を継続する予定である。

68. 二酸化炭素による牛皮の脱灰試験

有馬純治, 桑田 実, 中川成男, 杉田正見

皮革工業指導所

1 緒 言

脱灰・酵解工程では硫酸アンモニウム, 塩化アンモニウムなどのアンモニウム塩を使用するため, 排水中には多量の窒素成分が排出される。また, 工程中にアンモニアガスが発生し作業環境を悪化している。さらに, 東京湾, 伊勢湾, 瀬戸内海などに流入する窒素成分にかかる排水規制の強化が推進されている。

これらの問題を克服する脱灰法として炭酸ガス脱灰法がある。この方法は1953年Ochs¹⁾が山羊皮を用いた試験をしたが, その後, 環境問題が論じられ出した80年代後半から再び検討され, 海外では一部実用化されている^{2), 3)}。しかし, わが国では炭酸ガス脱灰法に関する豚皮の試験報告⁴⁾があるが, 牛皮に応用した報告は少ない。そこで, これらの報告を基に北米産ステアハイドを用いた炭酸ガス脱灰法について検討したので報告する。

2 実験方法

北米産ステアハイドを袋物用革の製造を目的にした方法で水漬け, 石灰脱毛を行い3.5mmに分割したものを供試皮とした。石灰裸皮重量に対して300%水, 1.5%石灰で20時間再石灰漬後, 300%水で10分間水洗を2回行い各試験に割り当てた。

標準的な処方として, 300%水(30°C), 2.5%塩化アンモニウム, 0.5%脱脂剤で60分処理, 0.8%酵解剤を加えて40分間処理, 300%水で2回水洗, 一定の方法で浸酸, クロム鞣し, 再鞣, 染色・加脂を行った後, トグル張り乾燥を行い製品革とした。一方, 炭酸ガス脱灰法として石灰裸皮水洗後, 塩化アンモニウムの代わりに炭酸ガスを用い注入量を8L/分~2L/分に变化させ所定時間処理した。すなわち, 石灰裸皮重量に対して300%水(30°C), 炭酸ガス注入量を8, 6, 4, 2L/分の4水準とし, それぞれ30分間注入した後, ガスを止めて30分間ドラムを回転させて脱灰を終了し, 次いで0.8%酵解剤を加えて40分間処理, 300%水で2回水洗を行った。以降同じ方法でクロム鞣し, 染色・加脂を行いトグル張り乾燥した。

それぞれの試験に対して浴中のカルシウム, 全窒素, 皮中のカルシウムおよび製品革の化学組成, 機械的特性, 色調の測定並びに一対比較法により官能評価を行った。

3 結 果

製革工程中の脱灰工程から排出する窒素の削減を目標に, 牛皮の炭酸ガス単独による脱灰試験を行った結果を要約すると以下の通りである。

1)炭酸ガスによる脱灰浴のpHは, ガス注入量にかかわらず極めて短時間で6.1~6.4程度に低下する。フェノールフタレンによる視覚判定では1/3~4/5程度の赤色を呈していたが, 酵解後では2L/分の試験革を除き赤色反応は観察されなかった。しかし, 塩化アンモニウムにより脱灰した皮中のカルシウム含有量は0.28%に対し, 炭酸ガス脱灰試験皮では0.7~0.8%であり, 皮中のカルシウムの溶出量は劣ることを示した。しかし, クロム鞣し革の段階では, 革中のカルシウム含有量は標準試験革が0.08%, 炭酸ガス脱灰革はガス注入量の差によって0.10~0.32%の範囲で変動したが, 炭酸ガス注入量の変化など脱灰条件などを考慮することにより標準革の含有量と同程度にすることができた。

2)炭酸ガス脱灰試験では, 窒素含有塩を添加しないため廃液中の窒素分を大幅に削減させたが, 酵解剤には窒素塩が含まれているため, 酵解後の廃液では多少の窒素を排出する結果となった。しかし, 脱灰・酵解工程廃液の窒素成分の削減には大きな効果が認められた。

3)製品革の化学組成および機械的特性には大きな変動が認められないが, 炭酸ガス注入量が多く長時間処理した場合には, 革の強度や伸びに悪い影響を与える傾向にあった。

4)炭酸ガス脱灰試験革はやや染色性が劣り鮮明さが低下したが, 炭酸ガス注入量4L/分および6L/分の試験でクロム革中のカルシウムが標準革とほぼ同程度の場合, 革の色調も標準革とほぼ同じであった。

5)官能評価の結果では, 炭酸ガス注入量2L/分の試験革を除き標準革よりも柔軟であったが, 銀面の状態(シボ, 平滑性)が若干低下する傾向が見られた。

参 考 文 献

- 1)Ochs E.E., J.Am.Leather Chem.Assoc., 48,105(1953).
- 2)Klasse M.J., J.Am.Leather Chem.Assoc., 85,431(1953).
- 3)Kolomaznil K., Blaha A.& Dedrle T., J.Am.Leather Chem.Assoc., 91,18(1996).
- 4)東京農工大学硬蛋白質利用研究施設報告書, No.41,1(1996).

69. 植物タンニンによるアルミニウム鞣し革の再鞣

有馬純治, 岸部正行, 原田 修, 隅田 卓, 杉田正見

皮革工業指導所

1 緒 言

前年度にアルミニウム鞣しの際に使用するマスキング剤としてグリシン, アスコルビン酸, 革の溶解物, グルタミン酸ナトリウムについて検討した. その結果鞣剤と助剤のモル比(助剤/アルミニウム)が0.5以下でアルミニウムの皮への吸着量や均一性が向上することが明らかとなった. そこで本年度はマスキング剤として比較的安価で大量生産されているグルタミン酸ナトリウムを用いてウェットホワイトを調製し, 植物タンニンによる再鞣試験を行った. 植物タンニン革を標準とし, ホルマリン-植物タンニン革を参考にして主として物性および柔軟性について比較検討した.

2 実験方法

2.1 試料皮

北米産塩蔵ステアハイドを袋物用革の製造を目的に, 通常の方法で水漬け, 石灰脱毛を行い, 3.0mmに分割した石灰裸皮10枚を試料皮とした.

2.2 鞣製試験

2.2.1 アルミニウムによるウェットホワイトの調製と植物タンニンによる再鞣

ステンレス製ドラム(ドイツSpecht社製)を用いて, 常法により脱灰・酵解, 浸酸を行った後, 硫酸アルミニウムを10%添加し, マスキング剤としてL-グルタミン酸ナトリウムを0.25%添加して鞣しを行った. 塩基化剤は炭酸水素ナトリウムを用いた. 鞣製は6時間ドラムを回転し, 浴液の温度は徐々に上昇させ最終温度を38°Cとした. その後一夜静置して鞣しは終了した. 1日積み置きして熟成した後, 水絞り, シェービング(1.4mm)を行った. 再鞣革の調製はアルミニウム革に対して植物タンニン(再鞣革①)およびグルタルアルデヒド-植物タンニン鞣し(再鞣革②)の2種類の革を調製した. すなわち, pHを4.5~5.0に調整したのち, 25%植物タンニンを添加して再鞣を行った. 一方, 再鞣革②の調製はpHを4.5~5.0に調整した後, 2%グルタルアルデヒドを添加して30分反応させ, 25%植物タンニンを添加して再鞣を行った. 加脂はそれぞれの再鞣革に加脂剤を4%用いて行った.

2.2.2 標準革(植物タンニン革)およびホルマリン-植物タンニン革の調製^{1, 2)}

標準革およびホルマリン-植物タンニン革の調製は2.2.1の脱灰・酵解後, pHをそれぞれ4.5~5および6.0前後に調整し, 標準革は植物タンニンを25%添加して再鞣を行い, ホルマリン-植物タンニン革は2%ホルマリンで前鞣しを行った後, 植物タンニンを25%添加して再鞣を完了した. 加脂は上記試験革同様4%の加脂剤を用いた.

2.3 再鞣革の化学及び物理試験

革の化学分析と物理試験はJIS K 6550, 銀面割れ試験はJIS K 6545に準じて行った. また, 柔軟度の測定はソフトネステスターを用いた.

3 結 果

アルミニウム鞣製革は, 扁平で硬いといわれており, 植物タンニンの充填によって革の膨らみや柔軟性がどれほど付与されるかを, また, グルタルアルデヒドの添加(再鞣革②)で柔軟性が付与されるかを標準革およびホルマリン-植物タンニン革と比較した. その結果は, 以下の通りであった.

(1) 再鞣において植物タンニンが均一に革の中心部まで浸透する時間は, 標準革の調製と同様に3時間以上, グルタルアルデヒドを併用した植物タンニン再鞣では, 2時間, ホルマリン-植物タンニン革は70分間であった.

(2) 化学分析結果では, アルミニウム革におけるAlの分布は均一性を示した. 結合タンニン量は各革ともほとんど変化はなかったが, 物理試験では, アルミニウム再鞣革は標準革に比べて引張強さ, 銀面割れ荷重及び高さは低下した. 中でも再鞣革②の引張強さ, 銀面割れ荷重はホルマリン-植物タンニン革に近い値であった. しかし, 引裂強さは再鞣革①, ②とも標準革, ホルマリン-植物タンニン革よりも大きな値を示した.

(3) 柔軟性は, ホルマリン-植物タンニン革>標準革>再鞣革②>再鞣革①の順であった.

参 考 文 献

- 1) 有馬純治, 松下啓, 岸部正行, 志方徹, 杉田正見, 岡田正七, 皮革化学, 18, 215(1989).
- 2) 有馬純治, 松下 啓, 岸部正行, 杉田正見, 皮革化学, 38, 119(1992).

70. 植物タンニン再鞣革の表面染色

中川和治, 杉田正見

皮革工業指導所

1 緒言

人と環境にやさしい技術として、非クロム鞣し後に植物タンニンを使って行う再鞣の重要性はますます高まっている。現在でも型押し革などの製造には植物タンニンはなくてはならない存在である。型押し革の多くは仕上げ工程で顔料による色合わせを行っているため、染色はあまり問題にならなかった。しかし、非クロム革やアニリン革（仕上げ工程では顔料を使わず、染料のみで目的の色を得るために仕上げ前の状態の影響が大きい）の製造において染色時の色合わせが要求されるようになってきた。そこで、植物タンニン再鞣革の表面染色について植物タンニン使用量が染料の吸着性に及ぼす影響を検討した。

2 実験方法

30×30cmのクロム革（無水物換算で5.1%の Cr_2O_3 を含む）3枚を一組として染色試験に使用した。直径30cmの4連型ステンレスドラムを用いて中和（1%ギ酸ナトリウムと1%炭酸水素ナトリウム）、再鞣（3%ネオシンFNと植物タンニン）、染色（2%ブルーブラック1

30B）および加脂（3%ペラストールES）を行った。

3 結果

3種の植物タンニン（ミモザ、ケブラチヨおよびチェストナット）を5～40%用いて再鞣を行い、染色・加脂し、ギ酸添加後に浴液中の染料の残存量から染料吸着率を計算した。染色後（Fig. 1）およびギ酸添加後（Fig. 2）のいずれの場合も染料吸着率は植物タンニン使用量とともに減少した。ミモザとチェストナットはよく似た傾向を示すが、ケブラチヨの減少カーブはそれらに比べて急であった。

4 結論

植物タンニンと染料はともにアニオン性であるので、植物タンニンによる再鞣後染色を行うと染料の吸着率が低いことは予想されることであるが、特にケブラチヨで顕著に低下した。従って、再鞣でケブラチヨを使用するときは染料の使用量などの染色条件に十分注意する必要がある。

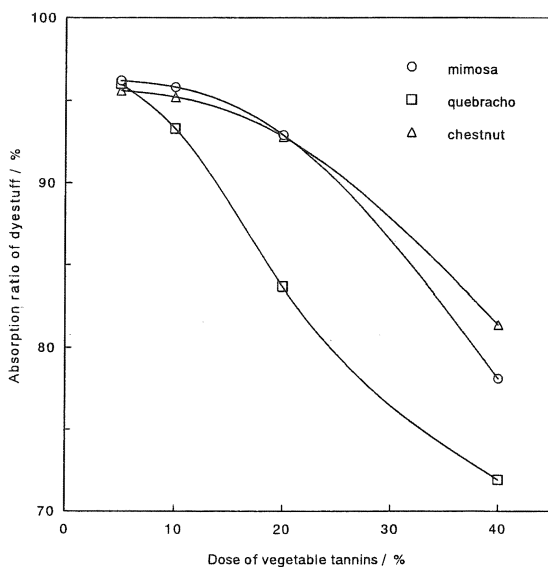


Fig.1 Influence of dose of vegetable tannins on adsorption ratio of dye after dyeing.

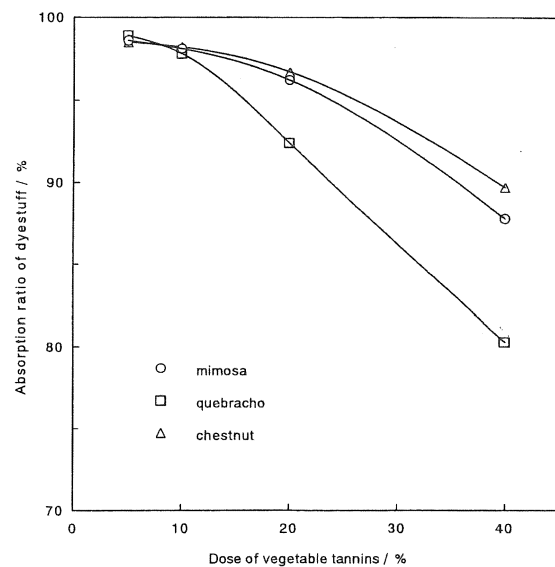


Fig.2 Influence of dose of vegetable tannins on adsorption ratio of dye after the addition of formic acid.

7 1. 接着加工性に優れたオイルプルアップ革の開発

安藤博美, 隅田 卓, 水谷茂章

皮革工業指導所

1 緒 言

プルアップとは皮革の裏面から押し上げ又は折り曲げることにより皮革表面が薄色化する効果である製革工程ではクロム鞣革に植物タンニン系鞣剤とオイルプルアップ効果を生じる加脂剤を皮革中に浸透し, 更に仕上げ工程でプルアップ効果のある油剤を塗布する。

従来, 甲用革としてのオイルプルアップ革は靴底材との接着安定性に劣ると言われている。製靴工場においてバフ掛け, プライマーおよび接着剤の選択などの改善が行われてきたが, 十分な対応が出来ていない現状である。

そこで, 本研究はオイルプルアップ甲用革と底材との接着安定性を向上するために革素材の側から改善を行うことを目的とする。

2 実験方法

2.1 供試革の調製

北米産成牛原料皮から通常の脱毛石灰漬を行った裸皮を用い, 脱灰・酵解, 浸酸およびクロム鞣(無機系5.0%使用)を行った革を用いた。供試革はプルアップを意図しない革(#1), A社処方(#2と3), B社処方の(#4と5), C社処方(#6と7)の計7種類を調製した。なお, 仕上げは行っていない。

2.2 供試接着剤

クロロプレングム・フェノール樹脂が主成分のクロロプレレン系1液型接着剤(不揮発分28%)(ノーテープ工業(株))製を使用した。

2.3 供試表底

ゴム板の組成は不明であるが製靴企業より提供された表底を使用した。

2.4 はく離接着強さ試験方法

J I S K 6854(接着剤のはく離接着強さ試験方法)を参考にして, T形はく離を行った。なお, バフ掛けは摩擦試験機II形(荷重500gf)に#100のサンドペーパーを取り付けて500回往復を2回(計1,000回)行った。はく離接着強さ試験は万能型引張試験機ストログラムM100(株東洋精機製作所製)を用い行った。

3 結果と考察

3.1 はく離接着強さ試験方法を求める試験

供試革はA社の軽度プルアップ革の腰部を用いた。サンドペーパー掛け回数(未処理, 500, 1,000, 1,500), 皮革とゴム板とを接着させた後の自然風乾時間(10, 30, 60分間), 接着状態における荷重(0.07, 0.13, 0.20kgf/cm²), 温度(40, 60, 80°C)および熱処理における放置時間(30, 60, 90分間)の影響について検討した。それらの結果より最適条件を選択しマニュアルを作成した。

3.2 調製革への適用例

上記方法を調製した供試革に適用した結果をFig. 1に示す。#1が最も高いはく離強さ(約9.0kgf)が得られた。なお, はく離接着値の偏差は腹部採取試験片の方が腰部, 肩部よりも大きかった。また, 供試革間の差異(4.0~6.0kgf)も見られ, 下地革の調製方法に関連するものと考えられた。

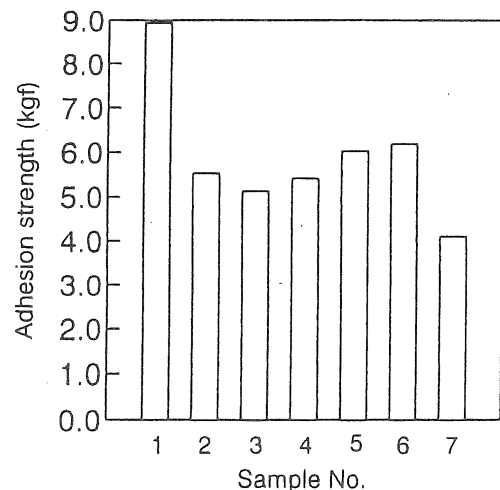


Fig.1 Adhesion strength for differnt processed leathers.

4 結 論

はく離接着強さ試験方法のマニュアルを作成した。調製革に適用した結果, 供試革間のはく離接着強さに差異が見られた。

7 2. 回収牛毛可溶化物の分子量分布に関する検討

佐伯 靖

皮革工業指導所

1 緒 言

脱毛工程で回収した牛毛は、アルカリ免疫反応と呼ばれるアルカリ加水分解により生じたペプチドの分子間結合により、還元アルカリ溶液による可溶化は困難である。しかし、酸化アルカリ溶液あるいは水酸化ナトリウムにより、回収牛毛は約95%可溶化されることが認められた。本研究ではこの回収牛毛可溶化物の分子量分布を検討し、牛毛の新規利用への知見を得る。また回収牛毛の酵素による可溶化の検討を行う。

2 実験方法

2.1 回収牛毛のアルカリ加水分解試験

回収牛毛0.25gを0.5N-NaOH溶液50mlで室温下、3日間攪拌し可溶処理後、不溶物をろ過し、ろ液は希塩酸で中和またはそのまま透析し、凍結乾燥して可溶物を得た。

2.2 アルカリ可溶化物の分子量測定

回収牛毛のアルカリ加水分解により得られた溶液の一部及び透析、凍結乾燥後の可溶化物をそれぞれ0.1Mリン酸緩衝液(pH7.0)で希釈し、高速液体クロマトグラフ(GPC)による分子量測定を行った。可溶化物の分子量は既知標準タンパク質との比較により行った。

2.3 回収牛毛の酵素分解による可溶化試験

回収牛毛を凍結粉碎機により粉碎後、試料0.1gをタンパク質分解酵素パパイン(基質:酵素=30~50:1)により0.05Mリン酸緩衝液中(pH7.0)50mlで可溶化を検討した。

3 結果と考察

3.1 回収牛毛のアルカリ加水分解

回収牛毛の0.5N-NaOH溶液による可溶化率は3日間処理した場合は約95%であった。この溶液を希塩酸で処理し、沈殿物を生じた場合の回収率は15.2%であり、アルカリ溶液を透析、凍結乾燥した場合のペプチドの回収率は43.6%であった。このペプチドの回収率から約50%は透析膜外に失われていると考えられる。また約25%のペプチドは酸性中で凝集沈殿をしないペプチドであると思われる。

3.2 アルカリ可溶化物のGPCによる分子量分布

回収牛毛のアルカリ加水分解物の初期のGPCでは重量平均分子量約5千にピークを持ち低分子量を多く含むブロードな分子量分布を示したが、可溶化が進むと、高分子量が増え約8千にピークを持つブロードな分子量分布を示した。このことはアルカリ加水分解の初期では比較的切れやすい末端から加水分解が起こり、加水分解が進むと高分子量のペプチド主鎖を切断していると考えられる。また、凍結乾燥後の可溶物のGPCによる分子量は約1万1千にピークを持つ高分子量を多く含むブロードな分子量分布を示し、透析処理によりペプチドが高分子化していると思われる。

3.3 回収牛毛の酵素分解による可溶化

パパインによる室温下での処理では回収牛毛の未溶解残渣からの可溶率は0%となったが、反応液の一部をGPCにより測定すると溶解物のピークが認められ、わずかに溶解していた。重量平均分子量約2千にピークを持ち低分子量を多く含むブロードな分子量分布を示した。このことから、室温下でのパパインによる回収牛毛の可溶化はほとんど末端のペプチドを切断し、ペプチド主鎖を切断していないと思われる。パパインでの可溶化の場合、ペプチド主鎖を加水分解するためには反応温度を高温にして処理する必要があると思われる。

4 結 論

回収牛毛のアルカリ加水分解は水酸化ナトリウム溶液の場合、末端のペプチドから加水分解が起こりペプチド主鎖を切断していくと考えられる。この加水分解により可溶化物は重量平均分子量約8千にピークを持つペプチドの混合物であることが認められた。また可溶物は透析処理によりペプチドが高分子化することが認められた。

タンパク質分解酵素パパインによる回収牛毛の可溶化では、室温下でペプチドの末端のみを切断し、重量平均分子量約2千にピークを持つ低分子量を多く含むペプチドの混合物であることが認められた。パパインによる可溶化率を上げるためには反応温度を60°Cの高温まで上げペプチド主鎖を切断しやすくする必要があると考えられる。

73. 皮革屑の亜臨界水処理により得られたペプチドを利用した機能性材料の開発

原田 修, 隅田 卓, 岸部正行, 有馬純治, 安井三雄*¹, 石川 斎*¹

皮革工業指導所, *1 開発部

1 緒言

亜・超臨界水処理で革を処理すると種々のペプチドが得られるが、得られたペプチドの利用法を開拓しなければ、亜・超臨界水処理法が皮革副産物の有効な処理法とは成り得ない。そのためには、皮革屑を亜臨界水処理して得られたペプチドを工業用材料として利用できるようなペプチドを精製する必要がある。そこで、本報告では革の亜臨界水処理液から染料を除去する方法について検討した。

2 実験方法

2.1 試料

ウェットブルー (IBP, アメリカ) を加脂剤 (トラボン RC, 牛脚油) と染料 (ベイケナールブラウン CGG, 酸性染料) で処理した革を試料として用いた。革の分析値は以下に示す。ただし、革中の染料の含有量は不明である。

クロム含有量 (Cr ₂ O ₃ として)	3.0 %
脂肪分	5.2 %
灰分	3.5 %

革は数ミリ角に切断し、試料とした。

2.2 亜臨界水処理

亜臨界水処理の反応容器は、内容量 50ml の耐圧容器で、熱電対を備えている。反応容器に水 25ml, 試料 3g を加え、600 °C に調整した電気炉に入れて所定温度 (250 °C) に達した後、反応容器を取り出して冷風で急冷した。亜臨界水処理液は、残さを除去した後真空乾燥し、得られた乾燥物を水溶性生成物とした。

2.3 水溶性生成物からの染料の除去

水溶性生成物 0.25g に水 3.8ml を加えて溶解させ、そ

のまま、または酢酸および水酸化ナトリウムを加えて酸性、アルカリ性に調整した水溶液に、活性炭 50mg を混合して十分攪拌した。その後、水溶液を 20 μm のフィルターで濾過した後、逆相 HPLC で分離・分析して染料の除去効果を確認した。

3 結果と考察

酸性、中性およびアルカリ性の各水溶液にした革の水溶性生成物を活性炭処理して、処理液を逆相 HPLC で分析した。その結果、酢酸酸性にした水溶液で染料が良好に除去できることがわかった。さらに、酢酸酸性化した後に活性炭で処理すると、効果的に染料が除去できることがわかった (Fig. 1)。

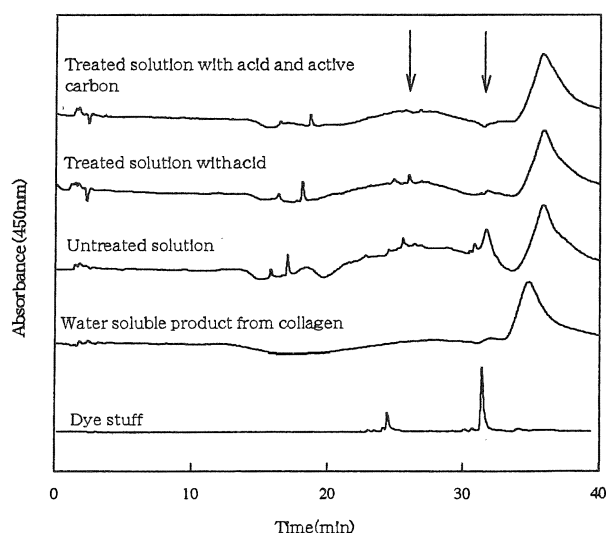


Fig.1 Separation of dye stuff of water soluble products by RP-HPLC.

74. アミノ酸含有ポリマーによるクロム吸着樹脂の開発

岸部正行, 原田 修, 有馬純治, 隅田 卓, 杉田正見

皮革工業指導所

1 緒 言

県下の皮革企業からは床皮, 毛などの副産物が大量に産出されている。床皮は床革の原料として利用されているが, 一般的にそれらの製品は付加価値は低く, さらに海外からの製品輸入によってその用途は狭まりつつある。毛については利用されずにただ廃棄されており資源化が望まれているところである。そのため製革副産物の新規用途として従来の延長線にない新しい分野での用途開拓が要望されている。

一方, これらの製革副産物はコラーゲン, ケラチンタンパク質, アミノ酸の原資であり適切な技術を利用することにより有価資源となり得ると思われる。

そこで, これらの副産物資源化に関する研究の一環としてアミノ酸を含むモノマーの合成とそのクロム吸着樹脂への応用を検討した。

2 実験方法

2.1 モノマーの合成

L-リジンのε位のアミノ基と塩化メタクリロイルとの付加反応によるε-メタクリロイル L-リジン(MAL)の合成を Kurtz の方法¹⁾を一部修正した方法²⁾により以下のとおり行った。熱水に溶解させたL-リジン塩酸塩(91.4g)溶液に塩基性炭酸銅(II) [Cu(II)CO₃(OH)₂, 30.5g]を攪拌しながら添加し, 濾過して銅-Lリジン錯体溶液を調製した。塩化メタクリロイル(55g)を溶解させた無水ジメチルエーテルにこの錯体溶液(5°C, pH 8に保ち)を攪拌しながら滴下して添加・混合させた。混合後に生成した沈殿物 [Cu(ε-MAL)₂]を濾別し, 水, エチルアルコールで洗浄した。50%メチルアルコール水溶液にこの銅錯体を分散させ, 硫化水素ガスを通じて硫化銅を濾別し, 濾液からMALを回収した。

2.2 グラフト共重合

排気コック付きナス型フラスコ(内容積300cm³)に粗砕されたコラーゲン線維(16メッシュ通過分, 10g)に蒸留水(100cm³), メタクリル酸グリシジル(1g)を添加し, 24時間振とうさせながら恒温槽中において, 50°Cに保持した。次いで, メタクリル酸メチル(5g), MAL(5g)を添加し窒素を30分通じた後封管した後, 50°C, 24時間保持

して無触媒グラフト共重合³⁾させた。重合混合物を濾過し, メチルアルコールで洗浄した後, 重合体中のコラーゲンを6 N 塩酸/氷酢酸で加水分解して多孔質の樹脂を得た。

3 結果と考察

2.1に示した合成法ではMALの合成は平均2%と非常に低い収率でしか達成されなかつた。その理由として, 銅-L-リジン錯体と塩化メタクリロイルがそれぞれ強い親水性と強い疎水性を持っていることによる極性の大きな相違によるものと思われる。そこで, 収率をたかめる目的で溶媒へのトリトン系の界面活性剤の添加する方法, 銅錯体を吸着させたイオン交換樹脂にモノマーを含む溶剤を通液させる方法等を検討した。しかし, いずれの方法によっても収率の向上は得られなかつた。

2.2で得られた樹脂のクロム吸着剤としての応用を検討した。グラフト共重合体からコラーゲンを加水分解して多孔性の樹脂を得た。この樹脂は水, アセトン, トルエンなどの溶剤に対して不溶であった。この樹脂を粉碎(50メッシュ篩通過分)してカラムに充填させ, 酸・蒸留水で洗浄した後, クロム鞣剤液を通液してクロムイオンを吸着させ, 酸性溶離液によってイオンの溶出を行った。その結果, この樹脂は2.1mg/gのクロム吸着能(pH 3.5)を有しており, 2N 塩酸で吸着クロムは殆ど溶離させることができた。

4 結 論

アミノ酸含有モノマーの合成法に関する研究は, 同モノマー群が機能性樹脂, 高分子改質剤としての応用が期待されることから, 今後引き続き実用化に向けて行う予定である。

参 考 文 献

- 1) A.C.Kurtz, J.Biol.Chem., 140,705(1941).
- 2) H.Morawetz and E.Sammak, J.Phys.Chem., 61,1357(1957).
- 3) 岸部正行 日本国特許第 2578538.

75. 強エネルギー照射による皮革の耐光性評価

安藤博美, 佐伯 靖, 水谷茂章

皮革工業指導所

1 緒 言

皮革の耐光性試験は I U F 4 0 2¹⁾ (光に対する色堅ろう性: キセノンランプ), J I S L 0843 (キセノンアーク灯光に対する染色堅ろう度試験方法)などを参考にして行っている。平成8年度に当所に設置したウエザメーターは強エネルギー型であり, 試験片表面に対する放射照度が可変である。低エネルギーで長時間照射を行った場合と強エネルギーで短時間照射を行った場合の退色程度の整合性を調べるために, 既知組成の染料を用い染色した革について比較検討を行った。

2 実験方法

2.1 供試染料

カラーインデックスの耐光性が3級を基準とし, 酸性染料(赤色, 茶色, 青色および黒色), 直接染料(同4色)および含金染料(同4色)を選出した。

2.2 染色方法

北米産成牛原料皮から通常の脱毛石灰漬を行った裸皮を用い, 脱灰・酵解, 浸酸およびクロム鞣を行った革を染色に供した。染色方法は中和後, 2.0%の染料を用い染色し, 3.0%の加脂剤を添加し, ギ酸止めを行った。以後, 通常の方法により室温におけるトグル張り乾燥革を得た。

2.3 光照射条件

光照射はスーパーキセノンウエザメータ S C - 750 [スガ試験機(株)製]を用い, A: 標準①(ブラックパネル温度 $63 \pm 3^\circ\text{C}$, 放射照度 $68\text{W}/\text{m}^2$), B: 標準②(ブラックパネル温度 $63 \pm 3^\circ\text{C}$, 放射照度 $68\text{W}/\text{m}^2$), C: 強エネルギー②(ブラックパネル温度 $63 \pm 3^\circ\text{C}$, 放射照度 $120\text{W}/\text{m}^2$), D: 強エネルギー③(ブラックパネル温度 $63 \pm 3^\circ\text{C}$, 放射照度 $180\text{W}/\text{m}^2$)で光照射を行った。

2.4 変退色の評価

染色革の退色の評価は多光源分光測色計 MSC-IS-2 DH [スガ試験機(株)製] (反射法, 測定孔 $\phi 30\text{mm}$)を用い, 色差($\Delta E^* a b$)の平均値を求めた。

3 結果と考察

酸性染料はA条件において光照射時間(積算放射照度)の増加にしたがって各染料ともに色差が増大し, 青色が最も大きく, 赤色と茶色は同程度で, 黒色は最も少なかった。なお, B, CおよびD条件においても同様な傾向が見られた。

次に, 赤色について, 色差の変化に及ぼす各光照射条件を比較すると, 色差が約30に到達するまでAとBは約100時間, Cでは約55時間, Dでは約40時間であった。この結果は放射照度の影響が大きいことを示している。

さらに, 酸性染料の各色について各光照射条件におけるAに対するB, CおよびDの色差比を求め Fig. 1に示す。光照射条件により1.0よりも上下に偏差することがわかった。

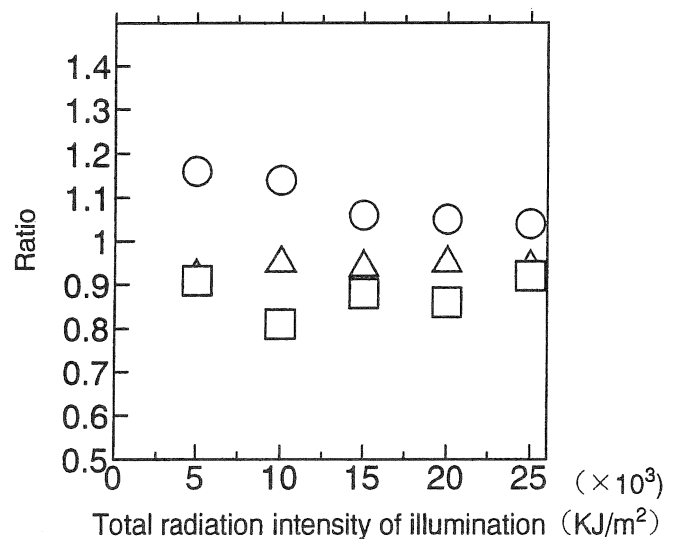


Fig.1 Change of average value for 4 dyes on colour difference ratio to A method.
○:B, △:C, □:D

4 結 論

強エネルギー照射は低エネルギー照射よりも変耐色の評価時間が短縮されるが, 色差比に偏差が生じた。

参 考 文 献

1) S. L. T. C., 59, (1975), 95.

76. 鞣用革の変形

桑田 実, 志方 徹, 佐伯 靖, 水谷茂章

皮革工業指導所

1 緒 言

製革者（タンナー）と二次加工者（メーカー、デザイナー）及び消費者の革に対する認識は必ずしも一致しているとは言えない。そのため革の特性を表現する手段が、未だに明確にはなっていないのが現状である。本研究は、この現状に対し、三者の意志疎通を図る道具としての革の特性を表す共通の指標を提供すると同時に革の評価技術を確立することが目的である。

そこで、本報告では「革の変形」現象に着目し、各種鞣用革の機械的性質について比較検討した。

2 実験方法

2.1 供試革

市販されていた鞣用革 1 3 点を任意に選んだ。その内 5 点はイタリア産製品革であった。

2.2 成分分析及び機械的性質の測定

革の成分分析及び引張強さ、伸び、引裂強さの測定は JISK6550、銀面割れ試験は JISK6548 に従った。また、見掛比重、剛軟度、20%伸張に要した全仕事量、20%モジュラス、永久伸び及び弾性エネルギーについては志方ら¹⁾の方法に従った。

なお、機械的性質は、革の厚さをすべて 1.2mm に調整後測定した。

3 結果と考察

3.1 革成分と革の種類

供試革の成分の含有範囲は、全灰分 0.6~5.3%、脂肪分 3.8~9.9%、クロム分 (CrO₃) 0.0~3.6%、可溶性成分 0.4~3.0% であった。クロムを含まない革は 4 点あったが、その内の可溶性成分が比較的多い 2 点は植物タンニンで主なめしされ、他の 2 点は非クロムなめし後植物タンニンを再なめし剤として使われた革と判断された。

また、残りのクロムを含む革についてはクロム分 1% 以下 1 点、約 1.5% 1 点、約 2.5% 4 点及び約 3.5% 3 点に分類された。

それぞれのなめし及び再なめし方法において、基本的に 6 通りの方法に分類される革が含まれていた。

3.2 革成分と機械的性質

全体的に、クロム分が多いほど引張強さ、引裂強さが低くなる傾向を示した。クロム 0% の革の内 3 点（外国製）の革は、傾向として剛軟度は硬く、銀面割れ試験における 5mm 高さ時の荷重が大きく、7kgf 荷重時の高さは低く、全仕事量、20%モジュラスは大きく、弾性エネルギー、永久伸びが大きいことが認められた。ところが、「ソフトめめ」と呼ばれる手芸用の革 1 点はクロムを含有する革に近い特性傾向を示した。

その他の成分、特に脂肪分と機械的性質の相互関係については顕著な傾向は認められなかった。

3.3 機械的性質の相関性

革の変形に最も関係していると考えられる永久伸びと他の機械的性質に相関性は認められなかった。ただ、引張強さ測定時の伸びと応力減少率に、相関有りとは言えなかったが、相関係数が 0.6 以上であったことから、これらの機械的性質についてはさらに具体的な検討が必要と考えられる。

5mm 高さ時の荷重、7kgf 時の高さ及び 20%モジュラスは外的負荷に対する初期変化と考えられ、この初期変化項目とその他項目の相関性について比較すると、この 3 項目とも共通して剛軟度、全仕事量、弾性エネルギーと相関係数 0.9 以上の高い相関を示した。革が外的負荷に対して伸びきる（破断前）までのエネルギー吸収と革の変形との関連を検討する基礎資料になるとと思われる。

4 結 論

市販の製品革を使って、革の変形要因を見つけるために、それぞれの機械的性質を調べ、相互の相関性について検討した。永久伸びは他の性質との相関は認められなかったが、応力減少率とともに詳細に検討すべきである。また、初期変化項目は剛軟度、全仕事量、弾性エネルギーと相関があり、変形現象の解明への知見を得た。

参 考 文 献

- 1) 志方徹, 有馬純治, 原田修, 角田和成, 杉田正見, 本誌, 6, 110 (1997).

4. 平成9年度誌上発表アブストラクト

(学 協 会 関 係)

メカニカルアロイング処理によるNb-C固相反応のE P M A状態分析

山田和俊, 兼吉高宏, 高橋輝男, 元山宗之

X線分析の進歩, 28,121(1997).

市販のNbとグラファイト粉末をメカニカルアロイング(MA)処理し,その反応状態をE P M Aを用いて炭素の特性X線スペクトルを測定することにより調べた.Nb-33CとNb-50Cの組成に配合した粉末は,ともにMA初期でグラファイトがアモルファス化することが分かった.さらにMA処理を続けるとNb-50C組成の粉末は反応し,微細なNbCが生成した.Nb-33C組成の粉末はブロードなNbCに相当する回折線を示すようになったが,CK X線スペクトル測定の結果と併せて考えると微細なNbCとより微細なNb₂Cが生成していることが明らかになった.MA処理後のNb-33C組成の粉末を真空中で1273K 3.6ks熱処理すると結晶性のNb₂C単相が得られた.

キーワード: CK X線スペクトル, 状態分析, メカニカルアロイング, 固相反応, ニオブカーバイド

軟金属用の高温低サイクル疲労試験機の試作

野崎峰男, 福地雄介, 沖田耕三, 坂根政男*¹

材料試験技術, 42,249(1997).

軟金属を対象とした安価な高温低サイクル疲労試験機を開発した.最近,軟金属にセラミックスの繊維を混合し,母材の強度および耐熱性を向上させたSiCウイスカ強化アルミニウム合金などの金属基複合材料が実用化されつつあり,これらの軟材料の高温低サイクル疲労試験を行うためには専用の試験装置の開発が不可欠である.とりわけ,低サイクル疲労試験はひずみ制御で実施されるため,伸び計を試験片に取付ける必要があり,通常の伸び計を用いた場合には軟金属の試験片にくぼみを生じる.この対策として試験片に耐熱樹脂を塗布し,伸び計の装着による応力集中を軽減する方法について検討し,さらに試験機の主な部品ごとの動作確認を行った後,同機のパフォーマンス試験を実施し実用性を検討した.

キーワード: 低サイクル疲労, SiCウイスカ強化アルミニウム合金, 伸び計

*¹ 立命館大学理工学部

SiCウイスカ強化アルミニウム合金の高温引張試験

野崎峰男, 福地雄介, 沖田耕三, 坂根政男*¹

材料試験技術, 42,255(1997).

SiCウイスカ強化アルミニウム合金 SiCw/2024Al-T6およびSiCw/7075Al-T6を用いて室温および573Kにおいて,ひずみ速度0.1%/secの引張試験および試験片の破面観察を行った.併せて,母材のアルミニウム合金2024Al-T4および7075Al-T6についても同様の試験を行い, SiCウイスカ強化アルミニウム合金と母材との引張特性の差異について比較考察した.その結果,室温および573Kの両温度条件下において,引張強さ,0.2%耐力およびヤング率はアルミニウム合金よりSiCウイスカ強化アルミニウム合金の方が大きく,破断伸びおよび絞りは, SiCウイスカ強化アルミニウム合金よりアルミニウム合金の方が大きい値となった.

キーワード: 引張試験, SiCウイスカ強化アルミニウム合金, 破面

*¹ 立命館大学理工学部

Structure Determination of Protein with Ca^{2+} Ion Cofactors by Use of Anomalous Dispersion

Kensaku HAMADA*¹, Tooru ATSUTA*¹, Takahiro KIKKAWA*¹, Yoshio KATSUYA and Yasuo HATA*²

Photon Factory Activity Report, 13, 61(1995).

セラチアプロテアーゼの β -シートコイル構造の安定化にとって Ca^{2+} が重要であると考えられる。バイフット対の反射のデータ収集は、波長1.283Åおよび1.500Åで行った。 Ca^{2+} の位置はそれぞれの波長でバイフット差のフーリエ合成から求めた。 β -シートコイルの2つのループに挟み込まれた5つの Ca^{2+} を見いだした。

キーワード：X線構造解析，異常分散効果，蛋白質，カルシウムイオン

* 1 島根大学総合理工学部，* 2 京都大学化学研究所

X-ray Structure Analysis of Debranching Amylase

Yoshio KATSUYA, Yashikiuo MATSUURA*¹, Kensaku HAMADA*²,

Photon Factory Activity Report, 13, 330(1995).

0.6Mの硫酸アンモニウムに対して透析することによって得た*Pseudomonas Amyroderamosa*のイソアミラーゼのX線結晶構造解析に取り組んだ。ネイティブおよび白金誘導体結晶の回折強度データを収集した。白金誘導体の差のパターソン関数から、白金原子の位置を推定した。

キーワード：X線構造解析，アミラーゼ，白金誘導体

* 1 大阪大学蛋白質研究所，* 2 島根大学総合理工学部

Determination of Ca^{2+} Ions Bound to Proteins Using an Anomalous Scattering Effect of Ca Atom

Kensaku HAMADA*¹, Yoshio KATSUYA, Yasuo HATA*², Hideyuki MIYATAKE*², Tomomi FUJII*²,
Fumiko AMADA*³ and Keiichi FUKUYAMA*³

Photon Factory Activity Report, 14, 79(1996).

カルシウム原子の異常散乱効果は小さいが、蛋白質と結合した Ca^{2+} イオンの位置の決定に使うことができる。セラチアプロテアーゼ、アルカリプロテアーゼおよびペルオキシダーゼの3種の蛋白質のカルシウム結合位置の結合をバイフット差のフーリエ図から決定することを試みた。

キーワード：X線構造解析，異常散乱効果，蛋白質，カルシウムイオン

* 1 島根大学総合理工学部，* 2 京都大学化学研究所，* 3 大阪大学理学部

X-ray Structure Analysis of *Pseudomonas* Isoamylase

Yoshio KATSUYA, Yoshihiro MEZAKI, Chisako MIYAMOTO, Yoshiki MATSUURA*²,
and Kensaku HAMADA*¹

Photon Factory Activity Report, 14,392(1996).

Pseudomonas Amyroderamosa イソアミラーゼのネイティブおよび金誘導体結晶に関して波長1.000Åで回折データを収集し、金誘導体結晶の異常分散差のパターソン関数から金原子の位置を決定することが出来た。金誘導体の異常散乱効果を加味した多重同型置換法により、2.5Å分解能で分子モデルを構築し、2.2Å分解能での構造精密化を行い、最終的なR値は0.161であった。イソアミラーゼ分子は3つのドメインに分かれ、第二のドメインには(β/α)₈バレルが存在する。

キーワード：X線構造解析，アミラーゼ，(β/α)₈バレル，金誘導体

*1 大阪大学蛋白質研究所，*2 島根大学総合理工学部

B-C-N系粉体反応のX線による化学状態の分析

柏井茂雄，上月秀徳，兼吉高宏，元山宗之

X線分析の進歩，28,111(1997)。

六方晶窒化ホウ素(hBN) + グラファイト混合粉末を機械的合金化処理(MA)を行い、EPMAによりホウ素および炭素の特性X線スペクトルを測定することによりその反応状態を調べた。

BK X線スペクトルについては、MA処理中主バンドはほとんど変化が認められず、一方サテライトピークがMA処理の初期に強度が増加し、その後減少する傾向が認められた。また288ks処理後のCK X線スペクトルは、微結晶グラファイト(MCG)および六方晶構造のBCN膜のスペクトルから合成したものと良い一致が認められた。これらのことからMA処理初期においてhBNが微細粉碎によりアモルファス状BNに変化し、その後炭素と反応するものと考えられ、またこのときの過剰の炭素はMCGとして残留していると考えられた。さらに、反応生成物中のBはhBN状構造の状態を維持していると考えられた。

キーワード：六方晶窒化ホウ素，特性X線スペクトル，状態分析，B-C-N化合物，機械的合金化処理

Fract-Luminescence of Rare Earth Element-Doped Hexacelsian(BaAl₂Si₂O₈)

Tsuguo ISHIHARA, Katsuhisa TANAKA*¹, Kazuyuki HIRAO*¹ and Naohiro SOGA*¹

Japanese Journal of Applied Physics, 36, L781(1997).

Luminescence induced by fracture has been observed in hexacelsian(BaAl₂Si₂O₈) doped with Sm or Eu. The color of the luminescence varies depending on the kinds of doped rare earth element. Sm²⁺ and Sm³⁺-doped hexacelsians exhibit a luminescence of red color. Eu²⁺-doped hexacelsian show a luminescence of blue or green color. The color of luminescence agrees with the emission wavelength in each fluorescence spectrum. It is inferred that the origin of the luminescence is ascribed to the electronic transition of rare earth ions excited by photons emitted due to fracture of hexacelsian.

KEY WORDS : Fracto-luminescence, Hexacelsian, Sm, Eu, Visible light, Mica structure

*1 Kyoto University

Synthesis and Optical Properties of Transparent $\text{LiAl}_2\text{O}_8:\text{Co}^{2+}$ Films by the Sol–Gel Method

Tsuguo ISHIHARA, Katsuhisa TANAKA*¹, Kazuyuki HIRAO*¹ and Naohiro SOGA*¹

Bulletin of the Chemical Society of Japan, 70, 1347(1997).

Films composed of $\text{LiAl}_2\text{O}_8:\text{Co}^{2+}$ single phase were prepared by the sol–gel method. The resultant $\text{LiAl}_2\text{O}_8:\text{Co}^{2+}$ films were (110)–oriented. The $\text{LiAl}_2\text{O}_8:\text{Co}^{2+}$ phase in a film which underwent a heat treatment above 1173 K was the ordered form, while the $\text{LiAl}_2\text{O}_8:\text{Co}^{2+}$ phase in a film heat–treated below 1073 K showed the disordered form. The $\text{LiAl}_2\text{O}_8:\text{Co}^{2+}$ films obtained by heat treatments below 1173 K were optically transparent. In the films in which ordered $\text{LiAl}_2\text{O}_8:\text{Co}^{2+}$ phase were precipitated, the Co^{2+} ions replaced the Al^{3+} ions at the tetrahedral sites. The emission from the Co^{2+} ions upon excitation of UV radiation manifested a sharp line around 658 nm and vibronic side bands in the longer wavelength region. These emission bands were assigned to the transition from ${}^4\text{T}_1(\text{P})$ to ${}^4\text{A}_2$.

KEY WORDS : Sol–gel method, Transparent $\text{LiAl}_2\text{O}_8:\text{Co}^{2+}$ film, Ordered phase, Zero–phonon transition

*1 Kyoto University

R F スパッタリング法で作製した $\text{SiO}_2:\text{Sm}^{2+}$ 膜の蛍光特性に及ぼす熱処理の影響

石原嗣生, 田中勝久*¹, 平尾一之*¹, 曾我直弘*¹

Journal of Ceramic Society of Japan, 105, 519(1997).

高周波マグネトロンスパッタリング装置を用いて, $\text{SiO}_2:\text{Sm}^{2+}$ および $\text{SiO}_2:\text{Sm}^{2+}$, Al ガラス膜を同時スパッタリング法により作製した. 得られたガラス膜をアルゴンガス気流中 1273 K で熱処理を行うと, どちらのガラス膜も 2 価のサマリウムに起因する蛍光スペクトルの強度が増加した. また, 最大の蛍光強度を示すサマリウムの濃度は, 高濃度側にシフトした. この蛍光強度の増加に対する熱処理の効果は, 3 価のサマリウムイオンに対する 2 価のサマリウムイオンの割合が増加し, さらに, 2 価のサマリウムイオンの分散性を促進することによると考えられた.

キーワード : 高周波スパッタリング, ケイ酸塩ガラス膜, Sm^{2+} イオンドープ, 熱処理, 蛍光強度

* 1 京都大学工学部

高周波スパッタ法による $\text{SiO}_2:\text{Sm}^{2+}$ 薄膜の蛍光特性に及ぼす Al化合物の添加の影響

石原嗣生, 田中勝久*¹, 平尾一之*¹, 曾我直弘*¹

日本化学会誌, 6, 430(1997).

高周波スパッタリング法を用いて, 2価のサマリウムを含有するケイ酸塩ガラス膜を作製する際のアルミニウム化合物の添加が, 蛍光特性に与える影響について検討した. アルミニウム化合物の添加により, サマリウムイオンは3価から2価への還元が促進され, さらに, 2価のサマリウムイオンの $^5\text{D}_0, ^7\text{F}_0$ 遷移による蛍光スペクトルの強度が約一桁増加した. この蛍光強度の増加は, EPMAの測定結果から, 2価のサマリウムイオンのクラスター化が抑制されたことによると考えられた. また, アルミニウム化合物の種類は, 2価のサマリウムイオンの $4f^5d$ 状態のエネルギー準位に影響を及ぼすことがわかった.

キーワード: 高周波スパッタ, ケイ酸塩ガラス膜, Sm^{2+} イオン, アルミニウムドーパ, 蛍光特性

* 1 京都大学工学部

Application of Resonant X-ray emission for molecular/electronic structure analysis of boron nitrides

Yasuji MURAMATSU*¹, Hidenori Kohzuki, Takahiro KANEYOSHI, Muneyuki MOTOYAMA,
Akane AGUI*², Shik SHIN*², H.KATO*³ and Jun KAWAI*⁴

Applied Physics A, 65, 191 (1997).

B K X-ray emission spectra of c-, w-, and h-BN were measured by using quasimonochromatic undulator radiation. Resonant X-ray emission spectra due to $\text{B}1s-\text{B}2\text{pp}^*-\text{B}1s^{-1}$ were observed in w- and h-BN. This resonant X-ray emission was observed in w-BN, but there was no resonance in c-BN. This shows that p-bonding portion in w-BN is larger than that in c-BN. The resonant X-ray emission reflects the electron structure of unoccupied molecular orbitals. So, it was confirmed that resonant X-ray emissions are useful for molecular and electronic structure analysis.

KEY WORDS : Electronic structure, Boron nitride, Resonant X-ray emission, X-ray spectra

*1 NTT Integrated Information & Energy Systems Laboratories,

*2 The Institute for Solid State Physics, The University of Tokyo

*3 Photon Factory, National Laboratory for High Energy Physics

*4 Department of Materials Science and Engineering, Kyoto University

Soft X-ray Emission and Absorption Spectroscopy for Electronic Structure Analysis of Cubic Silicon Clusters in Si K-shell Threshold

Yasuji MURAMATSU^{*1}, Munehiro SUGIYAMA^{*1}, Satoshi MAEYAMA^{*1}, Kazuaki FURUKAWA^{*2}, Keisuke EBATA^{*2}, Masaie FUJINO^{*2}, Nobuo MATSUMOTO^{*2}, Susumu KAWAI, and Muneyuki MOTOYAMA

J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena, 85,159(1997).

The electronic structure of silicon backbones in a cubic silicon cluster and its related clusters was analyzed by measuring the soft x-ray spectra in Si K-shell threshold. Three discrete levels are observed in both Si3p occupied and unoccupied orbitals of cubic organic silicon. The measured narrow energy gap of 2.3eV between the highest occupied orbitals of cubic silicon cluster shows that Si3p sigma-electrons are more widely conjugated than those in the related clusters.

KEY WORDS : Soft X-ray emission, Electronic structure analysis, Cubic silicon clusters

*1 NTT Interdisciplinary Laboratories, *2 NTT Basic Research Laboratories

クロム炭化物系サーメット溶射皮膜の電気化学的特性

高谷泰之, 富田友樹, 谷 和美^{*1}, 原田良夫^{*1}

高温学会誌, 23, Supplement, 216(1997).

高速ガス炎溶射法により作成した Cr_3C_2-NiCr 溶射皮膜の分極特性およびインピーダンス特性を $0.05\text{mol/L Na}_2\text{SO}_4$ 水溶液および $NaCl$ を添加した水溶液中で調べた。 $NaCl$ を含まない脱気水溶液における溶射皮膜には第1次と第2次不働態域が存在し, $NaCl$ を加えると第2次不働態域のアノード電流値が増加する。 303K の 3.5mass\% NaCl 水溶液中における溶射皮膜のインピーダンス特性は40日間浸漬しても高い腐食抵抗を示し不働態化している。 333K の時では 303K の場合より約 $1/100$ の値であり, 溶射皮膜の腐食反応は $Ni-Cr$ マトリックスの腐食反応を反映していることが明らかになった。

キーワード : 高速ガス炎溶射法, Cr_3C_2-NiCr 溶射皮膜, 分極特性, 交流インピーダンス

*1 トーカロ株式会社 溶射技術研究所

溶射皮膜の電気化学特性

高谷泰之

溶射, 34, 156(1997).

クロム炭化物とタングステン炭化物系溶射皮膜あるいは犠牲陽極用アルミニウム-亜鉛合金溶射皮膜について実際に測定した電気化学的データをもとに, アノードとカソード分極曲線, 分極抵抗法, 交流インピーダンス法の測定方法と解析について説明し, 実環境におけるそれぞれの腐食挙動について考察した。

キーワード : 溶射皮膜, 分極特性, 分極抵抗法, 交流インピーダンス法

熱可塑性エラストマー（最近の話題とゴムの接着など）

山口 幸一

テクノトレンド '97 資料集, p.344(1998).

ゴム材料, 熱可塑性エラストマー材料を中心に下記の課題の最近の話題について紹介した. 特に, これら材料を素材とした接着剤, ゴムと繊維の接着あるいは表面改質剤などについて述べた.

- ・「低コスト性」から期待されるゴム材料
- ・最近の接着剤の動向
- ・ゴムと繊維の接着技術
- ・ゴムの改質による新しいポリマーの合成

キーワード: ゴム, 熱可塑性エラストマー, 接着剤, 低コスト性, 繊維, 表面改質, 改質

熱可塑性エラストマー（ゴム材料を中心に）

山口 幸一

テクノトレンド '96 資料集, p.302(1997).

ゴム材料, 熱可塑性エラストマー材料を中心に下記の課題の最近の話題について紹介した. 特に, 古くて新しいゴムである天然ゴムの最近の技術動向, 地球環境保全の面からゴム, 熱可塑性エラストマーのリサイクル技術の動向について述べた.

- ・天然ゴム
- ・熱可塑性エラストマー
- ・ゴム, 熱可塑性エラストマーのリサイクル技術
- ・国際ゴム技術会議 (IRC 95 KOBE から)

キーワード: ゴム, 熱可塑性エラストマー, 天然ゴム, リサイクル, 脱タンパク質天然ゴム

無電解Pd-P合金めっき皮膜とゴムとの接着 —めっき皮膜中の P含有量の影響—

池田能幸*¹, 田中博道*¹, 縄舟秀美*¹, 水本省三*¹, 佐々木宗夫*¹, 長谷朝博, 森 勝, 山口幸一

甲南大学紀要, 44 [1],155(1997).

P含有率の異なる無電解Pd-P合金めっき皮膜を作製し, ゴムとの直接加硫接着を行ったところ, ゴムが凝集破壊するほどの接着力が得られた. RBS とESCAによる分析結果によると, 反応層としての硫化物層が30nm程度のとき接着力の強固なものが得られた. また, P含有率が増大するにつれて, めっき表面のゴムの被覆率が低下し, 混合はく離の様相を呈した. Pdは, Pを合金させることにより酸化物層の形成が容易になり, Sとの反応が抑制され, 硫化物層の形成が不均一となるため接着力が低下したものと考えられる.

キーワード: 無電解Pd-P合金めっき, ゴム, 直接加硫接着, 接着力, 硫化物, 酸化物層

* 1 甲南大学理学部

ケミカルシューズ業界の震災、復興と課題

山口幸一

皮革技術, 43[2], 95(1997).

阪神・淡路大震災で大きな被害を受けた神戸市長田地区に発展してきたケミカルシューズ業界について、ゴム履物産業からケミカルシューズ産業への変遷の歴史を紹介し、大震災での壊滅的な被害状況とその復興状況を示した。また、復興への日本ケミカルシューズ工業組合の取り組み体制、地域におけるシューズ産業の復興とシューズの街づくりなどを紹介するとともに復興への技術的課題（足にやさしい靴づくり、CAD-CAM システムの構築、靴学校など）についても述べている。

キーワード：ケミカルシューズ、震災復興、ゴム履物、CAD-CAM

Developments of High Performance Vibration Absorber from Poly(vinyl chloride)/Chlorinated Polyethylene/Epoxidized Natural Rubber Blend

Nobuo YAMADA*¹, Shigeru SHOJI*¹, Hiromi SASAKI*¹, Asahiro NAGATANI, Koichi YAMAGUCHI, Shinzo KOHJIYA*² and Azanam S. Hashim*³

International Rubber Conference 1997 Full Texts, 585(1997).

A high performance-vibration absorber requires high loss factor over a wide temperature and frequency range. An investigation was carried out to prepare materials with such a behavior based on poly(vinyl chloride), chlorinated polyethylene and epoxidized natural rubber ternary blends. The loss factor and damping behavior of several compositions were measured using a viscoelastic spectrometer and a polymer-laminated steel sheat damping device. Suitable compositions were found to give good mechanical properties and high loss factor over a wide temperature and frequency range. It was also observed that flake-type fillers were more operative in improving the damping behavior.

KEY WORDS : Vibration absorber, Loss factor, Damping behavior, Blend, Flake-type filler

*1 Daiso Co., Ltd., *2 Kyoto University, *3 Universiti Sains Malaysia

Cure-Adhesion of Rubber to Electroless Pd-P Alloy Deposit — Effect of P Content in Alloy —

Yoshiyuki IKEDA*¹, Hiromichi TANAKA*¹, Hidemi NAWAFUNE*¹, Shozo MIZUMOTO*¹
Asahiro NAGATANI, Masaru MMORI, Koichi YAMAGUCHI and Muneo SASAKI*¹

International Rubber Conference 1997 Full Texts, 651(1997).

The cure-adhesion of rubber to electroless plating film of Pd-P alloy and the adhesion mechanism have been investigated. In that cure-adhesion, the adherents had high adhesion force, and adhesion degradation was the cohesive failure of rubber. The peel strength decreased with an increased P content in plating film of Pd-P alloy. When P content increased in alloy, oxide layer is formed readily to depress reaction between Pd and sulfur in rubber. X-ray photoelectron spectroscopy and Rutherford backscattering spectroscopy analyses on the adhesion interface suggested that high bond durability was achieved when ca.30 nm thick sulfide layer was formed in the interface. Result for analysis of the sulfide layer by reflection energy electron diffraction proved formation of PdS₂.

KEY WORDS : Cure-Adhesion, Rubber, Pd-P alloy, Electroless plating, Sulfide layer

* 1 甲南大学理学部

赤外線応力測定法を用いた異種金属材料摩擦圧接継手の実験的強度評価

福地雄介, 沖田耕三

摩擦圧接協会誌, 4[1],17(1997).

赤外線応力測定法を用いた異種材料の摩擦圧接継手の応力分布の実験的評価を行った。本測定法は、試験片と接触する必要がなく、繰返し荷重を受ける物体の表面上の主応力の変化を迅速かつ可視的に測定することができる。応力測定は、繰返し引張荷重下での無酸素銅とステンレス鋼および純アルミニウムとステンレス鋼からなるそれぞれの摩擦圧接継手の丸棒および平板試験片について行った。実験の結果、本測定法は、いずれの異種摩擦圧接継手、試験片形状、繰返し速度においても応力解析に効果的であることが明らかとなった。また、実験結果は有限要素法による弾性応力解析結果とほぼ類似していることが明らかとなったが、圧接時に大きな圧縮変形を受ける銅やアルミニウム側の界面近傍では若干弾性解析結果と異なっている。

キーワード：摩擦圧接，異種材料，赤外線応力測定法

炭素繊維強化積層複合材料のモード I 層間はく離試験における破壊靱性挙動

野島武敏*¹, 日下貴之

日本機械学会論文集(A編), 63[609]879(1997-5).

炭素繊維積層複合材料 (T300/2500) のDCB試験片を用いてモード I はく離破壊靱性試験を開口変位速度 $V=8.3 \times 10^{-8} \sim 3.3 \times 10^{-3} \text{ m/s}$ のもとで行い、破壊靱性挙動に及ぼす速度の影響を調べた。低速領域 ($V=10^{-5} \text{ m/s}$ 以下) では、連続的な不安定破壊からなるきよ歯状の荷重P-変位 δ 曲線が出現し、Vが遅くなるほど不安定現象が顕著になる。きよ歯状のP- δ 関係のピーク荷重を用いてき裂進展抵抗値Rを求めると、負の速度依存性を示す。一方、変形速度が速い領域では、R値は極めて小さな正の速度依存性を示し、P- δ 関係はなだらかな曲線となる。臨界き裂速度より遅い速度で破壊試験を行った後、変形を呈ししてリラクゼーション試験を行うと、荷重は時間の経過に対してほぼ一定を保つことが明らかになった。また、試験片の板厚と速度の関係についても検討した。

キーワード：炭素繊維強化積層複合材料，はく離，破壊じん性，開口変位速度，きよ歯

*¹ 京都大学大学院工学研究所

摩擦圧接による異種金属の接合

福本信次*¹, 椿野晴繁*¹, 沖田耕三, 有年雅敏, 富田友樹

溶接技術, 45,149(1997).

工業用純アルミニウムとステンレス鋼との摩擦圧接継手の接合機構を解明するため、継手の強度と圧接面における密着領域の形成状況を超音波顕微鏡を用いた観察ならびに圧接部の金属組織観察および元素分析を行った。継手の強さは、超音波顕微鏡による観察結果より、密着領域と未密着領域を検出することによって、定性的に説明できることを明らかにした。また、圧接部の微細組織の分析より、反応層中に約450nmの Fe_2Al_5 の金属間化合物が生成されることが明らかになった。

キーワード：摩擦圧接，純アルミニウム，SUS304ステンレス鋼，金属間化合物，相互拡散，反応層

*¹ 姫路工業大学工学部

The Metallurgical and Mechanical Properties of ODS Alloy MA956 Friction Welds

Kenji SHINOZAKI*¹, Chung KANG*², Masatoshi ARITOSHI, Tom NORTH*³ and Yoshikkuni NAKAO*⁴
Weld.J., 76,289(1997).

The metallurgical and mechanical properties of friction welded joint MA956 oxide dispersion strengthened (ODS) iron~based superalloy material were investigated. Room temperature and elevated temperature tensile strengths of friction welded joints were similar to those of as~received MA956 base metal and, in all cases, failure occurred away from the weld interface. However, the creep rupture properties of friction welded joints were much poorer than those of as~received MA956 base metal.

KEY WORD : Friction welding, MA956 superalloy, Oxide disp. Strengthened, Creep rupture

*1 Hiroshima University, *2 Pusan University, Korea,

*3 University of Toronto, Canada, *4 Osaka University

快削ステンレス鋼 SUS 303 同種摩擦圧接継手の疲労特性

福地雄介, 沖田耕三, 野崎峰男

材料, 46[9],1051(1997).

非金属介在物を多く含む快削ステンレス鋼 SUS 303 同種摩擦圧接継手の疲労特性に及ぼす継手組織の影響を調べるために, 界面近傍に切欠きを入れた環状切欠き丸棒試験片を用いて疲労試験を行った。なお, 疲労き裂発生を検出およびき裂長さの測定には, 直流電気ポテンシャル法を用いた。その結果, 圧接継手の疲労限度は, 母材とほとんど変わらないが, 時間強度は応力が高いほど小さくなっている。き裂発生寿命は, 母材よりも低く, また, き裂発生後のき裂進展速度は, 初期段階では減少し, 極小値後増加している。特に, 疲労限度近傍ではき裂の停留が生じている。これらは圧接継手特有の非金属介在物の形状, 大きさ, 方向および分布が原因と考えられる。

キーワード : 疲労, 摩擦圧接継手, 非金属介在物, 電気ポテンシャル法

Evaluation of Friction Weld Interface of Aluminium to Austenitic Stainless Steel joint

Shinji FUKUMOTO*¹, Harusige TSUBAKINO*¹, Kozo OKITA, Masatoshi ARITOSHI and Tomoki TOMITA
Mat.Sci. and Tech. , 13,679(1997).

A type 1050 aluminum was friction welded to a type 304 stainless steel. The bond strength was evaluated by mechanical tests and ultrasound microscopic observation. The tensile strength of joints was increased with increase in friction time. High strength joints could be obtained at a friction time greater than 0.2s. However, ultrasound microscopy clearly showed that the bonding progress occurred from the peripheral region towards the centre of the faying surface and, furthermore, that the friction time of 0.2s was not sufficient for complete bonding and much more friction time was necessary. It is thus difficult to exactly evaluate the bond strength of a soft~hard metal combination by tensile and bend tests alone. Therefore, ultrasound microscopic observation together with mechanical testing is recommended as a convenient method to evaluate such a joint.

KEY WORD : Friction welding, Aluminium, Stainless steel, Bond strength, Ultrasound scopy, Joint

*1 Himeji Institute of Technology

レーザー照射処理におけるカライドスコープによるパワー密度分布の変換 —角管のカライドスコープを用いた焼入処理—

岸本 正, 山本章裕, 三宅輝明, 森脇俊道*¹, 杉村延広*²

精密工学会誌, 63[10],1474(1997).

カライドスコープは、レーザービームのパワー密度分布を変換するための装置である。本研究では、レーザー加工におけるこの有効性を確認するために、角管のカライドスコープを用いてレーザー焼入処理の実験を行った。カライドスコープの形状と寸法は、カライドスコープによって変換されたレーザービームのパワー密度分布の理論的解析の結果をもとに決めた。カーボンブラックを塗布した構造用炭素鋼に対して、カライドスコープ方式とレンズを用いた焦点はずし方式により、レーザー焼入実験を行った。加工された供試材の熱影響部を観察し、深さ、幅、形状について比較した。実験の結果をもとに以下の結論を得た。カライドスコープにより変換されたレーザービームにより生じた供試材の熱影響部は、焦点はずし方式によって得られたものよりも均一で幅が広い。熱影響部の表面の変形量は、焦点はずし方式よりも、カライドスコープ方式のほうが相対的に小さい。

キーワード：レーザー加工，カライドスコープ，パワー密度分布

* 1 神戸大学工学部，* 2 大阪府立大学工学部

Infrared Stress Measurement of Friction Welded Joints- Type C1020 Copper/SUS304 Stainless Steel

Yusuke FUKUCHI, Kozo OKITA

Proc. 5th Japan International SAMPE, 353(1997).

In this paper, an infrared stress measurement method based on the detection of temperature changes by thermoelastic effect was used to study the stress distribution in friction welded joints of dissimilar materials of copper and stainless steel. The elastic stress analysis of joints of elastic dissimilar materials was also carried out by using finite element method. The results indicate that this method is also useful for the stress analysis in the joints of dissimilar materials. The stress distributions are in approximate agreement with those of elastic stress analysis. However, the stress distributions near the interface, especially in copper for the surface of round bar type specimen and the edge of plate type specimen, differ from those of the elastic stress analysis by the effect of heat conduction. Supposing that the heat conduction, the results of heat transient analysis agree with the experimental values.

KEY WORDS : Infrared stress measurement method, Friction welded joints, Dissimilar materials

Surface Finishing by Using Dry type Centrifugal Barrel Finishing

Akihiro YAMAMOTO, Koichi KITAJIMA*¹ and Yasuhiro SAKURADA*²

Proceedings of ICPE'97, 309(1997).

Dry centrifugal barrel finishing is accomplished by nylon media. The media is made is made from nylon 6 mixed with abrasive grains of aluminum oxide for dry barrel finishing. Workpieces are sliced cold rolled bars of plain carbon steel(S45C in JIS). The influences of finishing conditions on stock removal, edge radius and surface roughness are investigated.

KEY WORDS : Dry barrel finishing, Centrifugal barrel finishing, Nylon media

*1 Faculty of Engineering, Kansai University, *2 Graduate school of Kansai University

層間高じん性CFRP材のモードI層間破壊じん性の負荷速度依存性

日下貴之, 北條正樹*¹, 黒川知明*², 落合庄治郎*¹

日本機械学会論文集(A), 63[615],2359(1997).

低速から衝撃にいたる広い速度範囲で, 層間高じん性CFRP材(T800H/3900-2)のモードI層間破壊じん性の速度依存性を検討した。破壊じん性に顕著な速度依存性がみられ, 破壊じん性値は負荷速度の上昇に伴って低下する。き裂進展初期の破壊じん性値はき裂進展段階の破壊じん性値に比べて, 負荷速度の上昇に伴うじん性の低下が著しく, 特に衝撃荷重の領域では初期破壊じん性値は進展破壊じん性値よりも小さくなり, インターレイヤーによる高じん性の効果が小さくなる。負荷速度によらず, き裂は, 初期にはインターレイヤー内を進展し, その後, 繊維と樹脂との界面付近に移行するが, いずれの場合にも負荷速度が小さいほど樹脂の微細な損傷あるいは変形が多く, 負荷速度が多きいほど破面は滑らかになる。また, このような負荷速度の違いによる破面形態の変化は破壊じん性値の変化と対応することが明らかになった。

キーワード: 層間破壊じん性, 速度, インターレイヤー, CFRP材, モードI, き裂進展

*1 京都大学工学部, *2 摂南大学工学部

有限要素法解析による伸縮管継手のシール性の評価

福地雄介, 沖田耕三

材料システム, 16,157(1997).

非線形の弾性問題および変形体同士の接触問題として取り扱った有限要素法解析を用いて, ドレッサ形の伸縮管継手に内圧や管の伸縮が作用した場合のゴム製ガスケットの変形過程やシール性について検討を行った。また, ひずみゲージ法を用いて継手の締め付けボルトの軸力と中間リングのひずみ量の測定も行った。解析結果の傾向は, 実験結果のそれとほぼ同様であることから, 解析モデルは適切であることが明らかとなった。解析結果によるとガスケットは, 気密部に押し出され, 管と中間リングと接触した部分でのひずみエネルギーが最も高くなっている。管および中間リング上のガスケットの締め付け圧力は, ガスケットの先端近くほど大きい。また, 締め付け圧力の分布はたとえ継手に内圧や管の伸縮が作用してもほとんど変化しないことが明らかとなった。

キーワード: 伸縮管継手, 有限要素法, 接触問題, エラストマ

レーザー照射処理におけるカライドスコープによるパワー密度分布の変換 —円管・テーパ管のカライドスコープを用いた穴あけ加工—

岸本 正, 山本章裕, 三宅輝明, 森脇俊道*¹, 杉村延広*²

精密工学会誌, 63[12],1701(1997).

カライドスコープは、レーザービームのパワー密度分布を変換するための装置である。本研究では、円管・テーパ管のカライドスコープをレーザー穴あけ加工に適用する。カライドスコープの形状と寸法は、カライドスコープによって変換されたレーザービームのパワー密度分布の理論的解析の結果をもとに決める。カライドスコープ方式とレンズ方式を用いて、アクリル板にレーザー穴あけ加工実験を行った。アクリルバーンパターンの深さと円筒度について実験的検討を行った。実験結果をもとに以下の結論を得た。カライドスコープを用いた穴あけ加工において、カライドスコープの出口から被加工物の表面までの距離は、バーンパターンの形状と寸法にあまり影響を与えない。テーパ管のカライドスコープは、バーンパターンの円筒度から穴あけ加工にもっとも適している。

キーワード：レーザー加工, カライドスコープ, パワー密度分布

* 1 神戸大学工学部, * 2 大阪府立大学工学部

ニオブ箔をインサート材に用いたタングステンと銅との摩擦圧接

有年雅敏, 沖田耕三, 岡本謙一*¹, 五十嵐 廉*¹

摩擦圧接, 4,114(1998).

タングステンと銅との摩擦圧接性を改善するため、ニオブ箔(25~7 μm)をインサート材にして摩擦圧接を行った。圧接部には、微細化したニオブと銅との混合層が形成された。ニオブの厚さが薄いほど、圧接部に残留する混合層の厚さは減少し、ニオブの厚さが7 μm の場合には、清浄な金属組織を持つ継手が得られた。圧接部をEPMAによって酸素分析した結果、界面および混合層中のニオブに酸素のピークが検出された。継手の引張強さは、ニオブの厚さが7 μm の場合が最も高く、銅母材とほぼ同等であった。その継手は銅中で破断し、良好な継手の強さが得られることが明らかになった。それ以外の継手は、圧接面近傍で破断した。したがって、銅中で破断した良好な継手の強さを持つ継手については、圧接部のEPMA分析で検出された酸素の影響は小さいと考えられる。

キーワード：摩擦圧接, タングステン, 銅, ニオブ, インサート材, 継手, 引張強さ

* 1 東京タングステン(株)

6061アルミニウム合金同種摩擦圧接の大気中および人工海水中の疲労強度特性

大植義夫*¹, 沖田耕三, 有年雅敏, 中山英明*¹

摩擦圧接, 4,125(1998).

6061アルミニウム合金同士の摩擦圧接継手について人工海水中で腐食疲労試験を行った。母材, 圧接のまま, 圧接後熱処理した場合の継手について, 大気中での疲労試験結果と比較した。大気中での疲労限は, 母材および圧接後熱処理材とも110MPaであったが, 圧接のままの場合の90MPaを上回る値を示した。一方, 人工海水中での疲労限は, 母材, 圧接後熱処理および圧接のままのいずれの場合とも50~65MPaの範囲で大きなばらつきがあり, 3種類の継手の間における明確な差は認められなかった。圧接のままの継手の場合, き裂の進展は硬度が低下した圧接面に進展した。一方, 圧接後熱処理した場合のき裂の進展は, 圧接面近傍の半径方向と円周方向との塑性流動の境界付近を進展していた。

キーワード: 摩擦圧接, アルミニウム合金, 6061合金, 腐食疲労, 熱処理, 人工海水

* 1 大阪産業大学

6061アルミニウム合金とSUS304ステンレス鋼の摩擦圧接部組織

福本信次*¹, 大橋幹生*¹, 椿野晴繁*¹, 沖田耕三, 有年雅敏, 富田友樹, 後藤浩二

軽金属, 48,36(1998).

アルミニウム6061とSUS304ステンレス鋼との摩擦圧接を行い, 圧接部の金属組織を詳細に観察した。反応層における各元素の相互拡散を基にして摩擦面の温度を推定した。圧接面近傍は, 高温強加工によって微細化しており, 外周部に向かって塑性流動していた。圧接部では, ステンレス鋼とアルミニウム合金中の各元素が相互拡散しており, Fe_2Al_5 の金属間化合物が生成していた。圧接部における反応層の厚さより, 圧接機構は拡散を基にしていると考えると, 摩擦面の温度は859Kと算出された。

キーワード: 摩擦圧接, 6061アルミニウム合金, SUS304ステンレス鋼, 微細化, 相互拡散

* 1 姫路工業大学工学部

Evaluation of Mode II Interlaminar Fracture Toughness of Composite Laminates under Impact Loading

Takayuki KUSAKA, Tomoaki KUROKAWA*¹, Masaki HOJO*², Shojiro OCHIAI*²

Impact Response and Dynamic Failure of Composites and Laminate Materials Key Engineering Materials, 141-143[2],477(1998).

A simple experimental method was established in order to evaluate the mode II interlaminar fracture toughness of composite laminates under low velocity impact loading (impact velocity, $V_0 < 20\text{m/sec}$). The stress state and deformation mode of the specimen under impact loading were shown to be approximately equal to those under quasi-static loading when the incident stress wave of adequate amplitude and rise time was applied to the specimen. In addition, the estimation error of this method was shown to be reduced by calculating the energy release rate from the surface strain of the specimen. The experimental results by this method showed that the mode II interlaminar fracture toughness of carbon-fiber/epoxy composite laminates under impact loading was somewhat lower than that under quasi-static loading.

KEY WORDS : Mode II interlaminar fracture toughness, Composite laminates, Quasi-static loading, Impact velocity

*1 Department of mechanical Engineering, Setsunan University,

*2 Mesoscopic Material Research Centre, Kyoto University

バレル研磨における乾式および湿式の研磨性能

山本章裕, 北嶋弘一*¹, 瀧上晃弘*², 渡辺昌友*³

砥粒加工学会誌, 42,124(1998).

遠心バレル研磨機を用い, 乾式バレル研磨法と湿式バレル研磨法における研磨性能を比較するため, 乾式用および湿式用メディアのそれぞれのメディア装入率を変化させて炭素鋼の研磨を行った. その結果, 研磨率, 仕上面粗さおよび工作物エッジ部の丸味半径はメディア装入率の増加に伴って減少し, 乾式用メディアで湿式研磨した場合やその逆の場合においても同様の傾向を示すが, いずれもその用途に適合したメディアを用いて研磨した場合よりも研磨性能が低下することが明らかとなった.

キーワード : 遠心バレル研磨, 装入率, 乾式バレル研磨, 湿式バレル研磨, 研磨量

*1 関西大学工学部, *2 関西大学大学院, *3 新東ブレーター(株)

エネルギー最小化原理を利用した角膜内皮細胞の抽出

金谷典武, 白井良明*¹

電子情報通信学会論文誌D-II, J80-D-II, 1705(1997).

テレビカメラ入力により得られた角膜内皮細胞画像を対象に細胞形状を抽出する方法について提案した。本手法は、第1に、入力画像のエッジの方向を検出し、それをもとに一般化ハフ変換を応用して細胞の中心位置を検出する。次に、細胞の中心位置を基準に輪郭モデルを発生させ、細胞の輝度情報、輪郭モデルが細胞中央から離れようとする力、輪郭モデルの滑らかさを基準に輪郭モデルのエネルギーを設定する。動的計画法を利用して、このエネルギーを最小化することにより細胞形状を決定する。この手法を用いて実際の角膜内皮細胞画像から細胞形状の抽出実験を行い、その有効性を確認した。

キーワード：パターン計測，エネルギー最小化原理，一般化ハフ変換，角膜内皮細胞

* 1 大阪大学工学部

受光系に液晶シャッターを用いた光切断法による断面形状測定

松本哲也, 北川洋一, 中里一茂

電気学会論文誌E, 117-E, 481(1997).

光切断法の受光系の結像面に楔形パターンを表示させた液晶シャッターを置き、そこを透過した光強度の比から物体までの距離ならびに断面形状を測定する手法を提案した。この測定法は、強度変調照射光の同期位相検波が可能なことから、外乱光の下でも物体の形状を測定できる。実験では、蛍光灯照明下で、64cm先にある20mmの段差物体の形状測定を行った結果を示し、レーザ変位計により同じ位置を測定した結果と対比させて本方法の性能を評価した。

キーワード：光切断法，三角測量法，形状計測，液晶シャッター

日本語文章における文字重心間隔の揺らぎ

才木常正, 北川洋一, 金谷典武, 熊澤由佳子, 林 昭博*¹

電子情報通信学会論文誌A, J80-A, 1572(1997).

手書きおよびワープロ日本語横書き文章における文字重心間隔の揺らぎ特性を調べた。その結果、パワースペクトル密度は低い空間周波数領域において、手書き文章では周波数に反比例し、ワープロ文章では比例することが明らかになった。

キーワード：揺らぎ，文字重心，パワースペクトル

* 1 神戸市立工業高等学校電子工学科

人にやさしいデザイン開発手法の提案

後藤泰徳

芸術工学会誌, No.13,18(1997).

福祉機器デザイン発想のための手法について検討した。福祉機器は特注製品を含めると膨大な数にのぼるが、基本的には、数種類のプロトタイプが存在し、使用者の身体的状況に対応するようにリデザインされているケースがほとんどである。そこで製品群を使用機能別に分類し、その中で幾つかの基本的な機能・形態を持つ製品をコアプロダクトとして設定し、類似の機能・形態を持つ製品群をコアプロダクトから派生したと考え、機器同士を系統樹的に結びつけたマップを制作し、容製品コンセプトの形成に用いることができるようにした。

キーワード ; handicapped, aged, ハンディキャップ, 福祉機器, デザイン

兵庫県「豊岡鞆産業」振興の取り組みと課題

真鍋元保

皮革科学, 43[3],165(1997).

皮革材料の主たる需用は、衣料・シューズ・インテリア・カーシートなど様々であるが、中でも「鞆」における需用量は大きく、材質・機能に求められる要素も多岐にわたる。豊岡鞆産業の振興にデザイン開発の立場から係わり、その事業支援経過から豊岡鞆産地の動向を紹介すると共に、鞆用革素材開発によるオリジナル性の向上効果、皮革の加工技術開発によせるデザイン開発の可能性について報告した。

キーワード : 皮革, 鞆, デザイン, オリジナル性

Discrete-Variational Hartree-Fock-Slater Calculation of Polarized B K-Emission Band from Hexagonal Boron Nitride Thin Film

Hidenori KOHZUKI, Takahiro KANEYOSHI, Muneyuki MOTOYAMA, Yoshiyuki KOWADA*¹,
Yasuji MURAMATSU*², Jun KAWAI*³, and Fumikazu KANAMARU*⁴

Physica B, 229,306(1997).

The B K X-ray emission spectrum of h-BN can be approximately reproduced by the DV-X α calculation, using the two-dimensional model cluster constructed of a mono-layer of the planar hexagonal network. In order to verify the polarized B K X-ray emission spectrum of h-BN, the contributions of the σ , π and π^* subbands to its spectral feature were estimated at different take-off angles for the c axis of an h-BN crystal. The high-energy satellite band increases its intensity, remarkably, due to the contribution of the π^* subband with increase in the take-off angle, whereas the low-energy satellite band decreases its intensity due to the contribution of the σ subband. The measured B K X-ray emission spectrum of the ion-plated h-BN thin film is in good agreement with the calculated one at a take-off angle of 90°.

KEY WORDS : Hexagonal boron nitride, DV-X α calculation, X-ray emission spectrum, Ion-plating method

*1 Hyogo University of Teacher Education, *2 NTT Interdisciplinary Research Laboratories

*3 Department of Materials Science and Engineering, Kyoto University

*4 The Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka University

テキスタイルデザインの視覚的特徴 (第3報) 遺伝的アルゴリズムを用いた特徴の評価

太田健一*1, 佐伯光哉, 山田千賀子*2, 石井富久*3

日本繊維機械学会誌, 45, T99(1997).

デザインデータベースの探索方法として, デザインの視覚的特徴を利用することは, デザインの主観的要求に応える上で重要である. そこで, 織物デザインの「印象が強い」という主観に基づいた一対比較検査を実施し, 主観的評価値を得た. 次に人間の視覚的知覚特性が低域通過フィルタ特性を示すことから, 織物表面画像の原画像と低域通過画像の相互相関を調べ, これを客観的評価値とした. 主観的評価と客観的評価との対応を調べる際には, 計算上の処理効率を考慮して遺伝的アルゴリズムの手法を導入した.

その結果, 「印象が強い」という主観的評価が $L^* a^* b^*$ 表色系の a^* 成分, すなわち, 赤から緑の色相変化の情報を表す空間周波数の低域成分に対応づけられることを示した.

キーワード: テキスタイル, デザイン, 織物, 画像認識, 遺伝的アルゴリズム

*1 姫路工業大学, *2 池坊短期大学, *3 神戸山手女子短期大学

皮革の低温フルオロカーボンガスプラズマ処理とかび抵抗性

安藤博美, 片岡清一*1, 桑田 実, 佐伯 靖, 水谷茂章, 杉田正見

色材, 71, 9(1998).

皮革のフッ素化を目的とし, テトラフルオロメタン (CF_4), ヘキサフルオロエタン (C_2F_6) およびパーフルオロプロパン (C_3F_8) を用い, 低温プラズマ処理を行った. プラズマ処理皮革表面の XPS および FT-IR 分析, 皮革中のフッ素量の定量分析を行った. さらに, 水抽出試験前後の皮革中のフッ素量を測定した. 上記の結果から, プラズマ処理皮革表面にフッ化炭素重合体が見られた. 皮革中のフッ素量はプラズマ処理時間の増加とともに増加し, 皮革中のフッ素量の分布はフルオロカーボンガスの種類により異なった. 水抽出試験により CF_4 の場合は水抽出時間とともに漸減し, C_2F_6 および C_3F_8 の場合は 25~50 時間後減少がほぼ停止した. さらに, 水抽出試験前後の各フルオロカーボンガスプラズマ処理皮革ともに未処理に比べかび抵抗性が向上した.

キーワード: フルオロカーボンガス, プラズマ処理, XPS 分析, 水抽出試験, かび抵抗性

*1 大阪工業技術研究所

5. 平成9年度口頭発表リスト

(学 協 会 関 係)

企画情報部

月.日	題 目	会議名・(主催)	担 当 者
6.26	Mechanism of Monolayer Formation with 4-aminobenzeneethiol onto Gold Surface	The European Society of Membrane Science and Technology (Euro membrane'97)	毛利信幸, 松下啓, 石川齊
10.22	軟金属用の高温低サイクル疲労試験機の試作	第193回材料試験技術シンポジウム (日本材料試験技術協会)	野崎峰男, 福地雄介, 沖田耕三, 坂根政男 (立命大理工)
10.22	SiCウィスカ強化アルミニウム合金の高温引張試験	第193回材料試験技術シンポジウム (日本材料試験技術協会)	野崎峰男, 福地雄介, 沖田耕三, 坂根政男 (立命大理工)
11.18	MA処理によるW-C系固相反応のEPMA状態分析	第33回X線分析討論会 (日本分析化学会 X線分析研究懇談会)	山田和俊, 高橋輝男, 元山宗之
3.27	メカニカルアロイング法で作製したタンクステンカーバイドのCKX線スペクトル	1998年春期第122回大会 (日本金属学会)	山田和俊, 上月秀徳, 高橋輝男, 元山宗之

開発部

月.日	題 目	会議名・主催	担 当 者
4. 1	<i>Pseudomonas Amyloderamosa</i> イソアミラーゼのX線結晶構造解析	日本農芸化学会 1997年度大会	勝矢良雄, 目崎喜弘, 久保田倫夫(林原生化研), 松浦良樹(大阪大蛋白質研)
4.5	セルロース資化菌によるセルロースからの水素生産 -紅色非硫黄光合成細菌との混合培養-	第47回日本木材学会大会	宮本知左子, 藤村庄
6.26	Chemical Modification of Vinyl Polymer with β -Allylaspartate	The European Society of Membrane Science and Technology (Euro membrane'97)	安井三雄, 毛利信幸, 石川齊
10. 2	清酒もろみ中の糖類等の消長	日本応用糖質科学会 平成9年大会	井上守正, 宮本知左子, 藤村庄, 尾野凱生 赤坂一之(神戸大農), 新家龍(//)
11.13	蛋白質の材料化技術	第7回ニューバイオ技術検討会 (工業技術院 生命工学研究所)	安井三雄
12. 7 ~9	Linker Reagent for Fixation of Peptide on Solid Surface	第1回ペプチド工学国際会議 (大阪工業技術研究所)	藤村庄, 安井三雄, 毛利信幸, 尾野凱生, 吉川進(大阪工業技研)
12. 7 ~9	Design of the Linker for Peptide on Gold Surface and Molecular Assembly with Porphyrin	第1回ペプチド工学国際会議 (大阪工業技術研究所)	安井三雄, 藤村庄, 毛利信幸, 尾野凱生, 吉川進(大阪工業技研)

無機材料部

月・日	題 目	会議名・(主催)	担 当 者
4. 2	Sm ²⁺ を含有する RAl ₂ Si ₂ O ₈ (R: Ca, Sr, Ba)化合物の作製と光学特性	日本セラミックス協会 1997年年会	石原嗣生, 田中勝久(京都大工), 平尾一之(//), 曾我直弘(//)
4.25	低温プラズマにより作製したCN薄膜の構造解析	微粒子とクラスター 懇談会第1回研究会	兼吉高宏, 山田和俊, 吉岡秀樹, 上月秀徳 元山宗之, 辻野弘(株)ジャパンテクセルモ ニターズ), 楠本幹男(株)アイデン), 村松 康司(テネシー大学)
5. 8	クロム炭化物系サーメット溶射皮膜の耐食性	材料と環境 '97 (腐食防食協会)	高谷泰之, 富田友樹, 谷和美(トーカロ(株)) 原田良夫(//)
5.18	高純度Al-Ni合金の腐食特性	軽金属学会 第92回春期大会	高谷泰之, 多田清志(昭和アルミニウム(株)) 杉本公徳(//), 椿野晴繁(姫路工大工)
6. 2	Soft X-Ray Spectroscopic Studies of B-C-N Compounds	Cross-Country Symposium on New Opportunities in Soft X-Ray Spectroscopy (軟X線応用科学研究会)	兼吉高宏, 元山宗之
8. 4	Material Structural Analysis End Machine of Hyogo-ken Beam Line at SPring-8	SRI'97 The 6th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation (Spring 8 JAERI-RIKEN)	兼吉高宏, 石原嗣生, 吉岡秀樹, 元山宗之 福島整(無機材料研), 林浩一(京都大工), 河合潤(//), 谷口和夫(大阪電気通信大), 早川慎二郎(東京大), 合志陽一
8. 6	Soft X-ray Emission and Absorption Spectroscopy for Chemical Reaction Analysis in BCN Systems	SRI'97 The 6th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation (Spring 8 JAERI-RIKEN)	兼吉高宏, 河合進, 柏井茂雄, 元山宗之
8. 8	有機シリコン化合物のX線スペクトル計算	第10回DV-X α 研究会	兼吉高宏
8.25	近畿地方での温泉調査	日本温泉科学会第50回 大会	西村進(京都自然史研), 桂郁雄(//), 赤松 信, 西田潤一(大谷大文)
9.23	WC系サーメット溶射皮膜の腐食挙動	第96回講演大会 (表面技術協会)	高谷泰之, 富田友樹, 谷和美(トーカロ(株)) 原田良夫(//)
9.26	MA法によるTaB ₂ 粒子分散強化Al合金のIn-situ作製	1997年秋季第121回大会 (日本金属学会)	高橋輝男, 山田和俊, 元山宗之
10. 2	陽イオン欠損型ペロブスカイト酸化物La-Ti-Al-Oにおける誘電緩和とイオン伝導	第10回秋季シンポジウム (日本セラミックス協会)	吉岡秀樹, 吉川信一(大阪大産研)
10. 3	希土類をドーブしたヘキサセルジアン のトライボルミネッセンス	第10回秋季シンポジウム (日本セラミックス協会)	石原嗣生, 藤田晃司(京都大工), 田中勝久 (//), 平尾一之(//), 曾我直弘(//)

無機材料部 (つづき)

月.日	題 目	会議名・(主催)	担 当 者
10. 3	MA-反応熱処理による分散強化合金の作製	高温学会溶射部会	高橋輝男
10. 4	窒素イオン照射を伴うレーザーアブレーション法によるC-N系膜の作製	第58回応用物理学学会 学術講演会	泉宏和, 石原嗣生, 兼吉高宏, 吉岡秀樹, 上月秀徳, 元山宗之
11.17	塩化ナトリウム水溶液中における高純度Al-Ni合金のインピーダンス特性	第93回秋期大会 (軽金属学会)	高谷泰之, 杉本公德(昭和アルミニウム(株)) 多田清志(〃), 椿野晴繁(姫路工大)
11.17	DV-X α 分子軌道法に基づくCrのK系列X線輻射スペクトルの解析	第33回X線分析討論会 (日本分析化学会 X線分析研究懇談会)	元山宗之
11.17	X線輻射スペクトルによる簡易型($\theta-3\theta$ 方式)二結晶分光器に関する研究	第33回X線分析討論会 (日本分析化学会 X線分析研究懇談会)	石塚貴史司(京都大化研), 栃尾達紀(〃), A. Mihai(〃), 大澤大輔(〃), 伊藤嘉明 (〃), 向山毅(〃), 早川慎二郎(東京大院), 合志陽一(〃), 河合進, 元山宗之, 庄司孝(理学電機)
11.18	実用Zn-Al合金鋳物の凝固状態の解析	関西支部秋季支部講演 大会 (日本鋳造工学会)	山口善誉(株ヤマニシ), 呉田博司(〃), 江 川勝一(〃), 柏井茂雄, 平井章夫
1.10	CN化合物薄膜の軟X線分光	第11回日本放射光学会年 会・放射光科学合同 シンポジウム	兼吉高宏, 村松康司(Univ. Tennessee), 石原嗣生, 吉岡秀樹, 泉宏和, 上月秀徳, 元山宗之, M.M. Grush(Univ. Tennessee), T. A Callcott(〃), J.H. Underwood (Lawrence Barkeley Lab.), R.C.C. Perera (〃)
3.28	MA法によるHfB ₂ 粒子分散強化Al合金のin-situ作製	1998年春期第122回大会 (日本金属学会)	高橋輝男, 山田和俊, 元山宗之
3.30	レーザーアブレーション法による透明導電膜の作製	第45回応用物理学 関係連合講演会	泉宏和, 石原嗣生, 吉岡秀樹, 松井博, 元 山宗之
3.31	メカニカルアロイング法による粒子分散強化Al合金のin-situ作製	第75期通常総会講演会 (日本機械学会)	高橋輝男, 山田和俊, 元山宗之

有機材料部

月.日	題 目	会議名・主催	担 当 者
4.24	各種床材でのゴム製品の摩擦係数 μ	平成9年度「靴底の滑り試験方法と試験機の開発事業」委員会 (日本靴工業会)	山口幸一
5.16	各種床材でのゴム製品の摩擦係数 μ	1997年年次大会 研究発表講演会 (日本ゴム協会)	西森昭人, 長谷朝博, 鷺家洋彦, 山口幸一 露木直樹(大都産業㈱), 井上賢志(〃)
5.16	無電解Pd-P合金めっき皮膜とゴムの接着	1997年年次大会 研究発表講演会 (日本ゴム協会)	池田能幸(甲南大理), 田中博道(〃), 縄舟秀美(〃), 水本省三(〃), 佐々木宗夫(〃) 長谷朝博, 森勝, 山口幸一
5.16	靴底の滑り試験機の開発	1997年年次大会 研究発表講演会 (日本ゴム協会)	秋葉光雄(化学品検査協会), 田上朝朗(〃) 山口幸一
7.11	高分子系産業廃棄物の高度利用技術に関する研究(III) - 窒素雰囲気下でのゴム廃棄物の再生 -	第43回高分子研究発表会 (神戸) (高分子学会)	西森昭人, 長谷朝博, 石原マリ, 森勝, 山口幸一
10. 7	Developments of High - Performance Vibration Absorber from Poly(vinyl chloride)/Chlorinated Polyethylene/ Epoxidized Natural Rubber Blend	IRC'97 Malaysia International Rubber Conference 1997 (RRIM-Consult for the Rubber Research Institute of Malaysia)	山田隼男(ダイソー㈱), 庄治茂(〃), 佐々木廣海(〃), 長谷朝博, 山口幸一, 鞠谷信三(京都大化研), Azanami S.HASHIM(マレーシア大)
10. 8	Cure-Adhesion of Rubber to Electroless Pd-P Alloy Deposit - Effect of P Content in Alloy -	IRC'97 Malaysia International Rubber Conference 1997 (RRIM-Consult for the Rubber Research Institute of Malaysia)	池田能幸(甲南大理), 田中博道(〃), 縄舟秀美(〃), 水本省三(〃), 長谷朝博, 森勝 山口幸一, 佐々木宗夫(甲南大理)
11.27	エラストマー/繊維複合系制振材の開発	第6回ポリマー材料フォーラム (高分子学会)	長谷朝博, 鷺家洋彦, 山口幸一
12. 4	制振材の開発と評価	第10回エラストマー討論会 (日本ゴム協会)	長谷朝博, 鷺家洋彦, 山口幸一
3.29	アモルファス分子材料 -分子性ガラスのヨウ素ドーピング	日本化学会 第74春季年会	石原マリ, 奥村城次郎, 山口幸一, 都築俊満(大阪大院), 城田靖彦(〃)

生産技術部

月.日	題 目	会議名・主催	担 当 者
7.10	くさび挿入によるCFRPモードI層間破壊試験と速度依存性	第39回構造強度に関する講演会 (日本航空宇宙学会)	黒川知明(摂南大工), 日下貴之, 河嶋隆則(NASDA)
7.17	Rate Effects on Mode I Interlaminar Fracture Toughness in Carbon-Fibre/Epoxy and Carbon-Fibre/Toughened-Epoxy Composite Laminates	Proceedings of ICCM-11	日下貴之, 北条政樹(京都大工), 黒川知明(摂南大工), 落合庄治郎(京都大工)
7.30	パラメータ自動調整による非線形剛体運動系の適応制御	第34回通常学術講演会 (計測自動制御学会)	安東隆志, 岩壺卓三(神戸大工)
9.11	バレル研磨における乾式および湿式の研磨性能	1997年度砥粒加工学会 学術講演会	山本章裕, 北嶋弘一(関西大), 瀧上晃弘(関西大), 渡辺昌知(新東ブレータ(株))
9.28	SUS304ステンレス鋼とA6061アルミニウム合金の摩擦圧接における接合強度支配因子	平成9年度秋季全国大会 (溶接学会)	大橋幹生(姫路工大院), 福本信次(姫路工大工), 椿野晴繁(//), 沖田耕三, 有年雅敏, 富田友樹
9.28	SUS304ステンレス鋼とA1050アルミニウムの摩擦圧接部組織	平成9年度秋季全国大会 (溶接学会)	福本信次(姫路工大工), 椿野晴繁(//), 大橋幹生(姫路工大院), 沖田耕三, 有年雅敏, 富田友樹
10.31	Infrared Stress Measurement of Friction Welded Joints-Type C1020 Copper/SUS 304 Stainless Steel	Proc. 5th Japan International SAMPE Symposium (The Society for Advancement of Material and Process Engineering)	福地雄介, 沖田耕三
11.4	CFRP積層材の層間破壊特性を支配するメゾ的因子の負荷速度依存性に関する考察	第5回メゾ材料シンポジウム (複合材料界面科学研究会)	日下貴之, 北条政樹(京都大工), 落合庄治郎(京都大工), 黒川知明(摂南大工)
11.16	6061アルミニウム合金と304ステンレス鋼の摩擦圧接継手強度と微細組織の関係	第93回秋期大会 (軽金属学会)	福本信次(姫路工大工), 椿野晴繁(//), 大橋幹生(姫路工大院), 沖田耕三, 有年雅敏, 富田友樹
11.20	Surface Finishing by Using Dry-Type Centrifugal Barrel Finishing	ICPE '97 TAIPEI, TAIWAN (精密工学会)	山本章裕, 北嶋弘一(関西大), 桜田康弘(//)
11.25	適応制御による非線形剛体運動系の軌道追従制御	第5回運動と振動の制御シンポジウム (日本機械学会)	安東隆志, 岩壺卓三(神戸大工)
12.2	超音波探傷による嵌合部品の評価	構造物の非破壊検査に関するシンポジウム (非破壊検査協会)	森山茂樹, 島津忠司
12.5	ドライバレル研磨に関する研究(第7報) -メディアと工作物との混合率が研磨特性に及ぼす影響-	精密工学会東北支部 講演会	北嶋弘一(関西大), 瀧上晃弘(//), 山本章裕, 渡辺昌知(新東ブレーター(株))
3.18	層間高じん化CFRP積層材のモードII衝撃層間破壊じん性	第27回FRPシンポジウム (日本材料学会)	日下貴之, 北条政樹(京都大工), 黒川知明(摂南大工), 落合庄治郎(京都大工)
3.19	ドライバレル研磨に関する研究(第8報) -工作物の形状及び材質の影響-	1998年度精密工学会 春季大会学術講演会	山本章裕, 北嶋弘一(関西大), 瀧上晃弘(//), 渡辺昌知(新東ブレーター(株))

電子部

月.日	題 目	会議名・主催	担 当 者
4.25	画像処理を利用した角膜内皮細胞の抽出	第39回パターン計測部会 研究会 (計測自動制御学会)	金谷典武, 白井良明(大阪大)
6.13	日本語横書き文章における文字重心間隔のゆらぎ	ヒューマンコミュニケーション研究会 (電子情報通信学会)	才木常正, 北川洋一, 林昭博(神戸市立工業高専)
10.17	液晶シャッターを受光系に用いた形状測定法	第14回センシング フォーラム (計測自動制御学会)	松本哲也, 北川洋一, 中里一茂
11.18	光散乱を用いた無担体電気泳動のモニタリング	計測研究会 (電気学会)	北川洋一, 松本哲也, 河野靖(三菱重工業株), 御所園利美(〃)
11.24	輪環状仮想空間内における移動の正確性	平成9年電気関係学会 関西支部連合大会 (電子情報通信学会)	三浦久典, 才木常正, 林昭博(神戸市立工業高専)
11.24	日本語横書き文章における文字中心間隔および大きさのゆらぎ	平成9年電気関係学会 関西支部連合大会 (電子情報通信学会)	才木常正, 石尾雅人(神戸市立工業高専), 北川洋一, 林昭博(神戸市立工業高専)
11.24	日本語縦書き文章における文字重心間隔のゆらぎ	平成9年電気関係学会 関西支部連合大会 (電子情報通信学会)	才木常正, 平田聡司(神戸市立工業高専), 北川洋一, 林昭博(神戸市立工業高専)
11.24	ファジィ理論を用いたスティックのもつアフォーダンスの表現	平成9年電気関係学会 関西支部連合大会 (電子情報通信学会)	熊澤由佳子, 才木常正, 三浦久典, 河合次郎(兵庫県立生活科学研), 畑豊(姫路工大工)
1.10	スティックモデルにおけるアフォーダンス表現のためのファジィ演算について	多値論理と その応用研究会 (電子情報通信学会 第2種研究会)	熊澤由佳子, 畑豊(姫路工大工), 向殿政男(明治大)
3. 9	輪環状仮想空間内の移動におけるガイドラインの効果	平成9年度電子情報通信 学会関西支部学生会第3 回学生会研究発表講演会	平田博康(神戸市立工業高専), 林昭博(〃) 三浦久典
3.27	輪環状仮想空間内の移動における背景パターンの影響	1998年電子情報通信学会 総合大会	三浦久典, 平田博康(神戸市立工業高専), 才木常正, 林昭博(神戸市立工業高専)
3.29	日本語横書き文章における文字中心間隔の揺らぎ	1998年電子情報通信学会 総合大会	才木常正, 北川洋一, 石尾雅人(神戸市立工業高専), 平田聡司(〃), 林昭博(〃)

機械金属工業指導所

月.日	題 目	会議名・主催	担 当 者
9. 3	無電解ニッケル-リン合金めっき皮膜の特性に及ぼすスズめっきの影響	電気鍍金研究会例会	園田司, 林行信
10. 1	プラズマCVMによる高融点金属材料の表面加工	1997年度精密工学会 秋季大会	柴原正文, 西岡敏明, 沖田耕三, 森勇蔵(大阪大), 山村和也(//), 佐野泰久(//)
11.26	A1含有溶融Zn中におけるWC/Coサーメット溶射皮膜の浸食抑制機構	第6回溶射総合討論会 (高温学会)	富田友樹, 高谷泰之, 原田良夫(トーカロ株)
11.27	熱処理によるNbC粒子分散肉盛合金の耐摩耗性の改善	第6回溶射総合討論会 (高温学会)	富田友樹, 高谷泰之, 沖田耕三, 原田良夫(トーカロ株)
12.10	電気ニッケル-リン合金めっき皮膜の特性に及ぼす上層スズめっきの影響	めっきの機能性向上に関する研究部会 (表面技術協会)	園田司, 林行信
12.10	非シアン浴からのスズ-銀合金めっき	めっきの機能性向上に関する研究部会 (表面技術協会)	近藤哲也(株大和化成), 小幡恵吾(//), 青木和博(石原薬品株), 園田司, 林行信, 山中啓市, 縄舟秀美(甲南大理)
12.25	c-BN膜の微細構造とその成長メカニズム	新無機膜研究会 スーパーダイヤモンド 分科会の講演会 (新無機膜研究会、工業技術センター)	上月秀徳
3.17	非シアン浴からの半光沢スズ-銀合金めっき皮膜のはんだ接合強度	第97回講演大会 (表面技術協会)	近藤哲也(株大和化成), 小幡恵吾(//), 青木和博(石原薬品株), 園田司, 林行信, 山中啓市, 縄舟秀美(甲南大理)
3.19	電気ニッケル-リン合金めっき皮膜の耐食性に及ぼすスズめっきの影響	第97回講演大会 (表面技術協会)	園田司, 林行信
3.20	プラズマCVMによる高融点金属材料の表面加工	1998年度精密工学会 春季大会学術講演会	柴原正文, 西岡敏明, 脇坂彰一, 沖田耕三, 森勇蔵(大阪大), 山村和也(//), 野泰久(//)
3.24	Sn-Ag合金めっき皮膜のはんだ接合強度	第12回回路実装学術 講演大会 (回路実装学会)	近藤哲也(株大和化成), 小幡恵吾(//), 青木和博(石原薬品株), 園田司, 林行信, 山中啓市, 縄舟秀美(甲南大理)
3.26	時効処理によるNbC粒子分散肉盛合金の耐摩耗性の改善	日本金属学会春期大会	富田友樹, 高谷泰之, 沖田耕三, 原田良夫(トーカロ株)

繊維工業指導所

月.日	題 目	会議名・主催	担 当 者
6.13	綿糸のオゾンによる劣化について	創立50周年記念年次大会 (日本繊維機械学会)	磯野禎三, 杉本太, 平瀬龍二, 山本統平 (姫路工大工)
6.13	綿の含有水分量の測定について	創立50周年記念年次大会 (日本繊維機械学会)	平瀬龍二, 佐伯光哉, 藤田浩行, 小紫和彦
6.13	織物表面の反射特性についての考察	創立50周年記念年次大会 (日本繊維機械学会)	佐伯光哉, 小紫和彦, 太田健一(姫路工大工), 奈倉理一(//)
6.19	DEAE化綿のNaOHの影響による保水率と置換度の関係について	平成9年度繊維学会年次大会研究発表会	杉本太, 長谷川勝, 磯野禎三
7.11	セルラーゼ酵素によるセルロース繊維の分解挙動	第43回高分子研究発表会 (神戸) (高分子学会)	中野恵之, 瀬川芳孝, 仙崎俊明, 小紫和彦 木村良晴(京都工織大), 功刀滋(//), 小田 耕平, 大江正義(第一染工(株)), 笹倉秀夫 (//)
10.15 ~17	Hint of Textile [パネル展示]	第35回全国繊維技術展 (全国繊維工業技術協会)	古谷稔
10.15 ~17	接触酸化法を用いる染色排水の脱色処理 [パネル展示]	第35回全国繊維技術展 (全国繊維工業技術協会)	杉本太
10.15 ~17	顔(写真織) [成果物展示]	第35回全国繊維技術展 (全国繊維工業技術協会)	古谷稔
10.15 ~17	チェック on フロック [成果物展示]	第35回全国繊維技術展 (全国繊維工業技術協会)	古谷稔
10.22	障害者用の衣料5点 [成果物展示]	福祉ファッションショー (福祉ファッション ショー実行委員会)	古谷稔, 後藤泰徳
10.22	障害者用機能性生地・衣料・バッグ等 [成果物展示]	福祉ファッションショー (福祉ファッション ショー実行委員会)	古谷稔, 後藤泰徳
11. 6	綿繊維粉碎物の酵素および酸による分解挙動	平成9年度繊維学会 秋季研究発表会	中野恵之, 瀬川芳孝, 小紫和彦, 木村良晴 (京都工織大)
3.23	異方性のある摩擦表面形状のフラクタル解析	関西支部第73期定時総会 講演会 (日本機械学会関西支部)	藤田浩行, 小紫和彦, 森川涼一(同志社大院), 坂口一彦(同志社大工), 松岡敬(//)
3.23	フラクタル特徴変数を用いたゴム摩擦表面の定量評価	関西支部第73期定時総会 講演会 (日本機械学会関西支部)	森川涼一(同志社大院), 松岡敬(同志社大工), 坂口一彦(//), 藤田浩行, 小紫和彦

皮革工業指導所

月・日	題 目	会議名・主催	担 当 者
5.16	二酸化炭素による牛皮の脱灰	日本皮革技術協会 第44回研究発表会	有馬純治, 杉田正見, 桑田実, 中川成男, 小山佚怡(日東化学工業㈱), 河野毅(〃), 三井道郎(〃), 石原怡矩(和歌山県工技セ)
5.16	シェービング屑の亜臨界水処理	日本皮革技術協会 第44回研究発表会	隅田卓, 原田修, 有馬純治, 杉田正見
5.16	コラーゲンの亜臨界水処理	日本皮革技術協会 第44回研究発表会	原田修, 隅田卓, 有馬純治, 杉田正見
5.16	アルミニウム鞣しにおけるマスキングの 効果	日本皮革技術協会 第44回研究発表会	有馬純治, 岸部正行, 原田修, 隅田卓, 杉 田正見
5.16	可溶化コラーゲングラフト共重合体の再 鞣効果	日本皮革技術協会 第44回研究発表会	岸部正行, 有馬純治, 杉田正見
	グラフト共重合された可溶化コラーゲン の再鞣効果	日本皮革技術協会 第44回研究発表会	岸部正行, 中川成男, 有馬純治, 杉田正見
9.13	Spectroscopic Characteristics and Molecular Weight Distribution of Vegetable Tannins	International Union of Leather Technologists and Chemists Societies Centenary Congress	中川和治, 杉田正見
3. 9	製革技術が革の風合いに及ぼす影響	皮革産業技術向上セミナー (韓国国立技術品質院)	杉田正見
3. 9	日本における皮革副廃物・副産物の有効 利用について	皮革産業技術向上セミナー (韓国国立技術品質院)	杉田正見
3. 9	皮革廃水及び汚泥処理	皮革産業技術向上セミナー (韓国国立技術品質院)	有馬純治
3.10	製革技術が革の風合いに及ぼす影響	皮革技術セミナー (韓国はきもの皮革 研究所)	杉田正見
3.10	日本における皮革副廃物・副産物の有効 利用について	皮革産業技術向上セミナー (韓国はきもの皮革 研究所)	杉田正見
3.10	皮革廃水及び汚泥処理	皮革技術セミナー (韓国はきもの皮革 研究所)	有馬純治
3.10	皮革副産物の高度利用	皮革技術セミナー (韓国はきもの皮革 研究所)	岸部正行
3.16	皮革産業の動向 －革の不思議－	靴を考える会	杉田正見

6. その他の執筆

有機材料部

題 目	掲 載 誌 (出版社等)	巻, 号, 頁, 年	担 当 者
ゴム用語辞典	ゴム用語辞典	日本ゴム協会,(1997)	山口幸一
ケミカルシューズ業界の震災、復興と課題	皮革科学	43[2],95(1997)	山口幸一

電子部

題 目	掲 載 誌 (出版社等)	巻, 号, 頁, 年	担 当 者
画像処理を利用した角膜内皮細胞の抽出	画像ラボ	9[3],47(1998)	金谷典武

機械金属工業指導所

題 目	掲 載 誌 (出版社等)	巻, 号, 頁, 年	担 当 者
インジウムとその合金めっき	表面技術便覧	日刊工業新聞社,261, (1998)	園田司

繊維工業指導所

題 目	掲 載 誌 (出版社等)	巻, 号, 頁, 年	担 当 者
刺激応答性高分子材料の調整と機能評価	繊維加工	49[8],371(1997)	中野恵之

兵庫県立工業技術センター研究報告書 第7号 目次

1	研究報告		
	硫化カルシウム蛍光体のフォトルミネセンスに及ぼすアルカリ金属の影響	岡本裕信, 猪野浩平, 松井 博, 足立吟也	1
	光散乱を用いた無担体電気泳動における試料検出	北川洋一, 河野 靖, 御所園利美	8
	立方晶窒化ホウ素膜の微細構造と成長機構	上月秀徳, 兼吉高宏, 元山宗之, 小和田善之, 安居院あかね 辛 埴, 村松康司, 河合 潤, 金丸文一	14
	反応染料用フィックス剤のカチオン構造の分類	長谷川 勝, 磯野禎三, 杉本 太, 平瀬龍二	21
2	研究ノート		
	微生物によるセルロースの分解に関する研究	宮本知左子, 井上守正, 藤村 庄, 尾野凱生	27
	パラメータ自動調整による非線形剛体運動系の軌道制御	安東 隆志	29
	亜臨界水処理によるコラーゲンの加水分解挙動	原田 修, 隅田 卓, 有馬純治, 杉田正見	31
3	平成8年度研究課題抄録		33
4	平成8年度誌上発表アブストラクト		103
5	平成8年度口頭発表リスト		121
6	その他の執筆		131

所在地

(企画情報部, 開発部, 無機材料部, 有機材料部, 生産技術部, 電子部, 産業デザインセンター)

〒654-0037 神戸市須磨区行平町3丁目1-12 ☎(078)731-4481 FAX(078)735-7845

(機械金属工業指導所) 〒673-0405 三木市平田字フケ240-1 ☎(0794)82-0026 FAX(0794)83-6230

(繊維工業指導所) 〒677-0054 西脇市野村町上ノ段1790-496 ☎(0795)22-2041 FAX(0795)22-3671

(皮革工業指導所) 〒670-0811 姫路市野里字東河原3 ☎(0792)82-2290 FAX(0792)22-9043

兵庫県立工業技術センター研究報告書

(平成10年版)

平成11年3月1日 発行

発行所 兵庫県立工業技術センター

〒654-0037 神戸市須磨区行平町3丁目1-12
