

愛産研 ニュース

愛産研ニュース
平成14年6月5日発行

No. 3

編集・発行

愛知県産業技術研究所 企画連携部
〒448-0003 刈谷市一ツ木町西新割
TEL 0566(24)1841 ・FAX 0566(22)8033
URL <http://www.airi.aichi-iic.or.jp/>
E-mail knk-webmaster@aichi-iic.or.jp

6月号
2002

今月の内容 ナノインデンテーション法を用いた薄膜の新しい評価技術
放電プラズマ焼結法による炭化タンタルの焼結
廃木材の利用による木材ファイバーと不織布の積層マット

ナノインデンテーション法を用いた薄膜の新しい評価技術

技術支援部 材料技術室 菅沼幹裕

硬さや弾性率は種々の材料の品質基準として広く採用されてきた機械的性質であり、特に硬さ試験はその簡便性のため工程管理や品質管理に欠かせない手段となっています。一方、磁気ディスクや半導体などのエレクトロニクス分野、光デバイス分野で薄膜材料が広く用いられるようになり、それらの硬さや弾性率などの機械的性質を測定することが重要となってきました。また、金属やプラスチック製品の耐食性・耐摩耗性向上の目的で行われるコーティング技術も既に多くの分野で実用化されており、こうした分野では、膜自身の機械的性質のほかに、膜厚、膜と基板との付着性などが問題となりますが、従来からある硬さ試験機では、これらを定量的に計測することは著しく困難でした。

ナノインデンテーション法は、こうした課題に応えるために実用化された新しい評価技術で、薄膜の特性評価に広く用いられるようになってきました。この方法は、圧子に加える荷重を μN (マイクロニュートン、 $1\mu\text{N} = \text{約}0.1\text{mgf}$)のオーダーで制御しながら試料への押し込み深さをナノメータの精度で連続的に測定し、荷重と押し込み深さの関係を解析することにより、膜の硬さや弾性率などの機械的性質を知ることができます。また、圧子の押し込みと引抜きの両過程での材料の挙動を一度の試験で知ることができます。この方法では、薄膜と基板との剥離が生じると、圧子の押し込み量がある荷重で不連続的に変化するので、基板との付着力の評価に用いることができます。さらに、市販されている多くの装置では、圧子の押し込み位置がマイクロオーダーで制御できるため、微細なパターン中のある特定の場所での測定もでき、また各点での測定から特性のばらつきを評価することも可能です。

このナノインデンテーション法を用いた研究が、薄膜やバルク試料で精力的に行われており、「硬さ試験は硬さを測定するもの」という常識からはかなりかけ離れたところでもナノインデンテーション法は威力を発揮できることが示されつつあります。その一例が、シリコン単結晶で見出された押し込み深さの不連続変化であり、シリコンの相転移により生じていることが明らかにされました。一方、高分子材料の場合には、荷重を一定にしても押し込み深さは時間とともに変化(クリープと呼ぶ)しますが、こうした変化から高分子の粘弾性が評価できることも示されています。

ナノインデンテーション法は、今後薄膜のみならず他の多くの分野でも応用が進展するものと思われれます。



放電プラズマ焼結法による炭化タングスタルの焼結

1. はじめに

炭化タングスタル (TaC) は存在する化合物の中で最も高い融点 (約 4000) をもち、金属と同程度の電気伝導性を示すことから、アーク電極あるいは電子線源などの耐熱性が要求される電子材料としての応用が期待されている。しかし、高融点材料であるために焼結が極めて困難で、ホットプレス法など従来の方法では高純度で緻密な焼結体を作製することはできなかった。一方、放電プラズマ焼結 (SPS) 法は加圧しながら数千 A のパルス電流を導電性の型に流して加熱することにより粉末を焼結する方法である。このためホットプレス法などに比べ、短時間 (数分~数十分) かつ高温 (約 2500) で焼結できる。また導電性材料の場合、パルス通電による直接加熱効果も期待できる。

ここでは、SPS 法を用いた TaC の焼結について報告する。

2. 実験方法

実験には純度の異なる二種類の TaC 粉末を用いた。一種類は低純度 (95%) TaC 粉末であり、コバルト (Co) やクロム (Cr) などの不純物が数%含まれていた。もう一種類は高純度 (99%) TaC 粉末で、不純物としては極微量の Co などが検出された。これらの粉末の焼結には放電プラズマ焼結装置を用いた。装置の構成を図 1 に示す。カーボン製の型 (内径 20mm) に、約 20g の TaC 粉末を詰め込み、焼結装置の上下の電極を通して 36MPa の圧力を加えた。装置内を真空 (約 1Pa) に

粉末の焼結を行った。装置外側に設けた放射温度計によりカーボン型側面の温度を読み取り、焼結プロセスの温度制御に用いた。また、焼結進行にともなう試料の収縮を調べるため、上下電極の距離の変化を測定した。得られた焼結体の密度をアルキメデス法により測定し、X線回折により結晶構造を調べた。

3. 実験結果と考察

図 2 は、純度の異なる TaC 粉末を SPS 法で焼結する際に得られた収縮曲線である。低純度の粉末では、1400 ~ 1450 で急激な収縮が起こっており、この温度で焼結が生じたことを示している。一般に、典型的な液相焼結の場合、液相の生成時に粒子の再配列による急激な収縮が観察される。低純度粉末には不純物として数%の Co が含まれており、収縮が始まる温度 (この場合には約 1400) で、Co が溶融したために焼結が一気に進行したものと推測される。この結果、1900 という比較的低い焼結温度にもかかわらず 98% の相対密度をもつ焼結体が得られた。

一方、高純度粉末の場合には 2000 以上に上げて顕著な収縮は観察されず、2000 の加熱で 94%、2500 でも 96% の相対密度しか得られなかった。

X線回折においては、焼結体は純度にかかわらず粉末と同じ立方晶構造を示し、焼結に伴う構造変化はみられなかった。また、低純度粉末及びその焼結体中の Co は X線回折では検出されなかった。

(加工技術室 来川保紀)

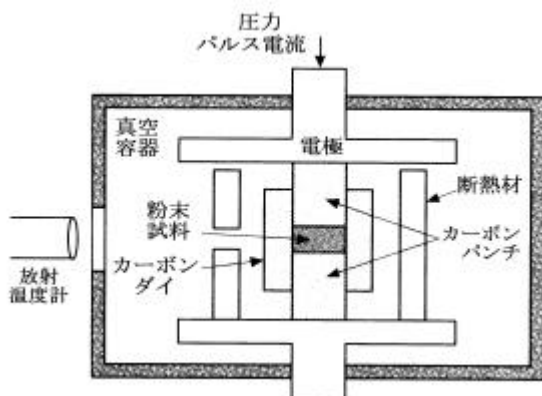


図 1 放電プラズマ焼結装置の構成図

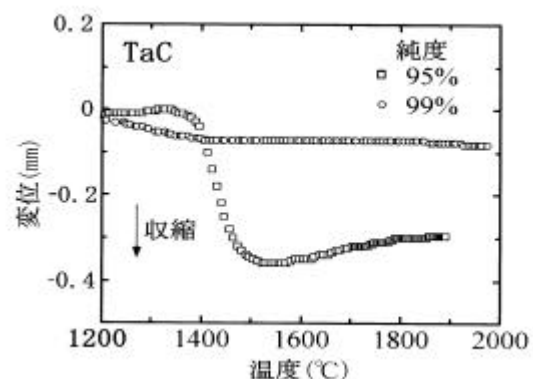


図 2 炭化タングスタル粉末で得られた収縮曲線

廃木材の利用による木材ファイバーと不織布の積層マット

木質系残廃材、剪定枝などは、一部がボード原料や燃料等に利用されているが、大部分は焼却または埋め立て処分されてきた。今後、これらを有効に活用していくことは、木質系資源の循環利用を進めていく上で重要な意義を持っていると考えられる。そこで、その利用方法として、マルチング材や屋上緑化用資材などに使用できる木質系マットの製造方法を検討し、試作した結果を紹介する。

本研究では、木質ファイバーを原料にして柔軟性を有するマットを製造することとし、木質ファイバーと不織布を積層してニードルマシンで交絡することによりマット化する方法を試みた。ニードルマシンとは、繊維材料をニードル（鉤のついた針）で打つことにより、繊維を互いに絡み合わせてマット化するもので、不織布やフェルトの製造で使用されている。この方法は、比較的繊維が長い場合に有効であるが、繊維が短い木質ファイバーをマット化するために、図に示すように繊維材料で木質ファイバーをはさみ、これをニードリングして短繊維の木質ファイバーを包含した形でマット化する。

この方法は、機械的な手段だけを用いており、比較的安価に製造できること、合成樹脂系のバインダーを必要としないこと、表裏材に綿などの天然系の材料を使用すればマルチング材として用いて、そのまま放置しても環境に対する負荷が小さいこと、などの特長が考えられる。

次に試作したマットの性状を材料別に評価した結果を表に示す。これは、試作した各種のマットの性状を相対的に示したもので、繊維層の評価には、すべて木質層に木質ファイバーを用い、木質層の評価には、すべて繊維層にレーヨン不織布を用いたときのマット性

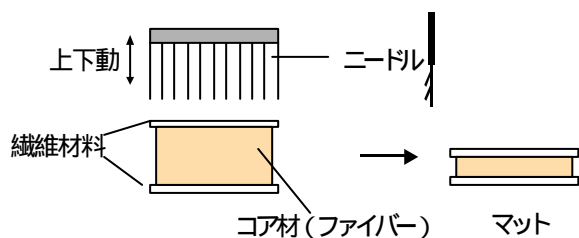


図 木質ファイバーのマット化

状で評価した。また、このときのマット化の条件は、約 800g/m² の木質層を表裏各 1 層の繊維層で表裏両面からニードリング密度各 8 本/cm² とした。

繊維層の材料のうちガーゼ及び脱脂綿はマット状にはなるが、前者は繊維の絡みが十分ではなく、後者はニードリングの条件によっては破断することもあった。合繊系の不織布は繊維の絡みもマットの強さも十分であった。これは繊維が長くまた強いことによると考えられる。レーヨン不織布、綿不織布及びテニセル不織布は、絡み具合と強さともに合繊系不織布ほどではないが、木質材料との組み合わせ方法、ニードリングの条件等を検討することにより良好な形状と強度を持ったマットが得られた。

このマットはマルチング材や屋上緑化用資材などの用途を想定したものであり、現在、敷設試験を行い、その性能を評価しているところである。さらに、この方法で作成したマットは断熱材など新たな利用法が可能と考えられ、これらについても検討を行なう予定である。

(愛知県・名古屋市地域結集型共同研究事業)
(応用技術室 酒井昌夫)

表 繊維層及び木質層の材料とマットの性状

使用材料		性状	備考
繊維層	レーヨン不織布		絡みが少なめ 破断しやすい
	綿不織布		
	テニセル不織布		
	合成繊維系不織布		
	ガーゼ 脱脂綿		
木質層	木質ファイバー		ニードル折損 絡み不足 絡みが少なめ 絡みが少ない
	木質ファイバー (チップ混入)	×	
	木粉 かな屑 (プレーナ屑)	×	
	草ファイバー		

性状： 良好 比較的良好

何らかの問題はあるが解決可能 × 問題大

お 知 ら せ

染色加工技術講習会

次のテーマについての講習会を開催します。
多数ご参加ください。

生分解性繊維の現状と展望について

生分解性プラスチック研究会

技術顧問(企画調査委員長)金井康矩氏

色のはなし

墨総合研究所 所長 中島路可氏

日時: 6月13日 13:15~16:30

場所: 尾張繊維技術センター 研修室

(〒491-0931 一宮市大和町馬引字宮浦 35)

URL: <http://www.owaritex.jp/>

お問い合わせ

尾張繊維技術センター 加工技術室

TEL 0586(45)7871

産地活性化講演会

近年、地球環境問題に対応するため、「開発 - 生産 - 使用 - 廃棄」を考慮したトータルな製品開発の取り組みが求められています。そこで、次のテーマについて講演会を開催しますので、多数ご参加ください。

環境調和型ものづくり

- トヨタのエコプロジェクト -

トヨタ自動車(株)第三開発センター

製品企画 主査 松橋繁氏

日時: 7月9日 13:30~15:00

場所: 蒲郡商工会議所コンベンションホール

お問い合わせ

三河繊維技術センター 開発技術室

TEL 0533(59)7146

陶&くらしのデザイン展2002

全国の公設試験研究機関の、主に陶磁器による生活用品のデザイン・試作ならびに技術開発研究の成果を一堂に集め、展示公開します。

日時: 7月3日~7月8日 11:00~19:00

(最終日は17:00まで)

場所: (株)国際デザインセンター

4Fデザインギャラリー

お問い合わせ

常滑窯業技術センター 応用技術室

TEL 0569(35)5151

瀬戸窯業技術センター 応用技術室

TEL 0561(21)2116

ITものづくり研修(前期)

三次元CADを核としたモノづくりへの情報技術導入を支援するため、三次元CADに関する技術研修を開催します。様々な業種の方にご利用いただけますよう複数の研修コースを用意しておりますので、この機会にぜひご参加ください。

研修コース名・日時:

・三次元CAD基礎(9月4日~5日)

・樹脂金型用三次元CAD/CAM

(7月3日~4日)

・SolidWorksによる三次元設計入門

(6月18日、7月23日、8月20日、

9月17日)

・SolidWorksによる三次元設計応用

(6月21日、8月23日、9月20日)

・ライノセラによるデザインCAD入門

(7月10日、9月11日)

SolidWorks 体験実習と研修設備紹介

(6月14日 10:00~12:00、13:30~15:30、

8月27日 10:00~12:00、13:30~15:30)

場所: 産業技術研究所 CAD/CAM 研修室

(〒448-0003 刈谷市一ツ木町西新割)

URL: <http://www.airi.aichi-iic.or.jp/>

お問い合わせ

愛知県産業技術研究所技術支援部機械電子室

TEL 0566(24)1841

愛知県知的所有権センター

特許庁より認定を受け、平成8年に開設され、特許情報の有効活用を図るため、次の事業を行っていますので、ご利用ください。

特許取引、技術移転に関する相談

特許電子図書館の利用法の説明

特許流通データベースの作成

国内特許、海外特許資料の閲覧

お問い合わせ

愛知県産業技術研究所 企画連携部

TEL 0566(24)1841

愛知県リサイクルマーク



成功させよう愛知万博



再生紙(古紙配合率100%)を使用しています。