

4 1年を振り返って

山形大学工学部技術部
計測技術室 村山 勉

1. はじめに

昭和46年4月1日に繊維工学科へ配属になり平成24年3月で退職する40数年の間に菊池武勝先生、小川敬一先生、成澤郁夫先生、井上隆先生、栗山卓先生の研究室でお世話になりました。その間に学科名も繊維工学科から繊維高分子工学科、高分子材料工学科、物質工学科、機能高分子工学科と変わり研究内容およびカリキュラムも少しずつ変わりました。学生はもちろん教職員も切り替え時は大変な苦勞をした記憶があります。

2. 研究室あれこれ

菊池研究室はおもに紡織関係の研究が主でレピア織機の開発や緋織りの自動化等をやっていました。繊維工場に力織機、ゴブラン織り機、レピア織機、ウオーター織機等があり初めて見るものばかりでした。研究室には行方寅次郎先生、斉藤（折原）勝男先生、中村晴男さん網代さん清水さんと大所帯でいまでは考えられない状況でした。中村さんに教えられて織機の音の低騒音化のための装置作りをやっていました。小川研究室は菊池先生がなくなったため小川先生だけが異動して指導をしていただき紡織だけでなく少しずつ繊維も扱うようになりましたがこの期間はわずかでした。その後研究室が大幅に変わり小川敬一先生、成澤郁夫先生、石川優先生、中村さん、網代さんというメンバーに変わり研究内容は

高分子フィルムの力学特性に変わりました。市販のフィルムを短冊状に切り伸びと強度を速度を変えながら恒温恒湿の部屋で実験を行いました。夏は寒く冬は暑くて体を維持するのが大変な実験でした。

成澤研究室になりました。石川優先生と網代さん、のちに栗山卓先生が入りました。この頃から本格的に高分子の力学特性および構造解析がおもな仕事になりました。

SEM,TEM,OM を使用して構造を観察しましたが現在の装置と違い性能がいまいちであります。またこの頃は武石先生といっしょにフッ素とシリコンを用いて超撥水材料を開発して車やカーブミラー等に利用されました。石川先生が教授になり独立しました。

その後成澤先生が学長になったため後任に井上隆先生が入られ高分子のアロイに重点が置かれるようになり、押し出し成形機を用いているようなブレンド製品を作りました。代表的なものはリサイクル用 PET ボトルを利用したものや微粒子の粘土とゴムを混ぜたものがあり市販されました。

栗山先生が教授になり栗山研究室となり小滝雅也先生と新しい体制になりました。この頃 VBL ができあがり部屋の配置や装置の搬入等で忙しい思いがあります。その後小滝先生が京都に移動になり現在の研究室になっています。

3. 装置の維持管理

地域共同センターの初代センター長が成澤先生だった関係で恒温槽付万能試験機、ラボプラストミル、FT-IR、ウルトラマイクロトーム、ミニテストプレスの管理をすることになりました。基本的に維持費はつかないので使用者負担になりますができるだけ修理費を安くするために部品だけを取りできるだけ修理は自分でするようにしていました。

万能試験機と FT-IR は学生実験に使用していたので細心の注意をはらいながら使用していました。万能試験機は10 t の性能を持っており中間の容量で重宝されました。ラボプラストミルとミニテストプレスは使用頻度が高くスケジュールの調整が大変でした。

温度センサーは年に4～5本切れその他にスクリュウの摩耗や安全ピンの破損等があり大変苦労しました。

その後 VBL が完成してその中に高機能材料試験室があり射出成形機や2軸押出機等の大型機械がありその管理も行いました。

天井にクレーンがはしっているのでクレーン運転と玉掛けの資格も必要になり講習会にいきました。ウルトラマイクロトームは TEM の試料を作成するのに利用しますが厚さ1 μm の切片を切るため非常にデリケートな装置で使用者が熟練するまでは小さなトラブルが頻繁に発生していましたが数回の講習会でトラブルの回数が激減しました。それからクライオという液体窒素を使用して低温で切るウルトラマイクロトームが納入されゴムなどの試料の切片採集が容易になりましたが静電気のたたかいという思い

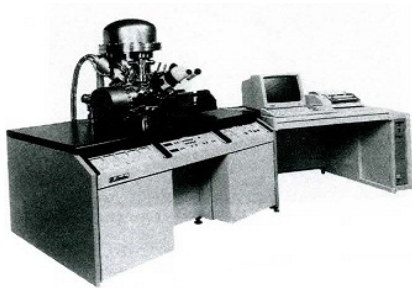
がけないことが生じました。

4. ESCA について

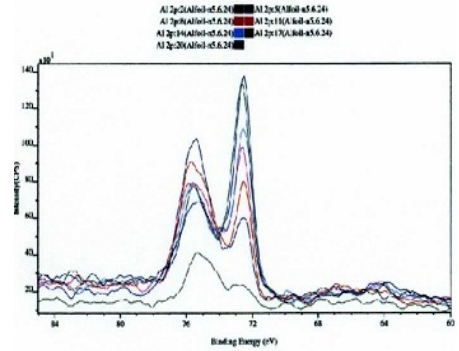
平成2年に ESCA が納入されました。最初は管理するだけで良いといわれ軽い気持ちで引き受けましたがこの装置が20年以上つきあうことになるとは夢にも思いませんでした。この装置の一番大変なことは年中無休ということです。最近こそあまり停電がありませんが昔はときたまありました。停止時間がおおくなると内部にコンタミが生じ測定に支障がしょうじるため停電開始直前に停止して停電終了したら直ちに運転を開始しました。年末年始のような長期休みの場合も1日おきに様子をみにきました。年中無休のため時間とともに消耗する部品があります。その中でも高価な部品は分子ポンプです。この装置には3台ありますがメンテナンスをしても2～3万時間でだめになります。最初の10年間は維持費がついていたので大丈夫でしたがその後は維持費がなくなり研究費からの補助でやってきました。6年前にある先生のご好意により1000万円でデータ解析装置およびポンプ類をリニューアルされました。その結果処理速度も測定感度も向上しました。

使用状況は最初の頃は蒸着膜の深さ方向の分布測定が多く共通講座や電子の研究室の利用が多かったです。その後結合状態をみるが多くなり物質工学科や機能高分子工学科の研究室の利用が多くなりました。年間使用日数は研究テーマにより変動しますが40日から90日です。

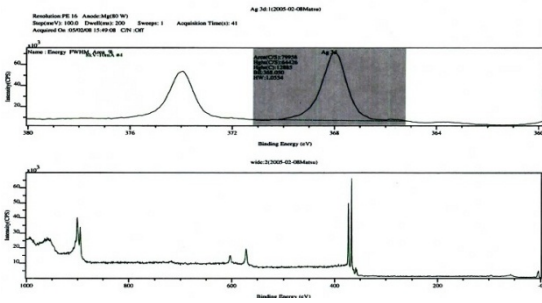
また試料導入時のトラブルが発生すると分析室が 10^{-8} の真空度であるのを大気圧に戻す作業になり約1日がだめになるため試料交換はすべて一人でやってきました。



ESCAの外観



深さ分析



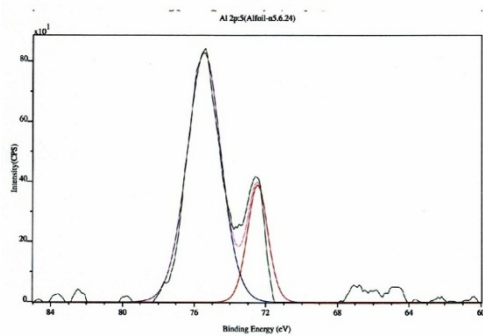
測定例

Quantification Report

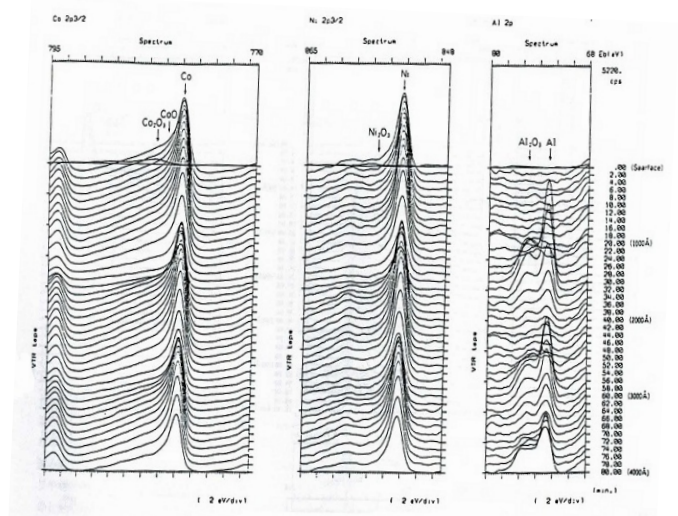
/export/home/kenryo/daiki/masayama/Al111-05_0_24.dat Fri Jun 24 14:04:33 2005

State #	Etch Time	0.00 seconds					
Peak	Position	FWHM	Raw Weight	REP	Atomic	Atomic	Mean
	BE (eV)	(eV)			Mass	Conc %	Conc %
Al 2p	75.400	2.078	270.1	0.570	26.982	43.84	56.83
O 1s	532.400	2.772	3750.3	2.850	35.959	56.16	43.17
State #1	Etch Time	20.00 seconds					
Peak	Position	FWHM	Raw Weight	REP	Atomic	Atomic	Mean
	BE (eV)	(eV)			Mass	Conc %	Conc %
Al 2p	75.400	2.129	842.7	0.570	24.982	49.07	51.90
O 1s	532.500	2.283	4373.8	2.850	35.959	50.93	49.07
State #2	Etch Time	40.00 seconds					
Peak	Position	FWHM	Raw Weight	REP	Atomic	Atomic	Mean
	BE (eV)	(eV)			Mass	Conc %	Conc %
Al 2p	75.700	2.282	474.8	0.570	24.982	45.95	54.05
O 1s	532.400	2.338	3395.0	2.850	35.959	54.05	45.95
State #3	Etch Time	60.00 seconds					
Peak	Position	FWHM	Raw Weight	REP	Atomic	Atomic	Mean
	BE (eV)	(eV)			Mass	Conc %	Conc %
Al 2p	72.400	1.236	750.9	0.570	24.982	52.44	47.56
O 1s	532.400	2.298	3403.0	2.850	35.959	47.56	52.44
State #4	Etch Time	120.00 seconds					
Peak	Position	FWHM	Raw Weight	REP	Atomic	Atomic	Mean
	BE (eV)	(eV)			Mass	Conc %	Conc %
Al 2p	72.400	1.200	854.6	0.570	24.982	58.82	41.18
O 1s	532.500	2.284	2951.5	2.850	35.959	41.18	58.82
State #5	Etch Time	180.00 seconds					
Peak	Position	FWHM	Raw Weight	REP	Atomic	Atomic	Mean
	BE (eV)	(eV)			Mass	Conc %	Conc %
Al 2p	72.400	1.183	1484.1	0.570	24.982	67.16	32.84
O 1s	532.400	2.197	2697.3	2.850	35.959	32.84	67.16
State #6	Etch Time	180.00 seconds					
Peak	Position	FWHM	Raw Weight	REP	Atomic	Atomic	Mean
	BE (eV)	(eV)			Mass	Conc %	Conc %
Al 2p	72.500	1.206	1217.0	0.570	24.982	69.06	30.94
O 1s	532.500	2.420	2503.8	2.850	35.959	30.94	69.06

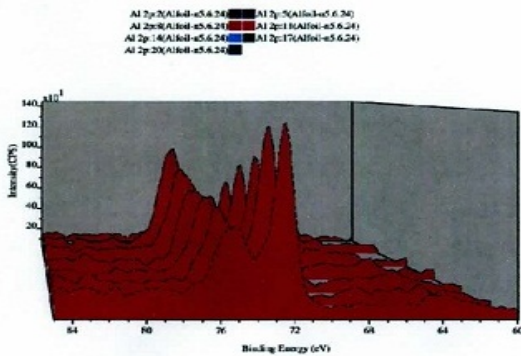
定量測定



カーブ分割



蒸着テープの深さ分析



深さ分析

5. 高分子材料の劣化層試験

成澤、栗山研究室では高分子材料の耐久性というテーマで研究を行っていました。

試料は未処理と銚子で12ヶ月暴露試験したものとサンシャインウエザーメーター (SW) とキセノンウエザーメーター (XW) で3000時間処理したものでPPS,PA,PEI,PPOの4種類で合計16種類です。

屋外における劣化因子としては日光、風雨、温湿度変化などがあげられますが、最大の劣化因子は太陽光の紫外線です。

SWはカーボンアーク灯により紫外線を発生させる。国内における耐候性試験の標準XWはキセノンランプで紫外線を発生させるが太陽光の分光分布に近い。欧米では主流となっている。

その他に研究室ではメタリングウエザーメーターを使用している。この装置は太陽光の20~30倍の紫外線量を持つ。促進性がきわめて高い。

測定はESCAを使用しました。高分子は炭素を主体に構成されているからどの位置に炭素のピークがあるかにより劣化の様子を観察しました。炭素の主ピークは285eVですから試料表面からどのくらいの位置にピークがくるかで試料の劣化を判断しました。測定→エッチング→測定→エッチングの繰り返しで最大200回行いました。

測定結果を示します。

0は未処理試料

SWはサンシャインウエザーメーターで3000時間処理した試料

XWはキセノンウエザーメーターで3000時間処理した試料

CHOSIは銚子の海岸で12ヶ月暴露

種類	回数	深さ(A)
PPS-0	17	0.9
SW-PPS-3000	28	1.35
XW-PPS-3000	32	1.55
PPS-CHOSI	122	6.1
PA-0	31	1.5
SW-PA-3000	82	4.05
XW-PA-3000	71	3.5
PA-CHOSI	84	4.2
PEI-0	30	1.5
SW-PEI-3000	62	3.1
XW-PEI-3000	185	9.25
PEI-CHOSI	200	10.0
PPO-0	31	1.5
SW-PPO-3000	79	3.9
XW-PPO-3000	147	7.3
PPO-CHOSI	122	6.1

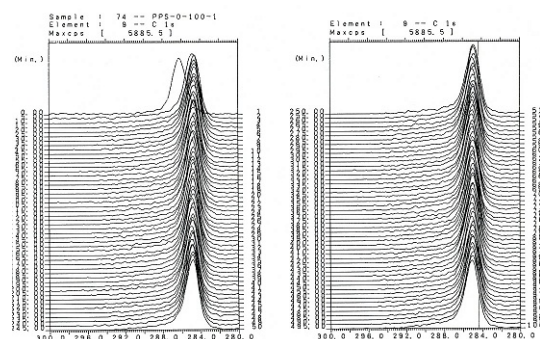
測定結果

この表に示した以外にも測定してみたらずSW,XW試験片とも照射時間とともに劣化深度は深くなっていました。

SW,XW試験の紫外線強度は太陽光の約3倍の強度になります。

試料の劣化は照射時間とともに進行しますが、処理方法によっても異なりました。

たとえばSWとXWを比較するとSW処理の方が劣化速度が遅くなりました。また未処理の試料でも表面が少し汚れています。暴露試験を行った試料が一番劣化速度が大きかった。これは銚子の海岸に試料を放置しているために潮風や太陽熱そして紫外線など自然の影響を受けたためと考えられる。



PPSの深さ試験

PPO ポリフェニレンオキサイド

PPS ポリフェニレンサルファイド

PA ナイロン6 (ポリアミド)

PEI ポリエーテルイミド

以上の結果を確認するために微小切削装置（サイカス）を用いて測定をしました。微小切削装置とは微速度で水平運動するテーブル上に試料を固定し、テーブル表面に対して垂直運動する切刃を、一定荷重で試料に押しつける。テーブルが微速度で移動することにより切刃は試料内部に切り込んでいく。その時、水平方向に生ずる切削力をテーブル側のロードセルにより測定する。またその時の切刃の侵入深さを作動トランスで測定する。これらの切削力および切刃侵入深さの変化を連続的に測定する。

SW-PPS-3000	0.3A
XW-PPS-3000	0.3A
SW-PA-3000	0.2A
XW-PA-3000	0.2A
SW-PEI-3000	0.2A
XW-PEI-3000	0.2A
SW-PPO-3000	0.7A
XW-PPO-3000	1.0A

サイカス結果

ESCA の結果と微小切削の結果を比較するとおおよそ一致する。

以上のことから PPS,PA,PEI の劣化は内部に侵入せず表面近傍だけで劣化していると考えられる。PPO の場合は劣化が内部まで侵入していると考えられる。いずれも照射時間に比例して劣化層は深くなるが PPO 以外は短い時間で飽和してしまう。



サイカスの外観

6. おわりに

約10年ほど前に登山しないかと誘われました。山は見るもので登るものではないと思っていましたが50歳になった記念に行こうと言われ友達夫婦と月山に行くことになったのが登山の始まりです。素人ですから日帰りの出来る比較的楽な山だけですが月山、蔵王、西吾妻、鳥海山の鳥海湖、安達太良、磐梯山、尾瀬沼、東吾妻山等に登りました。山はいつも天気の良いときばかりではなく安達太良に登った時は朝快晴だったのがだんだんと気候が悪くなりあと200mほどで頂上というとき突然吹雪になり引き返したこともあります。でも息を切らしながら山頂にたったときの満足感とおにぎりがおいしくてまた山に登ろうかという気持ちになるのです。

登拝認定証

あなたは、標高1984mの出羽三山の主峰月山を踏破し、月山神社本宮を登拝されました。
本年月山御歳御歳年の佳年にあたり其の健脚を称え、ここに認定書を授与します。

平成29年 月 日
管轄郡日田の公領 出羽三山
月山神社本宮

7. 謝辞

41年間仕事を続けてこられたのは、工学部、学科、研究室の皆様のご協力のおかげです。心より御礼を申し上げます。