

第21回 同志社大学・けいはんな産学交流会  
(複合材料研究センター発表会)

報 告 書

# 第21回 同志社大学・けいはんな産学交流会

【日時】 2008年8月1日(金) 15:00~19:00 (14:30 開場)

【場所】 同志社大学 京田辺校地 情報メディア館 401教室

大学による社会への知の還元、産官学連携によるイノベーション創出が叫ばれる現代社会において、企業、行政、大学の距離は急速に縮まりつつあります。また、産官学連携の流れを受け、各大学、地方自治体では多くの講演会、シーズ発表会等様々なイベントが行われています。

本交流会では、同志社大学複合材料研究センターの設立目的や各研究シーズ紹介を中心に下記の通り開催します。

## 第1部

### I. 複合材料研究センターの活動紹介

同志社大学 複合材料研究センター 副センター長 田中達也  
(理工学部 機械システム工学科 教授)

高分子、金属、セラミックス材料を母材とした新機能・性能を有する先端的な複合材料に関する学際的・総合的研究を行い、自動車の軽量化や燃料電池用素材、高温エンジン素材や環境適合型材料の開発・応用に取り組む当センターについて説明します。



### II. 研究シーズ発表

#### 「材料・製品開発のためのサブ・ツール～熱弾性応力解析とその応用～」

同志社大学 理工学部 エネルギー機械工学科 教授 上野谷 敏之

熱弾性応力解析(TSA)は、高解像度のサーモグラフィーを用いて、材料に作用する2次元応力状態を解析できる手法で、外力に起因して発生する主応力とを非接触で画像情報として提供するものです。本紹介では、TSAの原理、材料・製品開発への応用、複合材料の損傷解析例などを紹介します。

#### 「高強度カーボンナノファイバー添加ナノ複合材料の合成同時焼結」

同志社大学 理工学部 機能分子・生命化学科 教授 廣田 健

高強度高電気伝導性のカーボンナノファイバー(CNF)を均質に分散させた各種ナノ複合材料(CNF/アルミナ、炭化ケイ素、サイアロン、炭化ホウ素)をパルス通電加圧焼結法により作製しました。その微細構造と諸特性の関係について紹介します。

#### 「研究紹介:セルロースを利用した新しいプラスチック強化の考え方」

同志社大学 理工学部 エネルギー機械工学科 教授 大窪 和也

高分子の原材料母材に豊富な天然再生量を持つセルロースを複合する事により高強度または高剛性なプラスチック複合材料を開発する際の考え方と、その際の研究課題を紹介し、同時に従来の考え方を踏襲しない新しいセルロース繊維の応用の取り組みも紹介します。

### III. 複合材料研究センターの見学

構造工学研究室(藤井・大窪研究室)紹介

## 第2部

交流懇親会 17:50~19:00

会場: 紫苑館2階ラウンジ 参加費: 1,500円

### 《申込・問合せ先》

同志社大学リエゾンオフィス(担当: 石田・西本)  
TEL:0774-65-6223 FAX:0774-65-6773  
E-mail:jt-liais@mail.doshisha.ac.jp  
<http://liaison.doshisha.ac.jp/>

## 第21回同志社大学けいはんな産学交流会～複合材料研究センター発表会～を開催

【日時】2008年8月1日(金)

【場所】同志社大学京田辺校地 情報メディア館 401 教室

「同志社大学けいはんな交流会」は毎年2回開催しており、今回は「複合材料研究センター発表会」との併催で行い、80名を超える参加者があった。

まず最初に、複合材料研究センター副センター長 田中達也教授(理工学部)から複合材料研究センターの活動紹介を行った。引き続き、上野谷敏之教授(理工学部)から「材料・製品開発のためのサブ・ツール～熱弾性応力解析とその応用～」、廣田 健教授(理



工学部)から「高強度カーボンナノファイバー添加ナノ複合材料の合成同時焼結」、大窪和也教授から「研究紹介：セルロースを利用した新しいプラスチック強化の考え方」と題した研究シーズを発表した。



その後、構造工学研究室に場所を移し、設備装置や実験の様子など見学ツアーを行った。

終了後には、交流懇親会が行われ、活発な意見交換や情報交換などが行われた。

今後、けいはんな地域における産学連携がさらに発展することを期待している。

# 第21回 同志社大学・けいはんな産学交流会講演資料

(複合材料研究センター発表会)

【日時】 2008年8月1日 (金)

【場所】 同志社大学 京田辺校地 情報メディア館 401教室

【主催】 京都府中小企業技術センター、(財)京都産業21、

けいはんな新産業創出・交流センター、同志社大学

同志社大学複合材料研究センター、同志社大学リエゾンオフィス

NPO 法人同志社大学産官学連携支援ネットワーク

# 複合材料研究センター 紹介

同志社大学 理工学部  
機械システム工学科  
田中 達也

## センター設立の目的

- **高分子, 金属, セラミックス**を母材とし, カーボン繊維やアラミド, アルミナなど, **有機, 無機を問わず**, 各種高機能, 高性能繊維, カーボンナノチューブ (CNT), セルロースマイクロフィブリル (MFC), モンモリナイトなどの強化材を複合し, **従来に無い新機能, 性能を有する**先端的で, 世界的にも高く評価される**複合材料の開発**を行う。
- 自動車や半導体など**一般民製品への応用**を目指し, その**成形方法を開発**する。
- 新たに獲得した性能を最大限生かせる**応用分野を開拓**する。

## 1. 高性能繊維強化複合材料の開発

- MFCやCNT, モンモリナイトなどのナノ強化材を母材樹脂中で均一分散させる技術の開発とその性能評価
- 天然繊維を強化材とする環境適合型複合材料の開発
- CNTを強化材とする高温耐熱性セラミックス系複合材料の成形基礎技術の確立
- 金属系複合材料の金属基の微細結晶化
- 繊維と樹脂との界面接着性のマイクロレベルでの評価技術の解明

## 2. 新規成形法の開発

- 軽合金半凝固射出成形法の開発
- 軽合金半凝固射出成形品の特性評価
- アルミナ強化マグネシウムの射出成形の基礎技術確立
- CFRPの高速圧縮成形法の基盤技術の確立

### 3. 先端複合材料の加工法



- GF強化エポキシ樹脂製プリント基板の超高速ドリル加工技術の開発と高品質化
- 異種材料の接合法の基礎技術確立

### 4. 先端複合材料の応用



- 高ダンピング化を達成するCFRP製自転車フロントフォークの開発
- 天然繊維強化ポリ乳酸の家電製品への適用
- アラミド繊維強化フェノール樹脂複合材料による歯車、高性能クラッチ摩擦板、軸受けの開発

### 評価



- 四半期ごとにセンター内ワークショップを開催し、研究成果を公開する。
- 年度末には日本材料学会、日本複合材料学会等の後援を得て、メンバー全員が成果を発表するフォーラムを開催、外部有識者による講評を得る。
- 同志社大学研究開発推進機構がセンター設置後、3年及び5年後に評価・検証を行う制度を有す他、センター内に自己評価委員会(メンバー3名+センター外教員2名)を設け、学外の意見を基にセンターの成果を評価する。

### 評価



- 年度成果をまとめた冊子を200部発行、主要研究者に配布して、その評価を得る。
- 3および5年目には、海外(アメリカおよびヨーロッパ)の研究者を招いて国際ジョイント・シンポジウムを開催し、成果のレベルを問う。
- 試作品は学会等の展示会に出展し、製品の性能等に関する評価を受ける。



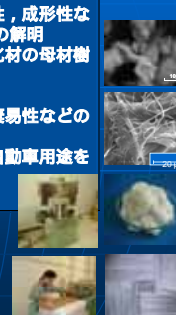
センター学内メンバー				
所属	職名	氏名	備考	
工学研究科	教授	センター長 青山栄一	第3グループ	
工学研究科	教授	副センター長 田中達也	第2グループ	
工学研究科	教授	大窪和也	第1グループ長	
工学研究科	教授	藤井透	第1グループ	
生命医科学研究科	教授	片山傳生	第1グループ	
生命医科学研究科	准教授	田中和人	第1グループ	
工学研究科	教授	廣田健	第1グループ	
理工学部	客員教授	北川浩	第1グループ	
工学研究科	教授	宮本博之	第2グループ長	
工学研究科	教授	今井田豊	第2グループ	
理工学部	教授	上野谷敬之	第2グループ	
工学研究科	准教授	廣垣俊樹	第3グループ長	
工学研究科	教授	松岡敬	第3グループ	
工学研究科	教授	森康雄	第3グループ	
理工学部	准教授	平山朋子	第3グループ	

センター学外メンバー				
本年度より、より研究活動を加速する目的で、学外より9名の若手研究者の方々に参画いただいた。				
研究者名	所属	役職	研究課題	
小川圭二	公立大学法人 滋賀県立大学 工学部 機械システム工学科	助教	天然竹繊維の抽出や自動車用プリント基板の穴あけにおけるマシニングセンターを中心としたCAMシステムの構築	
太田孝雄	富山工業高等専門学校 機械工学科	助手	農業廃棄物を利用した高分子系複合材料の開発とその強度特性評価	
中村守正	京都工芸繊維大学 大学院 工芸科学研究科 機械システム工学部門	助手	DLC膜の被覆による高性能機械要素部品の開発	
青井芳史	龍谷大学 理工学部 物質化学科	准教授	非酸化物系セラミックス積層薄膜の機械的特性評価	
前田英史	龍谷大学 理工学部 機械システム工学科	助手	合金系形状記憶素材における磁場誘起相変態	
西川康博	千葉県産業支援技術研究所 材料開発部 素材開発室	研究員	天然素材を活用したコンポジット材料の断熱性及び機械的特性の評価	
藤田浩行	兵庫県立工業技術センター 繊維工業技術支援センター	主任研究員	縫合技術により作成した複合炭素繊維系からなるカーボンコンポジットの機械的特性に関する研究	
佐々木元	広島大学大学院 工学研究科 機械システム工学専攻	教授	金属基複合材料による自動車エンジン部品への適用	
長谷朝博	兵庫県立工業技術センター	主任研究員	天然繊維強化高分子複合材料による自動車部品への適用	

複合材料研究センター 第1Gr (一次構造材グループ) : 概要

**【研究目標】**  
自動車の一次構造材としての用途に適した高性能な繊維強化複合材料の開発を行います。

- 先進複合材料の基礎科学 (強度, 耐熱性, 耐食性, 成形性などの機能発現メカニズムの解明と複合効果) の解明
- MFCやCNT, モンモリナイトなどのナノ強化材の母材樹脂中での均一分散に関する基礎技術の開発
- 各種材料の科学的改質技術の開発
- ダンピング性, 帯電防止性, リサイクル性, 遺棄易性などの新機能の開発
- 天然繊維を強化材とする環境適合型複合材料の自動車用途を目指した応用開発
- それらの応用技術並びに成形・加工技術開発。



目標または分野に応じた材料開発

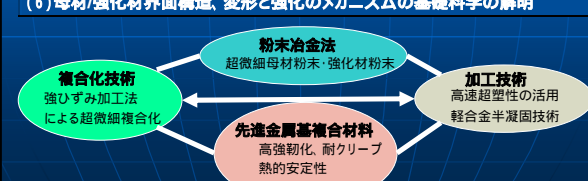
成形・加工技術

複合材料に関する基礎科学の解明

複合材料研究センター 第2Gr (エンジン関連部材グループ) : 概要

**【研究目標】**  
自動車用 高性能金属基複合材料の開発を行います。

- 粉末冶金法による超微細粉末を活用した高強度金属基複合材料の開発
- 強ひずみ加工法を活用した超微細複合技術の開発
- 高速超塑性を活用した上記先進複合材料の加工技術の開発
- 軽合金半凝固射出成形技術の開発
- 破壊靱性, 熱的安定性, 耐食性の評価
- 母材/強化材界面構造, 変形と強化のメカニズムの基礎科学の解明



粉末冶金法  
超微細母材粉末・強化材粉末

複合化技術  
強ひずみ加工法による超微細複合

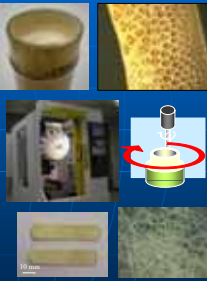
加工技術  
高速超塑性の活用  
軽合金半凝固技術

先進金属基複合材料  
高強靱化, 耐クリープ  
熱的安定性  
高耐食性

複合材料研究センター 第3Gr (内装材グループ) : 概要

**【研究目標】**  
 自動車の内装材としての用途に適した高性能な繊維強化複材料の開発およびその生産システムに関する研究を行います。

(1) 自動車の内装材に適した最先端の環境適合型複材料の設計と生産に関する研究。  
 (2) 自動車のインテリアとして付加価値の高い複合材料の生産プロセスを開発。  
 (3) 最新CNC工作機械とCAMシステムによるデジタル技術を応用し、天然系素材から工業的用途に実用化できる高品質な材料の抽出方法を検討。  
 (4) 生産財および消費財の双方向最適化により、地球に優しい環境適合型3R生産システムの構築。

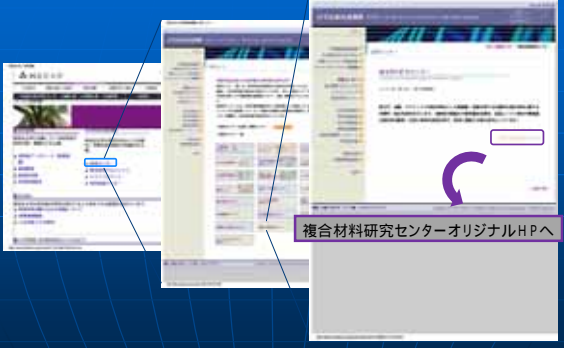


インテリアに適した材料の設計と生産

デジタルものづくり技術の応用

地球環境に優しい3R生産財・消費財

同志社大学HPから 複合材料研究センターのHPへ



複合材料研究センターオリジナルHPへ

2008年度センター重要研究テーマ

2008年度重要研究テーマ	
第1Gr	1 高弾性炭素繊維(CF)を用いた円筒CFRPの衝突耐久性向上技術の確立
	2 セルロース由来のマイクロフィブリル(MFC)の回転方式による分散技術の確立と複合材料の製作
	3 NSMC (Nonwoven Stitched Multiaxial Cloth) を用いた炭素繊維強化熱可塑性樹脂(CFRTP)の成形法の開発
	4 炭素繊維強化熱可塑性樹脂(CFRTP) プリプレグシートの開発
	5 炭素繊維強化熱可塑性樹脂(CFRTP) パイプ製造方法の開発
	6 炭素繊維強化熱可塑性樹脂(CFRTP) / アラミド繊維強化熱可塑性樹脂(AFRTP) ハイブリッド複合材料の成形とその機械的特性評価
	7 炭素繊維(CF) 繊維および繊維強化複合材料の疲労損傷評価
	8 新規ブレーキ用無機複合材料の開発
第2Gr	1 ECAP-BP法を用いた金属粉末固相成形による金属基複合材料に関する研究
	2 炭素繊維(CF)強化合金複合材料の滑溜潤滑・成形に関する研究
	3 炭素繊維強化熱可塑性樹脂(L-CFRTP) 複合材料の成形に関する研究
第3Gr	1 CNC機能を活用した竹繊維の抽出システムの開発
	2 自動車専用プリント基板のマイクロドリルCAMシステムの開発
	3 レーザを応用した車載用プリント基板のマイクロ加工に関する研究
	4 繊維含有複合材料の機械的特性およびトライボロジー特性に関する研究





## 熱弾性解析とその応用

同志社大学  
理工学部エネルギー機械工学科  
上野谷敏之

第21回同志社大学・けいはんな産学交流会  
(2008. 8. 1)

## 熱弾性とは

岩波・理化学辞典(1991)より:

「等温でない物質の変形を取り扱う弾性論および不均一温度場中での弾性体の示す挙動をいう。

また、物質に加えられた変形と温度変化が組み合わさって弾性的挙動を示すとき、これを熱弾性効果 (thermoelastic effect) と呼ぶ。熱弾性型マルテンサイト変態はその例で、形状記憶合金の挙動はこの効果による。」

## 熱弾性効果とは;

- ガスや固体を、断熱的に圧縮あるいは膨張させると、それに応じて温度変動が生じる現象およびその温度変動をいう。
- ガスに発生する熱弾性効果に比べると、個体に発生する温度変動はきわめて小さい。
- 等方性材料における温度変動:

$$\Delta T = -K \Delta(\sigma_1 + \sigma_2)$$

$K$ : 熱弾性係数  $= \alpha \rho C$

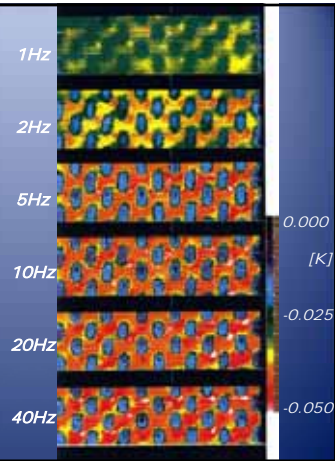
$\sigma_1, \sigma_2$ : 材料表面の主応力

熱弾性応力解析 (TSA)  
(実験応力解析技術)

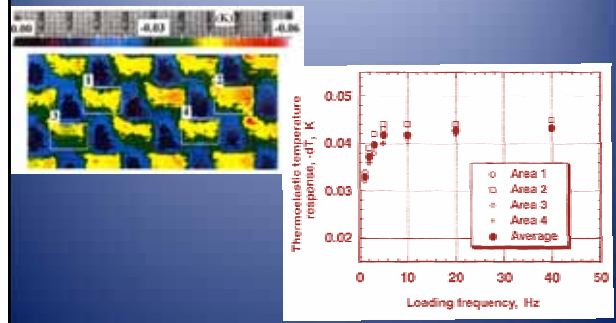
## 工業材料の熱弾性係数, 応力感度およびひずみ感度 ( $\Delta \epsilon$ )

材料	$K, \text{Pa}^{-1} \times 10^{-12}$	$\Delta \sigma, \text{MPa}$ $\Delta T = 1 \text{ mK}$ $T = 293 \text{ K}$	$\Delta \epsilon \times 10^{-6}$
鋼	3.5	1	3.5
アルミニウム	8.8	0.4	4.0
チタニウム	3.5	1	6.5
エポキシ	62	0.055	11.0
マグネシウム合金	14	0.22	---
ガラス	3.85	0.91	---

## 熱弾性効果の加振周波数依存性 (1)



## 熱弾性効果の加振周波数依存性 (2)



## 熱弾性効果の検出(1);

- 非接触検出
- 赤外線画像システム(赤外線サーモグラフィ)

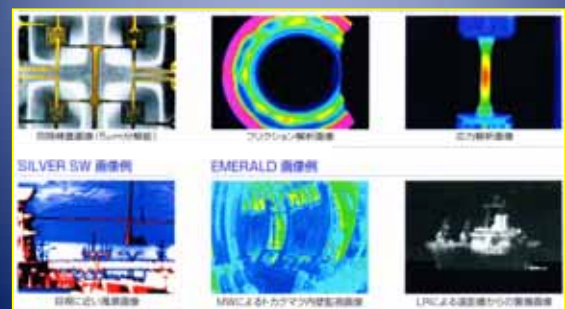
東京理科大学編・理工学辞典(1996)より:

「物体表面から放射している赤外線を利用して物体表面の温度分布を測定する装置。得られた熱画像により、物体の温度分布を知るばかりでなく、引張り試験や疲労試験でのひずみにより上昇した温度から応力状態を推定することもできる。」

赤外線:  
0.8 $\mu\text{m}$ ~1 mm程度の波長範囲の電磁波をいう。熱作用を持つので熱線ともいう。

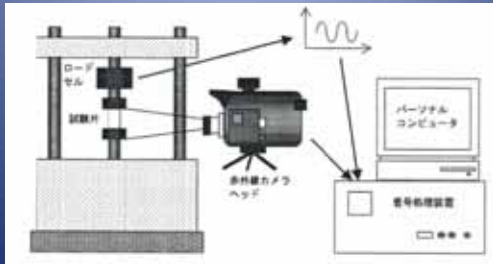
(分類) 0.8 ~ 3  $\mu\text{m}$ : 近赤外線, 3 ~ 25  $\mu\text{m}$ : 中間赤外線, 25 $\mu\text{m}$  ~ 1mm: 遠赤外線。

## 熱弾性効果の検出(2); 赤外線画像システム撮像例



### 熱弾性効果の検出(3);

- 赤外線応力画像システム (TSAシステム)



### 熱弾性装置に要求される仕様

- 応力計測範囲と分解能:  
鋼  $-5000 \text{ N/m}^2 \sim 5000 \text{ N/m}^2$   
 $1.0 \text{ N/m}^2$
- 温度測定～温度範囲と分解能 :  
 $-5 \sim 5 \text{ K}$   
 $0.001 \text{ K}$
- 赤外検出器のNETD=0.01 K  
→ S/Nの改善(データ積算/平均化)

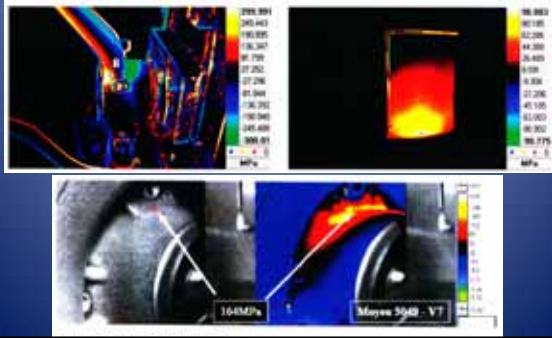
### 熱弾性解析の特徴

- 非接触で応力が測定できる。
- 応力分布が画像化される。(パターン解析)  
応力集中部が明瞭に示される  
非破壊検査への応用が可能
- FEM解析が困難な問題への適用が可能  
解析データとの比較情報として利用。
- 被測定物の材質的な制約がほとんどない。
- プロトタイプで安全確認試験ができる。

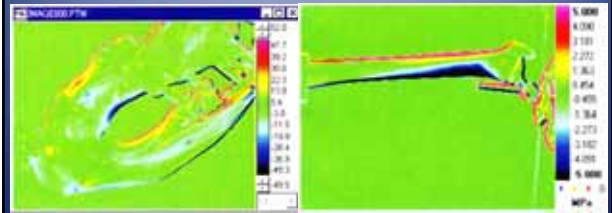
### 熱弾性効果の応用例

- 応力測定: 熱弾性応力解析 (赤外線応力解析, TSA)
  - 大型で、複雑形状をした実物構造の表面応力分布
  - 構造の健全性評価
  - おもに、金属材料に適用
- 損傷評価: 熱弾性損傷解析 (TDA)
- 非破壊検査:

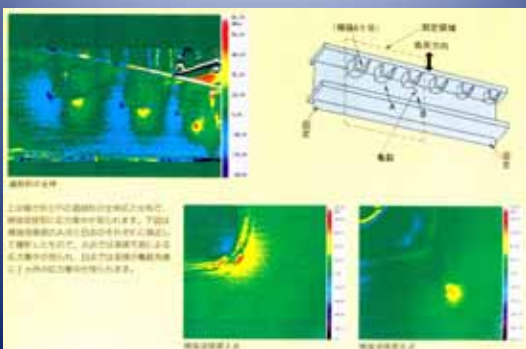
### 測定例(1); 自動車



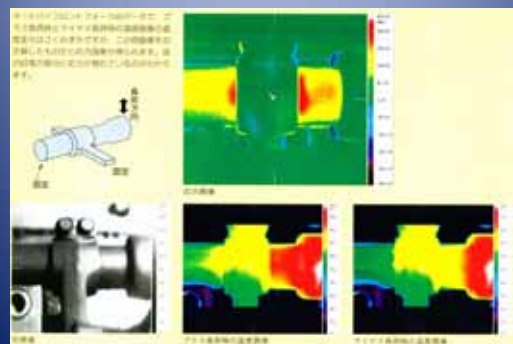
### 測定例(2); オートバイフレーム, 人工大腿骨



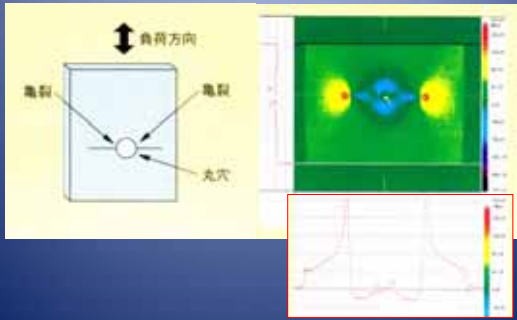
### 測定例(3); 道路桁



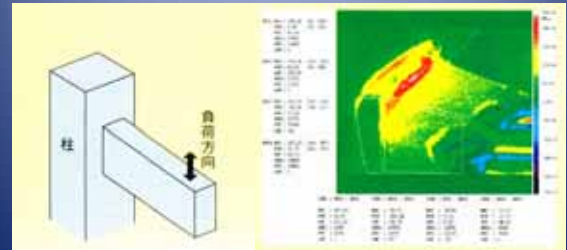
### 測定例(4); オートバイフロントフォーク



### 測定例(5); き裂先端部の応力集中

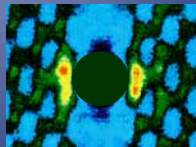


### 測定例(6); 電気溶接ビード部の応力集中



### 熱弾性解析イメージの高解像化法とCFRPの内部損傷評価

- 直交異方性材料の熱弾性応力解析(TSA)と損傷イメージの高解像化(TDA)
- TDAイメージの特長と定量性



### 直交異方性材料のTSA

直交異方性材料における熱弾性効果 (温度変動)  $\Delta T^*$  :

$$\Delta T^* = -\Delta(K_T \sigma_T + K_L \sigma_L) \quad \dots (1),$$

$\sigma_T, \sigma_L, K_T, K_L$  : 繊維方向, それと直角な方向の応力振幅および熱弾性係数.

カーボン(T300)/エポキシ複合材料では  $|K_T| = 75 |K_L|$ , 第1項は無視できる.

$$\Delta T^* = -T K_T \Delta \sigma_T \quad \dots (2),$$

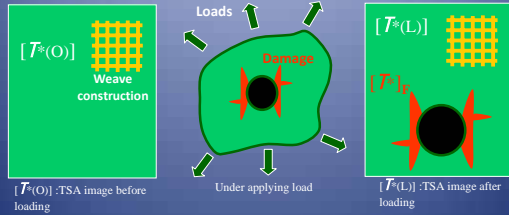


- 横方向繊維束の繊維と直角な方向の応力変動を正確に測定できる。
- TSAイメージには強化構造に起因したイメージが付帯する。
- 内部損傷を有するイメージでは損傷情報の抽出が困難。

## 損傷イメージの高解像化 (TDA)

熱弾性損傷解析(TDA)の基本的な考え:

- (1) 損傷進展に伴う剛性低下に起因した変形を補正し,
- (2) 負荷前後のTSAイメージ間の差分情報をポスト処理する.



$$- [T^*]_F = [\Delta T^*] = [T^*_{(L)}] - [T^*_{(O)}] \dots (3),$$

$[T^*_{(O)}], [T^*_{(L)}]$ : 損傷前後のTSAイメージ, 負荷後のイメージは変形を補正する.

21

## ステップ荷重による損傷と TSAイメージ

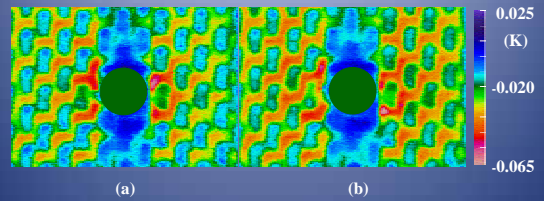


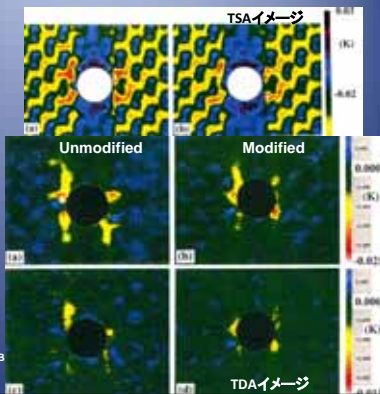
FIG. 平織炭素繊維複合材料の熱弾性イメージ (TSAイメージ) (a)負荷前, (b)  $0.9\sigma_s$  ステップ荷重負荷後.  $\sigma_s$  は円孔付き材料の破壊強さ (垂直方向に負荷されている)

22

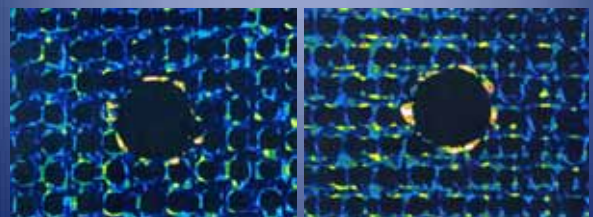
## TDAイメージの特徴

- (1) 複合材料の構造ノイズを含まない, きわめてS/Nの高い, 鮮明で, 精細な損傷像.
- (2) 複合材料の織構造レベルの損傷解析が可能.
- (3) 損傷レベルを損傷発生部位における応力解放への寄与として評価できる.
- (4) 損傷エリアの定量評価ができる.

ステップ荷重による損傷  
(a), (b):  $0.9P_B$ , (c), (d):  $0.6P_B$



## 超音波顕微鏡による内部損傷の観察



24



# 高強度カーボンナノファイバー 添加ナノ複合材料の 合成同時焼結

同志社大学理工学部  
機能分子・生命化学科  
廣田 健

## I 研究背景

### (i) エンジニアリングセラミックス

- 酸化物  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (耐食性, 絶縁性)  
 $\sigma_c$ : 250-550 MPa,  $H_c$ : 18-20 GPa,  $K_{IC}$ : 2.5-4.5  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
- 炭化物 SiC (高温高強度, 半導体特性)  
 $\sigma_c$ : 500 MPa,  $H_c$ : 22-24 GPa,  $K_{IC}$ : 2.5-4.5  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
- 窒化物  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (資源的に有利, 絶縁体)  
 $\sigma_c$ : 600-880 MPa,  $H_c$ : 14-18 GPa,  $K_{IC}$ : 4-9  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$   
サイアロン SiAlON  
 $\sigma_c$ : 400-800 MPa,  $H_c$ : 14-16 GPa,  $K_{IC}$ : 2.5-4.0  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

高強度化, 強靱性化必要

## 目次

### I 研究背景

- (i) エンジニアリングセラミックス
- (ii) ナノカーボン
- (iii) コンボジット: 報告例と課題

### II 研究紹介

カーボンナノファイバー(CNF)/アルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )  
CNF/炭化ケイ素(SiC)  
CNF/サイアロン(SiAlON)  
CNF/炭化ホウ素( $\text{B}_4\text{C}$ )

### III 具体例

CNF/炭化ホウ素( $\text{B}_4\text{C}$ )

### IV まとめ

## I 研究背景

### (ii)-1 ナノカーボン

炭素系新素材

#### 1. フラーレン $\text{C}_{60}$

1985  
~0.7 nm<sup>φ</sup>

#### 2. カーボンナノチューブ (CNT)

1991  
1~3 nm<sup>φ</sup>, 数 $\mu\text{m}^{\text{L}}$   
7.4eV/原子(CNT),  
cf. 7.2eV/原子(diamond)

#### 3. カーボンナノファイバー (CNF)

1993  
100~200 nm<sup>φ</sup>, 4~10  $\mu\text{m}^{\text{L}}$   
E: 100-300 GPa,  $\sigma_t$  ~2.20 GPa  
 $\rho$  ~  $1 \times 10^{-6}$   $\Omega\text{m}$

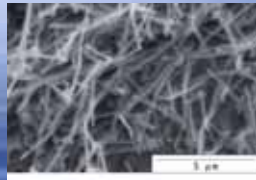
## I 研究背景

### (ii)-2 カーボンナノファイバー(CNF)



CNFの特性

- ・繊維径 150 nm
- ・繊維長 4-5 μm
- ・密度 2.00 Mg · m<sup>-3</sup>
- ・引張り強度 ~ 2.20 GPa
- ・弾性率 100 ~ 300 GPa



Carbon Nano Fiber

#### CNFを添加するメリット

- ・高強度化, 強靱化
- ・軽量化
- ・導電性付加

## I 研究背景

### (iii)-1 ナノカーボン/セラミックス コンポジットの報告例

- CNT/SiC composite : HP/2000  $\sigma_c$  10%Up  
(R.Z.Ma et al. J. Mater Sci.,1998)
- CNT-Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite : HP/1500-1600  $\sigma_b, K_{IC}$  Down  
(Ch.Laurent et al. J. European Ceram Soc.,1998)
- CNT/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite : HP/1300  $K_{IC}$  24%Up  
(R.W.Siegel et al. Scripta Mater.,2001)

## I 研究背景

### (ii)-3 CNFの特徴

強度 CNT  
CNF  
SiCウイスキー  
Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ウイスキー

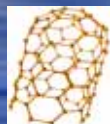
強 弱

コスト CNF (carbon nano fiber)  
SiCウイスキー  
Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ウイスキー  
CNT (carbon nano tube)

低 高



グラファイト構造

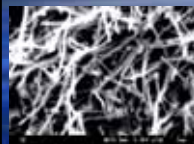


ナノカーボン

## I 研究背景

### (iii)-2 コンポジット作製上の課題

#### 【セラミックス基複合材料の強化材】



Carbon Nano Fiber (CNF)

マトリックスへの均一分散  
問題点  
マトリックスとのぬれ性  
(界面での密着性制御)

## II 研究紹介

-同志社大学での研究-

1. 2005年 CNF/  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
酸化物, 単一相原料, 粒子径依存性
2. 2005年 CNF/ SiC  
炭化物, 合成同時焼結
3. 2006年 CNF/ SiAlON  
酸窒化物, 合成同時焼結
4. 2007年 CNF/  $\text{B}_4\text{C}$   
炭化物, 合成同時焼結, 界面制御

## 2. CNF/SiC

### 分散性

微粒子( $\text{Si} \gg \text{C}$ )

原料粉体の選定 (粒子径, 結晶相)

合成同時焼結

### 界面制御

炭化物(SiC)/炭化物, 合成同時焼結

### 特徴

曲げ強度向上 (室温, 逆温度依存性)

(~ 10 vol%) R.T.  $\sigma_b$ : 560 ~ 720, 1200 °C  $\sigma_b$ : 890 MPa

難焼結性 放電プラズマ焼結法採用により緻密化

## 1. CNF/ $\text{Al}_2\text{O}_3$

### 分散性

$\text{Al}_2\text{O}_3$  粒径依存性調査

### 界面制御

酸化物/炭化物(CNF)

### 特徴

曲げ強度向上 (~5 vol%)  $\sigma_b$ : 650 ~ 800 MPa

絶縁体 良導体 (~3.0 vol%) :  $\sim 10^0 \Omega \cdot \text{m}$

アルミナの放電加工可能

## 3. CNF/SiAlON

$\text{Si}_6\text{Al}_2\text{O}_7\text{N}_8$ ;  $\text{Si}_3\text{N}_4$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$ -AlN 固溶体

### 分散性

$\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , AlN: 合成同時焼結

### 界面制御

酸窒化物/炭化物(CNF)

### 特徴

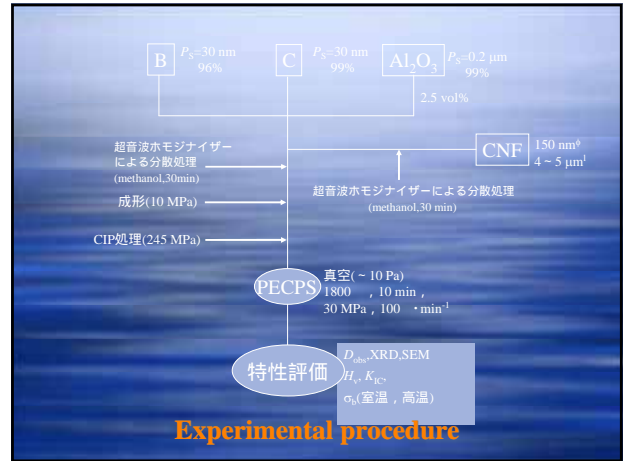
曲げ強度向上 (~5 vol%) 600 MPa,

$K_{IC} \sim 4.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

絶縁体 良導体 : 放電加工可能

### III 研究紹介 (具体例)

#### 4. 2007年 CNF/B<sub>4</sub>C



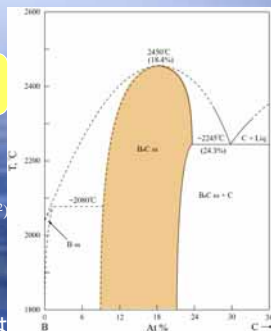
### 0 炭化ホウ素B<sub>4</sub>Cについて

B<sub>4</sub>C ... 高融点, 高硬度  
脆性, 難焼結体

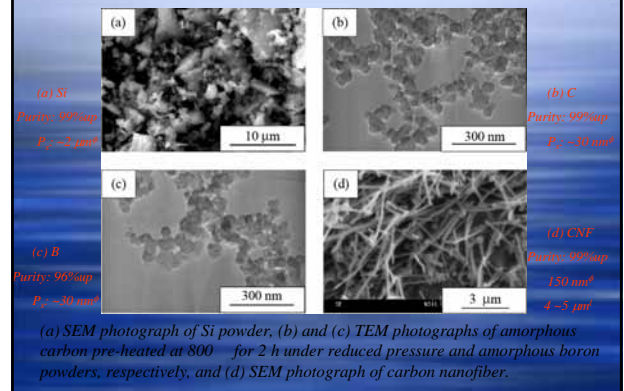
Melting point	2450	( )
Bending strength	323-430	(MPa)
Fracture toughness	1.2-1.6	(MPa·m <sup>1/2</sup> )
Vickers's hardness	27.4-34.3	(GPa)
Young's modulus	455	(GPa)



さらなる用途の拡大を図るためには  
靱性改善が課題。



### Starting Powders

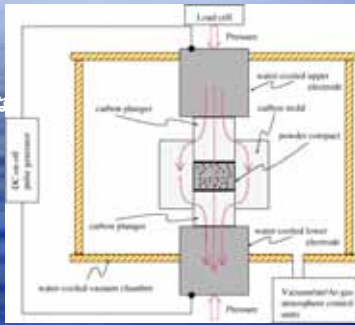


### 放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering:SPS)

- ・パルス状大電流を投入し、火花放電現象により瞬時に高エネルギーを発生させる
- ・急激なジュール加熱により溶解と高速拡散が起きる

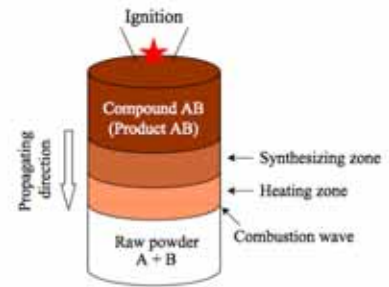
短時間、比較的低温で粒成長を抑制した緻密な焼結体が得られる

機械的特性の向上



### 自己燃焼合成SHS

(Self-propagating High-temperature Synthesis)



### Z-axis displacement

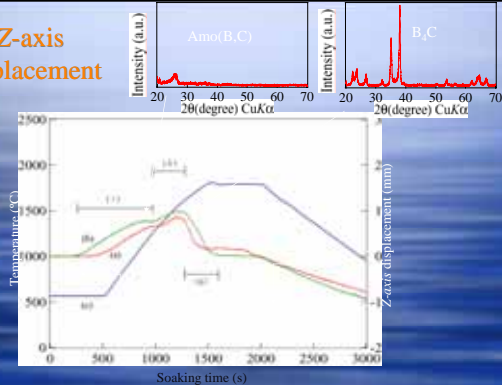


Fig. Shrinkage profiles of elemental powder compact of (a) (4B,C,2.5 vol%  $Al_2O_3$ ), (b) (4B,C,15vol% CNF, 2.5 vol%  $Al_2O_3$ ) and (c) heating temperature as a function of soaking time.

### SEM images

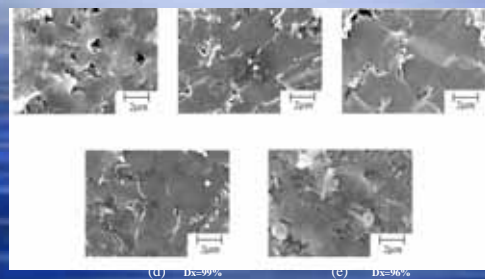


Fig. Fracture surface of  $x$  vol% CNF/ $B_2C$  composite:  $x$ =(a)0, (b)5, (c)10, (d)15, and (e)20.

## TEM image

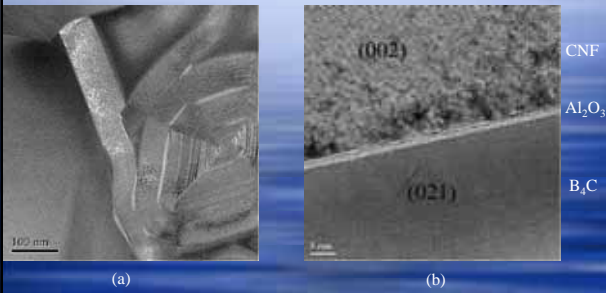


Fig. HRTEM photographs for the grain boundaries of 5vol%CNF/B<sub>4</sub>C composites: (a) low and (b) high magnifications

## 電気伝導性

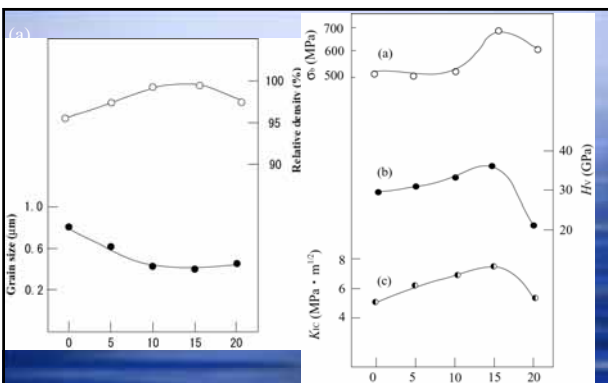
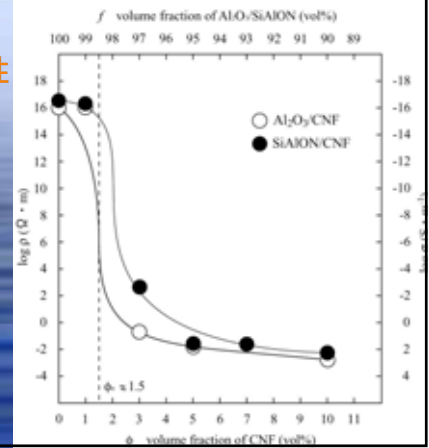


Fig. (a) Bending strength  $\sigma_b$ , (b) Vickers's hardness  $H_v$ , and (c) fracture toughness  $K_{1c}$  of  $x$  vol% CNF/B<sub>4</sub>C composites fabricated under (1800 /10 min/30 MPa).  
Fig. (b) Relative density and (b) grain size of  $x$  vol% CNF/B<sub>4</sub>C composites (1800 /10 min/30 MPa).

## 高温曲げ強度

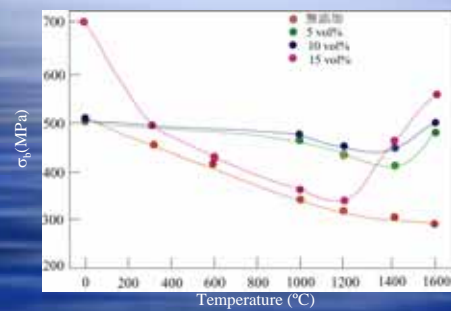


Fig. High-temperature bending strength of B<sub>4</sub>C/CNF composites.



## IV まとめ

1. ナノカーボンとしてカーボンナノファイバー(CNF)を採用
2. CNFを母結晶粉体中に分散 粒子径依存性確認
3. SPS採用 合成同時焼結
4. CNF均一分散, 高密度焼結体 機械的特性:  $\sigma_b$  向上  
CNF/matrix 間の界面制御: 高温 $\sigma_b$  向上
5. 電気伝導性: 絶縁体 良導体へ(放電加工可能)

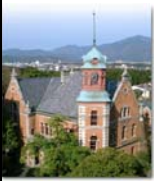
## 謝辞

本研究は、  
・加藤将樹准教授を始めとして、無機合成化学研究室の院生:  
高浦裕一(CNF/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), 原宏明(CNF/SiC),  
柴田忠輝(CNF/SiAlON), 中山賀博(CNF/ $\text{B}_4\text{C}$ )君達と  
多くの学部生の研究に基づくものである。  
・また、京都府地域結集型共同研究事業, JST  
(独)物質材料研究機構, 大阪市工業研究所のご協力・援助を頂いた。感謝の意を表す。

**研究紹介: セルロースを利用した  
 新しいプラスチック強化の考え方**

**本発表の内容**

1. セルロースのフィブリル(微細繊維)とは
2. 繊維強化プラスチック(FRP)とは(略解説)
3. 本研究での新しい考え方
4. その動機
5. 解決すべき問題点
6. 期待できる力学的作用(効果)
7. 結言



16:40-17:00 シーズ発表  
 17:10-17:40 研究室見学

同志社大学 理工学部 機械系学科  
 大窪 和也

**1. セルロースのフィブリル(微細繊維)とは**

(1) “繊維の中にある繊維”

**Micro Fibrillated Cellulous (MFC)**

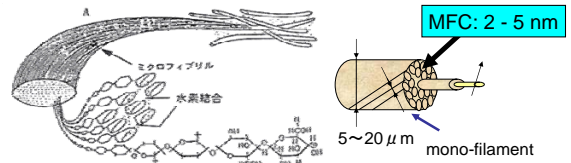
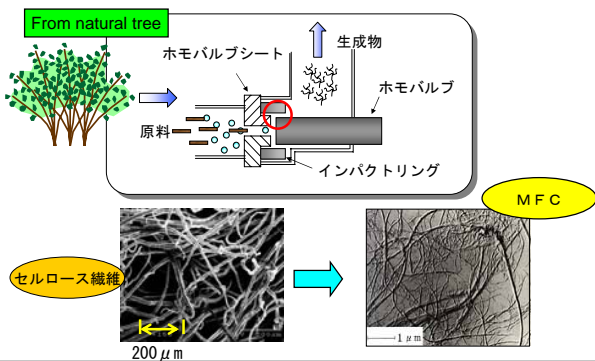


図2 ローグルコースがα-1,4とグルコシド結合した直鎖状の高分子からなるセルロースマイクロフィブリル(木材化学 上, 共立出版社 1968より)

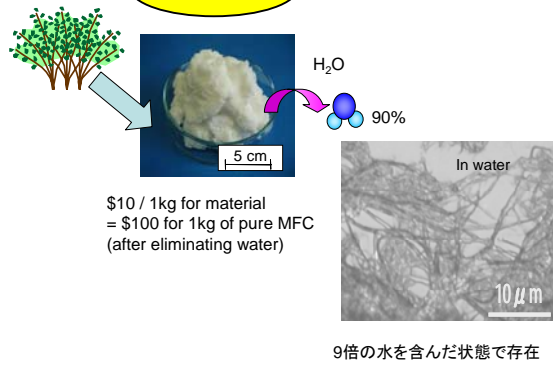
**セルロース繊維の一種**

**(2) 天然由来な繊維**

**説明: ミクロフィブリルセルロース繊維 (MFC) 化の方法**

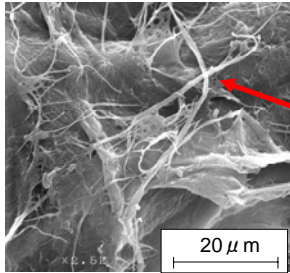


**\* その外見**



\$10 / 1kg for material  
 = \$100 for 1kg of pure MFC  
 (after eliminating water)

乾燥後の写真

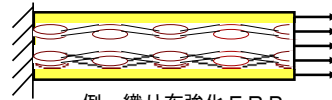


High aspect ratio

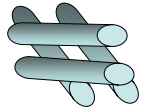
Fig. Micro-fibrillated cellulose (MFC).

2. 繊維強化プラスチック (FRP) とは (略解説)

F: Fiber(繊維)  
R: Reinforced(強化)  
P: Plastics(プラスチック)

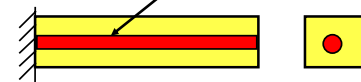


例: 織り布強化FRP

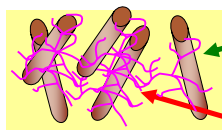


強化用織り布のイメージ

繊維による強化機構



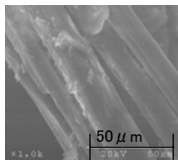
3. 本研究での新しい考え方



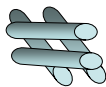
強化繊維 = 基本構造体

微細繊維 = 基本構造を支える役割

第三の繊維を使って、ハイブリッド構造にするアイデア



繊維束の状態の竹繊維



Composite

4. その動機

(1) 力学的な動機 = Scale 効果の利用

woven fabric of yarn bundles

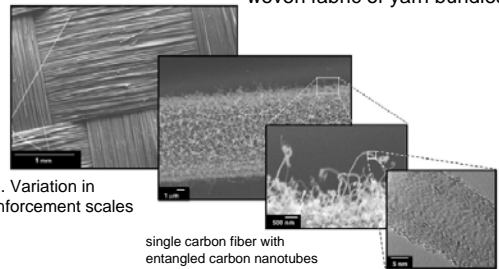


Fig. Variation in reinforcement scales

single carbon fiber with entangled carbon nanotubes grown on the surface

Composites Science and Technology 65 (2005) 491-516

平滑と扱われていた表面に、微細な reinforcement を entangled させた例

p. 9 / 19

(2) 力学的な動機 = 力学的干渉 効果の利用

天然の竹繊維の機能を補助する天然の微細繊維

ある条件下で得られる竹繊維FRPの内部構造

微細繊維  
(セルロースの微細繊維を利用)

主構造  
(竹繊維)

5 μm

力学的に有利な内部構造に

p. 10 / 19

(3) 社会背景的な動機 = 例えば、全てを天然素材に

強化機構を維持する母材に、

天然植物 (トウモロコシ) 由来のポリ乳酸樹脂を利用

天然

天然

天然

天然のものを天然で改善

p. 11 / 19

5. 解決すべき問題点と対策

(1) 自己分散性の悪さ

工夫 (分散ミル) なし

工夫 (分散ミル) あり

1 mm

1 mm

エポキシ中

成型時に、何かの工夫的作用が必要

p. 12 / 19

(2) 対策: 分散化装置の例

ホモジナイザーの例

- ・高粘度の溶液に対応
- ・用途に応じて様々なミックスヘッドに変更

・攪拌能力○

・微細化◎

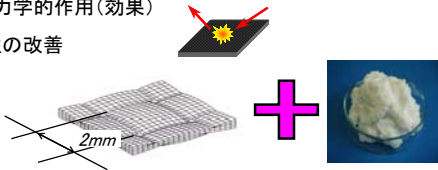
・攪拌能力◎

・分散性◎

p. 13 / 19

### 6. 期待できる力学的作用(効果)

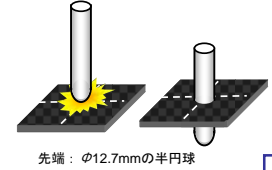
#### (1) 衝撃吸収性の改善



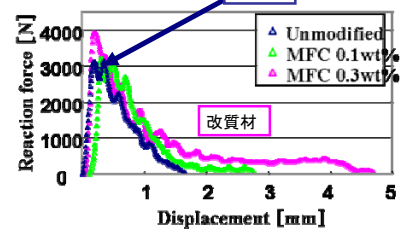
試験片材料・作成条件      フィラメント3000本(繊維束当り)

- 炭素繊維 : 平織りPAN系炭素繊維 (PYROFIL TR3110M 三菱レイヨン)
- 樹脂 : エポキシ樹脂 (JER828 Petro-chemical社)
- 硬化剤 : 変性脂環族アミン (混合比32phr) (JERキ17113 Petro-chemical社)
- 繊維体積含有率 : 48±2% (CF積層枚数8枚)
- MFC含有量 : 0.0wt% (Unmodified) , 0.1wt% , 0.3wt%

p. 14 / 19



先端: φ12.7mmの半球



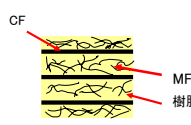
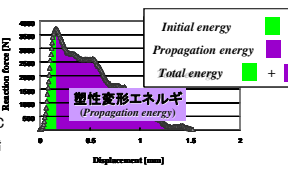
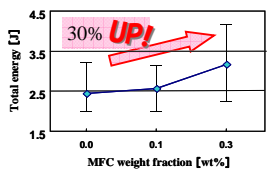
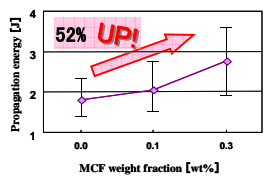
元材料

改質材

内部のき裂干渉がもたらす材料特性の改善

p. 15 / 19

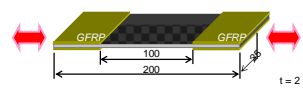
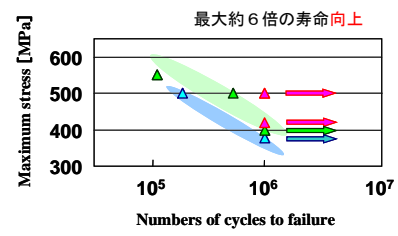
### \* 効果の定量化

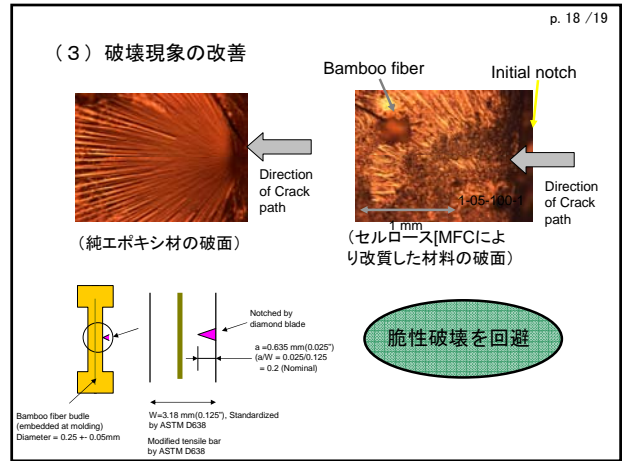
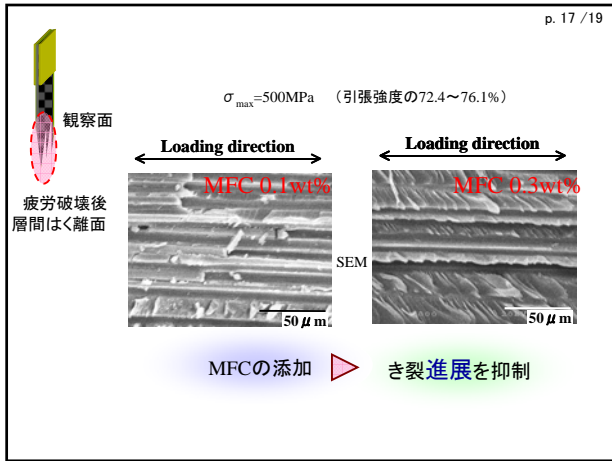
全吸収エネルギー増加      衝撃荷重に有効

p. 16 / 19

### (2) 疲労(耐久性)特性の改善

最大約6倍の寿命向上



p. 19 / 19

6. 結言

(1) セルロースのフィブリル（微細繊維）は、繊維強化プラスチック（FRP）の材料特性の改質のために広く利用できる可能性がある。

(2) そのセルロースマイクロフィブリルを、繊維強化プラスチック（FRP）の第3の材料として使う事で、FRPの特性を効率的に改善できる。

p. 20 / 19

謝辞

本研究は、文部科学省私立大学研究高度化推進事業「先進複合材料の開発とその応用—先端複合材料技術による自動車開発—」（平成19年度より）の支援を受けた。

以上