

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4022628号
(P4022628)

(45) 発行日 平成19年12月19日(2007.12.19)

(24) 登録日 平成19年10月12日(2007.10.12)

(51) Int. Cl.

GO 1 N 27/72 (2006.01)

F I

GO 1 N 27/72

請求項の数 6 (全 18 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2004-238140 (P2004-238140)</p> <p>(22) 出願日 平成16年8月18日 (2004.8.18)</p> <p>(65) 公開番号 特開2006-58062 (P2006-58062A)</p> <p>(43) 公開日 平成18年3月2日 (2006.3.2)</p> <p>審査請求日 平成18年10月19日 (2006.10.19)</p> <p>早期審査対象出願</p>	<p>(73) 特許権者 504180239 国立大学法人信州大学 長野県松本市旭三丁目1番1号</p> <p>(74) 代理人 110000121 アイアット国際特許業務法人</p> <p>(72) 発明者 脇若 弘之 長野県長野市若里5丁目16番3号 若里 宿舍3-5</p> <p>審査官 島田 英昭</p> <p>(56) 参考文献 特開平02-162253 (JP, A) 登録実用新案第3037276 (JP, U)</p> <p style="text-align: right;">最終頁に続く</p>
--	--

(54) 【発明の名称】 複合材の配合比同定法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

複合材に含まれる導電性物質の配合比を同定する方法であって、
当該配合比を同定する対象となる対象複合材に、コイル単独の共振周波数よりも低い励振周波数または高い励振周波数の交流にて励振されたコイルを接近させて、コイルのインピーダンスの変化を測定する測定ステップと、

X軸およびY軸をそれぞれインピーダンスの抵抗成分およびリアクタンス成分とする $R - L$ 座標に、上記コイルの接近前後の上記インピーダンスの変化をベクトルとして表すインピーダンス変化ベクトルにおいて、その抵抗成分の変化分 R を L で除した第1の値 R / L およびリアクタンス成分の変化分 L を L で除した第2の値 L / L をそれぞれX座標値およびY座標値とする座標を $R / L - L / L$ 座標上に表し、原点から当該座標までの距離を算出する距離算出ステップと、

既知の配合比を持つ複数の標準複合材に対して、上記測定ステップおよび上記距離算出ステップと同様のステップを行うことによって得られた上記距離と上記既知の配合比との相関関係に、上記対象複合材を用いて算出された上記距離を照合して、上記対象複合材の配合比を同定する配合比同定ステップと、
を有することを特徴とする複合材の配合比同定法。

【請求項2】

前記低い励振周波数は、前記コイル単独の共振周波数よりも10～20%低い周波数であることを特徴とする請求項1記載の複合材の配合比同定法。

10

20

【請求項3】

前記高い励振周波数は、前記コイル単独の共振周波数よりも0.5～10%高い周波数であることを特徴とする請求項1記載の複合材の配合比同定法。

【請求項4】

複合材に含まれる導電性物質の配合比を同定する方法であって、

当該配合比を同定する対象となる対象複合材に、コイル単独の共振周波数よりも高い励振周波数の交流にて励振されたコイルを接近させて、コイルのインピーダンスの変化を測定する測定ステップと、

X軸およびY軸をそれぞれインピーダンスの抵抗成分およびリアクタンス成分とする $R - L$ 座標に、上記コイルの接近前後の上記インピーダンスの変化をベクトルとして表すインピーダンス変化ベクトルにおいて、その抵抗成分の変化分 R を L で除した第1の値 R / L およびリアクタンス成分の変化分 L を L で除した第2の値 L / L をそれぞれX座標値およびY座標値とする座標を $R / L - L / L$ 座標上に表し、原点と当該座標を結ぶ直線の R / L 軸若しくは L / L 軸に対する傾きを算出する傾き算出ステップと、

既知の配合比を持つ複数の標準複合材に対して、上記測定ステップおよび上記傾き算出ステップと同様のステップを行うことによって得られた上記傾きと上記既知の配合比との相関関係に、上記対象複合材を用いて算出された上記傾きを照合して、上記対象複合材の配合比を同定する配合比同定ステップと、

を有することを特徴とする複合材の配合比同定法。

【請求項5】

前記高い励振周波数は、前記コイル単独の共振周波数よりも0.5～10%高い周波数であることを特徴とする請求項4記載の複合材の配合比同定法。

【請求項6】

前記標準複合材における導電性物質の占める割合は、前記標準複合材の全重量に対して20.0重量部以下であることを特徴とする請求項1から5のいずれか1項記載の複合材の配合比同定法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、導電性物質を含む複合材であって、特に半導体よりも電気抵抗率が高い複合材の配合比を同定する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

一般に、導体および半導体よりも電気抵抗率が高い複合材の配合比は、顕微鏡を用いた観察あるいは電気抵抗率の測定により同定されている。

【0003】

顕微鏡を用いた観察は、配合比を測定する対象物の一部を切り出して、光学顕微鏡若しくは電子顕微鏡等の顕微鏡により観察される異種物質のコントラストの違いから配合比を同定する方法である。

【0004】

また、電気抵抗率の測定は、4端子法若しくは体積抵抗法に代表される方法である(例えば、特許文献1を参照)。この測定法は、予め既知の配合比を持つ標準サンプルの電気抵抗率を測定しておき、測定対象物の一部を切り出して、その表面に電極を接触させて測定した電気抵抗率を、標準サンプルの電気抵抗率と照合し、配合比を推定する方法である。

【0005】

4端子法は、図20に示すように、測定対象物の一部60の表面に等間隔で4本の針状の電極61を接触せしめ、表面の接触抵抗を排除した条件にて体積抵抗率を求める方法である。一方、体積抵抗法は、図21に示すように、測定対象物の一部60の両面に、平板

10

20

30

40

50

電極 6 2 , 6 2 を接触せしめ、体積抵抗率を求める方法である。

【 0 0 0 6 】

一方、コイルのインピーダンスの変化を利用して導体あるいは半導体の導電率を測定する方法が知られている。この方法は、渦電流法として、導電率の測定のみならず、金属の探傷にも広く利用されている。

【 0 0 0 7 】

【特許文献 1】特開 2 0 0 1 - 2 8 1 2 8 0 号公報（特許請求の範囲、要約書等）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 8 】

しかし、上述のような従来の方法には、次のような問題がある。顕微鏡を用いた観察および電気抵抗率の測定を行う場合には、測定対象物を測定に供するために適切な大きさと形状に切り出す必要があり、前処理に多大な労力と時間が必要となる。

【 0 0 0 9 】

一方、上述の渦電流法は、1 オーム・メートル以下の体積抵抗率を有する導体あるいは 1 ~ 1 0 0 オーム・メートルの体積抵抗率を有する一般的な半導体を対象とする場合には適しているが、1 0 0 オーム・メートル以上の体積抵抗率を有する材料の場合には、その体積抵抗率を正確に測定することはできない。特に、不導体に導体を混ぜた複合材の場合、不導体に対する導体の配合比が低い領域では、その配合比の同定は難しい。

【 0 0 1 0 】

本発明は、このような問題に鑑みてなされたものであり、測定対象物を破壊せずに、測定対象物の配合比を迅速かつ簡便に同定することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 1 】

上記目的を達成するため、本発明は、複合材に含まれる導電性物質の配合比を同定する方法であって、当該配合比を同定する対象となる対象複合材に、コイル単独の共振周波数よりも低い励振周波数または高い励振周波数の交流にて励振されたコイルを接近させて、コイルのインピーダンスの変化を測定する測定ステップと、X 軸および Y 軸をそれぞれインピーダンスの抵抗成分およびリアクタンス成分とする $R - L$ 座標にコイルの接近前後のインピーダンスの変化をベクトルとして表すインピーダンス変化ベクトルにおいて、その抵抗成分の変化分 R を L で除した第 1 の値 R / L およびリアクタンス成分の変化分 L を L で除した第 2 の値 L / L をそれぞれ X 座標値および Y 座標値とする座標を $R / L - L / L$ 座標上に表し、原点から当該座標までの距離を算出する距離算出ステップと、既知の配合比を持つ複数の標準複合材に対して、測定ステップおよび距離算出ステップと同様のステップを行うことによって得られた距離と既知の配合比との相関関係に、対象複合材を用いて算出された距離を照合して、対象複合材の配合比を同定する配合比同定ステップとを有する複合材の配合比同定法としている。

【 0 0 1 2 】

このような同定法を採用し、未知の配合比を持つ複合材のインピーダンス特性を測定することにより、当該複合材の配合比を同定することができる。インピーダンスの変化はインピーダンスアナライザのコイルを複合材に接近させる動作で調べることができるので、複合材を加工する必要がなく、しかも非破壊にて測定を実現できる。また、インピーダンスの変化を測定する時間は 1 秒以内であるため、極めて短時間で配合比を求めることができる。また、インピーダンスの変化は、複合材に占める導電性物質の割合（配合比）に極めて敏感に検出できるため、配合比が 0 . 1 重量部以下であっても同定可能である。したがって、導電性物質の配合比が低い複合材であっても、その配合比を同定できることになる。

【 0 0 1 3 】

また、別の本発明は、先の発明における低い励振周波数を、コイル単独の共振周波数よりも 1 0 ~ 2 0 % 低い周波数とする複合材の配合比同定法としている。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 4 】

コイル単独の共振周波数と測定に用いられる励振周波数との関係は、複合材の種類に依存する。ポリプロピレンにカーボンナノチューブを混ぜた複合材を用いる場合には、励振周波数をコイル単独の共振周波数よりも10～20%程低い周波数を用いるのが好ましい。このような範囲の励振周波数を用いると、複合材に占めるカーボンナノチューブの配合比と、距離算出ステップにて得られる距離との間に、より良好な相関関係がみられる。

【 0 0 1 5 】

また、別の本発明は、先の実明における高い励振周波数を、コイル単独の共振周波数よりも0.5～10%高い周波数とする複合材の配合比同定法としている。

【 0 0 1 6 】

ポリプロピレンにカーボンナノチューブを混ぜた複合材を用いる場合には、励振周波数をコイル単独の共振周波数よりも0.5～10%程高い周波数を用いることもできる。このような範囲の励振周波数を用いると、複合材に占めるカーボンナノチューブの配合比と、距離算出ステップにて得られる距離との間に、より良好な相関関係がみられる。

【 0 0 1 7 】

また、本発明は、複合材に含まれる導電性物質の配合比を同定する方法であって、当該配合比を同定する対象となる対象複合材に、コイル単独の共振周波数よりも高い励振周波数の交流にて励振されたコイルを接近させて、コイルのインピーダンスの変化を測定する測定ステップと、X軸およびY軸をそれぞれインピーダンスの抵抗成分およびリアクタンス成分とするR-L座標に、コイルの接近前後のインピーダンスの変化をベクトルとして表すインピーダンス変化ベクトルにおいて、その抵抗成分の変化分 R を L で除した第1の値 $\frac{R}{L}$ およびリアクタンス成分の変化分 $\frac{L}{L}$ を L で除した第2の値 $\frac{L}{L}$ をそれぞれX座標値およびY座標値とする座標を $\frac{R}{L} - \frac{L}{L}$ 座標上に表し、原点と当該座標を結ぶ直線の $\frac{R}{L}$ 軸若しくは $\frac{L}{L}$ 軸に対する傾きを算出する傾き算出ステップと、既知の配合比を持つ複数の標準複合材に対して、測定ステップおよび傾き算出ステップと同様のステップを行うことによつて得られた傾きと既知の配合比との相関関係に、対象複合材を用いて算出された傾きを照合して、対象複合材の配合比を同定する配合比同定ステップとを有する複合材の配合比同定法としている。

【 0 0 1 8 】

このような同定法を採用し、未知の配合比を持つ複合材のインピーダンス特性を測定することにより、当該複合材の配合比を同定することができる。インピーダンスの変化はインピーダンスアナライザのコイルを複合材に接近させる動作で調べることができるので、複合材を加工する必要がなく、しかも非破壊にて測定を実現できる。また、インピーダンスの変化を測定する時間は1秒以内であるため、極めて短時間で配合比を求めることができる。また、インピーダンスの変化は、複合材に占める導電性物質の割合(配合比)に極めて敏感に検出できるため、配合比が0.1重量部以下であっても、同定可能である。したがって、導電性物質の配合比が低い複合材であっても、その配合比を同定できることになる。

【 0 0 1 9 】

また、別の本発明は、先の実明における高い励振周波数を、コイル単独の共振周波数よりも0.5～10%高い周波数とする複合材の配合比同定法としている。

【 0 0 2 0 】

コイル単独の共振周波数と測定に用いられる励振周波数との関係は、複合材の種類に依存する。ポリプロピレンにカーボンナノチューブを混ぜた複合材を用いる場合には、励振周波数をコイル単独の共振周波数よりも0.5～10%程高い周波数を用いるのが好ましい。このような範囲の励振周波数を用いると、複合材に占めるカーボンナノチューブの配合比と、傾き算出ステップにて得られる傾きとの間に、より良好な相関関係がみられる。

【 0 0 2 1 】

また、別の本発明は、先の実明における標準複合材における導電性物質の占める割合を、標準複合材の全重量に対して20.0重量部以下とする複合材の配合比同定法としてい

10

20

30

40

50

る。

【0022】

本発明では、既知の配合比を持つ標準複合材として種々の配合比を持つ複合材を適用できるが、導電性物質の占める割合が0より大きく20.0重量部以下の範囲にある標準複合材を用いる方がより好ましい。配合比と、上述の距離若しくは上述の傾きとの間に、より良好な相関関係がみられるからである。

【発明の効果】

【0028】

本発明によれば、測定対象物を破壊せずに、測定対象物の配合比を迅速かつ簡便に同定することができる。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0029】

以下、本発明に係る複合材の配合比同定法の実施の形態について説明する。

【0030】

(第1の実施の形態)

まず、インピーダンスの変化を利用した配合比の同定方法について説明する。図1は、本発明の第1の実施の形態に係る複合材の配合比同定法に使用する装置を示す図である。

【0031】

この装置は、インピーダンスアナライザ1と、これに接続されるパーソナルコンピュータ(以後、「パソコン」という。)2とから構成される。インピーダンスアナライザ1には、コイル3が備えられている。交流電源に接続されるコイル3を複合材4に接近させることによって、複合材4に接近させる前後におけるコイル3のインピーダンスの変化を測定することができる。

20

【0032】

図2は、インピーダンスアナライザ1を用いてインピーダンスの変化を測定する原理を説明するための図である。

【0033】

いま、周波数 f (Hz)の交流 i (A)によって励振されるコイル3に、コイル3を鎖交する磁束 c が発生しているものとする。このコイル3を複合材4に接近させると、複合材4に、磁束 c と鎖交する渦電流 i_e (A)が流れる。この渦電流 i_e (A)によって生成される磁束 e により、コイル3の磁束 c が変化する。この結果、コイル3のインピーダンスが変化する。

30

【0034】

図3は、複合材4にコイル3を接近させる前後におけるインピーダンスの変化を示す図である。横軸はインピーダンスの抵抗成分 R であり、縦軸はインピーダンスのリアクタンス成分 L である(角周波数、 L :コイル3のインダクタンス)。

【0035】

コイル3と配線から成る交流回路の場合、インピーダンスは、抵抗成分 R とリアクタンス成分 L とをそれぞれ X 座標および Y 座標とする XY 平面座標上のベクトルで表すことができる。この場合、インピーダンスの大きさは、 $(R^2 + (L)^2)^{1/2}$ と表すことができる。図3に示すように、コイル3を複合材4に接近させることによって、複合材4に接近する前のコイル3のインピーダンスベクトル Z がインピーダンスベクトル Z_e に変化すると、インピーダンスベクトル Z_e からインピーダンスベクトル Z を引くことによって、複合材4にコイル3を接近させたことによって変化した分のインピーダンス変化ベクトル Z_c を求めることができる。

40

【0036】

図4は、パソコン2の内部構造を示すブロック図である。

【0037】

パソコン2は、インピーダンスアナライザ1にて測定したインピーダンスに関するデータを処理する役割を有しており、そのために必要なプログラムを格納し、それを実行する

50

。パソコン 2 は、その本体の内部に、CPU (Central Processing Unit) 10 と、P-ROM (Programmable Read Only Memory) 11 と、RAM (Random Access Memory) 12 と、EEPROM (Electrically Erasable Programmable Read Only Memory) 13 と、HDD (Hard Disk Drive) 14 と、I/F (Interface) 回路 15 と、ビデオ回路 16 とを備えている。これら 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16 は、バス 17 によって接続され、互いに信号の送受信が可能となっている。

【0038】

CPU 10 は、パソコン 2 で行う各種処理を統括的に制御する部分であり、P-ROM 11 内の制御プログラムに基づく各種制御を実行する。P-ROM 11 は、CPU 10 用の制御プログラムを格納する読み出し専用のメモリである。RAM 12 は、各種処理を行うにあたり、データまたはプログラムを読み書き可能に格納しておくメモリである。EEPROM 13 は、データを一時的に記憶しておく、電氣的に消去可能なメモリである。

10

【0039】

HDD 14 は、オペレーティングシステム (Operating System: OS) の他、各種プログラムを格納する部分である。HDD 14 は、インピーダンスアナライザ 1 によって測定したデータを受け取り、これをデータ処理するためのプログラムを格納している。

【0040】

CPU 10 は、このプログラムを実行して、既知の配合比を持つ標準複合材について、インピーダンス変化ベクトルの抵抗成分の変化分 R を L で除した第 1 の値 (R/L) およびリアクタンス成分の変化分 L を L で除した第 2 の値 (L/L) をそれぞれ X 軸および Y 軸にとって表す $R/L - L/L$ 座標上の座標から原点までの距離、および当該座標と原点とを結ぶ直線と X 軸との傾きを求め、当該距離若しくは当該傾きと標準複合材の配合比との相関関係を求める処理を行う。

20

【0041】

また、CPU 10 は、このプログラムを実行して、配合比を同定する対象となる対象複合材について、インピーダンス変化ベクトルの抵抗成分の変化分 R を L で除した第 1 の値 (R/L) およびリアクタンス成分の変化分 L を L で除した第 2 の値 (L/L) をそれぞれ X 軸および Y 軸にとって表す $R/L - L/L$ 座標上の座標から原点までの距離、および当該座標と原点とを結ぶ直線と X 軸との傾きを求め、先に求めた相関関係のデータと照合して、対象複合材の配合比を同定する処理を行う。

30

【0042】

I/F 回路 15 は、キーボードあるいはポインティングデバイス等の入力装置 18 とパソコン 2 本体との間のデータのインターフェイスとなる回路である。また、I/F 回路 15 は、CD (Compact Disk) ドライブあるいは DVD (Digital Versatile Disk) ドライブといった各種のディスクドライブ 19 との間でデータのインターフェイスとなる回路である。また、ビデオ回路 16 は、ディスプレイ 20 に、演算結果等を表示するための回路である。

【0043】

次に、標準複合材および対象複合材を用いた配合比同定法の流れについて説明する。

【0044】

図 5 は、標準複合材の配合比と、第 1 の値 (R/L) および第 2 の値 (L/L) をそれぞれ X 軸および Y 軸にとって表す $R/L - L/L$ 座標上の座標から原点までの距離との相関関係を求めるまでの処理の流れを示すフローチャートである。

40

【0045】

まず、既知の配合比を持つ複数種の標準複合材を試料として、その各々についてインピーダンスの変化を測定する (ステップ S21: 測定ステップ)。標準複合材は、マトリックスとなる不導体に導電性物質を混ぜたものである。例えば、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリエーテルエーテルケトン等をマトリックスとして、カーボンナノチューブ、カーボンナノファイバ、金属微粒子等の第 2 成分を混ぜた複合材を用いることができる。また、試料として用いる標準複合材の数は、2 以上であれば、その数は限定されないが、5

50

以上とする方が好ましい。

【0046】

また、ここでは、コイル3を励振する交流の励振周波数を、コイル3単独の共振周波数よりも低い周波数としている。さらに、具体的には、励振周波数を、コイル3単独の共振周波数よりも10～20%低い周波数としている。ただし、標準複合材の種類および導電性物質の量に応じて、励振周波数の値は任意に決定可能である。

【0047】

インピーダンスの測定後、コイル3を標準複合材に接近させる前後で変化したインピーダンスをベクトルとして、パソコン2のディスプレイ20に表示する(ステップS22)。ただし、このインピーダンス変化ベクトルをディスプレイ20に表示しなくても、ベクトルのデータを生成するだけでも、ベクトル表示ステップに含まれる。

10

【0048】

次に、コイル3を接近させる前後でインピーダンスの抵抗成分 R がどれだけ変化したかを示す値(第1の値: R/L)と、コイル3を接近させる前後でインピーダンスのリアクタンス成分 L がどれだけ変化したかを示す値(第2の値: L/L)を算出する(ステップS23)。

【0049】

次に、図6に示すように、 R/L および L/L をそれぞれX軸およびY軸にとって表す $R/L - L/L$ 座標上に、各標準複合材を用いて得られた座標(R/L , L/L)を表し、原点から当該座標までの距離を算出する(ステップS24: 距離算出ステップ)。

20

【0050】

次に、各標準複合材の配合比と、各標準複合材についてステップS24にて求めた距離との相関関係を表示する(ステップS25)。この相関関係を求めるステップは、ディスプレイ20にグラフ化して表示する場合も、表示しない場合も含む。

【0051】

図7は、配合比を同定する対象となる対象複合材の配合比を同定するまでの処理の流れを示すフローチャートである。

【0052】

まず、対象複合材についてインピーダンスの変化を測定する(ステップS31: 測定ステップ)。対象複合材は、先に述べた標準複合材と同じマトリックスおよび第2成分を有する。

30

【0053】

インピーダンスの測定後、コイル3を対象複合材に接近させる前後で変化したインピーダンスをベクトルとして、パソコン2のディスプレイ20に表示する(ステップS32)。

【0054】

次に、コイル3を接近させる前後でインピーダンスの抵抗成分 R がどれだけ変化したかを示す値(第1の値: R/L)と、コイル3を接近させる前後でインピーダンスのリアクタンス成分 L がどれだけ変化したかを示す値(第2の値: L/L)を算出する(ステップS33)。

40

【0055】

次に、図6に示したグラフと同様、 R/L および L/L をそれぞれX軸およびY軸にとって表す $R/L - L/L$ 座標上に、対象複合材を用いて得られた座標(R/L , L/L)を表し、原点から当該座標までの距離を算出する(ステップS34: 距離算出ステップ)。

【0056】

次に、ステップS34にて求めた距離と、ステップS25にて求めた相関関係とを照合して、対象複合材の配合比を同定する(ステップS35: 配合比同定ステップ)。

【0057】

50

なお、図5および図7に示すフローチャートは、コイル3の励振周波数を、コイル3単独の共振周波数よりも低い周波数とした場合の処理の流れであるが、励振周波数を、コイル3単独の共振周波数よりも高い周波数とすることもできる。さらに、具体的には、励振周波数は、コイル3単独の共振周波数よりも0.5~10%高い周波数とすることができる。ただし、標準複合材の種類に応じて、励振周波数の値は任意に決定可能である。

【0058】

励振周波数をコイル3単独の共振周波数よりも高くする場合には、ステップS24において原点と座標とを結ぶ直線のX軸に対する傾きと、配合比との相関もみられる。したがって、ステップS24およびステップS34では、図6のグラフから傾きを算出し、ステップS35において、対象複合材を用いて得られた傾きを、標準複合材の傾きと配合比との相関関係と照合して、対象複合材の配合比を同定することができる。なお、ステップS24およびステップS34において、傾きと距離とを両方算出するようにしても良い。

10

【0059】

(参考形態)

次に、キャパシタンスを利用した配合比の同定方法について説明する。図8は、参考形態に係る複合材の配合比同定法に使用する装置を示す図である。

【0060】

この装置は、インピーダンスアナライザ1と、これに接続されるパソコン2とから構成される。インピーダンスアナライザ1には、2枚の電極40, 40が接続されている。これらの電極40, 40により複合材4をはさむことによって、複合材4のキャパシタンスを測定することができる。

20

【0061】

本発明の参考形態におけるパソコン2の構成は、本発明の第1の実施の形態におけるパソコン2の構成と同様の構成であるため、当該構成の説明は省略する。ただし、参考形態におけるデータの処理方法は、第1の実施の形態のそれと異なるため、異なる処理の内容について説明する。

【0062】

CPU10は、HDD14に格納されるプログラムを実行して、既知の配合比を持つ複数の標準複合材に対して、所定周波数の交流電源に接続された電極を接触させて測定したキャパシタンスと各標準複合材の配合比との相関関係を求める。また、CPU10は、配合比を同定する対象となる対象複合材に対して測定したキャパシタンスと先の相関関係を照合して、配合比の同定を行う。

30

【0063】

次に、標準複合材および対象複合材を用いた配合比同定法の流れについて説明する。

【0064】

図9は、標準複合材の配合比とキャパシタンスとの相関関係を求めるまでの処理の流れを示すフローチャートである。

【0065】

まず、既知の配合比を持つ複数種の標準複合材を試料として、交流電源の周波数を変化させてキャパシタンスを測定する(ステップS41:測定ステップ)。標準複合材は、マトリックスとなる不導体に導電性物質を混ぜた第1の実施の形態と同様の材料である。なお、標準複合材の種類および導電性物質の量は、上述のものに限定されない。

40

【0066】

次に、ある1つの周波数における各標準複合材のキャパシタンスと、その各々の配合比と各標準複合材の配合比との相関関係を求める(ステップS42)。この相関関係を求めるステップは、ディスプレイ20にグラフ化して表示する場合も、表示しない場合も含む。ここで、「ある1つの周波数」は、配合比との相関関係が明確になる周波数として任意に選択できる。この選択は、パソコン2の処理により行っても良く、手動によって行っても良い。後者の場合には、図9のフローチャートのステップS41とステップS42との間に、「周波数の選択指示」というステップ(ステップS41a)が実行される。

50

【 0 0 6 7 】

図 1 0 は、配合比を同定する対象となる対象複合材の配合比を同定するまでの処理の流れを示すフローチャートである。

【 0 0 6 8 】

まず、対象複合材について、標準複合材のデータに使用された「ある 1 つの周波数」と同一の周波数の交流電源にてキャパシタンスを測定する（ステップ S 5 1：測定ステップ）。対象複合材は、先に述べた標準複合材と同じマトリックスおよび第 2 成分を有する。

【 0 0 6 9 】

次に、測定の結果得られたキャパシタンスと、ステップ S 5 1 にて求めた相関関係とを照合して、対象複合材の配合比を同定する（ステップ S 5 2：配合比同定ステップ）。 10

【実施例】

【 0 0 7 0 】

次に、本発明の配合比同定法により複合材の配合比を同定した例を説明する。

【 0 0 7 1 】

（実施例 1）

「インピーダンス法による配合比の同定」

標準複合材として、ポリプロピレンをマトリックス材とし、気相成長カーボンナノファイバ（Vapor Grown Carbon nano-Fiber：V G C F）をフィラ材とする繊維強化プラスチックを用いた。V G C F は、平均径 1 5 0 n m、平均長 1 0 ~ 2 0 μ m のファイバである。また、測定に用いた標準複合材の配合比は、複合材の全重量に占める V G C F の重量の割合が 0、0 . 1、0 . 5、1 . 0、2 . 5、5 . 0、7 . 5、1 0 . 0、1 5 . 0 および 2 0 . 0 重量部とした。 20

【 0 0 7 2 】

インピーダンスの測定には、Agilent Technologies社製のインピーダンスアナライザ（機種 No . 4 2 9 4 A）を用いた。各種配合比の標準複合材を用いたインピーダンスの変化の測定に先立ち、コイル 3 を励振する周波数 f を 4 . 0 ~ 7 . 0 M H z に変化させた時のインピーダンス特性を測定した。

【 0 0 7 3 】

図 1 1 および図 1 2 は、各種標準複合材のインピーダンス - 周波数特性および位相 - 周波数特性を、それぞれ示すグラフである。各曲線を指す表示の内、アルファベットの部分（P P、P Q 等）は各標準複合材を区別する記号であり、その後ろのカッコ内の数字は V G C F の重量%である。以後の図においても同様である。なお、これらのインピーダンス特性に、コイル 3 の特性も含まれている。コイル 3 単独の共振周波数は、約 5 . 4 8 M H z である。図 1 1 および図 1 2 から明らかなように、標準複合材の配合比が大きくなるほど、共振周波数が 5 . 4 8 M H z より低い側にシフトしていくことがわかった。この結果より、コイル 3 の励振周波数を 5 . 4 8 M H z より約 1 8 % 低い 4 . 5 1 M H z として、各種標準複合材を用いた際のインピーダンスの変化を調べた。 30

【 0 0 7 4 】

図 1 3 は、配合比の違いによるインピーダンスグラフである。

【 0 0 7 5 】

図 1 3 に示すグラフは、励振周波数 4 . 5 1 M H z により励振させたコイル 3 を各種標準複合材に接近させることによるインピーダンス変化を調べ、抵抗成分の変化分 R を L で除した値 (R / L) を X 軸にとり、リアクタンス成分の変化分 L を L で除した値 (L / L) を Y 軸にとり、各種標準複合材の各座標 $(R / L, L / L)$ をプロットしたものである。図 1 3 (1 3 B) は、図 1 3 (1 3 A) の円で囲った部分 X を拡大して示すグラフである。 40

【 0 0 7 6 】

図 1 4 は、図 1 3 に示すインピーダンスグラフにおける各座標 $(R / L, L / L)$ の原点からの距離と、各種標準複合材の配合比との関係を示すグラフである。

【 0 0 7 7 】

図 1 4 に示すグラフから明らかなように、標準複合材の配合比が高くなる程、原点から座標 (R / L , L / L) までの距離が非線形的に大きくなることがわかった。

【 0 0 7 8 】

次に、未知の配合比を持ち配合比同定の対象となる 2 種類の対象複合材 (複合材 A、複合材 B) を用いて、励振周波数 4 . 5 1 M H z にて励振させたコイル 3 の接近前後におけるインピーダンスの変化から、図 1 3 と同様のグラフ上の各座標 (R / L , L / L) の原点からの各距離を求めた。当該各距離を、図 1 4 に示すグラフから求められる相関関係と照合すると、表 1 に示すように、複合材 A および B の配合比は、それぞれ約 2 . 6 重量部および約 7 . 0 重量部と同定できた。同じ複合材 A および B の配合比を 4 端子法により測定した電気伝導率から求めると、それぞれ 2 . 7 重量部および 7 . 2 重量部であった。この結果から、インピーダンスの変化に基づき、座標 (R / L , L / L) の原点からの距離から配合比を同定する方法は、正確な配合比を求める 1 つの有効な方法であると考えられる。

10

【 0 0 7 9 】

【 表 1 】

対象複合材	本発明の方法	4端子法
複合材A	2.6重量部	2.6重量部
複合材B	7.0重量部	7.1重量部

20

【 0 0 8 0 】

(実施例 2)

「インピーダンス法による配合比の同定」

用いた標準複合材およびインピーダンスアナライザ 1 は、実施例 1 と同一である。励振周波数は、コイル 3 単独の共振周波数 5 . 4 8 M H z より約 0 . 5 % 高い 5 . 5 M H z とした。

【 0 0 8 1 】

図 1 5 は、配合比の違いによるインピーダンスグラフである。

30

【 0 0 8 2 】

図 1 5 に示すグラフは、励振周波数 5 . 5 M H z により励振させたコイル 3 を各種標準複合材に接近させることによるインピーダンス変化を調べ、抵抗成分の変化分 R を L で除した値 (R / L) を X 軸にとり、リアクタンス成分の変化分 L を L で除した値 (L / L) を Y 軸にとり、各種標準複合材の各座標 (R / L , L / L) をプロットしたものである。

【 0 0 8 3 】

図 1 6 は、図 1 5 に示すインピーダンスグラフにおける各座標 (R / L , L / L) の原点からの距離と、各種標準複合材の配合比との関係を示すグラフである。

40

【 0 0 8 4 】

図 1 6 に示すグラフから明らかなように、標準複合材の配合比が高くなる程、原点から座標 (R / L , L / L) までの距離が大きくなることがわかった。

【 0 0 8 5 】

次に、未知の配合比を持ち配合比同定の対象となる 2 種類の対象複合材 (複合材 C、複合材 D) を用いて、励振周波数 5 . 5 M H z にて励振させたコイル 3 の接近前後におけるインピーダンスの変化から、図 1 5 と同様のグラフ上の各座標 (R / L , L / L) の原点からの各距離を求めた。当該各距離を、図 1 6 に示すグラフから求められる相関関係と照合すると、表 2 に示すように、複合材 C および D の配合比は、それぞれ約 8 . 0 重量部および約 0 . 1 重量部と同定できた。同じ複合材 C および D の配合比を 4 端子法

50

により測定した電気伝導率から求めると、それぞれ7.8重量部および0.1重量部であった。この結果から、インピーダンスの変化に基づき、座標(R/L , L/L)の原点からの距離から配合比を同定する方法は、正確な配合比を求める1つの有効な方法であると考えられる。

【0086】

【表2】

対象複合材	本発明の方法	4端子法
複合材C	8.0重量部	7.8重量部
複合材D	0.1重量部	0.1重量部

10

【0087】

図17は、図15に示すインピーダンスグラフにおける各座標(R/L , L/L)のX軸に対する傾き(\tan 値)と、各種標準複合材の配合比との関係を示すグラフである。

【0088】

図17に示すグラフから明らかなように、標準複合材の配合比が高くなる程、X軸に対する座標(R/L , L/L)の角度が小さくなることがわかった。

20

【0089】

次に、未知の配合比を持ち配合比同定の対象となる2種類の対象複合材(複合材C、複合材D)を用いて、励振周波数5.5MHzにて励振させたコイル3の接近前後におけるインピーダンスの変化から、図16と同様のグラフ上の各座標(R/L , L/L)のX軸に対する角度を求めた。当該各角度を、図17に示すグラフから求められる相関関係と照合すると、表3に示すように、複合材CおよびDの配合比は、それぞれ約7.9重量部および約0.1重量部であると同定できた。この結果から、座標(R/L , L/L)と原点とを結ぶ直線のX軸に対する傾きから配合比を同定する方法は、正確な配合比を求める1つの有効な方法であると考えられる。

30

【0090】

【表3】

対象複合材	本発明の方法	4端子法
複合材C	7.9重量部	7.8重量部
複合材D	0.1重量部	0.1重量部

40

【0091】

(参考例)

「キャパシタンス法による配合比の同定」

用いた標準複合材およびインピーダンスアナライザ1は、実施例1および実施例2と同一である。キャパシタンス測定時の交流電源の周波数は、1~14MHzの範囲とした。

【0092】

図18は、配合比の違いによるキャパシタンス-周波数特性を示すグラフである。

【0093】

図18に示すグラフから、配合比が高くなるにつれて、キャパシタンスも大きくなることがわかった。また、配合比の高い標準複合材ほど、周波数の変化に対するキャパシタン

50

スの変化も大きいことがわかった。

【0094】

図19は、周波数10MHzにおける各標準複合材の配合比とキャパシタンスとの関係を示すグラフである。

【0095】

図19に示すように、標準複合材のキャパシタンスは、その配合比が高くなるにつれて大きくなる関係があることが認められた。

【0096】

次に、未知の配合比を持ち配合比同定の対象となる2種類の対象複合材(複合材E、複合材F)を用いて、交流電源の周波数を10MHzとした条件にてキャパシタンスを測定した。その結果、複合材Eのキャパシタンスは12ピコファラッド(pF)であり、複合材Fのキャパシタンスは42ピコファラッド(pF)であった。これらのキャパシタンスを図19に示すグラフから求められる相関関係と照合すると、表4に示すように、複合材EおよびFの配合比は、それぞれ約5.0重量部および約20.0重量部であることがわかった。同じ複合材EおよびFの配合比を4端子法により測定した電気伝導率から求めると、それぞれ4.9重量部および19.8重量部であった。この結果から、キャパシタンスに基づき配合比を同定する方法は、正確な配合比を求める1つの有効な方法であると考えられる。

【0097】

【表4】

対象複合材	本発明の方法	4端子法
複合材E	5.0重量部	4.9重量部
複合材F	20.0重量部	19.8重量部

【0098】

以上、本発明の各実施の形態および実施例について説明したが、本発明は、これらに限定されることなく、種々変形を施した形態にて実施可能である。

【0099】

インピーダンスの変化に基づいて配合比を同定する方法において、コイル3の励振周波数は、コイル3単独の共振周波数よりも10~20%低い周波数を用いたが、その範囲の周波数に限定されるものではない。複合材に混ぜる第2成分の種類および量に応じて、励振周波数を、共振周波数よりも0.5から10%未満の範囲あるいは20より大きく30%以下の範囲の低い周波数とすることもできる。

【0100】

また、同様に、コイル3の励振周波数をコイル3単独の共振周波数よりも高い値とする場合には、共振周波数よりも0.5~10%高い周波数を励振周波数とするのが好ましいが、その範囲の周波数に限定されるものではない。複合材に混ぜる第2成分の種類および量に応じて、励振周波数を、共振周波数よりも10より大きく30%以下の範囲の高い周波数とすることもできる。

【0101】

配合比を調べる対象となる対象複合材に占める第2成分の配合比は、20重量部以下の範囲ではなく、20より大きく40重量部以下の範囲でも良い。導電性の低い第2成分を混ぜた複合材の場合には、20より大きく40重量部以下の範囲で混ぜたものでも、精度良く、その配合比を求めることができる。

【0102】

また、インピーダンス法において、座標(R/L , L/L)のX軸に対する

傾きを採用したが、Y軸に対する傾きを採用しても良い。また、傾きは、 \tan 値で示される場合に限定されず、ラジアンで表しても良い。

【0103】

また、インピーダンスアナライザ1とパソコン2とを一体化した装置を用いて、インピーダンスの変化を測定し、測定後のデータの処理を行うようにしても良い。また、本発明の配合比同定法におけるデータ処理に属する各ステップを記述したコンピュータプログラムをCD-ROM、MO等の情報記録媒体に格納して、業として第三者に譲渡することも可能である。この場合、当該情報記録媒体をパソコン2にセットして、内部のコンピュータプログラムをパソコン2にインストールしてから同コンピュータプログラムを実行することによって、本発明の配合比同定法のデータ処理を行うことができる。また、当該コンピュータプログラムの譲渡は、情報記録媒体を介さず、インターネット等の通信回線を利用して配布することによっても可能である。

10

【0104】

ポリプロピレンにVGFを混ぜた複合材を試料とす場合、本発明の複合材の配合比同定法の内、インピーダンスの変化に基づく同定法は、複合材に占める第2成分の配合比が7.5重量部より低いと予想される場合に適している。一方、同試料を用いる場合、本発明の複合材の配合比同定法の内、キャパシタンスに基づく同定方法は、複合材に占める第2成分の配合比が7.5~20重量部の範囲にあると予想される場合に適している。このため、インピーダンス法とキャパシタンス法とを組み合わせることによって、20.0重量部以下の配合比を有する複合材の配合比をより正確に同定することが可能となる。

20

【産業上の利用可能性】

【0105】

本発明は、複合材を成形加工する際のモニタとして使用できるので、製品の品質管理に利用可能である。その他、本発明は、定期的に複合材のインピーダンスの変化を調べることにより、保守検査を行う非破壊検査手法としても利用できる。

【図面の簡単な説明】

【0106】

【図1】本発明の第1の実施の形態に係る複合材の配合比同定法に使用する装置を示す図である。

【図2】図1に示すインピーダンスアナライザを用いてインピーダンスの変化を測定する原理を説明するための図である。

30

【図3】複合材にコイルを接近させる前後におけるインピーダンスの変化を示す図である。

【図4】図1に示すパーソナルコンピュータの内部構造を示すブロック図である。

【図5】本発明の第1の実施の形態にかかる複合材の配合比同定法において、標準複合材の配合比と、インピーダンス変化ベクトルの抵抗成分の変化分 R を L で除した第1の値 (R/L) およびリアクタンス成分の変化分 L を L で除した第2の値 (L/L) をそれぞれX座標およびY座標にとって $R/L - L/L$ 座標上に示す座標から原点までの距離との相関関係を求めるまでの処理の流れを示すフローチャートである。

40

【図6】図5の処理において、 R/L および L/L をそれぞれX座標およびY座標とする $R/L - L/L$ 座標上に、インピーダンス変化ベクトルの抵抗成分の変化分 R を L で除した第1の値 (R/L) およびリアクタンス成分の変化分 L を L で除した第2の値 (L/L) を座標として示す図である。

【図7】本発明の第1の実施の形態にかかる複合材の配合比同定法において、配合比を同定する対象となる対象複合材の配合比を同定するまでの処理の流れを示すフローチャートである。

【図8】本発明の参考形態に係る複合材の配合比同定法に使用する装置を示す図である。

【図9】本発明の参考形態にかかる複合材の配合比同定法において、標準複合材の配合比とキャパシタンスとの相関関係を求めるまでの処理の流れを示すフローチャートである。

50

【図10】本発明の参考形態にかかる複合材の配合比同定法において、配合比を同定する対象となる対象複合材の配合比を同定するまでの処理の流れを示すフローチャートである。

【図11】本発明の実施例1において、各種標準複合材のインピーダンス - 周波数特性を示すグラフである。

【図12】本発明の実施例1において、各種標準複合材の位相 - 周波数特性を示すグラフである。

【図13】本発明の実施例1において、配合比の違いによるインピーダンスグラフである。

【図14】図13に示すインピーダンスグラフにおける各座標 (R/L , L/L) の原点からの距離と、各種標準複合材の配合比との関係を示すグラフである。 10

【図15】本発明の実施例2において、配合比の違いによるインピーダンスグラフである。

【図16】図15に示すインピーダンスグラフにおける各座標 (R/L , L/L) の原点からの距離と、各種標準複合材の配合比との関係を示すグラフである。

【図17】図15に示すインピーダンスグラフにおける各座標 (R/L , L/L) と原点とを結ぶ直線のX軸に対する傾きと、各種標準複合材の配合比との関係を示すグラフである。

【図18】本発明の参考例において、配合比の違いによるキャパシタンス - 周波数特性を示すグラフである。 20

【図19】本発明の参考例において、周波数10MHzにおける各標準複合材の配合比とキャパシタンスとの関係を示すグラフである。

【図20】従来の4端子法を説明するための図である。

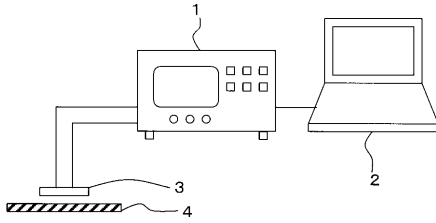
【図21】従来の体積抵抗法を説明するための図である。

【符号の説明】

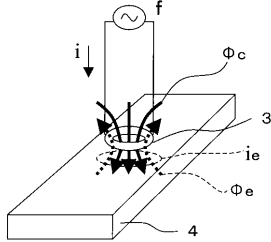
【0107】

- 1 インピーダンスアナライザ
- 3 コイル
- 4 複合材

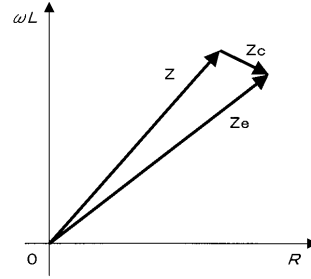
【図1】



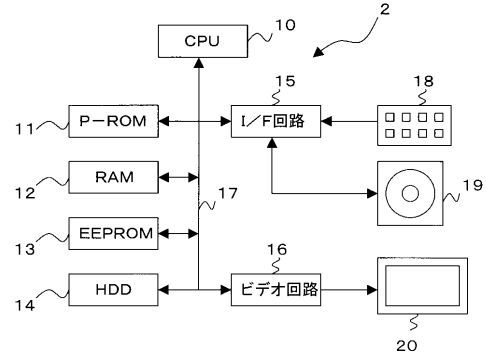
【図2】



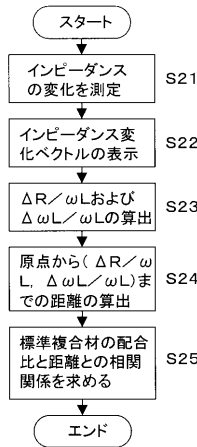
【図3】



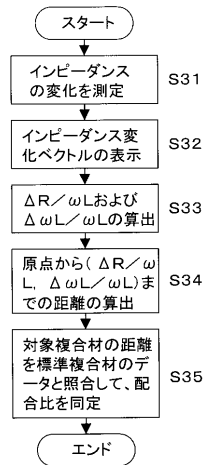
【図4】



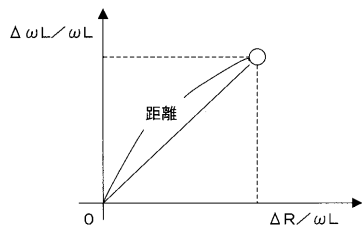
【図5】



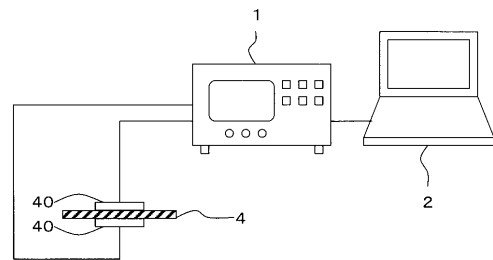
【図7】



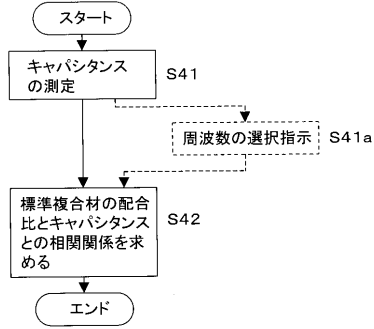
【図6】



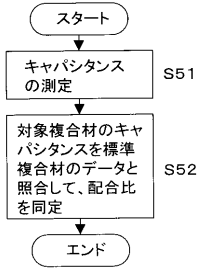
【図8】



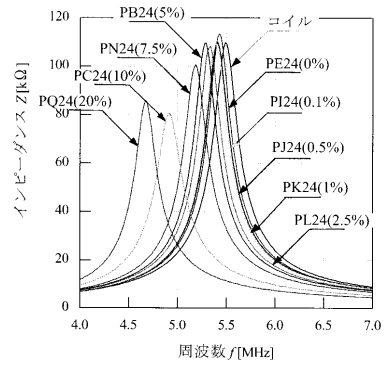
【 図 9 】



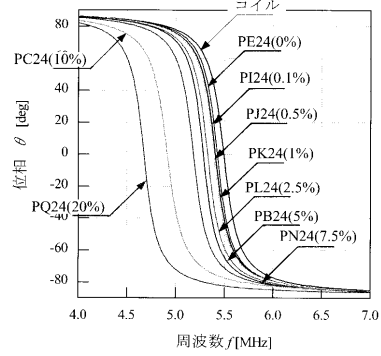
【 図 10 】



【 図 11 】

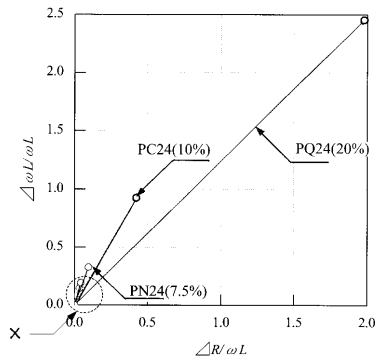


【 図 12 】

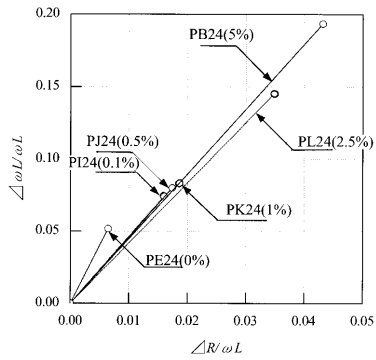


【 図 13 】

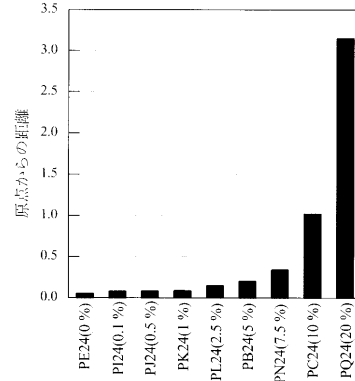
(13 A)



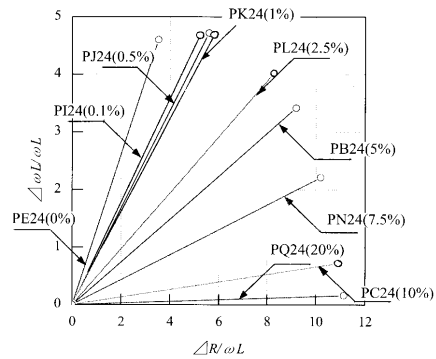
(13 B)



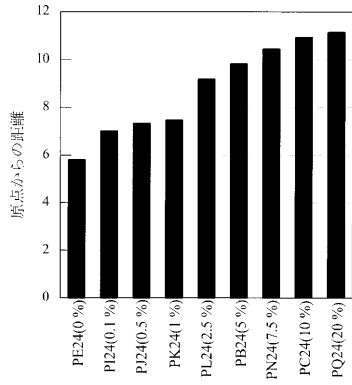
【 図 14 】



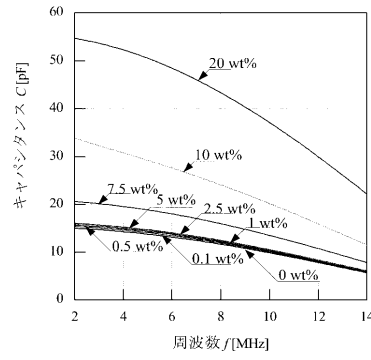
【 図 15 】



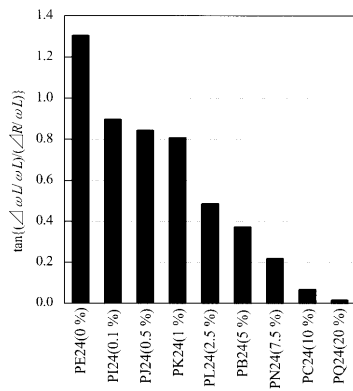
【 図 16 】



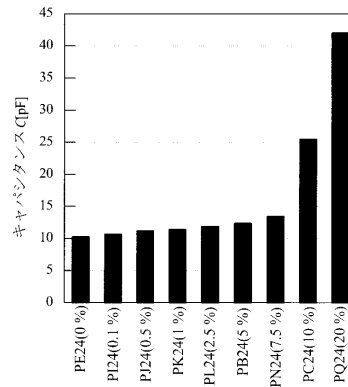
【 図 18 】



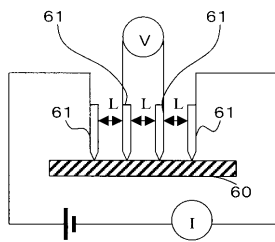
【 図 17 】



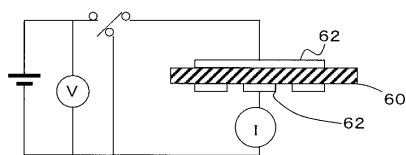
【 図 19 】



【 図 20 】



【 図 21 】



フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

G01N27/72 - 27/90

JSTPlus (JDream2)