

No.639

月刊 名工研

技術情報

4
2004

名古屋市工業研究所

顕微赤外分光分析

工業製品の高性能、高機能化が進むにつれて、製造過程における材料や製品への微小異物の付着や混入による不良の発生が問題になっています。異物混入の原因を究明するためには、その成分を分析することが必要です。

微小試料の分析によく利用されているX線マイクロアナライザーやオージェ電子分光などの分析方法は元素分析的な手法であり、異物の化学構造を調べるには不十分な場合があります。それに対して顕微赤外分光法は試料の化学構造に関する情報を得ることができ、また場合によっては既知物質の赤外スペクトルと比較することにより試料の成分を推定することが可能です。

顕微赤外分光器は、赤外分光と顕微鏡とを組み合わせ、赤外光の集光、試料観察、マスキングの機能を持たせ、10 μ mまでの微小試料を非破壊で分析できるようにしたものです。試料の特徴に合わせて以下の方法で測定します。

(1) 顕微透過法

薄いフィルム状試料の分析に適しています。厚い試料の場合はマイクロトームなどで10~20 μ mの厚みにスライスするか、ダイヤモンドセルなどで試料を圧縮して分析する必要があります。

(2) 顕微反射法

基板や半導体など金属基材に付着した異物を反射光を利用して分析します。入射された光は異物を透過して基材で反射し、再度異物を通して検出器に導かれます。基材の反射率が高いほど良いスペクトルが得られます。

(3) 顕微ATR法

有機物など反射率の低い基材に付着した異物に用います。大きな屈折率をもつATR結晶を試料に密着させて、その接触面を反射面として全反射させて測定します。

(4) マッピング測定

肉眼で判別しにくい異物の場合などは、マッピングによる面分析を行い個々の波数ごとの赤外吸収を三次元表示することができます。顕微赤外分光の空間分解能は10 μ m程度なので、例えば100 μ m $\times$ 100 μ mの領域を10 μ mステップで面分析すると100点での測定を行うことになり測定に数時間を要します。

当所では顕微赤外分光器を用いた試験分析を行っておりますので異物や微小試料の分析でお困りの際はご相談下さい。

(環境技術研究室 朝日 真澄)

TEL (052) 654-9889

平成16年度名古屋市工業研究所主要業務

名古屋市工業研究所では、研究、指導・相談、試験・分析、技術情報の提供、技術者の研修、技術の普及など中小企業技術支援のための業務を行っています。

【研究業務】

主な研究のテーマとその概要を紹介します。

★重点事業

多層IC基板の熱対策評価技術の開発と指導

電子機器の高性能化や小型化に伴い、発熱対策が重要になっています。本研究では、多層IC基板に対応した熱物性測定技術の開発を行うとともに、シミュレーション技術を活用して放熱効果を定量的に評価できる技術の確立を目指します。

環境と協奏する新しい亜鉛めっきシステムの開発

めっき業界のニーズや動向に即して、環境に負荷を与えないプロセスを用いて、付加価値の高い、新しい高機能亜鉛めっきを開発し、その実用化を図ります。

環境にやさしいステンレス軸受の開発

含油軸受の材質に防錆効果が高いステンレス鋼を用い、これに鉛と同程度のすべり特性を示す材料を混合することで、鉛無添加のステンレス製含油軸受を開発し、その実用化を目指します。

★指定研究

プラスチックの分別技術に関する研究開発

廃プラスチックの処理が社会問題化されています。本研究では、湿式比重分別法に流動層化などの新手法を取り入れて、高効率、低コストの廃プラスチック分離プロセスの開発を目指します。

生分解性プラスチックと粘土鉱物の有機無機ナノコンポジットに関する研究

環境に優しい生分解性プラスチックの普及には、価格の低下と物性の向上が必要です。本研究は粘土鉱物とのナノコンポジット化による生分解性プラスチックの物性向上を目指します。

新規生体関連複合材料の開発

社会の高齢化が進み、生体に関する代替材料の重要性が増しています。本研究では、ハイドロキシアパタイトを中心とする、生体関連セラミックスを利用した複合材料の開発を行います。

環境適応型リサイクル技術の開発

リサイクル技術の開発は限りある資源を持続的に有効活用する上で重要と言えます。本研究では、有価物を含む廃棄物を取り上げ、処理コストならびに環境負荷の低減が可能な資源回収技術の開発を目指します。

泡沫分離法に関する研究開発

貴金属および有害重金属などの湿式分離法は、近年の環境に対する配慮から有機溶媒などを使用しない方法への転換が望まれています。本研究では、環境負荷およびコストの少ない泡沫分離法を用いて、希薄溶液からの金の濃縮回収を総合的に検討し、プロセスの最適化を目指します。

環境循環型材料を使用した生分解性合成紙の研究

環境循環型材料（生分解性プラスチック）の新たな利用法として合成紙を検討します。現在使われているポリプロピレンやポリエステル系合成紙と同等の性能を目指して、環境循環型材料ベースの合成紙を検討します。

★業界団体共同研究

市内に事務所があり、主に中小企業を会員とする団体と共同研究を行います。

★大学との共同研究

「ロボット移動のための動画処理による物体追跡手法の研究」、「電子機器の熱設計に関する研究」を研究テーマに大学の先端的技術を活用した共同研究を行います。

★知的クラスター創成事業

ナノテクを利用した環境にやさしいものづくり構想のもと、「環境にやさしい自律型ナノ製造装置の開発」を目指して名古屋大学、名古屋工業大

学等とともに、

- 1 環境調和型高機能有機－無機ハイブリッドナノ材料開発
 - 2 環境調和型高機能ナノセンサー・材料開発
 - 3 .S A Mナノパターンニングシステム開発
 - 4 .ナノアセンブリングシステム開発
- に取り組みます。

★名古屋サイエンスパークにおける共同研究

独立行政法人 産業技術総合研究所 中部センターと名古屋市の共同研究として実施する「環境都市構築のための応用技術開発」に参加して、「燃料電池及び応用装置の研究開発」、「セラミックコーティング膜の研究開発」を分担テーマに研究を進めます。

★経常研究

生産技術部

- ・「磁気研磨加工の能率改善に関する研究」
 - ・「金属強化マグネシウム合金複合材料の変形特性」
- 他10件

材料技術部

- ・「チタニア架橋粘土光触媒の水相中反応における共存陰イオン反応阻害低減技術の開発」
 - ・「二酸化炭素を用いた新規高分子合成法の開発」
- 他12件

資源環境部

- ・「難分解性物質の微生物処理に関する研究」
 - ・「長寿命設計のための微小領域ひずみ測定技術の開発」
- 他4件

電子情報部

- ・「導体抵抗測定によるはんだ接合部の接続信頼性評価技術」
 - ・「生産スケジューリングと再スケジューリングに関する研究」
- 他5件

★受託研究

新製品や新技術の開発や研究を、研究費実費を全額（最高500万円）企業負担でお引き受けするのが受託研究です。なお、研究費は研究期間が6ヶ月以上のものは50万円以上、6ヶ月未満のものは月額10万円以上となっています。ただし、研究期間は2ヶ月以上でその年度内に実施します。年度

毎に手続きすれば最長3年継続可能です。

【技術相談業務】

企業で解決しなければならないいろいろな技術的課題を解決するためのお手伝いをします。簡単な相談は無料です。電話・Eメール、また、直接おいでいただいても結構です。

【依頼試験・分析業務】

製品の品質向上などのために、各種の試験・分析を行っています。

【技術情報の提供】

産業技術図書館では技術図書約40,000冊を取りそろえており、どなたでもご利用できます。

【人材養成】

「電子回路技術研修」など、全11コースの中小企業技術者研修を行ないます。また、中小企業研究者育成研修及び個別研修も実施します。

【登録技術指導員の派遣】

市内に事業所を有する中小企業を対象として、生産現場における技術課題の解決を支援するため、予め登録されている優れた技術・技能を有する指導員をご依頼により派遣します。詳細は(財)名古屋市工業技術振興協会（TEL 052-654-1633）までお問い合わせ下さい。

【技術の普及】

技術融合化シンポジウム、先端技術フォーラムのほか、年間約50回の講演会、講習会、研究会の開催を予定しています。

【異業種交流事業】

本年度も、工場見学や研修を行う異業種交流グループ「テクノプラザナゴヤ」を結成し、その活動を支援します。

【ホール、展示場、会議室の利用】

中小企業の皆様が行う工業技術に関する講演会や展示会、各種研修などに利用いただけるホール、展示場、会議室が設置されています。

詳細は、<http://www.nmiri.city.nagoya.jp/>を参照してください。また、問い合わせは研究企画室（TEL 052-654-9847，Eメール kikaku@nmiri.city.nagoya.jp）までお願いします。

粉末X線回折測定結果を用いた パターンフィッティング

粉末X線回折測定では、多結晶粉末の試料に単色のX線を照射してその回折光を測定します。結晶内では原子が規則正しく並んでいるので、それが回折格子となり、照射するX線の入射角度および波長と格子の間隔との間で、ある条件を満足すると回折がおきます。結晶の種類によって、格子の大きさや含まれる原子の配置が異なるので、物質が異なれば回折されるパターンも違ってきますし、複数の物質が混ざっていればそれぞれの回折パターンがそれぞれの量に応じた強度で、重なって観測されます。粉末X線回折法はこのような特徴を利用して、結晶を持つ物質の同定、定量、構造解析に利用されます。

物質の同定は粉末X線回折法を用いた解析で、もっとも一般的に使われています。大きな回折ピークに対応する格子間隔と既知の物質のデータとの比較によって、同定がおこなわれます。

一方、回折パターン全体を使って既知の物質の格子定数の精密化を行う方法があります。計算量が膨大になるのですが、パーソナルコンピュータの計算速度が速くなったおかげで、研究だけでなく、生産現場でも活用されるようになってきました。ここでは、Pawley法、Le Bail法、Reitveld法の三つについて説明します。

Pawley法（WPPD；whole-powder-pattern decomposition法とも呼ばれます）は回折ピークの山の形をある関数にフィッティングし、その位置を格子定数から計算してパターン全体を描き、その計算されたパターンと実測値のパターンとの差を小さくするように格子定数を精密化してゆく

方法です。各ピークの強度は、それぞれ独立に最適化します。陶磁器用の土の成分分析に応用した例があります。

Le Bail法はPawley法と比較すると、各ピーク強度を構造パラメータと精密化した格子定数から求めるため、計算が楽になるという利点があります。格子定数を精密化する有効な手段です。

Reitveld法は格子定数だけでなく結晶内の様々なパラメータも精密化します。Rietveld法で解析するためには、各元素が結晶内でどのような位置にあるか、対称性がどうなっているか、といった結晶構造パラメータの知識が必要となります。結晶学の知識が要るうえ、精密化するパラメータが多いので、解析にとりかかるには少し敷居が高いのが難点です。ピーク強度は精密化した結晶構造パラメータの関数として計算されます。従って、Pawley法やLe Bail法に比べ、ピーク位置の接近した回折を分離することができます。Rietveld法では、結晶内での原子の位置、存在確率が得られ、結晶構造解析に大変役立っています。また、定量の計算に検量線を必要としないという特徴があります。最近では、Rietveld法にマキシマムエントロピー法（Maximum Entropy Method: MEM）という情報の不確かさを統計的に処理する方法を加えることによって、電子密度分布の解析も行われています。

X線回折の解析手法について何かございましたらお気軽に当所にご相談ください。

（電子技術研究室 山田 範明）

TEL (052) 654-9935

月刊 **名工研・技術情報** 4月号

平成16年4月1日 発行

No639 発行部数 2,000部

無 料 特定配布

編集担当 名古屋市工業研究所

研 究 企 画 室

発 行 名古屋市工業研究所

名古屋市熱田区六番三丁目

4番41号

TEL (052) 661-3161

FAX (052) 654-6788

<http://www.nmiri.city.nagoya.jp/>

印刷所 マツモト印刷株式会社



ISO14001 E01-247

「この月刊名工研・技術情報は再生紙（古紙配合率100%、白色度80%）を使用しています。」