

月刊 名工研 技術情報

MEIKOUKEN TECHNICAL INFORMATION

名古屋市工業研究所

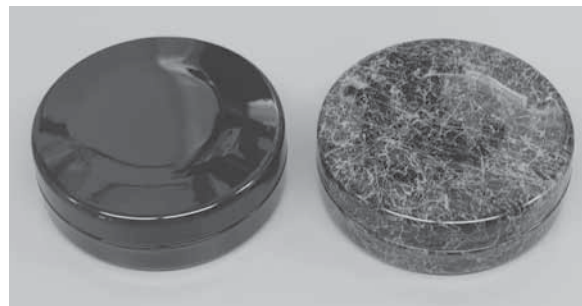
工業研究所の技術支援により製品化されました

名古屋市工業研究所が研究・技術支援することにより、製品化に至った事例の一つとして、平成20～22年度にシヤチハタ(株)(名古屋市)、(株)ケイズ(大阪市)、明成化学工業(株)(京都市)、(株)積水樹脂技術研究所(滋賀県竜王町)他、大学・公設機関が連携して実施した地域イノベーション創出研究開発事業「プラスチックを代替する木質材料の効率的な成形技術の開発」(経済産業省事業)の成果を紹介します。

環境に優しい生物資源である木質材料は、プラスチックなどに比べると緻密性が劣るため強度が弱く、切削などの加工に時間がかかるなどの欠点があります。本事業では、木質系ペレット*をプラスチックと同様に射出成形**加工し、さらに成形品に一般のプラスチックと同等の強度を与えることができる技術を開発しました。これらの成果により、従来は不可能であった、木質材料からの複雑形状成形体を、プラスチックと同等の成形速度で生産することが可能となりました。

本事業の成果を受けて、平成24年2月にシヤチハタ(株)は、国産竹の間伐材より調製した「竹含有量80%木質系ペレット」の射出成形による「朱肉入れ」(写真)を製品化しました。この「朱肉入れ」では、石油由来であるプラスチックの使用量

を大幅に削減し、植物由来材料で、非可食性である竹の間伐材を活用しているため、廃棄後に焼却されても大気中のCO₂(二酸化炭素)の絶対量を増大させないカーボンニュートラルを実現しています。



「朱肉入れ」

* ペレット：プラスチックなどの工業原料を加工しやすいように3～5mm程度の粒子状にしたもの。

**射出成形：加熱溶融し流動性をもたせた樹脂を金型内に高圧で射出注入し、冷却固化させることにより成形品を得る方法。複雑な形状のものも成形できる上、成形速度が速く生産性が高いためで量産に向く。多くのプラスチック製品がこの方法で成形されている。

(環境技術研究室長 小野さとみ)

TEL (052)654-9855

研究紹介

プラスチック材料の分析について



最近、当研究室ではプラスチック材料の分析依頼が非常に多くなっています。その相談内容は、(1)未知のプラスチック材料の分析、(2)海外製品の材質確認、(3)成形品の異物混入や付着物、(4)成形品の割れなど多岐にわたっています。ここでは、これらの相談内容について、例を挙げて分析方法の説明をします。

(1) まず赤外線分光装置により赤外線吸収スペクトル（IRスペクトル）を測定します。得られた測定結果を既知材料のデータベースと比較すると、ほぼプラスチックの種類が判別できます。しかし、低密度ポリエチレンと高密度ポリエチレンや、ナイロン6と66のように構造が似ているものは、IRスペクトルも類似しています。このような場合には、さらに示差走査熱量計（DSC）で融点の測定を行い、両方の結果から判別します。また、フェノール樹脂などの熱硬化性プラスチックの場合には、IRスペクトル測定の他に熱分解ガスクロマトグラフィー質量分析装置を併用し、材質の推定を行います。このような相談の中には、材料の成分をすべて定量してほしいという依頼もありますが、プラスチックに含まれる添加剤は種類が多く、含有量は少ないことから分析は困難です。分析可能な例として、ガラス繊維などは熱重量分析により添加量を推定することが可能です。また、蛍光X線分析装置を用いて含まれている無機元素を調べることにより、炭酸カルシウムや酸化チタンの存在が推定できます。

(2) プラスチック製品の海外生産が増すにつれて、海外製品の分析が非常に増えています。依頼分析の多くは、海外で製造した製品が、指定の材料で製造されていることを確認したいという内容です。この場合も上記と同じ方法で判別します。

(3) 一口に異物や付着物の分析と言っても、多種多様です。これまでに、樹脂の欠片、透明な製品の中に埋もれているもの、埃の分析、成形品上に

付着しているもの、製品表面の油の分析などを行いました。比較的容易な分析は、樹脂の欠片であり、目に見える大きさがあれば、(1)と同様にIRスペクトルでほぼ材質を推定できます。ただし、異物の材質判別が最終目的ではなく、混入経路を明らかにしたいという相談が多く、異物の材質を手がかりに混入場所を自社で探してもらうことになります。同様に、測定対象の異物が有機物で、成形品上に出ている場合は、そのまま非破壊でIRスペクトルが測定できます。しかし、成形品中に入っている場合は、赤外線が届かないため測定できません。この時は、異物が表面に出るまで成形品を削り、その後、IRスペクトルを測定します。測定対象物が無機物の場合、蛍光X線測定を行いますが、どちらか判断できない場合や混ざっている可能性がある場合は、両方の測定を行います。異物が単一成分であれば判別できる可能性がありますが、混合物の場合は判別が難しくなります。

(4) 成形品の割れについては、材料の分析だけでなく、電子顕微鏡を用いた破面観察も重要です。応力集中や異物が介在し、割れにつながることもあります。材料面からは、IRスペクトルは同一材料に見えても、DSCによる分析の結果、融点の大きな低下が見られることがあります。この場合は、再生材の意図しない混入により物性が低下し成形品の割れにつながったと思われます。しかし、融点の低下だけからでは、直接再生材の混入を証明することはできないため、生産時の管理状況を自社にて確認していただくことになります。特に、割れた海外製品の分析を行ったところ、材料が原因と疑われる例が多くありました。

当研究室では、このようにプラスチック材料の分析を幅広く行っておりますので、お気軽にお尋ねください。

（有機材料研究室 小田三都郎）

TEL (052)654-9905

研究紹介

熱・温度に関する材料物性評価法の開発(Ⅲ)

はじめに

最近の電子機器では、小型化や高機能化に伴う発熱密度の増加が深刻な問題になっています。電子部品は熱に対して脆弱なものが多く、使用温度が10℃上昇すると信頼性が半減するとまでいわれています。これに対して、シミュレーション技術を導入した熱対策、いわゆる熱設計を行うことで、製品開発の短縮や低コスト化が図られています。当所では、これまで熱設計を行う際に必要となる熱物性評価法の開発に取り組んできました¹⁻²⁾。ここでは、新たに、電子材料の熱物性評価に有効なレーザフラッシュ法を用いて、多層材料の熱拡散率を測定する方法について検討した結果を紹介します。

検討方法

近年では、高密度実装化の必要性から、電子材料として薄膜材料が用いられています。これらの材料の多くは基板上に作製された状態(多層材料)で供給されることから、これに対応した熱物性評価法が必要になります。レーザフラッシュ装置で用いられている加熱用のレーザ光は、径方向に強度分布を持ちます。このレーザ光の強度の不均一さが測定精度に影響し、試験体の厚みによって得られる熱拡散率が異なります。そこで、レーザ光を均一化するために拡散フィルターを作製しました。また、新たに作成した多層解析用のソフトウェアと組み合わせて、多層材料に対応した計測・評価システムを構築しました。

結果

今回作製したシステムの精度を検証するために、(財)ファインセラミックスセンターからご提供頂いた、緻密層と多孔質層から成る二層標準試料を使った測定を行いました。その結果、拡散フィルターを使用した場合、完全には均一ではないものの中心部のレーザ光強度を低減させる効果が認め

られること(図1)、測定によって得られた多孔質層の熱拡散率は、標準値に対して数%以内の精度で一致していること(表1)が明らかになりました。

以上の結果から、基板上に作製された薄膜やコーティング材料に対して、実用上問題のないレベルでの熱物性評価が可能であるといえます。

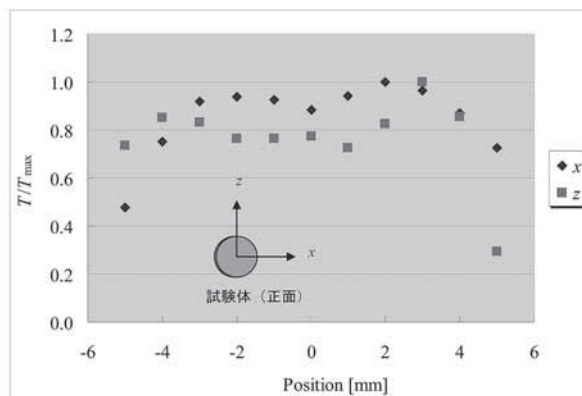


図1 拡散フィルター使用時のレーザ光強度分布
($T/T_{\max}$ は最高強度で規格化した相対強度を示す)

表1 測定値と標準値の比較

試料	温度 [℃]	熱拡散率 [$10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$]		
		測定値	偏差	標準値
ジルコニア 多孔体	29.5	0.775	0.007	0.792
アルミナ 多孔体	29.5	6.43	0.11	6.78

当所では、これらの技術を活用し、共同研究、受託研究、依頼試験、技術相談等を通して、製品開発のための技術支援を行っています。皆様のご利用をお待ちしています。

- 1) “熱・温度に関する材料物性評価法の開発”，月刊名工研・技術情報，No.662，p3.
- 2) “熱・温度に関する材料物性評価法の開発(II)”，月刊名工研・技術情報，No.699，p3.

(計測技術研究室 高橋 文明)

TEL (052)654-9928

設備紹介

卓上型電子顕微鏡のご紹介

平成24年4月にJSTプラザ東海から、卓上型電子顕微鏡（Miniscope TM-1000、日立ハイテクノロジーズ）が当所へ譲渡されました（図1）。簡単な操作で迅速に試料表面を観察できることが大きな特徴です。



図1 Miniscope TM-1000

本装置では、試料表面に電子線を照射した際に放出される反射電子を検出します。光学顕微鏡と比べて焦点深度が深く、凹凸のある試料の表面においても、全体にピントのあった立体的な像が得られます。倍率は $\times 20 \sim \times 10,000$ で、分解能は約30nmです。一般に走査電子顕微鏡では、導電性のない試料を観察する場合、金などを試料表面に蒸着する必要があります。一方、本装置は低真空型であるために、蒸着することなく導電性のない試料を観察できます。さらに、生物や食品等の水や油を含む試料も前処理することなく観察できます。試料室が大きく最大約 $55\text{mm}\phi \times 20\text{mm}$ 程度の試料の観察が可能です。また、本装置にはエネルギー分散型X線分析装置（SwiftED-TM、オックスフォードインストルメンツ社製）が付属しています。Na～Uまでの元素が検出可能で、定量分析もできます。

本装置を使用してコンクリート片を蒸着せずに観察した像を示します（図2）。

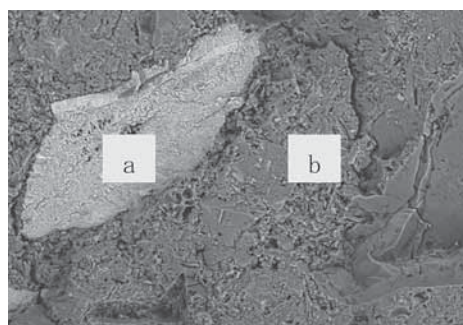


図2 Miniscopeによるコンクリート片の像

通常の走査電子顕微鏡では、コンクリート材のような多孔質でガス放出が多い試料の場合、試料室の真空度が大きく低下するために、蒸着してもうまく観察できない場合があります。しかし、本装置を使えば蒸着しなくても鮮明な表面画像が得られました。また、反射電子像の特徴として、明るい部分は重元素が多く、逆に暗い部分は軽元素が多いという組成情報が得られます。そこで図2における明るい部分（a）の定性分析を行った結果を図3に示します。暗い部分（b）はカルシウムが主元素であったのに対し、（a）部分は鉄が主元素であることが判明しました。

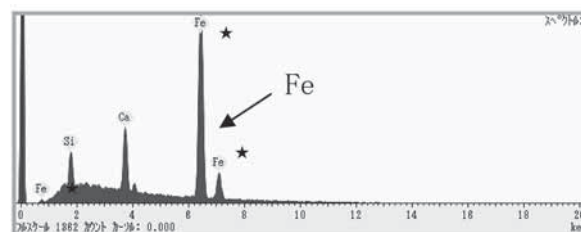


図3 コンクリート片の（a）部分の定性分析

使い方をマスターされた企業の方は、本装置をご自身で測定することができます。材料や製品の表面観察・分析にご活用ください。本装置にご興味のある方はお気軽にお問い合わせください。

（環境技術研究室 柘植 弘安）

TEL (052)654-9918