



月刊名工研

No.756

2015 年 5 月 1 日発行

※NMIRI : Nagoya Municipal Industrial Research Institute

とぴっくす

【設備紹介】・光電子分光装置(平成 26 年度(公財)JKA 設備拡充補助事業)

【活用事例】・めっき皮膜中の炭素、硫黄量の測定

・電解重量法による銀の定量

【技術紹介】・応力測定とシミュレーション計算値との比較

【お知らせ】・平成 26 年度研究課題評価結果について

・人事異動

【設備紹介】

光電子分光装置 (公財)JKA設備拡充補助事業

平成 26 年度、(公財)JKA の補助を受けて、光電子分光装置(XPS)を導入しました。本装置は固体試料にX線を照射し、放出される光電子のエネルギーを分光することで、固体の極表面(数～数十 nm)の組成や各成分の化学状態を調べることができます。さらにアルゴンスパッタリングを使用して、スパッタリングと測定を繰り返すことで皮膜の深さ方向の組成と化学状態を分析することができます。

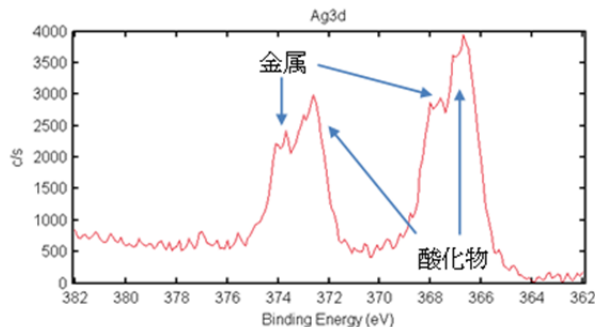


図1 淡黄色に変色した銀めっきの Ag3d 部分スペクトル

図1は銀めっき処理製品の一部分が淡黄色に変色した不具合品を解析した結果で、変色部での銀の部分スペクトル(Ag3d)を示します。未変色部は金属銀の状態のみでしたが、変色部では銀が酸化物の状態でも存在しており、乾燥不良等による腐食が原因とわかります。

本装置の諸元等については、工業研究所ウェブサイト以下のページ

(<http://www.nmiri.city.nagoya.jp/cgi/conveniences/page.cgi?act=page&id=261>) をご参照ください。

本装置は、固体であれば、金属はもとより有機物やセラミックスなどの分析も容易に行えますので、お気軽にご相談ください。

(金属・表面技術研究室 加藤雅章、岡東寿明)

TEL(052)654-9914、9853

【活用事例】

依頼試験（めっき皮膜中の炭素、硫黄量の測定）

めっき皮膜は金属イオンの溶液（めっき浴）中で通電することにより、陽イオンの金属が還元されて原子となり、素材上に析出することで得られます。これを応用して装飾や防錆などに幅広く用いられています。

めっき浴には添加剤と呼ばれる、主に有機系の物質が含まれていますが、電析中に添加剤の成分の炭素や硫黄がめっき皮膜中に取り込まれます。この炭素や硫黄の含有量はめっきの性能に影響を与え、特にニッケルめっき中の硫黄は含有量によって大きく耐食性が異なることが知られています。また、下地ニッケルめっきの硫黄含有量は、その上に成膜する合金めっきの熱処理による構造変化に影響を及ぼすことを報告しました¹⁾。したがって、めっき皮膜中の炭素、硫黄量を測定することはめっき浴の管理において重要になります。

めっき皮膜中の炭素、硫黄量はJIS Z2615 金属材料の炭素定量方法およびJIS Z2616 金属材料の硫黄定量方法に基づいた酸素気流中燃焼－赤外線吸収法によって測定します。試験片を高周波誘導加熱炉内において酸素中で加熱し、発生した酸化物のガスを赤外線で検出する仕組みです。

測定用サンプルは、素材中に含有する炭素、硫黄量の影響を防ぐため、ステンレスやチタン基材上にめっきし、はく離した箔の状態にして使用します。測定には 0.5g 以上のサンプルを要します。めっき皮膜中の成分分析に関心のある方、炭素、硫黄量測定をお考えの方はお気軽にご相談下さい。

1) 「スズ合金めっき技術の開発」

月刊名工研 713 号、P3

(<http://www.nmiri.city.nagoya.jp/meikoken/pdf/78.pdf>)

（金属・表面技術研究室 松本 宏紀）

TEL (052) 654-9911

依頼試験（電解重量法による銀の定量）

本紙の 743 号(2014 年 2 月)で電解重量法による銅の定量を紹介しましたが、銀も電解重量法で測定することができます。今回は銀地金を例として、当所で実際に採用している方法についてご紹介します。

試料 1g を秤量して 300mL ビーカーに取り、時計皿で蓋をします。(1+1)硝酸 30mL を加え、熱板上で穏やかに加熱して分解します。分解が終了したら、時計皿を洗浄して取り除き、液量が約 2～5mL になるまで加熱濃縮します。放冷後、水 260mL とエタノール 5mL を加えます。白金電極を用いてマグネティックスターラーで攪拌しながら電圧 1.30～1.35V で電気分解を行います。1 時間ほど続けると電圧が上昇してくるので、1.38V を超えないように調整します。電流がほとんど流れなくなったら電解を止め、陰極を取り出して洗浄・乾燥します。デシ

ケーター中で放冷した後、秤量して析出した銀の重量を求めます。電解残液は 300mL 定容として ICP 発光法等で測定し、残存する銀を求めます。各々の操作で測定した銀を合算して含有率を求めます。

電解時の硝酸濃度が低いと析出した銀が剥離しやすくなり、逆に高いと析出せずに残存する銀が多くなります。また電圧が 1.38V を超えた場合にも析出した銀が剥離しやすくなります。それらの点を考慮して上記の電解条件を決定しました。銀が剥離してしまった場合には、電解終了後に残液をろ過し沈殿を温硝酸に溶解して、ICP 発光法等で測定する事で補正が可能です。

金属材料等の分析についてお困りの事がありましたら、当研究室までお気軽にご相談下さい。

（金属・表面技術研究室 大橋 芳明）

TEL (052) 654-9921

【技術紹介】

応力測定とシミュレーション計算値との比較

はじめに

製品の強度的な信頼性を確認するためにCAEによるシミュレーションが導入されています。材料、形状、境界条件を指定することで製品にどのような応力が生じるか計算できます。しかし、実際にその計算値が正確であるかは、実測で確認する必要があります。計算結果と違いが生じることは多々あります。そのため、JISに定められている引張試験片を代表例として、CAEと実測とのひずみ比較を行いました。

実験方法

A6061-T6 処理材(引張強度 317MPa、伸び 10.8%)のJIS5 号試験片を使用して、5kN の引張負荷をかけて、試験片の局部ひずみを測定しました。先にCAE(solid works を使用)により計算した結果(図 1 上)から、応力集中する部位をはじめ、7 か所にひずみゲージを貼り付けて、同じ部位でのひずみの比較検証を行いました。

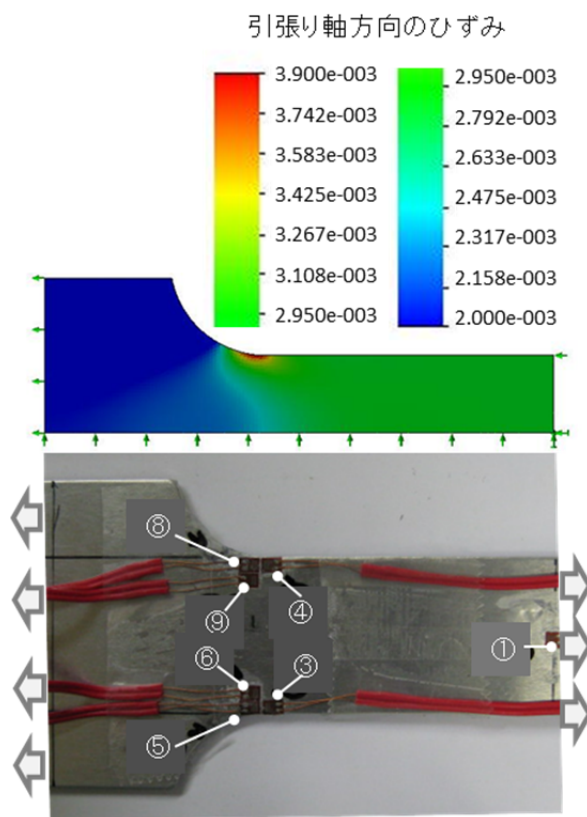


図1 CAEの結果と実測のひずみゲージ位置

試験に使用した機器については、工業研究所ウェブサイトの以下のページをご参照ください。

(<http://www.nmiri.city.nagoya.jp/cgi/conveniences/page.cgi?act=page&id=262>)

実験結果と考察

貼り付けたゲージの実測値を表1に示します。

表 1 5kN 負荷時の引張試験片の実測ひずみ

平行部中央①	R部横の平行部③	R部横の平行部④
2.87e-003	3.04e-003	3.19e-003
R部の開始点⑤	R部の開始点⑧	
3.26e-003	3.25e-003	
⑤の中央寄り⑥	⑧の中央寄り⑨	
2.73e-003	2.72e-003	

図1のCAEの結果と比較すると、実測値はCAEの応力分布と同じく、試験片の平行部からR部が始まる箇所で応力が最大になっていました。実測値はCAEに比べやや低い傾向ですが、ほぼ同じでした。しかし、R部の開始点はCAEでは局部的に最大値で $3900 \mu \varepsilon$ もあり、実測値との差がありました。CAEにおけるメッシュサイズが 0.5mm に対して、ひずみゲージは 0.2mm 長であり、実測値はCAEの要素範囲に適合していましたが、実際には、ゲージ基板があることでピンポイントでの貼り付けは難しく、加えてひずみ分布の変化が大きい箇所ではその貼り付け精度の影響が顕著になりました。

一方、CAEの値についてもメッシュの大きさで計算結果に差が生じること、境界条件を理想状態で計算していること、解析結果の表示過程で節点部の色分けの平準化がされていることから、必ずしも厳密に正しい値と言い切ることはできません。

まとめ

CAEと実測との検証をした結果、ひずみ分布の傾向に一致が見られ、危険部位を見つけるなど、CAEの有効性が確認できました。しかし、CAEの計算から求めた絶対値については注意が必要でした。工業研究所では、CAEおよび検証実験について技術支援を行っていますので、ご相談ください。

(製品技術研究室 児島 澄人)

TEL (052) 654-9861

【お知らせ】

■平成 26 年度研究課題評価結果について

名古屋市工業研究所では、外部の有識者から構成される研究課題評価委員会を開催して研究課題の評価を行っています。平成 27 年 1 月 28 日(木)に平成 27 年度から新たに始める研究課題の事前評価および平成 26 年度に 2 年目にあたる研究課題の中間評価および平成 25 年度で終了した研究課題の事後評価を行いました。その結果を公表します。

1. 評価結果

評価指標	A	B	C	D
事前評価	—	1	—	—
事後評価	2	4	—	—
中間評価	—	—	1	—

評価指標は以下の通り

【事前評価】

- A: 計画通り実施
- B: 一部修正して実施
- C: 計画の変更を要する
- D: 計画を保留し内容を見直す

【中間評価】

- A: 今後十分な研究成果が期待できる
- B: 今後一定の研究成果が期待できる
- C: 今後の見通しに問題があり、見直しが必要である
- D: 研究の終了を検討すべきである

【事後評価】

- A: 目標を上回る十分な研究成果が得られた
- B: 目標を達成し、見込み通りの研究成果が得られた
- C: 目標を概ね達成し、一定の成果が得られた
- D: 十分な研究成果が得られなかった

2. 評価委員の主な意見

研究テーマ	評価委員の主な意見
事前評価	
次世代環境材料の研究開発	・研究担当者間の情報交換を緊密にして欲しい。
中間評価	
高機能性プラスチック材料の開発	・(公財)JKA で導入した NMR の性能と工研が蓄積してきた知見を存分に活用し、研究成果を上げて欲しい。
事後評価	
電子制御機器の設計効率化の研究	・良い案が出て、知名度も向上しており、今後の発展が大いに期待できる。
有機電子部材の開発	・研究成果は十分得られており、発展性が感じられる。今後は中小企業向けに積極的に広報することを期待する。
難めっき素材への新しいめっき技術の開発	・成果を実用化する新しい用途のアイデアを期待する。
新規可視光応答型光触媒の開発	・安価な無機錯体の利用は良い成果である。この成果を利用可能な技術として中小企業に広報することを期待する。
熱物性評価技術の向上に関する研究	・工研の業務として必要な研究であり、成果も十分である。
広域周波数の電磁波に対応した材料特性及び製品評価技術の開発	・測定しにくい帯域に対する成果が出ているので、この技術を実用例とともにアピールすることを期待する。

■人事異動

名古屋市の定期人事異動において、次のとおり異動がありました。

(平成 27 年 4 月 1 日付)

* 配置換

	(新 任)	(旧 任)
副所長	坂野 秀也	中小企業振興センター所長
主幹(技術支援担当)	伊藤 清治	プロジェクト推進室長
プロジェクト推進室長	小島 雅彦	市民経済局付主幹(公益財団法人名古屋産業振興公社派遣・研究推進部長)
計測技術研究室長	林 幸裕	主幹(技術支援担当)
市民経済局付主幹(公益財団法人名古屋産業振興公社派遣・研究推進部長)	黒部 文仁	支援総括室
支援総括室	柘植 弘安	環境技術研究室

* 新規採用・退職

製品技術研究室	波多野 諒	(新規採用)
環境技術研究室	林 朋子	(新規採用)
(退職)	梶田 佐登志	副所長
(退職)	山崎 実	金属・表面技術研究室
(退職)	加藤 峰夫	計測技術研究室長

(編集・発行)

名古屋市工業研究所 〒456-0058 名古屋市熱田区六番三丁目4番41号

電話: 052-661-3161 FAX: 052-654-6788

URL: <http://www.nmiri.city.nagoya.jp> E-mail: kikaku@nmiri.city.nagoya.jp