NMIRI

月刊名工研

No.773　2016 年 10 月 1 日発刊

※NMIRI : Nagoya Municipal Industrial Research Institute

とぴっくす

【活 用 事 例】 技術相談(黒色樹脂の分析)
【技 術 紹 介】 ポリ乳酸用添加剤開発への固体 NMR の適用
赤外(IR)イメージングシステム
【設 備 紹 介】 非接触三次元デジタイザの応用
【お 知 ら せ】 工業技術グランプリへの応募
技術講演会　ほか

【活用事例】

技術相談(黒色樹脂の分析)

熱分解ガスクロマトグラフ質量(Py-GC/MS)分析は、試料をヘリウム下、高温の加熱炉内で瞬間的に熱分解させ、その際に発生したガスをガスクロマトグラフに導入し、分析を行う方法です(図1)。熱分解ガスの混合物はクロマトグラフを通ることによって各成分に分離され、最終的に質量分析計によって質量スペクトルとして個別に分析されます。

一般に油分や樹脂などの有機物の分析には、赤外分光分析が迅速で簡便に結果が得られるため、よく利用されています。しかしながら、カーボンブラックを含む黒色材料や無機物を多く含む材料の場合では無機分が赤外光を吸収してしまい、分析が困難なことがあります。そのような場合でも、Py-GC/MS 法では試料の材質や色などに関係なく測定を行うことが可能です。

当所で黒色樹脂を Py-GC/MS によって分析した事例を紹介します。相談者はポリフェニレンスルフィド(PPS)樹脂ではないかと想定していましたが、実際に測定した熱分解ガスのガスクロマトグラム(パイログラム)からは PPS 特有の硫黄系芳香族成分は確認されませんでした。いくつかのピークの質量解析からはアジピン酸の熱分解物と予想されるシクロペンタノンや、1,6-ヘキサンジアミンなどが検出されました。これらのことから、黒色樹脂は 6,6-ナイロンと推定することができました。

このように Py-GC/MS 法では、赤外分光分析では難しい材料や、試料中の特定の微量な成分を分析する際に有効な方法です。異物や材料分析についてご希望の方は、赤外分光分析と合わせてお気軽にご相談ください。

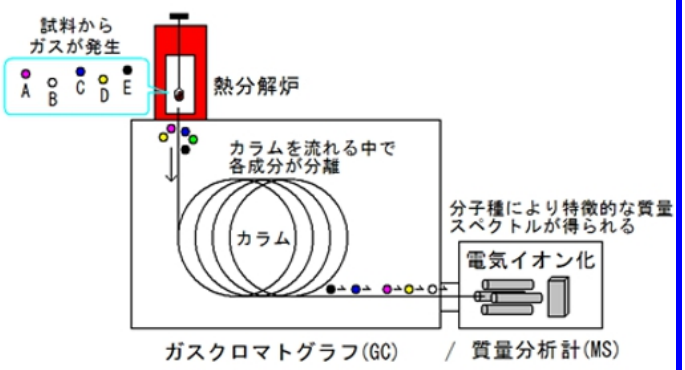

図1　Py-GC/MS の概要

(有機材料研究室　山中　基資)
TEL (052)654-9888

【技術紹介】

ポリ乳酸用添加剤開発への固体 NMR の適用

核磁気共鳴（NMR）は、有機化合物の一次構造を解析する手段として、溶液状態の試料の測定に広く用いられてきましたが、近年では、測定装置と手法の進歩により、固体試料の測定が普及してきました。固体測定はシグナルの線幅が広いので一次構造の解析には不向きですが、材料そのままの状態で測定でき、結晶の度合いや相溶性などの情報が得られます。当所では、ポリ乳酸（PLA）の射出成形時の結晶化を促進させる造核剤（特許第 5277407 号）の開発を行っており、造核剤を添加した PLA を射出成形して得られた試料について固体核磁気共鳴装置を用いて評価しましたので、以下にご紹介いたします。

造核剤を添加したものの ^{13}C-NMR スペクトル（**図 1**）では結晶化によって各ピークが変形し、その度合いが造核剤の添加量によって変化したことから、最適な添加量は 1.0phr と見積もられました。

また、水素原子スピン−格子緩和時間 T_1^H 測定では、スピン拡散による T_1^H の一致が PLA と結晶核剤で起こっていないことから、結晶核剤が PLA 中である程度のサイズ（20 nm）以上のドメインを形成していることもわかりました[1)]。

詳細は、名古屋市工業研究所研究報告 No.101（平成 28 年 12 月発行予定）をご覧ください。

1)参考文献 浅野敦志, 高分子論文集, 64 (7), 406 (2007)

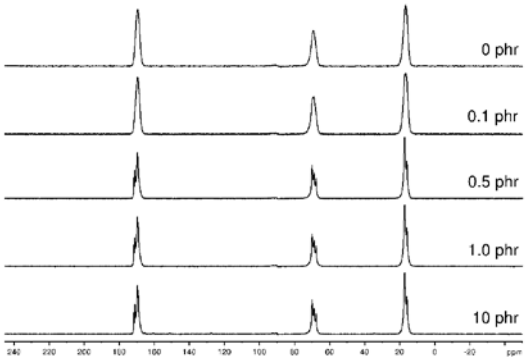

図 1　造核剤を添加した PLA の ^{13}C-NMR スペクトル

（有機材料研究室　石垣　友三）
TEL(052)654-9907

赤外(IR)イメージングシステム

赤外分光(IR)分析は、プラスチック、接着剤、塗料等の同定に有効な分析手段の一つです。最近では異物の分析依頼が非常に増えており、この場合、試料が微小であっても測定可能な顕微 ATR 法（全反射吸収測定法）を用います。異物だけを単離できれば、異物だけの IR スペクトルが得られ、データベース検索により、異物の成分を推定できます。

しかし、異物が樹脂に付着している場合、下地に当たらないように照射範囲（約 100μm × 100μm）を絞ることが必要です。異物の形状によっては下地にも IR 光が当たり、下地を含む IR スペクトルが得られることとなり、この場合は、差スペクトルを測定することで異物のみのスペクトルに加工できますが、検索精度は高くなく、異物の同定は困難になります。

当所に導入した赤外イメージングシステムでは上記の測定に加えて、面分析も可能になりました。例えば、先の例で説明すると、100 μm × 100 μm の範囲について従来では1本のIRスペクトルしか得られなかったのに対し、同じ範囲を最小で 1.56 μm × 1.56 μm のピクセルに分割してピクセル毎の IR スペクトルを測定し、縦 64 本 × 横 64 本、全部で 4096 本のスペクトルを得ることができます（ピクセルサイズは可変）。この結果を、スペクトル毎に色分けすることでイメージ画像が構築でき、異物の IR スペクトルが得られます。さらに、特定範囲に存在する複数の異物も同時に分析することが可能となりました。

応用例としては、多層フィルムの分析、ポリ乳酸の結晶状態の分布、ポリエチレンパイプの断面分析による劣化の進行状態、ポリマーブレンドの海島構造の分析等があります。

研究分野への利用も可能ですので、これらの分析にご興味のある方はお気軽にお問い合わせください。

（有機材料研究室　小田　三都郎）
TEL(052)654-9905

【設備紹介】

非接触三次元デジタイザの応用

当所では（公財）JKA の補助を受け、平成 24 年度に光学式非接触三次元デジタイザ（以下デジタイザ）を導入しました。製品形状の評価、3D プリント、CAE 等に活用しています。本稿では、これらの用途とは異なるデジタイザの応用利用方法についてご紹介します。

デジタイザの測定においては、参照点という円形のシールを製品に貼り付けて、これを手がかりにして複数撮影画像の合成を行います。つまり、参照点の位置を常に追跡しながら測定していることになります（図1）。この機能を利用して、参照点の移動量、方向を調べれば静的変形解析が可能となります。それと同時に、三次元形状も取得していますので、形状を用いた評価も可能です。

また、事前に測定した参照点群と三次元形状を関連付けることにより、測定範囲内に配置した製品をリアルタイムに追跡でき、それに合わせてPC画面上では、三次元形状を実物の位置に合わせ込むことができます。この機能を利用して、複数部品で構成される製品の組立や機構の静的な評価が可能となります。

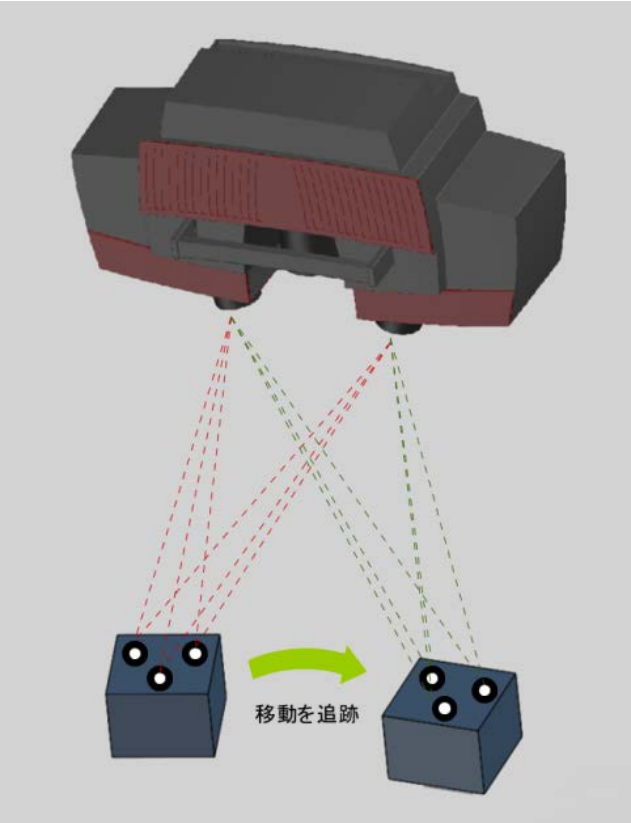

図1　参照点群の追跡

デジタイザによる測定時には、プロジェクターから縞模様を製品に投影しますが、測定時以外は線や円等の任意の幾何要素を製品に投影することが可能です（図2）。測定範囲内であれば、製品の動きを追跡し投影位置を補正しますので、歪みゲージの位置決め等に利用することができます。

ご興味のある方は、お気軽にお問い合わせください。

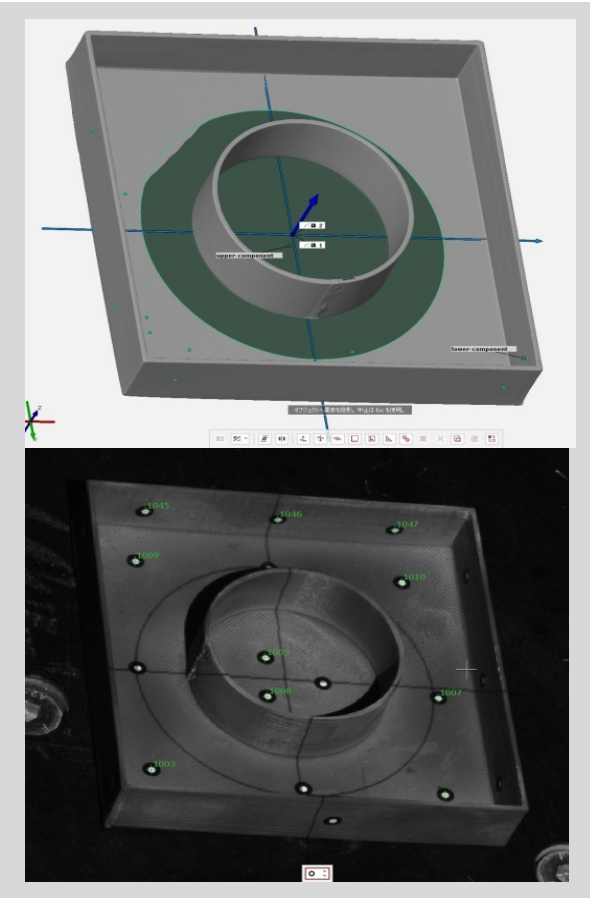

図2　幾何要素の投影
（上：ソフトウェア、下：実物）

（生産システム研究室　真鍋　孝顯）
TEL(052)654-9852

【お知らせ】

■工業技術グランプリへの応募

名古屋市と(公財)名古屋産業振興公社は、当地中小企業の技術振興及び経営の活性化を促進するため、新技術・新製品等の開発事例について表彰等を行い、開発力強化にかかる支援及びその普及に努めてまいりました。

本年度も、第 21 回名古屋市工業技術グランプリの表彰候補として中小企業を対象に、すぐれた新技術・新製品等を募集いたします。

応募要項

1. 応募資格
   - 名古屋市内に事業所を有する中小企業またはそれらのグループ
   - 名古屋市内に事務所を有する組合や団体の会員中小企業
   - 新技術や新製品等の開発事例で、他団体の表彰を受けていないもの。ただし、アイデアのみで製品等の実体がないものは応募できません。
2. 応募方法

   申込書に必要事項をご記入のうえ、10 月 31 日(月)までに、下記申込先までご応募ください。なお、申込書はこちらの URL からダウンロードできます。

   (公財)名古屋産業振興公社 http://www.nipc.or.jp/kougyou/

■技術講演会（ものづくり現場での３Ｄプリンタ活用最前線）の開催　※無料

(1)開催日時：平成 28 年 10 月 24 日(月) 13：30～17：00

(2)場　　所：名古屋市工業研究所　第 1 会議室

(3)内　　容：1.「３Ｄプリンタの現状とものづくりへの活用について」

講師：３Ｄものづくり普及促進会　澤越　俊幸氏

2.「３Ｄプリンタによる樹脂製治具の自由設計」

講師：トライエンジニアリング㈱　主任　東　和也氏

3.「金属３Ｄプリンタを駆使した金属製品・金型の製作技術と活用例及び今後の展開」

講師：㈱Ｊ・３Ｄ　代表取締役　高関　二三男氏

申込み･詳細はこちらをご覧ください。http://www.nmiri.city.nagoya.jp/cgi/seminar/page.cgi

■「みんなのテクノひろば 2016」の開催　※無料

平成 28 年 11 月 12 日(土)に小中学生向けのものづくり体験イベントを、工業研究所内で開催します。

内容は「色いろ化学実験」、「3Dプリンタ工作」、「パソコンの組み立て」等で、参加は事前申込制(往復はがきで応募)です。

詳しくはこちらをご覧ください。http://www.nmiri.city.nagoya.jp/hiroba2016.html

（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