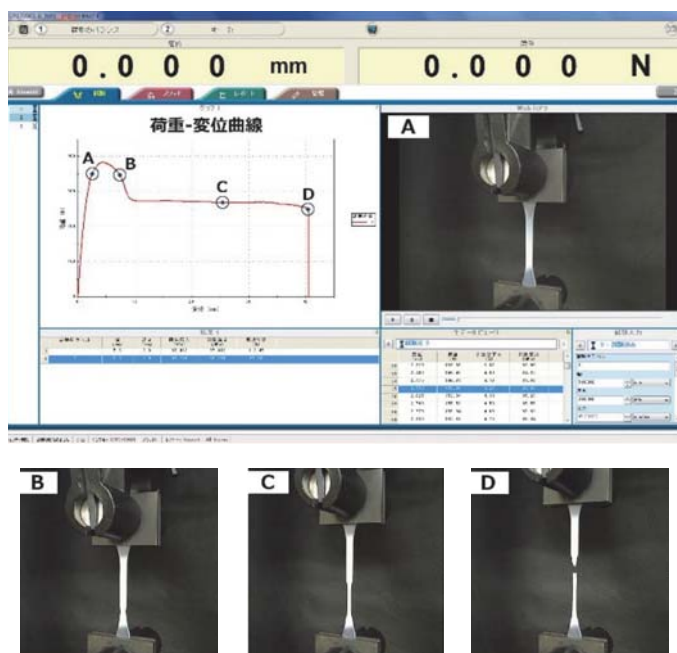


名工研・技術情報 Vol.5 (No.783)

月刊名工研 2017 年 3 月～ 2017 年 7 月号編集版



ポリプロピレンの引張試験の
様子
(詳しくはP 13 へ)



目次

特集 1 設備紹介 (P 2- P 3)

- ・ 損失係数測定装置
- ・ 非接触変位量解析システム

特集 2 技術・研究紹介 (P 4- P 12)

- ・ CAEの高度化と普及
- ・ 熱伝導率測定手法の開発
- ・ 照明器具の光学特性評価
- ・ アルミニウム陽極酸化皮膜 (アルマイト) の試験について
- ・ 水溶液へのプラズマ照射による機能材料創成プロセスの開発
- ・ プラズマ処理による炭素繊維表面の改質
- ・ プラスチック材料の相容性を簡便に調べる
- ・ 炭素・硫黄分析計による材料分析
- ・ X線小角散乱による粒径測定
- ・ いろいろなナノセルロース

特集 3 活用事例紹介 (依頼試験、技術相談) (P 13- P 14)

- ・ 材料試験の見える化
- ・ 吸光度法による白金の定量分析
- ・ 自動車用防音シール材の音漏れ評価

特集 1 設備紹介

損失係数測定装置((公財)JKA平成28年度公設工業試験研究所等における機械設備拡充補助事業)

(公財)JKAの平成28年度機械設備拡充補助事業により、損失係数測定装置を導入しました。本装置は、制振材料の制振性能評価指標である損失係数の測定をはじめ、実験モード解析、騒音計や加速度ピックアップによる騒音・振動測定など、様々な分野の音・振動の評価に利用できます。以下、本装置を紹介します。



写真 損失係数測定装置

(主な仕様)

機器名：損失係数測定装置

メーカー：ブリュエル・ケアー

①損失係数測定関連

JIS規格：G0602、K7391準拠

試験方法：片持ちはり法、中央加振法

算出方法：半値幅法

試験片設置本数：各試験最大3本

恒温槽：エスベック製（-40℃～+180℃）

②付属機能

FFT分析、1/Nオクターブバンド分析、次数比分析、実験モード解析、実稼働モード解析など

③付属装置

ハンドヘルドアナライザ（騒音計）、インパクトハンマ、モーダル加振器、加速度ピックアップ、レーザータコプロブ、力変換器

制振材料は不要な振動の低減を目的に使用される材料です。例えば、自動車などの輸送用機械をはじめ、OA機器や建築資材など幅広い分野で使用されており、本装置はこれらの損失係数を容易に取得できます。

損失係数測定方法については、「JIS K7391 非拘束形制振複合はりの振動減衰特性試験方法」に規定されている「片持ちはり法」および「中央加振法」によって試験が実施できます。試験片は、JIS規格に規定されている複合はり（鋼板などの基材と制振材料を重ね合わせたもの）の他に、適度な剛性を持つ材料であれば炭素繊維強化プラスチックなど他材料の試験も実施できるため、制振性能をもつ新材料開発に活用できます。また、恒温槽内に試験片を最大3本設置できるため、同一条件下での温度負荷試験が効率的に実施できます。得られた試験結果から制振材料特性を算出し、音響振動ソフトウェア用の制振材料物性値として利用することで、制振材料を含めた製品の構造解析用途として活用できます。

また、付属機能・装置であるFFT分析、実験モード解析、各種加振装置や各種センサなどを利用することで、製品から発生している音・振動を測定し、その特性を詳細に分析できます。付属装置の性能で制約を受けますが、音・振動が発生しているすべての製品が測定対象となり得ますので、様々なニーズに対応できると考えられます。

当所では、本事業により導入した損失係数測定装置をはじめとする音・振動関連の各種評価装置により、製品の静音化・低振動化を目的とした材料評価の技術支援を行っています。お気軽にお問い合わせください。

(計測技術研究室 山田 博行)

TEL(052)654-9870

特集 1 設備紹介

非接触変位量解析システム

当所では以前より、振動試験機を用いた伝達関数（周波数特性）測定を行っています。伝達関数測定は、測定対象物を振動試験機で周波数を変化させながら振動させ、通常は対象物に固定した加速度ピックアップにより周波数ごとの加速度を計測します。しかし、対象物が軽い時などは、加速度ピックアップの質量の影響により対象物の特性が変わってしまう場合があります。本システムは加速度ピックアップの代わりに、振動試験機と同期させた高速度カメラで撮影することにより、非接触での伝達関数測定をリアルタイムに行います。本システムを利用した伝達関数測定は受託研究で対応しています。本システムや振動試験に関するご相談などありましたらお気軽にご連絡ください。

<カメラ部仕様>

- ・ 撮像方式：CMOSイメージセンサー
- ・ 素子解像度：512×512ピクセル



- ・ 素子サイズ：10 μm × 10 μm
- ・ 撮影速度：最高2,000fps（フルフレーム時）
- ・ 濃度階調：モノクロ 8 bit
- ・ 電子シャッター：1 / コマ数 ~ 1 / 160,000秒

（製品技術研究室 井谷 久博）

TEL (052) 654-9933

特集2 技術・研究紹介

CAEの高度化と普及((公財)JKA平成28年度公設工業試験研究所等における人材育成等補助事業)

製品設計の早期化と高度化が求められるようになり、設計においてCAEの果たす役割が大きくなっています。製品の機能、強度・耐久性・耐熱性、あるいは製造工程における様々な課題について、シミュレーションを用いて事前に検討することによって設計の効率化が期待されます。現在では、CAEはある程度まで実用レベルで活用できるようになってきました。しかし、材料物性に関する情報が不十分であったり、計算における境界条件の設定やメッシュの取り扱いが難しいなどの理由によって、必ずしも適切な計算結果が得られているとは限りません。また、複合的な物理現象を同時に扱わなければ解けない問題があり(連成解析)、実用レベルで活用するには難易度が高く、広く普及するにはいたっていません。

当所では構造解析、熱解析をはじめ射出成形、電磁界解析など多岐にわたるシミュレーションを活用しながら、測定技術の開発を含め、多くの製品設計の支援を行ってきました。現在、(公財)JKA平成28年度公設工業試験研究所等における人材育成等補助事業において「熱・構造特性評価技術の開発」を実施し、複数の物理現象を同時に扱うマルチフィジクス解析の高度化と汎用化を目指しています。また、人材育成として、CAEの実践的な使い方やそれに関連する様々な測定技術、設計手法について研修や講習会を実施しています。平成28年度は「オープンソースによる流体解析に関する講習会」、「オープンCAEによる解析の基礎と実習(全5回)」、「熱画像測定に関する基礎講習会」、「熱設計技術講演会 ～熱設計パラダイムシフトに対応するために～」を実施し、約250の方にご参加いただきました。講演会終了後も、解析や実測に関する様々なお問い合わせをいただいています。

ここでは、金型熱変形についての連成解析の例を紹介します。金型には熱の影響で温度分布

が発生し、熱変形がおこる問題があります。これを解析で予測するために、まず熱量をインプットとして温度分布を計算します。周囲空気、冷却水への放熱は温度分布を決める重要な現象であるため、これらも同時に計算します(熱流体解析)。その結果、金型の温度分布が求まります(図1)。次にこれをインプットとして熱変形の計算をします(図2)。この例では突起部の変形がもっとも大きく0.15mmでした。この結果をもとに改良案を考え、同様に計算を進めることによって、設計の妥当性を確認することが可能です。

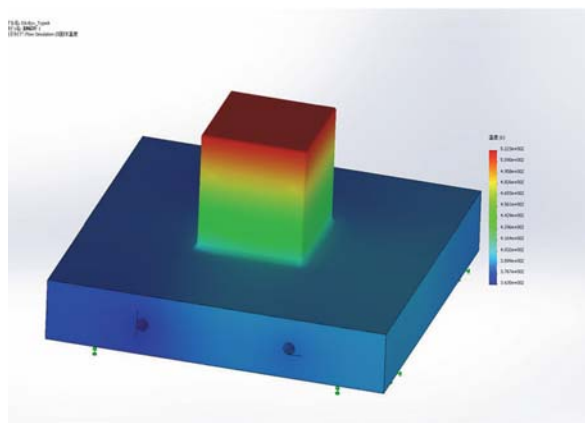


図1 金型の温度分布

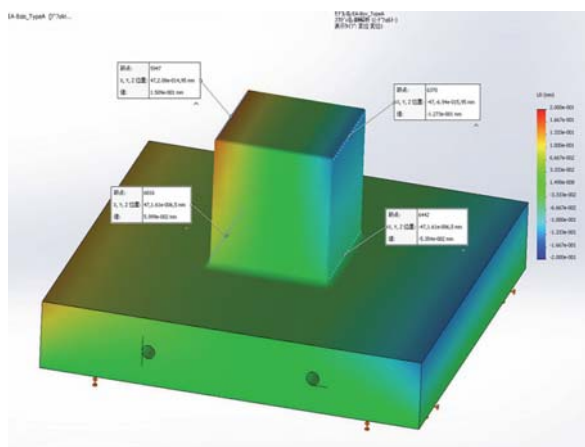


図2 金型の変位量分布

(生産システム研究室 梶田 欣)

TEL (052) 654-9940

特集2 技術・研究紹介

熱伝導率測定手法の開発

電子機器の設計では、各部品が仕様温度範囲内で動作するように熱を意識した設計が求められています。当所においても熱設計に関して多数の技術相談、受託研究等を受けています。試作品を実際に製作する前に、計算で電子部品の温度上昇を予測するのが理想です。

部品の温度上昇を求めるには、製品の形状、発熱量（消費電力）、熱物性値が必要になります。いずれも重要な要素ですが、ここでは代表的な熱物性値である熱伝導率の測定方法について紹介します。熱伝導率は物質の熱の伝わりやすさの指標であり、単位面積を通過する熱量を単位長さあたりの温度差で割った値です。

熱伝導率の測定には様々な方法が用いられますが、サーマルシートのような放熱材料では定常法を用いることが多くなっています。当所で行っている依頼試験においても定常法で測定される方が多くみえます。

定常法は図1に示すような方法が多く用いられており（ASTM D5470）、当所では2010年に測定治具を製作し、多くの方にご利用いただきました。この方法は試料の上下に温度差を与え、標準ロッド（Meter Bar）に複数入れた熱電対より温度勾配を測定し、試料を通過する熱量を求めます。また、試料界面の上下の温度を外挿し

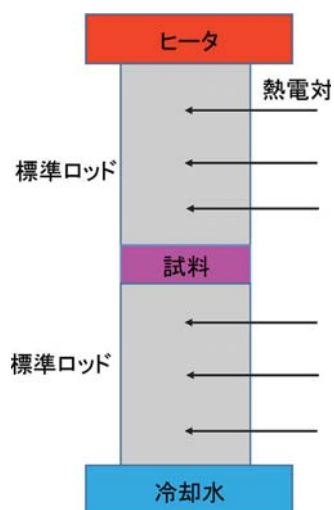


図1：定常法の測定原理

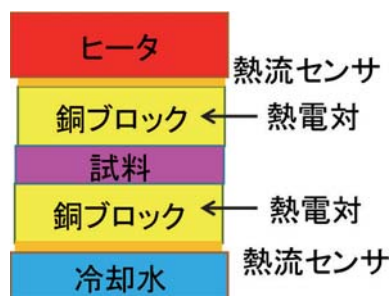


図2：新しい測定手法

て求め、これらの温度差と熱量から熱伝導率を求めます。

この方法は簡便ですが、熱量の測定に問題がありました。標準ロッドは面積が大きいため、そこから放熱がおこり、断熱材を巻いてもあまり改善しませんでした。また、熱量を温度勾配から求めるため、熱電対の精度が問題になります。

そこで、標準ロッドをなくして、代わりに半導体式熱流センサ（DENSO製RAFEPAを使用）を用いる測定治具を設計・製造しました（図2）。熱流センサは約0.3mmの厚さで、熱電対よりも高精度に熱量を測定できます。銅ブロックは高い熱伝導性があるため、1次元熱伝導を実現しやすくなっています。

銅ブロックは交換可能であり、たとえば接着剤や熱伝導グリスも測定できます。上下の銅ブロックを接着して測定すると、銅ブロックの再利用はできないため交換になりますが、費用はそれほどかかりません。市販の測定器では交換が難しいため、これまで接着剤は実際には測定できませんでした。

実際に製作した治具を図3に示します。青丸が測定部であり、その上部にはおもりを載せて荷重を変えることができます。今後は、さらに複雑な条件でも測定できるように改良を進める予定です。

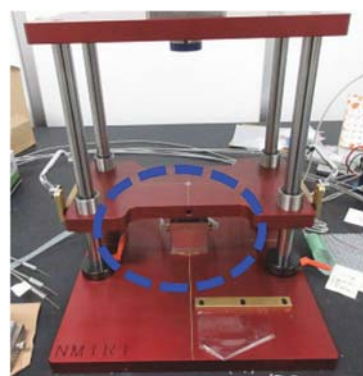


図3：製作した測定治具

（生産システム研究室 梶田 欣）

TEL (052) 654-9940

特集2 技術・研究紹介

照明器具の光学特性評価

当所では全光束や配光の測定を実施しており、照明器具などの製品開発の支援をしています。配光測定の実用例として、照度分布計算があります。劇場の誘導灯のような防災に関わる照明器具では、床の照度が一定値以上という仕様が要求される場合があります。しかし、同じ照明器具でも設置する高さや向きによって、床の照度分布は変わってきます。照明器具や照度計を動かしながら仕様で求められる照度を確認する方法もありますが、効率的ではありません。照明器具の配光を測定すれば、照度分布を計算から求めることが可能となります。

図1に示すLED電球は明るさが同等(全光束810lm)の電球です。(a)は拡散板がついていない電球、(b)は拡散板がついている電球です。

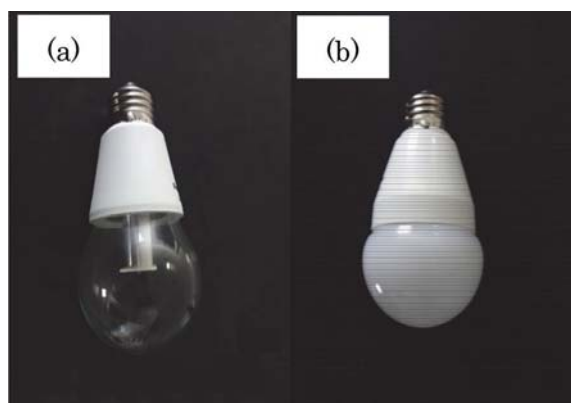


図1 LED電球

(a) 拡散板無 (b) 拡散板有

上記LED電球の配光を測定した結果が図2のグラフとなります。(a)は正面方向に強く、(b)は正面方向以外にも拡散して発光することがわかります。

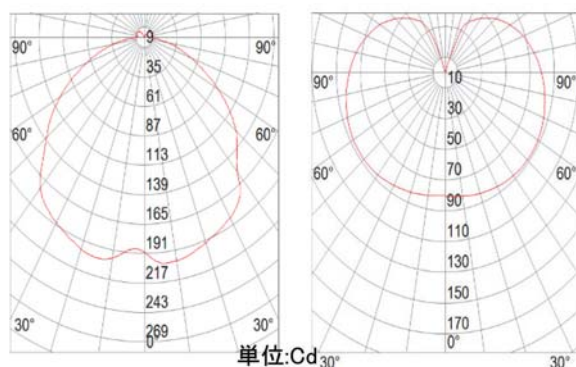


図2 配光特性

(a) 拡散板無 (b) 拡散板有

電球の正面方向に1m離れた面(10m×10m)の照度分布を計算した結果を図3に示します。同様に背面方向に1m離れた場合を図4に示します。正面方向で(a)は(b)より照度がやや高くなります。一方、背面方向で(a)は照度が全体的に非常に低いのに対して、(b)は照度がかなり高くなります。このように配光を測定することで、照明器具の向きや距離を変えた場合の照度分布の計算が可能となります。

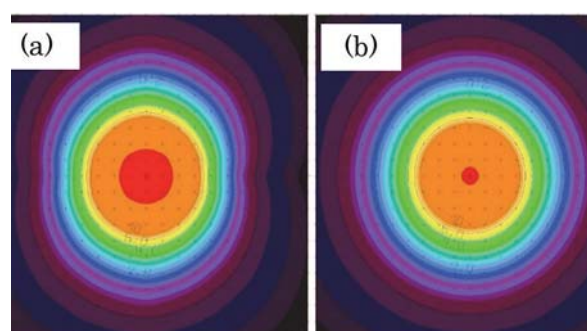


図3 照度分布(正面1m)

(a) 拡散板無 (b) 拡散板有

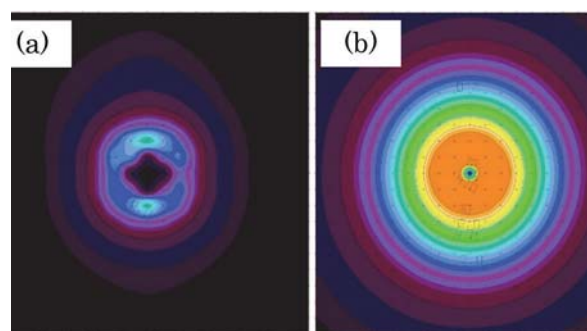


図4 照度分布(背面1m)

(a) 拡散板無 (b) 拡散板有

当所では配光測定をはじめとし、光学特性評価に関連する相談に対応しております。お気軽にお問い合わせください。

(電子技術研究室 立松 昌)

TEL (052) 654-9935

特集2 技術・研究紹介

アルミニウム陽極酸化皮膜（アルマイト）の試験について

軽金属であるアルミニウムは様々な用途で使用されている金属であり、一般的な表面処理としては陽極酸化が行われています。この陽極酸化皮膜は非導電性のセラミックスのような性質を有しており、アルマイトと呼ばれています。また、この皮膜は微細孔を有しており、封孔処理を行うことによって孔を塞ぎ、耐食性が向上します。アルミニウム陽極酸化皮膜の評価方法として当所では、①膜厚測定¹⁾、②キャス試験²⁾、③封孔度試験³⁾などを実施することができます。

①膜厚は基本的には渦電流式で測定します。渦電流式とはプローブに高周波電流を流し、電導度と厚さによって変化する渦電流を測定する方法で、膜厚を非破壊で測定することができます。この測定法は金属上の塗膜の厚さにも適用できます。ただし、測定部分の面積がプローブより小さい場合のように渦電流式では測定できない場合は切断して断面を顕微鏡で観察、測長することになります。

②キャス試験は耐食性試験です。一般的な金属材料の耐食性試験は中性塩水噴霧試験を用いることが多いのですが、アルミニウム陽極酸化皮膜は耐食性に優れているため、より厳しい試験条件である、キャス試験で評価することが一般的です。キャス試験前後の写真を図1に示します。さびが発生した際、白色のアルミニウムのさびと同時に茶色の生成物が発生します。これは噴霧液に含まれている少量の塩化銅(II)の銅イオンがアルミニウムと置換析出することによって起こる現象です。

③封孔度試験は当所ではりん酸－クロム酸水溶液浸せき試験によって行います。この試験方法ではりん酸－クロム酸混合溶液に、アルミニウム陽極酸化皮膜の試験片を浸せきさせて、浸せき前後の質量を測定し、単位面積当たりの質量減を算出します。封孔処理が不十分な場合は、微細孔内からりん酸－クロム酸混合溶液にアルミニウムが溶出して質量が減少するので、質量減量が少なければ封孔処理が良好であるといえます。

そのほかにも走査型電子顕微鏡でアルミニウム陽極酸化皮膜の微細孔を観察することにより、封孔の度合いを観察することができます。微細孔の大きさは直径10～20nmの大きさなので、通常の測定条件では観察できないのですが、加速電圧を下げることによって観察が可能になります。

これらの試験を検討している方はお気軽にご相談ください。



キャス試験前



キャス試験後

図1 キャス試験前後のアルミニウム陽極酸化皮膜の外観

<参考文献>

1. JIS H8680-2 アルミニウム及びアルミニウム合金の陽極酸化皮膜厚さ試験方法―第2部：渦電流式測定法
2. JIS H8681-2 アルミニウム及びアルミニウム合金の陽極酸化皮膜の耐食性試験方法―第2部：キャス試験
3. JIS H8683-2 アルミニウム及びアルミニウム合金の陽極酸化皮膜の封孔度試験方法―第2部：りん酸－クロム酸水溶液浸せき試験

(金属・表面技術研究室 松本 宏紀)

TEL (052) 654-9911

特集2 技術・研究紹介

水溶液へのプラズマ照射による機能材料創成プロセスの開発

近年、溶液の内部や溶液と気相の界面近傍で発生させるプラズマを利用する、いわゆる溶液に関わるプラズマ技術が注目されています。プラズマ発生には種々の方法が提案されており、生成する活性化学種などを利用することで水中有害物質の分解や金属ナノ粒子の合成、ナノカーボンの表面改質などの事例が報告されています。本稿では、微粒子酸化チタン (TiO_2) の水中分散処理と酸化亜鉛 (ZnO) 粉体の調製について、概要を紹介します。

1. 微粒子 TiO_2 の水中分散処理

微粒子の分散液の調製は産業上で重要な技術です。微粒子 TiO_2 を水中に分散させるためには強力な機械的攪拌処理と界面活性剤の添加が必要ですが、月刊名工研No. 749で紹介しましたように我々の研究グループは液面プラズマ技術を用いることで微粒子 TiO_2 の水中分散が可能であることを見だし、特許を取得いたしました。

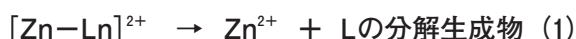
近年では、処理装置の改良などの取り組みにより、実用レベルである TiO_2 濃度10wt%の水分散液の調製を実現しました。得られた分散液には装置由来の重金属のコンタミネーションはほとんどありません。また、液面プラズマの効果として TiO_2 粒子が正に帯電して粒子間に静電反発力が生じることで水中分散が可能になることはわかっていましたが、さらなる検討の結果、微粒子の表面に TiO_2 とは異なる別の化合物が形成されていることを明らかにしました。

本研究内容は当所と(公財)名古屋産業振興公社プラズマ技術産業応用センター、日本メナード化粧品株式会社との共同研究の成果です。本研究は科学技術振興機構のA-STEP探索タイプおよびシーズ顕在化タイプの採択を受けました。

2. ZnO 粉体の調製

ZnO は透明導電体やガスセンサーなどの様々な用途に応用されている機能性材料です。当所では水溶液プロセスに大気圧プラズマ処理を組み合わせる方法により ZnO 粉体の調製を試みました。

亜鉛塩の水溶液に NaOH などのアルカリを加えると亜鉛イオン (Zn^{2+}) は OH^- と反応して沈殿を形成しますが、 Zn^{2+} と親和性が高いある有機化合物(L)を加えると溶液をアルカリ性にしても Zn^{2+} は沈殿せずに安定にできます。この安定化した水溶液に対してプラズマを照射したところ、幅が数100nm、長さが数 μm の棒状の ZnO 粉体が得られました。この粉体の生成機構については、式(1)に示すようにプラズマで生成した活性種によりLが分解された結果、式(2)による ZnO 粉体の沈殿形成反応が誘起されたためと考えられます。



本法による粉体調製は量産には不向きですが、プラズマ処理等の条件を調整することで溶液中の沈殿形成反応を制御できれば、薄膜形成や材料の表面改質などの観点において有用な手段となりうると考えています。

本研究は(公財)内藤科学技術振興財団の平成26年度の研究助成を受けて実施しました。

これらの事例については学会や当所の研究報告No. 101などで公表しています。現在、水溶液へのプラズマ照射を利用した様々な材料の表面改質処理や機能性材料の調製技術の開発にも取り組んでいます。

(プロジェクト推進室 山口 浩一)

TEL (052) 654-9898

特集2 技術・研究紹介

プラズマ処理による炭素繊維表面の改質

軽量素材として注目される炭素繊維強化樹脂(CFRP)の性能向上を目指した研究を行っています。CFRPの強度や剛性を高めるためには、炭素繊維(CF)と樹脂の界面の密着性を向上させることが重要です。本研究ではプラズマ処理でCFの表面を改質することで、CFとポリプロピレン(PP)の密着性が向上することがわかりました。

はじめにプラズマをCFに一定時間照射しました。装置は常圧プラズマ表面処理装置AP Plasma、ガス種は窒素と空気の混合気体を使用しました。CF表面の状態をX線光電子分光(XPS)で評価したところ、図1のようにプラズマ処理したCF表面は未処理のCFと比較してC=O基の比率が増加しており、新たな官能基が生成したことがわかりました。また純水をCFに滴下してその接触角を測定したところ、プラズマ処理したCFは接触角が測定不能なほど小さくなりました(図2)。これらの結果からプラズマ処理によりCF表面の親水基が増加し、ぬれ性が向上したと考えられます。

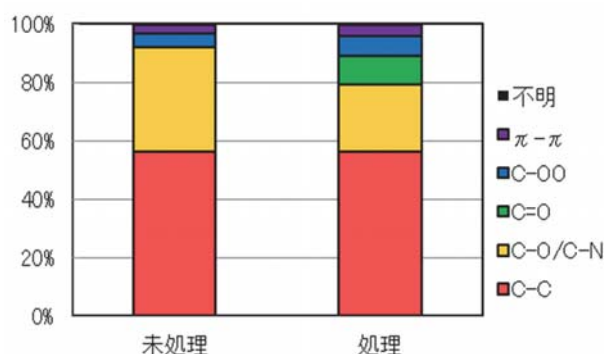


図1 XPS測定結果 (C 1s)



図2 接触角測定

プラズマ処理したCFとPP(酸変性相溶化剤含有)の界面の密着性をフラグメンテーション法¹⁾にて評価しました。図3に示すようにプラズマ処理したCFは未処理のCFと比べて界面せん断強度が1.5倍高く、樹脂との密着性が大幅に改善していることがわかりました。

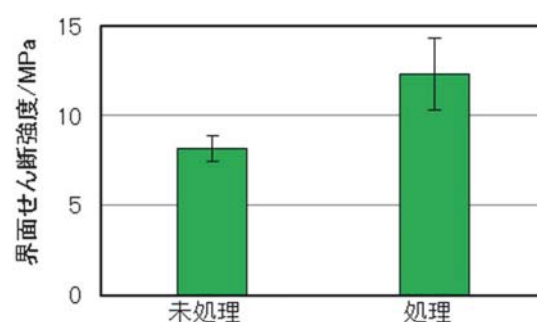


図3 CFと酸変性PPの界面密着性評価

またプラズマ処理したCFと未処理のCFの引張強さはいずれも3.7GPaであり、今回のプラズマ照射条件ではCFの強度は低下しないことがわかりました。

このようにCF自体の強度は低下せず、PPとの密着性が向上したことから、CFをプラズマ処理することでPPを基材とするCFRPを高強度化・高剛性化できると期待されます。

当所では今後もCFの表面改質とCFRPの性能向上に関する検討を進めてまいります。ご興味をお持ちの方はお気軽にお問合せください。

本研究は国立研究開発法人産業技術総合研究所と共同で行いました。またCFのプラズマ処理および表面状態の観察は公益財団法人名古屋産業振興公社プラズマ技術産業応用センターにご協力いただきました。

1) 大沢、中山、三輪、長谷川 繊維学会誌 1977, 33(1), 39.

(有機材料研究室 名倉 あずさ)

TEL (052) 654-9950

プラスチック材料の相容性を簡便に調べる

プラスチック材料は、特性の向上を図るため、2種類以上の材料をブレンドして改質する場合があります。ブレンドの際には、プラスチック同士の相容化の状態を知ることが重要です。ブレンド状態は、電子顕微鏡や原子間力顕微鏡等を用いることにより調べることができるものの、装置が高価で前処理が複雑等の欠点があります。そこで、簡便な相容性の検出法として、微量でも感度の高い測定ができる蛍光色素に着目して研究を行っております。

まず、二種類の蛍光性色素を用いることによるプラスチックのブレンド状態の検出を行いました¹⁾。しかしながら、この手法においては、二種類の色素を用いているため、プロセスの簡略化が望まれます。そこで、用いる蛍光性添加剤を一種類にすることによるブレンド状態の検出を試みました。

蛍光性添加剤、プラスチック材料および相容化剤の化学構造を図1に示します。蛍光性添加剤には架橋ジフェニルアミン系ポリマー(PDesi-FI)を、プラスチック材料にはバイオプラスチックとして知られているポリ乳酸(PLA)およびポリカプロラクトン(PCL)を、相容化剤には多官能性イソシアネートであるLTIを用いました。

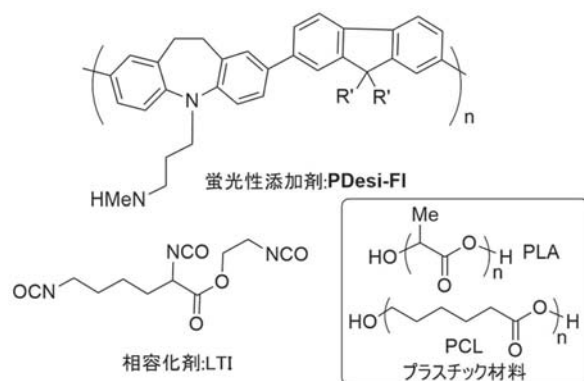


図1 ブレンド状態の評価に用いた化合物

まず、PDesi-FIの蛍光極大波長のプラスチック依存性を調べました。その結果、PLAに添加した場合はPDesi-FIのクロロホルム溶液に相当する波長に、PCLに添加した場合はフィルムに相当する波長に、蛍光極大波長を示しました。これは、PDesi-FIのプラスチックへの混ざりやすさの違いによると考えられます。

続いて、ポリマーブレンドに対する相容化剤の添加効果を調べました。PLAとPCLのブレンドにPDesi-FIを添加した成形体を作製し(図2)、蛍光特性を評価しました。

その結果、相容化剤の添加による蛍光極大波長の短波長シフトが確認できました(図3)。LTIを添加していない場合はほぼフィルム状態の、また、添加した場合はほぼクロロホルム溶液の蛍光に相当します。この結果は、ブレンド状態を簡便なプロセスにより検出できたことを示しています。

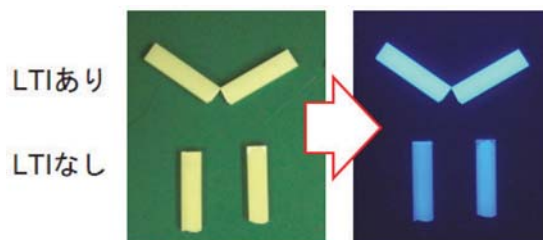


図2 作製したPLA/PCL/PDesi-FI成形体。左：明所。右：暗所でブラックライト照射

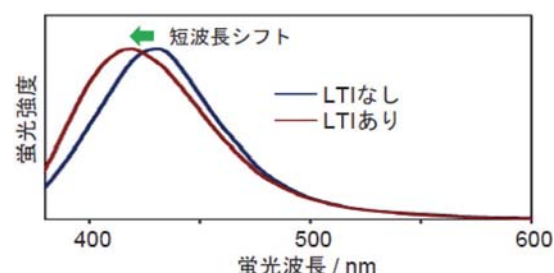


図3 相容化剤(LTI)の有無による蛍光スペクトルの変化

今回のブレンド系は、PDesi-FIがLTIを介してプラスチック材料と化学結合するのですが、このような反応が起こらなくても同様の蛍光挙動が観測できれば、対応するプラスチック材料の適応範囲が広がると考えられます。そこで、LTIとの反応性のない蛍光性添加剤を用いた評価も試みております。また、現状では、スペクトル測定による検出ですが、蛍光性添加剤の選択により、ブラックライトを当てた時の色の変化でブレンド状態を検出できるのではないかと期待しております。

本稿の内容以外にも、様々な機能性色素材料の合成に取り組んでおります。さらに、合成した色素材料について、電子材料など、様々な分野への応用展開を試みております。本稿の研究は、(公財)内藤科学技術振興財団の平成27年度助成を受けております。

1) 林英樹 月刊名工研2011年5月号 P.2.

(有機材料研究室 林 英樹)
TEL (052) 654-9912

特集2 技術・研究紹介

炭素・硫黄分析計による材料分析

鉄鋼や非鉄金属、セラミックス材料中の炭素及び硫黄の含有量は材質に大きな影響を与えます。例えば、鉄鋼中の炭素の含有量は、硬さや強度、加工性等に関係します。そのため、高濃度から低濃度まで正確に定量することが必要です。このような分析は、鉄鋼やセラミックス材料の成分分析方法に関するJIS（鉄鋼：JIS G 1211、炭化けい素：JIS R1616等）に規定されており、一般には燃焼－赤外線吸収法による炭素・硫黄分析計が使用されます。この装置の原理は、試料を燃焼するつぼや燃焼ボートにはかり取り、酸素気流中、高周波誘導加熱炉または管状電気抵抗加熱炉中で加熱・燃焼し、試料中の炭素(C)及び硫黄(S)が酸化されて生成した二酸化炭素(CO_2)及び二酸化硫黄(SO_2)を赤外線検出器により定量するものです。図1に高周波誘導加熱炉を用いた炭素・硫黄分析計の概念図を示します。この装置の特徴は、操作が簡便で迅速に分析ができることです。

当所では、種々の材料に関する技術相談を受けています。その中で鉄鋼材料では、製品や部品の破損・腐食などの不具合についての相談が多くあります。相談内容に応じて、炭素をはじめとする成分分析以外にも、硬さや強度測定、組織観察等を行うことにより、総合的に不具合の原因を推定します。

材料中の炭素・硫黄の定量分析についてのご要望がございましたら、お気軽にご相談ください。

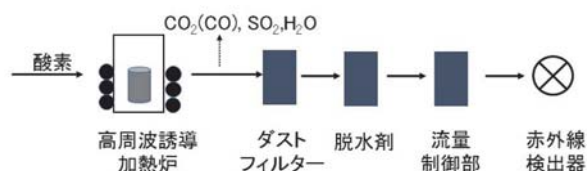


図1 炭素・硫黄分析計の概念図

(環境技術研究室 野々部 恵美子)

TEL(052)654-9919

X線小角散乱による粒径測定

X線を物質に照射して散乱したX線のうち、散乱角が小さい領域を測定する構造解析手法をX線小角散乱と呼びます。散乱角が小さいほど大きな構造を測定することになり、一般的には1-100nm程度の構造が測定可能です。オングストロームオーダーの結晶構造を解析する広角散乱に対し、小角散乱ではナノオーダーの周期的構造、粒子の大きさ及び形状などがわかります(図1)。実際に、触媒学会から頒布された酸化チタン参照触媒JRC-TIO-4(2)の測定を行いました。測定試料を外径1mmのキャピラリーに充填し、透過法で測定しました。測定パターンを解析したところ、図2のような結果が得られ、測定試料の平均粒径が約255Å(半径127.5Å)であることがわかりました。

X線小角散乱は粉末試料だけでなく、液体やシートに分散させたナノ粒子も測定が可能です。興味をお持ちの方はお気軽にご相談ください。

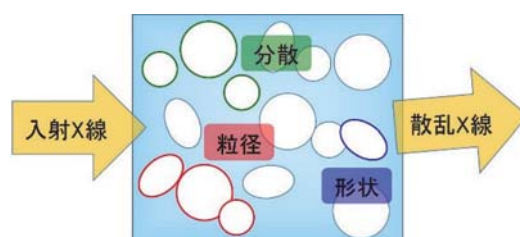


図1 X線小角散乱のイメージ図

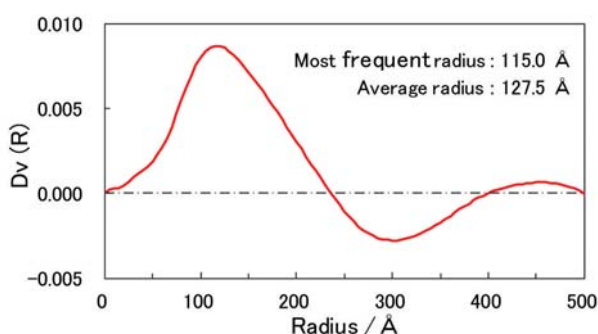


図2 X線小角散乱による粒径分布測定

(環境技術研究室 川瀬 聡)

TEL(052)654-9925

特集2 技術・研究紹介

いろいろなナノセルロース

ナノメートルの領域すなわち原子や分子のスケールにおいて、物質を自在に制御する技術であるナノテクノロジーから、様々な便利な新素材やデバイスが生まれることが期待されています。特に繊維を極限まで細くすると、従来の繊維にはなかった、まったく新しい物理学的な性質が生まれることから、ナノオーダーの繊維（ナノファイバー）が非常に注目されています。古くからある繊維素材のセルロースは、ろ過材や樹脂・化粧品配合剤等の多くの工業上の用途がありますが、ナノファイバー（ナノセルロース）としても実用化が大きく期待されています。現在、主なサンプルとしては、以下の2つがあります。

（1）物理的な解繊をしたナノセルロース

物理的なナノファイバー化はグラインダー、ホモジナイザー、ウォータージェット等による解繊処理で行われています。ファイバーの幅が処理方法や時間によって異なり、セルロース以外の木材の成分のヘミセルロース、リグニン等が含まれます（繊維幅5～300nm）。化学的に前

処理をしたパルプや木材チップから物理解繊されたものが構造材の配合素材として検討されています。

（2）化学的に解繊をしたナノセルロース

代表的なものは、セルロースをTEMPO酸化することによって、C6位にある1級アルコールを選択的にカルボン酸塩に変換して、マイナス荷電の反発、浸透圧効果を得た後、物理的な解繊を行ってナノファイバー（繊維幅3～4nm）とします。均一なシングルナノファイバーが得られることで、フィルム、化粧品等、ファインケミカル分野での素材として研究開発が進められています。

それぞれ、用途開発が続けられていますが、並行して、その評価方法等における標準化やISOにおいて用語の定義も進行中です。当所でも、これらの素材の普及や用途開発に協力させていただいております。

（有機材料研究室 高木 康雄）

TEL (052) 654-9890

特集3 活用事例紹介（依頼試験、技術相談）

材料試験の見える化

材料の機械特性を調べる手段に、引張りや曲げ等の材料試験があります。これらの試験は、試料に定速変形を加えた際の荷重応答を記録し、それを図示した荷重－変位（応力－ひずみ）曲線から、物性値を求めます。当所の材料試験機は、荷重や変位に加え、試験中の動画を記録するビデオキャプチャ機能を備えています。付属のカメラで撮影した動画は、同時に記録した荷重や変位と連動させて再生できるため、荷重－変位曲線上の任意の点を指定して画像を表示することができます。

図1に、ポリプロピレンの引張試験の様子を示します。レビュー機能を利用すれば、荷重－変位曲線から読み取ることが難しい特徴点、例えば、白化やネッキング（局所的なくびれ）の開始点、破壊直前の様子等を知ることができます。材料試験では、数値が重視されがちですが、製品設計の上では、材料の変形や破壊挙動の理解も大切です。

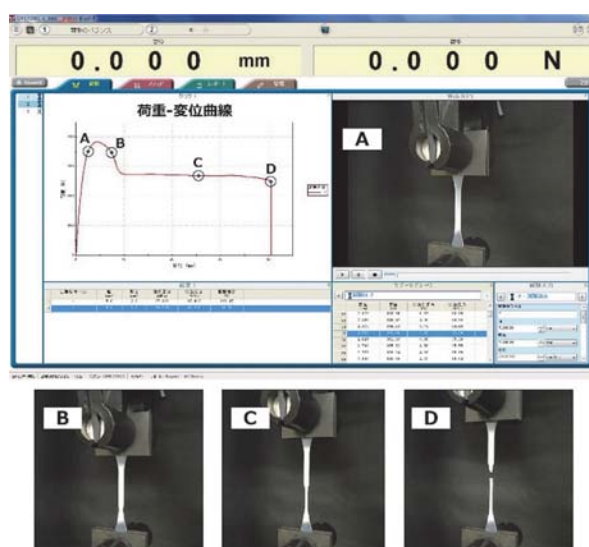


図1 ポリプロピレンの引張試験

当所では、これらの見える化を顕微鏡下で実現する小型材料試験機の開発に取り組む市内中小企業を支援しました。開発した「その場観察式応力負荷装置（株式会社三弘）」は、両側のチャックが同期して作動する両開き構造を採用しており、片開きでは避けられない視野移動を防ぐことができます。光学顕微鏡や電子顕微鏡をはじめ、様々な分析装置に設置可能な軽量小型サイズであることに加え、透過光やX線観察にも対応できるよう、試料下部に開口部を設けていることも特徴です。

図2に、本機を顕微ラマン分光器に設置し、炭素繊維強化プラスチック（CFRP）の評価に利用した様子を示します。自動車や航空機を中心に軽量高強度を実現する新しい構造部材の開発が盛んになっています。材料試験の見える化をサポートする「その場観察式応力負荷装置」は、これら新構造部材の開発における新しい評価ツールとなることが期待されます。

なお、本稿には、公益財団法人内藤科学技術振興財団の助成を受けて実施した研究の一部を利用しました。ここに感謝の意を表します。



図2 その場観察式応力負荷装置 (ISL-T300)

（製品技術研究室 二村 道也）

TEL (052) 654-9866

特集3 活用事例紹介（依頼試験、技術相談）

吸光光度法による白金の定量分析

白金の定量分析を自社でできないかという相談がありました。当所の依頼試験では、白金を王水で溶解させて、その白金溶液をICP発光分光分析(ICP-AES)法により定量しています。しかしながら、依頼企業に ICP-AES はなく、高額な ICP-AES の新規導入も難しいとのことでした。そこで、前処理の手間を要しますが、安価に機器導入が可能な吸光光度法を用いた定量法を検討しました。

吸光光度法では、前処理の手間、分析感度や他元素による影響などを考慮して、白金(IV)を塩酸溶液中でスズ(II)と反応させ、生成する黄色の化合物の吸光度を測定して定量する方法が適切であると判断しました。

この方法を基にして、白金の溶解法とともに吸光光度法による白金の定量分析マニュアルを作成しました。6種類の白金溶解液試料(A-F)について、マニュアル化した吸光光度法とICP-

AES法で定量分析を行ったところ、得られた各試料の分析値は両者間で良好に一致し(表1)、作成マニュアルの妥当性が確認できました。

このように、「分析」そのものに限らず、「分析法の検討」などについても対応いたしますので、お気軽にご相談ください。

表1 吸光光度法とICP-AES法での溶解液分析結果

試料	Pt (mg/L)	
	吸光光度法	ICP-AES 法
A	13.9	14.4
B	10.4	10.8
C	13.9	14.0
D	7.9	8.1
E	12.8	12.7
F	11.4	11.5

(環境技術研究室 柴田 信行)

TEL (052) 654-9882

自動車用防音シール材の音漏れ評価

自動車のエンジンルーム付近に使われるシール材について、音漏れの評価・比較をしたいとの相談を受けました。そこで、底部にスピーカを設置した小型の測定箱を用いて、音漏れの簡易的な比較試験を行いました。

一般に遮音性を表す量としては音響透過損失が使われます。これは、部材に対して入射した音響パワーと透過した音響パワーの比(透過率=透過パワー/入射パワー)を求めて、透過しにくさを[dB]で表記したものです。音響透過損失を正確に求めるために、一般的な建材等の試験では、入射音と透過音のパワーを正しく測定し、さらに入射音場や試験体の設置条件などの影響を受けにくくするために、非常に大きな設備と試験体を用いて測定します。しかしこれは時間も費用もかかるため、相談された方は小型の装置を用いた簡易的な比較試験を希望されました。

測定方法は、まず600mm角の鋼板中央に孔を開けて試験部品を取り付けます。その鋼板を測定箱の上部開口部にふたをするように設置して、透過音のみを測定し比較します。この部品の構造上、音が鋼板の上方だけでなく、指向性を持って横方向へも強く放射される恐れがあったため、試験部品を囲むように近傍の5点で音響インテンシティ(音の強さ)を測定しました。そして、これを音響パワーに換算し、5点のパワー合計を透過音のパワーとみなして比較しました。その結果、低周波域では、鋼板全体からの透過音が強いためか比較可能なデータは得られませんでした。1 kHz以上の高周波域では部品による良否の差が表れ、製品開発に活用して頂くことができました。

(計測技術研究室 山内 健慈)

TEL (052) 654-9877

名工研・技術情報 Vol.5 (No. 783)

発行日 平成29年8月1日

発行部数 1,200部

無料 特定配布

編集 名古屋市工業研究所支援総括室

月刊名工研 2017年3月～2017年7月号編集版

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

電話: 052-661-3161 FAX: 052-654-6788

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

E-mail: kikaku@nmiri.city.nagoya.jp