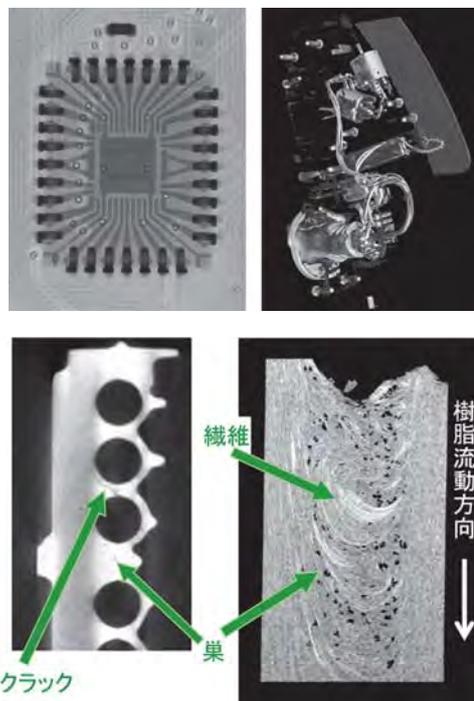


名工研・技術情報 Vol.7 (No.795)

月刊名工研 2018年3月～2018年7月号編集版



X線CT（上記）で撮影した各種画像
(詳しくはP11へ)



目次

特集1 技術・研究紹介 (P2- P8)

- ・核磁気共鳴装置の材料評価への応用
- ・FT-IRによる混合物試料の成分分析
- ・磁気測定分野における最近の取組み
- ・高分子材料の劣化解析
- ・高周波領域での高精度な誘電特性の測定
- ・LED照明のちらつきの測定
- ・拡散材の反射・透過散乱特性評価
- ・断面解析による表面処理不良の原因調査
- ・小さい試験体での遮音材の音響透過損失測定方法の検討



特集2 設備紹介 (P9~14)

- ・<IoT活用拠点>3Dものづくり支援センターの紹介
- ・X線CT装置の紹介
- ・蛍光X線分析装置
- ・先端技術開放試験室 (E408) の機器紹介

特集 1 技術・研究紹介

核磁気共鳴装置の材料評価への応用

核磁気共鳴(NMR)は、測定対象原子核の分子内での環境の違いに起因する化学シフト等の情報から、工業用薬品や高分子材料などの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います。近年、測定装置と手法の進歩により、溶液試料を対象とした測定に加え、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ピーク幅が広く、溶液測定ほど分解能がよくないために詳細な一次構造の解析には不向きな反面、材料を溶媒に溶解することなくそのままの状態での測定で、相構造(結晶・非晶など)や相溶性などの情報が得られます。今回は、ポリ乳酸(PLA)の結晶化を改善する結晶核剤の評価に固体NMR測定を利用した例をご紹介します。

PLAは生分解性、生体適合性を有し、機械特性にも優れているものの、結晶性であるため、その物性は固体状態のモルフォロジーに大きく依存します。また、熔融状態からの結晶化は遅く、その結晶性は添加剤や熱履歴の影響を大きく受けます。

そこで、当所ではPLAの結晶化度と結晶化速度を改善する結晶核剤を開発してきました¹⁾。この結晶核剤の射出成形への適用可能性を検証するために、固体NMR装置のロータ形状に合わせた金型を作製し、PLAの測定用試料を調製しました(図1)。成形時の樹脂温度は200℃、金型温度は110℃(結晶核剤未添加の場合は室温)としました。結晶核剤の添加量を0.1, 0.5, 1, 10重量部(phr)とした場合の成形サイクルタイムはそれぞれ240, 120, 60, 45秒となり、添加量が多いほど短くなりました。成形体から切り出したサンプルの¹³C-CPMAS測定を行ったところ、各炭素のシグナルは結晶核剤未添加のものでは幅広い単一のピークとして観測されたのに対し、添加PLAでは結晶による鋭いピークと非晶の幅広いピークが重なって観測されました(図2)。10phrと1 phr添加のものでは結晶由来のピークに有意差はないものの、0.5phr添加のものでは若干鋭さが低下し、0.1phrのものではわずかに観測されたただけでした。この結果から、結晶核剤の添加量は1 phrが妥当と判断しました。

また、PLAと結晶核剤の室温での¹³C炭素原子のスピン-格子緩和時間 $T_{1\rho}^C$ 測定から、PLAと比べると結晶核剤分子は運動性が低いことがわかりました。さらに、結晶核剤を添加したPLAの¹H水素原子スピン-格子緩和時間 $T_{1\rho}^H$ の測定では、¹Hのスピン拡散による $T_{1\rho}^H$ の一致がPLAと結晶核剤の間で起こっていなかったことから、結晶核剤がPLA中である程度のサイズ(20~50 nm)以上のドメインを形成していることもわかりました²⁾。

本研究の詳しい内容については、当所の研究報告³⁾をご覧ください。また、当所では核磁気共鳴を用いた依頼試験や受託研究を行っておりますので、ご興味ございましたら、ご相談ください。

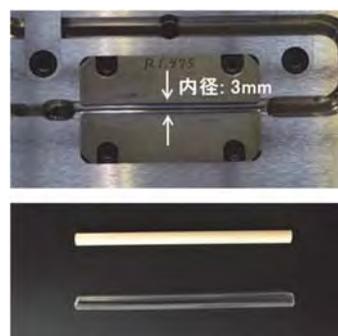


図1 射出成形用金型(上)と固体NMR用試料(下)

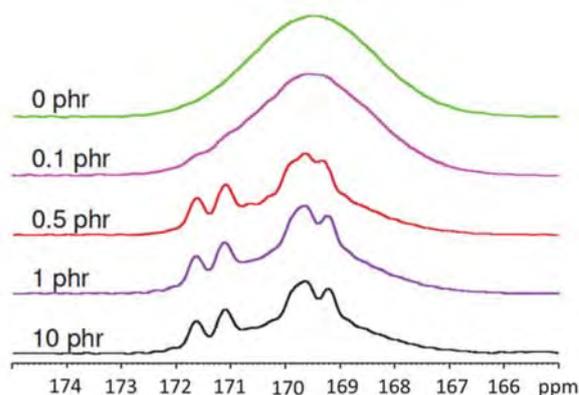


図2 結晶核剤添加PLAの¹³C-CPMAS NMRスペクトルにおけるカルボニル基由来のシグナル

- 1) 特許第5277407号
- 2) 高分子論文集, 64(7), 406(2007)
- 3) 名古屋市工業研究所研究報告, 101, 20(2016)

(有機材料研究室 石垣 友三)
TEL (052) 654-9907

特集 1 技術・研究紹介

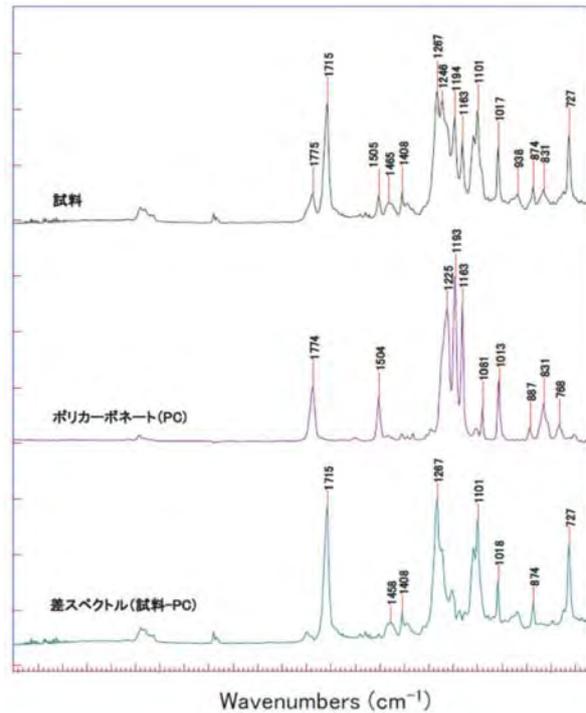
FT-IRによる混合物試料の成分分析

FT-IR分析は化学物質の成分分析で最もよく利用されている分析法で、試料に赤外光を吸収させ、その吸収スペクトルを既知の材料のスペクトルと比較し成分を推定します。しかしながら、FT-IR分析はクロマトグラフィーのように複数の成分を分離して測定することができないため、混合物試料の場合には解析が困難な場合があります。例えば、ゴム試料はシリカや炭酸カルシウム、鉱物油のような充填剤や可塑剤などを含んでいますし、塗料などは塗膜樹脂自体が複数成分であったり、多層構造の場合もあります。このような場合は有機溶剤、酸、アルカリなどに一部の成分を溶解させるなどして分離しますが、物理的に分離できない成分については差スペクトルを利用してプログラムのスペクトルを分離します。

例えば、図の試料は1775、1505 cm^{-1} 等の吸収からポリカーボネート(PC)が含まれていると予想されますので、試料からPCのスペクトルを引いた差スペクトルを求めます。この差スペクトルはポリブチレンテレフタレート(PBT)のスペクトルとほぼ一致しますので、この試料はPCとPBTをブレンドしたポリマーと推定でき

ます。

このような材料の成分分析のご要望がありましたらご相談ください。



(製品技術研究室 朝日 真澄)

TEL (052) 654-9889

特集 1 技術・研究紹介

磁気測定分野における最近の取組み

当所では、「工業材料・部品及び製品の電気・磁気特性の評価」を得意技術の一つとして相談や依頼試験等の技術支援を実施していますが、関連分野での技術動向を踏まえた課題も増えてきています。例えば、電気自動車動力源のモータや、無線給電システムなどに代表されるようなエネルギー伝達機器に使用されるコア材の性能向上は開発上の課題となっていることは周知の通りです。また、デバイスの軽量化、レアメタル代替材など原材料の省資源化といった課題の解決も必要となってきています。こうした背景から、製品要素の評価として磁気測定のニーズが増してきています。当所では平成24年度に導入した磁化特性測定装置を活用してこのような課題に対応しておりますが¹⁾、ここでは磁気測定分野での技術支援を充実させるために最近取り組んできた事例を紹介いたします。

モータやトランスのコア材として古くから利用されている電磁鋼帯²⁾は、弱電分野への利用など用途も広がっています。こうした軟質磁性材料の特性評価では、磁気飽和するまでの磁界範囲での初期特性やマイナーループを含むBH特性の履歴に関する知見を要する場合が多くなってきています。そのためには供試試料に対して確実な消磁を施し、無着磁状態から磁気飽和するまでのBH曲線を広い測定磁界範囲にわたって採取することが必要になり得ます。

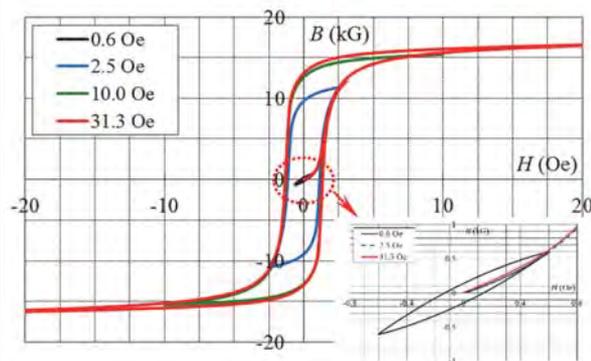


図1. 電磁鋼帯のBH特性曲線実測例

対応した一課題として、測定前の各回で試験体を測定系から切り離して供試試料の消磁を施してから測定系に再接続し、測定で加える磁界を順次増加させながら電磁鋼帯のBH曲線は無補正で採取した実測例を図1に示します。

この他にも、次のような課題にも取り組んできました。

- ・ 交流磁化特性の実測による鉄損におけるヒステリシス損と渦電流損の分離抽出とその周波数特性及び温度特性評価
- ・ 磁気製品要素材に使用される電磁鋼帯の階級²⁾判別
- ・ 常磁性塩、各種ステンレス鋼材及び高透磁率磁性材等の透磁率の定量

近年では磁性材料単体に限らず、高機能・軽量化を目指して各種樹脂や繊維等に磁性剤を分散させた材料の開発も盛んになっており、このような測定ニーズも増えてきています。

日本工業規格等に準拠した測定等が基本ですが、供試材に応じた測定系の提案や自作プローブの計器への併用、実測結果からの解析など、これまで蓄積してきたノウハウを用いて対応できる範囲を拡げていき、この分野での得意技術の幅と厚みを増していくように努めていきます。技術相談や測定・評価のご依頼などご利用をお待ちしております。

【参考資料】

- 1) 「月刊名工研」No. 732 (H25 1月号).
- 2) 日本工業規格JIS C 2552「無方向性電磁鋼帯」.

(電子技術研究室 小田 究)

TEL (052) 654-9929

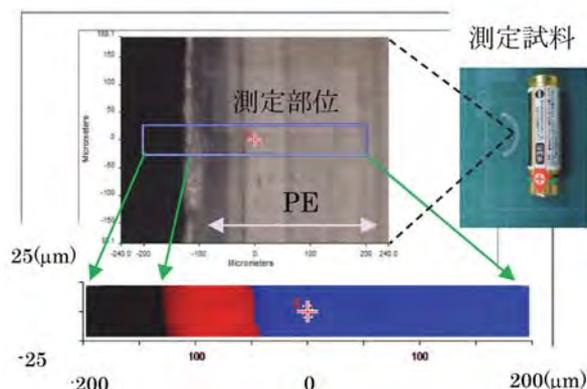
特集 1 技術・研究紹介

高分子材料の劣化解析

高分子材料は軽くて丈夫ですが、長年の使用により劣化します。劣化の過程では、主に光や熱により高分子主鎖が切断され、分子量の低下が起こります。その評価方法としては、GPC法による分子量測定を行うことが最も適していますが、ポリスチレンやポリカーボネートなど測定可能な樹脂に限られます。

ここでは、ポリエチレンの劣化による化学構造変化について赤外イメージングという新しい手法を用いて検討した結果を紹介します。長年使用したポリエチレン製のパイプをカットし、その断面を分析しました。内部から幅50×奥行400 μm の範囲で赤外線ATRイメージング測定を行ったところ、内面に近いところのスペクトルには、ポリエチレンの劣化の際に生じると思われる 1700cm^{-1} 付近にカルボニルの吸収が観察されました。一方、外側に近いところのスペクトルにはカルボニルの吸収は見られず、全く劣化していないポリエチレンのスペクトルが得られました。

これらのデータを基に、パイプ断面全体のケミカルイメージングを行いました。その結果を図1に示します。内面から60~80 μm のところまで赤くなっていることから、内面からこの範囲まで劣化が進行していることがわかりました。



(試料提供：(株)オンダ製作所)

図1 パイプ断面のケミカルイメージ

(有機材料研究室 小田 三都郎)

TEL (052) 654-9905

高周波領域での高精度な誘電特性の測定

電気を通さない物質を絶縁体と呼びます。この絶縁体に外部から電圧（電界）をかけた際、材料内部に電気を蓄積できるときには、これらを誘電体とも呼びます。この誘電体としての特性は（複素）誘電率や誘電特性と呼ばれています。本来は電気を流さない絶縁体ですが、この誘電体としての特性のため、用いられる周波数が高かったり電力が大きい場合には、ノイズの発生や効率の低下など、製品開発で無視できない要因となります。

当所では、材料開発に必要なこの誘電率をGHz帯の高い周波数領域でも測定できるよう、（公財）JKAの設備拡充補助事業（H23年度）を受け、「高周波材料特性測定装置」を導入しています。中でも、材料の微妙な変化による誘電率の変化に対しては、空洞共振器を用いた摂動法による高精度な測定を2.45 GHz、5.8 GHzの2種類の周波数で提供しています。

被測定材には薄膜や棒材をご用意いただき、空洞共振器の中心部に挿入して測定します。被測定材の加工精度や吸水状態が測定結果として反映されるほどの精度で測定が可能ですので、測定の再現性などでお困りのかたはご相談ください。



空洞共振器に挿入される被測定材料

(電子技術研究室 八木橋 信)

TEL (052) 654-9937

特集 1 技術・研究紹介

LED照明のちらつきの測定

近年急速に普及したLED照明は電気用品安全法で「ちらつきを感じないものであること」(*)が求められています。具体的には下記の(a)又は(b)を満たす場合、ちらつきを感じないものとなります。(a)出力に欠落部(光出力のピーク値の5%以下の部分)がなく、繰り返し周波数が100Hz以上であるもの。(b)光出力の繰り返し周波数が500Hz以上であるもの。

LEDは安定した直流電源が入力されればちらつきは発生しません。しかし、100V 50/60Hzの交流電源から変換した不安定な直流電源を入力した場合ちらつきが発生することがあります。当所では簡易な受光素子とオシロスコープを用いてちらつき測定を行っております。

例として、市販のLED電球のちらつきを測定した結果を図に示します。グラフからLED電球の明るさが周期的に変動していることが確認できます。約0.042sで5周期の波が繰り返されており、周波数は約119Hzです。また、明るさは0.4~0.5程度で変動しており、最も明るい値の

約75%まで低下します。測定したLED電球は、上記電気用品安全法の(a)の条件を満たしており、「ちらつきを感じないものであること」がいえま

す。当所ではLED照明のちらつきの測定の他にも、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。

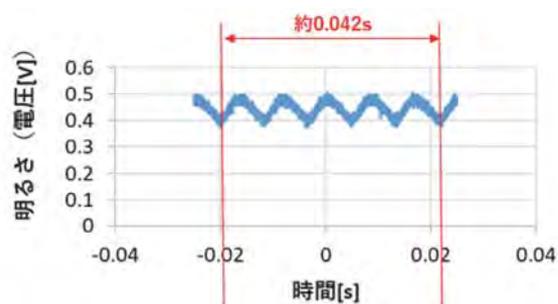


図 LED電球のちらつき測定結果

※詳細な規制項目は電気用品安全法をご確認ください

(電子技術研究室 立松 昌)

TEL (052) 654-9935

拡散材の反射・透過散乱特性評価

図1のゴニオフォトメータ自動計測装置(GP-4・ニッカ電測製)では、板状試料の表面で反射する光、又は、試料を透過する光の角度分布を測定することができます。中央の試料台に置いた試料の周りを、投光器及び受光器が回転し、入射および受光角度を設定できます。本装置では、シミュレーションソフトにおける材質の反射特性のパラメータである、双方向反射率分布関数(BRDF)を測定できます。これは、ある方向から入射した光が、それぞれの方向にどれだけ反射するかを表す関数です。ツルツルな表面とザラザラな表面では反射の様子が異なるように、BRDFは重要なパラメータの1つです。

図2は測定例で、入射角度60°における、標準白色板(特性が完全拡散反射に近い試料)と画用紙の反射特性の比較です。わかりやすくするため、BRDFにコサインを掛けたCCBRDFを極座標で表しております。画用紙の結果が左側に

伸びていることから、標準白色板に比べて画用紙の鏡面反射成分が大きいことが分かります。

反射・透過散乱特性に関するご相談がありましたら、お気軽にお問い合わせください。

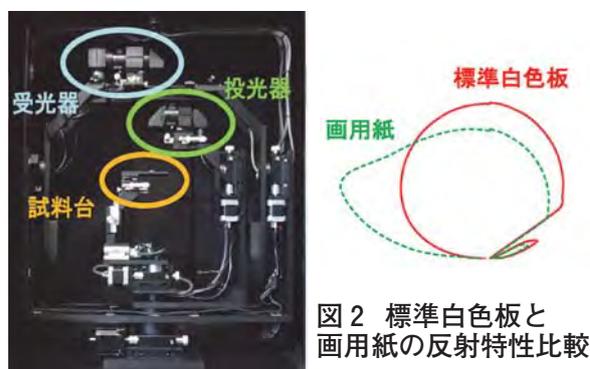


図1 計測装置

(電子技術研究室 村瀬 真)

TEL (052) 654-9930

特集 1 技術・研究紹介

断面解析による表面処理不良の原因調査

表面処理された製品において、様々な不良の相談が当所に寄せられます。その中の一つとしてブツが挙げられます。ブツとは部分的に微小凸部が発生した状態を言い、一般的には微小な異物の混入によるものを示します。その原因調査方法として、表面からの解析では塗膜やめっきの表面処理膜により原因がはっきりしないことが多く、断面からの解析が有効です。断面解析とは、まず試料を埋込樹脂に包埋後、研磨紙などで研磨し、断面試料を作製して顕微鏡で観察する方法です。分析機能付走査電子顕微鏡を使用すれば、元素分析から、より多くの情報を得ることができます。この方法によりブツの原因である異物の組成や、多層膜の場合ほどの層への混入かなどを明確にすることが可能です。

ここで当所に相談された事例について報告いたします。多層塗装を施した製品表面における微小凸部の断面写真を図1に示します。微小凸不良の原因は異物の混入と判断することができ、アルミフレークが確認されたことから、異物は塗装に使用されているアルミフレーク含有塗料のダマであると考えられます。対策としては塗料のろ過によるダマの除去や攪拌によるダマの発生防止、及びスプレーガンの洗浄などが有効であると推察されます。

次に、アルミニウム合金上に塗装を施した製品表面における微小凸部の断面写真を図2に示します。塗膜中の異物の組成がアルミニウム合金であり、母材と同様の組成であることと、母材と繋がっていることから、母材の切削加工の際に発生したバリが原因で微小凸不良が発生したと考えられます。対策としては切削加工後のバリ取り工程や切削工具の使用期間の見直しなどが有効であると推察されます。

このように表面からでは同じ様な微小凸不良に見えても異物の混入や母材の表面異常など原

因は様々であり、対策も異なります。そこで断面解析をすることにより不良原因が明確化すれば、最善の不良対策に辿り着くことが可能になります。

今回は表面処理不良のうちブツを例にして紹介しましたが、その他の不良についても断面解析を行うことにより問題解決の糸口になることがあります。製品表面に発生したトラブルで、何かお困りの際は、お気軽にご相談ください。

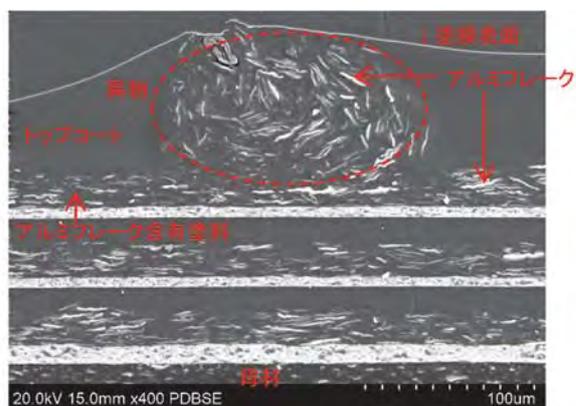


図1 多層塗装を施した製品表面における微小凸部の断面写真

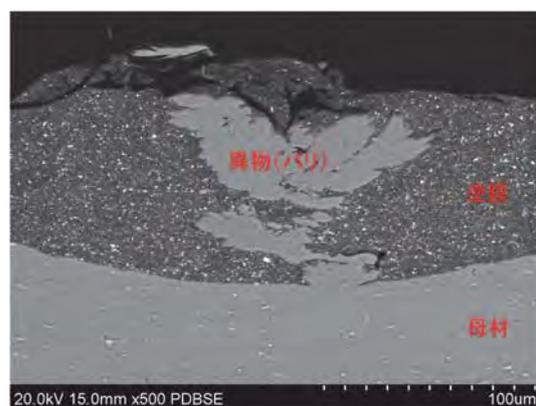


図2 アルミニウム合金上に塗装を施した製品表面における微小凸部の断面写真

(金属・表面技術研究室 浅野 成宏)

TEL (052) 654-9887

特集 1 技術・研究紹介

小さい試験体での遮音材の音響透過損失測定方法の検討

材料の遮音性を評価する場合には、音響透過損失の測定が行われます。音響透過損失とは、入射した音響パワーに対して、透過した音響パワーがどの程度小さくなっているかをdB単位で表した数値で、値が大きいほど遮音性が高いことになります。

測定方法には、残響室等の測定室を用いる方法と、音響管を用いる方法があります。音響管での測定は試験体が小さく、垂直入射条件での材料特性を簡便に評価することができます(図1)。

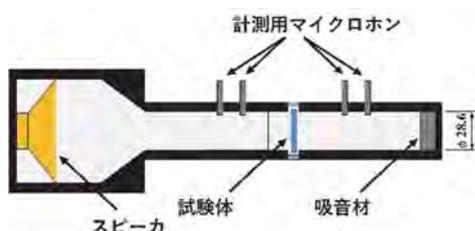


図1 垂直入射音響透過損失測定装置概略図

しかし、この方法は、連続気泡の発泡体や綿のように通気性の良いものはうまく測定できませんが、遮音材のように通気性の悪いものの測定には注意を要します。

音響透過損失というのは、密度や弾性率のような形状等に無関係な物性値とは異なり、設置する条件の影響を受けます。特に試験体が小さいと、境界条件で定まる振動特性の影響が強く現れることがあります。残響室を使用した測定では、大きな試験体を使用して測定するため対象周波数範囲でこうした影響が生じにくく、通気性のない単層のアルミニウム板等の試験体で質量則に近い結果を測定できます。質量則というのは、音の伝達現象を一次元的に単純化して導かれたものです。無限大の薄板についての垂直入射の音響透過損失 TL_0 は次の式で表されます。

$$TL_0 = 20 \cdot \log_{10}(f \cdot m) - 43 \text{ [dB]}$$

f : 周波数 [Hz]、 m : 面密度 [kg/m^2]

式からわかるとおり、周波数が高いほど、ま

た面密度が高い(面積当たりの質量が大きい)ほど、音響透過損失が高くなる特徴を示します(図2黒線)。

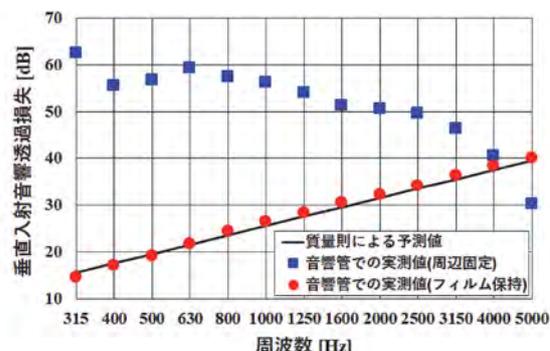


図2 アルミニウム板(t=1mm)の音響透過損失測定結果

ところが、音響管で測定すると質量則とは合わなくなってしまいます(図2青四角)。これは結果が間違っているということではなく、小さい試験体を周辺固定したという特殊な条件での測定結果になってしまうから、と理解できます。そこで拘束方法を工夫し、遮音材のような通気性のない材料の小さい試験体での測定法として、フィルムを使用した方法を検討しました。

図3のように試験体をフィルムで保持し、過度な拘束を避け、音漏れを極力防ぐようにして実験しました。その結果、図2の赤丸のようにアルミニウム板の試験体で質量則に近い測定結果を得ることができました。

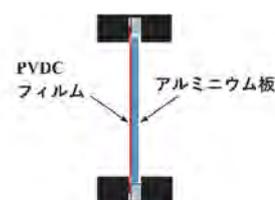


図3 試験体設置方法

遮音材のような材料は音響管での測定が難しく、活用しにくいデータしか取得できないことが多くあります。当所では測定条件を確認して頂けるよう、なるべく立ち合いの下で測定を行っております。ご相談等ございましたら、お気軽にお問い合わせください。

(計測技術研究室 山内 健慈)

TEL (052) 654-9877

特集 2 設備紹介

<IoT活用拠点> 3Dものづくり支援センターの紹介

工業研究所では、平成28年度第二次補正予算 地方創生拠点整備交付金「IoTを活用したものづくり開発支援事業」を受けて、中間実験工場1階を改修し、平成30年3月に「<IoT活用拠点> 3Dものづくり支援センター」を開設いたしました。また、平成28年度補正予算 地域新成長産業創出促進事業費補助金「地域未来投資の活性化のための基盤強化事業」を受けて、X線CT装置を導入しました。このほかにも、三次元造形機、三次元測定機等の既存の設備を移設・設置し、これらのデジタルものづくり装置をネットワークで連携することによって、効果的な技術指導を目指します。

デジタルものづくりに興味があるが、「どうやって利用したらよいかわからない」「機器が高価でコストを回収できるかわからない」といった意見を伺うことがあります。このような意見にも対応できるように、技術相談や依頼試験による課題解決に加え、講演会や見学会を通して、相談者がデジタルものづくりに触れる機会も提供します。

当センター及び設置機器にご興味ございましたら、まずはお気軽にお問合せください。

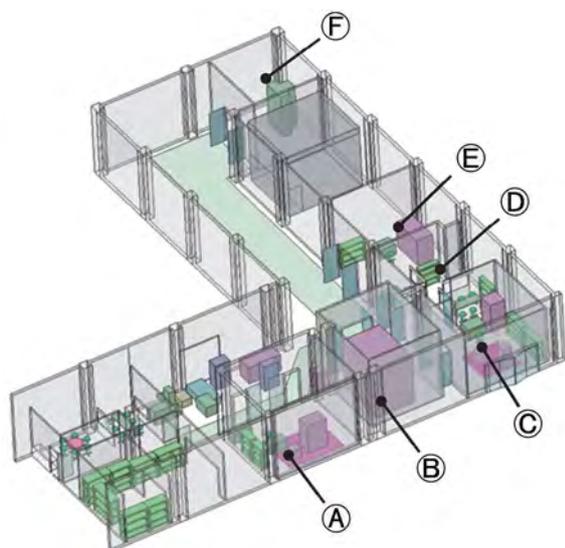


図1 3Dものづくり支援センターの模式図

【設置機器の概要】

① 3D造形室

〔三次元造形機〕

金型を使用せずCADデータから直接プラスチック製品を作製する装置です。金型を作製する前に機能性やデザインなどの確認が可能です。

X線CT装置や非接触三次元デジタイザを利用することにより、クレイモデルなどのリバースエンジニアリングが可能です。



② 3D測定室 I

〔CNC三次元測定機〕

門移動構造の大型三次元座標測定機であり、縦2000x横1600x高さ800mm、重さ3000kg までの金型等の測定が出来ます。接触式測定に加えて、ラインレーザープローブによる非接触三次元形状測定が可能です。



特集 2 設備紹介

◎ 3D測定室Ⅱ

[非接触三次元デジタイザ]

表面形状を、三次元座標値を持った点群データとして測定するシステムです。測定対象に縞模様を投影し、そのイメージをCCDカメラで取り込み計算することで表面形状を測定します。測定対象の大きさに合わせたレンズ（5段階）に交換でき、幅広い測定が可能です。



◎ 3Dものづくり相談コーナー

当センターに設置したデジタルものづくり装置からデータを集約できるサーバーを配置し、各装置から取得した3Dデータや解析結果等を見ながら総合的に技術相談を行います。

[三次元動作計測システム]

計測対象の三次元空間上の位置や移動速度を非接触で高速に測定できるシステムです。動作機構を持つ製品の動作確認や、製品に負荷をかけた際の変形の過程を確認できます。また、機械を操作する人の挙動を含めた測定をすることで機械の使い方を考慮した効果的な製品設計に活用できます。



◎ X線CT室

[X線CT装置]

物体を透過する能力を持つX線を利用して、対象の内部構造を含めた3次元画像を取得できる非破壊検査装置です。製品内部の形状や、欠陥および内包物の分布などを、素早く立体的に評価できます。また、取得された三次元形状データは、CADとの比較や三次元造形、シミュレーションなど幅広い用途に活用できます。



◎ 衝撃試験室

[衝撃圧縮試験機]

自動車のクラッシュボックスなどの衝撃吸収部材の性能評価に使用できます。ストライカー治具を取り替えることによって、各種規格試験にも対応可能です。



(支援総括室)

TEL (052) 661-3161

特集 2 設備紹介

X線CT装置の紹介（新規導入設備）

前々号（No. 791）にてご紹介しましたように、本年3月に開設しました「3Dものづくり支援センター」に、X線CT装置を新規導入いたしました。

電磁波の一種であるX線は、物体を透過する能力が高いため、照射した対象の内部を調査することが可能です。この特長を活かして、工業や医療の分野で透視撮影（レントゲン）や3次元撮影（CT）などに用いられています。

当所では既に、平成21年度にX線CT装置を1台導入し、これまで多くの方々にご利用頂いてきました。今回の装置を加えて2台体制とすることで、より充実した支援に取り組んで参ります。

<主な仕様>

型式：inspeXio SMX-225CT FPD HR

メーカー：(株)島津製作所

X線管電圧：最大225kV

最小焦点寸法：4 μ m

最大試料寸法&スキャン範囲： ϕ 400×H300mm

X線検出器：16インチフラットパネル（約1400万画素）、階調16ビット（65536階調）

図2に電子基板の透視画像を、図3に自動車部品の3次元（3D）画像を示します。電子機器や機構部品の内部観察にご利用頂けます。本装置では、検出器が大きく一度に広範囲を撮影でき、また画像の積算取得やノイズ低減機能も有しており、それらを活かした詳細な観察が可能です。

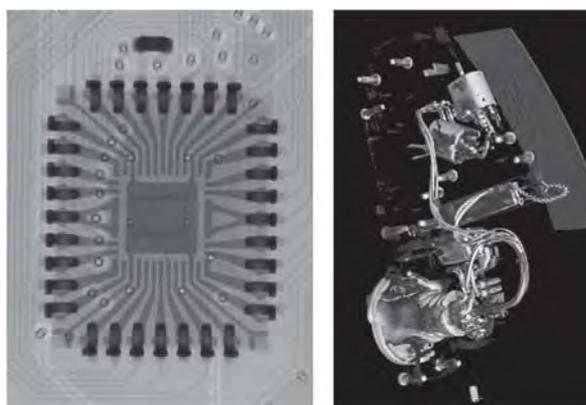
CT撮影では3次元データが取得されますので、図4,5のような金属や樹脂に生じる「巣」と呼ばれる内部欠陥も、分布を立体的に捉えることが出来ます。また3次元形状取得ツールとして、3Dプリンタや3Dスキャナなどとの連携も可能です。

さらに本装置では、画像のコントラストが大幅に向上したことで、図5のようにこれまで難しかった炭素繊維強化プラスチック（CFRP）の繊維の詳細な観察が可能となりました。

様々な場面でのご活用をお待ちしております。

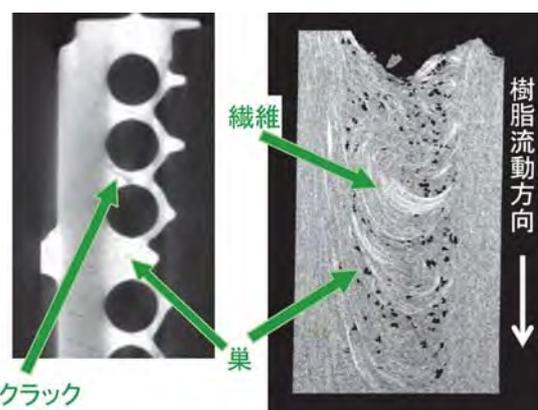


図1 装置外観



(左)図2 基板に実装されたIC（透視撮影）

(右)図3 自動車部品（ドアミラー）（CT撮影）



(左)図4 アルミ鋳造品の内部欠陥（巣、ポイド）

(右)図5 CFRP射出成形品（白色部が炭素繊維）

※本装置は、平成28年度補正予算 地域新成長産業創出促進事業費補助金「地域未来投資の活性化のための基盤強化事業」にて導入されました。

(生産システム研究室 岩間 由希)

TEL (052) 654-9951

特集 2 設備紹介

蛍光X線分析装置((公財)JKA 平成29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29年度機械設備拡充補助事業により、蛍光X線分析装置(図1)を導入しました。

本装置は、管球で発生するX線を物質に照射し、放出された蛍光X線を検出する分析機器です。金属材料、窯業材料、有機材料など各種材料中に含有する元素の種類(定性)や元素の量(定量)を、複雑な前処理なしで簡便に測定できます。波長分散型の蛍光X線分析装置であるため、軽元素の測定も可能です。表1に本装置の主な仕様を示します。

表1 主な仕様

- ・機器名：ZSX Primus IV
- ・メーカー：(株)リガク
- ・X線管：エンドウィンドウ型、Rhターゲット 4kW
- ・測定可能元素： ${}^4\text{Be}\sim{}_{92}\text{U}$
- ・検出器：重元素用：SC、軽元素用：F-PC
- ・液体試料測定、ポイント・マッピング測定可能
- ・定性、定量、FP法ソフトウェア、散乱線FP法ソフトウェア
- ・試料前処理装置：電動式試料成形機、ガラスビード作製装置



図1 蛍光X線分析装置

本装置の用途例および測定解析例を以下に示します。

【用途例】

- ・鉄鋼や非鉄金属の成分分析
- ・プラスチック中の添加剤の分析
- ・セラミックス製品や材料の分析
- ・微小領域に局在した異物の分析
- ・排水や廃棄物の分析
- ・製品や材料中の有害元素の分析

【測定解析例】

廃基板を粉碎後、電動式試料成形機(プレス)を使用して作製した加圧成形試料を測定した結果を表2に示します。

表2 廃基板の蛍光X線分析結果 単位mass%

成分名	分析値	成分名	分析値	成分名	分析値
B	0.826	K	0.0285	Rb	0.0068
C	24.4	Ca	3.77	Sr	0.0174
O	40.2	Ti	0.319	Zr	0.0049
Na	0.0829	Cr	0.0658	Ag	0.0516
Mg	0.588	Mn	0.0316	Sn	0.659
Al	5.84	Fe	1.34	Sb	0.0388
Si	12.3	Ni	0.459	Ba	1.38
P	0.466	Cu	6.15	Au	0.0133
S	0.332	Zn	0.367	Pb	0.0157
Cl	0.0364	Br	0.227	Bi	0.0041

本装置では、簡単な試料の前処理後、約15分という短時間の測定により、微量成分まで感度良く半定量分析を行うことができます(表2)。

当所では、本事業で導入した蛍光X線分析装置やICP発光分光分析装置等を使用して、各種製品や材料の元素分析を行っています。元素分析に関する技術相談がございましたら、お気軽にお問合せください。

(環境技術研究室 野々部恵美子)

TEL (052) 654-9919

特集 2 設備紹介

先端技術開放試験室 (E408) の機器紹介

当所の先端技術開放試験室 (E408) では、企業の皆様ご自身で操作できる様々な測定評価機器を設置しており、1日または半日単位で利用できます。ここでは、平成30年度より新たに利用できるようになった機器をご紹介します。自社の研究開発や製品の品質向上、不良解析等にご活用ください。

【ナノインデントー】

材料や薄膜の表面の硬さやヤング率を測定する装置です。試料表面に圧子を微小な力で押し込み、圧子の押し込み力と押し込み深さを測定し、物性値を導出します。

〈仕様〉

メーカー: エリオニクス 型式: ENT-1100a 測定範囲: 0 ~ 20 μm

試料台の大きさ: $\Phi 50\text{mm}$



【接触角計】

試料表面に液滴を接触させ、液滴と試料の界面の接触角を測定して、ぬれ性を評価する装置です。ぬれ性の数値化、清浄度評価、表面自由エネルギー解析、浸透吸収の評価が行えます。

〈仕様〉

メーカー: 協和界面科学 型式: DM300 撮像方式: CCDカメラ

最大試料寸法: 150 (W) × 150 (D) × 35 (T) mm



【フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR)】

主に有機物質の同定を行う装置です。物質に赤外光を照射し、吸収されたスペクトルと既知のスペクトルとを比較することで同定します。

〈仕様〉

メーカー: PerkinElmer 型式: Frontier MIR/FIR 波数精度: 0.5 cm^{-1}



【引張試験機】

プラスチック、ゴム、金属などの材料の両端をつかみ具で引張り、機械的強度特性を測定します。材料の強度評価、品質管理が行えます。

〈仕様〉

メーカー: 島津製作所 型式: AG-Xplus 最大負荷容量: 10kN

クロスヘッド速度: 0.0005 ~ 1500 mm/min



【触針式段差計】

試料表面に触針を接触させながら走査し、試料表面の段差、粗さ、うねりなどを測定します。薄膜の厚さ、加工面の表面形状の評価ができます。

〈仕様〉

メーカー: KLA-Tencor 型式: Alpha-Step IQ

針圧設定範囲: 1.0 mg ~ 99.9 mg

測定再現性: 0.8 nm (20 μm レンジにおける標準偏差)



特集 2 設備紹介

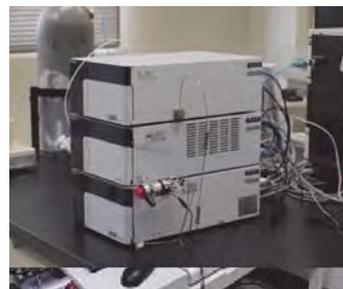
【液体クロマトグラフ】

分析したい試料を溶媒に溶解させカラムに送り、カラムを通過する際の物質の速度差を利用して溶液中の物質を分離させ物質の同定を行います。

〈仕様〉

メーカー：島津製作所

型式：SPD-20A・UV-VIS検出器/CBM-20A・システムコントローラー / LC-20A・送液ユニット 波長測定範囲：190nm～700nm



【全有機炭素計】

試料中に含まれる炭素を酸化させ発生する二酸化炭素の量を測定することにより、水中の有機物の量を測定する装置です。

〈仕様〉

メーカー：島津製作所 型式：TOC-V CPH オートサンプラー ASI-V

測定範囲：TC 0～25000mg/L IC 0～30000mg/L

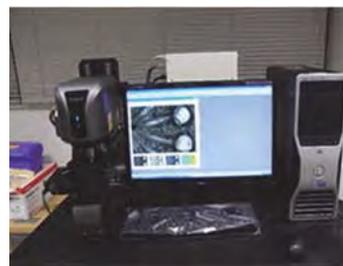


【レーザー顕微鏡】

測定対象の表面の微細な形状を測定します。対象物にレーザー光を当てXY方向にスキャンさせて、Z方向の焦点を合わせることで三次元的な測定を行います。

〈仕様〉

メーカー：キーエンス 型式：VK-9710 表示分解能：0.001μm



利用料金は料金表 (<http://www.nmiri.city.nagoya.jp/pdf/commission.pdf>) のP. 11をご覧ください。

予約およびご不明点がございましたらお気軽にご相談ください。
ご利用をお待ちしております。

(プロジェクト推進室 山田 範明)
TEL052(654)9913

名工研・技術情報 Vol.7 (No. 795)

発行日 平成30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 2018年3月～2018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