



# 月刊名工研

No.799

2018 年 12 月 1 日発行

※NMIRI : Nagoya Municipal Industrial Research Institute

## とびっくす

- 【技術紹介】 X線回折装置を用いた薄膜の組成分析
- 【研究紹介】 抽出試薬を用いた連続向流泡沫分離法によるパラジウム回収の検討  
環境に配慮した超はっ水紙材の紹介
- 【お知らせ】 一般公開「みんなのテクノひろば 2018」開催報告  
平成 30 年度中部公設試験研究機関研究者表彰を受賞して



## 【技術紹介】

### X線回折装置を用いた薄膜の組成分析

結晶性を持つ物質や材料の組成分析を非破壊で行う場合、一般的に X 線回折装置 (XRD) が用いられます。当所では、平成 27 年度に XRD を新規導入し(月刊名工研 No.764 参照)、様々な材料の結晶相同定や定性分析に利用しています。

今回は薄膜の組成分析を行うための特殊測定を紹介します。試料測定部に照射する入射 X 線を  $1^\circ$  以下の角度に固定したまま回折された散乱 X 線を測定します(図1)。この方法は平行法と呼ばれ、組成分析によく利用される集中法に比べて測定感度は下がりますが、より材料表面からの結晶情報を得ることができます。

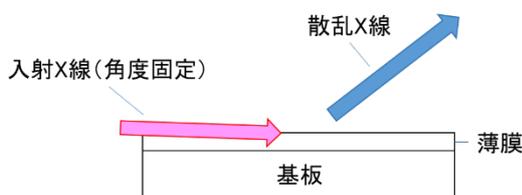


図1 平行法を用いた XRD 測定

銅(Cu)基板の上に厚さ  $1\mu\text{m}$  以下のニッケル(Ni)めっきを施した試料を XRD によって測定して、得られたスペクトルパターンを図2に示しました。図2(a)が集中法、(b)が平行法による測定結果です。集中法では基板である Cu 由来のピークのみ観測されたのに対し、平行法では基板の Cu ピークと共に、Ni 由来のピークが明瞭に観測されました。

このように、 $1\mu\text{m}$  以下の薄膜試料でも測定が可能です。X 線回折を用いた測定にご興味がありましたら、お気軽にお問い合わせください。

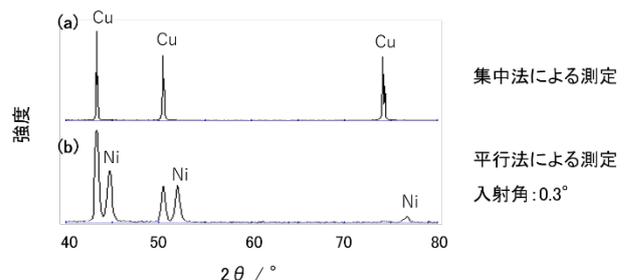


図2 Cu 基板 Ni めっきの XRD スペクトル

(環境技術研究室 岸川 允幸)

TEL(052) 654-9884

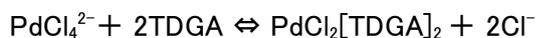
## 【研究紹介】

## 抽出試薬を用いた連続向流泡沫分離法によるパラジウム回収の検討

当所が名古屋大学と共同開発した連続向流泡沫分離法は、泡沫相にフィード溶液(金属溶液)ならびに界面活性剤溶液を個別かつ同時に導入し、回収対象金属の回収と相互分離を同時に向上させる手法(図 1 参照)で、これまでに非イオン界面活性剤 PONPE を用いて希薄溶液からの金やガリウムの選択的分離回収を実施してきました。しかし PONPE は特定金属以外との相互作用は示さず、この系での拡張・汎用化は困難でした。一方、SDS に代表されるアニオン界面活性剤を用いた場合には、多種の金属イオンと相互作用して選択分離に至らず、沈殿・析出物形成も伴う欠点も見られました。

そこで、抽出操作条件による幅広い金属種を選択分離可能な溶媒抽出の抽出試薬に着目し、界面活性剤との混合による本法への適用を探りましたが、消泡などの極端な泡沫の不安定化や、ICP による金属濃度測定での干渉など、市販品での検討継続は困難でした。

本研究では、産業技術総合研究所で開発されたパラジウム抽出試薬 TDGA(図 2 参照)を用いて、本法によるパラジウムの選択的分離回収を検討しました。TDGA の溶媒抽出機構は下記に示す溶媒和型と報告されています。



この試薬を用いた成分溶液からの溶媒抽出では、パラジウムは 100%、白金、鉄、銅、亜鉛はそれぞれ 1%未満と、良好な選択抽出が得られました。

次に予備実験において、TDGA とノニオン界面活性剤との組合せで均一混合系を探索したところ、均一混合には至らずも、溶液中に極微小油滴の安定分散な系を見出しました。そこで本法への適用を行ったところ、頻繁な鬆(す)の発生に伴う泡沫相の分断によりパラジウムは 45%程度と低い回収率であるものの、他の金属は全て 1%以下に抑えられ、良好な選択分離を達成しました。既報の PONPE 系では、泡沫表面自体が分離媒体である

ため、泡沫相が分断されると、相内の下方流による夾雑物洗浄効果が薄れて、選択分離が著しく低下する傾向が見られました。しかし本系では、極微小油滴が泡沫表面上の分離媒体として、周囲の同伴水との金属抽出を完了し、鬆の存在に影響を受けにくい事が分かりました。

また、より親水性の高い試薬を用いて同条件で試した処、高分離度を維持したままパラジウムの回収率は 95%まで向上して、本法での良好な選択分離回収を達成できました。

当所では、連続向流泡沫分離法を用いた希少金属の分離回収方法の検討を続けています。お気軽にご相談ください。

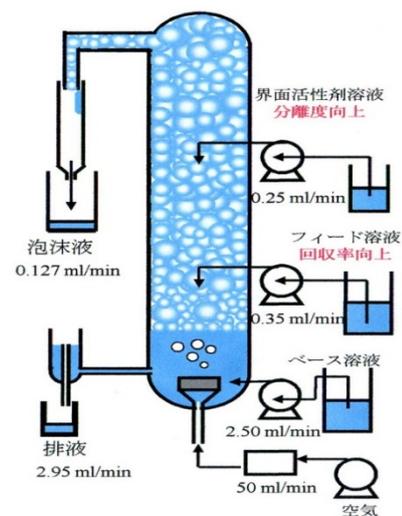


図 1 本法の装置図

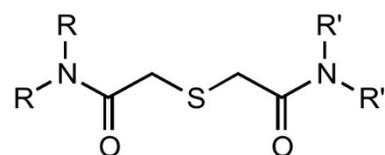


図 2 TDGA の分子構造

【参考】日本金属学会誌 81(4), pp. 186-191 (2017).

(環境技術研究室 木下 武彦)

TEL(052)654-9922

## 環境に配慮した超はっ水紙材の紹介

近年、マイクロプラスチックによる海洋汚染が大きな話題になっています。マイクロプラスチックとは、大きさが数ミリ以下の小さなプラスチックの総称です。現在、環境に流出するプラスチックの削減について国際的な課題解決が求められています。そのような中、プラスチック製品の代替として紙製品の活用が注目されています。植物由来の紙は安全性が高い、軽い、丈夫など多くの長所を有していますが、一方で水に弱いという特徴があります。はっ水性を必要とする場合、紙材表面をワックス等で加工してはっ水性を持たせていますが、はっ水材が含まれた紙はリサイクルに手間がかかり、また環境に排出された場合にも容易に分解しないといった懸念があります。用途に応じた十分な強度とリサイクル性を備えた紙材料が求められています。

我々はこれまで材料表面のはっ水化に関する研究を実施し、天然物由来のゲル化剤と飽和脂肪酸を利用した超はっ水表面の開発に成功しています<sup>1)</sup>。以下では当所で取り組んだ、段ボール紙の超はっ水化の研究事例についてご紹介します。

具体的には、ゲル化剤に12-ヒドロキシステアリン酸、ステアリン酸を用いてはっ水剤を調製しました。これらの原料はともに化粧品や廃油処理等に用いられる植物由来の化合物です。はっ水剤を塗布した段ボール表面は、水滴がコロコロと転がり落ちるような超はっ水性を示しました(図 1a)<sup>2)</sup>。

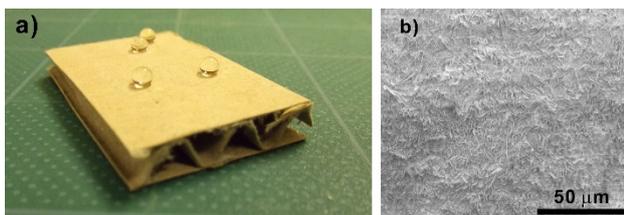


図 1 a) 超はっ水化した段ボールと、b) その表面の電子顕微鏡写真

その段ボールの表面を電子顕微鏡で観察すると、表面に微小な結晶が析出している様子が観察されました(図 1b))。このことから、超はっ水性の発現は、ゲル中での微小結晶の析出により適度な表面粗さが形成されたためと考えられます<sup>1)</sup>。防水性について、短時間の水濡れであれば未処理段ボールに比べ、水平圧縮、垂直圧縮ともに高い強度を保持できていることが分かりました。

次に、超はっ水化した段ボールがリサイクル可能かどうかを検討しました。評価法として、超はっ水化段ボールを1M水酸化ナトリウム水溶液中で攪拌し、均一に離解・分散できるかを確認しました。分散溶液は均一となり、再度ろ過・乾燥すると、未処理の段ボールの場合と同様なパルプ状に戻りました(図2)。今回作製した超はっ水化段ボールは容易に離解でき、通常の段ボールと同程度のリサイクル性を有することが示唆されます。

今回紹介した超はっ水化段ボールは、はっ水特性の物理的な耐久性や長期的な防水性は高くありません。そのため適用範囲は限られますが、比較的水との接触時間の短い生鮮野菜、冷凍食品向けなどへの利用が期待されます。このような、はっ水化技術の利用や評価にご興味ありましたら、お気軽にお問い合わせください。

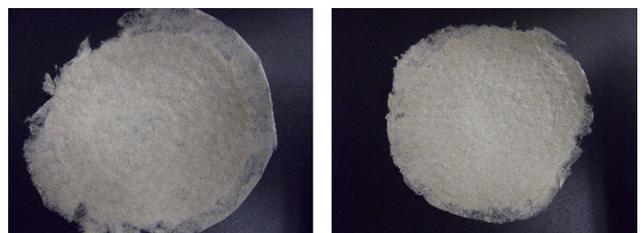


図 2 離解処理後、ろ過・乾燥した段ボール (左：未処理、右：はっ水加工)

参考

1) 月刊名工研 No. 744

2) 特許第 5568799 号

(有機材料研究室 山中基資)

TEL (052) 654-9888

## 【お知らせ】

### ■一般公開「みんなのテクノひろば 2018」開催報告

市民の皆様にご覧に工業研究所を知っていただくためのイベント、一般公開「みんなのテクノひろば 2018」を平成 30 年 11 月 11 日(日)に開催しました。このイベントは平成 23 年度に始まり、今回が 8 回目となります。今年は、ものづくり教室として「3D プリンタでものづくり！」をはじめ 5 教室を、体験コーナーとして「モーションキャプチャ体験」をはじめ 4 コーナーを企画しました。管理棟の改修工事のため、昨年度までとは異なるメイン会場でのイベント開催となりましたが、256 名の方にご参加いただきました。アンケートでは「楽しみながら学べた」など好意的なご意見を多数いただきました。ご参加いただいた方々に厚く御礼申し上げます。



このようなイベントを通して「ものづくり企業のパートナー」である当所を市民の皆様にご覧にいただくとともに、ものづくりの楽しさを体験できる機会を設けるなど、地域産業を担う次世代の育成にも努めてまいりたいと考えておりますので、引き続き、ご支援のほどよろしくお願いいたします。

### ■平成 30 年度中部公設試験研究機関研究者表彰を受賞して

(公財)中部科学技術センターが主催する、平成 30 年度中部公設試験研究機関 研究者表彰式が愛知県産業労働センターにおいて行われ、「製品、材料の長寿命化および耐久性評価の研究・指導—耐候性、耐光性を中心として—」の業績により中部科学技術センター会長賞(指導功労者)を授与されました。



受賞は、地域企業で発生している材料や製品の耐久性、特に耐候性、耐光性の向上と評価に関する課題に対して、蓄積した技術、経験を基に材料選定、各種添加剤の配合、使用環境を想定した促進耐候性試験、劣化評価を行い、解決に取り組んできた成果によるものです。近年では、自動車内外装品、建築資材を始めとし、軽量化、デザイン性、コストダウンへの要求から材料や仕様の変更も頻繁になっており、問題も増えています。今後も耐候性、耐光性のテーマに取り組んで参りますので、お困りの方は気軽に御相談下さい。

最後に、永年にわたる研究、指導において、ご助言、ご協力をいただいた多くの関係者の皆様にご覧に感謝を申し上げます。

(製品技術研究室 丹羽 淳)

TEL(052)654-9901

### (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](mailto:kikaku@nmiri.city.nagoya.jp)