

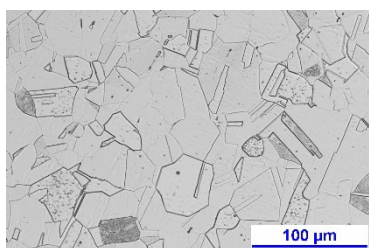
名工研・技術情報

Vol.17
(No.857)

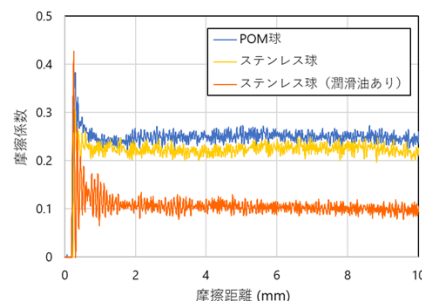
技術紹介特集（月刊名工研 2023 年 5 月～2023 年 8 月号編集版）

4つの分野の技術をご紹介します

当所では、地域の中小企業に対して技術相談や依頼試験をはじめとした技術支援を行っています。今号では、Vol.15 及び Vol.16 に引き続き当所が有する技術について「不良・破損解析」、「熱設計と電磁・光」、「材料特性・構造」、「物性評価」の 4 つのテーマでご紹介します。当所職員が保有する技術に関する知識・知見及び試験・分析装置等を知っていただき技術課題の解決のため当所を積極的にご利用いただきたく存じます。本特集号が地域の中小企業の課題解決や技術力向上のための一助となれば幸いです。



ステンレスの組織写真
(詳しくは P6 へ)



摩擦係数の測定例
(詳しくは P7 へ)

目次

特集 1 不良・破損解析 (P2～P3)

- ・めっきの膜厚による製品不良
- ・ポリプロピレンの熱による赤外スペクトル変化
- ・オーステナイト系ステンレス鋼の鋭敏化

特集 2 熱設計と電磁・光 (P3～P4)

- ・赤外分光法による透過率/反射率の測定
- ・電子部品の発熱量推定手法に関する検討
- ・バーストノイズに対するイミュニティ試験

特集 3 材料特性・構造 (P5～P6)

- ・大気圧プラズマ処理したポリプロピレンと粘着テープの 90 度はく離試験
- ・構造解析のための材料特性の取得
- ・電解研磨を用いた金属材料の組織観察

特集 4 物性評価 (P7～P8)

- ・高周波誘電特性の測定
- ・材質や表面状態による摩擦力変化の評価
- ・電池材料開発における物性評価



特集 1 不良・破損解析

めっきの膜厚による製品不良

めっきした製品の不良原因の一つとしてめっき膜厚が基準値から外れているという場合があります。過去の事例では、通常的环境下での使用において、早く錆が発生してしまった製品や、通常と異なる抵抗値を示した電気接点部品がありました。膜厚測定した結果、これらはいずれも基準値に達していないことが判明しました。

また、膜厚測定時に、膜厚だけでなく、めっきの種類が異なるということが判明する場合があります。真鍮^{しんちゅう}上へSnめっきを行った、外観が同じ2種類の試料に対して、蛍光X線式膜厚測定器で分析した際のスペクトルを図1に示します。試料Bでは真鍮の主元素であるCu、Zn、および、めっきであるSnのピークが検出されました。一方、試料AではSn、Znのピークに対して、非常に大きなNiとCuのピークが検出されました。この結果から試料Aでは、Snめっきの膜厚が薄くなっており、下地にNiめっき、Cuめっきを行ったことが推測されます。

めっきの膜厚の違いは外観からは分かりません。膜厚を測定し、基準値に達したか確認することが製品不良の予防にもつながります。当所では膜厚測定をはじめ、めっきの剥がれ、膨れ、変色、異物の付着といった様々なめっきの不良解析に取り組んでいます。お困りごとがあればご相談ください。

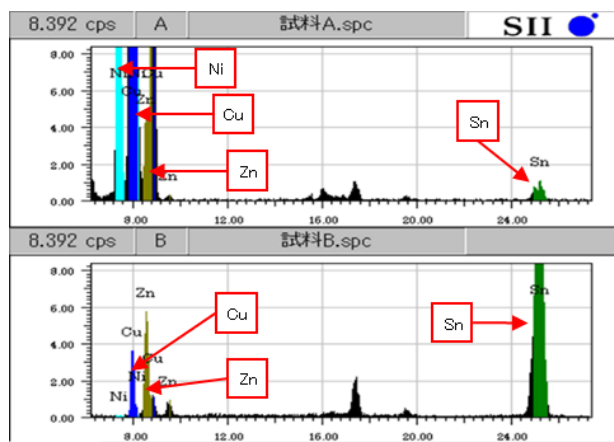


図1 スペクトル一覧

(表面技術研究室 田辺 智亮)

TEL(052)654-9943

ポリプロピレンの熱による赤外スペクトル変化

金属などの焼き入れ工程等により、金属に付着していた繊維や樹脂片などが高温により溶けて表面に融着・黒色化し不良の原因になることがあります。一般的に不良解析のため原因物質を特定するには黒変部をFT-IRで測定しますが、不良部分が熱で劣化しやすい場合は赤外スペクトルが変化し、特定が困難になる場合があります。

例えば、ポリプロピレン(PP)は炭化水素系の樹脂のため、熱により酸化されやすいことが知られています。図1は一般的なPPの赤外スペクトルです。これを300℃で3時間加熱すると、図2のように1700cm⁻¹ 辺りに酸化による吸収帯の出現、1200cm⁻¹ 以下の指紋領域の吸収の不明瞭化がおこりますが、3000cm⁻¹ 付近の吸収帯のパターンや1460cm⁻¹、1380cm⁻¹ の吸収帯の強度比などからPP熱劣化物と推定することが可能です。

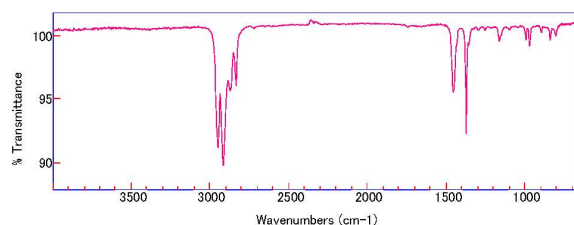


図1 一般的なPPの赤外スペクトル

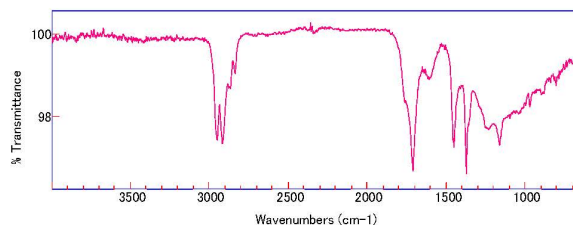


図2 300℃、3時間加熱後のPPの赤外スペクトル

このように樹脂の熱劣化スペクトル情報を収集することにより、成分解析の手がかりとすることができます。

(信頼性評価研究室 朝日 真澄)

TEL(052)654-9889

オーステナイト系ステンレス鋼の鋭敏化

オーステナイト系ステンレス鋼は耐食性や加工性が良く、ステンレス鋼の中でも流通量の多い鋼種です。オーステナイト系ステンレス鋼の破損原因として特徴的なものは、鋭敏化による耐食性低下です。

鋭敏化とは、ステンレス鋼に固溶している炭素がクロムと結合して結晶粒界にクロム炭化物が析出する現象です。600～800℃に数十秒以上さらされることで起こり、粒界付近はクロム濃度の低いクロム欠乏部となるため耐食性が低下します。その結果、粒界に沿って腐食しやすくなります。

鋭敏化が起こると、想定外の腐食や、応力腐食割れの原因となることが知られています。鋭敏化は熱の影響により発生するため、熱処理や溶接が行われている場合は特に注意が必要です。鋭敏化を防ぐには熱履歴管理が重要ですが、それ以外の対策としては、材料を低炭素ステンレス鋼(SUS304Lなど)や安定化ステンレス鋼(SUS321など)に変更することが挙げられます。

鋭敏化の有無については10%シュウ酸電解エッ

チング試験法などで確認することができます。図1は正常なSUS304製品、図2は鋭敏化したSUS304製品の顕微鏡組織です。図1に比べて図2では粒界近傍が太い線として現れています。これはクロム炭化物の析出により結晶粒界の耐食性が低下し、そこが選択的に溶解したためです。

この鋭敏化のように、素材として強度や耐食性の要求を満たしていても、加工方法次第で破損に繋がる場合があります。ステンレス以外にも金属の破損についてお困りでしたら、お気軽にご相談ください。

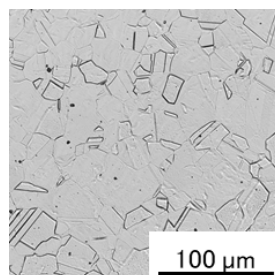


図1 正常な顕微鏡組織

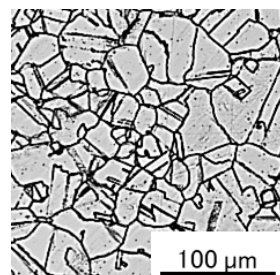


図2 鋭敏化した顕微鏡組織

(金属材料研究室 岡東 寿明)

TEL(052)654-9853

特集2 熱設計と電磁・光

赤外分光法による透過率/反射率の測定

各波長(周波数)の電磁波を照射してその応答を調べる測定方法は数多くありますが、その一つに赤外光を用いる**赤外分光法**があります。赤外分光法は、主に有機化合物の同定や化学構造を調べるために用います。しかしながら、近年は、遮熱塗料や窓ガラスなどの赤外線透過/反射率などの測定に関する相談や依頼も増えています。

赤外分光法の測定データは一般的には図1(a)に示したように横軸を波長の逆数(cm^{-1})としたスペクトルとして得られ、有機分析においては、スペクトルの波形から化学構造を同定します。

これに対し、赤外分光法による透過率/反射率の測定においては図1(b)のように横軸を波長で表示します。この場合は縦軸の値から各波長における透過/反射率を調べます。

波長表示の赤外スペクトルに関連した規格として、JIS A5759 や JIS R3106 などがあります。これらの規格に沿って、図1(b)の赤外スペクトルの反射

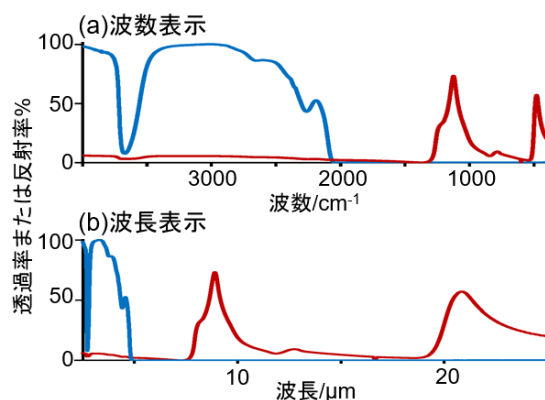


図1 石英ガラスの赤外スペクトル
青:透過率 赤:反射率

率から放射率を求めることもできます。

赤外スペクトル測定は、窓ガラスの放射率以外にも、電子部品の発熱対策¹⁾などの分野への適応も期待できます。分光測定に興味がありましたらお気軽にお問い合わせください。

1) 岩間, 月刊名工研 701号 p.3 (2009).

(環境・有機材料研究室 林 英樹)

TEL(052)654-9912

電子部品の発熱量推定手法に関する検討

電子機器の小型化、高密度化に伴い、熱設計がより重要となっています。熱設計では3次元熱流体解析などで温度を予測しますが、重要な入力値である消費電力量(発熱量)に不明瞭な値を使っている例が多くみられます。その理由として、電子部品が動作状態によって発熱量が変化する、小型化、高密度化により配線の微細化がすすみ、電気的な測定が困難である、といった課題があるからです。

これらの課題を解決するため、中部エレクトロニクス振興会との共同研究で下記の手順による発熱量推定手法を検討しています。本手法は汎用の測定器であるサーモグラフィを活用し、様々な形状の部品に適用できる強みがあります。

- ① 予備実験または3次元熱流体解析により各部品の発熱量と温度上昇の関係式を求める。
- ② 回路を動作させて基板全体の温度をサーモグラフィで測定する。
- ③ 温度上昇から各部品の発熱量を求める。

抵抗のみで構成された簡易な実験基板では 7% 以内の差異で発熱量を求めることができました。現在、図1のように FET を 4 個実装したより複雑な基板での発熱量推定に取り組んでいます。

当所では熱設計に関連して、発熱量推定技術に加えて、[熱伝導率測定](#)、[温度分布測定](#)、[気流可視化](#)、[3次元熱流体解析](#)などを活用した技術支援をしています。お気軽にお問い合わせください。

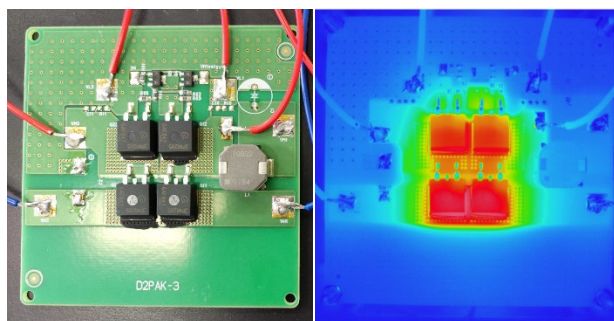


図1 FET 実験基板 サーモグラフィ測定結果

(生産システム研究室 立松 昌)

TEL(052)654-9935

バーストノイズに対するイミュニティ試験

電子回路は集積化技術の進歩とともに、高機能化、小型化、高速化が要求されており、そのためモーターで発生するシャワリングアークの抑制や、電磁界結合によるクロストークの低減などが重要となっています。また近年では多くの製品が複数機器で連係動作するようなシステム化が進み、予期せぬコモンモードノイズの影響を受ける可能性があります。上記に対する電氣的耐性の確認にはイミュニティ試験が有効で、安心安全の観点から重要度が増しています。

当所では令和2年度に機器に悪影響を及ぼすバーストノイズを再現することのできる[ファストランジェント・バースト試験装置](#)を導入しました。本装置では電氣的妨害波を印加することにより最大5kVまでのノイズ耐性を評価できます。本装置の出力ノイズ波の例を図1に示します。また、試験対象のケーブルを上下から金属板に挟む構造の治具を利用することで直接電流を流さずにノイズを印加することが可能です。図1の波形のほか、2kVまで

の方形波ノイズの印加も実施しております。

耐ノイズ設計を適切に行うためには、個々の機器に応じたノイズ試験条件を定める必要があります。そのためにはノイズ流入経路の特定やノイズ重畳方法の知見が求められます。当所ではノイズ耐性試験のほか、一般的な電氣的トラブルに関しても積極的に技術相談を行っております。ご興味のある方はお気軽にお問い合わせください。

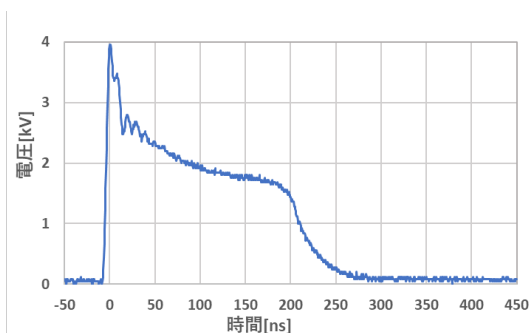


図1 ファストランジェント・バーストノイズ波形

(情報・電子技術研究室 後藤 真吾)

TEL(052)654-9860

特集 3 材料特性・構造

大気圧プラズマ処理したポリプロピレンと粘着テープの 90 度はく離試験

テープの粘着性の良し悪しは、手で剥がした感覚でもおおよそ判断できますが、製品開発や設計では、引き剥がす角度や速度をコントロールした条件下で測定した数値が必要です。

粘着力の評価方法に、90度はく離試験があります。この試験は、被着面に対し直角方向にテープを引き剥がす試験です。以下に表面を大気圧プラズマ処理したポリプロピレン(PP)とセロハンテープ(幅18mm)の粘着力を測定した例を紹介します。

90度はく離試験は、[万能材料試験機\(オートグラフAGS-500NX、\(株\)島津製作所\)](#)に、引き剥がした長さに応じてスライドし、角度を一定に保つ治具を取り付け、はく離速度50mm/minで実施しました。

試験中に記録したはく離荷重を図1に示します。はく離荷重は、全域に亘って大気圧プラズマ処理した方が未処理より大きい値を示しています。荷重がほぼ一定となる部分の平均値を計算したところ、

未処理が 4.9N であるのに対し、大気圧プラズマ処理は 6.0N となり、大気圧プラズマ処理により粘着力が約 1.2 倍向上することが分かりました。

本稿では、難接着材料である PP に対する粘着性が大気圧プラズマ処理で向上した例を題材に 90 度はく離試験について説明しました。これらの技術にご興味がありましたらお問い合わせください。

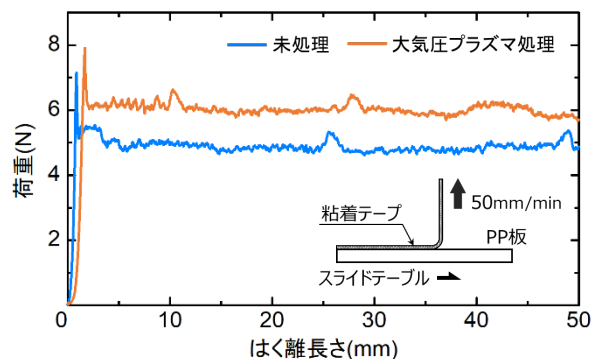


図1 試験中のはく離荷重の変化

(製品技術研究室 二村 道也)

TEL(052)654-9866

構造解析のための材料特性の取得

製品の設計や開発には、CAE解析が頻繁に用いられます。その中でも、製品の強度や安全性を確認する構造解析では、材料特性として図1に示すような応力-ひずみ曲線が重要です。

応力-ひずみ曲線は、一般的に引張試験と伸び計等を用いたひずみの計測により得られますが、伸びが大きくなると一部にひずみが集中し、伸び計等では計測できない局所ひずみが生じるため、従来は、硬化則を用いて外挿することで簡易的に同定する手法が使われていました。近年はデジタル画像相関法という画像解析により、図2に示すようなひずみ分布(青→緑→赤でひずみ大)が実測できることから、伸びが大きい場合でも信頼性の高いひずみ値が計測できます。

材料によっては温度や変形速度に依存性があるので、より高精度な解析には、設定した温度や速度で試験ができる専用試験機が必要です。

当所では、このような材料特性を取得するため、準静的な引張試験が可能な万能試験機に加えて、

動的な引張試験と、測定下での温度設定が可能な高速引張試験機を導入しています。荷重データ等の信号と同期撮影が可能な高速度カメラもあり、デジタル画像相関法のための動画撮影も可能です。

構造解析等で必要な材料特性の取得方法などでお困りの時は、お気軽にお問い合わせください。

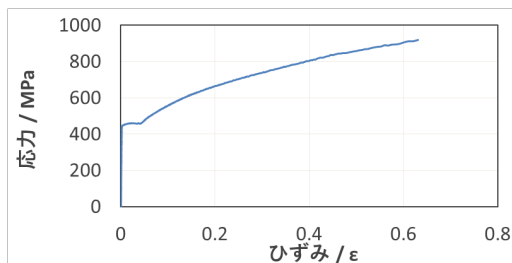


図1 一般構造用圧延材 SS400 の応力-ひずみ曲線



図2 デジタル画像相関法によるひずみ分布の計測

(計測技術研究室 谷口 智)

TEL(052)654-9854

電解研磨を用いた金属材料の組織観察

金属組織試験は、金属材料の特性を調べる手法として幅広く用いられています。組織観察のためには、試料表面を鏡面に調整する必要があり、続くエッチング(腐食)によって金属組織を現出させます。通常、研磨紙による研磨の後にバフ研磨・琢磨を行ない鏡面にしますが、特に軟質な材料では砥粒が埋没しやすく研磨によるキズや変形が残る可能性もあります。そうした研磨不良が残っていると組織の誤った評価につながる危険があります。そのような軟質材料では電解研磨が有効となります。また、ステンレス鋼のように耐食性が高い材料では、薬液によるエッチングは難しく、電解エッチングが選択肢のひとつになります。



図1 電解研磨/エッチング装置

当所の電解研磨/エッチング装置(図1)は、オートスキャン機能を備えており、電解研磨/エッチングが一定の条件で行なえるため再現性が高く、効果的に組織の観察や比較をすることが可能です。

図2は電解処理によって作製した試料の金属組織写真です。ステンレス鋼 SUS304 を研磨紙(#1000)で研磨後に電解研磨し、電解エッチングを施したものです。オーステナイト結晶粒がきれいに観察でき、良好な試料調整ができています。このような組織観察試験のご要望がございましたら、お気軽にお問い合わせください。

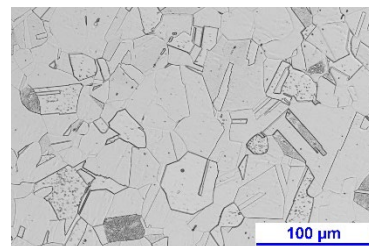


図2 ステンレスの組織写真

(金属材料研究室 川島 寛之)

TEL(052)654-9936

☆ この技術情報で使用した研究機器の紹介



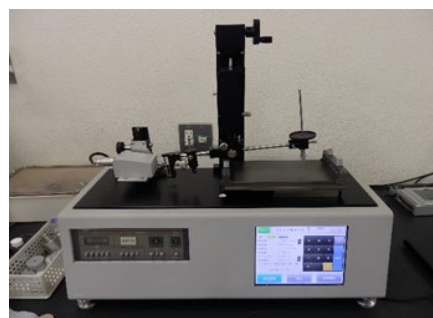
蛍光X線式めっき膜厚測定装置
P2記事の参照



赤外線イメージ顕微鏡
(赤外分光)P3記事の参照



ファストランジェント・バースト
試験装置 P4記事の参照



表面性測定機(摩擦試験)
P7記事の参照

特集 4 物性評価

高周波誘電特性の測定

超高速無線通信を実現する5Gでは、数GHz～数十GHzにわたる高周波帯の電波が使用されます。高速通信の実現には電波の速度低下と、周波数が高くなるほど素材に吸収される減衰を抑制することが求められます。一般に電波が基板などを伝搬する速度は誘電率が低いほど速く、電波の減衰は誘電正接が低いほど抑制されます。以上から、5Gでは誘電率および誘電正接の低い材料が必要とされます。

当所では、平成 23 年度に公益財団法人 JKA の設備拡充補助事業によって、0.2～8.5GHz の範囲で誘電特性(誘電率、誘電正接)を測定できる装置を導入しました。ベクトルネットワークアナライザ(回路や材料の高周波特性を測定する装置)に接続する治具によって3つの測定手法を用意しています。1 つ目は、空洞共振器を用いた手法です。この手法は 2.45、5.8GHz の 2 種類の周波数で高精度に誘電特性を求めることができます。測定対象は主に角棒状もしくは円柱状の固形サンプルです。例と

表 1 PTFE 樹脂の誘電特性測定結果(5.8GHz)

	1 回目	2 回目	3 回目
誘電率	2.057	2.057	2.058
誘電正接	0.00036	0.00037	0.00036

して、円柱状 PTFE 樹脂を 5.8GHz で 3 回繰り返し測定した結果を表 1 に示します。誘電率及び誘電正接をわずかなばらつきで高精度に測定できます。2 つ目は、同軸型サンプルホルダーを用いた手法です。こちらの手法は 0.5～8.5GHz の周波数掃引が可能で、ドーナツ状に加工した固体サンプルを測定対象とします。また誘電特性と併せて磁気特性の測定も可能です。3 つ目の手法は、同軸プローブを用いた手法です。こちらの手法は 0.2～8.5GHz の周波数掃引が可能で、半固体または液体を測定対象とします。高周波誘電特性の測定にご興味のある方はお気軽にご相談ください。

(製品技術研究室 巢山 拓)

TEL(052)654-9856

材質や表面状態による摩擦力変化の評価

摺動を伴う機械や製品の設計において、摩擦力を正確に把握することは重要です。しかし、摩擦力は材質や表面状態、表面粗さなど、様々な要因によって変化するため、想定される状況を実測する必要があります。

図1は、当所の表面性測定機を用いてPOM(ポリアセタール)板に対してPOM球とステンレス球(潤滑油あり・なし)を摩擦させた時の摩擦距離に対する摩擦係数の変化を示したものです。測定データから得られた動摩擦係数を表1に示しました。POM板の摩擦係数は、相手材をPOM球からステンレス球に変えることで約1割低くなり、潤滑油を塗付するとさらに半減しました。このように、表面性測定機により、材質や表面状態を変えた場合にどの程度摩擦力が変わるのかを数値として評価できます。また、表面性測定機では加熱条件での摩擦力の測定や、往復摩耗試験による耐摩耗性の評価も可能

です。

表 1 POM 板の動摩擦係数 (図 1 のデータより算出)

相手材	POM 球	ステンレス球	ステンレス球 (潤滑油あり)
動摩擦係数	0.25	0.22	0.10

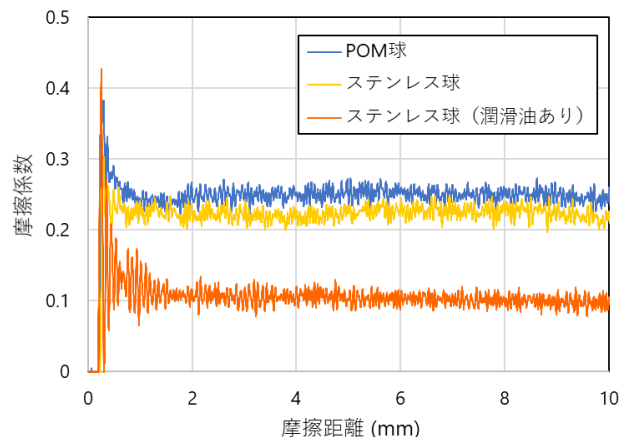


図 1 POM 板の各種相手材に対する摩擦係数の測定例

(製品技術研究室 東浦 邦弥、波多野 諒)

TEL(052)654-9849、9954

電池材料開発における物性評価

燃料電池や二次電池は、自動車等モビリティの電動化に向けた重要部品となっています。また、再生可能エネルギーの電力化における需要供給調整、スマホやIoT機器などの電源にも活用されています。これらの電池開発では、電池容量のみならず、安全性、耐久性、広い温度域での安定性などの高い性能を持つ電池を実現するための材料技術や電池化技術が必要となります。電池の開発では、まず試作レベルで各部材の分析評価や電池性能評価から始め、性能発現の要因を明らかにしながら電極、電解質といった構成部材の開発を進めます。

当所では昨年度までに戦略的基盤技術高度化支援事業において全固体リチウムイオン二次電池の開発、特に薄膜電池用電解質や電極材料の開発を行いました。

電解質は作製条件によりイオン伝導度が変化するため、電解質の開発では、リチウムイオンが低抵抗で伝導するようにイオン伝導経路を考慮しながら作製条件の検討を行いました。成膜条件と伝導度の関係を把握するために、X線回折測定(XRD)に

よる結晶化度の評価、X線光電子分光法(XPS)による化学状態解析、電解質の走査電子顕微鏡(SEM)による形状観察などを行いました。これらの分析とイオン伝導度測定から、電解質薄膜の結晶化度や膜中空素組成比、酸素原子と隣接するリチウム原子の結合状態などがイオン伝導を支配すると推定し、成膜条件に反映させることで特性向上を実現しました。

また、リチウムイオン二次電池の負極に使われている炭素電極の開発では、電池の充放電計測と同時に「XRD によるその場観察」により、充放電に伴うリチウムイオンの吸蔵、放出が炭素電極材料に及ぼす影響をリアルタイムで把握しながら、試作した炭素電極の評価を行いました。その解析結果を炭素材料の改良に活かし、電池寿命の向上を図りました。

このように複数の評価結果を総合的に解析することで電池材料など機能性材料の開発を進めています。

(計測技術研究室 宮田 康史)

TEL(052)654-9939

☆ 月刊名工研のこれまでのバックナンバーVol.636～856を以下のURLにて閲覧できます。

また、Vol.1の初版からのバックナンバーも保管しておりますので、お問い合わせください。

閲覧ページ：<https://www.nmiri.city.nagoya.jp/publications/monthly/>



名工研・技術情報 Vol. 17(No.857)

発行日 令和5年10月1日

発行部数 1,500部

無料 特定配布

編集 名古屋市工業研究所 支援総括室

技術紹介特集

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: <https://www.nmiri.city.nagoya.jp>

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