



月刊名工研

No.865

2024年6月1日発行

※NMIRI : Nagoya Municipal Industrial Research Institute

とぴっくす

【研究室紹介】 表面技術研究室の紹介

- 【技術紹介】
- ・依頼試験(微小異物調査)
 - ・純度測定の難しさ ～化学分析の重要性～
 - ・蛍光X線による膜厚測定
 - ・めっきの付着量試験

- 【お知らせ】
- ・Nagoya Musubu Tech Lab(なごや むすぶ テックラボ)に来てみませんか！
 - ・名古屋市工業研究所“分野別”技術シーズ集を発行しました
 - ・工業研究所をご活用ください



【研究室紹介】

表面技術研究室の紹介

当室では、表面や化学分析にかかわる技術支援や脱炭素に資する研究開発を行っています。

【表面技術】[超高分解能走査電子顕微鏡](#)により表面を数十万倍まで拡大観察でき、付属装置のエネルギー分散型X線検出器により元素を特定することができます。また、[イオンミリング](#)で断面作製することにより深さ方向に精度よく観察・分析が可能です。この他にも、[蛍光X線法](#)、電解法、[X線回折法](#)などにより膜厚の測定や組成の特定を行っています。

【化学分析技術】 令和5年度に[マルチ型 ICP発光分光分析装置](#)(図1)と付属装置として[マイクロウェーブ分解装置](#)を新規に導入いたしました。両装置を用いることにより試料中の元素の種類と含有量を短時間で分析することができます。この装置の特性を利用して、材料のリサイクル時に問題となる有害元素や、微量に含まれる有価金属を、高精度かつ迅速に測定する分析技術の開発に取り組んでい

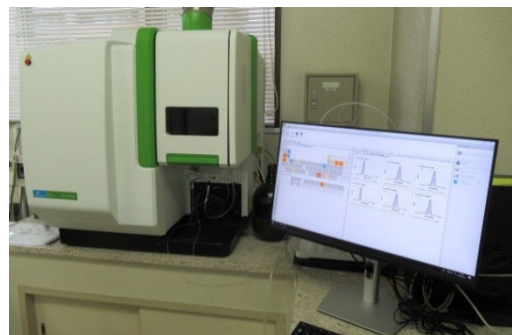


図1 マルチ型 ICP 発光分光分析装置

ます。

【プラズマ技術】 令和5年度より大気圧プラズマ発生装置を依頼試験としてご利用ができるようになりました。本装置を用いると、プラスチックをはじめとする高分子表面の濡れ性を高めることができます。また、金属・セラミックス材料表面の汚れの除去にも効果的です。

トラブルの解決や新製品開発を支援いたしますのでお気軽にご相談ください。

(表面技術研究室 中野 万敬)

TEL(052)654-9855

【技術紹介】

依頼試験(微小異物調査)

金属やプラスチック製品上の微小異物の調査では、走査電子顕微鏡(SEM)を用いることが多いです¹⁾。ここでは原材料や製造工程からは予想できない微小異物の調査事例を紹介します。

事例 1 製品に付着した黄色い粉についての調査依頼がありました。粉を採取し SEM で観察したところ、粉の一つ一つが金平糖のような形状であることを確認し(図 1-a)、形状、サイズ、色からコスモスの花粉と判断しました。出荷前には認められず、納品直後に発見されたことから運搬中に付着したと考えられます。

事例 2 長期保管されていた製品に付着した白色繊維状異物についての調査依頼がありました。SEM で観察したところ、菌糸や孢子から成り立つカビの形状と類似しており、サイズも相応なものでした(図 1-b)。また、当所の SEM には元素分析が可能なエネルギー分散型 X 線分光法(EDS)検出器も備えていることから、これを用いて元素分析を行

った結果、C、N、O、P、S が検出されました。これらはタンパク質を構成する元素であり、カビにも含まれています。したがって、形状、サイズ、検出元素から異物はカビと判断しました。温度や湿度が高い環境において製品を長期保管したことでカビが繁殖したと考えられます。

製品上の微小異物でお困りの際はお気軽にご相談ください。

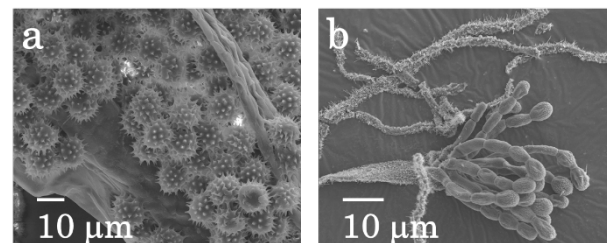


図 1 異物の SEM 像

(a) 黄色粉状(花粉)、(b) 白色繊維状(カビ)

参考文献 1) [月刊名工研 Vol.789 \(2018\) 2 月号](#)

(表面技術研究室 浅野 成宏)

TEL(052)654-9887

純度測定の難しさ ～化学分析の重要性～

主成分が試料中に占める割合を純度と言い、通常は重量比で示されます(厳密には重量ではなく質量と述べるべきですが、質量分析([本紙 850 号](#))というよく似た名称の別の測定方法があるため、本稿内では重量で統一します)。よく技術相談の中で「機器分析で微量の物が測れるなら、多量の物も薄めれば簡単に純度が測れるだろう」と言われますが、純度を正確に求めることは容易ではありません。確かに機器分析法は微量分析には優れていますが、希釈誤差や有効数字の桁数の問題で、主成分の測定には適していないのです。現に貴金属の品位証明には、検量線を必要としない一次標準測定法である重量法や容量法のような化学分析法([本紙 715 号](#))が主として用いられています¹⁾。

当所では銅合金および塩化カルシウムの純度測定を依頼試験で実施しています。銅合金等の純度測定については本紙の [743 号](#)、[756 号](#)、[802 号](#) に掲載しましたので、今回はキレート滴定法による

塩化カルシウムの純度測定について説明します²⁾。

塩化カルシウム 0.6g を純水に溶かして 500m L 定容とし、25mL を分取します。100g/L 水酸化カリウム溶液 12mL と指示薬として HSNN 希釈粉末 0.05g を加え、0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸(EDTA)溶液で滴定します。色調が赤紫色から明青色に変わり、数秒間放置しても変色が元に戻らなかった点が終点になります。終点の数 mL 手前まで EDTA を滴下した後に、水酸化カリウムと HSNN を添加するように順序を変えて再測定を行えば、より正確な数値が求まります³⁾。

【参考資料】

1) ぶんせき, 1, pp30-32 (2019)

2) JIS K 8123:2018「塩化カルシウム(試薬)」解説

3) JIS K 8122:2015「塩化カルシウム二水和物(試薬)」解説

(表面技術研究室 大橋 芳明)

TEL(052)654-9921

蛍光 X 線による膜厚測定

薄膜材料には、スマートフォンのディスプレイ表面のITO膜や、タッチパネルの抗菌コートなどがあります。これら薄膜材料の膜厚は、透過率、導電性、抗菌性、耐久性などの特性と密接に関わるためとても重要です。膜厚の測定法には、電解式法や渦電流法などの様々な手法がありますが、今回はその中でも蛍光X線分析(XRF)法をご紹介します。

XRF法では通常、標準物質を用いた検量線法で測定しますが、理論計算(FP法)を用いると標準物質が準備できない試料でも膜厚を求められます。また、組成が異なる多層膜では各層の膜厚を推定することも可能です。そのイメージを図1に示します。上層の膜Aが厚くなるほど膜A由来の蛍光X線強度が強くなり、逆に下層の膜Bや素地からの蛍光X線強度は弱くなります。FP法ではこれらのX線強度を計算処理することにより各層の膜厚を導き出します。実際にコーティング装置を用いて作製し

たガラス基板上の金の蒸着膜の厚さを測定してみました。波長分散型 XRF 装置 ZSX Primus IV(リガク製)を用いて、FP 法で厚さ 5.2 nm に調製した蒸着膜の膜厚を推定したところ、5.4 nm と非常に近い値が算出されました。このように本装置ではナノメートルオーダーから数十マイクロメートルオーダーまでの膜厚を測定できます。

当所ではご紹介した方法をはじめとするいくつかの手法を用いた膜厚測定が可能です。ご興味がありましたらお気軽にお問合せください。

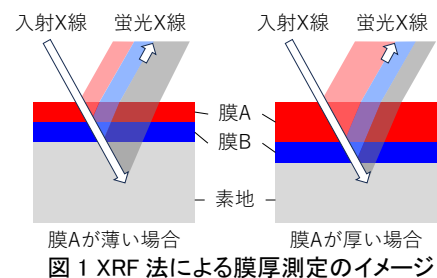


図1 XRF 法による膜厚測定イメージ

(表面技術研究室 川瀬 聡)

TEL(052)654-9925

めっきの付着量試験

めっき工程後のめっきの付着量は、一般的に蛍光X線式や電解式、磁力式などの膜厚計で測定しためっき膜厚で評価しますが、膜厚計で直接測定できないものもあります。例えば、溶融めっきでは、めっき金属のみの層とめっき金属と下地金属との合金層が形成されるため、膜厚計で正確な測定ができません。その場合、付着量試験によりめっきの付着量を評価します。

めっきの付着量試験の試験方法は図1のようになります。はじめにめっき皮膜除去前の試料の質量(めっき皮膜+素地の質量) W_1 (g)を天秤で測定します。次に、試料を溶液に浸漬しめっきを溶解除去します。試料を取り出し、洗浄・乾燥後、めっき皮膜除去後の試料の質量(素地の質量) W_2 (g)を天秤で測定し、引き算することで付着していためっきの質量を求めます。それをめっき面積 $S(\text{mm}^2)$ で割ることで、単位面積あたりのめっきの付着量 $A(\text{g}/\text{m}^2)$ として評価を行います。めっきの種類によっては、付着

量をめっき金属の密度で割ることでめっきの平均膜厚を計算することができます。

JIS 規格では JIS H 8501 めっきの厚さ試験方法や JIS H 0401 溶融亜鉛めっき試験方法などに記載があり、めっきの種類により溶解除去に使用する溶液の種類や溶解除去時の操作が異なります。まずは気軽にご相談ください。

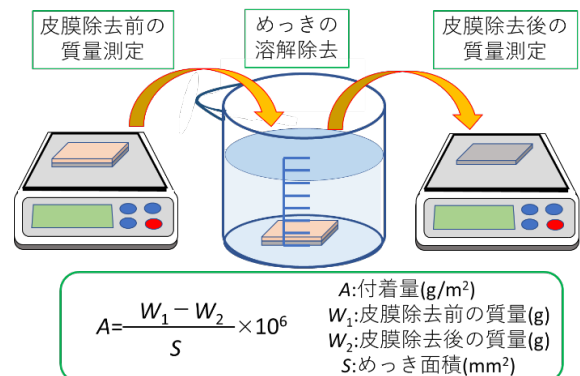


図1 めっきの付着量試験

(表面技術研究室 田辺 智亮)

TEL(052)654-9943

【お知らせ】

Nagoya Musubu Tech Lab(なごや むすぶ テックラボ)に来てみませんか！

工業研究所内にて、「Nagoya Musubu Tech Lab(なごや むすぶ テックラボ)」を運営しています。新たなものづくりのきっかけの場として、または異業種交流の場として、活用できる拠点です。

会員登録いただき、お気軽にご参加ください。

拠点の詳細、関連イベント及び会員登録は https://www.nmri.city.nagoya.jp/musubu_lab/ をご参照ください。

会員特典

- ・新たなアイデアを生み出す
技術マッチングイベント(Musubu 会)への参加
- ・注目される新技術の体験型のセミナーへの参加
- ・ラボ内常備の試作機器の利用



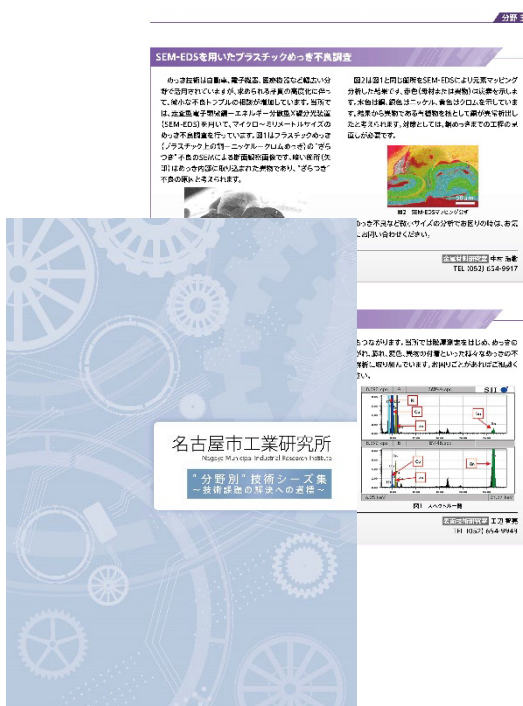
Musubu 会しゃべり場

こんな方におすすめ！

- ・新製品、新技術開発をしたい中小企業
- ・新たなものづくりのためのアイデアや仲間が欲しい人
- ・自社の技術を使えば何かできるんじゃないかと思いを抱く人
- ・技術系スタートアップ企業や新規事業開発に取り組む企業



名古屋市工業研究所“分野別”技術シーズ集を発行しました



“分野別”技術シーズ集 ～技術課題の解決への道標～を発行しました。本冊子は、これまでに企業から寄せられた技術課題について、当所の職員が分析・評価、調査、研究開発などを実施し、その中で習得した知見やノウハウなどの技術シーズを9つの分野に分けてまとめたものです。導入機器の紹介、注目される技術情報などもわかりやすく説明しています。

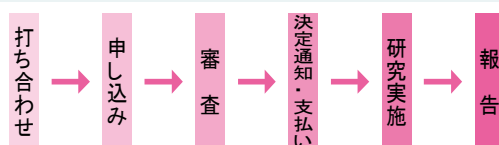
本冊子をご参照いただき、企業の皆様が取り組む「技術課題の解決への道標」として活用していただけたら幸いです。興味のある技術がございましたら、併記の各担当者または名古屋市工業研究所までお問い合わせください。冊子については、無料配布しており、また以下の当所ウェブサイトからもご覧いただけます。

<https://www.nmri.city.nagoya.jp/aboutus/publications/case-bunya/>

工業研究所をご活用ください

受託研究

新製品や新技術の開発には、「受託研究（企業側からは委託研究）」をご利用ください。当所の職員が企業からの委託を受けて研究を行います。また、委託企業の社員を研究補助員として派遣していただき、研究作業を共同で行うことも可能です。研究期間は当該年度内の1ヶ月以上です。研究費は企業負担とし、研究期間が6ヶ月未満の場合は月額10万円以上で、6ヶ月以上の場合は総額60万円以上で承ります。



出向きます技術相談

「出向きます技術相談」とは、工業研究所の各分野の研究員が企業の現場を訪問させていただき、各企業の実情をお聞きし、技術的課題の解決を図るものです。さらに、工業研究所の技術支援サービス（技術相談、依頼試験、技術指導、受託研究など）につきましても併せてご紹介させていただいております。相談は無料です。

「出向きます技術相談」による訪問をご希望の際は、お気軽に工業研究所までご連絡ください。企業の分野に応じた適切な研究員が日程調整のうえ、訪問させていただきます。



講演会・講習会

年間を通じ、さまざまなテーマで講演会・講習会を行っています。随時ウェブページやメールマガジンでご案内しております。ぜひご参加ください！

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

（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: <https://www.nmiri.city.nagoya.jp> E-mail: kikaku@nmiri.city.nagoya.jp