

TECHNO NEWS

テクノニュース

Contents

- (1) 技術情報シリーズ 1
簡易な繊維鑑別方法の紹介
- (2) 利用活用シリーズ 3
顕微鏡の紹介
- (3) 研究紹介 6
放電プラズマ焼結装置による電子材料開発
- (4) 導入機器紹介 7
熱処理システム
炭酸ガス相容化装置
二軸押出機用液体添加システム
全自動表面張力計（接触角計）
- (5) お知らせ 8
組織改編のお知らせ
ホームページリニューアル

2007/3 Vol.30

【技術情報シリーズ】

■ 簡易な繊維鑑別方法の紹介 ■



燃焼による繊維鑑別風景



顕微鏡で見た繊維

繊維鑑別の重要性

繊維を用いた製品の開発や製造において、その繊維がどのような素材かを知ることは、製品の特性や製造・加工工程を決める上で、大変重要なポイントになってきます。水分を吸収する素材なのか、染料は何を使うのか、収縮しやすいのか、耐熱性は何度までか等、素材によって様々な特性があります。特性の違いは、設計・製造・加工工程に大きく影響されます。

そこで、繊維の特徴を大きくつかむため、繊維製品品質表示法に基づく繊維種類について、JIS L 1030-1に鑑別方法が解説されていますが、顕微鏡や薬品、分析機器等が必要になってきます。企業によっては全て完備されているかもしれませんが、そのようなところばかりではないと思います。

燃焼状態を観察する

そこでまず簡単に行える方法は、その素材を少し取り火を付けてみることです。素材の違いによって、燃焼状態やにおいに差があります。（火の使用についてはケガや危険の無いように十分な注意を払ってください。火が付いたまま溶け落ちたり、融解した物が肌に付着することもあります。）

少量の素材をピンセット等でつまみます。
素材の端にライターで火を付けます。
燃えるときに以下の状態を観察します。

- a . 火の付き方（火を近づけたとき）
- b . 炎の燃え方（火を離れたとき）
- c . 煙の出方
- d . 灰の形状
- e . 燃焼時の臭い

a . 火の付き方（火を近づけたとき）

- ・ 炎に触れるとすぐに燃焼する
綿、麻、レーヨン、キュブラ
- ・ ^{ちぢ}縮れる
絹、毛、プロミックス、ビニリデン、
ポリ塩化ビニル、アクリル系、
ポリプロピレン、ポリクラール、
アラミドの一部
- ・ 溶融する
アセテート、ビニロン、ナイロン
ポリエステル、アクリル、
ポリウレタン、ベンゾエード

b . 炎の燃え方（火を離れたとき）

- ・ 燃焼を続けない
ナイロン、ビニリデン、アラミド
ポリ塩化ビニル、アクリル系、
ポリウレタン、ポリクラール

- ・ 燃焼を続ける
上記以外

c . 煙の出方

- ・ 黒煙を上げて燃える
ポリ塩化ビニル、アクリル系、
ベンゾエード、（ポリエステル）
- ・ 煙を上げて燃える
ビニリデン、ポリプロピレン

d . 灰の形状

- ・ 非常に少量の柔らかな灰（残らない）
綿、麻、（レーヨン、キュブラ）
- ・ 黒く^{ふく}膨れた脆い灰
絹、毛

e . 燃焼時の臭い

- ・ 紙の燃える臭い
綿、麻、レーヨン、キュブラ
- ・ 毛髪の燃える臭い
絹、羊毛、プロミックス
- ・ 非常に甘い臭い（弱い）
ポリエステル、ベンゾエード
- ・ 酢酸臭
アセテート、トリアセテート

特徴的な違いについて記載しましたが、これは糊付けや樹脂加工等を行っていない単一素材の繊維についてであり、複合等されたものや加工されたものについては、顕微鏡や薬品、分析機器等を用いて鑑別する必要があります。

顕微鏡を用いた鑑別

生物顕微鏡を用い、100～200倍程度の倍率で繊維側面を観察します。

少量の素材を出来るだけ撚りをほぐし、繊維をばらけさせた状態にする。

スライドガラスの上に繊維を置き水を1，2滴落とし、繊維をなじませ、カバーガラスで押さえる。余分な水は拭き取る。

スライドガラスを顕微鏡に装着し、低倍率から順次観察を行う。

a . 形状が不均一なもの

- ・ リボン状にねじれが見られるもの
綿
- ・ 竹のような節があるもの
麻
- ・ うろこ状
羊毛、他の獣毛

b . 形状が均一なもの

- ・ 繊維方向に数本の線条が走っている
ビスコースレーヨン、アセテート、
トリアセテート等
- ・ 繊維方向に線条が走っている
プロミックス、ビニロン、
アクリルの一部、アラミドの一部等

上記の繊維形状は、代表的なものであって、合成繊維では紡糸ノズルの形状を変えることで、様々な形の糸が作られることを念頭に置いてください。

薬品や分析機器を用いた鑑別

確実に鑑別するには、どうしても薬品や分析機器を用いて、以下等の分析を行う必要があります。

薬品や染料等で着色を行う。

薬品を用いて溶解確認を行う。

赤外分光分析を行う。

なお、鑑別に当たっては、すでにわかっている繊維と比較しながら行うとわかりやすいでしょう。

詳細についてはJIS L 1030-1を参照していただくか、当センターの担当者にご相談ください。

一般的な既知繊維について、一部配布出来るものもあります（限りがあります）ので、必要な方は担当者までご連絡ください。

問い合わせ先

高島支所 谷村

TEL 0740-25-2143 FAX 0740-25-3799

繊維・有機環境材料担当（長浜）

TEL 0749-62-1492 FAX 0749-62-1450

■ 顕微鏡の紹介 ■

顕微鏡は昔から細かな構造を観察するため用いられてきました。近年では、微細加工技術等の発展からますます顕微鏡観察が重要になって来ていると思われます。そこで、今回はセンターが保有している顕微鏡を紹介します。

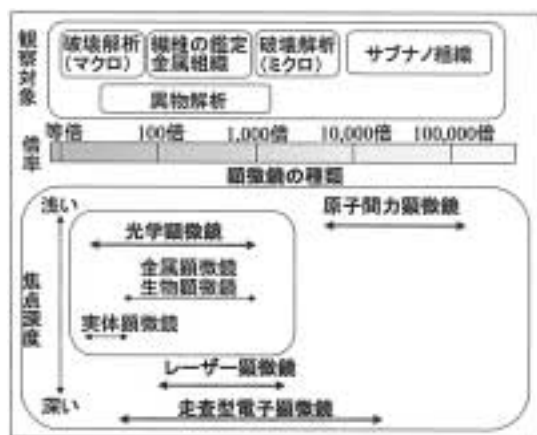
センターが保有している顕微鏡は大きく分けて、光学顕微鏡、レーザー顕微鏡、電子顕微鏡（SEM）、原子間力顕微鏡（AFM）の4つがあります。これらはそれぞれに特徴があり、目的にあった顕微鏡を選ぶ必要があります。

顕微鏡選択で重要なポイントは色、試料の凹凸の大きさ、倍率、観察雰囲気です。

色は異物やさびなどの有益な情報を与えてくれますが、可視光で観察する光学顕微鏡やレーザー顕微鏡でないと見ることはできません。

顕微鏡では見えている範囲がすべてピントが合うわけではありません。ピントが合う奥行きを焦点深度と言いますが、倍率が高くなるに従って焦点深度が浅くなりピントが合いにくくなります。下図に示すように光学顕微鏡や原子間力顕微鏡では走査型電子顕微鏡に比べ焦点深度が浅く、平らな試料でないとは観察できない場合があります。

顕微鏡によって観察可能な倍率は異なっています。下図に示すように光学顕微鏡は等倍～1,000倍程度、電子顕微鏡は数十倍～数万倍程度、原子間力顕微鏡は、数千倍～数十万倍程度となっています。



各顕微鏡と倍率、焦点深度の模式図

電子顕微鏡は低倍率から高倍率まで比較的容易に観察できますが、真空中でないとは観察できません。従って、含水物や真空中でガスの発生する試料は観察できません。

それでは、次に各顕微鏡について紹介します。

光学顕微鏡

光学顕微鏡は可視光を使って観察を行う顕微鏡です。真空などの特殊な環境を必要とせず、肉眼と同様に色情報を得ることができます。顕微鏡によっては観察するために薄片化や研磨などの前処理が必要となります。当センターの光学顕微鏡には、実体顕微鏡、マイクロスコープ、生物顕微鏡、金属顕微鏡があります。

実体顕微鏡は数倍～40倍ぐらいの低倍率で観察するための顕微鏡です。高倍率で観察する生物顕微鏡や金属顕微鏡のように試料の薄片化や研磨のような前処理をする必要がなく、見たいものをそのままの状態を観察することができます。当センターでは、異物の観察や織物表面の観察等に利用しています。



実体顕微鏡

実体顕微鏡		
設置場所	長浜	彦根
メーカー	オリンパス(株)	ソニック(株)
型式	SZ-PT	BS-D8000II
倍率	18～110倍	ズームレンズ比 9.05
		6.3～57倍
カメラ	-	420万画素CCDカメラ
取得年	平成2年(1990年)	平成13年(2001年)

* 料金表では彦根設置品は「実体顕微鏡システム」と登録されています。

マイクロスコープは、カメラ部と本体で構成されます。ズームレンズに直接CCDカメラを搭載しモニター上での観察ができます。本体には、「表示」「記録」



マイクロスコープ

「計測」などの各種機能が備わっています。サンプルの大きさや高さ制限が少なく、繊維製品、電子基板等様々な対象物についての表面形状の拡大観察、及び簡易測定が行えます。

マイクロスコープシステム（長浜）

メーカー：(株)キーエンス

型式：VH-6200

・倍率：5～2,000倍

・CCDカメラ：38万画素

取得年：平成8年(1996年)

画像は3.5インチ2HDフロッピーディスクへの保存となります。

生物顕微鏡は微生物や動物の薄切片などを40倍～1,000倍で観察する場合などに用います。透過光で観察するため、光が透過するように薄片化などの前処理を行う場合があります。当センターでは、繊維鑑定等に利用しています。



生物顕微鏡

生物顕微鏡（長浜）

メーカー：オリンパス(株)

型式：OLYMPUS CH-2

・倍率：40～1,000倍

取得年：平成2年（1990年）

金属顕微鏡は金属組織等の観察に用いる顕微鏡で50倍～1,000倍で観察ができます。この顕微鏡は焦点深度が浅く凹凸が大きな試料を観察するのは不得意です。そのため、前処理として鏡面に研磨する必要があります。当センターの顕微鏡は試料とレンズが逆さになっている倒立型であり、試料を水平に置きやすいのが特徴です。



倒立型金属顕微鏡

倒立型金属顕微鏡（彦根）

メーカー：(株)ニコン

型式：エピフォト TME200

・倍率：50～1,000倍

・カメラ：35 mmカメラ、ポラロイドカメラ、デジタルカメラ

取得年：平成8年（1996年）

レーザー顕微鏡

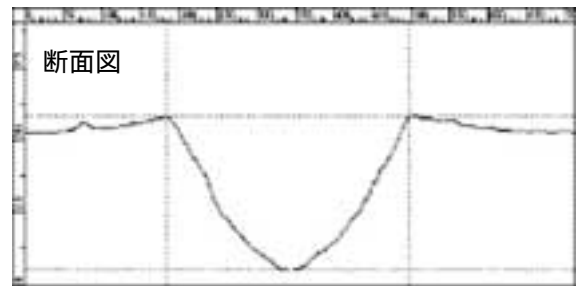
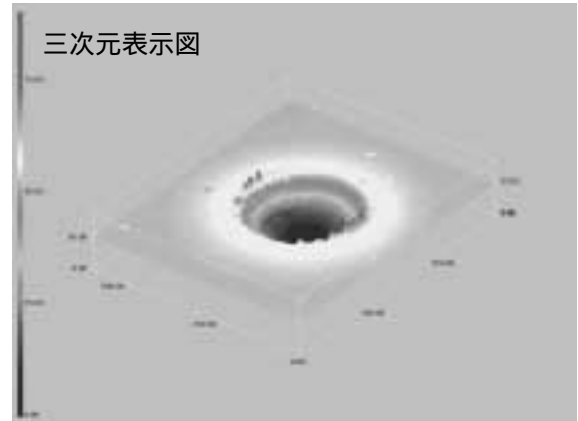
レーザー顕微鏡は、大気中で簡単に観察・計測できる、リアルタイムで観察できる、サブミクロンの精度で測定できる、といった特徴を持つ顕微鏡です。



レーザー顕微鏡

試料表面の微細部分の色・形状まで正確に再現でき、高低差のある試料も、共焦点顕微鏡ならではの、すべての部分に焦点を合わせた画像が得られるため、ボケやにじみがなく、鮮明な画像を表現できます。また、

三次元の情報を持った鮮明な画像を作成する事ができ、深さ測定や表面粗さ測定を行うことができます。下図はロックウェル硬さ試験後の圧痕の形状を測定したものです。



レーザー顕微鏡によるロックウェル硬さ試験の圧痕形状測定

レーザー顕微鏡（長浜）[日本自転車振興会競輪補助物件]

メーカー：レーザーテック(株)

型式：OPTELICS C130

・高さ測定範囲：15 mm

・最大試料サイズ：200×200×90 mm

・視野：2840×2280 μm（最大）

・平面分解能：0.18 μm

・高さ分解能：0.01 μm～

・解析項目：高度差、面積、三次元表示、拡大、表面粗さ解析（新JIS）、周囲長等

取得年：平成16年（2004年）

走査型電子顕微鏡（SEM）

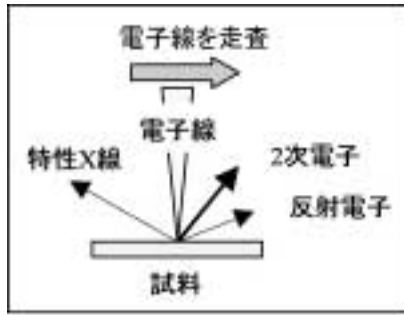
試料に電子線を当てると概略図のように試料から2次電子、反射電子、特性X線などが発生します。走査型電子顕微鏡は細く絞った電子線を試料上を走査させ発生した2次電子等から像を得る顕微鏡です。この顕微鏡は数十倍の比較



走査型電子顕微鏡

的低倍率から数万倍といった高倍率まで観察でき、また光学顕微鏡より焦点深度が深いといった特徴を有しています。

特性X線を利用して微小領域で元素分析や半定量分析が可能です。また、元素の分布を調べるライン分析やマッピング分析ができるのも大きな特徴です。観察は真空雰囲気中となり、前処理として乾燥や金属を薄くコーティングする導電処理が必要となる場合があります。



走査型電子顕微鏡の概略図

走査型電子顕微鏡		
設置場所	長浜	彦根
メーカー	(株)日立製作所	日本電子(株)
型式	S-3000N	JSM-6380LV
実用倍率	15～5万程度	5倍～2万程度
加速電圧	0.3～30kV	0.5～30kV
検出器	2次電子、反射電子	
取得年	平成11年(1999年)	平成17年(2005年)
	エネルギー分散型特性X線分析器	
メーカー	エダックス・ジャパン(株)	
検出元素	Be～U	

[日本自転車振興会競輪補助物件]

*観察可能な倍率は試料の材質や形状の影響を大きく受けるため、上記の実用倍率は試料によって異なります。

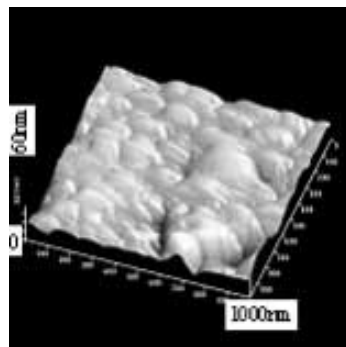
原子間力顕微鏡 (AFM)

試料表面と微細な針探との間のファンデルワールス力(原子間力)が一定になるように針探で試料表面を走査することにより、試料の表面形状をサブミクロンオーダーで三次元的に測定します。大気圧下で測定するため、試料の変形が起りません。

右図は熱処理後のめっき膜表面を観察したものです。熱処理によって生じた数十nmの析出物が観察できました。



原子間力顕微鏡 (AFM)



AFMによる表面観察例

原子間力顕微鏡 (彦根 [日本自転車振興会競輪補助物件])

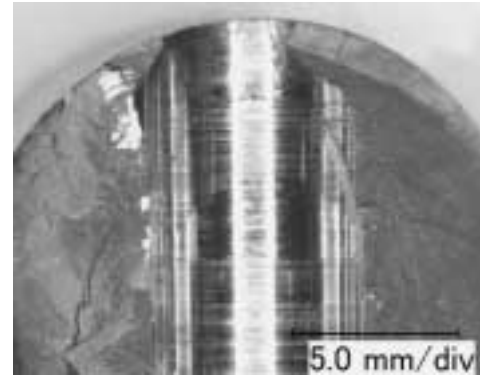
メーカー：セイコーインスツルメンツ(株)

型式：SPI3800N

・XY標準20μm、Z1μm、三次元像、任意断面、粗さ分布、摩擦分布測定、粘弾性分布測定

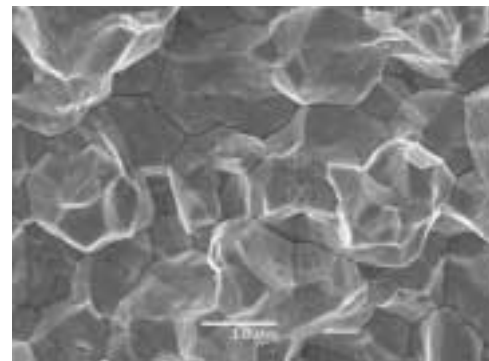
取得年：平成10年(1998年)

<顕微鏡による破面観察事例>



実体顕微鏡による観察

上図は高温水蒸気中で使用されたシャフトの破面です。破面は凹凸が少なく脆性破壊の様相でした。また、腐食物や全面に亀裂が見られました。



SEMによる破面観察

SEMによる観察では結晶粒界で破壊が起こる粒界破壊が観察されました。このような破壊は水素脆性(遅れ破壊)で見られます。引張強度が1GPaを超えるような高強度な鉄鋼材料では、水素脆性の感受性が大きくなります。今回の材料は、そのような高強度材料でした。この観察の結果、材質の変更などが行われ、製品の品質や信頼性の向上につながりました。

このように顕微鏡観察はトラブルの解決だけでなく、製品開発でも大いに役立ちます。ぜひご活用ください。

問い合わせ先

各設置庁舎まで

長浜 TEL 0749-62-1492 FAX 0749-62-1450

彦根 TEL 0749-22-2325 FAX 0749-26-1779

■放電プラズマ焼結装置による電子材料開発■

平成16年度から当所では、放電プラズマ装置による電子材料開発に取り組んでいます。

本装置は、原料粉体の粒成長抑制と迅速な焼結が可能なことから多くの先進材料開発等に適用されつつあり、現在高周波用フェライト開発への適用を試みています。

放電プラズマ焼結装置

放電プラズマ焼結装置は、パルス通電焼結装置とも言われ、図の様に電極間に置いたダイス内に原料粉体を投入後、パンチで加圧しながら直流パルス電流を流す装置です。

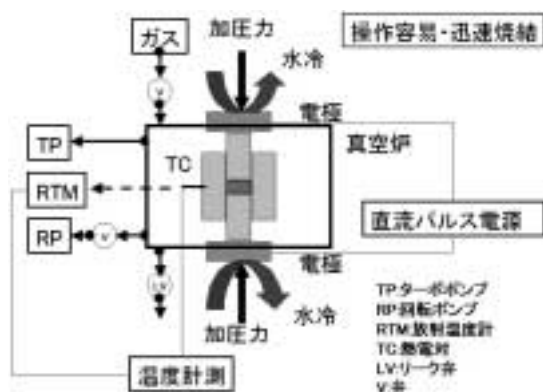


図 放電プラズマ焼結装置

電子材料開発

電子材料、特にフェライトは、原料の成分組成によってその特性の大筋は決まりますが、高周波用のフェライトでは、その構造に高密度性と、完全性が特に要求されることから、放電プラズマ焼結による製造プロセスが、不純物の析出が少なくかつ粒界が締まり、粒径も均一で、気孔が少ないといった粒界微細構造に対して非常に効果が高いと予想されたため研究を行いました。

実際の焼結断面

実際、焼結したフェライトリングの断面写真を示します。現在のところ十分な均一性は得られていません。

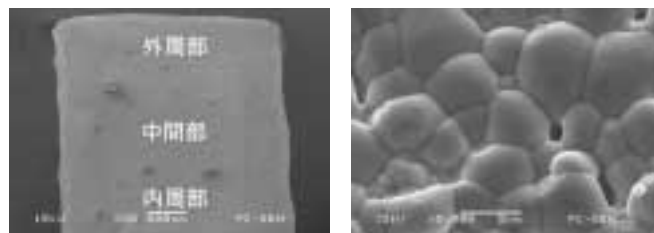


写真 試料断面

写真 外周部

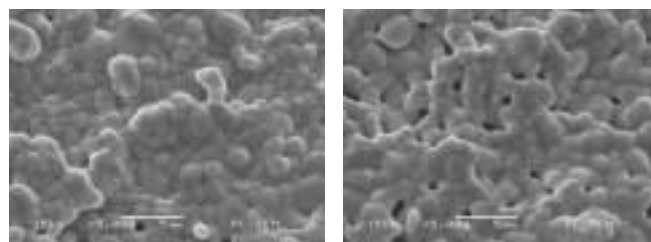


写真 中間部

写真 内周部

(平成17年度日本自転車振興会競輪補助物件の分析機能付き電子顕微鏡を使用)

より良い磁気特性を求めて

本研究では、品質工学におけるSN比の考えを応用して、効率よく焼結条件を求めました。

次に、粉体を操作する方法として図の遊星ボールミルによる粉体操作を行いました。粒径との有意な相関性は見られませんでした。

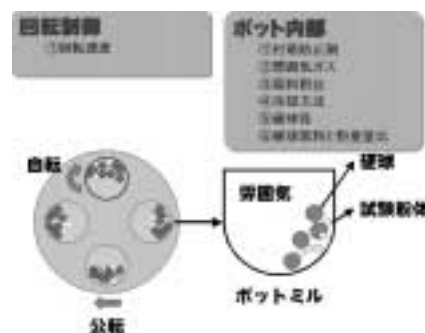


図 遊星ボールミル

現在、焼結過程で起こる表面の還元状態を再度酸化させるための高温雰囲気炉による2次処理の検討を行っています。

最後に

当所では、これらの研究で得られた技術ノウハウ等を技術提供するため、共同研究等を随時受け付けており、現在も複数の企業との開発研究を実施しているところです。興味をお持ちの方は、下記までご一報ください。

(参考文献)

橋本忠士、「マイクロ波フェライトとその応用技術」(総合電子出版社)

高温セラミックス材料第124委員会編、「先進セラミックスの作り方と使い方」(日刊工業新聞社)

問い合わせ先

機械電子・金属材料担当(彦根)木村・井上

TEL 0749-22-2325 FAX 0749-26-1779

■ 導入機器紹介 ■

熱処理システム

[彦根]

本装置は、真空、あるいはガス雰囲気中で熱処理を行う装置です。金属の焼鈍、時効硬化処理、セラミックスの2次焼結等に使用できます。本装置は100 ~ 900 までの低温用と600 ~ 1,500 の高温用に分かれており目的の処理に応じて使い分けることができます。

メーカー：石川産業(株)

低温用高真空・ガス雰囲気電気炉



- ・制御温度：100 ~ 900 PID制御 16ステップ
- ・到達真空度： 10^{-3} Paオーダー
- ・雰囲気：真空、大気、窒素、アルゴン
5%水素混合アルゴン
- ・均熱長：50×200 mm
- ・試料最大重量：5.5 kg

高温用真空・ガス雰囲気電気炉



- ・制御温度：600 ~ 1,500 PID制御16ステップ
- ・到達真空度：1.0 Paオーダー
- ・雰囲気：真空、大気、窒素、アルゴン
圧縮空気
- ・均熱長：50×150 mm
- ・試料最大重量：5.5 kg

(平成18年度日本自転車振興会 競輪補助物件)

炭酸ガス相容化装置

[長浜]

本装置は、二酸化炭素を温度31℃、圧力7.38MPaの臨界点以上の超臨界状態にする装置です。超臨界状態では、分子運動が非常に活発で、気体と液体の特性を併せ持つ流体で存在するため、プラスチックの発泡をはじめ、抽出、洗浄、有機溶媒を使用しない合成・重合反応、相容化などによる新材料創製など様々な産業分野での利用が可能となります。

メーカー：日本分光(株)

- ・50 ml、100 ml (窓付き)
- ・送液ポンプ 流速：0.001 ~ 20 ml/min
- ・モディファイアポンプ 流速：0.001 ~ 10 ml/min
- ・オープン：最高使用温度：150
- ・高压容器
使用温度：常温 ~ 150
使用圧力：0 ~ 25 MPa、0.1 MPaステップ
容量・材質：50 ml・ステンレス
- ・窓付容器
使用温度：常温 ~ 90
使用圧力：0 ~ 25 MPa、0.1 MPaステップ
容量・材質：100 ml・ステンレス、覗き窓付
- ・気液分離器 容量500 mL (流量計装備)
- ・温度と圧力のデータをデータロガーでパソコンに収集可能



(平成18年度日本自転車振興会 競輪補助物件)

二軸押出機用液体添加システム

[長浜]

当所既設の二軸押出機 (KZW15TW-45HG) に機能性液体の直接添加機能を付加したシステムです。シートへの直接成形 (Tダイ方式) も可能です。

メーカー：(株)テクノベル

型式：KZW15TW-45HG (本体)、TDS/150-SGI (Tダイ)、FPU-200-SGI (ロール)、CPU152-SGI

お知らせ

(液添ポンプ)

・使用温度：最高400

< Tダイス >

・幅：150 mm

・リップ幅：0.1～1.0 mm

< フィルム引取装置 >

・ロール材質：Hcrメッキ

・温度制御範囲：水温～120

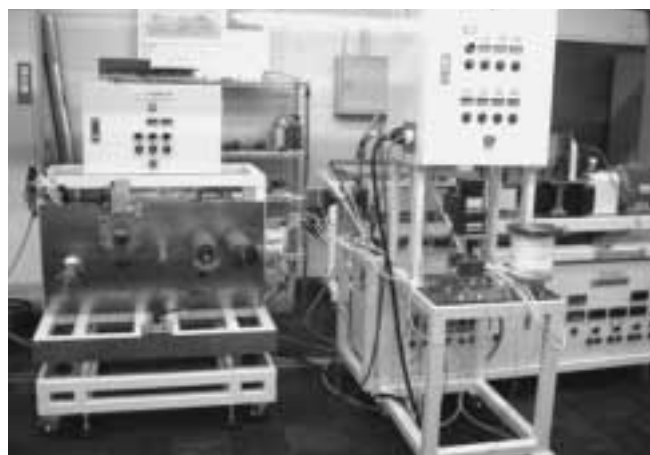
・ロール速度：4.5 m/min以下

< 液体添加ポンプユニット >

・ポンプ：ギヤポンプ

・タンク容量：2 L

料金表には「複合材料ペレット作成装置（液添/Tダイ仕様）」と登録されています。



(平成18年度日本自転車振興会 競輪補助物件)

全自動表面張力計（接触角計）

[長浜]

固体サンプルの液体に対する接触角（濡れ性）を簡単に評価できます。さらに付属の懸滴法（Pendant Drop法）ソフトウェアにより液体サンプルの表面張力、液体 - 液体間の界面張力も測定できます。

材料の親水性・疎水性の評価、2種の液体の親和性評価等にご利用になれます。

メーカー：協和界面科学株式会社

型式：Drop Master DM300

・測定項目：接触角（1/2法、真円フィット法、楕円フィット法）

表面張力（懸滴法、Young-Laplace法）

・測定範囲：接触角 0～180°

・表面張力：0～80 mN/m (= dyne/cm)

・温調範囲：5～80（ヒーターステージ）



(平成18年度日本自転車振興会 競輪補助物件)

■ 組織改編のお知らせ ■

東北部工業技術センターは、県内4カ所で業務を行ってまいりましたが、本年4月より能登川支所、高島支所の業務を長浜事務所に統合することになりました。両支所の業務は長浜事務所に引き継がれますので、4月以降は長浜事務所へご連絡ください。

長浜事務所（繊維・有機環境材料担当）

能登川支所

高島支所

彦根事務所（機械電子・金属材料担当）

長浜事務所

彦根事務所

予告★4月1日からホームページがリニューアルされます★

滋賀県東北部工業技術センター

<http://www.hik.shiga-irc.go.jp/>

繊維・有機環境材料担当

〒526-0024 長浜市三ツ矢元町27-39

TEL：0749-62-1492 FAX：0749-62-1450

機械電子・金属材料担当

〒522-0037 彦根市岡町52番地

TEL：0749-22-2325 FAX：0749-26-1779

能登川支所（3月31日まで）

〒521-1213 東近江市神郷町1076-1

TEL：0748-42-0017 FAX：0748-42-6983

高島支所（3月31日まで）

〒520-1522 高島市新旭町新庄487-1

TEL：0740-25-2143 FAX：0740-25-3799