

TECHNO NEWS

滋賀県東北部工業技術センター
テクノニュース
Vol.68-2019/10

目次

- P1 機器紹介
キャピラリーレオメーター
- P2 センター活用法
固体発光分析装置による金属材料分析
- P4 技術解説
樹脂劣化のいろは(4)
- P6 機器紹介
分析走査型電子顕微鏡(SEM)
- P7 取り組み紹介
滋賀の地場産品を使った浴衣で業務
- P8 お知らせ
オープンセンターを開催しました
セミナー案内 國友塾

機器紹介

キャピラリーレオメーター

【長浜庁舎】

■樹脂加工における熔融粘度について

押出機等によるプラスチックの成形加工において、生産工程の各部で変化する流れの基礎データを把握することには大変重要です。中でも熔融状態にある樹脂の粘度は加工性に大きな影響を与えることが知られており、その粘度には以下のものがあります。

せん断粘度: 樹脂の平行な流れに関連

伸長粘度: 絞り込み or 拡散する樹脂の流れに関連

■キャピラリーレオメーターとは

せん断粘度およびその他の流動特性を測定するために設計された装置であり、特に射出成形のような高圧、高速条件での生産工程のシミュレーション等に必要な基礎データ取得に欠かせない装置です。

熱可塑性(粒状あるいは粉末を推奨)のサンプルを加熱して流動性を持たせ、キャピラリーダイをとおしてバレルから強制的に押出すことで測定を行います。

■基本原理

熱可塑性樹脂を加熱して流動性を持たせ、キャピラリーダイをとおしてシリンダーから強制的に押出し、その際の圧力を測定します。測定できる流動特性は伸長粘度、ダイスエール、熱安定性、壁面すべり等があります。当センター設置の機器は管長補正(Bagley補正)により真の応力を、Rabino-witch補正により真のせん断速度を測定できます。また、Cogswell理論による伸長粘度測定も可能です。

以下に本試験機の主な仕様を示します。

主な機器仕様

型式	RG50(Göttfert社)
方式	ツインキャピラリータイプ
温度設定	室温+10℃~400℃
最大荷重	50kN
ピストン速度	$1 \times 10^{-5} \sim 40 \text{ mm/s}$
特殊機能	伸長粘度測定、せん断発熱測定



装置の全景



バレルの上部と
2本のピストン

問い合わせ

(長浜庁舎) 土田、上田中

TEL 0749-62-1492

固体発光分析装置による 金属材料分析



■はじめに

TECHNO NEWS前号(Vol.67-R1/07)にて、昨年度導入した固体発光分析装置を紹介しました。この分析装置は簡単な試料前処理で分析が可能であり、従来、成分分析に多用されていたICP発光分析法と比較して短時間で分析結果を得ることができ、迅速性を必要とされる分析手段として脚光を浴びています。今回は、固体発光分析における分析試料の調整方法や分析対象、標準試料を用いた測定例について紹介します。

■試料調整

分析試料の調整として、切断機等を用いたサイズ調整後、研磨機等を用いた分析面の平滑化を行います。

切断および分析試料サイズ

装置内部にセッティングできるように試料サイズをφ100mm以下、厚み50mm以下に切断します。なお、試料測

定台にあるφ12mmの穴部に隙間が無いように試料をセッティングする必要があるため、分析面はφ20mm以上必要となります。分析面以外は、平坦でなくても大丈夫です。試料サイズについては、詳しくは図1のとおりです。

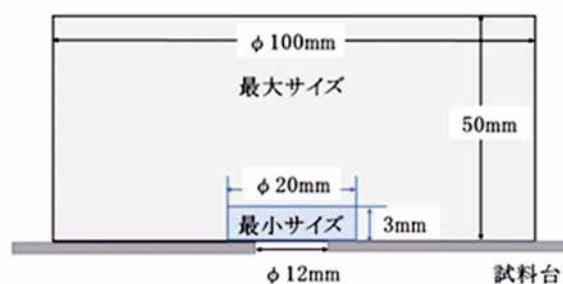


図1 試料サイズ

研磨およびその注意点

分析面が試料測定台に密着するように平面状にすることを目的として、図2のようなベルトグラインダを使用します。分析面を研磨ベルトで研磨し、試料表面を洗浄し、かつ平滑にします。当センターでは、研磨ベルトの粒度は鉄鋼に



図2 ベルトグラインダ

については#60番、銅合金およびアルミ合金については#120番を使用しています。

なお、固体発光分析は深さ方向1mm以下のごく浅い部分の化学成分を分析しています。そのため、研磨時に分析面が別の金属で汚染されると分析精度に大きく影響を与えますので、材料ごとに研磨ベルトを使い分ける必要があります。

■ 分析対象

当センター保有の固体発光分析装置は、鉄鋼、銅合金およびアルミ合金の定量分析に対応しています。それぞれの金属に対して、表2のとおり分析グループを用意しています。グループ名ごとに分析元素とその濃度の適用範囲が異なります。例えば、青銅グループでは表3のとおりです。

表2 分析グループ一覧

主成分	分析グループ名
鉄	鉄鋼、低合金鋼、オーステナイトステンレス、フェライトステンレスなど
銅	青銅、黄銅、アルミ青銅、シリコンブラスなど
アルミニウム	アルミニウム合金

表3 青銅グループの分析対象元素と検量線範囲

元素名	下限	上限	元素名	下限	上限
Sn	0.10	15	Si	0.002	0.70
Pb	0.005	11	Mn	0.001	0.31
Zn	0.005	3.9	Bi	0.010	0.080
Fe	0.005	0.77	Sb	0.010	1.5
Ni	0.005	5.4	P	0.003	0.81
Al	0.001	0.11	S	0.003	0.16

単位：%

■ 標準物質を用いた測定例

標準物質を用いた固体発光分析による主要成分(C、Ni、Si、Cr、Mn、Mo)の分析値とその既知含有量の関係を図3に示します(使用標準物質:MBH Analytical Ltd、NIST National Institute of Standards and Technology)。各主要成分において、固体発光分析装置による分析値と標準物質基準値は幅広い濃度で相関が見られます。従来のICP分析装置では炭素は分析できないため、炭素硫黄分析装置も併用し鉄鋼材料の分析を行ってきましたが、固体発光分析装置一台で炭素および金属成分を同時に分析することができます。

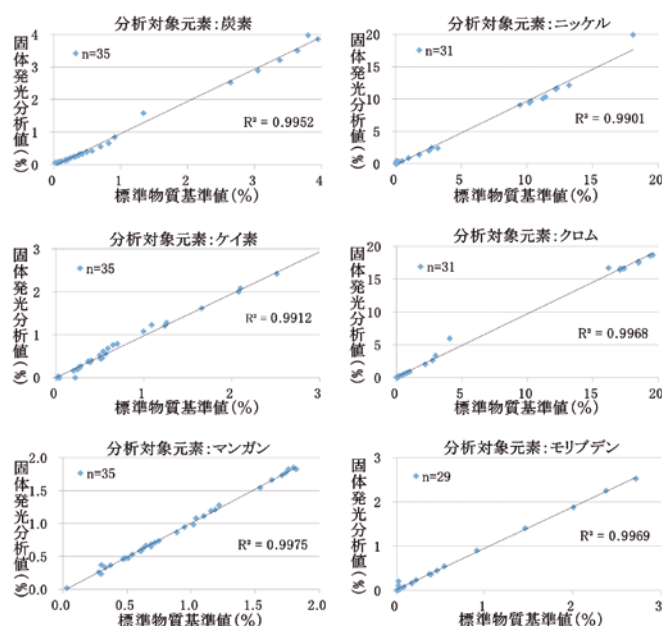


図3 標準物質基準値と分析値との関係

■ さいごに

固体発光分析装置は平滑な面が得られれば、金属成分に加え、炭素、窒素なども同時に迅速に分析することができます。ただし、試料の金属組織や分析面の状態などにより影響を受けやすいため、試料調整には注意が必要です。機器ご利用に関してご不明な点がございましたら、お気軽にご連絡ください。

なお、固体発光分析装置は経済産業省「地域における中小企業の生産性向上のための共同基盤事業」により導入しました。

問い合わせ

(彦根庁舎) 三浦

TEL 0749-22-2325

樹脂材料劣化のいろは(4)

～劣化の評価～

樹脂材料は容器包装だけでなく、機械部品、配管材料、免震ゴムなどのように特定の機能を目的として活用されるケースが増えています。このため、樹脂材料の要求性能はもちろんのこと、利用の長期化が進んでおり、品質劣化評価の要求も年々増加しています。本号では、樹脂劣化の進行度合いの評価手法のうち代表的なものをいくつか紹介します。また、具体的に劣化した樹脂サンプルについて赤外分光法による結果の比較を行った事例を紹介します。

■ 劣化を捉える方法

樹脂を屋外や高温環境で使用すると、光や熱のエネルギーを受け劣化が進行します。このときミクロなレベルでは、分子の切断や酸化が起こっています。樹脂が劣化し、その劣化がある程度進行すると、変色、割れなどが顕在化し使用に支障が生じるため、劣化による故障や事故を未然に防ぐためには、劣化の度合を評価して、どの程度の劣化が進行しているか見極める必要があります。以下に、劣化を確認する代表的な手法を紹介します。

● 強度の変化を捉える

樹脂の劣化が進行すると、樹脂自身の強度や伸度に変化が起こります。この強度を測定することによって、実用に耐えるかどうかの判断を行います。具体的な測定法としては、引張り強度、曲げ強度、疲労強度、衝撃強度などがあります。引張り強度および曲げ強度については、万能材料試験機を使って評価することができます。また、疲労強度は一定荷重を連続的に加えることで、どの程度の時間耐久性を有するか確認する手法で、疲労試験機で評価できます。衝撃強度はアイゾット衝撃試験やシャルピー衝撃試験が代表的です。当センターでも、衝撃試験機を保有しており、実際に劣化度合の評価にも利用されています。

ただ、強度に影響を与えるほどの劣化だと、すでに使用に耐えない状態になっていることも多くあるため、それ以前に劣化の程度を確認しておく必要があります。そのために有用な手法が次に紹介する化学分析による方法です。

● 分子量の変化を捉える

太陽光など光の照射によって、樹脂の分子鎖が切断され分子量の低下が起こることがあります。分子量の変化を

確認することで、どの程度劣化を受けたのか評価することができます。しかし、樹脂の分子量は単一ではありません。樹脂は様々な分子量を持つ分子の集合体となっており、一定の分布を持っています。これを分子量分布と呼びます。実際には、この分子量分布の変化を評価することになります。測定法としてはゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) があり、当センターにおいても劣化の評価にも用いられています。

● 酸化度合を捉える

樹脂が太陽光にさらされると、空気中の酸素と反応して酸化物を形成します。劣化の進行にともなって、酸化物の量が増大するのでその度合を測定することで、劣化の指標とすることができます。測定法としては赤外分光光度法 (FT-IR) による測定が一般的です。この手法による評価については、後に具体的な事例として紹介しますので、ここでの概要の説明は省略させていただきます。

このほかに酸化度合の評価として化学発光 (ケミカル・ルミネッセンス; ケミルミ) と呼ばれる現象を利用する方法があり近年、日本産業規格 (JIS規格)※化されましたので簡単に紹介します。

プラスチックの酸化反応によって生成する過酸化物は微弱に発光することが知られています。この発光を高感度で検出することで劣化の有無を評価する方法です。ケミルミによる方法は、FT-IRなどほかの手法に比べて少量の酸化を検知できます。このため、劣化のごく初期段階を確認することができます。原料の検査や材料の酸化の受けやすさの確認に用いられます。

[※JIS K 7351:2018 ケミルミネッセンスによるプラスチックペレットの酸化安定剤効果測定]

■ FT-IRによる樹脂劣化の評価事例

赤外分光光度法(FT-IR)により、劣化した樹脂のスペクトルがどのように変化するかについて調べました。試料はポリエチレンフィルムで、「屋外にて約5か月間太陽光にさらした試料」および「暗所にて保管した試料」の2種類のIRスペクトルの比較を行いました。一般に光や酸素の影響を受けやすいのは試料表面であるために、試料表面の測定に適した全反射法(ATR法)を用いて測定しました。

図1にそれぞれの試料についてFT-IR測定を行った結果を示します。ポリエチレンの構造由来の吸収ピークは、 2925 、 2953 cm^{-1} (C-H伸縮振動)、 1470 cm^{-1} (C-H変角振動)および 730 cm^{-1} (C-H横ゆれ振動)です。暗所にて保管した試料は主なピークはこの3箇所です。一方、太陽光にさらした試料については 3300 cm^{-1} の幅広いピークおよび 1720 cm^{-1} 近辺に比較的大きなピークが確認されます。これらは酸化に伴い生成した、O-HおよびC=O結合に帰属できるピークです。これらのピークの存在により、ポリエチレンが酸化を受けたことがわかります。

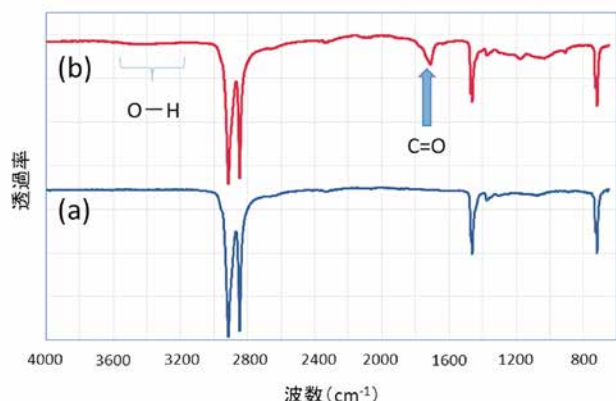


図1 FT-IRによるポリエチレンフィルムの測定結果

(a)暗所にて保管した試料

(b)屋外にて約5か月間太陽光にさらした試料

今回は簡単な紹介のみでしたが、これらのピークの大きさが経時的にどのように変化するか、また、物性試験値との相関について検討することで、樹脂材料の寿命を化学的に測定できるようになります。

● 赤外分光光度法

物質に赤外光を照射し、透過または反射した光を測定することで、試料の構造解析を行う分析手法です。赤外光は、分子の振動や回転運動に相当するエネルギーを有しており、物質に当たると相当するエネルギーが吸収されます。分子の振動や回転の状態を変化させるエネルギーは、

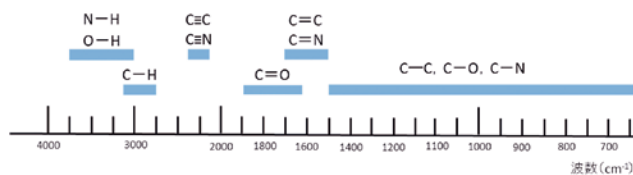


図2 赤外分光における特性吸収帯(伸縮振動)

化学構造によって異なり、吸収された赤外光の測定によって、化学構造に関する情報を得ることができます。

有機化合物は炭素(C)、酸素(O)、窒素(N)および水素(H)が主な構成元素で、これらの元素のつながり方(結合の種類)をみることができます。たとえば、O-H、C-H、C=Oといった結合が存在すると、ほぼ決まった波数域(特性吸収帯)にピークが検出されます。このピークを解析することで、物質の部分的な構造を推定することができます。主な結合の特性吸収帯の一覧を図2に示します。

赤外分光光度法は、劣化の評価のほかにも、樹脂をはじめとする有機物の材質の確認、異物の分析など様々な用途に利用できます。また、数十 μm の異物試料などの場合も、顕微IRを用いることで測定することができます。このように、様々な目的で利用できる装置ですので、樹脂材料のみならず金属材料表面、食品中の異物、電子基板上の付着物など様々な業種の方々にお使いいただいています。当センターにも設置している1回反射ATR法ですと、試料の形状にもよりますが、数分で測定が完了することもあり簡単に測定できます。ご興味をお持ちの方は当センターまでお問合せください。

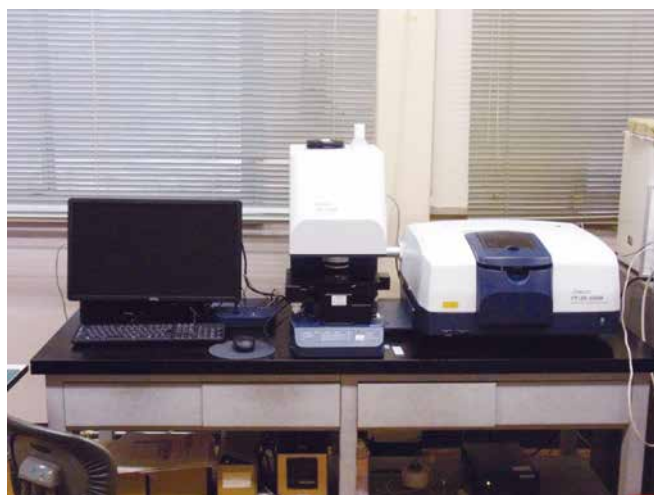


図3 赤外分光光度計(FT-IR)装置

問い合わせ

(長浜庁舎) 上田中

TEL 0749-62-1492

東北部工業技術センターでは、県内企業の皆さまに評価・分析機器などをより一層ご利用いただけるよう、公益財団法人JKAから競輪補助を受けて、新しい機器を整備しています。令和元年度は、彦根庁舎において分析走査型電子顕微鏡を導入しました。分析走査型電子顕微鏡は微小部の観察を高倍率で観察可能な走査型電子顕微鏡に加え、エネルギー分散型X線分析装置を備えているため観察部の元素分析も行え、材料の組織や形態、微小な異物の分析など製品開発や品質管理など幅広い場面で活用されています。本稿では、新しく導入した装置の仕様や特徴について紹介します。なお、分析走査型電子顕微鏡の詳細な原理等は、TECHNO NEWS (Vol.64-H30/07)のセンター活用法「電子顕微鏡での観察と元素分析」をご覧ください。

仕様

分析走査型電子顕微鏡の仕様は表のとおりです。本装置は低加速電圧や低真空モードに切り替えることによって、導電性の低い有機材料やセラミックスなどの観察時の帯電や試料損傷を抑えることができます。

表 分析走査型電子顕微鏡の仕様

メーカー	日本電子株式会社
型式	JSM-IT500LA
分解能 高真空モード	3.0nm(30kV)15.0nm(1.0kV)
低真空モード	4.0nm(30kV 反射電子像)
撮影倍率	×5～300,000
加速電圧	0.3kV～30kV
低真空圧力	10～650Pa
最大試料重量	2kg
EDS エネルギー分解能	129.0eV以下
検出可能元素	Be～U

特徴

今回導入した分析走査型電子顕微鏡は、円滑な観察・分析を補助するために下記の機能を備えています。

① Zeromag

装置本体にCCDカメラを内蔵しており、試料台を装置にセット後、試料のCCD画像を撮影することができます。測定倍率を下げれば、SEM画像からCCD画像に切り替わるため、観察場所をスムーズに探すことができます。

② Live Analysis

観察視野中の元素分析をリアルタイムで表示することができます。試料の形状だけでは判断が困難な異物などを探す際に、大変便利な機能です。



図1 分析走査型電子顕微鏡「JSM-IT500LA」



図2 ソフト画面(①Zeromag、②Live Analysis)

問い合わせ

(彦根庁舎) 三浦、安田

TEL 0749-22-2325

滋賀の地場産品を使った 浴衣で業務

今夏、県内の市役所や町役場、滋賀銀行で、滋賀県東北部工業技術センター（以下、センター）が企画、製作した地場産品の生地を使った浴衣を着用して業務を行っていただき、その魅力を県民の皆様に発信しました。

■ 滋賀の織物産地PR

滋賀県は、綿（高島ちぢみ・高島帆布）・絹（浜ちりめん）・麻（近江の麻・近江ちぢみ・近江上布）の3つの天然繊維の生地を織る地場産業が、1つの県内に存在する国内唯一の県です。

センターでは、これら地場産品の魅力を発信するために、“繊維地場産地の連携による新たな製品の開発とブランド力強化推進事業”を実施し、これまでに「西勝縮緬の復活」や「ここ滋賀ユニフォームの作成」、「ミニチュア浴衣マネキン」を行ってきました。



図1 ミニチュア浴衣マネキン

■ コンペによる浴衣柄

センターでは、これら地場産品の魅力を発信するために、“滋賀の魅力を発信する柄”を幅広く公募し、県民や近隣府県の皆様から応募していただき、その結果、以下(表1)のデザインを採用し、各産地素材の男女浴衣を作成しました。

表1 浴衣柄コンペの採用柄

タイトル	華鳥	シャクナゲレトロ	かいつぶりドット	近江モダン
柄				

■ 浴衣で業務

今夏、各産地の市役所や町役場、滋賀銀行様の協力を得、10か所(※1)にて、地場産品生地にコンペデザインを施した浴衣を着用し、業務を行っていただきました。

訪れた県民の皆様に、滋賀地場産品の魅力をお伝え出来たのではと思っております。



図2 浴衣での業務風景

(※1) 高島市役所 市民生活部 市民課
長浜市役所 市民課
東近江市役所 商工観光部 商工労政課
愛荘町役場 住民課
滋賀銀行(新旭支店 長浜支店 能登川支店
愛知川支店 大津駅前支店 京都支店)

問い合わせ

(長浜庁舎) 繊維・デザイン係

TEL 0749-62-1492

お知らせ

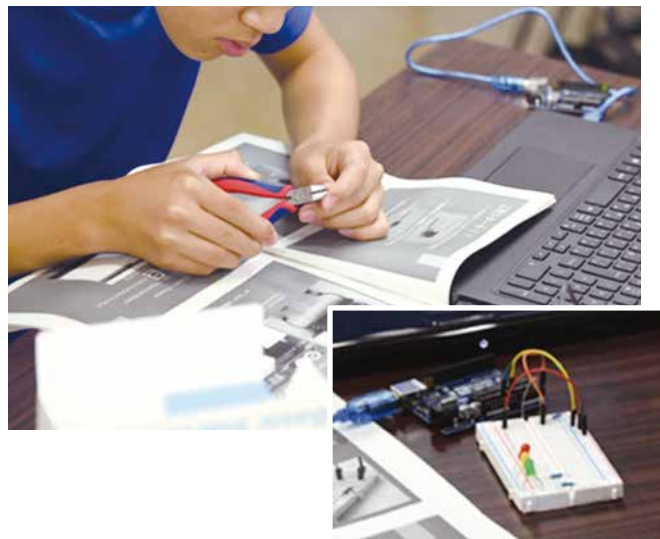
令和元年度オープンセンター

「電子工作とプログラミングで光を操ろう！」を開催しました

7月25日に当センター彦根庁舎において、「電子工作とプログラミングで光を操ろう！」と題して、小中学生とその保護者の方を対象としたオープンセンター(共催:一般社団法人滋賀県発明協会)を開催しました。

「測定機器利用体験」では、電子顕微鏡による髪の毛の観察や、材料試験機を使ったアルミ缶の強度試験などを体験しました。また、「電子工作体験」では、アルディーノという小型コンピュータとLEDやブザーなどの電子部品を使った信号機の製作とプログラミングを体験していただきました。

電子工作やプログラムに初めて触れる参加者がほとんどでしたが、明るいときは青→黄→赤の順番でLEDが点灯し、暗くなると赤と黄が点滅する信号機をみごとに完成されました。



開催案内 2019年度【國友塾】基盤技術者養成研修「鑄造技術の基礎」

鑄造技術は多くの工業製品で使用されている重要な技術です。そこで、今年度の國友塾は「鑄造技術の基礎」と題し、鑄造およびその評価過程についての講義と実習を3回シリーズで行います。

本講習会は初心者向けの講習会であり、鑄造関連企業の新入社員の方や鑄造品を扱われている方向けに実施します。関心のある講義のみの参加も可能ですので、お気軽にお問い合わせください。

問い合わせ

(彦根庁舎) 安田、三浦

TEL 0749-22-2325

1日目:10月8日(火) 鑄造技術の基礎

鑄造に関する基礎的な内容

2日目:10月30日(水) 金属組織の観察

金属組織観察に必要な研磨の理論

3日目:11月13日(水) 精密寸法測定

三次元精密測定の基礎と幾何公差

各日程で開催時間が異なります。

詳細はセンターHPをご確認ください。

<https://www.hik.shiga-irc.go.jp/info/news/cualloy/>

10月1日から使用料が変わりました

令和元年10月1日の消費増税にともない、センターの使用料が変わりました。詳細につきましては、センターホームページ(<https://www.hik.shiga-irc.go.jp/>)をご覧ください。

テクノニュース Vol.68(2019年10月号)

滋賀県東北部工業技術センター <https://www.hik.shiga-irc.go.jp/>

■長浜庁舎(有機環境係/繊維・デザイン係)

〒526-0024 長浜市三ツ矢元町27-39

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

■彦根庁舎(機械システム係/金属材料係)

〒522-0037 彦根市岡町52

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

この印刷物はグリーン購入法適合用紙を使用しています。