

テクノネットワーク

No.121
2018/春号

企業と共に歩む技術支援の拠点をめざします。
滋賀県工業技術総合センター

目次

	事業紹介
外部競争的資金を用いた研究開発について……………	1-2
	技術解説
熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置の測定事例紹介……………	3
技術相談事例の紹介……………	4
	研究紹介
研究成果報告会……………	5
	特許紹介
PVB樹脂のリサイクルに光明?!新たな利活用技術を開発……………	6
	機器紹介
新規導入機器の紹介……………	6-7
	事業紹介
モノづくり技術人材育成事業……………	8

No.121の表紙絵
機器利用紹介「顕微鏡システム」の3Dカラー画像をアレンジしました。

外部競争的資金を用いた研究開発について

事業紹介

当センターでは、「企業と共に歩む技術支援の拠点」を目標に県内企業などへの技術支援を行っており、国や公益法人による競争的資金を用いた研究開発（外部競争的資金導入型研究開発事業）は、その支援における重要なツールであると位置づけています。

研究開発に外部競争的資金を活用することで、研究経費の獲得のみならず、次のような利点が得られます。

- ・県内企業などと共同で課題に取り組むことで、実際の課題解決にダイレクトに取り組める。
- ・研究開始に際して、外部からの助言・審査を受けることで、課題と実施計画が明確になる。
- ・研究実施においても、外部コーディネータ等からのアドバイスが受けられる。

当センターでは、過去2年間に外部競争的資金を活用して16件の研究開発に取り組んできました。

その内訳は、次の通りです。

- 1) 「戦略的基盤技術高度化支援事業（サポイン）」12件
- 2) 「マッチングプランナープログラム」2件
- 3) 「中堅・中小企業への橋渡し研究開発促進事業」2件

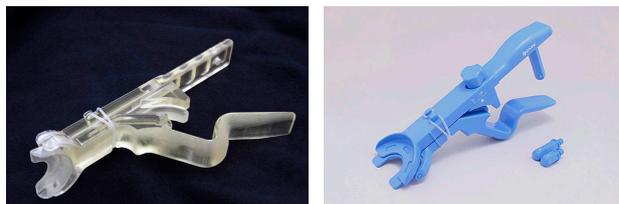
戦略的基盤技術高度化支援事業（サポイン）は、中小企業が大学や公設試などと連携して行う研究開発に対する経済産業省の支援制度で、当センターでは近年最も積極的に活用しています。計画および研究に際しては、支援機関である公益財団法人滋賀県産業支援プラザなどとの連携を密にして取り組んでいます。

マッチングプランナープログラム（JST：国立研究開発法人科学技術振興機構）と中堅・中小企業への橋渡し研究開発促進事業（NEDO：国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構）はいずれも、企業のニーズと研究機関などのシーズのマッチングを促進する制度です。

次ページでは、昨年度終了した3件の研究開発について概要を紹介します。

事業名：戦略的基盤技術高度化支援事業（サポイン）
テーマ：「国民病「顎関節症」の治療に最適な革新的次世代型開口訓練システムの開発」

内容：
 顎関節症治療時に用いる器具と、治療効果を確認する測定器具の開発に取り組みました。
 当センターでは、山科精器（株）と東京医科歯科大学で検討され3Dデータ化された両器具を3Dプリンタで試作しました。
 この試作により、高額な金型を作成する前に、機能を評価することができました。



試作品（3Dプリンタ）

訓練器具（製品）

共同研究：
 山科精器株式会社
 東京医科歯科大学
担当：
 電子システム係 山下 誠児

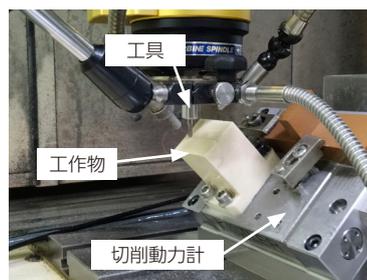


測定器具（製品）

←測定器具（製品）

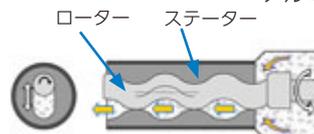
事業名：戦略的基盤技術高度化支援事業（サポイン）
テーマ：「高機能薄膜製造における高粘度スラリー液用極低脈動移送ポンプの開発」

内容：
 高粘度液などの定量移送を実現するため、耐摩耗性の高いアルミナセラミックスを主要部材（ローター）に用いた、脈動率が1%以下である極低脈動移送ポンプの開発に取り組みました。
 当センターでは、主に、アルミナセラミックの高精度研削加工技術について取り組み、ダイヤモンド電着工具を用いて表面粗さ Ra0.2 μm 以下と、良好な加工面が得られました。



アルミナ研削実験

共同研究：
 ヘイシンテクノバルク株式会社、兵神装備株式会社
 中川加工技術研究所、東北部工業技術センター
担当：
 機械システム係 今田 琢巳



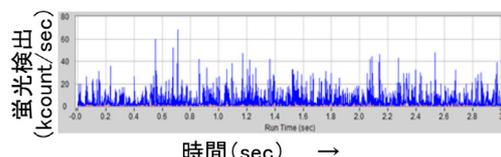
移送ポンプの概略図

事業名：JST 研究成果展開事業 マッチングプランナープログラム
テーマ：「蛍光1分子測定法による簡便で迅速な微生物検出技術の開発」

内容：
 近年、カット野菜などの市場拡大により、微生物を短時間で簡便に検出をする技術が求められています。
 そこで、レーザー光源と共焦点光学系をもちいて超高感度で蛍光分子を検出する計測技術を活用し、蛍光測定を微生物成分などの検出へ応用する技術の開発を行いました。
 1滴のサンプルから微生物が生産する成分を検出する技術です。



←装置の外観



蛍光測定データピークのパラツキから微生物に由来する成分を検出する

研究協力：
 株式会社テクノサイエンス
担当：
 有機材料係 白井 伸明

熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置の測定事例紹介

- ポリアミドの分析について -

有機材料係 中居 直浩

テクノネットワーク2017年春号 (No.118) では、ガスクロマトグラフ質量分析装置 (以下、GCMS) を紹介しました。今回は、GCMSに熱分解炉をセットした熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置 (Py-GCMS) について、ポリアミドの分析例を踏まえて紹介します。

〇はじめに

ポリアミドは、アミド結合を有したポリマーの総称です。ナイロンという製品名の方が、なじみが深いかもしれませんが。本稿では、一般名であるポリアミドに用語を統一します。一言にポリアミドといっても、製品名でいえば、6-ナイロン、6,6-ナイロン、10-ナイロンなどは、それぞれ構造や物性が異なります。ナイロンの前の数字は、原料の炭素数のことで、6,6-ナイロンのように、2つの数字がある場合は、炭素6個の2種類のモノマーから成されることを意味します。これらのポリアミドは、構造が異なれば融点などの物性が異なり、異物分析では、しばしばその種類まで同定する必要が出てきます。しかしながら、アミド結合が連続しているという構造が似ていますので、赤外分光分析では、図1のように差が少なく区別が困難です。そこで、これらのポリアミドを区別できるPy-GCMSを用いた分析を紹介します。

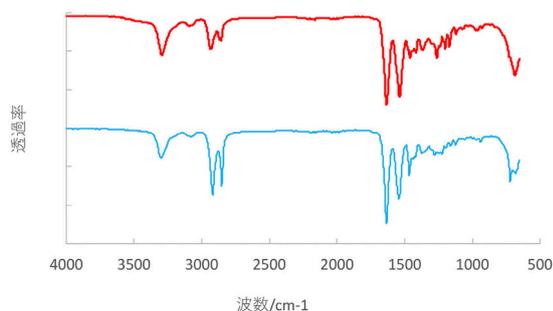


図1 6-ナイロン (赤)、11-ナイロン (青) の赤外分光分析の結果

〇Py-GCMSを用いたポリアミドの分析

GCMSは、揮発成分を分析できる装置です。しかしながら、ポリアミドは固体ですので、このままでは分析できません。そこで、600℃程度に加熱した熱分解炉で熱分解し、発生したガスをGCMSで分析します。よって、この手法では、ポリマーそのものではなく、ポリマーの熱分解で生じたガスを分析します。通常、熱分解炉内部はヘリウムで満たされているため、分解ガスは二酸化炭素まで分解されず、ポリマー固有のガスとなります。得られたガスをガスクロマトグラフで分析すると、図2のようなクロマトグラムが得られます。熱分解ガスを分析したクロマトグラムをパイログラムと呼ぶことがあります。このパイログラムから、ポリアミドの同定を行います。

〇ポリアミドの分析

分析条件は、文献1を参考にして決定しました。ポリアミド (6-ナイロン、11-ナイロン) を分析すると、図2のようなパイログラムが得られました。2つのパイログラムでは、各成分の保持時間が異なり、6-ナイロン、11-ナイロンそれぞれで異なった熱分解ガスが発生したことが分かります。パイログラムを詳細に解析すると、6-ナイロンからは、炭素数6のε-カプロラクタムが、11-ナイロンからは、炭素数11, 22の成分が発生したことが分かりました。

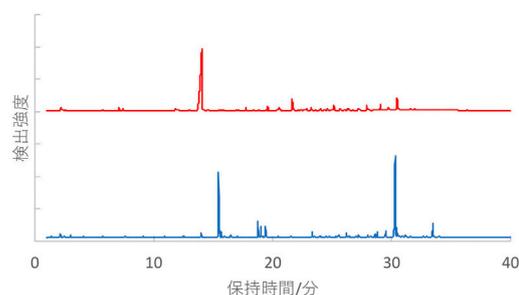


図2 6-ナイロン (赤)、11-ナイロン (青) のパイログラム

〇まとめ

このように、Py-GCMSを用いることで、赤外分光分析だけでは同定が難しいポリアミドの詳細な構造を明らかにすることができます。例えば、ポリエステルやポリカーボネート²⁾など他の赤外分光分析で区別が難しい化合物にも適用できることがあります。さらに、ポリマーに含まれる添加剤の分析にも活用できます。お気軽にご相談ください。

〇参考文献

- 1) 拓植 新, 大谷 肇, 渡辺 忠一, 高分子の熱分解GC/MS-基礎およびパイログラム集-, 株式会社テクノシステム (2006)
- 2) 石田 康行, 大谷 肇, 拓植 新, 分析化学, 1998, 47, 673-688.

技術相談事例の紹介

前号に引き続き、技術相談事例を紹介いたします。センター活用の参考にしていただければと思います。お困りの際は、気軽にお問い合わせください。

課題：テープの接着強度測定

有機材料係 大山 雅寿

相談内容：テープが基材から剥離するときの接着強度を測定したい。どのような測定方法があるか。

対応：

テープの接着強度試験には一般的に90°、180°の剥離強度試験が行われ、その試験方法等はJISZ0237:2009に規定されています。それぞれテープを基材に貼り付けてこれを固定し、引っ張った際に加わる力を測定することで接着強度を求めます。試験時にテープと基材が形成する角度によって名称が異なり、テープと基材が90°の角度を維持するように試験する手法を90°剥離強度試験、同じく180°となるものを180°剥離強度試験と呼びます。

センターではそれぞれの測定に必要な治具を保有しておりますので、いずれの測定も対応可能です。お問い合わせの際、試験方式の選択についてよくご相談を頂きます。まずは実際の使用環境において一番近い剥離の形式を選択されることをおすすめします。ただし、それぞれの測定方法においてサンプル形状や準備手法等に制限がありますので注意が必要です。そのほか、センターでは接着強度測定以外にも多数の測定治具を保有しております。治具や実験手法等を工夫することで様々な強度測定にできるかぎり対応しております。



低荷重物性試験機



(拡大) 90° 剥離試験

課題：粉砕方法の違いによる粒度の変化と測定時の注意点について

セラミック材料係 山本 和弘

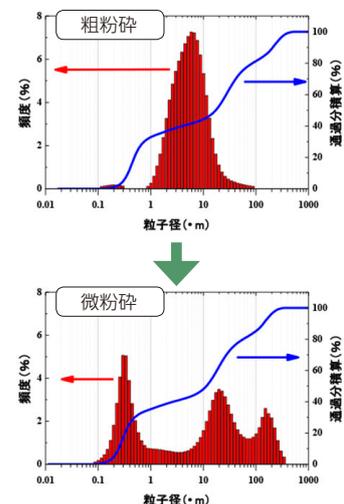
相談内容：レーザー回折式粒度分布の測定法の種類を知りたい。また粉砕方法の違いによる粒度の変化を計測したい。

対応：

レーザー回折式の粒度分布測定装置では比較的簡便に粉末試料やエマルジョンなどの粒度を測定できます。

粉末試料では乾式または湿式で測定できます。乾式では粉末のまま測定可能ですが、湿式よりも多くの試料量が必要です。湿式では循環式とバッチセル式が選択可能で、バッチセル式は少量の試料(20ml)に対応しています。

今回は数百nmの粒径まで特殊な方法で微粉砕した試料の測定を行い、通常粉砕の試料との比較を行いました。微粉砕の結果、最頻値は7μmから300nm程度まで減少しており、粉砕の効果が確認できます。しかし、新たに100μm以上の粒子も観測されており、凝集などによる影響が示唆されるため、使用する際には解膠(分散)するなど注意が必要です。



研究成果報告会

センターでは、産業界のニーズや社会的な要請に対応すべく研究開発に取り組んでいます。ここでは、これまで取り組んだ研究のうち平成29年11月30日（木）に開催した研究成果報告会で報告した3件を紹介します。

固体電解質向けインピーダンス測定システムの開発

～10mHz から 100MHz までを実現した唯一のシステム～

電子システム係 山本 典央

概要:

全固体リチウムイオン二次電池のキーマテリアルである固体電解質の評価として重要なインピーダンス測定について、10mHz から最高100MHz までの測定システムを株式会社クオルテックとの共同研究*1により、業界で初めて開発しました。

このシステムの特長は、① FRA 方式と自動平衡ブリッジ方式の両方の測定器に適合する最高 300℃加温可能な測定治具を有すること、②2つの測定器を自動的に切替える装置を有すること、③測定周波数、測定電圧等を入力するだけで、全測定周波数範囲の測定データを自動的に取得するソフトウェアを有すること等です。これらにより、従来の測定システムでは不可能であった 100MHz までの測定を実現しました。

(*1: NEDO 委託事業および助成事業)



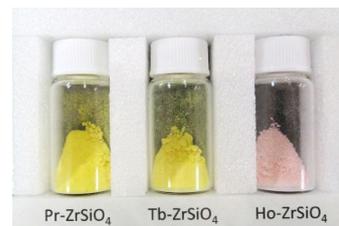
環境配慮型顔料の開発研究

無機材料係 前川 昭

概要:

鉛やカドミウムなど、人体や環境に有害な元素を含まない無機顔料です。市販品と同程度の発色の黄色や、光源によりピンク色に発色するジルコン顔料の低温合成法を見出しました。

従来、ジルコンの合成の固相反応法では 1400 ~ 1500℃の高温が必要でしたが、錯体重合法を用いることで、900℃程度の低温での合成が可能となりました。さらに、テルビウム添加により黄色に、ホルミウム添加により太陽光下では薄い黄色、蛍光灯下ではピンク色と演色性能を持つジルコン顔料が合成できました。



信楽焼の特性を生かした坪庭用資材の開発

信楽窯業技術試験場 陶磁器デザイン係 高畑 宏亮

概要:

近年、海外での和風文化の評価の高まりや東京オリンピックを前に外国人観光客の増加によるホテルや料亭など建築需要が見込まれる中、信楽焼産地が得意とする屋外用陶器と試験場で開発してきた多孔質・透光性陶器の技術を坪庭用資材に集約し、和モダンな新製品開発に平成27年度から3年計画で取り組んでいます。

①苔ブロック(苔の植え付けができる植栽容器)、②透光性陶器を組み合わせた庭園灯、③多孔質素材を利用したTUKUBAI(蹲:手水鉢)などを開発しました。



PVB樹脂のリサイクルに光明?! 新たな利活用技術を開発!!

有機材料係 神澤 岳史

ポリビニルブチラール樹脂 (PVB) はガラス中間膜の代表的素材であり、ガラスの割れ・飛散防止等を目的に、自動車フロントガラスや建築用ガラスなどに利用されています。現在当センターおよび東北部工業技術センターでは、PVBをはじめとするポリビニルアセタール樹脂の新たな利活用技術の開発を県内企業と共に行っています。今回はその一部をご紹介します。

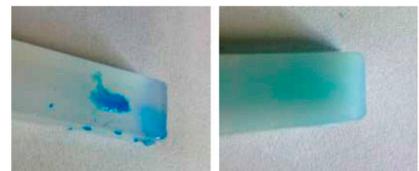
廃材を活用しながらもバージン材並みの特性を有する素材開発に成功! (特許第6031648号)

ポリビニルアセタール樹脂にリサイクルAS(アクリロニトリル-スチレン)樹脂およびゴム材を所定の割合で混合することで、バージンABS(アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン)樹脂以上の粘り強さを有する材料の開発に成功しました。

ポリオレフィン樹脂の親水化と耐衝撃性向上が両立する技術開発に成功! (特願2017-218720)

疎水性材料であるポリプロピレン (PP) 樹脂などのポリオレフィン樹脂にポリビニルアセタール樹脂を所定の割合で混合することで、親水化することを見出しました(写真)。さらに、この材料は、室温(23℃)および低温(-40℃)いずれにおいても未混食品比2~3倍以上の耐衝撃性を有するなど、興味深い特性を示します。

得られた特性を活かした幅広い用途への展開を目指しています。ご興味のある方は、お気軽にお問い合わせください。



改質前

改質後

新規導入機器の紹介

平成29年度に導入した機器をご紹介します。詳細は各担当者にお尋ねください。

万能材料試験機 (50kN)

用途・特徴

材料や機械部品を引張・圧縮方向に負荷することにより、JIS規格に基づいた強度試験を行うことができます。

本装置は、サンプリング速度の高速化や伸び計の導入により、従来対応できなかった新JIS規格(K 7161等)に準拠した試験や弾性率の測定が可能となりました。

(機械システム係 柳澤)



本装置は、(公財) JKAの補助事業(平成29年度(競輪)補助物件)により導入しました。

機種

メーカー：株式会社島津製作所
型式：AG-50kNXplus

仕様

- ・ロードセル容量 1kN、50kN
- ・荷重精度 指示値の±1% (ロードセル容量の1/1000以上の範囲で)
- ・サンプリング速度 最高0.2msec
- ・恒温槽温度域 -40 ~ 250℃
- ・治具 引張試験、圧縮試験、3点曲げ試験、
- ・その他 伸び計、たわみ計



ICP発光分析装置

用途・特徴

アルゴンガスの ICP (Inductively Coupled Plasma : 誘導結合プラズマ) を光源とする発光分光分析法で、プラズマ中に試料溶液を噴霧したときに、含有元素が発する光を分光し、その波長と強度から元素の種類や量 (定性・定量) を ppm オーダーで分析する装置です。

今回の導入により、塩素の分析が可能になり、データ解析処理の性能も格段に向上しました。ただし、沈殿や高濃度試料の場合などは、ろ過や稀釈が必要です。また、固体試料は、酸や加熱により溶液化が必要です。(無機材料係 中島、田中)

機種

メーカー：株式会社島津製作所
型式：ICP-8100CL

仕様

- ・測光分光方式 ツインシーケンシャル型
- ・検出器 光電子増倍管
- ・分析可能元素 約70元素 (塩素Cl含む)
- ・試料供給 自動50試料 (20ml試験管)

(オプション)

- ・内標準分光器 元素：Y 371.0nm
- ・軸方向測光
- ・超音波ネブライザー



ICP
：誘導結合プラズマ
(Ar：アルゴン)



顕微鏡システム

用途・特徴

金属、プラスチックなど、多様な材料や部品に対する観察および解析を行うことができます。

視野を移動した際、自動的に全焦点画像を表示できるライブ深度合成機能を備えていますので、凹凸がある物でもクリアに観察するでき、3D画像に変換表示も可能です。また、カメラを垂直状態から±60°までの傾斜観察も可能です。

さらに、2点間距離、半径、直径、円心間距離、X-Y距離、面積などの測定や粗さ解析が可能です。

(機械システム係 今道、
無機材料係 田中)

機種

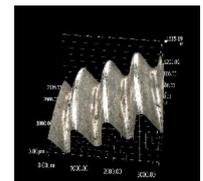
メーカー：株式会社キーエンス
型式：デジタルマイクロスコープ
VHX-6000

仕様

- ・撮影画素 192万画素
- ・観察倍率 20～2000倍
- ・観察方法 明視野、暗視野、透過偏光 (オープンニコル、クロスニコル)
- ・照明方向 可変 (マルチライティング)
- ・解析機能 線粗さおよび面粗さ解析
- ・撮影条件 画像ファイル中に保存可能
- ・駆動方法 X軸、Y軸、Z軸の3軸とも電動



深度合成画像



3D画像



恒温恒湿槽

用途・特徴

電子機器や機械モジュール、機能材料等の工業製品の温度・湿度に対する耐性評価試験を行います。

熱帯地域の高湿多湿な状況や寒冷地の氷点下気候などを模擬したり、過酷な温度環境にさらされる場合の加速耐久試験を行います。

また、温度・湿度条件をプログラム入力することで、昼夜連続の24時間自動運転も可能です。

(電子システム係 木村・山下)

機種

メーカー：エスペック株式会社
型式：PSL-4J

仕様

- ・温度範囲 -70～+150℃
- ・湿度範囲 20～98%rh (10～85℃)
- ・試験槽内寸法 幅1000x奥行800x高さ1000mm
- ・棚板耐荷重 30kg×2段
- ・槽内床耐荷重 100kg (総合計)
- ・前面扉操作孔 2ヶ所
- ・側面貫通孔 φ50mm×1、φ100mm×1



滋賀発の産業・雇用創造推進プロジェクト（厚生労働省補助事業）平成27～29年度実施
人材は大切な財産！今こそ技術研修でイノベーションに向けた人づくりを！

モノづくり技術人材育成事業

3年間600名以上のご参加ありがとうございました。

20年間滋賀県産業支援プラザが実施してきました技術研修事業とセンター事業を融合する形で、高度な技術力、製品の信頼性・安全性、性能の向上に役立つセミナー・講習会・実習などを3年間にわたり開催しました。

講師には大学教官や各機器メーカーの技術者を迎え、県内モノづくり企業のみならず品質管理から新製品・新技術の開発まで、広く役立つ情報を理論と実践の両面から実施しました。

モノづくり支援総合セミナー（実績：6回開催）

材料分析技術、非破壊検査技術、電池産業市場動向と技術開発、金属材料の科学、自動車産業新技術、切削加工・レーザ加工に関する講演。

モノづくり技術講習会・実習（実績：54回開催）

振動試験、X線光電子分光分析、EMI測定、疲労試験、ラマン分光分析、粒度分布、X線回析、オシロスコープ、環境試験、蛍光X線分析、三次元測定、測光測色、輝度計、微小硬さ試験、水銀ポロシメーター、ガス吸着、熱分析、赤外分光分析、温湿度試験、万能材料試験機、ICP発光分析装置 などに関する講習および実習。

実施を希望する研修内容や意見をお聞かせください。

（モノづくり技術人材育成事業担当：白井（伸）、今田）



今後も実施する事業は、メールマガジン「IRCS News」、ホームページ、テクノネットワーク等でご案内します。

是非とも個人単位でメールマガジンへの登録をお願いします（HP左欄-情報-メールマガジン-登録）。

<http://www.shiga-irc.go.jp/info/ircsnews/registration/>

テクノネットワーク／No.121／平成30年2月28日発行

グリーン購入法適用紙を使用しています。

滋賀県工業技術総合センター／<http://www.shiga-irc.go.jp>

(信楽産業技術試験場) / 〒520-3004 栗東市上砥山232 / TEL: 077-558-1500 / FAX: 077-558-1373
/ 〒529-1851 滋賀県甲賀市信楽町長野498 / TEL: 0748-82-1155 / FAX: 0748-82-1156

