

企業と共に歩む技術支援の拠点をめざします。

テクノネットワーク

No.103

2012/春号



発行

滋賀県工業技術総合センター

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

目次

テクノレビュー	2
ものづくり価値を評価する手法の開発研究 超音波による焼入れ部材検査技術について ナノ粒子複合化高機能性膜の研究開発 光・蛍光の高感度測定技術からのバイオ測定への展開	
機器利用ガイド	4
熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置による 樹脂の分析	
機器紹介	6
放射電磁界測定システム キセノンウェザーメータ	
お知らせ	7
H24年度 技術研修年間計画	
研究会活動	8
滋賀県酒造技術研究会	



Mother
Lake

母なる湖・琵琶湖。

—あずかっているのは、滋賀県です。

研究成果報告会を開催

2012年2月7日に当センター本館大研修室にて恒例の研究成果報告会を行いました。今回の報告会では、研究発表（4件）とポスターセッションによる研究成果の発表に加えて、当センターにおける相談事例（2件）や新規導入機器の紹介、滋賀県及び滋賀県産業支援プラザによる支援事業の紹介、センターの見学会も行いました。本誌、テクノレビューにて、以下の4つの研究発表内容の概要を紹介します。

研究発表

1. ものづくり価値を評価する手法の開発研究
2. 超音波による焼入れ部材検査技術について
3. ナノ粒子複合化高機能性膜の研究開発
4. 光・蛍光の高感度測定技術からのバイオ測定への展開

相談事例の紹介

1. 金属不具合の解析支援
2. 樹脂製品関連のガスクロマトグラフ質量分析による分析

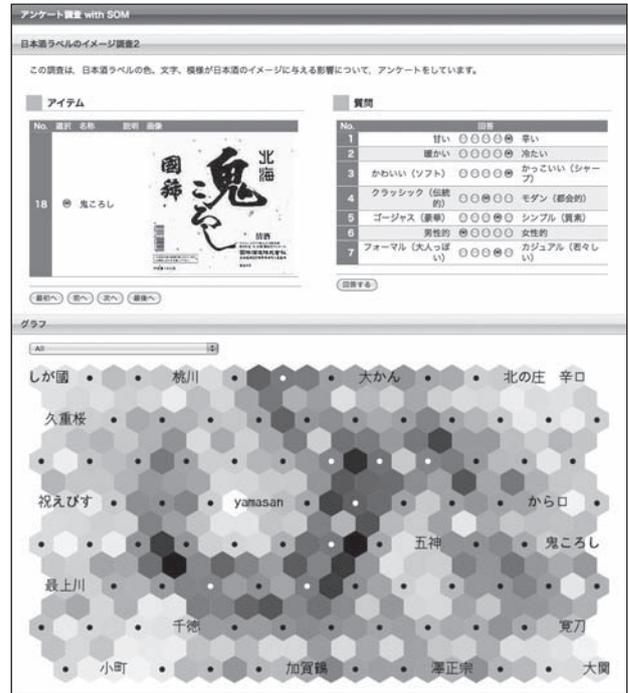


1.ものづくり価値を評価する手法の開発研究

機械電子担当 野上雅彦

現代の成熟した市場では、高機能であるから、あるいは低価格であるからという理由だけではものが売れなくなっており、 $+α$ の感性価値を、消費者へ伝える売り方を含めた商品づくりが重要になっています。しかし、感性価値は曖昧なものであるため、その評価や分析は難しく、商品開発の現場における大きな課題となっています。そこで本研究では、曖昧な感性価値の分析および評価手法の確立を目指し、SD法や自己組織化マップ（SOM：Self-Organizing Maps）を活用した感性価値評価分析システムの開発を行いました。

調査内容の設定から、アンケート収集、グラフ表示までの機能をトータルに備えたWebアプリケーションの開発を行うことで、調査から分析までをシームレスに行えるシステムを完成させることが出来ました。アンケート結果をSOMマップで表示することで、多次元データによる商品の分類を簡単に視覚化することが可能となりました。さらに個別マップを分析することで、商品のポジションを左右する因子の分析が可能であり、本システムは市場分析の有効なツールとして期待できます。



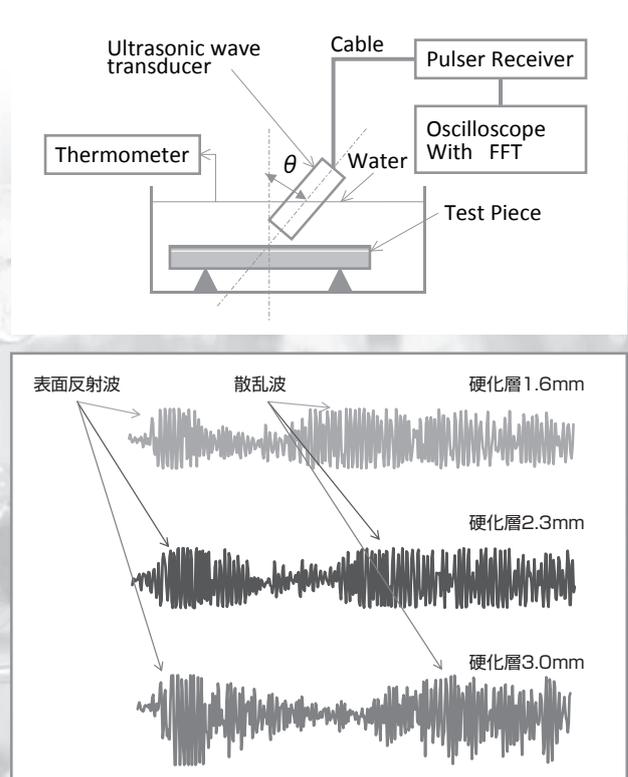
2.超音波による焼入れ部材検査技術について

機械電子担当 井上栄一

高周波焼入れされた自動車部品に超音波を送信し、試験体内部を透過した応答信号を信号処理して、高周波焼入れの欠陥検出を行う技術の開発とその技術移転を目的とし、本研究では有効硬化深さを検査するための計測条件を調査研究しました。

斜角入射法による実験では、入射角度等の条件パラメータを調整することで、図に示すように有効硬化層深さに対応する信号波形を比較的再現性よく観察できるようになりました。

この技術を実際の検査に応用するためには、得られた応答波形から硬化層深さそのものを定量化することが必要であり、硬化層深さ部分の信号分離手法や、信号のパターン処理等を利用した判別・分類化等を確立することが必要です。今後は、MTシステムの手法を検討し、最終的な検査のインライン化への道筋を立てていきます。



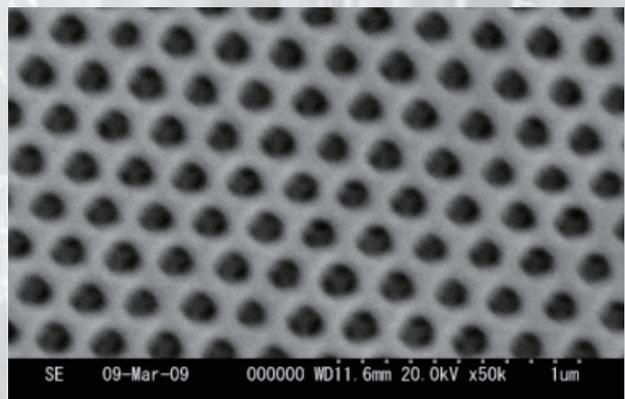
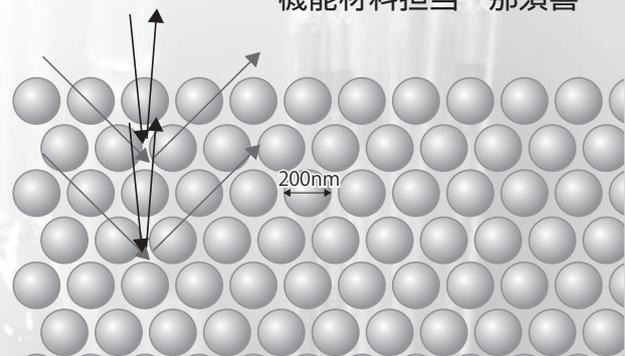
3. ナノ粒子複合化高機能性膜の研究開発

機能材料担当 那須喜一

見る角度により色が変化する色材としてマイカ、蒸着フィルム等の鱗片状の顔料がありますが、生産性、コストなどの問題から用途が限定されており、他の新たな色材が求められています。この研究では、構造色など色素とは異なる発色を用いた新たな色材を開発する事を目的としています。

酸化チタンや酸化ケイ素を水系液相析出法によりポリスチレン粒子間の隙間を埋める形で析出させた後、ポリスチレン粒子を分解除去する事により、ナノレベルの空孔の並んだ膜を作成しました。これを、電子顕微鏡や光学顕微鏡で観察すると共に、大面積化出来るものについては、変角分光光度計で角度による反射光の違いなどを測定しました。

整列したナノサイズのポリスチレン粒子の除去された場所が、規則正しい粒子孔となり層状に並んでおり、その結果として酸化物が多層膜として働くことにより光の干渉が起こり発色します。ポリスチレン粒子と酸化物の配合比の最適化により、色材として利用できる可能性のある玉虫色に発色する虹彩色の膜が作成できました。



4. 光・蛍光の高感度測定技術からのバイオ測定への展開

機能材料担当 白井伸明

光や蛍光の超高感度測定のバイオ計測への応用事例を、以下の4テーマについて紹介しました。

1. インフルエンザウイルスの高感度、迅速検出
2. 超高感度蛍光1分子検出
3. 魚類環境ホルモンの測定法
4. 微生物による難分解木材リグニン分解能力

1. インフルエンザウイルスの高感度、迅速検出

ナノテク技術で製造された、ウイルスと同サイズ(100-200nm)のポリスチレン製微粒子に、蛍光分子を結合させた「モデル蛍光ウイルス粒子」を作成しました。これを希釈したものを、細く絞ったレーザー光と共焦点光学系の装置で直径1-2μm程度の空間を高感度に観察することで、モデルウイルス1個の通過を検出できることを見出しました。実際のウイルス検査では、インフルエンザを検出するために、ウイルスのみに結合する抗体に蛍光分子を付けたものを検出用試薬として利用します。

現在、JSTの支援を受け、産学官共同研究によるウイルス検出装置の試作開発を進めています。簡易検査法では検出できなかった検体から、ウイルスを短時間で検出

できる技術であり、毒性の高い新型インフルエンザ発生時の検疫に活用できると期待されます。

2. 超高感度蛍光1分子検出

ウイルスを1粒子で検出することに成功した後、更にたった1分子の蛍光化合物を検出する研究開発を行いました。ウイルス検出と同じ共焦点光学系装置を用い、蛍光発光の検出シグナルの強化と、バックグラウンドの迷光や散乱およびノイズの低減を目指しました。光学系、測定法、溶液成分など、多くの変更・改良策を組み合わせることで、 $10^{-12}M$ の低濃度の水溶液1滴中の1つの蛍光分子を半定量的に測定することができました。この濃度は、ゴマ1粒程度の蛍光化合物をオリンピック競泳用プールに溶かした濃度に相当します。

その他、当センターでは環境ホルモンの測定や微生物の木材分解能力の測定などに「光・蛍光の超高感度測定」技術を応用しています。光子1つを検出できる超高感度カメラ等の機器を整備し、その機器で光や蛍光を計測するためのノウハウも多く蓄積しています。

熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置による樹脂の分析

ガスクロマトグラフ (GC) は工業製品製造や食品製造業における研究開発や品質管理から環境分析にいたるまで、様々な分野で利用されており、今日では欠かすことが出来ない分析手法のひとつです。このため、装置の汎用化にともない、分析やデータの自動処理技術が発達し、簡単に使うことができるようになってきました。しかし、サンプルの状態や性状によっては分析できない場合もあるうえ、たとえ分析できるサンプルであっても、前処理方法や装置への試料導入方法が分析の可否を決定するの

で、条件は慎重に検討する必要があります。装置への導入方法としては、液体や気体をシリンジで導入する方法、ヘッドスペースサンプラーによる方法など様々あり、当センターでもそれらのうち、いくつかの方法ができるよう、装置を設置しています [1]。今回はそれらのなかでも樹脂の分析に用いられる熱分解装置を装着した「熱分解ガスクロマトグラフ質量分析 (熱分解 GC/MS)」に焦点をあてて、装置について簡単に解説し、分析事例を紹介いたします。

ガスクロマトグラフとは・・・

ガスクロマトグラフ [2] とは揮発性の化合物を分離する装置で、主に「試料気化室」「カラム」および「検出器」から構成されます。試料気化室からカラム、検出器が直列につながっており、この順にキャリアガスが一定の速度 (圧力) で流れています。それでは、物質が流れる順に、簡単に各構成を説明します。

試料気化室で気化した試料がキャリアガスによってカラムに運ばれます。このカラムは内径がおおよそ 0.2 ~ 0.5 μm の細い管です。カラムの内壁には固定相とよばれる物質が固定化されており、キャリアガスによって運ばれてくる物質との間で相互作用が生じます。この相互作用の大きさが流れてくる物質の構造により異なるため、物質がカラムを通過する速度に差が生じます。この差によって、物質が分離されます。

分離された成分がそれぞれカラム出口から検出器に導入されます。この検出器には様々な種類があり、目的に応じた種類を選定する必要があります。代表的なものに、水素炎イオン化検出器 (FID)、熱伝導度検出器 (TCD)

や質量分析計 (MS) があります。

気化室から導入された物質が、検出器によって検出されるまでの時間を「保持時間」と呼び、同じ物質を同一条件で分析した場合には、保持時間が一致します。このため、標準物質と未知物質との保持時間の比較により、物質の特定が“ある程度”可能です。しかし、標準物質が無い場合もあり、さらには、異なる構造の化合物でも、たまたま保持時間が一致する場合があります。この場合、質量分析計を検出器として用いると、物質の質量分析を行っているため、物質の構造の特定が可能になります。

質量分析計 [3] では物質をイオン化することで検出しているのですが、特に、電子イオン化法 (EI) と呼ばれるイオン化法による質量分析の結果については、ライブラリーが充実しています。このため、標準物質が無くても、このライブラリーによる検索から物質の構造を決定することがあります。なお、当センターでは NIST (National Institute of Standards and Technology) のライブラリーを搭載しています。

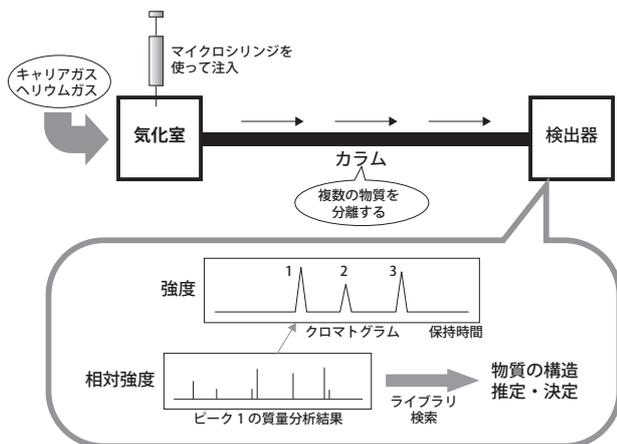


図1 GC/MSの概略図

図2 熱分解GC/MS装置

熱分解ガスクロマトグラフ質量分析

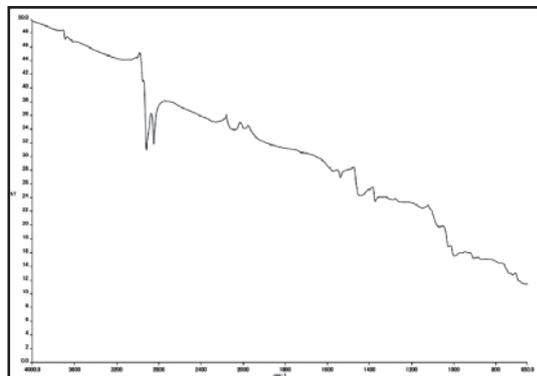
先述のとおりガスクロマトグラフでは測定試料が気化してキャリアガスによって運ばれるため、気化するものであれば分析の可能性があります。一方、樹脂は気化しないため、このままの状態ではGC/MSによる分析はできません。そこで、熱分解GC/MSでは、樹脂を熱分解することで低分子量の気化成分とし、GCで分析できるようにします。熱分解することで樹脂そのものの構造は壊れますが、分解生成物の構造情報から、もとの樹脂の構造を推測することができます。

次に、熱分解GC/MSによる分析事例を紹介します。

(事例) ゴムの分析

現在、様々な部材としてゴムが使われており、その分析が必要な場合が多くあります。一般に樹脂材料の素材の特定には赤外分光光度法（IR）による手法が有効です。しかし、黒いゴムの場合には、含有するカーボンブラックの影響により、明瞭なIRスペクトルが得られないことがあります。エチレン-プロピレンゴム（EPゴム）およびニトリルゴムをIR測定した結果を図3に示します。

全体的に右下がりであり、ほとんどのピークが明瞭ではあ



A エチレン-プロピレンゴム



B ニトリルゴム

図3 2種類のゴムのIRスペクトル（装置：PerkinElmer Spectrum One, 1回反射ATRにて測定）

りません。これでは、ゴムの種類を決定することができません。一方、熱分解GC/MSにより分析した場合には、結果に違いが現われます。550℃による瞬時熱分解による分解生成物をGC/MS分析した結果を図4に示します。

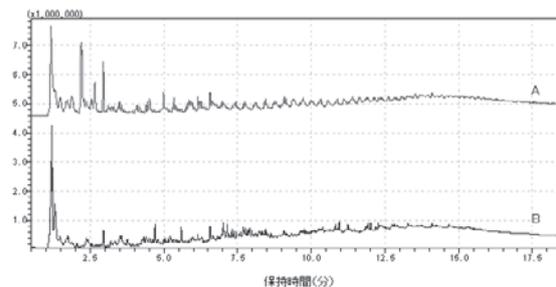


図4 ゴムを熱分解GC/MSにより分析したクロマトグラム（A エチレン-プロピレンゴム、B ニトリルゴム）

図4のクロマトグラムを比較すると、形状に違いがあることがわかります。この結果から、熱分解による生成物が異なることがわかります。さらに、ここでは割愛しますが、各ピークは質量分析の情報を含んでいるため、この情報から化合物の構造をライブラリーにより検索することができます。検索された化合物の情報から、もとの樹脂の組成を推測します。また、樹脂の種類や分析条件によっては、高分子化合物の熱分解GC/MSのライブラリーにより検索することも可能です[5]。

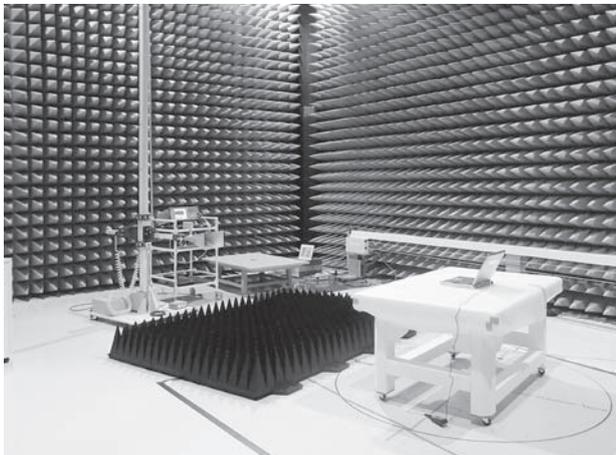
熱分解GC/MSの用途としては、樹脂の熱分解のほかにも、加熱脱着による添加剤の分析にも利用可能です。また、セラミックスに含有される有機化合物の分析など、他にも多数、分析事例があります。

GC/MS分析は、分析の目的や試料の状態により適した分析条件を選択する必要があります。また、前処理手法の選択も分析の可否を大きく左右しますので、お気軽にご相談ください。

注釈および参考文献

- [1] 当センターで対応可能な試料導入法は、液体または気体サンプルをシリンジで導入する方法、熱分解法（以上、島津製作所GCMS-QP2010Plusにて対応）、ヘッドスペース法、加熱脱着サンプラーによる方法（パーキンエルマー Clarus 600にて対応）です。
- [2] 日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会編、役にたつガスクロ分析、みみずく舎（2010）。
- [3] 志田ら著、これならわかるマススペクトロメトリー、化学同人（2001）。
- [4] 西岡ら編、実用プラスチック分析、オーム社、pp232-244（2011）。
- [5] 当センターでは F-Search（フロンティアラボ）を搭載しています。樹脂の熱分解のほかにも、添加剤の検索も可能です。

放射電磁界測定システム KEIRIN OO



主な構成機器	(1) スペクトラムアナライザ ・ Agilent Technologies 製 [N9020A-508] 20Hz ~ 8.4GHz (N6141A, N9020A-EDP, N9020A-P08, N9020A-PRC)
	(2) プリアンプ ・ TSJ 製 [MLA-100M08-B02-36]
	(3) ホーンアンテナ ・ Schwarzbeck 製 [BBHA9120LF]
	(4) 低反射発泡機 ・ コロナ電子工業製 [CSVST-001]
	(5) 校正キット (S-VSWR 測定用) ・ Seibersdorf 製 [MA4POD16] (アンテナ) ・ コロナ電子工業製 [CSVST-001] (移動台) [CSVST-001] (コントローラ) [CSVSA-001] (アンテナ取付台) ・ TSJ 製 [TEPTO-DV/SVSWR] (ソフトウェア)

放射電磁界測定システムは電子機器等から放出される1GHz～6GHzの電磁波を測定・評価するための装置です。近年では製品の動作速度や通信速度の高速化によりGHz帯の電磁波が他の機器に及ぼす影響が問題となっています。このため従来までの1GHz以下の測定に加え、1GHz以上の測定も求められるようになりました。本装置を用いることで、製品から発生する電磁波ノイズが規格値以下に入っているかどうかを評価することができます。測定方法などご不明な点がございましたらお気軽にご相談下さい。

(機械電子担当 平野)

キセノンウェザーメータ KEIRIN OO



メーカー	岩崎電気株式会社
型式	アイ スーパーキセノンテスター XER-W75
仕様	光源 7.5kW水冷キセノンランプ 試験方法 連続照射およびサイクル試験(照射,暗黒,結露) 試料面放射照度 48 ~ 180W/m ² (300 ~ 400nm) 照度制御波長域 300 ~ 400nm 温度制御 ブラックパネル温度 45℃ ~ 95℃ (照射時) 湿度制御 30 ~ 70%RH (照射時)

あらゆる製品は、太陽光、熱や雨により劣化します。屋外環境での試験は時間がかかるため、劣化促進のためにウェザーメータを用います。

キセノン光は太陽光によく似た分光分布であり、キセノンウェザーメータによる試験は、樹脂や塗膜などの促進劣化試験としてJIS、ISOなど多くの規格に採用されています。

また、従来のキセノンウェザーメータ(波長範囲300～400nmにおける照度: 60W/m²) に比べて高い照度(180W/m²) で試験が可能です。

(機能材料担当 上田中)



平成23年度競輪補助物件
財団法人JKA

KEIRINマークがついている機器は、競輪の補助金を受けて整備した機器です。

H24年度 技術研修年間計画

H24年度も滋賀県企業の技術・人材育成を目的として、初心者向けから専門的な講座までを計画しておりますので、社員教育の一環としてぜひご検討ください。受講の受付は随時行っております。

期	講座名	開催予定日	日数	予定受講料 (円)
400	ISO9001 基礎知識講座	5/11	1	10,000
401	ISO14001 基礎知識講座	5/18	1	10,000
402	ISO9001 内部監査員養成講座	5/24,25	2	25,000
403	ISO14001 内部監査員養成講座	5/31,6/1	2	25,000
404	機械製図基礎講座	6/13,14,15	3	30,000
405	開発プロセスを革新する商品開発講座 (A) 品質機能展開コース (B) 品質工学コース	6/28,29 7/11,12,13	5	48,000 (25,000*)
406	鉄鋼材料と熱処理講座	7/25,27,31,8/2	4	35,000
407	製造力を高める現場改善講座 (A) QC コース (B) IE コース	9/29,31	2	20,000 (10,000*)
408	検査のための画像処理技術講座	9/5,6,7	3	30,000
409	金属疲労と損傷対策技術講座 (A) 基礎 コース (B) 応用 コース	9/19,20	2	25,000 (13,000*)
410	ISO9001 内部監査員養成講座	10/4,5	2	25,000
411	ISO14001 内部監査員養成講座	10/11,12	2	25,000
412	プラスチック射出成形加工技術講座	10/24,26,30,11/1	4	38,000
413	有機物の機器分析基礎技術講座	11/7,8	2	25,000
414	シミュレーターで学ぶ アナログ電子回路基礎講座	11/21,22	2	25,000
415	溶接・接合技術講座	12月	2	25,000
416	複合材料力学講座	12/13,20	2	25,000
417	プレス加工技術講座	12/14	1	10,000
418	ISO9001 内部監査員養成講座	2/7,8	2	25,000
419	ISO14001 内部監査員養成講座	2/14,15	2	25,000

* 1 コースのみの受講料

- 各講座とも日程・カリキュラム詳細・受講料が決定次第ホームページ上 (<http://www.shigaplaza.or.jp/>) で募集します。
- 受講希望者が少ない講座については中止する場合があります。また講座名や開催予定日、予定受講料が変更になることもありますので予めご承知ください
- 「キャリア形成促進助成金」の受給要件を満たせば助成金を受けることができます。詳しくは、滋賀労働局職業安定部職業対策課 (TEL 077-526-8686) へお問い合わせください。

■ 問い合わせ先

(公財) 滋賀県産業支援プラザ 新事業支援グループ

〒520-3004 栗東市上砥山232 (工業技術振興会館内)

TEL : 077-558-1530 FAX : 077-558-3048 E-Mail : kensyu@shigaplaza.or.jp

滋賀県酒造技術研究会

メンバー酒蔵紹介

北島酒造株式会社

- 銘柄 ● 御代栄 (みよさかえ)
住所 ● 滋賀県湖南市針 756
電話 ● 0748-72-0012
URL ● <http://www.kitajima-shuzo.jp/>

創業 1805 年の旧東海道沿いにある造り酒屋です。

戦前に作られていた幻の酒米「渡船」を復活させての日本酒造りなど、地元滋賀の米にこだわっています。また、近年では昔ながらの製造法である「きもと造り」にも取り組み、古き良き物を探りながら、今の技術で日本酒の新しい世界を開拓したいと考えています。



吉田酒造有限公司

- 銘柄 ● 竹生嶋 (ちくぶしま) 花嵐 (はなあらし) 海津郷雪花 (かいづこうせっか)
住所 ● 滋賀県高島市マキノ町海津 2292
電話 ● 0740-28-0014
URL ● <http://www11.ocn.ne.jp/~sekka/>

私どもの酒蔵は琵琶湖の北西岸高島市マキノ町海津にあります。古くより米や海産物などの北陸の物資を、琵琶湖を利用して京阪神に運ぶ湖上交通の中継地として栄え、最盛期には数十隻の丸子船(輸送船)を擁する大きな港町でした。その当時より海津の経済活動を支えた商人や船頭、人足、漁師などさまざまな人に愛され、現在もなおマキノ町内における清酒シェアの6割以上を占めるのが弊社ブランド「竹生嶋」です。地元日本酒党の支持を得て、「地元で造り、地元で消費される」文字通りの地酒蔵元として営業を続けております。



株式会社福井弥平商店

- 銘柄 ● 萩乃露 (はぎのつゆ)
住所 ● 滋賀県高島市勝野 1387-1
電話 ● 0740-36-1011 (代)
URL ● <http://www.haginotsuyu.co.jp>

近江高島で酒造り一筋260余年。寛延年間(1748~51)に創業しました。当時の藩主から勝野が浜に群生する萩に因んで、「萩乃露」と命名を賜ったと伝えられています。「酔うための酒でなく、味わうための酒を」。比良山系の清冽な伏流水を使用し、飲むほどに良さが分かる、まろやかで旨みがあるやわらかな飲み心地のお酒を目指しています。

