

☆今月の内容

●トピックス&お知らせ

・大型振動試験装置を設置しました！

- ーこの装置についての講習・見学会の参加者を募集しますー
- ・明日を拓く技術開発・研究開発・技術支援事例集・に新たな事例を追加しました
- ・「電子顕微鏡による材料の観察分析事例」講演会の参加者を募集します
- ・「知の拠点あいち」研究プロジェクト一般公開デー2013を開催しました

●技術紹介

- ・固体の微小部組成分析について
- ・湿式紡糸法による耐熱性繊維（ポリイミド）の開発について
- ・超促進耐候性試験の有効性について

《トピックス&お知らせ》

◆ 大型振動試験装置を設置しました！

ーこの装置についての講習・見学会の参加者を募集しますー

振動試験装置は、部品や組立品が稼働時に受ける振動や衝撃にどれだけ耐えられるかを評価するための装置です。電子部品・電子回路から自動車や航空機まで、幅広い範囲で試験が行われていますが、サイズの大きな製品や重量のある製品の試験には高い性能を持つ大型の装置が必要です。

このたび、国の支援（平成24年度予算事業・地域新産業創出基盤強化事業）により、加振テーブルサイズ1500mm×1500mm、最大搭載質量500kgの大型振動試験装置を産業技術センターに設置しました。この大型振動試験装置に関する講習・見学会を11月15日（金）に開催します。振動試験の試験規格についての講習や、大型振動試験装置の見学の他、具体的な試験事例（ランダム波試験、ショック波試験など）の紹介も行います。今後の研究開発、品質管理にお役立てください。多くの皆様のご参加をお待ちしています。

【日時】平成25年11月15日（金）13:30～16:00

【場所】愛知県技術開発交流センター（産業技術センター内）

【定員】60名 【参加費】無料

【申込方法】下記ウェブページの参加申込書に必要事項を記入の上、11月8日（金）までに、FAXでお申し込みください。



大型振動試験装置

●詳しくは <http://www.pref.aichi.jp/0000065196.html>

●問合せ先 産業技術センター 環境材料室 電話：0566-24-1841

●申込み先 （公財）日本包装技術協会 中部支部 電話：052-563-7123 FAX：052-563-7123

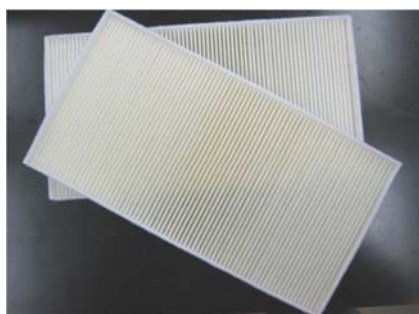
◆ 明日を拓く技術開発 ―研究開発・技術支援事例集― に新たな事例を追加しました

あいち産業科学技術総合センターでは、企業の方々の新製品・新技術開発に活用していただくため、これまでの研究開発の成果事例や技術相談・指導による技術支援の事例をとりまとめた「明日を拓く技術開発 ―研究開発成果・技術支援事例集―」を平成 24 年 10 月に発行し、各技術センターで配布するとともにウェブページ上で公開しています。

このたび、この事例集に最新の事例を追加する追補版を作成し、下記ウェブページで公開しました。研究成果事例 8 件、技術支援事例 2 件、合計 10 件を紹介しています。平成 24 年版「明日を拓く技術開発」と併せてご活用ください。個別の事例に関する問い合わせにつきましては各センターへお願いします。

掲載事例（一部）

※各事例の詳しい説明は事例集をご覧ください。



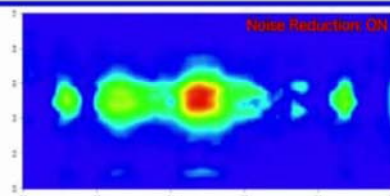
セルロースナノファイバーを用いた吸着材
(産業技術センター)



花酵母を使った地域色豊かな清酒
(食品工業技術センター)



ワシャモットを用いた液状化抑制
(常滑窯業技術センター)



人の寝姿を検出できるベッドシート
(尾張繊維技術センター)



瀬戸焼そば皿の商品開発
(瀬戸窯業技術センター)



明るい遮熱ネット
(三河繊維技術センター)

●詳しくは <http://www.aichi-inst.jp/research/case/>

◆「電子顕微鏡による材料の観察分析事例」講演会の参加者を募集します

あいち産業科学技術総合センターに新たに整備した機器のうち、透過電子顕微鏡、集束イオンビーム加工観察装置による材料の観察分析に焦点を当てた講演会を開催します。

電子顕微鏡による観察分析は、金属、セラミックス、プラスチック・フィルム材料の微小領域の観察・分析手法として広く認知されています。今回の講演会では、企業の方の材料開発や不良解析の一助となるような、透過電子顕微鏡による観察



電界放出型透過電子顕微鏡

事例や、観察試料作成の際に用いる集束イオンビーム加工観察装置に関する事例を紹介します。

講演後には、電子顕微鏡観察に関する個別の技術相談に応じます。また、当センターの分析機器や、隣接するあいちシンクロトロン光センターの見学会も併せて行います。

参加費は無料です。是非ご参加ください。

【日時】平成 25 年 11 月 26 日 (火) 13:30～17:00

【場所】あいち産業科学技術総合センター 本部

【内容】

- ・電子顕微鏡観察のための試料作製技術と材料の観察事例
- ・イオンビーム装置を用いた先端材料の解析
- ・当センターにおける電子顕微鏡観察分析事例

【定員】100 名

【申込方法】下記ウェブページの参加申込書に必要事項を記入の上、11 月 25 日 (月) までに、FAX でお申し込みください。

●詳しくは <http://www.pref.aichi.jp/0000065321.html>

●申込み先・問合せ先 あいち産業科学技術総合センター 共同研究支援部

〒470-0356 豊田市八草町秋合 1267-1 電話：0561-76-8315 FAX：0561-76-8317

◆「知の拠点あいち」研究プロジェクト一般公開デー2013 を開催しました

「知の拠点あいち」で行っている産学官連携による 3 つの研究プロジェクト「自動車・航空機用材料加工技術に関する研究」、「食の安心・安全技術に関する研究」、「超早期診断技術に関する研究」について、県民の方にわかりやすく紹介する『知の拠点あいち』研究プロジェクト一般公開デー 2013」を 9 月 28 日に開催しました。

当日は、当初の募集定員 150 名を上回る 170 名の方々にご来場いただきました。各研究プロジェクトについての説明の後、普段実験が行われている研究室等の見学を実施しました。今回から新たに実施した「キッズプログラム」では、小学生以下の子ども達とその保護者の方々を対象に、より噛み砕いた説明と見学ツアーを行いました。

参加者からは活発な質疑があり、展示された試作品を熱心に見つめる子ども達の姿も多く見られました。今後も引き続き、最先端の研究成果の紹介等を通じて、科学技術の普及・啓発を図っていきます。



キッズプログラムでの概要説明の様子

●詳しくは <http://www.pref.aichi.jp/0000065286.html>

●問合せ先 あいち産業科学技術総合センター 企画連携部 電話：0561-76-8306

固体の微小部組成分析について

1. はじめに

材料開発や異物の分析など固体組成を調べることは、工業材料を扱う多くの場面で行われます。組成分析のもっともポピュラーなものは蛍光 X 線で、ミリ単位の大きさの固体をそのまま組成分析することができます。また、分析対象が大きい場合などは、溶液化し ICP 発光分光分析等で定量する方法が選択されます。

一方、非常に微視的な領域の組成分析手段として、オージェ電子分光分析 (AES)、X 線光電子分光分析 (XPS)、エネルギー分散型蛍光 X 線分析付電子顕微鏡 (SEM-EDX、以下ここでは SEM と略記します) 等による方法があります。今回は固体微小部の組成分析について、分析手法の違いと特徴をご紹介します。

2. 各手法による組成分析の測定例

25nm厚みSiO₂膜/Siの基板の上に、イオンコーターによるスパッタでPt膜を30nm蒸着し、その膜にイオン銃により、10μmの孔をあけたサンプル (図) を準備しました。エッチングであけた孔の中心 (測定点①) とPt蒸着膜上 (測定点②) をAES、XPS、SEMで測定した結果を表に示します。測定点①の分析結果では、AESとXPSでnmの非常に薄い酸化膜の酸素も検出され、SEMではSi基板の組成のみの検出で、バルク成分が見えていることがわかります。

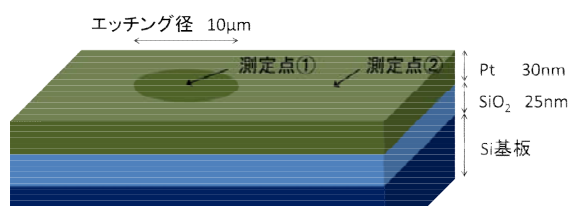


図 測定サンプル
Pt/SiO₂/Si 基板上の φ10μm 孔

表 各測定方法と分析値 (蛍光効率・相対感度係数を用いた準定量値)

分析手法	最小分析径	分析深さ	測定点① atomic%			測定点② atomic%		
			Si	O	Pt	Si	O	Pt
AES	数 nm	数 nm	66.8	32.3	<1	<1	<1	100
XPS	10μm	数 nm	41.4	56.6	1.9	<1	<1	100
SEM	1μm 程度	数十 μm	100	<1	<1	82.3	6.3	11.4

XPSは周辺に残ったPt成分が検出され、X線のビーム径10μmに由来する位置分解能の低さが分かります。測定点②ではAES、XPSともにPtのみが検出され、下地の組成が全く検出されないのに対し、SEMでは最表面のPt、その下のSiO₂膜、Si基板まで検出されていることがわかります。SEMの場合、深い部分から蛍光X線が出てくるのでバルクの組成分析に向いています。分析径と分析深さから各分析手法の測定体積を概算すると、

$$\text{AES} : \text{XPS} : \text{SEM} = 1 : 1000 : 1000000$$

となり、検出下限値が同程度であるので、AESではSEMの1000000分の1の原子があれば、検出可能であるともいえます。

またXPSは組成値のほかに化学状態も知ることができるため、状態の変化があった場合の微視的解析ではSEMやAESより多くの情報が得られます。

3. まとめ

上述のように同じものを測定しても、物質の中で元素が偏在している場合、分析値は異なります。適切な分析手法を用いることで検出できる実際の下限が異なります。これらの分析手法の特徴を挙げると以下のとおりです。

- ・AES：微小部 (<μm) の最表面の組成
- ・SEM：微小部 (≒μm) のバルク組成
- ・XPS：最表面の組成と化学状態

よって、微小部分析においては、異物・変色部の大きさ・その深さなど分析箇所状況によって適切な分析手法を選択する必要があります。

当センターでは、これらの装置を用いて金属、セラミックス等の元素分析や化学状態分析を行っていますので、お気軽にお問い合わせ下さい。



共同研究支援部 計測分析室 中尾俊章 (0561-76-8315)

研究テーマ：表面分析・X線構造解析

担当分野：材料評価

湿式紡糸法による耐熱性繊維（ポリイミド）の開発について

1. はじめに

高強度・高弾性率繊維（高性能繊維）と高耐熱性、難燃性などの優れた機能を有する高機能繊維は、「スーパー繊維」と呼ばれ、世界中で開発が盛んに行われています。この分野において、日本は世界トップレベルの技術水準にありますが、高耐熱性繊維に関しては、有機系耐熱繊維である市販のポリイミド繊維はオーストリアでのみ生産、販売されており、玄武岩を原料とした無機系耐熱（バサルト）繊維は中国やウクライナ等で量産されているのが現状です。このような背景から、国内での高耐熱性繊維の新規開発が求められています。

2. 湿式紡糸

繊維の製糸（紡糸）法の一つとして、溶媒に可溶化した高分子原料を凝固液中に吐出して繊維化する湿式紡糸法があり、この紡糸法は相分離、ゲル紡糸、液晶紡糸等に区分され、スーパー繊維の製造にも使われています。

当センターでは、これまでに相分離による湿式紡糸法にてケラチン（羊毛・毛髪等の蛋白質）、塩化ビニル、ビニルアルコール、セルロース系ポリマー等の原料を紡糸しました。

現在、溶剤可溶性ポリイミド液を湿式紡糸して、新規ポリイミド繊維の開発を目指して、企業と共同で研究開発を行っています。ここでは、その研究成果の一部を紹介します。

3. ポリイミド繊維の試紡

ポリイミド繊維は、高い耐熱性を有する反面加工性が極めて悪いため、ポリエステル等の製糸に用いる溶融紡糸では対応できません。このため、ポリイミド繊維は湿式又は乾式紡糸法にて製糸しています。従来のこれら紡糸法は、ポリイミド液を直接紡糸するのではなく、その前駆体であるポリアミド酸にて紡糸した後、ポリアミド繊維を後加工で加熱脱水により閉環・イミド化してポリイミド繊維を得ていました（図1）。

今回は、原料モノマーと合成方法を工夫することでポリイミドの分子の構造を変えました。このことで、溶剤に溶解易く湿式紡糸液として

適正な特性のポリイミド溶液としました。この溶液を直接紡糸原料液として凝固液中に吐出し、ポリイミド繊維を湿式紡糸しました（図2）。

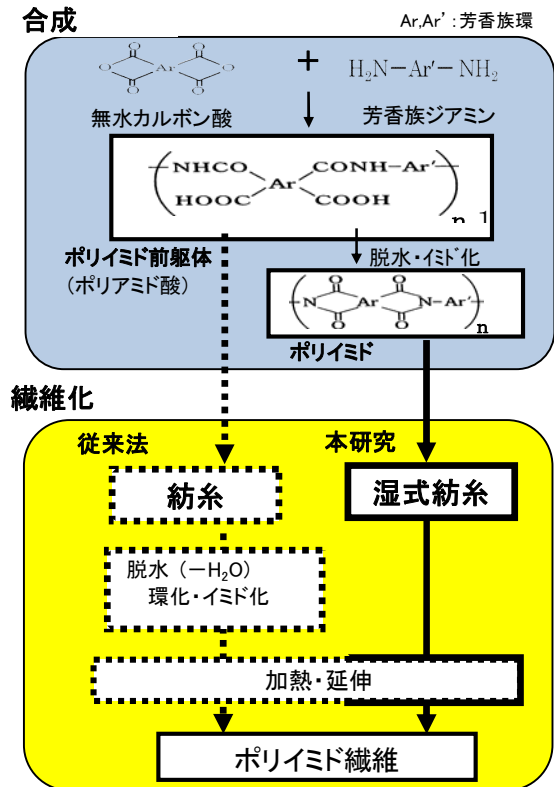


図1 ポリイミド繊維製造工程

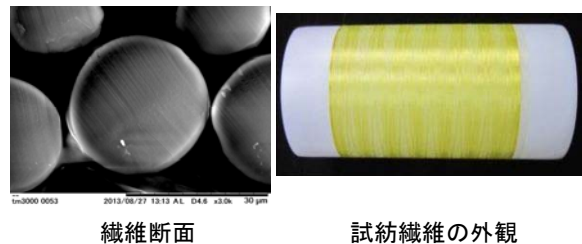


図2 試紡繊維の一例

試紡繊維は、市販のポリイミド繊維と同等の耐熱性があり、引張強度及び弾性率は市販品よりも高い値でした。

4. まとめ

当センターでは、この繊維を利用したバグフィルターや耐熱資材等の産業用製品への応用を目指して、さらに研究を進めています。また、新規ポリマーの湿式紡糸や繊維加工技術の依頼試験や技術相談等にも対応いたしますので、ぜひご相談下さい。



三河繊維技術センター 製品開発室 金山賢治 (0533-59-7146)
研究テーマ： 溶剤可溶ポリイミドによる耐熱性繊維の開発
担当分野： 繊維染色加工

超促進耐候性試験の有効性について

1. はじめに

三河繊維技術センターがある蒲郡地域では、繊維ロープ及び網の生産について全国トップシェアを占めています。これらの産業用繊維資材は用途別に要求される性能は多種多様です。中でも、製品の安心・安全、性能の信頼性と耐久性の確保が重要となっています。これらは、主に屋外で利用されるため、日光、風雨などの自然の作用による劣化に対する抵抗性を有することが求められます。この性質を耐候性といい、その評価には屋外暴露試験が行われますが、結果が出るまで長期間有するため、人工的に負荷を増大させた促進耐候性試験が行われます。材料により、様々な試験規格があり、キセノン、サンシャイン、紫外線カーボン、紫外線蛍光灯の光源等が定められています。

今回、当センターでは、この耐候性を評価する装置として紫外部に強大なエネルギーを持つメタリングランプを搭載した超促進性耐候試験機メタリングウェザーメーター（図1）を導入しました。上述従来型試験機とは異なり、まだ規格化はされていませんが、建築・自動車・塗料・樹脂などのメーカーで採用されています。



図1 導入された超促進耐候性試験機
(スガ試験機製MV3000)

2. 超促進耐候性試験機について

今回導入した試験機は垂直点灯するランプの周りを試料が回転する、従来型の耐候性試験機と非常に近い構造です。また、放射照度(300～400nm)は 530W/m^2 であり、JIS、ISO 規格に規定され、最も歴史のあるサンシャインウェザーメーターの約 7 倍となっています。この放射露光量だけで言えば、屋外 1 年分に対応する時

間は 160 時間となっています。また、照射、降雨だけでなく、暗黒、結露の試験ができ、様々な条件を設定することが可能です。

図2にメタリングウェザーメーターおよびサンシャインウェザーメーターにより照射し、その前後における強度試験を行った結果を示します。照射条件は JIS B 7753 サンシャインカーボンアーク灯式に従い、ブラックパネル温度 $63 \pm 3^\circ\text{C}$ 、噴霧時間 120 分中 18 分で実施しました。

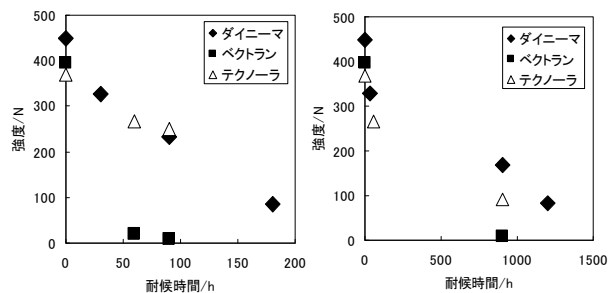


図2 各ウェザーメーターにおける照射前後における各種繊維の強度 (左: メタリング、右: サンシャイン)

促進性は素材により異なり、ベクトランは 10 倍、ダイニーマは 7 倍と飛躍的に強度劣化を促進する結果となりました。

以上のように、紫外部に強大なエネルギーを持つメタリングランプを搭載した超促進耐候性試験機による品質評価は試験時間の大幅な短縮、試験にかかる費用の削減に大きく寄与します。近年、建材等は長寿命化しており、部材によっては 50 年以上の耐久性を求められるため、そうした長期間の耐候性を判断するには非常に有用な試験だと思われます。

一方、国内外における規格は制定されておらず、屋外暴露、従来型耐候試験との相関性についても、十分なデータが少ないこと等が今後の課題となっています。相関性につきましては、今年度、当センターにて「産業用繊維資材の耐候性評価技術の迅速化」をすすめて、より一層のデータの蓄積、促進性の有効性等の検証を行っております。

3. おわりに

超促進耐候性試験、及び耐候性試験につきまして、技術相談、依頼試験を行っていますので、お気軽にお問合せ下さい。



三河繊維技術センター 産業資材開発室 浅野春香 (0533-59-7146)
研究テーマ: カーボンナノファイバーの高機能化
担当分野: 産業資材、繊維製品性能評価