

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.114

2015/秋冬号



ISSN 0914-2800 2015/10 Vol.114

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
リチウムイオン二次電池の試作から評価まで	
機器紹介「コツ」シリーズ	4
「コツ」シリーズ、はじまります！ 赤外分光光度計 (FT-IR) その1	
センター活用術	6
センター利用術&機器紹介	
お知らせ	8
30周年記念事業 一般公開&記念講演	



## センター開設30周年に寄せて

如何につくるか(How) から、何をつくるか(What) へ

昭和58年に当会(旧滋賀工業会)が県に要請し、昭和60年に設立された貴センターは、県内製造業にとって身近な技術相談機関として定着して参りました。

地理的優位性が高い滋賀県では、多くの企業が進出し、またそれらの企業と関係ができた地元企業が更に技術を磨き、成長し、先進的なモノづくり県として発展して参りました。その結果、県内総生産額に占める第2次産業の構成比が、永年全国トップを維持しています。その過程において、センターの果たしてこられました役割は大きく、心から敬意を表するものであります。

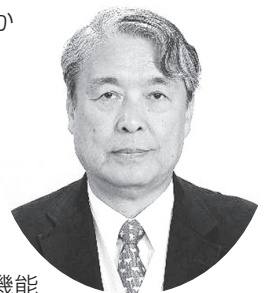
グローバル化の中で、モノづくり環境は大きく変化し、現在では円安の影響もあり、中国などへ進出された企業が国内回帰する現象が出てきております。

10年前の資料を読むと「中国シフトの危機と国内空洞化、そして中国に勝てるモノづくり」について記載されていましたが、隔世の感があります。またこの10年間、国内の製造業を取り巻く環境も大きな変化があり、滋賀のモノづくり業界も、従来の下請け中心の業態から、自ら製品づくりを行う必要があります。つまり、如何に

つくるか(How)から、何をつくるか(What)を模索しなければならない状況になってきております。

特にヒト、モノ、カネが不足する中小企業においては、新たな取り組みに掛ける“余裕”がなく、大きな課題となっております。

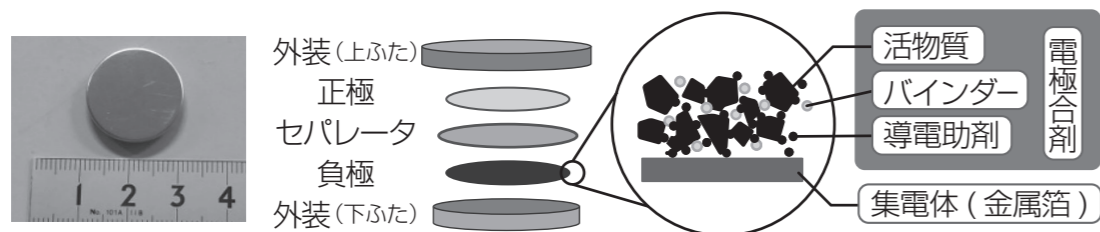
このような時こそ、“身近な相談機能”としての貴センターの役割は大きく、本県産業界のために益々ご活躍されんことを祈念し、30周年のお祝いのご挨拶と致します。



一般社団法人 滋賀経済産業協会  
会長 坂口 康一

# リチウムイオン二次電池の 試作から評価まで

平成23年度より実施いたしました『電池産業支援拠点形成事業』で整備した機器が、今年度より開放機器としてご利用いただけるようになりました。リチウムイオン二次電池は、電極（正極、負極）、セパレータ、電解液により構成され、電極は集電体（Cu、Al等の金属箔）上に、電極合剤（活物質や導電助剤、バインダーを混合したもの）を塗布して作製します。そこで簡単ではありますが、リチウムイオン二次電池の評価を例に、電極の試作から測定までの一連の流れとそれに用いる機器について紹介します。



2032型コイン電池と構造

## 混練

(真空攪拌脱泡装置)

所定量の活物質、導電助剤、バインダーが均一になるように混合し、塗工しやすい粘度に調整した合剤ペーストを作製します。乳鉢を用いた手動混合も可能ですが、気泡が発生しやすい材料では真空攪拌脱泡装置を用いると短時間で気泡の少ないペーストを作製する事が可能です。

配合例

活物質	90～95%
導電助剤	2～3%
バインダー	3～8%



真空攪拌脱泡装置  
(株式会社シンキー / ARV-310)

## 塗工

(自動塗工装置、乾燥機)

集電体に合剤ペーストを塗布し、乾燥します。自動塗工機を用いる事で、一定の塗工速度(3～10mm/s)と、厚さ(0～245μm)の条件で作製できます。



自動塗工装置  
(株式会社宝泉 / MC-20)



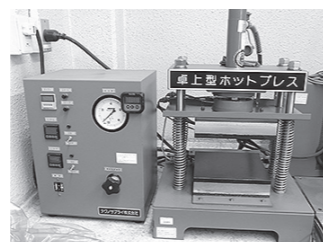
塗工作業

## プレス

(プレス機)

電極の平滑化や電極の密度を高めるためにプレスを行います。加熱しながらのプレスも可能です。

卓上ホットプレス  
(テクノサプライ株式会社)

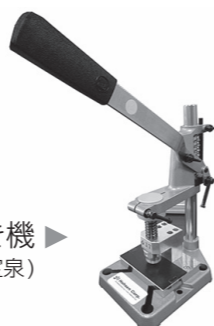


## 電極打ち抜き

(電極打ち抜き機、リチウム金属打ち抜き機、循環精製装置付きグローブボックス)

2032型コイン電池に組み込めるよう、一定の寸法に電極を打ち抜きます。リチウム箔の打ち抜きはグローブボックスの中で行います。

電極打ち抜き機  
(株式会社宝泉)



## 乾燥

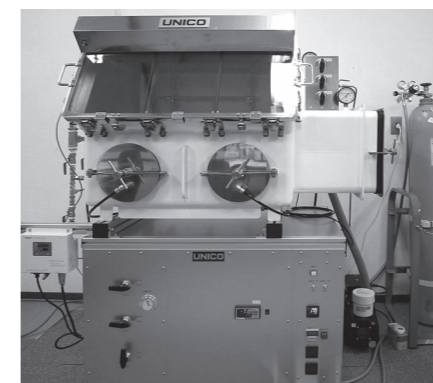
(真空乾燥機)

水分の存在は試作電池へ影響を及ぼすため、真空乾燥します。

## 組立

(コインカシメ機、循環精製装置付きグローブボックス)

各種部品を組み上げ、2032型コインセルの形状に試作します。



循環装置付きグローブボックス  
(株式会社UNICO / UN-800F,CM-200)



コインカシメ機  
(株式会社宝泉)

## 測定

(インピーダンスアナライザ、電気化学測定装置、充放電測定装置)

充放電などを行うことで、電池としての性能を評価します。充放電だけでなく、インピーダンスアナライザを組み合わせることで、電池内部の抵抗値の変化を評価することも可能です。



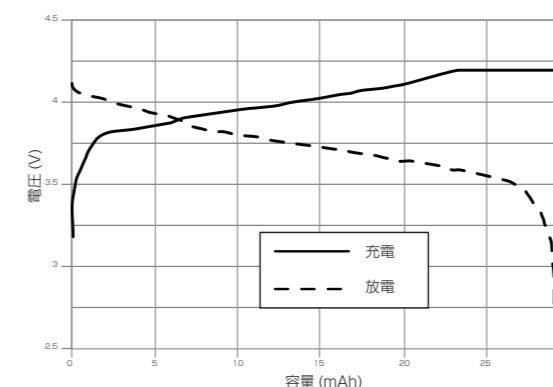
電気化学測定装置、インピーダンスアナライザ  
(Solartron / 1287,1296,1260  
株式会社東陽テクニカ / PBI250-10,SH1-Z  
エスペック株式会社 / SH-24)



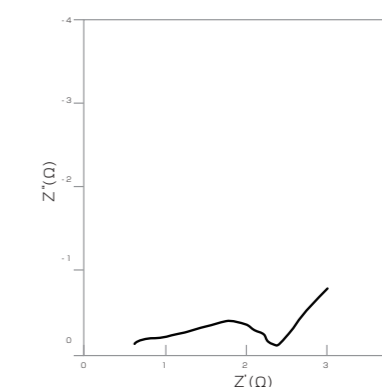
充放電測定装置  
(株式会社東陽テクニカ / 580型)

### 測定例：2032型リチウムイオン二次電池(市販品)

充放電特性



インピーダンス特性



参考文献

- ・白田昭司,工業材料,63(1),52-58(2015)
- ・芳尾真幸・小沢昭弥 編,リチウムイオン二次電池-材料と応用- 第二版,191-194(2011)

(機能材料担当：田中)

# 「コツ」シリーズ、はじまります！

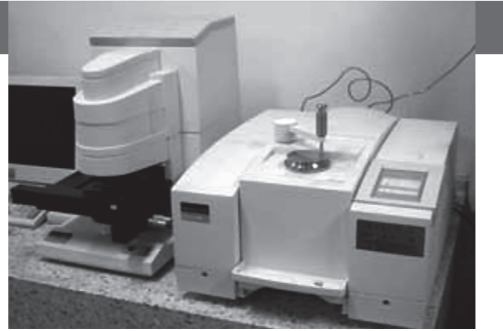
これまでに当センターの装置を利用したことがある方でも、より高度に、便利に、正確な結果を得ることができるように「コツ」を紹介していく、「コツ」シリーズを掲載していきます。

第1回目は当センターで最も利用頻度の高い機器の1つである、『赤外分光光度計』を取り上げます。

## 赤外分光光度計 (FT-IR) その1

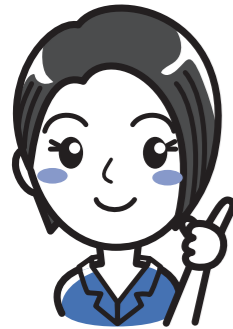
### 赤外分光法とは・・・

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、試料の構造解析や定量を行う分析手法です。この分析を行う装置を赤外分光光度計といいます。横軸に波数（波長の逆数）、縦軸に透過率（または吸光度）としてグラフに出力します。このグラフを赤外吸収スペクトル（IRスペクトル）といいます。IRスペクトルは、物質固有のパターンを示すので、構造解析や定性分析を行うことができます。縦軸の吸光度は物質の濃度や厚みに比例するため、ピークの高さや面積から定量分析を行うことも可能です。



当センターに設置しているFT-IR装置 (PerkinElmer製 Spectrum One)

### どんなものが測定できるのか？



#### 形状

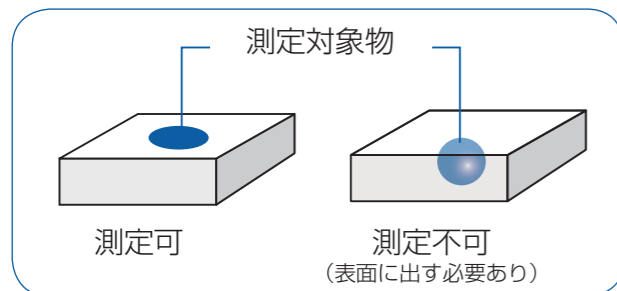
固体（粉体含む）、液体、気体すべてが測定可能です（ただし、当センターにはガス測定セルがありません）。ただし、酸・アルカリ等腐食性のあるものは測定できません。

#### 大きさ・量

概ね0.3mm以上の大きさであれば測定でき、量は「耳かき1杯」程度で十分です。これらよりも小さなサンプルでも、赤外顕微鏡で測定できる場合があります（例えば、繊維1本など）。

#### その他

他の物質が付着していたり、濡れていたりする場合は、事前にクリーニングする必要があります。また、ATR法（全反射測定法）で測定する場合は測定部位が表面に出ている必要があります。内部に埋もれたモノを測定する場合は、取り出す必要があります。



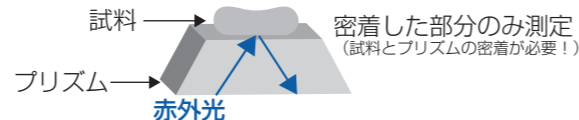
また、高屈折率の物質（カーボンブラック等）を多く含むサンプルは、測定に工夫が必要です。詳しくは次ページの**ATR測定におけるコツ**をご参考ください。

### どうやって測定するのか？

多くの場合、試料をプリズムに密着させるATR法で測定可能です。本測定法は前処理がほとんど必要ないため、当センターで最も利用されています。透過法や反射法など他にも多くの測定法がありますが、今回は割愛させていただきます。

以下にATR法の特徴を示します。

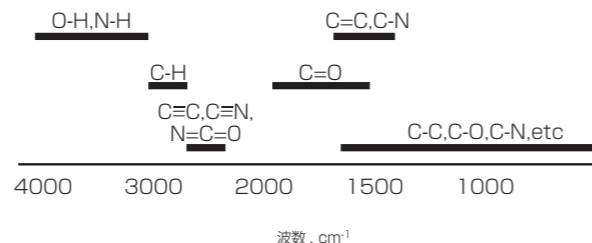
#### ATR法（全反射測定法）



- <長所>
  - ・サンプル形状によらない
  - ・簡便に測定できる
- <短所>
  - ・プリズムに密着している物質しか測定できない (測定物に付着物がある場合、除去が必要)
  - ・黒色サンプルは苦手

### どのような結果が得られるのか？

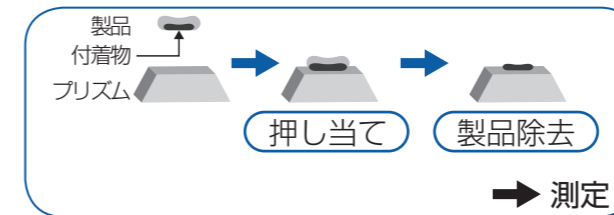
試料に含まれる成分の化学構造（分子振動）により、特定の波数（波長の逆数）に吸収ピークが見られます。ATR法では透過法に比べて、高波数側の吸収が弱くなります。以下に代表的な結合に対応する吸収波数を示します。



### 当センターを利用されている方々の事例を基に、ATR測定におけるコツをご紹介します。

製品表面に付着した成分を調べたいが、製品ごとプリズムに当てると製品の成分しか出ない。付着物は微量なので採取できない。

付着した成分が柔らかい物（液体や粘着物）であれば、ATRのプリズムに押し当てた後、製品を除去することで、成分がプリズムに微量転写し、測定できることがあります。



黒色ゴムの測定を行ったが、うまくスペクトルが得られない。

ゴムに限らず、カーボンブラックを含む黒い試料は、多くの場合、ATR測定は困難です（試料によっては透過法で測定可能な場合もあります）。

この場合、ATR法では主に以下の2つの方法により、測定を行います。

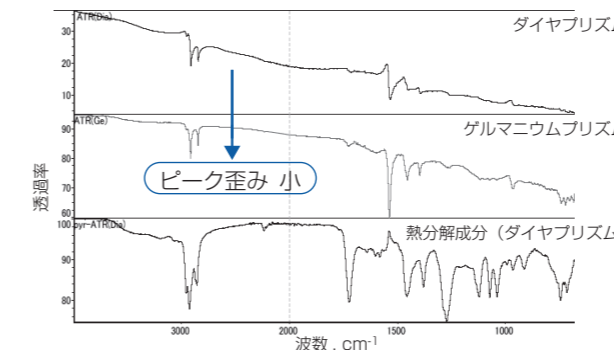
#### (1) 高屈折率プリズムでの測定

よく使用されるプリズムはダイヤモンドですが、より高屈折率のゲルマニウムを用いることで、ピークの歪みが少ないスペクトルが得られます。ただし、得られるピーク強度は弱くなります。

#### (2) 熱分解成分の測定

ゴムを試験管に入れてバーナーで加熱し、試験管上部に付着する液状熱分解物をATRプリズムに塗って測定すると、生ゴムのスペクトルが得られます。ただし、添加剤などが混入するため、その解釈には注意が必要です。

下図の場合、生ゴムのスペクトルに加えて添加剤であるフタル酸エステル（可塑剤）のスペクトルが強く見られます。

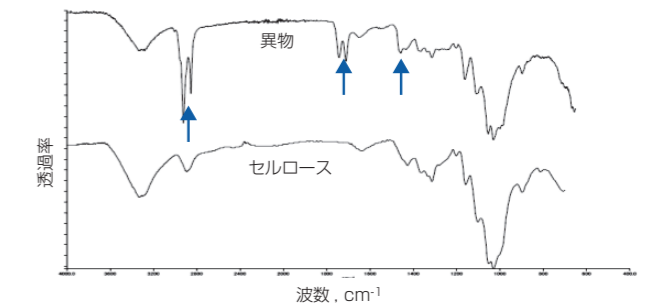


測定した黒色ゴムのFT-IRスペクトル

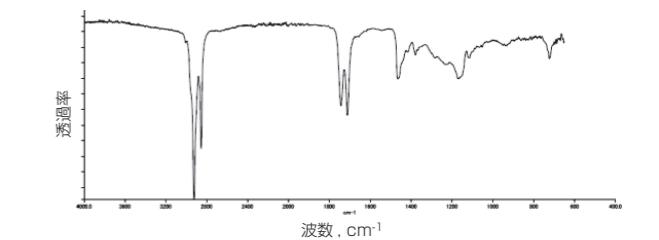
試料のスペクトルは測定できたが、解析できない（ライブラリ検索しても一致するものがない）。

測定試料（異物）に複数の物質が混在していると、解析が難しくなる場合があります。その場合、各スペクトルの差（差スペクトル）をとることが有効な場合があります。以下に一例を示します。

下図は異物である繊維のスペクトルとセルロースのライブラリスペクトルを並べたものです。よく似ているため、主成分がセルロース（綿やパルプ）であることがわかりますが、矢印の部分に異なるピークがあることがわかります。



ここで「異物」のスペクトルから「セルロース」のスペクトルを引いたもの（差スペクトル）を下図に示します。明確な形状スペクトルが得られ、この場合は油脂に類似していることがわかります。異物は油脂が付着した綿等の繊維であると推測されます。



試料は有機物だがIR測定では分析が難しい。しかし、どうにかして分析したい。

調べたい物が「微量」「混合物」などで測定が難しい場合は、元素分析（SEM-EDX）や熱分解ガスの定性（GC-MS）などの結果により、ヒントを得られることがあります。複雑な試料においては、このように複数の手法による結果を組み合わせることで考察することが有効です。

今回は赤外分光測定（ATR法）のコツをご紹介しましたが、ここに紹介しきれないものがあります。「このプラスチック材は何？」「製品について有機性異物は何？」・・・など。このようなときは、当センターの機能材料担当までご相談ください。

#### <参考資料>

1. 日本分光株式会社 ホームページ内 技術情報（基礎セミナー）
2. 株式会社島津製作所 FTIR TALK LETTER vol. 11, 14

（機能材料担当：土田）

# 工業技術総合センター

# 活用術

& 機器紹介

みなさんのお役に立ちます

まずお電話を…



職員による技術相談（無料）

工業技術に携わっている方、携わろうとされている方で、工業技術で知りたいこと、助けてほしいこと、分析・測定をしたいなどの技術相談は、電話、FAX、来所等によりお受します。相談内容によって設備機器利用、依頼試験分析、外部専門家による技術指導など、適切なサービスへお繋ぎします。相談の対象分野は次のとおりです。

**電子情報**

電気計測、耐電圧、EMC、環境試験、電気回路、コンピュータ利用技術、センシング

**機械システム**

精密計測、一般計測、評価技術、設計技術、生産技術、加工技術、自動化技術、騒音振動、強度試験、強度解析

**産業デザイン**

インダストリアル、プロダクト、グラフィック、パッケージ

**有機材料**

有機分析、高分子分析、力学特性、化学特性、生産加工

**無機材料**

無機分析、計測技術、環境特性、力学特性、化学特性、設計技術、加工技術

**食品**

微生物、加工技術、保存性、物性



試験機器利用

新製品の開発や生産技術の改良などに必要な試験分析機器を約300種開放し、企業のみなさまにご利用いただいています。またご利用の際には、分析方法の指導やデータの解析の相談など、職員がサポートいたします。

ホームページから、機器仕様等の確認、申請書の入手ができます。また、一部の機器については予約状況が確認いただけますので、ご利用ください。

**ご利用案内**

- 1) 事前に電話等で利用日時等の予約をしてください。機器によって試料品や試験方法の制限がありますので、試験内容を各機器担当者と事前にお打ち合わせください。
- 2) 試験研究用設備使用申請書による申請が必要です。
- 3) 受付時間は、午前9時～12時、午後1時～4時です。
- 4) 利用時間は、午前9時～午後5時です。  
(機器によっては夜間の連続運転も可能)
- 5) 土・日、祝日、年末年始(12月29日～翌年1月3日)は業務を行っていません。
- 6) 滋賀県外(関西広域連合広域産業振興局参画府県は除く)の申請者は、**使用料が2倍**になります。
- 7) 利用者が操作し、試験・分析を行っていただきます。必要に応じて、職員が操作や分析等についてサポートします。
- 8) 試験日当日現金にてご清算していただけます。(カード支払い不可、請求書支払い不可)



依頼試験分析

工業材料の強度試験や成分分析など、企業のみなさまの依頼に応じて試験・分析を行います。

**ご利用案内**

- 1) 事前に電話等で内容をご相談ください。
- 2) 試験分析依頼書による申請が必要です。
- 3) 受付時間は、午前9時～午後5時です。
- 4) 土・日、祝日、年末年始(12月29日～翌年1月3日)は業務を行っていません。
- 5) 滋賀県外(関西広域連合広域産業振興局参画府県は除く)の申請者は、**手数料が2倍**になります。
- 6) 後日、試験成績書をお渡しします。試験成績書は、技術受付窓口または郵送でお渡しします。(郵送をご希望の場合は、切手を貼付済みの返信用封筒をご用意ください。)
- 7) お支払いは現金のみ。(カード支払い不可、請求書支払い不可)



外部専門家による「リサーチサポート」制度（無料）

自社内だけでは解決が難しい技術的課題に対して、リサーチサポーターの技術シーズ、知識、アイデア等の活用により、新製品の開発および新事業の立ち上げ等を迅速にかつ的確に支援するため、リサーチサポート制度を行っています。制度の概要は次のとおりです。

**対象とする課題**

研究開発、新技術、新製品開発、その他県内事業所が抱える技術的問題

**費用**

無料。ただし、県内に立地する事業所で同一テーマ1回限り

**専門家**

大学教授、専門コンサルタント 他

試験機器の一例をご紹介します……………

## 硬さ試験の分類

硬さ試験には多くの方法があり、また測定物も金属、プラスチック、ゴムと多くの種類があります。ほとんどの試験では硬い圧子と試験物間の相互作用の量から硬さを算出しますが、金属のような塑性変形する材料の硬さと、ゴムのような弾性材料の硬さとは、試験方法も硬さの算出方法も違うため、単純な比較はできません。各硬さ試験には硬さ記号が設定されており、異なる硬さ記号間での比較はできません。つまり、それぞれの測定物の特性と目的に適した試験方法の選択が大事になります(表1 硬さ試験方法の一覧)。

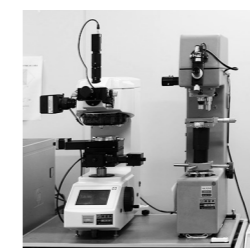
今回は、当センターで利用可能な硬さ試験装置について、その測定物と用途について解説します。

■ ロックウェル

主に熱処理を施した鉄鋼材料の硬さ測定に利用されます。測定が簡便で測定者による誤差要因が少ないのが特徴です。硬さの記号はHRで表されますが、その後に測定のスケール(圧子の種類と試験荷重で定義される記号)を示します。例えば円錐圧子を用いて150 kgfの試験荷重で測定を行った場合はCスケールとなるのでHRCと表記します。また、プラスチックの硬さ測定にも利用可能で、その場合は圧子としてφ6.35mm鋼球を用います。その場合の代表的なスケールはM、Lスケール(HRM、HRL)です。

■ ビッカース、ヌーブ

ビッカース硬さとヌーブ硬さは同一の試験機を用いて、それぞれの圧子を変更して測定を行います。ヌーブ圧子は薄膜など薄い材料に使用します。一般に試験荷重が1 kgf以下の測定ではマイクロビッカースまたは微小硬さ試験と称



します。当センターでは試験荷重が0.05 gf～2 kgfの範囲はマイクロビッカース硬さ試験機で、1～50 kgfの範囲はビッカース硬さ試験機でを用います。ビッカースの圧痕は肉眼では見えないほど小さく、小さな試料での測定が可能です。また、焼き入れの深さや製品内での硬さの分布測定の他に、セラミックス材料のおよび一部のプラスチックの硬さおよび脆性評価に使用されます。

■ プリネル

超硬合金球を圧子に用いて荷重を負荷し、その圧痕の大きさから硬さを求めます。圧子のサイズと荷重により、圧痕は大きなものになるのが一般的です。大きな範囲を測定することができるので、鋳鉄などの金属組織が一概ではない場合に適しています。試験荷重は500～3000 kgfで、主に金属材料に使用されます。

■ ショア

一定の高さからダイヤモンドハンマーを試験片に落下させ、その跳ね返りの高さから硬さを求めます。目測で読み取るC型、ダイヤルゲージで読み取るD型がありますが、当センターで利用できるのはD型です。デュロメータ硬さ試験機から求めた硬さをショア硬さと呼ぶことがあるので、混同に気を付ける必要があります。

■ デュロメータ

針状の圧子に荷重を負荷して、圧子の押し込み深さから硬さを求めます。試験の対象は主にゴムやプラスチック材料です。デュロメータは圧子と荷重によってタイプA、タイプD、タイプEがあり、硬さによって使い分けられます。硬さ記号はそれぞれHDA、HDD、HDEと表記します。また、ショア硬さと呼ばれることもあるため反発タイプのショア硬さ試験機と混同しないように気を付ける必要があります。



表1 硬さ試験方法の一覧

試験法名	料金表番号	分類	記号	試験物/圧子形状/硬さ算出法
ロックウェル	L15	押し込み	HR	金属、硬質プラスチックなど/頂角120°円錐(先端0.3 mm)または球(φ1.5875 mm)など/試験荷重を加えた後、基準荷重に戻したときのくぼみの深さの差
ビッカース	L16、L17	押し込み	HV	金属、セラミックスなど/頂角136°四角錐/圧痕表面積で試験荷重を割って算出
ヌーブ	L17	押し込み	HK	金属、セラミックスなど/頂角172.5°四角錐(対角線長比1:7.11)/圧痕表面積で試験荷重を割って算出
プリネル	L13	押し込み	HB	金属など/球(一般に10 mmを使用)/圧痕表面積で試験荷重を割って算出
ショア	L14	反発	HS	金属など/先端にダイヤモンド半球を取り付けたハンマー/ハンマーを落とした時の跳ね返り高さを元の高さで割って算出
デュロメータ	L19	押し込み	HD	プラスチック、ゴムなど/頂角35°円錐/圧子の押し込み深さ。
パーコル	L20	押し込み	HBI	プラスチック、FRP、金属など/頂角26°円錐/圧子の押し込み深さ
超微小硬さ	L33	押し込み	HTL	薄膜、試料表層/頂角115°ダイヤモンド三角錐/負荷状態での圧痕表面積で試験荷重を割って算出



# 一般公開

## 2015

日時／平成27年11月19日(木)

9:00 ~ 16:30

場所／滋賀県工業技術総合センター

工業技術総合センターは、昭和60年設立当初より製品開発や品質管理など、企業の皆様の様々なニーズにお応えし、技術支援を行ってきました。

本年、設立30周年を迎え、記念に特別講演会を企画しました。また、職員による研究成果報告会、保有する試験研究用設備の紹介など、センターの業務をわかりやすく紹介します。



### センター見学ツアー【1回目】(9:30~10:30)

「日本製」の信頼性を支える試験機器を中心に、最新の分析装置もあわせて職員によるデモンストレーションや説明を行います。

<主な機器：X線分析顕微鏡、大型万能材料試験機、振動試験機 など>



### 合同研究成果報告会(10:40~11:40)

東北部工業技術センター

- 1) 新規レアメタルフリー化合物太陽電池に関する研究
- 2) 鉛フリー青銅鋳物合金「CAC411」とその腐食特性について

工業技術総合センター

- 3) 小型ひずみ測定システムと疲労試験機を用いたスポーツ用品の寿命予測
- 4) 高耐熱性を有する微粒子ポリマーの開発 - 導電性微粒子の創成をめざして -

30周年特別講演

(13:00 ~ 15:10)

第1部

「まいど1号から学んだ人づくり」~育てる 育つ 育てられる~

宇宙開発協同組合 SOHLA 理事長 枚本 日出夫 氏

第2部

研究が明らかにする運動と栄養摂取の相乗効果

立命館大学 スポーツ健康科学部 教授 藤田 聡 氏



### センター見学ツアー【2回目】(15:30~16:30)

### センターとの連携により開発された製品の展示紹介

★(一社)滋賀県発明協会、信楽窯業技術試験場の紹介コーナーもあります。

事前申し込みが必要です。詳しくは下記センターホームページをご覧ください。

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

テクノネットワーク / No.114 / 平成27年11月2日発行

この冊子は再生紙を使用しています。

滋賀県工業技術総合センター

／ E-Mail : [info@shiga-irc.go.jp](mailto:info@shiga-irc.go.jp) / <http://www.shiga-irc.go.jp>

／ 〒520-3004 栗東市上砥山232 / TEL : 077-558-1500 / FAX : 077-558-1373

