

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.115

2016/春号



ISSN 0914-2800 2016/02 Vol.115

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
	電磁ノイズ試験について
機器紹介「コツ」シリーズ	4
	熱分析
センター活用術	6
	センターホームページ活用編
機器紹介	7
	密度計／高速X線回折装置 ／赤外線サーモグラフィカメラ
	8
	ラマン分光システム



センター開設30周年に寄せて

「ニーズ創成」で新たなイノベーションを

滋賀県工業技術総合センターの30年の歴史から見ればまだまだ浅いものの、日本における産学連携が、政府の諸政策のサポートも受け、本格的に取り組まれてすでに10数年が経過しています。この間私は、産業界、特に製造業における技術開発やモノづくりに関するニーズや問題意識がグローバルレベルで大きく変貌し、企業サイドからの要望や期待がますます高度化し多様化してきていることを目の当たりにしてきました。単にニーズとシーズのマッチングによる技術課題の解決だけでは限界があります。潜在しているニーズを掘り起こす、さらには新たな価値を創り出す「ニーズ創成」の視点での取り組みがますます求められるようになってきています。これは大学に対してだけではなく、企業が公設試に対しての思いや期待も同じではないかと思っています。

新たなイノベーションを興し、地域産業のさらなる育成、活性化を促していくには、「ニーズ創成」の視点から、企業－公設試－大学のトライアングル・ネットワークの中でのオープンな技術連携が必須であると考えております。大学としましても、産業、技術の動向を踏まえながら、より実効ある新たな仕組みを、このトライアングルの中にどのように具体的に実装していくか、研究力の強化策

とともに大学の最重要課題として取り組んでおります。

貴センターが、30年の間に培われた知見・ノウハウ等の実績をベースに、このネットワークの中の「知と技結節点」としての役割を果たしていかれるとともに、滋賀県はもとより、広く近畿圏のモノづくり力の強化・高度化と、企業の研究者や技術者の人材育成に向け、さらに貢献されますことを心より祈念しております。



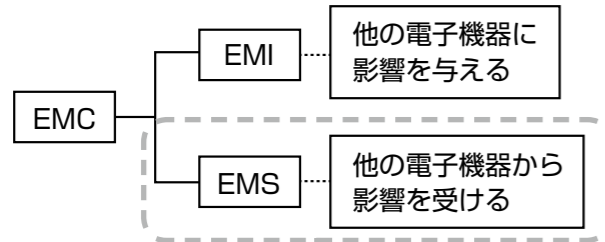
立命館大学 産学官連携戦本部
副本部長・教授

中谷吉彦

電磁ノイズ試験を知っていますか？ それは安全・安心な電子機器の開発のために！！

電子機器は実際の使用環境と想定される全ての条件下で、問題なく動作する事が求められます。したがって、信頼性確保のために使用環境で受ける電磁ノイズに対する耐性評価が不可欠です。一方、他の電子機器の動作を妨害する電磁波を出さないようにすることも必要となります。この二つの両立が電子機器の電磁ノイズ対策においては重要であり、これを電磁両立性（EMC）と言います。他の電子機器へ影響を与えるような電磁ノイズの測定評価をEMI、他の電子機器から放出される電磁ノイズへの耐性評価をEMSと言います。今回はEMSの試験について解説を行います。電子機器が実際に被る可能性がある電磁ノイズをシミュレートした規格試験として、以下のような試験があります。

電子機器の電磁両立性（EMC）について

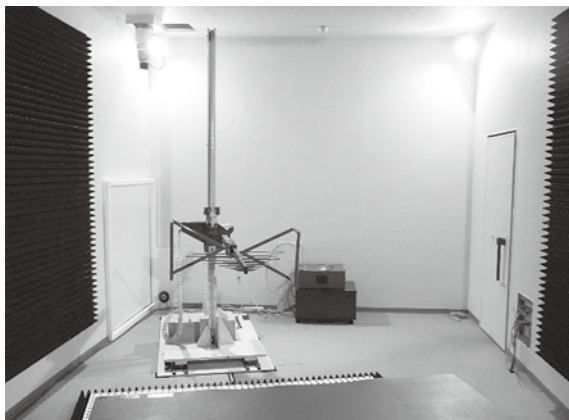


● EMS規格試験の例
静電気放電試験、電気的ファストトランジェント/バースト試験、放射電磁界試験、伝導イミュニティ試験等



静電気放電試験（IEC61000-4-2）

人体から発生した静電気放電によって、電子機器が誤動作したりしないかを模擬する試験です。静電気の電圧は数kV以上に達することもあり、電子機器内の半導体部品が壊れてしまう可能性があります。人体から放電される静電気をシミュレートした静電気放電試験器を使用し、実際に電子機器に静電気を放電させて試験を行います。



放射電磁界試験（IEC61000-4-3）

無線機器などから放射される電磁波に対して、電子機器が影響を受け誤動作しないか耐性を評価する試験です。特に、機器の誤動作が即座に人身事故につながる可能性の高い医療機器やFA機器、自動車・船舶・航空機などに組み込まれる機器、また金銭を扱う機器や券売機等が高い信頼性が求められるため、重要な試験となっています。実際に電子機器に無線周波数電磁界を照射して誤動作しないか試験を行います。



電気的ファストトランジェント/バースト試験（IEC61000-4-5）

リレー接点やインバータ等から発生するパルス状ノイズに対して電子機器が誤動作しないか模擬する試験です。リレー接点等で発生した早い繰り返しのパルスノイズは、電力線や信号線により伝わり電子機器を誤動作させます。実際に電力線や信号線にパルスノイズを印加して誤動作しないか試験を行います。

伝導イミュニティ試験について（IEC61000-4-6）

伝導イミュニティ試験は、無線機器から放射される電磁波が電子機器の伝導ケーブル（電源線、信号線）に重畳し、ケーブルを伝って電子機器内に入ることによって、誤動作しないか耐性評価を行う試験です。一般的に低周波数（＝波長の長い）電磁波は、電力線や信号線が受信アンテナとなって電子機器へ伝わります。そのため、80MHz以下の無線周波電磁界による妨害波への耐性評価は、実際に電源線や信号線にノイズ信号を印加して行う試験が必要です。

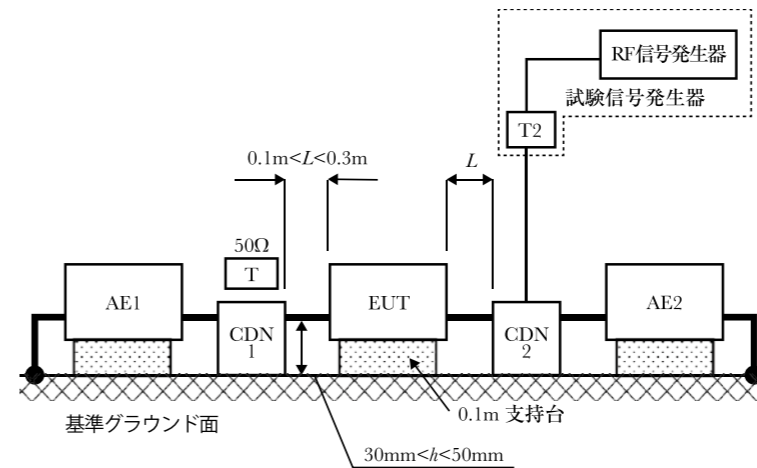
<試験方法>

ノイズ信号発生器から、供試機器にノイズ信号を印加します。印加は電源線、信号線に対して行います。電源線、信号線への印加は、印加治具（CDN）を用いて行います。試験を行う際には、印加を行う電源線や信号線を束ねたり、基準グラウンド面に接していないように注意する必要があります。試験周波数、試験レベルを設定し、試験中は誤動作が発生しないか常に確認を行います。

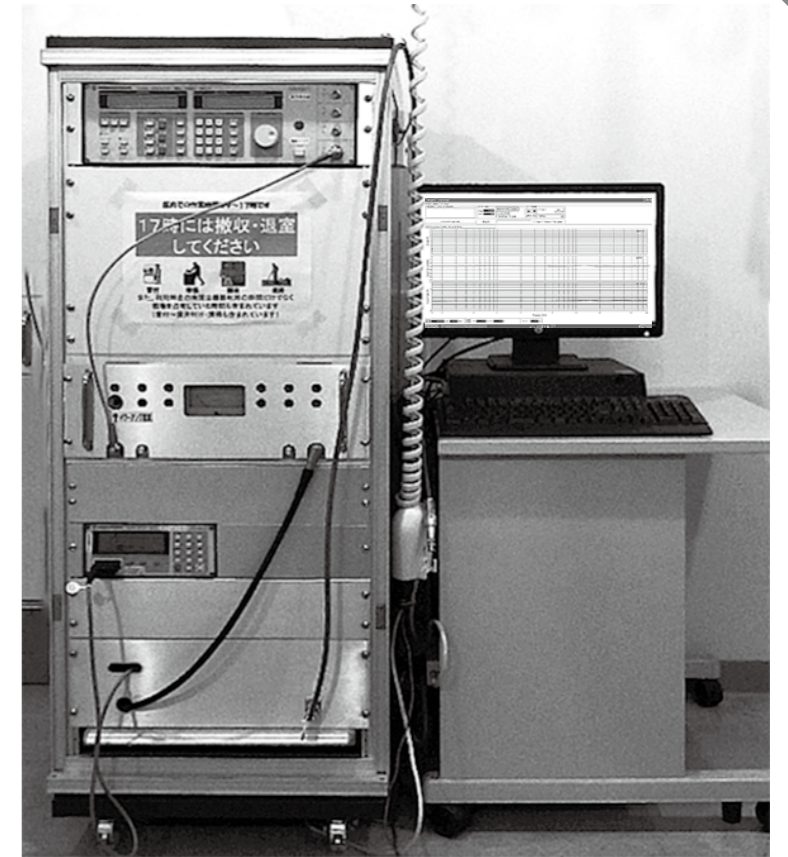
試験条件	試験周波数範囲：150kHz～80MHz	AM 1kHz 80% 変調
	試験電圧レベル：1V、3V、10V	各周波数での滞在時間はEUTが作動し反応する時間（ただし0.5秒以上）
主な構成機器	信号発生機：ROHDE&SCHWARZ SMY01 パワーアンプ：RF POWER LABS MODEL R116FC-CF 保有する結合/減結合回路網（CDN）： M2/M3（無遮蔽単相電源線/無遮蔽単相電源線接地端子付） EMクランプ（全長約70cmのため、試験品のケーブル1m必要）	

<測定手順マニュアルの作成>

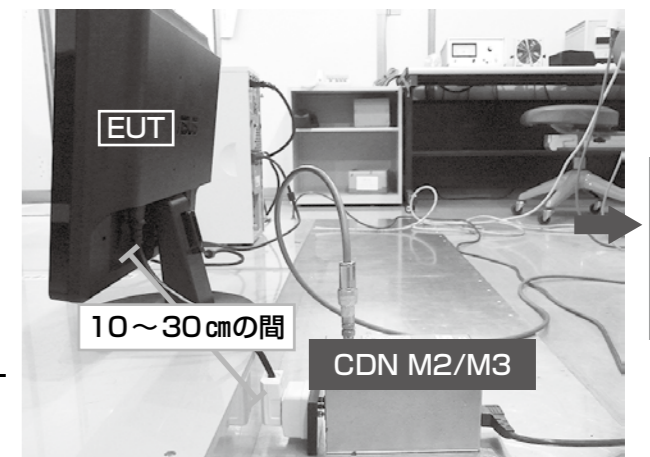
供試品をどのように配置すれば良いのかは、規格書の文章や配置図だけでは把握しにくい場合があります。そこで、ビギナーの方でも試験規格に沿った試験実施が容易にかつ確実にできるように、供試品の配置等を写真で示した独自のマニュアルを作成しました。



伝導イミュニティ試験の配置図
(出典：IEC 61000-4-6 試験規格書)



EUTとCDNの配置



伝導イミュニティ試験の配置写真
(作成したマニュアル)

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」を紹介していく分析機器の「コツ」シリーズ。



第2回目は、研究開発、品質管理のどちらにおいても幅広く利用できる**「熱分析」**を取り上げます。

熱分析とは、JIS K0129で「物質の温度を一定のプログラムによって変化させながら、その物質のある物理的性質を温度の関数として測定する一連の方法の総称」と定義されているように、「熱」に関する様々な測定方法の総称です。研究開発においては材料自身の熱特性の把握、品質管理においては成形条件の影響や熱安定性等の評価が可能です。

高分子（樹脂）は金属やセラミックスと比べ耐熱性が低く、特に熱可塑性高分子は成形条件による結晶化の程度や延伸・配向等の影響が製品の諸物性に大きく影響を与えるため、熱分析による評価が広く利用されます。今回は、分析対象として利用の多い高分子をサンプルとした際のコツ等を、示差走査熱量測定（DSC）/示差熱分析（DTA）、熱重量測定（TGA）、熱機械分析（TMA）の順に詳しく紹介します。

各装置のコツの前に・・・

各熱分析のコツの前に、いずれの測定にも共通する”サンプル”についての留意事項を紹介します。

量・サイズ

必要なサンプル量およびサイズはDSCやTGAでは10mg程度、TMAでは20～30mmです。サンプル内の温度ムラをなくすためにはサンプル量（サイズ）は更に少ない（小さい）ほうが良いですが、感度を得るためには十分なサンプル量が必要です。したがって、精度と感度はトレードオフの関係にあることに注意が必要です。また、比較を行う際はサンプル量およびサイズは揃えるほうが再現性の良い結果が得られます。

不均一性

サンプルの不均一性が結果に影響を与えることを念頭に置く必要があります。例えば、フィラー等を混練した複合材料ではフィラーの偏在、成形品では表層部と内部の熱履歴の違い等が結果に影響するため、測定回数を増やす必要があることもあります。

では、各装置について詳細に説明します。

示差走査熱量測定（DSC）/示差熱分析（DTA）

物質は、結晶状態の変化や化学反応を起こすとエネルギーを放出または吸収します。その際の熱の出入りを測定する装置です。サンプルを金属製のサンプルパン（容器）に入れ、参照パンとの熱量差（DSC）・温度差（DTA）を測定し、サンプルの吸・発熱を調べます。融点、融解熱量（DSCのみ）、ガラス転移温度、結晶化温度、比熱（DSCのみ）等が測定可能です。

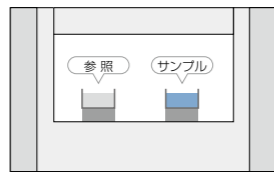


図1 当センターに設置している熱分析装置
(左：TA Instruments製 右：リガク製)

レット等は細かくする必要があります。熱可塑性のサンプルは一度融解・冷却した後に測定したほうがパンとの密着性が高まり、良い結果が得られます。ただし、次項にも記載しますが、熱履歴がキャンセルされる点に注意が必要です。

熱履歴

高分子の結晶状態は融解後の冷却条件に大きく影響を受けます。一般的にゆっくり冷やすと結晶化度が高くなり、結晶状態はDSC曲線の形状に大きく影響します。例えば、同一原料を使用した製品であっても成形条件が異なると、DSC曲線が異なる場合があります（図2）。この曲線を調べることで、異なる成形条件による結晶状態の評価に利用することができます。

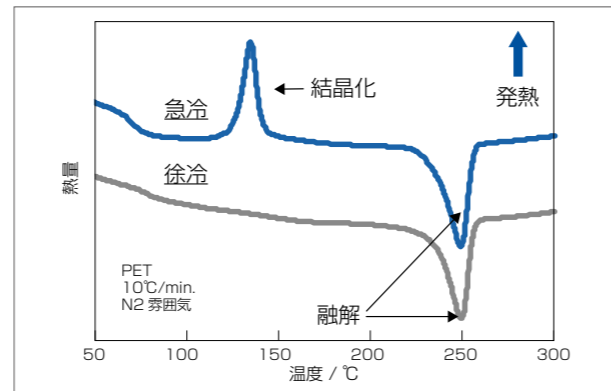


図2 熱履歴の違いによるDSC曲線

酸化誘導時間（OIT）

樹脂製品には酸化劣化を防ぐために酸化防止剤が添加されています。サンプルを一定温度で保持し、雰囲気ガスを窒素から空気（酸素）に切り替えることにより、酸化による発熱反応が始まります。ガスの切り替えから発熱反応の開始までの時間（OIT）は、酸化防止剤の効果

や劣化程度の指標として利用できます。酸化により高分子の分解が起こるため、当センターではTG/DTAで測定します。

その他

揮発、分解するものは測定装置を汚してしまい、以降の測定に影響を及ぼすため測定できません。未知物質や分解温度等が確かでないサンプルは、事前の後述のTGAを測定し分解温度を確認します。溶媒を含むサンプルを測定する際は、密閉パンを使用すると測定できる場合があります。

熱重量測定（TGA）

サンプルに温度をかけた際の重量変化を測定する装置です。分解温度、揮発温度等が測定可能です。通常は一定速度で昇温し測定しますが、重量変化にともなって昇温速度を変化させて測定することで分解の正確な温度を知ることができます。ただし、この場合は測定時間が非常に長くなります。



サンプルサイズ

サンプルのサイズにより異なるTGA曲線が得られるため、サンプル重量・形状を揃える必要があります（図3）。

融解と分解（揮発）

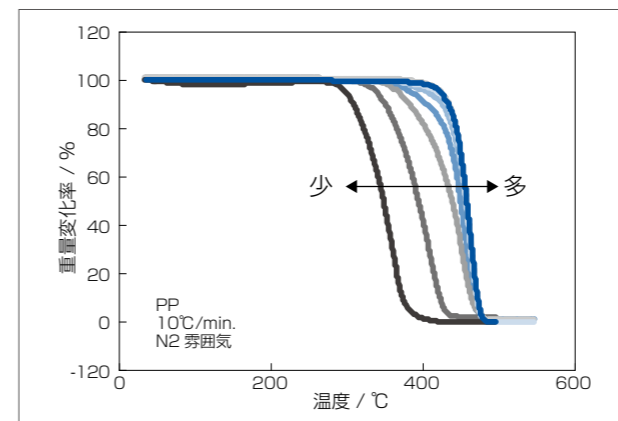


図3 サンプル量のTGA曲線への影響

DSC（DTA）では融解および分解（揮発）はどちらも吸熱ピークとして検出され、DSC（DTA）曲線からはどちらが起こったかはわかりません。この場合は、TGAを測定し、重量変化があるかどうかを併せて判断することにより明確になることがあります（表1）。

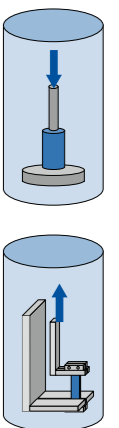
TGAでは分解温度や揮発温度、減量率等の測定は可能ですが、何が分解・揮発したかはわかりません。複合物であればそれぞれ単一のものを個別に測定し挙動を把握しておけば、解釈がわかりやすくなります。また、分解・揮発したものを更に詳しく調べる必要があれば、ガスクロマトグラフ質量分析装置で分析できることもあります。

反応	TGA	DSC・DTA
融解	—	↑ 発熱
分解・揮発	↓	↓
酸化	↑	↑

表1 各反応でのTGAおよびDSC・DTAの挙動

熱機械分析（TMA）

サンプルに一定荷重を加え、温度をかけた際の縦方向の変化（変位）を調べる装置です。圧縮モードと引張モードがあり、線膨張率および係数、軟化温度等が測定可能です。最近のTMAでは荷重を連続的に変化させることもできるため、微小な力による応力-ひずみ曲線を測定することもできます。また、湿度コントロールできる装置もあり、膨張等への湿度の影響を調べることもできます。



熱平衡



サンプルが他の熱分析に比べ大きく、全体が均一な温度になるのに時間がかかるため、昇温速度は他の測定よりも遅くする必要があります（5℃/min.以下）。また、室温と異なる温度から測定を開始する場合は、サイズが開始温度で寸法変化がないことを確認した後に昇温するよう注意が必要です。

多層フィルム

多層フィルムを測定する場合、各層の熱膨張率の違いによりフィルムがカールすることがあります。熱膨張率を測定する場合は、どの程度の荷重をかければカールを防げるかは材質・サイズによるので、条件出しのための予備試験が必要です。逆に、弱い荷重で測定することによりカールの程度を評価することも可能です。

今回紹介した以外にも、熱分析で評価できる事例は多くあります。材料の“熱”、“温度”について、何か調べたいことがあった際は、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>
- 齋藤安俊, 物質科学のための熱分析の基礎, 共立出版(株), 1990
 - “PEの酸化誘導時間(OIT)測定”, (株)UBE科学分析センターホームページ, http://www.ube-ind.co.jp/usal/documents/p201_141.htm, (参照2016-01-5)
 - ネット・ジャパン, 「2015年熱分析セミナー～熱分析入門編～」テキスト

(機能材料担当：中島啓)

センター活用術

センターホームページ活用編

センターホームページを活用することで、センターのより効率的な利用が可能となります。その一端を紹介します。

トップページ <http://www.shiga-irc.go.jp/>



(1) センターについて知る

(2) 試験機器を調べる

(3) 最新情報を定期的に入手する

(4) 関係機関の情報を入手する

最新情報を入手する(お知らせ)

(1) センターについて知る

試験機器の利用方法、レンタルラボ、産学官の研究会のほか、取り組んでいる研究内容、職員の情報などセンターについての情報を得ることができます。

(3) 最新の情報を定期的に入手する

センターをはじめ県内産業支援機関からの情報をメールマガジン「IRCS-News」により配信しています。このホームページから簡単な操作で登録ができます。また、バックナンバーについても閲覧できます。

品名	単価	単位	利用可能日
L01 万能材料試験機 (500kN)	1,200	時間	
L02 万能材料試験機 (50kN)	1,210	時間	
L03 ねじり試験機	1,130	時間	

予約状況	材料試験
場所	滋賀県工業技術総合センター(東東) 電話: 077-558-1500
料金表コード	L01
機器/試験名称	万能材料試験機 (500kN)
商品名	万能材料試験機
メーカー名	島津製作所
型式	UH-F500kNA, UH-1, TRAPEZIUM2
仕様	材料の引張、圧縮、曲げ試験 最大秤量: 500kN 最大ストローク: 250mm 最大試験空間: 1200mm (治具を含む) 引張チャック: 平板厚さ 0~50mm、丸棒直径 12~50mm チャック幅 60mm、チャック長さ 90mm 圧縮圧盤: 直径 120mm

(2) 試験機器を調べる

試験機器の一覧、予約状況、使用料金を調べることができます。また、機器番号をクリックすることで、その機器の詳細情報を調べることができます。(東北部工業技術センターの試験機器についても、同時に検索することができます。)

(4) 関連機関の情報を入手する

東北部工業技術センターをはじめとする関連機関へのリンクです。このうち、「関西ラボネット」は関西広域連合が運営するサイトで、当センターをはじめ関西エリア試験研究機関の設備を一括して検索できます。

所有	利用タイプ	名称
大塚市立工業研究所	利用可能機器	万能材料試験機
京都府中小企業技術センター	利用可能機器	万能材料試験機 (250kN)
京都府中小企業技術センター	利用可能機器	万能材料試験機 (5kN)
滋賀県工業技術総合センター	利用可能機器	万能材料試験機 (500kN) 圧縮機
滋賀県東北部工業技術センター	利用可能機器	万能材料試験機 10kN-万能材料試験機 (10kN)
徳島県立工業技術センター	利用可能機器	万能材料試験装置 (万能材料試験機)

新規導入機器紹介



新たに導入した機器を紹介します。使用に関しては各担当者にお尋ね下さい。

■ 密度計

材料の密度を把握することは、新規・先端材料開発、原材料選定、製品の品質管理等において非常に重要です。そこで、セラミックス、プラスチックやその複合材料、多孔質体などの幅広い材料に対して密度を測定できる機器を導入しました。

(機能材料担当 中島啓)

測定方式	気相置換法(乾式)	アルキメデス法(湿式)
メーカー	カンタクローム・インスツルメント・ジャパン(同)	(株) エー・アンド・デイ
型式	ULTRAPYC 1200e	BM-200 / AD-1653
用途の一例	固体	固体、液体
仕様	セルサイズ: 0.3 ~ 135mL 精度: フルスケールの0.03% (10mLセル) パージ方式: フロー・バリス・真空	最大サンプルサイズ: φ 25 × 30mm

■ 高速X線回折装置

特定波長のX線を試料に照射して、反射したX線が試料内の結晶格子により示す回折パターンの測定から結晶構造を解析する装置です。無機材料(金属、セラミックス等)や有機材料(プラスチック、繊維等)の粉末や固体、薄膜などの測定により、材料合成や表面処理などの研究開発に活用できます。特に導入機器は、高速・高精度な測定や微小領域の測定が可能です。

(機能材料担当 中島孝、田中)

メーカー	ブルカー・エイックスエス (BRUKER AXS) 株式会社
型式	多機能材料評価X線回折装置 D8 DISCOVER
用途の一例	金属、セラミックス、鉱物、プラスチック等の粉末や固体、薄膜の化合物結晶の同定や定量
仕様	X線管球: セラミック封入型、銅(Cu) 管球出力: 1.60kW (40kV-40mA) 検出器: 1次元(半導体型)、2次元(ガス封入型) 試料台: 水平配置、粉末用、固体用(モーター駆動) 試料寸法: 幅80mm×奥80mm×高40mm(最大) 微小測定: 50μm ~ 2mm(コリメータ直径) 位置観察: レーザー位置設定CCDカメラ 解析ソフト: 定性、定量、結晶化度、結晶子径、残留応力等

■ 赤外線サーモグラフィカメラ

本装置は対象物から放出されている赤外線を検出することで、対象物表面の温度分布を可視的に表示させることができます。対象物を非接触で温度測定することができるため、高温、高所や危険で近づけないものでも温度を計測することが可能です。

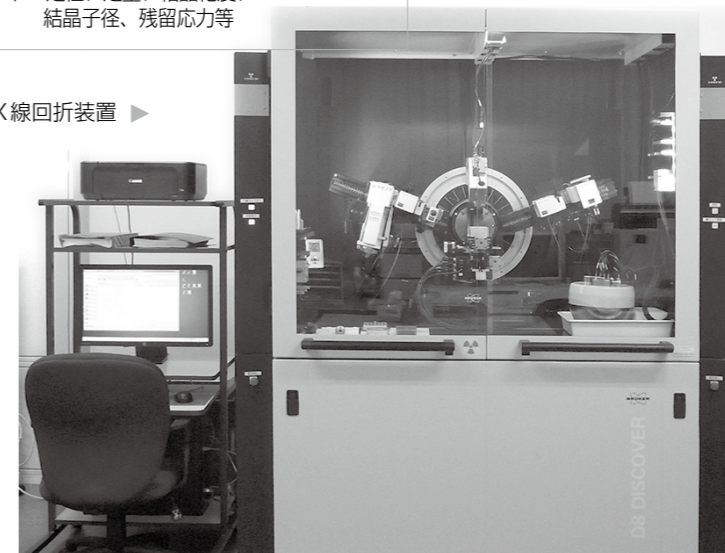
(信楽産業技術試験場 三浦)

メーカー	日本アピオニクス株式会社
型式	InfReC R500Pro
用途の一例	断熱性・熱伝導性の評価、建築構造物の設備診断
仕様	測定温度範囲: -40 ~ +2000℃ 温度分解能: 0.03℃ (at 30℃) 検出器画素数: 640(H) × 480(V) 測定視野角: 32°(H) × 24°(V) 測定距離範囲: 10cm ~ ∞

赤外線サーモグラフィカメラ ▶



高速X線回折装置 ▶



観察画面 ▲

新規導入 機器紹介

■ ラマン分光システム

ラマン分光システムは、レーザー光照射により試料表面で発生するラマン散乱光を測定し、その振動スペクトルから測定試料の化合物同定・構造解析などを行う装置です。

本装置は、レーザーを集光するため、他の分析法では困難な微小な試料（1μm～）や炭素材料、無機材料、有機材料等の非破壊分析が可能となり、固体・液体・薄膜など幅広い分析に活用できます。

レーザー光をガルバノミラーなどの光学系を用いて、ライン状の光源として利用することで短時間でラマンイメージング像を取得することができます。イメージング像を取得することで、光学顕微鏡画像と成分分布を対比することができます。

（機能材料担当 山本和）



◀ 測定室内の顕微鏡



平成27年度競輪補助物件
公益財団法人 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。

メーカー	ナノフoton株式会社
型式	RAMANtouch VLS-ICS-S
用途の一例	固体試料（プラスチック、金属、セラミックスなど）や液体試料のラマンスペクトルを測定し、測定対象物の同定および化学状態の分析を行う。微小異物（1μm～）の分析、高速ラマンイメージング測定、応力測定、データベースマッチングなど。
仕様	レーザー波長：532 nmおよび785 nm 回折格子：300 gr/mm、600 gr/mm、2400 gr/mm 焦点距離：500 mm 検出器：電子冷却CCD 対物レンズ：5倍、20倍、50倍（長作動）、100倍 空間分解能：350 nm 波数分解能：0.5 cm ⁻¹ 高速ラマンイメージング測定が可能です。（500スペクトル/秒以上） レーザー安全基準：クラス1対応 データベース（STジャパン製 ラマン標準化合物（60001-40））



RING!RING!
プロジェクト
競輪の補助事業

企業広告

新しい発想で『化学分析を繋ぐ』会社 株式会社テクロム

創業から10年の若い会社です。

化学分析においてこれまで手作業で行われていた分野を自動化すること、面倒な作業を効率的に行うための製品作りを行っています。



< SHC-3 加熱加湿洗浄装置 >

SHC-3は、車室内部品の放散試験のために使用されるサンプリングバッグを全自動で洗浄する専用コンディショナです。現在、SHC-3の貸し出しデモを行っています。

★詳しくはお問い合わせください。

株式会社テクロム



<http://www.techrom.co.jp>

〒523-0063 滋賀県近江八幡市十王町900番地
TEL 0748-31-1550 / FAX 0748-31-1551

テクノネットワーク / No.115 / 平成28年〇月〇日発行

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

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

