

# なら

## 技術だより

128

2005.3. NO.



### 高周波プラズマ発光分光分析装置

高周波誘導結合方式により発生したプラズマを利用し、様々な元素の定性・定量分析を行うことができます。平成16年11月に導入された最新機器で、様々なものに含まれた微量元素の定量に威力を発揮します。皆様方のご利用をお待ちしております。

KEIRIN



本機器は競輪の補助金を受けて導入されています。

### 目次

- ★ 新規設備紹介—高周波プラズマ発光分光分析装置— ..... 2
- ★ 粉末成形用精密金型へのDLCコーティング ..... 4
- ★ 「平成16年度テクノリサーチ」レポート ..... 7
- ★ なら技術だより発行回数変更のお知らせ ..... 8

# 新規設備紹介

## —高周波プラズマ発光分光分析装置—

機械・材料技術チーム 主任研究員 福垣内 学

### 1. はじめに

高周波プラズマ発光分光分析は誘導結合プラズマ(Inductively Coupled Plasma)を利用した分光分析であり上記の頭文字からICPと呼びます。アルゴンガスを高周波誘導結合方式で放電させることでアルゴンプラズマが生じます。そのアルゴンプラズマ中に試料溶液を霧状に導入すると、試料溶液中の各元素はアルゴンプラズマ中で励起し、励起原子からは原子線が、励起イオンからはイオン線が発光します。これらの発光線は元素固有の波長を持ち、その発光強度が試料溶液中の元素濃度にほぼ比例する(検量線が一次関数で表すことが出来る)ことを利用して測定を行います。

ICPではこうして得られる検量線の直線範囲が元素にもよりますが数ppbから数百ppmと広く、また他の原子スペクトル分析法と比べて共存成分による干渉が少ないなどの特徴があります。

固体試料や有機物などを分析する場合は酸分解、乾式灰化などの前処理を行い、これから試料溶液を調整することで固体試料中や有機物などの微量成分について分析を行うことができます。

このように主成分から微量成分までの広い範囲で測定できることから、現在、無機物、石油化学、水質分析、食品などの広い分野で用いられています。

### 2. 新規設備の特徴

今回導入した設備(Thermo Electron(株)製 IRIS Intrepid II)では次のような特徴があります。

①半導体面検出器を用いているため、高濃度から低濃度までの多元素同時分析を行うことが出来ます。このために測定時間が大幅に短縮されます。

#### 半導体面検出器

CID(Charge Injection Device)

512 x 512素子

波長範囲: 165nm~1050nm

分解能 : 0.005nm~0.012nm

②プラズマ測光方式が径方向(radial)と軸方向(axial)の2方向で行うことが出来ます。(図1参照)

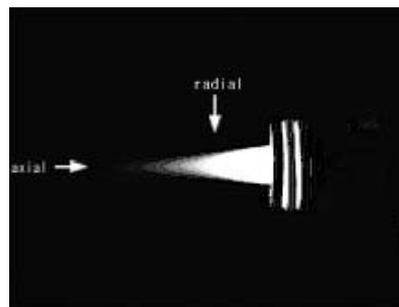


図1 プラズマ測光方式

それぞれの測光方式は元素や波長ごとに測光方向を選択出来るために表1のように使い分けをすることで目的とする元素の濃度を測定することが出来ます。

	radial	axial
感度	△	◎
化学干渉	◎	○
イオン干渉	○	△

表1 測光方式の比較

③オートサンプラーが付属品として取り付けられており、最大240本までの試料溶液を自動分析可能です。

### 3. 本装置のご利用にあたって

今回設置したICP発光分光分析装置により特に微量成分の分析の分野で活用できると考えております。製品開発、品質管理などで是非ご利用下さい。

また分析に当たっては迅速に対応するために、下記の点にご留意下さい。

①試料

試料は出来るだけ前処理を行い、溶液状態で持参してください。新規設備での測定は10ppm以下で行うことが望ましいのであらかじめ濃度がわかっている場合は試料溶液を希釈して持参下さい。

溶液の粘度が高い物、塩濃度の高い物(1%以上)などは測定誤差が大きくなりますので出来るだけ希釈してください。

溶液中に浮遊物が有る場合は濾紙(5C)にて濾過して下さい。

②標準溶液

検量線作成溶液については3点以上の既知濃度溶液(ex:0ppm,0.5ppm,1ppm)が必要です。出来るだけ試料溶液と主成分の量、粘性など溶液組成を類似(マトリックスマッチング)させてご用意下さい。

あらかじめ分光干渉がないとわかっている元素を測定する場合は混合溶液を使用することが出来ます。

なお本装置の利用に当たっては各担当分野の担当者と打合せをお願いします。



高周波プラズマ発光分光分析装置全体



本機器は競輪の補助金を受けて導入されています。

# トピックス

## 粉末成形用精密金型へのDLCコーティング

三木靖浩、足立茂寛、谷口正

### 1. はじめに

最近、機械金属業界や金型関連業界において非常に重視されている話題のひとつに「トライボロジー」という言葉があります。これは、摩擦、潤滑、表面の損傷などを取り扱う工学分野を表す言葉として、1966年にイギリスで提唱され、用いられるようになりました。近年、環境への負荷をできる限り小さくし、環境にやさしい製品づくりを行うため、トライボロジー特性にすぐれた製品開発が進んでいます。トライボロジーは、二つの物が接触して運動するときに必ず起こる現象で、非常に複雑なものです。人間やその他動物の動きにもトライボロジーは広く関係しています。

当センターでは県内機械・金属業、成形加工業などの活性化を目的として、潤滑性にすぐれた表面処理を行っています。今回、粉末成形用精密金型の表面に高密着性を有するDLC膜をコーティングし、その有効性について検討しましたのでご紹介します。

DLC(ダイヤモンドライクカーボン)につきましては、以前に、この技術だより(No.122号:2004.3月号)でも簡単に掲載しましたが、ダイヤモンドの結合とグラファイトの結合とを併せ持った炭素材料です。DLC膜は非常に平坦な表面を形成し、すぐれたトライボロジー特性を持っています。

### 2. 実験方法

#### 2-1. 粉末成形用精密金型へのコーティング

粉末成形用精密金型の材質として、合金工具鋼(SKD11)と高速度工具鋼(SKH51)を調質したものを用いました。各金型を予めSiC(炭化ケイ素)粉末でプラスト処理、または微細放電加工によりWC(炭化タングステン)層を形成させた後に、当センター所有のプラズマコーティング装置を用いて高密着性を有するDLC膜をコーティングし

ました。DLC膜の厚みは2 $\mu$ mです。

#### 2-2. 評価試験

DLC膜表面と水との接触角、DLC膜のヤング率と硬さ、ラマンスペクトル、X線による基材表面近傍の残留応力、ボールオンディスク摩擦摩耗特性、スクラッチ試験による密着力などについて検討しました。

また、約19kNの圧力、1.2個/秒の速さで連続して成形実験を行い、DLCコーティング膜の有用性について評価しました。

### 3. 実験結果

#### 3-1. 接触角、ヤング率、硬さ

成形する粉末とDLC膜との離型性能を向上させるため、TFE(四フッ化エチレン)によりDLC膜表面の封孔処理を施しました。SKH51基材を表面改質した場合の接触角を、図1に示します。SiCプラスト処理やWC放電加工処理を行うことによって表面粗さの増加に起因する接触角の増加が認められます。

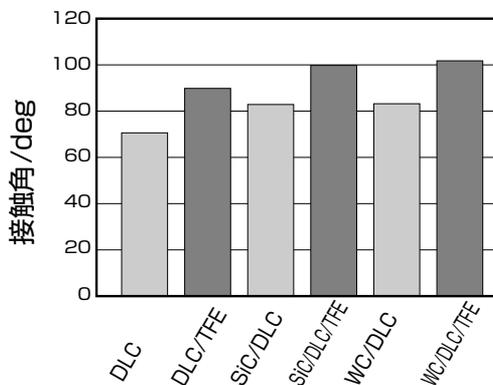


図1 SKH51基材を表面改質した場合の接触角  
また、TFEコート処理によって約100°の接触角を示しています。

一方、超微小硬度計を用いてDLC膜のヤング率と硬さを求めた結果、それぞれ約210GPaと約12GPaでした。

#### 3-2. ラマン分光測定、X線残留応力測定

コーティングしたDLC膜のラマンスペクトルを、図2に示します。1550 $\text{cm}^{-1}$ と

1400cm<sup>-1</sup>付近に二つのバンドを有する非対称な形状を有する、典型的なDLCのラマンスペクトルと類似していることがわかります。

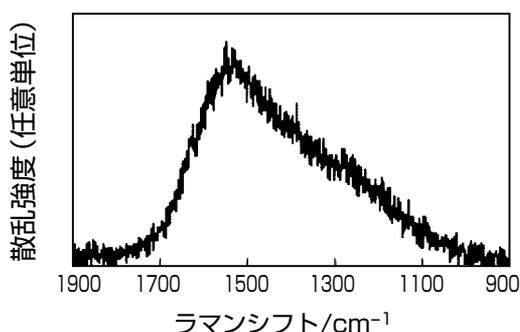


図2 DLC膜のラマンスペクトル

X線(CrK $\alpha$ )を用いて、DLC膜直下の基材表面近傍に存在する残留応力を評価しました。その結果を、図3に示します。コーティング前の基材には-270~-200MPaの圧縮残留応力が認められますが、DLCの膜厚が大きくなるにつれて圧縮残留応力の値が小さくなっていることがわかります。このことは、DLC膜の膜厚が大きくなると、膜中に存在する圧縮残留応力も大きくなることを示唆しています。

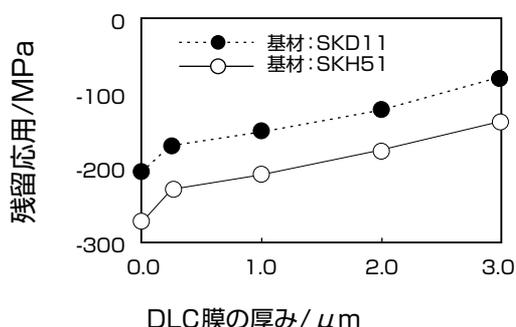
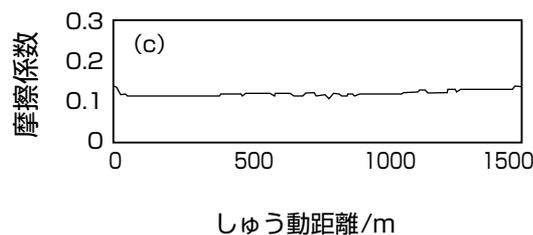
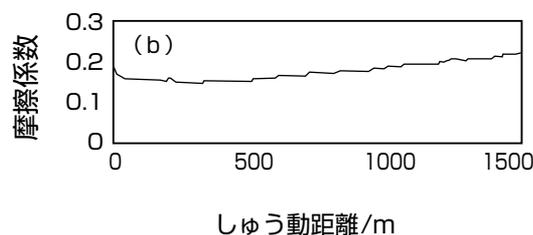
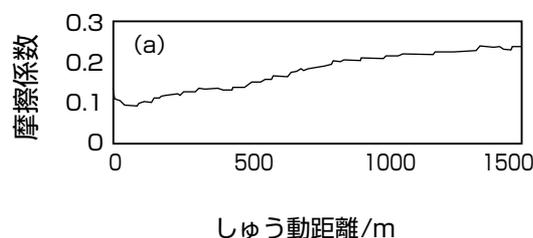


図3 基材表面近傍のX線残留応力値

### 3-3. ボールオンディスク摩耗試験

相手材に $\phi$ 6mmの高純度アルミナボールを用いて1Nの荷重、0.1m/分の速さで摩耗試験を行いました。DLC膜を摩耗試験した際のしゅう動距離と摩擦係数との関係を、図4に示します。未処理のSKH51基材とSiC粉によってプラスト処理したSKH51基材にコーティングしたDLC膜の摩擦係数は、しゅう動距離が増えると徐々に大きくなり、しゅう動距離が1500mになると、約0.2の摩擦係数を示しています。一方、WC放電加

工層を形成させたSKH51基材にコーティングしたDLC膜の摩擦係数は、1500mのしゅう動距離まで一定の摩擦係数(約0.13)を示しています。通常、固体潤滑剤として用いられている二硫化モリブテン(MoS<sub>2</sub>)の乾燥空気中での摩擦係数は約0.2とされていますので、DLC膜はMoS<sub>2</sub>よりもすぐれたトライボロジー特性を有していることがわかります。



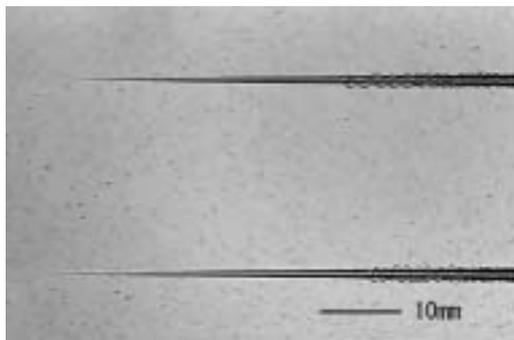
(a) 未処理SKH51基材+DLC膜  
(b) SiCプラスト処理SKH51基材+DLC膜  
(c) WC放電加工処理SKH51基材+DLC膜  
図4 DLC膜の摩擦係数

### 3-4. スクラッチ試験

先端径0.2mmのロックウェル圧子を用いて100N/分の負荷速度、10mm/分の走査速度でDLC膜の密着力(剥離時の臨界荷重)を求めました。その結果、DLC膜の密着力は約38N~45Nであり、SKD11基材よりもSKH51基材を用いた方がDLC膜の密着力は大きくなることがわかりました。また、WC放電加工層を形成させたSKH51基材にコーティングしたDLC膜の密着力は、約45Nを示していました。SKH51基材にコー

ティングしたDLC膜をスクラッチ試験した後の表面の様子を、図5に示します。DLC膜に負荷される荷重が大きくなるにつれて基材が変形し、その変形に膜が追従できなくなり、図5に示したような貝殻状にDLC膜が剥離するものと考えられます。

(a) 未処理SKH51 基材+DLC膜



(b) WC放電処理SKH51 基材+DLC膜

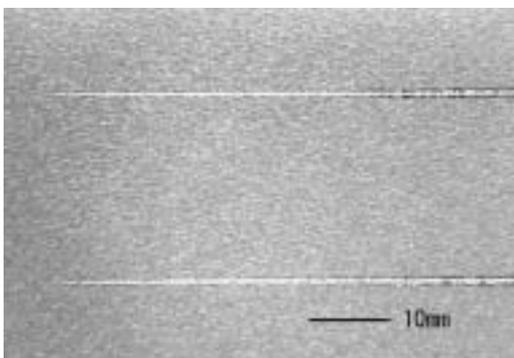


図5 DLC膜のスクラッチ痕

### 3-5. 粉末成形実験

約19kNの圧力、1.2個/秒の速さで酸化物粉末を連続的に成形する実験を行い、金型の損傷状態や寿命について評価しました。試験には硬質クロムメッキした金型、窒化クロム(CrN)コーティングした金型ならびに二種類の下地処理を施した後にDLC膜をコーティングした金型を用いました。約11時間(約33,000個)成形した後に金型の表面を観察すると、クロムメッキした金型ではリング状に摩耗しており、窒化クロムした金型では膜の剥離が認められました。一方、約40Nの密着力を有すると考えられるDLC膜をコーティングした金型では、

膜の表面粗さが2倍程度になっているものの、膜の剥離や寿命に至るような損傷も確認できませんでした。表面処理した金型の表面粗さの挙動に基づいて各金型の寿命を評価したところ、高密着性のDLC膜をコーティングした金型は、クロムメッキした金型よりも5~6倍程度、高寿命であると推察できました。今後も金型ユーザ等のご協力を得て、DLC膜をコーティングした金型が寿命に至るまで成形実験を続けていきたいと考えています。

### 4. おわりに

当センターでは県内各企業との共同研究開発や設備機器の使用などを通じて、県内企業で使用・生産している金型、部品、製品などの付加価値を高めるため、高密着性DLC膜を大いに活用して頂きたいと考えています。皆さまの生産現場での問題点の改善や新製品開発などで今後、是非とも当センターをご利用ください。なお、詳しくは、担当者までお問い合わせください。

(担当者)

奈良県工業技術センター

○三木靖浩、足立茂寛、谷口正

○E-mail : miki@niit.pref.nara.jp

# アラカルト

## 平成16年度「テクノリサーチ(技術研究会)」レポート

企画・交流支援チーム

県内企業の技術課題の解決、新商品開発に役立てていただくため、専門技術分野ごとの研究会「テクノリサーチ」を今年度、下記5テーマについて開催いたしました。

先進事例についての情報提供や、今後の研究開発に有用な設備機器の紹介、各種意見交換、個別相談会等を実施し、参加されました皆様方には、多少なりともお役に立てたのではないかと考えております。また当センターと致しましても県内企業ニーズをより反映した内容の研究をしていくため、ご出席いただきました皆様方の声について、今後、積極的に活用させていただきたいと考えております。

今年度の開催内容につきまして簡単に紹介させていただきます。

### 1. デザイン技術研究会(個別相談会)

**担当: 電子・情報・デザイン技術チーム**

月1回の割合で参加者を募り、下記の中から、お申し込み頂きましたそれぞれの会社が希望されるデザイン分野の専門デザイナーを奈良デザイン協会のご協力により、派遣していただき、デザイン開発、進め方等に関する個別相談会(無料)を開催いたしました。

- ・グラフィック: 会社案内・パンフレット・ポスター等の作成
- ・プロダクト: 生産技術を考慮した新商品のデザイン開発等
- ・クラフト: 素材・加工技術を考慮した少ロットの商品開発等
- ・ディスプレイ: 店舗のデザイン開発及び設計等
- ・デザイン企画: 社会背景・消費動向等を分析した新商品開発の提案
- ・建築: 建築に関するデザイン・設計及びその他相談
- ・染織: 素材・加工技術を考慮したデザイン・商品開発等

### 2. 光触媒研究会

**担当: 機械・材料技術チーム**

光触媒技術の普及、技術と知識の向上を目的に、光触媒に関する最新の研究開発についての講演会や討論会、県内企業、大学、高専の研究者の方々によるショートプレゼンテーション等を実施しました。

○第1回「新光触媒材料(チタンアパタイト)の開発と応用」

講師:(株)富士通研究所 若村 正人 氏

○第2回(情報提供・自由討論会)

情報提供

- ・光触媒技術に関する最新情報
- ・光触媒産業の動向
- (特許庁技術動向調査報告書の紹介)
- ・当センター利用方法の紹介
- ・技術開発向け補助・助成事業の紹介

自由討論会 ～光触媒について～

講師:(株)昭和 主任研究員 小野田金児 氏  
当センター主任研究員 浅野 誠 他

○第3回(ポスターによるショートプレゼンテーション)

～光触媒に関する技術開発や製品化事例について～

- ・液相析出法による光触媒薄膜の形成
- ・光触媒アパタイト「PHOTOHA P®」の特性と応用
- ・光触媒薄膜成膜システムの研究開発
- ・陽極酸化法による酸化チタン光触媒皮膜の創製
- ・金属担持した酸化チタン粉末の光触媒活性

発表: 奈良高専、太平化学産業(株)、(株)ヒラノテクシード、(株)昭和、京都大学エネルギー理工学研究所等

### 3. 特産品製造研究会

**担当: 食品・毛皮革技術チーム**

奈良県酒造組合連合会と共同で、組合員

である県内酒造メーカーの皆様方と共に、優れた奈良特産清酒の開発や醸造技術の向上等について、研究会、ディスカッション、講演会、見学会等を開催いたしました。

- 第1回「乳酸菌系酒母を用いた奈良特産清酒の開発」  
講師：当センター統括研究員 松澤 一幸
- 第2回「低アルコール酒の開発」  
講師：当センター主任研究員 清水 浩美
- 第3回「生もと系酒母を用いた清酒製造」  
講師：菊正宗酒造(株)総合研究所 所長 溝口 晴彦 氏
- 第4回「生もと造り工場見学会」  
見学先：菊正宗酒造(株)

**4. 繊維・プラスチック技術研究会**  
担当：繊維・高分子技術チーム

- 第1回「繊維製品の衣服圧測定について」  
講師：当センター主任研究員 辻坂 敏之  
エアパック方式の衣服圧計を用いた圧迫力測定法、装置の使用法、弾性ストッキングに関する話題等を紹介しました。
- 第2回「プラスチックCAE技術」  
講師：当センター統括研究員 西村 敬一  
射出成形流動解析、ブロー成形解析、構造解析、熱伝導解析等、プラスチック成形に関連するシミュレーション技術を実例、デモにより分かり易く解説しました。
- 第3回「生分解性プラスチック及びバイオベースプラスチックの現状と将来展望」  
講師：(独)産業技術総合研究所

環境化学技術研究部門バイオベースポリマーグループ 相羽 誠一 氏

**5. エレクトロニクス研究会**  
担当：電子・情報・デザイン技術チーム

- 第1回「EMC規格と試験入門」  
講師：当センター主任研究員 林 達郎  
電磁環境評価に関する各国・各種の規格紹介や当センター保有設備による試験法等について解説しました。
- 第2回「次世代インターネット活用技術普及講習会」  
・試作ネットワークサーバの紹介と活用事例報告  
講師：当センター主任研究員 坂本 佳則  
・IPネットワークにおける情報セキュリティについて  
講師：西日本電信電話(株)奈良支店長 前山 輝男 氏
- ・意見交換会  
当センターが取り組んできたIPv6対応中小規模向ネットワークサーバの報告や、情報セキュリティの重要性について紹介いたしました。
- 第3回「水溶液からの機能性薄膜の作製法と応用」  
講師：奈良工業高等専門学校 電気工学科 助教授 工学博士 藤田 直幸 氏  
メッキにより金属・半導体等薄膜を形成しエレクトロニクス分野に応用する技術についてご紹介いただきました。

**「なら技術だより」発行回数変更のお知らせ**

今回で128号となる「なら技術だより」では、当センターの業務紹介や研究成果及び技術の紹介等を中心に、2ヶ月に一回発行してまいりましたが、次年度からは、より一層、紙面の充実を図るため、3ヶ月に一回の発行に変更することとなりました。次年度からの発行日は、下表のとおりとなります。

	No.129	No.130	No.131	No.132
発行日	平成17年 5月10日	平成17年 8月10日	平成17年 11月10日	平成18年 2月10日

**なら 技術だより**

Vol.2 2 No.6 (通巻128号)  
平成17年3月10日発行

■編集発行  
なら産業活性化プラザ  
奈良県工業技術センター  
☎630-8031 奈良市柏木町129の1  
TEL 0742-33-0817(代表)  
FAX 0742-34-6705  
http://www.niit.pref.nara.jp/