

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.107

2013/夏号



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	1
電池産業支援拠点形成事業	
機器利用ガイド	4
プラスチック材料を評価する試験機器の紹介	
お知らせ	6
研修報告	
非鉛圧電セラミックスの作製と評価	
お知らせ	7
H25年度 技術普及講習会のお知らせ	
センターニュース	8
工業技術総合センター 一般公開 「科学とふれあおう」を開催します	
新しい職員の紹介	



## 電池産業支援拠点形成事業

県内には、リチウムイオン電池、太陽電池、燃料電池など、数多くの大手電池メーカーが生産拠点を有しています。電池産業は今後も大きな成長が続くものと予想されており、地域産業活性化の起爆剤として大きな期待が寄せられています。素材・部材を製造する中小企業が既存技術を発展させ、電池関連産業へと参入するためには、電池産業に特化した技術開発とビジネスマッチングへの支援が必要となっています。

そこで、23年度より電池関連の素材・部材の評価に不可欠な試験分析機器を工業技術センターに整備し、これを活用して工業技術総合センターや東北部工業技術センターと製品評価に関する共同研究を行い、電池関連素材・部材の技術開発に取り組む県内企業を支援しています。

電池産業支援拠点形成事業／電気化学測定技術セミナー風景  
～電池・キャパシタの充放電・インピーダンス特性評価～ ▶



## 電池産業技術に関する共同研究 << 募集中 >>

電池に関する開発を行っている企業、新規参入を目指す企業を対象に工業技術センターとの共同研究を募集しています。

### 【対象企業】

滋賀県内の企業

### 【共同研究テーマ】

電池関連技術に関するテーマ(電池の種類は問いません)

【募集期間】 随時 【研究期間】 単年 (翌年度も継続可能)

### 【共同研究のメリット】

#### ①分析機器の無償利用

本事業で整備した機器やセンター保有機器の一部を無償で利用できます。また、共同研究に至る前の技術案

件であれば、一時利用(申請が必要)も可能です。

#### ②専門家の技術指導が無償

電池関連技術に関する外部専門家の技術指導を無償で受けることが可能です。

#### ③共同研究成果のPR

「びわ湖環境ビジネスメッセ」など、センターブースを活用しての展示が可能です。

### 平成24年度までに実施した研究テーマ

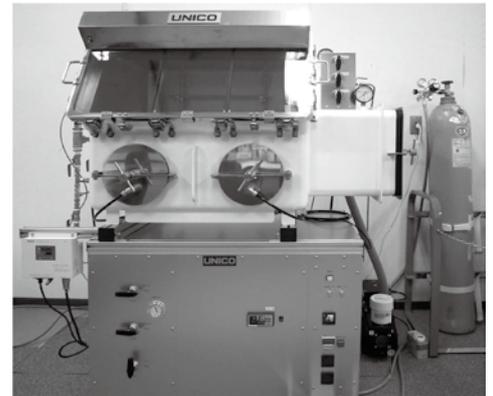
- ・二次電池向け部材の開発
- ・キャパシタ向け部材の開発
- ・太陽電池向け部材の開発

## 電池産業支援拠点形成事業で導入した機器の紹介

### ー電池を組み立てるのに使用する機器ー

#### ■ 循環装置付グローブボックス

グローブボックスに水分と酸素を除去する循環装置が付属しているので電池の組み立てに適した環境をつくることができます。また、空間内の水分量を測定するための露点計や酸素濃度計を備えていますので、グローブボックス内の状況を確認しながら作業できます。



グローブボックス、循環装置  
(株) UNICO / UN-800F、CM-200

#### ■ コインセル組み立て装置

実際に電池として組み立てて評価する際に用います。2032型のコイン電池を作製することが可能です。以下の3つの装置で構成されています。



#### ◀ 小型自動塗工機

電極材料、バインダーを混合させたスラリーを金属箔に塗布する際に用います。一定速度で自動塗布するので均質な電極を作製できます。塗工台には吸引装置を備えていますので、金属箔の固定も容易です。



#### ◀ カシメ機

各種部材を組み合わせてコインセルの形に作製します。

#### 打ち抜き機 ▶

コイン電池用の円盤状電極やセパレータを作製する際に用います。2032型のコイン電池のサイズに適した打ち抜き刃一式を備えています。



—電池の評価に用いる機器—

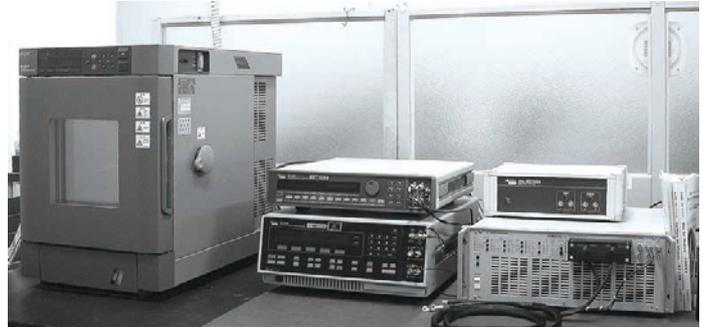
■ 試験用セル



ネジを締めることで電池を組むことができます。試験後に部材評価をする際には分解が簡単です。

■ 電気化学測定装置

電池や電池材料の電気特性評価を行う装置です。電池・キャパシタ等の充放電特性や、電極・セパレータ等の電池材料のインピーダンス特性などを測定できます。恒温・恒湿槽も備えていますので、一定環境下での測定も可能です。



電気化学測定装置

Solartron / 1287, 1296, 1260 / CorrWare, SMarT, ZPlot  
 (株) 東陽テクニカ / PBi250-10, SH1-Z  
 エスベック (株) / SH-24

・ポテンショ／ガルバノスタット

セルに加える電圧／電流の制御・測定を行うことで、電池やキャパシタの充放電特性を評価することができます。パワーブースターとの組み合わせにより、内部インピーダンスの非常に小さい（1mΩ以下）キャパシタ等の充放電特性の測定も可能です。

・周波数応答アナライザ

セルに非常に微小な交流信号を印加し、その応答信号から電池材料のインピーダンスを評価することができます。測定データは、コールコールプロットと呼ばれるグラフで表示され、等価回路フィッティングにより必要なパラメータを算出します。

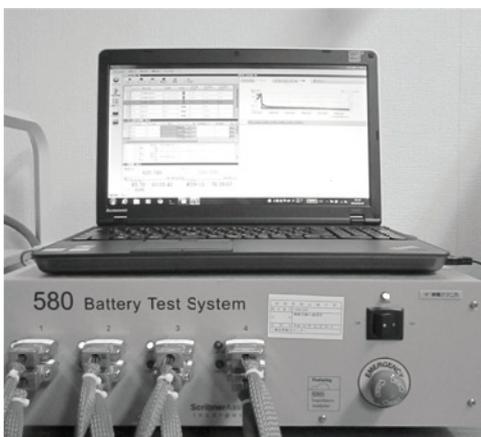
■ 薄膜微小硬度計

負荷と押し込み深さの関係から硬さ（押し込み硬さ）を算出します。負荷試験だけでなく、負荷除荷試験、繰り返し試験ができます。また、圧子を平面圧子に交換することで微小粒子の圧縮試験もできます。カメラを搭載しているので粒子の破壊状況を確認しながら測定することが可能です。各種部材の微小領域の硬さや、電極材料の圧縮強度の評価が可能です。



薄膜微小硬度計

(株) 島津製作所 / DUH-211S



充放電測定装置

(株) 東陽テクニカ / 580型

■ 充放電測定装置

電池・キャパシタ等の充放電特性を評価する装置です。測定端子が8ch備えてあるので、それぞれ独立制御が可能です。また、5端子での測定が可能で参照極－作用極間だけでなく参照極－対極間を同時に測定できます。

(機能材料担当 田中)

# プラスチック材料を評価する試験機器の紹介

先々号では「多元素同時分析機器」、先号では「耐環境性機器」を紹介しましたが、今回は有機材料、特にプラスチック材料にフォーカスし、代表的な評価・試験機器をご紹介します。

プラスチック製品は従来の天然素材に代わり、我々の日常生活の中に広く定着し、生活に便利さと豊かさを与えています。もはやプラスチック製品なしでは我々の生活が成り立たないといっても過言ではないでしょう。様々な分野で利用されている、プラスチックやゴム製品ですが、その性能に影響を与える成分を評価することは、製品の品質管理や開発に不可欠です。

## Thermal Property

### 熱特性評価

- ・吸熱、発熱
- ・反応速度
- ・熱分解
- ・熱膨張、収縮
- ・熱軟化
- ・熱変形
- ・メルトフロー

プラスチックはその成形・加工の過程において種々な熱履歴を受け、製品の品質に影響を与えます。よって、熱特性の把握と製造工程における最適な温度管理は非常に重要です。

熱特性評価とは、物質の物理的性質の温度依存性を評価するものです。物理的性質には、温度（融解、凝固）・質量（熱分解、化合反応）・エンタルピー・寸法（膨張、収縮）・力学特性（軟化）などがあり、測定する物理特性によって、各種熱分析装置が用いられます。また、特筆すべき点として、当センターの熱分析装置では湿度を制御した雰囲気での寸法変化特性が測定可能です。



熱分析装置（機器コード：S28）

競輪補助物件

## Strength

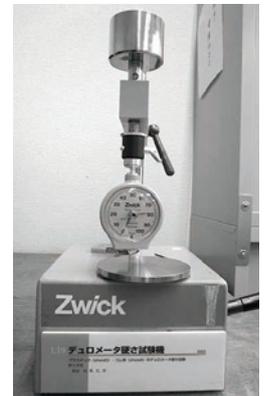
### 力学特性評価

- ・引張、圧縮、曲げ
- ・衝撃強度
- ・硬さ

加える力と変形との関係を求める基本的な強度試験として引張試験、圧縮、曲げ試験等があります。装置によっては、治具を交換することで様々な評価（摩擦、突刺し強度等）ができ、恒温中での試験が可能なものもあります。

衝撃試験機は試験片を破壊するのに要したエネルギーと靱性を評価する機器であり、シャルピー式とアイゾット式を設置しています。

硬さ測定は簡便な材料試験であり、材料の大きな強度特性を知り、良否の簡易判定等に用いることができます。



左：衝撃試験機（L11,L12）

右：デュロメータ硬さ試験機（L19）

## Rheology

### レオロジー特性評価

- ・粘度
- ・粘弾性

レオロジー特性とは、一言で言えば、物質の変形と流動特性のことであり、高分子材料特有の性質である粘弾性や加工性（粘度、流動性等）を評価する際に用います。温度（もしくは周波数）を変化させながら粘弾性を測定することで、物質の特徴（ガラス転移温度等）について調べることができます。試料は液体、固体（引張、圧縮、3点曲げ等）ともに測定可能です。



動的粘弾性測定装置（T09）

競輪補助物件

Material Analysis

材料分析・評価

- ・材料同定
- ・分子量
- ・添加物同定
- ・残留溶媒
- ・色彩
- ・ヘイズ（曇度）

材料の同定は基本的な測定の一つであり、代表的な方法として赤外分光法があげられます。本分析は異物の同定や材料の劣化評価にも用いることができ、赤外顕微鏡を用いることで数10 $\mu$ m程度までの微小異物も測定可能です。

また、力学物性に影響する「分子量」については、GPC（ゲル浸透クロマトグラフ）により測定し、分子量の分布も評価できます。

高分子材料中の添加物同定や残留溶媒の定性には、ガスクロマトグラフ質量分析が有効です。本法では、液体中に溶解している有機成分を定性することも可能です。

色彩やヘイズなどは、測定して数値データ化することで、品質評価に役立てることができます。



赤外分光分析装置 (S35)



ガスクロマトグラフ質量分析装置 (S36, 37)

競輪補助物件

Weathering test

耐候性評価

- ・キセノン  
ウェザー
- ・サンシャイン  
ウェザー

一般にプラスチックの製品や材料は、太陽光により劣化し、その物性が変化します。よって、太陽光・温度・湿度・降雨などの屋内外の条件を人工的に再現して劣化を促進させ、製品・材料への影響を調べることが必要となります。

当センターにはサンシャインとキセノンのウェザーメーターを備えています。キセノンランプは比較的強い紫外線照射ができるので、サンシャインと比べても促進性の高い試験が可能です。対応している主なJIS規格はサンシャインが7753,A1415（高分子建築材料）、D0205(自動車部品:WAN-1S,WAL-1S)など、キセノンがK7350-2（プラスチック-実験室光源暴露）などです。



キセノンウェザーメータ (O11)

競輪補助物件

Others

その他

- ・表面観察
- ・ガス透過率
- ・比重（密度）

樹脂等の製品開発や品質管理、故障解析等のために、顕微鏡により製品表面観察や破断面の観察を行います。特に走査電子顕微鏡 (SEM) は試料の観察や元素の定性分析、またそれら含有割合、分布（マッピング）を調べることができます。

その他、フィルムのガス透過率測定、湿式比重測定等を行う機器も設置しています。



走査型電子顕微鏡 (M11)

競輪補助物件

今回ご紹介しました機器の他にも、種々の機器を設置しており、企業の皆様にご利用いただくことができます。これまでにご利用されたことがなく、品質管理や製品開発に関連してご利用を考慮しておられる方は、気軽にお問い合わせください。

※これらの分析・測定は、前処理等が必要な場合や、大きさ等に制限があるものもありますので、ご利用の前にお問い合わせください。

(機能材料担当 土田)

## 研修報告

## 非鉛圧電セラミックスの作製と評価

研修生	機能材料担当 主査 安達 智彦
研修先	龍谷大学 理工学部 物質化学科
指導教官	理工学部 和田 隆博 教授
期間	平成24年4月1日～平成25年3月31日（週2日：1年間）

鉛は環境への負担が大きい元素であり、RoHS規制物質として世界的に使用が制限されつつあります。圧電セラミックスは電子材料の一種で、応力（圧力）を電力に変換する電子素子として広く利用されていますが、環境負担が大きい鉛系圧電セラミックスが主流となっています。そこで非鉛系でありながら鉛系に匹敵するような優れた特性を有する材料の探索が続けられています。

近年、非鉛系でありながら優れた特性を有する(Na,K)NbO<sub>3</sub>系圧電セラミックスが注目を集めています。その理由は、合成の難しい(Na,K)NbO<sub>3</sub>系材料を低温でも合成できる「改良固相法」と呼ばれる低温合成プロセスが開発されたことにあります。さらに改良固相法は、(Na,K)NbO<sub>3</sub>系材料に自由度の高いドーピングを行える上に、他の材料系への応用も望めるなど、可能性の高い合成法といえます。そこで、この改良固相法を駆使して(Na,K)NbO<sub>3</sub>系材料の開発に成功<sup>1,2)</sup>している龍谷大学理工学部物質化学科の和田隆博教授の下で、((Ag<sub>1-x</sub>K<sub>x</sub>)<sub>1-y</sub>Li<sub>y</sub>)NbO<sub>3</sub>系材料を研究対象として、改良固相法の修得のために1年間の研修を行いました。

さらに本研修では、改良固相法の修得だけでなく、新たな低温合成プロセスの構築を目指した研究を実施しました。この方法は、原料粉末（ナトリウムやカリウムを含む硝酸塩やフッ化物とニオブの酸化物）をフッ酸や硝酸もしくはこれらの混酸で加熱分解し、完全に溶液化した上で、低沸点のフッ酸を加熱により除去して、目的とする化合物を得るというものです。フッ酸により原料粉末を溶解し目的物質を合成することから「フッ酸分解法」と名付け、各種の合成パラメーターの最適化を行いました。その結果、部分的な合成に成功したものの、不純物も多く、プロセスの改善が必要であることが分かりました。

今回の研修で得られたノウハウを技術や生かし、企業支援に役立てたいと考えています。

## 参考文献

- 1) "Fabrication of lead-free piezoelectric KNbO<sub>3</sub> ceramics by modified solid state reaction method" T. Wada, A. Suzuki and T. Saito Jpn. J. Appl. Phys., 45, 7431-4 (2006)
- 2) "Synthetic mechanism of perovskite-type KNbO<sub>3</sub> by modified solid-state reaction process" S. Yamazoe, T. Kawawaki, K. Shibata, K. Kato and T. Wada Chem. Mater., 23, 4498-504 (2011)



1：酸を添加した直後濁りあり、溶けていない



2：10分程度加熱したところ液は無色になり溶けた



3：数時間かけ十分煮詰めたところ、白色粉末が析出

図：本研修で検討した「フッ酸分解法」の実施の様子

# H25年度 技術普及講習会のお知らせ

滋賀県工業技術総合センターでは、最新の機器による測定・分析技術の普及と試験研究用設備機器の利用促進を図るため、技術普及講習会を開催します。この講習会では、メーカーの技術者、センター職員を講師に、個々の技術についての解説と機器を用いての測定・分析の実演・

実習を行います。これから装置を使用しようと思っておられる方はもちろん、すでに利用されている方にも有意義な講習となると思いますので、ご興味をお持ちの方の参加をお待ちしております。今年度開催を予定している講習会は、以下のとおりです。

No.	講習会名	機器	開催予定日
1	三次元形状測定技術	三次元測定機／ 非接触三次元測定機	9月予定
2	三次元CAD/CAM/CAE操作講習会	三次元CAD/CAM/CAEシステム	11月予定
3	低荷重疲労試験機講習会 ～電池産業振興にむけて～ (電池産業支援拠点形成事業)	低荷重疲労試験機	10月予定
4	いまさら聞けないEMC ～さあ、始めよう！ GHz帯・放射イミュニティ試験～	電磁耐性評価室 放射イミュニティ測定システム	1～2月頃
5	いまさら聞けないEMC ～すでに始まっているGHz帯EMI～	電波暗室 放射電磁界測定システム EMI測定用1GHz超拡張システム	1～2月頃
6	デジタルカメラ商品撮影テクニック講座	撮影システム (デジタル一眼レフカメラ、撮影台、10月頃 ディフューザ、照明器具等)	10月頃
7	走査型電子顕微鏡による観察およびEDXによる 元素分析の原理と実習	走査型電子顕微鏡	10月頃
8	X線顕微鏡による元素分析の原理と実習	蛍光X線分析装置	11月頃
9	X線回折装置を用いた構造解析の原理と実習	X線回折装置	12月頃
10	トラップ付ヘッドスペースガスクロマトグラフ質量 分析計を用いた化成品から発生するアウトガス 分析	ガスクロマトグラフ質量分析装置 (トラップ付ヘッドスペース)	11月頃



平成24年度「いまさら聞けないEMC～LED電球のEMI  
「放射 vs 電力」～」の実習風景



平成24年度「蛍光X線分析による材料評価技術」実習  
風景

●開催日時などの詳しい内容およびお申し込みは、こちらをご覧ください。  
<http://www.shiga-irc.go.jp/h25-gijutsu-seminar>

## 工業技術総合センター 一般公開 「科学とふれあおう」を開催します

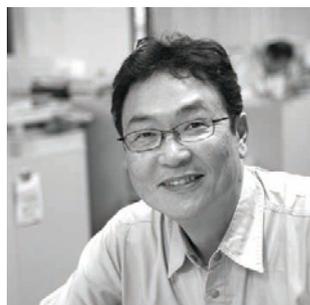
当センターでは、より多くの方々に工業技術総合センターを理解していただくとともに、青少年を含む一般の方々が科学とふれあう機会を提供することを目的として一般公開を下記の通り開催します。

本年も、試験研究用の設備について自由に見学していただくとともに、職員が案内してデモンストレーションや説明を行う「センターツアー」を行います。「科学実験・体験教室」、一般社団法人滋賀県発明協会による「子供発明教室」も同時開催します。

日時	平成25年8月21日（水）
場所	滋賀県工業技術総合センター
対象	小学4年生以上（小学生は保護者同伴）
参加費	無料
申し込み	「科学実験・体験教室」の参加には、ホームページ（ <a href="http://www.shiga-irc.go.jp">http://www.shiga-irc.go.jp</a> ）で申し込みを受け付けています。「子供発明教室」の申し込みは、滋賀県発明協会に直接お申込みください。



## 新しい職員の紹介



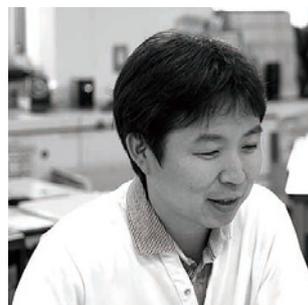
機能材料担当 専門員  
所 敏夫 Tokoro Toshio

東北部工業技術センターから異動してきました。従来から金属材料関係分野の支援を行なっていました。今後も企業の方々のお役に立てるよう頑張りますので、よろしくお願いいたします。些細な内容でもお気軽にご相談ください。



機能材料担当 専門員  
谷村 泰宏 Tanimura Yasuhiro

東北部工業技術センターより異動してきました。20年余り繊維に関する業務に従事してきました。新しい職務のことはまだ十分理解できておりませんが、心機一転、少しでも皆様のお役に立ちたいと考えておりますので、よろしくお願いいたします。



管理担当 副主幹  
古川 公一 Furukawa Koichi

湖東土木事務所からセンター管理担当に異動してまいりました。施設管理や特許事務など経験のない仕事に加え、聞き慣れない多くの機器の名前が飛び交う職場で同僚に助けられながら過ごしています。さらに多くの企業に信頼されるセンターをめざし、微力ながらお手伝いさせていただきます。

