

材料評価・解析に関する技術資料集の作成とその活用

材料科 吉岡正行 田光伸也 植松俊明 長田貴将 小粥基晴 木野浩成

Creation and exercise of technical data examples in material evaluation and analysis

YOSHIOKA Masayuki, TAKOH Shinya, UEMATSU Toshiaki, OSADA Takahiro,
OGAI Motoharu and KINO Hironari

In recent years, the authors have been carried out research subject with the theme of aiming to improve skills related to materials evaluation and analysis and to effectively and efficiently pass on skills to new and inexperienced staff members.

Through these efforts, staff members are steadily improving their skills. However, to be able to respond at a level that can achieve the objectives of clients, it is necessary to acquire higher level skills and knowledge.

However, skills related to identification, classification, judgment, consideration, and estimation of data obtained from instrumental analysis and metallic material testing are the techniques that are the most difficult to pass on.

Therefore, the authors created a collection of technical examples containing key points, know-how, and hints on evaluation and analysis cases in instrumental analysis and metallic material testing, aiming to share and effectively utilize the knowledge and information acquired in their past work and areas of expertise and to promote and support the passing of skills.

As a result, more than 80 evaluation and analysis cases, exceeding the initial target of 50 examples, have been included in the collection.

The visualization of the evidence and support for evaluation, analysis, and consideration, which until now had been held only by the staff in charge, has led to the sharing and passing of techniques within the materials department and is being used in actual commissioned tests and technical consultations.

Keywords : technical data examples, material evaluation and analysis, sharing and passing of techniques

浜松工業技術支援センター材料科では近年、新人職員、未経験職員への効果的・効率的なOJTを始めとして、材料評価・解析業務における科員のスキルアップを目指した研究テーマの設定と取り組みを行っている。その結果として、科員の平均的スキルは確実に向上しつつあるが、依頼者への対応レベルをさらに高めるためには、ワンランク上のスキル及び知見・情報の習得が必要となる。

材料評価・解析に必要なスキルの中で最も技術承継が難しいのは、機器分析や金属材料試験で得られた結果(データ)を正しく理解・認識するスキル(同定、帰属、分類等)と、それらがその材料の特性や不良不具合原因にどう結びついているかを理解・認識し、他者に説明できるスキル(判定、考察、推定・推測等)であると言える。

そこで、科員それぞれがこれまでの担当業務、得意分野で取得した知見・情報の共有と有効活用及び技術承継の促進・支援に向け、機器分析や金属材料試験における評価解析事例にポイントやノウハウ・コツを盛り込んだ技術資料集を作成した。結果、当初の目標の50件を超える80件以上の評価解析事例・項目を記載するに至った。

これまで担当職員だけが有していた評価解析、考察の根拠・裏付けの「見える化」によって科内での技術共有・承継に繋がり、実際の依頼試験・相談業務等で活用している。

キーワード：技術資料集、材料評価・解析、技術共有・承継

1 はじめに

浜松工業技術支援センター材料科では近年、製品に関する不良不具合原因の調査や品質管理などの材料評価・解析業務において、新人職員、未経験職員への効果的・効率的なOJTを始めとして、科員のスキルアップを目指した研究テーマの設定と取り組みを、その時々々のニーズや事情に合わせて行ってきた。

「材料解析のためのアドバンスドキャラクタリゼーションに関する研究¹⁾ (H19-21)」

「金属材料・樹脂材料における不具合シミュレーションとデータ解析に関する研究²⁾ (H22-24)」

「材料における処理・解析プロセスのスマートレジピバ化・DB化 (H25-26)」

「材料評価における分析精度の高度化³⁾ (H27-28)」

「複合的・多角的アプローチによる金属腐食生成物の解析⁴⁾ (H29-30)」

「材料評価・解析のスキルアップに向けたサンプリングメソッドの開発⁵⁾ (R1-2)」

これにより、材料科内・科員の平均的スキルは確実に向上しつつあるが、依頼者への対応レベルをさらに高めるためには、ワンランク上のスキル及び知見・情報の習得が必要となる。

そして、材料評価・解析に必要なスキルの中でも最も難易度が高くかつ技術承継が難しいのは、機器分析や金属材料試験で得られた結果(データ)を正しく理解・認識するスキル(同定、帰属、分類等)と、それらがその材料の特性や不良不具合原因にどう結びついているかを理解・認識し、他者に説明できるスキル(判定、考察、推定・推測等)であると言える。

そこで、科員がこれまでに培ったスキルや知識を駆使し、それぞれの得意分野、担当業務で取得した知見・情報の共有と有効活用及び技術承継の促進・支援に向け、機器分析や金属材料試験における評価解析事例にポイントやノウハウ・コツを盛り込んだ技術資料集を作成することとした。

2 方法

2.1 進め方

本研究で作成する技術資料集は職員間での情報共有・有効活用を想定していることから、共有フォルダに置かれた共通様式の電子データファイルに事例を記入した。

具体的には図1のフローに従い、以下の流れで評価解析事例の技術資料集を作成した。

- ①共通の記入様式 (xls形式) を、職員用モバイルPCのネットワーク上の共有フォルダに設置。
- ②Sheet1には、各事例について、タイトル、カテゴリ、使用機器、難易度、説明文そして補足・備考等を事例1件につき1行に入力 (図2)。
- ③Sheet2以降のシートには、②で入力した各事例が1件につき1枚のSheetにリンクするように設定し、ここでは図や写真及びわかりやすい説明も記載 (図3)。
- ④科内の情報共有・OJT用資料として活用。

②、③の作業は、材料科職員それぞれが担当する実際の依頼試験・分析業務において、主に取得データに対して判定・判別困難なレベルの類似データが存在する場面に携わった際に、その都度行った。

2.2 掲載の対象とする依頼試験の分野・項目について

材料科で対応している主な依頼試験業務の内訳を

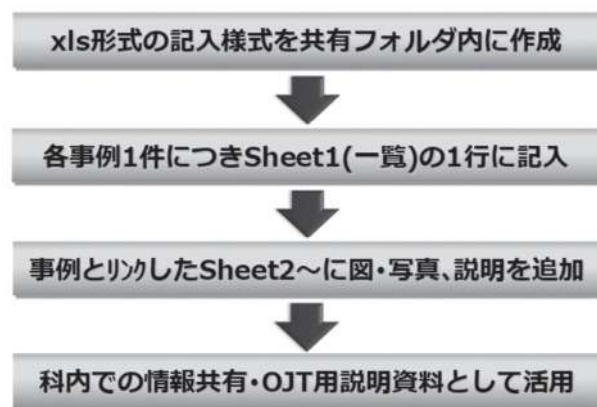


図1 評価解析事例を記載した技術資料集作成のフロー

事例番号	入力年月日	事例(タイトル)	カテゴリ	機器・設備・器用	難易度	説明・詳細	補足・備考
2	2021/6/21	残留力の確認の信頼性の確認方法	残留力データ	残留力の測定装置	C	残留力の測定装置が備える機能は異なるため、同じ装置でも測定精度にばらつきがある。また、測定時の温度や湿度の影響を受けるため、測定精度を向上させる必要がある。残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。	残留力の測定装置の仕様を確認し、測定精度を向上させるための対策を講じる。
3	2021/6/21	残留力の確認の信頼性の確認方法	残留力データ	残留力の測定装置	A	残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。	残留力の測定装置の仕様を確認し、測定精度を向上させるための対策を講じる。
4	2021/6/21	残留力の確認の信頼性の確認方法	残留力データ	残留力の測定装置	S	残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。	残留力の測定装置の仕様を確認し、測定精度を向上させるための対策を講じる。
5	2021/6/21	残留力の確認の信頼性の確認方法	残留力データ	残留力の測定装置	C	残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。	残留力の測定装置の仕様を確認し、測定精度を向上させるための対策を講じる。
6	2021/6/21	残留力の確認の信頼性の確認方法	残留力データ	残留力の測定装置	A	残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。	残留力の測定装置の仕様を確認し、測定精度を向上させるための対策を講じる。
7	2021/6/21	残留力の確認の信頼性の確認方法	残留力データ	残留力の測定装置	C	残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。残留力の測定装置の性能確認を行う必要がある。	残留力の測定装置の仕様を確認し、測定精度を向上させるための対策を講じる。

図2 評価解析事例を整理したxls形式ファイル(Sheet1)のイメージ

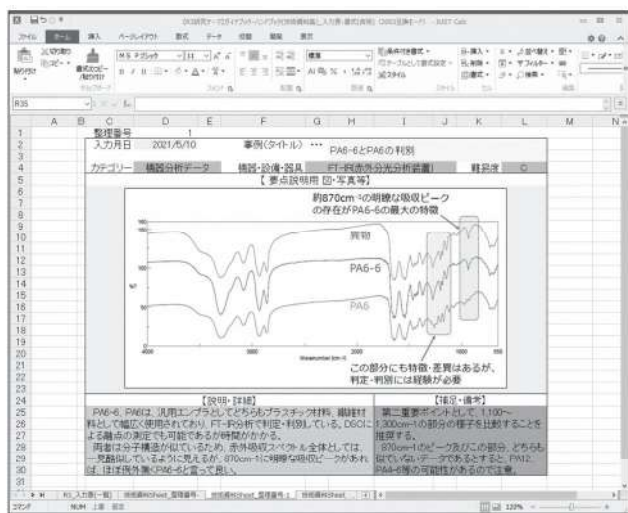


図3 評価解析事例を記載したxls形式ファイルの各Sheet(Sheet2以降)の例

以下に示す。

- (1) 金属材料試験の評価・解析に関する試験
 - ・金属組織試験
 - ・硬さ試験、引張り・曲げ等の強度試験
 - ・破壊・破損原因調査
- (2) めっき等表面処理品に関する試験
 - ・耐食性試験（塩水噴霧、キヤス、複合サイクル）
 - ・断面・表面の観察及び分析
- (3) 元素分析、化合物分析による評価・解析
 - ・異物・夾雑物の分析
 - ・金属材料の腐食・変色原因調査
 - ・材種調査

これらの中で、例えば金属材料の破壊・破損原因の調査という対応難易度の極めて高い項目に関しては、たった1頁のxlsファイルのSheet内でわかりやすく判定・判別のポイントやコツ・ノウハウを示せるような技術分野では無い。この項目に必要なスキルや対応力・判断力の習得には十分な訓練と経験が必要であることから、今回の技術資料集の対象から外した。

それに対し、フーリエ変換赤外分光分析装置（FT-IR）による有機・無機化合物の同定・帰属に関する分析及び蛍光X線膜厚測定分析装置（XRF-EDX；エネルギー分散型X線検出器搭載の蛍光X線分析装置）による含有元素の定性分析・簡易定量分析等については、xlsファイルのSheet1頁の技術資料でも十分に有用・有効となり得る事例は多い。とりわけFT-IR分析による異物のデータ（赤外吸収スペクトル）については、「知らなければ何も言えない・考察がで

きない」ということが起こりうる（元素分析は最低限、データの理解は可能である）。

これらは依頼分析件数の5割以上を占めており、この技術の支援は技術継承の効率化・迅速化に繋がることが期待できるため、本研究ではこれら機器分析の事例を中心に技術資料集を作成した。

2.3 使用機器

- <FT-IR：フーリエ変換赤外分光分析装置>
日本分光(株) FT/IR-4700ST、IRT-5200-16
- <XRF-EDX：蛍光X線膜厚測定分析装置>
(株)日立ハイテクサイエンス SEA5120A
- <FE-SEM：電界放射型走査電子顕微鏡>
日本電子(株) JSM-7610F
- <X線残留応力測定装置>
パルステック工業(株) μ-X360s

3 結果

3.1 フーリエ変換赤外分光分析装置（FT-IR）による化合物分析に関する評価解析事例

FT-IR分析に関する判定・判別困難な事例をxlsファイルの共通様式に入力したSheet1のイメージを図4に示した。FT-IR分析だけで全体の約半分の40件以上の事例を記すことができた。その中からいくつかの例を以下に示す。

(1) 鉱油（鉱物油）とPEの判定・判別（図5）

FT-IR分析の基本中の基本と言える事例である。なお当然ながら、分析したサンプルが液状物が固形物かがわからない状況で、データだけから考察しなければいけないケースを想定している。

どちらも繰り返し単位（最小単位）は2個のメチレン基： CH_2 であり、分子鎖の両端はメチル基： CH_3 である。明らかな違いは繰り返し単位のnの数のオー

登録番号	入力月日	事例(タイトル)	カテゴリー	機器・設備・器具	難易度	備考
1	2021/5/10	PA6-6とPA6の判別	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	C	PA6-6とPA6の判別
2	2021/5/19	PETとPBTの判別	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	A	PETとPBTの判別
3	2021/6/4	硬質PVCと軟質PVCの判別	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	B	硬質PVCと軟質PVCの判別
4	2021/6/15	エポキシ樹脂の特徴	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	A	エポキシ樹脂の特徴
5	2021/6/17	フェニル系樹脂の特徴	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	A	フェニル系樹脂の特徴
6	2021/6/28	2大PLAの判別	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	C	2大PLAの判別
7	2021/7/10	シリコン化合物の特徴	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	B	シリコン化合物の特徴
8	2021/7/30	加硫ゴムについて	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	S	加硫ゴムについて
9	2022/6/9	TPOとPP-PEブレンドの判別	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	S	TPOとPP-PEブレンドの判別
10	2021/8/17	フッ素樹脂の区別	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	C	フッ素樹脂の区別
11	2021/8/24	純化塩の判別	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	S	純化塩の判別
12	2021/9/2	純化塩(化学処理後の判別)	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	A	純化塩(化学処理後の判別)
13	2021/9/8	汗とだ液の判別	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	S	汗とだ液の判別
14	2021/9/12	デンプンとそれ以外の糖質の判別	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	B	デンプンとそれ以外の糖質の判別
15	2021/9/19	糖質主成分中のタンパク質の有無	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	A	糖質主成分中のタンパク質の有無
16	2021/9/22	タンパク質とPAAの判別	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	B	タンパク質とPAAの判別
17	2021/9/23	微生物由来物(死菌・担子菌等含む)について	機器分析データ	FT-IR赤外分光分析装置	A	微生物由来物(死菌・担子菌等含む)について

図4 FT-IR分析に関する判定・判別困難な事例を入力したSheet1の一部

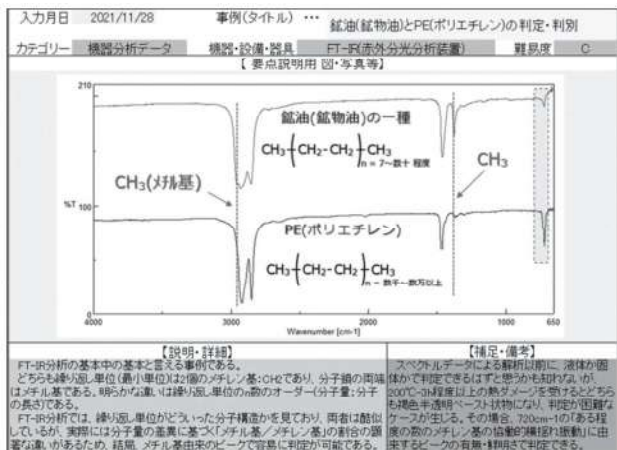


図5 鉱油(鉱物油)とPE(ポリエチレン)の判定・判別

ダー(分子量;分子の長さを反映)である。

FT-IR分析では、繰り返し単位がどういった分子構造であるかを見ているため、それが似ている両者の赤外吸収スペクトルは一見かなり似ている。しかしよく見ると、分子量の差異に基づく「メチル基/メチレン基」の比・割合の顕著な違いが細かな部分に現れる。一つは約1,380cm⁻¹に現れるメチル基の変角振動に由来する吸収ピークが、約1,480cm⁻¹のメチレン基の変角振動に由来する吸収ピークの半分程度以上の強度で現れていれば鉱油系、また約720cm⁻¹に現れるメチレン基連鎖の「横揺れ振動⁶⁾」に由来する吸収ピークが、同じ約1,480cm⁻¹のメチレン基の変角振動に由来する吸収ピークと同程度の強度であればポリエチレンと判定・判別することが可能である。ただし、これらと似た分子構造を有する工業材料としてパラフィン類があり、鉱油とポリエチレンの中間的な分子量を有し、赤外吸収スペクトルも中間的な波形を呈するので、その存在も認識しておく必要がある。

(2) PETとPBTの判定・判別 (図6)

PET (ポリエチレンテレフタレート) とPBT (ポリブチレンテレフタレート) は、広範囲・多分野で使用されているポリエステル系プラスチック材料である。汎用では圧倒的にPETが多いが、輸送機器部品にはPBTの方が多く使用されている。

両者のIRスペクトルは、一見酷似しているように見えるが、図に示した箇所の吸収ピークの特徴・差異から判別が可能である。

なお、PBTで、3,000~2,800cm⁻¹のメチレン基・メチル基の伸縮振動ピークに明瞭な違いが出ることもあるが、おそらく配合剤・添加剤(としての鉱物油

系)の影響と考えられる。

(3) 汗とだ液の判定・判別 (図7)

どちらも「乳酸・乳酸塩」を主成分とするスペクトルであり、「酷似」している。しかし異物として発見され

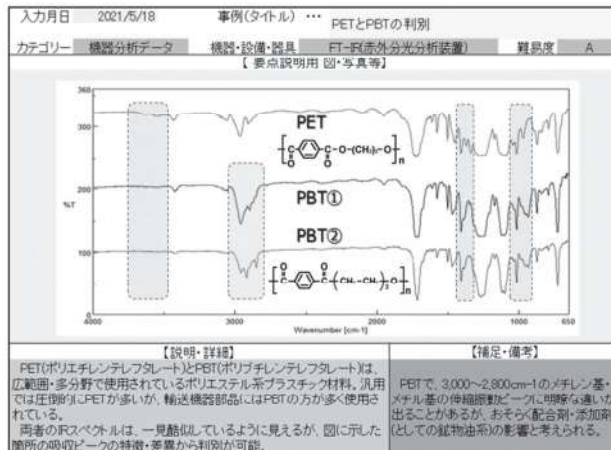


図6 PET(ポリエチレンテレフタレート)とPBT(ポリブチレンテレフタレート)の判定・判別

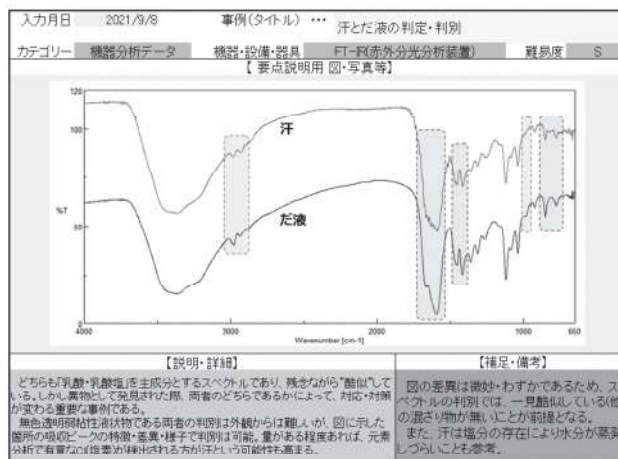


図7 汗とだ液の判定・判別

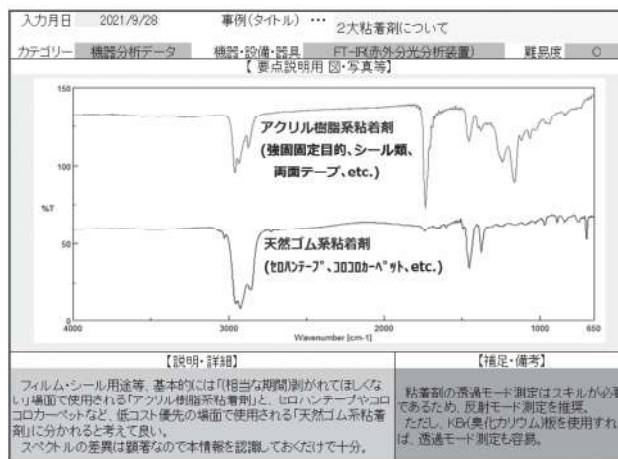


図8 汎用的に用いられる2大粘着剤について

た際、両者のどちらであるかによって、対応・対策が変わる重要な事例である。

無色透明弱粘性液状物である両者の判別は外観からは難しいが、図に示した箇所の吸収ピークの特徴・差異から判別は可能である。量がある程度あれば元素分析で有意なCl（塩素）が検出される方が汗という判断もできる。

(4) 汎用的に用いられる2大粘着剤について（図8）

フィルム・シール用途等、基本的には「(相当な期間) 剥がれてほしくない」場面で使用される「アクリル樹脂系粘着剤」と、セロハンテープや回転式のカーペットゴミ捕集用粘着シートなど、低コスト優先の場面で使用される「天然ゴム系粘着剤」に分かれると考えて良い。

3.2 蛍光X線膜厚測定分析装置（XRF-EDX）による元素分析に関する評価解析事例

これについては、元素の有無の判定や考察を困難にしている要因である元素ピーク同士の重なり（干渉）に関する事例を18件記載するに至った。その中からいくつかの例を以下に示す。

(1) 鉄鋼材のK（カリウム）とTi（チタン）など（図9）

鉄鋼材を分析すると、メインピークであるFe（鉄）のK α 線、K β 線の他、必ずK（カリウム）のK α 線の位置とTi（チタン）のK α 線の位置（少しズレている）にFe由来のサブピークが現れる。どちらも一般に鉄鋼材の構成元素ではないので、誤判定のリスクは少ない。

さらに、Kr（クリプトン）、Rb（ルビジウム）の位置にサブピークが出現するが、これらは極めてレアな元素であるので、このことを知っているだけで誤判定のリスクは少ないと考える。

(2) Cr（クロム）とMn（マンガン）の判別（図10）

CrのK β 線とMnのK α 線が重なる。この両元素は出現頻度も高く、しかも同材料に含まれている可能性も高いので、判定・判別は重要である。

目安は、CrのK α 線とK β 線のピーク強度比が約6:1程度であることを覚えておけば、Mnの有無について判定は可能である。ただし、Mnの含有率は数%以下であることが多いので、正確に算定する必要がある。

この情報は当然ながら簡易元素定性分析におけるMnの「有無」についての説明であり、Mnについて厳密な考察が必要であるならXRF-WDX（WDX；波

長分散型X線検出器搭載の蛍光X線分析装置）による分析かEDX系であっても適切な準定量分析を実施する必要がある。

(3) アスファルトの特徴（図11）

現代のモノづくり工場や現場であれば、いわゆる

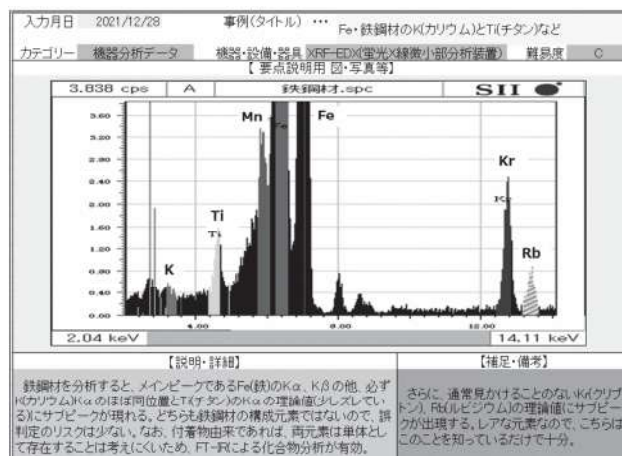


図9 Fe・鉄鋼材のK(カリウム)とTi(チタン)など

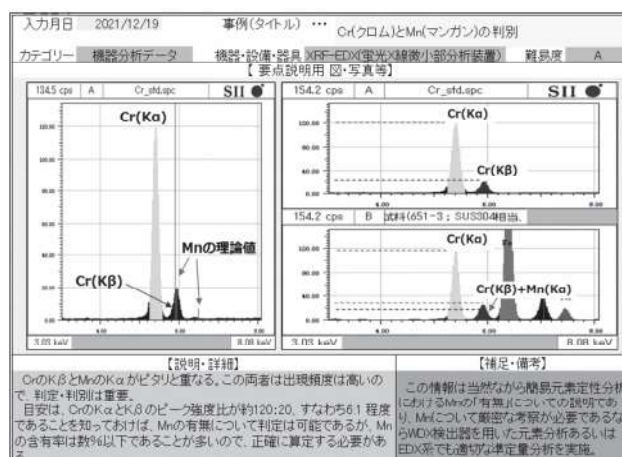


図10 Cr(クロム)とMn(マンガン)の判別

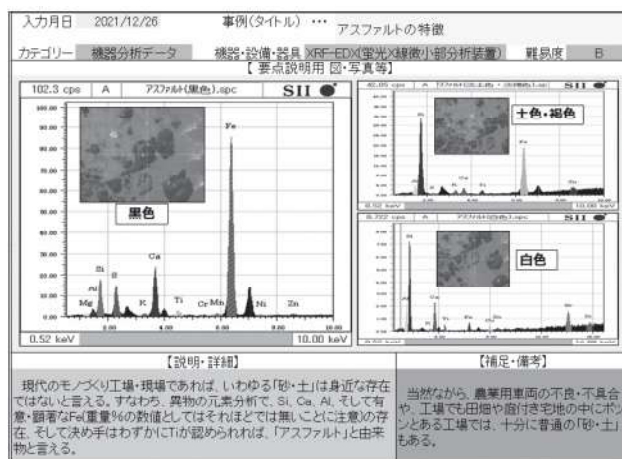


図11 アスファルトの特徴

「異物」の元素分析で、Si（ケイ素）、Ca（カルシウム）、Al（アルミニウム）、そして有意・顕著なFe（重量%の数値としてはそれほどでは無いことに注意）の存在、そして決め手はわずかにTiが認められれば、「アスファルト」由来物と言える。

当然ながら、農業用車両の不良不具合や、工場でも田畑や庭付き宅地の中に立地している工場では、十分に普通の砂・土の混入もあることを理解しておく必要がある。

3.3 金属材料試験に関する評価解析事例

(1) ナイタル液とピクルル液でエッチングした鉄鋼組織の見え方 (図12)

ナイタル液（5%硝酸－エタノール溶液）、ピクルル液（2～4gピクリン酸－100mlエタノール溶液）、共に鉄鋼材料の金属組織試験におけるエッチングで使用する代表的な腐食液である。特徴としては、図のようにナイタル液による組織写真の方がピクルル液よりも

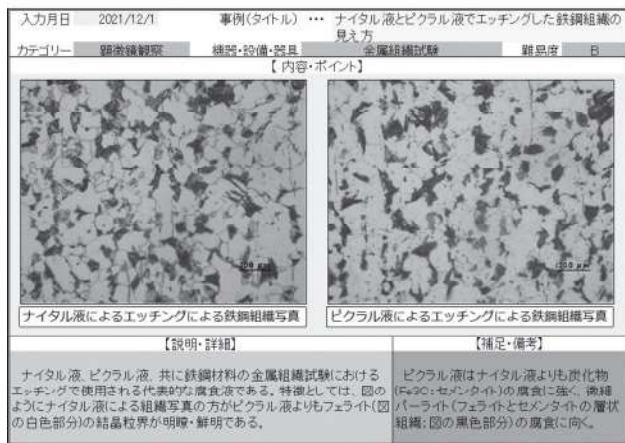


図12 ナイタル液とピクルル液でエッチングした鉄鋼組織の見え方

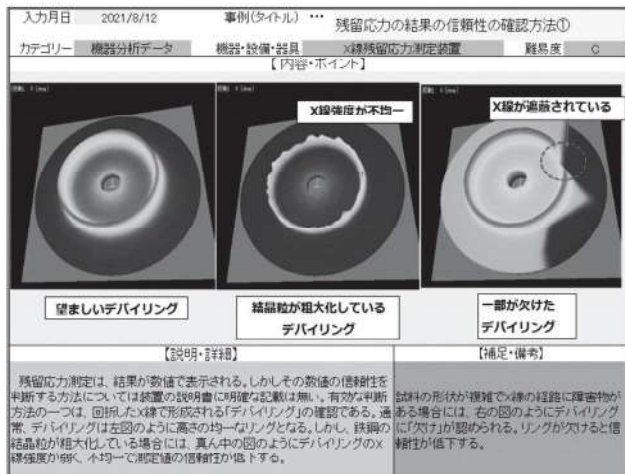


図13 残留応力の効果の信頼性の確認方法

フェライト（図の白色部分）の結晶粒界が明瞭・鮮明である。

ピクルル液はナイタル液よりも炭化物（Fe₃C：セメントライト）の腐食に強く、微細パーライト（フェライトとセメントライトの層状組織；図の黒色部分）の腐食に向く。

(2) X線残留応力測定結果の信頼性の確認方法 (図13)

残留応力測定は通常、結果が数値で表示される（「圧縮応力」は負の値、「引張応力」は正の値）。しかしその測定結果の信頼性を判断する方法や、数値以外の情報を読み取る方法については装置の説明書に明確な記載は無い。しかし、材料科が所有する機器では、数値だけでは無く、回折したX線で形成される「デバイリング（デバイ－シェラー環）⁷⁾」という同心円状のパターン図が可視化できるため、これを確認することが極めて有効となる。

通常、デバイリングは左図のように高さの均一なリング状となることが望ましい。しかし、例えば熱影響により結晶粒が粗大化している鉄鋼材の場合には、真ん中の図のようにデバイリングのX線強度が弱く、不均一となるため、測定結果の信頼性が低下する。また、試料の形状が複雑でX線の経路に障害物があるような場合には、右の図のようにデバイリングに「欠け」が認められる。この場合も、測定結果の信頼性が低下する。

3.4 めっき等表面処理に関する評価解析事例、その他

(1) 光沢Ni（ニッケル）めっき層と半光沢Niめっき層の判定・判別 (図14)

SEM（走査電子顕微鏡）による通常の二次電子像で観察すると研磨キズや加工痕などが写るため、

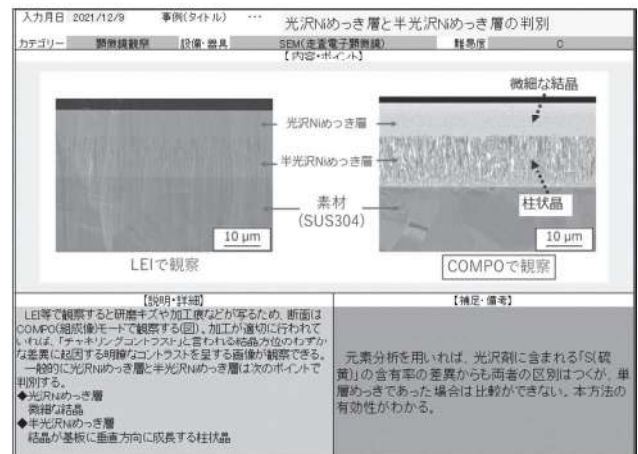


図14 光沢Niめっき層と半光沢Niめっき層の判別

【報告】

断面はCOMPO（組成像）モードで観察する。加工が適切に行われていれば、「チャネリング⁸⁾コントラスト」と言われる結晶方位のわずかな差異に起因する白色、灰色、黒色のコントラストを呈する画像が観察できる。

一般的に光沢Niめっき層と半光沢Niめっき層は次のポイントで判別する。

◆光沢Niめっき層

…微細な結晶

◆半光沢Niめっき層

…結晶が基板に垂直方向に成長する柱状晶

元素分析を用いれば、光沢剤に含まれるS（硫黄）の含有率の差異からも両者の区別はつくが、単層めっきであった場合は比較ができない。

(2) 耐食性試験後の白色腐食生成物（白サビ）の評価に際して（図15）

アルミニウム製品やZn（亜鉛）めっき製品のような、

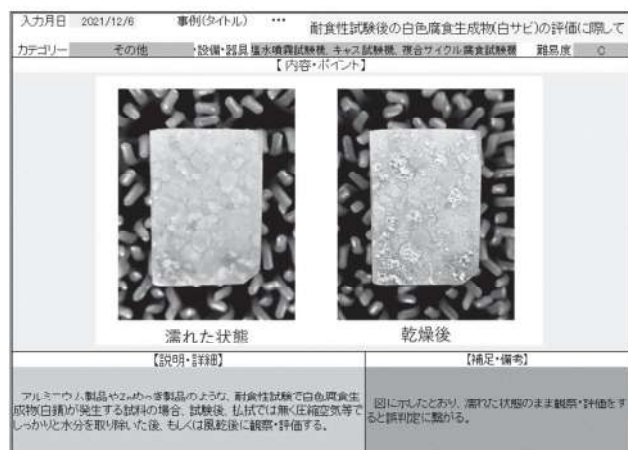


図15 塩水噴霧試験の試料の設置方法

耐食性試験で白色腐食生成物(白錆)が発生する試料の場合、図に示したとおり、濡れた状態のまま観察・評価をすると誤判定に繋がるため、耐食性試験後、払拭では無く圧縮空気等でしっかりと水分を取り除いた後、もしくは風乾後に観察・評価する。

4 まとめ

科員の担当業務、得意分野に関する知見・情報の共有と有効活用及び技術承継の促進・支援に向け、機器分析や金属材料試験等における評価解析

事例にポイントやノウハウ・コツを盛り込んだ技術資料集を作成した。

結果、当初の目標の50件を超える80件以上の評価解析事例・項目を記載するに至った。本研究により、担当職員だけが有する評価解析、考察の根拠・裏付けの「見える化」に繋がり、技術承継にかかる所要時間の短縮・効率化が図れ、既に一部は科内で技術共有・継承し、実際の依頼試験・相談業務等に活用している。

また実際の依頼試験・技術相談の場面で、顧客に対するデータの説明の際にも活用し、今後も通常業務の中で随時事例の追加を行う。

参考文献

- 1) 吉岡正行 他：材料解析のためのアドバンスドキャラクター化に関する研究，静岡県工業技術研究所研究報告，第1号，131-134（2008）。
- 2) 吉岡正行 他：金属材料・樹脂材料における不具合シミュレーションとデータ解析に関する研究，静岡県工業技術研究所研究報告，第4号，208-213（2011）。
- 3) 植松敏明 他：ファンダメンタルパラメータ法による蛍光X線分析の信頼性評価，静岡県工業技術研究所研究報告，第9号，99-100（2017）。
- 4) 吉岡正行 他：各種金属腐食生成物及び表面処理工程液の元素及び化合物情報のデータベース化，静岡県工業技術研究所研究報告，第12号，111-116（2019）。
- 5) 吉岡正行 他：材料評価・解析のスキルアップに向けたサンプリングメソッドの開発（第2報），静岡県工業技術研究所研究報告，第14号，107-113（2021）。
- 6) 中西香爾：赤外線吸収スペクトル—定性と演習—一定性編（榊南江堂，東京），26（1960）。
- 7) 理学電機(株)：X線回折の手引き，改訂第四版，20（1986）。
- 8) 日本電子顕微鏡学会関東支部編：走査電子顕微鏡の基礎と応用，初版（共立出版(株)，東京），44-47（1983）。