



- 会長／林広一郎
- 副会長／小口裕司・宮坂晃介
- 幹事／北澤洋之介
- R 情報(会報)委員長／吉村栄二

- 事務所／岡谷市中央町 1-4-1・Tel/0266-22-6939・Fax/0266-23-6939
URL:okayarc.org・Email:okayarc@bz04.plala.or.jp
- 例会／毎週火曜日 PM12:30 ホテル岡谷

第 2974 回例会 2022 年（令和 4 年）8 月 23 日(火)

点 鐘：林 広一郎 司 会：山崎典夫

斉 唱：なし

ラッキーNo：NO. 25 林 尚孝

皆 勤 祝：宮坂宥洪 37 年・山岡俊幸 5 年・片倉克昭 2 年

誕 生 祝：濱 俊弘・牛山幸一・北澤洋之介・小口 隆

高木克彦・山岡俊幸・小林大介・西澤 賢



※短縮例会（会食なし）

会長挨拶

皆さん、こんにちは。本日は 8 月に入り最初の例会となります。

すでに先週 17 日(水)メールでお知らせしてありますように、現在の新型コロナウイルスの感染状況：長野県内すべての圏域において「感染警戒レベル6」ということを考慮しまして、本日ならびに来週 30 日の例会は、会食はせずにお弁当お持ち帰りの短縮例会とさせていただきます。ご理解ご協力の程、よろしくお願いいたします。

そして、本日はお客様がお越くださっておりますので、ご紹介いたします。

元米山奨学生のシャー・シェイレンドラ・クマール様です。

実は 3 年前(佐藤年度)の 2019 年 10 月 29 日の例会にお越しくさっています。本当にお久しぶりとなります。後ほど詳しいご紹介、ならびに卓話をお願いしていますので、よろしくお願いいたします。

話は変わりますが、8 月 7 日(日)午後「公共イメージ向上セミナー」が開催されました。会場(松本市ホテルブエナビスタ)およびオンラインのハイブリッド開催ということで、私はオンラインで参加いたしました。

今回は、国際ロータリークラブ研修リーダー・第 2 地域公共イメージコーディネーター服部陽子様基調講演、そして桑沢直前ガバナー進行役によるパネルディスカッションがありました。これらの事を通して、ロータリー活動における「公共イメージ向上からクラブの活性化について」さらには、私たち自分自身にとって「ロータリークラブとは何なのか」ということについて、認識を深める機会となりました。

具体的には、各種団体への支援活動や清掃活動といった奉仕活動の取り組みが、地

域におけるクラブのイメージアップ(存在価値の向上)となり、そのことがひいては新しい仲間を増やすきっかけとなり(会員増強は最重要課題です)クラブの活性化につながるという、プラスのスパイラルをイメージすることができました。

当クラブにおきましても、本年度の主要目標として継続事業である、ロータリー財団、米山記念奨学会への協力、補助金事業の実施等を掲げています。本日、シャー・シェイレンドラ・クマール様のご多用のところ当クラブの例会に出席いただいたのも、これまでの諸先輩皆様方が取り組んでくださった奉仕活動の賜物ではないかと思っております。

そういった意味でも、これからも私たち一步一步、岡谷ロータリークラブのイメージアップに取り組んでいければと思います。

以上、本日もよろしく願いいたします。

幹事報告

- ・次週8月30日も会食なしの短縮例会です。岡谷警察署長丸山鹿夫様の卓話です。
- ・本日の配布物がたくさんあります。クラブ計画書、誕生祝の帽子は前倒しで全員にお渡しします。11月の地区大会案内もありますのでお願いいたします。
- ・8月のRレートは、1\$133円です。

委員会報告

社会奉仕委員会 本日より「ダメ。ゼッタイ。」運動の募金箱を設置いたしました。11月15日の例会まで受付に置きますので皆様のご協力をお願いいたします。

博士号記念品贈呈

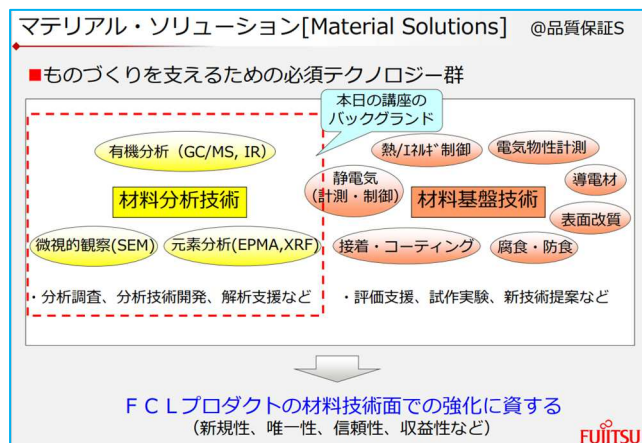
林会長より、記念品の時計が贈呈されました。



卓話「今の仕事について(材料関連技術)」

米山学友 シャー シェイレンドラ クマール様

本日は、記念品をいただき本当にありがとうございます。私は富士通コンポーネントという会社で働いています。どのような仕事をしているのかお話ししたいと思います。



分析とは

- ① ある物事を分解して、それを成立させている成分・要素・側面を明らかにすること・[情勢を--する]
- ② [化] 物質の検出・特定、また化学的組成を定性的・定量的に識別すること

(広辞苑より)

本講座では微視的観察も含め「分析」と称する
OM, SEM

FUJITSU

材料関連でよく使われる分析測定手法

■ **微視的形態観察：形状を知る**

- OM (光学顕微鏡)：～x5,000
- SEM (走査型電子顕微鏡)：～x500,000
- TEM (透過型電子顕微鏡)：～x5,000,000
- AFM (原子間力顕微鏡)：～x1,000,000
+高さ情報

■ **表面分析・化学分析：組成を知る**

- EPMA, XRF：構成元素の定性・定量
- FT-IR：有機物中の官能基の同定 → 主に高分子材料 (樹脂)
- GC/MS：有機物の同定・定量 → 主に低分子物質
- イオンクロマト：含有イオンの定性・定量

■ **物性評価：主に熱的・機械的物性を知る**

- 熱分析 [DSC, TG/DTA]：融点やガラス転移温度などの熱物性
- 粘弾性測定 [TMA, DMA]：機械的挙動、寸法安定性予測など

青字はFCLで所有の分析設備

FCL保有の物質分析調査手法の位置づけ

無機物・金属 (元素組成) ← (低) → (高) 有機物 (分子構造) **複雑性**

対象のサイズ: (大) mm, μm, nm (小)

- OM (光学顕微鏡) (x1.1~x5,000)
- SEM (EPMA付属) (x20~x10,000)
- FE-SEM (x50~x200,000)
- EPMA・XRF (元素分析)
- FT-IR (分子構造の概略推定)
- DSC (熱物性評価)
- GC/MS (分子構造の特定・物質の定量)

巨視的異物・巨視的不具合等 (自視可能)
切削屑・塵埃・機械的不具合等

微視的異物・微視的不具合等 (自視不可能)
ITOの変性, マイカクラック, 層剥離等

原子・分子レベルでの不具合
部材表面の汚染, 不純物混入など

ものづくりと観察手段 (Manufacturing and Observation Means)

■ **観察手段 (FCL保有)**

- 不具合原因の解明
- 製造工程の最適化
- 新製品の開発

目的に合わせた**観察手段**が必要

OM (Optical Microscope)

- 虫眼鏡
- 実体顕微鏡
- デジタルマイクロスコープ
- EPMA/SEM (元素分析)
- FE-SEM

倍率・解像度: 低 → 高

かしめ不良ピンの金属表面観察

■ **サンプル (加工前ピン)**

- OK品
- NG品

■ **研磨**

エメリ紙 #600 → #1200 → #2000 → #4000
→ ビーカル研磨液 → ダイヤモンドパウダ (0.25μm)

■ **電解エッチング・観察**

10%クエン酸水溶液中 50mA (⇒177mA/cm²) で90秒間アノード電解

OK品 NG品 研磨後

VHX-900 (Keyence)

OM像 (明視野像)

OK品 NG品

×100 (硬度測定痕)

×500 (組織に若干の違い (詳細不明) 多数の黒点)

FE-SEM (電界放出型走査電子顕微鏡) について

Field Emission Scanning Electron Microscope

■ **FE-SEMの外観**

日立S-4300型 (技開センターに設置)

電子銃構造

電子銃	サイズ比	輝度比
従来型SEM	2,000	1
FE-SEM	1	10,000

■ **原理**

電子ビームで試料を照射し、二次電子を検出。

細く、強いビームで高分解能・高倍率を実現

試料表面の
◆ 微細な凹凸形状
◆ 物質の分布状態
◆ 結晶粒子の詳細形態等を高倍率で観察可能

イオンミリング装置(日立E-3500・断面研削用) 概要

■ **原理と構成**

イオンガンと試料の間にマスクを配置し、試料の一部をマスクから突出させてイオンビームを照射することで、応力を与えることなく試料の断面を研削する

■ **特長**

- イオンスパッタリング現象により、機械研磨や切削時に生じやすい細かな傷や歪みが発生せず、極めて精密な断面加工が可能
- 鋳物やガラスなどの硬い物質から、柔らかくダメージを受けやすい高分子 (樹脂) 材料まで、多様な試料の断面作製に適合

■ **設置場所**

技開センター B棟2F 品質実驗室内

E-3500外観

イオン源	アルゴンガス
加速電圧	1~6kV (連続)
最大試料サイズ	20 (W) × 12 (D) × 5 (H) mm
試料角度調整範囲	±10°
所要電源	単相AC 100V (*10%)、1.25kVA

元素分析法の比較

EPMA: 電子線プローブマイクロアナライザ (Electron Probe Micro Analyzer)

XRF: 蛍光X線 (X-Ray Fluorescent)

電子線を照射 → 特性X線を検出

X線を照射 → 蛍光X線を検出

	非破壊分析	微小部分析 (100μm以下)	微量分析 (ppmレベル)	その他	FCL
EPMA	○~△	○	×	軽元素の感度低い	有
XRF	○	△~×	○	簡便、軽元素の感度低い	有
ICP-AES	×	×	○	超高感度 (~ppt)、前処理煩雑	無

○: 好適 △: 可 ×: 不可

ICP: Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy (高周波誘導結合プラズマ発光分析)

EPMAについて Electron Probe Micro Analyzer

JXA-8200 (JEOL)

EPMAで得られる情報
<https://www.jeol.co.jp/science/epma.html>

- EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) : エネルギー分散型X線分光
 - 多元素同時分析が可能
 - 分析時間短い
 - 試料損傷が少ない
- WDS (Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy) : 波長分散型X線分光
 - 複数の分光結晶を組み合わせて分析
 - 高精度な定性・定量分析が可能
 - 検出感度が高い

XRFについて X-Ray Fluorescent

JSX-3400R (JEOL) ※EDS方式

測定例：亜鉛メッキ鉄部品

- 特徴
 - 非破壊で元素分析が可能
 - EPMAに比べ感度高い(ppmオーダー)
 - 前処理不要
 - 比較的大きなサンプル(φ100mm程度)に対応
 - 空間分解能は余り高くない(φ1mm~)
 - 取扱いやメンテナンスが容易

XRFの応用

- RoHS分析 (6物質)
 - 含有禁止物質の定量
 - Pb 鉛
 - Cd カドミウム
 - Cr クロム (規制は6価クロム Cr⁶⁺)
 - Hg 水銀
 - Br 臭素系難燃剤 (2種類, Brの濃度のみ)
 - 検出下限：~1ppm
 - 測定時間：~20min
- RTP銀配線層の硫化の定量
 - 蛍光X線分析装置(XRF)におけるイオウ検出の条件最適化
 - 銀配線印刷後の放置時間と、銀配線のイオウ濃度の関係性を測定

印刷後の有効期限を緩和できる可能性
→ トラの生産効率向上に寄与

FT-IR・GC/MS・DSC

- 測定対象は主に有機物
 - モールド樹脂
 - 接着剤・粘着剤
 - 潤滑剤
 - 有機性異物・表面汚染物 など
- 測定の意義
 - 分子構造の複雑性：元素の種類(主にC,H,O,N,S)とそれらの結合様式で数百万種類の有機物が存在
 - 物質(材料)組成の複雑性：物質(材料)により大きな範囲で変化し得る
 - 反応形態のバラエティ：重合反応、酸化反応、加水分解反応・・・

↓

多面的なアプローチが重要

FT-IR

- 何ができる?
 - 有機物質に含まれる官能基や分子構造の特定 → 物質の成分推定 (定性分析)
 - 特定の官能基に注目した組成の特定 (定量分析)・変化の追跡
- どう役立つ?
 - 異物調査：異物の種類は何か?どこから来たか?
 - 不具合解析：何が悪さをしているか? そのメカニズムは?
 - 他社材料調査：非破壊で樹脂材料等を特定可能(特にATR)
 - プロセス条件の適正化検討：分子構造の変化に着目した詳細検討
- 現有設備の特長
 - 顕微FT-IR：10μmレベルの微小領域の測定 → 異物調査に適する
 - FT-IR/ATR (Attenuated Total Reflection; 減衰全反射)：非破壊・迅速測定 → 簡易測定に適する (サンプル厚>φ2mm)

FT-IRの原理と構成

分子の振動イメージ

FTIR測定 → 得られたスペクトルデータ → 一般的な解析の流れ → トレバース

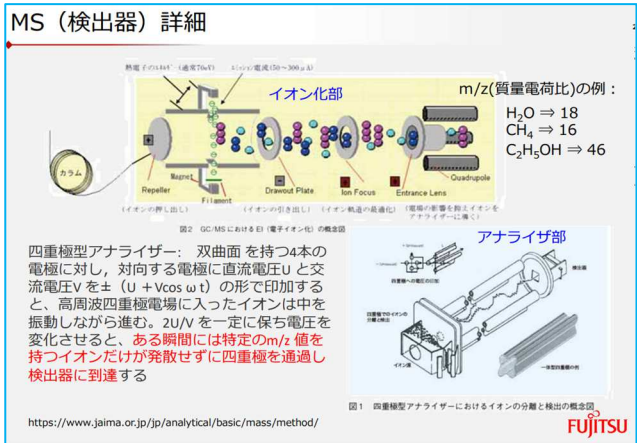
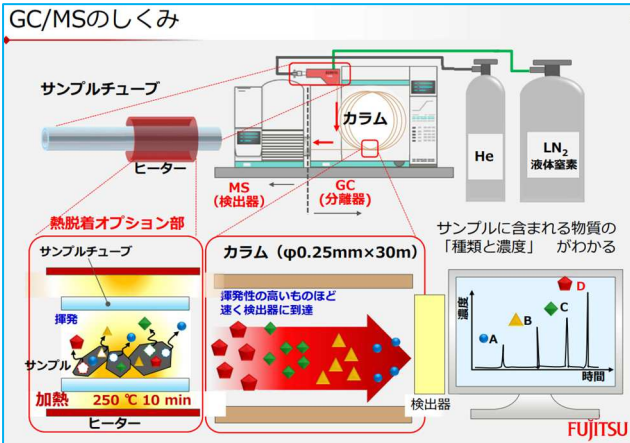
分子構造の解析

FT-IRまとめ

- 対象物質・材料
 - 異物 (特に有機物) の調査 (リレー、タッチパネル など)
 - 接着剤・粘着剤の劣化の調査
 - 未知樹脂材料の調査
 - 接着剤の硬化度確認
- サンプル形状
 - 固体：部品、樹脂片、フィルム、粉末
 - 液体：未硬化接着剤、溶液、ペースト
- 解析
 - 定性分析：物質の種類、分子構造
 - 定量分析：特定官能基の量、物質の濃度

GC/MS概要

- 何ができる?
 - 微量有機成分の定性・定量分析
 - 気体・液体・固体、これらの混合物中の成分分析
- どう役立つ?
 - 不具合解析：何が悪さをしているか?
 - 歩留り改善・信頼性向上：含有成分と特性・挙動等の関係は?
 - 新規開発品の材料検証：不具合の原因となる物質が含まれていないか?
- 設備の特長
 - 熱脱着オプション：高感度化、サンプリング手法のバラエティ豊富
 - スペクトルデータベース：NIST-DB 約25万件収録
- 活用事例
 - 各種材料の発ガス分析 (発ガス量、腐食懸念物等のチェック)
 - 工場雰囲気中物質の調査
 - RoHS関連分析 etc.



GC/MSまとめ

- 対象物質・材料
 - 接着剤・粘着剤の組成 溶媒、硬化剤、反応開始剤 など
 - 塗膜 残存溶媒、各種添加剤 など
 - 樹脂添加剤 難燃剤、可塑剤、酸化防止剤 など
 - 表面付着異物 油脂、化粧品 など
 - 大気中浮遊物質 有機溶媒、可塑剤
- サンプル形状・性状
 - 固体: 樹脂片、フィルム、粉末、部品丸ごと (φ9mm×10cm以内)
 - 液体: 溶液、ペースト
 - 気体: ガス吸着管による雰囲気気体のサンプリング
- 解析
 - 定性分析 物質の種類
 - 定量分析 物質の量、濃度

FUJITSU

熱分析の概要

- 熱分析の定義

「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技法の総称 (ここで物質とはその反応生成物も含む)。」 (JIS K 0129 : 2005)

名称	測定原理	測定対象	測定単位
DTA	示差熱分析 differential thermal analysis	温度変化	°C, μV ²
DSC	示差熱流率測定 differential scanning calorimetry	熱流	W (=J/sec)
TG(TGA)	熱重量測定 thermogravimetry	質量	μg
TMA	熱機械分析 thermo-mechanical analysis	長さ	μm
DMA	動的粘弾性測定 dynamic mechanical analysis	弾性率	Pa

図2 各熱分析手法による高分子試料の測定結果の概要

表1 熱分析の分類

DSCは試料に熱刺激 (加熱・冷却) を与え熱流 (W) 変化を定量化する

https://www.jaima.or.jp/jp/analytical/basic/cta/principle/ FUJITSU

DSCの概要

DSC7000X(日立ハイテック)

図3 DSCの装置構成

- 何ができる?
 - 対象物質の融解、凝固、結晶化、ガラス転移などの熱的挙動の定量化
 - 化学反応による発熱挙動の定量化
- どう役立つ?
 - 樹脂材料の評価: 融点、ガラス転移点、結晶化点など成型加工条件の適正化
 - 接着剤の硬化率評価: 熱硬化型接着剤の加熱条件の適正化

https://www.jaima.or.jp/jp/analytical/basic/cta/dsc/ FUJITSU

まとめ: 各分析方法の特徴と応用

分析方法	特徴/得意なこと	制約/できないこと	主な応用
形態観察	OM ・簡易操作 ・試料の前処理は原則不要	・x5,000を超える観察	・概略観察 ・サンプリング支援
SEM	FE-SEM ・超高倍率観察 (~x200,000) ・低エネルギー観察 (1kV~)	・サンプルサイズ < φ50mm ・湿潤サンプル	・詳細な微視的形態観察
元素分析	EPMA ・微小部位の元素組成分析 ・マッピング (元素分布)	・検出感度 ⇒ %レベル ・サンプル表面の導電化 ・サンプルサイズ < φ20mm	・異物や不具合品の元素分析 (元素マップ取得)
有機分析	XRF ・高感度な元素分析 (>1ppm) ・完全非破壊分析	・最小測定部位 > φ1mm ・サンプルサイズ < φ100mm	・RoHS分析 ・大気質 (CO ₂) 測定
有機分析	FT-IR ・簡便/迅速測定 ・非破壊分析	・複雑な組成の定性 ・極微量成分の検出	・簡易異物分析 ・反応レベル追跡
有機分析	GC/MS ・微量有機物質の定性/定量	・加熱ガス化しない物質の検出	・有機異物の特定 ・物質移行の追跡
熱分析	DSC ・熱の出入を伴う現象の定性/定量 (融解/ガラス転移/重合反応)	・発ガスの多いサンプル (特に腐食性ガス)	・反応レベル追跡 ・融点/ガラス転移点測定

FUJITSU

ご清聴いただきありがとうございました。

ニコニコボックス

宮坂 伸 8月8日が創業月です。お世話になります。

矢島 進 先月は創業月でした。感謝です。

今井康善・牛山幸一・梅垣和彦・江黒寛文・太田博久・大滝祐吉・大橋正明・小口 功・小口国之・小口 隆・小口智之・小口泰史・小口裕司・尾関秀雄・笠原新太郎・北澤洋之介・小林大介・小宮山英利・佐伯克己・杉村邦彦・瀬戸雅三・高木克彦・竹村一幸・中嶋孝一・中畑隆一・林広一郎・林 尚孝・林 裕彦・宮坂 伸・宮澤由己・守屋麻里・矢島 進・矢島 貴・矢島 実・矢島雄一・山岡俊幸・山崎典夫

チャー シェイレンドラ クマール様、本日はよろしくお願いたします。

出席報告

会員数50名、出席者38名、出席率76.0%

2022-2023 年度 RIテーマ

Rotary IMAGINE ROTARY

IMAGINE ROTARY