

写真1 負極材表層部の断面TEM像
(充放電サイクル試験後のLiイオン二次電池負極断面)

黒鉛構造に乱れが生じた
SEI (Solid Electrolyte Interface) 層

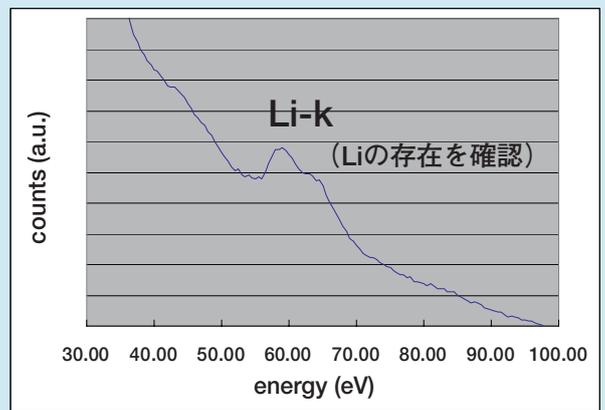


図1 SEI層のEELS測定結果

電池LAB (1) ~ Liイオン2次電池(LIB)材料の大気非暴露下での分析技術~

LIB材料分析技術の課題；大気非暴露化

ハイブリッド車や電気自動車の実用化進展に伴い、Liイオン二次電池の高容量化、高速充電特性の向上、電池の寿命延長などに関する研究開発が活発に行われています。

これらの研究開発を進めるに当たり、透過型電子顕微鏡（以下TEM）をはじめとした各種物理解析装置を用いた電池構成物質の構造解析及び劣化解析は非常に重要です。

Li化合物は一般に反応性が高いため、大気中の酸素と容易に反応してしまうという性質を有しています。従って、Li化合物を分析する際には、電池を解体して分析に供する物質を取り出すところから、物理解析装置に装入して観察を行う一連の作業工程をすべて、大気非暴露

下で実施する必要があります。当社ではこの分析システムを構築いたしました。

負極材表層部の TEM 観察

写真1は、充放電サイクル試験に供したLiイオン電池負極材の断面TEM写真です。電池を解体して負極材を取り出し、それを薄片に加工する作業、及びその薄片を電子顕微鏡に装入する作業は、この大気非暴露下ハンドリングシステムで実施しました。

全体的に黒鉛の典型的な層状構造が観察されますが、点線で囲った領域では、この層状構造に乱れが生じ、およそ数十nm厚の皮膜が形成されています。この部分には、図1に示す電子エネルギー損失分光分析 (EELS) 結果が示す様に、Liが存在しており、組成分析結果からLiフッ化物であることを確認しました。

一般的に充放電により負極材の表面に形成される高分子構造を有する複合構造物質SEI (Solid Electrolyte Interface) と呼ばれるものと推定されます。

大気非暴露分析技術の展開

本事例のような大気非暴露下でのTEM観察は、電池の局所反応の解明については電池の劣化メカニズム解明に非常に有効です。

当社では、電池材料評価センターを開設し、この大気非暴露下での試料調整技術および観察技術をTEM以外のSEM、XPS、AES、熱分解MS等へ拡大展開し、お客様の多様なニーズにお応えしております。

お問合せ先：千葉分析・材料事業部

猪瀬 明

inose@jfe-tec.co.jp

微細構造を明らかにする 物理解析(9)

～極低加速電圧走査電子顕微鏡による
食品表面の微細構造観察～

京浜分析・材料事業部 櫻田 委大
t-sakurada@jfe-tec.co.jp

食品と走査電子顕微鏡

これまで食品産業における電子顕微鏡の活用は、食品そのものを観察するというよりは、混入した異物の観察などの品質管理上のトラブル対策が主でした。これは、通常のプロンプ電子線の加速電圧では食品表面にダメージを与えてしまうからです。

しかし、最新の極低加速電圧走査電子顕微鏡では、加速電圧を1kV以下にすることが可能で、食品そのものの形状、面状態、成分分布などが詳細に観察できるようになりました。近年、食品分野

においても、健康志向の高まりと共に、ナノテクノロジーを活用した新機能性食品の開発が盛んになっています。ナノテクノロジー技術を使った調味料やフリーズドライ食品、機能性食品では、ミクロンからサブミクロン、ナノオーダーとスケールダウンした加工技術や構造設計が要求されています。

極低加速電圧走査電子顕微鏡による 観察例

図1に、調味料の観察例を示します。左側に食塩のSEM写真を、右側にスパイス入り食塩のSEM写真を示しています。いずれも上段が低倍率で、下段が高倍率で撮影した写真です。サイコロ状の食塩表面は1 μ m以下の微細な粒子で覆われている様子が観察されます。これらの粒子は、食塩の固結を抑制する防止剤と

考えられます。一方、スパイス入り食塩では、サイコロ状の食塩の周囲に形の不明瞭な別の物質が付着している様子が観察されます。これらはスパイスの有機分や油分などであると推定されます。

図2に、インスタントコーヒー粉末の観察例を示します。左側がスプレードライ製法の粉末のSEM写真、右側がフリーズドライ製法の粉末のSEM写真です。インスタントコーヒーは作製方法の違いにより、粉体の表面形態が大きくことなっていることが分かります。

これらの事例のように、特殊な試料前処理を行うことなく、また食品表面にダメージを与えることなく、手軽に食品の微細構造を観察することが可能です。当社は、食品のナノ評価技術で新たな世界をご提供いたします。

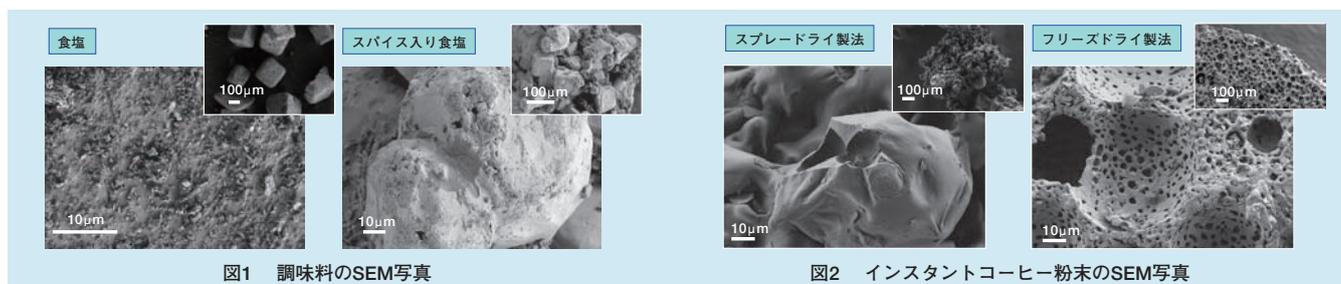


図1 調味料のSEM写真

図2 インスタントコーヒー粉末のSEM写真

Measuring Technology of the High-end IR Camera

高性能赤外線カメラ 測定技術(1)

～迅速疲労測定装置～

計測システム事業部 渋谷 清
k-shibuya@jfe-tec.co.jp

迅速疲労測定の実理

高性能赤外線カメラの応用技術として、疲労の迅速測定があります。測定原理は、繰返し荷重を受ける材料内部で起こる転位やマイクロクラックなどが生成する際に発生する散逸エネルギーを、高性能赤外線カメラで測定する非破壊検査法です。物理学における散逸とは、運動エネルギーなどが熱エネルギーに不可逆的に変化する過程と定義されます。

疲労限界の測定法

赤外線カメラによる疲労試験において繰返し荷重を増大していくと、散逸エネルギーが急に増加する点があります。この荷重点が疲労限界に相当します。材料内部で微小な疲労クラックの進行が始まったことを示しています。測定時間は、

従来法に比べて1/10～1/100です。

この利点は、最近問題となっている長期間使用する設備の長寿命疲労（ギガサイクル疲労）の測定に応用できます。介在物起因の疲労破壊は、表面近傍の散逸エネルギーレベルの高い箇所から発生します（図1）。この時に、散逸エネルギーレベルが大きく変化する屈曲点が2箇所の繰返し応力値で観測され、第1屈曲点が、介在物起因の長寿命疲労限界、第2屈曲点が、従来の表面から発生するクラックによる疲労限界ではないかと推定されます（図2）。長寿命疲労の破壊試験は長時間となるた

め時間的制約から測定が困難でしたが、本手法により疲労限界が容易に測定できる可能性があります。

有効な利用方法

高性能赤外線カメラによる疲労測定最大の利点は迅速性と、2次元画像で観察できることです。製品開発における疲労限界の把握において、高性能赤外線カメラによる迅速疲労測定は、材料、形状、施工方法などの開発項目を絞り込むスクリーニング試験に適しています。その後、従来の破壊疲労試験で再確認するのが最も有効な利用方法です。

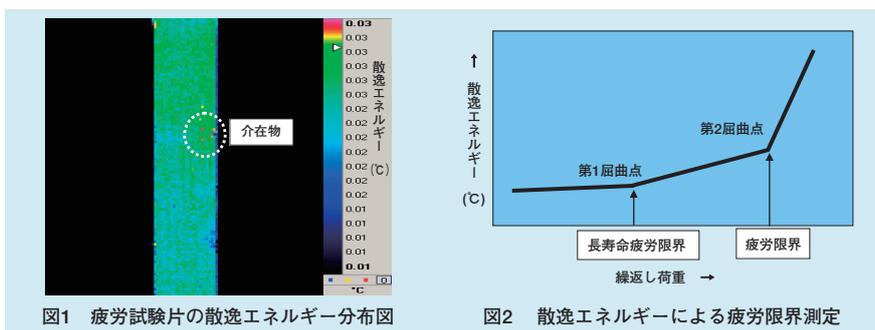


図1 疲労試験片の散逸エネルギー分布図

図2 散逸エネルギーによる疲労限界測定

スポット溶接解析

～電流伝熱と変形の連成解析～

CAEソリューションセンター 吉原 政昭
m-yoshihara@jfe-tec.co.jp

スポット溶接の3大溶接条件

CO₂削減にダイレクトに結びつく自動車の軽量化の一環として、部品の接合技術に大きな注目が集まっています。接合技術の一つであるスポット溶接は、材料を重ね、電極を加圧して電流を流し、発生するジュール熱により接合（溶接）する方法です。溶接部位の強度等に大きな影響を与えるナゲット形状（溶融部位）を最適化するために、スポット溶接の3大溶接条件（加圧力、電流値、通電時間）の選定は大変重要となります。当社では溶接解析の知見を基に、スポット溶接をシミュレーションし、お客様の問題解決のお手伝いをしています。

熱と構造の連成解析

スポット溶接解析では、重ねた材料の接触状態が溶接の進行とともに変化するため、電流による発熱とその熱による応力変形を同時に解析しつつ（双方向連成解析）、溶接箇所の時間的変化を計算しなければなりません。電流

による伝熱解析を実施してから応力変形を解析する方法（一方向連成解析）では、実際のナゲット形状と解析結果が大きく異なります。当社では、電流伝熱解析モデルと応力変形解析モデルを二重要素共有節点方式により連成解析し、加圧力や電流と通電時間の最適条件を見出すことが可能となりました。

図1は設定電流値がナゲット形状へ及ぼす影響を、図2は設定加圧力がナゲット形状へ及ぼす影響を示した図です。

電極の温度解析

スポット溶接では、打点（溶接）時間間隔の短縮が生産性向上に繋がります。このとき電極の冷却が大きな問題

となります。電極の径を小さくすれば冷却配管径の限度から電極の冷却は難しくなり、連続打点による電極の温度上昇を考慮しながら先の3大溶接条件を最適化する必要があります。当社では、連続打点時の電極温度の時間的変化を解析から得てお客様に提案し、生産性向上に寄与しております。

溶接解析

当社では、スポット溶接解析のほか、相変態を考慮した鋼板の溶接変形解析（JFE-TEC News No.24 July 2010）やSUS材の溶接強度・変形解析など数多くの解析経験から、溶接の問題についてのご相談をお受けいたしております。

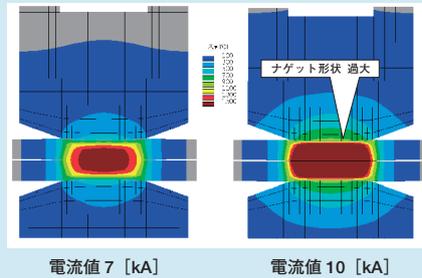


図1 ナゲット形状(温度分布)への電流の影響(加圧力3600 [N]時)

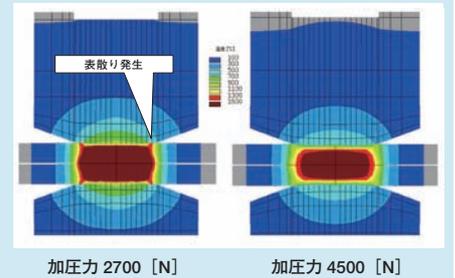


図2 ナゲット形状(温度分布)への加圧力の影響(電流9 [kA]時)

High Speed Deformation Test

高速変形試験(3)

～構造体の高速変形試験における速度分布、ひずみ分布計測～

千葉分析・材料事業部 清水 哲雄
shimizu@jfe-tec.co.jp

前号に引き続き、高速での変形現象を評価する特殊技術の適用例についてご紹介します。

破壊現象の予測精度向上

自動車の衝突や携帯電話の落下などの例に見られるように、破壊現象を考慮した製品設計を行なうことが必要とされています。破壊現象の予測を目的として、コンピューター上でのシミュレーション計算を駆使した性能評価技術(CAE: Computer Aided Engineering)が適用されています。一方で、CAEでの解析精度を向上させるためには、実際の破壊現象を観察し、定量的に評価することも重要となります。

高速圧壊現象の検証

当社では種々の用途に応じて、各種容量の落重試験機や変形速度を一定に

制御できる油圧式大型高速変形試験機を適用して、高速での圧壊現象の検証試験を実施しています。定量的な評価・検証をするために、従来は圧壊試験の試験体にひずみゲージを貼付してひずみを計測していました。しかしながら、ひずみゲージを貼付した部分でのひずみは精度良く検出できますが、構造体の広範囲に亘る速度分布、ひずみ分布を精度良く得ることは困難でした。

広範囲の速度分布、ひずみ分布計測

本シリーズの第1回目でご紹介した微小領域のひずみ変化を微小時間毎に計測する技術をさらに発展させて、構造体の広範囲の速度分布、ひずみ分布を簡便に求める技術を開発しました。六角形断面中空部材の落重試験機による軸圧壊試験に適用した例を図1に示します。0.5mm四方の矩形領域に交互に異なるコントラストを付与した試験体を圧壊し、高分解能高速度ビデオカメラにより撮影した画像から微小領域の変位分布を解析します。得られた変位分

布から、速度分布とひずみ分布を算出できます。図では定点1と定点2の速度変化と圧壊荷重との関係が明瞭に解ります。本方法の適用により、定量的な評価・検証が可能になりました。破壊現象を考慮したCAEの解析精度向上や製品設計への貢献が期待されます。

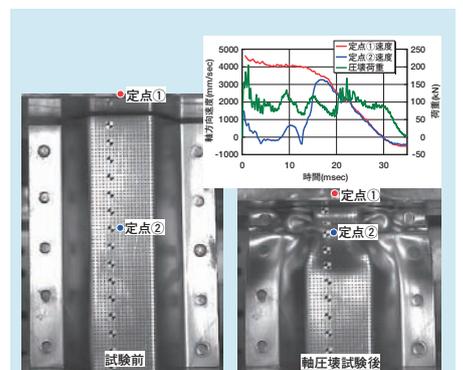


図1 六角形断面中空部材の軸圧壊試験での変形状況
供試材: 440MPa 級冷延鋼板 1.6[#] X一辺 46 X 160^H、
マーキング: 矩形 0.5mm 四方
撮影速度: 3000 コマ/sec、シャッター速度: 1/50000sec、
フレームサイズ: 1024ピクセル X 768ピクセル、
初期圧壊速度: 4400mm/sec

IT技術利用による業務生産性向上

～クラウド・サービス～

技術情報事業部 三原 信和
n-mihara@jfe-tec.co.jp

クラウド・サービスとは

近年、ITの新潮流として“クラウド”が知られるようになりました。インターネット上で提供されるサービスを、サービスを提供する仕組みを意識せずに利用できるということを“雲”という言葉で表現しています。

クラウド・サービスの利点

企業では業務生産性向上のために、ITを利用しています。しかし電子メールなど各種ツールを導入し運用するには一定の障壁(技術・費用)があります。また導入した以上は一定の期間利用しないと投資を回収することができません。この問題は、クラウド・サービスを利用することで解決できます。必要な時に必要に応じたサービスを必要なだけ利用できるため、誰でも低コストで迅速に所望のサービスを受用することが出来ます。特に短期間しか使わないサービスを利用する場合には有力な手段となります。一例

としてGoogle社が提供するGoogleApps サービスがあげられます。

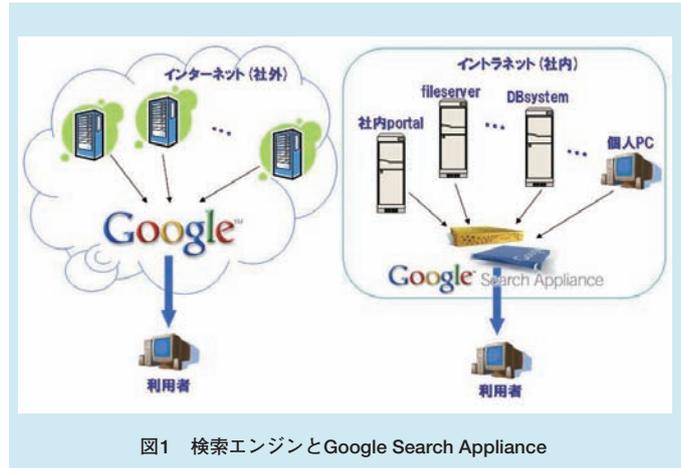
社外にデータを保存しない 検索エンジン製品

Googleを始めとする検索エンジンの便利さを体感されていらっしゃる方も多いと思います。自分の手元のPC内も検索できたら業務生産性は大幅に向上します。Google社もそれを実現するツールを提供していますが、社外にデータを保存することになりますので、セキュリティポリシー上検索エンジンを利用することができない組織が大多数を占めます。

この問題を解決する手段として当社はGoogle社の一次代理店として

自社内に設置するGoogle検索エンジンを搭載したGoogle Search Applianceを提供しています。本製品は自社内に閉じた情報検索機能を提供します。更に、例えば職階毎のアクセス制限などさまざまなアクセス・コントロール機能を搭載しています。

本製品に限らず当社では種々のIT技術をご提供することで業務生産性向上をお手伝いしています。



お詫びと訂正

No.25 P2 「微細構造を明らかにする物理解析(8)」の図に誤りがありました。正しくは下記の通りです。申し訳ございませんでした。

誤：Sputter Depth (mm)

正：Sputter Depth (nm)

お問い合わせ先

【営業本部】

営業開発部 TEL:03-3510-3251 FAX:03-3510-3469
名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374
大阪 TEL:06-6459-1093 FAX:06-6459-1099
阪神 TEL:0798-66-2033 FAX:0798-66-2161
九州 TEL:092-482-2261 FAX:092-482-2262

【CAEソリューションセンター】

各種数値解析ソリューションの提供
TEL:044-322-6182 FAX:044-322-6529

【分析・材料分野】

LSI、電子部品、有機材料、金属等広範囲な対象物における高精度の分析・試験・評価
各種材料、製品、構造物の研究開発サポート、損傷解析、最適利用技術の提言

【千葉分析・材料事業部】

TEL:043-262-2313 FAX:043-262-2199

【京浜分析・材料事業部】

TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528

【知多分析・材料事業部】

TEL:0569-24-2880 FAX:0569-24-2990

【倉敷分析・材料事業部】

TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618

【福山分析・材料事業部】

TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989

【ナノ材料評価センター】

TEL:044-322-6181 FAX:044-322-6528

【インプラント材料評価センター】

TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528

【電池材料解析評価センター】

TEL:043-262-2313 FAX:043-262-2199

【環境技術事業部】

環境と省エネルギーに関するあらゆる測定、分析、評価、コンサルタント
千葉 TEL:043-264-5212 FAX:043-264-5212

京浜 TEL:044-322-6200 FAX:044-322-6528

東京 TEL:03-3510-3251 FAX:03-3510-3469

埼玉 TEL:048-854-7928 FAX:048-854-7928

横浜 TEL:045-506-0910 FAX:045-506-0910

静岡 TEL:0543-37-0250 FAX:0543-37-0251

【計測システム事業部】

分光器関連、画像検査関連、商品の開発販売、各種分野の計測診断、数値解析
千葉 TEL:043-262-2014 FAX:043-262-2665

【知的財産事業部】

知的財産の発掘・権利化、特許調査・出願支援、知財研修、係争等のサポート
東京 TEL:03-3510-3355 FAX:03-3510-3471

【技術情報事業部】

各種技術動向・情報調査、翻訳、WEB・DTP制作、ISO・IE・QC等のマネジメント支援、IT開発
東京 TEL:03-3510-3389 FAX:03-3510-3476

詳しくは、当社ホームページで <http://www.jfe-tec.co.jp>

◆このパンフレットの送付中止、宛名変更は jfe-tec-news@jfe-tec.co.jp へご連絡ください