

図1 大気非暴露下でのアルゴンイオンミリング加工により断面加工したSi負極のSEM像

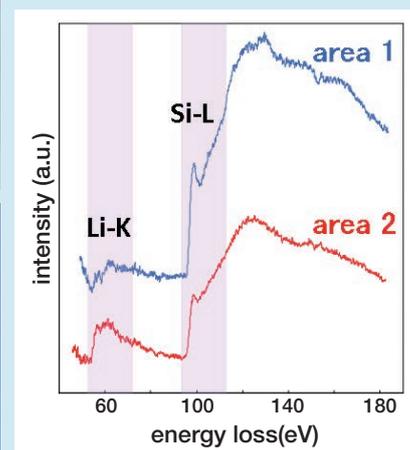
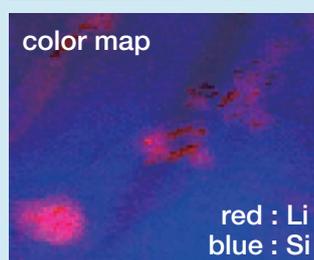


図2 Si負極(充電40%)中のLiの分布 (HAADF-STEM像、EELSマッピングおよび抽出したスペクトル)

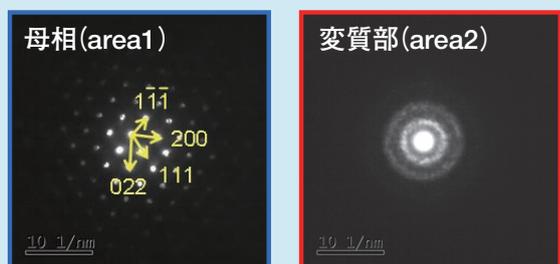


図3 電子回折法による結晶構造解析

電池材料の物理解析技術(4)

新型STEM-EELSによる分析事例～ Si負極の構造解析技術～

Microstructural Analysis of Silicon Anode for Lithium Ion Battery

電気自動車や家庭用蓄電デバイス向けとして、リチウムイオン二次電池の研究開発が活発化しています。高性能化に向けて電池を構成する各種材料の研究が進められる中、主要部材である電極(正極、負極)の微細構造を明らかにするための分析技術向上には多くの期待が寄せられています。

当社の Only One 技術

これまで、充電状態にある負極の構造解析はマクロ的なX線回折等に限定されてきました。当社では、走査電子顕微鏡(SEM)や収差補正走査型透過電子顕微鏡(Cs-corrected STEM)を用いて、局所的に存在するLiを可視化することに成功しました。充電状態にある負極は活性が高く、水分や空気に触れると変質します。そのため、観察、分析する際には一切の大気に触れない試料ハンドリング技術を実用化しました。また、試料調整時に生じるダメー

ジを低減するため、試料を冷却しながら加工する技術を確認するなど、多くの工夫により実現させました。

Si負極における充電状態の微細構造観察

Siなどの合金系材料は、Liを吸蔵する容量が大きく、次世代の負極材料として期待されています。このSi負極は充放電時の体積変化にともなう性能劣化が課題となっていますが、これまで、負極へのLiの吸蔵経路が解明されていませんでした。

図1は、結晶性Siを用いて電池を試作し、充電後の負極をSEM観察した画像です。充電40%ではSi粒子内に網目状の変質部が観察されました。図2は、このSi負極を、集束イオンビーム(FIB)で薄片に加工し、新型STEMを用いて拡大観察した画像です。また、同一部位を電子エネルギー損失分光法(EELS)で分析を行った結果を併記しました。網目状に見える部位にLiが

濃集している様子が確認できました。

図3は、図2に□で指示した部位の電子回折像で、Li濃集部が非晶質であることが分かります。このように、LiがSi内に吸蔵されていく過程を把握することができました。

当社では、紹介した事例のほかにも、劣化プロセス解明のための負極表層皮膜(SEI:Solid Electrolyte Interphase)の構造解析や、正極材料の表層近傍に存在する遷移元素についての原子レベルでの解析などの実績があり、電子顕微鏡を駆使した微細構造解析技術により、お客様での研究開発のスピードアップに貢献します。

お問合せ先:

ソリューション本部(川崎)ナノ材料評価センター
池本 祥 ikemoto@jfe-tec.co.jp

ソリューション本部(千葉)電池・材料解析評価センター
木村 祐美子 yu-kimura@jfe-tec.co.jp

極低加速電圧走査電子顕微鏡 (ULV-SEM)の導入

ソリューション本部(西日本) 材料評価部
八杉 優子
yasugi@jfe-tec.co.jp

導入した最新鋭 ULV-SEM の特徴

この度、当社では、最新のULV-SEM (Carl Zeiss製Ultra PLUS) を導入しました。この装置には以下の特徴があります。

- (1) 数 nm 程度の最表面観察が可能：極低加速電圧 (2kV 以下) で材料の最表面観察を行うことができます。
- (2) 絶縁物表面も観察が可能：帯電中和機構と極低加速電圧観察により帯電を防止することができるため、導電処理を行わずに絶縁物を観察することができます。

その他、4種類の観察モードにより、様々な情報 (表面形状、化学状態、組成像と結晶方位) を得ることができます。このULV-SEMに取り付けたEDX分析においては、従来の装置では数 μ mが限界でしたが、約50nmの微小部分析も可能です。

このような特徴を生かしたULV-SEMによる材料表面の観察事例を示します。

観察事例1:金属最表面観察

写真1は、ガス腐食試験後のりん青銅製部品の表面に形成されたCuの微小腐食生成物を観察した結果です。従来の高加速条件(b)では、電子のエネルギーが高いため、最表面の微小腐食生成物をつき抜けて、りん青銅に起因する平滑な形状しか見られません。700Vの極低加速条件(a)にして初めて、表面の腐食状態が観察できるようになりました。

観察事例2:絶縁物の最表面観察

写真2は、極低加速条件 (700V) で、導電処理を施さずに観察したポリマーシートの表面です。最表面に極薄の抗菌処理が施されています。従来条件では見えないポリマー上の抗菌処理層(b)が、極低加速条件で観察できました(a)。

当社は、金属、ポリマーや

セラミックなど様々な材料の最表面を観察できる最新の技術により、お客様の材料開発のお手伝いから不具合品の調査まで、様々なご要望にお応えいたします。是非一度、お気軽にご相談下さい。

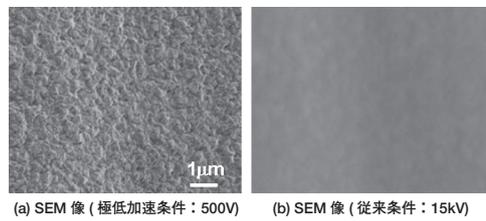


写真1 ULV-SEMによる最表面観察例

従来のSEMでは観察できないガス腐食促進試験後に形成されたりん青銅表面の微小なCuの腐食生成物(a)も、ULV-SEMを用いることにより観察できます。

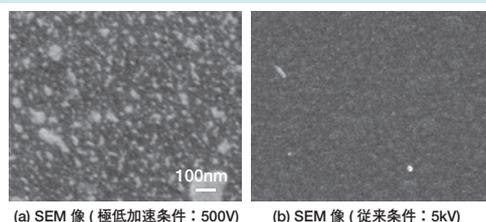


写真2 ULV-SEMによる絶縁物の最表面観察例

従来条件では、ポリマー表面の抗菌処理層は観察できない(b)のに対し、極低加速電圧観察により、極薄コーティング層も観察が可能です(a)。

Ultra-Trace Analysis Technics (5)

極微量分析(5)

～超純水・高純度薬液の分析技術～
ソリューション本部(千葉) 分析部
平下 淳二
hirashita@jfe-tec.co.jp

はじめに

超純水や高純度薬液は、半導体・電子・食品・医療など様々な分野で使用されています。製品中への不純物混入を抑えるため、製造工程では超純水や高純度薬液が要求され、それらの純度を保証するためにppb～pptレベルでの極微量分析技術が必要になっています。

本号では、高精度・高感度分析を行うことができるICP質量分析法及び電気加熱原子吸光法を用いた超純水・高純度薬液の極微量分析技術についてご紹介いたします。

超純水・市販高純度試薬の極微量分析

当社では、試料調製から測定までをクリーンルーム内で行い、作業環境からの試料汚染を抑制しています。また、分析値の誤差要因となるスペクトル干渉は、高い質量分離能を持つ高分解能型ICP質量分析装置(写真1)を用いるこ

とにより防止しています。さらに、電気加熱原子吸光法では、使用器具や分析装置からの汚染を低減する技術を確認すると共に、試料注入・乾燥を繰り返す濃縮技術の採用により、さまざまな成分の極微量分析を可能としました。

表1に、極微量分析に用いている超純水の分析結果を示します。検出下限値は金属成分で0.01 μ g/L程度と高感度な分析が可能であることが分かります。また、Siは上記した濃縮法を用いて電気加熱原子吸光装置で分析することにより、検出下限は1 μ g/Lになります。

市販高純度試薬の分析結果を表2に示します。この結果から、5%硫酸溶液と5%リン酸溶液では各種金属成分の含有量は検出下限値以下もしくは極

微量濃度であり、マトリックスによる分子干渉の影響を受けないことが分かります。

おわりに

超純水や高純度薬液中の不純物分析では、ICP質量分析法や電気加熱原子吸光法の適用により最大62元素の高感度分析が可能です。お客様のご要望に応じて迅速に対応致しますので、ご興味のある方は是非ご相談下さい。

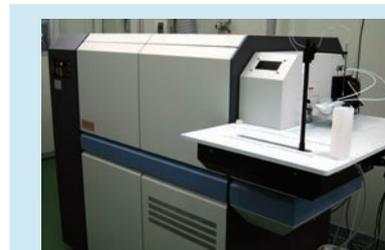


写真1 高分解能型ICP質量分析装置

表1 超純水の分析例 (μ g/L)

| 元素 | 分析値* | 測定方法 |
|----|-------|-------------------|
| Na | <0.01 | 高分解能 ICP 質量分析法 |
| Al | <0.03 | |
| Ca | <0.01 | |
| Fe | <0.01 | |
| Zn | <0.01 | |
| Si | <1 | 濃縮/電気加熱 AA |

※ 3 σ

表2 市販高純度試薬の分析例(分析値 \pm σ , μ g/L)

| 元素 | 5%硫酸溶液 | 5%リン酸溶液 |
|----|--------|-----------------|
| Na | <0.03 | 0.32 \pm 0.08 |
| Al | <0.03 | <0.03 |
| Ca | <0.03 | 0.16 \pm 0.05 |
| Fe | <0.01 | 0.66 \pm 0.17 |
| Zn | <0.03 | <0.03 |

計測可視化技術(1)

～計測・可視化解析技術による
トータルソリューション～
ソリューション本部(川崎) 計測・可視化解析センター
藤本 幸二
k-fujimoto@jfe-tec.co.jp

2012年1月に発足した計測・可視化解析センターは、赤外線サーモグラフィ、音響振動、超音波、画像処理技術などの計測・評価技術を核として、主にお客様の「ものづくり」の現場における内質変化や欠陥等を測定、解析、「可視化」することにより不具合解決を支援してきました。

高精度赤外線カメラに信号処理技術

を組み込んだ最新の非破壊欠陥検査を中心に計測・可視化解析技術について紹介します。

高精度赤外線カメラによる欠陥検査

高い温度分解能 (0.001℃)、高速度撮影機能 (380～2,000コマ/秒) を有する高精度赤外線カメラを用いて測定している様子を図1に示します。また、本カメラを用いて、CFRP材料の欠陥検査を行った結果を図2に示します。(a)に示すように表面の温度画像だけでは、表面欠陥(下部)の存在は不鮮明ですが、材料表面に光パルス当てて、材料内部から反射してくる温度波の位相差を見る温度波法を適用することによって、(b)に示すように、表面欠

陥(下部)だけでなく内部欠陥(上部)もはっきりと検出できるようになります。このように高精度赤外線カメラにアクティブ信号処理を加えて、見えにくい現象を「可視化」することに挑戦しています。

計測・可視化解析技術による問題解決

赤外線カメラ以外の先端的な「可視化」技術の一例を示します。

① SurfTRI-DY ;

自動車用鋼板、樹脂、フィルム等の表面歪み分布を光学的に高速で測定することができます。

② 遠隔監視システム ;

測定データとモニタ画像を同時に「いつでもどこでも」監視することができます。

③ XGrain ;

フェライト結晶画像から「粒界部」を自動的に抽出します。

以上のように、お客様の課題を解決するユニークな技術と専門家が揃っています。デモ測定も受け付けておりますので、ぜひ一度声をおかけ下さい。



図1 赤外線カメラのデモ測定

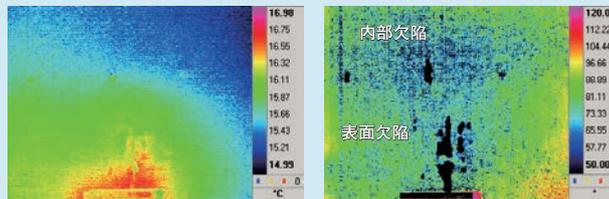


図2 CFRP材料の欠陥検出
(a) 像面温度 (b) 像面差位相

Battery Trial Production in Ultra-low Humidity Atmosphere

超低湿度での電池試作を実現(ドライルーム導入)

ソリューション本部(千葉) 電池・材料解析評価センター
安江 良彦
y-yasue@jfe-tec.co.jp

超低湿度の作業環境

リチウムイオン二次電池や活性炭電極を使用する電気二重層キャパシタの製造は、超低湿度の作業環境が必要とされます。これは、電極や電解液に水分が吸収されると十分な性能が得られないため、研究開発段階においても水分量を一定レベル以下に保つことが必要とされます。さらに電池の劣化解

析のために行う電池解体や電解液中の水分量測定、HF分析等も超低湿度環境下での作業が必要とされています。

このため、当社はドライルームを導入し、超低湿度の作業環境を実現しました。

当社ドライルームの特長

当社ドライルーム内に、電極塗工液調整～連続塗工～プレス～セル組み～電解液注液までの一貫の電池試作設備を配置致しました(図2)。さらに室内に注液室を設置し、電解液注液工程はより低湿度の作業環境となるように配慮しました(図3)。

これにより、水分の影響を受けやす

いNi系正極の連続塗工や活性炭電極を使用する電気二重層キャパシタ、さらにはLiイオンキャパシタ等の試作も可能となりました。

また、当社はドライルームを活用して、次世代電池試作技術や劣化解析に必要な分析技術開発に取り組んで参ります。

当社ドライルームのご活用について

当社ドライルームはお客様のお立会いのもとでの試作評価作業が可能であり、またレンタルラボとしてご利用頂くことも想定しております。超低湿度下の作業環境が必要な場合には、是非ご連絡頂きますよう御願います。



図1 ドライルーム外観



図2 ドライルーム室内



図3 電解液注液室(ドライルーム内)

日本金属学会論文賞受賞

計測技術本部光波センシング部主幹の高田一がこのたび、社団法人日本金属学会の第60回論文賞（材料プロセスセンシング部門）を受賞しました。

本賞は前年1ヵ年の日本金属学会誌、欧文誌に掲載された論文の中で、特に優秀な論文に対して贈呈されるものです。対象となった論文は、Materials Transactions, Vol.52, No.3に掲載されました「On-Line Detection System for Internal Flaws in As-Hot-Rolled Steel Strip Using Ultrasonic Probe Array」です。

高速走行する鋼ストリップ中の微小な非金属介在物(φ50μm)の全長・全断面検査のために新たに開発した独自技術について、その内容や実用結果を著したものです。従来難しい課題であったオンライン微小欠陥検出を見事に解決したことが高く評価され、今回の受賞となりました。

論文賞贈呈式は2012年9月17日に愛媛大学「南加記念ホール」にて行われました。



計測技術本部光波センシング部主幹
高田一



<お問い合わせ：計測技術本部 光波センシング部 TEL 043-262-4181 >

お問い合わせ先

【営業本部】

【営業総括部】

TEL:03-5821-6811 FAX:03-5821-6855

【東京営業所】

TEL:03-5821-6811 FAX:03-5821-6855

千葉支所

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

川崎支所

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

宇都宮支所

TEL:028-610-0355 FAX:028-610-0356

東北支所

TEL:022-211-8280 FAX:022-211-8281

【名古屋営業所】

TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374

知多支所

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

【大阪営業所】

TEL:06-6459-1093 FAX:06-6459-1099

神戸支所

TEL:078-304-5722 FAX:078-304-5723

倉敷支所

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

福山支所

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

【九州営業所】

TEL:092-263-1461 FAX:092-263-1462

山口支所

TEL:0835-27-1011 FAX:0835-27-1012

【土壌環境部】

営業グループ

TEL:044-322-6537 FAX:044-322-6528

大阪グループ

TEL:06-6459-1087 FAX:06-6459-1099

【ソリューション本部(千葉)】

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

【ソリューション本部(川崎)】

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

【ソリューション本部(西日本)】

倉敷 TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618

福山 TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989

【計測技術本部】

TEL:043-262-4181 FAX:043-262-2665

【ビジネスコンサルティング本部】

東京 TEL:03-3510-3384 FAX:03-3510-3476

京浜 TEL:044-322-6429 FAX:044-322-6520

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 jfetecsalesmarketing@jfe-tec.co.jp へご連絡ください

JFE-TEC News <2013>

No.35

2013年4月発行

発行人/高野 茂

発行所/JFEテクノリサーチ株式会社 営業総括部

〒111-0051 東京都台東区蔵前2-17-4 (JFE蔵前ビル3F)

Tel: 03 - 5821 - 6811

©JFE Techno-Research Corporation 2013