

図1 黒鉛負極のTEM像 (右図は左図中の緑枠領域の拡大)

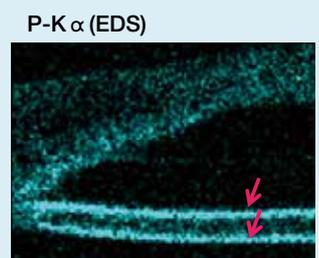
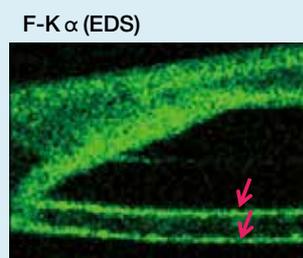
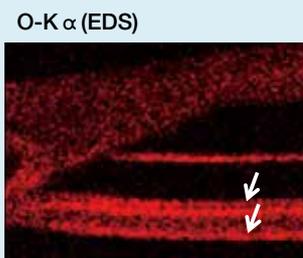
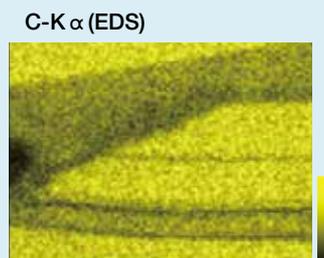
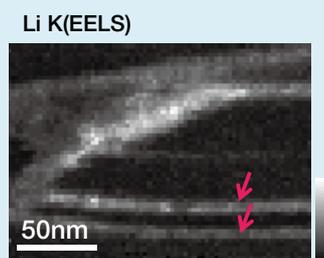


図2 黒鉛負極のSTEM-元素マッピング (倍率：1,000,000倍)

微細構造を明らかにする物理解析(12)

大気非暴露下におけるSTEM-EDS/EELS分析

Microstructural Analysis by STEM-EDS/EELS without Exposing in Air

大気との反応性が高い物質を変質させることなく観察・分析したいというニーズが高まっています。たとえば、Li化合物は酸素や水分と反応してしまうため、サンプルの開封から分析までの一連の処理をすべて大気非暴露環境下で行う必要があります。

当社では、前記の様なご要望にお応えする微細構造解析を可能にするために、集束イオンビーム加工観察装置(FIB-SEM)と収差補正走査・透過型電子顕微鏡(Cs補正STEM)にそれぞれトランスファーベッセルを組み込み、高純度Ar循環型グローブボックスを介した大気雰囲気遮断システムを構築いたしました。イオンや熱ダメージを受けやすい材料の場合、非暴露搬送と合わせて、試料ステージを-140℃まで冷却

しながらFIB加工することが可能です。

【大気非暴露分析例】

リチウムイオン二次電池劣化品から

取り出した負極のSTEM-元素マッピング

当社で試作したリチウムイオン二次電池の劣化品から大気非暴露下で天然黒鉛負極を取り出し、FIB加工後、TEM観察しました。図1はTEM像です。左の写真の中で□でかこんだ部分を拡大した右の写真では、黒鉛の周囲にグレーコントラストの表面被膜が確認できます。図2は、STEMモードで元素マッピングを行った結果です。電子エネルギー損失分光法(EELS)では、被膜中に存在するLiが捉えられました。これは、充放電中に活物質内へ挿入・脱離することができなくなった不可逆分のLiだと考えられます。また、エネルギー

分散型X線分光法(EDS)では、電解液からの反応生成物と考えられるO、F、Pが検出され、矢印で示した線状の部分ではLi、O、F、Pが共存していることがわかりました。Cs補正STEMには高感度EDS検出器を搭載しているため、被膜中のこれらの元素分布を約10分間(従来の4分の1の時間)で明瞭に把握することができます。

当社ではFIB-STEM以外にも、様々な大気非暴露分析を承っております。是非お気軽にご相談ください。

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

リチウムイオン二次電池の不具合・劣化原因を究明

～不具合・劣化電池の解体調査～

ソリューション本部(千葉) 電池・材料評価解析センター
山田 祥太
s-yamada@jfe-tec.co.jp

リチウムイオン二次電池の利用拡大

従来のリチウムイオン二次電池（以下LIBと略称）は、ノート型PCや携帯電話などに限定されていましたが、現在では自動車(EV・PHV)・航空機・電力貯蔵システムなど様々な用途に用いられ、国内外の多くのメーカーがLIBやLIB用材料の製造に参入しています。用途拡大にともなって高性能化、安全性改善が進められていますが、まだ完全なものではなく、一部に不具合が発生しており、その原因解明と改善が急務となっています。

リチウムイオン二次電池分析で注意すべき事項

小型機器の内部から回収したLIB(容量約400mAh)を乾燥アルゴンガス雰囲気下で、放電状態および充電状態で解

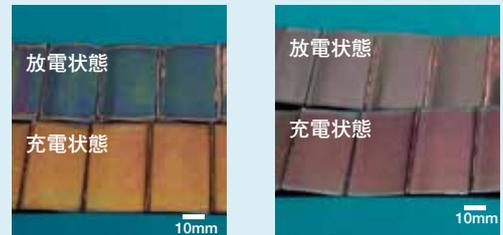
体し、採取した負極を(a)乾燥アルゴンガス中、または(b)大気暴露環境下で保持した後の外観を写真1に比較して示します。写真からわかるように、解体後に大気中に放置すると、水分の影響により短時間で負極の変質が進みます。従って、分析に供する電池材料は不活性ガスの超低湿度雰囲気下(グローブボックスやドライルーム)で取り扱う必要があります。

製造工程に由来する不具合事例

上記製品を解体する過程で確認された不具合事例を紹介します。負極の一部に周辺と異なり充電されていない箇所が確認されました(写真2(左))。この部分に対向していた正極表面には同じ形状の異物(テープ)が残っていました(写真2(右))。この異物は電池内のタブを保護する目的で使われた素材であることから、製造工程で混入したものと考えられま

す。また、この異物はAl箔を巻き込んでいるため、使用を続けると短絡に至る可能性も考えられます。

当社は、このような事例以外にも電池の不具合調査・解析など様々なご要望に対応していきますので、是非ご相談ください。



(a)乾燥アルゴンガス雰囲気下 (b)大気暴露 5分間
写真1 放電および充電状態での負極の様子

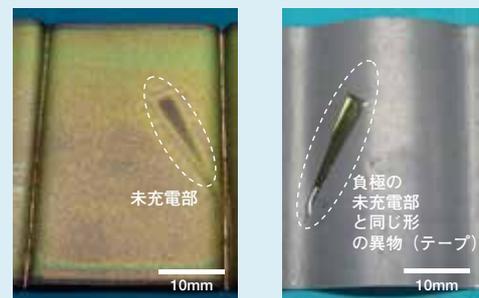


写真2 リチウムイオン二次電池の不具合箇所
(左:負極、右:正極)

Corrosion Cracking Test of electric/electronic parts

電気・電子部品の腐食亀裂試験

～UL認証取得のための腐食試験～

知多事業部 工程分析部
秦 誠
m-hata@jfe-tec.co.jp

はじめに

身の回りにあふれる家電製品や産業機器、医療機器、太陽光発電や電気自動車などの次世代エネルギー関連製品に至るまで、製品の「安全」に対する意識の高まりから、決められた試験を実施して安全認証機関から認証を受ける動きが強まっています。

当社では、世界的な安全認証機関であるUL (Underwriters Laboratories) から電気・電子機器部品の安全性に係る認証を受けるための腐食亀裂試験「CSA C22.2 No.158-10 6.10 Corrosion Cracking test」を実施しています。

ULは、100年以上の歴史がある、規格開発と試験認証を主幹業務とする民間機関です。米国の連邦政府等の公的機関では、電化製品等の承認や調達条件として、ULの認証品であることが必

須になっている場合が多々あります。

腐食亀裂試験

試験は、お客様とUL審査官のお立会いのもとで実施され、その場で合格判定が行われます。「本サンプルは合格です。」と宣言されるまでは気の抜けない作業が求められます。

試験方法は、硝酸水銀溶液中にサンプルを30分間浸漬させ、亀裂の有無を判定する腐食促進試験です(写真1)。使用する試験器具類(ビーカー、タイマー、温湿計等)については、事前に校正証明書

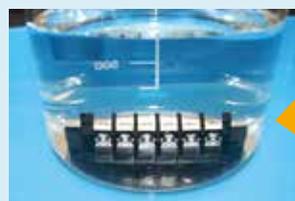


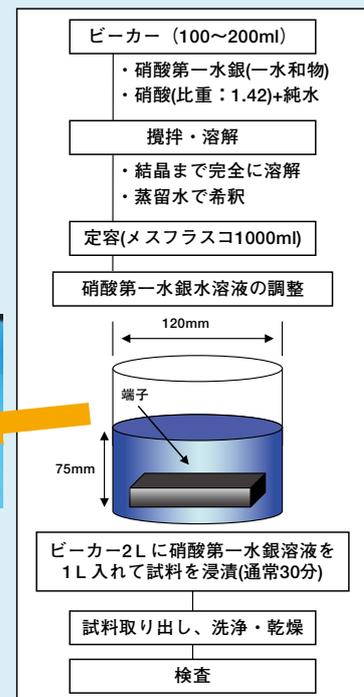
写真1 水銀溶液浸漬試験 実施例

の提出が必要であり、また薬品・水の検査成績書の提出も求められます。本試験には毒性の物質である水銀を使用し、試験環境もULの基準に合格していることが求められるため、本試験を実施できる試験所は国内でも限られています。

おわりに

製品の「安全」がますます強く求めら

試験実施例



れる中、本試験のニーズは増えていく傾向にあります。認証試験を行う必要が生じましたら迅速に対応いたしますので、是非一度、お気軽にご相談下さい。

高温高圧環境下でのSSRT試験

ソリューション本部(川崎) 材料機能評価部
篠田 修和
shinoda@jfe-tec.co.jp

金属材料と応力腐食割れ

金属材料は、応力がかかった腐食環境下で使用されると、腐食と応力との相互作用により「応力腐食割れ」を起こすことがあります。応力腐食割れは予期せず起こることが多く、一旦応力腐食割れが起こると多大な損害につながります。

応力腐食割れ試験

金属材料の応力腐食割れの試験方法としては、定荷重試験、定歪み試験、Uバンド試験、4点曲げ試験、SSRT試験などがあります。このうち、SSRT (Slow Strain Rate Technique) 試験法は、腐食環境下で材料を低歪み速度 (1×10^{-4} mm/min) で引張るというもので、他の試験方法に比べて、比較的短時間 (1日～4日) で材料の応力腐食割れ感受性を評価できるという特長があります。

SSRT 試験の特徴

当社のSSRT試験機は、オートクレーブ

装置を組み合わせしており、高温 (250℃)、高圧 (10MPa) で試験することが可能です。また、圧力平衡型参照電極や対極 (Pt) が組み合わせられているため、電気化学的な測定 (電位測定、電流測定、分極曲線測定など) も可能です。試験容器は高耐食合金製であるため、海水、有機酸、水酸化ナトリウム、硫化水素などを使用することが可能です (図1)。

SSRT 試験例

図2は、硫化水素条件下での高強度鋼のSSRT試験例です。高強度鋼は、大気中では十分に延性を示してから破断に至りますが、硫化水素が含まれる条件下では、応力腐食割れを起こすため、破断伸びが低下します。このことから破断伸びを比較することにより、応力腐食割れ感受性を評価することができます。また、試験条件を変更するこ

とにより、水素脆化試験等を行うことも可能です。

当社では、お客様のニーズに合わせて試験をカスタマイズすることが可能です。是非、お問い合わせください。

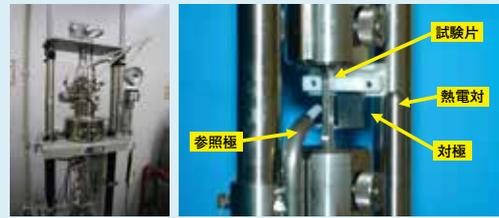


図1 オートクレーブ/電気化学試験装置付きのSSRT試験機

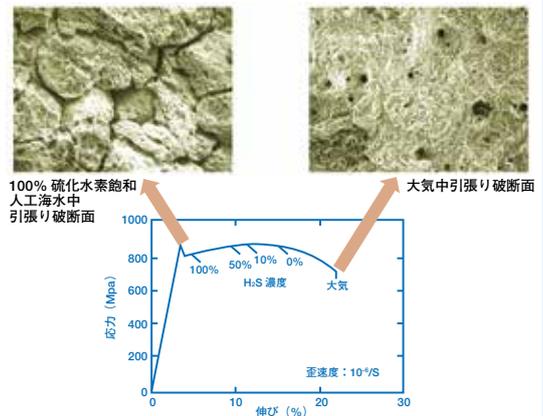


図2 大気および硫化水素を含む条件下でのSSRT試験例

Food Inspection System with NIR Imaging Spectrometer

近赤外イメージング分光応用測定装置(1)

～近赤外分光による食品内容物検査装置～
計測技術本部 光波センシング部
山口 壮二郎
so-yamaguchi@jfe-tec.co.jp

近年、食品業界では「食の安全」の声に対して、製品への異物の混入防止、組成成分量の保証など品質管理の重要性が高まっています。このことから非破壊・非接触で行えるインラインの検査装置や成分分布の画像化装置へのニーズが拡大しています。この用途に適用可能な技術の一つとして、近赤外分光法があります。この分光法の波長帯には、食品において検査の対象となる水分や脂質などの有機物の情報が反映されます。そこで当社は、多数のシステム開発実績を有するイメージング分光器「ImSpector®」を使った新規食品検査装置の開発を行いました。

開発した検査装置では、食品に照射した近赤外光の反射光または透過光をイメージング分光器により二次元分光解析

することによって、食品の状態を観察することができます。すなわち腐敗などによる品質異常や成分分布などの把握が可能で、同時多点分光・高速データ処理機能を活かして製造プロセスにおける全数インライン検査に対応することができます。

図1(左)は牛乳とヨーグルトの混合サンプルをデジタルカメラで撮影した外観写真です。このサンプルを近赤外域の波長で分光し、独自の解析アルゴリズムにより成分差を抜き出すことによって、可視では区別困難なヨーグルト成分の分布状態を識別することができます (図1(右))。測定範囲全点で分光スペクトルを得ることができるため、反射スペクトルやその微分スペクトルなどを使うこともできます。この他にも図2(左)のように袋に入った食品を検査し、袋越しに成分の分布状態を検出することもできます (図2(右))。

前記のような特徴を有しているため、開発した装置は、す

に食品の不良品検出を目的として生産ラインに導入されています。装置のシステムは、お客様のご要望に応じて自由に設計いたします。またインライン装置に限らず、実験室の多機能検査装置にも対応いたします。お客様の生産効率のアップに貢献いたしますので、ご興味のある方は是非お気軽にご相談ください。

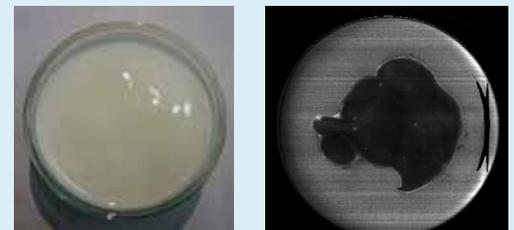


図1 牛乳・ヨーグルト混合サンプルのデジタルカメラ画像 (左) と ImSpector®を使ったスペクトル分光解析画像 (右)



図2 樹脂製袋内の食品混合サンプルのデジタルカメラ画像 (左) と ImSpector®を使ってイメージング分光した疑似カラー画像 (右)

極微量分析技術(6)

～燃焼-イオンクロマトグラフィーによる
固体試料中の微量ハロゲン・硫黄分析技術～
ソリューション本部(千葉) 分析部
長谷川 亮
r-hasegawa@jfe-tec.co.jp

はじめに

環境負荷低減のため、様々な分野で材料のハロゲンフリー化が進められています。例えば電子部品の接続に使用されるハロゲンフリーはんだにおいては、はんだ材料のフラックス固形分中のハロゲンの含有率は各1,000ppm未満と規定されており(一般社団法人電子情報技術産業協会,ET-7304A)、ハロゲンフリーの動きは電気・電子機器を中心に樹脂材料、印刷材料等にも拡大しつつあります。また、ふっ素や塩素は腐食・劣化の原因となるため、材料の高純度化に伴って極微量レベルでのハロゲン分析が求められています。

燃焼-イオンクロマトグラフィー

これらのニーズに対応するため、自動燃焼-イオンクロマトグラフ分析装置(写真1)を用いて微量ハロゲンの分

析を行っています。測定対象となる元素はふっ素(F)、塩素(Cl)、臭素(Br)、よう素(I)のハロゲン4元素に硫黄(S)を加えた計5元素です。

試料を高温で燃焼させて目的成分を気化させ、燃焼ガスを吸収液中に捕集します。この吸収液をイオンクロマトグラフィーで測定することにより、固体試料中のハロゲン濃度を求めることができます。また、よう素については別に回収した吸収液を用いてICP質量分析法により測定しています。

表1にポリエチレン認証標準物質の分析結果を示します。当社では樹脂以外にも、金属材料や有機試薬、油等様々な試料の分析を実施しています。試料の組成に応じて適切な燃焼条件を選択し、分析操作時の汚染を低減することにより、シングルppmレベルでの分析

が可能です。

終わりに

ハロゲン分析の対象となる材料は、合金やセラミックスのような無機材料、樹脂などの有機材料、液体試料など多岐に渡ります。各種試料の分析にご対応いたしますので、ハロゲン・硫黄分析にご興味のある方は是非ご相談下さい。



写真1 自動燃焼-イオンクロマトグラフ分析装置

表1 ポリエチレン認証標準物質の分析結果

| 元素 | 認証値 | 分析値 $\pm\sigma$ | 単位:ppm |
|----|-------------|-----------------|-------------------|
| | | | 検出下限 [*] |
| Cl | 102 \pm 3 | 100 \pm 1 | <5 |
| Br | 96 \pm 4 | 96 \pm 3 | <5 |
| S | 76 \pm 4 | 73 \pm 3 | <5 |

^{*}試料性状により定量下限は異なります

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.36

2013年7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