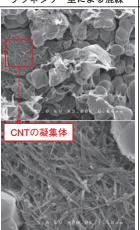
JFEテクノリサーチ株式会社

October 2014

## プラネタリー型による混練



#### 薄膜旋回型

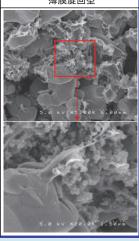
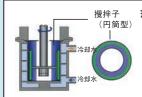


写真1 コバルト酸リチウム正極膜断面のSEM像



#### 薄膜旋回型高速ミキサーの原理

攪拌子(緑の円筒)が高速回転する ことにより塗工液に大きなせん断工 ネルギーを付与

プラネタリー方式ではCNT(カーボン ナノチューブ)の凝集が発生。薄膜 旋回方式ではCNTが均一に分散して



<設備能力> 周速:30m/sec(最大) 処理能力:11L/min(最大)

写真2 薄膜旋回型高速ミキサーを使った連続処理システム

# 薄膜旋回型高速ミキサーを使った連続処理システムの導入

リチウムイオン二次電池や高性能キャパシタの電極塗工液を均一に分散する薄膜法の連続システム

Continuous Dispersion System of Electrode Coating Solution for Lithium Ion Battery or Capacitor by High-speed Thin Film Method

### 蓄電デバイスの開発動向

HEV用の高出力リチウムイオン二次 電池に加えて、アイドリングストップ システムの回生エネルギーの貯蔵や車 載電池の電流平準化のために用いられ る高出力キャパシタなどの蓄電デバイ スの開発が活発化しています。

#### 蓄電デバイスの技術課題

HEV用のリチウムイオン二次電池に は、高出力化の要求に応えるため、活 物質や導電助剤の微粒子化によって実 現する薄くて均一な電極膜が求められ ます。またキャパシタの電極膜におい ては、分散させることが難しい活性炭 微粒子のさらなる微細化も検討されて います。このように、蓄電デバイスの 高出力化と長寿命化を両立させるため には、電極塗工液中\*1)の微粒子を均一 に分散させ、内部抵抗を低減すること

が必須とされています。

## 薄膜旋回型高速ミキサーを使った連続 処理システムの導入

種々の検討を行った結果、薄膜旋回 型高速ミキサー (プライミクス社製) を用いて塗工液を調製する方法は、従 来のプラネタリー方式を用いる方法に 比べて、液中の粒子に大きなせん断 エネルギーを与えることができ、難分 散性の活物質や導電助剤をより均一 に分散させられることが確認できまし た(事例:写真1)。コイン電池などの小 型電池の試作にはすでにこの方法を採 用しております。このたびは、10リッ トル/時間以上の処理能力を有する連 続処理システムを導入することによっ て大容量のラミネート電池を試作する ことが可能になりました。また、当社 では当該システムを極低露点のドライ

ルーム内に設置しておりますので、大 気雰囲気下で吸湿やゲル化が起こるこ とが懸念される材料を使った試作も可 能です。是非ご活用をご検討下さい。

\*1) 塗工液:電極活物質、導電助剤、バイン ダー及び溶媒などを混合・攪拌した溶液 で、金属箔に塗工・乾燥することにより リチウムイオン二次電池などの電極とす るもの。

## お問合せ先:

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

## **Detection of Small Amount of Materials Using Laser Spectroscopy**

## 微量物質の高感度計測・ 観察技術(3)

〜レーザ分光技術を利用した微量物質の検出〜 計測技術本部 光波センシング部 高橋 良弥 r-takahashi@jfe-tec.co.jp

医療、バイオ、薬品、化学など様々な分野において、分子レベルでの非染色、非侵襲「その場観察」技術の必要性が高まってきています。例えば、医療診断分野での病巣検出、化学、薬品分野における成分分析や薬剤効果の把握、バイオイメージング分野における生体組織の構造変化観察などが挙げられます。従来、このような分子レベルでの高感度観測法としては、蛍光色素を利用した蛍光イメージング法が広く用いられてきました。しかし、この手法では観察対象物自身を蛍光物質で予め染色する必要があるため、対象物を変化させてしまうことが問題となっており、対象物を非破壊、非接

触の条件で測定する手法が求められています。この要望に対して、非常に有効な手法として、レーザを使ったラマン分光法の一つであるCARS (コヒーレント・アンチ・ストークスラマン散乱)分光法があります。CARS法は、波長(周波数)の異なる二つの光を同時に試料に照射し、周波数の差を分子固有の振動・回転周波数に一致させることにより、観測対象試料の成分分子からの共鳴散乱光を検出する青法です。観察対象物表面に存在する微量成分分子固有の特性を鋭敏に反映

 とができるということもこの手法の特長です。検出可能な物質は非常に多岐に亘り、レーザや検出器の技術進歩にも支えられて、様々な分野での利用が進むものと期待されています。当社では、鑑識分野での指紋検出への応用を試みています。CARS分光システムの外観を写真に示します。顕微鏡との組合せによる観察システムの構築、実験系への組込みなど、ご希望の観察条件に応じて、最適な実験系やシステムをご提案いたしますので、ご興味があれば遠慮なくご相談下さい。



写真 CARS分光システムの外観

## Analytical Technique of Rare-earth Elements Contained in Magnet and Electronic Materials

## 極微量分析技術(8)

~磁石・電子材料中の

希土類元素(レアアース)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

希土類元素(図1)は、希土類磁石や蛍光体、蓄電池の材料など、電子機器や自動車部品に広く用いられ、その特性を生かした新規材料の開発も盛んです。また、希土類元素は希少性が高く、代替品の開発や資源の回収、再利用が進められています。開発品や回収した資源の評価を行うためには、化学分析による定量的な濃度の把握が重要となります。

希土類元素の分析には、濃度に応じ

てICP発光分光分析装置やICP質量分析装置を使用します(図2)。しかし、希土類元素は互いに化学的性質が似ているため、ICP発光分光分析法での分光干渉や、ICP質量分析法での質量干渉など、分析の際に希土類相互の影響を受けやすく分析が難しい元素です。

当社では、①高い波長分解能、質量 分解能を有する分析装置を用い、②試料 組成に応じた干渉を受けにくい最適波長、 質量数を選択することにより、希土類磁 石のように、希土類を主成分として高い 濃度で含有する試料中の微量希土類元 素も精度良く定量することが可能です。

#### 市販品磁石の分析事例

希土類元素

2種類の市販ネオジム磁石を分析した 結果を表1に示します。主成分元素をICP 発光分光分析法、微量元素をICP質量分析法により分析しました。2つの磁石の成分組成を比較すると、主成分である、B,Fe,Nd量には大きな差異はないものの、PrやGd等の含有率が異なっており、2種類の磁石の組成の違いが明確になりました。また微量のSm,Er等の存在も確認されました。

#### 少量試料でも分析が可能

数~10mgの少量の試料でもICP発光 分光分析法による組成分析、ICP質量 分析法による微量分析が可能です。試 料の量、測定元素の組成と濃度に合わ せた最適な分析方法をご提案させて頂 きます。お手持ちの分析試料が限られ ている場合でも、是非ご相談下さい。

#### 表1 市販希土類磁石の分析結果

元素	濃度(%)							
兀来	磁石A	磁石B						
В	0.97	1.02						
Fe	66.3	66.1						
La	0.001	0.002						
Pr	7.35	5.89						
Nd	22.5	21.4						
Sm*	0.002	0.002						
Gd	0.01	3.43						
Dy	0.34	0.35						
Er*	0.0011	0.0012						
Tm∗	<0.0001	0.0001						
Lu*	<0.0001	0.0009						
※ ICP質量分析法で測定した元素								

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	Н																	Не
	Li	Ве											В	С	Ν	0	F	Ne
	Na	Mg											ΑI	Si	Р	S	CI	Ar
	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Со	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
	Rb	Sr	Υ	Zr	Nb	Мо	Тс	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	_	Xe
	Cs	Ва	L	Hf	Та	W	Re	Os	lr	Pt	Au	Hg	Ε	Pb	Bi	Ро	At	Rn
	Fr	Ra	A*2	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Rg	Cn	Uut	FI	Uup	Lv	Uus	Uuo
-																		

L1:Lanthanoid La Ce Pr Nd Pm Sm Eu Gd Tb Dy Ho Er Tm Yb Lu
A2:Actinoid Ac Th Pa U Np Pu Am Cm Bk Cf Es Fm Md No Lr

図1 周期律表と希土類元素



図2 希土類元素分析に用いる元素分析装置

## **Cross-sectional SEM Observation of Biological Samples Prepared by FIB**

## 微細構造を明らかにする 物理解析(14)

~生物試料のFIB断面SEM観察~

ソリューション本部(川崎) ナノ材料評価センター 中村 貴也

t-nakamura@jfe-tec.co.jp

#### はじめに

従来、生物試料の高分解能組織観察には、透過型電子顕微鏡(TEM)が用いられてきました。しかしながら、高加速電圧が必要なTEMでは、電子線によるダメージが大きく、また観察視野が狭くなったり、観察サンプル作製に時間がかかったりするといった課題を抱えていました。当社は、最新の集束イオンビーム(FIB)加工装置を搭載した極低加速電圧SEM(FIB-ULVSEM)を用いることにより、TEMの弱点を克服し、容易に組織観察を行うことができる手法を見出しました。

## FIB-ULVSEM を用いた生物試料の観察 事例

**図1**は、FIB-ULVSEM(加速電圧:30kV) を使って観察したマウス肝臓の写真で す。FIB-SEMのSTEM検出器により、電子線によるダメージを抑え、明瞭なコントラストで観察可能なことがわかります。

図2は、FIBにて作製した蛙の舌の断面を、加速電圧1kVで観察したものです。このように、ULVSEMにて高分解能反射電子像を見ることにより、良好なコントラストで組織観察ができ、試料表面の情報が得られます。

また、TEM観察に供することができる厚さで大きなサイズの薄膜サンプルを作製することは困難です。このため、TEMでの観察領域には制限がありますが、ULVSEMの場合は、薄膜とする必要がないため、広い観察視野をとることが可能です。このように、FIB-ULVSEMを用いることにより、TEMに比べて試料前処理を簡略化でき、かつ広領域の生物組織観察が行えます。

#### おわりに

生物試料の組織は非常に立体 的に複雑なものが多いにもかか わらず、従来のTEM観察では、局所的な情報になりがちでした。今回ご紹介したFIB-ULVSEMでは、高分解能で、容易に全体感の把握が可能です。また、FIB加工とSEM撮影を繰り返すことによって、さまざまな材料の3D構造解析も可能です。

ぜひお気軽にご相談下さい。

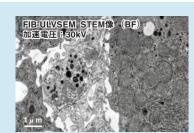
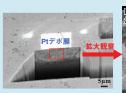


図1 ミクロトームによって作製したマウス肝臓の STEM写真



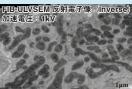


図2 FIBによって作成した蛙の舌の 高分解能反射電子像写真

## Facility Diagnoses of Machines and Structure Parts by Vibration Analysis(Experimental Mode Analysis)

## 計測可視化技術(4)

〜振動解析(実験モード解析)による 機械設備や構造部材の設備診断〜

ソリューション本部 (川崎) 計測・可視化解析センター **杉 直樹** 

sugi@jfe-tec.co.jp

## はじめに

設備診断における振動特性評価では、 振幅と周波数特性を測定するのが一般 的ですが、近年、新設設備の維持管理 における仕様の厳格化により、詳細な振 動解析のニーズが高まっています。その ニーズに対し当社がいち早く取り組んで きた実験モード解析は有効です。

#### 実験モード解析とその実施例

実験モード解析とは、加振試験によって対象物の固有モード(変形形状)、固有振動数、モード減衰比といった実際の固有振動特性値を求める解析手法のことで、特に、固有モードを可視化できることが特長です。

図1に回転機器を床に設置したときに 生じる異常振動を、実験モード解析に より可視化した診断事例を示します。 回転機器を停止した状態で床を打撃加振し、その際に発生する加振力と床の加速度から周波数応答関数を求めます。求めた関数を図2に示します。振幅の大きい周波数(共振周波数)が、回転

機器の回転周波数と一致していることから、異常振動の原因は共振であることがわかります。

また、床の数箇所で同様の 測定を行い、得られた周波数 応答関数を用いて実験モード 解析を行うことにより、**図1** に示した固有モード(変形形 状)の可視化が可能となります。この図から、回転機器は す。この図から、回転機器は 動していることがわかりま の部分の振動を抑える対策 とが異常振動を抑える対策に なることが分かります。

#### おわりに

当社では、ここに紹介した事例以外にも、家電製品、 工業製品、自動車部品、工 場設備機器などを対象にした実験モード解析の実績があり、様々な振動トラブルに対して、測定診断および対策のノウハウをご提案することができます。是非お気軽にご相談下さい。

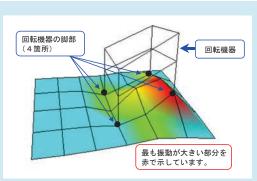


図1 床の固有モード

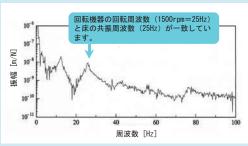


図2 周波数応答関数

## On-site Measurement of Residual Stress Named as "Stress Quicker TM"

## オンサイト残留<mark>応力測定</mark> 「ストレスクイッカー <sup>TM</sup>」

〜二次元検出器によるX線残留応力測定〜 知多事業部 材料解析部 吉田 誠児

s-yoshida@jfe-tec.co.jp

#### はじめに

小型部品から大型構造物に至るまで、製造工程あるいは使用過程での残留応力を定量的に把握することは、製品の品質を維持・管理していく上で重要な課題となっています。当社では、部材の残留応力を迅速に測定するサービス『ストレスクイッカー TM』を開始し、さまざまなニーズにお応えしています。

#### 残留応力測定サービスの特長

複雑な形状をした部材の残留応力を精度よく測定するには、(1)装置がコンパクトであること、(2)大量のデータを迅速に処理できることが必須となります。二次元検出器とcos a 法を組み合わせた装置によりニーズにお応えします。センサー部がコンパクト(長さ311mm × 高さ154mm × 幅124mm)ですので、立体的で入り組んだ構造体で

あっても十分な測定ができ、現地での計測も可能です。また、各種鉄鋼材料はもちろんのこと、アルミ、銅製品の残留応力の測定も可能です。

#### 残留応力の測定精度

図1に、4点曲げ試験による本装置の精度検証結果の一例を示しますが、試験片裏側に貼り付けた歪ゲージの測定値とほぼ同じ値になっており良好な結果となっています。また、精度低下の主要因の一つである結晶粒の粗さに起因する誤差については、揺動装置を組み込むことにより粒の影響を低減する仕様としました。

#### 適用例

スタンドアームを使うことにより、 任意の向きで残留応力測定を行うこ とが可能です。**写真1**はプラント設備 の溶接部の測定例、**写真2**は自動車部 品の測定例です。設計、施工、部品 加工時の評価はもちろんのこと、損 傷解析と組み合わせた評価も可能で す。今まで諦めていた測定、新たな ニーズなどがありましたら、お気軽 にご相談ください。

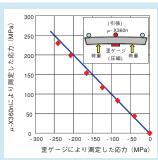


図1 4点曲げ試験結果(材質:S45C)



写真1 プラント設備溶接部の残留応力測定の様子



写真2 自動車部品の残留応力測定の様子

#### 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 川崎支所

TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528 宇都宮支所

TEL:028-613-1077 FAX:028-613-1078 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:06-6534-7631 FAX:06-6534-7639 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

## 【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:06-6534-7637 FAX:06-6534-7639

#### 【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:03-3510-3389 FAX:03-3510-3476 京 浜 TEL:044-322-6479 FAX:044-322-6520

## 詳しくは、当社ホームページで http://www.ife-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 (2014)

No.41 2014年10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 2014