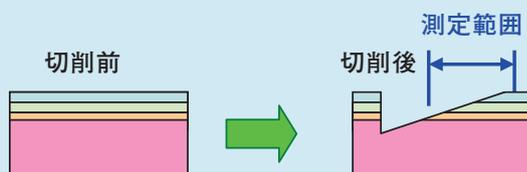




写真1 イメージングFT-IR
(パーキンエルマー製Spotlight400)



垂直断面に比べて微小角度の切削面は露出面積を拡大できるため、薄い層や界面の情報を得ることが可能です。

図1 斜め切削加工イメージ

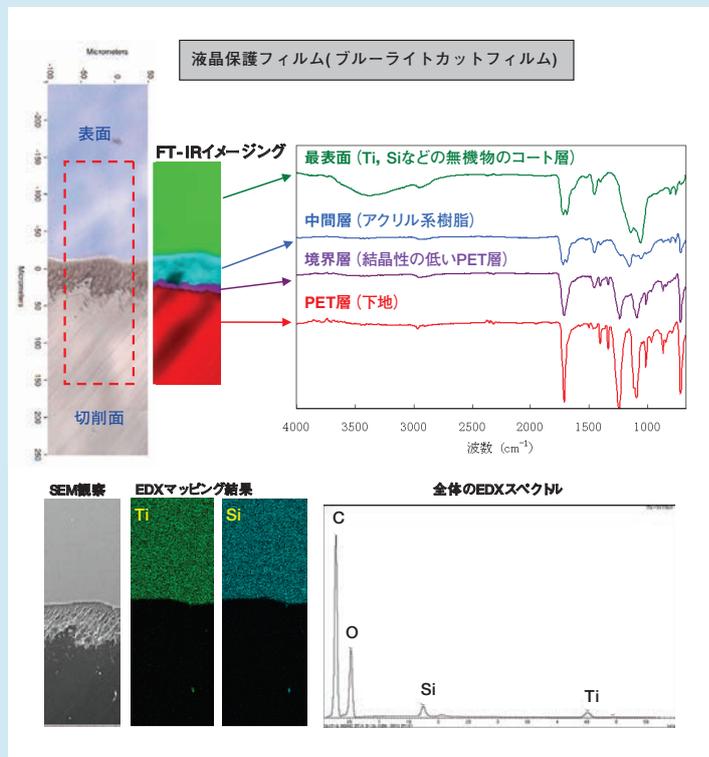


図2 液晶保護フィルムの分析

樹脂・複合材料評価センター (3)

イメージングFT-IRによる積層樹脂フィルムの分析

Observation and Analysis of Multilayer Resin Film by FT-IR Imaging System

イメージング FT-IR の特徴

当社では、より高度な有機分析ニーズへの対応を可能にするために、新たにイメージングFT-IR分光分析装置(パーキンエルマー社製Spotlight400、写真1)を導入いたしました。従来の顕微FT-IR分析法では、微小領域からピンポイントで有機物を採取し、赤外吸収スペクトル情報により有機物種を特定しておりましたが、新規に導入した装置では、分析面を検出器で高速スキャンし、赤外線領域の情報を2次元イメージとして取得する事ができます。これにより特定の有機物の面内での分布状態を可視化する事が可能となりました。

液晶保護フィルムの分析事例

ここでは、スマートフォンなどに代表される液晶パネルの保護フィルムを

分析した事例についてご紹介します。従来、保護フィルムは、PET樹脂の単層フィルムが一般的でしたが、最近では使用者の目を保護する目的で、ブルーライトカット処理層が形成されています。図2はブルーライトカット処理がなされた保護フィルムについて、イメージングFT-IR分析を実施した結果です。基材PET樹脂の上層には結晶性の低いPET樹脂の境界層(約0.8 μ m)、さらに上層にはアクリル系樹脂の中間層(約4.5 μ m)が確認されました。最表面はTi、SiO系の無機コーティング(約0.3 μ m)と推定されます。この測定においてはサンプルをダイヤモンド刃により斜め切削加工(切削角度:6°、原理は図1参照)しているため、各層の露出面積は実際よりも約10倍に拡大されています。そのため、FT-IRの分解能

では、測定が困難であった、樹脂の境界領域(1 μ m程度の薄い層)の情報を確認することが可能となりました。

当センターでは、このようなイメージングFT-IR単独での分析以外に、ラマン、SEM-EDX、XPS、SIMSなどを併用した総合的な分析調査にも対応致しますので、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(千葉) 樹脂・複合材料評価センター

山田 祥太

s-yamada@jfe-tec.co.jp

樹脂・複合材料評価センター(4)

～樹脂材料の高速圧縮試験～

ソリューション本部(千葉) 材料評価部
三浦 和哉
ka-miura@jfe-tec.co.jp

当社は、金属、樹脂といった種々の材料の高速変形試験を受託していますが、所定の形状の試験片を用いた試験だけでなく、部材や部品の形状のまま変形特性を評価する試験も実施しています。

樹脂材料は衝撃緩衝材として使用される場合が多く、それらの静的な変形から高速の衝撃圧縮変形試験を行うことによって、その衝撃吸収性能を評価することができます。

試験機は落重試験機を用いて変形速度は10m/sまで、投入エネルギーは20kJまでの圧縮試験が可能です。落錘によって部材が吸収するエネルギーの約3倍以上の運動エネルギー

を投入することにより、所定の変位まで一定速度で圧縮試験を行います。

試験様式によって落錘にロードセルを組み込む方式と試験体の下部にロードセルを設置する方式から試験方法を選択でき、変位は落錘位置を磁気変位計で検知することにより計測します。

通常の樹脂以外に発泡樹脂等も評価が可能で、自動車のバンパーやシート、ヘルメットやプロテクター、梱材、耐地震・津波用安全装置、あるいはスポーツの安全器具、に用いられる部材など衝撃を吸収する役割を持つ部材すべて

が本試験の対象となります。

発泡樹脂を10m/sの速度で圧縮した場合の例を図1に示します。試験体は各辺100mmの立方体で、圧縮変位60mmの所で落錘を停止させました。圧縮変位と部材に作用する荷重、吸収エネルギーの関係を得ることができます。

さらに、高速度カメラを併用することによって部材のあらゆる場所の詳細な変形挙動と変位も計測することができます。

是非お気軽にご相談ください。

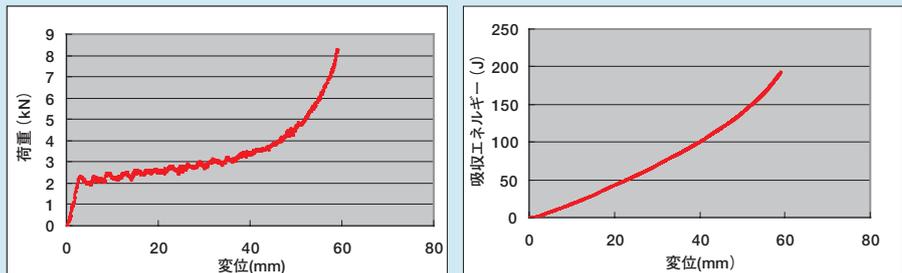


図1 発泡樹脂の高速圧縮試験例(10m/s)

Atomic Scale Observation of Particulate Exhaust Gas Catalysts of Gasoline-Powered Vehicles by Cs-corrected STEM

微細構造を明らかにする物理解析(15)

～収差補正型走査透過電子顕微鏡によるガソリン自動車の排気ガス触媒粒子の観察～

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

自動車排ガス触媒について

近年、自動車排出ガス規制が厳しくなっているため、排ガス浄化触媒の開発が急務となっています。ガソリン自動車の排気ガスには有害成分(CO、HC、NOx)が含まれるため、これらを除去する目的で白金(Pt)、パラジウム(Pd)、ロジウム(Rh)などの貴金属ナノ触媒が使

われています。

触媒の劣化原因となる粒子の肥大化や表面の化学状態変化の把握には、表面分析手法や電子顕微鏡による直接観察が有効なツールとなります。とくに、収差補正型走査透過電子顕微鏡(Cs補正STEM)とエネルギー分散型X線分光法(EDX)を用いると、nmスケールの直接観察・分析が可能です。

ガソリン車排ガス触媒のSTEM観察例

図1、図2に、排ガス触媒(Rh/CeO₂/Y₂O₃-ZrO₂)のSTEM像およびEDXスペクトルを示します。低倍率観察で確認できるのは、担体のZrO₂のみです(図1左)。数100万倍まで倍率を上げると、CeO₂(point1)

の表面に約1～2nmのRh粒子(point2)の存在が確認できます(図1右、図2)。また、黄色枠で示すように原子配列がみられることから、Rhが結晶性であることもわかります。

この他に、EDXマッピングにより元素解析や濃度分布を可視化する分析メニューもご提案できます。是非、お気軽にご相談下さい。

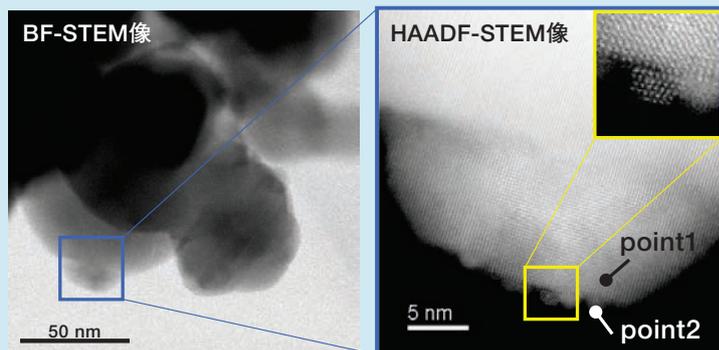


図1 ガソリン車排ガス触媒のBF-STEM像(左)、HAADF-STEM像(右)

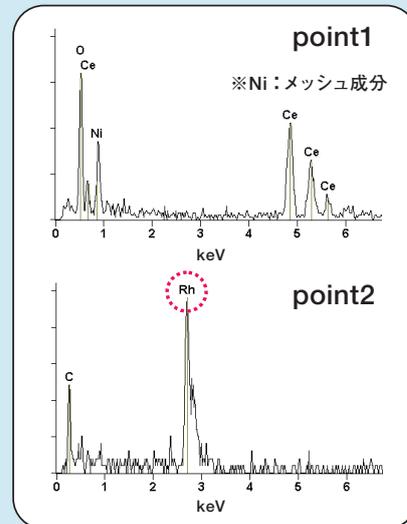


図2 各点におけるEDXスペクトル

● 試料: ガソリン車排ガス触媒(Rh/CeO₂/Y₂O₃-ZrO₂)
試料ご提供: 名古屋工業大学 羽田政明准教授

微細構造を明らかにする物理解析(16)

～ STEMを使った磁性多層膜の高分解能観察～

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

はじめに

硬磁性相と軟磁性相を有するコンポジット磁石は、単相の磁石より高磁化・高保磁力を有する高性能磁石として知られています。これらはナノコンポジット磁石と呼ばれており、高い磁力を発現させるには、各磁性相の積層構造をナノスケールで制御することが必要であり、それを行うためには、磁性多層膜を高分解能で観察することが重要です。

観察事例

図1に、高性能永久磁石として注目されている $\text{Sm}_{1.9}\text{Co}_5$ を用いた異方性ナノコンポジット磁石の断面TEM像と相界面のSTEM-HAADF像を示します。磁石をFIBマイクロサンプリング法により薄片化して、収差補正型走査透過

電子顕微鏡(Cs補正STEM)により観察した事例で、 $\text{Sm}_{1.9}\text{Co}_5$ (硬磁性相)と αFe (軟磁性相)が10数nm厚さで交互に積層されている様子が明瞭に観察できます。

図2は、試料の熱処理前後で観察した結果です。エネルギー分散型X線分光法(EDX)によるナノスケールのマッピングにより、 $\text{Sm}_{1.9}\text{Co}_5$ 相から αFe 相に向けてCoが拡散している様子が確認できます。

当社では、微細構造解析のための高度な試料調整技術と観察技術を保有しており、ナノスケールでの物質構造の観察と分析

を行うことが可能です。ご興味があれば遠慮なくご相談ください。

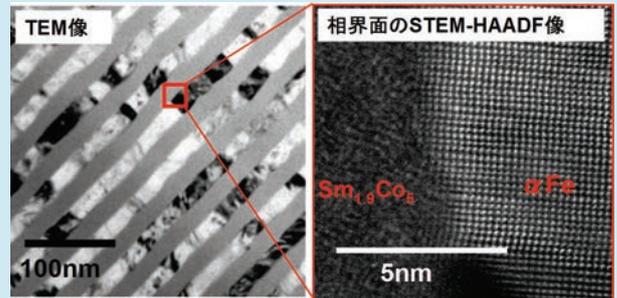


図1 $\text{Sm}_{1.9}\text{Co}_5/\alpha\text{Fe}$ の積層構造および相界面のSTEM-HAADF像(熱処理前)

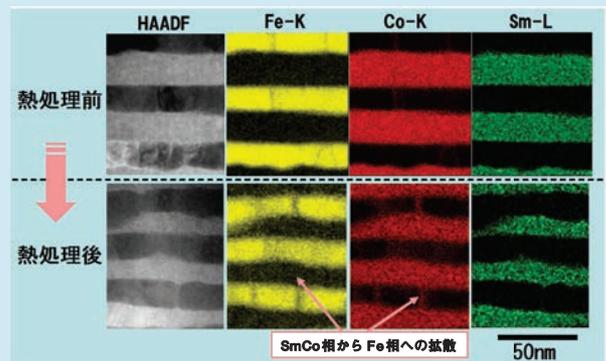


図2 熱処理前後のSTEM-EDXマッピング

Detection of Oil Spill Existing on the Water Surface Using Fluorescence Imaging

微量物質の高感度計測・観察技術(4)

～ 蛍光画像を利用した水面上浮遊油の検出～

計測技術本部 光波センシング部
近藤 孝司
k-kondo@jfe-tec.co.jp

油や有害物質などが海洋や河川に流出する水質汚染事故が近年多発しています。油は拡散しやすく、広い範囲に亘って広がることから、環境に大きな影響を及ぼします。早期に発見し、迅速、適切に対処することが環境汚染被害を最小限に抑える上で重要です。流出油の検出は通常目視で行われますが、見通しの悪い夜間や悪天候の場合には早期検出が難しくなります。このため、レーダや分光スペクトル測定を用いたりリモートセンシング方式、油と水の微小温度差を検出する赤外線方式、誘電率差を利用する方式、光学的反射特性の違いを検出する反射率測定や偏光解析方式、また、ヘリコプター搭載型蛍光ライダー方式など多くの検出方法が開発され、市販されている装置も存在します。しか

し、これらの方法は面での検出ができなため時間がかかることや、検出感が悪いことなどが問題となっていました。

当社では、これまでに残留微量物質の検出、鋼板上の防錆油塗布量、被膜付着量測定などに蛍光画像検出手法を適用してきた実績があり、その技術を活用して、流出した油や有害物質を検出する装置を開発しました。油は多くの場合、紫外波長の励起光を照射すると可視波長領域で微弱な蛍光を発することから、この蛍光を画像センサで検出することにより浮遊油を面で観測、検出することが可能となります。タンカー座礁による大量の重油流出ではなく、微量な浮遊油を検出する場合には発光する蛍光強度が微弱であることから、蛍光効率を高めるためには紫外線レーザーや高輝度紫外LEDが有効と

なります。そこで当社では安全性、操作性、可搬性、価格などを考慮して、近年性能面で急速に進歩している紫外波長LEDを利用した可搬式の油検出装置としました(写真参照)。さらに微弱な蛍光画像を鮮明化するために、光源の点滅画像信号を差分処理することによりS/Nの向上も実現しています。

常時観測用据置式装置や特注用途への改造も可能ですので、遠慮なくご相談下さい。



写真 漏洩油のポータブル検出装置

耐候性評価センター (1)

～有機物の紫外線による劣化試験～

ソリューション本部(千葉) 腐食防食部
藤林 亘江
n-fujibayashi@jfe-tec.co.jp

太陽光に曝されるあらゆる有機物は、紫外線により強度や延性の低下、変色など、性能が劣化します。当社では、4種類の促進耐候性装置と大気暴露により紫外線劣化試験を行っております。促進試験は屋外暴露に比べ数倍から100倍の促進倍率で劣化評価を行なうことができ、樹脂材料の選定や製品の寿命予測のために試験のご依頼をいただいております。

サンシャイン(オープンフレーム)カーボンアーク灯式は380nm付近にピークを持つ紫外線を照射する試験で、日本で長い試験実績があり豊富なデータが蓄積されています。

キセノンアーク灯式は、光の分光分布が太陽光と最も似ているため、近年多

くの分野で試験の規格化が行われております。紫外線照度は30～200W/m²の範囲で変更することができます。

紫外線蛍光灯には、313nm、340nm、351nm周辺にピークを持つ3種類のランプがあり、目的に応じて選択することができます。

メタルハライドランプは、非常に強い紫外線照度を有しているため、屋外暴露1年間の紫外線量を数日で照射することが可能です。

図1に硬質塩化ビニル板を用いて、各種促進試験及び屋外暴露試験を行った際の光沢度の低下及び耐衝撃性の低下を比較して示します。光沢度は屋外暴露に比べて約10倍～100倍の促進倍率で低下します。耐衝撃性は促進試験方

法によって劣化現象が異なり、サンシャインカーボンとキセノンでは屋外暴露と同様に延性破壊から脆性破壊への変化が観察されておりますが、メタルハライドでは屋外暴露を模擬しない結果となっています。

図2にナイロン板の衝撃試験結果を示します。ナイロン板の場合は、どの促進試験でも約10～50倍の促進倍率で屋外暴露と同様の現象が観察されています。

このように、促進試験と大気暴露試験の結果を比較しながら樹脂種に応じて試験方法を選択する必要があります。当社では、種々の樹脂について、促進耐候性試験および大気暴露のデータを保持しておりますので、お気軽にご相談下さい。

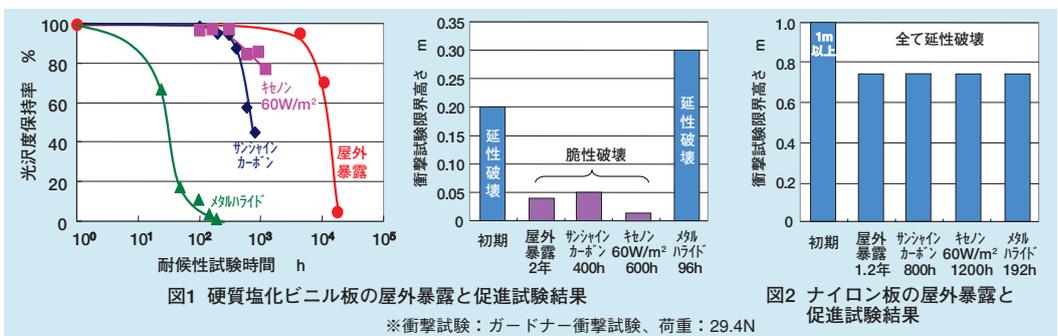


図1 硬質塩化ビニル板の屋外暴露と促進試験結果

図2 ナイロン板の屋外暴露と促進試験結果

※衝撃試験：ガードナー衝撃試験、荷重：29.4N

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:052-561-8650

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.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