

写真1 立命館大学SRセンター様の加速器とビームライン10

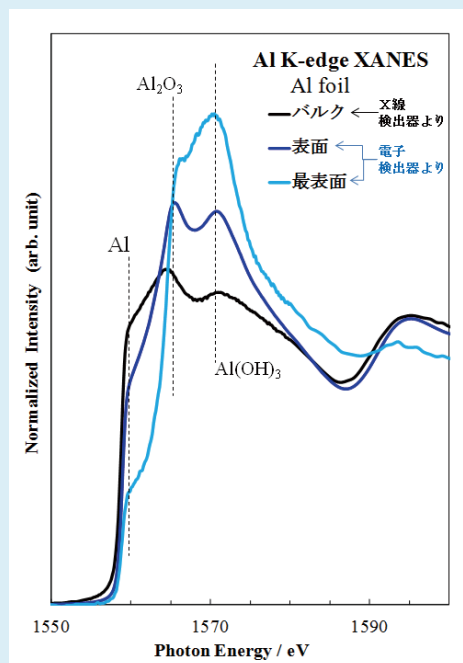


図1 アルミニウム箔のAl K端XAFSスペクトル

リチウムイオン二次電池の分析・評価技術 (4)

放射光利用による電池材料の分析

Analysis of Battery Materials by Application of Synchrotron Radiation

リチウム (Li) イオン二次電池は車載用、携帯機器用など幅広い用途で利用されており、それぞれの目的にあった性能向上のための研究開発が行われています。

当社は、これまで電子顕微鏡分析法や光電子分光法、化学分析法などを行う電池材料の構造解析を受託してきましたが、今回新たに放射光を用いたX線吸収微細構造 (XAFS : X-ray Absorption Fine Structure) 分析の受託体制を整えました。高輝度の放射光を用いることにより、Liを含む軽元素から遷移元素、希土類元素までの詳細な構造解析が可能になります。また、充放電しながら (In-situ) の測定も可能であり、目的に応じた測定をご提案いたします。

写真1は、立命館大学SRセンター様

所有の放射光施設に設置された低エネルギーX線ビームラインです。図1は、同ビームラインを用いて測定したアルミニウム (Al) 箔表面の分析例です。1回の測定において光電子分光検出器、蛍光X線検出器などの複数の検出器を用いることにより、数十nm以内の極表面から内部までの深さ方向の解析が可能です。この分析結果では、Al箔の最表面がAl(OH)₃となっていることが確認できます。

このように、XAFS測定から得られる情報量は非常に多く複雑ですが、当社の経験を生かした分析技術により、電池材料の活物質の状態変化、特に正極材中遷移元素 (ニッケル、コバルト、マンガン等) の価数変化や、負極表面に形成されるSEI (Solid Electrolyte

Interphase) 等を詳細に分析することができます。

さらに当社では、リチウムイオン電池の試作から評価・解析まで一環体制で対応しております。放射光でのIn-situ測定用の特殊電池の試作なども含め、お客様のご要望に迅速に対応いたしますので、ご興味があればお気軽にご連絡下さい。

お問い合わせ先:

機能材料ソリューション本部 電池・材料解析評価センター

小川 雅裕

m-ogawa@jfe-tec.co.jp

微細構造を明らかにする 物理解析(17)

～高分解能FE-EPMAを用いた
Snめっき材の相解析～
機能材料ソリューション本部 ナノ材料評価センター
井本 浩史
h-imoto@jfe-tec.co.jp

はじめに

近年、自動車の電子化が進み、車載用電子部品数は多くなっています。特にエンジンルームなどの高温環境下で使用される配線やコネクタは、屋内とは異なり厳しい環境においても材料特性が変化しないことを要求されます。高温下で金属の拡散による合金化が発生した場合、その合金の成分によっては、材料特性が変化するため、合金相の特定やその分布を調べるのが重要です。今回、配線に使用されるフラットケーブル(銅(Cu) /すず(Sn)めっき処理)を、電界放出型電子線マイクロアナライザー(FE-EPMA)を用いて解析した事例をご紹介します。

FE-EPMAによるSnめっき材の相解析

FE-EPMAは高空間分解能・高エネルギー分解能を生かし、元素分布測定に利用されます。厚さ1 μ m以下のSnめっき部位でも各元素分布を確認することができます(図1)。

当社では、マッピングより得られたSnとCuの全強度データから作成した相関図(図2)において、CITZAF*で計算される相関点とその範囲を決定することにより、それぞれの相を精密に同定することができます。相解析マップ(図3)から、Cu₃Sn相、Cu₆Sn₅相はそれぞれ数100nmの厚さで生成し、特にCu₃Sn相は、一部表面まで到達しています。さらに金属Snがわずかに存在していることもわかりました。この様にマッピングと理論強度で、通常の定量点分析で

は困難な相の同定とその分布を同時に評価することができます。

おわりに

当社では、ここに紹介した事例以外にも、鉄/アルミの接合界面、合金化溶融亜鉛めっき、ニッケルめっき/Snはんだ界面の金属間化合物など様々な相分離型合金の相解析に対応いたしますので、お気軽にご相談ください。

*CITZAFとは、各種合金組成における各元素の理論強度を求めるZAF定量法の一つ。

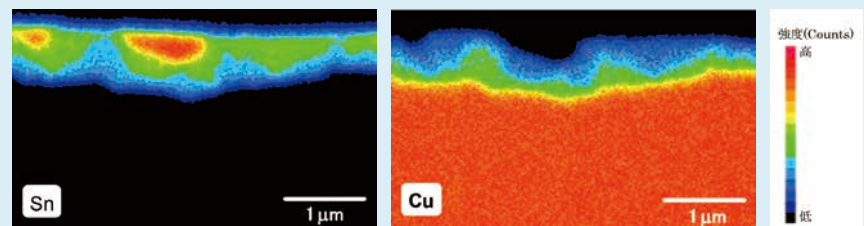


図1 Snめっき材のEPMA 元素マッピング

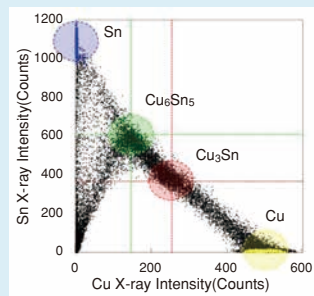


図2 SnとCuの強度相関図

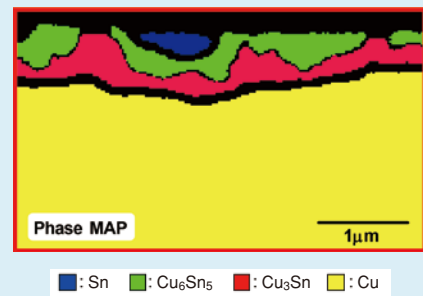


図3 強度マッピングと理論強度より得られた相解析マップ

Element Impurities Analysis of Pharmaceutical Products

医薬品中元素不純物分析 (ICH Q3D対応)

分析ソリューション本部 分析部
北野 和男
k-kitano@jfe-tec.co.jp

医薬品中の元素不純物には、原薬を合成するために意図的に用いられた触媒の残留物や不可避免的に混入する有害元素等があり、医薬品の安全性を確認するために、これらの含有量を許容限度値内に管理する必要があります。平成27年9月30日には「元素不純物ガイドラインQ3D: ICH 合意ガイドライン(薬食審査発0930第4号)」が発行され、平成29年4月1日以降に承認申請される新医薬品についてはガイドラインに基づき製剤中の対象元素不純物に十分なリスクアセスメントを行うように定められました。

当社ではこのようなニーズの拡大に対

応するため、金属・半導体・有機材料など様々な分野の多様な分析で培った極微量元素分析技術を結集し、汚染の少ない最適な試料前処理で溶液化した製品、原薬、中間体等の様々な試料を高感度型ICP質量分析装置(写真)で分析するシステムを構築いたしました。PDE値(1日許容暴露量)との比較評価に十分な μ g、ngレベルの分析値のご提供が可能です。

また医薬品の試験検査においては、厳格な品質管理システムが求められ、その内容は「医薬品及び医薬部外品の製造管理及び品質管理の基準に関する省令」(GMP省令)に定められています。当社ではGMP省令に基づいた試験検査の品質管理システムを整え、コンピューターシステム(LIMS)に

より品質管理を行うなど、他の受託分析機関には無い厳格な施設環境を整えています。

元素不純物のリスクアセスメントに先立って、元素不純物含有の有無をppmレベルまで定性的に評価する分析も承りますので、お気軽にご相談ください。



写真 クリーンルーム内に設置したICP質量分析装置

医薬品中の不純物や分解生成物の構造解析

～分取型液体クロマトグラフ質量分析(分取LC/MS)-
オンライン固相抽出(SPE)システム～

分析ソリューション本部 先端有機分析部
大室 喜久子
oomuro@jfe-tec.co.jp

はじめに

医薬品の承認申請では、不純物や分解生成物など0.1%以上で存在する化合物の構造解析が必要であり、様々な分析法を用いて得られたデータを総合的に解析することで構造推定を行います。この構造推定においては、対象となる化合物を単離濃縮して核磁気共鳴(NMR)法で解析する技術がもっとも有効な手法ですが、化合物の単離濃縮に手間と時間を要する上、濃縮中に成分が分解して構造が変化したり、濃縮率が低いことによる測定感度の不足など、様々な課題がありました。

分取LC/MS-オンラインSPE(固相抽出)の特長

当社では、これらの課題を解決する

ため、分取型LCにSPEをオンラインで組み込んだ分取LC/MS-SPEシステムを実用化しました(写真1)。このシステムを用いることにより、LCで分取した画分をバルブ切り替えによりSPEに導入して微量な化合物を単離濃縮することができます。このため、簡便に短時間で処理することができ、処理中の化合物分解の抑制や、濃縮率改善による測定感度の向上が可能となりました。

図1に、ジクロフェナク(鎮痛消炎剤)中0.1%含有する不純物Cを当該システムで単離濃縮しNMR解析した事例を示します。単離濃縮に要した時間は約3時間と短く、構造解析に必須である二次元HMBCスペクトル(¹H-detected Multi-Bond heteronuclear multiple quantum Coherence spectrum)を得ることができました。

おわりに

当社は、本年4月より医薬品分析事業に本格参入いたしました。ここに紹介した微量化合物の構造解析をはじめ、微量元素分析、純度分析など様々

な調査・分析サービスを実用化し、お客様にご提供していきます。お気軽にご相談ください。



写真1 分取LC/MS-オンラインSPEシステム

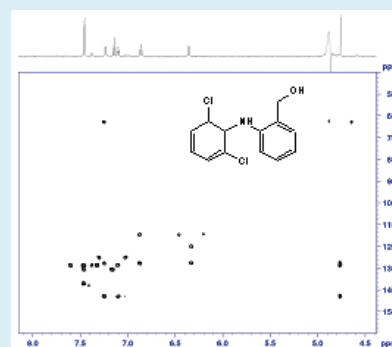


図1 ジクロフェナク中0.1%含有不純物CのHMBCスペクトル

Evaluation of Catalyst Performance for Production and Utilization Technology of Hydrogen Energy

触媒性能評価試験

～水素製造・利用のための触媒評価試験～
計測・プロセスソリューション本部 設備・プロセス技術部

吉永 陽一
y-yoshinaga@jfe-tec.co.jp

はじめに

触媒は特定の化学反応の反応速度を速める機能を持った物質です。エネルギー・鉄鋼・化学・自動車分野を始め、多くの産業分野で活用されています。

近年、水素エネルギー社会の実現を目指した、水素の製造・利用のための研究開発、実証試験の取り組みが活発に行なわれています。

水素は化石燃料やバイオマスなど多様なエネルギーや資源から製造されます。

そのため、水素製造・利用に必要なガス改質反応プロセス(水素化・脱水素化)の有効性を検証するには、そのプロセスにおける触媒の反応特性評価が不可欠です。

触媒特性評価試験の概要

当社は、鉄鋼プロセスで発生する、各種の副生ガスの精製や改質に関する触媒特性評価試験を数多く行なっています。

これらの経験をもとに、高温プロセス反応試験に用いられる管状加熱反応炉を基本構成としたガス流通式触媒反応試験装置(写真1)を構築いたしました。この装置を活用して、水素製造・利用技術開発のための触媒特性評価試験を実施しています。

表1に試験装置の特長を示します。表2に実施例を示します。

メタンやアンモニアなどの水素キャリアを用いた各種反応条件下での触媒の改質・変換特性、劣化挙動、副生成物分析などの触媒特性評価試験が可能です。

おわりに

当社では、水素製造・利用のための触媒反応試験の他に、ガス改質・精製・浄化反応試験や化学製品の合成反応試験などの触媒反応試験の実績があります。

また、お客様の目的に合わせた試験装置の設計・製作も行ないますので、ぜひお気軽にお問い合わせください。



写真1 ガス流通式触媒反応試験装置

表1 触媒反応試験装置の特長

特長	
各種ガスの触媒反応試験が可能	H ₂ 、CH ₄ 、NH ₃ 、O ₂ 、CO ₂ 、CO、NO _x 、SO _x 、など
幅広い試験条件に対応可能	触媒量 1～5cc ガス流量 ～10L/分 温度 室温～1500℃ 圧力 0.1～0.99MPa
長時間の評価試験に対応可能	ガス自動分析、温度・圧力等の安全監視機能

表2 触媒性能評価試験の事例

分野	個別試験例
触媒性能評価試験	ガス精製・改質試験(水素化、脱水素化、ガス化)
	被毒・劣化試験
	化学合成試験(CNT、化学品)
	燃焼ガス浄化(脱硫・脱硝、脱臭)
	前処理・焼成試験

見にくい画像をリアルタイムで鮮明化する装置

計測・プロセスソリューション本部 画像検査機器部
奥野 眞
ma-okuno@jfe-tec.co.jp

はじめに

近年、高解像度カメラが普及し、従来に比べ格段に高画質の静止画、動画が得られるようになりました。しかし、夜間や悪天候下（雨、霧、もやなど）、あるいは逆光下などの状況では、解像度が高くなっても鮮明な画像を得ることはできません。このような画像を画像処理によって見やすくするソフトウェアや機器が市販されていますが、(1)画像処理の副作用により、画像内にノイズが現れ画質が低下する、(2)演算処理に時間がかかるため、動画に適用すると時間遅れが発生する、などの問題が生ずる場合があります。当社では、これらの問題を解決するリアルタイム画像高鮮明化装置を商品化しました(写真1)。

特徴

本装置は、入力された画像を高速で鮮明化して出力するユニットであり、

入出力端子はHDMIおよび3G-SDIに対応しています。本装置の特徴は、(1)ノイズの発生を抑止した鮮明な画像を出力することが可能、(2)高速演算処理により、入出力画像間に時間遅れを生じない、(3)様々な画像シーンに対して、処理パラメータを調整することなく鮮明化することが可能、(4)小型で可搬式の装置である、などです。

画像鮮明化例

逆光下の画像を本装置で鮮明化した例を写真2に示します。鮮明化処理によって、原画像では見えなかった樹木や人物が視認できるようになっていることがわかります。

おわりに

本装置は、道路、鉄道、空港、港湾、工場内などの監視カメラ画像、ある

いは録画・再生した画像の鮮明化に適用できます。また、コントラストの低い画像を鮮明化して見やすくすることが可能ですので、物質の微細な表面性状の観測や非破壊検査の用途にも有効です。不鮮明な静止画、動画の鮮明化にご関心をお持ちの方は、是非当社までお問い合わせください。



写真1 画像高鮮明化装置の外観



写真2 鮮明化処理例(逆光画像)

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:044-322-6200 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

九州支所

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

【名古屋営業所】

TEL:052-561-8630 FAX:052-561-8650

【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

【機能材料ソリューション本部】

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

【構造材料ソリューション本部】

TEL:044-322-6626 FAX:044-322-6528

【分析ソリューション本部】

TEL:043-262-4815 FAX:043-262-2199

【計測・プロセスソリューション本部】

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

【知多ソリューション本部】

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

【西日本ソリューション本部】

倉敷 TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618

福山 TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989

【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

JFE-TEC News <2016>

No.47

2016年4月発行

発行人/山上 伸夫

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