JFE-TEC News
JFEテクノリサーチ株式会社
April 2019
No.59
小特集：ナノ解析

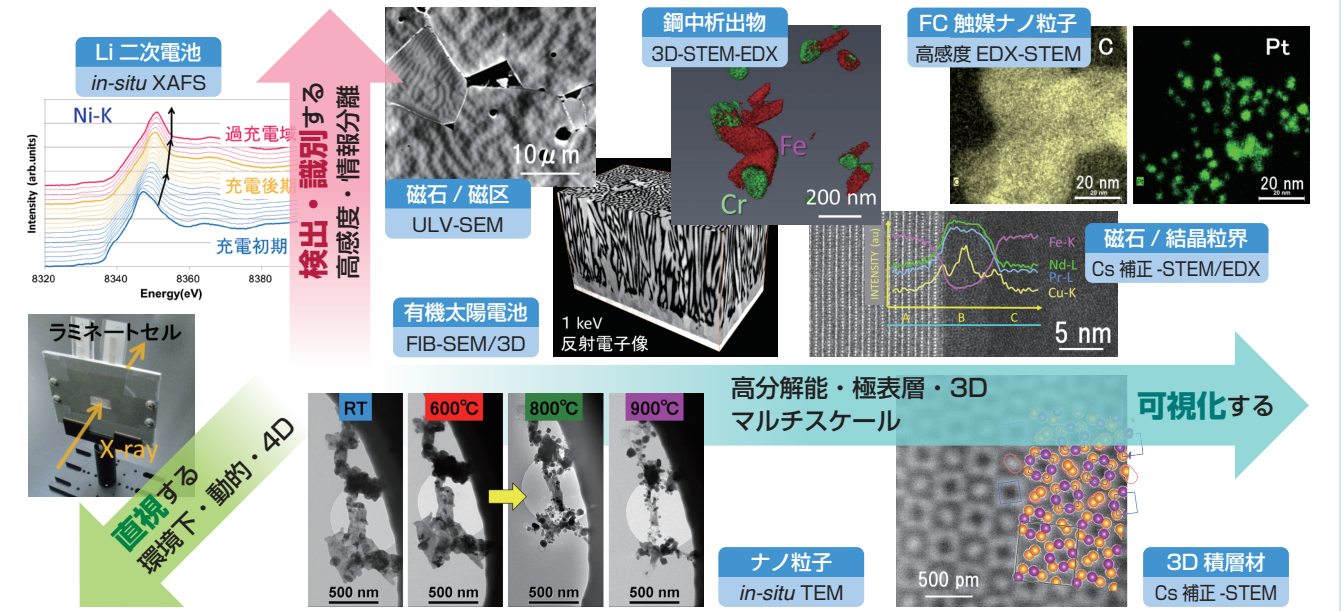


図1　当社が取り組む、高機能材料の研究開発に資する物理解析技術

小特集 ナノ解析

高機能材料開発のためのナノ解析技術（1）

持続可能社会の実現に貢献するナノ解析技術

Advanced Nano-scale Characterization for Functional Materials Realizing a Sustainable Society

▶なぜいまこれが？

私たちの子孫に幸福をもたらす持続可能な社会を実現するためには、自動車の電動化や軽量化をはじめとする、地球環境負荷低減技術の開発が不可欠です。このような研究開発における大きなポイントは、材料やその複合体の高機能化です。自動車を例にとると、軽量で高強度を有する各種構造素材や最小限の希少資源で高性能を有する電池、磁石、あるいは触媒などです。これらは、研究開発の多くの過程で機能の発現機構および制御因子を、時には原子レベルまで踏み込んで理解することが必要となっています。本小特集では、高機能材料の開発・制御に資するために当社が取り組んでいる物理解析技術の一端を紹介します。

▶これがポイント！

当社が取り組んでいるナノ解析技術の方向性を**図1**に示します。一つの軸は目視から原子レベルにシームレスに続くマルチスケールの解析です。高機能材料は複雑な多次元構造を有していることが多いため、中性子・放射光から電子顕微鏡までを用いた評価に加えて、特性をダイレクトに把握するための三次元構造解析、計算科学と連携した特性予測を目指しています。

もう一つの軸は、高空間分解能を有するCs補正STEMや極低加速SEMの技術をベースとした、高感度化・情報分離強化です。高感度EDX分析-STEMにより、元素情報に基づくナノ粒子の統計的解析を実現しました。極低加速SEMの検出信号を選択することで、表面形状、物質情報に加えて磁区情報の分離可視化を可能にしました。また低エネルギー対応EDXにより極表層あるいは極微小部のイメージングと元素分析の両立が実現できました。

材料を実環境下で観察、分析できる手法の開発にも取り組んでいます。高温・低温環境下あるいは電池などの作動環境下で構造や状態を可視化できる技術の構築を、電子顕微鏡、X線、放射光などを用いて進めています。

私たちの取り組みに対する皆さまのご意見やニーズをお聞かせいただければ幸いです。難しいご要求に応えるべくチャレンジしてまいります。

▶お問い合せ先

機能材料ソリューション本部　ナノ解析センター
名越 正泰
m-nagoshi@jfe-tec.co.jp

小特集 ナノ解析 3-dimensional Elemental Imaging with Nano-scale (STEM-EDX Nano-scale Tomography)

高機能材料開発のためのナノ解析技術(2)

～ナノスケールの三次元元素イメージング（STEM-EDXナノトモグラフィー）～

▶なぜいまこれが？

ナノメートルスケールを制御する高機能材料では、機能発現や劣化機構を解明し、材料設計指針を獲得するため、構成物質毎の分布を三次元構造にまで踏み込んで評価することが必要です。自動車排ガス浄化触媒では、数ナノメートル程度の貴金属微粒子の構造を制御することで、触媒性能の向上が図られています。触媒活性の発現を考えてみると、触媒粒子が表面に存在することが重要なことがわかりますが、そのことを直接的に確認することは困難でした。空間位置をナノレベルで把握できる評価技術が望まれています。当社が採用したFEI社製TalosF200Xはこの目的に合致する電子顕微鏡であり[1)]、ナノ材料の三次元構造を解析できる新しいツールとなりました。

▶これがポイント！

高感度STEM-EDXを用いて初めて可能になった、Pd/CZ（CeO_2-ZrO_2）触媒の3Dイメージを**図1**に示します。従来のTEM像からの3D解析では、母相のコントラストに、微細構造が埋もれてしまうため、貴金属触媒粒子の分布を認識することはできませんでした。また、従来のEDXは感度が低く、三次元構築のための多くの画像を得ることもできませんでした。

ここでは、酸化物担体の3D化には構造観察が容易なSTEM像またはEDXマッピングを用い、数ナノメートル程度の微粒子の空間分布のためには高感度EDXマッピングを用いて、3D化をおこないました。まず、視野角を変えた多数のSTEM二次元画像とEDXマッピング二次元画像を撮影します（a）。PC上で、これら画像データから三次元構造を構築します（b）。さらに、自由な方向からの観察、特定断面での観察（c）はもとより、この結果から、サイズや位置に関するパラメータによる、構造を数値化することが可能になります。弊社はナノ材料の開発・研究のために必要な新しい解析方法を提案します。ぜひ、お問い合わせください。

1）池本祥他、第122回触媒討論会P012（2018）.

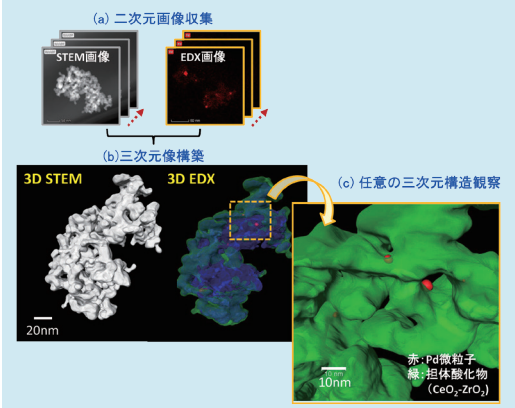


図1　STEM-EDXナノトモグラフィーにより観察した自動車排ガス浄化触媒（Pd/CeO_2-ZrO_2）のナノスケールの三次元構造

▶お問い合せ先
機能材料ソリューション本部　ナノ解析センター
橋本 哲、澁谷 一成
s-hashimoto@jfe-tec.co.jp

小特集 ナノ解析 FIB-SEM Tomography for Sub-micrometer 3D Reconstruction

高機能材料開発のためのナノ解析技術(3)

～サブミクロンスケールの三次元構造解析（FIB-SEMトモグラフィ法）～

▶なぜいまこれが？

集束イオンビーム（FIB）と走査電子顕微鏡（SEM）を組合せたFIB-SEMトモグラフィ法は、高機能材料の数マイクロメートルから数10ナノメートルの三次元構造を可視化する手法です。本手法は、ミリからマイクロメートルまでのX線CT法と、ナノレベルでの透過電子顕微鏡（TEM）トモグラフィ法の間を担う重要なツールとなっています。本手法が成功するかどうかは、可視化すべき材料の構成要素をSEM像のコントラストでいかに識別できるか、にかかっています。従来技術ではこの物質識別能が不十分なことで、年々増加する高機能材料の三次元構造可視化の要求に応えられないケースが多々ありました。

▶これがポイント！

当社では、極低加速電圧SEM（ULV-SEM）観察技術により様々な物質を高い空間分解能で識別する技術を確立してきました（Topicsご参照）。今回、最先端のULV-SEM機能と高性能FIBを兼ね備えた装置を導入することで、複雑な微細構造を有しSEM像のコントラストが付きづらかった材料の三次元構造再構築を可能にしました。

セルロースナノファイバー（以下、CNF）とバインダーの混合物をシート状に成膜した複合材料の解析例を紹介します。CNFとバインダーはいずれも炭素を主とする材料であるため、SEM像では通常区別できませんが、特殊処理とSEM観察条件の最適化で、CNF部を明るいコントラストとして識別することに成功しました（**図1**）。CNF部は水平方向に伸びたドメイン構造を有していることがわかります。信号強度を多値化処理することで、CNF、バインダー、および空隙の三次元分布を明確にすることができ（**図2**）、数値解析により各構成要素の体積率等を求めることも可能です。

本技術を用いて、さまざまな材料の三次元構造可視化が可能になっています。ご興味のある方は是非お声かけください。

▶お問い合せ先
機能材料ソリューション本部　ナノ解析センター
池本 祥、有田 竜馬
ikemoto@jfe-tec.co.jp

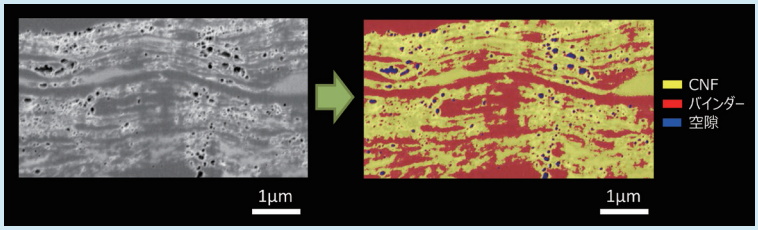


図1　FIB加工面のULV-SEM像（左）と多値化による構成要素の分類（右）

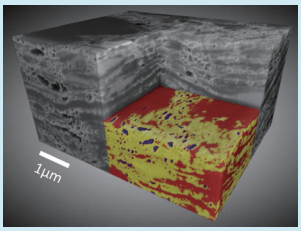


図2 一部をセグメント化した三次元再構築像

高機能材料開発のためのナノ解析技術(4)

～極表層・ナノ領域の元素イメージング（極低加速SEM-EDX）～

▶なぜいまこれが？

高機能材料表面における微細構造の観察および物質や状態の識別を目指して、当社は極低加速電圧走査電子顕微鏡（ULV-SEM）を駆使した表面可視化技術を開発してきました（Topicsを参照）。一方、SEMとエネルギー分散型X線分光器（EDX）を組合せた元素分析は、加速電圧を高めに設定する必要があり、ULV-SEMの高分解能イメージに対応した元素分析をおこなうことが困難でした。高機能材料における表面処理技術やナノ物質利用技術が急激に進歩している今、ULV-SEMの像に直接対応した、数～数10ナノメートルのサイズ・厚みの物質の元素分析ニーズが急増しています。

▶これがポイント！

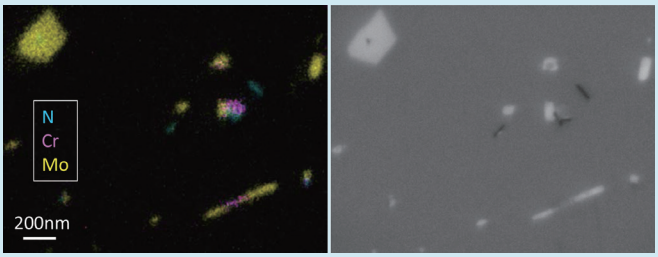
ULV-SEMの観察条件で元素分析をおこなうことができる高感度新型ウィンドウレスEDXをオックスフォード・インストゥルメンツ社と連携して日本で初めて導入しました。極低加速条件でSEM像観察と同時に元素分析をおこなうことで、極表面の微細構造に対応した元素分布を可視化することを実現しました。Cr-Mo鋼中の微細な析出物を、加速電圧 1.5 kVで観察および分析した例を**図1**に示します。数ナノメートル以上の析出物の存在と複合状態を、反射電子像とほぼ同じ空間分解能で元素情報として捉えることに成功しました。SEM-EDXの高い自由度・広範囲の分析能力に、透過電子顕微鏡（TEM）に迫る高空間分解能での分析力が加わりました。ナノ物質やナノ構造を利用した高機能材料の評価に最適です。

この検出器は、低エネルギーのX線に対して従来装置の約500倍という圧倒的に高い相対感度を有しています（Si L線の場合）。高機能材料で重要なBやNといった軽元素の分析にも適しています。

多方面で高評価をいただいているULV-SEM観察技術に加えて、お客様のソリューションを鑑みて本技術を提案していきます。ご興味のある方は是非ご連絡をお願いします。

▶お問い合せ先

機能材料ソリューション本部　ナノ解析センター
名越 正泰、中村 貴也
m-nagoshi@jfe-tec.co.jp



低エネルギー EDX元素分布像　　インレンズ反射電子像

図1　Cr-Mo鋼中の析出物の元素分布像(a)とインレンズ反射電子像(b)
加速電圧を1.5 kVとして同一条件で得られた

Evaluation of Absorption Efficiency by Theoretical Calculation

分子軌道法による表面の吸着性評価

～実験的な測定が難しい現象の理論計算による解析～

▶なぜいまこれが？

界面での化学反応がかかわる現象において、固体表面への分子の吸着性は反応の初期段階における重要なパラメータです。実際の系（自動車の排ガス触媒における触媒表面でのガス分子の反応、潤滑油添加剤の基材表面への被覆膜の生成等）での実験が困難なため、評価が非常に難しくなっています。

当社では、分子軌道法を用いた理論計算から、実験が困難な条件下での固体表面への分子の吸着性を評価し、表面で起こっている反応の解析、最適な分子構造の設計などのお手伝いをいたします。

▶これがポイント！

解析は、Gaussian®、QuantumEspresso®等のアプリケーションを用いた、分子軌道法もしくは第一原理バンド計算による理論計算から行います。まず、対象となる固体表面、吸着する分子に合わせて適切な計算モデルを作成します。計算モデル中のパラメータには実験値を用いないため、実験が難しい系であっても対応が可能です。

図1に計算モデルの概念図を示します。固体表面の構造と吸着分子の構造を適切に与え、両者間の距離を変えながら各点における全エネルギーを分子軌道法によって計算することで、**図2**に示すポテンシャルエネルギー曲線が得られます。ポテンシャルの深さΔEは分子の固体表面への吸着性の強さを、極小点の位置R_0は吸着した状態での分子と固体表面間の距離を示します。

分子内で固体表面に近接する場所を変えながら計算することによって、吸着する分子のどの部分が固体表面に配位しやすいのかがわかります。分子構造を変えて計算することで、目的に対して最適な分子を設計するための指針を得ることができます。

また、分子軌道法を用いた理論計算では、吸着後の表面での化学反応も扱うことができます。お気軽にご相談下さい。

▶お問い合せ先

計測・プロセスソリューション本部　データサイエンスセンター
北山 健
ta-kitayama@jfe-tec.co.jp

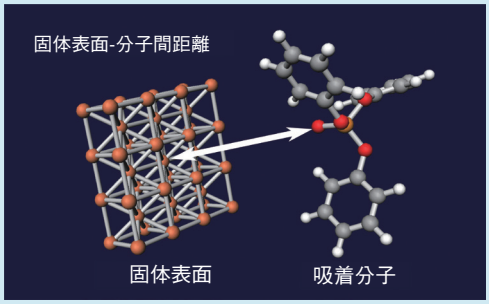


図1　計算モデル概念図

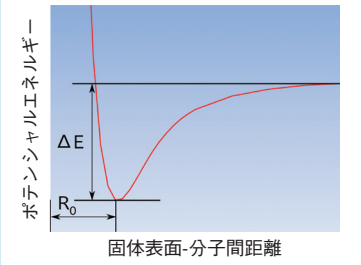


図2　ポテンシャルエネルギー曲線

Hot Forming Reproduction Test of Thin Steel Plate

薄鋼板の熱間加工再現試験

～ホットスタンプ再現試験技術の確立～

▶なぜいまこれが？

近年、次世代自動車開発において、燃費･安全性向上のため、車体の軽量化および高強度化が望まれており、車体材料への高強度薄鋼板の利用が増えています。これに伴い、超ハイテンなどの高強度薄鋼板を成形する技術としてホットスタンプ加工が国内でも着目されています。ホットスタンプ加工は、材料を加熱し軟化させ、高温状態の材料を加工するため、超ハイテンのような難加工性材料の加工に適した工法として研究が進められています。当社では薄鋼板の熱間加工を再現し、その時の特性を評価するため、熱処理履歴を自在に制御し、薄板試験片での熱間加工再現試験技術を確立しました(**図1**)。

▶これがポイント！

当社独自の熱処理技術により、約1mm ～ 3mmまでの厚さの薄鋼板試験片に対し、所望の熱処理をしながら、高温での熱間引張試験が可能です。加熱・冷却速度の精密制御に加え、加熱速度については最大400℃ /sの急速加熱も可能であり、高周波焼入れなどの再現にも利用できます。冷却速度については最大50℃ /sの能力を有しており、様々な熱処理パターンについて均一且つ高精度な再現が可能です(**図2**)。

また、新たに開発した高温対応の接触式伸び計により、熱間引張試験中の標点間距離も精度良く検出する事が可能で、数値解析などへの利用も可能です(**図3**)。

本装置はお客様の要望に合わせて様々なパターンの熱間加工再現試験を実施可能です。材料や試験条件など、まずはお気軽にお問い合わせ下さい。

▶お問い合せ先

西日本ソリューション本部　倉敷材料評価センター
鈴木 暉人
a-suzuki@jfe-tec.co.jp

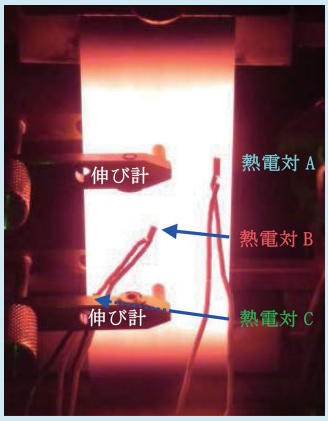


図1　薄鋼板の熱間引張試験

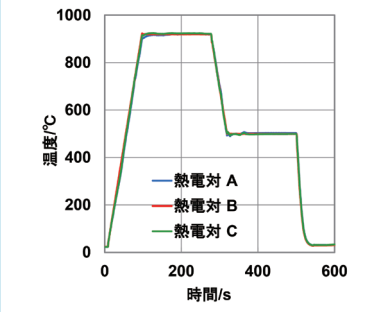


図2　温度履歴測定例

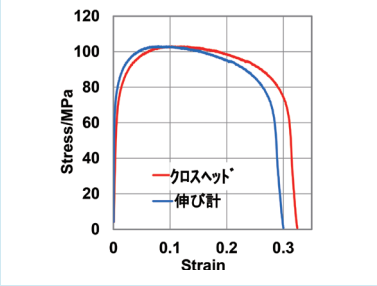


図3　引張試験データ例

Topics

学会誌表紙に当社ULV-SEMデータが採用

投稿論文[1]の図が金属学会誌「まてりあ」の表紙を飾りました。極低加速走査電子顕微鏡（ULV- SEM）を用いて、熱処理したCr-Mo鋼に存在する析出物を分類した結果です。SEMの観察条件と像コントラストとの関係を系統的に調べ、4種類の炭化物とAlNをSEM像コントラストだけで分離する条件を見出しました。耐熱特性や溶接部靱性など鋼の基本特性の理解につながる析出物の統計解析が実現します。これからも、様々な材料の構成物質をSEMのコントラストで瞬時に識別する技術開発を進めてまいります。

1) 中村貴也 他, まてりあ 58 (2019) ,p85

機能材料ソリューション本部　ナノ解析センター
名越 正泰

お問い合わせ先

【営業本部】
【営業総括部】　TEL:03-3510-3833　FAX:03-3510-3799
【営業企画部】　TEL:03-3510-3858　FAX:03-3510-3799
【東日本第1営業部】TEL:03-3510-3801　FAX:03-3510-3799
東北支所　TEL:022-211-8280　FAX:022-211-8281
宇都宮支所　TEL:028-613-1077　FAX:028-613-1078
【東日本第2営業部】TEL:03-3510-3801　FAX:03-3510-3799
川崎支所　TEL:044-322-6200　FAX:044-322-6529
【名古屋営業部】TEL:052-561-8630　FAX:052-561-8650
【大阪営業部】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:084-945-3134　FAX:084-945-3989
九州支所　TEL:092-263-1461　FAX:092-263-1462

詳しくは、当社ホームページで
https://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 〈2019〉
No.59
2019年4月発行
発行人／蛭田　敏樹
発行所／JFEテクノリサーチ株式会社 営業企画部
〒100-0004　東京都千代田区大手町2－7－1（JFE商事ビル7F）
0120-643-777

Copyright ©2019 JFE Techno-Research Corporation. All Rights Reserved.
本資料の無断複製・転載・WEBサイトへのアップロード等はおやめ下さい。