

写真1 複合酸化物触媒粒子のULV-SEM観察及びEDX分析

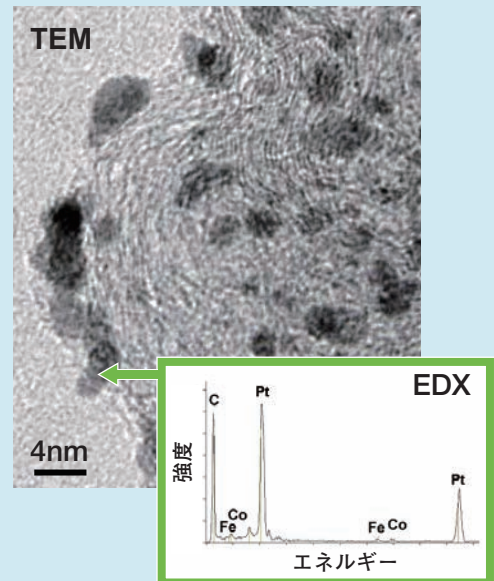


写真2 カーボン担体上のPt触媒微粒子のTEM観察

ナノ材料の解析・評価の新展開

近年、さまざまな産業分野で、ナノサイズの微粒子や薄膜等のナノ材料が利用され、バルクとは異なるナノサイズならではの特性・構造が新たな可能性を開きつつあります。そして、これらの特性・構造の解析は、今後ますます重要になってくると予想されます。当社は、この8月よりナノ材料評価センターを開設しました。確かな技術と豊かな経験でナノ材料を解析し、ナノ材料の開発・生産を強力にサポートします。

超微粒子の解析

写真1に、 $1\mu\text{m}$ の触媒微粒子の表面に分散した数10nmの超微粒子の構造・組成を、極低加速電圧走査電子顕微鏡(ULV-SEM: Ultra Low accelerating

Voltage Scanning Electron Microscope)で解析した実例を紹介합니다。形態観察のみならず、国内トップレベルのエネルギー分散型X線分光(EDX: Energy Dispersive X-Ray Spectrometry)分析技術で、数10nmの超微粒子の組成解析も可能となりました。また、写真2には、1~数nmのC担体上のPt触媒微粒子を透過電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)技術を駆使して解析した実例を示しています。

カーボンナノチューブの構造評価

近年注目されている新素材カーボンナノチューブやフラーレンなどの微細な炭素材料も、形状と分布の観察、分析を行うことができます。当社では、SEM観察やTEM観察による微細な構

造観察はもちろんのこと、ラマン分光等の手法により、状態分析も可能です。カーボンナノチューブの一本単位での観察・評価ができることが、当社の大きな特徴のひとつです。

各種の分析・評価に対応

この他にも当社では、化学分析による組成解析、粒度分布や熱物性をはじめとする物性評価、作業環境測定など、ナノ材料に関するさまざまな分析、評価に対応できます。ナノ材料の分析をお考えの際には、ぜひ、当センターへお問い合わせ下さい。

お問合せ先: 京浜分析・材料事業部 小島 徹
kojima@jfe-tec.co.jp

定量の極限を目指す化学分析(4)

～溶液中のイオン分析のためのクロマトグラフ法～
知多分析・材料事業部 井田 巖
i-ida@jfe-tec.co.jp

水溶液試料中に含まれるイオン成分を分離定量する手法としては、高速液体クロマトグラフ法が広く用いられます。なかでも、無機陰イオン、アルカリ金属イオン、有機酸、アミン類の測定には、目的成分の分離手段としてイオン交換体を用いる、イオンクロマトグラフ法 (Ion Chromatography、以下ICと略)が適しています。

原理と特徴

ICは、イオン交換体に対する測定イオンの親和力の差により試料溶液中の複数イオンを分離したのち、それぞれのイオンの量を検出器 (通常は電気伝導度検出器)で順次測定し、定性・定量する手法です。数mLの試料で、数分から数十分の間に測定が完了することから、環境分析をはじめとして多くの公定法に採用されています。適用濃度は通常0.1～10ppm程度、濃縮機能を付加すれば、0.1ppbレベルの微量分析も可能となります。

分析例

試料が気体や固体であっても、分析目的成分を分離回収し水溶液とすることで、ICを適用可能な場合があります (表参照)。

例えば燃焼分解-溶液吸収法は、各種材料、廃棄物固形化燃料の硫黄やハロゲン分析などに用いられています。固体試料を酸素雰囲気中で燃焼分解、気化したハロゲンや硫酸酸化物を吸収液に回収し、溶液試料とします。ICと一体化された全自動燃焼分解装置により、分析操作時間の短縮を図ることが

でき、品質管理を目的とした分析にも適しています。

当社では、プラスチック試料中の臭素系難燃剤簡易分析、各種油試料中の不純物分析、石炭中の塩素やふっ素分析などに活用しています。また、腐食した材料の表面を適切な溶媒を用いて処理し、抽出された成分を分析することで、腐食環境の評価を可能にしています。このように、当社では、適切な前処理方法を開発しながらICの適用範囲を拡大しています。

表 試料形態別による前処理方法と適用例

試料の形態	前処理方法	適用例	公定法例	
気体	溶液吸収	排ガス, 室内雰囲気	JISK0099, K0103, K0104	
	捕集-抽出	大気環境 汚染大気, 粉塵	JISZ2382, Z3952 衛生試験法・注解	
液体	ろ過, 希釈	工業用水, 工場排水	JISK0101, K0102	
	濃縮	超純水	JISK0553, K0556	
	ガス追出-溶液吸収	硫酸	JISK1321	
	燃焼分解-溶液吸収	油		
固体	全体 (含有)	燃焼分解-溶液吸収	燃料, プラスチック類	JISZ7302-6
		加熱分解-溶液吸収	セラミックス類	JISR9301-3, R1603, R1616
	表面 (付着)	粉碎-水抽出	試薬	JISK1402, K1403
			食品, 肥料	食品分析法, 肥料分析法
		水抽出	電子材料 腐食要因調査	JISCO950

Microbeam Analysis for Nano-structure

微細構造を明らかにする物理解析(4)

～表面構造を可視化するSEM技術(2)～
京浜分析・材料事業部 櫻田委大
t-sakurada@jfe-tec.co.jp

化学状態強調 SEM 像

極低加速電圧SEM (ULV-SEM: Ultra Low accelerating Voltage SEM) は、プローブ電子のエネルギーを100Vまで低くすることで、ナノメートルレベルの極表面の高分解能観察が可能です。また、従来から行われている表面形状観察だけでなく、物質の違いに起因するコントラスト (化学状態強調SEM像) が得られることも、極低加速電圧SEMの特徴です。

EDX による相解析

従来のEDX (エネルギー分散型X線分光法: Energy Dispersive X-ray Spectrometry) マッピングでは、元素ごとの分布しか得られませんでした。最新のものでは、マッピングした全点のEDXスペクトル

を多変量解析することで、異なる元素からなる化合物相の分布が得られます。この手法により、化合物の分布を解析できるようになりました。

鉄さびの化学状態強調 SEM 像と EDX 相解析例

図は、室内に2ヶ月間放置した純鉄に生じた鉄さびの分析結果です。加速電圧500Vで観察した化学状態強調SEM像とEDX相解析結果 (上中: 鉄相、上右: 鉄さび相) とを示します。下段のEDXスペクトルから、鉄相にはFeだけが存在し、鉄さび相にはFeとOとが存在することが確認できます。このSEM像とEDX相解析結果を比べると、化学状態強調SEM像の明るい部分が基材の鉄相で、暗い部分が鉄さび相であるこ

とが明らかです。極低加速電圧SEMと低加速EDXの組み合わせにより、従来のSEMを超え、表面分析装置 (AES、XPS、SIMS) より手軽にナノメートルレベルの表面の形態・元素分布・化合物相の解析が可能となりました。

当社では、極低加速電圧SEMをはじめとした解析技術により、さまざまなナノ材料の研究開発のお手伝いをいたします。

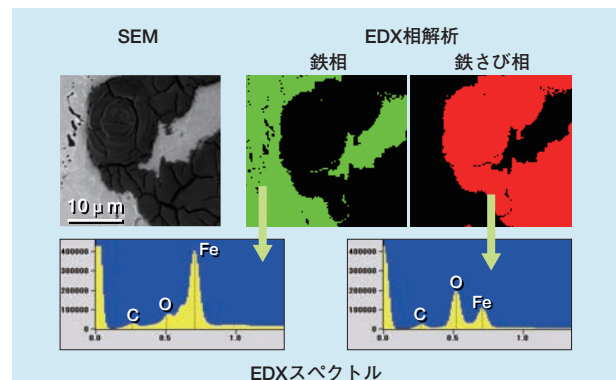


図 鉄さびの化学状態強調 SEM 像と EDX 相解析

環境・エネルギー (8)

～土壌・地下水のオンサイト分析～

環境技術事業部 飯田繁夫
s-iida@jfe-tec.co.jp

環境省告示・JIS法などの公定分析法による土壌・地下水汚染の調査は、試料採取から分析結果の提示まで数日～2週間程度を要します。一方、汚染の除去対策工事においては、汚染範囲の絞り込み・効果を検証しながら工事を進めることも多く、オンサイトで迅速に分析結果が得られる技術が強く求められています。公定法に代替できるオンサイト分析技術として、環境省・東京都が公募し、これまでに選定した技術を表に示します。各分析技術は既に確立された測定原理を用いるものですが、オンサイト分析での使用を可能とするためのさまざまな開発が行われ、実用に供される技術・機器の利用が可能となっています。

オンサイト分析活用時の留意点

オンサイト分析の結果に関しては、公定法との相関を得るために次のような留意すべき点があります。①公定法における土壌から水溶液への溶出時間と、オンサイト分析での溶出時間では大きな差異があるので、分析試料の溶出時間－溶出率の関係の事前の把握が必要となります。②土壌汚染対策法における含有量は、1規定の塩酸への溶出量として測定される値ですが、オンサイト分析法の蛍光X線分析法は全含有量の測定であることから、対象試料における溶出量との相関性の事前の確認が必要です。
オンサイト分析の活用
オンサイト分析活用の際には各

サイトにおける汚染物質・土壌などの特性について検証を要する点もありますが、地下水汚染を伴うことの多い揮発性有機化合物の分析は、溶出等の前処理が不要なので、オンサイト分析は非常に有用な技術です。当社では東京都から認定されたHS-GC法(揮発性有機化合物分析)、蛍光X線法・吸光光度法・黒鉛炉原子吸光法(第二種特定有害物質分析)、イムノアッセイ法(ダイオキシン類分析)などの技術を開発・保有し、サービスを提供しています。

表 土壌・地下水のオンサイト分析方法

対象物質	オンサイト分析方法	測定項目
第一種特定有害物質 (揮発性有機化合物)	ヘッドスペースーガスクロマトグラフ法	土壌溶出量 地下水濃度
第二種特定有害物質 (重金属類、ふっ素、ほう素)	ボルタンメトリー(電気化学法)比色法	土壌溶出量 土壌含有量 地下水濃度
	黒鉛炉原子吸光法 還元気化原子吸光法 その他(検知管法、他)	
	蛍光X線法	土壌含有量
ダイオキシン類	イムノアッセイ法	土壌含有量

Application of Advanced IR Camera

高精度赤外線カメラの応用(1)

～応力測定の実理とロックイン機能～

京浜分析・材料事業部 安部伸継
n-abe@jfe-tec.co.jp

最近の高精度赤外線カメラは、温度計測の精度が良くなり、しかも高速計測が可能であるなど、技術的に大きな進歩を遂げています。これを利用すると、これまでできなかった衝撃的な荷重により破壊する材料の温度測定や、繰返し応力を受ける部品の応力分布のビジュアル化が可能となり、有限要素法による数値解析との比較、検証もできるようになりました。

今回は、赤外線カメラによる応力測定の実理と、優れた信号処理技術であるロックイン機能について説明します。

応力測定の実理(熱弾性効果)

固体は気体と同様に、圧縮すると発熱、引張ると吸熱の温度変化を生じます。これが熱弾性効果とよばれるものです。温度変化の大きさと応力変化の大きさは比例関係があり、この関

係を使って、温度変化から応力変化を求めることができます。

ただ、固体の温度変化は気体に比較し、非常に小さく、鋼の場合1MPaの応力変化で、0.001℃程度です。この小さな温度変化を検出するために、最新のカメラシステムはロックイン機能を有しています。

ロックイン機能の役割

ロックイン機能とは、外的に繰返し荷重変動を付与し、荷重信号に同期する温度変化のみを演算し、他の不定期的な風や周囲の温度変化を排除する技術です。この方法で温度分解能は最高0.0001℃まで可能になります。図は、疲労試験機で繰返し荷重を与えながら、

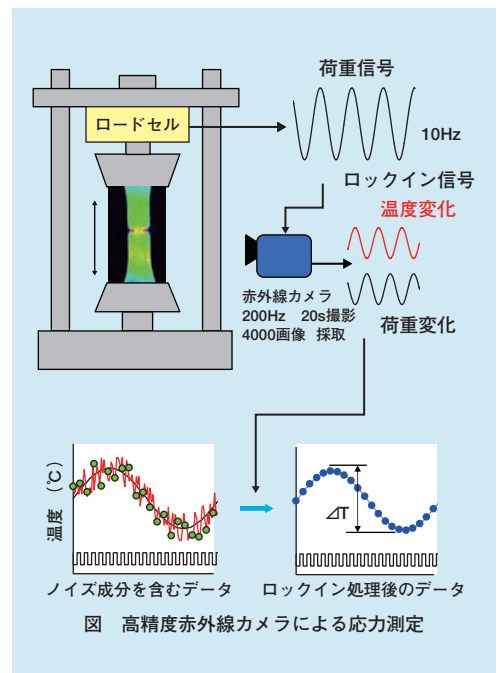
ロックイン機能を利用して応力測定を行っている様子を示しています。

赤外線カメラの応用例

当社は、高精度赤外線カメラの特徴を活かして表に示すような測定を行い、さまざまな技術分野への応用を行っています。

表 高精度赤外線カメラの応用例

機能	測定例	測定条件
温度測定	構造物温度測定 高速引張加工発熱温度 高速切削時の工具刃先温度	定常 過度発熱 過度発熱
応力測定	スポット溶接部応力分布 プレス機による応力分布 車体ゴムブッシュとアルミ製マウントの応力	繰返し応力 衝撃荷重 定常
疲労測定	疲労限推定 構造物損傷部位の特定	繰返し応力 繰返し応力



知的財産に関する 最近のトピックス(3)

～進歩性の判断基準～

知的財産事業部 藤長千香子
fujinaga001@jfe-steel.co.jp

進歩性について

特許法では、29条に特許の要件が規定されており、第1項が“新規性”、第2項がいわゆる“進歩性”に関するものです。

特許権は、高度な技術的思想の創作たる発明を新たに公開する代償として与えられます。したがって、公知となっていた発明(新規性のない発明)はもとより、いわゆる当業者が出願時の技術水準から容易に発明することができた発明(進歩性のない発明)には、特許権は与えられません。

進歩性判断基準に関する動き

(1) 特許・実用新案審査基準について

特許庁審査官が進歩性を判断する基準としては、特許・実用新案審査基準(第Ⅱ部第2章)があります。

最近、審査基準に対し、技術、産業、

社会の動向への適切な対応、国際調和等のため定期的な点検を行うべく、産業構造審議会知的財産政策部特許制度小委員会の下に審査基準専門委員会が設置されました。審査基準専門委員会は、2008年11月から2009年6月末の時点で計3回開催されており、その議論は特許庁ホームページ¹⁾で公開されています。

審査基準専門委員会では、テーマの一つとして進歩性が取り上げられ、進歩性のレベルや進歩性の判断における具体的な論点などが検討されています。例えば第3回委員会の議事要旨を参照すると、「進歩性のレベルが安定している現在、審査基準の改訂によって進歩性のレベルを変更すべきではない」こと、「関連資料において裁判例を示すことで、審査基準の具体的な適用における明確化を図ること」などが結論付けられています。

(2) 審判部における判断基準について

審査官による拒絶査定の妥当性や権利の有効性などを判断するため審判制

度が設けられています。

特許庁審判部では、審判官のほか、産業界、弁護士・弁理士等の立場の異なる特許実務担当者が加わり、2006年度から進歩性検討会が設けられています(2008年度からは特許性検討会に名称変更)。

この検討会では、判決の事例研究を通して審判部での判断基準の問題点の有無などが検討されています。その結果は、今後の審理に生かされ、また、進歩性などの判断基準を明確化すべく広く公表²⁾されています。

出願人にとって、特許庁における進歩性の判断基準は、審査の予見性等の観点から重要であり、ひいては権利安定性にも影響するため、その動向に注目する必要があります。

1) http://www.jpo.go.jp/shiryoutou/shingikai/shinsakijyun_menu.htm

2) http://www.jpo.go.jp/cgi/link.cgi?url=/shiryoutou/kenkyukai/sinposei_kentoukai.htm

お問い合わせ先

【営業本部】

営業開発部 TEL:03-3510-3251 FAX:03-3510-3469
jfetecsalesmarketing@jfe-tec.co.jp
名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374
jfetecnagoyasales@jfe-tec.co.jp
大阪 TEL:06-6459-1093 FAX:06-6459-1099
jfetecosakasales@jfe-tec.co.jp
阪神 TEL:0798-66-2033 FAX:0798-66-2161

【CAEソリューションセンター】

各種数値解析ソリューションの提供
TEL:044-322-6182 FAX:044-322-6529
jfeCAE@jfe-tec.co.jp

【分析・材料分野】

LSI、電子部品、有機材料、金属等広範囲な対象物における高精度の分析・試験・評価。各種材料、製品、構造物の研究開発サポート、損傷解析、最適利用技術の提言。
【千葉分析・材料事業部】 TEL:043-262-2313 FAX:043-262-2199
jfetecchiba-com@jfe-tec.co.jp

【京浜分析・材料事業部】 TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528
jfeteckeihin-com@jfe-tec.co.jp
【知多分析・材料事業部】 TEL:0569-24-2880 FAX:0569-24-2990
jfetecchita-com@jfe-tec.co.jp
【倉敷分析・材料事業部】 TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618
jfetecurashiki-com@jfe-tec.co.jp
【福山分析・材料事業部】 TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989
jfetecfukuyama-com@jfe-tec.co.jp

【環境技術事業部】

jfetecankyoegyobu@jfe-tec.co.jp
環境と省エネルギーに関するあらゆる測定、分析、評価、コンサルタント
千葉 TEL:043-264-5212 FAX:043-264-5212
京浜 TEL:044-322-6200 FAX:044-322-6528
福山 TEL:084-946-6960 FAX:084-946-6966
東京 TEL:03-3217-2177 FAX:03-3217-2169
埼玉 TEL:048-854-7928 FAX:048-854-7928
横浜 TEL:045-506-1096 FAX:045-506-1096
静岡 TEL:0543-37-0250 FAX:0543-37-0251
福岡 TEL:092-643-6890 FAX:092-643-6891

【計測システム事業部】

jfetecisales@jfe-tec.co.jp
分光器関連、画像検査関連、商品の開発販売、各種分野の計測診断、数値解析
千葉 TEL:043-262-2014 FAX:043-262-2665

【知的財産事業部】

jfetecpat@jfe-tec.co.jp
知的財産の発掘・権利化、特許調査・出願支援、知財研修、係争等のサポート
東京 TEL:03-3510-3355 FAX:03-3510-3471

【技術情報事業部】

joho@jfe-tec.co.jp
各種技術動向・情報調査、翻訳、WEB・DTP制作、ISO等のマネジメント支援、IT開発
東京 TEL:03-3510-3389 FAX:03-3510-3476

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 jfe-tec-news@jfe-tec.co.jp へご連絡ください

JFE-TEC News <2009>

No.21

2009年10月発行

発行人/小原隆史

発行所/JFEテクノリサーチ株式会社 営業本部企画部

〒103-0027 東京都中央区日本橋2-1-10 (柳屋ビル)

Tel: 03 - 3510 - 3425

© JFE Techno-Research Corporation 2009