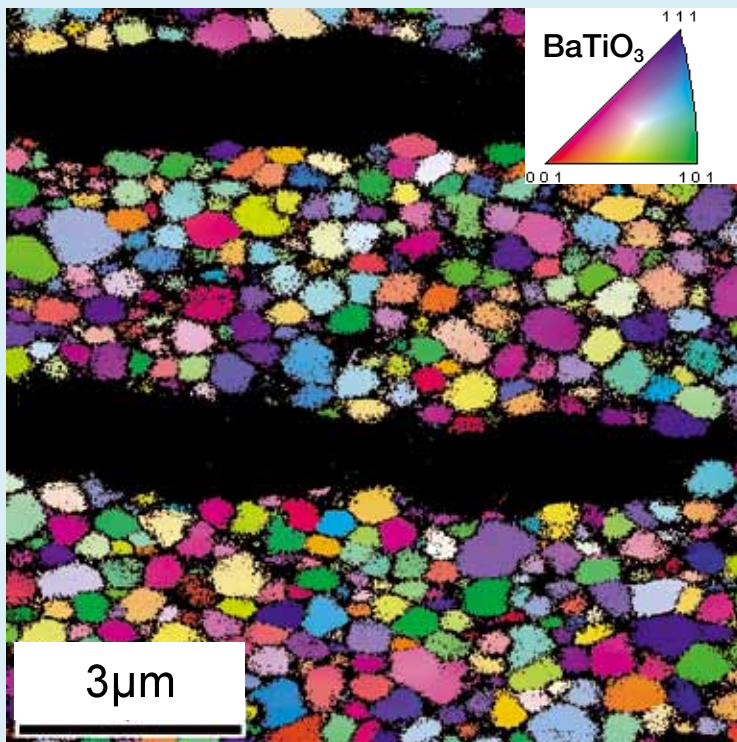


反射電子像



BaTiO₃誘電体層のEBSP測定
(反射電子像の赤い範囲を測定)

図 積層セラミックスコンデンサー断面の結晶方位分布

低真空SEM-EBSPによるセラミック材料の結晶方位解析

低真空走査電子顕微鏡の特徴

走査電子顕微鏡 (SEM) で絶縁物を観察するときは、帯電を防ぐために、試料表面に金属蒸着処理をして導電性を確保します。しかし、この処理によって試料表面は蒸着物に覆われ、本来の表面状態を正確に観察できない場合があります。その解決策として、低加速電圧観察や低真空観察があります。後述のEBSP (Electron Back-scattering Diffraction Pattern: 後方散乱電子回折像) 測定やEDX分析と組み合わせるには、後者の低真空かつ高加速電圧下で観察する方法が有効です。低真空観察は、分析室内に導入したガスが電子照射によりイオン化され、それが試料表面の帯電を中和して、観察を可能にする方法です。

低真空 SEM - EBSP によるセラミックスの結晶方位測定

EBSPとは、後方散乱電子が試料表面で回折して形成される電子線回折現象を利用した結晶構造解析法です。SEMとの組合せにより微小領域の結晶方位や方位差の分布、粒径分布、相分布などを知ることが出来ます。従来、導電処理が必要なセラミックスについては測定できず、導電性を有する金属・半導体などに限られていました。

図は、低真空でかつ無蒸着の条件で、積層セラミックスコンデンサー断面を解析した結果です。反射電子像のコントラストから、明るいBaTiO₃誘電体層と暗いNi層とが交互に積層していることがわかります。反射電子像写真の赤

枠内のEBSP測定により、個々のBaTiO₃結晶の方位には、特定方向への配向はとくに認められません。

当社では、最新の低真空SEMと組合せて、無蒸着で高空間分解能のEBSP測定を可能としています。BaTiO₃に代表されるファインセラミックスは、誘電性、磁性、電気・熱・光学的な特性など、様々な機能を発現するものがあり次世代の材料として有望です。当社では、これらの結晶方位評価にお役に立てます。

お問合せ先：京浜分析・材料事業部
櫻田 委大
t-sakurada@jfe-tec.co.jp

有機微量分析技術としてのLC/MS

～LC/MS/MSを用いた分析事例～

京浜分析・材料事業部 足立 有紀
yu-adachi@jfe-tec.co.jp

LC/MS (/MS) とは

液体クロマトグラフ/質量分析計 (LC/MS) とは、分離分析装置であるLCと質量分析計MSを組み合わせた機器であり、LCから分離溶出してきた目的対象物質をイオン化し質量/電荷(m/z)を測定することにより化合物を同定することができます。LC/MS/MSは2台の質量分析計が直列に接続されたもので、2段階のイオン化プロセスで分離することにより、高精度の定量が可能になります。

LC/MS (/MS) の利点

LC測定の際に、紫外可視吸光検出器などの汎用検出器では感度が不足して分析できない場合や、妨害成分の影響で目的の化合物が検出できない場合等に、LC/MS (/MS) を用いることで高感度分析が可能になります。例えば、従来は検出器で検出可能にするためにエステル化等の煩雑な前処理を必要としていた化合物についても、簡便な操作

で直接測定することができます。

LC/MS/MS を用いた測定例

2,4-Dというフェノキシ酢酸系農薬の分析例について紹介します。2,4-Dは厚生労働省の通知法(平成17年1月24日付け食安発第0124001号)では均質化した試料を溶媒抽出し、加水分解、エステル化、カラム精製した抽出液をガスクロ (GC) で定性、定量分析を行います。これをLC/MS/MSで行うことが可能であれば、エステル化、カラム精製の工程を省くことができます。

図1及び図2にオレンジ中の2,4-Dの測定例を示します。GC/MS測定では煩雑な前処理工程を施したとしても、妨害ピークが多いため定量が困難でした。これに対しLC/MS/MSを用いると、前処理工程を簡略化することができる上に(表)、妨害ピークが減少し、定量が容易になります。

当社では、食品・材料・環境分析分野において、高選択性のLC/MS/MSを使用した、高精度で且つ迅速な分析サービスを提供しております。

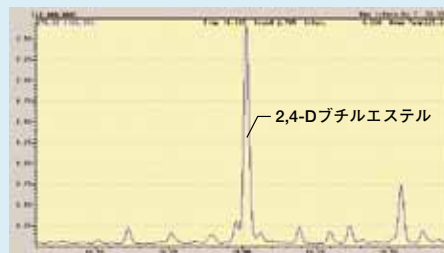


図1 GC/MSによるオレンジ中の2,4-Dブチルエステルの測定例 (妨害ピークが多く、定量が困難)

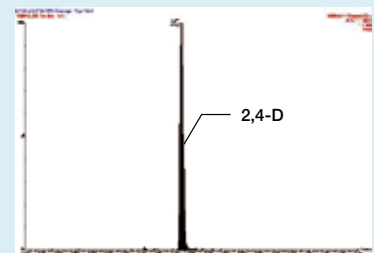


図2 LC/MS/MSによるオレンジ中の2,4-Dの測定例 (妨害ピークが少なく、定量が容易)

表 分析時間とバラツキの比較

	前処理時間 (H)	測定時間 (H)	変動係数
GC/MS	12	0.75	4.2
LC/MS/MS	7	0.25	1.6

Microbeam Analysis for Nano-structure

微細構造を明らかにする物理解析(8)

～表面微小部を分析するAES～

千葉分析・材料事業部 石原 竹比虎
t-shihara@jfe-tec.co.jp

AESの特徴

オージェ電子分光法 (AES: Auger Electron Spectroscopy) は、前号で紹介したX線光電子分光法 (XPS: X-ray Photoelectron Spectroscopy) と同様に、固体試料表面から数nmの深さに存在する元素を分析する手法です。AES法は電子線を細く絞って照射することにより、サブミクロン領域の局所表面に存在する元素を測定することができます。また、表面の元素分析とイオンエッチング(スパッタリング)を併用することにより、極表層から元素の深さ方向分布を測定することができます。ステンレスの不動態被膜や、各種蒸着薄膜、表面改質処理層などの極表層部の元素分析、および深さ方向の元素分布分析に有用です。さらに、金属表面

の変色部調査においても有益な情報を得ることができます。

AESの測定例

図は、金メッキされたコネクタピン表面の変色部(約20 μm^2)を対象にして、極表層から深さ方向の元素分布を測定した結果です。金メッキ層の直上に銅と酸素が多いことから、銅の酸化物質層の存在が確認されました。(極表面の炭素の多い部分は試料調製中に起こったコンタミネーションと考えられます。)測定例の場合では、金メッキ層の下層に存在する銅成分がメッキ中または欠陥部を通して拡散し、表面で酸化されて変色が発生したものと推定しました。

上記の例のほかに、サンプルを真空中に保持したAES装置内で

破断し、破断面をそのまま分析する方法や、2次電池の構成部材を大気に曝さずに分析する技術などを確立しています。当社では、金属材料の酸化膜や変色などの極表面状態の調査に対して、お客様のニーズに合わせた適切な分析方法を選定し、お客様が欲する結果をご提供致します。

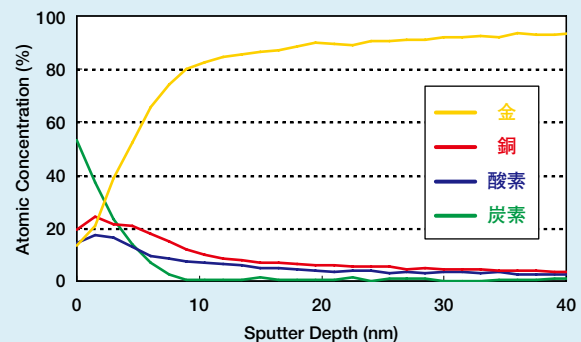


図 金メッキ表面変色部のAES深さ方向分析例 (横軸: SiO/Si標準物質スパッタレートによる換算値)

ゴルフクラブ設計を支援する解析ソリューション

～素材と形状からCt値と打球音を予測する技術～
CAEソリューションセンター 吉原 政昭
m-yoshihara@jfe-tec.co.jp

SLE 規制に対応するための構造解析

ゴルフクラブのドライバーは、飛距離性能向上を目的として打球面（フェース）の素材改良や薄肉化が志向されています。一方で高反発を規制するSLE（Spring Like Effect；スプリング効果）ルールにより基準が定められ、新製品が基準を満たしているか否かを確認するペンデュラムテストが義務付けられています。ペンデュラムテストでは振り子をクラブヘッドに衝突させる試験機で特性時間（Ct値）を測定します。クラブヘッド中心のみならずフェース全面のCt値を測定する場合には、再設計・再試作のリスクは比較的高いものと予想されます。

当社では、設計工数や試作回数削減などコストダウンを目的として、クラブ設計時のCADデータから汎用構造解析ツールABAQUSを用いた衝突解析を行い、衝突接触時間から試作後のCt値

を予測する提案を行っています。図1はクラブヘッドとペンデュラムテスターを模擬したCt値解析用モデルです。

良い打球音のための連成解析

ゴルフクラブに対しては、飛距離をはじめとして、様々な性能が要求されるほか、爽快な打球音などゴルファーの感性に訴える付加価値も求められます。打球音の検討は、試作クラブで実際にボールを打ち官能評価されていましたが、Ct値と同じように、クラブ設計時のCADデータから構造と音の連成解析を用いて、製品化後の「打

球音」をシミュレーションすることができます。芝やコンクリートなど地面の影響や空気の密度を解析条件に設定すれば特定の場所での「打球音」も確認可能です。

図2はABAQUSを用いて構造と音の連成解析により、打球時のクラブヘッド周辺の音圧分布図を出力したものです。また「打球音」は wav ファイルにより、「聞いて」判断することができます。

なお、当社では実際のクラブヘッドの打球音の実測および各種音響解析手法による音の定量化も受託しております。

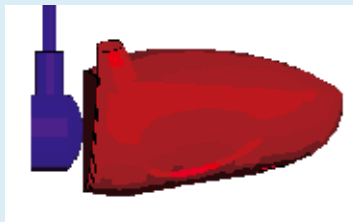


図1 Ct値解析用モデル図

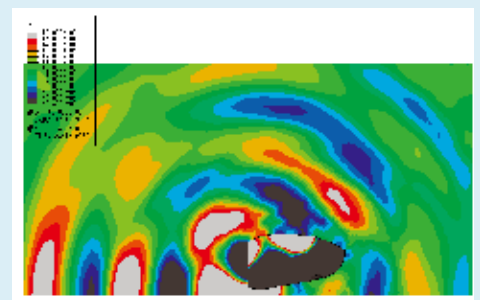


図2 解析結果によるクラブ周辺の音圧分布

High Speed Deformation Test

高速変形試験(2)

～樹脂材料の高速引張試験～
千葉分析・材料事業部 清水 哲雄
shimizu@jfe-tec.co.jp

前号に引き続き、高速での変形現象を評価する特殊技術の適用例についてご紹介します。今回は樹脂材料の高速引張試験について述べます。

樹脂材料の高速引張試験の必要性

近年、軽量化を目的として車輻、航空機などの構造部材に、また携帯電話、PCなどの情報端末のケーシング部材に、樹脂材料の適用が進められています。これら樹脂材料の適用には、あらかじめ幅広い変形速度域で強度特性を十分に把握した上で、それぞれの製品設計をすることが必要不可欠になっています。

樹脂材料における高速引張試験の問題点

一般的に樹脂材料は金属材料と比較して低強度で、弾性率は低く、さらに見かけの弾性率が変形速度とともに変化する場合があります。これは、ホプ

キンソンバー試験機などの高速引張試験装置での試験をより困難にする要因となります。たとえば試験片の平行部以外のR部、つかみ部などで変形が発生したり、剛性補正が不正確になることによって真のひずみの算出が不可能になったりします。

樹脂材料における高速引張試験の新技术

当社はホプキンソンバーでの高速引張試験において、評価する樹脂材料の特性に応じて、

- ①試験片の寸法（特にR部）を最適化し、必要に応じてつかみ部を金属などで補強する
 - ②最適なひずみゲージを選択し、試験片平行部での弾性率の変化を直接計測する
- 等により、正確な応力-ひずみ線図（S-S

カーブ）を求める技術を開発しました。図には、板厚5mmの3種類の樹脂材料のひずみ速度1000/sにおけるS-Sカーブの例を示します。それぞれの樹脂材料の特徴を表すS-Sカーブが得られています。この技術を適用することにより、厚みが数十ミクロンのフィルムから5mmの板材まで広範囲の樹脂材料を対象として、高速引張試験による正確なS-Sカーブを得ることが可能になりました。

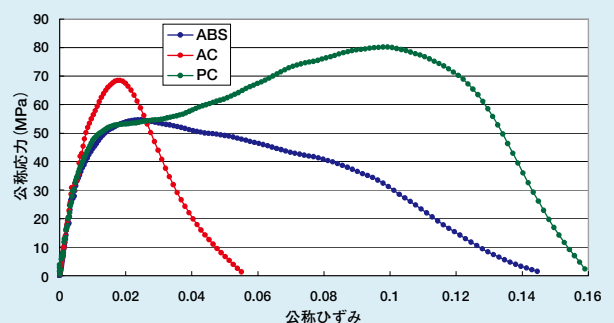


図 樹脂材料の高ひずみ速度における応力 - ひずみ線図
供試材:ABS 樹脂 (ABS)、アクリル (AC)、ポリカーボネート (PC)
ひずみ速度: 1000/s
試験機: ホプキンソンバー試験機
試験片形状: 板厚 5.0mm、平行部幅 3.0mm、平行部長さ 8.0mm

コンサルティング業務に関する最近のトピックス(2)

～フードチェーンにおける食品安全確保のための国際規格(HACCP、ISO22000)の紹介～

技術情報事業部マネジメント支援部 徳重 昇司
tokushige@jfe-tec.co.jp

食品安全問題

食の安全を脅かす、食品の事件・事故の防止に向け、消費者レベルの食品安全への関心が近年向上しています。加工乳での黄色ブドウ球菌による食中毒事故や、BSE問題、賞味期限等表示偽装、冷凍餃子への農薬混入事件など身近で繰り返し発生しています。消費者の要求に従った高い安全性、安定した品質、価格に見合った価値を確保することが重要です。

HACCP と ISO22000

HACCPとはアポロ計画で宇宙食の安全性確保のためのシステムとして生まれ、現在は国内で安全・安心活動として国内の各種食品の製造・加工部門で厚生労働省による「総合衛生管理製造過程」システムなどで構築が推進されています。このHACCPは7原則で構成され、食品安全リスクを特定・分析して重

要管理点を設定するしくみのことです。更にISO22000「食品安全マネジメントシステムーフードチェーン全体における組織に対する要求事項」は、HACCPとISO9001を組み合わせた国際規格(FSMS)であり、フードチェーンで一貫の安全な食製品の提供可能なシステムとして、最近国内において多くの食品カテゴリー分野でその認証実績が増加しています。

JFE テクノリサーチの取組み

当社では、農業、水産業等一次生産者から食品製造に係わる流通、卸、小売業までの食品の「安全性」と「品質」を確保するために、業務改善、ムラムダの削減対策の提案や、個別の教育から、システム構築支援まで、JFEグループ内外でさまざまなサポート体制を敷いて柔軟にかつスピーディーな対応を実施しています。



お問い合わせ先

【営業本部】

営業開発部 TEL:03-3510-3251 FAX:03-3510-3469
名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374
大阪 TEL:06-6459-1093 FAX:06-6459-1099
阪神 TEL:0798-66-2033 FAX:0798-66-2161
九州 TEL:092-482-2261 FAX:092-482-2262

【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

【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

【京浜分析・材料事業部】

TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528

【知多分析・材料事業部】

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

【倉敷分析・材料事業部】

TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618

【福山分析・材料事業部】

TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989

【ナノ材料評価センター】

TEL:044-322-6181 FAX:044-322-6528

【インプラント材料評価センター】

TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528

【電池材料解析評価センター】

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

【環境技術事業部】

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

東京 TEL:03-3510-3251 FAX:03-3510-3469

埼玉 TEL:048-854-7928 FAX:048-854-7928

横浜 TEL:045-506-0910 FAX:045-506-0910

静岡 TEL:0543-37-0250 FAX:0543-37-0251

【計測システム事業部】

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】

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】

各種技術動向・情報調査、翻訳、WEB・DTP制作、ISO・IE・QC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 <2010>

No.25

2010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 - 3062

©JFE Techno-Research Corporation 2010