



東北地方太平洋沖地震により被災されました方々に、心よりお見舞い申し上げます。皆様の安全と一日も早い復旧・復興を心よりお祈り申し上げます。JFE テクノリサーチは、できる限りの支援活動を行ってまいります。

弊社は、幸い地震による被害は軽微で、現在、通常の営業を致しておりますが、東京電力の計画停電により多少の遅れが出る場合がございます。何卒、ご了承くださいませようお願い申し上げます。

## 電池LAB (2) ～ Liイオン二次電池における充放電挙動を探る～

### Liイオン二次電池の研究開発動向

Liイオン二次電池の自動車・産業機器などへの適用拡大に伴い、高容量・高出力化と長寿命化の研究開発が精力的に行われています。当社は、充放電の繰り返しにより電池構成物質に起こる局所的な変化を直接捉えることができれば、前記研究開発の進展に大きな貢献ができるものと考え、「充放電挙動を探るin-situ観察と分析」という課題に取り組んでいます。

### 電池構成物質の分析手法

電池の充放電反応場における現象を捉えるためには、電極界面で起こる化学反応と生成物質を把握する必要があります。生成物質を分析する手法として、形状を観察するSEMやTEM、元素の定性や定量するEDX分析などが行なわれます。有機成分分析にはFT-IR、レーザー

ラマン分光法、NMR、TOF-SIMSなどが、無機成分の表面分析にはXPS、FE-AESなどが用いられています。これらの分析に供するサンプルの採取は、電池構成材料や生成物質が容易に空気中の酸素や水分と反応するため、大気を遮断した不活性ガス雰囲気下で行われています。しかし、これらの分析方法は、反応中の状態を直接捉えるものではないために、充放電反応時のin-situ観察やin-situ分析することは困難でした。

### 活物質の in-situ 観察と分析

当社は、セル形状や窓材質、電極配置を工夫して、in-situ観察と分析が可能な簡易型充放電セルを考案しました(図1)。充電を行いながらカーボン負極をビデオマイクロスコープでin-situ観察した結果、連続して起こる活物質の色調の変化が確認できました(図2)。同時に

行なった負極活物質のFT-IR分析ではリチウムアルキルカーボネートやカルボン酸塩が検出され、電解液の分解あるいはSEI (Solid Electrolyte Interface) の生成が示唆されました(図3)。また、過充電を行った測定例では、金属Liとみられるデンドライト状物質の析出挙動を連続観察することもできました。

このようなin-situ観察と分析により、充放電反応時の連続的な変化を直接捉えることが可能となり、複雑な電池反応を解明するキー技術になるものと思われまます。In-situ XRDや擬似in-situ SEM/TEMの技術も確立中です。電池のin-situ観察と分析にご興味がありましたら、是非、当社にご相談下さい。

お問合せ先：ソリューション本部(千葉)

栢原 美佐子

tochihara@jfe-tec.co.jp

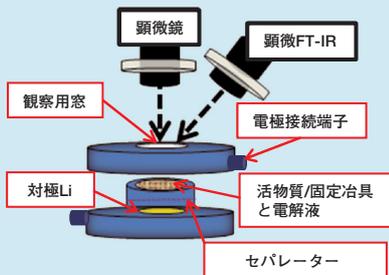


図1 In-situ観察・分析用簡易型充放電セルの構造

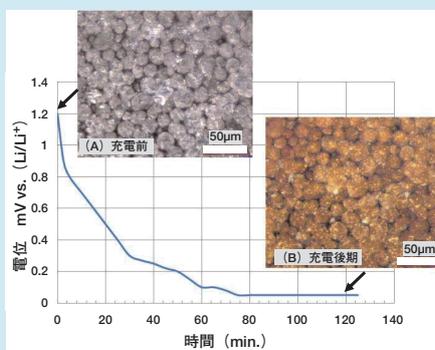


図2 負極活物質の定電流充電時のin-situ連続観察 (黒鉛系粒状カーボン負極活物質の定電流充電条件におけるその場観察事例)

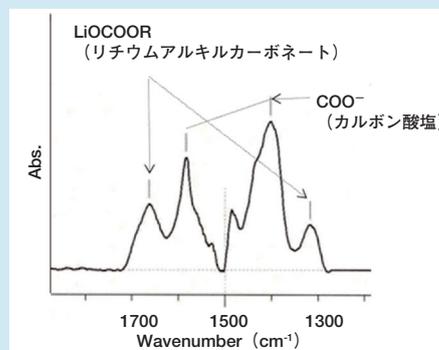


図3 負極活物質の充電時のin-situ FT-IR分析 (図2(B)における負極活物質表面のその場FT-IR分析事例)

## 微細構造を明らかにする 物理解析(10)

～極低加速電圧SEMによるナノ微粒子の  
相別粒子解析～

ソリューション本部(川崎) 櫻田 委大  
t-sakurada@jfe-tec.co.jp

はじめに

エネルギー分散型X線分光 (Energy Dispersive X-ray Spectrometer: EDX)法は、電子線により試料表面近傍で励起された特性X線を分光し、微小領域の元素分析を迅速に行う技術です。一般にこの装置は走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) に搭載され、局所領域の元素分析に活用されています。近年、PCの処理速度向上、HDの大容量化により、EDXの面分析における各測定点すべてに、EDXスペクトルデータを取込む「スペクトラルマッピング」が可能となりました。個々のスペクトルデータを多変量解析し、形状と強度の特徴を抽出すると、相ご

とのスペクトルに分離でき、相定量マッピングや粒子解析に威力を発揮します。

### 極低加速電圧 SEM による ナノ粒子の析出相別解析例

図1に、市販ステンレス鋼のSEM写真を示します。50nm～200nm径の明るいコントラストをもつ粒子が多数観察されます。鋼中には炭化物、酸化物など複数種のナノサイズ析出物が存在しますので、この写真のコントラストを二値化しただけでは、粒子の組成情報は不明のままです。

この課題を解決したのが、図2に示す相分離マッピングによる粒子解析です。写真の視野を極低加速電圧SEMに搭載したEDX装置により元素マッピングを

行い、析出物分離解析を実施すると、析出物毎のマッピングデータが得られます。この事例では、炭窒化物系、酸化物系、硫化物系の3種類の化学状態に分離されています。分離したマッピングデータをさらに粒子解析することにより、析出物の種類ごとの粒度分布も明らかにすることができました。

極低加速電圧SEMのEDX分析を適用すると、本事例のように、高い空間分解能でナノ微粒子の種類ごとの分布状況が可視化できるだけでなく、粒度分布や平均粒径も定量評価することが可能です。当社では、最新の分析・解析技術を駆使して、ナノ微粒子のモニタリングに新たな世界をご提供いたします。

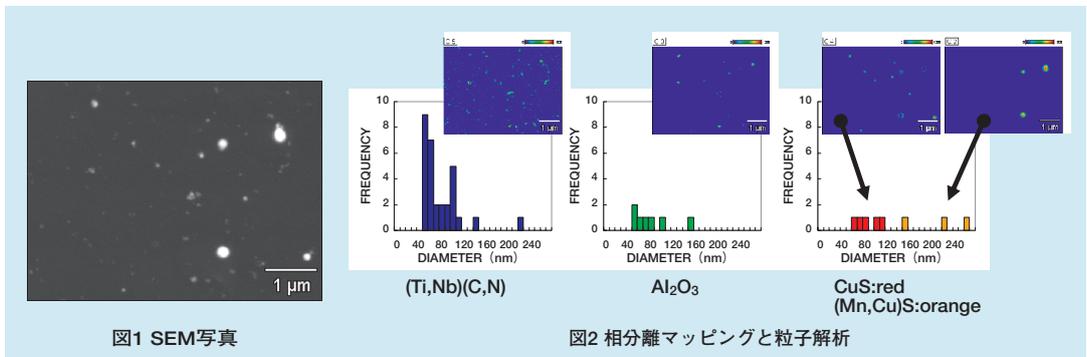


図1 SEM写真

図2 相分離マッピングと粒子解析

## Measurement Method of Stress loaded on a MEMS by a High Performance IR Camera (2)

### 高性能赤外線カメラ 測定技術(2)

～MEMS応力観察装置～

計測技術本部 渋谷 清  
k-shibuya@jfe-tec.co.jp

#### MEMS

加速度センサー、ジャイロスコップ、圧力センサ、インクジェットプリンターのヘッドなどの製品は、機械要素部品、センサー、アクチュエータ、電子回路を一つのシリコン基板の上に集積化したデバイスで、MEMS (メムス; Micro Electro Mechanical Systems) と呼ばれています。機械的な可動構造はエッチングプロセスにより形成され、通常の機械部品と同様な動きをするため、荷重負荷による応力や熱が発生します。

#### 解析方法

ミクロン精度で製作されたMEMS部品にかかる応力や発熱量を推定する手段はもっぱらCAEに頼っているのが現状です。通常のサイズの機械設計においてCAEの結果と現実とが

合わないことは時々起こります。これはCAEに入力する境界条件 (荷重条件、固定条件、摺動条件、など) が正確に分からない場合で、歪ゲージなどによる実測値との合わせ込みにより計算精度を上げていくプロセスが必要となります。

#### 応力観察装置

MEMS部品では歪ゲージを貼り付けることはできない為、高性能赤外線カメラを用いた非接触応力観察装置 (図1) が威力を発揮します。測定原理は熱弾性効果 (当社のホームページ; 赤外線解説書 [http://www.jfe-tec.co.jp/infrared-camera/ic\\_02-1p.html](http://www.jfe-tec.co.jp/infrared-camera/ic_02-1p.html) 参照) で、高倍率接眼レンズによりミクロン単位の解像度で応力が観察できます (図2)。本装置は、3軸電動駆動ミクロステージ上に種々の荷重負荷装置を塔

載可能で、要素部品の応力解析からアクチュエータの駆動力や部品の振動なども測定できます。また赤外線カメラの高精度温度測定機能により、摺動摩擦発熱や電子回路の欠陥も検出可能で、多機能な解析能力を併せ持っています。



図1 MEMS応力観察装置

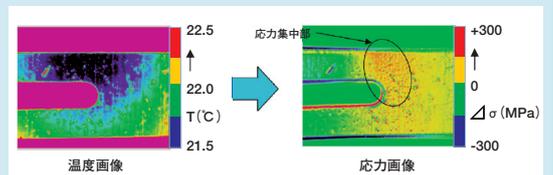


図2 応力観察例: U字型リレー電極

## CO<sub>2</sub>排出削減コンサルティング

～当社のCO<sub>2</sub>排出削減コンサルティングの特徴～  
ソリューション本部(川崎) 石橋 宏仁  
h-ishibashi@jfe-tec.co.jp

### CO<sub>2</sub> 排出量の把握と報告義務

CO<sub>2</sub>を含めた温室効果ガスの排出量は京都議定書(1997年)によって削減目標が示され、各事業者には、事業活動で排出するCO<sub>2</sub>の量を削減することと毎年地球温暖化対策の報告をすることが義務付けられました。それを実現する上では、事業所単位で1年間の電気、都市ガス等のエネルギー使用量を明確にし、それを原油量に換算した後、排出係数からCO<sub>2</sub>排出量を把握することが第一歩となります。経済産業省および環境省は報告された内容を集計し、産業分野ごとの排出値として公表します。また、より積極的に排出量削減を図るため、地方自治体の中では例えば東京都のように独自の高い削減目標を定めているところもあります。

### CO<sub>2</sub> 排出量の削減

エネルギーの使用量削減に関する法律(省エネ法)では、事業者に対して、①省エネルギーを推進するために、そ

の管理体制を構築しエネルギー管理者等を配置すること、②エネルギー管理標準を作成し各基準を守ること、③エネルギー消費原単位を中長期的(3～5年間)に年平均1%以上低減させること、④省エネルギー設備投資計画等の取り組みの計画書を作成すること、などを求めています。

### 当社のコンサルティングの特徴

当社のコンサルティングの中心は省エネルギー診断業務であり、メーカーではない第三者の立場で、公正中立なサービスを提供できることが特徴で

す。鉄鋼業で長年蓄積してきた豊富な経験と知識により、ビルから工場まで幅広い範囲で省エネルギーの専門家がコンサルタント活動を行い、CO<sub>2</sub>排出削減に貢献しています。特に省エネルギーを実現するための①現状のエネルギー使用実態の調査・解析、②省エネルギーの具体的提案、③日常の省エネルギー活動アドバイス、④対策後のフォローアップまで、個別はもちろん、一貫したサービスをご提供いたします。また、省エネルギー設備の基本設計の立案も併せて行っております。

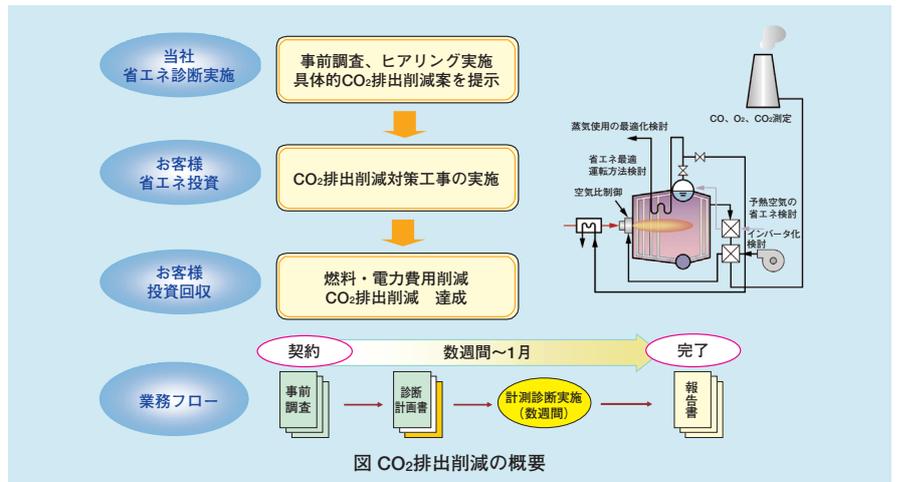


図 CO<sub>2</sub>排出削減の概要

## High Speed Deformation Test

### 高速変形試験(4)

～高速変形時の加工発熱分布の計測技術～  
ソリューション本部(千葉) 清水 哲雄  
shimizu@jfe-tec.co.jp

前号に引き続き、高速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、構造体の高速変形試験における加工発熱分布の計測技術について述べます。

### 破壊現象の予測精度向上

前号でも述べたように、破壊現象を予測するためにシミュレーション計算を駆使した性能評価技術(CAE: Computer Aided Engineering)の適用が主流になっています。しかしながら、複雑な現象では、境界条件、構成部材の材料特性などが適切に設定されていないと、CAEの解析結果と実際の現象が一致しないことが多々あります。そのため、CAEの解析精度を向上させるための技術開発が進められており、実際の破壊現象を観察して定量的に評価することが必要不可欠となっています。

### 塑性変形量の定量化

材料が塑性変形をする際には、外部より加えられたエネルギー(塑性仕事)の殆どは熱(加工発熱)に変換され、材料の温度を上昇させます。温度変化から加工発熱量を捉えることができれば、微小な領域での塑性変形量(≒応力×ひずみ)を精度良く算出することが可能となります。しかしながら、熱は時間とともに拡散するため、塑性変形による加工発熱が発生した瞬間の温度変化を極めて短い時間内に精密に計測する必要があります。

### 高速変形時の加工発熱分布計測

当社は高分解能(0.001K)で高速応答(80×64ピクセルで1900コマ/sec)が可能な高性能赤外線カメラを適用して、衝撃荷重により塑性変形する構造体の加工発熱分布を測定する技術を開発しました。六角形断面中空部材の落重試験機による軸圧壊試験に適用した例を図に示します。それぞれの時刻における赤外線カメラによる温度分布画像と高速

度ビデオカメラによる画像を併記しています。変形が進行するにつれて試験体の温度分布が変化し、塑性ひずみの伝播経路が一目で判断できます。本方法による温度分布の計測結果と、CAEに於ける塑性変形および温度の連成解析結果を比較することで、CAEの解析精度向上が図れます。

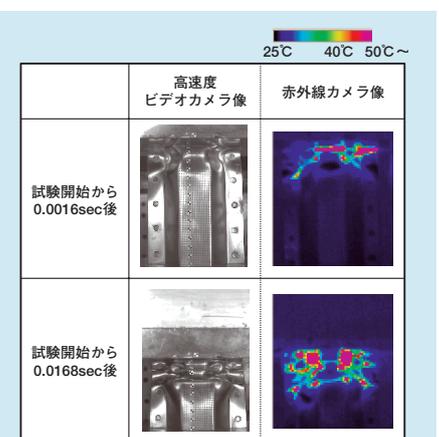


図 六角形断面部材軸圧壊試験における加工発熱の解析例  
供試材: 440MPa級冷延鋼板 1.6'×一辺 46×160<sup>H</sup>  
赤外線カメラ(撮影機器: 仏 CEDIP 社製 Silver480M)  
撮影速度: 1900コマ/sec、フレームサイズ: 80×64ピクセル

## 航空宇宙品質マネジメントシステムの紹介

～リスクマネジメントの応用技術～

ビジネスコンサルティング本部 徳重 昇司  
tokushige@jfe-tec.co.jp

### 航空宇宙分野の品質システム

民間航空機メーカー(例:ボーイング、エアバス等)は、航空機を構成する数百万点に及ぶ部品類の供給元に対して、厳格な品質保証体制の構築を要求しています。航空機主要部品製造者は、この品質要求を満足する製品を生産可能にする要件となる、ISO9001を基礎とした航空宇宙産業向け「JISQ9100品質マネジメントシステム」の認証維持を達成する必要があります。中小の部品調達・供給業(例として精密加工工程、特殊熱処理工程及び精密鍛造工程)では、上記「JISQ9100認証取得維持」が必須条件となります。

### JISQ9100 規格の特徴

航空宇宙JISQ9100の特徴を以下に示します。

①図面やソフトウェア管理上識別、変更に係る‘形態管理(構成管理とも呼ばれる)’は、特別な要求事項として

ISO9001の要求と共に含まれます。

②システム認証の結果は、航空機業界において、認証情報が世界中で自由にアクセス可能なデータベース‘OASIS’に登録、閲覧され、購買先の品質及び契約等に信頼性が高まります。

2009年JISQ9100規格は、受注、設計あるいは購買業務に影響の大きい「リスクマネジメント」及び「プロジェクトマネジメント」管理がさらに追加改訂されました。

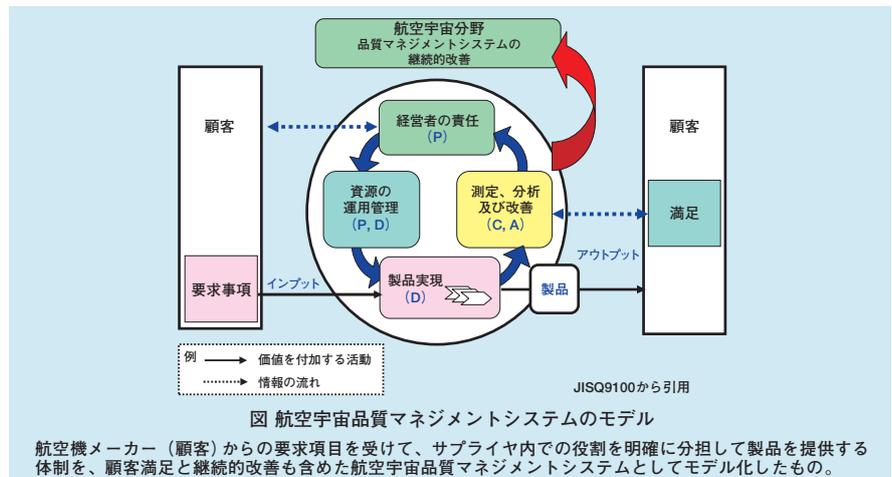
従って、管理要素の柔軟な対応がシステムの維持には大切となり、その支

援方法を改善することが重要です。

### 当社の取り組み

当社のマネジメント支援部は、航空宇宙向け品質管理規格「JISQ9100」の認証を実現するために、中小企業に準備、文書作成と運用の3段階でコンサルティング業務を提供したり、規格の解説や内部監査の指導等顧客のニーズに対応したメニューを提供致します。

さらに、このシステム改善が更に必要な組織に対しても、短期間で経済的に支援業務の提供を実現しております。



## 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

千葉支所

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

川崎支所

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

#### 【名古屋営業所】

TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374

知多支所

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

### 【大阪営業所】

TEL:06-6459-1093 FAX:06-6459-1099

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:092-482-2261 FAX:092-482-2262

### 【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:06-6459-1087 FAX:06-6459-1099

### 【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】

千葉 TEL:043-262-2014 FAX:043-262-2665

京浜 TEL:044-322-6183 FAX:044-322-6529

### 【ビジネスコンサルティング本部】

東京 TEL:03-3510-3384 FAX:03-3510-3476

千葉 TEL:043-262-4175 FAX:043-262-2986

京浜 TEL:044-322-6429 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 [jfe-tec-news@jfe-tec.co.jp](mailto:jfe-tec-news@jfe-tec.co.jp) へご連絡ください

JFE-TEC News <2011>

No.27

2011年4月発行

発行人/高野 茂

発行所/JFEテクノリサーチ株式会社 営業統括部

〒111-0051 東京都台東区蔵前2-17-4 (JFE蔵前ビル3F)

Tel: 03 - 5821 - 6811

©JFE Techno-Research Corporation 2011