

図1 LiMn₂O₄粉末のHAADF像(左)と、ABF像(右)

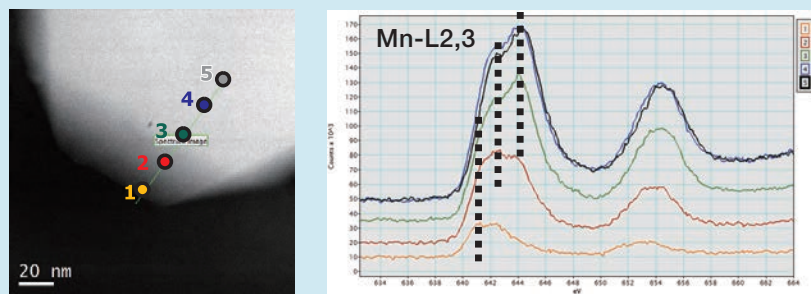


図2 LiMn₂O₄粉末のEELSスペクトル

電池材料の物理解析技術(2)

～収差補正走査透過電子顕微鏡によるLiMn₂O₄の表面近傍に存在するMnの微細構造解析～
Structural Characterization of Existing Mn near the Surface of LiMn₂O₄ by Cs Corrected STEM

収差補正走査透過電子顕微鏡によるリチウムイオン二次電池材料の微細構造解析
リチウムイオン二次電池は、車載向けや定置式蓄電池としての需要が高まったことで、性能向上に向けた研究開発が一層加速しています。特に、活物質(充放電反応時にLiの受容/供与に関与する物質)の微細構造解析や、Liの挙動解析はますます重要性を増しています。微細領域を原子レベルで観察し、Li原子を取りまく状態を解明するためには、収差補正走査透過電子顕微鏡(以下、Cs-corrected STEMとする)とEELS法(電子エネルギー損失分光分析:Electron Energy-Loss Spectroscopy)を組み合わせた解析手法が効果的です。

Mn系正極材の構造解析

活物質として使用されるLiMn₂O₄粉末のCs-corrected STEMによる解析例を示します。図1は、LiMn₂O₄を原子レベルで観察したHAADF(高角度散乱暗視野:High Angle Annular Dark-Field)像とABF(環状明視野像:Annular Bright-Field)像です。ABF像は軽元素の観察に有効で、HAADF像では見えなかったLiとOの原子コラムが直接観察できます。Liの出入りにともなう正極材の構造変化を直接観察できるものと期待されます。図2は、LiMn₂O₄粒子表面層部から内部にかけて、20nm間隔でEELS法による点分析を行った結果です。Mnの価数由来によるエネルギー

シフトが見られ、粒子表面層部ではMn²⁺に近い状態であるのに対し、内部ではMn⁴⁺になっている様子が確認できます。新たに導入したCs-corrected STEM(日本電子製ARM-200F)を用いることにより、高いエネルギー分解能でEELS分析を行うことができ、それによりLi原子の状態解析を含めて、リチウムイオン二次電池材料の微細構造を解析することが可能です。是非お気軽にご相談下さい。

お問合せ先:ソリューション本部(千葉)
電池・材料解析評価センター

木村 祐美子
yu-kimura@jfe-tec.co.jp

電池材料の化学分析技術(1)

～ 10mgレベルの微量試料
 における主成分分析～
 ソリューション本部(千葉)分析部
 長谷川 亮
 r-hasegawa@jfe-tec.co.jp

微量試料の高精度分析技術

リチウムイオン二次電池の劣化解析において、正極、負極の構成物質である電極活物質の組成比やLi量を正確に把握することは大変重要です。さらに、研究開発段階においては、小型のコイン電池を用いて性能評価する機会が多く、その際には、試料の量が限られるため、数mgの試料に対して高精度な分析が必要となります。

当社では、劣化解析を行う際は、大気非暴露下で電池の解体、秤量などを行うことで試料の変質を防ぎ、秤量誤差を可能な限り低減する方法を構築しました。それに加えて、測定に用いるICP発光分光分析法や原子吸光分析法において、当社のこれまでの経験をも

とに、分析に供する試料の重量や電極の組成に応じた最適分析条件を選定することにより、試料10mgレベルでの高精度分析を可能にしました。

初回充放電時の負極の状態解析事例

図1に、初回充放電による黒鉛系負極中のLi存在比の変化を示します。縦軸はLi定量値とC濃度より求めたLi存在比を、横軸は100%充電時に対する充電容量(mAh/g)の割合を示しています。

充電に伴い負極中のLi存在比は直線的に増加します。また、図中のAは100%充電を行ったのち0%まで放電(1サイクル充放電)させた電極を分析した結果です。充放電前には存在しなかったLiが確認されました。これは、充放電後の負極中には不可逆なLiが存在することを示しています。

おわりに

正極についても同様に微量分析技術を確立しており、活物質の組成比やLi量を高精度に分析することができます。このように電池解体技術と分析技術を組み合わせることで、小型電極の場合であっても、過酷な温度環境下での試験後やサイクル試験後のLi量の変化を分析することが可能となりました。ご興味がある場合は、お気軽にご相談下さい。

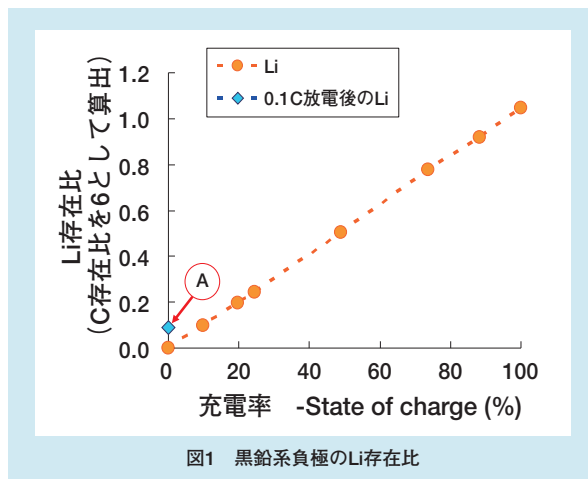


図1 黒鉛系負極のLi存在比

Failure Analysis of Metal Components

金属部材の損傷・劣化の原因調査

知多事業部 材料解析部
 森下 泰雅
 morishita@jfe-tec.co.jp

「御社から納入された部品が折損しました。すぐに原因と対策を提示してください。」「大変申し訳ありません。すぐに対応いたします。」このようなやりとりが御社と取り引き先の間でありませんか？

製品の不具合は、会社の信用を失くし取り引き先に甚大な被害を及ぼすだけでなく、時には人命を損なう大惨事になりかねません。また、製造工程でのトラブルは、生産活動が中断し、多大な経済的損失をもたらします。そのような不具合に対しては、再発することがないように原因を究明し、十分な防止策を講じる必要があります。不具合の原因は『誤った使い方』、『不適正な材料使用』、『材質劣化』、『設計ミス』などがあり、不具合形態も破損、変形、腐食、変色、機能未達など多岐に渡ります。

原因を究明するうえでは、不具合品

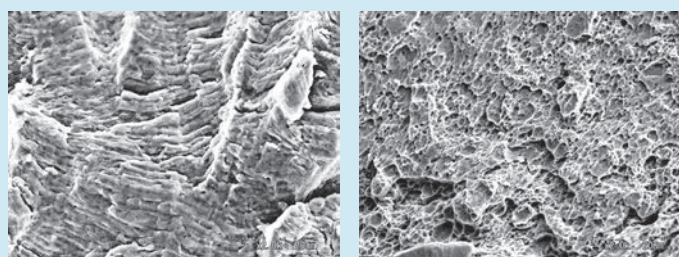
を詳細に調査することが最も近道になります。なぜなら、不具合品には事故原因につながる多くの証拠が残されているからです。それらを読み取る最も重要な調査手法の一つとして、直接破断面を観察する破面解析があります。破壊形態に応じて、破面の様相を系統的に分類した破面解析は、破壊のメカニズムを知る上で大変役立ちます。

破面解析は、目視やルーペで観察するマクロ破面解析と、電子顕微鏡で観察するマイクロ破面解析から成ります。多くの場合、破面は汚染されたり腐食されたりしているので、材料に適した前処理を施したのち、観察することが重要です。マクロ破面観察では、起点・亀裂進展部・最終破断部を特定し、破壊に至ったプロセスを推測します。次に、マイクロ破面観察によって、マクロ破面解析で推測した

現象を立証します。マイクロ破面には破壊形態に対応した特徴的な破面が観察されます。写真1に炭素鋼が、疲労破壊および延性破壊した際の代表的な破面形態を示します。

実際の損傷解析では、お客様から有用な情報を収集し、破面解析のみならず、金属組織観察、機械的特性評価、化学成分分析、数値解析など、総合的な見地から原因究明・対策立案を提示させていただいています。

当社では、年間1000件以上の実績があり、経験豊富なスタッフと各部門の専門家が、スピーディーに再発防止のお手伝いをさせていただきます。お気軽にお問い合わせください。



a) 疲労破面(スライエーション) b) 延性破面(ディンプル)

写真1 代表的な破面形態の例(走査型電子顕微鏡写真)

電池材料の化学分析技術(2)

～電池内部発生ガスのその場分析～
ソリューション本部(千葉) 電池・材料解析評価センター
安江 良彦
y-yasue@jfe-tec.co.jp

リチウムイオン二次電池内のガス発生現象

リチウムイオン二次電池は使用時の充放電の繰り返しにより劣化しますが、その際にガスが発生し膨れが起こることがあります。この現象は充放電反応に伴う電解液や電極自身の酸化・還元起因しています。例えば、初期段階では電解液成分の電気化学反応によりSEI (Solid Electrolyte Interface) 膜が形成されるとともにガスが発生します。このような反応は充放電の繰り返しによる活物質の破壊やSEI膜の破壊・修復の過程でも起こります。従って、発生するガス成分の調査は電池反応機構解明のために重要な情報をもたらします。また多量のガス発生は破裂や発火を引き起こす可能性があり、安全性の観点からもその調査は極めて重要です。

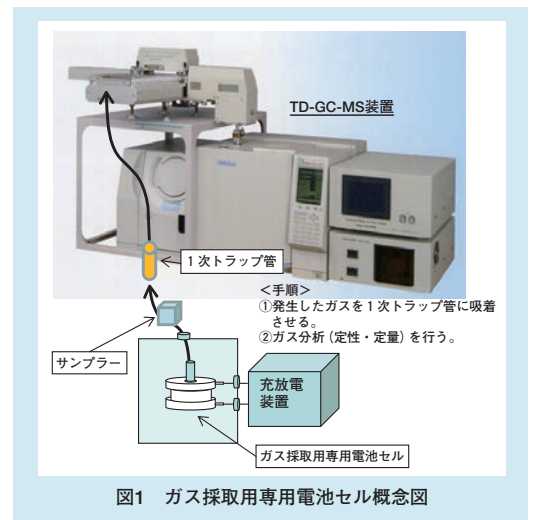
その場ガス分析

“その場ガス分析”では、電極、セパレータ、電解液を装填可能な専用電池セルを用います(図1)。充放電によりセル内部で発生させたガスをトラップ管に吸着させた後、加熱脱着(Thermal Desorption) ガスクロマトグラフ質量分析(TD-GC-MS)により、発生ガスの定性/定量分析を行うものです。検出されたガス種については、ガスクロマトグラフ質量分析(GC-MS)あるいはガスクロマトグラフ(GC)によりppmオーダーの定量分析を行うことが可能です。なお、発生ガス種としてはH₂、O₂、CO、CO₂等の他、CH₄及びC₂H₆等の主に電解液分解に起因した成分が想定されます。

本法を用いれば、充放電のステップごとに発生するガスを採取/分析することによって充放電反応を追跡することができ、さらに意図的に過充電させ

て発生するガスを採取することも可能で、電池反応の機構解析やトラブル原因解明のために重要な情報を得ることができます。

今回、専用セルを活用した“その場ガス分析”を紹介しましたが、実使用时や長期サイクル試験により膨れた電池からのガス採取技術も確立しておりますので、ご活用下さい。



Acceleration of Scientific Computation by GPGPU

GPGPUによる科学技術計算の高速化

～科学技術計算の世界で進む速度革命～
ソリューション本部(川崎) CAEセンター
高雄 保嘉
y-takao@jfe-tec.co.jp

スパコン開発と科学技術計算の高速化

理化学研究所のスパコン「京」が世界最速(2011年6月、11月のThe Top500)を達成し、大きなニュースになりました。計算速度は年々飛躍的に向上し、それが宇宙・素粒子・生命などの先端研究で、革新的な成果を生んでいます。また、スパコン開発競争の成果は、企業におけるCAE (Computer Aided Engineering) の発展にも大きな影響を及ぼしました。

エクサフロップス実現と GPGPU の台頭

世界の目標は、2020年頃に「京」の100倍の速度(エクサフロップス)のスパコンを持つ事です。しかし現在、従来技術の延長では実現困難と見なされています。演算を担うCPUの高速化が限界に来たのです。そこで、多数のCPUを1チップ内に収めた構造で、桁違いに速い、GPU (Graphics Processing Units) (図1) が台頭しました。GPUの本来の

用途はグラフィック処理ですが、科学技術計算などに汎用化する事をGPGPU (General-Purpose computing on Graphics Processing Units)と呼びます。

当社の GPGPU ソリューション

科学技術計算へのGPU適用技術は、現状おおむね未開拓の状態です。しかし、性能の優位性が明らかになり、研究者やソフトウェア開発者の目が、一斉にGPGPUに向きつつあります。

GPUの能力を十分に引き出すためには、的確なプログラム技術が不可欠です。当社は、鉄の製造の現場でGPGPUによるデータの高速処理を支援しており、そ

のノウハウを蓄積しています。この先進技術を駆使し、お客様に高度なGPGPUソリューションを、ご提供いたします。

適用例

理化学研究所情報基盤センター中田真秀様が開発中の高精度線形演算ライブラリ「MPACK」の倍々精度行列積「Rgemm-DD」において、GPGPUを適用することにより、NVIDIA® Tesla™ C2050上での最高性能(理論性能値比90%以上、16.4GFlops)を実現しました(図2)。また半正定値計画問題ソルバSDPA-DDの例題計算で、対CPUで最大14.5倍高速になることを確認しました(図3)。



図1 NVIDIA社の科学技術計算用GPU

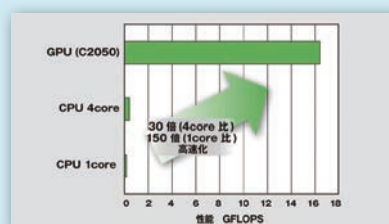


図2 Rgemm-DDの性能 (対Intel® Xeon® X3470)

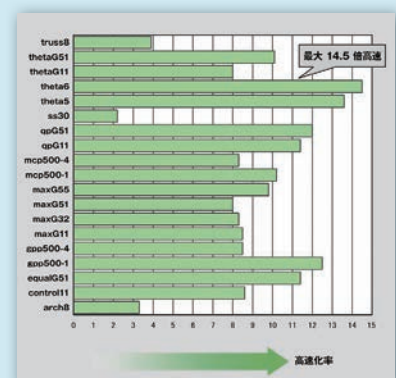


図3 半正定値計画問題ソルバSDPA-DDの例題計算速度の高速化 (対Intel® Xeon® X3470 4core 並列)

磁気特性の評価技術

～微小試験片による交流磁気特性評価～
ソリューション本部 (西日本) 物性評価部
佐伯 真事
saeki@jfe-tec.co.jp

はじめに

近年、環境問題、省エネ推進に対応した電子機器の発達は目覚しく、その流れの中で磁性材料も高性能、小型化が進んでいます。電磁応用製品であるモータやトランスでは電磁鋼板が磁性材料として使用されており、製品性能評価のため実装されている電磁鋼板の磁気特性評価が求められています。

特徴

電磁鋼板の磁気特性評価はJIS規格で規定されているエプスタイン試験や単板磁気測定で行われますが、実際の小型モータやトランスから採取できる微小試験片では、これらの測定を行うことはできません。当社では、この課題に対応した微小試料単板磁気測定装置(μ -SST: Micro Single Seat Tester) (写真1)を新たに導入しました。当装置は、5mm×20mm程度の微小試験片サイズまで測定が可能な世界最小の単板磁気

測定試験機であり、特定周波数での磁化特性(磁束密度)およびエネルギー損失(鉄損)の評価ができます。

測定例

図1に小型製品モータのロータコアから採取した微小試験片を使った交流磁気特性の測定例を示します。交流磁気特性評価では商用周波数域から数十kHzまでの磁束密度および鉄損を測定することができ、その特性値から製品モータに使用されている電磁鋼板の製品規

格(グレード)の推定が可能となります。

おわりに

μ -SSTにより小型から大型までの製品モータやトランスに使用されている材料の磁気特性評価のご要望に十分お応えできます。また、当社は、磁気特性測定に加え、磁気特性に影響を及ぼす化学成分の分析、マイクロ組織、結晶方位解析などの評価による総合的な磁性材料評価が可能ですので、是非お気軽にご相談下さい。



写真1 微小試料単板磁気測定装置 (μ -SST)

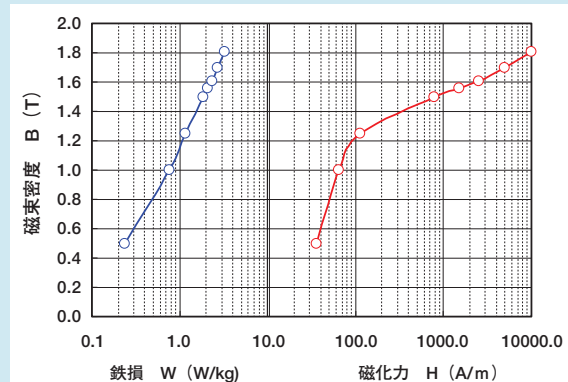


図1 小型製品モータコアの鉄損および磁束密度 (試験片サイズ: 5mm×20mm)

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

宇都宮支所

TEL:028-610-0355 FAX:028-610-0356

東北支所

TEL:022-211-8280 FAX:022-211-8281

【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:092-263-1461 FAX:092-263-1462

山口支所

TEL:0835-27-1011 FAX:0835-27-1012

【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】

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

【ビジネスコンサルティング本部】

東京 TEL:03-3510-3384 FAX:03-3510-3476

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 jfetecsalesmarketing@jfe-tec.co.jp へご連絡ください