

サンプル：滑り止め用ゴムシート

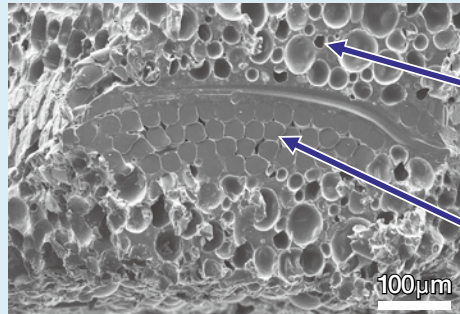
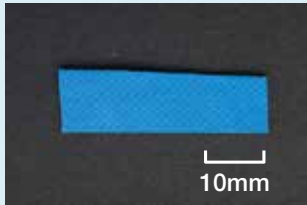
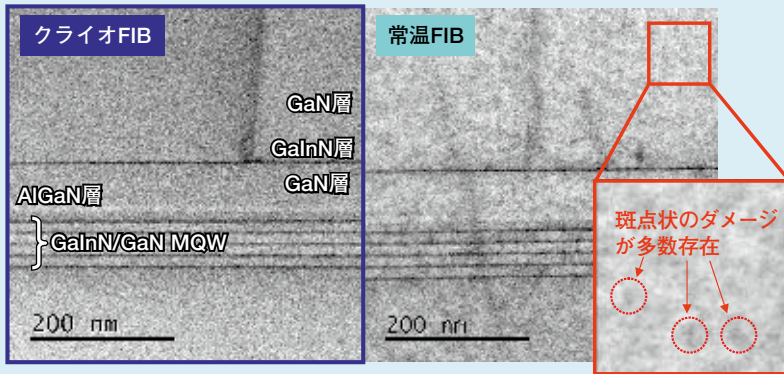
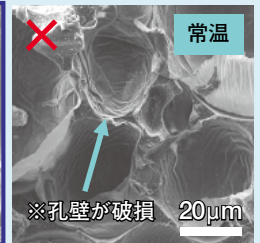
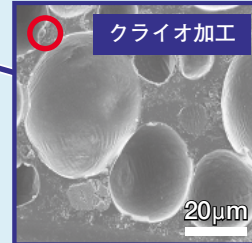


図1 クライオマイクロトーム切削法により加工した滑り止め用ゴムシート断面のSEM観察結果



1.多孔質ゴム部



2.繊維部

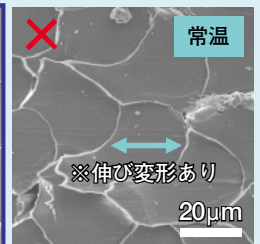
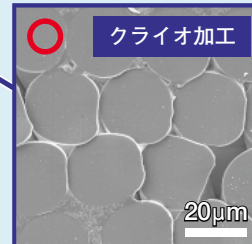


図2 クライオFIB法により加工したGaN積層膜断面のSTEM (走査透過電子顕微鏡) 観察結果

クライオ機能を活用した電子顕微鏡観察用の試料作製技術 ～クライオマイクロトーム/クライオイオンビーム加工技術～

Sample Preparation Technique by Cryogenic Processing for Electron Microscope

高分子材料やパワー半導体などの機能性材料において、走査電子顕微鏡 (SEM) や透過電子顕微鏡 (TEM) による試料断面の微視的な組織観察はきわめて重要です。マイクロトーム切削法やイオンビーム加工法は、研磨剤や洗浄による試料の汚染がなく平滑な観察面に仕上げることで、一般的に用いられる試料作製技術です。しかしマイクロトーム切削法では、樹脂などの軟質材料の場合は切削時に試料が変形したり、イオンビーム加工法では、Gaなどの一次イオンが打ち込まれることによる結晶欠陥や発熱による変質 (溶解、反応等) が生じるという問題が指摘されていました。これらの問題を解決するために、この度、当社はマイクロトーム

およびイオンビーム加工装置にクライオ機能を付加しました。

クライオマイクロトーム加工技術

高分子材料の多くは、 $-100 \sim -200^{\circ}\text{C}$ の間にガラス転移点をもち、これより低温では硬度が上昇します。図1は粘着ゴムシートを約 -100°C に凍結し、マイクロトーム切削加工した面のSEM像です。この試料には繊維組織が存在しますが、常温加工したものと比較すると、凍結させた場合は繊維が変形することなく切削できています。

クライオ集束イオンビーム (FIB) 加工技術

GaN系の化合物半導体は、LEDや次世代のパワー半導体として注目されており、TEMにより多層構造の解析や欠陥解析が行われています。半導体の薄膜試料

加工には、FIBが用いられます。GaN系半導体はイオンダメージが起りやすい材料として知られています。図2はサファイア基板上に成長させたGaN系半導体を、クライオ条件と常温条件でFIB加工したTEM像です。常温で加工した試料では、欠陥に起因した斑点状のコントラストが試料全体に存在していますが、クライオ加工した試料の場合は欠陥によるコントラストはほとんど認められていません。

クライオ加工技術を活用し、さまざまな分野からの試料調整や組織観察のご要望にお応えいたします。

お問合せ先：ソリューション本部 (川崎)
ナノ材料評価センター

猪瀬 明
inose@jfe-tec.co.jp

電池材料の物理解析技術(3)

～ rf-GDSによる電極材料の深さ方向分析～
ソリューション本部(千葉) 電池・材料解析評価センター
楨石 規子
n-makiishi@jfe-tec.co.jp

リチウムイオン二次電池の電極において、電極反応面から集電面への電荷移動を担うLiや、電解液等に含まれるFの分布状態を評価することは、電池特性の解析に重要です。

rf-GDSによる電極中のLi、F分布の測定

高周波グロー放電発光分光分析法(rf-GDS)は、イオンスパッタリングしながら試料成分の発光スペクトルを測定することにより、高感度な深さ方向分析を可能とした手法です。電極の断面評価に良く用いられるSEM/EDX法ではLiの検出は困難ですが、rf-GDS法によればLiを感度良く測定できるため電極表層のLi分布測定に適した手法と言えます。当社では、この技術に加え、NeガススパッタリングによるFの分布測定技術、およびトランスファーベッセルを用いたAr雰囲気中での試

料ハンドリング技術を開発しており、rf-GDSによる正・負極の分析を高精度で行える状態を整えております。

充電状態の異なる正極の分析例

図1に充電状態の異なるコバルト酸リチウム正極の分析結果を示します。横軸のスパッタ時間は電極反応面からの深さに相当する指標であり、縦軸の発光強度は元素の含有率に相当する指標です。

充電前の正極(a)ではCoとLiの存在比率が表層から内部まで一定であるのに対して、50%充電後の正極(b)ではCoに対するLiの存在比率が低下するととも

に、電極表面にLiの少ない層が形成されていることがわかります。さらに充電率を100%に上げた(c)では、Liの少ない層が電極表層により広く生成している状態が確認できます。また、充電後には、電極反応面にFが濃化していることが確認され、Fを含む合成物の生成が示唆されます。

このように、電極中のLiやFの分布測定は、充放電に伴う含有成分の化学反応を解析する上で非常に有益です。ご興味がある場合は、是非お気軽にお問い合わせください。

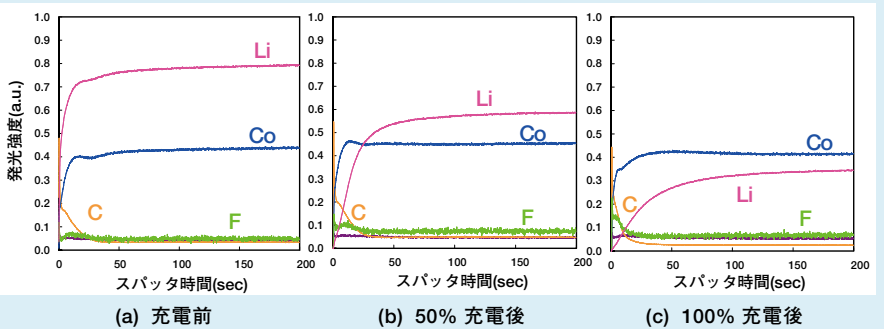


図1 リチウムイオン二次電池正極材のrf-GDS分析例
(コバルト酸リチウム塗布/Al箔) 分析領域: 4mm φ

Gas Corrosion Test of Electronic Components

電子部品のガス腐食試験

～ オゾンを含む混合ガス腐食試験による電子部品の信頼性評価～
ソリューション本部(川崎) 材料機能評価部 腐食Gr
藤原 芳明
yo-fujiwara@jfe-tec.co.jp

はじめに

電子部品の品質信頼性を評価するためには、部品が使用される実環境を模擬しつつ加速性のある耐環境試験をおこなうことが必須です。当社は低濃度ガス腐食試験機を導入して以来、大気ガス環境を模擬した様々な規格試験(ISO、IEC、JIS、EIAなど)を実施してきました。今回、新たにオゾン発生器を導入し、従来の4種ガス(H₂S、SO₂、NO₂、Cl₂)にくわえてオゾンガス(O₃)試験も実施できる体制を整えました(写真1)。

オゾンが発生する機器の例

おもに室内で使用される機器の中で、複写機、レーザープリンター、空気清浄機、脱臭装置などは高電圧や紫外線を利用する機構を内蔵しており、オゾンの発

生源となります。したがってこれら機器内の電子部品は高濃度のオゾン環境に曝される可能性があります。

オゾンによる電子材料の腐食

単独のオゾンガスの金属腐食への影響は軽微ですが、大気中にあるSO₂やNO₂ガスなどの腐食性ガスにオゾンが共存すると、各種金属の腐食が促進されることが知られています。図1は大気を模擬した腐食性4種混合ガス(JIS C 60068-2-60 試験方法4: H₂S、SO₂、NO₂、Cl₂の混合ガス)中に置いた銅(Cu)およびニッケル(Ni)板の腐食速度(mdd単位)と、この混合ガスにオゾ

ン(0.5ppm)をくわえた場合の腐食速度を比較したものです。オゾンが共存する環境では、金属材料の腐食が2倍以上に加速されることがわかります。このことから、上述の機器等で起こる腐食トラブルにおいては、オゾン関与の可能性を考慮する必要があります。

おわりに

オゾンを含む混合ガスによる腐食試験は、複写機、レーザープリンターなどオゾンが発生する機器で起こりうる電子部品の腐食トラブルの再現や原因解明、部品の耐久性・信頼性評価に最適です。



写真1 オゾンガス導入可能なガス腐食試験機

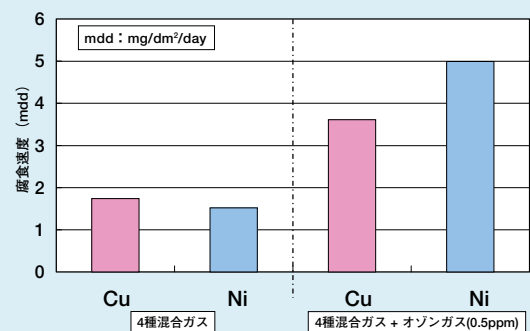


図1 CuおよびNiの腐食速度におよぼすオゾンの影響

波動を応用した 非破壊検査技術(2)

～ドライ超音波カメラ～

計測技術本部 光波センシング部

高田 一

h-takada@jfe-tec.co.jp

はじめに

材料検査や医療などさまざまな分野で用いられている従来の一般的な超音波映像装置では、映像化対象物に接触媒質と称される液体を塗布したり、あるいは、映像化対象物を液体(水)に浸漬したりする必要がありました。しかしながら、液体塗布や液体への浸漬は映像化対象物を劣化させたり、材質を変化させたりするおそれがあるため、液体を介在させずに高感度・高分解能で超音波映像化を行いたいという強いニーズがありました。

ドライ超音波技術

このニーズに応える、ドライ超音波技術を開発しました。水を満たしたケースの底面に配した薄膜を真空吸引して映像化対象物に密着させ、薄膜を介して超音波を送受波するというものです(図1)。性能を左右するのは超音波を伝達しやすい薄膜の選定にあり、種々検討を進めた結果、高効率に超音波を伝

達し、かつ薄膜の高耐久性(10⁴回の真空吸引に耐える)を実現できるものを見出しました。適用可能な超音波周波数の上限は50MHzです。

ドライ超音波カメラ

カメラの構造は水を封入したケースに超音波フェイズドアレイ(PA)プローブと機械走査機構を配置したものであり、PAプローブによる超音波ビームのリニア電子走査とその直交方向への機械走査とを組み合わせることにより、物体内部の状態を高分解能でかつ高速に2次元画像化することができます(図1、写真2)。

2次元の映像は2Hz程度の高い速度で更新され、内部の映像化が瞬時に行われますので、検査時間の短縮が可能になります。

図2は鋼板の深さ1mmの所に存在するφ2mmの欠陥を、周波数25MHzのPAプローブを取り付けたドライ超音波カメラで画像検出した例です(視野:25×25mm、視

野サイズはPAプローブの仕様によります)。

おわりに

開発した装置は水の浸透により状態変化が起りやすいFRPやセラミックス、水による機能劣化、腐食、電食が懸念される電子部品や金属部品などの超音波映像化や、水や油をさらう環境下での超音波検査に威力を発揮します。

超音波プローブ2次元走査装置を用いて小型対象物内部を映像化する場合には、組み込み型ドライ超音波装置を利用することが可能です。対象物を薄膜と試料台の間に挟んで真空封入し、薄膜上部に設けた水槽内でプローブを走査させて撮影します。

ご要望に応じてご説明やデモンストレーションを実施します。お気軽にご相談ください。

(ドライ超音波の基礎技術は国立大学法人東北大学が開発した技術を用い、独立行政法人科学技術振興機構の助成金を得て、実用化を図りました。)

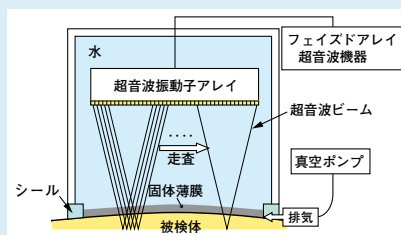


図1 ドライ超音波装置の構成



写真1 ドライ超音波カメラによる鋼板探傷例

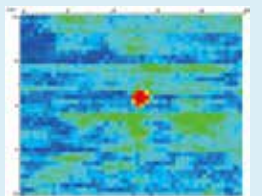


図2 鋼板表層部の内部画像化例

Testing and Evaluation of Methane Fermentation Systems

メタン発酵試験

～各種バイオマス原料のメタン発酵適用
評価試験～

ソリューション本部 (川崎) 設備・プロセス技術部

深田 尚平

fukada@jfe-tec.co.jp

はじめに

メタン発酵は、利用されずに廃棄されているバイオマスの有効活用のひとつであり、(1)有機物からメタンガスとしてエネルギー回収ができる、(2)廃棄物の減容化ができる、(3)非燃焼方式で有害物質が発生しない等の利点を有しています。食品リサイクル法では、肥料化、飼料化、油脂化、油脂製品化とならびメタン化がリサイクル法の一つに指定されており、平成23年末時点で登録再生事業者の4%がメタン化を採用しており(出典:農林水産省、食品リサイクルの現状)、今後も増加が見込まれます。

試験装置および試験方法

図1にバッチ式試験装置を、図2に

連続式試験装置を示します。一般的な試験方法としては、まずバッチ式試験装置にて発酵条件を変えた数水準の試験を行い、お客様の試料を用いたメタン発酵の最適条件を見出します。次に連続式試験装置にてその最適条件における連続試験を行い、メタン発酵処理の長期運転安定性を確認します。

発酵試料例

試験実績としては、下水濃縮汚泥、

畜産廃棄物が多数ですが、茶粕、コーヒ粕等のように、そのものだけでは発酵利用し難い食品廃棄物を下水濃縮汚泥と混合してメタン発酵させる試験の実績等もございます。

おわりに

お客様のご希望の試料を用いて、(1)メタン発酵が可能であるかの見極め、(2)最適な発酵処理条件の選定を行います。お気軽にご連絡、ご相談ください。



図1 バッチ式試験装置 (2L/基×4基)



図2 連続式試験装置 (20L/基×2基)

金属材料の出張分析GreenFACT®

～鉄鋼中炭素を高精度に分析する
出張分析システム～
福山事業部 工程分析部
永嶋 仁
nagashima@jfe-tec.co.jp

はじめに

近年、鋼材等の海外調達品増加に伴い製造現場や建設現場等でのオンサイト成分分析ニーズが拡大しています。当社は2007年に可搬式スパーク発光分析装置(GreenFACT®)を用いた金属材料の出張分析事業を開始し、実績を積み上げてきました。

GreenFACT®出張分析は、専門の技術者が現地に赴き、その場で迅速に金属材料の成分を分析するものです(写真)は測定の様子)。

本装置は類似の他社分析装置に比べ、特に鋼中炭素含有量の分析精度に優れており、0.01%レベルの炭素量を正確に測定することができます。他の金属元素(15元素)も同時に高精度に分析することが可能です(表1)。

鉄鋼中炭素分析精度に優れている理由

①高感度検出器を採用：本装置は光

電子増倍管(フォトマル、PMT)を検出器に使用しています(表1)。これは製鉄所の溶鋼分析値の品質保証に用いる大型・高性能の据置型スパーク発光分析装置と同等の性能を有する検出器で、一般的なCCD検出器に比べ炭素、リンおよび硫黄の分析精度が優れています。

②分光器内の高精度温度調節機能を保有：分光器は測定温度変化の影響を受け易く、分析精度低下の要因となります。本装置には分光器内の温度を0.1℃単位で制御する機能が付与されており(表1)。これにより装置内の分光環境が安定します。

本装置の鋼中炭素分析精度

JSS鉄鋼認証標準物質を用いた炭素分析データを表2に示します。低炭素域(C=0.01～0.02%)で±0.002%の精度で分析が可能です。

まとめ

GreenFACT®は特に炭素の分析精度に優れており、鋼材規格判定やPMI検査に有効です。出張分析は、東日本(川崎)と西日本(福山)の2拠点で全国展開しており、現場で迅速かつ高精度な成分分析の提供が可能です。



写真 GreenFACT®測定の様子

表1 GreenFACT®の分析条件

GreenFACT®	
原理	スパーク放電発光分光分析法
波長範囲	190～410nm
分光器	温度安定型分光器(300mm)
回折格子	3600本/mm
検出器	光電子増倍管(PMT)
測定成分	C,Si,Mn,PS等15成分
C検出下限	0.003%

表2 GreenFACT®の炭素分析精確さ

C 認証値	単位/%	
	JSS1002-1	JSS1003-1
0.0083	0.0083	0.019
n=1	0.009	0.019
n=2	0.008	0.017
n=3	0.009	0.018
n=4	0.006	0.019
n=5	0.009	0.018
n=6	0.010	0.019
n=7	0.009	0.020
n=8	0.009	0.021
n=9	0.008	0.019
n=10	0.010	0.017
Ave	0.0087	0.0187
精確さ	±0.002	±0.002
S.D.	0.001	0.001
CV%	13	7

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