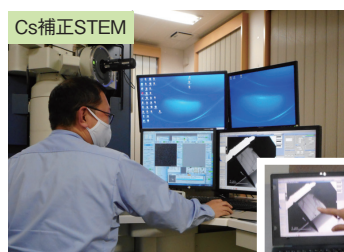




物理解析の最前線特集号



Cs補正STEM



お客様オフィス



図1 非対面での立会システムも充実

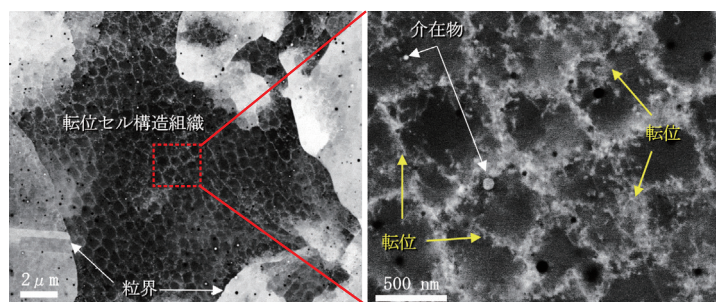


図2 SUS316L 積層造形材組織内の転位セル構造の可視化例 (30kV SEM-EDS像)

物理解析の最前線特集号

物理解析の最前線 —非対面型コミュニケーションも強化—

Advanced Microbeam Analyses at JFE-TEC -Enhanced Online Communication-

観ること測ることができないものは 制御できない

最先端の物理解析技術の観る力は、材料研究、新製品開発や製品の品質安定にとって不可欠な道具となっています。微細構造解析技術は暗闇に光を灯します。分析・解析を適切に設計し、活用するにあたっては、解析対象である材料を理解し、お客様の目的を的確に知る力が求められます。

新型コロナの危機を乗り越える

新型コロナウイルスの蔓延により、お客様とのコミュニケーションが危機にさらされました。このような中で、当社はOnline会議、実験立会いシステムを整備致しました。高画質の電子顕微鏡データなどをリアルタイムで共有できるようになり¹⁾、遠方からお越しただかなくても実験に参加していただ

ける選択肢ができました(図1)。

ウェビナーコンテンツで最新情報を発信

お客様との面会が難くなったため、最新の技術情報を提供するウェビナーコンテンツを整備いたしました。2021年9月、2022年6月に開催した極低加速走査電子顕微鏡(ULV-SEM)ウェビナーには、併せて600名を超える方々にご登録頂きました。その技術紹介動画は、当社ホームページから、オンデマンドで視聴いただけます²⁾。

世界の動向を睨んで新技術を強化

当社は最新鋭のULV-SEMを強化するとともに新しいイメージングにも挑戦しています(図2)。さらに、全固体電池開発を支える大気非暴露解析、放射光利用を含めたX線活用技術、透過電子顕微鏡や集束イオンビーム加工装置を用いた三次元ナノメートル解析技術

を磨いております。これらを今回の特集号にて紹介しております。詳細は、技術リーフレットもご活用ください。当社は、引き続き世の中の最新技術動向に目を向け、お客様にソリューションを提供する分析サービスの向上に努めて参ります。対面での交流が戻ってまいりました。皆様にお目にかかれるのを楽しみにしております。

1) <https://www.jfe-tec.co.jp/download/pdf/3E2J-056-00.pdf>

2) <https://www.jfe-tec.co.jp/jfetec-webinar/>
川崎地区ラボツアー
<https://my.matterport.com/show/?m=the8engSaE8>

▶お問い合わせ先

機能材料ソリューション本部/フェロー
佐藤 馨

ka-sato@jfe-tec.co.jp

ULV-SEM技術が解明する材料微細組織、最表面構造

～極低加速電圧による究極イメージングと高感度分析～

▶なぜいまこれが？

高機能材料においては、機能発現のためにnmオーダーで構造を制御しているケースも多く、最表面や微細構造の観察・分析ニーズがますます高まっています。当社では、極低加速電圧SEMと高感度ウィンドウレスEDX分析の併用により、材料最表層および極微小部の観察と元素分析に取り組んでいます。本手法により、汎用TEM等を用いなくても、nmオーダーの構造をバルクのままで、簡便に評価できるようになってきました。

▶これがポイント！

高機能薄膜材料の分析例として、Siウエハ上の酸化グラフェン（単層の厚み：約1 nm）の観察と分析をおこなった事例をご紹介します。極低加速電圧（領域）である1 kVの二次電子像で、Siウエ

ハより暗いコントラストで酸化グラフェンが確認できます（図1（a） 黄色破線部）。表面敏感な1 kVのまま、酸化グラフェンの主要元素であるCのマッピングをおこない、二次電子像でみられた酸化グラフェンに対応し、C強度が高いことが確認できました（図1（b））。また、二次電子像で暗いコントラストの箇所ほどC強度も高くなっており、酸化グラフェンが重なっていることが示唆されます。このように、**像観察のみならず元素分析においても、酸化グラフェンの分布と厚み変化を捉えることに成功しました。**一方、通常のウィンドウタイプのEDX検出器では、軽元素を含む低エネルギー X線に対する感度が

低いため、基板と酸化グラフェンのC強度の変化を捉えることができませんでした（図1（c））。極低加速電圧での観察が可能なSEMと高感度な最新EDXを利用し、条件を最適化したことで実現した分析例となります。

従来のSEM観察、EDX分析ではわからなかった新たな情報をご提供し、お客様の研究開発の推進に貢献いたします。Web立会いで議論しながら分析を進めていくことも可能です。ぜひ、お気軽にご相談ください。

▶お問い合わせ先

機能材料ソリューション本部 ナノ解析センター
中村 貴也
t-nakamura@jfe-tec.co.jp

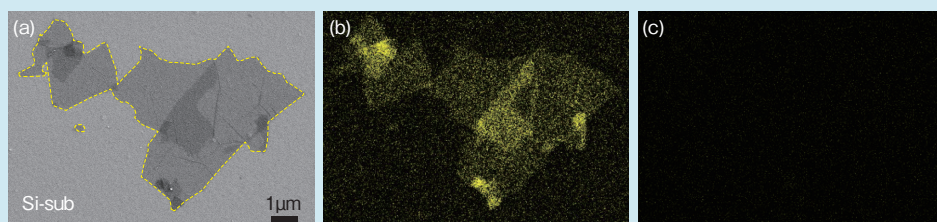


図1 (a) 酸化グラフェンの二次電子像、(b) 高感度ウィンドウレスEDXで取得したCのEDXマッピング像および(c) 通常のウィンドウタイプのEDXで取得したCのマッピング像。すべて同一視野で、加速電圧 1 kVで取得

非暴露クライオ試料加工と高度SEM観察・解析

～全固体電池開発を支える電池セル構造評価～

▶なぜいまこれが？

電気自動車の高性能化に向けたブレークスルーと期待されている全固体電池は、近年、研究・開発が加速しています。電池の電解液を固体電解質にすると、材料間の固体接触が重要な開発要素となるため、電池断面のSEMによる微細構造評価のニーズが非常に高くなっています。

▶これがポイント！

全固体電池は、従来のリチウムイオン電池で使用されていた電解液を固体電解質に置き換えることで、1000km以上を走行できる電気自動車を開発できる可能性があるといわれています。

一方で、固体電解質を用いる場合には、電池内部に含まれる電池活物質と従来の電解液のように完全に密着することが求められます。

さらに、電池動作時に膨張・収縮し続ける活物質との密着性を維持しなけれ

ばならないのです。

全固体電池開発の難しさは、従来のリチウムイオン電池の主な劣化要因である界面副反応の適切な制御に加えて、複雑な固体複合体中のすべての固体接触をnmスケールにわたって維持する必要があります。

さまざまな分析手段の中で、広範囲の電池試料断面の微細構造評価に対して、試料劣化を回避できる非暴露SEM観察および画像解析が注目されています。当社では、このたび全固体電池断面加工に最適な非暴露・試料冷却機能付きイオンミリング加工機および最新型のCold FE-SEM*を増強し、高度化するニーズに対応してまいります（図1）。

当社で試作した全固体電池セルの断面観察例、正極活物質の拡大像、および活物質表面部の高分解能EDX元素マッピング結果を図2に示します。正極活物質表面の100nm未満のLiNbO₃コート層が可視化できています。さらに、機械学習を活用した画像解析によって、

断面像中に示すような組成分布像の作成も可能です。お気軽にご相談下さい。

*Cold FE-SEM: 冷陰極型電界放出電子銃を装備

▶お問い合わせ先

機能材料ソリューション本部 電池試作解析センター
大森 滋和
機能材料ソリューション本部 ナノ解析センター
猪瀬 明
s-oomori@jfe-tec.co.jp / inose@jfe-tec.co.jp



図1 最新型Cold FE-SEMの外観

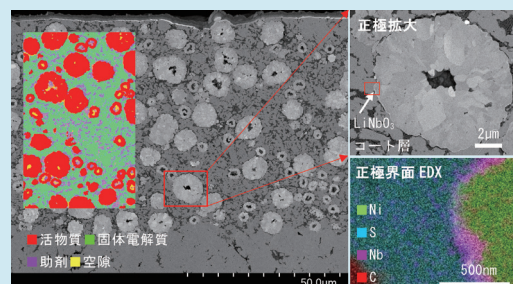


図2 全固体電池セルの断面SEM像（図中は、画像処理による組成分布像）と正極界面高分解能EDX分析の例

X線回折ラインプロファイル解析による転位状態評価

～材料の機械特性と相関する
材料内部欠陥の定量的評価～

▶なぜいまこれが？

金属材料中の構造欠陥の一つである転位の状態は、材料の機械特性や水素脆化などのメカニズムに大きく影響します。転位は、材料の加工方法や熱処理方法によって、その形態や密度が大きく変化するため、転位の状態を詳細に把握し、材料やプロセスの設計にフィードバックすることが求められています。これまでの、一般的に、透過電子顕微鏡等による μm オーダーの局所的組織観察にて転位の状態を評価することや、X線回折による回折ピークの半価幅より転位密度を簡易に評価していました。

▶これがポイント！

当社では、X線回折法によって得られたX線回折パターンを精密にラインプロファイル解析することで、転位の状態を高精度に評価することが可能です。解析方法には、modified Williamson-Hall/Warren-Averbach法もし

くはConvolutional Multiple Whole Profile fitting法を適用し、転位密度に加え、転位配列（転位下部組織の発達度）や転位構造（らせん/刃状成分割合）および結晶子サイズを定量的に評価可能です。図1に、フェライト系ステンレス鋼に対して、10～50%の圧下率で冷間圧延を施した試料の解析結果を示します。圧下率が増すにつれて転位密度が増加し、いずれの試料も転位配列パラメータM値が1.0以下の値であること

から、転位下部組織の発達（転位のセル構造の発達など）が予測できます。本結果は、図2に示す走査透過電子顕微鏡による転位組織の観察とも整合します。X線回折で得られるこれらの情報は、電子顕微鏡で取得できるもの

よりも圧倒的に材料の平均情報を反映するため、加工硬化や水素脆化など材料のマクロな特性に直結する現象の理解へ寄与することが期待されます。お気軽にご相談下さい。

▶お問い合わせ先

機能材料ソリューション本部 ナノ解析センター
田中 千津子
c-tanaka@jfe-tec.co.jp

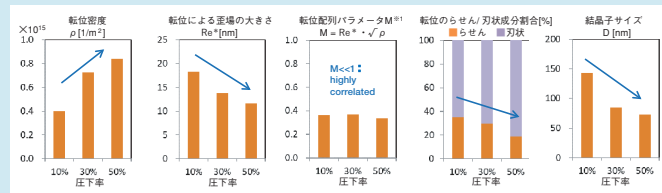


図1 X線回折ラインプロファイル解析結果
(※1: $M>1$: random, $M<1$: highly correlated.)

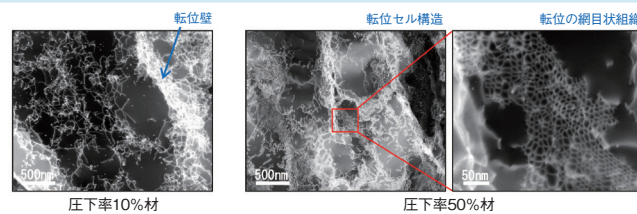


図2 走査透過電子顕微鏡による組織観察結果（Annular Dark-Field STEM像）、圧下率10%材では転位壁の形成が、圧下率50%材では転位セル構造や転位の網目状組織も観察され、圧延による転位下部組織の発達が確認された。

（試料提供：JFEスチール（株））

触媒分野におけるSTEM高度利用

～触媒活性を左右するPEFC触媒の
無染色3次元微細構造解析～

▶なぜいまこれが？

カーボンニュートラル時代におけるモビリティのエネルギー源として、水素と空気中の酸素で発電を行う、固体高分子型燃料電池（PEFC）が注目されています。これらのコアテクノロジーは数nmまでに微細化された触媒により支えられています。この触媒の微細構造を観察するだけでなく、定量評価し、材料開発にフィードバックするために、透過走査電子顕微鏡（STEM）による3次元（3D）構造解析技術をブラッシュアップしました。

▶これがポイント！

PEFC・水電解触媒の構成材料であるアイオノマーとカーボン担体はともにSTEMによる識別が難しい軽元素で構成されており、特に電子線に弱いアイオノマーを無染色で壊さずに識別することは

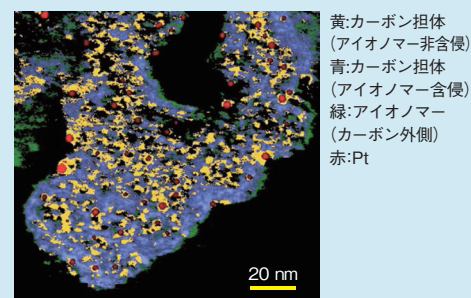
困難でした。当社では電子線照射量を抑えたSTEMを用いて、カーボン担体とアイオノマーを、散乱電子の強度差により識別する技術でnmスケールの構造を壊さずに3D構造を可視化する技術を開発しています（図1）。現在では、試料ステージの精度、3D再構築計算時の画像位置精度、識別アルゴリズムの最適化の改良を行い、空間分解能と、物質の識別精度が向上し、3D構造を“観る”だけでなく、画像解析により“測る”ことができるようになりました。解析では既往の体積・表面積に由来した数値データだけでなく、カーボン担体の表面に対するPtの担持位置の評価や、アイオノマーのカーボン担体が有する細孔への含侵状態、Pt触媒との位置関係等、触媒性能に関連したナノ構造パラメータの抽出が可能です。今後もSTEMにより抽出したnmスケールの構造パラメータと物性との整合性・定量精度の調査や、様々な材料における実証結果を学会¹⁾な

どの場で研究者の方々と議論しながら技術開発を進めてまいります。上記PEFC触媒に限らずnmスケールの3D構造に関するお困りごと等がございましたらお気軽にお問い合わせください。

1) 宇部卓司 第128回触媒討論会、「透過走査電子顕微鏡を用いたPEFC触媒の先端評価解析」、2021年9月15日（招待講演）

▶お問い合わせ先

機能材料ソリューション本部 ナノ解析センター
宇部 卓司
t-ube@jfe-tec.co.jp



カーボン担体が有する2 nm程度以下のミクロ孔に含侵したアイオノマー（青）を識別・解析することができます。Pt粒子（赤）との位置関係も評価可能です。

図1 PEFC触媒の3D構造から抽出した任意位置の断面像

高度物理解析サービス拡大

～中京地区のナノ材料評価ラボ～

▶なぜいまこれが？

加速する自動車のEV化、自動運転化に対応するため、知多ソリューション本部（愛知県半田市）では、複合サイクル腐食試験機をはじめとした環境耐久性試験や高温油浸漬などの特殊環境試験設備の拡充を進めてきました。2021年9月に極低加速電圧走査電子顕微鏡（以下ULV-SEM）を、中京地区で初めて導入し、他の物理解析技術との組み合わせにより一貫したソリューションの提案が可能となりました。

▶これがポイント！

当地区では、ULV-SEMに加えて従来より導入済みの走査電子顕微鏡（SEM）、電子プローブマイクロアナライザー（EPMA）、X線回折装置（XRD）などの物理解析装置による総合的な材料解析サービスを提案しております。

ULV-SEMは、1kV以下程度の極低加速電圧で観察することで、従来のSEMでは分からなかった試料の極表面あるいはnmオーダーの微細構造に関する情報を得ることができます（図1）。知多地区に導入した最新のULV-SEMでは、検出感度の進歩から従来以上に微細な表面構造を観察することが可能です。さらに、微細構造を取得できる観察条件（低加速電圧条件）のままで元素分析を行うことができ、軽元素も高感度で検出することができます。

当ラボでも、実験室でのお立会いはもちろん、巻頭に記載しましたように、お客様の会議室やご自宅などからの立会いも可能です。

当社では、各種機能材料に対する受託

解析の経験をもとに、お客様の目的に合わせた様々な環境耐久性試験から、多くの分析装置を駆使した多角的な解析をご提案し、お客様の課題解決やご要望にお応えいたします。お気軽にお問い合わせ下さい。

▶お問い合わせ先

知多ソリューション本部 マテリアル・モビリティ評価センター
井本 浩史
h-imoto@jfe-tec.co.jp

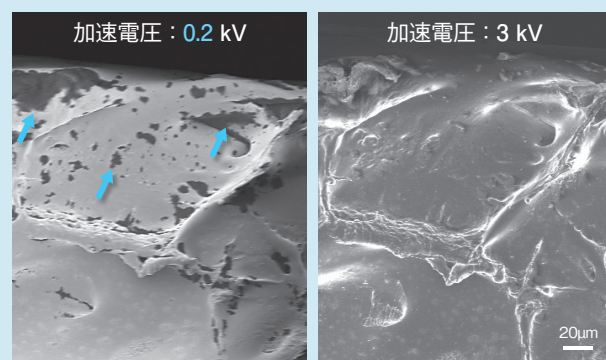


図1 ULV-SEMで観察した樹脂破面：InlensSE像
（加速電圧0.2kVで極表面の付着物（矢印）を可視化）

当社の物理解析分野の
学会報告 この1年

本特集号では、新たに開発が進む材料の微細構造を明確にするため、当社で開発している構造解析技術を紹介しました。微細構造と言っても、材料毎・部品毎の設計に必要な微細構造は、種類もスケールも異なっています。種類としては、電子顕微鏡でわかる材料組織から結晶構造、分光技術が必要な電子状態・化学結合状態と様々な観点が要求されています。スケールから見ても、微細構造は原子・分子スケールからμmスケールまで、様々です。

私どもは、お客様の構造解析結果から材料・部品のブレイクスルーを図りたいとのご要求に応える解析手法をご提案するとともに、より一般化した技術として、学会報告・論文投稿も行っています。この1年間で、17件の発表・投稿を行いました。

開発した構造解析技術を材料や部品の学会で行った、総合的な解析の報告例として、実装エレクトロニクス学会関西支部主催の関西実装フェスタ2023で報告した概要を示します。実動作を想定して、車載用インバータ向けに開発されているSiC系パワーデバイスをSEM中で加熱して得た像を画像相関法（Digital Image Correlation: DIC）で解析すると、SiC半導体/モールド樹脂界面に発生する熱ひずみが明らかにできることを報告しました。図1の様に、SiC界面から樹脂中にひずみが発生していることがわかります。合わせて、125mmと広範囲の熱ひずみを、ステレオ光学カメラ画像にDICを組み合わせて評価した熱伝導シートの加熱による変位や、デバイスの欠陥観察可能なドライ超音波探査映像装置も紹介することで、車載部品の熱マネジメント向けの総合的な要素技術を示しました。

材料物性が発現する仕組みを紐解こうとすると、従来技術の深い理解に基づ

いて開発した解析技術・評価技術と、これらを組み合わせた広範な解析・評価技術が重要です。当社はこれら技術の開発を進めていきます。

▶お問い合わせ先

営業本部 プロジェクト営業部
橋本 哲
s-hashimoto@jfe-tec.co.jp

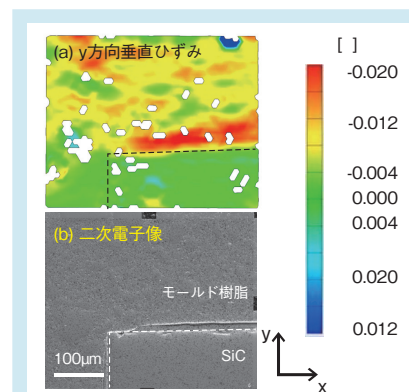


図1 200℃に加熱されたSiC系パワーデバイスのSiCチップ/モールド樹脂界面におけるひずみ分布。
(a) y方向垂直ひずみ (b) 二次電子像
図中に示した点線は、SiC界面とモールド樹脂との界面を示す。

◆このパンフレットの送付中止、宛名変更は jfetcsalesmarketing@jfe-tec.co.jp へご連絡ください

JFE-TEC News <2023>

No.76

2023年7月発行

発行人／蛭田 敏樹

発行所／JFEテクノリサーチ株式会社 営業企画部

〒100-0004 東京都千代田区大手町一丁目6番1号 大手町ビル4階

☎0120-643-777

