

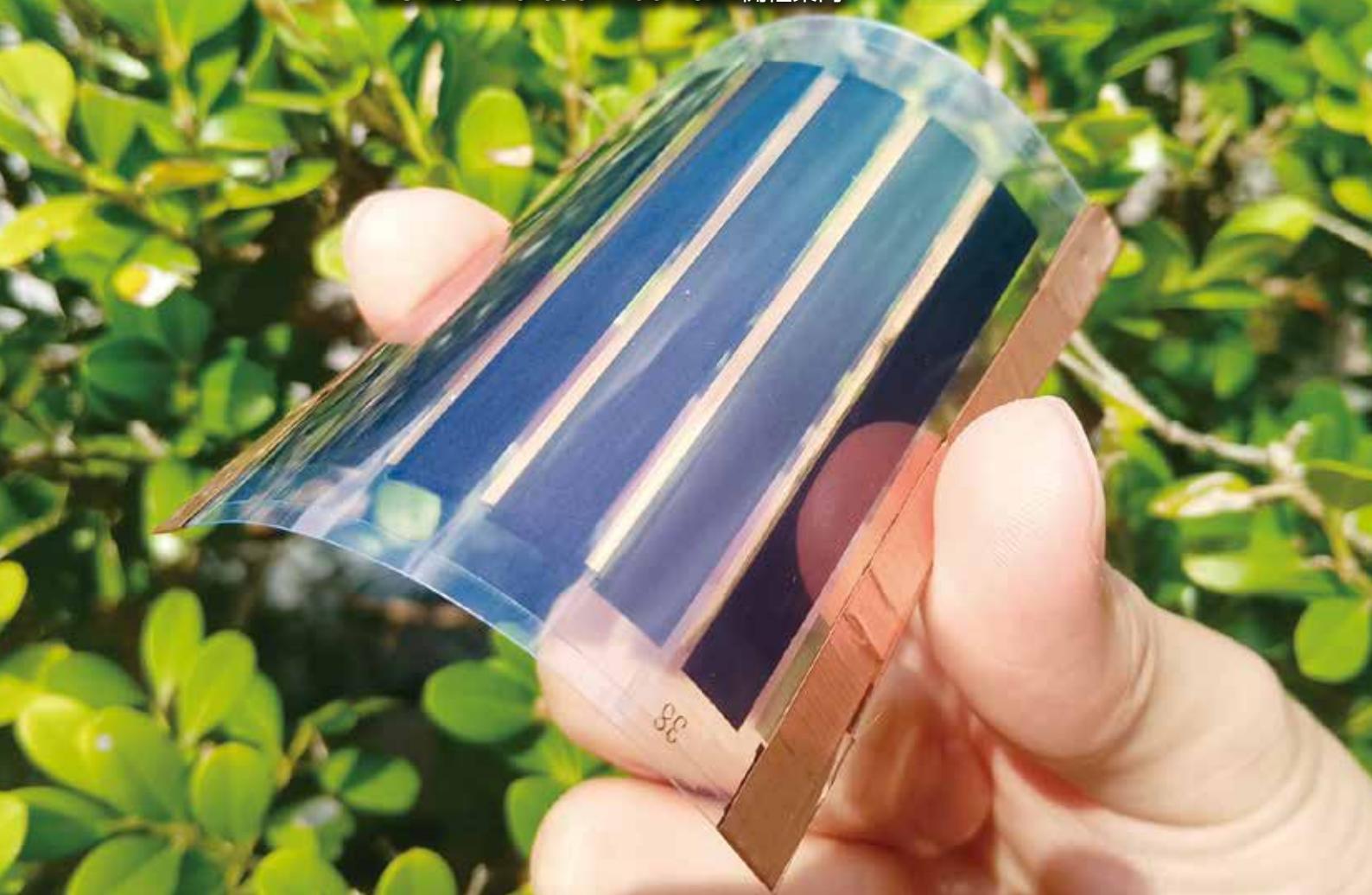
KISTEC NEWS

VOL.
29

P.2 <特集>

ペロブスカイト太陽電池の 発電性能評価法の開発

- P.4 研究紹介：放射光測定で樹脂の劣化を探る
- P.6 KISTEC設備ナビ：高出力高精細X線CT装置のご紹介(令和5年度導入)
- P.7 技術部紹介：電子線マイクロアナライザ(EPMA)による微小領域の元素分析で、
不具合解析や材料開発をサポートします！
- P.8 インフォメーション：研修・教育講座のご案内／今泉小学校との交流事業を行いました／
KISTEC Innovation Hub 2024 開催案内



ペロブスカイト太陽電池の 発電性能評価法の開発

川崎技術支援部 戸邊 智之



川崎技術支援部・太陽電池評価グループでは次世代太陽電池として期待されているペロブスカイト太陽電池の発電性能評価法の開発に取り組んでいます。ペロブスカイト太陽電池(図1)はフィルムでの作製が可能であり、軽量かつ柔軟という特長を有しているため、建物の壁面や湾曲面にも施工でき、太陽光発電の適地に乏しい我が国において大きな期待が寄せられています。しかし、一方で使用条件(温度、照度、電圧、光照射時間)によって電気特性が変化し、電流-電圧(I-V)測定において、電圧変化に対する電流の応答が既存のシリコン太陽電池と比較して遅いといった特有の性質があります(図2)。私たちはペロブスカイト太陽電池のこのような特性を踏まえた発電性能評価法の開発に取り組んでいます。



図1：フィルム型のペロブスカイト太陽電池モジュール

この事業におけるKISTECの役割は どのようなものですか？

私たちはペロブスカイト太陽電池の性能評価に重点を置き、企業・大学等の開発プロジェクトを支援する機関として独自の役割を果たしています。ペロブスカイト太陽電池の性能評価は、電圧の変化に対する電流応答の遅れに加えて、電圧の掃引方向の違いによりヒステリシスが生じることや、光照射・熱履歴などが原因で発電性能が変化するため定常値を評価することが難しいといった課題があります。太陽電池の電気特性は一般的に、国際電気標準会議(IEC)60904-1に規定された電流-電圧(I-V)測定によって評価されますが、ペロブスカイト太陽電池はこのような性質のためにIEC 60904-1をそのまま適用することは困難です(図2)。私たちはペロブスカイト太陽電池の特性を踏まえた発電性能評価法を開発することで、研究開発や製品化を支援する役割を担っています。

研究開発内容・進捗状況、現段階での成果について教えてください。

ペロブスカイト太陽電池の性質を踏まえた発電性能評価法として、独自のMPPT法を開発しました¹⁾。これは、「電圧の掃引方向を揃え、電圧変化時に電流値が安定するまで待つ。」といったアルゴリズムが組み込まれているものです。また、有機系太陽電池技術研究組合(RATO)と連携し、ペロブスカイト太陽電池の発電性能評価法に関する国際標準化を推進しました²⁾。国際標準化のために、世界各国の主要な研究機関と連携しハブ・アンド・スクープ方式によるラウンドロビンテストを実施しました。参加機関は、KISTECの他、国立研究開発法人産業技術総合研究所(AIST:日)、電気安全環境研究所(JET:日)、フランホーファー太陽エネルギーシステム研究所(Fraunhofer ISE:独)、欧州委員会共同研究センター(JRC:EU)、オーストラリア連邦科学産業研究機構(CSIRO:豪)、国立再生可能エネルギー研究所(NREL:米)の計7機関です(図3)。ラウンドロビンテストの結果、各機関で非常によく

MPPT : Maximum Power Point Tracking (最大電力点追従制御法)

太陽電池が発電するときに、最も出力が得られる電流×電圧の動作点を自動で求める制御法。

ヒステリシス

太陽電池測定の際に、順方向掃引と逆方向掃引で測定結果が一致しないこと。

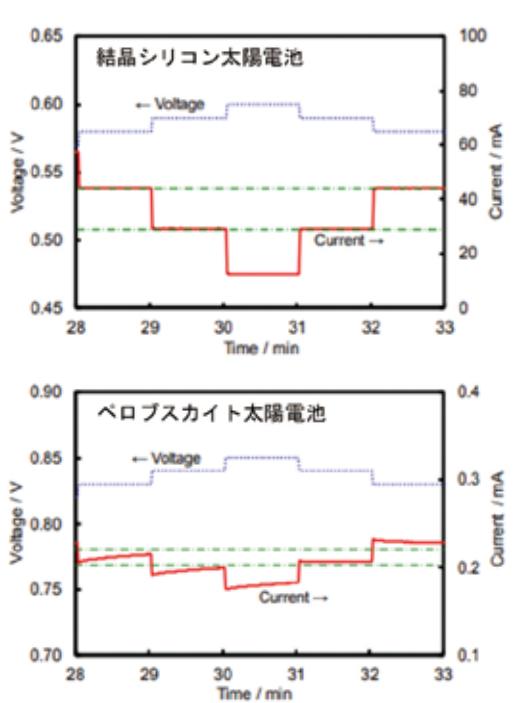


図2：結晶シリコン太陽電池とペロブスカイト太陽電池の電圧印加に対する電流応答

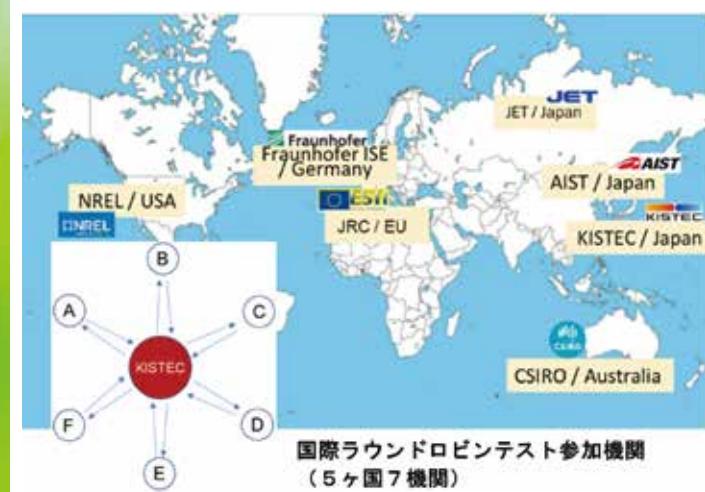


図3：国際ラウンドロビンテスト参加機関とハブ・アンド・スポーク方式概略図

参加機関(7機関)
KISTEC
国立研究開発法人産業技術総合研究所(AIST:日)
電気安全環境研究所(JET:日)
フランホーファー太陽エネルギーシステム研究所(Fraunhofer ISE:独)
欧州委員会共同研究センター(JRC:EU)
オーストラリア連邦科学産業研究機構(CSIRO:豪)
国立再生可能エネルギー研究所(NREL:米)



図4：ペロブスカイト太陽電池の屋外暴露試験の様子

一致した測定値が得られ、この結果をもとに国際電気標準会議(IEC)において新業務項目提案(New work item Proposal: NP)を行い2024年2月に承認されました。KISTECの国際標準化活動はこのNP提案承認をもって終了し、産業技術総合研究所(AIST)に引き継がれましたが、今後も技術仕様書(Technical Specification: TS)の発行を目指して協力します。

※国際標準化活動は経済産業省の委託事業の成果を含んでいます。

今後の展開などがあれば教えてください。

引き続きペロブスカイト太陽電池計測法の国際標準化の取り組みに協力するとともに、独自に開発したMPPT法を用いたデバイスの性能評価も承ります。この評価法を広くご活用をいただけるようにプログラムを無償配布しておりますのでご興味がありましたらお問い合わせください。

また、NEDOグリーンイノベーション基金事業にも参画し、ペロブスカイト太陽電池の寿命予測のための加速試

験や、屋外暴露試験(図4)も開始し、実用化に向けた研究や製品開発の支援を行っています。

私たちは長年にわたって太陽電池の評価法開発に取り組み、発電性能に及ぼす光源の照度や入射角度、温度や湿度の影響について知見を蓄積してきました。これらのノウハウと新たに獲得するペロブスカイト太陽電池に関する知見をもとに、他機関とも連携しながら高度な性能評価技術でペロブスカイト太陽電池の開発支援に注力したいと考えています。

この他、分析電子顕微鏡による発電性能の劣化メカニズムの解明にも着手しており性能評価と形態観察の両面からアプローチし、より踏み込んだ開発支援の展開も模索しています。太陽電池の新規開発、新製品開発に取り組む企業、大学の研究者の皆様、ぜひKISTECをご利用ください。

参考文献

- 1) H. Saito, D. Aoki, T. Tobe, S. Magaino, Electrochemistry, 88, 218-223 (2020)
- 2) KISTEC ANNUAL REPORT2024, p49

ラウンドロビンテスト
測定方法や測定装置の信頼性を検証するために、複数の試験機関に同一試料を配付して測定を行うこと。

問 川崎技術支援部



放射光測定で樹脂の劣化を探る

化学技術部 水野 陽介

樹脂は成型しやすく、軽量で丈夫ですが、熱や光などに弱く、時間とともに劣化していきます。特に屋外で使用される自動車などに用いられる樹脂製品は、太陽光や雨、排気ガスなどの影響を受けるため、製品寿命を評価する上で、自然環境にさらされることで生じる劣化に対する抵抗性(耐候性)を評価することが重要です。しかし、近年では、耐候性や耐熱性に優れた樹脂や複合材料が開発され、耐候性試験が長期化しております。そのため、より迅速に耐候性を評価する方法が求められています。そこで本研究では、放射光測定を用いて樹脂の劣化状態の早期分析を試みました。

研究内容・成果

樹脂製品の耐候性評価は、屋外環境を模擬した促進耐候性試験での評価が一般的に行われます。その際、屋外環境で劣化した試料と比較し、促進耐候性試験の加速倍率などの知見の蓄積が重要になります。一例として、ポリプロピレン(PP)の耐候劣化について赤外分光法で評価・比較した例を示します。図1(a)に屋外暴露試験の各試験期間におけるPPの赤外分光スペクトルを示します。試験の経過とともに、PPの劣化生成物に特徴的なカルボニル基に由来するピークが、 1720cm^{-1} 付近に生じていることがわかります。このピーク面積を規格化したカルボニルインデックスを劣化指標として、耐候性試験期間(促進耐候性試験は計算した屋外暴露相当の期間)に対してプロットし、図1(b)に示しました。屋外暴露試験では、促進耐候性試験と比べて3~6か月の試験期間で急激にカルボニルインデックスが増加し、想定よりも劣化が急速に進んでいるこ

とがわかります。しかし、試験期間が短い、3か月の時点では、両試験に明確な差異はありませんでした。この時点で耐候性試験間の劣化の進行の違いを見分けられるかが今回の研究の目的になります。

そこで私たちは、微量の劣化生成物に含まれる酸素原子から樹脂表面の劣化状態を検討するため、あいちシンクロトロン光センターに赴き、O K-edge X線吸収端近傍構造(XANES)スペクトルを測定しました。図2に耐候性試験前、屋外暴露試験後(3か月間)、促進耐候性試験後(屋外暴露試験相当)のPPのO K-edge XANESスペクトルを示します。耐候性試験前後での全体的なピーク強度の増大とともに、 533 eV 付近にカルボキシ基やエステル基のO 1s(C=O)→π*(C=O)遷移由来のピークが新たに観測されました^[1]。このことから、赤外分光法では検出できなかった、カルボン酸やエステルの劣化による生成が示唆されました。これらは耐候劣化が進行することで生成されます。また、屋外暴露試験において、O 1s(C=O)

→π*(C=O)遷移由来のピークに対して、 $535\text{-}545\text{ eV}$ 付近のO 1s(C=O)→σ*(C=O)およびO 1s(C=O)→σ*(C=O)の遷移に由来するピークの強度比が促進耐候性試験と比べて大きいことから、屋外暴露試験ではエステルやカルボン酸、アルコールがより多く生成している可能性が示唆されました。これらの結果より、促進耐候性試験と比較して、屋外暴露試験では耐候劣化が進行していることを短い試験期間で明らかにできました。しかし、屋外暴露試験後のスペクトルには 560 eV 付近にブロードなピークが存在し、 SiO_2 の混入が示唆されるため^[2]、今回得られた結果は屋外暴露による飛来物の付着の影響である可能性も捨てきれないことから、今後検討すべき課題として残りました。

参考文献

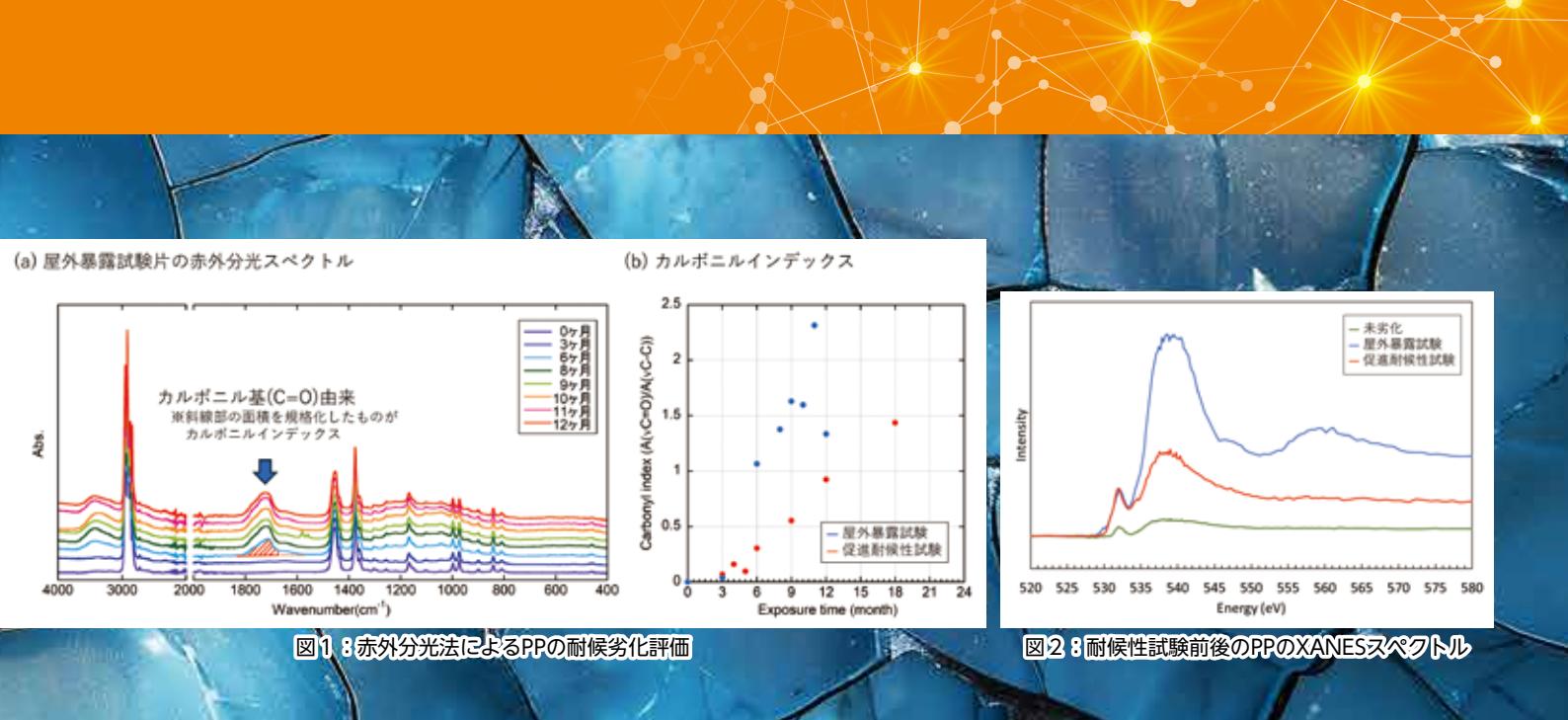
- 1) T. Okajima, K. Hara, M. Yamamoto, K. Seki, BUNSEKI KAGAKU, 59, 6, 477-488 (2010).
- 2) 鈴木 賢紀, 梅咲 則正, 丸山 茂宏, あいちシンクロトロン光センター2018年度公共等利用成果報告書, 201804061.

耐候性試験

自然環境のうち主として日光、雨雪、温度、湿度及びオゾンによる劣化に対する抵抗性(耐候性)を評価する試験。大きく分けて、屋外暴露試験と促進耐候性試験に分けられる。屋外暴露試験は、屋外環境に試験片を実際に設置して劣化させ、目的の物性の変化を追跡し、評価する。促進耐候性試験は、人工光源により光照射し、水噴霧や温度制御などを併せて行うことで劣化を促進させる試験である。試験方法はJISやISO規格などで規定。当所では、促進耐候性試験が可能なスーパーキセノンウェーブメーター SX75(スガ試験機(株)製)を所有。

赤外分光

測定対象物に赤外線を照射し、透過光を分光することで吸収スペクトルを得る手法。分子の官能基ごとに異なる波数(波長の逆数)で吸収ピークが現れるため、有機物の分析において、特に有効な測定手法である。今回の研究では、その中でも物質表面付近の測定が可能なATR法(全反射測定法)を用いている。



(a) 屋外暴露試験片の赤外分光スペクトル

(b) カルボニルインデックス

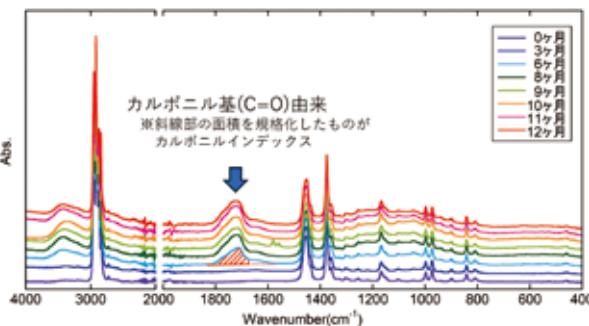


図1：赤外分光法によるPPの耐候劣化評価

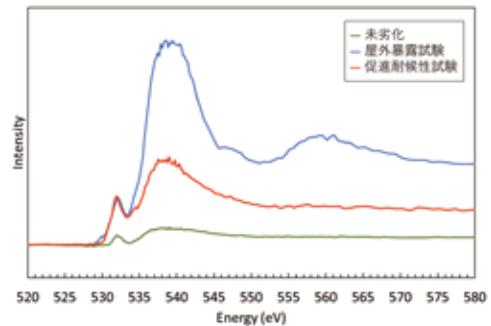
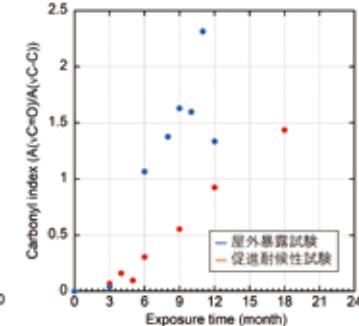


図2：耐候性試験前後のPPのXANESスペクトル

研究・開発で苦労している(苦労した)点

PPの分子構造は炭素と水素によって構成されています。そのため、劣化を検討する上で、実のところ炭素の情報を直接見たいと考えていました。しかし、PPは絶縁体のため、測定中に帯電して測定に影響が出てしまい、炭素について測定することはできませんでした。XANES測定により樹脂の劣化評価を行うためには、いかに表面へのダメージなく、帯電を防ぐかが重要な課題になります。また、結果でもお示しましたが、屋外暴露試験では飛来物による汚れが試験片表面に付着します。その汚れをどう取り除くか、または、得られた情報からどう汚れの影響を除くかもまた、解決すべき課題です。

研究・開発の成果がどのような分野で役立つ可能性があるか (今後の展開などがあれば教えてください)

今回測定対象としたPPでは、赤外分光法での耐候性評価においても現実的な試験期間で劣化が観測でき、

促進耐候性試験の加速倍率の計算も可能でした。しかし、耐候性に優れたフッ素樹脂やポリ塩化ビニルなどでは、耐候性試験の期間がはるかに長くなります。XANES測定は前述の課題があるものの、上記のような高耐候性の樹脂においては、検討すべき手段になると想っています。また、今回は樹脂の耐候劣化を焦点に分析を行いましたが、近年需要の増加しているスーパーエンジニアリングプラスチックのように耐熱性に優れた

材料の熱劣化の早期評価にも応用が期待できます。

研究成果の発表など

高分子学会関東支部神奈川地区講演会「XANESによる屋外暴露試験片の劣化状態の検討」(ポスター発表・査読なし)

あいちシンクロトロン光センター
2023年度 公共等利用 成果報告書
(査読なし)

研究員について

- これまでの経歴を教えてください。
大学院卒業後、KISTECに入所。高分子分野での研究に約4年従事、現在に至る。
- なぜ今の分野の研究をしているのですか？(研究員になったきっかけや、今の分野を選んだ理由など)
高校生のころに、研究をするならどの分野がいいか考えたときに、樹脂から生き物まで、人工物から天然物まで、様々なものを分子の繰り返し構造で構成する“高分子”の多様さに興味を惹かれ、研究してみたいと考えたため。
- 座右の銘(もしくは、尊敬している人物)を教えてください。
温故知新
- 好きなこと、休日についていることを教えてください(趣味や特技等なんでも構いません)
写真撮影、科学教室の開催、オンラインゲーム

謝辞 本研究は東北経済産業局 公設試等放射光利活用実践支援事業の助成を受けたものです。本研究のXANES測定は、科学技術交流財団あいちシンクロトロン光センターのBL1N2で行いました(実験番号: 202305023, 202306002)。試料は、産業技術連携推進会議 ナノテクノロジー・材料部会高分子分科会にご提供いただきました。この場を借りて御礼申し上げます。

X線吸収端近傍構造(XANES)

物質へのX線の照射により得られる吸収スペクトルには、物質に含まれる元素特有の急峻な立ち上がり“吸収端”が見られる。XANESスペクトルは、吸収端近傍に現れる微細な構造を持つ吸収スペクトルのことを指す。今回着目したK吸収端は、1s軌道にある電子の空軌道への遷移に由来している。吸収ピークは分子結合状態などによりシフトするため、有機物を対象とした際は定性的な分析に用いられている。今回の測定では、検出方法として、微量元素に有効かつ試料の帯電の影響を受けない、部分蛍光回量法を用いた。

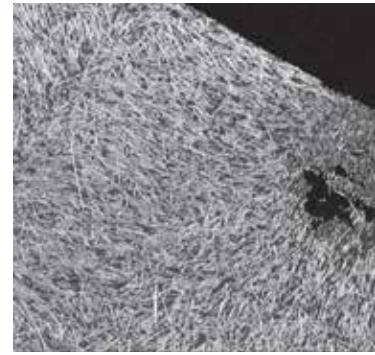
高出力高精細X線CT装置のご紹介 (令和5年度導入)

機械・材料技術部 解析評価G 増田 信次 ますだ しんじ

X線を用いた対象物の内部観察を行う装置で、対象物内部の3次元情報が得られます。各種断層画像や3次元立体像の作成が可能です。最大管電圧が300kVの高出力でありながら高精細な画像が得られるマイクロフォーカスX線発生装置を搭載しています。フリービューソフトMYVGLで再現できるデータを提供でき、欠陥介在物や繊維配向等の様々な解析機能を保有しています。測定精度については試料の構造や材質、測定条件等によって異なりますが、最良の条件下では約5μm程度の分解能が得られます。

»» 性能・特長

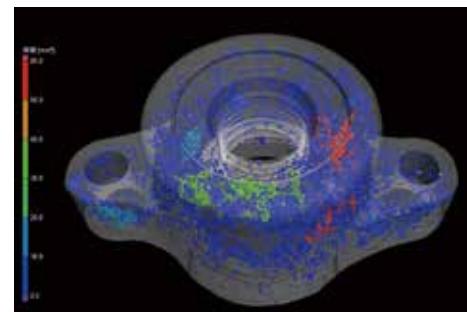
最大管電圧：300kV、最大出力：150W
フラットパネルディテクタ(16inch) 画素数：3030×3030画素、諧調：16bit
搭載可能な試料最大外形寸法：Φ420×H450mm、最大重量：20kg
最大CT撮影領域：約Φ420mm×H320mm
最大透過能力はアルミニウム：約175mm、鉄：約50mm、銅：約40mm



プラスチック製品内部ガラス繊維配向

»» こんな分野におすすめ！

金属や樹脂成型品、電子基板、電子部品、溶接部、医薬品、化粧品、食品、骨董品等様々なものの内部観察が可能。故障解析や品質確認に用いることが多いが、測定した3次元データをCAD/CAM/CAE等に用いたり、3次元造形機のデータとして活用する設計支援等にも応用が可能。



アルミダイカスト内の巣体積による色分け表示

»» こんなお悩みを解決！

- ・装置が動作しなくなったが、分解せずに原因を調べたい
- ・製造した製品内部に異常が無いか確認したい
- ・自然界のものや手作りの工作物等の3次元情報を取得したい
- ・不具合品と正品の内部情報を比較したい

基本データ	
機器名称	高出力高精細X線CT装置
型 式	TXS-33000FD
メーカー	東芝ITコントロールシステム株式会社
導入年度	2023年度

利用料金
E0985 高出力高精細X線CT撮影 1時間当たり 16,830円



ご相談先
機械・材料技術部



EPMAによる微小領域の元素分析で、不具合解析や材料開発をサポートします！

機械・材料技術部 もといづみ ゆう 本泉 佑

製造業においては製品の高付加価値化を実現するために、小型化、高機能化、高効率化が求められています。これにともなって、機能の集積化や新しい製造技術、厳しい性能要求などにより、故障や不良の発生要因も複雑化する傾向にあります。その原因を調査するにあたり、目的領域の形状観察と元素分析を高倍率で精度よく実施することが重要となります。機械・材料技術部、解析評価グループでは、こうしたニーズに対し、電子線マイクロアナライザ(以下、EPMA)を用いて対応しています。

EPMAは細く絞った電子線を試料の表面に照射して走査した際に発生するX線、二次電子、反射電子を検出することでサブミクロンオーダーの微小領域における元素分析が可能であるとともに、10万倍程度の高倍率での表面観察ができる装置です。以下に、事例をご紹介します。

【事例1】セラミックス中不純物(図1)

図1はセラミックス中の不純物の測定例です。この事例では元素分布の解析により、その成分や、混入の原因を特定することができました。その結果、製造プロセスが改善され、製品の品質向上を図ることができました。

【事例2】SEM-EDXとの違い(図2)

固体材料表面に電子線を照射し、特性X線を計測する分析法には、X線の検出方法の違いにより、波長分散型X線分光法であるEPMAとエネルギー分散型X線分光法であるSEM-EDXがあり、それぞれ異なる特徴を有します。まず、SEM-EDXは検出効率が高く、短時間で多元素を同時に分析できる利点があります。これに対して、EPMAはエネルギー分解能と測定感度において優位性を示します。図2は両手法によるステンレス鋼の定性分析結果です。SEM-EDXでは、ステンレス鋼中のMnやCoといった微量元素については、そのK α 線が、主元素であるCrやFeのK β 線と重なるために検出が困難です。一方、EPMAはエネルギー分解能が高いため、各元素のK α 線とK β 線を分離した観測が可能です。

【事例3】銳敏化処理させたステンレス(図3)

銳敏化させたステンレス試料を用いて粒界偏析元素の分析を試み、Cr欠乏層の存在を捉えた事例です。

■こんなお悩みを解決します！

- 製品に混入した微小異物の成分を特定したい
- 接点不良の原因を調べたい
- 腐食の原因を調べたい
- 変色の原因物質を特定したい
- めっき・コーティングの膜厚や層構造を確認したい(断面試料を作製する必要あり)

■WEBセミナーを開催します！

配信期間(予定)：10月1日(火)～31日(木)

当所HPにて、EPMAのほか、各種分析法に関するセミナーをオンデマンド配信で実施しますので、ぜひご覧ください。

ご相談先

機械・材料技術部

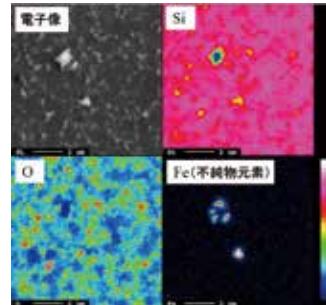


図1 セラミックス中の不純物の測定

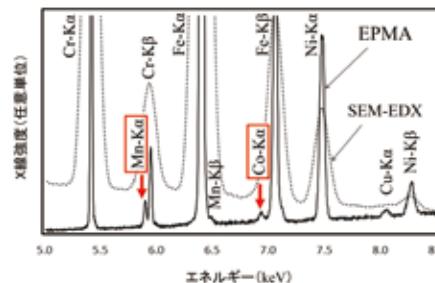


図2 ステンレス鋼の特性X線エネルギー分布

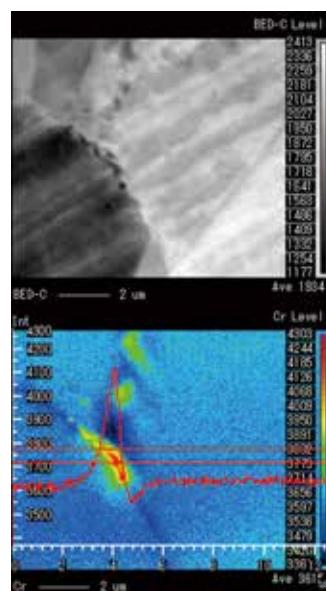


図3 ステンレス銳敏化試料における粒界偏析元素(Cr)の分布



KISTEC 研修・教育講座のご案内

企業の研究者・技術者等を対象とし、学習効果を高める工夫をこらしたオンライン講座や対面講座を開催しています。

①	金属組織観察実習(バルク材料編)	【第5回】10月30日(水)～31日(木)	全2日間	対面
②	機械材料基礎セミナー	【I 金属の基礎物性と腐食防食】 10月1日(火)、4日(金)、11日(金)、16日(水)	全4日間	オンライン
		【II 材料力学、塑性加工】 11月22日(金)、27日(水)、12月2日(月)、9日(月)	全4日間	
		【III 切削加工、マシニングセンタ】 12月16日(月)、23日(月)	全2日間	
③	ISO14001内部監査員養成講座	10月3日(木)、4日(金)	全2日間	対面
④	ナノインプリント体験セミナー	10月3日(木)	全1日間	対面
⑤	微生物発電が導く未来への サステイナブル・バイオテクノロジー	10月4日(金)	全1日間	対面
⑥	金属組織観察実習(材料別編)【工具鋼系】	10月8日(火)	全1日間	対面
⑦	切削加工とレーザ粉体肉盛溶接の基礎	10月9日(水)	全1日間	対面
⑧	はじめての応力ひずみ測定	10月10日(木)	全1日間	対面
⑨	微細化・高性能化する電子部品と実装の課題と故障解析	10月11日(金)	全1日間	オンライン
⑩	管理監督者のためのマネジメントスキル ワンラックアップ講座	10月17日(木)、18日(金)	全2日間	オンライン
⑪	ISO9001内部監査員養成講座	10月23日(水)、24日(木)	全2日間	オンライン
⑫	RoHS/REACHに応じる 自律的マネジメントシステムの構築【体験編】	10月31日(木)	全1日間	対面
⑬	品質管理講習会(技術課程)	11月7日(木)～令和7年2月27日(木)	全15日間	オンライン
⑭	第5回マネジメントシステム研究会(オープン講座)	11月15日(金)	全1日間	オンライン
⑮	基礎から学ぶソフトロボット学 ～製作方法、アクチュエータ、センサ、応用まで～	11月11日(月)、12日(火)	全2日間	オンライン
⑯	プラスチック射出成形における不良低減を目指して	11月21日(木)、22日(金)	全2日間	対面
⑰	中間水コンセプトによる機能性材料設計	12月10日(火)、11日(水)	全2日間	対面
⑱	機械学習・人工知能のためのデータサイエンスの基礎	12月12日(木)、19日(木)	全2日間	対面
⑲	高周波関連技術入門セミナー	12月13日(金)、25日(水)	全2日間	対面

問 **⑤⑨⑫⑯⑮⑰⑱⑲** 人材育成部 教育研修グループ ☎ 044-819-2033

上記以外 人材育成部 産業人材研修グループ ☎ 046-236-1500

※やむを得ない事情により、日程・内容等の変更や中止をする場合があります。詳細はHPをご覧ください。



今泉小学校との交流事業を行いました

7月3日、海老名市立今泉小学校2年生の皆さんに海老名本部にお越しいただき、正面玄関ロータリー内の花壇とプランターにマリーゴールドの植栽を行いました。

当日は真夏日の厳しい暑さとなりましたが、児童の皆さんには元気いっぱいに花の苗を植えていただきました。



KISTEC Innovation Hub 2024～研究成果発表交流会～開催！<参加費無料・事前予約制>

11/8(金)と12(火)～15(金)の5日間、技術連携・交流の場をめざして、3会場、全13テーマの研究成果発表交流会を開催します！

今年の海老名会場では、IoTや分析、脱炭素、3Dプリンタなど分野にとらわれない11フォーラムを実施し、また特別企画として溝の口支所で光触媒フォーラム、横浜@波止場会館にて、自動運転フォーラムを実施します。ぜひ、技術力の高度化・研究開発力の向上にお役立てください。



KISTEC NEWS | Vol.29

©2024 Kanagawa Institute of Industrial Science and Technology

地方独立行政法人

KISTEC 神奈川県立産業技術総合研究所

■住所変更・送付停止のご連絡先
企画部 情報戦略課連携広報グループ
TEL : 046-236-1500 E-mail : renkei_koho@kistec.jp

ものづくり
相談・依頼



県内4拠点
へのアクセス



KISTEC
メールマガ



公式
YouTube

