

〈技術概要〉

ニチアスの分析・解析技術

研究開発本部 分析解析室

1. はじめに

弊社の製品は、石油精製・石油化学、鉄鋼・非鉄、建築、電気、食品、輸送など、産業のあらゆる分野で使用されております。それに対応して、分析も守備範囲が広く、長年培ってきた製品特有の分析ノウハウを有しています。

弊社の分析は、材料解析、発生ガス分析、無機分析、超微量分析に大別され、開発から販売まで製品の全過程に関わっています。以下に、それらの概要を紹介します。

2. 分析・解析技術

2.1 材料解析

製品・材料の組成分析やキャラクター化を主体としています。対象に応じて複数の方法を組み合わせて多面的に分析し、総合判断を下します。所有装置の一部を図1～4に示します。



図1 FE-SEM/EDS
(走査電子顕微鏡/エネルギー分散型X線分析装置)

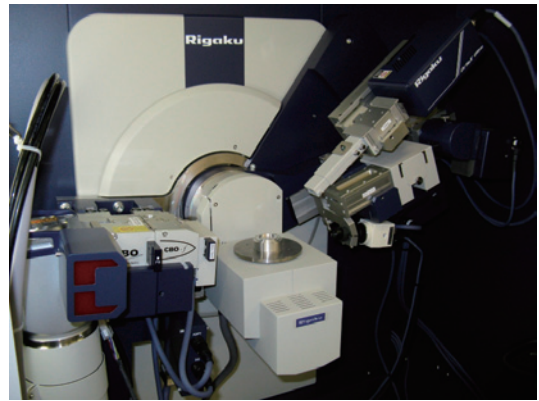


図2 XRD (X線回折装置)

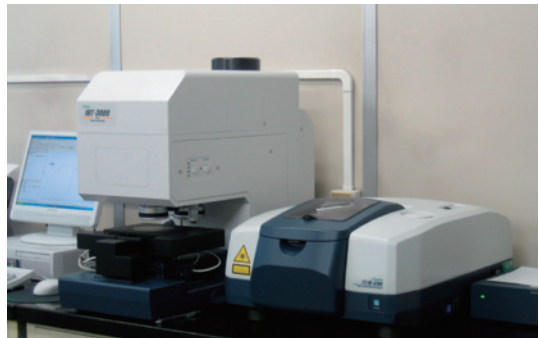


図3 顕微FT-IR (顕微付フーリエ変換赤外分光分析装置)

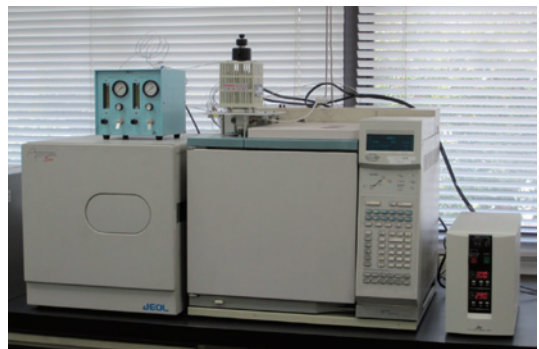


図4 熱分解GC/MS
(熱分解ガスクロマトグラフ質量分析装置)

近年、分析機器の進歩が著しく、その活用が分析の可否を左右する傾向があり、それゆえ前処理の重要性が一層高まっています。弊社は、さまざまな前処理技術にもノウハウがあり、それらをベースに、ジョイントシートなど弊社製品の分析スキームを確立しています。また、長年にわたって、基となる各種原材料のデータを蓄積し、独自のライブラリーを構築しています。

最近では、材料の極表面や界面の微細な分析や微量有機成分の解析などの重要性が高まっています。新しい分析方法の開発に取り組むとともに、最新式の設備導入や外部機関との連携も積極的に推進し、ニーズに対応しています。

また、以上に述べた材料解析技術を応用し、異物、変色、劣化など、さまざまな不具合解析も行っています。中でも、異物分析においては、対象がますます微小となり、高度なサンプリング技術および的確な分析方法が必要とされます。マイクロマニピレータ（図5）などを併用しながら微小分析の技術向上を図り、製造部門と協同して製品の品質向上に努めています。

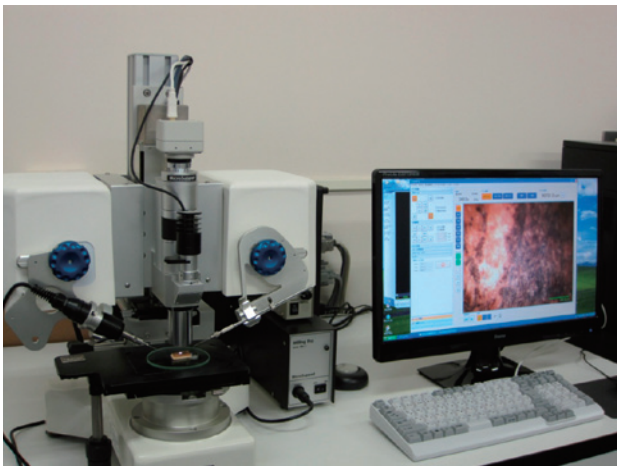


図5 マイクロマニピレータ

2.2 発生ガス分析

弊社製品は、断熱材をはじめとして、加熱環境下で使用されることが多く、安全性・信頼性を評価するため、製品や材料から加熱時に発生するガスを分析しています。

発生するガスは、有機・無機共にさまざまな成分があり、目的や対象に応じて、適切な捕集・

濃縮方法を選択し、P&T-GC/MS（パージ&トラップーガスクロマトグラフ質量分析装置：図6）、HPLC（高速液体クロマトグラフ）、IC（イオンクロマトグラフ）、IR（赤外分光分析装置）などで測定します。加熱温度は、オンライン分析以外に弊社で開発した専用設備を用いて、室温から600℃まで対応しています^{1, 2)}。

また、建材製品（ロックウール製品）から放散されるホルムアルデヒドについては、総アルミ張りの専用捕集室（図7）を設置し、JIS A1901による小型チャンバー法で評価しています。



図6 P&T-GC/MS
（パージ&トラップーガスクロマトグラフ質量分析装置）



図7 ホルムアルデヒド捕集室（JIS A1901対応）

2.3 無機分析

製品・材料中に含まれる微量金属やハロゲンの定量、溶出するイオン成分の分析などを行っています。主要分析装置の一例を図8に示します。



図8 燃焼IC (燃焼イオンクロマトグラフ)

微量金属分析では、試料を測定する際の溶液化(前処理)が極めて重要であり、古典的な湿式・乾式法から専用の装置を用いた方法³⁾まで、目的に応じてさまざまな技術を使い分けています。さらに、難溶性セラミックスからふっ素系ポリマーにいたるまで、弊社製品における独自の前処理技術のノウハウを有しています。測定は、通常の試料中含有量がppmレベルではICP-AES(誘導結合プラズマ発光分析装置)で行いますが、半導体関連製品など、ppb以下の定量ではICP-MS(誘導結合プラズマ質量分析装置)を使用します。

近年は、前処理時に揮散する成分の定量に力を入れており、あらゆる製品・材料中のあらゆる成分の高精度な定量を目指して、技術革新に努めています。

2.4 超微量分析

クリーンな半導体関連製品を提供するために、パーティクル、金属・イオン成分、有機物などの各種汚染分析を、独自の前処理技術と各種分析装置を駆使して、高感度・高精度に行っています。これらの分析は、ケミカル汚染対策されたISOクラス1のクリーンルーム(図9)で実施しています。

パーティクルは、気中のみならず液中パーティクル評価技術を確立し、例えば、超純水にてふっ素樹脂チューブの内面や部材から発生する65nm以上のパーティクル測定が可能です⁴⁾。

金属成分では、各種部材の塩酸などによる溶出の他に、ふっ素樹脂チューブの内面やシートの片面など局所的な分析も実施しています。溶出液はICP-MSで測定し、ほとんどの元素でpptレベルの分析が可能です⁵⁾。pptレベルの超微量

分析においては、測定装置の感度のみならず、前処理や測定時の汚染制御が非常に重要です。これらの技術を活かしてデバイスメーカーで実施されているウェーハ表面の分析も可能です。確かな技術やノウハウを基に、日々分析に取り組んでいます。



図9 クリーンルーム (ISOクラス1)

3. おわりに

弊社の幅広い製品を支える分析技術について、概要を紹介しました。長年培ってきた固有技術やノウハウと最新技術を融合して、信頼性の高い結果を提供しています。今後さらに分析・解析技術の向上を図り、ユーザー各位にご満足いただける製品の開発に貢献していく所存です。

参考文献 (ニチアス技術時報)

- 1) 「高温加熱時の発生ガス分析」No.359 (2012)
- 2) 「P&T-GC/MS法による微量揮発性成分の分析」No.328 (2001)
- 3) 「マイクロ波試料分解法によるケイ酸塩試料中のケイ素およびホウ素の定量分析」No.357 (2012)
- 4) 「クリーン性評価の取り組み」No.362 (2013)
- 5) 「ICP-MSによる超微量金属分析」No.338 (2003)