

kju:

SCAS NEWS

2023 - II

(通巻58号)

テーマ

エレクトロニクス産業を 支援する最新分析・評価技術

提言 P.1

肩がこらない半導体よもやま話

東京工業大学 大場 隆之 先生

未来へ繋ぐ P.3

フレキシブル有機ELパネルとそのバリア技術

山形大学 硯里 善幸 先生

FRONTIER REPORT P.7

- 半導体製造工程のケミカルコンタミネーション評価
～固体捕集サンプラーによる
気中酸塩基性ガス成分の高感度定量～

規制&標準化の潮流 P.12

- EUおよび米国のPFAS規制動向の概要について
- バイオアナリシスの国際調和新ガイドライン
「ICH M10」について

SCAS NOW P.15

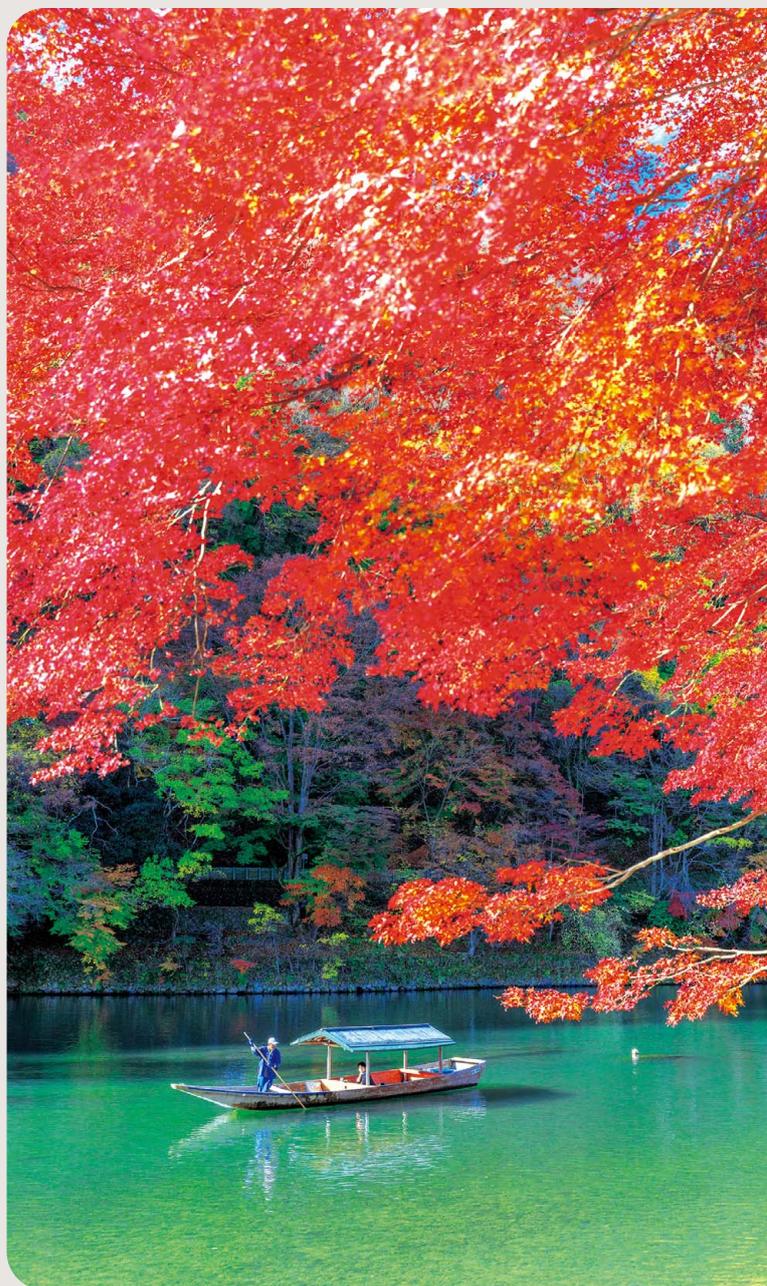
- CMPスラリーの凝集状態評価
～凝集状態の数値化による研磨特性との相関解明～
- 薄膜・コーティング膜の物性評価
～ハイバリア膜の密着性の数値化～
- 電子線ダメージ低減技術 (RED法) の開発
～アイオノマー分布可視化への応用例～
- プラスチックの加熱分解から組成分析まで
～ケミカルリサイクルに関わる開発支援～
- 細胞医薬品の安全性を支える核型解析
～chromocenterの独自技術とノウハウをそのままに～

TOPICS P.21

- 日本分析化学会 2023年度有功賞受賞

PICKUP! TOPICS 巻末

- 材料評価連携体制の強化
- 筑波サテライトラボを開設



肩がこらない 半導体よもやま話

国立大学法人 東京工業大学 科学技術創成研究院
異種機能集積研究ユニット WOW Alliance 特任教授

おおば たかゆき
大場 隆之

経済産業省が2022年11月に「2 nm プロセス以下の次世代半導体の研究開発プロジェクトの委託先を、Rapidus (ラピダス) に決定した」と発表した。のっけから水を差す話で恐縮ながら、月にも行ってないのに火星を目指すかのごとき計画には大きな疑問が残る。日本人として Rapidus には成功してほしいものの、本文を眺めてもらって疑問に至るわけがなんとなく分かってもらえれば幸いである。

火星旅行の前に取り組むべき次の市場は、三次元集積システムである。これは筆者らが開発した BBCube^{※注1} を中心に様々な機会ですべて述べてきた^{1) 2)}。簡単に言うならばパッケージに入れる前に複数のチップを密着して三次元化する技術である。ではなぜ三次元製品が主役になるか理由を考えてみたい。結論は、B2B 市場が Turnkey-Solution、つまりスイッチを押せば瞬時に高い性能が出る製品に重心を移したからである。車を買う時に、タイヤやエンジン、ボディーがばらばらだったら困る事情と同じくして (オタクな方を除き)、DRAM や CPU などシステムの部品一式を高い性能でまとめて提供してくれるならーといったニーズである。電子機器は、コンパクトにすればするほど性能が上がるので、要は、部品の小型化、微細化、部品と部品をつなぐ配線を限りなく短くすることになる。手前みながら BBCube はその究極の姿である。

とはいえ魔法のようなモノづくりはないので、やはりある程度半導体の事情をかみ砕かないとわかりにくいかもしれない。それでは、なぜ半導体産業は微細化に鎬を削っているのだろうか。答えは、性能とコストの両輪を満足させるためである。それはインテルの Moore の法則³⁾ (18 ヶ月で集積度が2倍) に従っているから風の話が定着している。でも Moore が提唱した内容を法則と呼ぶことに少々違和感を覚える。トランジスタの性能が微細化に合わせて向上することを初めて物理表現したのは、Moore の提唱から9年後1974年 IBM の Dennard⁴⁾ である。Moore は、自社のビジネス戦略として進化のさせ方を時間軸で表現した予定調和律で、経験則とした方が腑に落ちる。そうは言うものの、Moore の法則に加えて More Moore や Beyond Moore という言葉が産業界の合言葉になったので、今さら目くじら立てる必要はないだろう。法則であれ、経験則であれ、産業界に残した功績は絶大で、敬服に値する。半導体が今日の200兆円巨大産業になれたのは、設計、微細化、装置、材料など製造サプライチェーンすべての開発歩調が Moore の法則に同期してくれたからである。最近、設計とプロセス技術の呼吸を合わせる協調開発 (DTCO: Design-Technology Co-optimization) が流行ってきているが、振り返れば無意識の内に協調開発は Moore の時代から始まっていたと言える。

コスト低減の基本は、一枚のウエハから良品チップを何個製造できるかである。そのためウエハ径を大きく、同じ集積度でも小さいチップを如何に作るかを半世紀以上続けてきた。もちろん、100%の歩留まりを全員目指すわけである。そうは言っても、設計ミスから始まり、ゴミが邪魔してパターンニングできなかつたり、配線が切れたりといった、多くの欠陥を一つ一つつぶしながら歩留まりは改善されてきた。乱暴な表現ながら、最先端であれやっけることは同じで、ちょっとずつ微細化、そして改良、この繰り返しの連続である。ところがトランジスタの小型化に対し配線の微細化が追いつかなくなった。アルミ配線をトランジスタ端子 (S/D/G) のピッチに合わせてと配線抵抗が高くなり、トランジスタ駆動に必要な電流供給ができなくなる。苦肉の策で屏風みたいな高アスペクト Al 配線にすると、垂直配線ができない、倒れ易い、思ったほど抵抗が低くならないなど課題が噴出した。このため多層配線構造にして電流の多い所は幅を広くし、微細な部分はそれに適したタングステン配線、そして銅のダマシン配線が開発された。その結果、先端では14階建ての多層配線が登場している。

先端の半導体プロセスでは、真っ新しいウエハから始まりチップになるまで、800工程から1000工程必要である。各社の定義で工程数は多少変わるが、その膨大な工程から一つを取り出して見ても、実に多くの先端技術が集約されている。特に半導体と絶縁体の界面状態に敏感なトランジスタ周りの成膜では、分析の検出限界に近い ppb (10^{-9}) の清浄度で管理されている。今日の TEM 観察が光学顕微鏡並みに

簡便に使えるとは思ってもよらなかった。分析技術の進化が無かったら半導体の微細化は当の昔に諦めていただろう。いずれにしろ、一つの工程がこんな調子なので、1000工程を同じ水準でつなぎ合わせるのは非常に骨が折れる作業である。

ナノメートル世代になると、工程間で許容されるバラツキは原子数個分になる。厄介なのは、原子一つ一つを観察しようとする量子論の不確定性原理でサイズが確定できなくなることである。四半世紀前は、ウエハ100枚単位の統計的性能バラツキと欠陥の対応で、良し悪しを考えることができた。ナノ世代では、見えない欠陥の量がどんどん増えるため、圧倒的な物量、例えば1000枚単位の中の微妙なバラツキ変動を頼りに改良している。総ウエハ面積で単純外挿すると、分析感度は ppt (10^{-12}) 以下になる。要は、膨大なコストと時間がかかるわりには歩留まりが上がらなくなり、おいそれと新技術を取り入れる余裕がなくなった。これがコストから見た微細化の限界と言える。こういった事情から、平面の集積度を上げる競争から、チップ積み上げて三次元にして実効トランジスタの数を増やす方向に舵が切られた。筆者らが開発した BBCube は、ウエハプロセス由来の COW^{※注2} と WOW^{※注3} を組み合わせた製造フレンドリーな三次元技術である。この内 BBCube 3D⁵⁾ が実現する性能は原理的にどの方法よりも優れているので、ポスト微細化の大量生産の候補として期待している。

さて、冒頭で述べた疑問にうまく応えていたか不安ながら、膨大な経験知と実証を抜きには半導体のビクトリーシナリオは描けない。手順を踏みながら製造する考え方は何も半導体の業界が特殊というわけではなく、工業の常識である。世代から次の世代の微細化に対してはせいぜい一つ二つのチャレンジであるとしても、32 nm からショートカットして2 nm 世代の製造をやるといわれたら、半導体主戦場で戦ったことのある世代は腰を抜かすはずである。6世代もの「飛び級」はチャレンジではなく冒険である。つまり、月面着陸なしの火星旅行である。潤沢な資金を背景にしたとしても、膨大なノウハウが支配する半導体では歯が立たないことは後発の半導体事業で証明されている。そもそも半導体の巨額な投資回収は設備の減価償却が進み、数世代先まで継続することでバランスするので、2 nm の形ができたからと言っても投資回収が見込めない。一過性の国家プロジェクトとならないバックアッププランがしっかり設計されていることに期待する。

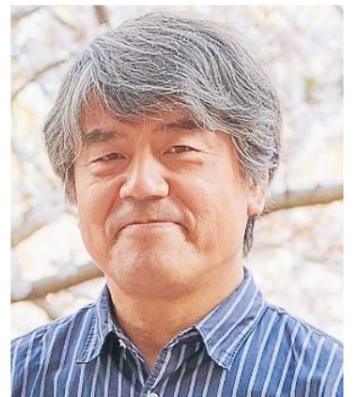
今年94歳で亡くなられた Moore 博士は、果たしてこの冒険をどう評するだろう、と思いつつ、ご冥福をお祈りします。

※注1 Bumpless Build Cube (BBCube): 三次元積層された上下チップの接続配線にコンパを使わず TSV だけで配線し、キューブ状に作られたデバイス
※注2 Chip-on-Wafer (COW): チップをウエハ上に接合する技術。一般的にチップの接合は、樹脂材料でできた配線基板に対して行われており、それを区別するために「ウエハ上」に (Chip-on-Wafer) という表現が用いられている。チップをウエハ上に接合することにより、以降の半導体製造工程において、各種装置を用いた高精度な加工が行えるようになる
※注3 Wafer-on-Wafer (WOW): ウエハ上にウエハを接合する技術。COW と同様の技術であるが、多くのチップが形成されたウエハ同士を接合することにより、同時に多数のチップの積層ができ、COW よりも効率よい。ただしチップのサイズは同一である必要があるため、メモリ等同一チップを積層する場合に向く

文 献

- 1) 東京工業大学: "Ohba Laboratory" <<http://www.wow.pi.titech.ac.jp/index.html>>, (accessed 2023-8-22) .
- 2) T. Ohba, K. Sakui, S. Sugatani, H. Ryoson, N. Chujo: *Electronics*, **236** (11), 1 (2022) . <<https://doi.org/10.3390/electronics11020236>>, (accessed 2023-8-22) .
- 3) G. Moore: *Electronics* **38**, 114 (1965) .
- 4) R. H. Dennard, F. H. Gaensslen, V. L. Rideout, E. Bassous, A. R. LeBlanc, *IEEE J. Solid-State Circuits*, **9** (5), 256 (1974) .
- 5) N. Chujo, K. Sakui, S. Sugatani, H. Ryoson, T. Nakamura, T. Ohba, IEEE VLSI Symp., JFS4-4 (2023).

略 歴 1995年 東北大学大学院工学系研究科博士課程修了。工学博士。
1984年 富士通株式会社
2004年 東京大学特任教授
2013年 東京工業大学特任教授 現職
2018年 台湾國立交通大學 (現在、陽明交通大學) 客員教授 現職
以後現在まで
三次元積層集積技術および冷却技術など超低消費電力システムの研究開発に従事
東京工業大学WOWアライアンスを主宰



フレキシブル有機 EL パネルとそのバリア技術

山形大学 有機エレクトロニクスイノベーションセンター 副センター長 教授 すずり よしゆき 硯里 善幸

高画質・軽量・フレキシブルの特徴を有する有機 EL ディスプレイは特にモバイル・ウェアラブル用途で普及が拡大している。有機 EL は特に水蒸気に対して顕著な劣化を示すため、緻密な無機膜の積層バリア構造により水蒸気を遮断しフレキシブル化を達成している。情報社会の拡大に加え、仮想空間との融合によりディスプレイはその数を増やすと予想され、低コスト化だけでなく、低炭素化されたプロセスによる製造が求められる。本稿では、当研究室で研究を進めるウェットプロセス（塗布）によるハイバリア技術を含めて、フレキシブル有機 EL に関わる技術を紹介する。



1 ディスプレイ分野における技術の変遷

今後、さらに発展すると予想されるデジタルツイン等の仮想空間と実空間を繋ぐ技術では、高速通信だけでなく、人（アナログ）とデジタルをつなぐデバイスが非常に重要になる。ここで、ダイレクトに脳とネットワーク接続しない限り、視覚は情報を受け取る最も重要な手段である。ディスプレイ分野は、1897年ブラウンがブラウン管を発明して以降、液晶ディスプレイによる薄型化、LEDディスプレイによる大型化などに発展してきた。近年、スマートフォン・ウォッチやAR/MR/VR用のヘッドマウントディスプレイ等、モバイル・ウェアラブル用途のディスプレイが増加しており、この分野で大きな発展を遂げているのが、有機ELディスプレイである。有機ELは、高速応答・高コントラストという画質面だけでなく、薄型・軽量であり、さらに「フレキシブル」というモバイル・ウェアラブル用途に適した特徴をあわせ持ち、その特徴を活かした折りたたみ可能なスマートフォンが登場している。

2 有機ELとは

「有機EL」は、OLED（Organic Light Emitting Diode）とも呼ばれ、電界により注入された正孔・電子の再結合により形成された励起子からの発光を得るデバイスであり、

その発光原理はLEDと同様である。正孔・電子のキャリアを輸送する輸送層や発光する発光層などの機能分離のために積層構造を有している。図1に代表的なデバイス構造であるダブルヘテロ構造を示す。現在、発光材料としてIr錯体などの燐光材料や、励起3重項から励起1重項への逆項間交差（熱活性化遅延蛍光）を利用したTADF（thermally

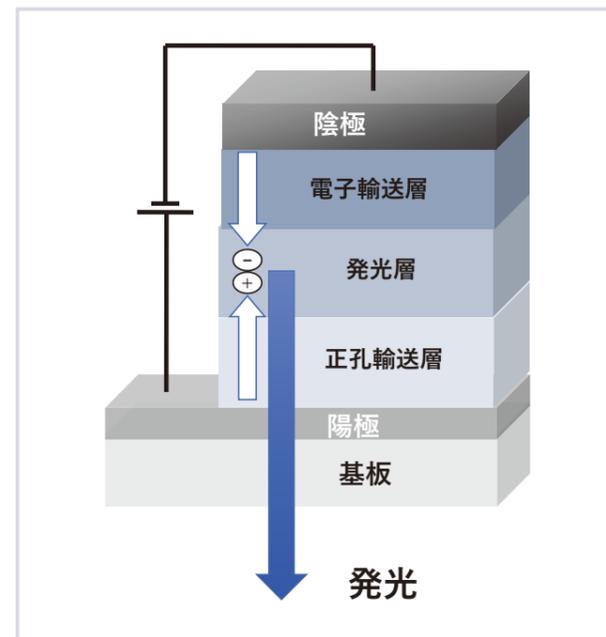


図1 有機ELの素子構造の一例

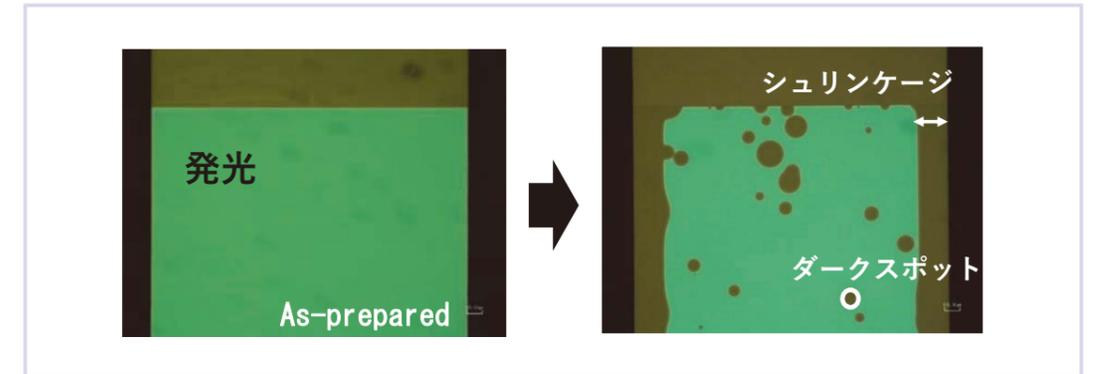


図2 有機EL素子の水蒸気による非発光エリアの拡大（シュリンケージ、ダークスポット）

activated delayed fluorescence) 材料などにより理論効率に近い高効率化を達成している。同様に素子の耐久性（駆動寿命）も、化合物構造や素子構造によって大きく向上しており、特に主戦場であるモバイル向けでは必要性能を達成しているが、車載用途等での高耐久性、低コスト化や環境負荷低減といった課題が残されている。

3 有機ELの劣化メカニズム

有機ELの劣化メカニズムは2つに大別できる。一つは、有機ELを構成する有機機能層に関わるものである。すなわち、有機機能層の電気化学的劣化や、生成する励起分子の劣化（光化学的劣化）などである。それ以外にも拡散物質による劣化や、ジュール熱による膜質変化も起こりうる。デバイス構造や用いる材料により原因が異なり複雑であるが、発光エリア全面の輝度低下を伴う劣化現象を示す。

もう一つは、外部から侵入する水蒸気・酸素による性能劣化である。劣化は非発光エリア（シュリンケージ、ダークスポット）が拡大するものである（図2）。非発光エリア拡大は、水蒸気や酸素がデバイスに侵入して活性な界面、特に有機/電極界面を酸化することに起因する¹⁾。シュリンケージはデバイス端面から、ダークスポットは基板上に付着した異物を中心に水蒸気が侵入することで発生するが、劣化メカニズムはどちらも同じである。

4 フレキシブル有機EL

リジッドなガラス基板を用いた有機ELパネルでは、外部からの水蒸気侵入を遮断することが比較的容易である一方で、フレキシブルパネルでは、有機ELデバイスを保護するために、非常に複雑な構造が採用されている。高い水蒸気バリア性を持つ無機薄膜によるバリア構造である。具体的なバリア構造を図3に示すが、有機ELならびにそれを駆動するトランジスタ部は上下のバリア構造によって保護されている。上下のバリア構造は異なった構造となっているが、共通しているのは、緻密な窒化ケイ素（SiN_x）膜が水蒸気バリア膜として働いており、バリア膜/応力緩和・平坦化層の積層構造になっている点である。SiN_x膜は真空成膜法であるCVD（Chemical Vapor Deposition）法やスパッタ法によって成膜されている。要求されるバリア性能であるが、フィルムのバリア性能を表す指標である水蒸気

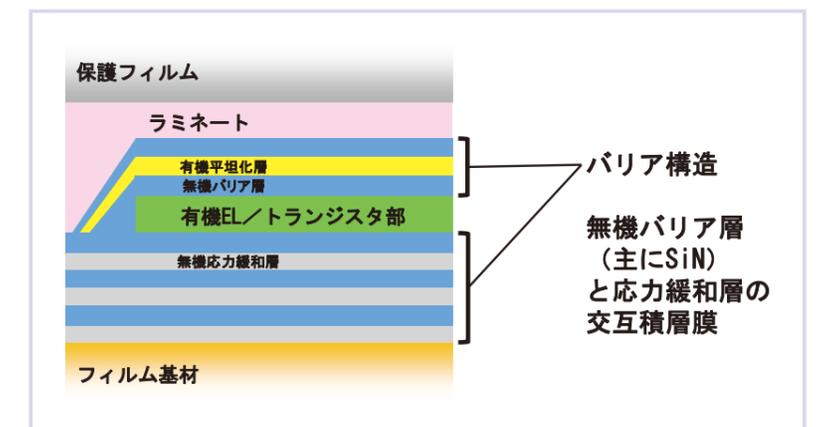


図3 フレキシブル有機ELディスプレイのバリア構造における断面の概要図

透過度 (WVTR: Water Vapor Transmission Rate) で、 $< 10^{-5}$ g/m²/day のバリア性能が必要であると言われて²⁾。これは、その単位からも分かる通り、1日当たり1 m²で10 μgの水蒸気しか透過しないことを示している。一般的なPETフィルムが30 g/m²/day、ポテトチップスの包装でも使用されるAl蒸着フィルムが0.1 g/m²/day程度であることから分かる通り、フィルムというよりはガラス板に近い性能である。フレキシブル有機ELディスプレイでも、WVTR $< 10^{-5}$ g/m²/day を達成するバリア構造とその製造手法が確立されているが、複雑な構造からその製造コストは非常に高いと見積られる。このようなハイバリア構造が安価に達成できれば、ディスプレイだけでなく、各種デバイス、包装分野に応用可能である。

5 真空成膜と塗布成膜

真空成膜や塗布成膜には多くの手法があるが、一般的な特徴として紹介する。真空成膜は材料の気化方法が異なるものの、基本的に対象物に対して目的物を堆積しながら成膜する。したがって、その生産性は膜厚・成膜速度に大きく依存し塗布成膜に対して生産性が高いとは言えない。その反面、真空成膜は緻密な膜が得やすい手法である。例えば無機薄膜の成膜では、新たな結合を形成しながら堆積するため、緻密膜を得やすい。

一方で、塗布成膜は、目的物を溶解した塗布液を対象物に塗布、乾燥することで成膜する手法であるため、生産性は膜厚に依存しない。これが真空成膜とは大きく異なる点である。すなわち生産性は、塗布速度に依存している。一方で塗布後に溶媒分子が蒸発するため、真空成膜に比較して疎な膜になりやすい。特に無機膜を得る場合には、溶媒に溶解できる前駆体から変換することが多いが、前駆体に存在する脱離基は薄膜に変換する際に脱離・揮発することから、さらに疎な膜となりやすい。

6 ウェットプロセスによるハイバリア

当研究室では、高生産性なハイバリア成膜を目指し、ウェットプロセスによる緻密な無機膜形成の研究を行っている。水蒸気に対する高いバリア性能を達成するには、水分子サイズ (0.4 nm) に相当するサブナノサイズの空隙をも許さない緻密膜の形成が必要である。当研究室では溶解可能な前駆体に光照射を行うことで、緻密な各種の無機膜形成の研究を行っている。特に主鎖にSi-N結合を有するパーヒドロポリシラザン (PHPS) をウェットコート後、真空紫外光 (VUV 光: 波長 172 nm) を照射することで、緻密なSiN_x膜を得ることに成功した³⁾。これはPHPSのSi-H、N-H結合をVUV光で切断しSiN_xを得る光反応である (図4)。この反応には3つの重要なポイントがある。1つ目は、本反応の脱離基が分子として最小の「水素」であるため、緻密化しやすい。2つ目は、VUV光はSi-N結合をも開裂させ、再結合を繰り返すことで、原子再配置を起こし緻密化が進行する点である⁴⁾。3つ目は、PHPSは、水蒸気や酸素と反応しSiO_xとなってしまう反応性ポリマーであるため⁵⁾、VUV光照射は窒素下で酸化反応を抑制しながら行わなければならないのだが、これがむしろ、水蒸気や酸素で性能劣化を引き起こす有機EL素子などのバリア構造作製に好適である。この3つのアド

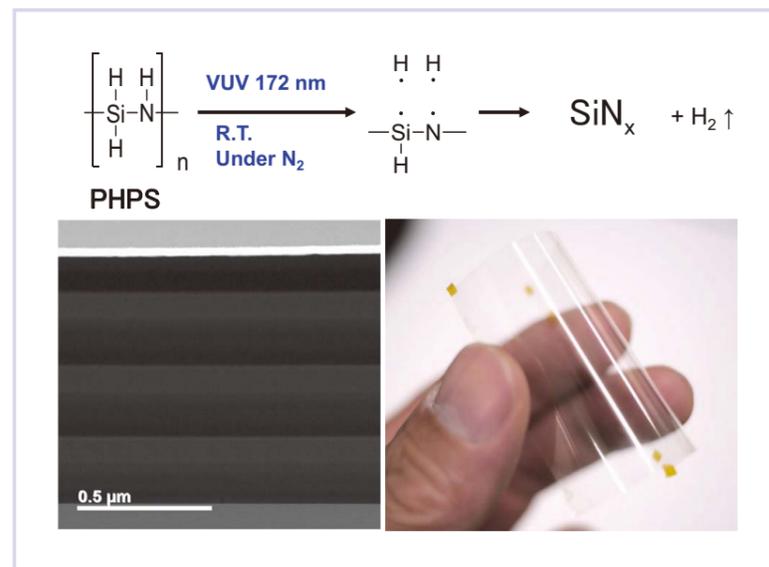


図4 室温・VUV光によるPHPSの緻密化反応とそれを用いた積層バリア構造のTEM断面画像、外観

バンテージを活かすことで、バリアユニット (応力緩和/バリア層) が1ユニットでWVTR = 2×10^{-4} g/m²/day、3ユニットでWVTR = 5×10^{-5} g/m²/dayと非常に高いバリア性能を達成した⁶⁾。これは、ウェットプロセスで形成するバリア構造として、世界最高性能である。加えて、可視域において透明であるため、ディスプレイだけでなく多くの用途に用いることが可能である。現在、真空成膜同等のWVTR $< 1 \times 10^{-5}$ g/m²/day をより簡素な構造で達成できるよう研究を推進している。

7 持続可能な社会に向けて

Society5.0の実現に向け、各種電子デバイスの爆発的な増加と共に、地球温暖化の環境問題も同時に解決しなければならない。よってライフサイクルアセスメント (LCA) を定量的に分析・評価・改善する必要がある。すなわち、生産時の投入エネルギー・CO₂排出量を低減し、軽量化による輸送エネルギー低減、商品・デバイス寿命の向上などといった課題に取り組むことが重要である。この解決の一助となるのが、有機エレクトロニクス分野であると筆者は考える。有機エレクトロニクスデバイスは、フレキシブルという特徴に加えて、塗布 (印刷・塗工) が可能であるという特徴がある。有機ELの塗布プロセス化においても高い発光効率⁷⁾、インクジェットプロセスにより形成された有機ELが搭載されたディスプレイが開発・販売されている。またディスプレイには各画素を個別に制御・発光させるためのトランジスタ回路 (バックプレーン) が必要であり、低温ポリシリコントランジスタ等が用いられているが、このトランジスタ回路においても印刷可能な有機トランジスタを用いた塗布型バックプレーンの研究も進んでいる⁸⁾。塗布プロセスによる有機ELと有機トランジスタ、バリア構造を組み合わせることで、すべてを塗布プロセスにより形成されたフレキシブル有機ELディスプレイが可能になる。これが達成されれば、低コスト化に寄与するだけでなく、環境負荷を低減できるという点で、社会に貢献できると考える。さらに近年では塗布プロセスで作製可能なペロブスカイト太陽電池が注目されており、エネルギー分野においても、同様に、低コスト化・低環境負荷なデバイスが今後発展すると思わ

れる。特に、製造面積が大きいデバイスでは、低炭素化のメリットを活かせるため、有機エレクトロニクスデバイス分野における塗布プロセスは今後一層、重要な技術の位置付けになると予想している。

8 おわりに

本稿では、有機ELとフレキシブル化に重要なバリア技術を、当研究室の取り組みも交えて紹介した。今後、多くの電子デバイス製造時の低環境負荷が重要なキーワードとなると考えている。当研究室のウェットプロセスによるバリア技術は、大気圧プロセスであることから、大量生産・低環境負荷に大きく貢献できる技術であると考えており、有機ELだけでなく様々なデバイス、パッケージ等にも寄与していきたい。

文献

- 1) M. Schaer, F. Nuesch, D. Berner, W. Leo, L. Zuppiroli : *Adv. Funct. Mater.*, **11** (2), 116 (2001) .
- 2) E. G. Jeong, J. H. Kwon, K. S. Kang, S. Y. Jeong, K. C. Choi : *J. Inf. Disp.*, **21**, 19 (2019) .
- 3) L. Sun, K. Uemura, T. Takahashi, T. Yoshida, Y. Suzuri : *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **11** (46), 43425 (2019) .
- 4) T. Sasaki, L. Sun, Y. Kurosawa, T. Takahashi, Y. Suzuri : *ACS Appl. Nano Mater.*, **4**, 10, 10344 (2021) .
- 5) Y. Naganuma, S. Tanaka, C. Kato, T. Shindo : *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **112**, 599 (2004) .
- 6) T. Sasaki, L. Sun, Y. Kurosawa, T. Takahashi, Y. Suzuri : *Adv. Mater. Interfaces*, 2201517 (2022) .
- 7) N. Aizawa, Y.-J. Pu, M. Watanabe, T. Chiba, K. Ideta, N. Toyota, M. Igarashi, Y. Suzuri, H. Sasabe, J. Kido : *Nature Commun.*, **5**, 5756 (2014) .
- 8) M. Mizukami, S. Cho, K. Watanabe, M. Abiko, Y. Suzuri, S. Tokito, J. Kido : *IEEE Electron Device Letters*, **39**, 39 (2018) .

著者略歴

1998年 東京都立大学 工学研究科 応用化学専攻 修士
 1998年 コニカ株式会社 入社
 2011年 山形大学 有機エレクトロニクスイノベーションセンター 准教授
 2015年 首都大学東京 大学院都市環境科学研究科 博士後期課程修了 (工学博士)
 2021年 山形大学 有機エレクトロニクスイノベーションセンター 教授 現職
 (研究領域)
 有機エレクトロニクス、光化学、バリア構造
 (学会活動等)
 応用物理学会M&BE分科会 幹事 (2016-2018) .
 応用物理学会12.4プログラム委員 (2019-2023) .
 有機EL討論会副実行委員長 (2022) .
 実行委員長 (2023) 等

半導体製造工程のケミカルコンタミネーション評価 ～固体捕集サンプラーによる 気中酸塩基性ガス成分の高感度定量～

千葉ラボラトリー 飯川 玲子 (いしかわ れいこ)

分子状汚染物質によるケミカルコンタミネーションは半導体製造の各工程で不具合の原因となり歩留まり低下をもたらすため、製造クリーンルーム内空気の清浄度を定量的に確認することが求められる。固体捕集法による空気中の酸、塩基定量は、液体を用いず短時間のサンプリングによる高感度分析が可能であり、従来の液体捕集法ではサンプリング機材の運搬が困難な海外拠点において利用が進んでいる。

本稿では、従来法の液体捕集サンプラーとの比較を交えて固体捕集サンプラーの原理・特徴を概説し、改良した新たな固体捕集サンプラー性能について実測例と共に紹介する。

1 はじめに

半導体技術の進歩についての経験則を提唱したゴードン・ムーア氏が2023年3月に逝去され、一時代の終焉を感じるが半導体製造技術の進歩は継続している。当社においても、1990年代から、この半導体製造技術の先端を支えるコンタミネーションコントロールのための分析技術の高感度化、高精度化に取り組み続けてきた。現在でも半導体製造メーカーにおける歩留まり向上に役立つ分析サービスを提供しており、今後もお客様の課題解決に貢献し続けていく。

(1) 半導体製造環境のコンタミネーションコントロール

クリーンルーム空気中の分子状汚染物質 (Airborne Molecular Contaminant : AMC) は、2000年に公益社団法人日本空気清浄協会から指針として発行された JACA No.35-2000 「クリーンルームおよび関連する制御環境における分子状汚染物質に関する空気清浄度の表記方法および測定方法指針」¹⁾ において示された (表1)。AMCsはその化学的な性質によって、半導体製造の各工程で不具合の原因となり歩留まり低下をもたらす。トランジスタ集積度の向上に伴い、AMCsの濃度の把握・管理強化が進められ、現在では、クリーンルームに持ち込む各種材料、製造装置構成部材、建築材料においても、AMCsの由来になりうるものは排除またはクリーン化の処置がされている。

クリーンルームにおいて、パーティクルは物理的なる過方式で

ある HEPA フィルタや ULPA フィルタで除去されるが、これらの手法ではガス状の物質は除去できないため、ガス吸着能を持たせたケミカルフィルタを用いて除去することとなる。ケミカルフィルタの除去容量を超えた場合、フィルタ下流にはコンタミネーション物質が流れ出すため、定期的にフィルタを交換する必要があり、ケミカルコンタミネーションコントロールは、パーティクル除去のみの管理に比較して大きなコストを要する。

(2) 半導体製造工程における酸や塩基の影響

空気中の酸性ガスは水に溶解して水素イオン (H⁺) を与え、この水は酸性を呈する。また、解離により対イオンとして陰イオン (アニオン) が生成する。一方、塩基性ガスは、水に溶解して水酸化物イオン (OH⁻) を与え、塩基性 (アルカリ性) を呈する。解離により対イオンとして陽イオン (カチオン) が生成する。この反応は、空気中の水分の中でも生じるし、物質表面においても生じる。これによって、化学増幅レジストの反応阻害や、酸と塩基の塩形成による曇り (ヘイズ)、腐食の促進等、設計外の様々な不具合が発生する。これら成分は、外気や人や薬液からの発生等、多くの由来から半導体製造の環境に混入する (表2)。

2 半導体製造環境の酸、塩基の濃度測定方法

清浄度評価方法を空気のクリーン化方法との対比により説明する (表3)。クリーンルームへ導入する空気のクリーン化と、

空気の清浄度評価のためのサンプリングは、酸や塩基が水に溶解しやすい性質や、対イオンにより塩を形成する性質を利用して捕捉される。サンプリングがクリーン化と異なる点は、空気から捕集したケミカル成分を完全に回収して測定に供すること、また捕集にあたっては、対象環境以外からの持ち込みを起こさないこと (汚染させないこと) であり、このコントロールが、精度の高い測定を可能とする。

空気の清浄度評価において、インピンジャーを用いる液体捕集法は古くから一般的に用いられている。この液体捕集法と本稿のテーマである固体捕集法は、いずれも、酸、塩基を捕集するものであり、捕集した酸、塩基を液体に溶解させることで生じたアニオン、カチオンを、イオンクロマトグラフで測定して空気中濃度を算出する。

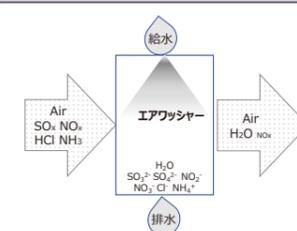
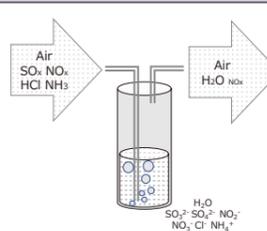
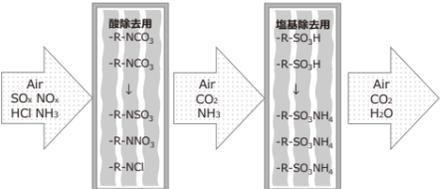
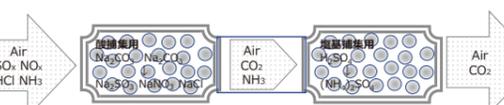
表1 AMC分類¹⁾

記号	A	B	C	D	M
AMC グループ名	Acids	Bases	Condensables	Dopants	Metals
	酸性ガス	塩基性ガス	凝縮性有機物質	ドーパント類	金属

表2 AcidとBaseの性質

記号	A	B
AMC グループ名	Acids	Bases
代表的な成分	HF, HCl, NOx, SOx, ギ酸, 酢酸	NH ₃ , アミン類
物質名	酸性物質	塩基性物質 (アルカリ性物質)
水に溶解して生成するイオン	水素イオンの対として、陰イオン (アニオン) を生成	水酸化物イオンの対として、陽イオン (カチオン) を生成
性質	水に溶解して水素イオン指数を下げる = pH を下げる	水に溶解して水素イオン指数を上げる = pH を上げる
半導体製造における主な影響	塩基を中和する、塩を形成することで、マスクやレンズのヘイズを生成	酸の働きを中和する。化学増幅レジストの反応阻害

表3 空気中の酸、塩基のクリーン化と濃度測定のための捕集方法の比較

	環境クリーン化のための除去方法	環境評価のための捕集方法
大量の水で酸と塩基を溶解する。	<p><エアワッシャー></p> <p>・空気の水を噴霧してケミカル成分を溶解して排出する。</p> <p>・クリーンルームの外調機に組み込み使われる。</p> 	<p><液体捕集法></p> <p>・空気を純水に通気 (インピンジャーに吸引) してケミカル成分を溶解・捕集する</p> 
酸や塩基を用いて積極的に塩基と酸を捕集する。	<p><ケミカルフィルター></p> <p>・イオン交換能を持たせた不織布や活性炭で構成されたケミカルフィルタを利用する。</p> <p>・主に外調機で処理された空気を HEPA や ULPA と共にケミカルフィルタに通気してケミカル成分を除去する。</p> 	<p><固体捕集法></p> <p>・酸または塩基を添着させた吸着剤を充填したカラム (固体捕集サンプラー) を利用する。</p> <p>・空気をこのカラムに吸引して成分を捕集する。</p> <p>本稿のテーマ</p> 
備考	<p>・捕集したら脱離させない仕様</p> <p>・イオン交換能を利用する方法は、交換容量を超えると、ケミカル成分が捕捉されない (寿命がある)。</p>	<p>・捕捉したものを完全に脱離 (水中に溶解) させて、測定に供する。</p>

3 固体捕集サンプラーによる環境中ケミカル成分の捕集と溶出

(1) 構造

ステンレス製の筐体の内部には、石英粒が充填されているPEEK製カートリッジが組み込まれている。その石英粒には不揮発性の酸または塩基が保湿剤と共にコーティングされている(図1)。



図1 固体捕集サンプラー (BremS®)

(2) 捕集機構と溶出

石英粒表面にコーティングされた酸や塩基に、酸や塩基を含む空気が接触すると、酸は塩基と、塩基は酸と塩を形成し、石英粒表面に留まる。これにより空気中の酸と塩基を塩として捕集する。ここに水を通液すると、塩は容易に溶解し、石英粒の表面から

コーティングされている酸、塩基と共に溶出される(表4)。この溶出液は、そのままイオンクロマトグラフに供することで捕捉された成分を定量する。

4 測定例：酸、塩基同時サンプリング

上述の原理より、酸性成分用固体捕集サンプラーを上流側に、塩基性成分用固体捕集サンプラーを下流側に配置することで、酸と塩基を同時に相互汚染のリスクなく目的の成分のみ捕集してサンプリングすることができる。これは、下段サンプラーにコーティングしている酸が上段サンプラーに流出することはなく、また上段サンプラーにコーティングしている塩基はガス状塩基性成分として測定対象外であることにより、相互汚染の可能性は無いためである。また上段の酸性成分用捕集サンプラーは塩基性を呈しているため、塩基であるアンモニアやアミンは捕集されず、下段の塩基性成分捕集サンプラーに到達する。ここでは、この確認のために実験した結果を説明する。

実験は、当社クリーンルーム内の空気を対象として行った。サンプリングは、①インピンジャーを用いた液体捕集法と、②酸、

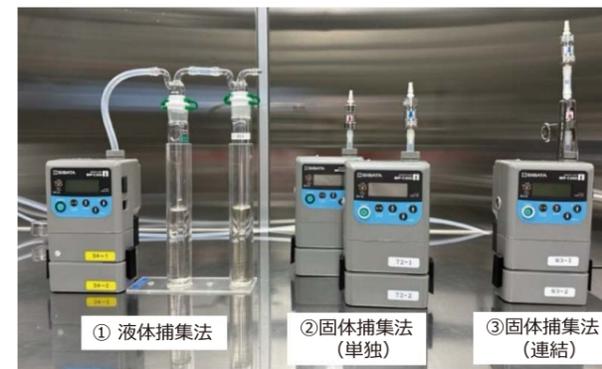


図2 サンプリングイメージ (3手法)

塩基用固体捕集サンプラーをそれぞれ単独で使用、③酸、塩基用固体捕集サンプラーを連結させて使用、以上の3通りで20~24時間同時に空気を捕集した(図2)。空気捕集後、固体捕集サンプラーは純水を通液し溶出した液を、液体捕集法は、吸収した液をそのままイオンクロマトグラフで測定し、液中の各成分濃度に流量を乗じ空気捕集量で除し気中濃度を算出した(表5)。

いずれの手法でも、Cl⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻は検出されず、NO₂⁻、ギ酸、酢酸とNH₄⁺が検出された。これらの濃度は同等の結果であったことから、連結した固体捕集サンプラーは単独で用いたときと同様の捕集性能を発揮することが示された。また液体捕集法と比較しても同等であるが、NH₄⁺の値が、固体捕集法でやや高値であった。この理由については後述する。

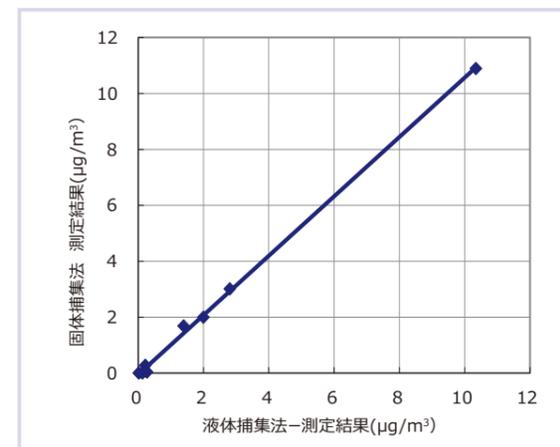


図3 気中アンモニアの定量値比較 (液体捕集法VS固体捕集法)
2009年空気清浄とコンタミネーションコントロール研究会
A-22 高感度固体吸着アクティブサンプラーを用いた半導体製造環境雰囲気汚染評価より抜粋

5 短時間捕集におけるアンモニア定量の固体サンプラーの有効性確認

(1) 捕集法の違いによるアンモニア定量値の比較

2009年に当誌等で報告した、固体捕集サンプラー(BremS®)²⁾³⁾と液体捕集法でのNH₄⁺定量の相関グラフを図3に示した。2種法の相関性はあるが、全体的にはやや固体捕集法が高く液体捕集法が低い値を示している。

これはインピンジャー壁へのNH₄⁺の吸着が影響していると推測している。サンプリングに用いるインピンジャーは十分にクリーニングした後純水を充填して吸収液とすることで低濃度のアンモニア定量を安定して測定することができる。ガラス壁上のNH₄⁺は、吸着力が強く、酸洗浄が必要である。この性質により、純水吸収液中に捕集されたNH₄⁺がガラス壁へ吸着し、微量域の定量値に影響を与えることになる。一方で、固体捕集サンプラーは塩を形成させて溶解し測定する手法であるためこの懸念が少ない。

(2) 空気捕集量と気中アンモニア定量との関係

クリーンルーム内のアンモニア濃度を、液体捕集法と固体捕集法で、2時間、6時間、20時間、24時間、日中に捕集を開始し翌日まで継続して空気捕集し測定した結果を図4に示す。固体捕集法では、捕集時間が長くなるに従い気中濃度が低くなり、液体捕集法では捕集時間が長くなるに従い気中濃度が高くなる。

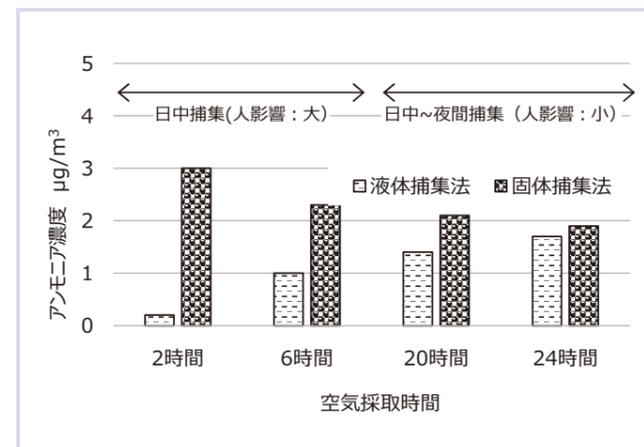


図4 気中アンモニア定量結果 (液体捕集法, 固体捕集法)

表4 固体捕集サンプラーの捕集と溶出のイメージ

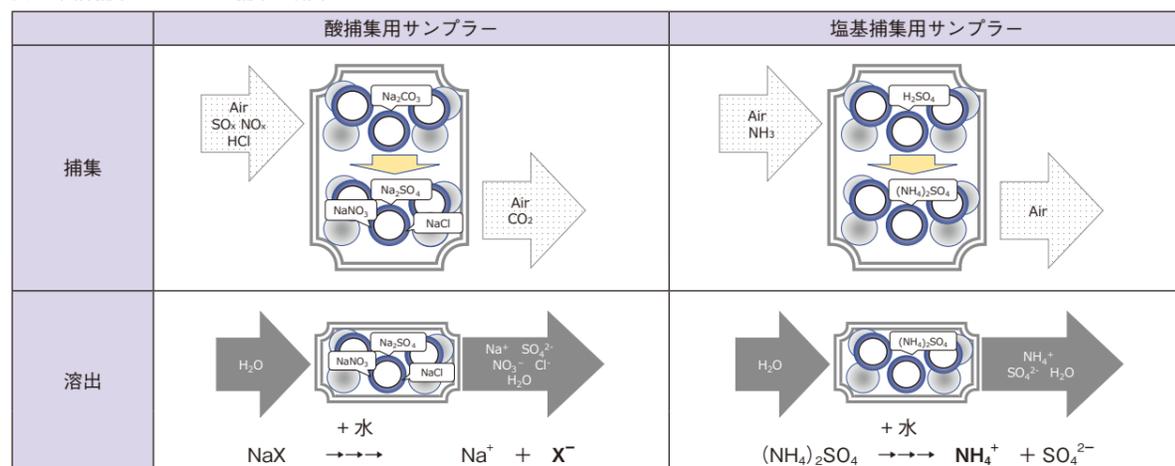


表5 クリーンルーム空気中の酸と塩基のサンプリング法による定量値比較 (µg/m³)

捕集方法	捕集時間	Cl ⁻	NO ₂ ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	ギ酸	酢酸	NH ₄ ⁺
① 液体捕集法 (インピンジャー)	20 Hr	不検出	0.15	不検出	不検出	0.08	0.16	1.4
	24 Hr	不検出	0.15	不検出	不検出	0.07	0.16	1.7
② 固体捕集法 (単独)	20 Hr	不検出	0.14	不検出	不検出	0.13	0.23	2.1
	24 Hr	不検出	0.14	不検出	不検出	0.09	0.23	1.9
③ 固体捕集法 (連結)	20 Hr	不検出	0.14	不検出	不検出	0.06	0.21	2.1
	24 Hr	不検出	0.14	不検出	不検出	0.07	0.25	2.2

また気中濃度は、常に固体捕集法が高く液体捕集法が低い。

一般的に工業用クリーンルームの気中のアンモニア濃度は、内部にいる作業員からの発生や作業の影響を受けて、日中に高く、作業員がいない夜間には低くなる傾向がある。よって夜間の気中濃度が低下した様子を固体捕集法では表していると考える。一方液体捕集法では前述のとおり低濃度域での吸着影響により、捕集量の少ない短時間捕集時の結果がマイナスの誤差を示し、捕集量が増えることでこの影響が徐々に解消されていると推測できる。

(3) 測定精度についての考察

捕集対象の成分について、液体捕集法が十分量の純水に捕集するのに対し、固体捕集法では積極的に塩を形成して捕集し少量の水で溶出する。測定に供する溶液の量は液体捕集法に比べて少なく、液中の対象濃度が高濃度となることから、イオンクロマトグラフにおける定量精度が高くなり、気中濃度の測定精度がよくなる(図5)。これは、以下の気中濃度算出式からも理解できる。よってサンプリング時間(空気捕集量)が少ない時に固体捕集法のメリットが活かされる。

<気中濃度の算出方法>

溶液中の濃度(定量値): A

液量: B

吸引流速: C

サンプリング時間: D

気中濃度: E = (A × B) ÷ (C × D)

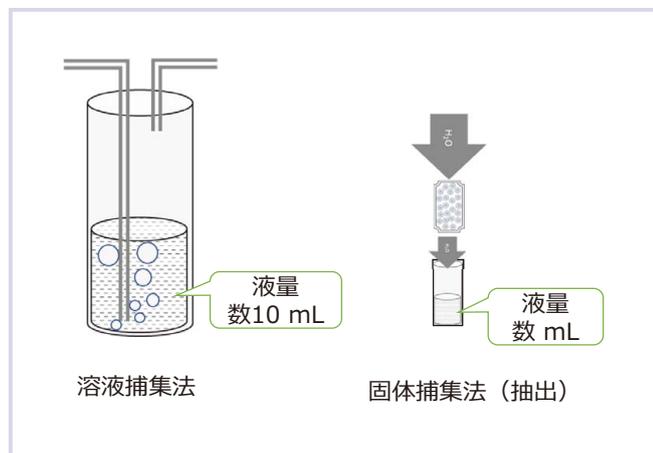


図5 液体捕集法と固体捕集法のサイズ感イメージ

なお、ガラス製インピンジャー壁へのNH₄⁺吸着による定量精度への懸念は、常に同程度の濃度環境を同じ空気量で捕集する場合、インピンジャー壁へのNH₄⁺の収支は平衡を保つため解消され、液体捕集方法においても比較的、安定した定量値が得られるものと推測される。同一の環境を定期的に分析する際には、この方法の適用が可能となる。

6 おわりに

固体捕集法は、固体捕集サンプラーを2段連結することで、吸引ポンプ1台で酸と塩基のサンプリングが可能であり、測定現場での空気捕集の煩雑性が解消される。さらに低濃度域や短時間サンプリングでのアンモニア(NH₄⁺)定量の精度が高い特徴を持つ。低濃度のケミカルコンタミネーションの把握は、ケミカルフィルタ劣化の早期判断にも役立ち、最先端デバイスの歩留まり管理への効果が期待できる。この他、液体を用いない本法は、サンプラーの輸送・取り扱いにおいて、測定現場に水を持ち込まない安心や作業の容易さ等の、液体捕集法に比較したメリットを有する。

一方で、従来からの液体捕集法にもメリットがある。温湿度がコントロールされていない環境、例えば、クリーンルーム外調機性能評価などの場合、液体捕集法は、水が温度や湿度のバッファーとなり、安定した汚染物質のサンプリングが可能となる。

以上、固体捕集法について従来法と共に紹介した。固体捕集法は、従来と同等の管理を簡便なサンプリング法によって実現すると共に、短時間サンプリングで高感度分析が可能となるという特徴により、これまで以上のケミカルコンタミネーション管理を可能とし、先端半導体分野の技術推進に貢献できるものとする。

文献

- 1) 公益社団法人日本空気清浄協会: JACA No.35-2000, "クリーンルームおよび関連する制御環境における分子状汚染物質に関する空気清浄度の表記方法および測定方法指針", (2000) .
- 2) 住化分析センター: SCAS NEWS 2009- II, "新規固体サンプラー "BremS®" 及び "FasiliS®" を用いた半導体製造環境の清浄度評価法", available from https://www.scas.co.jp/scas-news/sn-back-issues/pdf/30/frontier1_30.pdf, (accessed 2023-07-24) .
- 3) 守屋 達, 野中辰夫, 飯川玲子, 平 敏和, 村上雅志, 河野幸弘: 第27回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集, p.167 (2009) .

… 規制 & 標準化の潮流 …

EU および米国の PFAS 規制動向の概要について

SEMI ジャパン スタンドアード&EHS 部 エキスパート 嶋田 昇

1 EU の PFAS 規制について

2019年12月11日に欧州委員会 (European Commission) から公表された欧州グリーン・ディール (European Green Deal) ¹⁾ は、『2050年に、温室効果ガス排出を実質なくし、EUが経済成長を資源消費から切り離れた現代的で資源効率的で競争力のある経済を有する、公平で豊かな社会へと移行することを目的とした新たな成長戦略』です。

この欧州グリーン・ディールの中で、欧州の化学物質管理戦略は8つの環境政策分野とそれを支える金融分野で構成されており、そのひとつとして、「毒性のない環境に向けた持続可能な化学物質戦略 (Chemicals Strategy for Sustainability: CSS towards a toxic-free environment)」が、2020年10月14日に欧州委員会から公表されました²⁾。人々の幸福と健康を向上させ、次世代のための健全な地球を守ることに役立つ、グリーンで包括的な移行を提案するものです。汚染ゼロの環境を保証するために、『欧州委員会は持続可能性を目指した化学戦略を提示することにより、人々および環境を危険有害性化学物質から守り、さらに安全かつ持続可能な代替物質を開発するイノベーションを推進する』としています。

「統合規制戦略 (IRS) 年次報告書 2021年版」の中で、欧州化学物質庁 (ECHA) は、2027年までにすべての登録物質にリスク管理または新たなデータ生成の優先順位を付ける手段として、REACH規則 (Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals)、CLP規則 (Classification, Labelling and Packaging of substances and mixtures) およびその他の既存の情報を活用する「統合アプローチ」と、類似の物質をグループ化して評価する「グループ評価」を導入

しました³⁾。化学物質を一つ一つ取り締まるには非効率的であり、構造的に類似する化学物質についてはグループ化することにより効率良く規制するための政策を策定しています。

これを受けてドイツ、デンマーク、オランダ、スウェーデン、ノルウェーの5か国は、ビスフェノール類を皮切りに、PFAS (パーフルオロアルキル化合物およびポリフルオロアルキル化合物) という有機フッ素化合物のグループ制限案を2023年1月13日に公表し⁴⁾、さらに、EU史上最も広範で最大級のPFAS制限案の詳細を2023年2月7日に公表しました。なお、同日に各国当局はブリュッセルでハイブリッドメディアイベントを開催しました。

過去3年間、これら5つの国の機関は、さまざまなPFAS、その用途、およびそれらが人々や環境にもたらす可能性のあるリスクについて調査するとともに、これらの物質の使用に関する証拠を収集するために2回の公開協議を開催し、受け取ったすべての情報を検討してきたとは述べていますが、完全にすべての用途分野を網羅していない状況です。

今後は2023年3月22日に開始された6ヵ月間の公開協議 (PFAS制限案に対する意見提出)、欧州委員会の意見、決定を経て2026年/2027年に施行開始を予定しています (図1参照)。

2 米国の PFAS 規制について

2021年10月18日に環境保護庁 (EPA) は「包括的な国家戦略」PFASロードマップ (PFAS Strategic Roadmap: EPA's Commitments to Action 2021-2024)を公表しました⁵⁾⁶⁾。

市場に出していない物質に関してEPAは、「これらの物質が

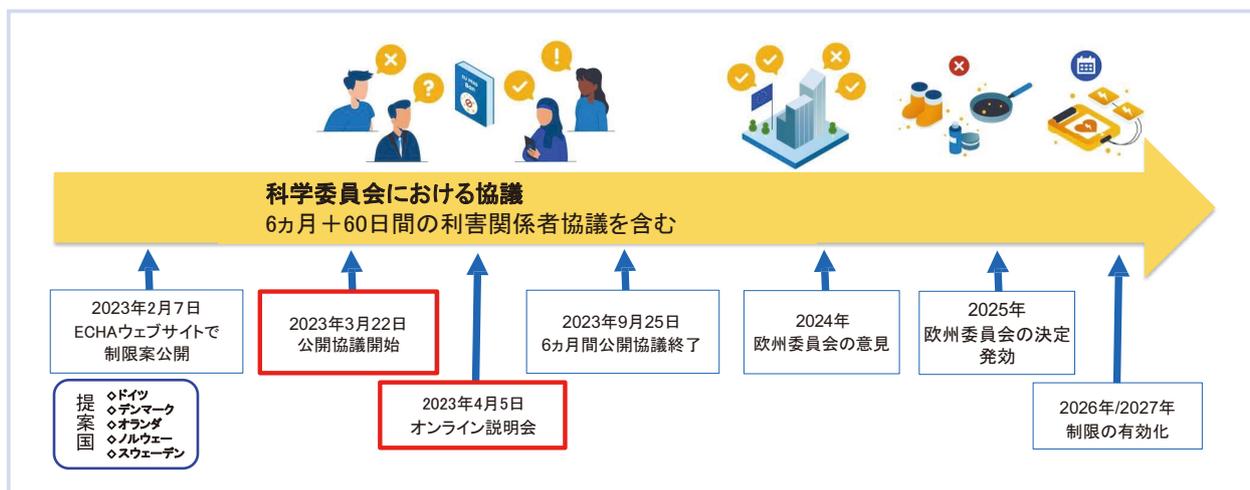


図1 EU PFAS制限スケジュール

商業に入る前に安全であることを保証するために、新規 PFAS に、新しい試験の導入を含む厳格な製造前届出 (PMN) 審査プロセスを適用する、少量免除 (LVE) を通じて提出された PFAS を一般的に承認しない」という方針を示しています。また、重要新規利用規則 (SNURs) を課すことにより、「過去の PFAS 規制決定を再検討し、保護が不十分なものに対処すること、有害物質放出インベントリー (TRI) に PFAS を追加し、PFAS を「特別な懸念のある化学物質」として分類することを計画しています。

この審査プロセスに基づく新たな報告義務は、難分解性のある物質群をより積極的に管理し、それらを製造または使用する事業体を規制するようとの EPA の要求に拍車をかける可能性が高いようです。

EPA は、2020 会計年度国防権限法により改正された TSCA (Toxic Substances Control Act) に基づく義務に従い、2011 年 1 月 1 日以降のいずれかの年にこれらの化学物質を製造 (輸入を含む) する、あるいは製造した者に対し、PFAS の用途、製造量、廃棄、ばく露、危険有害性に関する情報を電子報告することを義務付ける提案をしています⁷⁾。

提案による PFAS の定義は、「ポリマーでないパーフルオロアルキルまたはポリフルオロアルキル物質 (PFAS)、および少なくとも 2 個の完全フッ素化炭素原子を含む合成化学物質群の一部である側鎖フッ素化ポリマー」となっており、最終規則の発効予定は 2023 年 9 月となっています。

EPA による PFAS の定義は欧州とは異なり、国や地域により異なる、化学的な定義ではなく政策による定義であることを明言しています。

一方、米国の PFAS 規制については、連邦法の TSCA よりも州法による規制がメイン州、ミネソタ州を皮切りに進んでいる

のが現状ですが、TSCA 報告規則における PFAS の定義の修正も示唆しています。

特に PFAS については国や地域により定義が統一されていないのが現状であり、情報伝達においても非常に分かり辛いものになっていますが、このような影響はサプライチェーンの川上から川下まで広範囲に亘るため、今後ますますサプライチェーン情報 (化学物質の種類・同一性の識別、含有量、危険有害性情報等) を含めた情報の共有化が重要になってきています。

SEMI の PFAS に関する取り組みについて

SEMI (Semiconductor Equipment and Materials International) は半導体製造サプライチェーンにおける PFAS の必須 (essential) 《あるいは現在避けられない (currently unavoidable)》用途 (use) を擁護するため、アドボカシー活動をしてきました。現在進行中の SEMI の取組みは、次の 2 点に集約されます。

- 1) EU ECHA の PFAS 制限案について意見提出
- 2) 米国州法による PFAS 報告関連規則、米国連邦法による PFAS 報告規則について意見提出

関連する SEMI の取組み概要

URL: <https://onl.la/PvmQaLg>

URL: <https://onl.la/ftHmhK7>

SEMI チュートリアルについて

SEMI ジャパンでは教育目的で下記のウェブサイトではセミナー等の紹介をしています。

URL : <https://onl.bz/m7HmJAx>

文 献

- 1) 欧州委員会: "欧州グリーン・ディールに関する欧州委員会のコミュニケーション(2019年12月11日)".
- 2) 欧州委員会: "毒性のない環境に向けた持続可能な化学物質戦略 (Chemicals Strategy for Sustainability Towards a Toxic-Free Environment) (2020年10月14日)".
- 3) 欧州化学物質庁 (ECHA): "統合規制戦略 (IRS) 年次報告書 2021年版 (Transparent progress in addressing substances of concern)" (2021年4月).
- 4) 欧州化学物質庁 (ECHA): "Per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs) (2023年1月13日)", (ドイツ, デンマーク, オランダ, スウェーデン, ノルウェー) <<https://echa.europa.eu/hot-topics/perfluoroalkyl-chemicals-pfas>>, (accessed 2023-8-10).
- 5) 環境保護庁 (EPA): "「包括的な国家戦略」PFAS ロードマップ (PFAS Strategic Roadmap: EPA's Commitments to Action 2021-2024) (2021年10月18日)".
- 6) 環境保護庁 (EPA): "EPA Administrator Regan Announces Comprehensive National Strategy to Confront PFAS Pollution (2021年10月18日)" <<https://www.epa.gov/newsreleases/epa-administrator-regan-announces-comprehensive-national-strategy-confront-pfas>>, (accessed 2023-8-10).
- 7) 環境保護庁 (EPA): "TSCA Section 8 (a) (7) Reporting and Recordkeeping Requirements for Perfluoroalkyl and Polyfluoroalkyl Substances" <<https://www.epa.gov/assessing-and-managing-chemicals-under-tsca/tsca-section-8a7-reporting-and-recordkeeping>>, (accessed 2023-8-10).



嶋田 昇
(しまだ のぼる)
SEMI ジャパン
スタンダード&EHS 部
エキスパート

バイオアナリシスの国際調和新ガイドライン「ICH M10」について

大阪ラボラトリー 村田 和之・南元 早知

1 ガイドライン「ICH M10」の施行

医薬品規制調和国際会議（ICH:International Council for Harmonization of Technical Requirements for Pharmaceuticals for Human Use）は、生体試料中薬物濃度分析法（バイオアナリシス）バリデーションおよび実試料分析に関する国際調和ガイドラインであるICH M10（以下「M10」）を2022年5月24日に採択しました。ICHの活動目的は、日米欧等の規制当局毎の医薬品規制に関するガイドラインの調和を図ることにあります。M10は欧州および米国では既に施行されており、日本でも間もなく施行されます（執筆時点）。本稿では、「バリデーション」、「実試料分析」およびこれらの「文書化」に着目して、既存の国内ガイドラインからM10への移行における変更点、追加点を中心に紹介します。

2 バリデーション

バリデーションでは、より実試料に近い条件での評価が追加されました。以下いくつかの例を示します。ヒト血漿の選択性の評価では、健康人マトリックスだけでなく、高脂質性および溶血性のマトリックスで評価することが求められています。また、特異性の評価では、併用薬が想定される場合はその併用薬による分析結果への影響確認が追加されました。さらに、クロマトグラフィーの特異性の評価においては、親化合物へ逆変換する可能性がある代謝物の影響評価も求められています。マトリックス効果の評価では、開発薬物の関連患者集団や特異集団（腎障害、肝障害等）についての評価が新たに必要となりました。これまで安定性評価は検量線濃度範囲内の2濃度（低濃度と高濃度）で安定であることが確認できれば、検量線範囲を超える高濃度も同等に安定であるとして扱うことが一般的でしたが、M10では、実際に検量線範囲を超える高濃度試料を用いた評価が提案されています。この他、薬物共存下での定量性、採血後の全血保存条件下の安定性、併用測定試料を機器測定に再使用（再注入）する際の再現性など、実試料が扱われる条件を想定した評価が必要です。一方、安定性を確認した保存温度以外での薬物の安定性については、化学薬品ではより低温での安定性を、生物薬品では安定性を確認した保存温度で挟まれた温度範囲での安定性を、既取得の結果を用いて担保することが許容されました。

3 実試料分析

実試料分析では、試験中の分析法の妥当性評価について追加事項が盛り込まれました。各分析時の検量線試料および妥当性を保証するための既知濃度試料の濃度は、実試料濃度が検量線範囲内で局在する場合に実試料に適した濃度に再設定することが提案

されており、さらに、実試料の希釈操作の妥当性を保証するため検量線範囲を超える高濃度の既知濃度試料を同時に測定することが求められています。

またリガンド結合法では、実試料測定中にマトリックス成分による妨害が懸念される場合、高濃度実試料を希釈して平行性を評価する要求が新たに加えられました。

4 試験結果の文書化

最後に、文書化において、試験結果に基づき作成する報告書では、従来には無かった試験全体での結果の傾向分析や図表による可視化が求められています。また、各分析回の内容を示す一覧表の作成、試験全体を通じた検量線試料および既知濃度試料の評価の結果表作成、分析回毎の内標準物質の面積値プロット作成等、推奨事項は多岐にわたります。加えて、比較バイオアベイラビリティや生物学的同等性試験では、全てのクロマトグラムの添付や各分析回で用いた装置の管理番号等を記載することが求められています。

5 さいごに

M10では、既存の国内ガイドラインから変更および追加があり、実試料を想定したバリデーションの設計が必要です。また、試験の信頼性を保証するために、正確な記録だけでなく、詳細な文書作成が求められています。長期に渡る医薬品開発において、信頼性の高い試験データを継続して取得するためには、堅牢で精度の高い分析法を構築しなければなりません。また、実試料に近い条件で分析法を評価するためには、新鮮血液や高脂質性血漿等の準備が別途必要となります。当社は、これら分析法評価に適した試験材料の準備から、分析法の構築、試験の実施および報告に至るまで、当該新ガイドラインに対応した受託サービスを提供し、お客様の医薬品開発を的確にサポートいたします。



村田 和之
(むらた かずゆき)
大阪ラボラトリー



南元 早知
(みなみもと さち)
大阪ラボラトリー

CMPスラリーの凝集状態評価 ～凝集状態の数値化による研磨特性との相関説明～

大阪ラボラトリー 中西 祐司・松本 実香

1 CMPスラリーの凝集状態を評価するメリット

電子製品の小型化・高性能化に伴い半導体素子の高集積化が進んでおり、「Si, SiC ウェハ」、「マスクブランクス」、「多層配線中のCu配線や層間絶縁膜」の平滑性・表面欠陥制御に対する要求が厳しくなっています。この要求を満たすため、超大規模集積回路 (ULSI) の製造において、CMP*スラリーを用いた精密研磨は不可欠な技術となっています。

精密研磨の過程においてスクラッチなどの表面欠陥の発生を抑制するためには、CMPスラリー中の粒子の凝集を抑制し、粗大粒子数を減らすことが非常に重要です。

当社は、これまで評価困難とされてきた高濃度スラリー（粒子濃度数%以上）中の粒子の凝集状態を数値化し、研磨特性との相関を解明することで、プロセス条件検討の開発スピードアップをサポートいたします（図1）。

※ CMP : Chemical Mechanical Polishing

2 無希釈でのスラリー評価技術

CMPスラリーの一般的な品質評価手法として、動的光散乱法を用いた粒度分布測定や電気泳動光散乱法を用いたゼータ電位測定があります。これらの手法は、検出に光を用いるため、光が透過する濃度までスラリーを希釈する必要があります。しかし、希釈により

塩濃度やpH、添加剤濃度を変化させてしまうと、粒子の凝集状態が変化してしまう恐れがあります。

当社では、高濃度スラリーを希釈せず『実際に使用する状態のまま』で評価する手法として、超音波スペクトロスコピー（粒度分布、ゼータ電位）、遠心沈降法、パルスNMR、レオメーターによる測定を揃えています。これら手法を組み合わせることでスラリー中の粒子の状態を解明することで、研磨特性に影響する因子を見出し、スラリーの最適化に繋げることができます。

3 CMPスラリーの評価事例

pHを変えたアルミナスラリーについて、いずれも希釈せずにゼータ電位、粒子径、遠心時の粒子の沈降速度、粘度を評価した結果を図2に示します。

アルミナスラリーの等電点はpH 6.5付近で、等電点より酸側では正帯電、アルカリ側では負帯電を示しました。ゼータ電位は絶対値が大きいほど粒子間の静電反発により凝集を抑制する効果があります。ゼータ電位の絶対値が大きいpH 3、pH 9では粒子径が小さく、粒子の沈降速度も遅いのに対し、ゼータ電位の絶対値が小さいpH 6.5では粒子径が大きく、沈降速度も速い傾向が認められました。このことから、今回のアルミナスラリーではゼータ電位の大きさに影響するpHが、粒子の凝集状態に大きく影響していることが分かります。

このように、被研磨物と砥粒の相性によって最適組成が変わるCMPスラリーの凝集状態を数値化することで、研磨特性に優れたスラリーを効率的に探索することが可能となります。

4 おわりに

CMPスラリーの分散性向上のため高分子型分散剤を使用するケースも増えていきます。当社の超音波スペクトロスコピーでは、希釈によって分散剤の吸着状態を変化させてしまうことなくゼータ電位の評価が可能です。分散剤吸着による粒子表面の変化を捉えることも可能です。その他、近年注目されているCMPスラリーのリサイクルによる分散凝集状態の同等性評価への適用など、様々な場面においてスラリーを多角的に評価することが可能です。これらの評価を通じてお客様の課題解決に貢献できれば幸いです。

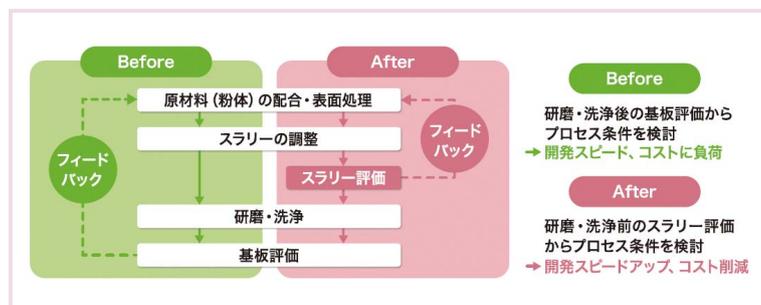


図1 CMPスラリーの凝集状態を評価するメリット

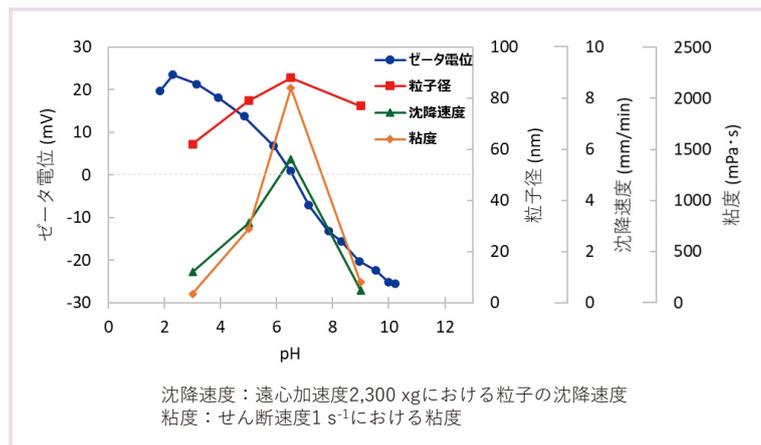


図2 pHを変えたアルミナスラリーの各種評価結果



中西 祐司
(なかにし ゆうじ)
大阪ラボラトリー



松本 実香
(まつもと みか)
大阪ラボラトリー

薄膜・コーティング膜の物性評価 ～ハイバリア膜の密着性の数値化～

大阪ラボラトリー 米倉 桂子・高橋 永次

1 薄膜製造プロセスの課題と当社の提案

近年、幅広い分野にて、製品への機能付与を目的として、薄膜やコーティング膜が利用されるケースが増加しています。高い機能性を持つ材料が採用される一方、製膜プロセスでの原料の配合や製膜条件が、製品の性能、耐久性や製造の歩留まりに影響するため、膜での機械特性を数値化し、データを蓄積、管理することが重要となります。

膜の機能特性を評価する際は、膜のどこに着目するかによって評価すべき項目は様々です。たとえば、膜の表面では耐久性や傷のつきにくさ、内部では硬さや変形挙動、より深い基材との界面ではその密着性や接着性などがあります。多種多様な要求事項や使用環境に応じた薄膜原料の選定、機能発現のための研究開発、安定した製造プロセスの構築など、これらの様々な着目点を総合的に評価することが必要になります（図1）。

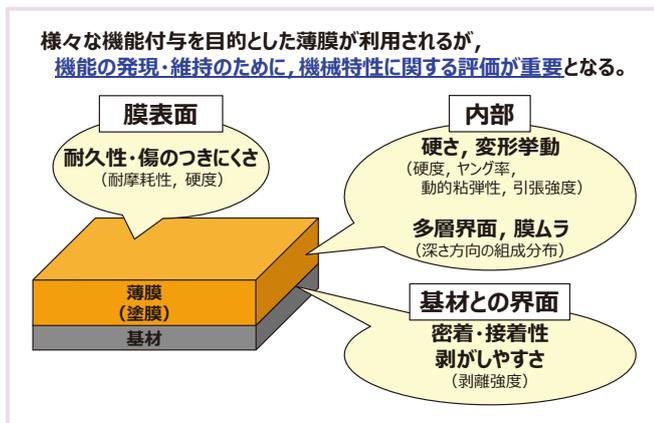


図1 薄膜・コーティング膜の物性評価

本稿では膜の密着性評価の事例を紹介します。膜の密着性不良は期待した特性が得られないだけでなく、剥離・ひび割れ・色ムラ・ガスの侵入など各種トラブルの原因となります。密着強度の高い薄膜を再現性良く評価できる技術として、当社はナノインデントを用いたスクラッチ試験を用いました。

2 ハイバリア膜の密着性評価事例

現在、有機ELや有機トランジスタなどの有機デバイスの長寿命化を目的とし、表面からの水蒸気や酸素の侵入を防止するハイバリア膜の研究開発が進められています。図2に、UV硬化樹脂における光照射時間を3水準で製膜した、膜厚200nmの膜についてスクラッチ試験を行い、シリコン基材との密着性を評価した事例を示します。

スクラッチ試験は、試料表面に圧子を接触させ、試料表面をななめに引掻くことで、薄膜の強度や密着性、表面の傷つきやすさを評価する手法です。

図2に示した重ね書きしたプロファイルと各スクラッチ痕の観察より、図中の☆印でそれぞれの剥離が確認され、剥離する深さ(=膜厚と相関)は同等であることが分かりました。一方、開始点からの剥離に至った距離は試料間で明確な差が確認され、剥離点における荷重値から試料1 < 試料2 < 試料3の順で密着性が高くなっていることが認められました。

3 ナノインデントの薄膜評価

今回紹介したナノインデントを用いたスクラッチ試験では、200nm程度の薄膜まで製膜条件の違いによる密着性を数値化することが

できます。その他、ナノインデントでは膜の表面や内部の物性評価、また液浸状態や加温測定など実環境での評価も可能です。

お困りごとがございましたら、お気軽にお問合せください。

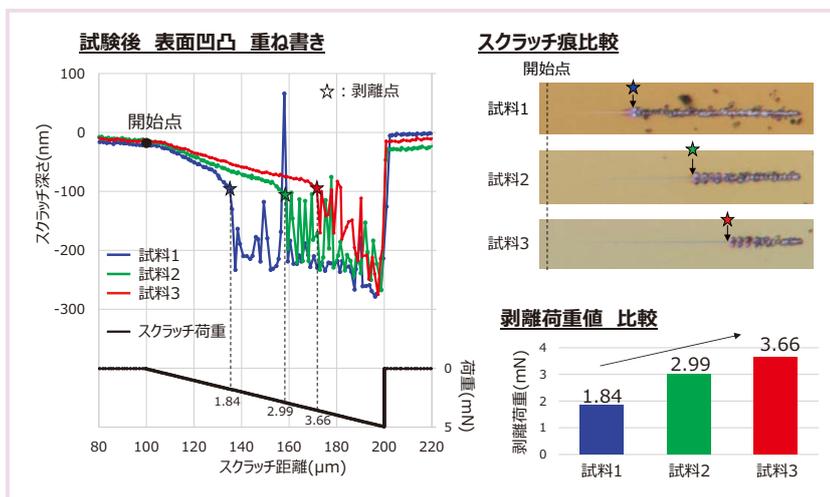


図2 プロセス条件が異なる薄膜のスクラッチ試験と剥離強度の比較



米倉 桂子
(よねくら けいこ)
大阪ラボラトリー



高橋 永次
(たかはし えいじ)
大阪ラボラトリー

電子線ダメージ低減技術（RED法）の開発 ～アイオノマー分布可視化への応用例～

千葉ラボラトリー（筑波サテライト） 齋藤 智浩・真家 信

1 はじめに

CO₂削減目標達成のため、環境にやさしいエネルギー源の開発が進められております。特に燃料電池は、水素と酸素を反応させて電気を生成する過程での排出物は水のみであって有害物質を排出しないことから、持続可能なエネルギー源の1つとして注目されています。

電気エネルギーへの変換効率を高めるためには、電極触媒をより効率良く作用させる必要があります。そのためには、電極触媒層中のプロトン伝導体として機能する有機系アイオノマーを適切に分散させることが必要です。

従って、燃料電池の研究開発にはアイオノマー分布の鮮明な可視化が重要であり、当社はそのための前処理技術を開発しました。

2 アイオノマー分布可視化前処理技術（表1）

従来、アイオノマー分布の可視化には、アイオノマーをセシウム(Cs)等で染色し、電子顕微鏡で観察する手法が用いられてきました。しかし、染色によるコントラストと、試料厚みおよび重なりによるコントラストとを明瞭に区別することが難しく、正しく分布を可視化することが困難でした。

我々は、アイオノマー成分をエネルギー分散型X線分光(EDX: Energy dispersive X-ray spectroscopy)でマッピングすることにより、アイオノマー分布を可視化することを考えました。しかし、分布を可視化出来るほど鮮明なEDXマッピング像を取得するためには、電子線強度を強くし、マッピング時間を長くしなければなりません。そのような測定では、EDXマッピング中にアイオノマー成分が消失してしまうなどの試料ダメージが発生してしまいます。

そこでEDXマッピングの最中に電子線ダメージをほとんど受けないダメージ低減処理法^{*}(RED法: Reduction of Electron Damage)を開発し、アイオノマー分布の可視化に成功しました。

3 アイオノマー分布可視化事例

図1に、アイオノマー分布可視化事例を示します。クライオFIB(Focused Ion Beam)により、燃料電池電極の薄片を作製し、RED処理を行った後、アイオノマー成分であるフッ素原子のEDXマッピングを実施しました。

アイオノマーは触媒層全体に均一に分布しているのではなく、分布にばらつきが生じていることが確認できました。

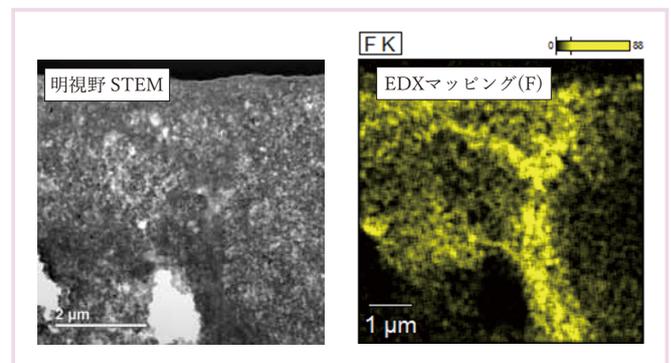


図1 クライオFIB→RED処理→EDXマッピング法によるアイオノマー分布可視化

4 電子線ダメージを受けやすい材料への応用

燃料電池の効率と安定性をより向上させるためには、アイオノマーの選択や、分散方法の検討が重要になります。

アイオノマー分布の可視化は、燃料電池研究開発に携わるお客様への一助になると考えております。

RED処理は、電池材料以外にも、電子線ダメージを受けやすい材料(排ガス触媒、量子ドット等)への応用が可能です。従来可視化困難であった材料を可視化できるよう引き続き技術向上に努めて参ります。お気軽にご相談いただければ幸いです。

表1 アイオノマー分布可視化法 従来法と当社法との違い

	前処理（薄片化）	前処理（その他）	可視化
従来法	・マイクローム ・分散	・染色	・(S) TEM 観察
当社法	・クライオ収束イオンビーム(FIB)法 ・マイクローム ・分散	・ダメージ低減処理(RED処理)	・EDXマッピング



齋藤 智浩
(さいとう ともひろ)
千葉ラボラトリー
(筑波サテライト)



真家 信
(まいえ まこと)
千葉ラボラトリー
(筑波サテライト)

^{*} 特許出願中
特許出願公開番号：特開2022-025001

プラスチックの加熱分解から組成分析まで ～ケミカルリサイクルに関わる開発支援～

愛媛ラボラトリー 谷永 将司

1 はじめに

プラスチックは強度、耐久性、加工のしやすさ、電氣的絶縁性等様々な利点を持つことから、幅広い分野で利用されています。しかし、プラスチックは自然界で分解されにくいことや焼却処理で発生するCO₂が地球温暖化を促進することから廃棄処理方法が大きな課題となっています。この課題に対し、ケミカルリサイクルが新たな解決策として注目されています。本記事では、当社のプラスチックのケミカルリサイクルの開発支援について、加熱分解とその生成物の組成分析を例にご紹介します。

2 支援内容

ケミカルリサイクルではプラスチックを効率的に分解できる条件が望ましいとされています。当社は小型設備を使用して少量の試料で温度や雰囲気の状態検討をスピーディに行うことができるため、効率的な分解条件の検討を支援することが可能です。以下では、アクリル板など様々な用途に使用されているポリメタクリル酸メチル (PMMA) の分解に関する事例をご紹介します (図1)。

2.1 分解および捕集方法

PMMAは、約400℃でメタクリル酸メチルモノマー(MMA-m)に分解します。不活性雰囲気下の管状炉を用い、発生したガスを液体窒素で冷やしたガラス管に通気して分解物を回収します(図2)。現在ではPMMAについては90%以上の捕集率で分解物を回収する方法を確立しています。本手法により、様々な温度や雰囲気における分解挙動を簡単に調査することが可能です。また、フィラー等の添加物や加熱変性した残渣の分析も可能です。

2.2 分解物の分析事例

分解物の主成分はMMA-mですが、未分解のオリゴマーや様々な添加剤なども含まれています。ガスクロマトグラフ(GC)や液体クロマトグラフ(LC)また質量分析計を備えたGC-MS、LC-MS等を用いて、MMA-mの純度やオリゴマーの定量分析、またPMMAに含まれる添加剤の定性分析により組成情報を得ることができます。

前述の分解挙動と分解物の組成に関する情報を合わせて提供することで、最適な分解条件確立の一助になると考えています。

3 おわりに

今回は分解工程について紹介しましたが、プラスチックのケミカルリサイクルには分解の他にも、モノマーの精製、再重合など多くの工程があるため、それぞれに課題が発生する可能性があります。当社は様々な分析技術を通じて、その課題解決に貢献できるよう積極的に取り組んでまいります。

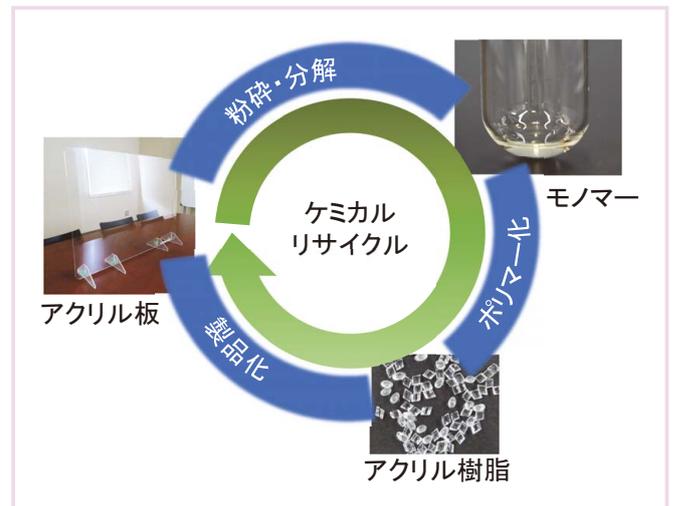


図1 プラスチックのケミカルリサイクルのイメージ図

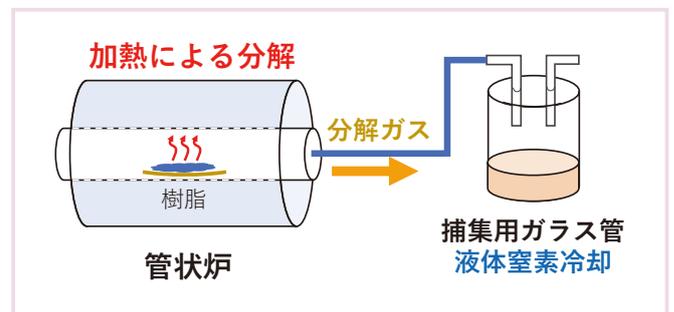


図2 管状炉を用いた加熱分解の模式図



谷永 将司
(たになが しょうじ)
愛媛ラボラトリー

細胞医薬品の安全性を支える核型解析 ～chromocenterの独自技術とノウハウをそのままに～

クロモセンター 田地野 浩司・山内 清司・尾家 彩加

1 はじめに

再生医療等製品には、ヒトまたは動物の細胞に培養等の加工を施した細胞加工製品と *in vivo* 遺伝子治療用製品があります。本稿では、前者のヒト細胞加工製品（以下、「細胞医薬品」とします）の安全性評価のための重要な試験の一つ、核型解析について紹介します。

クロモセンターは核型解析のトップランナーであった(株)chromocenterの染色体解析部門を当社が事業承継し本年誕生しました。

細胞医薬品のその他の品質・安全性評価試験^{*1}の詳細および核型解析^{*2}については、当社ホームページをご参照ください。

2 核型解析の重要性

ヒト多能性幹細胞は拡大培養や分化誘導で核型異常を生じる可能性があり、実際にヒト多能性幹細胞 839 株のうち 2 割が核型異常により不適格であったとの報告があります¹⁾。核型異常は造腫瘍性（がん化の可能性）に関連があることから、規制当局は製造販売承認申請を審査する際、対象が核型異常を生じていないことを確認するよう求めています²⁾。

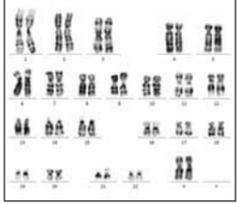
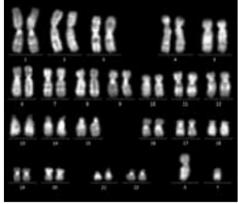
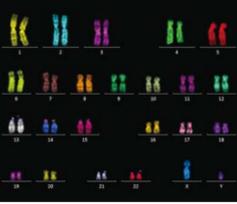
核型異常の有無を評価する方法として、細胞ごとに染色体の状態（形・数）を明らかにする核型解析があります。核型解析は「各細胞の全ゲノム情報である核型を概観できる点」と「正常核型という人類に普遍的な基準がある点」で優れており、これらの特長はヒト多能性幹細胞などを原材料とする細胞医薬品の遺伝的安定性や安全性を議論する上で重要です。

3 核型解析の流れ

核型解析の流れは図1の通りです。まず、お客様から輸送いただいた細胞を培養し、その後、染色体が出現する分裂中期で細胞の活動を停止させます（固定）。固定した細胞をスライドガラス上に滴下してスライド標本を作製します。このスライド標本を染色し、専用の顕微鏡で撮影して画像を解析します。

代表的な核型解析の手法と特長を表1に示します。最も一般的な解析法は、トリプシン処理後にギムザ染色を行うことで染色体を縞（バンド）状に染色する G-band 解析です。そのバンドパターンから個々の染色体を同定し、異常の有無を解析します。G-band 解析は申請用のデータ取得によく使用されます。ほぼ同様の情報が得られる解析として、ヘキストやキナクリン

表1 代表的な核型解析技術のまとめ

	G-band	Q-band	マルチカラー FISH (mFISH)
染色方法	トリプシン処理とギムザ染色	ヘキストやキナクリンマスタードで染色	各染色体をそれぞれに特異的な 5 種類の蛍光標識で染色し、蛍光の組み合わせに応じて疑似カラーで色付け
解析方法	バンドパターン	バンドパターン	各染色体に対応した疑似カラー
分解能	> 5 Mb (Q-band より鮮明)	> 5 Mb	> 1.5 Mb
特長	・最も一般的な手法 ・バンドパターンが明瞭	・細胞の残渣に影響を受けにくい ・染色が安定している	・微細領域の転座などについても判定可能
解析画像例	G-band カリオグラム 	Q-band カリオグラム 	mFISH カリオグラム 

マスタードなどの蛍光色素で染色する Q-band 解析があります。Q-band 解析は、染色が細胞の残渣の影響を受けにくいいため、研究目的でよく用いられます。また、疑似カラーで微細領域の転座などの由来を明らかにする、マルチカラー FISH (mFISH) 解析が用いられることもあります。mFISH は申請用と研究用の両方の目的で使用されます。

4 細胞医薬品の核型解析の特殊性

細胞医薬品の核型解析は、二つの理由により誰もが容易にできるものではありません。一つ目の理由は、核型解析は約 50 年前からある技術にもかかわらず、習熟に時間がかかることです。染色体のバンドパターンから個々の染色体を同定し、染色体異常の有無を見分け、さらにその異常を国際規約 ISCN 2020 (International System for Human Cytogenomic Nomenclature³⁾) に基づいて適切に記述する、これらの専門的能力を習得するには多くの時間と経験を要します。

二つ目の理由は、細胞医薬品では細胞の性質が核型解析の結果に影響を及ぼす事例が多いことです。例えば、核型解析では染色体を明瞭に染色できるかどうか解析の質に大きく影響しますが、脂肪組織由来の細胞の解析では、残っている脂肪滴が染色を阻害することがあります。また、通常、解析には十分量の分裂期の細胞が必要ですが、細胞が殆ど分裂していない分化誘導後の細胞が解析対象となることもあります。

(株)chromocenter では、上記のような解析が非常に困難な場合においても、豊富な経験から解決法を提案し、申請資料として使用できる質の高い結果をお客様に提供してまいりました。その評価レベルは製造販売承認申請でも受け入れられており、細胞医薬品の出荷試験も受託しています。これらは他社では真似できない独自の技術とノウハウです。

現在、核型解析の解析細胞数などは各社で統一されて

おりません。当社は細胞の特性に応じてケース・バイ・ケースの対応を行うだけでなく、これまでの経験を活かして、国際規格などの標準化に携わることで、より安全な細胞医薬品の開発に貢献いたします。

5 おわりに

今後は(株)chromocenter で培ってきた高度な解析技術はそのままに、住化分析センターの幅広い分析技術と規制対応力を融合させ、細胞医薬品の評価技術をさらに深化させてまいります。より高品質で安全な細胞医薬品の開発においてお客様を支援できるよう、さらなる技術開発に努めます。

文献

- 1) D. Felkner, J. Brehm, E. McIntire, S. Minter, A. Paguirigan, K. Remondini, S. Taapken, T.E. Ludwig: "Human pluripotent stem cell quality: A scientific wake-up call," poster presentation at ISSCR 2019 Annual Meeting, (2019).
- 2) 厚生労働省：医政研究0309 第1号, "「特定認定再生医療等委員会におけるヒト多能性幹細胞を用いる再生医療等提供計画の造腫瘍性評価の審査のポイント」の改訂について" (令和3年3月9日)。
- 3) J. McGowan-Jordan, R. J. Hastings, S. Moore: "ISCN 2020: An International System for Human Cytogenomic Nomenclature 2020", (2020), (Karger)。

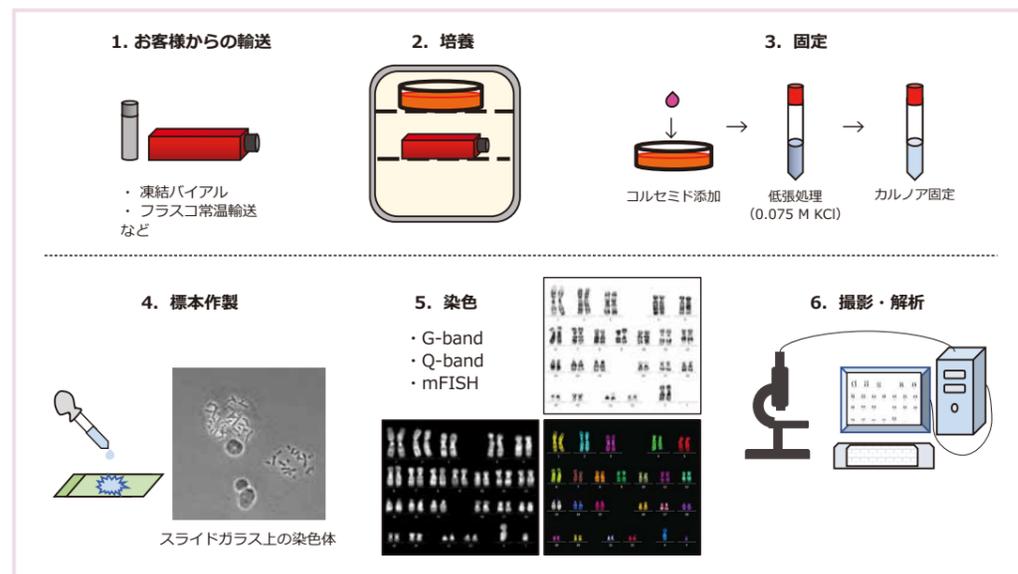


図1 核型解析の流れ

*1) 再生医療等製品・細胞医薬品の品質評価
<https://www.scas.co.jp/services/lifescience/pharmaceuticals/regenerative/regenerative.html>

*2) 核型解析
<https://www.scas.co.jp/services/lifescience/pharmaceuticals/chromosome/karyotype.html>



田地野 浩司
(たじの こうじ)
クロモセンター

山内 清司
(やまうち せいじ)
クロモセンター

尾家 彩加
(おいえ あやか)
クロモセンター

▶日本分析化学会 2023年度有功賞受賞

当社愛媛ラボラトリーの岩崎知子、松本弘和の二名が日本分析化学会「2023年度有功賞」を受賞しました。いずれも30年以上の長きにわたり分析実務に従事し、豊富な経験と知識を活かしてお客様のご要望にお応えしてきた実績を認めていただいたものです。

岩崎は、樹脂物性評価を通じてお客様の製品の品質と製造プロセスの安定操業を支えてまいりました。また、お客様のご要望により海外製造拠点に赴き、現地の分析技術者を指導するなど、樹脂物性評価に関する社内外の人材育成に貢献いたしました。

松本は、有機・無機分析を中心に業務に従事するとともに、公害防止管理者の国家資格を取得して各種評価試料に応じた前処理やGC、ICP等を用いた機器分析の条件最適化を行い、新たな手法や合理化法を開発・確立するなど幅広く第一線で活躍し、分析サービス面から社会に貢献いたしました。また、これまで蓄積した豊富な経験や分析技術を後輩へ技術伝承するなど、若手分析者の育成面にも精力的に取り組んでおります。

受賞した二名は、いずれも第一線で活躍するなかで、分析サービスを通して社会に貢献する側ら後進への技術伝承に尽力しております。常に自らの技術を磨くとともにお客様のご要望に真摯に応え挑戦する姿勢は当社の提供価値の礎となるものです。当社は、お客様に信頼されるパートナーを目指し、これからも研鑽して参ります。



愛媛ラボラトリー 岩崎



愛媛ラボラトリー 松本

主な投稿論文・口頭発表等

2022.12→2023.6

※所属名は投稿・発表当時のものです。

投稿論文

【マテリアル分野】

Honeycomb-Layered Oxides With Silver Atom Bilayers and Emergence of Non-Abelian SU (2) Interactions
Titus Masese*1,*2, Godwill Mbiti Kanyolo*3, Yoshinobu Miyazaki*4, Miyu Ito*4, Noboru Taguchi*5, Josef Rizell*1,*5, Shintaro Tachibana*6, Kohei Tada*1, Zhen-Dong Huang*7, Abbas Alshehabi*8, Hiroki Ubukata*9, Keigo Kubota*1, Kazuki Yoshii*1, Hiroshi Senoh*1, Cédric Tassel*9, Yuki Orikasa*6, Hiroshi Kageyama*9 & Tomohiro Saito*4 (*1 Research Institute of Electrochemical Energy, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST) , *2 AIST-Kyoto University Chemical Energy Materials Open Innovation Laboratory (ChEM-OIL) , *3 Department of Engineering Science, The University of Electro-Communications, *4 Tsukuba Laboratory, Sumika Chemical Analysis Service (SCAS) , Ltd., *5 Department of Physics, Chalmers University of Technology, *6 Graduate School of Life Sciences, Ritsumeikan University, *7 Key Laboratory for Organic Electronics and Information Displays and Institute of Advanced Materials (IAM) , Nanjing University of Posts and Telecommunications (NUPT) , *8 Department of Industrial Engineering, National Institute of Technology (KOSEN), Ibaraki College, *9 Department of Energy and Hydrocarbon Chemistry, Graduate School of Engineering, Kyoto University) [Advanced Science] (Wiley-VCH 発行), P2204672 (2022) (WEB公開: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/advs.202204672) 新規に合成された Ag-Ni-Te-O 化合物について、当社の原子分解能 STEMにより Ag イオンが 2 層連続で挿入された結晶構造が明らかとなった。Ag イオンの平均価数は 1 価より小さく、特殊な相互作用により Ag イオン同士が結びついたハニカム層状物質であり、電池材料をはじめとて様々な応用が期待される。

ラマンイメージングを用いた可視化分析

石竹美帆 (千葉ラボラトリー)
[JAIMA Season 171 号] ((一社)日本分析機器工業会発行), P5-9 (2023) ラマンイメージングは、1 μm 以下の高い空間分解能で化学情報を可視化することができ、半導体、高分子、電池材料、医薬品、生命科学等のさまざまな分野の微細構造解析に広く用いられている。本稿では、ラマン分光法を用いたイメージング測定の特徴および評価事例を紹介した。

電極導電助剤の分散状態評価

木村 宏 (マテリアル事業部)
[書籍]「リチウムイオン電池の長期安定利用に向けたマネジメント技術」(機技術情報協会発行), 第 10 章 第 5 節, P493-499 (2023) Li イオン電池の性能発揮には電極の合剤分散性が重要である。我々は分析を通して合剤分散性を数値化した結果、電池性能との関連性を見出すことができた。本稿では、導電助剤をはじめとした分散状態評価、電池特性との関連性、さらに電極塗布前の濃厚系スラリーの状態評価を紹介した。

危険性評価データに基づく安全対策と危険体感教育

小山泰弘 (マテリアル事業部)
[JETI] (㈩日本出版制作センター発行), 71 (5), P24-27 (2023) 化学品を安全に取り扱うためには、化学品の危険性を総合的に評価する必要がある。また、データに基づき評価するだけでなく、取得した化学物質の危険性評価データを作業者が適切に理解し、正しく運用できるよう、現場作業員や研究員向けの危険感受性を高める体感教育も重要である。

放熱材料の熱物性(熱伝導率, 熱膨張, 熱応力)の評価技術

栗石拓也 (マテリアル事業部)
[書籍]「次世代半導体パッケージの最新動向とその材料、プロセスの開発」(機技術情報協会発行), 第 6 章 第 7 節, P574-584 (2023) ~ 2.XD, 3D 集積化と基板材料, 封止・接合技術, 放熱部材~」において、

放熱材料の熱マネジメントに関わる分析方法を紹介した。熱マネジメントのための評価技術として、熱伝導率、熱膨張率、熱応力を軸として、さらに近年提供を開始した放射率も加え、半導体パッケージ製品・材料の課題と関連する評価方法を記載した。

【健康・安全分野】

食品への異物混入の実態と原因究明 ~異物オリジナルライブラリの構築~
末広省吾 (大阪ラボラトリー)
[食品工場長] (㈩日本食糧新聞社発行), 2023 年 4 月号 (No.312), P19-23 (2023) 昨今の食品への異物混入に関する実態を踏まえ、原因の迅速な解明に向けた

異物分析手法紹介とともに、オリジナルライブラリの構築方法について事例を交えながら解説した。

人由来の化粧品中の異物分析

末広省吾 (大阪ラボラトリー)
[COSMETIC STAGE] (機技術情報協会発行), 2023 年 6 月号, 17 (5), P28-33 (2023) 化粧品だけでなく、あらゆる製品分野で共通する混入異物は、工場の作業員が持ち込んだり、作業員自身から発生したりする“人由来の異物”である。本稿では、対策が難しい皮膚片や毛髪、ならびに作業服から発生する繊維片等の混入事例について紹介した。

口頭発表等

(機)化学工業日報社主催海外法規制セミナー (オンラインセミナー), 2022 年 12 月 16 日

感性評価サービスの紹介

亀田悦司 (健康・安全事業部)
関西学院大学 感性価値創造シンポジウム (集合型セミナー (グランフロント大阪) & オンラインセミナー), 2023 年 2 月 22 日

スマートフォンケースの視覚・視触覚間印象差による予想価格変化率の階層モデリング

○山本 悠*1, 飛谷謙介*2, 山崎陽一*3, 長田典子*3(*1 大阪ラボラトリー, *2 長崎県立大学, *3 関西学院大学)
第 18 回日本感性工学会春季大会 (オンラインセミナー), 2023 年 3 月 6 日

EU 域内向け SDS 作成実務

菅野佑子 (健康・安全事業部)
化学工業日報社主催海外 SDS セミナー「GHS 対応 EU 域内向けラベル・SDS 作成実務」(薬業健保会館 東京), 2023 年 4 月 28 日

EU 域内向け ラベル作成実務

石川倫子 (健康・安全事業部)
化学工業日報社主催海外 SDS セミナー「GHS 対応 EU 域内向けラベル・SDS 作成実務」(薬業健保会館 東京), 2023 年 4 月 28 日

CLP 届出とポイズンセンター

菅野佑子 (健康・安全事業部)
化学工業日報社主催海外 SDS セミナー「GHS 対応 EU 域内向けラベル・SDS 作成実務」(薬業健保会館 東京), 2023 年 4 月 28 日

PEEM-DB のユーザビリティ向上を目指して: 2022 年度活動報告

○石川優太郎*1, ○田中佑子*2(*1 ㈩奈良良機械製作所, *2 ㈩住化分析センター)
2023 年 ISPE 日本本部年次大会 (タワーホール船堀 (東京)), 2023 年 5 月 19 日

㈩住化分析センター主催セミナー

【マテリアル分野】

半導体製造の前工程におけるハンセン溶解度パラメータの活用のご提案
島森拓土 (大阪ラボラトリー)
オンラインセミナー (オンデマンド), 2022 年 12 月 1 日

【健康・安全分野】

粒子の分散液の評価~経験の数値化~
高橋永次 (大阪ラボラトリー)
オンラインセミナー「最新技術のご紹介~コーティングの評価 (経験, 感覚を数値化する技術) ~」(オンデマンド), 2022 年 12 月 5 日

医療機器, 医療材料の触感(潤滑性)評価~実使用環境を模した評価体系の構築~

東 秀幸 (大阪ラボラトリー)
オンラインセミナー「最新技術のご紹介~コーティングの評価 (経験, 感覚を数値化する技術) ~」(オンデマンド), 2022 年 12 月 5 日

食品の in vitro 吸収性評価 (Caco-2 細胞膜透過性)

○橋本有樹*1, 河村吉彦*2 (*1 大阪ラボラトリー, *2 健康・安全事業部)
オンラインセミナー (オンデマンド), 2023 年 2 月 6 日

【健康・安全分野】

米国の食品接触材料規制の現状と実務対応
清水英之 (健康・安全事業部)
(機)化学工業日報社主催海外法規制セミナー (オンラインセミナー), 2022 年 12 月 16 日

【健康・安全分野】

欧州の食品接触材料規制の現状と実務対応
吉村千鶴 (健康・安全事業部)

当社は千葉ラボラトリーと筑波ラボラトリーを再編し、一部を電子顕微鏡関連に特化した筑波サテライトラボとしてリニューアルいたしました。また、材料評価技術を千葉ラボラトリーに集約を図り、連携体制の強化を行いました。

▶ 材料評価連携体制の強化

当社は2023年5月、これまで筑波ラボラトリーと千葉ラボラトリーの二拠点で実施していた、観察技術と元素分析・組成解析技術、および、それらに付随する前処理加工技術を千葉ラボラトリーに集約し、電子デバイス、インフラ・エネルギー、モビリティ等の様々な分野におけるナノ構造解析からマクロレベルの材料解析体制を強化いたしました。

製品材料を評価するうえでは、お客様が抱える課題と製品の素材特性に合わせ、図に示す様々な前処理加工と観察技術、元素分析・組成解析技術を駆使することが重要となります。

広範囲な前処理・測定技術のラインナップを一拠点に集約強化することで、よりスピーディーな対応と、複数の手法を用いた総合分析の提案により、お客様の課題に合わせた多彩かつ多様な解析結果をご提供する「お困りごと解決のためのソリューションサービス」を展開してまいります。

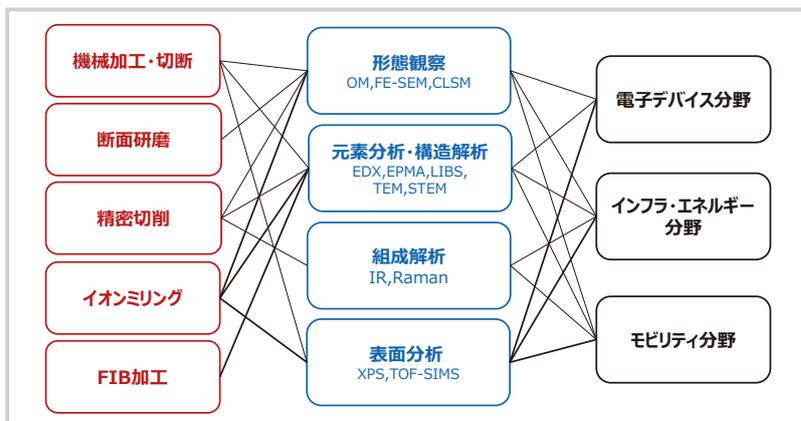


図 多彩な前処理技術と解析技術



写真1 前処理加工機例

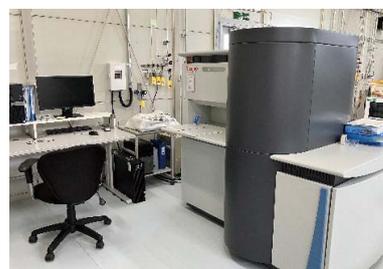


写真2 表面分析装置例

▶ 筑波サテライトラボを開設

当社筑波ラボラトリーは、平成元年より住友化学株式会社筑波地区研究所にて事業を継続してまいりましたが、2023年7月から国立研究開発法人産業技術総合研究所 (AIST) つくば中央事業所5群4-7棟 (床面積 556.92 m²) に移転し、名称も筑波サテライトラボに変えて再スタートいたしました。当サテライトラボは電子顕微鏡関連のラボラトリーとして、最新の原子分解能電子顕微鏡 (TEM) を新たに導入するほか、精密微細加工装置 (FIB-SEM) や、特殊前処理装置なども設置し、先端材料分野を中心として、

お客様の様々な分析ニーズに対応してまいります。これからも、技術とスピードを向上し、世界トップレベルのナノイメー

ジング技術に基づく、ソリューションサービスを提供いたします。



分析サービス・製品に関するお問合せ

Web <https://www.scas.co.jp/contact/>
 ■ お問合せフォーム ■ 依頼票ダウンロード

☎ 03-5689-1219

✉ メール marketing@scas.co.jp

企業情報

Web <https://www.scas.co.jp/company/>
 ■ 所在地案内 ■ 会社概要 など

SCASNEWS誌に関するお問合せ

✉ メール scasnews@scas.co.jp

☎ 06-6202-1807 ☎ 06-6202-0116



SCAS NEWS 2023-II (通巻58号)

発行 2023.11.17

発行者 株式会社住化分析センター

〒541-0043 大阪市中央区高麗橋4-6-17 住化不動産横堀ビル

編集担当 情報戦略推進室

SCAS Sumika Chemical Analysis Service

はインシュタインの疑問符です。彼のあくなき好奇心と探求心こそが、宇宙真理発見の原動力だったのかもしれない。

(無断転載禁止)