



kju:

SCAS NEWS

2017-I

(通巻45号)

テーマ

材料・デバイス開発に貢献する 最新分析・評価技術

提言 P.1

ナノ計測を基盤とした材料設計

東京大学大学院 幾原 雄一 先生

TALK ABOUT 21 P.3

レーザーアブレーション誘導結合プラズマ質量分析法による固体試料の分析

中央大学理工学部応用化学科 古田 直紀 先生

FRONTIER REPORT P.7

- 原子分解能分析電子顕微鏡によるSiCパワー半導体の界面構造評価
- 車載用各種材料の熱物性評価
- 有機エレクトロニクスのための高感度高精度水蒸気透過度測定技術の開発
—API-MS 法の性能評価および封止性評価技術—

SCAS NOW P.19

- 高感度・低ダメージスパッタリングの表面分析装置“Arガスクラスターイオン銃搭載XPS”
- 真空環境下におけるアウトガス評価技術
- 小動物マイクロサンプリング時の微量生体試料分析技術—非臨床毒性試験での実施例—

TOPICS P.23

- GC×GC-TOFMSによる多成分混合系試料の詳細解析
- 中国におけるバイオアナリシス支援サービスに関するお知らせ
- 日本分析化学会 2016年度有功賞授賞
- グローバルサービスの充実
- 千葉県環境計量協会創立40周年記念式典 功労者表彰

PICKUP! TOPICS 巻末

- 宇宙航空研究開発機構(JAXA)様から感謝状を授与
- 蓄電池解析拠点の集約とソリューションビジネスの推進について



ナノ計測を基盤とした材料設計

我国の産業は、高性能、高機能な新素材の開発とともに発展してきたといっても過言ではない。人間社会がさらに高度化、複雑化するに伴い、材料に対する要求は益々高くなり、これに応えるべく革新的な材料の創出が切望されている。そのための最も有効な方法の一つは、材料機能を決定している普遍的原理を解き明かし、それに基づいた合理的な材料設計・開発を進めることである。しかし、これまでの多くの既存技術は、研究者や技術者の経験や勘に頼っていたのが実情であった。たとえばセラミックスを焼結する際、多くの場合焼結助剤を添加する。焼結体の出来栄えや諸特性は、助剤の成分や状態、添加量や焼結温度によって大きく異なることはよく知られている。しかし、その助剤はどのようにして選択されているのであろうか？最も多い選択理由は、これまでに長年蓄積されてきた経験と勘、いわゆる焼結技術のノウハウの中にある。

しかし、材料への要求がさらに高度化するにつれ、経験や勘、ノウハウに頼る材料開発ではもはや対応しきれなくなっているのもまた事実である。さらに、莫大な時間と労力を伴うノウハウを得るための絨毯爆撃的な開発方法も現在の我国の実情にはなじまない。これをブレイクスルーし、今後の材料技術をさらに発展させるためには、マテリアルズサイエンスに立脚した合理的な材料開発・物質開発が必ず必要になるものと思われる。すなわち、物質の根元にまでさかのぼって新たに材料開発を見直すことが肝要である。物質・材料の根元を考える場合、まずはその最小構成単位である原子や電子から出発するのが自然であろう。したがって、原子や電子の構造や状態を直接観察し、その離合集散状態を計測し、さらに材料としてどのような機能を発現するかを理解することこそが合理的な材料設計への第一歩となる。再度セラミックスの焼結助剤を例にとると、助剤成分を構成する元素が材料中のどこに存在し、どのような役割を担うのか明確にした上で、材料開発に取り組むべきである。助剤は微量であっても材料の粒界や界面に偏在し、そのマクロな特性を大きく変化させるケースが多い。たとえば、酸化亜鉛や高靱性窒化ケイ素セラミックスなどは、焼結助剤である希土類元素が粒界へ偏析する現象を効果的に利用した構造・機能材料といえよう。しかしこれまでは、これら助剤成分元素が材料中のどのサイトに存在し、どのような役割を果たすのかについては、よく分かっていなかった。その理由は、ナノ計測の分解能や理論計算との融合が不十分であったことに起因している。

近年のナノ計測技術の進展には目覚ましいものがある。たとえば球面収差補正技術を駆使した最新の走査透過電子顕微鏡法を適用すると、粒界や界面に存

幾原 雄一

東京大学大学院
工学系研究科総合研究機構 教授・ナノ工学研究センター長
財団法人フラインセラムセラミックスセンターナノ構造研究所 主管研究員
東北大学原子分子材料科学高等研究機構 教授

在する原子一個一個について、その位置や元素の識別のみならず、局所的な電子状態の解析まで可能となりつつある。さらにプローブ顕微鏡法など他のナノ計測手法も様々な技術革新があり、局所的に遍在する元素の状態などこれまでは不明であった構造解析を原子スケールで行うことが可能になってきている。また、理論計算においても大きな進展があった。たとえば、従来は絶対零度の状態でしか計算できなかった第一原理計算も、温度効果を取り入れることが可能となり、材料特性との相関性も理解されつつある。さらにスーパーコンピュータなど計算速度の飛躍的な向上により、より現実に近い大きな系での計算も可能になりつつある。

このように近年進展しつつあるナノ計測手法と計算手法を材料の局所的原子構造、電子状態、機能の問題に適用し、得られた結果をタイムリーに材料プロセス技術にフィードバックすることができれば、材料開発分野に新たなブレークスルーを引き起こすことができるものと考えている。たとえば、希土類元素を微量添加したアルミナセラミックスは耐クリープ性が高いが、これは添加した希土類元素が粒界に偏析し、粒界での共有結合性を上げることで粒界結合力を高めていることに起因していることが解明されつつある。また、酸化亜鉛にプラセオジウムを添加すると、やはりこれが粒界に偏析し、粒界近傍の亜鉛空孔を誘発することで、ショットキーバリアが形成され、優れたバリスター特性を示すことも分かってきた。これらの設計指針を用い、アルミナの焼結ではさらに共有結合性を高める添加元素を、酸化亜鉛の場合だと亜鉛空孔の形成エネルギーをさらに下げる添加元素をそれぞれ見出せば、それこそ目的とする助剤を合理的に選択できることになる。まさにナノ計測を基盤とした材料設計によって、セラミックスの焼結助剤でさえも合理的に探索できる時代がすぐそこまでやってきているのである。このような手法は、セラミックスのみならず、金属、半導体などにも今後広く活用され、企業における材料開発やものづくり産業に大きく貢献していくことが期待される。

参考文献

- 1) 機能元素特集, セラミックス, 47 巻 7 月号, 日本セラミックス協会, 2012 年
- 2) 幾原雄一, 「セラミックス界面の原子直視と軽元素観察—収差補正 STEM 法と理論計算融合—」, 応用物理, 81 巻 9 号, 753-759 頁, 応用物理学会, 2012 年
- 3) 「ナノ材料解析の実際」, 米澤徹, 朝倉清高, 幾原雄一編著, 講談社サイエンティフィック, 2016 年



略歴

- 1988年 九州大学大学院総合理工学研究科博士課程修了(工学博士)
財団法人ファインセラミックスセンター試験研究所入所(研究員)
- 1991年 米国ケースウエスタンリザーブ大学材料科学科客員助教授
- 1993年 財団法人ファインセラミックスセンター試験研究所構造解析部統括部長代理
- 1996年 東京大学大学院工学研究科材料学専攻助教授
- 2003年 東京大学大学院工学系研究科総合研究機構教授
- 2005年 東京大学大学院工学系研究科総合研究機構長
- 2007年 財団法人ファインセラミックスセンターナノ構造研究所主管研究員(兼任)
東北大学原子分子材料科学高等研究機構教授(兼任)
(現在に至る)

主な受賞歴

- 2001年 日本セラミックス協会学術賞
- 2007年 日本顕微鏡学会瀬藤賞
- 2010年 フンボルト賞(独アレクサンダー・フォン・フンボルト財団)
本多フロンティア賞
- 2011年 米国セラミックス学会フェロー
- 2013年 文部科学大臣表彰科学技術賞
- 2014年 世界セラミックスアカデミー会員
- 2015年 ロバートB.サスモン賞
(米国セラミックス学会)
- 2016年 紫綬褒章 など多数

レーザーアブレーション誘導結合プラズマ質量分析法による固体試料の分析

中央大学 理工学部応用化学科 環境化学研究室 教授 理学博士 ふるた なおき 古田 直紀

固体試料を直接分析する方法として、LA-ICPMS が広く用いられている。しかし、LA-ICPMS では、アブレーションセルの中及び ICP 中で元素分別効果が起こるため、マトリックスの似た標準物質が必要となる。元素分別効果を解決する方法として、液中レーザーアブレーション法 (LAL 法) を提案した。試料を水の中に入れ、水を通してレーザーを照射し、生成されるアブレート粒子を全て水に捕集する。その後、捕集したアブレート粒子を酸分解して、標準溶液を用いた ICPMS で測定する。LAL-ICPMS を、酸分解できない単結晶 SiC の表面分析に応用した。



1 はじめに

誘導結合プラズマ質量分析法 (ICPMS) は、高感度な多元素同時分析法として広く普及するようになった。扱う試料は溶液試料が普通で、固体試料の場合は、酸分解して溶液にするのが普通である。固体試料を直接分析する方法として LA-ICPMS が提案されている¹⁾。固体試料の分析目的部位にレーザー (laser) を照射し、融発させ (アブレーション)、ICPMS 装置に導入する。LA-ICPMS 装置の概略図を図1に示した。LA-ICPMS は、局所分析 (10~100 μm) が可能であり、試料前処理をせずに、分析が可能なので、管理分析としても有用である。しかし、試料のマトリク

スによって元素の感度が異なるため、試料毎にマトリックスの似た標準物質を用意せねばならない欠点がある (元素分別効果)。

2 元素分別効果の原因究明

元素分別効果 (Elemental Fractionation) は、以下の式 (1) に示した Fractionation Index (FI) により評価できる。

$$FI = \frac{\sum \text{cps} (M_{\Delta 1 \text{ min}}) / \sum \text{cps} (\text{Ca}_{\Delta 1 \text{ min}})}{\sum \text{cps} (M_{0-1 \text{ min}}) / \sum \text{cps} (\text{Ca}_{0-1 \text{ min}})} \quad (1)$$

ここで、cps (M_{Δ1 min}) と cps (Ca_{Δ1 min}) は10分間アブレー

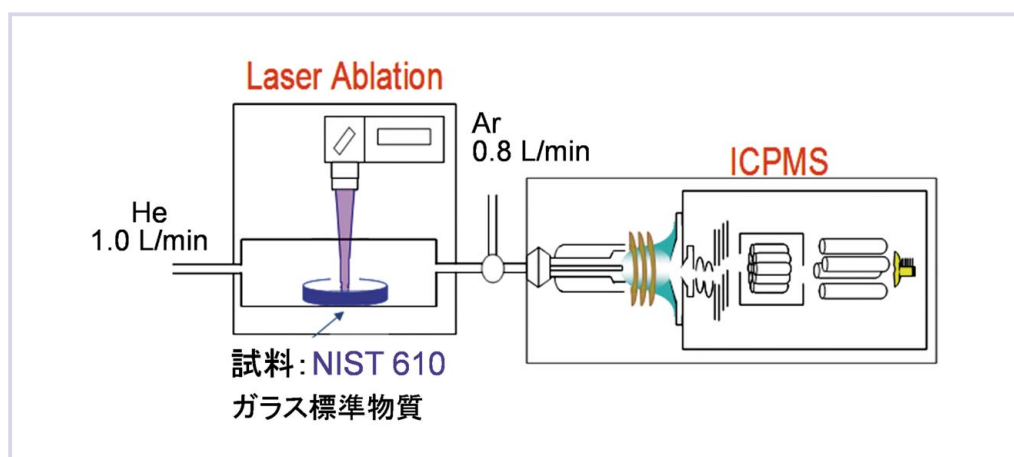


図1 Laser Ablation (LA)-ICPMS装置の概略図

シオンを行った時の1分間ごとに観測された元素とCaの信号強度である。cps (M_{0-1 min}) とcps (Ca_{0-1 min}) は、アブレーションを行った時の最初の1分間に観測された元素とCaの信号強度である。レーザーを照射し始めた最初の1分間を基準として、元素とCaの信号強度比が毎分どのように変化するかを計算する。試料としてNIST 610ガラス標準物質を用い、レーザーの焦点を試料表面より下に2 mmずらして1点照射 (single-site mode) 条件で、34元素のFIを求めたところ、2つのグループに分けられることが判明した²⁾。図2と図3にグループ1とグループ2の元素に対するFIの結果を示す。照射開始後2分から3分に、FIが1よりも大きくなる元素 (グループ1) と、1よりも大きくなならない元素 (グループ2) に分類することができる。

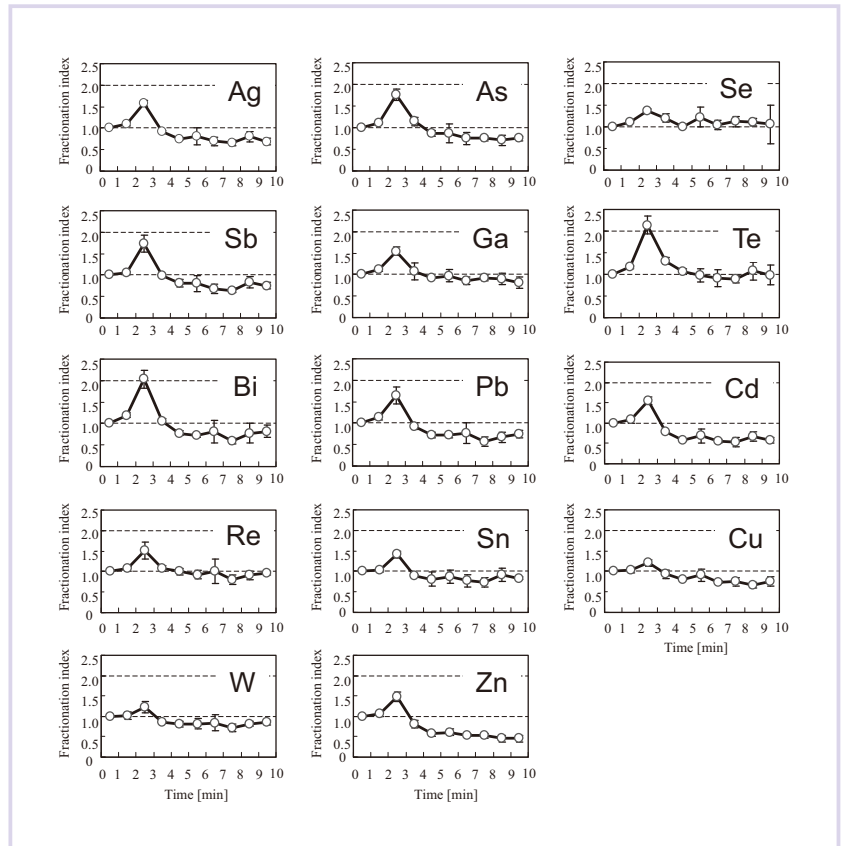


図2 グループ1の14元素

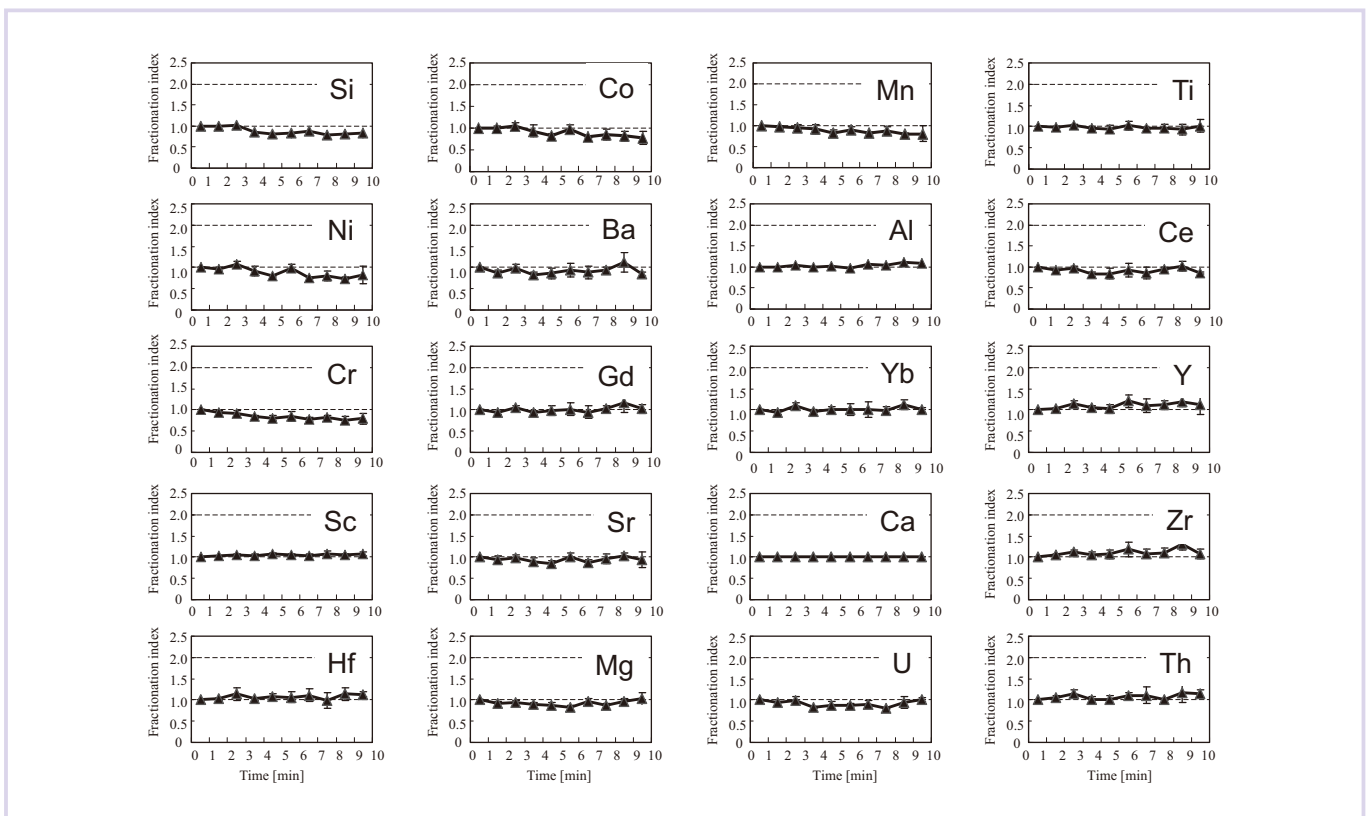


図3 グループ2の20元素

TALK ABOUT 21

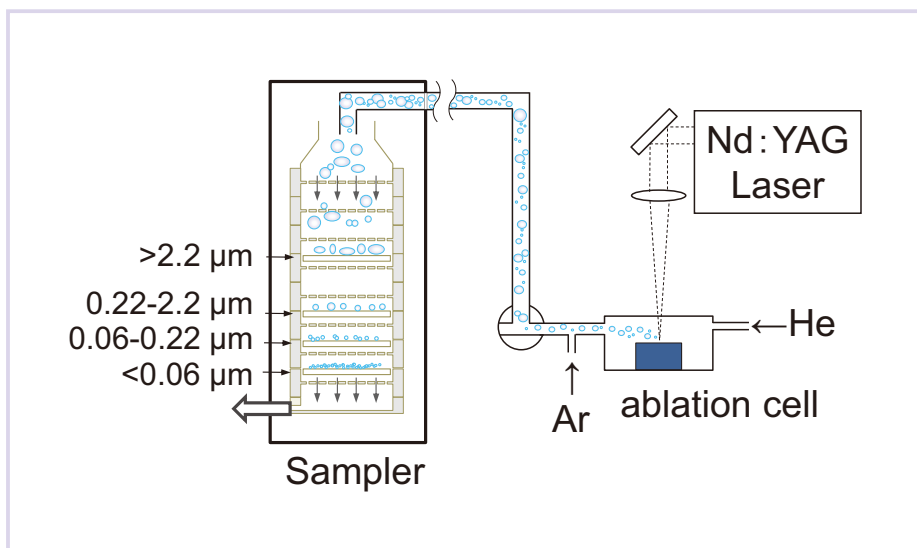


図4 Low Pressure Impactor (LPI) によるアブレート粒子の粒径分布の測定

レーザーでアブレートした粒子を、図4に示したように、低圧インパクター (LPI) でフィルター上に捕集し、粒子の粒径分布がレーザーを照射し始めてからどのように変化するかを調べた結果、レーザーの焦点を試料表面より下に 2 mm ずらして 1 点照射 (single-site mode) 条件で、照射開始後 2 分から 3 分に 0.22 μm 以上の粒子が増加することが分かった³⁾。そして、その粒子が入った時に気化し易い元素 (正確に言うと、その元素の酸化物の融点及び沸点が低い元素) がグループ 1 に分類される。この現象をどのように説明するかであるが、ナノ秒レーザーを用い、He 雰囲気中でガラスを照射して生成されるアブレート粒子の粒径は 0.06~5 μm の大きさである。レーザーを試料表面に照射してアブレート粒子が生成する際に、グループ 1 の気化し易い元素は一旦ガスになりアブレート粒子の表面に凝縮する。その後、アブレート粒子が ICP に導入され、ICP 中で気化、原子化、イオン化されるのだが、試料がガラスの場合、0.15 μm 以上の粒子は ICP 中で完全には分解されない⁴⁾。その為、約 0.15 μm 以上の粒子が ICP 中に導入された際、表面に凝縮されていたグループ 1 の元素の信号強度は Ca の信号強度に比べ大きくなる。これがグループ 1 の元素の FI が 1 よりも大きくなる原因である。このように、アブレーションセルの中及び ICP 中で元素分別効果が起こる。この元素分別効果を小さくする方法は、フェムト秒レーザーを

用いて、生成されるアブレート粒子をできるだけ小さくし、生成されるアブレート粒子すべてを ICP 中で完全に分解できるようにすることである。しかし、それはなかなか難しい。たとえ、フェムト秒レーザーを用いたとしても 0.15 μm 以上の粒子を完全になくすことはできない⁵⁾。そこで、以下に述べる液中レーザーアブレーションにより、小さな粒子も大きな粒子もすべて水に捕集する方法を試みた。

3 Laser Ablation in Liquid (LAL) による大きな粒子及び小さな粒子の捕集

Laser Ablation in Liquid (LAL) とは、試料を水の中に入れ、水を通してレーザーを照射する方法である。この方法はナノ粒子の生成方法として用いられている方法である⁶⁾。試料として NIST 610 ガラス標準物質を用い、試料表面に焦点を結びライン掃引 (line-scanning mode) 条件で、LAL 法を行うと、大きな粒子も小さな粒子もすべて水の中に捕集できる (図 5)⁷⁾。捕集したアブレート粒子を高圧酸分解して溶液化した後、ICPMS で測定すれば、標準溶液を用

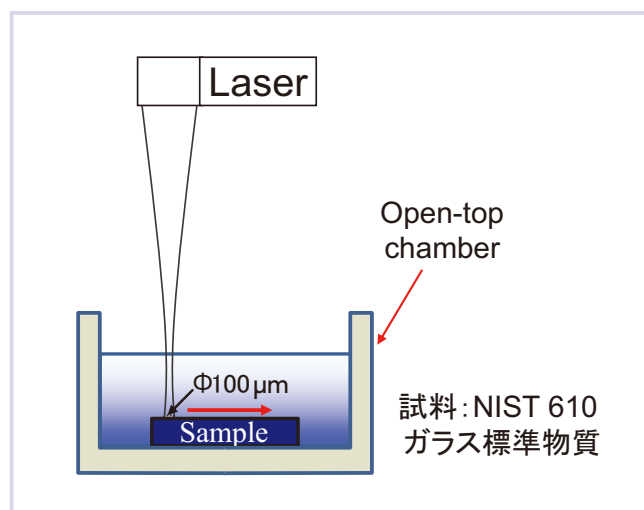


図5 NIST 610 ガラス標準物質の液中レーザーアブレーション (LAL)

表1 単結晶の表面分析結果及び検出下限 (DL) *

Element	LA-ICPMS		LAL-ICPMS	
	—		Sampling amount: 0.19 mg	
	Calibrated by NMIJ CRMs **		Solution calibration	
	Found ($\mu\text{g g}^{-1}$)	DL ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Found ($\mu\text{g g}^{-1}$)	DL ($\mu\text{g g}^{-1}$)
Al	6 ± 1 (17)	2	22 ± 0.89 (4)	0.4
Ti	13 ± 5 (36)	2	19 ± 3.3 (18)	0.4
Cr	< 1	1	0.4 ± 0.06 (14)	0.2
Mn	< 1	1	0.2 ± 0.02 (9)	0.04
Fe	< 6	6	5.3 ± 0.9 (17)	0.4
Co	< 0.4	0.4	< 0.1	0.1
Ni	< 4	4	0.7 ± 0.1 (15)	0.2
Cu	< 0.4	0.4	3.3 ± 0.3 (8)	0.2
Sr	< 0.2	0.2	< 0.1	0.1
Y	< 0.2	0.2	< 0.04	0.04
Zr	< 0.2	0.2	1.1 ± 0.2 (18)	0.04
W	< 0.2	0.2	< 0.04	0.04

* The values in parentheses are percent relative standard deviations (n=3) .

** NMIJ 8001a and NMIJ 8002a

いた外部検量線法で多元素同時分析が可能となる。この方法を用いれば、試料ごとにマトリックスの似た標準物質を用意する必要はない。今までにLAL法をガラス標準物質 (NIST 610, 611)⁸⁾ や高純度鉄標準物質 (IRMM-014)⁹⁾ の分析に応用し、保証値と一致した定量値が得られることは報告されている。しかし、実サンプルに応用した例は報告されていない。そこで、Siウェハーに代わる半導体基板として注目されているSiCの分析に応用することを考えた。Siウェハーはフッ化水素酸で酸分解が可能であるが、単結晶SiCは酸分解で溶解が不可能である。そのような試料に対しては、LAL法が威力を発揮する。

4 単結晶SiCの分析への応用

用いた単結晶の結晶系は六方晶系 (6H) である。試料を砕いて小さくし、高圧酸分解を試みたが酸分解できなかった。しかし、LAL法を用いると、ナノスケールの小さなアブレート粒子が生成されること、それに、レーザーによりアブレートした時に、一旦水中で溶解した後凝固する際、単結晶SiCにはもどらず、化学組成がケイ素と不定形炭素に変わり、酸に溶解できるようになる。LAL法を用いて単結晶SiCの表面分析した結果を、単結晶SiCのLA-ICPMSの結果と比較して表1に示した¹⁰⁾。LA-ICPMSの検出下限 (DL) が0.2-6 $\mu\text{g g}^{-1}$ であるのに対し、LAL-ICPMSの検出下限 (DL) は0.04-0.4 $\mu\text{g g}^{-1}$ と1桁改善されるので、LA-

ICPMSでは、AlとTiのみが検出されるだけであったのが、LAL-ICPMSを用いると、Al, Ti以外にCr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zrも検出されるようになった。

文 献

- 1) R. E. Russo, X. Mao, J. J. Gonzalez, V. Zorba, J. Yoo, Anal. Chem. 85, pp. 6162-6177, (2013)
- 2) R. Machida, T. Nakazawa, N. Furuta, Anal. Sci. 31 (5), pp. 345-355, (2015)
- 3) R. Machida, T. Nakazawa, N. Furuta, J. Anal. At. Spectrom. 31 (3), pp. 809-814, (2015)
- 4) H. R. Kuhn, M. Guillong, D. Günther, Anal. Bioanal. Chem. 378, pp. 1069-1074, (2004)
- 5) M. Guillong, I. Horn, D. Günther, J. Anal. At. Spectrom. 18 (10), pp. 1224-1230, (2003)
- 6) V. Amendola, M. Meneghetti, Phys. Chem. Chem. Phys. 15, pp. 3027-3046, (2013)
- 7) R. Machida, T. Nakazawa, Y. Sakuraba, M. Fujiwara, N. Furuta, J. Anal. At. Spectrom. 30 (12), pp. 2412-2419, (2015)
- 8) S. Okabayashi, T. D. Yokoyama, Y. Kon, S. Ymamoto, T. Yokoyama, T. Hirata, J. Anal. At. Spectrom. 26 (7), pp. 1393-1400, (2011)
- 9) D. N. Douglas, J. L. Crisp, H. J. Reid, B. L. Sharp, J. Anal. At. Spectrom. 26 (6), pp. 1294-1301, (2011)
- 10) R. Machida, R. Nishioka, M. Fujiwara, N. Furuta, Anal. Sci. submitted (2016)

著者略歴

1975年 東京大学大学院 理学研究科 修士課程修了
国立公害研究所 (現在の国立環境研究所) 入所
1979年 東京大学より理学博士授与
1990年 国立環境研究所と名称変更 主任研究員
1992年 地球環境研究センター 研究管理官
1994年~現在
中央大学理工学部応用化学科 教授

〈受賞歴〉

2005年 Royal Society of ChemistryよりFellowの称号を授与

原子分解能分析電子顕微鏡による SiC パワー半導体の界面構造評価

筑波ラボラトリー 真家 信・松尾 祥史

省エネルギー効果をもたらすパワー半導体への期待は近年益々大きくなっている。現在、従来の Si からより高性能な SiC への移行が進んでいるが、一方で製造プロセスにおいて SiC 特有の諸問題が生じており、特に性能を大きく左右するゲート酸化膜 SiO_2 / SiC 界面制御が大きな課題となっている。デバイスメーカーでは性能向上に向けた界面制御が種々検討されており、製造プロセス最適化のための精密な界面構造把握が求められている。本稿では、当社に新しく導入した原子分解能分析電子顕微鏡を用いた原子レベルでの界面構造評価事例について紹介する。

1 はじめに

情報化社会の発展に伴って電力使用量が増え続けている現在、省エネルギー対策の重要性は高く、電子機器を効率的に制御するパワー半導体への期待は大きい。近年、パワー半導体を搭載したインバータ機器は、エアコンや家電機器だけでなくハイブリッド車、鉄道システムにも採用されており、省エネルギー効果をもたらす有望な技術として利用分野が拡大している。

これまでのパワー半導体は、Si（シリコン）単結晶を材料とするものが中心であったが、近年では低電力損失と高耐圧性能を併せ持った SiC（シリコンカーバイド）が主流となってきている。しかしながら SiC 系では、従来の Si 系とは異なりゲート酸化膜を形成する際の SiO_2 / SiC 界面での欠陥生成に伴うものと推定される電子移動度低下や閾値電圧変動などの問題が発生している¹⁾。これらの課題に対し、酸化膜形成後の窒素アニール処理等の界面制御が種々検討されており、製造プロセス最適化のための界面構造把握の重要性が増している。

当社ではこれまで、電子顕微鏡分析、表面分析、ラマン分光、X線回折等の分析手法を駆使して、結晶性、欠陥、歪み、ドーパント濃度、界面状態等の評価を実施し、製造プロセスの最適化に貢献してきた²⁾。最近、高い空間分解能での像観察と高感度での元素分析を両立した原子分解能分析電子顕微鏡を導入し、従来困難であった SiO_2 / SiC 界面での原子スケールでの分析が可能となった。次項以降に、窒化アニール処理が施されたゲート酸化膜の SiO_2 / SiC 界面における原子スケールでの界面構造評価事例を紹介する。特に、界面領域における窒素分布および遷移層の有無に着目した評価について述べる。

2 原子分解能分析電子顕微鏡による原子スケールでの界面評価事例

2016年3月に、高感度元素分析システムを搭載した原子分解能分析電子顕微鏡を導入した。本装置は、高い空間分解能で

高感度の元素分析および電子分光が可能である。図1に、化合物半導体である (Al, Ga) As / GaAs 界面部の高角度散乱暗視野走査透過電子顕微鏡法 (HAADF - STEM : High - Angle Annular Dark Field - Scanning Transmission Electron Microscopy) による観察像とエネルギー分散型 X 線分光法 (EDX : Energy Dispersive X-ray spectrometer) による元素マッピングを示す。HAADF - STEM 像では原子番号の二乗に比例したコントラストが得られ、図1(a)で示す像の右側の GaAs 領域においては図1(b)で示す結晶モデルと同様な 0.14 nm 間隔の Ga と As の原子配列が明瞭に観察される一方、像左側の (Al, Ga) As 領域では Ga サイトのコントラストが Al 置換に伴って弱く観察された。図1(c)で示す元素マッピングでは HAADF - STEM 像に対応して、像右側ではピンクで示す Ga と黄色で示す As の配列が、像左側では緑で示す Al と黄色で示す As の配列が観察された。

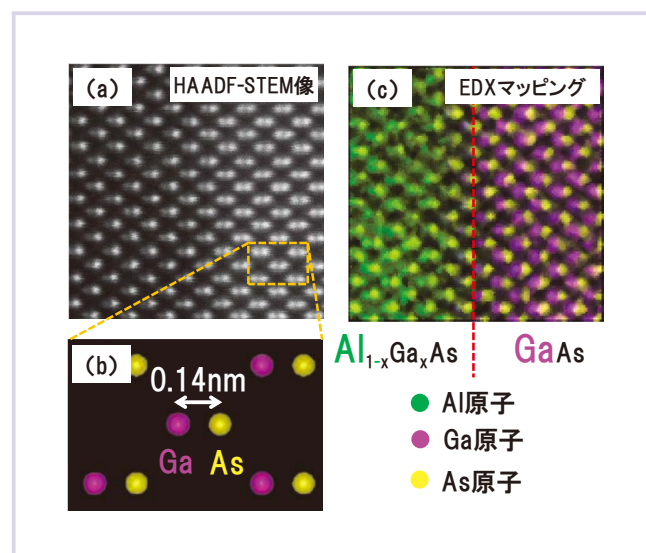


図1 化合物半導体 (Al, Ga) As / GaAs 界面部における (a) HAADF - STEM 像, (b) 結晶モデル, (c) EDX 元素マッピング

原子スケールでの元素マッピングでは、分析中の電子線照射によるダメージや試料移動を最小限に抑えるため、高感度元素分析システムによる短時間分析が必須である。導入した原子分解能分析電子顕微鏡による原子スケールでの構造評価は、図1で示した化合物半導体の界面評価だけでなく、ゲート酸化膜の界面構造評価にも有用であると考えられる。

3 SiC パワー半導体ゲート酸化膜 SiO₂ / SiC 界面の評価

3.1 トランジスタ部品からのサンプリング

本検討では、電界効果トランジスタ (MOSFET : Metal - Oxide - Semiconductor Field - Effect Transistor) 市販部品の分析を実施した。部品をまず加熱した薬液へ浸漬して樹脂を除去し、ボンディングワイヤーを切断して図2で示す構造を有し

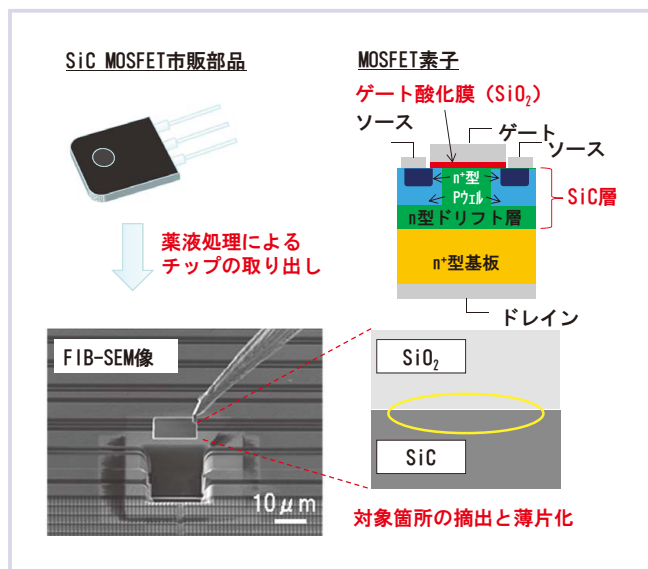


図2 トランジスタ部品からの電子顕微鏡観察用断面試料の作製フロー

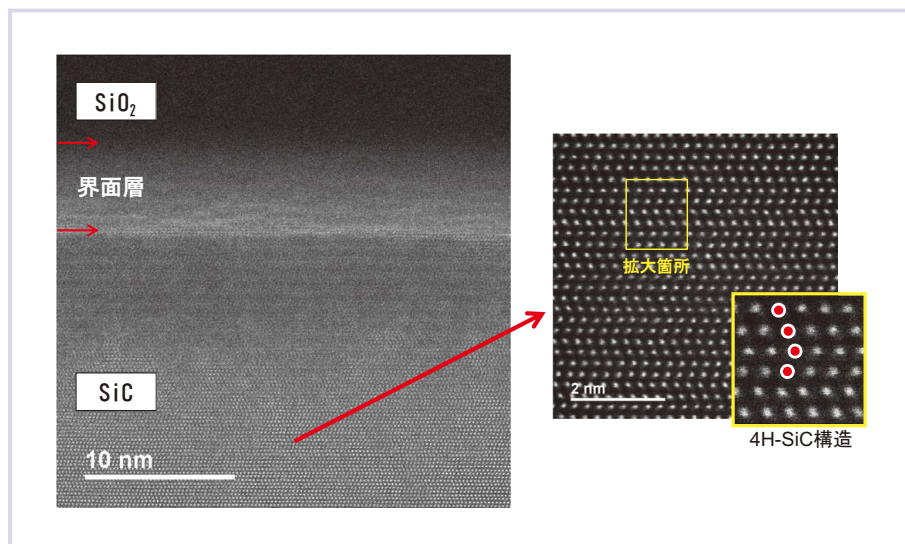


図3 SiO₂ / SiC界面のHAADF - STEM像

た MOSFET 素子を取り出した。さらに集束イオンビーム (FIB : Focused Ion Beam) 装置により、評価対象箇所を抽出するとともに、厚さ 100 nm 程度まで薄片化を実施した。ただし、薄片化時に生じる非晶質層等のダメージ層を極力除去するため、薄片化後に最表面の低加速仕上げを実施した。

3.2 原子スケールでの構造評価

図3に SiO₂ / SiC 界面の HAADF - STEM 像を示す。SiC 層に対する電子線の入射方向は、4H 構造と呼ばれる 4H - SiC の [2 $\bar{1}\bar{1}$ 0] 方向である。像中には原子配列に対応したコントラストが観察され、4H 構造特有の 4 個の Si 原子で構成される周期の繰り返しを観察される一方、6H 構造等の異なる結晶構造に由来した周期の混入や、原子の欠損や転位等、その他欠陥は確認されなかった。また、SiO₂ / SiC 界面領域において、SiO₂ および SiC とは異なるコントラストが 6 nm 程度の幅で観察された。SiO₂ と SiC に挟まれた第三の層 (以下では界面層と表記) の結晶構造について明らかにするため、ナノビーム電子線回折 (NBD : Nano Beam Diffraction) を 1 nm のビーム径で実施した。

図4に SiC 層および界面層において取得した NBD パターンを示す。SiC 層では電子線の入射方向が 4H - SiC の [2 $\bar{1}\bar{1}$ 0] 方向であることを示す 0004 スポットを中心とした等方的なパターンが得られたのに対し、界面層では入射方向が [2 $\bar{1}\bar{1}$ 0] 方向からややずれていることを示す 0000 スポットを中心としない上下方向に偏りのあるパターンが得られた。このことから、界面層には基板からやや傾斜した方向を向いた 4H - SiC が含まれることが推定される。

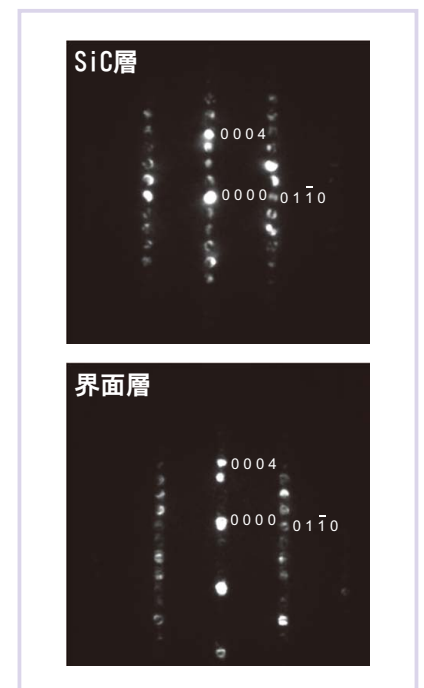


図4 SiC基板と第三層におけるNBDパターン

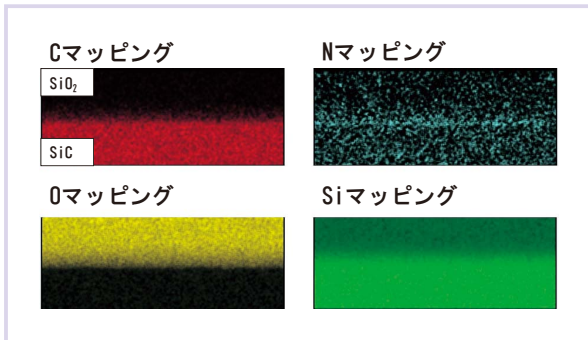


図5 SiO₂ / SiC界面近傍でのEDX元素マッピング

3.3 N分布の評価

前述のとおり、SiO₂/SiC 界面での欠陥生成の抑制のため、ゲート酸化膜形成後の窒素アニール処理が一般的に施されていることから、導入した窒素分布の把握が重要となっている。過去の二次イオン質量分析 (SIMS : Secondary Ion Mass Spectroscopy) による検討から、窒素アニール処理により導入される N 量は 10¹⁹ ~ 10²⁰ atoms / cm³ 程度であることがわかっているが、このような低濃度の元素分析は従来の当社 EDX 分析では検出が困難であった。一方、今回導入した原子分解能分析電子顕微鏡の高感度元素分析システムを駆使することで、0.1 原子分率オーダーでの微量元素でも検出できることを確認している。そこで、強化された高感度元素分析システムを用い、従来検出が困難であった N 分布の解明を試みた。

図5は、SiO₂ / SiC 界面近傍の 100 nm × 40 nm の範囲で EDX 面分析を実施した元素マッピングである。マッピングでは主成分である C, O, Si に加え層状の N 分布もわずかながら観察された。N 分布をより明瞭に示すため、SiO₂ から SiC 方向への積算強度のラインプロファイルを得た。図6で示す通り、SiC 層の最表面を C の半値の位置と仮定した場合、N のピークが SiC 最表面から 1.5 nm 程度基板側に位置することがわかった。このことから、窒素アニールにより N が SiC 表層部よりも基板側に導入されていることが推定される。また、界面層付近での各元素の挙動に注目すると、C, O, Si の強度変化が約 10 nm の領域にわたって観測されることから、界面層付近においてこれら3種類の元素が混合した状態で存在するものと推定される。一方、界面層での NBD において基板からやや傾斜した方向を向いた 4H - SiC の存在が確認されており、この傾斜の原因として界面層への酸素を含む成分の混在が関与している可能性が考えられる。

3.4 界面層の構成成分評価

HAADF - STEM 法による像観察、NBD による結晶構造評価、EDX 分析による元素分析の結果が

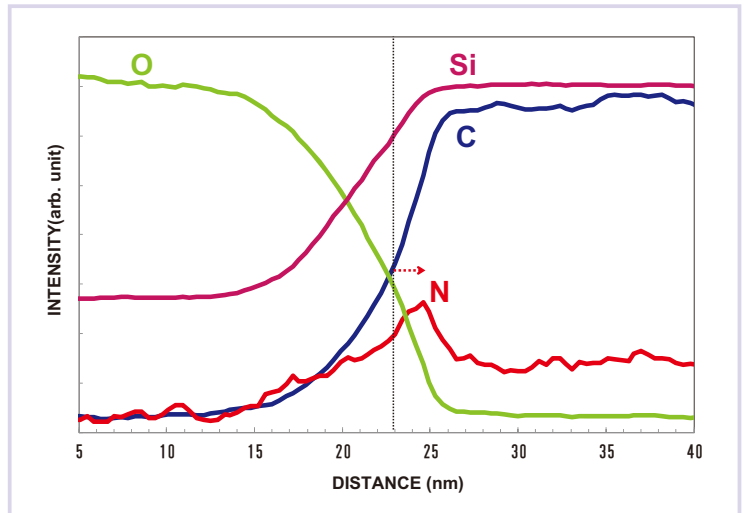


図6 SiO₂からSiC方向への各元素の積算強度のラインプロファイル

ら、SiC 層と SiO₂ 層の間に界面層が存在し、この領域において基板からやや傾斜した方向を向いた 4H - SiC が存在するとともに酸素を含む成分も存在することが推定される。一般に SiC 上での SiO₂ 膜形成時に、成分変化による遷移層 (SiC_xO_y) が発生すると考えられており³⁾、今回観察された界面層が遷移層である可能性も考えられる。しかしながら、界面層に SiO₂ と SiC が混在している場合でも上述の EDX 結果が得られる可能性があり、上述の結果のみでの遷移層の存在の有無の判断は困難である。そこで、電子損失エネルギー分光法 (EELS : Electron Energy Loss Spectroscopy) を用いて Si の化学結合状態の観点から遷移層の有無の調査を試みた。仮に遷移層が存在する場合、Si の EELS スペクトル中には SiO₂ および SiC 由来のスペクトルだけでなく、遷移層である SiC_xO_y に由来したスペクトルも検出されるはずである。そこで、EELS スペクトルの多変量解析⁴⁾によるスペクトル

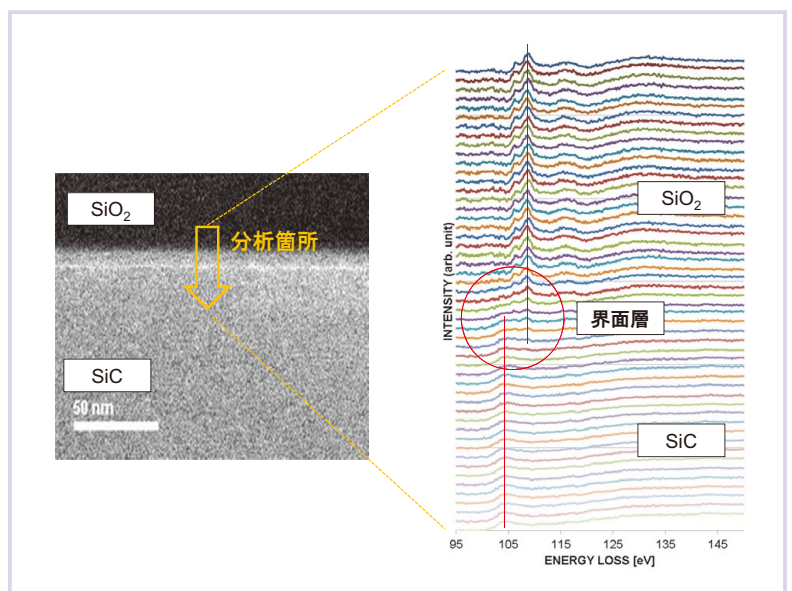


図7 SiO₂ / SiC界面近傍でのSi-L端EELSスペクトル

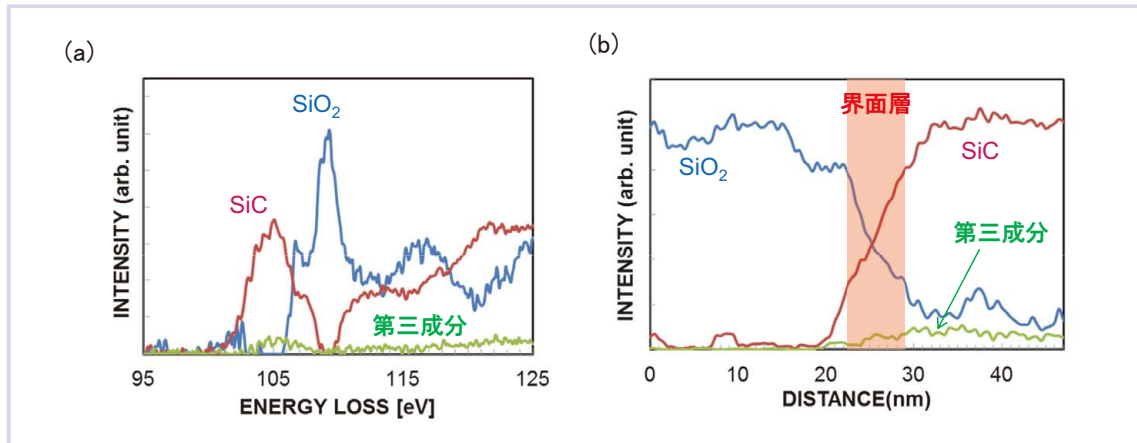


図8 多変量解析によりスペクトル分解した
(a) SiO₂、SiC、第三成分のEELSスペクトルと (b) 各成分の濃度ラインプロファイル

ル分解を実施し SiC_xO_y に由来した第三成分の有無について確認を行った。図 7 に、界面層を中心に 50 nm の範囲を 0.5 nm 間隔で取得した EELS スペクトルを、図 8 に多変量解析によりスペクトル分解を実施した各成分のスペクトルと界面付近での各成分の濃度変化を示す。図 8 (a) で示すように、多変量解析によるスペクトル分解では SiC と SiO₂ の成分に加え第三成分としてはノイズ (残差) 成分しか得られなかった。さらに、図 8 (b) で示すように、第三成分の濃度変化は界面層領域に極大を有しておらず、第三成分は遷移層によるものではないものと推定される。

3.5 SiO₂/SiC 界面評価結果のまとめ

図 9 に、3.1 ~ 3.4 による検討結果から推定される SiO₂ / SiC 界面イメージを示す。SiC 基板は欠陥のない 4H - SiC 単結晶で構成されており、SiC 基板表層より 1.5 nm 程度基板側に窒素アニール処理による層状の N 分布が存在することが推定された。さらに、SiC 層と SiO₂ 層の間には、基板からやや傾斜した方向

を向いた 4H - SiC と SiO₂ とで構成された混合層が存在することが推定され、遷移層と呼ばれる SiC_xO_y は観測されなかった。

4 今後の展開

本稿では、SiC パワー半導体ゲート酸化膜の原子分解能分析電子顕微鏡を用いた原子レベルでの界面構造評価事例を紹介した。原子レベルでの界面構造把握は製造プロセスの最適化に重要な課題であり、従来の種々の表面分析手法に加え原子分解能電子顕微鏡も重要な役割を果たしていくものと考えている。

今後も、パワー半導体をはじめとする各種先端材料の開発に役立てることができるよう、観察技術のさらなる向上を目指すとともに各種材料に関する知識および経験を深めて行く所存である。

文献

- 1) 矢野裕司, 畑山智, 冬木隆, 表面科学 Vol. 35, No. 2, pp. 90-95, 2014
- 2) 中津和弘, 古田倫明, SCASNEWS 2012-I
- 3) 渡部平司, 細井卓治, 表面科学 Vol. 33, No. 11, pp. 639-644, 2012
- 4) 山本悠, 高橋照央, SCAS NEWS 2015-I

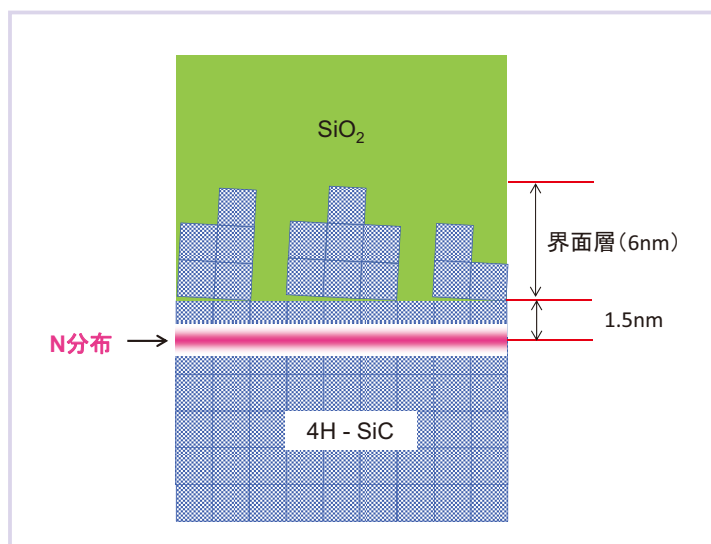


図9 分析結果から推定されるSiO₂ / SiC界面イメージ



真家 信
(まいえ まこと)
筑波ラボトリー



松尾 祥史
(まつお ようじ)
筑波ラボトリー

車載用各種材料の熱物性評価

千葉ラボラトリー 栗石 拓也

自動車産業における各種材料（電子機器、機能性材料）は、製品の長寿命化と信頼性の向上を実現するために、熱マネジメント（熱対策）が重要な課題とされている。

本稿では、各種熱分析技術の中から、熱マネジメントにおける主要な熱物性である“熱伝導率（放熱材料の異方性評価）”と“熱膨張・熱応力（FRPの異方性評価）”の評価技術、ならびに熱分析の複合化による高精度な熱伝導率解析技術（熱伝導率解析の熱膨張補正）について紹介する。

1 はじめに

現在のカーエレクトロニクス分野では、自動車の機能性ととともに快適性を向上するために、高性能、かつ小型のモジュール開発が盛んに進められている。しかし、このモジュールには多数の電子部品が限られた面積内に集積されているため、駆動（通電）に伴い熱を発生し、その発熱によって周辺の構成材料が劣化する、或いは熱的影響で性能が低下するなど、製品自体の寿命と信頼性に影響が及ぶ懸念がある。

一方、自動車の燃費向上につながる車体軽量化を目的として、樹脂材料に繊維を添加した繊維強化樹脂（Fiber-Reinforced Plastics：FRP）の開発が積極的に進められている。しかし、この機能性材料は、製品化される場合において、自動車のベースとなる金属筐体などに接合、或いは物理的にネジ止めされた閉鎖的な空間で利用されるため、使用環境に対する熱寸法安定性が重要とされている。

すなわち、自動車産業全般において、車載用電子部品や機能性

材料の“熱”対策の重要性が高まっており、製品の長寿命化、ならびに信頼性の向上を実現するためには、熱により変化する材料物性を多角的、かつ高精度に評価・計測する技術が必要となっている。

本稿では、主に車載向け各種材料の熱物性（熱伝導率、熱膨張、熱応力）の評価技術について紹介する。

2 熱物性評価技術

一般的に材料の熱物性評価には4種類ある。①転移（融解、ガラス転移、結晶化）及び反応（硬化、重合）の評価には、示差走査熱量計（Differential scanning calorimetry：DSC）、②分解などの重量変化を伴う熱挙動の評価には、熱重量測定（Thermogravimetry：TG）、③材料内における熱の伝わり易さ（伝わり難さ）を数値化するための評価には、熱伝導率（Thermal conductivity）、④熱に依存する寸法変化（熱膨張）や応力の測定には、熱機械分析（Thermomechanical Analysis：TMA）が用いられる。

図1に示す通り、これら4つの熱物性は、互いに相関性のある物理現象であり、各々の評価方法を複合的に用いることにより、熱によって変化する材料特性の総合的な評価を行うことが可能となる。

3 熱伝導率

集積化された小型電子機器の駆動熱に対する代表的な対策として、ヒートシンクによる“吸熱”と“放熱”、或いはグラファイトシートなどの高熱伝導材料による周辺領域への“熱分散”が用いられる。

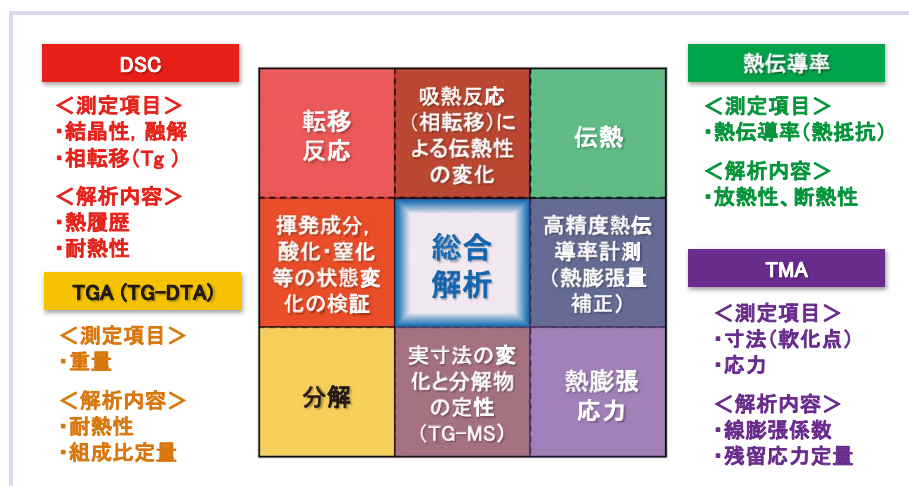


図1 熱物性の相関図

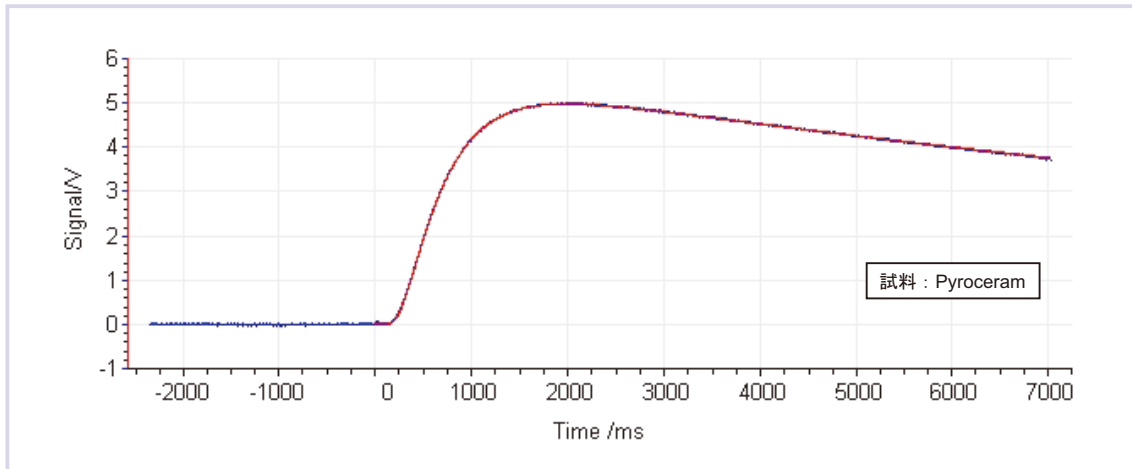


図2 レーザーフラッシュ法を使用した熱拡散率評価事例（赤外線検出器による試料背面の温度上昇曲線）

これらの熱対策に用いられる材料の機能を示す熱物性値が“熱伝導率”であり、各種材料固有の特性であるとともに、材料の内部構造に起因する異方性や温度依存性を示す。

3.1 熱伝導率の評価方法

一般的に熱伝導率の評価方法には、断熱材料向けの熱流計法、煉瓦などの大型バルク体向けの熱線法、薄い材料向けの周期加熱法、そして様々な試料形態への汎用性が高いフラッシュ法がある。

中でもフラッシュ法は、パルス状のキセノン光やレーザー光を試料表面に照射・吸収させ、それに伴って変化する試料裏面側の温度変化を赤外線検出器で計測するという熱伝導率計測技術の中で唯一の“非接触法”である。

図2にレーザーフラッシュ法の測定で得られる試料背面の温度上昇曲線を示す。実測値の青線に対し、理論的に算出される曲線（赤線）をフィッティングさせることで未知材料の熱拡散率を解析することができる。

また、この手法は、測定時の伝熱方向が光照射側から温度変化の検出側まで直線的（1方向）であることから、測定に供する試験片の向き、或いは温度変化の検出位置を変えることで試料構造に起因する異方性評価が可能である。さらに、測定装置の試料設置場所温度（炉体温度）を変化させることも容易であることから、他の手法より幅広い温度範囲での温度依存性評価が可能となる。

3.2 熱伝導率測定の事例紹介

レーザーフラッシュ法によるグラファイトシート熱伝導率異方性評価の結果を図3に示す。

測定の結果、面内方向の熱伝導率は、厚み方向に対して、100倍以上高い数値となった。

グラファイトの構造は、結晶構造が面内方向に蜂の巣状の規則的な配列を成し、共有結合で炭素が強固に結合している。その一方、厚み方向はファンデルワールス力で結合した層状構造を成していると言われている。

すなわち、元素が強固に結合し、かつ結晶性が規則的な面内方向においては、入力した熱が損失無く効率的に伝播する一方で、厚み方向は各層の結合力が弱く、その界面の熱抵抗により、熱伝導性を低下させているため、このような熱伝導現象の著しい異方性が生じているものと推測される。

電子機器の放熱材料としてグラファイトシートが最も汎用的に用いられているが、その理由は、面内方向への熱伝導性が非常に高い特性を有しているためであると考えられる。

このように、材料の熱伝導率異方性評価を行うことにより、

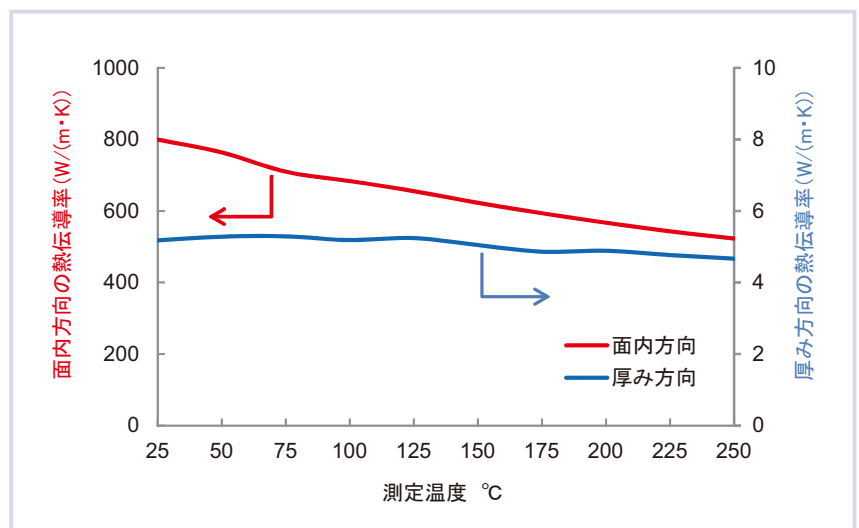


図3 グラファイトシートの熱伝導率異方性評価

小型機器の限られたスペース内において熱源からの熱を効率的に周囲に分散させ、駆動発熱による部品の温度上昇量を抑制するなど、特定の材料の機能性を有効的に活用することによって、製品自体の寿命・信頼性を向上させることが出来る。本熱分析手法は、材料の開発段階における機能性の検証に大いに役立つと言える。

4 熱膨張, および熱応力

金属などの異種材料と接合、或いは物理的にネジ止めされた閉鎖的な環境で使用される FRP は、熱に対する寸法安定性が製品の寿命を決める重要な要素とされている。例えば、熱膨張量が小さい材料（金属系）と熱膨張量が多い材料（樹脂系）が接合されている場合、両者の熱膨張量差が大きいため、接合されている部位で局所的な歪みが発生し、「加熱⇄常温」の温度変化と同時に発生する繰り返し応力によって、最終的には材料、或いは接合部位が疲労破壊を起こし、製品の故障や機能の低下が生じる。

したがって、製品を構成する材料の熱膨張量とともに、熱膨張によって生じる応力を把握し、それらを抑制、或いは分散・緩和させるための対策を施すことは、製品のライフサイクルの長期化に重要である。

4.1 熱膨張率測定

図4に TMA の測定原理を示す。

TMA により求められる熱膨張率（線膨張係数）は、基本的には室温における初期寸法（試料の高さ）を基準として、環境温度に対する寸法の変化量で得られる熱物性値であり、熱伝導率同様に各種材料固有の特性であるとともに、材料の内部構造に起因する異方性を示す。

熱膨張率は、定型の試験片上にプローブを一定荷重で接触させ、試験片の熱膨張、或いは熱収縮に伴って移動するプローブの位置

を試料の寸法変化量として計測し、試料温度に対する熱膨張曲線の変曲点からガラス転移点や軟化点を解析することもできる。

4.2 熱応力測定

TMA による熱応力の測定は、熱膨張計測時に移動量として計測したプローブ位置を初期位置で固定し、試験片の膨張に伴ってプローブを押し上げる荷重、或いは収縮に伴って引っ張る荷重を計測することで定量的に数値化することができる。

また、試料の熱膨張・収縮時に発生する応力だけではなく、材料が成型加工された時の熱履歴、或いは歪みの緩和挙動で不可逆的に生じる応力や、加熱による焼成・緻密化による収縮応力を評価することも可能である。

4.3 TMA の事例紹介

炭素繊維が一方向に配向している一方性の炭素繊維強化樹脂（Carbon Fiber-Reinforced Plastics : CFRP）の熱膨張率と熱応力の異方性評価の結果を図5に示した。

一方性 CFRP における熱膨張・熱応力を 3 方向で測定を行った結果、繊維配向方向の熱膨張率と熱応力が繊維配向方向に対する垂直方向と厚み方向より低い数値を示した。

この原因は、母材の樹脂材料と比較して、添加されている炭素繊維の熱膨張率が低いため、熱膨張と熱膨張応力の発生を抑制しているものと考えられる。

CFRP の開発目的は、“金属系材料からの代替”である。従来から用いられていた金属系材料は熱膨張・熱応力が少ないため、その材料を利用する場合は熱物性が問題視されてはいなかった。しかし、樹脂系材料である CFRP は、熱膨張・熱応力が非常に大きいため、特性の改善が材料開発の重要な課題となっている。

そのため、製造した CFRP が要求される材料特性（低膨張性、

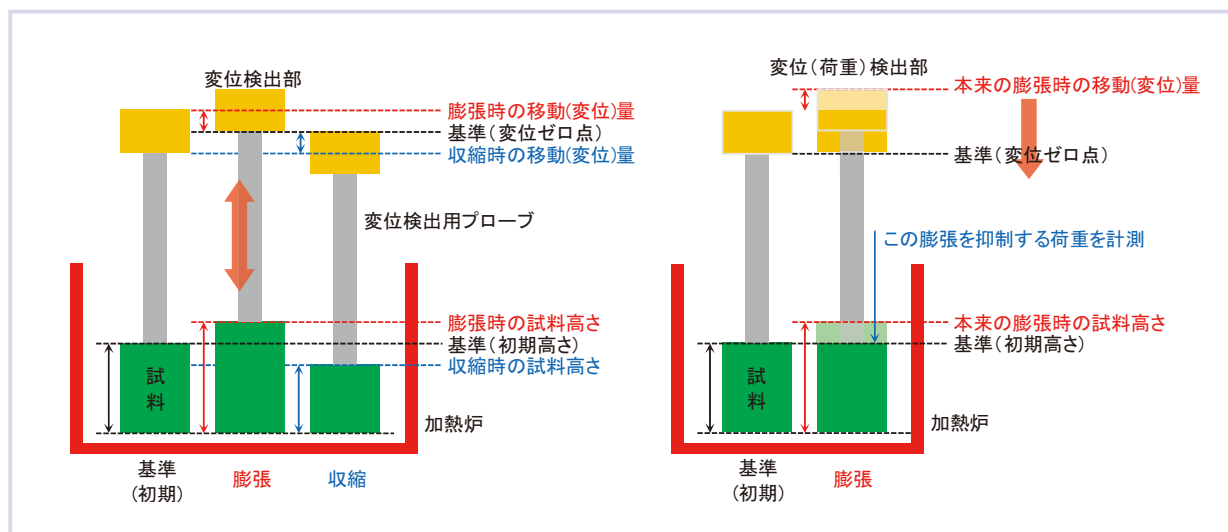


図4 TMAの原理 (左:熱膨張量計測モード, 右:熱応力測定モード)

低応力性)を有しているかを評価するためには、TMAを用いた熱膨張と熱応力の異方性評価が重要である。

5 熱物性の複合化

近年、製品の熱マネジメントを目的として、計算科学による熱流体シミュレーションを活用した伝熱解析、応力解析が盛んに行われており、そのパラメータには、“熱伝導率”や“熱膨張率”の熱物性値が用いられている。

つまり、それぞれのパラメータとなる熱物性値の計測精度がシミュレーションの精度に直接的に影響するため、シミュレーションの精度を向上させるためには、熱物性値の高精度な測定技術が必要となる。

例えば熱伝導率を評価するレーザーフラッシュ法は、測定の工程において、試験片厚みを室温環境下で計測し、その厚みを“定数”として温度依存性を評価する方法が一般的である。しかし、世の中に存在するほぼ全ての材料は加熱によって多少なりとも膨張、或いは収縮し、寸法変化が生じるため、室温で計測した厚みを定数として熱伝導率を解析した場合は、その変化した試験片の厚み分の誤差が含まれることになる。

そこで、試験片厚みの温度依存性をTMAで事前評価し、その結果を熱伝導率の解析に反映させた。測定結果を図6に示す。

試験片厚みの熱膨張量を補正することにより、補正後の熱伝導率値は、熱膨張の大きい高温域で補正前の結果から大きく変化し、試験片厚みによる解析誤差を低減し、より高精度な結果が得られた。

実際の製品における熱対策シミュレーションを高精度に行うためには、このように複数の熱分析技術を組み合わせた高精度な熱物性値の計測が必要であり、本事例で示したような熱伝導率測定の高精度化技術は有用な手法となり得るものと考えられる。

6 おわりに

車載用部品・材料の熱マネジメントは、カーエレクトロニクスの発展に伴い、今後ますます重要になると予想される。

複合材料など、これまでに無かった新たな機能を有する新素材を研究・開発するためには、基礎となる熱物性の把握は必須である。

今後も、高精度な熱分析技術を提供するとともに、熱分析技術の複合化による多角的な総合解析を行い、お客様の材料・製品開発に貢献したいと考えている。

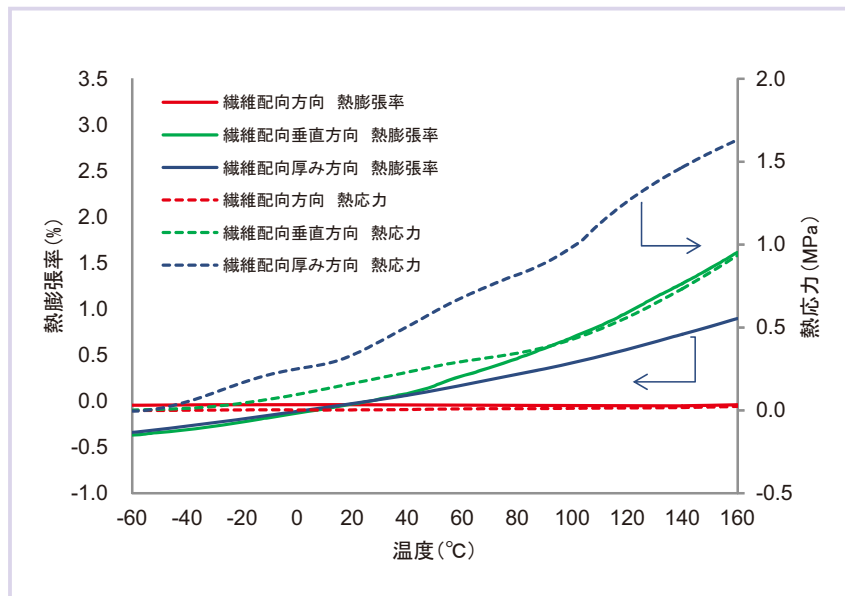


図5 CFRPの熱膨張率及び熱応力の異方性評価

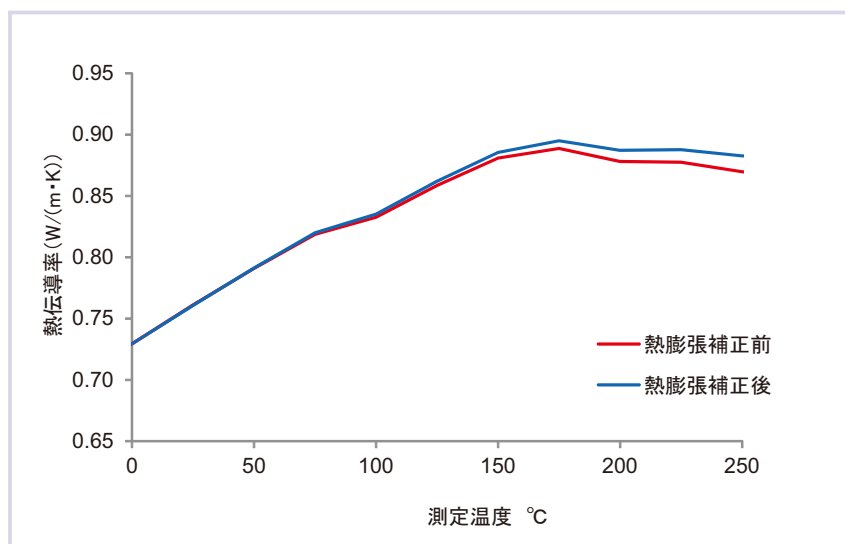


図6 エポキシ樹脂の熱膨張補正による熱伝導率への影響



伊和 拓也
(しずくいし たくや)
千葉ラボトリー

有機エレクトロニクスのための 高感度高精度水蒸気透過度測定技術の開発 — API-MS 法の性能評価および封止性評価技術 —

筑波ラボラトリー 兼 技術開発センター 大図 佳子 / 筑波ラボラトリー 高萩 寿

フレキシブル有機エレクトロニクスデバイスは、周辺部材から侵入する水蒸気による性能劣化の抑制が課題の一つとされている。現状の対策として、周辺部材の水蒸気透過性を低減する研究開発が活発化しているが、その目標に対して計測器の性能が追従できておらず研究開発のボトルネックとなっていた。この問題に対して当社は、新規の水蒸気透過度測定方法である API-MS 法（大気圧イオン化質量分析法）を開発し、フレキシブル基板および接着剤の評価法を確立した。また、CEREB A（次世代化学材料評価技術研究組合）にて、API-MS 法における定量精度および接着剤の封止性評価法の時間的解析データを検証し、それぞれ高い信頼性を示す事ができた。さらに、本法の有効性が認められ、日本製の高感度高精度ガス透過試験装置を用いた水蒸気透過度試験法として初めて ISO に登録された。

1 はじめに

フレキシブル有機エレクトロニクスデバイスは、軽くて曲げられる次世代電子デバイスとして注目されている。しかしながら、その代表例である有機 EL においては、通常環境での使用にあたり、フィルム基板や基板を貼り合わせるための封止接着材端部から水蒸気や酸素などがデバイス内部に侵入することにより、ダークスポットやサイド消光と呼ばれる非発光領域が生じる問題がある¹⁾。これはデバイスの劣化状態を示しており、外部から侵入した水蒸気や酸素が主原因の場合、時間の経過とともにその領域は拡大する。この非発光領域の拡大により、デバイスの性能指標を下回る可能性があるため、その抑制は、実用化上の最大の課題と言われている。性能を維持するためには、デバイス内に水蒸気や酸素を侵入させないための対策が重要である。対策の一つとして、フィルム基板のガス透過性を極限まで低下させるために、プラスチックフィルムに無機材料を成膜させるなどの研究開発が活発に行われている²⁾。

2 水蒸気透過度測定の重要性

水蒸気透過性（バリア性）は、一般的に水蒸気透過度（Water Vapor Transmission Rate; WVTR）で表す。水蒸気透過度の単位としては、水蒸気量を単位時間（1日）、単位面積（1m²）当たり換算したものが一般的に用いられる。水蒸気透過度の目安として、食品包装材料用途では 1～100 g/m²/day であるのに対して、無機太陽電池用バックシートや電子ペーパーなどは 10⁻²～10⁻⁴ g/m²/day、最近では、有機 EL などの有機エレクトロニクス基板用途では 10⁻⁵～10⁻⁶ g/m²/day と極めて低い水蒸気透過性が要求されている³⁾。有機 EL における水蒸気透過度

の目安は 10⁻⁵ g/m²/day 以下とも言われ、単層のプラスチックフィルムと比較して 1/10000 以下の水蒸気透過性を目指した開発が進められている²⁾。一方、接着部に関しては、ここ最近のフィルム基板の性能向上に伴いようやく注目されるようになって来たばかりで、水蒸気透過性の目安となる報告は確認できていない。

このように、フレキシブル有機エレクトロニクスデバイスにおける部材の低水蒸気透過性が求められている一方で、水蒸気透過性の評価には信頼性に課題があった。一因としては、種々の原理に基づく水蒸気透過度測定装置が市販されているものの、装置間で統一して使用できる精度評価用の標準フィルムが存在しないため、分析値の信頼性の検証ができなかったこと、装置の使用法や測定条件が標準化されていなかったことなどが挙げられる。また、そのために、装置間の相関性も不明瞭な状況であった。封止性評価に関しては、従来は接着剤をフィルム状に加工して測定していたが、この方法では接着剤とフィルム基板の界面の水蒸気透過を評価できない。デバイスの寿命を正確に把握するためには、部材の水蒸気透過度だけでなく実際のデバイス内部に侵入する水蒸気量および侵入速度を評価する手法が必須となる。

3 高感度バリア性評価法の開発

新規の水蒸気透過度測定方法として開発した、API-MS 法（大気圧イオン化質量分析法、Atmospheric pressure ionization - mass spectrometer method）を紹介する。本法は、低透過性フィルムに要求される 10⁻⁵ g/m²/day 以下の水蒸気透過度の計測が可能である。API-MS 法は、独自のシール方法を採用した透過セルに、H₂O 濃度として 0.1 ppb まで計測可能な API-MS 検出器を接続した装置構成による評価システムとなっている（図 1）。

API-MS 法の基本的な測定手順は次の通りである。

- ①透過セルに試料を装着し、供給側および透過側に高純度窒素を通気する。
- ②透過側の透過セルから排気されるガスを API-MS で計測し、目的成分である水蒸気が除去出来ている事を確認する。
- ③供給側の透過セルに既知量の水蒸気を含んだ窒素を導入して、透過側の透過セルから排気される水蒸気量を計測する。
- ④単位時間当たりの透過量が一定になった状態を定常状態といい、定常状態において検出された水蒸気量から水蒸気透過度を評価する。

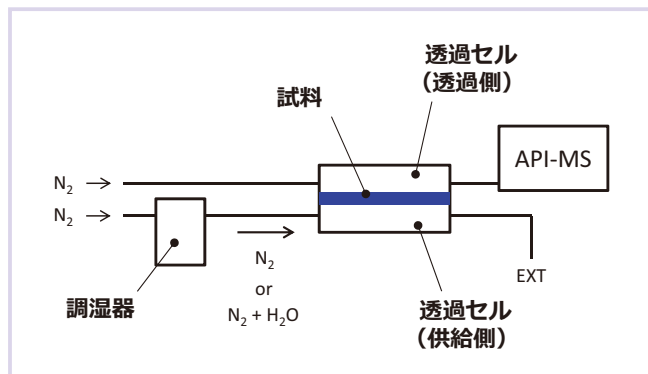


図1 API-MS法の評価システム

API-MS システムの装置仕様を以下に示す。

■装置仕様

- ・測定手法：等圧法、キャリアガス法
- ・検出感度： $10^{-6} \sim 10^{-2}$ g/m²/day
- ・設定温度：40～90℃
- ・設定湿度：～90%RH
- ・評価範囲：φ 60 mm or φ 90 mm

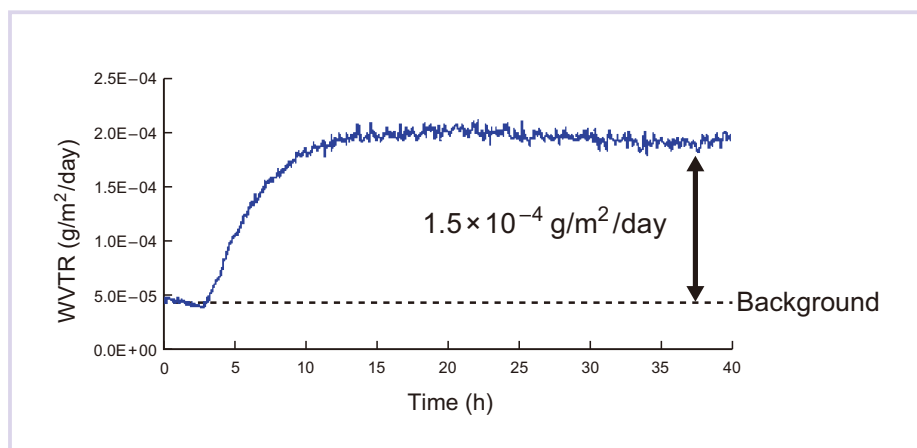


図2 試料Cの水蒸気透過曲線

表1 水蒸気透過度 (WVTR) 測定結果

試料	WVTR (g/m ² /day)	内容 (°C, %RH)
A	$< 7.1 \times 10^{-7}$	85, 85
B	1.2×10^{-5}	40, 90
C	1.5×10^{-4}	40, 90

試料 A：日本電気硝子株式会社様ご提供試料（30 μm ガラスフィルム）
 試料 B：国立研究開発法人産業技術総合研究所様ご提供試料（クレースト[®]SN）
 試料 C：有機 EL 用バリアフィルム

本装置の測定結果を表 1 に示す。高温多湿条件における評価は、従来一部の装置でしか実施できなかったが、ガラスフィルム（試料 A）において、高温多湿条件（85℃、85%RH）の水蒸気透過度測定も可能であることを実証した。また、最先端バリアフィルム（試料 B、C）の測定も、汎用的な 40℃、90%RH の条件で測定可能であった。試料 C の水蒸気透過曲線を図 2 に示す。水蒸気透過量が極めて小さい場合、バックグラウンドの影響により評価のばらつきが大きくなるが、試料 C の水蒸気透過度は 1.5×10^{-4} g/m²/day のレベルで、バックグラウンドと試料との水蒸気透過度に明確な差を確認できる。

4 装置精度確認用の標準フィルムの開発と、信頼性の高い評価法の確立

水蒸気透過度の客観的な評価法を確立するために、当社が参画した次世代化学材料評価技術研究組合（Chemical materials Evaluation and Research Base; CEREBa）における成果を紹介する。

評価法確立の準備として、従来、低水蒸気透過性領域では世の中に無かった装置精度確認用の標準フィルム「参照フィルム」の開発を行った。参照フィルムの構造は、水蒸気を通さない Al 箔を水蒸気透過度が安定した値を示す基材の PET フィルムに接着層

で貼り付けており、Al 箔の中央部に直径 0.1～10 mm の開口部を設けたものである。開口部の大きさを変化させることで水蒸気透過度（ $10^{-5} \sim 10^{-1}$ g/m²/day 相当）の制御ができ、繰り返し使用も可能である。この参照フィルムを使用し、測定原理の異なる 3 つのシステムにおける相関性を評価した。等圧法の API-MS 法に対し、同じく等圧法の CRDS 法（微量水分計 Cavity Ring-Down Spectroscopy を検出器に持つシステム）、さらに差圧法による水蒸気透過度測定装置で

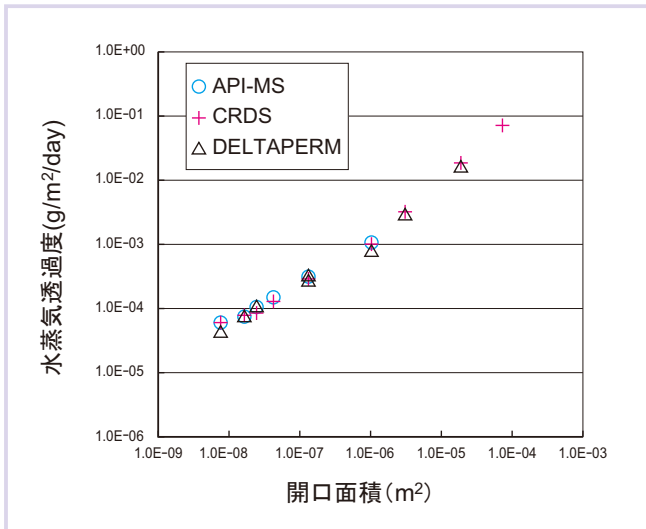


図3 参照フィルムを用いた測定原理の異なる手法間比較

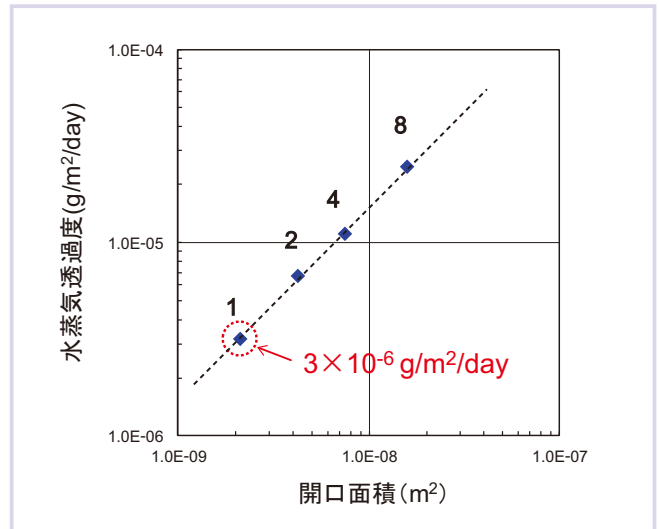


図4 開口数の異なる参照フィルムの水蒸気透過度と開口面積の関係 (図中の数字は開口数)

ある DELTAPERM (圧力センサー法のシステム) にて装置間比較を行い、定量性能を確認した結果を図3に示す⁴⁾。縦軸を WVTR、横軸を Al 箔の開口面積とし、対数プロットとした。各開口面積における WVTR は 3 手法間で相関性が有り、全ての手法においても開口面積依存性があることが分かった。以上の結果から、API-MS 法の定量性能は 10^{-5} g/m²/day レベルまで信頼性が検証された。なお、開口面積 10^{-7} m² 付近において、開口面積と WVTR の関係に変曲点が見られたが、これはシミュレーションの結果と合わせて参照フィルムの特性と解釈している。

さらに、 10^{-6} g/m²/day レベルの水蒸気透過度の信頼性評価を行うため、参照フィルムを改良した。① PET と比較し水蒸気透過

度の低い PEN を基材に採用、②水蒸気を遮断する層の形成を Cu めっき法とし開口部の微細化を達成、③従来の参照フィルムにおいて水蒸気透過度のさらなる低減の障害となっていた接着層の排除、④評価範囲の拡大の 4 つの改良により低透過性領域の評価が可能となった。また、図3に示す変曲点を無くす方法として開口部の大きさを同一とし数を 1 ~ 8 個に変化させ開口面積を変化させる手法を採用したところ、図4に示す通り、水蒸気透過度と開口数(開口面積)の間で高い比例関係が確認できた。この結果から、API-MS 法から得られる水蒸気透過度は、 10^{-6} g/m²/day レベルまで高い信頼性を示す事を実証した⁵⁾。

5 実使用環境を想定した封止性評価技術

封止接着剤からデバイス内部に侵入する水蒸気量および侵入する速度をより実デバイスの環境に近い構造で評価するための封止性評価手法を確立した。図5に示すように基板1と基板2を接

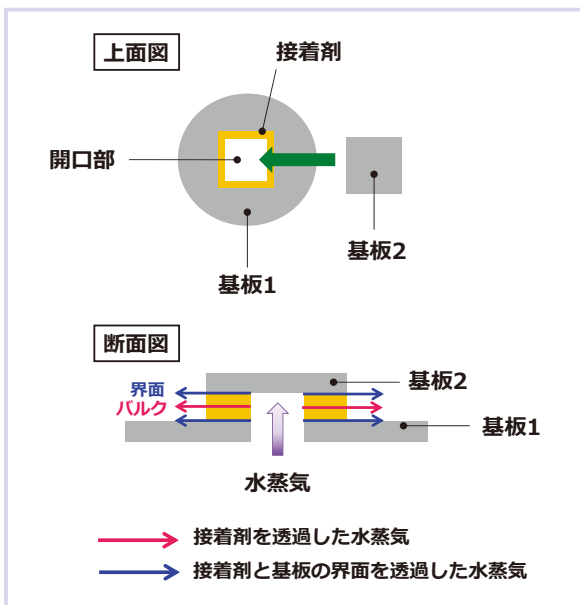


図5 封止性評価用試料の概略図

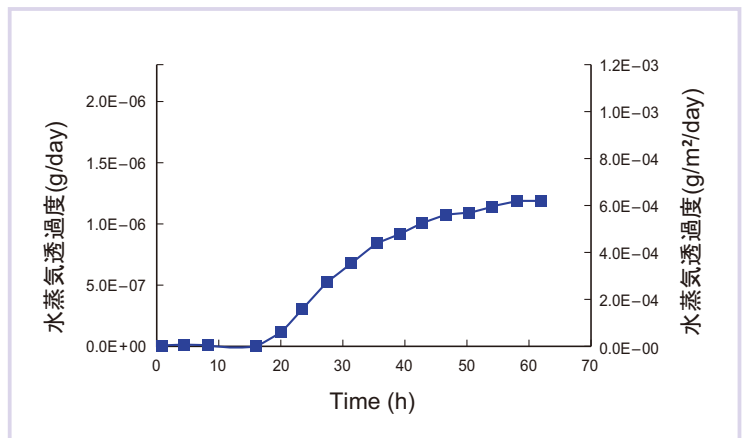


図6 封止性評価における水蒸気透過曲線 (試料: 藤森工業株式会社様ご提供アルミラミネートフィルム)

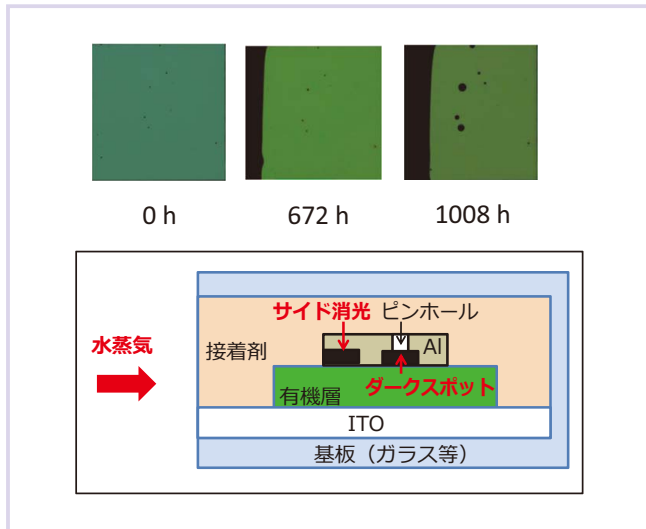


図7 60℃, 90%RHで劣化試験をした有機EL素子

着剤で封止した構造の評価用試料を開発した。この評価用試料は、バリアフィルムを測定する装置にそのまま装着し簡単に評価できる。また、本評価法では接着剤そのものだけでなく、接着剤と基板の界面を含めた総合的な評価が可能となる⁶⁾。測定例として、アルミラミネートシール部に本評価法を応用しシール部と界面を評価した結果を示す(図6)。高感度なAPI-MS法を用いる事で、 1.2×10^{-6} g/day (有効径 ϕ 50 mm 換算: 6.1×10^{-4} g/m²/day) と微小な水蒸気透過であったが、バリアフィルムの測定と同様、水蒸気の透過開始(15時間程度)から定常状態までの透過挙動を確認する事ができた。

さらに、CEREB Aにて、有機ELの素子劣化との相関から評価法の有効性を検証した⁷⁾。図7に有機EL素子発光部の60℃, 90%RHにおける保管試験結果を示す。保管時間が長くなるとともにサイド消光が成長することがわかり、ここから、サイド消光の成長開始時間を算出できる。一方、この有機EL素子を模擬した構造の評価用試料の封止性評価から、WVTRだけでなく見かけの拡散係数を算出することができる。この見かけの拡散係数を用いて接着剤端部からサイド消光発生箇所までの水蒸気到達時間を計算した結果、実素子でのサイド消光成長開始時間と封止性評価から計算した水蒸気到達時間が一致した(図8)。これにより、本手法が素子劣化を予測でき、フレキシブル有機ELデバイスに使用される接着剤のスクリーニングに使用できることを示した。

6 おわりに

今回の一連の検討で、API-MS法における低水蒸気透過性領域での精度検証が完了し、封止性評価の有効性も検証できた。さらに、API-MS法は、2015年に国際規格(ISO 15106)として認定された。今後、IoTを背景として活発化する有機エレクトロ

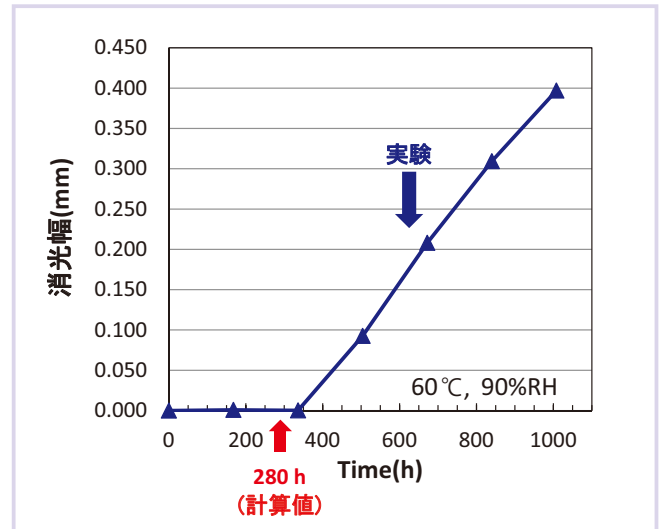


図8 60℃, 90%RH環境下における有機EL素子のサイド消光の広がり

ニクスのフレキシブル化の流れとともに、さらなるデバイスの安定性、長寿命化がさらに求められていくと予想する。お客様の最先端の開発に水蒸気透過度測定技術により貢献したいと考える。

文献

- 1) M. Schaer, F. Nüesch, D. Berner, W. Leo and L. Zuppiroli, *Adv. Funct. Mater.*, **11**, 116 (2001).
- 2) P. E. Burrows, G. L. Graff, M. E. Gross, P. M. Martin, M. K. Shi, M. Hall, E. Mast, C. Bonham, W. Bennett and M. B. Sullivan, *Displays*, **22**, 65 (2011).
- 3) 永井一清, 応用物理, **80** (6), 473 (2011).
- 4) A. Suzuki, H. Takahagi, A. Uehigashi and S. Hara, *AIP Advances*, **5**, 117204 (2015).
- 5) A. Uehigashi, A. Suzuki, *SID Symp. Dig. Tech. Papers*, **47**, 1498 (2016).
- 6) (株)住化分析センター, JP 5865068 B2 (2016).
- 7) Y. Ohzu, H. Takahagi, A. Uehigashi, H. Kubota, A. Sugimoto, H. Ohata, A. Suzuki, S. Hara, M. Tanamura, T. Minakata, M. Kimura, N. Ibaraki, H. Tomiyasu, T. Tsutsui and H. Murata, *SID Symp. Dig. Tech. Papers*, **46**, 1051 (2015).



大図 佳子
(おおす よしこ)
筑波ラボラトリー
兼 技術開発センター



高萩 寿
(たかはぎ ひさし)
筑波ラボラトリー

高感度・低ダメージスパッタリングの表面分析装置 “Arガスクラスターイオン銃搭載XPS”

筑波ラボラトリー 佐伯 敦恵

1 はじめに

近年、高機能化する新材料開発において、開発から生産までの各工程で、材料の表面や界面の化学結合状態を明らかにすることの重要性が高まっています。例えば、自動車の排気ガス処理用の触媒開発においては、触媒担体や担持金属の表面状態を評価することが、触媒活性の発現機構や劣化機構を解明するためには非常に重要です。また、材料の改質においては、開発や改良の為に、濡れ性等の表面物性と表面の化学構造を理解する必要があります。

2 X線光電子分光分析法

(X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS)

XPSは、表面分析の代表的な手法の一つです。真空中での軟X線の照射により試料表面から放出された光電子を検出して試料最表面から数nmの深さに存在する元素の種類と化学結合状態を評価することができます。当社では、Arガスクラスターイオン銃を搭載した高感度XPS装置を新たに導入しました。また、大気非曝露での分析を可能とするグローブボックスや専用ホルダなど周辺機器も整備しました。これら最新型の装置では、特に以下の3つの特徴により、高分子、触媒、電池など様々な分野の材料評価を行うことが可能となりました。

■特徴1 高感度分析が可能

レンズ系や検出器の向上により、当社従来機種に比べて10倍以上の感度で分析可能です。これまで評価困難であった触媒中の微量な担持金属の化学結合状態や不純物等の組成を評価することが可能です。

■特徴2 有機材料に対して低ダメージでのスパッタリングが可能

XPSの分析深さが試料最表面から数nmであるため、それ以上の深さを評価するためには、Ar⁺イオンによるスパッタリングを使用します。しかし、Ar⁺イオンの場合、特に有機材料に対しては、スパッタリングに伴う化学構造の損傷が大きく、正確な構造情報を得ることが出

来ません。一方、数千個程度の原子からなるArガスクラスターイオンは、スパッタリングによるダメージが小さいため有機材料の表面化学構造の損傷を大幅に抑制した深さ方向分析が可能です。またArガスクラスターイオンは、試料表面に存在する有機物汚染の除去にも利用でき、試料本来の表面状態を評価することが可能です。

図1に代表的な高分子（ポリエチレンテレフタレート、PET）を用いた深さ方向分析の測定事例を示します。スパッタ時間が長くなると（図1赤→緑→青）Ar⁺イオンでは構造変化が起きますが、Arガスクラスターイオンでは殆ど起こりません。この結果から判るように、Arガスクラスターイオンではダメージを抑制した深さ方向分析が可能であり、高分子材料の表面改質効果や有機半導体の積層構造の評価に有用と言えます。

■特徴3 大気非曝露の分析が可能

リチウムイオン電池(LIB)の正極や負極、反応ガス処理した触媒等、大気中で変化しやすい試料に対しては、大気非曝露で分析可能です(図2)。



図2 大気非曝露によるXPS分析の流れ

3 おわりに

今回導入した高感度、低ダメージスパッタリング、大気非曝露分析を特徴とするXPSによる評価は、高分子材料の表面改質の評価、リチウムイオン電池や有機エレクトロニクスなどの劣化原因解析に対して非常に有力な手段です。当社では、お客様の要望を踏まえて、電子顕微鏡やTOF-SIMSなど各種分析手法を組み合わせた複合的な評価も提供しております。ご用命の際は当社までお問い合わせ下さい。

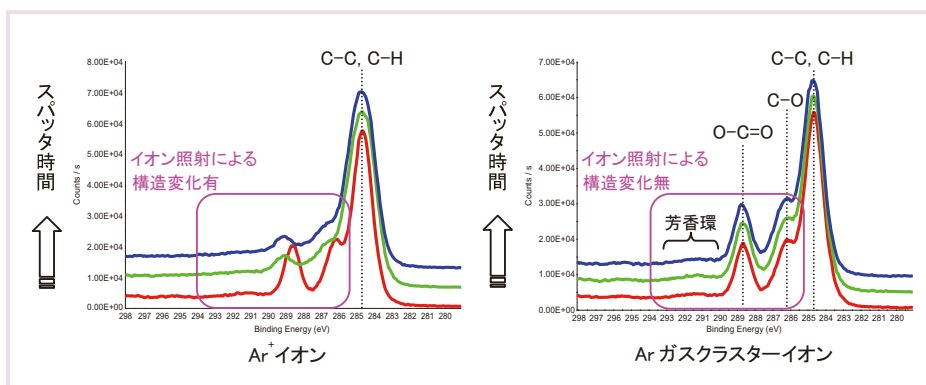


図1 PETを用いたXPS深さ方向分析の測定結果



佐伯 敦恵
(さえき あつえ)
筑波ラボラトリー

真空環境下におけるアウトガス評価技術

千葉ラボラトリー 水野 ゆかり・坂本 保子

1 はじめに

真空技術は半導体、食品、医療分野において製造技術や加工技術として広く活用されています。また、航空や人工衛星などの宇宙産業においても評価技術が求められています。製品への付着汚染、レンズの曇りや真空度低下などの影響が生じるため、使用材料からのアウトガス低減は製造設備内の真空度保持や製品の品質管理に重要とされています。材料評価を目的とする真空中でのアウトガス評価法としては、四重極質量分析計を用いた方法、水晶発振子マイクロバランス (QCM) 法¹⁾を用いた手法が存在するほか、基板への凝集物を重量や表面分析により評価する米国試験規格ASTM E595²⁾などがありますが、これらの手法はいずれも成分分離をしない評価手法であり、特に有機成分の組成解析には課題がありました。そこで当社では、独自に作成した真空チャンバーシステムを使用し、使用環境に近い真空度および温度におけるアウトガス成分の定性、定量分析サービスを実施しています。

2 真空チャンバーシステムの特徴

当社の真空チャンバーシステムの概要図を図1に、代表的な評価対象成分とチャンバーの仕様を表1に示します。内容積5.5リットルのSUS製真空チャンバーと2種類の真空ポンプおよびヒーターで構成されており、試料ステージの温度コントロールも可能です。真空度は大気圧から 10^{-4} パスカル (Pa) まで、温度は室温から230℃までの試験に対応可能です。また、評価対象成分はこのほかにも幅広く対応でき、お客様のご要望により分析設計いたします。

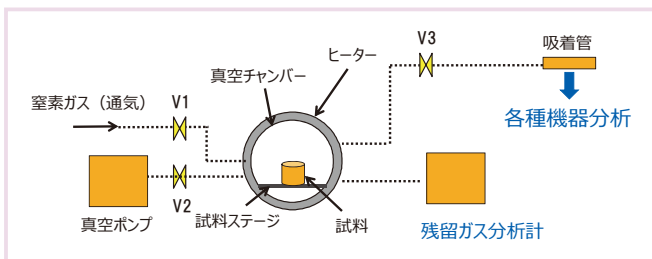


図1 真空チャンバーシステム概要

表1 代表的な評価成分とチャンパー仕様

評価成分	真空度	加熱温度	捕集方法	測定方法
有機成分 ・総有機物量 (C6~C30) ・フタル酸エステル類 ・リン酸エステル類 ・シロキサン類 (D3~D12)	大気圧 ↓ 10^{-4} Pa 台	室温 ↓ 230℃	目標真空度到達後密閉 ↓ 発生したガスを吸着材に捕集	加熱脱離 - ガスクロマトグラフ - 質量分析計
ガス成分 H ₂ , O ₂ , CO ₂ , H ₂ O など (m/z 2 ~ 200 まで)			真空排気中にモニタリング	残留ガス分析計 (RGA)

3 アウトガス評価事例

試料にポリエチレンペレットを用いて、大気圧、 10^{-1} Pa、 10^{-2} Pa および 10^{-4} Paの真空環境で発生したアウトガス成分をガスクロマトグラフ質量分析計で測定した結果を図2に示します。試料をチャンパー内に入れ、設定した真空度までポンプで吸引した後にチャンパーを密閉し、密閉環境で発生したアウトガス成分を捕集材に吸引し、ガスクロマトグラフ-質量分析計 (GC-MS) で測定します。チャンパー内のガスとチャンパー内壁に付着した成分を個別に測定し、両データを合わせたものが試料からのアウトガスに相当します。大気圧では炭素数14 (C14) のテトラデカンまでしか検出されないのに対し、 10^{-1} Pa、 10^{-2} Paおよび 10^{-4} Paの測定では炭素数18 (C18) のオクタデカンまで検出され、真空中では高沸点成分の発生が促進されることが分かります。

4 まとめ

真空環境下で使用する材料の選定や課題解決においては個別の化学物質として評価することが有効です。またアウトガス評価は、使用環境に近い試験条件で測定することが重要と言えます。今後ますます幅広い産業分野への応用が期待される真空技術の発展に、当社のアウトガス評価技術で貢献いたします。

- 1) 今川吉郎, 馬場尚子: アウトガスレート測定試験装置における極低温シュラウドの効果について, 宇宙航空研究開発機構研究開発資料 JAXA-RM-03-018 (2004.3)
- 2) ASTM E 595 Standard Test Method for Total Mass Loss and Collected Volatile Condensable Materials from Outgassing in a Vacuum Environment

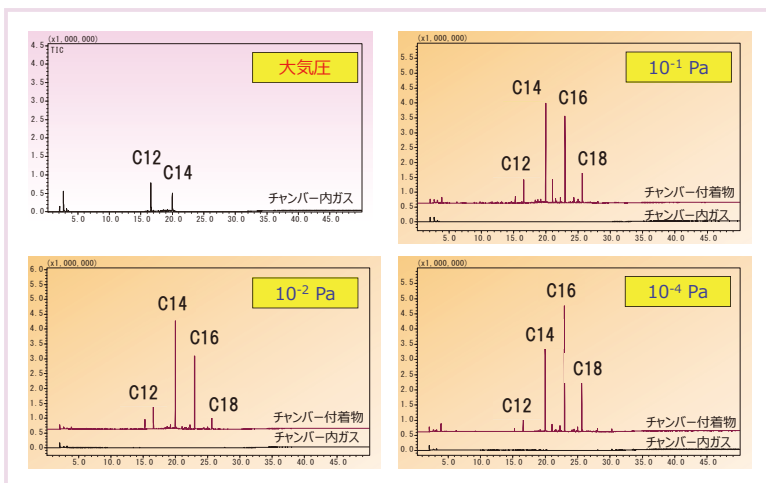
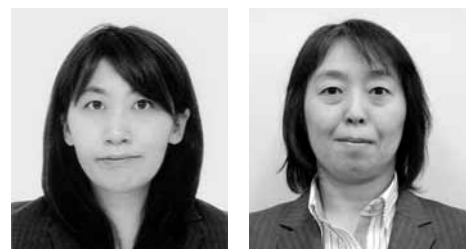


図2 ポリエチレンペレットのアウトガス測定結果 (GC-MS)



水野 ゆかり
(みずの ゆかり)
千葉ラボラトリー

坂本 保子
(さかもと やすこ)
千葉ラボラトリー

小動物マイクロサンプリング時の微量生体試料分析技術 —非臨床毒性試験での実施例—

大阪ラボラトリー 仁井 一夫・公平 陽子

1 はじめに

マイクロサンプリングは、薬物やその代謝物の薬物動態評価において、血液採取量をごく微量（一般的には50 µL以下）にすることで、評価動物への負担を大幅に軽減する手法です。毒性試験へのマイクロサンプリングの適用により、サテライト動物の3Rs [Reduction (削減), Refinement (改善), Replacement (代替)] への貢献とともに、同一個体での毒性と薬物暴露量評価を可能とし、より直接的な毒性評価への活用が期待されています。

現在、ICH S3A (トキシコキネティクスに関するガイダンス) においてマイクロサンプリングに関するQ&Aの作成が進められており、日米欧で本技術の活用が益々推進されています。

当社では、株式会社イナリサーチのご協力により、マイクロサンプリングで得られた微量血漿 (2.5 µL) を用いた薬物濃度分析の確立に取り組みました。本稿では、マイクロサンプリングを適用した毒性評価時の血漿中濃度分析事例を紹介致します。

2 マーモセットにおけるバルサルタンの血漿中薬物濃度分析

2.1 分析法の確立

マーモセット血漿にバルサルタンを添加した試料2.5 µLを用いて、図1に示したフローにより前処理を行い、LC-MS/MSにてバルサルタン濃度を定量しました。

選択性 (図2)、同時再現性 (表1) 共に良好な結果が得られました。

2.2 血漿中薬物濃度分析

マーモセットにバルサルタンを経口投与 (200 mg/kg/day) し、無麻酔下尾静脈から経時的に採血 (50 µL) 後 (株式会社イナ

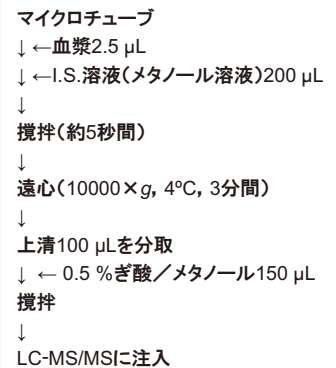
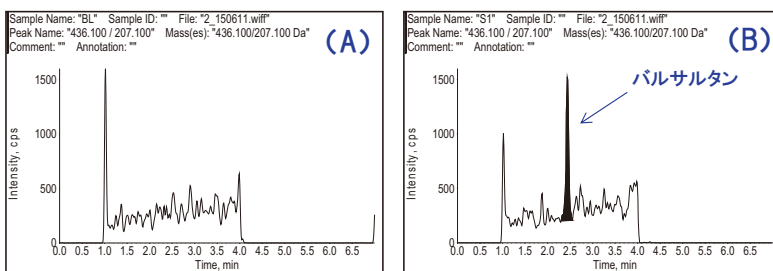


図1 試料前処理法



(A) ブランク血漿 (B) 添加血漿 (10 ng/mL)

図2 選択性の検証 (定量下限濃度のバルサルタンのクロマトグラム)

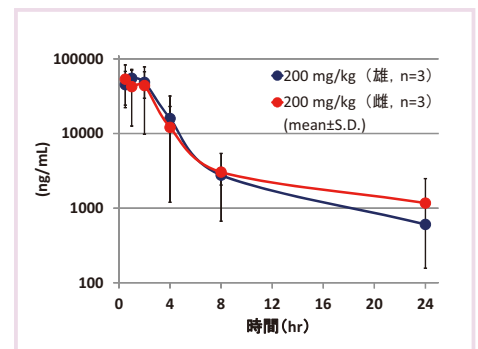


図3 マーモセットの血漿中濃度測定結果

表1 分析法の同時再現性

添加濃度 (ng/mL)	真度 (%)	精度 (%)
10.0	108.5	10.4
20.0	104.3	6.9
1000	105.7	2.4
8000	89.7	1.0

定量範囲: 10 ~ 10000 ng/mL (n=3)

表2 長期保存安定性

凍結保存したマーモセットの検体で評価

動物番号	採血ポイント (h)	定量値 (ng/mL)		変化率 (%)
		初回測定	202日保存後	
2M01	24h	174	172	-1.1
2M02	24h	573	540	-5.8
2F01	8h	1560	1510	-3.2
2F02	8h	5780	6200	7.3
3M02	8h	7990	8860	10.9
3F02	8h	6130	6440	5.1

変化率 (%) = (保存後の定量値 - 初回測定の定量値) / 初回測定の定量値 × 100

表3 凍結融解安定性

5, 10及び15 µLで保存した検体で評価

保存期間	保存条件	容量 (µL)	定量値 (ng/mL)	定量値の平均値 (ng/mL)	変化率 (%)
Initial	—	—	21.3	21.1	—
			20.9		
凍結融解	1回	5	22.4	22.4	6.2
		10	23.2	21.9	3.8
			20.5		
	15	22.6	21.9	3.8	
	3回	5	23.1	23.1	9.5
		10	20.1	21.2	0.5
22.3					
15	20.6	21.4	1.4		
			22.1		

変化率 (%) = (凍結融解後の定量値 - Initialの定量値) / Initialの定量値 × 100

リサーチで実施), 血漿2.5 μLを用いて分析した結果, パルサルタンの経時的な全身的暴露を評価することができました(図3)。

血漿が微量であるため保存中及び使用中の乾燥による濃縮が懸念されましたが, 長期保存安定性(表2), 凍結融解安定性(表3), 室温保存安定性(表4)のいずれも変化率が±15.0%以内と良好な結果が得られました。また, ISR (Incurred Sample Reanalysis (定量値の再現性確認のため, 異なる日に別の分析単位で投与後試料を再分析すること)も実施し, ガイドラインの基準¹⁾(乖離度: ±20%以内)を満たすことができました(表5)。



測定機器 HPLC: Nexera X2システム(島津製作所)
MS: TripleQuad 6500 (AB Sciex)

3 ラット, マウスにおけるエリスロマイシンの血漿中薬物濃度分析

ラットおよびマウスにエリスロマイシンを経口投与(20, 60, 200 mg/kg)し, 無麻酔下尾静脈から採血(40 μL)後(株式会社イナリサーチで実施), その血漿(2.5 μL)を用いて分析しました。いずれの種, 用量においてもマイクロサンプリングと通常法(0.5 mL採血を使用)間で, 血漿中エリスロマイシン濃度は同等でした(表6)。

4 おわりに

マイクロサンプリング技術の活用は, 前述の3Rsへの寄与や同一個体における毒性-曝露評価はもとより, 医薬品開発, 特に探索段階における被験物質使用量の大幅な削減も期待できます。当社は本稿で紹介したマイクロサンプリングでの微量試料中薬物濃度分析サービスによりそのニーズにしっかりと応えてまいります。

表4 室温保存安定性

室温で24時間保存した検体で評価

動物番号	採血ポイント(h)	定量値 (ng/mL)		変化率 (%)
		初回測定	室温保存24時間後	
2M01	2	59900	53300	-11.0
	8	2450	2510	2.4
2M03	0.5	49100	46100	-6.1
	24	2030	2150	5.9
2F01	0.5	15200	13700	-9.9
	8	1890	1690	-10.6

変化率 (%) = (室温保存後の定量値 - 初回測定の定量値) / 初回測定の定量値 × 100

表5 ISR

定量値の再現性確認のため, 異なる日に投与後試料を再分析

投与群	動物番号	採血ポイント(h)	定量値 (ng/mL)		乖離度 (%)
			初回測定	ISR値	
200 mg/kg (Day 1)	2M03	0.5	69300	62900	-9.7
		8	1950	1900	-2.6
	2F02	0.5	84600	79600	-6.1
		24	2700	2540	-6.1

乖離度 (%) = (ISR値 - 初回値) / 初回値とISR値の平均値 × 100

文献

- 1) 薬食審査発0711第1号「医薬品開発における生体試料中濃度測定法のバリデーションに関するガイドライン」について(厚生労働省医薬食品局審査管理課, 平成25年7月11日)

表6 通常法とマイクロサンプリングの比較

通常法(0.5 mL採血)とマイクロサンプリング(40 μL採血)の比較

ラット					マウス				
投与量 (mg/kg)	動物No.	投与後4時間定量値 (ng/mL)		再現性 (%)	投与量 (mg/kg)	動物No.	投与後4時間定量値 (ng/mL)		再現性 (%)
		0.5 mL採血	40 μL採血				0.5 mL採血	40 μL採血	
20	CD1M04	5.99	6.45	7.4	20	CD4M10	1.18	1.21	2.5
	CD1M05	3.90	3.81	-2.3		CD4M11	0.438	0.418	-4.7
	CD1M06	8.22	7.91	-3.8		CD4M12	0.643	0.698	8.2
60	CD2M04	106	91.5	-14.7	60	CD5M10	14.0	12.4	-12.1
	CD2M05	55.4	63.1	13.0		CD5M11	2.37	2.00	-16.9
	CD2M06	38.4	37.3	-2.9		CD5M12	11.3	11.8	4.3
200	CD3M04	378	383	1.3	200	CD6M10	205	184	-10.8
	CD3M05	381	321	-17.1		CD6M11	98.1	100	1.9
	CD3M06	354	331	-6.7		CD6M12	161	169	4.8

再現性 (%) = (40 μL採血時定量値 - 0.5 mL採血時定量値) / 定量値の平均値 × 100



仁井 一夫
(にい かずお)
大阪ラボトリー



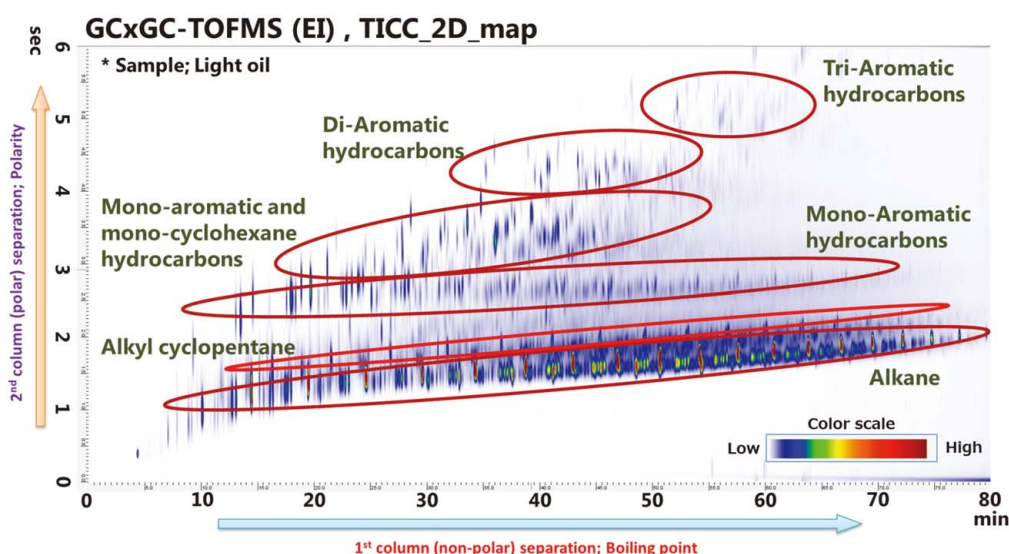
公平 陽子
(こうへい ようこ)
大阪ラボトリー

▶ GC × GC-TOFMS による多成分混合系試料の詳細解析

当社では「包括的 2 次元ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC × GC-TOFMS)」を導入し、2016 年 10 月より受託を開始致しました。この技術は、特性の異なる 2 種のカラム (沸点差と極性差) による 2 次元分離と、飛行時間型質量分析計による精密質量分析を組み合わせた超高分離分析技術です。従来の GC-MS では分離が困難な炭化水素系等の類似骨格構造に対し、2 種の保持時間情報での 2D_map によ

る視覚的なグループ分けができますので、特定成分の検出が容易となり、その成分の組成・構造解析が可能です。また、パイロライザーを搭載しておりますので、熱分解成分 (群) の解析も可能です。

今後もより一層高い技術力をもってお客様のニーズにお応えしてまいります。



[軽油の GC × GC-TOFMS (EI) / TICC_2D_map]

▶ グローバルサービスの充実

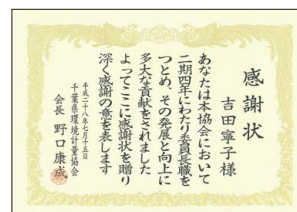
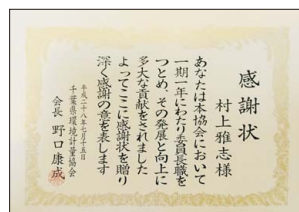
2016 年は SCAS グループとして海外事業を開始してから 20 年目となり、2017 年は更に顧客満足度向上に取り組んでまいります。以下は最近の主な取り組みです。

- ① SAES (上海) の中国における環境土壌事業強化、及び原材料分析、電子部品 / 部材、クリーンルーム、自動車関連等を含めた分析対応の充実、CMA 認定項目拡大。
- ② SCAS Taiwan 現地ラボラトリーによるウエーハ / 原材料 / 薬液の微量金属汚染評価等を用いた最先端半導体工場支援。

また、SCAS Singapore や SCAS Korea による化学 / 工業製品 / 原材料及び電子関連分析も引き続き対応してまいります。SCAS グループは日本における受託分析及び化学物質登録申請やリスク評価に関わるコンサルティングなどを柱に、グローバルに展開されるお客様とそのサプライチェーンを支援してまいります。

▶ 千葉県環境計量協会創立 40 周年記念式典 功労者表彰

村上雅志氏 (住化分析技術 (上海) 有限公司)、吉田寧子氏 (技術室) の 2 名が、2016 年 7 月 15 日に開催された千葉県環境計量協会創立 40 周年記念式典にて功労者表彰を受けました。両名共に同協会の活動においてその発展と向上に貢献が有ったとして感謝状を頂いたものです。当社は様々な協会・学会活動等を通じ、分析技術・知識のさらなる向上、分析業界の発展とお客様の信頼確保に努めてまいります。



▶中国におけるバイオアナリシス支援サービスに関するお知らせ

当社は、日本および日系製薬企業に対して、中国でバイオアナリシス支援サービスを提供することを目的とした、グローバル研究・試験業務受託機関（CRO*）との販売店契約を締結し**、この度サービスを開始しました。

中国では、急速な高齢化の進行や生活・医療水準の向上などで医薬品市場が急拡大し、今後の成長が期待されるアジア市場の中でも中核地域となると予想されています。このような状況下の中国において、当社は、中国で医薬品開発を行う日本及び日系製薬企業のおお客様のご要望にお応えして、高い品質と優れた技術力に支えられたバイオアナリシスサービスを提供してまいります。

当社はこのようなグローバルなCROとの提携を通じて、アジア・欧米諸国へのグローバル化を意欲的に推進する製薬業界の動向に合わせて、医薬品の研究・開発から薬事申請までの全てを効果的に支援する分析・評価サービスを提供することで、これまで以上に強力にお客様をサポートしてまいります。

*CRO：Contract Research Organization

**当社はWuXi AppTec社（以下WuXi社）と、日本及び日系製薬企業に対しWuXi社の中国におけるバイオアナリシス支援サービスを提供することを目的とした販売店契約（非独占）を締結いたしました（2016年9月12日）。

WuXi社について

WuXi社は、2000年12月に設立され、中国及び米国を拠点とする医薬品や医療機器等の研究開発支援を行うCROです。創薬、原薬・治験薬／市販薬製造、生物製剤、医療機器、化学合成、毒性試験、バイオアナリシス、臨床試験、ゲノム、生物試薬の製造・販売など総合的なサービスを世界の大手製薬企業を主要顧客として提供しております。

【お問い合わせ先】

株式会社住化分析センター
クライアントサービス本部 医薬事業部
TEL：06-6202-1801（大阪）
03-5689-1217（東京）
e-mail：Hiyakumarketing1@scas.co.jp

▶日本分析化学会 2016年度有功賞授賞

当社千葉ラボラトリー小林弘美氏、元大阪ラボラトリー山口博道氏、愛媛ラボラトリー難波博昭氏、大分ラボラトリー板井清美氏の4名が、2016年9月15日公益社団法人日本分析化学会より「2016年度有功賞」を受賞しました。多年にわたり分析の実務に従事し、様々な分野のおお客様のご要望にお応えしてきた実績が認められたものです。

小林氏は主に樹脂分析業務に従事し、卓越した分析技術でお客様の要求に確実に応えてまいりました。山口氏は、特に無機化合物の定性分析業務を担当して核磁気共鳴装置や原子吸光光度計、X線回折装置等々の分析装置を活用して、合成品の構造解明に寄与致しました。難波氏は、環境分析を

中心とした業務に従事し、サンプリングから各種環境試料の分析まで、幅広い知識と経験でお客様をサポートしてまいりました。板井氏は環境計量士として環境分析業務に長く携わり、計量証明事業における品質管理・運営管理に大きな役割を果たしてまいりました。

受賞者4名はいずれも40年を超えて分析業務に従事し、卓越した技術と実績、そして品質への高い意識を持って業務に取り組んでまいりました。そしてこれらは後進のラボラトリー技術者にも伝承され、当社を支える礎となっております。

今後も当社は、お客様に信頼される分析結果を提供するため、たゆまぬ努力を継続してまいります。



千葉ラボラトリー 小林



元大阪ラボラトリー 山口



愛媛ラボラトリー 難波



大分ラボラトリー 板井

主な投稿論文・口頭発表等

2016.6→2016.11

投稿論文

【電子分野】

高精度水蒸気透過測定技術 - API-MS 法の性能評価および封止性評価技術
「住友化学誌 2016」(住友化学発行), 56 - 59 (2016)
大岡佳子, 高萩 寿*(技術開発センター,*筑波ラボラトリー)
有機 EL において、水蒸気による非発光領域の生成は、デバイス性能に大きな課題となっている。本報告では、水蒸気透過測定技術の重要性に加えて、高感度バリア性評価法の開発、信頼性の高い評価法開発のための参照フィルム開発及びその検証、開発した封止性評価技術について報告する。

【工業支援分野】

電子線照射によって材料中に発生するラジカルの評価
「電子スピンスサイエンス」(一般社団法人電子スピンスサイエンス学会発行), 14 (Autumn), 151 (2016)
高橋 次, 有賀のり子 (大阪ラボラトリー)
ESR 法を活用した樹脂の劣化解析事例を紹介する。医療用容器の滅菌方法の一つである電子線 (EB) 滅菌は、ポリマー製シリンジに用いられるが、ラジカル種が発生し、シリンジ本体やシリンジ内の医薬品への影響が懸念される。COP 製シリンジに適用した際の化学的な影響について紹介する。

Enantiomeric Separation of Chiral Amines and Amino Alcohols Using Acetylated β -Cyclodextrin Stationary Phase by High-Performance Liquid Chromatography
「Chromatography」(クロマトグラフィ学会発行),

37,65-71 (2016)
西岡亮太, 原田修二 (大阪ラボラトリー)
 β -シクロデキストリン誘導体を化学結合した HPLC キラル固定相において、シクロデキストリンの水酸基をアセチル化した固定相と未修飾の固定相の分離性能を比較し、アセチル化した固定相が、キラルアミンおよびアミノアルコール類の鏡像異性体分離にきわめて有効であることを明らかにした。

【医薬分野】

LC-MS/MS による生体試料中の薬物濃度測定
「Journal of the Mass Spectrometry Society of Japan」(一般社団法人日本質量分析学会発行) 64 (3), 87 - 91, (2016)
上田和広, 山口 建, 牟田口国則 (大阪ラボラトリー)
高感度・高選択性を発揮する質量分析計 (MS) は、構造確認や濃度情報など、医薬品開発における様々な場面で、有効な分析ツールとして広く用いられている。本稿では、医薬品の安全性・有効性を評価する上で重要な情報を与える薬物動態評価として、「生体試料中の医薬品および医薬品候補化合物 (薬物) 濃度測定」について、高速液体クロマトグラフィーと三連四重極質量分析計 (LC-MS/MS) での定量分析を中心に、その特徴やデータの保証などについて紹介している。

Systematic approach to optimize a pretreatment method for ultrasensitive LC/MS/MS analysis of multiple target compounds in biological samples
「Journal of Separation Sciences」(Journal of Separation

Science 発行) J. Sep. Sci. 2016, 39, 3212-3220 (2016)
牟田口国則, 小室勢津子*1, 富樫一天*1, 山下伸二*2, 片岡 誠*2, 山崎浩史*3 (大阪ラボラトリー,*1 医薬事業部,*2 摂南大学 (薬学部),*3 昭和薬科大学)
LC/MS による生体試料中の薬物濃度における分析法開発は、分析対象化合物の物性情報を基に検討を進めるが、医薬品開発の初期の場合では、対象化合物の物性情報が得られないケースが多く、分析担当者の知識や経験によるところが大きい。このように、物性情報が得られない場合でも、化合物に対する簡単な実験により得られたデータと最適な前処理方法との関係性を調べることでシステムティックに分析法を作成するアプローチを検討した。その結果、実際のマイクロドーズ臨床試験のための高感度測定法を開発し、検体測定を実施した。

【医薬分野&電子分野&工業支援分野】

各種製品・原料中への混入異物の傾向と効果的な分析手法
「クリーンテクノロジー」(日本工業出版発行), 26 (10), 25 (2016)
末広省吾, 有賀のり子 (大阪ラボラトリー)
近年異物が発見されると、消費者がインターネットを通じて発信する事で、瞬く間に大きな問題に発展する傾向にある。製造現場では様々な混入防止策が進んでいるが、根本的解決に繋がっていない事も多い。被害を最小限に抑えるための異物問題解決に向けた分析担当者の心得から、事例を通じた効果的な分析手法と原因究明への処方について解説する。

口頭発表等

【環境分野】

中国江西省における地下水 (排水) 汚染対策 - 曝気装置を用いた処理事例 -
○羽瀨博臣*1, 大悟法弘充*2, 鴻野雅一*3, 羅 旭彪*4, 冷 健雄*5, 蔣 小平*6 (*1 住化分析技術 (上海) 有限公司,*2 環境事業部,*3 株/バイオレンジャーズ,*4 江西省持久性汚染物制御及び資源循環利用重点実験室 (南昌航空大学),*5 江西怡和環境生物股份有限公司,*6 江西凱美迪生物医薬技術有限公司) 第 22 回 地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究集会 (京都大学 百周年時計台記念館), 2016 年 6 月 23 日 -24 日

中国における土壌環境対策の動向に関する一考察

○仇 啓瀾*1, 羽瀨博臣*1, 大悟法弘充*2, 羅 旭彪*3, 塗 新滿*3, 花島 浩*4 (*1 住化分析技術 (上海) 有限公司,*2 環境事業部,*3 江西省持久性汚染物制御及び資源循環利用重点実験室 (南昌航空大学),*4 上海井戸屋環境保科技有限公司) 第 22 回 地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究集会 (京都大学 百周年時計台記念館), 2016 年 6 月 23 日 -24 日

日本と中国 (上海) における土壌汚染調査方法の違いに関する一考察

○仇 啓瀾*1, 羽瀨博臣*1, 大悟法弘充*2, 陳 敏*3, 毛 欣爽*3, 梅 相明*3 (*1 住化分析技術 (上海) 有限公司,*2 環境事業部,*3 上海市岩土工程検測中心) 第 22 回 地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究集会 (京都大学 百周年時計台記念館), 2016 年 6 月 23 日 -24 日

コメ中無機ヒ素の簡易分析のための前処理法 (粉碎, 抽出法等) の検討

○阿部 薫, 馬場浩司*1, 中村勝雄*2, 新井秀和*2, 本間利光*3 (*1 国立研究開発法人農業環境技術研究所,*2 技術開発センター,*3 新潟県農業総合研究所) 日本土壌肥料学会 2015 年度年次大会 (京都大学), 2016 年 9 月 9 日

【電子分野】

リチウムイオン電池における先進的分析技術への取り組み - 電極の構造解析ならびにその場分析の事例を中心に -
末広省吾 (技術開発センター)
ブルカー・エイエックスエス (株) 主催「AFM による LIB 材料研究開発の最新情報セミナー」(ブルカー・エイエックスエス (株) 東京営業所), 2016 年 6 月 9 日

アウトガス発生要因と分析技術

野中辰夫 (電子事業部)
株 R&D 支援センター主催セミナー (商工情報センターカメリアプラザ (東京・江東区)), 2016 年 6 月 29 日

各種表面処理を施した材料の分析事例紹介
佐伯敦恵 (筑波ラボラトリー)
サーモフィッシャーサイエンティフィック主催 XPS・EDS ユーザーズフォーラム 2016 (TKP 品川カンファレンスセンター), 2016 年 7 月 6 日

有機エレクトロニクス分野の発展を支える先端の評価事例
末広省吾 (大阪ラボラトリー)
第 3 回放射光産業利用支援講座 (公益財団法人 姫路・西はりま地産産業センター), 2016 年 9 月 2 日

CFRP など構造材料内部構造の X 線 CT 解析

中原康裕 (千葉ラボラトリー)
SIP 革新的構造材料コネクティヴス (産業技術総合研究所つくば中央第 2 事業所), 2016 年 9 月 29 日

水素利用技術研究開発事業 / 燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化, 国際調和・国際標準化に関する研究開発 / 水素ステーションにおける水素ガス品質管理方法の国際標準化に関する研究開発
金子彰一*1, 富岡秀徳*2, 百瀬知信*3 (*1 (一社) 水素供給利用技術協会,*2 (一財) 日本自動車研究所,*3 技術開発センター) NEDO 燃料電池・水素技術開発 平成 28 年度成果報告会 (パシフィコ横浜アネックスホール), 2016 年 10 月 25 日

有機 EL 性能向上のための評価・解析技術

末広高史 (技術開発センター)
技術情報協会主催セミナー「有機 EL の劣化メカニズムと長寿命化技術」(技術情報協会セミナールーム (東京・五反田)), 2016 年 10 月 31 日

「真空チャンパー内の微量不純物の評価」

○末広高史*1, 今西克也*1, 韋 宏*1, 樋口純一*1, 藤本 弘*2,3, 八尋正幸*2,3,4, 安達千波矢*2,3,4 (*1 技術開発センター,*2 有機光エレクトロニクス実用化開発センター (i3-OPERA),*3 九州大学最先端有機光エレクトロニクス研究センター (OPERA),*4 九州先端科学技術研究所 (ISIT)) 有機 EL 討論会第 23 回例会 (富山市民プラザ), 2016 年 11 月 17 日 -18 日

「真空チャンパー内の微量不純物が OLED の寿命に与える影響」

○藤本 弘*1,2,*末広高史*3, 柚木勝智*1, 永吉 香*1, 今西克也*3, 八尋正幸*1,2,4,*安達千波矢 1,2,4 (*1 有機光エレクトロニクス実用化開発センター (i3-OPERA),*2 九州大学最先端有機光エレクトロニクス研究センター (OPERA),*3 技術開発センター,*4 九州先端科学技術研究所 (ISIT))

有機 EL 討論会第 23 回例会 (富山市民プラザ), 2016 年 11 月 17 日 -18 日

【工業支援分野】

<電池特性, 寿命・信頼性向上に向けた>リチウムイオン二次電池における電極材料の分析・評価技術の発表
木村 宏 (工業支援事業部)
株情報機構主催セミナー (きゅりあん (東京・品川区)), 2016 年 6 月 14 日

リチウムイオン電池分析の取り組み - 電極の構造解析ならびにその場分析の事例を中心に -

末広省吾, 大森美穂 (技術開発センター)
公益社団法人電気化学会主催第 381 回電池技術委員会 (横浜国立大学教育文化ホール), 2016 年 6 月 17 日

自動車産業に関わる評価技術サービスの紹介

森川正弘 (工業支援事業部)
公益社団法人自動車技術会主催「人とくるまのテクノロジー展 2016 名古屋」(ポートメッセなごや), 2016 年 6 月 29 日 -2016 年 7 月 1 日

事例を中心とした異物混入の分析・原因解明技術 - 検出から異物分析, 成分同定・原因解明までのフロー -

末広省吾, 有賀のり子 (大阪ラボラトリー)
株 R&D 支援センター主催セミナー (ドーンセンター (大阪・中央区)), 2016 年 7 月 5 日

リチウムイオン二次電池 劣化診断・長寿命化のための電池材料観察・分析評価技術

末広省吾, 木村 宏* (大阪ラボラトリー,*工業支援事業部) サイエンス&テクノロジーセミナー (株) 主催セミナー (きゅりあん (東京・品川区)), 2016 年 7 月 25 日

低温下におけるリチウムイオン電池の in situ 分析

東 遼介 (技術開発センター)
第 13 回 SPRing-8 産業利用報告会 (兵庫県民会館), 2016 年 9 月 7 日 -9 月 8 日

事例を中心とした混入異物の分析・原因解明技術

末広省吾 (大阪ラボラトリー)
工業技術会 (東京 半蔵門 UCII ビル), 2016 年 9 月 16 日

in situ XAFS, XRD を併用した劣化 Pd/CeZrO₂ 触媒の状態解析

東 遼介 (技術開発センター)
第 118 回触媒討論会 (岩手大学), 2016 年 9 月 21 日 -9 月 23 日

TRIP型ベニティックフェライト鋼板のSSRTの水素存在状態の変化と残留γ変態挙動

○北條智彦、大熊隆次*、鶴岡優子*(岩手大学*千葉ラボラトリー)
「水素脆化の基本要因と特性評価研究会 中間報告会」シンポジウム、2016年9月22日

超高強度低合金 TRIP 鋼の水素脆化特性に及ぼすひずみ速度の影響

○菊池梨子、大熊隆次*、鶴岡優子*(岩手大学*千葉ラボラトリー)
第172回秋季講演大会(大阪大学)、2016年9月23日

スポーツ・ヘルスケア分野商品開発のリスクマネジメントー生物学的安全性(生体適合性)評価ー

吉岡孝文(工業支援事業部)
フレキシブル医療IT第10回研究会(東京大学)、2016年10月25日

低分子系キラル固定相を用いたアミノ酸の鏡像異性体分離

西岡亮太(大阪ラボラトリー)
新アミノ酸分析研究会 第6回学術講演会(東京大学)、2016年11月4日

化学プラントの定量的リスクアセスメント

菊池武史(工業支援事業部)
第38回安全工学セミナー「プラント安全講座」(公益社団法人日本化学会 化学会館)、2016年11月16日

アセチル化β-シクロデキストリン固定相を用いたHPLCによるキラル及びアキラルアミンの分離

○西岡亮太、原田修治、梅原一宏(大阪ラボラトリー)
第27回クロマトグラフィー科学会議(慶應義塾大学)、2016年11月16日-18日

リチウムイオン2次電池における最近の評価事例の紹介

末広省吾、高橋照史、東 遥介、堺 真通、大森美穂(技術開発センター)
実用表面分析セミナー2016(神戸大学 百年記念館六甲ホール)、2016年11月17日

Spiral-TOFMS/MS 測定を用いた重質油中アスファルテンの構造解析への試み

○廣田和敏、越智さやか、真鍋秀一朗、鈴木昭雄*、田中隆三*、片野恵太*(愛媛ラボラトリー*一般財団法人石油エネルギー技術センター)
第46回石油・石油化学討論会(京都リサーチパーク)、2016年11月17日-18日

【医薬分野&工業支援分野&環境分野】

GC/MS、LC/MS、LC/NMR 技術在有机定性分析的应用
章 宏(大阪ラボラトリー)
中国広西中薬研究院(中国広西中薬研究院)、2016年8月12日

【電子&工業支援分野】

超音波スペクトロスコピーを用いたLIB正極スラリーの評価事例
相沢詩織(技術開発センター)
分散・凝集性セミナー 第4回実用技術講座(化学会館)、2016年11月28日

【医薬分野】

薬物動態におけるLC/MS解析
上田和弘(大阪ラボラトリー)

一般社団法人 日本質量分析学会主催第39回質量分析講習会(千里ライフサイエンスセンター)、2016年6月28日-29日

小動物 Plasma Micro-Sampling (PMS) 技術の活用

仁井一夫(大阪ラボラトリー)
第43回日本毒性学会学術年会(ウインクあいち(愛知県産業労働センター))、2016年6月29日-7月1日

ICH M7 ガイドラインをふまえた医薬品中の変異原性不純物分析 実践

東 秀幸(大阪ラボラトリー)
サイエンス & テクノロジー(株)主催セミナー(京都リサーチパーク)、2016年10月12日

ICHQ3D ガイドラインに対応した医薬品等の元素不純物のリスクアセスメント及び品質管理方法とICP-MSを活用した具体的な評価実施方法

東 秀幸(大阪ラボラトリー)
(株)R&D 支援センター主催技術セミナー(商工情報センター 東京)、2016年10月20日

各種医薬品への混入異物の傾向と対策について

末広省吾、有賀のり子(大阪ラボラトリー)
第11回医薬品製剤技術研修会(さいたま共済会館)、2016年11月2日

薬物動態におけるLC/MS解析

上田和弘(大阪ラボラトリー)
第40回質量分析講習会(千里ライフサイエンスセンター)、2016年11月7日-8日

1部: バイオテクノロジーを用いた次世代医療の概要 2部: バイオ医薬品及び再生医療製品の品質評価分析について

岩田美紀(技術開発センター)
関西大学化学生命工学科 講義「生命科学コロキウム」(関西大学千里山キャンパス)、2016年11月12日、19日

Bioanalysis for endogenous metabolites and exosomes using mass spectrometry

○富樫一天*、弓立恭寛、橋本有樹、文本英隆、池 佳代子、高橋昭博、寺井織枝、井原詠子、丸谷瞳子、岡嶋孝太郎、堤 靖、上田千晶、十亀祥久、柳 和則(医薬事業部/バイオアナリシスグループ)
9th EBF Open Symposium 2016 (Hesperia Tower Conference Centre Barcelona, Spain)、2016年11月16日-17日

Evaluation of the Quality of Plasma Microsampling (PMS) Data and Stability of Plasma Samples

○弓立恭寛、富樫一天、仁井一夫、公平陽子、山口 建、谷口昌広(医薬事業部営業推進グループ)
9th EBF Open Symposium 2016 (Hesperia Tower Conference Centre Barcelona, Spain)、2016年11月16日-11月17日

【化学品安全分野】

事故後の化学品通関事例と対応策

中島 望(化学品安全事業部)
(株)化学工業日報社主催セミナー「中国通関事情と化学企業の対応」-天津爆発事故とその後の現状-第2講:(薬業健保会館(東京)、2016年5月31日/大阪科学技術センター(大阪)、2016年6月3日)

米国の規制と実務対応

笠岡裕子(化学品安全事業部)
(株)化学工業日報社主催セミナー「欧米における食品接触材料規制の現状と実務対応」第1講(薬業健保会館 東京) 2016年8月5日

欧州プラスチック施行規則

岡本公仁子(化学品安全事業部)
(株)化学工業日報社主催セミナー「欧米における食品接触材料規制の現状と実務対応」第2講(薬業健保会館 東京) 2016年8月5日

欧州の規制と実務対応

笠岡裕子(化学品安全事業部)
(株)化学工業日報社主催セミナー「欧米における食品接触材料規制の現状と実務対応」第3講(薬業健保会館 東京) 2016年8月5日

中国・韓国・台湾の化学品規制の最新動向と企業の対応

中島 望(化学品安全事業部)
(株)化学工業日報社主催化学物質管理ミーティング2016(パシフィック横浜) 2016年8月25日

分析を含めた各国 SDS/ラベル作成に関するトータルコーディネーターについて

中谷圭吾(化学品安全事業部)
(株)化学工業日報社主催化学物質管理ミーティング2016(パシフィック横浜) 2016年8月26日

EU域内向けラベル・SDS作成実務/米国・カナダ向けラベル・SDS作成実務/中南米諸国向けラベル・SDS作成実務

白神 寿、中谷圭吾(化学品安全事業部)
化学工業日報社主催海外SDSセミナー「GHS対応 EU/北中南米向けラベル・SDS作成実務」第1-3講(薬業健保会館 東京)、2016年10月25日/ (ヴィアール大阪)、2016年10月28日

米国における規制と対応/欧州プラスチック規則/欧州における規制と対応

笠岡裕子、岡本久仁子(化学品安全事業部)
化学工業日報社主催セミナー「米国・EUにおける食品接触材料規制の現状と実務対応」第1-3講(大阪科学技術センター)、2016年11月8日

【食品接触材料の規制動向とその対応実務】

第2講「欧米の食品接触材料規制の概要と実務対応」
笠岡裕子(化学品安全事業部)
(株)技術情報協会主催セミナー(技術情報協会セミナールーム)、2016年11月29日

（株）住化分析センター主催セミナー

【化学品安全分野】

「韓国・中国・台湾 化学品規制無料セミナー」
化学品管理の世界の潮流/韓国の化学物質規制の最新動向/中国の化学物質規制の最新動向/台湾の化学物質規制の最新動向
高橋尚裕、片江 等、木村 龍、野口貴子(化学品安全事業部)
(化学会館 東京)、2016年5月30日/(鐵鋼会館 大阪)、2016年6月2日

編集後記

住化分析センターの技術広報誌SCAS NEWS 2017-1号(通巻第45号)をお届けします。今号のテーマは、「材料・デバイス開発に貢献する最新分析・評価技術」です。巻頭言では、東京大学幾原雄一先生より「ナノ計測を基盤とした材料設計」と題して、材料開発分野に新たなブレークスルーを引き起こすナノ計測手法と計算手法について今後の展望を提言いただきました。また、中央大学古田直紀先生からは、「レーザーアブレーション誘導結合プラズマ質量分析法による固体試料の分析」と題して、

最新の高感度分析法を単結晶SiCの分析へ適用された貴重な研究を紹介いただきました。

当社は半導体産業など電気・電子機器の評価に必要な、高純度や高真空度その他様々な環境下での超高感度分析を得意としており、また最先端のTEM、SEM、TOF-SIMSなどの電子顕微鏡技術による観察技術により、お客様の研究開発や品質管理を支援しております。「材料・デバイス開発」以外の分野についても、旬の話題を集め、通常20ページの構成ですが、今号は28ページに拡大版してお届けします。まさに今、皆様にとって頂きたい技術・情報が詰まっております。

表紙写真には「オーロラ」を選びました。オーロラの煌めく幻想的な世界に憧れる方は多いのではないのでしょうか。高度の高い所では酸素濃度が高いため赤く、もう少し低いと窒素と酸素の発光が混ざり合って緑白色の光になるそうです。「オーロラ」はもともと「夜明けをもたらす女神」の名前だそうです。当社の分析技術やそれにかける情熱が、何かを明らかにする希望の光(エネルギー)になれば、などと夢見ております。是非当社技術を知っていただき、パートナーとしてご用命頂けましたら幸いです。 Y・Y

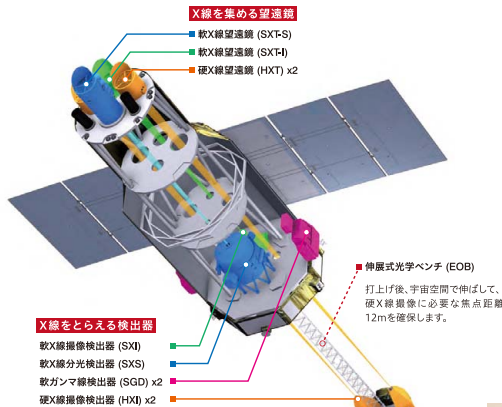
▶ 宇宙航空研究開発機構（JAXA）様から感謝状を授与

2016年2月に打ち上げられたX線天文衛星ASTRO-H「ひとみ」による天体観測性能の向上に、当社の分析評価技術が貢献したことが評価され、国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構（JAXA）様から、感謝状が授与されました。

「ひとみ」に搭載された軟X線分光検出器（SXS）を用いて、ペルセウス座銀河団を観測したところ、銀河団中心部のガスの運動を世界ではじめて測定することに成功し、その研究成果は2016年7月7日付英国科学雑誌「Nature」に掲載されました。

当社はSXS冷却系の機械式冷凍機のアウトガスについての様々な分析評価を行い、その結果を反映して冷凍機の各種改良が行われました。

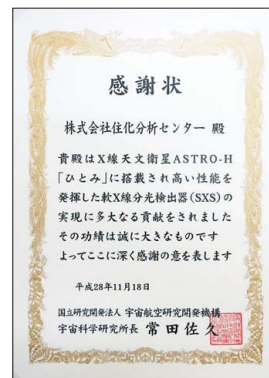
今回のSXSによる優れた測定結果は、冷凍機とその改良なくしては成しえな



X線天文衛星ASTRO-H「ひとみ」
(JAXA HP ファン!ファン!JAXA!より)

かったものであるとJAXA様から高く評価され、感謝状を授与いただきました。

p20 SCAS NOW で
真空環境下で使用する部材の
アウトガス評価技術を紹介



受賞時の写真

▶ 蓄電池解析拠点の集約とソリューションビジネスの推進について

当社は、リチウムイオン電池、全固体電池などの蓄電池分野において先端的な研究開発に取り組まれているお客様を分析・評価技術で支援してまいりました。最近の研究では、電池特性が材料単体の性能だけでなく各材料間の相互作用や材料界面・ナノ構造とも大きく関係することが明らかになってきており、従来よりも詳細な分析を行い電池特性も含めて複合的に解析することが重要になってきております。

当社は2016年8月、蓄電池分野のサービス体制を一層強化するために、国内に分散していた電池解析の拠点を筑波ラボラトリーに集約いたしました。大阪ラボラトリーが得意とする *in situ* 技術（充放電しながらの顕微鏡観察やガス分析など）やリバースエンジニアリングと、筑波ラボラトリーが得意とする微細固体構造解析（最先端のTEM, SEM, SPM）や表面分析（GCIB-XPS, GCIB-TOF-SIMS）を同一拠点にす

ることで、材料のナノ構造から電池稼働状態での解析に至るまでの総合的評価をシームレスに解析する体制を整えました。

今回の拠点集約は、当社が従来の単なる受託分析サービスにとどまらず、お客様と共に課題解決を図るパートナーとして、ソリューションを提案させて頂くための重要な取り組みと考えております。今後も当社は、蓄電池分野にとどまらず、多様な分野で貢献できるよう研鑽を続けてまいります。



最新型分析電子顕微鏡 JEM-ARM200F



大気非曝露 解体・サンプリング用
グローブボックス



大気非曝露 走査型プローブ顕微鏡
(グローブボックス内設置)

分析サービス・製品に関するお問合せ

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

電話 03-5689-1219

FAX 03-5689-1222

メール marketing@scas.co.jp

企業情報

Web <http://www.scas.co.jp/company>
■ 所在地案内 ■ グループ会社案内 など

SCASNEWS誌に関するお問合せ

メール scasnews@scas.co.jp

電話 06-6202-1807 FAX 06-6202-0116

SCAS NEWS 2017-I (通巻45号)

発行 2017.2.27

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4-6-14 住化不動産横堀ビル

編集担当 技術室

SCAS Sumika Chemical
Analysis Service

はア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知れません。

〔無断転載禁止〕