

# 「断つ・保つ」<sup>®</sup> 技術を支える分析 ～ ニチアスの保有する分析技術の概要 ～

研究開発本部 分析解析室

## 1. はじめに

当社における分析は、研究・開発部門では専門に特化したもの、製造部門では品質管理として、それぞれの技術を保有している。さらに研究開発本部に分析解析室が組織され、分析業務全般に加えて、分析技術の集約と主に半導体業界の高度化する技術に対応する分析を担っている。

分析業務の内容は、「材料解析」「発生ガス分析」「無機分析・超微量金属分析」に大別される。各分野の固有な分析・解析技術を有し、分析手法の開発にも積極的に取り組んでいる。これまで当社技術時報で紹介したこともある<sup>1)</sup>が、あらためて、それぞれの概略や保有する分析技術について述べたい。

## 2. 材料解析

製品がどのような材料でできているか、また、その材料がどのような成分なのか、などを多角的に分析し、それぞれの結果を組み合わせ最終的な答えを出す。長年の蓄積により、分析スキームを確立した製品も多く、ノウハウとして引き継がれている。当社の製品は樹脂・ゴムや添加剤などの有機物、無機繊維や充填材などの無機物といった多種・多様な材料からなっている。それら成分の元素、構造、さらに結晶性を分析する装置の使い分けを図1に、またその装置の一部を図2～5に示す。

製品開発において、界面や微小領域の分析、最近はさらに成分の分布を視覚化するイメージング分析による解析が必要となっている。当社の保有

装置による微小分析の分解能と得られる情報について図6にまとめる。当社では、顕微ラマン分光法によるふっ素樹脂加工品の結晶状態や、走査型プローブ顕微鏡（SPM）によるブレンドしたゴムの分散状態のイメージング分析の事例がある<sup>2), 3)</sup>。

変色、劣化など不具合解析では、製品中の微量の有機成分やその構造変化をとらえるため、液体クロマトグラフ質量分析計（LC/MS/MS）や熱分解ガスクロマトグラフ質量分析計（Py-GC/MS）による詳細な解析<sup>4)</sup>を実施し、データを蓄積している。

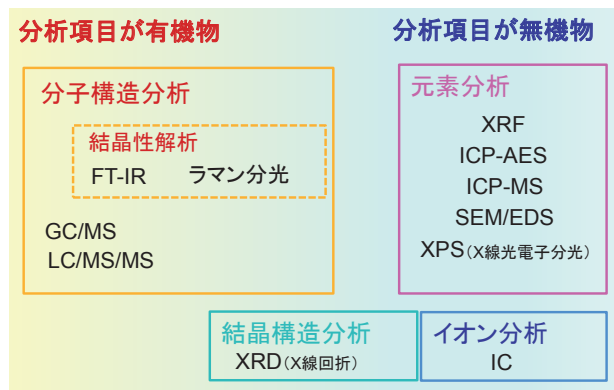


図1 分析装置の使い分け



図2 顕微ラマン分光

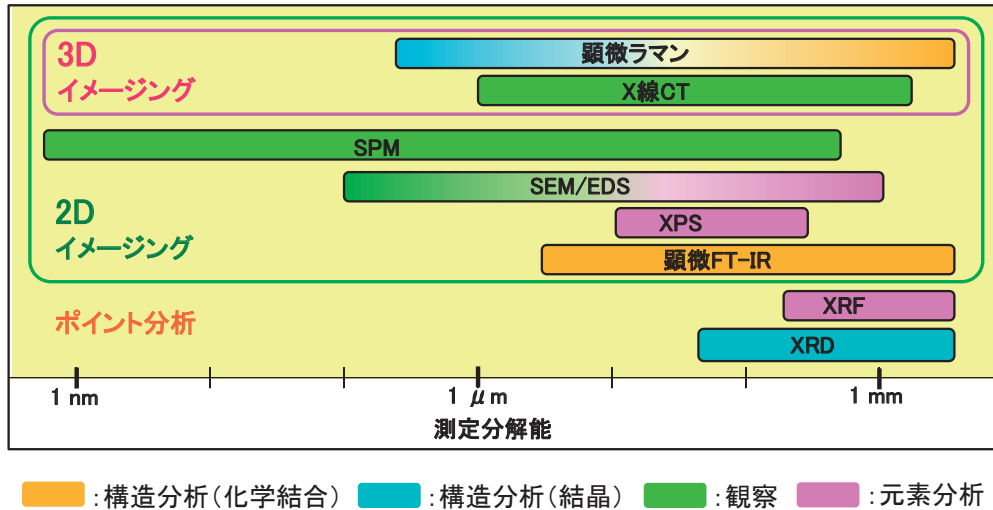


図6 各分析装置の分解能



図3 LC/MS/MS

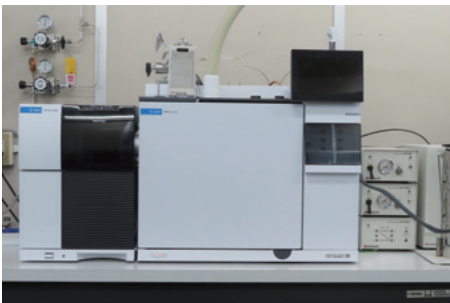


図4 Py-GC/MS : EGA-MS (発生ガス分析) も同装置



図5 FE-SEM/EDS (走査電子顕微鏡/エネルギー分散型X線分析)

### 3. 発生ガス分析

断熱材をはじめとして、当社製品は使用時や製造時に加熱され、製品や材料からガスが発生することがある。そのガスは有機ガスのほかに、腐食性のある無機ガス（イオン成分など）もある（図7）。発生したガスについて適切な捕集・前処理し、表1の装置で、定性および定量分析を行っており、その測定成分、定量範囲を示す。有機ガスは、パージ&トラップーガスクロマトグラム質量分析計（P&T-GC/MS）を用いて微量成分まで検出でき、臭気成分について官能評価との組み合わせもしている<sup>5)</sup>。また、検出器にFID（水素炎イオン化型検出器）およびTCD（熱伝導度検出器）を備えたガスクロマトグラフ（GC、図8）は、幅広いレンジで定量可能である。さらに、EGA-MSは温度変化に対するガスの発生挙動がわかる温度プロファイル測定ができる<sup>6)</sup>。

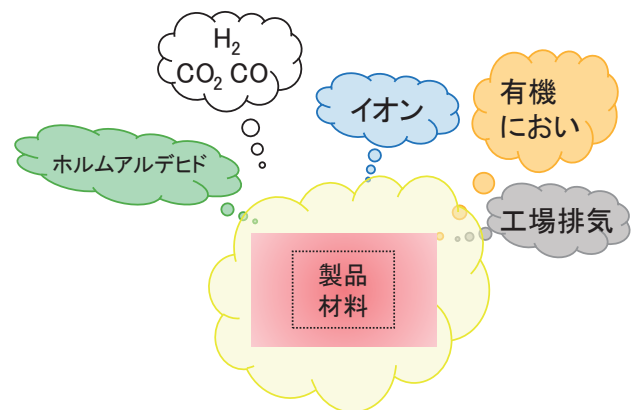


図7 発生ガス

表1 発生ガス分析の装置と概略

装置	主な測定成分	定量範囲
P&T-GC/MS	一般的な有機成分, 臭気成分	ppb ~ 0.1 wt%
GC/FID	有機成分	ppm ~ wt%
GC/TCD	H <sub>2</sub> , CO, CO <sub>2</sub> , その他ガス成分	ppm ~ wt%
FT-IR	CO, CO <sub>2</sub> , その他低分子ガス成分	定性分析のみ
燃焼IC	イオン成分	ppm ~ wt%
HPLC	アルデヒド類	ppm ~ wt%
EGA-MS	一般的なガス成分	発生挙動分析

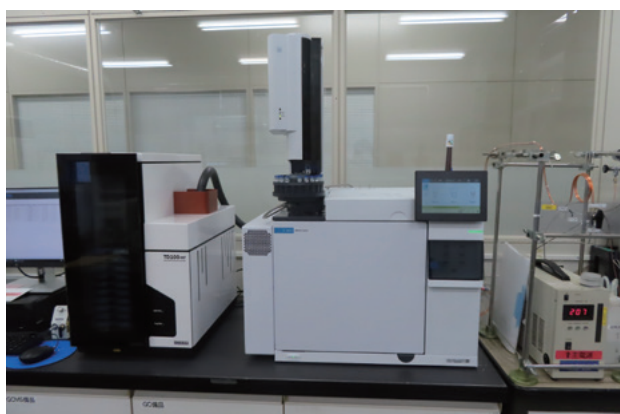


図8 加熱脱着装置付きGC (検出器: FID, TCD)

#### 4. 無機分析・超微量金属分析

製品や材料に含有している金属やハロゲンなどの定量、溶出する金属やイオンの定量分析を行っている。表2に金属分析の装置, 表3にイオン(ハロゲン含む)分析の装置とその概要をまとめる。

含有する金属成分の分析では, 含有量によって, 蛍光X線分析装置(XRF), 誘導結合プラズマ発光分析装置(ICP-AES), 誘導結合プラズマ質量分析装置(ICP-MS)を使い分けている。ICP-AESおよびICP-MSの測定に用いる試料は溶液であり, 分析サンプルを溶液化する前処理の必要がある。当社製品は多岐にわたるため, それらに合わせたさまざまな前処理技術のノウハウをもっており, 高精度な定量を目指して技術を構築している<sup>7), 8)</sup>。一例としてマイクロ波試料分解装置を用いる試料溶液化の手順を図9に示す。

超微量金属分析は, 主に半導体関連製品(ふっ素樹脂製品, ふっ素ゴム製品)からの溶出金属の分析で, クリーンルーム(ISOクラス1)内にて, 塩酸などによる溶出, ICP-MS測定までを行う体

表2 金属分析の装置

装置	XRF	ICP-AES	ICP-MS
測定成分	B ~ U	Li ~ U	Li ~ U
定量範囲	wt%オーダー	ppb ~ ppm	pptオーダー
測定形態	固体	液体	液体
前処理	<含有> ・そのまま測定可 ・粉末ペレット法 ・ガラスビード法	<含有> ・灰化酸分解法 ・酸素フラスコ燃焼法 ・マイクロ波試料分解法 ・アルカリ融解法 <溶出> ・酸溶液もしくは超純水などで適宜実施	<含有> ・灰化酸分解法 <溶出> ・酸溶液もしくは超純水などで適宜実施

表3 イオン分析の装置

装置	IC	濃縮機能を付与したIC
測定成分	F, Cl, NO <sub>2</sub> , NO <sub>3</sub> , SO <sub>4</sub> , PO <sub>4</sub> NH <sub>4</sub> , Na, K, Ca, Mg ギ酸, 酢酸, 低級カルボン酸, 低級ジカルボン酸	F, Cl, NO <sub>3</sub> , SO <sub>4</sub> , PO <sub>4</sub> NH <sub>4</sub> , Na, K, Ca, Mg
定量範囲	ppb ~ ppm	ppbオーダー
測定形態	水溶液	水溶液
前処理	<含有ハロゲン・硫黄> ・燃焼IC <溶出> ・超純水などで実施	<溶出> ・超純水などで実施



制が整っている。検液中の定量下限は、ほとんどの金属で数pptレベルであり、超微量の評価が可能である。一例としてふっ素樹脂チューブの内面を塩酸溶出した分析手順を図10、分析結果を図11に示す。このような局所的な分析でも精度よく測定でき、製品のクリーン性を確認している。また、金属の他に液中パーティクルの評価も可能である。

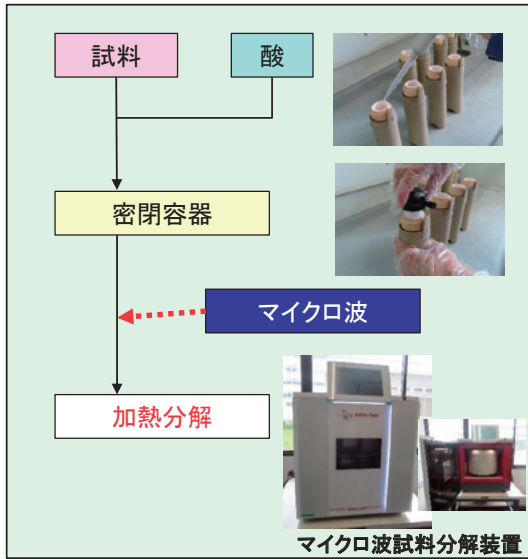


図9 試料溶液化の例（マイクロ波分解法）

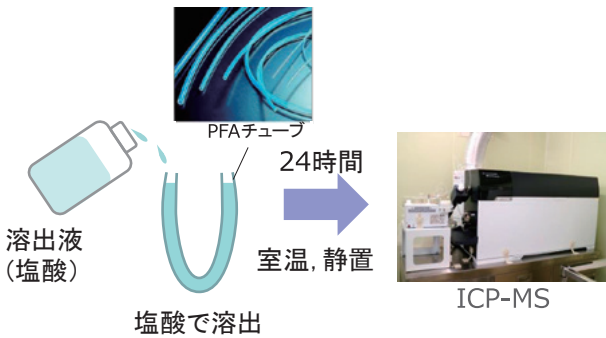


図10 ふっ素樹脂チューブの塩酸溶出分析

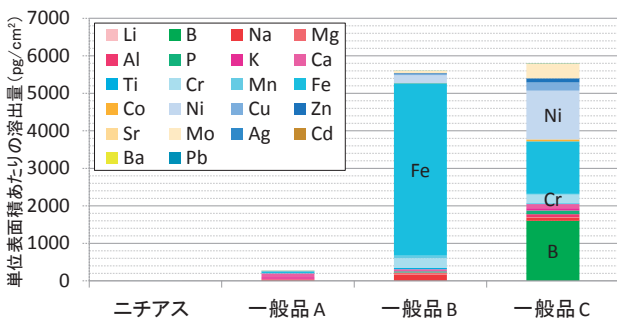


図11 ふっ素樹脂チューブの溶出金属の分析結果

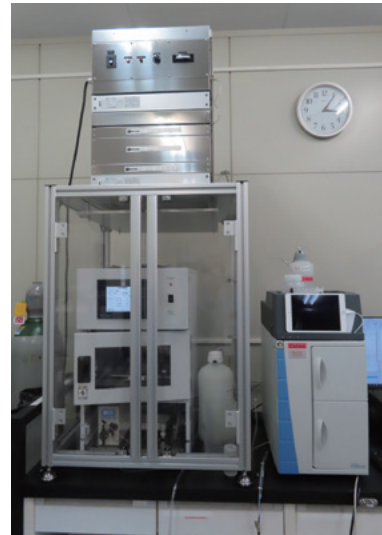


図12 濃縮機能を付与したIC

イオン分析の装置では、濃縮カラムの使用と装置の環境整備をすることで、より高感度に分析できる濃縮機能を付与したイオンクロマトグラフ(IC)があり(図12)、特に半導体関連製品の溶出イオン分析での要望に応じている。

## 5. おわりに

最近の当社の分析機器について、主要設備を取り上げて概略を紹介した。今後は、当社製品または製品分野に注目し、関連する分析、解析技術について詳細をお伝えしていく予定である。脈々と引き継がれるノウハウや知見の蓄積による解析力が、当社の分析技術力となっていることをお伝えできれば幸いである。

### 参考文献（ニチアス技術時報）

- 1) ニチアスの分析・解析技術, 365, pp. 9-11 (2014)
- 2) ふっ素樹脂の結晶性の評価～ラマン分光法の適用～, 393, pp. 6-10 (2021)
- 3) 松村：SPMを用いたゴムシール材観察例のご紹介, 399, pp. 15-18 (2022)
- 4) 橋本：熱分解GC/MSによるEPDMの劣化解析, 374, pp. 1-4 (2016)
- 5) 廣瀬：におい分析～機器分析と官能評価～, 391, pp. 1-5 (2020)
- 6) 尾上・廣瀬：前処理法を用いたGC-MSによる分析, 400, pp. 10-15 (2023)
- 7) 矢嶋：マイクロ波試料分解法によるケイ酸塩試料中のケイ素およびホウ素の定量分析, 357, pp. 2-6 (2012)
- 8) 矢嶋：燃焼フラスコ法によるふっ素系ポリマー中のリン、ホウ素の定量分析, 365, pp. 17-19 (2014)

\*「断つ・保つ」はニチアス(株)の登録商標です。