

Readout

HORIBA Technical Reports

特集 分析のシステム化

March 1997 ■ No.14

持続可能社会へ向けた分析センターをめざして
ー分析ノウハウの蓄積と活用ー

Analytical Techniques Developed at the HORIBA
Application Center

池田昌彦
Masahiko IKEDA

(Pages 79—83)

株式会社 堀場製作所

持続可能社会へ向けた分析センターをめざして — 分析ノウハウの蓄積と活用 —

Analytical Techniques Developed at the HORIBA Application Center

池田 昌彦
Masahiko IKEDA

【要旨】

堀場製作所の分析センターは、お客様に当社の製品の性能をご理解いただくことを主な目的として1982年に発足した。当センターでは、分析結果のより高い信頼性を確保するために、種々の試験・研究機関と共通試料の分析結果の検討会を行ったり、新たな分析手法の研究・開発に取り組んでいる。本稿では、サンプルの前処理、分析機器の保守、標準物質開発の実測、さらに分析データの紹介を行う。

Abstract

The HORIBA Application Center was opened in 1982 as a service laboratory to verify the applicability of analytical instruments. To assure the reliability of data the center exchanges the results of analysis of reference materials with the authorized standards organizations for correlation and develops analytical techniques to solve the problems related to the various samples in question through experimental studies. This report describes some of those especially for sample treatment, the maintenance programs of the equipment and the reference materials, and the system for integrating analysis data at the Application Center.

1. 分析機器メーカーにおける分析センターの役割

当社で分析センターの名称が使われたのが1982年、今から約15年前である。その後、組織や設備の拡充がなされ、役割もますます大きくなっている。現在の主な業務は次の様なものである。

1.1 製品性能の提示

分析センターは当社の製品の購入を検討中のお客様に対し、分析機器の操作性、再現性、感度を確認していただいているが、現在では、15年前と比べ科学技術および社会状況が大きく変化しており、製品性能を示すデータの提供とともに、迅速な対応をモットーとしている。

1.2 標準試料で信頼性の提供

お客様に新しい原理の分析機器を紹介するときには、裏付けデータ、つまり日本工業規格(JIS)や米国基準局(NIST)など、信頼性の高い試験研究機関で認められた標準試料による測定結果や、分析値がまだ確定されていない場合には、関係

する各種分析所での共通分析結果(ラウンドロビン)の提示が必要となる。そこで我々は、例えば、(社)日本鉄鋼協会や(社)日本ファインセラミックス協会などが主催する標準物質分析ワーキンググループ活動に参加し、同一物質を同一方法で分析を行った際に生じる差異の原因検討など、個々の分析機器メーカーを越えた分析手法の標準化に努めている。今後もあらたな試料に対して新しいニーズが生じることと思う。機器分析装置の黎明期と異なり、一般に普及してきた現在では、より一層メーカーとユーザー、関連研究機関及び団体と協力してこれらの課題に対応しなければならない時代になっている。

1.3 お客様への各種分析方法の提案

分析センターに持ち込まれた試料は、まず目的物質を抽出したり、形状や濃度による測定法の検討、さらに最適な前処理の検討を行う。この準備がしっかりとできていれば分析結果は信頼されたものとなる。各種の試料に対し、また分析目的に応じて最適の前処理や測定法を選択し、信頼性の高い分析法を顧客に紹介していくことが分析センターの役割と考えている。

1.4 新しい分析方法の開発および研究

既存の分析装置や分析方法では求める感度や精度が得れないとき、さらには、迅速な分析や分析の自動化が必要などときには新たな分析手法・装置が必要になる。当分析センターでは、高感度化や、測定者の個人差を排除するために、新規技術の研究や装置開発の提案を積極的に行っている。以下に最近の研究成果の幾つかを紹介する。

(1) ピンポイント濃縮技術¹⁾

液体中の有機物の赤外線吸収法(FTIR)による微量高感度測定は、液体の吸収が大きいために困難である。本法は、フッ素樹脂の撥水性を利用して、 μl レベルの微量液体試料の濃縮方法である。警察の科学捜査などに有効な手段として利用されている。1 μl 程度の液体試料をステンレス板上に滴下すると、約5mm程度に広がる。一方、フッ素樹脂の上に滴下した場合は、液体が蒸発し最終的に30 μm 程度に濃縮される(図1)。図2は各種溶媒を用いたときの試料の直径の経時変化を示す。

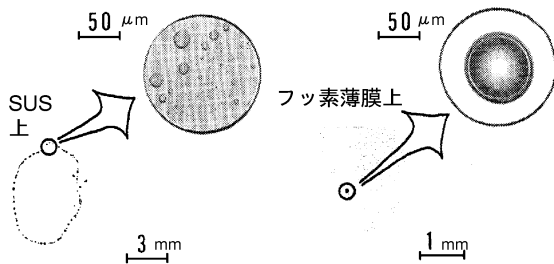


図1 ピンポイント濃縮法による試料の集中凝集効果
Condensation of sample in solvent

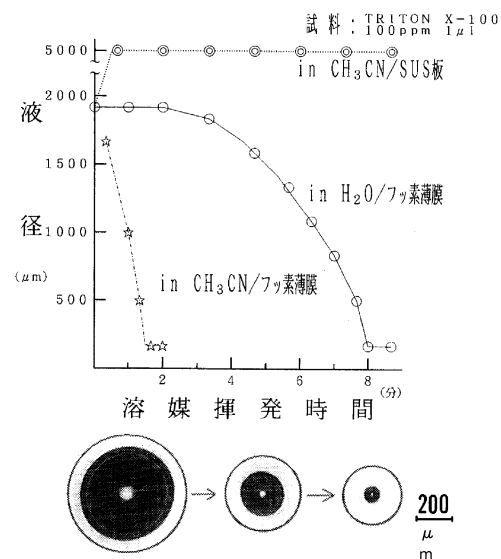


図2 各種溶媒を用いた時の試料直径の経時変化
Diameter of sample concentrated vs. Time from start of evaporation

(2) 金属フィルタを利用した液体中異物迅速測定法²⁾

薬品の製造現場では、液体中の微小異物の実用的な検査方法の開発が望まれていた。我々は金属フィルタを用いて液体中の異物を採取する方法を考案した。本法により、フィルタ上の異物の形状観察が簡単な上に、そのまま顕微/FTIRによる反射測定ができるため、迅速高感度な組成分析が可能となった。一方、有機メンブランフィルタでは、反射率が低く良好な吸収スペクトルが得られない。図3(A)(B)に二種類のフィルタでの測定結果を示す。

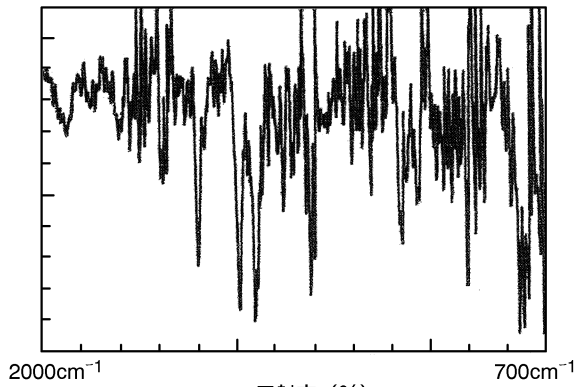


図3 (A) サンプルフィルタ上の異物の赤外線吸収スペクトル
有機フィルタ
IR spectrum of the sample trapped on an organic filter

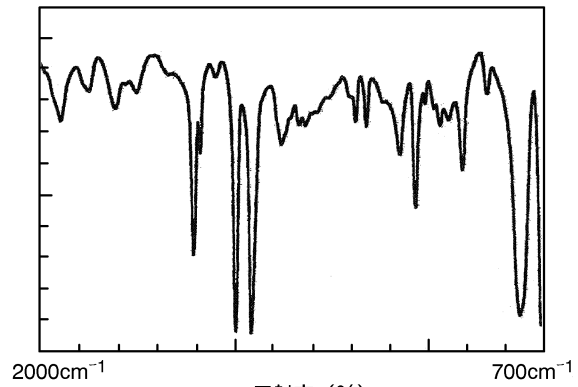


図3 (B) サンプルフィルタ上の異物の赤外線吸収スペクトル
金属フィルタ
IR spectrum of the sample trapped on a metallic filter

(3) 自動カプセル成形³⁾

高精度分析の研究例としては、固体中ガス成分分析のための新しい前処理方法の考案がある。粉末状固体試料中のガス成分を燃焼-赤外線吸収法で分析するためには、従来、30mg程度の試料を直径5mm×長さ10mm程度のニッケル製カプセル(図4(A))に入れ、小さく押しつぶす(図4(B))必要があった。この封止作業はベテラン分析作業者が逐次手で行っており、作業効率が悪い上に測定結果のバラツキも大きかった。そこで、特殊カプセルを作り、自動カプセル成形機で封入する技術を開発した(図5)。これにはかなりのノウハウを要したが、分析結果は測定者の個人差がなくなり、分析精度の向上につながった(表1)。

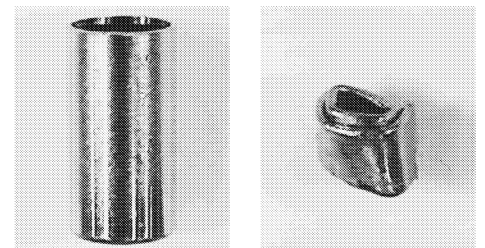


図4 (A) ニッケルカプセル
Nickel capsule
図4 (B) サンプル封入後
Capsulate sample
(hand work)

(4) 不均一試料の相分析⁴⁾

電子線マイクロアナリシス(WDX/EDX)による微小部分の分析の定量精度の向上の研究も分析センターの活動の中から生まれたものである。一般にWDX/EDXではZAF補正法を使って定量分析を行う。これは元素が均一に分散している試料には信頼性が高いが、不均一な場合には適応が困難である。今回分析センターで考案した手法は、試料の中で組成が同じ部分(相)を抽出・分類し、次に各相の面積比率を求める方法である。さらに、密度を補正することにより、ハンダ中の鉛・錫(表2)や鉄鋼中炭素(表3)の分析に有効なことが確認できた。

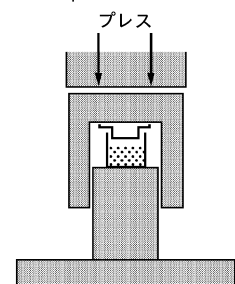


図5 自動カプセル成形器
A press to enclose sample in nickel capsule

1.5 受託分析への対応

当社の製品を諸般の事情ですぐには購入できないが、急いで問題を解決するために分析を依頼される場合がある。従来、当社では分析機器メーカーとしてこの種の依頼に対しても無償で分析をサービスしていた。しかし近年は、製品をより

	手 動		プレス機 2.0t
	熟練者	未熟練者	
CV% 酸素 窒素	0.58 0.26	1.05 0.49	0.43 0.28
時間/秒	30	140	15

表1 プレス機と手作業の精度比較
Handwork vs. automatic press

[wt%]

	元素	化学分析値	面積比から算出	密度を考慮して算出(本考案)	ZAF演算
1	Sn	62.3	68.4	62.9	69.0
	Pb	37.6	31.6	37.1	31.0
2	Sn	12.3	16.1	13.2	23.8
	Pb	87.6	83.9	86.8	76.2
3	Sn	62.0	68.4	63.6	68.1
	Pb	36.3	29.8	34.5	30.7
	Ag	2.0	1.8	1.9	1.2

表2 ハンダの成分測定結果
Lead and tin content of solder

[wt%]

化学分析値	面積比から算出	密度を考慮して算出(本考案)	ZAF演算
3.64	9.0	4.8	23.3

表3 鉄鋼中炭素濃度測定結果
Carbon content in steel sample

安い価格で提供するというメーカーの責務を果たすため、受託分析の方向で検討をお願いしている。なお、現在は当社の製品を中心に受託しているが、必要に応じ、専門の分析機関を紹介するなど、積極的にサービスを行っている。

2. 分析の信頼性向上のための機器管理とデータ管理

分析結果の信頼性は測定方法の選択と装置のメンテナンスに左右されるといっても過言ではない。未知の試料の分析は、まず再現性や繰り返し精度が、次に正確さの裏付けが必要となる。分析者が装置を熟知したうえで適切な分析方法を選び、さらに、長期にわたり初期性能を維持するために装置を確実に保守することによって初めて高い信頼性が達成できる。このためには、標準物質による初期性能の確認と維持が非常に重要である。従って標準物質の管理、取り扱いも重要な分析業務の一つに属する。

「機器分析の基になる分析化学は天秤に源がある」と言われている。天秤のメンテナンスを業者任せ、装置のメンテナンスも他人任せでは、得られる分析結果の信頼性がどこまであるか、はなはだ疑問である。装置の性能に影響を及ぼす因子は何であるか、またサンプルのマトリックスは何であるかを知り、測定する事がさらに信頼性向上にむすびつくものである。

3. 分析データの管理とニューメディアの活用

現在、年間約3000件のサンプルを分析しているが、試料の具体的な特性などお客様の企業秘密などにかかわる詳細はお聞きすることができないことが少なくない。このような時には、分析条件を系統的に検討し測定するが、結果の確かさを確認することは難しい。このような場合でも、標準物質を含む数多くの試料や分析手法による結果を比較・整理すると、測定結果の信頼性が高くなる。

このたび当分析センターでは、各種の試料の中から共通あるいは類似する試料に関し、フーリエ変換赤外線分光光度計(FTシリーズ)、固体中ガス分析装置(EMGA/EMIAシリーズ)、X線マイクロアナライザー(EMAXシリーズ)の測定結果を技術資料としてまとめた。これが分析技術や信頼性の向上や伝承のために役立つものと考えている。

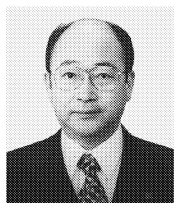
従来、特定の試料の分析条件などを紹介した種々の技術資料を作成しそれを提供し、いわば、紙爆弾を使って製品や分析技術の有効性をご理解いただいた。高度情報化が加速する今日、持続可能な社会を目指すため、当分析センターはニューメディアをフルに活用し、お客様が、必要に応じ迅速に広範囲な情報をアクセスできるシステムが必要と考えている。

4. 持続可能社会形成へ向けて

通産省は、「持続可能社会には良い規制は必須で、ISO 9000/14000の国際的な展開が行われているのは規制を優先する国際社会の形成を示唆している」との見解である⁵⁾。化学物質の安全性、毒性物質による環境汚染の計測はもとより、環境負荷、エネルギー負荷、さらに労働負荷をいかに減少させるかは重要な課題であり、分析機器メーカーだけでなく、分析化学に携わる科学者・技術者全体の役割である。その中で分析機器メーカーの分析センターは、わかり易い化学技術や簡単な分析テクニックで大きな付加価値を生み出す装置の開発を提案し、持続可能社会の実現に大きな役割を果たすものと考えている。

参考文献

- 1) M.IKEDA and H.UCHIHARA, "Liquid Sample Condensation Technique Using Perfluorinated Polymer Film for Picogram Analysis by FTIR" Appl. Spectrosc. Vol.46,No.9, p.1431-1434(1992).
- 2) 内原 博, 池田昌彦, "顕微/FTIRによる液体中の微小異物検査法" 分析化学会第42年会講演要旨集, 広島大学(1993), p.532.
- 3) 内原 博, 池田昌彦, "酸素・窒素分析計における高精度化のための検討", 分析化学会第45年会講演要旨集, 東北大学(1996), p.146.
- 4) 池田昌彦, 森田洋二, 村瀬 潤, 吉光克弘, "多変量解析を応用したEDXによる不均一試料の定量方法" 1996年機器分析東京討論会講演要旨集, 東京理科大(1996), p.139-140.
- 5) 小野修一郎, "21世紀に未来持続可能社会を目指す" 日本産業技術振興会, 平成8年物質工学工業技術研究所研究発表会資料, 物質工学工業技術研究所, p.1-3 (1996).



池田 昌彦

Masahiko IKEDA, Dr. Sci

分析センター 部長

1985年入社

各種分析応用技術の研究開発

理学博士

