

# ソリューションを提供するアプリケーションセンター X線分析顕微鏡を例にして

Horiba Application Center Provides Solutions:the X-ray Analytical Microscope

長沢 克己, 平野 彰弘, 石川 純代



## 要旨

近年、新技術開発、とくにIT関連の材料の研究開発や品質管理の現場からは、より高精度でスピーディーな分析装置と同時に、経験の少ないオペレータでも正確で信頼性の高いデータを得ることができる分析ノウハウの提供が求められている。ホリバのアプリケーションセンターは、ホリバグループの理科学用分析機器を中心とした最新の機器を設置し、様々なサンプルを使って分析ノウハウの蓄積に励んでいる。本稿では、電子材料から生体まで幅広いサンプルの組成・濃度分布の解析を迅速に行えると好評いただいているX線分析顕微鏡XGT-2700Wを例に挙げ、アプリケーションセンターの役割を紹介する。

## Abstract

Recently, the request from a customer to the analytical instruments maker is not only to supply the good products but also to offer the know-how for analysis. An inexperienced engineer will be able to get the precise and reliable data using these know-how. The Horiba Application Center has been endeavor to accumulate the analytical know-how for various samples using Horiba's products. In this paper we will report roles of the Application Center through the customer service of the XGT-2700W X-ray analytical microscope that is very useful for elemental analysis.

## 1 アプリケーションセンター

ホリバグループのアプリケーションセンターは、1982年に京都の本社に発足して以来次々と拡充され、現在、東京神田のテクニカルプラザを含め2ヶ所の拠点で様々なアプリケーションサービスを行っている。こちらには当社の理学装置を中心に各種の分析機器が設置されており、X線分析、赤外分光分析、素材分析および粉体計測のエキスパート達が日々お客様サービスや分析技術の開発に励んでいる。図1に本社の分析センターと東京テクニカルプラザでの活動状況を示す。



図1 アプリケーションセンター

ホリバは、単に製品を製造販売するだけではなく、最速機種を選択に始まり、正しい測定方法やデータの解釈さらには新しい課題解決のお手伝いまで、真のお客様満足を目指して、次のような活動を続けている。

### (1) ビフォアサービス

お客様が当社の製品の購入を検討されるにあたり、サンプルを分析し、評価いただく。さらには、センターにおこしいたき、実際に機器を操作して性能や使い勝手などを確認していただくなど、一連のビフォアサービスを行っている。

### (2) アフターサービス

お客様が日々の分析業務を進めておられる過程で分析結果に疑問が発生した場合には、センターのスタッフが相談にのらせていただく。新たな課題には、お客様と一緒に問題の解決にあたっている。また、次期製品への製品機能向上の提案も行っている。

### (3) オンライン・アプリケーションサービス

正確な分析には、適切な機器の取り扱いやデータの正しい解析が不可欠となる。ホリバは、どなたでも、いつでも、直ちにご相談にのらせていただく窓口として

「オンライン分析センター( [http://global.horiba.com/support/a\\_center/apl0.htm](http://global.horiba.com/support/a_center/apl0.htm) ) を設けている。

オンライン分析センターでは、インターネットを通じて、最新の分析技術情報のご提供、分析に関するコンサルティングやセミナー、お客様からの有償依頼分析の受託など、総合的なアプリケーションサービスを行っている。

### (4) ショールーム

アプリケーションセンターには、当社設立当時のpHメータから最新式のマルチ水質モニタリングシステムU-20シリーズまで各種の製品が要素部品とともに展示されており、ホリバの製品・技術を一目でご理解いただくショールームとしての機能も果たしている。

また、それぞれの分析コーナーには関連する技術資料をそろえ、センターを訪れたお客様に提供している。

以上、ホリバのアプリケーションセンターは、お客様に付加価値を見出していただくために様々な活動をしているが、次章では、研究開発から品質管理まで幅広い分野でお使いいただいているX線分析顕微鏡を例に、その活動の一端をご紹介します。

## 2 X線分析顕微鏡(XGT 2700)

XGT-2700Wは、微小に絞ったX線をサンプルに照射し、サンプル中の元素分布を測定する蛍光X線分析装置である。図2にXGT-2700Wの外観を、図3に測定原理を示す。



図2 X線分析顕微鏡 XGT-2700W

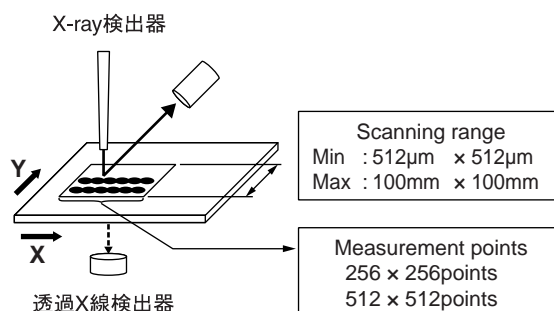


図3 X線分析顕微鏡の測定原理

本装置の最大の特長は、X線発生器で発生したX線を、当社が科学技術庁金属材料研究所の成果を基に開発したX線導管(X-ray Guide Tube:XGT)に導き、内面で全反射させることにより直径10 $\mu$ m及び100 $\mu$ mの高輝度のX線マイクロビームを形成する点にある。このマイクロビームをサンプルに照射し、発生した蛍光X線をシリコン半導体検出器で検出し、得られたスペクトルから元素分析を行う。また、サンプルステージをX-Y方向にを動かすことにより、最小512 $\mu$ m $\times$ 512 $\mu$ mから最大100mm $\times$ 100mmの広い範囲の元素分布を測定し、二次元表示することができる。

さらに、本装置は試料を透過したX線をNaIシンチレータで検出することができ、試料内部の形態観察など、より多次元の情報を得ることもできる。

XGT-2700Wは、このような優れた機能と非破壊・大気中測定というメリットから、半導体やセラミックスなどの無機材料から植物・動物などの生体試料まで、幅広い分野でお使いいただいている。

### 3 アプリケーション例

正しい分析結果を得るためには、ハードウェアの充実はもちろん、サンプルの性状に合わせた前処理、最適な測定条件の設定、さらには得られた結果の適確な解析が不可欠となる。ここでは、XGT-2700Wによる分析を通して、鉛フリーはんだ基板の故障解析とラットの潰瘍治療研究において、当センターがお役に立った実例を紹介する。

#### 3.1 電子部品の故障解析

電子部品のはんだ材料は、作業者の安全上からも鉛を含まないはんだ鉛フリーはんだが求められている。このたび、大阪大学の菅沼克明先生から「鉛フリーはんだ基板(Sn,Bi,Ag,Ge)の配線部の状態をXGT-2700Wで確認できないだろうか?」とのご相談をいただき、当センターにて分析を試みた。図4にX線透過像、図5に蛍光X線像、図6にこの基板材料を断面から見た模式図をそれぞれ示す。透過像より基板配線内のポイドの存在が、蛍光X線面分析結果より銅(Cu)のマイグレーションが確認された。原因としては、基板のCuパットの端部がはんだで覆われずにCuが露出していたため、フラックス残渣・洗浄残渣等の影響によりマイグレーションが発生したものと推察される<sup>1)</sup>。

一般に、電子回路基板は有機物でコーティングされており、従来は、故障原因である有機物内部の元素情報を非破壊で追求することは難しいと考えられていた。しかし、今回XGT-2700Wを使い、X線透過像と蛍光X線分析像を用い、内部情報の確認を行うことで、電子材料の不良解析に有用な情報が得られることがわかった。今後は、この成果を同様の問題を抱えておられるお客様に積極的にお伝えし、新たな用途拡大のご参考に供したい。

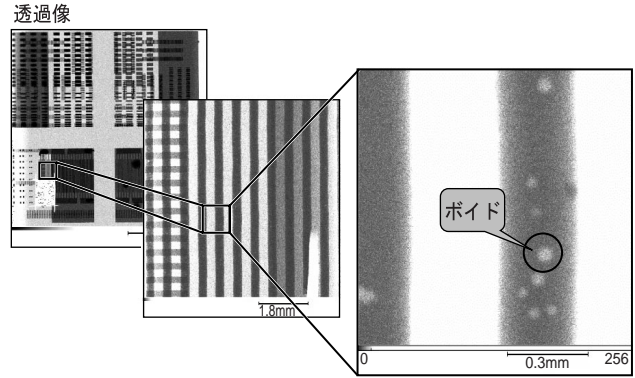


図4 鉛フリーはんだ基板の配線部のX線透過像

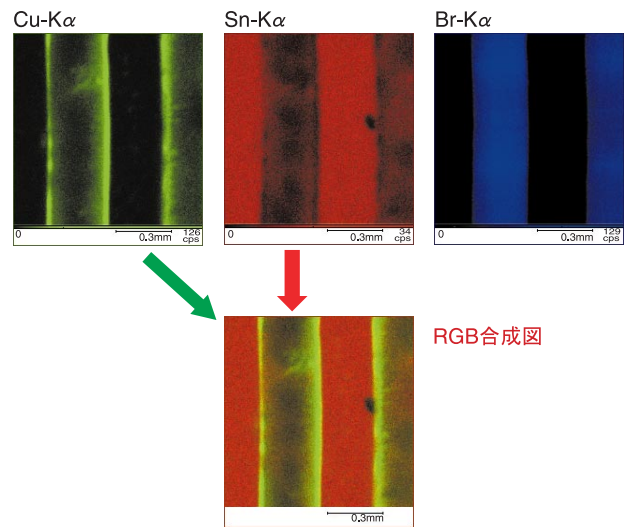


図5 鉛フリーはんだ基板の配線部の蛍光X線像

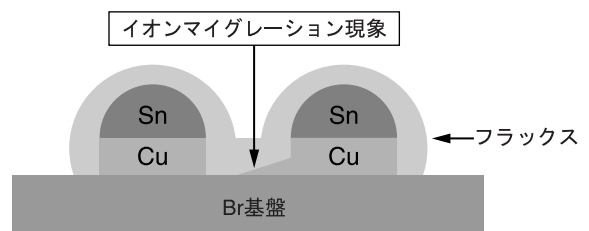


図6 基板断面の模式図

### 3.2 潰瘍治療の研究

京都府立医科大学大塚健先生は、ラットを使って亜鉛含有製剤の胃潰瘍治療効果の研究をされている。酢酸を注射して潰瘍を作った Wistar 系雄性ラットに潰瘍治療薬(亜鉛含有製剤)投与し、開腹、潰瘍辺縁部における亜鉛の動態を XGT-2700 で観察し、製剤非投与のラットの状態と比較することにより治療効果を確認された。

図7に投与ラットの、図8に非投与ラットの面分析結果を示す。投与ラットの潰瘍辺縁部に亜鉛が集まり潰瘍を治癒する効果を確認できた。一方、非投与ラットの潰瘍辺縁部の亜鉛濃度も増加している。これは、生体中に存在する必須微量元素の一つである亜鉛による自然治癒作用を裏付ける報告として注目されている<sup>2)</sup>。

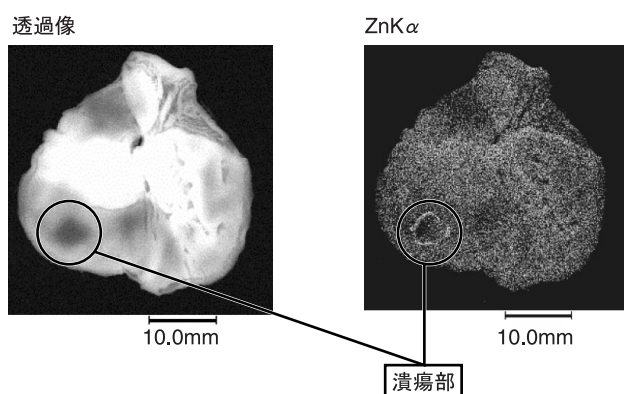


図7 潰瘍治療薬を投与したラットの潰瘍辺縁部における亜鉛の動態

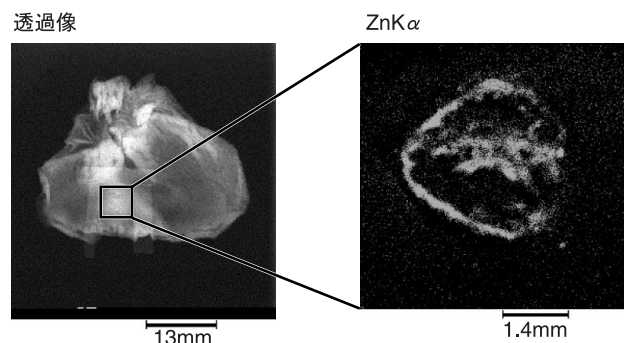


図8 潰瘍治療薬を投与しなかったラットの潰瘍辺縁部における亜鉛の動態

従来は、生体試料の元素分析には乾燥脱水・樹脂包埋・切片作成・導電性処理等の前処理が必要で、生に近い状態で広い範囲の元素分布を確認することは困難であった。

今回分析に用いた試料はまずラットの開腹を行い、胃を取り出し中央部分で切断し、ホルマリンに漬けた後、有機フィルムにはさみ、端部に熱をかけ密閉するといった前処理を行っている。大気中で広視野の内部分析を行うことができる XGT-2700W に合わせ、アプリケーションセンターで前処理方法を検討し、生体試料を生に近い状態で観察することが可能となった。

## 4 アプリケーションセンターの今後の方向性

以上、X線分析顕微鏡による実測結果を例に、アプリケーションセンターの役割のいくつかを紹介した。これらの実例が示すように、ますます高度化、複雑化する未知のサンプルを正しく分析するためには、お客様とセンターとが一緒になって解決策を探っていくことが大変重要となる。今後は、関連会社を含めた弊社グループ全体における分析機能として、さらなる設備の充実と我々担当者が最高の分析技術の習得を図り、お客様により一層のご信頼いただくよう努力したい。

最後になったが、今回、試料のご提供と、本誌への掲載をご快諾いただいた大阪大学菅沼克明先生と京都府立医科大学大塚健先生に深く感謝申し上げます。

### 参考文献

- 1) 菅沼 克明  
「鉛フリーはんだ規格化等研究開発 250」  
社団法人産業環境管理組合
- 2) 大塚 健  
「ラット酢酸潰瘍形成および治癒過程における必須微量元素の役割と polaprezinc の抗潰瘍作用」  
日本実験潰瘍学会 要旨集 Vol.26, No.2, 150 (1999)
- 3) 佐藤義通  
Readout No16, P.42-44 堀場製作所 (1998)
- 4) 小出良幸, 大石誠  
Readout No16, P.37-41 堀場製作所 (1998)



長沢 克己  
Katsumi NAGASAWA  
分析センター  
部長



平野 彰弘  
Akihiro HIRANO  
分析センター



石川 純代  
Sumiyo ISHIKAWA  
分析センター

## Coffee break

### 「科学」と「技術」

「科学」と「技術」, 「科学技術」, それとも「科学・技術」? 外国ではどうでしょうか?

いよいよ「文部科学省」が発足しましたが, 英語では「Ministry of Education, Culture, Sport, Science and Technology」と呼ぶそうです。少々長すぎるような気もしますが, 本省の守備範囲をより正確に英語で表そうとすると, こんなに長くならざるを得ないのかも知れません。ちなみに, 改変前, 科学技術庁は「Science and Technology Agency」と呼ばれていました。

言葉は生き物です。日本語や英語など言語としての違いに加え, 同じ言葉でも時とともに意味が変ってくるようです。この移り変わりが, 歴史や文化の異なる人々がグローバルなアライアンスを組むときの妨げになることも少なくはないようです。

そこで, 今回, アメリカ人, フランス人, イギリス人, そして日本人の4人に, 彼らが「科学」と「技術」という言葉に対して抱いているイメージを, 世界の共通語( de facto standard language?)である英語で語ってもらいました。もちろん, 彼らの意見がそれぞれの国を代表するものではありません。

コーヒー・ブレイクのひとときをお楽しみ下さい。

## Coffee break 1

### An American's View of Science and Technology

Americans think of themselves as practical people. They hold practical results in high regard and are perhaps less knowledgeable and respectful of theoreticians. Practical results can capture the imagination; theory is abstract and more difficult to understand. As the level of education of the average American improves, this attitude is changing.

Before the mid-twentieth century, most Americans recognized the practical and economic benefits of inventions. Inventors such as Morse, Bell, Marconi, Edison, and Ford were celebrated in the popular press because their work provided benefits to the common man. The terms "scientist" and "technologist" were not yet in common use.

During the Second World War, Americans saw the results of enormous projects that combined the theoretical and the practical. Theoretical and experimental physics were combined with electrical, chemical, and mechanical engineering to create new weapons and countermeasures. Ordinary Americans began to see the power, chiefly military, of combining science with technology.

Following the war, successful organized efforts to conquer many diseases made celebrated heroes out of doctors, researchers, and medical scientists. Later, the U.S. and the Soviet Union engaged in the competition known as the "space race." When an American team walked on the moon in July 1969, Americans saw one of the peacetime benefits of science and technology.

Today, technology relies on pure and applied research conducted by scientists. Large technology-based organizations are increasingly turning to partnerships with universities and institutions to assure that vital research is conducted by the best-qualified people. Science and technology are not viewed as separate disciplines, but instead as a continuum. A "revolving door" commonly connects the academic and the commercial worlds and scientists and technologists move easily between the two.

The new century may bring an extended period of peace for the world. In a world characterized by economic competition and political cooperation, Americans hope that nations will combine their science and technology to benefit all of mankind in many ways we cannot imagine today.

Brian McCaleb  
Consulting Professionals United  
California, USA