

図1 スルーホールはんだ溶接部の局所分析

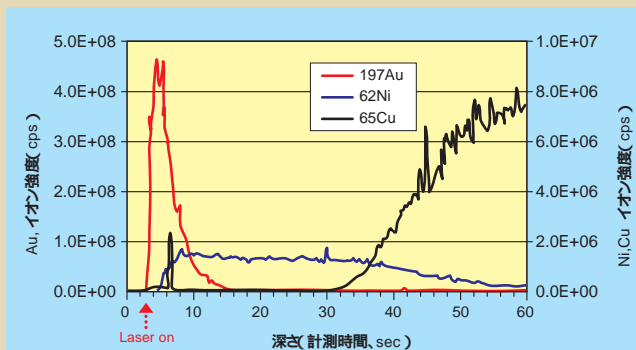


図2 コネクター端子部の深さ方向分析

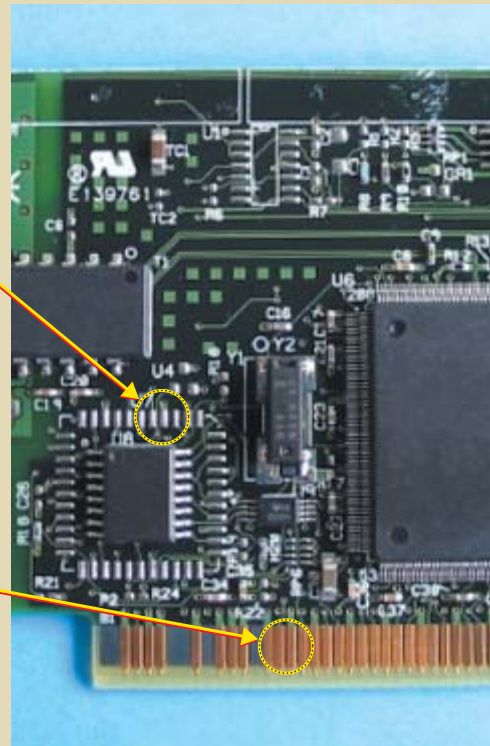


写真 プリント基板

## レーザーICP質量分析法(LA-ICP-MS)による局所・表面分析

LA (Laser Ablationの略)とは、固体試料にレーザーを照射しそのエネルギーで試料を蒸発・微粒化するもので、レーザー光の制御により微小域(5 $\mu\text{m}$ ~)や極表面の試料微粒化が可能技術です。また、ICP-MSは、電子温度が約9,000Kに達するプラズマをイオン源とした質量分析装置でありその最大の特徴は「高感度で定量性が高い」ということにあります。例えば、水溶液試料ではppt(絶対量でfg)の検出能力を持ち、電子材料等の定量分析に利用されています。すなわち、LA-ICP-MSとは、レーザーにより試料を微粒化しながら超高感度なICP-MSで連続的に分析する装置であり、今までの局所分析装置や表面分析装置に無いユニークな特徴を持っています。

上の図は、LA-ICP-MSでプリント基板(写真)を分析し、得られた時間-イオン強度曲線を示したものです。図1はスルーホールはんだ溶接部にレーザー照射し分析した例で、30秒程度の測定でCu配線上にSn-Pbはんだで接合されている様子が分かります。また、ICP-MSでは、標準物質が無くても測定イオンの強度比より

濃度推定が可能です。この測定では、Pb含有率は30%と推定され、一般的なのはんだが使用されていたことが分かります。

図2は、深さ方向分析の例としてコネクター端子部の測定結果を示しました。コネクター端子は、Cu配線上にNi及びAu処理が施されていることが分かります。レーザー1回照射当りのスパッタ深さは0.02 $\mu\text{m}$ 程度に制御可能であり、サブミクロンの深さ分解能を有しています。

従来、局所分析や表面分析には、高価な装置と高度な技術が必要のため、分析費用が高く測定に時間がかかりました。確かに、ナノレベルでの情報を得るには、高度な装置と技術が必要ですが、そこまでの情報は不要だがもっと迅速・安価に分析ができないものかと考えている方は多いのではないのでしょうか。LA-ICP-MSは、このようなニーズにお応えする新技術として今後の活躍が期待されています。

## 人を測る(4)

～細胞を測る～

計測システム事業部 守屋 進  
moriya@jfe-tec.co.jp

### 細胞を観る

前回は静脈を分光測定する話で、最近話題になっている静脈パターンの認識技術の研究に二次元分光測定が大いに役立っている話をしました。今回はさらに微小な領域で、細胞の特徴を測る話です。

一般的に、細胞の観察は顕微鏡画像により観察を行います。識別を容易にするために、細胞に色素を与えて染色することが行われます。



写真 分光顕微鏡外観



図1 染色したラットの癌組織の分光画像  
(擬似カラー化)

さらに、染色した後で、わずかな色彩の違いから特徴を抽出するために顕微鏡下での分光測定を行います。**癌細胞をイメージング分光器で観る**

写真は二次元分光顕微鏡です。この顕微鏡は、微細領域の全面的分光情報を容易に短時間で得ることのできる新しい顕微鏡です。図はラットの癌細胞をヘマトキシリン・エオシン法で染色した二次元分光画像です。図1は分光スペクトルからRGBを算出し、カラー

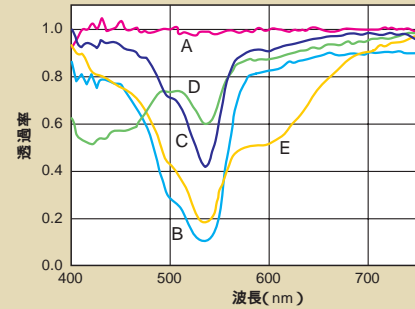


図2 各点の分光透過率

表示した組織の全体図で、図2はそれぞれの点における分光スペクトルです。細胞核の領域、細胞質の領域などの色彩がわかりやすく観察でき、定量的な情報として解析することができます。**糖尿病診断**

この二次元分光撮像技術は、さらに高感度な受光器を用いることにより、糖尿病の検査に必要な造影剤を不要にした、人体に影響を与えない観察法の確立も期待されています。

## Spectroscopy

## 光で量る(4)

～赤外線吸収分光分析技術～

分析・評価事業部 豆塚 廣章  
mametsuka@jfe-tec.co.jp

有機化合物の分析に主として使用される分光分析に赤外線吸収スペクトル法(Infrared absorption spectroscopy, IR)があります。IR分析はその測定法が簡便なこともあり、有機分析において広く利用されています。

### IRの原理

その原理は簡単に述べますと、分子は化学結合をした原子から作られています。この分子は、ばねと玉から作られた系に似た運動をしています。すなわち、絶えず伸びたり縮んだり、伸縮振動あるいは角度が曲がったり変角振動をしていて、この振動は分子固有の振動です。その分子に波長を変化させた赤外線を連続的に照射していくと、分子固有の振動エネルギーに対応した赤外線が吸収され、分子の構造に応じた特有のスペクトルが得られます。IRスペクトルから分子構造などを解析する方法を、赤外線吸収スペクトル法といいます。現在は、フーリエ変換法を用いたFT-IRの普及により、微量、微

少といった試料についても顕微FT-IR(写真)で測定が可能となっています。

### IRでわかること

IRスペクトルでわかることは、有機物の化学構造の特徴です。また、試料物質があらかじめ予想できる場合には、既知のスペクトルデータと比較することにより同定や確認ができます。したがって、樹脂、潤滑油、ゴムや異物の同定に威力を発揮します。

たとえば、フィルムや包装材料として使われるポリプロピレン(PP)やペットボトルに使われるポリエチレンテレフタレート(PET)のIRスペクトルの例を図に示しますが、両者のスペクトルは明らかに異なり、化学構造が異なっていることがわかります。さらに、構造不明の樹脂があった場合、そのスペクトルが、ここに示したものと一致していれば、PETあるいはPPということが

できます。

なお、試料が未知物質の場合はIRを測定しただけでは物質を特定できない場合もあり、核磁気共鳴吸収分析(NMR)や質量分析との併用も必要となります。



写真 顕微FT-IR装置

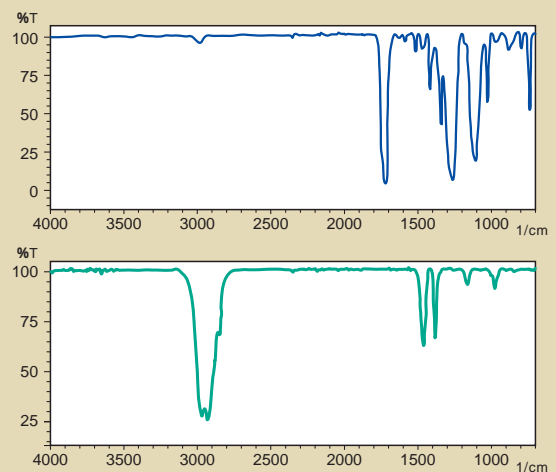


図 PET(上)とPP(下)のFT-IRスペクトル

## 環境調査トピックス(3)

～シックハウス～

環境技術事業部 大塚 健次  
ke-ootsuka@jfe-tec.co.jp

### 化学物質過敏症

現在の建築方法はビル等の室内で発生した有害物質が換気によって室外に排出されにくい傾向があり、その結果その場所で働く人々の中に頭痛、目眩、吐き気等の様々な病的症状を訴える人が増えました。これがシックビルディング症候群(Sick Building Syndrome, SBS)と言われています。日本では、ビル衛生管理法が制定されており、以前からオフィスビル等でのシックビルディング症候群の発症は抑えられていたと言われています。一方、一般の居住環境では、同じ頃に家具類からの異臭問題が発生して、原因を調査したところ家具に使用されている接着剤が原因であることが判明しました。このことからシックハウス症候群という名称が現れて、発生源によって、シックスクール、シックカー等の呼び名が生まれ、特有な化学物質への症状として化学物質過敏症(Chemical

Sensitivity, CS)という病名まで現れ社会問題となってきています。**室内化学物質のガイドライン**

この問題に対して当時の厚生省(現在、厚生労働省)が1996年に室内空気中のホルムアルデヒドに関するガイドラインを公表しました。以後、国内の空気汚染物質への行政対策が飛躍的に進展しました。指針値等は、室内化学物質のガイドライン(表)の制定(厚生労働省)、住宅性能表示制度(国土交通省)、建築基準法の改正があり

測定法でのJIS化を含めて室内空気汚染対策が進んでいます。

今後は居住空間という意味では我々のくつろぎの場所である家だけでなく、車を始め電車、学校といった日常様々な空間に生活しているため、これらの空間環境を将来に渡ってクリーンに維持することが必要だと考えています。その為に当社はこれらの空間中に存在する有害物質をサンプリング、分析する体制を整えています。

表 室内汚染物質の規制値表

有害物質	主な発生源	室内濃度指針値 <sup>*1</sup>	
1 ホルムアルデヒド	接着剤・合板・暖房器具	100 μg/m <sup>3</sup>	0.08 ppm
2 トルエン	有機溶剤・滅菌剤・接着剤・塗料	260 μg/m <sup>3</sup>	0.07 ppm
3 キシレン	有機溶剤・殺虫剤・シロアリ駆除剤・接着剤・塗料	870 μg/m <sup>3</sup> v	0.20 ppm
4 パラジクロロベンゼン	芳香剤・消臭剤・防虫剤	240 μg/m <sup>3</sup>	0.04 ppm
5 エチルベンゼン	接着剤・塗料	3,800 μg/m <sup>3</sup>	0.88 ppm
6 スチレン	発砲スチロール・樹脂	220 μg/m <sup>3</sup>	0.05 ppm
7 クロルピリホス	殺虫剤・シロアリ駆除剤	1 μg/m <sup>3</sup> , 0.1 μg/m <sup>3</sup> (小児)	0.07 ppm, 0.007 ppm
8 フタル酸ジ-n-ブチル	可塑性	220 μg/m <sup>3</sup>	0.02 ppm
9 テトラデカン	有機溶剤	330 μg/m <sup>3</sup>	0.04 ppm
10 フタル酸ジ-2-エチルヘキシル	食品容器・ビニールシート	120 μg/m <sup>3</sup>	7.6 ppm
11 ダイアジノン	殺虫剤・接着剤	0.29 μg/m <sup>3</sup>	0.02 ppm
12 アセトアルデヒド	接着剤・合板・家具	48 μg/m <sup>3</sup>	0.03 ppm
13 フェノカルブ	接着剤(農薬系)	33 μg/m <sup>3</sup>	3.8 ppb
- TVOC(総揮発性有機化合物)	-	400 μg/m <sup>3</sup> *2	-

\*1:単位換算は25 の場合 \*2:暫定目標値

## Facility Diagnosis

## 材料の目で設備を診る(2)

～耐候性鋼橋梁の腐食診断～

材料技術事業部 清水 義明  
y-shimizu@jfe-tec.co.jp

### 耐候性鋼橋梁のライフサイクルコスト

耐候性鋼材を用いる無塗装橋梁は、1998年頃から着工件数が増加しはじめ、現在全鋼製橋梁の約15%を占めるに至っています。耐候性鋼橋梁の増加理由は、社会一般にLCC(ライフサイクルコスト)の考え方が浸透したためと言われています。例えば、供用期間を100年と仮定しますと、耐候性鋼橋梁のLCCは、塗装橋梁の3～25%に過ぎません。

### 腐食診断の特徴

耐候性鋼は、適切な環境で使用されると、腐食速度が十分小さいため(100年間で0.5mm以内)、長期にわたり、橋梁部材の耐荷力を確保できる材料です。耐候性鋼の優れた耐食性は、さびの保護性に由来します。

そのため、耐候性鋼橋梁の腐食診断は、さび性状を解析する調査項目を含むことに特徴があります。

インフラ腐食診断の第一歩は、劣化状態の目視観察です。耐候性鋼橋梁は、特に目視観察を重要視し、外観見本に基づいて評価を付けます。どれほど鮮明な写真見本があっても、耐候性鋼外観からラン

キング付けを行う作業は、難しいものです。とりわけ、さび剥落の原因となるこぶ状や層状のさびを見つけ、橋の構造・雨水の流れ・地形・気象などを参考にして、成長性が否かを判定する作業は、専門的な訓練を必要とします。このため、鉄鋼や橋梁の関係団体は、実橋見学会を繰り返して開催し、評価の平準化に努めています。

### 腐食速度の測定が重要

目視観察の他にも、耐候性鋼の腐食診断

表 耐候性鋼橋梁の腐食診断評価項目

項目	内容
外観観察写真記録	評点によるさびのランキング(1～5段階)
さび厚みの測定	電磁厚計によるさび厚みの測定
付着塩分量の測定	所定面積のさびを採取し含まれる塩分量を分析
フェロキシルテスト	さび中の変色点の数やサイズから、素地鋼の腐食活性を推定
セロテ - プ試験	さび粒子の粗さ評価
さびの結晶構造同定	X線回折法によりさびの結晶成分を分析
イオン透過抵抗の測定	さびのインピーダンス測定
飛来塩分量の測定	ガ - ゼッパ、ウェットキャンドル法
板厚測定	超音波板厚計による腐食板厚減少の測定

方法は、数多く実施されています。表は、主に現地で行う計測項目を示します。中には、フェロキシルテストのように実施される機会の減少した項目、その一方、さび厚み測定のように実施頻度の増大している項目があります。測定項目の変化は、ミニマムメンテナンス橋梁の実現に向け、さび性状の定性的判定に代わり、腐食速度を示す定量的測定を重視する傾向を反映しているようです。

JFE - TECは、耐候性鋼橋梁の腐食診断に多くの実績があります。

## 最近の係争事例から(4)

～退職者の発明～

知的財産事業部 落合政信  
ochiai@jfe-tec.co.jp

今回は退職後に出願した特許に関する事例を紹介します。

### 退職者が元の勤務会社を訴えた

A社を退職した元従業員(退職者)が、発明を出願して特許権を取得し、A社を特許侵害で訴えました。これに対してA社は、本件発明は退職者が在職中に職務として行った発明であり、従って、A社は職務発明に基づく通常実施権を有しているから、特許侵害には当たらないなどと主張しました。

### 発明はいつ完成したか

裁判では、本件発明はA社の業務範囲に属するかどうか、本件発明は退職者の職務に関するかどうか、本件発明は退職後に完成したのかどうか、が争点となりましたが、結局、本件発明は、A社の業務範囲および退職者の職務範囲に属しており、また、在職中に完成させた発明であると認定して、

退職者の主張を退けています。

特に、退職者は退職後1ヶ月以内に出願していること、および、この間発明を完成させるための研究開発を行ったとは認められないことから、本件発明は在職中に完成していたものと推認しました。

### 発明完成時期の影響

A社を退職した従業員がB社に再就職した場合はどうでしょうか。A社在職中に発明を完成させた場合は、A社は通常実施権を有しますが、発明未完成のままA社を退職し、B社で発明を完成させた場合は、B社に通常実施権があり、A社に無いこととなります。

そこで、A社としては、秘密管理規程類を整備して従業員に守秘義務を課すのは勿論ですが、従業員の研究開発状況をきちんと把握し、発明が完成すれば直ちに発明を譲り受け、また発明完成時期を証明できるようにしておくことが大切です。さらに、退職時に守秘契約を締結することも有効です。

一方、B社としては、A社での発明の有無、守秘義務の有無等を確認し、無用のトラブルを発生させないような手立てを講じておく必要があるでしょう。

参考文献

松本 司：知財管理 判例と実務シリーズ No.207

## プラスチック中有害成分 分析用の標準物質

EUのRoHS指令に対応した「プラスチック中有害成分分析用の標準物質」を作製販売しています。用途は化学分析用(2水準)、成分はCd、Pb、Hg、Cr、Asです。また、鉄鋼関連の標準物質も広く手がけています。

お問合せ先：分析・評価事業部 倉敷事業所  
kurashiki-com@jfe-tec.co.jp



## お問い合わせ先

### 【分析・評価事業部】

LSIから埋蔵文化財にいたる、広範囲の分野における高精度な分析・試験・評価

千葉 TEL:043-262-2313 FAX:043-262-2199  
chiba-com@jfe-tec.co.jp

京浜 TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528  
keihin-com@jfe-tec.co.jp

知多 TEL:0569-24-2880 FAX:0569-24-2990  
chita-com@jfe-tec.co.jp

阪神 TEL:0798-66-2033 FAX:0798-66-2161  
hanshin-com@jfe-tec.co.jp

倉敷 TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618  
kurashiki-com@jfe-tec.co.jp

福山 TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989  
fukuyama-com@jfe-tec.co.jp

### 【環境技術事業部】

kankyoeigyobu@jfe-tec.co.jp

環境と省エネルギーに関するあらゆる測定、分析、評価、コンサルタント

千葉 TEL:043-264-5212 FAX:043-264-5212

京浜 TEL:044-322-6200 FAX:044-322-6528

福山 TEL:084-945-5584 FAX:084-945-3989

東京 TEL:03-3217-2177 FAX:03-3217-2169

埼玉 TEL:048-854-7928 FAX:048-854-7928

横浜 TEL:045-506-1096 FAX:045-506-1096

新潟 TEL:025-275-1101 FAX:025-270-7209

静岡 TEL:0543-37-0250 FAX:0543-37-0251

名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374

大阪 TEL:06-4390-4124 FAX:06-4390-4128

福岡 TEL:092-643-6890 FAX:092-643-6891

### 【材料技術事業部】

material@jfe-tec.co.jp

各種材料、製品、構造物の研究開発サポート、損傷解析、最適利用技術の提言

千葉 TEL:043-262-2186 FAX:043-262-2986

京浜 TEL:044-322-6189 FAX:044-322-6528

名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374

### 【計測システム事業部】

kaihatsu@jfe-tec.co.jp

分光器関連、導電性樹脂等、商品の開発販売、各種分野の計測診断

千葉 TEL:043-262-2014 FAX:043-262-2665

京浜 TEL:044-322-6273 FAX:044-322-6529

### 【知的財産事業部】

pat@jfe-tec.co.jp

知的財産の発掘・権利化、特許調査・出願支援、係争等のサポート

東京 TEL:03-3201-4847 FAX:03-3201-4859

### 【技術情報事業部】

joho@jfe-tec.co.jp

各種技術動向・情報調査、ISO等のマネジメント支援、翻訳・WEB製作、数値解析

京浜 TEL:044-322-6429 FAX:044-322-6520

くわしくは、会社ホームページで <http://www.jfe-tec.co.jp>

このパンフレットの送付中止、宛名変更は [jfe-tec-news@jfe-tec.co.jp](mailto:jfe-tec-news@jfe-tec.co.jp) へご連絡ください

JFE-TEC News 2005

No.5

2005年10月発行

発行人/実川 正治

発行所/JFEテクノリサーチ(株) 技術情報事業部

〒100-0005 東京都千代田区丸の内1-1-2( JFEビル)

Tel: 03 - 3201 - 4892

© JFE Techno-Research Corporation 2005

印刷所/大日本印刷株式会社