

CONTENTS	I 蛍光顕微鏡による内部欠陥・内部組成の可視化技術の紹介
	II 自社商品「ラボタオル」「ラボタオルミニ」「CARBO-R NEW」の紹介

技術特集

蛍光顕微鏡による内部欠陥・
内部組成の可視化技術の紹介

分析事業本部 営業部

小林 勇太



1. はじめに

「ものづくり」は常に不具合と隣り合わせである。不具合は、製品（部品）であれば腐食、変色、剥離、膨れ、破断など現象が様々である。通常検査工程においてこれら不具合は発見される。しかしそうしたなかで発見が難しく、比較的多く発生し問題となるのが「内部欠陥」である。製品表面に目視で明らかに確認できるクラック（ひび割れ）が存在すれば、内部欠陥を推測し発見できる。しかし表面のクラックが微小で一見正常であれば内部欠陥を発見し難い。場合により実機搭載後に漏れ出てはならない液体や気体が流出（リーク）し、トラブルや市場クレームとなる可能性がある。

一般にこの流出の起点となる内部欠陥をリークエリアと呼ぶ。そのリークエリアを確認する手法として、次の試験が挙げられる。

- ① リークエリアから漏れる気体を界面活性剤を使用して調べる発泡漏れ試験
 - ② 蛍光体を混合した浸透液を、リークエリアに塗布後その表面から洗浄除去し、ブラックライト照射して探傷を行う蛍光探傷試験
 - ③ 内部に加圧気体を満たした後、リークエリアを水などの液体に浸漬し、発生する泡で漏れを検出する水没試験
- 通常、これらの手法でリークエリアを特定した後、詳細な内部の情報把握を目的に断面観察を行う。しかしリークエリアは、表面が極めて微細かつ不明瞭な場合が多く、その全貌を捉えるのが困難である。

そこで本稿では蛍光包埋樹脂と蛍光顕微鏡を用いた蛍光観察によりリークエリアの全貌を断面から捉えた事例と、併せて、蛍光観察を応用した LED 内部組成把握の事例を紹介する。

2. 蛍光顕微鏡観察の仕組み

(1) 蛍光とは

基底状態にある物質に励起光（紫外線や可視光線）を照射すると光エネルギーを吸収して励起状態に遷移する。その後、元の基底状態に戻る過程でエネルギーを光として放出する。この放出される光が蛍光であり、光を発する物質を蛍光物質と呼ぶ。（図 1 参照）



図 1

通常、蛍光物質が放出する光の波長は、吸収した励起光より長い。例えば青色の光を吸収すれば緑色の光を発し、緑色の光を吸収すれば赤色光を発する。

(2) 蛍光顕微鏡とは

蛍光の性質を利用し、物質に励起光を照射して生じる蛍光を観察する装置である。元来微生物や植物組織が発する自家蛍光（一次蛍光）を対象としていたが、現在主に蛍光物質を利用した観察に活用されている。

蛍光色素の蛍光スペクトル（図2の緑線）が励起光の吸収スペクトル（図2の青線）よりも長波長側にシフト（移動：ストークスシフト）するので、この差を利用すれば蛍光色素が発する蛍光のみを観察できる。

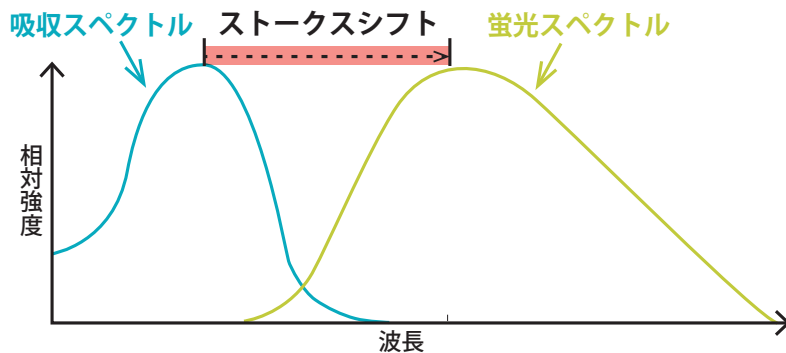


図2

（公益社団法人高分子学会ホームページの3.3 蛍光観察法（蛍光顕微鏡）図9を参考に作成した）

3) 蛍光顕微鏡の構造

蛍光顕微鏡は、図3の構成を基本とする。励起フィルター、ダイクロイックミラー、および蛍光フィルターが通常1つのフィルターキューブ（筐体）に収められ、対象の蛍光を観察できるよう設計されている。各々の機能について、以下に説明を加える。

①励起フィルター

蛍光物質の励起に必要な波長の光を励起光源（一般には水銀ランプ）から抽出する素子。

②ダイクロイックミラー

励起光と蛍光を分離する光学素子。通常の鏡と異なり、特定の波長の光のみを反射し、それ以外を透過する特性がある。この性質を利用し、励起フィルターを透過した光はダイクロイックミラーにより「反射」され（90°折り曲げられ）、対物レンズ及び試料方向へ導かれる。さらに試料が放出した蛍光は選択的に「透過」され、観察者（もしくはカメラ）方向に進む。

③蛍光フィルター

試料の蛍光とその他の不要な散乱光などを分離する光学素子。ダイクロイックミラーを透過した蛍光を通し、その他の励起の漏れ光（試料や光学系からの散乱光）などを通さないように働く。

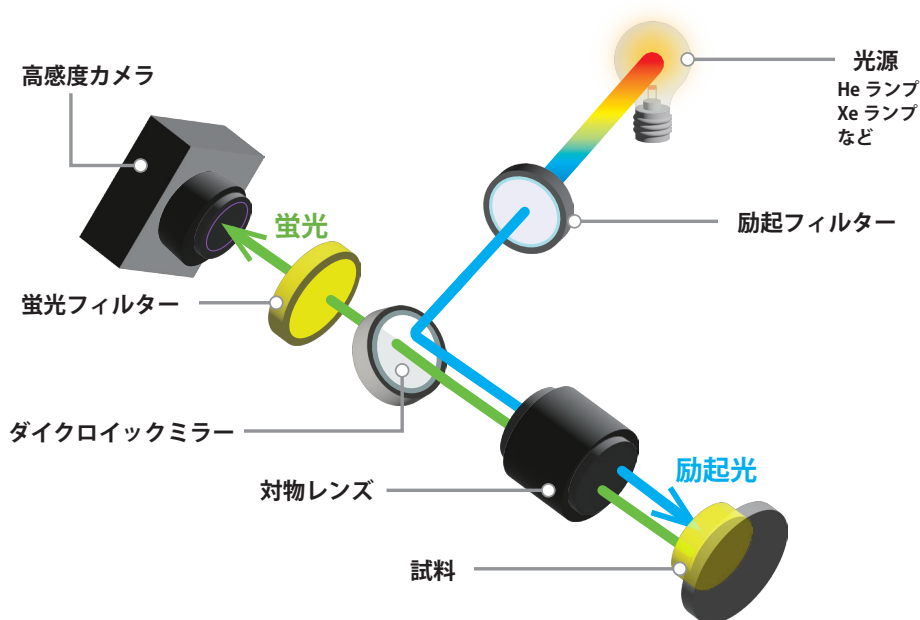


図3 蛍光顕微鏡の構造

3. 蛍光を利用した内部欠陥（リークエリア）断面観察事例

(1) 高分子材料の内部欠陥観察

人為的に内部欠陥を発生させた高分子材料（エポキシ樹脂）の模擬試料を作り、その断面観察を行った。蛍光包埋樹脂（蛍光物質を混合した樹脂）を用いてその模擬試料を包埋した後に断面研磨加工を行い、蛍光顕微鏡観察に、そしてそれと比較のため落射観察（通常の顕微鏡観察）にも供した。観察手順を写真1から写真8に示す。

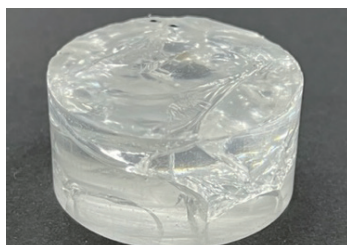


写真1 内部欠陥に加え、かつ表面までクラックが到達した模擬試料を作製する。



写真2 蛍光物質含有粉末



写真3 蛍光物質を包埋樹脂に添加



写真4 均一に混ぜて蛍光包埋樹脂を作製



写真5 模擬試料をカップ内に静置し、蛍光包埋樹脂を流し込んで包埋・硬化させる。

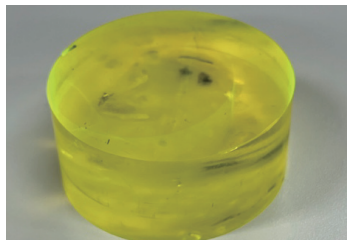


写真6 カップから取出し、観察試料とする。



写真7 任意の箇所まで研磨し、断面を出す。

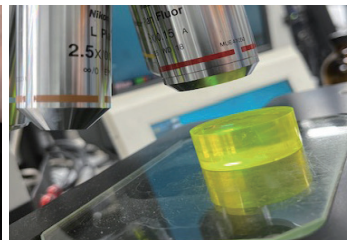


写真8 蛍光顕微鏡に試料を取り付け、観察を行う。

(2) 観察結果

図4と図5に観察結果を示す。

図4の落射観察像は全体に不明瞭であり、クラックのような痕跡がわずかに確認できる程度である。観察者によっては、クラックに気付かず、見逃す可能性が高い。

一方図5の蛍光観察像は視野全体にクラックが明瞭に認められ、クラックの形状、発生範囲を明確に視認できる。蛍光観察は観察者の力量や顕微鏡の性能による影響を受けないため、「誰が観察しても同じように」クラックの状況を把握できる。このように蛍光を用いた観察は、簡便ながら微小クラックの解析に有効な手段といえ、製品検査、品質管理への利用が期待できる。

今回は高分子材料を例としたが、金属、セラミック、プリント基板などの電子部品等、基本的に樹脂包埋可能な試料であればすべてに適用できる。



図4 落射観察像

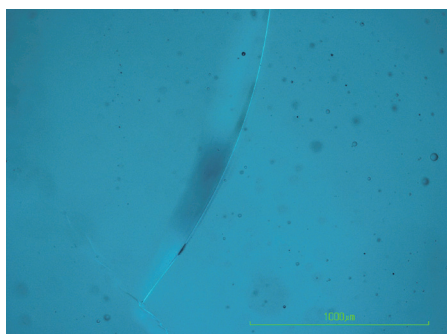
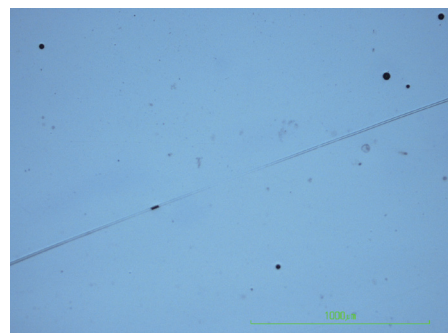
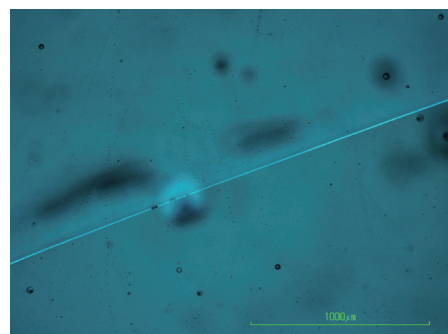


図5 蛍光観察像



4. 蛍光観察の応用 — LED の蛍光体観察—

内部欠陥ではないが、蛍光を用いた観察事例をもう一つ紹介したい。

市販の懐中電灯からLEDのみを取り出し、通常の樹脂包埋を経て断面研磨を行い、蛍光観察に供した。観察工程を写真9から写真12に、観察結果を図6から図9に示す。



写真9 市販のLED電球を分解する

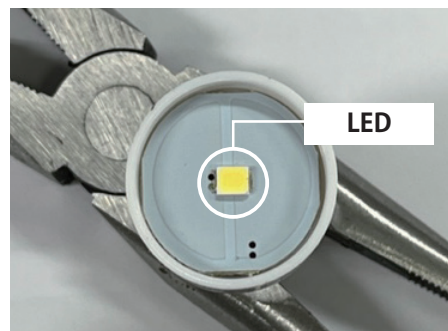


写真10 LEDを取出す

図6と7の落射観察像は、露出粒子を明瞭に確認できるが、当然各蛍光体が発光していないため、蛍光体の種類を推測できない。一方、図8と9の蛍光観察像は、蛍光体粒子の発光色が明瞭に確認できる。ただし透過像のため、どの粒子が断面に露出しているかの判断が困難である。

そこでこの2つの観察モードを組み合わせれば、断面に露出した粒子とその発光色の両方が確認できる。

LED電球・LED照明で利用される白色LEDは、青色LEDに補色となる蛍光体を組み合わせて構成する。組み合わせる蛍光体は、黄色蛍光体、黄色蛍光体と赤色蛍光体、緑色蛍光体と赤色蛍光体などを利用する。蛍光体の発光色およびその組成を表1に示す。

蛍光体はそれぞれ構成元素が異なり、一般にSEM-EDSやEPMAほかの元素分析装置で組成を確認する。蛍光観察像を見ながら元素分析装置で定性分析を行えば、発光色と組成の確認ができるなど相乗した結果が得られる。分析を組み合わせ得られる結果をわかりやすくする蛍光観察の応用例である。



写真11 樹脂包埋、研磨してLEDの断面を露出させる。(蛍光物質を用いた包埋は行わない)

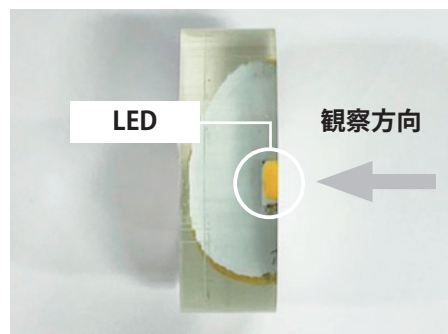


写真12 断面観察を行う

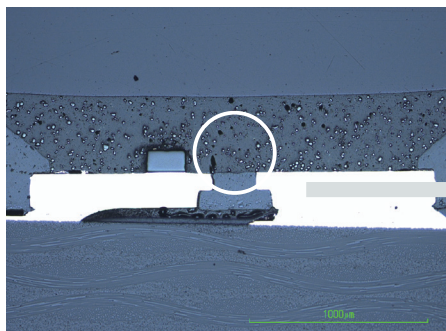


図6 落射観察像（全体）

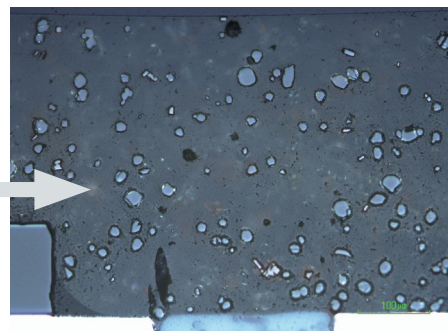


図7 落射観察像（拡大）

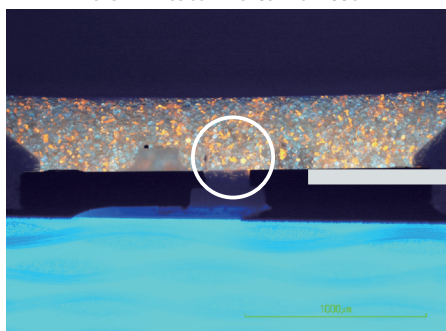


図8 蛍光観察像（全体）

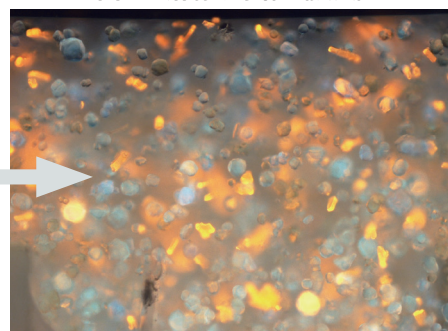


図9 蛍光観察像（拡大）

表1 蛍光体の発光色と組成⁴⁾

発光色	化学式	発光色	化学式
黄	$\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$	緑	$(\text{Si},\text{Al})_3(\text{O},\text{N})_4:\text{Eu}^{2+}$
	$\text{La}_3\text{Si}_6\text{N}_{11}:\text{Ce}^{3+}$		$\text{Y}_3(\text{Al},\text{Ga})_5\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$
赤	$\text{CaAlSiN}_3:\text{Eu}^{2+}$	青	$(\text{Sr},\text{Ba})_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2:\text{Eu}^{2+}$
	$(\text{Sr},\text{Ca})\text{AlSiN}_3:\text{Eu}^{2+}$		

(注) 表は三菱ケミカル株式会社ホームページ「光デバイス用蛍光体」主な製品ラインナップから抜粋・編集した。

4. さいごに

蛍光顕微鏡を用いた内部欠陥・内部組成の可視化事例を紹介した。通常の観察で得られない情報を、蛍光観察は明瞭に把握できる。当社は各種マイクロスコープ、電子顕微鏡、金属顕微鏡ほかの形態観察装置を多数有しており、開発品、試作品、クレーム品など様々な供試体の分析、解析を日々行っている。内部欠陥に限らず、製品の不具合などお困りごとがあればお気軽にご相談いただきたい。当社の観察技術が、お客さまのお役に立ち、日本のものづくり発展の一助となれば幸いである。

[参考資料]

- 1) 谷村康行. 絵とき 非破壊検査 基礎のきそ. 日刊工業新聞社. 2011. p.22-52.
- 2) ニコン. "落射蛍光顕微鏡のしくみと蛍光フィルターの選択方法". 顕微鏡の基礎知識. https://www.microscope.healthcare.nikon.com/ja_JP/resources/basic-knowledge/observation/fluorescence, (参照 2023-06-07).
- 3) 高分子学会. "3.3 蛍光観察法(蛍光顕微鏡)". 内部構造の分析法, 高分子分析の原理・技術と装置メーカーリスト. https://www.spsj.or.jp/equipment/news/news_detail_80.html, (参照 2023-06-07).
- 4) 三菱ケミカル. 光デバイス用蛍光体. https://www.m-chemical.co.jp/products/departments/mcc/ledmat/product/1202974_7352.html, (参照 2023-06-07).

自社商品「ラボタオル」「ラボタオルミニ」「CARBO-R NEW」の紹介

商品事業本部
脇田 勝



1. はじめに

当社は社名の由来であるユニーク（独創的）でユニバーサル（総合的）なケミカル（理化学）カンパニーとして、モノづくり企業を主とするお客様、社会や地域、組織などが抱える課題や諸問題を、理化学技術を基礎とした独自のアプローチで解決する活動を行っています。そうしたモノづくり企業を始め社会・地域を支援する当社の目的を達成するため、現在次の3つの事業を展開しています。

- ①**分析事業** 理化学分析・試験・検査・計測、公害測定・環境調査、受託研究、消防法試験・火災原因調査 等
- ②**商品事業** オリジナル商品の開発・製造・販売、OEM 受託、化成品・測定機器の取扱販売、SDS 作成支援 等
- ③**新事業** 教育・コンサルティング、宇宙関連事業の企画・運営、理化学分析の内製化支援、嗜好品企画開発 等

特に②商品事業は、創業（1972 年）から 52 年目を迎えた現在まで続く、分析事業と並ぶ祖業です。その活動は、従来分析事業内の 1 グループが担ってきました。その後 2022 年 4 月に分離独立した「商品事業本部」が、一事業部としてその活動を引継ぎました。その設立目的は、商品開発・改良の加速化と品質管理の厳格化、商品の安定供給体制強化を促進して、お客様や社会へ今以上に貢献することにあります。

そこで本稿では、新設された商品事業本部が注力する主要商品「ラボタオル」「ラボタオルミニ」「メタルクリーナー CARBO-R NEW」についてその仕様や特徴、開発の目的・経緯などを紹介します。

2. 商品一覧

現在の当社オリジナル商品の一覧を表 1 に示します。

表 1 商品一覧

商品名	種別	特徴
ラボタオル ラボタオルミニ	ペーパーウエス	オールマイティーな安心安全品質のクリーンペーパー
CARBO-R NEW	金属脱脂洗浄剤	金属に付着した頑固な汚れを確実、迅速に除去
アスベストワカールプロ	アスベスト簡易判定試薬	現場で簡単にアスベストスクリーニング検査が可能
ユニチェック	絶縁油酸価判定試薬	絶縁油の劣化指標である全酸価を現場で正確、迅速に判定可能
フルフラールチェック・ユニ	絶縁油フルフラール判定試薬	変圧器の劣化・更新の目安となる油中フルフラール量を現場で簡易判定
分析業と業務管理	書籍	検査・試験・測定分析業と業界が抱える諸問題に鋭くメスを入れ、その解決法を例示した業界初の指南書
ASTRONAUTSWATER／アストロノーツウォーター（宇宙の種水）	ミネラルウォーター	ISS（国際宇宙ステーション）飲用水の源泉水として採用された種子島の湧水を、手軽に飲めるアルミパウチでパッケージ

以上 7 種類の商品を国内外のモノづくり現場、同業社である測定分析機関、一般ユーザーなどへと展開しています。次項より、上記 7 種類の中から主要 2 商品について詳細に解説を加えていきます。

3. 主要製品の紹介

3.1 ディスポーザブル紙ウエス「ラボタオル」「ラボタオルミニ」

(1) **商品の特徴** ー分析会社が作った分析会社のための紙ウエスー

二つの商品は、ラボ（研究室、分析室）での使用を想定して開発した高品質、高性能な使い捨てタイプ（ディスポーザブル）の紙ウエスで、主な特徴は以下の 3 点です。



写真1 ラボタオル
レギュラーサイズタオル



写真2 ラボタオルミニ
スリムサイズタオル

① クリーンな紙質

塩素、硫黄などの腐食原因物質が少なく、払拭による残留汚染が起きにくい。(図1)

② 高強度、低発塵

繊維の結合を強化して繊維脱落を防ぎ、使用による毛羽立ちや紙粉発生を抑制し(図2)、繰り返し使用可能な強度も併せ持つ。(図3)

③ 高吸収性

表面のエンボス加工により高い払拭性能と吸収性能を実現。(写真3, 図4)

「ラボタオル」「ラボタオルミニ」は、以上の機能を、当社ラボでの分析技術者によるフィールドテストや物性試験・成分試験などにより実証確認しています。分析試験所、検査機関、精密部品を取り扱う事業所など、腐食やコンタミネーションを避けたい現場での使用に適した指向性の強い製品として開発・販売しました。

耐久性試験(ドライ擦過性)

試験方法：自社試験方法(研磨紙上を一定速度・荷重で擦り合わせる。)写真は試験後の紙ウエスの状況を示します。7往復しただけの比較サンプルに破損が見られる一方、試験25往復後のラボタオルには破損が認められません。



ラボタオル

25 往復後



比較サンプルⅠ

7 往復後

図3 耐久性試験

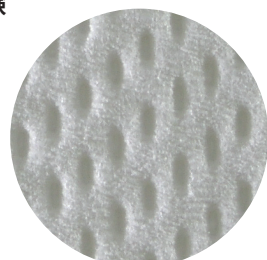


写真3 エンボス加工

単位: mg/kg	塩素	硫黄	硝酸
ラボタオル	43	0.8	1.7
比較サンプルⅠ	230	8	45

腐食性ハロゲン溶出試験

ラボタオル

比較

比較サンプルⅠ

試験方法 溶出: JIS P 8144 分析: イオンクロマトグラフ法

43

塩素分

230

0.8

硫黄分

8

1.7

硝酸分

45

図1 腐食性ハロゲン溶出量

	紙粉量 [mg]
ラボタオル	52.7
比較サンプルⅠ	93.6

紙粉付着度試験

ラボタオル

比較

比較サンプルⅠ

水を研磨紙に注ぎ、一定荷重を加えた紙ウエスで拭き取った際に発生する紙粉量を比較
単位: mg

52.7

紙粉量

93.6

図2 紙粉付着度

	吸水度 [mm]
ラボタオル	170
比較サンプルⅠ	81

吸水度試験

ラボタオル

比較

比較サンプルⅠ

試験方法: JIS P 8141 クレム法
単位: mm

170

吸水度

81

図4 吸水度

(2) 高い汎用性 ー様々な現場でオールマイティーに活躍ー

図5は過去約30年間の日本国内の紙需要を示すグラフです。

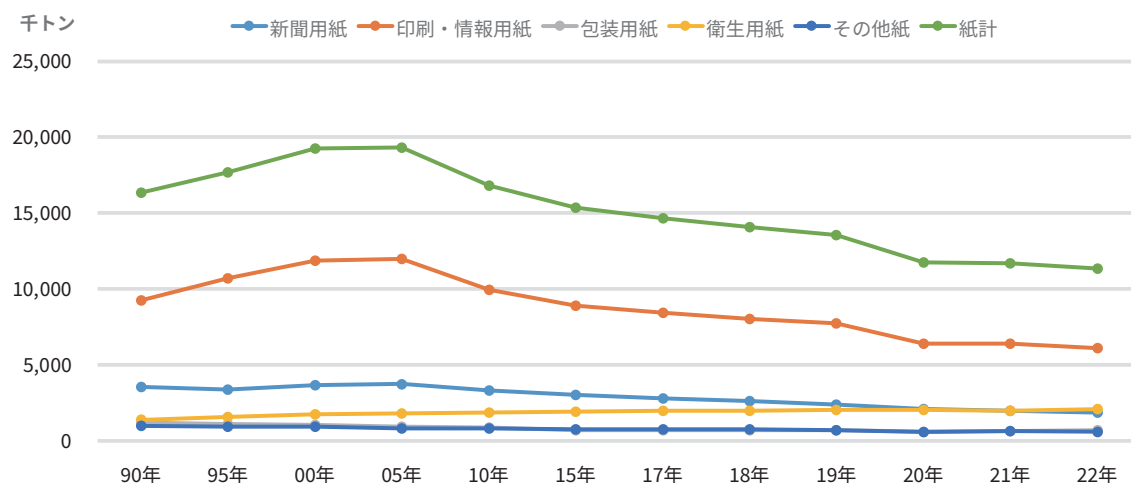


図5 紙の内需推移
(日本製紙連合会ホームページの「紙・板紙内需」データを編集し図にした)

人口減少やIT化の加速等の影響により紙全体の需要は減少の一途をたどる一方、衛生用紙のみ微増ではあるが上昇傾向を維持しています。個人消費や業務用など、払拭に使用する紙の需要は伸びていると判断されます。

当社製品「ラボタオル」「ラボタオルミニ」も同様の傾向であり、2006年の発売開始以来17年間、おかげさまで順調に出荷数量が伸びています。特筆すべきは、当初想定した市場以外での需要増です。そのユーザーは整備・修理工場、食品工場、病院、介護施設、学校、保育所、アミューズメント施設など多岐にわたります。前述した製品の特徴が、期せずしてこれらの現場が抱えるニーズにも適合したからだと考えられます。

昨年度のユーザー比率を図6に示します。検査分析試験所、精密部品取扱事業場以外での需要が多いことが分かります。

(3) 製品仕様

「ラボタオル」「ラボタオルミニ」は姉妹品です。違いはサイズとプライ数（貼り合わせ枚数）で、目的に応じて使い分けます。

各々の製品仕様を表2に示します。

表2 製品仕様

製品名	主原料	表面加工	シートサイズ	プライ数	ケース入数	ケースサイズ	ケース重量
ラボタオル	パルプ(100%)	エンボス加工	330×380 (mm)	4 プライ	50 枚/束×24 束=計 1,200 枚	690×400×400(mm)	約 14kg
ラボタオルミニ	パルプ(100%)	エンボス加工	330×340 (mm)	3 プライ	50 枚/束×24 束=計 1,200 枚	695×375×365(mm)	約 10kg

3.2 金属脱脂洗浄剤 メタルクリーナー「CARBO-R NEW（カルボアール ニュー）」 (以降「カルボR」と記します)

(1) 開発経緯 ー製造に係るお困りごとの解決策ー

カルボRは、金型洗浄剤として1981年に販売を開始したロングセラー商品です。当時、金型の汚染による製品の成型不良に悩まされていた自動車部品メーカー様からの相談が開発のきっかけとなりました。

金型を使用する成形加工には、プレス、鍛造、鋳造、射出成形、真空成形など様々な種類がありますが、いずれの加工においても金型の汚染は成型不良の一因となり得えます。



写真4 CARBO-R NEW

一例として、ゴムの金型加硫成形で発生する成形トラブルと推定されるその発生要因について、表 3 に記します。

表 3 成形トラブルと内容、推定される発生要因

成形トラブル	内容	主な推定される発生要因
金型汚染	金型に短時間で汚染物が付着、堆積、固着し外観不良となる	ゴム、ゴム配合剤および分解物などの付着、固着 離型剤、防着剤などの付着、堆積、保管 加硫温度・圧力などの影響など
離型不良	成形品が金型より取り出し難い 外傷の発生	加硫不足または過加硫状態 水分の混入 金型表面の汚染 高温時の物性低下

(注) 山口幸一³⁾ の報告にある表 1 から一部抜粋して転記

上記の通り、金型は様々な物質による汚染のリスクにさらされており、定期的に洗浄を行い、清浄な状態に保つ必要があります。

カルボ R は成形不良（成形トラブル）抑止を目的として、原因となる金型の汚染を解決するために、金属表面に付着した種々の汚染物質を確実、迅速に除去するために開発されたエアゾール式金属洗浄剤です。

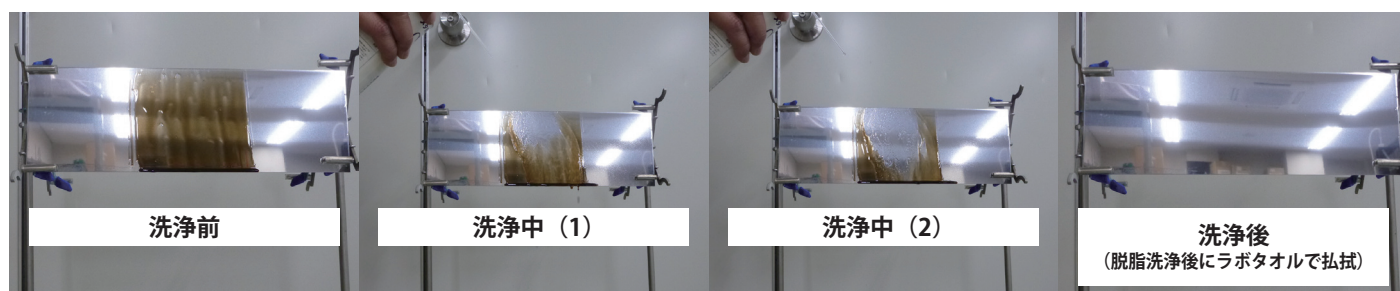


写真 5 製品テスト（オイル除去）の様子

(2) 製品の特徴 —強力な洗浄力—

カルボ R は、溶解力の優れた複数の溶剤に高極性溶媒を配合し、強力な浸透力、溶解力、分散力を実現しています。油脂類の汚れはもとより、カーボン（樹脂やゴムの炭化物）、タール質、製品からブリードした物質など、様々な汚染物質に対して効果を発揮します。特に、金属腐食の要因となる水分・水系汚れ（エマルジョン）も除去可能なのが特徴です。（写真 5）

(3) 広い適用範囲 —ハイエンドのパーツクリーナーとして—

カルボ R は、高性能、高機能な仕様により、金型洗浄以外にもお役に立っています。治具・工具の洗浄、機械・設備のメンテナンス、業務用什器の清掃、自動車・オートバイ・自転車の整備など。ハイエンドのパーツクリーナーとして頑固な汚れを落す場面で使用されています。

4. さいごに

商品事業本部が主力商品と位置付ける 2 商品について紹介しました。最近は各種メンテナンス作業において、カルボ R で洗浄しラボタオルで拭き取りをするエンジニアの方が増えています。各々の性能を高く評価いただいてのセット使用は、開発・製造者として大変光栄に思います。

今後もユーザーの声に真摯に耳を傾け、より社会のお役に立てるよう商品の改良と開発に尽力致しますので、引き続き当社ならびに当社商品を御愛顧賜りますようお願い申し上げます。

【参考資料】

- 1) 日本製紙連合会. 製紙産業の現状、紙・板紙：需要推移. <https://www.jpa.gr.jp/index.php> (参照 2023-06-04) .
- 2) 日本金型工業会. 金型ってなに？：金型の種類. <https://www.jdmia.or.jp/mold/> (参照 2023-06-04) .
- 3) 山口幸一. 金型汚染など成形トラブルとその防止技術. 日本ゴム協会誌. 2017, 90(2), p.47-53

CONTACT

TEL 052-682-5069
<https://unichemy.co.jp>