

「ものづくり」による質量分析計の開発

三木 伸一

1 はじめに

私は、国内の理化学機器メーカーに入社し、それ以降、30年近く質量分析計に携わっている。

質量分析計開発の本流の一つとして、大阪大学には50年以上に及ぶ質量分析法の研究実績があり、現在も豊田岐聡教授が率いる理学研究科質量分析グループが、その伝統技術を継承している。その大阪大学が研究開発を行ってきた数多くの質量分析法の歴史の中で、電場と磁場を組み合わせた二重収束型イオン光学系はベストセラーとなり、多くのユーザーから高い評価を受けている。中でも1980年代、米国MITのKlaus Biemann教授が導入を決めたJMS-HX110/110は、ライフサイエンス分野の扉を開く大きな第一歩となり、その後アメリカ国内に同様の装置が数多く導入された。私は1992年から8年間、それら質量分析計の技術者としてアメリカに駐在し、Biemann教授をはじめ、多数の研究者の方々と接する機会を得たが、質量分析計への期待、今後の課題等、生の声を聞いたことは、その後の質量分析計開発において、大きな自信となっている。

2 理論性能を阻害する要因

ところが、数多くの装置に触れているうちに、ふと気付いたことがある。同一機種でありながら、製品出荷時の性能仕様は満たしているものの、性能が良いもの、そこそこのものが存在し、自身の調整方法に問題があるのかと、何度も再調整を試みるが、性能の良いものは、何度行っても容易に再現できるのに対し、そこそこのものは、何度行っても、そこそこの性能しか得られない。その原因を探求したこともあるが、シンプルな答えに到達することは、ほとんどなかったのが実情である。

理想的なイオン光学性能の実現を阻害する要因として、代表的なものは以下のとおりである。

a) 機械加工・組立精度不足による影響

理想的なイオン光学系を実現するためには、構成部

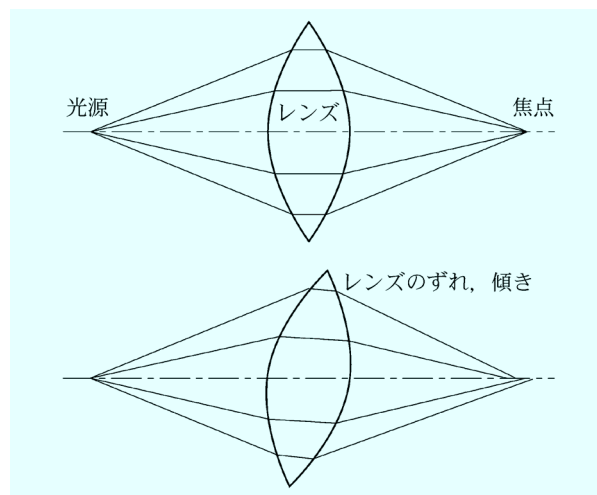


図1 光学レンズの取り付け精度と性能

品個々の加工精度を高め、且つそれらの組み立て累積誤差を最小限に抑えることが求められる。理論的に許容される誤差は、その機種、および箇所によって異なるが、一般的には10~20 μm 程度の累積誤差は許容されるものの、それ以上は、性能に悪影響を及ぼす可能性が高い。イオン光学系を形成する電場、磁場は、光学レンズで表現される事があるが、図1のとおり、光軸に対し、レンズの取り付け位置、角度に理論位置からのずれが生じた場合、焦点位置が定まらず、高性能は得られない。

b) 磁場の不均一性

その次に無視できないのが磁場の不均一による悪影響である。二重収束型には、一般的に電磁コイルを用いた磁場が用いられるが、質量分散性能を有する磁場は、高い磁束密度と均一性が求められる。しかし、強磁性材料の製造時のばらつきも無視できず、結果、性能差が生じてしまう。

その代表的材料として、磁力の飽和限界を高めるために、純鉄に少量のコバルトを添加したものが用いられるが、比重の異なる金属を均一に熔融し凝固させることは容易ではなく、職人の技に頼らなければならず、安定供給に問題が生じることも少なくない。

c) 磁化部品による影響

イオン源で生成されたイオンは、電場、磁場に対し敏感に反応し、挙動を変える。質量分析法は、そのイオンの挙動を理論的に計算、制御し、質量分離を行っているが、特に運動エネルギーの低い状態では、微弱に磁化された部品の影響をも受けることがあり、性能を左右する。一般的に性能にかかわる機能部品は、オーステナイト系ステンレス鋼やチタンなど非磁性材料を用いるが、非磁性ステンレス鋼である SUS304、316 系を用いても、冷間加工による影響で磁性を帯びることが多く、熱処理等による改質も考慮しなければならない。

d) 光学系構成部品の汚れ

電場を形成する電極表面に付着した指紋は、数十 mV 程度の電場の乱れが生じるとされる。機械加工の際、最近では取り扱いが容易で安全な水溶性切削液が使用されることが多いが、やはり油性の切削液は加工性が良いため、今でも多く用いられている。しかし加工後の脱脂処理が不十分の場合、電場の乱れ以外に、切削油の炭化水素系成分がバックグラウンドとして出現することも珍しくない。過去には、フロンが最高の洗浄剤として多用されていたが、環境破壊の原因として使用が制限され、現在ではアルカリ系の洗浄法以外に、プラズマ、電子ビームを用いた洗浄法も用いられている。その他の非磁性材料として、軽量化のためにアルミニウムを用いることもあるが、アルミニウムは表面に厚い酸化被膜を形成するため、一般的にはニッケル等のめっきを施すことが多い。しかし、めっき前の洗浄プロセスでコンタミネーションが生じてしまう危険性もあり、開発側として、めっき業者とのすり合わせも必要となる。加えて、埃^{ほこり}等が電極表面に付着した場合も同様に形成される電場に悪影響を及ぼし、また電極に高電圧を印加した場合、放電の原因にもなるため、クリーンブースの中で組み立て作業を行う等、注意深く作業を進めなければ、安定した性能は得られない。

以上述べたとおり、様々な性能を阻害する要因はあるものの、質量分析計の開発を「ものづくり」として取り組めば取り組むほど、機械加工の高精度化は、最も重要、且つ困難なテーマとなる。

3 ものづくりへの挑戦

アメリカ駐在中に、MS 技術の目覚ましい進歩を痛感しつつ、駐在期間を終え帰国したが、そこで任されたのが、QMS（四重極質量分析計）の開発である。大手メーカーが圧倒的に有利な状況下で、価格勝負は得策ではなく、付加価値、その中でも高性能を目指す道を選んだ。しかし、それが苦難の始まりとなった。

QMS の心臓部である四重極電極は、図 2 のとおり四つの電極で囲まれた中心付近に双曲電場を形成するための主要構成部品であり、電極形状は双曲形が望まし

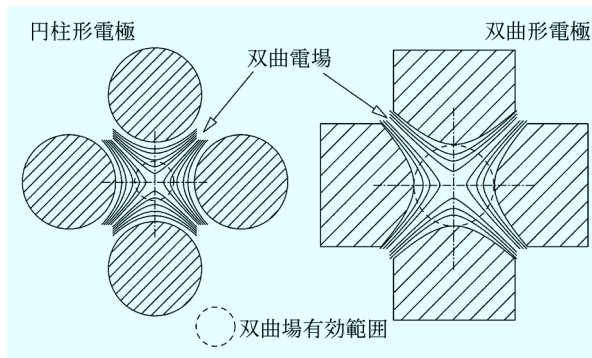


図 2 四重極質量分析計に用いられる電極

い。しかし、電極の機械的精度が性能に大きく影響することは周知であり、加工、組み立てが比較的容易な円柱形電極を採用するメーカーも多いが、この場合 MS フィルターとして機能する有効電場範囲は、内接円径の半分程度となってしまう。よって同程度の電極サイズで比較すれば、加工が困難ながら、双曲形電極を採用した方が性能上圧倒的に有利であり、開発は、双曲形電極を採用する前提で進められた。しかし残念ながら、当初の試作では期待した性能からは程遠い結果となってしまった。

必要とされる加工精度として、双曲形状の実現はもちろんのこと、長さ方向の真直度、加えて 4 本を組み合わせた際の対向する電極間の平行度は $10\ \mu\text{m}$ 以下が必要とされるため、その電極単体の加工、及び位置出しのノウハウを確立するまでに、何セットも試作を繰り返さなければならなかった。その過程で学んだことの一つとして、設計する側の期待と、加工を行う側の現実とは必ずしも一致しておらず、その問題を解決するためには、自ら加工業者に足を運び、開発側の意図を伝え、加工上の問題点等の意見を聞きながら、形状の変更等、改善を地道に重ねたことが、成功につながった大きな要因と言える。

4 マルチターン飛行時間型質量分析計の開発

その後 2007 年から、大阪大学理学研究科の豊田教授

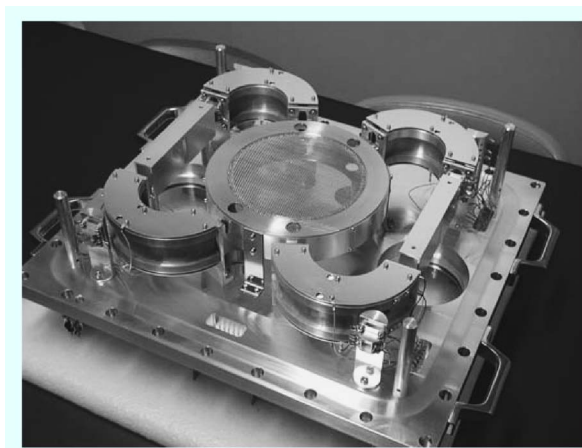


図 3 MULTUM-II (大阪大学)

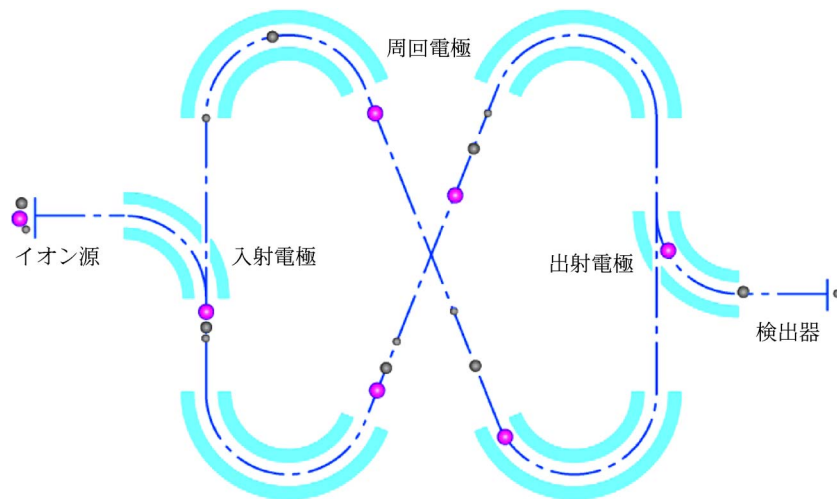


図4 マルチターン光学系

とともに、マルチターン飛行時間型質量分析技術をベースに製品化を目指した。1990年代に大阪大学で研究開発が続けられていた MULTUM-II (図3) は、30万を超える分解能を40 cm 四方の光学系で実現したが、我々は、この半分の光学系サイズ(20 cm 四方)を製品に採用することとした。

マルチターン技術とは、図4のとおり四つの周回電極を用いて、イオンの周回軌道を形成し、イオン源で生成されたイオンを、タイミング制御された入射電極のON/OFFにより周回軌道に打ち込み、複数周回後に、同じくタイミング制御された出射電極によりイオンを排出し、検出器に導く。周回数を増やすことでイオンの飛行時間を伸ばし、小型ながら高分解能を実現可能な技術である。

しかし、イオンが周回を重ねる過程で軌道から外れるイオン量が多い場合は十分な感度が得られず、実用的とはいええない。マルチターン光学系は、その難題を克服し、完全収束を実現しており、理論的には周回を重ねてもイオン強度の減衰が生じない、画期的な光学系である。この完全収束を実現するためには、各周回電極の外側と内側のギャップが一樣であり、且つその4組の電極の取り付け位置精度が10 μm 以内に抑えられなければならない。加工、組み立て方法にはQMSで培われた加工技術が活かされている。

質量分析計は、理化学機器の中でも構造部品の高い加工・組み立て精度が要求される装置であり、各メーカー共、技術的課題を克服してきたが、近年主流となった飛行時間型質量分析計は、機械加工精度よりも、高度な電子制御技術が要求されるようになってしまった。しかし、現在取り組んでいるマルチターン飛行時間型質量分析計は、飛行時間型でありながら、高い加工・組み立て精度が要求されるが、これまで大型機でなければ実現できなかった性能を、小型で実現することが可能となり、装置自身を現場に持ち出すことで、新たな市場が創出できるものと考えている。

5 おわりに

最後に、私が理想とする、ものづくりのポイントを簡単に述べると、まず開発者は、理論的にその技術が製品に求められる性能を満たすことが可能か否かを的確に判断する必要がある。なぜなら、開発者は自らの技術を過信し、安易に期待を膨らませてしまう傾向があり、私自身もその苦い経験を持つ一人である。次に開発者は、設計者にその設計仕様を的確に伝え、設計者は開発者の意図を十分理解したうえで設計作業を行わなければならない。このとき、設計した部品を加工者がどのような手順で加工し、どのようにすれば比較的容易に精度を高めることが可能かを考慮しなければならず、自ら判断が困難な場合は、加工者と打ち合わせを重ね、お互い無理がないことを確認し合うことが重要である。その上で、加工者は、設計者の要求、意図を形にしなければならぬが、加工途中で改善点等気付くことがあれば、速やかに設計者にフィードバックすることも有効である。

これらのプロセスを怠ると、開発者は、試作検証時に加工・組み立て精度に問題があることに気付かず、他の問題を深く追求するようになり、負のスパイラルに陥ってしまい、最悪は、問題解決に至る前に挫折してしまう。

苦しさと楽しさが同居し、ときには挫折を味わう「ものづくり」は、日本の産業発展には欠かせないテーマであり、私の些細な経験ながら、少しでも参考になれば幸いである。



三木伸一 (Shinichi Miki)
MSI.TOKYO 株式会社 (代表取締役) (〒182-0036 東京都調布市 飛田 給 1-3-10)。《趣味》ゴルフ。
E-mail : shinichi.miki@msi-tokyo.com