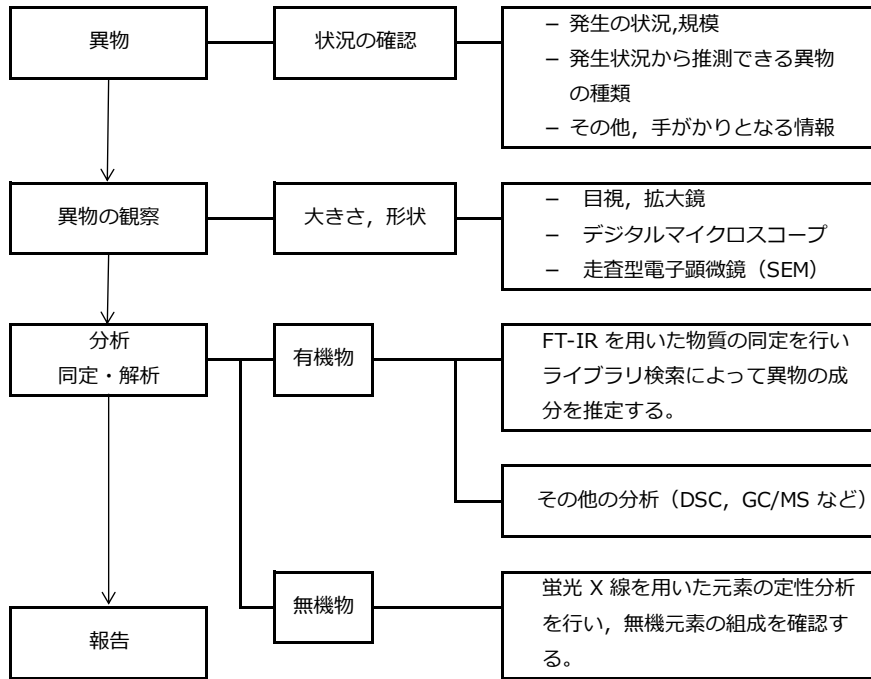


## 異物検査のご案内

当センターで実施している異物検査の分析方法についてご案内致します。

### (異物検査の分析フロー)

異物検査の流れをフローチャートに、異物検査で用いる主な装置を表に示します。



異物検査分析のフローチャート

### 異物検査で用いる主な装置と試料サイズ

使用機器	測定項目
デジタルマイクロスコープ, 走査型電子顕微鏡 (SEM)	拡大写真 (異物形状, 寸法測定)
フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR)	プラスチック, ゴム, 添加剤などの分析 (最小サイズ約 10 μm)
蛍光 X 線分析装置	金属, ガラス, 鉱物の分析 (最小サイズ約 1 mm)
示差走査熱量分析装置 (DSC)	融点測定によるグレードの判定など。(5~10 mg)
ガスクロマトグラフ質量分析装置 (GC-MS)	添加剤の同定 (約 1 g)

### (分析方法)

異物の特徴を正確に把握することは非常に重要です。異物がどのような形状なのか。いつ, どのような状況で混入したのか。どの位の規模で発生しているのか。何が予想されるかなどの情報は正確な分析方法を導くことが可能になるからです。

#### 1) 外観・形態観察

### ① デジタルマイクロスコープ(光学顕微鏡)

異物の外観・形態観察に用いる装置です。当センターでは最大 5 000 倍まで拡大できるデジタルマイクロスコープを所有していますので、通常の拡大鏡などでは確認が難しい異物に対してもデジタル処理によって鮮明に捕らえることができます。また、立体的に撮影することで表面の状態を確認することも可能です。

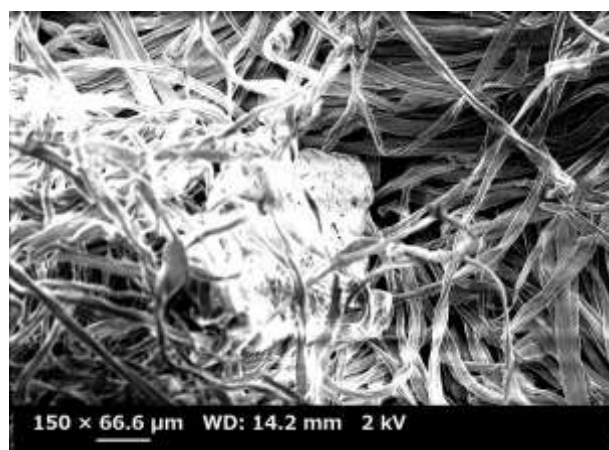


デジタルマイクロスコープ

### ② 走査型電子顕微鏡(SEM)

微小異物は、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察致します。当センターでは最大 100 000 倍まで対応しています。

SEM は電子線を用いるため、光学顕微鏡よりはるかに高い倍率で焦点深度が深い立体的な形態観察が可能です。



SEM を用いた測定の一例

### 2) フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)を用いた有機物質の材質鑑別

フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)は、干渉計で干渉光を試料にあてて得られるインターフェログラムと呼ばれる干渉波形を、フーリエ変換することによりスペクトルを得ることができ、材質鑑別を行う装置です。

適切な測定方法(下記、測定方法を参照下さい。)によって得られたデータを当センターが保有するライブラリと照合して材質の鑑別を行います。



フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)

### フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)の測定方法

測定方法	説明
フィルム透過法	FT-IR 測定方法で最も一般的な方法です。適切な方法で 10 μm 程度のフィルムを作製して測定します。
ATR 法	表面が平らで柔軟性のある試料及びフィルムに用いる方法です。特別な前処理がなく、試料(粉体、液体を含む)に直接接触させて測定します。
KBr 法	試料と KBr 粉末を混合して加圧によって錠剤を作製し、測定する方法です。粉末、熱硬化性樹脂、架橋ゴムなどの測定に用います。
赤外顕微鏡法	微小試料(10 μm 程度まで)の測定に用います。透過法、反射法、ATR 法で対応します。
乾留法	熱分解によって生成した乾留液を透過法で測定する方法です。主にゴムを測定するときに用います。

### 3) エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置

エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置は、試料中の元素成分の定性・定量分析に用いる装置です。試料に X 線を照射したときに発生する蛍光 X 線のエネルギー及び強度を解析することで、試料を構成する元素の組成情報を得ることができます。

ガラス、金属などの無機系の異物の他に、液体、粉末を非破壊で分析することが可能です。



エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置

### 4) ガスクロマトグラフ質量分析装置(GC-MS)

ガスクロマトグラフ質量分析装置(GC-MS)は、有機化合物(特に低分子量成分)の定性・定量分析を行う装置です。装置の分離カラムに気化したガスを送り、溶解性・親和性・吸着性などの違いによって試料中の各成分が分離され、質量分析計(MS)で各成分の質量数(m/z)を検出し、得られたクロマトグラム及びマススペクトルから有機化合物の定性及び定量分析を行います。

当センターでは高分子添加剤の分析、異物(不純物)の定性分析を行います。



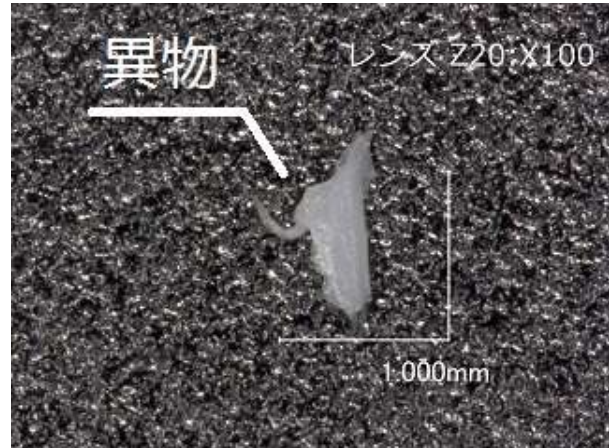
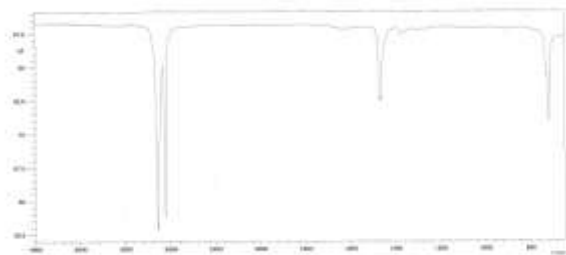
ガスクロマトグラフ質量分析装置(GC-MS)

### (分析事例)

ここでは、いくつかの分析例についてご紹介致します。

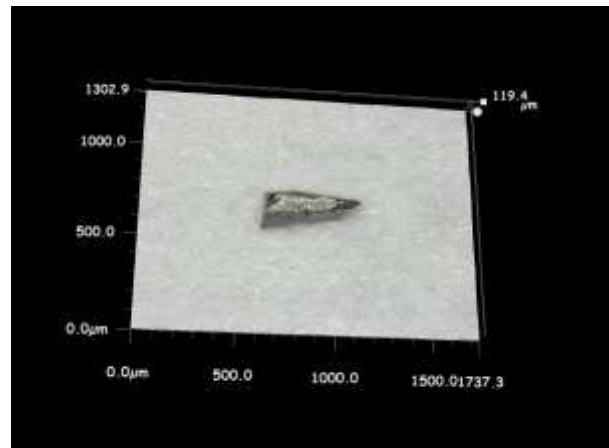
#### (事例 1) 食品の中に異物が混入していた。

食品の中に異物が混入しており、異物の種類を確認した事例です。食品に混入していた大きさ約 1 mm の異物を取り出し、FT-IR(ATR 法)を用いて確認したところ、異物の材質がポリエチレン樹脂であることを確認致しました。



#### (事例 2) 材料の中に金属片が混入していた。

プラスチックの成形品に異物が埋没しており、形状を確認したときの事例です。成形品から埋没していた異物を取り出し、デジタルマイクロスコープを用いて異物の観察を行いました。写真は、通常の拡大写真ではなく、表面状態をイメージしやすくするために 3D 処理したものです。

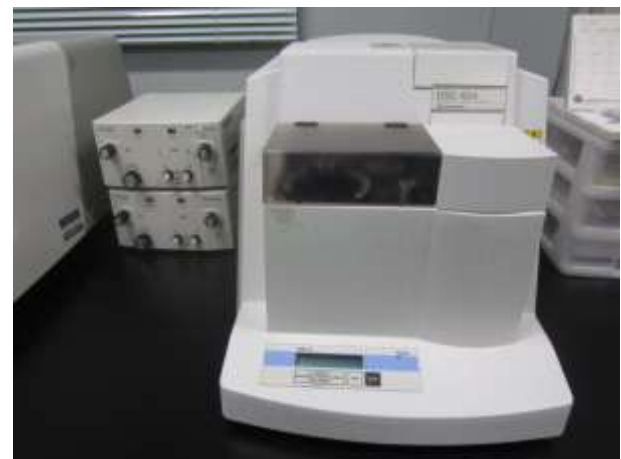


デジタルマイクロスコープを用いた測定の一例

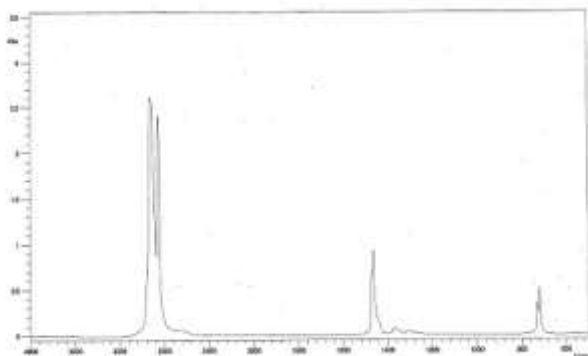
#### (事例 3) 現行のロット分から製品が割れやすくなった。

最近製造したプラスチック製の成形品(ポリエチレン樹脂)に割れが多発する事例を検討致しました。

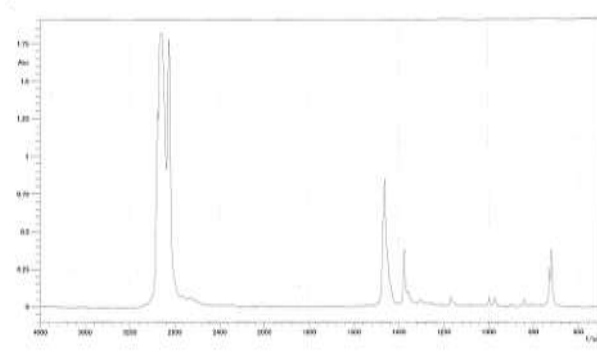
従来品に用いられていた材料と現行品の材料とを入手し、FT-IR を用いて材質を確認したところ、現行品からは PP 樹脂の特徴を裏付ける吸収が認められました。次に DSC で融点を確認したところ、現行品はポリエチレン樹脂以外の融点を確認しました。この融点は、ポリプロピレン樹脂の融点と一致していることから、ポリプロピレン樹脂の混入を明確にすることができました。



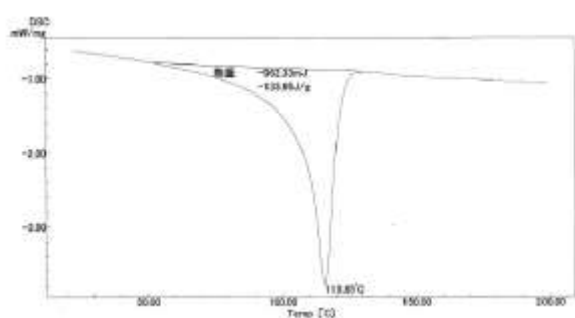
## 示差走査熱量分析装置(DSC)



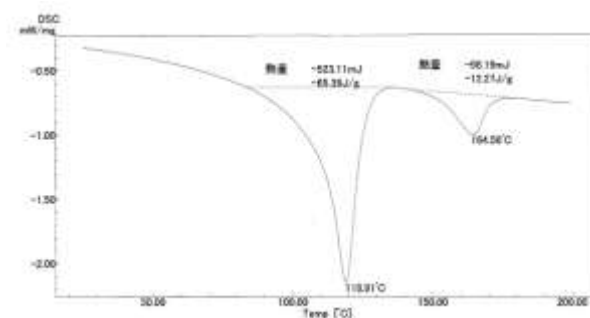
FT-IR の結果(従来品)



FT-IR の結果(現行品)



DSC の結果(従来品)



DSC の結果(現行品)

その他の装置を用いた分析方法もございますので、下記までお問い合わせ下さい。

### (お問い合わせ先)

お問い合わせは、お電話、メールでご連絡下さい。来所によるご相談も承っております。

(東京) 〒135-0062 東京都江東区東雲 2-11-17 TEL: 03-3527-5115 FAX: 03-3527-5116

(大阪) 〒577-0065 大阪府東大阪市高井田中 1-5-3 東大阪市立産業技術支援センター内  
TEL: 06-6788-8134 FAX: 06-6788-7891

(メール) [メールによるお問い合わせ](#)